

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 496 945**

51 Int. Cl.:

G01N 31/22 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.02.2005 E 05703164 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.06.2014 EP 1730468**

54 Título: **Método para la detección de explosivos basados en ciertos oxidantes**

30 Prioridad:

21.03.2004 IL 16098904

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

22.09.2014

73 Titular/es:

**MISTRAL DETECTION LTD. (100.0%)
P.O. BOX 4133
46140 HERZLIYA PITUACH, IL**

72 Inventor/es:

AMISAR, SHAI

74 Agente/Representante:

POLO FLORES, Luis Miguel

ES 2 496 945 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Método para la detección de explosivos basados en ciertos oxidantes.

5 CAMPO DE LA INVENCION Y ANTECEDENTES

[0001] La presente invención se refiere a un método para la detección de explosivos seleccionados a partir de peróxidos, cloratos y bromatos.

10 [0002] En los últimos tiempos, el uso de explosivos improvisados y de fabricación casera ha aumentado rápidamente, y se ha demostrado que los explosivos basados en peróxido, como el triperóxido de triacetona (TATP) y el triperóxido hexametildiamina (HMTD), pueden ser fabricados fácilmente y son casi tan potentes como los explosivos convencionales que se utilizan en la actualidad.

15 [0003] Métodos y kits de ensayo para la detección de explosivos seleccionados de entre nitroaromáticos, nitratos orgánicos, nitrosaminas, nitratos inorgánicos, cloratos y bromatos, han sido descritos por Margalit en US 5.296.380 y en 5.480.612. Ninguna de estas patentes describe la detección de explosivos basados en peróxido. La totalidad de los contenidos de US 5.296.380 y de 5.480.612 se incorporan como referencia en el presente documento.

20 [0004] Itzhaky et al. han descrito en el documento de patente WO9943846 un método y un kit para detectar un explosivo a base de peróxido orgánico en una muestra. El peróxido orgánico se hidroliza con ácidos fuertes para liberar peróxido de hidrógeno, y la mezcla resultante reacciona con una enzima peroxidasa y un sustrato susceptible de ser oxidado por el oxidante bajo la catálisis de la enzima para producir un cambio pronunciado en un parámetro físico mensurable del sustrato. La totalidad de los contenidos de WO9943846 se incorpora como referencia en el
25 presente documento.

[0005] Es un objetivo principal de la presente invención posibilitar la detección de explosivos que contengan cloruros y bromuros, y la detección secuencial de explosivos basados en peróxido después de comprobar la presencia de cloruros o bromatos en la misma muestra. Otros objetivos de la invención serán evidentes a partir de la siguiente
30 descripción.

RESUMEN DE LA INVENCION

[0006] En consecuencia, la presente invención proporciona un método para detectar una sustancia explosiva que
35 contiene un oxidante seleccionado de entre clorato, bromato y peróxido orgánico y el método en cuestión consta de los pasos secuenciales de: proporcionar una muestra de sustancia explosiva sospechosa; poner en contacto la muestra de dicha sustancia con un primer reactivo, que es una solución fuertemente ácida de al menos una amina aromática primaria o secundaria, con lo que la presencia de un clorato o bromato de tipo explosivo proporciona una coloración distinta; y en ausencia de dicha coloración, poner en contacto la misma muestra, que ya está en contacto
40 con el primer reactivo, con un segundo reactivo, que es una solución que contiene cationes de al menos un metal de transición, por lo que la presencia de peróxidos orgánicos en la muestra, que ha sido hidrolizada al menos parcialmente a peróxido de hidrógeno por el ácido fuerte del primer reactivo, proporciona una coloración distinta.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

45 [0007] En el método de la invención:

(a) al menos uno de los primeros y segundos reactivos incluye preferiblemente al menos un disolvente no acuoso miscible en agua, como al menos un disolvente seleccionado del grupo integrado por sulfóxido de dimetilo, dimetilformamida, dimetilacetamida, hexametilfosforamida, N-metil-pirrolidona, así como alcoholes
50 y éteres miscibles en agua; y/o

(b) al menos una amina aromática primaria o secundaria incluye preferiblemente una amina aromática secundaria tal como una diarilamina, por ejemplo, la difenilamina, una amina aromática secundaria carbocíclica; y/o
55

(c) el ácido fuerte del primer reactivo contiene preferiblemente ácido sulfúrico, y puede consistir esencialmente en ácido sulfúrico; y/o

(d) al menos un metal de transición se selecciona preferiblemente de entre hierro (por ejemplo Fe +++),
60 cobre, manganeso, cromo, cobalto y rutenio;

(e) en ausencia de una coloración positiva que indique la presencia de clorato, bromato o peróxido, el método incluye, preferiblemente el suministro de una segunda muestra de dicha sustancia sospechosa, y
65 examinarla en busca de al menos un ingrediente seleccionado de nitroaromáticos, nitratos orgánicos,

nitraminas, y nitratos inorgánicos, mientras que el kit incluye preferiblemente al menos un recipiente de reactivo adaptado para comprobar la presencia de al menos un ingrediente.

5 [0008] En el kit utilizado en el método de la invención, cada uno de los reactivos primeros y segundos se encuentran por separado en frascos con gotero de plástico cerrados, adaptados para dispensar cada uno de los componentes gota a gota. Asimismo se identifica, en una forma de realización particular, cada pareja de frasco cuentagotas y su tapa mediante una marca de color que es diferente para cada frasco cuentagotas y su tapa, permitiendo así al usuario emparejar el frasco con la tapa correcta.

10 [0009] Si bien actualmente se prefiere el uso de una amina secundaria y, en particular, la difenilamina, porque es mucho menos tóxica y más sensible en el presente contexto que la anilina, el uso de una amina primaria tal como la anilina está también dentro del ámbito de la presente invención.

15 [0010] La preparación de los reactivos de la prueba se puede llevar a cabo como se especifica a continuación.

Reactivo A (para cloratos o bromatos)

20 [0011] Primero se prepara cuidadosamente una mezcla líquida mediante la adición de ácido sulfúrico al 95% (400 ml) a una mezcla de DMSO (90 ml), etanol (100 ml) y agua (500 ml). Después se añade difenilamina (11 g) a la mezcla líquida, manteniendo en agitación, hasta obtener una solución homogénea. El reactivo preparado de este modo se vierte en un recipiente de almacenamiento antes de ser utilizado para el llenado de las ampollas. Es muy estable bajo exposición a la luz y condiciones normales; las ampollas no necesitan ser de color. Este reactivo da un fuerte color azul con cloratos o bromatos en un plazo de 1-2 segundos, que se desvanece al reposar; es sensible a cantidades mínimas de clorato o bromato como de 0.0000001g / mm²; el perclorato no da una reacción positiva.

25 Reactivo B (para peróxido orgánico)

30 [0012] Esto es una solución de 1% FeCl₃ en dipropilenglicol dimetil éter. La sensibilidad de este reactivo es similar a la del reactivo A, mencionado anteriormente.

Procedimiento

35 [0013] La presencia de cloratos o bromatos se manifiesta con un color azul profundo cuando se coloca una gota del reactivo A sobre un medio de recogida, por ejemplo, un papel de filtro, un papel laminado de polietileno, o uno al que se ha impregnado con una capa pegajosa de adhesivo a base de acrilato para mejorar la recogida de partículas. En la ausencia de color, se coloca una gota del reactivo B en el mismo papel. El desarrollo de un color azul en esta etapa indicará la presencia de peróxido orgánico en la muestra original.

40 [0014] Este sistema permite al operador mejorar la capacidad de detección, mediante el uso de sólo un medio de recogida para ambas pruebas llevadas a cabo secuencialmente.

REFERENCIAS CITADAS EN LA DESCRIPCIÓN

45 *La presente lista de referencias citadas por el solicitante es solo para la conveniencia del lector. No forma parte del documento de Patente Europea. A pesar de la extrema diligencia tenida al compilar las referencias, no se puede excluir la posibilidad de que haya errores u omisiones y la OEP queda exenta de todo tipo de responsabilidad a este respecto.*

Bibliografía no de patentes citada en la descripción

- 50
- US 5296380 A [0003]
 - US 5480612 A [0003]
 - WO 9943846 A [0004]

REIVINDICACIONES

1. Un método para detectar una sustancia explosiva que contiene un oxidante seleccionado de entre clorato, bromato y peróxido orgánico que comprende los pasos secuenciales de:

- 5 proporcionar una muestra de una sustancia explosiva sospechosa;
- poner en contacto la muestra de dicha sustancia con un primer reactivo, que es una solución fuertemente ácida de al menos una amina aromática primaria o secundaria, por lo que la presencia de un clorato o bromato de tipo explosivo proporciona una coloración distinta; y en ausencia de dicha coloración,
- 10 poner en contacto la misma muestra, que ya está en contacto con el primer reactivo, con un segundo reactivo, que es una solución que contiene cationes de al menos un metal de transición, por lo que la presencia de peróxidos orgánicos en la muestra, que ha sido hidrolizada al menos parcialmente por el ácido fuerte del primer reactivo dando lugar al peróxido de hidrógeno proporciona una coloración distinta.
- 15

2. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, que **se caracteriza** además por al menos una de las siguientes características:

- 20 (a) al menos uno de citados reactivos primeros y segundos incluye al menos un disolvente no acuoso miscible en agua;
- (b) la citada amina aromática primaria o secundaria consta de una amina aromática secundaria carbocíclica;
- 25 (c) el ácido fuerte citado del primer reactivo citado consta de ácido sulfúrico;
- (d) el al menos un metal de transición se selecciona preferiblemente de entre hierro, cobre, manganeso, cromo, cobalto y rutenio;
- 30 (e) en ausencia de una coloración positiva que indique la presencia de clorato, bromato o peróxido, proporciona una segunda muestra de la sustancia sospechosa citada, y se examina en busca de al menos un ingrediente seleccionado de entre nitroaromáticos, nitratos orgánicos, nitraminas, nitratos inorgánicos.

3. Un método de acuerdo con la reivindicación 2, que **se caracteriza** además por al menos una de las siguientes características:

- 35 (a) al menos uno de los citados primeros y segundos reactivos incluye preferiblemente al menos un disolvente no acuoso miscible en agua seleccionado del grupo integrado por sulfóxido de dimetilo, dimetilformamida, dimetilacetamida, hexametilfosforamida, N-metil-pirrolidona, así como alcoholes y éteres miscibles en agua;
- 40 (b) la citada amina aromática primaria o secundaria consta de una diarilamina;
- (c) el ácido fuerte citado del primer reactivo citado consta básicamente de ácido sulfúrico;
- 45 (d) los cationes citados comprenden iones Fe $+++$.

4. Un método de acuerdo con la reivindicación 2, en donde la diarilamina citada es difenilamina.

- 50 5. Un método de acuerdo con la reivindicación 3, en donde la diarilamina citada es la difenilaminia, una amina aromática secundaria carbocíclica.