

Determinación de la naturaleza de varias sustancias desconocidas



P. Alegría, A. Bernad, P. Biel, S. Calle, C. Camino, K. Cano, R. Carot, T. Casanova, B. Casans, S. Casans, G. Castellón, V. Garrido, I. Lorés, A. Martínez, J. Montalbán, S. Porroche, A. Salvador, C. Sánchez, M. Sánchez, S. Andrades, M. Chilán, I. Grima, O. Gutiérrez, M. Lanza, B. León, . Loza, A. Maluenda, C. Martínez, A. Meneses, C. Minguillón, C. Polo, L. Roche, J. Salvador, A. Val, R. Vizarro
CSI Zaragoza I.E.S. Benjamín Jarnés (Fuentes de Ebro)



En la Avda. de Madrid, 273 de Zaragoza se ha cometido un crimen. Hasta el escenario de los hechos se ha desplazado el forense y dos miembros del CSI de Zaragoza. Tras analizar el escenario, se recogen una serie de muestras que siguiendo la adecuada cadena de custodia son llevadas al laboratorio de investigación criminalística donde serán sometidas a diversas pruebas para tratar de determinar su origen, composición y naturaleza. Las muestras encontradas son tres sustancias químicas que se etiquetan como Q1, Q2 y Q3 y una pieza de aspecto metálico que se etiqueta como F1



Q1
Q2
Q3



F1

Objetivos

Se trata de determinar, mediante las pruebas que se enumeran a continuación, la naturaleza de las sustancias encontradas en el escenario. Los distintos equipos implicados parten de las conclusiones del anterior y están en permanente contacto.

1. Cromatografía de gases y espectroscopía de masas
2. Test de detección de azúcares y cromatografía de capa fina
3. Resonancia Magnética Nuclear (RMN)
4. Difracción de Rayos X
5. Microscopía electrónica
6. Microscopía de láser confocal
7. Magnetómetro (Ciclo de histéresis)
8. Microscopía de fuerza atómica y magnética

Q1
Q2
Q3

F1

1. Cromatografía de gases y espectroscopía de masas



Procedimiento experimental

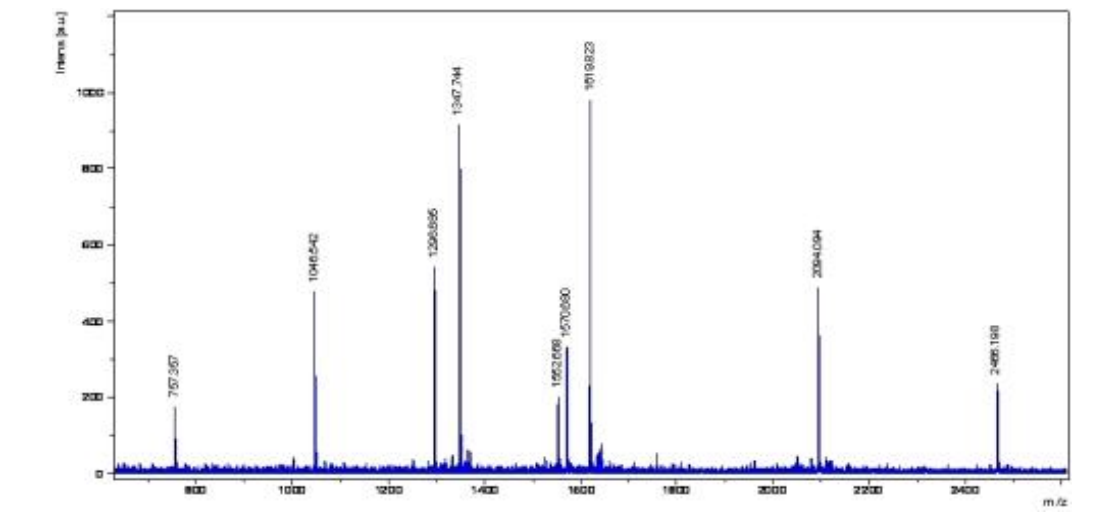
- Se disuelven las muestras en metanol utilizando los utensilios necesarios
- Se agita cada disolución energicamente para asegurar muestras homogéneas
- Se filtran y etiquetan las muestras
- Se introducen las muestras de forma sucesiva en el cromatógrafo

Conclusiones

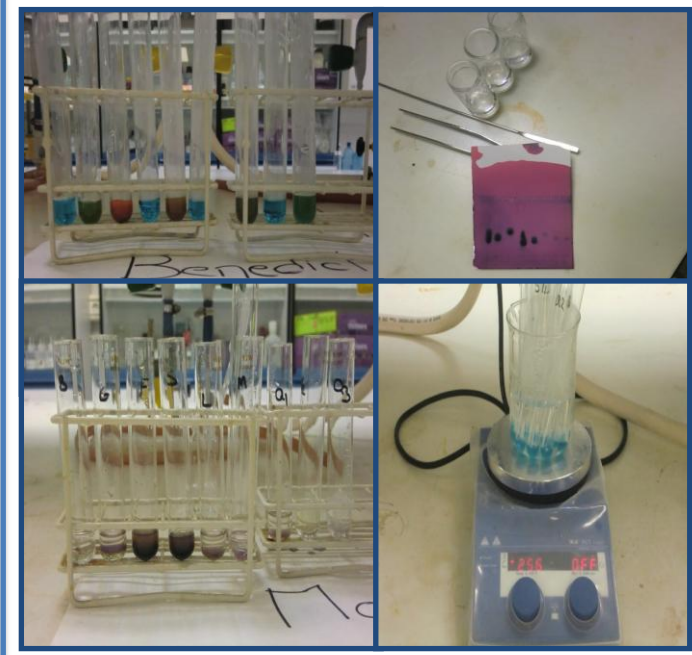
Q1: Parece que la muestra procede de algún producto de procesado de azúcares. Está formado por tres productos que son el eucalipto, mentol y 5-hidroximetilfurfural.
Q2: Contiene mentol, limoneno y un polialcohol.
Q3: se obtienen dos picos, uno de ellos el mentol y el otro ha sido identificado como ácido 2-(4-isobutilfenil) propiónico. Podemos concluir que en las tres pruebas aparece el mentol. **Las dos primeras están relacionadas con productos de consumo alimentario y la tercera con un fármaco.**

Resultados obtenidos

Se obtiene el espectro de masas y el cromatograma, obteniendo la cantidad de cada uno de los componentes en la mezcla



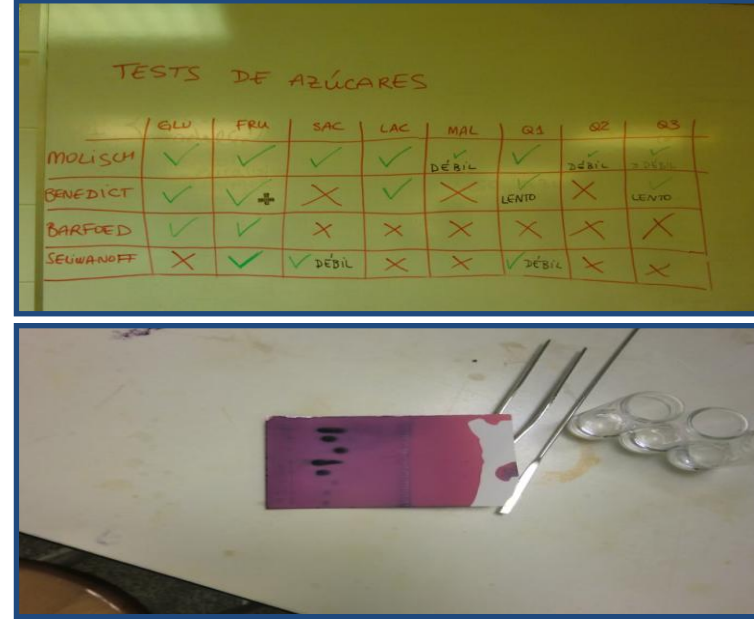
2. Test secuencial de presencia de azúcares y cromatografía de capa fina



Procedimiento experimental

- Test de Molisch:** Se disuelven las sustancias encontradas y se les añade ácido sulfúrico para identificar cualquier hidrato de carbono.
- Test de Benedict:** detecta la presencia de azúcares reductores en las muestras.
- Test de Barfoed:** Identifica posibles monosacáridos. Se ponen las muestras al baño maría. Los positivos presentan un cambio en el color. Se utilizan glucosa, fructosa y galactosa como blancos
- Test de Seliwanoff:** Da positivo para las cetosas y negativo para las aldosas

Resultados obtenidos



Conclusiones

- **Q1:** Es una mezcla que contiene eucalipto, mentol e hidroximetilfurfural. **SACAROSA**
- **Q2:** Es una mezcla que contiene limoneno, mentol y maltitol. **MALTITOL**
- **Q3:** Es una mezcla que contiene un fármaco y mentol. **LACTOSA**
- Con la cromatografía de capa fina se confirman los resultados obtenidos con los tests.

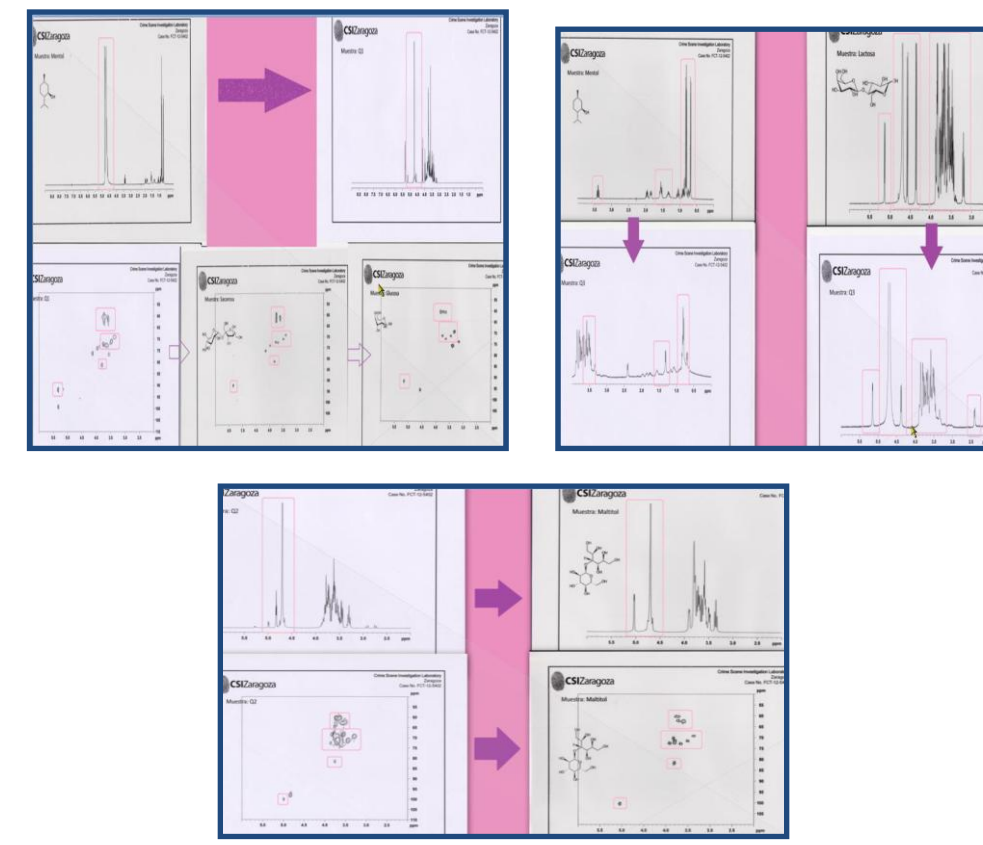
3. RMN

Procedimiento experimental

- Se disuelve en un tubo de ensayo (5 mm) con agua deuterada la sustancia a analizar (Se utiliza porque no sale en los espectros de radiofrecuencia).
- El tubo de ensayo sujeto a un soporte (para luego poder sacarlo y que pueda girar) se coloca en el centro de la bobina superconductor.
- Se somete a la disolución a un campo magnético intenso.
- Se obtiene información sobre su composición y estructura.
- Se comparan los resultados obtenidos con espectros bidimensionales y tridimensionales de distintas sustancias del banco de datos.
- Se obtienen conclusiones.



Resultados



Análisis de resultados

Sustancia Q1 contiene:

5- hidroximetil furfural que proviene de la descomposición térmica de glúcidos → caramelo
 1'8 cineol → eucalipto
 Mentol → menta

Disacárido no reductor → sacarosa

Monosacáridos tipo aldosa: glucosa

Sustancia Q2 contiene:

Poliol → limoneno (moléculas con grandes grupos de alcohol)

Aromas → mentol

No tiene azúcares

Sustitutivo de la sacarosa → maltitol (edulcorante)

Sustancia Q3 contiene:

Disacárido no reductor → que no es sacarosa → lactosa

Compuesto aromático → mentol

Ibuprofeno

Conclusiones

- La **sustancia 1** es caramelo de menta
- La **sustancia 2** es caramelo de limón
- La **sustancia 3** es ibuprofeno



4. Difracción de rayos X



Procedimiento experimental

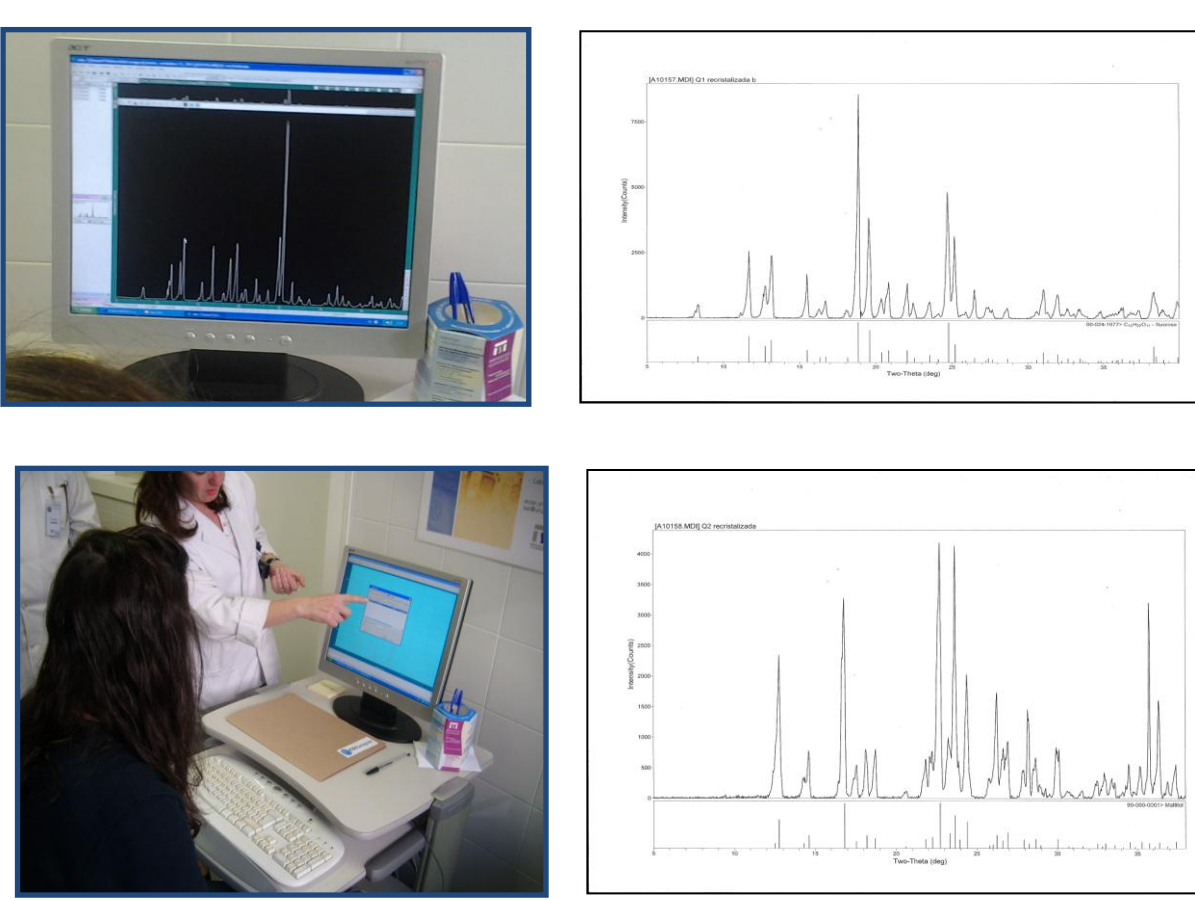
- Se introduce parte de la muestra en un mortero y se homogeniza
- Se coloca la muestra homogeneizada en un portaobjetos
- Se presiona la muestra contra el portaobjetos para que no se desprenda.
- Se coloca el portaobjetos con la muestra en el goniómetro

Conclusiones finales

Todas las pruebas realizadas conducen a que

- **Q1:** Contiene glucosa y sacarosa. También mentol. Parece caramelo de menta
- **Q2:** Contiene glucosa y sacarosa y también maltitol, usado como edulcorante. Puede ser caramelo de limón
- **Q3:** Contiene lactosa y mentol. Es básicamente ibuprofeno.

Resultados obtenidos



Se comparan los espectros obtenidos con los que figuran el banco de datos.

Conclusiones

Muestra Q1: En el difractograma de esta muestra no se observan picos de difracción, por lo que se deduce que es amorfa

• **Muestra Q1b:** Está recristalizada a partir de la muestra 1. De esta muestra se obtiene un difractograma con picos de difracción bien definidos. Como las pruebas previas de cromatografía y espectrometría de masas muestran la presencia de azúcares, se comparan las posiciones e intensidades relativas de los picos obtenidos con las características de algunos azúcares incluidos en la base de datos. Las posiciones coinciden con las de la sacarosa, pero las intensidades relativas no, por lo que se procede a molerla más y se mezcla con sílice amorfa para descartar la existencia de una mezcla. Entonces las intensidades relativas concuerdan. Se concluye que la muestra es sacarosa

Muestra Q2b: Está recristalizada a partir de la muestra 2.

La Comparación de las posiciones de picos e intensidades relativas con los azúcares del banco de datos indica que la muestra corresponde a maltitol

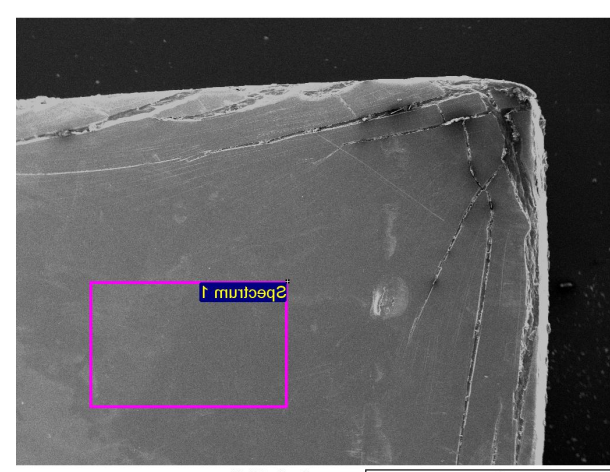
ANÁLISIS PRELIMINAR DE F1

La observación de la muestra y la determinación de su densidad llevan a las siguientes conclusiones:
 Pieza metálica, pulida, de densidad próxima a la del aluminio,



5. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA

Imagen SEM de superficie



Espectro EDS de superficie.
 Ni rastro de aluminio

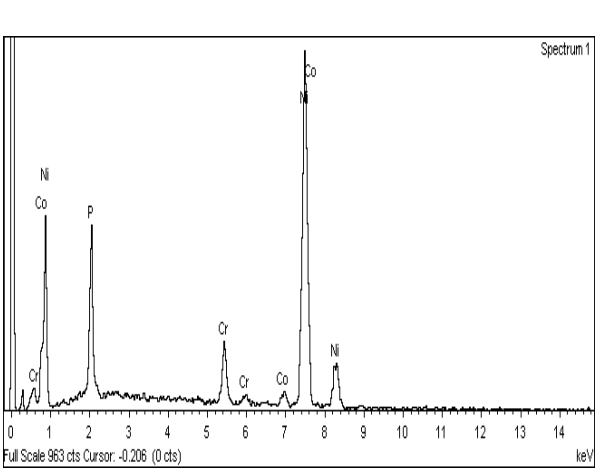
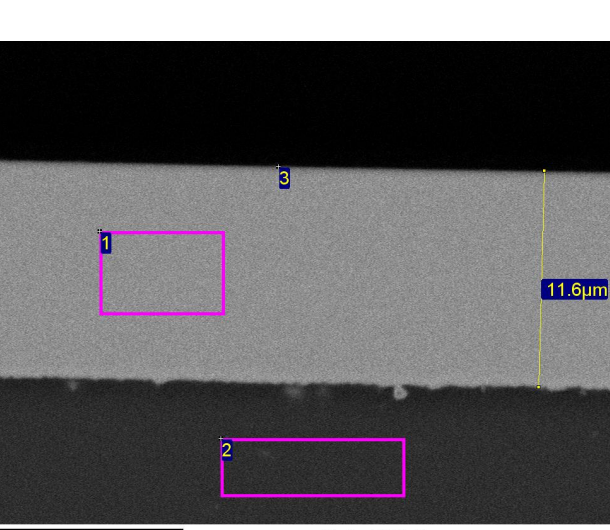
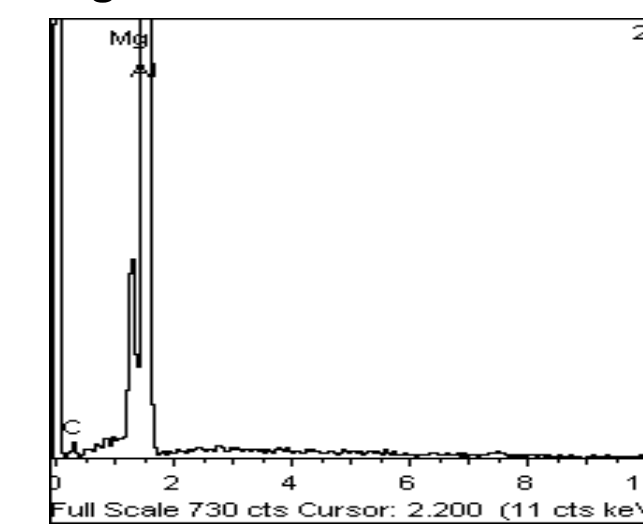


Imagen SEM de perfil

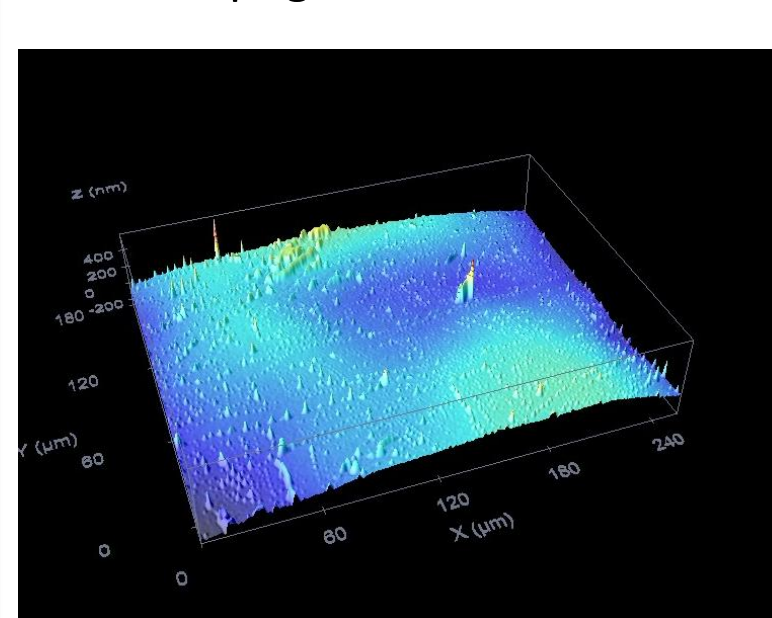


Espectro EDS de zona 2.
 Aquí sí hay aluminio, y magnesio.

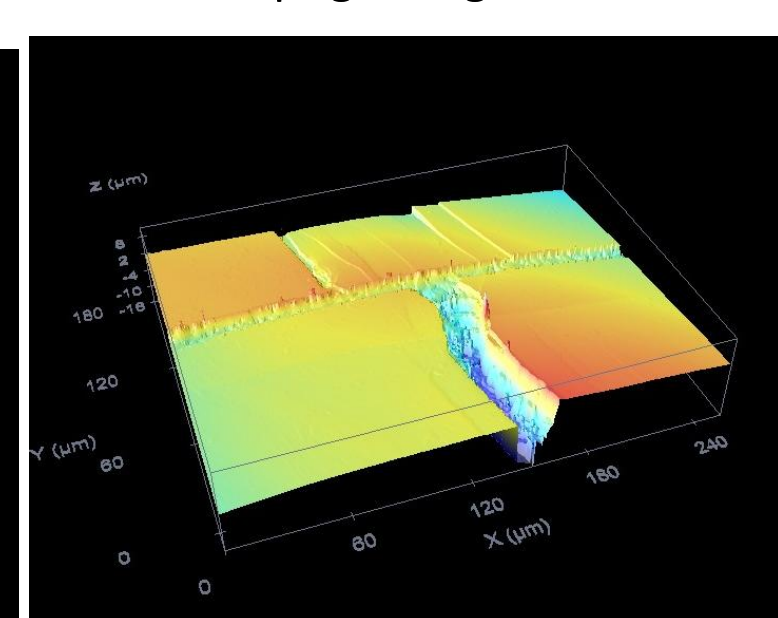


6. MICROSCOPIA CONFOCAL

Topografía muestra



Topografía grieta



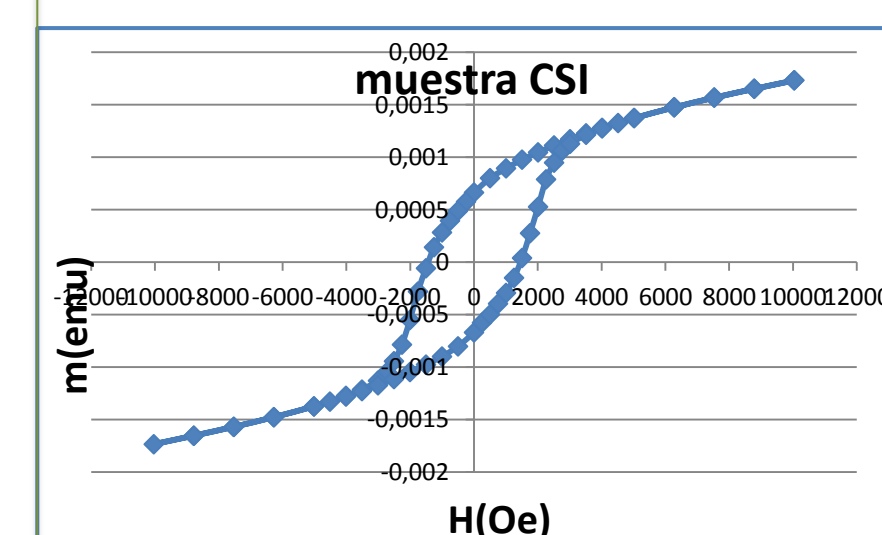
Conclusiones de microscopía electrónica y confocal

Pieza formada por :

- Un recubrimiento muy delgado de cromo, níquel, cobalto y fósforo.
- Aunque la superficie es extremadamente lisa, presenta una profunda grieta.
- La naturaleza magnética del recubrimiento lleva a realizar pruebas magnéticas.

7. MAGNETÓMETRO

Ciclo de histéresis propio de material ferromagnético

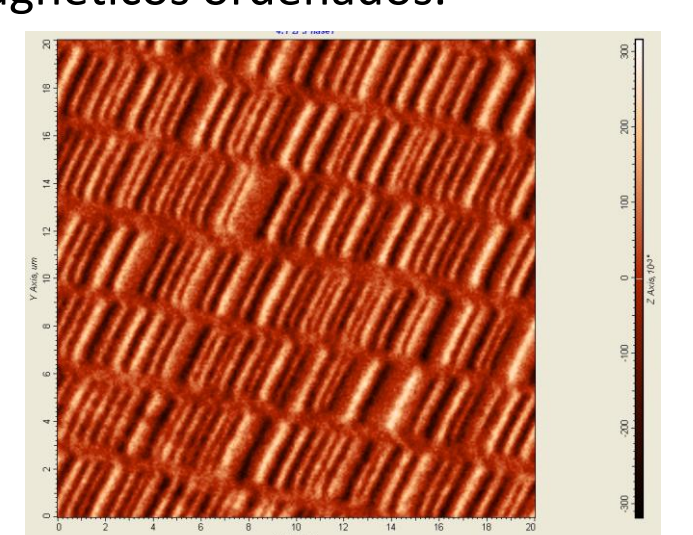


Conclusiones

- Estas superficies se emplean para almacenamiento magnético de información.
- Dada la grieta detectada, podría tratarse de un fragmento de disco duro roto accidental o deliberadamente.

8. MICROSCOPIA DE FUERZA MAGNÉTICA

Superficie formada por dominios magnéticos ordenados.



CONCLUSIONES FINALES

Los discos duros de ordenador están constituidos por un soporte de aleación de aluminio recubierto de una fina capa de átomos como níquel y cobalto .

Dada la grieta detectada, podría tratarse de un fragmento de disco duro roto accidental o deliberadamente..