

УДК 542.8

Лук'яненко О.С.¹, Рябоконь І. Ю.²

¹асп. НУ «Запорізька політехніка», судовий експерт ВДМРВ НДЕКЦ

²завідувач ВДМРВ НДЕКЦ

ЗАСТОСУВАННЯ МЕТОДУ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛІЗУ ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ ЕЛЕМЕНТНОГО СКЛАДУ ЧОРНИХ МЕТАЛІВ В КРИМІНАЛІСТИЧНІЙ ПРАКТИЦІ

Криміналістична експертиза матеріалів і речовин досліджує питання, більшість із яких, пов'язане з визначенням елементного складу об'єктів різної природи. Оснащення сучасними техніко-криміналістичними засобами та вплив науково-технічного прогресу на експертні методи дозволяє успішно виявляти, фіксувати й досліджувати найрізноманітніші об'єкти.

На сьогодні створені методики для дослідження металу на основі різних інструментальних методів. Рентгенофлуоресцентний аналіз (РФА) у даних методиках практично не освітлений, що й привело до необхідності систематизації, розробки і впровадження методичних

рекомендацій щодо дослідження різноманітних матеріалів і речовин методом РФА.

Рентгенофлуоресцентний аналіз (РФА) один із сучасних спектроскопічних методів дослідження об'єкта з метою одержання його елементного складу. Сучасні лабораторії використовують новітні спектрометри, призначені для багатоелементного аналізу речовин різного походження й агрегатного стану. В основному, це обладнання широко відомих світових виробників рентгенівської аналітичної техніки. Комплекс лабораторії РФА звичайно складається з аналітичного інструмента – спектрометра, програмного забезпечення для керування аналізом і обробки результатів.

Найбільш часто при криміналістичних дослідженнях металів і сплавів зустрічаються: свинець, олово і їхні сплави, мідь і мідні сплави, алюміній і його сплави, дорогоцінні метали і їхні сплави, сталі і чавуни тощо.

Чорні метали являють собою сплав заліза з невеликою кількістю вуглецю. Наряду з вуглецем чорні метали можуть містити кремній, марганець, фосфор, сірку й інші хімічні елементи, що попадають у метали з руд або додаються у процесі плавки. Для покращення якості або додавання специфічних властивостей до складу чорних металів вводять легуючі добавки - мідь, нікель, хром, кремній і інших.

Відомо, що в залежності від вимог до хімічного складу, насамперед до вмісту шкідливих домішок, сталі поділяють на сталі звичайної якості ($P \leq 0.04\%$; $S \leq 0.05\%$), якісні (P і $S \leq 0.035\%$ кожного), високоякісні (P і $S \leq 0.025\%$ кожного) і особливо високоякісні ($P \leq 0.025$ і $S \leq 0.015\%$). В основній масі металознавчих експертиз, як правило, присутнє запитання стосовно визначення марки вуглецевої або легованої сталі. Саме у вирішенні цього питання в експерта виникають зокрема проблеми пов'язані із можливостями рентгенофлуоресцентних аналізаторів.

В технічній документації на РФА елементного складу вказано, що в сталях, чавунах, залізо-нікелевих і нікелевих сплавах нижня межа виявлення кремнію складає 0.1% з абсолютною похибкою визначення 0.03%, (третина від 0.1%). Це є свідченням того, що диференціювати киплячі та напівспокійні вуглецеві сталі за вмістом кремнію з допомогою приладу не є можливим, оскільки вміст кремнію у зазначених сталях складає $\leq 0.1\%$. Причиною недостатньої чутливості приладу є те, що матеріалом детектора вторинного рентгенівського випромінювання є кремній активований літєм, у якому характеристичне випромінювання елементів зразка частково збуджує кремній самого детектора, що сприяє підвищенню інтенсивності аналітичної лінії кремнію. В перерахунку на масову частку кремнію, цей вклад становить $\leq 0.1\%$. До того ж детектор

вкритий струмопровідним алюмінієвим шаром (100Å°). Тому, в послідовному режимі роботи приладу в низькоенергетичній частині спектру присутність слабких ліній К-серії кремнію і алюмінію обумовлені вище вказаними чинниками.

До того ж слід пам'ятати, що в разі наявності в сталі домішки вольфраму, прилад зафіксує завищений вміст кремнію, внаслідок накладання лінії $W\alpha$ (1.774keV) на $SiK\alpha$ (1.739keV). Крім іншого, встановлення марок сталі істотно залежить від точності визначень масових часток С та шкідливих домішок S і P, що є проблематичним в зв'язку з неможливістю визначити наявність С на РФА. При визначенні елементного складу на РФА поверхню аналізованої проби заточують і протирають спиртом. Заточена поверхня зразка повинна бути рівною, гладкою, без усадочної раковини, пор, тріщин, шлакових і неметалічних включень, щоб виключити неправильність результатів за рахунок можливого розсіювання випромінювання в нерівностях. Спосіб обробки поверхні проби визначається заданою точністю аналізу і довжиною хвилі аналітичної лінії. При пред'явленні високих вимог до точності результатів аналізу, особливо коли до складу проби входять елементи з малими атомними номерами, поверхня обробляється в 2–3 прийоми (механічна обробка на відповідному станку або абразивному кругу, шліфівка, поліровка). Підготовку поверхні проводять безпосередньо перед аналізом.

Пробу поміщають у вимірювальну камеру, звертаючи особливу увагу на відсутність перекосів між пробою і віконцем детектора. Подальший цикл проведення аналізу відбувається автоматично. Аналіз проби виконують у трьох паралельних визначеннях. За результат одного з паралельних визначень приймають результат реєстрації протягом однієї експозиції аналітичного сигналу, виражений в одиницях масової частки елемента. За результат аналізу приймають середнє арифметичне результатів трьох паралельних вимірів.