

1.2.1 **Analiza materiału biologicznego – jednoczesne oznaczanie selenu i arsenu metodą atomowej spektrometrii fluorescencyjnej**

Renata Wietecha-Posłuszny

1. **Przedmiot:** chemiczne badania kryminalistyczne i toksykologiczne.
2. **Rodzaj zajęć:** ćwiczenia laboratoryjne.
3. **Czas trwania:** 7,5 godzin lekcyjnych (ok. 70 min seminarium + 6 godz. zajęć praktycznych).
4. **Adresaci:** studia II stopnia, kierunek chemia, panel chemia sądowa.
5. **Sposób organizacji:** Kurs złożony jest z cyklu spotkań o zróżnicowanej tematyce liczebność grup: 6 osób, liczba prowadzących zajęcia: 1.

6. Cel ogólny ćwiczenia:

Celem ćwiczenia jest praktyczne zapoznanie się z zagadnieniami dotyczącymi:

- oględzin i właściwego przygotowywania różnych materiałów biologicznych (płynów ustrojowych, wycinków narządów wewnętrznych, włosów itp.) pod kątem oznaczania lotnych pierwiastków śladowych (selenu i arsenu);
- zastosowania wysokociśnieniowej techniki mineralizacji „na mokro” wspomaganą mikrofalami w systemie zamkniętym;
- zastosowania techniki atomowej spektrometrii fluorescencyjnej połączonej z generacją wodorków i możliwością wykorzystania jej do analizy ilościowej równocześnie dwóch pierwiastków w szerokich zakresach stężeń (fizjologicznym i toksycznym);
- kalibracji i problemami analitycznymi (m.in. efektami interferencyjnymi) najczęściej pojawiającymi się podczas analizy materiałów biologicznych,
- stosowania materiałów referencyjnych z certyfikowanymi wartościami stężeń interesujących nas analitów,
- poprawnego sporządzania sprawozdania z przeprowadzonych oględzin badanego materiału dowodowego i jego analizy chemicznej oraz formułowania wniosków z badań, dla celów opinii sądowej.

7. **Zastosowana metoda:** metoda ról, metoda przypadku (*case study*)

8. Opis ćwiczenia, wnioski z zastosowania metody/innowacji

W części seminaryjnej studenci grający role ekspertów sądowych przygotowują prezentacje tematycznie skorelowane z zatruciami związkami arsenu lub selenu, ponadto z aspektami analitycznymi: metodami przygotowywania materiałów biologicznych (tj. wycinki narządów wewnętrznych, włosów) oraz metodą atomowej spektrometrii fluorescencyjnej połączonej z generacją wodorków.

W części praktycznej nasi eksperci dostają akta sprawy zawierające opis wydarzenia, protokół sądowo-lekarskich oględzin i sekcji zwłok oraz pismo od prokuratora z pytaniami dotyczącymi wyjaśnienia sprawy – Rys. 1, str. 252.

W tym ćwiczeniu zostaje rozpoznawana prawdziwa *sprawa zejść śmiertelnych dwóch mężczyzn: 25-letniego studenta i 38-letniego pracownika ochrony. Geneza zaistniałych okoliczności wiąże się z napadem popełnionym przez wspomnianych mężczyzn na konwój z pieniędzmi w dniu 17 czerwca 2003 roku w Nowej Hucie. Z zeznań policji wynika, że bezpośrednio przed aresztowaniem obaj mężczyźni spożyli pewną ilość „białego proszku”, uznanego wówczas przez funkcjonariuszy za amfetaminę. Pierwszy z napastników, 25-letni mężczyzna, ranny w nogę (rana postrzałowa) i odurzony niewiadomego pochodzenia substancją, po konsultacji z lekarzem toksykologiem został przewieziony do izby zatrzymań. Około północy stracił przytomność i zmarł. Drugi z napastników 38-letni mężczyzna, około godziny 22:00, podczas wizji lokalnej, poczuł się źle i został przewieziony do szpitala na oddział toksykologii, gdzie zmarł rano następnego dnia.*

Studenci otrzymują liczny materiał sekcyjny w postaci, m.in. prób krwi, wycinków różnych narządów wewnętrznych oraz próbki włosów wspomnianych mężczyzn. Przystępując do analizy ww. materiałów, naradzają się i sami podejmują decyzje, jakie dowody rzeczowe będą analizować, aby w pełni i rzetelnie odpowiedzieć na pytania postawione przez prokuratora: Co było przyczyną zgonu? Co zawierał biały proszek? Czy podejrzani byli wcześniej podtruwani? itp.

Studenci wykorzystują najnowsze techniki:

- › technikę mikrofalowej mineralizacji z zastosowaniem dużej mocy mikrofal od 800-1200 W oraz wysokie temperatury rozkładu do 200°C, co zapewnia całkowity rozkład próbki;
- › wykonują analizę za pomocą atomowej spektrometrii fluorescencyjnej, zapoznają się z nową, uniwersalną techniką nie prezentowaną do tej pory w toku studiów.

Uwieńczeniem pracy studentów jest notatka laboratoryjna oraz opinia biegłego. Notatka laboratoryjna w tym przypadku zawiera opis wszystkich czynności podjętych podczas analizy, m.in. stosowane procedury, parametry metody analitycznej. Opinia biegłego składa się z:

- › dokładnego opisu oględzin otrzymanych dowodów rzeczowych;
- › sposobu przeprowadzenia badań i uzasadnienia zastosowanej metody analitycznej;
- › interpretacji otrzymanych wyników;
- › odpowiedzi na pytania prokuratora.

Pozostałe zajęcia laboratoryjne oparte na powyższym schemacie przeprowadzane są w Instytucie Ekspertyz Sądowych w Krakowie. Są one wielką szansą dla młodych chemików analityków na zetknięcie się z prawdziwym światem rozmaitych problemów kryminalistycznych i toksykologicznych. W przyszłości planuje się stworzenie ćwiczenia umożliwiającego pogłębienie wiedzy studentów na temat pracy biegłego sądowego. Ćwiczenie będzie symulacją rozprawy sądowej, na której biegły-student panelu chemia sądowa będzie interpretował otrzymane w trakcie swojej pracy w laboratorium wyniki przed sądem oraz będzie odpowiadał na pytania zadawane przez pełnomocników stron.

Szczegółowy opis ćwiczenia (instrukcja) jest dostępny na stronie:

<http://www.chemia.uj.edu.pl/forensic/>, ćwiczenie U₃.