

Univerzita Karlova, Přírodovědecká fakulta
Ústav geochemie, mineralogie a nerostných zdrojů

Charles University, Faculty of Science

Institute of Geochemistry, Mineralogy and Mineral Resources

Studijní program: Aplikovaná geologie

Study programme: Applied Geology



RNDr. Marek Kotrlý

Autoreferát disertační práce/PhD thesis summary

Aplikovaná mineralogie ve forenzní oblasti

Applied mineralogy the forensic science field

Vedoucí práce:

RNDr. Dobroslav Matějka, CSc.

Praha, 2019

SHRNUTÍ

Aplikovaná mineralogie má nečekaně široké uplatnění ve forenzní oblasti. Jde jednak přímo o mineralogické fáze, které se objevují v celé řadě materiálů a stop, ale o postupy mineralogické analýzy, které jsou často využívány pro mikroanalýzy v oblasti tzv. mikrostop. Jedná se zejména o oblasti: rozbor a komparace pedologických stop (reliktů zemin) a dalších minerálních fází, nerostné fáze pigmentů - komplexní analýza barevné vrstvy (automobilové laky, nátěrové systémy nástrojů, uměleckých předmětů, atd.), gemologické objekty a další vysoce hodnotné komodity, anorganické mikrofáze povýbucho- vých zplodin, výbušnin a pyrotechnických složí, degradované biologické a antropologické stopy, analýzy skel a jejich inkluzí, anorganická plniva (plasty, polymery, papírenské produkty, farmaceutické a kosmetické produkty, apod., včetně jejich padělků a např. i analýzy narkotik), ohnivzdorné a bezpečnostní výplně trezorů, analýzy vláken (materiály pro jejich zušlechťování), stavební materiály (jak prokazování podvodů, tak i komparace mikročástic, nečistot, otěrů, apod.), „neznámé“ vzorky a látky (v nejširším pojetí, včetně látek doprovázejících vyděračské dopisy), apod.

Pro účely této práce byly vybrány 4 významné oblasti forenzní mikroanalýzy, kde se aplikovaná mineralogie uplatňuje a které podle názoru autora poměrně dobře charakterizují širší, ale současně i heterogenitu této oblasti. Jedná se o analýzu a komparace pedologických stop, analýzu povýbucho- vých zplodin, analýzu pigmentů uměleckých předmětů, resp. komplexní analýzu barevné vrstvy a implementace technik rentgenstrukturní práškové mikrodifrakce, které se uplatňují při celé řadě analýz, nejen ve výše uvedených oblastech.

Rentgenstrukturní prášková difrakce a mikrodifrakce

Rentgenstrukturní analýza má ve forenzní oblasti poměrně významnou a nezastupitelnou roli.

Autorem této práce byla navržena souprava pro justaci, kontrolu a centraci analyzované plochy. Optický adaptér byl vyroben společností Laboratory Imaging a zaveden do praxe.

Byla testována velikosti kroku a akviziční čas pro různé konfigurace systému. Odrazová geometrie s divergenčními clonami - kroky větší než $0,0334^\circ$ 2theta neposkytují potřebné rozlišení, je při kroku $0,0334^\circ$ dosaženo požadovaného rozdělení difrakčních maxim. Jako optimální se jeví, s ohledem na rozlišení, použití kroku $0,0167^\circ$. Byl testován parametr času na jeden krok s velikostí kroku $0,0167^\circ$. Doba expozice v jednotlivém kroku se při délce nad 50s nemá vliv na relativní intenzity a separace záznamu. Relativně slušné výsledky poskytují i časy kratší, zde ovšem již nejslabší difrakce zanikají v šumu pozadí. Při čase kroku 50s vychází celková doba expozice u záznamu v rozsahu $5 - 80^\circ$ a kroku $0,0167^\circ$ na 30 minut, což lze považovat za přiměřené. V případě časové tísně lze pro rychlou identifikaci zvolit i časy kratší.

Odrazová geometrie s kolimátorem - orientační data lze nasnímat již při akvizičním čase 20s/krok. Velmi dobrá separace linií nastává při čase od 100s výše, nejslabší difrakce se objevují od 200s, čas 1000s je již příliš dlouhý. Za prvou použitelnou velikost kroku lze považovat $0,0501^\circ$, nejslabší difrakce se objevují spolehlivě od velikosti $0,0167^\circ$, krok jemnější než $0,00836^\circ$ se jeví jako zbytečný. Při čase kroku 50/100/200s vychází celková doba expozice u záznamu v rozsahu $5 - 80^\circ$ a kroku $0,0167^\circ$ na 30/60/121 minut, což lze ještě považovat za přiměřené, zejména bereme-li kolimátor jako náhradu mikrodifrakce pro větší plochy. V případě časové tísně lze pro rychlou identifikaci zvolit i časy kratší.

Odrazová geometrie – mikrodifrakce – ani extrémní délky času načítání nevedou k získání výrazněji kvalitnějších dat. Jako únosný kompromis se jeví časy okolo 2000 s/krok. Časy kratší jsou již zašuměné. Jako dostatečný se jeví krok $0,0167^\circ$, pro který při výše zjištěném čase okolo 2000 s vycházejí expoziční doby do 24 hodin a signál má dostatečný odstup od šumu.

Dále byla testována dlouhodobá reprodukovatelnost měření, detekčních limity fázové analýzy a vhodnosti jednotlivých instrumentací pro organické fáze, zejména s ohledem na rozlišení isomerů u tzv. nových syntetických drog. Byly také testovány možnosti výpočtu velikostí nanočástic, resp. monokrystalových domén a výsledky komparovány s daty získanými obrazovou analýzou na snímcích HRTEM, FESEM a TESEM.

Mikrodifrakce byla také použita při komplexní fázové analýze barevných vrstev oltáře v kapli hradu Křivoklát (datované 1480–1490). S její pomocí byly prokázána přítomnost zrn ryzího Bi v materiálu barevné vrstvy.

Forenzní analýza zeminových fází

Forenzní analýza zemin se v české kriminalistické a znalecké praxi používá od 70. let minulého století, původně byla prováděna poměrně jednoduše, jen na základě prosté chemické analýzy, bez jakékoliv detailní komparace na úrovni jednotlivých zrn. Autorem této práce byl postupně zaveden komplexní systém, který zpracovává všechny dosažitelné informace o zemině, včetně biologických analýz (rostlinných a živočišných fragmentů, schránky půdních mikroorganismů, pylová zrna, apod.) a antropogenních reliktů (stavební hmoty, skla, struska, apod.). Postupně byly zavedeny detailní mineralogická a rentgenstrukturní fázová mikroanalýza a celý systém dostal základ současné podoby. Ročně je v Kriminalistickém ústavu (KU) zpracováváno 30 – 60 případů a to v nejzávažnějších kauzách násilné trestné činnosti, trestné činnosti některých skupin mládeže, apod. Řada posudků sloužila jako stěžejní důkaz u soudu.

V kriminalistické praxi se při požadavcích na zpracování pedologických stop setkáváme zpravidla se dvěma základními typy úloh. Jedná se buď o klasické komparace, kdy jsou sporné zeminové fáze porovnávány s odebranými srovnávacími vzorky pro potvrzení místa trestného činu, trasy vozidla, apod. Nebo je požadováno tipování neznámého místa, kde ke kontaminaci zeminou mohlo dojít. V obou případech se jedná se o komplexní analýzy, při kterých je samostatně zkoumána organická složka vzorků, případně antropogenní kontaminace a vlastní nerostný materiál. Pro minerální fáze jsou využívány metody mineralogického a petrologického rozboru. V průběhu analýzy jsou odděleny jílové frakce, minerální zrna a horninové fragmenty, a jejich analýzy probíhají samostatně.

Několik let jsou také využívány datové zdroje, které poskytují geografické informační systémy (GIS). Pro komplexní posouzení všech aspektů je obvykle potřebná informace o terénní morfologii lokality, jak u srovnávacích materiálů, tak i stop. Kromě topografických podkladů se využívají geologické a pedologické mapy. Využití těchto datových zdrojů je nezbytné zejména při tipování možného původu neznámého vzorku zeminy.

Pro území České republiky jsou používány např. topografické podklady Českého úřadu zeměměřičského a katastrálního, Geoportálu veřejné správy a dalších mapových serverů. Geologická data jsou získávána zejména z datových zdrojů České geologické služby (ČGS). Pro lepší vizualizaci 3D morfologie zpracovávané lokality se aktuálně osvědčuje modul Google EARTH.

Stávající systém je náročný na znalosti a praxi znalce. Vyžaduje poměrně precizní zkušenosti z oblasti optické mikroskopie a rentgenové práškové difrakce, zejména při zpracování kontaminovaných vzorků, nebo malém množství dostupné stopy.

Do oblasti zpracování pedologických stop je aktuálně zaváděn autorem systém automatické mineralogické analýzy. Systémy jsou postaveny na upravených elektronových mikroskopech, které jsou vybaveny 2, či 4 EDS detektory. Systémy nabízí minimálně 2 velcí světoví výrobci SEM a uplatnění nacházejí převážně v těžebním průmyslu. Princip systému je poměrně jednoduchý. Vzorek ve formě nábrusu horniny, vrtného jádra, či zalitých zrn je vložen do speciálního držáku. Plocha vzorku (obvykle 25 mm, ale může být i jiná) je rozdělena na kvadranty, ze kterých je bod po bodu snímán a vyhodnocován jednak signál BSE, jednak spektrum EDS. Dva až čtyři detektory EDS jsou ve standardním postupu využívány zejména pro vyšší zisk signálu. Automatická klasifikace minerálních fází je provedena na základě získaných dat s využitím databáze výrobce, či uživatele. Systémy jsou určeny pro zpracování rovinných vzorků. Tento postu ale není příliš vhodný pro forenzní analýzu zemin. Jednak příprava nábrusů představuje určitou časovou dotaci, jednak by vyžadovala rozdělení vzorku na jednotlivé zrnitostní frakce a teprve z nich přípravu nábrusů, při broušení nábrusu z rozdílných velikostí zrn se ztratí i podstatná část informace. Z tohoto důvodu byly provedeny experimenty v rámci společného projektu KU a společnosti Tescan (VG20102015065), které měly vést k možnosti přímé analýzy zrn s topografickým povrchem.

Testy započaly se syntetickými vzorky známých minerálních fází, které byly umísťovány do definovaných pozic, následovalo hledání optimálních parametrů analýzy a geometrie nastavení celého systému. Komplexní úpravy celého SW vedly k vytvoření software FTIMA a celý systém byl dále testován na

reálných vzorcích. Práce vyústily v patentovou přihlášku, která byla Úřadem průmyslového vlastnictví přijata a byl v rámci projektu VG20102015065 udělen patent č. 303228.

Finální testování nového SW, změn všech parametrů a klasifikačních databází bylo provedeno na reálných vzorcích zemin ze severních, středních a jižních Čech a okolí Brna. Byly provedeny testy reprodukovatelnosti měření, kdy byl opakovaně analyzován identický soubor navzorkovaných zrn, dále týž vzorek snímaný vždy s otočením o 15st a dále opakovaně navzorkovávané soubory zrn z identického místa odběru. Tyto experimenty byly prováděny opakovaně. Byla prokázána velmi dobrá reprodukovatelnost i přesnost měření. Další analýzy byly provedeny na vzorcích z různých míst s odběry ve vzdálenostech v metrech, desítkách a stovkách metrů od sebe, které simulovaly reálné odběry komparačních vzorků, např. pro prokázání místa činu. Například vzorkování v jižních Čechách bylo provedeno na relativně velmi mineralogicky podobných podložních horninách - amphibol-biotitický granodiorit, biotitický migmatit a biotitické ortoruly. Experiment ukázal, že rozdíly zjistitelné systémem mineralogické analýzy lze prokázat i ve vzorcích, které byly odebrány 15m od sebe. Obě místa se liší vegetací (louka, okraj lesa) a expozicí. Na zjištěný mineralogický obsah má kromě podložních hornin také zásadní vliv vegetační pokryv a zvětrávací procesy v půdě probíhající.

Automatická analýza nemá nahradit celý komplexní systém forenzní analýzy zemin, ale je jeho vhodným doplněním.

Forenzní analýza povýbuchových zplodin a reziduí

Analýza výbušnin, povýbuchových zplodin a reziduí je relativně častou úlohou forenzních laboratoří. Pokud se jedná o analýzu vzorku výbušniny před dějem výbuchu, je situace obvykle snadná, protože jde většinou o relativně čistou fázi, či směs několika fází. Veškeré analýzy je potřebné provádět s maximální opatrností a minimálním potřebným množstvím látky, protože často se lze setkat s velmi brisantními traskavinami typu fulminátů, acetonperoxidů, azidů, apod. Obtížnější situace je při analýze povýbuchových zplodin a reziduí. Na povýbuchové scéně vzniká směs celé řady látek a kontaminantů a může být poměrně obtížné prokázat ve směsném vzorku relikty výbušniny, které ve výsledku mohou ležet hluboko pod mezí detekce dané metody. Je proto velmi důležitý jak samotný odběr vzorků na povýbuchové scéně k analýze, tak i další příprava vzorků pro analýzu, případné koncentrační a separační postupy, apod. V předchozích letech autor této práce prováděl celou řadu studií zaměřených na tato témata. V současné době k tomu ještě přistupuje v celosvětovém měřítku zvýšené riziko teroristických útoků a přípravy improvizovaných výbušnin. Nestandardní a podomácku vyráběné výbušniny představují vždy určité riziko, vzhledem ke své prakticky neomezené variabilitě, jak ve složení, tak i v konstrukci výbušných předmětů.

Pro vyhledávání reliktní pomoci technik SEM je klíčová informace o velikosti a morfologii částic. Proto tomuto tématu byla věnována značná pozornost. Na záchytných terčích pokusných odpalů i na reálných vzorcích ze znalecké praxe KU byly zjišťovány morfologické a rozměrové parametry. Velikost částic prokazatelných reziduí a povýbuchových zplodin kvantifikována při zvětšení 500 - 8000x. Měření bylo prováděno na elektronovém rastrovacím mikroskopu. Olep nosiče stopy na speciální terčik pro elektronovou mikroskopii představuje optimální zajištění pro anorganickou analýzu. Kapacita plochy terčiku průměru 12 mm se v závislosti na zrnitosti pohybuje mezi cca 0,1 – 0,01 g a je pro postupy elektronové mikroskopie více než dostatečná. Byla sledována akumulací kapacita terčiku pro zrnitost částic nad a pod 0,05 mm. Pro částice pod 0,05 mm je výtěžnost nad 80% pro hmotnosti do 0,05 g a poté strmě klesá. Pro zrnitost nad 0,05 mm je dobrá výtěžnost pro hmotnosti do 0,075 g (nad 80%) a poté strmě klesá. Účinnost byla testována s vytříděnými frakcemi látek různé morfologie a složení, pro dvojitou kontrolu vytřídění frakcí byla použita laserová granulometrie a obrazová analýza, pro kterou bylo nasnímáno pomocí SEM min. 5 tis. částic. Data byla využita i pro zjištění dalších morfologických parametrů. Stupeň zaoblení částic povýbuchových reliktní je velmi vysoký, nejvyšší četnosti dosahují třídy 0,7/0,8/0,9 a 1 (1 je nejvyšší stupeň). Dále byly testovány suchý stěr celého povrchu nosiče vhodným substrátem a sejmutí povrchu upraveným vysavačem. ze separačních technik byly testovány odstředivá separace v proudu plynu, separace v proudu plynu v kapiláře, separace pevné fáze přes kapalinu, elektrostatické separace a převod sejmutého materiálu do kapiláry a postupné vymytí rozpouštědly. Výsledky elektrostatické separace na reálných vzorcích jsou relativně nadějná a lze se domnívat,

že nasazení do znalecké praxe by při odběru povýbuchových zplodin bylo výhodné. Stávající experimentální uspořádání ale vyžaduje příliš velké množství materiálu. Pro rutinní nasazení by byla nutná miniaturizace a popř. další konstrukční úprava, která by umožňovala přímé spojení odsávacího zařízení se separátorem.

Pro široké rozmezí možných nestechiometrických poměrů těchto improvizovaných výbušnin byly také kalkulovány tzv. výbušninářské parametry, které dosud souhrnně neexistovaly.

Povýbuchová rezidua jsou charakterizována všemi dostupnými metodami, u částic, kde se v povrchové analýze projevuje nehomogenní složení, jsou prováděny řezy fokusovaným iontovým svazkem na systému SEM/FIB. Následně je prováděno prvkové mapování systémem EDS/WDS a jsou prováděny i mapy v Ramanově spektru analyzátořem vestaveným přímo do komory SEM (max. plocha mapy je 250x250 μm). Mapu lze skládat/překrývat se zobrazením v detektorech BSE/SE, prvkovými mapami, nebo zobrazením analyzované plochy ve viditelném záření.

Veškerá získaná instrumentální data, včetně kalkulovaných parametrů a detailů o provedených experimentálních odpalech jsou vkládána do speciálně naprogramované databázové aplikace, která bude přístupná pro speciální složky PČR a armády a je o ni zájem i ze strany zahraničních speciálních složek.

Komplexní analýza barevné vrstvy

Komplexní analýza barevné vrstvy představuje opět velmi širokou oblast, která zahrnuje nátěrové systémy nástrojů, barevné nátěry používané ve stavebnictví, automobilové laky, barevné vrstvy uměleckých předmětů (malby, plastiky, fresky, atd.) a řadu dalších nátěrových systémů, barev a laků. Předmětem studia autora této práce byly v posledních letech zejména barevné vrstvy malířských děl jako jedno ze zkoumání pro určování pravosti. Otázka padělků se stává stále aktuálnější.

Ke komplexnímu materiálovému průzkumu uměleckých děl se využívá možnosti získat maximum informací ze všech dostupných částí. Např. u maleb se provádí nejen celková analýza barevné vrstvy, ale i průzkum plátna, rámu, signatur apod. Komplexní metodika byla autorem této práce postupně v uplynulých letech zaváděna do znalecké praxe KU a sestává z těchto kroků:

- nedestruktivní multispektrální snímkování v oblastech UV, VIS, NIR a rentgenový průsvit, informace o možných podmalbách a přemalbách, tipování míst pro další zkoumání a přináší informace o stylu malby
- nedestruktivní analýzy mobilními zařízeními –především XRF a Ramanovy spektrometry, detailnější představa o stavbě barevné vrstvy
- odběr mikrovzorků, stále nezbytný pro detailní analýzu na úrovni jednotlivých zrn u každé vrstvy, u cenných pravděpodobných originálů vždy provádí autorizovaní restaurátoři
- příprava leštěného nábrusu (pro získání kolmého řezu vrstvami)
- metody optické polarizační mikroskopie v odraženém světle, fluorescence ve vybraných excitačních délkách viditelného spektra, UV a NIR, jak na úrovni jednotlivých vrstev, tak i jednotlivých zrn
- kvantitativní fázová mikroanalýza SEM EDS/WDS, katodová luminiscence, mikro XRF
- analýza na úrovni jednotlivých zrn pomocí Ramanovy spektrometrie v 5 vlnových délkách
- analýza FTIR jako komplementární metody
- prášková rentgenová mikrodifrakce
- analýza signatur autorů a případně dalších písemných, nebo tištěných projevů
- zkoumání plátna obrazu, analýza druhu použitých vláken, struktura, způsob vazby, analýza případných materiálů použitých pro umělé stažení plátna
- analýza rámu, mechanoskopické stopy po hřebíčcích v napínacím rámu, atd.

Ve spolupráci s NG prováděl KU materiálový průzkum barevných vrstev oltáře v kapli hradu Křivoklát (datované 1480–1490). Při tomto průzkumu byly pro prvotní analýzy použity nedestruktivní metody, ověření zjištění bylo dále prováděno na odebraných mikrovzorcích. Autor této práce prokázal výskyt zrn ryzího Bi, který se vyskytuje v některých přesně definovaných částech dekorace oltáře. Byly provedena analýza mikrofragmentu ze zájmové vrstvy pomocí SEM. Pro fázovou analýzu byla použita technika práškové rentgenstrukturní mikrodifrakce. Byla potvrzena přítomnost zrn ryzího Bi. Pro získání dalších informací byla použita technika ortogonálního TOF-SIMS FIB. Analýza byla provedena ve firemní

laboratoři společnosti Tescan, operátor Libor Sedláček, byla získána hmotnostní spektra a 3D mapa zrn Bi.

V oblasti analýzy barevné vrstvy je aktuálně autorem řešen projekt VI20172020050 ve spolupráci s NG, který se mimo jiné zabývá vytvořením zákaznického databázového softwaru a jeho naplnění daty dostupných výtvarných materiálů a druhá aplikace bude sdružovat data autorských okruhů výběru umělců a děl od konce 19. století do poloviny 20. století, lze říci „autorských palet“. U druhé aplikace jde o velmi citlivá data, která jsou shromažďována jen ze zcela nesporných děl získaných přímo od autorů v rámci sbírek moderního umění NG, nebo v některých případech přímo z vybavení ateliéru, který připadl NG. Přístup k této databázi bude velmi omezený, vzhledem k významnému nebezpečí zneužití dat. Databáze sdružují nově získaná analytická data z dostupných technik – optická polarizační mikroskopie, fluorescence, FTIR, Raman, SEM EDS/WDS, XRF, data rentgenové difrakce. V případě potřeby lze datové záznamy libovolně rozšiřovat. Originální materiály zůstávají uloženy na obou kopeřujících institucích a je možné v budoucnu doplňovat jejich charakterizaci o další dostupné techniky. Obě databáze budou využívány při restaurátorské a znalecké činnosti NG a v rámci Znalecké služby PČR.

Závěr:

V předložené práci byla představena širší aplikované mineralogie a jejích metod ve forenzní praxi.

V oblasti **rentgenstrukturní práškové difrakce** a mikrodifrakce byly precizně ověřeny základní parametry pro mikrodifrakční systém, navržena a zavedena do praxe souprava pro justaci analyzované plochy, testována dlouhodobá reprodukovatelnost měření, detekčních limity fázové analýzy a možnosti použití jednotlivých instrumentací pro organické fáze, zejména s ohledem na rozlišení isomerů u tzv. nových syntetických drog. Do budoucna lze očekávat další rozvoj aplikací, zejména pro organické a komplexní materiály.

V oblasti **forenzní analýzy zeminových fází** byl zaveden komplexní systém pro zpracování těchto velmi heterogenních stop. Je zaváděn systém automatické mineralogické analýzy vyvinutý v rámci společného projektu KU a společnosti Tescan (VG20102015065), udělen patent č. 303228. Finální testování bylo provedeno na reálných vzorcích zemin.

V oblasti **forenzní analýzy povýbuchových zplodin a reziduí** byla provedena obsáhlá morfologická studie částic povýbuchových zplodin, testování vzorkování a separačních a koncentračních metod. Pro široké rozmezí možných nestechiometrických poměrů improvizovaných výbušnin byly kalkulovány tzv. výbušninářské parametry, které dosud souhrnně neexistovaly. Veškerá získaná instrumentální data, jsou vkládána do speciálně naprogramované databázové aplikace, která bude přístupná pro speciální složky PČR a armády a je o ni zájem i ze strany zahraničních speciálních složek. V této oblasti lze také očekávat bouřlivý rozvoj zejména v souvislosti s aktuální mezinárodní situací a potenciálními hrozbami teroristických útoků.

V oblasti **komplexní analýza barevné vrstvy** v posledních letech se stává aktuální zejména analýza barevné vrstvy malířských děl jako jedno ze zkoumání pro určování pravosti. Ve spolupráci s NG probíhal materiálový průzkum barevných vrstev oltáře v kapli hradu Křivoklát (datované 1480–1490). Při tomto průzkumu byla potvrzena přítomnost ryzího Bi. Byla použita i technika ortogonálního TOF-SIMS FIB a získána hmotnostní spektra a 3D mapa zrn Bi.

Probíhá projekt VI20172020050, je vytvářen databázový software a plněn daty dostupných výtvarných materiálů, druhá aplikace bude sdružovat data autorských okruhů výběru moderních umělců a děl tzv. „autorských palet“. Obě databáze budou využívány při restaurátorské a znalecké činnosti NG a v rámci Znalecké služby PČR.

SUMMARY

Surprisingly, applied mineralogy plays an important role in the forensic science field. Not only that the mineral phases appear in a whole range of materials and samples, moreover the procedures of mineralogical analysis are often used for microanalysis of the trace evidence ("microtraces"). This is the case particularly in the areas of analysis and comparison of pedological samples (the relicts of soils) and additional mineral phases, mineral phases of pigments – complex analysis of pigment layer (car paints, paint systems of the tools, art works, etc.), gemological objects and an additional high-value commodities, inorganic microphases of post blast residues (PBR), explosives and pyrotechnical compounds, degraded biological and anthropological relicts, analysis of glass and its inclusions, inorganic filling materials (plastics, polymers, paper products, pharmaceuticals and cosmetic products etc. including their counterfeits, and further analysis of narcotics), fire-resistant and safety fillings of vaults, fibre analysis (materials for their refining), building materials (inquiry of counterfeits, comparison of microparticles, impurities, abrasion etc.), unknown samples and substances (in the broadest sense including substances accompanying blackmail notes).

For purposes of this study was chosen four crucial fields of forensics microanalysis where the applied mineralogy is integrated, and which characterise its broad usage and heterogeneity of this field. Namely, it is an analysis and comparison of pedological samples, post blast residues, artworks pigments respectively complex analysis of the paint layer and implementation of powder X-ray micro diffraction techniques which is used in a broader range of analysis than mentioned above.

Powder X-ray structure analysis and microdiffraction

The X-ray structure analysis has in forensics field significant and pivotal role.

By the author was designed set for adjusting, control and centralisation of the analysed area; the optical adapter was manufactured by company Laboratory Imaging (Czech Republic).

Tested was the magnitude of the step and acquisition times for different configurations of the system. The reflection geometry with divergence aperture - steps greater than 0.0334° 2θ does not provide a necessary resolution, on the other hand, steps at least 0.0334° are sufficient for separation of diffraction peaks. Optimal conditions of resolution provide usage of step 0.0167° . The exposition time in a single step greater than 50 s does not influence relative intensities and separation of peaks. Good results provide even lower times for one step, but the weaker diffractions are getting lost in the background noise. One measurement under following conditions: one step (0.0167°) measured for 50 sat a range of $5 - 80^\circ$, leads to the total exposition time of 30 minutes which can be considered adequate. In case of time pressure, and a need for fast identification, it is possible to lower exposition time.

Reflection geometry with collimator – approximate data is possible to obtain at an acquisition time of 20 s per step. Very good separation of lines appears from 100 s and higher, the weaker diffraction appears from 200 s, and time around 1000 s is unnecessary long. For the first usable step size can be considered 0.0501° , the weaker diffractions appear reliably from 0.0167° , and the step subtler than 0.00836° is unnecessary. For the step timing of 50, 100 and 200 seconds is the total exposition time ($5-80^\circ$ and 0.0167°) 30, 60 and 121 minutes, respectively. That is adequate, especially when collimator replaces microdiffraction for bigger areas. In case of time pressure, and a need for fast identification, it is possible to lower acquisition time.

The extreme reading times in the reflection geometry (microdiffraction) do not provide significantly higher quality data. The optimal times are 2 000 s per step since shorter times provide high background noise. With the step 0.0167° and time of 2 000 s per step is provided sufficient distance of the signal from the background noise, the exposition time is within 24 hours.

Further tested was long-term reproducibility of measurements, detection limits of phase analysis and suitability of individual instrumentations for organic phases, especially in consideration of the isomers in so-called new synthetic drugs. Tested were also possibilities of calculating the sizes of the nanoparticles (monocrystals) and the results compared with the data obtained by imaging analysis by HRTEM, SEM and TESEM.

The microdiffraction was used during complex analysis of the chapel altar on the Křivoklát castle and thus confirmed occurrence of Bi grains in the colour layer material.

Forensics analysis of soil samples

Forensics analysis of soils is in the Czech criminalistics and expertise practice used since the 1970s. Initially, the procedure was performed simply, only based on a trivial chemical analysis without any detailed comparison of single grains. A complex system which processes all available information about the soil was gradually established by the author, it included biological analysis of plant and animal fragments, shells of soil microorganisms, pollen grains etc., and anthropogenic relicts such as building materials, glass, slag etc. Step by step was also established detailed mineral and powder X-ray microanalysis; thus, the whole system got foundations of the current form. Annually is in the Institute of Criminalistics (ICP) processed from 30 to 60 cases which include most serious violent crimes, criminal acts of youth groups etc. A series of expert opinions served as crucial evidence at court.

In forensics practise during processing pedological samples are generally required two main types of tasks. First are classical comparison methods, when the disputed soil phases are compared with correlation samples collected to confirm of the crime scene, vehicle route etc. Second, are the ones which require estimation of unknown location, i.e. potential source area of the soil phase. Both cases include complex analysis during which are examined organic sample components, anthropogenic contaminations and mineral materials. For mineral phases, are used the methods of mineral and rock analysis. In the process are separated clay fraction, mineral grains and rock fragments, their analysis are done separately.

For several years are also used geographic data provided by Geographic information system (GIS). Due to the fact that for complex evaluation of all aspects is necessary to work with topographic information about the studied area. Another information which is being used is gained from geological and pedological maps. These data are essential, especially for the estimation of the source area of unknown soil sample.

For the area of the Czech Republic are used topographic data provided by the Český úřad zeměměřičský a katastrální, Geoportálu and other map servers. Geological data are mainly obtained from the Česká geologická služba (Czech Geological Survey - CGS). A module Google EARTH is currently used for the visualisation of the 3D morphology.

The current system is demanding on the knowledge and experience of the expert. It requires precise knowledge of optical microscopy and powder X-ray diffraction, especially while examining contaminated or low amounts of samples.

Into the area of processing pedological samples is currently introduced by the author system of automated mineral analysis. The systems are based on modified electron microscopes (SEM) which are equipped with two to four EDS detectors. These systems are now offered minimally by two leading world manufacturers of SEM; their application is mainly in the mining industry. The principle of the system is relatively simple. The sample is placed in the form of a polished sample, core or grain sample into a special holder. The sample area (usually 25 mm) is parted into quadrants from which is point by point scanned and evaluated signal from BSE and EDS; the multiple EDS detectors are used primarily to obtain a higher signal. The automatic determination of mineral phases is done based on manufacturers' or users' databases. These systems are designed for polished section, which are not suitable for soil forensics analysis. Firstly the polished samples preparation require time and secondly during the polishing of samples composed of diverse grain sizes, a significant part of the information is lost. For these reasons as a part of the project of ICP and Tescan company (VG20102015065), were conducted experiments whose main aim is to enable a direct analysis of grains with the topographic surface.

The tests were firstly conducted on synthetic samples of known mineral phases which were placed to a specific position followed by searching the optimal analytic and geometry parameters of the system. The complex adjustments of the whole software (SW) lead to the creation of the new one – FTIMA, further tested on real samples. That lead to the patent application which was accepted by the Industrial Property Office (in project VG20102015065 patent n. 303228).

Final testing of the new SW was conducted on real samples of soils from the North, Central and South Bohemia and the area around Brno. Further were done tests to ensure reproducibility. The identical sample was scanned repeatedly, then with turns of 15° and at the end again created samples from the same sampling point. These experiments were done regularly. The accuracy and reproducibility of the measurements were very good. Further analyses were performed to simulate real comparison samples, e.g. to identify a crime scene. Measured were samples from different sampling points collected meters, tens, and hundreds of meters apart. For example, sampling in the South Bohemia was performed on relatively very similar underlying rock: amphibolitic-biotitic granodiorite, biotitic migmatite and biotitic orthogneiss. The experiment showed that the difference, determined by the system of mineral analysis, is possible to demonstrate even in samples collected 15 meters apart. Both sampling points differs by its vegetation (meadow and the border of the forest) and exposition. On the mineral content has great effect not only the underlying rock but also the vegetation cover and weathering processes in the soil.

The automatic analysis should not replace the whole complex system of forensic soil analysis, but it is its suitable complement.

Forensic investigation of post blast relicts and residues (PBR)

Analysis of explosive and post blast residues is a relatively frequent task in forensic laboratories. Regarding analyses of explosive sample investigated before the explosion, the situation is usually simple, and mostly the substances are entirely pure, or it is a mixture of several phases. All analyses are necessary to proceed with utmost caution and minimal amounts of substance due to the possible high explosive behaviours (fulminates, acetone peroxide, azide, etc.). More difficult is an analysis of post blast residues. In the explosion region, a mixture of a variety of substances and contaminants is being generated, and it can be demanding to prove in the mixed sample the relicts of the original explosive which can be far below the detection limit of the method. Therefore important is the sampling itself on the explosion region and further preparation for analysis such as concentration and separation processes etc. In previous years a broad range of studies focused on this topic, and currently, the interest on global scale rises due to a higher risk of terrorist attacks and design of improvised explosive devices. Nonstandard and home-made explosives present risk considering practically unlimited variability in the composition and its construction.

For searching relicts by SEM, the key information is about size and morphology of particles. On catching targets from experimental shots and real samples from expertise practise of the ICP were determined morphological and dimensional parameters. The particle size of verified PBR was quantified at magnification of 500–8000x. The collection of the sample from the trace surface for measurements by SEM presents an optimal way of collection for inorganic analysis. The surface capacity of the target (diameter of 12 mm) is dependent on the grain size and therefore ranges between 0.1 and 0.01 g, this capacity is more than enough for electron microscopy. Monitored was the accumulation capacity of the target for the particles below and above 0.05 mm. For particles below 0.05 mm, the yield is above 80% for masses up to 0.05 g, and then it rapidly declines. For particles above 0.05 mm, the yield is good for masses up to 0.075 g (above 80%), and then it sharply declines. The effectiveness was tested with sorted fractions of different morphology and composition. Fraction separation was double checked by laser granulometry and image analysis. For the image analysis was scanned min. 5 000 particles by SEM and the data were used for determination of other morphological parameters. The degree of rounding of PBR is exceptionally high; the highest rates are classes of 0.7/0.8/0.9 and 1 (1 is the highest). Further tested were a dry smear of the trace surface with a suitable substrate and the vacuuming of the surface with an adapt vacuum cleaner. Tested were also separation techniques: centrifugal separation in a gas stream, centrifugal separation in the gas stream in the capillary, electrostatic separation and transfer of the removed material into the capillary and sequential washing with solvents. The results of electrostatic separation on real samples are promising, and it may be assumed that the implementation into expertise routine on PBR would be suitable. However, currently are necessary high amounts of material, therefore for routine work would be needed miniaturisation or further construction adjustments which would enable direct connection of suction equipment with separator.

For a wide amounts of non-stoichiometric ratios of the improvised explosives were also calculated explosive parameters which up to this point have not collectively existed.

The PBR are characterised by all available methods. On the particles which during the analysis of the surface layer showed inhomogeneous composition are performed sections by focused ion beam (SEM/FIB). Subsequently is done mapping of elemental composition by EDS/WDS systems and performed is also mapping in Raman spectra by analyser inserted directly into the chamber of SEM (the maximal map area is 250x250 µm). The map is possible to overlay with the view from BSE/SE, elemental maps or view on the analysed area in visible spectra.

All available instrumental data including calculated parameters and details about experimental explosions are inserted into a specially designed database which is going to be accessible for special forces of PCR and army. Further, there is an interest in access to this database by foreign special forces.

Complex analysis of a colour layer

Into complex analysis of a colour layer belongs paint systems of tools, colour coating systems used in building industry, car paints, colour layers of artworks (painting, sculptures, frescoes, etc.), and other coating systems, paints and lacquers. The main content of this study in the last years were colour layers of paintings for determination of authenticity since the fakes are becoming more topical.

For a complex material exploration of artworks is used as much information from all available parts as possible. For example at painting is employed not only complete analysis of a colour layer but also survey of the canvas, frame and signatures, etc.

The method was in recent years implemented into expertise practice at the ICP and is consisting of these steps:

- non-destructive multispectral imaging in the UV, VIS, NIR and X-ray imaging, brings information about paint style, possible underpainting and overpainting and prediction of suitable areas for further research
- non-destructive analyses by portable devices – especially X-ray fluorescence (XRF) and Raman Spectrometry (detailed information about the structure of colour layer)
- collection of micro samples necessary for detailed analysis of grains in specific layers (in presumed original valuable pieces performed by authorised restorers)
- preparation of polished section (cross section of samples)
- methods of polarised optical microscopy in reflected light, fluorescence in selected excitation wavelengths of the visible spectrum, UV and NIR (layers and grains)
- quantitative phase microanalysis by SEM EDS/WDS, cathodoluminescence, microXRF
- analysis on a grain level using Raman spectrometry in five wavelengths
- FTIR analysis as a complementary method
- powder X-ray microdiffraction
- analysis of authors' signatures and other written or printed materials
- investigation of canvas for paintings, analysis of used fibres, structure and type of canvas binding, analysis of possible materials used for the ageing of canvas
- frame analysis, tools traces after nails in tensioning frame of the canvas

In cooperation with National Gallery Prague (NGP) performed the ICP research of colour layers of the chapel altar on the Křivoklát castle (dated 1480-1490). Used were methods of non-destructive research and verification was done on collected micro samples. That showed the occurrence of the pure bismuth (Bi) grains on precisely defined parts of the altar. Analysis of the micro fragments from the selected layer by SEM/EDS and phase analysis by powder X-ray microdiffraction confirmed by the author the presence of Bi grains. For obtaining further information was used orthogonal TOF-SIMS FIB (Time Of Flight - Secondary Ion Mass Spectrometry - Focused Ion Beam). The analysis was performed at the company laboratory of TESCAN (operator: Libor Sedláček) and provided information about mass spectra and 3D maps of Bi grains.

On the colour layer analysis is currently focused project VI20172020050 (in collaboration with NGP), during which is created customer database system filled with accessible art materials and simultaneously is created a database collecting data of art materials used by selected Czech artists and specific

artworks since the end of the 19th century till half of the 20th century. In the second “artist and artworks” database, the data collected are very sensitive. The data are collected only from undisputed artworks obtained directly from the NGP collection of modern art or in some cases straight from atelier equipment now owned by the NGP. The access to this database will be extremely limited due to a possible risk of data misuse. The databases comprise new data from available analytical techniques: optical polarised light microscopy, fluorescence, FTIR, Raman spectroscopy, SEM EDS/WDS, XRF, X-ray diffraction. It is possible to extend the data files, if necessary. Original materials are deposited on both cooperating workplaces, and therefore, it is possible to add other characteristic available techniques in the future. Both databases will be used during conservator and expert work of the NGP and as a part of the Expert service of the PCR.

Conclusions

In presented chapters was introduced the usage range of applied mineralogy and its methods in forensic practice.

The basic parameters for the micro X-ray diffraction systems were precisely verified and set for adjustments of the analysed area. Tested were long-term reproducibility of measurements, detection limits of phase analysis and possible use of specific techniques for organic phases (especially isomer determination of new synthetic drugs). In future time may be expected further development of the application, especially for organic and complex materials.

Into the forensic analysis of soil samples is introduced a complex system of processing these heterogeneous samples. The ICP with Tescan company (VG20102015065) is cooperating on developing a system of automated mineral analysis (patent n. 303228). The final testing was performed on real samples.

In the field of the forensic analysis of post blast residues (PBR) was performed extensive morphology study of the PBR particles, and testing sampling, separation and concentration methods. For wide ranges of improvised explosives were calculated so-called explosive parameters which up to this point have not collectively existed. All obtained data are collected in a specially designed database which is going to be accessible for special forces of the Police of Czech Republic and Army of Czech Republic; there is an interest in access to this database by foreign special forces. It may be expected dramatic development of this area due to the current international situation and potential threats of terrorist attacks.

For the determination of fakes in the area of complex analysis of the colour layer is being used the analysis of the colour layer of work arts. In the cooperation with NGP were researched the colour layers of the chapel altar on the Křivoklát castle. During this research was confirmed the presence of the Bi grains, orthogonal TOF-SIMS FIB was used and mass spectra and 3D map of the Bi grains were obtained. As a part of ongoing project VI20172020050, is created database software of available art materials and simultaneously a database collecting data of materials used by modern artists. Both databases will be used during conservator and expert work of the NGP and as a part of the Expert service of the PCR.

CV RNDr. Marek Kotrlý

Narozen: 22.2.1964 v Praze
Pracoviště: Kriminalistický ústav PČR (KU)
Telefon: 974824406, 974824402
e-mail: marek.kotrlý@pcr.cz

Vzdělání: 1982-1987 Karlova univerzita, Přírodovědecká fakulta, obor mineralogie, titul RNDr.

Odborné zaměření: forenzní expertiza mikrostop, forenzní mikroanalýza, forenzní mineralogie, pedologie, strukturní rentgenografie, optická mikroskopie, elektronová mikroskopie a mikroanalýza, forenzní gemologie

členství v odborných společnostech:

- Česká a Slovenská krystalografická společnost
- Sekce mikrostop při VR KU,
- pracovní skupina EPG WG ENFSI a APST WG ENFSI
- Vědecká rada a Vědecké kolegium KU

Aktivní účast na řešení výzkumných projektů:

V letech 1996 – 2019 odpovědný řešitel/manažer devíti a řešitel pěti výzkumných projektů KÚP.
V roce 2005 koordinace společného výzkumného projektu KÚP a ÚACH AV ČR.

V letech 1994 - 2007 práce na tématických úkolech aplikovaného výzkumu KÚP, podíl na projektech „Metody a prostředky praktické kriminalistiky“ v letech 2001 – 2003 a „Metody a prostředky kriminalistické techniky“ v letech 2005 – 2010.

Program RN - Nejzávažnější bezpečnostní rizika (1996-2005)

- RN19961997008 – odpovědný řešitel projektu
- RN20012003007 – odpovědný řešitel projektu
- RN19982000005 – odpovědný řešitel projektu
- RN20052005001 – spoluřešitel projektu

Program VD - Program bezpečnostního výzkumu (2006-2010)

- VD20062008B10 – odpovědný řešitel projektu
- VD20062008B11 – spoluřešitel projektu
- VD20062008B03 – spoluřešitel projektu
- VD20072010B15 – odpovědný řešitel projektu

Program VG Bezpečnostní výzkum České republiky v letech 2010 – 2015 (BV II/2-VS)

- VG20102015065 – manažer a odpovědný řešitel projektu

Program VF Bezpečnostní výzkum pro potřeby státu v letech 2010 – 2015

- VF20112015016 - manažer a odpovědný řešitel projektu

Program VI Bezpečnostní výzkum České republiky v letech 2015 - 2022 (BV III/1-VS)

- VI20152020035 - manažer a odpovědný řešitel projektu
- VI20172020050 - manažer a odpovědný řešitel projektu
- VI20152020004 - řešitel projektu
- VI20172020051 - řešitel projektu
- VI20192022147 - řešitel projektu
- VI20192022148 - odpovědný řešitel projektu

Pracovní zkušenosti:

2016 – trvá – koordinátor R&D KU

2011 – 2016 – náměstek ředitele KUP

2009 – 2011 – vedoucí odboru technických a přírodověd. zkoumání KUP

2007 – 2009 – vedoucí odboru fyzikálně chemických analýz KUP

2006 – 2007 – vedoucí odd. fyzikálně chemických expertiz KUP

1994 – 2006 – výzkumný a vývojový pracovník KUP, kriminalistický znalec v oboru chemie

1992 – 1993 – soukromá konzultační firma MINGEO, zaměřená na mikroanalytické metody
1987 – 1991 – katedra mineralogie PřFUK

- * koordinace aplikovaného výzkumu na řízeném úseku – od r. 2006 do současnosti
- * vedení řešitelských kolektivů projektů aplikovaného výzkumu KUP - od r. 1995 do současnosti
- * externí přednášející Univerzity Karlovy Přírodovědecké fakulty od r.2006 do současnosti a VŠCHT od roku 2013 do současnosti
- * přednášková činnost pro resortní a mimoresortní pracovníky, na tuzemských a mezinárodních konferencích, kvalifikačním kurzu kriminalistických expertů, apod. - od roku 1994 do současnosti
- * dvojnásobný laureát Ceny ministra vnitra za mimořádné výsledky v oblasti bezpečnostního výzkumu, experimentálního vývoje a inovací.

Jazykové znalosti: angličtina – certifikovaná zkouška MV II. st.

ruština – aktivně

němčina - pasivně

Mezinárodní zkušenosti:

- organizace výročního zasedání Evropské skupiny laků a Evropské skupiny skel ENFSI a jednání stálého výboru Evropské skupiny NITECRIME v Praze v roce 2004, evropská skupiny APST v roce 2016 a evropské konference Quo vadis European Forensics 2018.
- národní koordinátor databáze EUCAP ENFSI od roku 2000
- organizátor mezinárodní konference NEW METHODS FOR MICROSCOPY AND MICROANALYSIS IN FORENSIC SCIENCE, resp. konference NEW METHODS, INSTRUMENTATION AND IDEAS FOR MICROSCOPY AND MICROANALYSIS IN FORENSIC SCIENCE v Praze - od roku 2005 každoročně
- předseda organizačního. výboru mezinárodní konference Evropské akademie forenzních věd v roce 2015.

Je autorem, nebo spoluautorem přes 80 odborných publikací.

Výběr z publikací:

- Kotrly M. :Identification of Micro and Nanoparticles by SEM and XRD in Forensic Field. Acta Crystallographica (2009). A65, s 221. ISSN: 0108-7673 (Print), 1600-5724 (Electronic), 2009.
- Kotrly M., Turková I., Grunwaldová V.: Microscopic Methods for Analyses of Works of Art and Gemmological Objects in Forensic Science. Microscopy and Microanalysis, 16(Suppl. 2), pp 1582-1583, ISSN: 1431-9276 EISSN: 1435-8115, 2010.
- Kotrly M., Turkova I.: GSR particles and their evidential value. Scanning Microscopy 2010, Proceedings of SPIE-The International Society for Optical Engineering, Volume: 7729, ISSN: 0277-786X ISBN: 978-0-8194-8217-4, 2010
- Kotrly M, Turkova I.: Application Possibilities of Several Modern Methods of Microscopy and Microanalysis in Forensic Science Field. In: SCANNING MICROSCOPES 2011: ADVANCED MICROSCOPY TECHNOLOGIES FOR DEFENSE, HOMELAND SECURITY, FORENSIC, LIFE, ENVIRONMENTAL, AND INDUSTRIAL SCIENCES. SPIE, Volume: 8036, ISBN: 978-0-81948-610-3. 2011.
- Kotrly M.: Practical Experience with Powder XRD Microdiffraction in Forensic Science Field. Acta Crystallographica Section A, Volume 67, Supplement A67 ISSN: 0108-7673 (Print), 1600-5724 (Electronic). 2011
- Kotrly M., Turková I., Grunwaldová V.: Forensic Science Analyses of Cultural Heritage Objects. Microscopy and Microanalysis, 17 (Suppl. 2) , pp 1814-1815, ISSN: 1431-9276 EISSN: 1435-8115. 2011.
- Ettler V., Johan Z., Vítková M., Skála R., Kotrly M., Hablere G., Klementová M.: Reliability of chemical microanalyses for solid waste materials. Journal of Hazardous Materials 221– 222 (2012) 298– 302. 2012.
- Kotrly M, Turkova I.: Forensic practice in the field of protection of cultural heritage. In: SPIE 8378, Scanning Microscopies 2012: Advanced Microscopy Technologies for Defense, Homeland Security, Forensic, Life, Environmental, and Industrial Sciences, 83780Y. 2012.
- Kotrly M., Turková I., Grunwaldová V.: Mineralogical Analyses in Forensic Practise. Microscopy and Microanalysis, 17 (Suppl. 2) pp 1814-1815, ISSN: 1431-9276 EISSN: 1435-8115. 2012.
- Kotrly M., Turková I. Electron microscopy and forensic practice ", Proc. SPIE 8729, Scanning Microscopies 2013: Advanced Microscopy Technologies for Defense, Homeland Security, Forensic, Life, Environmental, and Industrial Sciences, 872904 (May 29, 2013); doi:10.1117/12.2016188. 2013
- Kotrly M.: Forensic Gemmology in Forensic Practice. Microscopy and Microanalysis / Volume 19 /Supplement S2 / August 2013, pp 1086-1087. 2013

- Kotrlý M., Turková I.: Analysis of Nonstandard and Home-Made Explosives and Post-Blast Residues in Forensic Practice, Proc. SPIE 9073, Chemical, Biological, Radiological, Nuclear, and Explosives (CBRNE) Sensing XV, 90730U, doi:10.1117/12.2050121, 2014.
- Kotrlý M.: Analýza pedologických stop ve forenzní praxi, Kriminalistika ISSN 1210-9150, 47, č.2, s. 91-108 (2014)
- Kotrlý M., Turková I.: New Possibilities to Analyse Non-Standard Explosives and Post Blast Residues in Forensic Practice. In Tuan Vo-Dinh; Robert A. Lieberman; Günter G. Gauglitz: Advanced Environmental, Chemical, and Biological Sensing Technologies XII, Vol. 9486. pp. 948614-1 - 948614-11. ISBN:978-1-62841-602-2, ISSN: 0277-786X, 2015.
- Kotrlý M.: New Possibilities of Using Microscopic Techniques in Forensic Field. Microsc. Microanal. 21 (Suppl 3), pp. 1365 - 1366. 2015.
- Čechák T., Trojek T., Šefců R., Chlumská Š., Třeščíková A., Kotrlý M., Turková I.: The use of powdered bismuth in Late Gothic painting and sculpture polychromy, Journal of Cultural Heritage, 2015
- Kotrlý M., Mareš B., Turková I., Beroun I.: Identification of improvised explosives residues using physicalchemical analytical methods under real conditions after an explosion. SPIE Vol. 9823, 98230S, pp. 98230S-1 - 98230S-9. doi:10.1117/12.2224216, 2016.
- Kotrlý M.: Možnosti analýzy stop zeminových fází v kriminalistické znalecké praxi. Forenzní vědy, právo, kriminalistika. 1, 2016, pp. 89 – 105, VŠFS, ISSN 2533-4387, Praha, 2016.
- Kotrlý M.: Analysis of pedological traces in forensic practice and new possibilities in this field. Microsc. Microanal. 22 (Suppl 3), pp. 2032 – 2033, Microscopy Society of America, doi:10.1017/S1431927616010990, 2016.
- Kotrlý M., Šefců R.: Analysis techniques for multicomponent samples in forensic fields. CSI XL-IX EMSLIBS Book of abstracts, 296, Pisa, 2017.
- Kotrlý M., Šefců R.: Potential of forensic analysis of multicomponent samples. 24th Congress and General Assembly of the International Union of Crystallography, 1272-1273, Hyderabad, 2017.
- Kotrlý M.: Potential of Application Focused Ion Beam in Forensic Science Area. Microscopy Microanal. 23, pp. 256-257, 2017. doi: 10.1017/S1431927617001969.
- Kotrlý M., Wolker J., Turková I., Beroun I.: Forensic database of homemade and nonstandard explosives, Proc. SPIE 10628, Detection and Sensing of Mines, Explosive Objects, and Obscured Targets XXIII, 1062806, pp. 1 – 6, 2018. doi: 10.1117/12.2304867.
- Kotrlý M.: New Possibilities of Analysis and Comparison of Soil Phases in Forensic Practice. 8th European Academy of Forensic Science Conference. pp. 1367-1 - 1367-3, Lyon, 2018.
- Kotrlý M. Turková, I.: Analysis and Comparison of Soil Phases in Forensic Practice. IMC 2018IMC 2018 Book of abstracts, p. 1434, Sydney, 2018.
- Kotrlý M.: Capability of Electron Microscopy in Forensic Science. Microsc. Microanal. 24 (Suppl 1), 1192 - 1193 2018. doi:10.1017/S143192761800644X.
- Kotrlý M. Pokorný J.: Analýza nestandardních a podomácku vyrobených výbušnin a povýbuchových zplodin ve forenzní praxi - část I., Kriminalistika, 51, č.2, s. 98-107, Praha, 2018.
- Kotrlý M., Eisner A., Beroun I., Ventura K., Turková I.: New possibilities of post-blast residues analysis in forensic science, Proc. SPIE 11012, Detection and Sensing of Mines, Explosive Objects, and Obscured Targets XXIV, 1101212-1 - 1101212-8, doi: 10.1117/12.2519118, 2019.
- Kotrlý M., Ventura K., Bajero P., Turková I.: Identifikace reziduí improvizovaných výbušnin fyzikálně-chemickými analytickými metodami za reálných podmínek po výbuchu, Chemické listy, 2019 (v tisku)
- Kotrlý M., Turková I.: New Possibilities of Complex Forensic Analysis in the Field of Cultural Heritage Protection and Counterfeits Identification, Microsc. Microanal., 2019 (v tisku)

výzkumné zprávy:

- Analytický systém pro expertizu pedologických vzorků. MS MV Závěrečná zpráva grantového projektu RN19961997008, Praha, 1998.
- Analytický systém pro identifikaci efektových barvoměnových pigmentů. MS MV Závěrečná zpráva grantového projektu RN 20012003007, Praha, 2004.
- Analytický systém pro identifikaci reziduí výbušnin a povýbuchových zplodin, pigmentů stavebních materiálů ve forenzní praxi. MS MV Závěrečná zpráva grantového projektu RN19982000005, Praha, 2001.
- Analytický systém forenzních komparací materiálů obsahujících mikro a nanočástice. MS MV Závěrečná zpráva grantového projektu VD20062008B10, Praha, 2009.
- Zavedení systému XRD mikrodifrakce do expertizní praxe Kriminalistického ústavu Praha PČR jako standardní analytické metody. MS MV Závěrečná zpráva grantového projektu VD20072010B15, Praha, 2011.
- Zavedení techniky iontové mikroskopie (FIB) do kriminalisticko-technické a znalecké praxe PČR pro analýzu stop v oblasti grafických, fyzikálně-chemických a technických expertiz. MS MV Závěrečná zpráva grantového projektu VG20102015065, Praha, 2016.
- Systém profilování pedologických stop. MS MV Závěrečná zpráva grantového projektu VF20112015016, Praha, 2017.

výběr z přednášek za poslední 3 roky

- Kotrlý M.: Methods for characterization of home-made and non-standard explosives in forensic science. 9. - 13. 4., SPIE Defense, Commercial Sensing, Anaheim, USA, 2017

- Kotrly M.: Analysis techniques for multicomponent samples in forensic fields. 11. - 16. 6., CSI XL – Pisa 2017, Mediterranean Symposium on Laser-Induced Breakdown Spectroscopy, Pisa, 2017
- Kotrly M.: Potential of Application Focused Ion Beam in Forensic Science Area. 6. - 10. 8., Microscopy & Microanalysis 2017 Meeting, St. Louis, USA, 2017
- Kotrly M.: A new database for forensic soils analyses. VI. ročník ENFSI APST Working Group Meeting, 5. - 7. 4. Budapest, 2017
- Kotrly M.: Potential of forensic analysis of multicomponent samples. November 13 – 14, NEW METHODS, INSTRUMENTATION AND IDEAS FOR ANALYSIS AND MICROSCOPY IN FORENSIC SCIENCE 2016 in Prague, 2017
- Kotrly M.: New SEM analytical methods in forensic practise. November 13 – 14, NEW METHODS, INSTRUMENTATION AND IDEAS FOR ANALYSIS AND MICROSCOPY IN FORENSIC SCIENCE 2017 in Prague, 2017
- Kotrly M.: Analyses of forgeries in forensic science. November 13 – 14, NEW METHODS, INSTRUMENTATION AND IDEAS FOR ANALYSIS AND MICROSCOPY IN FORENSIC SCIENCE 2017 in Prague, 2017
- Kotrly M. (2017): Potential of forensic analysis of multicomponent samples. 21 – 28 August, 24th Congress & General Assembly of the International Union of Crystallography 2017, MS-114: Crystallography and cultural heritage: From microsampling to noninvasive techniques, Hyderabad, India, 2017
- Kotrly M. (2017): Multicomponent samples and analysis of counterfeits in forensic science fields. September 19th – 22nd, 23rd ENFSI EPG WG Annual Meeting And Training Workshop on the Likelihood Ratio (LR), Athens, Greece, 2017
- Kotrly M.: Elektronová mikroskopie v kriminalistice. Dny elektronové mikroskopie v Brně 2017. 15. - 21. 5. Brno, 2017, (zvaná přednáška)
- Kotrly M.: Nové možnosti elektronové mikroskopie v kriminalistice. Týden vědy a techniky Akademie věd ČR, 10. 11. Praha, 2017
- Kotrly M. Nové možnosti elektronové mikroskopie v kriminalistice. Týden vědy a techniky Akademie věd ČR, 8. 11. Karlovy Vary, 2017
- Kotrly M.: Metody přinášejících kvantitativní data v optické mikroskopii. Kvalifikační kurz kriminalistických znalců, 24. 1., Policejní akademie ČR, Praha 2017
- Kotrly M.: Novinky ve forenzní analýze pedologických stop. Den vědy KUP, 21. 3., Praha 2017
- Kotrly M.: Nové možnosti aplikace optických a mikroanalytických metod ve forenzní oblasti a zajímavé případy z praxe Kriminalistického ústavu Praha PČR. Seminář Ústavu geochemie, mineralogie a nerostných zdrojů, ZS 2017/2018, 17. 10. PřFUK Praha, 2017
- Kotrly M.: Možnosti analýzy zeminových fází ve forenzní praxi. Celostátní porada KUP – OKTE chemie. 4. 5., Červená n. Vltavou, 2017
- Kotrly M.: Pedologické stopy a možnosti jejich analýzy. IMZ techniků SKPV OKTE Ústí n. Labem, 22. 3., 2017.
- Kotrly M.: Nové možnosti využití elektronové mikroskopie ve forenzní oblasti. Pokroky v kriminalistice 2017, PA ČR, 12. 9., Praha, 2017
- Kotrly M.: Příklady aplikace fázové mikroanalýzy ve forenzní oblasti. Kolokvium Struktura 2017, 19.-22. 6, Telč, 2017
- Kotrly M.: Metody přinášejících kvantitativní data v optické mikroskopii. Kvalifikační kurz kriminalistických znalců, 2. 2., Policejní akademie ČR, Praha 2018.
- Kotrly M.: Forensic database of homemade and nonstandard explosives, 15. – 13. 4., SPIE Defense, Commercial Sensing 2018, Orlando, USA, 2018
- Kotrly M.: ENFSI APST collaborative exercise soil 2017 - PART 1. VII. ročník ENFSI APST Working Group Meeting, 11. - 13. 4. 2018, Pontoise, Francie. 2018
- Kotrly M., Turková I.: CE SOIL 2017 ASSESSMENT - PART 2. VII. ročník ENFSI APST Working Group Meeting, 11. - 13. 4. 2018, Pontoise, Francie. 2018
- Kotrly M.: Padělek nebo originál? Máme možnost je rozeznat? Dny elektronové mikroskopie v Brně 2018. 18. - 20. 3. Brno, 2018, (zvaná přednáška)
- Kotrly M.: Zajímavé případy z forenzní praxe s využitím moderních mikroanalytických metod. Dny elektronové mikroskopie v Brně 2018. 18. - 20. 3. Brno, 2018, (zvaná přednáška)
- Kotrly M.: Elektronová mikroskopie a současná forenzní praxe. Dny elektronové mikroskopie v Brně 2018. 18. - 20. 3. Brno, 2018, (zvaná přednáška)
- Kotrly M.: Jedinečný svět elektronové mikroskopie. SPŠCH, Brno 20. 3., Brno, 2018.
- Kotrly M.: Capability of SEM in real forensic science practice. IMC 9 – 14 September, Sydney, 2018.
- Kotrly M.: Analysis and Comparison of Soil Phases in Forensic Practice. IMC 9 – 14 September, Sydney, 2018.
- Kotrly M.: New Possibilities of Analysis and Comparison of Soil Phases in Forensic Practice. 8th European Academy of Forensic Science Conference, 27 – 31 August, Lyon, 2018.
- Kotrly M.: Falza uměleckých děl, Valná hromada Uměleckohistorické společnosti 7. června 2018, Národní technické muzeum, Praha, 2018.
- Kotrly M.: Identifikace reziduí improvizovaných výbušnin fyzikálně-chemickými analytickými metodami za reálných podmínek po výbuchu. Den Vědy KUP, 9. 4., Praha, 2018.
- Kotrly M.: Forensic practise in the field of protection of cultural heritage. 24th EPG ANNUAL MEETING (ENFSI), 17. – 21. September, Pontoise, Francie, 2018.
- Kotrly M.: Capability of Electron Microscopy in Forensic Science. Microscopy & Microanalysis 2018 Meeting, August 5 – 9, Baltimore, USA, 2018.

- Kotrly M.: Fyzikálně chemické zkoumání, mikrostopy. Kvalifikační kurz kriminalistických znalců, 14. 2., Policejní akademie ČR. Praha, 2019.
- Kotrly M.: Information about activity for extending the Frascati manual (OECD), 9. - 12. 4., VIII. ročník ENFSI APST Working Group Meeting, Frankfurt, Německo, 2019
- Kotrly M., Turková I.: News in methods for automated analysis of mineral phases , 9. - 12. 4., VIII. ročník ENFSI APST Working Group Meeting, Frankfurt, Německo, 2019
- Kotrly M., Turková I.: Experience with the soil screening systém, 9. - 12. 4, VIII. ročník ENFSI APST Working Group Meeting, Frankfurt, Německo, 2019
- Kotrly M.: New possibilities of post-blast residues analysis in forensic science, 14. - 18. 4., SPIE Defense, Commercial Sensing 2018, Baltimore, USA, 2019
- Kotrly M., Šefců R., Turková I.: Multidisciplinary methods contributing to the research of materials used in painting, 10. – 14. 6., CSI XLI – Mexico City, Mexico, 2019
- Kotrly M.: Téměř dokonalý padělek, umíme ho rozeznat? Dny elektronové mikroskopie v Brně 2019, 6. - 10. 3. SPŠCH Brno, 2019, (zvaná přednáška)
- Kotrly M.: Neviditelné zviditelní, aneb elektronová mikroskopie v kriminalistické praxi, Dny elektronové mikroskopie v Brně 2019, 6. - 10. 3. Brno, 2019, (zvaná přednáška)
- Kotrly M.: Zavedení systému komplexních analýz SEM - automatické analýzy půdních fází a Ramanovy spektrometrie do praxe znalecké služby PČR, Den vědy KU, 29. 4., Praha, 2019
- Kotrly M.: Zavedení techniky iontové mikroskopie (FIB) do kriminalisticko-technické a znalecké praxe PČR pro analýzu stop v oblastech grafických, fyzikálně chemických a technických expertiz, konference MV pro představitele státní správy, 1. 2., Praha, 2019, (zvaná přednáška)
- Kotrly M.: Komplexní instrumentální metodika pro posuzování pravosti výtvarných děl, databáze materiálů barevných vrstev 20. století, 28. 5., konference NG Praha - Průzkum malířských děl 1. poloviny 20. století, Praha, 2019
- Kotrly M.: Rentgenová difrakce a mikrodifrakce, možnosti pro fázovou analýzu, 28. 5., konference NG Praha - Průzkum malířských děl 1. poloviny 20.- století, Praha, 2019, (zvaná přednáška)
- Kotrly M.: Boj proti padělkům ve znalecké praxi Kriminalistického ústavu, Valná hromada Společnosti pro kriminalistiku, 30. 5., Praha, (zvaná přednáška)
- Kotrly M.: Napodobeniny Českého granátu ve znalecké praxi Kriminalistického ústavu, Konference Český granát, 14. – 15. 5., Technické muzeum v Brně, 2019, (zvaná přednáška)
- Kotrly M.: New possibilities, of post-blast residues, analysis, in forensic science, 14. – 18. 4., SPIE Defense and Sensing 2019, Baltimore, Maryland, USA, 2019

Reference:

- plk. Ing. Ondrej Laciak, PhD., ředitel Kriminalistického a expertizního ústavu Policajného zboru Slovenské republiky, Ondrej.Laciak@minv.sk
- Dr. Stefan Becker, náměstek ředitele, Spolkový kriminální úřad, Forensic Science Institute, Wiesbaden, Spolková republika Německo, KT4@bka.bund.de