

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE



جامعة سعد دحطب البليدة  
UNIVERSITE BLIDA 1  
FACULTE DES SCIENCES  
DEPARTEMENT DE PHYSIQUE



MEMOIRE PRESENTE POUR L'OBTENTION DU DIPLOME DE :

MASTER

DOMAINE : SCIENCES DE LA MATIERE

FILIERE : PHYSIQUE

SPECIALITE : MATIERE ET RAYONNEMENTS

*Présenté par : Mr. KHEMMOULI Mohamed Amine*

**Thème :**

**APPLICATION EN CRIMINALISTIQUE DE LA  
MICRISCOPIE ELECTRONIQUE A BALYAGE**

Soutenu publiquement le .. /09/2016 devant le jury composé de :

Mr. M. A. BENAMAR	Professeur à l'USDB -1-	Président
Mme L. BABA AHMED	MCB à l'USDB -1-	Examineur
Mr. M. CHOIRA	Chef de Département de Balistique [SDPST/DPJ/DGSN]	Promoteur

ANNEE UNIVERSITAIRE : 2015-2016

في هذا العمل، انصب اهتمامنا حول تطبيق المجهر الإلكتروني الماسح المندمج مع التحليل الدقيق بالأشعة السينية للكشف عن بقايا نارية باليسيتية ذات طبيعة معدنية في علوم الطب الشرعي. هذه الطريقة و باستخدام تحليل العناصر تسمح بالحصول على التركيب الكيميائي الغير العضوي الخاص بالرصاصات خلال التفريغ عند إطلاق النار مثل (الباريوم (Ba)، الأنتيمون (Sb)، الرصاص (Pb))، إضافة إلى البنية المرفولوجية التي تبرز جسيمات تُظهر تركيب خاص عامة ما يكون كروي. إذا من إجابيات هذه الطريقة الحصول على معيارين للتحديد هما التركيب (الكيميائي / التحليلي) و البنية (الفيزيولوجية / فيزياء) في نفس الوقت كل ذلك مع إرتيابات تم نشرها في المعايير الدولية. تأكيد النتائج هي عامل حيوي في المحاكم لتجنب الضرر للأبرياء.

الكلمات المفتاحية: بقايا نارية، المجهر الإلكتروني الماسح، التحليل الدقيق بالأشعة السينية.

## Résumé

Dans ce travail, on s'est intéressé à l'application de la microscopie électronique à balayage couplée à la microanalyse aux rayons X pour la révélation des résidus de tir balistique de nature minérale en matière de sciences criminalistique. Cette méthode faisant l'analyse élémentaire permet d'obtenir les composition chimique inorganique de la décharge lors des tirs et spécialement celles de l'amorce, en l'occurrence le Baryum (Ba), l'Antimoine (Sb) et le Plomb (Pb) et la morphologie en relief des particules présentant une anatomie spécifique qui est généralement sphéroïdale. Donc l'avantage de cette méthode est la possibilité d'obtenir deux critères d'identification à savoir, la composition chimique/analytique et la morphologie/physique aux même temps avec une certitude publiée sous des normes internationales. La confirmation significative des résultats est un facteur primordial dans les tribunaux et tous ca pour éviter de provoquer des préjudices aux innocents.

**Mots clés:** résidus de, la microscopie électronique à balayage, la microanalyse aux rayons X.

## Abstract

In this work, we became interested in the application of scanning electron microscopy coupled with X-ray microanalysis for the revelation of ballistic gunshot residue of inorganic nature in forensic sciences. This method using elemental analysis provides the inorganic chemical composition of the discharge during shooting and especially those of the primer, in this case the barium (Ba), Antimony (Sb) and lead (Pb) and the relief morphology of the particles having a specific anatomy which is generally spheroidal. So the advantage of this method is the possibility of obtaining two identification criteria namely, chemical composition / analytical and morphology / physical at the same time with a certainty published as international standards. The significant confirmation of the results is a vital factor in the courts and all ca to avoid causing harm to innocent people.

**Key words:** gunshot residue, scanning electron microscopy, X-ray microanalysis.

## Remerciements

Ce manuscrit est une synthèse le travail de 6 mois de recherche effectuées aux différents laboratoires en l'occurrence : laboratoire central de police scientifique et technique de la Direction Générale de la Sureté National, laboratoire fondamental des sciences appliquées université de Blida -1-. Durant cette période j'ai pu constituer une expérience forte, tant sur le plan professionnel que personnel, j'ai collaboré avec de nombreuses personnes que je tiens à remercier.

En premier lieu, je tiens à remercier les membres du jury d'avoir accepté de juger ce modeste travail.

J'aimerais remercier mon encadreur de mémoire Monsieur M. CHOIRA Chef de département balistique dans le laboratoire Central de police scientifique et technique de la Direction Générale de la Sureté National , pour avoir pris la direction de ce mémoire, son esprit critique, ses conseils et orientations ainsi que les discussions fructueuses que nous avons eu m'ont beaucoup appris et ont permis le bon déroulement de mon travail de fin d'étude.

Mes remerciements s'adressent particulièrement à Monsieur MA. BENAMAR directeur de laboratoire fondamental des sciences appliquées université de Blida -1-, pour son accueil au sein de son équipe durant les 6 mois, je le remercie pour son soutien constant aussi pour sa disponibilité permanente.

Je remercie également Mme L. BABA AHMED, docteur à l'université de Blida -1-, d'avoir accepté de se joindre à ce jury comme examinatrice.

Je garderai long temps en mémoire l'aide et la bonne humeur de tous mes collègues au sein de l'université de Blida -1-.

Un remerciement particulier à mes chères amis Z. ABDDELI et T. HACHEMI pour leur soutien moral.

J'adresse enfin, mes plus profonds et sincères remerciements à mes parents et mes deux jolis sœurs qui n'ont cessé de me soutenir tout au long de ce travail.

## Liste des abréviations

**ASTM** : American Society For Testing Material.

**BSED** : Back Scattered Electron Detector.

**BSEI** : Back Scattered Electron Imaging.

**Cm** : Centimètre.

**DGSN** : Direction Générale de Sureté Nationale.

**E** : Energie.

**ENFCI** : European Network of Forensic Science Institutes.

**eV** : Electron Volt.

**FEI** : Fédération Equestre Internationale.

**FEG** : Field Emission Gun.

**GSR** : Gun Shoot Residue.

**GSRV3** : Gun Shoot Residue Version 3 (logiciel pour analyse es résidus de tir).

**h** : constante de Planck.

**KV** : Kilo Volt.

**MEB** : Microscope Electronique à Balayage.

**MEB/EDS** : Microscope Electronique à Balayage / Energie Dispersive Système.

**MEB/EDX** : Microscope Electronique à Balayage / Energie Dispersive rayon X.

**PSF** : Police Scientifique Française.

**Q** : Charge Collectée Par Les Electrodes.

**SEI** : Secondary Electron Imaging.

**SED** : Secondary Electron Detector (détecteur des électrons secondaires).

## Liste des figures

- Figure1:** Schéma d'une cartouche indiquant l'emplacement de la capsule de percussion, propulseur, boîtier de cartouche et balle.
- Figure2:** Schéma représentant la composition d'une amorce.
- Figure3:** Photo du nuage GSR produit par la décharge des armes à feu.
- Figure4:** Schéma de principe de Microscope Electronique à Balayage.
- Figure5:** Schéma d'un canon à électrons.
- Figure6:** Schéma d'une bobine magnétique.
- Figure7:** Schéma de formation des rayons X caractéristiques.
- Figure8:** Illustration des différents volumes d'interactions et la nature des rayonnements.
- Figure9:** Schéma d'un détecteur de rayon X cristal.
- Figure10:** Les différents composants du détecteur EDS cristal.
- Figure11:** Microscope électronique à balayage QAUNTA 650 du laboratoire de physique appliqué d'université Blida -1-..
- Figure12:** Zone de projection des résidus de tir sur la main.
- Figure13:** Le canal à eau.
- Figure14:** Les essais de tir effectués dans le canal à eau.
- Figure15:** Matériel pour la recherche des résidus de tir.
- Figure16:** Kit spécifique pour le prélèvement des GSR.
- Figure17:** Tamponnoir « blanc ».
- Figure18:** Les prélèvements effectués lors des essais de tir au sein de la chambre du canal à eau.
- Figure19:** Une image avec le microscope électronique montrant clairement une surface collante de carbone contenant des marques des résidus de tir (GSR).
- Figure20:** Photo de l'interface du logiciel de l'indentification et de l'analyse des GSR.
- Figure21:** Schéma de paramètres de réglage.
- Figure22:** Un histogramme montre le nombre de particules (Pb-Ba-Sb) trouvé dans les échantillons (l'intérieur du canon, 01 tir, Témoin-exposé, pollution de moteur).
- Figure23:** Un histogramme montre le nombre de particules (Ba-Sb) trouvé dans les échantillons (l'intérieur du canon, 01 tir, Témoin-exposé, pollution de moteur).
- Figure24:** Un histogramme montre le nombre de particules (Pb-Ba-Sb) trouvé dans les échantillons (l'intérieur du canon, 01 tir, Témoin-exposé, pollution de moteur).

**Figure25:** Un histogramme montre le nombre de particules (Pb-Ba-Sb) trouvé dans les échantillons (01tir, 02 tir, 07 tir).

**Figure26:** Résultats morphologique (visuels) de particules métalliques de (Pb) par (BSED) élaboré au niveau du laboratoire central police scientifique d'Alger.

**Figure27:** Résultats morphologique (visuels) de particules métalliques de (Pb-Ba-Sb) par (SED) élaboré au niveau du laboratoire de physique appliqué université Blida -1-.

## Liste des tableaux

**Tableau1:** Principales étapes du développement du (MEB).

**Tableau2:** Paramètres de réglage.

**Tableau3:** Un résumé des résultats obtenu par le logiciel (GSR).

# Table des matières

<b>Chapitre 1 : Rappel théorique</b> .....	3
1.1 Les résidus de tir.....	3
1.1.1 Formation des résidus de tir balistique .....	3
1.1.2 Déposition des résidus de tir balistique .....	5
1.1.3 La Composition chimique des résidus de tir balistique .....	7
1.1.4 La Composition physique des résidus de tir balistique .....	9
1.2 Microscope électronique à balayage (MEB).....	11
1.2.1 Historique de la microscopie électronique à balayage .....	11
1.2.2 Principe du microscope électronique à balayage .....	12
1.2.3 Principaux constituants du microscope électronique à balayage .....	14
1.2.3.1 Le canon à électrons .....	14
1.2.3.2 Lentille de Focalisation .....	15
1.2.3.3 Le balayage .....	16
1.2.3.4 Formation des images .....	16
1.2.3.4.1 Images en électrons secondaires (SEI) .....	17
1.2.3.4.2 Images en rétrodiffusés (BEI) .....	17
1.2.4 Spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDS) .....	18
<b>Chapitre 2 : Matériels et méthodes</b> .....	22
2.1 Matériel .....	22
2.2 Méthodes .....	23
2.2.1 Méthode de prélèvement .....	23

2.2.1.1 La méthode de coton-tige.....	24
2.2.1.2 La méthode de tamponnement .....	26
2.2.2 L'analyse des résidus de tir par le logiciel GSR .....	28
<b>Chapitre 3 : Résultats et discussion .....</b>	<b>30</b>
3.1 Conditions du travail.....	30
3.2 Résultats qualitatifs et quantitatifs .....	30
3.2.1 Comparaison 1 .....	33
3.2.2 Comparaison 2 .....	36
3.2.3 Discussion .....	36
3.3 Résultats morphologiques (visuels).....	37
3.3.1 Discussion .....	38

**Conclusion**

**Bibliographie**

**Annexes**

# **INTRODUCTION**

# Introduction

---

## Introduction

L'analyse des résidus de tir (Gunshot Residue (GSR)) a été utilisée pendant de nombreuses années dans des incidents impliquant la décharge d'armes à feu. La valeur probante primaire des méthodes GSR actuelles est de déterminer si une personne a fait usage d'arme à feu ou non.

Lorsqu'une cartouche est tirée, l'amorce et le propulseur forment, des produits de combustion qui sont libérés dans un nuage qui entoure le tireur. GSR est composé de gaz propulseur non brûlés et partiellement brûlés, des compositions primaires, les graisses, les lubrifiants et les métaux de la cartouche et l'arme elle-même. Le gaz qui transporte le GSR échappe à l'arme à feu principalement de la bouche du canon, mais aussi des lacunes des revolvers. De ce fait, le résidu peut être déposé sur la peau, les cheveux et les vêtements du tireur ou autour de l'environnement du tireur.

La microscopie électronique à balayage couplé par une microanalyse aux rayons X (MEB/EDX) a été reconnue comme la méthode la plus adéquate et largement utilisé pour l'analyse de GSR inorganique dans les laboratoires de sciences criminalistiques mondiaux. Car les faux positifs dus à la contamination de l'environnement interfèrent, l'analyse des GSR par la MEB/EDX à travers ses deux aspects; analytique (composition chimique) et visuel (morphologie) est primordiale pour une confirmation significative de la présence des résidus de tir, pour faire la différenciation entre la composition chimique caractéristique et celle de la contamination (pollution).

Cette étude aura donc pour Objectifs de procéder aux essais de tir par armes à feu, et de prélever des résidus de tir à l'aide de tamponnoirs, afin de déterminer la composition des GSR. Par la suite la détermination des facteurs qui influencent leurs compositions dans le temps et l'espace, permettra d'établir un protocole expérimental afin de le commenter, ainsi que de choisir les techniques et méthodes les plus adéquates pour ce genre d'analyse.

Ce présent mémoire comporte plusieurs parties :

**Le premier chapitre**, partie théorique, a été répartie en deux volets à savoir ;

Le volet I s'est porté sur des généralités concernant des connaissances sur les résidus de tirs balistiques de natures minérales.

# Introduction

---

Le volet II a été consacré sur la définition et le principe de fonctionnement de la microscopie électronique à balayage couplé par une microanalyse aux rayons X (MEB/EDX) comme technique utilisée dans cette étude.

**Le second chapitre :** partie expérimentales, a visé le matériel utilisé, les méthodes de prélèvements des résidus de tir, et les modes opératoires de la technique d'analyse spectrales appliquée aux analyses des résidus de tirs balistiques minéraux.

**Le troisième chapitre :** a été consacré pour la lecture des résultats et leurs interprétations.

En conclusion, on a tenté d'expliquer l'importance de l'utilisation de la microscopie électronique à balayage couplé par une microanalyse aux rayons X (MEB/EDX) pour l'analyse des GSR et quelles sont les défis pour éviter les faux positifs dus à la contamination émanant de la pollution. Ainsi des perspectives et des recommandations ont été mises en évidence pour citer respectivement les objectifs d'études des résidus de tir à moyen terme et les modalités de prélèvements requises.

# **CHAPITRE I :**

# **RAPPELE THEORIQUE**

### Chapitre 1 : Rappel théorique

#### 1.1 Les résidus de tir

##### 1.1.1. Formation des résidus de tir balistique

Lorsque le percuteur frappe l'amorce, sous l'effet de la pression, la température s'élève, excède les points d'évaporation du plomb (Pb) (1620°C), de l'antimoine (Sb) (1380°C) et du baryum (Ba) (1140°C) ou plus de 160 à 180 pour les composés organiques de poudres propulsives. Ce processus engendre donc une évaporation des constituants de l'amorce, qui entre en contact avec la poudre propulsive qui s'enflamme, formant également des produits gazeux. La haute pression due à la chaleur des gaz propulse le projectile (la balle) hors du canon <sup>[12][32]</sup>.

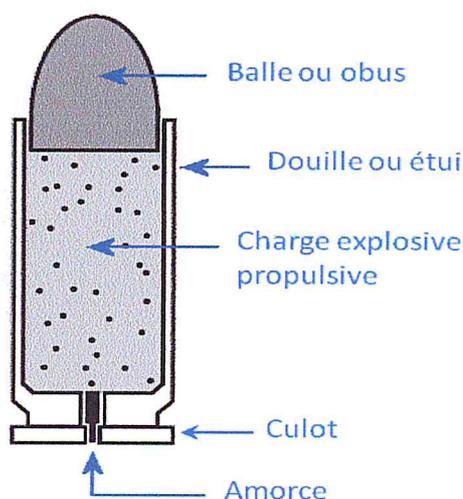


Figure 1: Schéma d'une cartouche indiquant l'emplacement de la capsule de percussion, propulseur, boîtier de cartouche et la balle <sup>[26]</sup>.

De petits fragments (fondus ou vaporisés), dus principalement au frottement de la balle lors de son passage dans le canon et dans une moindre mesure à l'échauffement de celle-ci au contact de la charge propulsive, se mélangent avec les vapeurs des composés inorganiques de l'amorce. Le tout est éjecté hors du canon à haute vitesse. Ces gaz se refroidissent grâce à leur expansion dans l'air ambiant et se condensent en formant des particules, ces dernières constituant les résidus de tir <sup>[4][23][24]</sup>.

## Chapitre 1 : Rappel théorique

Tandis que toutes ces vapeurs sont miscibles, la solubilité limitée dans l'état solide des métaux et des composés, explique que lors de la condensation, ils se séparent formant ainsi des particules distinctes <sup>[27][23]</sup>.

Ce fait, fréquemment rencontré, est à la base de la classification des principaux résidus de tir, et ce en deux catégories :

- les particules provenant du projectile.
- les particules provenant de l'amorce.

Mais les résidus de tir comprennent également d'autres particules dont celles de la poudre propulsive non brûlée ou partiellement brûlée ou encore celles provenant de graisses et de lubrifiant <sup>[12][30]</sup>. Les résidus de la poudre sont constitués de substances organiques dont les composés nitrés : nitrate et nitrite <sup>[25]</sup>.

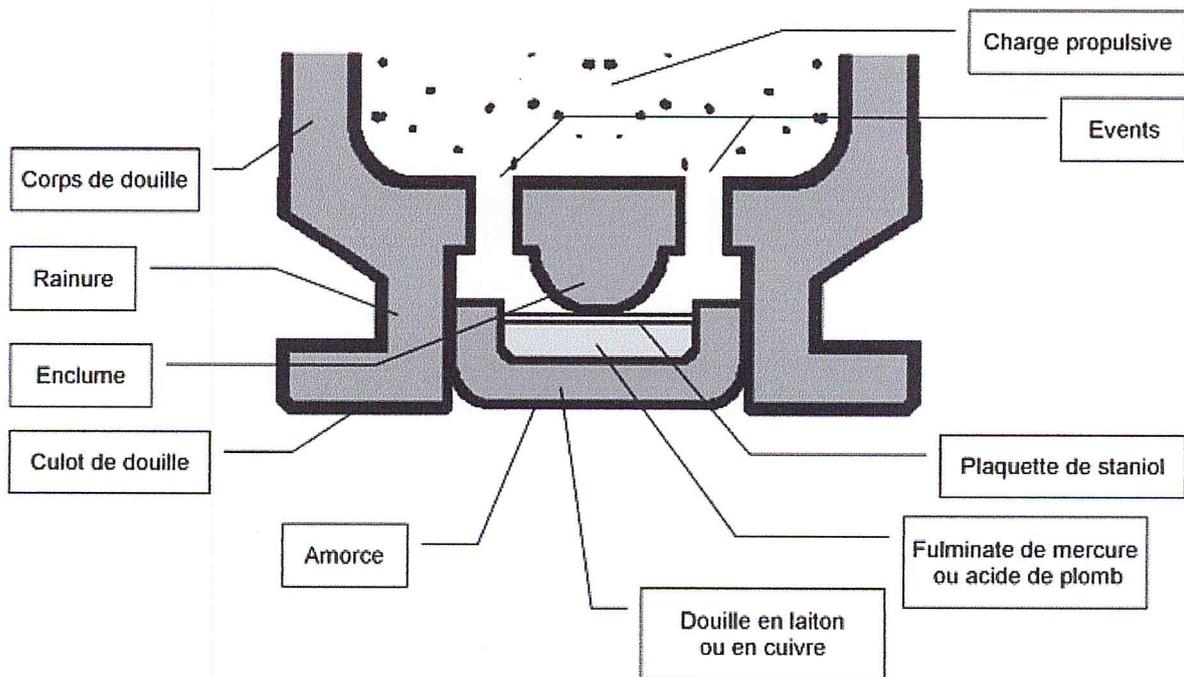


Figure 2: Schéma représentant la composition d'une amorce <sup>[26]</sup>.

### 1.1.2 Déposition des résidus de tir balistique

Lors du départ d'un coup de feu, les gaz de combustion se détendent principalement par la bouche du canon, ainsi que par tous les espaces non hermétiquement fermés de l'arme <sup>[4][5]</sup>.

- Pour les revolvers, les résidus de tirs s'échappent par deux zones principales : au niveau de la bouche du canon et entre le barillet et le canon.
- Pour les pistolets, les gaz d'expansion sortent au niveau de la bouche du canon mais aussi par la fenêtre d'éjection de la douille au niveau de la main du tireur.
- Pour les armes longues, la répartition des résidus de tirs s'opère principalement au niveau de la bouche du canon. Ainsi, la main du tireur supportant le fût du canon sera plus susceptible de présenter des résidus de tirs. Dans le cas d'une arme à répétition manuelle, les résidus de tirs vont se concentrer sur la paume de la main qui va actionner le mécanisme d'ouverture et fermeture de la chambre à cartouche.

Les résidus de tirs a été déposé au niveau du visage, des cheveux et des vêtements ou autour de l'environnement de tireur <sup>[7][2]</sup>.

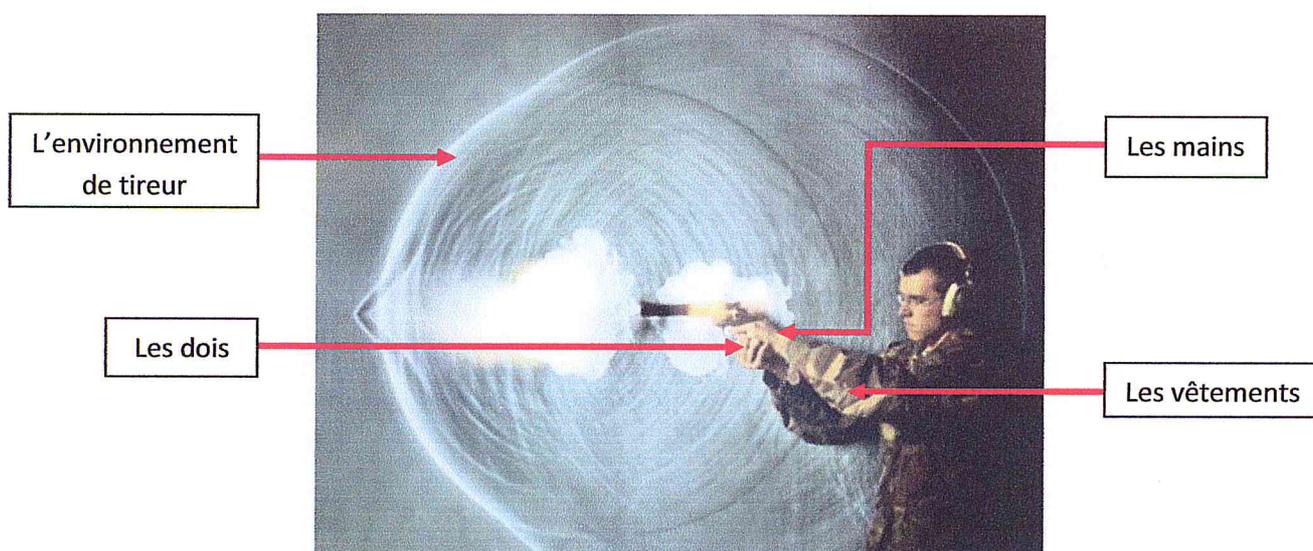


Figure 3: Photo du nuage GSR produit par la décharge des armes à feu <sup>[26]</sup>.

La persistance des résidus de tirs est d'ailleurs, plus importante dans les cheveux que sur les mains du tireur <sup>[16]</sup>.

## Chapitre 1 : Rappel théorique

---

La forme, l'intensité et l'aspect de l'empreinte des résidus de tirs sur la cible dépend de nombreux facteurs dont :

- La distance de tir.
- Le type et la quantité de charge propulsive.
- L'angle d'incidence entre la bouche du canon et la cible.
- La longueur du canon.
- Le type d'arme.
- La matière constituant la cible et son état (mobile ou non).
- Les conditions environnementales (pluie, vent, courant d'air,).
- Présence ou non d'accessoires situés sur la bouche de l'arme (silencieux).
- Le type de poudre (noire, sans fumée, simple base, double base ...).
- La morphologie des grains de poudre (sphérique, paillette, cylindrique).

Une poudre de forme sphérique, possède une meilleure forme aérodynamique qu'une paillette cylindrique et par conséquent, est susceptible d'aller plus loin et à plus grande vitesse que les paillettes cylindriques.

La distribution des résidus de tirs sur une cible est influencée par de nombreux paramètres :

- La distance de tir (plus le tir est effectuée à longue distance plus les chances de trouver des résidus de tirs sur une cible sont minces. Inversement, plus le canon de l'arme se rapproche de sa cible, plus la concentration de résidus augmente autour de l'impact).
- Les caractéristiques chimiques de la poudre (présence d'inhibiteur ou non) et du coefficient de combustion de celle-ci (vivacité de la poudre qui peut être soit lente, neutre ou vive).
- Le type, la marque et le modèle de l'arme (exemple entre un calibre .22LR et un calibre .357 Magnum).
- La longueur du canon (canon scié, canon court, canon long, présence d'un silencieux).
- L'angle de tir.
- Les conditions atmosphériques (vent, pluie).
- La composition de la cible (peau, tissu, béton ....).

### 1.1.3 La composition chimique des résidus de tir balistique

De part la nature de la formation des particules métalliques de résidus de tir, il est quasiment impossible de pouvoir décrire tous les différents types de compositions de ces dernières, toute fois certains sont identifiés comme provenant uniquement de résidus d'arme à feu par leur composants <sup>[11]</sup>. D'autres compositions moins distinctives sont néanmoins typiques des résidus de tir, en les combinant à des informations morphologiques. Finalement les moins caractéristiques sont les particules de plomb de formes irrégulières.

Le plomb est considéré comme le moins spécifique des résidus de tir, à cause de sa présence importante dans l'environnement moderne, à l'opposé de l'Antimoine (Sb) dont la détection est la plus significative car c'est le moins détecté sur les mains de personnes n'ayant aucune relation avec la charge de l'arme à feu <sup>[20]</sup>.

En outre l'étude réalisée par Germani (1991) a permis d'observer deux catégories de particules (Pb-Ba-Sb), en fonction de la taille, à savoir :

- Les petites particules de (Pb-Ba-Sb) d'un diamètre moyen de 1.7  $\mu\text{m}$ , très riches en plomb (Pb) dont l'origine est le projectile.
- Les grandes particules de (Pb-Ba-Sb), d'un diamètre de 3.6  $\mu\text{m}$ , très riches en Antimoine (Sb), dont l'origine est l'amorce.

D'après Wolten et al, 1997 les particules uniques de résidus de tir sont principalement : (Pb-Ba-Sb) d'une part et (Ba-Sb) d'autre part. Par contre les études de Garofano et al (1999) relativisent cette catégorisation, en considérant uniquement la particule (Pb-Ba-Sb) comme réellement unique car elle confirme la présence de résidus de tir tandis qu'ils classent la particule (Ba-Sb) comme indicative en présence de Fer (Fe) et ni unique, ni indicative à petites quantités.

Dans la majorité des cas les résultats de leurs études s'accordent concernant les combinaisons caractéristiques, qui sont : (Pb-Sb) et (Pb-Ba).

- ✓ **Remarque :** ces précédentes particules peuvent être associées toutes les deux avec ou sans d'autre éléments tels que : le Soufre (S) et l'Etain (Sn).

## Chapitre 1 : Rappel théorique

---

L'apparition des particules de plomb métalliques des GSR provenant du projectile, est due à un environnement pauvre en oxygène. Dans ce cas, le plomb n'est pas oxydé, formant ainsi les résidus du projectile, contrairement aux résidus de l'amorce qui proviennent essentiellement de l'amorce elle-même, où le Styphnate de plomb se transforme préférentiellement en oxyde de plomb (Pb-O) ou en sulfures de plomb (Pb-S), plutôt qu'en métal libre, ceux qui se sont oxydés avant de se dissoudre dans les particules d'amorce [28].

Par contre la norme ASTM E1 1588 08 b et les recommandations de l'ENFSI (European Network of Forensic Science Institutes) [8], répartie la composition des GSR en trois catégories ;

### **"Spécifiques au GSR" :**

Les Spécifiques au GSR sont les éléments chimiques intervenant lors de l'explosion de l'amorce et/ou de la poudre lors d'un tir. Il s'agit des composés : ((Sn-Sb-Ba-Pb), (Sb-Ba-Pb), (Sb-Sn-Pb), (Sb-Sn-Ba), (Ti-Zn-Cu), (Sn-Ba-Pb) et (Ti-Zn-Sn)), éventuellement avec du soufre (S).

### **"Indicative du GSR" :**

L'indicative du GSR désigne une particule courante dans les résidus de tir, mais pouvant avoir une autre origine. Il s'agit des composés : ((Sb-Ba), (Sb-Pb), (Ba-Pb), (Sb-Sn), (Sr) et (Ti-Zn)), éventuellement avec du soufre (S).

### **"Environnementale" :**

Désigne une particule contenant individuellement du Plomb (Pb), l'Étain (Sn) et l'Antimoine (Sb) où d'autres éléments pouvant éventuellement provenir d'une arme à feu.

Par contre d'autres études sur les GSR les répartissent en trois catégories :

- Les spécifiques.
- Les caractéristiques.
- Les « riches en plomb ».

(S), (K), (P), (Fe)... sont généralement présents en plus ou moins en grandes quantités [1].

### 1.1.4 La composition physique des résidus de tir balistique

En 1979, Tassa et Zeldes étudièrent la distribution chimique élémentaire qui influencent la composition morphologique superficielle (de surface) d'une particule de GSR. Ils constatèrent que la composition chimique des particules périphériques (nodules), différaient de celles du corps de la particule GSR. Ils suggérèrent alors la détection d'une particule non unique, recouverte de nodules, indiquait fortement une origine GSR.

En 1992, Basu, après l'étude de 227 coupes transversales préparées à partir de particules de GSR, établissait que les particules GSR n'étaient pas seulement issues d'une condensation superficielle des éléments chimiques (Pb-Sb-Ba) mais également d'une condensation profonde pour former le corps de la particule. En fonction de la distribution de ces éléments chimiques, il classa les particules de GSR en trois (03) catégories, et il énonça l'hypothèse à travers laquelle le processus de formation est basé sur des données thermodynamiques (point de fusion, point d'évaporation, pression atmosphérique à une température donnée). La majorité des petites particules GSR dont le diamètre est inférieur à 10  $\mu\text{m}$  se présentent sous forme de gouttelettes quand l'état d'équilibre est atteint durant l'explosion de la charge primaire.

Les formes sphériques régulières présentent la forme la plus stable parmi les différentes configurations des gouttelettes condensées. Quand la température augmente, il y a formation de plus grandes sphères par l'union des petites gouttelettes. Pendant la phase terminale du phénomène d'explosion, la température va diminuer, quelques particules sphériques, semi-solides de Baryum (Ba) et l'Antimoine (Sb) attractants les éléments de Plomb (Pb) à l'état de vapeur pour former les particules ayant l'aspect de peau d'orange.

Les trois catégories de la distribution des éléments chimiques (Pb-Ba-Sb) caractérisent trois principaux modes ou niveaux de formation des GSR.

## Chapitre 1 : Rappel théorique

---

Quand le percuteur frappe le compartiment de la charge primaire, la chaleur de la combustion va contribuer à faire fondre la charge primaire (en une fraction de milliseconde et la température de la charge primaire, à ce stade du phénomène d'explosion, va excéder celles des points de vaporisation du Plomb (Pb) (1620°C), de l'Antimoine (Sb) (1380°C) et du Baryum (1140°C). A ce stade de combustion, les vapeurs de la charge primaires vont se condenser sur la surface liquéfiée de la charge primaire qui n'est pas totalement vaporisée, sous forme de gouttelettes, dans un espace totalement confiné.

Cette formation de noyau qui évoluera sous haute pression est l'équivalent de la formation d'un noyau homogène dans un espace libre (ouvert) .Seulement, il est à signaler que le rendement de la réaction demeure sous l'influence du processus de la non diffusion de la matière dans le milieu solide ou semi-solide ; ce qui va engendrer un premier équilibre dynamique (Solide-liquide) à l'intervalle de températures, compris entre (1500 à 2000°C), sous une pression de 9653 KPa. Et suggèrent que les articles de GSR sont formés antérieurement à l'explosion de la poudre propulsive, car déjà des flocons composés uniquement d'éléments chimiques (Pb-Ba-Sb) issus de la charge primaire et présentent des surfaces en fusion, vont se condenser sous forme de gouttelettes de GSR.

### 1.2 Microscope électronique à balayage (MEB)

#### 1.2.1 Historique du microscope électronique à balayage

Le tableau ci-dessous résume l'histoire du développement de MEB. Depuis la découverte de l'électron jusqu'à la première réalisation en 1938. Il a fallu attendre le début des années 1960 pour voir la première commercialisation, mais à partir lors la technique s'est considérablement développée et le MEB est maintenant considéré comme un outil standard en sciences des matériaux.

1897	Découverte de l'électron	J. J. Thomson
1924	La théorie des particules et des ondes	L. de Broglie
1926	Lentille électromagnétique	H. Busch
1927	Démonstration de diffraction d'électrons	C. J. Davisson and L. H. Germer
1929	Description théorique de MEB	H. Stintzing
1932	Construction du premier microscope électronique (transmission)	M. Knoll and E. Ruska
1935	Démonstration de la théorie balayage au microscope électronique	M. Knoll
1938	Première MEB construit	M. von Ardenne
1939	Premier microscope électronique à transmission commerciale	B. von Borries and E. Ruska
1942	La production de lentille électrostatique MEB	V. K. Zworykin, J. Hillier and R. L. Synder
1956	La production de lentille électromagnétique MEB	K. C. A. Smith
1956	Microanalyse à rayons X avec une sonde de balayage	V. E. Cosslett and P. Duncomb
1960	Amélioration de détecteur d'électrons secondaires	T. E. Everhart and R. F. M. Thornley

## Chapitre 1 : Rappel théorique

Début 1960	La première commercialisation de MEB	Cambridge Instrument Co., Ltd.
1971	La construction d'une tige avec une source d'émission de champ	A. V. Crewe and J. Wall

Tableau 1: Principales étapes du développement du (MEB).

### 1.2.2 Principe du microscope électronique à balayage

Un faisceau d'électrons très fin est produit grâce à un filament de tungstène chauffé par un courant. Ce faisceau est accéléré par une haute tension jusqu'à 30 KV créé entre le filament et l'anode. Il est ensuite focalisé sur l'échantillon par une série des lentilles électromagnétique en une sonde le moins de 4 nm. Quand le faisceau touche la surface de l'échantillon, il produit des interactions suivantes :

- ✓ Des électrons secondaires
- ✓ Des électrons rétrodiffusés
- ✓ Des rayons X

Ces interactions sont collectées par un détecteur adéquat pour être ensuite converties en un signal électrique. Un système de bobines de déflexions, semblable à celui d'une télévision, guide le faisceau de façon à balayer la surface de l'échantillon selon une trame rectangulaire. Le moniteur permettant l'observation est lui même balayé en synchronisation avec le faisceau d'électron de la colonne. Le signal recueilli par le détecteur est utilisé pour moduler la brillance du moniteur permettant l'observation. Il s'établit alors une correspondance entre la quantité de signal produite par un point de l'échantillon et la brillance de l'élément de l'image vidéo correspondant à ce point. Autrement dit si le faisceau d'électron est en haut à gauche de la zone balayée sur l'échantillon le faisceau d'électron de l'écran vidéo sera en haut et à gauche de l'image et si cette zone produit beaucoup d'électrons secondaires, la brillance de l'image en haut et à gauche sera importante. Le grandissement obtenu est le rapport de la surface de l'image vidéo sur la surface balayée sur l'échantillon <sup>[15][3]</sup>.

# Chapitre 1 : Rappel théorique

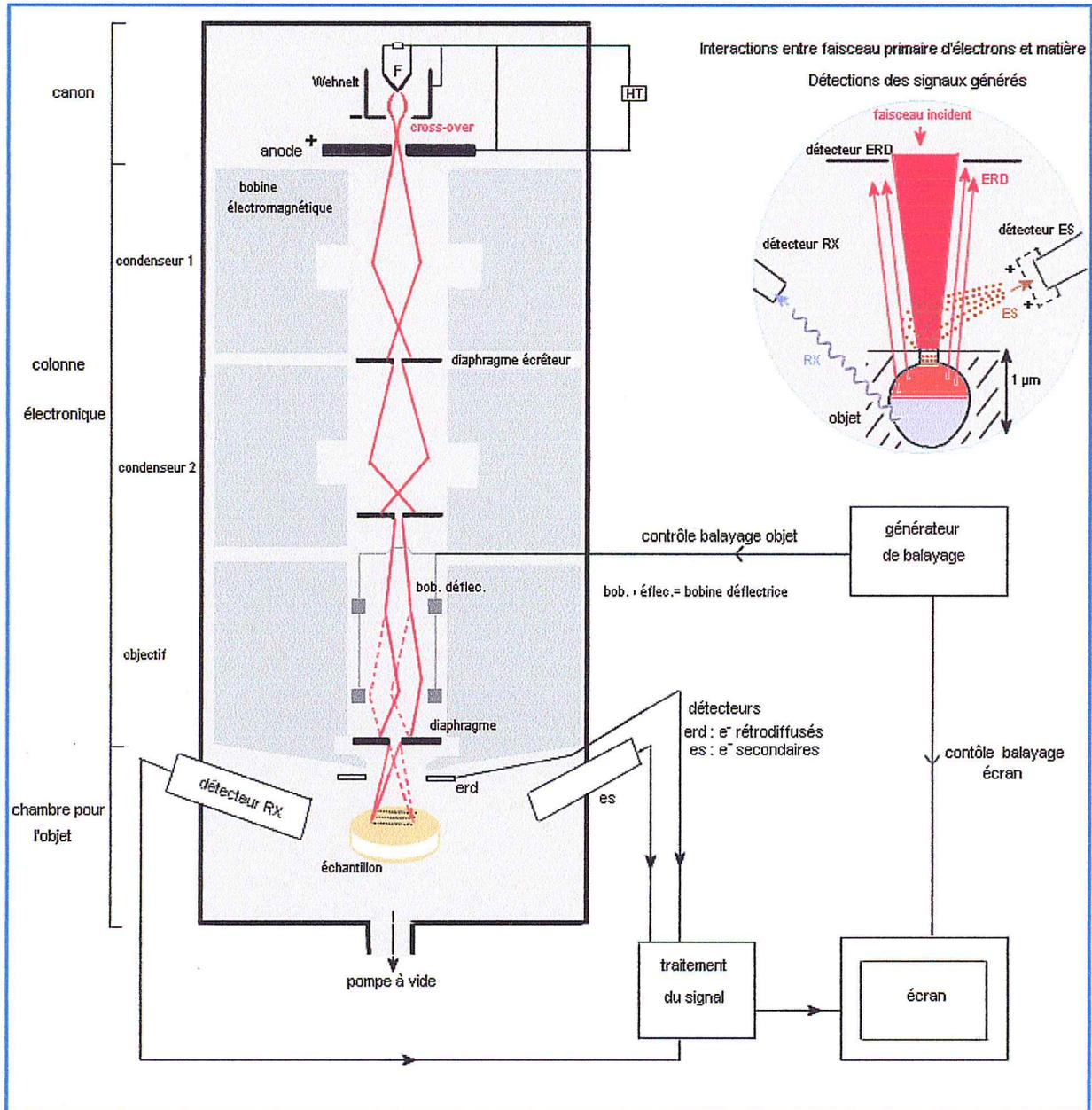


Figure 4: Schéma de principe de Microscope Electronique à Balayage.

### 1.2.3 Principaux constituants du microscope électronique à balayage

#### 1.2.3.1 Le canon à électrons

Les électrons sont produits par effet thermoélectronique à partir d'un filament de tungstène porté à haute température puis extraits au niveau du "Wehnelt" qui a aussi pour fonction, grâce au dessin de ses lignes de champ, de focaliser les électrons en un point ("cross over") qui sera l'équivalent d'une source lumineuse ponctuelle. Le filament de tungstène (en forme d'épingle à cheveux afin de localiser l'émission par effet de pointe pour obtenir une source plus ponctuelle et plus brillante) est souvent remplacé par une pointe taillée dans un monocristal de LaB6 qui possède un meilleur rendement thermoélectronique (travail de sortie de 2,7 au lieu de 4,5 eV).

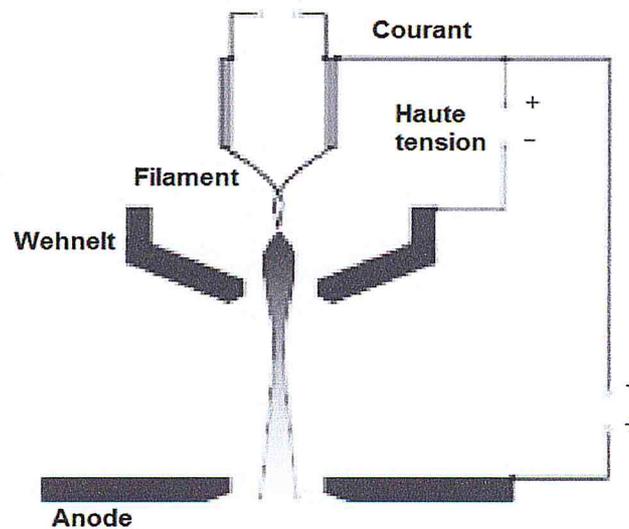


Figure 5: Schéma d'un canon à électrons.

Dans les instruments les plus récents, les électrons sont émis par effet de champ (FEG : Field Emission Gun) on utilise une pointe métallique très aiguë, dont l'extrémité ne comporte qu'un ou quelques atomes. Le champ électrique local, extrêmement intense car lié à l'inverse du rayon de courbure, est suffisant pour extraire les électrons avec un fort rendement (brillance) à partir d'une surface très faible (ponctualité de la source), permettant un gain considérable sur les performances de l'instrument.

## Chapitre 1 : Rappel théorique

Dans tous les cas, les électrons sont accélérés par la différence de potentiel entre le Wehnelt et une anode (diaphragme), mise à la masse pour des raisons de sécurité. Les tensions d'accélération classiques (typiquement  $V_0 = 1$  à  $30$  kV) fixent l'énergie des électrons qui forment un faisceau presque monocinétique très fins (faisceau de quelques nm de diamètre) <sup>[13][17]</sup>.

### 1.2.3.2 Lentille de focalisation

Dans le microscope électronique, on utilise habituellement des bobines magnétiques qui introduisent moins d'aberrations. Elles sont constituées d'un enroulement enfermé dans une armature en acier canalisant le flux et comportant une ouverture. La forme des lignes de champ magnétique est telle qu'un électron sera d'autant plus dévié que sa trajectoire diverge plus par rapport à l'axe du système qui se comporte donc comme une lentille convergente : on parle donc de lentilles magnétiques, dont on peut faire varier aisément la distance focale en variant le courant passant dans la bobine <sup>[17][31]</sup>.

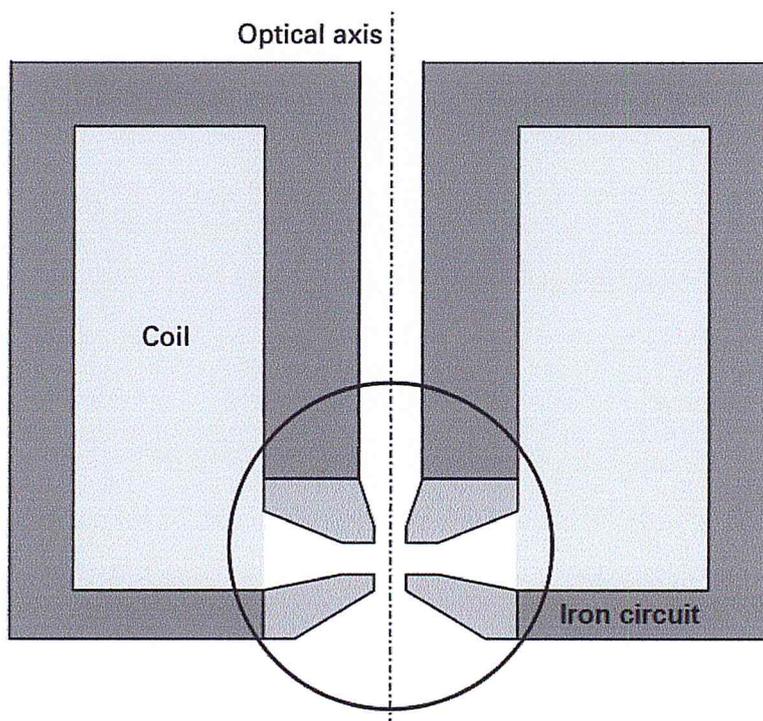


Figure 6: Schéma d'une bobine magnétique <sup>[19]</sup>.

## Chapitre 1 : Rappel théorique

---

La longueur focale varie avec la vitesse (énergie) des électrons : un diaphragme placé à proximité du point de focalisation permet d'éliminer les électrons dont l'énergie n'a pas la valeur nominale ou qui divergent trop par rapport à l'axe du système.

La première lentille s'appelle "condenseur" car son réglage permet de contrôler la densité du faisceau d'électrons en jouant sur sa divergence <sup>[22]</sup>.

### 1.2.3.3 Le balayage

Le contrôle du balayage de la surface de l'échantillon est assuré par des bobines de déflexion, alimentées par une source électrique délivrant un courant en dents de scie (déviations en x) et un courant en escalier (déviations en y) : le faisceau se déplace donc sur la surface de l'échantillon suivant des lignes xx' qui se décalent parallèlement à elles mêmes selon la direction y. Un oscilloscope cathodique est synchronisé avec ce balayage : on applique simplement un courant provenant de la même source aux bobines de déflexion de la colonne et de l'oscilloscope. Il y a donc une relation biunivoque entre un point de l'échantillon et un point de l'écran. Le grossissement obtenu est le rapport des dimensions balayées sur l'échantillon et sur l'écran ; il peut atteindre 400 000 sur les instruments récents (FEG) <sup>[22]</sup>.

### 1.2.3.4 Formation des images

Les principales interactions électron-matière sont :

- les électrons rétrodiffusés, d'énergie comparable à celle des électrons incidents
- les électrons secondaires, arrachés à la matière par les électrons incidents ou rétrodiffusés, d'énergie beaucoup plus faible.
- les électrons Auger, de très faible énergie, ne pouvant être étudiés que dans des conditions d'ultraviolets.
- les photons visibles (cathodoluminescence) spécifiques de certains matériaux (semi conducteurs, oxydes, etc...) ou impuretés.
- les photons X, donnant accès à l'analyse chimique élémentaire.

Les électrons produisent les images selon les processus suivants :

### 1.2.3.4.1 Images en électrons secondaires (SEI)

Les électrons secondaires (d'énergie d'environ quelques dizaines d'eV) émis en chaque point sous l'impact du faisceau, d'un diamètre de l'ordre de quelques nm, sont collectés grâce à un champ électrique positif de l'ordre de 500 V sur un scintillateur. Les photons produits sont transmis à l'aide d'une fibre optique jusqu'à la couche sensible d'un photomultiplicateur situé à l'extérieur du système et le signal, ainsi amplifié, module la brillance de l'oscilloscope cathodique. Ces images reflètent la topographie (relief) de la surface <sup>[22]</sup>.

### 1.2.3.4.2 Images en rétrodiffusés (BSEI)

L'échantillon diffuse également une partie des électrons primaires appelés électrons rétrodiffusés, dont l'énergie est de l'ordre de grandeur de celle des électrons incidents : ils se déplacent donc en ligne droite en se dirigeant vers le détecteur. Si l'on supprime la polarisation du collecteur, ils sont pratiquement les seuls à atteindre le détecteur : on visualise alors nettement les phases composant l'échantillon. On observe l'équivalent d'une image en éclairage rasant, le détecteur se trouvant en général approximativement dans le plan de l'échantillon <sup>[18]</sup>.

### 1.2.4 Spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDS)

En pratique, souvent dans un microscope électronique à balayage standard. Lorsqu'un faisceau d'électrons interagit avec l'échantillon à analyser, des électrons des niveaux de cœur sont éjectés. La désexcitation de l'atome ainsi ionisé se fait par une transition d'un électron d'un niveau externe vers la lacune. L'énergie disponible est libérée par l'émission soit d'un photon X, soit d'un électron Auger. Les photons X sont caractéristiques de la transition et donc de l'élément concerné.

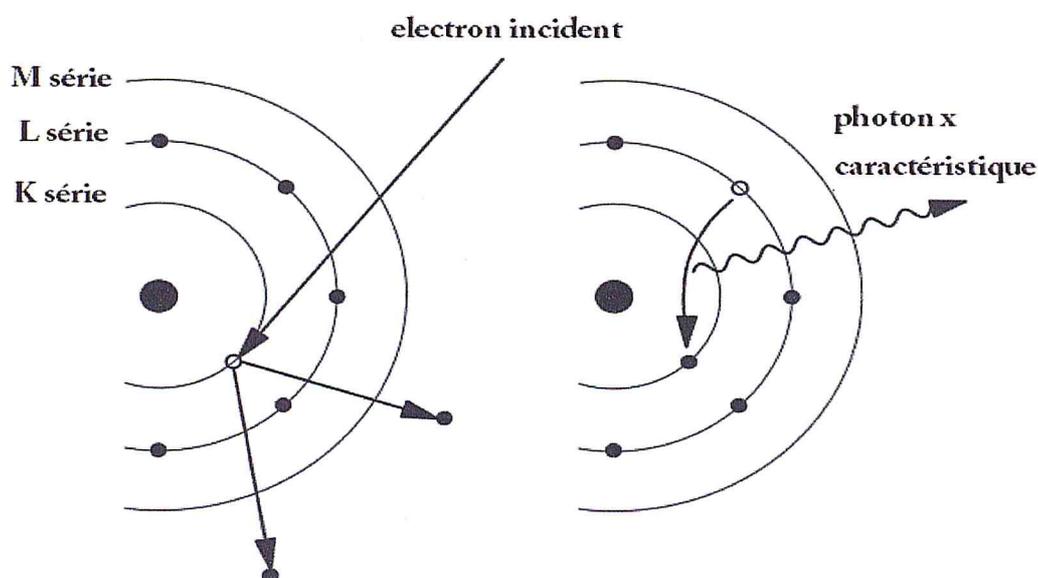


Figure 7: Schéma de formation des rayons X caractéristiques <sup>[19]</sup>.

L'indexation des raies se fait soit en énergie (eV) soit en longueur d'onde associée (Å ou nm), selon la relation  $\lambda = hc/E$ , ( $\lambda$  longueur d'onde,  $h$  constante de Planck,  $c$  vitesse de la lumière et  $E$  énergie cinétique). Ces raies caractéristiques se superposent au spectre d'émission continu de rayons X (Bremsstrahlung, souvent appelé improprement bruit de fond). L'émission X émergente (rayonnement caractéristique et Bremsstrahlung) provient d'un volume d'interaction électrons-échantillon appelé poire de diffusion. Sa dimension (de l'ordre du  $\mu\text{m}^3$ ) et sa forme dépendent de l'énergie primaire et de la densité de l'échantillon.

## Chapitre 1 : Rappel théorique

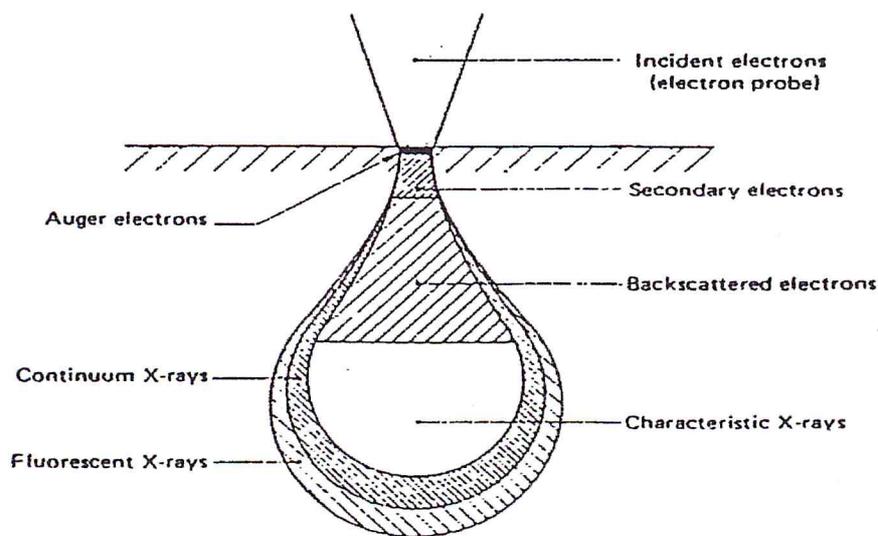


Figure 8: Illustration des différents volumes d'interactions et la nature des rayonnements <sup>[9]</sup>.

Le détecteur EDS est un monocristal de silicium, dopé au lithium et polarisé (figure 9). Un photon X d'énergie  $E_0$  produit dans le cristal un nombre  $N$  de paires électrons-trous proportionnel à l'énergie du photon :  $N = E_0 / 3,8$ , l'énergie d'ionisation du Si étant de 3,8 eV.  $Q = E_0 \cdot e / 3,8$  est la charge collectée par les électrodes.  $V = Q / C$  collectée aux bornes d'une capacité en série avec le préamplificateur est donc également proportionnelle à l'énergie du photon incident. Un analyseur multicanaux permet de classer le nombre d'événements en fonction de leur énergie, et donc de reconstituer le spectre d'émission de l'échantillon.

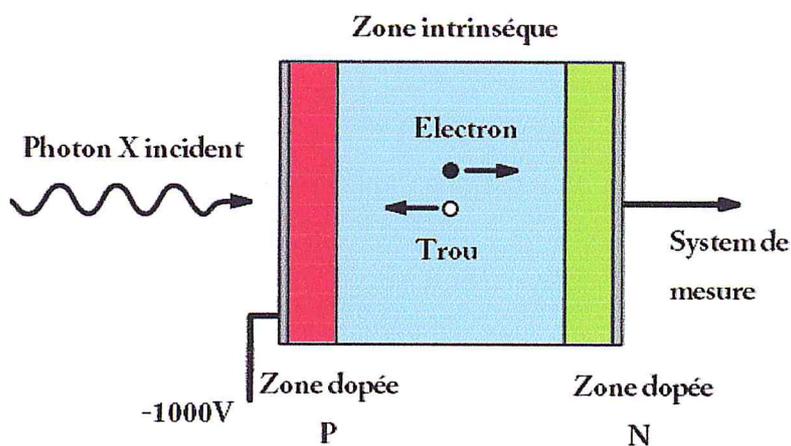


Figure 9: Schéma d'un détecteur de rayon X cristal.

## Chapitre 1 : Rappel théorique

Le cryostat dans lequel le cristal est maintenu à la température de l'azote liquide est représenté sur la (figure 10).

Il est nécessaire de maintenir le détecteur à basse température pour deux raisons :

- ✓ avoir une conductivité électrique minimale du semi conducteur en dehors de la présence de paires électrons-trous.
- ✓ réduire au maximum le bruit de la chaîne d'acquisition ; le préamplificateur, constitué d'un transistor à effet de champ (FET) est d'ailleurs également refroidi.

Le cryostat, maintenu sous vide, est fermé par une fenêtre qui doit rester transparente aux photons X : elle peut être en béryllium (permettant la détection des éléments à partir du sodium) ou en polymère ultramince (permettant la détection à partir du bore). L'inconvénient de ce dernier type de fenêtre est d'être extrêmement fragile

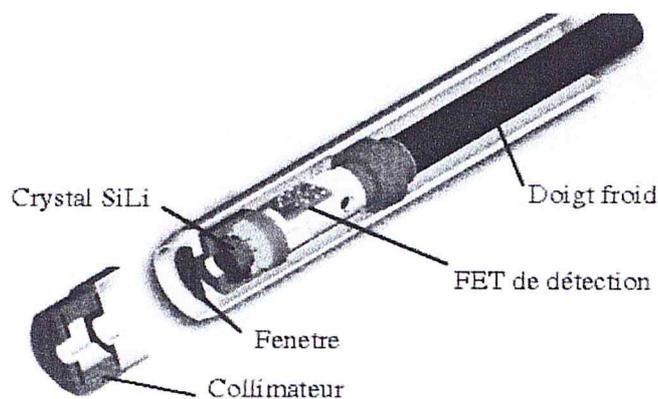


Figure 10: Les différents composants du détecteur EDS cristal <sup>[9]</sup>.

L'électronique associée comporte un dispositif de rejet d'empilement : en effet, si deux photons arrivent presque simultanément dans le cristal, les paires électrons-trous créées par les deux photons s'additionnent et le système détecte un faux photon d'énergie égale à la somme de celles des deux photons incidents. Pour éviter cet artefact, la chaîne électronique élimine systématiquement les deux mesures si l'arrivée d'un nouveau photon est détectée avant que la décroissance du nombre de paires créées par le premier ne soit complète.

# **CHAPITRE II :**

# **MATERIEL ET METHODES**

### Chapitre 2 : Matériels et méthodes

#### 2.1 Matériels

Dans ce travail nous avons utilisé Le microscope électronique à balayage couplé à un spectromètre de rayons X de type QAUNTA 650 de la firme FEI, de marque PHILIPS composé essentiellement de trois parties distinctes qui sont la partie source et la chambre électronique et la partie de traitement (Figure 11) <sup>[10]</sup>.

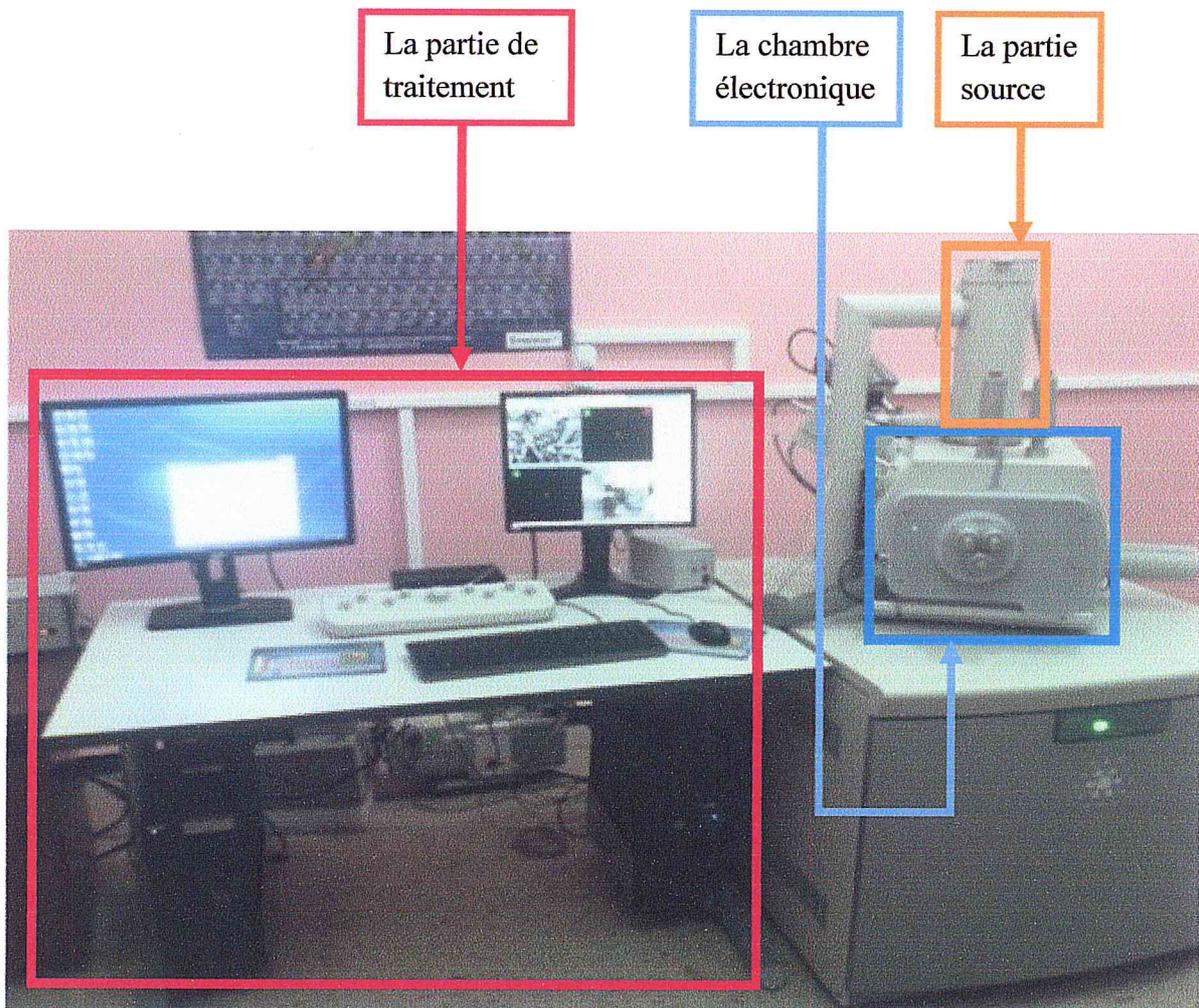


Figure 11: Microscope électronique à balayage QAUNTA 650 du laboratoire de physique appliqué d'université Blida -1-.

### 2.2 Méthodes

#### 2.2.1 Méthode de prélèvement

Pour savoir si un individu porte des résidus de tir, il faut effectuer un prélèvement, à l'aide d'un tamponnoir ou d'un coton-tige (par une personne habilitée dans la réalité), sur les mains de la personne suspectée d'avoir fait usage d'une arme à feu. On peut également rechercher des résidus de tir sur des vêtements appartenant au suspect.

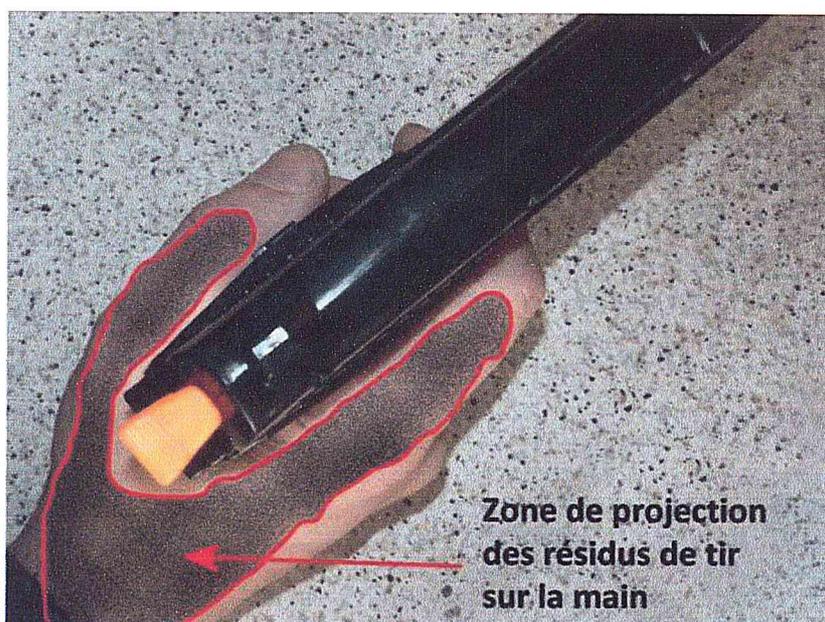


Figure 12: Zone de projection des résidus de tir sur la main.

Pour faire un prélèvement des essais de tir ont été effectués en utilisant des munitions locales et étrangères, à l'aide de plusieurs armes tout a été fait par des spécialistes du département de balistique dans le laboratoire central de police scientifique et technique de la Direction Générale de la Sureté National (DGSN).

Les tirs ont été réalisés dans un dispositif spécial appelé canal à eau, conçu pour les tirs de coup de feu, ce dernier comme le montre son nom et sous forme de chambrette de dimension long 395 × larg 130 × prof 174 (cm), remplie d'eau (6000 litres) qui sert comme un système de freinage des projectiles propulsés (la balle).

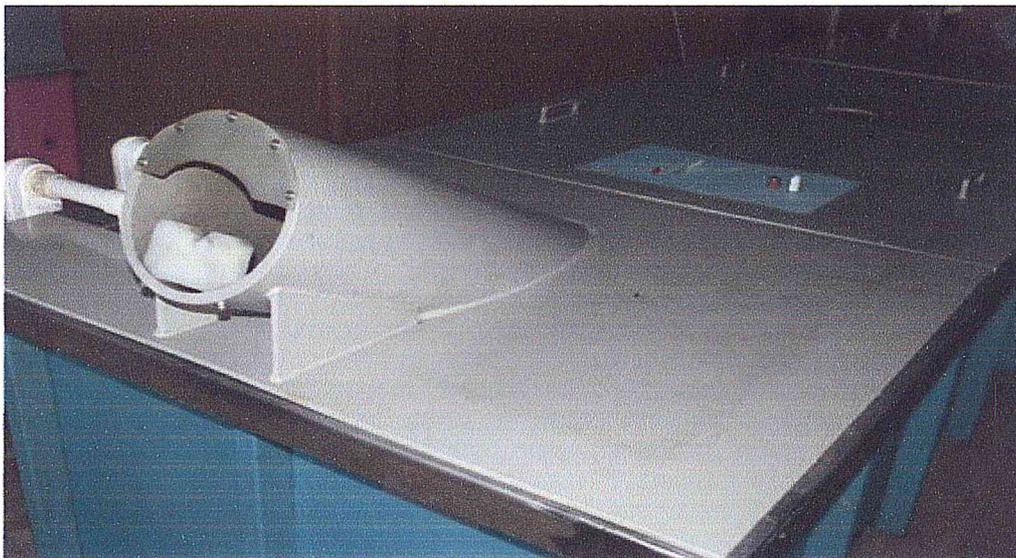


Figure 13: Le canal à eau <sup>[6]</sup>.



Figure 14: Les essais de tir effectués dans le canal à eau <sup>[6]</sup>.

A partir de maintenant on a deux méthodes de prélèvement :

### **2.2.1.1 La méthode de coton-tige**

Il faut suivre le protocole suivant :

- Passer deux cotons-tiges humidifiés (avec de l'eau distillée) sur un objet saisi chez le suspect (habit, gant ...).
- Glisser les cotons-tiges chacun dans un tube à essais.

## Chapitre 2 : Matériels et méthodes

- Ajouter trois gouttes d'acide nitrique (pour transformer les atomes de Ba et Pb en ions  $Ba^{2+}$  et  $Pb^{2+}$ ).
- Tester la présence des deux ions avec les réactifs indiqués.
- Remuer la solution et observer.

Ion Baryum $Ba^{2+}$	<b>Réactif :</b> Solution de solution de sulfate de sodium (1mL) On obtient un précipité blanc.
Ion Plomb $Pb^{2+}$	<b>Réactif :</b> Solution d'iodure de potassium (1mL) On obtient un précipité jaune.

### Remarque :

- L'ajout d'acide nitrique (très dilué !!) est purement symbolique car les gants ou les habits du suspect ont été trempés dans une solution saturée de nitrate de plomb et de nitrate de baryum : les ions sont déjà présents. Mais dans la réalité le plomb et le baryum sont sous forme atomique de sulfure ou d'oxydes et l'action de l'acide nitrique les transforme en ions.



Figure 15: Matériel pour la recherche des résidus de tir <sup>[6]</sup>.

### 2.2.1.2 La méthode de tamponnement

Cette méthode a été utilisée dans notre travail, actuellement elle est la plus courante. Elle se fait par l'utilisation d'une surface collante de 1 cm de diamètre qui est appliquée au niveau des zones où nous avons le plus de chance de trouver des résidus de tir, soit en regard du dos de la main, au niveau du pouce et de l'index. Les tamponnoirs sont généralement partie d'un kit comprenant :

- ✓ Cinq tamponnoirs dans des tubes de protection (4 pour prélèvements)
- ✓ Une paire de gants latex
- ✓ Une étiquette



Figure 16: Kit spécifique pour le prélèvement des GSR.

Un bon prélèvement implique un bon résultat il est très utile de choisir les supports adéquats aux échantillons à vouloir analysés ainsi que de suivre strictement le protocole suivant :

- ✓ Le blanc ; il est indispensable de réaliser un blanc, c'est-à-dire un tamponneur qui n'a en principe pas été en contact avec des GSR, mais exposé sur le lieu des prélèvements.

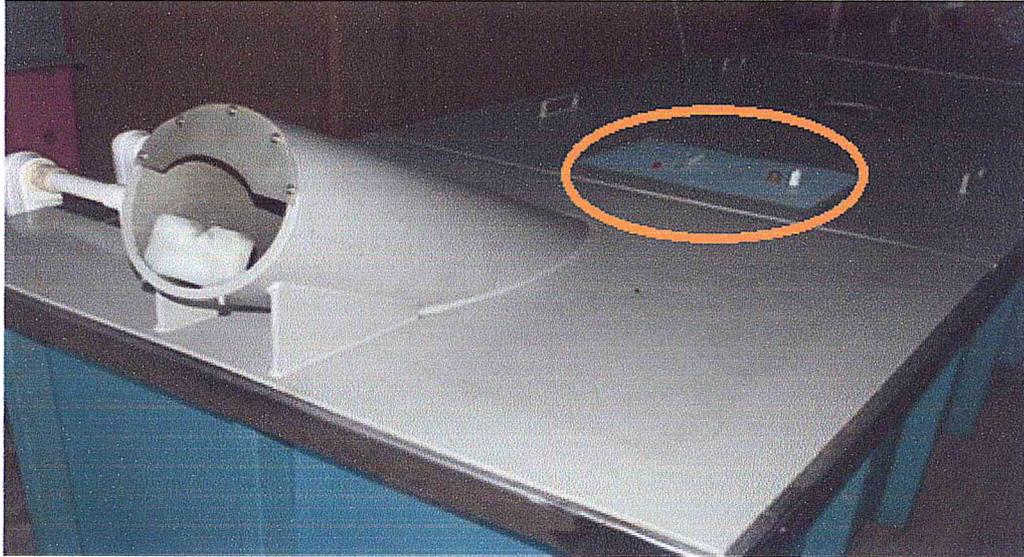


Figure 17: Tamponnoir « blanc » [6].

- ✓ Mettre des gants à usage avant toute manipulation.
- ✓ Référencer les flacons contenant les tamponnoirs « main gauche », « main droite », manche droite, manche gauche, cheveux, visage .... ect, avant faire tout prélèvement.
- ✓ Ouvrir le premier flacon référencé « main droite ».
- ✓ Ne pas extraire le tamponnoir métallique fixé sur le bouchon.
- ✓ Oter la pastille de protection recouvrant le tamponnoir et la jeter.
- ✓ En utilisant le bouchon plastique comme support de prise en main, effectuer des tamponnements successives sur le dos de la main gauche. Insister sur la zone « pouce index ».
- ✓ Tamponner en minimum 20 fois la partie à analyser.
- ✓ Remettre le tamponnoir dans son tube
- ✓ Procéder de la même façon avec le second flacon marqué « main gauche ».



Figure 18: Les prélèvements effectués lors des essais de tir au sein de la chambre du canal à eau <sup>[6]</sup>.

### 2.2.2 L'analyse des résidus de tir par le logiciel (GSR)

Le logiciel GSR permet une classification automatisée des particules de GSR. Il comporte une procédure de calibration automatique avancée qui permet un réglage complet et un réajustement dynamique de la colonne du microscope, de la platine motorisée, du détecteur d'électrons rétrodiffusés (BSED) ainsi qu'un système d'analyse de rayon X et ceci sans l'intervention d'un opérateur (recherche automatique) <sup>[6]</sup>.

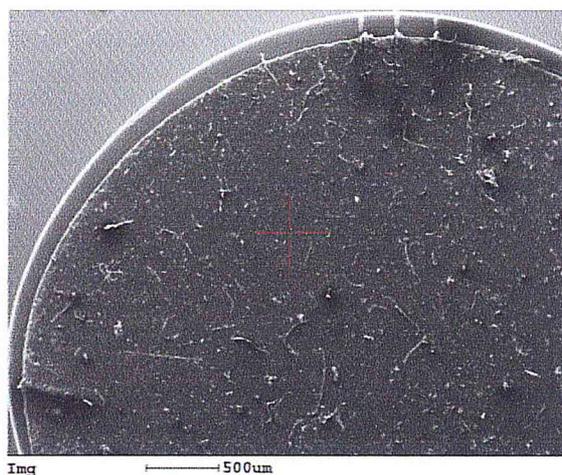


Figure 19: Une image avec le microscope électronique montrant clairement une surface collante de carbone contenant des marques des résidus de tir (GSR).

## Chapitre 2 : Matériels et méthodes

Les paramètres de sensibilité aux rayons X (l'intensité du rayon d'électrons étant mesurée en comptage de rayon X par seconde) sont calibrés en premier lieu, en utilisant une référence standard afin de s'assurer des résultats fiables et reproductibles [29].

Les échantillons peuvent être disposés sur la platine dans une configuration régulière ou irrégulière jusqu'à plus de 16 échantillons. Cela permet un enregistrement précis et rapide du positionnement des échantillons sans manœuvrer la platine.

Des informations telles que la taille de l'échantillon, la surface de recherche, la disposition de l'échantillon, la taille minimale des particules recherchées ainsi que le pourcentage d'échantillons à analyser sont définies.

En utilisant le balayage rapide du MEB, les champs vides peuvent être analysés en un temps réduit de soixante (60) minutes pour un champ de 10x10 mm<sup>2</sup>.

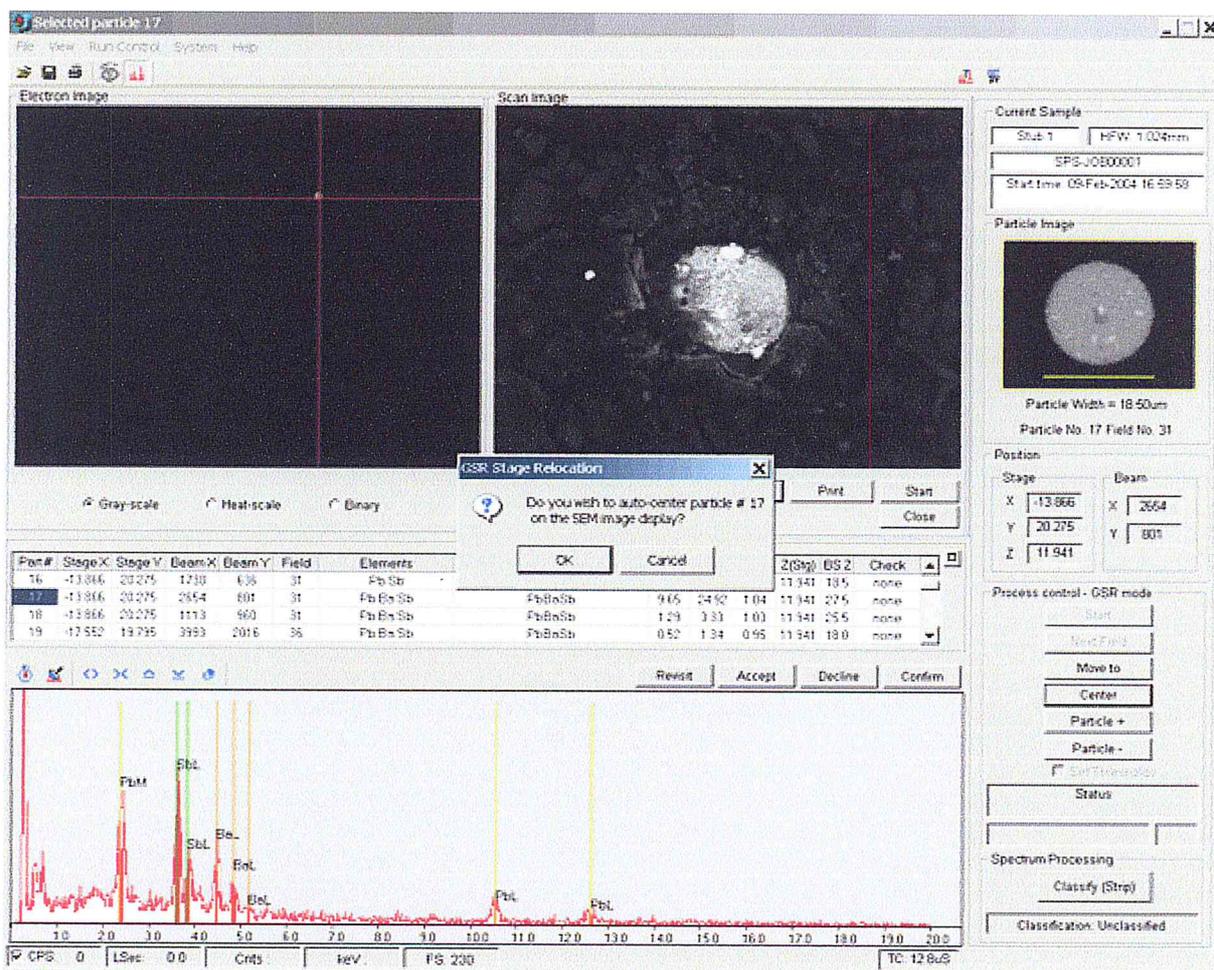


Figure 20: Photo de l'interface du logiciel de l'indentification et de l'analyse des GSR.

# **CHAPITRE III :**

# **RESULTATS ET DISCUSSION**

### Chapitre 3 : Résultats et discussion

#### 3.1 Conditions du travail

Nous avons pris des échantillons provenant du site où l'expérience a été menée, puis analysé par le logiciel GSR. Pour la prise d'usage de la cible, le microscope électronique à balayage couplé par une microanalyse aux rayons X (MEB/EDX) a été réglé sur les paramètres suivants :

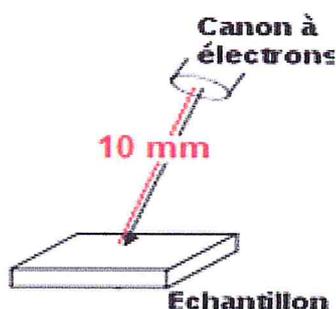


Figure 21: Schéma de paramètres de réglage.

Distance de Travail	10 mm
Tension de faisceau	25 kV
Intensité de faisceau	5.14

Tableau 2: Paramètres de réglage.

#### **Remarque :**

Ces paramètres sont très importants car ils influent de façon considérable sur les résultats obtenus.

#### 3.2 Résultats qualitatifs et quantitatifs

Les résultats obtenus avec ces paramètres sont présentés dans le tableau suivant :

### Chapitre 3 : Résultats et discussion

Particules	(l'intérieur du canon)	(01 tir)	(02 tir)	(07 tirs)	(témoin-exposé)	(témoin-02)	(Pollution d'un moteur de véhicule)
Pb-Ba-Sb	57	27	42	55	1		
Ba-Sb	166	202	169	250			
Pb-Sb	305	55	40	33			19
Sb	91	40	27	15			4
Pb-Ba	11	12	10	36			3
Ba	8	20	55	20			
Pb	100	104	79	123			1026
Pb-Cl-Br							
La-Ce	1	3	20	5			1
Ba-Al		17	33	18			
Ba-Ca-Si	3	89	79	54			1
Pb-Sb-Sn	2	1		2			
Sb-S	149	88	64	83			
Ba-S	5	103	127	136			9
Pb-Ti			1				1
Ti		16	16	15			
Pb-Sn		2					4
Sn	3	5	3	7		2	56

### Chapitre 3 : Résultats et discussion

Sn-Sb	4		4	3	1			
Au			1	1	2			
Ca	12		28	47	37			58
Cu	94		35	28	18			24
W			62		1			
Hg			2					
Bi			2	1	1			
K-Cl					1			
Pb-Ca				2	1			97
Zn			130	8	2			1
Ni	1		23	1	5			4
Cu-Zn	233		62	42	1			
Ag			12	10	54			
Fe-Cr-Ni			51	52	14			
Zr	1		7	8	43		8	6
Sr			6	5	13			
non classé	1097		1079	1361	1281		1	549
Total	2343		2288	2334	2334		7	1863

Tableau 3: Un résumé des résultats obtenu par le logiciel (GSR) (Voir Annexe 3 jusqu'à 9).

Grâce au tableau précédent, nous allons faire une comparaison entre les particules qui provient des tirs balistiques et celles provenant de la pollution, et une autre comparaison entre le nombre de particules (Pb-Ba-Sb) trouvés sur les échantillons (01 tir, 02 tir, 07 tir).

### 3.2.1 Comparaison 1 :

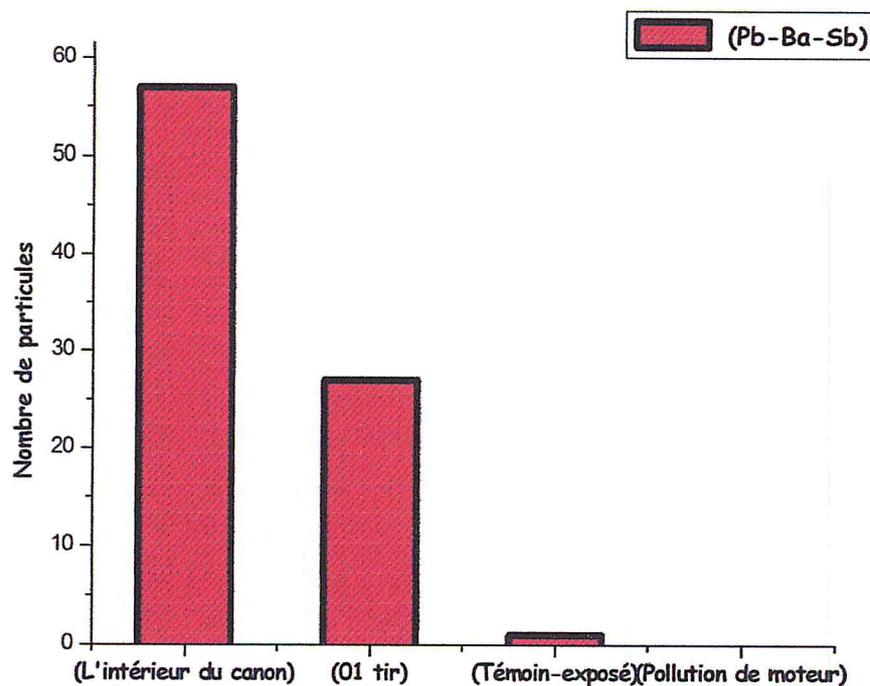


Figure 22: Un histogramme montre le nombre de particules (Pb-Ba-Sb) trouvé dans les échantillons (l'intérieur du canon, 01 tir, Témoin-exposé, pollution de moteur).

Ce graphe représente la quantité de présence de la particule (Pb-Ba-Sb) dans les échantillons (l'intérieur du canon, 01 tir, Témoin-exposé, pollution de moteur). Nous remarquons une présence d'un nombre important de particule (Pb-Ba-Sb) sur les échantillons (l'intérieur du canon, 01 tir), par contre pour les autres échantillons (Témoin-exposé, pollution de moteur) la particule (Pb-Ba-Sb) elle est absente.

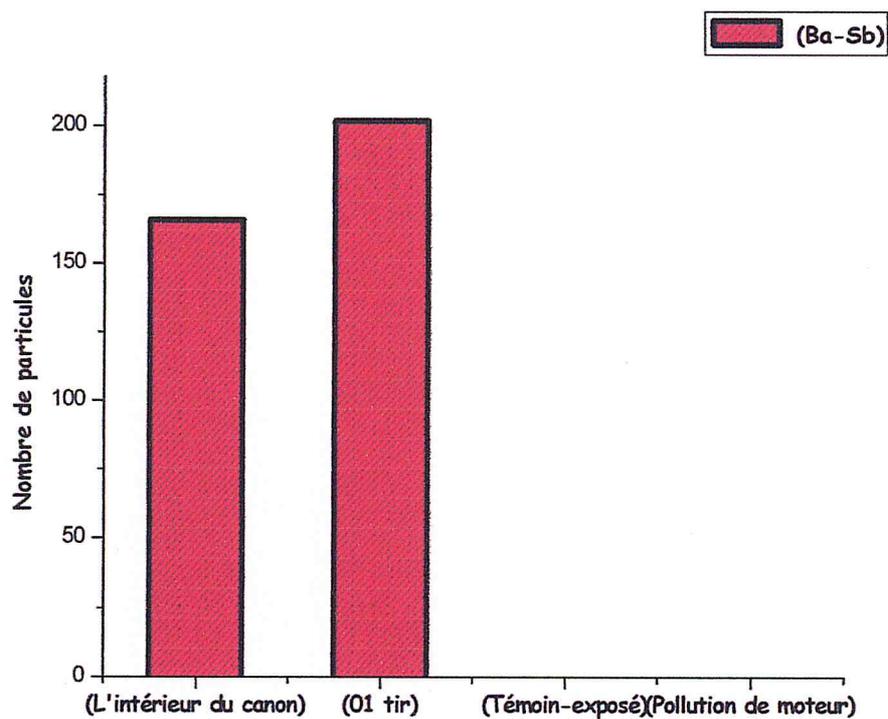


Figure 23: Un histogramme montre le nombre de particules (Ba-Sb) trouvé dans les échantillons (l'intérieur du canon, 01 tir, Témoin-exposé, pollution de moteur).

Cette figure représente la quantité de présence de la particule (Ba-Sb) dans les échantillons (l'intérieur du canon, 01 tir, Témoin-exposé, pollution de moteur). Nous remarquons une présence d'un nombre important de particule (Ba-Sb) sur les échantillons (l'intérieur du canon, 01 tir), par contre pour les autres échantillons (Témoin-exposé, pollution de moteur) la particule (Ba-Sb) elle est absente.

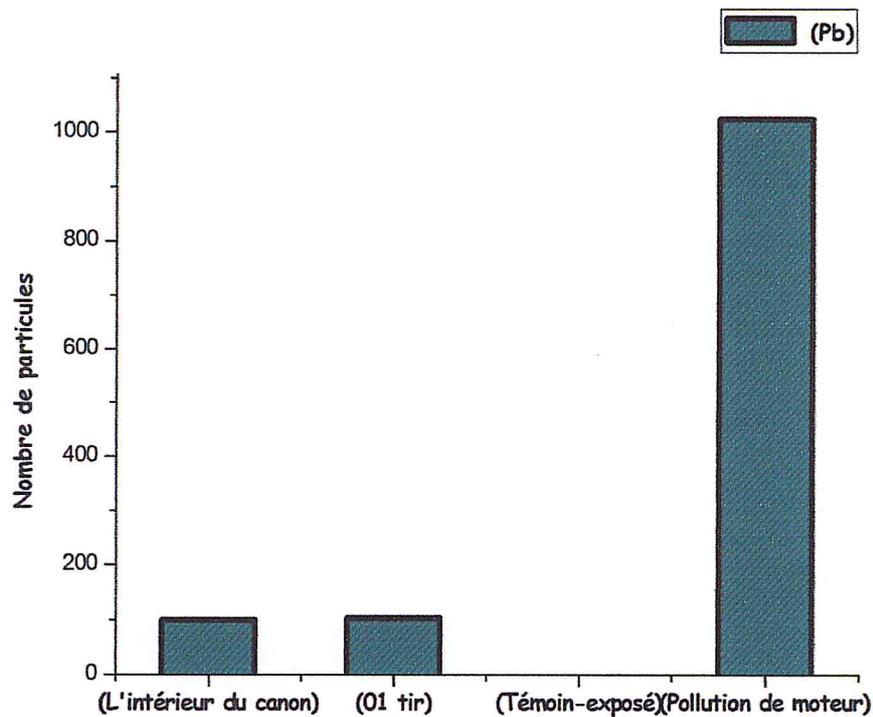


Figure 24: Un histogramme montre le nombre de particules (Pb-Ba-Sb) trouvé dans les échantillons (l'intérieur du canon, 01 tir, Témoïn-exposé, pollution de moteur).

Ce graphe représente le nombre de particules (Pb) trouvés dans les échantillons (l'intérieur du canon, 01 tir, Témoïn-exposé, pollution de moteur). Contrairement aux deux comparaisons précédentes nous remarquons une présence d'un nombre important de particule (Pb) (1026 particules) sur les échantillons (pollution de moteur), par contre pour les autres échantillons (l'intérieur du canon, 01 tir) la particule (Pb) elle est présente avec un nombre faible et sur l'échantillon (Témoïn-exposé) la particule (Pb) elle est absente.

### 3.2.2 Comparaison 2 :

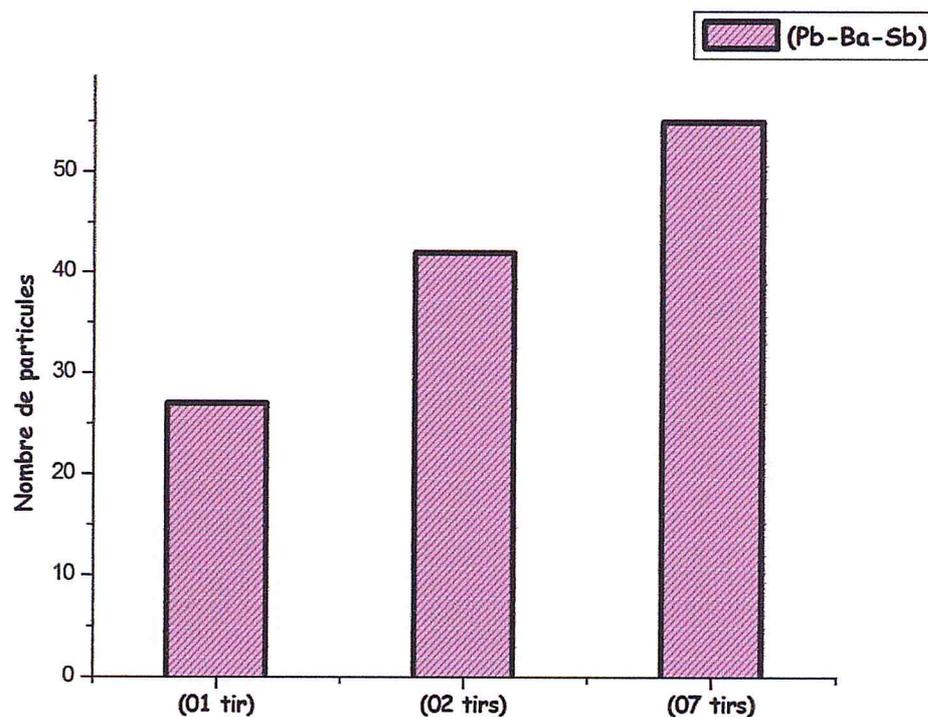


Figure 25: Un histogramme montre le nombre de particules (Pb-Ba-Sb) trouvé dans les échantillons (01tir, 02 tir, 07 tir).

Ce graphe représente le nombre de particules (Pb-Ba-Sb) trouvés dans les échantillons (01tir, 02 tirs, 07tirs). Nous remarquons une proportion directe entre le nombre de particules (Pb-Ba-Sb) et le nombre de tirs, chaque fois le nombre de tirs augment le nombre de particules (Pb-Ba-Sb) augment aussi.

### 3.2.3 Discussion :

A partir de ces comparaisons précédentes nous pouvons considérer que les particules de combinaison caractéristiques tel que le (Pb-Ba-Sb, Ba-Sb) avec le cortège indiquant la composition des éléments de la munition comme (Ba-Ca-Si, Al, Pb, Ba, Sb). Ce qui constitue une confirmation de la présence significative des GSR.

## Chapitre 3 : Résultats et discussion

Par contre, la formule de la pollution prélevée d'un moteur de véhicule montre essentiellement la présence des particules d'éléments minéraux en l'occurrence le (Pb) sans cortège indiquant la présence de la composition de la munition, ce qui infirme la présence des GSR.

### 3.3 Résultats morphologiques (visuels)

Le microscope électronique à balayage (MEB) permet d'effectuer d'excellents examens de la topographie (morphologie) d'une surface en grande partie grâce à une très grande profondeur de champs.

Nous avons analysé deux particules la première provenant de la pollution et la deuxième provenant de tir, donc nous avons obtenu les résultats suivants :

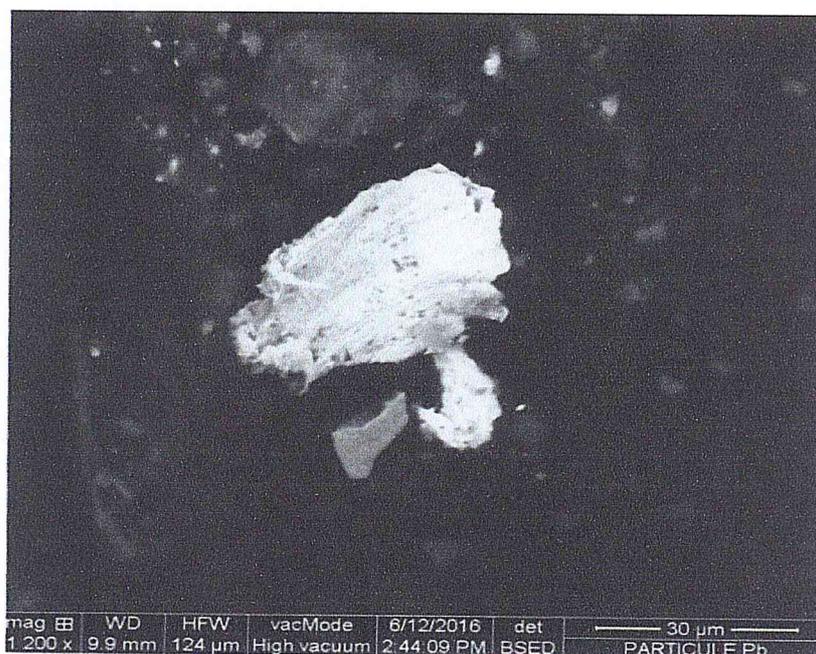


Figure 26 : Résultats morphologique (visuels) de particules métalliques de (Pb) par (BSED) élaboré au niveau du laboratoire central police scientifique d'Alger.

La figure montre une particule de plomb (Pb) provenant de la pollution et spécifiquement prélevé d'un moteur de véhicule, elle a une forme aléatoire.



Figure 27: Résultats morphologique (visuels) de particules métalliques de (Pb-Ba-Sb) par (SED) élaboré au niveau du laboratoire de physique appliqué université Blida -1-.

La figure montre une particule (Pb-Ba-Sb) c'est-à-dire Plomb (Pb), Baryum (Ba), Antimoine (Sb) en une seule particule qui a une morphologie spécifique sphéroïdale, d'une taille qui varie entre 0.5-50 micromètre.

### 3.3.1 Discussion :

Il existe, sur les prélèvements effectués sur les mains, une présence d'un nombre important de cortège de particules métalliques de composition ((Pb-Ba-Sb), (Ba-Sb), (Pb-Sb), (Pb), (Fe), (Sb), (Ba-S), (Sn), (Ti), (Cu), (Cu-Zn) et (Ni)). Cette présence est confirmée par la spécificité de la morphologie de ces particules, en l'occurrence (Pb-Ba-Sb) qui sont de formes sphéroïdales portant des nodules dues aux contacts de ces dernières avec les particules logées

### Chapitre 3 : Résultats et discussion

---

à l'intérieur de l'âme du canon de tirs antécédents. La présence GSR est confirmée suivant la norme ASTM E1 1588 08 b.

Compte tenu de leurs compositions et de leurs morphologies, ces particules constituent une indication formelle de présence des résidus de tirs balistiques.

Par contre la composition chimique des prélèvements effectués sur le moteur d'un véhicule a révélé la présence d'une concentration très élevée du Plomb (Pb) seul, sans la combinaison (Pb-Ba-Sb) (absente). En outre, le critère visuel a montré une morphologie aléatoire par rapport à celle du Pb de la combinaison (Pb-Ba-Sb) provenant des tirs balistiques. Cette étude a été réalisée afin de discriminer entre la formule de la composition provenant des tirs balistiques et celle qui provient de la pollution.

En effet, se baser sur deux critères analytiques et visuels est très important pour ce genre de discipline, afin de confirmer ou infirmer significativement la présence des résidus de tir, et par la suite la preuve judiciaire sera irréfutable pour charger ou décharger un suspect.

L'utilisation de la technique (MEB/EDX), nous permet la préservation de l'intégrité et de l'authenticité de l'échantillon, donc c'est une méthode non destructive, et elle élimine la préparation de l'échantillon, pas besoin de les métalliser (pour les spécimens non conducteurs), car le MEB est environnemental et le support de prélèvement est revêtu par le carbone, cela permet d'éviter le phénomène des artefacts.

Cette technique nous donne aussi la possibilité d'étudier la distribution spatiale des éléments minéraux dans une matrice avec une très bonne résolution en imagerie (3.5 nm). La tension de 25 Kev ne peut franchir une épaisseur assez profonde qui élimine l'interaction du faisceau avec le support du prélevé des résidus de tir.

L'acquisition est réalisée point par point et ligne par ligne dont l'obtention d'une cartographie de la répartition des éléments minéraux est très représentative dans le cas d'échantillons fortement hétérogènes.

## Chapitre 3 : Résultats et discussion

---

Le logiciel GSR utilisé comme moyen de traitement des résultats, permet aussi la possibilité de numéroté et classifier les particules minérales détectées, ce qui nous aide à revisité les particules importantes ou douteuses. Cette révision réforme les résultats faux positifs ou faux négatifs, car le contrôle de particules revisitées se fait par l'analyse visuelle et l'analyse de la composition chimique élémentaire.

### Conclusion

La combinaison des particules minérales figurant dans la composition des résidus de tir, nous donne une idée sur l'itinéraire des éléments minéraux par l'identification visuelle, vis-à-vis de la provenance, soit elles proviennent directement de l'amorce, aspect régulière (sphère spongieuses), ou elles ont des contacts avec les particules minérales logés à l'intérieur du canon, aspect irrégulière (sphère nodulaire).

Les particules minérales détectées sont numérotées et classifiées (reproductibilité des résultats), ce qui nous permet de revisiter les particules importantes ou douteuses. Cette révision permet de réformer les résultats faux positifs ou faux négatifs, car le contrôle de particules revisitées se fait par l'analyse visuelle de la particule et l'analyse de la composition chimique élémentaire.

La microscopie électronique à balayage couplée par une microanalyse aux rayons X (MEB/EDX) c'est une méthode non destructive qui permet de la préservation de l'intégrité et de l'authenticité de l'échantillon, et elle élimine la préparation de l'échantillon (pas besoin de les métalliser pour les spécimens non conducteurs), car le MEB est environnemental et le support du prélèvement est revêtu par le carbone, cela permet d'éviter le phénomène des artefacts. Donc cette technique servant à l'identification visuelle des particules minérales des résidus de poudre après tir (issus de l'amorce), principalement de composition Plomb (Pb), Baryum (Ba) et Antimoine (Sb), qui ont une morphologie spécifique sphéroïdale (Pb-Ba-Sb), d'une taille varie entre 0.5-50 micromètre. En outre l'analyse analytique identifiant la composition chimique élémentaire contribue comme deuxième identification pour confirmer une présence significative des résidus de tir balistique et déceler tous faux positifs due aux sources de pollution.

La différence entre la composition chimique des prélèvements provenant des tirs et ceux provenant de la pollution est flagrante.

Car la formule des GSR montre des particules de combinaison caractéristiques tel que le (Pb-Ba-Sb), (Ba-Sb) et (Pb-Sb) avec le cortège indiquant la composition des éléments de la munition comme ((Cu-Zn), (Ba-Ca-Si), (Al), (Pb), (Ba), (Sb)). Ce qui constitue une confirmation de la présence significative des GSR.

## Conclusion

---

Par ailleurs, la formule de la pollution prélevée d'un moteur de véhicule montre essentiellement la présence des particules d'éléments minéraux en l'occurrence le Pb sans cortège indiquant la présence de la composition de la munition, ce qui infirme la présence des GSR.

Etant donnée les nombreux pièges (délai, pollution, autre sources ...), il est donc important de se baser sur deux critères qui sont l'expertise analytique et morphologique (visuel), et ne pas oublier que tout ça va finir au tribunal donc nous devons être convaincants, sans porter préjudice à l'accusé.

# **ANNEXES**

# Annexe 01

## TABEAU PÉRIODIQUE DES ÉLÉMENTS

<http://www.periodni.com/fr/>

PÉRIODE	GROUPE																														
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18													
1	1 1,0079 <b>H</b> HYDROGÈNE	2 6,941 <b>Li</b> LITHIUM	3 9,0122 <b>Be</b> BÉRYLLIUM																	2 4,0026 <b>He</b> HÉLIUM											
2	3 39,098 <b>Li</b> LITHIUM	4 20,180 <b>Be</b> BÉRYLLIUM	5 6,941 <b>Li</b> LITHIUM	6 9,0122 <b>Be</b> BÉRYLLIUM																	9 18,998 <b>F</b> FLUOR	10 20,180 <b>Ne</b> NÉON									
3	11 22,990 <b>Na</b> SODIUM	12 24,305 <b>Mg</b> MAGNÉSIE	13 26,982 <b>B</b> BORE	14 28,086 <b>C</b> CARBONE	15 30,974 <b>N</b> AZOTE	16 32,065 <b>O</b> OXYGÈNE	17 35,453 <b>F</b> FLUOR	18 39,948 <b>Ne</b> NÉON											19 39,948 <b>Ar</b> ARGON												
4	19 39,098 <b>K</b> POTASSIUM	20 40,078 <b>Ca</b> CALCIUM	21 44,956 <b>Sc</b> SCANDIUM	22 47,867 <b>Ti</b> TITANE	23 50,942 <b>V</b> VANADIUM	24 51,996 <b>Cr</b> CHROME	25 54,938 <b>Mn</b> MANGANESE	26 55,845 <b>Fe</b> FER	27 58,933 <b>Co</b> COBALT	28 58,933 <b>Ni</b> NICKEL	29 63,546 <b>Cu</b> CUIVRE	30 65,38 <b>Zn</b> ZINC	31 69,723 <b>Ga</b> GALLIUM	32 72,64 <b>Ge</b> GERMANIUM	33 74,922 <b>As</b> ARSENIC	34 78,96 <b>Se</b> SÉLÉNIUM	35 79,904 <b>Br</b> BROME	36 83,798 <b>Kr</b> KRYPTON													
5	37 85,468 <b>Rb</b> RUBIDIUM	38 87,62 <b>Sr</b> STRONTIUM	39 88,906 <b>Y</b> YTRIUM	40 91,224 <b>Zr</b> ZIRCONIUM	41 92,906 <b>Nb</b> NIOBIUM	42 95,96 <b>Mo</b> MOLYBDÈNE	43 98 <b>Tc</b> TECHNÉTIUM	44 101,07 <b>Ru</b> RUTHÈNIUM	45 102,91 <b>Rh</b> RHODIUM	46 106,42 <b>Pd</b> PALLADIUM	47 107,87 <b>Ag</b> ARGENT	48 112,41 <b>Cd</b> CADMIUM	49 114,82 <b>In</b> INDIUM	50 118,71 <b>Sn</b> ÉTAIN	51 121,76 <b>Sb</b> ANTIMOINE	52 127,60 <b>Te</b> TELLURE	53 126,90 <b>I</b> IODE	54 131,29 <b>Xe</b> XÉNON													
6	55 132,91 <b>Cs</b> CÉSIIUM	56 137,33 <b>Ba</b> BARYUM	57-71 <b>La-Lu</b> Lanthanides	72 178,49 <b>Hf</b> HAFNIUM	73 180,95 <b>Ta</b> TANTALE	74 183,84 <b>W</b> TUNGSTÈNE	75 186,21 <b>Re</b> RHÉNIUM	76 190,23 <b>Os</b> OSMIUM	77 192,22 <b>Ir</b> IRIDIUM	78 195,08 <b>Pt</b> PLATINE	79 196,97 <b>Au</b> OR	80 200,59 <b>Hg</b> MERCURE	81 204,38 <b>Tl</b> THALLIUM	82 207,2 <b>Pb</b> PLOMB	83 208,98 <b>Bi</b> BISMUTH	84 209 <b>Po</b> POLONIUM	85 (210) <b>At</b> ASTATE	86 (222) <b>Rn</b> RADON													
7	87 (223) <b>Fr</b> FRANCIUM	88 (226) <b>Ra</b> RADIUM	89-103 <b>Ac-Lr</b> Actinides	104 (267) <b>Rf</b> RUTHÉRFORIUM	105 (268) <b>Db</b> DUBNIUM	106 (271) <b>Sg</b> SEABORGIUM	107 (272) <b>Bh</b> BOHRMIUM	108 (277) <b>Hs</b> HASSIUM	109 (276) <b>Mt</b> MEITNERIUM	110 (281) <b>Ds</b> DARWINIUM	111 (280) <b>Rg</b> ROSGENIUM	112 (285) <b>Cn</b> COPERNICIUM	113 (...) <b>Uut</b> UNUNTRIUM	114 (287) <b>Fl</b> FLEROVIUM	115 (...) <b>Uup</b> UNUNPENTIUM	116 (291) <b>Lv</b> LIVERMORIUM	117 (...) <b>Uus</b> UNUNSEPTIUM	118 (...) <b>Uuo</b> UNUNOCTIUM													
																		69 168,93 <b>Tm</b> THULIUM	70 173,05 <b>Yb</b> YTTÉRIUM	71 174,97 <b>Lu</b> LUTÉTIUM											
																		98 (251) <b>Dy</b> DYSPROSIUM	99 (252) <b>Ho</b> HOLMIUM	100 (257) <b>Er</b> ERBIUM	101 (258) <b>Tm</b> THULIUM	102 (259) <b>Yb</b> YTTÉRIUM	103 (262) <b>Lu</b> LUTÉTIUM								
																		66 162,50 <b>Dy</b> DYSPROSIUM	67 164,93 <b>Ho</b> HOLMIUM	68 167,26 <b>Er</b> ERBIUM	69 168,93 <b>Tm</b> THULIUM	70 173,05 <b>Yb</b> YTTÉRIUM	71 174,97 <b>Lu</b> LUTÉTIUM								
																		97 (247) <b>Tb</b> TERBIUM	98 (251) <b>Dy</b> DYSPROSIUM	99 (252) <b>Ho</b> HOLMIUM	100 (257) <b>Er</b> ERBIUM	101 (258) <b>Tm</b> THULIUM	102 (259) <b>Yb</b> YTTÉRIUM	103 (262) <b>Lu</b> LUTÉTIUM							
																		65 158,93 <b>Tb</b> TERBIUM	66 162,50 <b>Dy</b> DYSPROSIUM	67 164,93 <b>Ho</b> HOLMIUM	68 167,26 <b>Er</b> ERBIUM	69 168,93 <b>Tm</b> THULIUM	70 173,05 <b>Yb</b> YTTÉRIUM	71 174,97 <b>Lu</b> LUTÉTIUM							
																		96 (243) <b>Eu</b> EUROPIUM	97 (247) <b>Tb</b> TERBIUM	98 (251) <b>Dy</b> DYSPROSIUM	99 (252) <b>Ho</b> HOLMIUM	100 (257) <b>Er</b> ERBIUM	101 (258) <b>Tm</b> THULIUM	102 (259) <b>Yb</b> YTTÉRIUM	103 (262) <b>Lu</b> LUTÉTIUM						
																		64 157,25 <b>Gd</b> GADOLINIUM	65 158,93 <b>Tb</b> TERBIUM	66 162,50 <b>Dy</b> DYSPROSIUM	67 164,93 <b>Ho</b> HOLMIUM	68 167,26 <b>Er</b> ERBIUM	69 168,93 <b>Tm</b> THULIUM	70 173,05 <b>Yb</b> YTTÉRIUM	71 174,97 <b>Lu</b> LUTÉTIUM						
																		95 (243) <b>Am</b> AMÉRICIUM	96 (247) <b>Cm</b> CURIUM	97 (247) <b>Bk</b> BERKÉLIUM	98 (251) <b>Df</b> CALIFORNIUM	99 (252) <b>Es</b> EINSTEINIUM	100 (257) <b>Fm</b> FERMIUM	101 (258) <b>Md</b> MÉDELIUM	102 (259) <b>No</b> NOBELIUM	103 (262) <b>Lr</b> LAWRENCIUM					
																		63 151,96 <b>Eu</b> EUROPIUM	64 157,25 <b>Gd</b> GADOLINIUM	65 158,93 <b>Tb</b> TERBIUM	66 162,50 <b>Dy</b> DYSPROSIUM	67 164,93 <b>Ho</b> HOLMIUM	68 167,26 <b>Er</b> ERBIUM	69 168,93 <b>Tm</b> THULIUM	70 173,05 <b>Yb</b> YTTÉRIUM	71 174,97 <b>Lu</b> LUTÉTIUM					
																		94 (244) <b>Pu</b> PLUTONIUM	95 (243) <b>Am</b> AMÉRICIUM	96 (247) <b>Cm</b> CURIUM	97 (247) <b>Bk</b> BERKÉLIUM	98 (251) <b>Df</b> CALIFORNIUM	99 (252) <b>Es</b> EINSTEINIUM	100 (257) <b>Fm</b> FERMIUM	101 (258) <b>Md</b> MÉDELIUM	102 (259) <b>No</b> NOBELIUM	103 (262) <b>Lr</b> LAWRENCIUM				
																		62 150,36 <b>Sm</b> SAMARIUM	63 151,96 <b>Eu</b> EUROPIUM	64 157,25 <b>Gd</b> GADOLINIUM	65 158,93 <b>Tb</b> TERBIUM	66 162,50 <b>Dy</b> DYSPROSIUM	67 164,93 <b>Ho</b> HOLMIUM	68 167,26 <b>Er</b> ERBIUM	69 168,93 <b>Tm</b> THULIUM	70 173,05 <b>Yb</b> YTTÉRIUM	71 174,97 <b>Lu</b> LUTÉTIUM				
																		93 (237) <b>Np</b> NEPTUNIUM	94 (244) <b>Pu</b> PLUTONIUM	95 (243) <b>Am</b> AMÉRICIUM	96 (247) <b>Cm</b> CURIUM	97 (247) <b>Bk</b> BERKÉLIUM	98 (251) <b>Df</b> CALIFORNIUM	99 (252) <b>Es</b> EINSTEINIUM	100 (257) <b>Fm</b> FERMIUM	101 (258) <b>Md</b> MÉDELIUM	102 (259) <b>No</b> NOBELIUM	103 (262) <b>Lr</b> LAWRENCIUM			
																		61 (145) <b>Pm</b> PROMÉTHIUM	62 150,36 <b>Sm</b> SAMARIUM	63 151,96 <b>Eu</b> EUROPIUM	64 157,25 <b>Gd</b> GADOLINIUM	65 158,93 <b>Tb</b> TERBIUM	66 162,50 <b>Dy</b> DYSPROSIUM	67 164,93 <b>Ho</b> HOLMIUM	68 167,26 <b>Er</b> ERBIUM	69 168,93 <b>Tm</b> THULIUM	70 173,05 <b>Yb</b> YTTÉRIUM	71 174,97 <b>Lu</b> LUTÉTIUM			
																		92 238,03 <b>U</b> URANIUM	93 (237) <b>Np</b> NEPTUNIUM	94 (244) <b>Pu</b> PLUTONIUM	95 (243) <b>Am</b> AMÉRICIUM	96 (247) <b>Cm</b> CURIUM	97 (247) <b>Bk</b> BERKÉLIUM	98 (251) <b>Df</b> CALIFORNIUM	99 (252) <b>Es</b> EINSTEINIUM	100 (257) <b>Fm</b> FERMIUM	101 (258) <b>Md</b> MÉDELIUM	102 (259) <b>No</b> NOBELIUM	103 (262) <b>Lr</b> LAWRENCIUM		
																		58 138,91 <b>La</b> LANTHANE	59 140,12 <b>Ce</b> CÉRIUM	60 144,24 <b>Nd</b> NÉODYME	61 (145) <b>Pm</b> PROMÉTHIUM	62 150,36 <b>Sm</b> SAMARIUM	63 151,96 <b>Eu</b> EUROPIUM	64 157,25 <b>Gd</b> GADOLINIUM	65 158,93 <b>Tb</b> TERBIUM	66 162,50 <b>Dy</b> DYSPROSIUM	67 164,93 <b>Ho</b> HOLMIUM	68 167,26 <b>Er</b> ERBIUM	69 168,93 <b>Tm</b> THULIUM	70 173,05 <b>Yb</b> YTTÉRIUM	71 174,97 <b>Lu</b> LUTÉTIUM
																		91 231,04 <b>Pa</b> PROCTACTINIUM	92 238,03 <b>U</b> URANIUM	93 (237) <b>Np</b> NEPTUNIUM	94 (244) <b>Pu</b> PLUTONIUM	95 (243) <b>Am</b> AMÉRICIUM	96 (247) <b>Cm</b> CURIUM	97 (247) <b>Bk</b> BERKÉLIUM	98 (251) <b>Df</b> CALIFORNIUM	99 (252) <b>Es</b> EINSTEINIUM	100 (257) <b>Fm</b> FERMIUM	101 (258) <b>Md</b> MÉDELIUM	102 (259) <b>No</b> NOBELIUM	103 (262) <b>Lr</b> LAWRENCIUM	

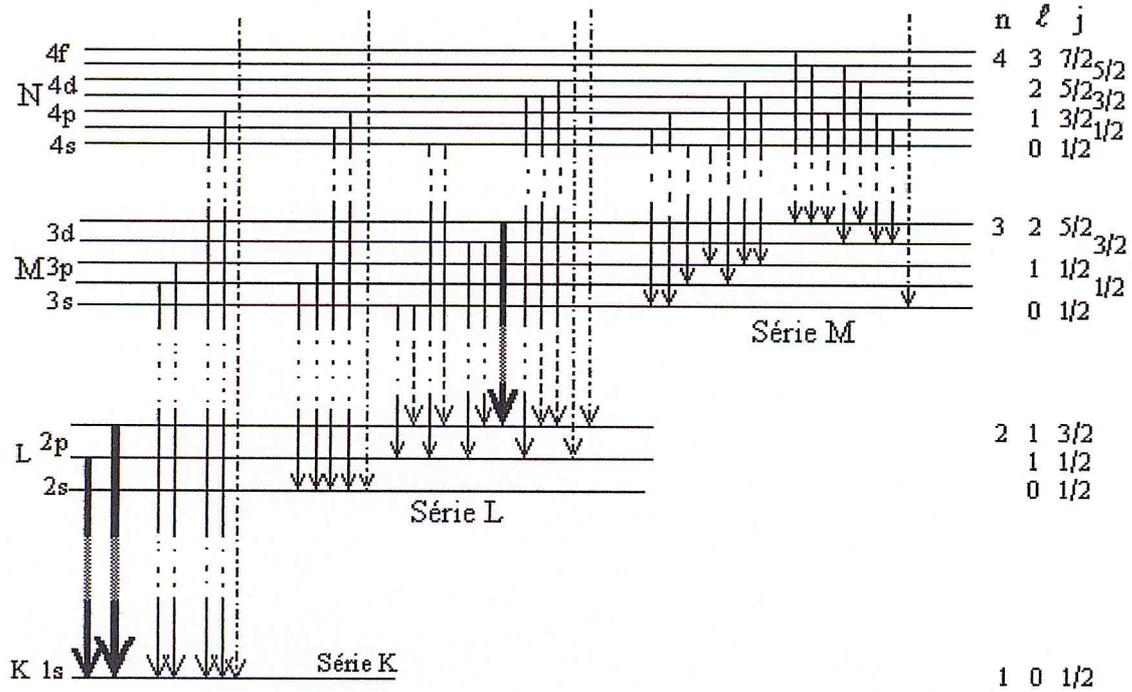
Copyright © 2012 Eni Generalité

### LANTHANIDES

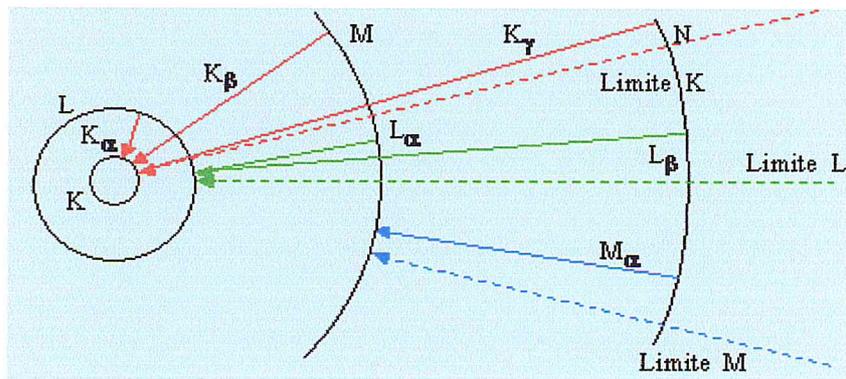
(1) Pure Appl. Chem. 81, No. 11, 2131-2156 (2009)  
La masse atomique relative est donnée avec cinq chiffres significatifs. Pour les éléments qui n'ont pas de nucléides stables, la valeur entre parenthèses indique le nombre de masse de l'isotope de l'élément ayant la durée de vie la plus grande. Toutefois, pour les nois éléments (Th, Pa et U) qui ont une composition isotopique terrestre connue, une masse atomique est indiquée.

Tableau périodique.

## Annexe 02



Explication graphique du détail des raies X.



Transitions schématiques des raies X.

## Annexe 03

### EDX GSR summary results

Start time: 01-Jun-2016 16:31:43

End time : 01-Jun-2016 21:43:59

Laboratory :MICROTRACES CRIMINALISTIQUES

Analyst :KHEBBAB

Case - Job: ETUDE CHOIRA ECHANTILLON N07 Stub:7

### SUMMARY OF PARTICLES FOUND

Search Geometry	RECTANGULAR
Search Type	SEQUENTIAL
Search Matrix Density	X= 7 Y= 8
Number of Fields in Search Matrix	56
Search Size (mm)	X= 7.17 Y= 7.06
Search Area (mm2)	50.61
Number of Fields searched	55
Percent of Search Area searched	98.21%
Reason for Stopping Run	Exceeded Max. Stub Time of 300
Number of PbBaSb Particles:	57
Number of BaSb Particles:	166
Number of PbSb Particles:	305
Number of Sb Particles:	91
Number of PbBa Particles:	11
Number of Ba Particles:	8
Number of Pb Particles:	100
Number of LaCe Particles:	1
Number of BaCaSi Particles:	3
Number of PbSbSn Particles:	2
Number of SbS Particles:	149
Number of BaS Particles:	5
Number of Sn Particles:	3
Number of SnSb Particles:	4
Number of Ca Particles:	12
Number of Cu Particles:	94
Number of Ni Particles:	1
Number of CuZn Particles:	233
Number of Zr Particles:	1
Number of Unclassified Particles:	1097
TOTAL Number of Particles :	2343

Résultats de l'échantillon (l'intérieur du canon) analysé par le logiciel (GSR).

## Annexe 04

### EDX GSR summary results

Start time: 01-Jun-2016 06:23:36

End time : 01-Jun-2016 11:26:08

Laboratory :MICROTRACES CRIMINALISTIQUES

Analyst :KHEBBAB

Case - Job: ETUDE CHOIRA ECHANTILLON N05 Stub:5

### SUMMARY OF PARTICLES FOUND

Search Geometry	RECTANGULAR
Search Type	SEQUENTIAL
Search Matrix Density	X= 7 Y= 8
Number of Fields in Search Matrix	56
Search Size (mm)	X= 7.17 Y= 7.06
Search Area (mm2)	50.61
Number of Fields searched	51
Percent of Search Area searched	91.07%
Reason for Stopping Run	Exceeded Max. Stub Time of 300
Number of PbBaSb Particles:	27
Number of BaSb Particles:	202
Number of PbSb Particles:	55
Number of Sb Particles:	40
Number of PbBa Particles:	12
Number of Ba Particles:	20
Number of Pb Particles:	104
Number of LaCe Particles:	3
Number of BaAl Particles:	17
Number of BaCaSi Particles:	89
Number of PbSbSn Particles:	1
Number of SbS Particles:	88
Number of BaS Particles:	103
Number of Ti Particles:	16
Number of PbSn Particles:	2
Number of Sn Particles:	5
Number of SnSb Particles:	4
Number of Au Particles:	1
Number of Ca Particles:	28
Number of Cu Particles:	35
Number of W Particles:	62
Number of Hg Particles:	2
Number of Bi Particles:	2
Number of Zn Particles:	130
Number of Ni Particles:	23
Number of CuZn Particles:	62
Number of Ag Particles:	12
Number of FeCrNi Particles:	51
Number of Zr Particles:	7
Number of Sr Particles:	6
Number of Unclassified Particles:	1079
TOTAL Number of Particles :	2288

Résultats de l'échantillon (01 tir) analysé par le logiciel (GSR).

## Annexe 05

### EDX GSR summary results

Start time: 01-Jun-2016 11:26:21

End time : 01-Jun-2016 16:31:31

Laboratory :MICROTRACES CRIMINALISTIQUES

Analyst :KHEBBAB

Case - Job: ETUDE CHOIRA ECHANTILLON N06 Stub:6

### SUMMARY OF PARTICLES FOUND

Search Geometry	RECTANGULAR
Search Type	SEQUENTIAL
Search Matrix Density	X= 7 Y= 8
Number of Fields in Search Matrix	56
Search Size (mm)	X= 7.17 Y= 7.06
Search Area (mm <sup>2</sup> )	50.61
Number of Fields searched	46
Percent of Search Area searched	82.14%
Reason for Stopping Run	Exceeded Max. Stub Time of 300
Number of PbBaSb Particles:	42
Number of BaSb Particles:	169
Number of PbSb Particles:	40
Number of Sb Particles:	27
Number of PbBa Particles:	10
Number of Ba Particles:	55
Number of Pb Particles:	79
Number of LaCe Particles:	20
Number of BaAl Particles:	33
Number of BaCaSi Particles:	79
Number of SbS Particles:	64
Number of BaS Particles:	127
Number of PbTi Particles:	1
Number of Ti Particles:	16
Number of Sn Particles:	3
Number of SnSb Particles:	3
Number of Au Particles:	1
Number of Ca Particles:	47
Number of Cu Particles:	28
Number of Bi Particles:	1
Number of PbCa Particles:	2
Number of Zn Particles:	8
Number of Ni Particles:	1
Number of CuZn Particles:	42
Number of Ag Particles:	10
Number of FeCrNi Particles:	52
Number of Zr Particles:	8
Number of Sr Particles:	5
Number of Unclassified Particles:	1361
TOTAL Number of Particles :	2334

Résultats de l'échantillon (02 tir) analysé par le logiciel (GSR).

## Annexe 06

### EDX GSR summary results

Start time: 01-Jun-2016 00:19:19

End time : 01-Jun-2016 05:24:50

Laboratory :MICROTRACES CRIMINALISTIQUES

Analyst :KHEBBAB

Case - Job: ETUDE CHOIRA ECHANTILLON N02 Stub:2

### SUMMARY OF PARTICLES FOUND

Search Geometry	RECTANGULAR
Search Type	SEQUENTIAL
Search Matrix Density	X= 7 Y= 8
Number of Fields in Search Matrix	56
Search Size (mm)	X= 7.17 Y= 7.06
Search Area (mm2)	50.61
Number of Fields searched	43
Percent of Search Area searched	76.79%
Reason for Stopping Run	Exceeded Max. Stub Time of 300
Number of PbBaSb Particles:	55
Number of BaSb Particles:	250
Number of PbSb Particles:	33
Number of Sb Particles:	15
Number of PbBa Particles:	36
Number of Ba Particles:	20
Number of Pb Particles:	123
Number of LaCe Particles:	5
Number of BaAl Particles:	18
Number of BaCaSi Particles:	54
Number of PbSbSn Particles:	2
Number of SbS Particles:	83
Number of BaS Particles:	136
Number of Ti Particles:	15
Number of Sn Particles:	7
Number of SnSb Particles:	1
Number of Au Particles:	2
Number of Ca Particles:	37
Number of Cu Particles:	18
Number of W Particles:	1
Number of Bi Particles:	1
Number of KCl Particles:	1
Number of PbCa Particles:	2
Number of Zn Particles:	5
Number of Ni Particles:	1
Number of CuZn Particles:	54
Number of Ag Particles:	14
Number of FeCrNi Particles:	43
Number of Zr Particles:	13
Number of Sr Particles:	8
Number of Unclassified Particles:	1281
TOTAL Number of Particles :	2334

Résultats de l'échantillon (07 tir) analysé par le logiciel (GSR).

## Annexe 07

EDX GSR summary results  
Start time: 01-Jun-2016 05:54:36  
End time : 01-Jun-2016 06:23:29  
Laboratory :MICROTRACES CRIMINALISTIQUES  
Analyst :KHEBBAB  
Case - Job: ETUDE CHOIRA ECHANTILLON N04 Stub:4

SUMMARY OF PARTICLES FOUND	
Search Geometry	RECTANGULAR
Search Type	SEQUENTIAL
Search Matrix Density	X= 7 Y= 8
Number of Fields in Search Matrix	56
Search Size (mm)	X= 7.17 Y= 7.06
Search Area (mm2)	50.61
Number of Fields searched	56
Percent of Search Area searched	100.00%
Reason for Stopping Run	Completed Normally
Number of PbBaSb Particles:	1
Number of Zr Particles:	6
TOTAL Number of Particles :	7

Résultats de l'échantillon (témoin-exposé) analysé par le logiciel (GSR).

## Annexe 08

EDX GSR summary results  
Start time: 01-Jun-2016 05:25:02  
End time : 01-Jun-2016 05:54:26  
Laboratory :MICROTRACES CRIMINALISTIQUES  
Analyst :KHEBBAB  
Case - Job: ETUDE CHOIRA ECHANTILLON N03 Stub:3

SUMMARY OF PARTICLES FOUND	
Search Geometry	RECTANGULAR
Search Type	SEQUENTIAL
Search Matrix Density	X= 7 Y= 8
Number of Fields in Search Matrix	56
Search Size (mm)	X= 7.17 Y= 7.06
Search Area (mm2)	50.61
Number of Fields searched	56
Percent of Search Area searched	100.00%
Reason for Stopping Run	Completed Normally
Number of Sn Particles:	2
Number of Zr Particles:	8
Number of Unclassified Particles:	1
TOTAL Number of Particles :	11

Résultats de l'échantillon (témoin-02) analysé par le logiciel (GSR).

## Annexe 09

EDX GSR summary results

Start time: 31-May-2016 19:13:38

End time : 01-Jun-2016 00:19:05

Laboratory :MICROTRACES CRIMINALISTIQUES

Analyst :KHEBBAB

Case - Job: ETUDE CHOIRA ECHANTILLON N01 Stub:1

### SUMMARY OF PARTICLES FOUND

Search Geometry	RECTANGULAR
Search Type	SEQUENTIAL
Search Matrix Density	X= 7 Y= 8
Number of Fields in Search Matrix	56
Search Size (mm)	X= 7.17 Y= 7.06
Search Area (mm <sup>2</sup> )	50.61
Number of Fields searched	32
Percent of Search Area searched	57.14%
Reason for Stopping Run	Max. Time/Stub 300
Number of BaSb Particles:	10
Number of Ba Particles:	48
Number of Pb Particles:	48
Number of PbClBr Particles:	2
Number of LaCe Particles:	3
Number of BaAl Particles:	1
Number of BaCaSi Particles:	123
Number of BaS Particles:	260
Number of Ti Particles:	115
Number of Sn Particles:	8
Number of Ca Particles:	131
Number of Cu Particles:	4
Number of W Particles:	1
Number of PbCa Particles:	3
Number of Zn Particles:	5
Number of CuZn Particles:	1
Number of FeCrNi Particles:	8
Number of Zr Particles:	19
Number of Sr Particles:	1
Number of Unclassified Particles:	1627
TOTAL Number of Particles :	2418

Résultats de (pollution de moteur) analysé par le logiciel (GSR).

## Bibliographie

- [1] American Society for Testing and Materials. ASTM E1588-10e1: Standard Guide for Gunshot Residue Analysis by Scanning Electron Microscopy/ Energy Dispersive X-ray Spectrometry. West Conshohocken PA: American Society for Testing and Materials, 2010.
- [2] **Andrasko J, Pettersson S** ; A Simple Method for Collection of Gunshot Residues from Clothing. J Forensic Sci Soc 1991, 31 (3), 321-330.
- [3] **Bassez M. P** ; Les microscopes électroniques. Cours en ligne université Strasbourg 2012.
- [4] **Basu S** ; Formation of Gunshot Residues. J Forensic Sci 1982, 27 (1), 72-91.
- [5] **Basu S, Boone C. E, Denio D. J, Miazga R. A** ; Fundamental studies of gunshot residue deposition by glue-lift. J Forensic Sci 1997, 42 (4), 571-581.
- [6] **Chohra M, et Al** ; Study of gunshot residue by NAA and ESEM/EDX using several kinds of weapon and ammunition. Journal of Radiation Research and Applied Sciences 2015.
- [7] **Dalby O, Butler D, Birkett J. W** ; Analysis of Gunshot Residue and Associated Materials-A Review. J Forensic Sci 2010, 55 (4), 924-943.
- [8] Discussions at ENFSI Expert Working Group Firearms/GSR 17th Annual Meeting, November 9th-12th 2010.
- [9] **Faerber J** ; Microscopie électronique à balayage Microanalyse X par sonde électronique. Cours institue de physique et chimie des matériaux de Strasbourg 2004, 29-30.
- [10] FEI Quanta FEG 650 Manual.
- [11] Guide for Primer Gunshot Residue Analysis by Scanning Electron Microscopy/Energy Dispersive X-Ray Spectrometry 11-29-11.
- [12] **Harrison H. C, Gilroy R** ; Firearms Discharge Residue. J forensic sciences. 1942, 4,2.
- [13] **Hawkes P** ; Electrons et Microscopes, vers les nanosciences, Belin CNRS ed.1995.
- [14] **Jennifer L. T** ; Method Development for the Analysis of Smokeless Powders and Organic Gunshot Residue by Ultra Performance Liquid Chromatography with Tandem Mass Spectrometry. Thèse doctorat 2013.
- [15] **Jiao J** ; Scanning Electron Microscopy. Cours.
- [16] **Mastruko V** ; Detection of GSR particles on clothing of suspects. J Forensic Sci Int 2003, 136, 153-154.

- [17] **McMulland D**; The early development of the scanning electron microscope, in Biological low-voltage scanning electron microscopy, Heide Schatten et James Pawley ed. Springer 2008, p.1-26.
- [18] **Perrin M** ; Microscope Electronique à Balayage et Microanalyse. Site Université de Rennes 1.
- [19] Scanning Electron Microscope A To Z. JEOL Serving Advanced Technology.
- [20] **Signer RL, Davis D, Houck MM** ; A Survey of Gunshot Residue Analysis Methods. J Forensic Sci 1996, 41, 3.
- [21] **Tassa M, Leist Y, Steinberg M** ; Characterization of Gunshot Residue by X-Ray Diffraction. J Forensic Sci 1982, 27, 3.
- [22] **Toumiat A** ; Croissance et Propriétés Optiques Des Nanostructures de ZnO. Thèse Doctorat 2014, 55-57.
- [23] **Wallace J. S** ; Chemical Analysis of Firearms, Ammunition and Gunshot Residue. CRC Press: Boca Raton, FL, 2008.
- [24] **Wallace J. S, McQuillan J** ; Journal of the Forensic Science Society 1984, 24, 495.
- [25] **Warlow T** ; Firearms the law and forensic ballistics. 2 nd ed. Boca Raton: CRC Press, 2005.
- [26] **Warmenhoven J** ; A New Procedure in the Forensic Analysis of Gunshot Residue Using Integrated Ion Beam Analysis in Conjunction with Multivariate Canonical Discriminant Function Analysis. Thèse Master 2013, 5-8.
- [27] **Wolten, G. M, Nesbitt, R. S** ; On the Mechanism of Gunshot Residue Particule Formation. J Forensic Sci 1980, 25, 3.
- [28] **Wolten, G. M, Nesbitt, R. S, Calloway A. R, Loper G. L, Jones P. F** ; Particule Analysis for the Detection Of Gunshot Residue. J Forensic Sci 1979, 24, 2.
- [29] **Zeichner A, Levin N** ; Collection efficiency of gunshot residue (GSR) particles from hair and hands using double-side adhesive tape. J Forensic Sci 1993;38:571–84.
- [30] **Zeichner A, Levin N** ; Journal of Forensic Sciences 1997, 42, 1027.