ACADEMIA DE POLICÍA

´´WALTER MENDOZA MARTÍNEZ´´

INSTITUTO DE ESTUDIOS SUPERIORES

MANAGUA, NICARAGUA

Post-Grado

QUÍMICA CRIMINALÍSTICA

TRABAJO DE FIN DE CURSO
EVALUACIÓN DE LA EFICIENCIA DE LAS METODOLOGÍAS PARA LA DETERMINACIÓN DE COCAÍNA POR COLORIMETRÍA, CROMATOGRAFÍA DE CAPA DELGADA Y ESPECTROFOTOMETRÍA UV/VIS EN EL LABORATORIO CENTRAL DE CRIMINALÍSTICA

Autores: **Lic. Jorge Luis Esquivel Quezada**

Lic. Néstor Noel Hernández Esquivel

Tutor: Lic. Abelardo Alvarado Martínez

Asesor: Msc. Gloria Villanueva Núñez

Managua, 25 de Abril del 2003

HONOR, SEGURIDAD Y SERVICIO

DEDICATORIA.

A Dios:

Manantial misterioso de vida y sabiduría humana, que c amor paternal nos ayudó a discernir los conocimientos adqui en este curso de Post grado; y quien es la verdadera fuente de luz y sabiduría.

A nuestros padres:

Que con mucho esfuerzo y sacrificio apoyaron nuestros studios medios y superiores.

A nuestros tutores:

Msc. Gloria Villanueva y Lic. Abelardo Alvarado.

Nuestro respeto y admiración.

INDICE.

Página N°

I. Introducción 1

II. Antecedentes 3

III. Justificación 4

IV. Objetivos 5

V. Marco Teórico 6

5.1. Generalidades de la cocaína 6

5.1.1. Historia 6

5.2. Concepto 9

5.3. Naturaleza y Composición 10

5.3.1. Formas de Abuso 11

5.4. Extracción 12

5.5. Usos 12

5.6. Toxicidad 13

5.6.1. Sobredosis fatales de cocaína 13

5.6.2. Daños 14

5.7. Introducción a las reacciones de coloración 15

5.8. Introducción a los Métodos Cromatográficos 16

5.8.1. Concepto de Cromatografía 16

5.8.2. Clasificación de los Métodos Cromatográficos 16

5.8.3. Esquema de la Clasificación 17

5.8.4. Cromatografía de Capa Delgada 18

5.8.4.1. Ventajas de la CCD 18

5.9. Espectroscopia 18

5.9.1. Introducción a la Espectroscopía..... 18
5.9.2. Concepto de Espectroscopía 19
5.9.3. Clasificación de los métodos Espectroscópicos.. 19
5.10. Espectrofotómetro 20
5.10.1. Espectrofotometría UV-Visible 20
5.5. Materiales 33
5.6. Reactivos 34
5.7. Análisis Estadístico 35
VI. Análisis de los Resultados 36
VII. Conclusión 44
VIII. Recomemdaciones 45
IX. Bibliografía 46
X. Anexos 49

RESUMEN.

El presente trabajo de investigación, es de tipo descr ivo y de corte transversal. Tiene la finalidad de identificar, verificar y firmar la presencia de cocaína en el Laboratorio Central de Criminalística en Abril del 2003.

Se seleccionó por conveniencia 20 muestras de cocaína ncautada y se procedió a su respectivo análisis.

Cada una de las técnicas fue aplicada por triplicado, ara obtener una mayor repetibilidad de los resultados, procesándose la información a través de técnicas estadísticas como la media, frecuencia y porc aje, permitiendo la elaboración de la gráfica % Rf vs. Sistema de Fase Móvil en Cromatografía de Capa Delgada.

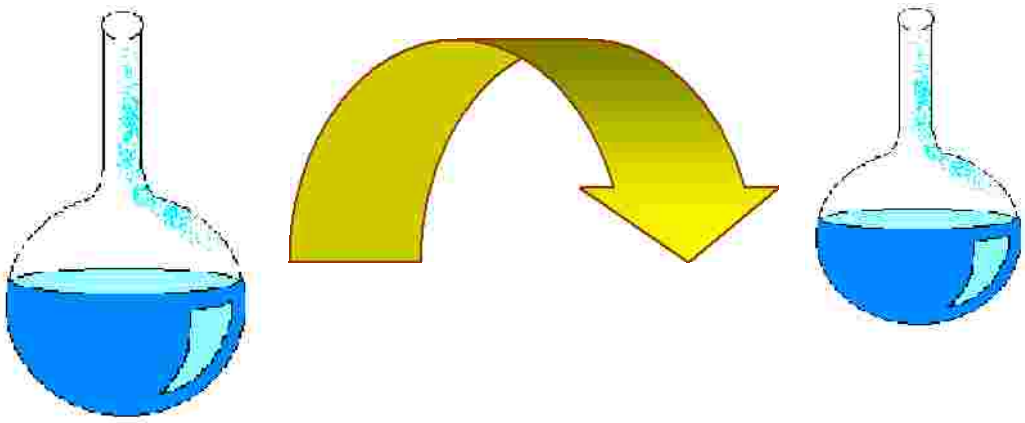
En los resultados se estableció un rango de masa en la Técnica Colorimétrica, se eligió la mezcla de solvente específ co así como su relación en volumen en la CCD y se estableció un rango de concentración en la Técnica Espectrofotométrica.

En conclusión las metodologías para la identificación, verificación y comprobación de la cocaína son eficientes, aprobándo e la hipótesis, recomendándose seguir los procedimientos no lizados de trabajo y ampliar el número de muestras a analizar en futuros estudios para una mayor confiabilidad.

HOJA DE CÁLCULO.

20 mg de muestra 15 ppm de muestra

V_1



50 ml de HCl 0.1 M 25 ml de HCl 0.1M

[ ] ppm = 20 mg / 50 ml = 20 mg / 0.05 L = 400 ppm

$C_1xV_1 = C_2xV_2$

(400 ppm) x V_1 = (15 ppm) x (0.025 L)

$V_1 = \frac{(15\ ppm) \times (0.025\ L)}{400\ ppm} =$ **0.90 ml**

I. INTRODUCCIÓN.

Durante el último decenio se han registrado cambios sustanciales en las características de la oferta y la nda ilícitas de drogas de uso indebido. De ellos, más sobresaliente y más rápido a sido la considerable diversificación de los tipos de d ogas producidas y objeto de desviación y tráfico.

Las cantidades confiscadas de drogas tradicionales que ya se encuentran bajo fiscalización nacional e internacional han aumentado y lo siguen haciendo con mayor rapidez.

Además los químicos de los laboratorios clandestinos h hecho que en el mercado ilícito aparezcan nuevas drogas; por lo que los químicos-forenses y toxicólogos deben tomar medidas adecuadas y rápidas para su identificación.

El uso indebido de drogas de uso médico (Benzodiacepinas y Barbitúricos) se han intensificado y esto ha hecho que las actividades de reglamentación y legislación sometan a los laborato ios nacionales de investigación a dar respuestas inmediatas.[1]

[1] **Reacciones fatales por cocaína**
Revista Española. (1998), Pp.20-25.

También se ha aumentado el trabajo para la corrección, actualización, validación de métodos, calibración de equipos, técnicas de trabajo y un personal calificado.

En la actualidad la Policía Nacional, para hacer frente al uso indebido de drogas, ha establecido mecanismos de fisca ización que limiten la disponibilidad del uso de drogas.

En el presente trabajo se realizará un estudio sobre l determinación de cocaína aplicando técnicas de colorimetría, cromatografía de capa delgada y espectrofotometría UV/Vis, implementadas en el Laboratorio Central de Criminalíst ca de Managua.

Actualmente no existen fuentes bibliográficas de antec entes históricos de los primeros estudios de la cocaína y de la reacción con el reactivo de Scott, en el ámbito nacional.

El país está atravesando desde hace años una crisis política y económica, y con ello una creciente condición de pobre en sus habitantes con consecuencia negativa en su salud mental, así como dificultades para desarrollar habilidades que conlleve a mejores condiciones relacionadas con nuestro medio.

Esto conlleva a compromisos multisectoriales y participación de la comunidad en conjunto con la Policía Nacional.

Conscientes a esta situación, la dirección de la Policía Nacional se ve comprometida con la salud mental de la población combatiendo el tráfico ilícito y uso indebido de drogas presentes el país, mediante la evaluación del método para la identificación de cocaína incautada en todo el país,por medio del Laboratorio de Criminalística .[2]

Además, por estas razones el Laboratorio de Criminalística se ve obligado a capacitar profesionales de las diferentes r giones del país en sus respectivas áreas para evaluar su calidad y eficiencia del personal, ya que el tráfico ilícito de drogas no cesa esde los años 80´s. Esto se debe a que lo exige la ley mediante el n evo código procesal penal que entró en vigencia en nuestro país e Diciembre del 2002, contenido en los Arto. Del 50 al 60 de la ley 285, de los delitos relacionados con el tráfico de estupefacientes Psicotrópicos y sustancias controladas.

[2] **Manual para uso de los laboratorios de estupefacientes. Métodos recomendados para el ensayo de cocaína. Naciones Unidas. (1995 y 2001), Pp.1-7.**

II. OBJETIVOS.

OBJETIVOS GENERALES:

§ Evaluar la eficiencia de las metodologías colorimétric cromatografía de capa delgada e instrumentales para la determinación de cocaína incautada.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS:

§ Identificar Cocaína por el método colorimétrico de Scott modificado.

§ Verificar la presencia de cocaína utilizando la técnic de cromatografía de capa delgada.

§ Confirmar la presencia de cocaína utilizando la técnic de Espectrofotometría UV/Vis.

§ Proponer Procedimientos Normalizados de Trabajo de las téc icas utilizadas en el Laboratorio de Criminalística de la P icía Nacional.

III. MARCO TEÓRICO.

3.1. GENERLIDADES DE LA COCAÍNA.

3.1.1. ANTECEDENTES HISTÓRICOS.

Con el nombre de coca se designan unas 16 especies de arbustos pertenecientes a la familia de las ERITROXILÁCEAS, género ERYTHROXYLON.[3]

La coca es un arbusto de 1 a 3 metros de altura. La corteza es de color pardo-rojizo y rugosa. La cocaína es un arbusto tropical originario de Sudamérica pero adaptado en el norte de África, Sudeste Asiático y Taiwán.[4]

Las hojas son aisladas, simples de pecíolo corto, limb entero, son agudas en el ápice superior, color verde.

Las flores son pequeñas de color blanco-amarillento, con cinco pétalos, poco vistosas y crecen en pequeñas agrupaciones sobre tallos cortos. Sus frutos son bayos de color rojizo.

---

[3] **Manual para uso de los laboratorios de estupefacientes. Op. Cit.,, Pp.18-19, 34-35.**

[4] **Guevara, J. Ladrón de, Moya Pueyo V. Toxicología Médica.Clínica y laboral, McGraw Hill.. (1995),Pp. 605-608.**

La planta tiene forma de arbusto o árbol, y alcanza hasta los 2.4 metros de altura.

Se cultivan con temperatura uniforme comprendida entre 15 y 25°C. Requiere una altura entre 300 y 1000 metros y a veces a 1700 metros.

Todas estas condiciones las reunen las zonas húmedas d los bosques andinos, que mantienen una temperatura y hume ad bastante uniforme.[5]

La cocaína fue el primer anestésico local descubierto. Sus propiedades anestésicas fueron descubiertas en el Siglo XIX. Fue aislada por primera vez en 1860 por Albert Niemann. Sigmung Freud estudió las acciones psicológicas de la cocaína y Carl Koller la introdujo en la práctica clínica en 1884 como anestési o tópico para oftalmología.[6]

Las primeras informaciones detalladas sobre el uso y cultivo de coca se encuentran en la obra de Pedro Cieza, en 1553. En 1555 el explorador español Agustín de Zárate relata en su obra 'Historia y conquista de la Provincia de Perú' como crece la planta llamada coca,

---

[5] **Escribano, Manuel.**
Drogas de abuso. La cocaína.
Medicina Legal.(1997),Pp. 98-102 .

[6] **Goodman y Gilman's.**
The farmacological basic of therapeutic.
McGraw Hill. (1996), Pp. 331, 337-341.

la cual aprecian los indios más que el oro y la plata. En 1560, Nicolás Monardes y Francisco Hernández establecen las características botánicas de la coca.

En 1590 el mexicano Juan de Cárdenas describe detalladamente la acción de la coca. En 1608, Garcilazo de la Vega, en su obra **'**Historia del Perú**'**, reúne los conocimientos que en el siglo XVI se tenía sobre la coca.

En 1750 se introduce en Europa la primera planta de co por el botánico De Jussié. En 1756, Patrick Browne describe e género Erythroxylon. En 1786, Lamarck describe el nombre de la planta de la que se obtienen las hojas de coca y de las cuales se e rae la cocaína.

En 1859, el médico Paolo Mantegazza, puso más énfasis n las propiedades positivas de las hojas de coca. En el mism año, Albert Niemann anunció en Alemania que había aislado el principio activo de la coca, que tenía un sabor amargo y entumecía la lengua, dándole el nombre de cocaína.

En 1866 Manuel Fuentes escribió sobre el consumo imprescindible de coca de los campesinos deficientemen e alimentados. En 1878, aparecían anuncios en Estados Unidos, describiéndola como un potente estimulante del sistema nervioso central.

En 1880, en la región de los Andes, los indígenas ya l usaban como estimulante (droga). En este mismo año Vassili n Anrep, destaca los efectos anestésicos de la cocaína y propon su utilización en cirugía, introduciéndose la cocaína en la farmacopea oficial y es usada como anestésico local. [7]

En España fue utilizada a finales del Siglo XVI. En el Siglo XIX se elaboraban bebidas de mezcla de coca con cola nítida (rica en cafeína) siendo la base de la famosa Coca Cola.[8]

La fórmula de esta bebida la estableció el farmacéutic de Georgia, John Styth Pemberton con tres socios, en 1887. Este mismo año Albert Erlenmeyer, Sigmund Freud y Frank Ring denuncian los peligros de la cocaína como droga. En 1889 se siguió d scubriendo casos de cocainomanía y se conoce como Síndrome de Mag an. A principios de 1902-1903 se extendió por los Estados Unidos y se empezó a expirar por la nariz.

En 1905 se hizo la síntesis de Procaína, la cual es el prototipo más cercano en anestésico local. [9]

---

[7] **Escribano, Manuel.**
Op. Cit.,, Pp. 103-106.

[8] **Velásquez.**
Farmacología.
Interamericana. (1996), Pp. 513-515.

[9] **Goodman y Gilman's.**
Op. Cit.,, Pp. 569-571.

En 1923, Richard Willstater y sus colaboradores de la Universidad de Munich, sintetizaron la cocaína. En 192 Carlos Kicketts, presentó al parlamento peruano su programa p a conseguir la restricción del cultivo de coca. En 1941, Glick y Glanback demostraron que la cocaína podía ser hidrolizada por e suero del conejo.[10]

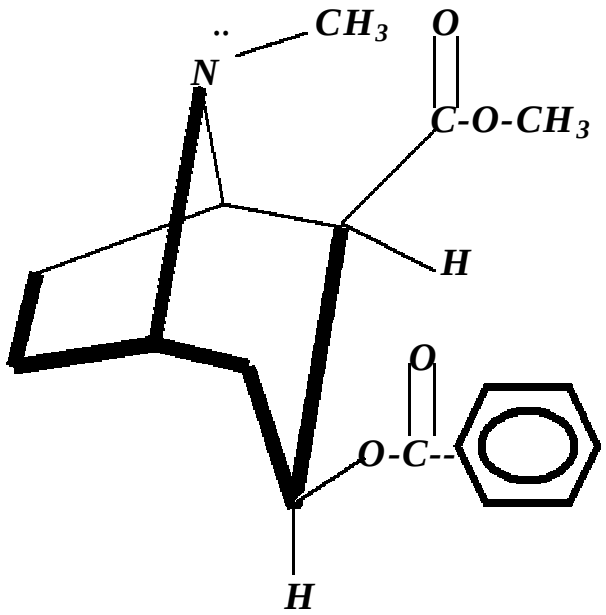
3.2. CONCEPTO DE COCAÍNA.

La cocaína es un alcaloide de la hoja de coca o preparado por síntesis a partir de la Ecgonina. La Ecgonina es una b se aminoalcohólica estrechamente relacionada con la Tropina. La cocaína es entonces un éster del ácido benzoico y una ase que contiene Nitrógeno. La hoja de coca contiene alrededor de 0.7 a 1.5 % de alcaloides totales.[11,12] .

[10] **Escribano, Manuel.**
Op. Cit.,, Pp. 111-116.
[11] **Manual para uso de los laboratorios de estupefacientes.**
Op. Cit.,, Pp. 73-75.
[12] **Martindale.**
The complete drug reference.
USA. Pharmaceutical Press. (1999), Pp. 1290.

3.3. NATURALEZA Y COMPOSICIÓN DE LA COCAÍNA.

La cocaína es un polvo cristalino blanco, olor caracte co semejante a la cal viva y fino. Se suele presentar en orma de sal como el Clorhidrato de cocaína ($C_{17}H_{21}NO_4$, HCl).[13,14]



1-cocaína

betacocaína

metilbenzoilecgonina

Fórmula Global: $C_{17}H_{21}NO_4$ Punto de Fusión: 98°C

Peso Molecular: 303.4 g/mol Peso Molecular del (Clorhidrato):339.8 g/mol

---

[13] Hawley, Gessner G. Diccionario de Química y de productos químicos. Ediciones Omega. (1993), Pp. 261, 408.

[14] Manual para uso de los laboratorios de estupefacientes. Método recomendado para el ensayo de cocaína. Naciones Unidas. (1986), Pp. 76-79.

3.3.1. FORMAS DE ABUSO DE LA COCAÍNA.

1.- **Pasta de coca:** Es un extracto de las hojas del arbusto de coca. Contiene principalmente alcaloide de la coca y t mbién se denomina cocaína base. Purificando la pasta de coca se obtiene la cocaína. Es un polvo grueso blanquecino, color crema u ocre que a menudo contiene materiales agregados y en general húmedo. Su olor es característico, semejante a la cal viva .

2.- **Clorhidrato de cocaína:** Polvo cristalino higroscópico, sabor amargo seguido de insensibilidad en la lengua. Por lo ral se inhala por la nariz o se inyecta. Se suele mezclar con sustancias tales como talco, maicena, anfetaminas, quinina, estricnina, detergentes, formol, etc. De ahí que su pureza fluctúe entre un 5% un 56%. Tiene el mismo olor al de la pasta.

3.- **Crack**: Es la cocaína base o libre obtenida a partir del clorhidrato por un procedimiento de transformación para p rla fumar. Está considerado como la droga más adictiva. Ti un olor dulce y agradable. Se fuma en pipa y se utiliza para e consumo pequeñas botellas de vidrio, pipas de agua, mecheros, betas, pipetas y tubos de vidrio conocido como las estufas del crack.

Se obtiene disolviendo clorhidrato en agua, añadiendo bicarbonato sódico o amoníaco, calentando y enfriando a mezcla y separando por filtración los cristales precipitados.

En el procedimiento tradicional de obtención de base libre, se calienta con éter u otros disolventes orgánicos inflam bles, lo que supone un gran riesgo de incendio y explosión.[15]

3.4. EXTRACCIÓN.

La cocaína se obtiene por extracción de las hojas de Erythroxylon coca, con solución de Carbonato Sódico, tratamiento del extracto con ácido diluido y extracción con éter etíli evaporación del disolvente, nueva disolución del alcaloide y cristaliz ión final.[16]

3.5. USOS.

La cocaína tiene propiedades anestésicas locales; la dosis mortal después de la aplicación a las mucosas puede ser tan baja como 30 mg. Ingerida es mucho menos tóxica que la administrada por otras vías. La cocaína estimula primero y luego deprime el Sistema Nervioso Central (SNC) en orden descendente, desde la orteza hasta la médula. [17]

---

[15] **Manual para uso de los laboratorios de estupefacientes. Op. Cit.,, Pp. 16-21.**

[16] **Hawley, Gessner G. Op. Cit.,, Pp. 33, 852.**

[17] **Repetto, Manuel. Toxicología Avanzada. Ediciones Díaz de Santo, S.A. (1995), Pp. 477-481.**

Los hallazgos patológicos en muertes ocurridas por envenenamiento con cocaína son: congestión del sistema digestivo, cerebro y otros órganos.

Es usada normalmente solo como un anestésico local en os ojos, nariz, nasofaringe, boca, garganta y oído. Es usado como anestésico tópico sobre el tracto respiratorio.

El Clorhidrato de cocaína es usado al 1, 4 ó 10% en solución en odontología.[18, 19]

Para uso oftálmico se emplea en solución al 2 ó 4% , siguiendo las indicaciones de su uso, ya que puede causar daño corneal como nubarrones y hasta úlceras, vasoconstricción conjuntiv y midriasis.[20]

3.6. TOXICIDAD.

La cocaína llega al toxicómano con una pureza entre el 70 y el 90 %. A veces se adiciona Carbonato básico o alguna Anfetamina para aumentar el peso. [21]

---

[18] **Clarke's.**
Isolation and Identification of drugs.
The Pharmaceutical Press. (1986), Pp. 289.

[19] **Goodman y Gilman's.**
Op. Cit.,, Pp. 331, 1635.

[20] **Martindale.**
Op. Cit.,, Pp. 1292.

[21] **Guevara, J. Ladrón de, Moya Pueyo V.**
Op. Cit.,, Pp. 610-613.

Los adictos usan la cocaína inyectada. Se provoca un efecto menor en toxicidad al administrarse oralmente ya que s hidroliza en el tracto gastrointestinal. Aproximadamente el 9% de una dosis intravenosa de 120 mg de cocaína es secretada por la o na.

3.6.1. SOBREDOSIS FATALES DE COCAÍNA:

La dosis numérica letal es de 1.2 gramos, pero personas susceptibles han muerto con dosis pequeña de 20 a 30 mg, cuando son aplicadas por la membrana de la mucosa. [22,23]

El riesgo máximo de dosis total por anestesia tópica e una persona adulta de 70 Kg es de 200 mg de cocaína. La LD_{50} por ingestión oral es 500 mg. Han ocurrido muerte con dosi menores de 200 mg. [24]

Aunque otros han vivido al ingerir más de 1000 mg. La toxicidad puede ser aumentada en los individuos que tienen deficiencias en las enzimas de la sangre para desintoxicar la cocaína (Colinesterasa).[25]

---

[22] **Clarke's.**
Op. Cit., Pp. 285-289.
[23] **Martindale.**
Op. Cit.,, Pp. 1291.
[24] **Goodman y Gilman's.**
Op. Cit., Pp. 1640-1641.
[25] **Reacciones fatales por cocaína.**
Op. Cit.,, Pp. 110-114.

Un adicto estando en custodia inició con 2 a 3 gramos cocaína y murió 5 horas después. El examen forense reveló en la sangre 8 µg/ml y en la orina 50 µg/ml. Hay personas adictas que toleran hasta 5 gramos al día. [26]

3.6.2.DAÑOS:

Afecta al SNC produciendo efectos visuales sobre éste. Disminuye la fatiga, sueño, euforia y umbral convulsivo.

En dosis elevada produce temblores y convulsiones. Puede producir muerte por parada cardiovascular al aumentar a tensión arterial. Bloquea la transmisión nerviosa. Produce sensación de euforia y de extensa seguridad en sí mismo, además, de un estado intenso de alteración , seguido de depresión. Provoca actitudes agresivas y terciarias, así como estado de paranoia. Durante el embarazo, tiene mayor incidencia en gran número de abortos, abruptio placentae y los niños expuestos a esta droga durante t da la vida intrauterina tienen un elevado riesgo de malformación congénita, mortalidad perinatal y déficit psicomotor o psíquicos.[27,28]

---

[26] **Clarke's.**
Op. Cit.,, Pp. 290-291.
[27] **Repetto, Manuel.**
Op. Cit.,, Pp. 509-510.
[28] **Guevara, J. Ladrón de, Moya Pueyo V.**
Op. Cit.,, Pp. 610-612, 615.

3.7 INTRODUCCIÓN A LAS REACCIONES DE COLORACIÓN.

Las reacciones de coloración son de gran interés debido a su sencillez, bajo costo, rapidez y sensibilidad, y en al unos casos especificidad.

No obstante, estas reacciones se deben de tomar como reacciones de orientación, pues en caso de que la reacción sea positiva, la existencia de la droga debe ser confirmad por otra técnica moderna.

Estas reacciones son ventajosas ya que diversos labora rios la han comercializado para su empleo 'in situ'.

Las reacciones coloreadas son producto de un complejo ue se forma durante la reacción entre algunos reactantes químicos. Pueden citarse las siguientes reacciones de coloración para l identificación de cocaína: Tiocianato de Cobalto, Bouchardad, Dragendorff, ayer, Wagner, Hipoclorito Sódico, Permanganato Potásico, Tri xido de Cromo, p-Dimetilamino benzaldehido y Sulfato de Aluminio.

En este trabajo se utilizará el reactivo de Scott modi icado porque es de bajo costo y accesible para la institución.[29]

[29] **Escribano, Manuel.**
Op. Cit., Pp. 110 .

3.8. INTRODUCCIÓN A LOS MÉTODOS CROMATOGRÁFICOS.

La cromatografía fue inventada por el Botánico ruso Mi hael Tswett en 1903. Tswett hizo pasar soluciones que contenían pigmentos vegetales, como clorofilas y xantofilas, a través de columna de vidrio empacadas con Carbonato de Calcio dividido finamente. Las especies separadas aparecían como bandas coloridas sob la columna, lo cual explica el nombre que se escogió para el método (del Griego CHROMA, que significa 'color', y GRAPHEIN, que fica 'describir').

3.8.1. CONCEPTO DE CROMATOGRAFÍA.

La cromatografía es un método físico-químico en la cual los componentes de una mezcla son separados con base en las velocidades a las cuales son pasados a través de una f se estacionaria por una fase móvil gaseosa o líquido.

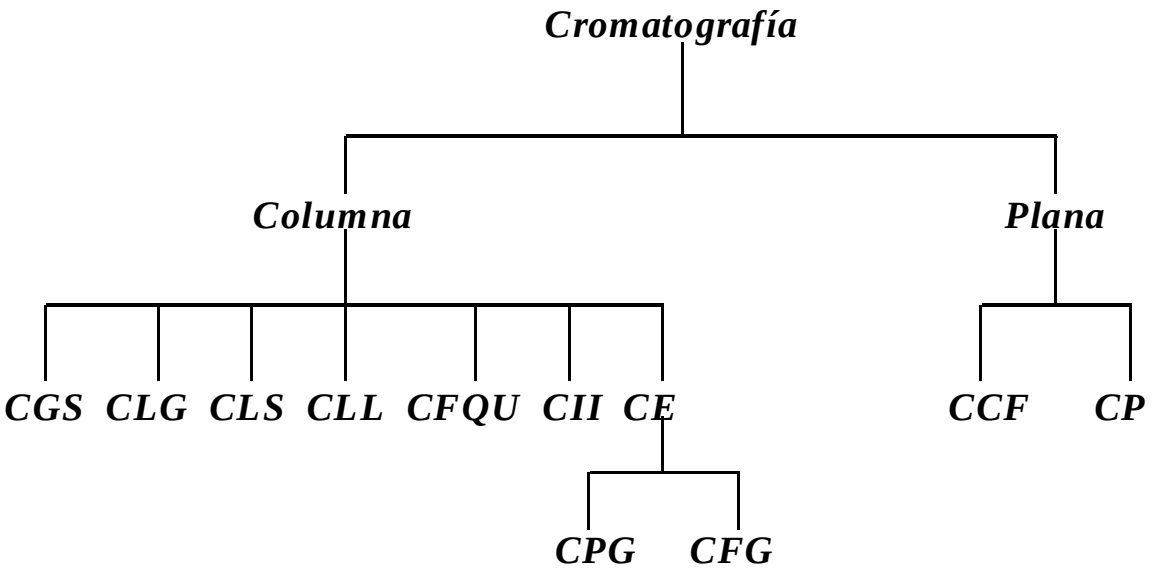
3.8.2. CLASIFICACIÓN DE LOS MÉTODOS CROMATOGRÁFICOS.

Los métodos cromatográficos son de dos tipos:

1. **Cromatografía en columna**: La fase estacionaria se mantiene dentro de un tubo angosto y la fase móvil es forzada a pasar a través del tubo bajo presión o por gravedad.

2. **Cromatografía planar**: La fase estacionaria está sostenida por una placa plana o en los poros de un papel. En este caso, la fase móvil se mueve a través de la fase estacionaria por acción c ar o bajo la influencia de la gravedad.[30]

3.8.3. ESQUEMA DE LA CLASIFICACIÓN.



[30] **Skoog, West and Holler. Introducción a la Química Analítica. McGraw Hill. (1997), Pp. 490.**

Donde:

CGS = Cromatografía de Gas – Sólido

CLG = Cromatografía de Gas – Líquido

CLS = Cromatografía de Líquido – Sólido

CLL = Cromatografía de Líquido – Líquido

CFQU = Cromatografía de Fase Químicamente Unida

CII = Cromatografía de Intercambio Iónico

CE = Cromatografía de Exclusión

CPG = Cromatografía de Permeación en Gel

CFG = Cromatografía de Filtración en Gel

CCF = Cromatografía de Capa Fina (Delgada)

CP = Cromatografía de Papel.[31]

3.8.4. CROMATOGRAFÍA DE CAPA DELGADA (CCD).

3.8.4.1.VENTAJAS DE LA CCD:

Tanto la cromatografía en papel como la de capa delgada, constituyen métodos notablemente simples y de bajo costo y rápido para separar e identificar los componentes de pequeñas stras de substancias inorgánicas, orgánicas y bioquímicas**.** Esta técnica es aplicable en las áreas de Química, Farmacia, Biología y Medicina.[32]

---

[31] **Dr. Cabezas, José María.**
Tesis para optar al grado de Doctor en Química Orgánica.
Suecia. (1993), Pp. 5-19.

[32] **Skoog, D. A., West D. M.**
Análisis Instrumental.
McGraw Hill. (1989), Pp. 697-699

3.9. ESPECTROSCOPÍA.

3.9.1. INTRODUCCIÓN:

Los métodos ópticos de análisis se basan en la interacción de la energía electromagnética y la materia; por lo que dich s métodos aprovechan cualquier fenómeno: absorción de radiación, emisión de radiación, dispersión...[33]

La técnica de análisis espectroscópica fue creada por aunhofer que en 1814 descubrió unas líneas obscuras (D) en el espectro sol que más tarde identificó como características del elemento Sodio.

Concepto de Espectroscopía: es una de rama de la Química Analítica dedicada a la identificación de elementos y escubrimiento de la estructura atómica y molecular mediante la medición de energía radiante absorbida o emitida por una sustancia en cualquiera de las longitudes de onda del espectro electromagnético en r uesta a la excitación por una fuente de energía externa.

---

[33] **Dr. Delgado, Gustavo.**
Tesis para optar al grado de Doctor en Química Analítica.
Francia. (1990), Pp. 29-51, 68-71.

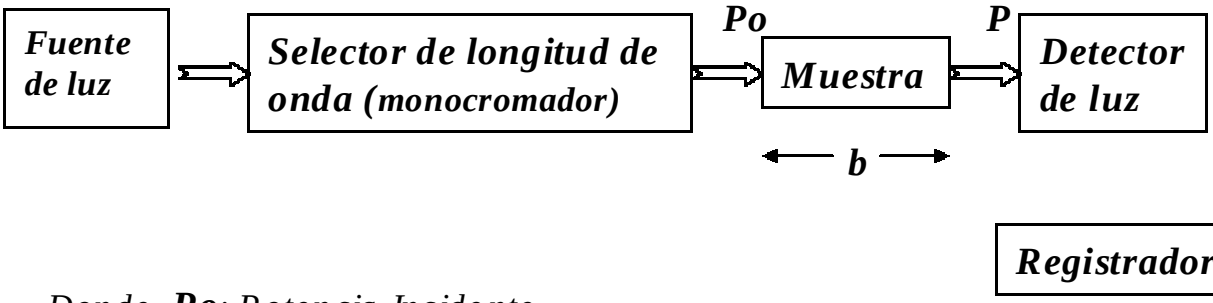
3.9.2. CLASIFICACIÓN DE LOS MÉTODOS ESPECTROSCÓPICOS:

Existen muchos tipos de Espectroscopía, las más utiliz das en Química Orgánica son:

1. Espectroscopía de Resonancia Magnética Nuclear (**RMN**).
2. Espectroscopía de Infrarrojo (**IR**).
3. Espectroscopía de Ultravioleta (**UV**).
4. Espectrometría de Masa (**EM**). [34,35]

3.10. Espectrofotómetro: es un equipo que mide la absorción de luz.

A continuación se presenta un esquema que ilustra el principio de la medición espectrofotométrica:



Donde, ***Po****: Potencia Incidente*
P*: Potencia Emergente.*

---

[34] **Hawley, Gessner G.**
Op. Cit.,, Pp. 1005.

[35] **K. Peter C. Vollhardt and Neil E. Schore.**
Química Orgánica.
Ediciones Omega S.A. (1996), Pp. 335-336.

3.10.1. ESPECTROFOTOMETRÍA UV-VISIBLE:

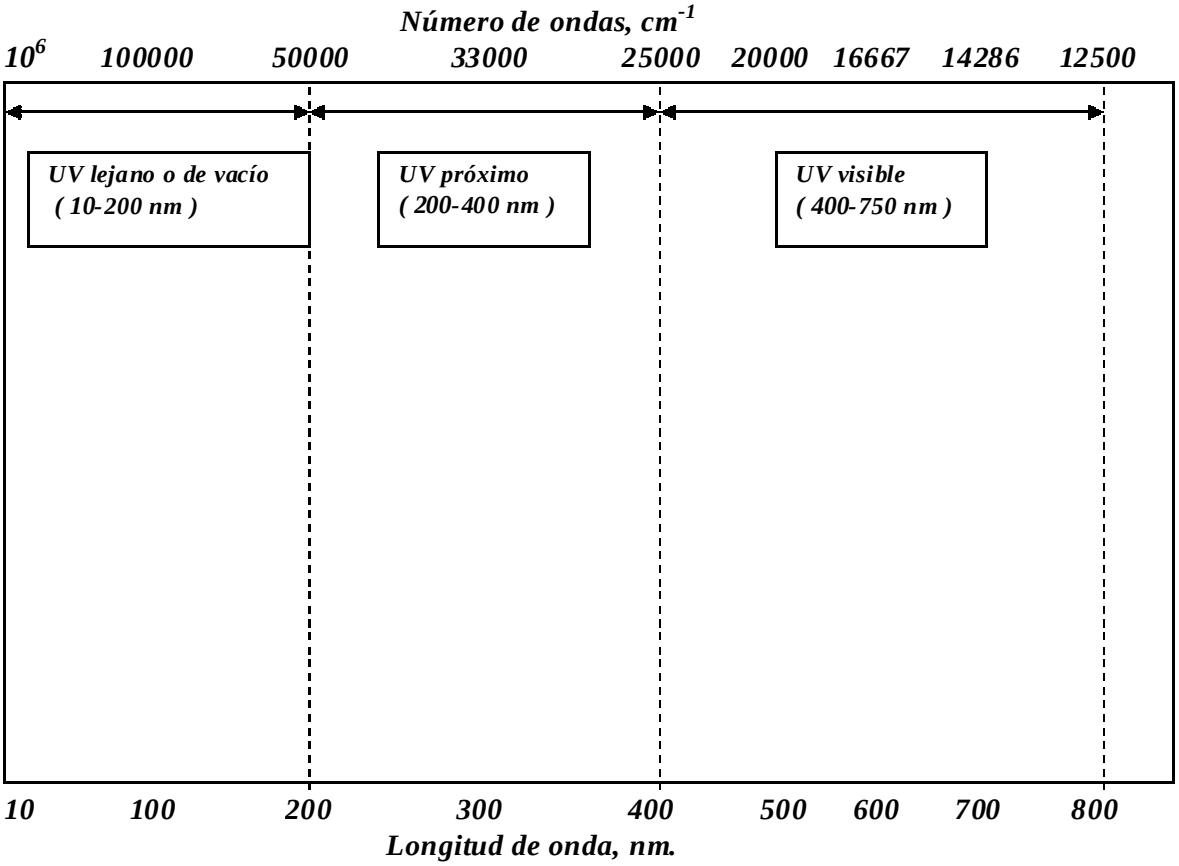
La región UV comprende la zona entre 10 y 400 nm, y se puede dividir en dos zonas:

- UV lejano o de vacío (10-200 nm).
- UV próximo (200-400 nm).

La región del visible abarca de 400 a 750 nm.

Ambas zonas tienen en común que provocan la excitación de electrones externos de los átomos o moléculas.

Figura de las regiones del espectro en la zona UV/Vis:[36]



[36] Harris, Daniel C.
Análisis Químico Cuantitativo.
Iberoamericana S.A. (1992), PP. 497-501.

IV. HIPÓTESIS.

La eficiencia de las técnicas de Colorimetría, Cromatografía de capa delgada y Espectrofotometría de UV/Vis, permiten identificar, comprobar y verificar la presencia de Cocaína incautada.

VD= Efecto = identificar, comprobar y verificar la cocaína
VI= Causa = eficiencia de las técnicas

V. MATERIAL Y MÉTODO.

5.1. TIPO DE ESTUDIO: Explicativo y de tipo Transversal, Cuasiexperimental.

5.2. ÁREA DE ESTUDIO: Laboratorio Central de Criminalística.

5.2.1. Ubicación geográfica: Km. 10 ½ Carretera a Masaya.

5.2.2. Tipo de muestra: **(a)** No Probabilística (para el caso de ensayos de coloración y cromatografía de capa delgada). Por conveniencia se analizará 20 bolsas de evidencia, c/u contiene un tubo de ensayo con cocaína cuyo peso es 0.05 gramos, incaut dos en diferentes regiones del país. **(b)** Probabilística (para el proceso de pesada y el análisis por Espectrofotometría UV/Vis). Muestreo probabilístico sistemático.

5.3. MÉTODOS EMPÍRICOS: - Observación.

- Revisión de documentos.
- Método Colorimétrico.
- Método Cromatográfico.
- Método Espectrofotométrico.

5.4. INSTRUMENTOS.

5.4.1. FICHA DE REGISTRO DE OBSERVACIÓN.

- ♦ Hoja de registro de pesadas.
- ♦ Hoja de registro de resultados cromáticos.
- ♦ Hoja de registro de Rf en CCD.
- ♦ Hoja de registro de resultados espectroscópicos.

(ver anexos)

5.4.2. PROCEDIMIENTO COLORIMÉTRICO.

Se llevará a cabo el ensayo **colorimétrico** con el Reactivo de Scott modificado.

5.4.2.1. PASOS A SEGUIR:

Se coloca en un tubo de ensayo la muestra (de Cocaína), exactamente 0.05 gramos con una espátula, se agregan 12 gotas de la **disolución 1** y se agita. Si es Cocaína inmediatamente adquirirá un color azul. Luego agréguese 5 gotas de **disolución 2** y agítese. El color azul desaparecerá adquiriéndose un color rosado. Si no agréguese una gota más de la misma disolución.

Luego agregue 12 gotas de **disolución 3** y agítese. La capa de cloroformo adquirirá un color intenso específico para la Cocaína.

5.4.2.2. Interferencias: Fenciclidina, Dibucaína, Butocaína y Metaprileno, producen el mismo azul en el paso 1; no obstante el paso 3 es determinante para la Cocaína.

Disolución 1. Se prepara una mezcla de una disolución de Tiocianato de Cobalto [$Co(SCN)_2$] al 2% en agua destilada y se diluye en proporción 1:1 volumen con Glicerina al 87% calidad farmacéutica.

Disolución 2. Ácido Clorhídrico Concentrado (37% de pureza y densidad de 1.19 Kg/L de solución).

Disolución 3. Cloroformo ($CHCl_3$). Cuya masa molecular es 119.38 g/mol. [37]

5.4.3. PROCEDIMIENTO EN CROMATOGRAFÍA DE CAPA DELGADA.

Actualmente el análisis de cocaína se realizan mediante la técnica de CG acoplado a masa. Sin embargo el LCC y lo restantes laboratorios de las regiones del país están utilizando la CCD por ser una técnica simple y de bajo costo de acuerdo a las co iones de la institución policial.

Disolvente de desarrollo A: Metanol (100) partes
Hidróxido de Amonio (1) parte.

Es importante tener en cuenta que existen otros sistem de desarrollo para el ensayo de cocaína. Sin embargo se o tiene una mejor separación de los componentes utilizando el sistema antes mencionado.

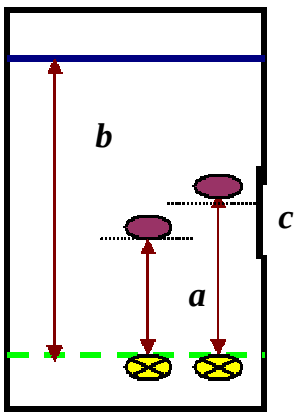
[37] **Manual para uso de los laboratorios de estupefacientes. Op. Cit.,, Pp. 73-78.**

Otros sistemas de desarrollo:

Sistema B:	Cloroformo	0% en volumen
	Metanol	10% en v umen
Sistema C:	Acetona	100% en volumen[38]

Procedimiento: Se toma la muestra y se preparan 25 mg de sustancia en estudio en 25 ml de Metanol (CH_3OH). Se cubre la cámara de saturación con 10 a 15 ml del disolvente de sarrollo. Se aplica la sustancia en estudio con capilares sobre la laca de sílica gel y se cierra herméticamente la cámara esperando a que e disolvente arrastre la muestra. El resultado del recorrido frontal con el sistema A es 71%, con B = 47% y C = 54%.

$$Rf = \frac{\text{Distancia recorrida por la muestra (a)}}{\text{Distancia recorrida por la fase móvil (b)}} \times 100$$



Donde,
c: *distancia recorrida por el patrón.*

[38] **Manual para uso de los laboratorios de estupefacientes. Op. Cit., Pp. 19, 79-81.**

REVELADOR:

Atomización con **Dragendorff** (mezclar dos gramos de Subnitrato de Bismuto - $Bi(NO_3)_3$ – con 25 ml de Ácido Acético Glacial y 100 ml de Agua). Luego disolver 40 gramos de Yoduro de Potasio (KI) en 100 ml de Agua. Mezclar 10 ml de cada disoluci con 20 ml de ácido Acético Glacial y con 100 ml de Agua .

5.4.3.1. CUBA PARA CCD:

La cubeta para CCD y su tapa deben ser de vidrio transparente; la cuba debe estar prevista con papel absorbente para yudar a la saturación de la atmósfera interna con los vapores del solvente.

La tapa debe ajustarse muy bien para reducir al mínimo la pérdida del disolvente por evaporación.

Una cuba de vidrio de borde esmerilado y profundidad del disolvente de 0.3 a 0.5 cm.

5.4.3.2. Dimensiones de la cubeta:

- Cubeta pequeña: altura 12 cm
  ancho 9.5 cm
  longitud 14 cm.
- Cubeta grande: altura 27 cm
  ancho 9.5 cm
  longitud 30 cm.

La cubeta pequeña se utilizará en éste trabajo.[39]

5.4.4. PROCEDIMIENTO EN ESPECTROFOTOMETRÍA UV/VIS.

Se utilizará la técnica de Espectrofotometría UV/Vis p rque es una técnica moderna y los análisis se obtienen con mayor rapidez y exactitud.

Esta técnica confirma la presencia de cocaína realizad por técnicas como las de Colorimetría y CCD.

[39] **Manual para uso de los laboratorios de estupefacientes. Op. Cit.,, Pp. 20-22.**

Pasos: Se toman 20 mg de la muestra con una espátula, y se disuelve en HCl al 0.1 M y se afora en un balón de 50 ml. Se agita y se deja reposar por 2 minutos. Luego, se toman de esta disolución 0.90 ml, y se afora con HCl al 0.1 M en un balón de 25 ml. Se deja reposar y se procede a la lectura en el instrumento previamente calibrado.[40] (**Ver cálculos en Anexos**).

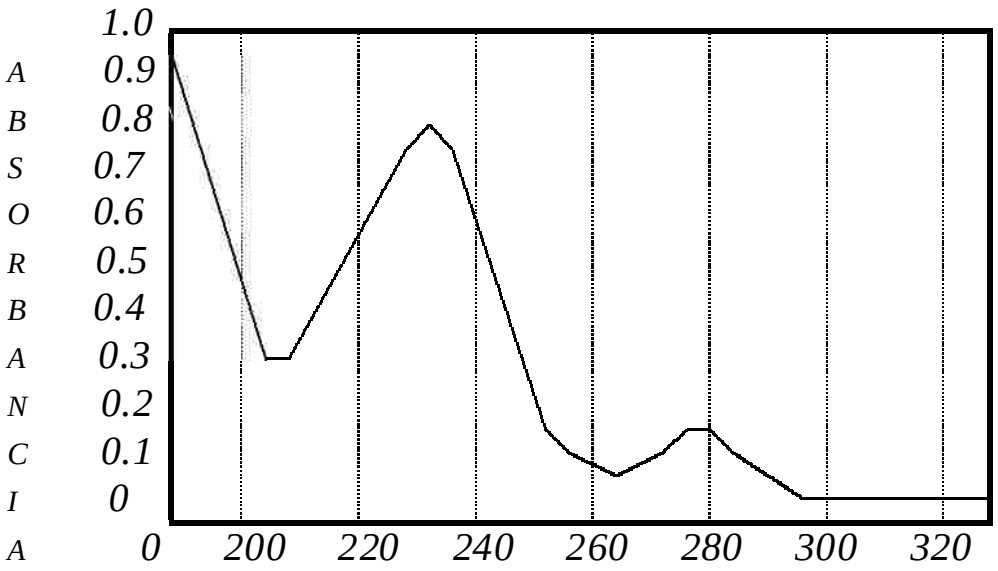
El espectro de absorción en la región UV del Clorhidra de cocaína a una concentración de 1 mg % en HCl al 0.1 M. Presenta dos máximos: a 233 nm (E1% 1cm = 470) y a 275 nm (E1 % 1cm = 38) .[41]

---

[40] **Reacciones fatales por cocaína**
Op. Cit., Pp. 103-109, 118.

[41] **Clarke's.**
Op. Cit.,, Pp. 289.

ESPECTRO ULTRAVIOLETA DE LA COCAÍNA:



5.5. MATERIALES.

- Tubos de ensayo de vidrio de 12 cm^3 (15).
- Beakers de 100 ml (3).
- Espátula (1).
- Cámara cromatográfica con tapa de 14x9.5x12 cm(1).
- Atomizadores (2 con pera c/u).
- Probeta de 10 ml (1).
- Placas cromatográficas con revestimiento de sílica gel con respaldo de vidrio de 20 x 20 cm y diámetro de 0.25 mm.
- Espectrofotómetro UV/Vis marca Perkin Elmer.
- Cuaderno de datos crudos (1).
- Mascarilla (12).
- Bisturí (1).
- Guantes (una caja).
- Micro capilares de 5 microlitros marca Drumman Scienti ic.
- Vidrio reloj (3).
- Gradillas para tubos de ensayo (2).
- Balones de 25, 50 y 100 ml con su tapón (2 c/u).
- Lámpara Ultravioleta marca LEEBERG tipo UA-1501, serie 404069, 220 V.(1).
- Balanza analítica GIBERTIN, serie N° 86620, capacidad 240 g.
- Campana extractora de gases.
- Mufla eléctrica THERMOLYNE. Serie N° 62700, Furnace.
- Pizeta (1).
- Pipetas PASTEUR (15).

5.6. REACTIVOS.

- Tiocianato de Cobalto.
- Glicerina al 87% calidad farmacéutica.
- Ácido Clorhídrico concentrado.
- Cloroformo.
- Subnitrato de Bismuto.
- Ácido Acético Glacial.
- Metanol.
- Hidróxido de Amonio al 29 %.
- Ácido Clorhídrico al 0.1 M.
- Muestras de cocaína.(2.5 gramos).
- Detergente marca Alconox.
- Acetona.(100 ml).
- Agua destilada.

5.7. ANÁLISIS ESTADÍSTICO.

- Media muestral.
- Frecuencia.
- Porcentajes.
- Tablas y Gráficos para analizar los resultados y arrib a conclusiones.

VI. ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS.

De las muestras incautadas de cocaína se realizaron 20 ensayos por triplicado en el laboratorio para realizar los aná isis por el método de Scott modificado.

Se tomó muestras con una masa promedio que oscila entre 0.0074 a 0.0156 gramos, considerándose ese rango óptim para este tipo de análisis.

A continuación se presenta la tabla N° 1:

Tabla 1-Hoja de registro de pesada.

N° de Muestra	Pesada en gramos			Promedio
	1	2	3	
1	0.0150	0.0151	0.0150	**0.0150**
2	0.0151	0.0150	0.0153	**0.0152**
3	0.0152	0.0151	0.0151	**0.0151**
4	0.0150	0.0150	0.0155	**0.0152**
5	0.0157	0.0159	0.0150	**0.0155**
6	0.0150	0.0151	0.0158	**0.0153**
7	0.0153	0.0157	0.0157	**0.0156**
8	0.0155	0.0155	0.0152	**0.0154**
9	0.0152	0.0150	0.0154	**0.0152**
10	0.0152	0.0154	0.0151	**0.0152**

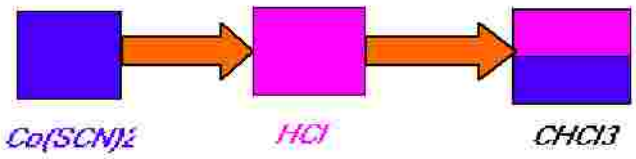
11	0.0158	0.0152	0.0156	**0.0155**
12	0.0158	0.0151	0.0151	**0.0153**
13	0.0155	0.0155	0.0154	**0.0155**
14	0.0152	0.0150	0.0151	**0.0151**
15	0.0151	0.0157	0.0152	**0.0153**
16	0.0156	0.0151	0.0150	**0.0152**
17	0.0150	0.0151	0.0154	**0.0152**
18	0.0150	0.0152	0.0153	**0.0152**
19	0.0151	0.0154	0.0155	**0.0153**
20	0.0158	0.0157	0.0150	**0.0155**
Total				**0.3058**

La tabla N° 2 muestra los resultados positivos del ensayo de coloración en cada etapa al adicionarle los diferentes reactivos del método de Scott modificado a la muestra, a partir de l s masas que se muestran en la tabla anterior.

Tabla 2-Hoja de registro de resultados cromáticos.

N° de Muestra	Resultados cromáticos		
	$Co(SCN)_2$ azul	HCl rosado	$CHCl_3$ azul
1	+	+	+
2	+	+	+
3	+	+	+
4	+	+	+
5	+	+	+
6	+	+	+
7	+	+	+
8	+	+	+
9	+	+	+
10	+	+	+
11	+	+	+
12	+	+	+
13	+	+	+
14	+	+	+
15	+	+	+
16	+	+	+
17	+	+	+
18	+	+	+
19	+	+	+
20	+	+	+

(I) **(II)** **(III)**



En la tabla N° 3 se muestra los respectivos Rf del ana en diferentes fase móvil. Estos resultados fueron obtenidos realizando 20 ensayos por triplicado en cada uno de los sistemas óptmos, obteniéndose una aproximación con respecto a los datos de Rf reportados en Bibliografía.

Tabla 3-Hoja de registro de Rf en CCD.

N° de Muestra	Sistema de desarrollo		
	(Rf) A	(Rf) B	(Rf) C
1	0.71	0.45	0.51
2	0.71	0.45	0.52
3	0.70	0.46	0.50
4	0.71	0.44	0.50
5	0.70	0.44	0.54
6	0.68	0.43	0.53
7	0.68	0.45	0.54
8	0.67	0.47	0.54
9	0.68	0.46	0.52

10	0.71	0.47	0.54
11	0.69	0.47	0.54
12	0.68	0.44	0.51
13	0.71	0.45	0.52
14	0.71	0.45	0.54
15	0.70	0.45	0.54
16	0.71	0.47	0.53
17	0.70	0.44	0.53
18	0.72	0.44	0.51
19	0.71	0.45	0.50
20	0.71	0.46	0.54
Promedio	**0.70**	**0.45**	**0.52**

Nota: Sistema A: Metanol 100 volúmenes
Hidróxido de Amonio 1.0 volúmenes

Sistema B: Cloroformo 90 volúmenes
Metanol 10 volúmenes

Sistema C: Acetona 100 volúmenes

Estos resultados eficientes se deben a varios factores como:

La fase estacionaria estaba lo suficientemente seca permitiendo una excelente migración del analito.

La fase móvil se preparó con un alto grado de pureza. Se garantizó la completa saturación de la cámara cromatográfica evitando así la evaporación de los constituyentes más volátiles.

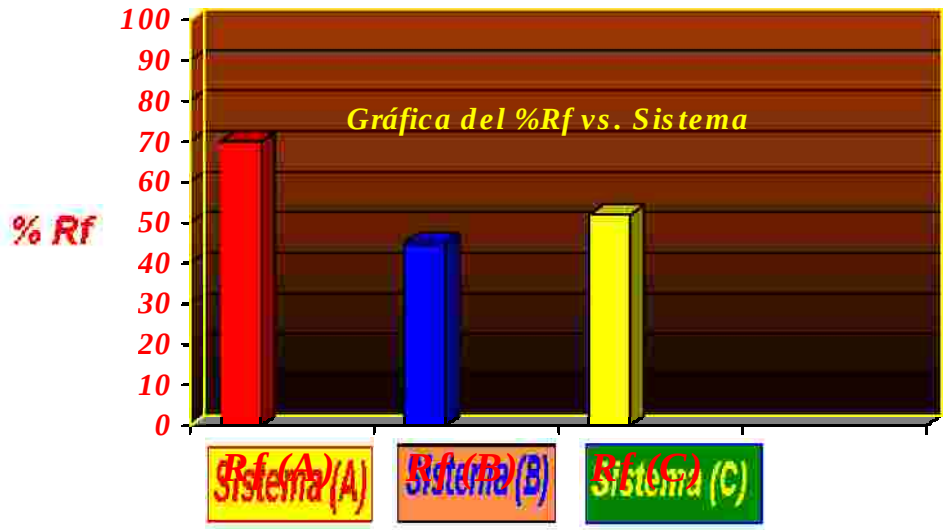


Tabla 4-Resultados Espectroscópicos.

La tabla N° 4 nos muestra la Longitud de Onda de los Máximos de Absorción característicos de las 20 muestras de coc medidas en el Espectrofotómetro UV/Vis marca Perkin Elmer a una concentración de 15 ppm. en HCl 0.1 M, permitiendo su confirmación inmediata a través de esta técnica actualizada.

Tipo de espectro y disolvente	N° de Muestra	? (nm)	
		Máximo 1	Máximo 2
UV en HCl 0.1 M	1	232.8	275
	2	232.8	275
	3	232.8	275
	4	232.8	275
	5	232.8	275
	6	232.8	275
	7	232.8	275
	8	232.8	275
	9	232.8	275
	10	232.8	275
	11	232.8	275
	12	232.8	275
	13	232.8	275
	14	232.8	275
	15	232.8	275

	16	232.8	275
	17	232.8	275
	18	232.8	275
	19	232.8	275
	20	232.8	275

VII. CONCLUSIÓN.

- Los métodos ensayados en el presente trabajo re ultaron ser eficientes bajo las condiciones de trabajo en el Labor orio Central de Criminalística en la determinación de Cocaína. Por lo tanto la Hipótesis planteada se aprueba.

- Se estableció las cantidades mínimas de drogas y reactivos utilizados en todos los ensayos colorimétricos para la identificación de esta droga.

- Se estableció la relación específica de volumen de fas móvil en cromatografía de capa delgada y se verificó la presencia de Cocaína.

- Se seleccionó el solvente adecuado en espectrofotometría UV/Vis para obtener un espectro definido o característico de la cocaína.

VIII. RECOMENDACIONES.

- Cumplir con los Procedimientos Normalizados de Trabajo establecidos en el Laboratorio Central de Criminalística al realizar los ensayos colorimétricos, cromatografía de capa delgada espectrofotometría UV/Vis.

- Realizar al menos dos o más ensayos colorimétricos par una identificación más precisa.

- Identificar las muestras mediante técnicas modernas como Cromatografía de Gases, Cromatografía Líquida de Alta esolución, Espectrofotometría Infrarrojo y Espectrometría de Masas, que confirmen la presencia de cocaína incautada, que respalden a la técnica UV/Vis utilizada en el LCC.

- Continuar profundizando en el estudio con un mayor número de muestras para garantizar su confiabilidad.

IX. BIBLIOGRAFÍA.

- Clarke´s. (1986).Isolation and Identification of Drugs. Segunda Edición. London.The Farmaceutical Press.

- Cabezas, José María. (1993). Tesis para optar al grado de Doctor en Química Orgánica. Suecia.

- Daniel C. Harris. (1992). Análisis Químico Cuantitativo, 1ra Edición. Impreso en México. Grupo Editorial IberoAmericana, S.A. de C.V.

- D.A Skoog and D.M West. (1998). Análisis Instrumental, Segunda Edición. McGraw Hill.

- Delgado, Gustavo. (1990). Espectroscopia Molecular. Tesis para optar al grado de Doctor en Química Analítica. Francia.Capítulo 2.

- Ernesto Favela Álvarez. (Manual). Técnicas y procedimientos para la identificación de estupefacientes. México, D.F.Laboratorio Nacional de Salud Pública. España.

- Escribano Escribano ,Manuel. (Manual). Drogas de Abuso. La Cocaína. Medicina Legal. Ciencia Policial. España.

- Gessner G. Hawley. (1993). Diccionario de Química y de Productos Químicos. Ediciones Omega.

- Goodman y Gilman´s. (1996). The Farmacological Basic of Therapeutics. Ninth Edition, U. S.A. McGraw Hill.

- J. Ladrón de Guevara, V. Moya Pueyo. (1995). Toxicología Médica. Clínica y Laboral, 1ra Edición. McGraw Hill. Madrid España.

- K. Peter C.Vollhardt and Neil E. Schore. (1996). Química Orgánica. Segunda Edición. Omega S.A. Barcelona, España.

- Martindale. (1999). The Complete Drug Reference. Thirty-Second Edition. Editada por Kathleen Parfitt. U.S.A. Pharmaceutical Press.

- Naciones Unidas, (2001). (Manual). Uso del personal de los Laboratorios de Estupefacientes. Método recomendado para el ensayo de Cocaína.

- Naciones Unidas, (1995). (Manual). Uso del personal de los Laboratorios Nacionales de Estupefacientes y de los Organismos de Represión. Método recomendado para el ensayo de droga de uso indebido.

- Naciones Unidas. (1986). (Manual). Uso de los Laboratorios de Estupefacientes. Método recomendado para el ensayo de Cocaína.

- Repetto ,Manuel. (1995). Toxicología Avanzada. Ediciones Díaz de Santos, S.A. España.

- Reacciones Fatales por Cocaína. (1998). (Revista). España.

- Skoog, West and Holler. (1996). Química Analítica, sexta edición. McGraw Hill.

- Velázquez. (1996). Farmacología, 16va Edición. Interamericana. Madrid, España.