

**РЕСПУБЛИКАНСКОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ КАЗЕННОЕ
ПРЕДПРИЯТИЕ
«ЦЕНТР СУДЕБНЫХ ЭКСПЕРТИЗ
МИНИСТЕРСТВА ЮСТИЦИИ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН»**

| | |
|--|-----------|
| "Қазақстан Республикасы Әділет Министірінің Сот сараптамалары орталығы" | |
| БАҚЫЛАУ ҮЛГІСІ | |
| ҚР ӘМ ССО ғылыми кеңесінің № <u>1</u> | |
| « <u>7</u> » <u>қараша</u> 20 <u>16</u> ж. | хаттамасы |
| реттік номері № <u>27.1/15</u> | |

**МЕТОДИКА
ЭКСПЕРТНОГО ИССЛЕДОВАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ФТОРИД-
ИОНА В ТРУПНОМ МАТЕРИАЛЕ**

(шифр специальности – 27.1)

ПАСПОРТ МЕТОДИКИ

| | |
|--|---|
| 1. Наименование методики | Методика экспертного исследования по определению фторид-иона в трупном материале |
| 2. Шифр специальности методики | 27.1(15) |
| 3. Информация о разработчике методики | Жуматаева Г.С. - судебно-медицинский эксперт высшей категории РГКП «Центр судебной медицины МЮ РК» |
| 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. Объекты исследования | Биологические ткани внутренних органов, объекты не биологического происхождения (остатки жидкостей, одежда и т.п.) |
| 4.2. Методы исследования | Химические реакции для определения токсических веществ в минимальных концентрациях. Фотоэлектро колориметрия |
| 4.3. 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 Центра судебной медицины МЮ РК | Протокол № 1 от 07.11.2016г. |
| 6. Информация о составителях паспорта методики | Жуматаева Г.С. - судебно-медицинский эксперт высшей категории РГКП «Центр судебной медицины МЮ РК» |

СОДЕРЖАНИЕ

| | |
|-------------------------------------|---|
| 1. Введение | 4 |
| 2. Область применения | 4 |
| 3. Термины и обозначения | 4 |
| 4. Основная часть | 4 |
| 5. Заключение | 6 |
| 6. Список использованных источников | 6 |

1. 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 водород (и его водный раствор — плавиковая кислота) обладает способностью «разъедать» ткани. При контакте с кожей и слизистыми оболочками он вызывает глубокие повреждения и некрозы. Острые отравления фтором и его соединениями мало вероятны.

2. Область применения.

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

3. Термины и обозначения.

Перегонка - испарение жидкости с последующим охлаждением и конденсацией паров. Различают дистилляцию с конденсацией пара в жидкость (при которой получаемый дистиллят имеет усреднённый 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.

4. Процедуры.

4.1. 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 соединены при помощи шлифов. Колбу с объектом исследования устанавливают на предварительно нагретую до температуры 180-200°C 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 и 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 200 мл и доводят до метки водой. 4 мл дистиллята используют для проведения качественных реакций, а оставшийся объем для количественного определения.

4.2.1. 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).

4.2.2. 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.

4.2.3. 2мл дистиллята переносят в пробирку, добавляют 3 капли ацетатного буферного раствора, по 0,2 мл ализаринкомплексона и раствора нитрата лантана, 0,5 мл ацетона.

Оценка результата. При наличии фторид-иона 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.

4.2.4. 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 комнатной 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. Добавляют 2 мл концентрированной серной кислоты и накрывают стеклом, покрытым 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°C в течение 2 часов, охлаждая стекло увлажненной ватой. Лак снимают спиртом или спирт-эфирной смесью.

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

Для большей визуализации увлажняют 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-иона 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.

4.3. Количественное определение.

Методика. 50 мл из 200мл дистиллята переносят в колбу, доводят раствором едкого натра pH до 7,0, добавляют 5 мл раствора эриохромцианина R, 5 мл раствора хлорокиси циркония и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют при 527 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 30 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор комплекса циркония с эриохромцианина 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.

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

Формула расчёта: $X = a \cdot V \cdot 100 / V_1 \cdot n \cdot 1000$

где: X-количество фторид-иона в 100 г объекта, в мг;

a- количество фторид-иона в объеме дистиллята V_1 , в мкг;

V-общий объем дистиллята, в мл;

V_1 -объем 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 форфоровые тигли того же размера, чувствительность реакции при этом уменьшается с 5 до 20 мкг фторид - иона.*

5. Заключение.

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

6. Список использованных источников.

1. МУ подготовленными в судебно-химическом отделе научно-исследовательского института судебной медицины МЗ СССР А.Н.Крыловой и А.Н.Лаврешина изд. М 1977г.