

ТОНКОСЛОЙНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ ПРИ ИССЛЕДОВАНИИ НАРКОТИЧЕСКИХ СРЕДСТВ

Внуков В.И.¹, Кайргалиев Д.В.¹, Васильев Д.В.¹, Мельников И.Н.², Захарченко М.Ю.²

¹ Федеральное государственное казенное учреждение высшего профессионального образования «Волгоградская академия Министерства внутренних дел Российской Федерации», Волгоград, Россия (400089, Волгоград, ул. Историческая, 130), e-mail: volakdm@va-mvd.ru

² Профессионально-педагогический колледж Саратовского государственного технического университета им. Ю.А. Гагарина, г. Саратов, Россия (410054, г. Саратов, ул. Политехническая, 77), e-mail: igormelnikov1959@ya.ru

Простые, общедоступные (по цене) химические методы анализа при обеспечении раскрытия и расследования преступлений, связанных с оборотом контролируемых веществ, решении диагностических и идентификационных задач при исследовании наркотических средств (установление состава изъятых из незаконного оборота веществ; сопоставление их свойств и решение важных для следствия и суда вопросов; установление имеются ли на личных вещах подозреваемого в перевозке и/или сбыте следы наркотиков) наиболее часто применяются. Целью статьи являлась выработка алгоритма действий эксперта, позволяющего надежно дифференцировать и идентифицировать составляющие наркотических смесей, легко реализуемого в небольших криминалистических лабораторий районных отделов внутренних дел, передвижных криминалистических лабораторий и при работе на месте происшествия. Определение производных барбитуровой кислоты в объектах проводится с помощью экспресс-тестов (реагентов, входящих в комплект «Наркотест»), качественных цветных химических реакций (5 % раствор нитрата кобальта в изопропанол, 10 % раствор пиридина в изопропанол, или насыщенный раствор нитрата ртути), и/или методом тонкослойной хроматографии (системы растворителей: диэтилэфир – хлороформ /в объемном соотношении 1:3/; и ацетон – гексан – 25 % раствор аммиака /в объемном соотношении 20:20:1/, проявляющие реагенты: 0,03 % раствор дефинилкарбазона в хлороформе, а затем водный раствор сульфата ртути; или насыщенный раствор нитрата ртути). Поэтапность криминалистического исследования наркотических средств соблюдается в соответствии с содержанием частных задач, поставленных перед экспертом.

Ключевые слова: наркотические средства, тонкослойная хроматография, криминалистическое исследование наркотиков, производные барбитуровой кислоты

THIN LAYER CHROMATOGRAPHY AT INVESTIGATION OF DRUGS

Vnukov V.I.¹, Kayrgaliev D.V.¹, Vasilev D.V.¹, Melnikov I.N.², Zaharchenko M.Y.²

¹ Federal State Public Educational Establishment of Higher Professional Training "Volgograd Academy of the Ministry of the Interior of the Russian Federation", Volgograd, Russia (400089, Volgograd, Istoricheskaya street, 130), e-mail: volakdm@va-mvd.ru.

² Yuri Gagarin State Technical University of Saratov, Saratov, Russia (410054, Saratov, Polytechnicheskaya street, 77), e-mail: igormelnikov59@yandex.ru.

Simple, public (for the price) chemical methods of analysis, while ensuring the disclosure and investigation of crimes related to the trafficking of controlled substances, addressing diagnostic and identification of problems in the investigation of narcotic drugs (to establish the composition of withdrawn from illegal circulation of substances, comparison of their properties and solving important for the investigation and Court issues, establishing whether there are personal things on a suspect in the transport and / or sale of the following drugs) are most commonly used. The purpose of the article was to develop an algorithm action expert, can reliably differentiate and identify the components of the drug mixes easily implemented in small forensic laboratories District Department of Internal Affairs, mobile forensic laboratories and when working at the scene. Determining the derivatives of barbituric acid is carried out in the objects using rapid tests (reagents included in the kit "drug tests"), chemical reactions quality color (5% solution of cobalt nitrate in isopropanol, 10% pyridine solution in isopropanol, or a saturated mercurous nitrate solution) and / or by thin layer chromatography (solvent system: diethyl ether - chloroform / volume ratio of 1: 3 /, and acetone - hexane - 25% ammonia solution / volume ratio of 20: 20: 1 / developing reagent: 0.03% solution definilkarbazona in chloroform, and then an aqueous solution of mercuric sulfate, or nitrate solution saturated mercury). Phasing forensic investigation of narcotics observed in accordance with the content of particular tasks assigned to an expert.

Keywords: drugs, thin layer chromatography, forensic investigation of drugs derived from barbituric acid

Химические методы анализа, вследствие их простоты, доступности, дешевизны, наиболее часто используются для решения диагностических и идентификационных задач при исследовании вещественных доказательств, в частности наркотических средств: устанавливать состав обнаруженных веществ; сопоставлять их свойства и решать важные для розыска и следствия вопросы; устанавливать имеются ли на личных вещах подозреваемого в перевозке и/или сбыте следы запрещенных субстанций.

В экспертно-криминалистической деятельности сотрудниками правоохранительных органов применяются методы качественного и количественного анализа. Основными этапами анализа являются: отбор проб, пробоподготовка исследуемого вещества, переводение определяемых компонентов (ионы, молекулы) в форму, пригодную для анализа; количественное определение каждого компонента препарата; статистическая обработка данных анализа. К методам, применяемым в экспертизе наркотических средств, предъявляются строгие требования: концентрация искомого компонента оценивают в пробе, взятой для анализа, количество пробы строго фиксируется, чувствительность анализа должна быть высокой; метод должен обладать универсальностью; метод должен отличаться воспроизводимостью и метрологической надежностью; экспрессные методы предпочтительнее, низкая стоимость анализа предусматривает использование недорогой аппаратуры, реактивов, низкие затраты нормо-часов эксперта; дистанционные технологии для использования метода; метод не требует разрушения исследуемого объекта; инновационные технологии, позволяющие автоматизировать анализ [8].

Правила отбора проб должны неукоснительно соблюдаться, отбор осуществляют в зависимости от свойств объекта судебной экспертизы. При пробоподготовке эксперт чаще всего для извлечения искомых веществ из анализируемого объекта и их последующего концентрирования применяет экстракцию и адсорбцию [6]. В качественном анализе устанавливают присутствие искомого компонента с использованием характеристических реакций, сопровождающихся тем или иным видимым эффектом: окрашивание раствора, образование или растворение осадка, выделение пузырьков газа. Из большого числа реакций для производства судебной экспертизы наркотических средств пригодны те, которые протекают быстро, необратимо и обладают высокой чувствительностью. Большинство реакций протекают в растворах, их выполняют доступными реактивами (вода, органические растворители, раствор аммиака, минеральные кислоты и др.).

В изучение нами привлекались лекарственные средства, часто поступающие на экспертизу в экспертно-криминалистические подразделения Волгоградской области:

пенталгин (таблетки белого цвета, Россия); седальгин-нео (таблетки белого цвета, Россия), пиралгин (таблетки белого цвета, Беларусь); тетралгин (таблетки белого цвета, Чехия); валокордин (бесцветная жидкость с характерным запахом, Германия), беллатаминал (таблетки светло-желтого цвета, Россия), валосердин (бесцветная жидкость со специфическим запахом, Россия), седал-м (таблетки белого цвета, Болгария), корвалол (бесцветная жидкость со специфическим запахом, Россия), андипал (таблетки белого цвета, Россия). В качестве «свидетелей» использовали производные барбитуровой кислоты: барбитал (5,5-диэтилбарбитуровая кислота), гексобарбитал, тиопентал натрия отнесены к наркотическим средствам, и фенобарбитал (относится к сильнодействующим веществам). Определение производных барбитуровой кислоты в объектах проводили с помощью комплекта «Наркотест», состоящего из одиннадцати реакционных пакетов, каждый из которых включает в себя пластмассовый зажим, порционный шпатель, две ампулы с реактивом и полиэтиленовый пакет [3, с. 48]. Отличительной особенностью цветной химической реакции являлось применение реакционноспособных реагентов, обеспечивающих быстрое проведение анализа [9, с. 53].

Анализ проводили следующим образом: реакционному пакету с маркировкой «Ф2» придавали вертикальное положение и снимали с него зажим; далее извлекали из него мерный шпатель и с его помощью помещали в пакет две порции исследуемого вещества, например, порошок растертой таблетки тетралгина (одна порция вещества равна объему выступа шпателя). Затем закрепляли зажим и раздавливали левую ампулу с 5 % раствором нитрата кобальта в изопропанолe и встряхивали полученную смесь в течение 10–15 с. В последующем раздавливали ампулу с 10 % раствором пиридина в изопропанолe и снова встряхивали в течение 10–15 с. После этих операций, путем сличения окраски получившейся смеси с эталонной цветовой меткой, нарисованной на реакционном пакете, констатировали факт того, что в исследуемом веществе возможно присутствие производных барбитуровой кислоты, т.к. голубая окраска различной интенсивности вплоть до синего в указанном опыте предположительно может указывать на присутствие барбитурата [4]. Но такую же реакцию могут давать и ненаркотические средства (аскофен, цитрамон). Поэтому проводили подтверждающую реакцию с реагентами из теста с маркировкой «Ф9». В пакет помещали две порции исследуемого объекта. Раздавливали левую ампулу с 0,5 % раствором сульфата меди в 5 % растворе пиридина и встряхивали полученную смесь в течение 10-15 с. Далее раздавливали ампулу с хлороформом и снова встряхивали смесь в течение 1–2 мин. Давали смеси расслоиться, путем сличения окраски получившихся слоев жидкости с эталонной цветовой меткой, нарисованной на реакционном пакете, констатировали вывод о том, что в объекте возможно присутствуют производные барбитуровой кислоты (голубое окрашивание

различной интенсивности вплоть до синего).

Определение барбитуратов при помощи качественных (капельных) цветных химических реакций, предназначенных для проведения анализа на фарфоровых или стеклянных пластинах с углублениями (плашках), куда помещаются образцы объектов, которые обрабатываются реагентами. С помощью скальпеля брали 15 мг растертого порошка таблетки «Белатаминал» и помещали его на предметное стекло. Далее прибавляли 0,5 мл 5 % раствора нитрата кобальта в изопропанол, содержащееся на плашке растворялось. Затем прибавляли 0,5 мл 10% раствора пиридина в изопропанол. Полученная смесь приобретала фиолетовое окрашивание, что указывает на возможное наличие в объекте барбитурата. У образцов сравнения (парацетомол, левомецитин, ацетилсалициловая кислота) подобного окрашивания после обработки не наблюдалось.

Реакцию барбитуратов с нитратом ртути осуществляли следующим образом: 30 мг растертого порошка таблетки «Белатаминал» с помощью скальпеля помещали на предметное стекло, далее растворяли порошок в этаноле и прибавляли 2 мл насыщенного раствора нитрата ртути. Появление черного окрашивания свидетельствовало о возможном наличии в исследуемом препарате контролируемого барбитурата. У образцов сравнения (парацетомол; левомецитин; ампициллин, ацетилсалициловая кислота) подобного развития окраски после обработки реагентом не наблюдалось. Т.о., фиолетовое окрашивание с нитратом кобальта и черное окрашивание с нитратом ртути позволяют полагать, что в исследуемом веществе возможно присутствуют производные барбитуровой кислоты.

Метод тонкослойной хроматографии (ТСХ) является наиболее точным по сравнению с предшествующими методами, т. к. его реализация позволяет надежно дифференцировать и идентифицировать сложные смеси веществ. Измельченные навески исследуемых объектов №№ 1–8 (1 – пенталгин; 2 – седалгин-нео; 3 – беллатаминал; 4 – андипал; 5 – тетралгин; 6 – валосердин; 7 - корвалол; 8 – валокордин) обрабатывали десятикратным количеством этанола. Этанольные растворы объектов №№ 1-8 в количестве по 3 мкл наносили на две пластины "Sorbfil ПТСХ-П-В-УФ-254" (ЗАО «Сорбполимер», г. Краснодар). В качестве свободного образца на эти пластины наносили раствор фенобарбитала (свидетель). Хроматографирование осуществляли в системе диэтилэфир: хлороформ (в объемном соотношении 1:3) в хроматографической камере. После окончания хроматографирования пластины высушивали при комнатной температуре до полного испарения растворителей и рассматривали в ультрафиолетовых лучах кварцевой лампы (254 нм), отмечая при этом выявленные зоны гашения люминесценции. Затем полученные хроматограммы проявляли: одну пластину опрыскивали 0,03 % раствором дефинилкарбазона (ДФК) в хлороформе, а затем раствором сульфата ртути. На хроматограмме экстрактов объектов выявляли зоны,

соответствующие по гашению люминесценции, окраске (красно-фиолетовая) и значению Rf (0,54), с зоной фенобарбитала (рис. 1); другую пластину – насыщенным раствором нитрата ртути. На хроматограмме экстрактов объектов выявлены зоны, соответствующие по гашению люминесценции, окраске (черная) и значению Rf (0,54), с зоной фенобарбитала (рис. 2).

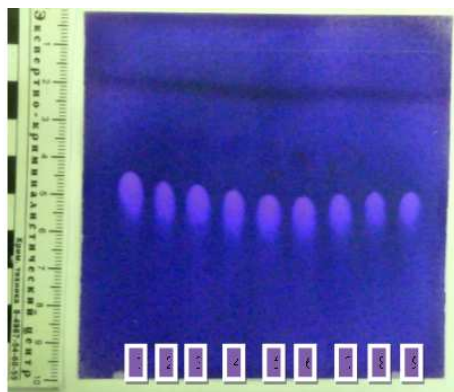


Рис. 1. Вид хроматограммы после ТСХ- анализа (система диэтилэфир-хлороформ, проявитель раствор ДФК+хлороформ). 1 – пенталгин; 2 – седалгин-нео; 3 – беллатаминал; 4 – андипал; 5 – тетралгин; 6 – валосердин; 7 – корвалол; 8 – валокардин; 9 – фенобарбитал

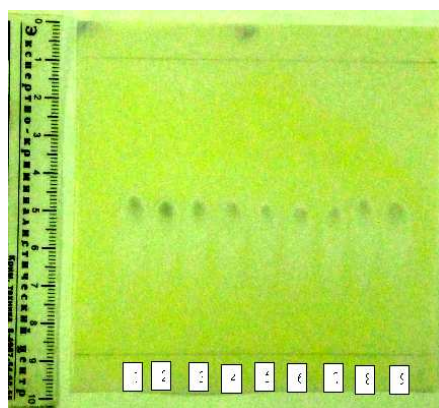


Рис. 2. Вид хроматограммы после ТСХ анализа (система диэтилэфир – хлороформ, проявитель раствор нитрата ртути). 1 – пенталгин; 2 – седалгин-нео; 3 – беллатаминал; 4 – андипал; 5 – тетралгин; 6 – валосердин; 7 – корвалол; 8 – валокардин; 9 – фенобарбитал

Измельченные навески объектов №№1–8 обрабатывали десятикратным количеством этанола. Полученные растворы объектов №№1–8 в количестве по 3 мкл наносили на две пластины "Sorbfil ПТСХ-П-В-УФ-254". В качестве свободного образца на эти же пластины наносили раствор фенобарбитала (свидетель). Хроматографирование проводили в системе ацетон : гексан : 25% раствор аммиака (в объемном соотношении 20:20:1). После окончания хроматографирования пластины высушивали в токе теплого воздуха в течении 20 мин. до полного испарения растворителей. Затем полученные хроматограммы обрабатывали: одну пластину – 0,03 % раствором ДФК в хлороформе, а затем раствором сульфата ртути; на хроматограмме экстрактов объектов выявлены зоны, соответствующие по гашению

люминесценции, окраске (красно-фиолетовая) и значению Rf (0,17), с зоной фенобарбитала (рис. 3); другую пластину – насыщенным раствором нитрата ртути; на хроматограмме экстрактов объектов выявлены зоны, соответствующие по гашению люминесценции, окраске (черная) и значению Rf (0,17), с зоной фенобарбитала (рис. 4).

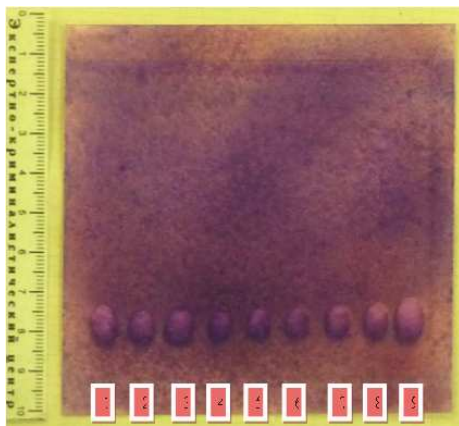


Рис. 3. Вид хроматограммы после ТСХ анализа (система: ацетон-гексан – аммиак, проявитель раствор ДФК+хлороформ). 1 – пенталгин; 2 – седалгин-нео; 3 – беллатаминал; 4 – андипал; 5 – тетралгин; 6 – валосердин; 7 – корвалол; 8 – валокардин; 9 – фенобарбитал

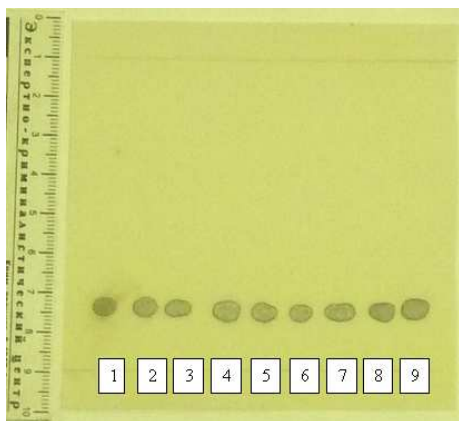


Рис. 4. Вид хроматограммы после ТСХ анализа (система ацетон-гексан – 25% раствор аммиака, проявитель раствор нитрата ртути). 1 – пенталгин; 2 – седалгин-нео; 3 – беллатаминал; 4 – андипал; 5 – тетралгин; 6 – валосердин; 7 – корвалол; 8 – валокардин; 9 – фенобарбитал

На следующем этапе устанавливали вид барбитурата, обнаруженного в исследуемом объекте. ТСХ анализ проводили в системе диэтилэфир : хлороформ (в объемном соотношении 1:3), проявляли хроматограмму раствором нитрата ртути. Измельченные навески объектов №№ 1–4 (1 – тетралгин; 2 – веронал; 3 – циклонал, 4 – фармотал) обрабатывали этанолом. Этанольные экстракты объектов в количестве по 3 мкл наносили на хроматографическую пластину. В качестве свободных образцов на пластину наносили растворы фенобарбитала – № 5, барбитала (5,5-диэтилбарбитуровая кислота) – № 6, гексобарбитала – № 7 и тиопентала натрия – № 8 (свидетели). В результате исследования на

хроматограмме экстрактов объектов выявлены зоны, соответствующие по окраске (черного цвета) и значениям Rf зонам: фенобарбитала (0,54), барбитала (0,58), гексобарбитала (0,48) и тиопентала натрия (0,35) соответственно. Использование ТСХ анализа позволяет дифференцировать производные барбитуровой кислоты между собой (рис. 5) и идентифицировать объект исследования.

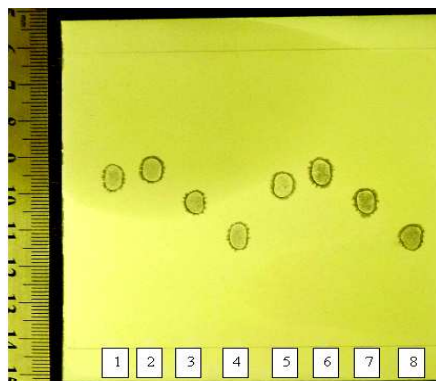


Рис. 5. Вид хроматограммы после ТСХ анализа (дифференциация барбитуратов между собой). 1 – тетралгин; 2 – веронал; 3 – циклонал, 4 – фармотал, 5 – фенобарбитал, 6 – барбитал, 7 – гексобарбитал, 8 – тиопентал натрия

ТСХ проста, экспрессна и информативна, на примере барбитуратов продемонстрирован алгоритм действий эксперта, направленный на разделение и идентификацию составляющих смесь, легко реализуемый в небольших криминалистических лабораторий районных отделов внутренних дел, передвижных криминалистических лабораторий и при работе на месте происшествия [1, с. 34]. ТСХ эффективно применяется на предварительной стадии исследования вещественных доказательств [5, 7].

Методы криминалистического исследования наркотических средств применяют в соответствии с частными задачами, которые предложено решить эксперту: установление качественного состава компонентов исследуемых веществ; определение количественного содержания физиологически активного компонента (барбитурата) при возможности построения калибровочных графиков содержания искомого компонента [2, 10] в смеси; криминалистическая интерпретация полученных результатов.

Список литературы

1. Ганшин В.М., Чебышев А.В., Фесенко А.В. Анализ наркотических средств во внелабораторных условиях // Специальная техника. – 1998. - № 1. – С. 32–38.
2. Денситометрическое определение ряда наркотических средств, психотропных и лекарственных веществ в химико-токсикологическом анализе / В. А. Кормишин, А. В.

Воронин, И. Ф. Шаталаев // Вопросы биологической, медицинской и фармацевтической химии. – 2013. - № 8. – С. 11–16.

3. Использование экспресс-тестов при исследовании наркотических средств и сильнодействующих веществ: учеб. пособие / В. И. Сорокин, А. В. Гаевский, Е. В. Дегтерев, С. К. Волков. – М., 1997. – 71 с.

4. Мельников И.Н. Райгородский В.М. Применение метода тонкослойной хроматографии для исследования объектов криминалистической экспертизы: учеб.-метод. пособие. – Саратов, 2006. – 48 с.

5. Райгородский В.М., Хрусталева В.Н. Проблемы экспертного исследования наркотических средств // Известия высших учебных заведений. Правоведение. – 1999. - № 2 (225). – С. 191–195.

6. Химико-аналитическая диагностика в криминалистической экспертизе материалов, веществ и изделий / И. М. Фицев [и др.] // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2004. – Т. 70. - № 4. – С. 3–16.

7. Хрусталева В.Н. Концептуальные основы криминалистического исследования веществ, материалов и изделий из них: дис. ... д. юрид. н. – Саратов, 2003.

8. Хрусталева В.Н. Организация расследования преступлений, связанных с незаконным оборотом сильнодействующих или ядовитых веществ // Наркоконтроль. – 2008. - №4. – С. 24–34.

9. Экспертное исследование веществ органической природы на принадлежность к наиболее распространенным синтетическим наркотическим и сильнодействующим средствам: метод. рекомендации / В. Н. Агинский [и др.]. – М., 1995. – С. 52–54.

10. Screening for drugs of abuse (II): Cannabinoids, lysergic acid diethylamide, buprenorphine, methadone, barbiturates, benzodiazepines and other drugs: [Pap. Conf.] Brit. Pharmacol. Soc. Clin. Pharmacol. Sec., Brighton, 18-20 Dec., 1996 / D. Simpson [et al.] // Ann. Clin. Biochem. – 1997. – Vol. 34, № 5. – P. 460–510.

Рецензенты:

Аширбекова М.Т., д.ю.н., доцент, профессор кафедры уголовно-правовых дисциплин Волгоградского филиала РАНХ и ГС при Президенте РФ, г. Волгоград;

Лобачева Г.К., д.х.н., профессор, Президент Волгоградского отделения Международной академии авторов научных открытий и изобретений, г. Волгоград.