

личественного определения псилоцибина в экстракте грибов методом внешнего стандарта использовали градуировочный раствор с концентрацией определяемого компонента 1 мг/мл. Индивидуальность хроматографического пика псилоцибина в экстракте проверяли по значению относительных оптических плотностей $A(254/220)$, равному $0,12 \pm 0,02$.

Установлено, что среднее содержание псилоцибина в исследуемых грибах составляет 1,3% от массы сухого образца (рис. 4).

Таким образом, разработана методика судебно-химического исследования псилоцибинсодержащих грибов с использованием методов тонкослойной и газожидкостной хроматографии, хромато-масс-спектрометрии и обращенно-фазовой ВЭЖХ.

Поступила 02.10.97

© КОЛЛЕКТИВ АВТОРОВ, 1998

УДК 340.67

А. И. БАРЦЕВ, Н. В. ВОРОНОВА, А. С. КОШЕЛЕВ, Е. В. КРАСИЛОВА, В. М. МЕДНИКОВ, О. О. НИКОЛАЕВА,
В. С. РОДИОНОВА, Е. М. САЛОМАТИН, Н. С. СИМОНОВА, Ю. В. СТЕПАНОВ

ИЗОЛИРОВАНИЕ И ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАЗЛИЧНЫХ НАРКОТИЧЕСКИХ И ЛЕКАРСТВЕННЫХ ВЕЩЕСТВ ПОСЛЕ КИСЛОТНОГО ГИДРОЛИЗА БИОЛОГИЧЕСКОГО МАТЕРИАЛА

(Сообщение 1)

Бюро судебно-медицинской экспертизы (нач. — доц. В. В. Жаров) Комитета здравоохранения Москвы,
Бюро судебно-медицинской экспертизы (нач. М. С. Ривенсон) Главного управления здравоохранения
Администрации Московской области

Предложена модификация изолирования токсикологически важных веществ после кислотного гидролиза биологического материала. Выявлены лекарственные и наркотические вещества различных групп, не подвергающихся деструкции после проведения кислотного гидролиза биологического материала, установлена высокая степень изолирования выявленных веществ.

Ключевые слова: вещества наркотические, средства лекарственные, кислотный гидролиз, изолирование, определение

ISOLATION AND DETECTION OF NARCOTICS AND DRUGS AFTER ACID HYDROLYSIS OF BIOLOGICAL MATERIAL (Communication 1)

A. I. Bartsev, N. V. Voronova, A. S. Koshelev, Ye. V. Krasilova, V. M. Mednikov, O. O. Nikolaeva, V. S. Rodionova, Ye. M. Salomatin,
N. S. Simonova, Yu. V. Stepanov

A modified method for isolation of toxicologically significant substances after acid hydrolysis of biological material is proposed. Drugs and narcotics of different groups were identified, which are not disintegrated after acid hydrolysis of biological material and are isolated in high amounts.

Key words: narcotics, drugs, acid hydrolysis, isolation, detection

При использовании в течение ряда лет кислотного гидролиза для обнаружения производных 1,4-бензодиазепина по их бензофенонам [1, 2, 7] мы обратили внимание на то, что отдельные лекарственные вещества не подвергаются деструкции в процессе гидролиза. Нами была начата работа по созданию и расширению базы этих веществ, изучению их свойств, сравнению степени изолирования таких веществ из биологического материала после кислотного гидролиза со степенью их изолирования после применения других методов пробоподготовки (данные приведены в таблице) и подбору оптимальных условий изолирования. Результатом этой работы стала следующая модификация метода кислотного гидролиза [1].

Навеску биологического материала (25–50 г) измельчают, заливают двойным объемом 18% раствора соляной кислоты в колбе с обратным холодильником и нагревают на глицериновой бане при температуре 110–120°C в течение 1 ч. Через 1 ч содержимое колбы охлаждают до комнатной температуры, фильтруют и из водной фазы (рН 2,0–3,0) производят двукратную экстракцию эфиром порциями, равными 1/2 объема водной фазы. Эфирное извлечение отделяют, фильтруют через безводный сульфат натрия и в дальнейшем ис-

пользуют для определения барбитуратов и бензофенонов. По нашим наблюдениям, степень изолирования барбитуратов (фенобарбитала, циклобарбитала) выше, чем при изолировании их подкисленной водой по методу А. А. Васильевой, подкисленным спиртом по методу Стаса-Отто или подщелоченной водой по методу Валова. Сравнение степени изолирования проводили по диаметру и интенсивности окраски пятен после ТСХ-исследования и величинам оптической плотности при исследовании извлечений в УФ-области спектра — при одинаковых аликвотах (аналогично для других веществ, открываемых после кислотного гидролиза). Степень изолирования бензофенонов также выше, чем при экстракции их н-гептаном из щелочной среды, однако остатки после испарения эфирных извлечений содержат несколько больше соэкстрактивных веществ.

Для дальнейшего изолирования веществ можно предложить 2 варианта.

1. Весь объем водной фазы подщелачивают гидроксидом натрия до рН 9,0–10,0 по универсальной индикаторной бумаге и экстрагируют двукратно н-гептаном порциями, равными 1/4 объема водной фазы. В гептановом извлечении нами неоднократно обнаружены амитриптилин и

Сравнительная оценка эффективности степени изолирования различных лекарственных веществ

Вещество	Метод изолирования						Количество экспертных случаев
	1	2	3	4	5	6	
Амитриптилин	++	++	+++			++++	18
Верапамил	++		+++			++++	3
Лепонекс	++	++	+++			++++	12
Метадон	—	—				++	5
Морфин	—	—			+	++	43
Обзидан	++	++	+++			++++	7
Плаквинил	++					++++	2
Хингамин	++		+++			++++	3
Трамал			+++			++++	4
Фенобарбитал	++	++		+++		++++	7
Циклобарбитал	++	++		+++		++++	11
Амитал						++	1
Контрольный опыт	—	—	—	—	—	—	27

Примечание. — отрицательный результат ТСХ-исследования (пятен не наблюдается); + слабopоложительный результат ТСХ-исследования и отрицательный результат спектрофотометрического исследования извлечений; ++ положительный результат ТСХ-исследования и слабopоложительный результат спектрофотометрического исследования извлечений; +++ положительный результат ТСХ-исследования и положительный результат спектрофотометрического исследования извлечений; ++++ более выраженный положительный результат при ТСХ-исследовании и спектрофотометрическом исследовании извлечений.

1 — подкисленной водой по методу А. А. Васильевой [3, 5]; 2 — подкисленным спиртом по методу Стаса—Отто; 3 — подкисленным ацетонитрилом по методу Е. М. Саломатина [4]; 4 — подщелоченной водой по методу Валоу; 5 — подщелоченной водой по методу В. Ф. Крамаренко [3, 5]; 6 — после кислотного гидролиза биологического материала.

его аналог нортриптилин, лепонекс, обзидан, трамал, хингамин, плаквинил, метадон, верапамил и др. Затем водную фазу подкисляют 18% раствором соляной кислоты до pH 5,0—6,0 нейтрализуют 25% раствором гидроксида аммония до pH 7,0—8,0 насыщают кристаллическим бикарбонатом натрия и двукратно экстрагируют смесью н-бутанол — хлороформ в соотношении 1:9 порциями, равными 1/4 объема водной фазы. Бутанол-хлороформное извлечение исследуют на наличие морфина. При этом варианте обнаружению морфина не будут мешать перечисленные вещества, а также производные фенотиазина и их сульфоксиды, так как все они останутся в гептановом извлечении.

2. Второй вариант предполагает разделение водной фазы на 2 равные части. Одну часть подщелачивают гидроксидом натрия до pH 9,0—10,0 и (как описано выше) экстрагируют *n*-гептаном, а вторую — нейтрализуют 25% раствором гидроксида аммония, насыщают кристаллическим бикарбонатом натрия и также (как описано выше) экстрагируют бутанол-хлороформной смесью. Этот вариант (при параллельном проведении экстракций) дает двукратную экономию времени и реактивов.

При рассмотрении физико-химических свойств веществ, обнаруженных после кислотного гидролиза, обращает внимание тот факт, что большинство из них образуют соли с сильными минеральными кислотами, имеющими высокую температуру плавления, либо сами являются веществами с выраженными кислыми свойствами и также имеющими высокую температуру плавления — выше 120°C, т. е. выше температуры глицериновой бани [6]. Возможно, этот факт влияет на устойчивость веществ в процессе кислотного гидролиза.

В настоящее время работа по изучению токсикологически важных веществ, не подвергающихся деструкции в процессе кислотного гидролиза биологического материала, а также расширению базы этих веществ продолжается.

Выводы

1. Предложенная модификация метода кислотного гидролиза биологического материала позволяет расширить возможности его применения в плане увеличения количества обнаруживаемых веществ.

2. Установлено, что степень изолирования лекарственных и наркотических веществ, не подвергающихся деструкции при проведении кислотного гидролиза биологического материала, выше, чем степень их изолирования при применении других методов пробоподготовки.

3. При проведении судебно-химических исследований по обнаружению в биологическом материале морфина практически значимым является тот факт, что после кислотного гидролиза биологического материала исключается возможность получения ложноположительных результатов.

4. Применение модифицированного метода кислотного гидролиза позволяет значительно сократить затраты времени на проведение судебно-химического исследования (в 2—3 раза при исследовании свежего биологического материала и в 10 раз при исследовании гнило-измененного биологического материала), что в комплексе с конкретизацией вопросов, выносимых на разрешение эксперта-химика, позволит существенно снизить сроки проведения исследования.

ЛИТЕРАТУРА

- Еремич С. К., Изотов Б. Н., Веселовская Н. В. Анализ наркотических средств. — М., 1993. — С. 39—48; 128.
- Изотов Б. Н., Волкова И. В. Методические рекомендации по определению хлоридазепоксида и его метаболитов в трупном материале. — М., 1988.
- Крамаренко В. Ф. Токсикологическая химия. — Киев, 1989. — С. 172—194.
- Саломатин Е. М. // Суд.-мед. эксперт. — 1989. — № 1. — С. 39—40.
- Швайкова М. Д. Токсикологическая химия. — М., 1975. — С. 120—132.
- Clarke's Isolation and Identification of Drugs in Pharmaceuticals, Body Fluids and Post-Mortem Material. 2-nd Ed. — London, 1986. — P. 346; 452; 488; 742; 790; 883; 937; 1033; 1060.
- Christopoulos Y. N., Chen N. W., Toman A. J. // J. Chromatogr. — 1975. — Vol. 106, N 2. — P. 446—453.