ИННОВАЦИИ В МЕТАЛЛУРГИИ



CC () BY

DOI: https://doi.org/10.15688/NBIT.jvolsu.2021.3.6

УДК 542.8 ББК 24.46

# ВОЗМОЖНОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ МЕТОДОВ РЕНТГЕНОФАЗОВОГО И РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА В СУДЕБНОЙ ЭКСПЕРТИЗЕ

# Константин Олегович Смирнов

Старший преподаватель кафедры судебной экспертизы и физического материаловедения, Волгоградский государственный университет sefm@volsu.ru просп. Университетский, 100, 400062 г. Волгоград, Российская Федерация

# Владимир Витальевич Акатьев

Старший преподаватель кафедры судебной экспертизы и физического материаловедения, Волгоградский государственный университет sefm@volsu.ru просп. Университетский, 100, 400062 г. Волгоград, Российская Федерация

# Юлия Алексеевна Амельченко

Инженер лаборатории рентгеноструктурного анализа кафедры судебной экспертизы и физического материаловедения, Волгоградский государственный университет sefm@volsu.ru просп. Университетский, 100, 400062 г. Волгоград, Российская Федерация

© Смирнов К.О., Акатьев В.В., Амельченко Ю.А., 2021

Аннотация. В работе отражены различные аспекты использования рентгеновских методов исследования, их преимущества и применение в судебной экспертизе при исследовании фазового состава металлов, лакокрасочных покрытий и лакокрасочных материалов, осколков взрывных устройств. Рассмотрены практические примеры применения рентгенофазового анализа (РФА) для исследования образцов, представляющих тонкие пленки, полученных на основе красок, в состав которых входили: алкидный лак, пигменты, наполнители, растворители различной цветовой гаммы. Также было изучено влияние истинного физического уширения, на линии дифрактограмм, снятых для образцов подверженных ударно-волновому воздействию. Было выяснено, что данное уширение связано непосредственно с влиянием микродеформации и мелкодисперсностью блоков мозаичной структуры. По полученным данным рентгеноструктурного анализа (РСтА) был произведен расчет плотности дислокаций по трем методикам. По обобщенным экспериментальным и литературным данным была построена зависимость микродеформаций от массы взрывчатого вещества (ВВ), которую можно использовать в качестве эталона для сравнения при проведении экспертных исследований образцов, подвергшихся ударно-волновому воздействию.

#### ИННОВАЦИИ В МЕТАЛЛУРГИИ

Ключевые слова: рентгеноструктурный анализ, рентгенофазовый анализ, дифрактограмма, тонкая структура, блоки мозаики, микродеформации, плотность дислокации.

Рентгеновские методы исследования могут применяться для различных объектов судебных экспертиз [2].

С помощью методов рентгеноструктурного и рентгенофазового анализа можно исследовать взрывчатые вещества, лакокрасочные покрытия, художественные краски, металлы и сплавы, и другие объекты судебных экспертиз.

Определение фазового состава образца является одной из распространенных задач рентгеноструктурного анализа. Каждая фаза обладает своей пространственной решеткой и независимо от наличия других фаз может выстраивать систему определенных линий на дифрактограмме. В этом смысле дифрактограмма определенной фазы может быть подобна дактилоскопическому отпечатку, так как не может существовать двух веществ, дающих совершенно идентичные дифрактограммы.

Известно, что наиболее частыми объектами фазового анализа являются изделия из металлов и сплавов, их фрагменты и частицы, которые могут быть изъяты по большому количеству уголовных дел и будут представлять объекты исследования.

Цель качественного фазового анализа – определить фазы, содержащиеся в исследуемом образце. Если известна предыстория образца, то решение данной задачи упрощается тем, что возможно предположить наличие в образце определенных фаз, а после по порядку для каждой из них определить фактическое их присутствие в образце.

Задача качественного фазового анализа, может быть сведена к тому, чтобы провести идентификацию фазы по набору данных, характеризующих ее кристаллическое строение, таких как индексы интерференции HKL; межплоскостные расстояния отражающих плоскостей  $d_{\rm HKL}$ ; относительные интенсивности отражающих плоскостей  $I_{\rm HKL}$ .

Поэтому для выполнения данной задачи необходимо получить дифрактограмму при известных условиях съемки, расшифровать ее и полученные данные сравнить со справочными (см. рис. 1). Одним из примеров применения рентгеновского фазового анализа (РФА) для решения задач судебной экспертизы может являться определение качественного фазового состава пигментов, наполнителей и силикатов, входящих в лакокрасочные материалы (ЛКМ) и лакокрасочные покрытия (ЛКП). Анализ данных образцов необходим при расследовании различных преступлений, например, таких как дорожно-транспортные происшествия.

По факту взрыва с мест происшествия изымаются осколки взрывного устройства, которые могут выступить в роли вещественных доказательств. В них может содержаться необходимая информация, об изменениях внутренней структуры образцов, о факте и интенсивности воздействия ударных волн на корпус взрывного устройства в момент взрыва [1; 3; 6].

О том, является ли объект осколком взрывного устройства (ВУ), можно судить по различным показателям: микронапряжению, размерам блоков мозаики и плотности дислокаций [3; 7], по уширению линий на дифрактограмме.

Параметрами, характеризующими мозаичную структуру зерен, являются: размер блоков мозаики, величина микроискажений кристаллической решетки внутри блоков, разориентировка блоков относительно друг друга.

Разориентация блоков мозаики является одним их основных параметров субструктуры, от которой зависит плотность распределения дислокаций в местах, где их концентрация достигает максимальных значений, то есть в границах данных блоков.

# Результаты и их обсуждение

На рентгеновском дифрактометре ДРОН УМ-1 был проведен анализ образцов, представляющих тонкие пленки, полученных на основе красок, в состав которых входили: алкидный лак, пигменты, наполнители, растворители различной цветовой гаммы. Также были получены данные для исследования тонкой структуры образцов, подвергшихся ударно-волновому воздействию. Съемку проводили в кобальтовом и железном излучении (рентгеновская трубка БСВ 27). Съемку осуществляли по точкам с режимом накопления 1 секунда, с регистрацией сцинтилляционным счетчиком в автоматическом режиме.

Рентгенофазовый анализ образцов, полученных на основе красок, показал

практически полное совпадение со справочными данными значений величин (углов отражения), характеризующих природу фаз присутствующих в составе ЛКП и выделенных из ЛКП и ЛКМ минеральных компонентов независимо от цвета (см. табл. 1, 2).





Рис. 1. Дифрактограммы ниобиевого сплава (а) и сплава из золота (б)

Таблица 1

Образец № 1 (ЛКМ), 20	Образец № 2 (ЛКП), 20	Образец № 3 (ЛКП омыление), 20
минеральная часть, выделенная	лакокрасочное	минеральная часть выделенная из
из лакокрасочного материала	покрытие	лакокрасочного покрытия
33°6′	33°2′	33°6′
34°		34°
41°8′	41°8′	
45°9′	45°9′	45°9′
50°1′	50°1′	50°1′
55° 4′	55° 4′	55° 4′
56°7′	56°7′	56°7′
67°5′	67°5′	67°5′
71°7′	71°7′	71°7′
74°8′	74°8′	
76°6′	76°6′	76°6′
77°2′	77°2′	77°2′
87°1′	87°1′	87°1′
92°8′	92°8′	92°8′
98°4′	98°4′	98°4′
101°8′	101°8′	101°8′
103°3′	103°3′	103°3′
117°9′	117°9′	117°9′
119°4′	119°4′	119°4′
124°2′	124°2′	124°2′
136°3′	136°3′	136°3′

# Сравнение углов отражения минеральных составляющих на основе «зеленой краски»

Таблица 2

# Сравнение углов отражения минеральных составляющих на основе «красной краски»

Образец № 4 (ЛКМ), 20	Образец № 5 (ЛКП), 20	Образец № 6 (ЛКП омыление), 20
минеральная часть, выделенная	лакокрасочное	минеральная часть выделенная
из лакокрасочного материала	покрытие	из лакокрасочного покрытия
34°2′	34°2′	34°2′
42°	42°	42°
45°	45°6′	45°8′
50°5′	50°5′	50°5′
56°4′	56°4′	56°4′
67°8′	67°8′	67°8′
72°7′	72°7′	72°7′
76°9′	76°9′	76°9′
87°8′	87°8′	87°8′
	93°3′	93°3′
99°	99°	99°
102°	102°	102°
-	103°7′	103°7′
115°1′	115°1′	-
117°8′	117°8′	117°8′
119°8′	119°8′	119°8′
124°6′	124°6′	124°6′
130°8′	130°8′	130°8′
133°2′	133°2′	133°2′
136°5′	136°5′	136°5′
143°2′	143°2′	143°2′

Исследование дифрактограмм объектов, подвергшихся ударно-волновому воздействию на линиях  $(110)_{\alpha}$  и  $(220)_{\alpha}$ , позволило сделать вывод о том, что истинное физическое уширение дифракционных линий вызывается влиянием микродеформации и мелкодисперсности блоков мозаичной структуры. На рисунке 2 представлен пример сравнения дифракционных пиков, полученных для стали 3.



Рис. 2. Сравнение пиков Ст. 3, подвергшихся взрывному воздействию от 45 г и 185 г тротила соответственно:

a – отражения от плоскостей с индексами  $(110)_a$ ;  $\delta$  – отражения от плоскостей с индексами  $(220)_a$ 

Также по полученным данным рентгеноструктурного анализа был произведен расчет плотности дислокаций по трем методикам [4; 5; 8]. Полученные значения составили:  $\rho = 0,1 \cdot 10^{12}$  см<sup>-2</sup>;  $0,1 \cdot 10^{12}$  см<sup>-2</sup>;  $0,05 \cdot 10^{12}$  см<sup>-2</sup>. Отсюда можно сделать вывод о том, что исследуемые образцы предположительно подверглись воздействию взрыва [7].

На основе обобщенных данных, на основе расчета микродеформации для Стали 3 на образцах из разных участков корпуса по высоте ВУ, была построена зависимость (рис. 3), которую можно использовать для сравнения с экспериментальными данными при проведении экспертных исследований образцов, подвергшихся ударно-волновому воздействию [2; 3] (рис. 3).

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Булгаков, В. Г. О новых возможностях установления принадлежности осколков, изымаемых с мест взрывов, взрывному устройству / В. Г. Булгаков, Е. В. Булгакова, М. Ю. Гераськин // Судебная экспертиза : Научно-практический журнал. – Волгоград : Изд-во ВА МВД России, 2017. – № 4 (52). – С. 83–97.

2. Булгаков, В. Г. Рентгенография в судебной экспертизе : учебник / В. Г. Булгаков, К. О. Смирнов, Л. Н. Бурминская. – Волгоград : Изд-во ВолГУ, 2006. – 230 с.

3. Гераськин, М. Ю. Использование рентгеновских методов при исследовании металлических осколков самодельных взрывных устройств / М. Ю. Гераськин, В. Г. Булгаков, Е. В. Булгакова // Проблемные аспекты правоохранительной деятельности и пути их решения : сб. тез. и ст. / редкол.: С. Ю. Бирюков, Д. В. Кайргалиев. – Екатеринбург : Перископ-Волга, 2018. – С. 77–80.

4. Горелик, С. С. Рентгенографический и электронно-оптический анализ / С. С. Горелик, Ю. А. Скаков, Л. Н. Расторгуев. – М. : МИСИС, 2002. – 360 с.

5. Иванченко, А. В. Создание клатратно-ячеистой структуры как способ упрочнения ниобиевых сплавов / А. В. Иванченко, Е. Е. Складнова, К. О. Смирнов // Вестник Волгоградского государственного университета. Сер. 1, Математика. Физика. – 1997. – Вып. 2. – С. 118–126.

6. Комплексное экспертное исследование осколков взрывных устройств: [учеб. пособие для высшей школы] / М. Ю. Гераськин [и др.]. – Волгоград : Изд-во ВА МВД России, 2019. – 114 с.

7. Котельников, Б. В. Идентификационные признаки, используемые в комплексном экспертном исследовании для дифференциации металлических осколков, подвергнутых воздействию взрыва и пожара / Б. В. Котельников // Бизнес в законе : Экономико-юридический журнал. – Издат. дом Юр-ВАК, 2008. – № 1. – С. 96–98.

8. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия / Я. С. Уманский, Ю. А. Скаков, А. Н. Иванов, Л. Н. Расторгуев. – М. : Металлургия, 1982. – 632 с.

#### REFERENCES

1. Bulgakov V.G., Bulgakova E.V., Geras'kin M.Yu. O novyh vozmozhnostyah ustanovleniya prinadlezhnosti oskolkov, izymaemyh s mest vzryvov, vzryvnomu ustrojstvu [About New Possibilities of Establishing the Belonging of Fragments Seized from the Places of Explosions to an Explosive Device]. Sudebnaya ekspertiza:Nauchno-prakticheskij



Рис. 3. Зависимость микродеформаций от массы ВВ

Е К.О. Смирнов, В.В. Акатьев, Ю.А. Амельченко. Применение методов РФА и РСтА в судебной экспертизе

*zhurnal*. Volgograd, Izd-vo VA MVD Rossii, 2017, no. 4 (52), pp. 83-97.

2. Bulgakov V.G., Smirnov K.O., Burminskaya L.N. *Rentgenografiya v sudebnoj ekspertize: uchebnik* [Radiography in Forensic Examination. Study Guide]. Volgograd, Izd-vo VolGU, 2006. 230 p.

3. Geraskin M.Iu., Bulgakov V.G., Bulgakova E.V. Ispol'zovanie rentgenovskih metodov pri issledovanii metallicheskih oskolkov samodel'nyh vzryvnyh ustrojstv [The Use of X-ray Methods in the Study of Metal Fragments of Improvised Explosive Devices]. Biryukov S.Yu., Kajrgaliev D.V., eds. *Problemnye aspekty pravookhranitelnoia deiatelnosti i puti ikh resheniia: sb. tez. i st.* [Problematic Aspects of Law Enforcement and Ways to Solve Them. Collection of Theses and Articles]. Ekaterinburg, Periskop-Volga Publ., 2018, pp. 77-80.

4. Gorelik S.S., Skakov Yu.A., Rastorguev L.N. *Rentgenograficheskij i elektronno-opticheskij analiz* [Radiographic and Electron-Optical Analysis]. Moscow, MISIS, 2002. 360 p.

5. Ivanchenko A.V., Skladnova E.E., Smirnov K.O. Sozdanie klatratno-yacheistoj struktury kak sposobuprochneniya niobievyh splavov [Creation of a Clathrate-Cellular Structure As a Method of Strengthening Niobium Alloys]. Vestnik Volgogradskogo gosudarstvennogo universiteta. Ser. 1, Matematika. Fizika, 1997, iss. 2, pp. 118-126.

6. Geras'kin M.Yu. et al. *Kompleksnoe* ekspertnoe issledovanie oskolkov vzryvnyh ustrojstv: ucheb. posobie dlya vysshej shkoly [Comprehensive Expert Study of Fragments of Explosive Devices. Textbook for Higher Education]. Volgograd, Izd-vo VA MVD Rossii, 2019. 114 p.

7. Kotel'nikov B.V. Identifikacionnye priznaki, ispol'zuemye v kompleksnom ekspertnom issledovanii dlya differenciacii metallicheskih oskolkov, podvergnutyh vozdejstviyu vzryva i pozhara [Identification Features Used in a Comprehensive Expert Study to Differentiate Metal Fragments Exposed to Explosion and Fire]. *Biznes v zakone: Ekonomikoyuridicheskij zhurnal*. Izdatel'skij dom Yur-VAK, 2008, no. 1, pp. 96-98.

8. Umanskij Ya.S., Skakov Yu.A., Ivanov A.N., Rastorguev L.N. *Kristallografiya, rentgenografiya i elektronnaya mikroskopiya* [Crystallography, Radiography and Electron Microscopy]. Moscow, Metallurgiya, 1982. 632 p.

# POSSIBILITIES OF APPLICATION OF METHODS OF X-RAY PHASE AND X-RAY DIFFRACTION ANALYSIS IN THE FORENSIC SCIENCE

# Konstantin O. Smirnov

Senior Lecturer, Department of Forensic Examination and Physical Materials Science, Volgograd State University sefm@volsu.ru Prosp. Universitetsky, 100, 400062 Volgograd, Russian Federation

### Vladimir V. Akatyev

Senior Lecturer, Department of Forensic Examination and Physical Materials Science, Volgograd State University sefm@volsu.ru Prosp. Universitetsky, 100, 400062 Volgograd, Russian Federation

# Yulia A. Amelchenko

Engineer, Laboratory of X-Ray Structural Analysis, Department of Forensic Examination and Physical Materials Science, Volgograd State University sefm@volsu.ru Prosp. Universitetsky, 100, 400062 Volgograd, Russian Federation

**Abstract.** The paper reflects various aspects of the use of X-ray investigation methods, their advantages and application in forensic science of the phase composition of metals, paint

# ИННОВАЦИИ В МЕТАЛЛУРГИИ =

and varnish coatings and paintwork materials, fragments of explosive devices. Practical examples of X-ray diffraction analysis application for thin film specimens made on the basis of paints containing alkyd varnish, pigments, fillers and solvents of various colour range have been examined. Influence of true physical broadening, on lines of diffractograms taken for samples exposed to shock wave action was also studied. It was found that this broadening is directly connected with influence of microstrains and fine dispersion of mosaic structure blocks. Based on the obtained X-ray diffraction analysis data, the dislocation density was calculated by three methods. Based on summarized experimental and literature data, the dependence of microstrains on the explosive weight was plotted, which can be used as a reference standard for comparison in expert studies of samples exposed to shock-wave impact.

**Key words:** X-ray structural analysis, X-ray phase analysis, diffractogram, fine structure, mosaic blocks, microstrains, dislocation density.