

Анализ следов продуктов выстрела с помощью inVia™ InSpect

Криминалистика

Следы продуктов выстрела

Следы продуктов выстрела (СПВ) — класс вещественных доказательств, которые играют важную роль в расследовании преступлений, связанных с применением огнестрельного оружия.

В результате выстрела образуется сложная смесь химических веществ. Группа этих органических и неорганических продуктов имеет большое значение с точки зрения судебно-баллистической экспертизы. Многочисленные исследования показали, что указанные компоненты не существуют в окружающей среде сами по себе, но для их образования требуются условия, возникающие в момент выстрела из огнестрельного оружия^{1,2}.

Благодаря прочной теоретической и практической базе данный класс вещественных доказательств имеет большой вес для суда, поэтому судебные эксперты уделяют большое внимание поиску этих важных компонентов³.

В настоящее время для исследования частиц металла и неорганических веществ в основном используются методы сканирующей электронной микроскопии (SEM) и энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (EDS). На рынке имеется большой ассортимент уникальных настольных решений для анализа СПВ. Однако с увеличением количества боеприпасов с более низким содержанием некоторых металлов (в частности, свинца) маркеры определенных неорганических продуктов выстрела стали встречаться все реже или даже совсем исчезли. Об этой проблеме говорят судебные эксперты во всем мире⁴.

По этой причине требуются альтернативные аналитические методы, которые откроют доступ к более широкому диапазону достоверных маркеров, включая маркеры органических продуктов выстрела. Рамановская микроскопия, которая сочетает в себе принципы рамановской спектроскопии и оптической микроскопии, позволяет проводить высокоспециализированный химический анализ СПВ.



Рисунок 1. Рамановский конфокальный микроскоп inVia™ InSpect

Рамановская спектроскопия

В этой статье мы рассмотрим некоторые основные характеристики рамановской системы и преимущества ее использования для анализа СПВ. Так, например, рамановская микроскопия уже широко применяется для исследования органических и неорганических частиц как дополнение к существующим методам. Кроме того, благодаря тому, что рамановская спектроскопия представляет собой бесконтактный и неразрушающий аналитический метод, на подготовку образцов уходит незначительное количество времени, потери материала минимальны, а риск перекрестного загрязнения очень низкий.

Все эти преимущества, а также возможность сконцентрироваться на дифракционном пределе видимого света при исследовании частиц и материалов микронного диапазона способствуют росту популярности рамановской спектроскопии^{5,6,7}. Становится все более ясно, что рамановская микроскопия может по праву занять место среди существующих аналитических методов, используемых в криминалистической лаборатории.

Рамановский микроскоп inVia InSpect

inVia InSpect (рис. 1) входит в линейку конфокальных рамановских микроскопов inVia компании Renishaw, разработанных специально для криминалистических лабораторий. В его основу заложен весь накопленный компанией Renishaw опыт в области создания приборов для судебных экспертов.

В процессе разработки микроскопа InSpect специалисты Renishaw приняли во внимание все аспекты криминалистических экспертиз, включая требования к исследованию, разработке и стандартному анализу.

Анализ СПВ на гильзе

Чтобы наглядно продемонстрировать основные функции inVia InSpect, мы проведем анализ СПВ с использованием в качестве образца материала, собранного механическим способом со стреляной гильзы. Мы поместили полученный образец на чистое предметное стекло из нержавеющей стали. На месте преступления СПВ обычно собирают с тела или одежды подозреваемого или потерпевшего, с использованного оружия или с предметов окружающей среды в непосредственной близости от места выстрела. Подходящие методы сбора материалов строго регламентированы. К ним относятся: сбор продуктов выстрела на сухие или влажные марлевые тампоны и с помощью липкой ленты, гравитационное осаждение, а также анализ непосредственно *in situ* (на месте).

Использованный патрон не содержит свинца (Pb): основной состав указан в листе технических данных изготовителя. Выстрел был произведен через пробойину и бочку, которая раньше использовалась для других целей, т. е. существует вероятность перекрестного загрязнения.

На рисунке 2 видно, что исследуемый образец отличается большой неоднородностью по размеру и форме частиц. Морфология изменяется от сферических частиц размером несколько микрон до сложных многогранных частиц диаметром несколько сотен микрон. Неоднородные частицы большего размера представляют собой агрегаты органических компонентов с неорганическими включениями.

Сначала нужно было найти интересующие нас частицы. Мы поместили предметное стекло на контролируемый энкодерами высокоскоростной столик MS30 микроскопа InSpect. Для этого мы использовали систему загрузки образцов EasyMove, которая позволяет выполнять позиционирование образца вручную, с помощью трекбола и автоматически. Прежде чем приступить к очистке и наведению микроскопа на частицы с более высоким увеличением, мы исследовали образец через встроенные бинокуляры и видеокамеру высокого разрешения с более низким увеличением.

Главный компонент каждой системы InSpect, микроскоп Leica DM, оборудован объективами с большим рабочим расстоянием и различными средствами оптического контрастирования. Чтобы получить оптимальное изображение, вы можете быстро переключаться между различными режимами контрастирования (светлое поле, темное поле и поляризация) и выбирать объективы с разным увеличением для балансировки поля зрения, а также глубину фокуса и числовую апертуру.

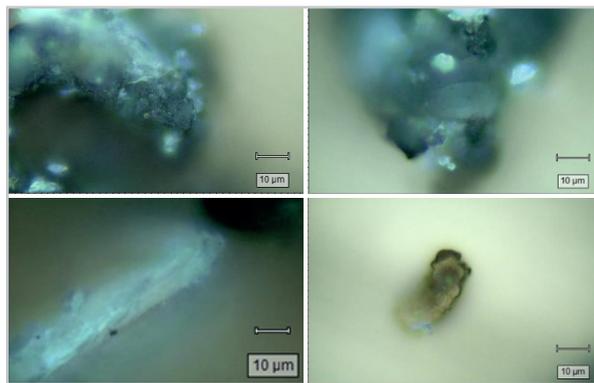


Рисунок 2. Изображения четырех разных частиц (объектив 100x)

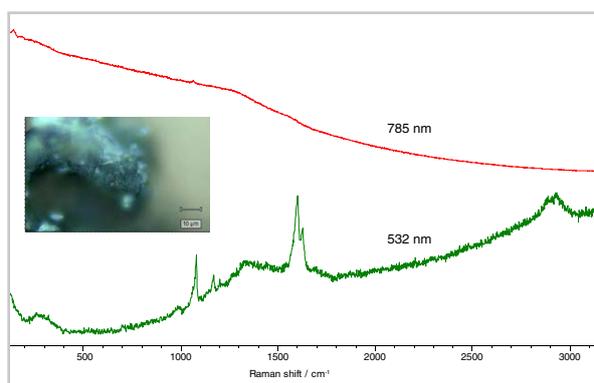


Рисунок 3. При длине волны возбуждения 532 нм мы получили рамановский спектр, который позволил выявить органические и неорганические компоненты, а также неразрешенный сигнал карбонатов. В то же время при длине волны возбуждения 785 нм было получено очень мало распознаваемых данных.

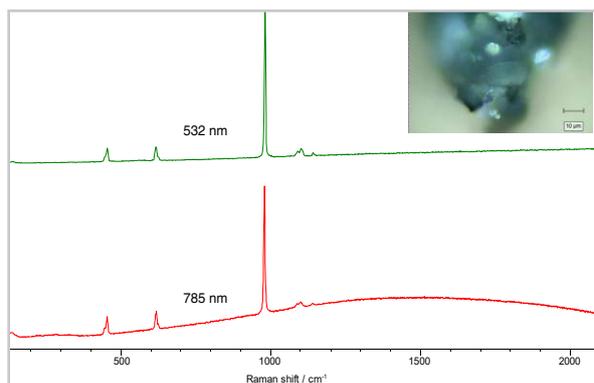


Рисунок 4. При длинах волны возбуждения 532 нм и 785 нм мы получили четкий спектр, указывающий на преобладание неорганического компонента. Изменив длину волны с 785 нм на 532 нм, мы исключили флуоресцентный фон.

Сочетание высокопроизводительной видеокамеры 5MP и стола MS30 системы InSpect позволяет без труда создавать детализированные изображения гораздо большей области, чем при однокадровой съемке. Для создания изображений используется функция фотомонтажа программного обеспечения WiRE™ (Windows-based Raman Environment — Рамановская среда на основе Windows). А с помощью функции коррекции поверхности можно компенсировать наклон.

Программный пакет WiRE позволяет выявить отдельные точки, облака или скопления дискретных точек либо нерегулярных массивов. Нужно просто выбрать предпочтительный вариант, а программа интерпретирует ваши требования. Определив интересующую нас область, мы выбрали длину волны возбуждения и выполнили анализ четырех частиц. Необходимо отметить, что результаты включают два набора данных: одни данные были получены при длине волны возбуждения 532 нм (зеленый цвет), а другие — при длине волны 785 нм (красный цвет). Это широко распространенная практика: в ряде случаев результаты анализа при одной длине волны содержат больше информации, чем при другой длине, а сравнение спектров, полученных при разных длинах волны, помогает выявить едва заметные, но существенные различия.

Полученные данные (рис. 3–7) показывают, что анализ материалов с помощью inVia InSpect позволил выявить характерные признаки СГВ. Иницирующее взрывчатое вещество (дiazодинитрофенол, DDNP), пороховой заряд (нитроцеллюлоза) и другие добавки (нитраты стронция и бария) вступают в реакцию с второстепенными компонентами (гильза, пуля, пробоина, бочка), образуя богатую смесь: аморфный углерод, распавшееся органическое вещество, неорганические карбонаты, а также характерный дуплет на частотах 1605 см^{-1} и 1629 см^{-1} с одиночным пиком меньшей интенсивности на частоте 1170 см^{-1} (рис. 3). По данным других исследователей, в этих положениях полосы в значительной степени связаны с сохраненными маркерами органических составляющих продуктов выстрела, имеющих отношение к таким соединениям, как дифенилдиметилмочевина, которые используются в небольших количествах.

На рисунке 4 показан резкий скачок, который свидетельствует о преобладании и, вероятнее всего, наличии одной фазы сульфата бария. Соли бария могут присутствовать в анализируемом материале исходя из его состава, однако предыдущие исследования показали, что у такого скачка могут быть и другие причины (например, наличие загрязняющих веществ).

График, представленный на рисунке 5, служит наглядным доказательством того, что необходимо использовать два лазера. В спектре 532 нм была получена ограниченная информация, а при длине волны возбуждения 785 нм нам представилась более детальная картина.

Данные на рисунке 6 также были получены при длине волны возбуждения 785 нм по той же причине: четко прослеживается зависимость естественной вариативности состава от положения при сохранении ключевых признаков, таких как пики на частотах 1605 см^{-1} и 1629 см^{-1} . Как минимум один из спектров содержит дополнительную фазу, которая приводит к появлению четких характеристических полос.

И, наконец, простота графика, представленного на рисунке 7, контрастирует со сложностью состава анализируемого материала: появление двух четко различимых полос на частотах 1065 см^{-1} и 1080 см^{-1} вызвано присутствием карбонатов или высокотемпературной смешанной минеральной фазы.

При исследовании состава или анализе материала на наличие СГВ ориентирами являются анализ и соотнесение спектров. По обнаруженным компонентам существует целый ряд справочных материалов — от

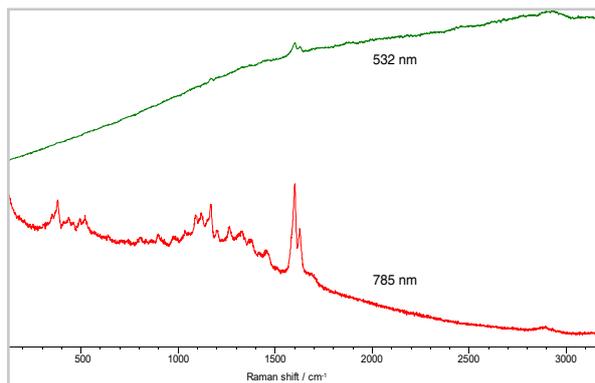


Рисунок 5. При длине волны возбуждения 532 нм мы обнаружили наличие органического компонента на ярком флуоресцентном фоне, а при длине волны 785 нм мы получили более детальную информацию, уменьшив влияние люминесценции.

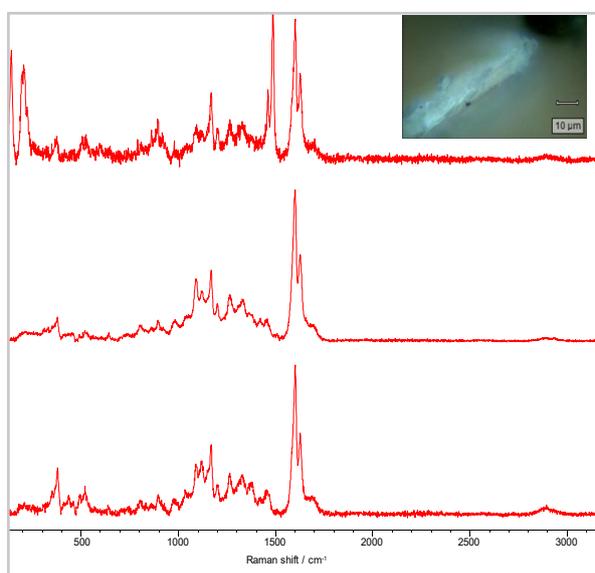


Рисунок 6. Три спектра, полученные из разных положений, свидетельствуют о характерной неоднородности материала. Контроль точки выполнения анализа позволяет выявлять наличие различных составляющих, включая органические и неорганические компоненты.

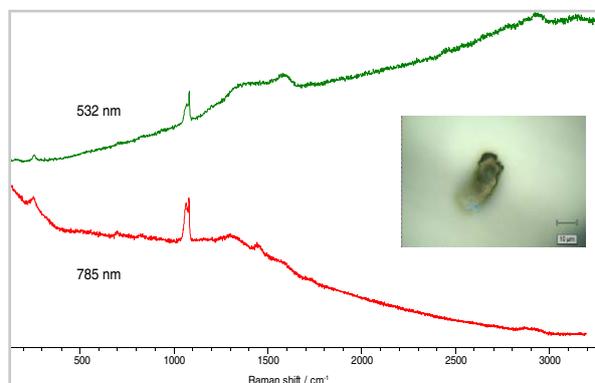


Рисунок 7. Широкий фон с признаками наличия аморфного углерода также включает рамановский сигнал, свидетельствующий о присутствии смешанной неорганической фазы, которая представляет собой смесь отдельных веществ или сложные соединения с минералоподобной структурой.

общих справочных спектральных библиотек, которые, например, можно приобрести вместе с системой InSpect, до обширных и узкоспециализированных справочных баз данных по отдельным группам спектров, созданных с использованием аутентичных контрольных эталонов. Программное обеспечение WiRE поддерживает оба типа справочных материалов и позволяет использовать те ресурсы, которые лучше всего подходят для решения поставленной задачи.

Проведение исследования на двух длинах волны лазерного излучения имеет критическое значение. Каждая система InSpect оборудована двумя несъемными лазерами. Изменение длины волны происходит просто и автоматически: пользователю не нужно заменять какие-либо элементы системы или выполнять юстировку системы вручную — эта операция выполняется за долю секунды с применением встроенного цикла оптимизации. Благодаря стационарным лазерам и моторизованному предметному столику MS30 с высокоточной обратной связью вы можете вернуться в одну и ту же точку образца даже после изменения длины волны лазерного излучения без какого-либо вмешательства вручную.

Комплексное решение

Система InSpect также обладает широким функционалом для анализа частиц и комбинирования рамановских данных с изображениями, полученными с помощью других методов микроскопии.

Программный модуль Particle Analyser (анализатор частиц) добавляет данные по морфологии частиц в базовое спектроскопическое описание ваших результатов. Информацию о размере и форме частиц можно получить с помощью функций оптической микроскопии InSpect или путем импорта из альтернативного источника (например,

из электронного микроскопа) с использованием программного модуля корреляции Correlate. С целью экономии времени данные по морфологии можно использовать непосредственно для получения рамановских данных, сфокусировав внимание на частицах с характеристиками, вызывающими наибольший интерес.

Но вы также можете использовать модуль Correlate™ для создания изображений, сочетающих в себе изображения, полученные методами чувствительного элементного анализа (например, SEM и EDX), и рамановские данные по структуре и составу, включая рамановские изображения, созданные на основе данных, полученных с помощью функций визуализации StreamHR микроскопа InSpect. Совмещенные изображения передают сложную информацию более непосредственно, чем отдельные изображения. Это повышает эффективность вашего анализа и позволяет вам представить убедительную версию событий.

Заключение

InSpect является комплексным решением для выполнения анализа следов продуктов выстрела независимо от их происхождения, включая выявление и идентификацию органических и неорганических компонентов. Наша система послужит полезным дополнением к вашему набору приборов и расширит круг ваших возможностей благодаря аналитическим функциям, которые вы сможете использовать для анализа СПВ.

Библиография

- 1 Dalby et al, **J Forensic Sci** (2010), <https://doi.org/10.1111/j.1556-4029.2010.01370.x>
- 2 Maitre et al, **Foren Sci Int** (2017), <https://doi.org/10.1016/j.forsciint.2016.09.003>
- 3 См., например, **ASTM 1588-17** «Стандартная практика анализа следов продуктов выстрела методом сканирующей электронной микроскопии / энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии», DOI:10.1520/E1588-17
- 4 Goudsmits et al **Science & Justice** (2016), <http://dx.doi.org/10.1016/j.scijus.2016.06.007>
- 5 Abrego et al **Analyst** (2014), <https://doi.org/10.1039/C4AN01051E>
- 6 Stich et al, **J Raman Spectrosc**, 29(9):787–790 (1998)
- 7 Bueno et al, **Anal Chem** (2012), <http://dx.doi.org/10.1021/ac203429x>

Мы готовы предоставить подборку актуальных материалов Renishaw. Для получения дополнительной информации обратитесь к местному представителю компании Renishaw.

Renishaw. Инноватор в области рамановских приборов

Компания Renishaw производит обширную гамму приборов для оптической спектроскопии с высокими характеристиками, в том числе конфокальные рамановские микроскопы со скоростной технологией получения химических изображений, специализированные рамановские анализаторы, интерфейсы для сканирующих электронных и атомно-силовых микроскопов, твердотельные лазеры для спектроскопии и самые современные охлаждаемые ПЗС-детекторы.

Эти устройства отличаются исключительно высокими характеристиками, чувствительностью и надежностью при использовании в самых разных областях для решения широкого круга задач. Пользуясь этими инструментами, можно с уверенностью решать даже самые сложные аналитические задачи.

Охватывающая весь мир сеть дочерних компаний и дистрибьюторов обеспечивает исключительный уровень обслуживания и поддержки для клиентов компании.

Более подробная информация представлена на сайте www.renishaw.ru/inspect.

КОМПАНИЯ RENISHAW ПРИЛОЖИЛА ЗНАЧИТЕЛЬНЫЕ УСИЛИЯ ДЛЯ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ПРАВИЛЬНОСТИ ИНФОРМАЦИИ, ПРЕДСТАВЛЕННОЙ В НАСТОЯЩЕМ ДОКУМЕНТЕ НА ДАТУ ЕГО ПУБЛИКАЦИИ. ОДНАКО КОМПАНИЯ НЕ ДАЕТ НИКАКИХ ГАРАНТИЙ ИЛИ ЗАВЕРЕНИЙ В ОТНОШЕНИИ СОДЕРЖАНИЯ НАСТОЯЩЕГО ДОКУМЕНТА. КОМПАНИЯ RENISHAW НЕ НЕСЕТ НИКАКОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТИ ЗА ЛЮБЫЕ НЕТОЧНОСТИ В НАСТОЯЩЕМ ДОКУМЕНТЕ.

AN237(RU)-01-A июня 2021 © 2020 Renishaw plc. Все права защищены.

Компания Renishaw оставляет за собой право вносить изменения в настоящий документ и описанные в нем изделия без обязательств по уведомлению кого бы то ни было об этих изменениях.

RENISHAW, изображение датчика на логотипе RENISHAW и Qontor — товарные знаки компании Renishaw plc, зарегистрированные в Великобритании и других странах. apply innovation, а также названия и обозначения изделий и технологий компании Renishaw являются товарными знаками компании Renishaw plc или ее дочерних компаний.

Все остальные товарные знаки и названия изделий, встречающиеся в содержании настоящего документа, являются торговыми наименованиями, знаками обслуживания, товарными знаками или зарегистрированными товарными знаками их соответствующих владельцев.