

# TALLINNA TEHNIKAÜLIKOOL

Loodusteaduskond

Keemia ja biotehnoloogia instituut

Keemia osakond

Magistritöö

## Narkootiliste ainete määramine inimsüljes kapillaarelektroforeesi meetodil

Anastassia Tretjakova

Juhendaja: vanemteadur Maria Kulp  
TTÜ Keemia ja biotehnoloogia instituut

TALLINN

2017

Käesoleva töö eesmärgiks oli töötada välja kapillaarelektroforeetilisel lahutamisel põhinev usaldusväärne meetodika narkootiliste ainete (MDA, MDMA, MDEA, COC ja COCE) kvantitatiivseks määramiseks süljes, selleks:

- Narkootikumide detekteerimine käis natiivse fluorestsentsi alusel ergastus- ja emissiooni lainepikkustel vastavalt 280 ja 360 nm.
- Meetodika optimeerimise käigus leiti KE analüüsi optimaalsed tingimused, millede juures ühe proovi analüüs ei võtnud rohkem kui 20 minutit aega arvestades proovi ettevalmistamise protsessi. Proovi korjamiseks kasutati Salivette(r) katsutit spetsiaalse vatiga ning proovi ettevalmistamist süljemaatriksist teostati vahetult enne analüüsi. Iga uuritava narkootikumi jaoks hinnati proovi ettevalmistamise protseduuri saagist ning saadud tulemused jäid vahemikku 27 kuni 53 protsenti.
- Taustelektrolüüdiks valiti 20mM H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, 5.6 mM trietanoolamiini sisalduvat puhvrit, mille pH (2.5) põhjustas positiivse laengu uuritavatel ainetel. Optimeeritud parameetrite hulka kuulusid ka kapillaarile rakendatav pinge (16.5 kV), proovi hüdrodünaamilise sisestamise aeg (30 s) ja kapillaari pikkus (efektiivne – 50 cm, üldpikkus – 62 cm).
- Kõikide ainete jaoks koostati kahte tüüpi kalibreerimisgraafikuid, kasutades rikastatud süljeproove. Kalibreerimisgraafik, mille alusel hinnati narkootiliste ainete kontsentratsioonid reaalses süljeproovides koostati arvestades proovi ettevalmistamise protseduuri saagist ja muid mõjusid. Sisestandardina kasutati allokrüptopiini. Saadud graafikute regressiooni koefitsient (R) näitas lineaarse sõltuvuse detektori signaali ja kontsentratsiooni vahel.
- Standardmääramatused leiti Nordtest'i meetodi järgi, kus meetodika juhusliku ja süstemaatilise vea välja arvutamiseks kasutati laboris välja töötatud referentsmaterjali. Laiendmõõtemääramatus jäi vahemikku 20-30% uuritavate narkootiliste ainete jaoks.
- Meetodika robustsuse hindamisel jõuti järeldusele, et keskkonna temperatuuri muutus avaldab olulist mõju uuritavate ainete ja sisestandardi mõõdetud pindalate suhtele, seega ainete määratud kontsentratsioonile. Analüüsi tulemuste hajuvuse vähendamiseks on kindlasti tarvis tagada konstantset ja kontrollitavat temperatuuri KE süsteemis.

Välja töötatud ja valideeritud meetodikat rakendati narkojoobes olevate inimeste sülje proovide analüüsiks laborivälistes tingimustes. Saadud tulemuste põhjal tehti kindlaks, et inimesed on tarbinud *ecstasy*'t sisaldavat preparaati (on detekteeritud MDMA ja mõnedel

juhtudel MDA piigid). Kalibreerimise graafiku võrrandi järgi määrati antud ainete sisaldust, mis MDMA puhul kõikides proovides tuli väga suur. Saadud kõrgete määramispiiride tõttu koka-alkaloidide määramine pärisproovides osutus võimatuks. Koka-alkaloidide avastamis- ja määramispiiri alandamiseks tuleb varustada detektorit kokaiini esimesele ergastusmaksimumile vastava lainepikkusega ergastusfiltriga.

Väljatöötatud meetodika näitas väga head selektiivsust. Elektroferograamid ei sisaldanud muid piike peale narkootikume.

Tulemuste analüüsi põhjal saab teha järelduse, et väljatöötatud KE meetodika sobib amfetamiini derivaatide sisalduse määramiseks inimsülje maatriksis ning seega pakub alternatiivi traditsiooniistele kromatograafilistele meetodikatele. KE süsteemi edaspidine areng ja miniaturiseerimine annab võimaluse rakendada seda narkojoobe tuvastamiseks ka sündmuskohal.