

PROGRAM ROZVOJE METROLOGIE 2017

Číslo úkolu	Název úkolu	Stručná charakteristika úkolu Výsledek řešení úkolu	Termíny řešení		Neinvestiční prostředky tis. Kč
			zahájení	ukončení	
VIII/3/17	Zkoušení nových psychoaktivních látek (NPS)	Určení metrologických charakteristik nových syntetických látek, zneužívaných jako psychoaktivní drogy. Validace referenčních materiálů těchto látek pro praktické využití ve forensních a toxikologických laboratořích, zejména v Celní správě a Policii České republiky.	III/ 2017	XI/ 2017	360
Předkládá (adresa, razítko, podpis): Axys Varilab s.r.o. 252 46 Vrané nad Vltavou		Bank. spojení / č. účtu: 1925166349/0800			
		IČ / DIČ: 49549669 / CZ49549669		Č.j.:	
		Odpovědný řešitel: Ing. Aleš Čamra		Došlo :	
		Podpis :		Za odbor metrologie:	
		Tel. / fax: 607988672		Poznámka:	
		Datum : 26.10.2016		Přílohy:	

*) číslo úkolu přidělí ÚNMZ

1. Výchozí stav dané problematiky, návaznost na případná (obdobná) předchozí řešení, srovnání s konkurencí/světovou špičkou:

Tento projekt navazuje na obdobné práce z minulých let. Od roku 2011 se průběžně zabýváme analýzou nových psychoaktivních látek, které se dostávají do republiky za účelem jejich distribuce, resp. reexportu do dalších zemí EU. V EU je tato problematika podle konkrétní země řešena buď na úrovni celních laboratoří, nebo policejních složek. CTL už v minulých letech patřila k evropské špičce celních laboratoří v otázce určování struktur neznámých látek.

1.1 Hlavní cíle úkolu:

V minulém roce pokračoval příliv nově zneužívaných syntetických psychoaktivních látek (NPS), které nejenže nejsou ve většině států světa uvedeny jako kontrolované látky, ale v době jejich zachycení nebyla v přístupných databázích ani publikována jejich analytická data. Tyto látky byly Celní správou ČR průběžně zachycovány a zasílány k analýze CTL. K dnešnímu dni je k dispozici pět látek, které nebyly předmětem zkoumání projektů z předešlých let.

V České republice byla řada nových látek zařazena do seznamu kontrolovaných látek zákonem č.106/2011 Sb., kterým se novelizuje zákon č.167/1998 Sb. o návykových látkách, ale v současnosti není v silách ani národních legislativ, ani EU legislativy, vyrovnat se s přílivem těchto látek. Pro většinu látek nejsou k dispozici ověřené analytické postupy a v přístupných, průběžně aktualizovaných databázích není nikdy stoprocentní spolehnutí na uváděná spektra. Ověřování naměřených dat s použitím ověřených standardů je pracné a je na úkor rychlosti. Ověřené standardy v rozumně akceptovatelném čase prakticky nelze získat. Proto bude pomocí kvantitativní NMR metody zjištěna čistota (koncentrace) vybraných zadržených látek pro použití jako pracovní standardy v jiných analytických metodách.

V minulých letech byl vytvořen tým zainteresovaných pracovníků, který v rámci úkolu Programu rozvoje metrologie od roku 2011 začal systematicky analyzovat NPS a získal metrologické charakteristiky řady těchto látek. Měření využívá techniky hmotnostní spektrometrie (GC/LC/MS), nukleární magnetické resonance (NMR) a infračervené spektrometrie (FTIR).

Závěr: cílem by měla být databáze hmotnostních, infračervených a NMR spekter charakteristických pro dané látky, jak je blíže uvedeno v bodu 1.3, a dále i příslušné postupy a pracovní podmínky přístrojů pro identifikaci a kvantitativní analýzu.

Tabulka 1: Seznam NPS navrhovaných k řešení v rámci projektu na rok 2017

	Název INN	Chemický název
1.	bk-DMBDB	1-(Benzo[d][1,3]dioxol-5-yl)-2-(dimethylamino)butan-1-one
2.	N-ethylpentylone	1-(1,3-benzodioxol-5-yl)-2-(ethylamino)-1-pentanone
3.	4-CEC	1-(4-Chloro-phenyl)-2-ethylamino-propan-1-one
4.	4-CL-PVP	1-(4-chlorophenyl)-2-(pyrrolidin-1-yl)pentan-1-one
5.	4-MEAPP	2-(Ethylamino)-1-(4-methylphenyl)-1-pentanone
6.	MPHP	4'-Methyl- α -pyrrolidinohexiophenone
7.	EMB-FUBINACA	ethyl (1-(4-fluorobenzyl)-1H-indazole-3-carbonyl)-L-valinate

Upozornění: Všechny látky uvedené v tabulce mají dnes řešitelé k dispozici jako pracovní standardy.

Bude-li k dispozici další látka, jejíž metrologická charakteristika bude podle názoru zadavatele a řešitele přínosnější, bude v průběhu řešení projektu doplněna. Každou změnu musí odsouhlasit zadavatel a o stanovisko budou předem požádáni oponenti.

1.2 Objektivně ověřitelné výsledky řešení úkolu:

Naměřená data zahrnují sadu GCMS i MS-MS spekter, a to jak původních látek v EI a CI (případně i negativní) ionizaci, nebo jejich derivátů (ve zdůvodněných případech i umožňující rozlišení jejich optických enantiomerů). Dále pak vibrační spektra (IR/RAMAN) a jednorozměrná a dvourozměrná NMR spektra. Na vybraných vzorcích bude pomocí validované kvantitativní NMR metody provedeno stanovení čistoty pro získání referenčních materiálů daných látek.

1.3 Forma výstupu řešení:

Závěrečná zpráva v elektronické i písemné formě obsahující kvalitativní charakteristiku k navrženým NPS. Sada referenčních materiálů NPS charakterizovaných prostředky, které mají řešitelská pracoviště k dispozici. V potaz budou brány:

- Nerozpornost dat získaných různými instrumentacemi GCMS – LCMS - NMR – FTIR – Raman
- Nerozpornost dat získaných ve dvou laboratořích
- Srovnání s dosažitelnými publikovanými daty
- V měření nebudou zahrnuty matricové efekty

Kvantitativní charakteristika:

- kalibrační křivky
- linearita
- reprodukovatelnost výsledků

1.4 Související body Koncepce rozvoje národního metrologického systému České republiky

1.5 Způsob ověření výsledků řešení úkolu:

Závěrečná oponentura

1.6 Navrhovaní oponenti úkolu (minimálně 2, podléhají odsouhlasení zadavatelem úkolu):

1. RNDr. Michael Roman, CSc.: Kriminalistický ústav Praha
2. Ing. Martin Černý, CSc. - odborný posuzovatel ČIA o.p.s. pro forensní chemické laboratoře
3. Mgr. Eva Průšová, LL.M – Ministerstvo průmyslu a obchodu

2.1 Dílčí cíle nezbytné k dosažení hlavních cílů úkolu

Změření MS (hi res), NMR a FTIR spekter vybraných NPS

Kvalitativní metrologická charakteristika bude založena na nerozpornosti dat získaných různými metodami v AXYS i CTL a případně porovnáním s jinými nebo dříve studovanými NPS, či jejich analogy a deriváty. Kvantitativní charakteristiky: (kalibrační křivky, linearita, reprodukovatelnost výsledků) budou vzhledem k fyzické nedostupnosti ověřených standardů studovány na pracovních standardech vzorků popsanych metodou qNMR

2.2 Objektivně ověřitelné výsledky řešení dílčích cílů:

Naměřená MS a NMR spektra látek uvedených v Tab. 1

2.3 Způsob ověření dílčích cílů:

Průběžná oponentura

3. Kalkulace úkolu (podrobný rozpis nákladů /neinvestičních prostředků/, plánovaných na řešení úkolu):

Osobní náklady (mzdové prostředky) 150 tis. Kč (celkem 250 prac. hodin, 600 Kč za člověkohodinu)

Kooperace Axys Varilab a CTL 44 tis. Kč

(metody měření s použitím přístrojů dostupných na pracovištích Celní správy (LC MS-MS (QQQ), GC MS-MS (q-TOF), FTIR a NMR) při uplatňování požadavků pro laboratoře akreditované (dle ČSN EN ISO/IEC 17025:2005) a certifikované (dle ČSN EN ISO 9001:2009)).

Spotřební materiál 100 tis. Kč (včetně odpisů za měřicí přístroje)

Náklady na oponentury 6 tis. Kč

Celkem bez daně 300 tis. Kč

DPH 20% 60 tis. Kč

Celkem včetně DPH 360

4. Podíl státu na financování úkolu (v %):

100 %

5. Praktické využití výsledků řešení:

Nové postupy a údaje budou primárně využity při celní kontrole v ČR, přičemž v rámci distribuce drog v EU bývá právě ČR, kvůli výhodné poloze Ruzyňského letiště, často vstupní branou pro i další státy EU. Následně i pro potírání drogové kriminality zainteresovanými autoritami celní správy a policie prostřednictvím Celně kriminalistického pracoviště GŘC.

Soubor dat prostřednictvím CTL bude následně předán dalším laboratorům z oboru celních a forensních pracovišť EU, a případně tak bude sloužit i jako jeden z podkladů pro koordinační činnosti v rámci CLEN (Customs Laboratories European Network) o doporučených metodách analýzy těchto látek.

Výsledky by dále měly sloužit k využití v rámci forensních a klinických pracovišť ČR, a výzkumných pracovišť zabývajících se novými psychoaktivními látkami (NPS).

6. Předpokládané přínosy (technické, metrologické i ekonomické) výsledků řešení úkolu:

Technický přínos: okamžitý technický přínos je v možnosti předběžné identifikace nových psychotropních látek při kontrole přímo v terénu. Budou využity mobilní Ramanovské spektrometry v CS MFCR a spektra nových látek po jejich jednoznačné identifikaci za pomoci laboratorních zařízení budou vkládána do uživatelských

knihoven. Dále: jako jeden z výsledků budou prezentována MS (EI i CI) a MS/MS spektra ve vysokém rozlišení dovolujícím určit elementární složení.

Metrologický přínos: kvalitativní charakteristiky a validovaná metoda stanovení nových zneužívaných látek. K tomu je třeba dodat, že spektrální charakteristiky nově importovaných látek, především z Číny, jsou ve zrychleném tempu ukládány do veřejně přístupných databází spekter drog, ovšem s rizikem určitých nepřesností. Vybavení CTL umožňuje mnohem vyšší spolehlivost identifikace.

Ekonomický přínos: v tomto projektu bude využita dříve zakoupená technika, bez nároku na další instrumentální vybavení, které by bylo nezbytné.

7. Spoluřešitelé úkolu (uvést rozsah spolupráce-věcný a finanční):

CTL Zajištění zkoumaných látek a a měření na následujících zařízeních:

- LCMS triple quad (MS spektra v ESI (pozitivní, případně negativní) ionizaci, MSMS spektra na molekulárním či charakteristickém iontu
- NMR (^1H i ^{13}C spektra, 2D spektra), qNMR metoda na stanovení čistoty látek
- Vibrační spektra na následujících zařízeních:
 - FTIR s mikroskopem (IR spektra na BaF₂ podložce pro původní vzorky, případně volné báze)
 - Mobilní Ramanův spektrometr (Ramanovská spektra)
- Pro případné dodefinování elementárního složení měření na C H O N analyzátoru

Finanční podíl je specifikován v tabulce v bodě 3.

8. Nároky na zahraniční cesty (uvést důvod, stát, organizace, délka pobytu, finanční nároky, souvislost s úkolem atd.):

Nejsou

9. Prohlašujeme, že naše organizace současně nenárokovala, resp. nemá přislíbeny finanční prostředky na řešení úkolu ze státního rozpočtu prostřednictvím jiného orgánu státní správy, popř. nevyužila jiné, duplicitní cesty k financování navrhovaného úkolu.

Název, adresa, razítko a podpis statutárního zástupce

Axys Varilab s.r.o.
Vltavská 13
252 46 Vrané nad Vltavou

Ing. Jan Hořejš
ředitel Axys – Varilab s.r.o.