Analiza składu pierwiastkowego tabletek ekstazy

W związku z coraz większą popularnością występowania narkotyków z grupy „ekstazy" (m.in. MDA, MDMA, MDEA) w postaci tabletek stało się konieczne opracowanie nowych metod badawczych, pozwalających na dodatkowe różnicowanie tego narkotyku w obrębie jednej grupy lub tworzenie nowych grup.

Obecnie w pracowni Atomowej Spektrometrii Emisyjnej Wydziału Chemii CLK KGP prowadzone są badania składu pierwiastkowego ziela konopi („Problemy Kryminalistyki" 240/03) oraz rozpoczęto badania składu pierwiastkowego tabletek ekstazy, na podstawie którego można różnicować tabletki zaszeregowane do jednej grupy pod względem obecności tej samej substancji aktywnej i głównych domieszek.

O analizie poszczególnych metod syntezy amfetaminy oraz jej pochodnych – MDA, MDMA, MDEA, jak również BMK pod kątem pierwiastków, których można się spodziewać w produktach końcowych pisano w „Problemach Kryminalistyki" numer 229 [1].

Z podsumowania poszczególnych syntez amfetaminy i jej pochodnych wynika, iż można wytypować charakterystyczne pierwiastki dla różnych metod:

a) Leuckarta będą to: Cl, S, Na lub Mg, Na lub K,
b) nitrostyrenowej będą to: Al, Li, Hg, Na, Cl, S, Mg lub K, Ni lub Pd/Pt, Cu, Hg,
c) redukcyjnego aminowania będą to: Al, Cl, Cu, S, Na lub Mg, Na lub K,
d) opartej na safrolu będą to: Br, Cl, S, Na lub Mg, Na lub K,

Pierwiastki te pochodzą z reagentów, rozpuszczalników i katalizatorów. W procesie syntezy i oczyszczania używane są kwasy (siarkowy, solny), wodorotlenki (sodowy, potasowy), katalizatory w postaci związków platyny, palladu czy niklu.

Należy zwrócić uwagę na fakt, że metody syntezy są ciągle udoskonalane przez producentów, przez co zmienia się również profil pierwiastkowy otrzymanego produktu.

Często stosowaną metodą syntezy MDMA jest redukcyjne aminowanie przeprowadzane na trzy możliwe sposoby:

1) metodą zimną („cold method") – pierwiastek charakterystyczny dla tej metody to przede wszystkim B z $NaBH_4$,
2) z użyciem dwutlenku platyny, jako katalizatora – platyna traci znaczenie, jako pierwiastek charakterystyczny tylko dla metody nitrostyrenowej,
3) z użyciem folii aluminiowej i chlorku rtęci – rtęć traci znaczenie, jako pierwiastek charakterystyczny tylko dla metody nitrostyrenowej.

Równocześnie obok tych pierwiastków występują takie, jak: Cl, S, Al, Na, K.

Rozwój nowych metod powoduje więc, że coraz trudniejsza staje się identyfikacja metody na podstawie składu pierwiastkowego, ponieważ niektóre charakterystyczne pierwiastki występują już w więcej niż w jednej metodzie (Pt, Hg).

Powyższy skład pierwiastkowy występujący w substancjach psychotropowych obecnych w tabletkach ekstazy wzbogacany jest o pierwiastki pochodzące z procesu tabletkowania, wraz z substancjami pomocniczymi (pierwiastki główne lub śladowe zanieczyszczenia), jak również ze stosowanych urządzeń mechanicznych, takich jak młynki czy tabletkarki.

Proces produkcji tabletek

Przygotowanie substancji do tabletkowania [2] polega na rozdrobnieniu, wysuszeniu, zmieszaniu z odpowiednimi środkami pomocniczymi oraz najczęściej na granulacji. Wytworzenie granulatu z substancji w postaci proszku zwiększa jej zdolność do formowania tabletki. Proces tabletkowania przedstawiony jest na ryc. 1.

W produkcji tabletek (także odurzających) oprócz substancji aktywnej stosowane są materiały, tzw. surowce farmaceutyczne, których dobór zależy od zaprojektowanych właściwości fizycznych gotowych tabletki, np. szybkości rozpuszczania i wchłaniania substancji aktywnej.

Substancje farmaceutyczne można podzielić na kilka grup, przy czym wiele z nich może spełniać równocześnie kilka funkcji [3, 4]:

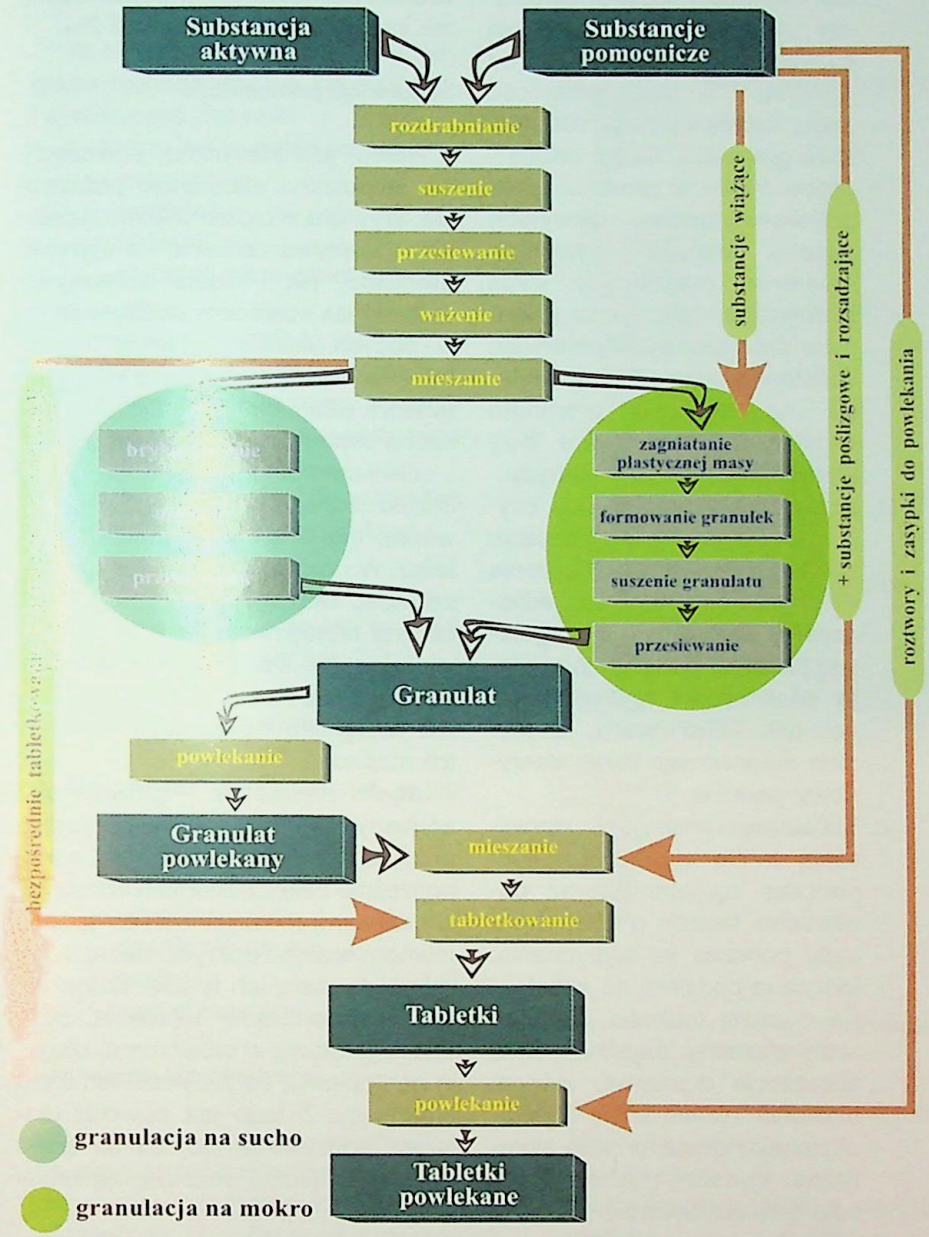
Substancje wypełniające i absorbujące

Mają za zadanie uzupełnienie masy tabletek oraz zapobiegają wilgotnieniu substancji higroskopijnych. W tym celu stosowana jest laktoza, skrobia ziemniaczana, pszeniczna, ryżowa i kukurydziana, sacharoza, glukoza, mannitol oraz mikrokrystaliczna celuloza.

Ponieważ stanowią one znaczną część tabletki, to stopień ich czystości może znacząco wpłynąć na końcowy skład pierwiastkowy, który ulega wzmocnieniu lub osłabieniu, a także zmianie jakościowej.

Substancje wiążące (zwilżające, lepiszcza)

Łączą one cząstki w większe agregaty. Dzięki ich obecności sporządzony granulat charakteryzuje się odpowiednią spoistością. Tabletki tworzone z takich granulatów charakteryzują się lepszą wytrzymałością mechaniczną. Stosuje się:



Ryc. 1. Schemat procesu wytwarzania tabletek i tabletek powlekanych
Fig. 1. *Flow chart of tablets and coated tablets production*

a) rozpuszczalniki – woda, etanol, aceton, chloroform, izopropanol,
b) substancje zlepiające – żelatyna, kleiki ze skrobi, roztwór sacharozy, glukozy.

Z tych substancji jedynie chlor z chloroformu może znacząco zwiększyć stężenie tego pierwiastka w tabletce. Pozostałe substancje mogą nieznacznie wpłynąć na końcowy skład pierwiastkowy tabletki.

Substancje rozsadzające

Powodują one możliwie najszybszy rozpad tabletek, granulatu na drobne cząstki z chwilą zetknięcia się z wodą lub płynami ustrojowymi. Wśród nich wyróżniamy skrobię, celulozę i jej pochodne, pektyny oraz substancje nieorganiczne (glinokrzemiany – kaolinity, bentonity).

Substancje utrzymujące wilgoć

Są to higroskopijne substancje, które dodane w odpowiednim stężeniu zapobiegają całkowitemu wyparowaniu wilgoci z granulatu, tabletki. Zabezpieczają przed nadmiernym wysychaniem. Najczęściej stosuje się: glicerol, glikol propylenowy oraz skrobię, sorbitol, mleczan sodowy, syrop cukrowy. Z tych substancji jedynie sód z mleczanu sodowego może znacząco zwiększyć stężenie tego pierwiastka w tabletce. Pozostałe substancje mogą nieznacznie wpłynąć na końcowy skład pierwiastkowy tabletki.

Substancje hydrofilizujące

Zwiększają one zwilżalność hydrofobowych substancji wchodzących w skład masy tabletkowej. Często stosuje się tenzydy (substancje powierzchniowo czynne). Użycie ich wymaga jednak dokładnych badań, gdyż jednocześnie mogą wpływać na zmianę resorpcji substancji aktywnej. Inną stosowaną substancją jest monostearynian glicerolu.

Czystość tych substancji może mieć nieznaczny wpływ na obraz pierwiastkowy tabletki.

Substancje zapobiegające zbyt szybkiemu rozpadowi tabletek

Zapobiegają one rozpadowi tabletki na granulki, następuje wtedy powolne rozpuszczanie na powierzchni, dzięki czemu substancja powoli i równomiernie jest uwalniana. Najczęściej jako substancje zapobiegające rozpadowi wykorzystuje się: sacharozę, sól sodową karboksymetylocelulozy, parafinę, masło kakaowe, uwodornione oleje, a także sporadycznie $BaSO_4$, który spełnia rolę szkieletu do „zawieszenia" substancji

aktywnej w tabletkach o tzw. przedłużonym uwalnianiu. Zwalnia on wchłanianie substancji aktywnej w całym odcinku przewodu pokarmowego.

Z tych substancji sód z soli sodowej karboksymetylocelulozy, bar oraz siarka mogą znacząco zwiększyć stężenie tych pierwiastków w tabletce. Pozostałe substancje nieznacznie wpływają na końcowy skład pierwiastkowy tabletki.

Środki antystatyczne

Środki te zmniejszają tarcie i zwiększają przewodnictwo rozdrobnionych ciał stałych wykazujących zdolność elektrostatycznego naładowania. Należą do nich: talk, stearynian magnezowy i wapniowy, fosforan dwuwapniowy.

Substancje te wprowadzając takie pierwiastki, jak: Si, Mg lub Ca, P zmienią obraz pierwiastkowy tabletki.

Substancje poślizgowe

Substancje poślizgowe spełniają wiele zadań:

- ułatwiają równomierne nasypywanie granulatu do matrycy,
- zapobiegają przyklejaniu się masy tabletkowej do powierzchni matrycy i stempli,
- zmniejszają tarcie między cząsteczkami proszku lub ziarnami granulatu podczas zgniatania, przez co zapewniają bardziej równomierną kompresję w całej tabletce i zapobiegają jej rozwarstwianiu się,
- ułatwiają wypchnięcie gotowej tabletki z matrycy.

Na podstawie funkcji, jakie spełniają poszczególne substancje poślizgowe, można podzielić je na następujące grupy:

a. Właściwości poślizgowe, czyli wpływające na sypkość granulatu. Zależnie od właściwości zgranulowanej substancji dla uzyskania optymalnej sypkości jest niezbędny dodatek określonej substancji zwiększającej sypkość. Na ogół są to ilości od 0,5% do 5%. Nadmierna ilość takiej substancji pogarsza sypkość granulatu. Są to: odtłuszczone mleko w proszku, glikol polioksyetylenowy, stearynian glinowy, stearynian wapniowy, stearynian magnezowy, kwas stearynowy, talk, glinka biała, kwas palmitynowy. Wymienione substancje poza oddziaływaniami na sypkość granulatu zmniejszają także tarcie przy wypychaniu tabletki z matrycy.
b. Substancje antyadhezyjne, czyli zapobiegające przyklejaniu się tabletki podczas tłoczenia do stempli oraz matrycy i jednocześnie nadające połysk gotowej tabletce. Substancje te mają właściwości hydrofobowe, np. talk silikonowany, stearynian magnezowy, kwas stearynowy, parafina.
c. Substancje smarujące zmniejszają tarcie ziarna granulatu podczas zgniatania oraz powierzchni tabletki o ściany matrycy podczas jej wypychania. Można je podzielić na substancje o dużej lepkości: parafina stała, wazelina, parafina ciekła; substancje dipolarne, których działanie zwiększa się z przedłużeniem łańcucha: sole metaliczne kwasów tłuszczowych, sole alkilosulfonianów.

Do tabletek rozpuszczalnych jest niezbędne użycie substancji poślizgowych rozpuszczalnych w wodzie, np. kwasu borowego, glikoli polioksyetylenowych.

Kwas borowy – dodawany jest w ilości do 2% z uwagi na swe toksyczne właściwości, wyłącznie do tabletek dla sporządzania roztworów do użytku zewnętrznego.

Glikole polioksyetylenowe o dużych ciężarach cząsteczkowych (>4000) lepiej działają, gdy ich roztworem powlecze się granulat. Dodatek ich nie może przekraczać 2%.

Substancje pomocnicze

Talk – jest klasyczną, powszechnie stosowaną substancją poślizgową. Wywiera wielokierunkowe działania, tj. wpływa zarówno na sypkość granulatu, jak i działa adhezyjnie. Jest jednak konieczne dodawanie go w dużych ilościach (do 10%), co wpływa niekorzystnie na właściwości tabletek (długi czas rozpadu, zmniejszona odporność na ścieranie).

Glinka biała – w postaci specjalnie oczyszczonej (szlamowanej, przemywana), ma właściwości podobne do talku. W porównaniu z nim wykazuje zdolność wiązania do 3% wody, co ułatwia tabletkowanie substancji zawierających wodę krystalizacyjną. Tabletki takie podczas przechowywania twardnieją i przedłuża się czas ich rozpadu.

Mydła metaliczne – głównie stearyniany, wykazują dużą przyczepność do powierzchni granulatu, a jednocześnie dzięki dużemu rozdrobnieniu znaczną „puszystość", co sprzyja równomiernemu pokryciu dużej masy granulatu małą ich ilością. Dzięki niskim temperaturom topnienia, podczas zgniatania w tabletkarce, ulegają nadtopieniu, co zwiększa ich efekt smarujący. Z tego też powodu ułatwiają oddzielenie tabletki od ścian matrycy i stempli oraz nadają ładny połysk.

Stearynian magnezowy – stosowany jest w ilości 0,5÷2 % do hydrofobizowania masy tabletkowej w stopniu znacznie większym niż talk.

Skrobia (wysuszona) – najlepiej ziemniaczana, zwiększa sypkość granulatu dwukrotnie lepiej od talku. Właściwości te można zwiększyć przez dodanie 1% tlenku magnezowego. Przypuszcza się, że powleczenie ziaren cienką warstewką tlenku magnezowego zmniejsza siły adhezji.

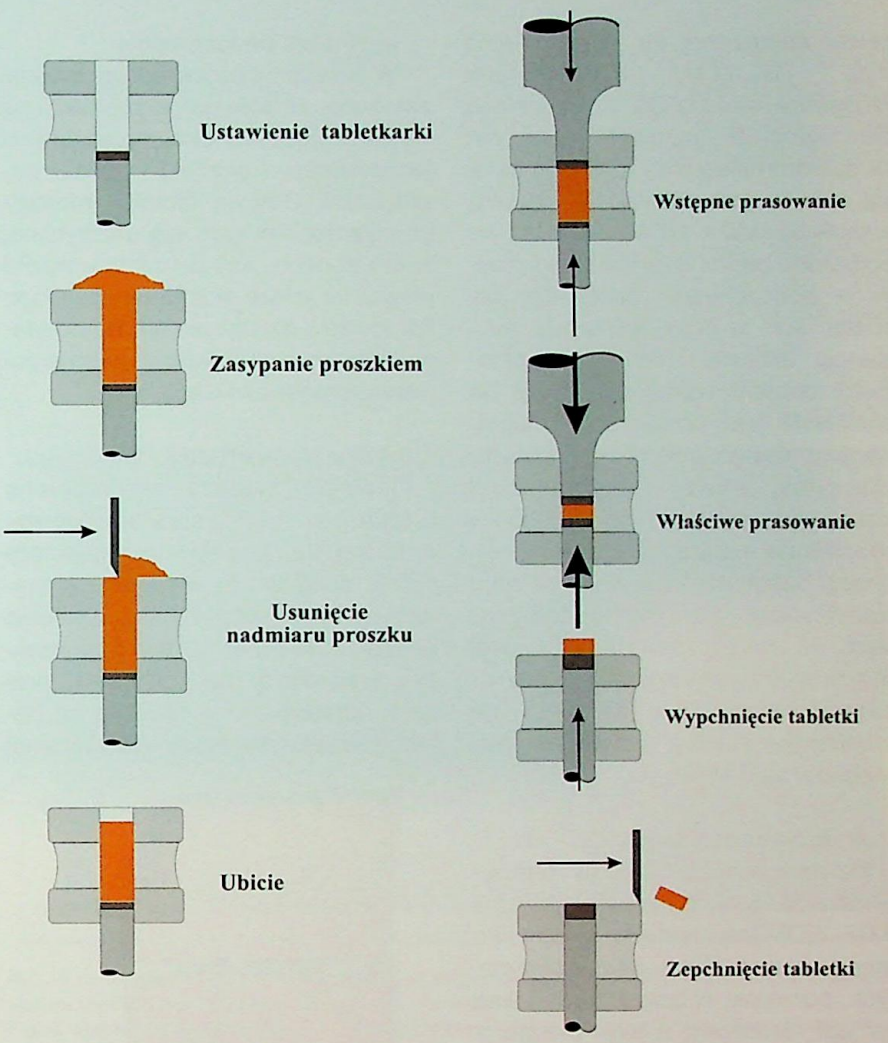
Substancje poprawiające wygląd

W celu nadania atrakcyjnego wyglądu tabletce stosuje się naturalne i syntetyczne barwniki.

a) Naturalne barwniki organiczne:
- antocyjany,
- betanina,
- chlorofil,
- chlorofilu kompleks miedziowy,
- kakao naturalne,
- karmel – otrzymywany bez stosowania procesu amoniakalnego, naturalny, siarczynowy,
- karotenoidy: α-, β-, γ- karoten,
- kapsantyna, kapsorubina,
- likopen,
- β-apo-8-karotenal,
- ester etylowy kwasu β-apo-8-karotenowego.

b) Syntetyczne barwniki organiczne.

c) Barwniki nieorganiczne – pigmenty:
- tlenek magnezu,
- węglan magnezu,
- węglan wapnia,
- dwutlenek tytanu,
- grafit,
- węgiel drzewny.



Ryc. 2. Schemat zasady pracy tabletkarki uderzeniowej
Fig. 2. *Operation of tabletting machine*

Mechanizm tabletkowania

Urządzenia służące do prasowania granulatów lub proszków w celu otrzymania tabletek nazywamy tabletkarkami [2]. Zasadniczymi elementami tabletkarki są: matryca, stempel górny, stempel dolny i lej dozujący. Matryce są jedno- lub wielootworowe. Otwory mogą mieć kształt koła, elipsy, kwadratu, prostokąta, trójkąta itp. Identyczny kształt mają również stemple, które mogą być płaskie, sferyczne lub głęboko sferyczne. Na ich powierzchni rytowane są nazwy, rysunki (logo), rowki dzielące.

W procesie tabletkowania rozróżnia się trzy podstawowe etapy:

1) napełnianie matrycy masą tabletkową,
2) sprasowanie,
3) wypchnięcie tabletki z otworu matrycy.

Ze względu na konstrukcję rozróżnia się dwa zasadnicze typy tabletkarek:
- uderzeniowe (ekscentryczne),
- obrotowe (rotacyjne).

Zasadnicza różnica w konstrukcji i działaniu obu typów tabletkarek jest następująca: w tabletkarkach uderzeniowych lej nasypowy jest ruchomy, a matryca nieruchoma, natomiast w tabletkarkach rotacyjnych jest odwrotnie. Wydajność tabletkarek rotacyjnych jest wielokrotnie większa od uderzeniowych.

Proces tabletkowania może również mieć wpływ na zanieczyszczenia śladowe pierwiastkami wchodzącymi w skład stopów, z których wykonano elementy metalowe, a przede wszystkim młynka, mieszalnika, matrycy i stempli.

Metody stosowane do badań tabletek

Obecnie analiza instrumentalna narkotyków z grupy „ekstazy" (m.in. MDA, MDMA, MDEA) obejmuje badania metodą spektrometrii w podczerwieni (FTIR), chromatografii ga-

zowej sprzężonej ze spektrometrią mas (GC/MS), dyfraktometrii rentgenowskiej (XRD). W badaniach chromatografii gazowej sprzężonej ze spektrometrią mas (GC/MS) określa się, co jest substancją aktywną w tabletce (MDA, MDMA, MDEA), na podstawie badań metodą spektrometrii w podczerwieni identyfikuje się postać soli, w jakiej występuje substancja aktywna, metodą dyfraktometrii rentgentowskiej identyfikuje się domieszki oraz postać soli. Uzupełnieniem badań jest metoda fluorescencyjnej analizy rentgenowskiej z dyspersją energii (XRF ED), która pozwala na analizę składu pierwiastkowego tabletek ekstazy na poziomie pierwiastków głównych i dodatkowych, a także metoda emisyjnej spektrometrii optycznej z plazmą indukcyjnie wzbudzoną (ICP OES) do oznaczania przede wszystkim pierwiastków śladowych.

● Ogólne zasady metody XRF ED

Fluorescencyjna analiza rentgenowska [5, 6, 7] z dyspersją energii (XRF ED) jest metodą wyjątkowo cenną w badaniach kryminalistycznych, ponieważ w trakcie badań ślad nie jest niszczony, a jego przygotowanie do analizy jest stosunkowo proste. Nie można również pominąć szybkości analizy rzędu 100÷300 sekund, przy zakresie analitycznym od sodu do uranu. Zastosowanie tzw. antykatod (tarcz) optymalizuje promieniowanie lampy dla poszczególnych grup oraz pojedynczych pierwiastków.

● Opracowanie metody przygotowania próbek do badań

Ze względu na konieczność zapewnienia warunku równej i gładkiej powierzchni oraz homogeniczności próbki w badaniach metodą XRF ED, przeprowadzono badania mające na celu sprawdzenie, czy można analizować tabletki bezpośrednio, czy też konieczne jest ich odpowiednie przygotowanie.

a) Analiza bezpośrednia

W analizie bezpośredniej tabletki założono, że warunki jej produkcji są wystarczające do otrzymania próbki jednorodnej, o gładkiej i równej powierzchni. Gotową tabletkę ekstazy umieszczono w komorze analitycznej w ten sposób, aby gładsza, bardziej płaska i w miarę możliwości bez logo lub rowków dzielących strona poddana była działaniu wiązki promieniowania rentgenowskiego.

b) Analiza pośrednia

Tabletkę ekstazy rozdrobniono i utarto w moździerzu agatowym, a następnie w celu homogenizacji próbki zmielono ją w młynku planetarnym firmy Fritsch (ryc. 3). Mielenie prowadzono przez 10 min z największą prędkością. Tak otrzymany proszek sprasowano w tabletkę za pomocą tabletkarki i prasy hydraulicznej (nacisk 8 t przez 20 sek.). Otrzymano tabletkę o średnicy 13 mm. Tak przygotowaną tabletkę poddano analizie metodą XRF ED.





Ryc. 3. Młynek planetarny firmy Fritsch
Fig. 3. *Planetary mill (Fritsch)*

Analizując otrzymane widma tej samej tabletki badanej bezpośrednio oraz po powtórnym jej przerobieniu stwierdzono, że widma, jak i zmierzone intensywności poszczególnych pierwiastków są takie same. Wynika z tego wniosek, że tabletki są homogeniczne, a ich powierzchnie wystarczające do wykonania badań tą metodą bez potrzeby ich ponownego mielenia i tabletkowania. Rysunki czy rowki dzielące nie mają znaczącego wpływu na wyniki badań.

Badanie tabletek ekstazy metodą XRF ED

Badaniom poddano 108 tabletek ekstazy pochodzących ze zbiorów Wydziału Chemii CLK KGP. Pomiary wykonano na spektrometrze X-lab 2000 firmy Spectro metodą rentgenowskiej analizy fluorescencyjnej z dyspersją energii wykorzystującą metodę T-Quant. Warunki analizy przedstawiono w tabeli 1.

W wyniku badań tabletek stwierdzono obecność następujących pierwiastków: Na (w 5 na 108), Al (57/108), Cl (103/108), K (4/108), Ca (1/108), Cu (46/108), Zn (17/108), Si (10/108), Ni (4/108), Ba (43/108), Pt (21/108), S (103/108), Br (28/108).

Tabela 1

Parametry pracy spektrometru X-lab 2000 zastosowane przy oznaczaniu pierwiastków metodą T-quant

Parameters of X-lab 2000 spectrometer in T-quant method of elemental determination

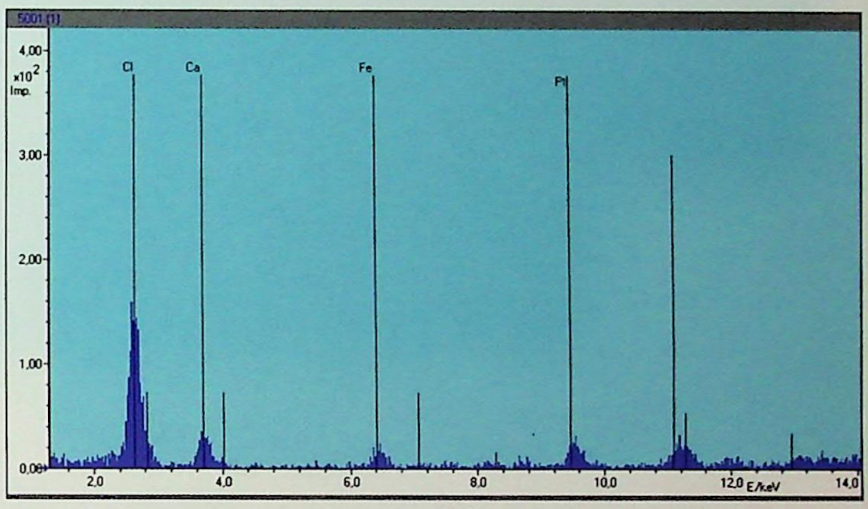
Parametry	Zakres 1	Zakres 2	Zakres 3
Napięcie prądu lampy (kV)	44,9	49,4	15,0
Natężenie prądu lampy (mA)	6,6	6	12,9
Czas (s)	100	100	100
Tarcza 1	Comton/Secondary	BarklaScater	Barkla Scater
Tarcza 2	Molibden	Al_2O_3	HOPG

Warto zwrócić uwagę, że bar w 4 [illegible]pletka był na poziomie ok. 500[illegible]om [illegible]dnej na poziomie 23 [illegible] pp[illegible] kilku tabletkach stwi[illegible]zono [illegible]ność platyny, bromu [illegible]potwi[illegible], że metoda ta nadaj[illegible] do [illegible]ełniania badań organ[illegible]ych p[illegible] identyfikacji metody syntezy.

Opierając się na opracowanych i sprawdzonych metodach wykorzystywanych do analizy ilościowej amfetaminy [1, 8] metodą ICP OES wykonano szereg mineralizacji i analiz tabletek ekstazy. Mineralizacja przeprowadzona była w mieszaninie kwasu azotowego (65% suprapur® firmy Merck) z wodą utlenioną (30% suprapur® firmy Merck) w proporcji objętościowej 3:1. Program mineralizacji w wysokociśnieniowym mineralizatorze mikrofalowym Multiwave firmy Anton Paar (Perkin Elmer) umieszczono w tabeli 2.

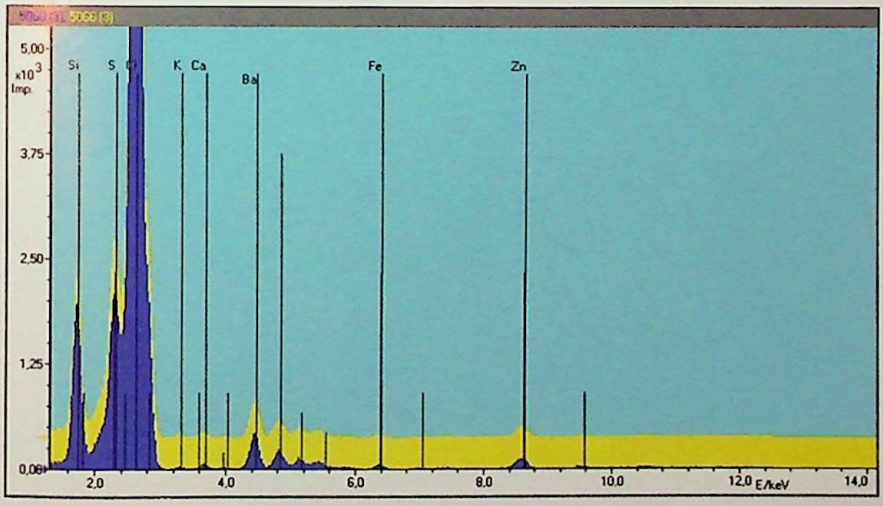
Po mineralizacji próbki przeniesiono ilościowo do kolb miarowych klasy A o pojemności 10 ml i dopełniono wodą dejonizowaną do kreski.

Analizę ilościową próbek przeprowadzono metodą optycznej spektrometrii emisyjnej z plazmą wzbudzoną indukcyjnie (spektrometr Optima 3100XL firmy Perkin Elmer). Zastosowano metodę i warunki pracy spektrometru takie, jak w przypadku bada-



Ryc. 4. Widmo próbki nr 5001 – Obecność Pt może świadczyć, że substancja aktywna w tej tabletce została zsyntetyzowana metodą redukcyjnego aminowania lub nitrostyrenową

Fig. 4. *Spectrum of sample 5001 – Pt presence indicates that active substance has been synthesised by reductive amination or nitrostyrene method*



Ryc. 5. Widma próbek nr 5060 i 5066 – Skład pierwiastkowy tabletek ekstazy opatrzonych takim samym logo. Przy takiej samej substancji aktywnej i podobnym składzie pierwiastkowym, można stwierdzić, że pochodzą z tego samego okresu produkcyjnego

Fig. 5. *Spectra of samples 5060 and 5066 – elemental composition of ecstasy tables with identical logos. Similar active substances and elemental compositions indicate that samples come from one production cycle.*

Tabela 2

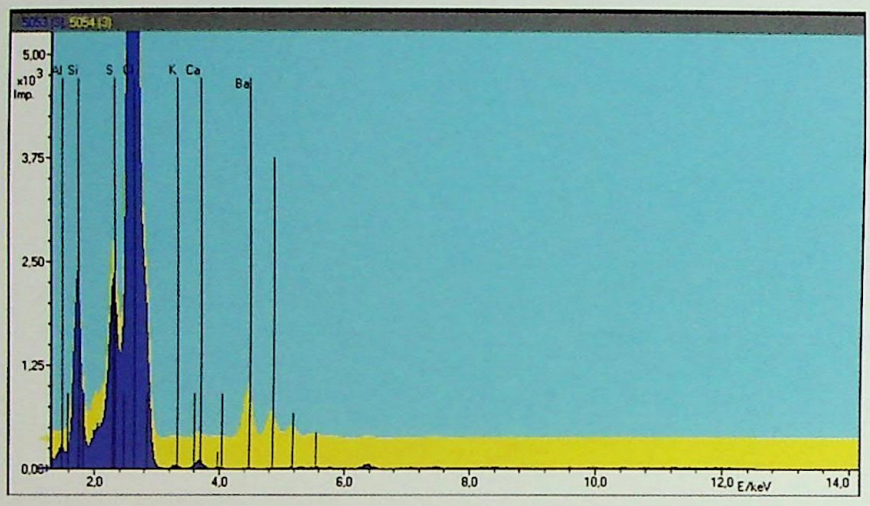
Program mineralizacji mikrofalowej próbek tabletek ekstazy

Microwave decomposition of ecstasy tablet samples

Moc promieniowania mikrofalowego [W]	Czas [min.]
100÷600	5
0	1
600÷800	5
0	1
800÷1000	5
0	1
1000	10




LOVE
OM
TP



Ryc. 6. Widma próbek nr 5053 i 5054 – Skład pierwiastkowy tabletek ekstazy opatrzonych takim samym logo. Przy takiej samej substancji aktywnej występuje różny skład pierwiastkowy, co wskazuje, że pochodzą z różnych okresów produkcyjnych tabletek.
Fig. 6. *Spectra of samples 5053 and 5054 – elemental compositions of ecstasy tablets with the same logo. The same active substance and varying elemental compositions indicate that samples come from different production cycles.*

W oknie rejestracji danych gromadzone są informacje charakteryzujące tabletkę pod względem właściwości fizycznych, obecności aktywnej substancji, miejsca konfiskaty itp. (ryc. 8).

Składy pierwiastkowe zbadanych tabletek ekstazy wpisywane są ręcznie (w tej wersji ręcznie) w oknie przedstawionym na ryc. 9. Jak widać na powyższym wycinie, rejestrowane są obecnie pierwiastki takie jak: Na, Mg, Al, Si, P, S, Ni, Cu, Zn, Sr, Ba, Pt. Mimo że tabletki będą przede wszystkim badane metodą XRF ED baza ta będzie również gromadzić wyniki badań kontrolnych otrzymanych metodą ICP OES.

Do wstępnych porównań wyników ilościowych oraz wyszukiwania kon-

Tabela 3

Przykładowe wyniki badań tabletek ekstazy otrzymane metodą ICP OES
Selected results of ecstasy tablet analysis with use of ICP OES method

Kod tabletki	Fe	Na	Ba	Mg	Ca	Cu	Zn	Mn	Si	Al	Cr	B
5031	<GW	259272,1	0,4	<GW	0,6	<GW	0,1	<GW	<GW	<GW	<GW	19,2
5012	37,1	<GW	0,4	1316,9	13821,8	1,1	1,1	2,4	231,7	174,1	0,7	20,7
5071	38,7	18,5	1,2	1524,5	5021,0	0,6	1,9	10,2	172,8	43,4	2,0	20,8
5023	13,2	1977,6	1,3	1749,0	4899,2	4,7	20,7	0,3	13,6	8,9	1,0	20,7

GW – granica wykrywalności

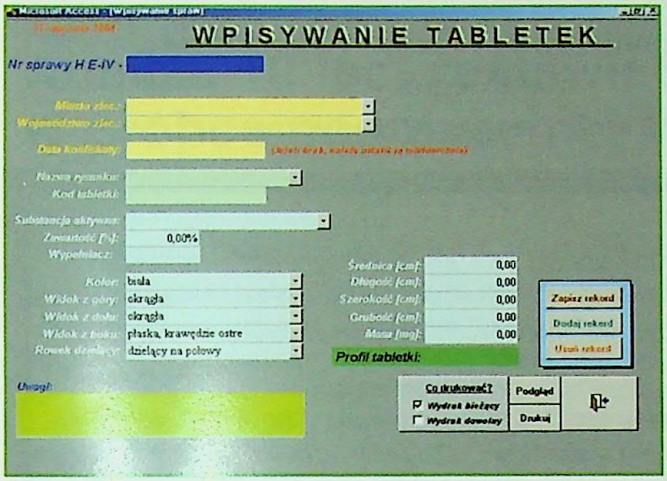
nia mineralizatów amfetaminy [8]. Przykłady uzyskanych wyników przedstawiono w tabeli 3.

Baza danych składów pierwiastkowych tabletek ekstazy

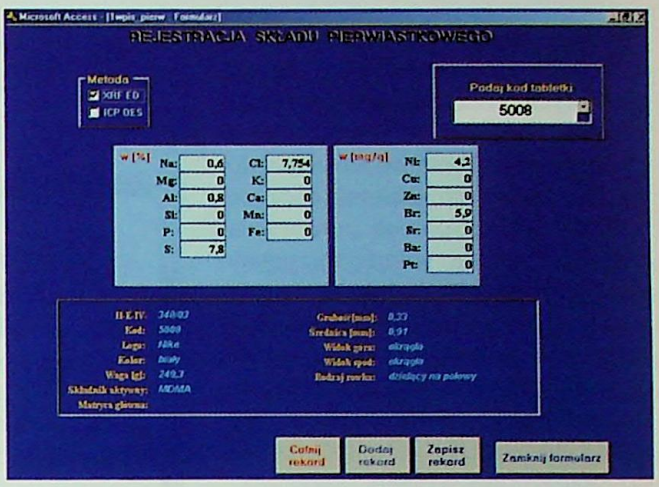
Dla potrzeb tych badań oraz rejestracji otrzymanych wyników składów pierwiastkowych tabletek ekstazy została utworzona baza danych w programie Microsoft Access wer. 97Pl. Głównym celem tej bazy jest pomoc w wyszukaniu (opracowaniu) wstępnych algorytmów grupowania tabletek. Menu tej bazy przedstawione jest na ryc. 7.



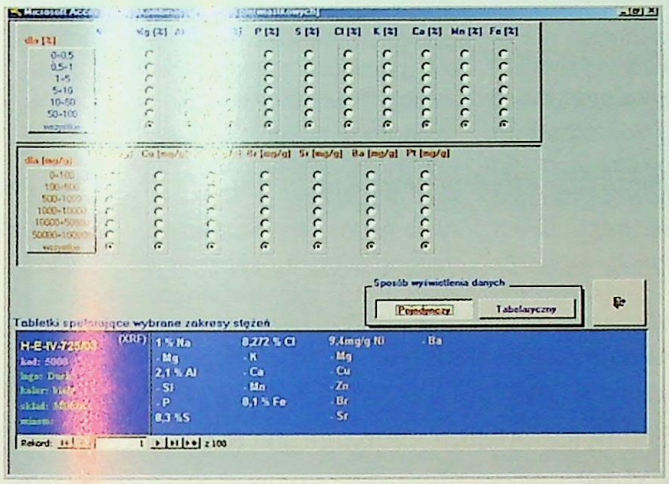
Ryc. 7. Okno główne bazy danych składów pierwiastkowych tabletek ekstazy
Fig. 7. *Main window in the database of ecstasy tables elemental compositions*



Ryc. 8. Ok[illegible]ejest[illegible]nych podstawowych tabletek ekstazy
Fig. 8. *Da[illegible]quisi[illegible]ndow in ecstasy tablets database*



Ryc. 9. Okno rejestracji składów pierwiastkowych tabletek ekstazy
Fig. 9. *Elemental compositions window*



Ryc. 10. Okno pozwalające na różnorodne porównywanie składów ilościowych poszczególnych pierwiastków
Fig. 10. *Window for comparing contents of individual elements*



Ryc. 11. Częstotliwość występowania poszczególnych stężeń baru w powiązaniu z substancją aktywną
Fig. 11. *Frequency of barium concentrations in relation to active substance*

kretnych stężeń wybranych pierwiastków służy okno „Skład pierwiastkowy – multikombinacje" (ryc. 10). Wybrane zakresy stężeń dla przedstawionych pierwiastków wprowadzono na podstawie otrzymanych do tej pory wyników. Nie można wykluczyć, że w toku dalszych badań ulegną one rozbudowie, jak również zmianom.

W oknie statystyka gromadzone są formularze, które w sposób ciągły pokazują różne zależności między poszczególnymi tabletkami, ich właściwości, a także łączące np. logo z datą konfiskaty, miastem konfiskaty czy substancją aktywną. Na ryc. 11 przykładowo pokazana jest częstotliwość występowania poszczególnych stężeń baru w zależności od substancji aktywnej.

Podsumowanie

Wykorzystanie fluorescencyjnej analizy rentgenowskiej z dyspersją energii do badań tabletek ekstazy pozwoliło wyodrębnić pierwiastki, za pomocą których można różnicować ten typ narkotyków.

Analiza składu pierwiastkowego tabletek o takiej samej substancji aktywnej i takim samym logo pozwala odpowiedzieć na pytanie, czy pochodzą one z tej samej partii mieszaniny poddanej tabletkowaniu (z tego same-go okresu produkcyjnego). Ponadto badania wykazały przydatność tej metody do ujawniania śladów Pt (wskazanie na metodę/metody syntezy), czy obecności bromu (postać soli w jakiej występuje substancja aktywna). Ujawniając obecność znacznych ilości baru w niektórych tabletkach stwierdzono, że producenci zaczynają modyfikować tabletki w celu wydłużenia czasu ich działania. W toku dalszych badań planowane jest

częstsze wykorzystywanie metody ICP OES w badaniach pierwiastków śladowych, szczególnie w przypadku tabletek nowych, niezarejestrowanych w bazie. Wraz ze wzrostem ilości przebadanych tabletek dopracowywany będzie proces porównywania wyników oraz wdrożone zostaną zaawansowane metody statystyczne. Końcowym celem badań będzie opracowanie formy raportu dołączanego nastepnie do międzynarodowej bazy tabletek prowadzonej przez Wydział Chemii CLK KGP wspólnie z laboratorium BKA w Niemczech.

Marek Wachowicz
Anita Czerwińska

BIBLIOGRAFIA

1. **Wachowicz M.J., Kazimierski P.:** Analiza pierwiastków charakterystycznych w amfetaminie, „Problemy Kryminalistyki" 1999, nr 229, s. 18–20.
2. **Krówczyński L.:** Zarys technologii postaci leku, PZWL, Warszawa 1977, s. 273–274.
3. **Sieradzki E., Żebrowska-Szulc A., Zagrodzki J.:** Ćwiczenia z technologii postaci leku, Akademia Medyczna w Warszawie.
4. **Janicki S., Fiebieg A., Sznitowska M.:** Farmacja stosowana, PZWL, Warszawa 1998.
5. **Szulc Cz., Domański H.:** Zastosowanie fluorescencyjnej analizy rentgenowskiej w badaniach kryminalistycznych, „Problemy Kryminalistyki" 1978, nr 131, s. 9–14.
6. **Domański H.:** Wykorzystanie spektrometru fluorescencji rentgenowskiej w praktyce kryminalistycznej, „Problemy Kryminalistyki" 1979, nr 137, s. 36.
7. **Wachowicz M.J.:** Analiza nieorganiczna w praktyce kryminalistycznej, „Zeszyt Metodyczny" nr 10, Wydawnictwo CLK KGP, Warszawa 2001.
8. **Kuras M.:** Analiza elementarna wybranych narkotyków oraz półproduktu i produktu syntezy siarczanu 4-etoksyamfetaminy, Praca magisterska, UW i CLK KGP, 2002.

Informujemy, że są jeszcze do nabycia niektóre pozycje z serii Zeszyty Metodyczne

- *Wybrane tendencje ruchu determinujące uzewnętrznian... się zjawiska powtarzalności w elementach konstrukcyjnyc... owali, trzonów oraz niektórych znaków diakrytyczny...* (ZM 1) 18,–
- *Czynniki wpływające na zmiany wymiarowe podeszew* (ZM 2 ...,–
- *Kształtowanie się osobniczych cech pisma* (ZM 3) 18,–
- *Podstawy fizjologii węchu, uczenia się i etologii ... ierząt* (ZM 4) 15,–
- *Deformacje pisma ręcznego* (ZM 5) 18,–
- *Badania mineralogiczne śladów kryminalistycznych* (ZM 6) ...,–
- *Badanie polimorfizmu DNA przy użyciu techniki PCR* (ZM 7) 10,–
- *Kryminalistyczne badania podłoża i środków kryjących* (ZM 8) 15,–
- *Pieczątki, pieczęcie i adresy jako przedmiot badań kryminalistycznych* (ZM 9) 10,–
- Marek J. Wachowicz: *Analiza nieorganiczna w praktyce CLK KGP* (ZM 10) 15,–
- *Metody maskowania zapisów odręcznych* (ZM 11) 15,–
- *Możliwości badawcze niektórych specyficznych dokumentów* (ZM 14) 18,–
- *Aktualne zagadnienia biologii kryminalistycznej* (ZM 15) 16,–
- *Możliwości badawcze dokumentów wytwarzanych technicznie* (ZM 16) 21,–
- *Możliwości identyfikacji wykonawcy sfałszowanego podpisu* (ZM 17) 17,–
- *Wpływ czynników wolicjonalnych i pozawolicjonalnych na obraz podpisu* (ZM 18) 13,5,–
- *Wybrane zagadnienia dotyczące rekonstrukcji wypadków drogowych* (ZM 19) 20,–
- Jerzy Kasprzak: *Ślady małżowiny usznej* (ZM 20) 16,–