

## ОГЛАВЛЕНИЕ

<b>ВВЕДЕНИЕ.....</b>	<b>5</b>
<b>РАЗДЕЛ 1. АНАЛИЗ ПРИЧИН ПОЖАРОВ В ГОРОДЕ ИВАНОВО .....</b>	<b>7</b>
1.1. Пожарная безопасность объектов, расположенных в г. Иваново.....	7
1.2. Организация расследования пожаров .....	10
1.3. Судебная экспертиза.....	11
1.4. Пожарно-техническая экспертиза .....	14
1.5. Пожаро-взрывоопасные объекты .....	15
1.6. Классификация пожаров .....	18
1.7. Классификация инициаторов горения .....	20
1.8. Основные и косвенные признаки поджога.....	25
<b>РАЗДЕЛ 2. МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ИНИЦИАТОРОВ ГОРЕНИЯ. 28</b>	
2.1. Полевые методы исследования .....	28
2.2. Лабораторные методы исследования.....	29
2.3. Поиск и отбор проб на месте пожара.....	31
<b>РАЗДЕЛ 3. ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ЛВЖ И ГЖ.....</b>	<b>35</b>
3.1. Подготовка проб для лабораторных исследований.....	35
3.2. Лабораторные исследования инициаторов горения.....	38
3.3. Методика проведения хроматографического анализа .....	40
3.4. Методика проведения флуоресцентной спектроскопии.....	45
3.5. Методика проведения инфракрасной спектроскопии.....	47
<b>РАЗДЕЛ 4 АЛГОРИТМЫ ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ .....</b>	<b>49</b>
4.1. Хроматографический комплекс «ХРОМАТЭК-КРИСТАЛЛ-5000» .....	49
4.2. Приставка многократного нарушенного полного внутреннего отражения горизонтального типа МНПВО 36 .....	59
4.3. Анализатор жидкости «Флюорат-02-Панорама».....	65
<b>РАЗДЕЛ 5 РЕШЕНИЕ КЛАССИФИКАЦИОННЫХ И ИДЕНТИФИКАЦИОННЫХ ЗАДАЧ С ПОМОЩЬЮ ПОЛУЧЕННЫХ СПЕКТРОВ .....</b>	<b>74</b>
5.1. Исследование инициаторов горения.....	74
5.2. Методика выжигания.....	85
5.3. Исследование полученных спектров и хроматограмм.....	85

<b>РАЗДЕЛ 6 ИНФОРМАЦИОННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ ДЛЯ УСТАНОВЛЕНИЯ ПРИЧИН ПОЖАРОВ.....</b>	<b>107</b>
<b>ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....</b>	<b>110</b>
<b>СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....</b>	<b>112</b>
<b>Приложения.....</b>	<b>114</b>

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		4

## ВВЕДЕНИЕ

Развитие химии и строительной индустрии связано с появлением новых веществ и синтетических материалов, многие из которых характеризуются повышенной пожарной опасностью, легко загораются и интенсивно горят, образуя при этом токсичные продукты сгорания. Эти особенности веществ и материалов обуславливают пожарную опасность предприятий химической промышленности. В различных отраслях экономики Российской Федерации находится и эксплуатируется около 10 тыс. взрывопожароопасных объектов.

Согласно сведениям, предоставленным УНПР ГУ МЧС России по Ивановской области, за 2017 год обстановка с пожарами в Ивановской области характеризовалась следующими основными показателями:

- зарегистрировано 1015 пожаров (АППГ – 1033, снижение на 1,7%, Аср.3.г. – 1046, снижение на 2,9%);
- зарегистрировано 1758 загораний (АППГ – 2302, снижение на 25,7%, Аср.3.г. – 2915, уменьшение на 39,7%);
- при пожарах погибло 79 человек (АППГ – 83, снижение на 4,8%, Аср.3.г. – 89, снижение на 11,6%);
- при пожарах получили травмы 83 человека (АППГ – 83, 0%, Аср.3.г. – 87, снижение на 4,6%);
- прямой материальный ущерб причинен в размере 39960 тыс. рублей (АППГ – 107595 тыс. рублей, уменьшение на 62,9%, Аср.3.г. – 75054 тыс. рублей, уменьшение на 46,8%).

Наибольшее количество пожаров совершается в областном центре, в городе Иванове – 279 поджогов (5,3 % от общего количества поджогов); в зданиях жилого назначения – 646 поджогов (63,6 % от общего количества) и на транспортных средствах – 145 поджогов (14,2 % от общего количества).

Так как среди всех перечисленных причин пожаров поджог занимает значительное место. С вышеуказанными тенденциями связана необходимость соответствующего прогресса в технико-криминалистическом

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		5

обеспечении работы пожарных дознавателей, специалистов и экспертов. Так как в установлении факта поджога роль пожарного специалиста - ключевая. Для повышения качества расследования дел по пожарам, связанных с поджогами, в практическую деятельность российских пожарно-технических экспертов в 2016 году была внедрена электронная база хроматографических и спектральных данных по средствам поджога. Электронная база сформирована на основе данных, собранных судебно-экспертными учреждениями Федеральной противопожарной службы МЧС России из 19 регионов Российской Федерации.

В этой связи исследование физико-химических свойств горючих жидкостей для установления причин пожаров в г. Иваново является актуальной проблемой.

Для решения поставленной задачи необходимо решить следующие задачи:

- Изучить экспертную методику обнаружения и установления состава легковоспламеняющихся и горючих жидкостей при поджоге.
- Выявить отличительные особенности нефтепродуктов и растворителей ненефтяного ряда.
- Получить хроматограммы и спектрограммы горючих жидкостей.
- Провести анализ полученных экспериментальных данных.
- Дополнить базу данных инициаторов горения для Ивановской области.

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		6

## РАЗДЕЛ 1. АНАЛИЗ ПРИЧИН ПОЖАРОВ В ГОРОДЕ ИВАНОВО

### 1.1. Пожарная безопасность объектов, расположенных в г. Иваново

Ивановская область – это регион с большим производственным и интеллектуальным потенциалом, выгодным географическим положением, значительными природными ресурсами.

Город традиционно считался центром текстильной промышленности. Первые текстильные мануфактуры появились здесь ещё в XVII веке. Начиная с пятидесятых годов XX в. в городе стали активно создаваться машиностроительные предприятия. В настоящее время развиваются предприятия пищевой промышленности. В Иваново также существует небольшое количество химических предприятий.

Перечень критически важных и потенциально опасных объектов с пожаровзрывоопасной технологией производства, наличием опасных веществ и материалов, расположенных на территории Ивановской области (табл. 1.1).

Таблица 1.1

Потенциально опасные объекты, расположенные на территории  
Ивановской области

Наименование объекта	Адрес
ОАО «Ивхимпром»	г. Иваново, ул. Кузнецова, 116
ООО «Ивановская нефтебаза»	г. Иваново, ул. 4-я Завокзальная, 40/6

Ивановский химзавод "ИВХИМПРОМ" - старейшее предприятие химической отрасли промышленности. Предприятие имеет развитую инфраструктуру: инновационно-технологический центр, производственные цеха, складские помещения, полное энергетическое обеспечение, что позволяет вести технологические процессы на современном уровне.

Предприятие наряду со своим научным потенциалом имеет широкие связи с научно-исследовательскими институтами страны, что дает возможность активно работать по расширению и обновлению ассортимента, а также улучшению качества продукции.

ОАО «ИВХИМПРОМ» является крупнейшим в России производителем синтетических пенообразователей для пожаротушения. В настоящее время на предприятии осуществляется производство более 30 видов пенообразователей и огнетушащих средств высокого качества для тушения различных горючих материалов, в том числе нефтепродуктов.

На производственной площадке ОАО «ИВХИМПРОМ» в сотрудничестве с ПАО «ЛУКОЙЛ» организовано производство авиационных бензинов марок: Б-91/115 и «AVGAS 100LL».

В настоящее время производственная площадка ОАО «ИВХИМПРОМ» обеспечена парком хранения на 2400 м<sup>3</sup>, узлом компаундирования, складскими помещениями, сливо-наливными железнодорожными и автомобильными эстакадами. Все резервуары для нефтепродуктов оборудованы газоулавливающей системой, подъемными трубами, контурами циркуляции, что позволяет осуществлять производство топлив различных марок согласно ГОСТ. Мощность данного производства составляет 60 тыс. тонн авиабензинов в год.

В ассортимент продукции ОАО «ИВХИМПРОМ» входят водосмешиваемые (синтетические, полусинтетические, эмульсионные) и масляные жидкости, а также вспомогательные вещества для их долгой и качественной работы: бактерициды, антивспениватели, моющее-дезинфицирующие средства. Водосмешиваемые СОЖ - это сложные сбалансированные композиции из эмульгаторов, сульфатов, жирных кислот, мыла и масел, которые производятся в виде концентратов и, смешиваясь с водой, непрерывно циркулируют в системе станка или оборудования от нескольких месяцев до нескольких лет [1].

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		8

АО «Газпромнефть-Северо-Запад» - дочернее сбытовое предприятие ПАО «Газпром нефть», занимающееся розничной продажей нефтепродуктов через сеть АЗС «Газпромнефть».

В настоящее время предприятие представлено автозаправочными станциями в регионах Центрального, Северо-Западного, Приволжского и Южного федеральных округов: Москве, Московской области, Санкт-Петербурге, Ленинградской, Владимирской, Вологодской, Ивановской, Костромской, Нижегородской, Калужской, Псковской, Ярославской, Новгородской, Рязанской, Смоленской, Тверской областях, Республике Карелия, Краснодарском крае, республике Адыгея. В Северо-Западном регионе компания начала свою деятельность 10 апреля 1995 г. Позднее она была преобразована в АО «Газпромнефть-Северо-Запад».

«Газпромнефть-Северо-Запад» осуществляет поставки топлива с нефтеперерабатывающих активов ПАО «Газпром нефть», преимущественно, с Ярославского и Московского НПЗ.

На всех АЗС «Газпромнефть» установлено технологическое оборудование, отвечающее необходимым требованиям и стандартам экологической и промышленной безопасности [2].

Открытое акционерное общество «Нефтегазовая компания «Славнефть» входит в десятку крупнейших нефтяных компаний России. Вертикально интегрированная структура холдинга позволяет обеспечивать полный производственный цикл: от разведки месторождений и добычи углеводородного сырья до его переработки. «Славнефть» владеет лицензиями на геологическое изучение недр и добычу нефти и газа на 33 лицензионных участках на территории Западной и Восточной Сибири. Добытая нефть передается в систему магистральных нефтепроводов ПАО «Транснефть» для дальнейшей транспортировки на НПЗ РФ и экспорт [3].

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		9

## 1.2. Организация расследования пожаров

Функциональные обязанности по исследованию пожаров возложены на испытательные пожарные лаборатории (ИПЛ). ИПЛ существуют в большинстве областных центров России. Федеральное государственное бюджетное учреждение «Судебно-экспертное учреждение федеральной противопожарной службы «Испытательная пожарная лаборатория» по Ивановской области является самостоятельным подразделением при Главном управлении Министерства Российской Федерации по делам гражданской обороны, чрезвычайным ситуациям и ликвидации последствий стихийных бедствий по Ивановской области и относится к пожарно-техническим научно-исследовательским учреждениям, осуществляет функции, исполняет обязанности, имеет права и несет ответственность как федеральное государственное судебно-экспертное учреждение.

В составе ИПЛ имеется два сектора:

- сектор исследования пожаров (оперативно-технического обеспечения расследования пожаров);
- испытательный сектор (сектор исследовательских, испытательных работ на соответствие продукции требованиям норм и стандартов пожарной безопасности).

Одной из основных и первоочередных задач исследования пожара является определение его очага и причины.

Основными видами деятельности ФГБУ СЭУ ФПС ИПЛ по Ивановской области являются:

- осуществление работ по исследованию пожаров: выдача технических заключений по причине пожара и по исследованию объектов, изъятых с места пожара; производство пожарно-технических судебных экспертиз по уголовным и административным делам;
- проведение научных исследований в области пожарной безопасности в соответствии с планом научно-технической

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		10



деятельности МЧС России, утвержденным в установленном порядке;

- проведение прикладных научных исследований в области пожарной безопасности, в том числе на договорной основе;
- проведение работ: на соответствие установленным требованиям пожарной безопасности продукции (услуг); по определению показателей пожаровзрывоопасности веществ, материалов, изделий, оборудования и конструкций, в том числе на договорной основе.

По результатам выполненной работы сотрудник ИПЛ при необходимости готовит техническое заключение о причине пожара, которое является дополнительным основанием для решения вопроса, что делать по результатам проверки по факту пожара - возбуждать уголовное дело или отказывать в его возбуждении.

Пожар - дело сложное, его расследование, как правило, требует специальных знаний, поэтому по уголовным делам о пожарах экспертиза назначается в большинстве случаев.

### 1.3. Судебная экспертиза

Судебная экспертиза – самостоятельное следственное действие, состоящее в производстве установленной законом формы специальных исследований экспертами и даче ими заключений по вопросам, которые поставили перед ними уполномоченные на то органы и должностные лица.

Предмет экспертизы – специальные познания в различных областях профессиональной деятельности человека.

Объект экспертизы – определенные лица, вещественные доказательства.

Задача экспертизы – получение новых доказательств.

Экспертизы подразделяются на классы, рода и виды [4].

Класс экспертизы - составляют экспертные исследования, объединяемые общностью знаний, служащих источником формирования

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		11

теоретических и методических основ судебных экспертиз, и объектов, исследуемых на базе этих знаний (криминалистические, судебно-медицинские и т.д.).

Роды экспертиз - различаются по предмету и объектам и соответственно методикам экспертного исследования.

Вид экспертизы - составляют элементы рода, отличающиеся специфичностью предмета в отношении общих для рода объектов и методик.

Подвид экспертизы - составные части вида, отличающиеся своеобразной группой задач, характерных для предмета данного вида экспертизы, и комплексами метода исследования отдельных объектов или групп объектов.

Классы судебных экспертиз:

- криминалистические (трасологические, баллистические и др.);
- веществ и материалов;
- медицинские;
- биологические;
- экономические;
- инженерно-технические и др.

Роды судебной экспертизы:

- судебно-трасологическая;
- судебно-баллистическая;
- судебная экспертиза холодного оружия;
- судебно-почерковедческая;
- судебно-техническая экспертиза документов;
- судебно-портретная;
- судебно-фототехническая.

Виды судебных экспертиз:

1. по характеру указаний в законе:

а) обязательные;

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		12

б) необязательные;

2. по характеру решаемых задач:

а) идентификационные;

б) диагностические;

3. по характеру специальных познаний:

а) криминалистические;

б) судебно-медицинские;

в) судебно-психиатрические;

г) судебно-биологические;

д) судебно-экономические;

е) судебно-психологические;

ж) санитарно-эпидемиологические;

з) судебно-фармакологические;

и) судебно-ветеринарные;

к) судебно-технические;

л) судебно-экологические;

м) судебно-бухгалтерские;

н) судебно-товароведческие;

о) судебно-одорологические;

п) литературоведческие и искусствоведческие;

р) судебно-материаловедческие;

4. по последовательности проведения:

а) первичные;

б) повторные;

5. по объему исследования:

а) основные;

б) дополнительные;

6. по месту проведения:

а) в экспертном учреждении;

б) вне экспертного учреждения;

					<b>ВКР 130402</b>	Лист
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата		13

7. по численности и составу исполнителей:

- а) единоличные;
- б) комиссионные;
- в) комплексные.

Но основной вид экспертизы, назначаемой по делам о пожарах, — пожарно-техническая экспертиза, относящаяся к классу инженерно-технических экспертиз.

#### **1.4. Пожарно-техническая экспертиза**

Пожарно-техническая экспертиза решает в основном следующие задачи [5]:

- исследование следов теплового воздействия на конструкции, материалы и оборудование при пожаре в целях установления места возникновения пожара (очага пожара);
- определение непосредственной (технической) причины пожара, условий и времени возникновения горения;
- исследование условий и особенностей развития горения (горение предметов, материалов, конструкций зданий и сооружений, в каком направлении и почему развивалось горение);
- установление имевших место нарушений правил пожарной безопасности, строительных норм и правил (в части противопожарных требований), правил устройства электроустановок (ПУЭ) и других нормативных документов и определение причинной связи между этими нарушениями и возникновением горения, его развитием и последствиями;
- определение условий, средств, способов и особенностей подавления процессов горения на пожарах — анализ тактических методов и приемов пожаротушения, боевого использования пожарной техники (правда, эту задачу в последнее время все чаще относят к задачам не пожарно-технической, а пожарно-тактической экспертизы).

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		14

Объектами исследования в пожарно-технической экспертизе являются:

- материальная обстановка на месте пожара (эксперт может выезжать на место пожара и исследовать его);
- вещественные доказательства, изымаемые с места пожара;
- материалы уголовного дела по пожару.

### 1.5. Пожаро-взрывоопасные объекты

При оценке пожарной опасности того или иного технологического процесса необходимо знать, какие огнеопасные вещества или смеси используются, получаются или могут образовываться в процессе производства. Более высокую категорию пожарной опасности имеют предприятия с наличием веществ, способных образовывать взрывоопасные смеси с воздухом (горючие газы, легковоспламеняющиеся жидкости, пылевидные горючие материалы). Показатели пожаровзрывоопасности веществ и материалов определяют с целью получения исходных данных для разработки систем по обеспечению пожарной и взрывобезопасности.

Пожаровзрывоопасность веществ и материалов определяется показателями, выбор которых зависит от агрегатного состояния вещества (материала) и условий его применения [16].

При определении пожаровзрывоопасности веществ и материалов различают:

- газы – вещества, давление насыщенных паров которых при температуре 25С и давлении 101,3 кПа превышает 101,3 кПа;
- жидкости – вещества, давление насыщенных паров которых при температуре 25С и давлении 101,3 кПа меньше 101,3 кПа. К жидкостям относят также твердые плавящиеся вещества, температура плавления или каплепадения которых меньше 50С;
- твердые вещества и материалы – индивидуальные вещества и их смесевые композиции с температурой плавления или каплепадения больше

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		15

50С, а также вещества, не имеющие температуры плавления (например, древесина, ткани и т. п.);

– пыли - диспергированные твердые вещества и материалы с размером частиц менее 850 мкм [17].

Пожаровзрывоопасность веществ и материалов – совокупность свойств, характеризующих способность к возникновению и распространению горения.

Группа горючести – классификационная характеристика способности веществ и материалов к горению. Этот показатель применим для всех агрегатных состояний.

По горючести вещества и материалы подразделяют на три группы:

– негорючие (несгораемые) – вещества и материалы, не способные к горению в воздухе. Негорючие вещества могут быть пожаровзрывоопасными (например, окислители или вещества, выделяющие горючие продукты при взаимодействии с водой, кислородом воздуха или друг с другом);

– трудногорючие (трудносгораемые) – вещества и материалы, способные гореть в воздухе при воздействии источника зажигания, но не способные самостоятельно гореть после его удаления;

– горючие (сгораемые) – вещества и материалы, способные самовозгораться, а также возгораться при воздействии источника зажигания и самостоятельно гореть после его удаления.

На практике группу горючести используют для подразделения материалов по горючести, при установлении классов взрывоопасных и пожароопасных зон по ПУЭ, при определении категории помещений и зданий по взрывопожарной и пожарной опасности, при разработке мероприятий для обеспечения пожаро- и взрывобезопасности оборудования и помещений.

Температура вспышки – наименьшая температура конденсированного вещества, при которой в условиях специальных испытаний над его

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		16

поверхностью образуются пары, способные вспыхивать в воздухе от источника зажигания; устойчивое горение при этом не возникает.

Вспышка – быстрое сгорание газопаровоздушной смеси над поверхностью горючего вещества, сопровождающееся кратковременным видимым свечением.

Значение температуры вспышки применяется для характеристики пожарной опасности жидкости, при определении категории помещений по взрывопожарной и пожарной опасности, при разработке мероприятий по обеспечению пожаро- и взрывобезопасности оборудования и помещений.

Температура воспламенения – наименьшая температура вещества, при которой в условиях специальных испытаний вещество выделяет горючие пары и газы с такой скоростью, что при воздействии на них источника зажигания наблюдается воспламенение.

Воспламенение – пламенное горение вещества, инициированное источником зажигания и продолжающееся после его удаления.

Значение температуры воспламенения применяется при определении группы горючести вещества, оценке пожарной опасности оборудования и технологических процессов, связанных с переработкой горючих веществ, при разработке мероприятий по обеспечению пожарной безопасности.

Температура самовоспламенения – наименьшая температура окружающей среды, при которой в условиях специальных испытаний наблюдается самовоспламенение вещества.

Самовоспламенение – резкое увеличение скорости экзотермических объемных реакций, сопровождающееся пламенным горением и (или) взрывом.

Значение температуры самовоспламенения применяется при определении группы взрывоопасной смеси, для выбора типа взрывозащищенного электрооборудования, при разработке мероприятий по обеспечению пожаровзрывобезопасности технологических процессов.

Самовозгорание – резкое увеличение скорости экзотермических

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		17

процессов в веществе, приводящее к возникновению очага горения.

Пожаро- и взрывоопасные объекты (ПВОО) — предприятия, на которых производятся, хранятся, транспортируются взрывоопасные продукты или продукты, приобретающие при определенных условиях способность к возгоранию или взрыву. К ним прежде всего относятся производства, где используются взрывчатые и имеющие высокую степень возгораемости вещества, а также железнодорожный и трубопроводный транспорт как несущий основную нагрузку при доставке жидких, газообразных пожаро- и взрывоопасных грузов [6].

### 1.6. Классификация пожаров

Определение категорий помещений следует осуществлять путем последовательной проверки их принадлежности к категориям, приведенным в табл. 1.2 [7], от высшей (А) к низшей (Д).

Таблица 1.2

Категории помещений по взрывопожарной и пожарной опасности

Категория помещения	Характеристика веществ и материалов, находящихся (обращающихся) в помещении
А (взрывопожароопасная)	Горючие газы (далее – ГГ), легковоспламеняющиеся жидкости (далее – ЛВЖ) с температурой вспышки не более 28С в таком количестве, что могут образовывать взрывоопасные парогазовоздушные смеси, при воспламенении которых развивается расчетное избыточное давление взрыва в помещении, превышающее 5 кПа. Вещества и материалы, способные взрываться и гореть при взаимодействии с водой, кислородом воздуха или друг с другом в таком количестве, что расчетное избыточное давление взрыва в помещении превышает 5 кПа
Б (взрывопожароопасная)	Горючие пыли или волокна, ЛВЖ с температурой вспышки более 28С, горючие жидкости (далее – ГЖ) в таком количестве, что могут образовывать взрывоопасные пылевоздушные или паровоздушные смеси, при воспламенении которых развивается расчетное избыточное давление взрыва



	в помещении, превышающее 5 кПа
В1–В4 (пожароопасные)	ГГ, ЛВЖ, ГЖ и трудногорючие жидкости, твердые горючие и трудногорючие вещества и материалы (в том числе пыли и волокна), вещества и материалы, способные при взаимодействии с водой, кислородом воздуха или друг с другом взрываться и гореть, при условии, что помещения, в которых они имеются в наличии или обращаются, не относятся к категориям А или Б
Г1	ГГ, ЛВЖ, ГЖ, твердые горючие вещества и материалы, которые сжигаются или утилизируются в процессе контролируемого горения в качестве топлива
Г2	Негорючие вещества и материалы в горячем, раскаленном или расплавленном состоянии, процесс обработки которых сопровождается выделением лучистого тепла, искр и пламени
Д	Негорючие вещества и материалы в холодном состоянии, горючие и трудногорючие вещества и материалы в таком количестве, что удельная пожарная нагрузка на участке их размещения в помещении не превышает 100 МДж/м <sup>2</sup> , а пожарная нагрузка в пределах помещения – 1000 МДж

Определение пожароопасной категории помещения В1–В4 осуществляется путем сравнения максимального значения удельной временной пожарной нагрузки на любом из участков с величиной удельной пожарной нагрузки, приведенной в табл. 1.3.

Таблица 1.3

Определение пожароопасной категории помещения В1–В4

Категория помещения	Удельная пожарная нагрузка g на участке, МДж/м <sup>2</sup>
В 1	Более 2000
В 2	1400-2200
В 3	200-1400
В 4	100-200

Пожары классифицируются по виду горючего материала и подразделяются на следующие классы [7]:

- пожары твердых горючих веществ и материалов (А);
- пожары горючих жидкостей или плавящихся твердых веществ и материалов (В);
- пожары газов (С);
- пожары металлов (D);
- пожары горючих веществ и материалов электроустановок, находящихся под напряжением (Е);
- пожары ядерных материалов, радиоактивных отходов и радиоактивных веществ (F).

### **1.7. Классификация инициаторов горения**

Вещества, которые могут быть использованы как средства поджога, в литературе принято называть ускорителями (аксилерантами) или инициаторами горения. Данные вещества могут использоваться как сами по себе, так и в составе смесей, а также в технических средствах (устройствах) для поджога.

Стоит заметить, что поджигатель может использовать не только тривиальные бензин или керосин, но и различные специальные составы, являющиеся именно источниками зажигания в силу протекания в них химических реакций.

Инициаторы горения, то есть вещества и материалы, свойства которых благоприятствуют возникновению и быстрейшему развитию горения, можно подразделить на две группы: традиционные, куда входят легковоспламеняющиеся и горючие жидкости (ЛВЖ, ГЖ) и нетрадиционные или специальные составы.

Среди традиционных инициаторов горения наиболее часто применяются при поджогах моторные топлива (бензин, авиационный

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		20

керосин, дизельное топливо), растворители и технические жидкости, являющиеся товарными нефтепродуктами (уайт-спирит, бензин «калоша», осветительный керосин), растворители не нефтяного ряда (различные номерные растворители, ацетон и пр.), масла специальных назначений (охлаждающие, изоляционные, медицинские и др.); консистентные смазки; отдельные углеводороды, их смеси - как сырье для химического синтеза и других целей (бензол, толуол, ксилол и др.).

В зависимости от численного значения температуры вспышки жидкости подразделяются на легковоспламеняющиеся (ЛВЖ) и горючие (ГЖ).

Легковоспламеняющаяся жидкость (ЛВЖ) - это жидкость, способная самостоятельно гореть после удаления источника зажигания и имеющая температуру вспышки не выше 61°C. Горючая жидкость (ГЖ) - это жидкость, способная самостоятельно гореть после удаления источников зажигания и имеющая температуру вспышки выше 61°C [8].

В зависимости от температуры вспышки ЛВЖ подразделяются на три разряда.

Особо опасные ЛВЖ – с температурой вспышки от –18°C и ниже в закрытом тигле или от –13°C ниже в открытом тигле. К особо опасным ЛВЖ относятся ацетон, диэтиловый спирт, изопентан и др.

Постоянно опасны ЛВЖ – это горючие жидкости с температурой вспышки от –18°C до +23°C в закрытом тигле или от –13°C до +27°C в открытом тигле. К ним относятся бензил, толуол, этиловый спирт, этилацетат и др.

Опасные при повышенной температуре ЛВЖ – это горючие жидкости с температурой вспышки от 23°C до 61°C в закрытом тигле. К ним относятся хлорбензол, скипидар, уайт-спирит и др.

Вторую группу инициаторов горения, называемую иногда нетрадиционными инициаторами горения составляют специальные

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		21

поджигающие составы, среди которых можно выделить смеси на основе активных окислителей и различные пиротехнические составы.

Все ЛВЖ и ГЖ независимо от своей природы имеют ряд общих констант, которые могут характеризовать их свойства. К ним относятся: плотность, коэффициент рефракции, вязкость, фракционный состав; температуры застывания, кипения, вспышки, воспламенения, самовоспламенения и др.

При экспертном исследовании остатков ЛВЖ и ГЖ, изъятых с места пожара, прежде всего, решается классификационная задача, которая включает подробный анализ химического состава обнаруженных ЛВЖ и ГЖ и сравнение его с конкретными аналогами для установления их общности. Для решения такой задачи необходимо иметь четкое представление о типах, группах, видах отдельных представителей анализируемых объектов и их индивидуальных характеристиках. Существует множество классификаций отдельных категорий ЛВЖ и ГЖ по их составу, физическим, химическим, технологическим и эксплуатационным свойствам.

В настоящей работе используется классификация, которая наиболее полно отражает разнообразие ЛВЖ и ГЖ, существующих на сегодняшний день (рис. 1.1 и 1.2). Все легковоспламеняющиеся и горючие жидкости разбиты на две основных группы: инициаторы горения нефтяного происхождения и ненефтяной природы [9].

В основе классификации ЛВЖ и ГЖ нефтяного происхождения, применяемых при поджогах, лежит как фракционный, так и компонентный состав (рис. 1.1). Нефтепродукты подразделяются на светлые, к которым относятся легкие ( $T_{\text{кип}} 40-180\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) и среднестиллятные фракции ( $T_{\text{кип}} 150-360\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), и темные – тяжелые фракции нефти ( $T_{\text{кип}} 300-600\text{ }^{\circ}\text{C}$ ).

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		22

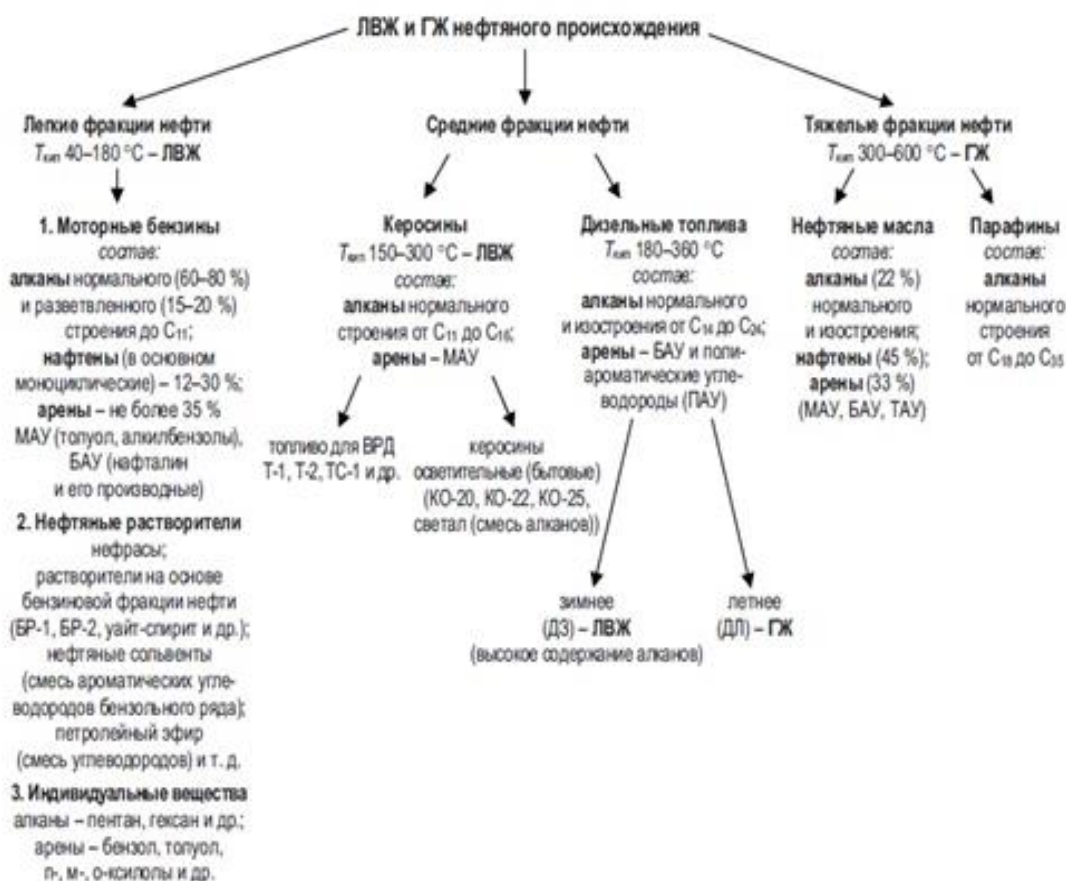


Рисунок 1.1. Классификация ЛВЖ и ГЖ нефтяного происхождения, применяемых при поджогах

К легким нефтяным фракциям относятся моторные бензины (автомобильные и авиационные), нефтяные растворители (нефрасы, бензины-растворители – БР-1, БР-2, уайт-спирит и др., нефтяные сольвенты, петролейный эфир и т. Д.), индивидуальные вещества (алканы – пентан, гексан и др., арены – бензол, толуол, п-, м-, о-ксилолы и др.). Среднедистиллятные фракции нефти подразделяются на керосины (для воздушно-реактивных двигателей – ВРД, осветительные – бытовые – КО) и дизельные топлива (летние и зимние). К применяемым при поджогах тяжелым нефтяным фракциям относятся нефтяные масла и составы на основе парафинов [9].

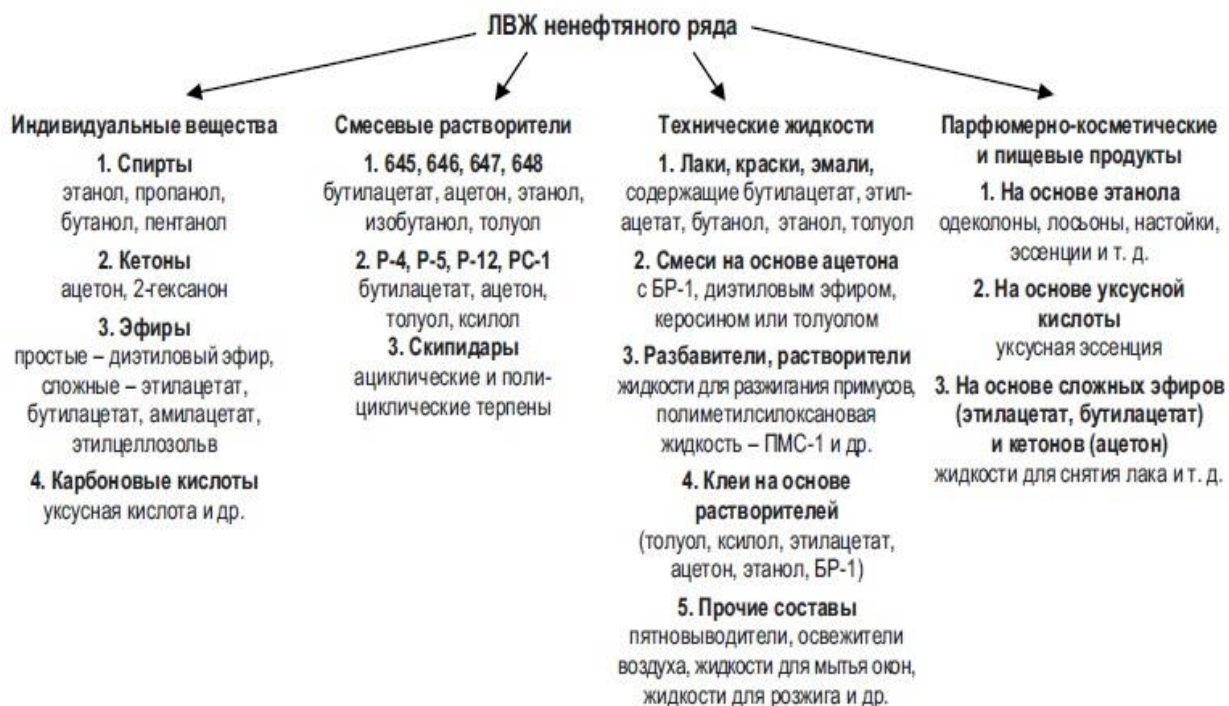


Рисунок 1.2. Классификация ЛВЖ нефтеядной природы, применяемых при поджогах

Основными критериями, по которым составлена классификация ЛВЖ нефтеядного ряда (рис. 1.2), выбраны, прежде всего, особенности химического состава индивидуальных классов соединений и смесей на их основе, а также области применения на производстве и в быту.

Все ЛВЖ нефтеядного ряда разбиты на четыре основные группы: индивидуальные вещества, растворители смесевого типа, технические жидкости, парфюмерно-косметические и пищевые продукты. К первой группе относятся такие индивидуальные вещества, применяемые при поджогах, как спирты, кетоны, эфиры и карбоновые кислоты. Во вторую группу ЛВЖ нефтеядного ряда входят различные номерные растворители на основе толуола (645, 646, 648, и др.), растворители, содержащие ксилол (649, P-4, P-5 и др.), сольвент (PЭ-1В, P-24 и др.), уайт-спирит (651, PC-2 и др.), а также скипидары (живичный, экстракционный, сульфатный и т. Д.). В группу технических жидкостей объединены лаки, краски, эмали и прочие составы (пятновыводители, освежители воздуха и т. д.). В таких составах

присутствует до 80 % растворителя (бутилацетат, этилацетат, ацетон, бутанол, этанол, толуол, ксилол). В отдельную группу выделены парфюмерно-косметические и пищевые продукты на основе этанола (одеколон, духи, настойки и др.), уксусной кислоты (уксусная эссенция), а также сложных эфиров и кетонов (жидкости для снятия лака и др.).

Указанная классификация охватывает наиболее употребляемые в быту ЛВЖ и ГЖ. Не включены в классификацию мазуты, смазочные материалы, олифы и др. по причине редкости и сложности их применения в качестве средств поджога.

### **1.8. Основные и косвенные признаки поджога**

Версия о поджоге как причине пожара может возникать на стадии проверки по факту пожара или в ходе его расследования по ряду обстоятельств. Основанием для этого могут быть, как известно, показания очевидцев (свидетелей), заявления граждан, в том числе пострадавших.

Признаки поджога можно разделить на основные (квалификационные) и косвенные.

Косвенные признаки не являются прямыми доказательствами факта поджога, но они свидетельствуют в пользу этой версии и указывают дознавателю на необходимость ее рассмотрения.

Существуют, основные (квалификационные) признаки поджога, выявление которых прямо свидетельствует о поджоге как причине пожара. Таких признаков принято выделять пять:

#### *1. Наличие в очаговой зоне устройств и приспособлений для поджога.*

К отдельным деталям таких устройств, которые могут быть обнаружены на месте пожара, относятся:

– огнестойкие приспособления (шнуры, веревки, пропитанные керосином и другими жидкостями, детонирующие и запальные шнуры, дорожки из черного пороха, хлопковая вата или волокно, а также их композиции);

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		25

- свечи, используемые для поджигания подложенных горючих материалов или остатки воска, парафина от них;
- спички, связанные в жгуты, обернутые волокнистыми материалами или прикрепленные к механическим устройствам;
- таймерные устройства;
- электрические аппараты и оборудование (например, обычный источник зажигания - утюг, поставленный на сгораемый предмет);
- емкости от ЛВЖ и ГЖ;
- тряпки, предметы одежды, занавески, пропитанные горючей жидкостью (ткани, даже обгоревшие, хорошо сохраняют остатки ЛВЖ и ГЖ, и их запах часто можно почувствовать).

*2. Наличие на месте пожара нескольких изолированных друг от друга очагов пожара.*

Несколько (два и более) очагов пожара являются следствием стремления поджигателей сделать свое "дело" качественно и надежно. Естественно, что от нескольких очагов горение разовьется быстрее и не погаснет, если даже по тем или иным обстоятельствам оно прекратится в одном из очагов.

*3. Наличие остатков инициаторов горения.*

Для устройства поджога злоумышленники достаточно часто используют средства, способные интенсифицировать горение (легковоспламеняющиеся или горючие жидкости) или специальные составы, способные инициировать горение (смеси сильных окислителей и легкогорючих веществ, пиротехнические составы и т.п.) При этом от стремления зажечь надежнее поджигатель иногда льет горючую жидкость даже там, где вроде бы и без нее это можно сделать вполне эффективно.

*4. Искусственные условия, способствующие распространению пожара.*

С целью обеспечить быстрое и беспрепятственное распространение горения при поджоге злоумышленники иногда предпринимают соответствующие действия, признаки которых можно обнаружить после

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		26



пожара. Американские специалисты по расследованию пожаров [18] отмечают, что поджигатели часто открывают двери, окна, сбивают штукатурку, чтобы обнажить деревянные конструкции, проламывают отверстия в междуэтажных перекрытиях или в стенах между помещениями, чтобы увеличить скорость распространения горения. Поэтому явные следы создания искусственных условий, способствующих распространению горения, могут рассматриваться, как квалификационный признак поджога.

Как косвенный признак поджога следует рассматривать открытые окна и (или) двери сгоревшего автомобиля, если пожар происходил в холодную погоду. Поджигатель открывает окна и двери с целью обеспечить лучшее горение внутри салона подожженного им автомобиля, а установить, что они были открыты, можно по положению механизмов стеклоподъемников (если стекла разрушены) и по состоянию торцевых поверхностей дверей.

#### *5. Характерная динамика развития горения.*

Реализация каждого из четырех первых признаков поджога (порознь или в совокупности) определяют относительно быстрое развитие пожара, несвойственное другим ситуациям.

Таким образом, обнаружение на месте пожара остатков инициаторов горения, является важным и иногда единственным свидетельством криминального характера пожара. Это обстоятельство требует предпринимать незамедлительные поиски остатков инициаторов горения на месте пожара при малейшем подозрении на поджог.

Естественно, речь идет об обнаружении указанных веществ там, где их в обычной ситуации и по данным следствия быть не должно, например, на полу продовольственного магазина, в мешке с рисом или сахаром. Не следует мотивировать факт поджога наличием остатков бензина на полу гаража или асфальте автостоянки (что иногда делают неопытные или недобросовестные специалисты).

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		27

## РАЗДЕЛ 2. МЕТОДЫ ИСЛЕДОВАНИЯ ИНИЦИАТОРОВ ГОРЕНИЯ

### 2.1. Полевые методы исследования

Методы, применяемые для обнаружения и экспертного исследования остатков ЛВЖ и ГЖ, принято разделять на полевые и лабораторные [10].

В России и за рубежом решение задачи обнаружения остатков ЛВЖ и ГЖ непосредственно на месте пожара осуществляется путем:

- использования специальных электронных детекторов;
- химического анализа паров ЛВЖ в воздухе (линейно-колористический метод)[9].

Полевой метод, основанный на применении электронных детекторов (в основном с ФИД), позволяет обнаружить места наибольших концентраций в воздухе паров ЛВЖ и ГЖ, выявить зоны, где целесообразен отбор газообразных или твердых проб для лабораторных исследований [9].

К сожалению, по сигналу газового детектора невозможно установить, какое конкретно вещество он обнаружил, так как приборы этого типа реагируют, как правило, на целую гамму веществ с потенциалом ионизации менее 10,8 Эв. В число газов и паров, имеющих потенциал ионизации ниже 10,8 Эв, входят органические вещества практически всех известных классов – предельные углеводороды (от бутана и выше), алифатические альдегиды и кетоны, спирты, простые эфиры, сложные эфиры, кислоты, олефины, амины, ароматические углеводороды и др. Из распространенных неорганических веществ газоанализатор с ФИД определяет только аммиак и сероводород.

Имеют потенциал ионизации более 10,8 Эв и не фиксируются датчиком лишь самые легкие представители указанных классов – метан, этан, пропан, формальдегид, метанол, муравьиная кислота и т. п., а также оксид и диоксид углерода, кислород, водород, азот, фтор, хлор, фтористый, хлористый, бромистый водороды и некоторые другие газы. Из приведенного перечня следует, что практически все применяемые поджигателями ЛВЖ и ГЖ (бензин, керосин, растворители для лаков и красок и др.) могут быть обнаружены прибором с фотоионизационным детектором

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		28

В настоящее время во многих судебно-экспертных подразделениях ФПС МЧС России имеются приборы с фотоионизационными детекторами «Колион» и АНТ.

## 2.2. Лабораторные методы исследования

Лабораторные методы (газовая хроматография, флуоресцентная спектроскопия, ИК спектроскопия) позволяют установить состав, разновидность, групповую принадлежность и другие характеристики обнаруженного вещества. Но для их применения на месте пожара необходимо отбирать пробы так называемых «объектов-носителей» остатков горючих жидкостей.

Наиболее эффективным методом обнаружения после пожара сильно выгоревших остатков легковоспламеняющихся и горючих жидкостей является флуоресцентная спектроскопия.

Метод ФС основан на способности флуоресцировать под действием ультрафиолетовых лучей моноциклических ароматических углеводородов (МАУ) и полициклических (ПАУ), присутствующих в нефтепродуктах и смесевых растворителях ненефтяной природы.

Достоинствами метода ФС являются: высокая чувствительность, позволяющая определять вещества с концентрацией  $10^{-9}$  -  $10^{-10}$  г/мл раствора; экспрессность - съемка спектров занимает не более 5 мин; простота в использовании (не требуется серьезных навыков) [9].

Дополнительным методом при обнаружении и исследовании нативных ЛВЖ и ГЖ ненефтяного ряда, когда остальные методы (полевые и лабораторные) не дают полной информации о составе исследуемого объекта, является ИК спектроскопия.

Анализ инфракрасных спектров поглощения позволяет выявить функциональный состав веществ в исследуемой пробе. Определенным структурным группам и связям молекул соответствуют характеристические

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		29

полосы поглощения, выявляющиеся при соответствующих частотах инфракрасного света.

Метод газожидкостной хроматографии (ГЖХ) в настоящее время является наиболее информативным методом анализа сложных смесей, который заключается в определении их компонентного состава. Метод ГЖХ основан на различном перераспределении компонентов смеси между двумя фазами - подвижной и неподвижной.

Неподвижной (стационарной) фазой служит пленка жидкости, закрепленная на внутренней стенке капиллярной колонки.

Подвижная фаза представляет собой газ, протекающий через неподвижную фазу, иногда под давлением.

Основными достоинствами газожидкостной хроматографии являются:

- высокая чувствительность метода ГЖХ, позволяющая определять компонентный состав смесей с концентрацией каждого компонента до 10 г/мл;
- высокая точность анализа с погрешностью измерения не более 5 % (отн.);
- высокая информативность определения типа анализируемых смесей ЛВЖ и ГЖ по хроматограммам (не менее 90 %) с использованием способа «отпечатков пальцев»;
- возможность проводить анализ смесей без предварительного разделения на компоненты;
- быстрота выполнения анализа (в большинстве случаев ~ 10-30 мин);
- для анализа достаточно иметь пробу в несколько десятых долей миллиграмма;
- возможность программирования температуры колонки, позволяющая эффективно разделять сложные многокомпонентные составы.

## 2.3. Поиск и отбор проб на месте пожара

### 2.3.1. Места отбора проб остатков ЛВЖ и ГЖ

Остатки ЛВЖ и ГЖ на пожаре следует искать, по крайней мере, в двух местах [9]:

- в зоне характерных подпалин, образующихся на поверхности конструкций и предметов при выгорании лужиц горючей жидкости;
- там, куда жидкость могла затечь при поджоге и сохраниться в ходе пожара.

Жидкость и даже ее остатки от сгорания в ходе пожара испаряются и, таким образом, окончательно теряются. Поэтому лучше всего они сохраняются в местах, защищенных от прямого лучистого нагрева пламенем пожара, - под шкафом, под плинтусом, в щелях, пазах разного рода, в том числе внутренних конструкциях полов - в черновом полу, полу под паркетом, шпунте половых досок и паркета. Жидкость, пролитая в достаточном количестве на пол и попавшая в шпунт половых досок или паркета, проникает на всю глубину шпунта и по тыльной стороне доски расходится в стороны от щели, смачивая внутреннюю поверхность доски или паркетной планки. Там она прекрасно сохраняется в ходе пожара. Экспериментально установлено, что на обратной стороне паркета даже наиболее легкий из товарных нефтепродуктов - бензин - сохраняется до тех пор, пока паркет не переуглится на всю глубину, т. е. фронт обугливания древесины не дойдет до обратной стороны паркета и чернового пола [7].

При поиске места отбора пробы за рубежом активно используют для подобных целей специально дрессированных собак, в России в настоящее время - газоанализаторы с фотоионизационным детектором (ФИД). За неимением того и другого следует ориентироваться на наличие посторонних запахов. В прил. 1 приведена фототаблица, которая применялась для обнаружения причины пожара транспортного средства в г. Иваново.

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		31

### 2.3.2. Отбор проб твердых объектов-носителей

Способы и глубина отбора проб различны для отдельных видов объектов-носителей и определяются возможностью сохранения в них после пожара остатков ЛВЖ и ГЖ.

Отбор проб древесины. Способ и глубина отбора проб древесины определяются, прежде всего, возможной глубиной проникновения нефтепродукта в древесину. А она, как показали экспериментальные исследования, невелика - до миллиметра поперек волокон древесины (конечно, если на поверхности нет дырок, трещин и других дефектов) и до 8-9 см вдоль волокон.

Поэтому пробу древесины с лишенной дефектов поверхности следует отбирать на глубину не более 1 мм путем соскоба, который производят циклей, ножом или стамеской. Особое внимание уделяют трещинам и сучкам, высверливая или вырубая их на всю глубину и собирая для анализа стружку или щепки. С торца доски или бревна необходимо отпилить участок 9-10 см по длине.

Отбирать пробы следует с необугленных участков древесины. Сохранение остатков ЛВЖ на поверхности, имеющей явные следы термического воздействия, а тем более обугленной, маловероятно.

В труднодоступных местах (углубления, пазы и т. д.) остатки ЛВЖ с древесины можно извлечь путем смывания их органическим растворителем (гексаном). Для этого место, на котором подозревается наличие остатков ЛВЖ, несколько раз протирают ватным тампоном, обильно смоченным растворителем, а затем сухим тампоном. Тампоны собирают в герметично закрывающуюся емкость и отправляют на исследование.

Отбор проб тканей. В отличие от древесины отбор проб тканей не вызывает, как правило, затруднений. В том случае, если вещь нельзя отправить на экспертизу целиком, вырезают ножницами участок, на котором обнаружены (по запаху или сигналу газового детектора) или предполагается обнаружить остатки ЛВЖ.

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		32

Нефтепродукты и их остатки сохраняются в ткани даже при ее обгорании. Поэтому в отличие от древесины на экспертизу, наряду с необгоревшими, можно представлять и обгоревшие ткани. При отборе проб с мягкой мебели необходимо отбирать и пробы находящихся под обивочной тканью ваты, ватина, поролон и древесины каркаса мебели.

Отбор проб сыпучих материалов. Грунт, песок, опилки, шлак, строительный мусор и другие сыпучие материалы хорошо впитывают и прекрасно сохраняют остатки горючих жидкостей на пожаре. Отбор проб грунта, на котором предполагается наличие остатков ЛВЖ, производится лопаткой, широким ножом или шпателем. С их помощью аккуратно срезается и изымается верхний слой. Специальных исследований проникающей способности ЛВЖ различных типов грунтов не проводилось, однако отбор его на глубину 3-5 см, видимо, можно считать достаточным.

Отбор жидких проб. Когда предполагаемый инициатор горения найден в жидком состоянии, он может быть легко собран новым шприцем, пипеткой, сифонным устройством или в контейнер для вещественных доказательств. Чистая фильтровальная бумага, стерильные шарики ваты или слои марли могут также использоваться для поглощения жидкости. Этот метод сбора приводит к тому, что жидкость абсорбируется ватой, бумагой, марлей. Тампоны и бумага затем должны быть помещены в герметичный контейнер и доставлены в лабораторию для исследования или тестирования. Работать при этом нужно в резиновых перчатках, а бумагу и вату желательнее брать пинцетом. Такие предосторожности необходимы, учитывая, что природа жидкости неизвестна - она может обладать общеотравляющим или кожно-нарывным действием.

Отбор проб газовой фазы. Остатки ЛВЖ (ГЖ) на пожаре лучше сохраняются в сорбированном твердыми материалами виде, нежели в виде паров в воздухе. Тем не менее в ряде случаев (при работе на пожаре «по горячим следам», динамическом осмотре со вскрытием полостей в полу, мебели, наличии явного специфического запаха и т. д.) пробу газовой фазы

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		33

целесообразно отбирать. Самым эффективным способом является прокачивание газовой фазы через трубку, заполненную сорбентом. Затем трубка упаковывается в герметичный контейнер, который после выполнения процессуальных формальностей направляется для детального исследования в лабораторию.

### 2.3.3. Отбор проб сравнения

При отборе проб любого из твердых материалов - потенциальных носителей остатков инициаторов горения - нельзя забывать об еще одном важном моменте - отборе так называемой «нулевой пробы» или «пробы сравнения». Особенно актуально это для полимеров и материалов на их основе (например, линолеума), полов, покрытых мастикой и лаком. Во всех этих, а возможно, и в других случаях, в самом материале могут оказаться компоненты, близкие по своей природе и составу к компонентам горючей жидкости или другого инициатора горения. Поэтому, чтобы предупредить возможную ошибку, и отбирается проба сравнения. Берут ее там, куда при поджоге гарантированно не мог попасть инициатор горения, - в наиболее удаленном от очага углу комнаты, в закрытой каким-либо предметом зоне и т. д.

Количество отбираемых проб с остатками инициаторов горения не ограничивается. Их может быть, смотря по обстоятельствам, 1-2, 5-10 и больше. Масса пробы зависит от метода анализа, который будет использован, но в любом случае не должна превышать нескольких десятков граммов.

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		34



## РАЗДЕЛ 3. ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ЛВЖ И ГЖ

### 3.1. Подготовка проб для лабораторных исследований

Выделение остатков ЛВЖ и ГЖ из объектов-носителей проводится в основном экстракционными методами, т. е. путем растворения остатков ЛВЖ в подходящем для этой цели органическом растворителе. Применяемый органический растворитель должен обладать, во-первых, высокой растворяющей способностью, а во-вторых, достаточной селективностью, т. е. эффективно извлекать ЛВЖ, но в то же время минимально растворять компоненты объекта-носителя и продукты его термической деструкции. Кроме того, растворитель должен быть легколетучим, чтобы его можно было отогнать без особых потерь для целевых веществ.

Наиболее предпочтительно использование для этих целей гексана. Кроме высокой растворяющей способности, обусловленной сродством к НП, выбранный растворитель обладает достаточно высокой селективностью - будучи неполярным, практически не растворяет полярные экстрактивные компоненты древесины и тканей. Гексан не флуоресцирует и поэтому может использоваться при исследовании методом ФС. Надо отметить, что для лабораторных исследований остатков ЛВЖ и ГЖ необходимо применение особо чистого (ОСЧ) н-гексана, особенно это касается высокочувствительного метода ФС.

На рис. 3.1 приведена схема предварительной подготовки твердых и жидких проб, содержащих (предположительно) остатки ИГ. При поступлении пробы ЛВЖ, ГЖ в жидком виде (найденные на пожаре канистры, бутылки с остатками неизвестной жидкости), в достаточном для исследования количестве и без заметных механических примесей, лабораторные исследования проводятся без предварительной пробоподготовки.

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		35



Рисунок. 3.1 Схема подготовки объектов исследования

Жидкость, содержащая какие-либо примеси, отфильтровывается. В большинстве случаев найденная на месте пожара неизвестная жидкость с предполагаемыми остатками ЛВЖ, ГЖ (лужи, различные емкости) содержит значительное количество воды. В практике бывают случаи, когда поджигатель намеренно смешивает две или более несмешивающиеся жидкости (например, спирт и НП). В этом случае проводят разделение жидкостей в делительной воронке. Делительная воронка представляет собой сосуд с пробкой и краном для слива нижнего слоя жидкости. Делительную воронку заполняют исследуемым раствором не более чем на две трети ее объема, предварительно проверив кран воронки на герметичность. После заполнения делительную воронку закрывают пробкой и, придерживая пробку одной рукой и закрытый кран другой, переворачивают воронку пробкой вниз и встряхивают, но не слишком энергично, чтобы не образовалась эмульсия, которую трудно разрушить. Затем воронку зажимают лапкой или помещают в кольцо и дают постоять, чтобы произошло разделение двух фаз, и между ними образовалась четкая грань. Нижний слой, имеющий большую плотность, сливают.

На месте пожара могут быть найдены практически пустые емкости со следами ИГ на стенках. Извлечение ИГ в таких случаях производится смывом небольшого количества растворителя со стенок емкости.

В большинстве случаев на исследование поступают твердые объекты-носители с остатками ИГ. Экстракцию большинства объектов-носителей (ткани, древесина, сыпучие материалы) органическим растворителем можно проводить элементарным встряхиванием в колбе с органическим растворителем. Измельченный объект-носитель с остатками инициатора горения помещают в плоскодонную колбу с притертой пробкой и заливают минимально необходимым количеством гексана, так чтобы проба была покрыта растворителем, и в течение ~ 0,5 ч встряхивают при комнатной температуре или подогревают до 50 - 60°C.

Простой и эффективный метод экстракции - метод фронтального элюирования - наиболее эффективен при извлечении следов органических веществ и сложных органических смесей из сыпучих материалов (торф, земля, песок). Образец исследуемого вещества загружают в пустотелую цилиндрическую стеклянную колонку с оттянутым нижним концом. Колонка может быть произвольного размера; необходимо лишь выдерживать отношение высоты слоя образца с диаметром колонки не менее чем 10:1. Образец в колонке удерживается пробкой из стекловаты. На нижний конец колонки надевается силиконовая трубка с винтовым зажимом. В верхнюю часть колонки со скоростью 25-70 мл/мин капает из делительной воронки элюент (растворитель). После заполнения колонки и появления слоя элюента высотой 3-5 мм над поверхностью исследуемого образца из нижней части по каплям начинают выпускать элюент со скоростью, равной подаче его сверху. Как установлено, находящиеся на объекте-носителе остатки углеводов или их смесей (НП) извлекаются при этом элюентом и движутся практически в его фронте, т. е. в головной фракции элюента. Это позволяет уже с первыми каплями элюента извлечь углеводороды и соответственно ИГ практически полностью.

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		37

Необходимой стадией пробоподготовки является фильтрование подготовленных к исследованию экстрактов.

В случае, когда исследование более чувствительным методом ФС показывает наличие в пробе следовых количеств НП, а методом ГЖХ, менее чувствительным, компоненты горючей жидкости не обнаруживаются, экстракт можно попытаться сконцентрировать, испарив лишний растворитель.

Концентрирование экстрактов (испарение растворителя-экстрагента) является одной из самых ответственных операций при подготовке пробы к дальнейшему ее исследованию. При неквалифицированном (высокая температура, длительное время испарения и т. д.) удалении экстрагента из экстракта возможна потеря легколетучих компонентов ЛВЖ, которые уносятся вместе с органическим растворителем, что приводит к частичной или полной потере извлеченных остатков жидкости. Поэтому обычно концентрирование экстрактов не проводят и при экстракции стараются использовать как можно меньше экстрагента (гексана).

Концентрирование экстрактов проводят путем испарения растворителя при комнатной температуре или подогреве открытого сосуда на водяной бане при температуре 50-60 °С, не превышая  $T_{кип}$  растворителя, до остатка в 0,5-1 мл. Еще лучше, если при удалении избыточного растворителя применяется микро ректификационная колонка или насадка с дефлегматором.

### 3.2. Лабораторные исследования инициаторов горения

Лабораторные исследования ЛВЖ и ГЖ осуществляются инструментальными методами анализа. Исследования нативных и выгоревших остатков ИГ неизвестного состава рекомендуется проводить по схеме, приведенной на рис. 3.2.

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		38



Рисунок 3.2. Схема лабораторного исследования нативных и выгоревших остатков инициаторов горения неизвестного состава

Факт присутствия неизвестного вещества в отдельных случаях может быть установлен простейшим способом - по запаху. Именно поэтому органолептическое исследование введено в предлагаемую схему в качестве первой его стадии. Полезную предварительную информацию о нативных и выгоревших ЛВЖ и ГЖ, изъятых с места пожара, может дать анализ газовой фазы над образцом при помощи многоканального газоанализатора ГХМ-ЭП. Многоканальный газоанализатор с индикаторными трубками используют как экспресс-метод в лаборатории или на месте пожара для предварительной классификации паров неизвестной жидкости. Также при помощи многоканального газоанализатора и трубок с сорбентом возможно сорбирование газовой фазы над поверхностью исследуемой пробы. Извлечение паров ЛВЖ с поверхности пористого сорбента производят путем термодесорбции в испарителе термодесорбера для определения состава паровой фазы методом ГЖХ или экстракцией растворителем. В случае если на исследование поступил объект-носитель с остатками ИГ для улучшения сорбции газовой фазы и реагирования индикаторных трубок, прокачивание производят в полиэтиленовом пакете.

Лабораторные исследования пробы осуществляются также методами ГЖХ, ФС и ИК спектроскопии. Анализ углеводородов и их смесей, а также веществ не установленного функционального состава целесообразно проводить в следующем порядке: сначала применяют менее трудоемкие и более экспрессные методы обнаружения остатков ЛВЖ и ГЖ - многоканальный газоанализатор ГХМ-ЭП, флуоресцентную спектроскопию. Затем проводят ИКС и ГЖХ исследование.

Более подробно отдельные этапы, методы и методики исследования с целью обнаружения и классификации инициаторов горения рассмотрены ниже.

### **3.3. Методика проведения хроматографического анализа**

В настоящее время основным типом газовых хроматографов, поступающих на вооружение в СЭУ ФПС «ИПЛ» являются хроматографы «Кристалл-5000», снабженные пламенно-ионизационными детекторами (ПИД). Для обнаружения инициаторов горения хроматографы комплектуются кварцевыми капиллярными колонками марки Zebron-50 (30m\*0.25mm\*0.25µm). На внутренние стенки капилляров нанесена жидкая фаза, состоящая из смеси 50%-фенил- и 50%- диметилполисилоксанов. Применение капиллярных колонок в газохроматографическом анализе обеспечивает стабильность и надежность определения времен удерживания пиков на хроматограмме. С помощью таких колонок возможно высокоэффективное разделение на компоненты органических смесей типа бензинов и других нефтяных фракций, а также смесевых растворителей не нефтяного происхождения (например, 646 и др.) [9].

Качественный анализ смесей осуществляется путем сравнения хроматограмм проб неизвестного состава с хроматограммами ЛВЖ (ГЖ) разных типов и марок, а также эталонных смесей соединений, входящих в их состав. Сравнение проводится по временам удерживания пиков путем наложения хроматограмм друг на друга, то есть так называемым «методом

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		40

отпечатков пальцев» и методом индексов Ковача. Поскольку на времена удерживания пиков влияют условия проведения газохроматографического анализа (температура колонки, давление газа-носителя и его скорость продвижения внутри колонки), для используемых в анализе капиллярных колонок необходимо предварительно определить времена удерживания для эталонных смесей индивидуальных органических веществ, которые могут присутствовать в разных смесях ЛВЖ и ГЖ.

### 3.3.1. Приготовление эталонных смесей и арбитражных проб

Наиболее часто в качестве инициаторов горения при поджогах используют светлые нефтепродукты, состоящие из алканов нормального и изостроения, а также ароматических углеводородов (моно-, ди-, три- и полиалкилзамещенных бензола). Поэтому в качестве эталонных смесей применяют смеси алканов и аренов, используя ампулы стандартных образцов, предназначенных для градуировки хроматографа (ампулы СТХ). Для этого вскрывают ампулы СТХ (объем каждой ампулы – 3 мл) и выливают их содержимое в плоскодонную колбу.

Обычно применяемые *эталонные смеси* содержат:

- «алканы (1)» - гексан (C<sub>6</sub>), гептан (C<sub>7</sub>), октан (C<sub>8</sub>), нонан (C<sub>9</sub>), декан (C<sub>10</sub>), ундекан (C<sub>11</sub>).

Смесь используется при анализе бензинов и растворителей на основе бензина;

- «алканы (2)» - октан(C<sub>8</sub>), нонан(C<sub>9</sub>), декан(C<sub>10</sub>), ундекан(C<sub>11</sub>), додекан (C<sub>12</sub>).

Смесь используется при расшифровке хроматограмм керосинов, уайт-спирита; сольвент и др.;

- «алканы (3)» - ундекан(C<sub>11</sub>), додекан (C<sub>12</sub>), тридекан (C<sub>13</sub>), тетрадекан (C<sub>14</sub>), пентадекан (C<sub>15</sub>), гептадекан (C<sub>17</sub>).

Смесь используется при анализе тяжелых фракций нефти, в частности дизельных топлив.

					<b>ВКР 130402</b>	Лист
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата		41

- «арены» - бензол, толуол, о-, м- и п- ксилолы. Смесь аренов используется при расшифровке хроматограмм бензинов разных марок.
- эталонные смеси гомологических рядов различных классов кислородсодержащих соединений, например сложных эфиров, спиртов и кетонов.

Такие эталонные смеси применяются при расшифровке хроматограмм различных смесевых растворителей не нефтяной природы, которые как и нефтепродукты также могут использоваться при поджогах в качестве инициаторов горения.

Кроме того необходимо иметь *арбитражные пробы* образцов нефтепродуктов, используемых в данном регионе (бензинов, керосинов, дизтоплива и других ЛВЖ и ГЖ), а также пробы различных смесевых растворителей типа РС-2, Р-645 – 651 и других составов ЛВЖ и ГЖ не нефтяного происхождения. Их получают у местных поставщиков «заводов-изготовителей».

### 3.3.2. Рекомендуемые условия проведения анализа

Анализ смесей ЛВЖ и ГЖ методом ГЖХ можно проводить при следующих режимах хроматографирования: «Обзорная хроматограмма», «Дизтопливо», «Бензины». Названия режимов условные.

Режим «*Обзорная хроматограмма*» является оценочным. Проведение хроматографического анализа в режиме «обзорная хроматограмма» позволяет достаточно быстро провести разделение анализируемых составов на составляющие их компоненты, однако эффективного разделения на компоненты не достигается. Тем не менее, в режиме «Обзорная хроматограмма» можно выявить в объектах, поступающих с мест пожара тяжелые и высококипящие компоненты, не загрязняя при этом жидкую фазу в начале хроматографической колонки.

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		42



Условия проведения анализа в режиме «*Обзорная хроматограмма*»:

Продолжительность анализа, мин	20
Температура испарителя, °С	300
Температура детектора, °С	300
Начальная температура колонки, °С	100
Конечная температура колонки, °С	280
Скорость подъема температуры, °С/мин	10
Давление газа-носителя, кПа	135
Деление потока	1: 150
Расход газа-носителя на поддув в ПИД, мл/мин	40,00
Расход водорода, мл/мин	40,00
Расход воздуха, мл/мин	400,00

В режиме «Дизтопливо» рекомендуется анализировать смеси ЛВЖ и ГЖ, хроматографический анализ которых в режиме «Обзорная хроматограмма» показал присутствие в их составе высококипящих компонентов. Режим «*ДИЗТОПЛИВО*» рекомендуется использовать при хроматографировании смесей нефтепродуктов типа дизельных топлив, а также смесей дизельных топлив с керосином или бензином.

Условия проведения анализа в режиме «*Дизтопливо*»:

Продолжительность анализа, мин	50
Температура испарителя, °С	300
Температура детектора, °С	300
Начальная температура колонки, °С	120
Время изотермы, мин	5
Конечная температура колонки, °С	250
Скорость подъема температуры колонки, °С/мин	5
Расход газа-носителя на поддув в ПИД, мл/мин	40,00
Давление газа –носителя, кПа	109,00
Деление потока	1: 200
Расход водорода, мл/мин	40,00
Расход воздуха, мл/мин	400,0

При обнаружении на хроматограммах смесей ЛВЖ и ГЖ, снятых в режиме «Дизтопливо», каких-либо пиков в области низкокипящих углеводородов, время удерживания которых не превышает 2 минуты, для получения дополнительной информации о типе инициатора горения рекомендуется проводить хроматографическое разделение таких смесей в режиме «База-бензины». Режим «База-бензины» является достаточно

универсальным, поскольку при проведении хроматографического анализа смесей ЛВЖ (ГЖ) позволяет эффективно анализировать не только низкокипящие компоненты с температурами кипения до 200 °С, но и более высококипящие соединения в случае их присутствия в анализируемых составах.

Условия проведения анализа в режиме «База-бензины»:

Продолжительность анализа, мин	80
Температура испарителя, °С	300
Температура детектора, °С	300
Начальная температура колонки, °С	40
Конечная температура колонки, °С	280
Время изотермы, мин	5
Скорость подъема температуры, °С/мин	4
Давление газа-носителя, кПа	109
Деление потока	1: 200
Расход газа-носителя на поддув в ПИД, мл/мин	40,00
Расход водорода, мл/мин	40,00
Расход воздуха, мл/мин	400,00

Режим «база-бензины» используется при анализе смесей ЛВЖ типа бензиновых фракций нефти (автомобильные бензины, бензины-растворители, сольвенты), керосинов, уайт-спирита и жидкостей, используемых для розжига дров, для светильников, а также различных смесевых растворителей.

В хроматографах, выпускаемых в настоящее время, имеется возможность сохранения режимов для последующего их использования.

### 3.3.3. Получение хроматограмм эталонных смесей

Для получения хроматограмм выше перечисленных эталонных смесей, а также арбитражных проб смесей ЛВЖ и ГЖ известного состава в испаритель хроматографа вводят с помощью микрошприца 0,2 – 1,0 мкл каждой тестовой смеси и при указанных выше режиме хроматографирования проводят анализ. Полученные хроматограммы обрабатывают, определяя времена удерживания для каждого компонента анализируемых смесей.

### 3.4. Методика проведения флуоресцентной спектроскопии

Спектры флуоресценции могут быть получены на любом спектрофлуориметре, работающем в диапазоне длин от 200-700 нм.

В настоящее время во многие экспертные подразделения ФПС МЧС России поставлены современные спектрофлуориметры «Флуорат-02-Панорама», выпускаемые НПФ «ЛЮМЕКС» и работающие в диапазоне длин волн 210-690 нм. Данный флуориметр позволяет снимать спектры пропускания, спектры возбуждения флуоресценции, спектры флуоресценции (испускания), а так же двумерные спектры возбуждения флуоресценции и флуоресценции.

#### 3.4.1. Подготовка к проведению анализа

Приготовление гексановых экстрактов представленных на исследование. В качестве растворителя обычно используется н-гексан категории «особо чистый» (ОСЧ), так как даже незначительные количества различных примесей могут приводить к искажению спектра исследуемого вещества.

Кроме того, учитывая крайне высокую чувствительность метода к малейшим загрязнениям, в работе необходимо соблюдать следующие предосторожности:

- а) перед каждой съемкой спектров флуоресценции снимать спектр чистого гексана и сравнивать его с уже имеющимся спектром в базе данных;
- б) бюретка и груша, используемые для забора гексана (ОСЧ), не должны использоваться для забора других проб, во избежание попадания незначительных количеств проб и их паров в емкость с гексаном.

Перед проведением исследования прибор необходимо прогреть 10-20 минут. Кювета в кюветном отделении при этом должна отсутствовать. Далее следует заполнить чистую кювету чистым гексаном до 2/3 ее высоты и установить заполненную кювету в кюветное отделение. Наличие загрязнения

или капель растворителя на внешней поверхности кюветы ведет к получению недостоверных значений.

### 3.4.2. Снятие спектра флуоресценции чистого растворителя

Для снятия спектра флуоресценции гексана (ОЧС) запускают программу «Panorama Pro», выбрав для проведения спектральных измерений пункт «Спектральные» в меню «Измерения».

Условия съемки спектра флуоресценции для гексана (ОСЧ): сканирование- по регистрации; длина волны возбуждения – 255 нм; область регистрации – от 280 до 450 нм; чувствительность –низкая; число вспышек - ; шаг – 1 нм; канал – флуориметрия; коррекция – выключена.

Далее необходимо произвести обработку спектра флуоресценции гексана и сохранить для проверки чистоты гексана.

### 3.4.3. Съемка спектров исследуемых проб

Микрошприцем на 1 мкл отобрать 0,01-0,02 мкл (для нативных веществ) или 0,1-0,5 мкл (для гексановых экстрактов остатков ЛВЖ и ГЖ, изъятых с места пожара) исследуемого вещества или экстракта. Ввести в кювету с гексаном, предварительно проверенным на чистоту, исследуемый раствор.

При работе принимаются следующие условия съемки спектров флуоресценции: сканирование – по регистрации; длинна волны возбуждения -255 нм; область регистрации - от 270-280 до 450 нм; чувствительность – низкая; число вспышек - >5; шаг – 1 нм; канал – флуориметрия; коррекция – выключена.

Если интенсивность флуоресценции раствора мала (спектры исследуемого раствора и гексана различаются слабо), то необходимо увеличить количество исследуемого вещества и повторить съемку. Увеличивать количество необходимо постепенно: 0,01; 0,02; 0,03 мкл и т.д. (для нативных ЛВЖ и ГЖ) и 0,1; 0,2 мкл и т.д. до 10 мкл (для остатков ЛВЖ

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		46

и ГЖ, изъятых с места пожара), чтобы выбрать оптимальную интенсивность спектра (2-5 отн. ед.), и предотвратить зашкаливание прибора.

Необходимо иметь в виду, что при слишком высокой концентрации раствора возможно так называемое «концентрационное тушение люминесценции». Проверить, не слишком ли велика концентрация, можно, получив спектр пропускания. Условия съемки спектров пропускания: сканирование - по возбуждению; длина волны регистрации - 300 нм; область возбуждения – от 200 до 500 нм; чувствительность – низкая; число вспышек – 5; шаг – 1 нм; канал – фотометрия; коррекция – по опорному. Значение коэффициента пропускания на длине волны 255 нм должно быть не менее 0,5. Если образец мутный, то его перед измерением надо тщательно профильтровать.

### **3.5. Методика проведения инфракрасной спектроскопии**

Как уже отмечалось, ИК спектроскопия позволяет выявить функциональный состав вещества, содержащегося в пробе. Определенным структурным группам и связям молекул соответствуют характеристические полосы поглощения в ИК-спектрах. Это дает возможность обнаружить наличие в веществах кислородсодержащих, азотсодержащих, серосодержащих групп, алифатические и ароматические углеводородные фрагменты и т.д. Сущность метода ИК - спектроскопии заключается в избирательном поглощении веществами магнитного излучения от строения их молекул.

#### **3.5.1. Подготовка проб**

Инфракрасные спектры проб с остатками ЛВЖ могут быть получены на любых серийных ИК-спектрофотометрах. Анализ с помощью ИКС требует малого количества вещества. ИК спектры жидкостей рекомендуется снимать с применением приставки многократного нарушенного полного внутреннего отражения (МНПВО) в диапазоне  $4000-650 \text{ см}^{-1}$  с разрешением

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		47

1,0 см<sup>-1</sup>. Жидкость наносится на рабочую поверхность приставки с помощью пипетки. В случае малого количества вещества можно снимать ИК спектры раствора этого вещества в каком-либо растворителе.

Растворитель следует выбирать таким образом, чтобы полосы поглощения растворителя не перекрывали полосы поглощения исследуемого вещества. При этом растворитель должен иметь минимальное количество полос поглощения в исследуемом спектральном диапазоне. Рекомендуется, в частности, применять, четыреххлористый углерод, хлороформ, хлористый метилен. Иногда приходится снимать спектры в нескольких растворителях, чтобы выявить полосы поглощения изучаемого вещества.

### 3.5.2. Обработка результатов

Для интерпретации ИК-спектров ЛВЖ, ГЖ рекомендуется использовать следующие характеристические полосы поглощения: 3100-3500 см<sup>-1</sup> - ОН-группы кислотного и спиртового характера; 3070-3100 см<sup>-1</sup> – СН-связи ароматического характера; 2940-2960 см<sup>-1</sup>, 1360-1380 см<sup>-1</sup> – СН<sub>3</sub>-группы (концевые); 2860-2870 см<sup>-1</sup>, 1440-1470 см<sup>-1</sup> – СН-связи алифатического характера; 1720-1750 см<sup>-1</sup> - С=О карбонильная группа; 1600 см<sup>-1</sup> – ароматические структуры бензольного ряда; 1220, 1160, 1120 см<sup>-1</sup> – алифатические эфиры.

Полосы поглощения карбонильных соединений и сложных эфиров проявляются и при анализе выгоревших нефтепродуктов, поскольку указанные соединения могут образовываться в результате окисления углеводов в условиях пожара.

					<b>ВКР 130402</b>	Лист
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата		48

## РАЗДЕЛ 4. АЛГОРИТМЫ ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

### 4.1. Хроматографический комплекс «ХРОМАТЭК-КРИСТАЛЛ-5000»

Данный комплекс является универсальной базой для хроматографических комплексов.

Область применения:

- Химико-токсикологический анализ. Анализ наркотических и лекарственных препаратов, анализ летучих растворителей и суррогатов алкоголя в организме человека;
- Криминалистическая экспертиза (анализ наркотиков, взрывчатых веществ, нефтепродуктов и др.);
- Сертификация и контроль качества лекарственных препаратов;
- Нефть и нефтепродукты, природный и сжиженный газ. Анализ компонентного состава и примесей (серосодержащих соединений и др.);
- Анализ технологических газов различных производств;
- Определение загрязняющих веществ в экологических объектах (воздух, вода, почва, пищевые продукты);
- Контроль качества нефтепродуктов;
- Анализ продуктов и полупродуктов органического синтеза.

#### 4.1.1. Описание прибора: устройство и работа

Внешний вид и устройство хроматографа представлены на рис. 4.1-4.2.



Рисунок. 4.1. Хроматографический комплекс  
«Хроматэк – Кристалл-5000»

					ВКР 130402	Лист
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата		49

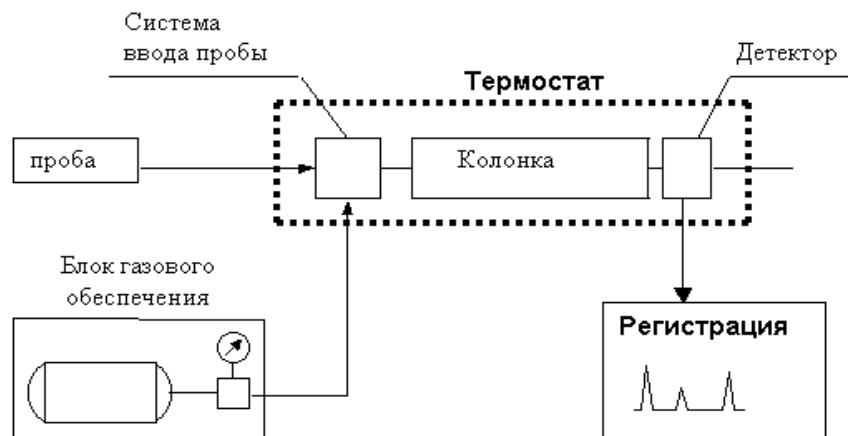


Рисунок 4.2. Структурная схема хроматографа  
«ХРОМАТЭК-КРИСТАЛЛ 5000»

**Блок газового обеспечения** состоит из газовых линий. В каждой линии газа последовательно расположены регулятор давления, стабилизирующий давление потока газа и фильтр с сорбентом. Фильтр, используемый в линии воздуха, очищает его от влаги и органических примесей, а фильтры, установленные в линиях газа-носителя и водорода очищают эти газы от влаги, механических примесей и кислорода в них.

**Система ввода проб** включает в себя **испаритель** и **дозировочное устройство**. Проба анализируемой смеси поступает в испаритель и переводится в нем в газообразное состояние. Через дозирующее устройство вводится непосредственно перед колонкой в поток газа-носителя.

**Дозировочные устройства.** Дозаторы предназначены для введения в хроматографическую колонку определенного количества анализируемой смеси. Введение жидких смесей в колонку производят специальными шприцами через термостойкое резиновое уплотнение испарителя. Дозирование пробы в капиллярную колонку можно осуществлять двумя способами: с делением и без деления потока (split и splitless).

**При работе испарителя в режиме с делением потока** (рис.4.3), проба вводится в нагретый испаритель и мгновенно испаряется. В капиллярную колонку попадает лишь небольшая часть пробы в соответствии с



установленным делением потока пробы. Основной объем введенной в дозатор пробы сбрасывается с помощью газа-носителя в атмосферу. Ввод пробы с делением потока, прежде всего, используют для высоких концентраций компонентов. Коэффициент деления потока для колонок с внутренним диаметром (0,25-0,32 мм) обычно составляет 1:15 - 1: 100. Для узких колонок с внутренним диаметром до 0,2 мм коэффициент деления потока составляет от 1:40 до 1: 200.

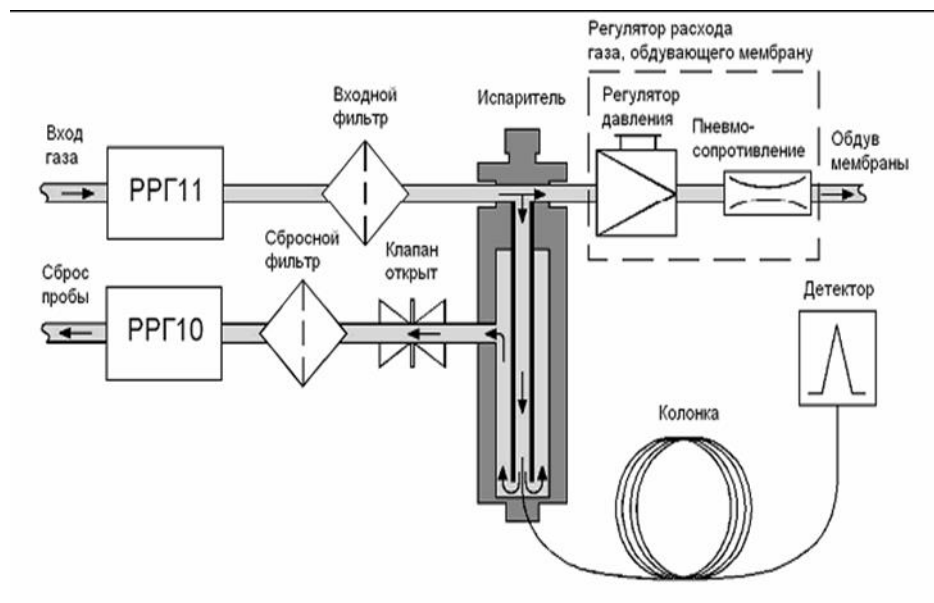


Рисунок 4.3. Ввод пробы с делением потока

**Детектор** преобразует возникающие изменения физических или физико - химических свойств бинарных смесей компонент – газ-носитель в электрический сигнал. Величина и форма сигнала зависит как от природы компонента, так и от содержания его в анализируемой смеси. На экране компьютера регистрируется серия пиков, соответствующих отдельным компонентам анализируемого вещества, называемая хроматограммой.

**Испаритель.** Испаритель представляет собой нагреваемый до определенной температуры металлический блок с каналом для ввода и испарения жидкой пробы. В канал подается поток предварительно нагретого газа-носителя. С одной стороны канал закрыт пробкой из термостойкой резины, с другой к нему присоединена хроматографическая колонка. Иглу шприца с анализируемой жидкостью вводят через термостойкое уплотнение

в канал испарителя, где введенная проба быстро испаряется и переносится потоком газа-носителя в колонку. Температура испарителя влияет на эффективность разделения сложной смеси на компоненты. Обычно температура испарителя выбирается равной или на 30-50°C выше температуры кипения наиболее высоко кипящего компонента смеси, чтобы обеспечить быстрое испарение.

При загрязнении камеры испарения-лайнера на хроматограмме появляются посторонние пики или наблюдается увеличение шумов нулевой линии. Для устранения этих дефектов необходимо вынуть лайнер из блока испарителя, не повредив внутренние его стенки, затем промыть лайнер гексаном или спирто-эфирной смесью, просушить, продуть воздухом или газом-носителем. После установки лайнера в испаритель провести несколько холостых анализов.

Система ввода пробы, колонка и детектор помещаются в герметичный шкаф – **термостат**, где поддерживается постоянная заданная температура разделения анализируемой смеси. В термостате имеется возможность программирования температуры колонок путем повышения температуры колонки по заданному закону. При этом температуру колонки можно повышать непрерывно с определенной скоростью подъема температуры в единицу времени (минуту) до максимально возможного значения, соответствующего температуре термической устойчивости неподвижной фазы колонки. Необходимо отметить, что если анализируемая смесь содержит большое числа легко летучих компонентов и незначительные количества низко летучих соединений, то целесообразно осуществлять нелинейное программирование температуры, меняя скорость подъема температуры колонки в процессе разделения смеси на компоненты, добиваясь ступенчатого ее повышения.

**Капиллярные колонки.** Такие колонки позволяют разделять следовые количества ЛВЖ и ГЖ, обнаруженные после пожара. Как правило, все фирмы выпускают примерно одни и те же кварцевые капиллярные колонки с

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		52

иммобилизованными неподвижными жидкими фазами (НЖФ) на основе различных силиконов или полиэтиленгликолей. Стеклообразные капиллярные колонки позволяют анализировать термически и каталитически неустойчивые, а также высоко полярные соединения, которыми является большинство инициаторов горения. Капиллярные колонки изготавливают обычно с внутренним диаметром 0,25 – 0,5 мм и длиной от 10 – 20 до 100 – 200 м. Следует отметить, что чем меньше диаметр колонки, тем выше ее эффективность. Для анализа органических остатков неизвестной природы, извлеченных с места пожара, чаще всего используются кварцевые капиллярные колонки с неподвижной фазой средней полярности марки Zebron-50, CP-Sil 24CB, OV-17, HP-17, DB-17 и другие, на внутренние стенки которых нанесена жидкая фаза из 50%-фенил- и 50%-диметилполисилоксанов. Такие колонки используются для разделения сложных смесей в температурном интервале от 40 °С до 320 °С.

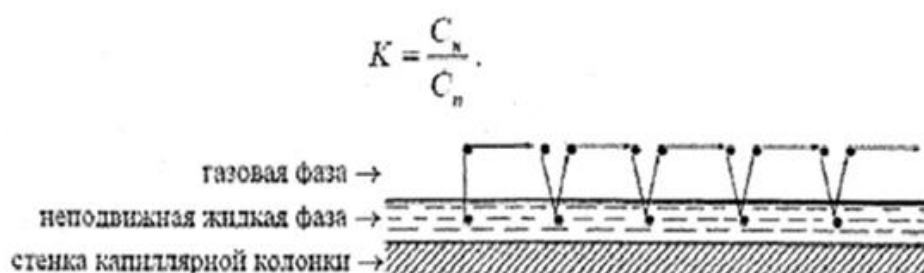


Рисунок 4.4. Схема перемещения молекул исследуемого соединения по колонке

Свойства, которыми должна обладать неподвижная жидкость:

- Селективность;
- Отсутствие химического взаимодействия с разделяемым веществом, твердым носителем, стенкой колонки и газом носителем;
- Низкое давление пара при рабочей температуре;
- Химическая стабильность в условиях применения;
- Отсутствие примесей;
- Доступность.

					<b>ВКР 130402</b>	Лист
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата		53



7. На экране монитора откроется окно выбранного проекта с последней хроматограммой:

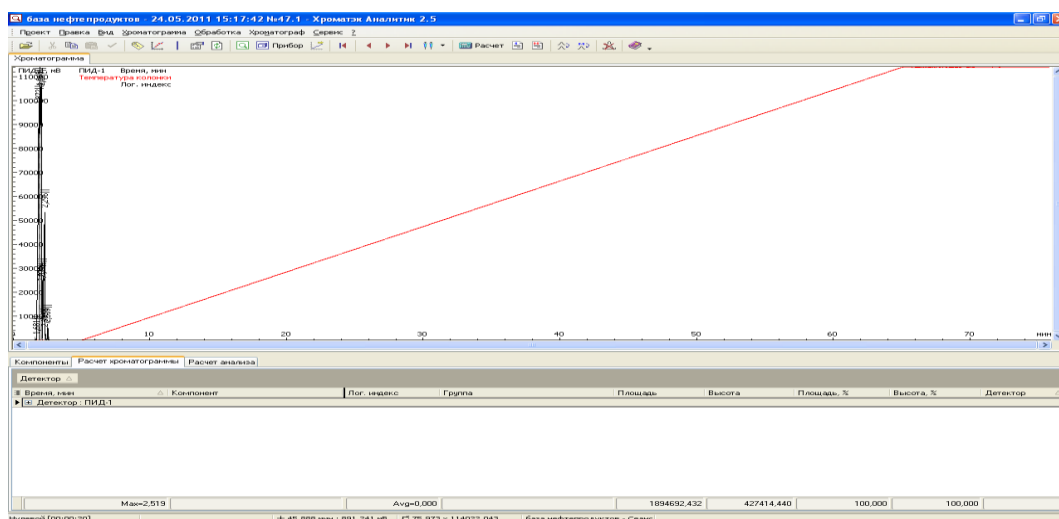


Рисунок 4.6. Вид рабочего окна с хроматограммой

В нижнем левом углу будет указан этап работы хроматографа «Нулевой»

8. В этом окне выделить клавишу «хроматограф». Появится список: Прибор, Метод, Сервис.

9. Выделить из списка «Метод» и нажать на клавишу. Появится дополнительное окно - «Выбор метода»:

10. Выбрать хроматограмму.

11. Последовательно нажать на клавишу «Режим» и на кнопку «ОК». В окне хроматограммы появится дополнительное окно, предлагающее подтвердить или не подтвердить выбранный режим хроматографирования.

12. Передать выбранный режим работы хроматографа, нажав на клавишу «Да».

В активном рабочем окне в левом нижнем углу «Нулевой» этап работы заменится на следующий этап работы хроматографа – «Подготовка». Найти иконку «Прибор», выделить ее, выбрать опцию «Состояние». Появятся значения параметров расхода газов, температуры колонки, испарителя и детектора, заданные из выбранного метода и измеряемые по ходу анализа.

13. В соответствии с выбранной методикой на этапе «подготовка» происходит установление расходов газа-носителя, водорода, воздуха, а также температурный режим колонки, испарителя и детектора, что отражается в столбце - «Измерено».

14. После этапа «Подготовка» прибор переходит на режим поджига детектора ПИД и происходит поджиг горелки детектора ПИД.

Далее устанавливается:

либо этап **«ожидание готовности»**, если выбранный метод имеет «предстарт». В методе с «предстартом» программируется расход газа-носителя. При программировании расхода газа-носителя в целях его экономии для выхода на этап «готовность» не вводя пробу в испаритель надо нажать на клавишу «старт»;

либо этап **«готовность»**, если в режиме хроматографирования не предусмотрено изменение давления газа-носителя перед вводом пробы в испаритель.

15. Перед вводом пробы в испаритель необходимо проверить значение деления потока в режиме выбранного метода. Для этого надо нажать на клавишу «Режим», выбрать опцию «Хроматограф». Появится следующее окно:

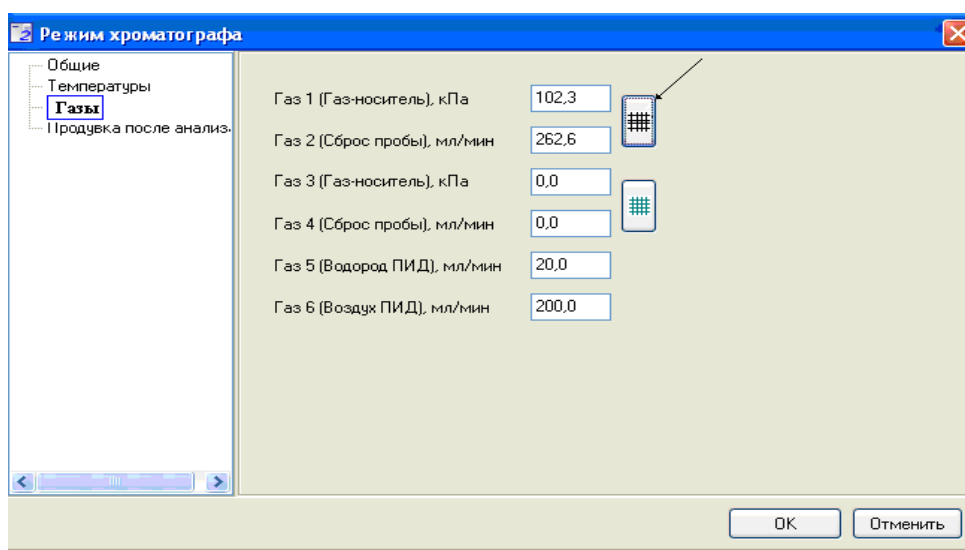


Рисунок 4.7 Вид рабочего окна «Режим хроматографа»

В этом окне выбрать опцию «газы» и нажать на «решетку», показанную на рисунке стрелкой. Появится окно «Режим газов».

Установить деление потока 1:200 для нативных жидкостей:

Деление потока для выгоревших составов 1:10 - 1:40 в зависимости от степени разбавления полученного экстракта. Корректировку значения деления потока можно сделать после съемки хроматограммы.

16. После выхода прибора на этап «готовность» ввести пробу микрошприцем (объем шприца 1 мкл).

- для нативных жидкостей объем вводимой пробы 0,1 – 0,2 мкл.
- для выгоревших составов объем вводимой пробы составляет 1 мкл. Нажать на кнопку «старт» на панели прибора «Кристалл 5000.1». Скорость ввода и нажатия кнопки «старт» должна быть постоянной. Прибор выходит на этап «анализ».

17. После выхода прибора на этап «Анализ» в окне компьютера появится паспорт хроматограммы, который надо заполнить (указать название метода, объем пробы, название пробы, значение мертвого времени, комментарии к анализу). Рассчитанное значение мертвого времени указано в окне «Режим газов».

18. Снять хроматограмму. Прекращение анализа осуществляют кнопкой «стоп», находящейся на передней панели хроматографа после того, когда на базовой – нулевой линии хроматограммы прекращают появляться пики.


19. Перед выключением хроматографа необходимо хроматограф перевести на режим «охлаждение», дождаться снижения температуры колонки до значения, установленного в режиме охлаждения (ниже 50°C). Температуру испарителя и детектора можно довести до температуры ниже 100°C. Контроль показателей температуры осуществляют, нажав на «иконку» - Прибор, затем «Состояние».

20. Отключить прибор от компьютерной программы, закрыв программу на компьютере, затем выключить хроматограф.

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		57

21. Закрыть баллон с инертным газом (гелием или азотом), повернув вентиль на баллоне по часовой стрелке, затем снять давление на редукторе, повернув вентиль редуктора против часовой стрелки.

22. Отключить компрессор воздуха.

23. Обработать хроматограмму, выполняя операцию в строке меню, Обработка – Расчет хроматограммы. Интегрирование, идентификация и количественный расчет можно проводить непосредственно в том же окне программы, где происходила запись хроматограммы после окончания съемки хроматограммы. Для осуществления интегрирования нажимают на клавишу – «Выполнить» (над каждым пиком хроматограммы появится значение времени удерживания, указанное в минутах и название компонента). Обрабатывать хроматограмму можно и во время записи хроматограммы в окне программы «Хроматэк Аналитик 2.5», нажав на панели инструментов значок . При этом открывается окно программы «Хроматэк Аналитик» с хроматограммой, снимаемой в данный момент.

24. В случае пользования базой «нефтепродукты» полученную хроматограмму можно обработать по методу, из которого был передан режим хроматографирования. Провести интегрирование хроматограммы, используя таблицу компонентов из «хроматограммы – метода». Следует внимательно проверять правильность автоматической разметки пиков. При необходимости провести коррекцию разметки либо увеличить окно поиска пика до 5- 10% и повторить обработку хроматограммы. При расчете хроматограммы неизвестного состава отнесение каждого компонента к конкретному веществу преждевременно, поэтому перед интегрированием необходимо снять галочку «идентификация». Идентификация пиков на хроматограмме неизвестной по составу пробы проводится способом «отпечатков пальцев» путем сравнения с хроматограммами эталонных смесей и арбитражных проб, снятых в идентичных режимах проведения хроматографирования.

					<b>ВКР 130402</b>	Лист
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата		58



25. Так же хроматограмму можно обрабатывать и с помощью индексов Ковача с использованием всероссийской базы данных. Индекс удерживания Ковача – это безразмерный параметр, характеризующий удерживание сорбата относительно n-алканов. Идентификация вещества по индексу удерживания производится путем хроматографирования соединения с последующим хроматографированием в тех же условиях двух соседних алканов, выбранных в качестве стандарта. Результаты анализа по индексу удерживания оказываются более надежными, чем по удерживаемому объему, так как индекс удерживания является более индивидуальной характеристикой вещества.

#### **4.2. Приставка многократного нарушенного полного внутреннего отражения горизонтального типа МНПВО 36**

Данная приставка предназначена для исследования химического состава жидких сред, мелкодисперсных неабразивных порошков и полимерных пленок (рис. 4.8).



Рисунок 4.8. Приставка многократного нарушенного полного внутреннего отражения горизонтального типа МНПВО 36

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		59

Инфракрасная спектроскопия (ИКС) является универсальным аналитическим методом, который широко применяется в криминалистической экспертизе материалов, веществ и изделий для исследования объектов самой различной природы.

В исследовании пожаров и пожарно-технической экспертизе метод может применяться для установления природы (функционального состава) изъятых с места пожара объектов, а также для количественной оценки степени термического поражения самых различных материалов – каменных неорганических, изготовленных безобжиговым методом на основе цемента, извести, гипса (бетон и железобетон, силикатный кирпич, штукатурка и т. д.); органических и композитных материалов и их обгоревших остатков (полимерных материалов, лакокрасочных покрытий, тканей и др.). Соответствующие научные результаты и практические рекомендации были изложены в ряде работ [8-13].

Приставка МНПВО эффективна при регистрации спектров поглощения образцов, размеры (количество) которых достаточны для обеспечения контакта со всей площадью рабочей грани призмы:

- жидкостей любой степени вязкости (растворов, суспензий, масел и т.д.);
- твердых эластичных образцов (полимерных фрагментов достаточно большого размера, резин, пластиков и т. д.);
- порошкообразных образцов в количествах, достаточных для нанесения на всю поверхность и образцов в виде тонких пленок.

#### **4.2.1. Описание прибора: устройство и работа**

Приставка МНПВО36 горизонтального типа. Данная приставка многократного нарушенного полного внутреннего отражения горизонтального типа используется для исследования полимерных плёнок, тонкодисперсных порошков, химического состава жидких веществ и паст,

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		60

жиров и масел в пищевой промышленности. Состоит из основания приставки, прижимного устройства и призмы МНВПО в держателе.

На границе раздела оптического материала селенида цинка (ZnSe) и фазы образца возникает затухающая волна инфракрасного излучения, которая проникает на некую глубину образца (образец должен иметь менее плотную среду, чем ZnSe) и регистрируется спектр верхних слоев исследуемого вещества. Схема ячейки для приставки МНПВО изображена на рисунке 4.8.

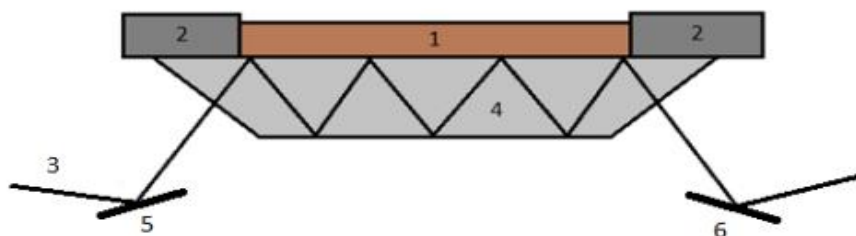


Рисунок 4.8 Ячейка для МНПВО (1-исследуемый образец, 2-металлические пластины, 3-ИК излучение, 4-кристалл призмы, 5,6-зеркала)

В спектроскопии НПВО особую роль играет контакт между объектом исследования и оптическим элементом. При сближении поверхностей двух тел на расстояние порядка радиуса действия молекулярных сил возникает оптический контакт. Такой контакт является оптимальным для получения спектров НПВО. Отсутствие оптического контакта приводит к заметному искажению спектров НПВО. В случае мягких образцов, таких, как эластомеры и каучуки, получение контакта между элементом внутреннего отражения и образцом не вызывает затруднений. От жестких же пленок с неровной поверхностью можно вообще не получить спектр НПВО.

Для получения спектров чистых жидкостей удобно пользоваться кюветами, которые применяются также при изучении спектров растворов и имеют толщину слоя примерно 0,005–0,1 мм. Как и при изучении спектров твердых веществ, общий фон поглощения окон кюветы необходимо компенсировать. Летучие жидкости, которые могут легко испаряться из

обычной кюветы, необходимо исследовать в герметично закрываемых кюветах. Для получения ИК-спектров жидкостей часто используют приставку МНПВО. Для этого жидкость наносят на верхнюю рабочую поверхность призмы. Для снятия спектров растворов наиболее часто применяются три растворителя: хлороформ, четыреххлористый углерод и сероуглерод, которые используются при толщине слоя кюветы 0,1–10 мм.

Водные растворы исследуются методом ИК-спектроскопии очень редко, так как при этом встречаются большие трудности, связанные с очень сильным поглощением самой воды и с необходимостью выбора специальных, устойчивых материалов для окон кювет. Таковыми являются флюорит, хлористое серебро, бромид-йодид таллия (ТБИ, или KRS-5) и некоторые другие. Толщина слоя водного раствора должна быть минимальной, поэтому здесь используются кюветы без прокладок, так же как при изучении взвесей или пленок сильно поглощающих чистых жидкостей. Иногда удобно воспользоваться приставкой МНПВО-36.

#### 4.2.2. Преимущества метода МНПВО

1. Простота пробоподготовки. Исследуемый образец (жидкость, мелкодисперсный порошок) достаточно поместить в ванночку, дно которой образовано призмой МНПВО. Полимерные образцы механически прижимают к поверхности призмы.

2. Высокая воспроизводимость. Эффективная толщина поглощающего слоя воспроизводится с высокой точностью, в отличие от толщины оптических кювет, так как определяется только материалом и параметрами призмы МНПВО и коэффициентом преломления исследуемого вещества.

3. Простота обслуживания. Приспособления МНПВО в процессе подготовки и измерений не требуют сборки-разборки, не содержат труднодоступных полостей, которые могли бы затруднять промывку.

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		62

4. Высокая производительность. Время получения спектра, включая помещение образца, при стандартных требованиях к разрешению и фотометрической точности не превышает 1–2 мин.

#### 4.2.3. Особенности приставки МНПВО 36

До 7 внутренних отражений для максимальной чувствительности при низкой концентрации компонент.

Материал кристалла призмы в стандартной комплектации — ZnSe. Возможны другие варианты — призма из Ge или Si. Эффективная толщина поглощающего слоя в зависимости от материала и параметров призмы может быть выбрана в пределах 1–50 мкм.

Высокая точность воспроизведения эффективной толщины поглощающего слоя.

Время получения спектра, включая помещение образца, при стандартных требованиях к разрешению и фотометрической точности не превышает 1–2 мин.

Прижимное устройство позволяет осуществлять прижим порошков и пленок к поверхности призмы.

#### 4.2.4. Подготовка прибора

В комплекте с прибором ФСМ-1201 компания ООО «Инфраспек» предоставляет базовое программное обеспечение FSpec [15]. Данная программа предназначена для управления прибором. Её основные возможности: получение интерферограмм, их преобразование в спектр с помощью фазовой коррекции методом Мерца и аподизации, тестирование и настройка фурье-спектрометра, первичная обработка спектров и их преобразование, отображение данных в графическом виде (спектр) на экране монитора или печать на принтере, возможность создания спектральной базы

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		63

данных на разных информационных носителях. Меню программы содержит компоненты, которые представлены на рисунке 4.9.

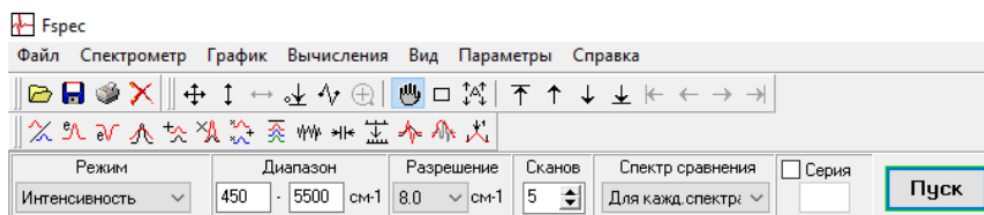


Рисунок 4.9. Интерфейс программы FSpec

Компонент «вычисления» включает в себя команды, которые связаны с математической обработкой графических данных, например, отношение спектров, производная спектра, сглаживание методом Гаусса и усреднение спектров, вычисление среднего арифметического для нескольких спектров, преобразование спектра поглощения в спектр пропускания. «График» содержит команды, которые отвечают за отображение спектрограмм на экране монитора пользователя. Команды, которые управляют измерениями, тестированием, настройками, пользовательским интерфейсом, содержатся в компонентах «Спектрометр», «Вид» и «Параметры» [15].

Инфракрасный Фурье–спектрометр, который позволяет проводить измерения в диапазоне от 450 см<sup>-1</sup> до 7800 см<sup>-1</sup> с разрешением 4 см<sup>-1</sup>, а также с программным обеспечением, которое дает возможность переводить спектрограмму из режима пропускание в режим поглощение, определять параметры пиков (вычислять их начало, максимум и конец; высоту, ширину и площадь) полос пропускания, выполнять усреднение и сглаживание спектрограмм.

#### 4.2.5. Алгоритм методики

В первую очередь подготавливаются исследуемые объекты. Следующий шаг — это включение прибора и запуск программы FSpec на персональном компьютере пользователя. В программе задается режим «Пропускание», далее выбирается нужный диапазон частот (от 1000 см<sup>-1</sup> до

3500 см<sup>-1</sup> ), а также разрешение (4 см<sup>-1</sup> ) и выбирается необходимое число сканов. Диапазон частот выставляется в зависимости от табличных характеристических полос.

В призму кюветы помещают пробу (проба должна полностью покрывать поверхность кюветы многократного нарушенного полного внутреннего отражения), а та в свою очередь вставляется в приставку МНПВОЗ6 в приборе ИК Фурье–спектрометре для дальнейшего исследования. После выполнения регистрации спектров необходимо очистить кювету хлопчатобумажной тканью без ворса (также можно воспользоваться ватной палочкой). С помощью базовой программы Fspec строятся инфракрасные спектры исследуемых объектов. После качественного анализа исследуемое вещество извлекается из кюветы приставки. После завершения каждого анализа пользователь видит на мониторе персонального компьютера результат.

#### 4.3. Анализатор «Флюорат-02-Панорама»

Предназначен для исследования спектров возбуждения и регистрации люминесценции, и изучения фотометрических характеристик и характеристик флуоресценции анализируемых объектов.

Прибор может быть использован в качестве автоматического детектора при измерении массовой концентрации неорганических и органических примесей в воде, а также воздухе, почве, технических материалах, продуктах питания после переведения примесей в раствор или непосредственно без пробоподготовки в соответствии с методикой выполнения измерений.

Как сертифицированный анализатор, спектрофлуориметр «Панорама» применяется для аналитического контроля объектов окружающей среды, санитарного контроля и контроля технологических процессов.

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		65

### 4.3.1. Область применения

Экологические исследования:

- анализ спектральных характеристик растворенных/диспергированных в водных средах нефтепродуктов, идентификация источников загрязнения нефтепродуктами акваторий портов, рек и водоемов;
- исследования процессов биodeградации нефтепродуктов в природных водоемах вод воздействием внешних факторов;
- исследования биопродуктивности водоемов по флуоресценции хлорофилла-А.

Научные исследования:

- измерение спектральных характеристик свечения (спектры возбуждения, фотолюминесценции, синхронные спектры), определение времени затухания фосфоресценции;
- исследования органических и неорганических люминесцирующих веществ, люминесцентных меток, внедрённых в биологические объекты.

Медицинские исследования: исследования свечения биопрепаратов, бактерий, вирусов, в том числе с возможностью использования ПЦР-технологии (с приставкой МИКРОСКАН).

Технология:

- контроль спектральных характеристик бумаги, в том числе используемой для печатания банкнот и ценных бумаг;
- анализ спектральной чистоты люминофоров, иных люминесцирующих порошков.

Геология: исследования гидрогеологических процессов методом «флуоресцирующей метки».

Судебная экспертиза: анализ спектральных характеристик чернил, бумаги и т.п. объектов.

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		66



### 4.3.2. Описание прибора: устройство и работа

Принцип действия анализатора основан на измерении интенсивностей световых потоков от исследуемого объекта, возникающих под воздействием возбуждающего оптического излучения выделенного спектрального диапазона и регистрируемых оптическими приёмниками прибора.

Устройство анализатора иллюстрируется структурной схемой, представленной на рис. 4.10.



Рисунок 4.10. Структурная схема анализатора «ФЛЮОРАТ-02-ПАНОРАМА»

Анализатор состоит из низковольтного источника питания, оптической схемы с источником и приёмниками излучения, высоковольтного источника питания ФЭУ, систем сканирования монохроматоров, электронного измерительного блока, микропроцессорного контроллера и пульта управления с цифровым индикатором и клавиатурой.

**Низковольтный источник питания** преобразует переменное напряжение сети в постоянное стабилизированное напряжение (+5В, +15В, -15В), необходимое для питания приёмников излучения, электронных схем и цифрового индикатора.

**Импульсный источник света** вырабатывает световые импульсы микросекундной длительности с частотой, определяемой микропроцессорным контроллером (25Гц).

Приёмники излучения служат для преобразования световых сигналов в электрические в соответствующих измерительных каналах.

**Высоковольтный источник питания** повышает до 1 кВ напряжение, получаемое от стабилизированного низковольтного источника питания для питания ФЭУ. Уровень высокого напряжения, а следовательно чувствительности ФЭУ, задаётся контроллером в соответствии с выбором значения параметра F1.

**Электронный измерительный блок** осуществляет усиление и оцифровку сигналов, поступающих от приёмников.

**Пульт управления** служит для выбора режимов работы прибора, ввода значений параметров и вывода результатов измерений на цифровых индикаторах.

**Микропроцессорный контроллер** осуществляет взаимодействие с оператором через пульт управления, запуск программ управления измерениями по командам с клавиатуры, хранение в оперативной памяти значений рабочих параметров, контролирует работу всех систем. Он также управляет напряжением высоковольтного источника питания, запуском импульсного источника света, обменом данными по каналу RS-232, выводит данные и сообщения об ошибках на цифровой индикатор. В энергонезависимой памяти контроллера (EEPROM) хранится информация о настройках высоковольтного источника питания и обоих монохроматоров.

**Канал связи RS-232** предназначен для сопряжения анализатора с внешним компьютером, снабженным ПО для проведения автоматизированных спектрально-временных измерений на анализаторе.

Оптическая схема прибора (рис. 4.11) обеспечивает прохождение световых потоков от источника света через монохроматоры к кювете с анализируемой пробой и далее на соответствующие фотоприёмники.

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		68

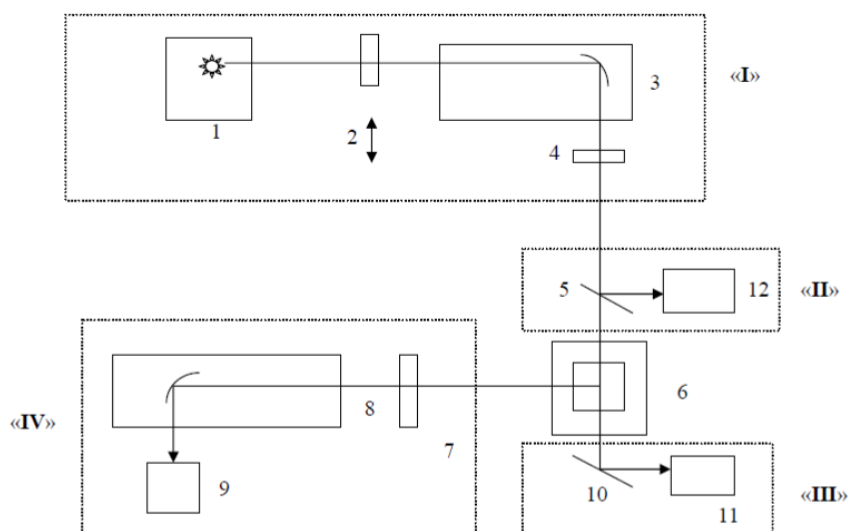


Рисунок 4.11. Оптическая схема спектрофлуориметрического анализатора «ФЛЮОРАТ-02-ПАНОРАМА» (1 - источник излучения; 2 - устройство отсечки второго порядка дифракции; 3 - монохроматор осветительного канала (возбуждения); 4 и 7 - светофильтры каналов возбуждения и регистрации люминесценции; 5 и 10 - светоделительные пластины; 6 - кювета с анализируемой пробой; 8 - монохроматор флюориметрического канала; 9 - фотоприёмник флюориметрического канала (ФЭУ); 11 - фотоприёмник канала пропускания (фотометрического); 12 - фотоприёмник опорного канала).

Анализатор имеет два основных режима измерений: флюориметрический и фотометрический. Во флюориметрическом режиме работы анализатора после монохроматора возбуждения (поз. 3) свет выделенного спектрального диапазона проходит через светоделительную пластинку (поз. 5) и попадает в кюветное отделение, где располагается кварцевая кювета с пробой (поз. 6).

Излучение люминесцирующих компонентов пробы попадает во флюориметрический канал, где монохроматором регистрации (поз. 8) выделяется нужная спектральная область.

Максимумы полосы люминесценции большинства примесей имеют спектральный сдвиг относительно максимумов полос их возбуждения в сторону больших длин волн (стоксов сдвиг).

Поэтому для регистрации сигналов люминесценции в оптимальных условиях настройка монохроматора флюориметрического канала должна быть смещена относительно настройки монохроматора возбуждения. Это тем более необходимо, так как во флюориметрический канал частично попадает рассеянное излучение с длиной волны возбуждения (т.н. блики импульсной лампы). Этот рассеянный фон мешает регистрации слабых сигналов люминесценции.

Отфильтрованный монохроматором регистрации световой поток регистрируется фотоприёмником (9) - фотоэлектронным умножителем (ФЭУ). С ФЭУ на вход электронного измерительного блока поступает электрический импульс, типичная временная диаграмма которого представлена на рисунке 4.12.

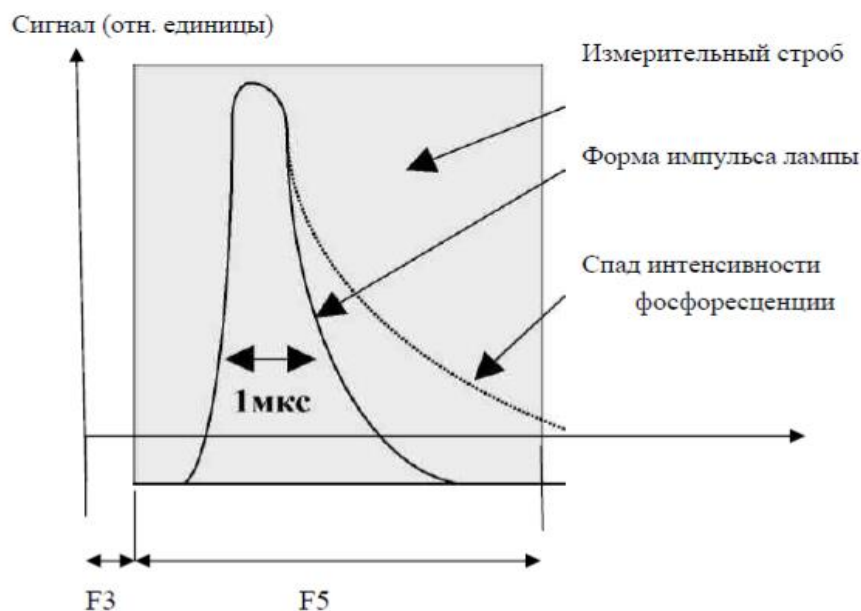


Рисунок 4.12. Временная диаграмма измерений люминесценции

Форма этого импульса зависит от свойств люминесцирующих компонент и может либо повторять форму возбуждающего импульса

(флюоресценция), либо спадать с некоторой задержкой (фосфоресценция). Для проведения измерений с максимальным отношением сигнал/шум подбирается временной интервал (измерительный строб), и только в течение него происходит накопление информации об интенсивности сигнала с ФЭУ.

Измерительный строб характеризуется временем задержки (параметр F3) относительно переднего фронта синхроимпульса, запускающего работу лампы, и длительностью (параметр F5).

В фотометрическом режиме работы анализатора излучение, вышедшее из осветительного монохроматора (3), проходит через светоделительную пластину (5), кварцевую кювету с пробой (6) и, отражаясь от светоделительной пластины (10), попадает на приёмник излучения (11) фотометрического канала.

Электрический сигнал этого приёмника зависит:

- оптической плотности пробы, находящейся в кювете;
- интенсивности зондирующего света.

В обоих режимах после осветительного монохроматора (3) часть света отражается от светоделительной пластины (5) и попадает на приёмник излучения (12) опорного канала.

Электрический сигнал этого приёмника зависит только от интенсивности падающего света и поэтому может служить для коррекции нестабильности сигналов флюориметрического и фотометрического приёмников, которая обусловлена энергетической нестабильностью работы лампы от импульса к импульсу (см. ниже параметр «F4»).

Для повышения достоверности результатов в анализаторе наряду с коррекцией сигналов по флюориметрическому и фотометрическому каналам на сигнал опорного канала, применяется метод усреднения информации по заданному числу вспышек импульсной лампы (см. параметр «N»).

### 4.3.3. Подготовка прибора

Внешний вид прибора приведен на рис. 4.13. Включение анализатора осуществляется сетевым выключателем (1), рядом с которым расположен светодиодный индикатор включения (2). На лицевой панели размещены цифровая клавиатура (3), клавиши установки параметров и выполнения операций (4, 5). Над цифровой клавиатурой расположено табло индикации результатов (6). Еще две функциональные зоны относятся к пошаговому управлению и отображению текущих настроек монохроматоров возбуждения (7) и регистрации (8).

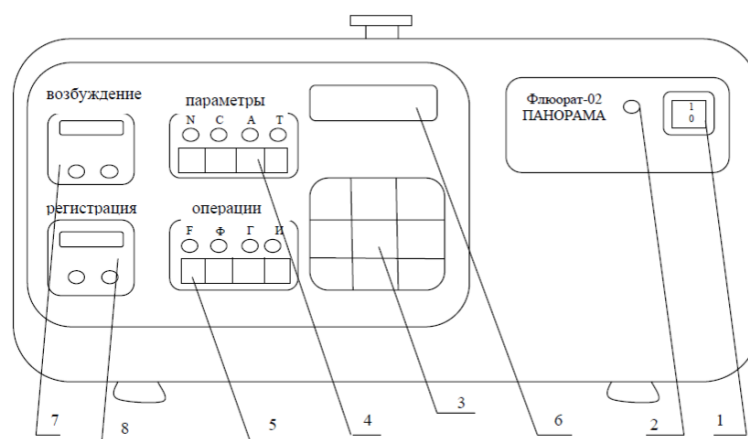


Рисунок 4.13. Лицевая панель анализатора «ФЛЮОРАТ-02-ПАНОРАМА»

Включите анализатор тумблером «Сеть» (поз.1 на рисунке 4.22) на передней панели прибора. При этом должен загореться светодиодный индикатор (2). Контроллер анализатора начнет инициализацию - проверку связи между всеми электронными устройствами прибора и установку исходных режимов и параметров работы. Во время инициализации по индикаторам клавиатуры пробегает «световая дорожка» и прослушивается характерный шум от работы шаговых двигателей монохроматоров. По окончании инициализации (около 10 сек) на табло монохроматоров (7 и 8) установятся значения их стартовых настроек, а на табло результатов (6) - номер алгоритмической версии программы управления прибором и номер конфигурации электронных узлов по классификации предприятия-

изготовителя - буква «Н.» и три цифры, например «Н.42.9». После этого прибор готов к использованию.

Открываем программу «Panorama Pro». Для проведения измерений нажать закладку Измерения-Спектральные. В открывшемся окне используются только 2 вкладки «Измерение» (для проведения измерений) и «Обработка» (для обработки спектров флуоресценции).

Для съемки спектров, во вкладке «Измерение», установить необходимые условия съемки – длина волны 255 нм – регистрация (от 265-290 нм до 450нм) – число вспышек 1 (для гексана проверки чистоты кюветы, шприца, уточнения интенсивности флуоресценции) и 25 ( для исследуемой пробы) – канал флуориметрия – коррекция выключена-чувствительность низкая (область регистрации устанавливается так, чтобы попал весь спектр флуоресценции, но при этом необходимо отсечь полосу «рамановского рассеяния растворителя»). Для сильно выгоревших проб область регистрации чаще всего составляет от 280-290 до 450 нм, а нативных от 265-275 до 450 нм. Произвести съемку спектра. Добавить спектр во вкладку «Обработка» ( правой клавишей мыши нажать на область, где находится спектр)- обработка-добавить. Произвести обработку спектра.

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		73

**РАЗДЕЛ 5. РЕШЕНИЕ КЛАССИФИКАЦИОННЫХ И  
ИДЕНТИФИКАЦИОННЫХ ЗАДАЧ  
С ПОМОЩЬЮ ПОЛУЧЕННЫХ СПЕКТРОВ**

**5.1. Исследование инициаторов горения**

1. Объектом исследования является Уайт – спирт (ТУ 0251-001-71162433-2011).

Изготовлено: декабрь 2017 года. Производитель: ООО «Вершина», Россия. Приобретен в городе Иваново, в сети магазинов «Кенгуру».

Уайт-спирит Нефрас С4-155/200 — бензиновый растворитель смешанного типа, прозрачная маслянистая жидкость с характерным запахом керосина, представляет собой обезвоженный продукт перегонки нефти, содержит не более 50% углеводородов каждой из групп; бензин прямой перегонки малосернистых видов нефти.

Уайт-спирит применяется в резиновой промышленности, а также для разбавления различных лакокрасочных материалов. Растворитель Уайт-спирит быстро растворяет органические соединения, быстро испаряется, свойственна коррозионная агрессивность.

2. Объектом исследования является Растворитель 646 (ТУ 2319-001-57859009-2006). Производитель: ООО "Химпродукт-Балахна".

Растворитель марки 646 – прозрачная бесцветная жидкость (в некоторых случаях может иметь желтоватый оттенок), характеризующаяся специфическим запахом. Плотность растворителя составляет 0,87 грамм на см<sup>3</sup>, он не замерзает и не набирает вязкости. Самовозгорается при температуре 403 градуса, кипит при 59 градусах.

В состав входят такие вещества: 7% - ацетон; 8% - этилцеллозольв; 10% - бутилацетат; 10% - этиловый спирт; 15% - бутанол; 50% - толуол.

Растворитель 646 имеет широкую область применения. В быту состав используют для удаления с рук масляных и краски. Используют также для доведения органических и химических поверхностей до нужной консистенции, применяют при производстве лакокрасочных материалов.

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		74



Также этот реагент добавляется в шпатлевки и грунтовки для создания оптимальной рабочей консистенции, позволяющей идеально выравнивать поверхности.

3. Объектом исследования является Сольвент (ТУ 2415-010-57859009-2015). Производитель: ООО «Химпродукт Балахна». Изготовлено: январь 2018 года.

Сольвент, представляющий собой смесь ароматических углеводородов бензольного ряда, главным образом, изомеров ксилола, а также толуола, триметилбензола, псевдокумола.

Сольвент предназначен для разбавления масляных, алкидных, алкидно-фенольных лаков, красок, эмалей, а также для разбавления масел, битумов, каучуков, меламиноалкидных ЛКМ.

Главной отличительной чертой Сольвентов является высокая степень растворения самых разнообразных лакокрасочных материалов. Дополнительно, можно отметить, что Сольвенты, после нанесения на зону обработки, обладают способностью очень быстро «улетучиваться», также забирая вместе с собой и все запахи.

4. Объектом исследования является Керосин для обезжиривания под покраску (ГОСТ 10227-86). Изготовлено: январь 2017. Производитель: ОАО «Сибнефть-Омский НПЗ», Россия. Приобретен в городе Иваново, в сети магазинов «Кенгуру».

Керосины – это смеси углеводородов, обычно от н-нонана (C<sub>9</sub>) до н-гексадекана (C<sub>16</sub>). В зависимости от химического состава и способа переработки нефти, из которой получен керосин, в его состав входят: предельные алифатические углеводороды (20 – 60 %), нафтеновые (20 – 50 %), бициклические ароматические (5 – 25 %), непредельные (до 2 %). Чем выше температура кипения смесей, тем больше в них бициклических ароматических углеводородов.

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		75

5. Объектами исследования являются:

1. Бензин автомобильный с улучшенными эксплуатационными и экологическими свойствами G-Drive 98 и G-Drive 98 (СТО 42045241-001-2010). Изготовлено: 27.01.2017 года. Поставщик: ООО «ГПН - Региональные продажи». Место отбора пробы: АЗС №78 Ярославское отделение АО «ГПН-Центр».

2. Бензин неэтилированный АИ-95-К5 и АИ-92-К5. (ГОСТ-32513-2013). Изготовлено: 30.01.2016 года. Поставщик: ООО «ГПН - Региональные продажи». Место отбора пробы: АЗС №78 Ярославское отделение АО «ГПН-Центр».

3. Бензин прямогонный (СТО 80294300-005-2013).

Бензин – легковоспламеняющаяся жидкость, представляющая собой смесь углеводородов, получаемая в основном из нефти и состоящая из нормальных и разветвленных алканов, циклоалканов и ароматических углеводородов, выкипающих в интервале температур от 30 до 205 С°. Применяется в качестве моторного топлива. Бензин является инициатором горения, наиболее часто применяемым при поджогах.

Бензин G-Drive — это топливо премиум-класса с улучшенными характеристиками. Оно может применяться для заправки автомобилей с бензиновыми двигателями всех типов, в том числе с форсированными, независимо от года выпуска автомобиля. Топлива G-Drive 95 и G-Drive 98 производятся на основе высококачественных бензинов пятого экологического класса. Топливо G-Drive отличается сверхнизким содержанием серы и бензола: например, в бензине G-Drive 98 содержание серы в пять раз ниже, чем в бензине предыдущего четвертого экологического класса. Поэтому такое топливо экологически более безопасно: содержание окиси углерода в выхлопах снижается на 22%, углеводородов — на 10%, а оксидов азота — на 11% [21].

Прямогонным бензином называют лёгкие бензиновые фракции, которые были получены в результате переработки сырой нефти, газового

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		76

конденсата, природного газа, попутного нефтегаза, горючих сланцев, угля и другого сырья. Данный термин характеризует вид топлива по способу получения. Если говорить о нефти, как об источнике получения прямогонного бензина, то это фракции её прямой перегонки с интервалом кипения 35-180 градусов по Цельсию.

Полученный путём перегонки нефти, прямогонный бензин не обладает детонационной стойкостью, так необходимой для работы двигателя, поэтому и места его использования – это не карбюраторные и инжекторные двигатели внутреннего сгорания, а химическая и нефтехимическая промышленность, где нефтя используется для производства олефинов в паровом крекинг-оборудовании. Обычно прямогонный бензин состоит из углеводородов короткой цепи и имеет прозрачный цвет.

Помимо использования прямогонного бензина в качестве сырья для производства этилена, пропилена, бутадиена, изобутилена и аммония, он нередко является компонентом товарных «неполуфабрикатных» бензинов, реактивных топлив, и осветительных керосинов [22].

6. Объектом исследования является Топливо зимнее (ГОСТ 32511-2013). Изготовлено: 31.01.2017 года. Поставщик: ООО «ГПН - Региональные продажи». Место отбора пробы: АО «Газпромнефть - Северо-Запад» АЗС №1 Ярославское отделение.

Дизельное топливо — жидкий продукт, использующийся как топливо в дизельном двигателе внутреннего сгорания. Для получения необходимых свойств к дизельному топливу прямой перегонки добавляют керосиногазойлевые фракции различных технологических процессов переработки нефти и газовых конденсатов.

Основные потребители дизельного топлива — железнодорожный транспорт, грузовой автотранспорт, водный транспорт, военная техника, дизельные электрогенераторы, сельскохозяйственная техника, а также легковой дизельный автотранспорт. Кроме дизельных двигателей, остаточное дизельное топливо (соляровое масло) зачастую используется в качестве

					<b>ВКР 130402</b>	Лист
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата		77

котельного топлива, для пропитывания кож, в смазочно-охлаждающих средствах и закалочных жидкостях, при механической и термической обработке металлов.

В зависимости от условий применения выпускают три марки дизельного топлива:

- Л (летнее) – для температуры окружающего воздуха 0°С и выше;
- З (зимнее) – для температуры окружающего воздуха минус 20°С и выше;
- А (арктическое) – для температуры окружающего воздуха минус 50°С и выше.

Эти топлива отличаются между собой фракционным составом, вязкостью, плотностью, температурами застывания, помутнения и другими показателями.

Зимнее дизельное топливо должно иметь плотность не более 840 кг/м<sup>3</sup> и температуру вспышки - плюс 40 °С. Температура застывания зимнего дизельного топлива не должна превышать минус 35 °С.

Получают зимнее дизельное топливо смешением прямогонных, гидроочищенных и вторичного происхождения углеводородных фракций с температурой выкипания 180...340 °С. Также зимнее дизельное топливо получается из летнего дизельного топлива добавлением специальной депрессорной присадки, которая снижает температуру застывания топлива, практически не влияя на температуру предельной фильтруемости [23].

7. Объект исследования Моторное масло М43/14Д. Производитель: ОАО "ИВХИМПРОМ".

Моторное масло М43/14Д - универсальное всесезонное моторное масло. Предназначено для смазывания высокофорсированных автомобильных бензиновых двигателей и дизелей. Продукт на минеральной основе с вовлечением пакета присадок. Умеренно опасное вещество 3 класса опасности.

					<b>ВКР 130402</b>	Лист
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата		78

8. Объект исследования Всесезонное синтетическое моторное масло с высокими эксплуатационными характеристиками BP VISCO 5000 5W-40. Производитель: г. Гамбург, Германия. Изготовлено: 13.01.2017 года.

BP Visco 5000 5W-40 – всесезонное синтетическое моторное масло для дизельных и бензиновых двигателей легковых автомобилей и микроавтобусов. Обеспечивает чистоту двигателя, снижает износ и увеличивает срок службы в условиях интенсивной повседневной эксплуатации.

BP Visco 5000 5W-40 – синтетическое моторное масло премиум - класса со следующими преимуществами:

- превосходная чистота двигателя;
- повышенная защита двигателя в нормальных условиях эксплуатации;
- улучшенная экономия топлива.

9. Объект исследования Бездымное масло для 2-тактных двигателей с воздушным охлаждением CHAMPION. Производитель: American Lubricating Co. Изготовлено: 06.07.2017 года.

Присадка к топливу Champion "No smoke two stroke" - это высокоэффективное бездымное масло красного цвета, соответствует высоким стандартам качества масла JASO FD и ISO-L EGD, специально разработано для двухтактных двигателей с воздушным охлаждением. Присадка безопасна для окружающей среды и вашего оборудования. Рекомендуется смешивать с неэтилированным бензином в соотношении масло/бензин 1/50.

10. Объект исследования Высококачественное трансмиссионное масло Energear NT-80 W-90. Производитель: г. Гамбург, Германия. Импортер в РФ ООО "Сетра Лубрикантс". Изготовлено: 9.12.2017 года.

Energear NT 80W-90 обладает высокими эксплуатационными свойствами, разработано для всех типов автомобильных механических коробок передач, осей и конечных (главных) передач, включая гипоидные передачи и коробки передач с синхронизаторами. Масло выдерживает

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		79

испытания по оценке противозадирных свойств, требуемых для высоко нагруженных гипоидных осей, а также испытания на долговечность синхронизаторов современных коробок передач. Созданные первоначально как масла для грузовых автомобилей, Energear HT также подходят для легковых автомобилей, сельскохозяйственного и строительного оборудования.

11. Объект исследования Моторное масло Evolution 900 SXR 5W-40. Производитель: Франция. Изготовлено: 15.11.2017 года.

Смазочная смесь ELF — полностью синтетический продукт. Масло создано специально для дизельных силовых агрегатов легковесного автотранспорта, малотоннажных грузовиков и микроавтобусов. Состав сочетается с основной массой двигательных систем, работающих на различном виде топлива. Подходит для использования в моторах, оснащенных многоклапанной системой, турбиной или конвектором. Моторное масло отлично себя проявляет в экстремальном режиме вождения и условиях работы.

Автомобильное масло термостабильно, обладает повышенными смазывающими характеристиками. Масло имеет ряд положительных свойств, среди которых образование на поверхности рабочих узлов равномерной масляной оболочки, которая защищает систему от преждевременного износа, снижает контактирование между рабочими деталями и улучшает работу силового агрегата в целом.

12. Объект исследования Масло бытовое универсальное. Производитель: ООО "Краска-СВ".

Масло бытовое универсальное используется в быту для смазки механических узлов бытовых приборов: швейных машин, бытовой техники и т.д. Не токсично: не содержит смол и кислот. При использовании не сгущается, защищает детали от коррозии, повышенного износа за счет образования защитного нано слоя. Не оставляет пятен на тканях и предметах. Перед применением рекомендуется очистить места, предназначенные для

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		80

смазки в соответствии с рекомендациями по данному изделию. Удалить доступным способом с обрабатываемого узла старые смазочные материалы. Затем с помощью дозатора нанести умеренное количество масла.

13. Объект исследования СОЖ IVNETIX 2-10 (ТУ 0258-369-05744685-2013). Паспорт безопасности № 05744685.02.31684. Производитель: ОАО "ИВХИМПРОМ". Изготовлено: август 2017 года.

СОЖ IVNETIX 2-10- полусинтетическая смазочно-охлаждающая жидкость. Высокопроизводительная полусинтетическая СОЖ применяется в виде водной эмульсии с массовой долей (2,0-10,0)% в широком диапазоне производственных операций, в том числе на станках с ЧПУ и обрабатывающих центрах, при лезвийной и абразивной обработке всех видов черных металлов (чугуна, нержавеющей, углеродистых и легированных сталей), медных сплавов. Рабочая эмульсия благодаря содержащемуся в ней бактерицидному компоненту стабилизирована по уровню pH даже при длительном использовании, а это значит, что антикоррозийные свойства продукта остаются неизменными долгое время. Содержит ингибиторы коррозии медных сплавов.

Представляет собой сбалансированную композицию на основе минерального масла, эфиров, амидов и солей жирных кислот, ПАВ, эмульгаторов, ингибиторов коррозии, биоцида, антивспенивателя, антиоксиданта, а также присадок, обеспечивающих рабочему раствору СОЖ высокие технологические и триботехнические свойства. Не имеет в своем составе нитрита натрия, серу - и хлорсодержащих компонентов.

14. Объект исследования Авиационный бензин Avgas 100 LL (ГОСТ Р 55493-2013). Паспорт безопасности № 05744685.02.39905. Декларация соответствия ТС № RU Д-RU.NX06.A.00202. Производитель: ОАО "ИВХИМПРОМ". Изготовлено: июнь 2017 года.

Авиационный бензин Avgas 100 LL - предназначен для применения на воздушных судах с поршневыми двигателями с искровым зажиганием. Состав авиационного бензина представляет собой смесь из высокооктановых

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		81

компонентов с добавлением этиловой жидкости, антиокислителя и красителя. Малоопасное вещество 4 класса опасности [24]. Внешний вид образца: жидкость голубого цвета.

Авиационный бензин отличается состав автомобильного более высокими требованиями к качеству, обычно имеет более высокое октановое число (что характеризует его детонационную стойкость на бедной смеси) и подразделяется по «сортности» (что характеризует его детонационную стойкость на богатой смеси).

Для авиабензина основными показателями качества являются:

- детонационная стойкость (определяет пригодность бензина к применению в двигателях с высокой степенью сжатия рабочей смеси без возникновения детонационного сгорания);
- фракционный состав (говорит об испаряемости бензина, что необходимо для определения его способности к образованию рабочей топливовоздушной смеси; характеризуется диапазонами температур выкипания (40—180 °С) и давлений насыщенных паров (29—48 кПа));
- химическая стабильность (способность противостоять изменениям химического состава при хранении, транспортировке и применении).

Основной способ производства авиационных бензинов — прямая перегонка нефти, каталитический крекинг или риформинг без добавки или с добавкой высококачественных компонентов, этиловой жидкости и различных присадок.

15. Объект исследования Авиационный керосин. Производитель: ОАО "ИВХИМПРОМ".

Авиационный керосин - смеси парафиновых (20-60%), нафтеновых (20-60%), ароматических (18,5-22,0%) и непредельных (0,3-1,0%) углеводородов, используемые как топливо для самолетов и вертолетов с газотурбинными двигателями. Авиакеросин получают в основном при прямой перегонке нефти (часто с последующим гидроочисткой или гидрированием). В качестве

					<b>ВКР 130402</b>	Лист
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата		82



авиакеросин обычно применяют дистилляты, содержащие лигроиновые, керосиновые или газойлевые фракции, ограниченно - смеси широкого фракционного состава (пределы выкипания 60-230 °С), включающие бензиновые дистилляты.

16. Объект исследования Противодокристаллизационная жидкость "И-М" (ТУ 0257-107-05757618-2001). Изготовлено: сентябрь 2017 года.

Противодокристаллизационная жидкость «И-М» предназначена для применения в качестве присадки к реактивным (например, ТС-1) и автомобильным топливам с целью предотвращения образования в них кристаллов льда при низких температурах.

Широко применяется в авиации и служит обязательной присадкой в авиационное топливо в пропорции 2-3% от объема, в зависимости от времени года.

Жидкость «И-М» является токсичным (3 класс опасности) и взрывопожароопасным материалом. Опасность представляет не только сама жидкость, но ее пары. Поэтому при работе с ней должны соблюдаться повышенные меры безопасности.

Смешение противокристаллизующей присадки с топливом производится на складах с помощью специальных дозаторов. Перед введением присадки топливо отстаивается, проходит фильтры тонкой очистки и фильтры-водоотделители. Добавление присадки непосредственно в баки самолета запрещается.

17. Объект исследования Нефть сырая Татарстанская. Производитель: ОАО «Танеко». Изготовлено: 10.12.2014 года. Место отбора пробы: трубопровод сырой нефти в тит. 027.

Нефть Дагестанская. Месторождение неизвестно.

Нефть— природная маслянистая горючая жидкость со специфическим запахом, состоящая в основном из сложной смеси углеводородов различной молекулярной массы и некоторых других химических соединений.

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		83

В основном в нефти представлены парафиновые (обычно 30—35, реже 40—50 % по объёму) и нафтеновые (25—75 %). В меньшей степени — соединения ароматического ряда (10—20, реже 35 %) и смешанного, или гибридного, строения (например, парафино-нафтеновые, нафтено-ароматические).

Суммарное содержание углерода и водорода в нефти - около 97—98% (по весу), в том числе углерода 83—87% и водорода 11-14% [9].

Сырая нефть обычно не применяется. Для получения из нефти технически ценных продуктов ее подвергают переработке. При перегонке нефти получают светлые нефтепродукты: бензин, лигроин, керосин, газойль — соляровое масло, а в остатке — вязкую черную жидкость мазут. Продукты перегонки нефти имеют различное применение.

18. Объект исследования Нейтрализатор ржавчины ТУ 2149-011-57859009-2015. Производитель:ООО «Химпродукт Балахна»



Рисунок 5.1. Исследуемые инициаторы горения

## 5.2. Методика выжигания

ЛВЖ, ГЖ со степенью выгорания 99 % (условно), получают сжиганием (~2-3 мл) жидкости в низком фарфоровом или металлическом тигле до прекращения горения. Время, за которое сгорит образец, фиксируют. Остатки жидкости извлекают ополаскиванием 2-5 мл гексана (ОСЧ). Для получения образцов 50 % степени выгорания необходимо такое же количество образца сжечь за 1/2 времени, необходимого для полного выгорания.



Рисунок 5.2. Получение образцов исследования.

Проба помещается в кювету с гексаном (ОСЧ) и перемешивается. Объем пробы 0,01 – 0,02 мкл для исходных продуктов и от 0,1 мкл гексановых экстрактов выгоревших проб.

## 5.3. Исследование полученных спектров и хроматограмм

Легковоспламеняющиеся (ЛВЖ) и горючие жидкости (ГЖ) являются одними из наиболее сложных объектов экспертных исследований. Трудность анализа таких объектов заключается в изменчивости и не

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		85

восстанавливаемости их химического состава. В судебно-экспертной практике различные типы ЛВЖ, ГЖ принято относить к потенциальным средствам поджога. Наибольшее распространение в качестве средств поджога в свою очередь получили товарные светлые нефтепродукты. Указанные объекты могут претерпевать различные деградирующие воздействия – испарение с потерей легких фракций, окисление, термическое преобразование с образованием продуктов пиролиза и др.

Современный уровень развития аналитической техники в области хроматографии, инфракрасной, флуоресцентной спектроскопии, масс-спектрометрии позволяет пожарно-техническим экспертам в настоящее время проводить комплексное исследование средств поджога и устанавливать тем самым тип нефтепродукта даже подвергнутого термическому воздействию.

Ежегодно на территории Ивановской области увеличивается количество пожаров, связанных с умышленными действиями третьих лиц, постоянно растет количество исследуемых объектов, изъятых с мест пожаров, на наличие остатков ЛВЖ, ГЖ.

Изучаемые пожарно-техническими специалистами товарные нефтепродукты и растворители ненефтяной природы, используемые в качестве средств для поджога, имеют различный химический состав. В каждой партии данных продуктов ввиду несоблюдения технологии, технических условий их получения состав может варьироваться. Также у каждого типа нефтепродукта имеются свои особенности. Поэтому на сегодняшнее время пожарно-техническому специалисту необходимо формировать и постоянно пополнять базу данных по потенциальным средствам поджога, которые поступают в розничную торговлю и легко доступны для поджигателей. Данные по различным нефтепродуктам, полученные в результате всесторонних исследований, носят криминалистически важную информацию, которую возможно использовать при расследованиях о делах о пожарах, в частности, поджогах.

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		86

Поэтому в качестве объектов исследований – инициаторов горения нами были выбраны объекты, которые наиболее распространенные в розничной торговле на территории Ивановской области достаточно дешевы и доступны.

Среди методов исследования нефтепродуктов одним из наиболее интересных является метод флуоресценции. В нашей работе были получены спектры флуоресценции нативных и выгоревших остатков изучаемых продуктов.

Проведенные эксперименты показали, что максимально полезную информацию можно получить при съемке спектров возбуждения флуоресценции. Были получены стандартные спектры возбуждения флуоресценции различных ЛВЖ и ГЖ, как российского, так и зарубежного производства.

При анализе спектров исходных жидкостей для розжига, которые распространены в розничной продаже на территории города Иваново оказалось, что в их состав входят моноароматические, би-, три- и полициклические ароматические углеводороды.

При проведении исследований исходных инициаторов горения было выявлено, что у моторных топлив (дизельные топлива, бензины) максимум флуоресценции наблюдается при 360-380 нм (рисунок 5.8; 5.5; 5.6). Однако, у бензинов этот диапазон несколько шире, в спектре наблюдаются двойные максимумы со сдвигом в длинноволновую область спектра.

Из экспериментальных данных в литературе указано, что в состав автомобильных бензинов входят моноароматические углеводороды и незначительное количество БАУ. Действительно, на спектрах флуоресценции автомобильных бензинов с различным октановым числом это подтверждается наличием двух основных максимумов в области МАУ (270 – 300 нм) и БАУ (300-330 нм), причем следует отметить, что для бензина неэтилированного АИ-92-К5 (рисунок 5.13) бензина G-Drive 95 (рисунок 5.5) максимум МАУ интенсивнее. Отличительной особенностью спектров

					<i>ВКР 130402</i>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		87

высокооктановых бензинов является наличие максимумов в области ПАУ уже для исходных продуктов. Скорее всего, это связано с влиянием различных высокооктановых добавок, которые присутствуют в данных бензинах.

При выгорании автомобильного бензина с октановым числом 92 в его спектре флуоресценции появляются новые максимумы в области ТАУ и ПАУ, при этом максимум в области МАУ не сохраняется, а максимум в области БАУ становится значительно менее интенсивным и становится уширенным. Для выгоревших на 99 % (масс.) автомобильных бензинов с октановыми числами 95 и 98 пик в области БАУ сохраняется (рисунок 5.5; 5.6), как и для исходных продуктов; также в данных спектрах появляется новый максимум флуоресценции в области ТАУ.

Далее при изучении спектров флуоресценции исходных и выгоревших различных бензиновых растворителей в каждом случае выявлены свои особенности.

Согласно рисунку 5.21 в состав нативного сольвента входят только моноароматические углеводороды. Из анализа спектров флуоресценции керосина для обезжиривания под окраску (рисунок 5.11) видно наличие максимума в области моноароматических углеводородов (МАУ, 270-300 нм). При выгорании керосина на 99 % (масс.) в спектрах появляются новые максимумы в области ПАУ (370-430 нм) и БАУ (300-330нм), а максимумы в области МАУ постепенно исчезают.

Для сильно выгоревшего сольвента характерно появление в спектре флуоресценции максимумов как в области БАУ, ТАУ, так и в области ПАУ.

У авиационных бензинов и различных бензинов-растворителей флуоресценция также отсутствует (Рисунок 5.9; 5.22). С повышением октанового числа интенсивность флуоресценции увеличивается. Керосины, используемые для воздушно-реактивных двигателей, не флуоресцируют (рисунок 5.1). Используемые в быту осветительные керосины имеют незначительный максимум флуоресценции в диапазоне 350-380 нм. Это

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		88

объясняется, вероятно, более низким качеством очистки керосинов для осветительных и бытовых нужд. Растворители не нефтяной природы не флуоресцируют (рисунок 5.23).

При анализе выгоревших инициаторов горения отмечено увеличение максимумов флуоресценции при 425-440 нм, а так же смещение максимума при 360-380 нм в длинноволновую область (380-400 нм). Новые максимумы флуоресценции могут становиться даже интенсивнее максимумов флуоресценции исходных продуктов. Причем их интенсивность возрастает с увеличением степени выгорания исследуемых продуктов.

Изменения характера флуоресценции у выгоревших моторных топлив (рисунок 5.10; 5.14; 5.15; 5.16; 5.20) связаны с накоплением в их составе термоокисления. При этом могут образовываться гидроксил-, карбонил- и карбоксилсодержащие соединения, ответственные за так называемую «универсальную люминесценцию» органических веществ.

При изучении спектров флуоресценции исходных и выгоревших дизельного топлива зимнего (рисунок 5.8) видно, что максимум флуоресценции для данных нефтепродуктов лежит в области БАУ. Это объясняется тем, что в состав дизельного топлива входят в значительном количестве бициклические углеводороды, не являющиеся легколетучими соединениями, в нативных дизельных топливах и маслах.

Для выгоревших на 50 % (масс.) дизельных топлив характерным в нашем случае является преобладание максимума БАУ. При этом на спектрах флуоресценции появляются максимумы в области ТАУ и ПАУ. Далее при выгорании на 99 % (масс.) возрастает интенсивность максимумов в области ТАУ и ПАУ, но при этом максимум в области БАУ сохраняется, но становится менее интенсивным. Это можно объяснить довольно большим содержанием в дизельных топливах бициклических ароматических углеводородов, не являющихся легколетучими соединениями. В литературе [9] было отмечено, что зимнее дизельное топливо имеет значительно меньшую интенсивность флуоресценции, чем летнее.

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		89

При исследовании химического состава различных автомобильных бензинов было установлено, что хроматограммы для бензинов с различным октановым числом типичны и существенных качественных отличий не имеют.

В составе автомобильных бензинов АИ-92-К5 (рисунок 5.13) и АИ-98-5 (рисунок 5.6) в соответствии с временами удерживания эталонных веществ и последовательностью выхода пиков для нефтепродуктов были определены наиболее характерные компоненты, входящие в состав автомобильных бензинов: группа n-алканов – пентан, гексан, гептан, октан; группа аренов – толуол, о-, м- и п-ксилолы, этилбензол, пропилбензол, 1,3,5- и 1,2,4-триметилбензолы.

При сравнении хроматограмм автомобильных бензинов (рисунок 5.27; 5.28) и бензина-растворителя (рисунок 5.32) было выявлено, что в состав бензина-растворителя не входят тетраметилбензолы.

При исследовании химического состава сольвентов, которые имеются в розничной продаже на территории города Иваново оказалось, что основными компонентами данных нефтяных растворителей являются толуол, этилбензол, пропилбензол, м- и о-ксилолы, 1,2,4- и 1,3,5-триметилбензолы. Тетраметилбензолы в составе сольвентов отсутствуют.

Хроматограммы автомобильных бензинов (рисунок 5.30; 5.27) идентичны между собой и представляют смесь алканов от n-октана (C<sub>8</sub>) до n-тридекана (C<sub>13</sub>). Также в пробе были обнаружены: этилбензол, п-, м- и о-ксилолы, пропилбензол и триметилбензол. Наличие данных компонентов характерно для автомобильных бензинов и бензиновых растворителей. У авиационного бензина максимальный пик соответствует толуолу (рисунок 5.31).

При исследовании полос поглощения было выявлено, что авиационный бензин (рисунок 5.26) в своем составе не имеет связей ароматического характера либо слабо идентифицируются, что свидетельствует об их более меньшем содержании в продукте, так же полностью отсутствуют

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		90



ароматические структуры бензольного ряда. В данном образце присутствуют лишь  $\text{CH}_3$ -группы (концевые),  $\text{CH}$ - связи алифатического характера. Автомобильные бензины (рисунок 5.27; 5.28) оказались идентичными и имеют следующие характеристические полосы поглощения:  $\text{CH}$ - связи ароматического характера,  $\text{CH}_3$ -группы (концевые),  $\text{CH}$ - связи алифатического характера, алифатические эфиры, ароматические структуры бензольного ряда.

По хроматограмме исследуемого растворителя марки 646 производства ООО «Химпродукт-Балахна» (рисунок 5.32) были обнаружены пики с временами удерживания, соответствующими следующим веществам: метанол, этилбензол, п-, м- и о-ксилолы, н-бутилацетат.

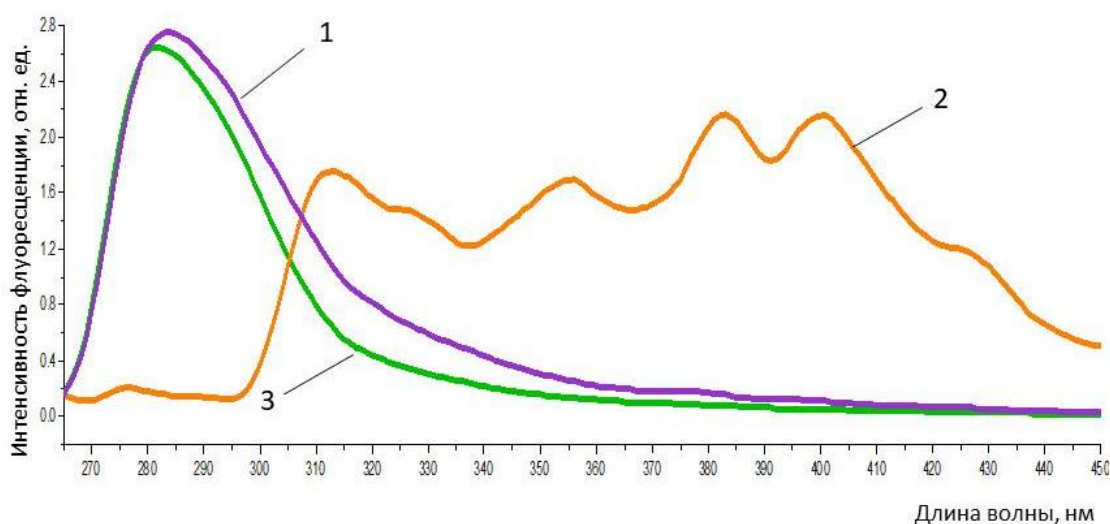


Рисунок 5.1 Спектры флуоресценции Авиационного керосина (ООО «ИВХИМПРОМ») нативного и с различной степенью выгорания (% (масс.)): 1 – нативный; 2 – 99 %; 3 – 50 %.

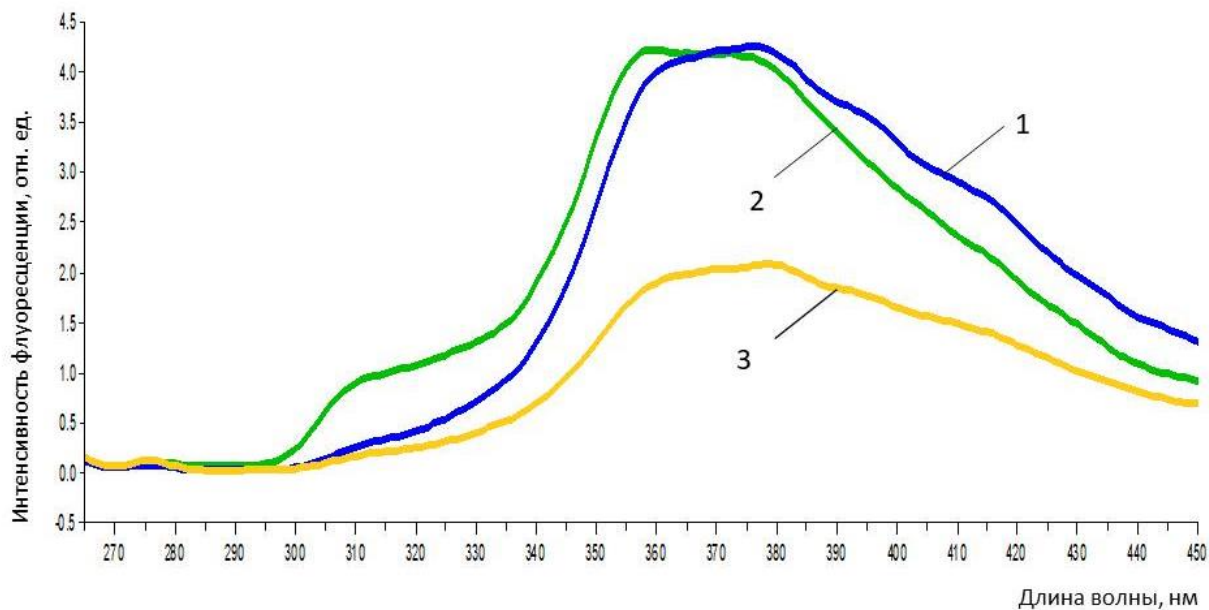


Рисунок 5.2. Спектры флуоресценции Нефти Дагестанской нативной и с различной степенью выгорания (% (масс.)): 1 – 50 %; 2 – нативная; 3 – 99 %.

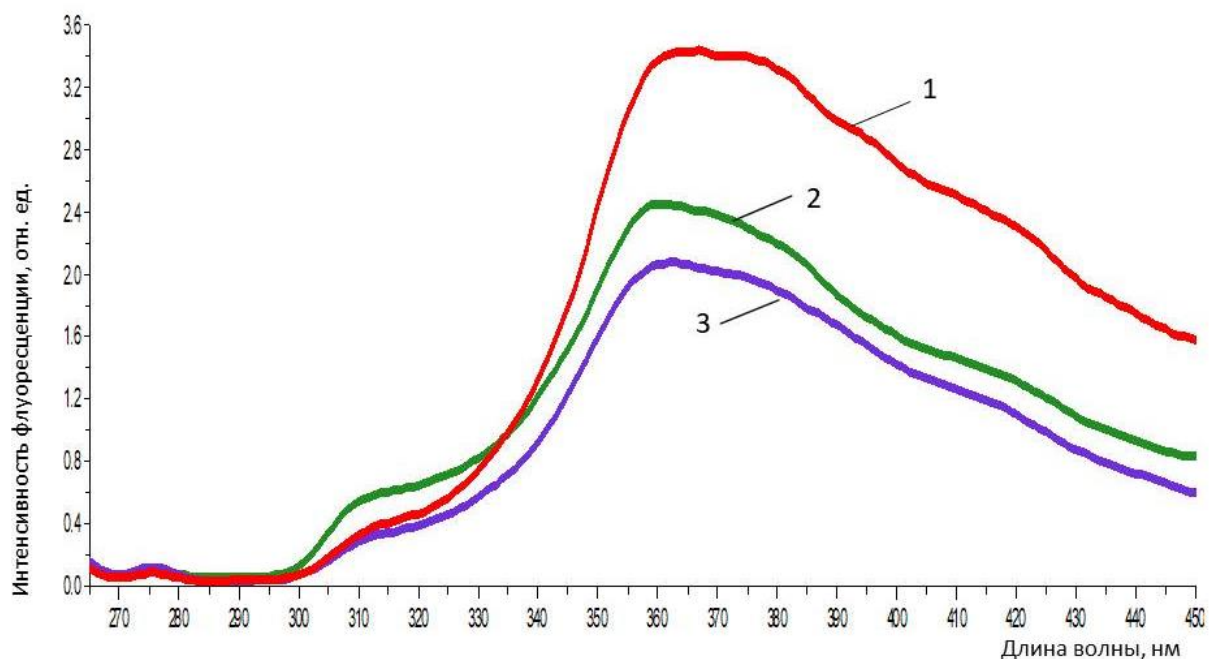


Рисунок 5.3. Спектры флуоресценции Нефть Татарстан (ОАО «Танеко») нативной и с различной степенью выгорания (% (масс.)):

1 – 50 %; 2 – нативная; 3 – 99 %.

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

ВКР 130402

Лист

92

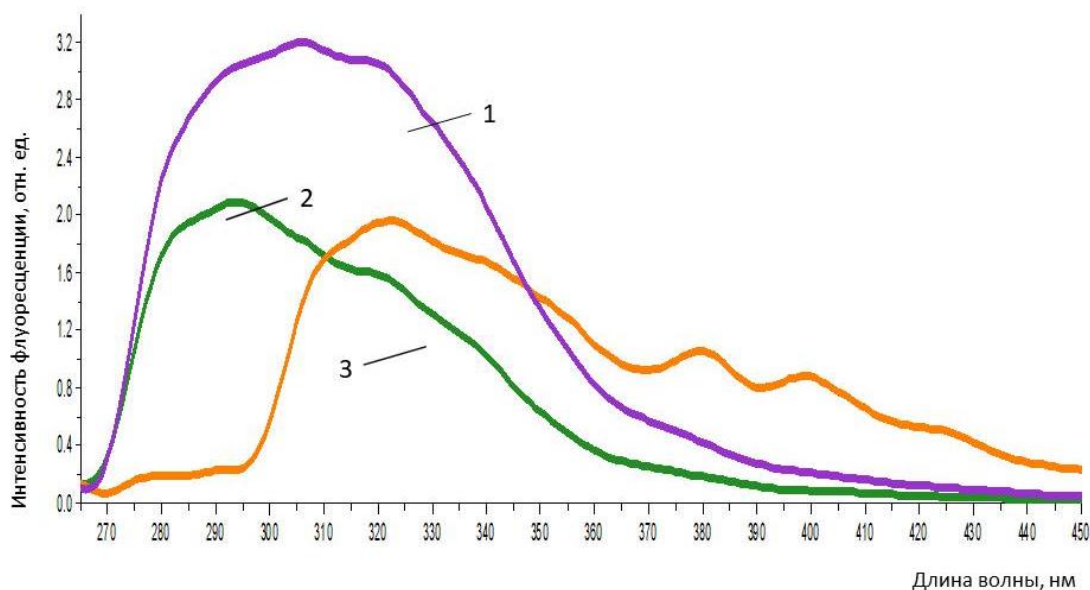


Рисунок 5.4 Спектры флуоресценции Бензина прямогонного (СТО 80294300-005-2013) нативного и с различной степенью выгорания (% (масс.)):

1 – 50 %; 2 – нативная; 3 – 99 %.

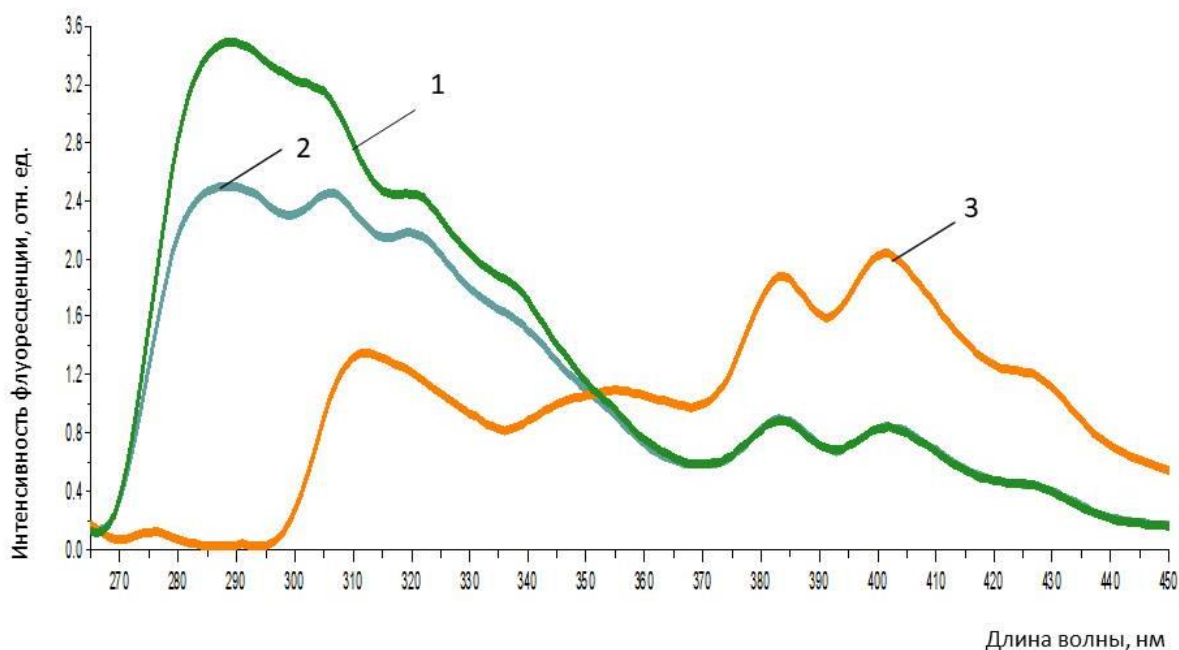


Рисунок 5.5. Спектры флуоресценции Бензина автомобильного с улучшенными эксплуатационными и экологическими свойствами G-Drive-95(ООО «ГПН - Региональные продажи») нативного и с различной степенью выгорания(% (масс.)): 1 – 50 %; 2 – нативная; 3 – 99 %.

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

ВКР 130402

Лист

93

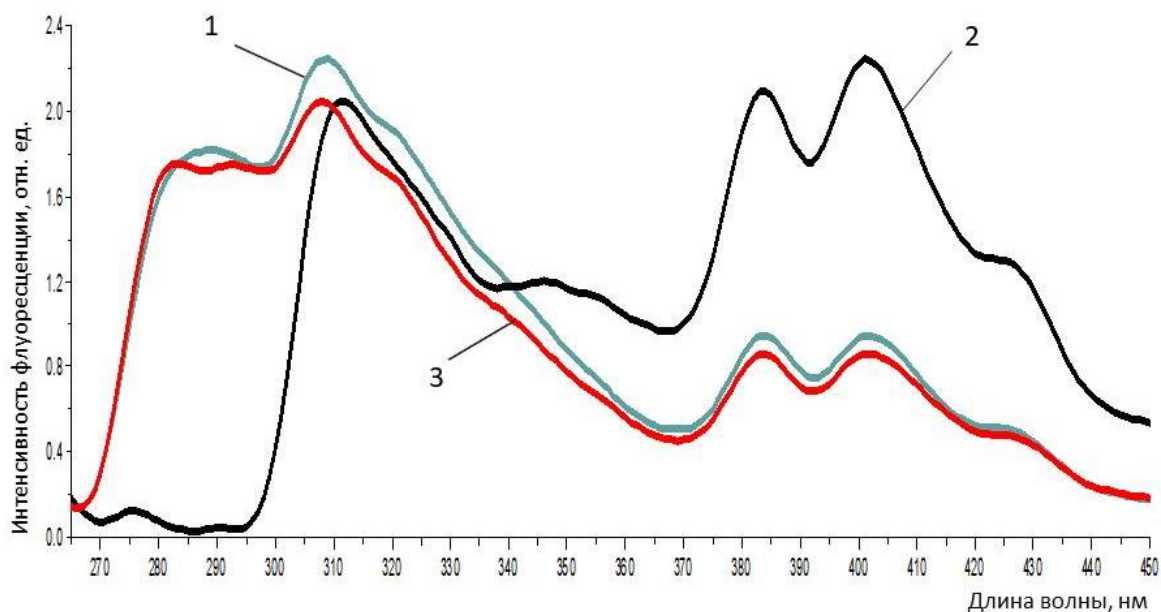


Рисунок 5.6. Спектры флуоресценции Бензина автомобильного с улучшенными эксплуатационными и экологическими свойствами G-Drive-98 (ООО «ГПН - Региональные продажи») нативного и с различной степенью выгорания (%,(масс.)): 1 – нативный; 2 – 99 %; 3 – 50 %.

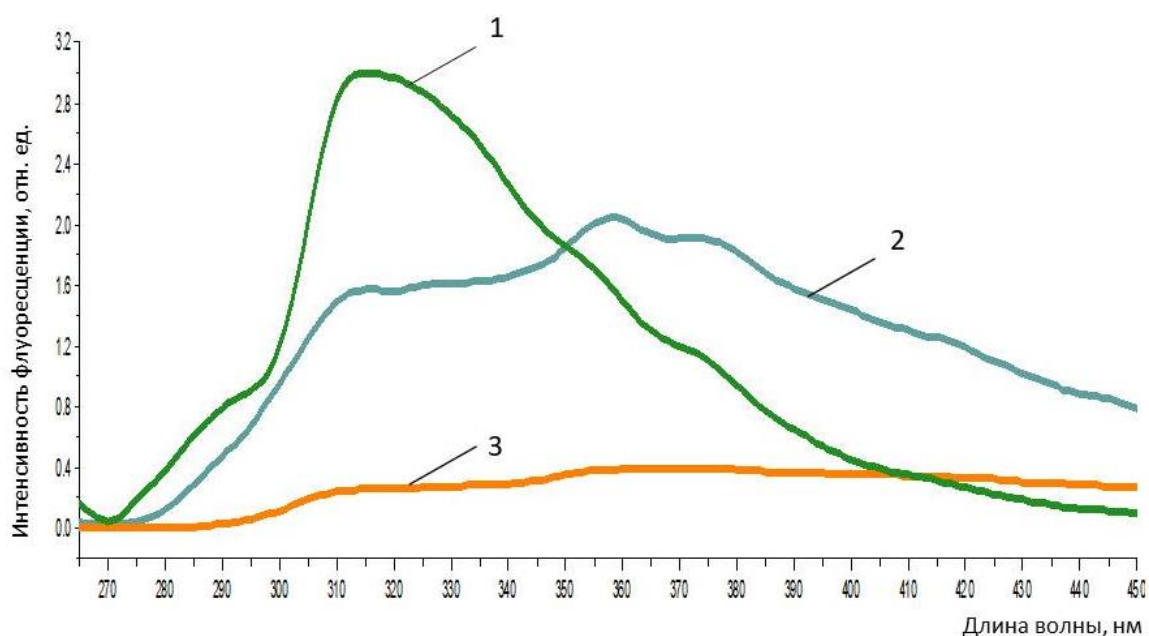


Рисунок 5.7. Спектры флуоресценции СОЖ IVNETIX 2-10 (ТУ 0258-369-05744685-2013; ООО «ИВХИМПРОМ») нативного и с различной степенью выгорания (%,(масс.)): 1 – нативный; 2 – 50 %; 3 – 99 %.

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

ВКР 130402

Лист

94

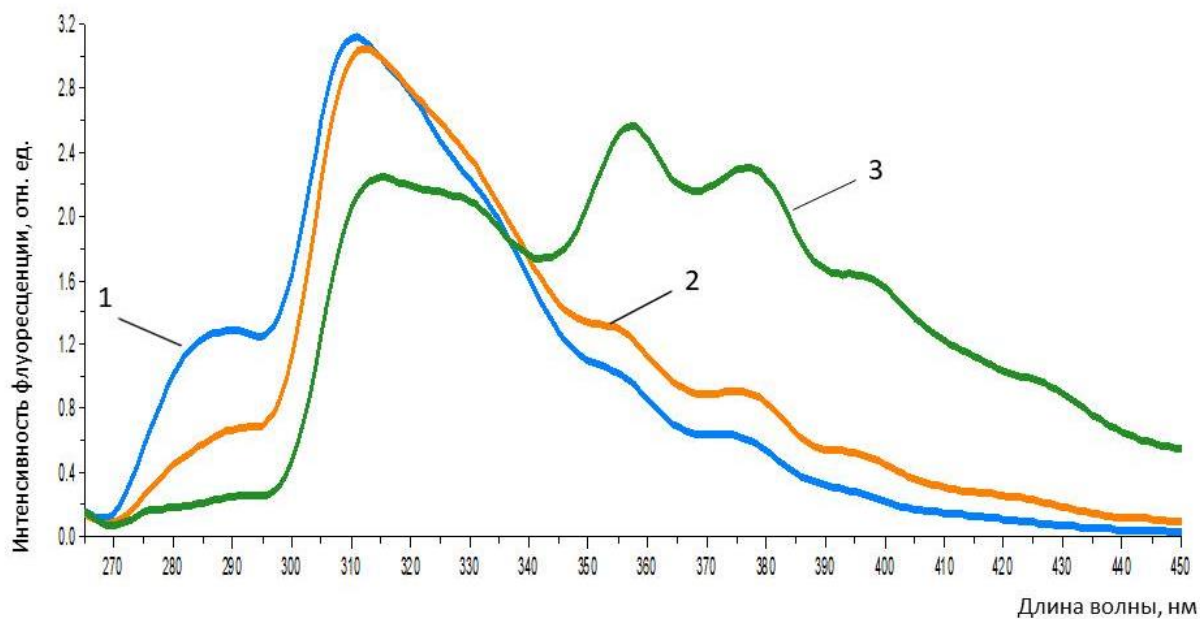


Рисунок 5.8 Спектры флуоресценции Дизельного топлива зимнего (ГОСТ 32511-2013; ООО «ГПН - Региональные продажи») нативного и с различной степенью выгорания (% (масс.)): 1 – нативный; 2 – 50 %; 3 – 99 %.

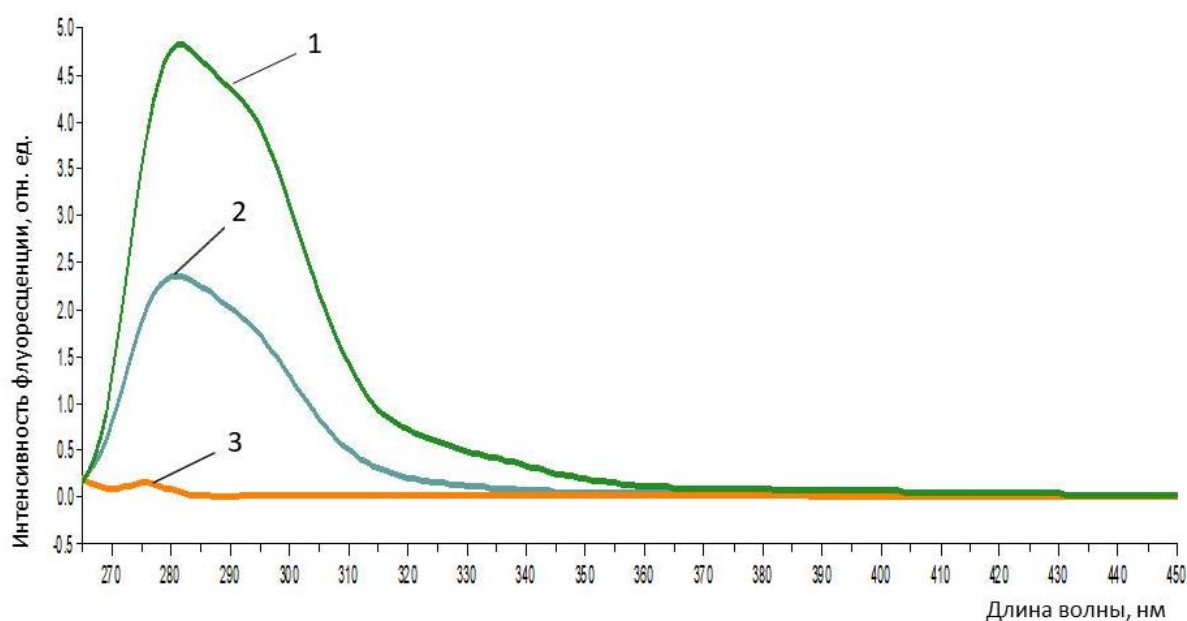


Рисунок 5.9. Спектры флуоресценции Смесового растворителя Растворитель 646 (ТУ 2319-001-57859009-2006; ООО «Химпродукт-Балахна») нативного и с различной степенью выгорания (% (масс.)):

1 – 50 %; 2 – нативный; 3 – 99 %.

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

ВКР 130402

Лист

95



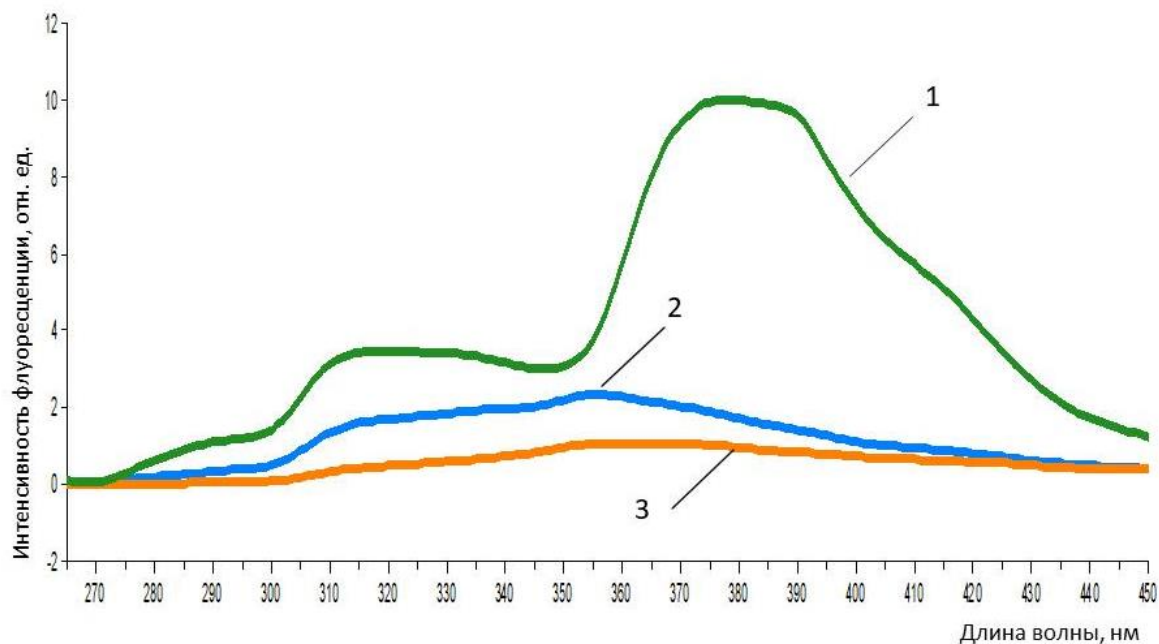


Рисунок 5.10. Спектры флуоресценции Масла моторного М43/14Д (ООО «ИВХИМПРОМ») нативного и с различной степенью выгорания (% (масс.): 1 – нативного; 2 – 50 %; 3 – 99 %).

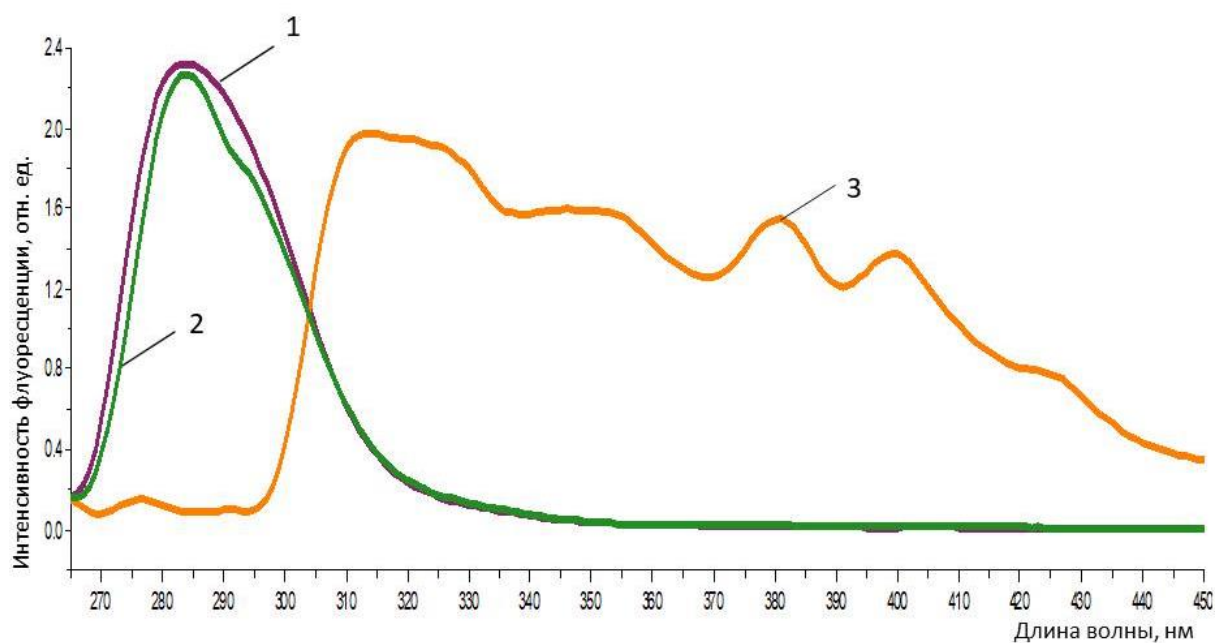


Рисунок 5.11. Спектры флуоресценции Керосина для обезжиривания под покраску (ГОСТ 10227-86; ОАО «Сибнефть-Омский НПЗ») нативного и с различной степенью выгорания (% (масс.): 1 – нативного; 2 – 50 %; 3 – 99 %).

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

ВКР 130402

Лист

96

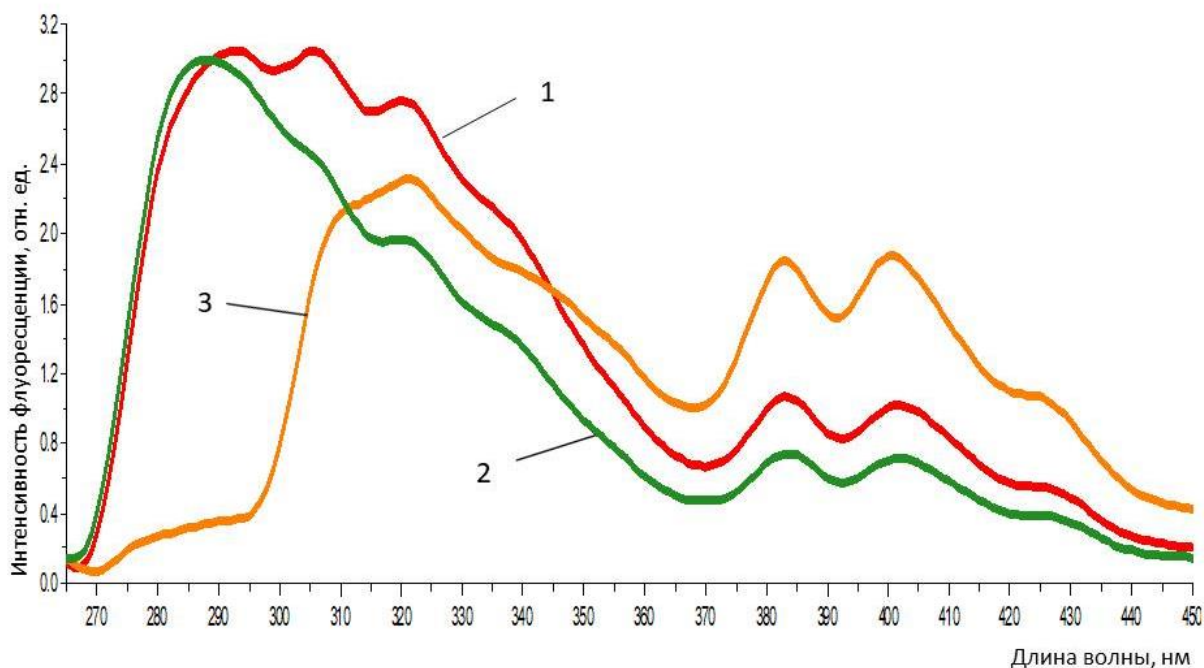


Рисунок 5.12. Спектры флуоресценции Бензина неэтилированного АИ-95-К5 (ГОСТ-32513-2013; ООО «ГПН - Региональные продажи») нативного и с различной степенью выгорания (% , (масс.)): 1 –50 % ; 2 –нативный; 3 – 99 %.

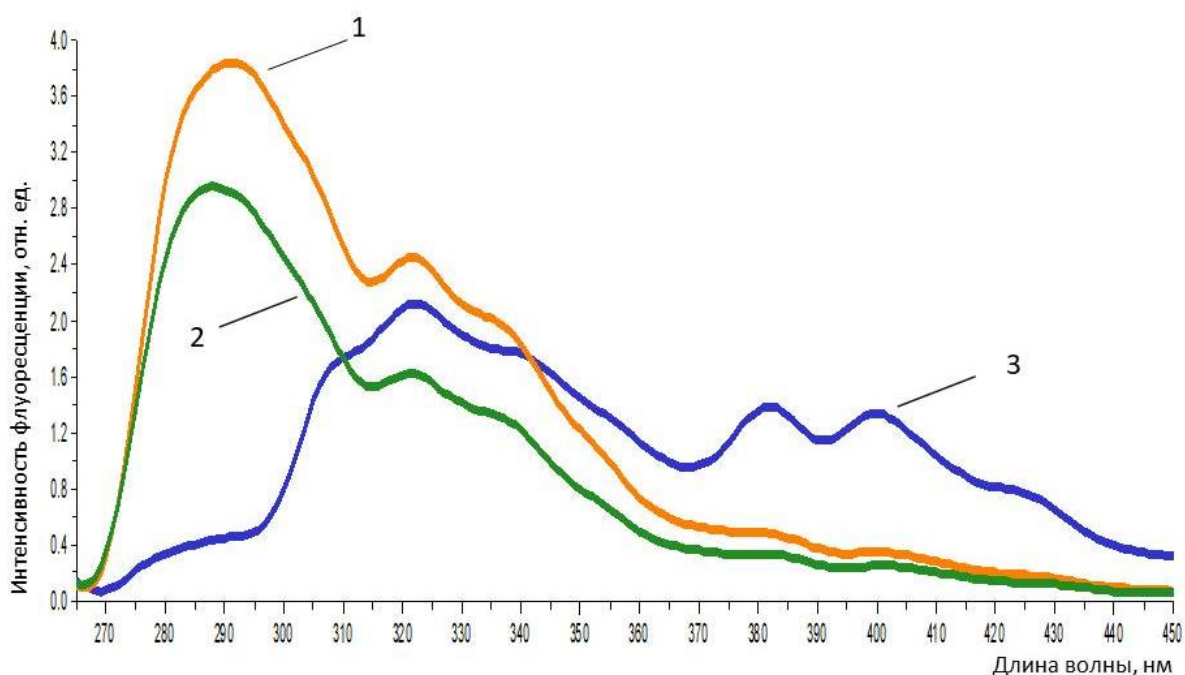


Рисунок 5.13. Спектры флуоресценции Бензина неэтилированного АИ-92-К5 (ГОСТ-32513-2013; ООО «ГПН-Региональные продажи») нативного и с различной степенью выгорания (% , (масс.)):

1 –50 % ; 2 –нативный; 3 – 99 %.

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

ВКР 130402

Лист

97

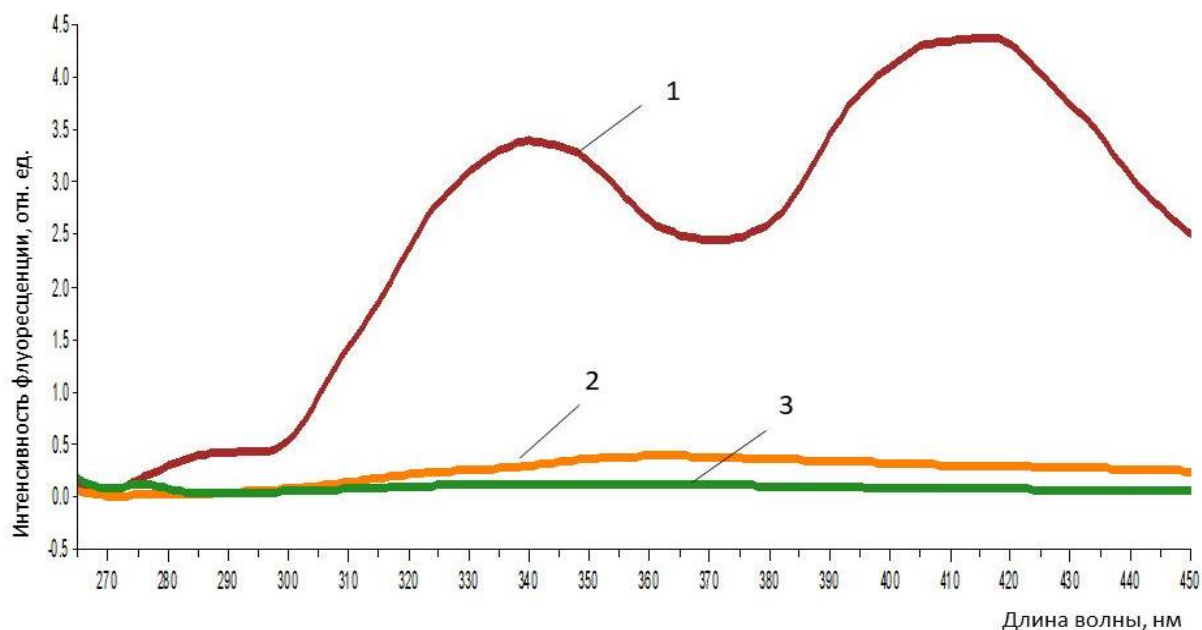


Рисунок 5.14. Спектры флуоресценции Моторного масла Evolution 900 SXR 5W-40 (Франция) нативного и с различной степенью выгорания (% (масс.)):  
 1 –нативное; 2 –99 %; 3 – 50 %.

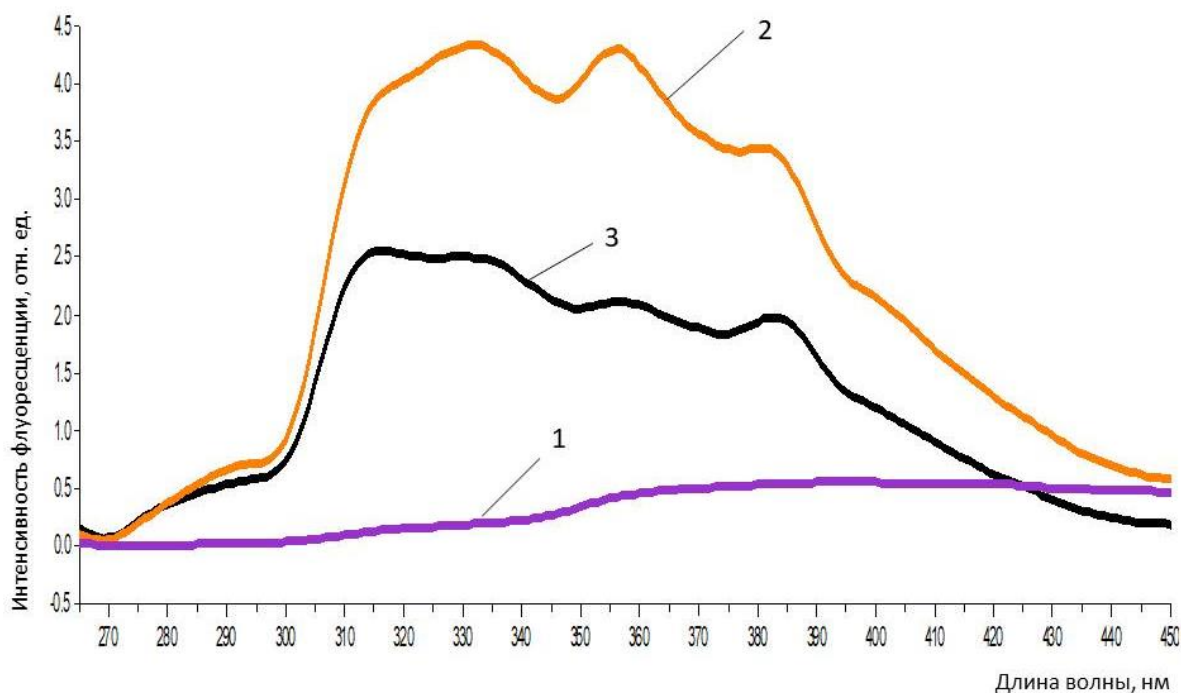


Рисунок 5.15. Спектры флуоресценции Бездымного масло для 2-тактных двигателей с воздушным охлаждением CHAMPION (American Lubricating Co) нативного и с различной степенью выгорания (% (масс.)):  
 1 – 99 %; 2 – 50 %; 3 – нативный.

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата
------	------	----------	---------	------

ВКР 130402

Лист

98



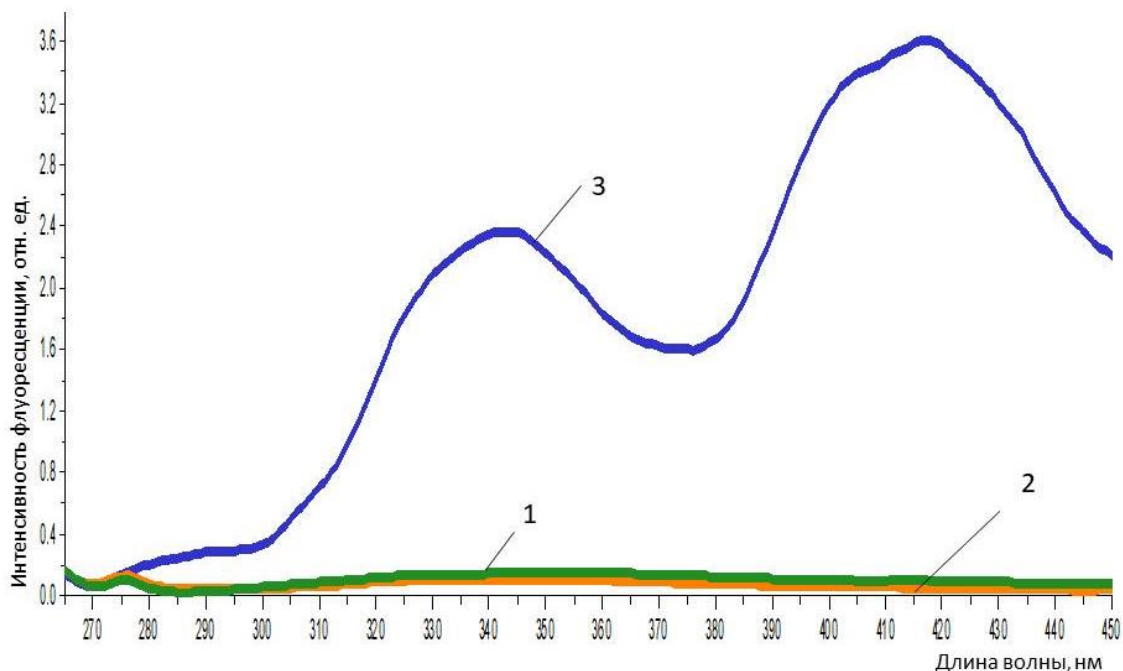


Рисунок 5.16. Спектры флуоресценции Всесезонного синтетического моторного масла с высокими эксплуатационными характеристиками BP VISCO 5000 5W-40 (Германия) нативного и с различной степенью выгорания (% (масс.)): 1 – 99 %; 2 – 50 %; 3 – нативный.

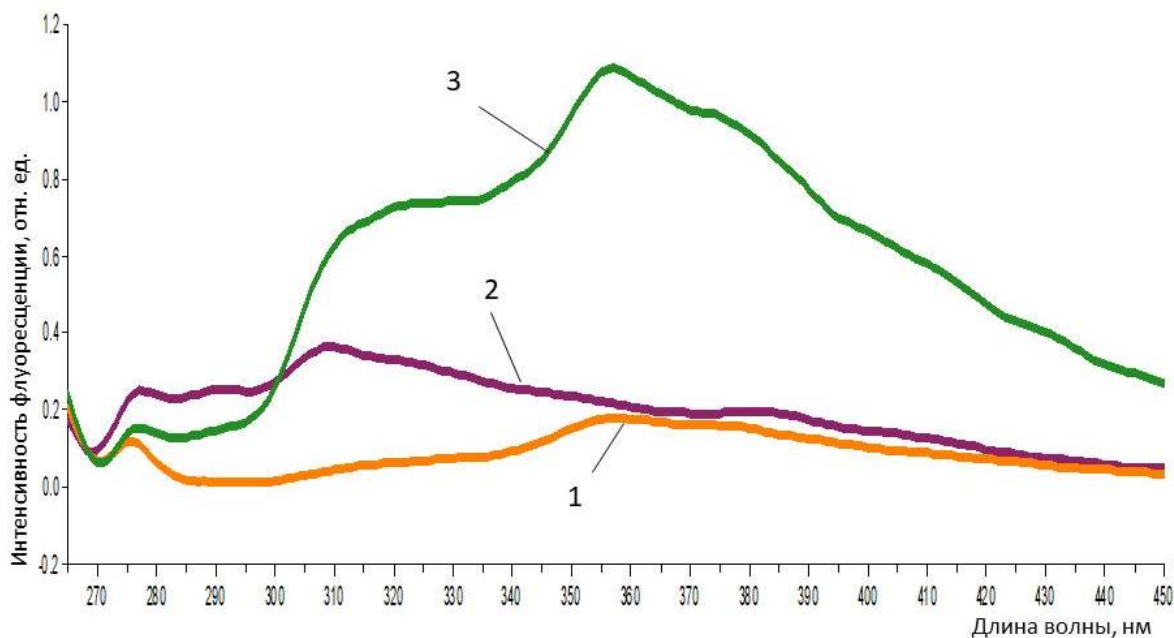


Рисунок 5.17. Спектры флуоресценции Противодокристаллизационной жидкости "И-М"(ТУ 0257-107-05757618-2001) нативного и с различной степенью выгорания (% (масс.)): 1 –нативный; 2 – 99 %; 3 – 50%.

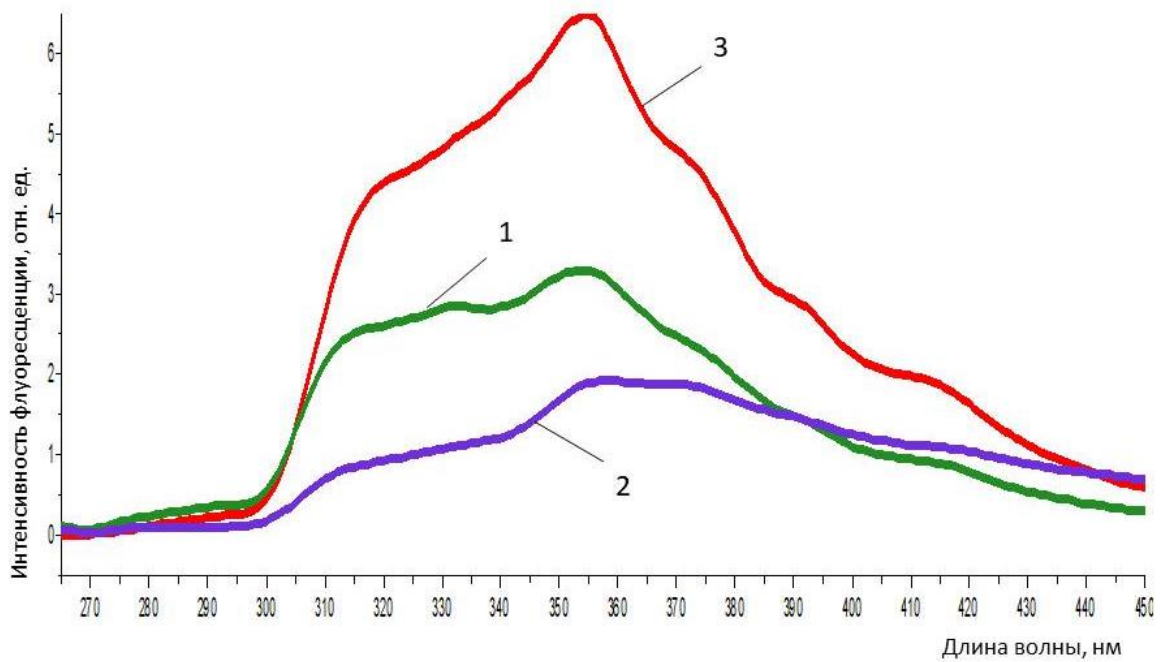


Рисунок 5.19. Спектры флуоресценции Масла бытового универсального (ООО "Краска-СВ") нативного и с различной степенью выгорания (% (масс.): 1 – 50%; 2 – 99 %; 3 – нативный.

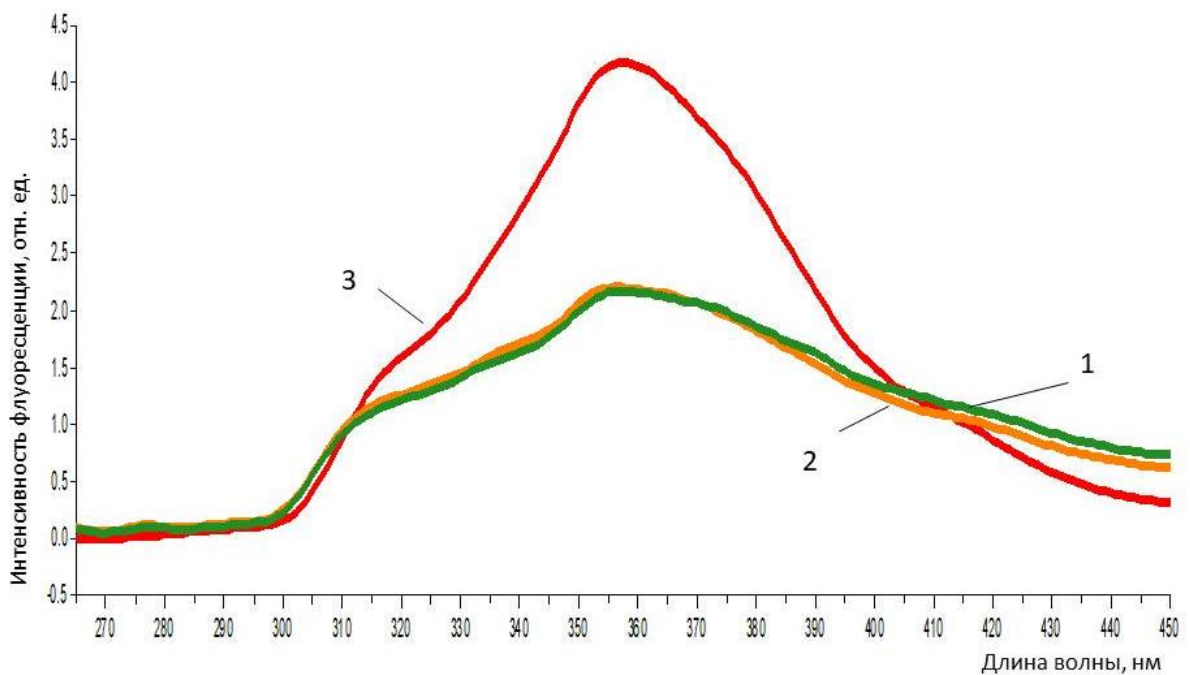


Рисунок 5.20. Спектры флуоресценции Высококачественного трансмиссионного масла Energear HT-80 W-90 (Германия) нативного и с различной степенью выгорания (% (масс.): 1 – 99 %; 2 – 50 %; 3 – нативный.

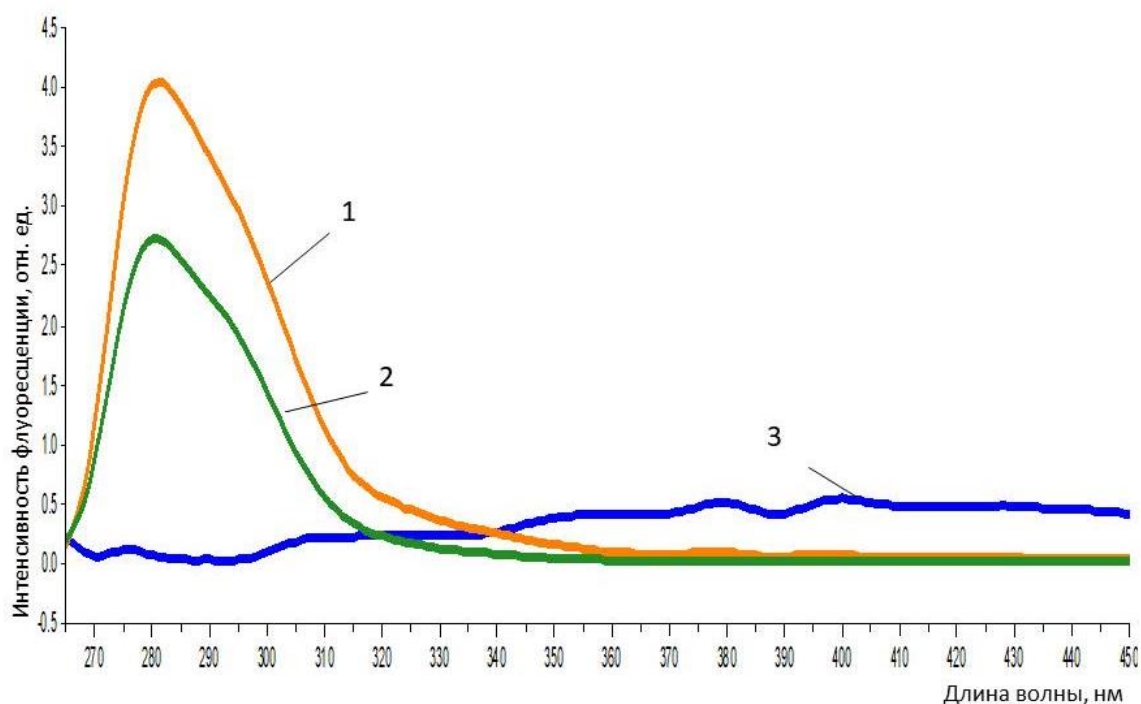


Рисунок 5.21. Спектры флуоресценции Сольвента (ТУ 2415-010-57859009-2015; ООО «Химпродукт Балахна») нативного и с различной степенью выгорания (% (масс.)): 1 – 50 %; 2 – нативный; 3 – 99 %.

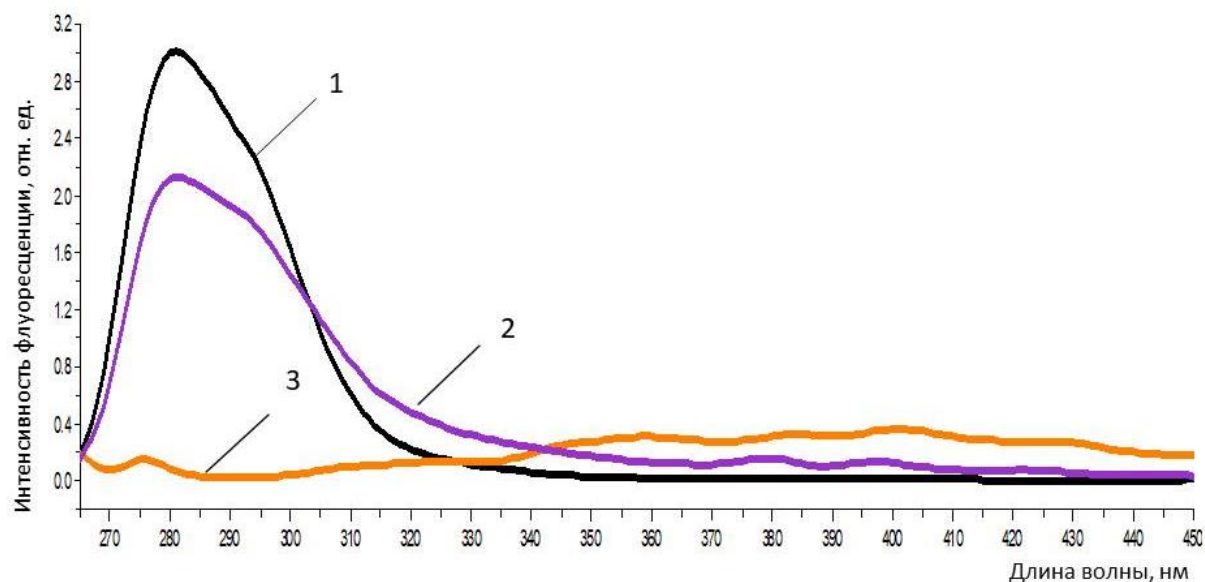


Рисунок 5.22. Спектры флуоресценции Авиационного бензина Avgas 100 LL (ГОСТ Р 55493-2013; ОАО «ИВХИМПРОМ») нативного и с различной степенью выгорания (% (масс.)): 1 – нативного; 2 – 50 %; 3 – 99%

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

ВКР 130402

Лист

101

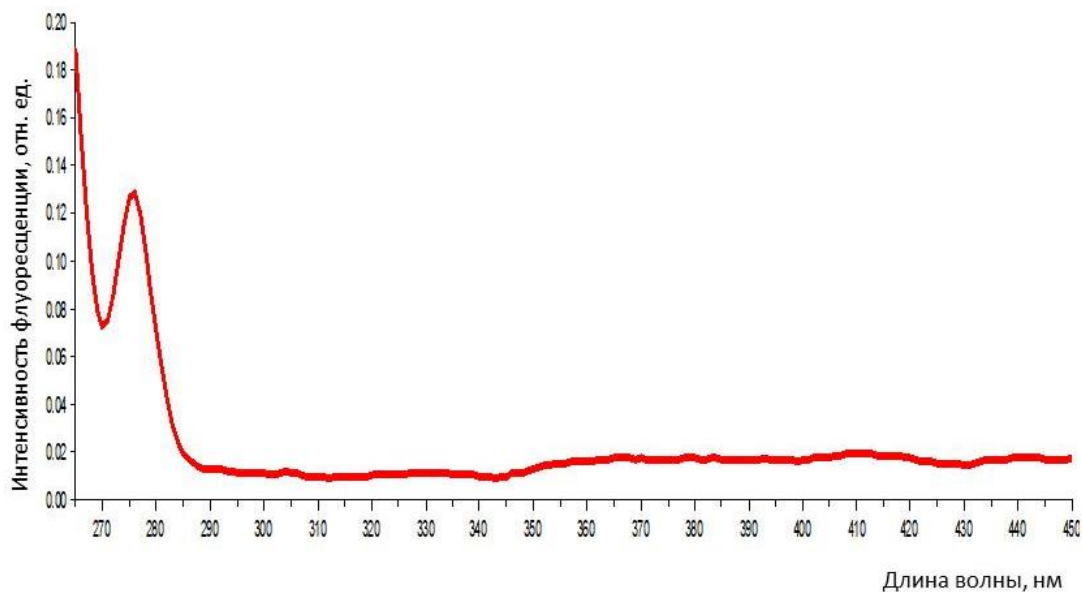


Рисунок 5.23. Спектры флуоресценции нативного Нейтрализатора ржавчины  
(ТУ 2149-011-57859009-2015; ООО "Химпродукт Балахна")

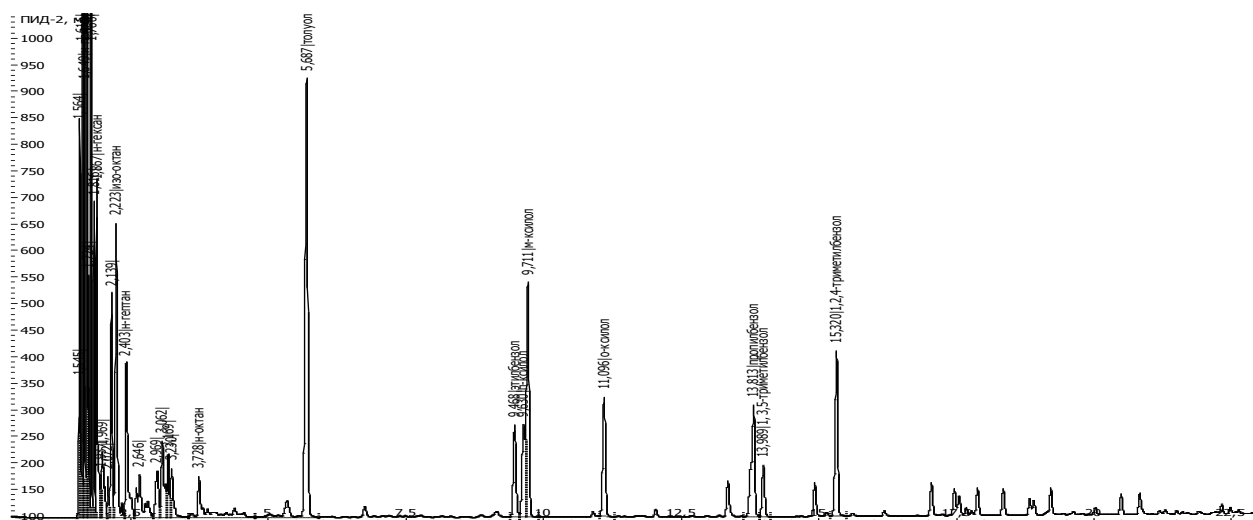


Рисунок 5.24. Хроматограмма нативного Бензина неэтилированного АИ-92-  
К5 (ГОСТ-32513-2013; ООО «ГПН - Региональные продажи»)

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

ВКР 130402

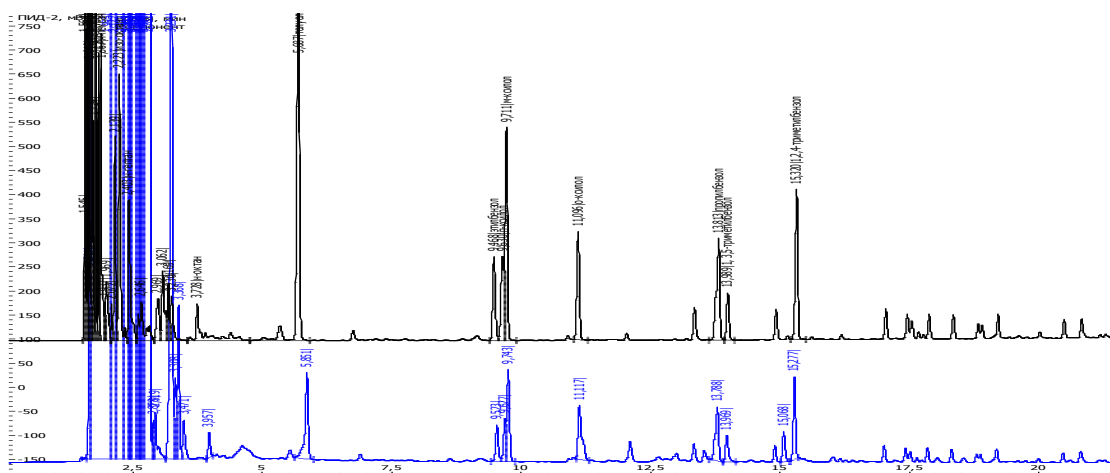


Рисунок 5.25. Хроматограммы Бензина неэтилированного АИ-92-К5(ГОСТ-32513-2013; ООО «ГПН - Региональные продажи») выгоревшего (степень выгорания 99 %); 2 –нативного

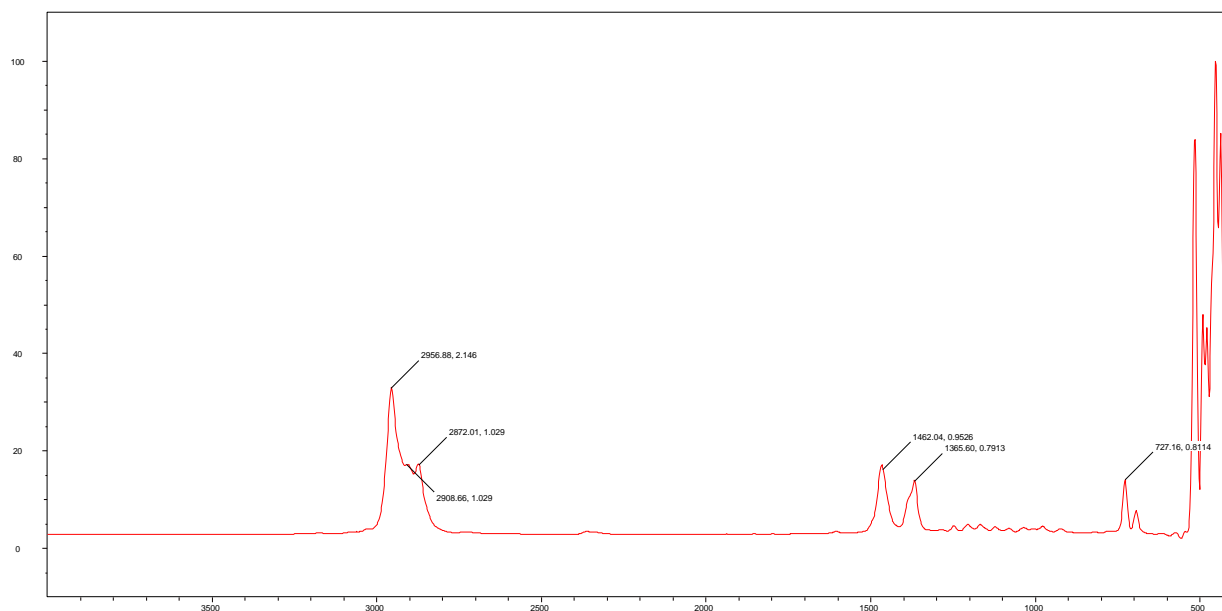


Рисунок 5.26. ИК-спектр поглощения нативного Авиационного бензина Avgas 100 LL (ГОСТ Р 55493-2013; ОАО «ИВХИМПРОМ»)

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

ВКР 130402

Лист

103

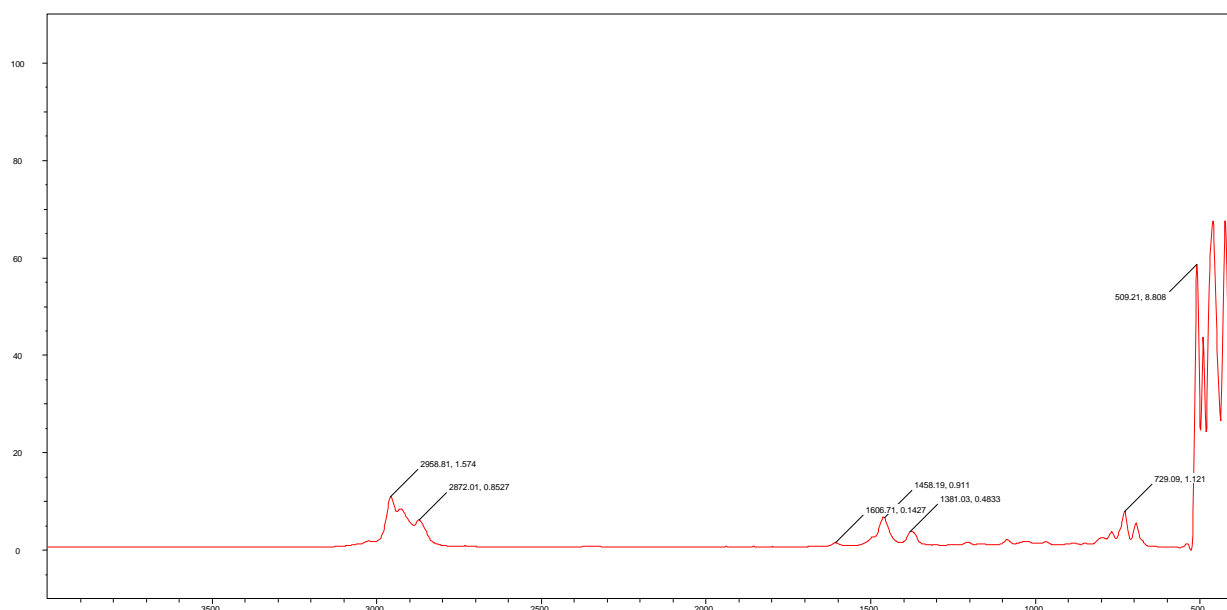


Рисунок 5.27. ИК-спектр поглощения нативного Бензина автомобильного с улучшенными эксплуатационными и экологическими характеристиками G-Drive 98 AI-98-K5 (СТО- 42045241-001-2010; ООО «ГПН - Региональные продажи»)

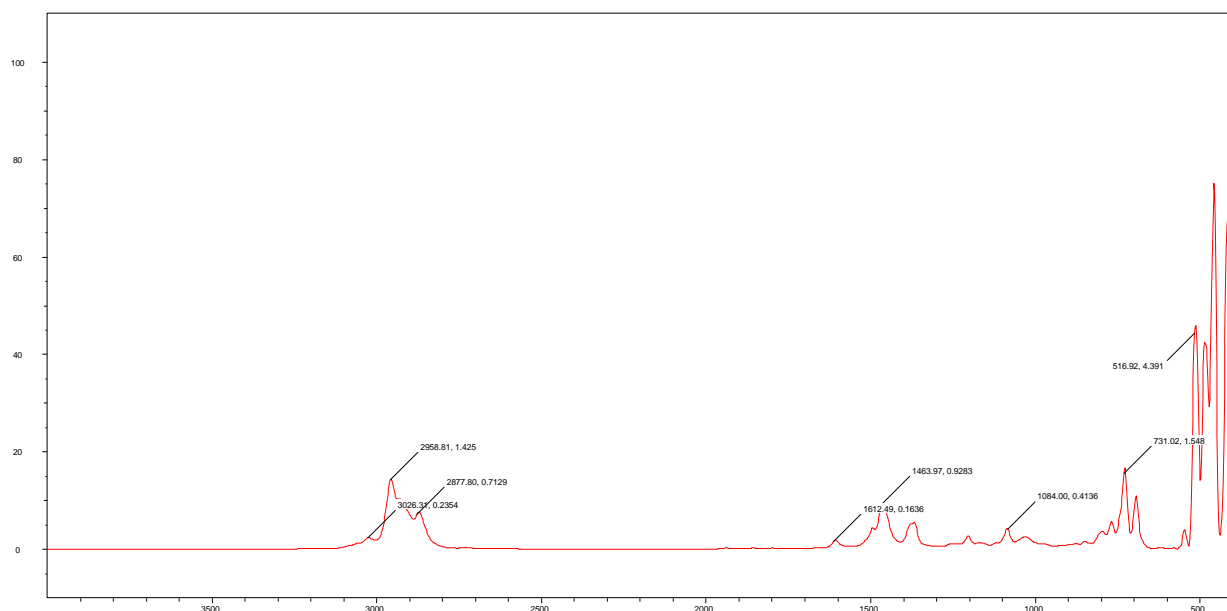


Рисунок 5.28. ИК-спектр поглощения нативного Бензина автомобильного с улучшенными эксплуатационными и экологическими характеристиками G-Drive 95 AI-95-K5 (СТО- 42045241-001-2010; ООО «ГПН - Региональные продажи».)

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

ВКР 130402

Лист

104

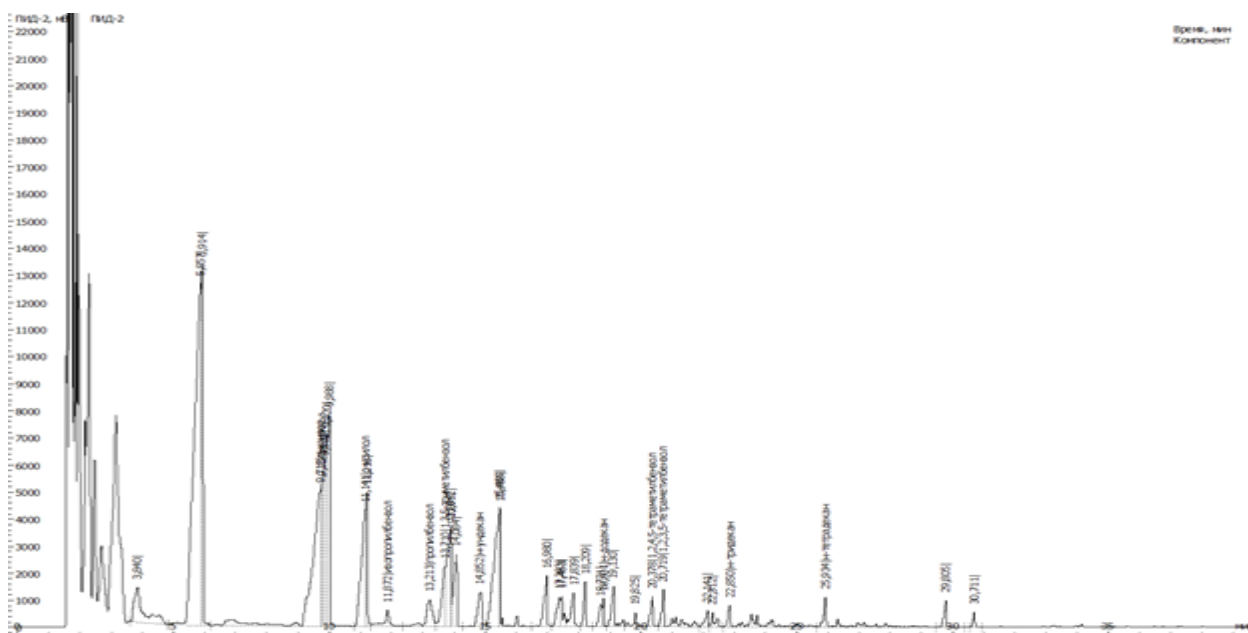


Рисунок 5.29. Хромотограмма нативного Бензина автомобильного с улучшенными эксплуатационными и экологическими характеристиками G-Drive – 95 АИ- 95-К5(СТО 42045241-001-2010;ООО «ГПН - Региональные продажи»)

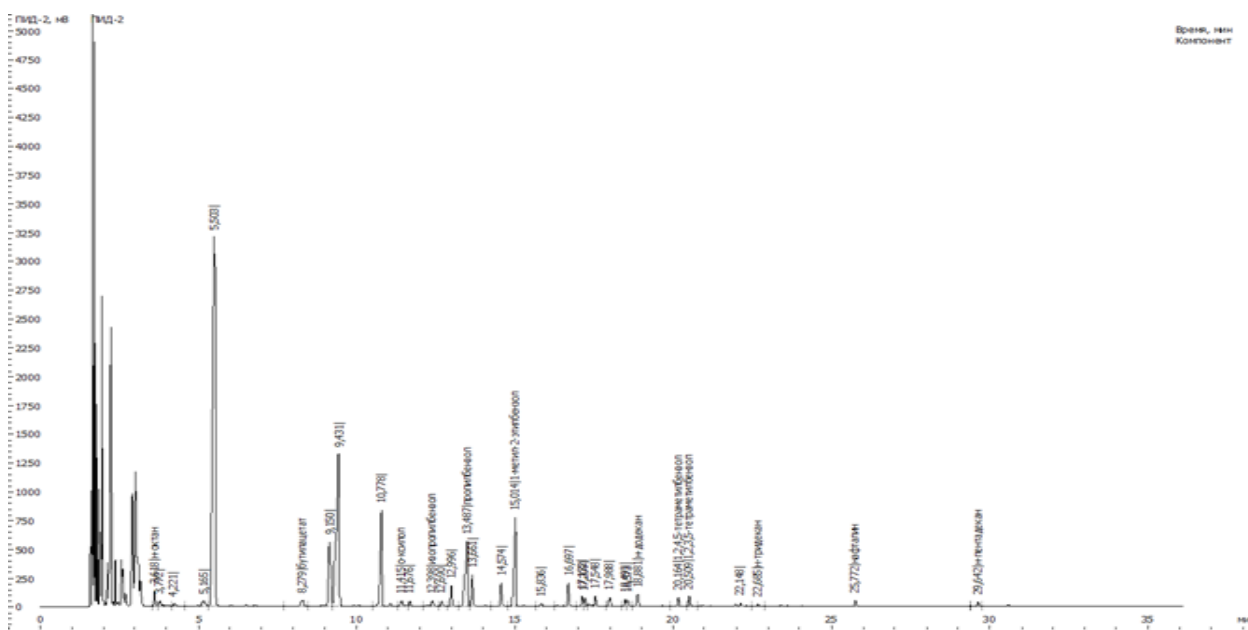


Рисунок 5.30. Хромотограмма нативного Бензина автомобильного с улучшенными эксплуатационными и экологическими характеристиками G-Drive – 98 АИ- 98-К5(СТО 42045241-001-2010; ООО «ГПН - Региональные продажи»)

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

ВКР 130402

Лист

105

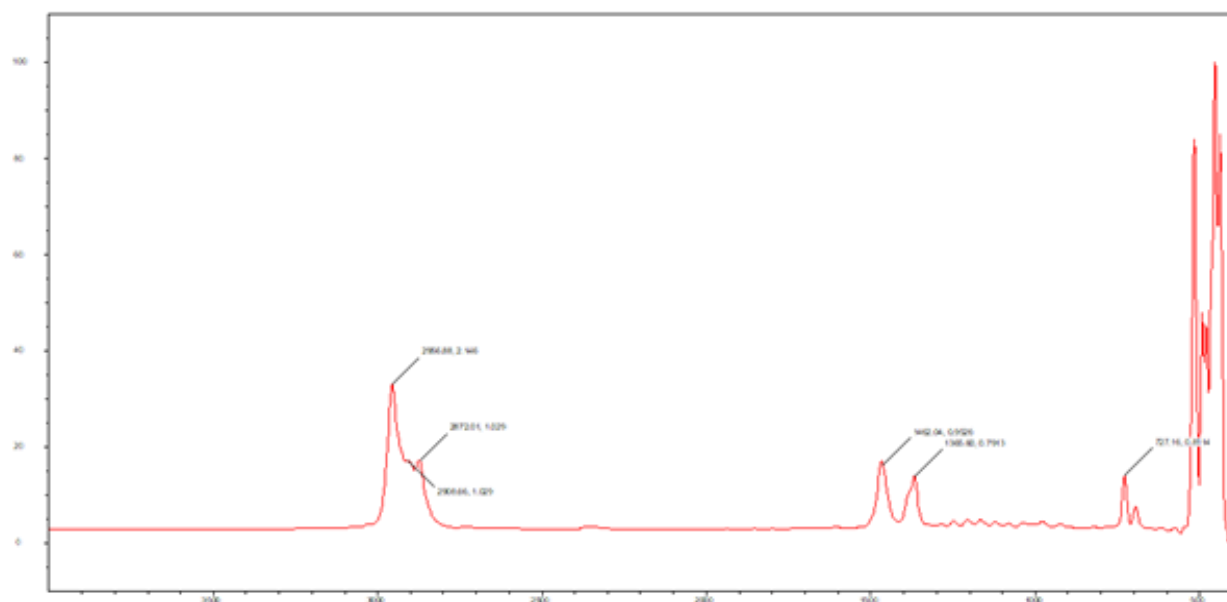


Рисунок 5.31. ИК-спектр поглощения нативного Авиационного бензина Avgas 100 LL (ГОСТ Р 55493-2013; ООО «ИВХИМПРОМ»)

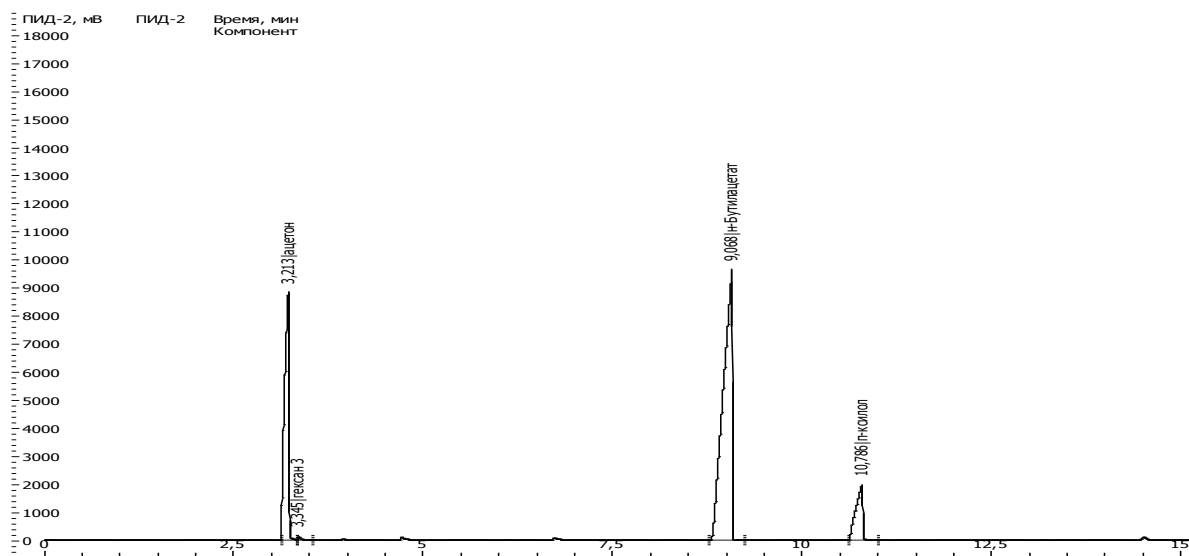


Рисунок 5.32. Хроматограмма нативного растворителя 646 (ТУ 2319-001-57859009-2006; ООО «Химпродукт-Балахна»)

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

ВКР 130402

Лист

106



## РАЗДЕЛ 6. ИНФОРМАЦИОННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ ДЛЯ УСТАНОВЛЕНИЯ ПРИЧИН ПОЖАРОВ

В 2016 году была создана электронная база хроматографических и спектральных данных по средствам поджога, с целью повышения качества расследования дел по пожарам, связанным с поджогами. Электронная база сформирована на основе данных, собранных судебными экспертными учреждениями Федеральной противопожарной службы МЧС России и головным экспертным подразделением в период с 2010-2014 гг. В настоящее время база данных содержит около 250 хроматограмм горючих жидкостей с разной степенью выгорания из 19 регионов Российской Федерации. Стоит отметить ряд достоинств создания данной базы: простота в эксплуатации, удобный интерфейс, быстрая обработка спектров и хроматограмм, позволяющая пожарно-техническому специалисту за короткий промежуток времени выполнить техническое заключение или судебную.

Данная база размещена на сайте [www.fire-expert.spb.ru](http://www.fire-expert.spb.ru).

Что может дать использование базы?

1. Количество веществ в базе данных (БД) значительно больше. В том числе – относительная экзотика типа многочисленных средств для розжига, растворителей, косметических средств и др.

2. Спектры и хроматограммы в БД отображены, обработаны, обчислены. Их смело можно привести в заключение эксперта в качестве объектов сравнения.

3. Имеются программы поиска в БД хроматограмм и спектров – ближайших аналогов спектров (хроматограмм) исследуемого объекта.

4. Спектры и хроматограммы исследуемого объекта расшифровываются или БД содержит справочные данные для их расшифровки. В заключении ведь недостаточно написать, что вы обнаружили бензин; надо написать, каков состав обнаруженного вещества и по каким признакам (и каким методом выявленным) вы считаете, что это

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		107

бензин. БД помогает в расшифровке состава и изложении результата в заключении правильными профессиональными терминами.

5. Использование в экспертизе централизованного электронного ресурса повышает достоверность и доказательную силу заключения.

База обновляется раз в год-полтора. Нарботка опыта использования БД позволяет развивать её дальше не только количественно, но и качественно, путем решения новых, более сложных задач. К ним можно отнести расшифровку сложных смесей. Особенно это актуально для «пожарных» объектов, где пробы сильно загрязнены, тот же бензин перемешан с маслами, тормозной жидкостью и т.д.

Основные этапы работы с электронной базой спектральных и хроматографических данных:

- установка исходного файла программы поиска по базе данных хроматограмм и спектров флуоресценции с сайта [www.fire-expert.spb.ru](http://www.fire-expert.spb.ru).
- съемка спектра флуоресценции/хроматограммы исследуемого образца в соответствии с методическими рекомендациями разработанными ИЦЭП;
- оцифровка спектра флуоресценции (получение data файла);
- обработка и расчет линейных индексов удерживания полученной хроматограммы исследуемого объекта;
- введение полученных данных в программу поиска по БД;
- аналитический выбор из списка совпавших хроматограмм/спектров флуоресценции наиболее близких по виду;
- формирование вывода эксперта о наличие ЛВЖ (ГЖ) и ее природе.

Более подробно с методикой работы программы поиска по БД хроматограмм и спектров флуоресценции можно ознакомиться при помощи команды «Справка» в программе поиска.

Конечно, БД и её аппарат поиска не заменяют собой эксперта. Это вспомогательное средство при классификации остатков ЛВЖ, ГЖ. База

					<b>ВКР 130402</b>	Лист
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата		108

данных составлена из нативных и выгоревших на 50 масс.% и 99 масс.% ЛВЖ, ГЖ без учета вклада объекта – носителя и других степеней выгорания на вид хроматограммы и спектра флуоресценции. Поэтому вид хроматограммы и спектра флуоресценции исследуемой пробы, изъятая с места пожара, может отличаться от представленных в базе данных спектров и хроматограмм. Окончательный вывод по результатам поиска хроматограмм и спектров флуоресценции, из предложенного в базе данных, эксперт должен сделать сам, обобщив выводы, полученные в программе в результате поиска как по хроматограммам так и по спектрам флуоресценции.

При использовании программы поиска по БД в заключение эксперта помещают графическое изображение хроматограммы/спектра исследуемого объекта и выбранной хроматограммы/спектра сравнения, а также полную информацию о хроматограмме/спектре объекта сравнения – арбитражной пробе (марка, вид, ГОСТ/ТУ, производитель и т.д.). С использованием полученных данных эксперт формирует окончательный вывод о наличии и природе ЛВЖ (ГЖ).

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		109

## Заключение

В работе представлены хроматографические и спектральные данные потенциальных средств поджога, имеющих в розничной торговле города Иваново, а так же представленные Ивановским химическим заводом «ИВХИМПРОМ». В качестве объектов исследования были выбраны наиболее распространенные и доступные светлые нефтепродукты, смесевые растворители и тяжелые нефтепродукты.

В ходе исследования была подробно изучена экспертная методика обнаружения и установления состава легковоспламеняющихся и горючих жидкостей при поджога; были выявлены отличительные особенности каждого типа нефтепродукта и растворителей ненефтяного ряда.

Впервые были исследованы и дополнены в базу хроматографических данных средств поджога, распространенных на территории города Иваново, нефти (Нефть Татарстанская, Нефть Дагестанская); керосины (Керосин для обезжиривания под покраску ГОСТ 10227-86; Авиационный керосин); бензины (автомобильные с улучшенными эксплуатационными и экологическими свойствами G-Drive 98 и G-Drive 98; неэтилированные АИ-95-К5 и АИ-92-К5; прямогонный); моторные масла (Моторное масло М43/14Д; Всесезонное синтетическое моторное масло с высокими эксплуатационными характеристиками BP VISCO 5000 5W-40 и др.)

При этом следует отметить, что данная база является недостаточно полной и требует в дальнейшем периодическое обновление и дополнения.

Таким образом, можно сделать следующие выводы по работе:

- изучена методика обнаружения и установления состава легковоспламеняющихся и горючих жидкостей при поджоге;
- выявлены отличительные особенности нефтепродуктов и растворителей ненефтяного ряда;
- получены спектральные и хроматографические данные по нефтепродуктам, обращающимся на территории города Иваново;

					<b>ВКР 130402</b>	Лист
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата		110

- дополнена база спектральных и хроматографических данных о нефтепродуктах, которая используется судебными экспертными учреждениями Федеральной противопожарной службы МЧС России.

Полученные результаты представляют практический интерес для пожарно-технических специалистов, работающих в области судебной пожарно-технической экспертизы.

По результатам проведенных исследований опубликованы 3 статьи и доложены в рамках работы XII международной научно-практической конференции молодых ученых «Обеспечение безопасности жизнедеятельности: проблемы и перспективы», Межвузовской молодежной научно-технической конференции «Молодые ученые - развитию национальной технологической инициативы (ПОИСК-2018), XII Международной научно-практической конференции, посвященной году гражданской обороны «Пожарная и аварийная безопасность».

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		111

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. <http://www.ivchimprom.com/>
2. <http://www.spb.gazprom-neft.ru/>
3. <http://www.slavneft.ru/>
4. Криминалистика. Ищенко Е.П., Топорков А.А. 2-е изд., испр., доп. и перераб. - М.: Контракт, ИНФРА-М, 2010. - 784 с.
5. Пожарно-техническая экспертиза. А.И. Федотова и др. «, М.: Стройиздат, 1986 г.
6. Гринин А.С., Новиков В.Н. Экологическая безопасность, защита территории и населения при чрезвычайных ситуациях. Учебное пособие. - М.: ФАИР-ПРЕСС, 2002.
7. Федеральный закон "Технический регламент о требованиях пожарной безопасности" от 22.07.2008 № 123-ФЗ
8. Исследование и экспертиза пожаров: Словарь общих и специальных терминов / Под ред. И.Д. Чешко. - М.: ВНИИПО, 2009. - 520 с
9. Обнаружение и установление состава легковоспламеняющихся и горючих жидкостей при поджогах: метод. пособие / И.Д. Чешко, М.Ю. Принцева, Л.А. Яценко. М.: ВНИИПО. 2010. 90 с.
10. Чешко И.Д. Экспертиза пожаров (объекты, методы, методики исследования) / Под науч. ред. канд. юр. наук Н.А. Андреева. - 2-е изд., стереотип. - СПб.: СПБИПБ МВД России. 1997. - 562 с.
11. Чешко И.Д., Голяев В.Г. Исследование обгоревших остатков лакокрасочных покрытий строительных конструкций с целью выявления очаговых признаков пожара: метод. рекомендации. Л.:ЛФ ВНИИПО, 1988. 65 с.
12. Исследование процесса обугливания древесины при горении и изучение свойств обугленных остатков / И.Д. Чешко, Б.С. Егоров, А.А. Леонович и др. // Химия древесины. 1986, № 2. С. 94–100.
13. Комплексное определение параметров нагрева полимерных материалов и металлических изделий, используемых на железнодорожном и

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		112

- авиационном транспорте: методические рекомендации. М.: ВНИИПО, 1991
14. Харрик Н. Спектроскопия внутреннего отражения / Н. Харрик. - М.: Мир, 1976. - 336 с.
15. ИК ФУРЬЕ-СПЕКТРОМЕТР ФСМ 1201. Техническое описание. Инструкция по эксплуатации. - СПб.: АО «СПб Инструментс», 2000. - 39 с.
16. ГОСТ 12.1.044-89 ССБТ «Пожаровзрывоопасность веществ и материалов. Номенклатура показателей и методы их определения»
17. Пожаровзрывоопасность веществ и материалов и средства их тушения: справ. изд.: в 2 кн. / А. Н. Баратов [и др.]. - М.: Химия, 1990. Кн. 1. - 496 с.; Кн. 2. - 384 с.
18. A Pocket Guide to Arson and Fire Investigation. -U.S.A.: Factory Mutual Engineering Corp., 1994. -32 p.
19. Алексеева Т.А., Теплицкая Т.А. Спектрофлуориметрические методы анализа ароматических углеводородов в природных и техногенных средах. Л.: Гидрометеиздат, 1981. -216 с.
20. Хатунцева Л.Н., Башилов А. В., Селезнев А. В., Чичаев В. В., Маньшев Д. А. Флуоресценция окисленных водорастворимых компонентов нефтепродуктов // Вестн. Моск. ун-та. Сер. 2. Химия. - 2004. - Т. 45. - № 5. - С. 333 - 338.

					<b>ВКР 130402</b>	<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>		113

**ФОТОТАБЛИЦА**  
**пожара в автомобиле ВАЗ 2121,**  
**расположенного на территории города Иваново**



Фото № 3. Содержимое пакета № 1 – марлевый тампон № 1 (объект исследования № 1)



Фото № 6. Содержимое пакета № 2 – марлевый тампон № 2 (объект исследования № 2)





Фото № 8. Содержимое пакета № 3 – пластиковая 5-ти литровая канистра

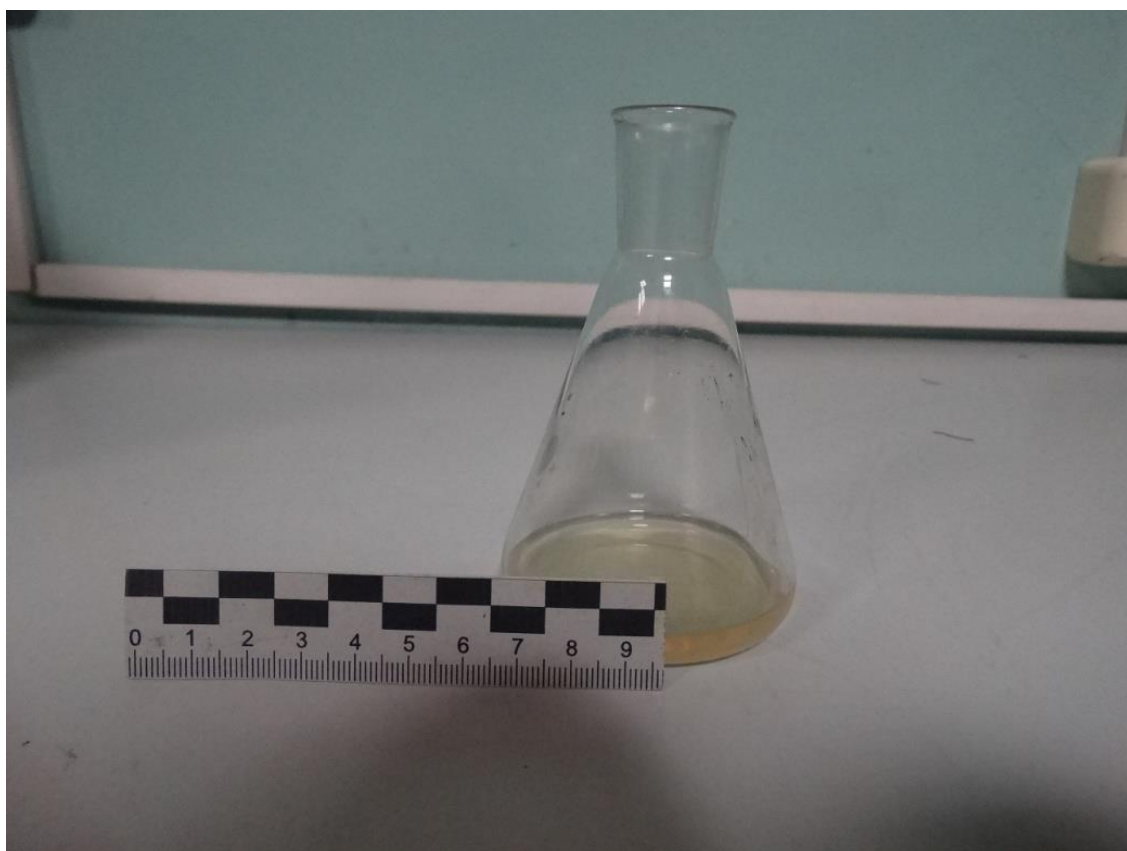


Фото № 9. Содержимое канистры – жидкость желтого цвета (объект исследования № 3)

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

ВКР 130402

Лист

115



Фото № 12. Содержимое пакета № 4 – два ватных диска (объект исследования № 4)



Фото № 14. Содержимое пакета № 5 – брюки (объект исследования № 5)

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

ВКР 130402

Лист

116



Фото № 15. Содержимое пакета № 6 – куртка (объект исследования № 6)

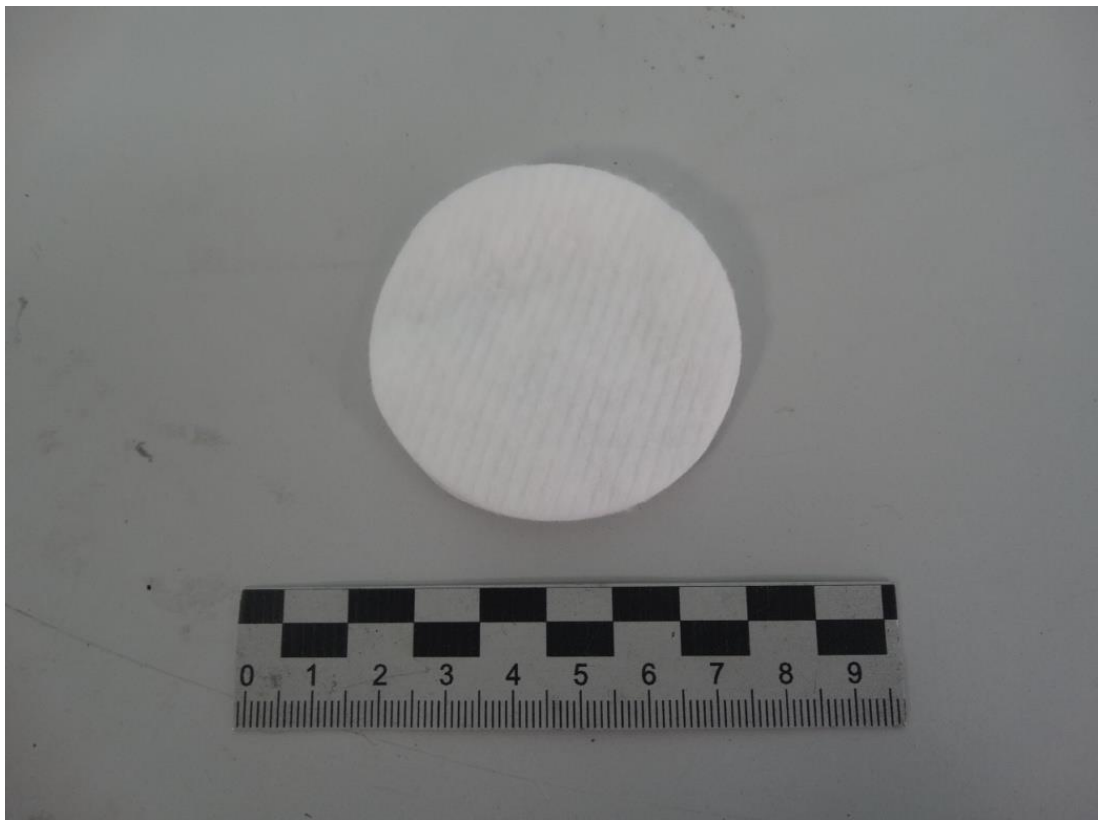


Фото № 16. Содержимое пакета № 7 – чистый ватный диск

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

ВКР 130402

Лист

117





Фото № 17. Вид индикаторных трубок: слева – до проведения исследования; справа – после проведения исследования



Фото № 18. Вид сильно выгоревшей (на 99 % по масс.) жидкости из канистры (объект исследования № 3)

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

ВКР 130402

Лист

118