



Session III, Wednesday, June 24

L8

ZAJÍMAVÉ PŘÍPADY Z PRAXE KRIMINALISTICKÉHO ÚSTAVU

Marek Kotrlý

Kriminalistický ústav Praha

Ve forenzní oblasti jsou zpracovávány analýzy materiálů z nesmírně širokého spektra, řada materiálů může být i potenciačně nebezpečná – biologické látky, výbušniny, jedy, apod. Často je také potřebné analyzovat materiály, které v sobě nesou organickou i anorganickou složku a zde je role XRD fázové analýzy nezastupitelná.

Pro identifikaci neznámých látek a fázovou analýzu se ve forenzní oblasti využívá široké spektrum analytických metod - optická mikroskopie, SEM/EDS/WDS, XRF, iontová chromatografie, Ramanova spektroskopie, FTIR, ICP MS, GC-MS, MS/MS, MSn, NMR, apod. Kombinacemi těchto metod a XRD technik vzniká potřebný synergický efekt, který vede k úspěšnému získání důkazního materiálu použitelného pro řízení před soudem.

Aktuálně jsou XRD techniky využívány pro analýzy zemin, mineralogických a petrologických materiálů, drahých kamenů a další gemologických objektů, pigmentových fází v nejširším pojetí, povýbuchových zplodin, komponent výbušnin a pyrotechnických složí (anorganické i organické fáze), plastických hmot a polymerů, farmaceutických produktů a kosmetických výrobků (včetně narkotik), stavebních materiálů, slitin a kovů, plniv a aditiv

(polymery, papírenské produkty, atd.), výplní trezorů, "neznámých" vzorků (v nejširším pojetí). Zpravidla je používána prášková rentgenová difrakce v reflexním a transmisním módu a mikrodifrakce. Ve zvláštních případech je používána Gandolfi komora a výjimečně jsou používány metody monokrystalové.

V oblasti analýz zeminových fází nelze jinou technikou přesně např. identifikovat alumosilikátové minerální fáze

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 a jsou syntetizovány s cílem obejít zákona. Řada těchto látek je prodávána po přechodnou dobu legálně. 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 sofistikované organické analýzy. Výskyt Legal Highs na trhu lze považovat za velmi nebezpečný i vzhledem k tomu, že u většiny těchto substancí není dosud známa toxicita.

L9

RENTGENOVÁ DIFRAKCE V PRAXI

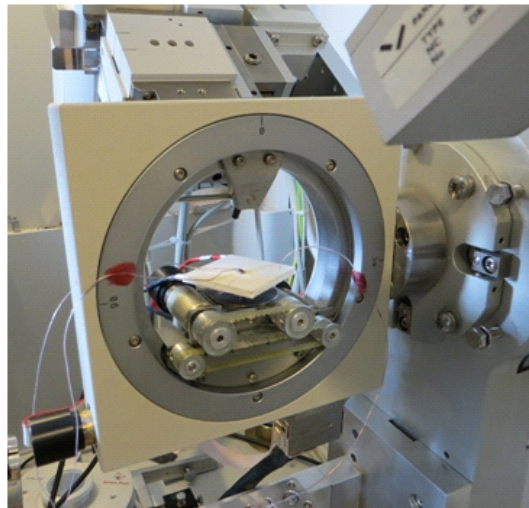
Jan Drahekoupil

*Fyzikální ústav AV ČR v.v.i., Na Slovance 2, 182 21 Praha 8
draho@fzu.cz*

Príspevek by rád představil několik zajímavých příkladů, se kterými jsem měl možnost se setkat v předchozích letech v rtg laboratoři fyzikálního ústavu. Půjde o jak drobné vylepšení difraktometru za pár korun, tak komplikace s experimentálními daty.

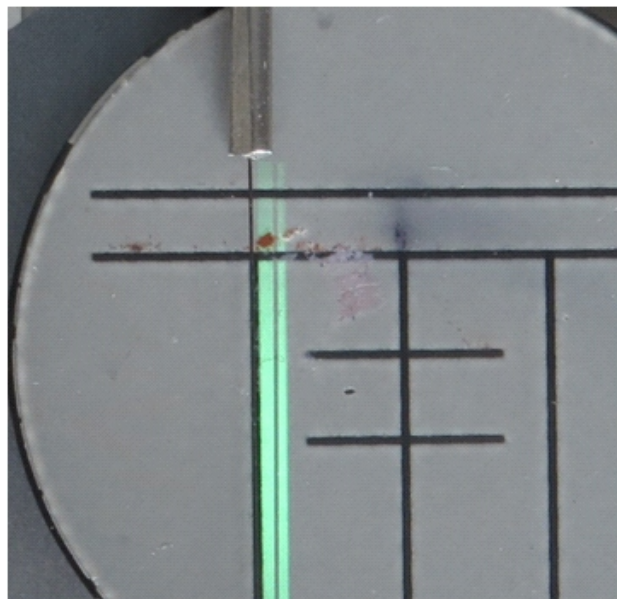
Nejprve bych rád zmínil doplnění texturního nástavce o Peltierův článek. S vhodným laboratorním zdrojem může sloužit jako chladič či ohřívač vzorků v rozmezí několika desítek stupňů (viz Petr Veřtát, str. 158). Dalším zajímavým doplňkem do difraktometru je usb mikroskop, jehož nejlevnější varianty se dají pořídit za cenu okolo tisíce korun. O jeho aplikaci při justování pozice 0.150 mm tlustého NiTi drátu více Martin Dudr (str. 157).

Zajímavou a komplikovanou otázkou je stanovení přednostní orientace jednotlivých minerálů v přírodních vzorcích. Komplikovanost této úlohy spočívá ve větším množství fází v jednotlivých vzorcích a z toho plynujícího překryvu difrakcí, viz. obr. 3. Podařilo se identifikovat SiO₂, Ankerit, Muskovit a Kalcit. Několik

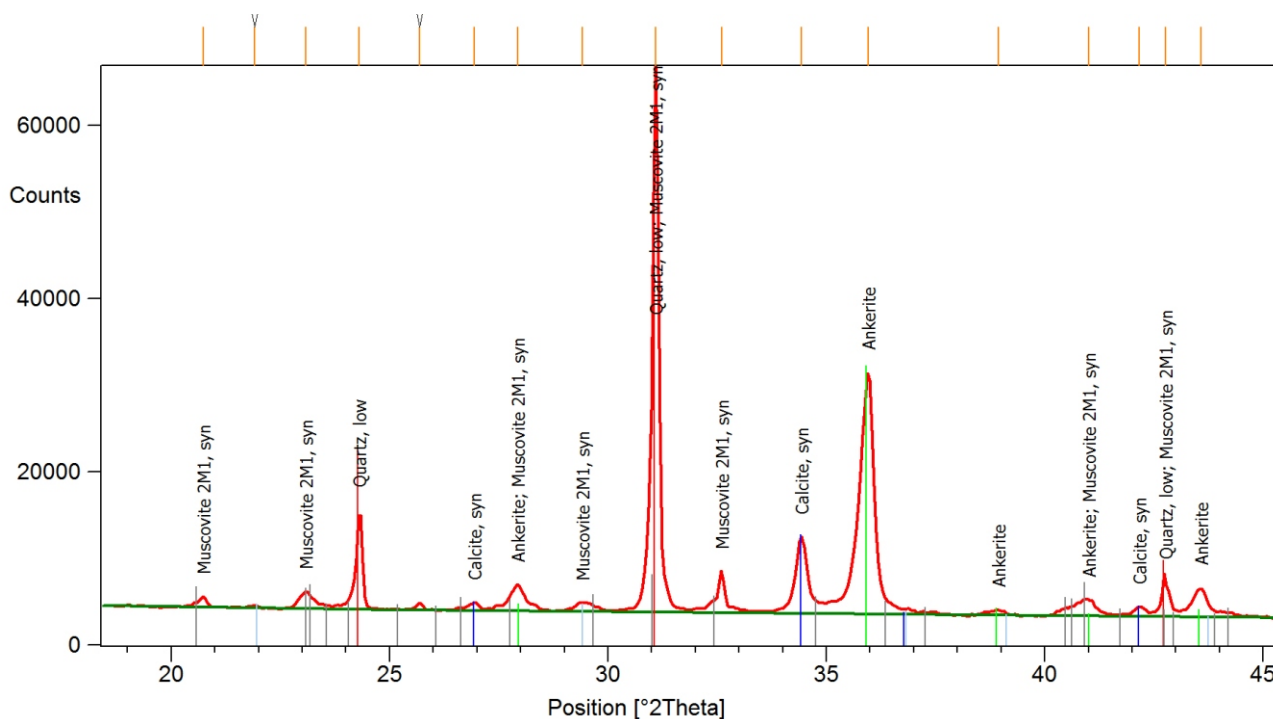


Obrázek 1. Texturní nástavec ATC-3 vybavený Peltierovým článkem a doplněný o termočlánky pro měření teploty.

difrakcí se nepodařilo jednoznačně přiřadit žádné fázi. Úkol zněl stanovit přednostní orientaci ankeritu vůči poloze horniny v místě nálezů. Měření textury klasickým způsobem s využitím bodového detektoru se ukázalo jako nevhodné. Proto jsem se úlohu pokusil řešit měřením vhodné oblasti difrakčního profilu a následného fitování několika difrakcí s cílem získat intenzitu difrakcí 104, 006, 110, 113. Ukázalo se, že to nebude tak snadná úloha. Docházelo k drobným posuvům difrakcí a také k růstu či změně polohy pro nás v té chvíli nedůležitých difrakcí, či objevení úplně nové difrakce (fáze).



Obrázek 2. Justování pozice vzorku pomocí usb mikroskopu a stínítka.



Obrázek 3. Difrakční záznam vzorku horniny.

L10

NOVÝ DIFRAKTOMETR RIGAKU - SMARTLAB 3

Peter Oberta

Rigaku Innovative Technologies Europe

L11

NEWS FROM PANALYTICAL