

# STRUKTURA 2014

Hotel U Kata, 9. 6. - 12. 6. 2014

Lectures - Monday, June 9

L1

## Phase analysis in forensic science

### FÁZOVÁ ANALÝZA VE FORENZNÍ OBLASTI

M. Kotrlý

*Kriminalistický ústav Praha, Bartolomějská 12, Praha 1  
kup321@mvcr.cz*

#### Úvod

Forezní disciplíny se v poslední době staly velmi populárními, mimo jiné i díky televizním seriálům. Reálná praxe však bývá od televizního pojetí odlišná, zejména co se týče lhůt zpracování, i když možnosti a širě získaných informací se výrazně lišit nemusí.

Forezní pracoviště se od řady obvyklých vědeckých a odborných pracovišť liší v několika bodech:

Většina analýz prováděných v kriminalistice se zabývá určováním, popisem a komparacemi prakticky libovolných látek, které mohou přijít do styku s osobami či předměty v souvislosti s trestnou činností. V obecném případě se tedy ve forezní laboratoři lze setkat s materiály jak přírodního původu, tak i libovolnými hmotami vzniklými lidskou činností. Většina ostatních pracovišť – laboratoří, ústavů, škol bývá určitým způsobem specializována. Do kriminalistické laboratoře může naopak přijít prakticky libovolný materiál. Světové forezní laboratoře bývají komplexně vybaveny a jsou schopné analyzovat větší část představitelných materiálů a hmot. Obvykle lze provést celý souhrn potřebných analýz na jediném místě a v dobré kvalitě.

S ohledem na širší analyzovaných materiálů je fázová analýza ve forezní oblasti jednou ze základních úloh. V tomto kontextu jsou významné i možnosti rentgenových metod, které samozřejmě nejsou samospatitelné a jsou obvykle používány v kombinacích s dalšími technikami (zejména SEM-EDS/WDS, Ramanova mikrospektrometrie, optická mikroskopie, XRF, FTIR apod.).

Významný posun v možnostech rentgenové fázové analýzy nastal s nástupem mikrodifrakce do běžných laboratoří. Klasické aplikace XRD metod narážely ve forezní oblasti na jeden základní problém, kterým je množství materiálu, resp. potřeba analyzovat přesně definované místo, jehož velikost je alespoň řádově srovnatelná s velikostí plochy analyzované dalšími metodami – především optickou a elektronovou mikroskopií a mikroanalýzou (EDS/WDS/mikroXRF). Řešení tohoto problému přináší, alespoň částečně, systém rentgenové práškové mikrodifrakce.

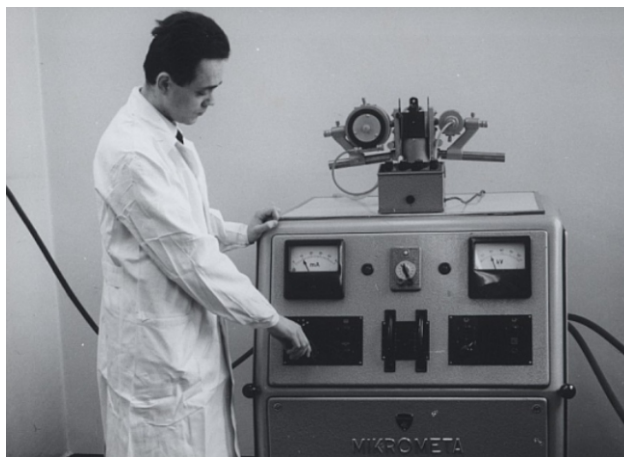
#### Historie

V československé kriminalistice se historie rentgenové fázové analýzy datuje od šedesátých let minulého století – metody byly zavedeny pro zjišťování změn struktury způsobené zkratem na elektrických vodičích. Byl využíván zdroj Mikrometa s Debye-Scherrerovou komorou. Metoda byla používána do konce sedmdesátých let a poté bylo zařízení demontováno.

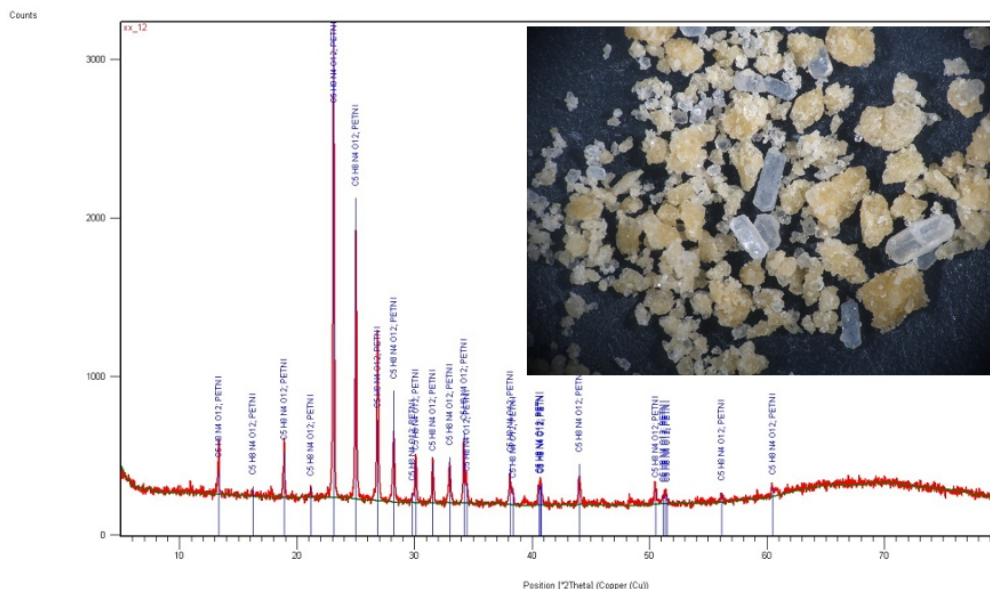
Rentgenové strukturální metody byly na KUP znovu zavedeny v roce 1994 primárně pro fázovou analýzu minerálních fází zemin. Byly využívány zdroje Mikrometa II a komory s filmovou registrací. Záznamy byly vyhodnocovány manuálně s využitím tabelovaných dat.

V roce 1995 byly pořízeny dva goniometry (Philips a Dron 3) se zapisovačem s papírovým pásem. Oba systémy byly přestavěny na řízení z PC, do kterého také probíhal sběr dat. Vyhodnocování probíhalo systémem ZDS.

Od roku 2008 je v Kriminalistickém ústavu Praha (KUP) je využíván systém rentgenové mikrodifrakce X'PertPRO. Systém je založen na kombinaci běžné rentgenky, kapiláry fokusující rentgenový svazek do průměru okolo 0,1 mm a pozičně citlivého detektoru. Využívány jsou bezdifrakční křemenné podložky se zvýšenou vodivostí a snímání se provádí dle povahy



**Obrázek 1.** Prvé experimenty v šedesátých letech minulého století.



**Obrázek 2.** Identifikace komponenty plastické trhaviny - pentritu.

vzorku v reflexním a transmisním módu, nebo v rotační kapiláře.

Systém je využíván pro velmi široké spektrum stop:

- zeminy a další zeminové fáze
- mineralogické a petrologické materiály
- drahé kameny a další gemologické objekty
- pigmentové fáze v nejširším pojetí
- povýbuchové zplodiny, komponenty výbušniny a pyrotechnických složí (anorganické i organické fáze)
- plastické hmoty a polymery
- farmaceutické produkty a kosmetické výrobky (včetně narkotik)
- stavební materiály
- slitiny a kovy
- plniva a aditiva (polymery, papírenské produkty, atd.)
- výplně trezorů
- "neznámé" vzorky (v nejširším pojetí)

### Aplikační příklady

XRD fázová analýza je klíčovou metodou pro analýzu pedologických stop. V této oblasti existují dva základní typy úloh. Jedná se buď o klasické komparace, kdy jsou sporné zeminové fáze porovnávány s odebranými srovnávacími vzorky pro potvrzení místa trestného činu, trasy vozidla, apod. Nebo je požadováno typování neznámého místa, kde ke kontaminaci zeminou mohlo dojít. V obou případech se jedná se o komplexní analýzy, při kterých je samostatně zkoumána organická složka vzorků, případně antropogenní kontaminace a vlastní nerostný materiál.

Další významnou oblastí je analýza narkotik a lékových přípravků. Forenzní analýza se zabývá těmito materiály komplexně, kromě standardní kvantitativní analýzy obsahových komponent, je zkoumán tvar a forma tablet, ražba loga, kvantitativně měřena barva, charakterizován povrch, atd. Výhodou fázové XRD

analýzy je možnost analýzy tablet nedestruktivně přímo v blistru a komplexní analýzy organických i anorganických fází. K vyclonění primárního rentgenového svazku jsou používány jak automatické divergenční clony, tak i kolimátory. Pro přesnou justaci analyzované plochy jsou používány metody obrazové analýzy. Fázová analýza je prováděna jak s omezeně dostupnými databázemi, tak i s daty vlastních standardů.

Tzv. „Legal Highs“ – nové syntetické drogy, které se začaly objevovat na světovém trhu, představují aktuálně významný problém. Jedná se o strukturální varianty známých látek s psychomimetickými účinky, které dosud nejsou zařazeny na seznam kontrolovaných substancí. Řada těchto látek je prodávána legálně nejen na internetu, ale i v kamenných obchodech, nazývaných Amsterdam Shops či Smart Shops. Analýza, identifikace a kvantifikace těchto látek je poměrně složitá, protože často nejsou obsaženy v identifikačních databázích. Metody rentgenové difrakce jsou velmi vhodnou komplementární technikou k obvyklým metodám organické analýzy – GC-MS, MS/MS, MSn, NMR, atd. Výskyt Legal Highs na trhu lze považovat za velmi nebezpečný i vzhledem k tomu, že u většiny těchto substancí není dosud známa toxicita.

V neposlední řadě stojí za zmínku analýza neznámých látek, výbušnin, traskavin a povýbuchových zplodin. Zde se opět uplatňuje výhody přímé fázové analýzy organických i anorganických komponent.

### Závěr

Rentgenová prášková difrakce si vybudovala ve forenzní oblasti své významné místo, jako velmi univerzální identifikační metoda. Prášková mikrodifrakce přináší další rozšíření možností a selektivní fázové mikroanalýzy. Cenou za tyto benefity je ovšem delší snímkovací čas, který dosahuje okolo 24 hodin.