



Liberté • Égalité • Fraternité  
RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

MINISTÈRE  
DE  
L'INTÉRIEUR

# Division Chimie Incendies-Explosions

## Gradient d'élution AMD 2 de CAMAG et détection de traces d'explosifs après attentat

Laurent Giraud  
Technicien en Chef  
01 avril 2015



Lille



Paris (2)



Lyon



Marseille



Toulouse

# Bref aperçu de notre métier ...

Dans le domaine des explosions :



Analyser des prélèvements effectués sur les lieux d'explosion afin de **déterminer la nature de la charge explosive** utilisée :



Dynamite ?  
TNT ?  
Semtex ? PEP 500 ?  
Explosif artisanal ? ...



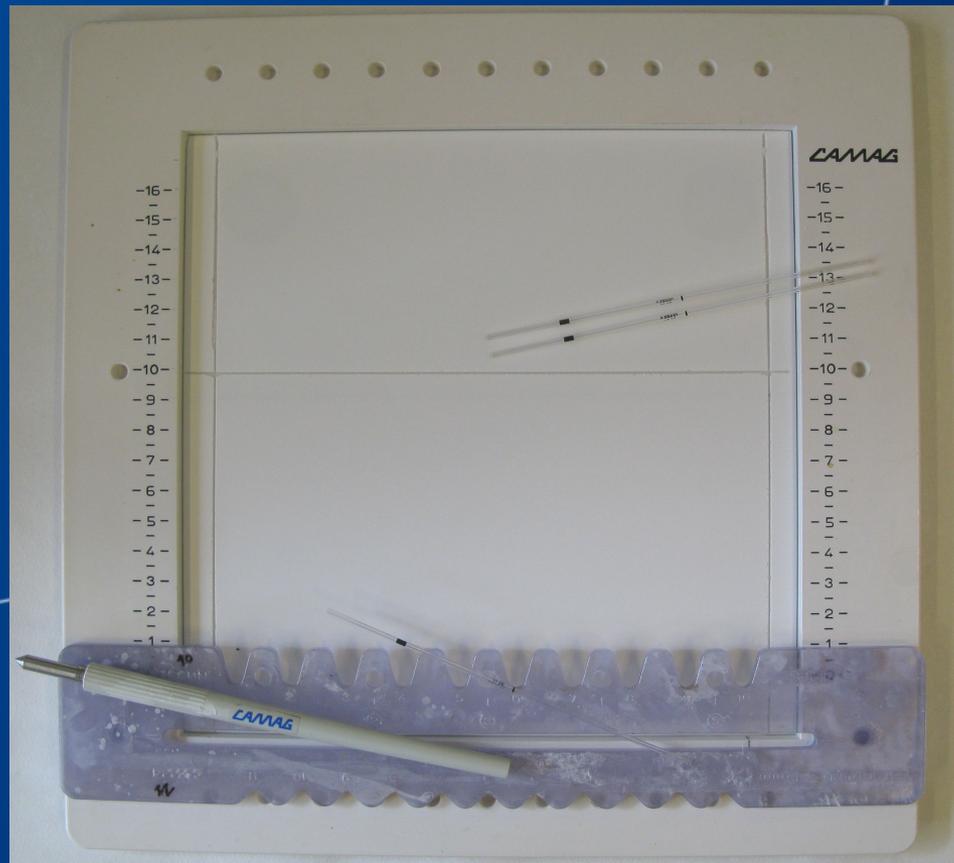
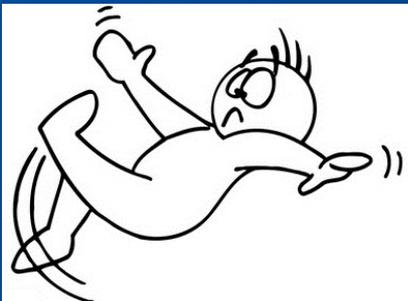
# Techniques employées et évolutions du matériel ...

L'une des techniques utilisée est la **Chromatographie sur Couche Mince**

➡ Avant

Dépôt manuel avec capillaire sur plaque TLC

... et quelques trous dans les plaques ...

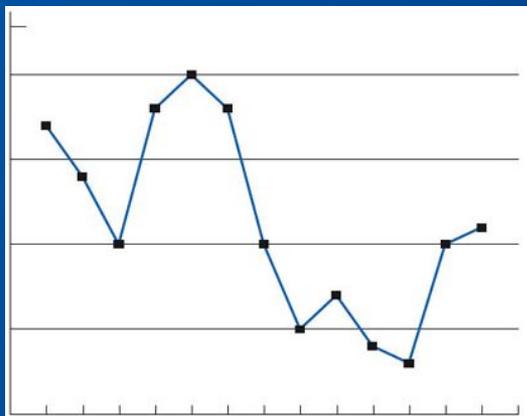


# Techniques employées et évolutions ...



Et migration **isocratique** en cuve simple

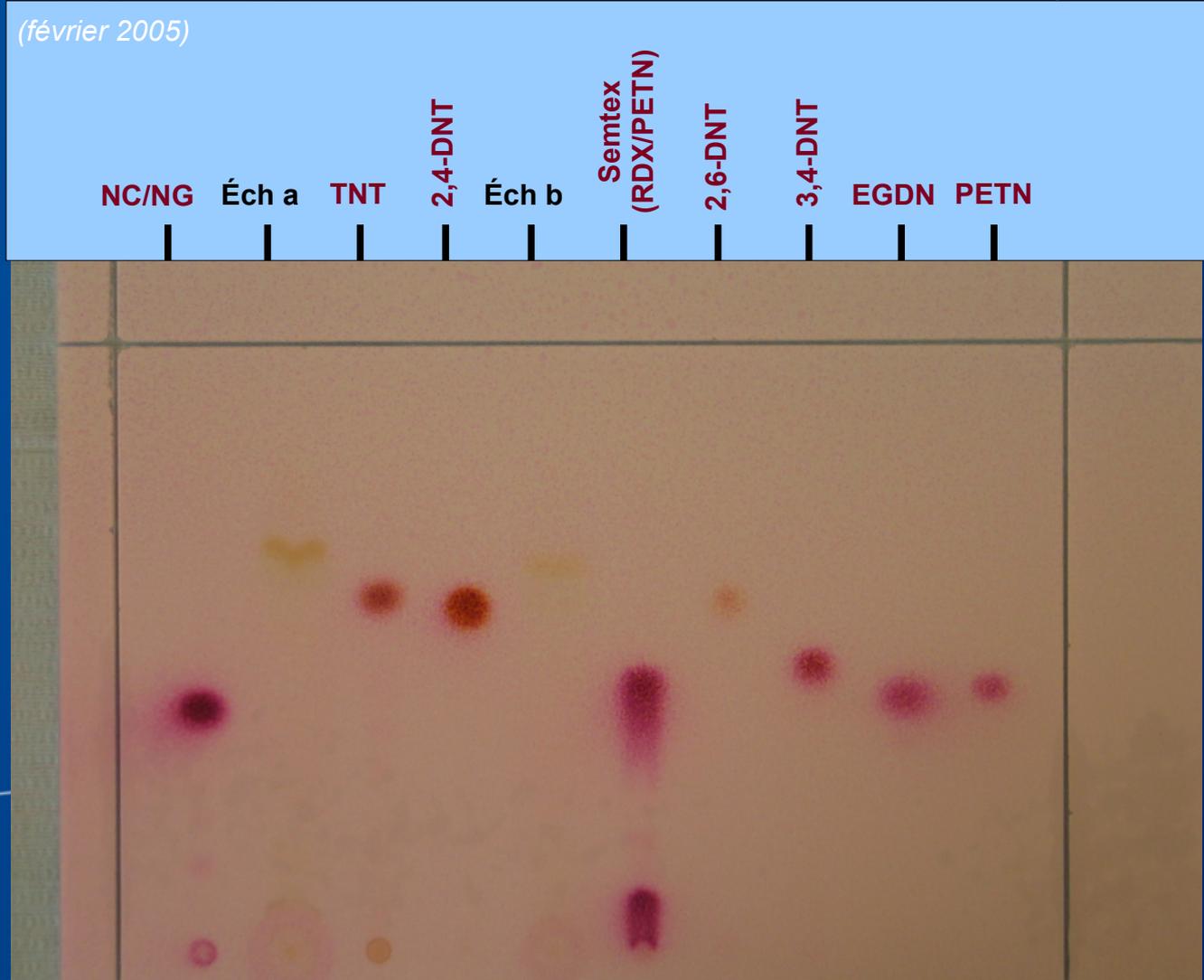
... le tout pas très reproductible ...



# Techniques employées et évolutions ...



Avec pour résultat :



# Techniques employées et évolutions ...



→ Aujourd'hui

Déposeur automatique ATS 4 de Camag sur plaque HPTLC



# Techniques employées et évolutions ...



Et migration **isocratique** avec l'ADC 2 de Camag



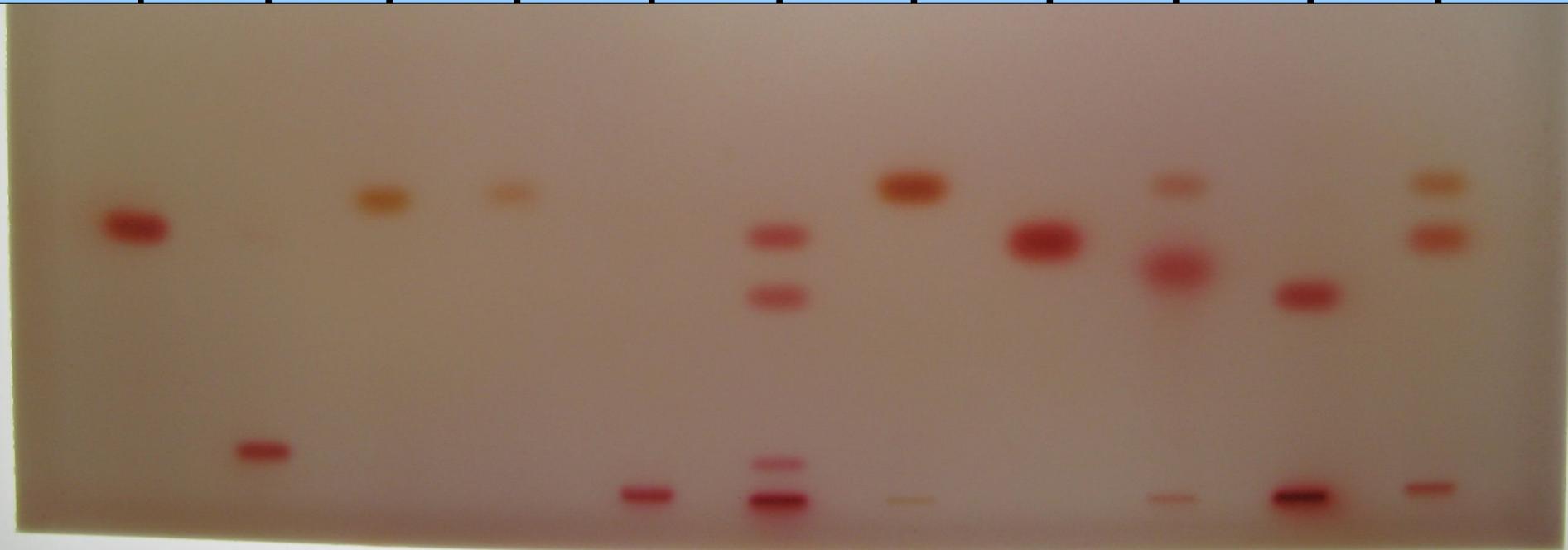
# Techniques employées et évolutions ...



Avec pour résultat :

(mars 2015)

PETN    RDX    2,4-DNT    2,6-DNT    HMX    Mix1    TNT    3,4-DNT    F19    NC/NG    Mix2



# Problèmes rencontrés sur des cas réels ...

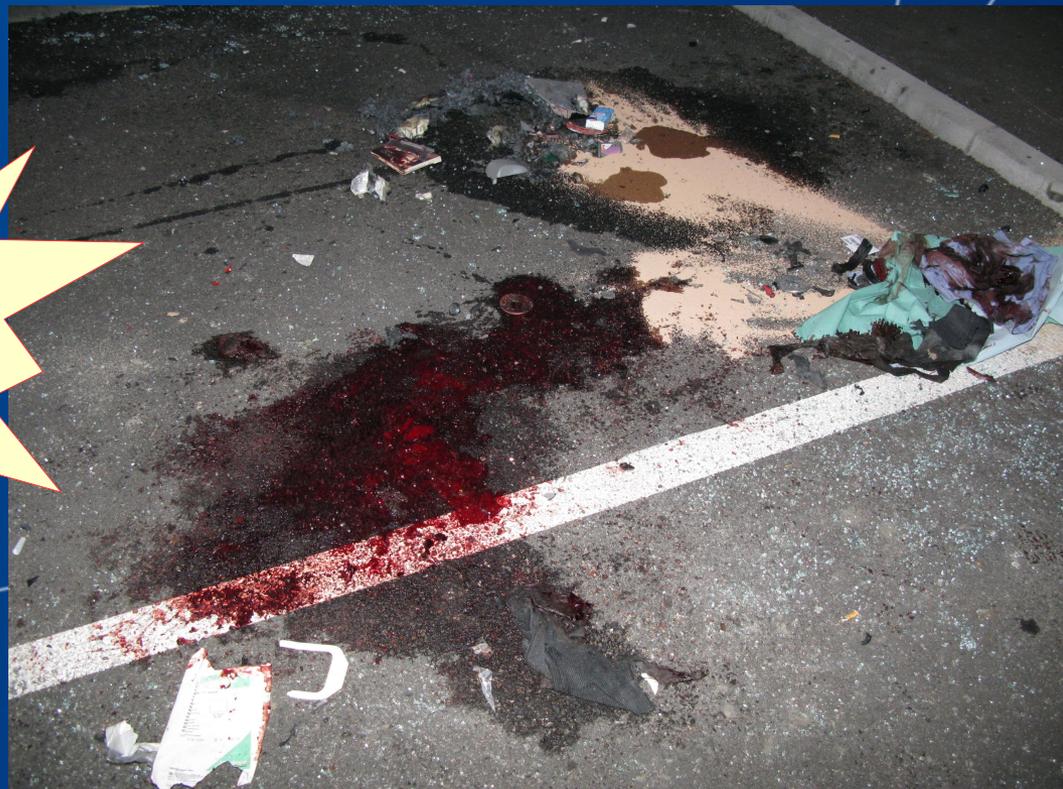


## L'interférences des matrices !!



sang des victimes, carburants des véhicules et fluides divers, encres de maculage, poudre d'extincteur ...

**Explosion d'un  
véhicule avec  
victime**

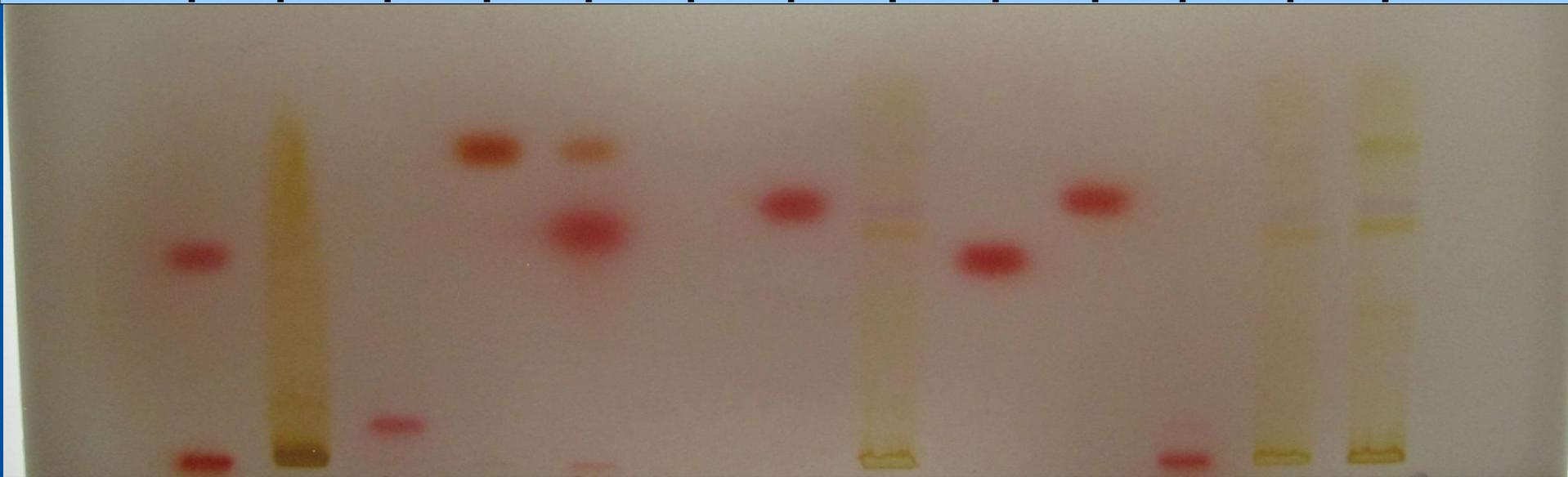


# Conséquences analytiques ...

⇒ plaques présentant des traînées jaunâtres .....

(janvier 2014)

NC/NG Ech 1 RDX TNT F19 Ech 2 3,4-DNT Ech 3 NG PETN HMX Ech 4 Ech 5



Avec pour conséquences :

- des Rf différents des témoins déposés
- des explosifs pouvant être masqués

..... et donc de nombreuses interrogations ???

# Que faire ???



Un traitement préalable de l'échantillon pour le « nettoyer » !!

- ⇒ Lavages par divers solvants
- ⇒ Purification sur cartouche SPE

**Cependant :**

- ⇒ Etapes longues et fastidieuses avec un coût en consommables pour le laboratoire
- ⇒ Risques induits : rendement d'extraction inférieur à 100 % entraînant la perte inévitable d'analytes, modification possible des proportions d'explosifs ...

L'idéal reste donc de déposer l'échantillon « brut ».

Et si le gradient d'élution pouvait solutionner nos problèmes ??



# Brève présentation de l'AMD 2



**AMD 2 : Automated Multiple Development (version 2)**

Cet appareil permet de travailler en gradient d'éluion.

- fabrication automatique des éluants à partir de 5 solvants de bases différents
- gestion automatique des étapes de migrations

Les seules choses à faire sont de remplir au départ les 5 flacons de solvants et d'introduire la plaque à l'intérieur de l'appareillage évidemment !!

... et il se débrouille tout seul.



# Exemple d'un cas concret : attaque d'un DAB

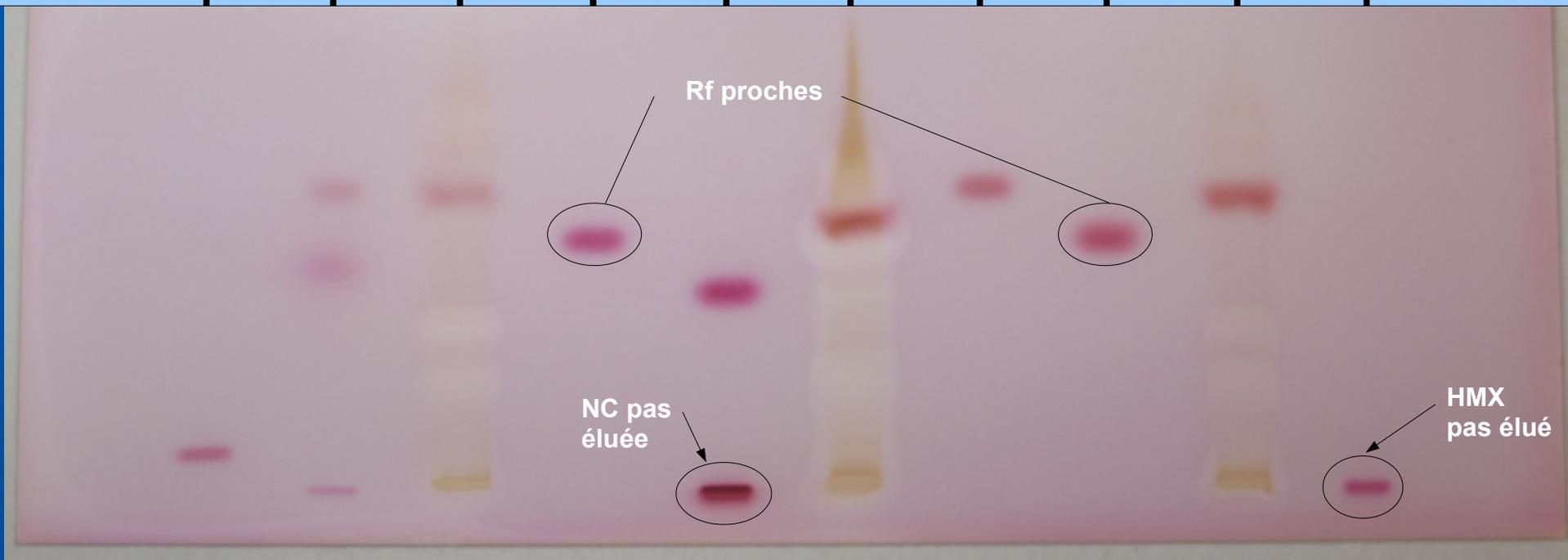


Distributeur Automatique de Billets ayant eu un léger problème ....

# Plaque ADC 2 Camag



RDX F19 Éch 1 PETN NC/NG Éch 2 TNT 3,4-DNT Éch 3 HMX



Les échantillons 1 et 3 contiennent-ils du TNT ??  
Et l'échantillon 2 ??

➡ Analyses complémentaires à faire  
= perte de temps et coût plus important !!

# Analyses avec l'AMD 2

---



Essais réalisés sur l'appareil de la société CHROMACIM  
(*P. Bernard-Savary, Président*)

Méthode basée sur celle mise au point par U. Schneider  
et G. Morlock (*Université d'Hohenheim, Allemagne*)

Quelques paramètres analytiques :

- 3 solvants utilisés : méthanol/acétate d'éthyle /hexane
- 16 étapes de migrations
- focalisation de l'échantillon par le méthanol
- incréments de 4 mm
- distance de migration : 72 mm
- durée d'élution : 2 h 45 min

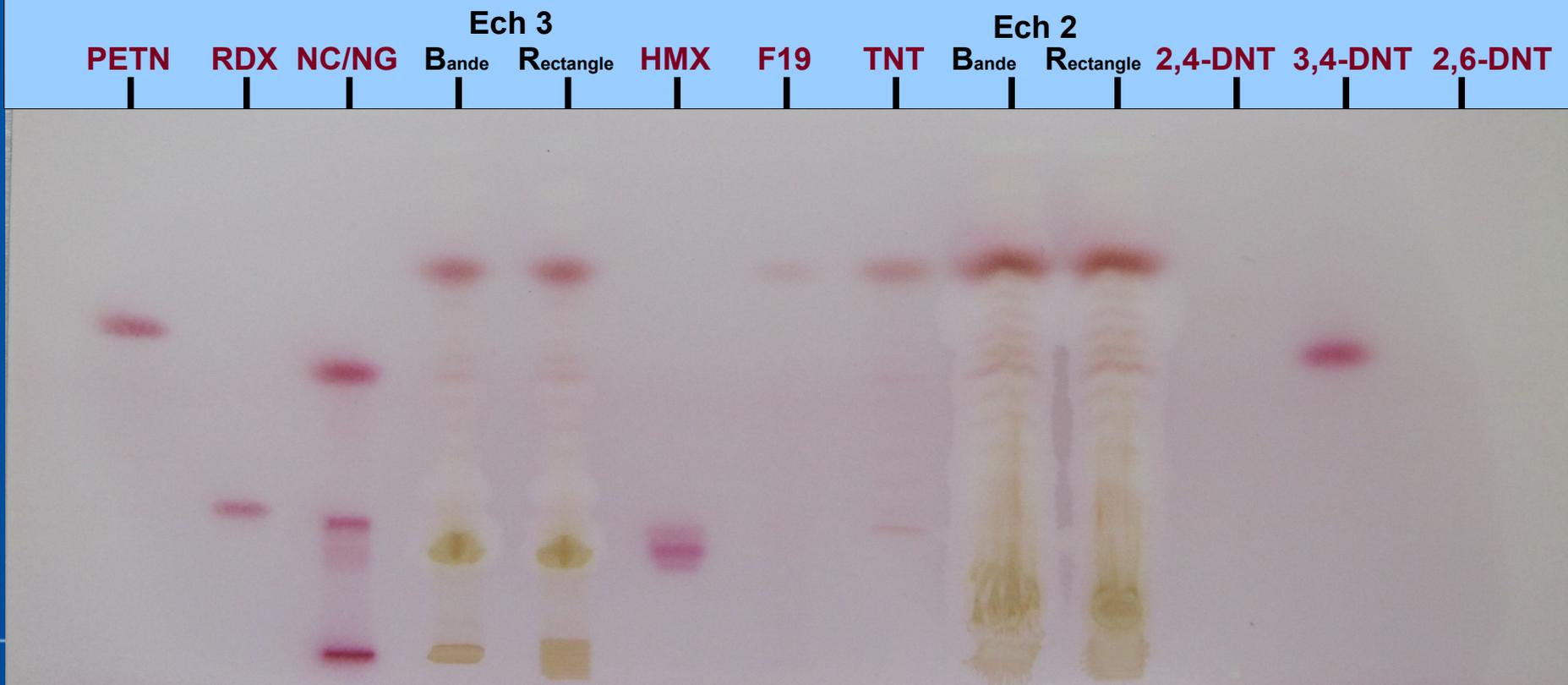
# Plaques AMD 2



Résultats :

→ plaque HPTLC Merck Silica gel 60 F<sub>254</sub>

(juin 2014)

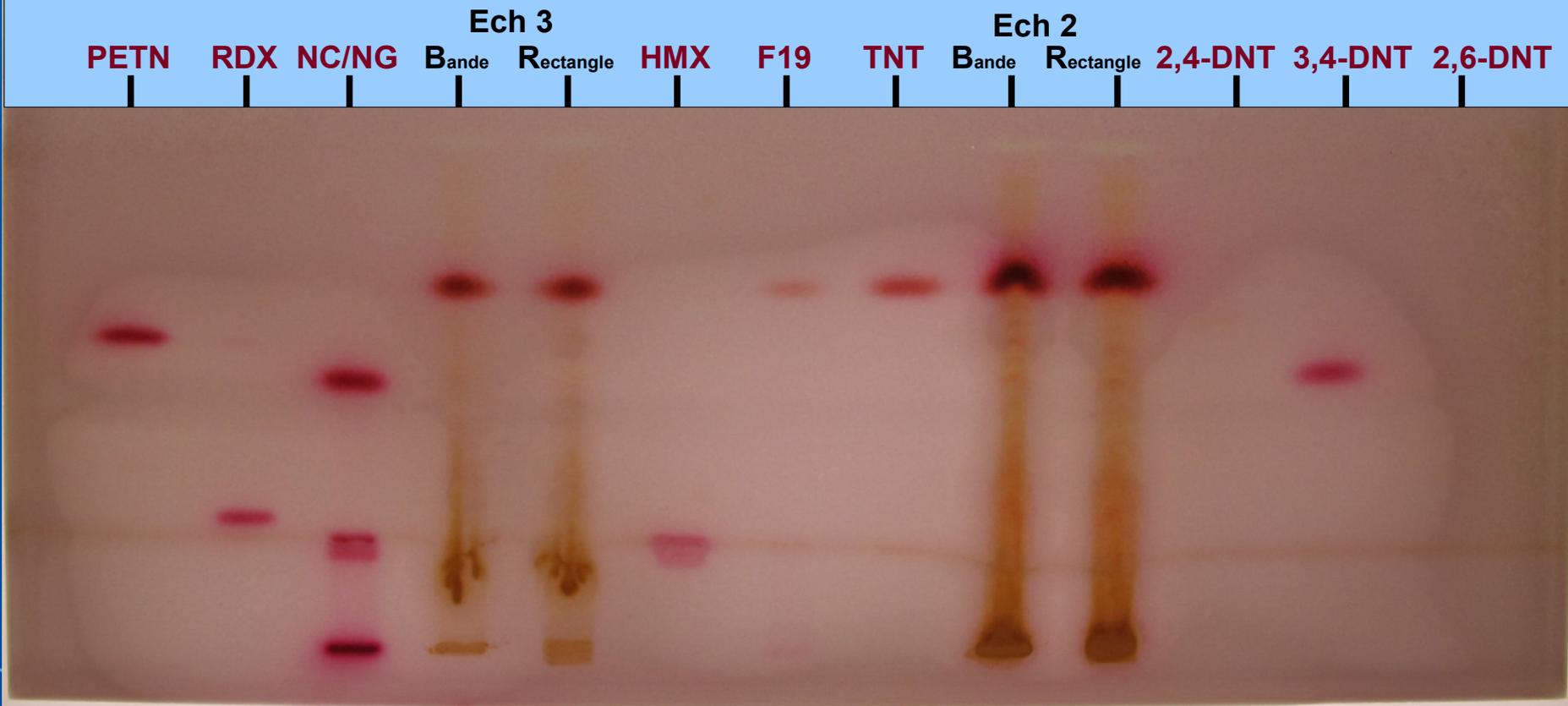


# Plaques AMD 2



→ plaque HPTLC Merck LiChrospher 60 F<sub>254</sub>

(juin 2014)



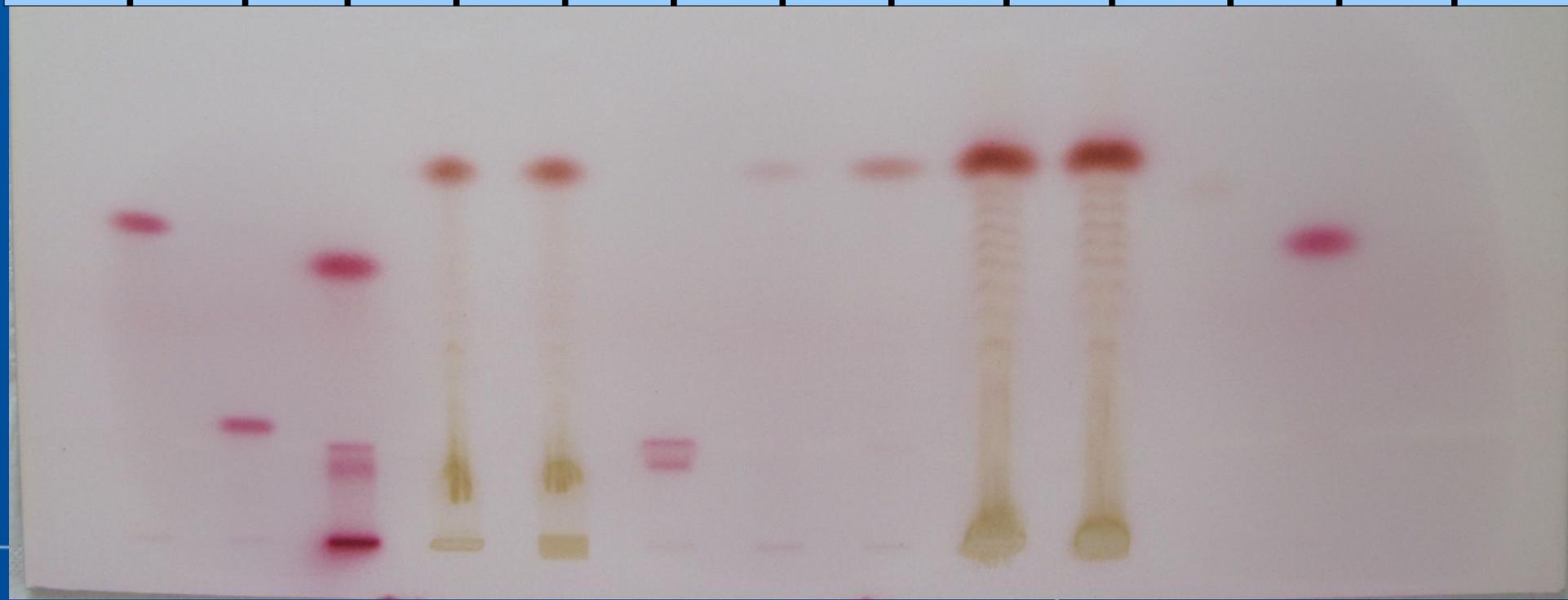
# Plaques AMD 2

→ plaque HPTLC Machery-Nagel Fertigplatten  
Nano-ADAMANT UV<sub>254</sub>



(juin 2014)

PETN RDX NC/NG Ech 3 Bande Rectangle HMX F19 TNT Ech 2 Bande Rectangle 2,4-DNT 3,4-DNT 2,6-DNT

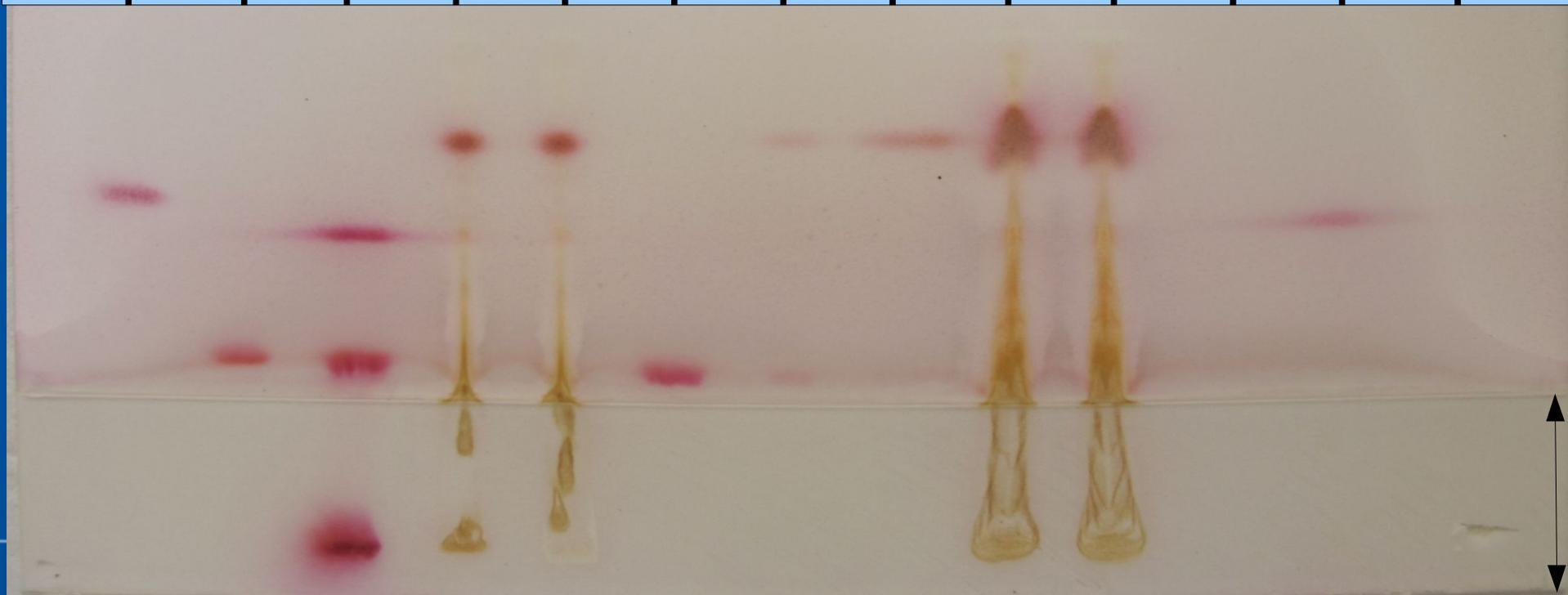


# Plaques AMD 2

→ plaque HPTLC Merck Silica gel 60 F<sub>254</sub> avec zone de préconcentration de 2.5 cm

(juin 2014)

PETN RDX NC/NG Ech 3 Bande Rectangle HMX F19 TNT Ech 2 Bande Rectangle 2,4-DNT 3,4-DNT 2,6-DNT



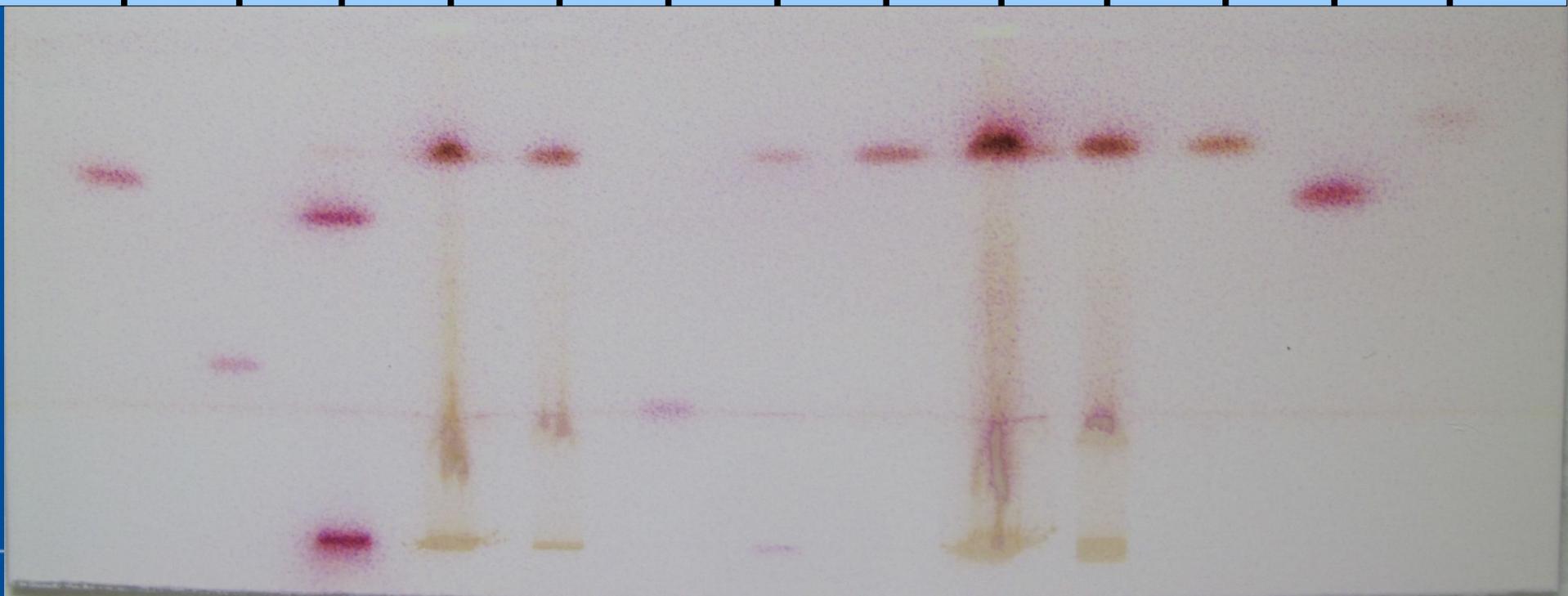
# Plaques AMD 2

→ plaque TLC Machery-Nagel Fertigplatten  
RP/18W UV<sub>254</sub>



(juin 2014)

**PETN**   **RDX**   **NC/NG**   **Ech 3**  
**Bande**   **Rectangle**   **HMX**   **F19**   **TNT**   **Ech 2**  
**Bande**   **Rectangle**   **2,4-DNT**   **3,4-DNT**   **2,6-DNT**

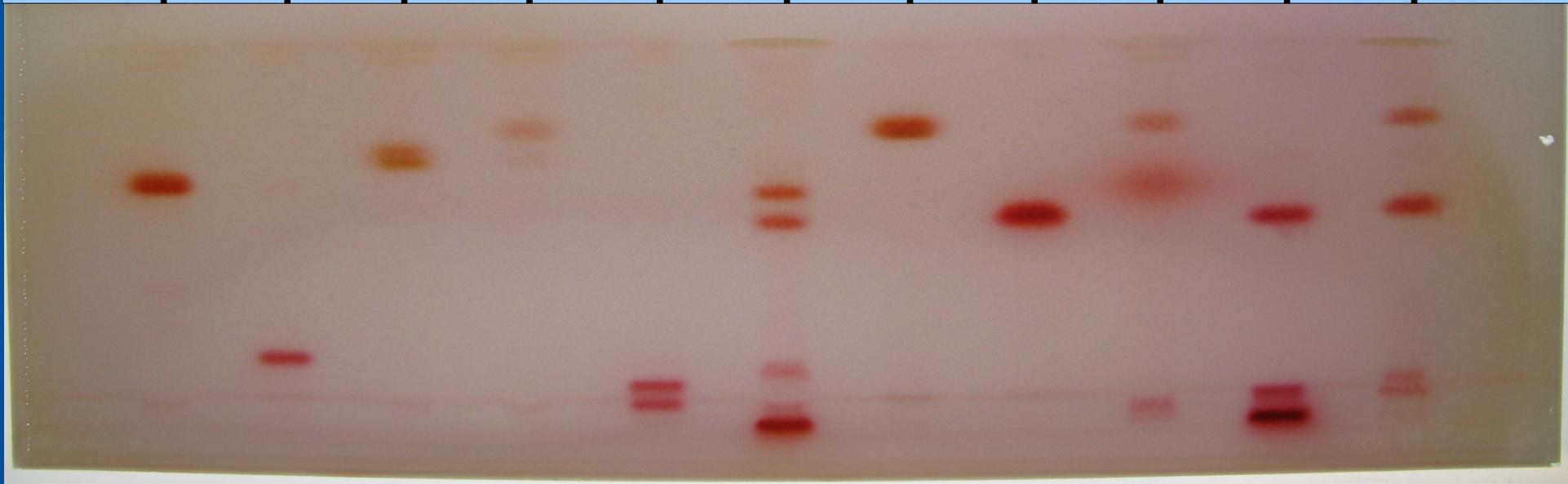




# Plaques AMD 2 : plaque souillée avec gasoil/huile

(novembre 2014)

10 % Gasoil +	1 % Gasoil +	5 % Gasoil +		1 % Gasoil +	5 % Huile +	1 % Gasoil +		10 % Gasoil +	1 % Gasoil +	5 % Huile +
PETN	RDX	2,4-DNT	2,6-DNT	HMX	Mix1	TNT	3,4-DNT	F19	NC/NG	Mix2



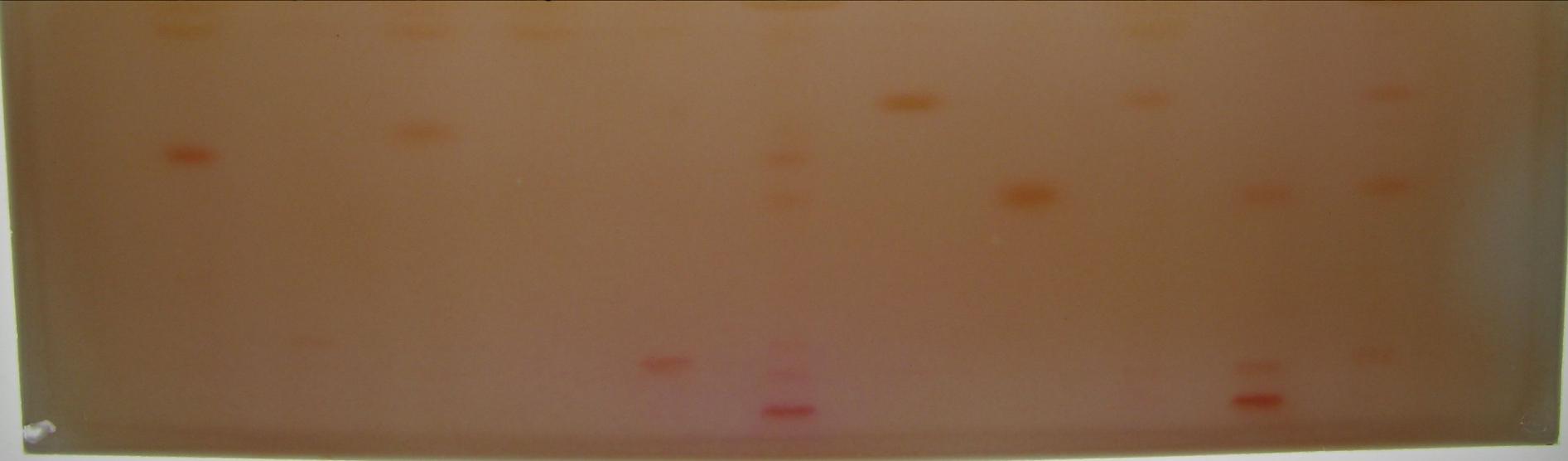
# En « limites de détection »



(novembre 2014)

## Dépôts de 1 $\mu$ L : division par un facteur 6

10 % Gasoil +	1 % Gasoil +	5 % Gasoil +		1 % Gasoil +	5 % Huile +	1 % Gasoil +		10 % Gasoil +	1 % Gasoil +	5 % Huile +
PETN	RDX	2,4-DNT	2,6-DNT	HMX	Mix1	TNT	3,4-DNT	F19	NC/NG	Mix2



# ADC 2 vs AMD 2 → le verdict



## ADC 2 (isocratique)

## AMD 2 (gradient)

### Avantages

- temps d'analyse (environ 45 min)

- explosifs mieux dégagés de la matrice
- spots plus fins
- meilleures séparations

### Inconvénients

- explosifs interfèrent avec la matrice
- spots plus diffus
- séparations moins bonnes

- temps d'analyse (environ 2 h 45 min)

# ADC 2 vs AMD 2 → au-delà de la technique

---

Dans ce domaine très particulier d'analyses, au-delà du choix de la technique, il reste un facteur très important qu'il faut garder à l'esprit :

L'expérience de l'analyste et de l'Expert qui va interpréter les résultats.

Cela reste une affaire de **spécialistes !!**



**Merci de votre attention !**

**Avez-vous des questions ?**

# Remerciement spécial



**Très grand merci à Mr P. BERNARD-SAVARY  
pour le don de l'AMD 2 à notre section !!**



# Poisson d'avril !!

---

