

TOXIKOLOGIE A ANALÝZA DROG

Martin Kuchař
Ústav chemie přírodních látek

Profilování drog ve forenzní laboratoři

Co je to profilování drog?

Určení tzv. profilu syntetické nebo přírodní drogy, především s ohledem na složení za účelem porovnání tohoto profilu s forenzní databází. Jedná se o podobný princip jako srovnávání daktyloskopických stop.

Co se stanovuje v profilu drog?

Po standardní analýze drogy, tj kvantifikace drogy, určení ředících látek (kofein, paracetamol, benzokain....) se profilování zaměřuje na:

- Stopovou analýzu nečistot (například nečistoty v prekurzoru – antihistaminika v pseudoefedrinu)
- Stopovou analýzu vedlejších produktů reakce
- Určení geografického původu drogy v případě použití přírodního prekurzoru (kokain, heroin, ale i efedrin)
- U tablet jejich tvar, velikost, logo, barva, hmotnost
- U lisovaných drog mechanoskopický profil

Proč profilovat drogy?

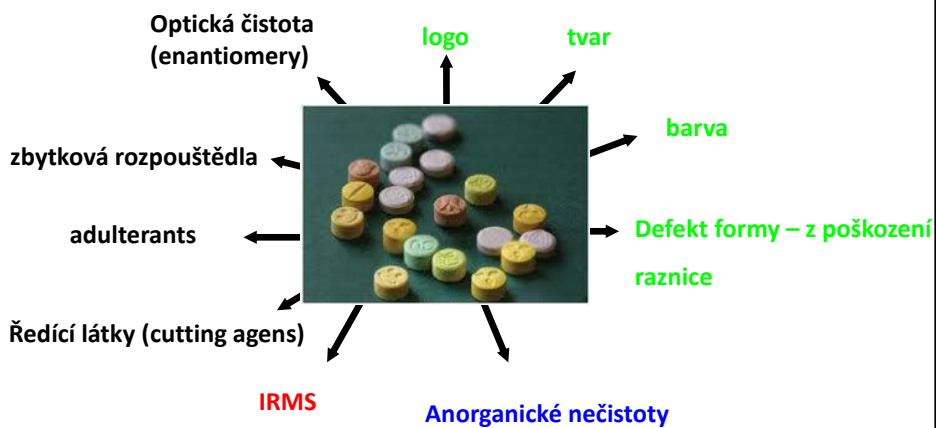
Propojení jednotlivých případů – záchytů drog,

Propojení nelegální laboratoře se zadrženými drogami

Statistické informace o používaných syntetických cestách výroby drog

Informace o zneužívaných prekurzorech drog

Profilování tablet extáze



Původ organických a anorganických nečistot

- Poslední intermediát syntézy
- Producty „přereagování“ – špatný poměr reaktantů
- Nečistoty pocházející z výchozí látky
- Nečistoty pocházející z katalyzátorů nebo redukčních činidel
- Producty vedlejších reakcí
- Zbytky rozpouštědel
- Rezidua z původního materiálu (zbytky barev z tablet léčiv)

Postup profilování drog

- v případě syntetických drog je nutné z dostupných informací provést všechny syntézy
- Produkty analyzovat, vytvořit profil nečistot
- Vytvořit databázi
- Vhodné statistické zpracování dat

Zajištěné vzorky drog zpracovat podle harmonizovaného postupu – stejný ve všech laboratořích zapojených do profilování drog

Zpracování vzorku podle typu drogy

Příklad MDMA tablety

- Extrakce nečistot ze vzorku: metoda L-L, SPE, SPME, headspace
- Analýza LC/MS, GC/FID, GC/MS, TLC

Extrakční metody používané ve forenzní laboratoři

Metoda Mikroextrakce na tuhou fázi (SPME – Solid Phase Microextraction, J. Pawliszyn 1989).

- adsorpčně-desorpční technika zkoncentrování analytu, metoda SPME je použitelná ve spojení s plynovou, ale i kapalinovou chromatografií, pro stanovení těkavých i netěkavých látek.
- 1 cm dlouhé křemenné vlákno, které je pokryté stacionární fází. Vlákno je spojeno s ocelovým pístem umístěným v duté ocelové jehle, která ho chrání před mechanickým poškozením. Před začátkem manipulace a po ukončení extrakce je vlákno zataženo dovnitř jehly; posunutím pístu se vlákno vysune do vzorku a dochází k sorpci.

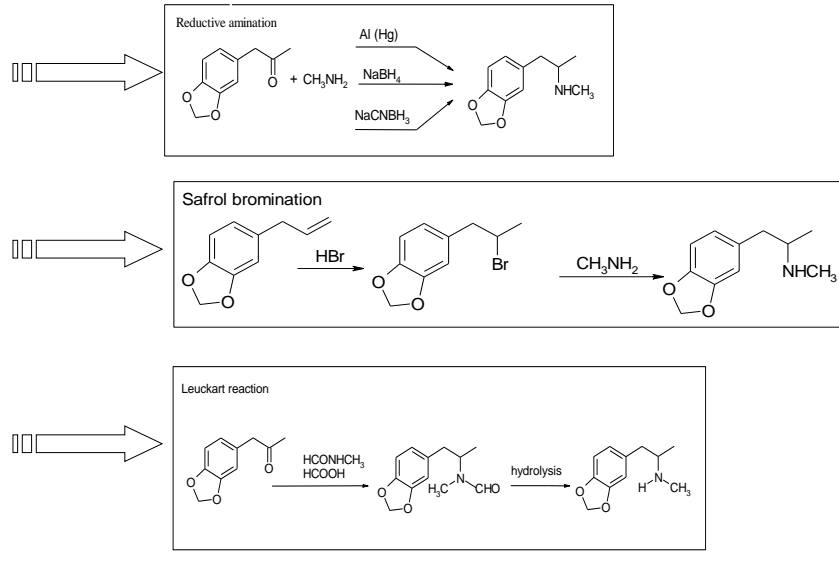


Metoda headspace

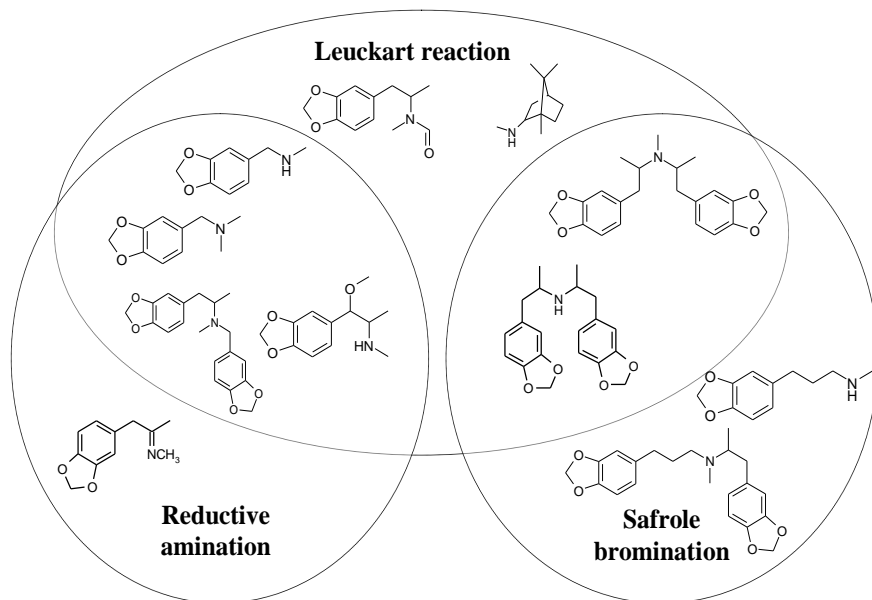
Výhradně ve spojení s GC/MS, vzorkuje se objem plynu nad kapalinou po ustavení rovnováhy (Raoltův a Daltonův zákon)

Stanovení nečistot ve vzorcích extáze s obsahem MDMA

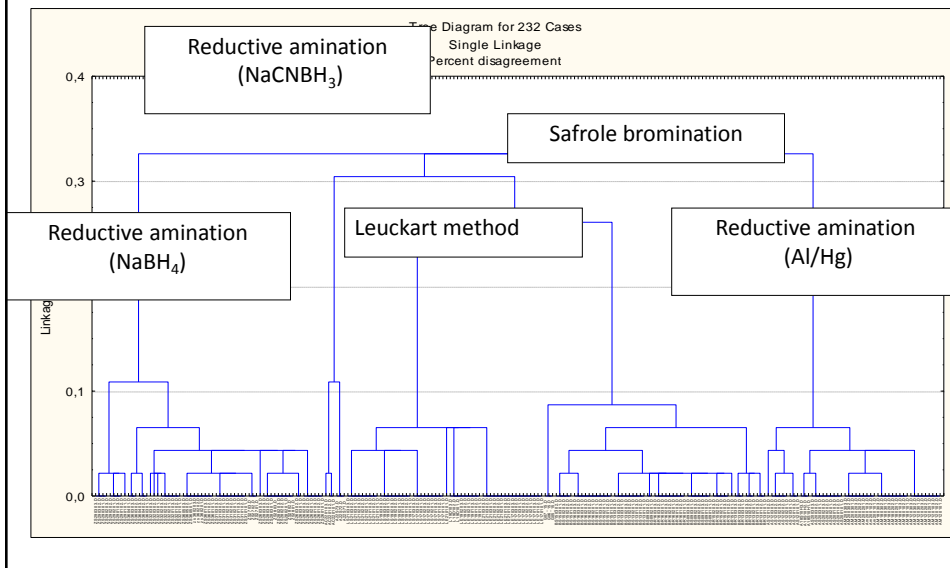
Syntetické cesty: Leuckartova syntéza, bromace safrolu a tři různé reduktivní aminace



Nalezené vedlejší produkty syntézy MDMA



**„Cluster analysis of ecstasy impurity profiles“
projekt EDPS (European drugs profiling system)**



Elementární analýza

Leuckartova syntéza: Cl, S, Na, Mg, K

**Nitrostyrenová metoda: Al, Li, Hg, Na, Cl, S, Mg, Ni, Pd,
Pt, Cu,**

**Reductivní aminace: Cl, S, Na, Mg, K,
„cold method“: B (z NaBH_4)
with PtO_2 catalyst: Pt
With HgCl_2 and Al foil: Cl, Hg, Al**

„Safrole method“: Br, Cl, S, Na, Mg, K

**Izotopový poměr $^{15}\text{N}/^{14}\text{N}$
Měření na IRMS
Statistické zpracování do dendrogramu**

$$\delta^{15}\text{N}_{\text{air}} = \frac{(^{15}\text{N}/^{14}\text{N})_{\text{sample}} - (^{15}\text{N}/^{14}\text{N})_{\text{air}}}{(^{15}\text{N}/^{14}\text{N})_{\text{air}}} \times 1000$$

F. Palhol et al. / Analytica Chimica Acta 510 (2004) 1–8

Mechanoskopické porovnání povrchu lisovaných drog

1. Na povrchu slisovaných zásilek drog pod vysokým tlakem vznikají mechanoskopické stopy nebo mikrostopy na reliéfu nebo mikroreliéfu lisovaných zásilek, které nesou znaky **individuální identifikace** a lze je mezi sebou vzájemně porovnávat
2. Existence možnosti komparace reliéfů nebo mikroreliéfů kovových částí lisů, které nesou specifické znaky po opracování nebo opotřebování přitlačných kovových částí s reliéfem, zobrazeném na lisovaném produktu, popřípadě i obalech vkládaných mezi kovové přitlačné části lisu a lisovanou látku

Co si pamatovat z dnešní přednášky

- Profilování drog (principy, účel,...)
- Metody analýzy a extrakce (SPME, headspace)
- Co lze stanovit profilovat v tabletách extáze