



Application Note AN-S-395

Análisis de examen forense con IC

Determining low concentrations of chlorate, thiosulfate, thiocyanate, and perchlorate beside major anions in explosives and explosion residues

Los institutos forenses examinan los atentados terroristas y los agentes bélicos mediante el análisis de detección de trazas de los explosivos utilizados y sus residuos. Los principales ingredientes de los explosivos son combustibles y oxidantes, como oxihaluros (por ejemplo, clorato, perclorato), así como nitratos, azufre, compuestos que contienen fósforo, metales, azúcares e hidrocarburos. [1]. Los residuos inorgánicos típicos posteriores a la voladura incluyen tiocianato y tiosulfato. Es de particular importancia la adquisición de "huellas químicas" para los

departamentos de investigación criminal y los organismos gubernamentales de seguridad. Los institutos de salud pública y protección del medio ambiente analizan tales compuestos, ya que pueden contaminar el suelo subyacente e infiltrarse en las aguas subterráneas. La cromatografía iónica (IC) que usa detección de conductividad suprimida permite una determinación sensible y sólida de contaminantes aniónicos como clorato, tiosulfato, tiocianato y perclorato junto a los aniones inorgánicos comunes en un amplio rango de concentración.

EXPERIMENT

Las muestras artificiales se disolvieron en metanol al 10 % y se filtraron automáticamente mediante ultrafiltración en línea. La técnica inteligente de inyección de bucle parcial (MiPT) de Metrohm permite la inyección de un volumen variable preciso en función de la carga de la muestra y una calibración automática.

Los aniones se separan en la columna analítica Metrosep A Supp 4 - 250/4.0 utilizando un eluyente carbonato de sodio/carbonato ácido de sodio y un gradiente de flujo (Figura 1).

Supresión secuencial, incluidos productos químicos y CO₂-supresión, reduce la conductividad de fondo a alrededor de 1 µS/cm y mejora enormemente la relación señal-ruido. Todos los aniones se determinan con un detector de conductividad y se cuantifican con el software MagIC Net.



Figure 1. Instrumentación IC de Metrohm compacta y fácil de usar para cuantificar diversos aniones en explosivos y residuos de explosiones.

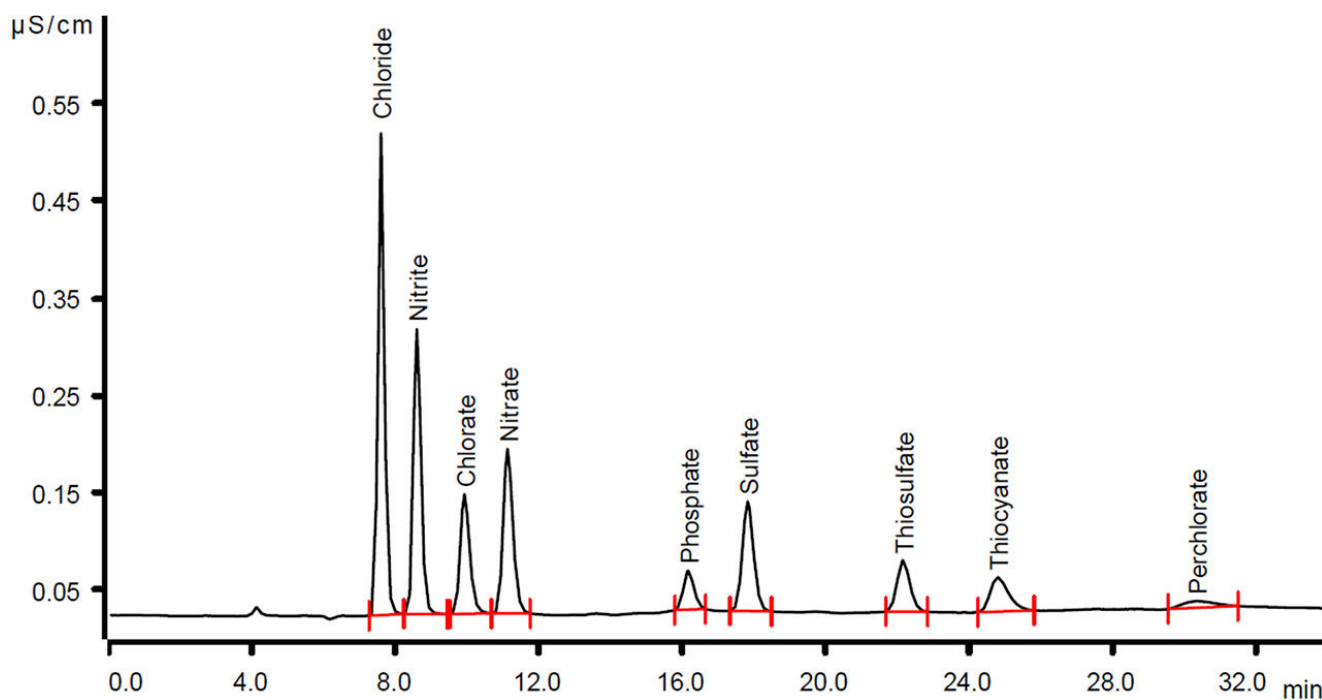


Figure 2. Señal de conductividad suprimida de aniones inorgánicos (1 mg/L), separados en una columna Metrosep A Supp 4 - 250/4.0 (eluyente: carbonato de sodio 1,8 mmol/L, carbonato ácido de sodio 1,7 mmol/L, gradiente de flujo 0,7–1,5 mL/min, temperatura de la columna 30 °C, volumen de muestra 10 µL).

RESULTS

El método IC desarrollado ofrece un análisis directo, robusto y rápido de aditivos aniónicos y residuos relacionados con explosivos. **Figura 2** muestra el

cromatograma de una solución estándar de 1 mg/L. El método cubre las especificaciones que se muestran en **tabla 1**.

Tabla 1. Especificaciones del método

Parámetro	Especificación
LOQ	≤ 1mg/L para cada anión, RSD ≤ 25%
Calibrar	Aniones = 1–100 mg/L Perclorato = 1–50 mg/L
Resolución	≥ 2 por cada separación
Vacío	<0,1 miligramos por litro
tiempo de ejecución	32 minutos

CONCLUSION

Un gradiente de flujo acelera los componentes de elución tardía, lo que reduce el tiempo de análisis a 32 minutos y mejora las formas de los picos. El metanol agregado en la matriz de la muestra no interfirió con el análisis de ninguna manera. Para todos los componentes, el límite de cuantificación fue inferior a 1 mg/L y la resolución fue superior a 2 para todo el rango de calibración.

El uso de la columna Metrosep A Supp 4 a temperatura ambiente permite el análisis con un

sistema IC compacto. Para una caracterización completa de explosivos que incluya los aniones especificados anteriormente, así como también los cationes, un sistema profesional de dos canales proporciona una solución rentable.

Se realizan estudios avanzados de residuos explosivos con IC-MS (cromatografía iónica acoplada a espectrometría de masas) para confirmar adicionalmente la identificación del analito con un detector de masas. [2].

REFERENCES

1. Dicinoski et al. (2006), Cartas analíticas, 39(4), 639–657.
2. Barrón et al. (2014), Analítica Química Acta 806 (2014) 27–54.

Internal reference: AW IC FR6-0100-062017

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es

CONFIGURATION

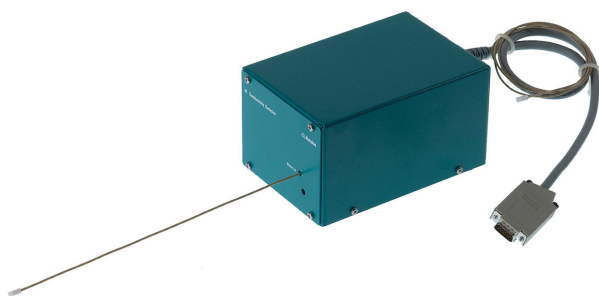


930 Compact IC Flex Oven/SeS/Deg

El 930 Compact IC Flex Oven/SeS/Deg es un aparato inteligente Compact IC con **horno para columnas**, **supresión secuencial** y **desgasificador** incorporado. Para la regeneración del supresor se puede emplear un 800 Dosino. El aparato se puede emplear con cualquier método de separación o de detección.

Ámbitos típicos de aplicación:

- Determinaciones de cationes o aniones sin supresión secuencial y detección de conductividad



IC Conductivity Detector

Detector de conductividad de alto rendimiento, inteligente y compacto para los aparatos CI inteligentes. La extraordinaria constancia de temperatura, el tratamiento completo de la señal dentro del bloque detector protegido y DSP (tratamiento digital de la señal controlado por microprocesador) de última generación garantizan la máxima precisión de la medida. Gracias a la zona de trabajo dinámica no es necesario el cambio de la zona (ni siquiera automático).



Metrosep A Supp 4 - 250/4,0

La Metrosep A Supp 4 - 250/4,0 es una columna extraordinariamente robusta con muy buenas propiedades de separación. La fase de separación consta de partículas de alcohol polivinílico de 9 µm de diámetro cubiertas con grupos de amonio cuaternarios. Esta construcción garantiza una elevada estabilidad y mayor tolerancia a partículas muy finas que podrían pasar la placa del filtro integrada. La Metrosep A Supp 4 - 250/4,0 posee una capacidad media de intercambio de iones; el sulfato se eluye al cabo de 12,5 minutos. Los números de platos que se pueden obtener con esta columna de separación son mayores que en la Metrosep Anion Dual 2 - 75/4,6. La A Supp 4 - 250/4,0 es especialmente apropiada para todas las tareas rutinarias en el análisis del agua.



858 Professional Sample Processor – Pump

El 858 Professional Sample Processor – Pump procesa muestras de 500 µL a 500 mL. La transferencia de muestras se realiza por medio de la bomba peristáltica de dos canales bidireccional integrada o con un 800 Dosino.



Rotor MSM A

Rotor de supresor para todos los aparatos CI con MSM (Módulo Supresor Metrohm)