

МЕТОДИЧЕСКИЕ

Для служебного пользования

Экз. №

А. В. Камаев, М. А. Дроздов,
А. Ю. Шухин

ЭКСПЕРТНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ
АМФЕТАМИНОВ
МЕТОДОМ
ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ



МОСКВА 1996

РЕКОМЕНДАЦИИ

Утверждены Постоянным комитетом по контролю наркотиков
(протокол № 16/2 – 96 от 27.03.96 г.)

Одобрены и рекомендованы к опубликованию
Методическим и Редакционно-издательским советами
ЭКЦ МВД России

Камаев А. В., Дроздов М. А., Шухин А. Ю.

Экспертное исследование амфетаминов методом жидкостной хроматографии: Методические рекомендации. –М.: ЭКЦ МВД России, 1996. –24 с., 15ил., 1 табл., библиогр.

Предлагаются методики экспертного исследования кустарно изготовленных фенилалкиламинов (амфетаминов), установления способа их синтеза, а также анализа эфедринсодержащих препаратов, являющихся прекурсорами для изготовления амфетаминов, методом высокоеффективной жидкостной хроматографии.

Для сотрудников экспертно-криминалистических подразделений.

ВВЕДЕНИЕ

Предварительный анализ следственной и экспертной практики показал, что на рынке незаконного оборота наркотиков появились синтетические средства – фенилалкиламины (амфетамины). За последние 3 – 5 лет возросло число случаев кустарного изготовления эфедрона, метамфетамина (первитина), было выявлено несколько подпольных лабораторий по синтезу этих наркотических средств. Информация, полученная из зарубежных источников, подтверждает их широкое распространение в Западной Европе, США и указывает на возможность появления в России этих наркотических средств в значительных масштабах. Эти факты обусловили создание так называемого международного «Амфетаминового проекта», направленного на борьбу именно с этими наркотическими средствами, как наиболее часто встречающимися из подпольно изготавляемых синтетических наркотиков и уже охватившими значительные регионы. Интернациональный характер транспортировки наркотиков требует быстрого обмена аналитическими данными между лабораториями как на национальном, так и на международном уровнях.

Одним из методов, позволяющих проводить качественные и количественные исследования амфетаминов, является высокоеффективная жидкостная хроматография.

Использование метода жидкостной хроматографии позволит достаточно быстро и эффективно определять эти наркотические средства, проводить идентификацию по УФ-спектрам при исследовании их на принадлежность к наркотическим средствам, выполнять их количественную оценку, осуществлять «профилирование» образцов. По полученным результатам возможно установление общности источников происхождения, способа синтеза. В настоящее время лаборатории специисследований ЭКП МВД России оснащены отечественными жидкостными микроколоночными хроматографами «Милихром-4», что позволяет внедрить разработанные методики в экспертную практику.

В настоящей работе приведены методики экспертизного исследования кустарно изготовленных фенилалкиламинов (амфетаминов), установления способа их синтеза, а также анализа эфедринсодержащих препаратов, являющихся прекурсорами для изготовления амфетаминов.

ОБЪЕКТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Данные рекомендации содержат описание методик, выполненных с применением метода высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ). Они дополняют ранее разработанные методики исследования объектов, содержащих амфетамины (фенилалкиламины) [1,2,5]. Метод ВЭЖХ применим с момента установления природы объекта для проведения количественной оценки получаемых результатов и идентификационного исследования (установление общности происхождения).

В настоящей работе рассмотрено применение метода ВЭЖХ для исследования фенилалкиламинов (наркотических средств и сильнодействующих веществ), кустарно изготовленных препаратов из эфедрина, наркотических средств растительного происхождения: катя и травы эфедры.

Методика экспертного исследования фенилалкиламинов предназначена для количественного определения амфетамина, эфедрина, эфедрона, метамфетамина, 3,4-метилендиоксиамфетамина (МДА), 4-метоксиамфетамина (ПМА).

Методика экспертного исследования лекарственных препаратов, содержащих эфедрин, а также кустарно изготовленных препаратов из эфедрина предназначена для качественного и количественного определения фенилалкиламинов и компонентов смеси (исходных веществ и продуктов синтеза), для установления общности источника происхождения.

Методики исследования наркотических средств и сильнодействующих веществ растительного происхождения предназначены для определения фенилалкиламинов в кате и траве эфедре.

Методики предполагают использование микроколоночного жидкостного хроматографа серии «Милихром», аналитического жидкостного хроматографа фирмы «Хьюлетт-Паккард» модели 1090 М. Для качественного представления хроматограмм, в особенности в режиме многоволнового детектирования, и проведения количественных определений использована программа автоматизации хроматографических анализов «МультиХром» с применением IBM PC-совместимых компьютеров.

СПОСОБЫ НЕЛЕГАЛЬНОГО ИЗГОТОВЛЕНИЯ АМФЕТАМИНОВ

Кустарное изготовление

Как показывает экспертная практика, в России незаконное изготовление амфетаминов в большинстве своем производится в кустарных условиях, хотя в некоторых регионах отмечены случаи синтеза амфетаминов в подпольных лабораториях.

Распространению кустарно изготовленных амфетаминов способствуют простота их синтеза и доступность исходных реагентов, которыми являются йод, красный фосфор, уксусная кислота. После изготовления наркотического средства выделение его в чистом виде, как правило, не производится.

Таким образом, объектами экспернского исследования являются не эфедрин и приготавляемые на его основе препараты – эфедрон, первитин, а кустарно полученная смесь, содержащая эти амфетамины, примеси эфедрина и побочных продуктов синтеза.

Для фармацевтической промышленности эфедрин получают либо химической экстракцией из травы эфедры (*Ephedra*) – это природный эфедрин, либо путем химического синтеза – синтетический эфедрин. На подпольном рынке наркотиков природный эфедрин из-за своего воздействия на организм более предпочтителен, чем синтетический. Эфедрин, экстрагированный из травы эфедры, является *L*-эфедрином. Кроме него в эфедре содержится *d*-псевдоэфедрин. Синтетический же эфедрин является рацематом (*d,l*). В дальнейшем необходимо разделение изомеров, что вызывает затруднения.

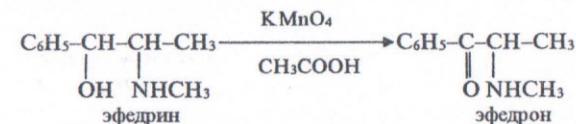
Отечественный фармацевтический эфедрин является *L*-1-фенил-2-метиламинопропанолом гидрохлоридом. Он содержится в таких лекарственных препаратах, как «Солутан», «Бронхолитин», «Теофедрин» и др., а также выпускается в виде чистого препарата и водных растворов [3]. Для нелегального изготовления может также использоваться эфедрин, кустарно выделенный из травы эфедры.

Основное количество эфедрина и псевдоэфедрина, используемых в фармацевтической промышленности за рубежом, вырабатывается синтетическим путем [4].

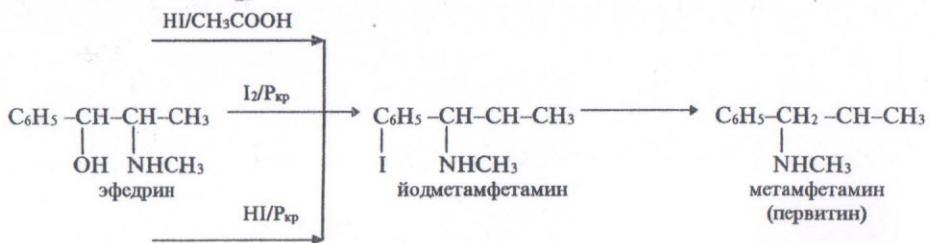
Эфедрон (меткатинон). Для подпольного изготовления эфедрона используют как эфедрин, так и лекарственные препараты на его основе.

Окисление эфедрина до эфедрона проводят перманганатом калия в присутствии уксусной кислоты при нагревании реакционной массы до 50–60 °C [1, 5], а также бихроматом калия в присутствии серной кислоты.

Реакция протекает по следующей схеме:



Первитин (метамфетамины). Кустарное изготовление первитина проводят восстановлением эфедрина, предварительно выделенного из лекарственных препаратов, красным фосфором и йодом (йодистоводородной кислотой). Реакция протекает по следующей схеме:



Существует несколько способов кустарного изготовления метамфетамина. Например, при так называемым «холодном методе» [7,8] реакцию выполняют в обычной стеклянной пробирке. Смешивают примерно в равных количествах эфедрин, красный фосфор, добавляют избыток йода. Пробирку оставляют на 16 ч, затем содержимое растворяют в воде и экстрагируют первитин. В этих условиях реакция протекает полностью и исходного эфедрина не остается.

По другому способу – реакционную смесь помещают в пластиковую пробирку, которая соединена двумя стеклянными трубками с другой пробиркой, содержащей воду. Реакция также протекает полностью.

При этом способе кустарного изготовления в качестве побочных примесей образуются азиды. В случае использования HI вместо I₂ происходит гидролиз азидов с образованием 1-фенил-2-пропанона, из которого в ходе реакции

образуется 1-бензил-3-метилнафталин. В этом случае побочными продуктами реакции являются азиридины, N-метилбензиламин, 1-фенил-2-пропанон, 1-фенил-2-пропанол. Специфическими маркерами восстановления эфедрина до метамфетамина при помощи HI/P_{kr} являются 1,3-диметил-2-фенилнафталин и 1-бензил-3-метилнафталин.

Кроме того, непосредственно в качестве объектов исследования встречаются кат, трава эфедра. Трава эфедра используется в качестве сырья для получения эфедрина. Наркотический эффект от ката получают при жевании свежесрезанного (или высущенного) растения. Эти объекты растительного происхождения в соответствии со Списками Постоянного комитета по контролю наркотиков по состоянию на 1.01.94 г. отнесены к наркотическим средствам (кат) и сильнодействующим веществам (трава эфедра).

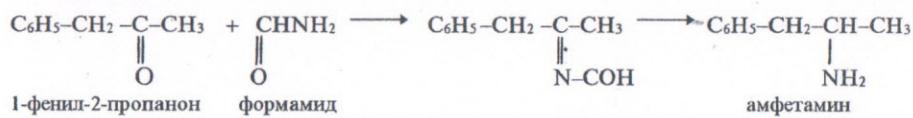
Синтез в подпольных лабораториях

Нелегальное изготовление амфетаминов проводится как в кустарных условиях, так и в подпольных лабораториях. Определяющими признаками подпольной лаборатории являются:

- специальное помещение и оборудование;
- специальные познания (образование) у персонала в области органического синтеза;
- изготовление значительного количества наркотических средств с целью сбыта;
- как правило, высокая химическая чистота приготавляемых наркотических средств;

наложенная система сбыта и служба охраны (безопасности) лаборатории.

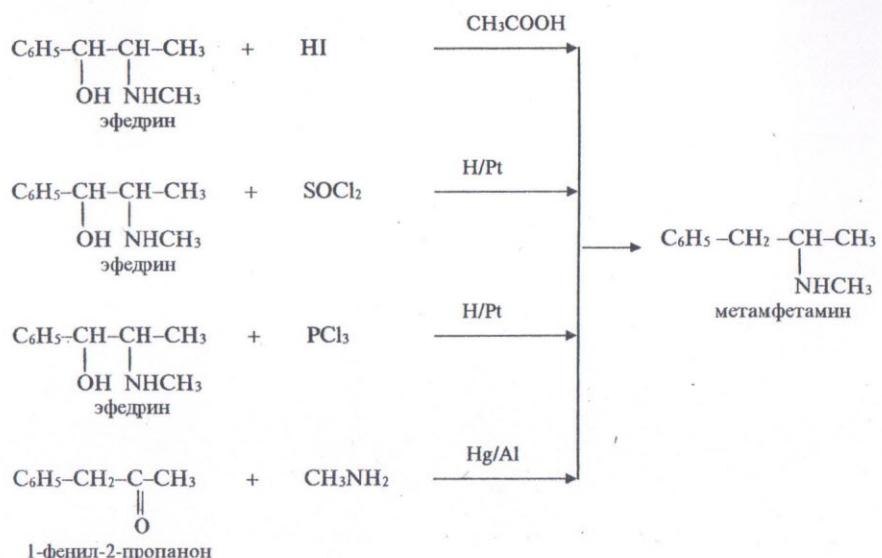
Амфетамин синтезируют в подпольных лабораториях по реакции Лейкарта (Leuckart) [6]. В качестве исходного вещества берется 1-фенил-2-пропанон и формамид. Формамид может быть заменен на формиат аммония. Реакция протекает по следующей схеме:



Метамфетамин может быть приготовлен аналогичным образом с использованием на стадии конденсации метиламина и муравьиной кислоты или N-метилформамида. Реакция Лейкарта хорошо изучена, и в качестве характерных для этого метода примесей были идентифицированы N-формиламфетамин (в случае синтеза амфетамина) или N-формилметамфетамин и 4-метил-5-фенилпиримидин. Они обычно присутствуют в количествах менее 1%. В последнее время в синтезах используется муравьиная кислота, и это приводит к образованию N,N-ди(β-фенилизопропил)амина и N-формил-N,N-ди(β-фенилизопропил)амина в качестве основных примесей к амфетамину и N,N-ди(β-фенилизопропил)метиламина и N-формил-N,N-ди(β-фенилизопропил)метиламина в качестве главных примесей к метамфетамину, синтезируемых по реакции Лейкарта. Эти соединения содержатся в количествах до 3%.

Кроме того, синтез метамфетамина (первитина) проводят:

- восстановлением эфедрина йодистоводородной кислотой в уксусной кислоте;
- из эфедрина с хлористым тионилом и восстановлением водородом на платине;
- из эфедрина с треххлористым фосфором и восстановлением водородом на платине;
- из 1-фенил-2-пропанона с метиламином и восстановлением на алюминиевой амальгаме



1-Фенил-2-пропанон отнесен в соответствии со Списками Постоянного комитета по контролю наркотиков к сильнодействующим веществам.

1-Фенил-2-пропанон получают из:
фенилуксусной и уксусной кислот в присутствии катализатора;
фенилуксусной кислоты, уксусного ангидрида и ацетата натрия;
бензилицианида, металлического натрия и этилацетата через α-фенилацетоацетонитрил.

При синтезе из 1-фенил-2-пропанона в качестве побочных продуктов реакции образуются дibenзилкетон, N,N-диметиламфетамин и ряд других.

Другие методы синтеза амфетамина и метамфетамина не дают столько характерных примесей.

МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ АМФЕТАМИНОВ

Для разделения фенилалкиламинов была выбрана тестовая модельная смесь, содержащая эфедрин, эфедрон, амфетамин, 3,4-метилендиоксиамфетамин (МДА) и 4-метоксиамфетамин (ПМА). Для этого использовали растворы фенилалкиламинов в подвижной фазе с концентрацией 0,1 мг/мл. Хроматографирование модельной смеси проводили на хроматографе фирмы «Хьюлетт-Паккард» (США) при следующих условиях: колонка – Nova Pak C₁₈ (150x3,9 мм); подвижная фаза – 0,2 М раствор фосфорной кислоты – метанол – диэтиламин (90,8:8,0:1,2); расход элюента – 1,5 мл/мин; объем вводимой пробы – 5 мкл; детектирование при 210, 230, 250, 280 нм.

Хроматограмма модельной смеси приведена на рис.1. В таблице приведены основные хроматографические параметры разделения – время удерживания (RT), коэффициент емкости, степень разделения, селективность [7].

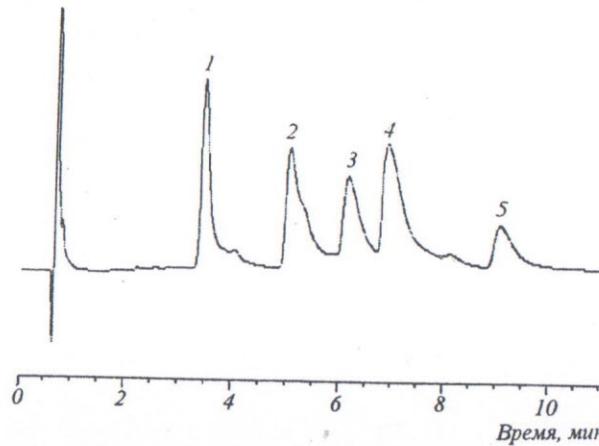


Рис. 1. Хроматограмма модельной смеси амфетаминов, полученная на хроматографе фирмы «Хьюлетт-Паккард» модели 1090 М при 210 нм:
1 – эфедрин + эфедрон; 2 – амфетамин; 3 – метамфетамин; 4 – МДА; 5 – ПМА

Хроматографические параметры разделения модельной смеси фенилалкиламинов

Название фенилалкиламинов	Исправленное время удерживания, мин	Коэффициент емкости	Степень разделения	Селективность
Эфедрин*	2,17	3,37		
Амфетамин	4,34	5,38	4,45	1,60
Метамфетамин	5,14	6,55	1,81	1,21
МДА	6,04	7,88	1,70	1,20
ПМА	8,41	9,57	1,87	1,21

* В данных условиях хроматографирования не удалось достичь разделения эфедрина и эфедрона.

Для проведения полной химической идентификации в этих же хроматографических условиях были сняты УФ-спектры разделенных фенилалкиламинов. Полученные спектры приведены на рис. 2.

Для количественного определения калибруют УФ-детектор. Калибровочные графики построены по следующим концентрациям: эфедрина гидрохлорида – 0,50; 0,25; 0,10; 0,05; 0,01 мг/мл; первитина гидрохлорида – 1,00; 0,50; 0,125; 0,0625; 0,0312 мг/мл; амфетамина сульфата – 0,40; 0,20; 0,08; 0,04 мг/мл. По полученным графикам были определены динамический диапазон концентраций и пределы обнаружения фенилалкиламинов. Предел обнаружения анализируемого вещества устанавливается по величине такого количества вещества, которое вызывает сигнал, превышающий в 5 раз уровень флуктуационных шумов.

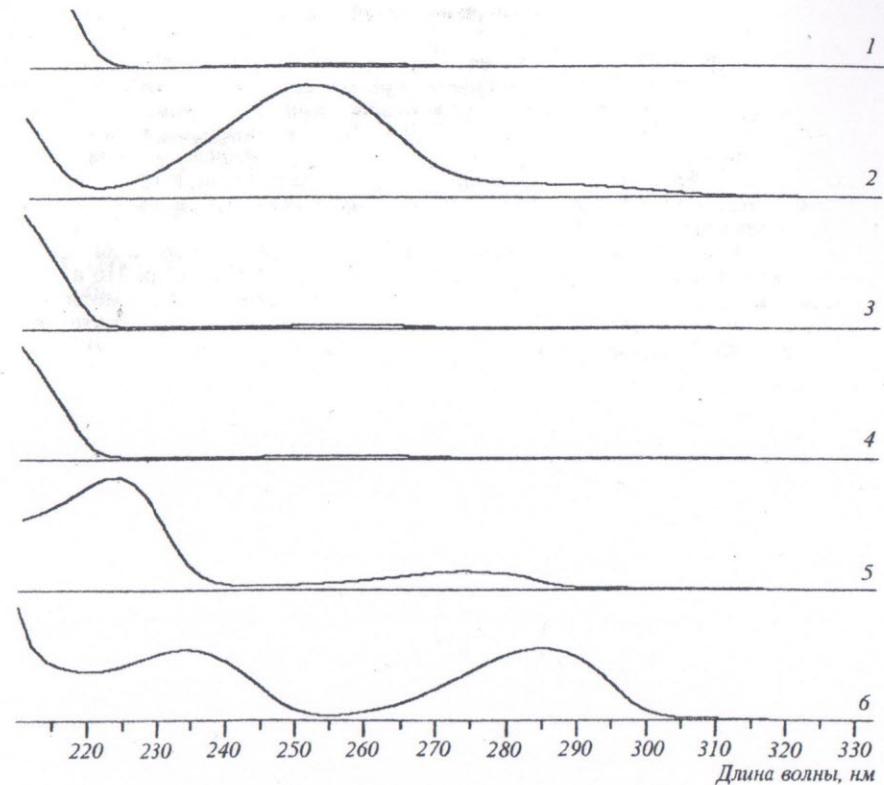


Рис. 2. УФ-спектры амфетаминов, снятые во время хроматографического анализа:
1 – эфедрин; 2 – эфедрон; 3 – амфетамин; 4 – метамфетамин; 5 – МДА; 6 – ПМА

Определение пределов обнаружения проводили на жидкостном микроколонном хроматографе «Милихром-4» при следующих условиях: колонка – КАХ 4; подвижная фаза – 0,2 М раствор фосфорной кислоты – диэтиламин – метанол (75:1:20); УФ-детектор – 210, 250, 280 нм; скорость потока – 100 мкл/мин; объем вводимой пробы – 4 мкл.

Значение пределов обнаружения (G_{min} , мг) рассчитывается по формуле:

$$G_{min} = \frac{h_{min} \cdot C \cdot q \cdot M}{h_i \cdot M_i},$$

где C – концентрация анализируемого вещества, мг/мл; q – объем вводимой пробы, мл; h_{min} – минимальная высота пика¹ анализируемого вещества, мм; h_i – высота пика анализируемого вещества на шкале чувствительности M_i , мм; M – масштаб чувствительности при определении уровня флуктуационных шумов.

Пределы обнаружения исследованных амфетаминов: эфедрина гидрохлорида – 10^{-7} , эфедрона гидрохлорида – 10^{-7} , амфетамина сульфата – 10^{-7} , первитина гидрохлорида – $6 \cdot 10^{-8}$ г.

¹ За минимальную высоту пика принят сигнал, превышающий в 5 раз уровень флуктуационных шумов ($h_{min} = 2 \text{ мм} \times 5 = 10 \text{ мм}$).

Селективный анализ эфедрона

Используя значительное различие в коэффициентах молярного поглощения эфедрона и других соединений этой группы при 250 нм, можно провести селективный анализ эфедрона в смеси с другими компонентами этой группы – эфедрином, амфетамином, метамфетамином, ПМА, МДА. Анализ проводили путем детектирования при двух длинах волн: 250 нм для селективно определяемого эфедрона и 210 нм для регистрации всех определяемых фенилалкиламинов с последующим сопоставлением полученных хроматограмм для количественного определения эфедрона в пробах.

На рис.1, 3 приведены хроматограммы модельной смеси, содержащей эфедрин, эфедрон, амфетамин, метамфетамин, ПМА, МДА, при длинах волн 210 и 250 нм. Как видно из приведенных данных, при длине волны 250 нм имеет место селективное поглощение эфедрона и практически полное отсутствие чувствительности к другим компонентам смеси, что позволяет проводить их определение.

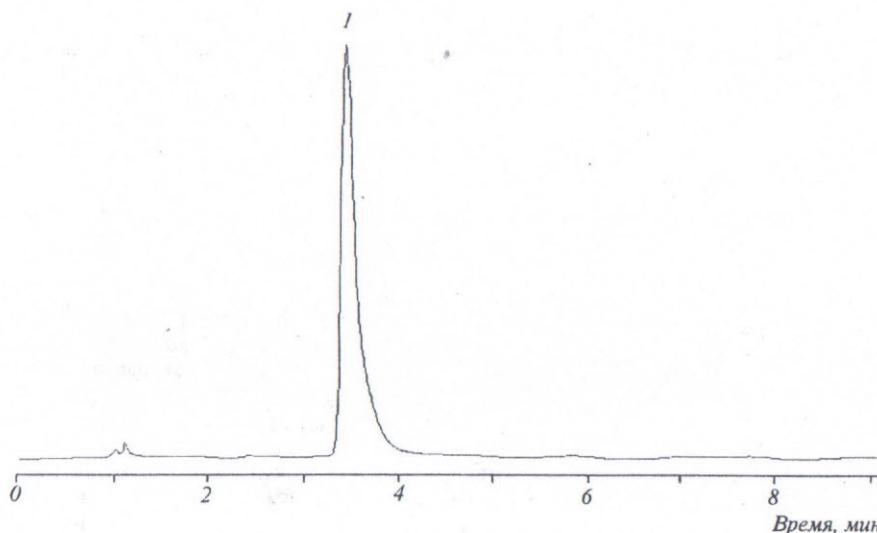


Рис. 3. Хроматограмма модельной смеси амфетаминов (250 нм):

1 – эфедрон

МЕТОДИКИ ЭКСПЕРТНОГО ИССЛЕДОВАНИЯ АМФЕТАМИНОВ

Основной задачей при выполнении рассматриваемого вида экспертиз является установление присутствия и проведение количественной оценки амфетаминов в представленных на исследование объектах. Методики исследования амфетаминов методом тонкослойной хроматографии и капельных реакций изложены в работе [1].

При исследовании жидкостей, предположительно содержащих амфетамины, отбирают аликвоты, фильтруют и анализируют их. Дисперсии, мази и твердые вещества, подвергаемые исследованию, нагревают примерно в равных количествах в водно-спиртовом растворе до кипения, интенсивно перемешивают и после охлаждения экстракты анализируют на жидкостном хроматографе.

Эфедрин. Определение эфедрина в лекарственных препаратах включает растворение объекта в подвижной фазе, фильтрование и последующий анализ на жидкостном хроматографе. Исследовались следующие лекарственные препараты, содержащие эфедрин: «Бронхолитин», «Теофедрин», «Солутан», «CoAdvil». Хроматограммы некоторых из перечисленных лекарственных форм приведены на рис. 4 – 6. Исследование других лекарственных форм на основе эфедрина: его растворов, таблеток Дэфедрина (d-изомер) и ряда др. – не представляет особых трудностей, так как в их состав входит практически один эфедрин. Проводили химическую идентификацию компонентов смеси, элюирующихся из колонки. Ряд компонентов, входящих в состав этих препаратов, приготовлен на природном сырье и представляет собой с химической точки зрения макромолекулы, которые необратимо сорбируются и не элюируются из колонки. Идентификацию проводили по временам удерживания и по УФ-спектрам стандартов. Полная расшифровка компонентного состава лекарственных форм, содержащих эфедрин, обусловлена необходимостью получения профиля концентраций для установления способа синтеза амфетаминов, общности источника происхождения в случае выполнения сравнительных исследований.

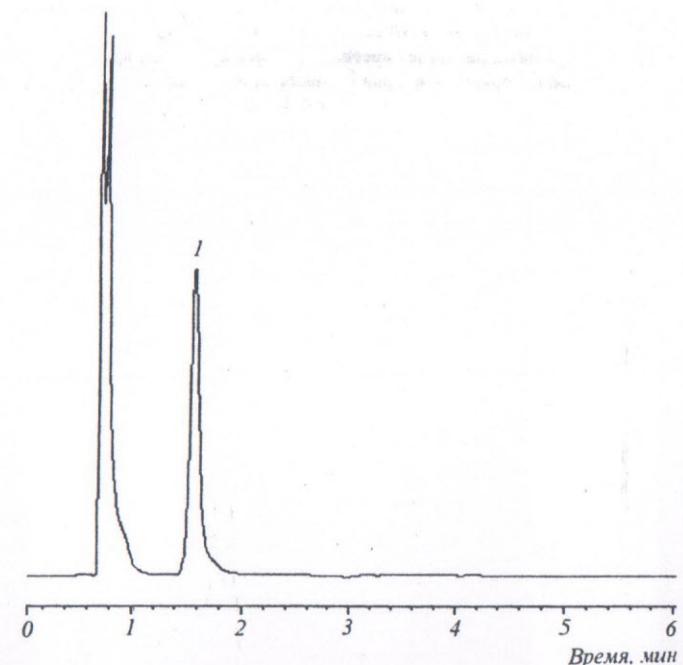


Рис. 4. Хроматограмма лекарственного препарата «Солутан» (210 нм):

1 – эфедрин

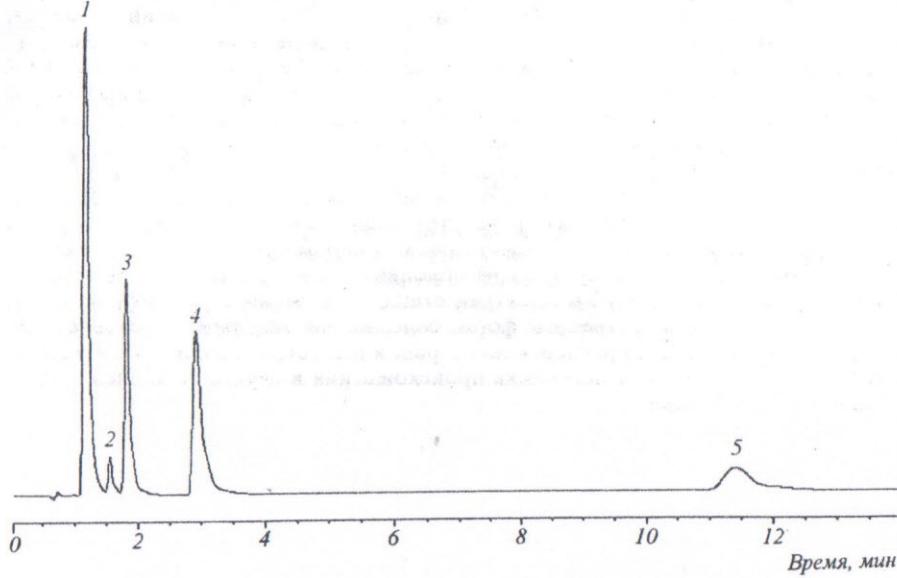


Рис. 5. Хроматограмма лекарственного препарата «Теофедрин» (210 нм):
1 – аминопирин; 2 – эфедрин; 3 – теобромин; 4 – кофеин; 5 – фенацетин

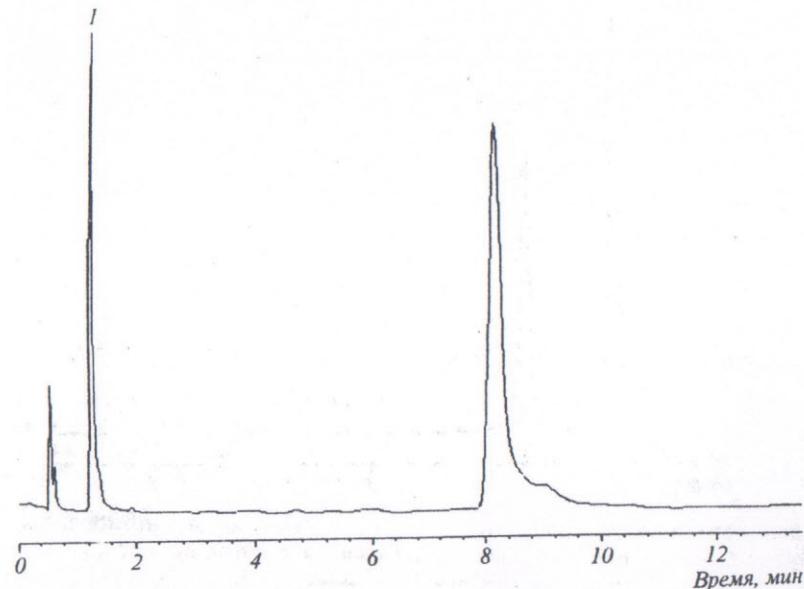


Рис. 6. Хроматограмма лекарственного препарата «Бронхолитин» (210 нм):
1 – эфедрин

Метамфетамин (первитин). Метамфетамин является одним из распространенных кустарно изготовленных наркотических средств.

В качестве исходных веществ в случае кустарного изготовления метамфетамина используются лекарственные препараты, содержащие в своем составе эфедрин: «Солутан», «Бронхолитин», «Теофедрин» и другие, а также эфедрин и растворы на его основе.

На основе имеющихся оперативных материалов были воспроизведены способы кустарного изготовления первитина из различных лекарственных форм: «Солутана», «Бронхолитина», «Теофедрина».

Во всех случаях предварительно выделяют эфедрин из лекарственной формы. С этой целью проводят упаривание (выжигание спиртсодержащих жидкостей) жидких лекарственных форм и после подщелачивания – экстракцию эфиром или другим подходящим органическим растворителем. Экстракт упаривают и переэкстрагируют подкисленной водой. Выделенный таким образом эфедрин используют для синтеза метамфетамина. В качестве реагентов для кустарного синтеза используют красный фосфор, йод, йодистоводородную кислоту. Хроматограммы полученных реакционных смесей, а также экспертного образца, содержащих амфетамины, приведены на рис. 7 – 10. В качестве сравнения использовали хроматограммы исходных лекарственных форм (см. рис. 4 – 6). Химическую идентификацию компонентов смеси проводили по временем удерживания и УФ-спектрам свободных образцов.

Условия хроматографического анализа образцов кустарно изготовленного метамфетамина и исходных лекарственных форм: колонка – KAX 4; подвижная фаза – 0,2 М раствор фосфорной кислоты – диэтиламин – метанол (75:1:20); УФ-детектор – 210, 250, 280 нм; скорость потока – 100 мкл/мин; объем вводимой пробы – 4 мкл. Для проведения спектральной обработки получаемых хроматограмм (проверка на чистоту и гомогенность пиков, съемка УФ-спектров разделенных компонентов) анализировали эти же образцы на жидкостном хроматографе фирмы «Хьюлетт-Паккард» модели 1090 М с диодно-матричным детектором на колонке Nova Pak C₁₈ (150x3,9 мм) в такой же подвижной фазе со скоростью потока 1,5 мл/мин.

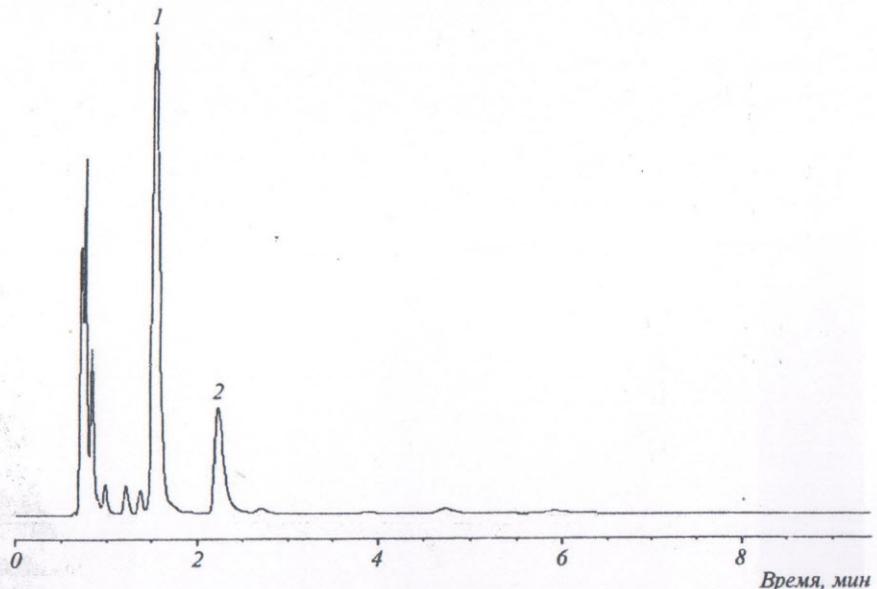


Рис. 7. Хроматограмма препарата, кустарно изготовленного из «Солутана» (210 нм):
1 – эфедрин; 2 – метамфетамин

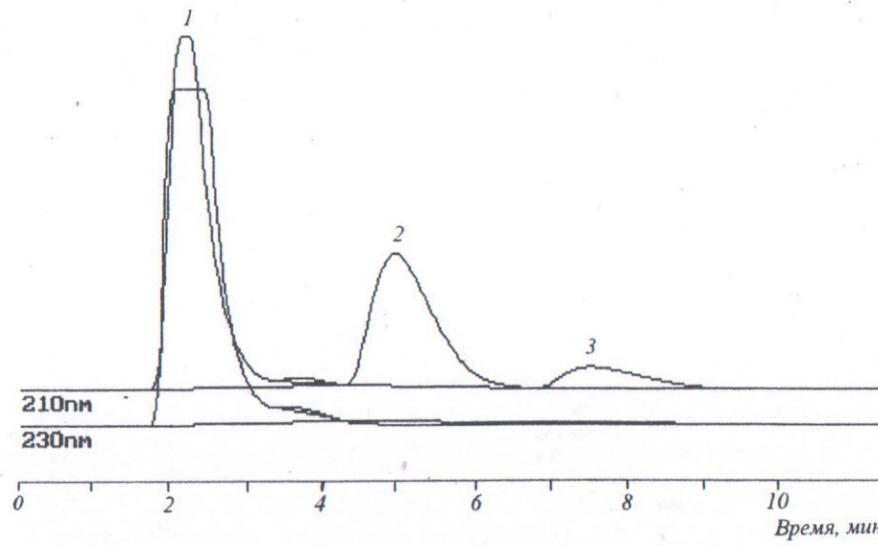


Рис. 8. Хроматограмма препарата, кустарно изготовленного из «Солутана», полученная на хроматографе «Милхром-4»:
1 – компоненты исходного лекарственного препарата; 2 – эфедрин; 3 – метамфетамин

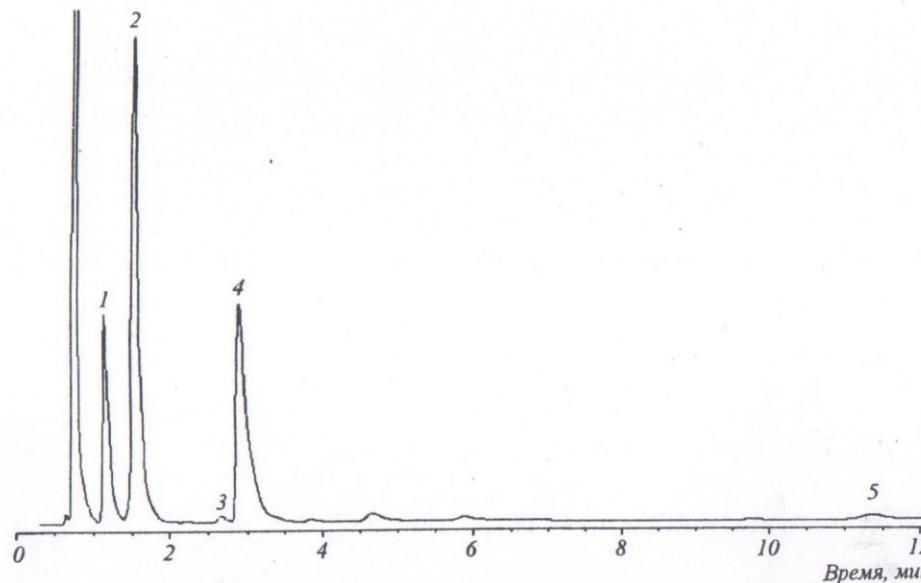


Рис. 9. Хроматограмма препарата, кустарно изготовленного из «Теофедрина» (210 нм):
1 – амидопирин; 2 – эфедрин; 3 – метамфетамин; 4 – кофеин; 5 – фенацетин

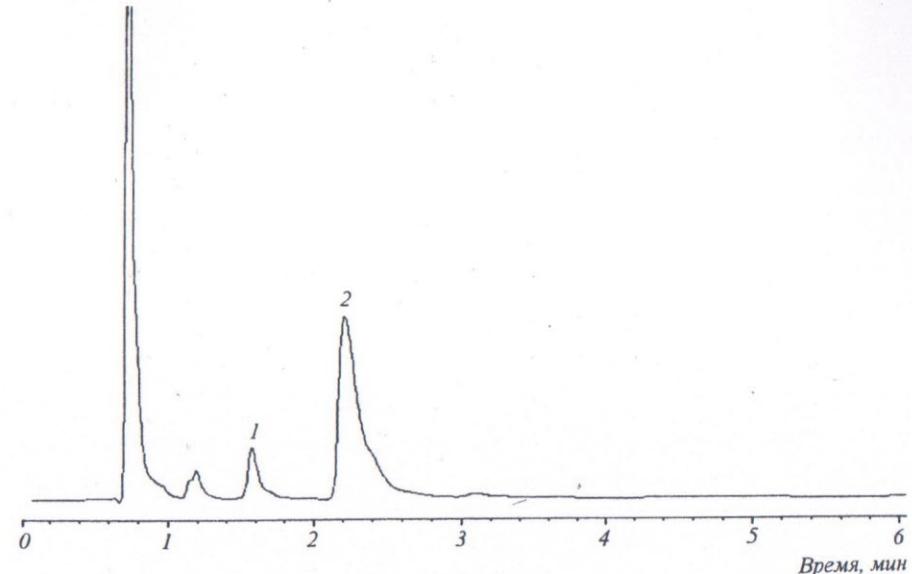


Рис. 10. Хроматограмма кустарно приготовленного препарата метамфстамина.
Экспертный образец (210 нм):
1 – эфедрин; 2 – метамфетамин

На хроматограмме смеси (см. рис. 7), полученной при воспроизведении кустарно изготовленного метамфетамина из «Солутана», присутствует помимо эфедрина ($RT = 1,53$ мин) и метамфетамина ($RT = 2,23$ мин) новокаин ($RT = 0,97$ мин), который входит в состав этого препарата. Этот образец исследовали методом газовой хроматографии с масс-селективным детектором (рис. 11). На полученной хроматограмме были также идентифицированы пики 1,2-диметил-3-фенилазидинолов ($RT = 7,15; 8,04$ мин) и 3,4-диметил-5-фенил-2-оксазолидинона ($RT = 12,58$ мин), которые являются побочными продуктами синтеза метамфетамина.

На хроматограмме смеси (см. рис. 9), полученной при воспроизведении кустарно изготовленного метамфетамина из «Теофедрина», были идентифицированы амидопирин ($RT = 1,13$ мин), кофеин ($RT = 2,90$ мин), фенацетин ($RT = 11,36$ мин). Полученные результаты были подтверждены исследованиями методом газовой хроматографии с масс-селективным детектированием.

Эфедрон. Наряду с метамфетамином он является одним из распространенных кустарно изготавляемых наркотических средств.

В качестве исходных веществ в случае кустарного изготовления эфедрона используются те же лекарственные препараты, что и в случае изготовления метамфетамина: «Солутан», «Бронхолитин», «Теофедрин», эфедрин и растворы на его основе. Из реагентов для кустарного синтеза используют перманганат калия, бихромат калия, уксусную и серную кислоты.

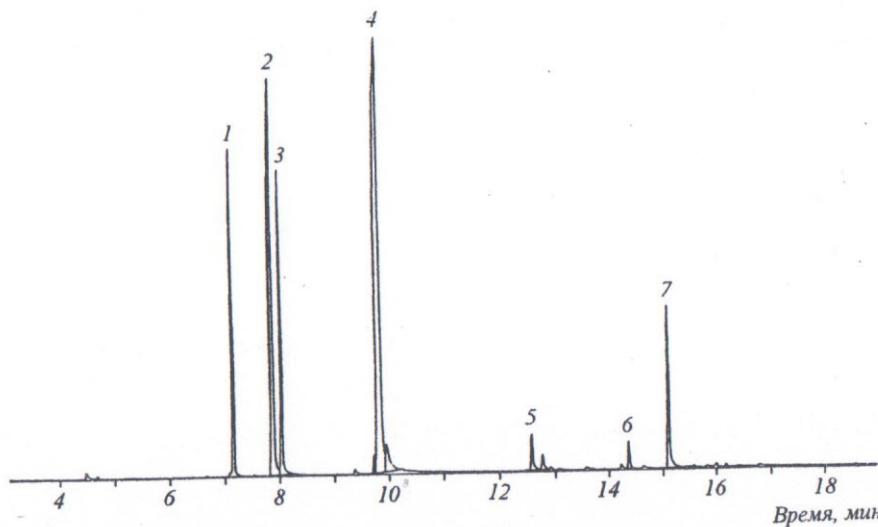


Рис. 11. Хроматограмма препарата, кустарно изготовленного из «Солутана», полученная методом газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием по полному ионному току: 1 – 1,2-диметил-3-фенилазидин; 2 – первитин; 3 – 1,2-диметил-3-фенилазидин; 4 – эфедрин; 5 – 3,4-диметил-5-фенил-2-оксазолидинон; 6 – аминофеназон; 7 – новокайн

Были воспроизведены условия кустарного изготовления эфедрона. Полученные реакционные смеси анализировали методом жидкостной хроматографии (рис. 12, 13).

Выделение для последующих исследований эфедрона основания требует осторожности в обращении ввиду возможной димеризации, которая легко протекает в обычных условиях. В кислородсодержащих растворителях (например, спиртах) также протекают рацематизация и димеризация.

Эфедрон основание чувствительно к действию сильных оснований. Экстракцию из водных растворов лучше проводить, подщелачивая насыщенным раствором карбоната натрия (рН 11), нежели насыщенным раствором бикарбоната натрия (рН 8,5), что приводит к выделению CO_2 , затрудняющему экстракцию. Устойчив же он в виде солей сильных кислот – гидрохлоридов, сульфатов.

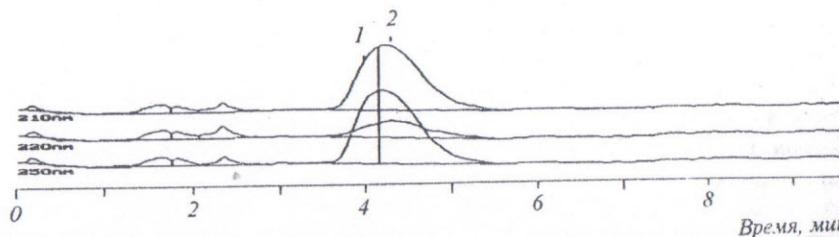


Рис. 12. Хроматограмма кустарно изготовленного препарата эфедрона (210 нм).
Экспертный образец:
1 – эфедрин; 2 – эфедрон

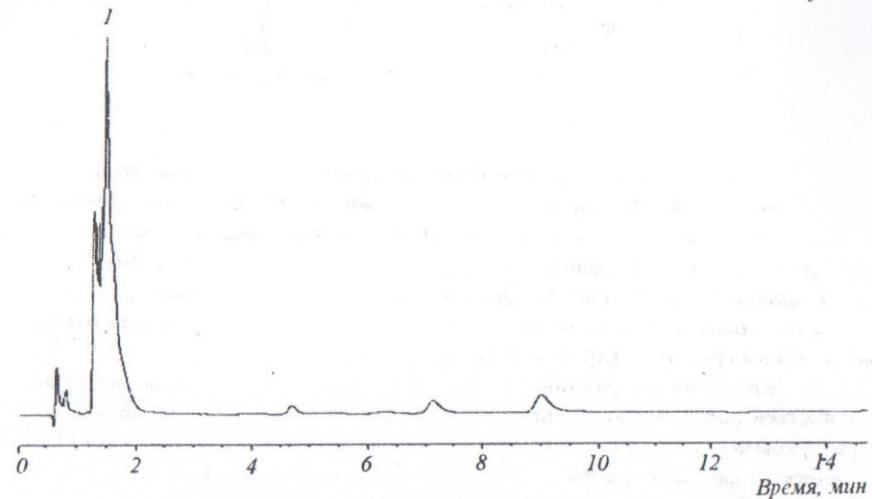


Рис. 13. Хроматограмма кустарно изготовленного препарата эфедрона (210 нм):
1 – эфедрон

Для экстракции эфедрона используют хлороформ и дихлорметан, в подпольных лабораториях применяют толуол. Встряхивание в делительной воронке подщелоченных водных растворов с одним из перечисленных растворителей переводит эфедрон в виде свободного основания в органический слой. Для дальнейших операций необходимо использовать сухой растворитель (осушка над безводным сульфатом натрия). Для получения соли эфедрона добавляют смесь изопропанола (этанола) – соляной кислоты (4:1) и упаривают растворитель на водяной бане или в вакууме. Для получения чистого вещества проводят перекристаллизацию из изопропанола [5].

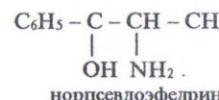
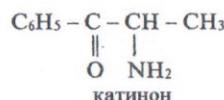
Условия хроматографического анализа образцов кустарно изготовленного эфедрона и исходных лекарственных форм те же, что и в случае исследования метамфетамина.

Таким образом, полученные данные свидетельствуют о том, что в составе кустарно изготовленного наркотического средства (эфедрона, первитина) остаются компоненты исходного лекарственного препарата.

Трава эфедра. В ряде случаев исходным для нелегального изготовления первитина, эфедрона используется эфедрин, выделенный из травы эфедры (кустарно). Для моделирования этого синтеза были проведены щелочная и кислотная экстракции эфедрина из эфедры. Анализ экстрактов проводили в описанных выше условиях хроматографического анализа. Как показывают полученные результаты, происходит селективное извлечение эфедрина из травы и на хроматограммах присутствует лишь пик эфедрина. Экстракции других растительных компонентов практически не происходит. Поэтому установление источника происхождения эфедрина в случае получения из травы эфедры затруднено.

Кат. В последнее время в экспертной практике появилось новое наркотическое средство растительного происхождения, содержащее амфетамины, – кат (абиссинский чай).

Кат (*Catha edulis*) произрастает в Кении, Мадагаскаре, Республике Йемен и др. В его составе имеются норпсевдоэфедрин, катинон [$(-)$ - α -аминопропиофенон]. Последнее вещество является основным фенилалкиламином свежего ката. Фармакологические исследования показали, что это соединение отвечает за характеристическое стимулирующее действие [10]:



Были также выделены и охарактеризованы некоторые его продукты «разложения» или превращения, такие как норефедрин, 3,6-диметил-2,5-дифенилпиразин и 1-фенил-1,2-пропандион. Исследованиями доказано отсутствие эфедрина и псевдоэфедрина, что несколько противоречит ранним исследованиям, в которых предполагалось, что эфедрин является одним из компонентов фенилалкиламинного типа ката. Кат в соответствии со Списками Постоянного комитета по контролю наркотиков отнесен к наркотическим средствам (протокол № 26).

Для исследования экстракцию ката проводили по следующей схеме. Около 200 мг сухих листьев растения экстрагировали 5 мл 0,1 М раствора соляной кислоты в ультразвуковой бане в течение 15 мин. Водный экстракт промывали 3 мл CH_2Cl_2 , органическую фракцию отбрасывали. Добавляли насыщенный раствор NaHCO_3 до pH 7 – 8 и быстро экстрагировали CH_2Cl_2 . Органическую фазу упаривали досуха, остаток, содержащий алкалоиды, растворяли в 100 мкл CH_2Cl_2 . Полученный экстракт необходимо хранить в морозильнике.

Хроматографирование полученного экстракта проводили на хроматографе фирмы «Хьюлетт-Паккард» при следующих условиях: колонка - Nova Pak C₁₈ (150x3,9 мм); подвижная фаза – фосфатный буфер – ацетонитрил (80:20); скорость потока элюента – 1,5 мл/мин; объем вводимой пробы – 5 мкл. Хроматограмма экстракта приведена на рис. 14. Идентификацию катиона проводили по его УФ-спектру (рис. 15) [11]. Времена удерживания в этих условиях анализа – 7,87 мин (катион) и 1,70 мин (катин).

При анализе экстракта на хроматографе «Милихром-4» в этих же условиях время удерживания катиона составило 2,93 мин (рис. 16).

Как было показано в этой работе, возможно проводить качественную и количественную оценку получаемых результатов по данным высокоэффективной жидкостной хроматографии. Эта оценка включает не только определение самих амфетаминов, но и примесных компонентов, содержащихся в исследуемых объектах. По наличию побочных и примесных компонентов, т.е. по профилю концентраций, можно определять способ синтеза наркотических средств, устанавливать общность источника происхождения. Как было показано, в случае кустарного изготовления наркотических средств в конечном продукте остаются компоненты исходных лекарственных форм, из которых проводилось изготовление. Сравнительные исследования включают проведение как полной химической идентификации разделенных компонентов, так и идентификации по методу «отпечатков пальцев». При установлении общности источника происхождения необходимо учитывать результаты, полученные другими методами: газовой хроматографии с масс-селективным детектированием, капельными реакциями и др. Совокупность только всех этих данных позволит решать вопрос об общности источника происхождения объектов и их однородности.

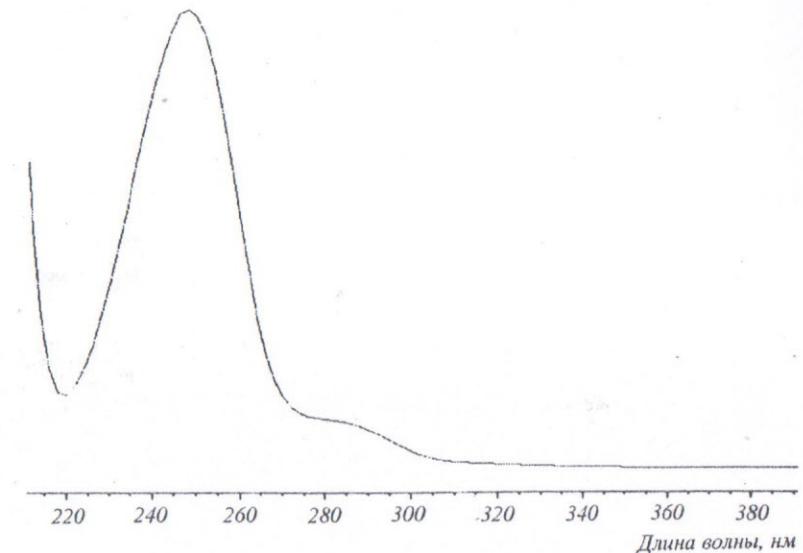


Рис. 14. Хроматограмма экстракта ката (210 нм), полученная на хроматографе фирмы «Хьюлетт-Паккард» модели 1090 М:
1 – катин; 2 – катион

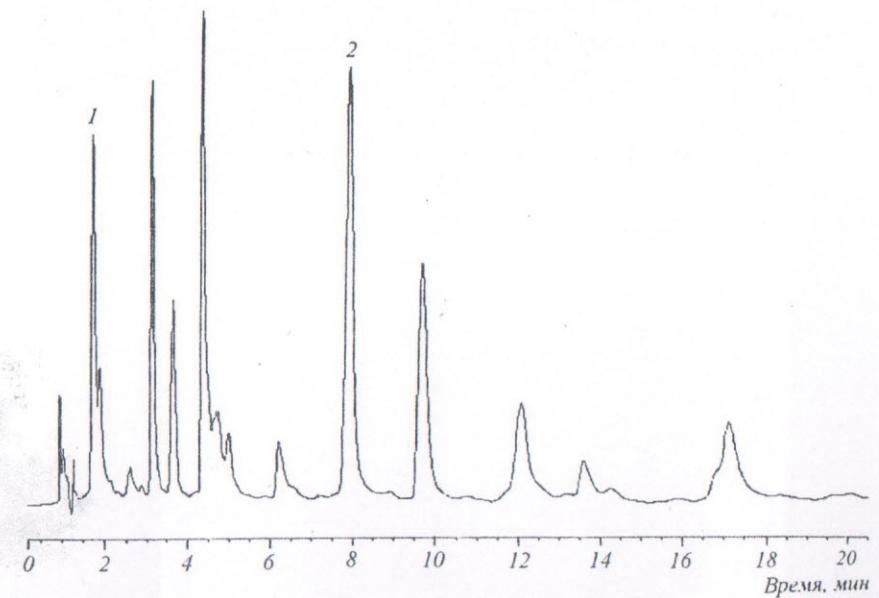


Рис. 15. УФ-спектр катиона

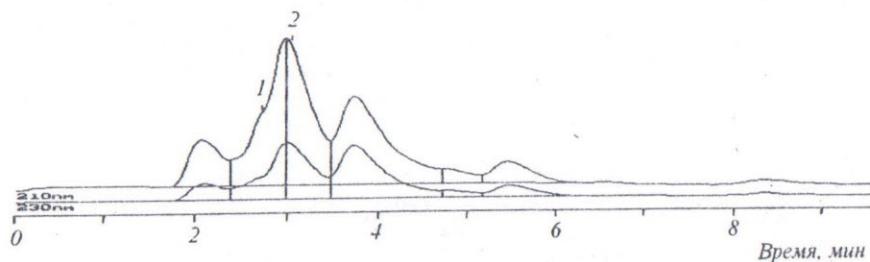


Рис. 16. Хроматограмма экстракта ката (210 нм), полученная на хроматографе «Милихром-4»:
1 – катин; 2 – катинон

Приведенные методики исследования фенилалкиламинов, кустарно приготовленных препаратов на их основе дополняют уже имеющиеся и позволяют более полно проводить экспертные исследования.

ЛИТЕРАТУРА

1. Савенко В.Г., Семкин Е.П., Сорокин В.И., Казанков С.П. Экспертное исследование наркотических средств, получаемых из эфедрина /Под ред. Ю.М. Воронкова. – М., 1989.
2. Еремин С.К., Изотов Б.Н., Веселовская Н.В. Анализ наркотических средств/ Под ред. проф. Б.Н. Изотова. – М., 1993.
3. Машковский М.Д. Лекарственные средства. – М., 1993.
4. Largent D.R. Chinese Ephedrine //J. of the Clandestine Laboratory Investigating Chemists Association. 1992. V. 2, № 1. – P.11 – 12.
5. Родникова Л.Г., Чалков Г.И. Экспертное исследование эфедрона. Применение новейших инструментальных методов в судебной экспертизе//Экспертная техника. – М., 1988. № 106. – С.41–48.
6. Методические рекомендации по анализу наркотических веществ ООН.– Нью-Йорк, 1986.
7. New «cold method» methamphetamine labs// Microgram. 1992. V. XXV, № 12. – P. 306 – 307.
8. Bentley S.T. A Validation study of the «cold method» //J. of the Clandestine Laboratory Investigating Chemists Association. 1993. V. 3, № 1. – P. 12 – 13.
9. Пецов Н., Коцев Н. Справочник по газовой хроматографии. –М., 1987.
10. Szendrei K./I. The chemistry of khat Bulletin on Narcotics. 1980. V. XXXII, № 3. –P. 5 – 33.
11. Del Cason T.A./I. The identification of cathinone and methcathinone. Microgram. 1992. V. XXV, № 12. –P. 313 – 329.

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	3
ОБЪЕКТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ	4
СПОСОБЫ НЕЛЕГАЛЬНОГО ИЗГОТОВЛЕНИЯ АМФЕТАМИНОВ	4
Кустарное изготовление	4
Синтез в подпольных лабораториях	6
МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ АМФЕТАМИНОВ	7
Селективный анализ эфедрона.....	10
МЕТОДИКИ ЭКСПЕРТНОГО ИССЛЕДОВАНИЯ АМФЕТАМИНОВ	10
ЛИТЕРАТУРА.....	21

Андрей Владимирович Камаев

Михаил Анатольевич Дроздов

Андрей Юрьевич Шухин

ЭКСПЕРТНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ АМФЕТАМИНОВ МЕТОДОМ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Методические рекомендации

Редактор Е. И. Хоботова

Технический редактор М. Ю. Епифанова

Корректор В. Н. Горюнова

Подписано в печать 28.12.95

Печать офсетная

Тираж 150

Печ. л. 1,5

Заказ 0/

Формат 60x90 1/16

Уч.-изд. л. 1,2

Цена - 450 ₽

Щербинская типография, г. Москва

ВНИМАНИЕ!

В Экспертно-криминалистическом центре МВД России функционирует Электронная Доска Объявлений (BBS) **POLICE**.

Информация поступает из всех отделов ЭКЦ МВД России. Вы можете получить доступ к последним методическим разработкам, нормативным актам, научным отчетам, информационным и практическим материалам, необходимым в экспертной практике.

Подключение к BBS производится по коммутируемым телефонным каналам связи.

Для получения доступа к служебным материалам необходимо пройти специфическую регистрацию.

Необходимое оборудование:

компьютер, модем и любая телекоммуникационная программа (Telemate, Telix, MTE, Terminal из NC 5.0 и т.п.)

Телефоны BBS **POLICE**:
(095) 192-8411, (097) 25-866 (Искра-2)

Время работы BBS **POLICE**:
С 19.00 до 8.00 в рабочие дни,
в выходные (суббота, воскресенье) и праздничные – круглосуточно.

На обеих линиях установлены модемы USRobotics Courier Dual Standart V.34+,
максимальная скорость соединения 33600 bps.

BBS **POLICE** находится по адресу:
123060, Москва, ул. Расплетина, д.26, ЭКЦ МВД России,
III отдел, группа автоматизации (комната 101).
Контактный телефон (095)192-8411 с 9.00 до 18.00

Системный оператор BBS **POLICE** - эксперт Трояновский А.С.

ЗАМЕЧЕННЫЕ ОПЕЧАТКИ

Стр.	Напечатано	Следует читать
12	аминопирин	амидолирин
19	Рис. 14. Хроматограмма экстракта ката (210 нм), полученная на хроматографе фирмы «Хьюлетт-Паккард» модели 1090 М: 1 – катин; 2 – катинон	Рис. 15. УФ-спектр катиона
19	Рис. 15. УФ-спектр катиона	Рис. 14. Хроматограмма экстракта ката (210 нм), полученная на хроматографе фирмы «Хьюлетт-Паккард» модели 1090 М: 1 – катин; 2 – катинон