

Научная статья  
УДК 614.841  
doi:10.34987/vestnik.sibpsa.2024.80.76.022

## Применение рентгеноструктурного анализа при исследовании окалины стальных горячекатанных объектов в пожарно-технической экспертизе

*Ирина Яковлевна Талай*<sup>1</sup>  
*Екатерина Сергеевна Кабакова*<sup>2</sup>  
*Любовь Викторовна Долгушина*<sup>3</sup>  
*Александр Сергеевич Горбунов*<sup>4</sup>

*Сибирская пожарно-спасательная академия ГПС МЧС России, Красноярский край,  
г. Железногорск, Россия*

<sup>3</sup><https://orcid.org/0000-0003-1821-144X>

*Автор ответственный за переписку: Любовь Викторовна Долгушина, se@sibpsa.ru*

**Аннотация.** Рассмотрены вопросы влияния температурного воздействия на изменение состава окалины. Методом рентгеноструктурного анализа изучен состав окалины, полученной под влиянием температур различной длительности на стальные горячекатанные объекты. В ходе исследования использовались листы углеродистой стали марки Ст3. Выявлено, что при температурном воздействии на горячекатанные стальные объекты в зависимости от длительности нагревания толщина окалины и содержание в ней вустита увеличивается пропорционально увеличению времени воздействия и температуры. Показано, что при нагревании объекта до температуры 800°C идет плавное увеличение толщины окалины до 0,05 мм, затем при температуре 850°C идет резкое увеличение толщины окалины в 2 раза во всех временных промежутках исследования. Далее до температуры 950°C увеличение также идет плавно, толщина окалины возрастает в 1,25 раз на каждые 50°. При температуре 1000°C также происходит резкое увеличение толщины окалины практически в 2 раза. Установлено, что при измерении толщины окалины и изучении дифрактограмм монотипных стальных объектов на месте пожара можно предположить место, подвергшееся наибольшему температурному воздействию. Зона с экстремально высокими значениями толщины окалины и содержания в ней вустита, соответствует экстремально высоким термическим поражениям и наоборот.

**Ключевые слова:** рентгеноструктурный анализ, стальные изделия, пожар, температурное воздействие, анализ

**Для цитирования:** Талай И.Я., Кабакова Е.С., Долгушина Л.В., Горбунов А.С. Применение рентгеноструктурного анализа при исследовании окалины стальных горячекатанных объектов в пожарно-технической экспертизе // Сибирский пожарно-спасательный вестник. 2024. № 3 (34). С. 220-228. <https://doi.org/10.34987/vestnik.sibpsa.2024.80.76.022>.

Original article

## Application of X-ray diffraction analysis in the study of scale of hot-rolled steel objects in fire technical expertise

*Irina Y. Talay*<sup>1</sup>

*Ekaterina S. Kabakova*<sup>2</sup>

*Liubov V. Dolgushina*<sup>3</sup>

*Alexander S. Gorbunov*<sup>4</sup>

*Siberian Fire and Rescue Academy EMERCOM of Russia, Zheleznogorsk, Russia*

<sup>3</sup><https://orcid.org/0000-0003-1821-144X>

*Corresponding author: Liubov V. Dolgushina, se@sibpsa.ru*

**Abstract.** The issues of the influence of temperature action on the change in the composition of scale are considered. The composition of scale obtained under the influence of temperatures of various durations on hot-rolled steel objects has been studied by X-ray diffraction analysis. In the course of the study, carbon steel sheets of the St3 brand were used. It was found that when exposed to temperature on hot-rolled steel objects, depending on the duration of heating, the thickness of the scale and the content of wustite in it increases in proportion to the increase in exposure time and temperature. It is shown that when the object is heated to a temperature of 800°C, there is a gradual increase in the thickness of the scale to 0.05 mm, then at a temperature of 850°C there is a sharp increase in the thickness of the scale by 2 times in all time intervals of the study. Further, up to a temperature of 950°C, the increase also proceeds smoothly, the thickness of the scale increases by 1.25 times for every 50°C. At a temperature of 1000°C, there is also a sharp increase in the thickness of the scale by almost 2 times. It was found that when measuring the thickness of scale and studying diffractograms of monotypic steel objects at the fire site, it is possible to assume the place that was subjected to the greatest temperature exposure. An area with extremely high values of scale thickness and wustite content in it corresponds to extremely high thermal lesions and vice versa.

**Keywords:** X-ray diffraction analysis, steel products, fire, temperature exposure, analysis

**For citation:** Talay I.Y., Kabakova E.S., Dolgushina L.V., Gorbunov A.S. Application of X-ray diffraction analysis in the study of scale of hot-rolled steel objects in fire-technical expertise // Siberian Fire and Rescue Bulletin.2024. № 3 (34). С. 220-228. (In Russ.) <https://doi.org/10.34987/vestnik.sibpsa.2024.80.76.022>.

Стальные конструкции и изделия очень распространены в промышленности и в быту, поэтому их очень часто можно найти на месте пожара, следовательно, они часто становятся основными объектами, которые подлежат исследованию при установлении очага пожара [1-10]. Исходя из свойств сталей, определяемых полевым и лабораторным методами, можно выделить участки, наиболее подверженные термическому воздействию. Стали, среди других металлов отличаются наиболее широким температурным диапазоном, в котором можно получить информацию о нагревательных характеристиках горящего материала.

В сфере оценки пожарной безопасности стальные элементы и конструкции жизненно важно классифицировать на основе их технических характеристик и способа производства. С этой целью они разделяются на две основные категории: холоднодеформированные и горячекатаные конструкционные материалы.

Широкое применение горячекатаной стали в строительстве объясняется ее прочностными характеристиками и универсальностью. Этот вид стали составляет большую часть ассортимента металлопроката, включая такие изделия, как швеллеры, двутавровые балки, металлические уголки, большую часть труб и горячекатаный листовой металл. Из-за своих свойств горячекатаная сталь часто используется в производстве строительных металлоконструкций, где требуется высокая прочность и надежность. На пожаре при нагреве до 600-650°C в горячекатаных сталях практически не происходит заметных структурных изменений, фиксация которых позволила бы после пожара определить, до какой температуры нагревалась конструкция.

Термическое воздействие на металлы и сплавы изменяет их физические свойства и внутреннюю структуру. В результате этого изменяются не только внутренние характеристики этих материалов, но и на их поверхности появляются слои окалины. Формирование заметного слоя на горячекатаных металлических конструкциях происходит при температуре свыше 650°C. Окалина представляет собой слой окислов железа.

Анализ окалины является одним из наиболее удобных методов исследования стальных конструкций на пожаре и определение очага [4-8]. При определенных температурах на поверхности появляется слой окалины, который позволяет определить температуру и длительность теплового воздействия на стальную конструкцию при пожаре. В определении компонентного состава используется рентгенофазовый анализ.

Чем больше температура нагрева, тем больше толщина окалины, а так же наблюдаются изменения в ее фазовом составе, увеличении количества вустита, и снижением других компонентов. В процессе образования окалины одним из ключевых аспектов является время, в течение которого материал подвергается термическому воздействию. Именно продолжительность этого воздействия играет решающую роль в формировании толщины образующегося слоя окалины. Следует отметить, что чем дольше материал остается под влиянием высоких температур, тем более значительным становится слой окалины. Благодаря этим закономерностям, зная толщину окалины и ее компонентный состав можно определить температуру и длительность теплового воздействия на стальную конструкцию в условиях пожара.

Сущность методики заключается в определении компонентного состава окалины стальной конструкции и в определении толщины слоя окалины. Методика состоит из проведения основных этапов: анализ стали по месту отбора проб окалины, измерение толщины окалины и рентгеноструктурный анализ.

Для выполнения исследования по данной методике конструкция должна быть выполнена из стали обыкновенного качества, либо из углеродистой качественной стали, потому что большое значение на процесс образования окалины оказывает хром, в стальных конструкциях обыкновенного качества и углеродистых не превышает 0,3%, а в стальных конструкциях из нержавеющей стали содержание хрома превышает 12%.

Для проведения исследования нами был использован стальной лист углеродистой марки Ст3 (Рис.1), который разрезался на 24 части в форме прямоугольников размером примерно 5×10 см. Перед проведением исследования и помещением образцов в муфельную печь, стальные объекты зачищались наждачной бумагой, очищались от загрязнений и ржавчины.

Для того чтобы образовалась окалина на стальной конструкции при определенных температурах в работе использовалась муфельная печь LF-5/11-G1.

Отжиг объектов производился при температуре 650, 700, 750, 800, 850, 900, 950, 1000, временные рамки – 20, 40, 60 минут. Остывание стальных объектов происходило естественным путем.

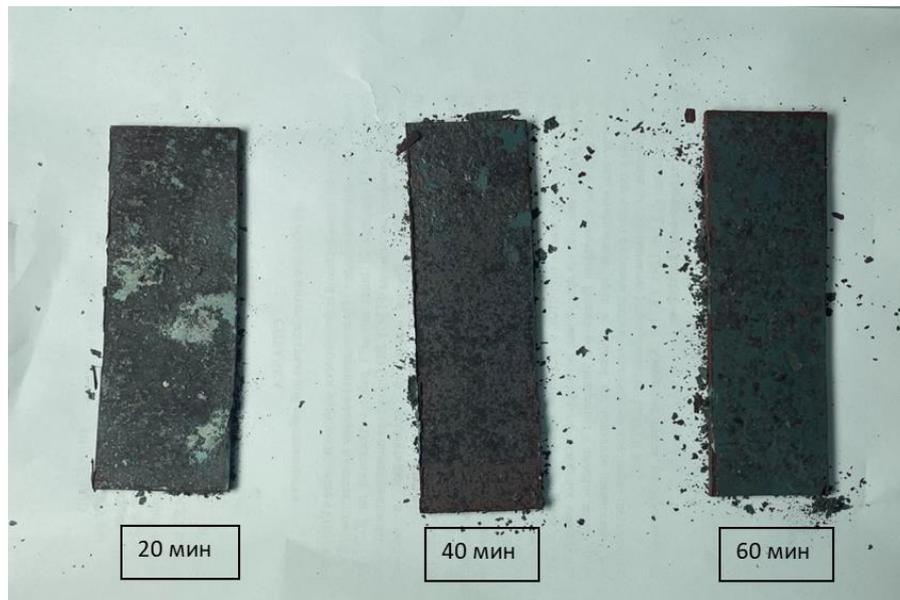
Измерение толщины окалины при разных температурных воздействиях производилось при помощи механического микрометра 0-25 мм с шагом измерения 0,01 мм.

Рентгенофазовый анализ образцов окалины осуществлялся на минидифрактометре ДР-01 «Радан».



*Рис.1. – Стальные листы марки Ст3*

При проведении исследования с металлического объекта были отобраны только те слои окислы, которые не были сбиты и плотно прилегали к основному металлу. Данное требование необходимо соблюдать, для того, чтобы получить достоверные результаты. На Рис.2,3 наглядно показан внешний вид образцов после температурного воздействия 700°C и 950°C соответственно.



*Рис.2. – Внешний вид образцов после температурного воздействия 700°C*

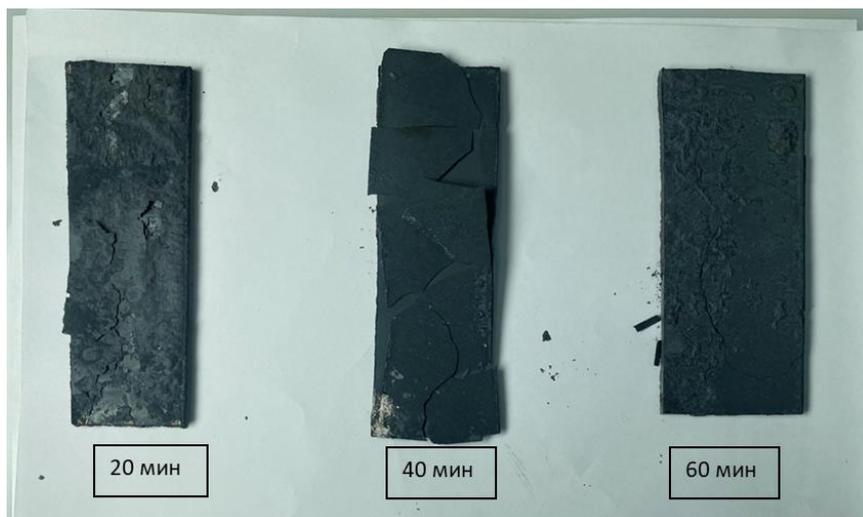


Рис.3. – Внешний вид образцов после температурного воздействия 950°C

Отбор пробы поверхностной и легко отделяемой окалины, осуществлялся при помощи таких инструментов, как скальпель, канцелярский нож. Если окалина прилегла достаточно плотно, то отколоть ее можно было при помощи стамески и молотка. Полученная окалина собиралась и подвергалась изучению. Первоначально с помощью микрометра исследовалась толщина окалины, оставшаяся часть окалины тщательно растиралась в ступке для дальнейшего рентгенофазового анализа.

Измерения толщины окалины были проведены на различных осколках окалины и рассчитана средняя толщина слоя окалины -  $h_{cp}$ . Данные измерения проводились при помощи микрометра 0-25 мм и приведены в Табл.1. Средняя толщина окалины нужна для дальнейшей оценки температурного воздействия на стальной объект в точке отбора пробы и его длительности, как и процентное содержание фазовых компонентов.

Табл.1. – Значение средней толщины окалины исследуемых образцов  $h_{cp}$

Время, мин	Температура, °C							
	650	700	750	800	850	900	950	1000
20	>> 0,01	0,02	0,02	0,05	0,10	0,12	0,15	0,24
40	>> 0,01	0,02	0,03	0,05	0,12	0,15	0,17	0,36
60	>> 0,01	0,03	0,04	0,06	0,14	0,17	0,24	0,49

В Табл.1 приведены данные толщины окалины, образующейся на стальных горячекатаных объектах в зависимости от времени и величины температурного воздействия. Установлено, что увеличение толщины окалины начинается при температурах 700-750°C, однако при проведении исследований в пожарно-технической экспертизе значение средней толщины окалины данных температур не используется, так как может иметь «непожарное» происхождение.

Анализ фазового состава окалины проводился с помощью минидифрактометра ДР-01 «Радан», рентгеновская трубка с медным анодом.

После проведения рентгеновской съемки были получены дифрактограммы образцов окалины при каждой температуре и времени. Для расшифровки и расчетов на дифрактограмме выбирается три максимума оксида железа с определенным межплоскостным расстоянием (Рис.4).

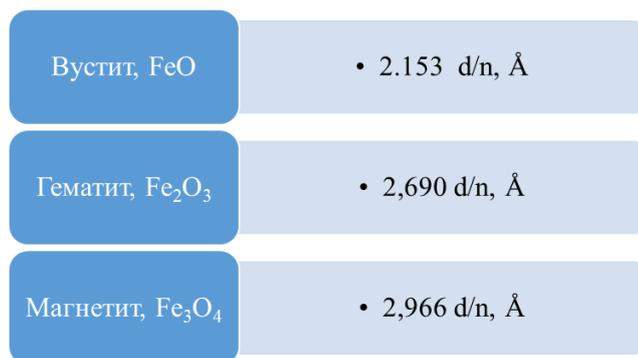


Рис.4. – Соотнесение форм оксида железа с межплоскостным расстоянием

Расчет интегральных интенсивностей аналитических пиков определяется как площадь, ограниченная дифракционными максимумами. Расчет концентраций фаз вустита ( $C_W$ ), гематита ( $C_H$ ), магнетита ( $C_M$ ) проводится по формулам 1, 2, 3 [5].

$$C_W = 100 / [1 + 4,525 \cdot (I_M / I_W) + 2,756 \cdot (I_H / I_W)], \% \quad (1)$$

$$C_M = 100 / [1 + 0,609 \cdot (I_H / I_M) + 0,221 \cdot (I_W / I_M)], \% \quad (2)$$

$$C_H = 100 / [1 + 0,363 \cdot (I_W / I_H) + 1,642 \cdot (I_M / I_H)], \% \quad (3)$$

где:  $C_W$ ,  $C_M$ ,  $C_H$  - концентрации, % масс., соответственно, вустита, магнетита, гематита;  
 $I_W$ ,  $I_M$ ,  $I_H$  - интегральные интенсивности пиков, соответственно, вустита, магнетита, гематита.

Содержание компонентов окалины рассчитывается по формулам, вид формулы и значения зависят от того, какой материал анода использовался рентгеновской трубкой. В данном исследовании приводятся расчеты для трубки с медным анодом. На Рис.5 представлена дифрактограмма окалины образца, выдержанного при температуре 1000°C в течение 40 минут.

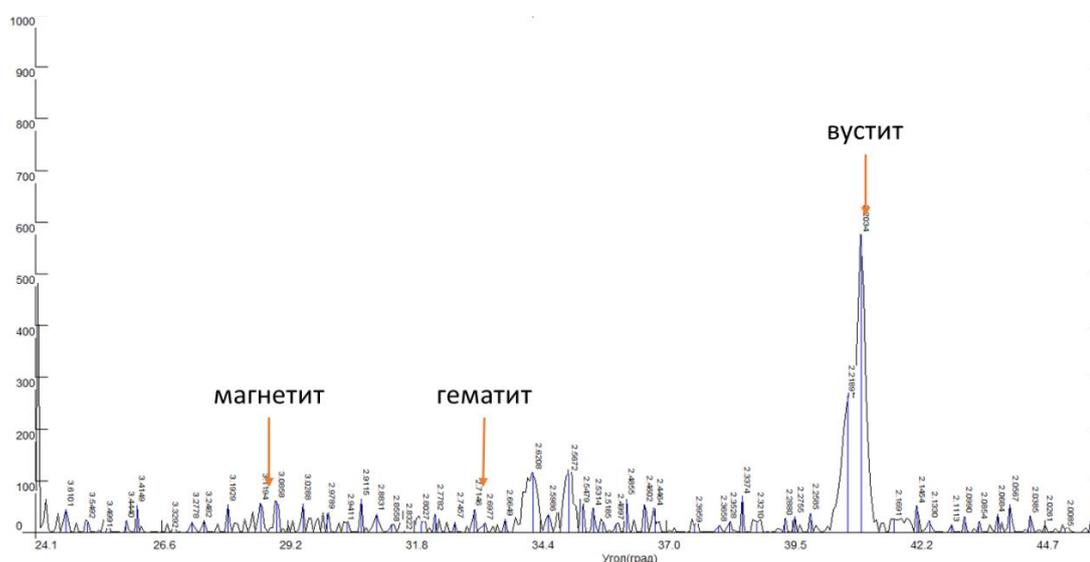


Рис.5. – Дифрактограмма окалины образца, выдержанного при температуре 1000°C в течение 40 минут

Табл.2. – Содержание вустита в окалине, полученной при температурном воздействии различной длительности

Время, мин	Температура, °C							
	650	700	750	800	850	900	950	1000
20	1,1657	5,7241	11,4522	14,4518	28,1854	30,7195	31,9656	33,7194
40	3,3247	10,0062	14,1337	24,1741	32,3723	35,0779	39,3527	40,3541
60	9,6673	21,5379	24,6294	34,5296	36,3749	41,0097	43,8392	51,8881

Чем больше содержание вустита в окалине, тем больше температурное воздействие, которому подвергался стальной объект. На основании этих данных можно построить график зависимости содержания вустита относительно температурного воздействия на стальную конструкцию, при разных температурных значениях и временных промежутках, используя содержание вустита как критерия «тепловой нагрузки» на конструкцию в различных зонах пожара. Для построения графиков используется именно содержание вустита так как, при повышении температуры его количество увеличивается, а содержания остальных компонентов, таких как гематит и магнетит уменьшается.

На Рис.6 приводится совмещенный график зависимости содержания вустита и толщины окалины, образующейся в результате температурного воздействия на горячекатанные стальные объекты.

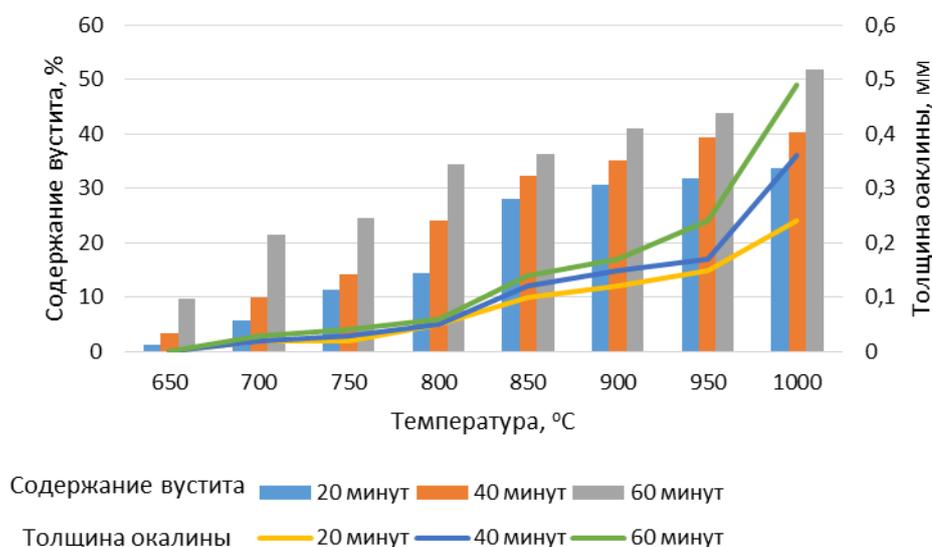


Рис.6. – График зависимости содержания вустита и толщины окалины от температуры воздействия на стальные объекты

Из графика видно, что при нагревании объекта до температуры 800°C идет плавное увеличение толщины окалины до 0,05 мм, затем при температуре 850°C идет резкое увеличение толщины окалины в 2 раза во всех временных промежутках исследования. Далее до температуры 950°C увеличение также идет плавно, толщина окалины возрастает в 1,25 раза на каждые 50°. При температуре 1000 °C также происходит резкое увеличение толщины окалины практически в 2 раза.

Далее проведя рентгеноструктурное исследование окалины, рассчитав содержание вустита, можно определить какому температурному воздействию был подвержен объект, а также длительность этого воздействия.

Таким образом, на основании проведенного эксперимента можно полагать, что изымая с места пожара окалину с поверхности горячекатанных стальных объектов в ходе пожарно-технической экспертизы можно установить диапазон температур оказавших воздействие на объект.

Следовательно, при измерении толщины окалины и изучении дифрактограмм монотипных стальных объектов на месте пожара можно предположить место, подвергшееся наибольшему температурному воздействию. Зона с экстремально высокими значениями толщины окалины и содержания в ней вустита, соответствует экстремально высоким термическим поражениям и наоборот. И после того, как были выявлены данные зоны далее можно предположить о примерном нахождении места очага пожара, который соответствует экстремально высоким термическим поражениям.

### Список источников

1. Елаков А.С. Методы изучения стальных изделий в пожарно-технической экспертизе / Елаков А.С. // Пожарная и аварийная безопасность: сборник материалов XIII Международной научно-практической конференции, посвященной Году культуры безопасности, Иваново, 29–30 ноября 2018 года. Том Часть 1. – Иваново: Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Ивановская пожарно-спасательная академия Государственной противопожарной службы Министерства Российской Федерации по делам гражданской обороны, чрезвычайным ситуациям и ликвидации последствий стихийных бедствий», 2018. – С. 83-87.
2. Талай И.Я. Методы исследования стальных изделий, применяемые в пожарно-технической экспертизе / Талай И.Я., Долгушина Л.В. // Актуальные проблемы обеспечения пожарной безопасности и защиты от чрезвычайных ситуаций: Материалы IV Всероссийской научно-практической конференции, Красноярск, 21 апреля 2023 года. – Железногорск: Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Сибирская пожарно-спасательная академия" Государственной противопожарной службы Министерства Российской Федерации по делам гражданской обороны, чрезвычайным ситуациям и ликвидации стихийных бедствий", 2023. – С. 51-53.
3. Чешко И.Д. Экспертиза пожаров (объекты, методы, методики исследования) /Под науч. ред. канд. юр. наук Андреева Н.А. - 2-е изд., стереотип. - СПб.: СПБИПБ МВД России. 1997. - 562 с.
4. Соколова А.Н., Чешко И.Д. Применение инструментальных методов и технических средств экспертизы пожаров: Сборник методических рекомендаций / Соколовой А.Н., Чешко И.Д. СПб.: СПб филиал ФГУ ВНИИПО МЧС России, 2018. 279 с.
5. Пивоварова К.Г. Обеспечение качества поверхности высокоуглеродистой стальной катанки / Пивоварова К.Г. // Теория и технология металлургического производства. – 2021. – № 3(38). – С. 24-29.
6. Никифоров А.В. Методы исследования холоднодеформированных стальных изделий в экспертных целях / Никифоров А.В. // Теоретические и прикладные вопросы комплексной безопасности: Материалы III Международной научно-практической конференции, Санкт-Петербург, 20 марта 2020 года. – Санкт-Петербург: Санкт-Петербургский университет Государственной противопожарной службы Министерства Российской Федерации по делам гражданской обороны, чрезвычайным ситуациям и ликвидации последствий стихийных бедствий, 2020. – С. 52-54.
7. Галишев М.А., Бельшина Ю.Н., Дементьев Ф.А., Сикорова Г.А. Пожарно-техническая экспертиза: Учебник // СПб.: Санкт-Петербургский университет ГПС МЧС России, 2014. 453 с.
8. Парийская А.Ю., Мокряк А.Ю., Бельшина Ю.Н. и др. Рентгеновские методы анализа в судебной пожарно-технической экспертизе: Учебное пособие. // СПб.: Санкт-Петербургский университет ГПС МЧС России, 2017. – 84 с.
9. Сикорова Г.А., Смирнов В.А. Методика изъятия и исследованию стальных изделий в пожарно-технической экспертизе // Пожарная безопасность: проблемы и перспективы. 2014. Т. 1. № 1 (5). С. 304-308.
10. Моторыгин Ю.Д., Сикорова Г.А. Регрессионная модель степени термического поражения холоднодеформированных стальных элементов транспортных средств // Техносферная безопасность. 2021. № 3 (32). С. 51-59.
11. Якупов И.Ф., Галкин С.А., Топилкин П.С. Способ оценки температуры нагрева стальных конструкций по результатам исследования толщины и состава окалины // Научные исследования молодых учёных: сборник статей XV. – 2021. – С. 13.

### References

1. Elakov A.S. Methods of studying steel products in fire technical examination / Elakov A.S. // Fire and emergency safety : proceedings of the XIII International Scientific and Practical Conference dedicated to the Year of Safety Culture, Ivanovo, November 29-30, 2018. Volume Part 1. - Ivanovo: Federal State Budgetary Educational Institution of Higher Education "Ivanovo Fire and

Rescue Academy of the State Fire Fighting Service of the Ministry of the Russian Federation for Civil Defense, Emergencies and Elimination of Consequences of Natural Disasters”, 2018. - С. 83-87.

2. Talai I.Y. Methods of steel products examination used in fire technical expertise / Talai I.Y., Dolgushina L.V. // Actual problems of fire safety and protection from emergency situations: Proceedings of the IV All-Russian Scientific and Practical Conference, Krasnoyarsk, April 21, 2023. -Zheleznogorsk: Federal State Budgetary Educational Institution of Higher Education “Siberian Fire and Rescue Academy” of the State Fire Fighting Service of the Ministry of the Russian Federation for Civil Defense, Emergencies and Elimination of Natural Disasters”, 2023. - С. 51-53.

3. Cheshko I.D. Expertise of fires (objects, methods, methods of research) / Under the scientific editorship of candidate of juridical sciences N.A. Andreev. - 2nd edition, stereotype. - SPb.:SPbIPB of the Ministry of Internal Affairs of Russia. 1997. - 562 с.

4. Sokolova A.N., Cheshko I.D. Application of instrumental methods and technical means of examination of fires: Collection of methodical recommendations / Sokolova A.N., Cheshko I.D. SPb.: SPb branch of FSU VNIPO of the Ministry of Emergency Situations of Russia, 2018. 279 с.

5. Pivovarova K.G. Ensuring the surface quality of high-carbon steel rod / Pivovarova K.G. // Theory and technology of metallurgical production. - 2021. - № 3(38). - С. 24-29.

6. Nikiforov A.V. Methods of investigation of cold-formed steel products for expert purposes / A. V. Nikiforov // Theoretical and applied issues of complex security: Proceedings of the III International Scientific and Practical Conference, St. Petersburg, March 20, 2020. - St. Petersburg: St. Petersburg University of the State Fire Fighting Service of the Ministry of the Russian Federation for Civil Defense, Emergencies and Elimination of Consequences of Natural Disasters, 2020. - С. 52-54.

7. Galishev M.A., Belshina Y.N., Dementiev F.A., Sikorova G.A. Fire technical expertise: Textbook // St. Petersburg: St. Petersburg University of the State Fire Protection Service of the Ministry of Emergency Situations of Russia, 2014. 453 с.

8. Pariyskaya A.Y., Mokryak A.Y., Belshina Y.N. et al. X-ray methods of analysis in forensic fire-technical examination: Study guide // - St. Petersburg: St. Petersburg University of the State Fire Service of the Ministry of Emergency Situations of Russia, 2017. - 84 с.

9. Sikorova G.A., Smirnov V.A. Methods of seizure and examination of steel products in fire technical examination // Fire safety: problems and prospects. 2014. Т. 1. № 1 (5). С. 304-308.

10. Motorygin Yu.D.; Sikorova G.A. Regression model of the degree of thermal damage of cold-deformed steel elements of vehicles // Technospheric safety. 2021. № 3 (32). С. 51-59.

11. Yakupov I.F., Galkin S.A., Topilkin P. S. Method for estimating the heating temperature of steel structures based on the results of the study of thickness and composition of scale // Scientific research of young scientists: Collection of Articles XV. - 2021. - С. 13.

#### Информация об авторах

Л.В. Долгушина – кандидат химических наук, доцент

А.С. Горбунов – кандидат технических наук

Information about the author

L.V. Dolgushina - Ph.D. of Chemical Sciences, Docent

A.S. Gorbunov - Ph.D. of Technical Sciences

Статья поступила в редакцию 29.07.2027, одобрена после рецензирования 22.08.2024, принята к публикации 01.09.2024.

The article was submitted 29.07.2024, approved after reviewing 22.08.2024, accepted for publication 01.09.2024.