

EXPLOSIVOS. DETERMINACIÓN EN MEZCLAS POR CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS EN FASE REVERSA**N M**
E-2426 EMAG (1.º R)**1 OBJETO**

Describir un método para determinar los siguientes explosivos:

- Nitroglicerina.
- Trilita.
- Pentrita.
- Tetralita.
- Acido picrico.
- Hexógeno.
- Octógeno.

2 CAMPO DE APLICACIÓN

Las mezclas que contengan los explosivos relacionados.

3 ENSAYOS

La muestra se someterá a disolución con diclorometano, acetona o acetonitrilo, dependiendo de la naturaleza de la mezcla explosiva. La solución obtenida se analizará por cromatografía de líquidos.

3.1 Aparatos y reactivos**3.1.1 Aparatos**

- Cromatógrafo de líquidos con detector ultravioleta de longitud de onda variable o de red de diodos
- Homo para la columna.
- Inyector automático o jeringa cromatográfica para inyección manual.
- Integrador y registrador.

3.1.2 Reactivos

- Diclorometano, calidad HPLC.
- Acetona, calidad HPLC.
- Acetonitrilo, calidad HPLC.
- Metanol, calidad HPLC.
- Agua desionizada.
- Trilita.
- Pentrita.
- Tetralita.
- Ácido picrico.
- Hexogeno.
- Octógeno.
- Nitroglicerina.

3.2 Materiales

- Matraces aforados.
- Viales de 2 ml con sus tapones, si se utiliza inyector automático.
- Filtros de nailon o teflón de 13 mm de diámetro y 5 µm de luz.
- Jeringa cromatográfica con capacidad de 1 µl.

3.3 Toma de muestras.— Se ponen de 0,1 a 0,5 g (pesados con una precisión de 0,1 mg) de la composición explosiva, dependiendo de la concentración prevista de cada componente, en un matraz aforado de 50 ó 100 ml de capacidad y se añade un volumen inicial de aproximadamente 30 ó 80 ml (dependiendo del matraz empleado) del disolvente a emplear (acetona, acetonitrilo o diclorometano). Si la disolución es total se enrasará al volumen

(Continua)

final. En el caso de hexolitas y debido a que a veces la mezcla de hexógeno y trilita viene flegmatizada con una cera, es necesario llevar el matraz a un baño de ultrasonidos y someter la mezcla a la acción de ultrasonidos durante aproximadamente 15 min, tiempo tras el cual el hexógeno y la trilita han de quedar completamente disueltos, quedando en suspensión la cera y los aglutinantes polímeros.

A continuación se deja enfriar el matraz hasta la temperatura ambiental y se enrasa con el disolvente empleado hasta el volumen final. Antes de proceder a su análisis se hace pasar la disolución a través de un filtro de teflón o nailon de a lo sumo 0,5 mm.

Una vez identificados los componentes, siguiendo los criterios establecidos en el apartado 5.3.3 de la Norma NM-P-2398 EMAG (1.ª R), y estimada su concentración aproximada, se procederá a realizar el análisis cuantitativo utilizando el método de "patrón interno" descrito en el apartado 5.3.4 de la citada Norma.

3.4 Método de ensayo

3.4.1 Condiciones cromatográficas

- *Columna:* Sílice con "fenilo" u "octadecilo" (C18) químicamente ligada.
- *Dimensiones de la columna:* 250 mm de longitud 5 μ de tamaño de partícula.
- *Longitud de onda de detección:* Variable en función de la cantidad de muestra analizada, volumen de inyección, y la concentración absoluta y relativa de cada componente. Habitualmente 220 nm.
- *Fase móvil:* Composición uniforme de agua/metanol, habitualmente 40/60.
- *Caudal de la fase móvil:* Variable en función de la presión en cabeza de columna, habitualmente entre 1-1,5 ml/min.
- *Temperatura del horno:* Variable (generalmente, 30-35 °C).

3.5 Procedimiento operativo

Según la norma NM-P-2398 EMAG (1.ª R).

3.6 Expresión de los resultados.- Se operará según lo indicado en el apartado 5.4 de la Norma NM-P-2398 EMAG (1.ª R), con lo que se obtendrá la composición en porcentaje de los elementos constituyentes de la mezcla.

4 OBSERVACIONES

Tiempos de retención (orientativos):

Ácido pícrico.....	2,0 min.
Octógeno.....	3,5 min.
Hexógeno.....	5,3 min.
Tetrañita.....	12 min.
Nitroglicerina.....	13 min.
Trilita.....	13,5 min.
Pentrita.....	28,7 min.

5 DESIGNACIÓN DEL MATERIAL

Explosivos. Determinación en mezclas por cromatografía de líquidos en fase reversa. NM-E-2426. EMAG (1.ª R).

6 NORMAS PARA CONSULTA

NM-P-2398 EMAG (1.ª R) "Pólvoras y explosivos. Método general de determinación de componentes por cromatografía de líquidos de altas prestaciones".

7 OFICINA ENCARGADA DE LA ELABORACIÓN DE LA PRESENTE NORMA

La número 15 del Servicio de Normalización del Ejército.