

Obsah

1 Úvod..	10
1.1 Cíl práce...	11
1.2 Úkoly práceí	11
2 ást teoretickái	12
2.1 Úvod do problematiky.	12
2.1.1 Objev a základ metodyí	12
2.1.2 Definiceí	12
2.1.3 Popis Ramanova rozptyluí	13
2.1.4 Ramanova vs. infra červená spektrometrieí	14
2.2 Techniky měření Ramanova spektraí	16
2.3 Rozdělení Ramanových spektrometr	16
2.4 Přenosný Raman v spektrometr First Defender....	17
3 ást praktickái	20
3.1 Specifika analýz neznámých látek v terénuí	20
3.2 Způsoby měření Ramanovým spektrometrem First Defenderí	21
3.2.1 Nastavení zdroje excitujícího záření	23
3.2.2 Interpretace výsledků identifikace neznámé látky..	23
3.3 Měření neznámých látek v terénuí	26
4 Diskuse...	30
5 Závěr..	32
Seznam literatury..	33
Přílohy..	35



Úvodem bych se chtěl zmínit o tom, proč jsem si vybral toto téma bakalářské práce. Jedním z důvodů je moje zaměstnání - pracuji jako technik chemické služby Hasičského záchranného sboru Královéhradeckého kraje a ve své praxi se často setkávám s nálezy neznámých látek. Dalším důvodem je globální politická a bezpečnostní situace, při které vystupují do popředí úkoly, kdysi téměř neznámé a zčásti i neuskutečnitelné, a to v terénu bezpečně analyzovat neznámé látky bez rizik spojených s manipulací a převozem vzorků do výzkumných analytických pracovišť.

Od roku 2001, resp. po nešťastných událostech ve Spojených státech, existují bezpečnostní a záchranné týmy na celém světě nálezy různých kapalin a pevných látek ponechané na místech s velkým pohybem civilních osob. S ohledem na uskutečněné pokusy použít nebezpečné chemické nebo biologické látky proti obyvatelstvu za účelem dosažení různých cílů, které provedly skupiny osob napojené především na teroristické organizace, vyvstávají před bezpečnostními složkami nové úkoly spojené s rozhodováním, zda ohlášený nálezy látky je skutečnou hrozbou pro obyvatele a tím i důvodem k zahájení rozsáhlých evakuačních opatření, nebo se jedná o chemickou látku, která nemůže svými vlastnostmi společnost ohrozit. K tomuto rozhodování je nutná rychlá analýza neznámých látek přímo v terénu, ať na ulici, či v prostorách policie, škol a podobných institucí. Jednou z možností jak provést analýzy pevných nebo kapalných látek v terénu je využít instrumentální analytické metody jako Ramanovy spektrometrie.

1.1 Cíl práce

Cílem bakalářské práce je v teoretické části popsat vznik a princip Ramanovy spektrometrie, teoretické možnosti jejího využití a omezující podmínky pro analýzu látek touto metodou. Praktická část je zaměřena na metodiku analýzy neznámých látek a porovnání výsledků měření neznámých látek pomocí Ramanova spektrometru First Defender s ohledem na pozitivní nebo negativní identifikaci, nastavení přístroje a způsob měření.

1.2 Úkoly práce

Pro zpracování bakalářské práce byly stanoveny následující úkoly:

- a) Zpracovat teoretickou část zaměřenou na definici Ramanovy spektrometrie, popsání jevu, uvedení možností a omezujících podmínek metody a základní popis analytických přístrojů
- b) Popsat způsob analýzy neznámých látek pomocí Ramanova (disperzního) spektrometru First Defender
- c) Porovnat výsledky měření neznámých látek s ohledem na pozitivní i negativní identifikaci vzorku
- d) Porovnat výsledky identifikace neznámých látek s ohledem na nastavení přístroje a způsob měření
- e) Zpracovat závěrečné vyhodnocení práce

2.1 Úvod do problematiky

2.1.1 Objev a základ metody

Ramanova spektrometrie je metodou vibrační molekulové spektrometrie, která byla pojmenována po indickém fyzikovi siru andra-ékharu Venkatau Ramanovi (nositeli Nobelovy ceny za fyziku z roku 1930). Profesor Raman spolu s K. S. Kri-nanem popsali v roce 1928 jev neelastického optického rozptylu, který je základem metody. Jedná se o metodu, která je vhodná pro identifikaci látek, při určení jejich složení a struktury. Tuto metodu lze úspěšně použít při analýze vybraných pevných látek (krystalické i amorfni materiály, kovy, polovodiče, polymery atp.), kapalin (isté látky, roztoky vodné i nevodné), plynů, dále též při analýze povrchů (např. sorbenty, elektrody, senzory) i při analýze biologických systémů (od biomolekul po mikroorganismy). [1]

2.1.2 Definice

Podstatou Ramanova rozptylu je zářivý dvouatomový přechod mezi dvěma stacionárními vibračními stavy molekuly, jejichž energie jsou E_1 a E_2 , vyvolaný interakcí s fotonem dopadajícího záření o frekvenci $\nu_0 > |E_2 - E_1|/h$ kde h je Planckova konstanta, a provázený vyzařením fotonu rozptýleného záření o frekvenci ν_R . [2]

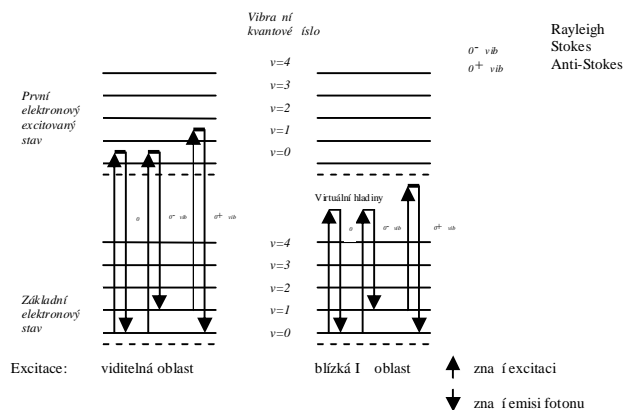
Efekt Ramanova rozptylu si lze zjednodušen představit jako souasnou absorpci fotonu budícího záření molekulou, kdy molekula přechází na virtuální energetickou hladinu, a emisi sekundárního fotonu, za splnění podmínky zachování energie:

$$h\nu_R = h\nu_0 \pm (E_2 - E_1)$$

V klasickém přiblížení (vedle popisu pomocí kvantové teorie) platí pro molekulu interagující se zářením, které v molekule je indukován dipólový moment p

$$p = \alpha E \cos(2\pi\nu_0 t) + \frac{1}{2} \frac{\partial \alpha}{\partial q} q E \{ \cos[2\pi(\nu_0 - \nu_{vib})t] + \cos[2\pi(\nu_0 + \nu_{vib})t] \}$$

kde ν_0 je frekvence budícího záření, ν_{vib} je vibrační frekvence, E je vektor intenzity elektrického pole dopadajícího záření, q jsou vnitřní souadnice molekuly a α je polarizovatelnost molekuly. Z rovnice vyplývá, že molekula emituje záření s neznámou frekvencí ν_0 (Rayleigh v rozptyl) a dále záření s frekvencemi $\nu_0 - \nu_{vib}$ a $\nu_0 + \nu_{vib}$, které se souhrnně nazývá Raman v rozptyl, při emisní frekvenci odpovídá Stokesovu rozptylu a vyší anti-Stokesovu rozptylu (obr. 1)



Obrázek 1. Schéma dvoufotoných přechodů Rayleigh v a Raman v rozptylu

ova rozptylu je nutné, aby p i daném vibra ním pohybu docházelo ke zm n polarizovatelnosti, tzn. aby

$$\frac{\partial \alpha}{\partial q} \neq 0$$

Tato podmínka je základním výb rovým pravidlem Ramanovy spektrometrie odli-ující ji od infra ervené spektrometrie, kde základní podmínkou je zm na dipólového momentu b hem p íslu-ného vibra ního pohybu.

Pokud je daný vibra ní mód aktivní v Ramanov spektru, je principieln možné pozorovat dv linie symetricky rozložené kolem Rayleighova rozptylu a to ve Stokesov a anti-Stokesov oblasti. V praktickém p ípad se v-ak m í pouze spektrum v oblasti Stokesova rozptylu z dvodu nutnosti odfiltrovat Rayleigh v rozptyl, jehoí intenzita je asi 10^5 - 10^{12} -krát vy-ší neí intenzita Ramanových linií. [2]

2.1.4 Ramanova vs. infra ervená spektrometrie

Ramanova spektra podobn jako infra ervená spektra informují o vibra ních a rota ních pohybech polyatomických ástic. Frekvence vibra ních mod je závislá na hmotnosti atom a na síle vazeb mezi nimi tj. na základních parametrech popisujících strukturu molekuly. Obecn lze íci, že identifika ní možnosti Ramanovy spektrometrie jsou srovnatelné s potenciálem spektrometrie infra ervené. Vibra ní frekvence molekul jsou nezávislé na tom, zda je studujeme kteroukoli z metod, av-ak intenzity spektrálních linií budou pro ob metody z eteln odli-né. [2]

V Ramanov spektru je intenzita pás úm rná druhé mocnin zm ny polarizovatelnosti b hem vibra ního pohybu, zatímco v infra erveném spektru je úm rná druhé mocnin zm ny dipólového momentu. Vzhled infra ervených a Ramanových spekter je tak siln ovlivn n symetrií molekul (bun k krystalu) a symetrií jednotlivých vibra ních pohyb . Pro molekuly s nízkou symetrií jsou pásy v-ech vibraací pozorovatelné v obou typech spekter (samozejm s rozdílnou intenzitou), pro molekuly s vysokou symetrií se Ramanovo a infra ervené spektrum navzájem dopl ují. Ramanova spektrometrie je v-ak nezastupitelná p i identifikaci symetrických

funkčních skupin (-C=C-, -C-C-, -S-S-), vazeb obsahujících síru (C-S, -S-H), jakof i v dalších případech kdy infra červená spektrometrie selhává. [1]

Srovnání charakteristických frekvencí Ramanovy a infra červené spektrometrie různých funkčních skupin je uvedeno v tabulce . 1. [3]

Tabulka . 1

<i>Funkční skupina</i>	<i>Oblast [cm⁻¹]</i>	<i>Intenzita Raman</i>	<i>Intenzita IR</i>
O-H	3000-3650	slabá	silná
N-H	3300-3500	střední	střední
C-H	3300	slabá	silná
=C-H	3000-3100	silná	střední
-C-H	2800-3000	silná	silná
C-C	2220-2260	silná	slabá až nulová
C-N	2100-2250	proměnlivá	proměnlivá
C=O	1680-1820	proměnlivá	silná
C=C	1500-1900	silná	slabá až nulová
C=N	1610-1680	silná	střední

Průběh spektra, tj. závislost intenzity Ramanova rozptylu na vlnové délce, se prakticky neliší od spektra infra červeného, avšak Ramanova spektra jsou rozdílná od infra červených podstatně jednodušeji a to díky nízké intenzitě kombinovaných a svrchních párahodů v porovnání s fundamentálními párahody. [1]

2.2 Techniky měření Ramanova spektra

V instrumentální analýze využívaný efekt Ramanova rozptylu se používají spektrometry disperzní i spektrometry s Fournierovou transformací. Hlavními součástmi spektrometru je zdroj excitujícího záření, obvykle výkonný optický kvantový generátor (laser), vzorkovací prostor, sbírací optika, disperzní prvek nebo interferometr a detektor. Jako zdroj záření lze použít různé typy laserů pokrývající viditelnou (VIS) oblast, blízkou infračervenou (NIR) oblast, případně ultrafialovou (UV) oblast. [2]

2.3 Rozdělení Ramanových spektrometrů

V laboratorní praxi jsou v současnosti využívány systémy, ve kterých jsou připraveny optické cesty pro několik laserů umocňujících působit vlnovou délkou excitace stejné problematice. Výhodou excitace v UV-VIS oblasti je vyšší intenzita rozptylu (intenzita rozptylu klesá se čtvrtou mocninou vlnové délky excitujícího záření), naopak zásadní nevýhodou jsou rizika velmi intenzivní fluorescence nebo nečekaných fotochemických reakcí. Tato rizika jsou dána polohou virtuální hladiny v oblasti elektronových excitovaných hladin. Právě potlačení rizika nečekaných fotochemických reakcí je hlavní výhodou excitace Ramanova jevu v NIR oblasti, kdy virtuální hladina je pod úrovní elektronových excitovaných stavů (obr. 1). NIR excitace však vzhledem k nízké intenzitě rozptylu vyžaduje systémy o vysoké světelnosti a vysoce citlivé (chlazené) detektory. Tok záření Ramanova rozptylu obecně téměř roste se zvyšujícím se tokem excitujícího laserového záření, tzn. se zvyšujícím se výkonem laseru. Výkon laseru, který lze v současnosti v daném rozsahu softwarově nastavit, je však limitován riziky ohřevu měřené látky a případným rozkladem, nebo změnou struktury měřené vzorku. [2]

Novinkou v oblasti Ramanovy spektrometrie je vývoj přenosných spektrometrů, kdy nové technologie umožnily miniaturizaci přístroje při zachování vysoké kvality měření. Takto koncipované přístroje jsou široce použitelné pro identifikaci zejména pevných a kapalných látek při terénních analýzách vzorků. Vyhodnocení měřeného Ramanova spektra je založeno na principu hledání shodných znaků Ramanova spektra měřeného vzorku s Ramanovým spektremisté látky uloženým v knihovně přístroje. V současnosti jediným výrobcem přenosných Ramanových spektrometrů je firma Ahura, která se svým přístrojem First Defender posunula hranice využití Ramanovy spektrometrie směrem k širokému využití této metody při terénní identifikaci látek. [6]

2.4 Přenosný Raman v spektrometr First Defender

Jedná se o jednoduchý, dobře ovladatelný přístroj pro terénní identifikaci látek v pevném a kapalném skupenství, kterým lze provést identifikaci látek v libovolném horizontu od několika sekund do několika minut. Rozměry (300x150x76 mm) a hmotnost (1,8 kg) přístroje jsou skutečně minimální, přístroj je schopen nezávislého provozu na baterii v délce až 5 hodin (obr. 2). Vyhodnocení měřeného spektra je prováděno tzv. metodou otisku prstu šifrování, která spočívá v porovnání shodných znaků Ramanova spektra měřené látky s Ramanovým spektrem uloženým v knihovně přístroje, která obsahuje více než 7 500 Ramanových spekter. Knihovnu lze libovolně rozšiřovat uživatelem. Výsledky měření jsou interpretovány na LCD obrazovce přístroje, lze je přenést na datovou kartu, případně vytisknout ve formě krátkého protokolu měření (obr. 3). [4]

Technická data přístroje First Defender:

Rozsah Ramanova spektra	250 - 2875 cm^{-1}
Spektrální rozlišení	7 - 10,5 cm^{-1}
Excitační vlnová délka laseru	785 \pm 0,5 nm
Výstupní výkon laseru	300 mW /nebo nižší - nastavitelný/
Detektor	CCD Silicon 2048 pixel
Vzorkovací prostor	Interní /Vial Holder/ Externí /Point and Shoot/
Integrovaný počítač s paměťovou kartou	
Integrační čas	250 ms až 10 s, automaticky nastavovaný
Teplotní rozsah	-20 - +40°C
Napájení	7,4 V Li-Ion baterie 230 V pomocí adaptéru 9 V, 1,5 A

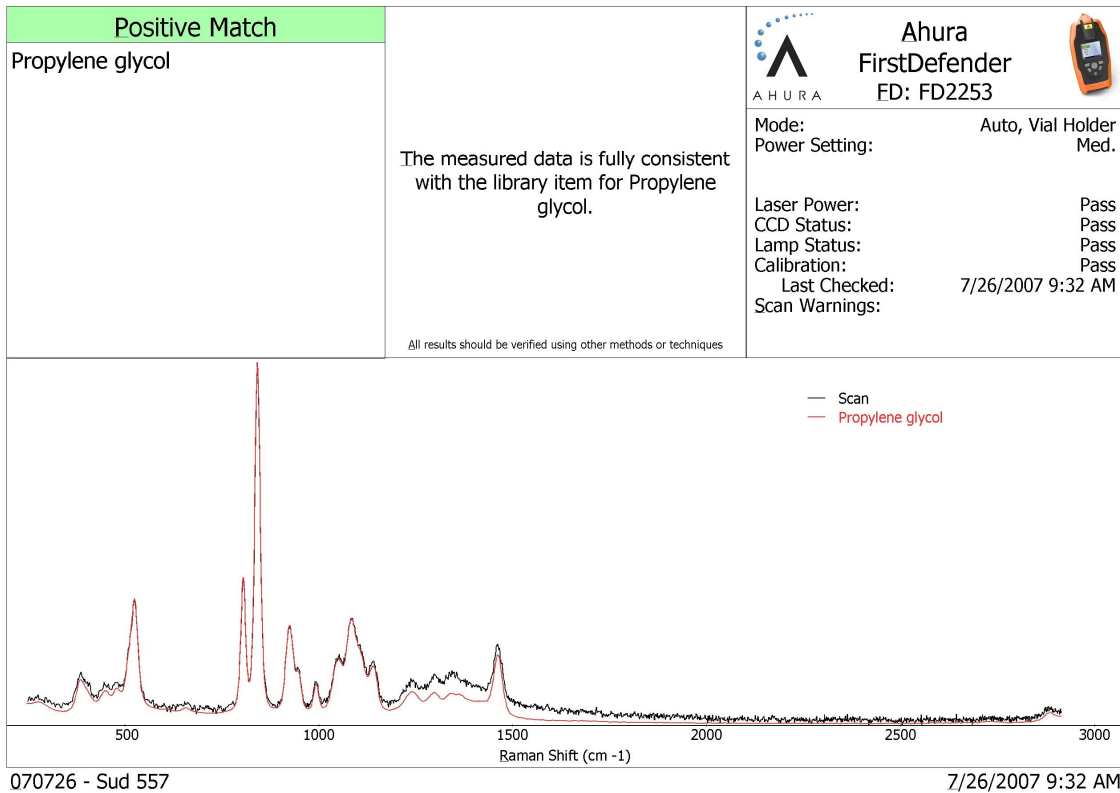


Obrázek 2. Raman v disperzní spektrometr First Defender



Your complimentary use period has ended.
Thank you for using PDF Complete.

[Click Here to upgrade to Unlimited Pages and Expanded Features](#)



Obrázek . 3 ó Interpretace výsledk m ení

3 část praktická

3.1 Specifika analýz neznámých látek v terénu

Obecně lze říci, že při analýze neznámé látky v terénu je nutno postupovat zprvu opatrně, kterým minimalizujeme následky vzniklé pozitivní identifikací vzorku s vysokým stupněm rizika. Tímto rizikem mohou být nejen vysoká toxicita nebo reaktivita identifikované látky, ale také například explozivní rozklad látky již v samotném počátku měření, tj. při excitaci měřeného vzorku.

Problémem při práci s neznámou látkou je také skutečnost, že nevíme-li nic o vlastnostech chemické látky, musíme pracovat v nejvyšším stupni ochrany. Tuto ochranu v současnosti docílíme v terénních podmínkách pouze protichemickým tlakovým oděvem v kombinaci s izolujícím dýchacím přístrojem. Práce v těchto ochranných prostředcích je velmi náročná na koordinaci a nelze předpokládat vyšší míru manuální zručnosti při zkoumání vzorku. Z těchto důvodů je možné používat pro analýzu neznámých látek v terénu pouze ty přístroje, které nejsou příliš náročné na manipulaci nebo jsou schopny analýzy, aniž by bylo nutné zpracovávat vzorek běžnými laboratorními postupy.

Ramanův spektrometr First Defender firmy Ahura svojí konstrukcí a nastavením měření umí ujet dodržet tyto obecně platné zásady za všech okolností.

novým spektrometrem First Defender

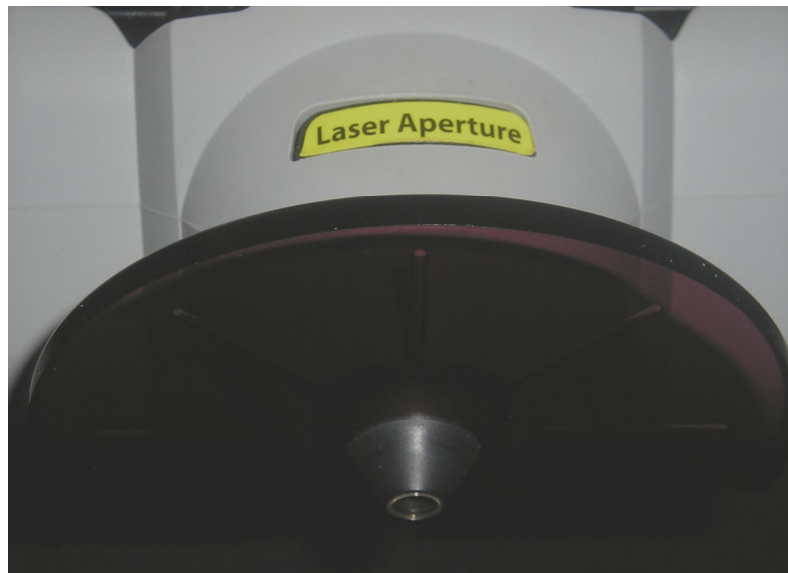
Přístroj First Defender umožňuje provést změny Ramanova spektra látky dvěma způsoby:

První možností je změna externí fáze, kdy je změněná látka umístěna v pracovním obalu (propustném pro laserové, resp. Ramanovo záření), popřípadě rozptýlena na ploše. V tomto případě je největší intenzita excitujícího laserového záření přibližně 18 mm před optickým výstupem umístěným na přední spodní části přístroje (obr. 4), na které (scan) Ramanova rozptylu probíhá stejnou cestou.



Obrázek 4. Optický výstup spektrometru First Defender

rova zá ení, resp. lep-í vymezení ohniskové vzdálenosti, je možné poufít nástavec, který p ipojíme na optický výstup (obr. 5). P i tomto zp sobu m ení je nutné dodrlet požadovanou vzdálenost m ené látky od optického výstupu p ístroje, aby nedo-lo k identifikaci materiálu podloflky nebo st n p epravního obalu.



Obrázek . 5 ó Nástavec optického výstupu spektrometru First Defender

Druhým zp sobem je umíst ní vzorku m ené látky do vialky o objemu 4 ml, kterou vlofíme do interního vzorkovacího prostoru, kde p ístroj po excitaci vzorku laserem provede na tení Ramanova spektra. P i tomto zp sobu m ení je blokován výstup excita ního zá ení mimo p ístroj.

Ob možnostmi lze ve výstupním protokolu z m ení rozli-it v okn diagnostiky p ístroje ó externí m ení vzorku je popsáno textem šPoint and Shoot, interní zp sob nese ozna ení šVial Holder.

D leflým bezpečnostním prvkem poufitelným p i obou zp sobech m ení je vyuffití odlofeného startu m ení. Jedná se o možnost nastavit asové zpofld ní spu-t ní m ení, resp. zahájení oza ování vzorku laserem. V tomto režimu lze nastavit odlofení zahájení m ení o 5 ó 120 s a tím zabránit ohrofení obsluhy p i pokusu o identifikaci látek, u kterých dochází k neřádoucí fotochemické reakci.

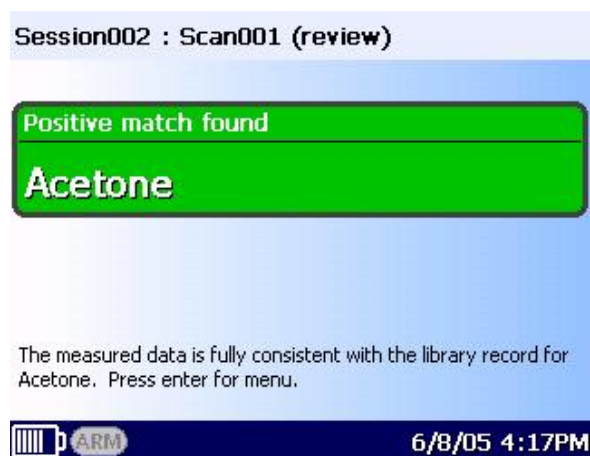
Excitujícího záření

Jak již bylo uvedeno výše, tok záření Ramanova rozptylu roste se zvyšujícím se tokem excitujícího laserového záření, tzn. se zvyšujícím se výkonem laseru. Avšak u identifikace neznámé látky mohou hrozit rizika rozkladu vzorku s neřádnými následky. Přístroj First Defender umožňuje nastavit výkon laseru ve třech úrovních: 50, 150 a 300 mW. Údaje o nastavení výkonu laseru jsou ve výstupním protokolu z měření uvedeny v okně diagnostiky přístroje pod označením šPower Setting; výkon 50 mW je označen textem šLow, 150 mW šMed a 300 mW šHigh. Samozřejmě dodržení obecných zásad bezpečnosti při identifikaci neznámých látek je při měření postupovat vždy od nastavení nejnižšího výkonu laseru k vyššímu.

3.2.2 Interpretace výsledků identifikace neznámé látky

Při identifikaci neznámé látky přístroj First Defender porovnává shodné znaky na teného Ramanova spektra se spektrem uloženým v knihovně přístroje. Ve které naměřené výsledky jsou automaticky ukládány do souborů v paměti přístroje a je možné je exportovat na paměťovou kartu. Výsledkem na tení Ramanova spektra neznámé látky mohou být následující zobrazení výsledku na LCD panelu přístroje:

- **šPositive match found** - Shoda na teného Ramanova spektra se spektrem ulofným v knihovn p ístroje = látka nebo sm s je identifikována, lze zobrazit íslo CAS pop . UN kód, lze listovat v databázi údaj o vlastnostech látek a jejich rizicích (obr. 6). V n kterých p ípadech m fle být identifikováno více látek s podobnými spektry. V takových p ípadech je v procentech uvád na pravd podobnost shody na teného spektra se spektrem ulofným v knihovn p ístroje.



Obrázek . 6 ó Pozitivní identifikace látky

- **šMixtureõ** ó Nam ené Ramanovo spektrum sm si jednotlivých poloflek v knihovn p ístroje. Procenta zna í podíl látek ve sm si = sm s látek je identifikována s ur itou pravd podobností danou sou tem procentuelních bod (obr. 7).

Session004 : Scan008 (review)

Mixture	97%
2-Propanol	59%
Methanol	38%

The measured data can not be adequately described by a single library item, but a mixture of the above items accounts for 97% of the measured Raman data. Values shown are the amount of Raman data that can be described by each item.

ARM 12/19/05 5:59PM

Obrázek . 7 ó Pozitivní identifikace sm si

- **šNo match foundõ** ó nebyla nalezena fládná shoda se spektry ulofnými v knihovn p ístroje = látka nebyla identifikována (obr. 8). V n kterých p ípadech m fle být na obrazovce zobrazena látka s podobným spektrem v knihovn p ístroje.

Session003 : Scan001 (review)

No match found

No similar materials found

No match was found in the library. Contact Ahura Support Services at 800-374-1992 for spectral analysis assistance.

ARM 5/23/05 10:53PM

Obrázek . 8 ó Negativní identifikace

Pro porovnání výsledků identifikace neznámých látek byla použita data z měření provedených v období 12. 7. 2007 až 6. 8. 2007 v jednom z nelegálních skladů, které byly objeveny bezpečnostními složkami ve Východních Čechách. Pomocí Ramanova spektrometru First Defender byla prováděna identifikace neznámých látek, které byly postupně odebírány z neoznačených nádob (obr. 9). Byly to látky v pevném nebo kapalném skupenství, u kterých byla empiricky předpokládána možnost změny Ramanova spektra, tzn. šlo o látky, které by zcela zjevně nebylo možné změnit o prášky tmavé nebo černé barvy, fluorescentní kapaliny apod.

Výsledky analýz neznámých látek jsou zpracovány v tabulce 2. Ukázky vybraných protokolů identifikace látek nalezených v nelegálním skladu jsou uvedeny v příloze 2.



Obrázek 9. Sklad neznámých látek

Tabulka . 2

íslo m ení	Datum m ení	Zp sob m ení	Výkon laseru	Výsledek m ení	Identifikovaná látka	CAS	Poznámka
1	12.7.2007	Point	High	No Match			
2	12.7.2007	Point	High	No Match			
3	12.7.2007	Vial	High	No Match			
4	12.7.2007	Vial	High	No Match			
5	12.7.2007	Vial	High	No Match			
6	12.7.2007	Vial	High	No Match			
7	12.7.2007	Vial	High	No Match			
8	12.7.2007	Vial	High	No Match			
9	12.7.2007	Vial	Med	No Match			fluorescence
10	12.7.2007	Vial	High	No Match			
11	12.7.2007	Vial	High	No Match			
12	12.7.2007	Point	High	No Match			
13	12.7.2007	Vial	High	No Match			
14	12.7.2007	Point	High	No Match			
15	12.7.2007	Vial	High	No Match			
16	12.7.2007	Point	High	No Match			
17	12.7.2007	Vial	High	Positive	Síran ho e natý heptahydrát	10034-99-8	
18	12.7.2007	Point	High	No Match			
19	12.7.2007	Vial	High	Mixture	Downtherm A 77%, Malathion 7%		
20	12.7.2007	Vial	Med	Positive	Kyselina octová	64-19-7	
21	12.7.2007	Vial	High	No Match			
22	12.7.2007	Vial	High	Mixture	Chlore nan olovnatý+kyselina chlore ná 73%		
23	12.7.2007	Vial	High	No Match			
24	12.7.2007	Vial	High	No Match			barva
25	12.7.2007	Vial	High	No Match			
26	12.7.2007	Vial	High	No Match			
27	12.7.2007	Vial	High	No Match			
28	12.7.2007	Vial	High	No Match			
29	12.7.2007	Vial	High	No Match			
30	12.7.2007	Vial	High	Positive	Tetrahydrothiofen	110-01-0	
31	12.7.2007	Vial	High	No Match			barva
32	12.7.2007	Vial	High	No Match			
33	12.7.2007	Point	High	Positive	Formaldehyd	50-00-0	
34	12.7.2007	Vial	High	No Match			barva
35	12.7.2007	Vial	High	No Match			barva
36	12.7.2007	Vial	High	No Match			
37	12.7.2007	Vial	High	No Match			
38	12.7.2007	Vial	High	No Match			
39	12.7.2007	Vial	High	No Match			barva
40	12.7.2007	Vial	High	No Match			barva
41	12.7.2007	Vial	High	No Match			barva
42	12.7.2007	Vial	High	No Match			barva
43	12.7.2007	Vial	High	No Match			barva
44	12.7.2007	Vial	High	No Match			barva
45	12.7.2007	Vial	High	Positive	Dichroman draselný	7778-50-9	
46	12.7.2007	Vial	High	No Match			

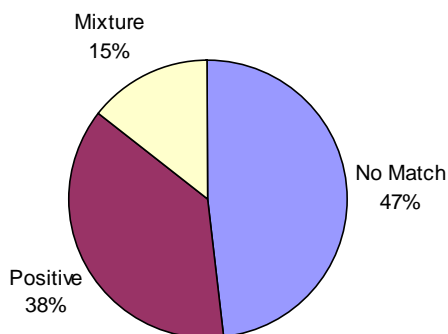
					No Match			
48	12.7.2007	Vial	High	Mixture	Chlore nan olovnatý+kyselina chlore ná 57%			
49	12.7.2007	Vial	High	Positive	Octan rubidný 57%			
50	12.7.2007	Vial	High	Positive	Octan rubidný 69%			
51	12.7.2007	Vial	High	Positive	1,1,1-Trichlorethane	71-55-6		
52	12.7.2007	Vial	High	Positive	Kyselina fosfore ná	7664-38-2		
53	12.7.2007	Vial	High	No Match				
54	12.7.2007	Vial	High	Positive	Kyselina mraven í	64-18-6		barva
55	12.7.2007	Vial	High	No Match				barva
56	12.7.2007	Vial	High	No Match				barva
57	12.7.2007	Vial	High	No Match				
58	12.7.2007	Vial	High	No Match				
59	12.7.2007	Vial	High	No Match				barva
60	12.7.2007	Vial	High	No Match				
61	12.7.2007	Vial	High	No Match				
62	12.7.2007	Vial	High	No Match				barva
63	12.7.2007	Vial	High	No Match				
64	12.7.2007	Vial	High	No Match				
65	12.7.2007	Vial	High	No Match				
66	12.7.2007	Vial	High	No Match				
67	12.7.2007	Vial	High	No Match				
68	12.7.2007	Vial	High	No Match				
69	12.7.2007	Vial	High	No Match				
70	12.7.2007	Vial	High	No Match				
71	12.7.2007	Vial	High	No Match				
72	12.7.2007	Vial	High	Positive	Kyselina ftalová	88-99-3		
73	12.7.2007	Vial	High	Positive	Kyselina adipová	124-04-9		
74	12.7.2007	Vial	High	No Match				
75	12.7.2007	Vial	High	No Match				
76	12.7.2007	Vial	High	No Match				
77	12.7.2007	Vial	High	No Match				
78	12.7.2007	Vial	High	No Match				
79	12.7.2007	Vial	High	No Match				
80	12.7.2007	Vial	High	No Match				
81	12.7.2007	Vial	High	No Match				
82	16.7.2007	Vial	High	Positive	Dichroman draselný	7778-50-9		
83	17.7.2007	Vial	High	Mixture	Síran sodný+benzen+detergent 69%			
84	18.7.2007	Vial	Med	Positive	Síran ho e natý heptahydrát	10034-99-8		
85	18.7.2007	Vial	High	Positive	Dichroman draselný	7778-50-9		
86	18.7.2007	Vial	High	Positive	Triethanolamine	102-71-6		
87	18.7.2007	Vial	Med	Positive	Diethylether	60-29-7		
88	18.7.2007	Vial	High	Positive	Uhli ítan barnatý	513-77-9		
89	18.7.2007	Vial	High	Positive	Dusi nan sodný	7631-99-4		
90	18.7.2007	Vial	Med	Positive	Dusi nan draselný 82%			
91	18.7.2007	Vial	Med	Positive	Dusitan sodný	7632-00-0		
92	18.7.2007	Vial	High	Positive	Dichroman draselný	7778-50-9		
93	18.7.2007	Vial	High	Positive	Polyvinylchlorid	9002-86-2		
94	18.7.2007	Vial	High	Mixture	Dusi nan sodný+dusi nan litný 65%			
95	18.7.2007	Vial	Med	Positive	Dusitan sodný	7632-00-0		
96	18.7.2007	Vial	Med	Positive	Citronan sodný	6132-04-3		
97	18.7.2007	Vial	High	Positive	Uhli ítan vápenatý	471-34-1		

99	19.7.2007	Vial	Med	Positive	Formamid	75-12-7	
100	19.7.2007	Vial	Low	Positive	Kyselina boritá	10043-35-3	
101	19.7.2007	Vial	Low	Positive	Diethylether	60-29-7	
102	19.7.2007	Vial	High	Positive	Octan olovnatý trihydrát	6080-56-4	
103	23.7.2007	Vial	Med	Positive	Si i itan sodný	7757-83-7	
104	23.7.2007	Vial	High	Positive	Octan olovnatý 72%		
105	23.7.2007	Vial	High	Positive	Kyselina dusi ná 11%, fluorid olovnatý 6%		
106	23.7.2007	Vial	High	Mixture	Chlorid antimony 63%, acetylbromid 10%		
107	23.7.2007	Vial	High	Positive	Oxid olovnatý		
108	23.7.2007	Vial	High	Positive	Chlorid amonný	12125-02-9	
109	23.7.2007	Vial	Med	Positive	Ethylendiamintetraoctan sodný dihydrát	6381-92-6	
110	23.7.2007	Vial	Med	Positive	Síra	7704-34-9	
111	23.7.2007	Vial	High	Positive	Síra	7704-34-9	
112	23.7.2007	Vial	High	Positive	Chlorid amonný	12125-02-9	
113	23.7.2007	Vial	Med	Positive	Chlorid amonný	12125-02-9	
114	23.7.2007	Vial	Med	Mixture	Dusi nan st íbrný 78%, dusi nan lanthanitý 10%		
115	24.7.2007	Vial	High	No Match			
116	24.7.2007	Vial	Med	Mixture	Dusi nan draselný+dusi nan cesný 78%		
117	24.7.2007	Vial	Med	Positive	Chloroform	67-66-3	
118	24.7.2007	Vial	High	Positive	Síra	7704-34-9	
119	24.7.2007	Vial	Med	No Match			
120	24.7.2007	Vial	Med	Mixture	Palmitoyl chlorid+Myristoyl chlorid 66%		
121	24.7.2007	Vial	Med	Mixture	Kyselina octová 80%, dimethylamonium chlorid 9%		
122	24.7.2007	Vial	Med	Mixture	Kyselina octová 60%, methylcyklopentan 15%		
123	25.7.2007	Vial	Med	Positive	Igepal CO-210	27176-93-8	
124	25.7.2007	Vial	Med	Positive	Triethanolamin	102-71-6	
125	25.7.2007	Vial	Med	Positive	Kyselina octová	64-19-7	
126	25.7.2007	Vial	High	Mixture	Tetraethylene glycol dimethyl ether 83%, pentaethylen glycol		
127	25.7.2007	Vial	High	Mixture	Dusitan sodný 44%, dusi nan sodný+dusi nan litný 40%		
128	26.7.2007	Vial	Med	Positive	1,2 propandiol	57-55-6	
129	26.7.2007	Vial	Med	Mixture	Dusi nan lanthanitý+dusi nan galitý 57%		
130	26.7.2007	Vial	Med	Mixture	Síran ho e natý 65%, síran zine natý 2%		
131	26.7.2007	Vial	Med	Positive	1,2 propandiol	57-55-6	
132	26.7.2007	Vial	Med	Mixture	Síran ho e natý 79%, síran zine natý 1%		
133	26.7.2007	Vial	High	Mixture	Síran ho e natý 64%, síran zine natý 27%		
134	26.7.2007	Vial	Med	No Match			
135	1.8.2007	Vial	High	Mixture	Chlore nan olovnatý trihydrát+kys. chlore ná 81%		
136	1.8.2007	Vial	High	Mixture	Trifluorooctan thalitý 70%, 2-amino-5-bromo pyridin 2%		
137	1.8.2007	Vial	High	Positive	Chlorid amonný	12125-02-9	
138	1.8.2007	Vial	Med	Positive	Mo ovina	57-13-6	
139	1.8.2007	Vial	Low	Positive	3-nitrobenzensulfonan sodný	127-68-4	
140	1.8.2007	Vial	High	Mixture	Dimethyldioctadecylammonium chlorid 59%		
141	6.8.2007	Vial	Low	Positive	Kys. chlore ná 48%, chlore nan olovnatý 42%		
142	6.8.2007	Vial	Med	Positive	Dusi nan sodný	7631-99-4	
143	6.8.2007	Vial	Med	Positive	Glukonolakton	90-80-2	
144	6.8.2007	Vial	High	Positive	Kyselina mraven í	64-18-6	
145	6.8.2007	Vial	Med	Mixture	Kyselina mraven í 80%, Ethyl-formiát 9%		

Výsledkem terénních analýz neznámých látek provedených v nelegálním skladu jsou následující graficky zpracované údaje, které podhalují možnosti využití přenosného přístroje First Defender využívajícím Ramanovy (disperzní) spektrometrie.

Při dodržení všech obecných zásad bezpečné manipulace s neznámou látkou, bylo provedeno měření Ramanova spektra u 144 neznámých vzorků kapalných a pevných látek. Výsledkem byly pozitivní identifikace látek u 54 měřených vzorků, tj. ve 38%. Ve 21 případech bylo naměřeno Ramanovo spektrum přístrojem s látkou, resp. více spektrům uloženým v knihovně přístroje. U těchto 15% případů bylo možné považovat identifikaci látky pouze za orientační výsledek, ovšem s možností vybrat z nějakého omezeného okruhu látek tu s nejvyšší nebezpečností a podle toho volit další postupy nakládání s neznámou látkou. U 69 měřených vzorků nebylo možné nalézt shodu mezi měřeným Ramanovým spektrem neznámé látky a spektry látek uloženými v knihovně přístroje. Výsledky měření všech látek, u kterých byla provedena identifikace Ramanovým spektrometrem First Ahura jsou uvedeny v grafu 1.

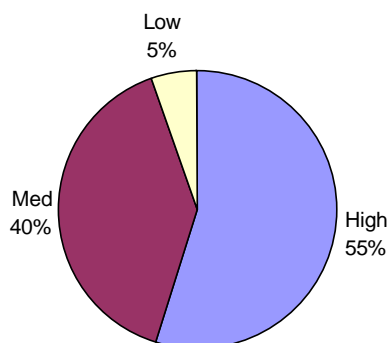
Výsledky identifikace neznámých látek



Graf 1

V dalším porovnávání výsledk identifikace neznámých látek bylo využito možnosti přístroje provést manuální nastavení různých úrovní výkonu zdroje excitujícího záření, tj. různých výkonů laseru. Při samotném měření bylo v souladu se zásadami bezpečnosti práce prováděno snímání Ramanova spektra postupným zvyšováním výkonu laseru. Nejnižší výkon laseru stačil k pozitivní identifikaci u 5 % měřených vzorků. Ve 40 % měření byl získán pozitivní výsledek nastavením střední hodnoty výkonu a u 55% pozitivních identifikací bylo nutné použít maximální výkon zdroje excitujícího záření jak je uvedeno v grafu 2.

Výkon zdroje excitujícího záření



Graf 2

Jak již bylo popsáno výše přístroj First Defender umožnil ujet měřit neznámou látku externě, tj. přes obal nebo rozprostřenou na ploše, bez nutnosti přímého kontaktu osoby provádějící měření s neznámou látkou. Tato možnost byla považována za velmi výhodnou, avšak v praxi poskytlo toto měření pozitivní výsledek pouze v jediném případě. Svoji negativní roli v tomto porovnávání výsledků měření jistě sehrává významný fakt, že většina nalezených neznámých látek byla uložena v obalech z tmavého silného skla nebo plastu. V těchto případech bylo po negativních zkušenostech při testování spektrometru automaticky prováděno provedení vzorku do vialky a následné měření Ramanova spektra v interním prostoru přístroje.

5 Záv r

Moderní technologie, známé v d ív j ích letech pouze z výzkumných úkol v kosmických a zbrojních programech, stále ast ji pronikají do b flného flivota. S postupujícím rozvojem v dy a techniky se bohuflél také roz í uje snaha n kterých skupin o zneuffití chemických látek ve prosp ch úzkého okruhu osob, jejichfl cílem je ovládat okolí í ením strachu, nap tí a paniky. Úkolem bezpe nostních sbor je t mto útok m na samu podstatu lidské spole nosti elit a dokázat vyuffit k ú inné obran ve keré prost edky, které jim sou asná v da poskytuje. Vyuffití Ramanovy (disperzní) spektrometrie v terénní analýze neznámých látek poskytuje výsledky, které by je t p ed n kolika lety byly naprosto neuskute nitelné. Touto metodou lze s minimáln padesátiprocentní úsp ností ur it neznámou látku p ímo v terénu, b hem n kolika sekund afl minut, a na základ t chto výsledk rozhodovat o dal ích opat eních, asto spojených s evakuací velkého po tu osob z ve ejných prostor, s následky na psychiku v ech zú astn ných a nemalé ekonomické ztráty.

Ve své bakalá ské práci jsem se pokusil shrnout výsledky m ení neznámých látek pomocí novinky v instrumentální analýze ó p enosného Ramanova (disperzního) spektrometru. V dob m ení v nelegálním skladu byl pouffit p ístroj (jeden z prvních v eské republice) vybaveným knihovnou s p iblífln 4 600 spektry a p esto byla výsledkem m ení bezpe ná identifikace 38% vzork chemických látek a 15% sm sí. Jestliffe dnes ítá knihovna stejného p ístroje více nefl 7 600 Ramanových spekter lze p edpokládat, fle významn vzroste i úsp nost pozitivního výsledku identifikace, samoz ejm s ohledem na limity metody. Vzhledem ke skute nosti, fle nebylo moflné nalézt v literatu e fládná relevantní data o úsp nosti m ení neznámých látek p ímo v terénu pomocí Ramanovy spektrometrie, pokusil jsem se tento neznámý prostor zmapovat a své zku enosti s vyuffitím této instrumentální metody popsat touto bakalá skou prací.

- [1] TA, F., POPL, M. a kol. Instrumentální analýza. Praha: SNTL, 1986. 294 stran. ISBN 04-601-86.
- [2] MAT JKA, P. Ramanova spektrometrie. Dostupné dne 10. 1. 2009 na <http://www.vscht.cz/anl/matejka/i/ACH-09Ramanfluo.pdf>
- [3] OTYEPKOVÁ, E. IR/Raman. Dostupné dne 23. 2. 2009 na http://fch.upol.cz/skripta/zfcm_pred/4_ir_raman.pdf
- [4] AHURA SCIENTIFIC, First Defender Handheld Raman for unknown chemical identifikation, Ahura Scientific Inc., Wilmington, Brochure FDBR 01. Dostupné dne 22. 8. 2008 na http://www.ahurascientific.com/download/pdf/FDBR01_FirstDefender_Datasheet.pdf
- [5] First Defender Chemical ID System. Dostupné dne 15. 5. 2007 na <http://www.photonics.com/Content/ReadArticle.aspx?ArticleID=28619>
- [6] APOUN, T., MAT JKA, J. Raman v spektrometr, časopis 112, číslo 2, ročník 2007. Dostupné dne 21. 6. 2007 na <http://aplikace.mvcr.cz/archiv2008/casopisy/112/2007/unor/capoun.html>
- [7] BOLDITMP. Bibliografické citace dokument podle SN ISO 690 a SN ISO 690-2: část 1 - Citace: metodika a obecná pravidla. Verze 3.3. [online]. Dostupné dne 11. 1. 2009 na <http://www.boldis.cz/citace/citace1.pdf>
- [8] ECO, U. Jak napsat diplomovou práci. Olomouc : Votobia, 1997. 271 s. ISBN 80-7198-173-7.
- [9] HENDL, J., BLAHUTMP. Metodologie závěrečné práce. [cit. 30.9.2007]. Dostupné dne 17. 10.2008 na <http://www.ftvs.cuni.cz/hendl/>.



*Your complimentary
use period has ended.
Thank you for using
PDF Complete.*

[Click Here to upgrade to
Unlimited Pages and Expanded Features](#)

[10] BLAHUTM, P. K systémovému pojetí statistických metod v metodologii empirického výzkumu. Praha : Karolinum, 1996. 224 s. ISBN 80-7184-100-5.

[11] HENDL, J. Úvod do kvalitativního výzkumu. Praha: Karolinum, 1999. 278 stran. ISBN 80-246-0030-7.

[12] VOHLÍDAL, J., TMTULÍK, K., JULÁK, A. Chemické a analytické tabulky. 1. vyd. Praha : Grada Publishing, 1999. ISBN 80-7169-855-5

dekonta

Libor Bohdanecký
HZS Královéhradeckého kraje
nář. U Přívozu 122/4
500 03 Hradec Králové

V Praze dne 22.5.2009

Věc: Souhlas s využitím materiálu pro zpracování bakalářské práce

Společnost DEKONTA, a.s. se sídlem Dřetovice 109, 273 42 Stehelčevy, IČO: 25006096 souhlasí s využitím pořízených protokolů a vypracovaných analýz Ramanovým spektrometrem firmy AHURA Corp. z nelegálního skladu ve Chvaleticích v roce 2007 pro vypracování neveřejné bakalářské práce Libora Bohdaneckého. Bakalářská práce „Využití Ramanovy spektrometrie při terénních analýzách neznámých látek“ je zpracována na Univerzitě Pardubice, obor chemie a technická chemie.

S Pozdravem

dekonta ¹³
a.s.
Dřetovice 109, 273 42 Stehelčevy
CZ 25006096

Mgr. Karel Petrželka
Generální ředitel

Sídlo společnosti:
DEKONTA, a.s.
Dřetovice 109
273 42 Stehelčevy

Kontaktní adresa:
DEKONTA, a.s.
Volutová 2523
158 00 Praha 5

Tel.: 235 522 252-3
Fax: 235 522 254
info@dekonta.cz
www.dekonta.cz

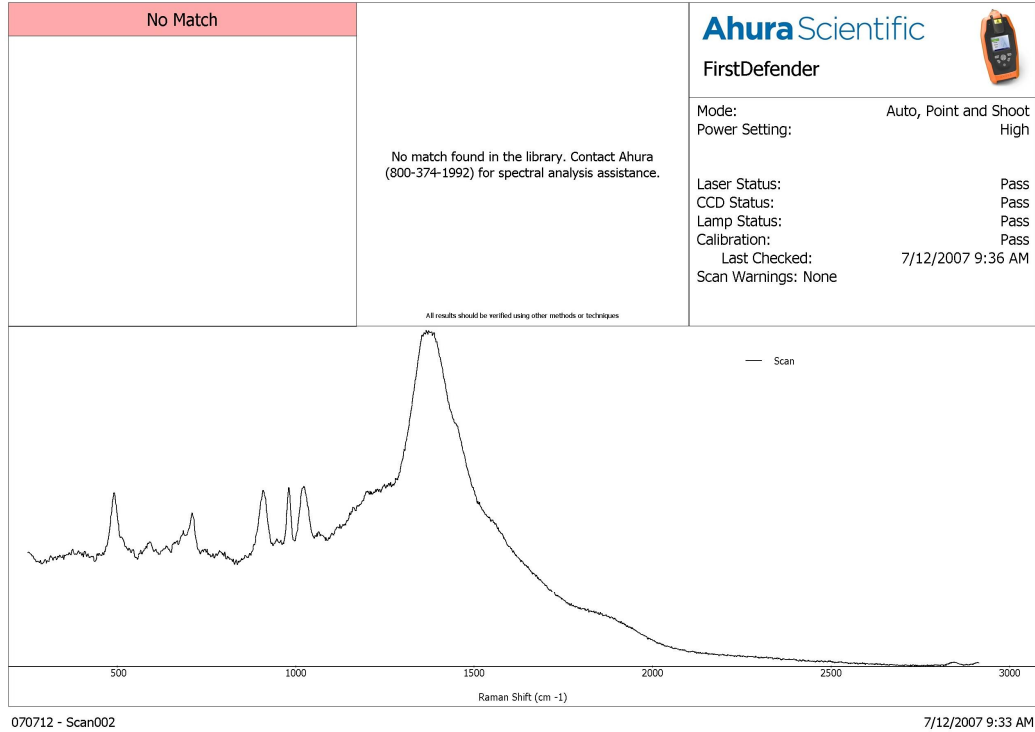
IČO: 25006096, DIČ: CZ25006096
OR: MŠ v Praze, odd. B, vložka 12280
bank. spojení: KB Praha 5
č.ú. 1452190217/0100

Osvědčení:
ISO 9001
TSO 14001
OHSAS 18001
Responsible Care



ly identifikace neznámé látky

M ení . 2



M ení . 51

