

	<p>DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ) PODER JUDICIAL, COSTA RICA</p> <p>Determinación cualitativa de sales inorgánicas de cianuro</p>	<p>PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN NORMADO ESPECIFICO</p> <p>P-DCF-ECT-QUI-065</p>
	<p>VERSION: 04</p>	<p>Rige desde: 18/10/2023</p>

<p>Elaborado o modificado por:</p> <p>M Sc Manuel Oreamuno Zepeda Perito Judicial 2</p> <p>Susana Alfaro Soto Técnico Especializado 6</p> <p>Beatriz Guerrero Gamboa Técnico Especializado 6</p>	<p>Revisado por Líder Técnico:</p> <p>Lic. Jorge Cartín Elizondo Líder Técnico de Unidad de Tóxicos, Sección Química Analítica</p>
<p>Visto Bueno Encargado de Calidad:</p> <p>Licda. Ginnette Amador Godoy Encargado de Calidad, Unidad de Tóxicos, Sección de Química Analítica</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	02/04/2018	01/10/2019	Versión Inicial del Procedimiento	03-18	PFM
02	01/10/2019	14/01/2022	Se elimina determinación por SEM-EDX para muestras líquidas. Se agrega procedimiento descarte de cianuro. Se actualiza espectro FTIR.	09-19	PFM
03	14/01/2022	18/10/2023	Revisión documental por cumplimiento de periodo de tres años. Se direccionan algunos apartados al Procedimiento General de Casos de QTV.	01-22	PFM



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

**Determinación cualitativa de sales inorgánicas
de cianuro**

PROCEDIMIENTO DE
OPERACIÓN NORMADO
ESPECIFICO

P-DCF-ECT-QUI-065

VERSION: 04

Rige desde: 18/10/2023

PAGINA: 2 de 9

04	18/10/2023		Se reduce las cantidades de muestra y reactivos para disminuir los desechos.	05-23	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

COPIA NO CONTROLADA

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 3 de 9
Determinación cualitativa de sales inorgánicas de cianuro		P-DCF-ECT-QUI-065

1 Objetivo:

Determinación cualitativa de sales inorgánicas de cianuro.

2 Alcance:

Este procedimiento describe la metodología a utilizar para la identificación del anión cianuro y del catión (sodio o potasio) en muestras de cianuro de sodio, cianuro de potasio y disoluciones acuosas de estas sales.

3 Referencias:

- 4 **3.1 Validación de la metodología para el análisis de cianuro por determinación pH, ensayo a la gota de azul de prusia, ensayo a la gota de nitrato de plata y ATR-FTIR, Informe de validación, 032-QUI-VAL-2017.**

5 Equipos y Materiales:

4.1 Equipo instrumental:

- Balanza granataria (rango de 0,01 g a 500 g; menor división 0,01 g) o similar
- Centrífuga para tubos de ensayo
- Espectrómetro FTIR-ATR que permita leer entre 4000 cm^{-1} y 525 cm^{-1} o similar
- Microscopio de barrido electrónico con detector de dispersión de rayos X

4.2 Materiales y Cristalería:

- Espátulas
- Gradillas para tubos de ensayo
- Micropipetas de 1,0 a 5,0 mL, que permita medir en una escala de 0,5 mL
- Papel aluminio
- Papel o cinta de pH de amplio ámbito 0 – 13, que permita medir en una escala de 1 unidad de pH
- Tubos de ensayo de vidrio de 10 mL

6 Reactivos y Materiales de Referencia:

- Acetona, grado reactivo
- Ácido clorhídrico concentrado, grado reactivo
- Agua destilada o desionizada
- Cianuro de plata, grado reactivo
- Cianuro de potasio, grado reactivo
- Cianuro de potasio, concentración 0,1 M (ver preparación en Anexo 01)
- Cianuro de sodio, grado reactivo
- Cianuro de sodio, concentración 0,1 M (ver preparación en Anexo 01)
- Disolución de nitrato de plata, concentración 0,5 M (ver preparación en Anexo 01)
- hipoclorito de sodio 3,5 % (cloro doméstico)
- Nitrato de plata, grado reactivo
- Sulfato de hierro (II) heptahidratado, grado reactivo

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 4 de 9
Determinación cualitativa de sales inorgánicas de cianuro		P-DCF-ECT-QUI-065

7 Condiciones Ambientales:

No.	Condición ambiental	Valor mínimo	Valor máximo	Otras características
6.1	Ver PON de Gestión de casos de la Sección de Química Analítica, vigente, apartado "6. Condiciones ambientales"	No Aplica	No Aplica	No Aplica

8 Procedimiento:

9 Controles y materiales de referencia mínimos:

- 10 Realice para cada una de las pruebas a la gota, la corrida simultánea de al menos un control negativo con agua destilada o desionizada.
- 11 Realice para cada una de las pruebas a la gota, la corrida simultánea de al menos un control positivo de una disolución de concentración 0,1 M del material de referencia de NaCN y/o KCN.
- 12 Trate los controles negativos y positivos de la misma forma que las disoluciones de prueba de las muestras cuestionadas.

13 7.2 Preparación inicial de las muestras cuestionadas:

- 14 7.2.1 Muestras sólidas: disuelva aprox. 20 mg de la muestra cuestionada en aprox. 3 mL de agua destilada o desionizada para obtener una disolución de prueba de concentración aproximada 0,1 M.
- 15 7.2.2 Muestras líquidas: no requieren preparación. Verifique su miscibilidad en agua agregando una gota de agua destilada o desionizada a una porción del líquido cuestionado. Si el líquido no es miscible, no continúe con el procedimiento. Analice como disolución de prueba.

Nota N° 01: ADVERTENCIA: Las muestras líquidas cuestionadas deben ser manipuladas con medidas extremas de seguridad pues se desconoce su concentración y son más propensas a liberar HCN. Sin excepción trabajar siempre dentro de la capilla.

Nota N° 02: ADVERTENCIA: Preparar las muestras sólidas solo si se tiene el suficiente tiempo para realizar todos los pasos hasta la formación del precipitado de cianuro de plata, esto para evitar la liberación de HCN y que las pruebas a la gota resulten negativas.

16 7.3 Caracterización por medición del pH:

- 17 7.3.1 Mida el pH de la disolución de prueba con cinta de pH y registre el resultado como se indica en el apartado 7.4.6.

Nota N° 03: Las disoluciones acuosas de cianuro, son fuertemente alcalinas, por ejemplo una disolución de concentración 0,1 M de cianuro de sodio tiene un pH > 10.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 5 de 9
Determinación cualitativa de sales inorgánicas de cianuro		P-DCF-ECT-QUI-065

Nota N° 04: ADVERTENCIA: estas disoluciones deben tratarse con precaución y **NO ACIDIFICARSE BAJO NINGUNA CIRCUNSTANCIA.**

18 **7.3.2 Si el pH es mayor o igual a 10 proceda con las siguientes determinaciones, de lo contrario reporte como negativo por una sal inorgánica de cianuro.**

19 **7.4 Ensayo a la gota de azul de prusia para anión cianuro:**

20 **7.4.1 Realice todas las pruebas a la gota dentro de la capilla.**

21 **7.4.2 Agregue a un tubo de ensayo aproximadamente 1 mL de disolución de prueba.**

22 **7.4.3 Agregue una pequeña punta de espátula de sulfato de hierro (II) heptahidratado y observe la formación de un precipitado color naranja que pasa a un tono verdoso.**

23 **7.4.4 Deje reposar y no agite por al menos 3 minutos.**

24 **7.4.5 Agregue lentamente 2 gotas de HCl conc., deje reposar y observe la formación de un precipitado de azul de prusia.**

Nota N° 05: ADVERTENCIA: trabaje dentro de la capilla por la liberación de HCN.

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

25

26 **Cuadro I: Resultados esperados de la prueba de azul de prusia observados en la validación del procedimiento:**

Base	Resultado tras la adición de la disolución de hierro (II) heptahidratado	Resultado tras la adición del ácido clorhídrico concentrado
NaCN / KCN	precipitado anaranjado que cambia a precipitado verde	precipitado azul de prusia
NaOH /KOH	precipitado de un tono verde/gris	disolución verde/gris
NH ₄ OH conc	precipitado café	disolución café
NaOCl doméstico	precipitado naranja	disolución amarillo intenso
Agua desionizada	no hay cambio	no hay cambio

7.4.7 Continúe, en caso de tener un resultado positivo preliminar por esta prueba, con el ensayo a la gota de nitrato de plata como se indica en el apartado 7.5. En caso de obtener un resultado negativo por la prueba a la gota no continúe y reporte como negativo por cianuro inorgánico.

27 **Ensayo a la gota de nitrato de plata:**

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

29 **Tome la disolución de prueba restante en un tubo de ensayo.**

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 6 de 9
Determinación cualitativa de sales inorgánicas de cianuro		P-DCF-ECT-QUI-065

30 Agregue al menos 6 gotas de la disolución de nitrato de plata concentración 0,5 M y observe la formación de un precipitado de color blanco (Ver Nota N° 05).

Nota N° 06: El cianuro de plata es un sólido blanco grisáceo. El óxido de plata (I) es un sólido negro parduzco y el óxido de plata (II) es un sólido gris carbón. Si la disolución de la muestra cuestionada líquida es muy concentrada, el sólido que precipita con el nitrato de plata puede ser más un óxido de plata que el cianuro de plata. Por lo anterior, si el precipitado no es blanco, realice la prueba disminuyendo el tiempo en que el exceso de NaCN o KCN permanecen en contacto con el AgCN (precipitado blanco) formado.

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

31 Cuadro II: Resultados esperados de la prueba de nitrato de plata observador en la validación del procedimiento:

Base	Resultado tras la adición de nitrato de plata
NaCN, KCN	32 precipitado blanco o blanco grisáceo de AgCN (Ver Nota N° 05)
NaOH, KOH	precipitado café chocolate de AgO
NH ₄ OH	no hay cambio
NaOCl	precipitado blanco y formación de grumos cafés
Agua desionizada	no hay cambio

33 Confirmación del anión cianuro por FTIR-ATR:

Nota N° 07: La confirmación por FTIR-ATR se realiza a partir de la formación del derivado de AgCN, pues el NaCN y KCN son corrosivos e higroscópicos y el AgCN es bastante estable.

34 7.6.1 Continúe con la disolución de prueba del punto 7.5.3 y agregue aprox. 2 mL de disolución de nitrato de plata concentración 0,5 M. Agite para ayudar a coagular el precipitado. Centrifugue de ser necesario. Descarte el líquido sobrenadante

35 7.6.2 Lave el precipitado con una porción de al menos 2 mL de agua destilada y luego con una porción de al menos 2 mL de acetona. Centrifugue de ser necesario. Descarte el líquido sobrenadante.

7.6.3 Permita la evaporación de la acetona y que el precipitado seque.

7.6.4 Cubra el tubo de ensayo con papel aluminio.

36 7.6.5 Mida el sólido del material de referencia de cianuro de plata (Ver Nota N° 07), así como el sólido blanco de las muestras cuestionadas en el FTIR-ATR (Ver parámetros de adquisición en PON de Gestión de casos de QTV).

Nota N° 08: Si no dispone de un material de referencia de cianuro de plata, se puede preparar en el laboratorio a partir de la disolución acuosa de cianuro de sodio o de cianuro de potasio de concentración 0,1 M utilizada como control positivo. Debe consignarse en el formulario de análisis si el material de referencia es preparado en el laboratorio.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 7 de 9
Determinación cualitativa de sales inorgánicas de cianuro	P-DCF-ECT-QUI-065	

- 7.4.8 Ejecute en el software del equipo, a los espectros obtenidos, la corrección de línea de fondo y muestre los espectros como porcentaje de transmitancia en el eje de las ordenadas.
- 7.4.9 Obtenga para cada espectro, con el software del equipo, el valor de número de onda para la banda de absorción más cercana a 2162 cm^{-1} .
- 7.4.10 Registre los resultados en el SADCF, en el grupo de análisis respectivo de la funcionalidad "Registro de datos y resultados de los análisis".
- 7.4.11 Evalúe los resultados obtenidos según los criterios establecidos en el apartado 8.

37 Caracterización del catión sodio y/o potasio por SEM-EDX:

Nota N° 09: La determinación del catión por SEM-EDX se realiza en caso que la Autoridad Judicial lo solicite. Solo se realiza para muestras cuestionadas sólidas.

- 38 **7.7.1 Prepare para análisis por SEM-EDX un compost de las diferentes unidades de un mismo indicio, que han sido identificadas como una sal inorgánica de cianuro.**
- 39 **7.7.2 Solicite la colaboración del encargado del SEM-EDX para la determinación, siguiendo lo establecido en el Procedimiento de Control de Equipos Código P-DCF-GCR-JEF-07, para el préstamo de equipos entre secciones.**
- 40 **7.7.3 Solicite la medición tanto el sólido de la muestra cuestionada (en tres zonas diferentes) así como el material de referencia de NaCN y/o KCN en el SEM-EDX.**
- 41 **7.7.4 Obtenga para cada zona, el espectro, con el software del equipo, el valor de líneas de niveles K para carbono: $K1 = 0,277 \text{ keV}$; nitrógeno: $K1 = 0,3924 \text{ keV}$; sodio: $K1 = 1,04098 \text{ keV}$ y potasio: $K1 = 3,3138 \text{ keV}$ y $K2 = 3,3111 \text{ keV}$.**
- 7.7.5 Evalúe los resultados obtenidos según los criterios establecidos en el apartado 8.
- 7.7.6 Registre los resultados en el SADCF, en el grupo de análisis respectivo de la funcionalidad "Registro de datos y resultados de los análisis".

42 Criterios de Aceptación o Rechazo de Resultados:

- 43 **8.1 Ver criterios de aceptación o rechazo de resultados en el PON de Gestión de casos de la Sección de Química Analítica, apartado 8.**

44

45 Cálculos y evaluación de la incertidumbre:

Este procedimiento no involucra cálculos ni evaluación de incertidumbre.

46 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 "QTV – cianuro" asociado al objeto desde la funcionalidad "Registro de Datos y Resultados" del SADCF.**

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 8 de 9
Determinación cualitativa de sales inorgánicas de cianuro	P-DCF-ECT-QUI-065	

47 Medidas de Seguridad y Salud Ocupacional:

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

Evite el contacto directo de las muestras con cualquier ácido para evitar el desprendimiento de HCN, el cual es un gas a temperatura ambiente.

Descarte los restos de las pruebas a la gota, los restos de las disoluciones de prueba y los restos de AgCN en 500 mL de hipoclorito de sodio 3,5 %. Deje reposar toda la noche y finalmente descarte en la pila.

Los sobrantes de las muestras cuestionadas (sólidas y líquidas) se embalan en bolsas con cierre hermético y se entregan a la Regencia Química para su disposición final.

48 Simbología:

aprox.: aproximadamente

conc.: concentrado

DCF: Departamento de Laboratorios de Ciencias Forenses

FTIR-ATR: espectrometría infrarrojo con accesorio de reflectancia total atenuada

K: línea fundamental de absorción de primer nivel para un elemento

SADCF: Sistema Automatizado del Departamento de Ciencias Forenses

SCD: solicitud de cambio documental

SEM-EDX: microscopía electrónica de barrido con detector de dispersión de rayos X

49 Terminología:

El PON no se incluye terminología que requiera ser definida en este apartado.

50 Anexos

No. de Anexo	Nombre del Anexo
01	Preparación de reactivos y materiales de referencia

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 9 de 9
Determinación cualitativa de sales inorgánicas de cianuro	P-DCF-ECT-QUI-065	

Anexo No. 01

Preparación de reactivos y materiales de referencia

- a. **Nitrato de plata concentración 0,5 M:** mida aprox. 3,4 g de nitrato de plata y disuelva en aprox. 20 mL de agua destilada o desionizada, agite suavemente y lleve hasta un volumen final de 40 mL.
- b. **Cianuro de sodio concentración 0,1 M:** mida aprox. 0,20 g de cianuro de sodio y disuelva en aprox. 20 mL de agua destilada o desionizada, agite suavemente y lleve hasta un volumen final de 40 mL.
- c. **Cianuro de potasio concentración 0,1 M:** mida aprox. 0,26 g de cianuro de potasio y disuelva en aprox. 20 mL de agua destilada o desionizada, agite suavemente y lleve hasta un volumen final de 40 mL.

COPIA NO CONTROLADA