

Экспертное исследование 3-метилфентанила.

(Методика разработана в ЭКЦ МВД России)

В конце 1991 года на нелегальном рынке торговли наркотиками неожиданно и в большом количестве появилось ранее не встречавшееся на территории России наркотическое средство 3-метилфентанил. 3-метилфентанил является анальгетиком, аналогичным морфину, но с более коротким временем действия. По своей наркотической активности один из его изомеров — цис-3-метилфентанил превосходит морфин в 5500 раз.

Синтез 3-метилфентанила относительно сложен, длится около 4 дней и требует достаточно высокой квалификации изготовителя и определенных условий (наличие химической посуды, большого числа различных реагентов и растворителей и др.). В качестве исходных компонентов для получения 3-метилфентанила используют фенэтиламин, метилметакрилат, метилакрилат, анилин, пропионовый ангидрид.

Кустарно приготовленный 3-метилфентанил поступает на нелегальный рынок в виде прозрачного, бесцветного раствора. В подавляющем большинстве случаев раствор запаян в ампулы объемом 5 мл из под новокаина, новокаинамида, хлорида натрия изотонического, сульфата магния, воды для инъекций и других лекарственных средств. На горлышках ампул видны явные следы перепайки. В последнее время отмечены случаи изъятия 3-метилфентанила на твердых веществах-носителях (например, сахаре).

Иногда в жидкости содержатся остатки препарата, ампулы из-под которого были использованы. Если попытаться исследовать раствор, содержащийся в ампулах, так как это делается при исследовании эфедрона, первитина, морфина в ампулах и т.д., то это не приведет к положительным результатам т.к. концентрация 3-метилфентанила в растворе, из-за его высокой активности, очень мала (около 0,001–0,002%). Поэтому перед исследованием проводят пробоподготовку, как указано ниже.

К 2–5 мл жидкости из ампулы прибавляют 2–5 мл пентана^{*)} (гексана) и каплю 1 н раствора NaOH (KOH, аммиак). После этого смесь интенсивно встряхивают, дают ей расслоиться и осторожно отбирают возможное большее количество пентана, стараясь не захватить водный слой. Оставшуюся водную часть еще 2 раза экстрагируют пентаном, отбирая органическую фазу аналогичным образом. Объединенные пентановые вытяжки упаривают досуха, желательнее в токе инертного газа. К упаренному пентановому экстракту прибавляют 4–7 капель хлороформа и тщательно смывают упаренный экстракт со стенок и дна сосуда. Аликвоту полученного раствора объемом 8–10 мкл наносят на хроматографическую пластину SORBFIL и хроматографируют ее в системе гексан-толуол-триэтиламин (15:10:2). После однократного хроматографирования пластину опрыскивают реактивом Мунье (2 мл реактива Драгендорфа, 0,1 г аскорбиновой кислоты, 0,1 г уксусной кислоты и 8 мл воды). При этом на пластине проявляют 2 зоны светлорозового цвета ($R_f=0,60$ и $R_f=0,53$), верхняя из которых является цис-изомером 3-метилфентанила, а следующая за верхней — транс-изомером (см. рис.1). Иногда на хроматограмме появляется третья зона с $R_f=0,47$, которая относится к фентанилу. Фентанил образуется при синтезе 3-метилфентанила при неточном соблюдении условий синтеза. Пластину можно также проявить йодплатиноматом калия. В лучах УФ-лампы при 254 нм можно также увидеть гашение люминисценции 3-метилфентанила, однако это гашение недостаточно интенсивно. Для сравнения: R_f димедрола в этой системе — 0,42, промедола — 0,40.

Газохроматографическое исследование проводят на кварцевой капиллярной колонке длиной 10–20 м, диаметром 0,2 мм, заполненной фазой OV-101. Температура испарителя 275°C, детектора 290°C. Температура колонки изменяется от 200 до 280°C со скоростью 10°C/мин. Время выдержки колонки при конечной температуре 10 мин. Газ-носитель — азот. При недостаточной чувствительности прибора используют систему ввода пробы без деления потока газа-носителя "Splitless". 3-метилфентанил выходит в виде двух пиков (цис- и транс-изомеры) (см. рис.2). За этими пиками может следовать еще один небольшой пик, который однако фентанилом и 3-метилфентанилом не является. Транс-изомер в этих условиях выходит между насыщенными нормальными углеводородами с числом атомов углерода 27 и 28 (индекс удерживания 2775), а цис-изомер между углеводородами с числом атомов углерода 28 и 29 (индекс удерживания 2804).

При количественном определении в качестве стандарта используют диоктилфталат. Относительный массовый коэффициент каждого из изомеров 3-метилфентанила по отношению к диоктилфталату равен 1,2. В ходе определения к точно отмеренному количеству исследуемой жидкости (примерно к 2,0–2,5 мл) добавляют 1 мл раствора диоктилфталата в гексане (пентане)** с известной концентрацией, каплю 1 н раствора NaOH и интенсивно встряхивают. После расслаивания смеси органический экстракт в количестве примерно 0,8 мл отбирают и упаривают досуха. Далее проводят экстракцию еще двумя порциями чистого пентана по 2 мл, упаривая каждую порцию в той же емкости (со стандартом). К упаренному экстракту добавляют 4–6 капель хлороформа, тщательно смывают экстракт со стенок и дна сосуда. Полученный раствор хроматографируют в указанные выше условия. После определения содержания изомеров суммируют. Практика показывает, что содержание диоктилфталата в гексане (пентане) должно быть около 0,01–0,02 мг/мл.

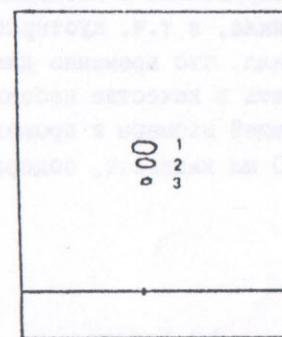


Рис.1. Хроматограмма экспертного образца 3-метилфентанила. Система — гексан : толуол : триэтиламин (15 : 10 : 2). 1 — 3-метилфентанил (цис-), 2 — 3-метилфентанил (транс-), 3 — фентанил.

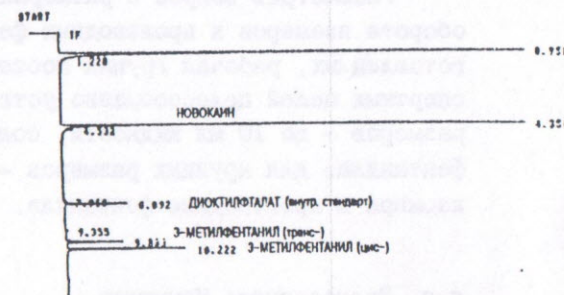


Рис.2. Пример газохроматографического разделения экспертного образца 3-метилфентанила в смеси с новокаином.

^{*)} Использование пентана для экстракции предпочтительнее, так как его температура кипения ниже, чем у гексана и испарение экстракта идет значительно быстрее.

^{**} Использование раствора стандарта в гексане предпочтительнее, поскольку температура его кипения выше, чем у пентана и концентрация его раствора не будет сильно меняться при хранении. Раствор стандарта в пентане должен храниться в склянке с хорошо притертой пробкой.



ПОСТОЯННЫЙ КОМИТЕТ ПО КОНТРОЛЮ НАРКОТИКОВ

ПРИ МИНИСТЕРСТВЕ ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

Москва 121879,
ул. Рахметова, 20

Телефон 241 37 01

На № _____ Наш № _____ дата _____

ВЫПИСКА ИЗ ПРОТОКОЛА № 20

рабочей группы Постоянного комитета по контролю наркотиков
от 19 августа 1992 года

СЛУШАЛИ I: Рассмотрение вопроса о размерах обнаруженных в
незаконном обороте изомеров и производных Фентанила.

Докладчик Э.А.Бабаян

ПОСТАНОВИЛИ:

Рассмотрев вопрос о размерах обнаруженных в незаконном обороте изомеров и производных фентанила, в т.ч. кустарно приготовленных, рабочая группа постановила, что временно для экспертных целей целесообразно установить в качестве небольших размеров – до 10 мл жидкости, содержащей изомеры и производные фентанила, для крупных размеров – 300 мл жидкости, содержащей изомеры и производные фентанила.

п.п. Председатель Комитета
д.м.н., профессор
Заслуженный врач РСФСР - Э.А.Бабаян
п.п. Главный ученый секретарь
Комитета - Е.А.Щербакова



1572-1500

МВД России

ЭКСПЕРТНО
КРИМИНАЛИСТИЧЕСКИЙ
ЦЕНТР

(ЭКЦ МВД России)

Начальникам экспертно-
технических подразделений
органов внутренних дел
Российской Федерации
(по списку)

123060 Москва, ул. Рахметова, 22
от 28.10.92 N 3826

Для использования в экспертной практике направляется
информационное письмо "Экспертное исследование 3-метилфента-
нила".

Приложение: 1. Информационное письмо на 2 листах.
2. Выписка из протокола №20 рабочей группы
Постоянного комитета по контролю наркоти-
ков от 19 августа 1992 г на 1 листе.

Начальник Центра
полковник милиции

И.Н.Казанин

11 11 92г.
463