

# ANEXO REPRODUCCIÓN ANÁLISIS M-3

Experimento adicional para reproducir los resultados analíticos  
obtenidos en 2004 en la evidencia M-3

## **EXPERIMENTO ADICIONAL: REPRODUCCIÓN DE LOS RESULTADOS OBTENIDOS EN 2004 PARA LA M-3.**

### **Antecedentes:**

En el año **2004**, el perito actuante, nº 47, recibió para su análisis por HPLC-DAD, tres muestras pertenecientes al asunto 173-Q1-04 que figuran descritas en el Informe Pericial correspondiente de la siguiente forma:

**M1:** Una Bolsa de plástico transparente de cierre hermético, conteniendo en su interior un polvo de color rosáceo, con un peso total, incluida la bolsa de 4 grs.

**M2:** Una Bolsa de plástico de idénticas características a la anterior, conteniendo en su interior una sustancia blanquecina apelmazada, con un peso total de 2 grs.

**M3:** Una Bolsa de plástico de las mismas características a la anterior, conteniendo en su interior una sustancia blanquecina apelmazada., con un peso total de 3 grs.

El resultado analítico cualitativo obtenido para la muestra **M1** fue:

SULFATO DE AMONIO y FOSFATO DIACIDO DE AMONIO.

Los resultados analíticos cualitativos obtenidos para las muestras **M2** y **M3** fueron idénticos:

NITROCELULOSA, NITRATO DE AMONIO, NITROGLICOL, FTALATO DE DIBUTILO y METENAMINA. No se realizó análisis cuantitativo.

En el año **2007**, en la presente pericia, se han vuelto a analizar estas muestras por la misma técnica empleada en el año 2004, HPLC-DAD, dándose la coincidencia de que la numeración de las muestras del informe del año 2004 y del presente informe son idénticas. En el presente Informe Pericial se han analizado, por tanto, las siguientes muestras:

**M-1:** Sustancia en polvo de color rojizo dentro de una bolsa con la inscripción "173-Q1-04 MUESTRA 1" y un peso bruto de 3,5 g, contenida en una bolsa etiquetada "3,488 g", situada dentro de un sobre con la inscripción "Vestigio: Sust. en polvo recogido en FOCO: N° 3: "EL POZO" / PESO BRUTO: 3,488 g"; y todo ello dentro de una bolsa etiquetada "Muestra N° 1".

**M-2:** Sustancia sólida blanquecina adherida al extremo de un cartucho, dentro de una bolsa de plástico etiquetada “Furgoneta blanca Kangoo / 3,221 gr”, con un peso bruto de 3,3 g, contenida en un sobre con la inscripción “9-SCT-04 / 25 / PESO BRUTO: 3,221 g”, situado en otro sobre con la inscripción “9-SCT-04 / Furgoneta Kangoo / Restos cartucho explosivo / 25” y todo ello dentro de una bolsa de plástico.

**M-3:** Sustancia blanquecina en un cartucho con la inscripción “GOMA 2ECO /26X200 / N-CAT:010” contenido en una bolsa etiquetada “Dinamita Patrón cotejo con furgoneta”, con un peso bruto de 114,7 g, sellada con cinta de la D.G.P. etiquetada “114,653 g”; todo ello en un sobre con la inscripción “Patrón Goma 2 ECO / comparativo Furgoneta Kangoo” situado dentro de una bolsa etiquetada “Nº 3” y en una caja blanca de recogida de muestras de la Dirección General de la Policía.

Los resultados de la presente analítica son:

Muestra	% NO <sub>3</sub> NH <sub>4</sub>	% EGDN	% DBP	% NG	% DNT
M-1	Detectado	0.014	0.08	0.0034	0.0022
M-2	90.5	0.401	1.11	0.0028	0.0076
M-3	62.7	28.6	2.63	No detectada	0.0043

Las principales diferencias entre los análisis del año 2004 y 2007 son:

**M-1:** En el año 2004 no se detectó la presencia de Nitratos, Nitroglicol (EDGN), DNT y Nitroglicerina.

**M-2:** En el año 2004 no se detectó la presencia de DNT y Nitroglicerina.

**M-3:** En el año 2004 no se detectó la presencia de DNT.

### **Objetivo del experimento:**

El objetivo de este experimento es comparar los cromatogramas obtenidos, mediante HPLC/DAD, en el año 2004 con los de la presente pericia.

### **Método:**

Las analíticas mediante HPLC con detección de Haz de Diodos (HPLC-DAD) de 2004 y 2007 han sido realizadas en el mismo sistema cromatográfico, Agilent Series 1100, y con una columna analítica TRACER EXTRASIL ODS2, 5 µm x 150 mm x 4 mm, con guarda-columna RP-8 de Synta S10C810C5.

El método analítico empleado en el año 2004 fue el siguiente: gradiente en medio neutro de acetonitrilo/agua en las siguientes condiciones:

Tiempo (minutos)	H2O (%)	Acetonitrilo (%)	Flujo (ml/min)
1	90	10	1
12	10	90	1
20	10	90	1

La detección se hizo en Haz de diodos monitorizando las señales de 210 nm, 254 nm y 280 nm, con un ancho de banda de 10 nm. Se inyectaron 5 µl, mientras no se refiera otra cantidad.

### Selección de la muestra para el experimento:

La selección de la muestra se ha realizado teniendo en cuenta su estado de conservación y la cantidad disponible:

1. Se ha descartado la muestra **M-1** debido a su escasez y a que no se conoce con exactitud la cantidad de muestra utilizada en la analítica del año 2004. Esta muestra fue analizada disuelta en Metanol, centrifugada e inyectada (2 µl) en las condiciones referidas anteriormente. La muestra fue analizada el día 11 de Marzo del 2004 a las 8:52:59 PM en el vial 4.
2. Se ha descartado la muestra **M-2** ya que su contenido actual en Nitroglicol (EGDN) es muy bajo, 0.401%, y presumiblemente muy alejado del original. La muestra fue analizada el día 11 de Marzo del 2004 a las 6:55:21 PM en el vial 2.
3. Se escoge la muestra **M-3** debido a que su estado de conservación se considera óptimo, ya que es el indicado en especificaciones por el fabricante. La muestra fue analizada el día 11 de Marzo del 2004 a las 8:22:34 PM en el vial 3.

Muestra	% EGDN	DBP	NO3NH4
Especificaciones MAXAM	28.5 ± 7 %	2.5 ± 6 %	66.3 ± 5 %
M-3	28.59	2.63	62.7

### Preparación y análisis de la muestra seleccionada para el experimento:

La muestra M-3 se disuelve en metanol a una concentración de 16.596 mg/ml (414.9 mg en 25 ml de metanol) y se inyectan en HPLC, de forma consecutiva, los siguientes volúmenes de la disolución indicada: 2 µl, 2,5 µl, 3 µl y 3.5 µl, para tratar de conseguir que el área bajo la curva correspondiente al nitroglicol sea idéntica a la conseguida en el año 2004.

Áreas obtenidas:

M-3 (análisis del 2004): área bajo la curva del Nitroglicol, 18050 mAU\*s.

M-3 (análisis del presente experimento): área bajo la curva del Nitroglicol, para la inyección de 2  $\mu$ l, 17080 mAU\*s (correspondiente a una cantidad absoluta inyectada en columna de 33.192  $\mu$ g de muestra).

**Resultados:**

En el cromatograma de la muestra M-3 del año 2004, correspondiente a un área de Nitroglicol de 18050 mAU\*s, no se percibe, a máxima ampliación, la presencia de DNT.

En el cromatograma de la M-3 obtenido en la presente experiencia, correspondiente a un área de Nitroglicol de 17080 mAU\*s, se detecta la presencia de DNT.