**МИНИСТЕРСТВО ЮСТИЦИИ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН**

**ЦЕНТР СУДЕБНОЙ МЕДИЦИНЫ**

**Стандартные операционные процедуры**

**Методика экспертного исследования по определению фторид-иона в трупном материале**

СОСТАВИТЕЛЬ: Жуматаева Г.С. РГКП «Центр судебной медицины МЮ РК», судсбно-медицинский эксперт высшей категории

**Астана, 2016 год**

ПАСПОРТ МЕТОДИКИ

|  |  |
| --- | --- |
| 1. Наименование методики | Методика экспертного исследования по определению фторид-иона в трупном материале. |
| 2.Шифр специальности методики | 27.1 |
| 3. Информация об авторе (ах) (составителе (ях)) методики | Составитель: Жуматаева Г.С. |
| 4. Сущность методики | Изолирование фторид-иона из органов перегонкой. Качественное обнаружение фторид-иона. Количественное определение по калибровочному графику, основанному на измерении оптической плотности окрашенного раствора. Данным методом определяется как естественное содержание количества фторид-иона, так и поступившие в организм при отравлениях различными соединениями фтора. |
| 4.1 Экспертные задачи, решаемые методикой | Методика обнаружения фторид ионов в трупном материале |
| 4.2 0бъекты исследования | Биологические ткани внутренних органов, объекты не биологического происхождения (остатки жидкостей, одежда и т.п.)  |
| 4.3 Методы исследования | Химические реакции для определения токсических веществ в минимальных концентрациях. Фотоэлектро колориметрия. |
| 4.4 Краткое поэтапное описание методики | 1.Изолирование фторид-иона из органов. 2.Обнаружение фторид-иона.3.Количественное определение.Построение калибровочного графика.  |
| 5. Дата одобрения методики Ученым Советом ЦСМ МЮ РК | Протокол № 1 от 07 «ноября» 2016г. |
| 6. Информация о лице составившим паспорт методики | Составитель: Жуматаева Г.С. РГКП «Центр судебной медицины МЮ РК», судебно-медицинский эксперт высшей категории  |

СОДЕРЖАНИЕ

Введение

Область применения

Термины и обозначения

Основная часть

Заключение

Список использованных источников

Введение.

Фтор и **его соединения используются во многих химических и** промышленных процессах. Фтор и его соли ядовиты, они нарушают обмен кальция в организме и вмешиваются в ферментативные процессы. Фториды образуют с кальцием нерастворимые осадки и понижают содержание ионов кальция в плазме. Фтористый подо род (и его водный раствор - плавиковая кислота) обладает способностью «разъедать» ткани. При контакте с кожей и слизистыми оболочками он вызывает глубокие повреждения и некрозы. Остры с отравления фтором и его соединениями мало вероятны.

 Область применения.

Исследование проводится на их присутствие лишь при соответствующих запросах медицинских учреждений и следственных органов в связи с обстоятельствами дела.

Термины и обозначения.

Перегонка - испарен не жидкости с последующим охлаждением и конденсацией паров. Различают дистилляцию с конденсацией пара в жидкость (при которой получаемый дистиллят имеет усредненный состав вследствие перемешивания) и дистилляцию с конденсацией пара в твёрдую фазу (при которой в конденсате возникает распределение концентрации компонентов). Продуктом дистилляции является дистиллят или остаток {или и то, и другое) — в зависимости от дистиллируемого вещества и целей процесса.

Химическое **травление** стекла- это технологический процесс. **В** нем происходят разрушения верхнего тонкого слоя поверхности стекла. Основной реагирующий компонент, который **обеспечивает химическое** травление **стекла -** это ионы фтора.

Процедуры,

**Изолирование фторид-иона из органов. 5 г пробы мелко измельченной**

печени или другого органа помещают в колбу прибора для дистилляции, который состоит из парообразователя, перегонной колбы с воронкой, змеевикового холодильника и приемника. Все части прибора соеденены при помощи шлифов. Колбу с объектом исследования устанавливают на предварительно нагретую до температуры 180-200DC печаную баню, соединяют с холодильником и подключают к нагретому парообразователю. Через воронку в колбу добавляют 20 мл 57% хлорной кислоты, затем 20 мл 80% серной кислоты. Для качественного т количественного исследования собирают 180-190 мл дистиллята. Для проведения реакции травления стекла используют другую навеску органа и отгоняют 100 мл дистиллята.

4,2-Обнаружение фторид-иона.

К полученному дистилляту' добавляют концентрированной соляной кислоты до pH 1. Через 10 минут, в случае образования мути, фильтруют через бумажный фильтр в мерную колбу емкостью 200мл и доводят до метки водой, 4мл дистиллята используют для проведения качественных реакций, а оставшийся объём для количественного определения.

2мл дистиллята переносят в пробирку, добавляют по 0,1 мл раствора эриохромцианина R и раствора хлорокиси циркония.

Оценка результата. При наличии фторид-иона красная окраска комплекса разрушается, появляется желтая окраска индикатора (при содержании фторид- иона на границе чувствительности реакции появляется красно-оранжевое окрашивание).

2мл дистиллята переносят в пробирку и добавляют 0,15 мл раствора комплекса цирконий-ализариновый красный S.

Оценка результата. При наличии фторид-иона комплекс красного цвета разрушается с образованием желтой окраски свободного индикатора.

2мл дистиллята переносят в пробирку, добавляют 3 капли ацетатного буферного раствора, по 0,2 мл ализаринкомплексона и раствора нитрата лантата, 0,5 мл ацетона.

Оценка результата. При наличии ф гори д-и о на через 30 минут образуется тройной комплекс с переходом окраски от красной до синей.

Для большей наглядности окраску во всех случаях необходимо сравнивать с окраской, полученной при добавлении тех же реактивов к\* 2 мл воды, «холостой» опыт

Оценка результатов. При отрицательном результате двух цветных реакций исследование прекращают, делается заключение об не обнаружении фторид- ионов.

При положительных результатах обязательно производят реакцию травления стекла и количественное определение фторид-иона.

Полученные из другой навески 100мл дистиллята фильтруют, добавляют к нему 0,2 г окиси магния и нагревают на кипящей водяной бане в течение 15 минут. Охлаждают до комнагной температуре и фильтруют через бумажный фильтр, полностью перенося на него осадок. Сушат фильтр при комнатной температуре и осадок количественно переносят в тигель (кварцевый или платиновый)\* диаметром 2-3 см и высотой 3,5-4,5 см. Добавляю! 2 мл концентрированной серной кислоты и накрывают стеклом, покрыым лаком, на поверхность которого нанесена надпись острием иглы, полноту снятия лака на месте надписи определяют под лупой или микроскопом). Тигель ставят в нагретую песчаную баню и нагревают при 190-200&С в течение 2 часов, охлождая стекло увлажненной ватой. Лак снимают спиртом или епирт-эфирной смесью.

Оценка результата. При наличии значительных количеств фторид нона наблюдают, травление стекла на месте нанесения надписи. При отсутствии заметною фавления при рассмотрении в проходящем свете используют отраженный свет.

Длябольшей визуализации уіілажняют стекло дыханием; при этом надо учитывать, что при неполном снятии лака со стекла и в отсутствии фторид-иона может выделяться нанесенная надпись. В этом случае необходимо тщательно протереть стекло спиртом; при отсутствии фторид-и он а надпись стирается.

Граница обнаружения фторид-иона *в* печени, почках, легких, желудке и кишечнике составляет цветными реакциями -0,4 мг в 100 граммах органа, реакцией травления стекла- 0,6 мг в 100 граммах органа.

Количественное определение.

Методика. 50 мл из 200мл дистиллята переносят в колбу, доводят раствором едкою натра pH до 7,0, добавляют 5 мл раствора эриохромцианина R, 5 мл раствора хлорокиси циркония и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют при 527 им в кювете с толщиной поглощающего слоя 30 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор комплекса циркония с эриохром циан и на R и измеряют оптическую плотность его по отношению к исследуемому раствору (меняют местами кюветы при измерении плотности). Закон Бера соблюдается в пределах 0,12 мкг фторид-иона в 1 мл раствора.

Построен не калибровочного графика. Калибровочный график по восходящей прямой строят но стандартному раствору фторида натрия в условиях анализа в пределах содержания 5,0-60 мкг фторид - иона в 50 мл раствора.

Формула расчета: Х= a \*V ■ 100 / V\ ■ n \* 1000 где: Х-количество фторид-иона в 100 г объекта, в мг;

а- количество фторид-иона в объеме дистиллята Vi, **в мкг;**

V-общий объем дистиллята, в мл;

Vi-объём дистиллята, взятый для определения, в мл; n-навеска объекта, в граммах.

Граница обнаружения фторид-иона -0,2 мг в 100 граммах при отгоне 200 мл дистиллята. При содержании 0,5-10,0 мг фторид-иона в 100 г органа, разработанным методом, в среднем, определяется соответственно 88-92% с ошибкой 17,3-6,5. Данным методом определяется как естественное содержание количества фторид-иона, так и поступившие в организм при отравлениях различными соединениями фтора,

*\*При отсутствии указанных тиглей можно использовать новые, не использованные ранее фарфоровые тигли того же размера, чувствительность реакции при этом уменьшается с 5 до 20 мкг фторид* - *иона.*

Заключение.

Описанная процедура является сводом методик, используемых в химико­токсикологическом исследовании на фторид-ионы и предназначена для их идентификации и биологических объектах и объектов не биологического происхождения.

Список использованных источнков.

I. МУ подготовленными в судебно-химическом отделе научно­исследовательского института судебной медицины М3 СССР А.Н.Крыловой и А,Н Лаврсшина изд. М 1977г.