UNIVERZITA PALACKÉHO V OLOMOUCI PŘÍRODOVĚDĚCKÁ FAKULTA KATEDRA ANALYTICKÉ CHEMIE

ANALYTICKÉ METODY VYŠETŘOVÁNÍ POŽÁRŮ

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Autor:	Adam Studený
Vedoucí práce:	prof. RNDr. Karel Lemr, Ph.D
Konzultant práce:	Mgr. Lucie Borovcová, Ph.D.

Studijní program:

Studijní obor:

Typ studia:

Chemie

Chemie

Prezenční

Olomouc 2019

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem tuto práci vypracoval samostatně. Veškeré informace a podkladové materiály, které jsem při práci využil, jsou uvedeny v seznamu použité literatury.

Souhlasím s tím, že práce je prezenčně zpřístupněna v knihovně Katedry analytické chemie, Přírodovědecké fakulty, Univerzity Palackého v Olomouci.

V Olomouci dne

.....

Vlastnoruční podpis

PODĚKOVÁNÍ

Rád bych poděkoval svému vedoucímu bakalářské práce prof. RNDr. Karlovi Lemrovi, Ph.D. za jeho ochotu, vstřícnost a cenné připomínky k mé práci. Rovněž bych velice rád poděkoval Mgr. Lucii Borovcové, Ph.D. za její čas a odborné připomínky při vypracovávání experimentální části bakalářské práce.

Poděkování taktéž patří mé rodině za jejich podporu po celou dobu mého studia.

Bibliografická identifikace:

Autor:	Adam Studený
Název práce:	Analytické metody vyšetřování požárů
Typ práce:	Bakalářská
Pracoviště:	Katedra analytické chemie, Přírodovědecká fakulta UP
Vedoucí práce:	prof. RNDr. Karel Lemr, Ph.D.
Konzultant práce:	Mgr. Lucie Borovcová, Ph.D.
Rok obhajoby práce:	2019

Abstrakt:

Při úmyslném zakládání požárů může být zneužita řada chemických látek jako akceleranty hoření. Jejich detekce a identifikace je důležitou součástí vyšetřování požárů. Teoretická část předložené práce se věnuje základním instrumentálním metodám, které se běžně k identifikaci akcelerantů hoření používají. V jejím závěru je představena technika ASAP (Atmospheric Solids Analysis Probe) založená na přímé ionizaci využívající sondu pro analýzu vzorku za atmosférického tlaku, která byla následně testována pro analýzu akcelerantů.

Komerční verze sondy byla použita pro změření hmotnostních spekter 12 čistých akcelerantů, která vytvořila knihovnu spekter pro porovnání s výsledky dalších experimentů. Modifikace kapiláry tvořící součást sondy umožnila uchycení tkaniny a její přímou analýzu. Proměřovány byly vzorky tkaniny potřísněné akcelerantem hoření, a to před a po spálení. Detekce akcelerantů ve zbytcích po hoření tkaniny byla prováděna porovnáním s vytvořenou knihovnou spekter. Pro ověření postupu analýzy byly připraveny tři modelové vzorky. Ve všech třech byly akceleranty správně potvrzeny. Získané výsledky velmi dobře dokumentují rychlost navrženého postupu a naznačují možnosti využití ambientní ionizační techniky ASAP při detekci akcelerantů.

Klíčová slova: akcelerant hoření, požáry, ASAP, ambientní ionizační technika, hmotnostní spektrometrie

Počet stran:	49
Počet příloh:	5
Jazyk:	Český

Bibliographical identification:

Author:	Adam Studeny
Title:	Analytical methods in investigation of fires
Type of thesis:	Bachelor
Department:	Department of Analytical Chemistry, Faculty of Science,
	Palacký University, Czech Republic
Supervisor:	prof. RNDr. Karel Lemr, Ph.D.
Consultant:	Mgr. Lucie Borovcová, Ph.D.
The year of presentation:	2019

Annotation:

Many chemical substances can be abused as fire accelerants during arson. Their detection and identification is an important part of fire investigation. The theoretical part is devoted to basic instrumental method which are used in fire investigation commonly. The theoretical part is concluded by the chapter dealing with ASAP technique (Atmospheric Solids Analysis Probe). This technique based on the direct ionization of sample from ASAP probe at atmospheric pressure was tested for accelerants analysis.

Commercial ASAP probe was used for analysis 12 pure accelerants to create MS library for comparison with results from other experiments. Modification of ASAP capillary allowed insert of fabric and direct analysis. Fabrics immersed by accelerants were measured before and after their burning. Detection of accelerants in the rest of burned fabric was carried out by comparison with created MS library. 3 model samples were used for verification of process of analysis. In these 3 samples were confirmed accelerants successfully. Obtained results confirm speed of suggested process and demonstrate possibilities of using of ambient ionization technique ASAP in accelerants detection and identification.

Keywords: fire accelerants, fires, ASAP, ambient ionization techniques, mass spectrometry

Number of pages: 49

Number of appendices: 5

Language: Czech

OBSAH

1. ÚVOD		1
2. TEORETI	CKÁ ČÁST	2
2.1 Základ	ní pojmy	2
2.2 Základ	ní instrumentální metody využívané při vyšetřování požárů	3
2.2.1	Spektrální metody	3
2.2.2	Separační metody	8
2.2.3	Termické metody (termická analýza)	10
2.3 Hmotn	ostní spektrometrie – ionizační techniky	10
2.3.1	Představení ionizační techniky ASAP	
2.3.2	Hmotnostní spektrometrie při vyšetřování požárů	14
3. EXPERIN	IENTÁLNÍ ČÁST	17
3.1 Chemi	kálie a vzorky	17
3.2 Přístro	jové vybavení a nastavení parametrů	
3.2.1 Pra	acovní vzorky akcelerantů a modelových vzorků	
3.2.2 Pra	acovní postupy	20
4. VÝSLED	KY A DISKUZE	
4.1 Analýz	za akcelerantů z ASAP skleněné kapiláry	23
4.1.1 Hr	notnostní a MS/MS spektra jednoduchých akcelerantů	23
4.1.2 M	S a MS/MS spektra komplexních akcelerantů	27
4.2 Analýz	za tkaniny potřísněné akcelerantem pomocí ASAP	
4.2.1 Hr	notnostní spektra jednoduchých akcelerantů	
4.2.2 Hr	notnostní spektra komplexních akcelerantů	
4.3 Analýz	za spálené tkaniny potřísněné akcelerantem pomocí ASAP	
4.3.1 Hr	notnostní spektra jednoduchých akcelerantů	
4.3.2 Hr	notnostní spektra komplexních akcelerantů	
4.4 Odhale	ení přítomnosti akcelerantů na modelových vzorcích po spálení	
5. ZÁVĚR		
SEZNAM PO	OUŽITÉ LITERATURY	
SEZNAM Z	KRATEK A SYMBOLŮ	
PŘÍLOHY		I

1. ÚVOD

Intenzivní rozvoj v dnešní době se projevuje ve všech sférách života, analytickou chemii nevyjímaje. Mezi analytické techniky, které v současné době zažívají obrovský rozmach, patří i hmotnostní spektrometrie, která své uplatnění nabízí v širokém spektru aplikací. Jedna z mnoha zajímavých aplikací je využití ambientních ionizačních technik ve forenzních vědách. Nespornou výhodou těchto ionizačních technik, ke kterým patří např. ionizace využívající sondu pro analýzu vzorku za atmosférického tlaku (ASAP), desorpční elektrosprej (DESI), přímá analýza v reálném čase (DART) aj., je možnost jejich využití při přímých analýzách z povrchů za atmosférického tlaku a to vše s žádnou nebo minimální předúpravou vzorků. Popsány byly jejich aplikace ve farmaceutické analýzy, analýze potravin, životního prostředí nebo forenzní analýze (detekce výbušnin, drog, přítomnosti akcelerantů hoření aj.). Na ověření možnosti využití techniky ASAP při analýze akcelerantů hoření se zaměřuje tato bakalářská práce. Přítomnost akcelerantů je sledována na různých materiálech (sklo, tkanina a spálená tkanina). Jejich detekce je založena na získání hmotnostních spekter po přímé desorpci a ionizaci ze zkoumaného povrchu.

2. TEORETICKÁ ČÁST

2.1 Základní pojmy

Každý z nás se prakticky denně setkává s ohněm, který na sebe bere různou podobu. Od pradávna platí, že je to "dobrý sluha", ale "zlý pán".

Požáry patří mezi vysoce nebezpečné mimořádné události, které ohrožují životy a zdraví lidí nebo zvířat, ale také působí značné škody na majetku.

Mohou postihnout každou oblast lidské činnosti, ať se již odehrává ve velkých průmyslových aglomeracích, středních průmyslových centrech, v zemědělství, velkých a malých městech, obcích, samotách, dopravě nebo domácnostech, rekreačních objektech. Následkem bývá škoda, kterou lze rozdělit na vyčíslitelnou a nevyčíslitelnou, nahraditelnou a nenahraditelnou.

Charakteristickým rysem požárů, výbuchů je nepředvídatelnost jejich rozsahu. Vzhledem k podmínkám a okolnostem, za nichž k mimořádné události došlo, zejména jdeli o událost způsobenou úmyslným jednáním, je třeba věnovat dostatečnou pozornost důkazům, které se na místě takové události obvykle nachází.

Mezi nejdůležitější skutečnosti, které je nutné zjistit, jsou příčiny vzniku požárů. Zjišťování příčin vzniku požárů patří k významným technickým disciplínám v rámci činností dotýkajících se oboru požární ochrany, dále pak patří mezi nejobtížnější kriminalistické disciplíny. Požár je komplexní fenomén, získávání důkazového materiálu je obtížné, neboť jeho převážná část bývá požárem znehodnocena. Úspěšné zjišťování příčin vzniku požárů je a bude vždy závislé na stále se doplňujících nových poznatcích, a to nejen z oboru požární ochrany, ale též z jiných oborů jakým je například chemie, fyzika, elektrotechnika, stavebnictví apod.^[1]

To, co nazýváme žhářství, jsou úmyslně založené požáry. Forenzní vyšetřování ukázalo, že žhářství je nejsnazší trestný čin, který lze spáchat, ale je zároveň velmi obtížné jej odhalit a dokázat. Celková devastace, spálené zbytky, vodou namočené struktury, kouř a zápach dělají tento úkol velmi těžkým. Další potíže vyplývají ze skutečnosti, že mnoho žhářů užívá tzv. akcelerátory hoření k urychlení požárů a jeho rychlému šíření. Kvůli hořlavosti patří mezi nejběžnější akcelerátory látky jako benzín, nafta, petrolej, aceton a další průmyslová rozpouštědla. Vlastnostmi těchto kapalin jsou nízký bod vzplanutí,

vysoký tlak par a nízká teplota varu. Základní rolí vyšetřovatele požárů je v místě, kde začal požár, najít, lokalizovat a vzorkovat možné zbytkové akcelerátory. Mezi nejčastěji vzorkované materiály patří dřevo, koberce, papír, čalounění nebo podobné měkké předměty schopné absorbovat kapaliny. Množství zbytkového akcelerátoru závisí na mnoha faktorech, např. na: množství a typu sloučeniny (akcelerátoru), závažnosti požáru a času, který od požáru uplynul.^[8] Mezi analytické metody používané v oblasti požární ochrany a bezpečnostního inženýrství patří hmotnostní spektrometrie, plynová chromatografie, termická analýza, Ramanova spektrometrie, UV/VIS spektrometrie, infračervená spektrometrie a RTG difrakce.^[1] V této práci pro analýzu vzorků pak dominuje metoda hmotnostní spektrometrie, konkrétně metoda založená na přímé ionizaci využívající sondu pro analýzu vzorku za atmosférického tlaku (ASAP, Atmospheric Solids Analysis Probe).

2.2 Základní instrumentální metody využívané při vyšetřování požárů

K instrumentálním metodám řadíme takové metody, které jsou založeny na vztahu mezi fyzikálními a fyzikálně chemickými vlastnostmi analyzovaného materiálu a jeho kvalitativním či kvantitativním složením. Podle sledovaných fyzikálních a fyzikálně chemických vlastností je můžeme dělit na:^[1]

- spektrální
- separační
- termické
- optické
- elektrochemické

2.2.1 Spektrální metody

Mezi spektrální metody, které se užívají při vyšetřování požárů, řadíme UV/VIS spektrometrii, infračervenou spektrometrii s Fourierovou transformací (FTIR), Ramanovu spektroskopii, spektroskopii laserem buzeného plazmatu (LIBS – Laser-Induced

Breakdown Spectroscopy) a atomovou emisní spektrometrii s indukčně vázaným plazmatem (ICP-AES).

UV/VIS spektrometrie například dovoluje stanovit dusitany, některé bojové chemické látky, amonné ionty nebo dusičnany,^[2] které ne jednou stály při nemalém výbuchu, např. neštěstí v německém městě Oppau roku 1921, které si vyžádalo více než 500 obětí a které je dosud považováno za nejtragičtější nehodu v chemickém průmyslu (*Obr. 1*).



Obrázek č. 1: Fotografie továrny po výbuchu (převzato z cit.^[7])

Došlo zde k výbuchu zásobníku chemikálií, kde bylo uskladněno asi 4 500 tun síranu amonného a dusičnanu amonného ve formě kompaktní hmoty. Dělníci k jejímu uvolnění užívali malé nálože, což mělo v osudný den, kdy měla směs zřejmě odlišný poměr složek, fatální následky.^[3]). Metodu lze užít i k analýze kapalných vzorků jako jsou výluhy z pevných materiálů.^[2]

Variantou této metody je **UV spektrometrie** v plynné fázi, která je vhodná pro analýzu těkavých aromatických uhlovodíků, což jsou mnohdy látky užívané jako akceleranty hoření, například: toluen (*Obr. 2*), xyleny (*Obr. 3*) apod.^[9] Metoda je rychlá, levná, jednoduchá, dostatečně citlivá. Příležitostně se nabízí další získání dodatečných informací týkajících se akcelerantů, které souhrnně mohou přispět k jejich identifikaci. Spolu s údaji např. z plynové chromatografie s plamenově ionizačním

detektorem (GC – FID) nebo plynové chromatografie spojené s hmotnostní spektrometrií (GC – MS), jejichž využití je popsáno níže.^[9]



Obrázek č. 3: UV spektrum o-xylenu v plynné fázi (převzato z cit.^[9])

Při vyšetřování požárů lze také využít metodu **druhé derivace ultrafialových spekter** (*Obr. 4*), která jsou poměrně přehledná i v případě vícero komponent (směsí jako je například benzín). Lze provádět vizuální srovnávání spekter vzorků z požářiště a standardních vzorků a přispět tak k identifikaci samotného akcelerátoru.^[10]



Obrázek č. 4: Druhá derivace UV/VIS spekter naměřených pro vzorky: A) motorová nafta, B) benzín (převzato z cit.^[4])

K identifikaci akcelerátoru může přispět také **infračervená spektrometrie s Fourierovou transformací (FTIR)** (*Obr. 5*). Potvrzena byla například přítomnost motorové nafty na ohořelém papíru, přičemž se vycházelo z podobnosti spektra vzorku se spektry akcelerátorů.^[11] Touto metodou byly taktéž identifikovány ropné destiláty, jakými jsou např. benzín, motorová nafta, petrolej. Dále pak různé druhy ropných produktů vystavené různým podmínkám, přičemž se podařilo odlišit benzín, přehřátý benzín, spalovaný benzín, motorovou naftu, přehřátou motorovou naftu. Právě benzín a motorová nafta mají charakteristické polohy píků, intenzitu a také jejich tvar, které je odlišují.^[12]



Obrázek č. 5: Infračervené spektrum ethanolu a benzínu (převzatu z cit.^[5])

Pomocí mikro-**Ramanovy spektroskopie** lze zkoumat charakteristiky tepelně (vlivem požáru) poškozených polymerů v místě požáru. Jako příklad bylo vybráno šest polymerních materiálů, které se běžně vyskytují v domácnostech: polypropylen (PP) (DVD přehrávač), polystyrenové pěny (izolace), polyuretan (PU) (pěna v pohovce), polyester (PES) (záclony), ethylenvinylacetát (EVA) (sprchové závěsy) a nylon (punčochy). Z každého materiálu bylo získáno Ramanovo spektrum před a po spálení. Byly pozorovány změny (ztráty) pásů ve spektru v důsledku modifikace materiálu ohněm. Výsledky naznačují, že Ramanova spektroskopie může být užita pro identifikaci materiálů nalezených v místě požáru ^[13] a rovněž k identifikaci běžných akcelerantů, jakým je benzín (*Obr. 6*).^[6]



Obrázek č. 6: Ramanovo spektrum benzínu (převzato z cit.^[6])

Pomocí **spektroskopie laserem buzeného plazmatu (LIBS)** mohou být analyzovány zbytky na požářišti za účelem zjištění zdroje vznícení a přítomnosti akcelerantů, a to konkrétně metodou hloubkových profilů podezřelého materiálu. Například spalování za přítomnosti lehčích olejů (podobně jako třeba petrolej) tvoří na povrchu materiálu silnější uhlíkovou vrstvu kvůli rozsáhlému hoření na povrchu. Hloubkové profily mohou potvrdit přítomnost akcelerátoru, což může naznačit, že za požárem stojí žhář. Výhodou této metody například je, že i když je požár uhašen vodou, analýza hloubkovým profilováním je stále možná.^[14]

Atomová emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem ve spojení s elementární analýzou (EA-ICP-AES) dává ve výsledku metodu, kterou je možno užít ve vyšetřování žhářství či výbuchu bomby a to v souvislosti s iniciátory, kterými jsou ve většině případů zápalky. Bylo zjištěno, že tato metoda umožňuje rozlišit, zda daná zápalka byla či nebyla iniciátorem požáru, a to na základě složení hlaviček zápalek, které se liší od standardního složení v případě, kdy byla použita jako iniciátor, a to ve smyslu elementárního složení prvků – hořčíku, hliníku, vápníku, zinku, železa a bária. Spálené zápalky z dané krabičky si zachovávají určité zastoupení těchto elementů a na základě toho lze posoudit, zda např. 2 podezřelé požáry byly iniciovány identickými zápalkami nebo zda určitý požár byl inicován zápalkami nalezené u podezřelé osoby.^[15]

2.2.2 Separační metody

K separačním metodám, které dominují při vyšetřování požárů, patří plynová chromatografie (GC – Gas Chromatography), vysokoúčinná kapalinová chromatografie (HPLC – High-Performance Liquid Chromatography), při přípravě vzorků se využívá mikroextrakce tuhou fází (SPME – Solid Phase Microextraction).

Jelikož jsou ve valné většině případů akceleranty látky s nízkou teplotou varu, tedy látky těkavé, je jejich identifikace pomocí **plynové chromatografie (GC)** (*Obr. 7*) na místě. Mezinárodní organizace ASTM (American Society for Testing and Materials) v tomto případě klasifikuje akceleranty do následujících skupin: lehké ropné destiláty, benzín, středně těžké ropné destiláty, petrolej, těžké ropné destiláty a neklasifikované sloučeniny. Mnohdy se tato metoda užívá ve spojení s hmotnostní spektrometrií (GC – MS). Použití hmotnostního spektrometru v tomto případě ve spojení s plynovou chromatografií umožňuje zobrazení společných iontů sdílených sloučeninami s podobnými strukturními vlastnostmi (lze hovořit o markerech takovýchto sloučenin), což značně usnadňuje postupy při identifikaci vzorků s akcelerany.^[16]



Obrázek č. 7: GC chromatogramy vybraných rafinovaných ropných produktů (shora – benzín, petrolej, nafta) (převzato z cit.^[17])

Headspace ve spojení s mikroextrakcí tuhou fázi (Solid Phase Microextraction, HS – SPME) je populární metoda pro získávání hořlavých a vznětlivých kapalin z místa požáru využívající extrakci těkavých složek akcelerantů na bázi ropy. Touto metodou bylo například zkoumáno 130 vzorků, ve kterých se nacházely různé druhy benzínů, motorových naft a petrolejí. Vzorky byly následně analyzovány plynovou chromatografií s plamenově ionizačním detektorem.^[18]

Almiral a spolupracovníci^[19] navrhli extrakční metodu využívající mikroextrakci tuhou fází a následně analýzu plynovou chromatografií vhodnou pro doložení spojení pachatele s místem požáru. Podstatou je prokázání kontaktu pachatele s hořlavou kapalinou (např.: při transportu kapaliny a jejím přelévání). Její stopy lze hledat na pachatelově oblečení, botách či rukou. Uhlovodíky mají tendenci zůstávat ve vnější pokožce, zejména v tzv. stratum corneum (nejsvrchnější vrstva epidermis). Jejich stopová množství na pokožce lze prokázat pomocí kombinace SPME a GC, nebo metodou, kdy Darrer a kol.^[20] navrhli obléct podezřelému na ruku polyvinylové, polyethylenové nebo latexové rukavice, naadsorbovat zbytky těkavé látky s aktivním uhlím (ACS – activated carbon strip) a následně analyzovat pomocí GC-MS. Uvádí se, že byly pozorovány stopy akcelerantu na pokožce po více než 3 hodinách od jejího kontaktu s 10 µl akcelerantu.^[21]

HPLC na obrácených fázích je separační metoda, užíváná při vyšetřování požárů pro detekci a charakterizaci akcelerantů hoření jako jsou například: benzín, petrolej, motorová nafta a jejich zbytků, se kterými se setkáváme při podezření ze žhářství.^[22]

2.2.3 Termické metody (termická analýza)

V oboru požární ochrany se využívá především termogravimetrická analýza (TGA), diferenčně termická analýza (DTA), diferenční skenovací kalorimetrie (DSC) a pyrolýza. Tyto analytické metody totiž umožňují sledovat:

• dehydratační pochody – určování volné a vázané vody

•tepelný rozklad^[1] – organických a anorganických látek za tvorby produktů pyrolýzy, které mohou být vodítkem k získání informace o původní hořlavé kapalině, která stála za vznikem požáru. Existuje celá řada databází, ve kterých lze nalézt tyto produkty a zpětně dohledat onu hořlavinu na základě experimentů a získaných vzorků. Pyrolýza rovněž dokáže částečně předpovědět chování požáru. V běžných domácnostech existuje totiž velké množství materiálů, např. smrkové překližky, vinylová podlaha, koberce z polyethylentereftalátu, polyuretanové kobercové pěny, asfaltová šindelová střecha, desky z dřevotřísky atd., které jsou schopny po pyrolýze generovat další akceleranty hoření, jako je benzen, toluen, ethylbenzen, xyleny a nearomatické uhlovodíky.^[23]

- reakce v tuhé fázi oxidaci, redukci, korozi
- katalýzu
- reakční mechanismy a jejich kinetiku
- reakční tepla
- tepelnou stálost materiálů^[1]

To vše tedy může nabídnout důležité informace v souvislosti s hořením nejrůznějších materiálů a tedy i požáry.

2.3 Hmotnostní spektrometrie – ionizační techniky

Hmotnostní spektrometrie, konkrétně metoda založená na přímé ionizaci využívající sondu pro analýzu vzorku za atmosférického tlaku (ASAP, Atmospheric Solids Analysis Probe), je dominantní metoda v této práci, proto jí je věnovaná samostatná kapitola. Mezi další způsoby ionizace (iontové zdroje) ve hmotnostní spektrometrii řadíme elektronovou ionizaci (EI – Electron Ionization), chemickou ionizaci (CI – Chemical Ionization), bombardování rychlými atomy (FAB – Fast Atom Bombardment), desorpci a ionizaci laserem za účasti matrice (MALDI – Matrix-Assisted Laser Desorption Ionziation). K ionizačním technikám (iontovým zdrojům), které pracují za atmosférického

tlaku, řadíme ionizaci elektrosprejem (ESI – Electrospray Ionization), chemickou ionizaci za atmosférického tlaku (APCI – Atmospheric Pressure Chemical Ionization), fotoionozaci za atmosférického tlaku (APPI – Atmospheric Pressure Photoionization) a samozřejmě ASAP.^[24]

Elektronová ionizace (EI)

Při elektronové ionizaci jsou molekuly v plynném stavu ionizovány interakcí s proudem vysokoenergetických elektronů emitovaných žhaveným vláknem a urychlených elektrostatickým polem. Při EI je fragmentace molekuly primárních iontů, bývá proto označovaná jako, tzv. tvrdá ionizační technika.^[24]

 $M + e^{-} \rightarrow M^{+ \bullet} + 2 e^{-}$ $M^{+ \bullet} \rightarrow F_{1}^{+} + F_{2}^{\bullet} \rightarrow \dots$

Chemická ionizace (CI)

Chemická ionizace CI omezuje fragmentaci, proto je označována jako měkká ionizační technika. Princip chemické ionizace spočívá v tom, že kromě molekul analytu v plynném stavu je do iontového zdroje přiváděn, tzv. reakční plyn (methan, isobutan, amoniak a další látky). Z důvodu přebytku reakčního plynu oproti analytu je reakční plyn proudem vysokoenergetických elektronů ionizován přednostně.

 $CH_4 + e^- \rightarrow CH_4^{+\bullet} + 2 e^ CH_4^{+\bullet} + CH_4 \rightarrow CH_5^+ + CH_3^{\bullet}$

Molekuly analytu jsou následně ionizovány např. přenosem protonu (H⁺) z ionizovaného reakčního plynu a vzniká protonovaná molekula s hmotností o jednotku vyšší než je molekulová hmotnost analytu.^[24]

Bombardování rychlými atomy (FAB)

Tato technika využívá pomocnou látku (matrici), se kterou je analyt smísen. K desorpci a ionizaci dochází absorpcí energie proudu urychlených atomů vzácného plynu (Xe, Ne nebo Ar) matricí a jejím předáním molekulám analytu. Užívá se spíše tam, kde nelze použít EI nebo CI, dnes je její využití omezené.^[24]

Ionizace laserem za účasti matrice (MALDI)

MALDI využívá, podobně jako FAB, pomocnou látku, která s analytem tvoří směs. Její role spočívá v přenosu energie laserového záření na molekuly analytu. Tato pomocná látky absorbuje energii laseru, přičemž následuje přenos energie mezi molekulami pomocné látky a analytem následovaný desorpcí a ionizací. Přenos ionizace se nejčastěji vysvětluje přenosem protonu (H⁺). Výsledkem jsou stabilní ionty polárních a termolabilních látek s vysokou molekulovou hmotností.^[24]

Elektrosprej (ESI)

Využívá k ionizaci kapaliny proudící tenkou kovovou kapilárou elektrostatické pole o vysoké intenzitě. Přítomnost elektrického náboje na povrchu kapaliny u ústí kapiláry způsobuje vznik malých kapek s nábojem na jejich povrchu. Kapky následně prochází proudem inertního plynu a dochází k odpaření rozpouštědla a zmenšování jejich velikosti (odpařováním, ale i rozpadem v důsledku odpuzování elektrického náboje stejného znaménka). Z malých nabitých kapek se uvolňují ionty do plynné fáze. Iontový zdroj je vhodný pro ionizaci polární látek. Ionizovat lze nízko i vysokomolekulární analyty. Zajímavou schopností ESI je tvorba vícenásobně nabitých iontů proteinů.^[24]

Chemická ionizace za atmosférického tlaku (APCI)

Analyzovaný roztok je rozprašován do vyhřívaného prostoru, po odpaření nastává ionizace směsi plynů a par koronovým výbojem. Následuje ionizace molekul analytu např. přenosem protonu. Výsledkem je vznik iontů převážně s nábojem +1 nebo -1. Touto technikou je možné ionizovat méně a středně polární látky, ale není použitelné pro ionizaci látek s vyšší molekulovou hmotností než cca 2 000 Da.^[24]

Fotoionizace za atmosférického tlaku (APPI)

Využívá záření výbojky (kryptonové) k ionizaci molekul analytu. Ve srovnání s ESI a APCI je tato metoda schopna ionizovat i nepolární látky. Přímá fotoionizace analytů není často dostatečně účinná, proto se ke vzorku přidávají pomocné látky (toluen, aceton), které jsou výbojkou ionizovány přednostně a vlastní ionizace pak probíhá obvykle přenosem iontu H⁺. Podobně jako u APCI a APPI vede převážně ke vzniku iontů +1 a -1. ^[24]

2.3.1 Představení ionizační techniky ASAP

Tato ionizační technika byla představena profesorem McEwenem a kolektivem v roce 2005^[25] a v roce 2006 začala být užívána jako iontový zdroj pro rychlou analýzu hmotnostní spektrometrií, která nevyžaduje předpřípravu vzorku.^[26] Jedná se o užitečnou techniku, která je efektivním nástrojem pro rychlou a přímou analýzu těkavých a polotěkavých, pevných, kapalných, tkáňových i polymerních vzorků užívající ionizace za atmosférického tlaku. Technika ASAP používá předehřátý dusík k odpaření vzorku a koronový výboj k ionizaci vzorku, podobně jako je tomu u APCI (*Obr. 8*). Výhodou této metody je možná analýza komplexních směsí bez potřeby úpravy vzorku nebo chromatografické separace, pokud ovšem je dostatečná selektivita samotné hmotnostní spektrometrie.^[27]



Obrázek č. 8: a) makroskopický pohled na hmotnostní spektrometr Synapt G2-S s ASAP sondou; b) ASAP sonda; c) průběh ionizace u metody ASAP (převzato z cit.^[28])

Jedno z hlavních příslušenství pro tuto metodu je sonda ASAP, která je navržena tak, aby měla pevnou a odnímatelnou část, aby umožnila rychlé zavedení vzorku bez složité manipulace (*Obr. 9*).^[27]



Obrázek č. 9: Sonda ASAP(převzato z cit.^[29])

Využití ionizační techniky ASAP v hmotnostní spektrometrii je poměrně širokospektré, může být užita např. při přímé analýze léčiv, tkání, polymerů, ropy a ropných destilátů, nukleosidů, atd. ^[30,31]

2.3.2 Hmotnostní spektrometrie při vyšetřování požárů

Hmotnostní spektrometrie většinou nepracuje samostatně, ale spojeně s jinými analytickými metodami, které v tomto souboru zajišťují spolehlivou analýzu. Mezi takové metody řadíme HS-MS (Headspace-Mass Spectrometry), GC-MS (Gas Chromatography-Mass Spectrometry).

HS-MS

Tato analytická metoda je založena na tepelné desorpci z uhlíkových pásků a umožňuje analýzu hořlavých kapalin a reziduí nalezených v místě požáru. Byla například testována při analýze několika akcelerantů (benzín, nafta, alkohol, parafin, petrolej a hořlavý pevný odpuzovač hmyzu "Citronella"), které byly zapáleny na různých materiálech (dřevo, bavlna, korek, papír a lepenka). Vyvinutá metoda poskytuje rychle výsledky.^[32]

GC-MS

Adsorpce těkavých látek v plynné fázi na pásky aktivního uhlí (ACS – activated charcoal strip) – ACS-GC-MS je jednou z možností zakoncentrování hořlavých kapalných zbytků (ILRs – Ignitable Liquid Residues) z místa požáru. Tato metoda využívá tzv. head-space adsorpci na ACS. Kromě kapalné extrakce pomocí např. pentanu nebo hexanu lze k přenosu adsorbovaných akceleranů do systému GC-MS použít automatickou tepelnou desorpci (ATD – Automated Thermo-Desorption) – ACS-ATD-GC-MS. Oba přístupy mohou být použity pro identifikaci různě těkavých látek, od vysoce těkavých (univerzální ředidla), přes středně těkavé (ropné destiláty, lampový olej, čistič štětců) až po nízko těkavé sloučeniny (svíčkový vosk), každá je ovšem vhodnější pro jinou skupinu. Tepelná desorpce z ACS se například hodí pro lehké a těkavé sloučeniny jakou je ethanol. Obě metody se pak dají dobře využít pro identifikaci středních n-alkanů a aromatických uhlovodíků. Tepelná desorpce není tak účinná jako extrakce rozpouštědlem pro analýzu těžkých a nízko těkavých sloučenin, což demonstruje analýza svíčkového vosku (*Obr. 10*).^[33]



Obrázek č. 10: Chromatogram svíčkového vosku metodou ACS-ATD-GC-MS (výše), chromatogram svíčkového vosku metodou ACS-GC-MS po extrakci látek z pásku pentanem (níže)(převzato z cit.^[33])

Spojení plynové chromatografie a hmotnostní spektrometrie našlo také uplatnění při analýze kouřových zplodin, včetně těch, které se uvolňují při spalování nejrůznějších akcelerantů. Jako akcelerant byl vzat benzín, nafta, ředidlo laků ředidlo alkydových barev. Ty byly postupně dány na koberec, který byl následně zapálen a dým byl zachycen na kousek železa upevněného 15 cm nad plamenem. Jako slepý pokus v tomto případě sloužil čistý koberec. Následně byly jednotlivé vzorky vyhodnoceny a srovnány (*Obr. 11*).^[34]



Obrázek č. 11: Překrývající se celkový iontový chromatogram vzorku 1 (slepý pokus, zelený) a vzorku 2 (benzín, černý)(převzato z cit.^[34])

3. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

3.1 Chemikálie a vzorky

Při experimentech byly použity tyto uvedené chemikálie: aceton, toluen, xyleny vše p.a. čistoty od firmy Penta, Chrudim, Česká republika, hexan, methanol, diethylether vše p.a. čistoty od firmy Lachner, Neratovice, Česká republika, ethanol HPLC kvality (Fisher Chemical, Pardubice, Česká republika), kapalný podpalovač Pe-Po, ředidlo H 6000 obsahující izomery xylenu s ethylbenzenem, petrolej vše od firmy (Severochema, Liberec, Česká republika), motorová nafta a natural 95 (EuroOil, Olomouc, Česká republika). Pro stanovení přesných hodnot *m/z* byl jako vnitřní standard (pro korekci naměřených hodnot m/z na přístroji Synapt jejich vztažením k m/z kofeinu) použit kofein p.a. čistoty od firmy Lachner, Neratovice, Česká republika. *Tab. I* zobrazuje struktury jednotlivých akcelerantů, které lze charakterizovat jako chemická individua a *Tab. II* uvádí složení směsných akcelerantů.

Triviální názav	Struktura	Sumární vzorec Molávní hmotnost	Pozorované ionty
nuzev		[g/mol]	molekul látek
Aceton	H ₃ C-CH ₃	C ₃ H ₆ O 58,08	[M+H] ⁺
Toluen	CH ₃	C7H8 92,14	[M ^{+•}]
Xyleny (směs)	CH ₃ CH ₃	C ₈ H ₁₀ 106,16	[M+H] ⁺ [M ^{+•}]
Hexan	H ₃ C CH ₃	C ₆ H ₁₄ 86,18	

Tabulka č. I: Strukturní vzorce jednoduchých akcelerantů, sumární vzorec, molární hmotnost a ionty odvozené od molekul látek pozorované v hmotnostních spektrech

Ethanol	H ₃ C OH	C ₂ H ₆ O 46,07	$[M+H]^+$ $[M-H]^-$
Methanol	H ₃ C-OH	CH4O 32,04	$[M+H]^+$
Diethylether	H ₃ C CH ₃	C4H10O 74,12	$[M+H]^+$

Tabulka II: Složení směsných	akcelerantů a molární	í hmotnosti jednotlivých	zastoupených
	složek		

Triviální název	Složení	Molární hmotnost
Pe-Po	Uhlovodíky $C_{11} - C_{14}$, n-alkany, isoalkany cyklické alkany ^[35]	C_{11} 156,31; C_{12} 170,33; C_{13} 184,37; C_{14} 198,39;
Ředidlo	Isomery xylenů s ethylbenzenem ^[36]	Xyleny 106,16
Petrolej	Uhlovodíky C9 – C16 a jejich isomery ^[37]	$C_9 128,20; C_{10} 142,29; \ C_{11} 156,31; C_{12} 170,33; \ C_{13} 184,37; C_{14} 198,39; \ C_{15} 212,42; C_{16} 226,41$
Nafta	Uhlovodíky C7 – C18, C20, C24, C28 a jejich isomery ^[38]	$\begin{array}{c} C_7 \ 100, 21; \ C_8 \ 114, 23; \\ C_9 \ 128, 20; \ C_{10} \ 142, 29; \\ C_{11} \ 156, 31; \ C_{12} \ 170, 33; \\ C_{13} \ 184, 37; \ C_{14} \ 198, 39; \\ C_{15} \ 212, 42; \ C_{16} \ 226, 41; \\ C_{17} \ 240, 48; \ C_{18} \ 254, 50; \\ C_{20} \ 282, 55; \ C_{24} \ 338, 65; \\ C_{28} \ 394, 77 \end{array}$
Benzín	Uhlovodíky $C_5 - C_{11}$, benzen, toluen, isooktan, xyleny, ethanol, methanol ^[39]	C ₅ 72,15; C ₆ 86,18; C ₇ 100,21; C ₈ 114,23; C ₉ 128,20; C ₁₀ 142,29; C ₁₁ 156,30 Benzen 78,11; Toluen 92,14; Isooktan 114,23; Xylen 106,16; Ethanol 46.07: Methanol 32.04

3.2 Přístrojové vybavení a nastavení parametrů

K identifikaci či potvrzení přítomnosti akcelerantů byl použit *hmotnostní* spektrometr trojitý kvadrupól Xevo TQD s iontovým zdrojem ASAP (vše Waters, Velká Británie). Experimenty pro určení přesné hodnoty m/z analytu byly provedeny na

hmotnostním spektrometru Q-TOF SYNAPT G2-S (Waters, Manchester, Velká Británie) se stejným iontovým zdrojem. *Tab. III* shrnuje nastavení parametrů metody.

Parametr	Hodnota
Koronový výboj	7 μΑ
Ionizační mód	+;-
Teplota desolvatačního plynu (N ₂)	50 – 250 °C
Průtok desolvatačního plynu (N ₂)	50 l/h

Tabulka č. III: Nastavení parametrů iontového zdroje ASAP

Kolizní napětí je uvedeno jednotlivě u každého akcelerantu (v kapitole výsledky a diskuze). Jelikož výrobce používá označení kolizní energie, je nadále tento termín uváděn v dalším textu, byť je vkládáno napětí ve voltech.

Ovládání a sběr dat byly zajištěny softwarem Waters MassLynx 4.1. (Waters, Manchester, Velká Británie). Hmotnostní spektra byla sbírána po dobu 2 minut, v případě fragmentace pak 1 minutu. Při sbírání MS spekter byla programově nastavena teplotní rampa pro každý akcelerant v rozsahu 50 °C – 250 °C, kromě nafty, u které byla teplotní rampa prodloužena do 600 °C z důvodu přítomnosti vyšších uhlovodíků s cílem sledovat vyšší hodnoty m/z, na jejichž základě byla nafta identifikována. Při měření MS/MS spekter byla teplota nastavena na konstantní hodnotu 200 °C. V případě jednoduchých akcelerantů typu aceton, methanol, ethanol, toluen atd. byl fragmentován ion odpovídající molekule daného akcelerantu (protonovaná molekula, popř. kationradikál). U směsných akcelerantů typu nafta, benzín, ředidlo, petrolej a Pe-Po byl fragmentován ion s nejvyšší intenzitou. Většina měření byla prováděna v kladném módu ASAP+. U ethanolu, kde struktura obsahovala OH skupinu, která umožňuje deprotonaci, bylo provedeno měření i v záporném módu ASAP-. Všechna hmotnostní spektra uváděná níže byla získána technikou ASAP-MS.

3.2.1 Pracovní vzorky akcelerantů a modelových vzorků

12 akcelerantů nebylo nijak ředěno a upravováno, včetně akcelerantu Pe-Po, který byl v kapalné formě. Kromě 12 standardních akcelerantů byly připraveny tři spálené modelové vzorky, které měly obsahovat některé z 12 zkoumaných akcelerantů. Všechny modelové vzorky byly podrobeny postupu viz kapitola 3.3.2. C.

3.2.2 Pracovní postupy

Analýzy akcelerantů byly provedeny dle následujících postupů:

A) Komerčně dostupná skleněná kapilára o délce 100 mm (umístěná v ASAP sondě) byla vždy namáčena do vzorku akcelerantu po dobu 3 vteřin (*Obr. 12*). Následně byla ASAP sonda vložena do hmotnostního spektrometru a provedeno měření. Takto byla získána hmotnostní spektra všech 12 akcelerantů a rovněž jejich fragmentační spektra. Jako slepý pokus byla použita čistá skleněná kapilára.



Obrázek č. 12: Nanášení vzorku akcelerantu na skleněnou kapiláru ASAP

B) Druhý typ experimentu byl proveden na tkanině umístěné v duté skleněné kapiláře. Pro tyto experimenty byly prvně upraveny komerční skleněné kapiláry tak, aby

umožnily uchycení tkaniny. Oba konce kapiláry se zkrátily o cca 2 mm své délky, aby bylo možné provlečení měděného drátku. Na jednom jeho konci bylo vytvořeno očko pro uchycení tkaniny, která byla potřísněn akcelerantem (*Obr. 13*). Takto upravená kapilára byla vložena do ASAP sondy a následně zanalyzována. Jako slepý pokus byla použita suchá tkanina.



Obrázek č. 13: Speciálně upravené zakončení skleněné kapiláry ASAP

C) Třetí typ experimentu byl založen na měření přítomnosti akcelerantu v tkanině po jejím spálení. Problematika uchycení vzorků byla vyřešena stejně jako v případě B). Kus tkaniny (v našem případě staré laboratorní kalhoty) o rozměru 25 × 15 cm byl vložen do porcelánové misky a následně polit 15 ml daného akcelerantu. Poté byla tkanina zapálena a spalována po dobu 1 minuty (*Obr. 14A*). Po jedné minutě následovalo uhašení (zamezení přístupu kyslíku pomocí druhé porcelánové misky). Z ohořelé tkaniny bylo vytrženo několik vláken, které se uchytily do upravené kapiláry (*Obr. 14B*)a ihned analyzovaly. Tímto způsobem byly rovněž analyzovány modelové vzorky. Jako slepý pokus byla použita suchá spálená tkanina, která byla spalována po stejnou dobu, tzn. 1 minutu a její rozměry byly rovněž 25×15 cm.



Obrázek č. 14: Spalování tkaniny potřísněné akcelerantem

4. VÝSLEDKY A DISKUZE

Cílem této bakalářské práce bylo zjistit, zda je ionizační technika ASAP schopna prokázat přítomnost akcelerantů hoření na různých površích, tzn. skle, čisté tkanině a ohořelé tkanině.

4.1 Analýza akcelerantů z ASAP skleněné kapiláry

Všech 12 akcelerantů bylo postupně nanášeno na skleněnou kapiláru ASAP sondy a analyzováno s parametry uvedenými na str. 21 (*3.2.2 Pracovní postupy A*). Tímto způsobem bylo získáno 11 hmotnostních spekter a 11 fragmentačních spekter z 12 vybraných akcelerantů. MS a MS/MS spektra jednoho akcelerantu (hexanu) se nepodařilo získat z důvodu jeho velké těkavosti.

4.1.1 Hmotnostní a MS/MS spektra jednoduchých akcelerantů

Aceton

V hmotnostním spektru acetonu (*Obr. 15A*) lze pozorovat dominantní ion $[M+H]^+$ *m/z* 59,2, kdy lze předpokládat protonaci na kyslíku. Fragmentační spektrum (*Obr. 15B*) bylo měřeno při kolizní energii 20 V a poskytovalo fragmenty odpovídající ztrátám 16 a 28. Ztráta 16 odpovídá CH₄ skupině.^[40]



Obrázek č. 15: A) hmotnostní spektrum acetonu B) fragmentační spektrum acetonu

Toluen

V hmotnostním spektru toluenu (*Obr. 16A*) lze pozorovat charakteristický ion v podobě kationradikálu [M⁺⁺] m/z 92,3. Fragmentační spektrum (*Obr. 16B*) toluenu bylo měřeno při kolizní energii 50 V. V MS/MS spektru lze pozorovat jako produkty fragmentace tropyliový ion (popř. benzylový kation), cyklopentadienový kation, cyklobutadienový kation a cyklopropylenový kation. Tento charakteristický fragmentační profil byl potvrzen dříve publikovanými výsledky získanými ionizační technikou EI.^[41,42]



Obrázek č. 16: A) hmotnostní spektrum toluenu, B) fragmentační spektrum toluenu

Xyleny

Hmotnostní spektrum xylenu (*Obr. 17A*) poskytuje rovněž charakteristický ion v podobě kationradikálu [M^{+*}] m/z 106,5. MS/MS spektrum xylenu (*Obr. 17B*) bylo měřeno při kolizní energii 30 V. Xyleny, stejně jako u toluenu, poskytovaly obdobný fragmentační profil.



Obrázek č. 17: A) hmotnostní spektrum xylenů, B) fragmentační spektrum xylenů

Hexan

Hexan se na skleněné kapiláře nepodařilo prokázat (*Obr. 18*) z důvodu jeho silné těkavosti a neochotě se snadno ionizovat.



Obrázek č. 18: Hmotnostní spektrum hexanu (ionty odpovídající hexanu nebyly pozorovány)

Ethanol

Hmotnostní spektra (*Obr. 19A*) byla u této látky měřena jak v kladném ASAP+, tak i v záporném ASAP- módu (spektrum je uvedeno v příloze bakalářské práce). V ASAP+ módu poskytoval ethanol ion [M+H]⁺, odpovídající *m/z* 47,5. MS/MS spektrum ethanolu (*Obr. 19B*) bylo měřeno při kolizní energii 10 V. Ztráta 18 odpovídá odštěpení molekuly vody.



Obrázek č. 19: A) hmotnostní spektrum ethanolu, B) fragmentační spektrum ethanolu

Methanol

Hmotnostní spektrum methanolu (*Obr. 20A*) poskytuje protonovanou formu methanolu, tedy ion $[M+H]^+$ m/z 33,5. MS/MS spektrum methanolu (*Obr. 20B*) bylo měřeno při kolizní energii 20 V. Ve spektru lze pozorovat ztrátu vody.



Obrázek č. 20: A) hmotnostní spektrum methanolu, B) fragmentační spektrum methanolu

Diethylether

Vzhledem k nestabilitě a snadné ochotě fragmentovat lze v MS spektru (*Obr. 21A*) pozorovat kromě protonované molekuly diethyletheru o m/z 75,4 i jeho fragmenty. Jejich přítomnost byla potvrzena při kolizní energii 7 V. V MS/MS spektru (*Obr. 21B*) lze pozorovat ztrátu 28 (C₂H₄) a ztrátu 46 (C₂H₄O).



Obrázek č. 21: A) hmotnostní spektrum diethyletheru, B) fragmentační spektrum diethyletheru

4.1.2 MS a MS/MS spektra komplexních akcelerantů

Pe-Po

Na hmotnostním spektru (*Obr. 22A*) lze vidět charakteristický profil hodnot m/zpro tento akcelerant, které odpovídají zastoupení uhlovodíků. MS/MS spektrum (*Obr. 22B*) iontu m/z 95,4 bylo proměřeno při kolizní energii 20 V. Charakteristický profil m/z a k nim odpovídající sumární vzorce s chybou pro vybrané ionty pro tento akcelerant shrnuje *Tab. IV*.

Tabulka č. IV: Určení sumárních vzorců iontů ve spektru na základě měření přesných hodnot m/z na přístroji Synapt a jejich porovnání s přístrojem Xevo (chyba byla určena porovnáním m/z Synapt s vypočtenou hodnotou pro daný sumární vzorec)

m/z Xevo	m/z Synapt	Sumární vzorec	m/z výpočet	Chyby [ppm]
57,6	57,0707	C_4H_9	57,0704	5,3
69,5	69,0705	C_5H_9	69,0704	1,4
81,5	81,0703	C_6H_9	81,0704	-1,2
95,4	95,0858	$C_7 H_{11}$	95,0861	-3,2
109,5	109,1019	$C_{8}H_{13}$	109,1017	1,8



Obrázek č. 22: A) celkové hmotnostní spektrum akcelerantu Pe-Po, B) fragmentační spektrum akcelerantu Pe-Po

Ředidlo

Podobně i u tohoto akcelerantu bylo proměřeno celkové (*Obr. 23A*) a MS/MS spektrum pro nejintenzivnější ion m/z 105,5 (*Obr. 23B*). MS/MS spektrum ředidla bylo měřeno při kolizní energii 20 V. Z obrázků je patrný charakteristický profil m/z, sumární vzorce s chybou pro vybrané ionty shrnuje Tabulka č. V.

Tabulka č. V: Určení sumárních vzorců iontů ve spektru na základě měření přesných hodnot m/z na přístroji Synapt a jejich porovnání s přístrojem Xevo (chyba byla určena porovnáním m/z Synapt s vypočtenou hodnotou pro daný sumární vzorec)

m/z Xevo	m/z Synapt	Sumární vzorec	m/z výpočet	Chyby [ppm]
69,5	69,0703	C_5H_9	69,0704	-1,4
83,4	83,0858	$C_{6}H_{11}$	83,0861	-3,6
105,5	105,0700	C_8H_9	105,0704	-3,8
119,5	119,0851	$C_{9}H_{11}$	119,0861	-8,4
121,5	121,1008	$C_{9}H_{13}$	121,1017	-7,4
135,6	135,1163	$C_{10}H_{15}$	135,1174	-8,1



Obrázek č. 23: A) celkové hmotnostní spektrum ředidla, B) fragmentační spektrum ředidla

Petrolej

MS (*Obr. 24A*) i MS/MS spekta (*Obr. 24B*) jsou prakticky identická s akcelerantem Pe-Po z důvodu obdobného složení těchto akcelerantů. MS/MS spektrum nejintenzivnějšího iontu (m/z 95) bylo změřeno při kolizní energii 20 V a je rovněž identické s fragmentačním spektrem naměřeným pro Pe-Po. Charakteristický profil m/z a k nim odpovídající sumární vzorce s chybou pro vybrané ionty pro tento akcelerant shrnuje *Tab. VI*.

m/z Xevo	m/z Synapt	Sumární vzorec	m/z výpočet	Chyba [ppm]
57,6	57,0704	C_4H_9	57,0704	0,0
69,5	69,0703	C_5H_9	69,0704	-1,4
81,5	81,0700	C_6H_9	81,0704	-4,9
95,4	95,0856	$C_7 H_{11}$	95,0861	-5,3
105,5	105,0698	C_8H_9	105,0704	-5,7
109,5	109,1013	$C_8 H_{13}$	109,1017	-3,7
119,5	119,0857	$C_{9}H_{11}$	119,0861	-3,4
123,6	123,1169	$C_{9}H_{15}$	123,1174	-4,1
163,5	163,1483	$C_{12}H_{19}$	163,1487	-2,5
177,5	177,1639	$C_{13}H_{21}$	177,1643	-2,3

Tabulka č. VI: Určení sumárních vzorců iontů ve spektru na základě měření přesných hodnot m/z na přístroji Synapt a jejich porovnání s přístrojem Xevo (chyba byla určena porovnáním m/z Synapt s vypočtenou hodnotou pro daný sumární vzorec)



Obrázek č. 24: A) hmotnostní spektrum petroleje, B) fragmentační spektrum petroleje

Nafta

Při srovnávání hmotnostních spekter nafty (*Obr. 25A*) a (*Obr. 25B*), lze pozorovat vliv teploty. V případě, kdy byla data sbírána při teplotním intervalu 50 – 600 °C se ve spektru vyskytují vyšší hodnoty m/z, zatímco při intervalu teplot 50 – 250 °C tyto hodnoty m/z nejsou ve spektru vůbec přítomny. MS/MS spektrum (*Obr. 25C*) iontu m/z 145 bylo měřeno při kolizní energii 20 V. Charakteristický profil m/z a k nim odpovídající sumární vzorce s chybou pro vybrané ionty pro tento akcelerant shrnuje *Tab. VII*.

m/z Xevo	m/z Synapt	Sumární vzorec	m/z výpočet	Chyba [ppm]
57,6	57,0702	C_4H_9	57,0704	-3,5
71,5	71,0856	C_5H_{11}	71,0861	-7,0
85,6	85,1018	$C_{6}H_{13}$	85,1017	1,2
105,5	105,0697	C_8H_9	105,0704	-6,7
107,5	107,0851	C_8H_{11}	107,0861	-9,3
119,5	119,0858	$C_{9}H_{11}$	119,0861	-2,5
133,6	133,1013	$C_{10}H_{13}$	133,1017	-3,0
145,6	145,1014	$C_{11}H_{13}$	145,1017	-2,1
156,5	156,0930	$C_{12}H_{12}$	156,0939	-5,8
159,9	159,1168	$C_{12}H_{15}$	159,1174	-3,8
170,5	170,1085	$C_{13}H_{14}$	170,1096	-6,5
175,5	175,1124	$C_{12}H_{15}O$	175,1123	0,6
187,5	187,1484	$C_{14}H_{19}$	187,1487	-1,6
196,5	196,1235	$C_{15}H_{16}$	196,1252	-8,7

Tabulka VII: Určení sumárních vzorců iontů ve spektru na základě měření přesných hodnot m/z na přístroji Synapt a jejich porovnání s přístrojem Xevo (chyba byla určena porovnáním m/z Synapt s vypočtenou hodnotou pro daný sumární vzorec)



Obrázek č. 25: A) hmotnostní spektrum nafty 50 – 250 °C, B) hmotnostní spektrum nafty při teplotě 200 – 600 °C, C) fragmentační spektrum nafty

Benzín

V hmotnostním spektru (*Obr. 26A*) lze pozorovat charakteristické složky (markery) benzínu o m/z 107,5; 121,5 a 135,6 lišící se o diferenci 14 (CH₂). Změna teplotní rampy (podobně jako u nafty) neměla na získání vyšších hodnot m/z u benzínu žádný vliv. MS/MS spektrum benzínu (*Obr. 26B*) bylo měřeno při kolizní energii 17 V. Pro fragmentaci byl vybrán nejintenzivnější ion m/z 135,5. Jeho fragmentace potvrzuje, že ion o m/z 135,5 je benzoidní struktury. Tuto tezi potvrzují i experimentální data z přístroje Synapt. Pro ion o m/z 91,4 byl určen sumární vzorec C₇H₇, což odpovídá tropyliovému iontu. Charakteristický profil m/z a k nim odpovídající sumární vzorce s chybou pro vybrané ionty pro tento akcelerant shrnuje (*Tab. VIII*).

Tabulka č. VIII: Určení sumárních vzorců iontů ve spektru na základě měření přesných hodnot m/z na přístroji Synapt a jejich porovnání s přístrojem Xevo (chyba byla určena porovnáním m/z Synapt s vypočtenou hodnotou pro daný sumární vzorec)

m/z Xevo	m/z Synapt	Sumární vzorec	m/z výpočet	Chyba [ppm]
57,6	57,0707	C_4H_9	57,0704	5,3
69,5	69,0704	C_5H_9	69,0704	0,0
83,5	83,0860	$C_{6}H_{11}$	83,0861	-1,2
91,4	91,0542	$C_{7}H_{7}$	91,0548	-6,6
93,4	93,0699	C_7H_9	93,0704	-5,4
105,5	105,0702	C_8H_9	105,0704	-1,9

107,5	107,0849	$C_8 H_{11}$	107,0861	-11,2
119,5	119,0856	$C_{9}H_{11}$	119,0861	-4,2
121,5	121,1010	$C_{9}H_{13}$	121,1017	-5,8
135,6	135,1164	$C_{10}H_{15}$	135,1174	-7,4
145,6	145,1011	$C_{11}H_{13}$	145,1017	-4,1



Obrázek č. 26: A) hmotnostní spektrum benzínu, B) fragmentační spektrum benzínu

4.2 Analýza tkaniny potřísněné akcelerantem pomocí ASAP

Jednotlivě každý z 12 vybraných akcelerantů byl nanášen na tkaninu a následně umístěn na skleněnou kapiláru a změřen dle postupu uvedeném na str. 21 (*3.2.2 Pracovní postupy* B). Tímto způsobem bylo získáno 7 hmotnostních spekter jednoduchých akcelerantů (*Obr. 27*) a 5 hmotnostních spekter komplexních akcelerantů (*Obr. 28*). Všechna jsou v dobré shodě s hmotnostními spektry získanými na skleněné kapiláře (kromě hexanu, který se na skleněné kapiláře nepodařilo analyzovat). Intenzita signálu v případě tohoto postupu byla z důvodu přítomnosti většího množství akcelerantu vyšší. Hmotnosntí spektrum pro slepý pokus je v příloze.





Obrázek č. 27: *Hmotnostní spektra jednoduchých akcelerantů na tkanině, A) aceton, B) toluen, C) xyleny, D) hexan, E) ethanol, F) methanol, G) diethylether*





Obrázek č. 28: Hmotnostní spektra komplexních akcelerantů na tkanině, A) Pe-Po, B) ředidlo, C) petrolej, D) nafta při teplotě 50 – 600 °C, E) nafta při teplotě 50 – 250 °C, F) benzín

4.3 Analýza spálené tkaniny potřísněné akcelerantem pomocí ASAP

Jednotlivě každý z 12 vybraných akcelerantů byl nanesen na tkaninu, ta byla spálena a následně analyzována s parametry uvedenými na str. 20 (*3.2.2 Pracovní postupy C*). Tímto způsobem bylo získáno úspěšně 10 hmotnostních spekter (z 12 vybraných akcelerantů), která se vždy porovnala se standardy. Intenzita signálu nebyla tak vysoká,

jako při identifikaci čistých akcelerantů na skleněné kapiláře/tkanině. Po spálení tkaniny se podařilo identifikovat 10 akcelerantů z 12.



4.3.1 Hmotnostní spektra jednoduchých akcelerantů

Obrázek č. 29: Hmotnostní spektrum získané analýzou spálené tkaniny potřísněné acetonem



Obrázek č. 30: Hmotnostní spektrum získané analýzou spálené tkaniny potřísněné toluenem



Obrázek č 31: Hmotnostní spektrum získané analýzou spálené tkaniny potřísněné xyleny



Obrázek č. 32: Hmotnostní spektrum získané analýzou spálené tkaniny potřísněné ethanolem



Obrázek č. 33: Hmotnostní spektrum získané analýzou spálené tkaniny potřísněné methanolem





Obrázek č. 34: Hmotnostní spektrum získané analýzou spálené tkaniny potřísněné akcelerantem Pe-Po

37

Ředidlo



Obrázek č. 35: Hmotnostní spektrum získané analýzou spálené tkaniny potřísněné ředidlem



Obrázek č.36: Hmotnostní spektrum získané analýzou spálené tkaniny potřísněné petrolejem



Obrázek č. 37: Hmotnostní spektrum získané analýzou spálené tkaniny potřísněné naftou při teplotní rampě 50 – 250 °C



Obrázek č. 38: Hmotnostní spektrum získané analýzou spálené tkaniny potřísněné benzínem

4.4 Odhalení přítomnosti akcelerantů na modelových vzorcích po spálení

Byly obdrženy celkem tři "neznámé" modelové vzorky, které obsahovaly 1 nebo více z 12 studovaných akcelerantů po spálení. Tímto způsobem byla získána 3 spektra, která byla následně porovnávána s knihovnou spekter 12 akcelerantů vytvořenou v této práci, a to jak pomocí skleněné kapiláry, tak analýzou tkaniny potřísněné akcelerantem.

V případě prvního modelového vzorku byl jednoznačně identifikován aceton, kdy ve spektru (*Obr. 39A*) byl pozorován pík m/z 59,6, což odpovídá protonované formě $[M+H]^+$ acetonu. Tento ion byl následně fragmentován a aceton tak potvrzen.

V případě druhého modelového vzorku (*Obr. 39B*) byl nejprve identifikován methanol, který se nacházel v protonované formě [M+H]⁺, následně byl ve spektru identifikován ještě jeden akcelerant, a to s největší pravděpodobností xylen (v úvahu ještě připadá ředidlo, které je na bázi xylenu), v jehož spektru se nachází charakteristické markery experimentálně zjištěné při analýze tkaniny potřísněné xyleny, resp. ředidlem. Methanol i pravděpodobný xylen byly rovněž potvrzeny MS/MS experimenty.

Třetí modelový vzorek (*Obr. 39C*) svým charakteristickým profilem ukázal na dva možné akceleranty, a to na Pe-Po a petrolej, jejichž spektra jsou v důsledku stejného složení těchto akcelerantů a metodou ASAP navzájem nerozlišitelná, a to ani při užití MS/MS experimentů.





Obrázek č. 39: *Hmotnostní spektra modelových vzorků, A) aceton, B) methanol a xyleny nebo ředidlo, C) petrolej nebo Pe-Po*

5. ZÁVĚR

Při vyšetřování požárů se významně uplatňují analytické metody, které dovolují zjišťovat přítomnost akcelerantů hoření. Přehled možných postupů je zpracován v teoretické části, která dokládá, že existuje celá řada analytických metod, jenž jsou schopny přítomnost akcelerantů hoření dokázat, často se tyto metody kombinují, neboť se navzájem vhodně doplňují.

Jako další analytická technika byla studována hmotnostní spektrometrie s ionizační technikou ASAP (atmospheric solids analysis probe, sonda pro analýzu vzorku za atmosférického tlaku). Ověřována byla na analýze 12 vybraných akcelerantů hoření z různých povrchů, a to skleněné kapiláry, tkaniny potřísněné akcelerantem a tkaniny spálené po potřísnění akcelerantem. Ze skleněného povrchu byla získána hmotnostní spektra 11 akcelerantů. Nepodařilo se získat spektrum pro hexan (vzhledem k jeho těkavosti a patrně horší účinnosti ionizace). Ve spektrech jednoduchých akcelerantů byly přítomny molekuly v protonované formě [M+H]⁺ nebo ve formě kationradikálu [M⁺⁺], u komplexních akcelerantů byly ve spektrech pozorovány charakteristické profily, které obsahovaly identifikační markery pro daný akcelerant. Při analýze tkaniny potřísněné akcelerantem bylo do iontového zdroje vnášeno větší množství látek a byla úspěšně získána hmotnostní spektra všech 12 akcelerantů. Spektra byla prakticky identická s výsledky měření se skleněnou kapilárou, rozdíl byl ve vyšší intenzitě signálu. Ze vzorků spálené tkaniny se podařilo prokázat 10 akcelerantů z 12 (prokázána nebyla přítomnost hexanu a diethyletheru, což lze přisoudit jejich těkavosti).

Pro ověřování metody byly odbornou osobou vytvořeny i tři modelové "neznámé" vzorky, kde bylo úkolem prokázat a identifikovat přítomný akcelerant ze skupiny 12 testovaných. V prvním modelovém vzorku se podařilo identifikovat přítomnost acetonu, v druhém modelovém vzorku byla zjištěna přítomnost směsi methanolu a xylenu (popř ředidla na bázi xylenu). Třetí modelový vzorek byl rovněž pozitivní na přítomnost jednoho z akcelerantů, ovšem z důvodu podobnosti spekter petroleje a akcelerantu Pe-Po nebylo možné rozhodnout, který z nich byl použit.

Dosažené výsledky demonstrují aplikovatelnost sondy ASAP při zkoumání přítomnosti akcelerantů hoření. Analýza je jednoduchá a rychlá, průkaznost výsledků by bylo možné zvýšit nahrazením kvadrupólového analyzátoru přístrojem s vyšší rozlišovací

schopností (např. Q-TOF, na kterém byla část měření prováděna). Navázat mohou další studie rozšiřující například testované materiály na další běžně se vyskytující v domácnostech (např. prokazování akcelerantů po spálení dřeva, plastů).

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

[1] L. Herecová, Chemicko-analytické metody v bezpečnostním inženýrství a požární ochraně, Sdružení požárního a bezpečnostního inženýrství, Ostrava, 2012.

[2] http://www.firebrno.cz/pracoviste-laborator/pristrojove-vybaveni, staženo 30. srpna 2018.

[3] Výbuch chemičky v Oppau zůstává nejtragičtější podobnou událostí. https://ct24.ceskatelevize.cz/svet/1241915-vybuch-chemicky-v-oppau-zustavanejtragictejsi-podobnou-udalosti, staženo 30, srpna 2018.

[4] Pinto, A. L., Galvão, H. K. Roberto, Araújo, U. César Mário; Influence of Wavelet Transform Settings on NIR and MIR Spectrometric Analyses of Diesel, Gasoline, Corn and Wheat, J. Braz. Chem. Soc., 22(1), 2011, 179-186.

[5] Corsetti, S., Zehentbauer M. Florian, McGloin D., Kiefer, J.; Characterization of gazoline/etanol blends by infrared and excess infrared spectroscopy, Fuel, 141, 2015, 136-142.

[6] Raman Spectroscopy Example http://www.process-instrumentsinc.com/about/About-Raman Spectroscopy/raman-vs-ir/, staženo 30. srpna 2018.

[7] Opinion on Oppau explosion, http://www.writeopinions.com/oppau-explosion, staženo 30. srpna 2018.

[8] Sawiacki, T.; Arson using flammable fluids, Biuletyn ITN, 15(3), 2003, 1233-3867.

[9] McCurdy, J. Robert, ATWEL, Tami, COLE, D. Michael.; The use of vapour phase ultra-violet spectroscopy for the analysis of arson accelerants in fire scene debris, Forensic Sci. Int., 123, 2001, 191-201.

[10] Meal, Larie.; Arson analysis by second derivative ultraviolet spectrometry, Anal. Chem., 58(4), 1986, 834-836.

[11] Hao, H., Hai-Xin, G., Yong-Feng Z., Rao, H.; A fast identification of ignitable accelerant in fire debris based on FTIR and komputer-aided, Guangzhou Huagong, 37(3), 2009, 88-90.

44

[12] Faming, Cheng, Aping, Ding, Juncheng Jiang.; Detection and analysis of petroleum distillates from fire debris by FTIR, Prog. Saf. Sci. Technol., Pt. A, 2008, 987-990, ISBN 978-7-03-022901-4.

[13] Kerr, T., Duncan, K., Myers, L.; Post fire materials identification by micro-Raman spectroscopy and principal components analysis, J. Anal. Appl. Pyrolysis, 102, 2013, 103-113.

[14] Choi, Soojin, Yoh, J. Jack.; Fire debris analysis for forensic investigation using laser induced breakdown spectroscopy, Spectrochim. Acta, Part B, 134, 2017, 75-80.

[15] K. Masaaki, S. Yasuhiro, S. Ritsuko, S. Shinichi, Forescin discrimination of match heads by elementar analysis with inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry, J. Forensic Sci., 50(4), 2005, 883-6.

[16] Bertsch, W.; Analysis of Accelerants in Fire Debris – Data interpretation, Forensic Sci. Rev., 9, 1997, 1-22.

[17] Donkwook, K., Myounk-Soo, K, Jung-Seok, Y., Seunghak, L.; Identification of refined petroleum products in contaminated soils using an identification index for GC chromatograms, Environ. Sci. Pollut. Res., 22(16), 2015, 12029-34.

[18] Eric S. Bodle, J. K. Hardy,; Multivariate pattern recognition of petroleum-based accelerants by solid-phase microextraction gas chromatography with flame ionization detection, Anal. Chim. Acta, 589(2), 2007, 247-254.

[19] J. R. Almirall, J. Wang, K. Lothride, K. G. Furton, The detection and analysis of ignitable liquid residues extracted from human skin using SPME/GC, J. Forensic Sci. 45(2), 2000, 453-461.

[20] M. Darrer, J. Jacquemet-Papilloud, O. Delémont, Gasoline on hands: preliminary study on collection and persistence, Forensic Sci. Int., 175(2-3), 2008, 171-178.

[21] Muller, D., Levy, A., Shelef, R.; Detection of gasoline on arson suspects' hands, Forensic Sci. Int., 206(1-3), 2010, 150-154.

[22] Dhole, Vivek R., Ghosal, G. K.; Detection and characterization of petroleum based accelerants in fire debris by HPLC, J. Liq. Chromatogr., 18(9), 1995, 1767-1786.

[23] Xiao Qin L., P. Mark L. Sandercock, Harynuk J. J.; The influence of temperature on the pyrolysis of household materials, J. Anal. Appl. Pyrolysis, 118, 2016, 75-85.

[24] K. Záruba a kol., Analytická chemie (1. díl), VŠCHT, Praha, 2016.

[25] McEwen, Charles N.; McKay, Richard G.; Larsen, Barbara S., Analysis of Solids, Liquids, and Biological Tissues Using Solids Probe Introduction at Atmospheric Pressure on Commercial LC/MS Instruments, Anal. Chem., 77(23), 2005, 7826-7831.

[26] C. Barrere, F. Maire, C. Afonso, P. Giusti, Atmospheric Solid Analysis Probe–Ion Mobility Mass Spectrometry of Polypropylene, Anal. Chem., 84, 2012, 9349-9354.

[27] http://www.waters.com/waters/en_CZ/Atmospheric-Solids-Analysis-Probe-/nav.htm?cid=10099674&locale=en_CZ, staženo 30. srpna 2018.

[28] L. V. Tose, M. Murgu, B. G. Vaz, W. Romão, Application of Atmospheric Solids Analysis Probe Mass Spectrometry (ASAP-MS) in Petroleomics: Analysis of Condensed Aromatics Standards, Crude Oil, and Paraffinic Fraction, J. Am. Soc. Mass Spectrom., 28(11), 2017, 2401-2407.

[29] https://www.selectscience.net/products/atmospheric-solids-analysis-probe-(asap)/?prodID=196078, staženo 30. srpna 2018.

[**30**] J. Rozenski, Analysis of Nucleosides Using the Atmospheric-Pressure Solids Analysis Probe for Ionization, Int. J. Mass Spectrom., 304, 2011 204-208.

[31] McEwen Ch. N., Atmospheric-Pressure Solid Analysis Probe (ASAP). In Encyclopedia of Analytical Chemistry (eds R. A. Meyers and R. A. Meyers).doi:10.1002/9780470027318.a9045, USA, 2010.

[**32**] M. Ferrerio-Gonzales, J. Ayuso, J. A. Álvarez, M. Palma, Application of HS-MS for the detection of ignitable liquids from fire debri, Talanta, 142, 2015, 150-156.

[33] M. M. Fabritius, A. Broillet, S. König, W. Weinmann, Analysis of volatiles in fire debris by combination of activated charcoal strips (ACS) and automated thermal desorption-gas chromatography-mass spectrometry (ATD/GC-MS), Forensic Sci. Int., 289, 2018, 232-237.

[**34**] J. Zhang, Q. Yang, GC/MS Analysis on Combustion Smoke of Different Flammable Liquids, Procedia Engineering, 71, 2014, 139-144.

[35] http://www.severochema.cz/files/bezpecnostni-listy/PE-

PO_tekuty_podpalovac.pdf, staženo 21. dubna 2019.

- [36] https://www.colorlak.cz/sortiment/detail/redidlo-h6000, staženo 21. dubna 2019 (Pozn. kliknout na bezpečnostní list).
- [37] www.severochema.cz/files/bezpecnostni-listy/Petrolej_II.pdf, staženo 21. dubna 2019.

- [38] Ke-Le Yan, Chang-Yu Sun, Jun Chen, Li-Tao Chen et al., Flow characteristics and rheological properties of natural gas hydrate slurry in the presence of anti-agglomerant in a flow loop appartus, Chem. Eng. Sci., 106, 2014, 99-108.
- [39] https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Organic_Chemistry/Map%3A_Organic_ Chemistry_(McMurry)/Chapter_03%3A_Organic_Compounds%3A_Alkanes_and_Th eir_Stereochemistry/3.8%3A_Gasoline_-_A_Deeper_Look, staženo 21. dubna 2019.
- [40] https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Organic_Chemistry/Book%3A_Organic_ Chemistry_with_a_Biological_Emphasis_(Soderberg)/Chapter_04%3A_Structure_Det ermination_I/4.1%3A_Mass_Spectrometry, staženo 21. dubna 2019

[41] https://commons.wikimedia.org/wiki/File:TolueneFragmentation.svg, staženo 15. dubna 2019.

[42] https://webbook.nist.gov/cgi/cbook.cgi?ID=C108883&Mask=200#Mass-Spec, staženo 15. dubna 2019.

SEZNAM ZKRATEK A SYMBOLŮ

ACS – activated charcoal strips, pásky s aktivním uhlím

AES – atomic emission spectroscopy, atomová emisní spektrometrie

APCI – atmospheric pressure chemical ionization, chemická ionizace za atmosférického tlaku

ASAP – atmospheric solids analysis probe, sonda pro analýzu vzorku za atmosférického tlaku

APPI – atmospheric pressure photoionization, fotoionizace za atmosférického tlaku

ASTM - American Society for Testing and Materials, Americká společnost pro testování a materiály

CI - chemical ionization, chemická ionizace

DSC – differential scanning calorimetry, diferenční skenovací kalorimetrie

DTA – differential thermal analyses, diferenční termická analýza

EA – elementar analysis, elementární analýza

EI – electron ionization, ionizace elektronem

ESI – electrospray ionization, ionizace elektrosprejem

EVA – ethylene-vinyl acetate, ethylenvinylacetát

FAB – fast atom bombardment, bombardování/ionizace urychlenými atomy

FID – flame ionizaton detector, plamenově-ionizační detektor

FT-IR – Fourier transform-infrared spectroscopy, infračervená spektrometrie s Fourierovou transformací

GC – gas chromatography, plynová chromatografie

HPLC – high-performance liquid chromatography, vysokoúčinná kapalinová chromatografie

HS-SPME – headspace-solid-phase microextraction, headspace-mikroextrakce tuhou fází

ILRs – ignitable liquid residues, zbytky kapalných hořlavin

ICP - inductively coupled plasma, indukčně vázané plazma

LIBS – laser induced breakdown spectroscopy, spektroskopie laserem buzeného plazmatu

MALDI – matrix assisted laser desorption ionization, desorpce a ionizace laserem za účasti matrice

PES – polyester, polyester

PP – polypropylene, polypropylen

PU – polyurethane, polyuretan

RTG – rentgen, rentgenová

TGA – thermo gravimetric analysis, termogravimetrická analýza

UV/VIS – ultraviolet/visible spectroscopy, spektroskopie v ultrafialové a viditelné oblasti spektra



Obrázek č. II: Slepý pokus – nespálená tkanina



Obrázek č. III: Slepý pokus – spálená tkanina



Obrázek č. IV: Hmotnostní spektrum ethanolu v záporném módu ASAP-

Pracovní postup při analýze akcelerantů ze spálené tkaniny

Nastavení parametrů na přístroji před analýzou





Příprava pracovní plochy a nástrojů před analýzou





Třísnění poskládané tkaniny akcelerantem





Spalování tkaniny potřísněné akcelerantem



Vytrhávání vláken z ohořelé tkaniny





Upevnění ohořelých vláken do ASAP sondy





Vložení ASAP sondy do hmotnostního spektrometru Xevo TQD





Výsledné spektrum získané analýzou akcelerantu hoření

