 <p>DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ) PODER JUDICIAL, COSTA RICA</p> <p>Análisis cualitativo de sales inorgánicas y azúcares</p>	<p>PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN NORMADO ESPECÍFICO</p> <p>P-DCF-ECT-QUI-063</p>
	<p>VERSION: 04 Rige desde:15/02/2023</p>

<p>Elaborado o modificado por:</p> <p>M.Sc Manuel Oreamuno Zepeda Perito Judicial 2</p> <p>Dipl Susana Alfaro Soto Técnico Especializado 6</p> <p>Licda. Beatriz Guerrero Gamboa Perito Judicial 1</p>	<p>Revisado por Líder Técnico:</p> <p>M.Sc Jorge Cartín Elizondo Líder Técnico</p>
<p>Visto Bueno Encargado de Calidad:</p> <p>Licda. Ginnette Amador Godoy Encargada de Calidad</p>	<p>Aprobado por:</p> <p>Licda. Patricia Fallas Meléndez Jefatura Sección de Química Analítica</p>

CONTROL DE CAMBIOS A LA DOCUMENTACIÓN

Versión	Fecha de Aprobación	Fecha de Revisión	Descripción del Cambio	SCD	Solicitado por
01	16/10/2019	21/12/2020	Versión inicial del procedimiento	10-19	PFM
02	21/12/2020	12/08/2022	Inclusión en el alcance la determinación de azúcares, modificación del formato a diagrama	28-20	PFM
03	12/08/2022	15/02/2023	Aumento del alcance para otras sales inorgánicas	08-22	MOZ
04	15/02/2023		Se agrega prueba de Reinsch	01-23	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 la 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.

 <p>DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ) PODER JUDICIAL, COSTA RICA</p> <p>Análisis cualitativo de sales inorgánicas y azúcares</p>	<p>PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN NORMADO ESPECÍFICO</p> <p>P-DCF-ECT-QUI-063</p>
<p>VERSION: 04 Rige desde: 15/02/2023</p>	<p>PAGINA: 2 de 17</p>

1 Objetivo:

Análisis cualitativo de sales inorgánicas peligrosas, comunes y azúcares.

2 Alcance:

Este PON describe la metodología a seguir para el análisis cualitativo de sal de mesa (NaCl) y azúcar de mesa (sacarosa). El análisis cualitativo de estas sustancias es de interés cuando son utilizados por ejemplo: como medio para ocultar sustancias tóxicas, en vandalismo de vehículos por la adición al tanque de combustible o al aceite del cárter o en casos de caza como medio de atrayente de rumiantes.

Además, se describe la metodología a seguir para la determinación cualitativa de cloruro de potasio (KCl) cuando es utilizado en delitos contra la vida, por vía intravenosa en muestras como inyectables y bolsas de suero fisiológico.


También, se describe la metodología a seguir para la determinación cualitativa de azúcares (sacarosa, lactosa, fructuosa y glucosa) lo que permite su caracterización, por ejemplo en un polvo blanco. Debido que estas sustancias son utilizadas como excipientes en formas farmacéuticas sólidas, por ejemplo la detección de lactosa puede ser un indicativo que el polvo tiene su origen en una forma farmacéutica pulverizada o como cortantes de una sustancia controlada.

Adicionalmente se describe el procedimiento para el análisis cualitativo de otras sales inorgánicas: óxido de arsénico (III), perclorato de potasio, carbonato de litio, bicarbonato de sodio, nitrito de sodio y nitrato de amonio.

La determinación de estas sustancias implica esquemas analíticos diversos que incluyen la realización de ensayos de color, morfología, ensayos a la llama, determinaciones directas por ATR-FTIR, Raman y/o SEM EDX.

3 Referencias:

- [Análisis cualitativo de arsénico en azúcar mediante el ensayo de color de Reinsch y SEM EDX, informe de validación, 010-QUI-VAL-2022.](#)
- Determinación cualitativa de azúcares (sacarosa, dextrosa, fructuosa y lactosa) por el ensayo de color de Molisch y por ATR-FTIR, Informe de validación, 023-VAL-QUI-2019.
- Determinación cualitativa directa de sales inorgánicas peligrosas y comunes por ATR-FTIR, Raman y SEM EDX, informe de validación, 001-QUI-VAL-2022.

 <p>DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ) PODER JUDICIAL, COSTA RICA</p> <p>Análisis cualitativo de sales inorgánicas y azúcares</p>	<p>PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN NORMADO ESPECÍFICO</p> <p>P-DCF-ECT-QUI-063</p>
<p>VERSION: 04 Rige desde:15/02/2023</p>	<p>PAGINA: 3 de 17</p>

- Determinación cualitativa presuntiva de cloruros en sales de NaCl y KCl por observación al estereoscopio, ensayo a la llama y la ensayo de cloruros de nitrato de plata, Informe de validación, 013-VAL-QUI-2019.
- Virginia Department of Forensic Science, 222-D100 Trace Evidence Procedures Manual, 6.7 Salt and 6.8 Sugars, Qualtrax ID: 3005, revision 15, 02 May 2022.
- [Recommended Guidelines for Forensic Identification of Intact Explosives, TWGFEX Laboratory Explosion Group Standards & Protocols Committee](https://www.swgfex.com/publications). Recuperado 12 de enero de 2023: <https://www.swgfex.com/publications>.
- [Standard Practice for Identification of Seized Drugs. ASTM E 2329-17: Analytical scheme.](#)


4 Equipos y Materiales:

4.1 Equipo instrumental:

- Estereoscopio con aumento 4X o similar, preferiblemente con cámara fotográfica con testigo métrico
- Espectómetro ATR-FTIR que permita generar un espectro infrarrojo entre 4000 cm^{-1} y 525 cm^{-1} , Thermo Nicolet is5 con accesorio de ATR de diamante.
- Espectómetro Raman que permita generar un espectro Raman entre 400 cm^{-1} y 2200 cm^{-1} , Metrohm Instant Raman Analyze Mira M-3
- Microscopio de barrido electrónico JEOL, JSM-6610LV, acoplado a detector por energía dispersiva de rayos X, Oxford Instruments 51-XXM0002 (SEM EDX), o similar.

4.2 Materiales y cristalería:

- Beakers diferentes tamaños
- Cinta de ph, ámbito de 1 a 14, cada 1 unidad
- Espátulas
- Filtro de vidrio azul de cobalto
- [Formulario "evaluación de resultados por ATR-FTIR y RAMAN" versión vigente.](#)
- Haza de nicromio
- Papel de filtro cualitativo
- [Pinzas de plástico](#)
- [Plantilla de calentamiento, con regulador de intensidad](#)
- [Recipiente para baño maría](#)
- Tubos de ensayo

 <p>DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ) PODER JUDICIAL, COSTA RICA</p> <p>Análisis cualitativo de sales inorgánicas y azúcares</p>	<p>PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN NORMADO ESPECÍFICO</p> <p>P-DCF-ECT-QUI-063</p>
	<p>VERSION: 04 Rige desde: 15/02/2023</p>

5 Reactivos y materiales de referencia:

5.1 Reactivos:

- Agua destilada o desionizada
- [Ácido clorhídrico 1,0 M *](#)
- Ácido clorhídrico concentrado, grado reactivo *
- [Ácido nítrico 50% v/v *](#)
- Ácido nítrico concentrado, grado reactivo
- Ácido sulfúrico concentrado, grado reactivo
- Disolución de ácido nítrico 3 M *
- [Disolución de cloruro de sodio 0,1 M*](#)
- [Disolución de cloruro de potasio 0,1 M*](#)
- Disolución de nitrato de plata 0,1 M *
- Etanol 95% o absoluto para análisis o similar
- Hexano grado reactivo o superior
- Hidróxido de amonio concentrado, grado reactivo
- [Láminas de cobre de 0,1 mm de grosor](#)
- 1-naftol, grado reactivo
- Nitrato de plata, grado reactivo
- Reactivo de molisch *


[*ver preparación en anexo 01](#)

5.2 Materiales de referencia:

- Bicarbonato de sodio, material de referencia
- Carbonato de litio, material de referencia
- Cloruro de potasio, material de referencia
- Cloruro de sodio, material de referencia
- Fructuosa, estándar analítico
- Glucosa, estándar analítico
- Lactosa, estándar analítico
- Nitrato de amonio, material de referencia
- Nitrito de sodio, material de referencia
- Óxido de arsénico (III), estándar analítico
- Perclorato de potasio, material de referencia
- Sacarosa, estándar analítico

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, apartado 6.	No Aplica	No Aplica	No Aplica

 <p>DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ) PODER JUDICIAL, COSTA RICA</p> <p>Análisis cualitativo de sales inorgánicas y azúcares</p>	<p>PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN NORMADO ESPECÍFICO</p> <p>P-DCF-ECT-QUI-063</p>
	<p>VERSION: 04 Rige desde:15/02/2023 PAGINA: 5 de 17</p>

7 Procedimiento:

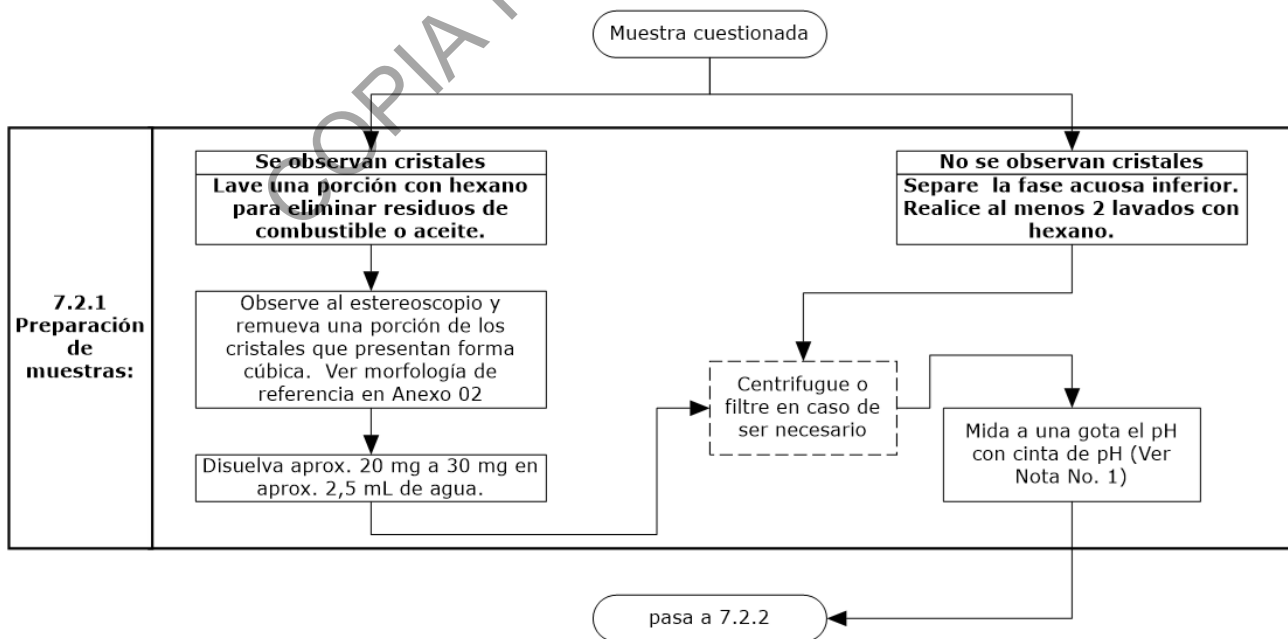
1 7.1 Controles mínimos:


2 7.1.1 Trate las muestras cuestionadas y cualquier muestra control recibida de la misma manera siguiendo las recomendaciones del apartado "7.7 Manejo de indicios" del PON de Gestión de Casos de la Sección de Química Analítica vigente.

3

4 7.1.2 Realice el análisis simultáneo de controles positivos y blancos de reactivos en todos los ensayos de color, morfológicos y ensayos a la llama. Utilice como control positivo el material de referencia directo según corresponda.

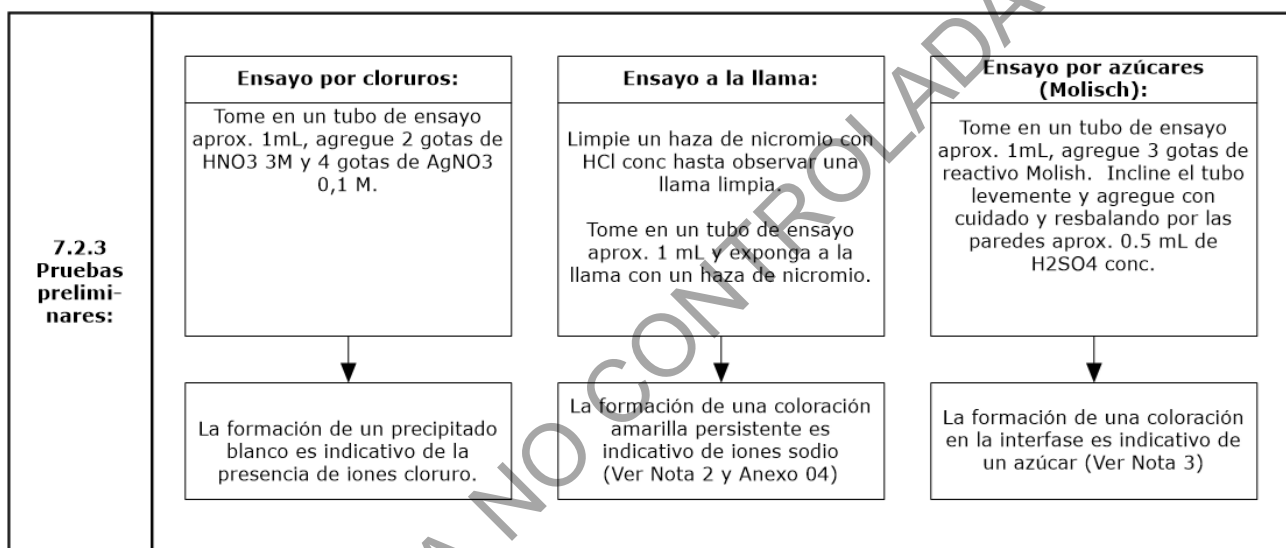
5 7.2 Determinación de NaCl y sacarosa en muestras de combustible o aceite:



 <p>DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ) PODER JUDICIAL, COSTA RICA</p> <p>Análisis cualitativo de sales inorgánicas y azúcares</p>	<p>PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN NORMADO ESPECÍFICO</p> <p>P-DCF-ECT-QUI-063</p>
	<p>VERSION: 04 Rige desde: 15/02/2023</p>

Nota No. 1: El ensayo de medición de pH no tiene un valor límite; pero se espera cercano a 7. Valores de pH ácidos o alcalinos son indicativos que se trata de una sustancia corrosiva.

7.2.2 Realice la prueba de cloruros y el ensayo a la llama en caso que se sospeche de la presencia de sal y la prueba de Molisch en caso que se sospeche de la presencia de azúcar.




Nota No. 2: Sin excepción todo ensayo a la llama debe realizarse dentro de la capilla encendida y con la pantalla baja. Hay sustancias inorgánicas que liberan vapores sumamente tóxicos como el cloruro de mercurio (II) y sustancias inorgánicas explosivas como el nitrato de amonio, cloratos y percloratos.

Nota No. 3: El ensayo de Molisch requiere de algunos minutos para generar el color característico para azúcares esto principalmente a concentraciones cercanas al límite de detección y su coloración varía en función del azúcar presente en la disolución (Ver Anexo 03).

7.2.4 Registre los resultados en el grupo de análisis "QTV-sal y azúcar" de la funcionalidad "Registro de datos y resultados de los análisis".

7.2.5 Evalúe los resultados obtenidos según los criterios establecidos en el apartado 8.

Nota No. 4: En caso de tener un resultado positivo por el ensayo de Molisch continúe con la determinación por ATR-FTIR (7.6). En caso de tener un resultado positivo por el ensayo de cloruros continúe con la determinación por SEM EDX (7.7).

 <p>DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ) PODER JUDICIAL, COSTA RICA</p> <p>Análisis cualitativo de sales inorgánicas y azúcares</p>	<p>PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN NORMADO ESPECÍFICO</p> <p>P-DCF-ECT-QUI-063</p>
<p>VERSION: 04 Rige desde:15/02/2023</p>	<p>PAGINA: 7 de 17</p>

6 7.3 Determinación de sacarosa, fructosa, glucosa y lactosa en presentaciones sólidas:

7.3.1 Prepare una disolución acuosa con una pequeña punta de espátula del sólido en agua y realice a esta disolución el ensayo por azúcares (Molisch) como se indica en 7.2.3.

7.3.2 Realice el ensayo por ATR-FTIR al sólido directo como se indica en 7.6.

Nota No. 5: Las azúcares son prácticamente insolubles en etanol 95%, por lo que un lavado con etanol puede mejorar el aspecto del espectro infrarrojo.

7 7.4 Determinación de KCl:

Nota No. 6: Las muestras típicas cuestionadas por la presencia de KCl pueden ser las ampollas que normalmente contienen solución inyectable de KCl 10% - 15%. Esta disolución puede ser encontrada en jeringas o adicionada en bolsas de suero fisiológico (solución isotónica NaCl 0,9 % en agua grado inyectable). Las bolsas de suero fisiológico no deben contener iones potasio). Otro indicio típico puede ser un recipiente con sustituto de sal sódica para personas con hipertensión que contienen KCl entre otras sustancias.

7.4.1. Incluya en la selección de muestra para análisis, para las bolsas de suero, líquido del interior de la bolsa y de diferentes partes de la vía (antes y después del septo).

7.4.2 Realice el ensayo por cloruros al líquido cuestionado como se indica en 7.2.3.


7.4.3 Realice el ensayo a la llama como se indica en 7.2.3. Utilice para este último un vidrio de cobalto para visualizar la llama del potasio (Ver Anexo 04).

7.4.4 Realice el ensayo por SEM EDX como se indica en 7.7.

7.4.5 Registre los resultados en el grupo de análisis "QTV-sal y azúcar" de la funcionalidad "Registro de datos y resultados de los análisis".

8 7.5 Determinación de otras sales:

7.5.1 Realice según corresponda (Ver Cuadro III en el apartado 8) el ensayo por ATR-FTIR como se indica en 7.7, el ensayo por SEM EDX como se indica en 7.8 y/o el ensayo por Raman como se indica en 7.9.

 <p>DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ) PODER JUDICIAL, COSTA RICA</p> <p>Análisis cualitativo de sales inorgánicas y azúcares</p>	<p>PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN NORMADO ESPECÍFICO</p> <p>P-DCF-ECT-QUI-063</p>
	<p>VERSION: 04 Rige desde: 15/02/2023</p>

Nota No. 7: En el caso que se sospeche de carbonato de litio, ÚNICAMENTE EN ESTE CASO, puede realizar el ensayo a la llama como se indica en 7.2.2 a una disolución del sólido. El carbonato de litio es común encontrarlo en formas farmacéuticas como tabletas y soluciones orales.

9 7.6 Determinación de arsénico por la prueba Reinsch:

7.6.1 Preparación de los trozos de lámina de cobre: Recorte trozos de aproximadamente 5 mm x 5 mm de la lámina de cobre. Se requiere un trozo por preparación. Realice un lavado por inmersión en ácido nítrico 50% hasta obtener una superficie brillante. Seguidamente enjuague con agua desionizada.

Nota No. 8: Debe correr un blanco reactivos por cada 12 preparaciones y un control positivo con As_2O_3 (se prepara mezclando 5 g de azúcar y 13 mg As_2O_3).

7.6.2 Mida no más de aprox. 0,5 g de la muestra de azúcar o sal cuestionada y coloque en un beaker de 50 mL. Para muestras líquidas mida aprox 10mL de la misma

7.6.3 Agregue aprox. 10 mL de agua desionizada y 5 mL de HCl 1,0 M. Agite manualmente para homogenizar. Para muestras líquidas, mida aprox 10mL de la misma y agregue 5 mL de HCl 1,0 M

7.6.4 Precaliente el baño maría hasta ebullición. Una vez caliente introduzca el trozo de lámina de cobre con las pinzas plásticas y caliente en baño maría por aprox. 1 hora dentro de la capilla de extracción, manteniendo constante el volumen de la disolución con HCl 1,0 M.

7.6.5 Remueva la lámina de cobre del beaker con las pinzas plásticas y realice un lavado suave con agua desionizada y observe la coloración en el trozo de la lámina.

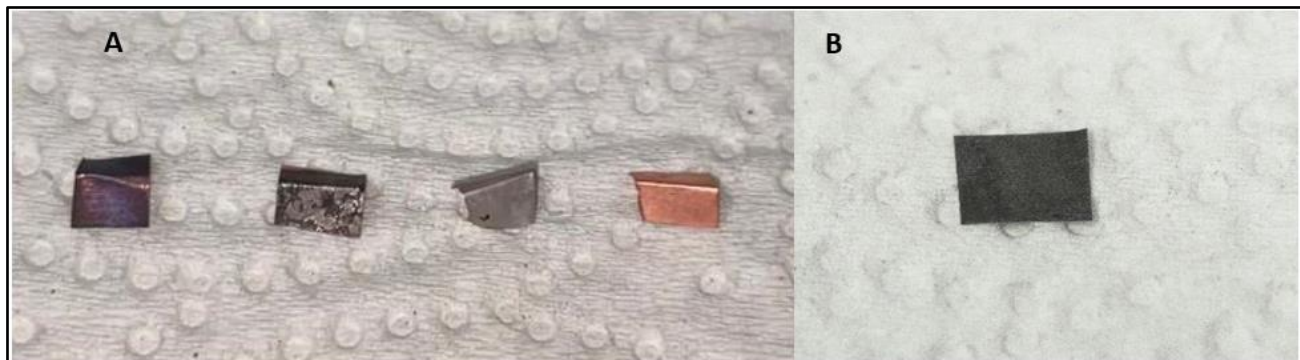



Figura 1. Coloración en el trozo de cobre obtenidos por la prueba Reinsch. **A)** en orden de izquierda a derecha: antimonio (coloración negro púrpura); bismuto (coloración negro

 <p>DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ) PODER JUDICIAL, COSTA RICA</p> <p>Análisis cualitativo de sales inorgánicas y azúcares</p>	<p>PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN NORMADO ESPECÍFICO</p> <p>P-DCF-ECT-QUI-063</p>
	<p>VERSION: 04 Rige desde: 15/02/2023</p>

brillante moteado); mercurio (coloración plateada y desaparece al día siguiente); blanco de reactivos a una concentración establecida de 0,100 mg M/g azúcar,. **B**) arsénico 1,00 mg As/g azúcar (coloración negro mate).

7.6.6 Registre los resultados en el grupo de análisis "QTV-sal y azúcar" de la funcionalidad "Registro de datos y resultados de los análisis".

7.6.7 Continúe en 7.8.2 para la medición del SEM EDX de obtener una coloración en el trozo de lámina. Observe en el espectro las líneas de energía del arsénico $K\alpha$ 10.54 keV y el $L\alpha$ 1.282 keV.

7.6.8 Disponga de la lámina de cobre ya analizada en un contenedor con diatomita y proceda a neutralizar la disolución ácida restante y deseche por la pila.

7.7 Determinación por ATR-FTIR:

7.7.1 Separe físicamente los cristales de una mezcla sólida, en caso de ser necesario, o realice una limpieza lavando el sólido con hexano. Para muestras líquidas acuosas, centrifugue de ser necesario, tome al menos 1 mL, realice una limpieza lavando con hexano y evapore en un baño maría hasta obtener cristales.

7.7.2 Macere los cristales a consistencia de polvo fino y mida el espectro infrarrojo como se indica en el PON de Gestión de Casos de la Sección de Química Analítica vigente, apartado "7.11.1 Parámetros de adquisición de resultados cromatográficos y espectroscópicos".

7.7.3 Obtenga para cada espectro el valor del número de onda para las bandas más cercanas a los valores que se indican en el Cuadro I.


Cuadro I: Bandas de absorción características en el ATR-FTIR:

Analito	Bandas de absorción características en $\text{cm}^{-1} / \pm 4,0 \text{ cm}^{-1}$	Analito	Bandas de absorción características en $\text{cm}^{-1} / \pm 4,0 \text{ cm}^{-1}$
sacarosa	1343, 1236, 988, 907, 866, 849	glucosa	1223, 1146, 1109, 915, 837, 774
fructuosa	1333, 975, 923, 817, 781, 625	lactosa	1201, 1167, 899, 875, 630, 551
NaHCO_3	656, 831, 1046, 1450, 1613 y 1695	NaNO_2	826, 1223, 1323
Li_2CO_3	740, 858, 1087, 1411	KClO_4	620, 940, 1159
NH_4NO_3	714, 826, 1409	As_2O_3	762, 916, 1260

7.7.4 Complete el formulario "Evaluación de resultados por ATR-FTIR y Raman".

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

7.7.6 Registre los resultados en el grupo de análisis "QTV-sal y azúcar" de la funcionalidad "Registro de datos y resultados de los análisis".

 <p>DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ) PODER JUDICIAL, COSTA RICA</p> <p>Análisis cualitativo de sales inorgánicas y azúcares</p>	<p>PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN NORMADO ESPECÍFICO</p> <p>P-DCF-ECT-QUI-063</p>
<p>VERSION: 04 Rige desde: 15/02/2023</p>	<p>PAGINA: 10 de 17</p>

7.8 Determinación por SEM EDX:

7.8.1 Separe físicamente los cristales de una mezcla sólida, en caso de ser necesario, o realice una limpieza lavando el sólido con hexano. Para muestras líquidas acuosas, centrifugue de ser necesario, tome al menos 1 mL y evapore en un baño maría hasta obtener cristales.

7.8.2 Solicite el préstamo del SEM EDX.

7.8.3 Custodie los cristales mientras el encargado los analiza en el SEM EDX.

7.8.4 Instruya al encargado del análisis la medición de tres regiones, cada una por triplicado.

7.8.5 Solicite al encargado del análisis la firma de los resultados e incorpore los mismos al legajo digital de cada caso.

7.8.6 Registre los resultados en el grupo de análisis "QTV-sal y azúcar" de la funcionalidad "Registro de datos y resultados de los análisis".


Nota No. 9: Todos los elementos presentes en la estructura deben ser detectados con excepción de litio e hidrógeno. Propio de la metodología SEM EDX, los elementos bajos ($Z < 11$) no se analizan rutinariamente por EDX. El hidrógeno y el helio no tienen líneas de rayos X características y las líneas K de rayos X del litio son de muy baja energía para ser detectadas por EDX. En general los elementos de $Z < 11$ dan baja respuesta. Por lo anterior el porcentaje atómico del oxígeno no siempre permite sugerir la fórmula empírica. La presencia de carbono en la medición del espectro de rayos X debe interpretarse con cuidado pues es detectado aun cuando no forme parte de la estructura del compuesto, muy posiblemente por el adhesivo del stut.

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

7.9 Determinación por Raman:

7.9.1 Separe físicamente los cristales de una mezcla sólida, en caso de ser necesario, o realice una limpieza lavando el sólido con hexano. Para muestras líquidas acuosas, centrifugue de ser necesario, tome al menos 1 mL y evapore en un baño maría hasta obtener cristales.

7.9.2 Macere los cristales a consistencia de polvo fino y mida el espectro Raman como se indica en el PON de Gestión de Casos de la Sección de Química Analítica vigente, apartado "7.11.1 Parámetros de adquisición de resultados cromatográficos y espectroscópicos".

 <p>DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ) PODER JUDICIAL, COSTA RICA</p> <p>Análisis cualitativo de sales inorgánicas y azúcares</p>	<p>PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN NORMADO ESPECÍFICO</p> <p>P-DCF-ECT-QUI-063</p>	
	<p>VERSION: 04</p>	<p>Rige desde: 15/02/2023</p>

7.9.3 Obtenga para cada espectro el valor del número de onda para las bandas más cercanas a los valores que se indican en el Cuadro II.

Cuadro II: Bandas de absorción características en el Raman:

Analito	Bandas de absorción características en $\text{cm}^{-1} / \pm 4,0 \text{ cm}^{-1}$	Analito	Bandas de absorción características en $\text{cm}^{-1} / \pm 4,0 \text{ cm}^{-1}$
NaHCO ₃	686, 1047, 1269	NaNO ₂	828, 1328
Li ₂ CO ₃	711, 747, 1091, 1459	KClO ₄	464, 632, 940, 1087, 1124, 1358
NH ₄ NO ₃	716, 1044, 1290, 1416, 1654	As ₂ O ₃	471, 558, 781

7.9.4 Complete el formulario "Evaluación de resultados por ATR-FTIR y Raman".

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

7.9.6 Registre los resultados en el grupo de análisis "QTV-sal y azúcar" de la funcionalidad "Registro de datos y resultados de los análisis".


8 Criterios de Aceptación o Rechazo de Resultados:

Los criterios de identificación por técnica analítica se establecen en el apartado "7.11.6 Criterios de identificación por técnica analítica" del PON de Gestión de Casos de la Sección de Química Analítica vigente.

Los criterios de aceptación y rechazo de resultados se establecen en el apartado 8, "Cuadro XV Criterios de identificación de los resultados de las técnicas analítica de QTV", del PON de Gestión de Casos de la Sección de Química Analítica vigente.

Cuadro III: Esquemas analíticos que se deben cumplir para la caracterización completa de cada sustancia.

Sustancia	Ensayos	Esquema analítico por cumplir
NaCl, KCl	Ensayo de color de cloruros * presencia de los elementos respectivos por SEM EDX **	A+C
Sacarosa, y otros azúcares	Ensayo de color Molisch* ATR-FTIR	A+C
NaHCO ₃ ; NH ₄ NO ₃ ; NaNO ₂ ; KClO ₄	Se puede combinar dos de las siguientes técnicas (ATR-FTIR; Raman y SEM EDX**)	A+A
As ₂ O ₃	Muestra directa: Raman (Si bien se puede medir el espectro ATR-FTIR es más característico el espectro RAMAN) SEM EDX **	A+A
	Muestra que contiene arsénico : prueba de color de Reinsch* y SEM EDX**	A+C
Li ₂ CO ₃	ATR-FTIR Raman	A+A

 <p>DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ) PODER JUDICIAL, COSTA RICA</p> <p>Análisis cualitativo de sales inorgánicas y azúcares</p>	<p>PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN NORMADO ESPECÍFICO</p> <p>P-DCF-ECT-QUI-063</p>
<p>VERSION: 04 Rige desde: 15/02/2023</p>	<p>PAGINA: 12 de 17</p>

* Los ensayos de color son verificables por ser parte del esquema analítico de identificación.

** El ensayo SEM EDX según TWGFEX se categoriza como de tipo 2 que en analogía a SWGDRUG es similar a una categoría A limitada.

9 Cálculos y evaluación de la incertidumbre:

Para la aplicación de este PON no se requiere la realización de cálculos ni evaluación de la 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.

11 Medidas de Seguridad y Salud Ocupacional:

Proceda como se indica en el apartado 11 del PON de Gestión de Casos de la Sección de Química Analítica vigente.

¡IMPORTANTE! Toda adición de reactivos ácidos y todos los ensayos a la llama se deben realizar dentro de la capilla con la pantalla baja por el peligro que las sustancias puedan ser explosivas o la inhalación de vapores tóxicos liberados.

La manipulación de sólidos en polvo debe realizarse con una mascarilla para polvos por el riesgo de inhalación de polvos tóxicos.

12 Simbología:

ATR-FTIR: espectrometría infrarroja con dispositivo de reflectancia total atenuada. conc. concentrado

K: se refiere a los niveles K de las líneas de emisión de rayos X

PON: Procedimiento de Operación Normado

SCD: Solicitud de Cambio Documental

SEM EDX: microscopio de barrido electrónico con detector de dispersión de rayos X

QTV: Unidad sustancias tóxicas y varios

Z: número atómico o número de protones en el núcleo del átomo de un elemento.

13 Terminología:


 <p>DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ) PODER JUDICIAL, COSTA RICA</p> <p>Análisis cualitativo de sales inorgánicas y azúcares</p>	<p>PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN NORMADO ESPECÍFICO</p> <p>P-DCF-ECT-QUI-063</p>
	<p>VERSION: 04 Rige desde: 15/02/2023</p>

En este Procedimiento no se tiene terminología que sea necesario colocar en este apartado.

14 ANEXOS:

No. de Anexo	Nombre del Anexo
1	Preparación de reactivos
2	Fotografías de imágenes al estereomicroscopio de cristales de NaCl y KCl
3	Fotografía del ensayo de Molisch
4	Fotografías de las coloraciones a la llama

COPIA NO CONTROLADA

 <p>DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ) PODER JUDICIAL, COSTA RICA</p> <p>Análisis cualitativo de sales inorgánicas y azúcares</p>	<p>PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN NORMADO ESPECÍFICO</p> <p>P-DCF-ECT-QUI-063</p>
<p>VERSION: 04 Rige desde: 15/02/2023</p>	<p>PAGINA: 14 de 17</p>

Anexo No. 01

Preparación de reactivos

Disolución 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

Disolución ácido clorhídrico 1,0 M: tome 8,3 mL de ácido clorhídrico concentrado y agregue en agua hasta un volumen de 100 mL.

Disolución ácido nítrico 50% v/v: tome 36 mL de ácido nítrico concentrado y agregue en agua hasta un volumen de 50 mL.

Disolución 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.

Disolución cloruro de sodio 0,1 M: Mida 0,58 g de cloruro de sodio y disuelva en 20 mL de agua destilada, agite suavemente y agregue agua destilada hasta un volumen final de 100 mL.

Disolución cloruro de potasio 0,1 M: Mida 0,75 g de cloruro de potasio y disuelva en 20 mL de agua destilada, agite suavemente y agregue agua destilada hasta un volumen final de 100 mL.

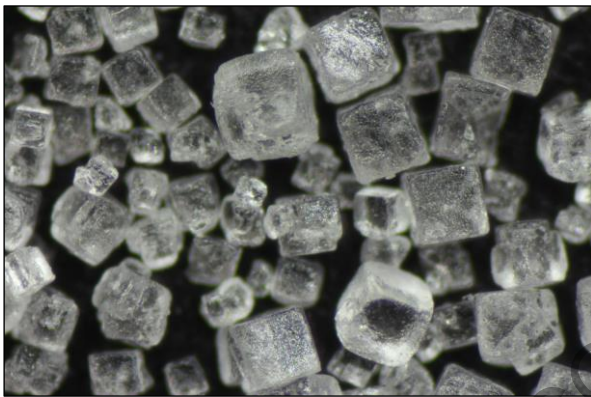
Reactivo de Molisch al 15 %: Mida 3,75 g de 1-Naftol y disuelva en aprox. 25 mL de etanol absoluto.

 <p>DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ) PODER JUDICIAL, COSTA RICA</p> <p>Análisis cualitativo de sales inorgánicas y azúcares</p>	<p>PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN NORMADO ESPECÍFICO</p> <p>P-DCF-ECT-QUI-063</p>
	<p>VERSION: 04 Rige desde:15/02/2023</p>

Anexo No. 02

Imágenes al estereomicroscopio de cristales de NaCl y KCl

A



B

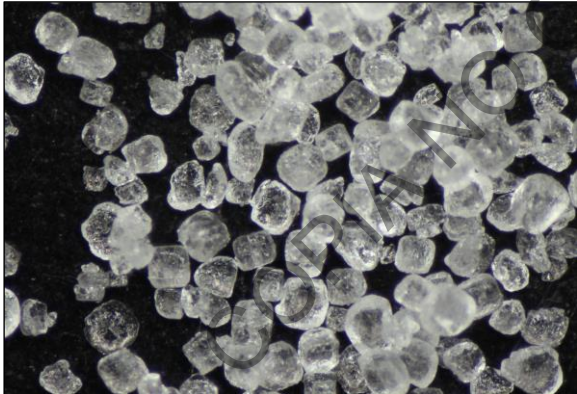


Figura 1: Fotografías de imágenes al estereomicroscopio de NaCl (**A**) y KCl (**B**).
Aumento 4x

 <p>DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ) PODER JUDICIAL, COSTA RICA</p> <p>Análisis cualitativo de sales inorgánicas y azúcares</p>	<p>PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN NORMADO ESPECÍFICO</p> <p>P-DCF-ECT-QUI-063</p>
	<p>VERSION: 04 Rige desde:15/02/2023</p>

Anexo No. 03

Ensayo de Molisch para azúcares

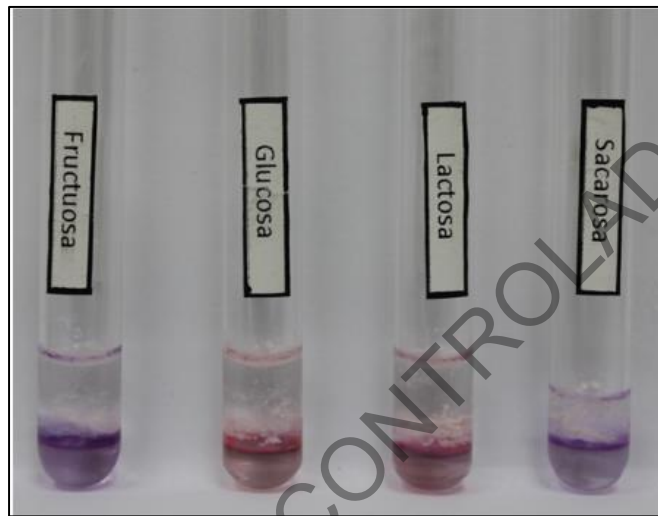



Figura 2: Fotografías del resultado de la etapa final para el ensayo de Molisch aplicado a fructuosa, glucosa, lactosa y sacarosa.

La formación de un anillo morado o rojo púrpura en la interfase entre el ácido sulfúrico y la mezcla de la disolución de la muestra con el reactivo de Molisch es indicativo de la presencia de un carbohidrato en la disolución de prueba. Todos los carbohidratos (monosacárido, disacárido y polisacárido) dan positivo la prueba de Molisch.

 <p>DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ) PODER JUDICIAL, COSTA RICA</p> <p>Análisis cualitativo de sales inorgánicas y azúcares</p>	<p>PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN NORMADO ESPECÍFICO</p> <p>P-DCF-ECT-QUI-063</p>
	<p>VERSION: 04 Rige desde: 15/02/2023</p>

Anexo No. 04

Fotografías de las coloraciones a la llama



Figura 3: Fotografías del resultado del ensayo a la llama aplicado a disoluciones en HCl de iones Li, Na y K.

Cuadro IV: Descripción de las coloraciones a la llama.

catión	sin filtro	con filtro azul de cobalto *	filtro de vidrio verde
Li	Carmín, persistente, fácil de observar	violeta	Deja de observarse la coloración
Na	Amarillo intenso, fácilmente reconocible	invisible	Amarillo anaranjado
K	Violeta pálido, difícil de observar	violeta púrpura	---

* El vidrio azul de cobalto, se utiliza para evitar que el sodio actúe como interferente en el ensayo de los otros elementos.