



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

**Escrutinio de drogas, sustancias tóxicas e  
irritantes en muestras diversas**

PROCEDIMIENTO DE  
OPERACIÓN NORMADO  
ESPECIFICO

**P-DCF-ECT-QUI-053**

VERSIÓN: 07

Rige desde: 24/11/2023

PAGINA: 1 de 26

<p><b>Elaborado o modificado por:</b></p> <p><b>Licda. Beatriz Guerrero Gamboa</b> Perito Judicial 2</p> <p><b>M Sc. Manuel Oreamuno Zepeda</b> Perito Judicial 2</p> <p><b>Dipl. Susana Alfaro Soto</b> Técnico Especializado 6</p>	<p><b>Revisado por Líder Técnico:</b></p> <p><b>M Sc. Jorge Cartín Elizondo</b> Líder Técnico de Unidad QTV Sección Química Analítica</p>
<p><b>Visto Bueno Encargado de Calidad:</b></p> <p><b>Licda. Ginnette Amador Godoy</b> Encargada de Calidad</p>	<p><b>Aprobado por:</b></p> <p><b>Licda. Patricia Fallas Meléndez</b> Jefa de Sección de Química Analítica</p>

### CONTROL DE CAMBIOS A LA DOCUMENTACIÓN

<b>Versión</b>	<b>Fecha de Aprobación</b>	<b>Fecha de Revisión</b>	<b>Descripción del Cambio</b>	<b>SCD</b>	<b>Solicitado por</b>
01	31/01/2018	23/12/2020	Versión Inicial del Procedimiento	02-18	PFM
02	23/12/2020	08/03/2021	- Aumento de la cantidad de sustancias tóxicas del alcance - Inclusión del uso de estándar interno - Mejora de los criterios de identificación - Mejora de las condiciones cromatográficas - Inclusión de la técnica SEM EDX entre las pruebas iniciales	29-20	PFM



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

**Escrutinio de drogas, sustancias tóxicas e  
irritantes en muestras diversas**

PROCEDIMIENTO DE  
OPERACIÓN NORMADO  
ESPECIFICO

**P-DCF-ECT-QUI-053**

VERSIÓN: 07

Rige desde: 24/11/2023

PAGINA: 2 de 26

03	08/03/2021	29/04/2022	- Inclusión adendum del informe de validación de lacrimógenos - Aumento alcance con lacrimógenos - Modificación del nombre del PON - Correcciones menores.	05-21	PFM
04	29/04/2022	12/08/2022	- Se incluye semicuantificación de bebidas alcohólicas - Se incluye anexo con base de datos de UV - Acciones correctivas por Auditoría Interna 2022	04-22	MOZ
05	12/08/2022	15/02/2023	- Se aumenta el alcance a AINES - Se incluye una marcha analítica por sustancias tóxicas e irritantes - Se elimina la técnica SEM EDX de las pruebas iniciales	08-22	MOZ
06	15/02/2023	24/11/2023	- aumento de sustancias incluidas en el alcance QuEChERS-GC/MS	01-23	PFM
07	24/11/2023		- se incluye ketamina por Raman	06-23	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**

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 07	PAGINA: 3 de 26
Escrutinio de drogas, sustancias tóxicas e irritantes en muestras diversas	P-DCF-ECT-QUI-053	

## 1 Objetivo:

Determinación cualitativa de sustancias tóxicas (drogas, plaguicidas, inductores del sueño y otras sustancias tóxicas) y sustancias irritantes.

## 2 Alcance:

Este procedimiento describe una marcha analítica para la determinación de drogas, sustancias tóxicas e irritantes que puede dirigir a PON específicos. Se incluye una metodología por ATR-FTIR y Raman para la determinación directa de sustancias tóxicas.

Este procedimiento describe una metodología por QuEChERS- GC/MSD, modificada a partir del método oficial para residuos de plaguicidas EN 15662-2008, para la determinación cualitativa de plaguicidas, inductores del sueño, drogas, otras sustancias tóxicas y de lacrimógenos (Ver listado de sustancias en el Anexo 01).

La metodología por drogas y sustancias tóxicas puede ser aplicada a: medicamentos (tabletas, cápsulas, inyectables, jarabes, entre otros); formulaciones de plaguicidas (concentrados emulsionables "EC", concentrados solubles "SL", granulados "GR", polvos solubles "SP", entre otros); agua y bebidas (alcohólicas y no alcohólicas) cuestionados por el dopado con sustancias tóxicas y aplicadores de algodón. Su aplicación en alimentos sólidos y bebidas diferentes a cerveza requiere preferiblemente de un control positivo en matriz para verificar recuperación.

La metodología por sustancias irritantes puede ser aplicada a: aplicadores de algodón, prendas de vestir impregnadas de lacrimógenos, granadas antidisturbios y aerosoles de defensa personal, entre otras muestras.

No forman parte del alcance de este procedimiento la determinación de sustancias tóxicas clasificadas como armas químicas de guerra, toxinas, ni aquellas sustancias tóxicas indicadas explícitamente como fuera del alcance en el Anexo 01.

## 3 Referencias:

**3.1** EN 15662 "Determination of pesticide residues using GC-MS and/or LC-MS/MS following acetonitrile extraction/partitioning and clean-up by dispersive SPE-QuEChERS-method", 2008.

**3.2** Validación de la metodología para la determinación cualitativa de AINE 's por ATR-FTIR y Raman, Informe de validación 002-QUI-VAL-2022.

**3.3** Validación de la metodología para la determinación cualitativa de aletrina, resmetrina, permetrina, ciflutrina, cipermetrina y deltametrina por QuEChERS – GC/MSD en productos comerciales, Adendum 017-QUI-VAL-2020 al Informe de validación 003-QUI-VAL-2018.

**3.4** Validación de la metodología para la determinación cualitativa de aletrina, resmetrina, permetrina, ciflutrina, cipermetrina y deltametrina por QuEChERS – GC/MSD en productos comerciales, Informe de validación 003-QUI-VAL-2018.

**3.5** [Validación de la metodología para la determinación cualitativa de azúcares \(sacarosa, dextrosa, fructuosa y lactosa\) por ATR-FTIR, Informe de validación 023-QUI-VAL-2019.](#)

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 07	PAGINA: 4 de 26
Escrutinio de drogas, sustancias tóxicas e irritantes en muestras diversas	P-DCF-ECT-QUI-053	

**3.6** Validación de la metodología para la determinación cualitativa de diclorvós, mevinfós, tionazín, dimetoato, carbofurán, terbufós, metilclorpirifós, fenclorvós, etilparatión, protiofós, etión, carbofenotión, tetrametrina, carbofurán, metilazynfós, etilazynfós, permetrina, coumafós y deltametrina por QuEChERS – GC/MSD en jugo de manzana y cerveza, Informe de validación 001-QUI-VAL-2019 B.

**3.7** Validación de la metodología para la determinación cualitativa de etoprofós, clorpirifós, diazinón, forato, malatión y metilparatión por QuEChERS – GC/MSD en jugo de manzana y cerveza, Informe de validación 001-QUI-VAL-2019 A.

**3.8** Validación de la metodología para la determinación cualitativa de ketamina HCl por espectroscopía Raman, Informe de validación 008-QUI-VAL-2023.

**3.9** Validación de la metodología para la determinación cualitativa de lacrimógenos por QuEChERS – GC/MSD, Informe de validación 008-QUI-VAL-2018.

**3.10** Validación de la metodología para la determinación cualitativa de lacrimógenos por QuEChERS – GC/MSD, Adendum 005-QUI-VAL-2021 al Informe de validación 008-QUI-VAL-2018.

**3.11** Validación de la metodología para la determinación cualitativa de LSD en papel secante y gomitas por QuEChERS – GC/MSD, Informe de validación 006-QUI-VAL-2022.

**3.12** Validación de la metodología para la determinación cualitativa de otras sustancias tóxicas derivatizables y no derivatizables, en cerveza por QuEChERS – GC/MSD, Informe de validación 007-QUI-VAL-2022.

**3.13** Validación de la metodología para la determinación cualitativa de sales inorgánicas peligrosas y comunes por ATR-FTIR, Raman, Informe de validación 001-QUI-VAL-2022.

**3.14** Validación de la metodología para la determinación cualitativa de somníferos y drogas tóxicas por QuEChERS- GCMSD – drogas no derivatizables en cerveza imperial, Informe de validación 008-QUI-VAL-2020.

**3.15** Validación de la metodología para la determinación cualitativa de sustancias tóxicas derivatizables por QuEChERS- GCMSD en cerveza imperial, Informe de validación 003-QUI-VAL-2020.

**3.16** Validación de la metodología para la determinación cualitativa de THC en brownie, gomitas por QuEChERS – GC/MSD, Informe de validación 008-QUI-VAL-2022.

**3.17** Validación de la metodología para la determinación cualitativa y semicuantitativa de etanol y metanol en bebidas alcohólicas por espectroscopía FTIR/ATR, Informe de validación 016-QUI-VAL-2021.

#### **4 Equipos y Materiales:**

##### **4.1 Equipo instrumental:**

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 07	PAGINA: 5 de 26
Escrutinio de drogas, sustancias tóxicas e irritantes en muestras diversas	P-DCF-ECT-QUI-053	

- Agitador de vórtice estándar con regulador de la intensidad de agitación o similar
- Balanza analítica (rango de 0,0001 a 200 g; menor división 0,0001 g) o similar
- Balanza granataria (rango de 0,01 a 500 g; menor división 0,01 g) o similar
- Campana extractora de humos estándar
- Centrífuga para tubos de 15 mL y 50 mL de hasta 3000 rcf y temporizador o similar
- Cromatógrafo de gases con detector de masas Agilent 7890A-5975C, con columna HP5-MSUI de 30 m de longitud con 0,25 mm de diámetro interno y un grosor de filme de fase estacionaria de 0,25  $\mu\text{m}$  y gas de arrastre de helio, internamente identificado GCMSD02
- Espectrofotómetro UV Cary 60 que permita leer entre 190 nm y 380 nm o similar
- Espectrómetro ATR-FTIR Thermo Nicolet iS5 con accesorios iD7 ATR que permita leer entre 4000  $\text{cm}^{-1}$  y 525  $\text{cm}^{-1}$
- Espectrómetro Raman Metrohm Instant Mira M-3 que permita leer entre 400  $\text{cm}^{-1}$  y 2000  $\text{cm}^{-1}$
- Evaporador / concentrador con nitrógeno regulable a 1,0 mL/min  $\pm$  0,1 mL/min, con flujo tangencial y baño de agua a 40  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$  o similar
- Horno con regulador de temperatura que alcance 70  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$  y temporizador o similar
- pH-metro, con electrodo de vidrio que permita leer pH de 1 a 14 unidades de pH, con una presión de al menos 0,1 unidades de pH

#### 4.2 Materiales y Cristalería:

- Balones aforados de 5 mL, 10 mL y 25 mL, clase A
- Caja de cartón o láminas de cartón y/o lentes de seguridad para rayos láser
- Formulario Departamental "Solicitud de préstamo de equipo pericial a nivel interno del DCF" P-DCF-GCT-JEF-07-R1
- Formulario de Sección "Evaluación de Resultados por ATR-FTIR y Raman", código P-DCF-ECT-QUI-034-R02
- Formulario de Sección "Evaluación de secuencia por GC/MSD" código P-DCF-ECT-QUI-034-R01
- Formulario de Sección "Hoja de control por GC/MSD" código P-DCF-ECT-QUI-034-R03
- Formulario de Sección "Resultados semicuantitativos y preliminares de licores", código P-DCF-ECT-QUI-034R14
- Guantes de nitrilo SOLVEX 37-145 o superior
- Guantes de protección química, descartables, de nitrilo
- Insertos para viales de 1,5 mL o similar
- Lámpara de luz UV de onda corta y larga
- Mascarilla buconasal o cara completa con filtro 3M 6003 ó mascarilla cara completa con cartucho 3M 450-02-11R06 o equivalente
- Micro-cucharas de polipropileno, antiestáticas para el dispensado de polvos, de diferentes tamaños (1/128 de cucharadita, 6-10 mg, 10-15 mg y 25-30 mg)
- Micropipetas automáticas diferentes volúmenes (10,0  $\mu\text{L}$  a 5000  $\mu\text{L}$ )
- Mortero con pistilo o similar
- Papel aluminio
- Papel o cinta de pH amplio ámbito 0 – 13, cada 1 unidad de pH o similar
- Probetas verificadas de diferentes capacidades (100 mL a 1L)
- Tapa rosca de baquelita y septa de teflón, Supelco 27141 o equivalente

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 07	PAGINA: 6 de 26
Escrutinio de drogas, sustancias tóxicas e irritantes en muestras diversas	P-DCF-ECT-QUI-053	

- Tela blanca de algodón limpia
- Tubos cónicos de extracción de polipropileno, de 15 mL
- Tubos cónicos de extracción de polipropileno, de 50 mL
- Tubos de fondo redondo de vidrio, de 5 mL, Thermo Scientific 5-SV o equivalente
- Tubos vacíos para extracción en fase sólida dispersiva (d-SPE) de 2 mL
- Viales ámbar de vidrio, sililizados de 4 mL, rosca 13-425
- Viales de 1,5 mL para el automuestreador del cromatógrafo (transparentes y ámbar)
- Viales claros para medición por Raman 15 x 26 w/13-425, en dispositivo O4, o similar

## 5 Reactivos y Materiales de Referencia:

### 5.1 Reactivos:

- Absorbente amina primaria y secundaria (PSA), calidad QuEChERS
- Absorbente C18EN, calidad QuEChERS
- Absorbente carbón negro grafitizado (GCB), calidad QuEChERS
- Absorbente clean screen C<sub>8</sub>/ácido bencensulfónico (CSDAU), calidad extracción en fase sólida
- Acetato de etilo, grado cromatográfico
- Acetona, grado cromatográfico
- Acetonitrilo, grado cromatográfico
- Agua desionizada o destilada
- Metanol, grado cromatográfico
- Mezcla de absorbentes 19+1 (Ver preparación en Anexo 02)
- Mezcla de absorbentes 59+1 (Ver preparación en Anexo 02)
- Mezcla de sales EN15662 (MgSO<sub>4</sub> 4,0 g; NaCl 1,0 g; citrato sódico tribásico dihidrato 1,0 g y citrato sódico dibásico sesquihidrato 0,5 g).
- MgSO<sub>4</sub> anhidro, calidad QuEChERS
- N,O-bis(trimetilsilil)trifluoroacetamina (BSTFA), grado cromatográfico, preferiblemente con 1% de trimetilclorosilano (TMCS)
- N-*tert*-butildimetilsilil-N-metiltrifluoroacetamida (MTBSTFA, grado cromatográfico, preferiblemente con 1% de *tert*-butildimetilclorosilano
- Tolueno, grado cromatográfico
- Tubos para extracción en fase sólida dispersiva (d-SPE) de 2 mL con 25 mg C18 y 150 mg de 19+1
- Tubos para extracción en fase sólida dispersiva (d-SPE) de 2 mL con 25 mg C18 y 150 mg de 59 + 1
- Tubos para extracción en fase sólida dispersiva (d-SPE) de 2 mL con 25 mg CSDAU y 150 mg de 19+1
- Tubos para extracción en fase sólida dispersiva (d-SPE) de 2 mL con 25 mg PSA y 150 mg de 19+1
- Tubos para extracción en fase sólida dispersiva (d-SPE) de 2 mL con 25 mg ó 50 mg PSA y 150 mg de 59 + 1

**Nota No. 1:** Los tubos para extracción en fase sólida dispersiva (d-SPE) se pueden utilizar los comprados o se pueden preparar en el laboratorio mezclando para cada uno las proporciones en mg correspondientes.

### 5.2 Materiales de referencia:

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 07	PAGINA: 7 de 26
Escrutinio de drogas, sustancias tóxicas e irritantes en muestras diversas	P-DCF-ECT-QUI-053	

- Disolución de trabajo niveles de calibración (Ver preparación en Anexo 02)
- Disolución intermedia, una para cada grupo de analitos a incluir en el o los controles positivos (Ver preparación en Anexo 02)
- Disolución intermedia de antraceno en acetonitrilo 0,100 mg/mL (Ver preparación en Anexo 02)
- Disolución intermedia de oxazepam-D<sub>5</sub> en acetonitrilo 0,0250 mg/mL (Ver preparación en Anexo 02)
- Disolución intermedia de prazepam en acetonitrilo 0,200 mg/mL (Ver preparación en Anexo 02)
- Disolución intermedia de tetrafeniletieno en acetato de etilo 0,150 mg/mL (Ver preparación en Anexo 02)
- Disolución intermedia de tetrafeniletieno en acetonitrilo 0,150 mg/mL (Ver preparación en Anexo 02)
- Disolución madre de antraceno en tolueno, 2,00 mg/mL (Ver preparación en Anexo 02)
- Disolución madre de prazepam en acetonitrilo, 2,00 mg/mL (Ver preparación en Anexo 02)
- Disolución madre de tetrafeniletieno en tolueno, 2,00 mg/mL (Ver preparación en Anexo 02)
- Disolución madre individual de cada uno de los analitos a incluir como controles positivos, preferiblemente a 2,00 mg/mL (ver preparación en Anexo 02)
- Material de referencia de antraceno, grado mínimo estándar analítico
- Material de referencia de prazepam, grado mínimo estándar analítico
- Material de referencia de tetrafeniletieno, grado mínimo estándar analítico
- Material de referencia en disolución (1,00 mg/mL en metanol) de oxazepam-D<sub>5</sub>, grado mínimo material de referencia certificado
- Material de referencia puro (grado mínimo estándar analítico), ó material de referencia en disolución (por ejemplo 1,00 mg/mL, grado mínimo material de referencia certificado) de cada analito a incluir en el o los controles positivos necesarios.

**Nota No. 2:** La verificación al momento de la apertura y verificación intermedia, de los materiales de referencia y de reactivos considerados críticos se realiza como se establece en el PON de Gestión de casos de Sección Química Analítica, vigente, en el apartado "Gestión de materiales de referencia (MR) cualitativos y cuantitativos – subapartado Apertura de materiales de referencia" y el apartado "Aseguramiento de la calidad en análisis cualitativos y cuantitativos – subapartado Selección, verificación y uso de controles de análisis".

## 6 Condiciones Ambientales:

No.	Condición ambiental	Valor mínimo	Valor máximo	Otras características
1	Ver PON de Gestión de casos de la Sección de Química Analítica, vigente,	No Aplica	No Aplica	No Aplica



DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 07	PAGINA: 8 de 26
Escrutinio de drogas, sustancias tóxicas e irritantes en muestras diversas	P-DCF-ECT-QUI-053	

apartado "6. Condiciones ambientales"			
---------------------------------------	--	--	--

## 7 Procedimiento:

### 7.1 Determinación de masa:

**7.1.1** Realice, como se indica en el PON de Determinación de masa versión vigente, la determinación de masa en una balanza granataria para las muestras recibidas cuando se trata de drogas psicotrópicas, estupefacientes y medicamentos o cuando la Autoridad Judicial así lo solicite y el ensayo pueda realizarse de forma segura.

**Nota No. 3:** Si la determinación de masa no puede realizarse por un tema de seguridad se debe anotar en el proceso de Datos y Resultados

**7.1.2** Registre los resultados de masa en el grupo de análisis "QTV – determinación masa" ó "QTV – estimación masa >10" y registre los datos del cálculo hipergeométrico en el grupo de análisis "QDR>10 – Estimación masa o K (gramos)" o equivalente según corresponda.

**7.1.3** Incluya en el Dictamen como un resultado únicamente la masa de drogas (materiales sólidos y fragmentos). No se incluye para medicamentos.

**Nota No. 4:** En el PON de Gestión de Casos de la Sección de Química Analítica, vigente, en el apartado "Aspectos específicos de registros en el SADCF" se dan indicaciones sobre el registro y reporte de las masas.

### 7.2 Marcha analítica para el escrutinio de sustancias tóxicas e irritantes:

**Nota No. 5:** Las muestras que se reciben en la Unidad de Sustancias Tóxicas tienen diversos orígenes y contener cualquier sustancia química, por lo que, para enfocar mejor el análisis a realizar y por medidas de seguridad química puede ser importante realizar pruebas iniciales a menos que se tenga claro el analito o familia de analitos requerido por la Autoridad Judicial, o que, por la peligrosidad del material recibido, no sea recomendable. Estas pruebas iniciales permitirán aportar información analítica para decidir si el analista se dirige a otros procedimientos específicos o se continúa con la determinación por QuEChERS-GC/MSD descrita en este procedimiento.

**Nota No. 6:** La verificación y condiciones de operación de los equipos instrumentales pHmetro, UV, ATR-FTIR y Raman, se especifican en el PON de Gestión de Casos de la Sección de Química Analítica, vigente, apartado 7.2 y 7.11 respectivamente.

**7.2.1** Diríjase al PON de Gestión de Casos de la Sección de Química Analítica, vigente, apartado "7.9 Criterios de Selección del PON específico y análisis de casos", de tener claro el analito o familia de analitos requerido por la Autoridad Judicial, caso contrario seleccione y aplique las pruebas iniciales requeridas pH, UV, ATR-FTIR y/o Raman.

**7.2.2** Aplique lo establecido en el PON de Gestión de casos de la Sección de Química Analítica en cuanto a los parámetros de adquisición.



DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 07	PAGINA: 9 de 26
Escrutinio de drogas, sustancias tóxicas e irritantes en muestras diversas	P-DCF-ECT-QUI-053	

**Nota No. 7:** Un valor de pH menor de 3 o mayor de 10 permite indicar la presencia de una sustancia corrosiva o de una sal inorgánica de cianuro.

**7.2.3** Compare los espectros UV, ATR-FTIR y/o Raman obtenidos contra las bases de datos espectrales de la Sección o las bases comerciales disponibles.

**7.2.4** Registre los resultados de las pruebas iniciales en el SADCF, en el grupo de análisis de pruebas iniciales correspondiente de la funcionalidad "Registro de datos y resultados de los análisis". Firme e incorpore en el legajo de cada caso los espectros y las comparaciones con las bases de datos.

**7.2.5** Decida, como perito responsable, a partir de los resultados obtenidos de las pruebas iniciales:

- De detectar una sustancia incluida en el alcance de algún PON técnico específico, dirigirse al PON técnico específico.
- De detectar una sustancia incluida en el alcance de este PON por la técnica ATR-FTIR ó Raman proceda a completar el esquema analítico. Ver Nota siguiente.

**Nota No. 8:** El esquema analítico de las sustancias de la primera fila se considera completo por ATR-FTIR y Raman. Para la ketamina HCl debe completarse con el ensayo de color de Mandelin como se establece en el PON de Gestión de casos de la Sección. El esquema analítico de las azúcares debe completarse como se indica en el PON de Análisis cualitativo de sales inorgánicas y azúcares.

**Cuadro I:** Sustancias incluidas en el alcance por las técnicas ATR-FTIR y Raman.

Sustancias incluidas en el alcance del análisis cualitativo por ATR-FTIR y Raman	acetaminofén, ibuprofeno, diclofenaco sódico, indometacina, bicarbonato de sodio, carbonato de litio, nitrato de amonio, nitrito de sodio, perclorato de potasio y óxido de arsénico (III)
Sustancias incluidas en el alcance del análisis cualitativo solo por Raman	ketamina HCl
Sustancias incluidas en el alcance del análisis cualitativo por ATR-FTIR	Sacarosa, fructuosa, glucosa y lactosa

**Nota No. 9:** Las bandas características de las sustancias incluidas en alcance se encuentran en el "Formulario Evaluación de Resultados por FTIR-ATR y Raman".

**Nota No. 10:** La determinación de ketamina HCl en los frascos de disolución inyectable 100 mg/mL se puede realizar directamente del frasco de vidrio transparente o en el caso de frascos de vidrio ámbar se debe verter al menos 0,5 mL en el vial de Raman para la lectura.

- De no detectar por las técnicas UV, ATR-FTIR o Raman, continúe con la determinación por QuEChERS – GC/MSD.

**Nota No. 11:** Debido a la baja sensibilidad de las técnicas Raman y ATR-FTIR, un resultado negativo requiere de un análisis adicional por QuEChERS-GC/MSD.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 07	PAGINA: 10 de 26
Escrutinio de drogas, sustancias tóxicas e irritantes en muestras diversas	P-DCF-ECT-QUI-053	

**Nota No. 12:** Si mediante pruebas iniciales se obtienen resultados que indican que la muestra recibida no se encuentra en el alcance de la metodología vigente se puede detener los análisis previa discusión y aprobación del líder técnico. El resultado en el Dictamen Pericial se puede indicar como: *"Mediante pruebas iniciales realizadas se determinó que la muestra no corresponde a las sustancias incluidas en el alcance de las metodologías de escrutinio de la Sección de Química Analítica"*.

Ejemplos de estas situaciones son los siguientes:

- La determinación mediante un infrarrojo directo de una tableta, que nos indica como IA una sustancia (por comparación con una base de datos comercial) no incluida en el alcance, por ende, es una tableta de potencia alta (e.g. 500 mg/tab) y que no corresponde a una sustancia psicoactiva ni tóxica.
- La determinación mediante el escrutinio de drogas no derivatizables de una tableta que nos indica como IA una sustancia (por comparación con una base de datos comercial) no incluida en el alcance y que no corresponde a una sustancia psicoactiva ni tóxica.

### 7.2.6 Determinación cualitativa y semicuantitativa de etanol y metanol por ATR-FTIR en bebidas alcohólicas:

**Nota No. 13:** La determinación semicuantitativa de etanol y/o metanol sirve de criterio para definir la dilución a aplicar previo a la extracción de sustancias tóxicas por QuEChERS descrita en 7.4 para obtener una concentración de etanol no mayor de 10 mL/100mL.

**7.2.6.1** Utilice el Formulario "Evaluación de Resultados por ATR-FTIR y Raman" versión vigente para verificar la presencia de etanol o metanol en la bebida y el Formulario "Resultados semicuantitativos y preliminares de licores" para obtener el valor semicuantitativo del alcohol, si se sospecha de una bebida alcohólica.

**7.2.7** Complete el formulario "Evaluación de resultados por FTIR-ATR y Raman" versión vigente.

**7.2.8** Analice los resultados obtenidos con los criterios de aceptación y rechazo que se establecen en el apartado 8.

**7.2.9** Registre los resultados en el grupo de análisis "QTV - AINES" de la funcionalidad "Registro de datos y resultados de los análisis".

### 7.3 Determinación cualitativa de sustancias tóxicas e irritantes por QuEChERS – GC/MSD:

#### 7.3.1 Controles mínimos:

**7.3.2** Seleccione para cada objeto recibido el o los escrutinios a realizar, siguiendo las recomendaciones del PON de Gestión de Casos de la Sección de Química Analítica, vigente, en el apartado "Criterios de Selección del PON específico y análisis de casos".

**Nota No. 14:** En el caso de tener un resultado positivo en un escrutinio realizado, puede omitirse la realización de los otros escrutinios recomendados.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 07	PAGINA: 11 de 26
Escrutinio de drogas, sustancias tóxicas e irritantes en muestras diversas	P-DCF-ECT-QUI-053	

**7.3.3** Prepare un **blanco de reactivos** (BR) como control negativo por cada grupo de hasta 12 preparaciones de muestras a extraer.

**7.3.4** Prepare, en el caso de prendas de vestir, de forma preferible, un **control adicional** (CA), correspondiente a un trozo de la prenda de otra zona, de un tamaño similar a la parte cuestionada y analice como una muestra.

**7.3.5** Prepare de forma opcional (línea punteada en el diagrama) y de ser posible, un **control negativo en matriz** (CNM) por ejemplo, una muestra comercial similar a la cuestionada.

**7.3.6** Prepare de forma opcional, un **control positivo en matriz** (CPM), dopando a un nivel de calibración una muestra comercial similar a la cuestionada y analice como una muestra. Se sugiere utilizar un nivel 5. En lugar del producto comercial puede doparse otra porción de la muestra cuestionada.

**Nota No. 15:** El CNM y el CPM son especialmente importantes para dar mayor sustento analítico a los resultados negativos en muestras cuestionadas en matrices no incluidas en la validación de la metodología.

**7.3.6.1** Prepare la o las disoluciones intermedias requeridas como **control positivo** para cada escrutinio seleccionado. Prepare, dentro del intervalo de linealidad validado, un nivel bajo (nivel 3) y un nivel alto (nivel 8) de calibración a partir de la disolución intermedia, como se establece en el Anexo 02.

**Nota No. 16:** En caso de que al aplicar la metodología de escrutinio se detecte una sustancia no incluida en el alcance de la metodología y se disponga de material de referencia, prepare los niveles de calibración 3, 5 y 8 asumiendo una concentración de la disolución intermedia de 50,0 mg/L u otra según los resultados obtenidos para este otro analito.

**7.3.6.2** Prepare cada muestra por duplicado, cuando se disponga de cantidad suficiente, y que se trate de una sola unidad por objeto. Cuando las unidades por objeto muestreadas o seleccionadas para analizar sean más de una, se analiza una sola vez cada unidad.

**Nota No. 17:** En caso de presentaciones farmacéuticas o plaguicidas **con rotulación de fábrica**, no es necesario realizar la muestra por duplicado.

#### **7.4 Toma de muestra, extracción, limpieza por QuEChERS y preparación para análisis por GC/MSD:**

**7.4.1** Establezca la cantidad de muestra que se toma para análisis dependiendo del tipo de muestra recibida:

- **Forma farmacéutica líquida o una formulación líquida de plaguicida:** Se agrega al tubo de extracción de 15 mL en 7.4.2 por ejemplo 50 uL. Luego de realizar la extracción (7.4.4) se transfiere al tupo de d-SPE en 7.4.6 una alícuota determinada en la siguiente ecuación que al diluirse en el volumen de 1,5 mL resulte en una concentración de inyección en el cromatógrafo equivalente al menos a un nivel 10.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 07	PAGINA: 12 de 26
Escrutinio de drogas, sustancias tóxicas e irritantes en muestras diversas	P-DCF-ECT-QUI-053	

$$\text{conc Nivel 10 en } \frac{\text{ug}}{\text{mL}} \times \frac{1500 \text{ uL } 7.4.6}{50 \text{ uL form líquida}} \times \frac{2 \text{ mL disln. } 7.4.4}{\text{mg } \frac{IA}{\text{mL form}}} = \text{uL alícuota } 7.4.6$$

**Ecuación 1:** Fórmula para el cálculo de la alícuota a tomar en 7.4.6 cuando la muestra corresponde a una forma farmacéutica líquida o una formulación líquida de un plaquicida.

- **Forma farmacéutica sólida:** se toma la tableta entera o una fracción y se tritura hasta consistencia de polvo fino. Se agrega al tubo de extracción de 15 mL en 7.4.2 con una micro-cuchara por ejemplo 10 mg del polvo. Luego de realizar la extracción (7.4.4) se transfiere al tupo de d-SPE en 7.4.6 una alícuota determinada en la siguiente ecuación que al diluirse en el volumen de 1,5 mL resulte en una concentración de inyección en el cromatógrafo equivalente al menos a un nivel 10.

$$\text{conc Nivel 10 en } \frac{\text{ug}}{\text{mL}} \times \frac{1500 \text{ uL } 7.4.6}{10 \text{ mg microcuchara}} \times \frac{2 \text{ mL disln. } 7.4.4}{\text{ug I. A. por tab.}} \times \text{mg } 1 \text{ tab.} = \text{uL alícuota } 7.4.6$$

**Ecuación 2:** Fórmula para el cálculo de la alícuota a tomar en 7.4.5 cuando la muestra corresponde a una forma farmacéutica sólida.

- **Alimento sólido húmedo (>50% agua):** deberá calcularse a partir de la humedad del alimento, la cantidad equivalente a no más de 0,4 g de alimento seco y la cantidad de agua a agregar.
- **Aplicadores:** se coloca únicamente el algodón directamente en el tubo de 15 mL.
- **Bebida alcohólica:** Se diluye de ser necesario (ver 7.2.6 y Nota No. 6) con agua destilada hasta una concentración aproximada de 10 mL/100mL de etanol y se toma 2 mL de bebida o bebida diluida en 7.4.2.
- **Granadas:** Solicite obligatoriamente la desactivación de las granadas nuevas de mano para escopeta tipo "chufkais", a personal técnico de la Unidad Especializada de Intervención (UEI), de la Sección Fuerza 10 del Ministerio de la Presidencia, antes de proceder con el análisis. Se realiza un lavado del soporte con acetato de etilo y se toma para análisis aprox. 50 uL.
- **Prendas de vestir:** Si se trata de prendas de vestir cuestionadas por lacrimógenos, se examina visualmente las muestras cuestionadas por manchas de un tono rojo, rojo-naranja o rosado. Se examina de ser necesario, para una mejor ubicación de las manchas, utilizando luz ultravioleta de onda corta y larga y se recortan trozos de tela de aprox. 3 cm x 3 cm. De no observarse manchas se pueden tomar trozos de tela de diferentes partes.
- **Frutos secos o condimentos en polvo:** se toma aproximadamente 50 mg.
- **Spray de defensa personal:** se realiza un rociado suave en un trozo de tela blanca de algodón de 3 cm x 3 cm.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 07	PAGINA: 13 de 26
Escrutinio de drogas, sustancias tóxicas e irritantes en muestras diversas	P-DCF-ECT-QUI-053	

**Nota No. 18:** Las proporciones de disolventes, alícuotas y resinas que se describen en 7.4.2 y siguientes pueden ser disminuidas o escaladas proporcionalmente de acuerdo con la presentación de la muestra cuestionada. Por ejemplo, si se requiere tomar 10 mL de bebida o 2 g de muestra sólida se utiliza en 7.4.2 un tubo de 50 mL, se agrega en 7.4.3 10 mL de acetonitrilo y en 7.4.4 6,5 g de EN15562.

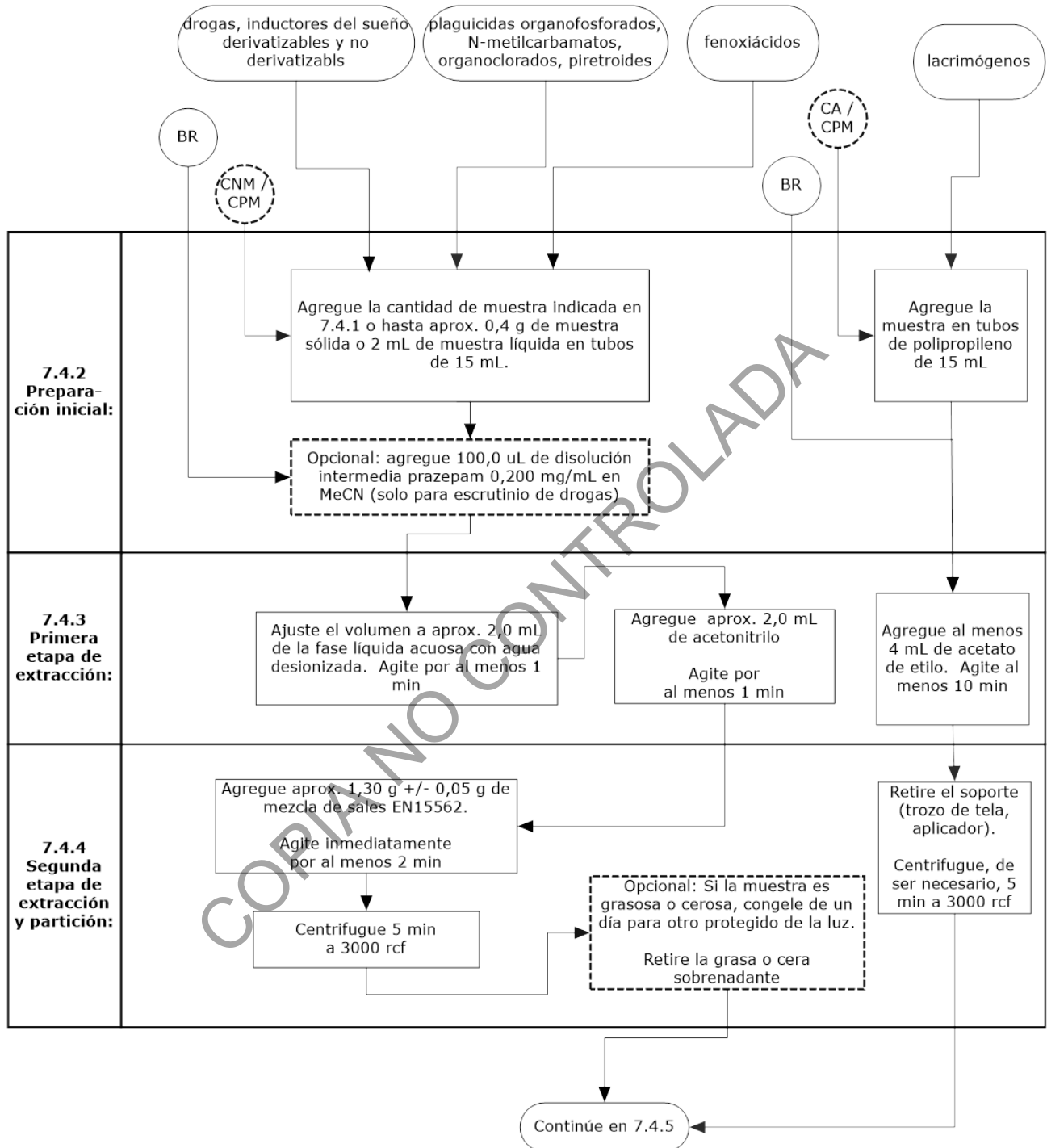
**Nota No. 19:** En los siguientes diagramas las operaciones en recuadros punteados son pasos preferibles.

**Nota No. 20:** En 7.4.2 se puede realizar la preparación de un mismo extracto para drogas (derivatizables y no derivatizables) y plaguicidas o separarse este último. El extracto por fenoxiácidos es independiente.

**Nota No. 21:** La adición del prazepam, al tubo de 15 mL en 7.4.2, como un control de extracción, es preferible para dar mayor sustento analítico a los resultados negativos.

COPIA NO CONTROLADA

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 07	PAGINA: 14 de 26
Escrutinio de drogas, sustancias tóxicas e irritantes en muestras diversas	P-DCF-ECT-QUI-053	

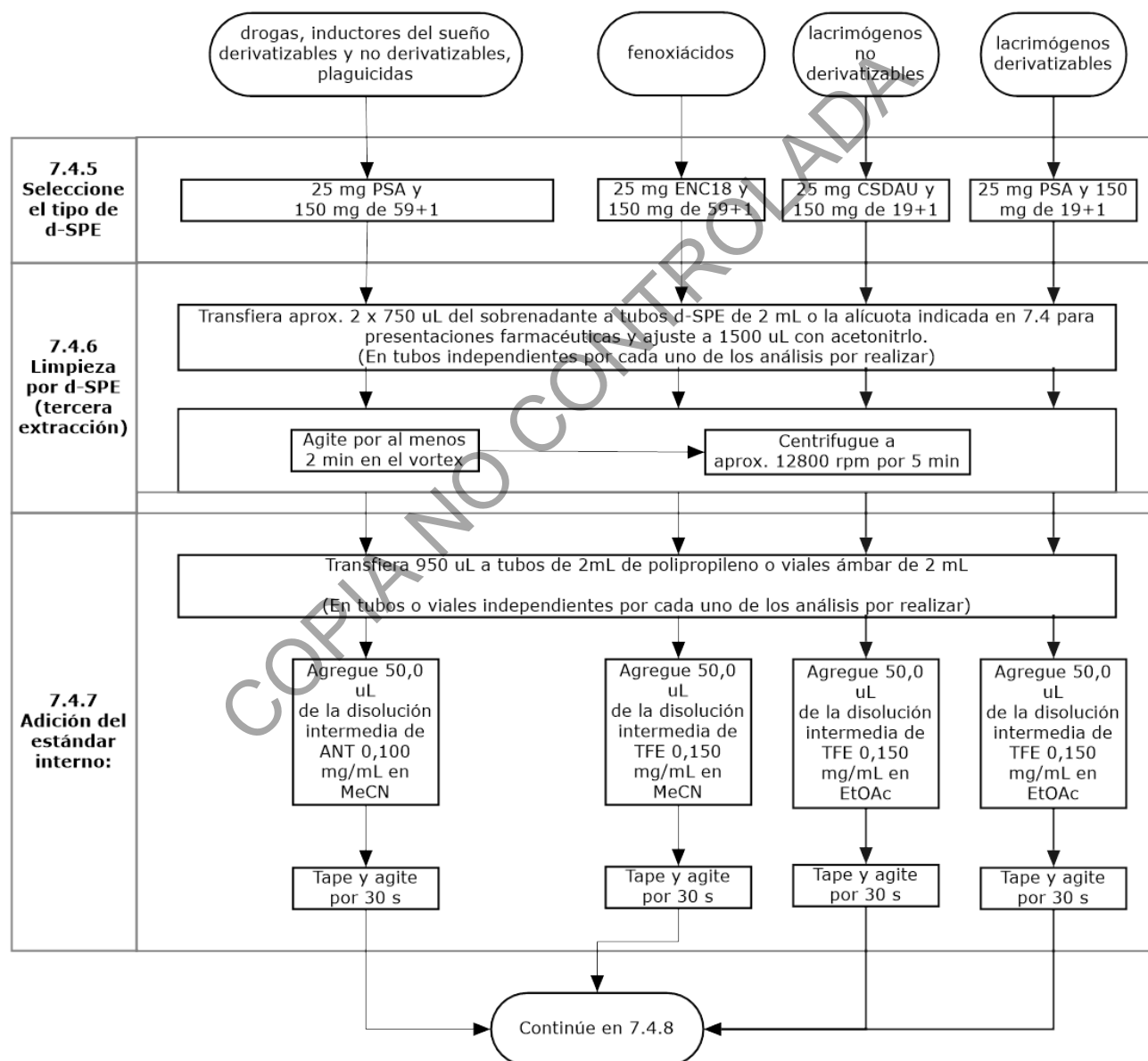


**Nota No. 22:** Si el extracto obtenido en 7.4.4 es muy coloreado, se puede utilizar en 7.4.5 el tubo de d-SPE equivalente que contiene 150 mg de 19 +1 y si la muestra cuestionada es muy azucarada es preferible utilizar en 7.4.5 el tubo de d-SPE equivalente que contiene 50 mg de PSA.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 07	PAGINA: 15 de 26
Escrutinio de drogas, sustancias tóxicas e irritantes en muestras diversas	P-DCF-ECT-QUI-053	

**Nota No. 23:** La adición del estándar interno cromatográfico descrita en 7.4.7 es deseable. Para plaguicidas organofosforados, piretroides y organoclorados se puede utilizar TFE 0,150 mg/mL en MeCN en 7.4.7.

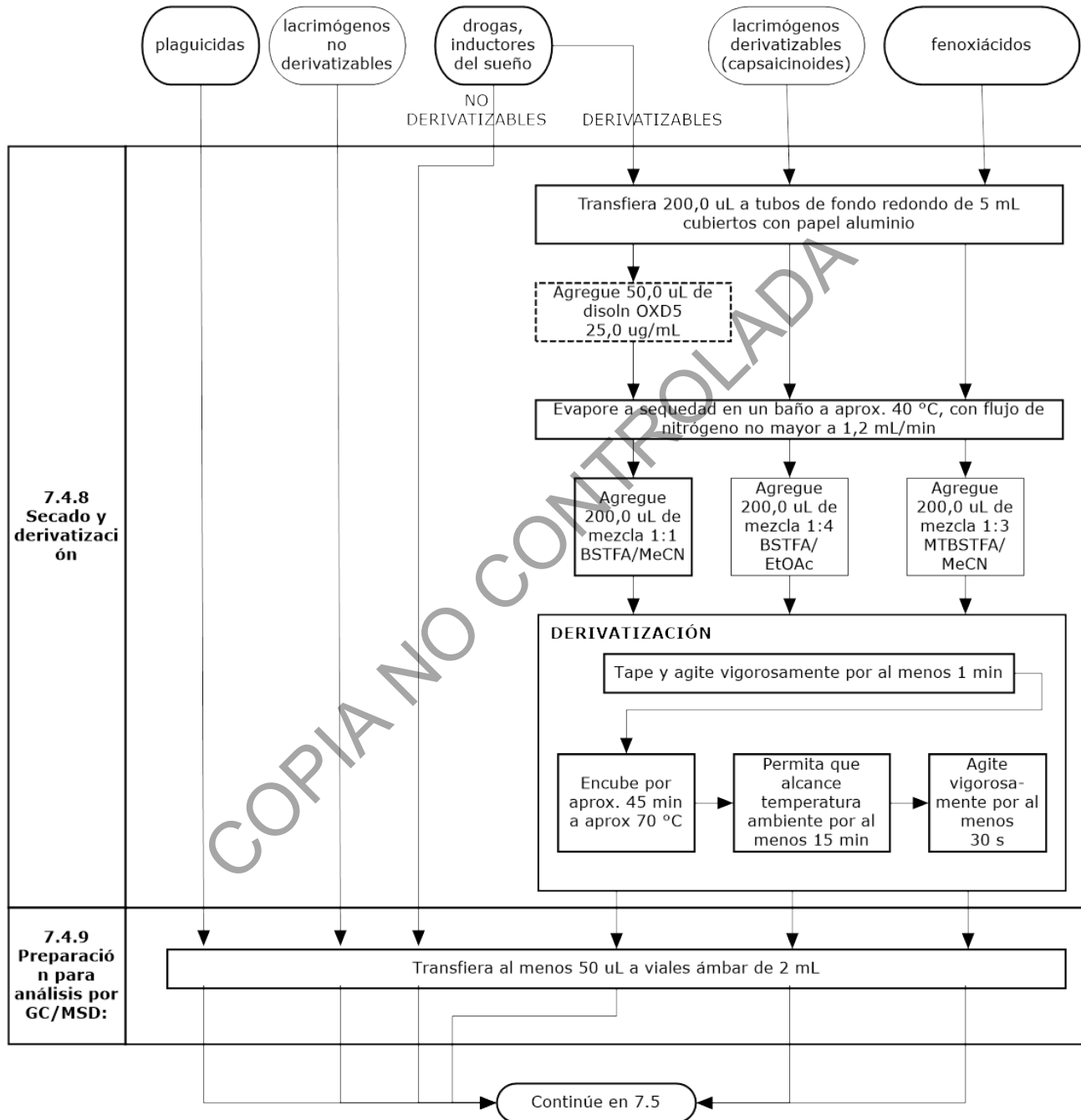
**Nota No. 24:** Después de la adición del estándar interno en 7.4.7 se puede detener el análisis para continuarlo posteriormente. No es recomendable dejar el extracto en el tubo de d-SPE con los absorbentes. Los extractos con el estándar interno deben preservarse en congelación (-18 °C ± 2 °C). Algunos analitos pueden presentar descomposición en menos de 24 horas como es el caso de la zopiclona.





DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 07	PAGINA: 16 de 26
Escrutinio de drogas, sustancias tóxicas e irritantes en muestras diversas	P-DCF-ECT-QUI-053	

**Nota No. 25:** El vial de 2 mL para la bandeja de inyección del GCMSD en 7.4.9 es indispensable que sea ámbar cuando se realice el escrutinio por piretroides y drogas derivatizables que incluye compuestos sensibles a la luz.



DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 07	PAGINA: 17 de 26
Escrutinio de drogas, sustancias tóxicas e irritantes en muestras diversas	P-DCF-ECT-QUI-053	

## 7.5 Determinación por GC/MSD:

**7.5.1** Limpie la jeringa con acetonitrilo o acetona. En el caso de lacrimógenos se lava con acetato de etilo o acetona.

**7.5.2** Llene los viales de lavado de la jeringa A (antes de la inyección) con acetonitrilo (acetato de etilo en el caso de lacrimógenos) y los viales de lavado B (después de la inyección) con tolueno.

**7.5.3** Prepare los blancos instrumentales en viales transparentes de 2 mL con acetonitrilo (acetato de etilo en el caso de lacrimógenos).

**7.5.4** Prepare la secuencia de inyección como se indica en el PON de Gestión de Casos de la Sección de Química Analítica, vigente. Cargue el método correspondiente y verifique las condiciones con lo indicado en el Anexo 03.

**7.5.5** Ejecute la verificación del equipo como se indica en el PON de Gestión de Casos de la Sección de Química Analítica, vigente, apartado 7.2.

**7.5.6** Evalúe los resultados de los controles positivos utilizando el Formulario "Evaluación de Secuencia por GC/MSD" y seguidamente en el Formulario "Hoja de control por GC/MSD". Almacene estos registros en la carpeta G:/QTV/RESULTADOS INSTRUMENTALES.

**7.5.7** Evalúe los resultados del blanco de arrastre (inyección después de los controles positivos), cada blanco de reactivos, cada control negativo de matriz, cada control adicional, cada blanco instrumental antes de cada muestra y de cada muestra cómo se indica en el PON de Gestión de Casos de la Sección de Química Analítica, vigente.

**7.5.8** Realice la búsqueda contra las bibliotecas agregadas al método, cuando en las muestras cuestionadas se observan otros picos cromatográficos. Si en esta búsqueda sugiere la presencia de alguna otra sustancia tóxica no incluida en los controles positivos proceda a preparar el control positivo correspondiente de disponer de material de referencia (Ver Nota 11). Si no dispone de material de referencia reporte como un resultado insuficiente (redacción establecida en el comunicado de calidad 2020-033-CAL-QUI Oportunidad de Mejora ME-2020-005-QUI Resultado Preliminar vs Insuficiente).

**7.5.9** Registre los resultados en el SADCF, en el grupo de análisis correspondiente de la funcionalidad "Registro de datos y resultados de los análisis":

- QTV – escrut. plaguicidas QuEChERS-GCMS,
- QTV – escrut. drogas sin derivatizar QuEChERS-GCMS,
- QTV – escrut. drogas derivatizables QuEChERS-GCMS,
- QTV – escrut. fenoxiácidos QuEChERS-GCMS,
- QTV – escrut. lacrimógenos QuEChERS-GCMS.

**Nota No. 26:** Los controles negativos de muestra (CNM) se incorporan como muestras cuestionadas en el caso correspondiente.

**7.5.10** Incorpore en el legajo del SADCF para el caso correspondiente el documento pdf fusionado que incluye al menos el resultado del blanco instrumental antes de la muestra

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 07	PAGINA: 18 de 26
Escrutinio de drogas, sustancias tóxicas e irritantes en muestras diversas	P-DCF-ECT-QUI-053	

cuestionada, el resultado de la muestra cuestionada y la búsqueda contra las bibliotecas para cada uno de los objetos de un caso.

## **8 Criterios de Aceptación o Rechazo de Resultados:**

### **8.1 Criterios de evaluación de resultados para pruebas iniciales:**

No existen criterios de identificación para las pruebas iniciales pues de ellas no se genera ningún resultado para el Dictamen, ya que son técnicas que se aplican con un objetivo orientativo.

### **8.2 Criterios de evaluación de resultados de sustancias tóxicas por ATR-FTIR y Raman:**

Ver PON de Gestión de Casos de la Sección de Química Analítica, vigente, apartado 8.

### **8.3 Criterios de evaluación de resultados por GC/MSD:**

Ver los criterios de aceptación o rechazo de resultados en el PON de Gestión de Casos de la Sección de Química Analítica, vigente. Adicionalmente, en caso de que no se cumplan los criterios de aceptación de la preparación de una muestra, por ejemplo, por encontrarse ésta muy concentrada, reporte como resultado no concluyente. Seguidamente diluya la preparación para GC/MSD con acetonitrilo, acetato de etilo o mezcla derivatizante (según corresponda). Adicione el estándar interno correspondiente como se indica en 7.4.7 y continúe en 7.4.8. Registre la dilución aplicada en el SADCF y repita la determinación por GC/MS (Ver 7.5). Si no se cumplen los criterios por encontrarse muy diluida, repita con mayor cantidad de muestra.

**Nota No. 27:** La presencia de etanol en las bebidas afecta la recuperación de los analitos en general, principalmente para los z-hipnóticos. Por lo anterior un resultado negativo por z-hipnóticos puede corresponder a un falso negativo.

## **9 Cálculos y evaluación de la incertidumbre:**

Este procedimiento no involucra cálculos ni evaluación de incertidumbre.

## **10 Reporte de Análisis y Resultados:**

**10.1 Reporte los resultados en el Dictamen Pericial como se indica en los "Resultados Predefinidos" incluidos en el grupo de análisis asociado al objeto desde el módulo de Datos y Resultados del SADCF.**

**Nota No. 28:** En el caso de bebidas alcohólicas omitir de la redacción los z-hipnóticos.

## **11 Medidas de Seguridad y Salud Ocupacional:**

Ver PON de Gestión de Casos de la Sección de Química Analítica, vigente, apartado 11.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 07	PAGINA: 19 de 26
Escrutinio de drogas, sustancias tóxicas e irritantes en muestras diversas	P-DCF-ECT-QUI-053	

Antes de trabajar indicios de granadas o aerosoles con lacrimógenos coordine con la persona encargada de Salud Ocupacional de la Sección, para prevenir a los compañeros de trabajo que sean sensibles a estas sustancias.

Al manipular las granadas con lacrimógenos y aerosoles de defensa personal, trabaje dentro de la capilla, con guantes Solvex® y emplee una mascarilla al menos buconasal con filtro 3M 6003 o superior. Lave los guantes con agua y jabón antes de desecharlos.

Ver PON de Gestión de Casos de Sección Química Analítica, vigente, apartado "Gestión de residuos y lavado de cristalería" para el manejo de los desechos generados en este PON.

## 12 Simbología:

- 19 + 1: mezcla en proporción de 15,0 g de MgSO<sub>4</sub> y 0,75 g de GCB
- 2TMS: indica que el compuesto es acilado con el grupo trimetilsilil en dos grupos funcionales
- 59 + 1: mezcla en proporción de 15,0 g de MgSO<sub>4</sub> y 0,25 g de GCB
- AINE´s: antiinflamatorios no esteroideos
- ANT: antraceno
- aprox.: aproximadamente
- ATR-FTIR: técnica espectrométrica por absorción de luz infrarroja con transformada de Fourier con dispositivo de reflectancia total atenuada
- BR: blanco reactivo
- BSTFA: N,O-bis(trimetilsilil)trifluoroacetamina
- C8: resina de gel de sílice modificada con cadenas de octil-sililo
- CA: control adicional
- Cn: concentración
- CNM: control negativo de matriz
- CPM: control positivo de matriz
- CSDAU: C8/ácido bencensulfónico
- DCF: Departamento de laboratorio de Ciencias Forenses
- d-SPE: extracción en fase sólida dispersiva
- ENC18: resina de gel de sílice modificada con cadena de Octadecil-sililo, inactivada
- EtOAc: acetato de etilo
- GC/MSD: Se refiere a la técnica Cromatografía Gas Líquido con Detector Selectivo de Masas de Impacto Electrónico o al instrumento.
- GCB: carbón negro grafitizado
- GCMS02: identificación interna del cromatógrafo de gases con detector de masas Agilent 7890A-5975C, con columna HP5-MSUI de 30 m de longitud con 0,25 mm de diámetro interno y un grosor de filme de fase estacionaria de 0,25 µm y gas de arrastre de helio
- IA: ingrediente activo
- MeCN: acetonitrilo
- MR: material de referencia
- MTBSTFA: N-*tert*-butildimetilsilil-N-metiltrifluoroacetamida
- N/A: no aplica
- OXD5: oxazepam pentadeuterado
- PON: Procedimiento de Operación Normado
- PP: polipropileno

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 07	PAGINA: 20 de 26
Escrutinio de drogas, sustancias tóxicas e irritantes en muestras diversas	P-DCF-ECT-QUI-053	

- PSA: absorbente de amina primaria y secundaria
- Raman: técnica espectrofotométrica por dispersión Raman
- rcf: fuerza centrífuga relativa o fuerza G
- rpm: revoluciones por minuto
- S/N: razón señal ruido
- SADCF: sistema de automatización del DCF
- SCD: solicitud de cambio documental
- TFE: tetrafeniletileno
- TMCS: trimetilclorosilano
- TMS: grupo acilo trimetilsilil
- tr: tiempo de retención
- UV: técnica espectrofotométrica de absorción ultravioleta.

### 13 Terminología:

No aplica.

### 14 Anexos:

No. De Anexo	Nombre del Anexo
01	Listado de sustancias que pueden ser identificados mediante la metodología QuEChERS- GC/MSD del presente PON
02	Preparación de materiales y disoluciones
03	Condiciones del método de GC/MSD

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 07	PAGINA: 21 de 26
Escrutinio de drogas, sustancias tóxicas e irritantes en muestras diversas	P-DCF-ECT-QUI-053	

### Anexo Número 01

## Listado de sustancias que pueden ser identificados mediante la metodología QuE-ChERS- GC/MSD del presente PON

**Cuadro II:** Listado de sustancias evaluadas mediante la metodología QuEChERS-GC/MSD del presente PON.

Grupos de sustancias por análisis		Sustancias incluidas en los informes de validación	Sustancias que no se detectan con la metodología de este PON
<b>A. Escrutinio de plaguicidas:</b>			
plaguicidas	N-metilcarbamatos	oxamilo, carbofurán	aldicarb (no se detecta), metomilo (descompone en el GC)
	organofosforados	diclorvos, mevinfós, tionazín, etoprosfos, forato, dimetoato, terbufós, diazinón, metilclorpirifós, metilparatión, fenclorfos, malatión, clorpirifós, paratión, protiofos, etión, carbofenotión, metilazynfós, etilazynfós y coumafós	triclorfón (descompone en el GC)
	organoclorados	quintozeno, $\alpha$ -endosulfán y $\beta$ -endosulfán	N/A
	piretroides	aletrina, resmetrina, tetrametrina, permetrina, ciflutrina, cipermetrina, deltametrina	N/A
<b>B. Escrutinio por drogas tóxicas e inductores del sueño:</b>			
<b>B.1 Escrutinio de drogas no derivatizables:</b>			
Inductores del sueño	barbitúricos	butabarbital, amobarbital, fenobarbita**	N/A
	benzodiazepinas	diazepam, clobazam, midazolam, flunitrazepam, alprazolam, triazolam,	N/A
	antihistamínicos de primera generación	difenhidramina, clorfeniramina, bromfeniramina, prometazina, doxilamina	N/A
	Z-hipnóticos	zolpidem, zopiclona*, zaleplón	N/A
Otras sustancias tóxicas	cafeína, metadona, cocaína, heroína, estriquina, propofol, ketamina, fenacetina, xilacina, amitriptilina, clomipramina, clorpromazina, procaína, fentanilo, haloperidol, hidrocodona y dronabinol (THC)	nicotina (pobre recuperación) teobromina (insoluble)	
<b>B.2 Escrutinio de drogas derivatizables:</b>			
Inductores del sueño	benzodiazepinas	lorazepam, clonazepam, oxazepam, nordiazepam, temazepam	N/A
	antihistamínicos de primera generación	hidroxicina	N/A
	otros	meprobamato, escopolamina, melatonina	N/A
Otras sustancias	drogas tóxicas	lidocaína, codeína, atropina, morfina, tramadol, fenitoína, oxicodeona, LSD	N/A
	rodenticidas	coumatetralyl	N/A
<b>C. Escrutinio por plaguicidas ácidos:</b>			
Herbicidas	fenoxiácidos	2,4-D; 2,4-DB; MCPA	N/A
	otros	picloram	N/A
<b>D. Escrutinio por lacrimógenos</b>			
lacrimógenos	lacrimógenos no derivatizables	<i>o</i> -clorobenzilidenomalononitrilo (gas CS), $\omega$ -cloroacetofenona (gas CN)	N/A
	lacrimógenos derivatizables	capsaicina, dihidrocapsaicina	N/A

\* La zopiclona y el zolpidem presentan una alta inestabilidad en disolución, por lo que las preparaciones de muestras y controles positivos deben ser preparados e inyectados antes de 24 horas.

\*\* Los barbitúricos presentan efecto memoria, por lo cual no es recomendarles incluirlos en el control positivo de rutina.

\* La zopiclona y el zolpidem presentan una alta inestabilidad en disolución, por lo que las preparaciones de muestras y controles positivos deben ser preparados e inyectados antes de 24 horas.

\*\* Los barbitúricos presentan efecto memoria, por lo cual no es recomendarles incluirlos en el control positivo de rutina.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 07	PAGINA: 22 de 26
Escrutinio de drogas, sustancias tóxicas e irritantes en muestras diversas	P-DCF-ECT-QUI-053	

## Anexo Número 02

### Preparación de materiales y disoluciones

#### **Preparación de la disolución madre individual de cada uno de los analitos a incluir como controles positivos, 2,00 mg/mL:**

Prepare las disoluciones madre como se indica en el PON de Gestión de Casos de la Sección de Química Analítica, vigente.

**Nota No. 29:** La mayoría de los plaguicidas y las drogas se disuelven bien en acetonitrilo o en metanol. En el caso de los plaguicidas piretroides y organoclorados se utiliza tolueno como disolvente. Para los fenoxiácidos se utiliza metanol. En el caso de los lacrimógenos se preparan en acetato de etilo.

Almacene en viales sililizados de 4 mL con tapa rosca de baquelita con septa de teflón, en congelación < -18 °C.

#### **Preparación de la disolución madre de antraceno o tetrafeniletieno, 2,00 mg/mL:**

Prepare las disoluciones madre como se indica en el PON de Gestión de Casos de la Sección de Química Analítica, vigente, utilizando tolueno como disolvente.

Almacene en viales sililizados de 4 mL con tapa rosca de baquelita con septa de teflón, en refrigeración 2 °C – 8 °C.

#### **Preparación de la disolución madre de prazepam, 2,00 mg/mL:**

Prepare las disoluciones madre como se indica en el PON de Gestión de Casos de la Sección de Química Analítica, vigente, utilizando acetonitrilo como disolvente.

Almacene en viales sililizados de 4 mL con tapa rosca de baquelita con septa de teflón, en congelación < - 18 °C.

#### **Preparación de la disolución intermedia:**

Prepare una disolución intermedia por cada grupo de analitos o escrutinio a realizar:

- Plaguicidas (N-metilcarbamatos, organofosforados, organoclorados y piretroides)
- Drogas tóxicas e inductores del sueño derivatizables
- Drogas tóxicas e inductores del sueño no derivatizables
- Fenoxiácidos
- Lacrimógenos derivatizables y no derivatizables

Incluya, como recomendación, en cada disolución intermedia al menos 5 analitos, de tiempo de retención que cubra todo el ámbito cromatográfico y al menos un representante de cada familia (la clasificación en familias se establece en el Anexo 01). La selección puede variar según lo solicitado por la Autoridad Judicial. Al seleccionar los analitos a incluir en una disolución intermedia tener presente las coeluciones descritas en el siguiente cuadro. Si en un caso particular se requiere la determinación de un único analito, puede incluirse únicamente éste en la disolución intermedia (Ver Nota No. 26).



DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 07	PAGINA: 23 de 26
Escrutinio de drogas, sustancias tóxicas e irritantes en muestras diversas	P-DCF-ECT-QUI-053	

Utilice el formulario "Evaluación de secuencia por GC/MSD", para calcular las alícuotas a tomar de cada disolución madre y volumen final de la preparación de la disolución intermedia.

**Cuadro III:** Coelución de algunos analitos:

Disolución intermedia	Coelución de analitos
Disolución intermedia de plaguicidas	clorpirifós coeluye con paratión etilparatión coeluye con metilclorpirifós dimetoato coeluye con carbofurán  disulfotón coeluye con antraceno, utilizar tetrafeniletileno
Disolución intermedia de drogas derivatizables	codeína-TMS coeluye con tetrafeniletileno, utilizar antraceno clonazepam-TMS coeluye con prazepam, se separan espectralmente fenitoína 2TMS y atropina TMS
Disolución intermedia de drogas no derivatizables	ketamina coeluye con difenhidramina cocaína coeluye con amitriptilina diazepam coeluye con tetrafeniletileno, utilizar antraceno hidrocodona coeluye con THC alprazolam coeluye con haloperidol

Todas las disoluciones intermedias se preparan en acetonitrilo, con excepción de los lacrimógenos que se utiliza acetato de etilo.

Rotule con el número de trazabilidad y almacene en viales sililizados, en congelación < -18 °C.

**Preparación de la disolución intermedia de TFE 0,150 mg/mL en acetonitrilo o acetato de etilo:**

Para la preparación de esta disolución siga lo indicado en el formulario "Evaluación de secuencias en GC/MSD" en la hoja "preparación de disoluciones". Tape y agite por 1 min.

Rotule con número de reactivo crítico y el número de trazabilidad y almacene, en refrigeración entre 2 °C - 8 °C.

**Preparación de la disolución intermedia de ANT 0,100 mg/mL:**

Para la preparación de esta disolución siga lo indicado en el "Evaluación de secuencias en GC/MSD" en la hoja "preparación de disoluciones". Tape y agite por 1 min.

Rotule con número de reactivo crítico y el número de trazabilidad y almacene, en refrigeración entre 2 °C - 8 °C.

**Preparación de la disolución intermedia de oxazepam-D<sub>5</sub> 0,025 mg/mL:**

Para la preparación de esta disolución siga lo indicado en el formulario "Evaluación de secuencias en GC/MSD" en la hoja "preparación de disoluciones". Tape y agite por 1 min.

Rotule con número de reactivo crítico y el número de trazabilidad y almacene, en congelación < -18 °C.

**Preparación de la disolución intermedia de prazepam 0,200 mg/mL:**

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 07	PAGINA: 24 de 26
Escrutinio de drogas, sustancias tóxicas e irritantes en muestras diversas	P-DCF-ECT-QUI-053	

Para la preparación de esta disolución siga lo indicado en el formulario "Evaluación de secuencias en GC/MSD" en la hoja "preparación de disoluciones". Tape y agite por 1 min.

Rotule con número de reactivo crítico y el número de trazabilidad y almacene, en congelación < -18 °C.

### **Preparación de la disolución de trabajo niveles de calibración:**

Calcule la alícuota a dispensar, para cada nivel de calibración a preparar, a partir de la disolución intermedia seleccionada. Para esto complete en el formulario "Evaluación de secuencias en GC/MSD" en la hoja "preparación de disoluciones", el dato del volumen final de la preparación de niveles de calibración (normalmente 1000 uL).

De acuerdo con cada nivel a preparar, pipetee en un vial ámbar de 2 mL el volumen correspondiente de acetonitrilo o acetato de etilo según corresponda, el volumen que se indica en la columna "Alícuota" y 50,0 uL de la disolución intermedia del estándar interno correspondiente. Tape y agite por 30 s.

Rotule como se indica en el PON de Gestión de Casos de la Sección de Química Analítica, vigente. Normalmente estas disoluciones se preparan para ser utilizadas inmediatamente y luego se descartan.

Para los niveles de calibración de los controles positivos que no llevan derivatización se puede inyectar directamente. Si lleva derivatización proceda como se indica a partir del punto 7.4.8.

**Nota No. 30:** El tiempo de preservación de las disoluciones madre e intermedias es el indicado en el PON de Gestión de Casos de la Sección de Química Analítica, vigente.

### **Preparación de la mezcla de absorbentes 19 + 1:**

Mida en un recipiente una cantidad proporcional a 19,0 g de sulfato de magnesio anhidro y 1,0 g de GCB. Homogenice la mezcla manualmente hasta lograr una uniformidad en la coloración.

### **Preparación de la mezcla de absorbentes 59 + 1:**

Mida en un recipiente una cantidad proporcional a 59,0 g de sulfato de magnesio anhidro y 1,0 g de GCB. Homogenice la mezcla manualmente hasta lograr una uniformidad en la coloración.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 07	PAGINA: 25 de 26
Escrutinio de drogas, sustancias tóxicas e irritantes en muestras diversas	P-DCF-ECT-QUI-053	

### Anexo Número 03

#### Condiciones del método de GCMSD

**Cuadro IV:** Condiciones del cromatógrafo de gases:

Nombre del método	P-DCF-ECT-QUI-053 plaguicidas P-DCF-ECT-QUI-053 drogas	P-DCF-ECT-QUI-053 drogas TMS	P-DCF-ECT-QUI-053 fenoxiácidos	P-DCF-ECT-QUI-053 lacrimógenos
Volumen inyección	1 uL, "Sample Depth" – "Enable 5 mm"			
Temperatura del inyector	250 °C			
Flujo de purga del septum	3 mL/min, modo estándar			
Modo inyección	splitless pulsado Presión del pulso de inyección: 25 psi hasta 0,5 min, un flujo de purga hacia el Split vent de 60 mL/min al 1 min Ahorro de gas, "On" en 16,4 mL/min después de 3 min			splitless un flujo de purga hacia el Split vent de 60 mL/min a 2 min Ahorro de gas, "On" en 16,4 mL/min después de 4 min
Flujo de la columna	Modo: "rampa de flujo" 1,3 mL/min por 12,5 min, luego a una tasa de 1,0 mL/min hasta 1,5 mL/min por 3,3 min y luego a una tasa de 1,0 mL/min hasta 1,7 mL/min por 5,8 min. El flujo post corrida en 1,7 mL/min.			Modo: "flujo constante" 1mL/min
Horno	70,0 °C por 2,0 min, luego a una tasa de 20 °C/min hasta 280°C por 3,5 min, luego a una tasa de 40 °C/min hasta 300°C por 5,5 min. Temperatura post corrida 300 °C por 1 min.			60,0 °C por 2,0 min, luego a una tasa de 35 °C/min hasta 260°C por 7,0 min, luego a una tasa de 40 °C/min hasta 300°C por 4,3 min. Temperatura post corrida 300 °C por 1 min.
Temperatura interfase:	280 °C			

Verifique que la configuración de la columna esté seleccionada la columna correcta con los resultados correspondientes a la última calibración.

**Nota No. 31:** El tiempo final de la corrida puede variarse en caso de que la inyección tenga sustancias poco o muy retenidas.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 07	PAGINA: 26 de 26
Escrutinio de drogas, sustancias tóxicas e irritantes en muestras diversas	P-DCF-ECT-QUI-053	

**Cuadro V:** Condiciones del espectrómetro de masas:

Nombre del método	P-DCF-ECT-QUI-053 plaguicidas P-DCF-ECT-QUI-053 drogas	P-DCF-ECT-QUI-053 drogas TMS	P-DCF-ECT-QUI-053 plaguicidas BDMS				
Temperatura de la fuente de iones	280 °C						
Temperatura del cuadrupolo	150 °C						
Corte del disolvente	3,5 min	4,5 min	7,00 min				
Configuración del electromultiplicador (EM)	Factor de ganancia: 1,000 "EM Saver" desactivado						
Tipo de adquisición	SCAN	SIM y SCAN					
Segmentos de tiempo de scan	Igual para todos los métodos						
	tr/min	Ámbito de masas	Umbral	Velocidad de escaneo	Frecuencia (escaneos/s)	Tiempo de ciclo	Tamaño del paso
	Según el corte	44.00 – 460.00	150	1.562[N=2]	3,5	288,85 ms	0,1 m/z
	11.41	44.00 – 565.00	150	1.562[N=2]	2,8	256,06 ms	0,1 m/z

Nombre del método	P-DCF-ECT-QUI-053 lacrimógenos						
Temperatura de la fuente de iones	280 °C						
Temperatura del cuadrupolo	150 °C						
Corte del disolvente	5,00 min						
Configuración del electromultiplicador (EM)	Factor de ganancia: 1,000 "EM Saver" desactivado						
Tipo de adquisición	SIM y SCAN						
Segmentos de tiempos de scan	tr/min	Ámbito de masas	Umbral	Velocidad de escaneo	Frecuencia (escaneos/s)	Tiempo de ciclo	Tamaño del paso
	5,00	48.00 – 480.00	150	1.562[N=2]	3,3	299,11 ms	0,1 m/z

**Nota No. 32:** Los segmentos de tiempo y los iones en SIM se encuentran definidos en cada método de adquisición. Deben ser verificados con la corrida de los controles positivos, lo que puede requerir del ajuste de los tiempos de los segmentos. Los iones en SIM para cada analito se encuentran definidos en el respectivo informe de validación.

**Nota No. 33:** Los iones de adquisición y/o evaluación para los estándares internos son:

- antraceno: 178,10 m/z (base) y 152,10 m/z (calificador);
- tetrafeniletileno: 332,25 m/z (base) y 253,15 m/z (calificador) y
- oxazepam-D<sub>5</sub>: 406,20 m/z (base) y 436,20 m/z (calificador).
- prazepam: 269,10 m/z (base) y 295,10 m/z (calificador), 324,10 m/z (calificador).