



**UNIVERSIDAD NACIONAL DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS DE LA SALUD
CARRERA DE LABORATORIO CLÍNICO E
HISTOPATOLÓGICO**

**TESINA DE GRADO PREVIA A LA OBTENCIÓN DEL
TÍTULO DE LICENCIADO EN CIENCIAS DE LA SALUD
EN LABORATORIO CLÍNICO E HISTOPATOLÓGICO.**

TEMA:

**“DETERMINACIÓN DE COCAÍNA EN MUESTRAS
INORGÁNICAS PROCEDENTES DEL DISTRITO DE
CHIMBORAZO POR EL MÉTODO DE ESPECTROSCOPIA
INFRARROJA Y CROMATOGRFÍA DE GASES QUE
INGRESAN AL LABORATORIO DE QUÍMICA FORENSE
DEL DEPARTAMENTO DE CRIMINALÍSTICA DE LA
POLICIA JUDICIAL DE CHIMBORAZO EN EL PERÍODO
DICIEMBRE 2013- MAYO 2014”**

AUTORES

**WILSON JAVIER EBLA BECERRA
JORGE GEOVANNY NARVAEZ PILCO**

TUTOR

DR. WILSON EDWIN MONCAYO MOLINA

RIOBAMBA- ECUADOR

DICIEMBRE 2014

HOJA DE APROBACIÓN

El tribunal de defensa privada conformada por la Dra. Patricia Miño presidente del tribunal; Dr. Wilson Moncayo miembro del tribunal y el Mgs. Celio García miembro del tribunal, certificamos que los señores Wilson Javier Ebla Becerra portador de la cédula N° 160051468-9 y Jorge Geovanny Narvaez Pilco, portador de la cédula N° 060352579-1, egresados de la carrera de Laboratorio Clínico e Histopatológico de la Universidad Nacional de Chimborazo, se encuentran aptos para el ejercicio académico de la defensa pública de la tesina previa a la obtención del título de Licenciados en Ciencias de la Salud en Laboratorio Clínico e Histopatológico con el tema de investigación: **“DETERMINACIÓN DE COCAÍNA EN MUESTRAS INORGÁNICAS PROCEDENTES DEL DISTRITO DE CHIMBORAZO, POR EL MÉTODO DE ESPECTROSCOPIA INFRARROJA Y CROMATOGRAFÍA DE GASES QUE INGRESARON AL LABORATORIO DE QUÍMICA FORENSE DEL DEPARTAMENTO DE CRIMINALÍSTICA DE LA POLICÍA JUDICIAL DE CHIMBORAZO EN EL PERÍODO DICIEMBRE 2013- MAYO 2014”**.

Una vez que han sido realizado las revisiones periódicas y ediciones correspondientes a la tesina.



Dr. Wilson Moncayo

Miembro del tribunal



Dra. Patricia Miño

Presidente del tribunal



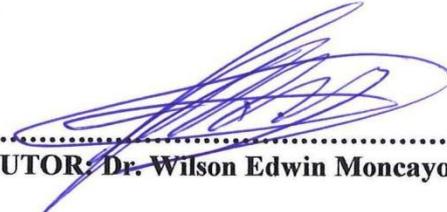
Mgs. Celio García

Miembro del tribunal

ACEPTACIÓN DEL TUTOR

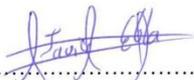
Por la presente, hago constar que he leído el protocolo del Proyecto de Grado presentado por los señores **Ebla Becerra Wilson Javier** con C.I 160051468-9 y **Narvaez Pilco Jorge Geovanny** con CI. 060352579-1, y que acepto asesorar a los estudiantes en calidad de tutor, durante la etapa del desarrollo del trabajo hasta su presentación y evaluación.

Riobamba... 04/12/2014


.....
TUTOR: Dr. Wilson Edwin Moncayo Molina

DERECHOS DE AUTORÍA

Nosotros: Wilson Javier Ebla Becerra y Jorge Geovanny Narvaez Pilco somos responsable de las ideas, criterios, pensamientos y resultados expuestos en el presente trabajo de investigación y los derechos de autoría pertenecen a la prestigiosa Universidad Nacional de Chimborazo.



.....
EBLA BECERRA WILSON JAVIER

CC: 160051468-9



.....
NARVAEZ PILCO JORGE GEOVANNY

CC: 060352579-1

DEDICATORIA

Esta investigación está dedicada primero a Dios, guía fundamental en nuestra formación como seres humanos y como futuros profesionales, también a nuestros padres quienes han sido la bendición más grande del mundo, gracias a su apoyo incondicional llegaremos a ser ayuda para las personas que necesiten de nuestros servicios, mediante el estudio y la práctica de la ciencia.

AGRADECIMIENTO

De manera infinita nosotros queremos agradecer a Dios por habernos brindado salud, y vida para poder culminar con este proyecto de investigación, a nuestros padres por la imprescindible ayuda y orientación, pero sobre todo por el excelente ejemplo que son en nuestras vidas.

Agradecemos a todos los demás familiares, amigos y docentes que de una manera u otra han contribuido para la culminación de nuestras carreras y alcanzar nuestras expectativas.

También queremos dejar en constancia nuestro eterno agradecimiento y de manera muy especial al Dr. Wilson Moncayo Molina quien con sus acertados y sabios conocimientos y consejos nos ha sabido encaminar por el camino correcto para así poder culminar nuestro proyecto de investigación

RESUMEN

El presente trabajo de investigación pretende determinar la cocaína en muestras inorgánicas procedentes del distrito de Chimborazo por el método de espectroscopia infrarroja y cromatografía de gases que ingresan al Laboratorio de Química Forense del Departamento de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo en el periodo diciembre 2013 a mayo del 2014. Además la siguiente investigación tiene como propósito determinar la presencia y la concentración exacta de cocaína, mediante la búsqueda de analitos en una matriz o soporte inorgánico como cartón, cuero, papel, o en mezcla con otros líquidos (soluciones, emulsiones, suspensiones, etc.) y muestras en estado sólido de color blanco hueso como (base de cocaína), polvo color blanco brillante (clorhidrato de cocaína), que vienen siendo utilizadas cada vez con mayor frecuencia por las organizaciones delictivas. Esta investigación se realizó mediante la utilización de métodos técnicos científicos cualitativos de campo como: extracción líquido-líquido, extracción en fase sólida, pruebas de coloración (dragendorff, tiocianato de cobalto y scott), métodos cualitativos confirmatorios como cromatografía en capa fina, espectroscopia infrarroja además de métodos cuantitativos para obtener la concentración exacta del analito en estudio que es la cromatografía de gases. Y finalmente el análisis e interpretación de resultados, una vez puesto en práctica el procedimiento correcto para realizar los diferentes tipos de análisis de la cocaína, en 80 muestras previamente recibidas con la debida cadena de custodia, el 100% resultaron positivo para cocaína, los que constan en la investigación de campo, sistematizados en cuadros y gráficos, e interpretados de acuerdo con la fundamentación teórica y los datos empíricos, facilitaron la discusión en función al cumplimiento de los objetivos y la comprobación de las hipótesis.



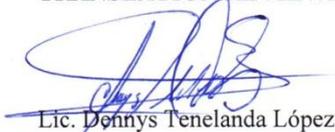
UNIVERSIDAD NACIONAL DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS DE LA SALUD
CENTRO DE IDIOMAS

ABSTRACT

This research aims to determine cocaine inorganic samples from Chimborazo district by the means of infrared spectroscopy method and gas chromatography entering the Laboratory of Forensic Chemistry of Department of the Judicial Police of Chimborazo in the period December 2013 to May 2014. In addition, the following research aims to determine the presence and exact concentration of cocaine through seeking analytes in a matrix or inorganic base such as cardboard, leather, paper, or mixed with other liquids (solutions, emulsions, suspensions, etc.) and solid state samples of off-white color (cocaine base), bright white powder (cocaine hydrochloride), which are being used with increasing frequency by criminal organizations. This research was conducted by using scientists qualitative field methods such as liquid-liquid extraction, solid phase extraction, coloring tests (Dragendorff, cobalt thiocyanate and Scott), confirmatory qualitative methods like thin layer chromatography, infrared spectroscopy, besides quantitative methods to obtain the exact concentration of the analyte under study that is chromatography of gases. And finally the analysis and interpretation of results are performed, once the process was implemented correctly for different types of analysis of cocaine, from 80 samples previously received with proper chain of custody procedure, 100% tested positive for cocaine, which was taken into account in field research, systematized in tables and charts, and construed in accordance with the aforementioned theoretical and empirical data, all mentioned before facilitated discussion according to the fulfillment of the objectives and hypotheses testing.

Riobamba, November 25, 2014

TRANSLATION REVIEWED BY:


Lic. Dennys Tenelanda López

ENGLISH TEACHER-UNACH



ÍNDICE GENERAL

Portada	i
Aprobación del tribunal.....	ii
Aceptación del tutor	iii
Derechos de autoría.....	iv
Dedicatoria	v
Agradecimiento	vi
Resumen	vii
Abstract	viii
Indice general.....	ix
Indice de figuras.....	xiv
Indice de tablas.....	xvi
Indice de gráficos	xvii
Introducción.....	1
Capítulo I	3
1. Problematización	3
1.1 Planteamiento del problema.	3
1.2 Formulación del problema.....	5
1.3 Objetivos	5
1.3.1 Objetivo general.....	5
1.3.2 Objetivos específicos	5
1.4 Justificación	5
Capítulo II	7
2. Marco teórico.....	7
2.1 Posicionamiento personal.	7
2.2 Fundamentación teórica.....	7
2.2.1 El Laboratorio de Química Forense del Departamento de Criminalística de Chimborazo	7
2.2.1.1 Autoridades.....	7
2.2.1.2 El laboratorio de química forense del departamento de criminalística de Chimborazo.	8
2.2.2 Cocaína	8
2.2.2.1 Estructura química.....	8
2.2.2.2 Propiedades físicas-químicas.....	9
2.2.2.3 Proceso de extracción de la cocaína y sus derivados.....	9
2.2.2.4 Toxicocinética de la cocaína.....	10
2.2.2.4.1 Absorción	10
2.2.2.4.2 Distribución	11
2.2.2.4.3 Metabolismo	12
2.2.2.4.4 Eliminación.....	12
2.2.2.5 Métodos del consumo de la cocaína	13

2.2.2.6	Dosis tóxica	13
2.2.2.7	Manifestaciones clínicas del consumo de la cocaína.....	14
2.2.2.8	Prevención	15
2.2.2.9	Tratamiento.....	15
2.2.2.9.1	Intoxicación aguda.....	15
2.2.2.9.2	Intoxicación crónica.....	15
2.2.3	Extracción de la cocaína	16
2.2.3.1	Análisis cualitativos preliminares.....	16
2.2.3.2	Extracción por soxhlet	16
2.2.3.3	Extracción con fluidos supercríticos.....	16
2.2.4	Tipos de muestra.....	17
2.2.4.1	Polvo blanco hueso (base de cocaína)	17
2.2.4.2	Polvo blanco brillante (clorhidrato de cocaína).....	17
2.2.4.3	Líquido	18
2.2.4.4	Cuero y cartón	18
2.2.5	Cromatografía de capa fina.....	19
2.2.5.1	Elección del eluyente.....	20
2.2.5.2	Desarrollo de la cromatografía	21
2.2.5.3	Reveladores	21
2.2.5.3.1	Métodos Químicos.....	21
2.2.5.3.2	Métodos Físicos.....	22
2.2.5.4	Factor de Retención (Rf)	22
2.2.6	Cromatografía de gases.....	23
2.2.6.1	Gas portador	24
2.2.6.2	Sistemas de introducción de muestras	25
2.2.6.3	Inyectores para columnas empaquetadas.....	26
2.2.6.4	Inyectores para columnas capilares	27
2.2.6.5	Inyección con división de muestra.....	28
2.2.6.6	Inyección en columna	28
2.2.6.7	Detectores	30
2.2.6.8	Tipos de detectores	31
2.2.6.9	Detector de conductividad térmica	31
2.2.6.10	Un esquema de un detector típico de conductividad térmica.	31
2.2.6.11	Detector de ionización de llama	32
2.2.6.12	Detector de captura electrónica	33
2.2.6.13	Columna cromatográfica	34

2.2.6.14	Columnas empaquetadas	34
2.2.6.15	Columnas tubulares abiertas	35
2.2.6.15.1	Columnas wcot (wall coated open tubular)	36
2.2.6.15.2	Columnas plot (porous layer open tubular)	36
2.2.6.16	Soporte sólido	36
2.2.6.17	La fase estacionaria.....	37
2.2.6.18	Caracterización de las fases estacionarias	38
2.2.6.19	Aplicaciones de la técnica de cromatografía de gases	39
2.2.6.20	Montaje de técnicas	39
2.2.6.21	Ventajas de la cromatografía de gases (CG).....	40
2.2.6.22	Desventajas de la cromatografía de gases.....	42
2.2.7	Espectroscopia infrarroja	44
2.2.7.1	Funcionamiento	44
2.2.7.2	Modos normales de vibración.....	45
2.2.7.3	Bandas activas en infrarroja.....	46
2.2.7.3.1	Apariencia de las bandas	47
2.2.7.4	Instrumentación y preparación de muestras.....	50
2.2.7.5	Accesorios estándar	51
2.2.7.6	Celdas desmontables.....	51
2.2.7.6.1	Celdas con camino óptico definido.....	52
2.2.7.6.2	Celdas para gases.....	53
2.2.7.7	Soportes para pastillas y films	53
2.2.7.8	Preparación de muestras	54
2.2.7.8.1	Preparación de muestras líquidas.....	55
2.2.7.8.2	Preparación de muestras sólidas	55
2.2.7.9	Pastillas	56
2.2.7.10	Suspensiones.....	57
2.2.7.11	Láminas delgadas de polímeros.....	57
2.2.7.12	Modos normales de vibración.....	59
2.2.7.13	Espectrometría de infrarrojos por transformada de Fourier.....	59
2.2.8	Control de calidad.....	60
2.2.9	Normas de bioseguridad	61
2.2.10	Procedimiento.....	62
2.2.10.1	Toma de muestra.....	62
2.2.10.2	Cadena de custodia	62
2.2.10.3	Preparación de reactivos	64

2.2.10.4	Preparación de dragendorff.....	67
2.2.10.5	Extracción	68
2.2.10.5.1	Extracción de cocaína en soportes (cartón, cuero, líquido)	68
2.2.10.6	Pruebas de campo	69
2.2.10.7	Identificación	70
2.2.10.7.1	Proceso de identificación por cromatografía en capa fina	70
2.2.10.7.1.1	Preparación de los capilares.....	70
2.2.10.7.1.2	Preparación de la placa sílica gel.....	71
2.2.10.7.1.3	Preparación del sistema de solventes.....	72
2.2.10.7.2	Desarrollo de la cromatografía	73
2.2.10.7.2.1	Proceso de cromatografía en capa fina	74
2.2.10.8	Reveladores	74
2.2.10.8.1	Revelado físico	74
2.2.10.8.2	Revelador químico.....	75
2.2.10.9	Determinación de los factores de retención (Fr).....	75
2.2.11	Método de identificación por espectroscopia infrarroja	76
2.2.11.1	Proceso de encendido	76
2.2.11.2	Preparación de las muestras.....	77
2.2.12	Método de identificación y cuantificación por cromatografía de gases	78
2.2.12.1	Procesos de encendido.....	78
2.2.12.2	Preparación de la solución estándar interno	79
2.2.12.3	Preparación de los muestras.....	81
2.2.12.4	Proceso de cromatografía de gases	82
2.2.13	Cálculos	82
2.3	Definición de términos básicos.....	83
2.4	Hipótesis	84
2.5	Variables	84
2.5.1	Variable independiente	84
2.5.2	Variable dependiente	84
2.5.3	Operalización de las variables	85
Capítulo III	86
3.	Marco metodológico.....	86
3.1	Método científico.....	86
3.2	Población y muestra.....	87
3.2.1	Población	87
3.2.2	Muestra	87

3.3	Técnicas e instrumentos de recolección de datos	87
3.4	Técnicas para el análisis e interpretación de los resultados.....	87
Capítulo IV		88
4.	Interpretacion de resultados	88
4.1	Comprobación de la hipótesis.....	100
Capítulo V		102
5.	Conclusiones y recomendaciones	102
5.1	Conclusiones.....	102
5.2	Recomendaciones	103
Bibliografía	104
Sitio web:	104
Anexos	105

ÍNDICE DE FIGURAS

FIGURA N° 2. 1	Cantidades de drogas permitidas en el ecuador, tipificadas en el nuevo código integral penal y el plan nacional de prevención integral de drogas 2011-2013.....	4
FIGURA N° 2. 2	Laboratorio de química	7
FIGURA N° 2. 3	Estructura química de la cocaína.....	9
FIGURA N° 2. 4	Cocaína en polvo.....	9
FIGURA N° 2. 5	Alcaloides de la hoja de coca	9
FIGURA N° 2. 6	Toxicocinética de los compuestos alcaloides.....	10
FIGURA N° 2. 7	Muestra solida inorgánica	17
FIGURA N° 2. 8	Muestra solida inorgánica	18
FIGURA N° 2. 9	Muestra líquida inorgánica.....	18
FIGURA N° 2. 10	Muestras inorgánicas láminas de cartón y cuero.....	19
FIGURA N° 2. 11	Esquema de un cromatógrafo de gases	24
FIGURA N° 2. 12	Inyector de muestra para un cromatógrafo de gases	25
FIGURA N° 2. 13	Inyector para columnas empaquetadas.....	26
FIGURA N° 2. 14	De un inyector de “split”	28
FIGURA N° 2. 15	De un inyector “on-column”	30
FIGURA N° 2. 16	Esquema de un detector de conductividad térmica	32
FIGURA N° 2. 17	Sección de un detector de ionización de llama	32
FIGURA N° 2. 18	Detector de captura electrónica.....	34
FIGURA N° 2. 19	Columnas empaquetadas para cromatografía de gases	35
FIGURA N° 2. 20	Tipos de columnas tubulares abiertas	36
FIGURA N° 2. 21	Equipo de ir	44
FIGURA N° 2. 22	Equipo de ir vibraciones espectroscopia infrarroja.....	45
FIGURA N° 2. 23	Modos de vibraciones espectroscopia infrarroja.....	46
FIGURA N° 2. 24	Instrumentación y preparación de la muestra.....	51
FIGURA N° 2. 25	1.- ventanas; 2.- anillo espaciador; 3.- anillos intermedios; 4.- soporte.....	52
FIGURA N° 2. 26	Celdas para análisis cuantitativo de líquidos	53
FIGURA N° 2. 27	Celdas para análisis cuantitativo de líquidos	53
FIGURA N° 2. 28	Troquel para fabricar discos uniformes con reproducibilidad	56
FIGURA N° 2. 29	Temperaturas de reblandecimiento orientativas para varios polímeros	57
FIGURA N° 2. 30	Control de calidad en el laboratorio	60
FIGURA N° 2. 31	Normas de bioseguridad laboratorio	61
FIGURA N° 2. 32	Procedimiento para la toma de muestra del alcaloide.....	62
FIGURA N° 2. 33	Procedimiento de la cadena de custodia.....	62
FIGURA N° 2. 34	Preparación de dragendorff	64
FIGURA N° 2. 35	Tiocianato de cobalto	65
FIGURA N° 2. 36	Tiocianato de cobalto modificado (scott).....	66

FIGURA N° 2. 37	Revelador	67
FIGURA N° 2. 38	Proceso de extracción de los compuestos alcaloides	68
FIGURA N° 2. 39	Capilares en proceso	70
FIGURA N° 2. 40	Proceso preparación de la placa sílica gel.....	71
FIGURA N° 2. 41	Sistemas de solventes para análisis de cocaína	72
FIGURA N° 2. 42	Aplicación de los estándares y las muestras en la placa de sílica gel	73
FIGURA N° 2. 43	Proceso cromatográfico.....	73
FIGURA N° 2. 44	Revelado físico con luz uv	74
FIGURA N° 2. 45	Revelado con dragendorff	75
FIGURA N° 2. 46	Proceso de encendido del equipo ir.....	76
FIGURA N° 2. 47	Proceso para la preparación de las muestras	77
FIGURA N° 2. 48	Proceso de encendido del cromatógrafo de gases	78
FIGURA N° 2. 49	Preparación de los estándares.....	79
FIGURA N° 2. 50	Proceso para la preparación de las muestras	80
FIGURA N° 2. 51	Proceso de cuantificación de cocaína.....	81

ÍNDICE DE TABLAS

TABLA N° 4. 1	Muestras de cocaína que ingresaron al laboratorio de química forense durante el periodo diciembre 2013-mayo 2014.....	88
TABLA N° 4. 2	Resultados positivos y negativos en el periodo diciembre 2013-mayo 2014.	89
TABLA N° 4. 3	Muestras de cocaína que ingresaron en el mes de diciembre 2013.....	90
TABLA N° 4. 4	Muestras de cocaína que ingresaron en el mes de enero 2014.....	91
TABLA N° 4. 5	Muestras de cocaína que ingresaron en el mes de febrero de 2014.....	92
TABLA N° 4. 6	Muestras de cocaína que ingresaron en el mes de marzo de 2014.....	93
TABLA N° 4. 7	Muestras de cocaína que ingresaron en el mes de abril de 2014.....	94
TABLA N° 4. 8	Muestras de cocaína que ingresaron en el mes de mayo de 2014.....	95
TABLA N° 4. 9	Datos estadísticos de la identificación de la base y clorhidrato de cocaína por el método de espectroscopía infrarroja.....	96
TABLA N° 4. 10	Datos estadísticos de la determinación de concentraciones de cocaína realizadas por cromatografía de gases acoplado a masas.....	97
TABLA N° 4. 11	Datos estadísticos de la determinación de los principales adulterantes de cocaína encontrados en muestras positivas por cromatografía de gases acoplado a masas en el periodo diciembre 2013-mayo 2014.....	99
TABLA N° 4. 12	Resumen general de la concentración de la cocaína y sus adulterantes en el periodo diciembre 2013-mayo 2014.....	100

ÍNDICE DE GRÁFICOS

GRÁFICO N° 4.1	Muestras analizadas diciembre 2013- mayo 2014	88
GRÁFICO N° 4.2	Resultados positivos y negativos diciembre 2013- mayo2014.....	89
GRÁFICO N° 4.3	Muestras que ingresan al laboratorio en el mes de diciembre 2013.....	90
GRÁFICO N° 4.4	Muestras que ingresan al laboratorio en el mes de enero 2014.....	91
GRÁFICO N° 4.5	Muestras que ingresan al laboratorio en el mes de febrero 2014	92
GRÁFICO N° 4.6	Muestras que ingresan al laboratorio en el mes de marzo 2014.....	93
GRÁFICO N° 4.7	Muestras que ingresan al laboratorio en el mes de abril 2014	94
GRÁFICO N° 4.8	Muestras que ingresan al laboratorio en el mes de mayo 2014.....	95
GRÁFICO N° 4.9	Muestras de cocaína identificadas en el período diciembre 2013- mayo 2014.....	96
GRÁFICO N°4.10	Datos de las concentraciones de la cocaína por el método de cromatografía de gases aplicado a masas	97
GRÁFICO N°4.11	Principales adulterantes de la cocaína identificados por cromatografía de gases acoplado a masas.....	99
GRÁFICO N°4.12	Concentración y porcentaje exactos de la cocaína y sus adulterantes	100

INTRODUCCIÓN

Nuestra sociedad actual en la que vivimos se enfrenta a un gran problema de consumo y abuso de drogas especialmente en adolescentes, independientemente de la religión, cultura, entorno social y económico, edad o sexo.

El uso de sustancias psicotrópicas o estupefacientes provoca alteraciones del sistema nervioso central del individuo, creando cambios psíquicos, emocionales y físicos, así como farmacodependencia lo que con lleva a un grave problema al ser consumido estas sustancias en el organismo del ser humano.

Los alcaloides actúan específicamente en el cerebro, siendo el centro donde se producen todos los pensamientos, sentimientos y las actividades intelectuales, lo que conlleva a consecuencias negativas para la salud, por lo que su consumo incontrolado produce en el organismo un estado de intoxicación que puede ser crónico o periódico como consecuencia del uso repetitivo de una droga; al suceder esto se origina una dependencia y tolerancia al estupefaciente.

Se habla de dependencia cuando el efecto de una droga modifica o cambia el estado del organismo de tal manera que la misma tiene que ser consumida constantemente, esta puede ser física (la persona presenta síntomas como dificultad para dormir, nerviosismo, mal humor, etc.) o psicológica (el individuo siente la necesidad de consumir la droga por los efectos que ella produce), mientras que la tolerancia ocurre cuando la cantidad de droga consumida ya no satisface al consumidor y éste se ve obligado a aumentar la dosis, o cantidad de droga, para lograr el mismo efecto, ya que se debe a una causa muy importante y específica que es la adicción de los diferentes tipos de alcaloides

Existen agrupaciones de personas que se dedican a la producción, tráfico ilegal y comercialización de drogas ilícitas que tiene una relación muy amplia entre otros delitos como: tráfico de personas, tráfico de armas, lavado de dinero, corrupción, entre otras, lo que significa que nuestro país tiene un alto índice de inseguridad de sus habitantes siendo esto un problema para el gobierno central.

Por lo antes mencionado nuestro estudio de investigación referente a la cocaína, que hoy en día es una droga ampliamente consumida en el mundo y su utilización

indiscriminada e irracional ha producido millones de personas adictas, crónicas y dentro de la clases de consumo tenemos: pasta o base, clorhidrato de cocaína, el crack y otros derivados, todo este estudio se lo realiza con el propósito, de brindar una mayor información e impulsar más conciencia en las personas, sobre el consumo de manera incontrolada, con lleva a signos y síntomas inapropiados ya que es una droga muy adictiva que produce daños en el organismo si no existe un control especializado.

Debido a la problemática que se suscita en nuestro medio por el consumo inadecuado de este tipo de alcaloide, se empleó una metodología descrita en el proyecto de investigación y que permita conseguir los objetivos propuestos, se realizó con el fin de determinar la presencia de cocaína en 80 muestras inorgánicas que se encuentran en estado sólido(polvo granular), y en diferentes soportes(cuero, cartón, líquidos, etc.), que ingresaron al Laboratorio de Química Forense del Departamento de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo, mediante métodos científicos cualitativos de campo como: extracción líquido-líquido, extracción en fase sólida, pruebas de coloración (dragendorff, tiocianato de cobalto y scott), métodos cualitativos confirmatorios como cromatografía en capa fina, espectroscopia infrarroja además de métodos cuantitativos para obtener la concentración exacta del analito en estudio que es la cromatografía de gases.

Por lo antes expuesto nuestro trabajo de investigación tiene como finalidad concienciar a toda la sociedad y comunidad en general mediante charlas, conferencias por miembros de antinarcóticos y profesionales relacionadas con el área, trípticos y otros medios que conlleven a un bienestar total para el no consumo de estos estupefacientes y disminuir la aprensión de este tipo de sustancia alcaloidea por las autoridades policiales.

Una vez puesto en práctica el procedimiento correcto para realizar los diferentes tipos de análisis de la cocaína, en 80 muestras previamente recibidas con la debida cadena de custodia, el 100% de resultados analizadas dieron como resultado positivo para cocaína, los que constan en la investigación de campo, sistematizados en cuadros y gráficos, e interpretados de acuerdo con la fundamentación teórica y los datos empíricos, facilitaron la discusión en función al cumplimiento de los objetivos y la comprobación de las hipótesis.

CAPÍTULO I

1. PROBLEMATIZACIÓN

1.1 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.

El uso de sustancias que afectan al sistema nervioso central como la cocaína se ha convertido en un severo problema que afecta a la sociedad y comunidad en general, sin importar la clase social, cultural y económica que posean cada una de ellas, dando como resultado y poniendo al descubierto una serie de inconvenientes como robos, violaciones e incluso hasta llegar a suicidio u homicidio.

Un problema que ocurre continuamente en nuestro medio a nivel nacional , latino es debido al desconocimiento del consumo de este alcaloide, estimulante (cocaína), sin saber el grave daño que se suscita a nivel personal, familiar, y en su entorno social, ya que este psicotrópico al ser consumido independientemente de la vía de ingreso en el ser vivo, produce reacciones de biotransformación, conjugación y eliminación, dando lugar a metabolitos más tóxicos que el compuesto original, cabe indicar que esta sustancia puede ser suministrada por vía esnifada, dérmica, intravenosa y vía oral, provocando daños severos en el organismo, como: adicción, dependencia, agresividad, delirio y sobre todo daños neurológicos, fisiológicos y psíquicos a nivel de sistema nervioso central, ya que atraviesa fácilmente la barrera hematoencefálica, llegando incluso a una sintomatología grave como convulsiones, coma y muerte.

Entre otras posibles causas problema que pueden motivar a una persona para consumir drogas, podrían enumerarse causas como: para pertenecer a un determinado grupo de amistades (aceptación de grupo), imitación a un artista al cual se admira o con el cual se siente identificado, para evadir una realidad que le desagrada o aumentar la autoestima, problemas en el hogar, sentimentales, sociales, económicos y culturales.

Uno de los problemas graves que tiene que enfrentar en la actualidad el gobierno de nuestro país y toda la comunidad en general es el tráfico ilegal de este tipo de alcaloide, que con mayor frecuencia se va incrementando día a día, ya sea por su comercialización en grandes cantidades esto dado por los grandes carteles o a través de personas que se dedican al microtráfico, es decir a realizar el expendio de estas sustancias estimulantes en

mínimas cantidades o dosis a las afueras de colegios, discotecas, parques, y centros de recreación que frecuentan con regularidad los jóvenes adolescentes de la época.

En vista de esto al realizar este estudio de como hoy en día en nuestra población, se puede conseguir con tanta facilidad este tipo de sustancias estupefacientes que se ha incorporado dentro del Código integral Penal .y El Plan Nacional de Prevención Integral de Drogas 2011-2013, siendo las nuevas cantidades permitidas para considerarse legales al incautarlas a cada persona, ya sea que consumen o a su vez tráfico como se evidencia en la figura N° 1

Figura N° 1. 1 CANTIDADES DE DROGAS PERMITIDAS EN EL ECUADOR, TIPIFICADAS EN EL NUEVO CÓDIGO INTEGRAL PENAL 2011-2013.

Drogas	Tabla Consep	Propuesta Código*
Marihuana	10	10
Pasta base de cocaína	2	2
Clorhidrato de cocaína	1	1
Heroína	0,1	0,1
Metilendioxifenetilamina	0,015	0,015
Éxtasis	0,015	0,015
Anfetaminas	0,04	0,04

Fuente: www.elcomercio.com.ec/actualidad/seguridad/nuevo-codigo-integral-penal-establece-1.html

Por consiguiente, de acuerdo a lo antes mencionado nuestra investigación pretende determinar la presencia de la cocaína utilizando métodos cualitativos de campo (dragendorff, tiocianato de cobalto y scott), métodos cualitativos confirmatorios como cromatografía en capa fina, espectroscopia infrarroja y el método cuantitativo como cromatografía de gases que nos van a ser de gran ayuda para realizar la determinación en muestras inorgánicas que vienen incorporadas en soportes (cuero, cartón, líquidos) y en estado puro (polvo granular, etc.)

Las pruebas en el Laboratorio de Química Forense del Departamento de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo, son una valiosa herramienta para la toma de decisiones al tratarse en el caso de alteraciones en la actividad diaria de personas que manejan muestras inorgánicas que contengan cocaína sin saber de su conocimiento. Además nos permitirá dar a conocer a la sociedad en general la presencia de estos compuestos alcaloideos, las técnicas y procedimientos adecuados para poder identificar si

en las distintas formas de camuflaje y de manera pura o granular existe o no la presencia de dicha sustancia.

1.2 FORMULACIÓN DEL PROBLEMA

¿Por qué debemos determinar la presencia de cocaína en muestras inorgánicas que llegan al Laboratorio de Química Forense del Departamento de Criminalística de Chimborazo por el método de cromatografía de gases y espectroscopia infrarroja?

1.3 OBJETIVOS

1.3.1 Objetivo general

- Determinar la presencia de cocaína en muestras inorgánicas mediante el método de Cromatografía de gases y espectroscopia infrarroja que ingresan al Laboratorio de Química Forense del Departamento de Criminalística de Chimborazo.

1.3.2 Objetivos específicos

- Conocer la toxicocinética es decir la absorción, distribución, metabolismo y excreción de la cocaína en el organismo humano.
- Realizar la extracción del alcaloide utilizando correctamente los procedimientos de extracción líquido-líquido y su posterior purificación.
- Determinar el estimulante en estudio mediante el método cualitativo confirmatorio como espectroscopia infrarroja y el método cuantitativo cromatografía de gases.
- Tabular los datos estadísticos obtenidos en el tiempo de prueba con las muestras que llegan al Laboratorio de Química Forense en el periodo antes mencionado.

1.4 JUSTIFICACIÓN

En los últimos tiempos el consumo de drogas como la cocaína se ha incrementado en la población de nuestro país Ecuador, alcanzando una extensión e importancia que justifica plenamente la alarma en toda la sociedad y comunidad en general, esto debido a que son diversos los aspectos del problema de orden social, cultural, medico, jurídico y criminológico, etc.

Además justifica la realización de un exhaustivo estudio a través de un trabajo de investigación, utilizando métodos altamente sensibles y específicos para la identificación y

cuantificación de este tipo de alcaloide en muestras inorgánicas, ya que hoy en día el narcotráfico utiliza nuevas técnicas de camuflaje para el envío y transporte de la cocaína.

De acuerdo a la problemática suscitada nuestro medio, el presente trabajo de investigación pretende minimizar el consumo y el tráfico ilícito de este tipo de estimulante del sistema nervioso central, como también maximizar la prevención y control de la droga en estudio a nivel de la provincia y el distrito de Chimborazo.

Por consiguiente utilizando métodos y técnicas altamente sensibles y específicas se va a identificar mediante pruebas de campo, análisis cualitativos confirmatorios (espectroscopia infrarroja), como también cuantificar (cromatografía de gases) el estudio en estudio, el mismo que se encuentra en forma sólida como también impregnada u derivada a soportes (cuero, cartón, papel y en medios líquidos) que ingresan al Laboratorio de Química Forense del Departamento de Criminalística de la Provincia de Chimborazo, con el propósito de poder obtener resultados altamente confiables, precisos, exactos, y veraces contribuyendo de esta manera con la correcta administración de justicia, la sociedad y la comunidad en general. (Dirección Nacional de la Policía Judicial e Investigación del Ecuador)

CAPÍTULO II

2. MARCO TEÓRICO

2.1 POSICIONAMIENTO PERSONAL.

Se ha realizado las indagaciones correspondientes para comprobar que no existen investigaciones de este tipo a nivel de la UNACH, ni publicaciones en alguna Institución, al igual que en el lugar donde se va a participar con la investigación, así que es de gran relevancia servir a la comunidad con el presente trabajo.

Por lo expuesto y el contenido de este trabajo investigativo se puede notar que la teoría del pensamiento utilizado es el pragmatismo ya que se vincula la teoría con la práctica.

2.2 FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA

2.2.1 El Laboratorio de Química Forense del Departamento de Criminalística de Chimborazo

Es una institución pública que presta sus servicios en el campo de la Química Forense a toda la población de la ciudad de Riobamba y la provincia de Chimborazo atendiendo sus necesidades buscando fomentar la investigación de los futuros profesionales que allí se forman.

Figura N° 2. 2 LABORATORIO DE QUÍMICA



Fuente: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo

Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

2.2.1.1 Autoridades

Las autoridades del Laboratorio de Química Forense del Departamento de Criminalística de Chimborazo son los encargados de la administración de esta Institución,

responsables de fomentar el talento humano y científico que se forma e ingresa al servicio de la colectividad, actividades que serán posibles mediante proyectos que se cumplirán y serán aplicados de tal forma que el nombre de la entidad traspase las fronteras.

2.2.1.2 El laboratorio de química forense del departamento de criminalística de Chimborazo.

El área del Laboratorio de Química Forense de esta Institución, está encargada de la investigación de los diferentes tóxicos y drogas que se pueden encontrar en las múltiples muestras biológicas y no biológicas que al ingresar al organismo de un ser vivo van a producir severas alteraciones e incluso la muerte del individuo y así determinar la causa y el agente causal de la intoxicación de la persona.

2.2.2 Cocaína

La cocaína, es un alcaloide tropano extraído de las hojas de la planta (*Erithroxylum coca*) o de sus diferentes variedades, o mediante síntesis a partir de la ecgonina o de sus derivados.

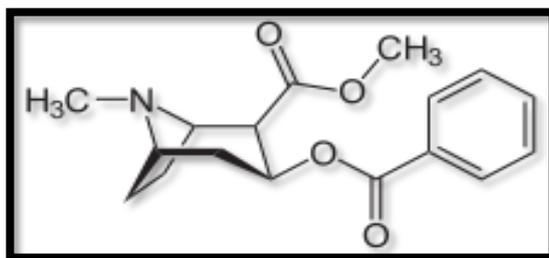
A diferencia de la mayoría de las moléculas, la cocaína posee bolsillos con alta eficiencia hidrófila y lipófila, violando la regla de equilibrio hidrófilo-lipófilo.

Es un estimulante del sistema nervioso central, un supresor del apetito, y un anestésico tópico. Específicamente, es un inhibidor de la recaptación de serotonina-norepinefrina-dopamina (también conocido como un inhibidor de la recaptación triple (TRI)), que media la funcionalidad de estos neurotransmisores como un ligando de transportador de catecolamina exógeno. Es un adictiva debido a la forma en que afecta el sistema de recompensa mesolímbico.

2.2.2.1 Estructura química

La cocaína es un alcaloide pirrolidínico de fórmula $C_{17}H_{21}NO_4$, que como la gran mayoría de alcaloides tiene carácter básico, contiene un nitrógeno heterocíclico.

Figura N° 2.3 ESTRUCTURA QUÍMICA DE LA COCAÍNA



Fuente: <http://es.wikipedia.org/wiki/Coca%C3%ADna>

2.2.2.2 Propiedades físicas-químicas

Figura N° 2.4 COCAÍNA EN POLVO



Fuente:
<http://www.salud180.com/sites/www.salud180.com/files/cocaina.jpg>

La cocaína tiene un aspecto cristalino, de color blanco y sabor amargo; es soluble en agua y reacciona con los ácidos formando sales. Peso molecular 339.81, Punto de fusión 197 °C. (Cocaína. (en línea). Disponible en: <http://es.wikipedia.org/wiki/Coca%C3%ADna>)

Figura N° 2.5 ALCALOIDES DE LA HOJA DE COCA

ALCALOIDE NATURAL	PROPIEDADES
Cocaína	Anestésico y analgésico
Egonina	Metaboliza grasas y carbohidratos
Pectina	Absorbente y Antidiarreico
Papaina	Proteasa que acelera la digestión
Higrina	Exita las glándulas salivares cuando hay deficiencia de oxígeno en el ambiente
Globulina	Mejora la circulación sanguínea, evita el mal de alturas.
Piridina	Acelera la formación y circulación del cerebro
Quinolina	Evita la formación de caries dentales
Conina	Anestésico
Cocamina	Analgésico
Inulina	Diurético
Benzoina	Acelera la formación de células musculares y evita la putrefacción de alimentos
Reserpina	Regula presión arterial

Fuente: <http://www.cicad.oas.org/apps/Document.aspx?Id=1151>

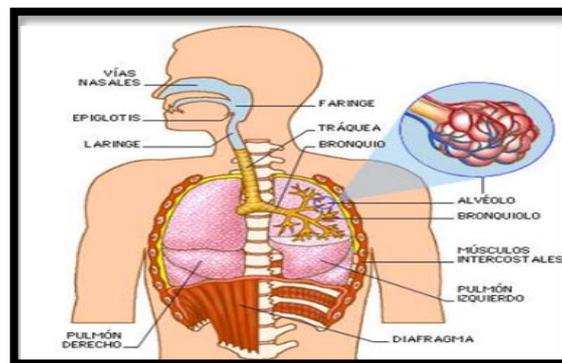
2.2.2.3 Proceso de extracción de la cocaína y sus derivados

1. Se mezcla las hojas de coca en un barril con agua y cal. Se las comprime y se las deja de 1 a 3 días para que se macere.

2. Se agrega algún solvente orgánico no polar (kerosene, gasoil, etc.) para extraer la coca. Luego se desechan los restos de las hojas, los cuales darán origen al BASUCO, y se separa el líquido verdoso resultante que se denomina “pasta cruda”.
3. Decantado el solvente el cual es acidificado en general con ácido sulfúrico, precipita la cocaína con sulfato.
4. Se precede entonces a la eliminación de compuestos contaminantes por oxidación con permanganato de potasio y transformación de ecgonina en cocaína mediante metilación y benzoilación.
5. Después del filtrado y el secado mediante, alcalinización y extracción con solvente orgánico (éter, cloroformo, etc.) se obtiene la pasta BASE.
6. Se diluye la pasta en acetona, se filtra y se agrega ácido clorhídrico, se vuelve a filtrar y se seca al sol o mediante estufas, el polvo obtenido es finalmente, CLORHIDRATO DE COCAÍNA. (<http://www.cannabiscave.net/foros/showthread.php/22956-COCAINA-%28Descripci%C3%B3n-qu%C3%ADmica-extracci%C3%B3n-informaci%C3%B3n%29>)

2.2.2.4 Toxicocinética de la cocaína

Figura N° 2. 6 TOXICOCINÉTICA DE LOS COMPUESTOS ALCALOIDES



Fuente: <http://4.bp.blogspot.com/Nueva+image.png>

2.2.2.4.1 Absorción

La cantidad relativa de cocaína que se absorbe a nivel sistémico depende fundamentalmente de la vía de administración.

La absorción por la mucosa nasal después de esnifar y la absorción a través del tracto digestivo después de su administración oral es similar y mucho más lenta que después de fumar o después de la administración intravenosa.

El pico plasmático se produce normalmente a los 60 minutos después de la administración nasal u oral; aunque como en otros parámetros de la cinética de la cocaína, la variabilidad individual es muy grande, con intervalos de 30 a 120 minutos. La biodisponibilidad nasal u oral es de un 30-40%, aunque la variabilidad es mayor para la vía oral.

Las concentraciones máximas venosas y arteriales después de las diferentes administraciones varían enormemente. No sólo depende de las dosis y de las vías de administración sino también de la frecuencia de las inyecciones. El rango de las dosis de cocaína normalmente varían entre 0.2 a 3 o 4 mg/Kg, dependiendo de la vía de administración, sin embargo las concentraciones plasmáticas máximas varían en un rango entre 50 a 2000 ng/ml o mayor dependiendo de la vía de administración y de la frecuencia de las inyecciones. (QUINTERO, A y RAMOS, R, (2007).

2.2.2.4.2 Distribución

Una vez absorbida la cocaína pasa rápidamente a la sangre y se distribuye por todo el organismo, teniendo especial afinidad por el cerebro. También atraviesa la barrera hematoencefálica y la barrera feto placentaria debido a su alta liposolubilidad. La cocaína tiene un volumen de distribución de 2 l/kg. La biotransformación del principio activo se inicia rápidamente en la sangre misma debido al pH del medio acuoso, el cual es potenciado por la presencia de colinesterasas y posteriormente se completa en el hígado donde es hidrolizada por colinesterasas produciendo sus dos metabolitos principales la benzoilecgonina (BEG) y la ecgoninametilester (EME). 15-30 minutos después de la administración aparece la benzoilecgonina (BEG), el principal metabolito del cual se pensaba que era farmacológicamente inactivo. La BEG puede detectarse en plasma hasta 24 horas después de su administración.

Ni la cocaína ni sus metabolitos se unen a proteínas plasmáticas, la vida media de sus metabolitos oscila entre 4-6 horas y es más larga que la de la cocaína libre que es de aproximadamente 60 minutos (15). La cantidad encontrada en sangre corresponde fielmente a la cantidad a la que están expuestos los receptores. En personas con sobredosis, la sustancia muestra concentraciones diferenciales importantes en cerebro y sangre, llegando a encontrarse en el primero hasta 10 veces la concentración en la sangre. (QUINTERO, A y RAMOS, R, (2007).

2.2.2.4.3 Metabolismo

Hepático por Hidrólisis. La cocaína es rápidamente metabolizada, generalmente por hidrólisis enzimática para producir benzoilecgonina (BE), ecgonina metil éster y posteriormente ecgonina. En un 1-5% se excreta por la orina sin cambios.

La hidrólisis a benzoilecgonina se produce en un 45% de una dosis administrada; porcentaje similar a la hidrólisis a ecgonina metil éster. Ninguno de los dos metabolitos posee actividad biológica significativa en humanos. La norcocaínitróxido y otros radicales libres son metabolitos potencialmente activos, pero se producen en pequeñas cantidades que generalmente no representan cantidades farmacológicamente significativas en clínica humana.

Cuando la cocaína se fuma, la droga se piroliza a una serie de compuestos químicos dependiendo de la temperatura. El principal metabolito es la anhidroecgonina metil éster (AEME), también conocida como metil ecgonidina. (QUINTERO, A y RAMOS, R, (2007).

2.2.2.4.4 Eliminación

El aclaramiento de la cocaína es muy rápido, variando entre 20 a 30 ml/min/Kg. La semivida plasmática es, de nuevo, variable con intervalos de 1 a 1.5 horas. La benzoilecgonina presenta una semivida plasmática de 6-8 horas y la ecgonina metil éster de 3-8 horas. Su eliminación se da de forma muy rápida, efectúa por vía renal principalmente, en forma de metabolitos, aunque dicha eliminación es dependiente del pH urinario. Uno de los metabolitos de más importancia es la EME que se forma por acción de una colinesterasa plasmática y/o hepática y representa aproximadamente del 26 a 60% de las dosis de Cocaína administrada. Pueden ser detectados hasta seis horas después del consumo La NORCOC es un metabolito farmacológicamente activo encontrado en la orina. Y otra pequeña cantidad de cocaína se excreta por la orina en forma libre.

La benzoilecgonina es el metabolito que se detecta en orina, puede ser detectada en orina 3-4 días después del último consumo y por supuesto dependerá de la cantidad de cocaína consumida y del valor de corte que se establezca o de la sensibilidad de la prueba. (QUINTERO, A y RAMOS, R, (2007).

2.2.2.5 Métodos del consumo de la cocaína

- Método de consumo nasal de la cocaína

La vía de consumo nasal es la más frecuente, en inhalación, en forma de polvo. Se calcula que el 80% de los consumidores lo hacen por esta vía. También se consume la cocaína en aerosoles que tienen una concentración aproximada de un 8%.

- Método de consumo subcutáneo de la cocaína

La vía subcutánea, por inyecciones, es poco usada debido a los inconvenientes que produce: uso de inyectadoras y posibilidad de producir infecciones localizadas o generalizadas por la falta de higiene de los consumidores.

- Método de consumo intravenoso de la cocaína

Generalmente es esta vía la preferida de los consumidores habituales. Lo más frecuente es que se trata de un consumidor de heroína, que utiliza por vía intravenosa una mezcla de heroína- cocaína, conocida en argot como (bola rápida).

- Método de consumo de cocaína fumada

En algunos países como Perú se fuma la cocaína en forma de “Pasta de Cocaína”, sola (“Kate” y “Mini- Kate”, si contiene 1 gramo o menos de pasta blanca de cocaína), o bien, mezclada con marihuana (“Paco”), o con tabaco (“Mixto”, “Tabacozo”) (QUINTERO, A y RAMOS, R, 2007).

2.2.2.6 Dosis tóxica

La dosis tóxica es variable. Hay personas que tienen una sensibilidad especial a la cocaína que las hace reaccionar ante dosis muy pequeñas y entran rápidamente en shock, a veces durante la misma aplicación de la droga. La cifra tóxica está generalmente alrededor de los 0,20 a 0,30 g., pudiendo en los adictos llegar a los 3 gramos (http://www.mty.itesm.mx/dae/cat/d_lacocaina.pdf)

2.2.2.7 Manifestaciones clínicas del consumo de la cocaína

- **Efectos inmediatos del consumo de cocaína**

Aumento de la frecuencia cardíaca y respiratoria e incremento de la presión arterial y de la temperatura corporal después del consumo de las pequeñas cantidades de la droga.

Grandes cantidades pueden provocar una conducta extraña, imprevisible o violenta.

Los síntomas físicos incluyen visión borrosa, dolor torácico, náuseas, fiebre, espasmos musculares, convulsiones y muerte a partir de convulsiones, coma, insuficiencia cardíaca o fallo del sistema nervioso que origina paro respiratorio.

- **Efectos a largo plazo por el consumo de la cocaína**

- ✓ Problemas psiquiátricos, paranoia, depresión, ansiedad y delirios.
- ✓ Problemas emocionales, escolares, laborales, escolares y aislamiento de la familia.

- **Efectos físicos**

- ✓ La inhalación repetitiva ocasiona lesión de las fosas nasales e inflamación y congestión de los conductos nasales.
- ✓ La cocaína fumada ocasiona son más propensos a infecciones respiratorias graves.
- ✓ La cocaína inyectada por vía parenteral corren mayor riesgo a padecer de hepatitis e infección por el VIH.
- ✓ Infartos de miocardio, dolor torácico, insuficiencia respiratoria, ictus, dolor abdominal y náuseas.

- **Efectos Orgánicos**

- ✓ Efecto de la cocaína inhalada genera tolerancia progresivamente incrementada, aumentando el riesgo de muerte por fallo cardíaco o intoxicación general; dilatación de las pupilas, aumento de la presión sanguínea y de la temperatura del cuerpo, reducción de la fatiga, lesiones en el tabique, picores y hormigueos. Al tomarla por vía nasal, tienen sensaciones de frío y anestesia en cara, nariz y boca, tienen sensación de moqueo acuoso, y tener polvo en la altura de la solapa y

hombros, cuyo motivo se limpia con la mano dichas zonas de forma persistente.
(QUINTERO, A y RAMOS, R, (2007).

2.2.2.8 Prevención

Evitar el uso de más de 50 mg (1mL de solución al 5%) de cocaína sobre las mucosas. Usar con menor frecuencia en pacientes < 20 años de edad. La cocaína nunca debe inyectarse. (QUINTERO, A y RAMOS, R, (2007).

2.2.2.9 Tratamiento

2.2.2.9.1 Intoxicación aguda

A) Medidas de urgencia:

- 1) mantener las vías respiratorias libres y ventiladas. Retrasar la absorción del fármaco ingerido con carbón activado y posteriormente eliminar del estómago el fármaco restante mediante lavado gástrico o catarsis. Límite de absorción en el sitio de inyección con bolsas de hielo. Es probable que los esfuerzos para eliminar el fármaco después de 30 min sea inútiles.
- 2) Controlar las convulsiones con diacepam 0.1mg/kg por vía intravenosa lenta. Prepararse para aplicar respiración artificial. Tratar la taquicardia y cualquier otra arritmia cardiaca. (QUINTERO, A y RAMOS, R, (2007).

B) Medidas generales:

- 1) Tal vez se requiera succinilcolina si las convulsiones intervienen con la respiración.
- 2) Mantener la presión arterial con líquidos. El uso de vasopresores es peligroso.
- 3) En caso de reacciones hipertensivas, administrar fentolamina 5mg por vía intravenosa lenta.
- 4) Evaluar la posible presencia de otras drogas recreativas.
- 5) Tratar la hipertermia.

2.2.2.9.2 Intoxicación crónica

Suspender el uso de la droga por lo general, no hay síntomas de abstinencia después de interrumpir la cocaína. (QUINTERO, A y RAMOS, R, (2007).

2.2.3 Extracción de la cocaína

Existen tres procesos de extracción de la cocaína los cuales se basan en la solubilidad y en la presencia del N en la molécula, tales procesos son:

2.2.3.1 Análisis cualitativos preliminares

Para determinar el procedimiento experimental a seguir se hacen unos ensayos cualitativos en tubos de ensayo basados en las propiedades de los componentes de la muestra y en las de los productos formados al mezclarlos también. Como la cocaína en la muestra se encuentra como clorhidrato, es muy soluble en agua y poco soluble en solventes orgánicos. Además el tiocianato férrico formado es prácticamente insoluble en cloroformo. Teniendo en cuenta también que las sales de hierro que se forman al adicionar los aniones fosfato y carbonato son insolubles, se procede a disolver una pequeña cantidad de la muestra en tres solventes diferentes (agua, etanol y cloroformo) y luego con cada uno se adicionaron amoníaco, fosfatos y carbonatos. (<http://quimicaorganica1.jimdo.com/la-coca%C3%ADna/>)

2.2.3.2 Extracción por soxhlet

Para realizar la extracción por Soxhlet se disuelve la muestra en etanol, se centrifuga para descartar el precipitado amarillo de $\text{Fe}(\text{OH})_3$ y luego se adiciona CO_3^{2-} para formar la sal de hierro insoluble, después se centrifuga y a la solución resultante se le realiza una extracción exhaustiva con etanol utilizando soxhlet por aproximadamente 24 horas. Por último se evapora el etanol y se sacan los cristales del alcaloide. (<http://quimicaorganica1.jimdo.com/la-coca%C3%ADna/>)

2.2.3.3 Extracción con fluidos supercríticos

Para la extracción de la cocaína utilizando este método se tiene en cuenta los siguientes parámetros experimentales que fueron reportados como las condiciones óptimas después de varios ensayos con hojas de coca:

Masa: 100mg

Presión: 19.4 Mpa = 2815.2 psi

Temperatura = 70 °C

Tiempo = 7.5 minutos

Flujo = 2 mL/min

Como la muestra bajo estudio es de diferente naturaleza, se optimizan los parámetros cambiando una de las variables y dejando las demás constantes. El factor que más influye sobre la extracción es el porcentaje de modificador polar en CO₂ y la cantidad de agua en metanol. (<http://quimicaorganica1.jimdo.com/la-coca%C3%ADna/>)

2.2.4 Tipos de muestra

2.2.4.1 Polvo blanco hueso (base de cocaína)

La base de cocaína es la cocaína no tratada, extraída de las hojas de coca a través de un proceso de maceración y mezcla con solventes tales como la parafina, bencina, éter sulfúrico, etc. La cocaína es una droga que estimula el sistema nervioso central y que alcanza rápidamente el cerebro.

Tiene apariencia de un polvo blancuzco o amarillento, dependiendo de las sustancias con que ha sido mezclada.

Figura N° 2.7 MUESTRA SOLIDA INORGÁNICA



FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo

Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

2.2.4.2 Polvo blanco brillante (clorhidrato de cocaína)

El clorhidrato de cocaína se trata de un polvo blanco fino y brillante, semejante al cristal, su fórmula química es 2-metil-3-bencilecgonina (presenta un grupo amino-hidrofílico conectado por un grupo intermediario a un residuo aromático lipofílico).

Se consume habitualmente por vía nasal (esnifada), aunque también se absorbe por

mucosas (frotando en las encías). Algunos consumidores se la inyectan, sola o mezclada con otras drogas (heroína).

FIGURA N° 2.8 MUESTRA SOLIDA INORGÁNICA



Fuente: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo
Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

2.2.4.3 Líquido

En diferentes ocasiones la base de cocaína y el clorhidrato se encuentra en soluciones con solventes orgánicos, con la finalidad de ocultar la droga para que sea distribuida después de su purificación en el mercado ilícito de las sustancias psicotrópicas y estupefacientes, además estas soluciones se encuentran en frascos etiquetados correspondientes a otras composiciones para que el producto no sea identificado como muestra la Figura N° 2.9.

Figura N° 2.9 MUESTRA LÍQUIDA INORGÁNICA

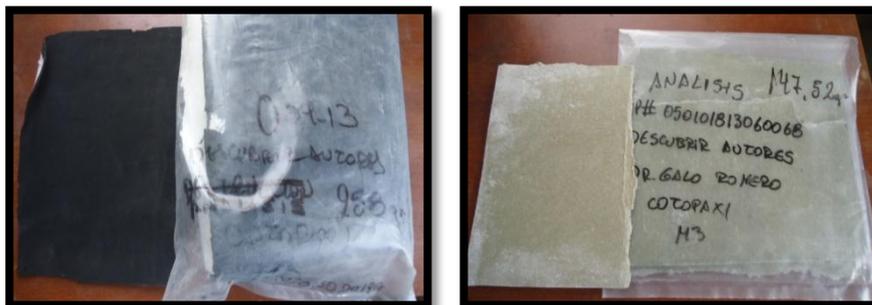


Fuente: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial
Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

2.2.4.4 Cuero y cartón

En ciertas ocasiones la base de cocaína se encuentra en láminas y/o soportes de cuero con el propósito de encubrir dicha droga para luego ser distribuida por el mercado ilícito como sustancias psicotrópicas y estupefacientes, aquellos extractos se pueden encontrar en otras composiciones para no ser descubiertas así como muestra el Figura N° 2.10.

Figura N° 2. 10 MUESTRAS INORGÁNICAS LÁMINAS DE CARTÓN Y CUERO



Fuente: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo
Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

2.2.5 Cromatografía de capa fina

La cromatografía en capa fina (CCF), TLC (Thinlayerchromatography) es una técnica cromatográfica. La fase estacionaria es una capa uniforme de un adsorbente mantenido sobre una placa, la cual puede ser de vidrio, aluminio u otro soporte.

La cromatografía en capa fina se basa en la preparación de una capa, uniforme, de un adsorbente mantenido sobre una placa de vidrio u otro soporte. Los requisitos esenciales son, un adsorbente, placas de vidrio, un dispositivo que mantenga las placas durante la extensión, otro para aplicar la capa de adsorbente, y una cámara en la que se desarrollen las placas cubiertas. Es preciso también poder guardar con facilidad las placas preparadas y una estufa para activarlas.

En cromatografía en capa fina se utiliza una placa cromatográfica inmersa verticalmente en un eluyente apolar; La placa cromatográfica consiste en una fase estacionaria polar (comúnmente se utiliza sílica gel) adherida a una superficie sólida con algún agente cementante. El eluyente debe ser un compuesto líquido apolar, generalmente orgánico. Para realizar la CCF, se debe apoyar la placa cromatográfica sobre algún recipiente o cámara que contenga la fase líquida a aproximadamente 1 cm (la distancia entre el principio de la placa y la muestra que se desea analizar).

Los productos a examinar se disolverán, cuando sea posible, en un disolvente orgánico que tenga un punto de ebullición lo suficientemente bajo para que se evapore después de la aplicación, lo más común es usar acetona. Frecuentemente se emplean disoluciones al 1%, de manera que al aplicar 2 µl resulta en la carga 20 µg de producto sólido. Muchos

reactivos de revelado llegan a detectar 0.1 µg de material; por esto con esta carga puede llegarse a observar un 5% de impurezas.

Existen una gran variedad de micropipetas y microjeringuillas para realizar el proceso de siembra de la muestra a analizar. También pueden usarse tubos capilares. El proceso de siembra se realiza tocando con la punta del capilar (micropipeta, etc.) sobre la placa preparada. Dejando una distancia al borde inferior de un centímetro aproximadamente. El punto de aplicación de la muestra se denomina toque.

Una vez colocado el toque se deja secar para evaporar el disolvente, de forma que en la placa solo quedará la muestra a analizar. (BERMEJO, L, 2000)

2.2.5.1 Elección del eluyente

La elección del eluyente depende del componente que se va a separar y del material en que la separación se lleva a cabo. Un método que se emplea para la selección del eluyente es una cromatografía en capa fina con distintos disolventes y unas muestras patrón.

- Principales eluyentes en orden creciente de polaridad:

Éter de petróleo. Éter dietílico. Ciclohexano. Acetato de etilo. Tetracloruro de carbono. Piridina. Benceno. Etanol. Cloroformo. Metanol. Diclorometano. Agua. Ácido acético.

- En la elección del eluyente influyen varios factores:

Precio. Pureza. No utilizar mezclas de eluyentes (reproducibilidad). No utilizar compuestos muy volátiles. Evitar que contengan trazas de metales (catalizadores). La elección del eluyente se realiza de forma empírica. Hay que estudiar la polaridad del componente y probar con eluyentes cada vez menos polares.

a) Toque de la muestra sin aplicar ningún eluyente.

b) Aplicando un eluyente poco polar.

c) Aplicando un eluyente más polar.

Al aplicar en primer lugar eluyentes poco polares, podemos seguir utilizando la misma placa para aplicar otros eluyentes más polares, hasta dar con el más apropiado. (CASARETY y DOULL, 2001)

2.2.5.2 Desarrollo de la cromatografía

El desarrollo de la cromatografía en capa fina se realiza normalmente por el método ascendente, esto es, al permitir que un eluyente ascienda por una placa casi en vertical, por la acción de la capilaridad. La cromatografía se realiza en una cubeta. Para conseguir la máxima saturación posible de la atmósfera de la cámara, las paredes se impregnan del eluyente.

Generalmente el eluyente se introduce en la cámara una hora antes del desarrollo, para permitir la saturación de la atmósfera. El tiempo de desarrollo, por lo general, no llega a los 30 minutos. El tiempo de una cromatografía cualitativa suele ser de un par de minutos, mientras que el tiempo de una cromatografía preparativa puede llegar a un par de horas.

Las placas pueden desarrollarse durante un tiempo prefijado, o hasta que se alcance una línea dibujada a una distancia fija desde el origen. Esto se hace para estandarizar los valores de RF. Frecuentemente esta distancia es de 10 cm; parece ser la más conveniente para medir valores de RF. Después del desarrollo, las placas pueden secarse rápidamente con una corriente de aire caliente.

La mejor posición de desarrollo para un componente es el punto medio entre el origen y el frente del eluyente, ya que permite separar las impurezas que se desplazan con mayor y menor velocidad. El frente del eluyente nunca debe llegar a tocar el borde de la placa. (CASARETY y DOULL, 2001)

2.2.5.3 Reveladores

2.2.5.3.1 Métodos Químicos

Consisten en realizar una reacción química entre un reactivo revelador y los componentes separados, para ello se pulveriza la placa con los reactivos reveladores.

Generalmente se utiliza como reactivo revelador yodo, el cual forma complejos coloreados con los componentes orgánicos (con tonos amarillo-marrón), pero las manchas desaparecen con el tiempo con lo que es conveniente señalar las manchas aparecidas.

Otro reactivo revelador bastante utilizado es el ácido sulfúrico, que reacciona con los componentes orgánicos produciendo manchas negras.

También es utilizado el permanganato potásico, que deja unas manchas de color amarillo. El tamaño de las manchas no está relacionado con la cantidad de componente separado.

Además de estos reveladores generales, existen otros específicos:

2,4 - dinitrofenilhidracina (para aldehídos y cetonas). Verde de bromocresol (para ácidos carboxílicos). Paradimetilaminobenzaldehído (para aminas). Ninhidrina (para aminoácidos). (REPETTO J, REPETTO K, 2009)

2.2.5.3.2 Métodos Físicos

El más común consiste en añadir al adsorbente un indicador fluorescente. De tal forma que al colocar la placa bajo una lámpara ultravioleta, y dependiendo del indicador y de la longitud de onda, aparecen manchas fluorescentes en las zonas en las que hay componentes, o en otros casos aparece toda la placa fluorescente excepto donde hay componentes.

Algunos compuestos poseen cierta fluorescencia (aunque no es normal) con lo que pueden ser detectados directamente en una lámpara de ultravioleta.

2.2.5.4 Factor de Retención (Rf)

La constante RF (Ratio of Front) es simplemente una manera de expresar la posición de un compuesto sobre una placa como una fracción decimal, mide la retención de un componente. Se define como:

$$R_f = \frac{\text{Distancia recorrida de la muestra}}{\text{Distancia recorrida del sistema de solventes}}$$

La distancia recorrida por el compuesto se mide generalmente desde el centro de la mancha, los cálculos se simplifican si el denominador es 10. Para que los RF sean reproducibles deben ser fijadas una serie de condiciones (Espesor de la placa, fase móvil,

fase estacionaria, cantidad de muestra). El máximo valor de RF que se puede alcanzar es de 1, lo ideal es un RF entre 0.55 y 0.7. (REPETTO J, REPETTO K, 2009)

Para averiguar si dos compuestos son iguales, se colocan ambos sobre la misma placa y se desarrolla con varios eluyentes. Una vez desarrollados se calculan los RF y si son distintos, puede deducirse con toda seguridad que no se trataba del mismo compuesto. Por el contrario si los RF son iguales los compuestos pueden ser iguales o no serlo.

Si se sospecha que dos compuestos son muy parecidos se eluyen sobre la misma placa con el mismo eluyente u otros de menor polaridad, hasta apreciar una separación mínima. En este caso no se pueden usar reveladores químicos, ya que alterarían los compuestos, sino indicador ultravioleta. (REPETTO J, REPETTO K, 2009)

2.2.6 Cromatografía de gases

La cromatografía de gases es una técnica cromatográfica en la que la muestra se volatiliza y se inyecta en la cabeza de una columna cromatográfica. La elución se produce por el flujo de una fase móvil de gas inerte.

A diferencia de los otros tipos de cromatografía, la fase móvil no interactúa con las moléculas del analitos; su única función es la de transportar el analitos a través de la columna.

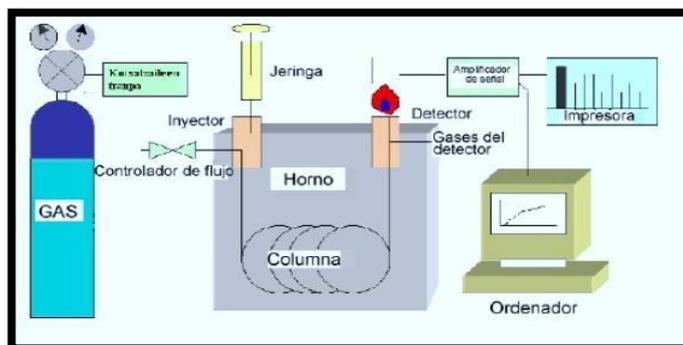
Existen dos tipos de cromatografía de gases (GC): la cromatografía gas-sólido (GSC) y la cromatografía gas-líquido (GLC), siendo esta última la que se utiliza más ampliamente, y que se puede llamar simplemente cromatografía de gases (GC). En la GSC la fase estacionaria es sólida y la retención de los analitos en ella se produce mediante el proceso de absorción. (GARCÍA J. Y LÓPEZ C, 2005)

Precisamente este proceso de adsorción, que no es lineal, es el que ha provocado que este tipo de cromatografía tenga aplicación limitada, ya que la retención del analitos sobre la superficie es semipermanente y se obtienen picos de elución con colas.

Su única aplicación es la separación de especies gaseosas de bajo peso molecular. La GLC utiliza como fase estacionaria moléculas de líquido inmovilizadas sobre la superficie de un sólido inerte.

La GC se lleva a cabo en un cromatógrafo de líquidos. Éste consta de diversos componentes como el gas portador, el sistema de inyección de muestra, la columna (generalmente dentro de un horno), y el detector. (GARCÍA J. Y LÓPEZ C, 2005)

Figura N° 2.11 ESQUEMA DE UN CROMATÓGRAFO DE GASES



Fuente: <http://datateca.unad.edu.co/contenidos/358004/358004/croma2.jpg>

2.2.6.1 Gas portador

El gas portador cumple básicamente dos propósitos: Transportar los componentes de la muestra, y crear una matriz adecuada para el detector. Un gas portador debe reunir ciertas condiciones:

- ❖ Debe ser inerte para evitar interacciones (tanto con la muestra como con la fase estacionaria)
- ❖ Debe ser capaz de minimizar la difusión gaseosa
- ❖ Fácilmente disponible y puro
- ❖ Económico
- ❖ Adecuado al detector a utilizar.

El gas portador debe ser un gas inerte, para prevenir su reacción con el analito o la columna. Generalmente se emplean gases como el helio, argón, nitrógeno, hidrógeno o dióxido de carbono, y la elección de este gas en ocasiones depende del tipo de detector empleado. El almacenaje del gas puede ser en balas normales o empleando un generador, especialmente en el caso del nitrógeno y del hidrógeno. Luego tenemos un sistema de manómetros y reguladores de flujo para garantizar un flujo estable y un sistema de deshidratación del gas, como puede ser un tamiz molecular. (GARCÍA J. Y LÓPEZ C, 2005)

Generalmente la regulación de la presión se hace a dos niveles: un primer manómetro se sitúa a la salida de la bala o generador del gas y el otro a la entrada del cromatógrafo,

donde se regula el flujo. Las presiones de entrada varían entre 10 y 25 psi, lo que da lugar a caudales de 25 a 150 mL/min en columnas de relleno y de 1 a 25 mL/min en columnas capilares. Para comprobar el caudal se puede utilizar un rotámetro o un simple medidor de pompas de jabón, el cual da una medida muy exacta del caudal volumétrico que entra a la columna.

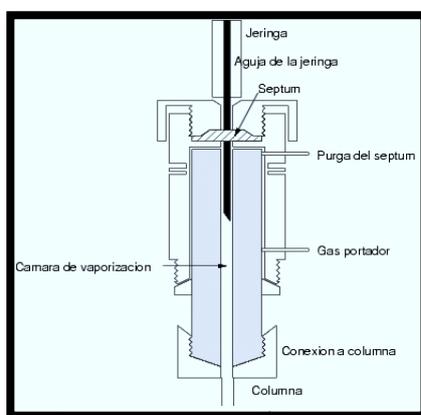
La pureza de los gases es sumamente importante, se requieren niveles 4.5 o mayores es decir 99.995 % de pureza. Sin embargo, debido al cuidado que se debe tener con la fase activa de la columna, se hace completamente necesario la instalación de trampas a la entrada del Gas carrier, estas trampas obviamente tienen una capacidad limitada, pero son importantísimas al momento de usar el Cromatógrafo. Estas trampas evitan el ingreso de Hidrocarburos, agua, CO entre otros. (GARCÍA J. Y LÓPEZ C, 2005)

2.2.6.2 Sistemas de introducción de muestras

En esencia, los dispositivos de inyección de muestras para cromatografía de gases tienen la misión de vaporizar la muestra a analizar e incorporarla a la corriente de gas portador que se dirige hacia la columna. La vaporización e introducción de las muestras en el sistema, debe realizarse cumpliendo una serie de requisitos:

- 1.-La vaporización de la muestra debe ser lo más rápida posible.
- 2.- La vaporización debe realizarse sin discriminar ningún componente de la muestra.
- 3.- La muestra debe llegar a la columna como una banda lo más fina posible

Figura N° 2. 12 INYECTOR DE MUESTRA PARA UN CROMATÓGRAFO DE GASES

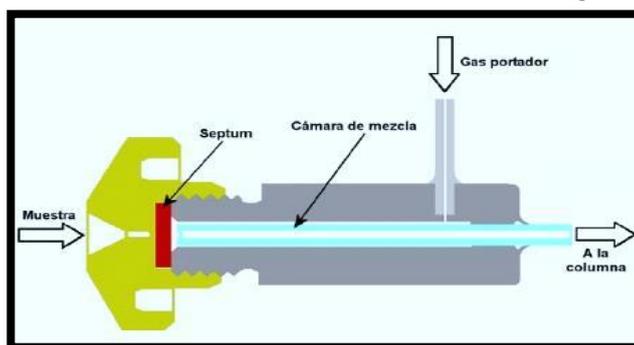


Fuente: http://es.wikipedia.org/wiki/Cromatograf%C3%ADa_de_gases

2.2.6.3 Inyectores para columnas empaquetadas

La inyección de muestras en columnas empaquetadas no presenta problemas particulares; este tipo de columnas admiten cantidades de muestra relativamente elevadas, y la inyección de unos cuantos microlitros de muestra no conduce a una merma apreciable de la eficacia de la columna. La mayoría de los cromatógrafos comerciales utilizan cámaras de inyección termostatazadas. (GARCÍA J. Y LÓPEZ C, 2005)

Figura N° 2. 13 INYECTOR PARA COLUMNAS EMPAQUETADAS



Fuente: http://www.mncn.csic.es/docs/repositorio//es_ES//investigacion/cromatografia/cromatografia_de_gases.pdf

Básicamente, un inyector está formado por un bloque metálico, buen conductor del calor, provisto de un sistema de calentamiento, un termostato capaz de mantener su temperatura constante y un aislamiento térmico adecuado; en el interior de este horno, se encuentra alojado el sistema de inyección. En éste, el gas portador, previamente calentado, pasa de forma continua por el sistema; la muestra es inyectada en el interior de la cámara, por medio de una microjeringa de precisión, a través de un diafragma perforable (septum) con capacidad de autosellado en el momento en que se retira la aguja; una vez inyectada la muestra, ésta es vaporizada de forma instantánea, mezclándose con el gas portador en una cámara de mezcla (“liner”) construida de un material lo más inerte posible (acero inoxidable, níquel, vidrio o cuarzo). La muestra, una vez vaporizada, es arrastrada rápidamente por la corriente de gas portador en dirección a la columna.

El diseño de la cámara de inyección debe ser estudiado minuciosamente. El volumen de la cámara ha de estar proporcionado con el tipo de columna a utilizar para evitar mezclas incompletas o bandas de muestra excesivamente anchas; en lo posible, es preciso evitar la formación de turbulencias en el paso de la cámara de inyección a la columna; se ha de evitar cuidadosamente la existencia de volúmenes muertos, no barridos por la corriente de gas portador, dentro de la cámara para evitar deformaciones de la banda de muestra; el

volumen existente entre la cámara de inyección y la columna debe ser el menor posible para evitar ensanchamientos de banda; la temperatura ha de ser homogénea en toda la cámara de inyección para evitar la discriminación de alguno de los componentes de la muestra, etc. (GARCÍA J. Y LÓPEZ C, 2005)

El sistema de inyección de un cromatógrafo es un punto extremadamente crítico, y la utilización de una técnica de inyección inadecuada o una mala elección del sistema de inyección pueden echar a perder completamente la capacidad de separación de una columna.

Existen algunos tipos de inyectoros que permiten utilizar uno de los extremos de la columna cromatográfica como cámara de mezcla. La introducción de la muestra por medio de este tipo de inyectoros (inyección en columna), está libre de muchos de los problemas mencionados anteriormente, además de ofrecer ventajas adicionales tales como permitir la utilización de temperaturas más bajas para la vaporización.

2.2.6.4 Inyectoros para columnas capilares

Los sistemas de introducción de muestras utilizados para trabajar con columnas capilares, están basados sobre los mismos principios de los inyectoros utilizados para columnas empaquetadas, por lo que las consideraciones generales sobre ellos siguen siendo válidas.

La diferencia fundamental entre los sistemas que utilizan columnas empaquetadas y los que utilizan columnas capilares, radica en que la cantidad de muestra que estas últimas pueden separar es mucho menor que en el primer caso; por otra parte, las columnas capilares son muy afectadas por los disolventes, de forma que los volúmenes que se pueden inyectar en ellas son extremadamente bajos. (GARCÍA J. Y LÓPEZ C, 2005)

Dado que no existen jeringas capaces de medir con precisión volúmenes inferiores a 0,1 μ l, los inyectoros utilizados para trabajar con este tipo de columnas, además vaporizar la muestra y mezclarla con el gas portador, deberán ser capaces de introducir en la columna sólo una alícuota de la muestra total inyectada. Existen muchas más técnicas de inyección para columnas capilares que para columnas empaquetadas, y de entre ellas, se comentarán a continuación algunas de las más utilizadas.

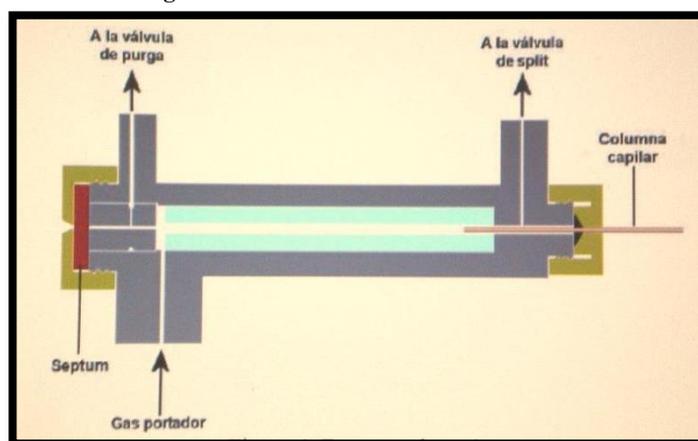
2.2.6.5 Inyección con división de muestra

Este tipo de inyección (más conocida como inyección “Split”), es el más sencillo de los que se utilizan en cromatografía capilar. El inyector de “Split”, consta básicamente de los mismos elementos que un inyector normal, con la única adición de un sistema de división de flujo a la salida de la cámara de mezcla. Por medio de este tipo de inyector, el flujo de gas portador que pasa a través del inyector (y por lo tanto también la muestra vaporizada), se divide en dos; una parte es introducida en la columna y la otra escapa fuera del sistema a través de una válvula de aguja que permite regular la proporción de gas que es introducido en la columna.

Dado que en este tipo de inyectores la mayor parte del caudal del gas portador se dirige hacia la atmósfera, la válvula de “split” dispone de un sistema de apertura y cierre automáticos para que únicamente permita la salida de gas hacia la atmósfera durante el proceso de inyección. (GARCÍA J. Y LÓPEZ C, 2005)

El control del flujo de gas portador que pasa a través de la columna, se realiza en este tipo de sistemas manteniendo constante la presión en la cámara de inyección, lo que permite que el caudal de gas que pasa a través del inyector pueda variar en función de que la válvula de “Split” esté abierta o cerrada.

Figura N° 2. 14 INYECTOR DE “SPLIT”



Fuente: http://www.mcn.csic.es/docs/repositorio/es_ES/investigacion/cromatografia/cromatografia_de_gases.pdf

2.2.6.6 Inyección en columna

Ya se ha comentado que uno de los principales problemas de los sistemas de inyección utilizados con columnas capilares, es la posibilidad de discriminación entre los

componentes de la muestra durante los procesos de vaporización de la muestra y paso de la muestra vaporizada a la columna. Evidentemente, la única forma de asegurarse de que la muestra que alcanza la columna se corresponde al 100 % con la muestra inyectada, es realizar la inyección directamente en la columna.

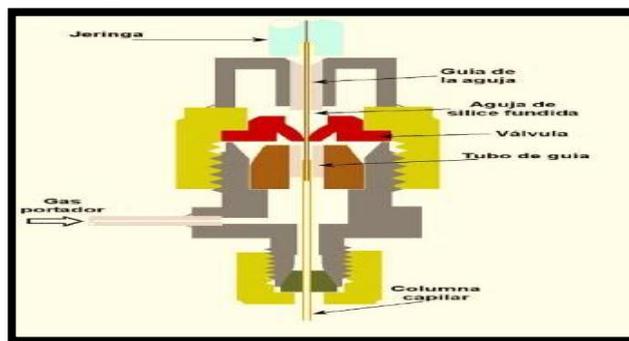
Los sistemas de inyección en columna (normalmente conocidos por su nombre inglés de (“on-column”), han sido diseñados para posibilitar la introducción de muestras directamente en el interior de columnas capilares.

Es evidente que la introducción de una muestra por medio de una jeringa directamente en el interior de una columna capilar (de 0,23 mm de diámetro interno), requiere la utilización de agujas extremadamente finas (suelen utilizarse agujas de sílice fundida de 0,15 mm de diámetro) que, en consecuencia, son incapaces de perforar un septum; la característica básica de un inyector “on-column”, es la utilización de un sistema de válvulas y tubos de guía que permitan la introducción en el sistema de una aguja extremadamente fina. (GARCÍA J. Y LÓPEZ C, 2005)

Los sistemas de inyección en columna (normalmente conocidos por su nombre inglés de (“on-column”), han sido diseñados para posibilitar la introducción de muestras directamente en el interior de columnas capilares.

Es evidente que la introducción de una muestra por medio de una jeringa directamente en el interior de una columna capilar (de 0,23 mm de diámetro interno), requiere la utilización de agujas extremadamente finas (suelen utilizarse agujas de sílice fundida de 0,15 mm de diámetro) que, en consecuencia, son incapaces de perforar un septum; la característica básica de un inyector “on-column”, es la utilización de un sistema de válvulas y tubos de guía que permitan la introducción en el sistema de una aguja extremadamente fina.

Figura N° 2. 15 INYECTOR "ON-COLUMN"



Fuente: http://www.mncn.csic.es/docs/repositorio//es_ES//investigacion/cromatografia/cromatografia_de_gases.pdf

2.2.6.7 Detectores

Una vez que los componentes de la muestra han sido separados por la columna, se hace preciso el disponer a la salida de ésta de un sistema de detección, capaz de señalar la elución de un componente de la muestra y ofrecer, al mismo tiempo, una señal proporcional a la cantidad de sustancia que pasa a través de él.

Los detectores utilizados en cromatografía de gases son de tipo diferencial, no ofrecen señal cuando pasa por ellos solamente el gas portador y responden ante alguna propiedad que pueda variar cuando éste se encuentra mezclado con alguna sustancia eluida de la columna. (GARCÍA J. Y LÓPEZ C, 2005)

Las características de un detector ideal son:

- **Sensibilidad:** Es necesario que pueda determinar con precisión cuándo sale analito y cuando sale sólo el gas portador. Tienen sensibilidades entre 10^{-8} y 10^{-15} g/s de analito.
- Respuesta lineal al analito con un rango de varios órdenes de magnitud.
- Tiempo de respuesta corto, independiente del caudal de salida.
- Intervalo de temperatura de trabajo amplio, por ejemplo desde temperatura ambiente hasta unos $350-400$ °C, temperaturas típicas trabajo.
- Estabilidad y reproducibilidad, es decir, a cantidades iguales de analito debe dar salidas de señal iguales.
- Alta fiabilidad y manejo sencillo, o a prueba de operadores inexpertos.
- Respuesta selectiva y altamente predecible para un reducido número de analitos.

2.2.6.8 Tipos de detectores

Los detectores usados en cromatografía de gases, pueden dividirse de forma genérica en detectores universales y detectores específicos; los primeros ofrecen la ventaja de responder prácticamente ante cualquier compuesto que pueda eluir la columna, no obstante, esta misma propiedad puede convertirse en un serio inconveniente cuando se procede al análisis de mezclas muy complejas; en este último caso, la utilización de detectores específicos resulta muy ventajosa ya que, al responder únicamente frente a un grupo limitado de compuestos, los cronogramas que ofrecen resultan muy simplificados.

(GARCÍA J. Y LÓPEZ C, 2005)

2.2.6.9 Detector de conductividad térmica

Uno de los primeros detectores utilizados para el trabajo de rutina en cromatografía de gases, ha sido el detector de conductividad térmica o detector de hilo caliente.

Este tipo de detector responde a la diferencia de conductividad térmica existente entre el gas portador puro y el gas portador mezclado con alguna otra sustancia; la magnitud de la respuesta dependerá de la diferencia de conductividad térmica entre el compuesto que eluye de la columna y el gas portador.

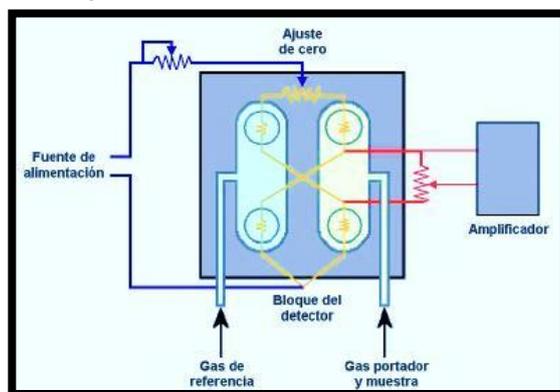
En un detector de conductividad, el gas procedente de la columna pasa a través de una cavidad termostatazadas que contiene el elemento sensor, un hilo de metal calentado o un termistor. Cuando pasa a través del detector gas portador puro, la pérdida de calor del sensor es función de la diferencia de temperatura entre éste y la pared de la cavidad y de la conductividad térmica del gas portador; cuando eluye una sustancia mezclada con el gas portador, la conductividad térmica varía, y como consecuencia se produce un cambio de temperatura en el sensor; el cambio de temperatura, se traduce en una variación de una señal eléctrica (resistencia o voltaje según sea el elemento sensor), que es convenientemente amplificada y registrada.

2.2.6.10 Un esquema de un detector típico de conductividad térmica.

El detector de conductividad térmica es universal y no es destructivo; por lo general se utiliza para el análisis de gases permanentes, hidrocarburos ligeros y otros tipos de compuestos que ofrecen una respuesta pobre en otros tipos de detectores.

Su sensibilidad oscila entre 10^{-6} y 10^{-8} g, con un rango dinámico lineal de aproximadamente cuatro órdenes de magnitud.

Figura N° 2. 16 ESQUEMA DE UN DETECTOR DE CONDUCTIVIDAD TÉRMICA



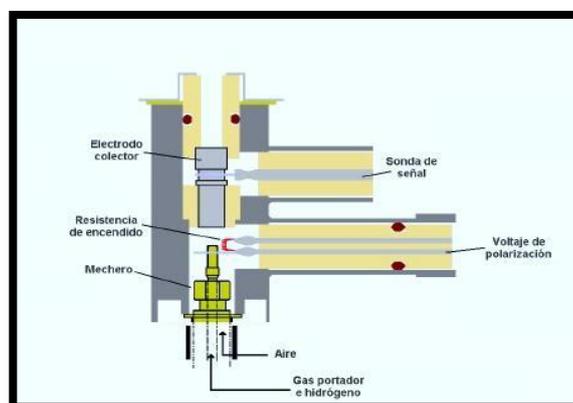
Fuente:http://www.mncn.csic.es/docs/repositorio/es_ES/investigacion/cromatografia/cromatografia_de_gases.pdf

2.2.6.11 Detector de ionización de llama

El detector de ionización de llama, es tal vez el más ampliamente utilizado en cromatografía de gases. Este tipo de detector es en la práctica de respuesta universal, ya que es selectivo hacia los compuestos que presenten enlaces C-H, por lo que son muy pocos los compuestos que no dan señal en él. (GARCÍA J. Y LÓPEZ C, 2005)

En un detector de ionización de llama, el gas procedente de la columna se mezcla con hidrógeno y esta mezcla se quema en una cámara con exceso de aire. Por encima de la llama, se dispone un colector cilíndrico polarizado con el fin de recoger los iones generados; sobre este dispositivo, se mide la corriente iónica que se establece entre la punta del quemador y el electrodo colector. (GARCÍA J. Y LÓPEZ C, 2005)

Figura N° 2. 17 SECCIÓN DE UN DETECTOR DE IONIZACIÓN DE LLAMA



Fuente:http://www.mncn.csic.es/docs/repositorio/es_ES/investigacion/cromatografia/cromatografia_de_gases.pdf

El mecanismo de generación de iones en este detector es complejo y no del todo conocido, ya que la energía de la llama es demasiado baja para explicar la generación de iones; generalmente, se cree que éstos son generados por medio de un proceso de ionización química, en el que la energía liberada por reacciones fuertemente exotérmicas es retenida por las moléculas orgánicas, generándose iones a partir de las moléculas excitadas.

Los detectores de ionización de llama ofrecen una elevada sensibilidad, gran estabilidad y un rango dinámico lineal excepcionalmente elevado; todo ello, junto con una gran sencillez de utilización ha hecho que este tipo de detectores, como ya se ha mencionado, sean con mucho los de mayor utilización. (GARCÍA J. Y LÓPEZ C, 2005)

2.2.6.12 Detector de captura electrónica

El detector de captura electrónica ocupa probablemente el segundo lugar entre los detectores de más alta utilización, debiéndose este hecho a su excepcional sensibilidad (el detector de captura electrónica es probablemente el dispositivo analítico más sensible que se conoce).

Este hecho junto a su selectividad hacia compuestos de enorme interés (fundamentalmente en los campos de medio ambiente y toxicología), hacen que sea enormemente utilizado para la detección y cuantificación de trazas.

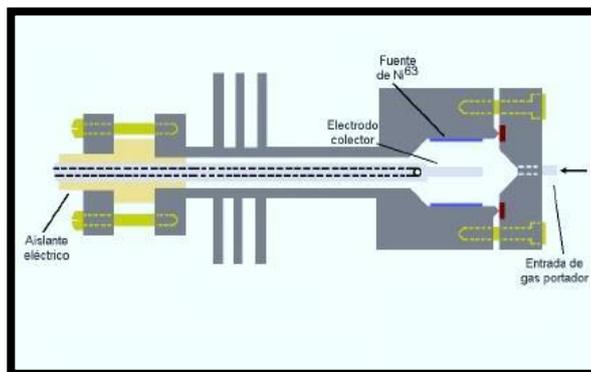
En un detector de captura electrónica, se utiliza una fuente de radiación β -para bombardear el gas portador que pasa a través de una cámara de ionización, generándose de esta forma un plasma de iones positivos, radicales libres y electrones térmicos.

El detector de captura electrónica ofrece unas características muy buenas tanto por su sensibilidad como por su especificidad, no obstante, hay que resaltar que el manejo de estos detectores no es sencillo, ya que su respuesta puede ser muy variable en función de las condiciones experimentales (potencial de polarización, temperatura, caudal de gas portador, etc.). (GARCÍA J. Y LÓPEZ C, 2005)

Viéndose afectadas no sólo su sensibilidad sino también su selectividad y su rango dinámico lineal, que en ocasiones puede llegar a quedar muy reducido; a estas dificultades hay que añadir su sensibilidad hacia cualquier tipo de contaminación y la gran dificultad

que representa su limpieza, por lo que en el trabajo con este tipo de detector deben tomarse siempre las mayores precauciones.

Figura N° 2. 18 DETECTOR DE CAPTURA ELECTRÓNICA



Fuente: <http://www.mncn.csic.es/docs/repositorio//es>

2.2.6.13 Columna cromatográfica

Al igual que sucede en todas las técnicas cromatográficas, la columna es el corazón del cromatógrafo de gases. Es necesario tener siempre presente que la columna es el auténtico elemento de separación de los componentes de la muestra; así, una mala elección de la columna, una columna deteriorada o unas condiciones de trabajo inadecuadas, nunca permitirán obtener buenos resultados aunque se disponga del mejor equipo en el resto del cromatógrafo, siendo además las causas citadas las responsables de la inmensa mayor parte de los problemas que se encuentran a la hora de realizar un análisis por cromatografía de gases.

Una columna para cromatografía de gases, está formada por un tubo, que puede ser de diversos materiales (preferiblemente inertes), dentro del cual se encuentra la fase estacionaria. (GARCÍA J. Y LÓPEZ C, 2005)

Esta puede ser un sólido activo (cromatografía gas sólido), o con mayor frecuencia un líquido depositado sobre las partículas de un sólido portador (columnas empaquetadas o de relleno) o sobre las propias paredes del tubo (columnas tubulares abiertas).

2.2.6.14 Columnas empaquetadas

Las columnas empaquetadas consisten, como ya se ha mencionado, en un tubo (normalmente de vidrio o acero inoxidable) con un diámetro interno que varía entre 2 y 5

mm y de una longitud que oscila entre 1 y 15 m, arrollado de una forma adecuada para poder ser introducir en el interior del horno del cromatógrafo.

En el interior del tubo, se dispone la fase estacionaria bajo la forma de un líquido soportado sobre un material adecuado finamente pulverizado; el diámetro de las partículas del relleno debe ser, al menos, 10 veces inferior al diámetro del tubo, con el fin de conseguir una buena uniformidad en su distribución.

El relleno, se encuentra confinado en el interior del tubo por medio de tapones del algún material poroso (generalmente lana de vidrio o lana de cuarzo) situados en los extremos.

La longitud, y consecuentemente la eficacia, de las columnas empaquetadas se encuentra limitada fundamentalmente por la caída de presión del gas portador entre cabeza y salida de columna.

Figura N° 2. 19 COLUMNAS EMPAQUETADAS PARA CROMATOGRAFÍA DE GASES

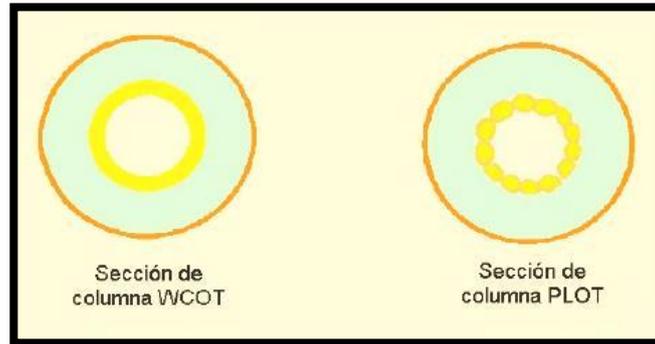


Fuente:http://www.mncn.csic.es/docs/repositorio/es_ES//investigacion/cromatografia/cromatografia_de_gases.p

2.2.6.15 Columnas tubulares abiertas

Básicamente, una columna tubular está formada por un tubo (normalmente de vidrio o sílice fundida) de un diámetro comprendido entre 0,2 y 0,8 mm, en cuya pared interna se dispone la fase estacionaria. Según sea la forma en que se dispone la fase estacionaria sobre la pared del tubo, se distinguen básicamente dos tipos de columnas:

Figura N° 2. 20 TIPOS DE COLUMNAS TUBULARES ABIERTAS



Fuente:http://www.mncn.csic.es/docs/repositorio/es_ES/investigacion/cromatografia/cromatografia_de_gases.pdf

2.2.6.15.1 Columnas wcot (wall coated open tubular)

En este tipo de columnas (que son las de uso más frecuente), la fase estacionaria se encuentra depositada formando una película líquida directamente sobre las paredes del tubo. (http://www.mncn.csic.es/docs/repositorio/es_ES/investigacion/cromatografia/cromatografia_de_gases.pdf)

2.2.6.15.2 Columnas plot (porous layer open tubular)

En estas columnas la pared interna del tubo está recubierta por una capa de un soporte adsorbente; si a su vez el soporte está impregnado con una fase estacionaria líquida, las columnas son denominadas SCOT (Support Coated Open Tubular).

2.2.6.16 Soporte sólido

La misión de los soportes sólidos utilizados en algunos tipos de columnas es la de proporcionar una superficie sobre la que se deposita la fase estacionaria líquida en forma de película uniforme.

Deben presentar una superficie específica relativamente elevada, con el fin de que la fase estacionaria pueda distribuirse de manera uniforme y ofreciendo la máxima superficie de contacto con la fase móvil para facilitar los procesos de intercambio.

- Deben ser porosos, con el fin de no provocar caídas excesivas de presión
- Deben ser relativamente duros para que sus partículas no se rompan durante los procesos de impregnación y llenado de las columnas.
- Deben ser térmicamente estables.

- La superficie de los soportes debe ser químicamente inerte y no debe provocar fenómenos de adsorción que puedan influir en la separación cromatográfica.

Ninguno de los materiales probados hasta este momento cumple todas las condiciones expuestas por lo que, en la práctica, es necesario elegir de entre los soportes existentes el que mejor se adapte a cada separación concreta aunque sea a costa de sacrificar alguna de las propiedades deseables. (http://www.mncn.csic.es/docs/repositorio/es_ES/investigacion/cromatografia/cromatografia_de_gasespdf)

2.2.6.17 La fase estacionaria

La fase estacionaria tiene en cromatografía de gases un papel fundamental, ya que la fase móvil es cromatográficamente inerte y las separaciones son debidas exclusivamente a las interacciones específicas que se dan entre los componentes de la muestra y la fase estacionaria.

Como en casi todos los casos, las propiedades deseables de una fase estacionaria son con frecuencia contradictorias, por lo que no existe la fase estacionaria ideal. Las propiedades que debería cumplir una fase estacionaria son:

- Debería tener un rango de temperaturas de utilización lo más amplio posible (idealmente entre -60 y 400 EC).
- Debe tener una presión de vapor lo más baja posible.
- Debe ser térmicamente estable.
- Debe ser químicamente inerte.
- Debe tener baja viscosidad en las condiciones de trabajo.
- Debe mojar bien el soporte, presentando además una adherencia suficiente como para que no sea arrastrada por la fase móvil.

Además de cumplir estos requisitos generales, la fase estacionaria debe ser selectiva frente a los compuestos a separar. Evidentemente, no existe ninguna fase estacionaria que cumpla todos los requisitos anteriores, aunque para realizar separaciones a temperaturas elevadas, la utilización de polímeros “líquidos” de elevado peso molecular ofrece resultados bastante buenos.

2.2.6.18 Caracterización de las fases estacionarias

Las características de mayor interés a la hora de seleccionar una fase estacionaria concreta son el rango de temperaturas de trabajo, la viscosidad de la fase dentro de este rango y su capacidad para interactuar de forma selectiva con diferentes solutos.

Como norma general, la temperatura más baja de utilización de una fase estacionaria corresponde a su temperatura de fusión. El límite superior de temperatura de una fase estacionaria es la temperatura más elevada a la que puede mantenerse sin que se produzcan descomposiciones o sangrados significativos.

Muchas fases estacionarias poliméricas presentan una dispersión importante en su rango de pesos moleculares, por lo que los oligómeros que puedan contener se evaporarán dejando la columna con una proporción de fase estacionaria mucho menor de lo previsto; en estos casos, la máxima temperatura de uso se define como aquella a la que se puede mantener la fase estacionaria durante 24 horas sin cambios apreciables en las características de retención de la columna.

(http://mncn.csic.es/docs/repositorio/es_ES/investigacion/cromatografia/cromatografia/_de_gases.pdf)

Existen como mucho una docena de disolventes con estas características. Para elegir uno, debe tenerse en cuenta la polaridad del analito, ya que a mayor polaridad del analito, mayor polaridad deberá tener la fase estacionaria. Algunas fases estacionarias utilizadas son:

- **Polidimetilsiloxano.**- Fase no polar de uso general para hidrocarburos, aromáticos, polinucleares, drogas, esteroides y PCB.
- **Poli (fenilmetildifenil) siloxano (10% fenilo).**- Para ésteres metílicos de ácidos grasos, alcaloides, drogas y compuestos halogenados.
- **Poli (fenilmetil) siloxano (50% fenilo).**- Para drogas, esteroides, pesticidas y glicoles.
- **Poli (trifluoropropildimetil) siloxano.**- Para aromáticos clorados, nitroaromáticos, bencenos alquilsustituídos.
- **Poli(etilenglicol).**- Sirve para compuestos polares, también para compuestos como glicoles, alcoholes, éteres, aceites esenciales.
- **Poli (dicianoalildimetil) siloxano.**- Para ácidos grasos poliinsaturados, ácidos libres y alcoholes.

Generalmente, en columnas comerciales, la fase estacionaria se presenta enlazada y entrecruzada para impedir su pérdida durante las operaciones de elución o lavado. De esta forma se obtiene una mono capa adherida químicamente a la superficie de la columna. La reacción implicada suele ser la adición de un peróxido al líquido a fijar, iniciándose una reacción por radicales libres que tenga como resultado la formación de un enlace carbono-carbono que además incrementa su estabilidad térmica. Otra forma es la irradiación con rayos gamma.

El grosor de la película varía entre 0,1 y 5 μm ; el grosor depende de la volatilidad del analito. Así, un analito muy volátil requerirá una capa gruesa para aumentar el tiempo de interacción y separar más efectivamente los diferentes componentes de la mezcla. Para columnas típicas (diámetros internos de 0,25 o 0,32 mm) se emplean grosores de 0,25 μm , y en las columnas macrocapilares el grosor sube hasta 1 μm . El grosor máximo suele ser de 8 μm .

2.2.6.19 Aplicaciones de la técnica de cromatografía de gases

La Cromatografía de Gases tiene dos importantes campos de aplicación. Por una parte su capacidad para separar mezclas orgánicas complejas, compuestos órgano metálicos y sistemas bioquímicos. Su otra aplicación es como método para determinar cuantitativa y cualitativamente los componentes de la muestra. Para el análisis cualitativo se suele emplear el tiempo de retención, que es único para cada compuesto dadas unas determinadas condiciones (mismo gas portador, rampa de temperatura y flujo), o el volumen de retención. En aplicaciones cuantitativas, integrando las áreas de cada compuesto o midiendo su altura, con los calibrados adecuados, se obtiene la concentración o cantidad presente de cada analito.

(http://www.mncn.csic.es/docs/repositorio/es_ES/investigacion/cromatografia/cromatografia_de_gasespdf)

2.2.6.20 Montaje de técnicas

El montaje de una técnica analítica de CG es netamente empírica, el perfil de los analitos que se quiera determinar, la elección de la fase móvil, los tiempos de retención (elución) estarán dados exclusivamente por las condiciones particulares de la columna (fase estacionaria) frente al equipo. Las rampas de temperatura a seleccionar bien pueden isotérmicas o escalonadas.

La elección del gas dependerá del tipo de detector, la elección de la columna (fase estacionaria) dependerá de la polaridad de los compuestos a separar, el detector dependerá del tipo de compuestos a detectar.

Usualmente una técnica analítica de GC consumirá muchas horas de un cromatografista en ser desarrollada e instalada por el método del ensayo y error antes de ser validada como real.[.http://www.mncn.csic.es/docs/repositorio/es_ES/investigacion/cromatografia/cromatografia_de_gasespdf\)](http://www.mncn.csic.es/docs/repositorio/es_ES/investigacion/cromatografia/cromatografia_de_gasespdf)

La elección de los estándares es fundamental en el desarrollo de la técnica. La estabilización de la línea base de la fase móvil en la fase estacionaria (posterior al frente del solvente) a través del tiempo es fundamental para establecer un método. Una línea de base (solvente) poco estable o irregular que cambia de intensidad frente al detector a medida que eluye debe ser afinada y estabilizada antes de introducir los analitos.

El layout de los parámetros del rango de temperatura del horno, la adecuada elección de la columna y su fase estacionaria (incluye, tipo, largo y diámetro), la elección adecuada del tipo de detector, las temperaturas del detector e inyector, los volúmenes de analito, deberán ser establecidas de modo tal que se obtenga la mayor eficacia en separar los analitos, y con la mejor resolución posible. La pureza de la muestra dependerá de la preparación previa de la misma.¹⁴

La Cromatografía de gases es una metodología altamente efectiva y su performance permite una amplia gama de posibilidades para la química analítica en compuestos orgánicos. Una derivación de esta técnica es la Cromatografía HPLC que funciona en base a la afinidad del analito por la fase móvil líquida en vez de gaseosa.

La sensibilidad de la técnica de cromatografía de gases puede incluso detectar microgramos del analito si está bien montada. La cuantificación se basa en cálculos del área bajo la curva que es proporcional a la concentración del analito. Comúnmente se usa en estándar interno de trabajo.

2.2.6.21 Ventajas de la cromatografía de gases (CG)

En muy poco tiempo la cromatografía de gases, se ha convertido en la técnica principal para la separación y análisis de compuestos volátiles. Ha sido usada para analizar gases, líquidos y sólidos (este último usualmente se disuelven en solventes volátiles). Tanto

material orgánico como inorgánico pueden ser analizados, y el peso molecular puede estar en un rango de 2 hasta 1.000 Daltons. Las principales ventajas de la cromatografía de gases son: alta resolución, velocidad, sensibilidad, sencillez y resultados cuantitativos.

Alta Resolución: La Cromatografía de gases puede generar miles de platos teóricos en unos pocos minutos. Los isómeros con puntos de ebullición muy próximos que no pueden separarse por destilación se separan fácilmente mediante la cromatografía de gases. Además la Cromatografía de gases se presta a usos más variados que la mejor columna de destilación, ya que la columna cromatográfica puede sustituirse fácilmente. Esto permite la separación selectiva debido a solubilidades diferentes, aun cuando los puntos de ebullición estén muy cercanos. Como hay numerosas columnas, se puede escoger entre ellas, lo que confiere variedad a la gama de muestras que pueden manejarse.

1. **Velocidad:** Normalmente, el análisis por Cromatografía de gases tarda unos minutos; muchas separaciones útiles se completan en 10 minutos. Con altas presiones se han terminado análisis completos en apenas unos segundos. Sin embargo, en la mayoría de los análisis de laboratorio este ahorro en tiempo no reduce apreciablemente el tiempo total involucrado en la toma de la muestra, el análisis cromatográfico y el cálculo de los resultados. En consecuencia no se ha destacado mucho la rapidez de estos análisis. Basta señalar que la Cromatografía de gases permite lograr rápidamente buenos datos analíticos.
2. **Sensibilidad:** Una de las razones principales por las que se usa ampliamente la Cromatografía de gases en los análisis es la sensibilidad conseguida. El detector de conductividad térmica puede fácilmente medir microgramos. El detector de ionización de llama fácilmente mide nanogramos (10^{-9} g), y los detectores más selectivos como el de captura de electrones y el detector fotométrico de llama alcanzan los picogramos (10^{-12} g).

Debido a esta sensibilidad, la Cromatografía de gases es un método preferido para el análisis de trazas, particularmente plaguicidas, herbicidas y contaminantes orgánicos en el aire y del agua. Otra ventaja de esta extrema sensibilidad es la pequeñez de la muestra requerida. Para completar un análisis bastan unos microlitros.

3. **Sencillez:** Tanto las técnicas como el instrumental de la cromatografía de gases son relativamente sencillos y fáciles de comprender. Con solo unos pocos días de trabajo de laboratorio los estudiantes son capaces de obtener datos analíticos significativos.
4. **Resultados Cuantitativos:** Una ventaja importante de la CG es que permite obtener muy buenos resultados cuantitativos. Sin embargo, la exactitud es función de muchos factores. Se puede obtener buena exactitud en una amplia gama de concentraciones de la muestra, desde miligramos hasta nanogramos.

2.2.6.22 Desventajas de la cromatografía de gases

La cromatografía de gases presenta algunas limitaciones o desventajas, dentro de las cuales las principales son: solo se pueden manipular muestras volátiles, por lo cual se hace necesario una preparación adecuada o tratamiento especial para compuestos poco volátiles, generalmente los de peso molecular superior a 300 uma, compuestos sensibles a una elevación de la temperatura incluso moderada (determinados compuestos de interés biológico).

A menudo la cromatografía de gases se emplea para confirmar de la presencia o ausencia de un compuesto en una muestra determinada. Esto se lleva a cabo por comparación del cromatograma de la sustancia pura con el de la muestra, siempre que las condiciones para la obtención de ambos sean idénticas. Una de las dificultades de esta comparación es que puede haber diferentes compuestos que presenten el mismo comportamiento cromatográfico bajo condiciones idénticas, lo que llevaría a identificaciones erróneas. En consecuencia, las mejores técnicas de análisis cualitativo son aquellas que combinan la capacidad de separación de la cromatografía con la capacidad de la identificación de técnicas como la espectroscopía de masas (técnicas acopladas).

Condiciones de funcionamiento del GC

Detector: FID

Columna:

HP-1 o equivalente, longitud 30 m, diámetro interno

0,25 mm, espesor de la película 0,25 μm

Gas portador: Hidrógeno a 1,1 ml/min

Temperatura del inyector: 280 °C

Temperatura del detector: 280 °C

Temperatura del horno: 250 °C

Volumen de inyección: 2 µl

Razón de desdoblamiento: 25:1

Duración del ensayo: 7 min

Cálculos

El porcentaje de cocaína (como base) presente en la muestra puede calcularse mediante la fórmula general siguiente:

$$\text{Contenido (\%)} = \frac{P_{\text{muest calc}} \times 100}{P_{\text{muest nom}}}$$

P muestcalc = $\frac{PAR_{\text{mues}} \times P_{\text{std}}}{PAR_{\text{std}}}$ = peso calculado de la sustancia a analizar en la muestra

P muestnom = cantidad nominal de muestra usada en la preparación de la solución muestra

PAR_{mues} = $\frac{\text{Superficie del pico de cocaína en la solución muestra}}{\text{Superficie del pico del patrón interno en la solución muestra}}$

PAR_{std} = $\frac{\text{Superficie del pico de cocaína en la solución patrón}}{\text{Superficie del pico del patrón interno en la solución patrón}}$

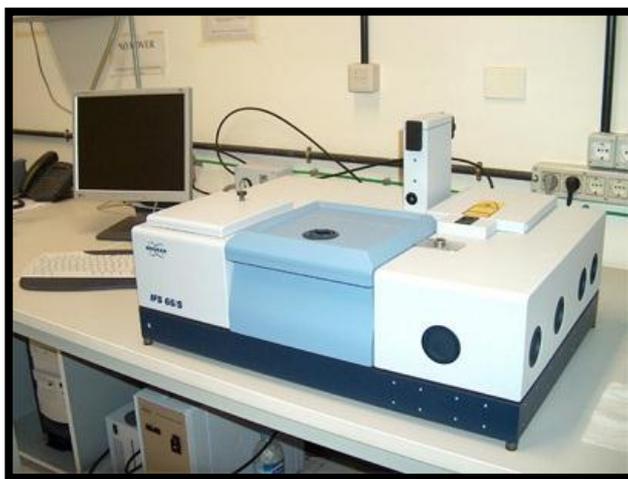
P_{std} = cantidad de patrón (como base) usada en la preparación de la solución patrón.

(<http://www.unodc.org/documents/scientific/Cocaine.S.pdf>)

2.2.7 Espectroscopia infrarroja

Se trata de una técnica de análisis, para obtener información acerca de los procesos de absorción y emisión sobre las moléculas que se encuentra en la materia. La espectroscopia vibracional fue una de las primeras técnicas espectroscópicas que encontró un uso extendido, en particular la espectroscopia de absorción infrarroja (IR) que recibe su nombre de la región del espectro electromagnético implicada. Hay una segunda forma de espectroscopia vibracional (Raman) que se sustenta en un fundamento físico diferente y proporciona información similar y complementaria al IR. Los espectros son a menudo complicados y resulta difícil asignar cada una de las bandas que aparecen en ellos a movimientos atómicos específicos. Esto no es siempre necesario para extraer información muy valiosa, de modo que el conocimiento “incompleto” de los espectros no disminuye su utilidad para realizar análisis cuantitativos y cualitativos. De hecho, la espectroscopia IR junto a la espectrometría de masas y la resonancia magnética nuclear, forman la base del análisis orgánico cualitativo contemporáneo centrado en la identificación de la estructura molecular de compuestos y mezclas desconocidas. (Günzler y Gremlich, Wiley-VCH, 2002)

Figura N° 2. 21 EQUIPO DE IR



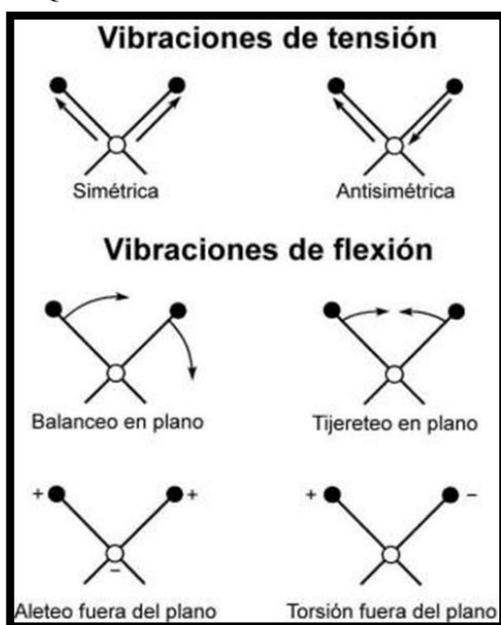
http://www.segai.ull.es/serviceFiles/12_EI1.jpg

2.2.7.1 Funcionamiento

Las técnicas espectroscópicas, se fundamentan en la interacción de la materia con la radiación. Esta interacción provoca procesos como la absorción o la difusión (scattering). Cuando una molécula absorbe o emite un fotón, su estado energético cambia. En general este cambio se manifiesta como un cambio en la energía traslacional de la molécula, y como un cambio en su estado electrónico vibracional o rotacional.

La espectrometría infrarroja se basa en el hecho de que los enlaces químicos de las sustancias tienen frecuencias de vibración específicas, que corresponden a los niveles de energía de la molécula. Estas frecuencias dependen de la forma de la superficie de energía potencial de la molécula, la geometría molecular, las masas atómicas y, posiblemente, el acoplamiento vibracional. (http://www.espectrometria.com/espectrometra_infrarroja).

FIGURA N° 2. 22 EQUIPO DE IR VIBRACIONES ESPECTROSCOPIA INFRARROJA



<http://www.ehu.es/imacris/PIE06/web/images/IR%5B2%5D.jpg>

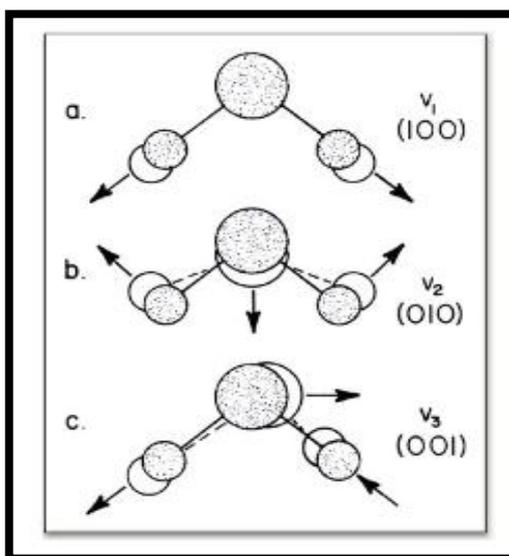
2.2.7.2 Modos normales de vibración

Las vibraciones en moléculas poliatómicas son mucho más complejas que en la simple molécula diatómica que sólo puede vibrar en un modo (stretching). El número de modos independientes de vibración en una molécula de N átomos se calcula asumiendo que el movimiento de cada átomo se puede describir en términos de desplazamientos a lo largo de tres direcciones espaciales, de modo que tendremos $3N$ desplazamientos a considerar (la molécula posee $3N$ grados de libertad). Tres combinaciones de esos desplazamientos resultan en el movimiento en el espacio de toda la molécula y por tanto se corresponden con traslaciones de su centro de masas. Si la molécula es no-lineal, otras tres combinaciones de desplazamientos especifican la rotación de toda la molécula alrededor de su centro de masas, por lo que quedan $3N-6$ combinaciones de desplazamientos en los átomos que dejan el centro de masas y la orientación de la molécula inalterados, y que son las distorsiones de la molécula que nos interesan. (WADE, Jr., L.G, 2004).

Una molécula lineal de N átomos posee $3N-5$ modos de vibración, y una no lineal $3N-6$. Ejemplos: CO_2 $3 \times 3 - 5 = 4$; H_2O $3 \times 3 - 6 = 3$; SF_6 $6 \times 3 - 6 = 12$.

Estos modos normales son por tanto movimientos particulares del colectivo de átomos que conforman la molécula, independientes unos de otros y con su frecuencia de vibración característica. Aunque estos movimientos sean colectivos, en muchos casos es posible identificar la vibración como principalmente de tipo stretching o de tipo bending.

Figura N° 2.23 MODOS DE VIBRACIONES ESPECTROSCOPIA INFRARROJA



Fuente: Los tres modos normales del H₂O $v_1 = 3652$ cm^{-1} , $v_2 = 1595$ cm^{-1} , $v_3 = 3756$ cm^{-1} .

Las absorciones stretching de un enlace aparecen a frecuencias más altas que las correspondientes absorciones de tipo bending asociadas a ese enlace.

La excitación de un modo asimétrico requiere mayor energía que el correspondiente modo simétrico. (WADE, Jr., L.G, 2004).

2.2.7.3 Bandas activas en infrarroja

No todos los modos normales de una molécula necesariamente aparecen en el espectro como picos de absorción, siendo determinante para la selección de los mismos la simetría de la molécula.

- El requerimiento general para absorber radiación infrarroja es que la vibración debe producir un cambio neto en el momento dipolar de la molécula. ($\text{N} \equiv \text{N}$ inactivo; $\text{C} \equiv \text{O}$ activo)

- En moléculas altamente simétricas es frecuente que pares o triadas de modos sean idénticos. En este caso se llaman modos de vibración degenerados y dan lugar a una sola banda. (Ej. $W(CO)_6$ una única banda stretching)
- Regla de exclusión: si una molécula tiene centro de inversión ninguno de sus modos normales puede ser activo a la vez en IR y Raman, pudiendo ser un modo inactivo en ambos.
- Las vibraciones que tienen frecuencias muy cercanas suelen aparecer como una sola banda.
- Las vibraciones que tienen poca intensidad pueden no ser observadas.

2.2.7.3.1 Apariencia de las bandas

Los espectros de IR no se observan saltos vibracionales puros (a una única frecuencia ν), que darían lugar a bandas discretas muy agudas. Los niveles rotacionales son de mucha menor energía y hay muy poca diferencia entre una transición vibracional pura y una rotación al-vibracional, por lo que se permiten transiciones a niveles rotacionales cercanos. El efecto observado en los espectros de líquidos y sólidos es la aparición de bandas anchas en el intervalo de frecuencias permitido. En un espectro típico se representa el % T (transmitancia) frente al número de ondas expresado en cm^{-1} ($1/\lambda$ que es proporcional a la frecuencia ν y por tanto a la energía $E = h\nu$) y se observan absorciones de distinta intensidad en el intervalo en estudio. (WADE, Jr., L.G, 2004).

Los enlaces vibran al absorber la energía adecuada dando lugar a un espectro característico. Según la fortaleza de los enlaces y la masa de los átomos implicados será necesaria más o menos energía para que se produzca la absorción de la radiación. Además la simetría de la molécula y la de cada modo normal definen las absorciones activas, por lo que el espectro IR se convierte en una propiedad molecular específica del compuesto en cuestión. (WADE, Jr., L.G, 2004).

- **Espectroscopia infrarroja (Espectroscopia IR)** es la rama de la espectroscopia que trata con la parte infrarroja del espectro electromagnético. Esta cubre un conjunto de técnicas, siendo la más común una forma de espectroscopia de absorción. Así como otras técnicas espectroscópicas, puede usarse para identificar

un compuesto e investigar la composición de una muestra. Esta se puede dividir según el tipo de la radiación que se analiza, en:

- Espectroscopia del Infrarrojo cercano
- Espectroscopia del infrarrojo medio
- Espectroscopia del infrarrojo lejano

- **Espectroscopía del Infrarrojo lejano**

Las primeras aplicaciones químicas de esta técnica consistieron en estudios de absorción en el intervalo entre 400 y 10 cm^{-1} (25 y 1000 μm). La ventaja energética del sistema interferométrico sobre el dispersivo da lugar por lo general a una significativa mejora en la calidad de los espectros. (WADE, Jr., L.G, 2004).

La región del infrarrojo lejano es especialmente útil en los estudios inorgánicos ya que la absorción causada por las vibraciones de extensión y flexión de los enlaces entre átomos metálicos y ligandos inorgánicos u orgánicos, se produce por lo general a frecuencias menores de 600 cm^{-1} ($>17\mu\text{m}$). Los estudios en el infrarrojo lejano de sólidos inorgánicos han proporcionado también información útil acerca de las energías de los retículos cristalinos y la energía de transición de los materiales semiconductores.

Las moléculas que solo contienen átomos livianos, absorben en la región del infrarrojo lejano y presentan modalidades de flexión estructural en la que participan más de dos átomos de hidrogeno distintos. Como ejemplos importantes, se pueden citar los derivados del benceno que por lo general muestran varios picos de absorción. En el infrarrojo lejano los gases presentan absorción rotatoria pura siempre que las moléculas tengan momentos bipolares permanentes. (WADE, Jr., L.G, 2004).

- **Espectroscopía del Infrarrojo medio**

La aplicación de la espectroscopía basada en la transformada de Fourier al intervalo entre 650 y 4000 cm^{-1} se ha limitado principalmente a problemas particulares en los que existe algún tipo de limitación energética. Por ejemplo, ha resultado útil para el estudio de micro muestras cuando la absorción se reduce a una región muy limitada; de esta forma se puede obtener el espectro para partículas tan pequeñas como de 100 μm .

Este método también se ha empleado para el estudio de especies transitorias que de otra forma requerirán un barrido de longitud de onda muy rápido. En este caso, la ventaja proviene del hecho de que se puede observar todo el espectro en forma simultánea.

La espectroscopía basada en la transformada de Fourier, y de un solo haz proporciona un método útil para el estudio de las soluciones diluidas. En este caso, se obtienen los interferogramas para el disolvente y la muestra por separado. (WADE, Jr., L.G, 2004).

- **Espectro de infrarrojo cercano**

Se caracteriza por presentar bandas o absorciones en la región de 400 nm a 2500 nm (2500 cm^{-1} a 400 cm^{-1}), las cuales son el resultado de armónicos o combinación de bandas originadas en la región del infrarrojo medio. Los espectros infrarrojos están constituidos por la representación gráfica de la energía absorbida en función de la longitud de onda. (WADE, Jr., L.G, 2004).

La espectroscopía NIR está prácticamente orientada a la determinación y cuantificación de compuestos orgánicos, los cuales se caracterizan por la presencia de grupos funcionales como -OH, -NH, -CO y -CH en las muestras que se analizan.

En la espectroscopía de reflectancia cercana (NIR) la línea de base del espectro asciende con el incremento de la longitud de onda. Por tanto, a medida que el tamaño del particulado de muestras sólidas aumenta, la penetración del rayo infrarrojo es mayor que en materiales finos, lo cual causa problemas en la línea de base; por lo general el efecto podría ser cancelado mediante el empleo de derivadas (primera y segunda) del espectro básico. (WADE, Jr., L.G, 2004).

Los primeros equipos comerciales aparecieron a mediados del siglo XX, habiéndose impulsado su desarrollo durante la Segunda Guerra Mundial, cuando se utilizó para la síntesis de caucho sintético (empleado en el control de la concentración y pureza del butadieno empleado en la síntesis del polímero).

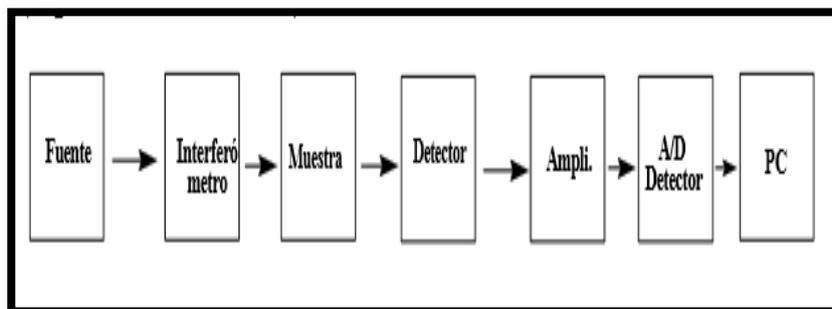
En la última década del siglo XX aparecieron en el mercado los espectrómetros de transformada de Fourier, ampliando las posibilidades de esta técnica.

2.2.7.4 Instrumentación y preparación de muestras

Los espectrofotómetros IR tienen los mismos componentes básicos que el resto de aparatos utilizados en procesos de absorción, por ejemplo en el estudio de la zona visible-ultravioleta del espectro. Básicamente, se necesita un instrumento para medir la transmisión de radiación electromagnética de una muestra en función de la longitud de onda o del número de ondas. El elemento más importante debe permitir aislar la radiación de regiones espectrales definidas y permite diferenciar entre los distintos tipos de espectrofotómetros: no dispersivos, dispersivos y de transformada de Fourier (FT). En estos últimos se utiliza un interferómetro que permite una modulación de la radiación dependiente de la longitud de onda. Otro elemento esencial en los espectrofotómetros es una fuente de radiación que debe aportar la mayor intensidad posible en la región de longitud de onda que se está investigando. Las fuentes de radiación térmicas (sólido inerte calentado eléctricamente) son las más utilizadas, proporcionando una radiación continua, en contraste, el uso de fuentes láser suministra longitudes de onda muy concretas. El propósito del sistema óptico es transmitir la radiación desde la fuente al detector con la mínima pérdida. Los sistemas de lentes de vidrio o cuarzo utilizados en otras regiones no tienen utilidad en el IR porque absorben radiación, de modo que se utilizan espejos de vidrio con un recubrimiento de oro o aluminio. El sistema óptico va equipado con un compartimento para la muestra, en el que ésta se sitúa en el camino de la radiación, bien mediante celdas u otros accesorios que permitan realizar medidas diferentes a la transmisión. (WADE, Jr., L.G, 2004).

El detector se emplea para convertir la señal óptica en una señal eléctrica fácilmente medible, como el voltaje. Esto se consigue con la ayuda de equipos electrónicos para amplificar y digitalizar las señales. Mientras que los primeros espectros se registraban de forma analógica sobre papel, hoy en día el ordenador es un componente esencial con múltiples posibilidades para procesar y almacenar los espectros. Los aparatos basados en el método de transformada de Fourier ofrecen una relación señal/ruido mucho mejor y mayor rapidez en la obtención de espectros, por lo que se imponen en el mercado. A continuación se esquematiza un instrumento de este tipo.

Figura N° 2. 24 INSTRUMENTACIÓN Y PREPARACIÓN DE LA MUESTRA



Fuente: <http://www.ehu.es/imacris/PIE06/web/images/IR%5B2%5D.jpg>

2.2.7.5 Accesorios estándar

Se resumen aquí las posibilidades existentes para situar la muestra en el haz de radiación IR y conseguir unas medidas de transmisión óptimas.

Las celdas son contenedores con un camino óptico definido apropiados para situar muestras líquidas o gaseosas en el paso del haz, que deben cumplir los siguientes requisitos:

- Las ventanas deben ser permeables al paso de la radiación a las longitudes de onda en uso, y a ser posible no provocar pérdidas por reflexión o dispersión.
- El material debe ser resistente a la muestra.
- El camino óptico debe estar perfectamente definido para análisis cuantitativo y permitir variaciones en el análisis cualitativo.
- En la medida de lo posible deben permitir recuperar la muestra.

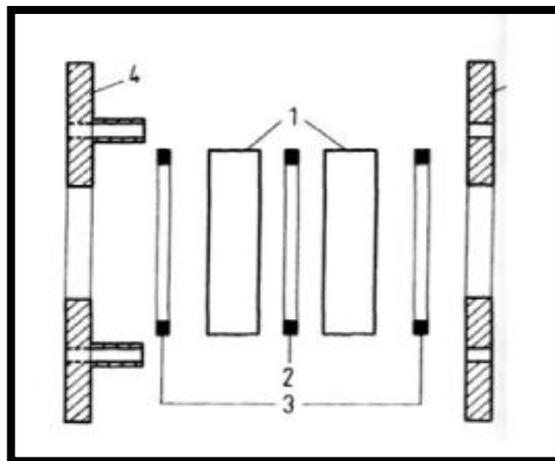
En la Tabla siguiente se resumen los materiales más comunes utilizados en las ventanas de las celdas, especificando la región espectral de aplicación y otras propiedades de interés. Es fácil deducir los cuidados en el manejo y almacenamiento que requerirán la mayoría de estos materiales. (<http://es.scribd.com/doc/14175170/2-espectroscopia-infrarroja>)

2.2.7.6 Celdas desmontables

El tipo más sencillo de celda consta de dos ventanas circulares de unos 25 mm de diámetro separadas por un espaciador de aluminio o Teflón con un grosor variable entre 10 y 500µm dependiendo de la intensidad y concentración del espectro a medir. (Figura 8) El camino óptico que dicta el espaciador no se define de forma precisa, ya que está

influenciado por la cantidad y viscosidad de la muestra que quede entre el mismo y la ventana. Por este motivo las celdas desmontables sólo se utilizan en medidas cualitativas.

Figura N° 2. 25 1.- VENTANAS; 2.- ANILLO ESPACIADOR; 3.- ANILLOS INTERMEDIOS; 4.- SOPORTE.



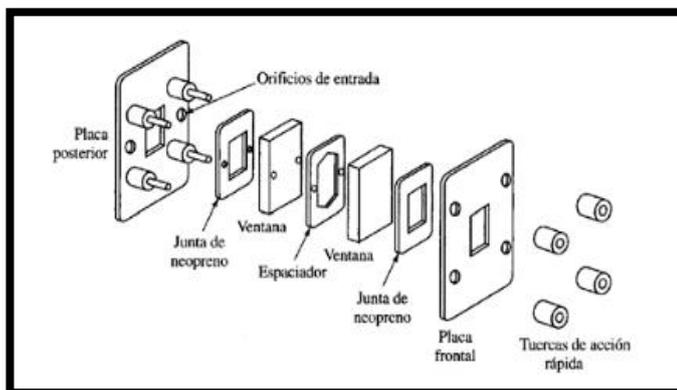
Fuente: <http://www.ehu.es/imacris/PIE06/web/images/IR%5B2%5D.jpg>

2.2.7.6.1 Celdas con camino óptico definido

Al igual que las anteriores tienen dos ventanas con un espaciador del grosor adecuado, aunque en este caso una de las ventanas presenta dos orificios para el llenado de la celda. Estos orificios continúan en el anillo intermedio y el soporte para acabar en un cuello que se cierra con un tapón de Teflón. Una vez cerradas pueden contener disolventes con puntos de ebullición por encima de 60°C, aunque hay que tener en cuenta que la muestra se calienta con el paso de la radiación y que el consiguiente aumento de presión puede traducirse en la evaporación parcial o completa de la muestra por fugas entre las ventanas y el espaciador. Normalmente se montan una vez y se reutilizan. Como alternativa se encuentran celdas comerciales selladas que permiten utilizar disolventes con puntos de ebullición más bajos. Estas celdas se emplean en medidas cuantitativas en las que es necesario conocer con exactitud el camino óptico y mantenerlo constante, al menos durante la serie de medidas de calibración y de la muestra en estudio.

(<http://es.scribd.com/doc/14175170/2-espectroscopia-infrarroja>)

Figura N° 2. 26 CELDAS PARA ANÁLISIS CUANTITATIVO DE LÍQUIDOS



Fuente: <http://www.ehu.es/imacris/PIE06/web/images/IR%5B2%5D.jpg>

2.2.7.6.2 Celdas para gases

De acuerdo con la menor densidad de los gases se necesita un camino óptico mayor que típicamente puede estar entre 5 y 10 cm (esta última se muestra en la. Una celda consiste en un cilindro de unos 45 mm de diámetro con dos orificios que se puedan cerrar y resistentes a vacío, terminada en dos ventanas paralelas en torno a 50 mm de diámetro. Cuando hay que determinar trazas en gases poco absorbentes se usan celdas de multireflexión, que mediante un sistema de espejos permiten alcanzar caminos ópticos incluso de 40m. .(<http://es.scribd.com/doc/14175170/2-espectroscopia-infrarroja>)

Figura N° 2. 27 CELDAS PARA ANÁLISIS CUANTITATIVO DE LÍQUIDOS



Fuente: <http://www.ehu.es/imacris/PIE06/web/images/IR%5B2%5D.jpg>

2.2.7.7 Soportes para pastillas y films

Se pueden utilizar dos pastillas de KBr de unos 13 mm de diámetro colocadas en un soporte simple adecuado para estudios rutinarios.

Otra opción es fijar directamente films o láminas de polietileno entre las que se coloca una suspensión de la muestra en una pieza de cartón perforada que además se ajuste a los raíles dispuestos para la sujeción de los soportes estándar.

Finalmente mencionar que para cantidades muy pequeñas de muestra existen las correspondientes microceldas para gases y líquidos, así como las herramientas para preparar micropastillas. Asimismo existen concentradores de la radiación para dirigirla exactamente sobre la muestra. (<http://es.scribd.com/doc/14175170/2-espectroscopia-infrarroja>)

2.2.7.8 Preparación de muestras

Por lo que respecta a las muestras, la Espectroscopia IR es una técnica versátil que permite obtener espectros de sólidos, líquidos y gases utilizando en cada caso las celdas o soportes adecuados. Como se ha comentado, el material en cuestión debe ser transparente a la radiación incidente y los haluros alcalinos son los que más se emplean en los métodos de transmisión (NaCl, KBr, KCl etc.). En comparación con otras técnicas instrumentales, las muestras a analizar requieren poca o ninguna preparación.

Basta con moler el sólido en una matriz de KBr o disolver la muestra en un disolvente apropiado (se prefiere CCl₄ o CS₂). El agua debe ser retirada de la muestra siempre que sea posible, ya que tiene una fuerte absorción en la región infrarroja. El tiempo de análisis para obtener un espectro en una muestra rutinaria es de 1 a 10 minutos, dependiendo de la resolución y el número de barridos requerido.

De acuerdo con la ley de Beer $I = I_0 e^{-abc}$ la transmitancia $T = I/I_0$ es función de la absorptividad, el camino óptico y la concentración, de modo que para obtener un espectro de intensidad moderada de una muestra sólida o líquida no diluida son suficientes caminos de 0.01-0.05 mm. Es necesario variar este parámetro en función de la concentración de la muestra. Aunque las cantidades en análisis de rutina pueden variar en función de la muestra disponible, el límite inferior cuando el sólido se analiza en un disolvente adecuado, estaría en torno a 1-10 µg; 1 mg para pastillas de KBr; para analizar un líquido, basta con 0,5 µl. y para analizar un gas, es suficiente una concentración de 50 ppb (en este caso con el comentado aumento del camino óptico).

2.2.7.8.1 Preparación de muestras líquidas

Las celdas mencionadas en el apartado anterior se usan para medir disoluciones diluidas de muestras sólidas y líquidas disueltas en disolventes transparentes al IR. Desafortunadamente ningún disolvente es transparente a lo largo de todo el IR medio.

Los más utilizados son: el CCl₄ para la región 4000-1330 cm⁻¹ y el CS₂ para la región 1330-625 cm⁻¹. Ambos disolventes son bastante tóxicos y deben ser manipulados con precaución. Se puede reemplazar el CCl₄ con el CCl₂-CCl₂ o con el CH₂Cl₂, menos tóxicos, y sustituir el CS₂ con n hexano o n-heptano. Los disolventes polares, como el agua o los alcoholes son raramente usados, ya que absorben fuertemente en el IR medio y reaccionan con los haluros de los metales alcalinos, como el NaCl, comúnmente usados como ventanas transparentes al IR.

Para ensayos cualitativos es suficiente una gota colocada entre las ventanas de una celda desmontable, mientras que con muestras de débil absorción se usan espaciadores de 25- 50 μm. Hay que cerrar con cuidado la celda, evitando atrapar burbujas de aire y apretando los tornillos suficientemente pero sin romper las ventanas.

La preparación de disoluciones es un paso importante en los estudios por IR. Disolver muestras sólidas, reducir la viscosidad de líquidos y sobre todo, diluir la muestra para así poder usar caminos ópticos más largos y reproducibles en el análisis cuantitativo.

Típicamente se analizan disoluciones de una concentración de 0,05 % a 10% en células de 0,1 a 1 mm de espesor. Una combinación práctica puede ser un 10 % de concentración y un camino óptico de 0,1 mm.

Puesto que se necesitan volúmenes pequeños de muestra, se suele utilizar el método gravimétrico en su preparación.

2.2.7.8.2 Preparación de muestras sólidas

La mayoría de los compuestos orgánicos presentan numerosos picos de absorción en el infrarrojo medio, y encontrar un disolvente que no dé lugar a solapamiento de picos es con frecuencia imposible. Como consecuencia, a menudo se obtienen los espectros de dispersiones del sólido en una matriz líquida o sólida. Generalmente, en estas técnicas la

muestra sólida se debe pulverizar hasta que el tamaño de sus partículas sea menor que la longitud de onda de la radiación ($<2 \mu\text{m}$) para evitar los efectos de la dispersión de la misma. [.\(http://es.scribd.com/doc/14175170/2-espectroscopia-infrarroja\)](http://es.scribd.com/doc/14175170/2-espectroscopia-infrarroja)

2.2.7.9 Pastillas

Una de las técnicas más populares es la formación de pastillas de KBr (también se han usado otros haluros de metales alcalinos). Las sales de haluros tienen la propiedad de flujo en frío (cold flow), por lo que, cuando se somete a la presión adecuada este material finamente pulverizado, sinteriza y forma una tableta transparente que se asemeja a un cristal. Al usar esta técnica, se mezcla a fondo un miligramo o menos de la muestra finamente pulverizada, con aproximadamente 100-300 mg de polvo de KBr. La mezcla se puede realizar con un mortero y su mano o en un pequeño molino de bolas. Posteriormente se presiona la mezcla en un troquel especial entre 700 y 1000 kg/cm^2 hasta obtener un disco transparente. Se obtienen mejores resultados si el disco se prepara a vacío para eliminar el aire ocluido. A continuación, el disco se coloca en la trayectoria del haz del instrumento para su examen espectroscópico. Los espectros obtenidos presentan a menudo bandas a 3450 y 1640 cm^{-1} debidas a la humedad absorbida.

Figura N° 2. 28 TROQUEL PARA FABRICAR DISCOS UNIFORMES CON REPRODUCIBILIDAD



Fuente: <http://www.ehu.es/imacris/PIE06/web/images/IR%5B2%5D.jpg>

Para muchos compuestos las pastillas de KBr producen espectros excelentes para medidas cualitativas que aparecen en las colecciones de espectros (No es una técnica muy utilizada en el análisis cuantitativo). Al ser un compuesto iónico, el KBr transmite a lo largo de la mayor parte de la región del infrarrojo hasta una frecuencia de aproximadamente 400 cm^{-1} . El yoduro de cesio absorbe por debajo de 200 cm^{-1} y se utiliza para mayor transparencia a bajas frecuencias.

Después del prensado es importante realizar una limpieza cuidadosa de todos los accesorios, puesto que los residuos de KBr pulverizado son higroscópicos y muy corrosivos una vez húmedos. En relación con esto conviene resaltar la elevada polaridad de los haluros alcalinos que pueden incluso interactuar física o químicamente con la muestra, de tal modo que el espectro registrado por este método puede diferir si lo medimos empelando alguno de los métodos que se comentan a continuación. Algunos cambios son la hidratación de la muestra, saponificación de esteres, sustitución de grupos funcionales por haluro o descomposición del producto. Si se observan anomalías en la identificación de la muestra es recomendable probar otra técnica de preparación.

2.2.7.10 Suspensiones

Cuando los sólidos no son solubles en un disolvente transparente en la región del infrarrojo ni es conveniente prepararlos en forma de pastillas de KBr, sus espectros de infrarrojo se suelen obtener por dispersión del analito en una suspensión de un aceite mineral o un hidrocarburo fluorado. [.\(http://es.scribd.com/doc/14175170/2-espectroscopia-infrarroja\)](http://es.scribd.com/doc/14175170/2-espectroscopia-infrarroja)

2.2.7.11 Láminas delgadas de polímeros

Se pueden obtener, con ayuda de un par de placas calientes y una prensa, láminas delgadas de polímeros con un espesor altamente reproducible, desde 15 hasta 500 μm . Respecto a la cantidad de muestra necesaria, para hacer un disco de 20 mm de diámetro basta con 10 mg de polímero si se quiere hacer una lámina de 15 μm de espesor.

Figura N° 2. 29 TEMPERATURAS DE REBLANDECIMIENTO ORIENTATIVAS PARA VARIOS POLÍMEROS

Polymer	Temperature °C
Low Density Polyethylene	110
Linear Low Density Polyethylene	130
High Density Polyethylene	150
Nylon 6,6	215
Polyamide 11	160
Polyamide 12	170
Polyamide 6	200
Polyamide 6,10	200
Polyamide 6,6	240
Polyacetal	100
Polystyrene	140
Polymethylmethacrylate	150
Polyvinylchloride	160
Polypropylene	170
Polycarbonate	210

Fuente: <http://www.ehu.es/imacris/PIE06/web/images/IR%5B2%5D.jpg>

Si la muestra de polímero es soluble en un disolvente muy volátil es posible preparar un film a partir de una disolución muy concentrada que se deja evaporar sobre un soporte metálico.

Al igual que ocurre con las pastillas de KBr, films delgados de polietileno se pueden utilizar como soporte de muestras líquidas o de suspensiones de sólidos en Nujol. Estos films se montan a su vez sobre piezas de cartón compatibles con los mecanismos de sujeción estándar de los aparatos. (<http://es.scribd.com/doc/14175170/2-espectroscopia-infrarroja>)

Las características más relevantes de esta espectroscopía son las siguientes:

1. Si dos moléculas están constituidas por átomos distintos, o tienen distinta distribución isotópica, o configuración, o se encuentran en ambientes distintos, los espectros infrarrojos serán distintos.
2. Una sustancia definida puede identificarse por su espectro infrarrojo. Estos espectros pueden ser considerados como las huellas digitales de dicha sustancia.
3. Los espectros muestran bandas que son típicas de grupos funcionales particulares y que tienen localizaciones e intensidades específicas dentro de los espectros infrarrojos
4. A partir de los espectros se pueden inferir las estructuras moleculares. Para ello se requiere un modelo en el cual basar los cálculos.
5. Las intensidades en las bandas del espectro de una mezcla, son generalmente proporcionales a las concentraciones de las componentes individuales. Por lo tanto, es posible determinar la concentración de una sustancia y realizar análisis de muestras con varias componentes.
6. Es posible, mediante el uso de dispositivos experimentales adecuados, obtener espectros infrarrojos sin alteración de la muestra, lo que constituye a esta espectroscopía como una herramienta de análisis no destructiva.
7. El tiempo necesario para obtener y almacenar un espectro infrarrojo es del orden de minutos. (<http://es.scribd.com/doc/14175170/2-espectroscopia-infrarroja>)

2.2.7.12 Modos normales de vibración

Los átomos que constituyen a una molécula están unidos entre sí por fuerzas de origen electrostático, que semejan uniones elásticas y, en consecuencia, sus movimientos son periódicos. Todos los movimientos relativos de los átomos en una molécula son en realidad la superposición de los llamados modos normales de vibración, en los cuales todos los átomos se encuentran vibrando con la misma fase y frecuencia normal. El número de modos normales de vibración define el espectro vibracional de cada molécula. Estos espectros también dependen de las masas de los átomos involucrados, su arreglo geométrico dentro de la molécula, y la “elasticidad” de los enlaces químicos. Consideremos una molécula formada por N átomos. Si asignamos coordenadas x , y , z para describir la posición de cada átomo en el espacio, tendremos que toda la molécula queda descrita por $3N$ coordenadas. Debido a que la molécula puede presentar movimiento traslacional, rotacional y vibracional. (<http://es.scribd.com/doc/14175170/2-espectroscopia-infrarroja>)

2.2.7.13 Espectrometría de infrarrojos por transformada de Fourier.

La espectrometría infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) es una técnica de análisis para obtener el espectro infrarrojo con mayor rapidez. En lugar de registrar los datos variando la frecuencia de luz infrarroja monocromática, se guía la luz IR (con todas las longitudes de onda de banda utilizada) a través de un interferómetro. Después de pasar por la muestra, la señal medida da el interferograma. La realización de una transformada de Fourier de la señal produce un espectro idéntico al de la espectrometría infrarroja convencional (dispersiva).

Los espectrofotómetros FTIR son más baratos que los convencionales, porque es más simple construir un interferómetro que un monocromador. Además, la medida de un solo espectro es mucho más rápida en esta técnica, debido a que la información de todas las frecuencias se toman al mismo tiempo. Esto permite hacer múltiples lecturas de una sola muestra y obtener un promedio, lo que aumenta la sensibilidad del análisis. Debido a sus múltiples ventajas, casi todos los modernos espectrofotómetros de infrarrojos son FTIR. (<http://www.unodc.org/documents/scientific/Cocaine.S.pdf>)

2.2.8 Control de calidad

Figura N° 2.30 CONTROL DE CALIDAD EN EL LABORATORIO



Fuente: <http://www.clinicamiraflores.cl/?t=cont&cat=7&art=24>

El Laboratorio de Química Forense del Departamento de Criminalística de Chimborazo, requiere para su correcto funcionamiento de un adecuado y constante control de calidad sobre todas las etapas en el recibo, manejo y reporte de especímenes forenses.

En general este control debe identificar, monitorear, evaluar y aprobar metodologías relativas al identificar la presencia de agentes tóxicos. En este contexto el control de calidad en el Laboratorio de Química Forense envuelve el monitoreo de los reactivos, instrumentos, procedimientos y el personal, para asegurar una adecuada práctica en el aislamiento, identificación y caracterización de agentes tóxicos para el organismo y su correspondiente análisis para su adecuada identificación.

Un programa de control de calidad debe incluir además un Manual de Procedimientos, validación de metodologías y equipos, el desarrollo de ciclos de educación continuada, elementos de bioseguridad y una supervisión sobre los reportes generados. En éste sentido se hace énfasis en la correcta valoración de las pruebas de laboratorio de Química Forense, los agentes tóxicos causales de envenenamiento o muerte de los individuos y la interpretación correcta de las pruebas realizadas en las diferentes muestras sean biológicas o no biológicas.

El control de calidad en el laboratorio tiene como objetivo, que el producto final del trabajo tenga un grado aceptable de seguridad, de conformidad con los límites establecidos.

2.2.9 Normas de bioseguridad

Figura N° 2. 31 NORMAS DE BIOSEGURIDAD LABORATORIO



Fuente: http://unasig.fq.edu.uy/sites/all/themes/responsive_blog/images/slide-image-3.jpg

Las medidas de Seguridad en Laboratorios son un conjunto de medidas preventivas destinadas a proteger la salud de los que allí se desempeñan frente a los riesgos propios derivados de la actividad, para evitar accidentes y contaminaciones tanto dentro de su ámbito de trabajo, como hacia el exterior.

Las reglas básicas aquí indicadas son un conjunto de prácticas de sentido común realizadas en forma rutinaria.

El elemento clave es la actitud proactiva hacia la seguridad y la información que permita reconocer y combatir los riesgos presentes en el laboratorio. Será fundamental la realización meticulosa de cada técnica, pues ninguna medida, ni siquiera un equipo excelente puede sustituir el orden y el cuidado con que se trabaja.

2.2.10 Procedimiento

2.2.10.1 Toma de muestra

Figura N° 2. 32 PROCEDIMIENTO PARA LA TOMA DE MUESTRA DEL ALCALOIDE



FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo

Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

❖ Pasos a seguir

- A) Toma de muestra inorgánica por parte de los peritos del Departamento de Antinarcoóticos, y recolección de indicios o cualquier otra evidencia existente en el lugar de los hechos (soportes, en mezcla con otros líquidos y en polvo granular color blanco hueso).

2.2.10.2 Cadena de custodia

Es una Normativa Jurídica que implica procedimientos técnicos científicos para garantizar la integridad, veracidad, conservación y traslado de las evidencias orgánicas e inorgánicas al lugar de destino (Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo).

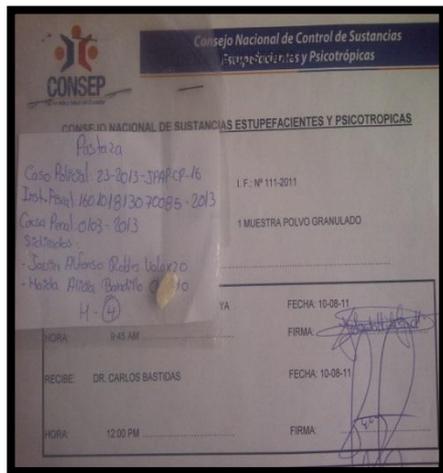
Figura N° 2. 33 PROCEDIMIENTO DE LA CADENA DE CUSTODIA



A)



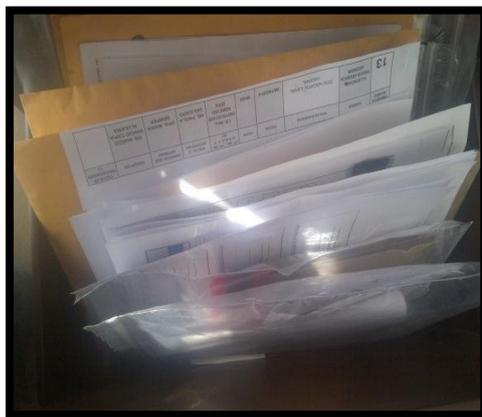
B)



C)



D)



E)



F)

FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo
Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

❖ **Pasos a seguir**

- A) Traslado de la evidencia al laboratorio de análisis, por un agente, policía o analista.
- B) La evidencia debe ser entregada con su respectiva cadena de custodia la cual consta:
 - Características de la evidencia que se entrega, peso, volumen, embalaje, material, etc.
 - Nombre, firma y cédula de identidad de la persona que entrega las muestras.
 - Nombre, firma y cédula de identidad de la persona que recibe las muestras.
 - Fecha y hora de entrega
 - Empresa que realiza el transporte si se daría el caso
- C) Chequear el número de referencia de cada muestra y constatar con el formulario enviado y comprobar la integridad de los precintos.

- D) Al abrir las fundas comprobar que las muestras y descripción de las mismas son correctas, así como la debida Instrucción Fiscal.
- E) Fotografiar lo indicado y guardar las muestras para su posterior análisis.
- F) Entrega de los resultados o informes por parte del analista acreditado por el Consejo de la Judicatura al señor Agente Fiscal de turno, el cual solicita mediante un oficio de la manera más rápida, concisa y exacta el análisis con fines investigativos.

2.2.10.3 Preparación de reactivos

Figura N° 2. 34 PREPARACIÓN DE DRAGENDORFF



A)



B)



C)



D)

FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo
 Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

❖ Dragendorff

- A) Pesar 1 g de Nitrato de Bismuto III y Yoduro de potasio 1 g.
- B) Añadir 3 ml ácido clorhídrico 10 M
- C) Colocar 20ml de agua destilada y 15ml de ácido acético glacial.

D) Reactivo listo para usar.

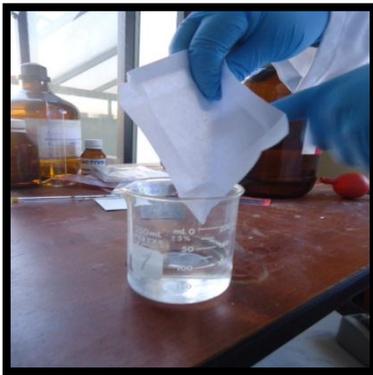
FIGURA N° 2.35 TIOCIANATO DE COBALTO



A)



B)



C)



D)

FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo
Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

❖ **Tiocianato de cobalto**

- A) Pesar 2,5 gr de tiocianato de cobalto II
- B) Añadir en 100 ml de agua destilada
- C) Colocar el reactivo en el solvente acuoso.
- D) Reactivo listo para usar.

FIGURA N° 2. 36 TIOCIANATO DE COBALTO MODIFICADO (SCOTT)



A)



B)



C)



D)

FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo
Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

❖ **Tiocianato de cobalto modificado (Scott)**

A) Pesar 0,67 g tiocianato de potasio

B) Pesar 0,33g de Cloruro de Cobalto (CoCl_2).

C) Añadir el ácido acético glacial al 10% y diluir con 50ml de glicerina, agitar por 10seg

D) Reactivo listo para usar.

2.2.10.4 Preparación de dragendorff

FIGURA N° 2.37 REVELADOR



A)

B)



C)



D)

FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo
Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

❖ Dragendorff

A) Pesar 1.3g subnitrato de bismuto, disolver en 60ml agua destilada, añadir 15ml de ácido acético glacial.

B) Pesar 12g yoduro de potasio, disolver en 30ml de agua destilada

C) Mezclar la solución. A y solución. B y añadir 100 ml de agua destilada y 15 ml de ácido acético glacial.

D) Reactivo de Dragendorff listo para el revelado.

2.2.10.5 Extracción

2.2.10.5.1 Extracción de cocaína en soportes (cartón, cuero, líquido)

FIGURA N° 2. 38 PROCESO DE EXTRACCIÓN DE LOS COMPUESTOS ALCALOIDES



FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo
Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

❖ Extracción en soportes (Cuero y Cartón)

1. Triturar el cartón o cuero que contiene el alcaloide en partículas diminutas.
2. Colocar en un embudo de separación las partículas con Cloroformo.
3. Llevar a un Ph de 9, añadiendo gotas de carbonato de sodio al 2%, agitación constante de 5-10 minutos.
4. Obtener en un vaso de precipitación el solvente extractor
5. Evaporar, llevando la muestra a una estufa con la temperatura de 60°C.
6. Finalmente Redissolver en 0.5 ml de metanol
7. Las muestras están lista para su análisis correspondiente.

❖ Extracción de cocaína a partir de muestras en estado líquido

1. Colocar en un vaso embudo de separación 50ml de la muestra liquida (cocaína).
2. Añadir 50 ml cloroformo, llevar a un Ph de 9 con una solución buffer y agitar de 5 a 10 minutos.

3. Colocar la fase orgánica en un vaso de precipitación.
4. Evaporar, llevando la muestra a una estufa con la temperatura de 60°C.
5. Finalmente redissolver en 0.5 ml de metanol
6. Las muestras están lista para su posterior identificación.

❖ **Extracción en polvo granular blanco hueso**

1. Colocar 0.5 g de polvo granular en un embudo de separación
2. Añadir 10 ml de cloroformo.
3. Llevar a un Ph de 9, añadiendo 5 gotas de carbonato de sodio al 2% y agitar de 5 a 10 min constantemente.
4. Colocar en un vaso de precipitación, llevar a sequedad en una estufa a 60° C.
5. Finalmente redissolver con 0.5 ml de metanol, muestras listas para las diferentes pruebas cualitativas y cuantitativas.

2.2.10.6 Pruebas de campo

Son pruebas rápidas y de un fácil un uso, muy efectivas para la determinación de cocaína.

❖ **Prueba de dragendorff**

1. Colocar en un tubo de ensayo una pequeña cantidad de muestra (cocaína).
2. Añadir de 2 a 3 gotas del reactivo de Dragendorff
3. Agitar para que se me mezcle la muestra y el reactivo, y exista la reacción (coloración).
4. Resultado positivo: coloración amarilla a naranja; negativo: ninguna coloración.

❖ **Prueba de tiocianato de cobalto**

1. Colocar en un tubo de ensayo una pequeña cantidad de muestra (cocaína).
2. Añadir de 2 a 3 gotas del reactivo de tiocianato de cobalto
3. Agitar para que se me mezcle la muestra y el reactivo, y exista la reacción.
4. El resultado positivo nos da una coloración azul-turquesa, mientras que en un resultado negativo no existe ninguna coloración.

❖ **Prueba de tiocianato de cobalto modificado (Scott)**

1. Colocar en un tubo de ensayo una pequeña cantidad de muestra (cocaína).
2. Añadir de 2 a 3 gotas del reactivo de Scott

3. Agregar para que se mezcle la muestra y el reactivo.
4. Adicionar 20 gotas ácido clorhídrico concentrado y agitar por 2 min, inmediatamente aparece una coloración rosada.
5. Añadir 20 gotas de cloroformo y agitar durante 2 min, en la fase clorofórmica aparece un color azul turquesa.

2.2.10.7 Identificación

2.2.10.7.1 Proceso de identificación por cromatografía en capa fina

FIGURA N° 2. 39 CAPILARES EN PROCESO



A)



B)



C)

FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo

Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

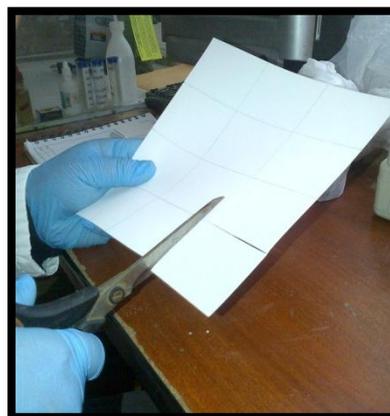
2.2.10.7.1.1 Preparación de los capilares

- A) La preparación de los capilares se obtiene colocando los mismos en el centro de la llama del mechero.
- B) Por efecto de la temperatura se separan y dividen en dos.
- C) Se obtiene un extremo terminado en punta y un diámetro menor para la aplicación exacta en la placa.

FIGURA N° 2. 40 PROCESO PREPARACIÓN DE LA PLACA SÍLICA GEL



A)



B)



C)



D)

FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo
Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

2.2.10.7.1.2 Preparación de la placa sílica gel

- A) Se toma la placa de sílica gel para ser preparada.
- B) Se corta la placa de sílica gel con un tamaño de 10cm de alto, y el ancho dependerá del número de muestras que van hacer analizadas.
- C) Se traza una línea desde la base inferior a la superior de 1.5 cm, sin que se dañe la sílica impregnada en la placa, la distancia entre las muestras es de 0,5 cm
- D) La placa esta lista para ser utilizada en la determinación de cocaína.

FIGURA N° 2. 41 SISTEMAS DE SOLVENTES PARA ANÁLISIS DE COCAÍNA



A)



B)



C)

FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo

Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

A) Escoger los solventes adecuado

B) Preparar la cuba cromatográfica.

C) Añadir el sistema de solventes preparado en la cuba cromatográfica, Ciclohexano:
Tolueno: Dietilamina en una proporción (75: 15:10) ml.

2.2.10.7.2 Desarrollo de la cromatografía

FIGURA N° 2. 42 APLICACIÓN DE LOS ESTÁNDARES Y LAS MUESTRAS EN LA PLACA DE SÍLICA GEL



A)



B)

FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo
Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

- A) Primero se procede aplicar los estándares, las aplicaciones deben ser de 2 a 3 veces con un intervalo de 40 segundos. Dejar secar a temperatura ambiente.
- B) Luego de los estándares se aplica cada una de las muestras extraídas realizando el mismo proceso anterior.

FIGURA N° 2. 43 PROCESO CROMATOGRÁFICO



A)



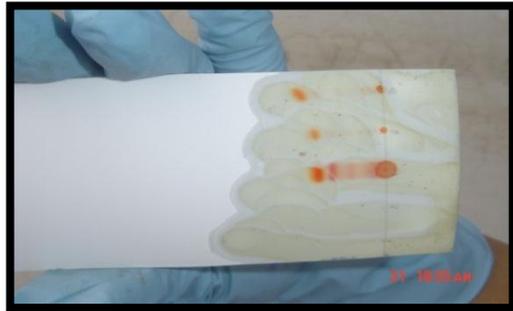
B)



C)



D)



E)

FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo
Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

2.2.10.7.2.1 Proceso de cromatografía en capa fina

- A) Se coloca el sistema de solventes en la cuba cromatográfica donde se dará la saturación.
- B) En el interior de la cuba cromatográfica se introduce la placa de sílica gel que contiene los estándares y las muestras.
- C) Ocurre el principio de capilaridad y adsorción donde el sistema de solventes sube a través de la placa arrastrando a cada uno de los componentes que se presume la presencia de cocaína.
- D) Se retira la placa una vez que llegue a la línea superior marcada.
- E) Se deja secar la placa a temperatura ambiente.

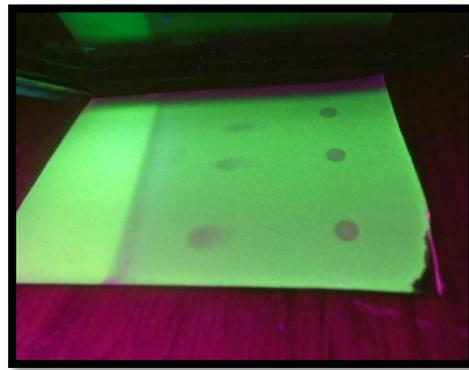
2.2.10.8 Reveladores

2.2.10.8.1 Revelado físico

FIGURA N° 2. 44 REVELADO FÍSICO CON LUZ UV



A)



B)

FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo
Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

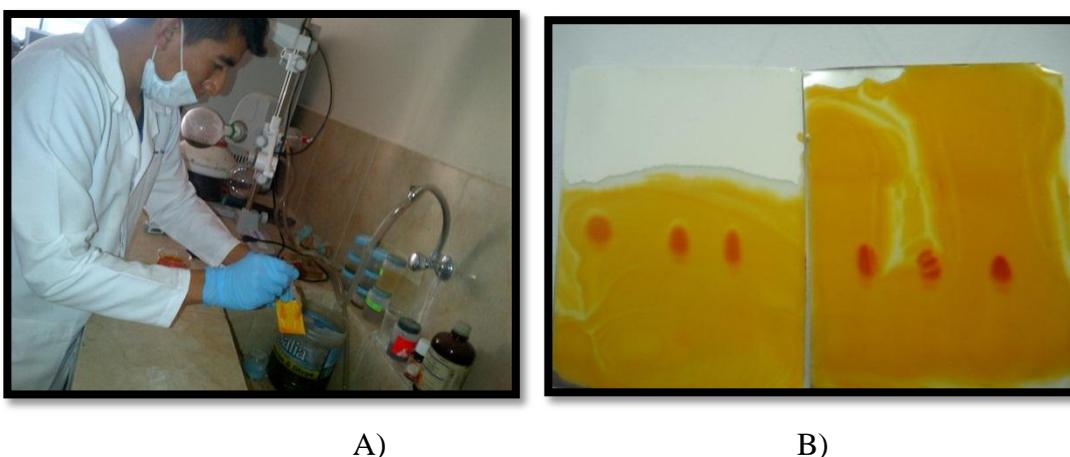
❖ Lámpara Luz Ultravioleta

A) Se utiliza la lámpara de luz ultravioleta a una longitud de onda de 254 o 366 nm.

B) Aparecerán manchas fluorescentes de color violeta en las zonas en donde se encuentra el alcaloide.

2.2.10.8.2 Revelador químico

FIGURA N° 2. 45 REVELADO CON DRAGENDORFF



FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo
Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

❖ Dragendorff

A) Se coloca el revelador de dragendorff y luego lavar con agua corriente eliminando el exceso de reactivo.

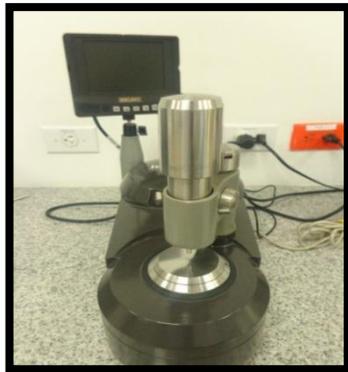
B) Una vez que se aplica este reactivo aparecerán manchas de color naranja, resultado positivo para cocaína.

2.2.10.9 Determinación de los factores de retención (Fr).

A) Se debe proceder a calcular los factores que presentan las placas después de su respectivo revelado químico y se determinará los compuestos alcaloideos en función de sus recorridos.

2.2.11 Método de identificación por espectroscopia infrarroja

FIGURA N° 2. 46 PROCESO DE ENCENDIDO DEL EQUIPO IR



A)



B)



C)

FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo
Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

2.2.11.1 Proceso de encendido

- A) Verificar la sílica (si esta rosado debemos cambiar o secar a 110 °C durante 2 horas).
- B) Encender el equipo
- C) Abrir el programa Chevip
- D) Dar clic en mantenimiento- colocar temperaturas

FIGURA N° 2. 47 PROCESO PARA LA PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS



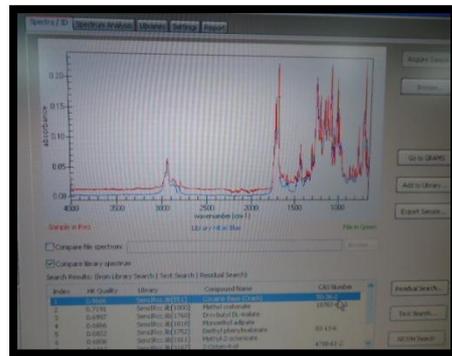
A)



B)



C)



D)

FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo
Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

2.2.11.2 Preparación de las muestras

- A) Clic en correr la muestra
- B) Colocar el número de la pericia C (en caso de cocaína), nombre y fecha
- C) Presionar en la opción aceptar y Run
- D) En adquirir la muestra, parecerá una línea base que viene en el equipo (32 segundos en aparecer)
- E) Dar enter y luego aplicar la muestra (posible cocaína)
- F) Comprimir o realizar la pastilla, en el transcurso de 1 minutos nos dará el resultado.
- G) Base de cocaína pico (1700 y 3000)
- H) Cocaína en forma de sal, el pico (3000)
- I) Aceptar los datos

- J) Automáticamente el programa procede a comparar con la librería que viene integrada en el mismo.
- K) Resultado: positivo para base de cocaína.
- L) Por ultimo limpiar la base del diamante con etanol.

2.2.12 Método de identificación y cuantificación por cromatografía de gases

FIGURA N° 2. 48 PROCESO DE ENCENDIDO DEL CROMATOGRÁFO DE GASES



A)



B)



C)



D)

FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo
Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

2.2.12.1 Procesos de encendido

- A) Abrir la llave del tanque de Nitrógeno, regular hasta llegar 40 a 50 PSI
- B) Encender el cromatógrafo de gases (parte lateral).

- C) Abrir el programa PEAK SAMPLE que se encuentra instalado en el computador, 1.- dar clic en **File** → **Chanel** → **Temperature** → **remove si hay datos** **Add** → **colocar datos Ti: 300- T: 1- R: 000-Tf: 300**, dejar de 30 a 60 min.
- D) Una vez haya llegado a la temperatura deseada, encender el generador de hidrógeno siempre y cuando el agua desionizada este hasta su punto limite.
- E) Programar el generador de hidrogeno a 42 PSI.
- F) Regresar nuevamente al programa 1.- dar clic en **File** → **Chanel** → **temperature** **remove si hay datos** → **Add** → **colocar temperaturas: 1.- Ti: 240- T: 1- R: 40- Tf: 280 2.-Ti: 280- T: 1- R: 00- Tf: 280.**
- G) Encender el **FID** (detector de ionización de flama), alzar la palanca y contar hasta 10 – repetir por 3 veces.
- H) La temperatura empezara a subir a 160°C y luego descenderá a 40°C
- I) Una vez que la temperatura haya llegado a 40°C, podremos limpiar la columna cromatográfica con agua desionizada, dos a tres veces si es necesario.
- J) Pasar los estándares, estándar interno y muestras cuando la temperatura sea la adecuada.

2.2.12.2 Preparación de la solución estándar interno

FIGURA N° 2. 49 PREPARACIÓN DE LOS ESTÁNDARES



A)



B)



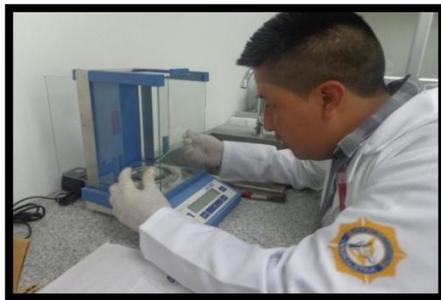
C)

FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo

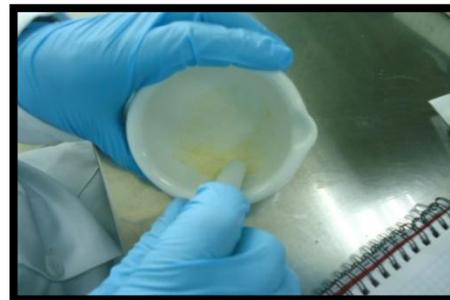
Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

- A) Pesar 200 mg de tetracosano y medir 250 ml de metanol y 750 ml de cloroformo (resulta una concentración de 0.2 mg/dl)
- B) Disolver el tetracosano en la mezcla de los solventes.
- C) El estándar interno está listo para usar.

FIGURA N° 2. 50 PROCESO PARA LA PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS



A)



B)



C)



D)

FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo

Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

2.2.12.3 Preparación de los muestras

- A) Pulverizar y homogeneizar la muestra de cocaína sólida utilizando un mortero y un pistilo.
- B) Pesar exactamente dos porciones de 50mg de la muestra de cocaína separadamente dentro de un matraz volumétrico de 100 mL para pureza de cocaína de >20%. Para pureza <20% en su lugar sería usando un matraz volumétrico de 25 ml.
- C) Adicionar solvente de extracción con estándar interno hasta la marca del matraz aforado.
- D) Si la solución resultante es turbia filtrar una alícuota de 2 ml utilizando una jeringa con un filtro de jeringa de 0,45 micras (sin aguja) en un vial de 2ml de lo contrario transferir 1ml de la solución a un vial de 2ml.

FIGURA N° 2.51 PROCESO DE CUANTIFICACIÓN DE COCAÍNA



A)



B)



C)

FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo
Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

2.2.12.4 Proceso de cromatografía de gases

- A) Calibrar la jeringa a 1 mL
- B) Inyectar 1 uL del extracto de la muestra en el GC-FID
- C) Proceder a verificar el resultado.

2.2.13 Cálculos

❖ Dragendorff

Compuestos

Nitrato de bismuto III	1g	
HCl	10 Molar	3ml
Yoduro de potasio (KI)	1g	
H2O destilada	20ml	
Ácido acético glacial	15ml	

Cálculo

Ácido clorhídrico 10 M – 3ml

H: 1,0079

CL: 35,453

36,46 g HCl

$$\frac{10 \text{ moles HCl}}{1000 \text{ ml s/n HCl}} \times \frac{3 \text{ ml s/n HCl}}{1 \text{ mol HCl}} \times \frac{36.46 \text{ g HCl}}{37 \text{ g HCl}} \times \frac{100 \text{ g s/n HCl}}{1,19 \text{ g s/n HCl}} \times \frac{1 \text{ ml s/n HCl}}{1 \text{ ml s/n HCl}}$$

= **2.48 ml s/n HCl**

❖ Tiocianato de cobalto

Ácido clorhídrico al 16% (HCL=10 ml)

C1	V1	=	C2	V2
37%(pureza)	?		16%	10ml

$$V1 = \frac{C2 \times V2}{C1}$$

$$V1 = 16\% \frac{x 10 \text{ ml}}{37\%}$$

V2 = 4,32 ml de s/n Ácido clorhídrico (HCL) y aforar hasta 10ml en un balón aforado volumétrico

❖ Tiocianato de cobalto modificado (Scott)

Ácido acético al 10 %

C1	V1	=	C2	V2
100%(pureza)	?		10%	50ml

$$V1 = \frac{C2 \times V2}{C1}$$

$$V1 = 10\% \frac{x 50 \text{ ml}}{100\%}$$

V2 = 5ml s/n Ácido acético y aforar hasta 50ml y aforar hasta 10ml en un balón aforado volumétrico

2.3 DEFINICIÓN DE TÉRMINOS BÁSICOS

Toxicología: Ciencia que se encarga del estudio de los tóxicos naturales o artificiales presentes en el medio.

Cromatografía: Es un conjunto de técnicas basadas en el principio de retención selectiva, cuyo objetivo es separar los distintos componentes de una mezcla, permitiendo identificar y determinar las cantidades de dichos componentes.

Fase Estacionaria: Es una capa uniforme de un absorbente mantenido sobre una placa, la cual puede ser de vidrio, aluminio u otro soporte.

Placa de Sílica Gel: Es una forma granular y porosa de dióxido de silicio fabricado sintéticamente a partir de silicato sódico. A pesar del nombre, el gel de sílice es sólido.

Reabsorción Intestinal: Nueva absorción de sustancias que ya se hallan en proceso de excreción por el intestino, normalmente con la bilis, y que pasan otra vez a la sangre.

Toxicidad: Disciplina que estudia los efectos nocivos de los agentes químicos o físicos (agentes tóxicos) en los sistemas biológicos, así como la magnitud del daño en función de la exposición de los organismos a dichos agentes.

Tóxico: Se aplica a la sustancia que puede causar trastornos graves o la muerte de un ser vivo por envenenamiento.

Veneno: Es cualquier sustancia dañina, ya sea sólida, líquida o gaseosa, que puede producir una enfermedad, lesión, o que altera las funciones del sistema digestivo y reproductor cuando entra en contacto con un ser vivo, incluso provocando la muerte.

Intoxicación: Proceso patológico, con signos y síntomas clínicos, causado por una sustancia de origen exógeno o endógeno.

2.4 HIPÓTESIS

El uso de la Cromatografía de Gases y la espectroscopia infrarroja nos ayudara a determinar la presencia de cocaína en muestras inorgánicas (cuero, cartón, polvo granular y líquidos) ya que son técnicas muy confiables y altamente sensibles para realizar este estudio.

2.5 VARIABLES

2.5.1 Variable independiente

Cromatografía de Gases y Espectroscopia Infrarroja

2.5.2 Variable dependiente

Determinación de cocaína.

2.5.3 Operalización de las variables

Variable	Concepto	Categoría	Indicador	Técnica e instrumento
<p>Variable Independiente</p> <p>Espectroscopia infrarroja</p> <p>Cromatografía de Gases</p>	<p>La espectroscopia infrarroja es un método cualitativo el cual identifica y clasifica en base de cocaína y clorhidrato de cocaína las muestras en estudio</p> <p>La Cromatografía de gases es un método cuantitativo en el vamos a obtener las concentraciones exactas de la cocaína</p>	<p>Espectroscopio infrarrojo cercano , medio y lejano</p> <p>Cromatógrafo de gases</p> <p>Cromatógrafo de gases acoplado a masas</p>	<p>Identificación y clasificación del alcaloide mediante espectros</p> <p>Determinación de las concentraciones exactas de la cocaína</p>	<p>Técnica: Método cualitativo de espectroscopia infrarroja y método cuantitativo de Cromatografía de gases</p> <p>Instrumento:</p> <p>Equipo: de Espectroscopio Infrarrojo y Cromatógrafo de Gases</p>
<p>Variable Dependiente</p> <p>Determinación de cocaína</p>	<p>Es un alcaloide que se extrae de la plata de coca (<i>Erithroxylum coca</i>) afecta directamente al SNC y en un consumo excesivo produce la muerte</p>	<p>Base de cocaína</p> <p>Clorhidrato de cocaína</p>	<p>Determinar la presencia o ausencia de los compuestos cocaínicos</p>	<p>Técnica: Método cualitativo de espectroscopia infrarroja y método cuantitativo de Cromatografía de gases</p> <p>Instrumento:</p> <p>Equipos: Espectroscopio Infrarrojo y Cromatógrafo de Gases</p>

CAPITULO III

3. MARCO METODOLÓGICO

3.1 MÉTODO CIENTÍFICO

Método deductivo: Este método nos ayudará a determinar las causas y consecuencias que va a producir, a través de métodos cualitativos confirmatorios como la Espectroscopía Infrarroja, y el método cuantitativo como la Cromatografía de Gases.

Método Inductivo: Este método nos ayudará a determinar causas y consecuencias que originan el problema de consumo, tráfico y comercialización de la cocaína.

TIPO DE INVESTIGACIÓN

Descriptiva: Se realizara una descripción del problema encontrado en el Laboratorio de Química Forense del Departamento de Criminalística de Chimborazo frente a la Cromatografía de gases y espectroscopia infrarroja con muestras inorgánicas (cuero, papel, cartón, líquidos, polvo granular)

Explicativa: Mediante el agotamiento de los recursos necesarios realizaremos una indagación previa utilizando la observación y la encuesta se detallara completamente y de manera eficiente todo el protocolo para dicho proceso.

DISEÑO DE INVESTIGACIÓN

De Campo: Ya que la investigación se llevara a cabo en un determinado lugar en donde el investigador y la muestra están realmente en contacto para que se pueda estudiar minuciosamente cada una de las características del fenómeno.

No Experimental: El estudio de la presencia de cocaína mediante la utilización de la Cromatografía de gases y espectroscopia infrarroja se realizara dentro del Laboratorio de Química Forense del Departamento de Criminalística de Chimborazo, se constituye en la variable de estudio, la misma será observada tal como se da indicara en el protocolo, y será sujeta a manipulación por parte del investigador, siempre y cuando cuente con el debido conocimiento de las respectivas normas de bioseguridad en el laboratorio.

3.2 POBLACIÓN Y MUESTRA

3.2.1 Población

Aproximadamente unas 80 muestras de material incautado y analizadas en el Laboratorio de Química Forense del Departamento de Criminalística de Chimborazo para determinar cocaína, en el periodo comprendido desde Diciembre a mayo del 2014.

3.2.2 Muestra

Son las muestras de material inorgánico (cuero, papel, líquidos, polvo granular) que se envían de las diferentes provincias pertenecientes al distrito de Chimborazo por parte del personal de antinarcóticos para determinar la presencia de diferentes alcaloides (cocaína) a el Laboratorio de Química Forense del Departamento de Criminalística de Chimborazo

3.3 TÉCNICAS E INSTRUMENTOS DE RECOLECCIÓN DE DATOS

Se utilizaron métodos cualitativos confirmatorios como la Espectroscopía Infrarroja, y el método cuantitativo como la Cromatografía de Gases.

3.4 TÉCNICAS PARA EL ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS.

Las técnicas que se utilizaran son tabulaciones representadas en cuadros estadísticos, gráficos, para su posterior análisis e interpretación y se interpreta los resultados mediante la observación visual del alcaloide en las pruebas de coloración, en la placa de sílica gel, los espectros y se reporta.

CAPÍTULO IV

4. INTERPRETACION DE RESULTADOS

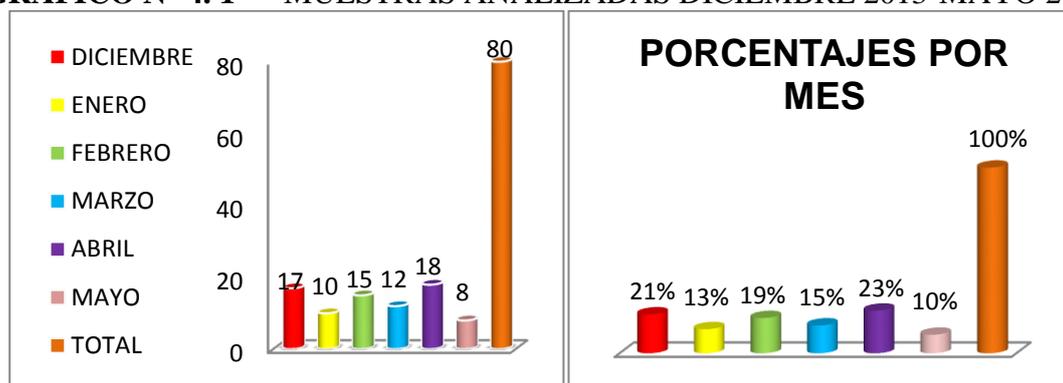
**TABLA N° 4.1 MUESTRAS DE COCAINA QUE INGRESARON AL
LABRATORIO DE QUIMICA FORENSE DURANTE EL PERIODO DICIEMBRE
2013-MAYO2014.**

MUESTRAS DE COCAINA PARA LA DETERMINACION DE LA CONCENTRACIÓN		
PERIODO DICIEMBRE 2013-MAYO 2014		
MES	FRECUENCIA	PORCENTAJE
DICIEMBRE	17	21%
ENERO	10	13%
FEBRERO	15	19%
MARZO	12	15%
ABRIL	18	23%
MAYO	8	10%
TOTAL	80	100%

FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo

Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

GRÁFICO N° 4.1 MUESTRAS ANALIZADAS DICIEMBRE 2013-MAYO 2014



FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo

Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

INTERPRETACIÓN

En el gráfico se puede evidenciar que en los meses de diciembre y abril hubo mayor incidencia de incautaciones de cocaína representando un 44 % de muestras analizadas en comparación al mes de enero y mayo que hubo un 23% de muestras ingresadas, lo que podría estar relacionado con diferentes factores para la comercialización del alcaloide.

DATOS ESTADISTICOS POSITIVOS Y NEGATIVOS DE PRESENCIA DE COCAINA EN MUESTRAS Y SOPORTES

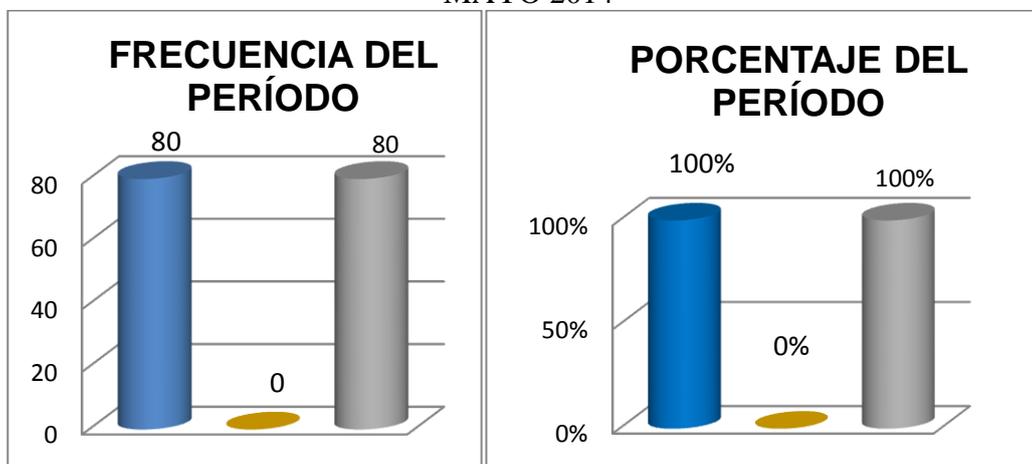
TABLA N° 4. 2 RESULTADOS POSITIVOS Y NEGATIVOS EN EL PERIODO DICIEMBRE 2013-MAYO 2014.

MUESTRA	FRECUENCIA	PORCENTAJE
RESULTADOS POSITIVOS	80	100%
RESULTADOS NEGATIVOS	0	0%
TOTAL	80	100%

FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo

Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

GRÁFICO N° 4. 2 RESULTADOS POSITIVOS Y NEGATIVOS DICIEMBRE 2013-MAYO 2014



FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo

Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

INTERPRETACIÓN

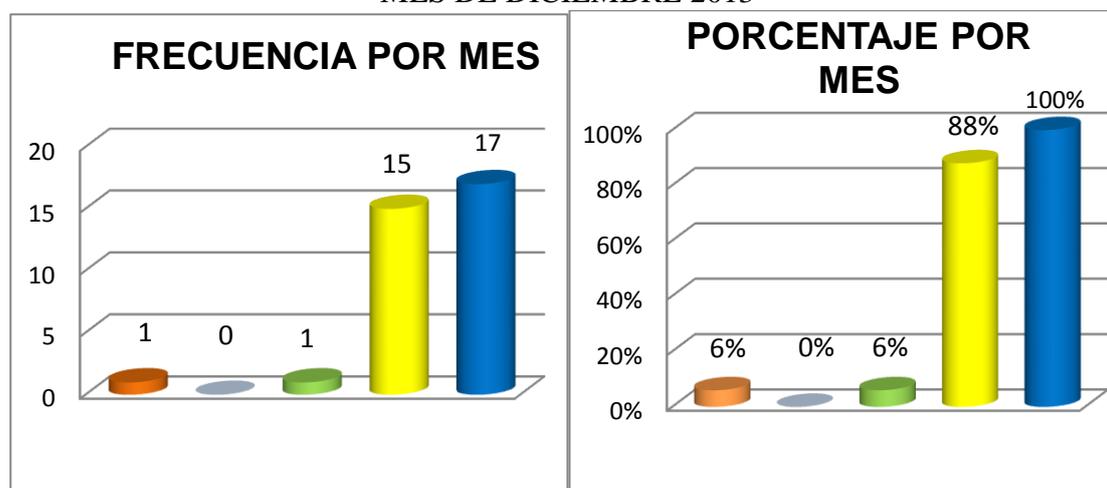
Mediante el análisis de muestras inorgánicas que ingresaron al laboratorio de química forense en el periodo diciembre 2013 mayo 2014, se obtiene como resultado que las 80 muestras son positivas que corresponden al 100% para la determinación de cocaína.

TABLA N° 4.3 MUESTRAS DE COCAÍNA QUE INGRESARON EN EL MES DE DICIEMBRE 2013

MUESTRA	FRECUENCIA	PORCENTAJE
CUERO	1	6%
CARTON	0	0%
LÍQUIDO	1	6%
SOLIDO	15	88%
TOTAL	17	100%

FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo
Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

GRÁFICO N° 4.3 MUESTRAS QUE INGRESAN AL LABORATORIO EN EL MES DE DICIEMBRE 2013



FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo
Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

INTERPRETACIÓN

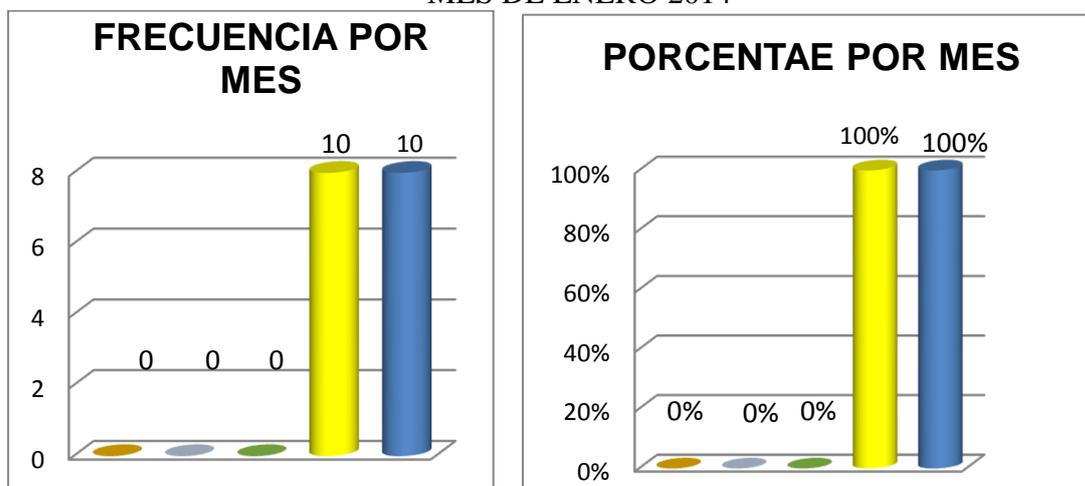
Mediante el análisis realizado en las diferentes muestras inorgánicas que ingresaron al laboratorio positivas para cocaína, se obtiene como resultado que en cuero y en mezcla con otros líquidos se obtuvo 1 muestra respectivamente dando como resultado un 6% para cada una, mientras que en cartón no ingreso ninguna muestra dando como resultado un 0% y finalmente en estado sólido ingresaron 15 muestras dando como resultado un 88% de alcaloide.

TABLA N° 4.4 MUESTRAS DE COCAÍNA QUE INGRESARON EN EL MES DE ENERO 2014

MUESTRA	FRECUENCIA	PORCENTAJE
CUERO	0	0%
CARTON	0	0%
LÍQUIDO	0	0%
SOLIDO	10	100%
TOTAL	10	100%

FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo
 Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

GRÁFICO N° 4.4 MUESTRAS QUE INGRESAN AL LABORATORIO EN EL MES DE ENERO 2014



FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo
 Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

INTERPRETACIÓN

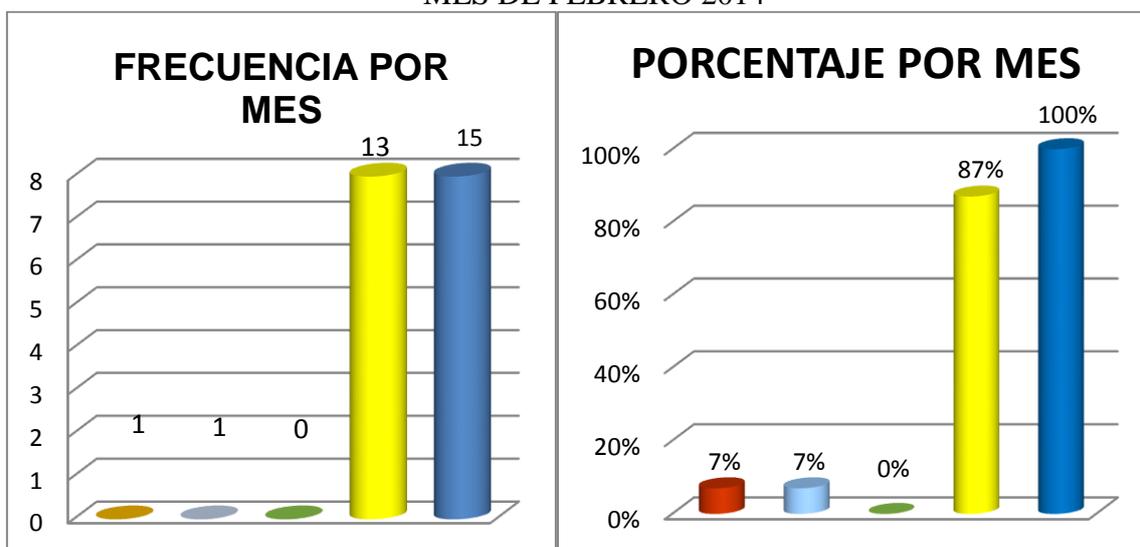
En el mes de enero se trabajó con 10 muestras de cocaína que ingresaron al Laboratorio de Química Forense de la cuales en cartón, cuero y en mezcla con otros líquidos no se registró ninguna dando como resultado 0%, en este caso todas fueron en estado sólido que equivale al 100% del alcaloide.

TABLA N° 4.5 MUESTRAS DE COCAINA QUE INGRESARON EN EL MES DE FEBRERO DE 2014

MUESTRA	FRECUENCIA	PORCENTAJE
CUERO	1	7%
CARTON	1	7%
LÍQUIDO	0	0%
SOLIDO	13	87%
TOTAL	15	100%

FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo
 Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

GRÁFICO N° 4.5 MUESTRAS QUE INGRESAN AL LABORATORIO EN EL MES DE FEBRERO 2014



FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo
 Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

INTERPRETACIÓN

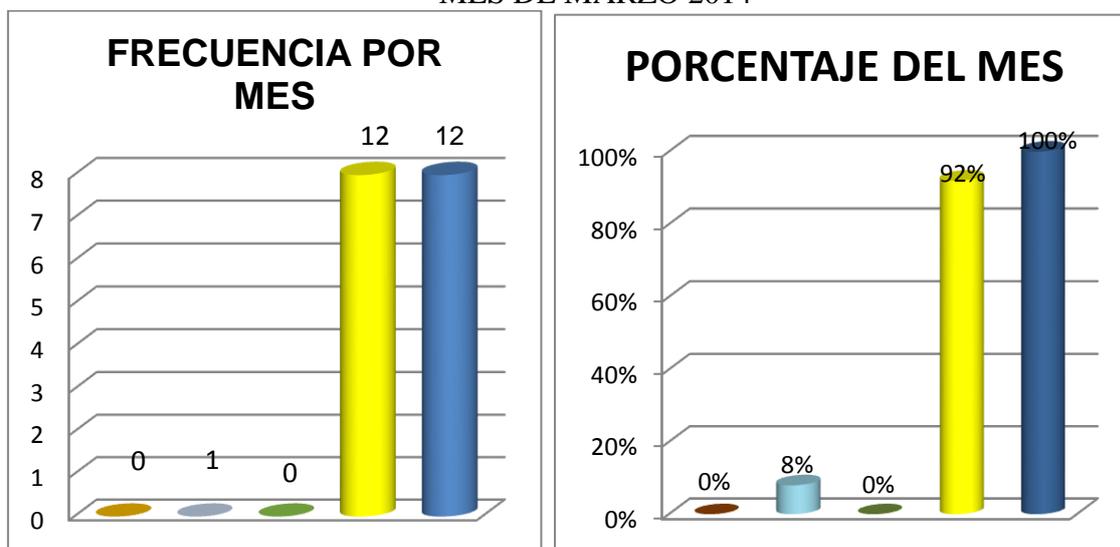
El mes de febrero se trabajó con 15 muestras de cocaína de las cuales en cuero ingreso 1 que corresponde al 7% y cartón ingreso de la misma manera 1 muestra que corresponde al 7% en mezcla con otro liquido no ingreso ninguna es decir 0% y en estado sólido 13 muestras que equivalen al 87% del alcaloide.

TABLA N° 4.6 MUESTRAS DE COCAINA QUE INGRESARON EN EL MES DE MARZO DE 2014

MUESTRA	FRECUENCIA	PORCENTAJE
CUERO	0	0%
CARTON	1	8%
LÍQUIDO	0	0%
SOLIDO	11	92%
TOTAL	12	100%

FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo
Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

GRÁFICO N° 4.6 MUESTRAS QUE INGRESAN AL LABORATORIO EN EL MES DE MARZO 2014



FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo
Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

INTERPRETACIÓN

El mes de marzo se trabajó con 12 muestras de cocaína de las cuales en cuero no ingreso ninguna es decir 0%, en cartón ingreso 1 muestra que corresponde al 8% en mezcla con otro liquido no ingreso ninguna es decir 0% y en estado sólido 13 muestras que equivalen al 92% del alcaloide.

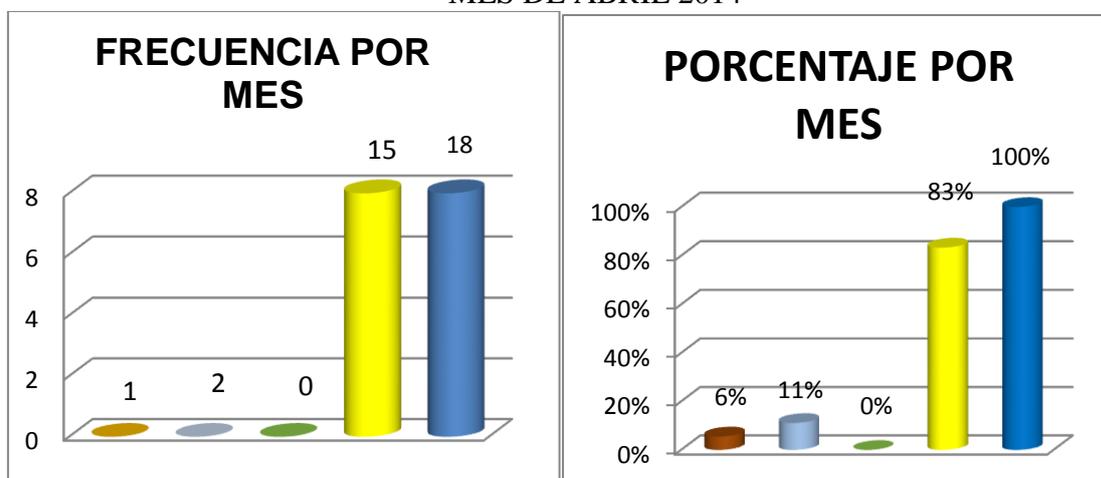
TABLA N° 4.7 MUESTRAS DE COCAINA QUE INGRESARON EN EL MES DE ABRIL DE 2014

MUESTRA	FRECUENCIA	PORCENTAJE
CUERO	1	6%
CARTON	2	11%
LÍQUIDO	0	0%
SOLIDO	15	83%
TOTAL	18	100%

FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo

Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

GRÁFICO N° 4.7 MUESTRAS QUE INGRESAN AL LABORATORIO EN EL MES DE ABRIL 2014



FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo

Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

INTERPRETACIÓN

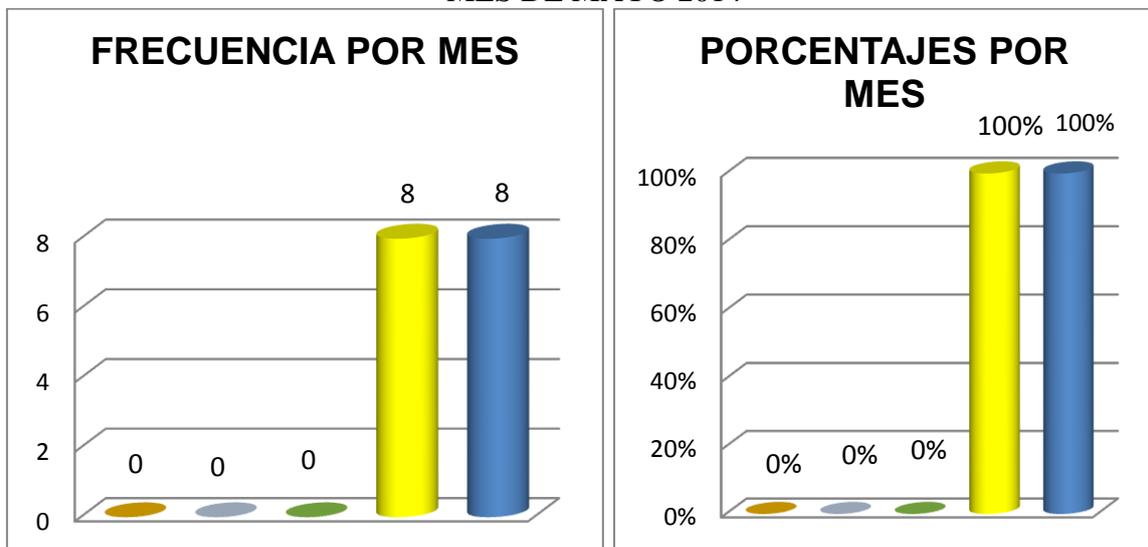
El mes de abril se trabajó con 18 muestras de cocaína de las cuales en cuero ingreso 1 que corresponde al 6%, en cartón ingresaron 2 muestras que corresponde al 11% en mezcla con otro liquido no ingreso ninguna es decir 0% y en estado sólido 15 muestras que equivalen al 83% del alcaloide.

TABLA N° 4.8 MUESTRAS DE COCAINA QUE INGRESARON EN EL MES DE MAYO DE 2014

MUESTRA	FRECUENCIA	PORCENTAJE
CUERO	0	0%
CARTON	0	0%
LÍQUIDO	0	0%
SOLIDO	8	100%
TOTAL	8	100%

FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo
 Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

GRÁFICO N° 4.8 MUESTRAS QUE INGRESAN AL LABORATORIO EN EL MES DE MAYO 2014



FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo
 Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

INTERPRETACIÓN

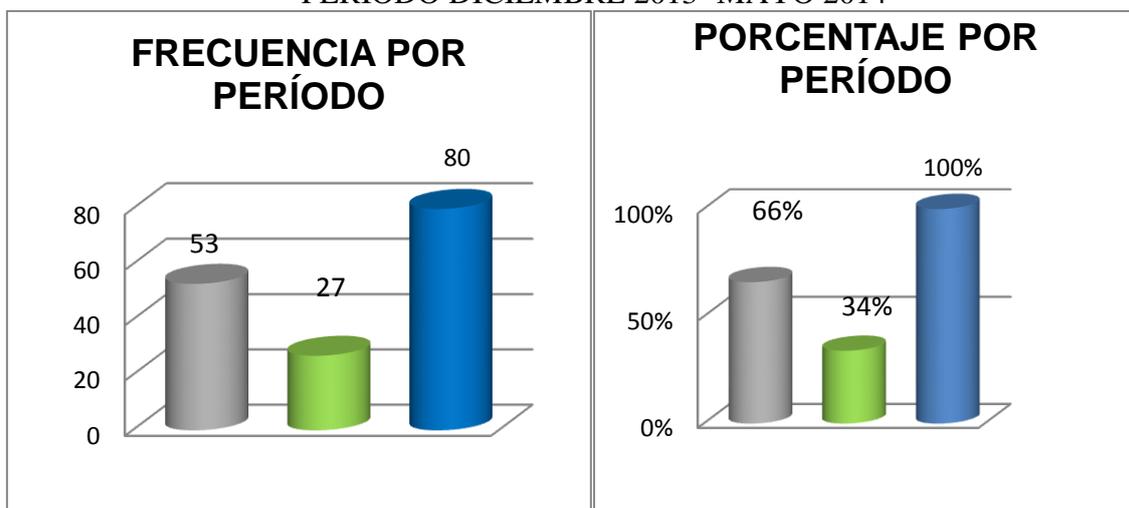
En el mes de mayo se trabajó con 8 muestras de cocaína que ingresaron al Laboratorio de Química Forense de la cuales en cartón, cuero y en mezcla con otros líquidos no se registró ninguna dando como resultado 0%, en este caso todas fueron en estado sólido que equivale al 100% del alcaloide.

TABLA N° 4.9 DATOS ESTADÍSTICOS DE LA IDENTIFICACIÓN DE LA BASE Y CLORHIDRATO DE COCAÍNA POR EL MÉTODO DE ESPECTROSCOPIA INFRARROJO

MUESTRAS	FRECUENCIA	PORCENTAJE
BASE	53	66%
CLORHIDRATO	27	34%
TOTAL	80	100%

FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo
Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

GRÁFICO N° 4.9 MUESTRAS DE COCAÍNA IDENTIFICADAS EN EL PERÍODO DICIEMBRE 2013- MAYO 2014



FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo
Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

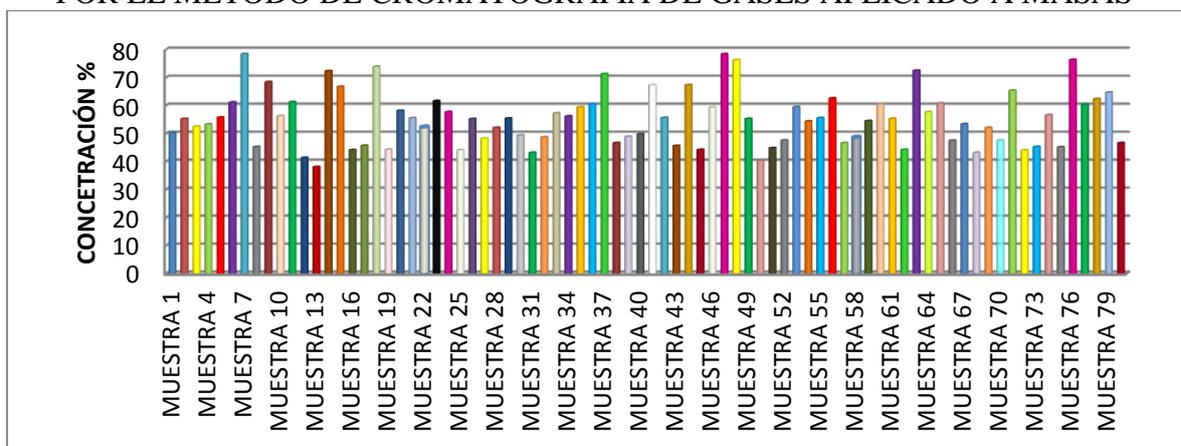
INTERPRETACIÓN

Durante los meses de diciembre 2013 hasta abril del 2014 se analizaron 80 muestras de cocaína las cuales todas resultaron positivas posteriormente se procedió a identificar mediante el método cualitativo de espectroscopia infrarrojo si eran base o clorhidrato de cocaína, dando como resultado que 53 muestras eran base esto equivale al 66% y 27 para clorhidrato que corresponde al 34% del alcaloide.

TABLA N° 4. 10 DATOS ESTADISTICOS DE LA DETERMINACION DE CONCENTRACIONES DE COCAINA REALIZADAS POR CROMATOGRAFIA DE GASES ACOPLADO A MASAS.

MUESTRA	CONCENTRACION %	MUESTRA	CONCENTRACION %	MUESTRA	CONCENTRACION %
M 1	50,28	M28	52,19	M55	55,62
M2	55,53	M29	55,47	M56	62,68
M3	52,61	M30	49,47	M57	46,71
M4	53,41	M31	43,25	M58	48,78
M5	55,82	M32	48,78	M59	54,57
M6	61,20	M33	57,34	M60	60,56
M7	78,51	M34	56,27	M61	55,36
M8	45,32	M35	59,47	M62	44,32
M9	68,47	M36	60,56	M63	72,56
M10	56,33	M37	71,36	M64	57,78
M11	61,35	M38	46,75	M65	60,89
M12	41,44	M39	48,98	M66	47,56
M13	38,15	M40	49,89	M67	53,45
M14	72,41	M41	67,36	M68	43,25
M15	66,79	M42	55,68	M69	52,17
M16	44,21	M43	45,68	M70	47,65
M17	45,78	M44	67,37	M71	65,43
M18	73,99	M45	44,30	M72	44,12
M19	44,38	M46	59,45	M73	45,34
M20	58,24	M47	78,46	M74	56,57
M21	55,61	M48	76,35	M75	45,23
M22	52,42	M49	55,36	M76	76,40
M23	61,69	M50	40,38	M77	60,45
M24	57,78	M51	44,89	M78	62,42
M25	44,21	M52	47,65	M79	64,76
M26	55,32	M53	59,60	M80	46,71
M27	48,32	M54	54,47		

GRÁFICO N° 4. 10 DATOS DE LAS CONCENTRACIONES DE LA COCAÍNA POR EL MÉTODO DE CROMATOGRAFIA DE GASES APLICADO A MASAS



FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo
 Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

INTERPRETACIÓN

Durante los meses de diciembre del 2013 hasta mayo del 2014 se analizaron 80 muestras de cocaína de las cuales se procedió a realizar la determinación y posterior cuantificación por el método de cromatografía de gases acoplado a masas obteniendo así el grado de concentración exacto de cada una de ellas.

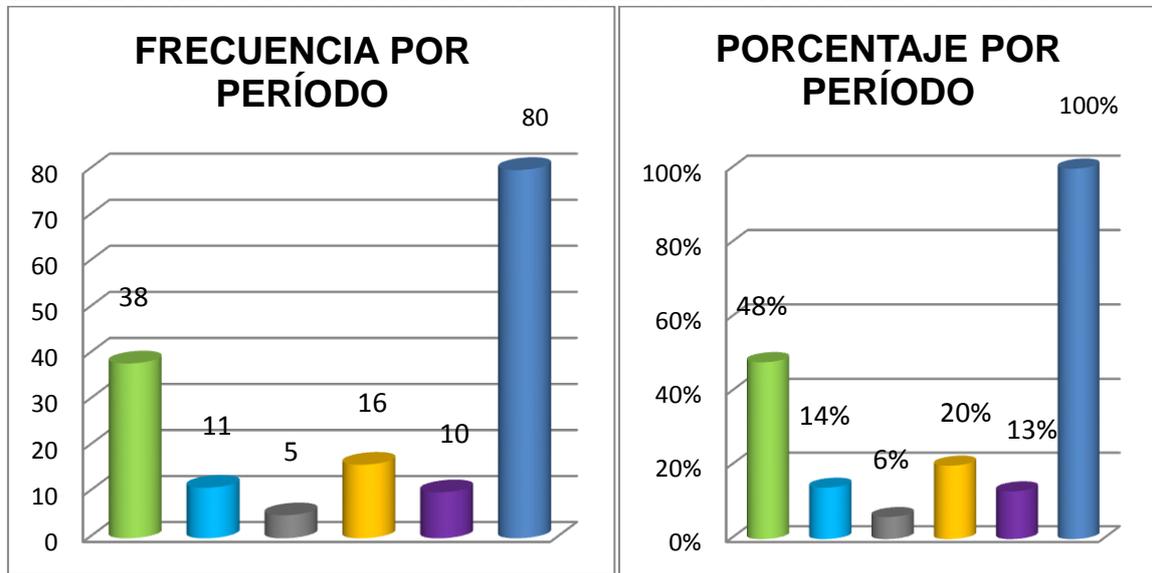
TABLA N° 4. 11 DATOS ESTADISTICOS DE LA DETERMINACION DE LOS PRINCIPALES ADULTERANTES DE COCAÍNA ENCONTRADOS EN MUESTRAS POSITIVAS POR CROMATOGRAFIA DE GASES ACOPLADO A MASAS EN EL PERÍODO DICIEMBRE 2013-MAYO 2014.

ADULTERANTES	FRECUENCIA	PORCENTAJE
FENACETINA	38	48%
LEVAMISOL	11	14%
AMINOTROPINA	5	6%
ALMIDON	16	20%
CAFEÍNA	10	13%
TOTAL	80	100%

FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo

Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

GRÁFICO N° 4. 11 PRINCIPALES ADULTERANTES DE LA COCAINA IDENTIFICADOS POR CROMATOGRAFI DE GASES ACOPLADO A MASAS.



FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo

Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

INTERPRETACIÓN

De las 80 muestras con las que se trabajó se procedió a identificar los principales adulterantes por el método de cromatografía de gases acoplado a masas, se obtuvo 38 muestras positivas para fenacetina que equivale al 48%, 11 muestras se encontró levamisol que corresponde al 14%, 5 muestras con aminotropina que equivale al 5%, 16 muestras con almidón que representa un 20% y 10 muestras con cafeína que equivalen al 13% de los adulterantes.

4.1 COMPROBACIÓN DE LA HIPÓTESIS

Hi: El uso de la Cromatografía de Gases y la espectroscopia infrarrojo nos ayudara a determinar la presencia de cocaína en muestras inorgánicas (cuero, cartón, polvo granular y líquidos) ya que son técnicas muy confiables y altamente sensibles para realizar este estudio.

Ho: El uso de la Cromatografía de Gases y la espectroscopia infrarrojo no ayudo a determinar la presencia de cocaína en muestras inorgánicas (cuero, cartón, polvo granular y líquidos) ya que no fueron técnicas muy confiables y altamente sensibles para realizar este estudio.

FÓRMULA ESTADÍSTICA %

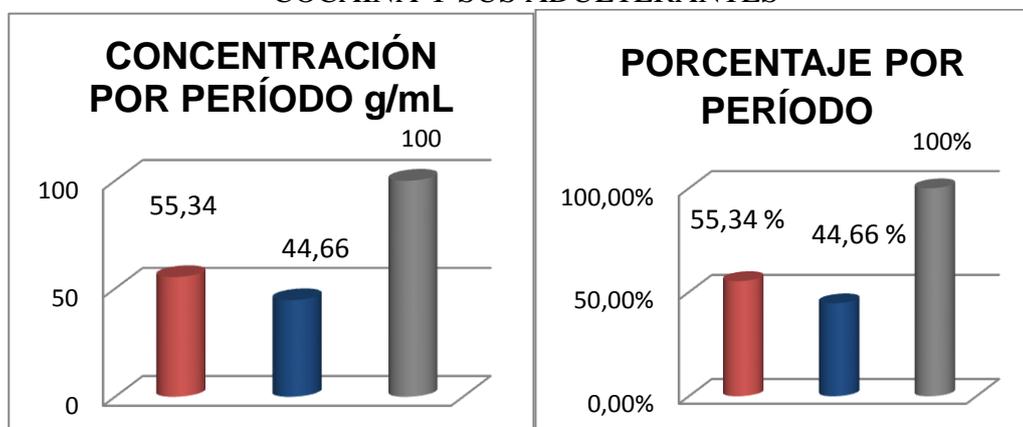
$$p (\%) = \text{STM}/\text{NM}$$

TABLA N° 4. 12 RESUMEN GENERAL DE LA CONCENTRACIÓN DE LA COCAÍNA Y SUS ADULTERANTES EN EL PERÍODO DICIEMBRE 2013-MAYO 2014.

MUESTRAS	CONCENTRACION g/mL	PORCENTAJE
COCAINA	55,34 g/mL	55,34%
ADULTERANTES	44,66 g/mL	44,66%
TOTAL	100 g/mL	100%

FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo
Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

GRÁFICO N° 4. 12 CONCENTRACIÓN Y PORCENTAJE EXACTOS DE LA COCAINA Y SUS ADULTERANTES



FUENTE: Laboratorio Químico Forense de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo
Elaborado por: Ebla Javier, Narvaez Geovanny

INTERPRETACIÓN

De las 80 muestras de cocaína con las que se trabajó se procedió a calcular la media aritmética de todas dándonos como resultado de la concentración un 55,34 g/ ml que en porcentaje equivale a 55,34 %de pureza, de la misma manera se procedió con los principales adulterantes obteniendo una resultado de la concentración de 44,66 g/ml que en porcentaje equivale a 44,66% dentro de este resultado se encuentra la fenacetina, levamisol, aminotropina, almidón y cafeína.

CONCLUSIÓN

Al concluir con este trabajo investigativo se pudo determinar la presencia de la cocaína utilizando el método cualitativo confirmatorio de Espectroscopia Infrarroja y el método cuantitativo Cromatografía de Gases obteniendo resultados de la concentración exacta que fue el 55,34% y el restante 44,66% que corresponde a los principales adulterantes de este tipo de sustancia estimulante, por lo tanto se comprueba la hipótesis.

CAPÍTULO V

5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1 CONCLUSIONES

- Mediante la correcta investigación a través de medios tecnológicos avanzados se logró adquirir el conocimiento acerca de la toxicocinética de la cocaína, en la cual interviene la absorción que se da por vía oral, nasal, fumada e intravenosa, la distribución al pasar rápidamente al torrente sanguíneo, toma afinidad por el sistema nervioso central, el metabolismo tiene lugar en el hígado por medio de la enzima citocromo p450, y la eliminación se da de forma rápida por vía renal como metabolitos, cuya finalidad fue conocer el comportamiento de esta droga en el organismo del ser humano.
- Por medio de la extracción líquido-líquido se consiguió la separación y purificación de la cocaína en muestras inorgánicas consiguiendo un alto porcentaje de concentración de las mismas, obteniendo resultados satisfactorios.
- A través del método cualitativo confirmatorio de espectroscopia infrarroja se realizó la identificación e individualización de la base y clorhidrato de la cocaína en láminas de cuero y cartón, así como en mezcla con líquidos y en sólido, mediante el estudio de los espectros y la excelente especificidad y sensibilidad de la técnica de análisis de alta tecnología, y además se procedió a determinar y obtener las concentraciones exactas del alcaloide, además de los principales adulterantes de dicha droga, utilizando la cromatografía de gases acoplado a masas, que es el método cuantitativo pionero a nivel de Sudamérica y el mundo en la actualidad para el estudio de dichas sustancias, alcanzando resultados confiables y veraces en 80 muestras que ingresaron al Laboratorio de Química Forense del Departamento de Criminalística de la Policía Judicial de Chimborazo.
- Utilizando el método de cromatografía de gases se cuantificó las 80 muestras de cocaína siguiendo las técnicas y procedimientos exactos empezando por los pesajes, elaboración del estándar interno, estándar total, y la solución con la muestra lista para proceder a inyectar en el equipo hasta la obtención de los resultados, una vez verificados los mismos conseguimos determinar una media de 55,34% de pureza del alcaloide en estudio siendo el otro 44,66% los principales

adulterantes de la droga como fenacetina, levamisol, cafeína y bicarbonato de sodio.

5.2 RECOMENDACIONES

- Se debe tomar en cuenta bibliografías actualizadas y medios tecnológicos para conocer la importancia de la Toxicocinética de la cocaína en el organismo del ser humano.
- Ejecutar el proceso de extracción líquido-líquido con todas las precauciones y normas de bioseguridad debido a la constante manipulación de sustancias tóxicas y productos químicos del laboratorio, con la finalidad de evitar intoxicaciones y contaminaciones
- El análisis del método cualitativo confirmatorio de espectroscopia infrarrojo, para la individualización en base y clorhidrato de cocaína y el método cuantitativo de cromatografía de gases acoplado a masas para la cuantificación del alcaloide debe ser realizado con las técnicas, procedimientos específicos para evitar errores durante el trabajo investigativo.
- De acuerdo con la comparación de técnicas es recomendable la realización de la espectroscopia infrarroja y la cromatografía de gases por que demuestran beneficios para la identificación en muestras inorgánicas los mismos que son eficaces, lineales, confiables y exactos.
- Se sugiere a los estudiantes y profesionales de las carreras afines a las ciencias de la salud la realización de nuevos trabajos investigativos para la identificación y cuantificación de otras sustancias psicotrópicas y estupefacientes ya que en la sociedad en que vivimos el tráfico ilegal y el mal usos de las mismas ha venido en incremento y esto representa un grave problema para el País y el Mundo.

BIBLIOGRAFÍA

- ARIENS J, LEHMANN A, Introducción a la Toxicología General, 1981 pág.129
- BERMEJO, L, Análisis Toxicológicos, 2000 pág. 70-76.
- CASARETY Y DOULL, Cromatografía en capa fina, 2001 pág. 25-35
- Estadísticas del Departamento de Criminalística de la Policía Nacional del Ecuador. 2012
- GARCÍA J. Y LÓPEZ, C Manual de estudios 2005, pág. 447-452.
- GÜNZLER Y GREMLICH, WILEY- VCH, Introducción de IR, 2002 pág. 3-5
- REPETTO J, REPETTO K, 2009, Toxicología Fundamental, p.221,225,241,268,270,300 y 482, España
- QUINTERO, A y RAMOS, R, (2007).
- WADE, Jr., L.G. Química Orgánica. 5ª ed. Editorial Prentice Hall. España (2004). Pp.490-511

SITIO WEB:

- http://es.wikipedia.org/wiki/Cromatograf%C3%ADa_en_capa_fina
- <http://es.wikipedia.org/wiki/Toxicidad>
- http://www.espectrometria.com/espectrometra_infrarroja
- <http://infobacter.blogspot.com/2012/02/cocaina-origen-la-cocaina-conocida.html>
- <http://es.wikipedia.org/wiki/Coca%C3%ADna>
- <http://www.pnsd.msc.es/Categoria2/publica/pdf/AdiccionCocaina.pdf>
- <http://es.scribd.com/doc/14175170/2-ESPECTROSCOPIA-INFRRARROJA>
- http://www.mncn.csic.es/docs/repositorio/es_ES/investigacion/cromatografia/cromatografia_de_gases.pdf
- <http://www.slideshare.net/semamile53/cromatografa-de-gases-15014532>
- <http://sistemas.fcencias.unam.mx/~fam/Infrarroja.pdf><http://www.cannabiscave.net/foros/showthread.php/22956-COCAINA-%28Descripci%C3%B3n-qu%C3%ADmica-extracci%C3%B3n-informaci%C3%B3n%29>
- <http://quimicaorganica1.jimdo.com/la-coca%C3%ADna>
- http://mncn.csic.es/docs/repositorio/es_ES/investigacion/cromatografia/cromatografia_de_gases.pdf

ANEXOS

ANEXO N° MODELO DE HOJA DE LA CADENA DE CUSTODIA

Fecha:		Hora
Número de informe, Noticia u oficio de otra autoridad:		
Zona:3	Subzona: 6	Distrito:
Unidad Policial/ Centro de Acopio receptor:		
Ubicación Física en el Centro Acopio/ Bodega de Evidencias:		
Descripción del embalaje utilizado en el almacenamiento		
N° de Indicios:	N° de Bolsas:	N° de Cajas:
N° de Estantería:	N° de Fila	N° de Columna:
Ubicación en caja fuerte del centro de acopio:		
Fiscalía:		Juzgado:
Delito que se investiga:	Presunto Autor o Ofendido:	

DATOS DEL INDICIO/ EVIDENCIA/ BIEN INCAUTADO

Lugar del Hecho		
Tipo de Indicios- Evidencias- Bien:		Número:
Embalaje utilizado:	N° de Serie:	Marca:
Estado:	Regular:	Malo:
Color:	Tamaño:	Volumen:
Tiempo estimado de caducidad o deterioro:		No perecible:
Naturaleza del indicio		
Orgánico:	Inorgánico	

RESPONSABLE DE LA CADENA DE CUSTODIA

QUIÉN ENTREGA	QUIEN RECIBE
GRADO, NOMBRES Y APELLIDOS:	GRADO, NOMBRES Y APELLIDOS:
C.C.	C.C
TELF:	TELF:
FIRMA DE RESPONSABILIDAD	FIRMA DE RESPONSABILIDAD

ANEXO N° DOCUMENTOS DE RECEPCIÓN DE MUESTRAS Y ENTREGA DE RESULTADOS QUE SE UTILIZAN EN UN ANÁLISIS TOXICOLÓGICO

Oficio No.....

San Pedro de Riobamba,.....

Informe Pericial Químico No.....

Referencia: Oficio No.....	Fecha:.....
Instrucción Fiscal No.....	No.....
CASO:.....	

Señor Doctor

FISCAL DE CHIMBORAZO- FISCALÍA ESPECIALIZADA DE DELINCUENCIA ORGANIZADA TRANSNACIONAL E INTERNACIONAL.

En su despacho.-

De mis consideraciones:

El suscrito Dr....., designado y legalmente posesionado como Perito, presenta el siguiente Informe Pericial Químico:

1.- OBJETO DE LA PERICIA

Textualmente dice:“PRACTIQUE EL ANÁLISIS QUÍMICO DE LAS SUSTANCIAS INCAUTADAS, DENTRO, Instrucción Fiscal No....., QUE SE SIGUE EN EL PRESENTE CASO:.....

2.- ELEMENTOS RECIBIDOS

En el Departamento de Criminalística de Chimborazo, el día 05 de mayo de 2014, a las 09H00 se recibe por parte del señor..... lo siguiente:

2.1.- Una funda de plástico rotulada: Informe No....., Fecha y Hora de recolección:....., entre otras leyendas, M2, en cuyo interior se encuentra muestra de polvo granular de color blanco hueso.

FOTOGRAFÍA DE LA EVIDENCIA



**VISTA DE LA MUESTRA DE POLVO GRANULAR DE COLOR BLANCO
HUESO, RELACIONADA CON EL
CASO:.....**

3.- FUNDAMENTOS TÉCNICOS

A fin de establecer la composición cualitativa de cualquier sustancia sometida a fiscalización se emplean parámetros analíticos diferentes utilizando técnicas de análisis completamente distintas por duplicado como son los Ensayos de solubilidad, Ensayos de color, Cromatografía en capa delgada (utilizando sistema de solventes adecuado) y

Cromatografía gas líquido, complementando así una información analítica veraz, técnicamente sustentada.

4.- OPERACIONES REALIZADAS A LA MUESTRA

4.1.- PRUEBAS DE SOLUBILIDAD

Agua.....ligeramente soluble.

Etanol.....ligeramente soluble.

Metanol..... ligeramente soluble.

4.2.- ENSAYOS DE PRECIPITACIÓN

Ensayo de Wagner muestra.....**POSITIVO.**

Ensayo de Dragendorff muestra.....**POSITIVO.**

4.3.- ENSAYOS DE COLOR

Ensayo de Tiocianato de cobalto.....**POSITIVO.**

Ensayo de Scott.....**POSITIVO.**

4.4.- ANÁLISIS CROMATOGRFÍA EN CAPA DELGADA PARA COCAÍNA

Es una técnica confirmatoria que interviene una fase móvil y una fase estacionaria y se separan los metabolitos de las sustancias o compuestos presentes en las muestras, por el principio de capilaridad o adsorción, para posterior determinación mediante los reveladores físicos o químicos a través de sus factores de retención realizada para cocaína.....**POSITIVO.**

4.5.- ANÁLISIS DE ANIONES ASOCIADOS AL ALCALOIDE.

Determinación de cloruros con nitrato de plata.....**NEGATIVO**

4.6.- ANÁLISIS DE CROMATOGRFÍA DE GASES.

Es un método cuantitativo de separación, en el que interviene una fase móvil y una fase estacionaria, a través del cual se determina la concentración exacta del analito en estudio en función de las áreas de la muestra, estándar y estándar interno.

4.7.- RESULTADOS DE LA EVIDENCIA

MUESTRA:	M1
MUESTRA SIGNADA COMO:	No.....
INSTRUCCIÓN FISCAL Nro.
CASO:
FISCAL DE CHIMBORAZO
DESCRIPCIÓN DE LA MUESTRA:	POLVO GRANULAR DE COLOR BLANCO HUESO
RESULTADO DEL ANÁLISIS:	POSITIVO PARA BASE DE COCAÍNA

5.- CONCLUSIONES

...“EN LA MUESTRA DE POLVO GRANULAR DE COLOR BLANCO HUESO, CONTENIDA EN LA FUNDA PLÁSTICA DETALLADA SEGÚN LAS CARACTERÍSTICAS DEL LITERAL 2.1 DE ESTE INFORME, DENTRO DE LA INSTRUCCIÓN FISCAL No....., CORRESPONDE A BASE DE COCAÍNA”...

El presente Informe Pericial Químico consta de.....04.....(cuatro folios).

Es todo cuanto podemos informar en honor a nuestro leal saber y entender. Es nuestra opinión técnica. Conste.-

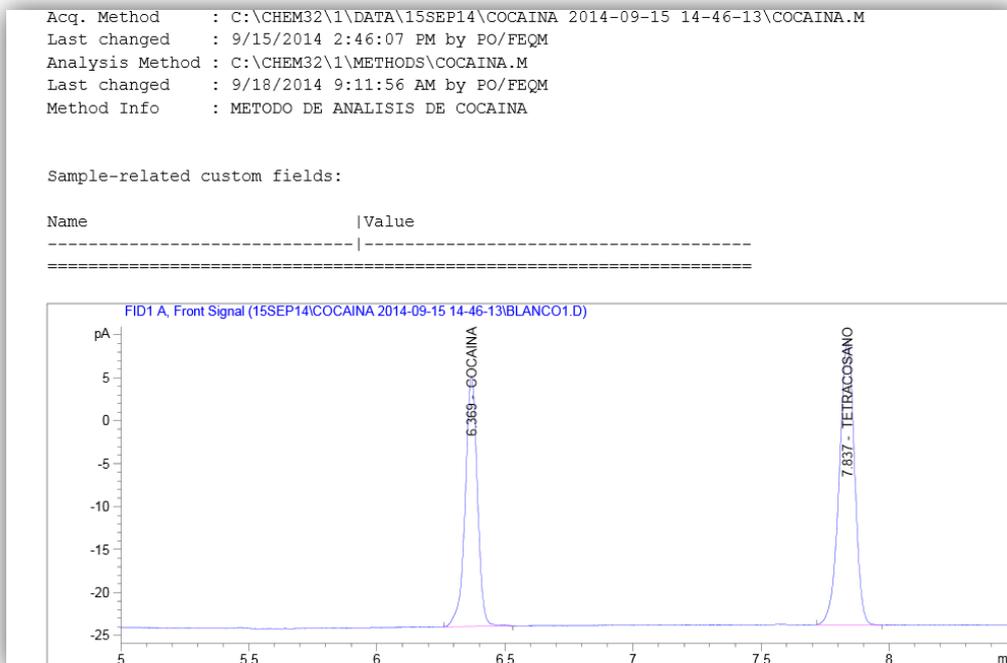
Atentamente,

DIOS, PATRIA Y LIBERTAD

.....
**ANALISTA QUÍMICO FORENSE DEL DEPARTAMENTO DE
CRIMINALÍSTICA DE CHIMBORAZO.**

ANEXO N° CONCETRACIONES DE COCAÍNA POR EL MÉTODO DE CROMATOGRAFÍA DE GASES ACOPLADO A MASAS

MUSTRAS 1



RESULTADO:

```

Sample-related custom fields:

Name              |Value
-----|-----
=====

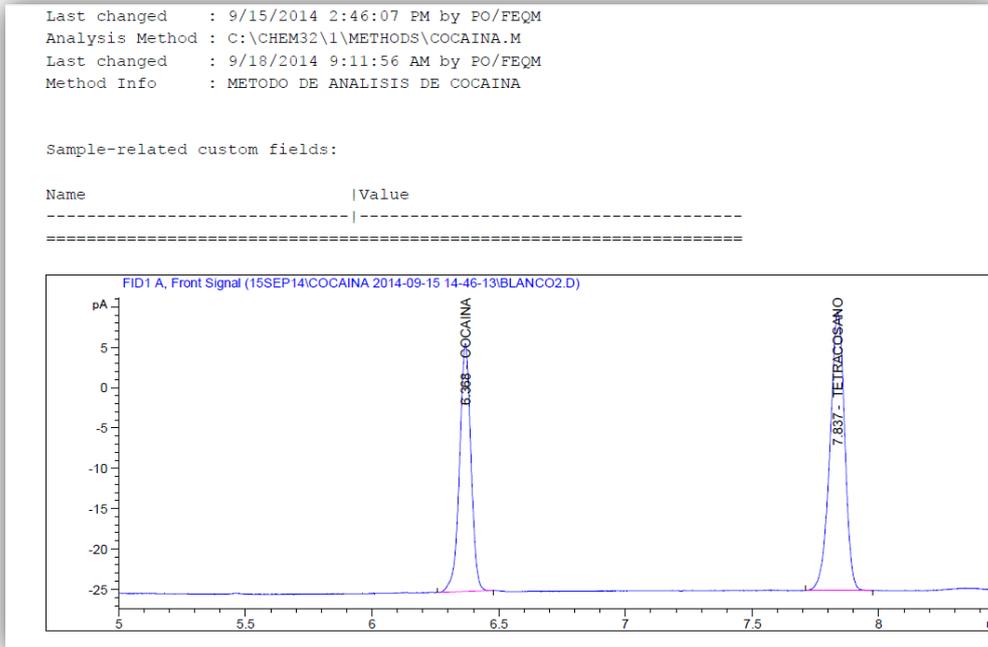
RetTime  Type  ISTD   Area    Amt/Area   Amount   Grp   Name
 [min]    used [pA*s]   ratio    [mg/mL]
-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----
 6.369  BB    1    96.39132  4.02303e-1  5.66043e-2  COCAINA
 7.837  BB    I    137.01637  1.00000  2.00000e-1  TETRACOSANO

Totals without ISTD(s) :                5.66043e-2

=====
*** End of Report ***

```

MUESTRA 2



RESULTADO:

```

Sample-related custom fields:

Name           |Value
-----|-----
=====

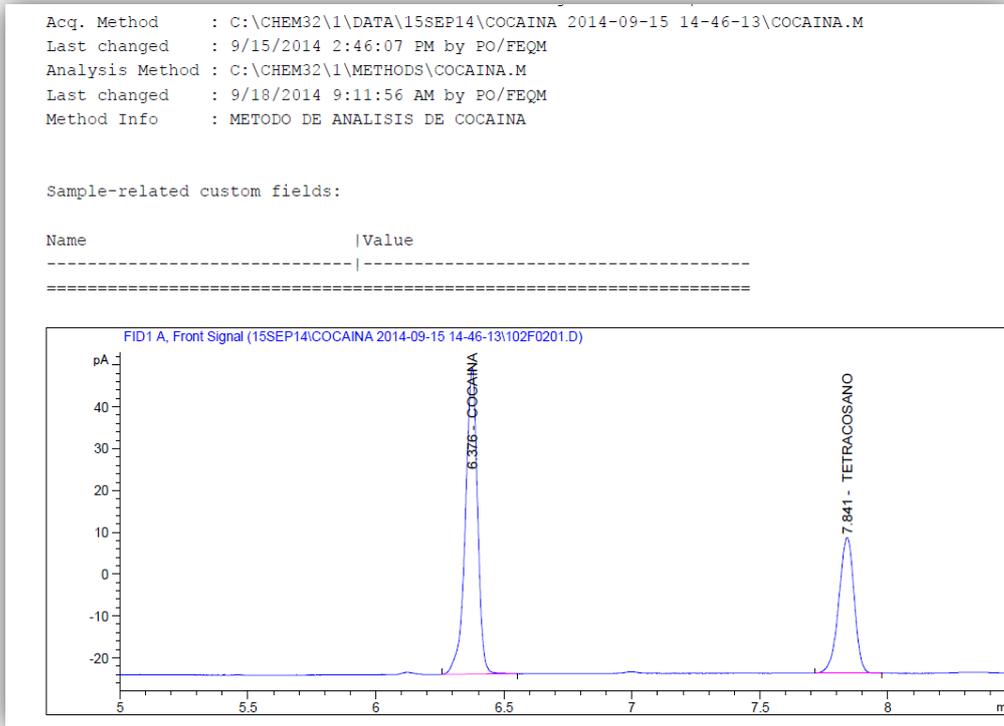
RetTime  Type  ISTD   Area    Amt/Area   Amount   Grp   Name
 [min]                used  [pA*s]    ratio    [mg/mL]
-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----
 6.368  BB      1     96.64011  4.02303e-1  5.59598e-2  COCAINA
 7.837  BB      I      138.95209  1.00000  2.00000e-1  TETRACOSANO

Totals without ISTD(s) :                5.59598e-2

=====
*** End of Report ***

```

MUESTRA 3



RESULTADO:

```

Sample-related custom fields:

Name            |Value
-----|-----
=====

RetTime  Type  ISTD   Area    Amt/Area   Amount   Grp   Name
 [min]                used [pA*s]    ratio    [mg/mL]
-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----
 6.376  BB    1    241.46207  4.02303e-1  1.43021e-1  COCAINA
 7.841  BB    I    135.84155  1.00000    2.00000e-1  TETRACOSANO

Totals without ISTD(s) :                1.43021e-1

=====

*** End of Report ***

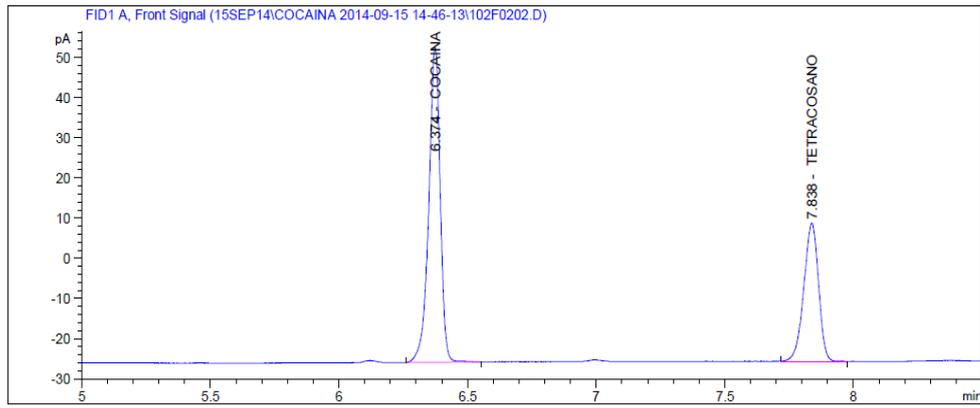
```

MUESTRA 4

Acq. Method : C:\CHEM32\1\DATA\15SEP14\COCAINA 2014-09-15 14-46-13\COCAINA.M
 Last changed : 9/15/2014 2:46:07 PM by PO/FEQM
 Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\COCAINA.M
 Last changed : 9/18/2014 9:11:56 AM by PO/FEQM
 Method Info : METODO DE ANALISIS DE COCAINA

Sample-related custom fields:

Name	Value
-----	-----
=====	=====



RESULTADO:

Sample-related custom fields:

Name	Value
-----	-----
=====	=====

RetTime [min]	Type	ISTD used	Area [pA*s]	Amt/Area ratio	Amount [mg/mL]	Grp	Name
6.374	BB	1	243.08060	4.02303e-1	1.43043e-1		COCAINA
7.838	BB	I 1	136.73109	1.00000	2.00000e-1		TETRACOSANO

Totals without ISTD(s) : 1.43043e-1

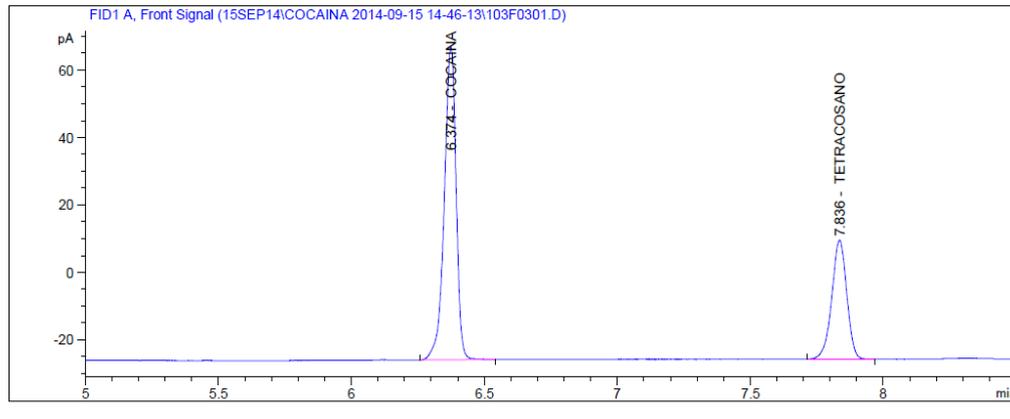
*** End of Report ***

MUESTRA 5

Acq. Method : C:\CHEM32\1\DATA\15SEP14\COCAINA 2014-09-15 14-46-13\COCAINA.M
 Last changed : 9/15/2014 2:46:07 PM by PO/FEQM
 Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\COCAINA.M
 Last changed : 9/18/2014 9:11:56 AM by PO/FEQM
 Method Info : METODO DE ANALISIS DE COCAINA

Sample-related custom fields:

```
Name |Value
-----|-----
=====
```



RESULTADO:

Sample-related custom fields:

```
Name |Value
-----|-----
=====
```

RetTime [min]	Type	ISTD used	Area [pA*s]	Amt/Area ratio	Amount [mg/mL]	Grp	Name
6.374	BB	1	285.84067	4.02303e-1	1.66103e-1		COCAINA
7.836	BB	I 1	138.46170	1.00000	2.00000e-1		TETRACOSANO

Totals without ISTD(s) : 1.66103e-1

=====

*** End of Report ***

MUESTRA 6

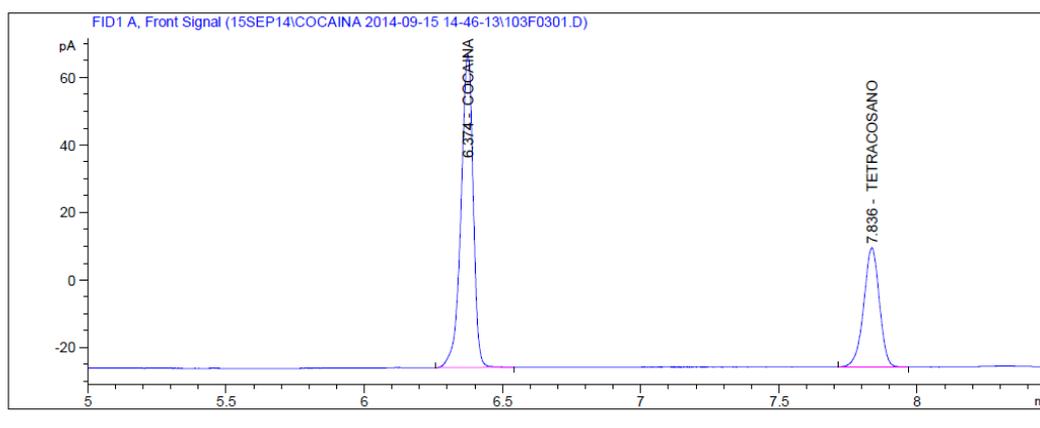
```

Acq. Method      : C:\CHEM32\1\DATA\15SEP14\COCAINA 2014-09-15 14-46-13\COCAINA.M
Last changed     : 9/15/2014 2:46:07 PM by PO/FEQM
Analysis Method  : C:\CHEM32\1\METHODS\COCAINA.M
Last changed     : 9/18/2014 9:11:56 AM by PO/FEQM
Method Info      : METODO DE ANALISIS DE COCAINA
  
```

Sample-related custom fields:

```

Name                |Value
-----|-----
=====
  
```



RESULTADO:

Sample-related custom fields:

```

Name                |Value
-----|-----
=====
  
```

RetTime [min]	Type	ISTD used	Area [pA*s]	Amt/Area ratio	Amount [mg/mL]	Grp	Name
6.374	BB	1	285.84067	4.02303e-1	1.66103e-1		COCAINA
7.836	BB	I 1	138.46170	1.00000	2.00000e-1		TETRACOSANO

Totals without ISTD(s) : 1.66103e-1

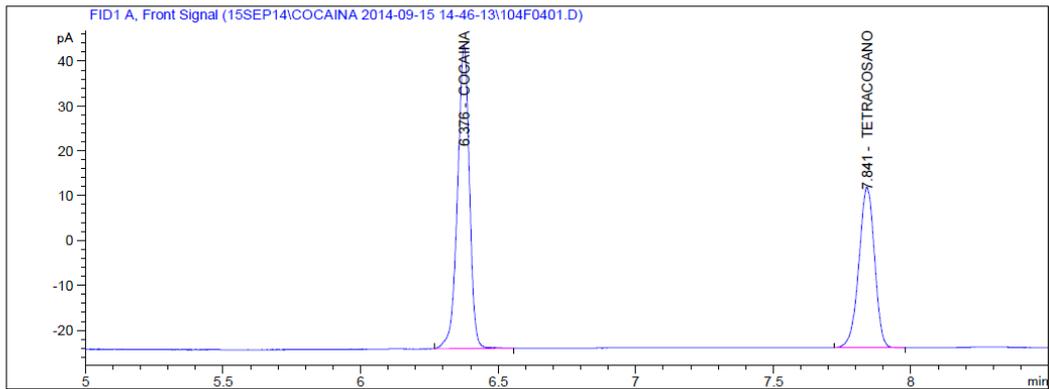
*** End of Report ***

MUESTRA 7

Acq. Method : C:\CHEM32\1\DATA\15SEP14\COCAINA 2014-09-15 14-46-13\COCAINA.M
 Last changed : 9/15/2014 2:46:07 PM by PO/FEQM
 Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\COCAINA.M
 Last changed : 9/18/2014 9:11:56 AM by PO/FEQM
 Method Info : METODO DE ANALISIS DE COCAINA

Sample-related custom fields:

Name	Value
-----	-----
=====	=====



RESULTADO:

Sample-related custom fields:

Name	Value
-----	-----
=====	=====

RetTime [min]	Type	ISTD used	Area [pA*s]	Amt/Area ratio	Amount [mg/mL]	Grp	Name
6.376	BB	1	203.72462	4.02303e-1	1.15870e-1		COCAINA
7.841	BB	I 1	141.46706	1.00000	2.00000e-1		TETRACOSANO

Totals without ISTD(s) : 1.15870e-1

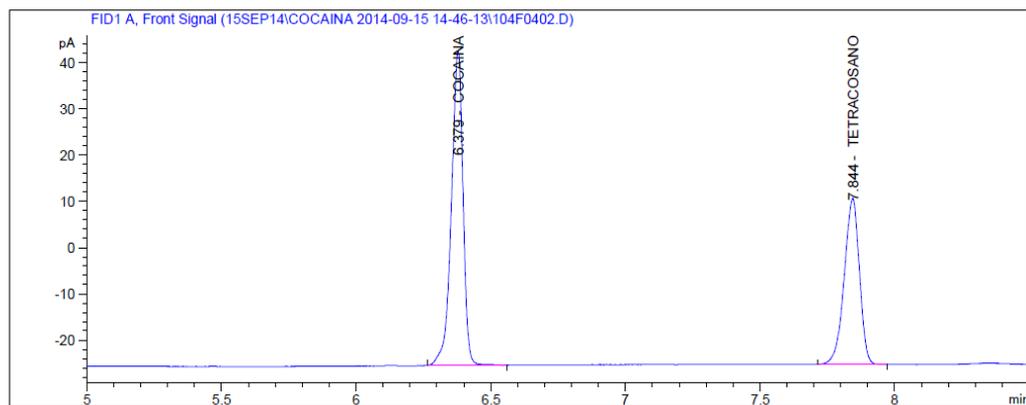
*** End of Report ***

MUESTRA 8

Acq. Method : C:\CHEM32\1\DATA\15SEP14\COCAINA 2014-09-15 14-46-13\COCAINA.M
 Last changed : 9/15/2014 2:46:07 PM by PO/FEQM
 Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\COCAINA.M
 Last changed : 9/18/2014 9:11:56 AM by PO/FEQM
 Method Info : METODO DE ANALISIS DE COCAINA

Sample-related custom fields:

Name	Value
-----	-----
=====	=====



RESULTADOS:

Sample-related custom fields:

Name	Value
-----	-----
=====	=====

RetTime [min]	Type	ISTD used	Area [pA*s]	Amt/Area ratio	Amount [mg/mL]	Grp	Name
6.379	BB	1	203.69107	4.02303e-1	1.15982e-1		COCAINA
7.844	BB	I 1	141.30731	1.00000	2.00000e-1		TETRACOSANO

Totals without ISTD(s) : 1.15982e-1

*** End of Report ***

MUESTRA 9

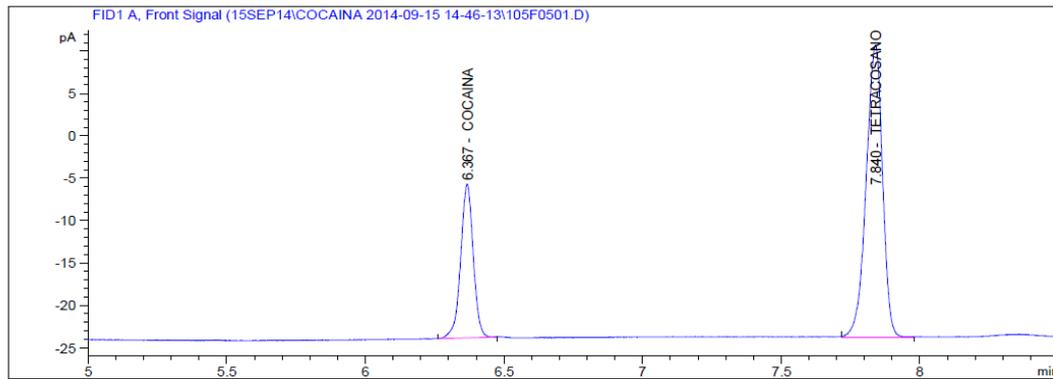
```

Acq. Method      : C:\CHEM32\1\DATA\15SEP14\COCAINA 2014-09-15 14-46-13\COCAINA.M
Last changed    : 9/15/2014 2:46:07 PM by PO/FEQM
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\COCAINA.M
Last changed    : 9/18/2014 9:11:56 AM by PO/FEQM
Method Info     : METODO DE ANALISIS DE COCAINA
  
```

Sample-related custom fields:

```

Name                |Value
-----|-----
=====
  
```



RESULTADO:

Sample-related custom fields:

```

Name                |Value
-----|-----
=====
  
```

RetTime [min]	Type	ISTD used	Area [pA*s]	Amt/Area ratio	Amount [mg/mL]	Grp	Name
6.367	BB	1	57.37134	4.02303e-1	3.26178e-2		COCAINA
7.840	BB	I 1	141.52216	1.00000	2.00000e-1		TETRACOSANO

Totals without ISTD(s) : 3.26178e-2

*** End of Report ***

MUESTRA 10

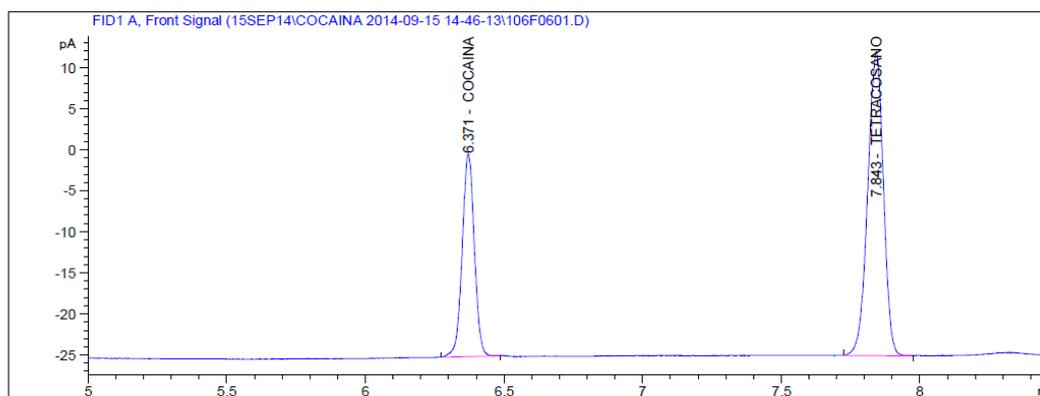
```

Acq. Method      : C:\CHEM32\1\DATA\15SEP14\COCAINA 2014-09-15 14-46-13\COCAINA.M
Last changed    : 9/15/2014 2:46:07 PM by PO/FEQM
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\COCAINA.M
Last changed    : 9/18/2014 9:11:56 AM by PO/FEQM
Method Info     : METODO DE ANALISIS DE COCAINA
  
```

Sample-related custom fields:

```

Name                |Value
-----|-----
=====
  
```



RESULTADO:

Sample-related custom fields:

```

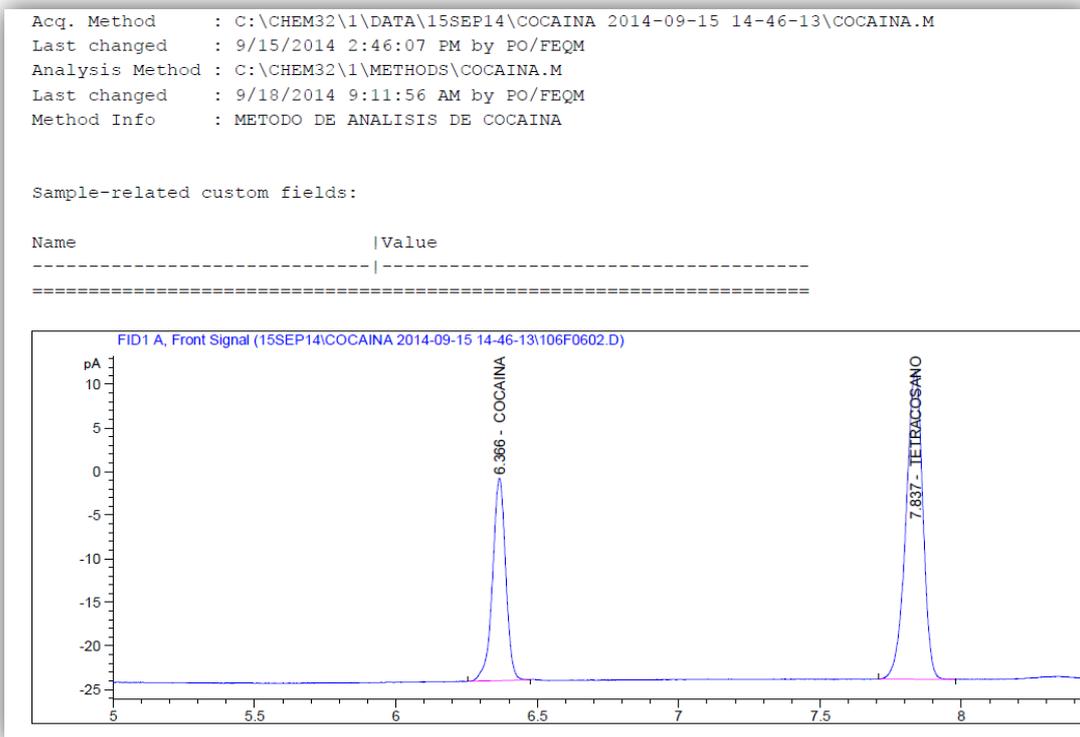
Name                |Value
-----|-----
=====
  
```

RetTime [min]	Type	ISTD used	Area [pA*s]	Amt/Area ratio	Amount [mg/mL]	Grp	Name
6.371	BB	1	75.03535	4.02303e-1	4.12405e-2		COCAINA
7.843	BB	I 1	146.39496	1.00000	2.00000e-1		TETRACOSANO

Totals without ISTD(s) : 4.12405e-2

*** End of Report ***

MUESTRA 11



RESULTADO:

```

Sample-related custom fields:

Name            |Value
-----|-----
=====

RetTime  Type  ISTD   Area    Amt/Area   Amount   Grp   Name
 [min]    used [pA*s]   ratio    [mg/mL]
-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----
6.366  BB    1     75.33960  4.02303e-1  4.15362e-2  COCAINA
7.837  BB    I     145.94208  1.00000  2.00000e-1  TETRACOSANO

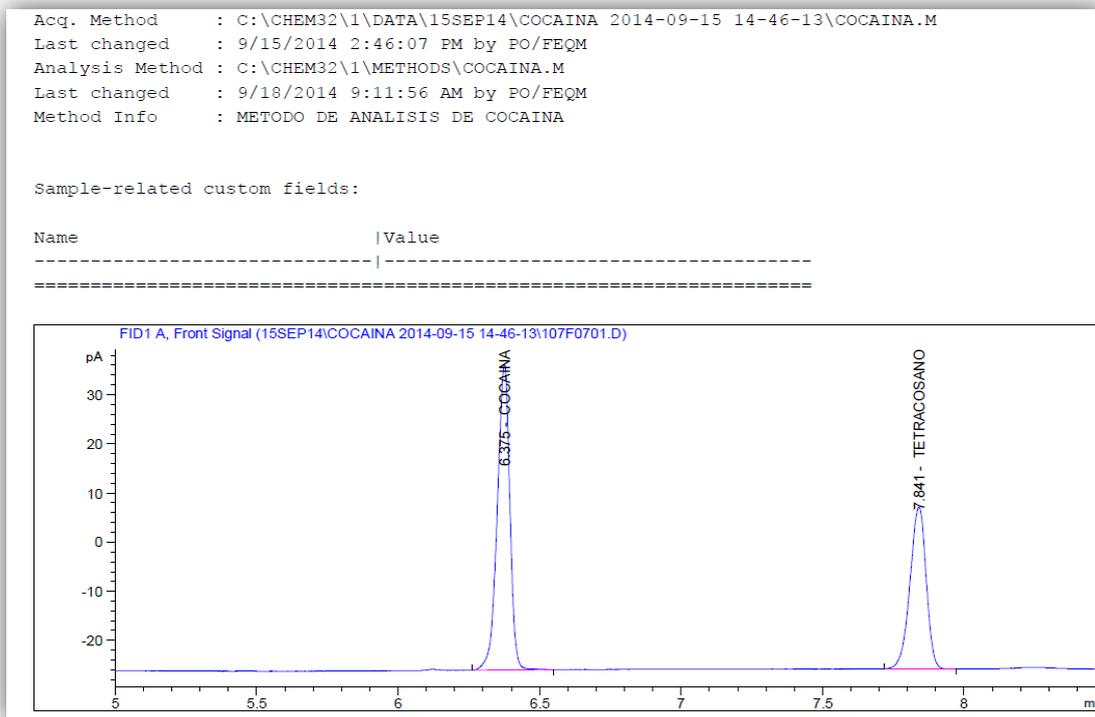
Totals without ISTD(s) :                4.15362e-2

=====

*** End of Report ***

```

MUESTRA 12



RESULTADO:

```

Sample-related custom fields:

Name                |Value
-----|-----
=====

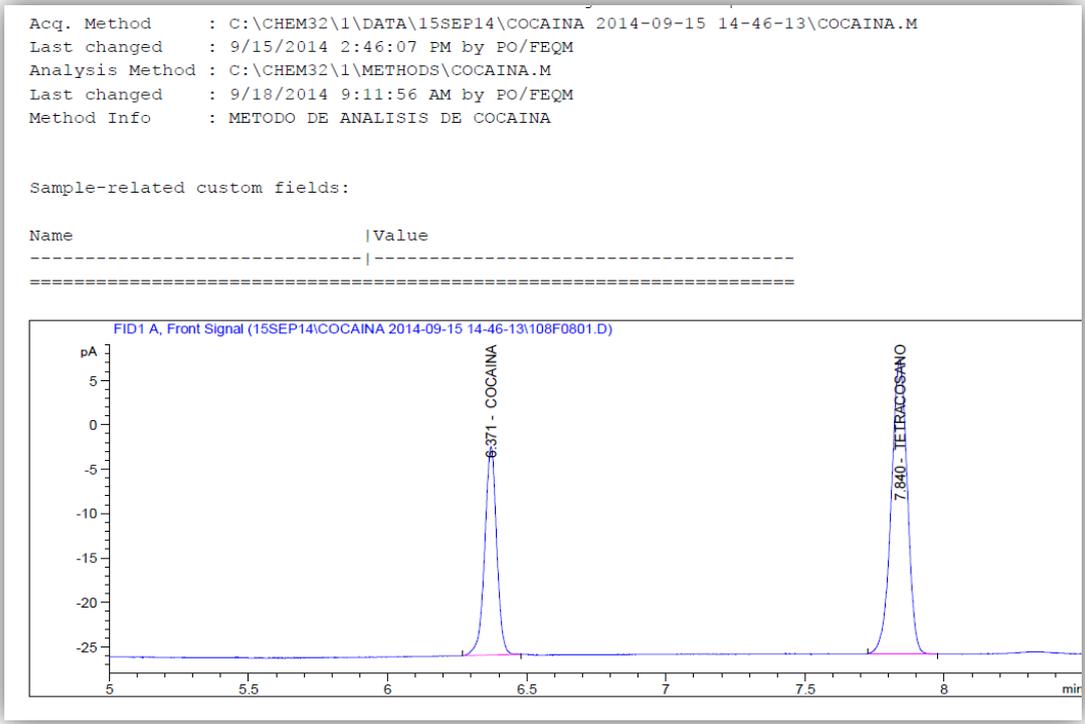
RetTime  Type  ISTD   Area    Amt/Area   Amount   Grp   Name
 [min]                used  [pA*s]    ratio    [mg/mL]
-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----
 6.375  BB      1    192.52022  4.02303e-1  1.17783e-1  COCAINA
 7.841  BB      I     131.51561  1.00000    2.00000e-1  TETRACOSANO

Totals without ISTD(s) :                1.17783e-1

=====
*** End of Report ***

```

MUESTRA 13



RESULTADOS:

```

Sample-related custom fields:

Name            |Value
-----|-----
=====

RetTime  Type  ISTD   Area    Amt/Area   Amount   Grp   Name
 [min]    -----  used  [pA*s]   ratio     [mg/mL]  -----
-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----
 6.371  BB      1     70.56563  4.02303e-1  4.29768e-2  COCAINA
 7.840  BB      I      132.11209  1.00000  2.00000e-1  TETRACOSANO

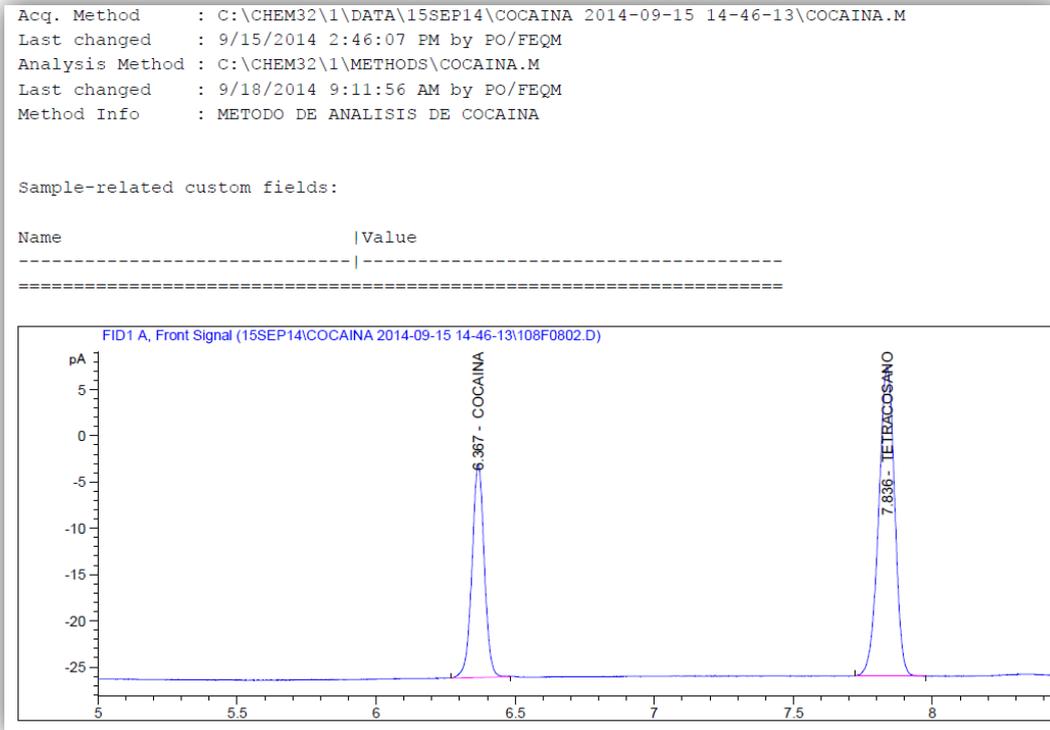
Totals without ISTD(s) :                4.29768e-2

=====

*** End of Report ***

```

MUESTRA 14



RESULTADOS:

```

Sample-related custom fields:

Name            |Value
-----|-----
=====

RetTime  Type  ISTD   Area    Amt/Area   Amount   Grp   Name
 [min]    used [pA*s]   ratio    [mg/mL]
-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----
6.367  BB      1    70.95582  4.02303e-1  4.30592e-2   COCAINA
7.836  BB      I     132.58842  1.00000   2.00000e-1   TETRACOSANO

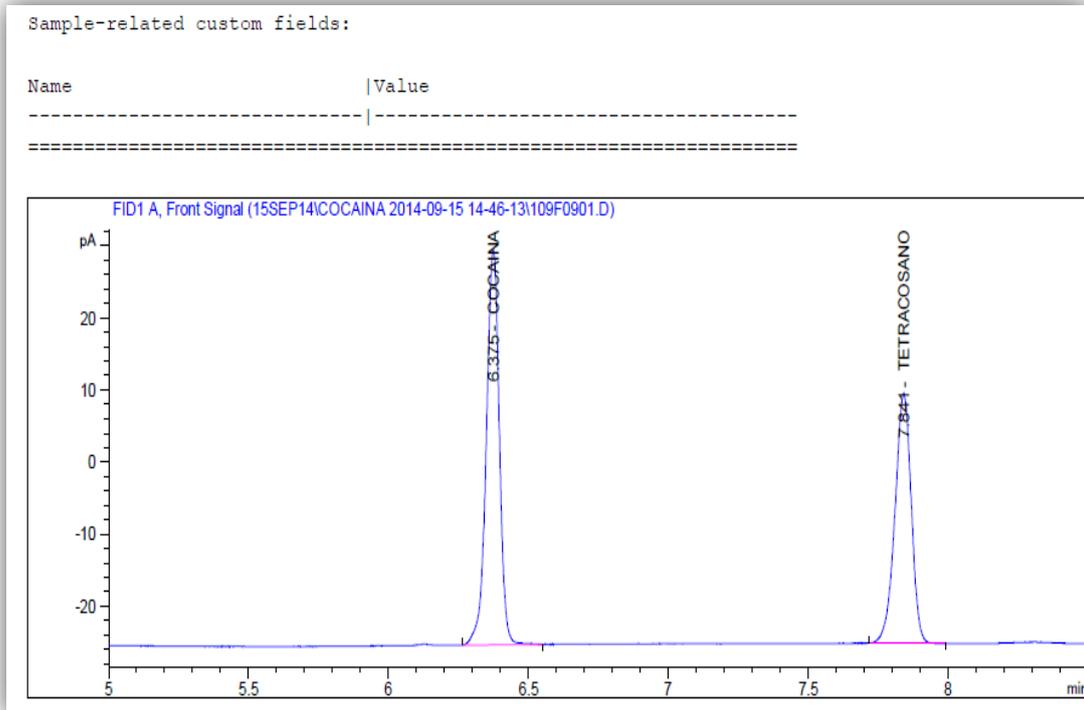
Totals without ISTD(s) :                4.30592e-2

=====

*** End of Report ***

```

MUESTRA 15



RESULTADOS:

Sample-related custom fields:

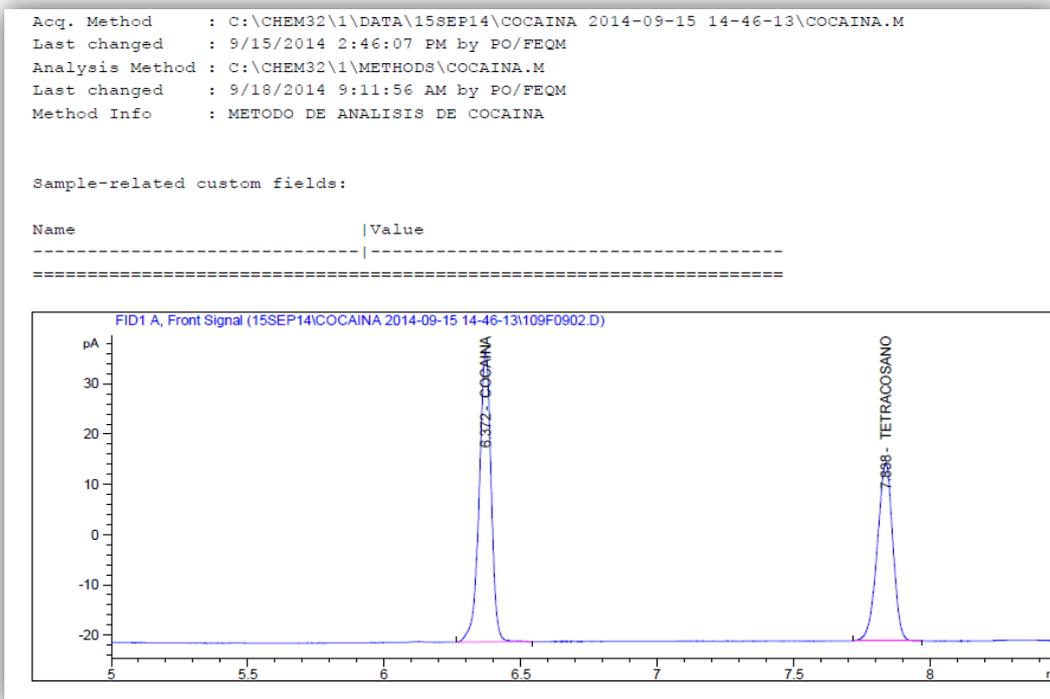
Name	Value
-----	-----
=====	=====

RetTime [min]	Type	ISTD used	Area [pA*s]	Amt/Area ratio	Amount [mg/mL]	Grp	Name
6.375	BB	1	177.29086	4.02303e-1	1.01289e-1		COCAINA
7.841	BB	I 1	140.83351	1.00000	2.00000e-1		TETRACOSANO

Totals without ISTD(s) : 1.01289e-1

=====
 *** End of Report ***

MUESTRA 16



RESULTADO:

```

Sample-related custom fields:

Name            |Value
-----|-----
=====

RetTime  Type  ISTD   Area    Amt/Area   Amount   Grp   Name
 [min]    used  [pA*s]   ratio    [mg/mL]
-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----
  6.372  BB      1  176.51140  4.02303e-1  1.00682e-1  COCAINA
  7.838  BB      I   141.06068  1.00000  2.00000e-1  TETRACOSANO

Totals without ISTD(s) :                1.00682e-1

=====

*** End of Report ***

```

MUESTRA 17

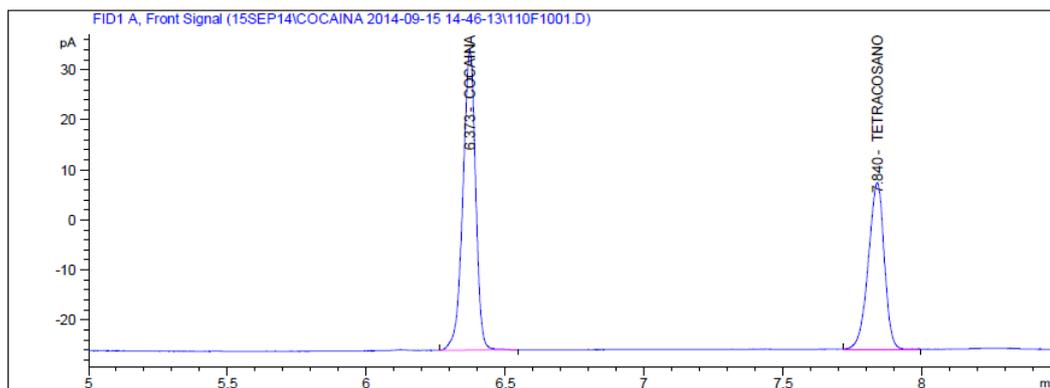
```

Acq. Method      : C:\CHEM32\1\DATA\15SEP14\COCAINA 2014-09-15 14-46-13\COCAINA.M
Last changed    : 9/15/2014 2:46:07 PM by PO/FEQM
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\COCAINA.M
Last changed    : 9/18/2014 9:11:56 AM by PO/FEQM
Method Info     : METODO DE ANALISIS DE COCAINA
  
```

Sample-related custom fields:

```

Name                |Value
-----|-----
=====
  
```



RESULTADO:

Sample-related custom fields:

```

Name                |Value
-----|-----
=====
  
```

RetTime [min]	Type	ISTD used	Area [pA*s]	Amt/Area ratio	Amount [mg/mL]	Grp	Name
6.373	BB	1	191.29987	4.02303e-1	1.16008e-1		COCAINA
7.840	BB	I 1	132.68147	1.00000	2.00000e-1		TETRACOSANO

Totals without ISTD(s) : 1.16008e-1

*** End of Report ***

MUESTRA 18

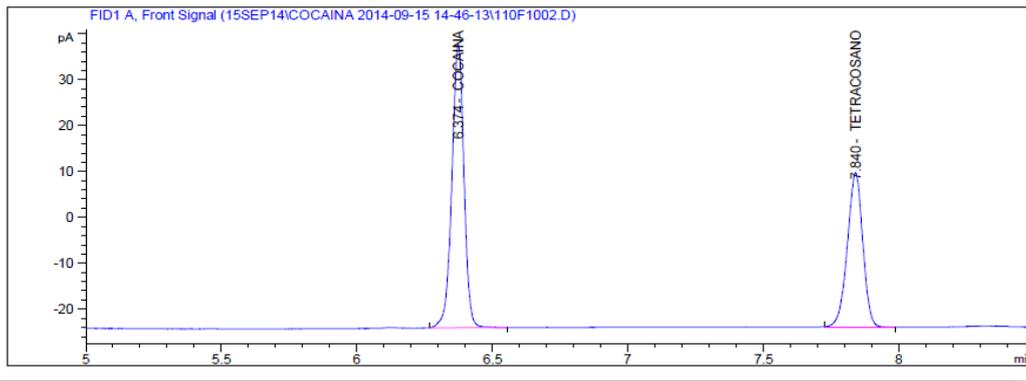
```

Acq. Method      : C:\CHEM32\1\DATA\15SEP14\COCAINA 2014-09-15 14-46-13\COCAINA.M
Last changed    : 9/15/2014 2:46:07 PM by PO/FEQM
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\COCAINA.M
Last changed    : 9/18/2014 9:11:56 AM by PO/FEQM
Method Info     : METODO DE ANALISIS DE COCAINA
  
```

Sample-related custom fields:

```

Name                |Value
-----|-----
=====
  
```



RESULTADO:

Sample-related custom fields:

```

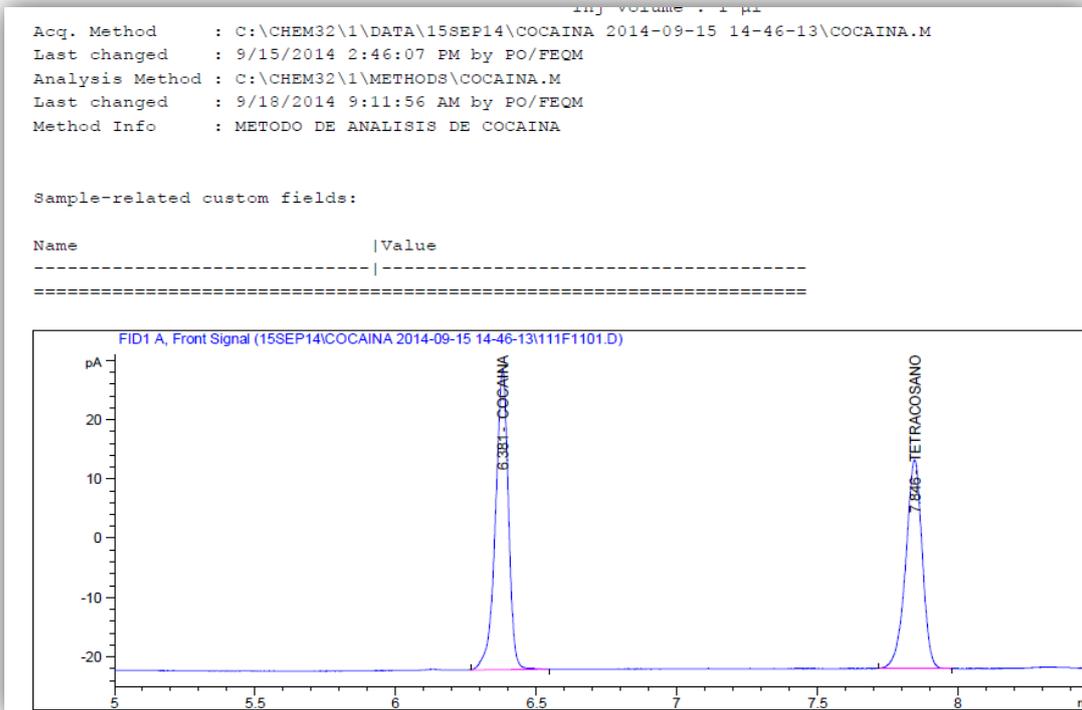
Name                |Value
-----|-----
=====
  
```

RetTime [min]	Type	ISTD used	Area [pA*s]	Amt/Area ratio	Amount [mg/mL]	Grp	Name
6.374	BB	1	191.75031	4.02303e-1	1.15861e-1		COCAINA
7.840	BB	I 1	133.16310	1.00000	2.00000e-1		TETRACOSANO

Totals without ISTD(s) : 1.15861e-1

*** End of Report ***

MUESTRA 19



RESULTADO:

Sample-related custom fields:

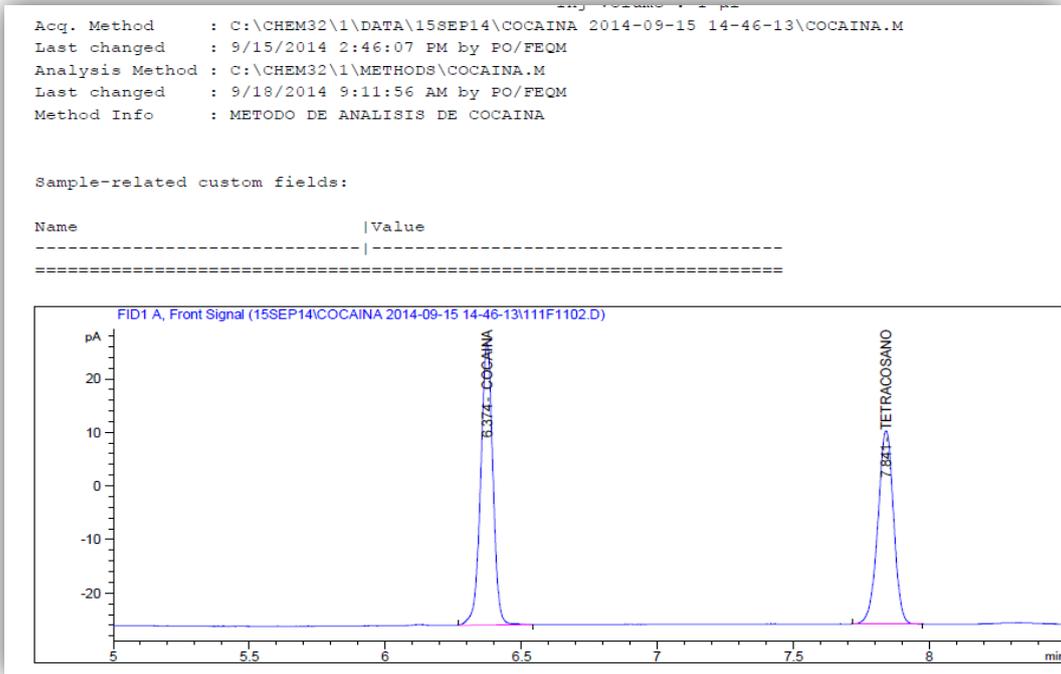
Name	Value
-----	-----
=====	=====

RetTime [min]	Type	ISTD used	Area [pA*s]	Amt/Area ratio	Amount [mg/mL]	Grp	Name
6.381	BB	1	162.37801	4.02303e-1	9.09599e-2		COCAINA
7.846	BB	I 1	143.63522	1.00000	2.00000e-1		TETRACOSANO

Totals without ISTD(s) : 9.09599e-2

=====
 *** End of Report ***

MUESTRA 20



RESULTADO:

```

Sample-related custom fields:

Name            |Value
-----|-----
=====

RetTime  Type  ISTD   Area    Amt/Area   Amount   Grp   Name
 [min]    Type  used  [pA*s]   ratio     [mg/mL]
-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----
 6.374  BB      1    164.09229  4.02303e-1  9.09748e-2  COCAINA
 7.841  BB      I     145.12793  1.00000    2.00000e-1  TETRACOSANO

Totals without ISTD(s) :                9.09748e-2

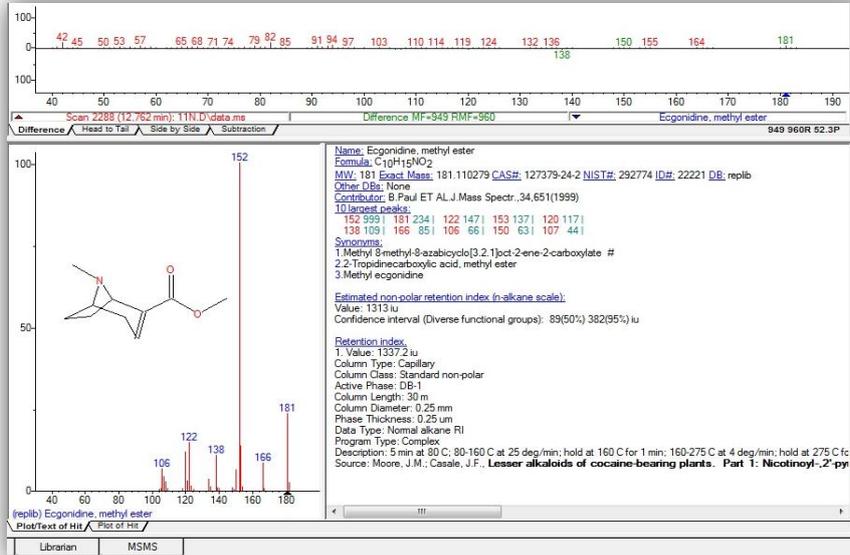
=====

*** End of Report ***

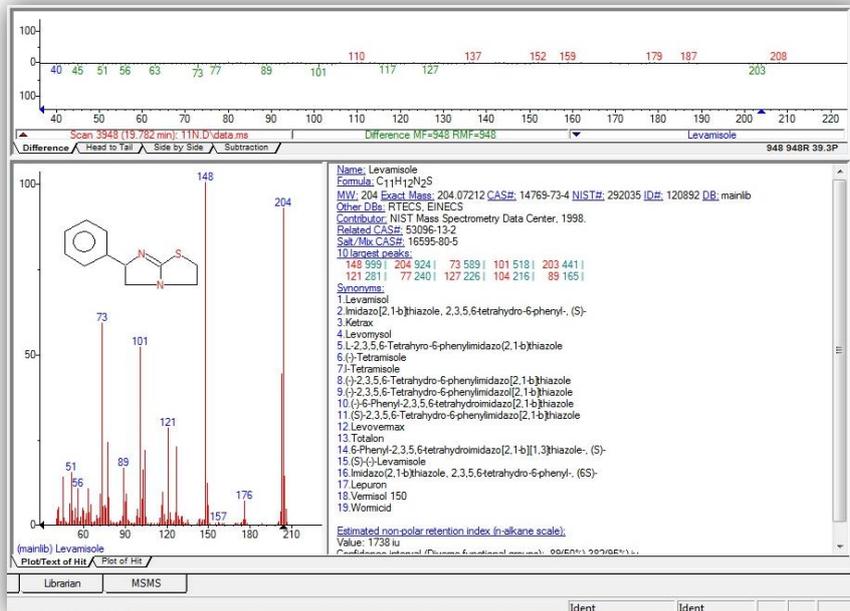
```

ANEXO N° PRINCIPALES ADULTERANTES DE LA COCAÍNA

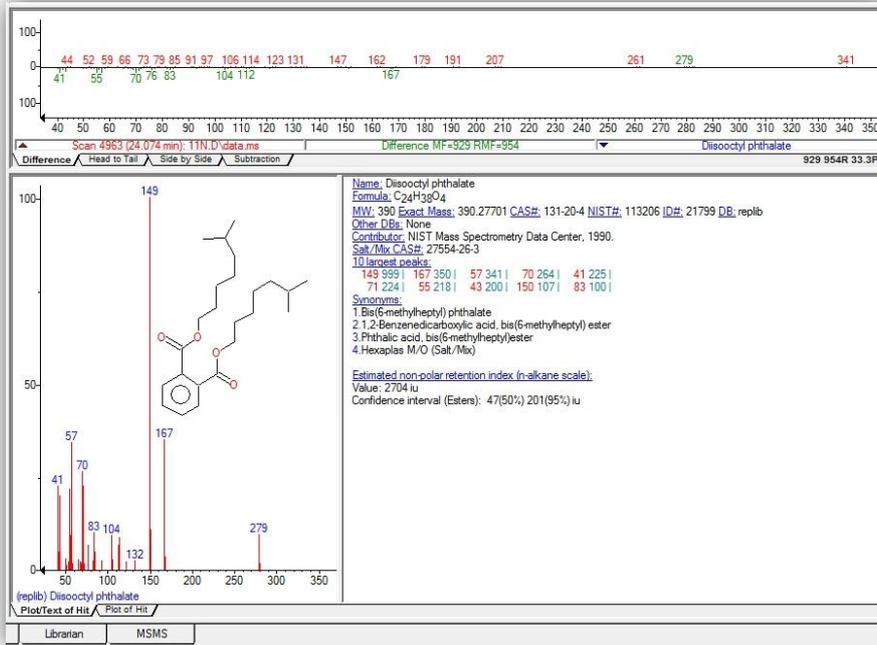
ECGONIDINE METHYL ESTER



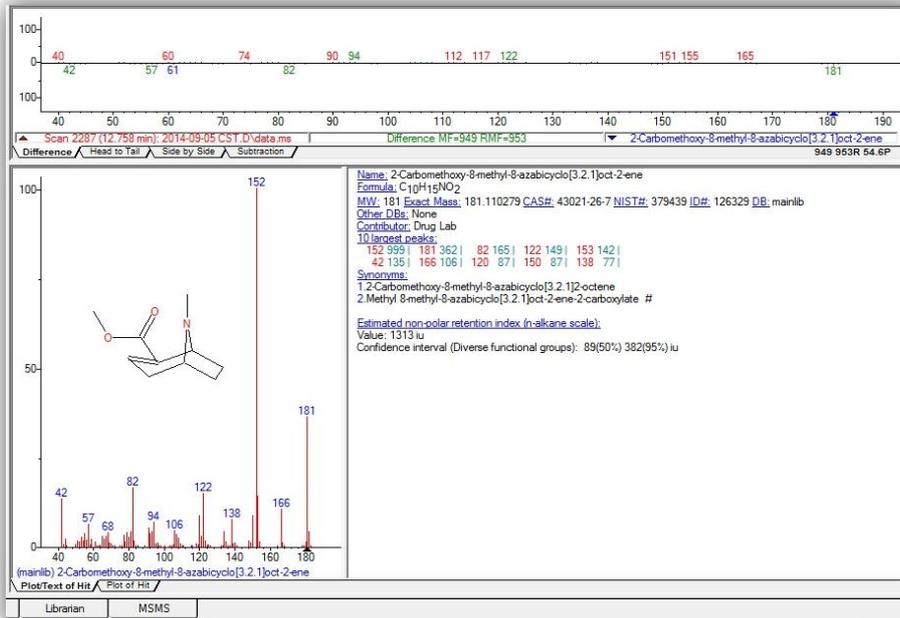
LEVAMISOLE



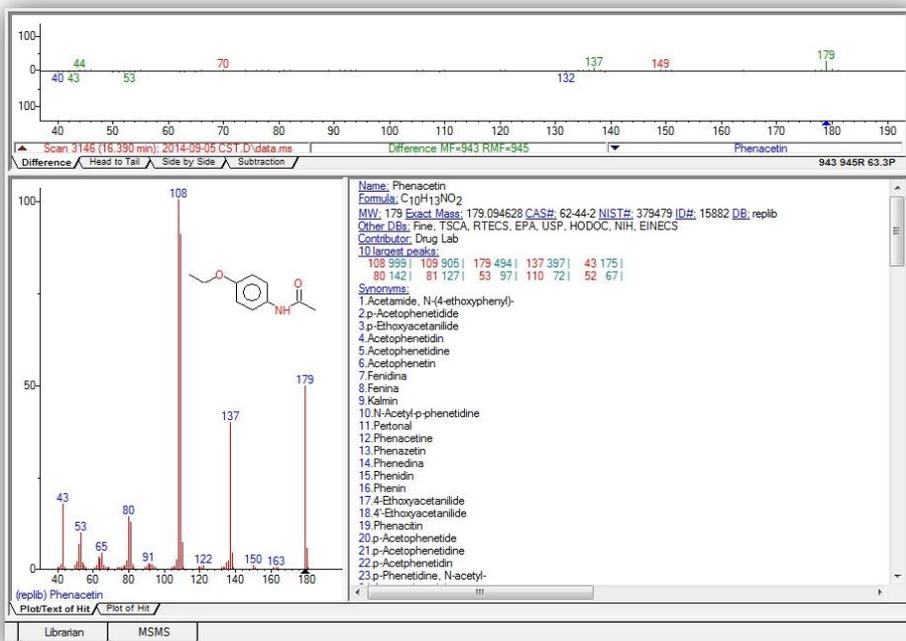
DIISOCTYL PHTHALATE



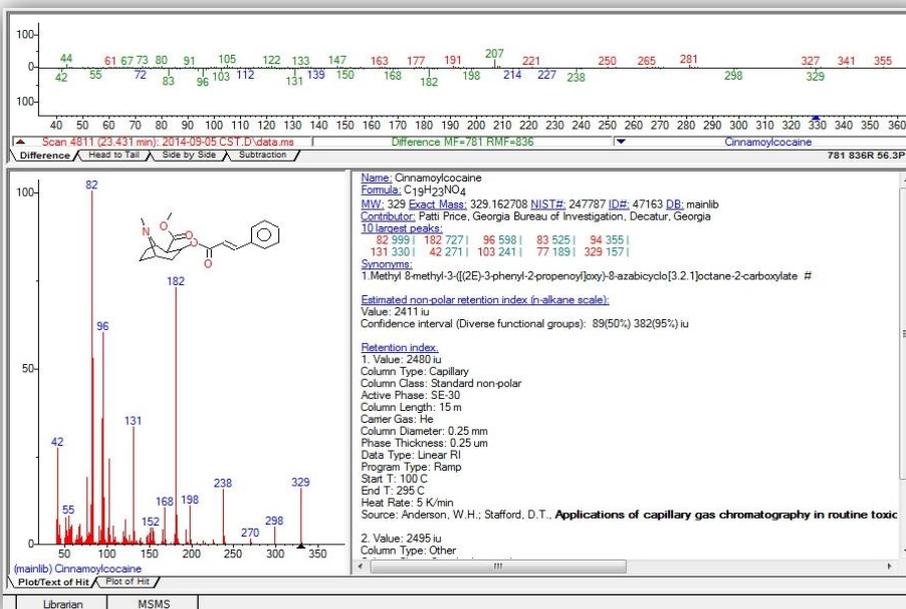
2- CARBOMETHOXY- 8- METHYL-8 AZABIOCYCLO



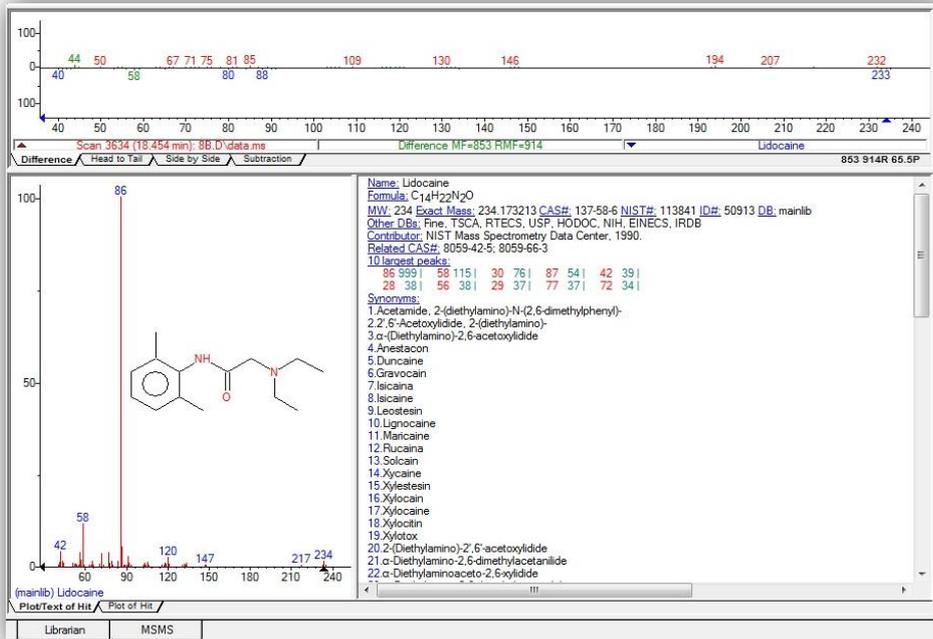
PHENACETIN



CINNAMOYLCOCAINE



LIDOCAINE



CAFFEINA

