

МИНИСТЕРСТВО ВНУТРЕННИХ ДЕЛ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное казенное учреждение «Научно-производственное объединение

«Специальная техника и связь»

Сибирский филиал
(СФ ФКУ НПО «СТиС» МВД России)

На правах рукописи

ТИВИЛЁВА МАРИЯ ИЛЬИНИЧНА

ИССЛЕДОВАНИЕ ЛИДАРНОГО И ПРОБООТБОРНОГО
ГАЗОАНАЛИТИЧЕСКОГО МЕТОДОВ КОНТРОЛЯ СЛЕДОВ ВЗРЫВЧАТЫХ
ВЕЩЕСТВ НА ПОВЕРХНОСТИ ОБЪЕКТОВ

Специальность 2.2.8 – Методы и приборы контроля и диагностики материалов,
изделий, веществ и природной среды (технические науки)

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель
доктор технических наук
Грузнов Владимир Матвеевич

Новосибирск – 2024

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение	5
Глава 1. Анализ современного состояния методов контроля следов взрывчатых веществ. Постановка задачи	12
1.1. Обзор и классификация методов контроля следов ВВ.....	12
1.2. Общая характеристика взрывчатых веществ	14
1.2.1. Классификация бризантных взрывчатых веществ	14
1.2.2. Летучесть взрывчатых веществ	17
1.3. Методы дистанционного контроля следов взрывчатых веществ	19
1.4. Газоаналитические методы и средства контроля взрывчатых веществ	26
Глава 2. Определение пороговой чувствительности регистрации следов микрочастиц ВВ на поверхности объектов дистанционным методом лазерно-индуцированной флуоресценции при лазерной фрагментации азотсодержащих молекул ВВ.....	36
2.1. Лидарный обнаружитель следов взрывчатых веществ на основе лазерно-индуцированной флуоресценции при лазерной фрагментации азотсодержащих молекул ВВ.....	36
2.2. Определение пороговой чувствительности дистанционного	40
детектора следов ВВ	40
2.3. Экспериментальный контроль детектором ДДСВВ следов взрывчатых веществ в отпечатках пальцев рук	45
Глава 3. Сравнение характеристик определения следовых количеств ВВ пробоотборным газоаналитическим и лидарным методами	53
3.1. Экспериментальная часть	54
3.2. Контроль ТНТ.....	61
3.3. Контроль имитатора гексогена	62
3.4. Контроль имитатора ТЭН	62

Глава 4. Экспериментальное определение динамики испарения следов микрочастиц тринитротолуола с поверхности объектов и возможности сравниваемых методов по контролю остатков следов	65
4.1. Условия проведения экспериментальных исследований	66
4.2. Характеристика испарения микрочастиц ТНТ с вихревым отбором проб от одного образца	71
4.3. Динамика испарения (сублимации) микроследов ТНТ с поверхности предметных стекол в естественных условиях	72
4.4. Сравнительные возможности пробоотборного и лидарного методов контроля остатков следов при сублимации тонкой пленки ТНТ	78
Заключение	81
Список сокращений и условных обозначений	85
Список литературы	87
Приложение А Программа и методика оценочных испытаний макета лазерного дистанционного сканирующего детектора следов взрывчатых веществ	99
Приложение Б Протокол оценочных испытаний макета лазерного дистанционного сканирующего детектора следов взрывчатых веществ	103
Приложение В Протокол оценочных испытаний опытного образца лазерного дистанционного детектора взрывчатых веществ	108
Приложение Г Протокол оценочных испытаний макета дистанционного детектора следов взрывчатых веществ	113
Приложение Д Программа и методика оценочных испытаний. Исследование эффективности обнаружения следов взрывчатых веществ пробоотборным газоаналитическим и дистанционным лазерными методами	115
Приложение Е Протокол сравнительных испытаний обнаружения следов взрывчатых веществ пробоотборным газоаналитическим и дистанционным лазерными методами	118

Приложение Ж Программа и методика оценочных испытаний. Определение динамики испарения следовых количеств ТНТ с поверхности исследуемых объектов	122
Приложение И Акт внедрения	126
Приложение К Техническое задание на НИР «Нота»	128
Приложение Л Стандарт организации СТО 13105-4-110-2023	131

Введение

Актуальность темы. Для обнаружения следов взрывчатых веществ (ВВ) в антитеррористическом контроле используются многочисленные методы, которые можно разделить на пробоотборные – с отбором проб пара ВВ с поверхности объектов, и дистанционные, действующие на расстоянии до 10 м от объектов без отбора проб ВВ (например, лидарные). Для используемых методов характерны и достоинства, и недостатки, на которые обращается внимание, так как разнообразные условия контроля не гарантируют высокую результативность при использовании только одного метода.

Для пробоотборных – широко используемых методов контроля – достигнуты высокие характеристики пороговой чувствительности по парам тринитротолуола (ТНТ) в концентрациях 10^{-14} г/см³ и ниже. Для перспективного лидарного метода контроля, а именно, метода лазерной фрагментации/лазерно-индуцированной флюоресценции, характерная пороговая чувствительность при обнаружении паров тринитротолуола на 2 порядка хуже (на уровне 10^{-12} г/см³), но при этом высокая чувствительность по твердым микрочастицам на поверхности контролируемых объектов, обеспечивающая эффективность контроля.

В литературе имеются результаты, характеризующие каждый метод в отдельности, и отсутствуют данные о применении на одних и тех же объектах.

Нужно отметить, что эффективность или возможность контроля следов ВВ разными методами определяется как чувствительностью пробоотборных и дистанционных обнаружителей, так и поведением следов на поверхности объектов. Микроследы ВВ на поверхности могут появиться за счет миграции молекул ВВ из взрывного устройства, за счет переноса следов с других объектов, в том числе с рук. Количество микроследов на поверхности может изменяться за счет сублимации (испарения).

Таким образом, **актуальность** темы заключается в необходимости исследования современных методов контроля – лидарного и пробоотборного (газоотборного) газохроматографического, контроля микроследов и следов пара

ВВ на поверхностях контролируемых объектов для развития технологий антитеррористического контроля.

Цель исследования – экспериментальное определение характеристик контроля следов ВВ современными лидарным и пробоотборным газоаналитическим методами, включая их применение для контроля одних и тех же объектов.

Задачи исследования

1. Определение порогового уровня следов ВВ на поверхности объектов, регистрируемых лидарным методом лазерно-индуцированной флуоресценции при лазерной фрагментации (ЛИФ-ЛФ) молекул ВВ.

2. Сравнение характеристик определения следов ВВ пробоотборным газоаналитическим методом и лидарным на поверхности одних и тех же объектов.

3. Исследование динамики сублимации следов микрочастиц тринитротолуола с поверхности модельного объекта – предметного стекла, и сравнение рассматриваемых методов контроля по эффективности (информативности) регистрации остатка микроследов на поверхности.

Объект исследования – контроль следов ВВ на поверхности объектов.

Предмет исследования – эффективность (информативность) контроля следов взрывчатых веществ лидарным и пробоотборным (газоотборным) газоаналитическим методами.

Методы исследования и используемая аппаратура. Использовались экспериментальные методы с применением современной высокочувствительной аналитической аппаратуры: лидарного обнаружителя следов ВВ на основе лазерно-индуцированной флуоресценции при лазерной фрагментации азотсодержащих молекул ВВ и газохроматографических обнаружителей паров ВВ «ЭХО-М», его аналог «ЭХО-В» с воздухом в качестве газа-носителя.

Основные результаты, выносимые на защиту

1. Метод лазерно-индуцированной флуоресценции при лазерной фрагментации молекул ВВ обеспечивает дистанционный контроль нанограммов

ВВ на поверхностях объектов, что достаточно для регистрации на объектах следов ВВ, в том числе образующихся от отпечатков пальцев рук, контактировавших с ВВ, и подтверждает высокую информативность метода контроля следов ВВ.

2. Контроль лидаром нанограммов твердых микроследов взрывчатых веществ на поверхности объектов обеспечивает более высокую эффективность обнаружения следовых количеств ВВ, особенно труднолетучих типа гексоген по сравнению с обнаружением пара от тех же микроследов современными пробоотборными газоаналитическими методами с пороговой чувствительностью по ТНТ 10^{-14} г/см³.

3. Сублимация тонкого слоя ТНТ на стекле с начальной поверхностной плотностью 100 нг/см² сопровождается экспоненциальным спадом концентрации пара на поверхности с постоянной времени 75 мин. Концентрация пара при этом за 2,6 ч уменьшается до уровня пороговой чувствительности современных обнаружителей пара ТНТ – 10^{-14} г/см³. После указанного времени поверхностная концентрация следовых количеств ТНТ может быть зарегистрирована методом ЛИФ-ЛФ. Вихревой отбор проб пара увеличивает на порядок интенсивность сублимации.

Научная новизна

1. Предложены методики высокочувствительного контроля следов взрывчатых веществ на поверхности лидарным и пробоотборным газохроматографическим методами.

2. С использованием современной аппаратуры и разработанными в соавторстве с автором диссертационной работы методиками получены сравнительные характеристики обнаружения микрочастиц ВВ на поверхности исследуемых объектов лидарным и пробоотборным газохроматографическим методами актуальные для повышения эффективности антитеррористического контроля.

3. Впервые выявлена более высокая чувствительность лидарного метода контроля следов труднолетучих ВВ типа гексогена на поверхности объектов при регистрации конденсированных микроследов по сравнению с регистрацией пара газохроматографическим методом.

4. Определены характеристики времени сублимации следов ТНТ в виде тонких пленок с поверхности стекла. Показано, что чувствительность при контроле лидаром остатков пленок выше по сравнению с газохроматографическим методом контроля паров.

5. Продемонстрирована возможность повышения чувствительности следового контроля опасных объектов совместным использованием лидарного и пробоотборного методов определения соответственно твердых и парообразных следовых количеств ВВ.

Достоверность полученных результатов обеспечивается совокупностью экспериментальных данных, полученных на современном исследовательском оборудовании, а также удовлетворительной корреляцией, полученных результатов и сделанных выводов, с представлениями современной науки.

Теоретическая и практическая значимость

Результаты работы актуальны для оценки информативности рассмотренных методов в антитеррористическом контроле объектов.

Результаты оценки динамики сублимации следов микрочастиц тринитротолуола с поверхности объектов имеют самостоятельное теоретическое значение для оценки сохраняемости следов – в зависимости от энергии десорбции молекул ВВ на различных поверхностях, и для практики экспертно-криминалистического контроля. Сравнение рассматриваемых методов по эффективности регистрации результатов сублимации следов показывает более высокую информативность лидарного метода с регистрацией сверхмалых поверхностных плотностей ВВ на уровне нг/см^2 . Дополнительное преимущество лидарного метода по сравнению с пробоотборными газоаналитическими состоит в возможности дистанционного негласного контроля.

Достигнутые уровни регистрации следов взрывчатых веществ на поверхности объектов и в отпечатках пальцев рук лидарным методом лазерно-индуцированной флуоресценции при лазерной фрагментации молекул ВВ определяют высокие возможности дистанционного контроля.

Результаты сравнения методов контроля следовых количеств ВВ могут быть использованы в практике совместного их применения для обоснования целесообразности развития лидарных технологий.

Личный вклад соискателя

Результаты, представленные в диссертационной работе, получены автором при его личном и непосредственном участии. Автором совместно с научным руководителем д.т.н. Грузновым В.М. сформулированы задачи исследования и их содержание, сформулированы защищаемые результаты и выводы по диссертации. Соискателем самостоятельно спланированы экспериментальные исследования. Выбраны объекты для экспериментальных исследования, определены их методики, сделана оценка информативности методов для принятия решений при их использовании в задачах антитеррористического контроля.

Лидарные эксперименты выполнены совместно с сотрудниками ИОА СО РАН д.ф.-м.н. Бобровниковым С.М., к.ф.-м.н. Горловым Е.В., к.ф.-м.н. Жарковым В.И.; д.ф.-м.н. Панченко Ю.Н. (ИСЭ СО РАН), к.ф.-м.н., доцентом Аксеновым В.А. (Сибирский филиал ФКУ НПО «СТиС» МВД России, г. Новосибирск). Газохроматографические исследования выполнены совместно с сотрудниками ИНГГ СО РАН к.х.н. Кихтенко А.В., к.т.н. Балдиным М.Н. На основе полученных данных подготовлены проекты научных публикаций для печати и доклады на конференциях.

Апробация работы. Основные положения, результаты и выводы, сформулированные в диссертационной работе, докладывались и обсуждались на всероссийских и международных конференциях:

XX Международный симпозиум «Оптика атмосферы и океана. Физика атмосферы», Новосибирск, 2014 г.;

XXII Международный симпозиум «Оптика атмосферы и океана. Физика атмосферы», Томск, 2016 г.;

Конференция «Фундаментальные исследования Сибирского отделения РАН в создании специальной техники МВД России», Новосибирск, 2018 г.;

XI Всероссийская научная конференция и школа «Аналитика Сибири и Дальнего Востока», посвященная 100-летию со дня рождения И.Г. Юделевича, Новосибирск, 2021 г.;

The 7th International Symposium on Energetic Materials and their Applications (ISEM2021), November 16–18, 2021, Virtual Symposium, Tokyo;

XI Международная научно-практическая конференция «Проблемные вопросы служебной кинологии на современном этапе», Ростов-на-Дону, 2022 г.;

XVII Международная конференция HEMS-2022 «Высокоэнергетические и специальные материалы: антитерроризм, безопасность и гражданское применение», Республика Алтай, 2022 г.;

IV Всероссийская конференция по аналитической спектроскопии с международным участием, Краснодар, 2023 г.

Публикации. По материалам диссертации опубликовано 22 работы, в том числе 2 в журналах, индексируемых в базе данных Scopus, 5 в журналах по списку ВАК, 6 в прочих журналах, 9 в материалах конференций, в том числе 7 в материалах зарубежных конференций.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения и списка литературы; содержит 133 машинописных страницы, включая 33 рисунка, 7 таблиц, 100 библиографических ссылок, 10 приложений.

Краткое содержание диссертации

Во введении обоснована актуальность работы, сформулированы цель и задачи исследования, изложены основные положения, выносимые на защиту, отмечена научная новизна и практическая значимость.

В первой главе приведен обзор методов контроля следовых количеств ВВ. Рассмотрены современные средства обнаружения паров и микрочастиц взрывчатых веществ.

Вторая глава посвящена результатам экспериментальных исследований возможности обнаружения следов ВВ, содержащихся в отпечатках пальцев, методом лазерной индуцированной флуоресценции при лазерной фрагментации азотсодержащих молекул ВВ. На примере гексогена показана перспективность данного метода контроля труднолетучих ВВ.

В третьей главе представлены результаты сравнения характеристик определения следов ВВ пробоотборным газоаналитическим и лидарным (ЛИФ-ЛФ) методами. Показана высокая эффективность лидарного контроля следов ВВ на поверхности объектов по сравнению с обнаружением ВВ по их парам.

В четвертой главе представлены результаты моделирования динамики испарения следов микрочастиц тринитротолуола с поверхности объектов и возможности сравниваемых методов в обнаружении остатков следов. Получены количественные оценки времени, в течение которого возможно обнаружение следовых количеств ВВ.

В заключении сформулированы выводы и перечислены основные результаты, полученные в диссертационной работе.

Глава 1. Анализ современного состояния методов контроля следов взрывчатых веществ. Постановка задачи

1.1. Обзор и классификация методов контроля следов ВВ

Несанкционированное использование взрывчатых веществ представляет серьезную угрозу общественной безопасности. Для предотвращения подобных явлений и проведения антитеррористического контроля необходим комплекс мероприятий, направленных в первую очередь на создание и использование перспективной специальной техники, предназначенной для поиска взрывных устройств (ВУ) и ВВ. При этом данная аппаратура (досмотровая техника) должна прежде всего быть безопасной для эксплуатирующего персонала, простой в эксплуатации, обеспечивать удобство практической работы и качественный анализ определяемых ВВ.

Задачей, которая решается с применением досмотровой техники, является обеспечение безопасности от террористических угроз. Под угрозами понимается применение террористами ВУ и ВВ, а также иных веществ с целью угрозы общественной безопасности.

Основные задачи поиска и исследования взрывчатых веществ можно свести к следующим [1]:

- досмотр людей в зонах ограниченного доступа с целью выявления лиц, имевших контакт с взрывчатыми веществами;
- проверка предметов на пунктах контроля, в том числе в багажных отделениях;
- исследование макроколичеств ВВ в остатках после взрыва для установления типа примененного взрывчатого вещества;
- обследование подозрительных зон для обнаружения взрывчатых веществ в том числе в составе взрывных устройств;
- контроль воздушной среды с целью обнаружения паров ВВ (например, в районе проходов в здание железнодорожных или аэровокзалов);
- проведение оперативно-розыскных мероприятий по уголовным делам,

связанным с несанкционированным применением взрывчатых веществ.

Вышеперечисленные задачи имеют свои отличительные особенности, некоторые из них требуют комплексного подхода к решению.

Задачами поиска определяется классификация методов контроля взрывчатых веществ. Их можно разделить на прямые и косвенные методы.

Прямые методы поиска обеспечивают непосредственное обнаружение ВВ. Эти методы являются наиболее надежными и получили свою реализацию при создании технических средств досмотровой и поисковой техники.

Практическое применение прямых методов в большей степени получило в досмотровой и поисковой технике, основанной на газовой хроматографии и спектрометрии подвижности ионов. Как правило, это переносные приборы, обеспечивающие высокое быстродействие и предельную чувствительность в диапазоне от 10^{-11} г/см³ до 10^{-14} г/см³ при обнаружении большинства основных типов ВВ [2]. Также в настоящее время представляют большой интерес новые биосенсорные технологии обнаружения ВВ с использованием крыс, пчел и др.

Косвенные методы указывают на ВВ или ВУ по следующим косвенным признакам: наличие частей взрывного устройства или металлических корпусов, характерных очертаний взрывоопасных предметов, взрывателей, проводов, наличие микросхем или полупроводниковых приборов. Как правило, техника на основе косвенного метода громоздкая и энергоемкая (за исключением металлоискателей), и используется преимущественно при решении досмотровых задач в стационарных условиях.

Наиболее распространенным примером косвенного метода можно привести технологию рентгеновского контроля, применяемого для досмотра ручной клади и багажа. Рентгеновские досмотровые системы позволяют обнаруживать взрывные устройства с металлической оболочкой и по демаскирующим признакам безоболочечные ВУ.

Прямые методы обнаружения и идентификации ВВ в реальных условиях имеют преимущество перед косвенными методами, но также имеют и ряд

ограничивающих факторов, связанных прежде всего с низким давлением насыщенных паров большинства распространенных ВВ, о чем будет сказано ниже. Следует отметить, что объединение этих двух методов значительно повышает вероятность обнаружения и идентификации ВВ.

Также методы контроля ВВ можно разделить на контактные и дистанционные. Анализ вещества контактным методом предполагает отбор пробы взрывчатого вещества непосредственно или вблизи поверхности досматриваемого объекта и анализ пробы в анализаторе.

Дистанционные методы – это методы бесконтактного обнаружения ВВ или его носителя. Они обеспечивают скрытность процедуры досмотра подозреваемого объекта и могут использоваться для обеспечения безопасности в местах массового скопления людей. Методы дистанционного контроля представляют интерес при детектировании паров или частиц ВВ, присутствующих на поверхности досматриваемого объекта или вблизи его. Основой дистанционных методов контроля следовых количеств ВВ, обладающих высокой чувствительностью и селективностью, лежат лазерные технологии.

В настоящее время в России в этой области представлены разработки мирового уровня. В рамках мониторинга российского рынка отбираются и принимаются на снабжение в правоохранительные органы лучшие образцы досмотровой техники для дальнейшего их применения силовыми подразделениями России в оперативно-служебной деятельности.

1.2. Общая характеристика взрывчатых веществ

1.2.1. Классификация бризантных взрывчатых веществ

Согласованная система классификации и маркировки химических веществ, принятая ООН в 2003 году, дает следующее определение взрывчатому веществу – это вещество или смесь веществ, способное к химической реакции с выделением газов при такой температуре и таком давлении и с такой скоростью, что это вызывает повреждение окружающих предметов [3].

Взрывчатые вещества чрезвычайно разнообразны и по своему химическому

составу, физическим свойствам и агрегатному состоянию. подразделяются на четыре группы: иницирующие ВВ, бризантные ВВ, метательные ВВ (или пороха) и пиротехнические составы.

Несмотря на то, что в настоящее время известно большое число взрывчатых веществ, в осуществлении терактов, за редкими исключениями, используются выпускаемые промышленностью бризантные взрывчатые вещества. Бризантные ВВ по своему составу разделяют на две группы: индивидуальные взрывчатые вещества и взрывчатые смеси.

Индивидуальными ВВ являются органические вещества, молекулы которых содержат одну либо несколько нитрогрупп (NO_2). Примерами индивидуальных ВВ являются такие нитросоединения, как тротил, тетрил и гексоген, а также нитроэфиры ТЭН, нитроглицерин и нитроглицоль. К индивидуальным взрывчатым веществам относятся и соли азотной кислоты: нитрат аммония, нитрат натрия и другие. Перечень наиболее распространенных индивидуальных ВВ приведен в таблице 1.1.

Таблица 1.1 – Перечень наиболее распространенных индивидуальных ВВ

Взрывчатое вещество	Химическая формула
Тринитротолуол (TNT)	$\text{C}_7\text{H}_5\text{N}_3\text{O}_6$
Гексоген (RDX)	$\text{C}_3\text{H}_6\text{N}_6\text{O}_6$
Октоген (HMX)	$\text{C}_4\text{H}_8\text{N}_8\text{O}_8$
Пентаэритриттетранитрат (PETN)	$\text{C}_5\text{H}_8\text{N}_4\text{O}_{12}$
Пикриновая кислота	$\text{C}_6\text{H}_3\text{N}_3\text{O}_7$
Тетрил	$\text{C}_7\text{H}_5\text{N}_5\text{O}_8$
Тринитробензол (TNB)	$\text{C}_6\text{H}_3\text{N}_3\text{O}_6$
Нитрат аммония (AN)	$\text{H}_4\text{N}_2\text{O}_3$

Способность индивидуальных соединений взрываться обусловлена определенным соотношением числа атомов углерода, водорода и кислорода в молекуле.

Большинство терактов, осуществляемых с применением бризантных ВВ, основано на применении тротила или тротилосодержащих смесей, поскольку данные вещества массово выпускаются и применяются как в военном деле, так и при проведении взрывных работ гражданского назначения. В силу широкой распространенности, именно по тротилу проводится обучение служебных розыскных собак и проверка пороговой чувствительности существующих газоаналитических приборов поиска ВВ [4, 5].

Взрывчатые смеси – это смеси, состоящие из компонентов, богатых кислородом, углеродом и водородом, которые взаимодействуют при взрыве. Перечень наиболее распространенных смесей ВВ приведен в таблице 1.2.

Таблица 1.2 – Перечень наиболее распространенных смесей ВВ

Наименование	Состав смеси
Amatol	ТНТ, нитрат аммония (20/80, 50/50)
С-4	Гексоген (91 %), полиизобутилен (2,1 %), моторное масло (1,6 %), 2-этилгексилсебацат (5,3 %)
Cyclotol	Гексоген (75 %), ТНТ (25 %)
HBX	Гексоген (40 %), ТНТ (38 %), алюминиевый порошок (17 %), десенсибилизаторы (5 %)
LX-16	ТЭН (96%), полимерное связующее (4%),
Octol	Октоген (75%), ТНТ (25 %)
PBX 9501	Октоген (95%), полимерное связующее (5%)
PBX 9503	ТАТВ (80 %), Октоген (15 %), полимерное связующее (5 %)
Pentolite	ТЭН (50 %), ТНТ (50 %)
Semtex	Гексоген (50 %), ТЭН (50 %), полимерное связующее (5 %)

Таким образом, можно отметить, что перечень ВВ, которые необходимо обнаруживать известен и ограничен по номенклатуре.

1.2.2. Летучесть взрывчатых веществ

С поверхности взрывчатого вещества происходит непрерывное испарение (сублимация) молекул. Взрывчатые вещества, обладающие высокой концентрацией насыщенных паров, называют летучими ВВ, и наоборот, ВВ с меньшей концентрацией насыщенных паров – менее летучими веществами. Концентрации насыщенных паров различных ВВ при одинаковых условиях могут значительно различаться. В работе [6] представлен подробный анализ данных о давлении пара наиболее распространенных ВВ.

Существующие методы контроля ВВ позволяют обнаруживать малые концентрации паров ТНТ на уровне 10^{-14} г/см³. При комнатной температуре давление насыщенных паров таких ВВ, как гексоген или ТЭН, на три порядка ниже давления насыщенных паров тротила. На рисунке 1.1 представлена зависимость давления насыщенного пара известных ВВ от температуры [6].

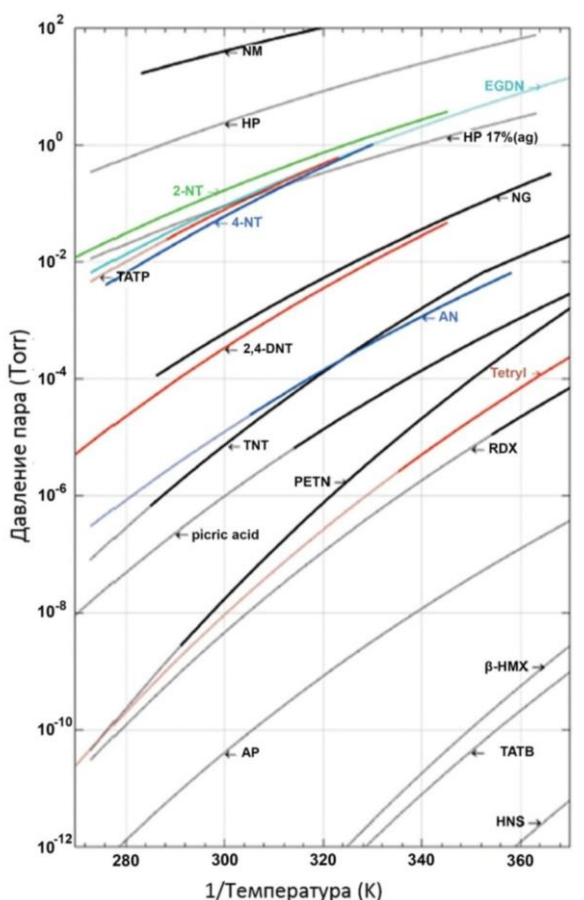


Рисунок 1.1 – Зависимость давления насыщенного пара ВВ от температуры

Отметим, что приведенные в многочисленной литературе величины давления насыщенных паров различных ВВ заметно отличаются, что можно проследить, например, по работам [7 – 9].

Как было сказано ранее, давление насыщенного пара взрывчатых веществ зависит от температуры.

В качестве примера, на рисунке 1.2 (кривая а) показана приведенная в [7] зависимость давления насыщенных паров ТНТ от температуры и показан увеличенный в 100 раз участок этой же зависимости в диапазоне от 15 до 50 °С, (кривая б). Особенностью процесса испарения ТНТ, показанного на рисунке 1.2, является существенное увеличение концентрации паров после нагрева образца до 40 и более градусов Цельсия, а при понижении температуры давление пара уменьшается. Из этого следует снижение эффективности применения аппаратуры контроля паров ВВ при низких температурах. Многие разработчики нашли решение этой проблемы в оснащении аппаратуры обнаружения ВВ дополнительными средствами для подогрева контролируемых объектов.

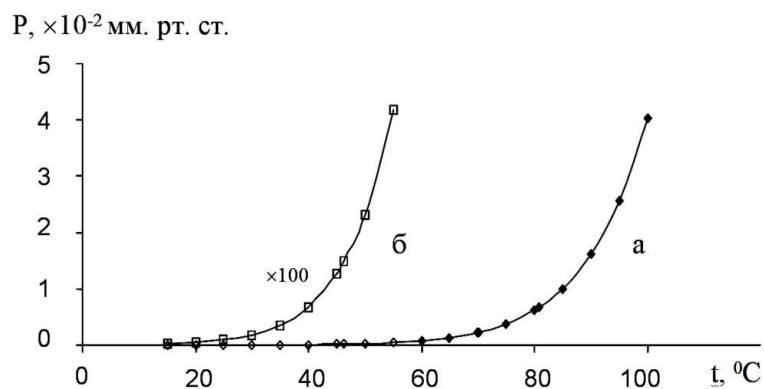


Рисунок 1.2 – Зависимость давления насыщенных паров ТНТ от температуры

Следует отметить, что большинство взрывчатых смесей имеют в своем составе различные пластификаторы, которые приводят к уменьшению давления паров ВВ.

Упаковка, в которую помещено взрывчатое вещество, является также важным фактором, влияющим на испарение и возможность обнаружения паров

ВВ. Используемые для упаковки материалы обладают различной проницаемостью для молекул ВВ. Герметичная упаковка, очевидно, исключает выход паров ВВ наружу. Ряд упаковочных материалов, например, бумага или полиэтилен, обладают достаточной проницаемостью и, следовательно, не исключают возможность обнаружения содержащегося в них ВВ.

При отсутствии принудительной вентиляции диффузия молекул ВВ представляет собой достаточно медленный процесс. Требуется значительное время для выхода молекул ВВ через упаковку или щели в ней на поверхность и образования у поверхности контролируемого объекта такого количества паров, которое уже может быть обнаружено детектором. Следовательно, чем дольше ВВ находится в негерметичной упаковке, тем больше вероятность обнаружить наличие ВВ на ее поверхности.

Кроме перечисленных выше факторов: температуры объекта и окружающей среды, типа упаковки и вещества, а также времени, в течение которого взрывчатое вещество находится при данных условиях, наличие в окружающем воздухе паров мешающих или маскирующих веществ так же влияет на возможность обнаружения ВВ.

1.3. Методы дистанционного контроля следов взрывчатых веществ

Актуальность противодействия криминальному применению взрывчатых веществ стимулирует работы по совершенствованию уже используемых и поиску новых методов контроля взрывчатых веществ. Свидетельством этого являются многочисленные публикации и данные изобретательской активности в этой области развития специальной техники [1, 9–12].

Недостатком большинства существующих прямых методов контроля следовых количеств взрывчатых веществ является то, что они являются пробоотборными и, следовательно, не обеспечивают безопасное для контролирующего сотрудника обнаружение ВВ или ВУ. Типичное для газоаналитических методов расстояние, с которого осуществляется отбор пробы воздуха 2 – 3 см нельзя считать безопасным в условиях применения

в иницирующих устройствах специальных датчиков подрыва. Учитывая сказанное, особый интерес представляют методы контроля паров или частиц ВВ при их детектировании на поверхности исследуемого объекта с расстояния хотя бы в несколько метров, то есть, с расстояния, на котором уже возможно обеспечить необходимый уровень безопасности для сотрудника.

Среди оптических (лазерных) дистанционных методов контроля следовых количеств ВВ, получивших в последнее время наибольшее распространение, можно выделить следующие [13–15]:

- спектроскопия индуцированного лазерным излучением пробоя (лазерно-искровая эмиссионная спектрометрия);
- спектроскопия когерентного антистоксова комбинационного рассеяния света;
- спектроскопия комбинационного рассеяния света;
- методы активного формирования спектральных изображений;
- лазерная фототермическая спектроскопия;
- лазерно-индуцированная флуоресценция продуктов лазерной фрагментации.

Приведем краткие характеристики методов.

Спектроскопия индуцированного лазерным излучением пробоя встречается в отечественной литературе под названием лазерно-искровая эмиссионная спектрометрия (ЛИЭС).

Повышенное содержание в составе большинства видов ВВ азота и кислорода относительно других элементов делает возможным применение метода ЛИЭС для установления принадлежности химического соединения к взрывчатым веществам.

Контроль элементного состава вещества методом ЛИЭС основан на регистрации эмиссионного спектра лазерной плазмы. Излучение лазерной плазмы содержит информацию об элементах, входящих в состав исследуемого вещества, поскольку атомы и ионы каждого элемента имеют определенный набор

характеристических эмиссионных линий [15, 16]. Спектральные данные позволяют быстро и надежно получать количественную и качественную информацию об элементном составе исследуемого объекта.

ЛИЭС технологии обладают относительно высокой чувствительностью по сравнению с другими методами лазерной спектроскопии. Простота конструкции аппаратуры, наличие алгоритмов распознавания ВВ в многокомпонентных смесях по их элементному составу являются основными достоинствами ЛИЭС технологии [15]. Пороговая чувствительность в общем случае зависит от материала подложки, влияющего на энергию десорбции молекул ВВ, и от энергии и режима облучения. Экспериментально показано, что она может быть в интервале от 0,061 до 1,6 нг в реальном времени [17].

Метод, по-видимому, один из первых, реализованных в практических системах контроля, в том числе в мобильной системе дистанционного обнаружения в полевых условиях [18, 19].

В качестве основных недостатков метода ЛИЭС можно отметить разрушающий характер мощного лазерного излучения, что может приводить к утрате вещественных доказательств. Используемые в приборах опасный для глаз длины волн (1064 нм и 532 нм) делает невозможным применение аппаратуры, основанной на данном методе, при досмотре людей и транспортных средств.

Спектроскопия комбинационного рассеяния (СКР) света является хорошо изученным различными авторами дистанционным методом контроля ВВ.

Воздействие монохроматического излучения лазера на исследуемую поверхность сопровождается изменением энергии рассеянного излучения в результате неупругого столкновения фотонов с молекулами (или ионами) мишени. По разнице изменения энергии фотона можно судить об изменении энергии молекулы, то есть, о переходе ее на новый колебательный уровень. Эти переходы используются в качестве характерных признаков, которые идентифицируют исследуемое вещество [20].

Высокая селективность, неразрушительный характер и универсальность

делают метод СКР привлекательным для дистанционного контроля и идентификации ВВ.

Метод когерентного антистоксова комбинационного рассеяния света (КАРС) обеспечивает хорошее пространственное разрешение и также стал использоваться для контроля ВВ [21–23].

КАРС представляет собой метод изучения структуры и строения вещества по сигналу рассеянного света. Применение лазеров с узкой полосой генерации позволяет достичь высокого спектрального разрешения полос когерентного рассеяния. Технология КАРС имеет ряд преимуществ по сравнению с СКР, особенно в уровне и направленности рассеянного сигнала. Это позволяет применять метод КАРС в условиях интенсивных фоновых засветок, например, для исследования процессов горения. Однако высокий уровень некогерентного рассеяния в процессе КАРС не позволяет использовать этот метод для контроля низких концентраций взрывчатого вещества.

Метод активного формирования спектральных изображений состоит в получении многомерного пространственно-спектрального изображения в результате облучения поверхности исследуемого объекта, несущего следовые количества взрывчатого вещества, перестраиваемым ИК-лазером с узкой полосой генерации [14]. Диапазон перестройки лазера лежит в средней ИК-области, где сосредоточены полосы поглощения ВВ. После взаимодействия лазерного излучения со следовыми количествами ВВ, отклик в виде диффузно-рассеянного излучения регистрируется с помощью микроболометрической камеры. Гипер- и мультиспектральные изображения могут быть получены как в рассеянном свете [24–27], так и в испускаемом объектом тепловом излучении [27–30]. Этот же подход может быть использован и для эффекта СКР [31, 32].

Материалы публикаций по применению рассматриваемого метода для дистанционного контроля следов ВВ на поверхностях объектов свидетельствуют о его перспективности [33–36].

Фототермические методы, основанные на прямой регистрации поглощения

в анализируемой среде энергии по сопутствующим изменениям физических и термодинамических параметров, позволяют получить информации о свойствах и составе среды.

Существует множество методов контроля теплового состояния вещества, различающихся способом регистрации фототермического сигнала.

Многообещающими с точки зрения их использования для решения задачи контроля и идентификации следовых количеств ВВ являются методы фотоакустической и дефлекционной спектроскопии, а также метод получения ИК-фототермического изображения при резонансном воздействии на объект исследования [14].

Следует отметить, что на сегодняшний день коммерческая аппаратура, в полной мере отвечающая требованиям, предъявляемым к дистанционным лазерным сенсорным фототермическим устройствам, отсутствует. В связи с этим вполне понятен интерес, проявляемый к разработке устройств для дистанционного обнаружения и идентификации следов взрывчатых веществ на поверхности тел этим методом.

Более подробно рассмотрим один из дистанционных оптических методов контроля следовых количеств взрывчатых веществ флуоресцентной спектроскопии. Использование лазера для возбуждения флуоресценции делает возможным дистанционное, на расстоянии нескольких метров, решение задачи обнаружения взрывчатых веществ.

Однако использование эффекта флуоресценции для дистанционного контроля паров взрывчатых веществ осложняется тем, что многоатомные молекулы ВВ малоактивны в процессах флуоресценции в силу высокой вероятности безизлучательной релаксации молекулярных систем этого типа. Именно поэтому молекулы ВВ имеют очень низкую интенсивность спектров флуоресценции. В тоже время, при взаимодействии молекул ВВ с фотонами высокой энергии (в УФ диапазоне длин волн), происходит процесс диссоциации больших молекул с образованием более простых осколков. Этот процесс

называется лазерным фотолизом и позволяет дистанционно и бесконтактно образовать фрагменты молекул ВВ, которые имеют высокий квантовый выход флуоресценции. Последующее целенаправленное эффективное возбуждение флуоресценции в молекулах-осколках является признаком наличия исходного вещества [37, 38].

Применение лазерной фрагментации позволяет свести контроль следовых количеств ВВ к задаче обнаружения более простых молекул, спектроскопические свойства которых хорошо изучены и имеют четко выраженные резонансы.

Выбор молекулы NO в качестве характеристического фрагмента взрывчатого вещества имеет ряд преимуществ. Нитрогруппа определяет детонационные свойства наиболее распространенных ВВ и является их характерным компонентом. Функциональные нитрогруппы (C—NO₂, N—NO₂, O—NO₂) имеют наименьшую энергию связи, и в процессе лазерной фрагментации появление фрагментов NO наиболее вероятно. Кроме того, молекулы ВВ имеют достаточно высокое сечение поглощения (фрагментации) на длине волны возбуждения фрагментов NO, что позволяет использовать один и тот же источник излучения и для фрагментации, и для возбуждения фрагментов.

Исследования по совместному использованию лазерно-индуцированной флуоресценции фрагментов и лазерного фотолиза NO (метод ЛИФ-ЛФ) в задачах обнаружения нитросоединений представлены в работах [39, 40], в которых одновременно использовалось лазерное излучение с длиной волны 226 нм для фрагментации и возбуждения характеристических фрагментов. Схема метода представлена на рисунке 1.3.

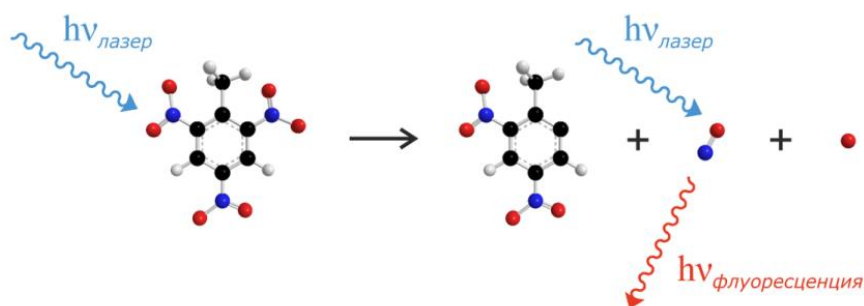


Рисунок 1.3 – Схема метода ЛИФ-ЛФ

После возбуждения молекулы NO из основного состояния ($X^2\Pi$) в электронно-возбужденное ($A^2\Sigma^+$) излучением с длиной волны 226 нм [переход $A^2\Sigma^+ (v' = 0) \leftarrow X^2\Pi (v'' = 0)$], происходит флуоресценция на длинах волн 226, 236 и 248 нм [$A^2\Sigma^+ (v' = 0) \rightarrow X^2\Pi (v'' = 0, 1, 2)$].

Такой подход должен обеспечивать высокую чувствительность метода ЛИФ-ЛФ. Авторами было отмечено, что такой способ возбуждения флуоресценции NO-фрагментов из основного состояния имеет ограничение, связанное с возможным возбуждением флуоресценции как атмосферных примесей, так и фоновых NO в атмосфере. Два способа решения данной проблемы были предложены различными авторами: двухфотонное возбуждение NO-фрагментов [41, 42] и возбуждение NO-фрагментов из второго колебательного состояния [43–45]. В первом случае излучением с длиной волны 226 нм молекула из основного состояния переводится в электронно-возбужденное $A^2\Sigma^+$, а затем излучением с длиной волны 1100 нм возбуждается до электронного уровня $D^2\Sigma^+$. Флуоресценция, возникающая при релаксации молекул с этого уровня, наблюдается на длинах волн короче, чем длина волны возбуждающего излучения (187 – 210 нм). Такой подход позволяет исключить влияние атмосферных примесей, но не избавляет от флуоресценции фоновых молекул NO.

Фоновая концентрация молекул NO в атмосфере может достигать значений 100 ppb и определять предел чувствительности метода.

Если энергия возбуждающих фотонов превосходит энергию разрыва связи, то этот избыток энергии может перейти в энергию колебательного возбуждения фрагментов. Детальное исследование процессов фрагментации показывает, что при фотолизе паров ВВ часть NO-фрагментов рождается во втором колебательном состоянии ($v'' = 2$). Населенность этого уровня для фрагментов может составлять до 10 % [45], в то время как его тепловая населенность (в соответствии с распределением Больцмана) на 7 – 8 порядков ниже.

Таким образом, если возбуждать флуоресценцию со второго колебательного уровня ($v'' = 2$) основного состояния на нулевой колебательный уровень ($v' = 0$)

возбужденного состояния, то, во-первых, возбуждаются только NO-фрагменты ВВ; во-вторых, процесс будет антистоксов, т.е. флуоресценция смещается в синюю область от возбуждающей длины волны, в то время как мешающая флуоресценция примесей (возбужденная из основного состояния) будет стоксова (то есть, смещена в красную область спектра). Очевидно, что выбор такого способа возбуждения флуоресценции NO-фрагментов позволяет обеспечить высокую чувствительность и помехоустойчивость метода контроля.

В работе [46] была показана принципиальная возможность применения метода контроля паров тротила с использованием одночастотного лазерного фотолиза с возбуждением флуоресценции NO-фрагментов из второго колебательного состояния. При этом была достигнута пороговая чувствительность по концентрации паров ТНТ не хуже 8 ppb на расстоянии 15 см, а позднее не хуже 15 ppb на дистанции 2,5 м [47].

Эти достижения дают предпосылки для экстраполяции метода на более высокую чувствительность и дальность действия.

1.4. Газоаналитические методы и средства контроля взрывчатых веществ

История развития в нашей стране газоаналитических методов поиска взрывчатых веществ началась в период подготовки к проведению Летних Олимпийских игр, проходивших в Москве в 1980 году. С целью принятия необходимых мер для предотвращения террористических угроз и обеспечения безопасности спортивных мероприятий, на базе Новосибирского Института прикладной физики Министерства машиностроения СССР была создана лаборатория под руководством профессора В.В. Кузнецова, которой было поручено разработать портативный газоаналитический обнаружитель для поиска скрытых закладок взрывчатых веществ.

Проблемы газоаналитического обнаружения ВВ до сих пор остаются в центре внимания исследователей и разработчиков данной аппаратуры. Однако

ситуация в отношении пределов контроля ВВ газоаналитическими методами меняется не очень быстро, несмотря на появление новых разработок.

В настоящее время наиболее известные газоаналитические технологии обнаружения ВВ базируются на газовой хроматографии и спектрометрии подвижности ионов (дрейф-спектрометрии).

В методе газовой хроматографии используется принцип разделения анализируемой пробы вещества внутри капиллярной колонки при ее движении в потоке газа-носителя [2].

В газохроматографических анализаторах следовых количеств ВВ часто используются в качестве газа-носителей высокочистые азот, аргон или атмосферный воздух высокой очистки. Скоростные газохроматографические анализаторы основаны на использовании разделительных поликапиллярных колонок (ПКК), изобретенных в Новосибирске [48]. Авторы работ [10, 45] отмечают отличительные особенности ПКК, такие как: быстродействие (время разделения менее минуты), способность разделения веществ при пониженных температурах разделения и, как следствие, с малым энергопотреблением, а также возможность создания портативных приборов. Поликапиллярные колонки пропускают относительно большой объем анализируемой пробы, что обеспечивает лучшие условия для детектирования разделенных веществ.

С целью обеспечения эффективного обнаружения ВВ газоаналитические приборы комплектуются специальными пробоотборными устройствами с вихревым либо прямоточным режимом работы для отбора пробы воздуха. Для повышения чувствительности используется предварительное концентрирование на специальные концентраторы с развитой сорбирующей поверхностью.

Исследования показали [49], что использование вихревого отбора пробы воздуха значительно увеличивает площадь сбора пробы в зоне предполагаемого размещения ВВ по сравнению с прямым всасыванием, что в свою очередь позволяет значительно увеличить скорость обследования объектов. Такой способ отбора пробы воздуха обеспечивает оптимальные условия отбора: во-первых,

с расстояния 15 – 20 см, а, во-вторых, из труднодоступных мест, таких как щели, отверстия.

Для регистрации выходящих из колонки компонентов используют различные детекторы. Для регистрации взрывчатых веществ обычно используют детектор электронного захвата (ДЭЗ), аргонный ионизационный детектор (АИД), хемилюминесцентный детектор (ХЛД), или ионизационный детектор перестраиваемой селективности (ИДПС), могут так же в качестве детекторов использоваться спектрометры: спектрометр ионной подвижности (СИП) и спектрометр приращения ионной подвижности (СПИП).

На рынке газовые хроматографы представлены как моделями зарубежного производства, например, Smiths Detection (США – Канада), Ai Cambridge Ltd (Англия), так и российского производства: хроматографы серии «ЭХО» (Новосибирск), «GCS-02» (Новосибирск) и другие.

Важным фактором, повышающим интерес к использованию газоаналитических приборов для обнаружения взрывчатых веществ, является ратифицированная Россией и другими странами «Конвенция о маркировке пластических взрывчатых веществ в целях их обнаружения» [50] (принята в Монреале 1 марта 1990 г., ратифицирована Федеральным законом Российской Федерации № 201-ФЗ от 24 июля 2007 г.). Согласно этой Конвенции, все производители взрывчатых веществ обязуются при производстве добавлять в их состав в небольших количествах специальные вещества-метки: EGDN (этиленгликольдинитрат), DMNB (2,3-диметил-2,3-динитробутан), p-MNT (парамононитротолуол), не изменяющие свойств взрывчатки, но обладающие высоким давлением паров. Добавление меток в промышленно выпускаемые взрывчатые вещества призвано повысить их газовыделение, тем самым повысить возможность контроля ВВ по меткам с использованием методов газового анализа. Данное решение повышает потребность в эффективной досмотровой и поисковой технике.

Наряду с газовой хроматографией в быстродействующих портативных приборах применяются методы: спектрометрия ионной подвижности и ее разновидность – спектрометрия приращенной ионной подвижности.

В методе СИП молекулы смеси веществ сначала ионизируются различными методами и разделение ионов осуществляется по их подвижности в продольном электрическом поле [51].

Типичное время дрейфа ионов составляет несколько миллисекунд и зависит от атмосферного давления и температуры. Режимы разделения ионов в СИП разные – для положительных (наркотические средства) и отрицательных (взрывчатые вещества). СИП работает, как правило, в одной моде: положительной или отрицательной, но появились и приборы типа ITEMISER и IONSCAN 400B с автоматическим переключением режимов разделения [52].

Приборы ITEMISER и IONSCAN-400B содержат автоматическую калибровку, автоматическое переключение режимов разделения мод, виды пробоотбора: ручное устройство отбора воздуха, контактный отбор проб на аналитическую салфетку. Нижний предел обнаружения от 10^{-9} до 10^{-12} г.

Из малогабаритных (ручных) приборов с массой 3,2 кг нужно отметить Varog Tracer² для обнаружения ВВ и наркотических средств (НС). Высокая чувствительность на пикограммовом уровне в пробе по ВВ и НС достигается применением концентрирования паров [53].

Применение СИП в газовом хроматографе в качестве детектора приводит к значительному повышению селективности. Например, хроматографический обнаружитель EGISTM Defender [54] обеспечивает обнаружение одновременно пластических и коммерческих ВВ.

Достаточно большой перечень аналитических приемов реализован в одной из последних российских разработок обнаружителей, основанной на спектрометрии ионной подвижности – детекторе Кербер [55]. Прибор содержит нерадиоактивный источник ионизации на основе импульсного коронного разряда, имеет режимы анализа паров органических веществ в воздухе

контролируемого объекта и твердых частиц, собранных на специальную салфетку из алюминиевой фольги (ГОСТ 745-2003) путем протирки контролируемой поверхности объектов. В детекторе достигнут порог обнаружения паров ТНТ в концентрации -10^{-13} г/см³.

В начале 80-х годов прошлого столетия в Новосибирском Академгородке был создан спектрометр подвижности ионов, в котором разделение ионов ведется с использованием поперечного электрического поля по параметрам нелинейной зависимости коэффициента подвижности ионов от величины напряженности электрического поля [56]. Изобретатель прибора М.П. Горшков (г. Новосибирск) назвал его газоанализатором ионизационным (ГАИ), а наименование, отражающее физическую суть процессов разделения ионов: спектрометр приращения ионной подвижности, предложил И.А. Буряков [57]. Действие метода основано на сильной зависимости подвижности от напряженности электрического поля, поэтому в СПИП реализуется существенно более высокая селективность по сравнению с СИП [58]. Применение очищенного атмосферного воздуха в качестве газа-носителя и изобретение замкнутого газового контура для газа-носителя [59] обеспечивают порог по ТНТ – $1,4 \times 10^{-14}$ г/см³ [60].

В этом методе вещества в пробе сначала ионизируются, а затем в разделительной камере ведется разделение ионов по приращению ионной подвижности в сильном электрическом поле с использованием суммы двух поперечных (относительно движения ионов вдоль камеры) электрических полей: сильного знакопеременного периодического во времени несимметричного по полярности поля и постоянного компенсирующего. В сильном электрическом поле (уровень несколько кВ/см) коэффициент подвижности ионов становится функцией напряженности электрического поля. В результате действия двух полей осуществляется разделение ионов по параметру нелинейной зависимости коэффициента подвижности ионов от величины напряженности электрического поля.

Дрейф-спектрометры выпускаются, как правило, в портативном варианте, в отличие от хроматографов обладают небольшими массогабаритными характеристиками. Благодаря своему принципу действия они обладают достаточно высоким быстродействием, анализ пробы воздуха происходит практически в режиме реального времени.

Эти приборы показывают хорошие результаты при поиске взрывчатых веществ, в состав которых входит наиболее распространенный тротил или нитроглицерин, обладающие достаточно высокой летучестью. В настоящее время метод спектрометрии приращения ионной подвижности обширно представлен на зарубежном рынке компаний США и Канады, а также реализован в ряде портативных приборов отечественного производства.

Несколько отечественных приборов успешно прошли испытания и приняты на снабжение правоохранительных органов. К таким приборам относится портативный детектор «МО-2М» производства ЗАО «Сибел» (г. Новосибирск). Область применения детектора – обеспечение безопасности на транспорте, производственных предприятиях, служебных и жилых помещениях, при обследовании почтовой корреспонденции, различных упаковок и грузов, а также физических лиц.

Детектор не содержит радиоактивных материалов, ионизация анализируемого воздуха осуществляется встроенным рентгеновским излучателем. Конструктивно детектор состоит из двух каналов: канала сравнения, содержащего картридж с источником паров ТНТ (внутренний стандарт), и измерительного канала, используемого для анализа проб воздуха. Автокалибровка детектора в процессе работы осуществляется путем контроля параметров сигнала от внутреннего стандарта в канале сравнения с частотой 1 Гц и корректировке электрических параметров измерительного канала при изменении внешних условий.

Для контроля частиц (следов) взрывчатых веществ в состав детектора входят салфетки для отбора и анализа частиц с поверхности обследуемых

объектов и испарительная камера для стимулирования парообразования собранных частиц. Время отклика при отборе проб воздуха составляет не более 2 с при температуре плюс 25 °С и относительной влажности 50 %, в этих условиях пороговая чувствительность к парам ТНТ будет не хуже 10^{-13} г/см³ или не более 500 пикограмм по частицам.

В детекторе «МО-2М» газ-носитель не используется. Определяемые детектором взрывчатые вещества: ТНТ, гексоген, ТЭН, нитроглицерин, тетрил и ВВ на их основе.

Портативный детектор паров ВВ «Пилот-М» разработан специалистами ООО «Лаванда-Ю» (г. Москва) в начале 2000 годов. Детектор «Пилот-М» не содержит в своем составе радиоизотопного источника излучения – в качестве источника ионизации используется генератор коронного разряда, поэтому он абсолютно безопасен для оператора и окружающей среды. Обнаружение взрывчатого вещества осуществляется путем отбора пробы с поверхности или из внутреннего объема обследуемых объектов, а входящее в состав изделия устройство нагрева пробы для увеличения испарения позволяет анализировать труднолетучие взрывчатые вещества, такие как гексоген и ТЭН. Во время проведения XXII Олимпийских зимних игр в г. Сочи детектор «Пилот-М» использовался для обеспечения безопасности проводимых мероприятий.

Разработчики и производители специальной техники постоянно совершенствуют свою аппаратуру газового анализа, добиваясь улучшения ее технических характеристик (чувствительности, селективности, времени анализа, массы, габаритов). Также постоянно расширяется и список взрывчатых веществ, обнаруживаемых газоаналитическими приборами, улучшаются другие их потребительские характеристики.

Несмотря на то, что большинство применяемых поисковых приборов контроля взрывчатых веществ обеспечивают чувствительность на уровне 10^{-12} – 10^{-14} г/см³, ряд авторов отмечают важность дальнейшего повышения чувствительности методов и приборов их реализующих [61].

Объединение в одном устройстве технических решений двух упомянутых методов, а именно газовой хроматографии и спектрометром приращения ионной подвижности в качестве детектора приводит к повышению селективности прибора. Кроме того, применение в одном приборе двух методов обеспечивает повышение его пороговой чувствительности на два порядка – по концентрации до уровня 10^{-16} г/см³ [62].

На основе накопленного научно-технического задела и многолетнего опыта по разработке газоаналитических приборов специалистами ЗАО «Спецприбор» (г. Тула) был разработан детектор взрывчатых веществ «След-В», использующий в своей работе сочетание газовой хроматографии и спектрометрии ионной подвижности. Прибор «След-В» предназначен для проведения контроля только микрочастиц, отобранных контактным способом. В состав прибора «След-В» входит комплект пробоотборных элементов многоразового использования, обеспечивающих сбор пробы ВВ с поверхности исследуемого объекта. Использование в процессе эксплуатации прибора многоразовых пробоотборных элементов и автоматически очищающихся встроенных фильтров практически полностью исключает необходимость обеспечения расходными материалами. Прибор может использоваться в составе комплексных систем безопасности либо самостоятельно. В качестве объектов исследования используются различные поверхности: руки, иные участки тела человека, одежда, документы, ручная кладь и багаж и т.п.

Также преимуществом этого прибора является отсутствие радиоактивных источников ионизации, что делает работу с данным прибором полностью безопасной для оператора.

Первый портативный газохроматографический обнаружитель паров ВВ был разработан не так давно – в середине XX века. Газовая хроматография в настоящее время является традиционным и достаточно хорошо изученным физико-химическим методом, используемым в практике лабораторных

и экспертно-криминалистических исследований различных веществ. Параметры некоторых детекторов паров ВВ приведены в таблице 1.3.

Таблица 1.3 – Основные технические характеристики серийно выпускаемых детекторов ВВ [63]

Обнаружитель паров ВВ	Обнаруживаемые ВВ	Технические характеристики
«ЭХО-М» (ИНГГ СО РАН, г. Новосибирск)	Нитроглицерин, ДНТ, ТНТ, гексоген, ТЭН и др. в т.ч. пластичные ВВ	Принцип действия: газовая хроматография / детектор электронного захвата Чувствительность: не хуже 10^{-14} г/см ³ Газоснабжение: аргон Время анализа: 11 – 44 с Масса: 11 кг Габаритные размеры: (45 × 33 × 14) см
«ЭХО-В» (ИНГГ СО РАН, г. Новосибирск)	Нитроглицерин, ДНТ, ТНТ, гексоген, ТЭН и др. в т.ч. пластичные ВВ	Принцип действия: газовая хроматография / ионный детектор перестраиваемой селективности Чувствительность: не хуже 10^{-14} г/см ³ Газоснабжение: очищенный воздух Время анализа: 20 – 200 с Масса: 10 кг Габаритные размеры: (50 × 33 × 13) см
«М0-2М» (ЗАО «Сибел»)	Нитроглицерин, ДНТ, ТНТ, гексоген, ТЭН и др.	Принцип действия: спектрометрия приращения ионной подвижности Чувствительность: не хуже 10^{-13} г/см ³ Время анализа: 2 с Масса: 1,3 кг Габаритные размеры: (31 × 82 × 10) см
«ГХС-02П» (ЗАО «Сибел»)	Нитроглицерин, ДНД, ТНТ, гексоген, ТЭН и др. в т.ч. пластичные ВВ	Принцип действия: газовая хроматография / детектор электронного захвата Чувствительность: не хуже 10^{-14} г/см ³ Время анализа: 11 – 44 с Масса: 20 кг Габаритные размеры: (46 × 34 × 19) см
«Пилот-М» (ООО Лаванда-Ю)	ТНТ, ДНТ, нитроглицерин, гексоген, ТЭН и составы на их основе	Принцип действия: спектрометрия приращения ионной подвижности Чувствительность: не хуже 10^{-13} г/см ³ Время анализа: не более 1 с Масса: 2 кг Габаритные размеры: (30 × 18 × 9) см
«След-В» (ЗАО «Спецприбор»)	ДНТ, ТНТ, нитроглицерин, гексоген, октоген, тетрил, ТЭН и составы на их основе	Принцип действия: газовая хроматография со спектрометром ионной подвижности в качестве детектора Чувствительность: не хуже 10^{-10} г Время анализа: не более 20 с Масса: 16,5 кг Габаритные размеры: (36,5 × 43 × 22) см

Выводы

1. Проблема оперативного обнаружения ВВ или ВУ на их основе сегодня остается достаточно актуальной. Как в России, так и за рубежом непрерывно ведутся работы по поиску/отработке/внедрению способов повышения чувствительности, селективности и быстродействию существующих многочисленных физико-химических методов контроля паров и следовых количеств ВВ. Исследования ведутся как по пути совершенствования традиционных пробоотборных газоаналитических методов, так и по развитию дистанционных лазерных спектроскопических методов.

2. В практике антитеррористического контроля используются пробоотборные газоаналитические детекторы с порогом обнаружения пара ТНТ в концентрации 10^{-14} г/см³, что соответствует пороговой чувствительности равной 10 пг ТНТ в пробе. Для реализации высокой пороговой чувствительности в газоаналитических обнаружителях применяют контактный сбор микрочастиц ВВ с поверхности объектов. Отбор проб осуществляется вручную специальными салфетками при контроле объектов, включая людей. Эффективность контроля при этом повышается, но скорость контроля остается низкой за счет необходимости проведения процедуры отбора пробы, ее транспортировки до аналитической аппаратуры и последующего анализа.

3. Активно развиваются методы дистанционного/неконтактного контроля объектов на предмет наличия на их поверхности следов ВВ. Можно отметить исследования в области оптической и терагерцовой спектроскопии. Среди них по сочетанию таких параметров, как дальность и чувствительность обнаружения следует отметить лидарный метод на основе совместного использования лазерно-индуцированной флуоресценции при лазерной фрагментации (ЛИФ-ЛФ).

4. Представляет практический интерес сравнение эффективности обнаружения паров и следов ВВ с помощью дистанционного ЛИФ-ЛФ метода и пробоотборного газоаналитического метода при контроле одних и тех же объектов.

Глава 2. Определение пороговой чувствительности регистрации следов микрочастиц ВВ на поверхности объектов дистанционным методом лазерно-индуцированной флуоресценции при лазерной фрагментации азотсодержащих молекул ВВ

2.1. Лидарный обнаружитель следов взрывчатых веществ на основе лазерно-индуцированной флуоресценции при лазерной фрагментации азотсодержащих молекул ВВ

Взрывчатые вещества при контакте с различными объектами могут оставлять на их поверхности следы в виде микрочастиц. Обнаружение таких следов ввиду их незначительной массы (в пределах сотен пикограмм, нанограмм) возможно только прямыми методами. Разные поверхности в силу своих свойств (например, пористости) по-разному адсорбируют взрывчатые вещества и могут длительное время сохранять их присутствие, в частности, на руках человека ВВ могут быть обнаружены даже после многократного мытья рук [64–66].

Актуальная задача оперативного обнаружения ВУ и лиц, причастных к их изготовлению и применению может быть решена с помощью технических средств выявления следов взрывчатых веществ. При этом научный интерес представляют методы дистанционного контроля и средства скрытного обнаружения.

Существующие на практике традиционные системы мониторинга поверхности объектов в основном базируются на использовании пробоотборных методов и средств контроля – это методы газовой хроматографии и спектрометрии подвижности ионов. Специальная досмотровая техника, основанная на этих методах, предусматривает предварительную пробоподготовку паров или микрочастиц ВВ. Микрочастицы отбираются специальной аналитической салфеткой с поверхности объектов путем прямого контакта с объектом контроля. Однако, отбор проб может быть затруднен или вообще невозможен из-за технической недоступности обследуемого объекта.

По этим причинам исследование возможностей дистанционного, бесконтактного и скрытного обнаружения и идентификации паров и следов ВВ на поверхностях предметов в режиме реального времени чрезвычайно актуально.

В ходе выполнения диссертационной работы был использован разработанный и изготовленный совместными усилиями трех институтов Сибирского отделения Российской академии наук (Института проблем химико-энергетических технологий, Института оптики атмосферы им. В. Е. Зуева и Института сильноточной электроники) макет дистанционного детектора следов взрывчатых веществ (ДДС ВВ). В макете реализован метод ЛИФ-ЛФ азотсодержащих молекул ВВ [67]. Макет ДДС ВВ обеспечивает зондирование объекта, удаленного на расстояние до 5 м. Угловой диапазон сканирования составляет от -9° до $+12^\circ$ от линии горизонта в вертикальной плоскости и $8,8^\circ$ в горизонтальной плоскости. Область зондирования соответствует угловым габаритам ростовой фигуры человека с расстояния 4,1 м, время сканирования составляет от 1 до 10 с.

Принцип действия макета ДДС ВВ основан на использовании описанного в пункте 1.3 настоящей диссертации метода ЛИФ-ЛФ основанного на эффекте лазерно-индуцированной резонансной флуоресценции NO-фрагментов, возникающих при лазерной фрагментации молекул ВВ, содержащих азот. Определенным преимуществом данного метода является то, что образование NO-фрагментов идет как в твердой фазе следа, так и в парах ВВ, возникающих в результате испарения взрывчатого вещества при воздействии лазерного излучения. Обобщенная схема использования метода ЛИФ-ЛФ для контроля паров и микрочастиц взрывчатых веществ приведена на рисунке 2.1.

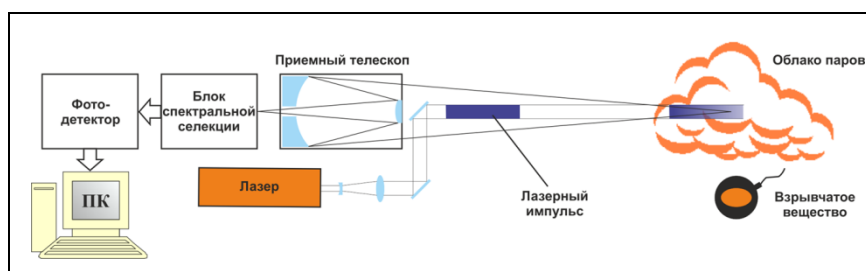


Рисунок 2.1 – Схема ЛИФ-ЛФ контроля паров и микрочастиц ВВ

Источником излучения в макете ДДС ВВ был перестраиваемый эксимерный KrF-лазер с узкой линией генерации 247,865 нм [68]. Эта же частота использовалась для десорбции, фрагментации молекул ВВ и возбуждения флуоресценции NO-фрагментов [66].

Система приема и спектральной селекции оптических сигналов представляет собой двойной монохроматор, осуществляющий его прием и спектральное выделение полосы флуоресценции молекулы NO ($A^2\Sigma^+ (v' = 0) \rightarrow X^2\Pi (v'' = 0)$) на длине волны 226,5 нм и подавления линии несмещенного рассеяния возбуждающего лазерного излучения [69].

Многоканальная система фотодетектирования, выполненная на основе комбинации двух 32-анодных ФЭУ Н7260-04 (Hamamatsu Photonics), позволяет получить 64 пикселя изображения строки подсвета, соответствующих пространственному разрешению вдоль строки в зоне обследования порядка 1 см. Процесс фотодетектирования в каждом пикселе осуществляется в режиме счета фотонов с временным разрешением 5 нс.

Программа визуализации принимаемого сигнала производит восстановление лидарного отклика в области сканирования и выделяет участки области с превышением сигнала над шумом.

Сканирование исследуемой поверхности объекта осуществляется за счет перемещения горизонтальной строки лазерного подсвета в направлении сверху вниз.

Внешний вид макета дистанционного детектора следов взрывчатых веществ представлен на рисунке 2.2. Основные технические и аналитические характеристики макета ДДС ВВ представлены в таблице 2.1 [70].



Рисунок 2.2 – Внешний вид макета ДДС ВВ

Таблица 2.1 – Основные технические и аналитические характеристики макета ДДС ВВ

Параметр	Значение
Тип обнаруживаемых ВВ	Азотсодержащие
Дальность обнаружения, м	5
Время обследования, с	1–10
Линейное поле обзора (высота × ширина), мм	1500 × 500
Потребляемая мощность, кВт	4
Время выхода на рабочий режим, мин	5
Масса, кг	245
Габаритные размеры (длина × ширина × высота), мм	1520 × 1120 × 960

В диссертационной работе экспериментально подтверждены возможности метода ЛИФ-ЛФ при контроле следов ВВ на объектах и в отпечатках на стекле пальцев рук, предварительно касавшихся взрывчатых веществ.

Оценочные испытания макета ДДС ВВ проводили по разработанной автором диссертационной работы и утвержденной в системе МВД России

программе и методике, результаты испытаний оформлены протоколом (Приложения А, Б).

2.2. Определение пороговой чувствительности дистанционного детектора следов ВВ

Для оценки чувствительности макета ДДС ВВ в качестве исходных определяемых ВВ были использованы гранулированный технический ТНТ (ГОСТ 4117-78) и порошкообразный гексоген (ГОСТ В 5207-61). Дальность обнаружения следов взрывчатых веществ макетом ДДС ВВ определялась размерами помещения в котором они проводились и составила 4,1 м от передней стенки корпуса макета ДДС ВВ [66, 71] (5 м – от первого оптического элемента приемной оптической системы макета).

На расстоянии 4,1 м от макета ДДС ВВ на предметном столике устанавливался кронштейн с закрепленным на нем исследуемым образцом. При нормальных климатических условиях производилось импульсное лазерное зондирование образца и регистрация оптического отклика.

Расположение ДДС ВВ и исследуемого образца при проведении экспериментов представлено на рисунке 2.3.

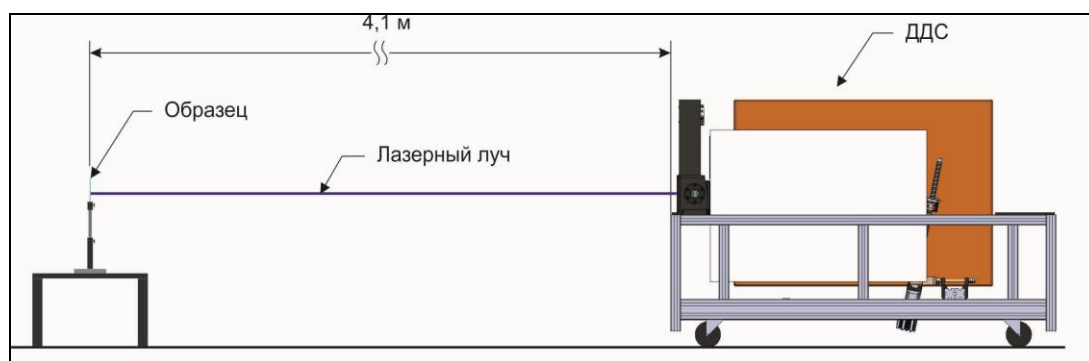


Рисунок 2.3 – Схема проведения экспериментов

Для оценки пороговой чувствительности испытываемого макета ДДС ВВ были проведены эксперименты с использованием образцов с различными поверхностными концентрациями следов ВВ. Создание следов ВВ с контролируемой поверхностной концентрацией на алюминиевой фольге

производилось путем нанесения фиксированного объема (100 мкл) раствора ВВ в химически чистом ацетоне (ГОСТ 2603-79) на заданную площадь подложки ($1,9 \text{ см}^2$) с последующим испарением растворителя. При концентрации раствора ТНТ 1 мкг/мл после испарения образовывалась средняя поверхностная концентрация, которую оценивали равной 53 нг/см^2 . При концентрации раствора гексогена в химически чистом ацетоне 0,1 мкг/мл после испарения образовывалась средняя поверхностная концентрация, которую оценивали равной $5,3 \text{ нг/см}^2$.

Нанесение растворов ВВ на подложку осуществлялось с помощью микропипетки с регулируемым объемом дозирования («Лайт» ДПОП-1-100-1000). Внешний вид образцов представлен на рисунке 2.4.

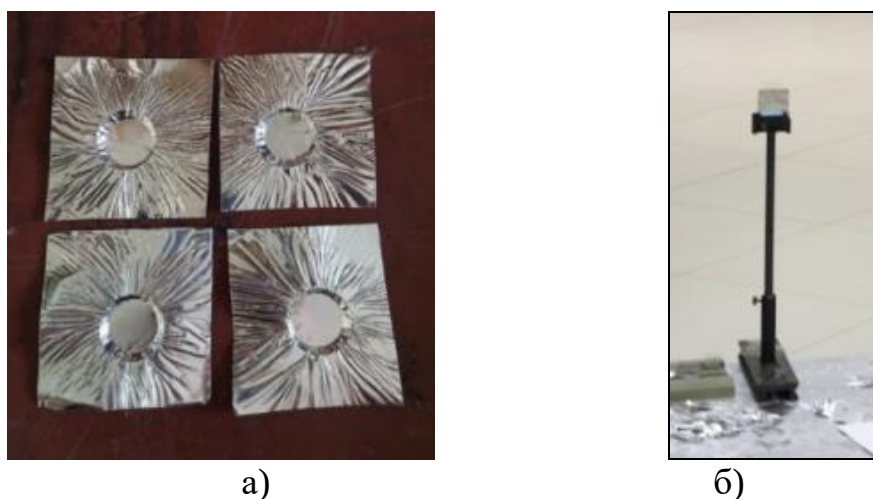


Рисунок 2.4 – Образцы с нанесенными на их поверхность ВВ (а) и крепление образцов к кронштейну (б)

Для контроля фонового сигнала макета ДДС ВВ использовалась чистая алюминиевая фольга. Чистоту фольги контролировали портативным газохроматографическим обнаружителем «ЭХО-М» с пороговой чувствительностью 10 пг в пробе по ТНТ. Было изготовлено 10 образцов тестовых объектов с ТНТ и гексогеном.

Уровень оптического отклика на ВВ определялся как число фотонов, зарегистрированных системой фотодетектирования ДДС ВВ. Длительность одного анализа составляла 2,5 с. Накопление сигнала осуществлялось

по 50-ти лазерным импульсам. Лазерный пучок имел примерно эллиптическую форму размером 6×3 мм.

Результаты оценки чувствительности дистанционного детектора следов ВВ приведены в таблицах 2.2 и 2.3. Данные, представленные в таблицах, получены для следов ТНТ и гексогена на фольге с разной поверхностной концентрацией при использовании лазерного излучения с плотностью энергии 35 мДж/см² и 100 мДж/см² соответственно. В таблицах также приводятся значения вероятности правильного обнаружения при заданном уровне вероятности ложного – 5 %.

Расчет вероятностей правильного обнаружения проведен в приближении гауссовского закона распределения числа фотоотсчетов с дисперсией $\bar{n}$

$$p(n) = \frac{1}{\sqrt{2\pi\bar{n}}} \exp\left(-\frac{(n - \bar{n})^2}{2\bar{n}}\right). \quad (1)$$

Известно, что при гауссовском распределении вероятность попадания случайной величины n в интервал (α, β) равна:

$$P(\alpha < n < \beta) = \Phi\left(\frac{\beta - \bar{n}}{\sqrt{\bar{n}}}\right) - \Phi\left(\frac{\alpha - \bar{n}}{\sqrt{\bar{n}}}\right), \quad (2)$$

где $\Phi(x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^x \exp\left(-\frac{t^2}{2}\right) dt$ – интеграл вероятности ($\Phi(-x) = 1 - \Phi(x)$).

Тогда вероятность ложного обнаружения при числе шумовых фотоотсчетов $\bar{n}_n$ определим как

$$P_{\text{лт}} = 1 - P(-\infty < n < N_{th}) = 1 - \Phi\left(\frac{N_{th} - \bar{n}_n}{\sqrt{\bar{n}_n}}\right), \quad (3)$$

где N_{th} - порог обнаружения ВВ.

Задаваясь уровнем ложного обнаружения $P_{\text{лт}} = 5\%$, найдем значение порога, при превышении которого будет приниматься решение о наличии следов ВВ.

Из (3) при $P_{\text{лт}} = 5\%$ получим

$$\Phi\left(\frac{N_{th}^{5\%} - \bar{n}_n}{\sqrt{\bar{n}_n}}\right) = 1 - 0,05 = 0,95. \quad (4)$$

Из таблицы [72] для $\Phi(x)$ находим, что

$$\frac{N_{th}^{5\%} - \bar{n}_n}{\sqrt{\bar{n}_n}} = 1,65, \quad (5)$$

откуда

$$N_{th}^{5\%} = \bar{n}_n + 1,65\sqrt{\bar{n}_n}. \quad (6)$$

С учетом полученного значения порога N_{th} определим вероятность правильного обнаружения следов ВВ как

$$P_{по} = 1 - \Phi\left(\frac{N_{th} - (\bar{n}_s + \bar{n}_n)}{\sqrt{\bar{n}_s + \bar{n}_n}}\right). \quad (7)$$

Таблица 2.2 – Результаты экспериментов по контролю следов ТНТ на фольге с поверхностной концентрацией 53 нг/см²

Номер эксперимента	Число фотоотсчетов от поверхности образца со следами ВВ, $(\bar{n}_s + \bar{n}_n)$	Число шумовых фотоотсчетов (от чистой поверхности образца), $\bar{n}_n$	Число сигнальных фотоотсчетов, $\bar{n}_s$	Вероятность правильного обнаружения $P_{по}$ при вероятности ложной тревоги $P_{лт} = 0,05$, %
1	16	4	12	97,725
2	33	4	29	99,999
3	22	4	18	99,858
4	16	4	12	97,725
5	19	5	14	98,911
6	23	5	18	99,825
7	18	5	13	98,305
8	17	5	12	97,383
9	10	5	5	62,409
10	16	5	11	95,994

Таблица 2.3 – Результаты экспериментов по контролю следов гексогена на фольге с поверхностной концентрацией 5,3 нг/см²

Номер эксперимента	Число фотоотсчетов от поверхности образца со следами ВВ, $(\bar{n}_s + \bar{n}_n)$	Число шумовых фотоотсчетов (от чистой поверхности образца), $\bar{n}_n$	Число сигнальных фотоотсчетов, $\bar{n}_s$	Вероятность правильного обнаружения $P_{по}$ при вероятности ложной тревоги $P_{лт} = 0,05$, %
1	18	2	16	99,891
2	8	2	6	85,558
3	9	2	7	90,879
4	16	2	14	99,702
5	13	6	7	79,731
6	12	6	6	71,815
7	9	1	8	97,725
8	7	1	6	93,471
9	6	3	3	50,000
10	10	1	9	98,657

Колебания числа сигнальных фотоотсчетов связана с неоднородным распределением вещества в анализируемых образцах [64].

По результатам экспериментов испытаний макета ДДС ВВ при определении чувствительности макета были сделаны следующие выводы:

- макет ДДС ВВ обеспечивает возможность контроля следовых количеств в образцах с заданной поверхностной концентрацией (подтверждена пороговая чувствительность по ТНТ на уровне 53 нг/см², подтверждена чувствительность по гексогену на уровне 5,3 нг/см²);

- вероятности правильного обнаружения составили от 90 % до 98 % при вероятности ложной тревоги 5 %.

Оценка чувствительности макета ДДС ВВ выполнялась в соответствии с утвержденной программой и методикой, разработанной автором диссертационной работы. Личный вклад автора при проведении исследований, также заключается в

методической подготовке экспериментов и контроле исследуемого параметра (Приложения В, Г).

Выводы

1. Метод лазерно-индуцированной флуоресценции продуктов лазерной фрагментации азотсодержащих молекул ВВ обеспечивает контроль в течение 2,5 с следовых количеств ВВ с расстояния 4,1 м:

- тринитротолуола на уровне 53 нг/см^2 с вероятностью 97 – 99 % при вероятности ложного обнаружения 5 %;

- гексогена на уровне $5,3 \text{ нг/см}^2$ со средней вероятностью 87 % при вероятности ложного обнаружения 5 %.

2. Полученные в экспериментах пороги обнаружения следовых количеств тринитротолуола и гексогена в одинаковых условиях показали на порядок более высокую пороговую чувствительность используемого метода ЛИФ-ЛФ по гексогену.

Это очень важная особенность метода ЛИФ-ЛФ азотсодержащих молекул ВВ, которая определяет существенное преимущество лазерного метода по контролю микрочастиц труднолетучих ВВ на поверхности объектов перед методами газового анализа.

2.3. Экспериментальный контроль детектором ДДСВВ следов взрывчатых веществ в отпечатках пальцев рук

Поскольку более высокая чувствительность макета ДДС ВВ была экспериментально получена именно к гексогену, то для оценки возможности контроля следов ВВ в отпечатках пальцев рук в качестве определяемого вещества использовался гексоген.

Перед испытаниями с помощью газоаналитического детектора «МО-2М» проводился контроль чистоты пальцев рук и предметных стекол на предмет отсутствия следов гексогена. Для моделирования переноса ВВ, субъект прижимал палец к поверхности чашки Петри, содержащей порошок гексогена (ГОСТ В 5207-61). Масса гексогена равная 5 мг была равномерно распределена по

дну чашки Петри диаметра 105 мм. На рисунке 2.5 представлен момент переноса ВВ на палец микрочастиц гексогена.

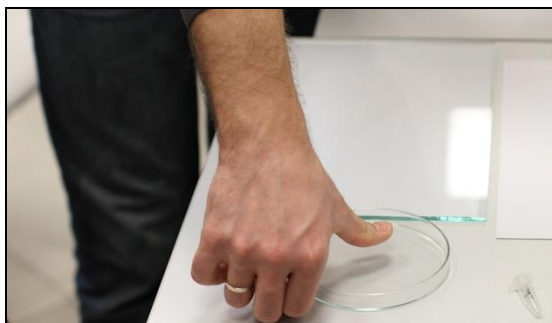


Рисунок 2.5 – Момент переноса ВВ на палец

Затем к чистой стеклянной поверхности предметного стекла (ГОСТ 9284-75) субъект многократно прикладывал палец, на котором предварительно находились микрочастицы гексогена и оставлял отпечатки. В испытаниях использовали предметное стекло размером 26×76 мм, диаметр отпечатка составил 18 мм. Таким способом на чистые поверхности предметных стекол последовательно были нанесены сто отпечатков пальца. Для контроля следовых количеств гексогена в отпечатках пальцев рук использовали: первый, затем каждый десятый, включая сотый отпечатки пальца. Внешний вид предметного стекла нанесенным первым отпечатком пальца со следом гексогена представлен на рисунке 2.6 [66].

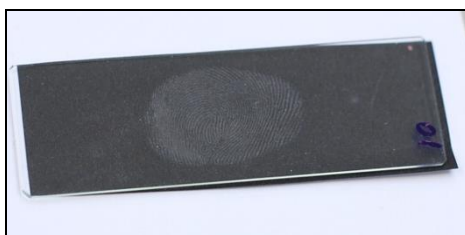


Рисунок 2.6 – Отпечаток гексогена на стекле

Полученные предметные стекла со следами гексогена закрепляли на предметном столике с помощью зажима. Лазерный пучок размером 6×3 мм наводился в центр отпечатка. На рисунке 2.7 представлен внешний вид предметного стекла с отпечатком пальца, содержащего следы гексогена,

подсвеченный лазерным целеуказателем, используемым при наведении оптического блока ДДС ВВ на объект исследования.

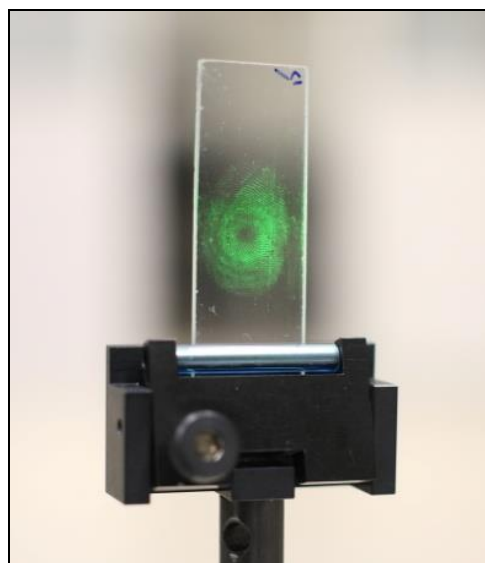


Рисунок 2.7 – Закрепленное стекло с отпечатком гексогена

Для оценки фоновой сигнала использовалось чистое предметное стекло. Блок-схема экспериментальной установки представлена на рисунке 2.8.

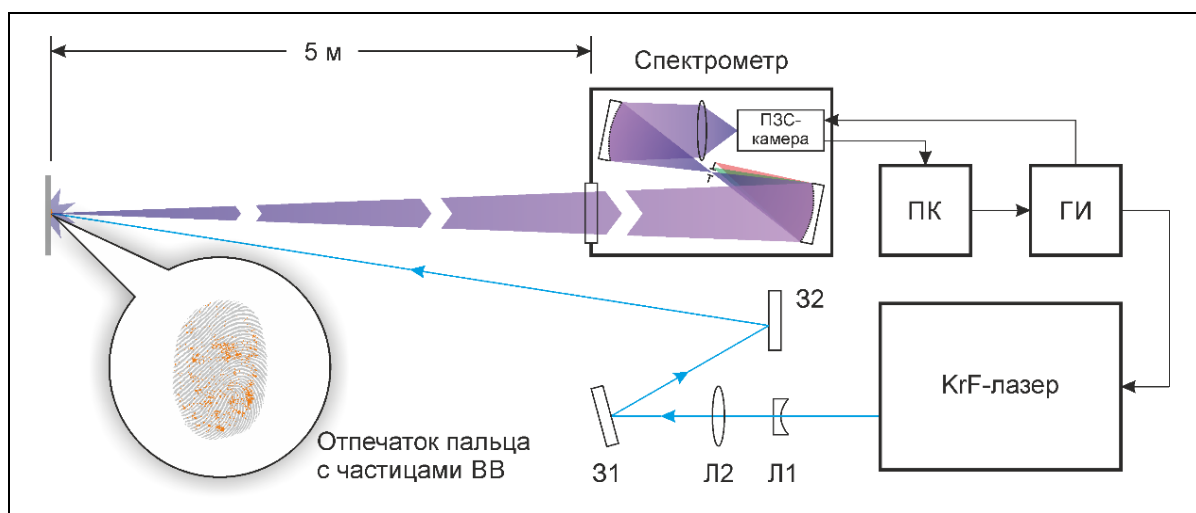


Рисунок 2.8 –Блок-схема экспериментальной установки контроля следов гексогена в отпечатках пальца на стеклянной поверхности

На расстоянии 5 м от первого оптического элемента приемной оптической системы макета ДДС ВВ устанавливался образец со следами гексогена. Далее производилось импульсное лазерное зондирование с плотностью энергии в

лазерном импульсе около 30 мДж/см^2 поверхности образца с регистрацией оптического отклика в виде числа фотонов, зарегистрированных системой фотодетектирования ДДС ВВ. Параметры зондирующего лазерного излучения были аналогичные описанным в п. 2.2 (50 импульсов при частоте следования 20 Гц перестраиваемого КгF-лазера с узкой линией генерации 247,867 нм, время одного анализа 2,5 с)

Поворотные зеркала (31) и (32) использовались для точного наведения лазерного излучения на образец исследования, а двухлинзовая система (Л1-Л2) – для обеспечения необходимой плотности энергии излучения. Синхронизация импульсов лазера и системы фотодетектирования осуществлялась с помощью компьютера (ПК) и генератора импульсов (ГИ) (рисунок 2.8).

Оптический сигнал лазерно-индуцированной флуоресценции регистрировался приемной оптической системой спектрометра, которая осуществляла спектральное выделение $\gamma(0, 0)$ -полосы флуоресценции NO-фрагментов нитросоединений в диапазоне длин волн 222 – 227 нм с пропусканием $\sim 25 \%$. Для регистрации выделенного участка спектра использовалась стробируемая ПЗС-камера с усилителем яркости (Andori Star DH-712).

На рисунке 2.9 представлена интенсивность лазерно-индуцированной флуоресценции NO-фрагментов гексогена исследованных образцов, нормированная относительно первого отпечатка пальца. Число зарегистрированных фотонов и вероятности обнаружения гексогена в отпечатках пальцев на предметном стекле приведены в таблице 2.4.

Параллельно с оценкой интенсивности лазерно-индуцированной флуоресценции проводился количественный попиксельный анализ макрофотографий следов пальцев. Анализ показал, что площадь следа значительно уменьшается при переходе от 1-го к 100-му отпечатку пальца. На рисунке 2.9 показано уменьшение площади следа относительно первого отпечатка пальца [65].

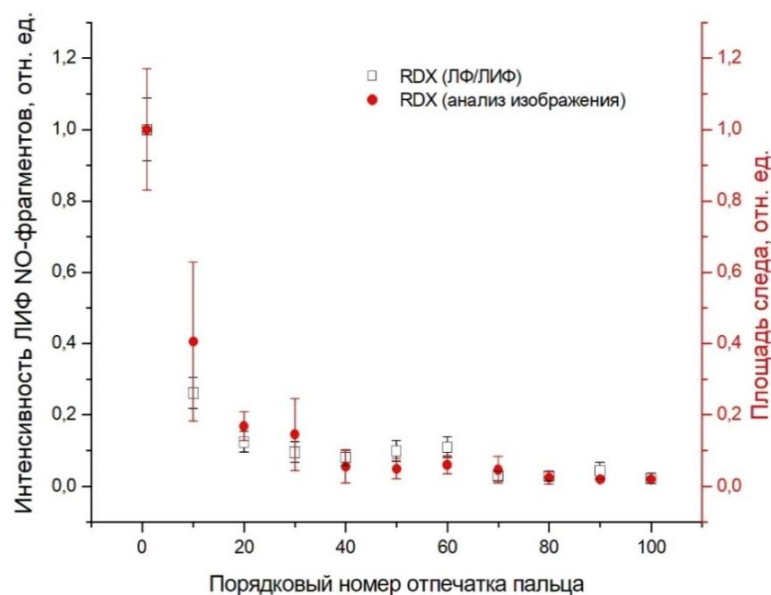


Рисунок 2.9 – Зависимость интенсивности лазерно-индуцированной флуоресценции и площади следа от порядкового номера отпечатка пальца.

Площадь следа определена по анализу изображения следа

Таблица 2.4 – Результаты исследования отпечатков пальцев

Порядковый № отпечатка пальца	Число фотоотсчетов от поверхности образца со следами ВВ ($\bar{n}_s + \bar{n}_n$)	Число шумовых фотоотсчетов (от чистой поверхности образца), $\bar{n}_n$	Число сигнальных фотоотсчетов, $\bar{n}_s$	Вероятность правильного контроля $P_{по}$ при вероятности ложной тревоги $P_{лт} = 0,05 \%$
1	138	1	137	100
10	36	1	35	99,999
15	12	1	11	99,531
20	17	1	16	99,966
30	13	1	12	99,723
40	11	1	10	99,207
50	15	1	14	99,903
60	15	1	14	99,903
70	4	1	3	69,146
80	4	1	3	69,146
90	6	1	5	88,966
100	3	1	2	50,000

В [73] для оценки объема V микроскопических частиц гексогена в отпечатках пальца предложено использовать выражение:

$$V = \frac{1}{6} \pi d_{\text{экв}}^2 h$$

где $d_{\text{экв}}$ – поверхностно-эквивалентный диаметр, то есть, диаметр окружности, площадь которой равна площади поверхностной проекции исходной частицы; толщина частицы $h \approx 0,31 \times d_{\text{экв}}$.

Имея оценку объема частиц из анализа макрофотографий следов пальцев и зная плотность гексогена ($1,858 \text{ г/см}^3$) оценивали общую массу ВВ в отпечатках пальца. Результат такой оценки представлен на рисунке 2.10.

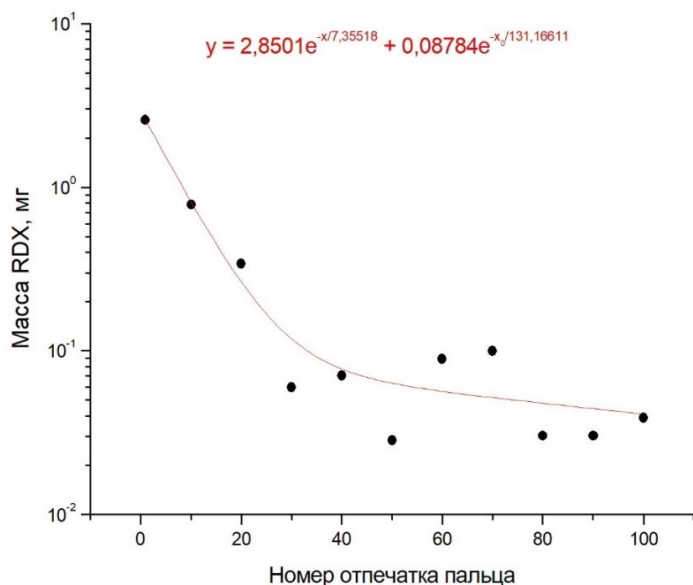


Рисунок 2.10 – Оценка массы гексогена в зависимости от номера отпечатка пальца

Как видно из этого рисунка, количество перенесенного ВВ при первом касании составляет 3 мг и затем уменьшается до 30 мкг в сотом отпечатке пальца, то есть, уменьшается на два порядка.

Зависимости, представленные на рисунках 2.9 и 2.10, достаточно хорошо согласуются между собой.

Учитывая то, что лазерное излучение с длиной волны 247,865 нм слабо проникает в гексоген (глубина проникновения составляет около 55 нм), то определяющим при оценке эффективности метода ЛИФ-ЛФ будет иметь площадь следа, а не масса гексогена в нем.

С учетом этой особенности очевидно, что чувствительность метода в терминах поверхностной концентрации (мкг/см^2) будет зависеть от структуры следа. Изменение структуры следа естественно отражается на изменении числа зарегистрированных фотоотсчетов и, как следствие, на вероятности его обнаружения (рисунок 2.11).

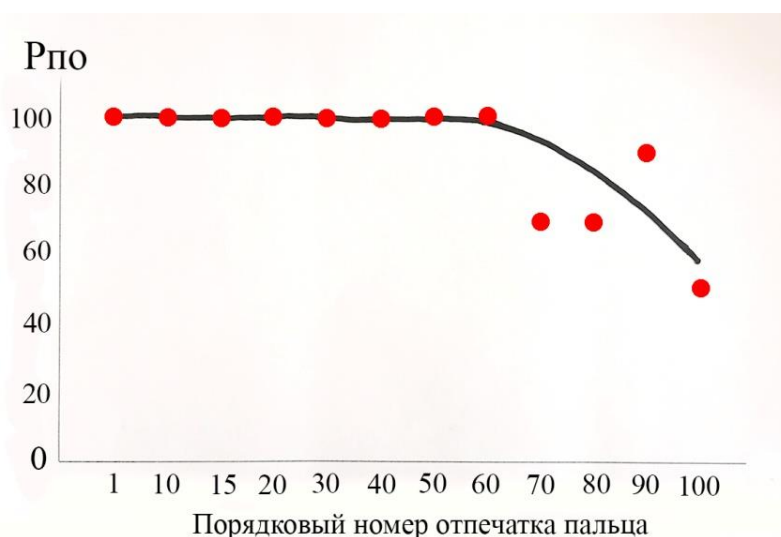


Рисунок 2.11 – Вероятность обнаружения гексогена в отпечатке пальца

Вероятность обнаружения гексогена хорошо согласовывается с количеством гексогена в отпечатке пальца (рисунок 2.9). Вероятную причину скачкообразных изменений числа сигнальных фотоотсчетов, особенно с 60-го на 70-й, можно объяснить неоднородным распределением перенесенного взрывчатого вещества в отпечатках пальца.

Выводы к главе 2

1. Показана возможность дистанционного контроля с расстояния 5 м следовых количеств гексогена в отпечатках пальцев. Предельно обнаруживаемая масса не более 30 мкг.

2. Впервые показано, что метод лазерно-индуцированной флуоресценции продуктов лазерной фрагментации молекул гексогена обеспечивает выполнение требований к функциональным свойствам технических систем и средств досмотра, предусмотренных Постановлением Правительства РФ от 26 сентября 2016 г. N 969 «Об утверждении требований к функциональным свойствам технических средств обеспечения транспортной безопасности и Правил обязательной сертификации технических средств обеспечения транспортной безопасности».

3. Результаты проведенных автором диссертации исследований показали перспективность метода ЛИФ-ЛФ для создания дистанционных обнаружителей ВВ, которые на расстоянии нескольких метров могут контролировать следы ВВ на поверхностях исследуемых предметов с поверхностными концентрациями в несколько нанограмм на квадратный сантиметр.

4. Показана высокая эффективность контроля следовых количеств труднолетучего гексогена, поэтому далее будут изложены сравнительные характеристики определения следов пара ВВ пробоотборным газоаналитическим методом, получившим широкое распространение в антитеррористическом контроле портативными приборами и лидарным, которые реализованы пока в стационарных высокочувствительных приборах и уступают по чувствительности к следам паров ВВ газоаналитическим методам.

Глава 3. Сравнение характеристик определения следовых количеств ВВ пробоотборным газоаналитическим и лидарным методами

Контроль на КПП скрытых ВВ по паровым следам в приповерхностной области объектов имеет высокую эффективность в антитеррористическом контроле. На поверхности объектов, как правило, присутствуют следы и в твердом конденсированном состоянии. Тем не менее, традиционно широко используются пробоотборные методы контроля пара. Это и многочисленные варианты портативных газоаналитических обнаружителей, а также использование специально обученных собак [74], крыс [75, 76]. Достигнута высокая пороговая чувствительность пробоотборных методов при контроле паров ТНТ: $10^{-13} - 10^{-14}$ г/см³ в используемых на практике поисковых и досмотровых приборах [77, 78], и на два порядка более малые концентрации до 10^{-16} г/см³ в исследовательских работах [62]. Пороговая чувствительность пробоотборных детекторов по регистрируемой массе ТНТ в пробе достигает 0,1 пг [62].

Повышение пороговой чувствительности по парам имеет очень актуальное значение для существенного сокращения времени от момента закладки ВВ в багаж до момента контроля взрывчатого вещества или взрывного устройства, т.е., до появления минимальной обнаруживаемой концентрации паров на поверхности объекта с ВВ. Например, понижение порога на два порядка от 10^{-14} г/см³ до 10^{-16} г/см³ сокращает интервал времени с момента закладки в автоматическую камеру хранения багажа с 200 г ТНТ до его обнаружения с нескольких суток до 5 мин [62].

Для увеличения надежности контроля с использованием существующих приборов с высоким порогом по парам ТНТ 10^{-14} г/см³ (что соответствует 10 пг в пробе) в приборах стали применять сбор твердых следов салфеткой с поверхности объектов с последующим вводом пробы методом термической десорбции [76]. Салфеткой обеспечивается сбор количества ТНТ значительно большего 10 пг. И в этом случае существенно увеличивается эффективность контроля объектов с ВВ (или контактировавших с ВВ) по твердым следам. Недостатком такого

способа является невозможность автоматизировать отбор проб твердых следов, т.е. автоматизировать обследование объектов.

Конкурирующими методами контроля твердых следов являются дистанционные лазерные (лидарные) методы. В этих методах достигнуты невысокие относительно газоаналитических методов пороги обнаружения паров $10^{-12} - 10^{-13}$ г/см³, т.е. они уступают на два – три порядка пробоотборным газоаналитическим. По поверхностной же концентрации твердых следов достигнуты, как показано в работе [67] в соавторстве с автором диссертации, в главе 2 и подтверждено в [69], пороги на уровне несколько нг/см².

Целью исследований являлось экспериментальное сравнение возможностей контроля ВВ при одновременном определении лидарным методом и пробоотборным газоаналитическим.

Исследование эффективности обнаружения следов взрывчатых веществ пробоотборным газоаналитическим и дистанционным лазерными методами проводили по разработанной автором диссертационной работы и утвержденной в системе МВД России программе и методике, результаты испытаний оформлены протоколом (Приложения Д, Е).

3.1. Экспериментальная часть

Регистрацию паров ВВ осуществляли газовым хроматографом (ГХ) «ЭХО-В-ИДПС» [62].

Хроматограф «ЭХО-В-ИДПС» укомплектован выносным малогабаритным пробоотборным устройством с вихревым режимом работы. Сбор паров взрывчатых веществ производится пробоотборным устройством на специальный концентратор с расстояния 2 – 3 см от исследуемых объектов. Время отбора пробы на концентратор составляет до 20 с, а время анализа проб от 20 до 40 с.

Внешний вид портативного поликапиллярного газоанализатора «ЭХО-В-ИДПС» с очищенным воздухом в качестве газа-носителя и вихревым пробоотборным устройством представлен на рисунке 3.1.



Рисунок 3.1 – Хроматограф «ЭХО-В-ИДПС»

На рисунке 3.2 представлен процесс отбора пробы воздуха с помощью вихревого пробоотборного устройства с поверхности исследуемого объекта.



Рисунок 3.2 – Процесс отбора пробы воздуха пробоотборным устройством

Специальный концентратор представляет собой металлический цилиндр, с одной стороны которого закреплено несколько сеток из стальной проволоки диаметром 0,05 мм. Диаметр концентратора составляет 7,5 мм.

Специальный концентратор для ПОУ из металлической сетки представлен на рисунке 3.3.



Рисунок 3.3 – Внешний вид концентратора для ПОУ

Через концентратор пропускается поток воздуха с молекулами ВВ, и в зависимости от величины проскока β (отношение количества молекул, прошедших через сетку концентратора, к количеству молекул, осажденных на сетке концентратора) молекул через концентратор (проскок задается потоком) реализуются режимы: быстрого концентрирования ВВ при $\beta = 0,6 - 0,8$ или полного улавливания молекул ВВ при $\beta \leq 0,02$ [79].

Такие специальные концентраторы были впервые использованы при отборе пробы воздуха в ГХ «ЭХО-М» [80]. В данной диссертационной работе при концентрировании пробы воздуха использован режим полного улавливания молекул ТНТ. В работах авторов [49, 80, 81] исследованы сорбционные свойства такого концентратора, в том числе условия быстрого концентрирования и полного улавливания молекул ВВ.

Газовый хроматограф «ЭХО-М» принят на вооружение в МВД РФ с 1995 года, учитывая опыт применения автором диссертации данного прибора в различных климатических условиях следует, что сетки этих концентраторов сохраняют свою работоспособность в течение продолжительного времени непрерывной их эксплуатации, и сорбционные свойства сеток практически не изменяются.

Перед началом исследований обязательно приготавливали концентраторы для работы и проверяли их чистоту на предмет непреднамеренного загрязнения ВВ. Для этого концентраторы помещали в чистую емкость с ацетоном на 15 мин, затем извлекали и выдерживали 30 мин при температуре 300 °С.

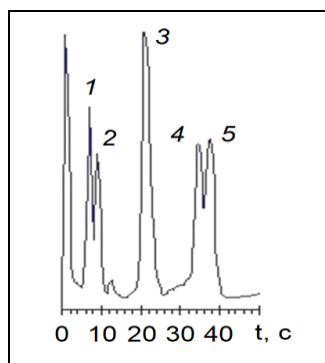
Для ввода пробы концентратор снимался с наконечника пробоотборного устройства специальным захватом и перемещался на наконечник устройства ввода прибора [82] по направляющим в камеру ввода пробы газового хроматографа. Далее осуществлялась термическая десорбция пробы и весь последующий ее анализ.

Управление циклом анализа и обработка его результатов осуществляется с помощью специального программного обеспечения «СОРБАТ», установленного на персональном компьютере (ПК), подключенного к хроматографу [83]. Программа «СОРБАТ» содержит определение площади и амплитуды хроматографических пиков.

Концентрацию пара ТНТ определяли по амплитуде хроматографических пиков.

Для газового хроматографа «ЭХО-В-ИДПС» порог контроля концентрации паров ТНТ 10^{-14} г/см³ в воздухе около объекта или 10 пг в пробе.

Созданная в настоящей диссертационной работе методика газохроматографического анализа для сравнения методов контроля иллюстрируется высоким качеством хроматограммы смеси паров динитротолуола и тринитротолуола на рисунке 3.4 (по оси ординат – напряжение с детектора ГХ). Условия хроматографирования: поликапиллярная колонка (длина 220 мм, 1100 капилляров внутренним диаметром 0,04 мм каждый), НЖФ OV-17; толщина пленки НЖФ 0,2 мкм, температура инжектора, колонки и детектора – 170 °С, расход газа-носителя 60 мл/мин, время отбора воздуха на концентратор 3 с.



Пики: 1 – 2,6-ДНТ; 2 – 2,4-ДНТ; 3 – 2,4,6-ТНТ; 4 – 3,4,5-ТНТ; 5 – 2,3,4-ТНТ

Рисунок 3.4 – Хроматограмма смеси паров взрывчатых веществ

Для регистрации твердых следов ВВ использовался ДДС ВВ, представленный ранее на рисунке 2.1 [66, 68].

Схема сравнительных испытаний методов контроля твердых следов ВВ и пара приведена на рисунке 3.5.

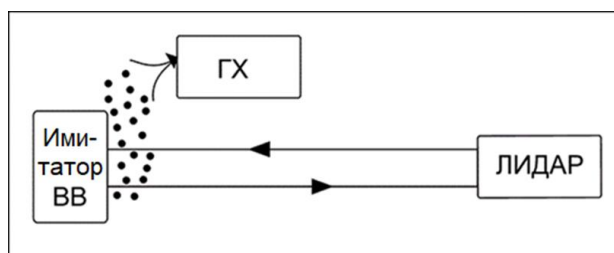


Рисунок 3.5 – Схема сравнительных испытаний методов контроля следов ВВ

В экспериментах использовали имитаторы ВВ массой 200 г (АО ГосНИИ «Кристалл»).

В качестве объектов исследования использовали коробку из гофр-картона и имитаторы ВВ. Размер коробки $120 \times 65 \times 34$ мм. В коробку помещали имитатор ТНТ массой 200 г и сверху закрывали черным сатином. Выбор материала определялся из следующих предпосылок. Из практики контроля скрытого ТНТ известно, что плотные материалы, такие как полиэтиленовая пленка, газетная бумага, пропускают пары ТНТ, в том числе и пористая ткань. В интересах антитеррористического контроля предполагалось сравнить два

метода контроля ТНТ, укрытого заведомо проницаемым материалом. Черный цвет сатина обеспечивает минимум помех от ткани.

Внешний вид коробки с имитатором ТНТ, укрытой сверху черным сатином, показан на рисунке 3.6.



Рисунок 3.6 – Коробка с имитатором ТНТ

Для размещения коробки с имитатором использовалась мишень (рисунки 3.7, 3.8).



Рисунок 3.7 – Внешний вид мишени



Рисунок 3.8 – Коробка с имитатором ТНТ на мишени

Испытания проводились в помещении при температуре воздуха от плюс 22 °С до плюс 24 °С и относительной влажности от 10 до 32 %. Лидарный контроль осуществляли с расстояния 5 м до объекта исследования.

Отбор паров ВВ на концентратор для последующего анализа на ГХ «ЭХО-В-ИДПС» осуществляли с помощью пробоотборного устройства с вихревым режимом работы [84] с расстояния 2 см от объектов исследования. Для определения концентрации регистрируемых паров использовали режим полного улавливания паров при концентрировании и измеряли объем воздуха, пропущенного через концентратор.

Критерием контроля (обнаружения) ВВ на ГХ «ЭХО-В-ИДПС» было превышение в два раза сигнала над шумом.

Градуировка ГХ осуществлялась концентрацией пара ТНТ $3,04 \times 10^{-11}$ г/см³ от генератора стандартной концентрации [85]. Концентрация паров ТНТ определялась по амплитуде хроматографического пика.

3.2. Контроль ТНТ

Предварительный контроль на отсутствие паров ТНТ на поверхности пустой коробки и воздуха в помещении, где проводились эксперименты, осуществлялся ГХ «ЭХО-В-ИДПС» с отбором проб вихревым отборником с временем отбора 10 с. После проверки чистоты условий экспериментов в коробку устанавливался имитатор ТНТ и коробка укрывалась тканью.

Анализ паров около ткани проводился при следующих условиях: отбор воздуха с расстояния 2 см от поверхности ткани сразу после закладки ТНТ, через 2,5 и 3 ч после закладки имитатора.

На рисунке 3.9 приведена экспериментально полученная зависимость от времени концентрации паров ТНТ над поверхностью ткани.

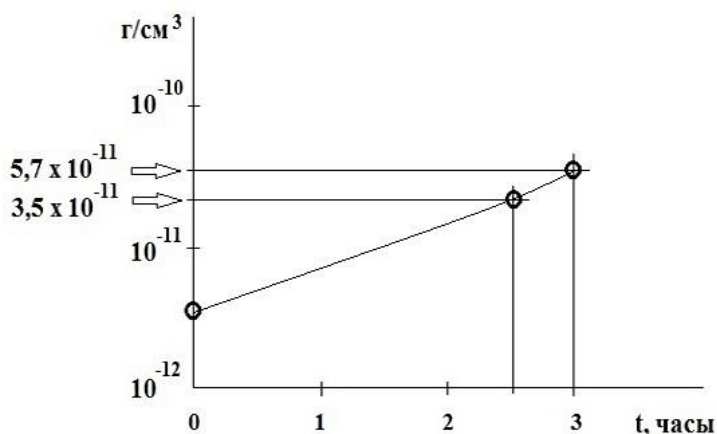


Рисунок 3.9 – Зависимость от времени концентрации паров ТНТ над поверхностью ткани, укрывающей ТНТ

В результате эксперименты подтвердили высокую проницаемость ткани для паров ТНТ, а именно, после закладки ТНТ практически мгновенно концентрация пара ТНТ на поверхности ткани становится равной 10^{-12} г/см³, достаточной для контроля газовым хроматографом с порогом 10^{-14} г/см³.

Одновременно установили, что с помощью лидарного контроля не удастся обнаружить признаки наличия ТНТ на поверхности ткани даже спустя 24 ч после закладки ТНТ. Нужно отметить, что лазерное излучение при лидарном

зондировании взаимодействует с молекулами и пара, и микрочастиц ТНТ. По-видимому, в данном случае недостаточная концентрация для лидара и пара, и микрочастиц. Данный пример показывает приоритет пробоотборного газоаналитического обнаружения ТНТ в тех случаях, когда уровни следов ТНТ на поверхности недостаточны для контроля лидаром.

3.3. Контроль имитатора гексогена

В экспериментах использовался открытый образец имитатора гексогена (RDX). При отборе паров на концентратор вихревым отборником проб в течение 30 с в регистрируемых хроматограммах отсутствовал пик гексогена.

Концентрация при комнатной температуре насыщенного пара гексогена на поверхности имитатора равна 5×10^{-14} г/см³ [86, 87]. Отсутствие сигнала от гексогена связано, по-видимому, и с недостаточным концентрированием, и со слабой чувствительностью детектора ИДПС.

Одновременно в экспериментах было показано, что лидаром открытый имитатор гексогена уверенно регистрируется. Пример отклика лидарного обнаружителя (ДДС ВВ), значительно превышающий шум, показан на рисунке 3.15. По оси ординат отложено число фотоотсчетов, регистрируемых лидаром. Это пример преимущества контроля гексогена с применением используемого в данной работе лидара.

3.4. Контроль имитатора ТЭН

В экспериментах использовался открытый образец имитатора ТЭН (PETN). При отборе паров на концентратор вихревым отборником проб в течение 10 с в регистрируемых хроматограммах отсутствовал пик ТЭН.

Известно, что при 25 °С концентрация насыщенного пара ТЭН соответствует величине $1,5 \times 10^{-13}$ г/см³ [87] и обнаружение используемым газовым хроматографом невозможно. Отсутствие сигнала от ТЭН связано, по-видимому, и с недостаточным концентрированием, и со слабой чувствительностью детектора ИДПС.

Одновременно открытый имитатор ТЭН уверенно обнаруживается лидаром. Пример отклика лидара (ДДС ВВ), значительно превышающий шум, показан на рисунке 3.15. Это пример преимущества контроля ТЭН с применением используемого в данной работе лидара по сравнению с контролем по парам ТЭН газовым хроматографом с пороговой чувствительностью 10^{-14} г/см³ по парам ТНТ.

На рисунке 3.15 представлены результаты дистанционного контроля имитаторов ВВ на поверхности тестируемых объектов с помощью ДДС ВВ с расстояния 5 м.

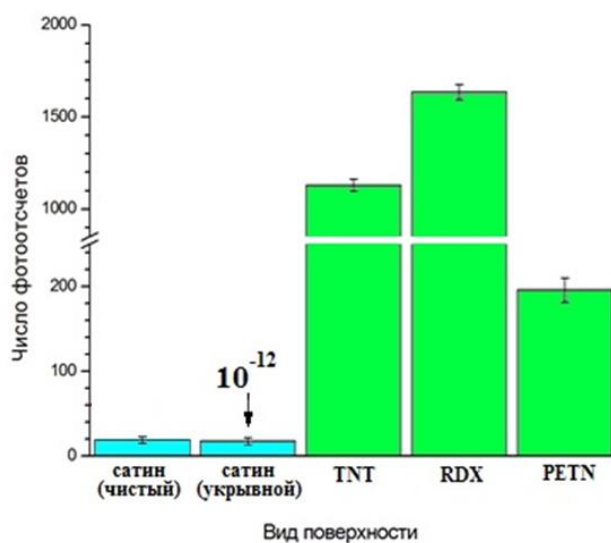


Рисунок 3.15 – Лидарные отклики при обнаружении следов ВВ

Выводы

1. Выявлена высокая эффективность дистанционного лазерного контроля ВВ исследуемого объекта по сравнению с газоаналитическим контролем по парам.

2. Впервые показано преимущество лидарного метода по сравнению с пробоотборным газоаналитическим при контроле труднолетучих ВВ типа гексогена, ТЭН на поверхности объектов.

3. При сравнении двух методов показано, что пары ТНТ с концентрацией 10^{-12} г/см³ на поверхности ткани обнаруживаются газовым хроматографом и не обнаруживаются лидаром, что, по-видимому, связано

с малым количеством и паров, и твердых следов на поверхности ткани. Обнаружение же труднолетучих ВВ типа гексогена, ТЭН обеспечивается лидарным методом.

4. На примере открытых имитаторов ВВ показана эффективность их контроля лидаром с расстояния 5 м, при этом пробоотборный метод обнаруживает пары ТНТ над открытым имитатором и не обнаруживает пары гексогена и ТЭН в идентичных с лидаром условиях при нормальных климатических условиях.

5. Таким образом, показано, что лидарный метод ЛИФ-ЛФ является высококонкурентным пробоотборному газоаналитическому методу при контроле труднолетучих ВВ типа гексоген, ТЭН. В целом, совместное применение обоих методов может улучшить антитеррористический контроль объектов с ВВ.

6. Исходя из результатов диссертационной работы по высокой эффективности лидарного контроля и известных результатов [62] высокой эффективности низкого газоаналитического порога контроля по парам (10^{-16} г/см³), обеспечивающего, например, сокращение интервала времени с момента закладки ТНТ в багаж с нескольких суток до 5 мин целесообразно на перспективу:

- создание портативных лидаров для массового антитеррористического контроля;
- создание портативных газоанализаторов с порогом 10^{-16} г/см³ и ниже, в том числе для труднолетучих ВВ типа гексогена.

Эффективность антитеррористической деятельности при выявлении и контроле ВВ зависит от поведения следов на поверхности, в частности от динамики их сублимации (испарения). Следующая глава посвящена исследованию этого явления.

Глава 4. Экспериментальное определение динамики испарения следов микрочастиц тринитротолуола с поверхности объектов и возможности сравниваемых методов по контролю остатков следов

Терроризм с использованием взрывчатых веществ является серьезной мировой проблемой и одно из направлений борьбы с ним – это развитие специальной техники и методов, направленных на своевременное обнаружение, диагностику и нейтрализацию взрывчатых веществ.

В настоящее время для выполнения оперативно-служебных задач правоохрательными органами (контроль физических лиц, документов, багажа, транспортных средств) для контроля обнаружения взрывчатых веществ, применяется специальная техника, использующая анализ следовых количеств ВВ: пара или микрочастиц [62, 89]. В реальных условиях применения такой техники, а также в отдельных лабораторных экспериментах в качестве побочного эффекта наблюдалось снижение во времени вероятности обнаружения следовых количеств ВВ. В результате автором диссертации была рассмотрена задача определения параметров сохраняемости следовых количеств взрывчатых веществ от времени на поверхности исследуемых объектов либо у поверхности объектов в случае применения аппаратуры газового анализа. Изучение закономерности сохраняемости следов ВВ имеет большое практическое значение при проведении оперативных мероприятий, так как определяет не только вид используемой техники, но и временные параметры эффективного ее применения для контроля.

В настоящей главе приведены результаты полученные, при исследовании изменения во времени динамики испарения микрочастиц ТНТ около контролируемого объекта. Учитывая то, что в практике контроля следовых количеств ВВ на протяжении последних лет с участием автора диссертационной работы проведены исследования на поверхностях различных материалов исследуемых объектов, то для сравнимости получаемых результатов при проведении данного вида исследования, было принято решение для моделирования процесса сублимации использовать в виде подложки стандартный

материал – предметные стекла из прозрачного бесцветного силиконового стекла, размером 26×76 мм (ГОСТ 9284-75).

Вторая цель исследований, представленных в этой главе – экспериментальное определение возможностей сравниваемых методов, газоаналитического и лидарного, по контролю остатков следовых количеств взрывчатых веществ.

Испытания по определению динамики испарения следов микрочастиц тринитротолуола с поверхности объектов и возможности контроля остатков следов ВВ проводили по разработанной автором диссертационной работы и утвержденной в системе МВД России программе и методике испытаний (Приложение Ж).

4.1. Условия проведения экспериментальных исследований

Испытания, в том числе подготовку образцов исследования, проводили в служебном помещении при температуре воздуха в помещении 25°C , атмосферном давлении 750 мм. рт. ст., и относительной влажности воздуха 30 %.

Оценку концентрации пара ТНТ проводили при помощи газового хроматографа «ЭХО-В-ИДПС», представленного ранее на рисунке 3.1 [84]. В соответствии с техническими характеристиками, заявленными разработчиком данного хроматографа, пороговая чувствительность по парам ТНТ равна 10^{-14} г/см³.

Подготовка образцов. Перед испытаниями готовили образцы со следовыми количествами ВВ, для этого на чистые предметные стекла были нанесены специально приготовленные растворы ТНТ. Чистоту подложки (предметного стекла) обеспечивали путем многократного промывания ацетоном и последующей сушкой в камере тепла. Чистоту воздуха в помещении и образцов исследования до нанесения растворов ТНТ контролировали газовым хроматографом «ЭХО-В-ИДПС».

Следовые количества ТНТ на предметном стекле образовывали нанесением на стекло раствора ТНТ. Для этого исходный раствор ТНТ с концентрацией

10^{-4} г/см³ в ацетонитриле (производства «ГосНИИ «Кристалл», Россия) дополнительно растворяли в ацетоне (ГОСТ 2603-79) в 100 раз. Далее при помощи дозированной микропипетки в центр стеклянной подложки (предметное стекло) наносили полученный раствор объемом 10^{-1} см³, содержащий 100 нг ТНТ. Площадь поверхности, на которую был нанесен раствор ТНТ, составил 1 см².

Нанесенный раствор выдерживали на воздухе до полного испарения растворителя. Таким образом образовывали на объектах концентрацию 100 нг/см². Испарение растворителя занимало 1,5 мин. Наблюдением пленок в микроскоп установлено, что толщина пленок из кристаллов ТНТ получалась неоднородной. Время нанесения растворов ТНТ на стеклянную подложку фиксировали при помощи секундомера.

Образцы стеклянных подложек (предметных стекол) показаны на рисунке 4.1.

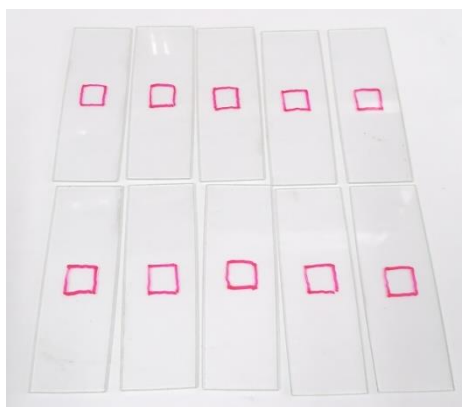
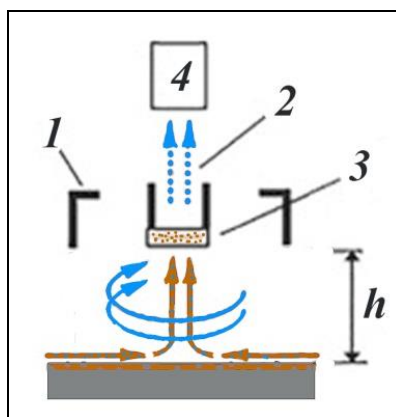


Рисунок 4.1 – Образцы исследуемых объектов

Учитывая большой опыт практического применения досмотровой техники при антитеррористическом контроле для эффективного отбора пробы воздуха над поверхностью исследуемых объектов, был использован отбор пробы на концентратор при помощи пробоотборного устройства с задаваемыми скоростью пробоотбора и объемом отбираемой пробы «ПОУ-И» с вихревым режимом работы [62, 88]. Вихревой отбор проб широко и эффективно используется в практике антитеррористического контроля [49].

Схема вихревого отбора показана на рисунке 4.2. Пробоотборник формирует около контролируемой поверхности закрученный вихревой поток. От взаимодействия закрученного потока с поверхностью образуется по центру вихря пробоотборный поток воздуха от поверхности с парами к концентратору или напрямую в анализатор. Вихревой поток, обдувая поверхность, интенсивно удаляет с нее пар, увеличивая тем самым скорость испарения микрочастиц на поверхности.



- 1 – камера закрутки воздуха; 2 – линия прокачки воздуха через концентратор;
 3 – концентратор; 4 – блок задания потока;
 h – расстояние от пробоотборника до объекта

Рисунок 4.2 – Схема образования пробоотборного потока закрученным вихревым потоком

Пробоотборное устройство закрепляли на штативе на расстоянии 2 см над исследуемым образцом и производили отбор пробы через разное время, прошедшее с момента образования пленок ВВ. При этом контролировался объем воздуха с парами ТНТ, пропущенного через концентратор.

На рисунке 4.3 показана процедура вихревого отбора пробы воздуха с поверхности исследуемого объекта при помощи пробоотборного устройства «ПОУ-И».



Рисунок 4.3 – Процедура отбора пробы воздуха с поверхности исследуемого объекта

Контроль воздушного потока в «ПОУ-И», основанный на постоянном измерении скорости отбираемого воздуха с последующим интегрированием отбираемого объема, обеспечивал сравнимость получаемых результатов.

Чтобы определять концентрацию пара с помощью концентрирования использовали режим концентрирования с нулевым проскоком молекул через концентратор. Этот режим определяли экспериментально, для этого на пробоотборное устройство устанавливали два концентратора последовательно один за другим (рисунок 4.4) и добивались отсутствия сигнала со второго концентратора.



Рисунок 4.4 – Последовательное размещение концентраторов

Оценку полноты улавливаемых паров ТНТ на концентраторах проводили при анализе накопленных на концентраторах молекул с помощью хроматографа

«ЭХО-В-ИДПС». Для контроля этих параметров использовали генератор стандартных концентраций, разработанный и изготовленный в ИНХ СО РАН, с концентрацией ТНТ $4,6 \times 10^{-14}$ г/см³.

Условие отсутствия сигнала со второго концентратора (рисунок 4.4) наблюдалось при потоке 1 л/мин и пропускании через систему концентраторов объема воздуха меньше 2 л.

Для определения чувствительности (S) всего газохроматографического тракта измерили зависимость амплитуды хроматографического пика ТНТ от массы ТНТ, введенной с концентратора в хроматограф. Измерения проведены при скорости воздушного потока через концентратор 1 л/мин. По контролируемому объему пропускаемого воздуха с парами через концентратор определяли массу паров ТНТ на концентраторе. Масса паров на концентраторе определялась газовым хроматографом в виде амплитуды хроматографического пика. Зависимость этого пика от массы ТНТ в пробе приведена на рисунке 4.5. Погрешность по 4-м анализам в каждой точке менее 10 %.

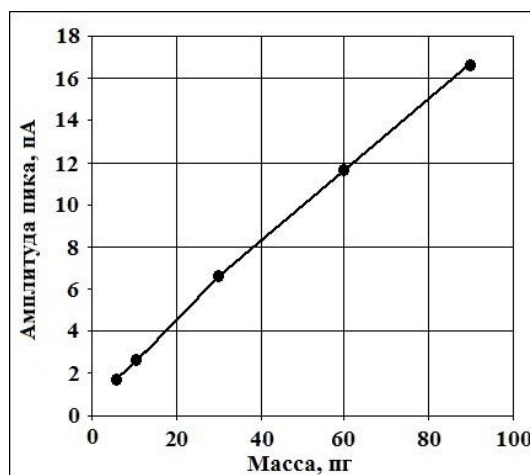


Рисунок 4.5 – Зависимость амплитуды хроматографического пика ТНТ от массы ТНТ в пробе, вводимой в газовый хроматограф

Рисунок 4.5 показывает в интервале до 90 пг в пробе линейный динамический диапазон используемого измерительного тракта на основе газового хроматографа «ЭХО-В-ИДПС с концентрированием при условии выполнения

необходимых значений потока через концентратор и объема прокачанного воздуха.

Определенная по графику на рисунке 4.5 чувствительность (S) составила 0,18 пА/пг. Эта чувствительность использована далее для оценки уровня уменьшающейся концентрации пара при испарении поверхностной концентрации микрочастиц на поверхности стекла.

В экспериментах по динамике испарения следов, чтобы не достигать проскока молекул ТНТ через концентратор, а поддерживать полное улавливание молекул при концентрировании паров, сохраняя линейность отклика газового хроматографа, поток через концентратор задавали меньше 1 л, а именно, 600 см³/мин и пропускали через концентратор при каждом измерении объем воздуха 500 см³, т.е. меньше 2 л.

Дальнейший анализ пробы воздуха над поверхностью исследуемого объекта, содержащего ТНТ, проводили в соответствии с процедурой, описанной ранее в главе 3 диссертационной работы и в тех же условиях хроматографирования.

4.2. Характеристика испарения микрочастиц ТНТ с вихревым отбором проб от одного образца

Использовался один образец и измерения проводились последовательно через каждые 2 мин. Термическая десорбция веществ с концентратора при вводе пробы в ГХ осуществляется при температуре в устройстве ввода 250 °С, поэтому концентратор после ввода пробы не использовался для следующего отбора пробы, пока не остынет до комнатной температуры. Для следующего отбора пробы использовали другой концентратор. Всего использовали три концентратора с различающейся сорбционной способностью не более 15 %.

Рисунок 4.5 показывает значения амплитуд пиков ТНТ, зарегистрированных газовым хроматографом «ЭХО-В-ИДПС», через фиксированные интервалы времени. Одинаковым цветом (красным, синим и зеленым) отмечены значения амплитуды пиков, полученных для одного и того же концентратора.

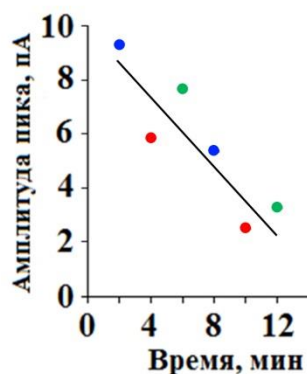


Рисунок 4.5 – Пример интенсивного сбора паров вихревым пробоотбором

Для обработки регистрируемых хроматограмм, в том числе и определение амплитуды пиков, использовалось программное обеспечение «СОРБАТ» [83].

Из результатов, показанных на рисунке 4.5 виден достаточно быстрый спад амплитуды хроматографического пика интенсивным удалением вихрем молекул ТНТ с поверхности и, как следствие, увеличенной сублимацией ТНТ.

Вихревой отбор обеспечивает эффективный контроль объектов, однако такой отбор пробы не дает представления об интенсивности сублимации ВВ с поверхности объекта в естественных условиях без внешних воздействий. А знание интенсивности сублимации может иметь важное значение при экспертно-криминалистических исследованиях.

Для решения практических экспертно-криминалистических задач представляет интерес сохраняемость микроследов ВВ на контролируемой поверхности. Скорость испарения микрочастиц ВВ задает ограничения по применению специальной досмотровой и поисковой техники при проведении антитеррористических и иных оперативных мероприятий специальными службами.

4.3. Динамика испарения (сублимации) микроследов ТНТ с поверхности предметных стекол в естественных условиях

Для определения скорости испарения (сублимации) микроследов ТНТ проводили пять однотипных экспериментов. Использовали вихревой отбор проб.

И чтобы проследить за динамикой испарения для каждого из пяти экспериментов было подготовлено 10 предметных стекол, на каждое из которых было нанесено 100 нг раствора тринитротолуола, распределенного на площади 1 см² (рисунок 4.1).

Затем последовательно через равные промежутки времени 15 мин только один раз с каждого образца осуществляли отбор пробы на концентратор с помощью вихревого пробоотборника «ПОУ-И» с фиксированным объемом прокачиваемого воздуха с парами ТНТ – 500 см³ и фиксированным потоком – 600 см³/мин. Фиксированные параметры отбора пробы пробоотборным устройством обеспечивали сравнимость получаемых результатов при разовом отборе проб со стекол. Пробы анализировали на газовом хроматографе «ЭХО-В-ИДПС». Момент отбора пробы отождествлялся с моментом ввода пробы, который определялся в приборе датчиком ввода.

Количество ТНТ при каждом отборе пробы определялось амплитудой соответствующего пика на хроматограмме.

На рисунке 4.6 показана динамика испарения во времени, полученная в первом эксперименте.

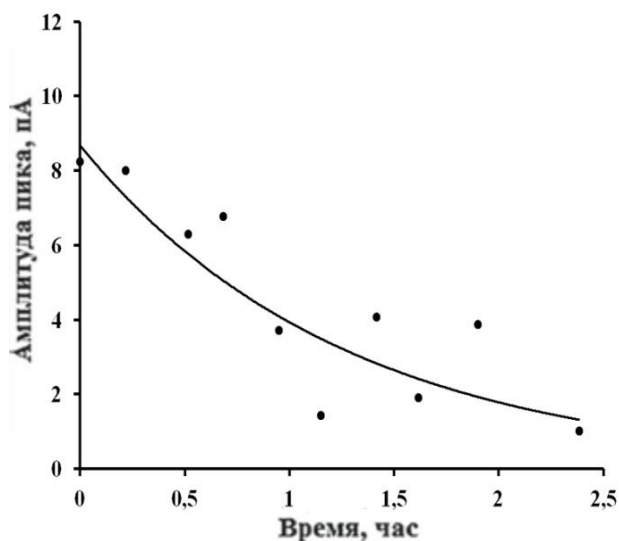


Рисунок 4.6 – Динамика испарения от времени испарения микрочастиц ТНТ, полученная в первом эксперименте

На графике также приведена кривая, аппроксимирующая изменение амплитуды пика ТНТ на хроматограммах:

$$f(t) = A \times \exp(-t/\tau),$$

где $A = 8,025$, τ – постоянная времени спада амплитуды пика, $\tau = 76$ мин.

На рисунке 4.7 показана динамика испарения во времени по измерениям в 5 экспериментах. Амплитуда пика концентрации ТНТ выражена в г/см^3 , для чего была использована определенная в пункте 4.1 чувствительность (S) газохроматографической регистрации концентрации ТНТ, равная $0,18 \text{ пА/пг}$. Средняя начальная амплитуда хроматографического пика ТНТ по пяти экспериментам была определена равной 8 пА . Отсюда с учетом чувствительности (S) и объема прокачиваемого воздуха с парами ТНТ – 500 см^3 средняя начальная концентрация паров определяется равной $8 \text{ пА}/0,18/500 = 10^{-13} \text{ г/см}^3$. Таким образом была определена градуировка измерений концентрации во времени.

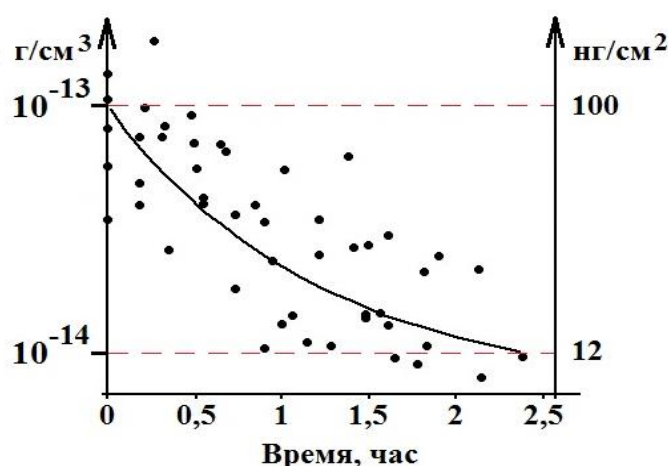


Рисунок 4.7 – Результаты контроля концентрации паров ТНТ по измерениям в 5 экспериментах

Случайный характер результатов измерений на рисунках 4.6 и 4.7 объясняется рядом факторов: неидентичностью по массе и структуре сформированных следов на стеклах, погрешностью определения объема отбираемой пробы, нестабильно формируемыми «ПОУ-И» геометрическими размерами вихря, который определяет пробоотборный поток.

Для суммарных результатов, показанных на рисунке 4.7 аппроксимация приводит к той же экспоненте $f(t) = 8,025 \times \exp(-t/\tau)$ с погрешностью не более 13 %.

Для определения погрешности постоянной времени τ была построена зависимость логарифма амплитуды сигнала от времени. Полученная зависимость логарифма амплитуды сигнала удовлетворительно аппроксимируется прямой линией.

На рисунке 4.8 показана аппроксимирующая прямая и представлено ее уравнение. С использованием функции ЛИНЕЙН в Microsoft Excel для среднееквadrатичного отклонения углового коэффициента (-0,8048) прямой получено значение 0,0994. Таким образом, погрешность углового коэффициента составляет $(0,0994/0,8048) \times 100 \% \leq 13 \%$. Характерная уточненная постоянная времени спада сигнала τ составляет $74,5 \pm 9$ мин ($60 \text{ мин}/0,8048 = 74,5 \text{ мин} \approx 75 \text{ мин}$).

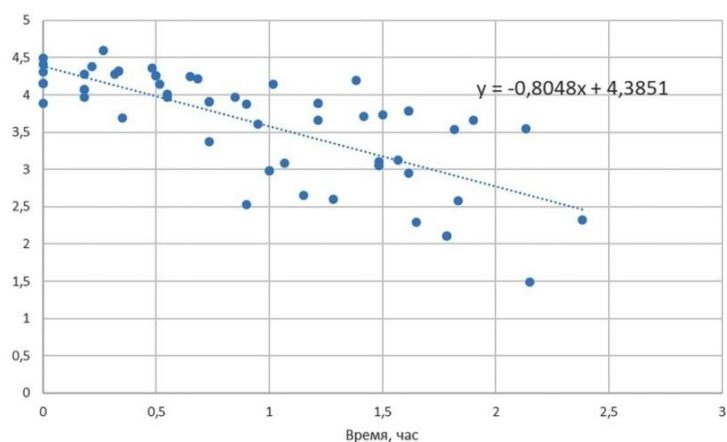


Рисунок 4.8 – Логарифм амплитуды хроматографического пика ТНТ от времени по пяти экспериментам

Из сравнения результатов на рисунках 4.5, 4.7 по скорости спада концентрации паров следует, что воздействие вихревым потоком на пленку ТНТ с поверхностной плотностью 100 нг/см^2 увеличивает скорость ее сублимации примерно на порядок.

Из проведенных экспериментов (рисунок 4.7) следует, что спустя несколько часов испарение следов 100 нг ТНТ, распределенных на площади 1 см^2 , приводит к такому уровню концентрации пара, который уже не обнаруживается газоаналитическими приборами даже при использовании пробоотборных методов накопления или быстрых без концентрирования на основе спектрометрии подвижности ионов. Из учета спада концентрации по экспоненте на рисунке 4.7 и современного порога обнаружителей 10^{-14} г/см^3 определяется время, спустя которое обнаружение паров от испарения исходной поверхностной плотности ТНТ 100 нг/см^2 становится невозможным, оно составляет $2,6 \pm 0,3 \text{ ч}$.

Очевидно, что на различных по своей структуре и химическому составу поверхностях упомянутое время сублимации, приводящее к минимальному обнаруживаемому порогу концентрации паров ВВ, будет различаться. Использование же предметного стекла в качестве подложки для ТНТ, дает характерную картину процесса сублимации.

Регистрируемая концентрация ТНТ от испарения микрочастиц ТНТ пропорциональна текущей поверхностной плотности [90], поэтому через 2,6 ч непрерывного испарения начальной поверхностной плотности, она уменьшится со 100 до 12 нг/см^2 . Это показано на рисунке 4.7.

Методика оценки зависимости парообразования при испарении тонкой пленки ТНТ отражены в работах [90, 91] выполненных с участием и в соавторстве с автором диссертации.

Используя полученную зависимость для спада концентрации во времени (рисунок 4.7) $f(t) = 8,025 \times \exp(-t/75)$, где время в минутах, можно определить, например, что через 7 ч испарения концентрация пара будет примерно $4 \times 10^{-16} \text{ г/см}^3$, микрочастиц $0,4 \text{ нг/см}^2$.

Полученная в экспериментах зависимость парообразования ТНТ от времени со стекла удовлетворительно описывается теоретической моделью сублимации тонких пленок ТНТ на основе молекулярно-кинетической теории испарения,

представленной в работе [92], выполненной с участием и в соавторстве с автором диссертации. В [92] показано, что расчет динамики скорости сублимации (массовой скорости испарения) при условии, что теплота сублимации $H = 92,55$ кДж/моль, в определенной мере удовлетворительно соответствует экспериментальному результату на рисунке 4.7.

Определенное таким образом значение теплоты сублимации согласуется по порядку величины с литературными данными: 97 ± 7 кДж/моль [93], 99 кДж/моль [94].

В [92] определено, что при $H = 92,55$ кДж/моль поверхностная плотность ТНТ за 7 ч сублимации уменьшится до $2,62$ нг/см², и, соответственно, уменьшится концентрация пара до величины порядка 10^{-15} г/см³. Таким образом, теоретические оценки дают занижение скорости испарения по сравнению с экспериментом примерно на порядок, но отражают в целом тенденцию изменения экспериментальных параметров. Расхождения вполне можно объяснить использованием феноменологического подхода в теории испарения и влиянием случайных факторов эксперимента.

По имеющимся данным [95–100] испарение толстых пленок ТНТ приводит к линейному спаду испарения. Это является следствием того, что на испарение не оказывается влияние подложки. Полученный же в диссертации экспоненциальный спад испарения свидетельствует о существенном влиянии материала подложки (стекла) на испарение. То есть, имеющиеся в литературе данные не отражают условий испарения тонких пленок на уровне нг/см², соответствующих условиям контроля предельно малых поверхностных концентраций ВВ, встречающихся при антитеррористическом контроле объектов. Это, в частности, определяет оригинальность экспериментальной работы по динамике испарения микроследов ТНТ с поверхности и отвечает практической ценности в определении возможности контроля объектов в зависимости от времени образования микроследов.

4.4. Сравнительные возможности пробоотборного и лидарного методов контроля остатков следов при сублимации тонкой пленки ТНТ

Как уже отмечено выше в эксперименте при сублимации исходного следа ТНТ 100 нг/см^2 за 2,6 ч след становится равным 12 нг/см^2 . Уменьшение следа влияет на возможность его контроля. При этом концентрация пара ТНТ становится ниже предельной для серийно выпускаемого газохроматографического обнаружителя и для быстродействующих обнаружителей типа «Пилот» с порогом контроля 10^{-13} г/см^3 .

В работе [65] в соавторстве с автором диссертации также в главе 2 отмечено, что, согласно расчетным оценкам, пороговая чувствительность метода ЛИФ-ЛФ по поверхностной плотности следовых количеств нитросоединений ВВ может быть на уровне 1 нг/см^2 . То есть, через время, большее 2,6 ч пары тринитротолуола уже не будут регистрироваться газохроматографическим обнаружителем с пороговой чувствительностью 10^{-14} г/см^3 , в тоже время поверхностная концентрация ТНТ на уровне $2,62 \text{ нг/см}^2$ может быть зарегистрирована методом ЛИФ-ЛФ.

Если учесть показанную в 3-й главе более высокую возможность регистрации методом ЛИФ-ЛФ следовых количеств достаточно распространенных труднолетучих ВВ типа гексогена (RDX) или пентаэритриттетранитрата (ТЭН) по сравнению с регистрацией паров этих же веществ газохроматографическим методом, то становятся очевидными условия, в которых проявляется преимущество дистанционного ЛИФ-ЛФ метода антитеррористического контроля по контролю следов, а именно: по контролю следов труднолетучих ВВ.

В целом же сравнение возможностей методов контроля остатков следов при сублимации тонких пленок ТНТ пробоотборным по парам и лидарным по микрочастицам приводит к целесообразности комплексирования этих методов с целью увеличения эффективности контроля следов.

Выводы

1. Впервые показано, что испарение со стекла тонкой пленки ТНТ с исходным количеством 100 нг/см^2 при нормальных климатических условиях сопровождается уменьшением концентрации пара ТНТ над пленкой с постоянной времени 76 мин, что за 2,6 ч приводит к концентрации пара, соответствующей порогу контроля современных газоаналитических приборов.

2. Также впервые показано, что при испарении по п. 1 за те же 2,6 ч количество ТНТ на стекле становится равным 12 нг/см^2 .

3. На примере испарения тонких пленок ТНТ со стекла показан характерный экспоненциальный спад сублимации ТНТ, обусловленный, по-видимому, влиянием материала – стекла. Экспоненциальный спад указывает на ускоренное испарение тонких пленок по сравнению, например, с испарением с массива ТНТ. Полученная динамика испарения малых микроследов характеризует их сохраняемость и может быть учтена в экспертно-криминалистическом контроле объектов.

4. Измеренное испарение микроследов ТНТ со стекла ограничивает во времени с момента образования микроследов возможность контроля объектов газоаналитическими приборами.

5. В то же время, измеренное испарение микроследов ТНТ со стекла свидетельствует о возможности оценки в экспертной криминалистике момента образования микроследов по короткому интервалу времени измерения испарения микроследов.

6. Метод ЛИФ-ЛФ обеспечивает регистрацию микроследов ВВ на объектах в тех случаях, когда концентрация пара ВВ ниже пороговой чувствительности газоаналитических обнаружителей. Таким образом, лидарное обнаружение следовых количеств дополняет и существенно расширяет возможности контроля объектов с ВВ.

7. Ранее на практике отмечалось, что вихревой отбор проб воздуха увеличивает скорость испарения ТНТ с поверхности объектов. В данной работе

впервые показано, что вихревой отбор пробы воздуха примерно на порядок ускоряет испарение ТНТ с контролируемой поверхности по сравнению со свободным испарением. Это крайне полезный эффект, который должен учитываться во время применения на практике пробоотборного газоаналитического метода контроля объектов.

Заключение

В соответствии с поставленной целью выполнено экспериментальное сравнение характеристик определения следов ВВ современными лидарным (ЛИФ-ЛФ) и пробоотборным газоаналитическим методами одновременным их применением в одинаковых условиях. Основные результаты диссертационной работы состоят в следующем:

1. Для следов ТНТ и гексогена на алюминиевой фольге показано, что метод ЛИФ-ЛФ обеспечивает экспрессный контроль в течение 2,5 с следовых количеств ВВ с расстояния 4,1 м: ТНТ – 53 нг/см² с вероятностью 97-99 % при вероятности ложного обнаружения 5 %, гексогена 5,3 нг/см² со средней вероятностью 87 % при вероятности ложного обнаружения 5 %. Т.е., метод ЛИФ-ЛФ обеспечивает более высокую пороговую чувствительность по гексогену. Значительная дистанция лидарного контроля существенно расширяет его эффективность.

2. На примере гексогена обоснована методика оценки массы ВВ в отпечатках пальцев по макрофотографиям отпечатков. Объем микроскопических частиц гексогена в отпечатках определялся по поверхностно-эквивалентному диаметру окружности, площадь которой равна площади поверхностной проекции исходной частицы. Далее при известной плотности ВВ определялась масса следа.

3. На примере формирования отпечатков пальцев гексогена на стекле показано, что количество перенесенного ВВ при первом касании составляет 3 мг и затем уменьшается до 30 мкг в сотом отпечатке пальца, то есть уменьшается на два порядка.

Показано, что вероятность правильного контроля отпечатков гексогена методом ЛИФ-ЛФ близка к 100 % с первого по 60-й отпечаток и падает до 50% на сотом отпечатке.

4. При сравнении двух методов контроля показано, что пары ТНТ с концентрацией 10^{-12} г/см³ на поверхности ткани обнаруживаются газовым хроматографом и не обнаруживаются лидаром с дистанции 5 м, что, по-видимому, связано с малым количеством и паров, и твердых следов на

поверхности ткани. Для контроля открытых имитаторов ТНТ, гексогена и ТЭН показан эффективный контроль их лидаром, пробоотборным же методом возможен контроль только паров ТНТ. Таким образом, впервые сравнительными экспериментами в одинаковых условиях показано, что лидарный метод ЛИФ-ЛФ является высоко конкурентным пробоотборному газоаналитическому при контроле по микрочастицам труднолетучих ВВ типа гексоген, ТЭН. В целом, совместное применение обоих методов может улучшить антитеррористический контроль объектов.

5. Впервые показано, что при нормальных климатических условиях естественное испарение со стекла тонкой пленки ТНТ с исходной поверхностной концентрацией 100 нг/см^2 сопровождается экспоненциальным уменьшением концентрации пара ТНТ над пленкой за 2,6 ч до уровня соответствующего порогу контроля современных газоаналитических приборов. При этом количество ТНТ на стекле становится равным 12 нг/см^2 , что еще доступно для контроля лидаром с расстояния до 5 м. Полученная динамика испарения микроследов ВВ характеризует их сохраняемость и может быть учтена в экспертно-криминалистическом контроле объектов.

6. Лидарный метод ЛИФ-ЛФ в общем случае обеспечивает эффективный контроль микроследов ВВ на объектах, когда концентрация пара ВВ ниже пороговой чувствительности газоаналитических приборов. Таким образом, лидарный контроль следовых количеств дополняет и существенно расширяет возможности контроля объектов с ВВ.

7. Впервые на конкретных примерах показано, что лидарный метод ЛИФ-ЛФ контроля молекул гексогена обеспечивает выполнение требований к функциональным свойствам технических систем и средств досмотра, предусмотренных Постановлением Правительства РФ от 26 сентября 2016 г. № 969 «Об утверждении требований к функциональным свойствам технических средств обеспечения транспортной безопасности и Правил обязательной сертификации технических средств обеспечения транспортной безопасности».

8. Ранее на практике отмечалось, что вихревой отбор проб воздуха увеличивает скорость испарения ТНТ с поверхности объектов. В данной работе впервые показано, что вихревой отбор пробы воздуха примерно на порядок ускоряет испарение ТНТ с контролируемой поверхности по сравнению со свободным испарением. Это крайне полезный эффект, который обеспечивает эффективный газоаналитический контроль.

9. Результаты диссертационной работы, подтверждающие высокую эффективность лидарного контроля, и известные научные результаты по возможности достижения высокой пороговой чувствительности (10^{-16} г/см³) газоаналитического контроля труднолетучих ВВ определяют целесообразность:

- создания портативных лидаров для массового контроля;
- внедрения в практику антитеррористического контроля портативных газоанализаторов с порогом 10^{-16} г/см³ по труднолетучим ВВ.

В 10 приложениях к диссертации представлены материалы, подтверждающие новизну и практическую значимость проведенных исследований, а именно разработанные с участием и в соавторстве с М.И. Тивилевой программы и методики испытаний, а также протоколы сравнительных и оценочных испытаний.

Результаты настоящей диссертации внедрены в практическую деятельность органов внутренних дел Российской Федерации, что подтверждено Актом внедрения от 25.02.2022 № 28/17/1754 (Приложение И) в научно-исследовательские работы: НИР «Исследование возможности создания комплекса дистанционного обнаружения террористических угроз, основанного на различных физических принципах» (шифр: «Око-21»), НИР «Исследование эффективности обнаружения следов взрывчатых веществ пробоотборным газоаналитическим и дистанционным лазерным методами» (шифр «Нота») (Приложение К), НИР «Исследование возможности применения научно-технических достижений учреждений и предприятий Сибирского федерального округа при разработке перспективной специальной техники для органов внутренних дел Российской

Федерации» (шифр «Навага»), а также при выполнении Проекта «Разработка технологии обнаружения и распознавания в режиме реального времени сверхмалых концентраций целевых веществ с использованием биогибридных сенсорных систем» (шифр «Нарва»).

Материалы диссертации использованы при разработке стандарта организации Министерства внутренних дел Российской Федерации «Приборы обнаружения взрывчатых веществ газоаналитические. Специальные технические требования, методы и порядок проведения испытаний», используемого в МВД России (Приложение Л).

В заключение автор выражает искреннюю благодарность руководителю диссертационной работы доктору технических наук Грузнову Владимиру Матвеевичу, сотрудникам ФКУ НПО «СТиС» МВД России кандидату юридических наук Панюшину Денису Борисовичу, Сибирского филиала ФКУ НПО «СТиС» МВД России кандидату физико-математических наук, доценту Аксенову Валерию Анатольевичу, ИОА СО РАН, доктору физико-математических наук, профессору Бобровникову Сергей Михайловичу за постоянное внимание и неоценимую помощь в выполнении работы.

Автор признателен за помощь в проведении экспериментов и консультации сотрудникам ИОА СО РАН кандидату физико-математических наук Горлову Евгению Владимировичу, кандидату физико-математических наук Жаркову Виктору Ивановичу, ИСЭ СО РАН доктору физико-математических наук Панченко Юрию Николаевичу, ИПХЭТ СО РАН доктору физико-математических наук, профессору Ворожцову Александру Борисовичу, ИНГГ СО РАН кандидату технических наук Балдину Михаилу Николаевичу, кандидату химических наук Кихтенко Андрею Владимировичу.

Список сокращений и условных обозначений

АИД	– аргоновый ионизационный детектор
ВВ	– взрывчатое вещество
ВУ	– взрывное устройство
ГАИ	– газоанализатор ионизационный
ГСК	– генератор стандартных концентраций
ГХ	– газовый хроматограф
ГХК	– газохроматографическая колонка
ДДС	– дистанционный детектор следов
ДМНБ	– 2,3-диметил-2,3-динитробутан
ДНТ, DNT	– динитротолуол
ДЭЗ	– детектор электронного захвата
ИДПС	– ионный детектор перестраиваемой селективности
ИНГГ	– Институт нефтегазовой геологии и геофизики
ИОА	– Институт оптики атмосферы
ИПХЭТ	– Институт проблем химико-энергетических технологий
ИСЭ	– Институт сильноточной электроники
КАРС	– когерентное антистоксово комбинационное рассеяние света
КПП	– контрольно-пропускной пункт
ЛИФ	– лазерно-индуцированная флуоресценция
ЛИЭС	– лазерно-искровая эмиссионная спектроскопия
ЛФ	– лазерная фрагментация
НГ, NG	– нитроглицерин
НЖФ	– неподвижная жидкая фаза
ПДК	– предельно допустимая концентрация
ПКК	– поликапиллярная колонка
ПНТД	– план научно-технической деятельности
ПОУ	– пробоотборное устройство
п-МНТ	– пара-мононитротолуол

СИП – спектрометрия ионной подвижности

СКР – спектроскопия комбинационного рассеяния

СПИП – спектрометрия приращения ионной подвижности

ТНТ, TNT – 2,4,6-тринитротолуол, тротил

ТЭН, PETN – пентаэритриттетранитрат

ФИД – фотоионизационный детектор

ХЛД – хемилюминесцентные детекторы

ЭГДН, EGDN – этиленгликольдинитрат

2-NT – 2-нитротолуол

4-NT – 4-нитротолуол

AN – нитрат аммония

AP – перхлорат аммония

HMX – октоген

HNS – гексанитростильбен

HP – перекись водорода

NM – нитрометан

Picric acid – пикриновая кислота

RDX – гексоген

TATB – триаминтринитробензол

TATP – трициклическая перекись ацетона

Список литературы

1. Обнаружение взрывчатых веществ с использованием аппаратуры газового анализа: учебное пособие / В.А. Аксёнов, А.В. Кихтенко, В.С. Ковригина, В.А. Химичев. – Новосибирск: Сибирский филиал ГУ НПО «Специальная техника и связь» МВД России, 2001. – 58 с.

2. Набиев Ш.Ш., Палкина Л.А. Современные технологии обнаружения и идентификации взрывчатых веществ и взрывных устройств // Химическая физика. – Т. 36. – 2017. – № 10. – С. 3–54.

3. United Nations Economic Commission for Europe [Электронный ресурс] // – Режим доступа: <http://www.unece.org>.

4. СТО 13105-4-110-2023. Приборы обнаружения взрывчатых веществ газоаналитические. Специальные технические требования. Методы испытаний [Текст]. – М.: ФКУ НПО «СТиС» МВД России, 2014. – 34 с.

5. Центр кинологического обеспечения МВД России [Электронный ресурс] // – Режим доступа: https://мвд.пф/мвд/structure1/Centri/FKU_Centr_kinologicheskogo_obespechenija?ysclid=lo2eeeo2a5356010179.

6. Henric _Östmark, Sara Wallin, and How Ghee Ang Vapor Pressure of Explosives: A Critical Review // 2012 Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, Propellants Explos. Pyrotech. – 2012. – 37. – pp. 12–23.

7. Ch. Lenchitz, R.W. Volicki // J. Chem. Eng. Data. – 1970. – V. 15. – No. 3. – P. 401.

8. Morrison K. A., Denis E.H., Nims M.K., Broderick A.M., Fausey R. C., Rose H. J., Gongwer P. E., Ewing R. G. Vapor Pressures of RDX and HMX Explosives Measured at Near Room Temperature: 1, 3, 5-Trinitro-1,3,5-triazine and 1,2,5,7-Tetranitro-1,3,5,7-tetrazocane // J. Phys. Chem, A, – 2021. – V. 125. – No. 5. – P. 1279–1288.

9. Буряков И.А., Буряков Т.И. Экспресс-технологии обнаружения взрывчатых веществ // Санкт-Петербург: ООО «Грейт Принт». – 2023. – 633 с.

10. Грузнов В.М., Филоненко В.Г., Балдин М.Н., Шишмарёв А.Т. Портативные экспрессные газоаналитические приборы для определения следовых количеств веществ // Российский химический журнал. – Т. 46. – 2002. – № 4. – С. 100-108.

11. Douglas J. Klapec, Greg Czarnopys, Julie Pannuto Interpol review of detection and characterization of explosives and explosives residues 2016-2019 // Forensic Science International: Synergy. – 2020. – V. 2. – P. 670–700.

12. Ш.Ш. Набиев, Л.А. Палкина Современные технологии обнаружения и идентификации взрывчатых веществ и взрывных устройств // Химическая физика. – Т. 36. – 2017. – № 10. – С. 3–54.

13. Скворцов Л.А., Максимов Е.М. Применение лазерной фототермической спектроскопии для standoff детектирования следов взрывчатых веществ на поверхности тел // Квантовая электроника. – Т. 40. – 2010. – № 7. – С. 565–578.

14. Скворцов Л.А. Дистанционное обнаружение взрывчатых веществ с помощью методов активного формирования спектральных изображений // Квантовая электроника. – Т. 41, – 2011. – № 12. – С. 1051–1060.

15. Скворцов Л.А. Лазерные методы обнаружения следов взрывчатых веществ на поверхностях удаленных объектов // Квантовая электроника. – Т. 42, – 2012. – № 1. – С. 1–11.

16. Кремере Д., Радziemски Л. Лазерно-искровая эмиссионная спектроскопия. – М.: Техносфера, 2009. – 360 с.

17. J. Moros, J.A. Lorenzo and J.J. Laserna. Standoff detection of explosives: critical comparison for ensuing options on Raman spectroscopy–LIBS sensor fusion // Anal. Bioanal. Chem. – 2011. – V. 400. – P. 3353–3365.

18. Lopez-Moreno C., Palanco S., Laserna J.J., De Lucia F.Jr., Miziolek A.W., Rose J., Walters R.A., Whitehouse A. // J. of Anal. Atomic. Spectrom. – 2006. – 21. – P. 55.

19. Harmon, R.S., F.C. De Lucia, C.E. McManus, et al., Laser-induced breakdown spectroscopy–An emerging chemical sensor technology for real-time field-

portable, geochemical, mineralogical, and environmental applications // *Appl. Geochem*, 2006. – 21. – P. 730–747. Copyright.

20. Mandelis A. Progress in Photoacoustic, Photothermal, Photochemical Processes at Surfaces, Thin Films (New York: Springer-Verlag, 1989).

21. Portnov A, Rosenwaks S, Bar I. Detection of particles of explosives via backward coherent anti-Stokes Raman spectroscopy // *Appl. Phys. Lett.*, – 2008. – V. 93. – No. 4. – P. 041115.

22. Jander P. and Noll R. Automated Detection of Fingerprint Traces of High Explosives Using Ultraviolet Raman Spectroscopy // *Applied spectroscopy*, – 2009. – V. 63, – No. 5. – PP. 559–563.

23. Ray M. D., Sedlacek A. J., and Wu M. Ultraviolet mini-Raman lidar for stand-off, in-situ identification of chemical surface contaminants // *Rev. Sci. Inst.*, – 2000. – V. 71, – No. 9. – P. 3485-3489.

24. Li H., Harris D.A., Xu B., Wrzesinski P.J., Lozovoy V.V., Dantus M. Coherent mode-selective Raman excitation towards standoff detection // *Opt. Express.* – 2008. – V. 16. – No. 8. – P. 5499–5504.

25. Li H., Harris D.A., Xu B., Wrzesinski P.J., Lozovoy V.V., Dantus M. Standoff and arms-length detection of chemicals with single-beam coherent anti-Stokes Raman scattering // *Appl. Opt.* – 2009. – V. 48, – No. 4. – P. B17–B22.

26. Lemire, G. W.; Simeonsson, J. B.; Sausa, R. C. Monitoring of vapor-phase nitro compounds using 226-nm radiation: fragmentation with subsequent NO resonance-enhanced multiphoton ionization detection // *Anal. Chem.* – 1993. – V. 65, – No. 5. – P. 529–533.

27. Wu D., Singh J.P., Yueh F.Y., Monts D.L. 2,4,6-Trinitrotoluene detection by laser-photofragmentation-laserinduced fluorescence // *Appl. Opt.* – 1996. – V. 35. – No. 21. – P. 3998–4003.

28. Simeonsson J.B., Sausa R.C. A critical review of laser photofragmentation/fragment detection techniques for gas phase chemical analysis // *Appl. Spectrosc. Rev.* – 1996. – V. 31. – No. 1. – P. 1–72.

29. Бобровников С.М., Горлов Е.В. Лидарный метод обнаружения паров взрывчатых веществ в атмосфере // Оптика атмосферы и океана. – Т. 23. – 2010. – № 12. – С. 1055–1061.

30. Исследование и разработка комплексного метода обнаружения паров и следов взрывчатых веществ [Текст]: отчёт о НИР (заключит.) / ИПХЭТ СО РАН; рук. Ворожцов А.Б.; исполн.: Павленко А.А. [и др.]. – Бийск, 2007. – 132 с. – Библиогр.: с. 114–116. – Инв. № О-144.

31. Исследование возможности повышения тактико-технических характеристик аппаратуры дистанционного обнаружения взрывчатых веществ методом лазерного зондирования [Текст]: отчёт о НИР (заключит.) / ИПХЭТ СО РАН; рук. Сакович Г.В.; исполн.: Ворожцов А.Б. [и др.]. – Бийск, 2009. – 114 с. – Библиогр.: с. 100–101. – Инв. № О-248.

32. Сакович Г.В., Резнев А.А., Чернов А.И., Максимов Е.М., Передерий А.Н., Степанов И.В., Силантьев С.В., Ворожцов А.Б., Павленко А.А., Максименко Е.В., Ворожцов Б.И., Бобровников С.М., Горлов Е.В., Макогон М.М., Климкин А.В., Осипов К.Ю., Пономарев Ю.Н., Капитанов В.А., Агеев Б.Г. Оптические методы дистанционного обнаружения паров взрывчатых веществ в атмосфере // Фундаментальные и прикладные проблемы технической химии: К 10-летию Института проблем химико-энергетических технологий СО РАН. Новосибирск: Наука, 2011. – С. 246–259.

33. Bobrovnikov S., Gorlov E., Losev V., Panchenko Yu., Sakovich G., Vorozhtsov A. Remote detection of explosives vapors using deep UV excimer laser radiation // XV International Symposium “Atmospheric And Ocean Optics. Atmospheric Physics”, June 22-28, 2008, Krasnoyarsk, Russia.

34. S. Bobrovnikov, E. Gorlov, Y. Panchenko, G. Sakovich, A. Vorozhtsov, E. Maximov Lidar Detector of Explosive Vapors // 40th International Annual Conference of ICT (Energetic materials - Characterisation, Modelling and Validation), June 23-26, 2009, Karlsruhe, Germany.

35. S.M. Bobrovnikov, E.V. Gorlov, Yu.N. Panchenko, G.V. Sakovich, A.B. Vorozhtsov, B.I. Vorozhtsov, A.A. Pavlenko, E.V. Maksimenko, A.A. Reznev, E.M. Maksimov, A.N. Perederii Remote detection of explosive vapors in the atmosphere // V International Workshop HEMs-2010 “High Energy Materials: Demilitarization, Antiterrorism And Civil Applications”, September 8-10, 2010, Biysk, Russia.

36. Bernacki B., Ho N. Differential spectroscopic imaging of particulate explosives residue // Proc. SPIE Int. Soc. Opt. Eng. – 2008. – V. 6945. – P. 694517.

37. Bernacki B., Phillips M. Standoff hyperspectral imaging of explosives residues using broadly tunable external cavity quantum cascade laser illumination // Proc. SPIE Int. Soc. Opt. Eng. – 2010. – V. 7665. – P. 76650I.

38. McGill R.A., Kendziora C.A., Furstenberg R., Papantonakis M.R., Horwitz J., Hubler G.K. US Patent Application 12/255, 103; Filed Oct. 21, 2008.

39. Arusi-Parpar T., Heflinger D., Lavi R. Photodissociation Followed by Laser-Induced Fluorescence at Atmospheric Pressure and 24 °C: A unique Scheme for Remote Detection of Explosives // Appl. Opt. – 2001. – V. 40, – No. 36. – P. 6677–6681

40. Бобровников С.М., Ворожцов А.Б., Горлов Е.В., Жарков В.И., Максимов Е.М., Панченко Ю.Н., Сакович Г.В. Лидарное обнаружение паров взрывчатых веществ в атмосфере // Известия высших учебных заведений. Физика. – Т. 58. – 2015. – № 9. – С. 14–21.

41. Furstenberg R., Kendziora C.A., Stepanowski J., Stepanowski S.V., Rake M., Papantonakis M.R., Nguyen V., Hubler G.K., McGill R. A. Standoff detection of trace explosives via resonant infrared photothermal imaging // Appl. Phys. Lett. – 2008. – V. 93, – No. 22. – P. 224103.

42. Papantonakis M.R., Kendziora C.A., Furstenberg R., Stepanowski S.V., Rake M., Stepanowski J., McGill R.A. Stand-off detection of trace explosives by infrared photothermal imaging // Proc. SPIE Int. Soc. Opt. Eng. – 2009. – V. 7304. – P. 730418.

43. Treado P.J., Nelson M.P., Schweitzer R., Gardner C., Wentworth R. Standoff Raman Hyperspectral Imaging Detection of Explosives // Laser Applications to Chemical, Security and Environmental Analysis (LACSEA) (St. Petersburg, Florida, 2008).

44. Nordberg M., Åkeson M., Östmark H., Carlsson T. Stand-off detection of explosive particles by imaging Raman spectroscopy // Proc. SPIEInt. Soc. Opt. Eng. – 2011. – V. 8017. – P. 80171B.

45. Грузнов В. М., Балдин М. Н., Макась А. Л., Титов Б. Г. Развитие в России методов обнаружения взрывчатых веществ // Журнал аналитической химии. – Т. 66. – 2011. – № 11. – С. 1236–1246.

46. Arusi-Parpar T., Heflinger D., Lavi R. Photodissociation Followed by Laser-Induced Fluorescence at Atmospheric Pressure and 24 °C: A unique Scheme for Remote Detection of Explosives // Appl. Opt. – 2001. – V. 40. – No. 36. – P. 6677–6681.

47. Heflinger D., Arusi-ParparT., Ron Y., Lavi R. Application of a unique scheme for remote detection of explosives // Opt. Commun. – 2002. – V. 204, – No. 1-6. – P. 327–331.

48. Солдатов В.П., Науменко И.И., Ефименко А.П., Чертилина Л.Н., Ваганов В.С. // А.с. 1651200 (СССР). Б.И. 1991, № 19. Приоритет от 04.12.1986.

49. Грузнов В.М., Филоненко В.Г. Скоростное концентрирование и вихревой отбор проб воздуха при обнаружении следовых количеств органических веществ. Новосибирск: ИНГГ СО РАН, 2011. – 174 с.

50. Конвенция о маркировке пластических взрывчатых веществ в целях их обнаружения, Монреаль, 1991. [Электронный ресурс] // – Режим доступа: https://www.un.org/ru/documents/decl_conv/conventions/markconv.shtml.

51. Bradshaw R.F.D., Kraicer A., Trace Vapour Detection Apparatus // Patent Specification. No. 1 573 678, 1980.

52. Evaluation of Ion Mobility Spectrometry Technology for Narcotic Identification. Topic Specific Technical Report prepared by Georgia Tech Research Institute, Atlantic City. 2001.

53. Vapor Tracer² для обнаружения взрывчатых веществ и наркотических средств [Электронный ресурс] // – Режим доступа: https://iq100968720.fm.alibaba.com/product/124035765-0/Vapor_Tracer2.html.

54. New Explosive Trace Detection System EGISTM Defender, Communication of Thermo Electron Corp., 2005, [Электронный ресурс] // – Режим доступа: http://www.thermo.com/com/cda/category/category_1p/0,2152,15043,00.html.

55. Детектор обнаружения взрывчатых веществ Кербер [Электронный ресурс] // – Режим доступа: <http://www.analizator.ru/production/ims/kerber-t>.

56. Горшков М.П. Способ анализа примесей в газах. Бюллетень изобретений № 38. 1982. А.С. №966583, СССР, G 01 N 27/62, 10.03.80

57. Buryakov I.A. // Int. J. For Ion Mobil. Spect., – 2001. – V. 4. – No. 2. – pp. 112–116.

58. Буряков И.А., Крылов Е.В., Солдатов В.П. Приборы и методы газового электрофореза. В кн. Химический анализ объектов окружающей среды / Под ред. Малахова В.В. Новосибирск: Наука, СО РАН. 1991. – С. 113–127.

59. Буряков И.А., Коломиец Ю.Н., Лупу В.Б. // Патент РФ № 2178929. Оpubл. 27.01.2002.

60. Буряков И.А., Коломиец Ю.Н. Экспресс-определение взрывчатых и наркотических веществ с помощью поликапиллярной газохроматографической колонки и спектрометра ионной подвижности // Журнал аналитической химии. – Т. 58. – 2003. – № 10. – С. 1057.

61. Аксёнов В.А., Балдин М.Н., Грузнов В.М. Роль высокой чувствительности газоаналитических обнаружителей и их современные характеристики // «Научно-технический портал МВД России». – 2019. – № 4(32). – С. 61–64.

62. Грузнов В.М., Балдин М.Н., Прямов М.В., Максимов Е.М. Определение концентрации паров взрывчатых веществ с дистанционным автоматизированным отбором проб при контроле объектов // Журнал аналитической химии. – Т. 72. – 2017. – № 11. – С. 1000–1005.

63. Детекторы взрывчатых веществ [Электронный ресурс] // – Режим доступа: <http://www.bnti.ru/index.asp?tbl=02.01.01.01>.

64. Петренко Е.С. Некоторые особенности поиска взрывчатых веществ и взрывоопасных предметов с помощью собак, газоаналитических приборов и химических экспресс тестов [Электронный ресурс] // – Режим доступа: www.bnti.ru/showart.asp?aid=614&lvl=02.01.01.

65. Бобровников С.М., Горлов Е.В., Жарков В.И., Мурашко С.Н., Панченко Ю.Н., Аксёнов В.А., Кихтенко А.В., Тивилёва М.И. Исследование эволюции поверхностной концентрации следов высокоэнергетических веществ в отпечатках пальцев поляризационным макрофотографическим и лидарным методами // Технологии безопасности жизнедеятельности. – 2023. – № 1. – С. 8–18.

66. Тивилёва М.И., Кихтенко А.В., Бобровников С.М., Горлов Е.В., Дистанционный детектор следов взрывчатых веществ // Сборник материалов XX Международного симпозиума «Оптика атмосферы и океана. Физика атмосферы». – 2014. – С. 41–44.

67. Бобровников С.М., Горлов Е.В., Жарков В.И., Панченко Ю.Н., Аксёнов В.А., Кихтенко А.В., Тивилёва М.И. Дистанционный детектор следов взрывчатых веществ // Труды XX Международного симпозиума Оптика атмосферы и океана. Физика атмосферы: (г. Новосибирск, 23-27 июня 2014 г.), Изд-во ИОА СО РАН, Томск, 2014. – С. 41–44.

68. Тивилёва М.И., Аксёнов В.А., Горлов Е.В., Жарков В.И., Панченко Ю.Н., Бобровников С.М., Пучикин А.В. Дистанционное обнаружение следов высокоэнергетических материалов // Научно-технический портал МВД России. – 2016. – № 4(20). – С. 27–30.

69. Bobrovnikov S.M., Gorlov E.V., Zharkov V.I., Panchenko Yu.N. Remote detection of traces of high energetic materials // Proc. SPIE. – 2015. – V. 9680. – P. 96803J-1-4.

70. Кихтенко А.В., Тивилёва М.И., Аксёнов В.А., Бобровников С.М., Горлов Е.В., Жарков В.И., Панченко Ю.Н., Ворожцов А.Б., Сакович Г.В. Оценочные испытания лидарного обнаружителя взрывчатых веществ // Научно-технический портал МВД России. – 2015. – №1(13). – С. 49–57.

71. Исследование возможности применения фундаментальных и прикладных результатов научных учреждений и предприятий Сибирского федерального округа при создании перспективной специальной техники для органов внутренних дел Российской Федерации [Текст]: отчёт о НИР (заключит.) / СФ ФКУ НПО «СТиС» МВД России; рук. Шишкин Е.В.; исполн.: Тивилёва М.И., Аксёнов В.А. [и др.]. – Новосибирск, 2022. – 90 с. – Рег. № 01220337.

72. Корн Г., Корн Т. Справочник по высшей математике для научных сотрудников и инженеров // М.: Наука, 1984. – 832 с.

73. Verkouteren J.R., Coleman J.L., Cho I. (2010) Automated Mapping of Explosives Particles in Composition C-4 Fingerprints. // J. Forensic Sci. 55(2). p. 334–340. DOI: 10.1111/j.1556-4029.2009.01272.

74. Lovett S., Explosives Search Dogs, Proc. of 1st Int. Simp. on Explosive Detection Technology. November 13-15, 1991. Atlantic City, New Jersey, pp. 774–775.

75. Curt Weinstein, M.A., Sidney Weinstein, Drozdenko R., The Challenge of Biodetection for Screening Persons Carrying Explosives // Proceedigns of the First International Symposium on Explosive Detection Technology. November 13-15, 1991. Atlantic City, New Jersey, – pp. 759–769.

76. Кирой В.Н., Косенко П.О., Шепелев И.Е., Щербань И.В., Смоликов А.Б., Арсеньев Ф.В., Заборовский А.В., Аксёнов В.А., Тивилёва М.И., Грузнов В.М., Засыпкина И.И. Биогибридная технология

обнаружения сверхнизких концентраций тринитротолуола в воздухе // Журнал аналитической химии. – Т. 78. – 2023. – № 8. – С. 736–744.

77. Обнаружитель взрывчатых веществ Кербер-СТ [Электронный ресурс] // – Режим доступа: <http://www.analizator.ru/production/ims/kerber-st/>.

78. Детектор взрывчатых веществ Пилот-М [Электронный ресурс] // – Режим доступа: <https://videoglaz.ru/detektory-vzryvchatyh-veschestv/pilot/detektor-pilot-m-rossiya>.

79. V.M. Gruznov, A.B. Vorozhtsov Gas-dynamic kinetics of vapor sampling in the detection of explosives // *Molecules* – 2019, – V. 24, – P. 4409; doi:10.3390/molecules24234409.

80 .Грузнов В.М., Филоненко В.Г., Шишмарев А.Т. Отбор и ввод проб при скоростном газохроматографическом обнаружении паров органических веществ // Журнал аналитической химии. – Т. 54. – 1999. – № 11. – С. 1134-1139.

81. Грузнов В.М., Филоненко В.Г., Шишмарев А.Т. Экспрессное улавливание паров веществ из воздуха // *Теплофизика и аэромеханика*. – Т. 7. – 2000. – № 4. – С. 617–620.

82. Грузнов В.М. Экспрессная газовая хроматография для следового анализа в полевых условиях: учебн. пособие; Новосиб. гос. Ун-т. Новосибирск: РИЦ НГУ, 2014. – 90 с.

83. Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ Сорбат / Блинова Л.В. РФ. № 2010615767. Заявл. 5.07.2010; опубл. 6.09.2010.

84. Балдин М.Н., Грузнов В.М. Портативный газовый хроматограф с воздухом в качестве газа-носителя для определения следов взрывчатых веществ // Журнал аналитической химии. – Т.68. – 2013. – № 11. – С. 1117–1122.

85. Надолинный В.А., Коломиец Ю.Н., Мардежова Г.А., Даниленко А.М., Пронин В.Г. Способ приготовления стандартных газовых смесей и устройство для его осуществления. Патент № 2410678 РФ // 2011. Б. и. № 3.

86. Jenkins A., An Improved Method for the Qualitative and Quantitative Detection of Vapors from Low Volatility Compounds, Patent specification, No. 1 451 632, 1976.

87. Dionne B.C., Roundbehrer D.P., Achter E.K, Hobbs J.B., and Fine D.H., // J. of Energetic Materials, – 1986. – V. 4. – p. 447.

88. Балдин М. Н., Бобровников С. М., Ворожцов А. Б., Горлов Е. В., Грузнов В. М., Жарков В. И., Панченко Ю. Н., Прямов М. В., Сакович Г. В. Об эффективности совместного дистанционного лазерного и газохроматографического обнаружения следов взрывчатых веществ // Оптика атмосферы и океана. – Т. 31. – 2018. – № 12. – С. 988–994. DOI: 10.15372/AOO20181208.

89. Южполиметалл-Холдинг. Портативный ионно-дрейфовый детектор «Кербер-Т». [Электронный ресурс] // – Режим доступа: <http://www.analizator.ru/production/ims/kerber-t/>.

90. Тивилёва М.И., Грузнов В.М., Балдин М.Н., Кихтенко А.В., Науменко И.И. Определение изменения во времени концентрации пара 2,4,6-тринитротолуола при сублимации его следов с поверхности стекла // ж. Аналитика и контроль. – Т. 25. – 2021. – № 3. – С. 222–229.

91. M.I. Tivileva, V.M. Gruznov, M.N. Baldin, A.B. Vorozhtsov, A.V. Kikhthenko, S.S. Titov. On the Evaporation Dynamics of Trinitrotoluene Microparticles on the Glass Surface // International Journal of Energetic Materials and Chemical Propulsion, – 2021. – V. 20(3). – pp.17–25.

92. Кудряшова О.Б., Грузнов В.М., Балдин М.Н., Кихтенко А.В., Тивилёва М.И., Титов С.С. Характеризация сублимации следов тринитротолуола с поверхности стекла // Известия вузов. Физика. Национальный исследовательский Томский государственный университет (Томск). Т.65, 2022.– № 9. – С. 27–33.

93. Gershanik A.P., Zeiri Y. // J. Phys. Chem. A. – 2010. – V. 114. – No. 47. – P. 12403–12410.

94. Lenchitz C., Velicky R.W. // J. Chem. Eng. Data. – 1970. – V. 15. – No. 3. – P. 401–403.

95. R. Mu [et al.] Experimental and Theoretical Demonstration of the Interfacial Interaction Potential Between an Adsorbed Film and a Smooth Substrate // J. Phys. Chem. B. – 2000. – V. 104. – P. 105–109.

96. Rui Liu, Tonglai Zhang, Ying Liu Li Yang, Zunning Zhou. Vaporization characteristics of low-melting nitrocompounds by isothermal thermogravimetry // J. Therm. Anal. Calorim. – 2013. – V. 112. – P. 523–532.

97. Hikal W.M., Weeks B.L. Determination of sublimation rate of 2,4,6-trinitrotoluene (TNT) nano thin film using UV-absorbance spectroscopy // J. Therm. Anal. Calorim. – 2012. – V. 110. – P. 955–960. DOI:10.1007/s10973-011-1888-8.

98. Gershanik A.P., Zeiri Y. Sublimation Rate of TNT Microcrystals in Air // J. Chem. Phys. A. – 2010. – V. 114. – P. 12403-12410. DOI: 10.1021/jp105168h.

99. Hikal W.M., Paden J.T., Weeks B.L. Thermo-optical determination of vapor pressures of TNT and RDX nanofilms // Talanta. – 2011. – V. 87. – P. 290–294. DOI: 10.1016/j.talanta.2011.10.020.

100. Hikal W.M., Weeks B.L. Sublimation kinetics and diffusion coefficients of TNT, PETN, and RDX // Talanta. – 2014. – V. 125. – P. 24–28. DOI: 10.1021/acs.analchem.0c04466.

Приложение А

(справочное)

Программа и методика оценочных испытаний макета лазерного дистанционного сканирующего детектора следов взрывчатых веществ

УТВЕРЖДАЮ
Врио начальника
Сибирского филиала
ФКУ НПО «СТиС» МВД России
майор внутренней службы



Ш.Е.Ш.
«16» 02 2015 г. Е. В. Шишкин

ПРОГРАММА И МЕТОДИКА
ОЦЕНОЧНЫХ ИСПЫТАНИЙ

МАКЕТА ЛАЗЕРНОГО ДИСТАНЦИОННОГО СКАНИРУЮЩЕГО
ДЕТЕКТОРА СЛЕДОВ ВЗРЫВЧАТЫХ ВЕЩЕСТВ

7 Методика оценочных испытаний

7.1 Оценка показателей назначения

Оценка показателей назначения заключается в проверке способности макета ЛСД ВВ обнаруживать следовые количества различных ВВ на поверхностях образцов исследования.

В качестве определяемых ВВ используются: ТНТ, ДНТ, тетрил, гексоген, ТЭН, октоген.

Для приготовления образцов исследования небольшое фиксированное количество определяемого ВВ (100 миллиграмм) растворяется в 10 мл ацетона ЧДА. Определённый объем полученного раствора (100 мкл) наносится при помощи микропипетки на стеклянную пластинку (фрагмент алюминиевой фольги). После испарения растворителя на поверхность полученного образца исследования производится лазерное воздействие с последующей регистрацией оптического отклика от него. Проводится серия экспериментов для каждого типа определяемого ВВ.

7.2 Оценка эффективности обнаружения следов ВВ

Оценка эффективности обнаружения следов ВВ заключается в определении вероятности обнаружения ВВ и ложных срабатываний макета. Данный параметр определяется в ходе проведения испытаний показателя назначения и оценки соответствия макета ЛСД ВВ тактическим требованиям.

7.3 Соответствие макета ЛСД ВВ тактическим требованиям

При определении соответствия тактическим требованиям оценивается способность макета ЛСД ВВ обнаруживать ВВ в условиях, моделирующих реальное применение:

- обнаружение следов ВВ на поверхностях рук и одежде;
- обнаружение следов ВВ на различных поверхностях, имевших

непосредственный контакт с ВВ (поверхность ручной клади, замки, документы и т.п.).

В качестве определяемого ВВ используется технический тротил. Навеска в количестве 0,5 г растирается пестиком в агатовой ступке, после чего полученный порошок наносится на ладонь руки и выдерживается в течение 5 минут. Путем соприкосновения её с поверхностью определяемое ВВ переносится на другие носители (поверхность ручной клади, ручка кейса, одежда и т.п.). На ладонь руки (до переноса ВВ) и на поверхность носителей с перенесенным ВВ производится лазерное воздействие с последующей регистрацией оптического отклика.

Примечание – Для получения следов ВВ на различных объектах допускается использование стандартного изделия фабричного изготовления, снаряженного ТНТ, с соблюдением соответствующих мер безопасности.

7.4 Определение времени выхода на рабочий режим

Перед определением данного параметра макет должен находиться в выключенном состоянии не менее 1 часа. Время выхода на рабочий режим определяют с использованием секундомера с момента подачи электропитания до индикации момента готовности макета ЛСД ВВ проводить обнаружение ВВ.

7.5 Оценка времени обнаружения ВВ

Время обнаружения ВВ определяется в ходе проведения испытаний показателя назначения и фиксируется как время с момента воздействия излучения лазера на образец исследования до момента появления отклика на ВВ.

7.6 Определение дальности обнаружения

Дальность обнаружения ВВ определяется с помощью рулетки как максимальное расстояние от входного окна приемочной оптической системы до образца исследования, при котором наблюдается достоверное обнаружение следов ВВ.

8 Обеспечение защиты государственной тайны

Требования по обеспечению режима секретности и по защите от иностранных технических разведок при проведении оценочных испытаний не предъявляются.

9 Обработка, анализ и оформление результатов

9.1 Оценочные испытания оформляются протоколом, содержащим результаты, выводы и рекомендации.

9.2 Дополнения и обоснованные изменения, введенные во время проведения испытаний в настоящую программу и методику, должны быть отражены в итоговом протоколе испытаний.

9.3 Протокол испытаний утверждается начальником Сибирского филиала ФКУ НПО «СТиС» МВД России.

Научный сотрудник
СФ ФКУ НПО «СТиС» МВД России
майор внутренней службы



М.И. Тивилёва

13.02.2015

Ведущий научный сотрудник
СФ ФКУ НПО «СТиС» МВД России
к. ф.-м. н.



В.А. Аксёнов

13.02.2015

Приложение Б

(справочное)

Протокол оценочных испытаний макета лазерного дистанционного сканирующего
детектора следов взрывчатых веществ

Сибирский филиал**ФКУ НПО «Спецтехника и связь» МВД России**

СОГЛАСОВАНО

Зам. директора ЮА СО РАН,
д.ф.-м.н.



Б. Д. Белан

«__» _____ 2015 г.

УТВЕРЖДАЮ

Врио начальника
Сибирского филиала
ФКУ НПО «СТиС» МВД России,



Е. В. Шишкин

«__» _____ 2015 г.

ПРОТОКОЛ №9/НИС-13-15

Оценочные испытания макета лазерного дистанционного сканирующего
детектора следов взрывчатых веществ

Новосибирск 2015

7 Результаты испытаний

7.1 Оценка показателей назначения

Оценка показателей назначения заключалась в проверке способности макета ЛСД ВВ обнаруживать следовые количества различных ВВ на поверхностях образцов исследования.

Для оценки показателя назначения макета ЛСД ВВ была проведена серия экспериментов с использованием различных образцов ВВ, имеющих поверхностную концентрацию $0,1 \text{ мг/см}^2$. В качестве определяемых ВВ использовали: ТНТ, ДНТ, тетрил, гексоген, ТЭН, октоген.

Для приготовления образцов исследования небольшое фиксированное количество определяемого ВВ (100 миллиграмм) растворяли в 10 мл ацетона ЧДА. Определённый объем полученного раствора (100 мкл) наносили при помощи микропипетки на стеклянную пластинку (предметное стекло). После испарения растворителя производилось лазерное воздействие на поверхность полученного образца исследования с последующей регистрацией оптического отклика от него.

Результаты экспериментов по обнаружению следов ВВ представлены в таблицах 1 – 4.

Таблица 1 – Результаты экспериментов по обнаружению следов ВВ поверхностной концентрацией $0,1 \text{ мг/см}^2$

№ эксперимента	Наименование определяемого ВВ					
	ТНТ	ДНТ	Тетрил	Гексоген	ТЭН	Октоген
1	+	+	+	+	–	+
2	+	+	+	+	–	+
3	+	+	+	+	–	+
4	+	+	+	+	–	+
5	+	+	+	+	–	+
6	+	+	+	+	–	+
7	+	+	+	+	–	+
8	+	+	+	+	–	+
9	+	+	+	+	–	+
10	+	+	+	+	–	+
Примечание: Знаком «+» обозначено срабатывание прибора, знаком «–» обозначено отсутствие отклика на ВВ.						

Таблица 2 – Результаты экспериментов по обнаружению следов октогена с поверхностной концентрацией 53 мкг/см² на предметном стекле в режиме сканирования

№ эксперимента	Число фотоотсчетов от поверхности образца со следами ВВ ($\bar{n}_s + \bar{n}_n$)	Число шумовых фотоотсчетов (от чистой поверхности образца) $\bar{n}_n$	Число сигнальных фотоотсчетов $\bar{n}_s$	Вероятность правильного обнаружения $P_{по}$ при вероятности ложной тревоги $P_{лт} = 0,05$, %
1	123	3	120	100
2	119	3	116	100
3	127	3	124	100
4	124	3	121	100
5	119	3	116	100
6	126	3	123	100
7	132	3	129	100
8	121	3	118	100
9	126	3	123	100
10	108	3	105	100

Таблица 3 – Результаты экспериментов по обнаружению следов тетрила с поверхностной концентрацией 53 мкг/см² на предметном стекле в режиме сканирования

№ эксперимента	Число фотоотсчетов от поверхности образца со следами ВВ ($\bar{n}_s + \bar{n}_n$)	Число шумовых фотоотсчетов (от чистой поверхности образца) $\bar{n}_n$	Число сигнальных фотоотсчетов $\bar{n}_s$	Вероятность правильного обнаружения $P_{по}$ при вероятности ложной тревоги $P_{лт} = 0,05$, %
1	142	3	139	100
2	145	3	142	100
3	168	3	165	100
4	142	3	139	100
5	95	3	92	100

Таблица 4 – Результаты экспериментов по обнаружению следов динитротолуола с поверхностной концентрацией 53 мкг/см² на предметном стекле в режиме сканирования

№ эксперимента	Число фотоотсчетов от поверхности образца со следами ВВ ($\bar{n}_s + \bar{n}_n$)	Число шумовых фотоотсчетов (от чистой поверхности образца) $\bar{n}_n$	Число сигнальных фотоотсчетов $\bar{n}_s$	Вероятность правильного обнаружения $P_{по}$ при вероятности ложной тревоги $P_{лт} = 0,05$, %
1	128	3	125	100
2	155	3	152	100
3	173	3	170	100
4	110	3	107	100
5	70	3	67	100

7.2 Определение времени выхода на рабочий режим

Время выхода на рабочий режим определяли с использованием секундомера с момента подачи электропитания до индикации момента готовности макета ЛСД ВВ проводить обнаружение ВВ. Перед определением данного параметра макет находился в выключенном состоянии не менее 1 часа. Время выхода на режим состоит из времени включения лазера и времени загрузки программы управления лидаром. Время выхода на рабочий режим составило 300 с (5 мин).

7.3 Оценка времени обнаружения ВВ

Время обнаружения ВВ определяли в ходе проведения испытаний показателя назначения и фиксировали как время с момента воздействия излучения лазера на образец исследования до момента появления отклика на ВВ. В процессе проведения испытаний время обнаружения составило 10с, что соответствует времени сканирования размеров предметного стекла.

7.4 Определение дальности обнаружения

Дальность обнаружения ВВ определяли с помощью лазерного дальномера как максимальное расстояние от входного окна приемочной оптической системы до образца исследования, при котором наблюдается достоверное обнаружение следов ВВ. Дальность обнаружения составила 4,27 м.

7.5 Соответствие макета ЛСД ВВ тактическим требованиям

При определении соответствия тактическим требованиям оценивали способность макета ЛСД ВВ обнаруживать ВВ в условиях, моделирующих реальное применение:

- обнаружение следов ВВ на поверхностях рук и одежде;
- обнаружение следов ВВ на различных поверхностях, имевших

**От Сибирского филиала
ФКУ НПО «СТиС» МВД России:**

Заместитель начальника филиала,
к.х.н.



А. В. Кихтенко

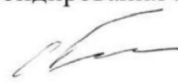
Научный сотрудник



М.И. Тивилёва

**От Института оптики атмосферы
им. В.Е. Зуева СО РАН:**

Заведующий Центром лазерного
зондирования атмосферы, к.ф.-м.н.



С.М. Бобровников

Научный сотрудник, к.ф.-м.н.



Е.В. Горлов

Приложение В

(справочное)

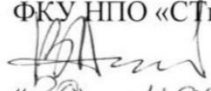
Протокол оценочных испытаний опытного образца лазерного дистанционного
детектора взрывчатых веществ

Сибирский филиал ФКУ НПО «Спецтехника и связь» МВД России

УТВЕРЖДАЮ

Начальник Сибирского филиала
ФКУ НПО «СТиС» МВД России

В.А. Аксёнов


«20» марта 2013 г.

ПРОТОКОЛ №9/НИС-03-13

оценочных испытаний опытного образца лазерного дистанционного
детектора взрывчатых веществ

Новосибирск 2013

1 Объект испытаний

Лазерный дистанционный (лидарный) детектор взрывчатых веществ (ВВ), разработанный совместно Институтом оптики атмосферы им. В.Е. Зуева СО РАН (г. Томск), Институтом проблем химико-энергетических технологий СО РАН (г. Бийск) и Институтом сильноточной электроники СО РАН (г. Томск). Внешний вид детектора представлен на рисунке 1.

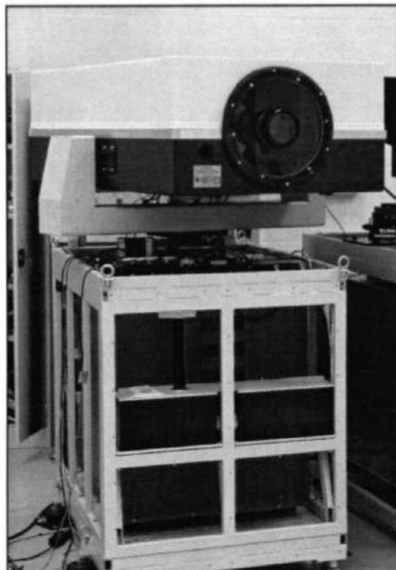


Рисунок 1– Общий вид лазерного дистанционный детектора ВВ

Лазерный детектор состоит из эксимерного KrF лазера, приемопередающего объектива, блока спектральной селекции (монохроматора), фотодетектора и персонального компьютера.

Лазерное излучение с помощью формирующей системы фокусируется в исследуемой области. Приемная оптическая система лидара представляет собой зеркально-линзовый телескоп по схеме Максутава с подвижным главным зеркалом для быстрой фокусировки системы на заданную дальность. Спектральная селекция сигналов флуоресценции осуществляется при помощи тройного зеркально-призменного монохроматора, позволяющего выделить полосы флуоресценции NO-фрагментов при уровне подавления линии несмещённого рассеяния на 13 порядков.

Зона фокусировки оптически сопряжена с входной щелью блока спектральной селекции. Фотоны, рожденные в результате взаимодействия лазерного излучения с парами ВВ, попадают в монохроматор и далее на фотодетектор, сигнал с которого поступает в персональный компьютер для обработки.

2 Цель испытаний

Оценка чувствительности лазерного детектора с использованием генератора стандартных концентраций.

3 Время и место проведения испытаний

Испытания проводились 20 – 22 февраля 2013 г. в Институте сильноточной электроники СО РАН (г. Томск).

4 Материально-техническое обеспечение и документация

В ходе проведения испытаний было использовано следующее материально-техническое обеспечение и документация:

- генератор стандартных концентраций (ГСК) с концентрацией $1 \times 10^{-12} \text{ г/см}^3$ при 20°C ;
- генератор стандартных концентраций с нулевой концентрацией ТНТ;
- термометр ртутный;
- газоанализатор паров ВВ МО-2М;
- газоанализатор паров ВВ ЭХО-М;
- гигрометр психрометрический ВИТ-2.

5 Оцениваемые параметры

Наличие отклика лидарного детектора на пары ВВ, создаваемые генератором стандартных концентраций.

6 Условия и порядок проведения испытаний

Испытания проводились в лабораторном помещении при температуре плюс $22 - 23^\circ \text{C}$. В ходе испытаний в качестве образца малых концентраций паров ВВ в воздухе использовался генератор стандартных концентраций паров ТНТ.

Процедура детектирование паров ВВ с помощью лазерного дистанционного детектора состоит в следующем:

- измерение температуры и влажности воздуха в помещении;
- включение и прогрев лидара;
- загрузка Программы управления лазером и обработки сигнала;
- проверка юстировки плоскости измерения – место расположения объекта измерений;
- регистрация фонового сигнала при установленном ГСК нулевой концентрации ТНТ;
- установка ГСК с концентрацией ТНТ $1 \times 10^{-12} \text{ г/см}^3$ в рабочую зону;
- регистрация факта обнаружения паров ВВ по индикации на мониторе компьютера.

7 Результаты испытаний

Для создания среды с малым содержанием ВВ использовался генератор стандартных концентраций, разработанный Институтом неорганической химии СО РАН. Данный образец ГСК метрологически аттестован и при температуре окружающей среды 20°C , скорости потока воздуха до 10 л/минуту, создает поток паров ТНТ с концентрацией $1 \times 10^{-12} \text{ г/см}^3$. С учётом температурной поправки концентрация паров ТНТ на выходе с ГСК в условиях экспериментов составляла $1,3 \times 10^{-12} \text{ г/см}^3$. Схема рабочего участка экспериментального стенда представлена на рисунке 2.

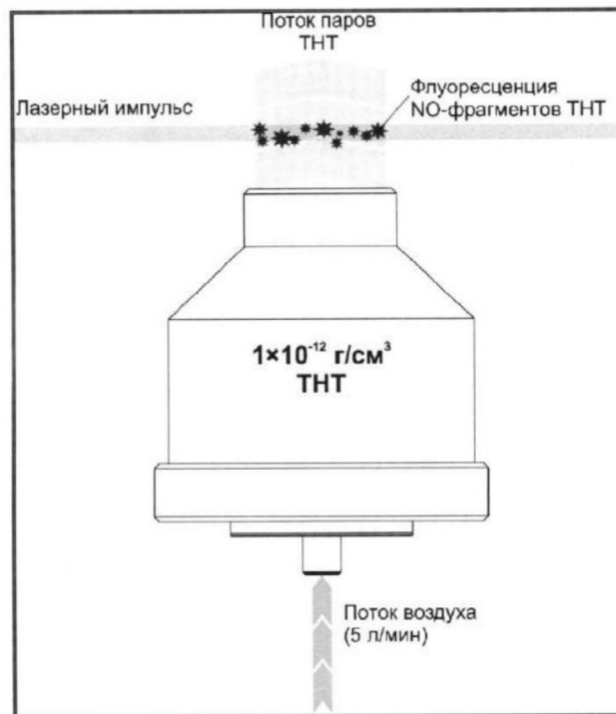


Рисунок 2 – Схема рабочего участка

Результаты испытаний приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Результаты экспериментов по определению пороговой чувствительности лидарного детектора

№ эксперимента	Концентрация паров TNT, г/см ³	Число фотоотсчетов
1	$1,3 \times 10^{-12}$	135
2		129
3		133
4	0	89
5		94
6		101

Регистрация лидарного отклика велась в режиме счета фотонов. При объеме накопления по 1000 лазерным импульсам и частоте следования лазерных импульсов 10 Гц время накопления (измерения) составило 100 с.

В потоке воздуха пары TNT с концентрацией $1,3 \times 10^{-12} \text{ г/см}^3$ обнаруживаются с превышением шума сигналом от флуоресцирующих NO-осколков примерно на 40%.

По данным, приведенным в Таблице 1, в предположении пуассоновского закона статистического распределения числа фотоотсчетов определено:

- при вероятности ложного срабатывания $P_{\text{л}}=1\%$ вероятность обнаружения P составляет 91%;
- при $P_{\text{л}}=5\%$ вероятность обнаружения $P=97\%$.

8 Вывод

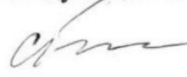
Пороговая чувствительность лазерного детектора составила $1,3 \times 10^{-12} \text{ г/см}^3$ при вероятности обнаружения $P=97\%$.

От Сибирского филиала
ФКУ НПО «СТиС» МВД России:
Научный сотрудник



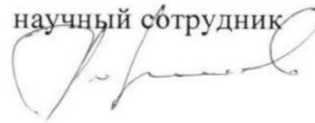
М.И. Тивилёва

От Института оптики атмосферы
СО РАН:
Заведующий лабораторией



С.М. Бобровников

научный сотрудник



Е.В. Горлов

Приложение Г

(справочное)

Протокол оценочных испытаний макета дистанционного детектора следов
взрывчатых веществ

Сибирский филиал**ФКУ НПО «Спецтехника и связь» МВД России****СОГЛАСОВАНО**

Директор ИПХЭТ СО РАН,
д.х.н.



С.В. Сысолятин

« 29 » 2014 г.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель начальника
Сибирского филиала
ФКУ НПО «СТиС» МВД России,
к.х.н.



А. В. Кихтенко

« 29 » 04 2014 г.

ПРОТОКОЛ №9/НИС-04-14

Оценочные испытания макета дистанционного детектора
следов взрывчатых веществ

Новосибирск 2014

4 Выводы

По результатам проведенных оценочных испытаний макета дистанционного детектора следов ВВ были сделаны следующие выводы:

1) продемонстрирована возможность обнаружения следовых количеств в отпечатках пальцев; макет ДДС ВВ достоверно регистрировал отклик на наличие гексогена в сотом отпечатке пальца;

2) продемонстрирована возможность обнаружения следовых количеств в образцах с заданной поверхностной концентрацией:

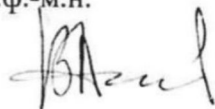
- подтверждена чувствительность макета ДДС ВВ по ТНТ на уровне 53 нг/см^2 ;

- подтверждена чувствительность макета ДДС ВВ по гексогену на уровне $5,3 \text{ нг/см}^2$.

Вероятности правильного обнаружения составили 90–98% при вероятности ложной тревоги 5%.

От Сибирского филиала
ФКУ НПО «СТиС» МВД России:

Ведущий научный сотрудник,
к.ф.-м.н.



В.А. Аксенов

Научный сотрудник



М.И. Тивилёва

От Института оптики атмосферы
им. В.Е. Зуева СО РАН:

Заведующий Центром лазерного
зондирования атмосферы,
к.ф.-м.н.



С.М. Бобровников

Научный сотрудник,
к.ф.-м.н.



Е.В. Горлов

Приложение Д

(справочное)

Программа и методика оценочных испытаний.

Исследование эффективности обнаружения следов взрывчатых веществ
пробоотборным газоаналитическим и дистанционным лазерными методами

«УТВЕРЖДАЮ»

Начальник

СФ ФКУ НПО «СТиС» МВД России

Е.В. Шишкин



«25» 03 2021 г.

«СОГЛАСОВАНО»

Заведующий лабораторией

ИОА СО РАН

С.М. Бобровников

«25» 03 2021 г.

**ПРОГРАММА И МЕТОДИКА
ОЦЕНОЧНЫХ ИСПЫТАНИЙ**

Исследование эффективности обнаружения следов взрывчатых веществ
пробоотборным газоаналитическим и дистанционным лазерным методами

г. Новосибирск
2021

1 ОБЪЕКТ ИСПЫТАНИЙ

1.1 Макет лазерного дистанционного (лидарного) сканирующего детектора следов взрывчатых веществ (далее – ЛСД ВВ,) разработанный и изготовленный коллективами трёх институтов СО РАН – Института оптики атмосферы им. В.Е.Зуева СО РАН (г. Томск), Института проблем химико-энергетических технологий СО РАН (г. Бийск) и Института сильноточной электроники СО РАН (г. Томск).

1.2 Портативный газовый хроматограф взрывчатых веществ «Эхо-М» (ИНГГ СО РАН, г.Новосибирск).

2 ЦЕЛЬ И ЗАДАЧА ИСПЫТАНИЙ

2.1 Определение времени сохраняемости следовых количеств ВВ на различных поверхностях объектов, обеспечивающее обнаружение ВВ.

2.2 Экспериментальное сравнение газохроматографического и дистанционного лазерного методов по возможности определения следов взрывчатых веществ на различных поверхностях объектов.

3 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

3.1 Оценочные испытания проводятся в рамках выполнения инициативной научно-исследовательской работы «Исследование эффективности обнаружения следов взрывчатых веществ пробоотборным газоаналитическим и дистанционным лазерным методами», шифр «Нота».

3.2 Основание для выполнения НИР «Нота» – План научно-технической деятельности ФКУ НПО «СТиС» МВД России на 2021 год, (раздел II, инициативные НИОКР).

3.3 Оценочные испытания проводятся на базе Института сильноточной электроники СО РАН (ИСЭ СО РАН).

3.4 Испытания проводят сотрудники Сибирского филиала ФКУ НПО «СТиС» МВД России совместно со специалистами ИОА СО РАН и ИНГГ СО РАН.

3.5 В процессе оценочных испытаний разрешается вносить в настоящую программу и методику уточнения, изменения и дополнения, направленные на обеспечение качества и полноты испытаний в установленном порядке.

4 ОБЪЕМ И МЕТОДИКА ИСПЫТАНИЙ

4.1 Проверка времени сохраняемости следовых количеств ВВ на различных поверхностях образцов исследования проводится с использованием растворов ТНТ в химически чистом ацетоне с концентрацией 100 нг/см^2 .

4.2 Для приготовления образцов исследования фиксированное количество определяемого ВВ (0,01 г) растворяется в 100 мл растворителя. Путём разбавления приготавливается раствор с концентрацией 10^{-6} г/см^3 .

свидетельства о поверке, испытательное оборудование аттестовано по ГОСТ Р 8.568-97, методики (методы) измерений – по ГОСТ Р 8.563-2009.

7.3 Допускается применять другие средства измерений, контроля и испытаний, обеспечивающие измерение и контроль соответствующих параметров с требуемой точностью.

8 ОБЕСПЕЧЕНИЕ ЗАЩИТЫ ГОСУДАРСТВЕННОЙ ТАЙНЫ

Требования по обеспечению режима секретности и по защите от иностранных технических разведок при проведении оценочных испытаний не предъявляются.

9 ОТЧЕТНОСТЬ

9.1 Результаты оценочных испытаний оформляются протоколом, содержащим результаты, выводы и рекомендации.

9.2 Дополнения и обоснованные изменения, введенные во время проведения испытаний в ПМ, должны быть отражены в итоговом протоколе испытаний.

9.3 Протокол испытаний утверждается начальником Сибирского филиала ФКУ НПО «СТиС» МВД России.

Заместитель начальника
СФ ФКУ НПО «СТиС» МВД России
подполковник внутренней службы



М.И. Тивилева

Ведущий научный сотрудник
СФ ФКУ НПО «СТиС» МВД России
к. ф.-м. н.



В.А. Аксёнов

инженер лаборатории
полевых аналитических
и измерительных технологий
ИНГГ СО РАН
к. х. н.



А.В. Кихтенко

Приложение Е

(справочное)

Протокол сравнительных испытаний обнаружения следов взрывчатых веществ
пробоотборным газоаналитическим и дистанционным лазерными методами

**МИНИСТЕРСТВО ВНУТРЕННИХ ДЕЛ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
(МВД России)**

**Федеральное казенное учреждение «Научно-производственное объединение
«Специальная техника и связь»
Сибирский филиал**

«УТВЕРЖДАЮ»

Начальник

СФ ФКУ НПО «СТиС» МВД России

Е.В. Шишкин



«30»

11

2021 г.

«СОГЛАСОВАНО»

Заведующий лабораторией

ИОА СО РАН

С.М. Бобровников

«30»

11

2021 г.

ПРОТОКОЛ №28/21-05-2021

Сравнительные испытания

обнаружения следов взрывчатых веществ

пробоотборным газоаналитическим и дистанционным лазерным методами

Новосибирск

2021

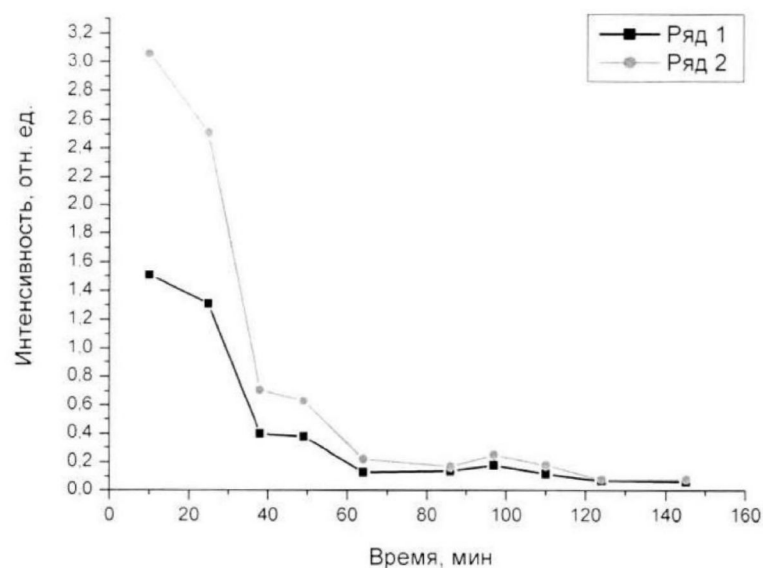


Рисунок 2 – График зависимости от времени результатов обнаружения ТНТ поверхностной концентрации 100 нг/см^2 на фольге хроматографом «ЭХО-В-ИДПС». Ряд 1 – средняя амплитуда пика. Ряд 2 – средняя площадь пика.

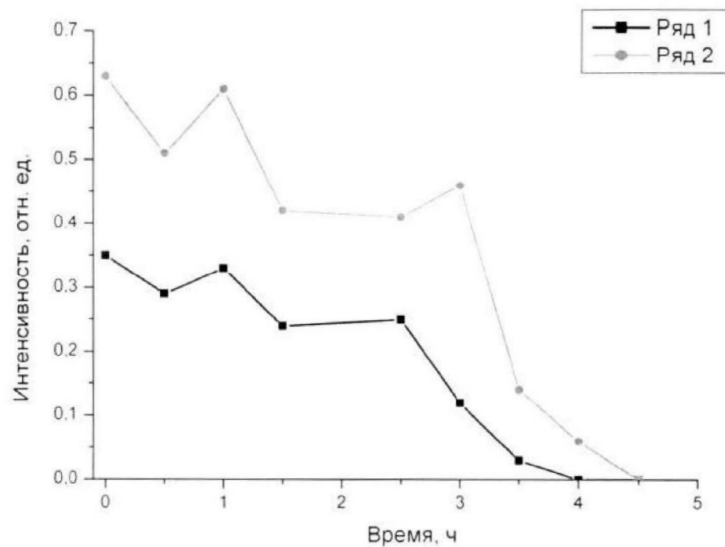


Рисунок 3 – График зависимости от времени результатов обнаружения ТНТ поверхностной концентрации 200 нг/см^2 на фольге хроматографом «ЭХО-В-ИДПС». Ряд 1 – средняя амплитуда пика. Ряд 2 – средняя площадь пика.

Таблица 3 – Результаты экспериментов по обнаружению следов ТНТ с поверхностной концентрацией 200 нг/см^2 на фольге макетом ЛДС ВВ

Время после нанесения раствора ВВ, час	Число фотоотсчетов от поверхности образца со следами ВВ ($\bar{n}_\Sigma + \bar{n}_\Pi$)	Число шумовых фотоотсчетов (от чистой поверхности образца) $\bar{n}_\Pi$	Число сигнальных фотоотсчетов $\bar{n}_\Sigma$
0	130	45	85
0,5	121	45	76
1,5	104,33	45	59,333
2,5	91,4	45	46,4
3	91,33	45	46,33
3,5	97	45	52
4,5	97,33	45	52,3
6,5	82,33	45	37,33
15,5	49,66	45	4,66
16,5	54	45	9
22	51	45	6
23	49,33	45	4,33

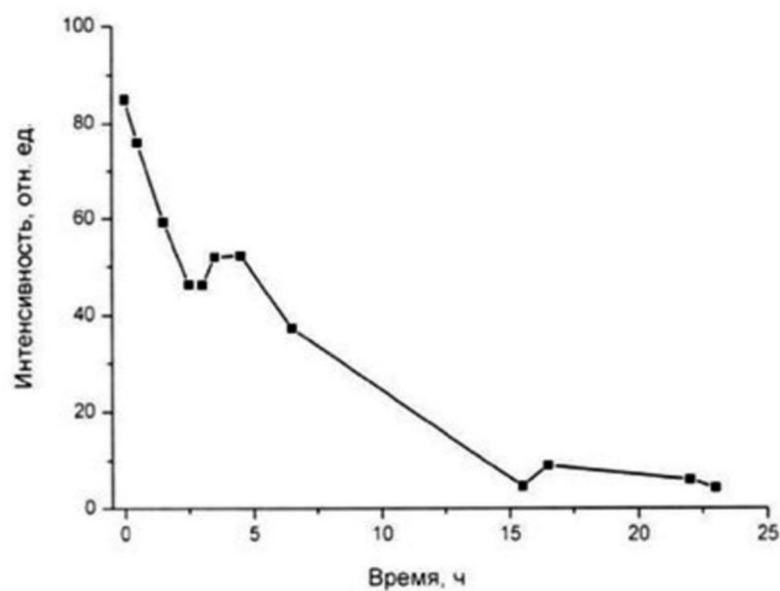


Рисунок 4 – График зависимости от времени результатов обнаружения ТНТ поверхностной концентрацией 200 нг/см^2 на фольге макетом ЛДС ВВ

вещества с последующим анализом спектра флуоресцирующего излучения осколков данных молекул.

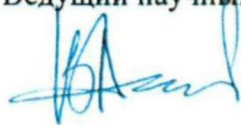
**От Сибирского филиала
ФКУ НПО «СТиС» МВД России:**

Заместитель начальника



М.И. Тивилёва

Ведущий научный сотрудник



В.А. Аксёнов

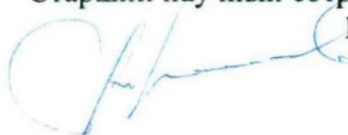
**От Института оптики атмосферы
СО РАН:**

Старший научный сотрудник



В.И. Жарков

Старший научный сотрудник



Е.В. Горлов

**От Института нефтегазовой
геологии и геофизики СО РАН:**

Инженер лаборатории полевых
аналитических и измерительных
технологий



А.В. Кихтенко

Приложение Ж

(справочное)

Программа и методика оценочных испытаний.

Определение динамики испарения следовых количеств ТНТ с поверхности
исследуемых объектов

«УТВЕРЖДАЮ»

Начальник

СФ ФКУ НПО «СТиС» МВД России

полковник внутренней службы

Е.В. Шишкин



2021 г.

ПРОГРАММА МЕТОДИКА ОЦЕНОЧНЫХ ИСПЫТАНИЙ

Определение динамики испарения следовых количеств ТНТ с
поверхности исследуемых объектов

г. Новосибирск
2021

1 ЦЕЛЬ И ЗАДАЧА ИСПЫТАНИЙ

2.1 Экспериментальное определение времени сохраняемости следовых количеств ВВ на поверхностях объектов, обеспечивающее обнаружение ВВ.

2.2 Экспериментальное сравнение газохроматографического и дистанционного лазерного методов по возможности определения следов взрывчатых веществ на поверхностях исследуемых объектов.

1 ОБЪЕКТ ИСПЫТАНИЙ

1.1 Макет лазерного дистанционного детектора следов взрывчатых веществ (далее – ДДС ВВ), разработанный и изготовленный коллективами трёх институтов СО РАН – Института оптики атмосферы им. В.Е.Зуева СО РАН (г. Томск), Института проблем химико-энергетических технологий СО РАН (г. Бийск) и Института сильноточной электроники СО РАН (г. Томск).

1.2 Портативный газовый хроматограф взрывчатых веществ «ЭХО-В-ИДПС» (ИНГГ СО РАН, г. Новосибирск).

3 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

3.1 Оценочные испытания проводятся в рамках реализации соглашения о сотрудничестве СФ ФКУ НПО «СТиС» МВД России и СО РАН, а также в ходе выполнения НИР «Исследование эффективности обнаружения следов взрывчатых веществ пробоотборным газоаналитическим и дистанционным лазерным методами», шифр «Нота».

3.2 Основание для выполнения НИР «Нота» – План научно-технической деятельности ФКУ НПО «СТиС» МВД России на 2021 год, (раздел II, инициативные НИОКР).

3.3 Оценочные испытания проводятся на базе Института сильноточной электроники СО РАН (ИСЭ СО РАН).

3.4 Испытания проводят сотрудники Сибирского филиала ФКУ НПО «СТиС» МВД России совместно со специалистами ИОА СО РАН и ИНГГ СО РАН.

3.5 В процессе оценочных испытаний разрешается вносить в настоящую программу и методику уточнения, изменения и дополнения, направленные на обеспечение качества и полноты испытаний в установленном порядке.

4 ОБЪЕМ И МЕТОДИКА ИСПЫТАНИЙ

4.1 Проверка времени сохраняемости следовых количеств ВВ на различных поверхностях образцов исследования проводится с использованием растворов ТНТ в химически чистом ацетоне с концентрацией 100 нг/см^2 .

4.2 Для приготовления образцов исследования фиксированное количество определяемого ВВ (0,01 г) растворяется в 100 мл растворителя. Путём разбавления приготавливается раствор с концентрацией 10^{-6} г/см^3 .

Определённый объем полученного раствора (100 мкл) наносится при помощи микропипетки на специальные подложки (стеклянная пластина/фрагмент алюминиевой фольги) не менее 20 штук каждого типа, при этом время нанесения раствора фиксируется. После испарения растворителя с поверхности полученных образцов исследования с интервалом 30 минут производятся анализы двумя методами: газохроматографическим методом следов пара ВВ и дистанционным лазерным методом твердых следов.

4.3 Проводится серия экспериментов для каждого типа подложки. Одна и та же подложка не используется для анализа разными методами.

5 УСЛОВИЯ ИСПЫТАНИЙ

5.1 Испытания проводятся при нормальных климатических условиях:

- температура окружающей среды (15...35) °С;
- относительная влажность воздуха (45...80) %;
- атмосферное давление ($8,4 \times 10^4 \dots 10,7 \times 10^4$) Па (630...800 мм рт. ст.);
- в помещении для проведения испытаний не должно находиться посторонних источников паров органических веществ;
- влияние посторонних факторов (механические воздействия, внешние электрические и магнитные поля и т.п.) на испытываемые образцы не допускается.

5.2 В процессе оценочных испытаний проводится контроль чистоты исследуемых объектов и наличия паров взрывчатых веществ с использованием хроматографа «ЭХО-М» (г. Новосибирск).

6 МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ

6.1 Материально-техническое обеспечение оценочных испытаний возлагается на:

ИСЭ СО РАН – в части предоставления макета ЛСД ВВ;

ИНГГ СО РАН – в части предоставления газового хроматографа серии ЭХО;

СФ ФКУ НПО «СТиС» МВД России – в части обеспечения целевыми веществами и подготовка образцов исследования.

7 МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ИСПЫТАНИЙ

7.1 Средства измерений, используемые при проведении испытаний, должны быть утвержденного типа, прошедшими поверку в установленном в Российской Федерации порядке в соответствии с требованиями приказа Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 и иметь действующие свидетельства о поверке.

7.2 Допускается применять другие средства измерений, контроля и испытаний, обеспечивающие измерение и контроль соответствующих параметров с требуемой точностью.

8 ОБЕСПЕЧЕНИЕ ЗАЩИТЫ ГОСУДАРСТВЕННОЙ ТАЙНЫ

Требования по обеспечению режима секретности при проведении оценочных испытаний не предъявляются.

9 ОТЧЕТНОСТЬ

9.1 Результаты испытаний оформляются протоколом, содержащим результаты, выводы и рекомендации.

9.2 Дополнения и обоснованные изменения, введенные во время проведения испытаний в ПМ, должны быть отражены в протоколе испытаний.

9.3 Результаты, полученные в ходе оценочных испытаний, разрешатся использовать в заключительном отчете о НИР «Нота».

9.4 Протокол испытаний утверждается начальником Сибирского филиала ФКУ НПО «СТиС» МВД России.

Заместитель начальника
СФ ФКУ НПО «СТиС» МВД России
подполковник внутренней службы



М.И. Тивилева

Приложение И

(справочное)

Акт внедрения



**МИНИСТЕРСТВО
ВНУТРЕННИХ ДЕЛ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
(МВД России)**

**Федеральное казенное учреждение
«Научно-производственное объединение
«Специальная техника и связь»
(ФКУ НПО «СТиС» МВД России)**

ул. Пруд Ключики, 2, Москва, 111024
тел. (495) 673-23-80, факс (495) 673-31-28

25.02.2022 № 28/17-1754
на № _____ от _____

ФГАОУ ВО «Национальный
исследовательский Томский
политехнический университет»

Диссертационный совет ДС.ТПУ.13

634050, г. Томск, пр. Ленина, д. 30

АКТ

о внедрении

Настоящим подтверждаю, что результаты кандидатской диссертации заместителя начальника Сибирского филиала ФКУ НПО «СТиС» МВД России подполковника внутренней службы М.И. Тивилёвой на тему «Исследование лидарного и пробоотборного газоаналитического методов контроля следов взрывчатых веществ на поверхности объектов» по специальности «2.2.8. – Методы и приборы контроля и диагностики материалов, изделий, веществ и природной среды (технические науки)» использованы в научно-технической деятельности федерального казенного учреждения «Научно-производственное объединение «Специальная техника и связь» Министерства внутренних дел Российской Федерации при выполнении плановых научно-исследовательских работ, а именно:

- НИР «Исследование возможности создания комплекса дистанционного обнаружения террористических угроз, основанного на различных физических принципах», шифр: «Око-21»;

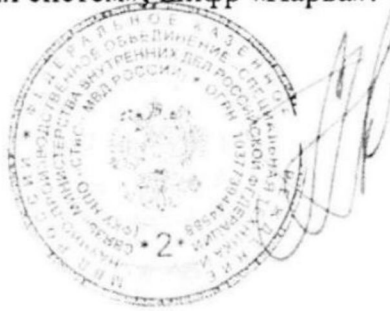
- НИР «Исследование эффективности обнаружения следов взрывчатых веществ пробоотборным газоаналитическим и дистанционным лазерным методами», шифр «Нота»;

- НИР «Исследование возможности применения научно-технических достижений учреждений и предприятий Сибирского федерального округа при разработке перспективной специальной техники для органов внутренних дел Российской Федерации», шифр «Навага».

А также при разработке стандарта организации «Приборы обнаружения взрывчатых веществ газоаналитические. Специальные технические требования, методы и порядок проведения испытаний» и при выполнении Проекта «Разработка технологии обнаружения и распознавания в режиме реального

времени сверхмалых концентраций целевых веществ с использованием биогибридных сенсорных систем», шифр «Нарва».

Врио начальника



П.Н. Крючков

Приложение К

(справочное)

Техническое задание на НИР «Нота»

УТВЕРЖДАЮ

Начальник

ФКУ НПО «СТиС» МВД России

генерал-майор внутренней службы



А.А. Юрчин

«08» 09 2021 г.

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ

на научно-исследовательскую работу

«Исследование эффективности обнаружения следов взрывчатых веществ
пробоотборным газоаналитическим и дистанционным лазерным методами»,
шифр «Нота»

Заместитель начальника

по научной работе

ФКУ НПО «СТиС» МВД России

полковник внутренней службы



П.Н. Крючков

«08» 09 2021 г.

Начальник Сибирского филиала

ФКУ НПО «СТиС» МВД России

подполковник внутренней службы



Е.В. Шишкин

«14» 01 2021 г.

6 Требования к метрологическому обеспечению

6.4 Величины параметров и характеристик изделий должны выражаться в единицах величин в соответствии с Положением о единицах величин, допускаемых к применению в Российской Федерации (утверждено Постановлением правительства Российской Федерации от 31.10.2009 № 879) и ГОСТ 8.417-2002, формы представления характеристик погрешности измерений – в соответствии с МИ 1317-2004.

6.5 Средства измерений, используемые при проведении испытаний, должны быть утвержденного типа, прошедшими поверку в установленном в Российской Федерации порядке в соответствии с требованиями приказа Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 и иметь действующие свидетельства о поверке, испытательное оборудование аттестовано по ГОСТ Р 8.568-97, методики (методы) измерений – по ГОСТ Р 8.563-2009.

7 Этапы НИР

Работа выполняется в один этап (Таблица 1).

Таблица 1 – Этапы выполнения НИР

Этап	Наименование этапа	Срок выполнения		Ожидаемый результат
		начало	окончание	
1	Выбор направления исследований. Проведение экспериментальных исследований. Обобщение и оценка результатов исследования. Приемка результатов НИР.	01.2021	11.2021	Отчёт о НИР. Протокол НПС. Акт приемки.

8 Требования защиты государственной тайны при выполнении НИР

Требования, направленные на обеспечение защиты секретных сведений при выполнении НИР, не предъявляются.

9 Порядок выполнения и приёмки НИР

9.1 В ходе выполнения НИР должен быть выполнен анализ современного состояния и перспектив развития методов обнаружения ВВ. Проведены

сравнительные испытания макетов устройств и серийных образцов, предназначенных для обнаружения ВВ. Должны быть исследованы закономерности сохраняемости следовых количеств ВВ на различных поверхностях объектов и проведена оценка временных и количественных параметров, обеспечивающих обнаружение ВВ.

На основе анализа полученных результатов должны быть выбраны направления дальнейших исследований и сформулированы научно-обоснованные рекомендации по применению газоаналитического и лазерного методов обнаружения взрывчатых веществ.

9.2 После завершения НИР разработанная ОНТД должна быть рассмотрена на заседании научно-практической секции Ученого совета ФКУ НПО «СТиС» МВД России. Результаты рассмотрения НИР должны быть оформлены протоколом. НИР в целом считается выполненной после утверждения соответствующего акта приёмки.

9.3 Для участия в работе, проведения проверки и оценки ОНТД могут привлекаться специалисты сторонних организаций.

9.4 Состав ОНТД и материалов, предъявляемых к приемке НИР, может дополняться и корректироваться в установленном порядке.

10 Исполнители НИР

10.1 Исполнитель НИР: СФ ФКУ НПО «СТиС» МВД России.

10.2 Работа выполняется при сотрудничестве СФ ФКУ НПО «СТиС» МВД России с научными и научно-производственными организациями и учреждениями Сибирского отделения Российской академии наук, а также другими учреждениями, предприятиями и организациями Сибирского федерального округа.

Руководитель темы:

начальник Сибирского филиала
ФКУ НПО «СТиС» МВД России
подполковник внутренней службы



Е.В. Шишкин

Ответственный исполнитель:

заместитель начальника Сибирского филиала
ФКУ НПО «СТиС» МВД России,
подполковник внутренней службы



М.И. Тивилёва

Приложение Л

(справочное)

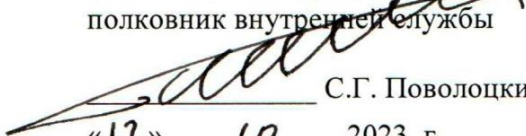
Стандарт организации СТО 13105-4-110-2023

УТВЕРЖДАЮ

Начальник

ФКУ НПО «СТиС» МВД России

полковник внутренней службы

 С.Г. Поволоцкий

«13» 10 2023 г.

**ПРИБОРЫ ОБНАРУЖЕНИЯ ВЗРЫВЧАТЫХ ВЕЩЕСТВ
ГАЗОАНАЛИТИЧЕСКИЕ****Специальные технические требования,
методы и порядок проведения испытаний****СТО 13105-4-110-2023****Лист утверждения**

СОГЛАСОВАНО

Врио заместителя начальника по
научной работе
ФКУ НПО «СТиС» МВД России
полковник внутренней службы

П.И. Павлов

«__» 2023 г.

СОГЛАСОВАНО

Врио заместителя начальника
ФКУ НПО «СТиС» МВД России
полковник внутренней службы

Р.А. Лукьянчук

«__» 2023 г.

ФКУ НПО «СТиС» МВД России

СТАНДАРТ ОРГАНИЗАЦИИ**ПРИБОРЫ ОБНАРУЖЕНИЯ ВЗРЫВЧАТЫХ ВЕЩЕСТВ
ГАЗОАНАЛИТИЧЕСКИЕ**

Специальные технические требования,
методы и порядок проведения испытаний

Дата введения _____
год, месяц, число

1 Область применения

Настоящий стандарт организации устанавливает специальные технические требования к газоаналитическим приборам обнаружения взрывчатых веществ (далее – приборы), различающимся по назначению, конструктивному исполнению и тактико-техническим характеристикам, состоящим на снабжении или разрабатываемым с целью принятия на снабжение органов внутренних дел Российской Федерации, выполнение которых необходимо обеспечить в ходе их разработки и (или) производства, а также описывает методику испытаний приборов для проверки соответствия их техническим характеристикам, заданным в КД или ТТЗ (ТЗ).

Настоящий стандарт организации предназначен для применения при разработке (производстве) приборов, проведении государственных, эксплуатационных, приемосдаточных, периодических, типовых, квалификационных, исследовательских и сравнительных испытаний.

Требования настоящего стандарта организации являются обязательными для газоаналитических приборов обнаружения взрывчатых веществ, разрабатываемых, производимых и поставляемых в интересах Министерства внутренних дел Российской Федерации.

Стандарт организации может быть использован предприятиями промышленности, занятыми в разработке и (или) производстве данной продукции.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ Р 2.601-2019 Единая система конструкторской документации
Эксплуатационные документы

ГОСТ Р 2.610-2019 Единая система конструкторской документации.
Правила выполнения эксплуатационных документов

ГОСТ 8.417-2002 Государственная система обеспечения
единства измерений. Единицы величин

СТО 13105-4-110-2023

СТО 13105-4-110-2023**СОГЛАСОВАНО**

Начальник отдела ОТСиК ЦТРИК
ФКУ НПО «СТиС» МВД России
подполковник внутренней службы



А.Е. Сузун

Начальник сектора метрологии ЦТРИК
ФКУ НПО «СТиС» МВД России
майор внутренней службы



М.В. Лукина

Начальник отдела ЦВиИБ НИИСТ
ФКУ НПО «СТиС» МВД России
полковник внутренней службы



А.В. Заборовский

Начальник
СФ ФКУ НПО «СТиС» МВД России
полковник внутренней службы



Е.В. Шишкин

ИСПОЛНИТЕЛИ

Ответственный исполнитель
заместитель начальника
СФ ФКУ НПО «СТиС» МВД России
подполковник внутренней службы



М.И. Тивилёва

Исполнитель
ведущий научный сотрудник
СФ ФКУ НПО «СТиС» МВД России



В.А. Аксёнов