

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 2 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

1 Objetivo:

El objetivo de este PON es establecer el método para la identificación química de sustancias explosivas o componentes de mezclas explosivas tanto en materiales de decomiso como en indicios postexplosión.

2 Alcance:

Este procedimiento permite realizar la identificación química de sustancias explosivas o componentes de mezclas explosivas a partir de materiales decomisados e indicios postexplosión. Las sustancias dentro del alcance incluyen los componentes de explosivos bajos como la pólvora negra, sustitutos de pólvora negra, composiciones pirotécnicas, pólvoras libres de humos, bombas de reacción química, hidrogeles y emulsiones de nitrato de amonio, así como explosivos altos de la familia de los nitroaromáticos (tetril, trinitrotoluenos, dinitrotoluenos, productos de reducción), nitroésteres (nitroglicerina, nitrocelulosa, PETN) y nitraminas (RDX, HMX), entre otros. Los peróxidos orgánicos quedan fuera de este alcance.

La metodología para la caracterización de artificios pirotécnicos se describe en un procedimiento independiente.

La metodología se encuentra validada según los siguientes informes de validación:

002-FIS-VAL-(8)-2018 (pruebas de color)
003-FIS-VAL-(2)-2018 (GC-MS y GC-NPD)
004-FIS-VAL-(2)-2018 (SEM-EDX, ATR-FT-IR)
005-FIS-VAL-(3)-2018 (TLC)
006-FIS-VAL-(1)-2018 (HPLC)
007-FIS-VAL-(1)-2018 (evaluación de la competencia y desempeño general)
009-FIS-VAL-INC-2012, Revalidación 019-FIS-VAL-INC-2017, Procedimiento para la identificación de los componentes de la pólvora libre de humos por cromatografía de capa fina
026-FIS-VAL-(1)-2017, Procedimiento para la determinación de pólvora libre de humos por micro espectroscopía infrarroja (FT-IR)
016-FIS-VAL-INC-2014, Procedimiento para la identificación de pólvora libre de humos por GC/MS

Considerando que el análisis de explosivos corresponde a una pericia poco frecuente y que en muchos casos dicho peritaje cae en el estatus de identificación de incógnitas generales, este procedimiento no pretende agotar todas las opciones analíticas de las que dispone el personal competente, pudiendo recurrir a otras siempre y cuando cumplan con los criterios de calidad en cuanto a revisión por un par competente desde el diseño experimental, documentación completa de las estrategias analíticas, utilización de controles mínimos, verificación de equipos críticos y de reactivos críticos, entre otros aspectos, así como el cumplimiento de las buenas prácticas del *Forensic International Network for Explosives Investigation (FINEX, ENFSI)* y los criterios de identificación del *Fire Debris and Explosives Subcommittee* (antiguo TWGFEX).

Este procedimiento también indica los lineamientos generales para el reporte de opiniones e interpretaciones técnicas derivadas de los hallazgos y resultados de las inspecciones y análisis químicos realizados, incluyendo el reconocimiento de partes del artefacto y la reconstrucción del mismo a partir de los escombros o materiales recibidos, cuando sea posible en los casos de explosivos detonados.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 3 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

3 Referencias:

- 3.1** TWGFEX Laboratory Explosion Group (sin fecha). Standards & Protocols Committee. Recommended Guidelines for Forensic Identification of Intact Explosives. Recuperado de <http://ncfs.ucf.edu/txgfex/documents.html> (Accesado el 03 de mayo, 2012)
- 3.2** TWGFEX Laboratory Explosion Group (2009). Standards & Protocols Committee. Recommended Guidelines for Forensic Identification of Post-Blast Explosives Residues Recuperado de <http://ncfs.ucf.edu/txgfex/documents.html> (Accesado el 27 de diciembre, 2012)
- 3.3** European Network of Forensic Science Institutes (ENFSI). (2015) Best Practice Manual For the Forensic Recovery, Identification and Analysis of Explosives Traces ENFSI BPM-EXP-01. Version 01.
- 3.4** Almog, J., & Zitrin, S. (2009). Colorimetric Detection of Explosives. Aspects of Explosives Detection, 41-58. doi:10.1016/b978-0-12-374533-0.00004-0
- 3.5** G Parker, R & O Stephenson, M & M McOwen, J & A Cherolis, J. (1975). Analysis of Explosives and Explosive Residues. Part 1: Chemical Tests. Journal of forensic sciences. 20. 133-40. 10.1520/JFS10249J.
- 3.6** Royds, David & Lewis, Simon & M Taylor, Amelia. (2005). A case study in forensic chemistry: The Bali bombings. Talanta. 67. 262-8. 10.1016/j.talanta.2005.03.026.
- 3.7** S Bradley, Kimberly. (2005). Determination of Elemental Sulfur in Explosives and Explosive Residues by Gas Chromatography-Mass Spectrometry. Journal of forensic sciences. 50. 96-103. 10.1520/JFS2004209.
- 3.8** Sommer, H. Ind. Eng. Chem. Anal. Ed., 1940, 12 (6), pp 368-369, DOI: 10.1021/ac50146a027
- 3.9** Tamiri, T & Zitrin, S. (2013). Explosives: Analysis. 10.1016/B978-0-12-382165-2.00083-0. In book: Encyclopedia of Forensic Sciences, pp.64-84
- 3.10** Beveridge, A., Ed. (1998) Forensic Investigation of Explosions; International Forensic Science and Investigations Series; Taylor & Francis Forensic Science Series: E.E.U.U.
- 3.11** Choodum, Aree & Kanatharana, Proespichaya & Wongniramaikul, Worawit & Daéid, Niamh. (2012). Rapid quantitative colourimetric tests for trinitrotoluene (TNT) in soil. Forensic science international. 222. 340-5. 10.1016/j.forsciint.2012.07.014.
- 3.12** Parker, R., McOwen, J., and Cherolis, J., "Analysis of Explosives and Explosive Residues. Part 2: Thin-Layer Chromatography," Journal of Forensic Sciences, Vol. 20, No. 2, 1975, pp. 254-256, <https://doi.org/10.1520/JFS10271J>. ISSN 0022-1198
- 3.13** Marshall, M. Oxley, J. Aspects of Explosives Detection, Primera Edición; Elsevier B.V: Amsterdam, 2009.
- 3.14** Lutonská, T & Kobliha, Zbynek & Skaličan, Z. (2015). The qualitative analysis of the selected explosives using thin-layer chromatography. 10. 111-117. En: [http://aimt.unob.cz/articles/15_01/15_01%20\(9\).pdf](http://aimt.unob.cz/articles/15_01/15_01%20(9).pdf)
- 3.15** J. Bladec. Thin - Layer (Planar) Chromatography. Military University of Technology. Academic Press, Warsaw, Poland, 2000.
- 3.16** Jenkins, T.; Schumacher, P.; Mason, J.; Thome, P. On-Site Analysis for High Concentrations of Explosives in Soil; CRREL: E.E.U.U., 1996, pp 2-4. https://frtr.gov/pdf/sitemonitoring/16_on-site_analysis_explosives.pdf

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 4 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

- 3.17** C. Martín-Alberca, C.García-Ruiz (2014). Analytical techniques for the analysis of consumer fireworks, *Trends Anal.Chem.*54, 27–36.
- 3.18** C. Martín-Alberca, F. Zapata, H. Carrascosa, F.E. Ortega-Ojeda, C. García-Ruiz (2016), Study of consumer fireworks post-blast residues by ATR-FTIR, *Talanta* 149, 257-265.
- 3.19** Zapata, F.; García-Ruiz, C. (2017) The discrimination of 72 nitrate, chlorate and perchlorate salts using IR and Raman spectroscopy, *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, doi: 10.1016/j.saa.2017.08.058
- 3.20** Bors, Dana & Cummins, Josh & Goodpaster, John. (2013). The Anatomy of a Pipe Bomb Explosion: Measuring the Mass and Velocity Distributions of Container Fragments. *Journal of forensic sciences.* 59. 10.1111/1556-4029.12294.
- 3.21** Kunz, Sebastian & Zinka, B & Peschel, O & Fieseler, S. (2011). Accidental head explosion: An unusual blast wave injury as a result of self-made fireworks. *Forensic science international.* 210. e4-6. 10.1016/j.forsciint.2011.04.013.
- 3.22** Romolo, Francesco Saverio & Aromatario, Mariarosaria & Bottoni, Edoardo & Cappelletti, Simone & Fiore, Paola Antonella & Ciallella, Costantino. (2013). Accidental death involving professional fireworks. *Forensic science international.* 234. 10.1016/j.forsciint.2013.09.024.
- 3.23** Trimpe, M.A. (2003) Analysis of Fireworks for Particles of the Type Found in Gunshot Residue(GSR). En: https://quodata.de/fileadmin/forensik_2003/presentations/michael_trimpe_-_fireworks_presentation_2003.pdf
- 3.24** Trimpe, M.A. (2003). Analysis of Fireworks for Particles of the Type Found in Primer Residue (GSR). *IAMA Newsletter* 4 (1), 1-8.
- 3.25** L Kosanke, Ken & C Dujay, Richard & Kosanke, Bonnie. (2003). Characterization of Pyrotechnic Reaction Residue Particles by SEM/EDS. *Journal of forensic sciences.* 48. 531-7. 10.1520/JFS2002148.
- 3.26** Vermeij, Erwin & Duvalois, Willem & Webb, Rutger & Koeberg, M. (2009). Morphology and composition of pyrotechnic residues formed at different levels of confinement. *Forensic science international.* 186. 68-74. 10.1016/j.forsciint.2009.01.019.
- 3.27** Conkling, J. A. Mocella, C (2010). Chemistry of Pyrotechnics: Basic Principles and Theory, 2nd Edition, CRC Press Taylor & Francis Group, Boca Raton http://www.freepyroinfo.com/Pyrotechnic/Chemistry_of_Pyrotechnics_Basic_Principles_and_Theory.pdf
- 3.28** Kosanke, B.J., Sturman, B.T., Kosanke, K.L. (2012) Encyclopedic Dictionary of Pyrotechnics (and Related Subjects) (Pyrotechnic Reference Series, 5), Journal of Pyrotechnics, Inc., 2012
- 3.29** P. Sharma, S & C. Lahiri, S. (2005). Characterization and Identification of Explosives and Explosive Residues Using GC-MS, an FTIR Microscope, and HPTLC. *Journal of Energetic Materials - J ENERG MATER.* 23. 239-264. 10.1080/07370650591006795.
- 3.30** Martín Alberca, C (2015). Tesis doctoral: Analytical solutions for the forensic analysis of improvised incendiary devices and consumer fireworks. Área de Química Analítica del Departamento de Química Analítica, Química Física e Ingeniería Química de esta Universidad. En <https://ebuah.uah.es/dspace/handle/10017/24602>
- 3.31** Castro, Kepa & Fdez-Ortiz de Vallejuelo, Silvia & Astondoa, Izaskun & Goñi, Félix & Madariaga, Juan. (2011). Analysis of confiscated fireworks using Raman spectroscopy

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 5 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

- assisted with SEM-EDS and FTIR. *Journal of Raman Spectroscopy*. 42. 2000 - 2005. 10.1002/jrs.2946.
- 3.32** Hutches, K.; Lord, J. (2012) A new kind of Molotov? Gasoline-pool chlorinator mixtures. *J Forensic Sci* 57, 1054-1067.
- 3.33** Lau, K. L. M., et al., Pre-blast and post-blast examination of emulsion explosives. In: Midkiff, C. R., editor. *Proceedings of the 5th International Symposium on the Analysis and Detection of Explosives*; 1995 Dec 4-8; Washington, D.C. Washington, D.C.: Bureau of Alcohol, Tobacco, Firearms and Explosives; 1997.
- 3.34** Arce Rubí, S. (2016). "Identificación de explosivos orgánicos en indicios post-exposición mediante GC-MS y GC-NPD en el Departamento de Ciencias Forenses del Organismo de Investigación Judicial", Tesis de Licenciatura en Química. Escuela de Química, Universidad Nacional de Costa Rica.
- 3.35** Keto, R. O., "Improved Method for the Analysis of the Military Explosive Composition C-4, *J Forensic Sci* 1986, 31, 241-249
- 3.36** Sigman, Michael & Ma, CY. (2001). Detection Limits for GC/MS Analysis of Organic Explosives. *Journal of forensic sciences*. 46. 6-11. 10.1520/JFS14904J.
- 3.37** US Environmental Protection Agency. Method 529: Determination of explosives and related compounds in drinking water y solid phase extraction and capillary column gas chromatography/mass spectrometry (GC/MS). <http://www.epa.gov/solidwaste/hazard/testmethods/sw846/pdfs/8095.pdf>. (Accesado el 26 de julio, 2015).
- 3.38** Borusiewicz, R. Chemical analysis of postexplosion samples obtained as a result of model field experiments. *Talanta* 2013, 116, p 630.
- 3.39** Varga, R.; Ulbrich, P. Some experience with trace analysis of post-explosion residues. *AARMS TECHNOLOGY* 2004, 3, p 634.
- 3.40** Oxley, J. C., Marshall, M. and Lancaster, S. L. (2012). Principles and Issues in Forensic Analysis of Explosives. In *Forensic Chemistry Handbook*, L. Kobilinsky (Ed.). doi:10.1002/9781118062241.ch2
- 3.41** D. Hewitt, Alan & F. Jenkins, Thomas & A. Ranney, Thomas. (2001). On-Site Gas Chromatographic Determination of Explosives in Soils. *Field Analytical Chemistry & Technology*. 5. 228 - 238. 10.1002/fact.10002.
- 3.42** Huri, Afiq & Ahmad, U.K. & Ibrahim, Roslina & Omar, M. (2017). A review of explosive residue detection from forensic chemistry perspective. *Malaysian Journal of Analytical Sciences*. 21. 267-282. 10.17576/mjas-2017-2102-01.
- 3.43** Yinon, J; Zitrin S. *Modern Methods and Applications in Analysis of Explosives*. John Wiley & Sons. England, 1993; 1-30, 66-78.
- 3.44** Gartland, J. Analysis of Nineteen Explosives Using a Hypersil GOLD aQ HPLC Column. Thermo Fisher Application Notes. https://assets.thermofisher.com/TFS-Assets/CMD/Application-Notes/ANCCSHYPGOLDEXP_1011_v8.pdf
- 3.45** METHOD 8330B NITROAROMATICS, NITRAMINES, AND NITRATE ESTERS BY HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY (HPLC). En <https://www.epa.gov/sites/production/files/2015-07/documents/epa-8330b.pdf>
- 3.46** DEPARTMENT OF JUSTICE PROPOSED UNIFORM LANGUAGE FOR TESTIMONY AND REPORTS FOR THE EXPLOSIVES CHEMISTRY DISCIPLINE (2016). En <https://www.justice.gov/archives/dag/file/877706/download>

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 6 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

- 3.47** SUPPORTING DOCUMENTATION FOR DEPARTMENT OF JUSTICE PROPOSED UNIFORM LANGUAGE FOR TESTIMONY AND REPORTS FOR THE EXPLOSIVES CHEMISTRY DISCIPLINE (2016). <https://www.justice.gov/archives/dag/file/877711/download>
- 3.48** DEPARTMENT OF JUSTICE PROPOSED UNIFORM LANGUAGE FOR TESTIMONY AND REPORTS FOR THE FORENSIC EXPLOSIVES AND HAZARDOUS DEVICES DISCIPLINE (2016). En <https://www.justice.gov/archives/dag/file/877716/download>
- 3.49** SUPPORTING DOCUMENTATION FOR DEPARTMENT OF JUSTICE PROPOSED UNIFORM LANGUAGE FOR TESTIMONY AND REPORTS FOR THE FORENSIC EXPLOSIVES AND HAZARDOUS DEVICES DISCIPLINE (2016).
<https://www.justice.gov/archives/dag/file/877721/download>
- 3.50** PROCEDIMIENTO PARA LA CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA DE PÓLVORA LIBRE DE HUMOS MEDIANTE MICROSCOPIA DE LUZ, versión vigente
- 3.51** Procedimiento para la identificación de los componentes de la pólvora libre de humos por cromatografía de capa fina, versión vigente
- 3.52** Procedimiento para la determinación de pólvora libre de humos por micro espectroscopía infrarroja (FT-IR), versión vigente
- 3.53** Procedimiento para la identificación de pólvora libre de humos por GC/MS, versión vigente
- 3.54** PON para USO GENERAL DEL SEM-EDX, versión vigente

4 Equipos y Materiales:

4.1 Equipos:

Se requieren los equipos señalados en los PONes:

- PROCEDIMIENTO PARA LA CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA DE PÓLVORA LIBRE DE HUMOS MEDIANTE MICROSCOPIA DE LUZ
- Procedimiento para la identificación de los componentes de la pólvora libre de humos por cromatografía de capa fina
- Procedimiento para la determinación de pólvora libre de humos por micro espectroscopía infrarroja (FT-IR)
- Procedimiento para la identificación de pólvora libre de humos por GC/MS
- PON para USO GENERAL DEL SEM-EDX

Adicionalmente se requiere:

- pH-metro con electrodo de vidrio
- Cromatógrafo Líquido HP 1050 con detector DAD HP G1306A, acoplado con autoinyector Agilent 1100 y horno TL-105 de Timberline Instruments. Se utilizó una columna de fase reversa de C18, de 250 mm longitud, 4,6 mm de diámetro interno y 5 µm de tamaño de partícula, o equipo equivalente.
- Cromatógrafo de gases, marca Agilent Technologies 6890+Plus; el equipo cuenta con un automuestreador y autoinyector, marca Agilent Technologies, modelo 7693. El cromatógrafo cuenta con doble columna, la primera de ellas es una columna capilar HP-5MS de 30 m de longitud con película enlazada de 0,25 µm y diámetro interno de 0,25 mm, marca Agilent Technologies, acoplado al detector NDP2 A y la segunda es una columna capilar J&W 122-0732 (14% cianopropil-fenil)-metilpolisiloxano (DB-1701) de 30 m de longitud con película enlazada de 0,25 µm x 0,25 mm de diámetro, acoplada al detector NPD1 B; cada detector de nitrógeno y fósforo (NPD) es de la marca Agilent Technologies. El equipo utiliza gas hidrógeno y helio, de ultra alta pureza (UAP), proveniente de un cilindro marca Praxair de *The Balbach Company*, gas nitrógeno proveniente de un

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 7 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

generador marca Dominick Hunter, modelo G2-110W y aire proveniente de un generador marca Dominick Hunter, modelo UHP-35ZA-S. El puerto de inyección posee un *liner splitless* de 4 mm de diámetro interno, con lana de vidrio desactivada y septa *Advance Green*, o configuración equivalente.

- FTIR Nicolet iS5-ATR Thermo Scientific para uso en modo de ATR, o equivalente
- Lámpara UV con longitud de onda de 254 nm
- Balanza granataria
- Centrífuga

4.2 Se requieren los materiales señalados en los PONes:

- PROCEDIMIENTO PARA LA CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA DE PÓLVORA LIBRE DE HUMOS MEDIANTE MICROSCOPIA DE LUZ
- Procedimiento para la identificación de los componentes de la pólvora libre de humos por cromatografía de capa fina
- Procedimiento para la determinación de pólvora libre de humos por micro espectroscopía infrarroja (FT-IR)
- Procedimiento para la identificación de pólvora libre de humos por GC/MS,
- PON para USO GENERAL DEL SEM-EDX

Adicionalmente se requiere lo siguiente:

- Cromatofolios de sílica gel con indicador F254 nm
- Pinzas
- Cristalería usual de laboratorio y material volumétrico variado
- Viales de vidrio con tapa
- Platos para pruebas a la gota
- Equipo de seguridad de laboratorio (gafas de seguridad, gabacha, uniforme, mascarilla, guantes desechables)
- Micropipetas
- Puntas descartables para micropipeta
- Formulario Análisis Químico de Explosivos
- Formulario de espacio adicional

5 Reactivos y Materiales de Referencia:

- Acetato de etilo, grado cromatográfico
- Acetona, grado cromatográfico
- Cloroformo, grado cromatográfico
- Hexano, grado cromatográfico
- Disulfuro de carbonoso, grado cromatográfico
- Metanol. grado cromatográfico
- Etanol al 95%
- Tricloroetileno
- Colección de explosivos bajos comunes incluyendo componentes de pólvora negra, sustitutos de pólvora negra, pólvora flash, pólvoras libres de humos.
- Sales de amonio (acetato, nitrato, carbonato)
- Hidróxido de potasio
- Hidróxido de sodio
- Acido clorhídrico concentrado p.a.
- Acido sulfúrico concentrado p.a.
- Agua del grifo
- Agua desionizada

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 8 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

Amoniaco concentrado p.a.
Azufre precipitado
Antrona
Cloruro de mercurio (II) p.a.
Detergente para lavado de cristalería
Hidróxido de tetrametilamonio (disolución al 25% m/v, Merck) p.a.
Ioduro de potasio p.a.
Piperidina p.a.
Timol p.a.
Piridina p.a
Tolueno
Estándares de explosivos orgánicos comunes (ampollas con disoluciones de ésteres nitrados, nitraminas, dinitrotoluenos y trinitrotoluenos)
Disolución comercial de nitroglicerina
Reactivo de Griess A y B
Nitrato de plata

6 Condiciones Ambientales:

Para la ejecución de este procedimiento no se requieren condiciones ambientales especiales, con excepción de los requerimientos para equipo instrumental específico. Consulte al encargado de cada equipo y registre las condiciones de ser necesario.

COPIA NO CONTROLADA

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 9 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

7 Procedimiento:

Nota 1: Todos los resultados y observaciones relevantes de los análisis que se describen en este apartado deben quedar debidamente documentados en el formulario de análisis o formulario de espacio adicional, registros fotográficos y/o como reportes generados a partir de la instrumentación utilizada.

7.1 Apertura, revisión inicial, evaluación de riesgos y definición de la estrategia analítica.

- 7.1.1** Realice la apertura del embalaje y describa detalladamente el material incluyendo estado físico, tipo de material, tipo de escombros, olor característico.
- 7.1.2** Determine si los indicios corresponden a material de decomiso o a indicios postexplosión.
- 7.1.3** Mida los riesgos asociados con los materiales de decomiso. En caso de granadas de fragmentación, espoletas o cápsulas detonantes, éstas deberían haber sido desactivadas de previo por el personal de la Unidad Especial de Intervención del Ministerio de la Presidencia. Si es requerido, contáctelos y solicite la colaboración necesaria para la atención del caso, de modo que los indicios se puedan analizar con el mínimo riesgo de explosión.
- 7.1.4** Si se trata de materiales de decomiso, clasifíquelos hasta donde sea posible de acuerdo con sus características físicas en artificios pirotécnicos, pólvoras o cargas propulsoras, emulsiones, hidrogeles, posibles explosivos plásticos, o bien, como materiales no clasificables *a priori*.
- 7.1.5** Si lo recibido son líquidos, considere que puede tratarse de artefactos explosivos improvisados, cuyo efecto se genera por reacción química (e.g. bombas de cloro/etanol, aluminio/ácido clorhídrico).
- 7.1.6** Cuando corresponda mida la masa o estime el volumen del material recibido, si se considera relevante para la descripción o detalle del mismo o dentro de la estrategia analítica que se va a establecer. En el caso de la masa utilice equipo calibrado y verificado y documente la incertidumbre de la medición.
- 7.1.7** En el caso de artefactos sin explotar, identifique partes y/o componentes de los artefactos (contenedores, medios de enmascaramiento, cápsulas, fósforos eléctricos, mechas, alambres, baterías, cargas).
- 7.1.8** Si se reciben indicios post-explosión, identifique entre los escombros recibidos las partes que pudieran estar relacionados con el artefacto explosivo, entre estos: fuentes de ignición, elementos de iniciación, cargas explosivas, metrallas, elementos confinantes, enmascarantes, etc. Identifique también elementos asociables con el sitio del suceso, como por ejemplo materiales del foco de la explosión, incluyendo muestras de suelo, prendas de vestir, superficies quemadas, superficies dobladas, etc. Agrupe los escombros por clases, según características comunes que se identifiquen.
- 7.1.9** Realice un detallado examen físico. Registre las observaciones en el formulario Análisis Químico de Explosivos o en el Formulario de Espacio Adicional cuando corresponda. Registre fotográficamente todos aquellos indicios y condiciones susceptibles de modificarse durante la manipulación de los elementos recibidos.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 10 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

Nota 2: Para los registros fotográficos, referencie la fotografía con al menos el número de caso y testigo métrico (cuando corresponda). La inclusión del número único se considera una buena práctica.

7.1.10 Basado en sus observaciones, experiencia y los criterios señalados en 7.2, defina la estrategia analítica que se va a seguir en términos de selección de muestras para análisis, revisiones microscópicas, extracciones con solventes, secuencia analítica, posibles pruebas, etc. (ver Cuadro I).

7.1.11 Cuando se requiera realizar una selección de muestra, efectúe la misma según su criterio pericial y experiencia, tomando en cuenta la cantidad de indicios recibidos, oportunidad de obtener un resultado relevante según características de los indicios en la revisión inicial y las técnicas analíticas a aplicar.

7.1.12 En los casos complejos (e.g. postexplosión), elabore en el Formulario de análisis o Formulario de espacio adicional, un diagrama con la estrategia analítica a seguir (ver ejemplo en Anexo 01) y exponga la misma al líder técnico o a otro perito competente en el análisis de trazas de explosivos. Deje constancia de dicha revisión por par (firma, fecha, observaciones) en el formulario Análisis Químico de Explosivos o en el Formulario de Espacio Adicional cuando corresponda. Cuando en el desarrollo de las pruebas se generen nuevos hallazgos que originen cambios en la estrategia analítica, someta los cambios a revisión del par competente, dejando documentada dicha revisión.

En el Anexo 02 se presentan esquemas analíticos generales para el análisis de explosivos.

Cuadro I. Posibles tipos de indicios que se reciben para el análisis de explosivos y apartado del PON donde se describe la estrategia analítica general.

Tipo de indicio recibido (clasificación general)	Casos específicos	Apartado del PON donde se describen las pruebas a realizar
Materiales de decomiso, materiales explosivos intactos	Sustancias sólidas cristalinas	7.3, 7.4, 7.7, 7.10.1, 7.10.2
	Pólvora negra, pólvora flash, sustitutos de pólvora negra, composiciones pirotécnicas	7.3, 7.4, 7.6, 7.7, 7.10.2, 7.10.4
	Pólvora libre de humos	7.3, 7.4, 7.10.2, 7.10.3, 7.10.4, 7.10.5
	Hidrogeles y emulsiones explosivas	7.3, 7.4, 7.8.1, 7.8.2, 7.10.1, 7.10.2, 7.10.3, 7.10.4
	Explosivos orgánicos de alto poder (nitraminas, nitroésteres, compuestos nitroaromáticos)	7.3, 7.4, 7.8.3, 7.8.4, 7.8.5, 7.10.1, 7.10.2, 7.10.3, 7.10.4, 7.10.5, 7.10.6
Artefactos explosivos por reacción química	Bombas de aluminio-ácido clorhídrico, bombas de cloro-etanol, hidróxido de sodio-aluminio, otros	7.3, 7.4, 7.5, 7.10.1, 7.10.2
Indicios post-explosión	Productos de la reacción pirotécnica y explosivos bajos	7.3, 7.4, 7.9, 7.10.1, 7.10.2, 7.10.3, 7.10.4
	Explosiones con agentes de voladura inorgánicos	7.3, 7.4, 7.9, 7.10.1, 7.10.2, 7.10.3, 7.10.4
	Explosiones con explosivos orgánicos	7.3, 7.4, 7.9, 7.10.1, 7.10.2, 7.10.3, 7.10.4, 7.10.5, 7.10.6

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 11 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

7.2 Criterios para la identificación de explosivos.

7.2.1 Como perito responsable de la identificación química de explosivos, considere los siguiente criterios para la identificación:

7.2.2 El material debe ser analizado tanto físicamente como químicamente.

7.2.3 Para explosivos bajos intactos, deberán documentarse las características físicas como apariencia, color, morfología, homogeneidad, presencia de partículas metálicas, tamaño de partícula.

7.2.4 Para explosivos altos no detonados, deberán documentarse las características físicas como la apariencia, color, morfología, consistencia, homogeneidad, presencia de material metálico.

7.2.5 Para los indicios post-exposición, además de la caracterización macroscópica de los daños observados y la revisión microscópica de adherencias o depósitos, luego deberán realizarse extracciones con disolventes, seguido del análisis mediante diversas técnicas instrumentales y/o pruebas químicas para lograr la detección e identificación del material explosivo.

7.2.6 La caracterización química deberá llevarse a cabo y documentarse utilizando alguna(s) de las siguientes técnicas, avanzando de las no destructivas a las destructivas, entre éstas:

Microscopía de luz reflejada (no destructiva)
SEM-EDX (no destructiva)
FT-IR (ATR) y/o micro FT-IR (no destructiva)
Medición de pH (no destructiva)
Pruebas de color (destructiva)
TLC (destructiva)
GC-NPD (destructiva)
GC-MS (destructiva)
HPLC-UV (destructiva)

7.2.7 Para propósitos de este documento, las técnicas para el análisis de explosivos pueden dividirse en cuatro categorías:

- I. Aquellas que proporcionan información estructural significativa y/o información elemental (identificación definitiva)
- II. Aquellas que proporcionan información estructural o elemental limitada (Identificación tentativa)
- III. Aquellas que tienen un alto grado de selectividad
- IV. Aquellas técnicas útiles pero que no caen dentro de las categorías anteriores.

En el Anexo 03 se enlistan los ejemplos de dichas técnicas con base en lo establecido por la TWGFEX.

7.2.8 El número de técnicas para caracterización química podrán variar dependiendo del tipo de material recibido y de la cantidad de muestra presente.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 12 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

7.2.9 En el caso de los explosivos intactos e indicios postexplosión, además del examen visual, las sustancias que individualmente componen un explosivo o mezcla explosiva, deben ser identificadas como sigue:

- Una técnica clasificada como I es suficiente para identificación
- Una técnica clasificada como II requiere al menos una técnica más de soporte para identificación.
- Una técnica clasificada como III requiere al menos dos técnicas más de soporte para identificación.
- Una técnica clasificada como IV requiere al menos tres técnicas más de soporte para identificación.

7.2.10 Con respecto a lo señalado anteriormente, considere adicionalmente lo siguiente:

- Cuando se identifican iones, dos técnicas por ion son requeridas.
- Algunas de las técnicas incluidas en la categoría 3, pueden ser tomadas en cuenta dos veces, así por ejemplo, una técnica cromatográfica puede ser contada dos veces distintas cuando se emplean dos fases móviles o estacionarias distintas.
- La identificación definitiva está basada en la combinación de técnicas que demuestran la presencia de una sustancia química específica de manera que se minimice la identificación de un falso positivo. Los resultados obtenidos de técnicas ortogonales deben ser consistentes, involucrando el uso de estándares o materiales de referencia. Al menos una de las técnicas debe permitir la elucidación estructural del analito cuando sea posible. Las técnicas acopladas como GC-MS son consideradas como un solo resultado.
- La identificación tentativa indica que existe la posibilidad de que una sustancia química esté presente en la muestra. Aunque en algunos casos NO se logre alcanzar la identificación definitiva, la identificación tentativa puede ser útil para la investigación. Al igual que la identificación definitiva, se requiere la combinación de técnicas ortogonales para la identificación tentativa, pero la ausencia de patrones o materiales de referencia no permite la identificación definitiva. Las bases de datos y librerías espectrales validadas pueden ser útiles cuando se carece de estándares.

7.3 Examen físico

Nota 3: El propósito de dicho examen o revisión es observar, documentar y recuperar materiales para análisis. La información derivada de esta revisión es necesaria para determinar el procedimiento analítico a seguir. En los casos post-explosión, es conveniente conversar con el investigador que lleva el caso y/o con el personal de la Unidad Especial de Intervención, para poder plantearse hipótesis correctas, contar con fotografías del sitio del suceso de donde fueron levantados los indicios, entrevistar acerca de circunstancias de los hechos como daños en el escenario, olores percibidos en el sitio, etc., con fines orientativos.

7.3.1 Materiales intactos:

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 13 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

- 7.3.1.1** Verifique si los materiales recibidos vienen sueltos (e.g. un sólido recogido de dentro de un tubo) o bien, confinados en algún envoltorio (e.g. un cartucho de emulsión explosiva o un envoltorio de papel kraft con un sólido negro).
- 7.3.1.2** Registre las medidas aproximadas de los artefactos, materiales y las piezas recibidas; anote cualquier número de serie, lote, registro o identificador que tenga alguna de las piezas o materiales recibidos.
- 7.3.1.3** Si el material viene suelto registre la cantidad (cuando sea requerido) y sus características morfológicas macroscópicas (estado, color, consistencia, etc.) y microscópicas (utilizando el microscopio de luz).
- 7.3.1.4** Si se trata de material particulado registre las siguientes características:
- Morfología (láminas, esferas, discos, tubular, tubular perforada, gránulos irregulares, etc.)
 - Homogeneidad (inclusiones cristalinas, hojuelas metálicas, etc.)
 - Tamaño aproximado de las partículas (micrometría).
 - Color, incluyendo la presencia de algunos marcadores de identificación (en el caso de las pólvoras libres de humos).
- 7.3.1.5** Si el material viene encartuchado o confinado:
- 7.3.1.5.1** Desconfínelo de la forma más segura posible utilizando herramientas antichispa y las medidas de protección personal necesarias (e.g, capilla de extracción, gafas de seguridad, etc.).
- 7.3.1.5.2** Describa color, estado (polvo, gránulos, etc.), cantidad si es necesario, de cada material. Separe una muestra para el análisis de cada material (en un vial, tubo o beaker).
- 7.3.1.5.3** Revise la existencia de mechas y descríbalas (aparición externa e interna)
- 7.3.2 Indicios post-explosión:**
- 7.3.2.1** Revise el tipo o los tipos de materiales recibidos (cartón, plástico, metal, textiles, etc.).
- 7.3.2.2** Indique si se percibe algún olor característico y descríbalos en el formulario de análisis (por ejemplo olor a pólvora negra, olor a azufre, etc.).
- 7.3.2.3** Examine los indicios para verificar la existencia de daños térmicos (quemadura, fundición, depósitos negruzcos).
- 7.3.2.4** Examine los indicios para verificar la existencia de daños por fuerzas violentas. Si hay fragmentos presentes, registrar forma, tamaño, si existe bisel y su dirección (de adentro hacia afuera o de afuera hacia adentro).
- 7.3.2.5** Determine el medio de ignición o iniciación, si es posible:
- 7.3.2.5.1** Revise los indicios para la búsqueda de cápsulas, alambres, circuitos eléctricos.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 14 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

7.3.2.5.2 Revise los indicios para la búsqueda de mechas (mecha lenta, mecha de seguridad, *visco fuse*, etc.)

7.3.2.5.3 Revise los indicios para la búsqueda de algún encendedor.

7.3.2.6 Si aplica, revise al microscopio de luz reflejada los diferentes fragmentos recibidos para buscar algún polvo o material particulado que pueda reservarse para análisis subsiguientes. Ver ejemplo Figura 1. Para el uso del microscopio de luz, revise el PROCEDIMIENTO PARA LA CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA DE PÓLVORA LIBRE DE HUMOS MEDIANTE MICROSCOPIA DE LUZ.



Figura 1. Partículas blancas y amarillas separadas mecánicamente con una aguja de jeringa de los restos de óxido y material oscuro separado de un tapón de tubo niple en un escombros proveniente de una escena postexplosión.

7.3.2.7 Revise la presencia de impresiones o marcas, esto puede incluir letras, diseños o marcas con códigos de color.

7.3.2.8 Si recibe muestras de suelo, separe los indicios macro (escombros) y tamice el resto utilizando una malla o criba. Describa y reserve los fragmentos más pequeños. Seque, homogenice y cuarteo el suelo tamizado y obtenga una muestra de tamaño adecuada, de modo que se pueda tener tres submuestras de 2 gramos cada una, siempre que la cantidad de material recibido lo permita.

7.3.2.9 Separe aquellas muestras con características relevantes (daños, morfología, olor, depósitos de material, etc.) para los análisis subsiguientes.

7.3.2.10 En caso de no observarse características relevantes, reserve una muestra de cada tipo de material para las extracciones y análisis subsiguientes.

7.4 Examen por SEM-EDX

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 15 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

7.4.1 Materiales intactos:

7.4.1.1 Como perito encargado del caso, realice el montaje para análisis por SEM-EDX de los materiales seleccionados en 7.3.1 (mínimas cantidades) los cuales pueden ser sólidos en diferente grado de agregación (gránulos, polvos, sustancias cristalinas, emulsiones o pastas). Para ello siga el PON para USO GENERAL DEL SEM-EDX

Nota 4: En caso de no contar con autorización para uso del SEM-EDX en la certificación de funciones, como perito encargado del caso solicite a otro perito competente autorizado que realice las mediciones en el equipo.

7.4.1.2 Como perito encargado del caso o perito analista en el SEM-EDX, seleccione las condiciones adecuadas para el análisis de la muestra tanto a nivel de obtención de imagen como para el análisis elemental. En general se recomienda el uso de bajo vacío (presiones de 30-50 Pa son adecuadas pero podrían requerirse presiones superiores) y para muestras con alto contenido de humedad como geles o emulsiones puede ser necesario utilizar la platina de enfriamiento para congelar la muestra. Se debe trabajar en diferentes niveles de magnificación para poder caracterizar los diferentes constituyentes de la muestra cuando no se trate de sustancias homogéneas. Para el análisis elemental en términos cualitativos y cuantitativos siga los lineamientos y criterios de aceptación y rechazo del PON para USO GENERAL DEL SEM-EDX. Para aquellas muestras que se sospeche contienen nitrógeno, establezca las condiciones de magnificación, densidad de corriente, etc. de manera que se realice una correcta identificación de dicho elemento, considerando que suele ser difícil su detección por su bajo número atómico.

7.4.1.3 Evalúe los resultados antes de retirar las muestras del SEM para valorar si los datos son suficientes o si es necesario repetir algún análisis en otras condiciones de magnificación, vacío, aceleración de voltaje, etc.

7.4.1.4 Genere los archivos digitales con las micrografías, reportes de análisis del EDX e inclúyalos en la carpeta digital del caso para revisión, procesamiento y firma antes de subirlos al SADCF.

7.4.2 Indicios postexplosión.

7.4.2.1 Como perito encargado del caso, realice la selección de muestras que serán ingresadas al SEM para su inspección directa (trozos de papel, de tela, de plástico, de metal) o vía recolección de material microscópico mediante stubs con cinta de carbono.

7.4.2.2 Como perito encargado del caso o perito analista en el SEM-EDX, realice el montaje de las muestras en el SEM. Cuando ingrese piezas intactas al SEM, tenga el cuidado de considerar la altura del mismo para definir el protruding height y definir el límite en z para el desplazamiento de la platina y evitar tener contacto con el detector de electrones retrodispersados.

7.4.2.3 Como perito encargado del caso o perito analista en el SEM-EDX, seleccione las condiciones adecuadas para el análisis. En general se recomienda el uso de bajo vacío (presiones de 30-50 Pa son adecuadas pero podrían requerirse presiones superiores).

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 16 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

7.4.2.4 Como perito encargado del caso realice el escaneo de las muestras o dirija al perito analista en el SEM-EDX sobre lo que interesa observar y analizar en el EDX.

Nota 5: Esta parte del análisis puede llegar a ser extremadamente lenta, pues se requiere la observación de superficies para la caracterización de adherencias microscópicas, ubicación de sustancias cristalinas (e.g. explosivos primarios como sales de plomo; residuos de la reacción pirotécnica; agentes oxidantes; etc.).

7.4.2.5 De aquellas adherencias relevantes en el análisis registre las micrografías correspondientes (ver ejemplos Figuras 2, 3 y 4) y los resultados del microanálisis.

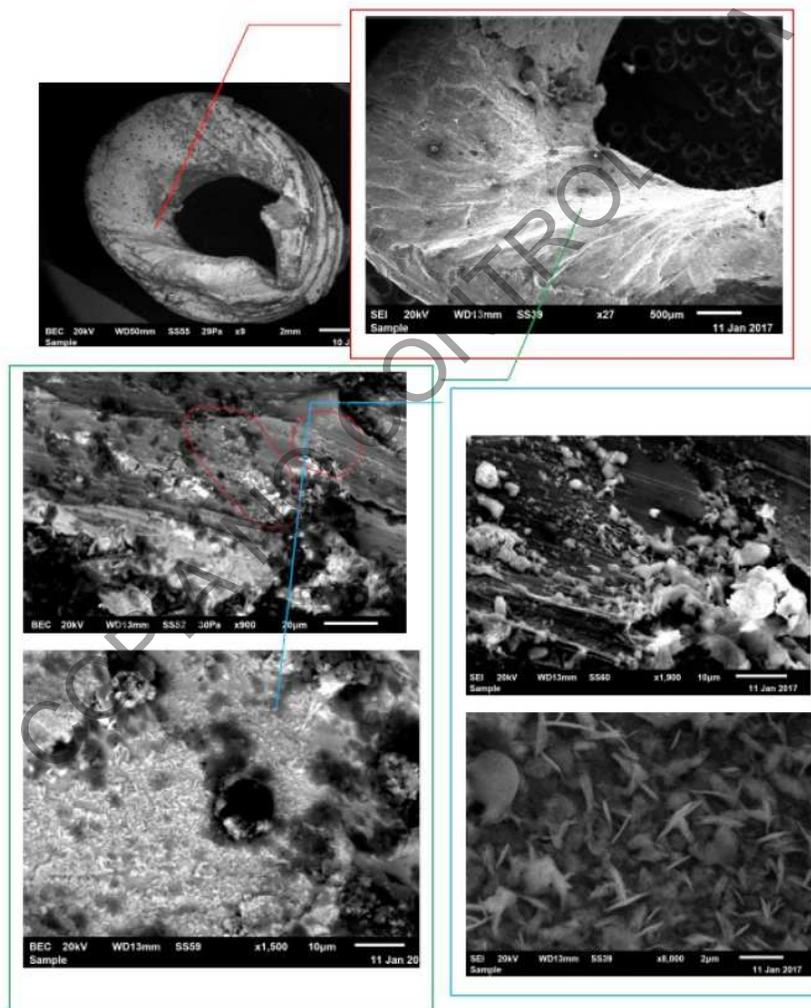


Figura 2. Arriba a la izquierda: Imagen electrónica de la pieza cilíndrica con rosca recibida como indicio. Arriba a la derecha. Acercamiento a la grieta o depresión con depósitos de un compuesto de plomo. En medio y abajo: Micrografías de los depósitos y compuesto de plomo cristalino en la superficie interna de la grieta en la pieza de latón.

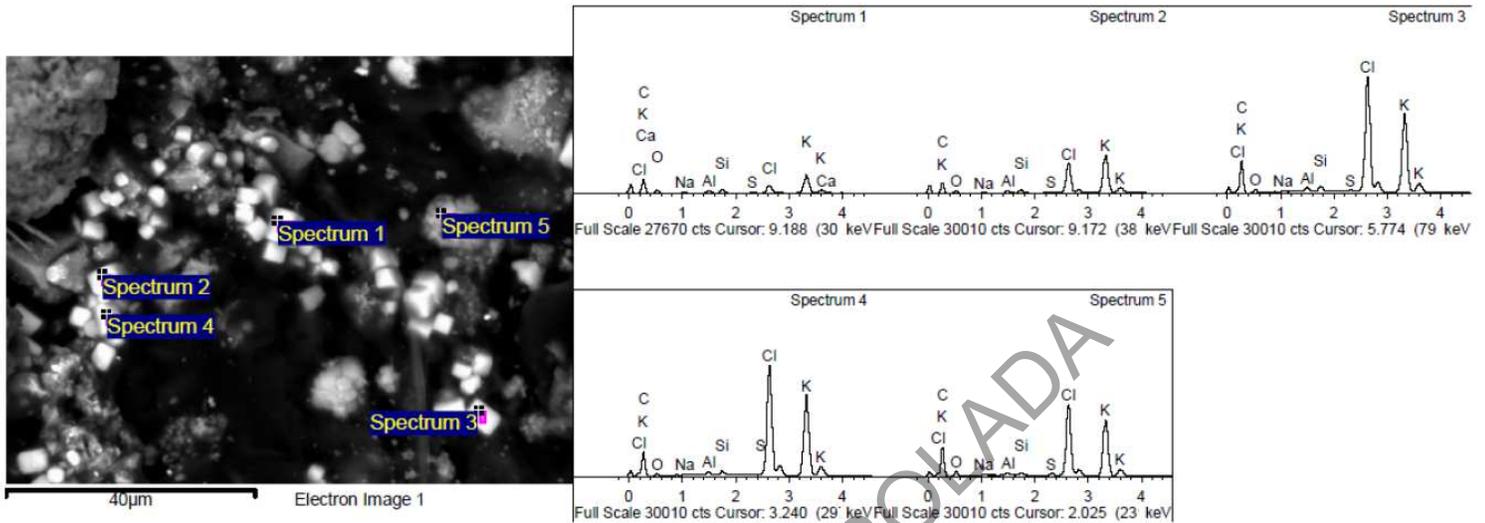


Figura 3. Micrografía y espectros EDX de restos de la reacción pirotécnica depositados en un trozo de manguera plástica.

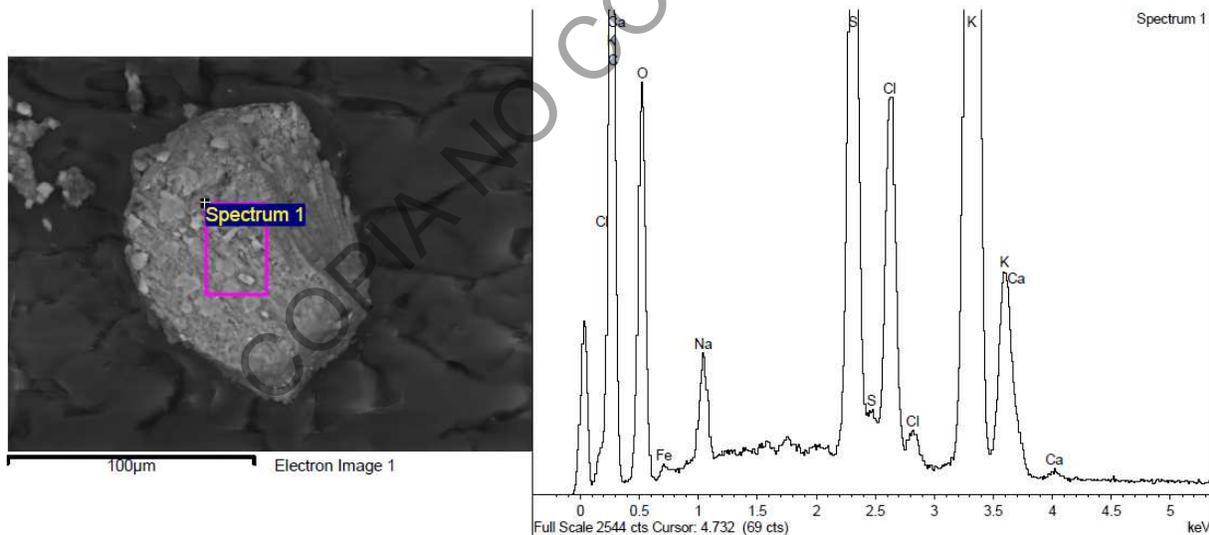


Figura 4. Micrografía y espectros EDX de restos de la deflagración de un sustituto azufrado de pólvora negra, separado mecánicamente del material desprendido de un tapón de tubo niple en uno de los escombros recibidos como indicio. El soporte es cinta doble cara sobre un portaobjetos de vidrio sujeto a la platina con cinta adhesiva de carbón.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 18 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

- 7.4.1.1** Evalúe los resultados antes de retirar las muestras del SEM para valorar si los datos son suficientes o si es necesario repetir algún análisis en otras condiciones de magnificación, vacío, aceleración de voltaje, etc.
- 7.4.1.2** Genere los archivos digitales con las micrografías, reportes de análisis del EDX e inclúyalos en la carpeta digital del caso para revisión, procesamiento y firma antes de subirlos al SADCF.

7.5 Análisis de artefactos de reacción química:

Nota 6: El propósito de este análisis es caracterizar los artefactos de reacción química (típicamente conocidos como botellas bomba) para determinar sus componentes. La ausencia de cualquier residuo químico podría sugerir que se utilizó una bomba de botella con nitrógeno líquido o hielo seco. En caso de duda, consulte al líder técnico. Cualquier modificación al procedimiento o implementación de pruebas adicionales deberán quedar documentadas en el formulario de análisis y contar con la aprobación del líder técnico.

- 7.5.1** Observe y registre las características físicas del contenedor (material, dimensiones incluyendo espesor de la pared), así como sus condiciones por ejemplo si está tapado o destapado, arrugado, si presenta aberturas y la orientación de los bordes. Además, revise si existen restos de materiales líquidos y sólidos, que en caso de hallarse deberán ser cuantificados (volumen, masa, dimensiones) y descritos (olor y color para los líquidos; morfología para los sólidos, así como estado de agregación y efectos de reacción química oxidativa).
- 7.5.2** Si se observa líquido, decántelo a un vial, beaker o recipiente limpio. Si la cantidad de líquido es escasa o no se observa ningún líquido, realice un lavado del interior del recipiente con la mínima cantidad de agua desionizada y decántelo a un vial, beaker o recipiente limpio.
- 7.5.3** Mida el pH del líquido o de los lavados. Registre en el formulario de análisis.
- 7.5.4** A una porción del líquido recibido o de los lavados, aplique la prueba de haluros. Si se obtiene un precipitado lleve a sequedad calentando la suspensión (e.g. en un vidrio de reloj sobre un beaker con agua calentado directamente sobre una placa de calentamiento) y analice el sólido remanente por SEM-EDX. Realice un blanco con agua desionizada.
- 7.5.5** Si encuentra restos de aluminio metálico (láminas, papel, polvo) analícelos mediante la prueba de la alizarina y/o mediante SEM-EDX.
- 7.5.6** Si se encuentra otro tipo de sólidos en la botella (e.g sólidos blancos que pudieran ser fuente de cloro como hipoclorito de calcio o ácido dicloroisocianúrico), proceda a analizar mediante SEM-EDX y/o espectrofotometría infrarroja.
- 7.5.7** En caso de que sospeche de la presencia de amoniaco en la mezcla (como producto de la reacción de una bomba de hidróxido de sodio/aluminio), separe una porción del líquido o lavados, acidifique con ácido acético y realice la prueba de Nessler. Con la porción no acidificada del líquido o lavados, decante o filtre para separar cualquier sólido

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 19 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

suspendido, evapore el líquido como en 7.5.4 y analice el sólido remanente por SEM-EDX y FT-IR.

7.6 Análisis de mechas no consumidas

Nota 7: el propósito del examen es determinar las características de las mechas y su funcionalidad

7.6.1 Describa la apariencia físicas de la mecha, el color del núcleo y la presencia y tipo de recubrimiento si existe (fibras, plástico, papel) y su color. Mida el diámetro y la longitud de la mecha.

7.6.2 En caso de ser requerido, realice el análisis por SEM-EDX y el extracto con agua para análisis por FT-IR del material resultante del secado del extracto.

7.7 Análisis de pólvora negra, sustitutos de pólvora negra, composiciones pirotécnicas y pólvora libre de humos.

Nota 8: El propósito de este apartado es describir la metodología para analizar explosivos bajos tipo pólvora para determinar su composición química o clasificación. Esto es aplicable a pólvora negra, sustitutos de la pólvora negra, pólvora flash, composiciones pirotécnicas y pólvoras libres de humos. Aplicable cuando se recibe una muestra del material granulado o particulado, o cuando se encuentre y se aisle el material como parte de un indicio post-explosión.

7.7.1 Describa la apariencia física del material.

7.7.2 Revise al microscopio de luz reflejada y registre las características morfológicas y micrométricas.

7.7.3 Compruebe solubilidad en acetona.

7.7.4 Defina con base en las características observadas (morfología y solubilidad en acetona), si se trata potencialmente de pólvora libre de humos o de pólvora negra o composición pirotécnica.

7.7.5 Si se trata de pólvora libre de humos realice como mínimo dos de los siguientes análisis:
TLC (apartado 7.10.3)
GC-MS (apartado 7.10.4)
GC-NPD en doble columna (apartado 7.10.5)
Micro FT-IR (apartado 7.10.2)
ATR FT-IR (apartado 7.10.2)

7.7.6 Si se trata de pólvora negra, sustitutos o composiciones pirotécnicas realice una o varias de las siguientes pruebas, considerando los criterios establecidos en 7.2 y obteniendo la composición más completa posible:

FT-IR (ATR) o micro FT-IR (apartado 7.10.2)

Extracción con disulfuro de carbono y análisis de azufre por prueba de Sommer (7.10.1) y GC-MS (apartado 7.10.4)

Composición elemental por SEM-EDX (apartado 7.10.4)

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 20 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

Aluminio por prueba alizarina (apartado 7.10.1)
Agentes oxidantes (cloratos, nitratos) por prueba de Timol (apartado 7.10.1)

7.7.7 Si se requiere realizar la comparación de pólvoras, valore la consistencia en la composición química, la morfología y micrometría (dimensiones, determinadas por microscopía de luz o por SEM). En todos los casos, seleccione aleatoriamente unas diez partículas por muestra (si las tiene disponibles) y obtenga rangos o valores promedio y desviaciones estándar para la comparación estadística. Documente todas las observaciones y resultados.

7.8 Análisis de explosivos altos intactos:

7.8.1 Emulsiones explosivas

Nota 9: El propósito de este apartado es determinar la composición física y química de emulsiones explosivas para fines de identificación. Las emulsiones explosivas típicamente están compuestas de oxidantes inorgánicos (nitrato de amonio, nitrato de sodio y/o perclorato de sodio, material hidrocarbonado como aceites o ceras, emulsificantes y microesferas de vidrio, plástico o cerámica. Tienen una consistencia cerosa o pastosa. Este tipo de composiciones pueden contener también nitrocelulosa, nitroglicerina, otros ésteres nitrados y aluminio. Ejemplos de emulsiones explosivas en Costa Rica son TECTRON Y MAGNAFRAC.

Nota 10: Para cada extracción realizada en este procedimiento, obtenga un blanco en las mismas condiciones que la muestra.

- 7.8.1.1** Describa la apariencia física del material, tanto de la funda externa (si existiera) como del relleno.
- 7.8.1.2** En un beaker de vidrio coloque una pequeña cantidad del material (punta de espátula), disperse el material con ayuda de un agitador de vidrio y extraiga con agua, calentando en placa de calentamiento hasta ebullición.
- 7.8.1.3** Filtre el líquido resultante de la extracción. Si en el papel de filtro se observa algún material de naturaleza metálica, recolecte el sólido, el cual se deberá caracterizar mediante la prueba de la alizarina para aluminio (apartado 7.10.1), y/o análisis por SEM-EDX (apartado 7.4).
- 7.8.1.4** Tome unas gotas del filtrado y realice la prueba de Nessler para amonio (apartado 7.10.1) y la prueba del Timol para nitratos y cloratos (apartado 7.10.1).
- 7.8.1.5** Coloque el filtrado en un vidrio de reloj y luego ubique el vidrio de reloj sobre un beaker con agua en ebullición, hasta que el filtrado llegue a sequedad. Si obtiene residuo en el vidrio de reloj, recupérela en un vial y reserve para análisis por FT-IR, micro FT-IR (apartado 7.10.2) y/o SEM-EDX (apartado 7.4), para la búsqueda de oxidantes inorgánicos. Considerando que el material remanente corresponde normalmente a sales higroscópicas, proteja de la humedad en una desecadora si fuera necesario.
- 7.8.1.6** Considerando que una emulsión explosiva contiene aceites o ceras, en un tubo de vidrio, beaker o vial de vidrio, lave una pequeña cantidad del material (punta de

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 21 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

espátula) con pentano o hexano (realice varios lavados con la mínima cantidad de disolvente). Reserve el sólido remanente y descarte los lavados.

- 7.8.1.7** Revise el sólido al microscopio y anote la morfología del material.
- 7.8.1.8** Tome una muestra del remanente sólido seco y colóquelo sobre una placa de vidrio. Caliente la placa directamente sobre una plantilla de calentamiento para calcinar la muestra. Considerando que el material remanente corresponde normalmente a sales higroscópicas, proteja de la humedad en una desecadora.
- 7.8.1.9** Analice el remanente sólido sin calcinar por FT-IR o micro FT-IR (apartado 7.10.2), para la búsqueda de oxidantes inorgánicos y nitrocelulosa.
- 7.8.1.10** Analice el remanente sólido calcinado por FT-IR, micro FT-IR (apartado 7.10.2) y/o SEM-EDX, para la búsqueda de oxidantes inorgánicos (apartado 7.4). Si realiza análisis por SEM-EDX, determine si hay presentes microesferas (con dimensiones típicas que rondan entre 3 μm y 100 μm , dependiendo del explosivo). Determine además, la composición de las microesferas (vidrio, cerámica, plástico).
- 7.8.1.11** Coloque una pequeña cantidad del material (punta de espátula) en un vial de vidrio y extraiga con mínima cantidad de acetato de etilo. Para ello tape el tubo y agite en vortex por media hora. Centrifugue, decante y filtre por filtro de polipropileno de 0,2 μm . Analice el extracto:
 Por TLC para la determinación de ésteres nitrados (apartado 7.10.3).
 Por GC-MS para la identificación de nitroglicerina o compuestos nitroaromáticos (apartado 7.10.4)

7.8.2 Hidrogeles explosivos

Nota 11: El propósito de este apartado es determinar la composición física y química de hidrogeles explosivos para fines de identificación. Los hidrogeles son agentes explosivos constituidos por soluciones acuosas saturadas de nitrato de amonio, a menudo con otros oxidantes como el nitrato de sodio y/o de calcio, en las que se encuentran dispersos los combustibles, sensibilizantes, agentes espesantes, entrecruzantes y gelatinizantes que evitan la segregación de los productos sólidos. Los gelatinizantes típicos son alcohol polivinílico, goma guar, dextranos (dextran gum), resinas de urea-formaldehído. Además, pueden contener aluminio. Al igual que las emulsiones, podrían estar sensibilizados por microesferas o bien por burbujas de aire. También pueden contener sustancia nitroaromáticas (TNT, dinitrotoluenos). Los hidrogeles también pueden realizarse a partir de nitrato de monometilamina. Un ejemplo de emulsión explosiva usada en Costa Rica es el LODEX.

- 7.8.2.1** Describa la apariencia física del material, tanto de la funda externa (si existiera) como del relleno.
- 7.8.2.2** En un beaker de vidrio coloque una pequeña cantidad del material (punta de espátula), disperse el material con ayuda de un agitador de vidrio y extraiga con agua, calentando en placa de calentamiento hasta ebullición.
- 7.8.2.3** Filtre el líquido resultante de la extracción. Si en el papel de filtro se observa algún material de naturaleza metálica, recolecte el sólido, el cual se deberá caracterizar

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 22 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

mediante la prueba de la alizarina para aluminio (apartado 7.10.1), y/o análisis por SEM-EDX (apartado 7.4).

- 7.8.2.4** Tome unas gotas del filtrado y realice la prueba de Nessler para amonio (apartado 7.10.1) y la prueba del Timol para nitratos y cloratos (apartado 7.10.1).
- 7.8.2.5** Coloque el filtrado en un vidrio de reloj y luego ubique el vidrio de reloj sobre un beaker con agua en ebullición, hasta que el filtrado llegue a sequedad. Si obtiene residuo en el vidrio de reloj, recupérela en un vial y reserve para análisis por FT-IR, micro FT-IR (apartado 7.10.2) y/o SEM-EDX (apartado 7.4), para la búsqueda de oxidantes inorgánicos. Considerando que el material remanente corresponde normalmente a sales higroscópicas, proteja de la humedad en una desecadora.
- 7.8.2.6** Si realiza análisis por SEM-EDX, determine si hay presentes microesferas (con dimensiones típicas que rondan entre 3 µm y 100 µm, dependiendo del explosivo). Determine además, la composición de las microesferas (vidrio, cerámica, plástico).
- 7.8.2.7** Coloque una pequeña cantidad del material (punta de espátula) en un vial de vidrio y extraiga la con mínima cantidad de acetato de etilo. Para ello tape el tubo y agite en vortex por media hora. Centrifugue, decante y filtre por filtro de polipropileno de 0,2 µm. Analice el extracto:
 Por TLC para la determinación de ésteres nitrados (apartado 7.10.3).
 Por GC-MS (7.10.4) para la identificación de nitroglicerina o compuestos nitroaromáticos.
 Si se sospecha que el material puede contener nitrato de monometilamina, coloque en un vial de vidrio con tapa, una pequeña cantidad del material (punta de espátula), disperse el material con ayuda de un agitador de vidrio y extraiga con metanol (mínima cantidad), por agitación en un vortex. Centrifugue, decante y filtre por filtro de polipropileno de 0,2 µm. Evapore el disolvente (en una capilla de extracción) y si se obtiene un sólido remanente, analícelo por FT-IR o micro FT-IR (apartado 7.10.2).

7.8.3 Composición B.

Nota 12: El propósito del análisis es determinar la composición química con fines de identificación. La composición B es un sólido amarillo pálido cuyos ingredientes están en la siguiente composición estándar: 59,5% RDX (velocidad de detonación de 8750 m/s) y 39,4% de TNT (velocidad de detonación de 6900 m/s) con un 1% de cera parafínica. Muy comúnmente se describe como 60/40RDX/TNT con un 1% de cera añadida. La densidad de la mezcla es de 1,65 g/cm³ y tiene una velocidad de detonación de 8050 m/s. Es una mezcla muy utilizada en granadas de fragmentación.

- 7.8.3.1** Describa la apariencia física del material.
- 7.8.3.2** Analice el material por FT-IR o micro FT-IR.
- 7.8.3.3** Disuelva una pequeña cantidad de material (punta de espátula) en la mínima cantidad de acetato de etilo.
- 7.8.3.4** Filtre a través de un filtro de membrana (disco) de polipropileno de 0,2 µm.
- 7.8.3.5** Someta el filtrado a análisis por TLC (apartado 7.10.3).

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 23 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

7.8.3.6 Analice el filtrado por GC-MS (apartado 7.10.4) o por GC-NDP (apartado 7.10.5).

7.8.3.7 Si fuera necesario, analice el filtrado por HPLC (apartado 7.10.6).

7.8.4 Composición C

Nota 13: El propósito del análisis es determinar la composición química con fines de identificación. La composición C hace referencia a unos explosivos plásticos que son mezclas de RDX y una composición de ingredientes que actúan como aglomerantes, adhesivos, estabilizantes, etc. Se distinguen varios tipos: C-1, C-2, C-3, C-4, que en su evolución pretenden lograr alta potencia rompedora y la mínima sensibilidad posible al impacto, carencia de toxicidad y la máxima plasticidad. En el Anexo 04 se indican las diferentes composiciones C.

7.8.4.1 Describa la apariencia física del material.

7.8.4.2 Disuelva una pequeña cantidad de material (punta de espátula) en la mínima cantidad de acetato de etilo.

7.8.4.3 Filtre a través de un filtro de membrana (disco) de polipropileno de 0,2 µm.

7.8.4.4 Someta el filtrado a análisis por TLC (apartado 7.10.3).

7.8.4.5 Analice el filtrado por GC-MS (apartado 7.10.4) o por GC-NDP (apartado 7.10.5).

7.8.4.6 Si se requiere, analice el filtrado por HPLC (apartado 7.10.6).

7.8.4.7 Tome una pequeña cantidad de material (punta de espátula), colóquelo en un beaker y agréguele 10 mL de cloroformo. Coloque el beaker en un agitador magnético y agite con pastilla. Verifique si el material se dispersa, en cuyo caso continúe la agitación hasta que el material se disperse de forma completa. Si se forman cristales, filtre a través de un filtro de membrana y lave con cloroformo. Analice los cristales por FT-IR o micro FT-IR.

7.8.5 Cordones detonantes y otros compuestos a base de PETN (Pentaeritritol tetranitrato), RDX y HMX.

Nota 14: El objetivo de este apartado es determinar la composición química con fines de identificación. El PETN es un sólido blanco cristalino que tiene aplicaciones militares y aplicaciones en el campo de las voladuras (cargas multiplicadoras, cargas de demolición, cordón detonante y cápsulas iniciadoras). El PETN puede estar combinado con plastificantes para generar láminas moldeables o bloques. El explosivo SEMTEX es una mezcla plastificada de PETN y RDX, mientras que la PENTOLITA es una mezcla de PETN y TNT. Típicamente el relleno del cordón detonante a base de PETN es de color blanco, mientras que el relleno del cordón a base de RDX suele tener un pigmento rosado.

Nota 15: El HMX no se detecta por GC-MS, solo se detecta por HPLC y TLC.

7.8.5.1 Describa la apariencia física del material.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 24 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

- 7.8.5.2** Disuelva una pequeña cantidad de material (punta de espátula) en la mínima cantidad de acetato de etilo.
- 7.8.5.3** Filtre a través de un filtro de membrana (disco) de polipropileno de 0,2 µm.
- 7.8.5.4** Someta el filtrado a análisis por TLC (apartado 7.10.3).
- 7.8.5.5** Analice el filtrado por GC-MS (apartado 7.10.4)
- 7.8.5.6** Cuando se requiera, analice el filtrado por HPLC (apartado 7.10.6)
- 7.8.5.7** Analice el sólido por FT-IR o micro FT-IR (apartado 7.10.2).

7.9 Indicios post-explosión.

Nota 16: El propósito es identificar a través del análisis de los escombros recibidos como indicios cuál(es) es(son) el(los) material(es) responsable(s) de la explosión así como detalles que puedan orientar la investigación policial como por ejemplo: constitución del artefacto, uso de materiales comerciales, conocimiento y habilidad de quien realizó la bomba, etc.

Nota 17: En caso de los restos de la explosión de bombas de reacción química proceda como en 7.5.

- 7.9.1** Después de haber revisado los indicios recibidos (inspección macroscópica y microscópica) y habiendo evaluado la información recibida de parte del personal de investigación y/o el personal de la Unidad Especial de Intervención, defina la orientación del caso hacia:
 - Productos de la reacción pirotécnica o de explosivos bajos. Se sospecha cuando se reciben trozos de papel o cartón de forma irregular, cilíndrica o carcasas, diferentes tipos de mecha, tubos de PVC, olor a pólvora quemada, amarres plásticos tipo cordel o *tie-lock*, entre otros.
 - Explosiones con agentes de voladura inorgánicos. Se sospecha cuando se reciben trozos de cápsulas detonantes, alambres, trozos de mechas lentas, trozos o fragmentos de fundas de polietileno típicamente de color blanco, rojo, marrón (pueden ser de otros colores). Restos de material emulsionado o gelatinizado de color blancuzco o color plateado, entre otros.
 - Explosiones con explosivos orgánicos (militares): Se sospecha cuando se identifican olores fuertes (no a pólvora), materiales con depósitos negruzcos, trozos de cápsulas detonantes, alambres, espoletas de granada de fragmentación, partes de una granada de fragmentación, etc.
- 7.9.2** En esta etapa del procedimiento se deben realizar extracciones con disolventes, para lo cual tenga en cuenta como mínimo los siguientes controles:
 - La cristalería debe haber sido enjuagada con el mismo disolvente usado para la extracción.
 - Debe obtenerse un blanco al mismo tiempo que se extrae la muestra.
 - El mismo volumen del disolvente debe usarse para la extracción de la muestra y para la obtención del blanco.
 - Debe usarse la mínima cantidad del disolvente para realizar las extracciones (depende del volumen de muestra, de la cantidad y tamaño de las torundas, etc.).

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 25 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

Debe usarse la mínima cantidad del disolvente para realizar las extracciones (depende del volumen de muestra, de la cantidad y tamaño de las torundas, etc.).

El blanco debe obtenerse de modo que se reproduzcan todas las operaciones o etapas a las que se somete la muestra. Por ejemplo, si la muestra se obtiene por hisopado, el control negativo debe incluir hisopo. Si el extracto de la muestra se filtra, el blanco también deberá ser filtrado de la misma manera. Si el extracto de la muestra es evaporado, el blanco también deberá ser evaporado hasta el mismo volumen.

7.9.3 Remueva y separe los materiales explosivos o aparentes materiales explosivos que pudieran estar intactos. Hasta donde la cantidad de muestra lo permita, caracterice el material según los esquemas analíticos expuestos en el Cuadro I. Utilice primero las técnicas no destructivas como SEM-EDX y FT-IR, y luego proceda con las extracciones y pruebas de color, técnicas cromatográficas, etc.

7.9.4 De acuerdo con la clasificación efectuada en el Cuadro I, proceda a realizar las marchas analíticas como sigue:

7.9.4.1 Productos de la reacción pirotécnica y iones inorgánicos:

7.9.4.1.1 Si se sospecha que la explosión está relacionada con la ignición de alguna composición pirotécnica proceda a realizar la revisión de los fragmentos seleccionados para análisis, a través de microscopía electrónica de barrido y microanálisis por energía dispersiva de Rayos X (apartado 7.4), para la búsqueda de los residuos de la reacción pirotécnica (partículas esféricas, de diámetro submilimétrico, típicamente entre 1 μm y 100 μm , o bien restos de polvo de aluminio metálico (en el caso de pólvoras flash o similares). Para ello, muestree los escombros usando un stub con cinta adhesiva de carbón o bien analice el fragmento directamente (en condiciones de bajo vacío para el caso de superficies no conductoras como papel, plástico, tela), sobre todo cuando se identifique algún depósito sobre la superficie (macroscópicamente o a través de microscopía de luz).

Nota 18: En <http://www.swggsr.org/documents.html>, tendrá acceso a una base de datos (en Power Point) con 150 productos pirotécnicos y las imágenes de los productos de combustión correspondientes y el análisis elemental respectivo por SEM-EDX.

7.9.4.1.2 Después de haber realizado el análisis directo de un fragmento por SEM-EDX, si se observa algún depósito o material que pueda ser removible por raspado con bisturí, obténgalo y resérvelo para análisis por FT-IR o micro FT-IR.

7.9.4.1.3 Ponga en contacto el escombros subdividido (tela, plástico, tierra, etc.) con la mínima cantidad de disulfuro de carbono (dependerá del tamaño del escombros), en un vial de vidrio con tapa. Si los materiales son muy grandes, proceda más bien a realizar frotis con hisopos de algodón impregnados con el disulfuro. La cantidad de hisopos y la intensidad de los frotis dependerá del área muestreada y de la calidad de la torunda de algodón (sea lo más exhaustivo posible). Coloque los hisopos en un vial de vidrio con tapa (recorte el mango de ser necesario) y añada una cantidad del disulfuro (mínima cantidad, apenas que se cubran las torundas).

7.9.4.1.4 Tape el vial y colóquelo en un vortex, agitando por 15 minutos. De ser necesario (por ejemplo con una muestra de suelo), centrifugue las muestras y reserve el líquido supernatante. Filtre el extracto utilizando un filtro de jeringa de polipropileno

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 26 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

de 0,2 μm de tamaño de poro, recogiendo el filtrado en un vial de vidrio limpio o en un beaker de 10 mL. Concentre el volumen del filtrado para obtener como mínimo unos 100 μL a 200 μL (por evaporación en capilla de extracción).

7.9.4.1.5 Obtenga un blanco en iguales condiciones que la muestra.

7.9.4.1.6 Analice el filtrado por GC-MS para la búsqueda de azufre elemental (apartado 7.10.4).

Nota 19: En el caso de extracciones con disolventes, realice esta operación en la capilla de extracción de gases para la evacuación de los vapores.

Nota 20: Los hisopos de algodón usualmente contienen Triclosan como preservante. Esta sustancia puede ser detectada en la metodología para la identificación de azufre por GC-MS.

7.9.4.1.7 Repita 7.9.4.1.3 cambiando el disulfuro de carbono por agua desionizada y utilizando beakers en lugar de viales con tapa.

7.9.4.1.8 Caliente en una placa, el beaker con el escombros y el agua, hasta ebullición, manteniendo tapado el beaker con un vidrio de reloj, por unos 15 minutos.

7.9.4.1.9 De ser necesario (por ejemplo con una muestra de suelo), centrifugue las muestras y reserve el líquido supernatante. Filtre el extracto utilizando un filtro de jeringa de polipropileno de 0,2 μm de tamaño de poro, recogiendo el filtrado en un beaker o en un vial de vidrio limpio. Analice unas gotas del filtrado por pruebas de color para amonio y para agentes oxidantes, nitratos, cloratos y percloratos (apartado 7.10.1).

7.9.4.1.10 Coloque el filtrado en un vidrio de reloj y luego ubique el vidrio de reloj sobre un beaker con agua en ebullición, hasta que el filtrado llegue a sequedad. Si obtiene residuo en el vidrio de reloj, recupérela en un vial y reserve para análisis por FT-IR, micro FT-IR (apartado 7.10.2), para la búsqueda de oxidantes inorgánicos. Considerando que el material remanente puede ser higroscópico, es recomendable proteger de la humedad en una desecadora.

7.9.4.2 Otros explosivos bajos (pólvoras libres de humos).

7.9.4.2.1 Si se encuentran partículas sin deflagrar parcialmente deflagradas asociables con pólvora libre de humos proceda a la caracterización de las mismas según los siguientes PONes:

- PROCEDIMIENTO PARA LA CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA DE PÓLVORA LIBRE DE HUMOS MEDIANTE MICROSCOPIA DE LUZ
- Procedimiento para la identificación de los componentes de la pólvora libre de humos por cromatografía de capa fina
- Procedimiento para la determinación de pólvora libre de humos por micro espectroscopía infrarroja (FT-IR)
- Procedimiento para la identificación de pólvora libre de humos por GC/MS

7.9.4.2.2 Dependiendo de la cantidad de material disponible, reserve un testigo (a veces es necesario partir una partícula).

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 27 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

- 7.9.4.2.3** Si no se encuentran gránulos, ponga en contacto el escombros subdividido (tela, plástico, tierra, etc.) con la mínima cantidad de acetato de etilo (dependerá del tamaño del escombros), en un vial de vidrio con tapa. Si resulta más conveniente, proceda más bien a realizar frotis con hisopos de algodón impregnados con el disolvente. La cantidad de hisopos y la intensidad de los frotis dependerá del área muestreada y de la calidad de la torunda de algodón (sea lo más exhaustivo posible). Coloque los hisopos en un vial de vidrio recortando parte del mango de ser necesario, y agregue la mínima cantidad de acetato de etilo (apenas que cubra la torunda). Tape el vial con la muestra y colóquelo en un vortex, agitando por 15 minutos. De ser necesario (por ejemplo con una muestra de suelo), centrifugue las muestras y reserve el líquido supernatante. Filtre el extracto utilizando un filtro de jeringa de polipropileno de 0,2 μm de tamaño de poro, recogiendo el filtrado en un vial de vidrio limpio o en un beaker de 10 mL. Concentre el volumen del filtrado para obtener como mínimo unos 100 μL a 200 μL (por evaporación en capilla de extracción). Obtenga un blanco en iguales condiciones que la muestra.
- 7.9.4.2.4** Analice el filtrado por TLC (7.10.3) y por GC-MS para la búsqueda de nitroglicerina, estabilizantes, sensibilizadores y plastificantes de la pólvora libre de humos (apartado 7.10.4).
- 7.9.4.3** Explosivos altos (nitraminas, nitroaromáticos, nitroésteres).
- 7.9.4.3.1** Analice el extracto obtenido en acetato de etilo mediante pruebas de color para la búsqueda de TNT, tetril, dinitrotoluenos (7.10.1).
- 7.9.4.3.2** Analice el extracto obtenido en acetato de etilo por TLC (apartado 7.10.3) para la búsqueda de ésteres nitrados (PETN, NG), compuestos nitroaromáticos (TNT, 2,4-DNT, 2,6-DNT) y nitraminas (RDX, HMX).
- 7.9.4.3.3** Analice el extracto obtenido en acetato de etilo por GC-MS (apartado 7.10.4) para la búsqueda de ésteres nitrados (nitroglicerina), compuestos nitroaromáticos (TNT, 2,4-DNT, 2,6-DNT) y nitraminas (RDX).
- 7.9.4.3.4** Analice el extracto obtenido en acetato de etilo por HPLC (apartado 7.10.6) para la búsqueda de ésteres nitrados (PETN, NG), compuestos nitroaromáticos (TNT, 2,4-DNT, 2,6-DNT) y nitraminas (RDX, HMX).

Nota 21: En el caso de extracciones con disolventes, realice esta operación en la capilla de extracción de gases para la evacuación de los vapores. Utilice un agitador (vortex) para lograr una mejor extracción, o bien un baño ultrasónico procurando con este último que la vibración no caliente las muestras en el caso de que se sospeche la presencia de explosivos termolábiles como los nitroésteres (nitroglicerina, PETN, etc.) o las nitraminas (RDX, HMX).

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 28 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

7.10 Técnicas analíticas utilizadas para la identificación de explosivos

7.10.1 Pruebas de color.

7.10.1.1 Prueba de Nessler.

- 7.10.1.1.1** Coloque una punta de espátula de la muestra por analizar o 2 gotas de cada uno de los extractos en un plato de pruebas.
- 7.10.1.1.2** Adicione una gota de etanol al 95%.
- 7.10.1.1.3** Adicione 1 gota del reactivo de Nessler.
- 7.10.1.1.4** Observe los cambios de color y anótelos en el formulario para el análisis químico de explosivos.
- 7.10.1.1.5** Repita los puntos anteriores. aplicándolos a patrones de nitrato de amonio, NG y TNT (controles positivos) y a un blanco (control negativo).

Nota 22:

La aparición de un color de NARANJA A CAFE indica la presencia de amonio.

Si la coloración NARANJA cambia rápidamente a NEGRO, indica la presencia de nitroglicerina y NH_4^+ .

La aparición inmediata de un color NEGRO (mercurio metálico) indica la presencia de nitroglicerina (esta coloración también la pueden dar los aldehídos, tiocompuestos y sulfuros alcalinos).

La aparición de un color ROJO INTENSO indica la presencia de TNT (el cual puede enmascarar las señales de la nitroglicerina y el NH_4^+).

7.10.1.2 Prueba de Timol

- 7.10.1.2.1** Coloque una punta de espátula de la muestra por analizar o 2 gotas de cada uno de los extractos en un plato de pruebas.
- 7.10.1.2.2** Adicione a cada muestra una punta de espátula de timol.
- 7.10.1.2.3** Adicione lentamente 5 gotas de ácido sulfúrico concentrado.
- 7.10.1.2.4** Observe los cambios de color y anótelos en el formulario para el análisis químico de explosivos.
- 7.10.1.2.5** Repita los pasos anteriores aplicándolos a patrones de nitrato de amonio y clorato de potasio (controles positivos) y a un blanco (control negativo).

Nota 23:

La aparición de un color VERDE indica la presencia de nitrato.

La aparición de un color NARANJA o CAFE indica la presencia de clorato o perclorato.

Una coloración ROSADA FUERTE se puede presentar si el ácido sulfúrico no está libre de compuestos nitrogenados.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 29 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

7.10.1.3 Prueba del rojo de alizarina para aluminio

- 7.10.1.3.1** Adicione en un tubo de ensayo, una punta de espátula de la muestra y 1-3 mL de disolución de ácido clorhídrico 1:1 y caliente suavemente con un mechero, de ser necesario.
- 7.10.1.3.2** Deje enfriar el tubo de ensayo y basifique la disolución con amoníaco concentrado (utilice papel indicador de pH para verificar que se ha alcanzado la alcalinidad).
- 7.10.1.3.3** Adicione cinco gotas de la disolución etanólica de alizarina al 1% masa en volumen a la disolución resultante.
- 7.10.1.3.4** Adicione cinco gotas de la disolución etanólica de alizarina a un tubo de ensayo conteniendo 1-3 mL de ácido clorhídrico 1:1 (medidos con probeta) y a otro con 1-3 mL de amoníaco concentrado (controles negativos).
- 7.10.1.3.5** Repita los pasos del 3.2.3.1 al 3.2.3.4, aplicándolos a un patrón de cloruro de aluminio o de aluminio en polvo (control positivo).
- 7.10.1.3.6** Anote las observaciones en el formulario para el análisis químico de explosivos.
Nota 24:
La aparición de una coloración ROJA en el seno de la disolución o en suspensión coloidal indica la presencia de aluminio.
La alizarina al ser un indicador ácido-base genera disoluciones de diferente color según el pH, siendo amarillo el color en medio ácido y púrpura en medio básico.

7.10.1.4 Prueba de Hidróxido de Tetrametilamonio (TMAH)

- 7.10.1.4.1** A una punta de espátula de muestra o 2 gotas del extracto orgánico colocadas en un plato de pruebas, adicione 3 gotas de acetona.
- 7.10.1.4.2** Adicione una gota de TMAH al 25% masa en volumen en agua o en metanol (la disolución se vende preparada y debe mantenerse en refrigeración por ser altamente inflamable y tóxica).
- 7.10.1.4.3** Observe el cambio de color y anote las observaciones en el formulario para el análisis químico de explosivos.
- 7.10.1.4.4** Repita los pasos aplicándolos a patrones de NG, 2,4-DNT, 2,6-DNT y 2,4,6-TNT (controles positivos) y a un blanco (control negativo).

Nota 25:

- La aparición de un color AMARILLO PÁLIDO indica la presencia de NG.*
La aparición de un color AZUL-TURQUESA indica la presencia de 2,4-DNT.
La aparición de un color FUSIA indica la presencia de 2,6-DNT.
La formación de un color ROJO indica la presencia de 2,4,6-TNT.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 30 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

7.10.1.5 Prueba de Piperidina

- 7.10.1.5.1** Coloque en un plato de pruebas una punta de espátula de la muestra o dos gotas del extracto orgánico.
- 7.10.1.5.2** Adicione una gota de disolución de acetona:etanol (1:1).
- 7.10.1.5.3** Adicione una gota de piperidina.
- 7.10.1.5.4** Observe si se presentan cambios de color y anote las observaciones en el formulario para el análisis químico de explosivos.
- 7.10.1.5.5** Repita los pasos duplicándolos a un patrón de 2,4,6-TNT (control positivo) y a un blanco (control negativo).

Nota 26: La formación de un color ROJO indica la presencia de 2,4,6-TNT.

7.10.1.6 Prueba de Metanol / Hidróxido de sodio

- 7.10.1.6.1** Coloque una punta de espátula de muestra o 2 gotas del extracto orgánico en un plato de pruebas o en un tubo de ensayo.
- 7.10.1.6.2** Adicione 2 gotas de metanol.
- 7.10.1.6.3** Adicione 1 gota de hidróxido de sodio 2 mol/L.
- 7.10.1.6.4** Observe los cambios de color y anótelos en el formulario para el análisis químico de explosivos.
- 7.10.1.6.5** Repita los pasos aplicándolos a patrones de DNT (2,4 DNT y/o 2,6-DNT) y 2,4,6-TNT (controles positivos) y a un blanco (control negativo).

Nota 27:

La formación de un color ROJO indica la presencia de 2,4,6-TNT.

La aparición de un color ROJO indica la presencia de 2,4,6-TNT.

La aparición de un color AZUL que cambia rápidamente a CAFE indica la presencia de alguno de los isómeros del DNT.

7.10.1.7 Prueba de antrona para carbohidratos y almidones.

- 7.10.1.7.1** Coloque varios cristales de antrona en un plato de pruebas
- 7.10.1.7.2** Agregue una punta de espátula de la muestra o unas 5 gotas del extracto acuoso al plato de pruebas y mezcla.
- 7.10.1.7.3** Añada dos o tres gotas de ácido sulfúrico concentrado
- 7.10.1.7.4** Observe los cambios de color y anótelos en el formulario para el análisis químico de explosivos.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 31 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

7.10.1.7.5 Repita los pasos aplicándolos a una muestra de azúcar de mesa y a un blanco (control negativo).

Nota 28: La aparición de un color azul verdoso indica la presencia de carbohidratos.

7.10.1.8 Prueba de Sommer para azufre elemental

7.10.1.8.1 Para sólidos:

7.10.1.8.1.1 Coloque una pequeña porción de la incógnita sólida (la mitad de una punta de espátula o menos) en un tubo de ensayo.

7.10.1.8.1.2 Añada aproximadamente 1 mL de piridina.

7.10.1.8.1.3 Caliente el tubo en un mechero. Remueva del calor y añada 2 gotas de hidróxido de sodio 2 mol/L.

7.10.1.8.1.4 Observe los cambios de color y anótelos en el formulario para el análisis químico de explosivos.

7.10.1.8.1.5 Repita los pasos aplicándolos a una muestra de azufre precipitado y a un blanco (control negativo).

7.10.1.8.2 Para extractos en disulfuro de carbono:

7.10.1.8.2.1 Extraiga la muestra con 500 µL- 1 mL de disulfuro de carbono (hisopados o material sólido) en un vial (use agitación con vortex)

7.10.1.8.2.2 Filtrar el líquido supernatante con jeringa y filtro de polipropileno de 0,2 micras. Recoger el filtrado en un beaker pequeño.

7.10.1.8.2.3 Evapore completamente el disulfuro de carbono.

Nota 29: Se debe garantizar que se evapora todo el disulfuro de carbono se evapora, pues las trazas del mismo pueden generar un resultado positivo. Las trazas de aluminio pueden inhibir la formación del color por lo que en casos de composiciones pirotécnicas y pólvoras flash la extracción y filtrado es obligatoria.

7.10.1.8.2.4 Agregue 1 mL de piridina y posteriormente 2 gotas de hidróxido de sodio 2 mol/L.

7.10.1.8.2.5 Observe los cambios de color y anótelos en el formulario para el análisis químico de explosivos.

7.10.1.8.2.6 Repita los pasos aplicándolos a una muestra de azufre precipitado extraído en disulfuro de carbono y a un blanco (control negativo).

Nota 30: La formación de un color café-rojizo, verde o azul en la capa de piridina se considera un resultado positivo. La coloración específica dependerá de la concentración de azufre. El color rojizo se obtiene con una alta concentración de azufre.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 32 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

7.10.1.9 Prueba de haluros con nitrato de plata:

7.10.1.9.1 Coloque lunas gotas de la disolución de nitrato de plata en un tubo de ensayo o en un beaker. La disolución debe ser clara e incolora.

7.10.1.9.2 Añada 1 mL o menos del extracto o muestra acuosa.

7.10.1.9.3 Observe los cambios de color y anótelos en el formulario para el análisis químico de explosivos.

Nota 31: La formación de una turbidez blanquecina o precipitado blanco es indicativa de la presencia de haluros. Los sulfatos también pueden dar resultado positivo en esta prueba.

7.10.1.9.4 Adicione un par de gotas de amoníaco y observe si el precipitado se redisuelve. Anote la observación en el formulario de análisis.

Nota 32: La redisolución del cloruro de plata ocurre muy fácilmente, la del bromuro de plata ocurre con más lentitud, mientras que el yoduro de plata permanece insoluble, al igual que el sulfato de plata. El cloruro de plata es blanco mientras que el bromuro de plata y el yoduro de plata tienen una coloración entre blanca y amarilla.

7.10.1.9.5 Repita los pasos aplicándolos a una muestra de cloruro de sodio y a un blanco (control negativo).

7.10.1.10 Reactividad de carbonatos y bicarbonatos con ácido clorhídrico:

7.10.1.10.1 En caso de que sospeche la presencia de carbonatos o bicarbonatos en la muestra, realice una prueba añadiendo a una porción de la muestra sólida (punta de espátula o menos) unas gotas de ácido clorhídrico al 5%.

7.10.1.10.2 Observe si hay o no efervescencia al adicionar el ácido y anote las observaciones en el formulario para el análisis químico de explosivos.

7.10.1.10.3 Nota 33: La evolución de gas o efervescencia podría ser sugestivo de la presencia de carbonatos o bicarbonatos. La comprobación de la presencia de estas sustancias debe realizarse vía FT-IR.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 33 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

7.10.2 FT-IR

7.10.2.1 Micro FT-IR

7.10.2.1.1 Preparación de la placa de vidrio

7.10.2.1.1.1 Tome una placa de vidrio y coloque cinta adhesiva tipo *masking tape* por una de sus caras (debe quedar del tamaño de la placa).

7.10.2.1.1.2 En la cara contraria de la placa coloque un trozo pequeño (aproximadamente 1 cm) de cinta de doble cara y remueva el protector para que quede descubierto el lado adhesivo.

7.10.2.1.1.3 Rotule con marcador la placa con el número de caso que se está analizando y la identificación del indicio de donde se recolectó la partícula o material



Figura Xxx. Placa de vidrio con partícula para análisis por FT-IR.

7.10.2.1.2 Obtención de la muestra y montaje de las partículas en la placa

7.10.2.1.2.1 Prepare la cantidad de porta muestras de vidrio requeridos, colocando el material a analizar sobre la cinta doble cara.

7.10.2.1.2.2 Enmarque la partícula en un área demarcada entre cuatro puntos hechos con marcador (como se observa en la figura XXXXX).

7.10.2.1.2.3 Una vez que tenga listas las placas de vidrio con las partícula de interés, traslade las muestras al cuarto de instrumentos donde se ubica el micro-FT-IR.

7.10.2.1.3 Encendido del equipo:

7.10.2.1.3.1 Verifique que exista suficiente nitrógeno líquido para realizar el análisis; en caso contrario, llene el correspondiente reservorio del equipo (frasco Dewar) de acuerdo con lo indicado por el personal responsable de éste.

7.10.2.1.3.2 En caso de que el equipo se encuentre apagado, realice el encendido del equipo de acuerdo con lo indicado en el PROCEDIMIENTO PARA EL USO Y MANEJO DEL

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 34 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

MICROSCOPIO INFRARROJO, THERMO iN10. Si el equipo está encendido, proceda únicamente a anotarse en el respectivo libro de control de equipo.

7.10.2.1.3.3 Encienda la computadora del instrumento si ésta se encuentra apagada.

7.10.2.1.4 Obtención del espectro infrarrojo de reflexión total atenuada de la muestra:

7.10.2.1.4.1 Ingrese al programa *OMNIC Picta* que se encuentra en el escritorio de la computadora del equipo.

7.10.2.1.4.2 En la pestaña "Ver y Recoger" localizada en la barra lateral de comandos, defina las condiciones del experimento como se muestra a continuación, seleccionando cada parámetro dentro de las opciones disponibles:

Modo de adquisición: ATR
 Detector Refrigerado
 Hora de recogida: (Barrido 64)
 Fondo: Recoger fondo antes de la muestra
 Perfil de presión actual: Pressure 29
 Presión: 29 / 23
 Abertura: Anchura 150 µm / Altura 150 µm (variable)
 Tamaño del paso: 100 µm x 100 µm (variable)

7.10.2.1.4.3 Para más detalle de la operación del instrumento en modo ATR, revise el punto Análisis de muestras por ATR en el PROCEDIMIENTO PARA EL USO Y MANEJO DEL MICROSCOPIO INFRARROJO, THERMO iN10.

7.10.2.1.4.4 Adicionalmente obtenga un control negativo correspondiente a un área de la cinta adhesiva doble cara sin material adherido.

7.10.2.1.5 Procesamiento de los espectros:

7.10.2.1.5.1 Para realizar el procesamiento de los espectros, refiérase al PROCEDIMIENTO PARA EL USO Y MANEJO DEL MICROSCOPIO INFRARROJO, THERMO iN10.

7.10.2.1.5.2 Imprima los espectros de cada muestra, así como el espectro de la cinta doble cara y adjúntelos al legajo físico y/o digital según corresponda.

7.10.2.2 FT-IR (ATR)

7.10.2.2.1 Preparación de extractos de las muestras pirotécnicas grisáceas o negruzcas

7.10.2.2.1.1 En caso de que la muestra no se encuentre pulverizada, morterice una cantidad pequeña en el mortero y ejercer poca presión con el pistilo.

7.10.2.2.1.2 Coloque una punta de espátula de la muestra en un vial de 4 mL

7.10.2.2.1.3 Agregue aproximadamente 4 mL de agua desionizada.

7.10.2.2.1.4 Agite durante aproximadamente 6 minutos en el vórtex.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 35 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

- 7.10.2.2.1.5** Filtre con papel y colocar el extracto en un vidrio reloj.
- 7.10.2.2.1.6** Adicione agua de grifo y núcleos de ebullición en un beaker de 50 mL. Colocar el vidrio de reloj sobre este.
- 7.10.2.2.1.7** Caliente hasta que se evapore todo el contenido del vidrio de reloj para extraer el material sólido y colocarlo en un vial de 2 mL. Reservar en desecadora de ser necesario.
- 7.10.2.2.2** Inicio, verificación de condiciones
- 7.10.2.2.2.1** Encienda la computadora y luego el equipo. Se necesita dejar el equipo 15 minutos encendida antes de realizar las mediciones.
- 7.10.2.2.2.2** Abra el software "OMNIC" ubicado como acceso directo en el escritorio.
- 7.10.2.2.2.3** Retire el dispositivo de ATR y colocar el accesorio de transmisión.
- 7.10.2.2.2.4** Dé clic a la ventana "Collect", en la ventana emergente dé clic a "Advanced Diagnostics", luego dé clic a la opción "Performance Test" y posteriormente seleccione el botón "Run". Con esta prueba se debe verificar que el ruido se encuentre por debajo de 0.250.
- 7.10.2.2.2.5** Retire el accesorio de transmisión e inserte el accesorio de ATR. No manipule las ventanillas laterales donde pasa el haz.
- 7.10.2.2.2.6** Elija como accesorio insertado el "ATR ID7-Diamond" en la ventana emergente, y de clic en "OK".
- 7.10.2.2.2.7** Dé clic en "Exp set", ubicado en el acceso inicial de la barra superior, para verificar las condiciones experimentales.
- 7.10.2.2.2.8** Vaya a la pestaña "Collect", ubicada en "Exp set", y verifique la siguiente información:
 "No. Scans= 32",
 "Resolution=4",
 "Final format=absorbance",
 "Correcction=ATR",
 "Collect background after=30 min"
- Seleccione las opciones: "Atmospheric suppression" y "Save automatically".
 Verifique en la pestaña "Bench", ubicada en "Exp set", que el límite máximo del rango sea 5000 nm y el límite mínimo sea de 395 nm aproximadamente.
 Revise en la pestaña de "Diagnostic", ubicada en "Exp set", que el diagrama del equipo se encuentre sin ninguna alerta. De clic en "OK".
 Verifique que el ícono de "System Status", ubicado en la parte superior derecha presente un check verde.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 36 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

7.10.2.2.3 Lectura del blanco y control de poliestireno

7.10.2.2.3.1 Gire el dispositivo de presión o "perilla" en el sentido contrario a las agujas del reloj para elevar la punta. Limpie el ATR únicamente con papel toalla impregnado con isopropanol, nunca utilizar brochas o toallas secas.

7.10.2.2.3.2 De clic al segundo acceso directo denominado "Col Bkg" o bien ir a la ventana "Collect" y de clic en "Collect Background" para la lectura1.

7.10.2.2.3.3 Coloque el control de poliestireno sobre el ATR.

7.10.2.2.3.4 Gire el dispositivo de presión en sentido de las agujas del reloj y detenerse hasta escuchar el "clack".

7.10.2.2.3.5 De clic al tercer ícono de la barra de accesos directos denominado: "Col Smp", o bien ir a la ventana "Collect" luego dar clic en "Collect sample".

7.10.2.2.3.6 Vaya al botón "Print" ubicado en la parte izquierda del espectro para generar el PDF y guarde el documento en la carpeta destinada para los controles.

7.10.2.2.3.7 Retire el control de poliestireno.

7.10.2.2.4 Lectura de muestras

7.10.2.2.4.1 Limpie el ATR y la punta de presión con papel toalla impregnado con isopropanol.

7.10.2.2.4.2 Coloque la muestra sobre el ATR sin rozar la espátula sobre la superficie. Cubra el cristal (diámetro de 1,8 mm.).

7.10.2.2.4.3 Gire el dispositivo de presión en sentido de las agujas del reloj y detenerse hasta escuchar el "clack".

7.10.2.2.4.4 De clic al tercer ícono de la barra de accesos directos denominado: "Col Smp", o bien ir a la ventana "Collect" y consecutivamente a "Collect sample".

7.10.2.2.4.5 Coloque en la ventana emergente el número de caso así como la muestra. Se recomienda copiar el nombre para usarlo en otras ventanas y en la generación final del PDF.

7.10.2.2.4.6 De clic en la opción "Yes" del mensaje emergente de "Confirmation" para agregar el espectro a una ventana nueva.

7.10.2.2.4.7 De clic al espectro del blanco e ir al acceso directo "Clear" para borrar el blanco.

7.10.2.2.4.8 Vaya a la ventana "Process" y dar clic a "Baseline Correct".Dar clic en "Replace" ubicado en la parte superior derecha del espectro.

7.10.2.2.4.9 Vaya a la ventana "Process", dar clic a "% Transmittance".

7.10.2.2.4.10 Vaya al acceso directo " Find peaks". Ajustar la línea negra horizontal del espectro de modo que se puedan observar la mayor cantidad de picos posibles.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 37 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

7.10.2.2.4.11 Vaya al botón "Print" ubicado en la parte izquierda del espectro para generar el PDF. O bien, ir a la ventana "Report", luego dar clic en "Change Template" y elegir la plantilla deseada.

Nota 34 : En la parte inferior de la pantalla principal, durante la generación del espectro, aparece "Bkg. Age: X min". Esto indica el tiempo transcurrido después de la última lectura del blanco, por lo que se recomienda revisar constantemente esta indicación ya que conforme se vaya acercando "X " a los 30 minutos, se debe de limpiar el ATR y levantar el dispositivo de presión.

7.10.2.3 Interpretación de espectros:

7.10.2.3.1 Compare los espectros obtenidos con los de materiales de referencia o muestras de la colección de la Unidad de Pólvora y Explosivos.

7.10.2.3.2 Cuando no disponga de material de comparación, compare contra espectros disponibles en bibliotecas espectrales o bases de datos, documentando en los archivos del caso el origen del espectro (página web).

Nota 35: Algunas páginas que pueden ser de utilidad son las siguientes:

http://www.hanhonggroup.com/ir/ir_en/B15389.html

http://expdb.chm.uri.edu/db_main.php (requiere registro)

<http://www.ilrc.ucf.edu/powders/>

Referencias con espectros infrarrojos de sustancias explosivas o de mezclas explosivas (muchos espectros se tienen almacenados en la unidad de red de la Sección para consulta):

C. Martín-Alberca, F. Zapata, H. Carrascosa, F.E. Ortega-Ojeda, C. García-Ruiz (2016), Study of consumer fireworks post-blast residues by ATR-FTIR, Talanta 149, 257-265.

Martín Alberca, C (2015). Tesis doctoral: Analytical solutions for the forensic analysis of improvised incendiary devices and consumer fireworks. Área de Química Analítica del Departamento de Química Analítica, Química Física e Ingeniería Química de esta Universidad. En

<https://ebuah.uah.es/dspace/handle/10017/24602>

Beveridge, A., Ed. (1998) Forensic Investigation of Explosions; International Forensic Science and Investigations Series; Taylor & Francis Forensic Science Series: E.E.U.U.

7.10.2.3.3 En la medida de lo posible, asigne cada pico identificado para un compuesto dado, el origen de la banda vibracional (e.g. estiramiento simétrico, tijereteo, aleteo, etc.)

7.10.2.3.4 En el caso de mezclas, la asignación de picos a compuestos específicos estará determinado por el criterio y experiencia pericial, y la valoración de cada caso a la luz de los resultados de las otras pruebas realizadas.

7.10.2.3.5 En el caso de las composiciones pirotécnicas considere los componentes típicos más comunes y la asignación de las bandas según los resultados de la validación de esta metodología.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 38 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

7.10.2.3.6 Considere la posibilidad de traslapes, nivel de ruido, forma de los picos, intensidades relativas de los picos en el espectro de cada sustancia. En caso de duda consulte al líder técnico o bien al perito competente encargado de revisión de la estrategia analítica.

7.10.3 Análisis por TLC

7.10.3.1 Primer método de análisis

Fase móvil: tricloroetileno : acetona :: 8:2

Hidrólisis alcalina con hidróxido de potasio en etanol

Sistema revelador: Reactivo de Griess

Este sistema es aplicable para los siguientes explosivos: 2,4,6-TNT, PETN, Tetryl y RDX.

7.10.3.1.1 Siembre al menos 10 μ L de cada disolución de muestras y estándares, esto se realiza presionando suavemente la punta de la micropipeta o capilar de vidrio contra el cromatofolio por uno o dos segundos. Debe esperar que se seque el líquido y vuelve a hacer otra u otras aplicaciones, de manera que en cada aplicación la gota sea "fina"

7.10.3.1.2 En la cámara de desarrollo coloque 10 mL de fase móvil, la cual está compuesta por 8 mL de tricloroetileno y 2 mL de acetona. Utilizando pinzas coloque el cromatofolio con todos los estándares y muestras. Deje correr la fase móvil 8 cm (espacio que va desde el punto donde se siembra hasta la línea donde están los encabezados de cada columna en los cromatofolios). En caso que se deje correr el disolvente una distancia menor a 8 cm se deberá de marcar con grafito el frente del solvente. Este valor será importante para el cálculo de los R_f de cada analito.

7.10.3.1.3 Una vez que eluyeron los analitos, saque los cromatofolios de la cámara con ayuda de una pinza, se colocan en papel toalla y se dejan secar al aire. Una vez secos observe en la lámpara de luz ultravioleta. En el caso de las moléculas que tengan grupos cromóforos se observan manchas en un punto específico (según la solubilidad del analito en la fase móvil) dentro de cada columna.

7.10.3.1.4 Rocíe los cromatofolios con una disolución de hidróxido de potasio en etanol al 5% (masa en volumen) usando los aspersores de vidrio y una bomba de vacío. El aerosol generado debe de depositarse sobre el cromatofolio de forma uniforme dentro de la capilla de gases.

7.10.3.1.5 Coloque los cromatofolios dentro de la estufa pre calentada a 80 °C por 15 minutos. Saque los cromatofolios y deje enfriar. Rocíe con el revelado de Griess. Deje secar y marque con grafito todas las manchas que aparezcan en el cromatofolio.

7.10.3.1.6 Compare el R_f de las manchas en la muestra con el R_f de las manchas de los patrones.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 39 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

7.10.3.2 Segundo método de análisis

Fase móvil: cloroformo : metanol :: 9:1

Hidrólisis alcalina con hidróxido de potasio en etanol

Sistema revelador: Reactivo de Griess

Este sistema es aplicable para los siguientes explosivos: HMX y RDX.

- 7.10.3.2.1** Siembre al menos 10 μ L de cada disolución de muestras y estándares, esto se realiza presionando suavemente la punta de la micropipeta o contra el cromatofolio por uno o dos segundos. Debe esperar que se seque el líquido y vuelve a hacer otra u otras aplicaciones, de manera que en cada aplicación la gota sea "fina".
- 7.10.3.2.2** En la cámara de desarrollo coloque 10 mL de fase móvil, la cual está compuesta por 9 mL de cloroformo y 1 mL de metanol. Utilizando pinzas se coloca el cromatofolio con los estándares. Se deja correr la fase móvil 8 cm. En caso que se deje correr el disolvente una distancia menor a 8 cm se deberá de marcar con grafito el frente del solvente. Este valor será importante para el cálculo de los R_f de los analitos.
- 7.10.3.2.3** Una vez que eluyeron los analitos, saque los cromatofolios de la cámara con ayuda de una pinza, se colocan en papel toalla y se dejan secar al aire. Una vez secos se observan en la lámpara de luz ultravioleta.
- 7.10.3.2.4** Rocíe los cromatofolios con una disolución de hidróxido de potasio en etanol al 5% (masa en volumen) usando los aspersores de vidrio y una bomba de vacío. El aerosol generado debe de depositarse sobre el cromatofolio de forma uniforme dentro de la capilla de gases.
- 7.10.3.2.5** Coloque los cromatofolios dentro de la estufa precalentada a 80 °C por 15 minutos. Saque los cromatofolios, deje enfriar y rocíe con el revelado de Griess. Deje secar y marque con grafito todas las manchas que aparezcan en el cromatofolio.
- 7.10.3.2.6** Compare el R_f de las manchas en la muestra con el R_f de las manchas de los patrones.

7.10.3.3 Tercer método de análisis

Fase móvil: tricloroetileno : acetona :: 8:2.

Sistema revelador: Difenilamina 5 % en metanol

Este sistema es aplicable para los siguientes explosivos: 2,4-DNT y 2,6-DNT.

- 7.10.3.3.1** Siembre al menos 10 μ L de cada disolución de muestras y estándares, esto se realiza presionando suavemente la punta de la micropipeta o contra el cromatofolio por uno o dos segundos. Debe esperar que se seque el líquido y vuelve a hacer otra u otras aplicaciones, de manera que en cada aplicación la gota sea "fina".
- 7.10.3.3.2** En la cámara de desarrollo coloque 10 mL de fase móvil, la cual está compuesta por 8 mL de tricloroetileno y 2 mL de acetona. Utilizando pinzas se coloca el cromatofolio con los estándares. Se deja correr la fase móvil 8 cm (espacio que

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 40 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

va desde el punto donde se siembra hasta la línea donde están los encabezados de cada columna en los cromatofolios). En caso que se deje correr el disolvente una distancia menor a 8 cm se deberá de marcar con grafito el frente del solvente. Este valor será importante para el cálculo de los R_f de cada analito.

7.10.3.3.3 Una vez que eluyeron los analitos, se sacan los cromatofolios de la cámara con ayuda de una pinza, se colocan en papel toalla y se dejan secar al aire. Una vez secos se observan en la lámpara de luz ultravioleta. Observará manchas en la parte superior del cromatofolio.

7.10.3.3.4 Rocíe los cromatofolios con el revelado de Griess usando los aspersores de vidrio y una bomba de vacío. El aerosol generado debe de depositarse sobre el cromatofolio de forma uniforme dentro de la capilla de gases. Deje secar y proceda a marcar con grafito las manchas aparecidas en la parte superior del cromatofolio.

7.10.3.3.5 Compare el R_f de las manchas en la muestra con el R_f de las manchas de los patrones.

7.10.4 Análisis por GC-MS

7.10.4.1 Analice por GC-MS los extractos o disoluciones en acetato de etilo o disulfuro de carbono obtenidos de los indicios (escombros o materiales de decomiso recibidos). Para ello siga la metodología cromatográfica descrita en el apartado de Análisis cromatográfico del Procedimiento para la identificación de pólvora libre de humos por GC/MS.

7.10.4.2 Utilice blancos de acetato de etilo o de disulfuro de carbono según corresponda.

7.10.4.3 Según sea necesario, incorpore en la corrida cromatográfica un patrón de azufre elemental (puede ser un material de referencia que lo contenga), uno o varios patrones de pólvora libre de humos y una mezcla de los explosivos altos más típicos (RDX, PETN, TNT, Tetril, 2,4-DNT y 2,6-DNT).

7.10.4.4 Realice el procesamiento de los cromatogramas e identificación tomando en cuenta lo indicado en el Procedimiento para la identificación de pólvora libre de humos por GC/MS.

7.10.5 Análisis por GC-NPD

7.10.5.1 Analice por GC-NPD los extractos o disoluciones en acetato de etilo obtenidos de los indicios (escombros o materiales de decomiso recibidos).

7.10.5.2 Las condiciones en el equipo son las siguientes:

Nombre del método: EXPLOSIVOS 03ABR_14

Ubicación del método: D:\GC-NPD\1\METHODS\EXPLOSIVOS 03ABR_14.M

Condiciones del inyector:

Modo: Splitless pulsado

Volumen de inyección: 2,00 μ L

Temperatura inicial: 150 °C

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 41 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

Presión: 18,11 psi
Presión pulsada: 25,00 psi
Tiempo pulsado: 0,50 min
Flujo de purga: 50,0 mL/min
Tiempo de purga: 1,50 min
Flujo total: 56,1 mL/min
Gas auxiliar: Encendido
Corte de solvente: 5,00 min
Tipo de gas: Helio

Condiciones del horno:

Temperatura inicial: 55 °C
Tiempo inicial: 3,30 min
Temperatura máxima: 310 °C
Tiempo de equilibrio: 1,00 min
Programación de temperatura: rampa de 7 °C/min hasta 210°C por 0 min y rampa de 20 °C/min hasta 250 °C por 5,56 min
Temperatura posterior a la corrida: 70 °C
Tiempo posterior a la corrida: 0 min
Tiempo de corrida 33 min

Columna capilar 1:

Modelo: Agilent 19091S-433HP-5MS 5% Phenyl Methyl Siloxane 30 m x 250 µm x 0.25 µL
Modo: Flujo constante
Temperatura máxima: 325 °C
Flujo inicial: 1,7 mL/min
Presión inicial nominal: 18,11 psi
Velocidad promedio: 37,0 cm/s

Columna capilar 2:

Modelo: JW 122-0732 (14% cianopropil-fenil)-metilpolisiloxano 30 m x 250 µm x 0.25 µL
Modo: Flujo constante
Temperatura máxima: 300 °C
Flujo inicial: 1,7 mL/min
Presión inicial nominal: 18,11 psi
Velocidad promedio: 37,0 cm/s

Detector NPD1 B:

Temperatura: 320 °C
Flujo de hidrógeno: 3,0 mL/min
Flujo de aire: 60,0 mL/min
Modo: columna constante con cambio de flujo
Flujo combinado: 7,0 mL/min
Cambio de flujo: Encendido
Gas auxiliar: Nitrógeno (5,3 mL/min)
Tiempo de equilibrio: 5,00 min

Detector NPD2 A:

Temperatura: 320 °C
Flujo de hidrogeno: 3,0 mL/min

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 42 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

Flujo de aire: 60,0 mL/min
 Modo: columna constante con cambio de flujo
 Flujo combinado: 7,0 mL/min
 Cambio de flujo: Encendido
 Gas auxiliar: Nitrógeno (5,3 mL/min)
 Tiempo de equilibrio: 5,00 min

- 7.10.5.3** Antes de utilizar el equipo, cambie el liner y el septum, el liner tiene una duración de 300 inyecciones y el septum una duración de 100 inyecciones, estos límites fueron establecidos por el encargado del equipo.
- 7.10.5.4** Para acondicionar el GC-NPD, se debe cargar el método a utilizar, ubicado en la siguiente dirección: D:\GC-NPD\1\METHODS\EXPLOSIVOS_03ABR_14.M que se encuentra en la computadora que controla el GC-NPD. En el punto 2.1.6.2 se detallan las condiciones del método.
- 7.10.5.5** Estabilice voltímetro del equipo, hasta que los datos sean constantes, normalmente varía dependiendo del estado de las perlas de rubidio.
- 7.10.5.6** Para los viales de lavado se utiliza como solvente acetato de etilo y los viales de desecho se encuentran vacíos y limpios.
- 7.10.5.7** Se procede a inyectar en el GC-NPD, utilizando la siguiente secuencia de inyección:
- 7.10.5.7.1** Al iniciar la secuencia de inyección, se coloca al menos tres blancos instrumentales de acetato de etilo para verificar la limpieza del sistema, si fuera necesario se puede aumentar la cantidad de blancos hasta que estos estén limpios.
- 7.10.5.7.2** Se colocan dos blancos instrumentales de acetato de etilo previo a cada muestra cuestionada, a cada control negativo y a cada control positivo.
- 7.10.5.7.3** Se le debe dar prioridad de inyección a los controles negativos, seguidamente a las muestras cuestionadas y por último a los controles positivos, para que estos no contaminen las muestras cuestionadas ni los controles negativos.
- 7.10.5.7.4** Se coloca al menos tres blancos instrumentales de acetato de etilo al final de la secuencia para verificar la limpieza del instrumento.
- 7.10.5.8** Un resultado se tomará como una identificación tentativa para una muestra cuestionada cuando se cumpla lo siguiente:
- 7.10.5.8.1** El analito de interés no se debe detectar en el blanco instrumental de acetato de etilo previo a la inyección de muestra cuestionada, ni en los controles negativos.
- 7.10.5.8.2** El cromatograma obtenido de la muestra cuestionada debe tener una señal cromatográfica superior al límite de detección.
- 7.10.5.8.3** El valor de tiempo de retención de cada analito debe estar dentro de la ventana de detección establecida.
- 7.10.5.8.4** Un resultado es aceptado si en los dos detectores se obtiene una señal al tiempo de retención respectivo para el analito en cada detector, si la señal aparece

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 43 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

únicamente en uno de los detectores, no se puede tomar como un resultado que confirme la identidad de la sustancia. Adicionalmente se requerirá una o dos pruebas más para realizar la identificación de la sustancia, según los criterios de la TWGFEX.

7.10.6 Análisis por HPLC

7.10.6.1 Analice por HPLC los extractos o disoluciones en acetato de etilo obtenidos de los indicios (escombros o materiales de decomiso recibidos).

7.10.6.2 Para la preparación de las muestras: agitar en vórtex, por al menos 2 minutos; centrifugar por 5 minutos a 3500 rpm. Filtrar en filtro de polipropileno de 0,2 micras. Traslade el extracto a un vial limpio, seque el disolvente bajo corriente de nitrógeno en el evaporador a temperatura ambiente. Reconstituya en 1 mL de la composición de la fase móvil inicial.

7.10.6.3 Prepare blancos y controles positivos de NG, PETN, RDX, HMX, TNT, Tetryl, 2,4-DNT y 2,6-DNT, evaporando el solvente y reconstituyendo en la fase móvil inicial. Utilice dos blancos entre muestras.

7.10.6.4 Condiciones cromatográficas del método de escrutinio de explosivos por HPLC / DAD (explos.m).

Módulo del equipo / Parámetro	Condición Cromatográfica			
Columna				
Fase estacionaria	RP-C ₁₈			
Longitud	25,0 cm			
Diámetro interno	4,6 mm			
Tamaño de partícula	5 µm			
Fase móvil				
Solvente A	Acetonitrilo			
Solvente B	Agua			
B inicial (A inicial)	45 % (55 %)			
Gradiente	t / min	A / %	B / %	Flujo mL / min
	0	55	45	0,950
	4	55	45	0,950
	8	55	45	0,850
	10	60	40	0,850
	15	80	20	0,950
	Tiempo corrida cromatográfica: 15 min			

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 44 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

	Post-corrída controlada: 5 min Pre-run: 0,25 min (Autobalance del detector) Presión máxima: 150 bar Pre-run y post-run autobalance: On
Flujo volumétrico Flujo inicial Variación de flujo	0,950 mL / min Con gradiente de flujo desde 0,950 mL / min hasta 0,850 mL / min
Temperatura del horno	30 °C
Tamaño de muestra Volumen Masa	20 µL de inyección ≤100 µg en columna

7.10.6.5 La combinación del tiempo de retención y el espectro de absorción es indispensable para una adecuada detección del analito. La comparación espectral se realiza directamente con una aplicación del instrumento.

8 Criterios de Aceptación o Rechazo de Resultados:

No.	Criterio de Aceptación	Valor Límite	Corrección Aplicable
1	Análisis de blancos debe dar resultado negativo	No debe generarse error tipo I (α o falso positivo)	<ul style="list-style-type: none"> Revisar estado de los reactivos (posibilidad de contaminación) Repetir los controles negativos
2	Análisis de controles positivos debe dar resultado positivo	No debe generarse un error tipo II (β o falso negativo)	<ul style="list-style-type: none"> Revisar estado de los reactivos y condiciones de análisis Repetir la verificación de reactivos críticos

Nota 36. Otros criterios en:

Procedimiento para la identificación de los componentes de la pólvora libre de humos por cromatografía de capa fina

Procedimiento para la determinación de pólvora libre de humos por micro espectroscopía infrarroja (FT-IR)

Procedimiento para la identificación de pólvora libre de humos por GC/MS

PON para USO GENERAL DEL SEM-EDX

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 45 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

9 Cálculos y evaluación de la incertidumbre:

Este procedimiento no requiere de cálculos ni de evaluación de incertidumbre, ya que el alcance establecido es de tipo cualitativo.

10 Reporte de Análisis y Resultados:

Se presentan ejemplos generales; las redacciones pueden variar sobre la base de caso por caso en función de la complejidad, cantidad de orificios, tipo de hallazgos, explicaciones y opiniones técnicas, etc.

Este apartado no pretende describir todos aquellos aspectos que debe contener un dictamen de identificación de explosivos, lo cual corresponde a un módulo específico del proceso de entrenamiento del personal pericial.

El perito deberá diferenciar las conclusiones y explicaciones (como complemento de la conclusión en notas) de las opiniones técnicas las cuales deben estar identificadas como tales en el dictamen. Las opiniones tendrán como objetivo orientar sobre alguna dinámica en los hechos investigados (por ejemplo sobre la posible estructura o diseño del artefacto explosivo). Tome en cuenta las limitaciones del análisis/inspección realizada al efectuar una interpretación, en el sentido por ejemplo de no emitir criterios definitivos o concluyentes a partir de análisis/inspecciones presuntivas. Además cuando considere necesario, solicite a la Autoridad Judicial correspondiente información adicional a la contenida en la Solicitud de Dictamen Pericial, con el fin de poner aclarar una situación dada.

Cuando el perito lo considere necesario, puede incluir fotografías o ilustraciones para explicar o referenciar.

La presentación de los resultados en el dictamen ya sea en prosa o estructurada en cuadros, dependerá de lo que el perito considere más conveniente para facilitar la lectura según la complejidad del caso.

En el Anexo 05 se presentan una lista de explosivos y sus residuos la cual es una guía importante para la interpretación de un conjunto de resultados.

10.1 Las conclusiones típicas pueden incluir las siguientes escalas de acuerdo con los criterios planteados en 7.2:

10.1.1 Identificación:

Un perito competente puede reportar y testificar sobre la identidad de un analito en una muestra cuando:

10.1.1.1 Haya obtenido resultados positivos para un analito en una muestra utilizando técnicas ortogonales (o significativamente diferentes), cumpliendo con lo señalado en 7.2.9 y 7.2.10.

10.1.1.2 Se satisfagan los criterios de aceptación y rechazo particulares para cada una de las técnicas utilizadas, incluyendo el uso de controles negativos y positivos (o comparación con una biblioteca o base de datos de origen confiable).

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 46 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

Ejemplos de identificación:

En los restos de tela quemada recibida como material cuestionado se identificó TNT.

En el tubo niple deformado recibido como indicio se identificaron gránulos de pólvora libre de humos.

El sólido blanco cristalino recibido como indicio corresponde a perclorato de amonio.

10.1.2 Consistente con:

Un perito competente puede concluir que una sustancia cuestionada es consistente con una sustancia particular cuando:

10.1.2.1 La técnica o técnicas analíticas no permiten sostener la identificación de una sustancia química específica o los componentes específicos de una mezcla, pero proporcionan información confiable para incluir una sustancia dentro de una clase de material.

Ejemplo 1:

Los residuos encontrados en el tapón de tubo niple recibido como material cuestionado son consistentes con los productos de la deflagración de un sustituto de pólvora negra que contiene azufre, por ejemplo Pyrodex o composiciones similares.

Ejemplo 2 con las escalas de "identificación" y de "consistencia con":

- En relación con el líquido amarillo recibido (identificado como ITEM 1), recuperado de una botella plástica (según la solicitud de dictamen pericial), se encontró que corresponde a ácido clorhídrico con cloruro de aluminio suspendido.

-En relación con el sólido negro granulado recibido (identificado como ITEM 2), recuperado de un artefacto explosivo improvisado desactivado por la Unidad Especial de Intervención de la Dirección de Inteligencia y Seguridad (según la solicitud de dictamen pericial), se determinó que sus características físicas y químicas corresponden con las de la pólvora negra.

Se concluye que el material identificado como ITEM 1 es consistente con el producto resultante de la explosión de una bomba de ácido clorhídrico y aluminio metálico.

Nota: La bomba de aluminio metálico (obtenido usualmente a partir de papel de aluminio) y ácido clorhídrico (o ácido muriático como se conoce comercialmente para uso regular), consiste de un dispositivo (botella plástica cerrada con tapa, de las usadas para refresco) que estalla produciendo un sonido estrepitoso como producto de la reacción entre los componentes químicos en su interior, que producen la evolución de un gas hasta sobrepasar la resistencia estructural del contenedor.

Se concluye que el material identificado como ITEM 2 corresponde a pólvora negra

Nota: La pólvora negra es un explosivo bajo compuesto de una mezcla íntima y uniforme de nitrato de potasio, carbón y azufre típicamente en proporción 75-15-10. Por sus características explosivas se utiliza como carga propulsora o propelente.

10.1.3 No identificado (negativo)

Un perito competente puede concluir que una sustancia determinada no se identificó en un material cuestionado o indicio cuando los resultados de las pruebas o ensayos son negativos para esa sustancia.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 47 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

Ejemplo 1: En los escombros recibidos como indicios NO se identificaron sustancias explosivas ni componentes de mezclas explosivas.

Ejemplo 2 con resultados positivos y negativos, incluyendo una opinión técnica:

En el conjunto de escombros recibidos compuestos por fragmentos metálicos, restos de cinta adhesiva parcialmente quemada y restos de mangueras plásticas, no se identificaron explosivos altos como 2,4,6-trinitrotolueno (TNT), 2,4-dinitrotolueno, 2,6 dinitrotolueno, nitroglicerina, ciclonita (RDX) o tetril, ni los componentes típicos de las pólvoras libres de humos (nitroglicerina, etilcentralita, difenilamina).

Se determinó que el material verde esmeralda que se muestra en la Figura XXX, corresponde a una composición pirotécnica a base de clorato de potasio y azufre, y al menos dos componentes no explosivos responsables del color verdoso, de tal manera que la composición resulta consistente con una bomba de humo.

Los fragmentos metálicos en los escombros recibidos se asocian principalmente con dos fuentes, a saber:

- Fragmentos de hierro de un cilindro extintor de fuego (de polvo químico) a base de fosfato monoamónico. Exceptuando trazas de los componentes del polvo químico, no se detectó ninguna de las sustancias explosivas señaladas en el apartado XXX ni productos de la reacción pirotécnica a partir de pólvora negra, sustitutos de ésta, o composiciones pirotécnicas. La cantidad de fragmentos, sus dimensiones y las características de los bordes permiten relacionar los fragmentos con el contenedor principal en el artefacto explosivo improvisado utilizado en la presente causa.

- Fragmentos de aluminio de un dispositivo electrónico o de telecomunicaciones en los que sí se evidenció la presencia de residuos de la reacción pirotécnica, muy posiblemente asociados con al menos dos bombas de humo activadas de forma simultánea y paralela con el artefacto principal señalado en el apartado XXX. Se trata de bombas de humo de color verdoso a base de clorato de potasio, azufre elemental y al menos dos tipos de pigmentos.

Opinión técnica:

A partir de la evaluación de los escombros y materiales recibidos como indicios, la estructura general del artefacto explosivo improvisado se presenta en la Figura XXXX, en la que se puede apreciar un sistema de ignición eléctrico mediante batería, interruptor, cableado eléctrico que se ramifica en cinco líneas:

- Una línea que finaliza con el añadido de cable negro, cinta adhesiva gris, manguera plástica, y la bomba de humo que se describió en XXX (bulbos con filamentos expuestos, composición pirotécnica)

- Una línea que finaliza con cables negros añadidos, la cinta y los bulbos, sin evidencia física de la bomba de humo, aunque por similitud con la anterior, debió tenerla

- Una línea que finaliza con cables de color negro y cinta adhesiva negra de electricista, todo similar a las anteriores pero sin los bulbos.

- Una línea que no se logra determinar cómo terminaba, pero que no se puede descartar que también correspondiera a una bomba de humo.

- Finalmente una línea que debió estar conectada a los cables negros que se introducen por la boquilla del extintor hasta el interior del mismo, en contacto con algún sistema

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 48 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

que permite la ignición, vía eléctrica, de la sustancia combustible (inflamable), explosiva (no detectada) o generadora de gases por reacción química.

10.1.4 No puede ser diferenciado

En los casos que involucran comparación de muestras, el perito competente puede establecer que dos o más muestras no pueden ser diferenciadas cuando los resultados no muestren diferencias químicas o morfológicas significativas.

10.1.5 Puede ser excluido

En los casos que involucran comparación de muestras, el perito competente puede establecer que se excluye que dos o más muestras se hayan originado a partir de la misma fuente, tal que pueden ser diferenciadas por sus características químicas o morfológicas relevantes.

Ejemplo de las categorías 10.1.4 y 10.1.5

Se recibió lo siguiente:

Identificación de la muestra	Características del material recibido	Tipo de material
ITEM 1	Material granulado de color gris oscuro (cinco gránulos). Aparente pólvora libre de humos de morfología tubular o cilíndrica.	Elemento cuestionado recuperado del vehículo según solicitud de dictamen pericial
ITEM 2	Material granulado de color gris brillante. Aparente pólvora libre de humos de morfología tubular o cilíndrica.	Elemento de comparación recuperado de la vivienda del sospechoso según solicitud de dictamen pericial
ITEM 3	Material granulado de color gris oscuro. Aparente pólvora libre de humos de morfología tubular o cilíndrica.	Elemento de comparación recuperado de la vivienda del sospechoso según solicitud de dictamen pericial

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 49 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

Bajo la metodología utilizada, se realizaron los siguiente hallazgos:

Identificación de la muestra	Hallazgos morfológicos, físicos y químicos
Item 1	<p>Cinco gránulos de color gris oscuro, de morfología cilíndrica (tubular) sin perforación, con diámetro medio de 0,99 milímetros y longitud media de 2,05 milímetros.</p> <p>Corresponde a pólvora libre de humos de base simple, cuyos componentes principales son: nitrocelulosa, 2,4-dinitrotolueno y difenilamina. Adicionalmente se identificó 2-nitrodifenilamina y compuestos con características consistentes con 2,4-ditertbutil fenol y 3,4-dinitrotolueno.</p>
Item 2	<p>Gránulos de color gris brillante, de morfología cilíndrica (tubular) sin perforación, con diámetro medio de 1,33 milímetros y longitud media de 2,08 milímetros.</p> <p>Corresponde a pólvora libre de humos de base doble, cuyos componentes principales son: nitrocelulosa, nitroglicerina, difenilamina y akardita II. Adicionalmente se identificó ftalato de dietilo y compuestos con características consistentes con 2,4-ditertbutil-6-nitrofenol y metil-3-(fenilamino) benzoato.</p>
Item 3	<p>Gránulos de color gris oscuro, de morfología cilíndrica (tubular) sin perforación, con diámetro medio de 0,98 milímetros y longitud media de 2,05 milímetros.</p> <p>Corresponde a pólvora libre de humos de base simple, cuyos componentes principales son: nitrocelulosa, 2,4-dinitrotolueno y difenilamina. Adicionalmente se identificó 2-nitrodifenilamina y compuestos con características consistentes con 2,4-ditertbutil fenol y 3,4-dinitrotolueno.</p>

- Se concluye que el material identificado como item 3 corresponde a pólvora libre de humos de base simple.
- Se concluye que el material identificado como item 2 corresponde a pólvora libre de humos de base doble.
- Se concluye que el material identificado como item 1 corresponde a pólvora libre de humos de base simple y es indistinguible químicamente y morfológicamente del material que constituye el item 3, por lo que ambos podrían haberse originado a partir de la misma fuente.
- Se concluye que con base en sus características químicas y morfológicas, el material identificado como item 2 puede ser excluido como la fuente del material identificado como item 1.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 50 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

11 Medidas de Seguridad y Salud Ocupacional:

- 11.1** Use siempre la ropa apropiada, a saber: uniforme, gabacha manga larga, anteojos de seguridad, guantes plásticos descartables.
- 11.2** El rociado con los reactivos para TLC se debe realizar siempre en la capilla extractora de gases.
- 11.3** Conozca las MSDS de las sustancias químicas utilizadas en la realización de las pruebas quimiográficas.
- 11.4** No descarte por la pila los remanentes de reactivos orgánicos e inorgánicos, los cuales deberán colocarse en un recipiente que contenga diatomita u otro material equivalente, o en un recipiente apropiado para su disposición final.
- 11.5** Los artefactos explosivos deben ser desactivados antes de ser enviados al laboratorio. Si por alguna razón existen riesgos de explosión de algún artefacto recibido en el laboratorio, contacte al personal de la Unidad Especial de Intervención del Ministerio de la Presidencia, quienes son los responsables a nivel nacional de desactivar y neutralizar explosivos.
- 11.6** Si tiene alguna duda con respecto a la estabilidad de un explosivo o su manejo seguro, consulte al personal de mayor experiencia el laboratorio y/o al personal de la Unidad Especial de Intervención del Ministerio de la Presidencia.
- 11.7** Analice solo pequeñas cantidades del material.
- 11.8** No trabaje cerca de fuentes de calor o llamas.
- 11.9** No someta los materiales a golpes o choques violentos.
- 11.10** Almacene los materiales en un lugar libre de fuentes de calor, llamas o acelerantes.
- 11.11** Otros cuidados se pueden consultar en: 3.27 Conkling, J. A. Mocella, C (2010). Chemistry of Pyrotechnics: Basic Principles and Theory, 2nd Edition, CRC Press Taylor & Francis Group, Boca Raton http://www.freepyroinfo.com/Pyrotechnic/Chemistry_of_Pyrotechnics_Basic_Principles_and_Theory.pdf Apéndice B.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 51 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

12 Simbología:

CAL:	Nomenclatura para Aseguramiento de la Calidad
DCF:	Departamento de Ciencias Forenses
FT-IR:	Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier
GC-MS:	Cromatografía de gases con detección de espectrometría de masas
GC-NPD:	Cromatografía de gases acoplada a detector de fósforo-nitrógeno
PON:	Procedimiento de Operación Normado
SADCF:	Sistema automatizado del Departamento de Ciencias Forenses
SCD:	Solicitud de cambio documental
SGC:	Sistema de Gestión de la Calidad
UGC:	Nomenclatura para la Unidad de Gestión de Calidad
SEM-EDX:	Microscopía de barrido electrónico acoplada a microanálisis de rayos X
PETN:	Pentaeritrol tetranitrato
RDX:	Ciclotrimetilentrinitramina
TNT:	2,4,6-trinitrotolueno
2,4-DNT	2,4-dinitrotolueno
2,6-DNT	2,6-dinitrotolueno
ATR:	Reflectancia total atenuada
NC:	Nitrocelulosa
NG:	Nitroglicerina
HMX:	Ciclotetrametilentetranitrato
TLC:	Cromatografía de capa fina
Rf:	Factor de retención
HPLC:	Cromatografía líquida de alta resolución
UV:	Detector ultravioleta
FT-IR:	Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier
T/SWGFEX:	<i>Technical/Scientific Working Group for Fire and Explosions Analysis</i>

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 52 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

13 Terminología:

Conclusión pericial y opinión técnica: La conclusión es un juicio emitido producto de una inferencia derivada de la información resultante de la aplicación del método científico en el análisis pericial de indicios efectuado por personal competente, en respuesta a preguntas planteadas por la autoridad judicial. Cuando el mismo análisis (individualmente o en conjunto con los resultados de otros análisis de la misma causa) genera resultados que podrían ser de utilidad a la Autoridad Judicial (por ejemplo, dar información orientativa), estos se pueden plasmar como opiniones técnicas aún cuando no obedezcan a consultas explícitamente realizadas en la solicitud de dictamen. Además de las conclusiones y explicaciones que se generan en el análisis pericial, el perito puede expresar opiniones técnicas en las que se plantean hipótesis, posibilidades o juicios generales siempre que: a) se mantengan dentro del campo de competencia del perito, b) se desprendan de las observaciones, inspecciones, análisis o valoraciones técnicas realizadas, c) hayan sido documentadas en el legajo del caso y d) encuentren respaldo en la comunidad científica forense a través de publicaciones.

Control negativo: Experimento realizado con el fin de verificar contaminación de los reactivos o medios utilizados en las pruebas químicas que podrían tener un falso positivo.

Control positivo: Experimento realizado con el fin de verificar condiciones adecuadas de trabajo y de idoneidad de los reactivos y medios utilizados en las pruebas químicas.

Explosión: Una explosión es provocada por un aumento repentino en el volumen y la liberación de energía de una manera violenta, por lo general con una generación de altas temperaturas y liberación de gases. Una explosión genera ondas de presión en el medio local en el que se produce y se clasificarán tomando como referencia la velocidad del sonido en el medio explosivo. Si las ondas son subsónicas, las explosiones se clasifican como deflagraciones y si las ondas son supersónicas se clasifican como detonaciones. Para que una explosión se produzca debe haber una acumulación local de la energía en el lugar de la explosión que se libera. Esta liberación de energía puede ser disipada en forma de ondas de choque, la propulsión de los desechos, o por la emisión de radiación térmica

Explosivos: Los explosivos son sustancias químicas puras o mezcladas que por la acción de un estímulo externo (roce, calor, presión, choque, percusión, entre otros), la sustancia experimenta un cambio químico sin una fuente externa de oxígeno, con liberación de grandes cantidades de energía y evolución de gases calientes, todo en un tiempo muy breve. Generalmente las consecuencias de las explosiones son violentas, considerando los efectos térmicos y mecánicos que pueden generar. La capacidad de un explosivo para descomponerse obedece a reordenamientos internos favorecidos termodinámica y entrópicamente, considerando la presencia de grupos explosóforos y un alto contenido de oxígeno en la estructura molecular. Sin embargo, al ser moléculas tienen como limitación que la cantidad de combustible necesario para realizar la oxidación está dado intramolecularmente, por ejemplo, con el balance de oxígeno

Material energético: definido por la *American Society for Testing and Materials* (ASTM) como un compuesto o mezcla de compuestos que contienen el combustible y el oxidante, que pueden reaccionar fácilmente, liberando una gran cantidad de energía y gas. El término es más utilizado en el campo de la investigación química para desarrollar explosivos, propelentes y materiales pirotécnicos que tengan usos específicos, satisfaciendo requisitos y obteniendo materiales que sean cinéticamente estables y termodinámicamente inestables al mismo tiempo.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 53 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

Artefacto explosivo improvisado: Un artefacto explosivo es un conjunto de elementos dispuestos de tal forma que, reuniendo determinadas condiciones, puede producir una explosión. Dichos elementos varían en función del tipo de artefacto utilizado y además requiere de un mecanismo de iniciación, un elemento de retardo y una carga principal. Adicionalmente puede contar con una metralla. Los explosivos pueden ser de tipo pirotécnico, para uso militar o con propósitos criminales (artefacto explosivo improvisado, IED por sus siglas en inglés). Un artefacto explosivo es considerado como un IED, cuando una o todas sus partes, incluyendo la carga explosiva, mecanismo de iniciación, activación o detonación, metralla, etc., está modificado con respecto a la estructura original o función para la cual fue preparado a nivel militar, industrial o comercial. Los componentes y el diseño del dispositivo pueden variar en sofisticación de simple a complejo, y en la mayoría de los casos son utilizados por terroristas, insurgentes, traficantes de drogas y criminales.

Explosivo alto: El término alto poder está asociado con los explosivos detonantes. Incluye los explosivos primarios o iniciadores, así como los explosivos secundarios, tanto los de uso militar como los agentes de voladura de uso industrial

Explosivo bajo: Los materiales deflagrantes son sustancias químicamente inestables, ya que contienen todo el oxígeno necesario para su combustión. Esta combustión por lo general no es violenta y está tanto acompañada de una llama como de un sonido crepitantes, pero no es un golpe fuerte, como en el caso de una detonación. Los explosivos de bajo poder han sido utilizados tanto como propelentes y como material pirotécnico. Los propelentes son materiales explosivos que se someten a una combustión rápida y sin detonación, dando como resultado un gran volumen de gas caliente, que puede ser utilizado para propulsar un proyectil o en generadores de gas para accionar una turbina. Existen propelentes homogéneos y heterogéneos: un propelente homogéneo es aquel donde el combustible y el oxidante están en la misma molécula, como en la nitrocelulosa y pólvora libre de humos, mientras que en un propelente heterogéneo el combustible y el oxidante corresponden a sustancias independientes, como en la pólvora negra y en la mayoría de las composiciones pirotécnicas

Pólvora libre de humos: Mezcla explosiva utilizada comúnmente como propelente en la fabricación de cartuchos para armas de fuego. Dependiendo de su composición se clasifica como pólvora de base simple (nitrocelulosa + estabilizantes + otros aditivos), de base doble (nitrocelulosa + nitroglicerina + estabilizantes + otros aditivos), o de base triple (nitrocelulosa + nitroglicerina + nitroguanidina + estabilizantes + otros aditivos).

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 54 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

14 Anexos

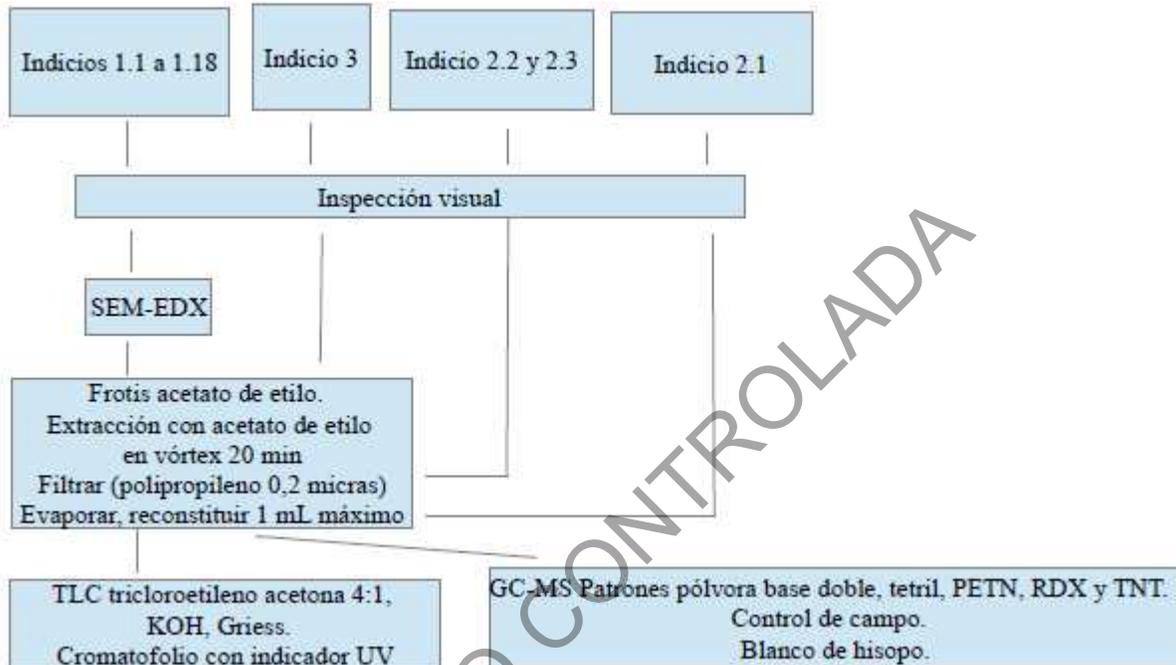
No. de Anexo	Nombre del Anexo
01	Ejemplo de un esquema analítico en el Formulario de análisis sobre las pruebas a realizar a partir de la revisión inicial de indicios e hipótesis propuestas
02	Esquemas analíticos generales para el análisis de explosivos.
03	Categorías de Técnicas Analíticas utilizadas en la identificación de explosivos en materiales intactos o en indicios post-exposición.
04	Características físicas y químicas de los compuestos explosivos altos C1-C4
05	Lista de explosivos y sus residuos
06	Preparación de reactivos

COPIA NO CONTROLADA

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 55 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

Anexo Número 01.

Ejemplo de un esquema analítico en el Formulario de análisis sobre las pruebas a realizar a partir de la revisión inicial de indicios e hipótesis propuestas

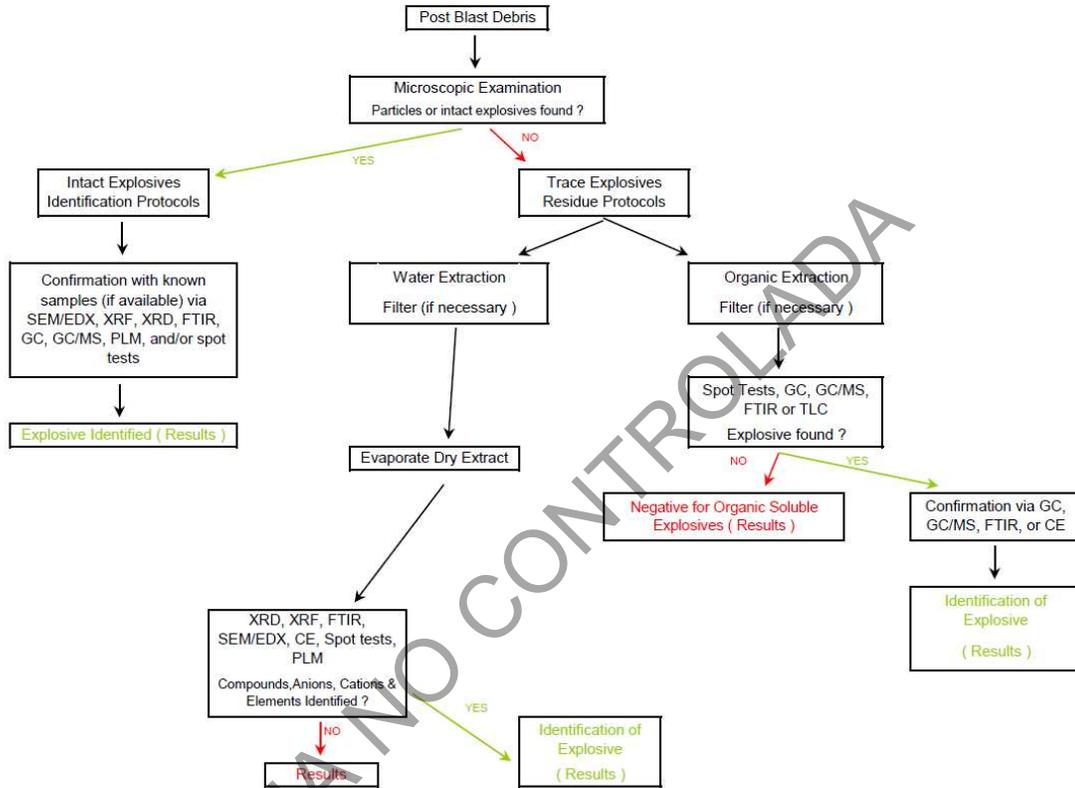


DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 56 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

Anexo Número 02.

Esquemas analíticos generales para el análisis de explosivos.

General Flow Diagram for Post-Blast Explosives Identification



<https://www.ncdoj.gov/About-DOJ/Crime-Lab/Crime-Laboratory-Documentation/explosives-procedures-2010-03-10.aspx>

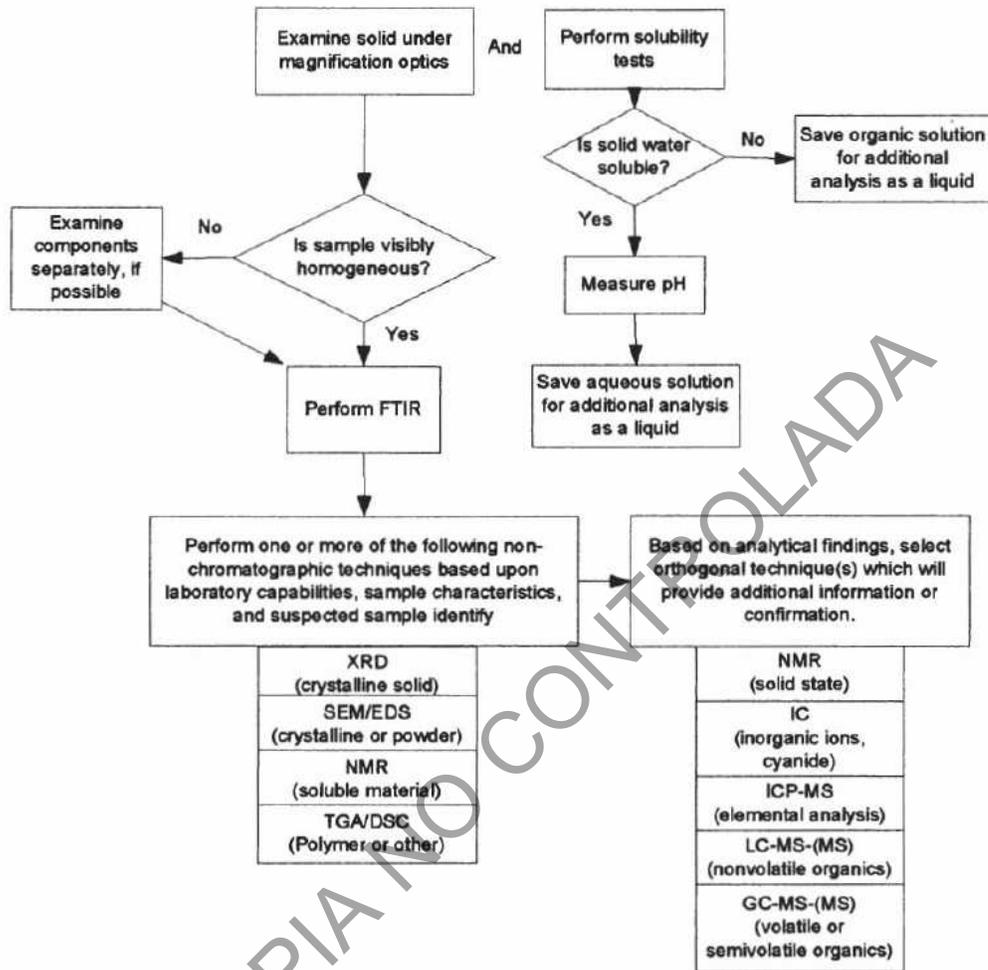


Figure A-1. Flow chart for the analysis of an unknown solid sample.

Magnuson, M. L., Duane Satzger, R., Alcaraz, A., Brewer, J., Fetterolf, D., Harper, M., Hrynychuk, R., McNally, M. F., Montgomery, M., Nottingham, E., Peterson, J., Rickenbach, M., Seidel, J. L. and Wolnik, K. (2012), Guidelines for the Identification of Unknown Samples for Laboratories Performing Forensic Analyses for Chemical Terrorism*. Journal of Forensic Sciences, 57: 636-642. doi:[10.1111/j.1556-4029.2011.02014.x](https://doi.org/10.1111/j.1556-4029.2011.02014.x)

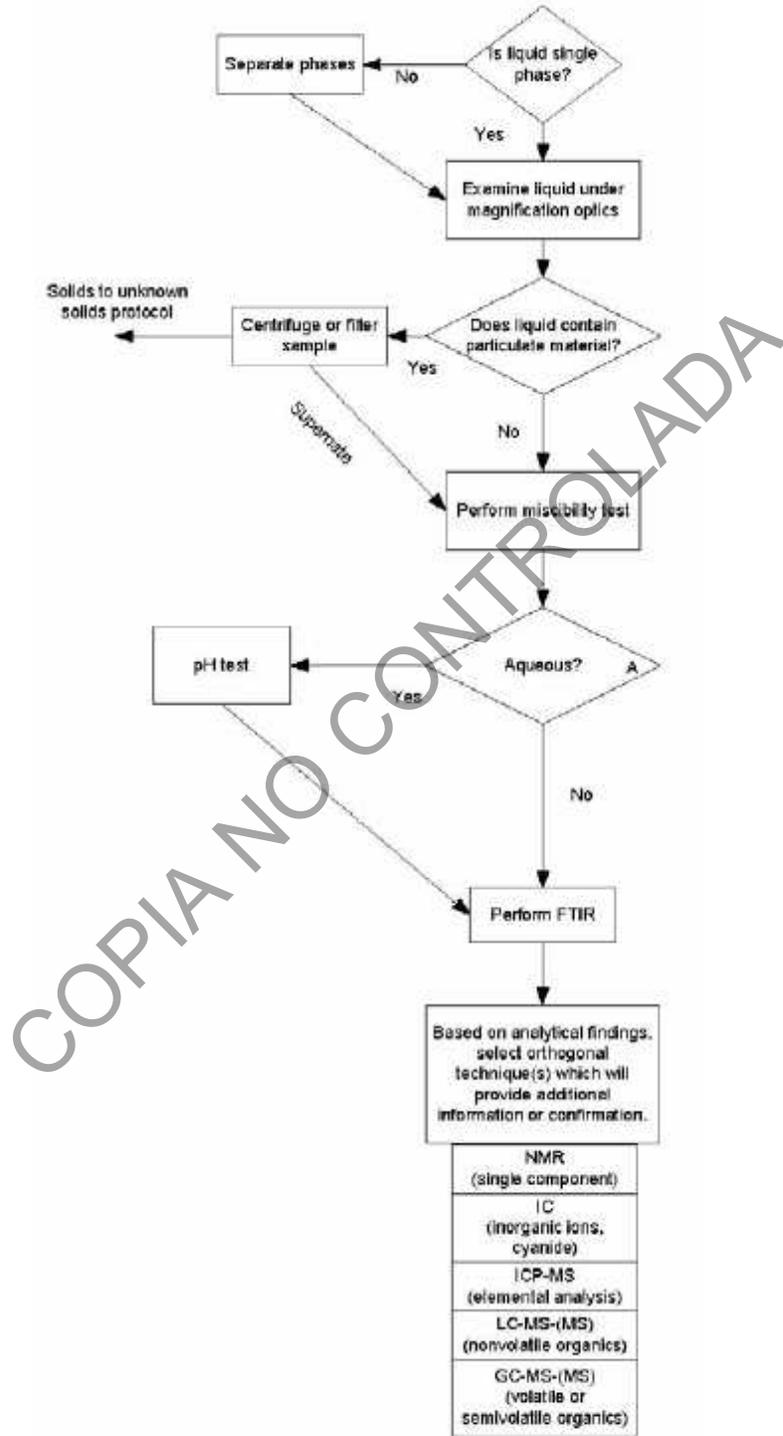


Figure A-2. Flow chart for the analysis of an unknown liquid sample.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 59 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

Anexo Número 03.

Categorías de Técnicas Analíticas utilizadas en la identificación de explosivos en materiales intactos o en indicios post-exposición.

Categorías I y II	Categoría III	Categoría IV
Espectroscopía infrarroja (FT-IR, micro FT-IR)	Cromatografía de gases con detector NPD (GC-NPD)	Pruebas de color
Cromatografía de gases con detector de espectrometría de masas, GC-MS	Cromatografía líquida	Microscopía de luz reflejada
Microscopía de barrido electrónico con analizador de energía dispersiva de Rayos X	Cromatografía de capa fina (TLC)	

COPIA NO CONTROLADA

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 60 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

Anexo 04

Características físicas y químicas de los compuestos explosivos altos C1-C4

Material	Características	Composición
Composición C-1	No se referencian	88% RDX+ 12% de composición inerte, aceite mineral y lecitina
Composición C-2	Explosivo es un 35% más potente que el TNT.	80% RDX+ 20% de mononitrotolueno, dinitrotolueno, trinitrotolueno, nitrocelulosa y dimetilformamida.
Composición C-3	Ligeramente inferior a la composición B como explosivo rompedor, es bastante menos sensible que el TNT. No debe exponerse a la llama de forma prolongada porque puede explotar. Su empleo resulta peligroso en lugares cerrados pues produce gases tóxicos.	77% RDX + 23% de mononitrotolueno, dinitrotolueno, tetrilo y nitrocelulosa.
Composición C-4	Material semiplástico de color blanco oscuro a marrón claro, menos sensible y más estable, menos volátil y más rompedor que el C3.	91% de RDX+9% de poliisobutileno (PIB)-aceite mineral y di(2-etilhexil)adipato (DOA) o di(2-etilhexil)sebaceato (DOS)

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 61 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

Anexo 05

Lista de explosivos y sus residuos

EXPLOSIVE	UNINITIATED	OBSERVATION	POST-BLAST/BURN & unreacted particles
Black Powder	KNO_3 , C, S	Sulfur smell, white smoke, visible grey residue	NO_3^- , SO_4^{2-} , NO_2^- , CO_3^{2-} , HCO_3^- , SCN^- , OCN^- , S^{2-} , K^+ , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$
Pyrodex	KNO_3 , C, S, DCDA, SB, KClO_4	Less sulfur smell and residue than black powder	NO_3^- , SO_4^{2-} , CO_3^{2-} , Cl^- , HCO_3^- , ClO_4^- , benzoate, ClO_3^- , DCDA, OCN^- , NO_2^- , K^+ , SCN^-
Triple Seven	KNO_3 , C, DCDA, SB, KClO_4 , 3-NBA	No sulfur smell	NO_3^- , CO_3^{2-} , Cl^- , K^+ , NO_2^- , ClO_4^- , ClO_3^- , OCN^- , HCO_3^- , nitrobenzoic acid, DCDA, benzoate
Black Powder Substitutes using Ascorbic acid : e. g. Black Canyon/Clean Shot/Pioneer/ Golden Powder	KNO_3 , C, S, ascorbic acid & KClO_4 may or may not be present	No Sulfur smell, white smoke, visible grey residue	Ascorbic acid , NO_3^- , CO_3^- , NO_2^- , K^+ , ClO_4^- , ClO_3^-
Pyrotechnic formulations : e.g. flash powder	Fuel [e.g. Al, Mg, S] and oxidizer [e.g. nitrates, chlorates or perchlorates]	Silvery residue	ClO_4^- , ClO_3^- , NO_3^- , metals, oxides, Ba^{+2} , Sr^{+2} , Al, K^+ , Na^+

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 62 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

EXPLOSIVE	UNINITIATED	OBSERVATION	POST-BLAST/BURN & unreacted particles
Smokeless (single base)	NC		Unreacted particles, NC
Smokeless (double base)	NG, NC		Unreacted particles, NC, NG
Dynamite	NG ester, AN/SN, EGDN DEGDN, DNT		Unreacted material, NG, EGDN, AN/SN (or ions), DEGDN, DNT
PETN, RDX, HMX, EGDN, HMTD, Tetryl	n/a		Parent compound found
TNT	TNT and often DNT's		TNT and often DNT's
Water gels and Slurries	NH ₄ NO ₃ & possibly Ca, K or Na nitrates & sensitizer		NO ₃ ⁻ , MMA ⁺ , NH ₄ ⁺
Emulsions	NH ₄ NO ₃ & possibly Ca, K or Na nitrates, mineral oil, waxes, sensitizers, may contain Al, perchlorates or smokeless powder	Al, smokeless powder particles & perchlorates, are sometimes present	NO ₃ ⁻ , NH ₄ ⁺
ANFO	AN and fuel oil	Fuel oil odor	NO ₃ ⁻ , NH ₄ ⁺ , fuel oil, NO ₂ ⁻
Binaries	AN, nitromethane	Some have visible dyes	NH ₄ ⁻ , NO ₃ ⁻
PBX	Explosive, binder, plasticizer	Black soot, some have dyes	Unreacted materials
Primary explosives	Heavy metal (e.g. Pb, Hg, Ag), azide salts, DDNP, Styphantes, Hg(OCN) ₂	Typically involve heavy metals such as lead, mercury, silver	Unlikely to survive (maybe lead from lead azide, etc)
Improvised Explosives / Incendiaries			
TATP	Triacetone triperoxide	Keep in well-sealed	Peracetic acid,

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 63 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

EXPLOSIVE	UNINITIATED	OBSERVATION	POST-BLAST/BURN & unreacted particles
	[C ₉ H ₁₈ O ₆]	Container or it will sublime	acetone
HMTD	Hexamethylenetriperoxide diamine [C ₆ H ₁₂ N ₂ O ₆]	Decomposition produces Fishy odor	Hexamine
Dry ice + water in bottle	CO ₂	delay - no smoke	No chemical evidence, characteristic broken edges of container
Acetylene/natural gas/propane (often in a plastic bag)	C ₂ H ₂	lots of soot, CaC ₂ with water makes acetylene , lot of destruction	Container fragments, fuse remains, odor?
Pool chlorine [Ca Hypochlorite] & an alcohol	Ca(OCl) ₂ , CaCl ₂ , Ca(OH) ₂ @2H ₂ O	delay mechanism that can blow up if confined	Cl ₂ odor
Pool chlorine and brake fluid	Ca(OCl) ₂ , CaCl ₂ , Ca(OH) ₂ @2H ₂ O	delay mechanism that can blow up if confined, white smoke, fireball	Cl ₂ odor
Pool chlorine and glycerin	Ca(OCl) ₂ , CaCl ₂ , Ca(OH) ₂ @2H ₂ O	delay mechanism that can blow up if confined, fireball, white smoke	Cl ₂ odor, CaCl ₂ @6H ₂ O and CaCO ₃
Pool chlorine & milk products	Ca(OCl) ₂ , CaCl ₂ , Ca(OH) ₂ @2H ₂ O	delay mechanism that can blow up if confined, white smoke, sour milk smell	Cl ₂ odor,
Pool chlorine and oil (drying oils, vegetable oils, etc)	Ca(OCl) ₂ , CaCl ₂ ,	delay mechanism that can	Cl ₂ odor,

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 64 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

EXPLOSIVE	UNINITIATED	OBSERVATION	POST-BLAST/BURN & unreacted particles
	$\text{Ca(OH)}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	blow up if confined	$\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, CaCO_3 , CaCl_2 , Ca(OCl)_2 , $\text{Ca(OH)}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, butyric acid?
Pool chlorine + antifreeze	Ca(OCl)_2 , CaCl_2 , $\text{Ca(OH)}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	delay mechanism that can blow up if confined, fireball, white smoke	Cl_2 odor,
Pool chlorine (organic) and alcohol	R-OH only works with organic pool product	delay mechanism that can blow up if confined, grayish white smoke	Cl_2 odor,
ANTI (NI_3) (Nitrogen triiodide)	n/a	yellow stain	Find NH_4I and yellow stain (I_2), spattering of unreacted material
Chlorate & sugar	n/a	odor of burnt sugar	KCl or NaCl, residual sugar, odor of burnt sugar, ClO_3^-
Paper match heads (safety matches)	KClO_3 , S, SiO_2	sulphur smell	KCl, SiO_2 , paper fibers, unreacted match heads, S,

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 65 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

EXPLOSIVE	UNINITIATED	OBSERVATION	POST-BLAST/BURN & unreacted particles
			SO_4^{2-} , S^{2-}
Strike anywhere match heads	P, S, KClO_3 , SiO_2	sulphur smell	Unreacted match heads, P, S, SO_4^{2-} , S_2^-
Red phosphorus and chlorate (Armstrong's mixture)	P, KClO_3		P, ClO_3^- , K^+ , Cl^- , PO_4^{3-}
HCl and aluminum	HCl, Al, H_2O or Etchant ($\text{FeCl}_3 + \text{H}_2\text{O}$) and Al foil	'acid' odor, forms acidic slurry	$\text{Al}_2\text{Cl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ and H_2O , unconsumed Al, acidic
HotPack or ActionPack	Magnesium iron alloy, NaCl, silica and wetting agent	steam	Magnesium hydroxide
Tannerite (see website for use)	Al, finely divided AN, AP, Zirconium hydride	Silvery residue , Al content ranges : 0 to 50 %	Unreacted materials, NO_2^- , NO_3^- , NH_4^+ , Al, ClO_4^- , Cl^-
Mischmetal	Ce, La, Nd, Fe	sparks on impact	Sparks and unreacted material
Urea nitrate	n/a		Unreacted material,

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 66 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

EXPLOSIVE	UNINITIATED	OBSERVATION	POST-BLAST/BURN & unreacted particles
			NO ₂ ⁻ , NO ₃ ⁻ , NH ₄ ⁺ , urea
Al and I ₂	n/a	purple smoke	Unreacted materials, brown/purple residue
50:50 Zn:S (both powders)	Zn , S	burns fast/explode in container, grey smoke	Zn, S, ZN ⁺ , S ⁼
CCl ₄ + Al powder (1:4)	CCl ₄ , Al	detonates	Al
Vaseline and KClO ₄ (1:2)(poor man's C-4)	KClO ₄ , vaseline	dark grey smoke needs detonator	ClO ₄ ⁻ , unreacted material
KMnO ₄ + glycerin	KMnO ₄ , glycerin	delay, deep purple smoke, used as ignition source	Unreacted materials
Drano + aluminum	NaOH , Al	delay, extra Al makes it work faster, generates H ₂	Al, Na
Al + lye/drano + water	Al , KOH , NaOH , H ₂ O	generates H ₂ & basic slurry	Al(OH) ₃ , NaOH, basic, Al
Al + HCl	Al , HCL	generates H ₂ & acidic slurry	Al, Al ⁺ , Cl ⁻ , acidic slurry

Tomado de:

TWGFEX Laboratory Explosion Group (2009). Standards & Protocols Committee. Recommended Guidelines for Forensic Identification of Post-Blast Explosives Residues Recuperado de <http://ncfs.ucf.edu/txgflex/documents.html> (Accesado el 27 de diciembre, 2012)

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 67 de 67
PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN QUÍMICA DE EXPLOSIVOS	P-DCF-ECT-FIS-55	

Anexo 06

Preparación de reactivos

Reactivo de Nessler:

Disuelva 5 g de yoduro de potasio en 5 mL de agua desionizada.

Adicione 25 mL de una disolución acuosa saturada de cloruro de mercurio (II) y 40 mL de una disolución de KOH 6 mol/L.

Filtre la disolución con embudo y papel filtro.

Almacene en botella limpia de vidrio color ámbar.

Disolución saturada de cloruro de mercurio (II)

Disuelva en agua desionizada al menos 7,4 g de cloruro mercúrico por cada 100 mL de disolución.

Filtre con embudo y papel de filtro.

Almacene la disolución en una botella plástica limpia.

Disolución de hidróxido de potasio 6 mol/L

Disuelva 33,6 g de KOH en lentejas en 100 mL de agua desionizada.

Almacene la disolución en botella plástica limpia.

Disolución de hidróxido de sodio 2 mol/L

Disuelva 8 g de NaOH en lentejas en 100 mL de agua desionizada.

Guarde la disolución en botella plástica limpia.

Disolución de ácido clorhídrico 1:1

Coloque 50 mL de agua desionizada en una probeta de 100 mL.

Adicione 50 mL de ácido clorhídrico concentrado.

Transfiera la disolución a una botella de vidrio limpia, tápela y agítela.

Las disoluciones preparadas son muy estables lo que permite almacenarlas por períodos largos de tiempo; las mismas pueden conservarse mientras den resultados satisfactorios en la verificación de reactivos con controles positivo