

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES

ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ) PODER JUDICIAL, COSTA RICA

Procedimiento para la Determinacion Cualitativa de Anfetaminas y Sustancias Afines

PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN NORMADO ESPECIFICO

P-DCF-ECT-QUI-14

VERSION: 04 Rige desde: 31/10/2022 PAGINA: 1 de **12**

Elaborado o modificado por:	Revisado por Líder Técnico:
	ADA .
M.Sc. Jorge Cartín Elizondo	Licda. Ginnette Amador Godoy
Perito 2, Sección Química Analítica Unidad de Drogas	Líder Técnica, Sección Química Analítica Unidad de Drogas
Visto Bueno Encargado de Calidad:	Aprobado por:
M.Sc. Jorge Cartín Elizondo	Licda. Patricia Fallas Meléndez
Encargado de Calidad, Sección de Química Analítica	Jefatura, Sección de Química Analítica

CONTROL DE CAMBIOS A LA DOCUMENTACIÓN

Versión	Fecha de Aprobación	Fecha de Revisión	Descripción del Cambio	SCD	Solicitado por
01	01/02/2010	01/04/2019	Versión Inicial del Procedimiento	-	PFM
02	01/04/2019	14/01/2022	Cambio de formato Validación ensayos de color Validación de análisis por FTIR Eliminación del apartado de análisis por UV-vis Eliminación del apartado de análisis por GC/MS	04-19	PFM
03	14/01/2022	31/10/2022	Se incluyen los alcances del Comunicado 2021-015-CAL-QUI y del Comunicado 2021-027-CAL- QUI, se saca del alcance la utilización de la técnica FTIR.	01-22	PFM



DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES

ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ) PODER JUDICIAL, COSTA RICA

Procedimiento para la Determinacion Cualitativa de Anfetaminas y Sustancias Afines

PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN NORMADO ESPECIFICO

P-DCF-ECT-QUI-14

VERSION: 04 Rige desde: 31/10/2022 PAGINA: 2 de **12**

04	31/10/2022	NCAP-2022-05-QUI / NCAP-2022- 06-QUI / Requisitos de las recomendaciones de OSAC para muestreo / Lenguaje inclusivo	09-22	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 04	PAGINA: 3 de 12
Procedimiento para la Determinacion Cualitativa de Anfetaminas y Sustancias Afines	P-DCF-	ECT-QUI-14

1 Objetivo:

Determinar en forma cualitativa la presencia o ausencia de anfetaminas y sustancias afines en las muestras de diversos comprimidos, sólidos en polvo, fragmentos o cristales que se reciben en la Sección de Química Analítica.

2 Alcance:

Este Procedimiento de Operación Normado pretende identificar la presencia o ausencia de anfetaminas y sustancias afines en los indicios recibidos en la Sección de Química Analítica al realizar los ensayos de color (Marquis y Simon) de manera orientativa y mediante Cromatografía de Gases con Detector Selectivo de Masas (GC-MS) de las muestras de diversos comprimidos, sólidos en polvo, fragmentos o cristales que se reciben en la Sección de Química Analítica.

Para la determinación cualitativa de heroína se aplican los siguientes ensayos:

Análisis de clasificación tipo C

- -Marquis
- -Simon

Análisis de clasificación tipo A

- -GC/MS
- Ensayo de Marquis (informe de validación 002-QUI-VAL(2)-2019-A)

Límite de Detección mayor a 0,5 mg /100 mg Repetibilidad en analistas de experiencia alta, media y baja son estadísticamente concordantes.

- Ensayo de Simon (informe de validación 002-QUI-VAL(2)-2019)-A

Límite de Detección mayor a 0,5 mg /100 mg Repetibilidad en analistas de experiencia alta, media y baja son estadísticamente concordantes.

- Ensayo por GC/MS Escrutinio General (informe de validación 020-QUI-VAL-2019 / 012-QUI-VAL-2020)

Límite de Detección MDMA mayor a 3,02 mg/L con una precisión intermedia del 100%. Límite de Detección Metanfetamina mayor a 2,60 mg/L con una precisión intermedia del 100%.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 4 de 12
Procedimiento para la Determinacion Cualitativa de Anfetaminas y Sustancias Afines	P-DCF-	ECT-QUI-14

La versión 01 de este procedimiento fue elaborada por al Licda. Elba Nidia Ugalde Perito Judicial 2.

La versión 02 de este procedimiento fue elaborada por al Licda. Gisselle Gutérrez Soto Perito Judicial 2.

3 Referencias:

- Informe de validación 002-QUI-VAL(2)-2019-A
- Informe de validación 020-QUI-VAL-2019
- Informe de validación 012-QUI-VAL-2020
- Naciones Unidas, División de estupefacientes Viena, Métodos Recomendados para el Ensayo de los Derivados Anfetamínicos Ilícitos con Anillo Sustituido, Nueva York, 1988.
- Métodos Recomendados para la Detección y el Análisis de Heroína, Cannabinoides, Cocaína, Anfetamina, Metanfetamina y Derivados Anfetamínicos Con Anillo Sustituido, Naciones Unidas, 1995, ST/NAR/27
- Oficina Antidrogas de los Estados Unidos de Ámérica, Resumen de Inteligencia Antidrogas Drogas de Club: Actualización, Octubre, 2001
- Scientific Section (Laboratory) Policy Development and Analysis Branch Division for Operations and Analysis, Terminology and Information on Drugs, October, 1998.
- -Kapp RW. Clarke's Analysis of Drugs and Poisons, 3rd edition Edited by Anthony C. Moffat, M. David Osselton, and Brian Widdop Publisher: Pharmaceutical Press: London. 2004

4 Equipos y Materiales:

Balanza granataria (0 - 3200 g o similar), precisión \pm 0,1 g o menor.

Botella de nalgeno capacidad variable (reutilizable).

Beaker de vidrio pyrex capacidad variable (reutilizable).

Botella de color ámbar capacidad variable (reutilizable).

Capilla de extracción de gases.

Dispensadores para reactivos (vidrio o nalgeno) (reutilizable).

Espátula (reutilizable).

Gabacha.

Gradilla para tubos de ensayo.

Guantes descartables.

Lentes de seguridad.

Marcador para cristalería.

Microespátula (reutilizable).

Mortero y pistilo de porcelana o ágata (reutilizable).

Papel aluminio.

Papel parafilm.

P-DCF-GCG-JEF-001-R3, Versión 01

Emitido y Aprobado por Unidad de Gestión de Calidad

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 5 de 12
Procedimiento para la Determinacion Cualitativa de Anfetaminas y Sustancias Afines	P-DCF-	ECT-QUI-14

Papel toalla desechable.

Pizetas de nalgeno de 500 mL (reutilizable).

Placa de ensayos de porcelana o vidrio (reutilizable).

Tapón de hule.

Tubos de ensayo de vidrio pyrex 13 x 100 mm (reutilizable).

Nota No 1 Los materiales y cristalería que se re-utilice deben ser lavados con detergente para cristalería y agua del grifo, en el caso de los viales luego se enjuagan con agua desionizada. Finalmente se deja secar. En caso de ser necesario se calcinan en una estufa.

5 Reactivos y Materiales de Referencia:

Acetaldehído grado reactivo.

Ácido sulfúrico al 96 % grado reactivo.

Agua del grifo.

Agua desionizada.

Carbonato de sodio grado reactivo.

Detergente no iónico (neutro) Noión (o similar).

Formaldehído al 37% grado reactivo.

Nitroprusiato de sodio grado reactivo.

Material de referencia de anfetamina.

Material de referencia de 4-bromo-2,5-dimetoxianfetamina (DOB)

Material de referencia de metanfetamina.

Material de referencia de 3,4-metilendioxianfetamina (MDA)

Material de referencia de 3,4-metilendioxietilanfetamina (MDE)

Material de referencia de 3,4-metilendioximetanfetamina (MDMA).

Material de referencia de N-metil-1-(3.4-metilenodioxifenil)-2 butamina (MBDB).

Reactivo de Marquis (Ver anexo número 01).

Reactivo de Simón (Ver anexo número 01).

6 Condiciones Ambientales:

Las condiciones ambientales temperatura y humedad no afectan los resultados de este análisis según se establece en la Oportunidad de Mejora de la auditoría interna 2020 ME-2020-006-QUI y el Comunicado 2020-032-CAL-QUI.

Nota No 2: La temperatura y humedad deben ser medidos únicamente en caso de que el sistema de aire acondicionado esté fuera de servicio y si se llega a alcanzar los 35°C en cualquier punto del Laboratorio, cualquiera de los equipos instalados en el Cuarto de Instrumentos y en el Cuarto de Espectroscopía deben dejar de operar y las condiciones ambientales deben de ser monitoreadas.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 6 de 12
Procedimiento para la Determinacion Cualitativa de Anfetaminas y Sustancias Afines	P-DCF-	ECT-QUI-14

7 Procedimiento:

- **7.1** Seleccione la muestra para análisis y para tomar la muestra testigo como se indica en el Cuadro 1.
- **7.2** Mida la masa de la muestra seleccionada por el método estático, según Procedimiento de Determinación de Masa vigente.

Nota No 3 La muestra para análisis debe ser seleccionada de forma aleatoria y representativa entre la población total.

Cuadro 1. Cantidad de unidades por indicio a analizar y toma de muestra testigo

Muestras seleccionadas para columna im Población del indicio unidade		olica nque sea de las mismas	Preparación de Muestra Testigo	
(N)	Ensayo Simon	Marquis	GC/MS	restigo
1 a 10	Todas las unidades debidamente homogenizadas sin importar el valor de N		Se debe de homogenizar cada unidad con la finalidad de realizar la prueba confirmatoria de manera individual y mantener en custodia una muestra testigo en las mismas condiciones.	a) Si la masa es menor de 1 gramo todo se almacena como testigo de tal manera que se permita repetir los todos los análisis confirmatorios de manera individual (*) b) Si la masa es mayor de un gramo tome de la muestra homogenizada preparada para la prueba confirmatoria, cantidad suficiente que permita repetir los todos los análisis de manera individual. (*) * = dejar cada unidad en bolsas individuales rotuladas dentro de un sobre manila etiquetado con el Número de OT.
N>10	Cada unidad (n) debidamente homogenizada según el muestreo hipergeométrico se le realiza el análisis.		Se debe de homogenizar cada unidad con la finalidad de realizar la prueba confirmatoria de manera individual y mantener en custodia una muestra testigo en las mismas condiciones.	a) Si la masa es menor de 1 gramo todo se almacena como testigo de tal manera que se permita repetir los todos los análisis confirmatorios de manera individual (*) b) Si la masa es mayor de un gramo tome de la muestra homogenizada preparada para la prueba confirmatoria, cantidad suficiente que permita repetir los todos los análisis de manera individual. (*)

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 7 de 12
Procedimiento para la Determinacion Cualitativa de Anfetaminas y Sustancias Afines	P-DCF-	ECT-QUI-14

	 * = dejar cada unidad en bolsas individuales rotuladas dentro de un sobre manila etiquetado con el Número de OT.
--	--

7.3 Ensayos de Color como estrategia orientativa del análisis

7.3.1 Los ensayos de color Simon y Marquis, se realizan de ser necesario como parte de una estrategia orientativa para la selección del Procedimiento de Operación Normado correspondiente para realizar el análisis de GC-MS.

Nota No 4: La ejecución de los ensayos de color son parte de una valoración pericial, no implica que se deben de realizar siempre en la marcha analítica. Los resultados obtenidos será información para definir el método instrumental a utilizar como análisis confirmatorio y no para combinar el resultado presuntivo con el resultado confirmatorio dentro del esquema analítico. Lo anterior hace que estas no sean verificables.

7.3.2 Realice las pruebas de color orientativas como se indica en Diagrama 1

Nota No 5: Al ser los ensayos de color orientativos no es necesario realizar los controles positivos o negativos para comparar las coloraciones resultantes de la muestra con el material. Estos controles se hacen necesarios únicamente al preparar y verificar los reactivos críticos.

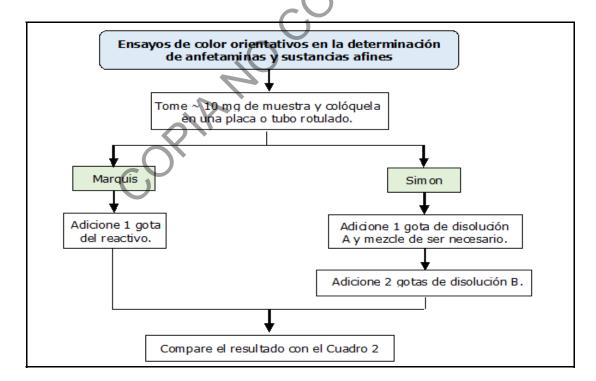


Figura 1. Diagrama secuencial de los ensayos de Simon y Marquis para la determinación de anfetaminas.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 8 de 12
Procedimiento para la Determinacion Cualitativa de Anfetaminas y Sustancias Afines	P-DCF-	ECT-QUI-14

Cuadro II. Resultados al realizar los ensayos de Marquis y Simon como pruebas orientativas.

	Coloración		
Analito	Ensayo de Marquis	Ensayo de Simon	
Anfetamina	anaranjado	pardo / SR	
Metanfetamina	anaranjado		
MDMA	pogra	azul intenso	
MDE	negro	\mathcal{O}'	
DMA	verde-verde oscuro	rosado apagado **	
DOET	amarillo pardo		
STP/DOM	amarillo	~	
MMDA	morado		
TMA	rojo naranja	rosado claro**	
DOB	verde amarillento		
PMA	verde claro / SR		
N-etil-MDA			
N-hidroxi-MDA	negro		
MDA			

SR: sin reacción

**Se considera negativo

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 9 de 12
Procedimiento para la Determinacion Cualitativa de Anfetaminas y Sustancias Afines	P-DCF-ECT-QUI-14	

8 Criterios de Aceptación o Rechazo de Resultados:

No.	Criterio de Aceptación	Valor Límite	Corrección Aplicable
	Análisis de GC -MS		
8.1	Refiérase a el Apartado 8.1 del Procedimiento de Escrutinio General de Drogas versión vigente.	Refiérase a el Apartado 8.1 del Procedimiento de Escrutinio General de Drogas versión vigente.	Refiérase a el Apartado 8.1 del Procedimiento de Escrutinio General de Drogas versión vigente.

9 Cálculos y evaluación de la incertidumbre:

Seleccione para la determinación de masa, la incertidumbre correspondiente que se encuentra estimada según lo indicado en el Procedimiento de Operación Normado para la Determinación de la Masa de Material Restringido en Objetos Relacionados con Drogas. Estime la incertidumbre de la estimación de masa neta mínima demostrada, de acuerdo a lo indicado en dicho Procedimiento de Operación Normado, para los indicios con poblaciones mayores a 10 unidades.

10 Reporte de Análisis y Resultados:

- 10.1 Reporte la presencia de una anfetamina (o sustancia afín) determinada en una muestra si se obtiene resultados positivos para dicha sustancia en los ensayos de de GC-MS para cada una de las unidades analizadas, según el apartado 10 del Procedimiento para la Determinación Cualitativa de Drogas Mediante Escrutinio General versión vigente.
- **10.2** Reporte la presencia de una anfetamina (o sustancia afín) determinada en una muestra si se obtiene resultados positivos para dicha sustancia en los ensayos de de GC-MS para cada unidad analizada, cuando el muestreo es n mayor de 10 unidades según el apartado 10 del Procedimiento para el Muestreo de Indicios versión vigente.
- **10.3** Reporte un resultado negativo, según el apartado 10 del Procedimiento para la Determinación Cualitativa de Drogas Mediante Escrutinio General versión vigente.
- **10.4** Reporte un resultado como determinación insuficiente, según el apartado 10 del Procedimiento para la Determinación Cualitativa de Drogas Mediante Escrutinio General versión vigente.

Nota No 6: Para los objetos recibidos en presentaciones de tabletas o cápsulas, que tienen un grupo de análisis específico y una redacción asociada al resultado ya establecida (en el SADCF),

P-DCF-GCG-JEF-001-R3, Versión 01 Emitido y Aprobado por Unidad de Gestión de Calidad

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 10 de 12
Procedimiento para la Determinacion Cualitativa de Anfetaminas y Sustancias Afines	P-DCF-ECT-QUI-14	

no se indica la masa de los objetos, unicamente se reporta la presencia de la anfetamina o sustancia afín identificada.

Nota No 7: En aquellos objetos recibidos en presentaciones de cristales y sólidos en polvo, el grupo de análisis es aquel que se utiliza para las demás drogas en estas presentaciones, por lo que en la redacción asociada sí se debe de reportar en resultados la masa de esos objetos.

11 Medidas de Seguridad y Salud Ocupacional:

- 11.1 Utilice gabacha y lentes de seguridad para el trabajo en general en el laboratorio de la unidad de drogas.
- 11.2 Utilice además mascarilla, o trabaje los ensayos de color, las preparaciones de reactivos, el llenado de dispensadores y las disoluciones o extracciones de muestras, en la capilla de extracción, con la pantalla a la altura de los hombros y con guantes descartables.
- 11.3 En caso que algún reactivo entre en contacto con su persona:
- Quite inmediatamente la ropa contaminada y lave el área de contacto inmediatamente con agua abundante.
- En caso de contacto con la piel y/o ojos, lave inmediatamente con agua abundante y busque ayuda médica. Para el caso de los ojos se deben lavar con agua mínimo durante 15 minutos.

12 Simbología:

Analito: Sustancia presente en una muestra de la cual se busca información analítica

DCF: Departamento de Ciencias Forenses

GC/MS: Cromatografía de Gases con Detector de Masas

N/A: No aplica

PON: Procedimiento de Operación Normalizado

SCD: Solicitud de Cambio Documental SGC: Sistema de Gestión de Calidad UGC: Unidad de Gestión de Calidad

13 Terminología:

N/A

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 11 de 12
Procedimiento para la Determinacion Cualitativa de Anfetaminas y Sustancias Afines	P-DCF-ECT-QUI-14	

14 Anexos

No. de Anexo	Nombre del Anexo	
01	Preparación de reactivos	



DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 12 de 12
Procedimiento para la Determinacion Cualitativa de Anfetaminas y Sustancias Afines	P-DCF-ECT-QUI-14	

Anexo N° 01 Preparación de reactivos

Nota No 8: 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 Gestión de la Sección de Química Analítica 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".

- Reactivo de Marquis: añada cuidadosamente 100 mL de ácido sulfúrico 96 % grado reactivo a 5,0 mL de formaldehído al 37 %. Almacene en un dispensador de vidrio protegido de la luz (envuelto en papel aluminio), debidamente etiquetado de acuerdo a las disposiciones departamentales.
- Reactivo de Simón:

Disolución A: disuelva 2 gramos de carbonato de sodio en 100 mL de agua desionizada (reactivo incoloro).

Disolución B: disuelva 1 gramo de nitroprusiato de sodio en 100 mL de agua desionizada y añada 2 mL de acetaldehído (reactivo rosado claro).

Almacene ambas disoluciones en refrigeración, en dispensadores de vidrio o nalgeno (la disolución B debe estar protegida de la luz; envuelva el dispensador en papel aluminio) debidamente etiquetados de acuerdo a las disposiciones departamentales.