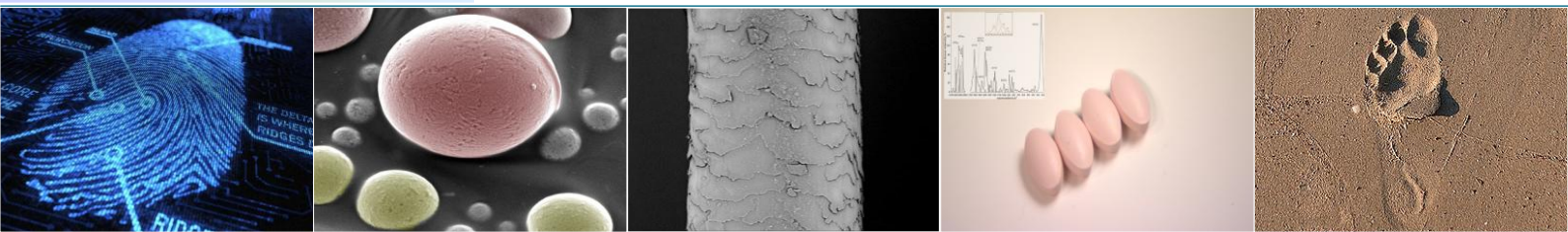


Ćwiczenie 1

Badanie nad ujawnianiem mikrośladow powystrzałowych na odzieży i dłoniach osoby strzelającej z broni palnej przy użyciu skaningowego mikroskopu elektronowego



I. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest analiza morfologii i ilości śladów powystrzałowych na osobie strzelającej (z wyszczególnieniem dłoni i odzieży) z broni ręcznej na przykładzie pistoletu wojskowego wzór 33 (nazywanego pistoletem TT, Tetetką, Tokariewem) i amunicji 7,62x25 mm (producent amunicji PPU Prvi Partizan).

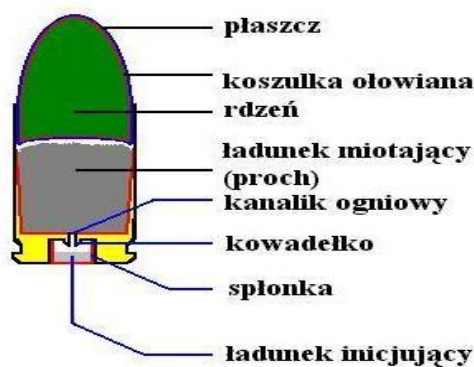
Pytanie organu procesowego: Czy na przesłanych materiałach dowodowych: stolikach mikroskopowych z mikrośladami oraz odzieży (fartuchu) występują ślady powystrzałowe, które świadczą o użyciu broni palnej?

II. Wstęp teoretyczny

Przedmiotem badań są mikroślady w postaci metalicznych cząstek powystrzałowych. Po oddaniu strzału z broni palnej lufę opuszcza pocisk oraz chmura materiałów gazowych i drobin stałych. Balistyka chemiczna zajmuje się zbieraniem i badaniem cząstek powystrzałowych na miejscu zdarzenia i na osobie strzelającej. Cząstki te po oddaniu strzału mają zasięg nawet do 8 m w kierunku strzału. Pozostałości po użyciu broni palnej dzieli się na substancje organiczne i nieorganiczne. Coraz częściej analizie zostają poddawane cząstki nieorganiczne, jako charakterystyczny materiał dla użytego naboju i broni.

Proces formowania się tych cząstek rozpoczyna się, gdy grot igliczny uderza w spłonkę, wtedy masa zapłonowa zostaje roztopiona przez temperaturę zapłonu – reakcja egzoenergetyczna rozpadu składników spłonki substancji gazowych (temp. 1500-2000 °C, ciśnienie ok 9600 kPa). W tej fazie powstaje większość charakterystycznych cząstek powystrzałowych. Następnie mamy do czynienia z uderzeniem czoła detonacji w proch strzelniczy, gdzie ponownie dochodzi do nagłego wzrostu temperatury i ciśnienia (temp. do ok. 3600°C, ciśnienie ok. 275 000 kPa). Powstałe wcześniej metaliczne charakterystyczne cząstki powystrzałowe, są ponownie kształtowane. Następuje wyrzut pocisku i szybkie schłodzenie. W tym drugim etapie formowania się metalicznych cząstek mamy do czynienia z mniejszymi cząstkami GSR (Gun Shot Residue) o kształcie sferycznym i większymi o bardziej nieregularnym kształcie. Metaliczne cząstki powystrzałowe GSR powstałe w pierwszym etapie, pochodzą tylko ze spłonki, są mniejsze i zawierają ołów, antymon i bar. Cząstki powstałe w drugim etapie, zawierają pierwiastki pochodzące z innych elementów naboju.

Morfologia tych cząstek to: rdzeń złożony z antymonu i baru na którego powierzchni znajduje się cienka warstwa ołowiu (temperatura krzepnięcia 325 °C). Antymon i bar zastygają prawie w tych samych temperaturach (temperatura krzepnięcia dla antymonu to 630,5 °C a dla baru 725 °C).



Rysunek 1 Budowa amunicji broni palnej (http://www.commando.za.pl/pocisk_pliki/fot2.jpg)

III. Literatura

1. J. R. Meyer – Arendt – „*Wstęp do optyki*”, PWN, Warszawa 1977.
2. A. Barbacki – „*Mikroskopia elektronowa*”, Wydawnictwo Politechniki Poznańskiej, 2007.
3. I. Sołtyszewski, P. Polak – „*Badania kryminalistyczne*”, Wyd. UMW. Olsztyn, 2007.
4. Brożek-Mucha Z.: *Balistyka chemiczna*, Wydawnictwo Instytutu Ekspertyz Sądowych w Krakowie, 2008.

IV. Zagadnienia do opracowania

1. Budowa i skład chemiczny amunicji broni palnej.
2. Formowanie się metalicznych cząstek powystrzałowych.
3. Opis cech morfologicznych cząstek metalicznych GSR.
4. Schemat klasyfikacji cząstek powystrzałowych a ich wartość identyfikacyjna.
5. Budowa i zasada działania elektronowego mikroskopu skaningowego.
6. Metoda skaningowej mikroskopii elektronowej z detekcją dyspersji energii promieniowania rentgenowskiego (SEM/EDX) jako powszechnie stosowana do analizy mikrośladów powystrzałowych.

V. Zestaw przyrządów.

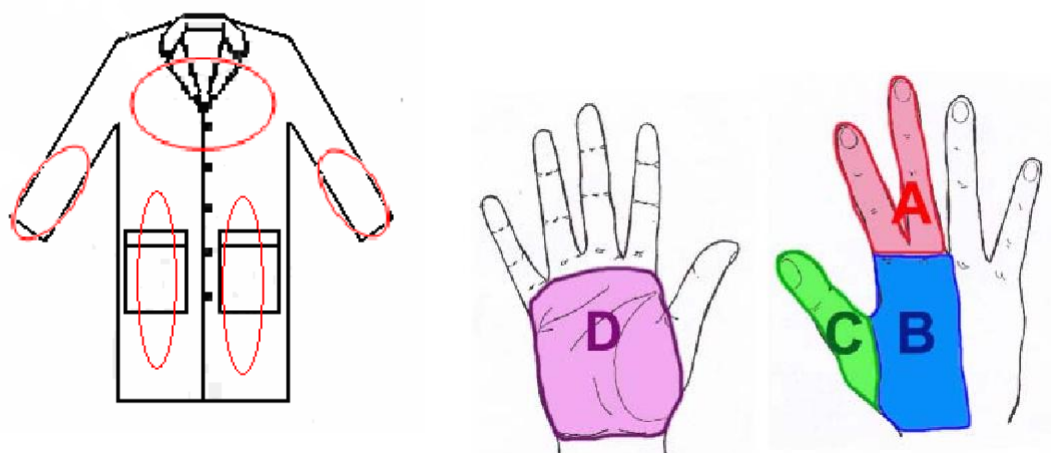


Zdjęcie 2. Skaningowy mikroskop elektronowy TM – 1000 (Hitachi) wraz z komputerem

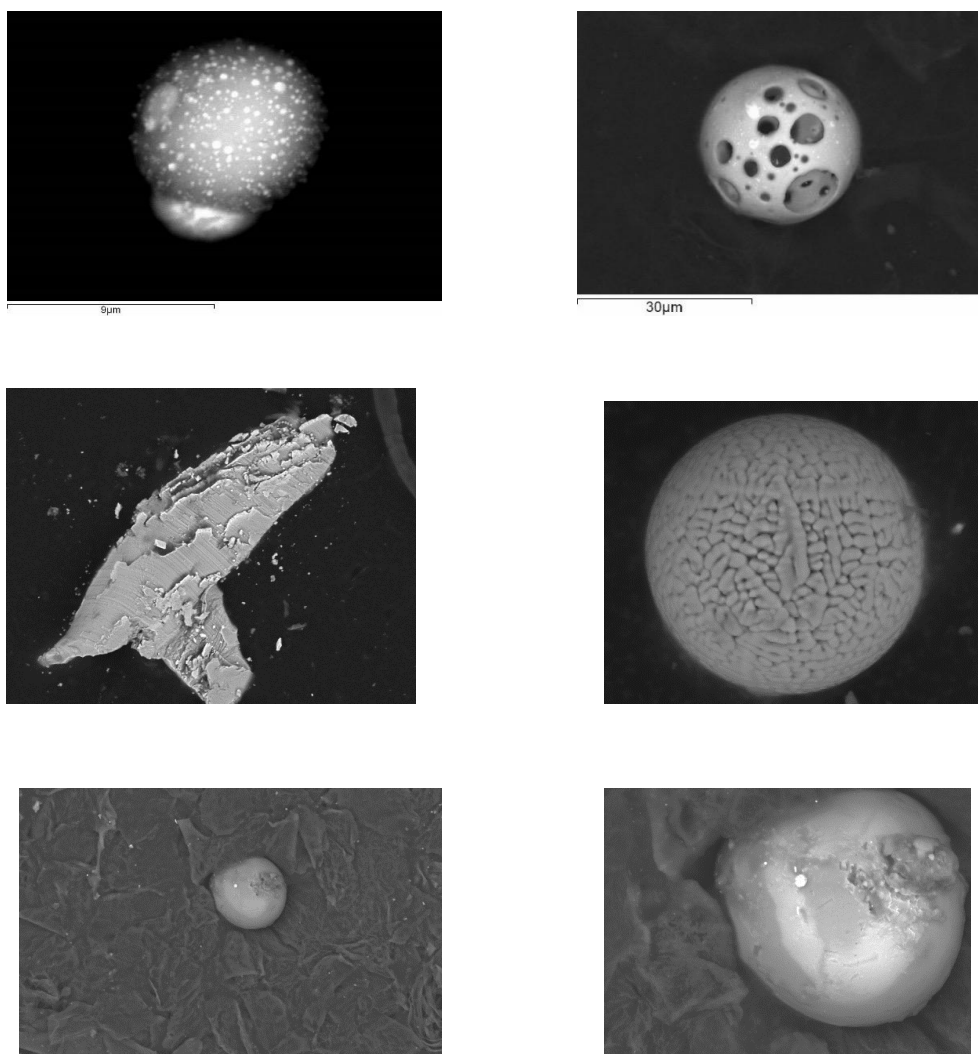
1. Skaningowy mikroskop elektronowy TM – 1000 wraz z układem pomp próżniowych.
2. Komputer.

VI. Wykonanie doświadczenia i opracowanie wyników

1. Zapoznaj się, z dostępną w Dodatku, instrukcją działania skaningowego mikroskopu elektronowego TM – 1000 (Hitachi) ze zdjęcia 2.
2. Przedmiot badań:
Mikroślady – rysunek 4 - w postaci metalicznych cząstek powystrzałowych pobrane z dłoni i odzieży osoby strzelającej – rysunek 3.
3. Pobierz materiał badawczy za pomocą stolików mikroskopowych z odzieży. Używaj rękawiczek lateksowych. Wykonaj dotknięcie stolikiem mikroskopowym ok. 100 razy na wyznaczonym obszarze odzieży.



Rysunek 3 Wyznaczone obszary pobrania materiału dowodowego w postaci metalicznych cząstek powystrzałowych



Rysunek 4 Przykładowe obrazy z SEM metalicznych cząstek powystrzałowych.

4. Stoliki mikroskopowe z pobranym materiałem w celu zabezpieczenia przed kontaminacją należy umieścić w zamkniętych szalkach Petriego, odpowiednio opisanych.
5. Umieścić stolik mikroskopowy z pobranym materiałem w komorze mikroskopu i przeprowadzić manualną analizę kilku cząstek interesujących pod względem kształtu i wielkości – potwierdzenie charakterystycznych cech morfologicznych, sporządzenie indywidualnej dokumentacji wybranych cząstek zgodnie z tabelą nr 1.

Tabela 1. Ujawnione metaliczne cząstki powystrzałowe przy użyciu skaningowego mikroskopu elektronowego.

Klasy chemiczne cząstek	FARTUCH					DŁOŃ	
	Okolice szyi	Lewe ramię	Prawie ramię	Lewa kieszka	Prawa kieszka	Lewa	Prawa
	Stolik 1	Stolik 2	Stolik 3	Stolik 4	Stolik 5	Stolik 6	Stolik 7
<u>Wieloskładnikowe:</u>							
Trójskładnikowe							
Pb-Sb-Ba							
Dwuskładnikowe							
Pb-Ba							
Pb-Sb							
Ba-Sb							
Morfologia							
<u>Jednoskładnikowe</u>							
Pb							
Sb							
Morfologia							



Wskazówka

Przykładowa opinia biegłego sądowego z Instytutu Ekspertyz Sądowych w Krakowie Prof. dr hab. Zuzanny Brożek-Mucha:

„Ujawnienie cząstek charakterystycznych lub zgodnych z pozostałościami powystrzałowymi w materiale dowodowym pobranym od osoby podejrzanej pozwala stwierdzić z bardzo dużym prawdopodobieństwem, że osoba ta strzelała, lub dotykała broni palnej z której strzelano lub zanieczyszczonego przedmiotu pozostałościami powystrzałowymi lub znajdowała się w pobliżu miejsca oddania strzału”

6. Sporządzić opinię dla organu procesowego.

Sprawozdanie ma mieć charakter przykładowej opinii biegłego i zawierać takie elementy jak:

- a) imię, nazwisko, stopień i tytuł naukowy, specjalność i stanowisko zawodowe biegłego,
- b) imiona i nazwiska oraz pozostałe dane innych osób, które uczestniczyły w przeprowadzeniu ekspertyzy, ze wskazaniem czynności dokonanych przez każdą z nich,
- c) w wypadku opinii instytucji - także pełną nazwę i siedzibę instytucji,
- e) czas przeprowadzonych badań oraz datę wydania opinii,
- f) szczegółowy opis nadesłanego materiału dowodowego, porównawczego (sposób zabezpieczenia podczas transportu, opis opakowania, jego cechy ogólne i indywidualne) i cytowane pytania organu procesowego,
- e) informacja o zastosowanych technikach i metodach,
- f) sprawozdanie z przeprowadzonych badań i obserwacji. Interpretacja wyników i formułowanie wniosków,
- g) podpisy wszystkich biegłych, którzy uczestniczyli w wydaniu opinii.

Opinia powinna być napisana zrozumiałym językiem, a wnioski powinny być bardzo czytelne.

Dodatek

Instrukcja obsługi skaningowego mikroskopu elektronowego.

I. Przygotowanie mikroskopu do pomiarów.



Zdjęcie 1. Widok frontu mikroskopu TM-1000: 1 – wyłącznik główny; 2 – front komory preparatowej; 3 – przycisk trybu pracy układu próżniowego; 4 – diody sygnalizujące stan próżni w komorze mikroskopu.

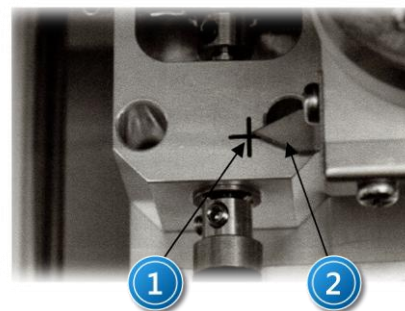
1. Włączyć mikroskop głównym wyłącznikiem (1 na Zdjęciu 2).
2. Odczekać około 3 minuty aż migocząca czerwona dioda (AIR) (4 na Zdjęciu 2) zgaśnie a zaświeci się w sposób ciągły zielona dioda (READY). W tym czasie w komorze pomiarowej mikroskopu zostaje osiągnięta próżnia.
3. Wcisnąć przycisk Exchange (3 na Zdjęciu 2). Ponownie odczekać 3 minuty aż do zapalenia się czerwonej diodki (AIR) – będzie to jednoznaczne z zapowietrzeniem komory pomiarowej i możliwością jej otwarcia.
4. Ubrać rękawice ochronne.
5. Przygotować próbkę pomiarową.
6. Umieścić próbkę na specjalnym stoliku i sprawdzić czy długość śruby mocującej stolik do podłoża jest odpowiednia. W tym celu skorzystać z uchwyty z ruchomym ramieniem (Zdjęcie 3) – odstęp pomiędzy powierzchnią próbki a ramieniem ma wynosić około 1 mm.
7. Wysunąć **powoli** komorę pomiarową wkładając palce w zagłębienie w górnej części frontu komory.



Zdjęcie 3. Próbnik wysokości stolika z preparatem.



Zdjęcie 4. Montaż stolika w komorze mikroskopu.



Zdjęcie 5. Regulacja położenia startowego próbki: 1 – centrum; 2 – znacznik stolika.

8. Stolik z próbką umieścić w komorze pomiarowej zgodnie ze *Zdjęciem 4* (wkładając go **prostopadle** w przewidziany otwór).
9. Za pomocą pokręteł na ścianie frontowej komory pomiarowej (2 na *Zdjęciu 2*) ustawić przesuwany mechanizm stolika z próbką tak, aby jego znacznik znajdował się w środku znaku „+” (zgodnie ze *Zdjęciem 5*).
10. Zamknąć **powoli** komorę pomiarową.
11. Dociskając lekko front komory pomiarowej, wcisnąć drugą ręką przycisk „EXCHANGE” powodując, tym samym, ponowne wytworzenie próżni w komorze pomiarowej. Zwolnić ucisk frontu komory dopiero wtedy, gdy zapali się żółta diodka „LOW”.
12. Odczekać do zapalenia się zielonej diodki (READY) oznaczającej osiągnięcie żądanej próżni. Mikroskop jest gotowy do pomiarów. Dalsze kroki wykonywać zgodnie z opisem pracy z oprogramowaniem mikroskopu zamieszczonym w *Dodatku C*.

II. Wymiana próbek.

1. Po zapisaniu obrazu (według procedur z *Dodatku C*) należy zmniejszyć ustawione powiększenie mikroskopu do x 100 a następnie kliknąć przycisk „Stop” (*Zdjęcie 6 w Dodatku C*) w górnym lewym rogu okna operacyjnego monitora. Ten przycisk może czasami wyświetlać napis nie „Stop” a „Start” – w zależności od tego, czy wiązka elektronów jest jeszcze włączona czy wyłączona - tak się dzieje, gdy jej czas zogniskowania na próbce był dłuższy niż kilka minut - program czyni to automatycznie, aby uniknąć uszkodzenia próbki.
2. Wcisnąć przycisk EXCHANGE (3 na *Zdjęciu 2*). Po około 3 minutach i po zapaleniu się w sposób ciągły czerwonej diodki (AIR) komora pomiarowa ulegnie zapowietrzeniu.
3. Ubrać rękawice ochronne.
4. Otworzyć **powoli** komorę pomiarową i wyjąć stolik z próbką.
5. Wymienić próbkę po czym odtworzyć procedury z punktów I. 5. – I.12. w *Dodatku B*.

III. Wyłączenie mikroskopu.

1. Po zapisaniu obrazu (według procedur z *Dodatku BC*) należy zmniejszyć ustawione powiększenie mikroskopu do x 100 a następnie kliknąć przycisk „Stop” (*Zdjęcie 6 w Dodatku C*) w górnym lewym rogu okna operacyjnego monitora. Ten przycisk może czasami wyświetlać napis nie „Stop” a „Start” – w zależności od tego, czy wiązka elektronów jest jeszcze włączona

czy wyłączona - tak się dzieje, gdy jej czas zogniskowania na próbce był dłuższy niż kilka minut - program czyni to automatycznie, aby uniknąć uszkodzenia próbki.

Napis „Start” na przycisku oznacza, że wiązka elektronów została wyłączona i można kontynuować procedury wyłączania mikroskopu.

2. Wcisnąć przycisk EXCHANGE (3 na Zdjęciu 2).
Po około 3 minutach i po zapaleniu się w sposób ciągły czerwonej diodki (AIR) komora pomiarowa ulegnie zapowietrzeniu.
3. Ubrać rękawice ochronne.
4. Otworzyć **powoli** komorę pomiarową i wyjąć stolik z próbką.
5. Zamknąć komorę.
Lekko dociskając front komory ponownie wcisnąć EXCHANGE.
Zwolnić ucisk dopiero wtedy, gdy zapali się żółta diodka (LOW).
Odczekać do zapalenia się w sposób ciągły zielonej diodki (READY) oznaczającej osiągnięcie próżni w mikroskopie – będzie to trwało około 3 minuty.
6. Kliknąć przycisk zamknięcia w prawym górnym rogu okna operacyjnego monitora.
Pojawi się okno dialogowe – potwierdzić zamknięcie aplikacji klikając „OK”.
7. Wyłączyć mikroskop głównym wyłącznikiem (1 na Zdjęciu 1).

IV. Obserwacja obrazu.



- 1 – tryb pracy do podglądu obrazu;
- 2 – tryb pracy do zapisu obrazu;
- 3 – ograniczanie obszaru obserwacji;
- 4 – zatrzymanie obrazu;
- 5 – szybki zapis obrazu;
- 6 – zapis obrazu;
- 7 – regulacja powiększenia;
- 8 – regulacja jasności i kontrastu;
- 9 – regulacja ostrości;
- 10 – obrót stolika z próbką.

Zdjęcie 6. Widok ekranu monitora wraz z opisem przycisków funkcyjnych.

1. Włączyć komputer. Uruchomić aplikację TM – 1000.
2. Kliknąć „Start” w lewym górnym rogu okna operacyjnego. Aktywacja „Auto Start Mode” spowoduje włączenie wiązki elektronowej.

3. Ustawić powiększenie mikroskopu na x 100. Automatyczne funkcje „Auto Brightness and Contrast” i „Auto Focus” zapewniają pojawienie się obrazu próbki na monitorze.

Wygląd okna operacyjnego pokazany jest na *Zdjęciu 6*.

4. Wybierz interesujący obszar próbki zmieniając jej położenie pokrętkami 2 na *Zdjęciu 2*. Obserwację obrazu ułatwia w tym przypadku dobór małego powiększenia i modu „Fast”.
5. Korzystając z przycisków automatycznych funkcji „Auto Brightness and Contrast” oraz „Auto Focus” (*Zdjęcie 6*) uzyskać wyraźny obraz badanej powierzchni.

Jeśli funkcja „Auto Focus” nie daje zadowalającego efektu można wyostrzyć obraz ręcznie. Należy wtedy skorzystać z modu „Reduced Area”. Poniższe procedury zapewnią polepszenie ostrości obrazu:

- a) posługując się przyciskiem „Focus” należy klikać + bądź -, aby zmienić ostrość obrazu lub trzymać ten przycisk w sposób ciągły w celu szybkiej i płynnej zmiany ostrości;
 - b) można zaznaczyć kursorem myszki wybrany fragment obrazu a następnie przeciągając myszką wielokrotnie po tym obrazie w lewo bądź w prawo, przy wciśniętym lewym przycisku myszki, uzyskać polepszenie ostrości obrazu.
6. Uzyskać możliwie dokładną informację o topografii i składzie materiałowym badanych próbek wykorzystując, opisane poniżej, funkcje obróbki obrazu w oprogramowaniu mikroskopu zaczynając od przejścia w tryb pracy „Slow” (2 na *Zdjęciu 6*) powodującego zmniejszenie szybkości skanowania powierzchni próbki przez wiązkę elektronów. Jest to optymalny trybu pracy w przypadku potrzeby analizy obrazu.

W zakładce „View” wybrać opcję „Image Mode”.

Zapisać kolejne obrazy korzystając ze wszystkich czterech funkcji (narzędzi do obróbki obrazów) w opcji „Image Mode” :

- **Normal** – związana z zapisem obrazu przy standardowym (fabrycznym) ustawieniu detektora BSE w mikroskopie TM – 1000 na maksimum zliczeń;
- **Shadow 1 i Shadow 2** - związane z rejestracją obrazu przy innych pozycjach detektora BSE niż w trybie **Normal** (z prawej i lewej strony poprzedniej pozycji);
- **Topo** – funkcja obróbki obrazów uzyskanych za pomocą wszystkich trzech powyższych funkcji dająca w efekcie końcowym obraz topografii powierzchni badanej próbki.

V. **Zapis obrazu.**

1. Po uzyskaniu wyraźnego obrazu badanej powierzchni kliknąć „File” → „Image” → „Save” (lub „Quick Save”) w celu jego zapisu. Potrwa to około 40 sekund. Rozmiar zapisanego obrazu to: 1280 x 960 pikseli.



Wskazówka

Przy kliknięciu „Quick Save” zostanie zapisany chwilowo obserwowany obraz. Jego rozmiar wyniesie: 640 x 480 pikseli.

2. Po zapisie obrazu pojawi się okno zapisu wyników.
Zastosować konieczne procedury wpisując nazwę i miejsce zapisu danych na dysku i potwierdzić je ponownym kliknięciem „Save’.
3. Dokonując wymiany próbki wykonać procedury opisane w punktach II.1. – II.4. w *Dodatku*.
4. Przy konieczności zakończenia pracy z mikroskopem i jego wyłączenia wykonać procedury opisane kolejno w punktach 1. – 7. części III w *Dodatku*.