



Detectie van sporen van de productie van synthetische drugs in oppervlaktewater

Recherche de traces de production de drogues de synthèse dans les eaux usées

-

GEOAMP

Coördinator - Coordinateur: Prof. Dr. C. Charlier (ULg)

**Promotoren - Promoteurs: Prof Dr. A. Verstraete (UGent)
Prof J. Dewulf (Ugent)**

Onderzoekers - Chercheurs: Kevin Maebe (Ugent)

Laurence Pirson (ULg)

Laurens Van Puyenbroeck (UGent)

Cristina Isalberti (UGent)

Anne-Françoise Collart (ULg)

Laetitia Theunis (ULg)

Lies Decock (UGent)

Université de Liège

Service de Toxicologie – Toxicologie Clinique, Toxicologie Médico-légale, Toxicologie Environnementale et en Entreprise

Universiteit Gent

Vakgroep Klinische Biologie, Microbiologie en Immunologie

Faculteit Geneeskunde en Gezondheidswetenschappen

Onderzoeksgroep ENVOC

Faculteit Bio-ingenieurswetenschappen

SUMMARY

Amphetamine, methamphetamine and ecstasy are synthetic drugs that belong to the family of phenethylamines and have a stimulant, entactogenic or hallucinogenic effect. Amphetamine can be used for medical purposes (narcolepsy, hyperactivity in children), but these drugs are mainly used for their stimulating effects in sports, students and parties.

Worldwide, amphetamine, methamphetamine and ecstasy are among the most common illicit drugs after cannabis and cocaine.

Their use has increased rapidly in the 90s, but growth has slowed in the last years. In Europe, consumption of amphetamine and ecstasy is the highest in the Czech Republic, Estonia and the United Kingdom. Ecstasy is usually associated with clubs, with a high consumption among youth.

Amphetamines are indirect sympathomimetic agonists: they increase the release of serotonin, noradrenaline and dopamine by nerve endings and thus potentiate neurotransmission at monoaminergic synapses. This potentiation explains the psychostimulant, reinforcing and anorectic effects of these drug. After repeated use, serotonergic neurons get depleted of their transmitter and depression can occur.

The psychological dependence on amphetamines can be compared to that caused by cocaine. However, physical dependence is slight, which allows occasional use. Amphetamine, methamphetamine and ecstasy are readily absorbed, are distributed in all body tissues, and a significant percentage (30%) is excreted unchanged in the urine. Some drugs, e.g. the antiparkinsonian selegiline, are metabolised into amphetamine and methamphetamine.

These drugs are synthesized from chemicals readily available in laboratories that are themselves easy to hide. They require a manufacturing process in two stages: the drug is first synthesized in a laboratory as a pure powder. This is then mixed with other substances and pressed into a tablet form. The precursors used for this synthesis are chemicals that are not considered as drugs but their import and purchase are more and more efficiently controlled.

The main reaction of synthesis of amphetamine, methamphetamine and ecstasy are the Leuckaert reaction but also the amination reaction (reductive or cold).

In parallel with the production and consumption of synthetic drugs, the police must face the problem of illegal dumping of waste from the production of these drugs as they can quickly represent a significant volume. The objective of the GEOAMP project was to determine whether the analysis of the waste production in wastewater could fairly quickly locate a possible clandestine laboratory near the discharge point.

The project proceeded as follows: initially, identification of molecules found in waste from clandestine laboratories by Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS). These tests have confirmed that the substances found are BMK, PMK, piperonal and formyl-amphetamine, which are synthetic precursors, as well as MDMA and amphetamine.

We have therefore selected the following products for the project: PMK, BMK, N-Formyl 3,4-methylenedioxyamphetamine, N-Acetyl-3, 4-methylenedioxyamphetamine, N-acetylamphetamine, piperonal, MDMA, MDA and amphetamine.

These substances were tested in both aerobic and anaerobic conditions, to check their stability in water. Indeed, it was important to ensure that these products, once in water, were not subject to degradation and that these substances could serve as tracers.

These products were then searched in the waste water from water treatment plants in the North (Antwerp and Hasselt) and South (Oupeye) of Belgium.

Two sampling campaigns were organized. Sampling was conducted using an automatic device giving a representative picture of the flow during a day. During the first campaign, samplings were conducted every day for about a month, 32 samples were taken in the station Oupeye, 30 samples in water treatment station of Antwerp and 30 in the water treatmentstation of Hasselt. Some samples were lost in transport, so only 20 samples of water station in Antwerp and 22 samples of the water station in Hasselt were analysed. During the second campaign, samples were also carried out for a month but with a sampling only on Mondays and Wednesdays at Oupeye (nine samples were taken). In Antwerp and Hasselt there were 39 and 31 samples.

The analytical methods used are similar to those used in the project COWAT. Solid phase extraction was used for sample preparation followed by Liquid Chromatography / Mass Spectrometry (LC-MS/MS) for analysis. For formyl-amphetamine, no standard was available; therefore we could not develop an analytical method. It was not possible to develop a significantly sensitive method of detection for PMK, BMK, formyl-amphetamine and piperonal.

We identified amphetamine and MDMA in the samples, whether collected from the North or the South. In the contrary, no precursors, except for N-acetylamphetamine, have been found in any sample.

Number of positive samples (mean)	Anvers (ng/L)	Hasselt (ng/L)	Oupeye
Amphetamine	59 (370.2)	53 (640.1)	10
MDMA	59 (30.5)	53 (21.6)	3
N acetyl-amphetamine	43 (2.2)	51(3.8)	0

Comparisons of performance between the two laboratories have been conducted for several positive and negative samples.

We can therefore conclude that our results are evidence of a synthetic drug consumption but not of production since we found no precursor. We coul not demonstrate a link between the presence of synthetic precursors in wastewater and production of drugs.

However, these results could be used to assess the use of amphetamine and MDMA in a geographic area drained by the water treatment plants where the samples were analyzed. Thus, based on the water stations already examined, there are 2344 kilograms of amphetamine and 61.9 kilograms of MDMA are used annually in Belgium. This is probably an overestimation, because it is based on only 2 water treatment plants, where drug concentrations were high in the COWAT project.

RESUME

L'amphétamine, la méthamphétamine et l'ecstasy sont des drogues de synthèse qui appartiennent à la famille des phénéthylamines et possèdent des propriétés stimulantes, entactogènes ou hallucinogènes. L'amphétamine peut être utilisée à des fins médicales (narcolepsie, hyperactivité infantile) mais ces drogues sont surtout utilisées pour leurs pouvoirs stimulants dans le milieu sportif, étudiantin et festif.

A l'échelle mondiale, l'amphétamine, la méthamphétamine et l'ecstasy comptent parmi les drogues illicites les plus répandues après le cannabis.

Leur usage a augmenté très rapidement dans les années 90 avant d'observer une progression plus lente ces dernières années. En Europe, la consommation d'amphétamine et d'ecstasy est surtout élevée en République Tchèque, en Estonie et au Royaume Uni. La consommation d'ecstasy est généralement associée aux discothèques avec une consommation importante chez les jeunes.

Les amphétamines sont des agonistes sympathomimétiques indirects agissant sur les neurones monoaminergiques en augmentant la libération de sérotonine, noradrénaline et dopamine au niveau de la synapse. Ceci augmente les neurotransmetteurs dans la synapse, provoquant des effets psychostimulants et anorexigènes temporaires. Mais les neurones s'épuisent et au bout de quelques heures les effets inverses se produisent : fatigue, nervosité, découragement et lassitude.

La dépendance psychologique aux amphétamines peut être comparée à celle provoquée par la cocaïne. Cependant, la dépendance physique est peu marquée, ce qui leur permet une consommation occasionnelle.

L'amphétamine, la méthamphétamine et l'ecstasy sont rapidement absorbées, sont distribuées dans tous les tissus de l'organisme, et un pourcentage important (environ 30%) se retrouve sous sa forme inchangée dans les urines. Certains médicaments, comme la sélégiline utilisés dans la maladie de Parkinson, ont comme métabolites la méthamphétamine et l'amphétamine.

Ces drogues sont synthétisées à partir de produits chimiques faciles à obtenir dans des laboratoires qui sont eux-mêmes faciles à dissimuler. Elles nécessitent un processus de fabrication en deux étapes : le stupéfiant est d'abord synthétisé dans un laboratoire sous la forme d'une poudre très pure. Celle-ci est ensuite mélangée à d'autres substances et pressée sous forme de tablettes. Les précurseurs utilisés pour cette synthèse sont des produits chimiques qui ne sont pas considérés comme des stupéfiants mais leur importation et leur achat sont contrôlés.

Les principales voies de synthèse de l'amphétamine, la méthamphétamine et l'ecstasy sont la voie de Leuckart mais aussi la voie de l'amination (réductive ou à froid).

En parallèle à la production et à la consommation de drogues de synthèse, les services de police doivent faire face au problème de rejets de déchets clandestins provenant de la production de ces drogues car ils peuvent vite représenter un volume important. L'hypothèse de départ du projet GEOAMP était d'ailleurs que la découverte des déchets de production dans les eaux usées pourrait permettre de localiser assez rapidement un éventuel laboratoire clandestin situé à proximité du point de rejet.

Le projet s'est déroulé comme suit : dans un premier temps, une identification des molécules présentes dans des déchets provenant de laboratoires clandestins a été faite par une méthode de chromatographie gazeuse couplée à un spectromètre de masse (GC-MS). Ces analyses nous ont permis de confirmer que les substances à rechercher sont BMC, PMC, pipéronal et formyl-amphétamine, qui sont des précurseurs de synthèse, ainsi que la MDMA et l'amphétamine.

Nous avons donc retenu les produits suivants pour la suite du projet : PMC, BMC, N-Formyl 3,4 méthylènedioxyamphétamine, N-Acetyl-3,4-méthylènedioxyamphétamine, N-acétylamphétamine, Pipéronal, MDMA, MDA et Amphétamine.

Ces substances ont alors été testées, à la fois en condition aérobie et anaérobie, afin de vérifier leurs stabilité en milieu aquatique. En effet, il était important de s'assurer que ces produits, une fois dans l'eau, ne subissaient plus de transformation et que c'était bien ces substances, telles quelles, qui pouvaient servir de traceur.

Ces produits ont été ensuite recherchés dans les eaux provenant de stations d'épuration du Nord (Anvers et Hasselt) et du Sud du pays (Oupeye).

Deux campagnes de prélèvement ont été organisées. L'échantillonnage a été réalisé à l'aide d'un dispositif automatique donnant une image représentative de l'écoulement durant une journée. Lors de la première campagne, les échantillonnages ont été effectués tous les jours durant environ un mois : 32 prélèvements ont été effectués dans la station d'Oupeye, 30 prélèvements dans la station d'Anvers et 30 dans la station d'Hasselt. Quelques échantillons ont été perdus durant le transport, donc seulement 20 prélèvements de la station d'Anvers et 22 de la station d'Hasselt ont été analysés. Lors de la deuxième campagne, les échantillonnages ont également été effectués durant environ un mois mais à Liège avec seulement un prélèvement le lundi et le mercredi. Au total, 9 prélèvements ont été effectués à Oupeye, 39 à Anvers et 31 à Hasselt.

Les méthodes d'analyse utilisées sont comparables à celles utilisées dans le projet COWAT. Une technique d'extraction en phase solide a été utilisée pour la préparation des échantillons, suivie d'une chromatographie liquide couplée à de la spectrométrie de masse (LC-MS/MS) pour l'analyse. Pour la formyl-amphétamine, aucun standard n'étant disponible, donc nous n'avons pas pu développer de méthode de dosage. Il n'a pas été possible de développer une méthode sensible de détection pour la PMC, la BMC et le pipéronal.

Nos résultats ont permis la mise en évidence d'amphétamine et de MDMA dans les échantillons, qu'ils proviennent du Nord ou du Sud du pays. Par contre, les précurseurs, sauf pour la N-acétyl-amphétamine, n'ont été retrouvés dans aucun échantillon.

Nombre d'échantillons positifs (moyenne)	Anvers (ng/L)	Hasselt (ng/L)	Oupeye
Amphétamine	59 (370.2)	53 (640.1)	10
MDMA	59 (30.5)	53 (21.6)	3
N acétyl-amphétamine	43 (2.2)	51 (3.8)	0

Des comparaisons de performance entre les deux laboratoires ont été menées pour plusieurs échantillons positifs et négatifs.

On peut donc conclure que nos résultats sont la preuve d'une consommation de drogues de synthèse mais pas d'une production puisqu'on ne retrouve aucun précurseur. On ne peut donc pas démontrer un lien entre présence de précurseurs de synthèse dans les eaux usées et production de drogues.

Par contre, ces résultats pourraient être exploités pour apprécier la consommation d'amphétamine et de MDMA dans une région géographique drainée par la station d'épuration où les prélèvements ont été analysés. Ainsi, sur base des stations d'eau déjà examinées, 2344 kg d'amphétamine et 62,9 kg MDMA sont utilisés annuellement en Belgique. Ceci est probablement une surestimation, car elle n'est basée que sur 2 stations d'épuration, où les concentrations de drogues sont plus élevées (résultats COWAT).

SAMENVATTING

Amfetamine, methamfetamine en ecstasy zijn synthetische drugs die behoren tot de familie van de fenethylamines en een stimulerende of hallucinogene werking hebben. Amfetamine kan men gebruiken voor medische doeleinden (narcolepsie, hyperactiviteit bij kinderen), maar deze drugs worden hoofdzakelijk gebruikt door atleten, studenten en festivalgangers voor hun stimulerende werking.

Wereldwijd behoren amfetamine, methamfetamine en ecstasy tot de meest gebruikte illegale drugs na cannabis en cocaïne. Hun gebruik is drastisch gestegen in de jaren 90 maar afgelopen jaar werd een lagere groei vastgesteld. In Europa worden amfetamine en ecstasy voornamelijk gebruikt in Tsjechië, Estland en het Verenigd Koninkrijk. Ecstasy wordt hoofdzakelijk geassocieerd met discotheken met een hoge consumptiegraad bij de jeugd.

Amfetamines zijn indirecte sympathomimetische agonisten die inwerken op de serotonerge neuronen. Ze werken in op deze neuronen door te interfereren met de afscheiding van dopamine en noradrenaline in de synaps. Hierdoor veroorzaken ze een tijdelijk stimulerend en vermagerend effect. Maar later worden de neuronen uitgeput en na enkele uren treden de tegenovergestelde effecten op zoals vermoeidheid, zenuwachtigheid en een verlaging van het zelfvertrouwen en waarnemingsvermogen.

De psychologische afhankelijkheid van amfetamines kan men vergelijken met deze veroorzaakt door cocaïne. Daarentegen is de fysieke afhankelijkheid laag wat occasioneel gebruik toelaat. Amfetamine, methamfetamine en ecstasy worden snel geabsorbeerd, opgenomen over alle verschillende lichaamsweefsels en een significant percentage (30%) komt in originele vorm terecht in de urine. Sommige geneesmiddelen, voorbeeld selegiline, worden gemetaboliseerd tot amfetamine en methamfetamine.

Deze drugs worden aangemaakt door het gebruik van chemicaliën die makkelijk te vinden zijn in laboratoria die zelf zeer makkelijk te verstopen zijn. Voor de aanmaak van deze producten moet men twee fasen doorlopen: de drug moet eerst gesynthetiseerd worden in het laboratorium als een zuiver poeder. Dit wordt daarna gemengd met andere stoffen en gepresenteerd onder de vorm van pillen. De precursoren die gebruikt worden voor de synthese zijn chemicaliën die niet als drugs worden beschouwd, maar hun import en aankoop wordt met stijgend succes strikter en strikter gecontroleerd. De principes waarop de synthese van amfetamine, methamfetamine en ecstasy zijn gebaseerd, zijn de Leuckart reactie, maar ook de aminatie reactie (reductief of koud).

Naast de productie en consumptie van synthetische drugs, krijgt de politie ook te maken met het illegaal lozen van afval afkomstig uit het productieproces van deze drugs, wat al snel een significant volume kan aannemen. De hypothese waar het GEOAMP project dan ook op steunt, is dat er aan de hand van het detecteren van afvalstoffen, gevormd in de productie van drugs, in het afvalwater gemakkelijk een clandestien laboratorium in de directe omgeving van het lozingspunt terug te vinden is.

Het project verliep als volgt: eerst trachten we de moleculen die teruggevonden werden in het afval van illegale laboratoria te identificeren en te analyseren met gaschromatografie-massaspectrometrie (GC-MS). Deze analyses hebben bevestigd dat de teruggevonden stoffen BMK, PMK, piperonal en formyl-amfetamine zijn, allen synthetische precursoren, alsook MDMA en amfetamine.

We hebben op basis hiervan de volgende producten opgenomen voor het project: PMK, BMK, N-Formyl 3,4-methylenedioxyamfetamine, N-Acetyl-3,4-methylenedioxyamfetamine, N-acetylamfetamine, piperonal, MDMA, MDA en amfetamine.

Deze substanties werden getest zowel in een aeroob als een anaeroob milieu om hun stabiliteit in water na te gaan. Het was inderdaad zeer belangrijk om te verzekeren dat bij deze producten, eenmaal in water, geen reacties zouden optreden en dat deze substanties effectief kunnen gebruikt worden als merker van amfetamine of MDMA productie.

Deze producten werden dan in het water van waterzuiveringsinstallaties in het noorden (Antwerpen en Hasselt) en het zuiden (Oupeye).

Twee grote staalnames werden georganiseerd. De bemonstering werd uitgevoerd via gebruik van een automatisch apparaat wat een representatief beeld geeft van de flow gedurende de dag. Tijdens de eerste campagne werd de bemonstering elke dag uitgevoerd gedurende een hele maand, 32 stalen werden genomen in het station Oupeye, 30 stalen in het waterstation van Antwerpen en ook 30 in dat van Hasselt. Hier gingen, door transport, echter enkele stalen verloren waardoor slechts 20 stalen van Antwerpen en 22 stalen van Hasselt geanalyseerd konden worden. Tijdens de tweede periode werden eveneens stalen genomen gedurende een maand, maar met in Luik enkel een staalname op maandag en woensdag. In totaal werden er 9 stalen afgenomen in Oupeye en 39 en 31 in respectievelijk Antwerpen en Hasselt.

De analyse methoden die gebruikt werden zijn te vergelijken met deze van het project COWAT. Een techniek van vaste fase extractie werd gebruikt voor de voorbereiding van de stalen gevolgd door vloeistofchromatografie/ massaspectrometrie (LS-MS/MS) voor de analyse. Voor formyl-amfetamine was er geen standaard beschikbaar waardoor geen methode ontwikkeld kon worden. Het was onmogelijk een voldoende gevoelige methode te ontwikkelen voor de detectie van PMK, BMK, acetyl-amphetamine en piperonal.

Amfetamine en MDMA werden gevonden in de stalen van het noorden en het zuiden. In tegenstelling hiermee werden geen precursoren, behalve N-acetylamfetamine, teruggevonden in alle stalen:

Aantal positieve stalen (gemiddelde)	Antwerpen (ng/L)	Hasselt (ng/L)	Oupeye
Amfetamine	59 (370.2)	53 (640.1)	10
MDMA	59 (30.5)	53 (21.6)	3
N-acetylamfetamine	43 (2.2)	51 (3.8)	0

Een vergelijking van de resultaten tussen de twee laboratoria werd uitgevoerd, zowel voor negatieve als voor positieve stalen.

We kunnen daarom concluderen dat onze resultaten wel kunnen aantonen dat synthetische drugs worden gebruikt, maar we vonden geen sporen van productie aangezien we zeer weinig tot geen precursoren terugvonden. We kunnen geen verband aantonen tussen de aanwezigheid van synthetische precursoren in het afvalwater en de productie van drugs.

De resultaten kunnen echter wel geëxtrapoleerd worden om het gebruik van amfetamines en MDMA in verschillende geografische locaties te bepalen, gebaseerd op de plaats van de waterzuiveringsinstallaties waar de stalen werden afgenomen. Zo zou er, op basis van de reeds onderzochte waterstations, jaarlijks 2344 kg amfetamine en 61,9 kg MDMA gebruikt worden in België. Dit is waarschijnlijk een overschatting, want gebaseerd op slechts 2 waterzuiveringstations, waar de drugconcentraties in het COWAT project hoog lagen.

Abréviations/Afkortingen

- **Amphetamine:** α -methyl-phenylethamine
- **BMC:** Benzylmethylketone/ BMK/ 1-Phenyl-2-propanone/ Phenylacetone/ P2P
- **BOD:** Biochemical Oxygen Demand (mg). De biologische zuurstofvraag is de hoeveelheid zuurstof verbruikt door micro-organismen tijdens de metabolisatie van een te testen stof; ook uitgedrukt in mg zuurstofopname per mg teststof;
- **BZV:** Biologische Zuurstof Verbruik
- **COD:** Chemical Oxygen Demand (mg). De chemische zuurstofvraag is de hoeveelheid zuurstof verbruikt gedurende oxidatie met heet chroomzuur van een te testen stof. Dit meet de aanwezige hoeveelheid oxideerbare materie, ook uitgedrukt in mg zuurstof verbruikt per mg teststof;
- **CZV:** Chemische Zuurstof Verbruik
- **DHE:** 3,4-dihydroxyethylamphetamine
- **DOC:** Dissolved Organic Carbon (opgeloste organische koolstof) is de organische koolstof aanwezig in oplossing, of de organische koolstof die doorheen een 0,45 micrometerfilter komt, of die in het supernatans overblijft na centrifugeren op bij benadering 4000g (ongeveer 20000 m/sec²) voor 15min;
- **Gedeïoniseerd water:** National Committee for Clinical Laboratory Standards (NCCLS) type I waterkwaliteit, wordt met het toestel Elga Medica-R7115 (Rossmark) geproduceerd, gebruik makend van omgekeerde osmose, ionenuitwisseling, UV-lampen en een bacteriënfilter.
- **EMCDDA:** European Monitoring Center for Drugs and Drug Addiction (Observatoire Européen des drogues et des toxicomanies)
- **HHMA:** 3,4-dihydroxymethamphetamine
- **HME:** 4-hydroxy 3-méthoxyethylamphetamine
- **HMMA:** 4-hydroxy 3-méthoxymethamphetamine
- **MBDB:** 2-methylamino-1-(3,4-methylenedioxyphenyl) butane

- **MDA:** 3,4-méthylendioxyamphetamine
- **MDEA:** 3,4-méthylendioxy-N-ethylamphetamine
- **MDMA:** Methylene-DioxyMethAmphetamine/ XTC/ ecstasy/ love drug/ Adam/ Love pill
- **Methamphetamine:** N,α-dimethylphenethylamine
- **N-Acetyl-3,4-méthylendioxyamphetamine:** N- Acetyl-MDA/ N-acetyl-3,4-methylenephenylisopropylamine/ N- acetyl-α-methyl-1,3- benzodioxole-5-ethanamine
- **N-acetylamphetamine:** N-Acetyl phenylisopropylamine/ N- (α-Methylphenethyl)acetamide/ N-(1-Methyl-2-phenylethyl)acetamide
- **N-Formyl 3,4 méthylendioxyamphetamine:** N-Formyl-MDA/ N-Formyl 3,4 methylenedioxy-phenylisopropylamine/ N[2-(1,3 Benzodioxol-5-yl)-1-methylethyl]-formamide
- **OESO:** De Organisatie voor Economische Samenwerking en Ontwikkeling is een samenwerkingsverband van 30 landen om het sociaal en economisch beleid te bespreken, bestuderen en te coördineren, en het internationaal beleid hierop af te stemmen.
- **ONUDD:** Office des Nations Unies contre la Drogue et le Crime
- **Piperonal:** 1,3 Benzodioxole-5-carboxaldehyde/ 3,4- (Methylenedioxy)benzaldehyde/ Piperonylaldehyde/Dioxymethyleneprotocatechuic aldehyde
- **PMC:** Piperonylmethylketone/ PMK/ MDP2P/ 3,4-methylenedioxyphenyl acetone/ 1-(3,4-Methylenedioxyphenyl)-2-propanol
- **ThOD:** Theoretical Oxygen Demand (mg). De theoretische zuurstofvraag is de totale hoeveelheid zuurstof nodig om een chemische stof volledig te oxideren. Dit wordt berekend aan de hand van de moleculaire formule en wordt uitgedrukt in mg zuurstof vereist per mg teststof.
- **TOC:** troubles obsessionnels compulsifs
- **WASIMP:** Impurity Profiling of Waste

TABLE DES MATIÈRES

1. INTRODUCTION	5
1.1. INFORMATIONS GENERALES	5
1.1.1. Historique	5
1.1.2. Production	7
1.1.3. Composition chimique	8
1.1.4. Pharmacologie	12
1.1.5. Pharmacocinétique	13
1.2. CONSOMMATION	16
1.2.1. Utilisation thérapeutique des amphétamines	16
1.2.2. Habitudes de consommation	16
1.2.3. Effets	17
1.2.4. Consommation d'amphétamines dans le monde	19
1.2.5. Consommation d'amphétamines en Europe	24
1.2.6. Consommation d'amphétamines dans la population estudiantine	26
1.2.7. Consommation d'amphétamines en Belgique	27
1.2.8. Saisies dans le monde, en Europe et en Belgique	28
1.2.9. Prix et pureté des amphétamines sur le marché belge	31
1.3. PREVENTION DE LA CONSOMMATION DE STUPEFIANTS DANS LE MONDE, EN EUROPE ET EN BELGIQUE	33
1.4. PRODUCTION DE DECHETS LORS DE LA SYNTHÈSE DES AMPHÉTAMINES EN BELGIQUE	35
1.5. DESCRIPTION DU PROJET GEOAMP	36
2. ANALYSE PRODUCTIEAFVAL MET GCMS.....	37
2.1. GASCHROMATOGRAPHIE GEKOPPELD AAN MASSASPECTROMETRIE	37
2.2. DECHETS DE PRODUCTION DES LABORATOIRES CLANDESTINS D'AMPHÉTAMINE ET D'ECSTASY	38
2.2.1. GCMS methode	38
2.2.2. De staalvoorbereiding	39
2.2.3. Methode op GC-MS	39
2.2.4. Vergelijking tussen de methodes	40
2.3. RESULTATS DES ANALYSES	43
2.3.1. Chromatographie gazeuse couplée à un détecteur à ionisation de flamme (GC-FID)	43
2.3.2. Solvants retrouvés dans les échantillons	44
2.3.3. Précurseurs de synthèse retrouvés dans les échantillons	45
2.4. CHOIX DES STANDARDS	48
3. BIODEGRADEERBAARHEID VAN PIPERONAL, N-ACETYL-3,4-METHYLENEDIOXYAMFETAMINE, N-FORMYL-3,4-METHYLENEDIOXYAMFETAMINE, N-ACETYL-AMFETAMINE, 3,4-METHYLENEDIOXYFENYLACETON AND BENZYL METHYLKETON.	50
3.1. AFKORTINGEN EN DEFINITIES	50
ZIE PAGINA 2	50
3.2. INLEIDING	50
3.3. MATERIAAL EN METHODEN	50
3.3.1. Closed Bottle test	50
3.3.2. Materiaal en opzet test	51
3.4. RESULTATEN	55
3.5. DISCUSSIE EN CONCLUSIE	56
4. OPSPOREN VAN SYNTHESAPRECURSOREN IN AFVALWATER	57
4.1. STAALNAME	57
4.2. BESCHRIJVING VAN DE STAAL BEMONSTERING OP HET NIVEAU VAN DE STATIONS (DEBIET, APPARAAT)	57
4.3. CHROMATOGRAPHIE LIQUIDE COUPLEE A UN DETECTEUR MS-MS (LC-MS-MS)	62
4.3.1. UPLC :	62
4.3.2. Electrospray :	62
4.3.3. MS-MS (Mass Spectrometry) :	63
4.3.4. Le détecteur :	64

4.4.	MATERIEL ET METHODE	64
4.4.1.	<i>Matériel et méthode de liège :</i>	64
4.4.2.	<i>Materiaal en methode gebruikt in Gent</i>	69
4.5.	ANALYSE DES ECHANTILLONS DE LIEGE	78
4.5.1.	<i>Première campagne de prélèvement</i>	78
4.5.2.	<i>Deuxième campagne de prélèvement</i>	79
4.6.	ANALYSE DES ECHANTILLONS DE GAND	80
4.6.1.	<i>Methode validatie</i>	80
4.6.2.	<i>Eerste staalname campagne</i>	81
4.6.3.	<i>Tweede staalname campagne</i>	84
4.6.4.	<i>Bepaling mate van drug gebruik</i>	88
4.7.	RÉSULTATS DES ÉCHANGES INTERLABORATOIRES	93
4.8.	DISCUSSIE	94
5.	VALORISATION JUDICIAIRE DES ANALYSES RÉALISÉES	97
5.1.	INLEIDING	97
5.1.1.	<i>Afbakening</i>	97
5.1.2.	<i>Structuur</i>	97
5.2.	DE AANPAK VAN SYNTHETISCHE DRUGPRODUCTIE IN BELGIË	98
5.2.1.	<i>Algemeen</i>	98
5.2.2.	<i>Overzicht van de relevante strafbaarstellingen</i>	99
5.3.	OPSPORING EN VERVOLGING NA EEN POSITIEVE CHEMISCHE ANALYSE	101
5.3.1	<i>Inleiding</i>	101
5.3.2	<i>Opstarten van een strafonderzoek in het licht van de chemische analysemethode</i>	101
5.3.3.	<i>Verder verloop van het onderzoek</i>	107
5.4	BRUIKBAARHEID VAN DE (POSITIEVE) ANALYSE ALS BEWIJSELEMENT	108
5.4.1.	<i>Inleiding</i>	108
5.4.2.	<i>Regels betreffende de monsterneming door politiediensten</i>	108
5.4.3.	<i>Verenigbaarheid met het recht op tegenspraak</i>	110
5.4.4.	<i>Onregelmatigheid bij de monsterneming en navolgende analyse</i>	111
5.5.	CONCLUSIES EN AANBEVELINGEN	113
6.	CONCLUSIONS	115
7.	REFERENTIES.....	116

1. INTRODUCTION

1.1. Informations générales

1.1.1. Historique

Amphétamines et méthamphétamines

L'ancêtre commun de toutes les amphétamines est un alcaloïde extrait du Ma-Huang, une plante utilisée depuis plusieurs millénaires en Chine (P. Laure and al, Psychostimulants et amphétamines ; Toxibase, 1999).

C'est en 1895 que le chimiste Nagejasi Nagaï extrait pour la première fois l'éphédrine, en raison des vertus stimulantes de la plante. Par la suite, Chen la purifie en 1923. Elle est alors utilisée immédiatement en thérapeutique. En 1931, elle sert de support à Allès pour la synthèse de la benzédrine, première d'une longue série d'amphétamines (dexédrine, méthylamphétamine...). Son objectif était de traiter les symptômes de l'asthme. Dans les années 40, aux Etats-Unis, la benzédrine a été vendue librement comme décongestionnant nasal sous forme de poudre pour inhalateur. Rapidement, les effets stimulants de ce produit sont devenus populaires, surtout dans le milieu étudiant.

Suite à ces découvertes, les médecins ont commencé à prescrire les amphétamines comme produits de substitution de la cocaïne, en raison d'effets voisins, mais aussi en traitement de l'asthme, de la narcolepsie ou encore de l'obésité (elles induisent en effet une diminution de la sensation de faim).

Les travailleurs de force, les enseignants, les médecins militaires, les sportifs, les routiers, les juristes et les étudiants en usent largement en raison de leur pouvoir stimulant et de leur capacité à contrecarrer la fatigue. Les amphétamines deviennent alors connues sous le nom de « speed » et, au cours de la deuxième guerre mondiale, l'amphétamine est utilisée massivement par les pilotes allemands, américains, anglais et japonais.

A la fin de la guerre, l'usage des amphétamines se développe mondialement. En effet, les soldats démobilisés en poursuivent l'utilisation une fois rentrés chez eux.

C'est au Japon qu'a lieu la première grande vague de dépendance aux amphétamines. A la fin de la guerre, le stock de méthamphétamine fabriquée au cours du conflit est écoulé en officine, sans ordonnance, comme antiasthénique. Certains consommateurs se montrent peu satisfaits de l'efficacité des produits. Ils augmentent alors les doses ou changent le mode d'administration en s'injectant les amphétamines en sous-cutané puis par voie intra-veineuse.

En 1951 et 1952, on observe une brutale augmentation de l'incidence des psychoses à la méthamphétamine.

Suite à l'abus des amphétamines par GI's américains à la fin de la seconde guerre mondiale, l'usage des amphétamines est réglementé depuis 1946 en Belgique et 1955 en France. Elles ne peuvent plus être obtenues qu'auprès des pharmaciens sur

ordonnance, et sont notamment utilisées pour soigner les dépressions nerveuses et l'obésité.

En Belgique, la loi du 24 février 1921 est la principale source d'interdiction de la fabrication, de la détention et de l'achat de produits stupéfiants. Par ailleurs, des accords internationaux ont été signés par la Belgique. Le premier concerne la convention sur les substances psychotropes (Vienne, 21 février 1971) qui ajoute les substances synthétiques comme substances illicites à la convention sur les stupéfiants de 1961. C'est donc à ce moment que les dérivés amphétaminiques sont devenus des stupéfiants en Belgique.

En Europe, dans les années 1960, le succès de ces stimulants en milieu sportif est tel que les accidents liés à une consommation abusive deviennent monnaie courante. Dans les années 60-70, les amphétamines touchent de plus en plus les jeunes, en parallèle avec le haschisch. Ils en consomment soit pour augmenter leurs performances intellectuelles soit pour retrouver une certaine empathie. C'est dans le milieu hippie qu'est apparue l'injection intraveineuse d'amphétamine car on la mélangeait au L.S.D.

La mort de Tom Simpson, cycliste décédé lors du tour de France en 1967, ainsi que la toxicomanie engendrée dans le milieu sportif entraînèrent un contrôle plus sévère en Europe et aux Etats-Unis.

Cependant, pendant longtemps, les militaires ont continué de consommer ces produits pour leurs vertus stimulantes. Pendant la guerre du Golfe, 65% des pilotes américains ont reconnu utiliser des amphétamines et 61% ont jugé cette consommation essentielle au bon déroulement des opérations.

De nos jours, seuls la dexamphétamine (Dexedrine® ; interdite de vente en Belgique) et le méthylphénidate (Rilatine®) sont fabriqués à des fins médicales dans le traitement de la narcolepsie et de l'hyperactivité infantile. Toutes les autres amphétamines sont fabriquées dans des laboratoires clandestins.

Ecstasy

L'ecstasy est un dérivé de l'amphétamine. Il est connu sous différentes appellations : MDMA ou méthylène-dioxyméthamphétamine, X, love drug, Adam ou Love pill. Il est synthétisé en 1912 par le laboratoire Merck Pharmaceutical Company et expérimenté en 1914 comme anorexigène. Les volontaires féminines qui le testent lui trouvent des effets curieux et le produit n'est pas commercialisé.

Vers 1960, les militaires américains l'emploient pour stimuler l'éveil des troupes. Dix ans plus tard, les psychothérapeutes le prescrivent à leurs patients pour les aider à s'exprimer. Les adeptes du New-Age l'utilisent pour mieux s'aimer et se sentir d'avantage en harmonie avec le monde.

Dans les années 80, l'ecstasy arrive en Angleterre où il est consommé dans les milieux festifs. Il connaît un certain succès auprès des adolescents et des jeunes adultes. L'ecstasy est souvent consommé en groupe, pour ses effets stimulants, désinhibants et euphorisants. En général, les usagers sont polyconsommateurs, surtout avec le cannabis et l'alcool. C'est pourquoi l'OMS a recommandé l'inscription de l'ecstasy sur la liste des stupéfiants en 1986.

1.1.2. Production

Amphétamine

La production d'amphétamines et d'ecstasy est difficile à quantifier parce qu'elle est fabriquée au départ de produits chimiques faciles à obtenir, dans des laboratoires aisés à dissimuler.

Les estimations les plus récentes concernant la production annuelle mondiale d'amphétamines étaient de 126 tonnes en 2006 (ONUDD, 2008), ce qui exprime une nette augmentation en comparaison avec les 46 tonnes produites en 2000.

La majorité de la production d'amphétamines est concentrée en Europe Centrale et Occidentale (79% des laboratoires déclarés en 2006) et, en particulier, en Belgique, aux Pays-Bas, en Pologne et, dans une moindre mesure, en Allemagne, en Espagne, en Norvège, en Estonie, en Lituanie et en Bulgarie. Bien qu'en moindre mesure, la production d'amphétamines a également lieu en Amérique du Nord et en Océanie (ONUDD, 2008). Sur 6 tonnes d'amphétamines saisies dans le monde en 2004, près de 97% l'ont été en Europe, surtout en Europe Centrale, Occidentale et du Sud-Est (ONUDD, 2008).

Méthamphétamine

La production et la vente de méthamphétamine sont bien plus conséquentes que celles des amphétamines et de l'ecstasy. Elle est essentiellement fabriquée en Asie de l'Est et du Sud-Est (Chine, Philippines, Thaïlande) ainsi qu'en Amérique du Nord et en Amérique Centrale (Etats-Unis, Canada, Mexique). En 2006, la production mondiale en méthamphétamine était estimée à 266 tonnes (ONU DC, 2007).

En 2004, 11 tonnes de méthamphétamine ont été saisies dans le monde, dont 59% en Asie de l'Est et du Sud-Est et 37% en Amérique du Nord.

En Europe, la production de méthamphétamine est surtout limitée à la République Tchèque, où elle est produite sous le nom de « pervitine » (ONU DC, 2007).

Ecstasy

L'Europe est le principal centre de production d'ecstasy, même si elle est également produite dans d'autres parties du monde comme l'Amérique du Nord (Etats-Unis, Canada), l'Asie de l'Est et du Sud-Est (Chine, Indonésie, Hong Kong). La production mondiale en 2006 est estimée à 102 tonnes.

Les Pays-Bas sont les principaux producteurs d'ecstasy au monde. Des laboratoires clandestins ont toutefois également été découverts en Belgique, Estonie, Espagne et Norvège (ONU DC, 2008).

Sur les 8.5 tonnes d'ecstasy saisies dans le monde en 2004, 50% ont été interceptées en Europe Centrale et Occidentale, 23% en Amérique du Nord et 16% en Océanie.

1.1.3. Composition chimique

Les **amphétamines** font partie de la famille des phénéthylamines. Cette famille comprend un éventail de substances pouvant avoir différentes propriétés : stimulantes, entactogènes ou hallucinogènes.

L'**amphétamine** (*speed*) est la *N*, α -méthylphénéthylamine. L'atome de carbone α asymétrique donne lieu à deux énantiomères, définis comme stéréoisomères *R* et *S*.

L'amphétamine base est une huile volatile incolore insoluble dans l'eau. Le sel le plus courant est le sulfate donnant une poudre blanche ou blanc cassé soluble dans l'eau. Les produits illicites sont généralement constitués de poudres. Les comprimés contenant de l'amphétamine peuvent comporter des logos similaires à ceux figurant sur les comprimés de MDMA et autres comprimés d'ecstasy.

La **méthamphétamine** est la *N*, α -diméthylphénéthylamine. L'atome de carbone α asymétrique donne lieu à deux énantiomères.

La méthamphétamine base est une huile volatile incolore insoluble dans l'eau. Le sel le plus courant est le chlorhydrate : il existe sous forme de poudre blanche ou blanc cassé ou de cristaux solubles dans l'eau. Les produits illicites sont généralement constitués de poudres, mais le chlorhydrate cristallin pur est connu sous le nom de "Ice". Les comprimés contenant de la méthamphétamine peuvent comporter des logos similaires à ceux figurant sur les comprimés de MDMA et autres comprimés d'ecstasy.

La **MDMA** (ecstasy) est l'abréviation de méthylènedioxy-méthylamphétamine. La MDMA fait partie d'un groupe composé de phénéthylamines substituées sur le cycle. Comme les autres phénéthylamines, la MDMA existe également sous deux formes énantiomères (*R* et *S*).

Le sel le plus courant est le chlorhydrate présent sous forme de poudre blanche ou blanc cassé ou de cristaux solubles dans l'eau. On rencontre également le sel de phosphate. Les produits illicites se rencontrent essentiellement sous forme de comprimés comportant un logo caractéristique et, moins souvent, sous forme de poudres blanches ou de gélules. La MDMA base est une huile incolore insoluble dans l'eau.

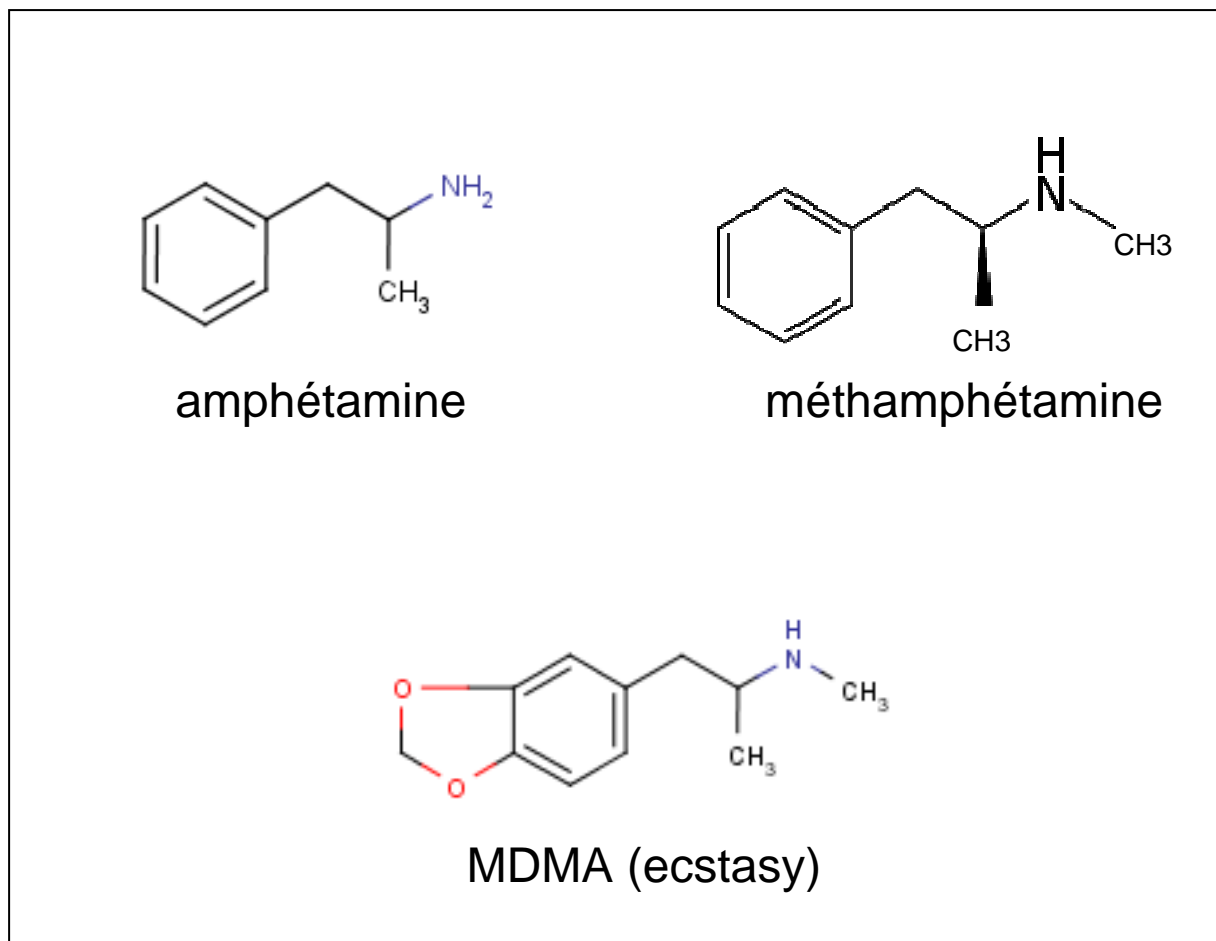


Figure 1 : Représentation chimique de l'amphétamine, la méthamphétamine et de la MDMA.

Principales voies de synthèse

Les drogues de synthèse, telle qu'elles sont vendues dans la rue, nécessitent un processus de fabrication en deux étapes : le stupéfiant est d'abord synthétisé dans un laboratoire et se présente sous la forme d'une poudre de très grande pureté. Ensuite, cette poudre est mélangée avec différentes substances et pressée sous forme de tablettes.

Les précurseurs sont des produits chimiques entrant dans la fabrication d'un stupéfiant. En tant que telles, ces substances ne sont pas considérées comme stupéfiants mais leur importation et leur achat sont contrôlés.

La principale voie de synthèse de l'**amphétamine** fait appel au procédé de Leuckart. Celui-ci utilise la 1-phényl-2-propanone (BMC) ainsi que des réactifs tels que l'acide formique, le formate ou le formamide d'ammonium pour produire un mélange des énantiomères *R* et *S* (EMCDDA : observatoire européen des drogues et des toxicomanies).

Dans la synthèse de la **méthamphétamine**, l'énantiomère *S* est généralement produit par la réduction d'éphédrine, à savoir le (1*R*,2*S*)-2-méthylamino-1-phénylpropane-1-ol, ou par réduction de pseudoéphédrine, à savoir le (1*S*,2*S*)-2-méthylamino-1-phénylpropane-1-ol. L'éphédrine et la pseudoéphédrine sont toutes deux disponibles dans le commerce et sont utilisées dans certains médicaments (ex : les décongestionnants nasaux). La synthèse de Leuckart et l'amination par réduction de la 1-phényl-2-propanone produisent un mélange des énantiomères *R* et *S*.

La synthèse de la méthamphétamine pose problème dans les pays consommateurs car sa synthèse est relativement aisée et peut être réalisée par des produits courants même s'ils sont de plus en plus contrôlés. Il se développe ainsi de nombreux petits laboratoires indépendants produisant de petites quantités.

Quatre précurseurs principaux peuvent être utilisés dans le cadre de la fabrication de la **MDMA**: le safrole, l'isosafrole, le pipéronal et la 3,4-méthylènedioxyphényl-2-propanone (PMC). Le safrole est le matériau initial de base, les trois autres substances pouvant être synthétisées à partir de ce dernier. De nombreuses synthèses illicites démarrent avec de la PMC et utilisent soit la synthèse de Leuckart, soit diverses aminations par réduction.

L'amination réductrice peut être catalysée par l'oxyde de platine (PtO₂), l'amalgame d'aluminium ou le cyanoborohydrure de sodium (NaBH₃CN). L'amination par « méthode froide » catalysée par le borohydrure de sodium (NaBH₄) est également une technique couramment utilisée, même si elle nécessite de nombreux surgélateurs.

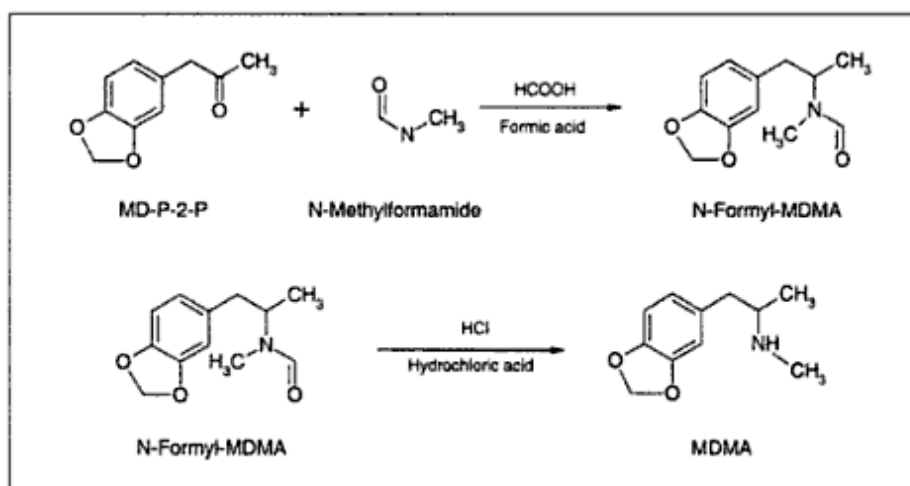


Figure 2: Synthèse de la MDMA par la voie de Leuckart.

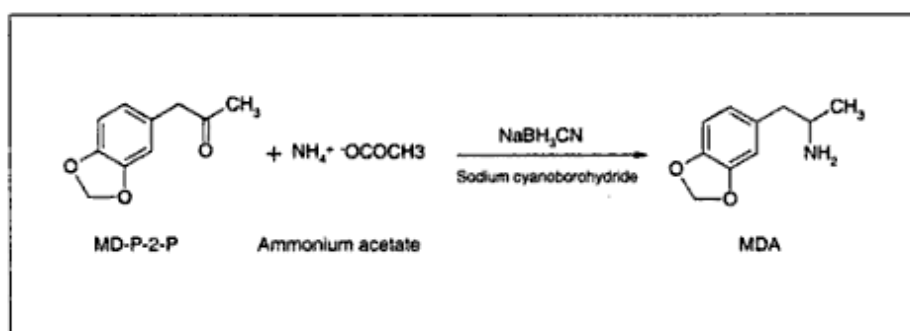


Figure 3: Synthèse de la MDA par la voie de l'amination.

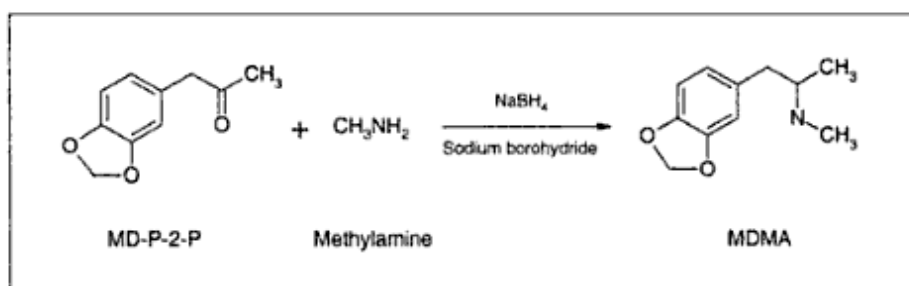


Figure 4: Synthèse de la MDMA par la voie de l'amination réductive à froid.

1.1.4. Pharmacologie

Amphétamines

Les amphétamines (amphétamine et méthamphétamine) sont des agonistes sympathomimétiques indirects. Elles exercent leur activité directement sur les neurones en utilisant la sérotonine, la noradrénaline et la dopamine comme neuromédiateurs. L'amphétamine et la méthamphétamine ont une action préférentielle sur les neurones à sérotonine.

Elles agissent sur la libération des neurotransmetteurs en déplaçant leur site de stockage et en augmentant leur libération au niveau de la synapse grâce au fonctionnement inversé du transporteur localisé sur la membrane du neurone. Ces effets stimulants de l'éveil épuisent les neurones, ce qui explique les effets psychostimulants et anorexigènes temporaires. Ils ne durent que le temps durant lequel les neurones sont sous l'effet de la drogue et le neurotransmetteur disponible dans la cellule.

Ecstasy

L'ecstasy (MDMA) agit essentiellement sur les neurones sérotoninergiques. La sérotonine est impliquée dans la régulation des affects de l'humeur et dans le contrôle de l'impulsivité. La MDMA entraîne une libération massive de sérotonine, une inhibition de sa synthèse et un blocage de sa recapture par le neurone émetteur. Les états dépressifs ainsi que l'hyperthermie pourraient être associés à cette diminution de concentration en sérotonine au niveau cérébral.

La MDMA perturbe également la transmission médiée par la dopamine et la noradrénaline. L'augmentation de la libération de noradrénaline stimule le système orthosympathique, ce qui provoque les effets cardio-vasculaires de la drogue.

LA MDEA a également un effet sur les neurones du système sérotonique central. Ses effets sont proches de ceux de la MDMA mais sont moins rapides et moins intenses.

LA MDA a des effets à la fois sympathomimétiques et hallucinogènes. Cependant, ses effets diffèrent selon l'énantiomère : l'énantiomère *R* est plus hallucinogène et plus sérotoninergique alors que l'énantiomère *S* est davantage psychostimulant.

1.1.5. Pharmacocinétique

Amphétamine

L'amphétamine est rapidement absorbée après administration orale ou rectale. La demi-vie plasmatique est généralement comprise entre 8 et 13 heures. Cependant, en fonction de l'isomère et du pH de l'urine, elle peut varier de 7 à 34 heures (P. Kintz, Toxicologie et pharmacologie médico-légales ; Elsevier, 1998, 465-541).

L'amphétamine apparaît dans l'urine 20 minutes après administration.

Dans des conditions normales, 20 à 30 % sont excrétés inchangés en 24 heures.

En milieu, acide (pH 5.5 - 6), l'élimination sous forme inchangée peut atteindre 74 % alors qu'elle est de 1 % en milieu alcalin (pH 7.5 - 8). L'élimination se fait majoritairement sous forme de métabolites désaminés.

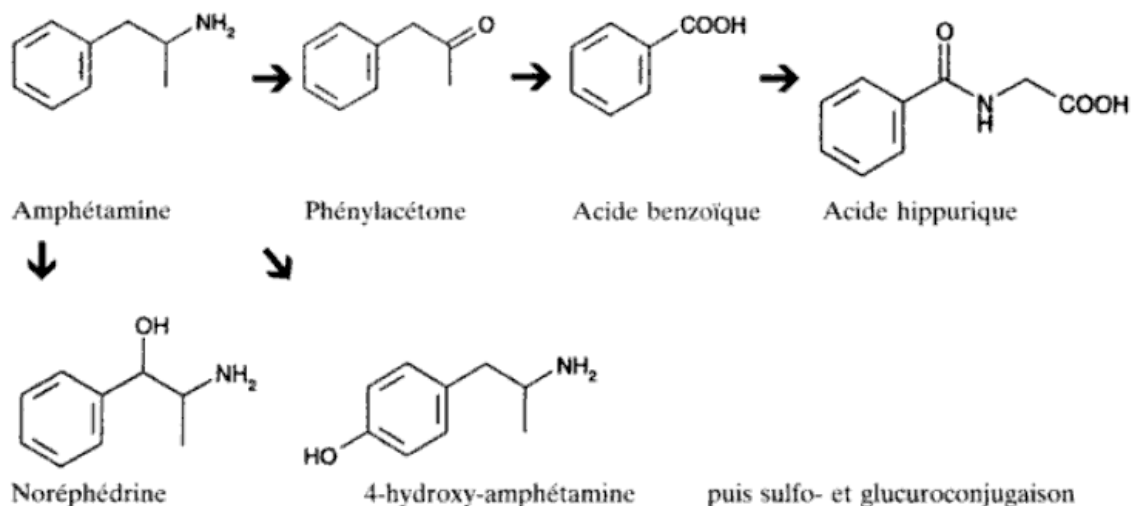


Figure 5 : Voies métaboliques de l'amphétamine.

En conditions normales, l'excrétion se fait à 30 % sous forme inchangée, 0.9 % en phénylacétone, 16 à 27 % en acide hippurique, 4 % en benzoylglucuronide, 2 % en noréphédrine, 0.3 % en p-hydroxynoréphédrine conjuguée et 2 à 4 % en 4-hydroxyamphétamine conjuguée.

L'amphétamine passe dans le lait maternel et est retrouvée en très faible quantité dans les urines de l'enfant. On retrouve de l'amphétamine dans les cheveux, les poils, la sueur et la salive des consommateurs.

Méthamphétamine

La méthamphétamine est également rapidement absorbée par voie orale ou rectale. Elle a une demi-vie de 5 à 12h. L'élimination de la méthamphétamine varie en fonction du pH urinaire (P. Kintz, Toxicologie et pharmacologie médico-légales ; Elsevier, 1998, 465-541).

La méthamphétamine se métabolise en amphétamine et en 4-hydroxyméthamphétamine. Dans des conditions habituelles, l'excrétion sous forme inchangée et l'excrétion sous forme d'amphétamine sont respectivement de 43 et 4 à 7 % en 24h. En milieu acide, elles sont de 76 à 7 % et en milieu alcalin, elles sont de 2 à 0.1 %. Environ 10 % sont excrétés sous forme de 4-hydroxyméthamphétamine.

La méthamphétamine peut être retrouvée dans l'urine pendant plus de 7 jours. On retrouve de la méthamphétamine dans les cheveux, les poils, la sueur, la salive des consommateurs.

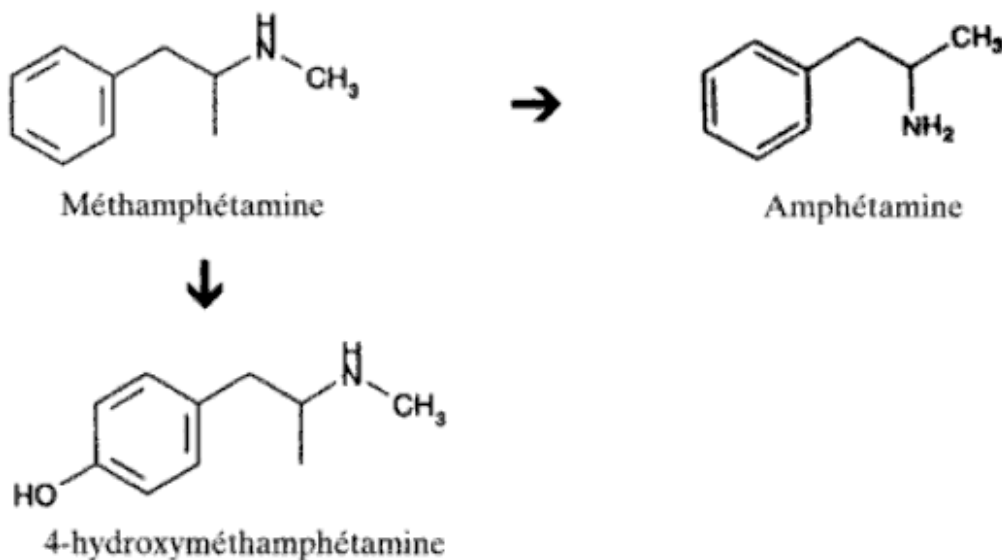


Figure 6: Voies métaboliques de la méthamphétamine.

Ecstasy

Après absorption orale, la **MDMA** est absorbée en 20 à 60 minutes par la muqueuse intestinale. Son métabolite, la MDA, est détecté dans le plasma 4h après son absorption.

Huit métabolites de la MDMA sont retrouvés dans les urines : principalement la HMMA (4- hydroxy 3- méthoxyméthamphétamine) et la HHMA (3,4-dihydroxyméthamphétamine) conjuguées ainsi que la MDA.

La métabolisation nécessite l'action d'un cytochrome P450 (CYP2D6), dont l'activité est déficiente chez 5 à 9 % de la population de type caucasien.

La MDMA est détectable dans les urines jusqu'à 72 heures après absorption.

On retrouve la MDMA et la MDA dans les cheveux, les poils, la sueur, la salive des consommateurs ainsi que dans le méconium des bébés.

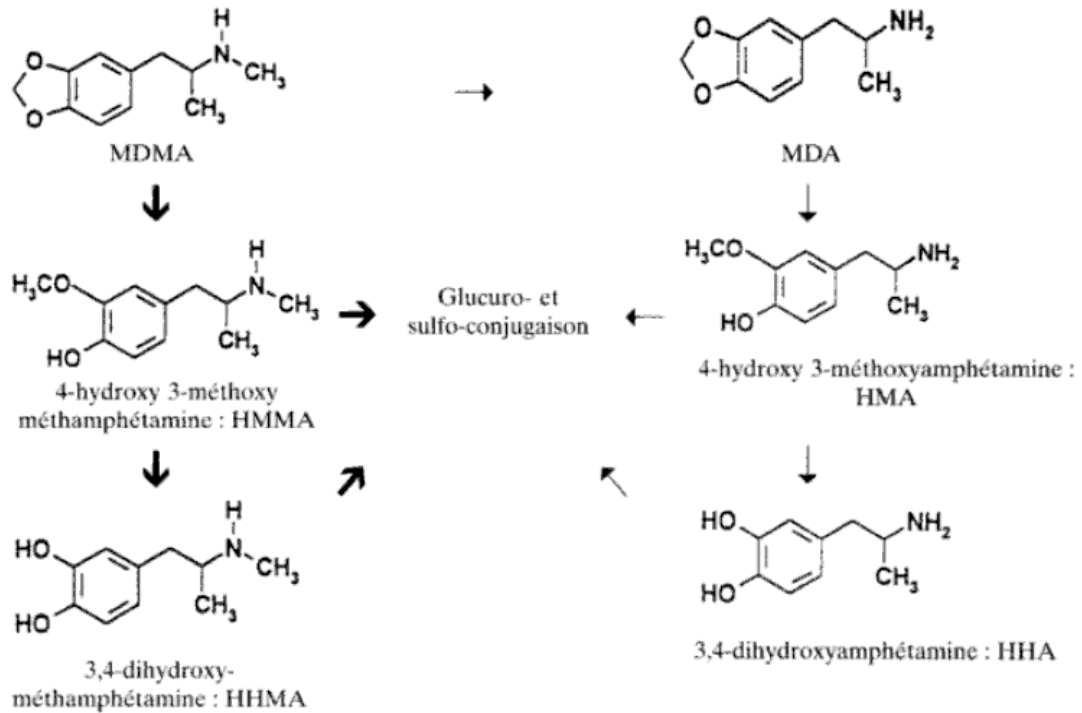


Figure 7: voies métaboliques de la MDMA.

La **MDEA** a le même schéma métabolique que la MDMA. L'hydrolyse de l'urine permet de mettre en évidence des métabolites conjugués : la HME (4-hydroxy 3 méthoxyéthylamphétamine) qui est le principal métabolite, la DHE (3,4-dihydroxyéthylamphétamine) et la MDA. Ces trois métabolites sont présents dans les urines pendant respectivement 7, 2.5 et 1.5 jours.

On retrouve la MDEA dans les cheveux et la sueur des consommateurs.

C'est surtout en tant que métabolite de la MDMA et de la MDEA que l'on retrouve la **MDA** dans les liquides biologiques. L'élimination urinaire de la MDA sous forme inchangée est assez importante.

1.2. Consommation

1.2.1. Utilisation thérapeutique des amphétamines

Longtemps, les amphétamines ont été utilisées comme anorexigènes car elles diminuent la sensation de faim et permettent de lutter contre la fatigue liée à une restriction alimentaire. D'abord utilisées pour lutter contre l'obésité, elles sont ensuite détournées de cette indication pour répondre au souhait du public non obèse de perdre quelques kilos. Pendant plusieurs années, les médecins ont utilisé surtout l'ampfépramone en préparation magistrale puis sous forme de spécialité pharmaceutique (Préfamone[®]). Pour augmenter son efficacité, on lui a ajouté des diurétiques et des extraits thyroïdiens. Cette association est interdite depuis 1980.

Les amphétamines sont également utilisées dans le traitement du syndrome d'hyperactivité avec déficit de l'attention chez les enfants. Cette pathologie se caractérise par des enfants (surtout des garçons) toujours en mouvement, ne pouvant pas rester longtemps assis, incapable de soutenir leur attention, facilement distraits et impulsifs. Les traitements les plus utilisés sont la dexamphétamine (Dexédrine[®]) et le méthylphénidate (Ritaline[®]). Ceux-ci sont des stimulants du système nerveux central qui augmentent la concentration de la dopamine et de la noradrénaline dans l'espace synaptique, comme les amphétamines.

La dexamphétamine est aussi utilisée pour traiter la narcolepsie (P. Laure and al, Psychostimulants et amphétamines ; Toxibase, 1999).

1.2.2. Habitudes de consommation

Les **amphétamines** (amphétamine et méthamphétamine) sont disponibles sous plusieurs formes : la poudre et la pâte, qui sont les plus répandues, ainsi que sous forme de comprimé ou de cristal.

Elles peuvent être ingérées, utilisées par voie intraveineuse, sniffées ou fumées. Les voies orales et intraveineuses sont les plus utilisées. Les doses peuvent être élevées car une tolérance rapide s'installe après plusieurs prises. L'injection intraveineuse produit un « flash » comparable à celui de l'héroïne mais n'est pas suivi d'une sédation mais d'une hyperactivité qui peut aller jusqu'à un état d'allure maniaque.

L'**ecstasy** existe sous 3 formes : le comprimé (le plus souvent assorti d'un logo), la gélule et la poudre.

Le contenu du comprimé est souvent incertain. En effet, la concentration en MDMA est aléatoire. De plus, la drogue y est associée à de la caféine, des médicaments, du sucre ou des liants divers.

1.2.3. Effets

Effets recherchés et effets indésirables

Selon la proportion de phényléthylamine contenue dans les amphétamines, on peut augmenter ou diminuer les effets hallucinogènes, stimulants ou anorexigènes.

Après une heure ou deux, les effets ressentis sont :

- la diminution ou la suppression totale de la fatigue et de l'envie de dormir ;
- la disparition de la faim ;
- l'euphorie et la confiance en soi exagérée avec surestimation de ses capacités ;
- l'impression de capacités intellectuelles accrues : on ne doute plus de sa mémoire.

Ces effets durent quelques heures. Ensuite, les effets inverses se produisent : besoin de sommeil, nervosité, fatigue, mauvaise coordination des gestes. L'euphorie est remplacée par le découragement, la lassitude.

Une nouvelle prise d'amphétamines ne donnera pas les effets positifs ressentis au début de la première prise, et accroît les effets inverses non recherchés.

Des effets indésirables se font également ressentir :

- maux de tête, migraines
- tremblements
- insomnie
- incapacité à se concentrer
- troubles digestifs, crampes
- palpitations cardiaques, hypertension artérielle
- dépression
- hyperthermie
- éruptions cutanées

Toxicité à court terme

Les personnes qui consomment occasionnellement les amphétamines peuvent manifester un certain degré de nervosité pouvant aller jusqu'à une grande agitation, des mimiques crispées du visage pouvant aller jusqu'aux TOC (troubles obsessionnels compulsifs) et une mydriase. De plus, les consommateurs peuvent présenter des prédispositions pour une décompensation psychiatrique grave, laquelle accentuera l'état de dépression lors de la dissipation de l'effet recherché.

S'il y a consommation d'amphétamines au cours de la grossesse, il y a risque de prématurité, retard de croissance intra-utérin, petite circonférence crânienne ainsi qu'une apparition de complications péri-natales liées à l'imprégnation.

Toxicité à long terme

Les personnes qui consomment régulièrement des amphétamines sont hyperactives, irritables, agressives, nerveuses et insomniaques. Les insomnies sont souvent traitées par des benzodiazépines.

L'action anorexigène des amphétamines se traduit par un amaigrissement.

Dans le cadre du traitement de l'hyperactivité chez les enfants, le méthylphénidate améliore le comportement scolaire et les relations avec les autres. Cependant, on n'a pas encore assez de recul pour connaître la durée optimale du traitement. Des études ont montré dans 20 à 30% des cas, et après 3 à 5 ans de traitement, l'apparition de conduites antisociales et de toxicomanies. Certains n'hésitent pas à consommer ces produits en dehors de leurs indications médicales.

S'il y a surdose, il y a apparition d'agitation, d'hyperthermie, de convulsions allant jusque la perte de conscience et le coma, ainsi que des troubles cardiaques et de l'hypertension pouvant entraîner la mort.

Dépendance et tolérance

Les personnes peuvent devenir dépendantes psychiquement et physiquement aux amphétamines.

La dépendance psychologique est analogue à celle provoquée par la cocaïne. L'arrêt n'est pas suivi d'un syndrome de sevrage comparable à celui des opiacés, mais on observe une asthénie, des déficits affectifs et intellectuels ainsi qu'une dépression.

Chez les consommateurs à long terme, on peut observer une psychose amphétaminique avec hallucinations, délire de persécution, paranoïa. Parfois, l'excitation est suivie d'un état dépressif avec risque suicidaire. (Fattorusso & Ritter, 2006)

Pour l'amphétamine, à faibles doses, pas de tolérance vis à vis des effets stimulants, mais développement d'une tolérance à long terme vis à vis des effets anorexigènes.

Pour la méthamphétamine, la tolérance est très rapide, et peut se développer avant même la chute des concentrations sanguines.

La tolérance psychique à l'ecstasy se manifeste rapidement. Après une consommation répétée, il devient difficile de ressentir à nouveau les premiers effets. Le désir de retrouver ces effets initiaux amène l'utilisateur à augmenter les doses, et ainsi à accroître les risques liés à la consommation du produit.

En ce qui concerne la dépendance physique, la majorité des consommateurs prennent cette drogue de façon occasionnelle. La dépendance est donc peu marquée.

1.2.4. Consommation d'amphétamines dans le monde

A l'échelle mondiale, les amphétamines (amphétamine et méthamphétamine) et l'ecstasy comptent parmi les drogues illicites les plus répandues, après le cannabis (observatoire européen des drogues et toxicomanies, rapport 2008).

Les amphétamines peuvent être produites pratiquement partout à un coût relativement faible. Depuis 1990, leur fabrication a été signalée dans plus de 60 pays, leur nombre augmentant d'année en année. En 2007, l'UNODC a estimé que la fabrication de substances du groupe amphétamine s'échelonnait entre 230 et 640 tonnes et celle des substances du groupe ecstasy entre 72 et 137 tonnes. Les changements de lieu de production, souvent des pays développés vers les pays en développement, nous démontrent que les organisations criminelles peuvent utiliser les pays plus vulnérables (Organisation des Nations Unies contre la Drogue et le Crime, UNODC, 2008).

En 2006, l'UNODC estime que 4 millions de personnes dans le monde consomment de l'amphétamine, que 9 millions de personnes dans le monde consomment de l'ecstasy (soit 0,2% de la population âgée de 15 à 64 ans) et que 15 à 16 millions de personnes dans le monde consomment de la méthamphétamine (figure 8).

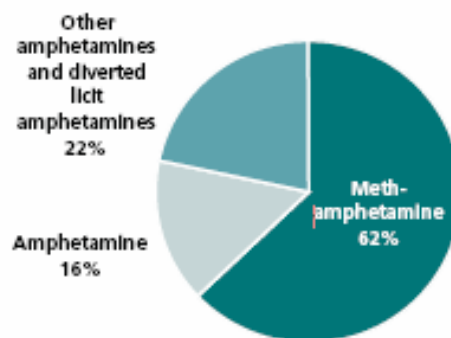


Figure 8 : Pourcentage de consommateurs de substances amphétaminiques dans le monde (N = 24,7 millions). Source : ONUDC, Rapport mondial sur les drogues 2008.

L'ONUDC estime que 14 millions de personnes, soit 56 % des consommateurs d'amphétamines, vivent en Asie. La plupart sont des consommateurs de méthamphétamines.

3,7 millions de personnes, soit 15% des consommateurs vivent en Amérique du Nord suivi par l'Europe avec 2,7 millions de consommateurs (10%), l'Afrique avec 2,3 millions de consommateurs (9%) Parmi eux, 8% des personnes vivent en Afrique du Sud. En Amérique du Sud, il y a 2 millions de consommateurs (8%) et en Océanie 0,6 million (2%).

	Nombre d'usagers	% de 15 à 64 ans
Europe	2.490.000	0,45
Europe centrale et occidentale	1.950.000	0,61
Europe du Sud-Est	180.000	0,21
Europe de l'Est	350.000	0,24
Amériques	5.670.000	0,96
Amérique du Nord	3.720.000	1,27
Amérique du Sud	1.960.000	0,66
Asie	13.750.000	0,53
Asie de l'Est et du Sud-Est	13.230.000	0,90
Autres régions d'Asie	520.000	0,05
Océanie	470.000	2,14
Afrique	2.260.000	0,43
TOTAL MONDIAL	24.650.000	0,58

Tableau 1 : Nombre de consommateurs d'amphétamines recensé sur chaque continent, exprimé en % pour la population âgée de 15 à 64 ans. Source : ONUDC, Rapport mondial sur les drogues, 2008.

Parmi la population âgée de 15 à 64 ans, l'usage des amphétamines est le plus important en Europe centrale et occidentale, en Amérique du Nord, en Asie de l'Est et du Sud-Est et en Océanie.

	Nombre d'usagers	% de 15 à 64 ans
Europe	2.945.000	0,54
Europe centrale et occidentale	2.624.000	0,82
Europe du Sud-Est	204.000	0,24
Europe de l'Est	117.000	0,08
Amériques	3.094.000	0,53
Amérique du Nord	2.367.000	0,81
Amérique du Sud	727.000	0,25
Asie	2.103.000	0,08
Asie de l'Est et du Sud-Est	1.981.000	0,13
Autres régions d'Asie	122.000	0,1
Océanie	706.000	3,21
Afrique	199.000	0,04
TOTAL MONDIAL	9.047.000	0,21

Tableau 2 : Nombre de consommateurs d'ecstasy recensés sur chaque continent, exprimé en % pour la population âgée de 15 à 64 ans. Source : ONUDC, Rapport mondial sur les drogues, 2008.

Parmi la population âgée de 15 à 64 ans, l'usage de l'ecstasy est prééminent en Europe centrale et occidentale ainsi qu'en Amérique du Nord. L'utilisation est massive en Océanie, surtout en Australie même si la Nouvelle-Zélande montre également une augmentation de la prévalence d'utilisation d'ecstasy.

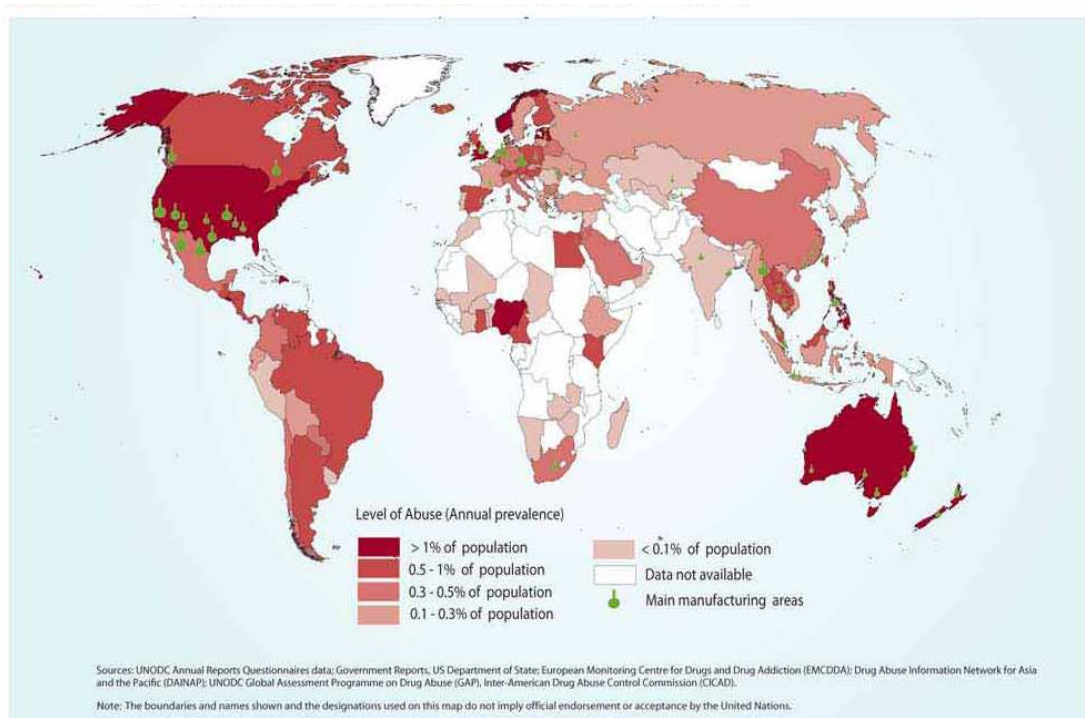


Figure 9 : Consommation des amphétamines en 2006-2007, selon le pourcentage de population consommatrice par rapport au nombre total de personnes adultes du pays considéré. Source : ONUDC, Rapport mondial sur les drogues, 2008.

Globalement, l'ONUDC estime que le nombre total d'utilisateurs d'amphétamines a progressé de manière plus lente ces dernières années comparativement aux années 90. En général, la progression a été plus lente en Asie et en Europe. Elle a, par contre augmenté de manière rapide en Afrique. Cependant, on observe une diminution du nombre d'utilisateurs en Amérique.

Les modifications de consommation sont surtout marquées au niveau subrégional : aggravation en Europe du Nord-Est (Biélorussie, Estonie, et Lettonie) ainsi qu'en Europe du Sud-Est (Albanie, Bulgarie, République Tchèque et Moldavie). La consommation en Europe centrale et occidentale est stable sauf en Espagne où l'on observe une amélioration. En Amérique du Sud, Mexico, le Guatemala et le Salvador indiquent une utilisation importante des amphétamines. En Asie, la situation reste également problématique même si on remarque une amélioration au Japon, aux Philippines, en Indonésie et en Malaisie.

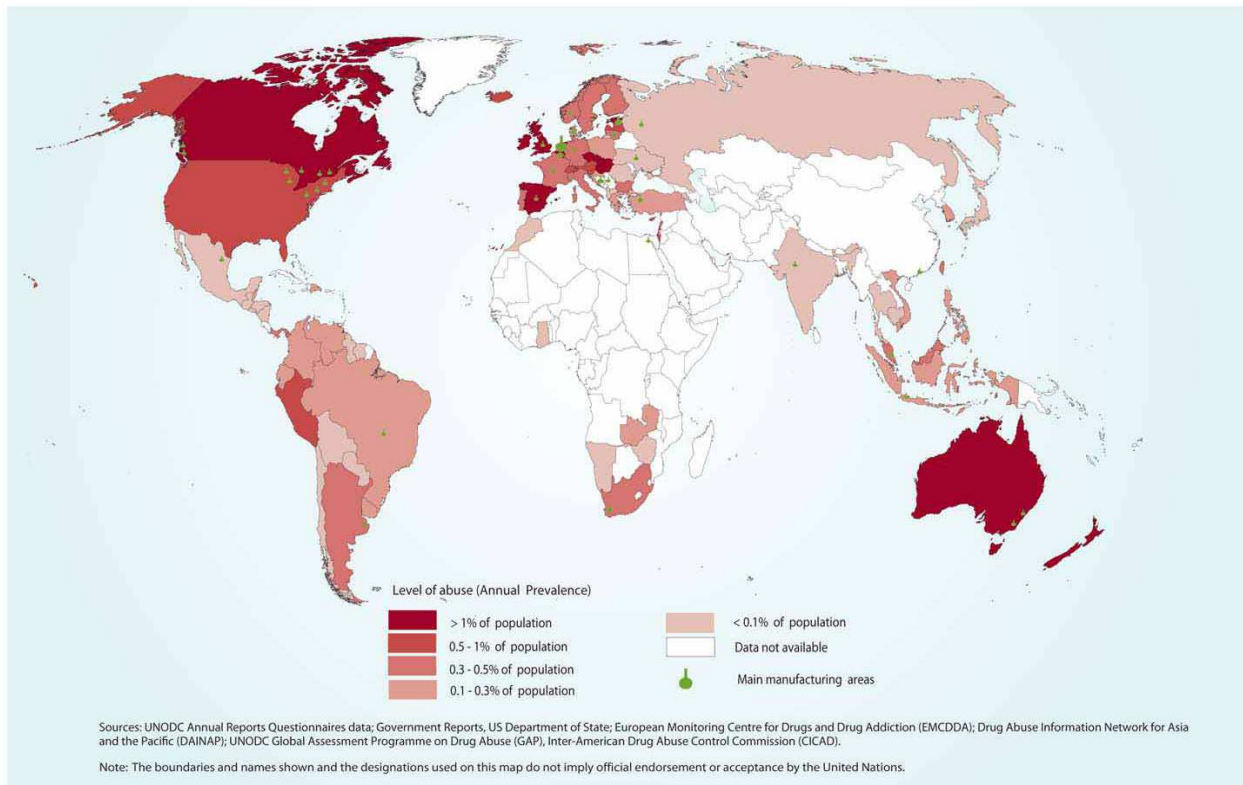


Figure 10 : Consommation de l'ecstasy en 2006-2007, selon le pourcentage de population consommatrice par rapport au nombre total de personnes adultes du pays considéré. Source : ONUDC, Rapport mondial sur les drogues, 2008.

Après une augmentation importante dans les années 90 et un pic de 9,6 millions de consommateurs en 2004, l'ONUDC estime que l'utilisation de l'ecstasy s'est aujourd'hui stabilisée.

En 2006, on remarque, en Europe, une augmentation de consommateurs, notamment en Albanie, en Bulgarie, en Moldavie, en Turquie et à Chypre. En Amérique du Sud, cette augmentation se fait ressentir en Argentine, au Chili et au Pérou. En Asie, seuls les pays avoisinant la mer de Chine observent cette augmentation.

Cette dernière année, on a observé une nette diminution de l'ecstasy dans les saisies et dans les échantillons biologiques. Ceci serait dû à un meilleur contrôle des précurseurs (Reed J. Ecstasy 'disappearing' from British clubs Site BBC : http://news.bbc.co.uk/newsbeat/hi/health/newsid_10350000/newsid_10353100/10353130.stm)

1.2.5. Consommation d'amphétamines en Europe

En Europe, la consommation d'amphétamines et d'ecstasy semble surtout élevée en République Tchèque, Estonie, et au Royaume-Uni (observatoire européen des drogues et des toxicomanies, rapport 2008).

Si on distingue les 2 modes de consommation, l'injection d'amphétamines représente une part importante du nombre total de toxicomanes dans un nombre limité de pays. La consommation d'ecstasy est généralement associée aux discothèques avec une consommation plus importante chez les jeunes.

Tableau A.	Amphétamines		Ecstasy	
	2008	Toute la vie	2008	Toute la vie
15- 64 ans				
Nombre estimé de consommateurs en Europe	2 millions	12 millions	2,5 millions	10 millions
Moyenne européenne	0,6%	3.5%	0,8%	3.1%
Pays à la prévalence au cours de la vie la plus faible	France (0.1%)	Grèce (0.1%) Malte (0.4%) Chypre (0.8%)	Roumanie (0.1%) Grèce, Malte (0.2%) Pologne (0.3%)	Roumanie (0.3%) Grèce (0.4%) Malte (0.7%) Lituanie (1%)
Pays à la prévalence au cours de la vie la plus élevée	Estonie (1.3%) Danemark (1.2%) Norvège (1.1%) Royaume-Uni (1%)	Royaume-Uni (11,7%) Danemark (6,3%) Norvège (3,6%) Espagne (3,8%)	République Tchèque (7,7%) Royaume-Uni (3,1%) Estonie (3,7%) Pays-Bas, Slovaquie, Lettonie (2,7%)	République Tchèque (14.6%) Royaume-Uni (12.7%) Irlande (9%) Lettonie (8.5%)

Tableau B.	Amphétamines		Ecstasy	
	2008	Toute la vie	2008	Toute la vie
15- 34 ans				
Nombre estimé de consommateurs en Europe	1.5 millions	7 millions	2 millions	7.5 millions
Moyenne européenne	1.1%	5.0%	1.6%	5.6%
Pays à la prévalence au cours de la vie la plus faible	Grèce, Roumanie (0,1%) Chypre (0,3%) France (0,2%)	Roumanie (0.1%) Grèce (0.2%) Malte (0.7%) Chypre (0.8%)	Roumanie (0.2%) Grèce (0.4%) Pologne (0.7%) Italie, Lituanie, Portugal (0.9%)	Grèce, Roumanie (0.6%) Malte (1.4%) Lituanie, Pologne (2.1%)
Pays à la prévalence au cours de la vie la plus élevée	Danemark (3.1%) Estonie (2.9%) Norvège (2%) Lettonie (1.9%)	Royaume-Uni (15.3%) Danemark (10.5%) Lettonie (6.1%) Norvège (5.9%)	République Tchèque (7.7%) Estonie (3.7%) Royaume-Uni (3.1%) Lettonie, Slovaquie, Pays-Bas (2.7%)	République Tchèque (14.6%) Royaume-Uni (12.7%) Lettonie (8.5%) Irlande (9%)

Tableaux 3 : Prévalence au cours de la vie de la consommation d'amphétamines et d'ecstasy dans la population générale en 2008: résumé des données. Tableau A : dans la population âgée entre 15 et 64 ans. Tableau B : dans la population âgée entre 15 et 34 ans (observatoire européen des drogues et des toxicomanies, rapport 2009).

La prévalence au cours de la vie de la consommation d'amphétamines en Europe varie d'un pays à l'autre. En moyenne, 3.5% (soit 12 millions de personnes) de l'ensemble des adultes européens (15-64 ans) déclarent avoir consommé des amphétamines au moins une fois dans leur vie. Chez les jeunes adultes (15-34 ans), la prévalence de consommation d'amphétamines au cours de la vie varie fortement d'un pays à l'autre : de 0,1 à 16,5 % avec une moyenne de 5.0%.

A la différence du reste du monde, la consommation de méthamphétamine est de faible ampleur en Europe (Griffiths et al., 2008). Elle est principalement concentrée en République Tchèque et en Slovaquie. Ainsi, en Slovaquie, la méthamphétamine représente 25% des demandes de traitement pour toxicomanie, tandis qu'en République Tchèque, elle représente 59% des demandes.

Selon les estimations, 3.1% (soit 10 millions de personnes) d'adultes européens ont déjà pris de l'ecstasy au moins une fois dans leur vie. Il existe des écarts importants entre les pays de l'Union. Par ailleurs, la consommation est plus forte chez les hommes que chez les femmes.

La consommation est également plus répandue chez les jeunes adultes. Ainsi 7.5 millions de personnes âgées de 15 à 34 ans auraient consommé de l'ecstasy au cours de leur vie.

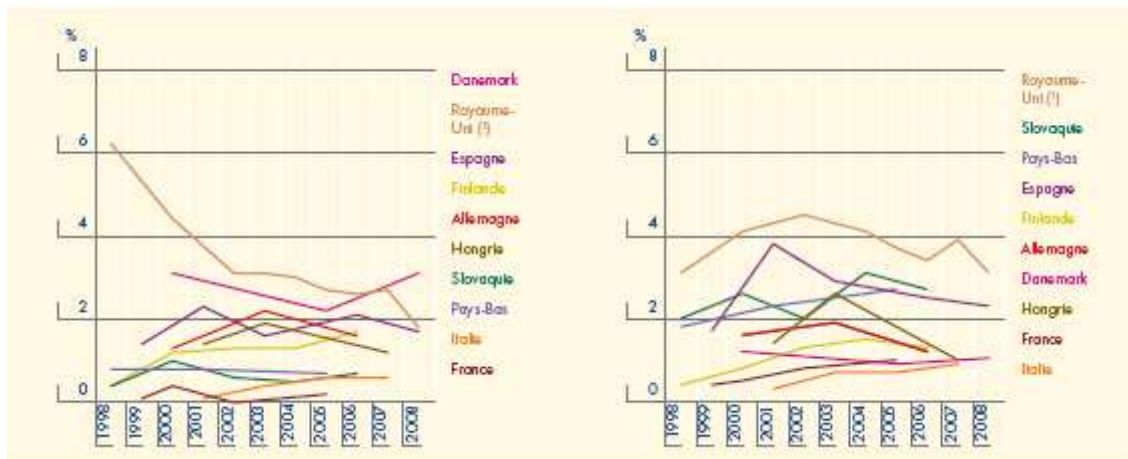


Figure 11 : Tendances de la prévalence au cours de l'année dernière de l'usage d'amphétamines (à gauche) et d'ecstasy (à droite) chez les jeunes adultes (15-34 ans) (observatoire européen des drogues et des toxicomanies, rapport 2009).

Après une augmentation généralisée dans les années 90, les enquêtes de population montrent une stabilisation globale, même si ce n'est pas observé dans tous les pays.

La consommation d'amphétamines chez les jeunes adultes (15-34 ans) a fortement reculé en 2008 au Royaume-Uni (6.8% en 1998 ; 1.8% en 2008) alors qu'elle s'est accrue au Danemark (0.5% en 1994 ; 3.1% en 2008). Les données restent relativement stables pour l'Allemagne, la Grèce, l'Espagne, la France, les Pays-Bas la Slovaquie et la Finlande.

Concernant l'ecstasy chez les jeunes adultes, il y a eu une augmentation généralisée durant la fin des années 80 et le début des années 90. A l'exception du Royaume-Uni où la prévalence reste élevée, elle a diminué ou est restée stable dans les autres pays.

1.2.6. Consommation d'amphétamines dans la population estudiantine

Les amphétamines et l'ecstasy sont les représentants de la deuxième catégorie de substances illégales les plus consommées par les jeunes, derrière le cannabis.

Des études ont été menées dans les écoles secondaires de Flandre. Chez les jeunes âgés de 15-16 ans, la prévalence de consommation d'amphétamines et d'ecstasy est plus élevée chez les garçons que chez les filles.

2007			
	Garçons	Filles	Total
Ecstasy	3,8%	1,9%	2,8%
Amphétamines	4,2%	2,0%	3,1%

Tableau 4 : prévalence de la consommation d'amphétamines et d'ecstasy dans la population d'étudiants de niveau d'études secondaires en Flandres (Belgian National Report on Drugs, 2008).

Ainsi, on peut estimer que pour la consommation d'amphétamines, 13% des jeunes interrogés en ont déjà consommé de 1 à 2 fois dans leur vie, 4% des jeunes ont déjà essayé de 3 à 5 fois et 2 % plus de 5 fois au cours de leur vie. Concernant la consommation d'ecstasy, 15% des jeunes interrogés admettent en avoir consommé de 1 à 2 fois, 4,5 % en ont consommé de 3 à 5 fois et 2,5% plus de 5 fois au cours de leur vie.

En 2005, l'université et les collèges anversois, soit 27.000 étudiants, ont participé à un sondage au sujet de la consommation de drogues illicites. Il en ressort que 3% avouent avoir utilisé des drogues récréatives comme l'ecstasy et les amphétamines. De plus, une augmentation de cette consommation est observée durant la période d'examens.

1.2.7. Consommation d'amphétamines en Belgique

En 2007, un sondage a été mené auprès de jeunes âgés de 17 à 28 ans se présentant à un poste dans l'armée : 34,52% des candidats déclaraient avoir déjà pris des drogues illicites, alors que 7.68% avouaient continuer à en consommer. 9,21% des personnes interrogées utilisaient de l'ecstasy.

L'utilisation des drogues est importante dans le milieu de la nuit. La programmation musicale influence la prévalence et les modes de consommation de drogues. On n'observe pas de variation de la prévalence de l'usage de drogues dans les lieux de divertissement en fonction de l'endroit (excepté peut-être dans les régions frontalières) (Rapport national belge sur les drogues, 2005).

1.2.8. Saisies dans le monde, en Europe et en Belgique

Dans le monde

Les saisies mondiales en amphétamines augmentent et elles sont fabriquées dans un nombre croissant de pays, dans des lieux et selon des techniques de fabrication qui se diversifient.

A l'échelle mondiale, les saisies de substances du groupe amphétamine représentent 52 tonnes en 2007, dépassant de plus de 3 tonnes le chiffre record enregistré en 2005. L'amphétamine et la méthamphétamine représentent 84 % de toutes les saisies en volume. L'année 2007 a également connu une envolée spectaculaire des saisies de substances du groupe ecstasy (16 % de toutes les saisies de stimulants de type amphétamine); des augmentations importantes ont été constatées sur plusieurs grands marchés (ONUDD, 2009).

Les précurseurs de la méthamphétamine font de plus en plus l'objet d'un trafic à destination de l'Amérique centrale et de l'Amérique du Sud où l'on fabrique des stimulants de type amphétamine pour le marché Nord-Américain et où l'usage local semble également augmenter. Le marché des amphétamines est un vaste marché et il progresse encore probablement en Asie de l'Est (ONUDD, 2009).

Le trafic de stimulants de type amphétamine est habituellement intrarégional, alors que les précurseurs chimiques dont sont composés ces stimulants continuent de faire l'objet d'un trafic dans le monde entier. Ils sont souvent détournés de la fabrication licite en Asie du Sud, de l'Est et du Sud-Est (ONUDD, 2009).

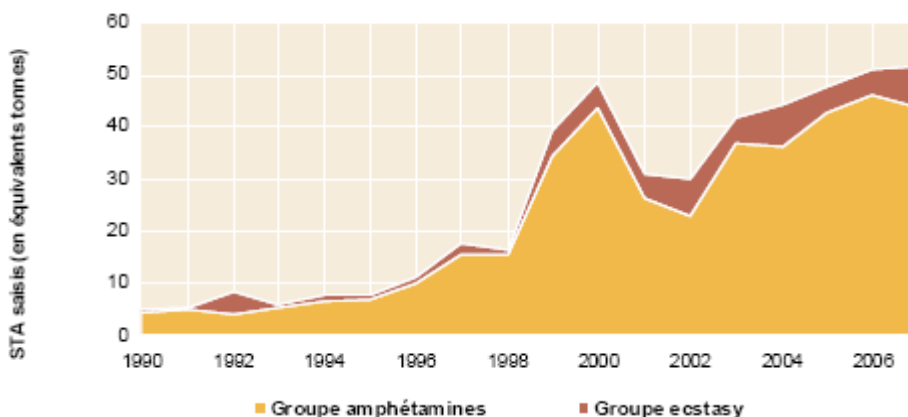


Figure 12 : Saisies mondiales de stimulants de type amphétamine, entre 1990 et 2007
Source : ONUDD, Rapport mondial sur les drogues, 2009.

En Europe

La plupart des amphétamines saisies en Europe sont surtout produites aux Pays-Bas, en Pologne et en Belgique (observatoire européen des drogues et des toxicomanies, rapport 2009). Ceci démontre le rôle important de l'Europe comme producteur et consommateur (ONUDD, 2009).

En 2007, 40.000 saisies ont été effectuées en Europe, représentant 8,1 tonnes d'amphétamines en poudre. La saisie de comprimés est majoritaire et a représenté près de 390.000 comprimés en 2006, en Europe.

La France a également observé un net recul de saisies d'amphétamines et de ses dérivés (M.H. Ghysel- Laporte et al, 2008).

En 2007, il y a eu 4.500 saisies de méthamphétamines pour un total de 340 kg. Celles-ci ont eu surtout lieu en Norvège et en Suède. Entre 2001 et 2007, le nombre de saisies en méthamphétamines a augmenté en Europe mais reste modeste en comparaison aux autres drogues.

La répression des drogues de synthèse vise également les précurseurs chimiques nécessaires à la production illégale. Le projet international Prism a été mis sur pied pour prévenir le détournement des précurseurs chimiques utilisés dans la fabrication illicite des drogues de synthèse par le biais d'un système de déclarations préalables des exportations pour le commerce licite.

L'OICS (Organe International de Contrôle des Stupéfiants) rapporte de fortes augmentations des saisies mondiales des 2 précurseurs de la méthamphétamine : l'éphédrine (22 tonnes en 2007 ; 10,2 tonnes en 2006) et la pseudo-éphédrine (25 tonnes en 2007 ; 0,7 tonne en 2006). Par contre, dans le monde, les saisies de 1-phényl-2-propanone (BMC), utilisée dans la fabrication d'amphétamine et de méthampétamine, ont diminué brutalement (834 litres en 2007 ; 2600 litres en 2006). Dans l'Union Européenne, les saisies ont diminué également (582 litres en 2007 ; 2005 litres en 2006).

Les saisies mondiales de 3,4-méthylènedioxyphényl-2-propanone (PMC), utilisée pour la fabrication de la MDMA ont diminué également (2300 litres en 2007 ; 8800 litres en 2006). Cependant, les saisies de safrole, qui peut remplacer le PMC, ont augmenté considérablement (46000 litres en 2007 ; 62 litres en 2006) mais seuls 60 litres ont été saisis en Union Européenne (observatoire européen des drogues et des toxicomanies, 2009).

L'ONUDD estime que la production mondiale d'ecstasy est estimée entre 72 et 137 tonnes en 2007 (ONUDD, 2009). En Europe, c'est principalement aux Pays-bas et en Belgique qu'à lieu la production de dérivés amphétaminiques. En 2006, l'Europe a déclaré 20.000 saisies d'ecstasy correspondant à 22 millions de comprimés d'ecstasy. Ceci correspond à 38% des 7.9 tonnes d'ecstasy saisies dans le monde en 2007. Ces sont les Pays-Bas qui déclarent la plus grande quantité de saisies avec 8.4 millions de comprimés en 2007. Deux autres pays européens ont fait des saisies de cette ampleur, à savoir la France et l'Allemagne (1 million de comprimés saisis).

Au cours de la période 2002-2007, le nombre de saisies d'ecstasy enregistrées en Europe a chuté en 2003 puis a augmenté chaque année.

En 2007, la plupart des comprimés d'ecstasy analysés contenaient de la MDMA ou de la MDEA ou encore de la MDA. La teneur en MDMA variait entre 19 et 75 mg et jusqu'à 130 mg de MDMA en Bulgarie, France, Pays-Bas, Slovaquie et Norvège (observatoire européen des drogues et des toxicomanies, 2009).

En Belgique

En Belgique, entre 1999 et 2006, 71 sites où se pratiquaient des activités de laboratoire clandestin ont été découverts (Police fédérale ; DGJ/DJP, Service central des drogues). Ces chiffres confirment que la Belgique est un producteur de drogues de synthèse important. Parallèlement, cela démontre également qu'il y a une demande belge et étrangère importante. Entre 1999 et 2006, 60% des sites découverts étaient liés à la fabrication d'ecstasy. Cependant, ces dernières années, la proportion de laboratoires produisant des amphétamines a augmenté.

De plus, peu de laboratoires complets ont été démantelés car le processus de production est généralement scindé des sites de stockage de précurseurs ou de produits finis.

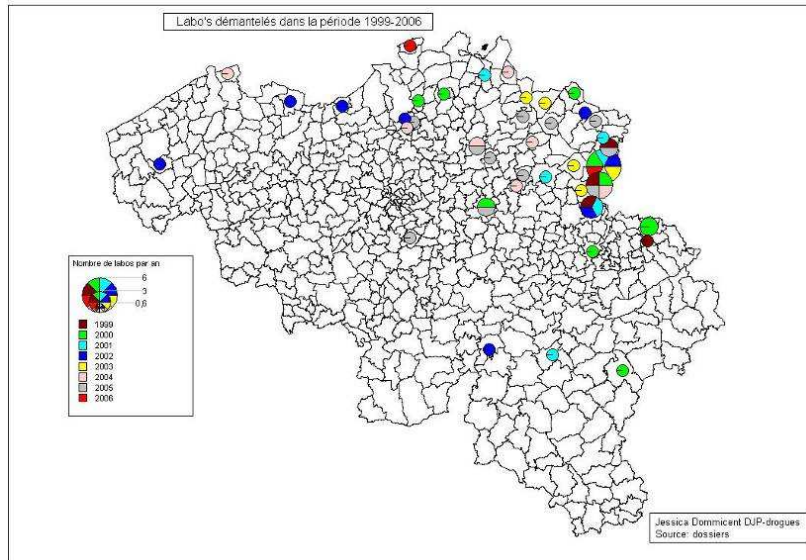


Figure 13 : carte de répartition géographique des laboratoires démantelés au cours de la période 1999-2006 (Police fédérale ; DGJ/DJP, Service central drogues).

Les sites découverts sont souvent à proximité des frontières mais on en trouve également partout dans le pays. Les activités de laboratoire sont essentiellement exercées dans des zones urbaines à population plus ou moins importante ainsi que dans les petites villes car les nuisances sonores et olfactives liées à la fabrication des drogues passent plus facilement inaperçues.

La plupart du temps, les laboratoires sont découverts dans des maisons d'habitation de type construction aérée. Mais on peut également en découvrir sur des sites inhabituels : caravanes, serres, garages...

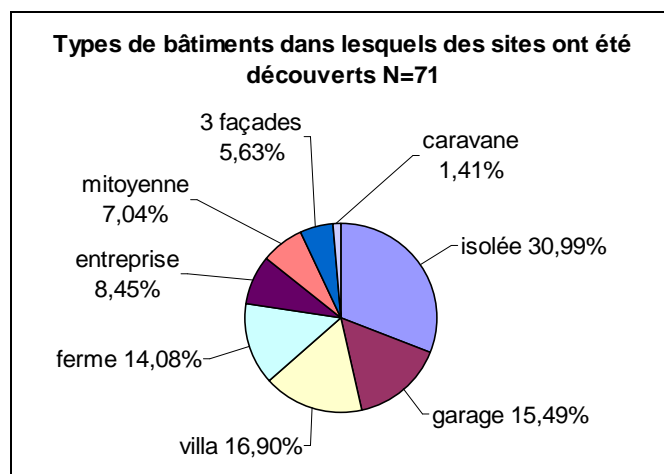


Figure 14 : Types de bâtiments utilisés pour abriter les laboratoires clandestins, 1999-2006 (Police fédérale ; DGJ/DJP, Service central des drogues).

Les interpellations policières en Belgique ont montré que les criminels sont aussi bien d'origine belge que néerlandaise. Sur base de l'analyse des dossiers de 2004 à 2006, la police fédérale belge a pu démontrer que les belges collaboraient activement avec les néerlandais. La police belge en a donc déduit que la production d'amphétamines en Belgique demeure un secteur d'activité dont le commanditeur est le plus souvent néerlandais mais la main d'œuvre utilisée est belge. Lorsque l'on examine les antécédents criminels de ces individus (1999-2006), 44% des personnes étaient connues pour des délits liés à la drogue et 42% n'avaient pas de casier judiciaire.

1.2.9. Prix et pureté des amphétamines sur le marché belge

Les précurseurs amphétaminiques, PMC et BMC, retrouvés dans des déchets de production amphétaminique en Belgique, proviennent couramment de Chine mais aussi de Russie. Malgré l'application de la convention de 1988 contre le trafic illicite de stupéfiants et de psychotropes, il est plus aisé de se fournir ses substances en Belgique qu'aux Pays-Bas, c'est pourquoi les trafiquants viennent se fournir en Belgique.

	2006	2007	2008
	€	€	€
Amphétamine et méthamphétamine poudre (par gramme)	8,53 (3,61-20,0)	10,52 (3,0-25,0)	7.61 (1,5-20,0)
Ecstasy (par comprimé)	3,31 (0,5-10,0)	4,01 (1,0-10,0)	3.62 (1,14-10,0)

Tableau 5 : Prix moyen du marché en Belgique entre 2006 et 2008 (prix minimum et maximum entre parenthèses) (Belgian National Report on Drugs, 2008 et 2009).

Durant les années 2006 à 2008, le prix moyen des amphétamines reste stable. Il peut fortement varier en fonction du nombre de comprimés achetés mais aussi du lieu d'achat. En effet, les amphétamines sont plus abordables lorsqu'elles sont achetées à la frontière française. Le prix de l'ecstasy est plus élevé lorsqu'il est acheté en soirée ou en festival.

	2005	2006/2007	2008	2009
	€	€	€	€
Amphétamine et méthamphétamine poudre (par gramme)	7,8 (1,0-12,0)	10,9 (5,0-30,0)	9,5 (3,0-20,0)	11,6 (2,0-40,0)
Ecstasy (par comprimé)	5,2 (3,0-10,0)	6,2 (1,0-20,0)	6,1 (2,0-20,0)	6,2 (1,0-25,0)

Tableau 6 : Prix moyen dans la rue en Belgique de 2005 à 2009 (prix minimum et maximum entre parenthèses) (Belgian National Report on Drugs, 2008 et 2009).

En ce qui concerne la pureté, le pourcentage maximal de produit pur est souvent observé lors des saisies faites à l'aéroport national car les poudres n'ont pas encore été coupées. Ailleurs, la moyenne se situe entre 15% et 24,5% pour l'amphétamine, entre 2,3 % et 80 % pour la méthamphétamine et entre 31,1% et 94,8% pour la MDMA.

	2005	2006	2007	2008
	% pureté (min-max)	% pureté (min-max)	% pureté (min-max)	% pureté (min-max)
Amphétamine	20,41 (0,51-73,38)	15 (0,1-73,4)	24,5 (0,3-73,4)	15,1 (1,8-63)
Méthamphétamine	1,68 (0,24-3,69)	2,3 (0,2-47,5)	0,6 (0,6-0,6)	80 (80-80)
Ecstasy (mg MDMA/ comprimé)	56,04 (1,43-154,44)	31,1 (3,6-140,0)	55,49 (0,3-132,9)	94,8 (0,05-175,8)

Tableau 7 : pourcentage de pureté (%) des amphétamines en Belgique, 2005-2008 (Belgian National Report on Drugs, 2008 et 2009).

1.3. Prévention de la consommation de stupéfiants dans le monde, en Europe et en Belgique

Selon l'UNODC, en 2007, entre 172 et 250 millions de personnes auraient consommé des drogues illicites au moins une fois au cours de l'année écoulée.

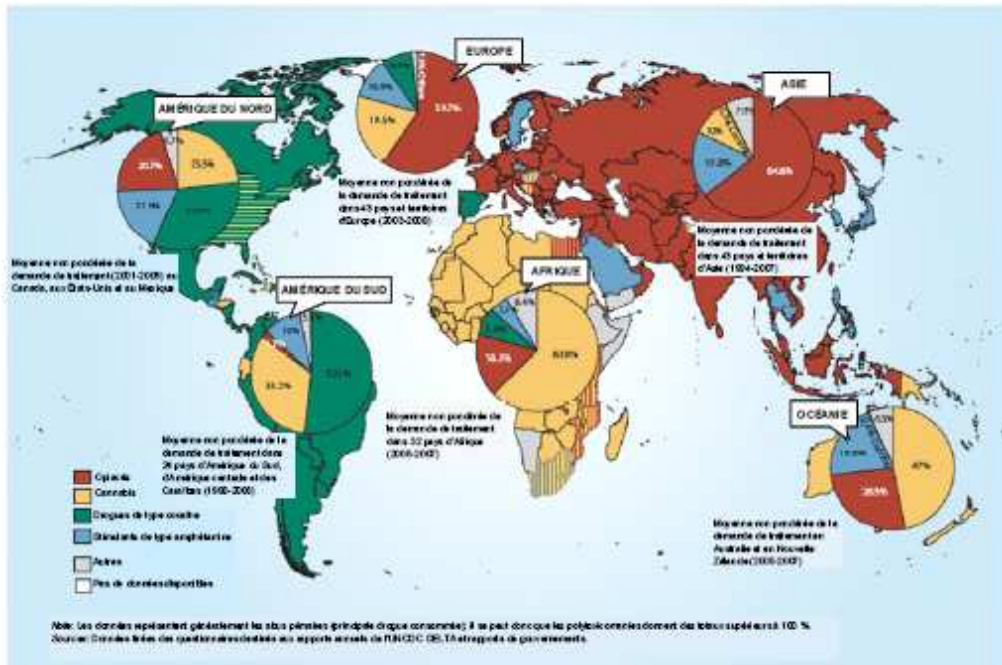


Figure 15 : principales drogues posant problèmes en 2007 ou dernière année disponible (ONUODC, 2009).

Au niveau européen, différents types de prévention sont recommandés :

- La prévention primaire permet de fournir des informations sur les drogues synthétiques par des campagnes d'informations publiques et des interventions dans les écoles.
- Un travail de proximité dans les lieux festifs permet une réduction de risque pour les consommateurs : présence de zones de repos, de tracts d'informations ou encore, bien que cette initiative soit loin d'être consensuelle, la possibilité d'analyser des comprimés (testing).

Le testing est une technique déjà utilisée dans de nombreux pays européens (Allemagne, Autriche, Pays-Bas, France, Espagne, Royaume-Uni). Elle permet de donner une information objective sur la composition des produits et sur leur dangerosité. C'est également une occasion de discuter avec les consommateurs afin de réduire les risques (N. Pythoud, GREAT, situation de la réduction des risques en milieu festif en Europe et en Suisse). Par contre, elle présente un énorme point faible : celui de ne pas donner une réponse quantitative à l'analyse, ce qui peut faussement rassurer le consommateur.

En Belgique, suite à une note politique du 23 janvier 2001 sur la problématique de la drogue, on précise que “ Le gouvernement fédéral confirme que l’abus de drogues est un problème de santé publique ” et y en énonce les trois piliers sur lesquels repose la politique en matière de drogues :

- la prévention pour les non-consommateurs et les consommateurs non problématiques ;
- l’assistance, la réduction des risques et la réinsertion pour les consommateurs problématiques ;
- la répression pour les producteurs et les trafiquants.

Le gouvernement belge aborde le problème de la drogue sous l’angle de la santé publique en mettant notamment l’accent sur la réduction des risques et en réservant la répression à la production et au trafic de drogues.

1.4. Production de déchets lors de la synthèse des amphétamines en Belgique

En parallèle à la production et au trafic de drogues synthétiques, les services de police belges doivent faire face au problème de rejets de déchets clandestins provenant de la production de ces drogues. Pour la production d'un kilo d'amphétamine, la quantité de déchets varie entre 30 et 40 litres. Pour un kilo de poudre de MDMA, la quantité de déchets varie entre 10 et 20 litres. Un laboratoire actif de fabrication, s'il fonctionne à plein régime durant un mois, peut donc produire des tonnes de déchets. Les trafiquants doivent donc prendre en charge énormément de déchets et veulent s'en débarrasser le plus vite possible et sans frais. En Belgique, les méthodes les plus utilisées sont :

- Abandonner les déchets sur place,
- Les jeter dans un bois ou un canal,
- Les déposer dans une voiture puis l'incendier,
- Après avoir aménagé un véhicule, déverser les déchets sur la voie publique en roulant...

Selon les experts, les dommages causés à l'environnement concernent surtout les déversements dans des bois ou sur des chemins réservés aux promenades. Les risques d'infiltration ou les fuites de ces substances chimiques sont importants.

Si on examine la localisation des sites de déchets en Belgique, ceux-ci sont surtout signalés dans la région frontalière entre la Belgique et les Pays-Bas. En 2005, 7 sites de déchets ont été découverts en Belgique, ce qui représente 41.000 litres de déchets liquides. En 2006, 12 sites de déchets ont été découverts. Tous étaient situés dans les provinces d'Anvers et du Limbourg. Les sites de déchets sont répertoriés par le service central drogues afin d'améliorer le démantèlement des laboratoires clandestins (Police fédérale ; DGJ/DJP). Le service relevant de cette fonction est le « Lab Intervention Team » (LIT). IL fournit un appui aux services de police locale ou fédérale et peut être mis en œuvre sur l'ensemble du territoire belge. Les experts du LIT fournissent un appui lors du démantèlement de laboratoires actifs ainsi que pour nettoyer les sites où les déchets sont abandonnés.

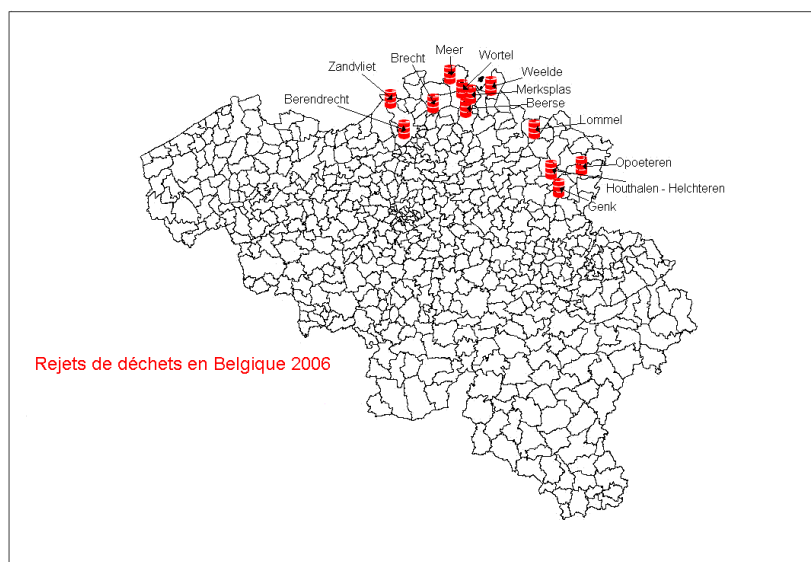


Figure 16 : Répartition géographique des sites de rejet des déchets en Belgique, 2006 (Police fédérale ; DGJ/DJP, Service central drogues).

1.5. Description du projet GEOAMP

Dans un premier temps, une identification des molécules d'intérêt présentes dans des déchets provenant de laboratoires clandestins et fournis par la police a été réalisée. Différentes techniques d'analyse (GC-MS, LC-MS-MS) et des méthodes de préparation des échantillons ont été développées pour atteindre cet objectif. Ensuite, des marqueurs spécifiques de la synthèse de l'amphétamine et de la MDMA ont été identifiés parmi les précurseurs, les intermédiaires de synthèse et leurs principaux produits de dégradation.

Dans un second temps, la solubilité, la concentration et la stabilité de ces marqueurs dans les eaux usées a été étudiée. La dégradation biotique et abiotique a été déterminée dans un environnement contrôlé.

La suite du projet a consisté en l'analyse d'échantillons d'eaux provenant de stations d'épuration. Le but du projet a été d'établir s'il est possible ou non de relier la présence de certains marqueurs chimiques dans les échantillons d'eau à l'existence d'une synthèse illicite d'amphétamines. Pour être totalement efficace, l'analyse devait être rapide afin de permettre une mise en évidence alors que la synthèse était toujours en cours.

2. Analyse productieafval met GCMS

2.1. Gaschromatografie gekoppeld aan massaspectrometrie

Gaschromatografie gekoppeld aan massaspectrometrie combineert kenmerken van deze beide analytische technieken om zo verschillende componenten in een staal te identificeren. Deze techniek wordt o.a. toegepast in forensisch onderzoek (opsporen van drugs, onderzoek van explosieven...), milieuanalyses en binnen de klinische biologie.

Gaschromatografie is een vorm van chromatografie, een scheidingstechniek waarmee mengsels van verschillende stoffen gescheiden kunnen worden. Bij gaschromatografie bevinden de te scheiden chemische stoffen zich in de gasfase. Het principe van deze techniek berust op de verdeling van de componenten tussen de stationaire en de mobiele (= een draaggas dat over de stationaire fase stroomt) fase. De gaschromatograaf is opgebouwd uit een injectiepoort en een capillaire kolom en wordt gekarakteriseerd door de dimensies van deze kolom (diameter, lengte en dikte) alsook door de eigenschappen van de hierboven vermelde fases. De componenten worden van elkaar gescheiden door de verschillende chemische eigenschappen van hun moleculen wanneer het staal langsheen de kolom getransporteerd wordt. De moleculen hebben een specifieke hoeveelheid tijd nodig (retentietijd) voor dit transport. Dit zorgt ervoor dat de massaspectrometer, het tweede deel van de GC-MS, de moleculen elk apart kan opvangen, ioniseren en detecteren. De massaspectrometer breekt elke molecule in geïoniseerde fragmenten en detecteert deze via hun specifieke massa/lading verhouding. De combinatie van deze beide componenten leidt tot een gedetailleerde identificatie van de componenten in het te onderzoeken staal en wordt vaak gebruikt voor onderzoek van een mengsel waarvan de samenstelling niet gekend is. Deze techniek werd dan ook gebruikt bij onderzoek naar samenstelling van het afval van clandestiene amfetamine- en XTC-laboratoria in het project GEOAMP.

De GCMS gebruikt te Gent is een Shimadzu GCMS-QP2010 Plus, met een AOC-20i autoinjector en een AOC-20s autosampler. De daarbij horende software is GCMS solutions version 2.50 SU3, Shimadzu Corporation. De kolom gebruikt is een HP-5ms 12m x 0,2mm x 0,33 µm.

La GCMS utilisée à Liège est une Polaris Q de marque Interscience. La colonne est une Restek Rxi-5ms 30m x 0.5 mm x 0.25 µm.

2.2. Déchets de production des laboratoires clandestins d'amphétamine et d'ecstasy

Dans le courant du mois de mars 2009, 3 saisies de déchets provenant de laboratoires clandestins de production de drogues synthétiques nous ont été fournis.

- 2 mars 2009

La police fédérale nous a informés que 10 fûts provenant d'un laboratoire clandestin démantelé étaient prêts à la destruction dans une firme spécialisée à cet effet à Anvers.

- 23 mars 2009

L'INCC nous a transmis plusieurs échantillons de déchets provenant du démantèlement d'un laboratoire clandestin supposé fabriquer du MDMA.

- 31 mars 2009

La police fédérale nous a informés qu'un dépôt clandestin de bidons non identifiés a été découvert par la police locale sur un chemin de promenade pédestre dans la commune de Roelange. La police locale a soupçonné que ces bidons provenaient d'un laboratoire clandestin de drogues synthétiques et on fait appel à la police fédérale.

2.2.1. GCMS methode

Het analyseren van de afvalstalen met behulp van GC-MS techniek werd in Gent op verschillende manieren uitgevoerd al naargelang de staalvoorbereiding en de methode gebruikt op de GC-MS.

2.2.2. De staalvoorbereiding

Aan de hand van twee stalen (1 en 64) werd onderzocht wat het verschil in resultaat is tussen het direct inspuiten van het staal in de GCMS en het voorbehandelen van de stalen met vloeistof-vloeistof extractie voor analyse. Deze extractie is een methode om componenten te scheiden op basis van hun oplosbaarheid in twee onvermengbare vloeistoffen, water en een organisch oplosmiddel. Aangezien de samenstelling van het afval onbekend was, werd deze extractie uitgevoerd om de te verwachten stoffen (precursoren en bijproducten van de synthese van amfetamine en XTC) te isoleren van eventueel schadelijke stoffen voor de kolom. De extractie gebeurde met Toxitube A (Varian), een commerciële vloeistof-vloeistof extractiebuis. De organische fase werd verdampt en opgelost in 100µl ethylacetaat.

2.2.3. Methode op GC-MS

Er werden twee methodes met elkaar vergeleken. De instellingen van beide methodes zijn terug te vinden in Tabel 8 en Tabel 9. Het verschil is de splitratio, die in de tweede methode hoger is. De stalen worden via injectie in de inlet van de GCMS gebracht en daarna verdampt. In een splitsysteem is er een constante stroom van draaggas, dat gebruikt wordt om het staal naar de kolom te transporteren en om de inlet te zuiveren van staal na injectie. Daarnaast wordt een ander deel van deze gasstroom door de split vent (splitopening) geleid. De verhouding tussen deze verschillende draaggasstromen wordt de splitratio genoemd en bepaalt de hoeveelheid staal dat in de kolom geïntroduceerd wordt. Dit splitsysteem verhindert overbelasting van de kolom en is noodzakelijk bij analyse van afval van clandestiene amfetamine- en XTC-laboratoria, omwille van de hoge concentraties.

Methode 2, met hogere splitratio, werd toegepast toen bleek dat bepaalde pieken bij methode 1 te hoog waren en de kleinere pieken overschaduwden. Met een hogere splitratio kan dit effect gematigd worden.

	Methode 1	Methode 2
Column oven temp.	75°C	75°C
Injection temp.	270°C	270°C
Total Flow	18,5 mL/min	151,8 mL/min
Split Ratio	20	200
Column Flow	0.74 mL/min	0.74 mL/min
IonSource Temp	200°C	200°C
Interface Temp	220°C	220°C
Detector Gain	0.10kV	0.10kV
Start m/z MS	40	40
End m/z MS	550	550

Tabel 8: instellingen GCMS.

Rate	Temperature (°C)	Hold Time (min)
/	75	3
30	310	5

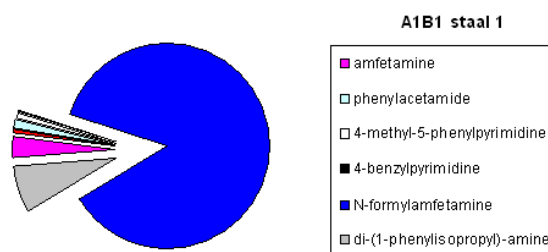
Tabel 9: Temperatuurprogramma oven (methode 1 en 2).

2.2.4. Vergelijking tussen de methodes

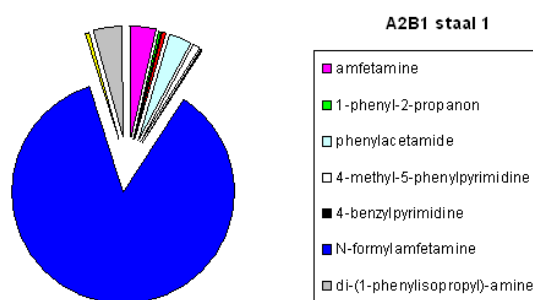
Samenvattend werden volgende methodes gebruikt bij stalen 1 en 64:

- A1B1: 10µl staal werd aangelengd met 990µl methanol en ingespoten op de GCMS via methode B1 (splitratio 20);
- A2B1: 10µl staal werd aangelengd met 990µl methanol, geëxtraheerd met Toxitube A en geanalyseerd via methode B1 (splitratio 20);
- A2B2: 10µl staal werd aangelengd met 990µl methanol, geëxtraheerd met Toxitube A en geanalyseerd via B2 (splitratio 200).

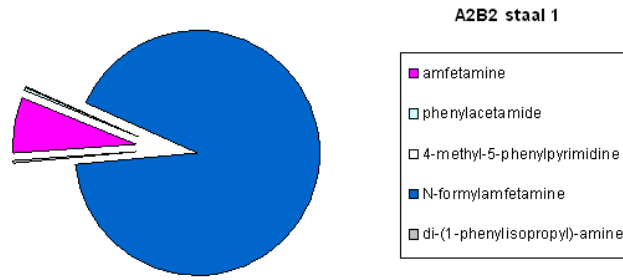
Figuur 17, Figuur 18 en Figuur 19 zijn een weergave van de resultaten van staal 1; Figuur 20, Figuur 21 en Figuur 22 van staal 64.



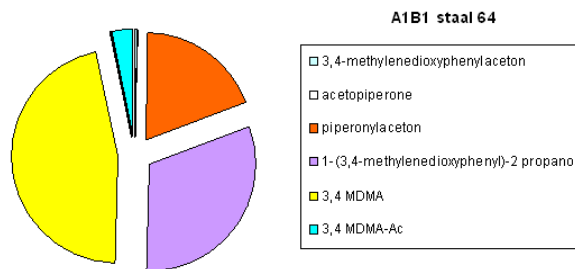
Figuur 17: samenstelling van staal 1 na analyse via methode A1B1.



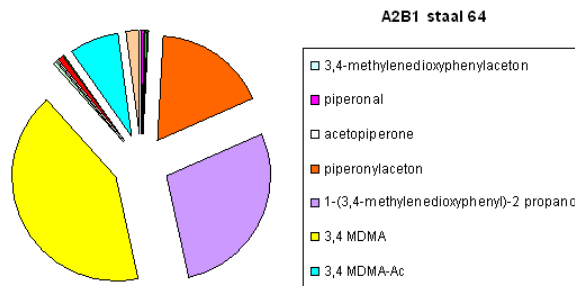
Figuur 18: samenstelling van staal 1 na analyse via methode A2B1.



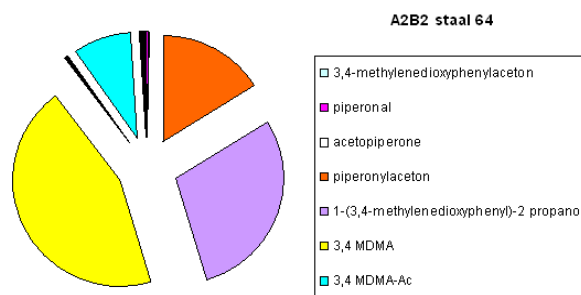
Figuur 19: samenstelling van staal 1 na analyse via methode A2B2.



Figuur 20: samenstelling van staal 64 na analyse via methode A1B1.



Figuur 21: samenstelling van staal 64 na analyse via methode A2B1.



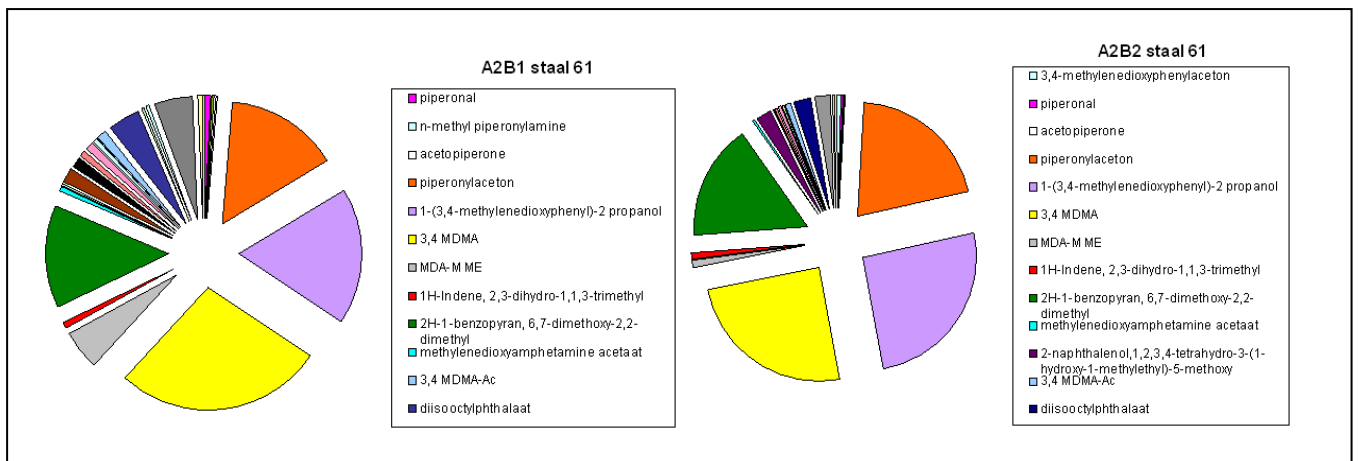
Figuur 22: samenstelling van staal 64 na analyse via methode A2B2.

De verschillende methodes blijken geen invloed te hebben op de moleculen die in hoge concentraties in de mengsels aanwezig zijn. Methode A2B1 geeft bij beide stalen het meeste detail in samenstelling weer: de moleculen die in kleinere hoeveelheden in het staal aanwezig zijn, worden via deze methode het best gedetecteerd.

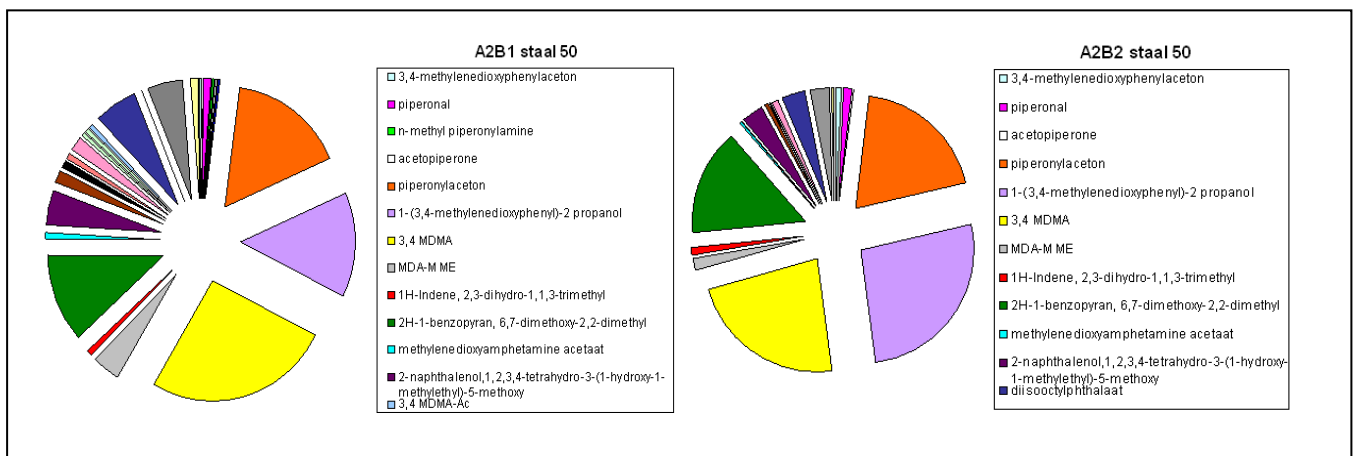
Wegens de inconsistentie in de resultaten van methode A2B2 tussen beide stalen, werden ook stalen 2, 47, 50 en 61 geanalyseerd met methode A2B1 en A2B2. De resultaten hiervan staan grafisch weergegeven in figuren 23 tot 26. In stalen 61, 50 en 47 is te zien dat methode A2B1 gedetailleerder is dan methode A2B2. In staal 2 worden dezelfde moleculen teruggevonden door beide methodes, doch in andere verhoudingen.

Hoewel de resultaten van deze vergelijking uitwijzen dat A2B1 de meest gedetailleerde methode is voor analyse van de afvalstalen, is dit van weinig belang voor dit deel van het onderzoek. Het doel van de afvalanalyse is het bepalen van moleculen die in grote hoeveelheden aanwezig zijn in het afval en als dusdanig als merkers in aanmerking komen voor de analyse van afvalwater. Aangezien de meest abundante moleculen in elke methode in voldoende mate aangetroffen worden en de methode A2B2 de minste overbelasting voor de GC-MS betekent, werd beslist om de overige stalen met deze methode (A2B2) te analyseren.

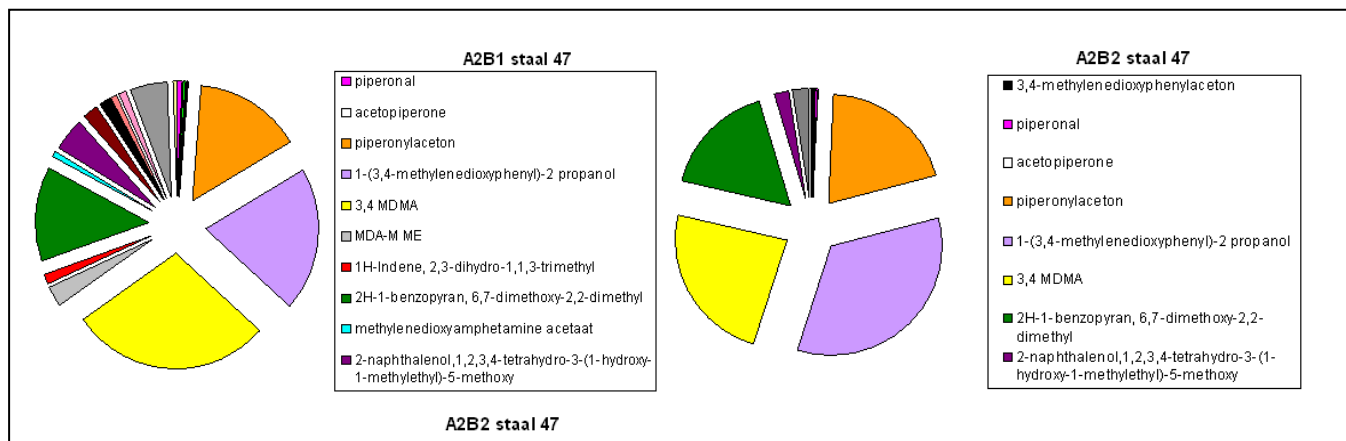
A Liège, la méthode utilisée est celle sans extraction.



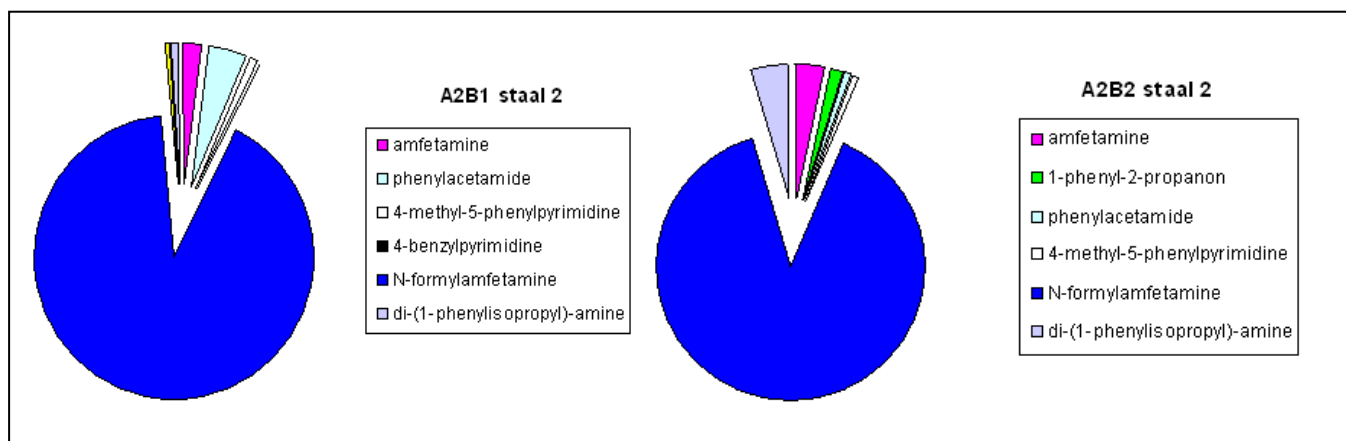
Figuur 23: samenstelling van staal 61 na analyse met A2B1 en A2B2.



Figuur 24: samenstelling van staal 50 na analyse met A2B1 en A2B2.



Figuur 25: samenstelling van staal 47 na analyse met A2B1 en A2B2.



Figuur 26: samenstelling van staal 2 na analyse met A2B1 en A2B2.

2.3. Résultats des analyses

2.3.1. Chromatographie gazeuse couplée à un détecteur à ionisation de flamme (GC-FID)

La technique utilisée pour l'identification des solvants retrouvés dans les échantillons est la chromatographie gazeuse. Cette technique comprend un injecteur relié à une colonne placée dans un four et enfin à un détecteur à ionisation de flamme. Elle permet la séparation de substances entre deux phases, l'une fixe et l'autre mobile. Dans la chromatographie en phase gazeuse, la phase mobile est un gaz inerte, l'hélium, qui passe au travers d'une colonne dans laquelle se trouve la phase stationnaire.

Pour séparer des composants volatiles d'une matrice non ou difficilement volatile, on utilise en chromatographie gazeuse la technique de la chambre d'expansion (headspace). Si on chauffe à une température donnée un échantillon, il s'établit dans le flacon d'échantillon un équilibre entre la phase liquide et la phase gazeuse. A l'aide d'une microsiringue, on peut prélever dans la partie gazeuse, à travers la membrane du bouchon de l'échantillon, un volume déterminé pour l'analyse en GC.

A la sortie de la colonne chromatographique, la phase mobile est dirigée vers la flamme d'un petit brûleur alimenté par de l'air et de l'hydrogène. Le gaz vecteur, renfermant les substances éluées de la colonne, est mélangé avec l'air et l'hydrogène, puis injecté dans le brûleur. Au cours de la combustion, les composés vont s'ioniser.

L'intensité du courant détecté constitue le courant de base. Chaque fois qu'une substance éluée atteint la flamme du brûleur et s'ionise, l'intensité du courant varie. Cette variation donne accès à des données d'ordre qualitatif et quantitatif.

2.3.2. Solvants retrouvés dans les échantillons

Le volume nécessaire pour effectuer le dosage est de 1 ml. Cette contrainte nous a obligés à n'effectuer les analyses que sur les échantillons de la saisie de Roclinge car ces échantillons étaient d'un volume suffisant pour effectuer l'ensemble des analyses.

Identification échantillon	pH	Méthanol (%)	Acétone (%)	HCl
1	10,06	-	4	-
4	10,33	38	-	-
47	<0	-	84	-
48	<0	-	79	-
49	<0	-	80	-
50	<0	-	82	-
51	<0	-	80	-
52	<0	-	81	-
53	<0	-	83	-
54	<0	-	84	-
55	<0	-	-	présence
56	<0	-	83	-
57	<0	-	-	présence
58	<0	-	-	présence
59	<0	-	82	-
60	<0	-	83	-
61	<0	-	82	-
62	<0	-	-	présence
63	<0	-	-	présence
64	10,42	33	-	-

2 échantillons d'un pH proche de 10 contiennent entre 33 et 38% de méthanol.

12 échantillons d'un pH proche de 0 contiennent entre 79 et 84% d'acétone.

1 échantillon de couleur jaune et de pH proche de 10 possédait 4% d'acétone.

5 échantillons d'un pH proche de 0 contiennent de l'acide chlorhydrique fumant.

2.3.3. Précurseurs de synthèse retrouvés dans les échantillons

Les échantillons ont été analysés par GC-MS afin d'identifier les précurseurs présents dans les déchets. Cette analyse a été effectuée par injection directe de l'échantillon dans la GC-MS puis par comparaison de la structure chimique identifiée à une bibliothèque propre au programme d'exploitation de la GC-MS.

Les trois analyses ont fourni les résultats suivants :

- Saisie d'Anvers : principalement de la MDMA et de l'amphétamine ;
- Saisie de l'INCC : principalement du phényl-2-propanone (BMC), MDMA, et du formyl-amphétamine ;
- Saisie de Roclenge : MDMA, 1-(3,4-méthylènedioxyphényl)-2 propanol (PMC), pipéronal.

L'étude des échantillons provenant des différentes saisies nous permet de supposer que nous sommes en présence de précurseurs de la synthèse de MDMA et en présence de précurseurs de la synthèse d'amphétamine.

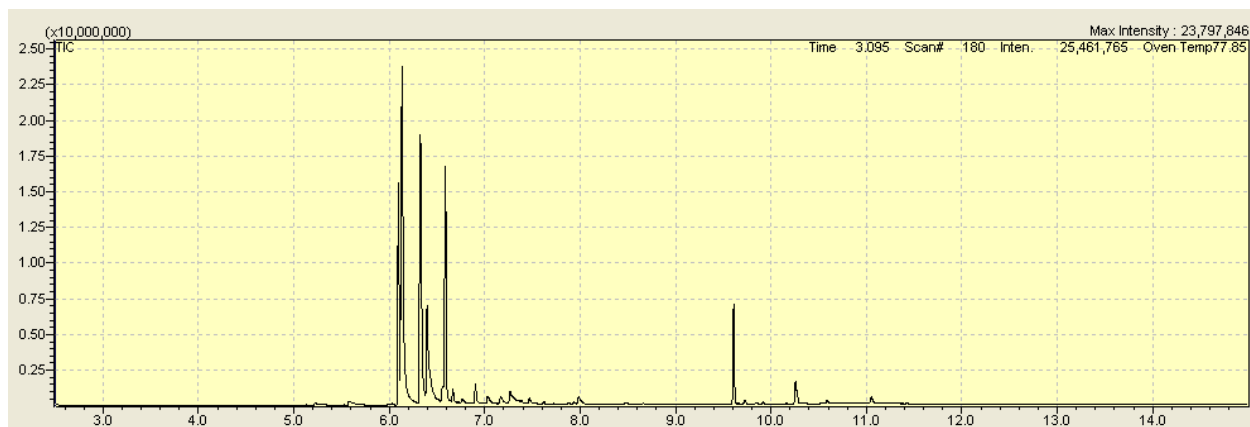
Des tests interlaboratoires ont été effectués sur des échantillons identiques afin de vérifier si l'on obtenait la même allure spectrale et si les précurseurs identifiés étaient identiques.

Ces tests ont été effectués sur deux échantillons provenant de la saisie de Roclenge.

Comme l'indiquent la Figure 27 et la Figure 28 ci-dessous, ainsi que le Tableau 10 et le Tableau 11, les deux laboratoires ont identifié les mêmes molécules, avec des temps de rétention qui varient en fonction de la méthode chromatographique appliquée dans chaque laboratoire.

La méthode utilisée à Gand permet, en outre, d'identifier la 3,4-méthylènedioxyphénylacétone (PMC).

Chromatogramme de Gand:



Chromatogramme de Liège:

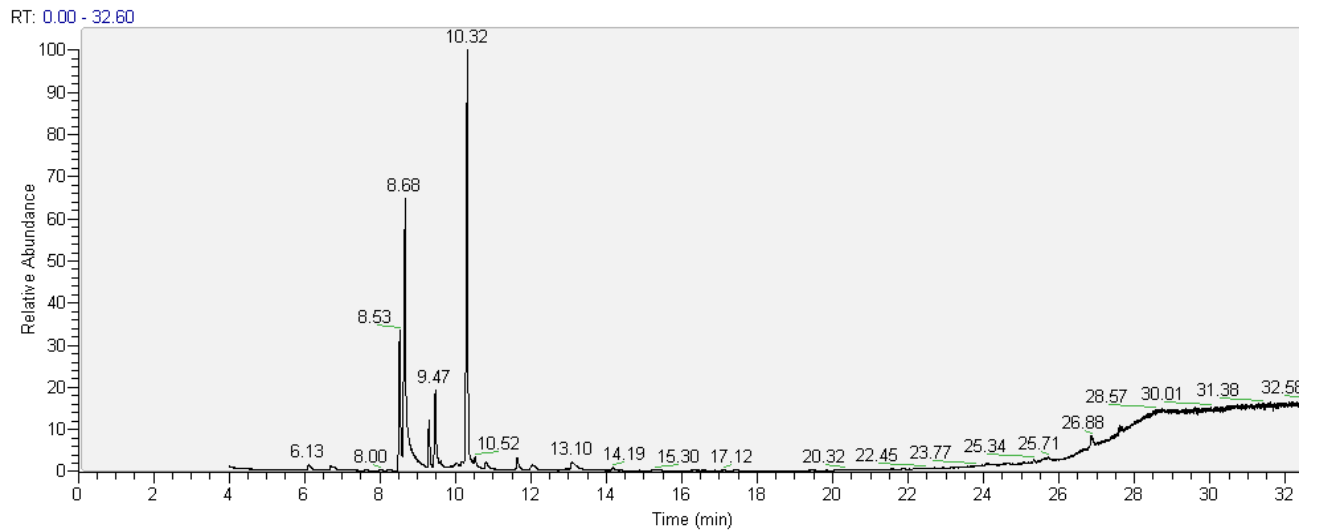
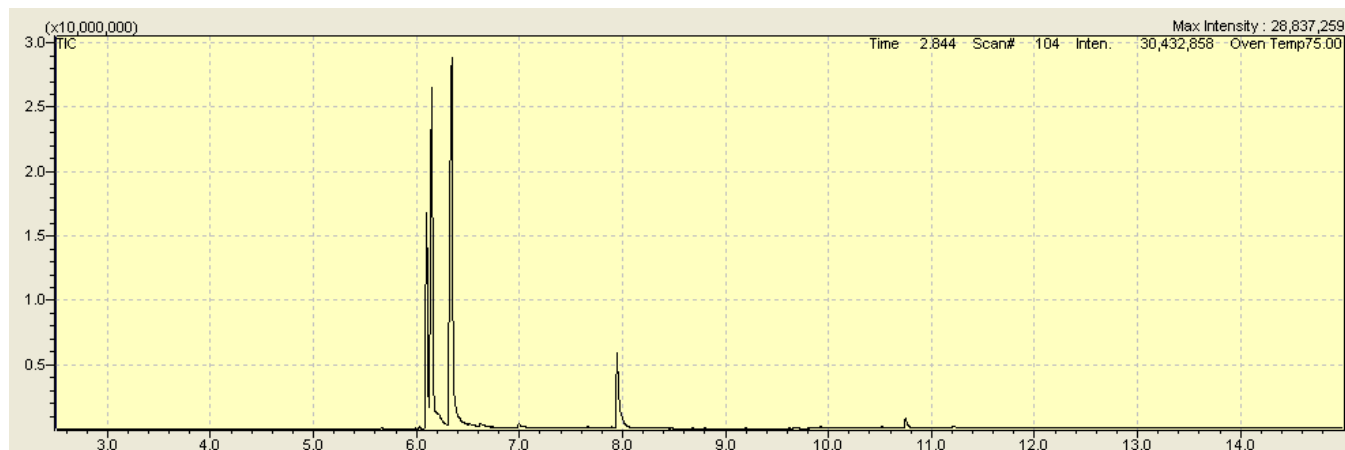


Figure 27: échantillon 49 de la saisie de Rocleuge.

Temps de rétention (minutes)		Molécules identifiées
Liège	Gand	
	5.223	3,4-methylenedioxyphenylacétone (PMC)
6.72	5.58	piperonal
8.66	6.133	1-(3,4-methylenedioxyphenyl)-2propanol (PMC)
9.3	6.327	3.4 MDMA
10.51	6.667/ 7.987	N Acetyl 3,4 methylenedioxyamphetamine
12.63	6.904	1,2,3,4-tetrahydro-3-(1-hydroxy-1-methylethyl)-5-methoxy 2-naphthalenol

Tableau 10: temps de rétention et molécules identifiées dans l'échantillon 49 dans chaque laboratoire.

Chromatogramme de Gand:



Chromatogramme de Liège:

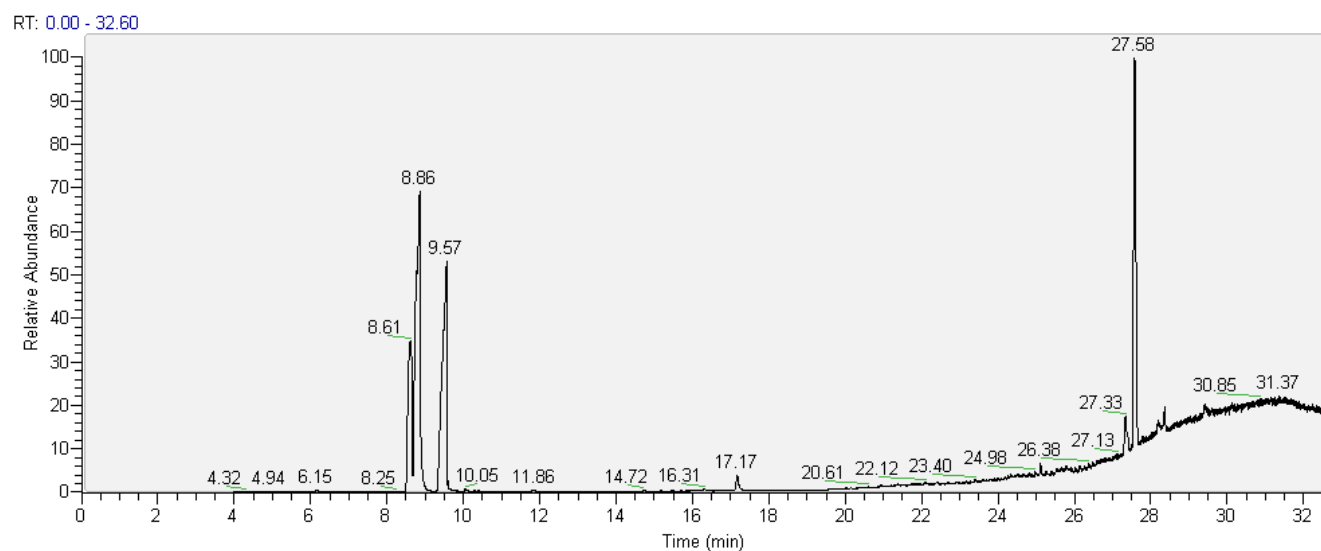


Figure 28: échantillon 64 de la saisie de Roclenge.

Temps de rétention (minutes)		Molécules identifiées
Liège	Gand	
	5.32	3,4-methylenedioxyphenylacetone (PMC)
6.16	5.663	pipéronal
8.85	6.146	1-(3,4-methylenedioxyphenyl)-2-propanol (PMC)
9.53	6.343	3.4 MDMA
17.17	7.947	N Acetyl 3,4 methylenedioxyamphetamine

Tableau 11: temps de rétention et molécules identifiées dans l'échantillon 49 dans chaque laboratoire.

2.4. Choix des standards

Pour la suite du projet, les standards de référence ont été choisis sur base de ces premières analyses, mais aussi en fonction des résultats obtenus par le projet WASIMP (Impurity Profiling of Waste). Ce projet avait comme but de trouver une relation entre les drogues vendues dans la rue et les sites de production des drogues synthétiques afin de parvenir au démantèlement de l'organisation criminelle. Les résultats de ce projet se sont basés sur l'étude de déchets obtenus lors de saisies par la police fédérale dans des laboratoires clandestins de production. Ils ont essentiellement étudié les déchets saisis dans les laboratoires de production de MDMA et d'amphétamine car ce sont les drogues les plus synthétisées en Belgique.

Les voies de synthèse les plus couramment rencontrées sont la voie de Leuckart, l'amination réductive catalysée par PtO₂ et par méthode froide catalysée par NaBH₄.

Les molécules (et leurs synonymes) ainsi retenues pour analyse sont :

- **PMC** (Piperonylméthylcétone/ PMK/ MDP2P/ 3,4-methylenedioxyphenyl acetone/ 1-(3,4-Methylenedioxyphenyl)-2-propanol)
- **BMC** (Benzylméthylcétone/ BMK/ Phenyl-2-propanone/ Phenylacetone/ P2P)
- **N-Formyl 3,4 méthylènedioxyamphétamine** (N-Formyl-MDA/ N-Formyl 3,4 methylenedioxy-phenylisopropylamine/ N[2-(1,3 Benzodioxol-5-yl)-1-methylethyl]-formamide)
- **N-Acetyl-3,4-méthylènedioxyamphétamine** (N-acetyl-3,4-methylenephenylisopropylamine/ N-acetyl- α -methyl-1,3-benzodioxole-5-ethanamine)
- **N-acétylamphétamine** (N-Acetyl phenylisopropylamine/ N-(α -Methylphenethyl)acetamide/ N-(1-Methyl-2-phenylethyl)acetamide)

- **Pipéronal** (1,3 Benzodioxole-5-carboxaldehyde/ 3,4-Methylenedioxy)benzaldehyde/
Piperonylaldehyde/Dioxymethyleneprotocatechuic aldehyde)
- **MDMA** (Méthylène-DioxyMéthAmphétamine)
- **MDA** (3,4-méthylènedioxyamphétamine)
- **Amphétamine** (α -méthyl-phényléthanamine)

3. Biodegradeerbaarheid van piperonal, N-acetyl-3,4-methylenedioxyamfetamine, N-formyl-3,4-methylenedioxyamfetamine, N-acetyl-amfetamine, 3,4-methylenedioxyfenylaceton and benzylmethylketon.

3.1. Afkortingen en Definities

Zie pagina 2

3.2. Inleiding

Het doel van GEOAMP is het detecteren van afvalproducten van illegale amfetamine- en xtc-laboratoria in oppervlaktewater en het ontwikkelen van een analytische methode hiervoor. Hierbij is het belangrijk de stabiliteit van deze producten in oppervlaktewater te onderzoeken. Aan de hand van de Closed Bottle Test werd de biodegradeerbaarheid van de componenten geanalyseerd.

3.3. Materiaal en Methoden

3.3.1. Closed Bottle test

Sectie 3 van de OESO-richtlijnen (Organisatie voor Economische Samenwerking en Ontwikkeling) betreffende testen op chemicaliën, 'Degradation and Accumulation', bevat test 301 'Ready Biodegradability' (snelle biodegradeerbaarheid). Deze test, aanvaard door de OESO-raad op 17 juli 1992, beschrijft zes methoden voor het screenen van chemicaliën in aëroob waterig milieu. Deze methoden worden wereldwijd gebruikt voor onderzoek naar biodegradeerbaarheid.

In dit onderzoek werd de Closed Bottle Test gebruikt voor analyse van biodegradeerbaarheid van 6 precursoren en bijproducten van amfetamine- en MDMA-productie. Tijdens deze test wordt een oplossing van de testcomponent en mineraal medium geïnoculeerd en geïncubeerd op een constante temperatuur, onder aerobe condities, en in volledig gevulde gesloten flessen in het donker. Tijdens het daaropvolgende biodegradatieproces resulteert oxidatie van organische componenten in productie van CO₂ en H₂O. De hoeveelheid opgeloste zuurstof wordt gemeten over een periode van vijf dagen.

Door de specifieke biologische kenmerken van het inoculum is het noodzakelijk replica's van elke test/fles te analyseren. Om ook de endogene activiteit van het inoculum in rekening te brengen, wordt een parallelle blanco (inoculum zonder teststof) geanalyseerd.

Daarnaast wordt kaliumacetaat, een referentiecomponent die voldoet aan de criteria voor ready biodegradability, getest om zodoende de procedure te checken en te controleren. Als laatste wordt een toxiciteitstest voor elke testcomponent opgezet, bestaande uit een fles met de teststof en de referentiecomponent.

3.3.2. Materiaal en opzet test

Testchemicaliën

De testcomponenten zijn precursoren en bijproducten van amfetamine- en MDMA-productie (Tabel 12), aangekocht bij LGC Promochem (Frankrijk):

- Piperonal
- N-acetyl-3,4-methyleendioxyamfetamine
- N-formyl-3,4-methyleendioxyamfetamine
- N-acetyl-amfetamine
- 3,4-methyleendioxyfenylaceton
- Benzylmethylketon

De voorgestelde ideale concentraties voor de test worden berekend via de theoretische zuurstofvraag (ThOD) (Tabel 13). De hiervan afgeleide gebruikte concentraties worden vermeld in Tabel 12.

Voor een component $C_cH_hCl_{cl}N_nNa_{na}O_oP_pS_s$ wordt de ThOD (zonder rekening te houden met nitrificatie) als volgt berekend:

$$\text{ThOD} = 16[2C + \frac{1}{2}(H-Cl-3N) + 3S + 5/2P - 1/2NA - O] \text{mg/mg} / \text{moleculair gewicht}$$

	Bruto	ThOD	Concentratie	Voorstel concentratie
		mg O ₂ /mg	voor ThOD 7mg/L	mg/L
Piperonal	C8H6O3	1,71	4,1	4
N acetyl 3,4 methylenedioxyamfetamine	C12H15NO3	1,95	3,6	4
N formyl 3,4 methylenedioxyamfetamine	C11H13NO3	1,85	3,8	4
N acetyl amfetamine	C11H15NO	2,44	2,9	3
3,4 methylenedioxyfenyl aceton	C10H10O3	1,98	3,5	4
Benzyl methyl keton	C9H10O	2,62	2,7	3

Tabel 12: Voorgestelde ideale concentraties van de testcomponenten.

	C	H	O	N	Moleculair Gewicht	ThOD
Piperonal	8	6	3	0	150,1312	1,71
N-acetyl-3,4-methylenedioxyamfetamine	12	15	3	1	221,2518	1,95
N-formyl-3,4-methylenedioxyamfetamine	11	13	3	1	207,2253	1,85
N-acetyl-amfetamine	11	15	1	1	177,2423	2,44
3,4-methylenedioxyfenylaceton	10	10	3	0	178,1842	1,98
Benzylmethylketon	9	10	1	0	134,1747	2,62

Tabel 13: ThOD.

Water

Het water gebruikt in deze test is gedeïoniseerd of gedestilleerd.

Mineraalmedium

De mineralenmengsels worden vanuit stockoplossingen bereid (Tabel 14). 1mL van elke stockoplossing wordt opgelost in elke testfles van 1L.

Stock 1 (g/L)	
KH ₂ PO ₄	8,50
KH ₂ PO ₄	21,75
Na ₂ HPO ₄ ·2H ₂ O	33,40
NH ₄ Cl	0,50
Stock 2 (g/L)	
CaCl ₂	27,50
Stock 3 (g/L)	
MgSO ₄ ·7H ₂ O	22,50
Stock 4 (g/L)	
FeCl ₃ ·6H ₂ O	0,25

Tabel 14: Samenstelling van het mineraalmedium.

Inoculum

Het inoculum is oppervlaktewater uit Gent, afkomstig uit de Coupure. De Coupure is een vaarweg gegraven in 1751 na een octrooi van Maria Theresia van Oostenrijk en verbindt de Leie met de Brugse Vaart. Het inoculum werd op 4°C bewaard en werd een dag voor de test enkele uren belucht aan 20°C.

Concentraties en opstelling

Elke fles bevat mineraalmedium en gedeïoniseerd of gedestilleerd water. De testcomponenten, het inoculum en de referentiecomponent worden toegevoegd naargelang het soort test (exacte concentraties zijn terug te vinden in Tabel 15). Elke fles wordt geïncubeerd op 20°C.

- Biodegradatietest (twee replica's van elke fles)
 - piperonal + inoculum
 - N-acetyl-3,4-methyleendioxyamfetamine + inoculum
 - N-formyl-3,4-methyleendioxyamfetamine + inoculum
 - N-acetyl-amfetamine + inoculum
 - 3,4-methyleendioxyfenylaceton + inoculum
 - Benzylmethylketon + inoculum
- Blanco test (twee replica's)
 - Inoculum
- Procedure check (één replica)
 - Referentiecomponent (kaliumacetaat) + inoculum
- Toxiciteitcontrole (één replica)
 - piperonal + inoculum + referentiecomponent
 - N-acetyl-3,4-methyleendioxyamfetamine + inoculum + referentiecomponent
 - N-formyl-3,4-methyleendioxyamfetamine + inoculum + referentiecomponent
 - N-acetyl-amfetamine + inoculum + referentiecomponent
 - 3,4-methyleendioxyfenylaceton + inoculum + referentiecomponent
 - Benzylmethylketon + inoculum + referentiecomponent

	Theoretische waarde	Testwaarde
Concentratie van de teststof		
mg/L	2 tot 10	2,20 to 4,33
mg ThOD/L	5 tot 10	5 to 8
Concentratie van het inoculum		
mL/L	<= 5	5
Concentratie van het mineraalmedium		
mL/L	4 x 1	4
Concentratie van de referentiecomponent		
mg/L	2 tot 10	2

Tabel 15: Concentraties van de componenten in een 1L testfles.

Dataverwerking

De BOD (Biological Oxygen Demand) van een teststof na 5 dagen wordt berekend door de zuurstofdepletie (mg O₂/L) van de blanco af te trekken van deze van de biodegradatietest. Deze bekomen depletie wordt gedeeld door de concentratie (mg/L) van de testcomponent met als resultaat het specifiek BOD in mg O₂ per mg teststof. Om het percentage biodegradatie te berekenen, wordt de specifieke BOD gedeeld door de specifieke COD (Chemical Oxygen Demand).

De COD wordt bepaald door analyse met Nanocolor® COD 40 (Test 0-27 Cat.No. 985 027). Via fotometrische bepaling van de afname in chromaatconcentratie na oxidatie met kaliumdichromaat, zwavelzuur en zilversulfaat, wordt de COD van een oplossing gemeten. Meer details worden weergegeven in Tabel 16. Deze gemeten COD wordt gecorrigeerd door het aftrekken van de COD-waarde van de blancotest, waardoor de COD van de teststof bekomen wordt.

Bereik	2 – 40 mg/L COD
Factor	0044.
Golflengte	345-365 nm (gekleurd glas)
Reactietijd	2h
Reactietemperatuur	148°C
Korte Tijd COD	30 min op 160°C

Tabel 16: COD test.

3.4. Resultaten

De resultaten staan opgetekend in Tabel 17 (Berekeningen en resultaten BOD/COD/degradatie). Het percentage biodegradatie wordt berekend via de ratio BOD/COD.

Teststof (TS)	Hoeveelheid (Massa) g	Concentratie mg/L	Dag 5		Dag 5		Dag 5		Tox controle mg O ₂ /L	BOD mg O ₂ /L	Specifieke BOD mg O ₂ /mg TS	COD _{gemeten} mg O ₂ /L	COD _{adjusted} mg O ₂ /L	Specifieke COD mg O ₂ /mg TS	Degradatie %
			Dag 0	(1)	(2)	(gemiddelde)									
			mg O ₂ /L	mg O ₂ /L	mg O ₂ /L	mg O ₂ /L									
Blanco	0	0	8,63	6,2	6,23	6,22	4,76	2,42	/	4	/				
Piperonal	0,0065	4,33	8,64	1,71	1,96	1,84	2,49	4,39	1,01	19	15	3,46	29,27		
N-acetyl-3,4-methylenedioxyamfetamine	0,0062	4,13	8,63	5,94	5,92	5,93	3,68	0,29	0,07	16	12	2,90	2,38		
N-formyl-3,4-methylenedioxyamfetamine	0,0063	4,20	8,62	5,94	5,94	5,94	4,7	0,26	0,06	14	10	2,38	2,65		
N-acetyl-amfetamine	0,0033	2,20	8,6	5,71	5,65	5,68	4,19	0,50	0,23	15	11	5,00	4,59		
3,4-methylenedioxyfenylaceton	0,006	4,00	8,58	2,93	2,69	2,81	1,72	3,36	0,84	18	14	3,50	23,96		
Benzylmethylketon	0,0045	3,00	8,62	3,44	3,55	3,50	2,65	2,71	0,90	16	12	4,00	22,58		

procedure check

$BOD_{\text{teststof}} = \text{zuurstofdepletie}_{\text{teststof}} - \text{zuurstofdepletie}_{\text{blanco}}$

Zuurstofdepletie = mg O₂/L dag 0 – mg O₂/L dag 5 (gemiddelde)

%biodegradatie = BOD / COD

Tabel 17: Berekeningen en resultaten BOD/COD/degradatie.

3.5. Discussie en conclusie

Piperonal, 3,4-methylenedioxyfenylaceton en benzylmethylketon vertonen het hoogste percentage biodegradatie na 5 dagen (zie Tabel 17): 29 %, 24% and 23%. N-acetyl-amfetamine heeft een biodegradatiepercentage van 4,6%, en de laagste percentages worden aangetroffen bij N-acetyl-3,4-methyleendioxyamfetamine (2,4%) and N-formyl-3,4-methyleendioxyamfetamine (2,6%). Chamarro et al. (2000) beschouwen een percentage van 40% of meer als 'ready biodegradable'. Alle testcomponenten hebben een percentage lager dan 40% (zie Tabel 17) en zijn dus niet snel bioafbreekbaar. Gezien de complexiteit van deze moleculen is dit aannemelijk.

De waarden van de zuurstofdepletie (mg O₂/L) van de toxiciteitcontrole zijn lager dan deze van de teststoffen op dag 5 (gemiddelde), behalve voor piperonal. Dit betekent dat alle testcomponenten, behalve piperonal, niet toxisch zijn. Het piperonal-resultaat kan echter vals positief zijn aangezien er complicaties waren tijdens het verdelen van de testcomponent over de verschillende testflessen, en er hoogstwaarschijnlijk een lagere concentratie piperonal in de toxiciteitstest aanwezig was.

Het is mogelijk om de testcomponenten in het oppervlaktewater te detecteren aangezien ze na 5 dagen niet ready biodegradable zijn. Het onderzoeksteam van het GEOAMP-project plant staalnamecampagnes waarin gedurende een maand elke dag een staal genomen wordt. Biodegradeerbaarheid zal in dit geval geen problemen opleveren.

4. Opsporen van syntheseprecursoren in afvalwater

4.1. Staalname

Voor de staalname opteerden we voor debiets -en tijd gebonden stalen in plaats van schepstalen. Schepstalen hebben namelijk als nadeel dat ze slechts een heel beperkte tijdspanne bedekken van het totale debiet dat er per dag in het water stroomt. Schepstalen zijn m.a.w. slechts een momentopname en zijn dan ook niet ideaal voor deze studie omdat de concentraties van opgeloste stoffen heel sterk kunnen fluctueren in de tijd. Om een goede, accurate staalname te garanderen die te extrapoleren is naar een langere periode kan echter wel gebruik gemaakt worden van automatische debiets- en tijdsgebonden staalnametoestellen (Mills *et al.*, 2007). Dergelijke staalnametoestellen zijn aanwezig op rioolwaterzuiveringsinstallaties (RWZI's). Rioolwaterzuiveringsinstallaties ontvangen het afvalwater uit een bepaalde regio via het rioleringsstelsel. Ze zijn daarom heel interessant aangezien we kunnen bepalen uit welke regio, en van hoeveel mensen dit ongeveer afkomstig is. Deze installaties werden dan ook voor de staalnames in deze studie gebruikt.

4.2. Beschrijving van de staal bemonstering op het niveau van de stations (debiet, apparaat)

Prélèvement des eaux usées au niveau de la station d'épuration d'Oupeye (province de Liège)

La station d'épuration d'Oupeye traite les eaux usées d'une bonne partie de la ville de Liège et environs, soit un bassin technique de 116 km², s'étendant dans la vallée de la Meuse et ses affluents. La population résidant dans le bassin technique est d'environ 250 000 habitants. L'activité économique et sociale de la région fait monter la pollution et représente l'équivalent d'environ 438 000 habitants.

Les eaux usées ont été prélevées par un échantillonneur automatique réfrigéré pour liquide en poste fixe « ASP Station 2000 de marque Endress+Hauser » au niveau de l'entrée de la station d'épuration d'Oupeye. Celui-ci est réglé pour un prélèvement de 100 ml tous les 3000 m³ durant 24 heures.

La première campagne de prélèvement d'eaux usées s'est déroulée entre le 21 septembre 2009 et le 25 octobre 2009. Un échantillon a été réalisé toutes les 24 heures. Les échantillons ont été conservés à -20°C (représentant 32 échantillons au total).

La deuxième campagne de prélèvement d'eaux usées s'est déroulée entre le 3 février et le 3 mars 2010. Un échantillon a été prélevé chaque lundi et chaque mercredi durant 5 semaines (représentant 9 échantillons au total).

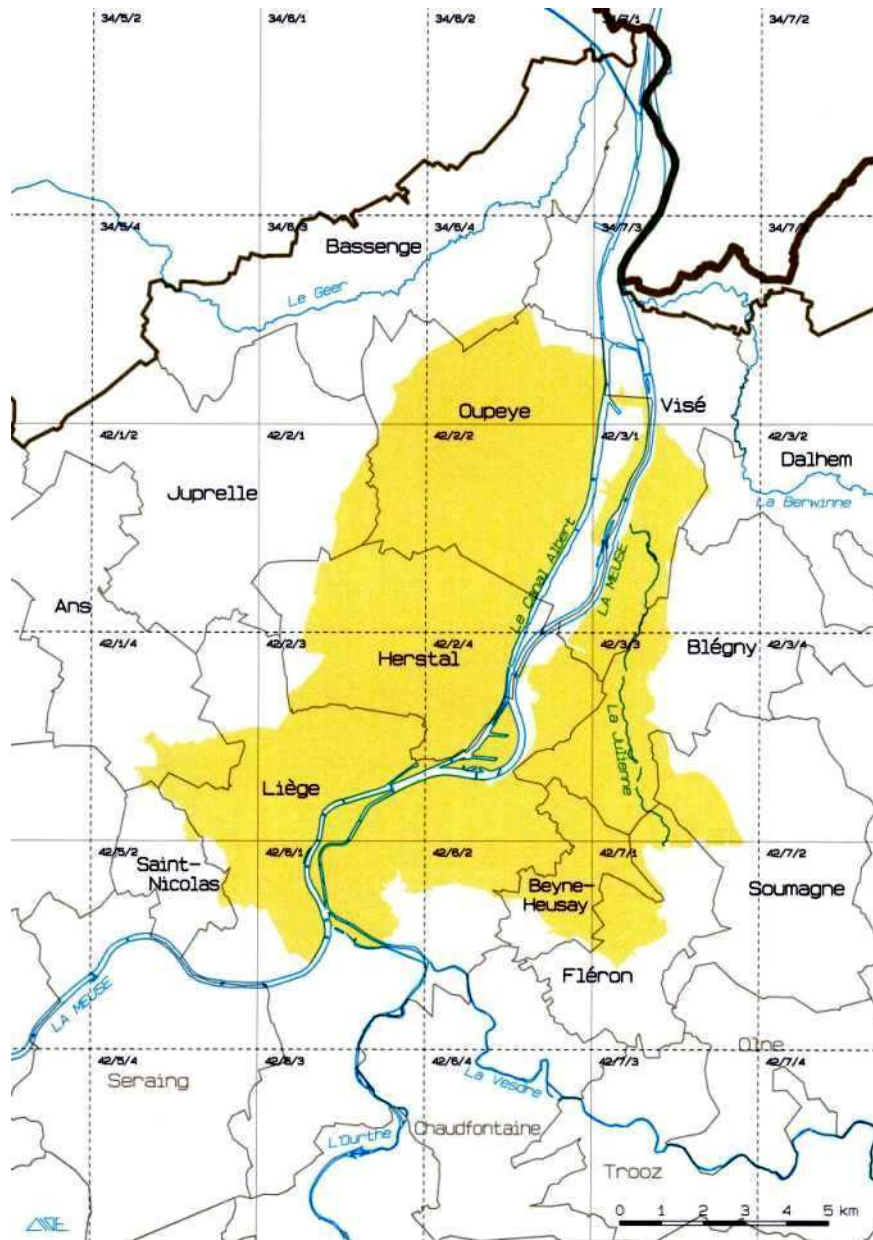


Figure 29 : bassin technique de la station d'épuration d'Oupeye (province de Liège).

Bemonstering van afvalwater op het niveau van de rioolwaterzuiveringsinstallaties Antwerpen-Zuid en Hasselt.

Influentbemonstering gebeurde in twee Vlaamse RWZI's namelijk Antwerpen-Zuid en Hasselt met een basiscapaciteit (in inwonerequivalent) van respectievelijk 171000 en 58500. Een inwonerequivalent is de gemiddelde hoeveelheid afvalwater die één persoon per dag produceert, 150 liter. Deze waarde ligt hoger dan de hoeveelheid water die de Vlaming dagelijks gebruikt (120 liter), omdat ook rekening wordt gehouden met het sanitaire afvalwater van scholen, ziekenhuizen, KMO's,

In Vlaanderen wordt de rioolwaterzuivering uitgevoerd door Aquafin N.V. Hier zijn de toestellen standaard ingesteld om dagelijks gedurende 24h stalen te nemen voor de controle van de waterzuivering door de Vlaamse Milieumaatschappij (VMM). Om niet te interfereren met de werking van Aquafin en VMM gebeurden de staalnames dan ook in overleg met deze organisaties.

In het RWZI van Antwerpen-Zuid (Kielsbroek) en in het RWZI van Hasselt (Kuringen) wordt gebruik gemaakt van eerst een debietsproportionele en vanaf 15 mei 2010 een tijdsproportionele bemonsteringstechniek. Debietgebonden staalnametoestellen nemen gedurende een ingestelde periode, meestal 24h, staal van het afvalwater. De hoeveelheid water die ingenomen wordt hangt af van het debiet, waardoor dit staal een duidelijk beeld geeft van het afvalwater gedurende een ingestelde periode. Nadeel hierbij is wel dat perioden van extreme regenval op voorhand in rekening dienen gebracht te worden. Vandaar ook de overstap naar tijdsproportionele staalname.

Aan de hand van een monsternametoestel, een Bühler 4010 (HACH-LANGE) wordt het influente staal na het roosteren, opgenomen met een vacuumpomp. Voor 15 mei 2010 werd er debietsproportioneel, elke 300m³ een staal van 50 ml genomen en dit voor 24h van 0h tot 0h. Vanaf 15 mei 2010 is men overgeschakeld naar een tijdsproportionele bemonsteringstechniek waarbij nu elke 10 min een staal van 50 ml voor 24h, van 0h tot 0h, wordt genomen.

Het RWZI Antwerpen-Zuid is ontworpen voor 171.000 inwoners maar nog niet alle aansluitingen zijn reeds gerealiseerd, zie figuur 30 met een overzicht van het zuiveringsgebied (afbakening met een roze lijn).

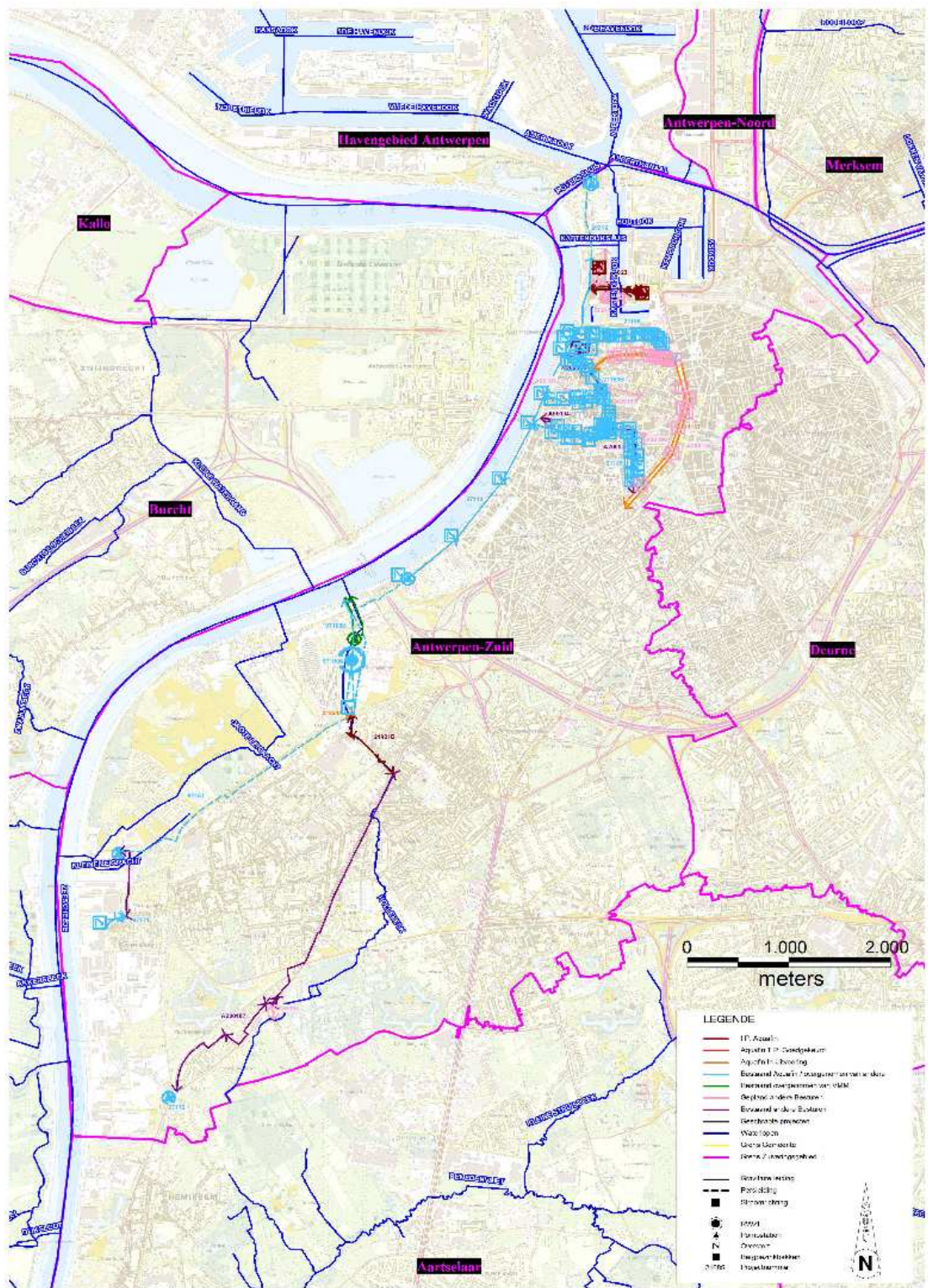
Om het precieze aantal aangesloten inwoners per RWZI te weten, kan een schatting gemaakt worden per gemeten parameter in het water (Biologische en Chemische Zuurstof Verbruik (=BZV en CZV), zwevende stoffen, stikstof en fosfor). Voor het ontwerp van de rioolwaterzuiveringsinstallaties wordt rekening gehouden met de theoretische dagelijkse vuilvracht van elke Vlaming: 54 g BZV, 135 g CZV, 90 g zwevende stoffen, 10 g stikstof en 2 g fosfor. Wanneer we de vuilvrachten die in 2009 aangevoerd werden op RWZI Antwerpen-Zuid herrekenen naar deze hoeveelheden, zou er een vuilvracht van 149.253 inwoners aangevoerd zijn (gemiddelde van de schattingen op basis van de 5 parameters). De gegevens over nutriënten geven traditioneel een overschatting, de gegevens over BZV en zwevende stoffen een onderschatting. De meest betrouwbare parameters zijn CZV en fosfor. Op basis van het gemiddelde over deze twee parameters gemeten, bekomt men 146.757 inwoners. Een andere mogelijkheid is het momenteel reeds theoretisch aangesloten aantal inwoners te gebruiken: begin 2007 zouden er al 158.668 inwoners aangesloten zijn.

Het RWZI Hasselt is ontworpen voor 58.500 inwoners zie figuur 31 voor een overzicht van het zuiveringsgebied (afbakening met een roze lijn). Theoretisch zouden er hier 62.039 inwoners aangesloten zijn. Op basis van de vuilvracht werd het aantal inwoners berekend op 65.578.

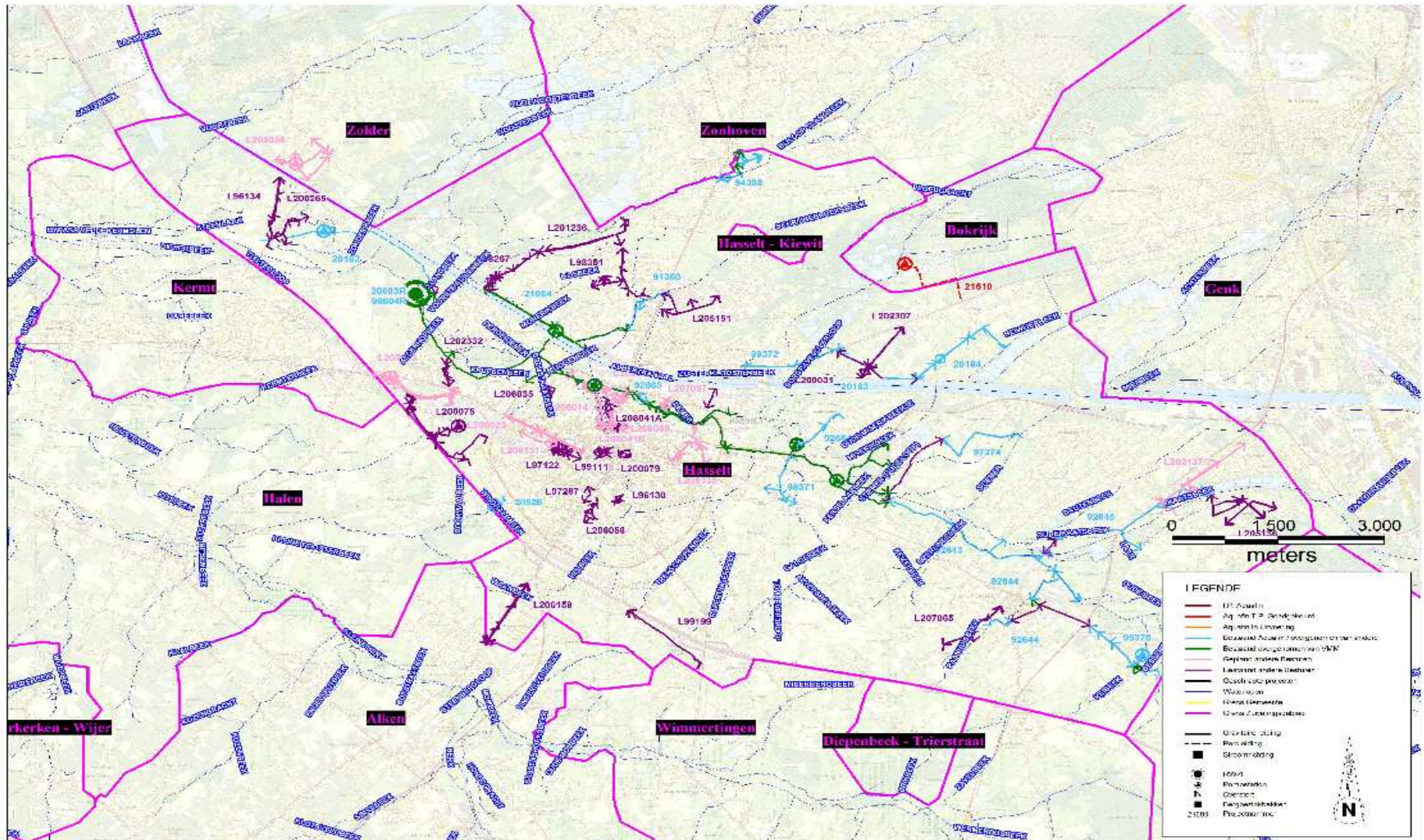
Om een beter zicht te krijgen in de fluctuaties van de concentraties aan drug in het afvalwater over een bepaalde tijdspanne (week, maand) werden gedurende twee periodes, dagelijks stalen genomen in deze twee RWZI's. Aangezien temperatuur mogelijk een invloed heeft op de stabiliteit van amfetamine en metabolieten, voerden we twee staalname campagnes uit in verschillende seizoenen.

De eerste staalname campagne vond plaats tijdens de herfst 2009, van 15 september tot en met 14 oktober met respectievelijke gemiddelde temperatuur voor deze maanden van 15.8°C en 11.3°C (gemeten in Ukkel, web site KMI). De stalen werden tot aan de analyse bewaard in de diepvriezer bij -20°C.

De tweede bemonstering viel in de lente 2010, van 12 april tot en met 25 mei met respectievelijke gemiddelde temperatuur voor deze maanden van 10.3°C en 11.2°C (Ukkel, website KMI).



Figuur 30 : overzicht zuiveringsgebied van het waterzuiveringstation Antwerpen-Zuid (Kielsbroek). Roze lijnen zijn een indicatie van de grenzen van de verschillende zuiveringsgebieden.



Figuur 31 : overzicht zuiveringsgebied van het waterzuiveringsstation Hasselt (Kuringen). Roze lijnen zijn een indicatie van de grenzen van de verschillende zuiveringsgebieden.

4.3. Chromatographie liquide couplée à un détecteur MS-MS (LC-MS-MS)

Afin d'optimiser l'analyse des précurseurs de synthèse dans les eaux usées, nous devons coupler plusieurs techniques : l'UPLC couplée à un électrospray, un analyseur MS-MS et un détecteur.

4.3.1. UPLC :

Les précurseurs amphétaminiques sont d'abord extraits par extraction solide/liquide (SPE) : cette technique demande l'utilisation de cartouches qui, lors du passage de l'échantillon, provoque une interaction entre le support et l'analyte recherché. Après passage d'un solvant approprié, les composés adsorbés sont récupérés. Il y a ensuite évaporation du solvant et reconstitution dans une phase mobile afin de permettre la concentration des analytes. Cette solution est ensuite analysée par UPLC. Cette technique est une chromatographie sur phase liquide basée sur la séparation des composants d'un mélange sous l'influence d'un déplacement d'un fluide, la phase mobile, sur un milieu doué de propriétés d'affinité pour les éléments recherchés. La chromatographie liquide (HPLC : High Pressure Liquid Chromatography) est une technique idéale dans ce cas car elle permet l'analyse de substances thermolabiles et peu volatiles. Notre choix s'est porté sur l'UPLC (Ultra Pressure Liquid Chromatography) car cette technique d'analyse permet d'utiliser un débit important ainsi qu'une haute pression, permettant ainsi d'augmenter la vitesse d'analyse, la sensibilité et la résolution chromatographique. En effet, l'échantillon à analyser est poussé par la phase mobile dans la colonne composée d'une phase stationnaire de fine granulométrie. Le débit d'écoulement de la phase mobile est ainsi élevé ce qui entraîne une augmentation de la pression dans le système. Ce débit élevé diminue le temps nécessaire pour séparer les composants le long de la phase stationnaire. La fine granulométrie de la phase stationnaire permet également une meilleure séparation des composants. Les pics obtenus sont plus étroits donc la résolution est améliorée (les pics sont bien séparés, on peut donc bien les différencier), le seuil de détection est également plus bas (des pics étroits et hauts sont plus faciles à isoler du bruit de fond que des pics larges et bas).

4.3.2. Electrospray :

Après séparation par UPLC, les précurseurs amphétaminiques sont introduits dans l'électrospray. L'électrospray est une source d'ions. En effet, après nébullisation, les molécules amphétaminiques interagissent avec des faisceaux d'électrons provoquant la formation d'ions. Ceux-ci subissent une désolvatation puis sont focalisés et accélérés par des lentilles électroniques pour augmenter leur énergie cinétique avant leur introduction dans l'analyseur MS-MS.

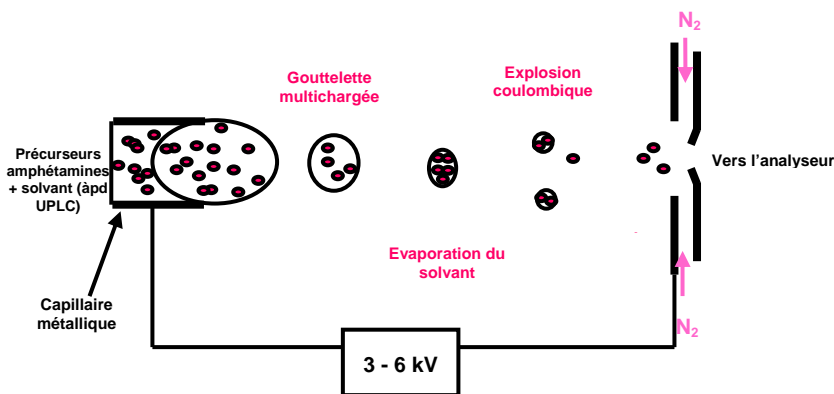


Figure 32 : schéma représentatif d'un électrospray.

4.3.3. MS-MS (Mass Spectrometry) :

L'analyseur utilisé au laboratoire de Toxicologie du CHU de Liège est un triple quadropôle. Celui-ci est constitué de trois parties :

La première partie est un spectromètre de masse quadripolaire : il est constitué de quatre barres parallèles de section cylindrique : par application d'un champ électrique, les ions intéressants sont sélectionnés en fonction de leur masse et de leur charge. Les autres ions sont éjectés par application d'un vide afin d'éviter des collisions avec des molécules résiduelles et empêcher leur déviation de la trajectoire ou encore de changer leur masse. Ces ions sont appelés les ions-mères.

La deuxième partie est une cellule de collision : celle-ci permet la fragmentation des ions-mères en ions –filles par un phénomène de collision.

La troisième partie est un deuxième spectromètre de masse quadripolaire : les ions-filles correspondants spécifiquement aux ions-mères du premier MS sont également sélectionnés en fonction de leur masse et de leur charge.

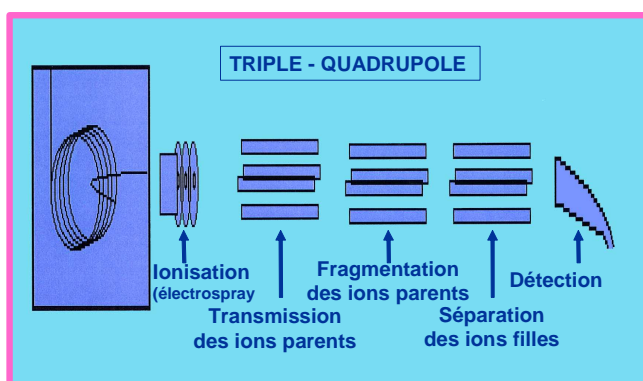


Figure 33 : schéma représentatif d'un analyseur MS-MS triple quadropôle.

4.3.4. Le détecteur :

Le détecteur va nous permettre d'acquérir les données obtenues à la sortie de l'analyseur. Celles-ci peuvent être analysées de deux façons :

1°: Par mode SCAN : le spectre complet des masses détectées sont comparées avec une banque de spectres. Cette technique permet l'identification simultanée de plusieurs composés.

2°: Par mode SIM : les ions-mères ainsi que les fragments ions-filles sont sélectionnés en fonction de leur masse. Ce mode nous offre une meilleure sensibilité et permet de quantifier les précurseurs de synthèse recherchés.

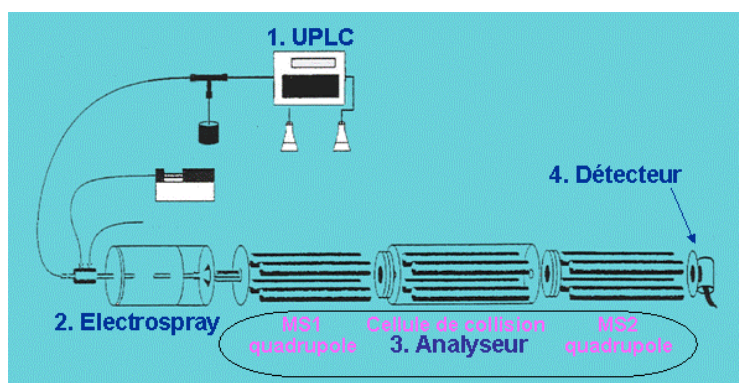


Figure 34 : Schéma représentatif d'une UPLC couplée à un MS-MS.

Le couplage de l'UPLC avec la MS-MS nous offre différents avantages pour l'analyse des précurseurs de synthèse dans les eaux usées : la sensibilité que l'on ne peut pas obtenir avec une HPLC traditionnelle, la spécificité des molécules recherchées et la quantification de concentrations minimales grâce à l'analyseur MS-MS.

4.4. **Matériel et méthode**

4.4.1. Matériel et méthode de liège :

Les molécules recherchées dans les eaux provenant de la station d'épuration sont les précurseurs PMC, BMC, N-Formyl 3,4 méthylènedioxyamphétamine (Formyl-MDA), N-Acetyl-3,4-méthylènedioxyamphétamine (Acétyl-MDA), N-acétylamphétamine et Pipéronal ainsi que l'amphétamine, la méthamphétamine, la MDMA et ses métabolites MDA, MDEA et MBDB. Celles-ci sont recherchées suivant la méthode élaborée par Zuccato *et al.* (2005, 2009).

Préparation de la phase mobile :

Formiate d'ammonium pH3 et méthanol pH3 5 mM.

Peser 788.25 mg formiate d'ammonium et les mettre dans 2.5 l d'eau UPLC. Mettre à pH3 avec de l'acide formique.

Préparation de la solution standard à 10 mg/l:

Composés	µl
PMC 2 g/l	10
BMC 1 g/l	20
Acétyl-Amphétamine 1g/l	20
Acétyl-MDA 1g/l	20
Formyl-MDA 1g/l	20
Pipéronal 1g/l	20
Amphétamine 1g/l	20
MDMA 1g/l	20
Méthamphétamine 1g/l	20
MDA 1g/l	20
MDEA 1g/l	20
MBDB 1g/l	20
Méthanol	1770

Toutes les solutions standard proviennent de la société LGC Promochem (France)

Préparation de la solution standard à 500 µg/l :

Ajouter 50 µl de solution standard à 10 mg/l dans 950 µl de méthanol

Préparation de la solution standard à 500 µg/l :

Ajouter 100 µl de la solution à 500 µg/l dans 900 µl de méthanol

Préparation de la solution de standard interne à 500 µg/l

Composés	µl
Amphétamine_D8 100 mg/l	50
MDMA_D5 100 mg/l	50
Méthamphétamine_D8 100 mg/l	50
MDA_D5 100 mg/l	50
MDEA_D6 100 mg/l	50
MBDB_D5 100 mg/l	50
Méthanol	9700

Toutes les solutions deutérées proviennent de la société LGC Promochem (France).

Préparation de la droite d'étalonnage

	BLC	S1	S2	S3	S4	S5	S6	
[] Amp	0	50	100	200	500	1000	2000	ng/l
eau	50	50	50	50	50	50	50	ml
S à 500 µg/l	-	-	-	20	50	100	200	µl
S à 50 µg/l	-	50	100	-	-	-	-	µl

Traitement des échantillons d'eau

Filtrer les échantillons d'eau sur un filtre de 0.22 µm.

Ajuster le pH de l'eau à 6 avec de l'acide chlorhydrique (HCl)

Ajouter 100 µl de la solution de standard interne pour 50 ml d'eau analysée.

Technique d'extraction

Des colonnes Oasis HLB (Waters), 6 ml, 500 mg sont utilisées pour l'extraction.

Conditionner chaque colonne avec 3 ml de méthanol suivis de 3 ml d'eau bidistillée.

Charger échantillon à une vitesse de 10 ml/minutes.

Laver chaque colonne avec 3 ml d'un mélange eau bidistillée/ méthanol (95/5).

Sécher chaque colonne durant 5 minutes.

Eluer chaque colonne avec 2 x 4 ml d'acétate d'éthyle.

Transférer la phase supérieure dans un tube en verre.

Evaporer les échantillons sous azote à 30°C.

Ajouter 70 µl de phase mobile (tampon formiate/Méthanol pH3) (90/10) dans chaque échantillon puis placer dans un flacon adapté à la LC/MS-MS.

Programmation de la LC/MS-MS:

LC/MS-MS Waters Acquity Ultra performance LC

Détecteur Waters Mass Trak Quattro Premier

Utilisation d'une colonne Acquity UPLC HSS T3 1.8 µm, 2.1 x 100 mm. (Waters ; Réf. 186003539).

Flux : 0.4 ml/minutes.

Température de la colonne : 40°C

Injection : 10 µl par échantillon.

Composés	Temps de Rétention (min.)	Transitions	Energie de collision (Volt)	Voltage appliqué sur le cône (Volt)
Amp_d8	6,62	144 > 127,1	8	16
Amp	6,76	136 > 91	16	16
		136 > 119,1	8	
Méthamp_d8	7,2	158 > 124,05	11	19
Méthamp	7,24	150 > 91	20	19
		150 > 119,1	11	
MDA_d5	7,32	185 > 168,05	11	15
MDA	7,35	180 > 163,1	11	15
		180 > 105	23	
MDMA_d5	7,55	199,05 > 165,05	13	20
MDMA	7,58	194,05 > 163,05	13	20
		194,05 > 105	24	
MDEA_d6	8,2	214 > 166,05	14	17
MDEA	8,22	208,2 > 163,15	14	17
		208,2 > 105	27	

Composés	Temps de Rétention (min.)	Transitions	Energie de collision (Volt)	Voltage appliqué sur le cône (Volt)
MBDB	8,8	208,2 > 177,15	11	20
		208,2 > 135,1		
Pipéronal	9,53	151 > 93	15	27
		151 > 151	7	
PMC	10,39	179 > 107	14	27
		179 > 121	15	
Formyl_MDA	10,58	208,1 > 163	12	27
		208,1 > 105	26	
Acetyl_MDA	10,77	222,1 > 163	14	27
		221,1 > 105,1	30	
Acétyl_amp	10,79	178,1 > 119	12	27
		178,1 > 91,1	18	
BMC	-	-	-	-

Tableau 18: temps de rétention et transitions des molécules recherchées dans le laboratoire de Liège.

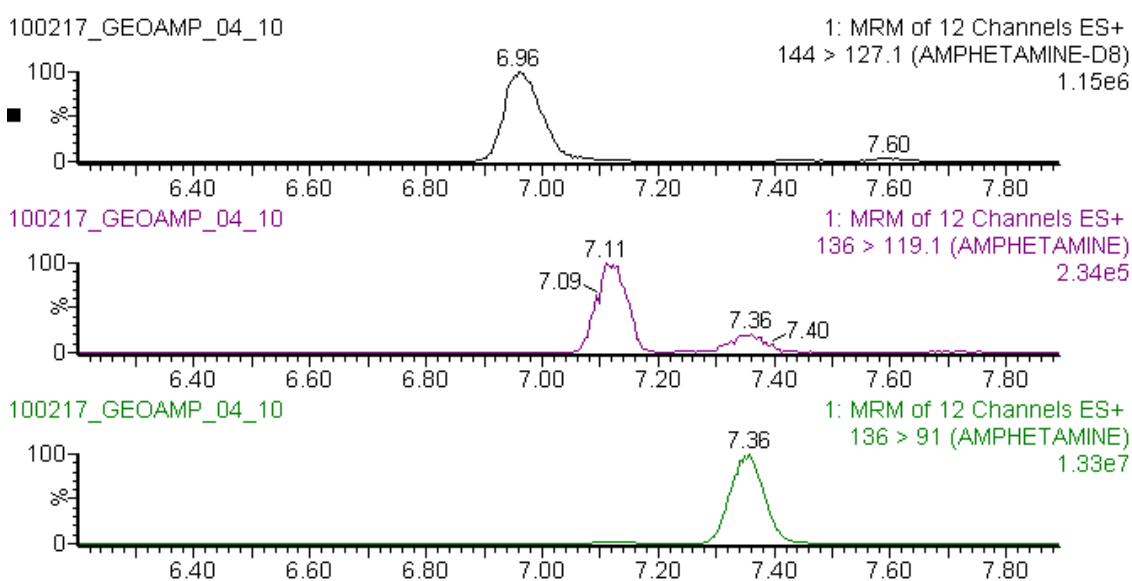


Figure 35: chromatogramme du prélèvement du 04/10/09 pour l'amphétamine.

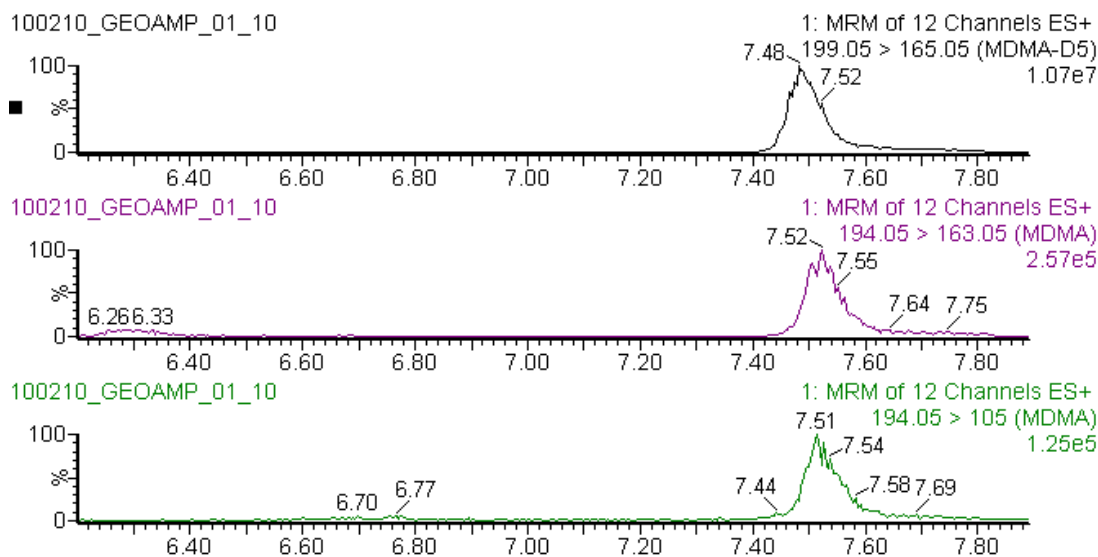


Figure 36: chromatogramme du prélèvement du 01/10/09 pour la MDMA.

4.4.2. Materiaal en methode gebruikt in Gent

Overdracht van de stalen

Voor de eerste ronde werden 30 stalen vanuit het RWZI Antwerpen-Zuid en 30 stalen vanuit het RWZI Hasselt via TNT naar ons getransporteerd. De ingevroren stalen werden opgeslaan in glazen flessen van 2l (boroglas, Novolab N.V.), wat tijdens en na het transport resulteerde in 18 gebroken en verloren stalen van de 60 stalen van de eerste ronde. Voor de tweede ronde aan te vangen werd getracht een alternatieve opslagmethode van de stalen te vinden om zo het verlies aan stalen tijdens het transport te beperken. Hierbij werd gedacht aan het gebruik van kleinere, veel makkelijker opslagbare, plasticen 1L flessen (PE dubbel deksel, Novolab N.V.).

Om zeker te zijn dat een overgang naar deze alternatieve materiaalkeuze geen effect zou hebben op de stabiliteit van de verschillende componenten werd een stabiliteitstest uitgewerkt.

Hiervoor werd 10 µl van elke standaard oplossing (tabel 19) van de verschillende componenten (amfetamine, MDA, MDMA, N-acetylamfetamine, N-formyl-MDA en N-acetyl-MDA) met een concentratie van 1 mg/ml aangelengd met gedeïoniseerd H₂O (National Committee for Clinical Laboratory Standards (NCCLS) type I waterkwaliteit, wordt met het toestel Elga Medica-R7115 (Rossmark) geproduceerd, gebruik makend van omgekeerde osmose, ionenuitwisseling, UV-lampen en een bacteriënfiltre) tot 20 ml in een 20 ml klasse A maatkolf (10 µl van elke standaard oplossing verdeeld met een 10 µl Hamilton glazen spuit).

1ml van deze 500ng/ml standaard oplossing werd gebruikt om 499 ml kraantjeswater te spiken. Wat resulteerde in stalen met een 1ng/ml concentratie aan toegevoegde componenten.

Deze 500ml oplossingen werden in verschillende flessen en onder verschillende temperatuursomstandigheden gedurende 2 weken bewaard. Twee glazen flessen en twee plasticen flessen werden ingevroren bij -20°C, evenveel glazen en plasticen flessen werden in de frigo bij 4°C gehouden en één glazen en één plasticen fles werd bij kamertemperatuur gehouden.

Van deze stalen werd na ontdooiing, 1ml bij 1ml MeOH gevoegd. Na het mengen werd hiervan 1ml in een LC-MS flesje ('vial) gebracht en na toevoeging van 1ml interne standaard oplossing (ISTD) met een concentratie van 50ng/ml, werd dit mengsel geïnjecteerd in de LC-MS.

Voor de verschillende componenten werd dan gezocht naar een significant verschil tussen de verschillende mogelijke combinaties van te testen bewaringstechnieken. Zo was er geen significant verschil tussen alle glazen en plasticen flessen terug te vinden bij eenzelfde temperatuur en dit voor alle mogelijke componenten. Een gelijkaardig resultaat werd teruggevonden wanneer we de glazen en plasticen flessen eens bij -20°C en eens bij 4°C gingen verge lijken.

Opmerkelijke resultaten werden teruggevonden wanneer men de verschillende temperaturen onderling ging vergelijken. Voor MDA werd een significant verschil ($P < 0.05$) teruggevonden voor glazen flessen bij -20°C tegenover 4°C en voor MDMA werd zelfs een significant verschil teruggevonden tussen de bewaringstemperatuur van -20°C versus 4°C wanneer men alle gebruikte flessen in rekening bracht. Bij het vergelijk tussen plasticen flessen bewaard bij -20°C en 4°C werden echter geen significante verschillen teruggevonden en dit voor alle componenten.

Samenvattend had het gebruik van de plasticen flessen geen effect op de stabiliteit van de verschillende componenten. Op basis van deze preliminaire resultaten en de mogelijkheid om zo het verlies aan stalen tijdens het transport te beperken, hebben we dan ook besloten om de plasticen 1L flessen te gebruiken voor de tweede staalname campagne.

Bereiding van de standaard oplossing

De standaard oplossing (STD) is een mengsel van amfetamine, MDA, MDMA, N-acetylamfetamine, N-formyl-MDA en N-acetyl-MDA, elk met een concentratie van 1000 ng/ml opgelost in acetonitril.

Hiervoor werd 10 µl van elke standaard oplossing met een concentratie van 1 mg/ml (tabel 19) aangelengd met CH₃CN tot 10 ml in een 10 ml klasse A maatkolf (10 µl van elke standaard oplossing verdeeld met een 10 µl Hamilton glazen spuit).

De aangemaakte 1000 ng/ml standaard oplossing werd, zoals verder beschreven staat in het SPE extractieprotocol, gebruikt voor de aanmaak van de verschillende kalibratiepunten.

Bereiding van de interne standaard oplossing

De interne standaard oplossing (ISTD oplossing) is een mengsel van D5-amfetamine, D5-MDA en D5-MDMA, elk met een concentratie van 100 ng/ml opgelost in acetonitril.

Hiervoor werd 10 µl van elke standaard oplossing met een concentratie van 1 mg/ml (tabel 19) aangelengd met CH₃CN tot 10 ml in een 10 ml klasse A maatkolf om zo een interne standaard oplossing met een concentratie van 1000 ng/mL te verkrijgen (10 µl van elke standaard oplossing verdeeld met een 10 µl Hamilton glazen spuit).

Hierna werd deze oplossing verdund door 2ml van de 1000 ng/ml standaard oplossing aan te lengen tot 20ml met CH₃CN aan de hand van een 20 ml klasse A maatkolf om uiteindelijk een ISTD oplossing met concentratie van 100 ng/ml te bekomen.

Mengsel van	Fabrikant	Concentratie (mg/ml)	Welke oplossing?
(+/-)-amfetamine	Cerilliant	1	STD
(+/-)-MDA	Cerilliant	1	STD
(+/-)-MDMA	Cerilliant	1	STD
N-acetylamfetamine	LGC-Promochem	1	STD
N-formyl-MDA	LGC-Promochem	1	STD
N-acetyl-MDA	LGC-Promochem	1	STD
(+/-)-amfetamine-D5	Cerilliant	1	ISTD
(+/-)-MDA-D5	Cerilliant	1	ISTD
(+/-)-MDMA-D5	Cerilliant	1	ISTD

Tabel 19: overzicht van de verschillende gebruikte componenten in het laboratorium van Gent

SPE extractie procedure

1. Kalibratoren en standaardaddities (SA's)

- Procedure voor het aanmaken van de kalibratiecurve:
 - Label 9, 50ml plasticen testbuizen volgens de volgende concentraties: 0 / 1 / 5 / 10 / 20 / 50 / 100 / 200 / 400 ng/l
 - voeg 25 ml kraantjeswater toe in elke testbuis
 - De stalen werden als volgt gespiked om de aangewezen kalibratiepunten te verkrijgen:
 - ✓ 400 ng/l: spike 100 µl standaard oplossing met concentratie 100 ng/ml*
 - ✓ 200 ng/l: spike 50 µl standaard oplossing met concentratie 100 ng/ml*
 - ✓ 100 ng/l: spike 25 µl standaard oplossing met concentratie 100 ng/ml*
 - 50 ng/l : spike 25 µl standaard oplossing met concentratie 50 ng/ml**
 - 20 ng/l : spike 10 µl standaard oplossing met concentratie 50 ng/ml**
 - ✓ 10 ng/l : spike 50 µl standaard oplossing met concentratie 5 ng/ml***
 - ✓ 5 ng/l : spike 25 µl standaard oplossing met concentratie 5 ng/ml***
 - 1 ng/l : spike 25 µl standaard oplossing met concentratie 1 ng/ml****

De aanmaak van de hierboven beschreven standaard oplossingen werden als volgt verkregen, vertrekkende van de start concentratie van 1000 ng/ml in CH₃CN:

- * = 40 µl van de standaard oplossing 1000 ng/ml aanlengen met 360 µl methanol geeft een standaard oplossing met een concentratie van 100 ng/ml
- ** = 100 µl van de standaard oplossing 100 ng/ml (*) aanlengen met 100 µl methanol geeft een standaard oplossing met een concentratie van 50 ng/ml
- *** = 40 µl van de standaard oplossing 50 ng/ml (**) aanlengen met 360 µl methanol geeft een standaard oplossing met een concentratie van 5 ng/ml
- **** = 20 µl van de standaard oplossing 5 ng/ml (***) aanlengen met 80 µl methanol geeft een standaard oplossing met een concentratie van 1 ng/ml

- Procedure voor de aanmaak van de standaardaddities (SA's) voor zowel de 5ml als de 25ml stalen:
 - Centrifugeer en verdeel 5 ml van 4 verschillende, nog te analyseren, stalen in plasticen testbuizen en spike deze volgens de volgende concentraties: + 8 / + 70 (voor twee stalen)/ + 140 ng/l
 - De stalen werden, om de aangewezen kalibratiepunten te verkrijgen, als volgt gespiked:
 - ✓ 140 ng/l: spike 14 µl standaard oplossing met concentratie 50 ng/ml**
 - ✓ 70 ng/l: spike 70 µl standaard oplossing met concentratie 5 ng/l** 2x
 - ✓ 8 ng/l : spike 40 µl standaard oplossing met concentratie 1 ng/ml***
 - Centrifugeer en verdeel 25 ml van 3 verschillende, nog te analyseren, stalen in plasticen testbuizen en spike deze volgens de volgende concentraties: + 8 / + 70/ + 140 ng/l
 - De stalen werden, om de aangewezen kalibratiepunten te verkrijgen, als volgt gespiked:
 - ✓ 140 ng/l: spike 35 µl standaard oplossing met concentratie 100 ng/ml**
 - ✓ 70 ng/l: spike 35 µl standaard oplossing met concentratie 50 ng/ml**
 - ✓ 8 ng/l : spike 40 µl standaard oplossing met concentratie 5 ng/ml***

2. Stalen

- Vul voor elk staal een propyleen testbuis van 50ml
- Centrifugeer gedurende 20 min bij 2000rpm
- Transfereer 5 ml en 25 ml van elk staal in twee nieuwe plasticen test buizen

3. ISTD oplossing

- Spike de kalibratoren, SA's en stalen met een 10 µl ISTD oplossing met een concentratie van 100 ng/ml

4. Staalvoorbereiding

- Voeg 25 ml CH₃COONH₄ (0.05M, pH 4.1) toe aan elk staal [3.47 g CH₃COONH in 900 ml Elga H₂O]
- Voeg hierna 100 µl ijsazijn, CH₃COOH toe aan elk staal
- Vortex/Mix

5. SPE extractie [Oasis MCX VAC RC 60mg cartridges, Waters]

- Conditioneer de kolom met 2 ml MeOH en 2 ml CH₃COONH₄ (0.05M, pH 4.1)
- Laad de stalen op de kolom
- Was met 3 ml CH₃COONH₄ (0.05M, pH 4.1) en twee maal met 3 ml Elga H₂O
- Open het vacuüm en laat de stalen voor tenminste 25 minuten drogen
- Was de stalen dan met vier maal 0.5 ml (=2 ml) [CH₃OH+ 3% NH₃]
- Laat de stalen hierna verdampen bij kamertemperatuur (met een roterende evaporator)
- Los de stalen opnieuw op in 80 µL van een mengsel bestaande uit MeOH en H₂O, in een 40:60 verhouding
- Transfereer naar flesjes (=‘vials’) voor LC/MS

Instellingen van de LC-MS

De gebruikte Vloeistof Chromatograaf (LC) is een Acquity™ Ultra Performance Vloeistof Chromatograaf (Waters) uitgerust met: Waters kolom inline filter, Waters® VanGuard™ Pre-kolom (1.7 µm, 2.1 mm ID, 5 mm lengte) en Acquity UPLC® BEH C18 kolom (1.7 µm, 2.1 mm ID, 50 mm lengte).

Temperatuur van de kolom: 60°C

‘Flow’ : 0.4 ml/min

Injectie: ‘partial loop’, ‘needle overfill mode’

Volume geïnjecteerd: 20 µL per staal

Mobiele fase: A = MeOH, B = NH₄HCO₃ 2mM, pH 9.3

Tijd (min)	Flow (ml/min)	%A	%B
0.0	0.4	95	5
1.5	0.4	70	30
4.0	0.4	25	75
4.4	0.4	25	75
4.5	0.4	95	5
6.0	0.4	95	5

Tabel 20: overzicht van de gebruikte mobiele fase.

Detector: Waters Quattro Premier XE Tandem Massa Spectrometer

De parameters van de MS zijn terug te vinden in tabel 21 en tabel 22:

ES + Source	Capillary Voltage	0.5 kV
	Extractor Voltage	3.0 V
	RF Lens	0.0 V
	Source Temperature	150°C
	Desolvation Temperature	450°C
	Desolvation Gas Flow	800 l/h
	Cone Gas Flow	150 l/h
Analyser	Collision Gas Flow	0.15 ml/min

Tabel 21: overzicht van de verschillende parameters van de massa spectrometer (MS).

Component	Transitie	Voltage op de 'Cone' (V)	Botsingsenergie (eV)
Amfetamine	136.0>90.9	16	14
	136.0>119.0		9
N-acetylamfetamine	178.2>91.0	22	18
	178.2>119.0		12
MDA	180.1>104.9	15	20
	180.1>163.0		10
N-acetyl-MDA	222.1>105.0	20	27
	222.1>163.0		13
N-formyl-MDA	208.1>105.0	20	22
	208.1>163.0		11
MDMA	194.1>104.9	23	25
	194.1>163.0		12
D5-amfetamine	141.1>93.0	18	16
D5-MDA	185.1>110.0	16	22
D5-MDMA	199.2>165.0	22	12

Tabel 22: overzicht van de transities van de verschillende onderzochte componenten in het laboratorium van Gent.

De stalen werden geanalyseerd met behulp van het Target Lynx programma. De chromatogrammen van de twee transities en de interne standaard van een staal uit de eerste periode afkomstig uit het RWZI Antwerpen-Zuid (05/10/2009) werden ter visualisatie weergegeven in figuur 37.

Methode validatie

Wegens voornamelijk tijd gebrek maar ook door de afwezigheid van een accurate interne standaard voor bepaalde precursoren, referentie materiaal en een blanco met een gelijkaardig matrix effect, werd er geen volledige methode validatie uitgevoerd zoals normaal in dergelijk onderzoek gebeurd (Eurachem Guide).

De detectielimiet (LOD) en de kwantificatielimiten (LOQ) werden bepaald als een signaal tot 'noise' ratio van respectievelijk 3 en 10 op basis van kraantjeswater.

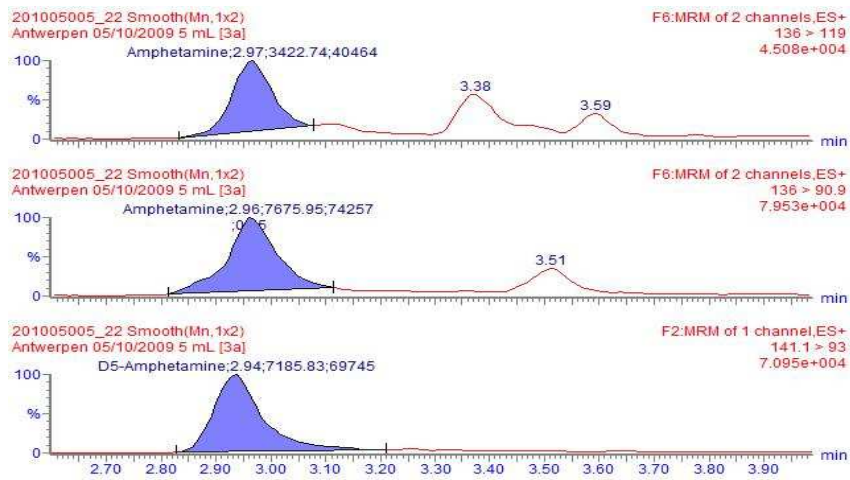
Lineariteit werd geëvalueerd uit de kalibratiecurven. Daar het niet mogelijk was om drug vrije influente stalen te verkrijgen, werd de nauwkeurigheid ('accuracy') en herhaalbaarheid ('intra-run' precision') bestudeerd door gespikte influente stalen, 2 maal te analyseren, dit zowel voor als na spiking. De herhaalbaarheid werd berekend als de relatieve standaard deviatie over de 2 herhalingen. De nauwkeurigheid werd bepaald als standaard fout berekend op de gemeten concentraties en de verwachte concentratie, met voor de verwachte concentratie: de concentratie in het staal plus de toegevoegde gespikte concentratie (= standaard addities).

De reproduceerbaarheid werd bepaald door verschillende stalen op een andere dag een tweede maal te extraheren en te analyseren met behulp van de LC-MS.

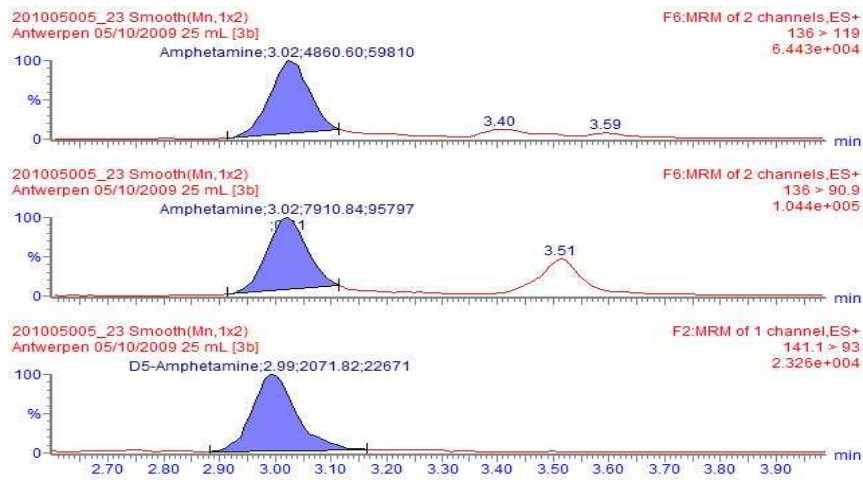
Resultaten

Voor elk staal werden twee metingen gedaan, eens met 5 ml en eens met 25 ml. De concentraties voor de stalen op basis van 5 ml werden hierna met een factor 5 vermenigvuldigd. Standaard deviaties (SD) werden dan voor elk staal bepaald op basis van deze twee uitgevoerde metingen per staal.

(a)

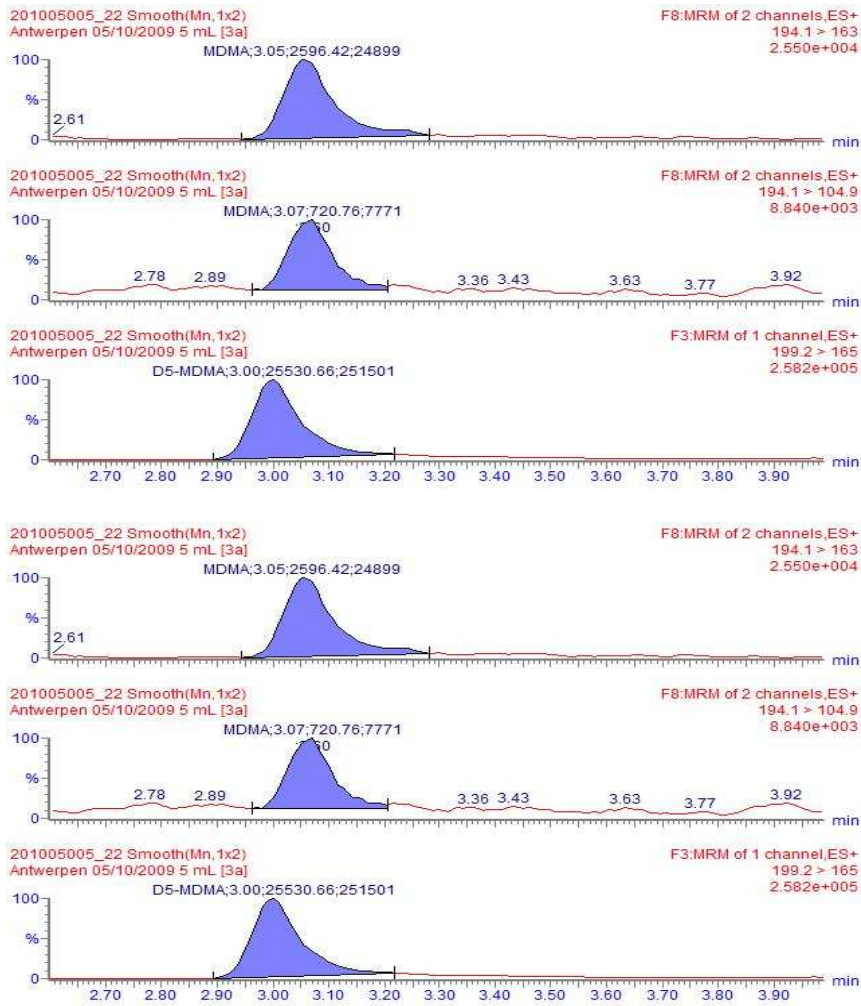


(b)



(c)

(d)



Figuur 37: chromatogrammen van staal 05/10/2009. Met (a) amfetamine, 5 ml; (b) amfetamine 25 ml; (c)MDMA, 5 ml en (d) MDMA, 25ml.

4.5. Analyse des échantillons de Liège

4.5.1. Première campagne de prélèvement

ng/L	Dates	Amphétamine	MDMA	Acétyl-Amphétamine
Lundi	21 septembre 2009	< LOQ	-	-
Mardi	22 septembre 2009	-	-	-
Jeudi	24 septembre 2009	21,2 ± 3,2	-	-
Vendredi	25 septembre 2009	-	-	-
Samedi	26 septembre 2009	< LOQ	-	-
Dimanche	27 septembre 2009	25 ± 3,8	-	-
Lundi	28 septembre 2009	-	-	-
Mardi	29 septembre 2009	-	-	-
Mercredi	30 septembre 2009	-	-	-
Jeudi	1 octobre 2009	37,7 ± 5,7	24 ± 3,6	-
Vendredi	2 octobre 2009	-	-	-
Samedi	3 octobre 2009	-	-	-
Dimanche	4 octobre 2009	318 ± 53	< LOQ	-
Lundi	5 octobre 2009	46,8 ± 6,6	-	-
Mardi	6 octobre 2009	-	-	-
Mercredi	7 octobre 2009	-	-	-
Jeudi	8 octobre 2009	-	-	-
Vendredi	9 octobre 2009	-	-	-
Samedi	10 octobre 2009	-	-	-
Lundi	12 octobre 2009	-	-	-
Mardi	13 octobre 2009	-	-	-
Mercredi	14 octobre 2009	-	-	-
Jeudi	15 octobre 2009	-	-	-
Vendredi	16 octobre 2009	-	-	-
Samedi	17 octobre 2009	-	-	-
Dimanche	18 octobre 2009	-	-	-
Mardi	20 octobre 2009	580 ± 87	21 ± 3,1	-
Mercredi	21 octobre 2009	-	-	-
Jeudi	22 octobre 2009	-	-	-
Vendredi	23 octobre 2009	-	-	-
Samedi	24 octobre 2009	-	-	-
Dimanche	25 octobre 2009	-	-	-

Tableau 23: molécules identifiées dans les prélèvements effectués à la station d'épuration d'Oupeye lors de la première campagne.

Lors de la première campagne de prélèvements, 8 échantillons d'eaux se sont révélés positifs : 8 échantillons sont positifs en amphétamine et 3 échantillons en MDMA. Aucun précurseur n'a été détecté.

La MDA, le N-formyl-MDA et le N-acétyl-MDA ne se retrouvent dans aucun échantillon analysé. Par contre, on retrouve dans certains échantillons de l'amphétamine et de la MDMA. De la N-acétyl-amphétamine est détectée pour un ou deux échantillons mais à des concentrations inférieures à la limite de quantification.

Dans les échantillons où nous avons trouvé de l'amphétamine, la concentration de celle-ci varie de 21.2 à 580 ng/l. La LOQ a été estimée à 20 ng/l pour notre méthode.

Dans les échantillons où nous avons trouvé de la MDMA, la concentration de celle-ci varie de 21 à 24 ng/l. La LOQ a été estimée à 20 ng/l pour notre méthode.

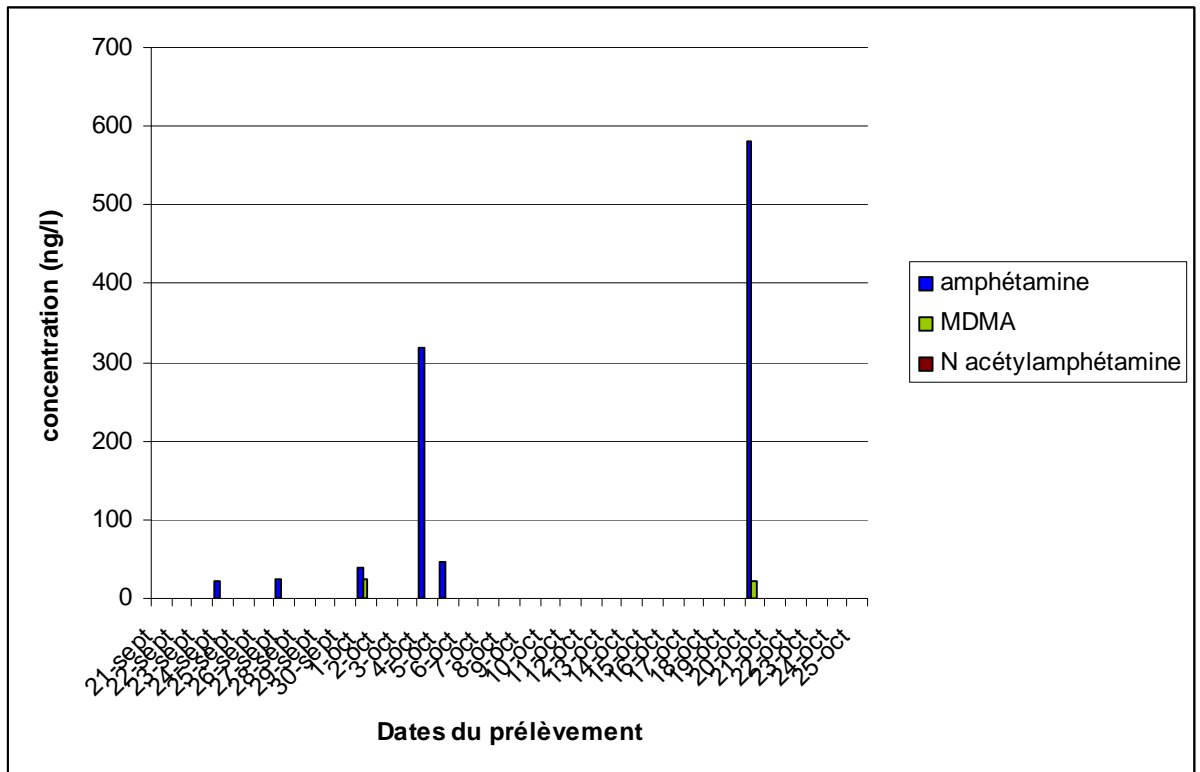


Figure 38 : concentration en amphétamine, MDMA et N actéyl-amphétamine lors de la première campagne de prélèvement (station d'épuration d'Oupeye).

4.5.2. Deuxième campagne de prélèvement

ng/L	Dates	Amphétamine	MDMA	Acétyl-Amphétamine
Mercredi	3 février 2010	-	-	-
Lundi	8 février 2010	70 ± 9,5	-	-
Mercredi	10 février 2010	48 ± 7,2	-	-
Lundi	15 février 2010	-	-	-
Mercredi	17 février 2010	-	-	-
Lundi	22 février 2010	-	-	-
Mercredi	24 février 2010	-	-	-
Lundi	1 mars 2010	-	-	-
Mercredi	3 mars 2010	-	-	-

Tableau 24: molécules identifiées dans les prélèvements effectués à la station d'épuration d'Oupeye lors de la deuxième campagne.

Lors de la deuxième campagne de prélèvement, deux échantillons étaient positifs en amphétamine et aucun précurseur n'a été détecté.

La MDA, le N-formyl-MDA et le N-acétyl-MDA ne se retrouvent dans aucun échantillon analysé. Par contre, on retrouve dans deux échantillons de l'amphétamine : la concentration de celle-ci varie de 48.0 à 70.0 ng/l.

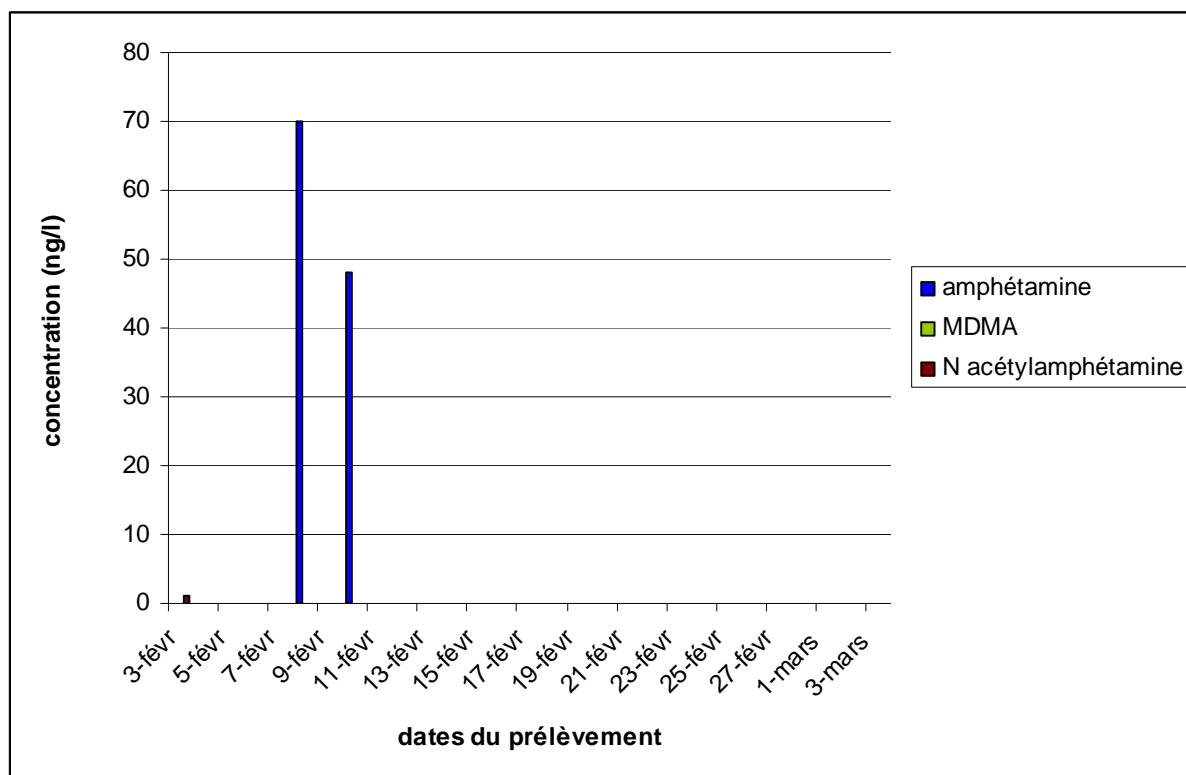


Figure 39 : concentration en amphétamine, MDMA et N actéyl-amphétamine lors de la deuxième campagne de prélèvement (station d'épuration d'Oupeye).

4.6. Analyse des échantillons de Gand

4.6.1. Methode validatie

De detectielimiet (LOD) en de kwantificatielimieten (LOQ) werden bepaald als een signaal tot 'noise' ratio van respectievelijk 3 en 10 op basis van kraantjeswater. De component met de hoogste limieten hierbij was amfetamine met een LOD en LOQ van respectievelijk 5 ng/l en 10 ng/l. Daar dit kraantjeswater niet volgens dezelfde manier zal reageren als de eigenlijke 'vuile' stalen hebben we de bekomen LOQ van het kraantjeswater voor de verschillende componenten gebruikt als eigenlijke LOD voor diezelfde componenten en de LOQ werd dan bepaald op 20 ng/l. Dit gebeurde ook met behulp van de bekomen chromatogrammen van de eerste stalen.

De LOQ voor MDMA in kraantjeswater was 1 ng/l, dus werd de LOD en LOQ voor deze component in het afvalwater op respectievelijk 1 ng/l en 2 ng/l bepaald. De LOQ voor N-acetylamfetamine in kraantjeswater was 0.5 ng/l, dus werd de LOD en LOQ voor deze component in onze afvalwater stalen respectievelijk als 0.5 ng/l en 1 ng/l bepaald.

Lineariteit werd geëvalueerd uit de kalibratiecurven. Voor alle componenten werden er correlatiecoëfficiënten (r^2 -waarden) gelijk of hoger dan 0.98 teruggevonden.

De herhaalbaarheid werd berekend als de relatieve standaard deviatie over de 2 herhalingen en was voor alle componenten lager dan 20% met voor MDMA waarden lager dan 15%. De nauwkeurigheid werd bepaald als standaard fout berekend op de gemeten concentraties en de verwachte concentratie. De standaardaddities hadden afwijkingen van minder dan 20% voor alle bepaalde componenten.

De reproduceerbaarheid werd bepaald door verschillende stalen op een andere dag een tweede maal te extraheren en te analyseren met behulp van de LC-MS. Afwijkingen van minder dan 25% werden gevonden voor alle componenten met voor MDMA waarden lager dan 20%.

4.6.2. Eerste staalname campagne

Tijdens de eerste staalname campagne werd gedurende 30 opeenvolgende dagen een staal genomen in zowel het RWZI Antwerpen-Zuid als in het RWZI Hasselt. Na verlies van 18 in glazen flessen ingevroren stalen tijdens transport werden de 42 overgebleven stalen aan de hand van de LC-MS geanalyseerd op de aanwezigheid van zes verschillende moleculen: amfetamine, MDA, MDMA, N-acetylamfetamine, N-formyl-MDA en N-acetyl-MDA.

Voor MDA en de precursoren van MDA, N-formyl-MDA en N-acetyl-MDA, werden geen positieve stalen teruggevonden. Dit in tegenstelling met amfetamine, MDMA en N-acetylamfetamine waarvoor verscheidene positieve stalen werden teruggevonden.

In elk onderzocht afvalwaterstaal vonden we amfetamine terug. De concentraties varieerden van 55.2 ± 5.9 ng/l tot 532.3 ± 126.9 ng/l voor Antwerpen-Zuid en van 108.6 ± 8.6 ng/l tot 1176.2 ± 132.5 ng/l voor Hasselt (tabel 25). De LOQ waarde voor deze component bedroeg 20 ng/l.

Net als voor amfetamine vonden we voor alle geanalyseerde stalen MDMA terug. De concentraties aan MDMA varieerden van 2.8 ± 0.4 ng/l tot 40.6 ± 3.0 ng/l voor Antwerpen-Zuid en van 5.1 ± 0.8 ng/l tot 27.0 ± 0.0 ng/l voor Hasselt (tabel 25). Met een LOQ waarde van 2 ng/l.

Voor N-acetylamfetamine vonden we zowel positieve als negatieve stalen terug. In de positieve stalen varieerden de concentraties van 1.0 ± 1.3 ng/l tot 4.5 ± 0.6 ng/l voor Antwerpen-Zuid en van 1.4 ± 1.9 ng/l tot 6.6 ± 0.1 ng/l voor Hasselt (tabel 25). De LOQ waarden bedroeg hier 1 ng/l.

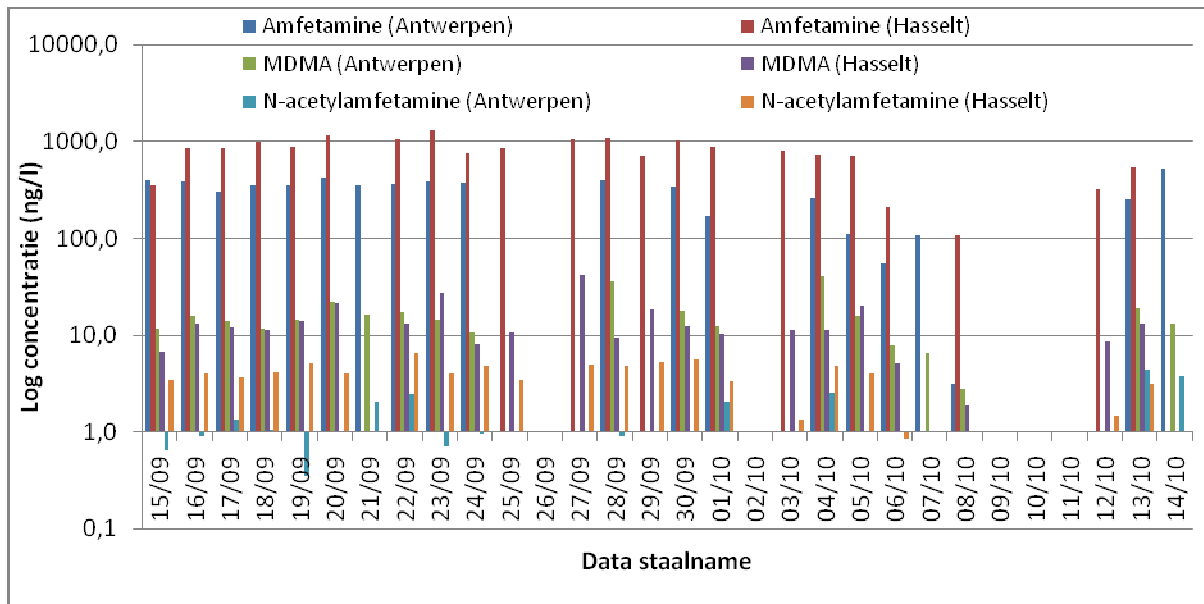
Hierbij moet dan ook opgemerkt worden dat zoals te zien is in tabel 25, sommige waarden voor N-acetylamfetamine onder de LOQ waarden liggen, aangeduid met een *, maar in deze tabel als positief worden weergegeven doordat deze concentraties hoger liggen dan de LOD en dus een indicatie zijn van een laag maar toch positief staal.

in ng/L	Dag	Amfetamine		MDMA		N-acetylamfetamine		
		Antwerpen	Hasselt	Antwerpen	Hasselt	Antwerpen	Hasselt	
	Dinsdag	15/09/2009	405.3 ±18.0	349.9 ±44.3	11.6 ±0.1	6.8 ±0.4	+*	3.4 ±0.8
	Woensdag	16/09/2009	388.5 ±20.5	844.8 ±115.0	16.1 ±0.1	13.2 ±0.9	+*	4.1 ±1.3
	Donderdag	17/09/2009	306.2 ±11.6	847.1 ±124.5	14.2 ±0.2	12.0 ±0.7	1.4 ±1.9	3.7 ±1.2
	Vrijdag	18/09/2009	348.7 ±1.2	985.0 ±219.8	11.6 ±1.3	11.3 ±1.8	1.1 ±1.5	4.1 ±1.3
	Zaterdag	19/09/2009	355.7 ±19.3	884.7 ±10.3	14.4 ±0.6	14.1 ±0.1	+*	5.2 ±1.1
	Zondag	20/09/2009	430.9 ±14.3	1176.2 ±132.5	22.2 ±1.2	21.7 ±1.0	1.0 ±1.4	4.0 ±0.0
	Maandag	21/09/2009	353.4 ±5.2	NA	16.2 ±0.2	NA	2.1 ±2.9	NA
	Dinsdag	22/09/2009	361.9 ±20.0	1069.4 ±62.7	17.6 ±0.1	13.3 ±0.4	2.5 ±0.0	6.6 ±0.1
	Woensdag	23/09/2009	384.3 ±22.3	1299.5 ±0.0	14.5 ±0.6	27.0 ±0.0	+*	4.0 ±0.0
	Donderdag	24/09/2009	376.0 ±53.0	754.6 ±137.3	10.7 ±0.4	8.2 ±1.0	1.0 ±1.3	4.9 ±0.9
	Vrijdag	25/09/2009	NA	857.7 ±27.9	NA	10.6 ±0.8	NA	3.4 ±0.6
	Zondag	27/09/2009	NA	1045.8 ±17.4	NA	42.1 ±4.4	NA	5.0 ±0.0
	Maandag	28/09/2009	404.5 ±44.5	1097.4 ±179.5	36.2 ±0.3	9.4 ±0.8	+*	4.8 ±0.4
	Dinsdag	29/09/2009	NA	711.3 ±12.4	NA	18.6 ±1.3	NA	5.4 ±2.6
	Woensdag	30/09/2009	344.1 ±33.4	1020.6 ±11.2	17.7 ±0.9	12.4 ±0.5	1.0 ±1.4	5.7 ±1.9
	Donderdag	1/10/2009	167.9 ±0.8	881.5 ±53.0	12.4 ±0.8	10.3 ±1.1	2.1 ±2.9	3.4 ±0.2*
	Zaterdag	3/10/2009	NA	794.3 ±1.1	NA	11.5 ±0.1	NA	1.4 ±1.9
	Zondag	4/10/2009	263.1 ±7.0	726.5 ±89.8	40.6 ±3.0	11.5 ±1.3	2.6 ±3.6	4.9 ±0.9
	Maandag	5/10/2009	112.2 ±0.2	716.9 ±69.2	15.8 ±1.8	20.0 ±2.8	-	4.1 ±0.1
	Dinsdag	6/10/2009	55.2 ±5.9	213.4 ±8.3	7.9 ±0.8	5.1 ±0.8	-	+*
	Woensdag	7/10/2009	108.0 ±6.4	NA	6.6 ±0.1	NA	-	NA
	Donderdag	8/10/2009	+*	108.6 ±8.6	2.8 ±0.4	1.9 ±0.2	-	-
	Maandag	12/10/2009	NA	322.5 ±26.8	NA	8.7 ±0.5	NA	1.5 ±2.1
	Dinsdag	13/10/2009	256.5 ±14.1	546.5 ±76.4	18.8 ±1.1	13.2 ±0.4	4.5 ±0.6	3.2 ±0.2
	Woensdag	14/10/2009	532.3 ±126.9	NA	13.3 ±1.1	NA	3.8 ±0.4	NA

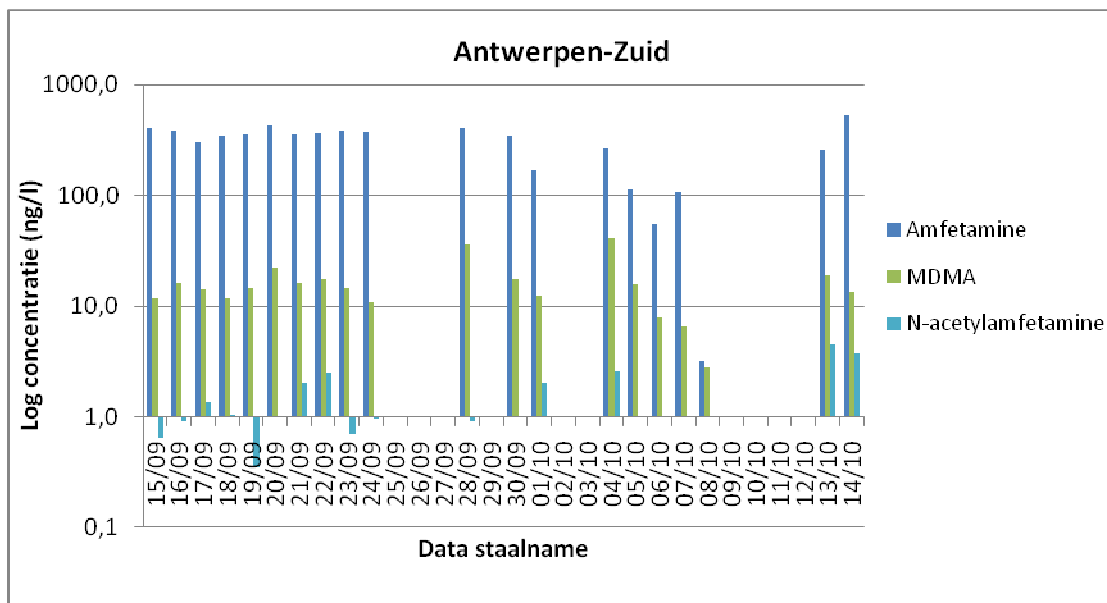
Tabel 25: overzicht van de verschillende concentraties, voor alle onderzochte moleculen, in de stalen van de eerste staalname campagne bepaald in het laboratorium van Gent. Met indicatie van de standaard deviaties (SD's). Met * = concentraties lager dan de LOQ voor de overeenkomstige component.

Wanneer we de log concentraties van de verschillende teruggevonden componenten in de tijd vergelijken (figuur 40), zien we duidelijk dat er meer amfetamine en N-acetylamfetamine in het afvalwater van Hasselt teruggevonden is dan in dat van Antwerpen-Zuid. Voor beide waterzuiveringstations zijn de concentraties aan MDMA gelijkaardig.

Wanneer we iets meer in detail de situatie voor beide RWZI's apart gaan bekijken zien we dat in het afvalwater van Antwerpen-Zuid, figuur 41, de teruggevonden concentraties aan amfetamine en MDMA over de tijd ongeveer constant blijven en een gelijkaardig patroon vertonen. N-acetylamfetamine, dat niet altijd teruggevonden werd, vertoont dit patroon niet.

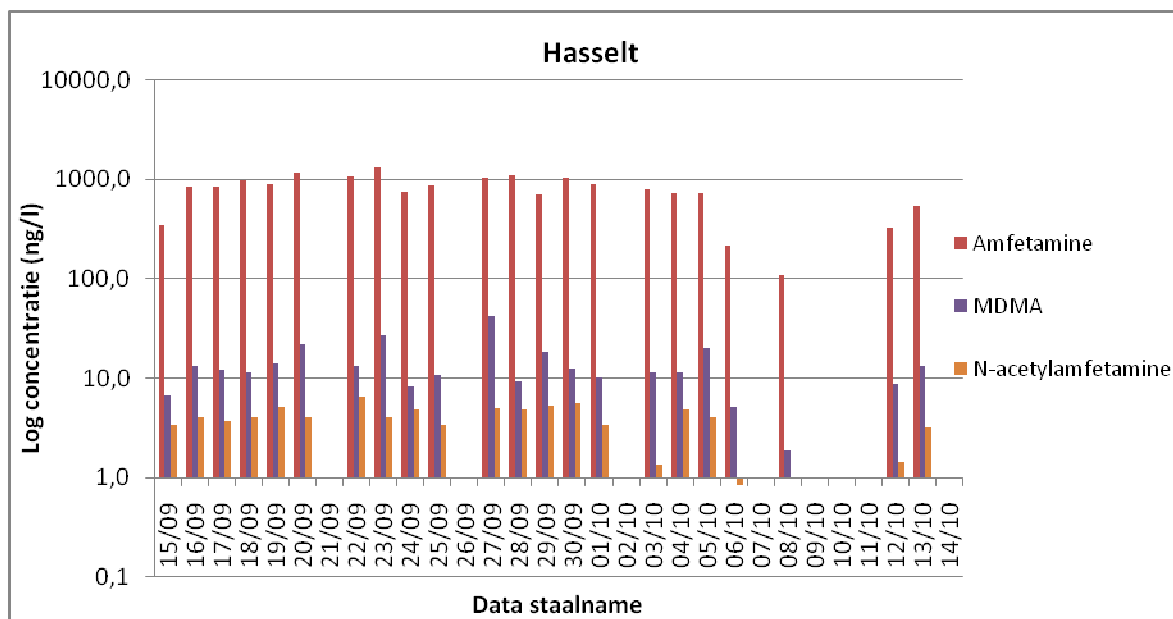


Figuur 40: concentraties (logartimische as) van de verschillende componenten over de verschillende dagen van de eerste inzamelperiode, voor het RWZI van Antwerpen-Zuid en Hasselt.



Figuur 41: concentraties (logartimische as) van de verschillende componenten over de verschillende dagen van de eerste inzamelperiode, voor het RWZI Antwerpen-Zuid.

Voor het RWZI van Hasselt, figuur 42, zien we een gelijkaardig resultaat als dat van Antwerpen-Zuid. Ook hier zijn de teruggevonden concentraties aan amfetamine en MDMA over de tijd ongeveer constant en vertonen ze een gelijkaardig patroon maar hier geldt dit ook voor N-acetylamfetamine dat, dan wel in kleine concentraties en met één uitzondering, in elk staal werd teruggevonden.



Figuur 42: log concentraties van de verschillende componenten over de verschillende dagen van de eerste inzamelperiode, voor het RWZI Hasselt.

4.6.3. Tweede staalname campagne

In de tweede staalname campagne werden voor het RWZI Antwerpen-Zuid 39 stalen en vanuit het RWZI Hasselt 31 stalen genomen. Deze 70 stalen werden allen aan de hand van de LC-MS geanalyseerd en eveneens onderzocht naar de aanwezigheid van de zes verschillende moleculen: amfetamine, MDA, MDMA, N-acetylamfetamine, N-formyl-MDA en N-acetyl-MDA.

Net zoals in de eerste staalname campagne werden voor MDA en de precursoren van MDA, N-formyl-MDA en N-acetyl-MDA, geen positieve stalen teruggevonden. Voor amfetamine, MDMA en N-acetylamfetamine werden dan weer wel verscheidene positieve stalen teruggevonden.

De concentraties aan amfetamine varieerden van 70.4 ± 3.3 ng/l tot 597.0 ± 8.5 ng/l voor Antwerpen-Zuid en van 256.2 ± 0.5 ng/l tot 937.6 ± 35.2 ng/l voor Hasselt (tabel 26). De LOQ waarde voor deze component bedroeg 20 ng/l.

Net als voor amfetamine vonden we voor alle geanalyseerde stalen MDMA terug. De concentraties aan MDMA varieerden van 11.6 ± 0.8 ng/l tot 83.7 ± 1.8 ng/l voor Antwerpen-Zuid en van 11.8 ± 1.1 ng/l tot 47.0 ± 0.8 ng/l voor Hasselt (tabel 26). Met een LOQ waarde van 2 ng/l.

Voor N-acetylamfetamine vonden we zowel positieve als negatieve stalen terug. In de positieve stalen varieerden de concentraties van 1.0 ± 1.3 ng/l tot 4.3 ± 1.8 ng/l voor Antwerpen-Zuid en van 1.0 ± 1.4 ng/l tot 7.0 ± 0.0 ng/l voor Hasselt (tabel 26). De LOQ waarden bedroeg hier 1 ng/l. Voor N-acetylamfetamine liggen sommige waarden lager dan de LOQ maar worden ook hier als positief weergegeven ter indicatie van de aanwezigheid van deze precursor van amfetamine in deze bestudeerde stalen.

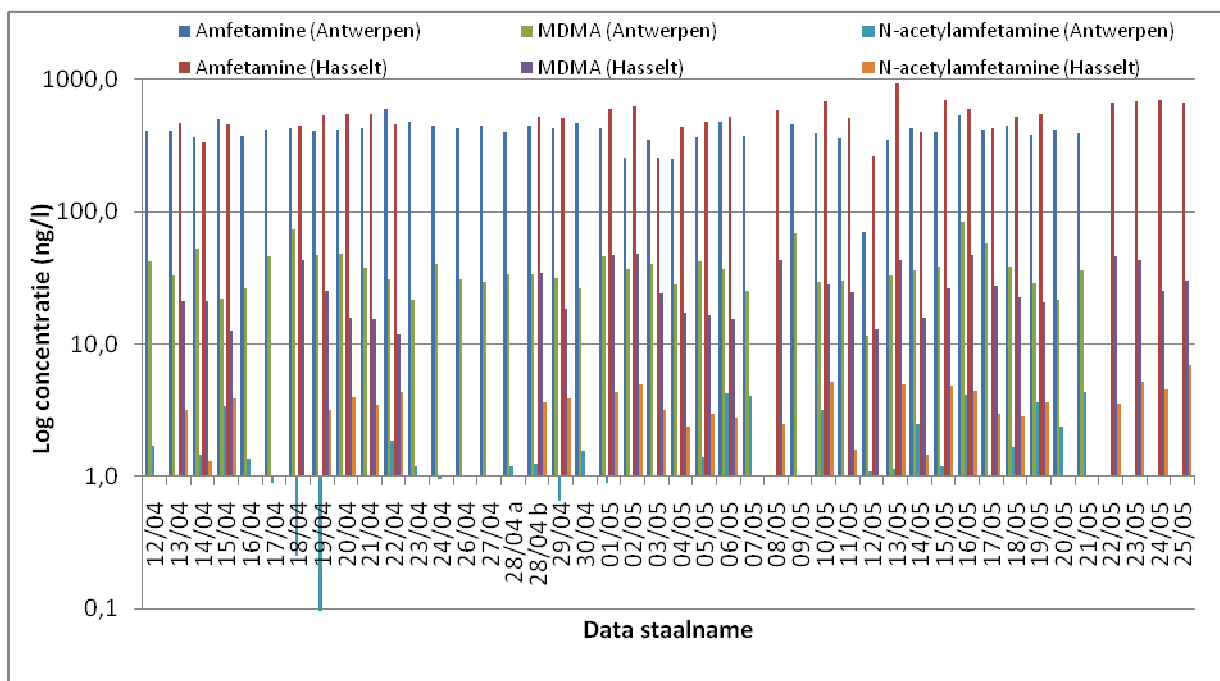
In ng/L	Dag	Datum	Amfetamine		MDMA		N-acetylamfetamine	
			Antwerpen	Hasselt	Antwerpen	Hasselt	Antwerpen	Hasselt
	Maandag	12/04/2010	413.4 ±1.9	NA	42.5 ±2.1	NA	1.7 ±2.4	NA
	Dinsdag	13/04/2010	408.7 ±6.6	471.7 ±32.8	33.3 ±0.3	20.9 ±1.3	-	3.2 ±1.6
	Woensdag	14/04/2010	366.2 ±15.8	335.0 ±18.3	52.1 ±2.3	21.1 ±1.6	1.5 ±2.1	1.3 ±1.8
	Donderdag	15/04/2010	499.2 ±30.6	462.4 ±19.7	22.1 ±1.3	12.7 ±0.2	3.4 ±1.3	3.9 ±0.5
	Vrijdag	16/04/2010	376.8 ±12.4	NA	26.3 ±2.5	NA	1.4 ±1.9	NA
	Zaterdag	17/04/2010	414.8 ±3.9	NA	46.5 ±4.9	NA	+	NA
	Zondag	18/04/2010	427.2 ±18.1	450.0 ±0.0	73.1 ±7.1	43.5 ±0.0	+	-
	Maandag	19/04/2010	410.0 ±26.9	540.3 ±42.1	46.8 ±3.9	25.5 ±2.1	-	3.2 ±1.1
	Dinsdag	20/04/2010	419.7 ±9.5	552.2 ±27.1	48.5 ±5.6	16.0 ±0.6	-	4.0 ±0.0
	Woensdag	21/04/2010	431.9 ±10.1	553.0 ±34.6	37.7 ±1.7	15.4 ±0.2	-	3.5 ±0.7
	Donderdag	22/04/2010	597.0 ±8.5	453.2 ±25.7	30.8 ±1.8	11.8 ±1.1	1.9 ±0.2	4.4 ±0.2
	Vrijdag	23/04/2010	482.3 ±1.1	NA	21.7 ±3.3	NA	1.2 ±1.7	NA
	Zaterdag	24/04/2010	449.4 ±16.8	NA	40.5 ±1.4	NA	1.0 ±1.3	NA
	Maandag	26/04/2010	423.7 ±17.3	NA	31.0 ±0.0	NA	-	NA
	Dinsdag	27/04/2010	452.7 ±1.1	NA	29.7 ±2.4	NA	-	NA
	Woensdag	28/04/2010 a	401.2 ±29.2	NA	33.9 ±0.5	NA	1.2 ±1.7	NA
	Woensdag	28/04/2010 b	447.3 ±18.8	524.9 ±1.6	33.8 ±0.4	34.3 ±1.8	1.3 ±1.8	3.6 ±0.6
	Donderdag	29/04/2010	424.1 ±15.0	514.9 ±20.3	31.7 ±2.4	18.4 ±0.2	+	3.9 ±0.8
	Vrijdag	30/04/2010	464.9 ±23.9	NA	26.3 ±1.8	NA	1.6 ±2.2	NA
	Zaterdag	1/05/2010	432.7 ±3.3	603.3 ±10.3	46.4 ±2.6	46.8 ±2.5	+	4.4 ±0.2
	Zondag	2/05/2010	256.8 ±22.3	625.0 ±0.0	36.7 ±3.1	48.0 ±0.0	-	5.0 ±0.0
	Maandag	3/05/2010	348.4 ±7.3	256.2 ±0.5	40.5 ±0.0	24.1 ±0.1	-	3.2 ±1.0
	Dinsdag	4/05/2010	252.0 ±3.5	436.8 ±30.1	28.4 ±0.1	17.5 ±0.6	-	2.4 ±0.6
	Woensdag	5/05/2010	366.1 ±5.8	475.8 ±29.3	41.8 ±2.5	16.5 ±0.1	1.4 ±2.0	3.0 ±0.6
	Donderdag	6/05/2010	474.7 ±52.5	524.6 ±44.0	36.6 ±0.6	15.5 ±1.4	4.2 ±0.4	2.8 ±1.1
	Vrijdag	7/05/2010	376.3 ±43.6	NA	25.2 ±0.3	NA	4.1 ±0.8	NA
	Zaterdag	8/05/2010	NA	585.3 ±20.9	NA	43.4 ±2.7	NA	2.5 ±0.7
	Zondag	9/05/2010	462.6 ±53.8	NA	68.3 ±4.6	NA	-	NA
	Maandag	10/05/2010	387.5 ±17.7	681.6 ±10.0	29.6 ±2.9	28.3 ±1.8	3.2 ±0.2	5.2 ±1.1
	Dinsdag	11/05/2010	359.7 ±10.2	513.1 ±14.2	30.4 ±0.9	24.5 ±2.8	-	1.6 ±0.8
	Woensdag	12/05/2010	70.4 ±3.3	263.6 ±5.8	11.6 ±0.8	13.1 ±1.3	+	1.0 ±1.4
	Donderdag	13/05/2010	349.8 ±27.2	937.6 ±35.2	33.4 ±1.6	43.3 ±1.0	1.2 ±1.6	5.0 ±2.1
	Vrijdag	14/05/2010	432.2 ±18.6	400.4 ±21.7	36.4 ±1.9	15.7 ±1.7	2.5 ±0.7	1.5 ±2.1
	Zaterdag	15/05/2010	403.6 ±30.5	692.5 ±78.4	38.2 ±0.3	26.3 ±1.8	1.2 ±1.7	4.8 ±1.0
	Zondag	16/05/2010	539.6 ±106.8	594.3 ±55.5	83.7 ±1.8	47.0 ±0.8	4.2 ±0.9	4.4 ±0.1
	Maandag	17/05/2010	423.1 ±14.2	432.2 ±29.2	57.4 ±0.9	27.5 ±0.0	-	3.0 ±0.1
	Dinsdag	18/05/2010	444.0 ±11.3	523.4 ±15.4	38.2 ±3.8	22.8 ±2.5	1.7 ±2.3	2.9 ±0.9

In ng/L		Amfetamine		MDMA		N-acetylamfetamine	
Dag	Datum	Antwerpen	Hasselt	Antwerpen	Hasselt	Antwerpen	Hasselt
Woensdag	19/05/2010	381.0 ±24.7	548.1 ±55.2	28.6 ±0.8	20.7 ±2.3	3.7 ±1.6	3.6 ±0.1
Donderdag	20/05/2010	422.8 ±20.2	NA	21.5 ±2.1	NA	2.4 ±3.4	NA
Vrijdag	21/05/2010	391.5 ±8.4	NA	36.1 ±2.1	NA	4.3 ±1.8	NA
Zaterdag	22/05/2010	NA	661.8 ±33.6	NA	46.2 ±1.0	NA	3.6 ±0.1
Zondag	23/05/2010	NA	689.5 ±22.6	NA	43.1 ±0.1	NA	5.2 ±0.2
Maandag	24/05/2010	NA	694.0 ±89.1	NA	25.4 ±6.2	NA	4.5 ±0.0
Dinsdag	25/05/2010	NA	673.0 ±0.0	NA	30.2 ±0.4	NA	7.0 ±0.0

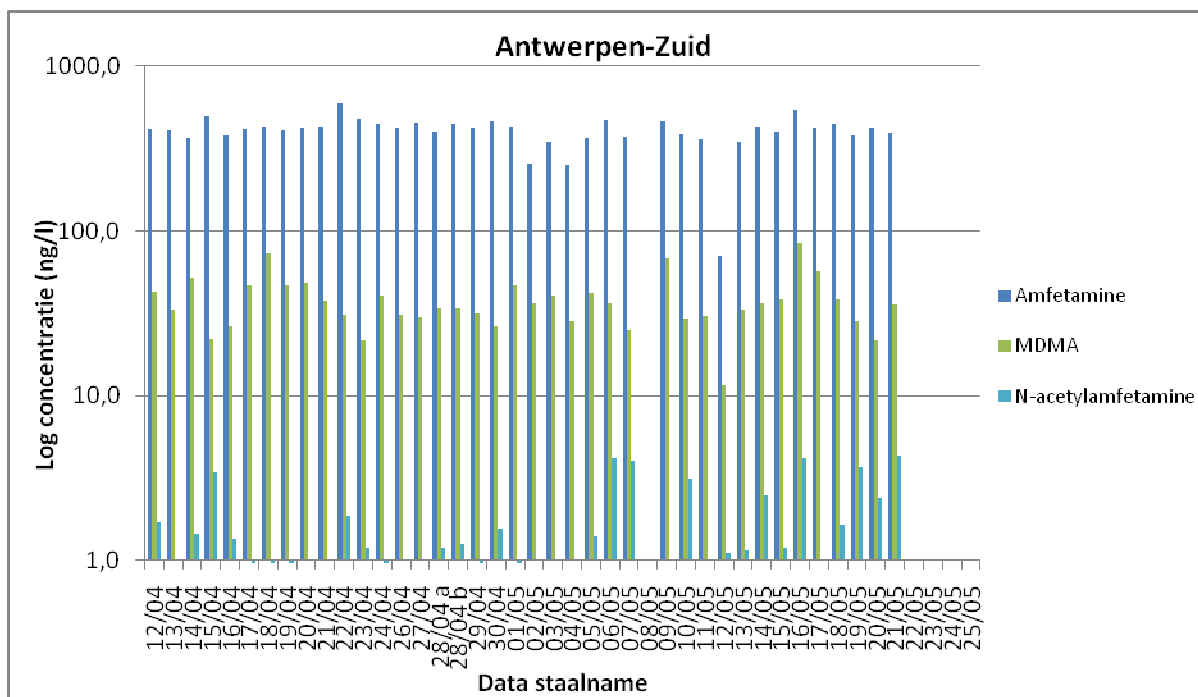
Tabel 26: overzicht van de verschillende concentraties, voor alle onderzochte moleculen, in de stalen van de tweede staalname campagne bepaald in het laboratorium van Gent. Met indicatie van de SD's. Met * = concentraties lager dan de LOQ voor de overeenkomstige component.

Wanneer we de concentraties van de verschillende teruggevonden componenten in de tijd logartimische tegenover elkaar uitzetten (figuur 43), zien we dat er minder verschil zit tussen de teruggevonden amfetamine en N-acetylamfetamine concentraties in het afvalwater van beide RWZI's dan te zien was in de eerste staalname campagne.

Wanneer we iets meer in detail de situatie voor beide RWZI's apart gaan bekijken zien we dat in het afvalwater van Antwerpen-Zuid, figuur 44, de teruggevonden concentraties aan amfetamine en MDMA over de tijd ongeveer constant blijven en een gelijkaardig patroon vertonen. N-acetylamfetamine, hier voor heel wat stalen negatief, volgde dit patroon niet.

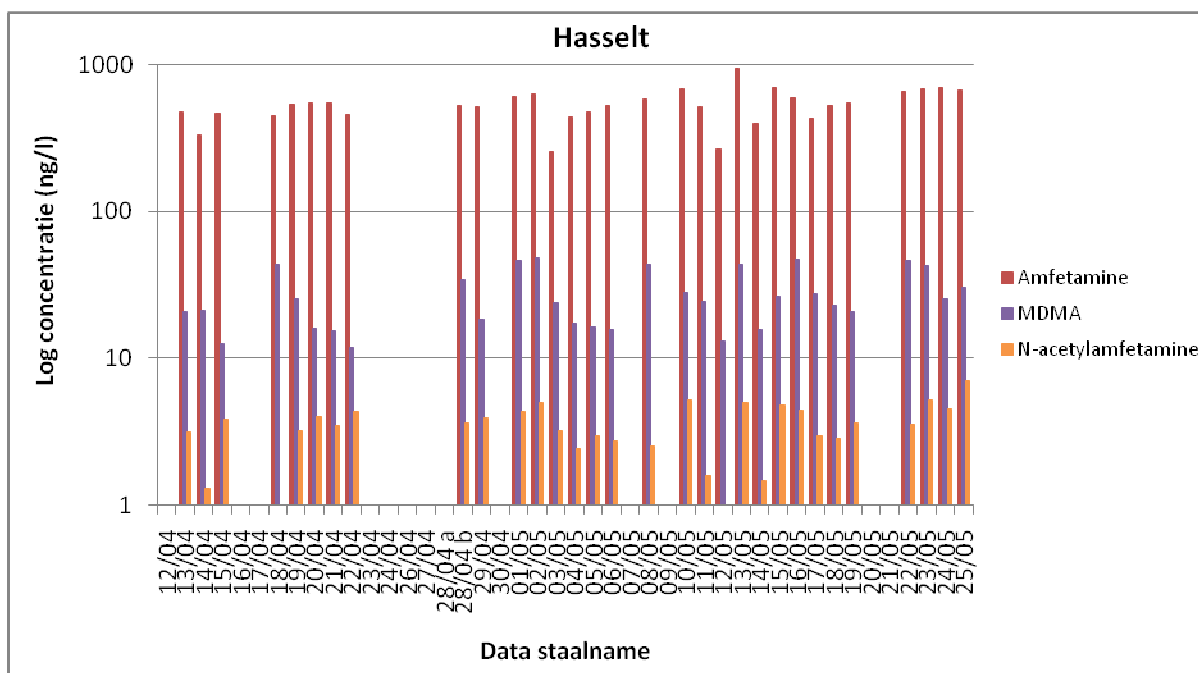


Figuur 43: concentraties (logartimische as) van de verschillende componenten over de verschillende dagen van de tweede inzamelperiode, voor het RWZI van Antwerpen-Zuid en Hasselt.



Figuur 44: concentraties (logartimische as) van de verschillende componenten over de verschillende dagen van de tweede inzamelperiode, voor het RWZI Antwerpen-Zuid.

Voor het RWZI van Hasselt, figuur 45, zien we een gelijkaardig resultaat als dat van Antwerpen. Ook hier zijn de teruggevonden concentraties aan amfetamine en MDMA over de tijd ongeveer constant en vertonen een gelijkaardig patroon. Voor N-acetylamfetamine dat in elk staal werd teruggevonden, dan wel in kleine concentraties en met één uitzondering, geldt een gelijkaardig patroon als dat van de twee andere componenten.



Figuur 45: concentraties (logartimische as) van de verschillende componenten over de verschillende dagen van de tweede inzamelperiode, voor het RWZI Hasselt.

4.6.4. Bepaling mate van drug gebruik

Beschrijving van de uitgevoerde berekeningen

Om een beeld te hebben of de hoeveelheid amfetamine en MDMA die teruggevonden werden tijdens de twee staalname campagnes van een resultaat waren van gebruik en synthese of van gebruik alleen moet het dagelijks gebruik aan deze beide componenten per regio bepaald kunnen worden. Om een idee te kunnen krijgen van de hoeveelheid amfetamine en MDMA die gebruikt zijn in een bepaalde regio, moeten de concentraties amfetamine en MDMA gemeten in afvalwater omgezet worden naar een kwantiteit amfetamine en MDMA, uitgedrukt in gram per dag (amfetamine en MDMA equivalenten). Om dit interregionaal te kunnen vergelijken, wordt deze hoeveelheid amfetamine en MDMA hierna nog genormaliseerd voor het aantal inwoners waarvoor het aantal amfetamine en MDMA equivalenten berekend is (bijlage I tot IV).

In een eerste fase worden de gemeten concentraties amfetamine en MDMA omgezet naar een hoeveelheid in gram per dag van deze beide componenten. Dit wordt bereikt door de concentraties amfetamine en MDMA te vermenigvuldigen met het debiet (in m³/dag) van de afvalwaterstroom.

Deze berekende hoeveelheden moeten dan verder getransformeerd worden naar een aantal equivalenten amfetamine en MDMA. Hierbij moet rekening gehouden worden met de fractie van een amfetamine en MDMA dosis die als amfetamine en MDMA urinair wordt uitgescheiden en zo in het rioleringsstelsel terecht komt. In de literatuur is hier een correctie factor voor terug te vinden (Zuccato *et al.*, 2008). Voor amfetamine en MDMA bedraagt deze correctie factor respectievelijk 3.3 en 1.5. Deze factor houdt rekening met de verschillende structuur en moleculaire gewicht van de verschillende componenten wat resulteert in een moleculaire ratio van 1.0 voor zowel amfetamine en als MDMA. Ten tweede corrigeert deze factor ook voor de dosis amfetamine en MDMA die urinair worden uitgescheiden, respectievelijk 30% en 65%. Dit alles leidt tot de volgende formule om amfetamine en MDMA equivalenten te berekenen:

$$AMF_{eq} = 1/(30\% \cdot 1.0) \times AMF \text{ (in gram/dag)} = 3.3 \times AMF \text{ (in g/dag)}$$

$$MDMA_{eq} = 1/(65\% \cdot 1.0) \times MDMA \text{ (in gram/dag)} = 1.5 \times MDMA \text{ (in g/dag)}$$

Daar hierbij wel geen rekening gehouden wordt met eventuele afbraak en adsorptie van vaste deeltjes van beide componenten in het afval- en oppervlaktewater moet worden opgemerkt dat deze berekende hoeveelheid een onderschatting kan zijn en dus eerder gebruikt wordt ter benadering van de amfetamine en MDMA equivalenten.

Om het gebruik per regio te kunnen vergelijken is het verder belangrijk om de berekende amfetamine en MDMA equivalenten te normaliseren voor het aantal inwoners dat een rioolwaterzuiveringinstelling omhelst om een idee te kunnen geven van de hoeveelheid amfetamine en MDMA die per 1000 personen gebruikt werd. Voor het RWZI Antwerpen-Zuid werd het aantal inwoners berekend op 146.757, bepaald op basis van de vuilvracht. Voor het RWZI Hasselt werd het aantal inwoners op deze manier bepaald op, 65.578.

Voor de berekening van de totale hoeveelheid amfetamine en MDMA gebruikt in beide bemonsterde regio's werd volgende formules gebruikt:

AMF_{eq}/inwoner per dag: hoeveelheid berekende AMF_{eq}/aantal inwoners per gebied

MDMA_{eq}/inwoner *dag: hoeveelheid berekende MDMA_{eq}/aantal inwoners per gebied

Resultaten van de uitgevoerde berekeningen

In de rioolwaterzuiveringinstelling van Antwerpen-Zuid en Hasselt werd er voor de eerste staalname campagne een gemiddeld aantal van respectievelijk 0.376 en 0.768 gram amfetamine equivalenten per dag en per 1000 inwoners berekend. Voor MDMA bedroeg dit gemiddeld 0.010 gram en 0.006 gram equivalenten per dag en per 1000 inwoners voor respectievelijk het RWZI Antwerpen-Zuid en het RWZI Hasselt.

Voor de tweede staalname periode werd er 0.500 en 0.735 gram amfetamine equivalenten per dag en per 1000 inwoners en 0.021 en 0.017 gram MDMA equivalenten per dag en per 1000 inwoners voor respectievelijk het RWZI Antwerpen-Zuid en Hasselt teruggevonden als gemiddeld aantal voor deze periode.

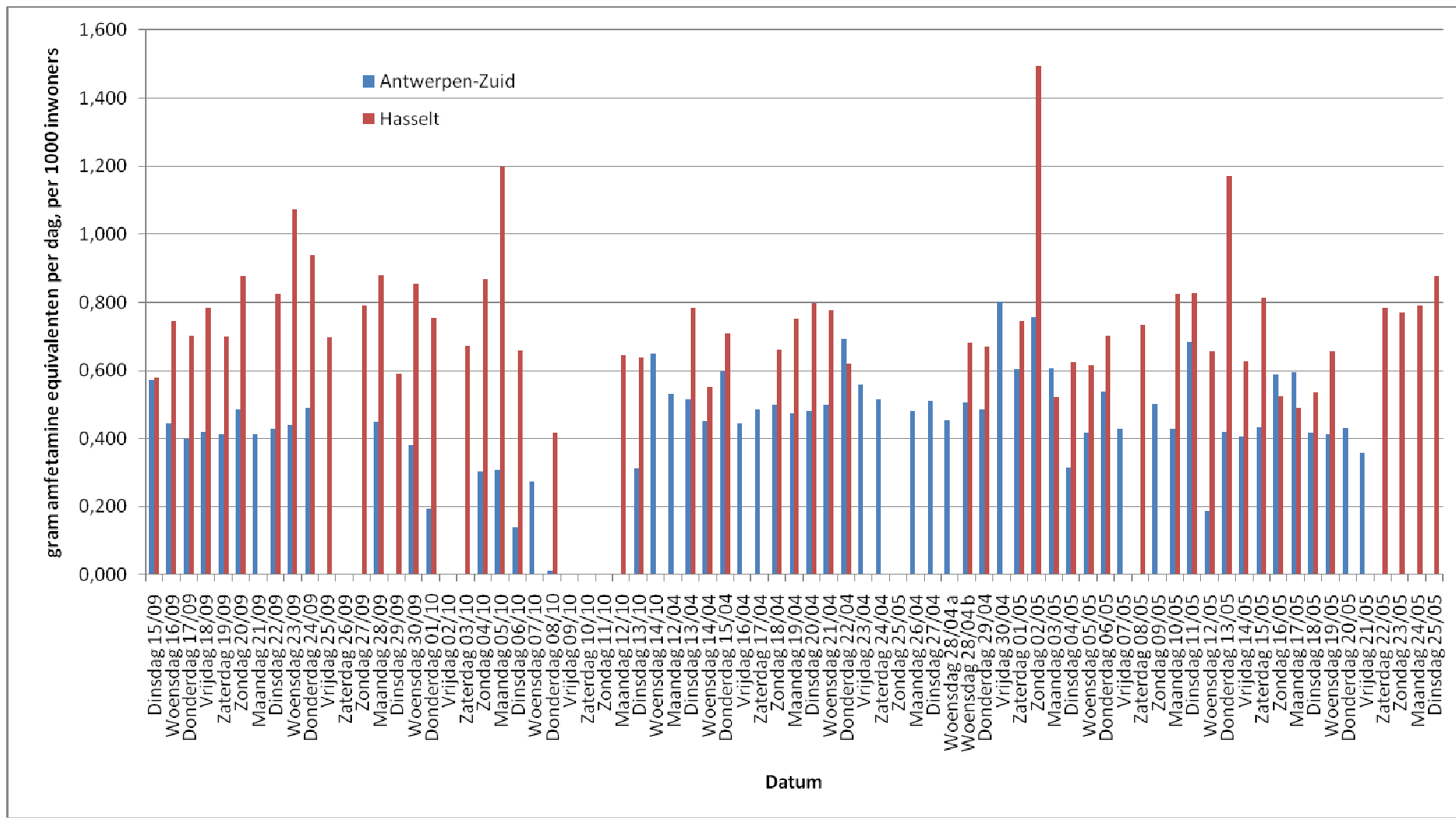
Wanneer het aantal gram amfetamine en MDMA equivalenten per dag en per 1000 inwoners in de loop van de tijd werd uitgezet, respectievelijk figuur 46 en figuur 47, zien we duidelijk dat er meer amfetamine equivalenten in het afvalwater van Hasselt teruggevonden is dan in dat van Antwerpen-Zuid. Voor beide rioolwaterzuivering-instellingen zijn de concentraties aan MDMA eender gelijkaardig maar valt het op dat er in de tweede inzamelperiode meer gram MDMA equivalenten per dag en per 1000 personen werd teruggevonden met vooral een duidelijke piek in het lange weekend van 1 mei.

Voor amfetamine zien we verder ook (in figuur 46) dat de teruggevonden gram amfetamine equivalenten voornamelijk stijgen rond het einde/begin van de week, op zondag en maandag. Tevens is ook in het midden van de week (rond de woensdag) ook een stijging waar te nemen. Ook voor MDMA zien we dat de teruggevonden gram equivalenten voornamelijk stijgen rond het einde van de week, op zondag (figuur 47). Tevens is hier soms ook de woensdag een stijging in de MDMA equivalenten waar te nemen.

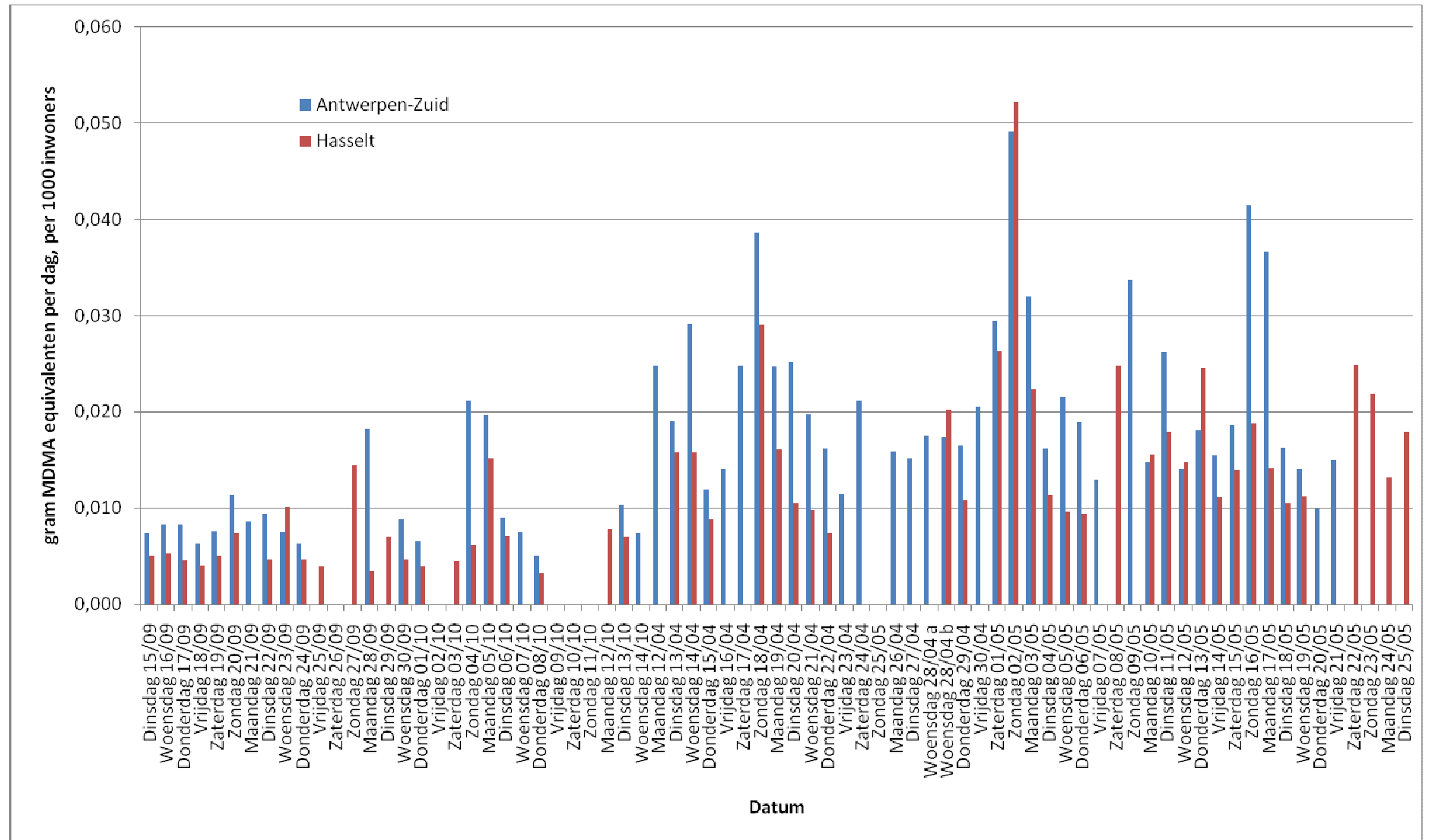
Wanneer we een extrapolatie maken voor het aantal kg amfetamine en MDMA gebruik in België werd eerst een gemiddelde aantal drug equivalenten berekend voor beide componenten over de twee ingezamelde RWZI's heen, per dag en per 1000 inwoners (tabel 28). Hierbij werd rekening gehouden met het verhoogde drug gebruik in het weekend. Hierna werd op basis van het aantal inwoners van België in 2009 (10.666.866, Nationaal Instituut voor de statistiek (NIS), 2009) berekend dat er 6.143 kg amfetamine en 0.140 kg MDMA en 7.119 kg amfetamine en 0.243 kg MDMA respectievelijk in de week en tijdens het weekend, per dag in België gebruikt wordt. Jaarlijks zou er dan 2343.6 kg amfetamine en 61.9 kg MDMA gebruikt worden in België.

België	g AMFeq/ 1000 inw*dag	g MDMAeq/ 1000 inw *dag	Kg AMFeq (per dag)	Kg MDMAeq *dag
weekdag	0.576	0.013	6.143	0.140
weekenddag	0.667	0.023	7.119	0.243
Kg per jaar			2343.6	61.9

Tabel 28: Schatting van de hoeveelheid amfetamine en MDMA gebruik in een jaar voor het Belgische grondgebied berekend op basis van de resultaten.



Figuur 46: concentraties aan amfetamine over de verschillende dagen van de eerste inzamelperiode (september – oktober, 2009) en tweede inzamelperiode (april - mei, 2010) voor het RWZI van Antwerpen-Zuid en het RWZI van Hasselt.



Figuur 47: concentraties aan MDMA over de verschillende dagen van de eerste inzamelperiode (september – oktober, 2009) en tweede inzamelperiode (april - mei, 2010) voor het RWZI van Antwerpen-Zuid en het RWZI van Hasselt.

4.7. Résultats des échanges interlaboratoires

Voor de inter-labo testen werden 5 stalen die tijdens de eerste staalname campagne geanalyseerd werden in Gent naar Liège doorgestuurd en 6 stalen maakten de overgang in de omgekeerde richting. Daar Liège slechts kwalitatieve resultaten heeft, voor de door Gent opgestuurde stalen is een vergelijking met de kwantitatieve data niet mogelijk, maar opvallend is wel dat in beide laboratoria geen MDA, N-formyl-MDA en N-acteyl-MDA werd teruggevonden in de stalen (tabel 29).

Voor amfetamine waren de teruggevonden concentraties in beide labo's voor de geteste stalen gelijkaardig waarbij Liège een concentratie boven de 20 ng/l als positief kon bevestigen. Evenals voor amfetamine lijkt er voor MDMA een grens te zijn waarbij Liège de teruggevonden concentraties, die in Gentse laboratorium bepaald werden, kon terugvinden. Dit lijkt rond de 45-50 ng/l te liggen. Meerbepaald, 40.6 ± 3.0 ng/l kon niet als positief omschreven worden maar het staal met een MDMA concentratie van 42.1 ± 4.4 ng/l daarentegen wel.

Voor N-acetylamfetamine kon Liège alleen de stalen die hoger waren dan 5.0 ± 0.0 ng/l als positief bevestigen. Evenals voor amfetamine lijkt er een grens te zijn waarbij Liège de teruggevonden concentraties, die in Gentse laboratorium bepaald werden, kon terugvinden. Hier zou deze rond de 5.0 ng/l kunnen liggen.

Eén resultaat komt echter niet overeen en dat is een amfetamine staal (06/10/2009) uit Antwerpen-Zuid die in Liège als negatief werd omschreven maar hoger lag dan hun hierboven beschreven LOQ en dus normaal als positief moest gezien worden.

Plaats	Datum	(ng/l)		Amfetamine		MDMA		N-acetyl amfetamine		MDA		N-formyl-MDA		N-acetyl-MDA	
		Gent	Liège	Gent	Liège	Gent	Liège	Gent	Liège	Gent	Liège	Gent	Liège	Gent	Liège
Hasselt	27/09/2009	1045.8 ±17.4	+	42.1 ±4.4	+	5.0 ±0.0	+	0,0	-	0,0	-	0,0	-	0,0	-
Antwerpen-Zuid	04/10/2009	263.1 ±7.0	+	40.6 ±3.0	-	2.6 ±3.6	-	0,0	-	0,0	-	0,0	-	0,0	-
Antwerpen-Zuid	06/10/2009	55.2 ±5.9	-	7.9 ±0.8	-	0,0	-	0,0	-	0,0	-	0,0	-	0,0	-
Antwerpen-Zuid	08/10/2009	+	-	2.8 ±0.4	-	0,0	-	0,0	-	0,0	-	0,0	-	0,0	-
Hasselt	13/10/2009	546.5 ±76.4	+	13.2 ±0.4	-	3.2 ±0.2	-	0,0	-	0,0	-	0,0	-	0,0	-
Oupeye	24/09/2009	45.7 ±3.1	21±7.8	0,0	+	0,0	-	0,0	-	0,0	-	0,0	-	0,0	-
Oupeye	01/10/2009	40.5 ±10.6	38±7.1	0,0	-	0,0	-	0,0	-	0,0	-	0,0	-	0,0	-
Oupeye	02/10/2009	86.9 ±2.0	110±15.6	0,0	-	0,0	-	0,0	-	0,0	-	0,0	-	0,0	-
Oupeye	04/10/2009	228.7 ±8.1	318±59.4	0,0	-	0,0	-	0,0	-	0,0	-	0,0	-	0,0	-
Oupeye	05/10/2009	61.4 ±1.3	47±10.6	0,0	-	0,0	-	0,0	-	0,0	-	0,0	-	0,0	-
Oupeye	08/10/2009	+	+	0,0	-	0,0	-	0,0	-	0,0	-	0,0	-	0,0	-

Tabel 29 : overzicht van de geïdentificeerde componenten, in de stalen van de eerste staalname campagne, bepaald in het laboratorium van Gent en Liège. Voor de stalen uit Gent, indicatie van de SD's. Met * = concentraties hoger dan de LOD maar lager dan de LOQ, met + = positief voor deze component en met - = negatief voor deze component.

4.8. Discussie

Het doel van dit project was onderzoeken of het al dan niet mogelijk was om op basis van de aanwezigheid van bepaalde chemische afvalstoffen in water, clandestiene laboratoria in de nabije omgeving te detecteren.

Over deze vraag is er tot nu toe zeer weinig onderzoek gebeurd. Het enige vergelijkbaar onderzoek werd uitgevoerd om oorzaken van verontreiniging in rivieren op te sporen, zoals beschreven in Chen *et al.*, 2010.

Om dit te kunnen verwezenlijken werden in eerste instantie afvalstoffen uit dergelijke clandestiene laboratoria door de politie aangeleverd zodat een identificatie van de aanwezige moleculen in deze afvalstoffen kon gebeuren. Waarna specifieke merkers voor de synthese van amfetamine en MDMA: precursoren, intermediären in de synthese en degradatieproducten van deze moleculen geïdentificeerd werden.

In tweede instantie werden de oplosbaarheid en de stabiliteit van deze merkers voor de synthese van amfetamine en MDMA in het afvalwater bestudeerd. De biodegradeerbaarheid werd in een gecontroleerd milieu bepaald. De stabiliteitsanalyse toonde aan dat de biodegradeerbaarheid geen problemen zou opleveren. Het was mogelijk om de testcomponenten in het oppervlaktewater te detecteren aangezien ze na 5 dagen niet ready biodegradable zijn. Zo kon er zonder problemen tijdens twee verschillende staalname campagnes, gedurende ongeveer een maand, elke dag een staal genomen worden.

In de eerste staalname campagne werden glazen flessen gebruikt. Dit leverde echter veel praktische problemen op, omdat deze gemakkelijk braken bij het invriezen en het transport. Een experiment toonde dat de moleculen stabiel waren in plasticen flessen, zodat deze konden gebruikt worden bij de tweede staalname.

Het vervolg van het project bestond uit de analyse van verschillende stalen afvalwater, afkomstig uit verschillende waterzuiveringsinstallaties.

Daar de belangrijkste amfetamine precursor, formyl-amfetamine, niet voorradig was als standaard kon deze niet gedetecteerd worden in het onderzochte afvalwater. Ook andere precursoren waren niet detecteerbaar met de LC-MS methode.

In deze studie werden amfetamine en MDMA teruggevonden in alle stalen van zowel de rioolwaterzuiveringinstelling Antwerpen-Zuid als de rioolwaterzuiveringinstelling van Hasselt. Amfetamine werd in de RWZI's Antwerpen-Zuid en Hasselt met een respectievelijke gemiddelde concentratie van 370.2 ng/l en 640.1 ng/l teruggevonden. Voor MDMA werd in dezelfde RWZI's een respectievelijk gemiddelde concentratie van 30.5 ng/l en 21.6 ng/l teruggevonden.

In een artikel 2009 geven Van Nuijs *et al.*, de concentraties aan negen verschillende drugs (waaronder amfetamine en MDMA) in 11 bemonsterde Belgische waterzuiveringstations weer. De gemiddelde concentraties aan amfetamine en MDMA over deze waterzuiveringstations varieerden voor amfetamine van 22 ng/l in Charleroi tot 681 ng/l in Oostende 1 en voor MDMA van 1 ng/l in Roeselare tot 103 ng/l in Oostende 1 (tabel 30). De door ons bekomen gemiddelde concentraties aan amfetamine en MDMA vielen dan ook in het bereik, van diezelfde componenten in België bemonsterd over de 11 RWZI's beschreven in de studie van Van Nuijs *et al.*, 2009.

Gemiddelden (ng/l)	Antwerpen	Hasselt	Aalst	Beersel	Brussel-Noord	Charleroi	Deurne	Genk	Leuven	Lier	Oostende 1	Oostende 2	Roeselare
Amfetamine	370	640	414	188	111	22	337	176	109	213	681	160	63
MDMA	31	22	76	8	48	9	39	64	34	15	103	12	1

Tabel 30: Concentraties (ng/l) aan amfetamine en MDMA voor 11 waterzuiveringstations beschreven in Nuijs et al., 2009 en de twee Vlaamse waterzuiveringstadions opgenomen in deze studie.

Wanneer we de gemiddelde concentraties aan amfetamine en MDMA gaan vergelijken met resultaten uit de literatuur (tabel 31) dan zien we ook daar dat de teruggevonden concentraties in onze studie binnen de meeste grenzen of waarden van concentraties voor diezelfde componenten in landen zoals Spanje, Italië, Zwitserland, Frankrijk en Wales liggen.

Gemiddelden (ng/l)	Spanje		Italië	Zwitserland	Zuid-Wales		Frankrijk	België	
	Noord-Oost (42 RWZI's)	Barcelona	Milaan	Lugano	1 RWZI a	1 RWZI b	4 RWZI's	Antwerpen-Zuid	Hasselt
Amfetamine	3-688	41±9 (n=7)	15±11 (n=8)	<LOQ (n=8)	292-12020	255-3525	<LOQ-28	<LOQ-597 (n=59)	109-1300 (n=53)
MDMA	2-598	134±30 (n=7)	14±14 (n=8)	14±13 (n=8)	–	–	<LOQ-20	3-84 (n=59)	2-48 (n=53)
Referentie	Huerta-Fontela et al.	Postigo et al.	Castiglioni et al.	Castiglioni et al.	Kasprzyk-Horden et al.	Kasprzyk-Horden et al.	Karolak et al.	Deze studie	Deze studie

Tabel 31: Concentraties (ng/l) aan amfetamine en MDMA van de Vlaamse waterzuiveringstadions opgenomen in deze studie in vergelijking met resultaten voor diezelfde componenten in 5 andere landen.

De bekomen resultaten werden geëxtrapoleerd om het gebruik aan amfetamines en MDMA in België in te schatten aan de hand van berekeningen beschreven in Zuccato et al., 2005 en 2008. Zo zou er, op basis van de reeds onderzochte waterstations, jaarlijks 2344 kg amfetamine en 61.9 kg MDMA gebruikt worden in België. Wanneer men voor elke eenheid of pil XTC een 0.1 gram MDMA rekent, dan bekomt men zo'n 639000 eenheden XTC die jaarlijks in België gebruikt worden.

Volgens het 'World drug report' van het UNODC in 2010 zou er in België 410,73 kg amfetamine en 162821 eenheden of dus 16.3 kg MDMA in 2008 in beslag genomen zijn. Onze resultaten voor amfetamine en MDMA zijn in vergelijking met deze inbeslagname een overschatting van respectievelijk 6 tot 4 maal.

Hierbij moeten we ook rekening houden met amfetamine die in het water terecht komt door medicinaal gebruik. Volgens het jaarlijks rapport van het INCB voor 2009 zou in 2008 in België zo'n 15 kg amfetamine, 30 kg Dexamfetamine en ook zo'n 100 kg Fenetylline, dat gemetaboliseerd wordt naar amfetamine, medicinaal gebruikt zijn. Wat erop zou wijzen dat 100-145 kilo amfetamine in het water te herleiden is naar medicinaal gebruik en dus niet het recreatieve gebruik.

In onze studie bleven zowel het aantal amfetamine als MDMA equivalenten per dag tijdens de weekdays op een ongeveer constante level maar waren duidelijke pieken te zien tijdens het weekend. Dit is een directe indicatie van het gebruik van deze drugs.

De gemiddelde waarden over beide waterzuiveringstations voor amfetamine in deze studie varieerden van 576 mg/dag*1000 personen voor een weekday tot 667 mg/dag*1000 personen tijdens het weekend en lagen veel hoger dan de waarden tussen de 2 en 29 mg/dag*1000 personen, respectievelijk waarden voor Milaan en Londen, die Zuccato *et al.*, in 2008 terugvonden en ook hoger dan de waarden, 0.1 en 427 mg/dag*1000 personen, voor 42 RWZI's in Spanje beschreven door Huerta-Fontela *et al.*, in datzelfde jaar.

Wanneer we onze MDMA waarden ook vergelijken met de literatuur dan vinden we dat ook deze waarden wat hoger liggen dan in de literatuur. Zo beschreven in 2008, Zuccato *et al.* dat het geschatte ecstasy gebruik, over verschillende steden en landen heen, tussen 5 (Milaan en Londen) en 12 (Lugano) mg/dag*1000 personen lag. Onze waarden gemiddeld voor beide stations waren 13 mg/dag*1000 personen tijdens de week en 23 mg/dag*1000 personen in het weekend. Huerta-Fontela *et al.*, beschreven echter in 2008 dat er voor 42 RWZI's in Spanje tussen de 0.3 en 192 mg/per dag*1000 inwoners MDMA werd gevonden. Onze waarden liggen hier binnen dit bereik maar hierbij dient echter wel opgemerkt te worden dat in dit Spaanse onderzoek het opgegeven bereik een vertekend beeld lijkt te zijn doordat enkele bemonsterde waterzuiveringstations een extreem hogere concentratie bezitten terwijl de meeste waarden voor MDMA bij de afzonderlijke RWZI's meestal lager liggen dan 10 en dus ook lager liggen dan onze bekomen waarden voor deze molecule.

We moeten er wel mee rekening houden dat onze berekende waarden waarschijnlijk een overschatting zijn. Een mogelijke verklaring hiervoor is het gegeven dat al onze berekeningen zijn gebaseerd op slechts 2 waterzuiveringstations en waarvan dan ook nog eens de drugconcentraties in het COWAT project hoog lagen (Nuijs *et al.*, 2008). Voornamelijk het RWZI van Antwerpen-Zuid zal hierin een vertekende rol spelen daar in deze rioolwaterzuiveringinstelling veruit de hoogste drugconcentratie van dit project werd teruggevonden.

Voor de inter-labo testen werden gelijkaardige resultaten tussen Gent en Liège gevonden. Daar Liège slechts gedeeltelijk kwalitatieve resultaten had, was een vergelijking met onze kwantitatieve data niet geheel mogelijk, maar opvallend was echter wel dat in beide laboratoria geen MDA, N-formyl-MDA en N-acteyl-MDA werd teruggevonden in de stalen. Voor amfetamine en MDMA waren de resultaten gelijkend wanneer men rekening houdt met het feit dat Luik een lagere detectie methode leek te bezitten. Voor slechts één resultaat werd geen overeenkomst in de inter-labo tests teruggevonden.

Aangezien we zeer weinig tot geen precursoren terugvonden, wijzen onze resultaten wel aan dat er synthetische drugs worden gebruikt, maar hebben we geen bewijs voor de productie van synthetische drugs. We kunnen met andere woorden geen verband aantonen tussen de aanwezigheid van synthetische precursoren in het afvalwater en de productie van drugs. Mogelijke verklaring hiervoor is dat door verschillende beperkingen in dit onderzoek zoals: te korte meetperiodes, te weinig bemonsterde RWZI's, de keuze van de RWZI's, detectiemethode misschien niet gevoelig genoeg, ... , weinig precursoren opgespoord konden worden. Verdere onderzoeksmogelijkheden zijn dan ook het ontwikkelen en gebruiken van een gevoeligere methode, het gebruiken van andere merkers en veel meer verschillende en andere plaatsen bemonsteren.

5. Valorisation judiciaire des analyses réalisées

5.1. Inleiding

5.1.1. Afbakening

Dit laatste onderdeel van het rapport heeft als doel de opzet van het onderzoek juridisch te valoriseren. Meer bepaald wordt een analyse gemaakt van de juridische aspecten van de detectie van sporen van synthetische drugproductie in het oppervlaktewater. Hierbij wordt uitgegaan van een hypothetische vraagstelling: indien een chemische analysemethode zou toelaten stoffen op te sporen die zouden kunnen wijzen op de aanwezigheid van een (illegale) productieplaats van synthetische drugs, wat is dan de (juridische) waarde van een dergelijke analysemethode in het kader van de strafrechtelijke handhaving van illegale synthetische drugproductie? In essentie gaat het dus om een juridische denkoefening vertrekkende vanuit de mogelijke invoering van een nieuw (bewijs)element bij de opsporing en vervolging van synthetische drugproductie. Dit heeft ondermeer tot gevolg dat op diverse vragen geen (sluitend) antwoord kan geboden worden, aangezien bepaalde essentiële componenten van de bovenvermelde analysemethode nog niet bekend of ontwikkeld zijn.

Hoewel de huidige bijdrage een zuiver juridische invalshoek heeft, werd er rekening mee gehouden dat de tekst zo begrijpbaar mogelijk moet zijn voor om het even welke lezer (inclusief niet-juristen). Bepaalde essentiële juridische principes of (procedurele) aspecten van de strafrechtshandhaving zullen dan ook waar nodig voldoende toegelicht worden.

5.1.2. Structuur

De juridische analyse bestaat uit drie delen. In het eerste deel wordt het breder kader weergegeven. Na een korte schets van het huidig beleid inzake de bestrijding van synthetische drugproductie in België, wordt een overzicht gegeven van de voornaamste strafbaarstellingen die verband houden met illegale (synthetische) drugproductie, zowel vanuit het oogpunt van de drugwetgeving als de relevante (straf)milieurechtelijke bepalingen.

In het tweede deel wordt in essentie de vraag beantwoord of, hoe en onder welke voorwaarden een strafrechtelijk onderzoek opgestart kan worden aan de hand of in het licht van een analyse van oppervlaktewater waaruit sporen van synthetische drugproductie zouden blijken. De diverse pistes en mogelijke problemen die hierbij kunnen rijzen worden op nauwkeurige wijze juridisch ontleed. In het laatste deel komt het aspect van de bruikbaarheid van de analyseresultaten aan bod. Welke regels moeten in acht genomen worden voor de monsterneming? Wat met het recht op tegenspraak in het kader van de latere strafzaak die opgestart werd als gevolg van een positieve analyse? In welke mate kunnen onrechtmatigheden begaan in het kader van de analyse een obstakel vormen voor een effectieve vervolging en veroordeling van de betrokkenen? Op al deze vragen wordt een zo eenduidig mogelijk juridisch antwoord geboden. Na het derde deel worden de voornaamste bevindingen van de juridische analyse summier samengevat en worden tevens enkele aanbevelingen gedaan in het kader van een mogelijk gebruik van de chemische

analyse als onderzoeksmethode in strafrechtelijke onderzoeken naar synthetische drugproductie.

5.2. De aanpak van synthetische drugproductie in België

5.2.1. Algemeen

De aanpak van het drugsfenomeen staat al jaren hoog op de agenda van de nationale beleidsmakers, mede onder invloed van de Europese en internationale ontwikkelingen op dit gebied. Het nationaal veiligheidsplan 2008-2011 vermeldt de strijd tegen drugproductie, -handel en druggerelateerde criminaliteit als één van de voornaamste doelstellingen. De synthetische drugproductie krijgt hierbij een bijzondere aandacht. België staat immers gekend als de tweede grootste producent van synthetische drugs in Europa. Het ontmantelen van de illegale laboratoria voor synthetische drugs die zich op ons grondgebied bevinden is dan ook een van de topprioriteiten voor de Belgische politiediensten. Deze prioritaire aanpak uit zich in een aantal elementen. Zo zal volgens het voornoemd nationaal veiligheidsplan geïnvesteerd worden in de 'opleiding en vorming inzake technische politie'. Daarnaast zijn alle dossiers inzake synthetische drugproductie bij beslissing van het federaal parket potentieel 'federaliseerbaar'.

Aan de basis van de dossiers waarin de voorbije jaren laboratoria voor de productie van synthetische drugs ontmanteld werden, lag meestal een klassiek (repressief) onderzoek opgestart door een arrondissementele recherchedienst (GDA). De proactieve recherchetechniek wordt echter ook steeds vaker gebruikt. De internationale samenwerking en informatie-uitwisseling met zowel (buitenlandse) politie- en douanediens ten speelt vaak een doorslaggevende rol.

Bij de opsporing van synthetische drugproductie wordt in toenemende mate aandacht besteed aan enerzijds de noodzakelijke productiemiddelen (grondstoffen en materiaal) en anderzijds de grote hoeveelheid (schadelijk) afval die gedumpt wordt door de producenten. Zo is de Belgische politie lid geworden van de European Joint Unit Precursors (EJUP) en werden een aantal samenwerkingsverbanden opgezet met de privé sector (bvb. sectoren die handelen in bepaalde glaswaren, verwarmingstoestellen en tabletteer machines). Teneinde het aspect van het afvalbeheer een meer prominente plaats te geven in de onderzoeken, werden de partners die regelmatig dergelijk afval ontdekken gesensibiliseerd (o.a. lokale politiezones, gemotoriseerde brigades van de douane en boswachters). De meeste gebruikelijke modi operandi zijn het achterlaten van restafval op de productiesite, het dumpen in een bos, in een kanaal of in een gestolen voertuig dat dan in brand gestoken wordt.

5.2.2. Overzicht van de relevante strafbaarstellingen

5.2.2.1. Drugwetgeving

Het voornaamste aanknopingspunt voor de strafbaarstelling van drugproductie is te vinden in de basiswetgeving inzake drugs, zijnde de 'Wet van 24 februari 1921 betreffende het verhandelen van giftstoffen, slaapmiddelen en verdovende middelen, psychotrope stoffen, ontsmettingsstoffen en antiseptica en van de stoffen die kunnen gebruikt worden voor de illegale vervaardiging van verdovende middelen en psychotrope stoffen' (hierna drugwet). Daarnaast zijn vooral de volgende twee Koninklijke Besluiten (K.B.) van belang: het K.B. van 31 december 1930 betreffende de verdovende middelen en het K.B. van 22 januari 1998 betreffende de psychotrope stoffen.

In artikel 1 van de drugwet wordt aan de Koning de bevoegdheid verleend om, bij besluit vastgesteld na overleg in de Ministerraad, de volgende aspecten te regelen en er toezicht over te houden: de invoer, de uitvoer, de doorvoer, de vervaardiging, de bewaring (d.w.z. de opslag onder de vereiste voorwaarden), de etikettering, het vervoer, het bezit, de makelarij, de verkoop en het te koop stellen, het afleveren of het aanschaffen, tegen betaling of kosteloos, van giftstoffen, slaapmiddelen, verdovende middelen, ontsmettingsmiddelen en antiseptica alsook de teelt van planten waaruit deze stoffen kunnen worden getrokken. Dezelfde bevoegdheid wordt toegekend voor de psychotrope stoffen (andere dan verdovende middelen en slaapmiddelen) die afhankelijkheid kunnen teweegbrengen, en voor stoffen die gebruikt kunnen worden voor de illegale vervaardiging van verdovende middelen en psychotrope stoffen. Voor de bestraffing dient in de eerste plaats verwezen te worden naar de artikelen 2bis en 2ter van de drugwet. Concreet wordt er door de voormelde K.B.'s een onderscheid gemaakt tussen drie categorieën inbreuken en tussen cannabis en de andere drugs. Het nieuwe artikel 2quater neemt de strafbaarstelling omtrent de zogenaamde precursoren op in de drugwet. Het desbetreffende K.B. van 26 oktober 1993 is in overeenstemming hiermee aangepast.

Binnen het hierboven uiteengezette algemeen kader geldt, voor wat betreft de *strafbaarstelling van synthetische drugproductie*, in de eerste plaats het artikel 2bis van de drugwet, gekoppeld aan het K.B. van 22 januari 1998 inzake psychotrope stoffen. In artikel 40bis van dit K.B. wordt een onderscheid gemaakt tussen 'de misdrijven van invoer, vervaardiging, vervoer, aanschaf en bezit van psychotrope stoffen' (1^{ste} categorie); 'de misdrijven van de eerste categorie die gepaard gaan met de verzwarende omstandigheden bedoeld in artikel 2bis van de wet van 24 februari 1921' (2^{de} categorie); en 'de inbreuken op de voornoemde wet van 24 februari 1921, andere dan bedoeld in de categorieën 1 en 2' (3^{de} categorie).

Op grond van artikel 45 van het K.B. van 22 januari 1998 in samenhang met artikel 2bis van de drugwet is de basisstrafbaarstelling voor synthetische drugproductie een gevangenisstraf van 3 maanden tot 5 jaar en een geldboete van 1.000 tot 100.000 euro. Hierbij dient echter opgemerkt dat in dergelijke zaken er vaak meerdere personen verdacht en/of vervolgd worden zodat er al snel rekening zal gehouden worden met de verzwarende omstandigheid van deelneming aan een vereniging (cf. artikel 2bis §§ 3 en 4 drugwet). Afhankelijk van welke hoedanigheid in de vereniging men toegerekend wordt, zal de strafbaarstelling

verhogen naar een gevangenisstraf van 10 tot 15 jaar (loutere deelneming) of 15 tot 20 jaar (leidinggevend persoon). Ingeval er verzwarende omstandigheden aanwezig zijn, blijft de geldboete 1.000 tot 100.000 euro maar in dat geval is deze facultatief (niet verplicht op te leggen).

Naast de klassieke sancties van de gevangenisstraf en geldboete voorziet de drugwet ook in een specifieke bepaling betreffende de verbeurdverklaring (confiscatie). Volgens artikel 4 § 6 van de wet kan de rechter, onverminderd de toepassing van de artikelen 42 en 43 Sw., de verbeurdverklaring bevelen van de voertuigen, toestellen en instrumenten of zaken die hebben gediend of bestemd waren om de in de drugwet omschreven misdrijven (bvb. drugproductie) te plegen, of die er het voorwerp van uitmaken, zelfs al ze niet de eigendom zijn van de veroordeelde. Dit betekent bijvoorbeeld dat alle machines, instrumenten en voertuigen die gediend hebben voor de productie van de synthetische drugs in beslag kunnen genomen worden door de politie en later verbeurd kunnen verklaard worden, ongeacht wiens eigendom ze zijn.

5.2.2.2. Milieuwetgeving

In de gevallen waarin er een illegale productie van synthetische drugs wordt opgespoord en vervolgd, zal doorgaans enkel gebruik gemaakt worden van de bovenvermelde bepalingen uit de drugwetgeving. Nochtans is het in bepaalde omstandigheden ook mogelijk om de producenten strafrechtelijk te vervolgen op grond van de milieuwetgeving, meer bepaald wanneer er vermoedens zijn dat de daders zich tevens schuldig gemaakt hebben aan het dumpen van restafval. De redenen waarom nauwelijks gebruik gemaakt wordt van de bepalingen uit het milieustrafrecht zijn wellicht te vinden in het feit dat de parketmagistraten die bevoegd zijn voor de drugshandhaving in een bepaald gerechtelijk arrondissement weinig tot geen kennis hebben van de milieuwetgeving of omdat er geen voldoende bewijzen gevonden zijn om deze bijkomende tenlastelegging te ondersteunen.

In die gevallen waar er toch overtuigend kan aangetoond worden dat bepaalde producenten van synthetische drugs verantwoordelijk zijn voor het dumpen van restafval, dan voorziet de toepasselijke milieuwetgeving doorgaans in afzonderlijke strafsancties.

Zo bepaalt het Vlaamse Decreet van 5 april 1995 houdende de algemene bepalingen inzake leefmilieu (B.S. 3 juni 1995): "Wie opzettelijk, in strijd met de wettelijke voorschriften of in strijd met een vergunning, rechtstreeks of onrechtstreeks, stoffen, micro-organismen, geluid en andere trillingen of stralingen in of op water, bodem of atmosfeer inbrengt of verspreidt, wordt gestraft met een gevangenisstraf van een maand tot vijf jaar en met een geldboete van 100 euro tot 500.000 euro of met een van die straffen." (art. 16.6.2 § 1)

Hetzelfde artikel voorziet ook in de volgende strafbaarstelling:

"Wie opzettelijk, in strijd met de wettelijke voorschriften of in strijd met een vergunning, afvalstoffen achterlaat, beheert of overbrengt, wordt gestraft met een gevangenisstraf van een maand tot vijf jaar en met een geldboete van 100 euro tot 500.000 euro of met een van die straffen." (art. 16.6.3 § 1).

Gelijkaardige strafbaarstellingen kunnen gevonden worden in de milieureglementering van het Waals Gewest of het Brussels Hoofdstedelijk Gewest, maar de toepasselijke straffen kunnen hierbij wel grondig verschillen en zijn doorgaans lager dan de straffen voor drugproductie in de drugwet.

Wanneer producenten van synthetische drugs vervolgd zouden worden zowel op grond van de drugwetgeving als op grond van de milieuwetgeving (voor het lozen van het restafval), dan dient er op gewezen te worden dat meestal slechts één straf zal opgelegd worden. Het zal dan immers vrijwel steeds een collectief misdrijf betreffen (waarbij verschillende feiten gepleegd worden die de opeenvolgende en voortgezette uitvoering zijn van eenzelfde misdadig opzet) in welk geval volgens artikel 65 Sw. slechts de zwaarste straf (bepaald voor die verschillende feiten) opgelegd wordt.

5.3. Opsporing en vervolging na een positieve chemische analyse

Inleiding

Het huidig deel vormt de kern van de juridische analyse. Het is voor de politieambtenaren op het terrein namelijk van essentieel belang om te weten welk nut of welke meerwaarde de (toekomstige) chemische analysemethode kan hebben voor de opsporing van synthetische drugproductie waarmee zij belast zijn. Om hierop te kunnen antwoorden moeten diverse aspecten onderzocht worden. In welke fase van het onderzoek en onder welke voorwaarden kan een chemische analyse uitgevoerd worden? Wie is daartoe bevoegd? Welke procedure moet gevolgd worden? Wat zijn de mogelijkheden nadien? Om een praktisch en tegelijk helder antwoord op al deze vragen te kunnen bieden, moet teruggegrepen worden naar de *finaliteit* van het onderzoek. In wezen gaat het immers om de opsporing en strafrechtelijke vervolging van personen betrokken bij synthetische drugproductie. Binnen dit duidelijk afgeïjnd kader moet dan telkens gezocht worden naar de meeste efficiënte en realistische oplossing, waarbij er vanzelfsprekend steeds rekening gehouden moet worden met de relevante en dwingende contouren van het straf(proces)recht waardoor elke politieambtenaar gebonden is.

Opstarten van een strafonderzoek in het licht van de chemische analysemethode

5.3.2.1. Gebruik van de analysemethode op initiatief van de politiediensten

De algemene opsporingsbevoegdheid van de politiediensten

Om te beoordelen welke invloed een potentieel bewijselement op het verloop van een strafonderzoek kan hebben, moet een onderscheid gemaakt worden naargelang het onderzoek in kwestie al dan niet reeds opgestart werd. In het kader van het huidig onderzoek is vooral (wellicht zelfs uitsluitend) de hypothese van belang waarbij nog geen officieel

opsporings- of gerechtelijk onderzoek aangevat werd onder leiding van de Procureur des Konings respectievelijk de onderzoeksrechter. Dit aangezien het onderzoek vertrekt vanuit de veronderstelling dat een positieve chemische analyse aan de basis zou kunnen liggen van het opsporen van een synthetische drugproductie, waarbij de ontwikkelde methode de onderzoekers dus op weg zou helpen bij de detectie van een illegaal laboratorium. Het lijkt immers aannemelijk dat wanneer andere relevante informatie omtrent een illegale productieplaats beschikbaar is (die voldoende concreet is om te spreken van een redelijk vermoeden van een misdrijf), een strafonderzoek zal kunnen opgestart worden – reactief dan wel proactief - zonder dat nog nood is aan de analysemethode (die dan geen mogelijke meerwaarde lijkt te bieden).

Wanneer we uitgaan van de hypothese dat de ontwikkelde chemische analysemethode aan de basis zou liggen van een strafrechtelijk onderzoek, rijst in de eerste plaats de vraag op of en onder welke voorwaarden de politiediensten een dergelijke analyse kunnen laten uitvoeren, nadat een monster werd genomen bij een bepaald waterzuiveringstation (hetzij een andere plek waar een bruikbaar analysestaal kan genomen worden). Hiervoor moet gekeken worden naar de algemeen toepasselijke regels inzake het optreden van de politie in het kader van een strafrechtelijk onderzoek. Het vertrekpunt is de algemene bevoegdheid (*ratione materiae*) van politieambtenaren voor de uitoefening van opdrachten van gerechtelijke (en bestuurlijke) politie.¹ Het feit dat in tal van bijzondere (straf)wetten bepaalde agenten van openbare besturen in het bijzonder worden aangewezen voor de vaststelling en opsporing van misdrijven (omschreven in de wet in kwestie) doet aan deze algemene opsporingsbevoegdheid geen afbreuk. Hierbij is het wel van belang om na te gaan of de politieambtenaar in kwestie de hoedanigheid heeft van officier dan wel van agent van gerechtelijke politie. Uit artikel 9 van het wetboek van strafvordering (hierna Sv.) is namelijk af te leiden dat enkel de officieren van gerechtelijke politie autonoom een opsporings- en vaststellingsbevoegdheid hebben, en dat de agenten van gerechtelijke politie enkel bijstand verlenen aan de officieren.²

Kennisgeving aan de procureur des Konings

De algemene opsporingsbevoegdheid die toekomt aan de politiediensten betekent natuurlijk niet dat een politiedienst zomaar op eigen initiatief een onderzoek kan opstarten bvb. nadat een monster genomen werd hetgeen leidde tot een positieve analyse. Elk opsporingsonderzoek wordt gevoerd onder de leiding en het gezag van de bevoegde procureur des Konings, die daarvoor de verantwoordelijkheid draagt.³ Het is slechts binnen dit kader dat de officieren en agenten van gerechtelijke politie handelingen van gerechtelijke politie kunnen verrichten. Dat de autonomie van de politie hierbij beperkt is blijkt duidelijk uit de wet. De politieambtenaren dienen immers in beginsel dadelijk de bevoegde gerechtelijke overheid in te lichten over de informatie en inlichtingen in hun bezit en over elke ondernomen opsporing.⁴ Deze verplichting wordt echter geacht noch substantieel te zijn, noch is zij op straffe van nietigheid voorgeschreven. Wanneer officieren of agenten van gerechtelijke

¹ Art. 117, lid 2 van de wet van 7 december 1998 tot organisatie van een geïntegreerde politiedienst, gestructureerd op twee niveau's, B.S. 5 januari 1999 (hierna WGP).

² R. VERSTRAETEN, *Handboek Strafvordering*, 4^{de} editie, p. 245, nr. 451.

³ Art. 28bis § 1, lid 3 Sv.

⁴ Art. 28ter § 2 en 28ter § 4, 2^{de} lid Sv.

politie kennis krijgen van een misdaad of van een wanbedrijf dat onder hun opsporingsbevoegdheid valt, mogen zij hun opsporingen aanvatten en verderzetten zonder voorafgaand en onmiddellijk de procureur des Konings te hebben ingelicht.⁵ Wel zal de politie de procureur moeten inlichten binnen de termijn en op de wijze die deze bij richtlijnen vaststelt, zonder dat dit een voorafgaand contact impliceert.⁶ De (beperkte) autonomie die de wet aan de politie toelaat heeft dus enkel betrekking op het feit dat niet noodzakelijk bij elke opsporingsdaad voorafgaandelijk of dadelijk contact moet genomen worden met de bevoegde procureur.

Een redelijk vermoeden van synthetische drugproductie

Het voorgaande impliceert dat de politie binnen diens algemene opsporingsbevoegdheid zou kunnen beslissen tot het laten uitvoeren van een chemische analyse van een op eigen initiatief genomen monster. Het betekent echter niet dat de politie dit zomaar, als het ware 'uit het niets', zou kunnen doen. De algemene opsporingsbevoegdheid neemt pas een aanvang van zodra de politie kennis krijgt van een bepaalde misdaad of een bepaald wanbedrijf. Minstens moet er een redelijk vermoeden van een dergelijk misdrijf bestaan, zoniet is elk autonoom speurwerk uitgesloten.⁷ De mogelijkheden tot autonoom optreden (die vervat zitten in artikel 28bis § 1, 2^{de} lid Sv.) staan namelijk volledig los van de mogelijkheden die de proactieve recherche biedt.⁸

Dit leidt vanzelf tot de vraag hoe de politie tot dit redelijk vermoeden kan komen, aangezien dit per definitie gebaseerd zal zijn op reeds aanwezige kennis. Hoe ver mag de politie dus gaan om dit redelijk vermoeden vorm te geven? In welke mate mag de politie op eigen houtje opsporingen verrichten nog voor er zelfs maar van een proactieve recherche sprake is? Tijdens de discussie die hieromtrent gevoerd werd naar aanleiding van de totstandkoming van de wettelijke regeling inzake proactieve recherche, werd hierop een klaar en duidelijk antwoord gegeven: *elk voorafgaand (actief) opsporingswerk door de politiediensten is uit den boze*. Hierdoor zou immers de wettelijke regeling inzake proactieve recherche en de daaraan verbonden controle door de procureur des Konings omzeild kunnen worden.⁹ Niettemin is het duidelijk dat een zekere vorm van vooronderzoek voorafgaand aan het ontstaan van een redelijk vermoeden onvermijdelijk is. Een dergelijk 'pre-proactief' onderzoek of 'voorstudie' is dus toegelaten zolang er geen actief opsporingswerk aan te pas komt.

Wanneer dit vertaald wordt naar de context van de huidige studie, leidt dit tot een aantal belangrijke conclusies. Wanneer de politie de intentie heeft om een analyse te laten uitvoeren van een aan een bepaald waterzuiveringstation afgenomen monster teneinde eventuele sporen van synthetische drugproductie te traceren, dan is er nog geen sprake van

⁵ Cass. 6 juli 1999, A.C. 1999, nr. 412.

⁶ Cass. 27 juli 1999, A.C. 1999, nr. 421.

⁷ B. VANGEEBERGEN en D. VAN DAELE, "De uitholling van de proactieve recherche", *N.C.* 2008, p. 331.

⁸ Zie hierover ook D. VAN DAELE, "Partners in de strafrechtsbedeling: het "autonoom" optreden van de politiediensten onder verantwoordelijkheid van het openbaar ministerie", *Vigiles* 1998, afl. 3, (5), 5-14.

⁹ B. VANGEEBERGEN en D. VAN DAELE, *l.c.*, p. 332.

een redelijk vermoeden van een welbepaald misdrijf. Het gaat dan slechts om verkennend spoorwerk. Vanuit het vrijwel onbekende tracht men na te gaan of er in bepaalde regio sporen zijn van drugproductie. Vooraleer een dergelijke actieve opsporingshandeling verricht wordt (in het kader van de algemene opsporingsbevoegdheid) dienen er dus minstens redelijke en voldoende concrete elementen aanwezig te zijn dat in die regio dergelijke productie plaatsvindt.

De politie zal dit redelijk vermoeden van synthetische drugproductie dus gestalte moeten geven aan de hand van een voorstudie. De wetgeving noch rechtspraak bevatten duidelijke criteria omtrent wat er al dan niet mogelijk is in het kader van een dergelijke voorstudie. In de rechtsleer wordt de grens getrokken op het ogenblik dat de politie zelf een actieve rol in het opsporingswerk opneemt. Zolang dit niet gebeurt moet het mogelijk zijn om informatie waarover de opsporingsdiensten reeds beschikken en die gepuurd kan worden uit eerdere dossiers, strategische analyses, eigen ervaringen, enz. te gebruiken. Eveneens lijkt het aanvaardbaar het vermoeden uit te werken op basis van informatie die de opsporingsdiensten bereikt via mededelingen van administratieve of inspectiediensten, klachten of aangiften van burgers of berichten van 'bevriende' diensten zoals (buitenlandse) opsporings- of inlichtingendiensten. Er zijn dus diverse kanalen via dewelke de politiediensten tot de constructie van hun redelijk vermoeden omtrent de aanwezigheid van synthetische drugproductie in een bepaalde regio kunnen komen. Er zou in dit verband overigens kunnen nagedacht worden over een samenwerkingsprotocol tussen de parketten en de verantwoordelijken van de waterzuiveringstations waarbij op geregelde basis monsters van het oppervlaktewater ter beschikking gesteld zouden worden van het gerecht met het oog op het systematisch laten uitvoeren van chemische analyses in erkende laboratoria.

Conclusie

Samengevat kan dus gesteld worden dat, indien op basis van reeds beschikbare informatie de politie tot een redelijk vermoeden komt dat er in een bepaalde regio synthetische drugproductie actief is, een monsterneming door de politiediensten wettig verantwoord is. Op grond van hetgeen hoger beschreven werd kan in een dergelijk geval de voorafgaandelijke mededeling aan de procureur desgevallend uitgesteld worden, hoewel het aanbevolen wordt om deze kennisgeving zo snel mogelijk te doen. De eerste vraag die dus rijst in het kader van het aanvatten van een onderzoek via een chemische analyse van het oppervlaktewater is dus niet of een positieve analyse een voldoende redelijk vermoeden kan opleveren om proactieve recherche op te starten, maar wel in welke situaties er voldoende aanwijzingen zijn (op grond van een voorstudie) om redelijkerwijs te vermoeden dat in een bepaalde regio laboratoria voor synthetische drugs actief zijn. In die gevallen kan de politie (bij voorkeur een officier van gerechtelijke politie op grond van diens autonome opsporingsbevoegdheid krachtens art. 9 Sv.) op eigen initiatief verder informatie inwinnen (al dan niet na voorafgaandelijke verwittiging van de procureur) door het laten uitvoeren van de chemische analyse na monsterneming. De eventuele positieve analyse zal dan bijdragen tot een versterking van het redelijk vermoeden van het misdrijf van synthetische drugproductie in de betrokken streek, hetgeen dan de start kan opleveren van een daadwerkelijk strafrechtelijk onderzoek.

5.3.2.2. Gebruik van de analysemethode op initiatief van de politiediensten

Eenmaal het redelijk vermoeden van synthetische drugproductie gestalte gekregen heeft door een positieve analyse, gekoppeld aan andere beschikbare informatie (die reeds aanwezig was zonder dat daarvoor actief opsporingswerk vereist was), stelt zich de vraag hoe de verdere opsporing van het misdrijf vorm dient te krijgen. In wezen komt dit neer op de vraag welk soort onderzoek opgestart moet of kan worden. Er zijn in dit opzicht (in theorie) twee mogelijke pistes: het proactief of het reactief onderzoek.

Afbakening van proactieve recherche

De proactieve recherche wordt omschreven als het opsporen, verzamelen, registreren en verwerken van gegevens en inlichtingen op grond van een redelijk vermoeden van te plegen of reeds gepleegde maar nog niet aan het licht gebrachte strafbare feiten.¹⁰ Het wordt uitdrukkelijk bepaald dat de proactieve recherche een gerechtelijke finaliteit heeft, zijnde het vervolgen van daders van misdrijven. Hierbij wordt gepreciseerd dat het moet gaan om feiten die gepleegd worden of zouden worden in het kader van een criminele organisatie enerzijds of die misdaden of wanbedrijven uit de zogenaamde taplijst van artikel 90ter Sv. uitmaken of zouden uitmaken anderzijds.

Voor de afbakening van de proactieve recherche ten aanzien van de reactieve recherche werd dus gekozen voor het zogenaamde *kenniscriterium*, waarbij het tijdstip waarop de politie kennis krijgt van het feit doorslaggevend is.¹¹ Uit de rechtspraak van het Hof van Cassatie valt af te leiden dat de graad van precisie of de vaagheid van de informatie waarover de politie beschikt, bepalend wordt voor het onderscheid tussen proactief en reactief onderzoek. Het wordt aangenomen dat wanneer informatie over nog te plegen (of gepleegd maar nog niet aan het licht gebrachte) feiten dusdanig concreet is dat die feiten een in de tijd en ruimte bepaalbaar misdrijf gaan vormen, er geen sprake meer is van gegevensverwerking in het kader van proactief onderzoek maar wel van de verplichting tot het opstellen van een proces-verbaal overeenkomstig artikel 40 van de wet van 5 augustus 1992 op het politieambt, het vatten van de daders en het verzamelen van bewijzen. In dit opzicht worden die opsporingen geacht geen proactieve recherche te vormen.¹² Door dit criterium wordt de beoordelingsbevoegdheid dus volledig in handen gelegd van de hoven en rechtbanken, die de graad van concreetheid van de informatie zullen moeten beoordelen.¹³

¹⁰ Art. 28bis § 2 Sv.

¹¹ B. VANGEEBERGEN en D. VAN DAELE, *l.c.*, 330.

¹² Cass. 4 juni 2002, *Vigiles* 2002, 177, met noot.

¹³ R. VERSTRAETEN, *o.c.*, p. 258, nr. 479.

Mogelijke problemen en bezwaren bij toepassing van proactieve recherche

Toegepast op de context van het huidig onderzoek, wordt al snel duidelijk dat het voorhanden zijn van een positieve analyse na monsterneming te weinig concreet is om te kunnen spreken van een in de tijd en ruimte bepaalbaar misdrijf. De analyse wijst namelijk op sporen van synthetische drugproductie in een bepaalde regio, zonder dat dit gepaard gaat met bijkomende informatie omtrent tijdstip en plaats van de productie. Dergelijke informatie is alleszins te weinig precies om een reactief onderzoek te wettigen.

De vraag stelt zich bovendien of een positieve analyse (eventueel gepaard gaande met andere reeds aanwezige informatie vergaard in de fase van de voorstudie) wel als voldoende zal beschouwd worden door de bevoegde procureur om een proactief onderzoek op te starten (de voorafgaande, schriftelijke toestemming van hetzij de procureur des Konings, hetzij de arbeidsauditeur of de federale procureur in het kader van hun respectieve bevoegdheid is vereist). Heeft de bevoegde magistraat aan de hand van de positieve analyse wel voldoende garantie dat de drugproductie opgespoord kan worden aan de hand van proactief speurwerk? Wat als het afval gedumpt is op een plek ver weg van het labo? Wat als het afval gedumpt is na opdoeken van het labo en van eigenlijke productie geen sprake meer is? Het lijkt onontbeerlijk om de magistraat in kwestie voldoende in te lichten over (en mogelijk te overtuigen van) de bruikbaarheid van een dergelijke analysemethode. Hoe lang blijven de sporen in het oppervlaktewater? Met hoeveel zekerheid kan vanaf een bepaalde concentratie gesproken worden van een effectieve productie (en niet louter gebruik) van synthetische drugs? Kan er aangewezen worden hoever het labo zich van de plek van de monsterneming vermoedelijk bevindt?

De vraag onder welke voorwaarden de procureurs in de praktijk tot een proactieve recherche zullen besluiten na een positieve analyse hangt dus mogelijk voor een groot stuk af van de wijze waarop de resultaten van die analyse effectief bruikbaar zijn voor een opsporing van het illegale labo. Voorafgaand overleg tussen politiediensten en parketten lijkt hier aangewezen. De beslissing tot het opstarten van een proactieve recherche, die vaak gepaard gaat met de investering van aanzienlijke middelen zoals bijzondere opsporingstechnieken, zal wellicht niet genomen worden zonder dat de bevoegde procureur overtuigd is van de bruikbaarheid daarvan als sturingselement in het onderzoek.

Tot slot moet er op gewezen worden dat de proactieve recherche slechts kan bevolen worden voor een limitatieve lijst van misdrijven, enerzijds feiten gepleegd in het kader van een criminele organisatie¹⁴ en anderzijds de feiten vermeld in de (telefoon)taplijst.¹⁵ Voor synthetische drugproductie houdt dit in dat er aanwijzingen moeten zijn dat er een criminele organisatie of minstens een strafbare vereniging¹⁶ bij de productie moet betrokken zijn. Gelet op de ruime invulling door de rechtspraak van het begrip strafbare vereniging zal dit criterium vermoedelijk geen obstakel vormen. Hierbij moet de vraag gesteld worden of er in een geval van synthetische drugproductie niet automatisch een redelijk vermoeden rijst dat minstens

¹⁴ Zie art. 324bis e.v. Sw.

¹⁵ Art. 90ter §§2,3 en 4.

¹⁶ Art. 90ter §2, 14° verwijst naar artikel 2bis §3,b of §4, b van de drugwet (de verzwarende omstandigheid van deelname aan of leiderschap van een vereniging).

twee personen hierbij samenwerken? Het volstaat dat men er bij het opstarten van de proactieve recherche redelijkerwijze kan van uitgaan dat de strafbare feiten die het voorwerp van het onderzoek uitmaken aan deze voorwaarde voldoen. Wanneer in de loop van het onderzoek zou blijken dat de strafbare feiten die aan het licht komen niet voldoen aan de wettelijke criteria (hoewel dat in het geval van synthetische drugproductie weinig waarschijnlijk is), is dat op zich onvoldoende reden om de geldigheid van de proactieve recherche in vraag te stellen.¹⁷

5.3.3. Verder verloop van het onderzoek

In de hypothese dat een proactief onderzoek opgestart wordt ingevolge (onder meer) een detectie van sporen van synthetische drugsproductie in het oppervlaktewater van een bepaalde regio, hoe zal het onderzoek dan verder verlopen? Het spreekt voor zich dat in eerste instantie de bruikbaarheid van de analyseresultaten moet gemaximaliseerd worden. In de mate dat een eerste analyse gedaan werd op basis van een monster genomen aan een bepaald waterzuiveringstation en dat verdere analyses mogelijk zijn om de locatie van de illegale productiesite nog nauwkeuriger te bepalen (bvb. in een rivier of beek in de nabijheid van het waterzuiveringstation), moeten deze mogelijkheden alleszins benut worden. Het succes van het verdere opsporingswerk zal immers in grote mate afhangen van de mate van precisering die de resultaten van de analyse kunnen verschaffen.

De meest logische volgende stap binnen het kader van een proactief onderzoek is het aanwenden van bijzondere opsporingstechnieken zoals observatie, infiltratie en het gebruik van informanten. De wettelijke regeling inzake proactieve recherche bepaalt uitdrukkelijk dat de regeling inzake een proactief onderzoek geen afbreuk doet aan de voorwaarden die verbonden zijn aan de naleving van de specifieke wettelijke bepalingen die de bijzondere opsporingsmethoden en andere methoden regelen. Het staat dus buiten twijfel dat deze bijzondere opsporingsmethoden ook aangewend kunnen worden in een proactief onderzoek. Het gebruik van deze technieken moet de politiediensten toelaten om (zo subtiel mogelijk) de exacte locatie van de drugsproductie te bepalen.

De proactieve recherche is door de wetgever duidelijk beschouwd als een fase die aan de reactieve recherche voorafgaat. Het eindpunt van de proactieve recherche moet dus gesitueerd worden op het ogenblik dat het eigenlijke misdrijf aan het licht komt, in dit geval dus wanneer er voldoende precieze aanwijzingen zijn dat op een duidelijk situeerbare plek een illegale productie van synthetische drugs plaatsvindt. Op dat ogenblik zal de proactieve recherche beëindigd worden en zal een reactief (klassiek) onderzoek gestart worden. Dit onderzoek zal in de regel de vorm aannemen van een opsporingsonderzoek onder leiding van de procureur des Konings. In sommige gevallen schrijft de wet voor dat verplicht een gerechtelijk onderzoek moet opgestart worden, bvb. wanneer bepaalde onderzoeksdaeden bevolen worden waarvoor alleen de onderzoeksrechter bevoegd is (bvb. de klassieke huiszoeking, het verlenen van volledige anonimiteit aan een getuige, een bevel tot aanhouding, een telefoontap). Eenmaal het onderzoek afgerond, zal het dossier via de

¹⁷ Wel zal het op dat moment mogelijk wel noodzakelijk zijn om de proactieve recherche te beëindigen, tenminste in de mate het niet langer te verwachten valt dat er andere strafbare feiten – die wel aan de vereiste graad van ernst voldoen – aan het licht zullen komen (B. VANGEEBERGEN en D. VAN DAELE, *l.c.*, 333).

gebruikelijke wijze (rechtstreekse dagvaarding na een opsporingsonderzoek of doorverwijzing via de onderzoeksgerechten na een gerechtelijk onderzoek) doorgezonden worden naar de vonnisgerechten.

Bruikbaarheid van de (positieve) analyse als bewijselement

5.4.1. Inleiding

Naast de vraag in welke mate en onder welke voorwaarden een positieve analyse van oppervlaktewater kan aangewend worden om een strafrechtelijk onderzoek op te starten of mee richting te geven, dient ook de vraag beantwoord wat de uiteindelijke waarde zal zijn van deze analysemethode in de eigenlijke strafzaak. De chemische analysemethode is in wezen een bewijselement zoals een ander, met dat verschil dat het duidelijk wetenschappelijk gefundeerd is. In die zin kan het gebruik van de analysemethode enigszins vergeleken worden met het gebruik van bepaalde (wetenschappelijke gestoelde) expertises in strafzaken (bvb. een ballistisch expert). Het wezenlijke verschil echter met het gebruik van een door een magistraat bevolen expertise in de loop van een strafonderzoek is dat de chemische analysemethode hoofdzakelijk (of uitsluitend) dient om in de pre-onderzoeksfase de politiediensten te sturen in de richting van een mogelijke productieplaats voor synthetische drugs.

Deze specifieke finaliteit heeft als gevolg dat de eigenlijke bewijswaarde in de latere procedure voor de vonnisgerechten zo goed als 'verwaarloosbaar' is. Net zoals het 'openbaar gerucht', 'informatie die de politie bereikt heeft' of een (anonieme) 'tip' betreffende een bepaald misdrijf lijkt de chemische analysemethode aanvaardbaar als voldoende basis om een onderzoek op te starten maar zal het op zichzelf als bewijselement niet (wezenlijk) bijdragen tot een eventuele latere veroordeling. Het is deze specifieke (beperkte) finaliteit die cruciaal is bij de beoordeling welke regels nageleefd moeten worden bij het uitvoeren van de analyse door de politiediensten, in de eerste plaats wat betreft de monsterneming.

5.4.2. Regels betreffende de monsterneming door politiediensten

5.4.2.1. Algemeen

Inzake de monsterneming en de regels die daarop van toepassing zijn moet een essentieel onderscheid gemaakt worden tussen monsterneming in het kader van de milieuwetgeving en monsterneming buiten dat kader. De monsterneming als bewijsmiddel is in de milieuwetgeving zeer nadrukkelijk aanwezig. Het betreft een uiterst technische regeling, waarvan de beschrijving op zich al voldoende stof oplevert voor een afzonderlijk rapport. Zo verschilt de procedure van monsterneming naar gelang het type (milieu)wetgeving, waarbij twee modellen kunnen onderscheiden worden.¹⁸

¹⁸ Zie B. BRONDERS, "Over de monsterneming in het milieurecht: demystificatie van een bijzondere wijze van bewijsvoering?", *R.W.* 1990-91, 1321-1332.

De monsterneming die behoort tot het eerste wetgevingsmodel (waaronder de wet van 26 maart 1971 op de bescherming van de oppervlaktewateren tegen verontreiniging¹⁹ en de wet van 26 maart 1971 op de bescherming van het grondwater²⁰) bestaat uit een dubbele staalneming, waarbij de stalen binnen de bepaalde termijn worden verstuurd naar een laboratorium belast met de officiële analyse. De mogelijkheid tot tegenanalyse in een daartoe erkend laboratorium wordt geboden en is verbonden met de monsterneming zelf. In het tweede model, zijnde de monsterneming in de afvalstoffenwetgeving is daarentegen een drievoudige staalneming vereist. De controle-analyse is hier gekoppeld aan de vaststelling van een overtreding door de controleambtenaar op basis van het analyseverslag. Enkel bij betwisting van het analyseverslag door de houder van het afval mag op zijn kosten een tegenonderzoek door een erkend laboratorium van het aan hem overhandigd exemplaar van het monster worden verricht. Het tweede model sluit duidelijk beter aan bij een strafrechtelijke afhandeling aangezien deze wetgeving impliciet voorziet in een mogelijk 'onafhankelijk' analyseonderzoek in opdracht van de gerechtelijke diensten.²¹

5.4.2.2. Verplichting tot naleven van de milieurechtelijke procedure inzake monsterneming?

De kernvraag die hier aan bod dient te komen is of de politiediensten die in de hoger beschreven omstandigheden besluiten tot een monsterneming en bijhorende analyse, gebonden zijn door de regels inzake monsterneming voorzien in de diverse milieureglementeringen. Hierop kan eenduidig ontkennend geantwoord worden. De politiediensten zijn niet gebonden aan de procedure van monsterneming beschreven in de milieuwetgeving maar verzamelen de bewijzen van misdrijven volgens het wetboek van strafvordering.²² Aangezien de finaliteit in het kader van het huidig onderzoek de strafrechtelijke opsporing en vervolging is van illegale drugproductie, dient voor de verantwoording en toelichting van deze bevinding aangeknoopt te worden bij de regels inzake de bewijsvoering in strafzaken.

Het Belgisch strafprocesrecht wordt gekenmerkt door het beginsel van de vrije bewijsvoering. Dit houdt in dat, behalve in de gevallen waarin de wet op beperkende wijze een bijzonder bewijsmiddel voorschrijft, het bewijs of het tegenbewijs in verband met een strafbaar feit mag worden geleverd via alle bewijsmiddelen.²³ Aangezien het wetboek van strafvordering geen bijzondere regels voorziet voor de monsterneming ter opsporing van strafbare feiten, zijn de politiediensten vrij om van deze methode gebruik te maken. Dit betekent dat de monsters genomen door een persoon die noch controleambtenaar (in het kader van de milieuwetgeving) noch officier van gerechtelijke politie is (bvb. een agent van gerechtelijke politie), als bewijs kan gelden mits het op een zodanige wijze is genomen dat het een wetenschappelijk verantwoorde analyse niet uitsluit. De rechter die in het strafproces

¹⁹ B.S. 1 mei 1971.

²⁰ B.S. 1 mei 1971.

²¹ Voor een volledig overzicht van de toepasselijke procedures inzake monsterneming in het milieurecht zie B. BRONDERS, *l.c.*, 1321-1332.

²² Vgl. F. GEYSELS en A. WAUTERS, *Politiële milieuhandhaving*, Maklu, 1999, p. 294.

²³ Bvb. Cass. 26 maart 1991, A.C. 1990-91, nr. 400.

met een dergelijk bewijsmiddel geconfronteerd wordt, zal de regelmatigheid hiervan onderzoeken en de bewijswaarde op onaantastbare wijze beoordelen.²⁴

De betrokken politieambtenaren (officieren van gerechtelijke politie of andere) moeten de procedure voor monsterneming zoals voorgeschreven in de milieuwetgeving dus niet volgen, maar handelen op grond van hun algemene opsporingsbevoegdheid zoals voorzien in het wetboek van strafvordering, gekoppeld aan de drugswetgeving (aangezien het gaat om de opsporing van illegale drugproductie). In dat geval zal aan hun optreden wel geen vermoeden van regelmatigheid gekoppeld zijn zoals dat bvb. voorzien is in het kader van het Waals Oppervlaktewaterdecreet²⁵.

5.4.3. Verenigbaarheid met het recht op tegenspraak

De afwezigheid van een verplichting voor de politiediensten om bijzondere wettelijke voorschriften in acht te nemen bij de monsterneming en navolgende chemische analyse, gekoppeld aan het feit dat de analyse vermoedelijk in de 'pre-proactieve' fase van het onderzoek zal uitgevoerd worden (waarbij de latere verdachte op geen enkele wijze betrokken is aangezien deze nog niet geïdentificeerd is) doet de vraag rijzen naar de verenigbaarheid met de rechten van verdediging, meer bepaald het beginsel van de tegenspraak zoals gewaarborgd door artikel 6 van het Europees verdrag tot bescherming van de rechten van de mens en fundamentele vrijheden (EVRM).

Het recht op tegenspraak houdt in essentie in dat elke partij de mogelijkheid moet hebben om alle gegevens waarop de rechter zich kan baseren om een beslissing te nemen tegen te spreken, en van daaruit om bijkomende onderzoeksmaatregelen te verzoeken. Vertaald naar het huidig onderzoek levert dit de vraag op of een verdachte die geconfronteerd wordt met een positieve analyse, die geleid heeft tot de opsporing van het druglabo waarin hij actief was, en die hij niet meer kan beïnvloeden en enkel nog op de terechtzitting kan reageren op de bevindingen, in zijn rechten van verdediging geschaad wordt. Uit de relevante rechtspraak van het Europees Hof voor de Rechten van de Mens (EHRM) kan afgeleid worden dat soms een beperkte mate van tegenspraak volstaat. Dit zal steeds afhankelijk zijn van een totale beoordeling van de concrete zaak. Wanneer de expertise het belangrijkste onderdeel van het bewijs vormt, leidt de onmogelijkheid of een sterke beperking van de tegenspraak doorgaans tot een oneerlijk proces.²⁶ Wanneer daarentegen de beperking van het recht op tegenspraak samengaat met de nodige evenwichtsherstellende maatregelen, is het vaste rechtspraak van het EHRM dat de beperking dan niet noodzakelijkerwijze leidt tot een oneerlijk proces. De belangrijkste herstellende maatregel volgens het EHRM is zonder meer het feit dat het bewijs in kwestie enkel als steunbewijs kan worden aangenomen (zie bvb. de rechtspraak in verband met anonieme getuigenverklaringen).

²⁴ B. BRONDERS, *l.c.*, 1328.

²⁵ Decreet Waals Gewest van 7 oktober 1985 inzake de bescherming van het oppervlaktewater tegen vervuiling, B.S. 7 oktober 1985.

²⁶ Zie bvb. Corr. Antwerpen 30 juni 1999, T. Strafr. 2001, 38-39.

Indien we deze principes toepassen op het gebruik van positieve chemische analysemethoden die dienen om een (proactief) onderzoek op te starten en die afkomstig zijn van monsterneming door de politiediensten zonder inachtneming van bijzondere procedurevoorschriften, dan moet besloten worden dat het latere gebruik hiervan in de strafzaak niet noodzakelijk tot een schending van het eerlijk proces zal leiden wegens een gebrekkige tegenspraak. De hoofdreden hiervoor is opnieuw te vinden in de beperkte finaliteit van deze monsterneming. Het betreft hier zelfs geen steunbewijs, maar louter een methode om een onderzoek richting te geven om nadien via proactieve (en latere reactieve) onderzoeksmethoden tot detectie van drugsproductie te komen. *A fortiori* met de bovengenoemde rechtspraak van het EHRM zal de afwezigheid van tegenspraak dan ook niet leiden tot de schending van het eerlijk proces. Het belang dat in de eigenlijke onderzoeksfase en de latere fase ten gronde gehecht zal worden aan de resultaten van de analyse als bewijsmiddel op zich is immers verwaarloosbaar (vgl. met een anonieme tip die gebruikt wordt om een onderzoek te starten of te oriënteren). Het gebruik van monsters van oppervlaktewater en de bijhorende analyseresultaten moet duidelijk onderscheiden worden van het gebruik van monsters in zaken waar de monsterneming (en de bewijswaarde daarvan) cruciaal is, bvb. de vervolging van bedrijf op grond van de milieuwetgeving voor het lozen van afvalstoffen in een rivier.

Los van het bovenstaande is het toch aan te bevelen te voorzien in de mogelijkheid van een latere tweede analyse van het betrokken staal op vraag van de verdediging en dus te voorzien in meerdere stalen. De verdediging zou namelijk wel eens in vraag kunnen stellen of de (beweerde) positieve analyse niet slechts als dekmantel gebruikt werd om een onderzoek op te starten dat in realiteit het gevolg was van het verkrijgen van bepaalde informatie omtrent de productieplaats die om welke reden dan ook niet in het dossier kon opgenomen worden (bvb. omdat de informatie op onrechtmatige wijze verkregen werd). Dit betekent echter niet dat een positieve analyse van een bepaald monster noodzakelijkerwijze moet gelinkt kunnen worden (voor zover dit wetenschappelijk al mogelijk zou zijn) aan de specifieke productieplaats die na proactief dan wel reactief onderzoek ontdekt werd. Het is bijvoorbeeld goed mogelijk dat een proactief onderzoek dat opgestart werd na een positieve analyse heel wat informatie opleverde betreffende mogelijke productieplaatsen maar dat slechts één van die plaatsen effectief ontdekt werd, zonder dat vast staat dat het geanalyseerde monster betrekking had op afvalstoffen afkomstig van dat specifiek labo. Zolang aanvankelijk voldaan was aan de voorwaarden om proactief onderzoek op te starten, lijkt dit niet tot latere procedurele moeilijkheden aanleiding te kunnen geven.

5.4.4. Onregelmatigheid bij de monsterneming en navolgende analyse

Telkens wanneer door de politiediensten gebruik gemaakt wordt van een nieuwe onderzoeksmethode, moet rekening gehouden worden met het feit dat er mogelijke kritiek en bezwaren geuit zullen worden, in het bijzonder door de verdediging van latere verdachten of beklaagden in het kader van de strafzaak. De beperkte finaliteit van de analysemethode en de relatieve waarde als eigenlijk bewijsmiddel van de illegale drugproductie, nemen niet weg dat de verdediging bepaalde onregelmatigheden die mogelijk begaan werden in het kader van de monsterneming en de navolgende analyse, zal trachten aan te wenden om de resultaten van de analyse en mogelijk de daaropvolgende onderzoekshandelingen uit het dossier te laten weren als onrechtmatig bewijselement. Voor de beoordeling van de risico's hiervan, moet rekening gehouden worden met de huidige leer inzake de bewijsuitsluiting in strafzaken.

Sinds een aantal jaren leidt de onrechtmatige verkrijging van een bewijselement niet noodzakelijk (automatisch) meer tot de uitsluiting van dat element (de zogenaamde Antigoon-doctrine van het Hof van Cassatie).²⁷ Volgens de huidige rechtspraak in dit verband moet de rechter een onrechtmatig verkregen bewijselement slechts in drie gevallen buiten beschouwing laten bij het vormen van zijn overtuiging, namelijk (1) wanneer de naleving van bepaalde vormwaarden voorgeschreven wordt op straffe van nietigheid, (2) wanneer de begane onrechtmatigheid de betrouwbaarheid van het bewijs heeft aangetast, en (3) wanneer het gebruik van het bewijs in strijd is met het recht op een eerlijk proces.

De toepassing van deze principes op het gebruik van een chemische analysemethode voor de detectie van sporen van synthetische drugproductie in het oppervlaktewater heeft vooral betrekking op vragen inzake de *betrouwbaarheid* van het monster en de daaropvolgende analyse. Zoals hoger gesteld zijn de politiediensten immers niet gebonden door (op straffe van nietigheid voorgeschreven) wettelijke vormvoorwaarden bij het nemen van het monster en het (laten) uitvoeren van de analyse. Mogelijke (beweerde) schendingen van het eerlijk proces moeten in dit verband vooral gezien worden in het licht van de beperkte tegenspraak, waarover hoger reeds besloten werd dat, op grond van de relevante Europese- en cassatierechtspraak, de afwezigheid van tegenspraak ten aanzien van de analyseresultaten niet (noodzakelijk) zal leiden tot de schending van het eerlijk proces.

Teneinde discussies inzake de betrouwbaarheid van de analyse zo veel mogelijk te beperken of op te vangen, lijkt het vooreerst aan te bevelen een minimum aan procedureregels in acht te nemen. Zo zou kunnen gebruik gemaakt worden van een gestandaardiseerde procedure waarbij (1) alle verrichtingen die bij de monsterneming plaatshebben in een proces-verbaal of verslag van monsterneming vermeld worden en (2) de analyse van het monster steeds gebeurt in een erkend laboratorium. Wanneer de verdediging toch de onrechtmatigheid van de analyse als bewijselement zou inroepen, dan dient een dubbel debat gevoerd te worden.

Vooreerst zal de rechter moeten beoordelen of er effectief sprake is van onrechtmatige bewijsgaring, bijvoorbeeld door het niet naleven van een procedureregule of voorschrift dat niet op straffe van nietigheid voorgeschreven is. Indien de rechter tot een onrechtmatigheid besluit, zal hij in tweede instantie moeten nagaan of de betrouwbaarheid van het bewijs door deze onrechtmatigheid aangetast werd. Dit zal een feitelijke beoordeling zijn, rekening houdende met alle omstandigheden van de zaak, waarin de rechter volledig soeverein is. De rechter zal dus geval per geval onderzoeken.

Beslist de rechter tot uitsluiting van de analysemethode als onrechtmatig bewijselement, dan stelt zich de vraag wat het gevolg hiervan is voor de latere onderzoeksverrichtingen die gesteund zijn op de positieve analyse (bvb. het gebruik van bijzondere opsporingsmethoden in het kader van proactieve recherche die geleid hebben tot de lokalisatie van het drugslabo). Indien de uitsluiting gebeurt omdat de begane onrechtmatigheid de betrouwbaarheid van het bewijs heeft aangetast – zonder dat er een nietigheidssanctie is voorzien of het gebruik strijdig zou zijn met het recht op een eerlijk proces – is het lot van deze vruchten van deze onrechtmatigheid niet zo duidelijk. Het kan immers voorkomen dat de betrouwbaarheid van de vruchten van het uitgesloten onrechtmatig bewijs niet is aangetast.²⁸ Indien bijvoorbeeld

²⁷ Zie bvb. Cass. 14 oktober 2003, *T. Strafr.* 2004, 129, noot P. Traest.

²⁸ R. VERSTRAETEN, *o.c.*, p. 871, nr. 1823.

de verdachte na ontmanteling van het labo bekend heeft (onder meer) na confrontatie met de gegevens van de positieve analyse van het oppervlaktewater afkomstig van een rivier in de nabijheid van het labo, dan lijkt er geen aanleiding te bestaan tot de uitsluiting van deze bekentenis.

5.5. Conclusies en aanbevelingen

- Het voornaamste aanknopingspunt voor de strafbaarstelling van drugproductie is te vinden in de basiswetgeving inzake drugs. Voor wat betreft de *strafbaarstelling van synthetische drugproductie* geldt in de eerste plaats het artikel 2bis van de drugwet, gekoppeld aan het K.B. van 22 januari 1998 inzake psychotrope stoffen. In die gevallen waar er kan aangetoond worden dat producenten van synthetische drugs eveneens verantwoordelijk zijn voor het dumpen van restafval, dan voorziet de toepasselijke (gewestelijke) milieuwetgeving in afzonderlijke strafsancities.
- Monsterneming op initiatief van de politiediensten lijkt wettig verantwoord indien op basis van reeds beschikbare informatie de politie tot een redelijk vermoeden komt dat er in een bepaalde regio synthetische drugproductie actief is. De voorafgaandelijke mededeling aan de procureur kan dan desgevallend uitgesteld worden, hoewel het aanbevolen wordt om deze kennisgeving zo snel mogelijk te doen.

De vraag die in de praktijk zal rijzen in het kader van het starten van een onderzoek via een chemische analyse van het oppervlaktewater is niet of een positieve analyse een voldoende redelijk vermoeden kan opleveren om proactieve recherche op te starten, maar wel in welke situaties er voldoende aanwijzingen zijn (op grond van een voorstudie) om redelijkerwijs te vermoeden dat in een bepaalde regio laboratoria voor synthetische drugs actief zijn.

Teneinde het redelijk vermoeden van synthetische drugproductie gestalte te geven is elk voorafgaand (actief) opsporingswerk door de politiediensten niet verantwoord. Het 'pre-proactief' onderzoek of de 'voorstudie' moeten uitgevoerd worden buiten elke vorm van actief opsporingswerk.

- Het voorhanden zijn van een positieve analyse na monsterneming is te weinig concreet om te kunnen spreken van een in de tijd en ruimte bepaalbaar misdrijf, zodat een (klassieke) reactieve recherche uitgesloten lijkt. De vraag stelt zich bovendien of een positieve analyse (eventueel gepaard gaande met andere reeds aanwezige informatie vergaard in de fase van de voorstudie) wel als voldoende zal beschouwd worden om een proactief onderzoek op te starten

De vraag onder welke voorwaarden de procureurs in de praktijk tot een proactieve recherche zullen besluiten na een positieve analyse hangt mogelijk voor een groot stuk af van de wijze waarop de resultaten van die analyse effectief bruikbaar zijn voor een opsporing van het illegale labo. Voorafgaand overleg hierover tussen politiediensten en parketten is aan te bevelen.

- Het succes van het verdere opsporingswerk zal in grote mate afhangen van de mate van precisering die de resultaten van de analyse kunnen verschaffen. Toekomstig onderzoek

dient aandacht te besteden aan de maximalisering van de bruikbaarheid van de analyseresultaten voor de gerechtelijke diensten.

- De bewijswaarde van de analyseresultaten in het kader van de latere strafzaak ten gronde is minimaal. Een positieve analyse van oppervlaktewater heeft enkel tot doel een onderzoek (via proactieve recherche) op te starten, zonder dat dit een wezenlijk element zal vormen in de bewijsvoering achteraf.
- De politiediensten zijn niet gebonden door de procedure van monsterneming beschreven in de milieuwetgeving maar verzamelen de bewijzen van misdrijven volgens het wetboek van strafvordering. Aangezien het wetboek van strafvordering geen bijzondere regels voorziet voor de monsterneming ter opsporing van strafbare feiten, zijn de politiediensten vrij om al dan niet van deze methode gebruik te maken en in de wijze waarop zij dit doen.
- Het latere gebruik van de analyseresultaten in de strafzaak zal bijna zeker niet leiden tot een schending van het eerlijk proces wegens gebrekkige tegenspraak. De hoofdreden hiervoor is te vinden in de beperkte finaliteit van de analysemethode. Niettemin is het aan te bevelen de mogelijkheid te voorzien van een latere tweede analyse van het betrokken staal op vraag van de verdediging en dus te voorzien in meerdere stalen.
- Teneinde discussies inzake de betrouwbaarheid van de analyse zo veel mogelijk te beperken of op te vangen, wordt het aanbevolen een minimum aan procedureregels in acht te nemen. Zo zou kunnen gebruik gemaakt worden van een gestandaardiseerde procedure waarbij (1) alle verrichtingen die bij de monsterneming plaatshebben in een proces-verbaal of verslag van monsterneming vermeld worden en (2) de analyse van het monster steeds gebeurt in een erkend laboratorium. Indien de rechter toch tot uitsluiting van de analyse als bewijsmiddel zou besluiten omwille van de onbetrouwbaarheid ervan, dan heeft dit niet noodzakelijk tot gevolg dat de vruchten van deze onrechtmatigheid (bvb. de aangewende bijzondere opsporingstechnieken of een latere bekentenis) eveneens als onrechtmatig bewijselement zouden geweerd worden.

6. Conclusions

L'objectif principal du projet GEOAMP est d'explorer la possibilité de mettre en évidence en temps réel l'existence de laboratoires clandestins de production de drogues en recherchant les déchets de synthèse dans les eaux usées.

En effet, la production d'un kilo d'amphétamine entraîne la formation d'en moyenne 30 litres de déchets et un kilo d'ecstasy en moyenne de 10 litres. On peut donc supposer que plusieurs tonnes de déchets sont produites par un seul laboratoire clandestin et pourraient se retrouver dans les réseaux d'égouttage, bien que d'autres voies d'élimination de ces déchets existent. Dans un premier temps, une identification des marqueurs spécifiques de synthèse d'amphétamine et d'ecstasy a été réalisée sur des déchets provenant de laboratoires clandestins et ont confirmé ce que la littérature nous avait appris : les précurseurs et/ ou déchets sont PMC, BMC, N-Formyl 3,4 méthylènedioxyamphétamine, N-Acetyl-3,4-méthylènedioxyamphétamine, N-acétylamphétamine et Pipéronal. Ces différentes substances ont été testées en conditions aérobie et anaérobie, et il résulte de ces travaux que ces produits ne sont pas dégradés en milieu aquatique et peuvent donc servir de marqueurs.

Les méthodes d'analyse nécessaires à la recherche de ces substances dans les eaux ont ensuite été validées et des comparaisons entre les performances des deux laboratoires partenaires ont été menées.

Deux campagnes de prélèvement ont été organisées dans les stations d'épuration les plus importantes du Nord et du Sud du pays et un total de 153 échantillons ont été analysés.

Si nos résultats ont permis la mise en évidence d'amphétamine et de MDMA dans les eaux, aucun résultat positif pour les déchets/ précurseurs de production d'amphétamines de synthèse n'a été observé. L'explication la plus probable est qu'il n'y a eu aucun rejet de déchets de production d'amphétamines de synthèse dans les régions testées, aux périodes testées. L'amphétamine et la MDMA retrouvées dans les eaux sont dès lors vraisemblablement le signe d'une consommation de drogues de synthèse, et non d'une production. En raisonnant de façon analogue à ce que nous avons précédemment proposé pour la cocaïne (projet COWAT), les résultats de ces analyses pourraient donc être exploités pour apprécier la consommation en amphétamine et en MDMA dans une région. C'est d'ailleurs le calcul qui a été effectué à partir des résultats obtenus pour les échantillons de Gand, et il aboutit à des chiffres qui doivent être comparés aux données policières sur le sujet.

En conclusion, pendant la durée du projet GEOAMP, nous n'avons pas pu mettre en évidence la présence de déchets/ précurseurs d'amphétamine ou de MDMA dans les eaux analysées. Cependant, nous avons décelé de l'amphétamine et de la MDMA dans 79.7 % des échantillons testés. L'absence de précurseurs (surtout PMC et BMC) signifie que les produits retrouvés ne correspondent pas à des déchets de synthèse mais sont le signe d'une consommation (avec excrétion urinaire) d'amphétamine ou de MDMA dans la région géographique drainée par la station d'épuration où les prélèvements ont été analysés.

7. Referenties

Belgian National Report on Drugs, 2005

Belgian National Report on Drugs, 2007

Belgian National Report on Drugs, 2008

Belgian National Report on Drugs, 2009

Castiglioni S., Bagnati R., Calamari D., Fanelli R., Zuccato E., A multiresidue analytical method using solid phase extraction and high-pressure liquid chromatography tandem mass spectrometry to measure pharmaceuticals of different therapeutic classes in urban wastewaters, *Journal of Chromatog. A.*, 2005, 1092 (2) 206-215.

Castiglioni S., Zuccato E., Crisci E., Chiabrandoi C., Fanelli R., Bagnati R., Identification and measurement of illicit drugs and their metabolites in urban wastewater by liquid chromatography-tandem mass spectrometry. *Anal. Bioanal. Chem.* 2008. 391: 1309-1319.

Chamarro, E., Marco, A., Esplugas, S. (2001). Use of Fenton reagent to improve organic chemical biodegradability. *Water Res.* 35:1047-1051.

Chen T.S., Chen T.C., Yeh K.J., Chao H.R., Liaw E.T., Hsieh C.Y., Chen K.C., Hsieh L.T., Yeh Y.L., High estrogen concentrations in receiving river discharge from a concentrated livestock feedlot. *Sci. Total Environ.* 2010. July 15. 408 (16): 3223-3230. Epub 2010 May 7. PubMed PMID: 20451953.

Fattorusso V., Ritter O., *Vademecum clinique du diagnostic au traitement*, édition Masson, 2006.

Ghysel- Laporte M.H., Robinot, F. Bouchet C., Mancebo M., Layec S., sengelin-Lebreton F., Dujourdy L., *Les produits stupéfiants consommés en 2008*.

Griffiths P, Mravcik V, Lopez D, Klempova D., Quite a lot of smoke but very limited fire--the use of methamphetamine in Europe. *Drug Alcohol Rev.*, 2008 May;27(3): 236-242.

Huerta-Fontela M., Galceran M.T., Marin-Alonso J., Ventura F., Occurrence of psychoactive stimulatory drugs in wastewaters in north-eastern Spain. *Science of the total environment*, 2008, 397: 31-40.

INCB (International Narcotics Control Board). Report for 2009. International Narcotics Control Board. Psychotropic substances. Statistics for 2008. Part: Four. URL: http://www.incb.org/incb/en/psychotropic-substances_report_2009.html. Juni, 2010.

Karolak S., Nefau T., Bailly E., Solgadi A., Levi Y., Estimation of illicit drugs consumption by wastewater analysis in Paris area (France). *Forensic Science International.* 2010. 200: 153-160.

Kasprzyk-Hordern B., Dinsdale R.M., Guwy A.J., The removal of pharmaceuticals, personal care products, endocrine disruptors and illicit drugs during wastewater treatment and its impact on the quality of receiving waters. *Water res.* 2009. 43: 363-380.

Kintz P., *Toxicologie et pharmacologie médico-légales* ; Elsevier, 1998, 465-541

Laure P. Richard D., Senon J. L., Pirot S., *Psychostimulants et amphétamines*, *Toxibase*, 1999, p1-16.

Mills G., Vrana B., Allan I., Alvarez D., Huckins J., Greenwood R., Trends in monitoring pharmaceuticals and personal-care products in the aquatic environment by use of passive sampling devices. *Anal. Bioanal. Chem.* 2007. 387 (4): 1153-1157.

Organisation des Nation Unies contre la Drogue et le Crime, UNODC, 2007

Organisation des Nation Unies contre la Drogue et le Crime, UNODC, 2008

Organisation des Nation Unies contre la Drogue et le Crime, UNODC, 2009

Observatoire Européen des drogues et des toxicomanies, rapport 2007

Observatoire Européen des drogues et des toxicomanies, rapport 2008

Observatoire Européen des drogues et des toxicomanies, rapport 2009

Postigo C., Lopez de Alda M.J., Barcelo D., Fully automated determination in the low nanogram per liter level of different classes of drugs of abuse in sewage water by on-line solid-phase-extraction-liquid chromatography-electrospray-tandem mass spectrometry. *Anal. Chem.* 2008. 80: 3123-1314.

Source OECD (1992). OECD guideline for testing of chemicals. Ready biodegradability. <http://lysander.sourceoecd.org/vl=831295/cl=11/nw=1/rpsv/ij/oecdjournals/1607310x/v1n3/s2/p1,geraadpleegd> op: 14/08/09.

Pythoud N., GREAT, situation de la réduction des risques en milieu festif en Europe et en Suisse, 2008.

UNODC (United Nations Office of Drugs and Crime). United Nations Office of Drugs and Crime. World drug report. 2010. Vol.1. Drug seizures. ISBN: 978-92-1-148256-0 URL: <http://www.unodc.org/documents/data-and-analysis/WDR2010/AllSeizures.pdf> Juni, 2010.

Van Nuijs A.L.N., Tarcomnicu I., Bervoets L., Blust R., Jorens P.G., Neels H., Covaci A., Analysis of drugs of abuse in wastewater by hydrophilic interaction liquid chromatography-tandem mass spectrometry, *Anal. Bioanal. Chem.*, 2009, 395: 819-828.

Wasimp, Chemical profiling of waste from clandestine synthetic drug, Belgian Science Policy Office, 2008.

Zuccato E., Castiglioni S., Illicit drugs in environment, *Philos. Transact. A Math. Phys Eng. Scie.*, 2009, 3965-3978.

Zuccato E., Chiabrando C., Castiglioni S., Bagnati R., Fanelli R., Estimating community drug abuse by wastewater analysis, *Environnement Health Perspective*, 2008, 116 (8), 1027-1032.

Zuccato E., Chiabrando C., Castiglioni S., Bagnati R., Schiarea S., et al. Cocaine in surface waters: a new evidence-based tool to monitor community drug abuse. *Environ health* 4:14. URL: <http://www.ehjournal.net/content/4/1/14>. Juni, 2010.

Appendix I: overzicht berekeningen oppervlaktewater 1ste stalname champagne, RWZI Antwerpen-Zuid

Dag	Datum	Debiet (m ³ /staal)	Conc. AMF (ng/l)	Conc. MDMA (ng/l)	AMF/dag (g/staal)	MDMA/dag (g/staal)	AMFeq (g/dag)	MDMAeq (g/dag)	g AMFeq/ dag*1000pers	g MDMAeq/ dag*1000pers	AMFeq (mg/ dag*1000pers)	MDMAeq (mg/ dag*1000pers)
Dinsdag	15/09/2009	62632	405.3	11.6	25.38	0.73	83.76	1.09	0.571	0.007	570.7	7.43
Woensdag	16/09/2009	50884	388.5	16.1	19.77	0.82	65.24	1.23	0.445	0.008	444.5	8.35
Donderdag	17/09/2009	57740	306.2	14.2	17.68	0.82	58.34	1.23	0.398	0.008	397.6	8.35
Vrijdag	18/09/2009	53336	348.7	11.6	18.60	0.62	61.37	0.93	0.418	0.006	418.1	6.32
Zaterdag	19/09/2009	51784	355.7	14.4	18.42	0.75	60.78	1.12	0.414	0.008	414.1	7.62
Zondag	20/09/2009	50280	430.9	22.2	21.67	1.11	71.50	1.67	0.487	0.011	487.2	11.38
Maandag	21/09/2009	52096	353.4	16.2	18.41	0.84	60.75	1.26	0.414	0.009	413.9	8.60
Dinsdag	22/09/2009	52700	361.9	17.6	19.07	0.92	62.93	1.39	0.429	0.009	428.8	9.45
Woensdag	23/09/2009	50940	384.3	14.5	19.58	0.74	64.60	1.10	0.440	0.008	440.2	7.52
Donderdag	24/09/2009	57736	376.0	10.7	21.71	0.62	71.64	0.93	0.488	0.006	488.1	6.31
Maandag	28/09/2009	49328	404.5	36.2	19.95	1.79	65.84	2.68	0.449	0.018	448.6	18.25
Woensdag	30/09/2009	49108	344.1	17.7	16.90	0.87	55.76	1.30	0.380	0.009	380.0	8.86
Donderdag	1/10/2009	51752	167.9	12.4	8.69	0.64	28.67	0.96	0.195	0.007	195.4	6.56
Zondag	4/10/2009	51040	263.1	40.6	13.43	2.07	44.31	3.11	0.302	0.021	301.9	21.18
Maandag	5/10/2009	122004	112.2	15.8	13.68	1.92	45.15	2.88	0.308	0.020	307.7	19.64
Dinsdag	6/10/2009	111488	55.2	7.9	6.15	0.88	20.29	1.32	0.138	0.009	138.3	9.00
Woensdag	7/10/2009	112276	108.0	6.6	12.13	0.74	40.02	1.10	0.273	0.008	272.7	7.52
Donderdag	8/10/2009	175424	3.2	2.8	0.55	0.49	1.82	0.74	0.012	0.005	12.4	5.02
Dinsdag	13/10/2009	53984	256.5	18.8	13.84	1.01	45.69	1.52	0.311	0.010	311.3	10.37
Woensdag	14/10/2009	54296	532.3	13.3	28.90	0.72	95.37	1.08	0.650	0.007	649.8	7.35

Appendix II: overzicht berekeningen oppervlaktewater 1ste staalname champagne, RWZI Hasselt

Dag	Datum	Debiet (m ³ /staal)	Conc. AMF (ng/l)	Conc. MDMA (ng/l)	AMF/dag (g/staal)	MDMA/dag (g/staal)	AMFeq (g/dag)	MDMAeq (g/dag)	g AMFeq/dag*1000pers	g MDMAeq/dag*1000pers	AMFeq (mg/dag*1000pers)	MDMAeq (mg/dag*1000pers)
Dinsdag	15/09/2009	32968	349.9	6.8	11.53	0.22	38.06	0.33	0.580	0.005	580.4	5.09
Woensdag	16/09/2009	17576	844.8	13.2	14.85	0.23	49.00	0.35	0.747	0.005	747.2	5.29
Donderdag	17/09/2009	16456	847.1	12.0	13.94	0.20	46.00	0.30	0.701	0.005	701.4	4.52
Vrijdag	18/09/2009	15832	985.0	11.3	15.59	0.18	51.46	0.27	0.785	0.004	784.7	4.07
Zaterdag	19/09/2009	15736	884.7	14.1	13.92	0.22	45.94	0.33	0.701	0.005	700.6	5.08
Zondag	20/09/2009	14824	1176.2	21.7	17.44	0.32	57.54	0.48	0.877	0.007	877.4	7.36
Dinsdag	22/09/2009	15296	1069.4	13.3	16.36	0.20	53.98	0.30	0.823	0.005	823.1	4.64
Woensdag	23/09/2009	16416	1299.5	27.0	21.33	0.44	70.40	0.66	1.073	0.010	1073.5	10.14
Donderdag	24/09/2009	24736	754.6	8.2	18.67	0.20	61.60	0.30	0.939	0.005	939.3	4.64
Vrijdag	25/09/2009	16120	857.7	10.6	13.83	0.17	45.63	0.26	0.696	0.004	695.8	3.91
Zondag	27/09/2009	14992	1045.8	42.1	15.68	0.63	51.74	0.95	0.789	0.014	789.0	14.44
Maandag	28/09/2009	15936	1097.4	9.4	17.49	0.15	57.71	0.22	0.880	0.003	880.0	3.43
Dinsdag	29/09/2009	16544	711.3	18.6	11.77	0.31	38.83	0.46	0.592	0.007	592.1	7.02
Woensdag	30/09/2009	16648	1020.6	12.4	16.99	0.21	56.07	0.31	0.855	0.005	855.0	4.70
Donderdag	1/10/2009	17032	881.5	10.3	15.01	0.17	49.54	0.26	0.755	0.004	755.5	3.99
Zaterdag	3/10/2009	16848	794.3	11.5	13.38	0.19	44.16	0.29	0.673	0.004	673.4	4.41
Zondag	4/10/2009	23744	726.5	11.5	17.25	0.27	56.93	0.41	0.868	0.006	868.1	6.22
Maandag	5/10/2009	33208	716.9	20.0	23.81	0.66	78.56	1.00	1.198	0.015	1198.0	15.19
Dinsdag	6/10/2009	61192	213.4	5.1	13.06	0.31	43.09	0.46	0.657	0.007	657.1	7.07

Dag	Datum	Debiet (m ³ /staal)	Conc. AMF (ng/l)	Conc. MDMA (ng/l)	AMF/dag (g/staal)	MDMA/dag (g/staal)	AMFeq (g/dag)	MDMAeq (g/dag)	g AMFeq/dag*1000pers	g MDMAeq/dag*1000pers	AMFeq (mg/dag*1000pers)	MDMAeq (mg/dag*1000pers)
Donderdag	8/10/2009	76320	108.6	1.9	8.29	0.14	27.35	0.21	0.417	0.003	417.1	3.23
Maandag	12/10/2009	39584	322.5	8.7	12.76	0.34	42.12	0.51	0.642	0.008	642.3	7.83
Dinsdag	13/10/2009	23168	546.5	13.2	12.66	0.31	41.78	0.46	0.637	0.007	637.1	7.00

Appendix III: overzicht berekeningen oppervlaktewater 2de staalname champagne, RWZI Antwerpen-Zuid

Dag	Datum	Debiet (m ³ /staal)	Conc. AMF (ng/l)	Conc. MDMA (ng/l)	AMF/dag (g/staal)	MDMA/dag (g/staal)	AMFeq (g/dag)	MDMAeq (g/dag)	g AMFeq/ dag*1000pers	g MDMAeq/ dag*1000pers	AMFeq (mg/ dag*1000pers)	MDMAeq (mg/ dag*1000pers)	Opmerking
Maandag	12/04/2010	56984	413.4	42.5	23.55	2.42	77.73	3.63	0.530	0.025	529.6	24.75	Paasvakantie
Dinsdag	13/04/2010	56016	408.7	33.3	22.89	1.87	75.55	2.80	0.515	0.019	514.8	19.07	Paasvakantie
Woensdag	14/04/2010	54656	366.2	52.1	20.01	2.85	66.04	4.27	0.450	0.029	450.0	29.11	Paasvakantie
Donderdag	15/04/2010	53112	499.2	22.1	26.51	1.17	87.49	1.76	0.596	0.012	596.1	11.97	Paasvakantie
Vrijdag	16/04/2010	52496	376.8	26.3	19.78	1.38	65.28	2.07	0.445	0.014	444.8	14.08	Paasvakantie
Zaterdag	17/04/2010	52272	414.8	46.5	21.68	2.43	71.54	3.64	0.487	0.025	487.5	24.82	Paasvakantie
Zondag	18/04/2010	51696	427.2	73.1	22.08	3.78	72.88	5.66	0.497	0.039	496.6	38.60	Paasvakantie
Maandag	19/04/2010	51560	410.0	46.8	21.14	2.41	69.76	3.62	0.475	0.025	475.3	24.64	
Dinsdag	20/04/2010	50912	419.7	48.5	21.37	2.47	70.51	3.70	0.480	0.025	480.5	25.21	
Woensdag	21/04/2010	51288	431.9	37.7	22.15	1.93	73.09	2.90	0.498	0.020	498.0	19.76	
Donderdag	22/04/2010	51680	597.0	30.8	30.85	1.59	101.81	2.38	0.694	0.016	693.8	16.24	
Vrijdag	23/04/2010	51560	482.3	21.7	24.86	1.12	82.05	1.68	0.559	0.011	559.1	11.44	
Zaterdag	24/04/2010	51008	449.4	40.5	22.92	2.07	75.64	3.10	0.515	0.021	515.4	21.11	
Maandag	26/04/2010	50288	423.7	31.0	21.31	1.56	70.31	2.34	0.479	0.016	479.1	15.93	
Dinsdag	27/04/2010	50136	452.7	29.7	22.70	1.49	74.90	2.23	0.510	0.015	510.4	15.22	
Woensdag	28/04/2010 a	50488	401.2	33.9	20.25	1.71	66.84	2.56	0.455	0.017	455.4	17.47	
Woensdag	28/04/2010 b	50488	447.3	33.8	22.58	1.70	74.52	2.56	0.508	0.017	507.8	17.42	

Donderdag	29/04/2010	50928	424.1	31.7	21.60	1.61	71.28	2.42	0.486	0.017	485.7	16.50
Vrijdag	30/04/2010	76600	464.9	26.3	35.61	2.01	117.52	3.02	0.801	0.021	800.8	20.55
Zaterdag	1/05/2010	62072	432.7	46.4	26.86	2.88	88.62	4.32	0.604	0.029	603.9	29.41
Zondag	2/05/2010	131008	256.8	36.7	33.64	4.81	111.00	7.21	0.756	0.049	756.4	49.14
Maandag	3/05/2010	77336	348.4	40.5	26.94	3.13	88.90	4.70	0.606	0.032	605.8	32.01
Dinsdag	4/05/2010	55704	252.0	28.4	14.04	1.58	46.32	2.37	0.316	0.016	315.6	16.17
Woensdag	5/05/2010	50456	366.1	41.8	18.47	2.11	60.96	3.16	0.415	0.022	415.4	21.53
Donderdag	6/05/2010	50552	474.7	36.6	23.99	1.85	79.18	2.78	0.540	0.019	539.5	18.91
Vrijdag	7/05/2010	50472	376.3	25.2	18.99	1.27	62.68	1.91	0.427	0.013	427.1	13.00
Zondag	9/05/2010	48280	462.6	68.3	22.33	3.30	73.70	4.94	0.502	0.034	502.2	33.68
Maandag	10/05/2010	48984	387.5	29.6	18.98	1.45	62.64	2.17	0.427	0.015	426.8	14.79
Dinsdag	11/05/2010	84520	359.7	30.4	30.40	2.57	100.33	3.85	0.684	0.026	683.6	26.22
Woensdag	12/05/2010	118456	70.4	11.6	8.33	1.37	27.50	2.06	0.187	0.014	187.4	14.04
Donderdag	13/05/2010	53144	349.8	33.4	18.59	1.77	61.34	2.66	0.418	0.018	418.0	18.12
Vrijdag	14/05/2010	41576	432.2	36.4	17.97	1.51	59.29	2.27	0.404	0.015	404.0	15.45
Zaterdag	15/05/2010	47712	403.6	38.2	19.26	1.82	63.55	2.73	0.433	0.019	433.0	18.63
Zondag	16/05/2010	48480	539.6	83.7	26.16	4.06	86.32	6.09	0.588	0.041	588.2	41.47
Maandag	17/05/2010	62528	423.1	57.4	26.45	3.59	87.29	5.38	0.595	0.037	594.8	36.65
Dinsdag	18/05/2010	41816	444.0	38.2	18.57	1.60	61.27	2.40	0.417	0.016	417.5	16.33
Woensdag	19/05/2010	48232	381.0	28.6	18.37	1.38	60.63	2.07	0.413	0.014	413.2	14.07
Donderdag	20/05/2010	45216	422.8	21.5	19.12	0.97	63.08	1.46	0.430	0.010	429.8	9.94
Vrijdag	21/05/2010	40760	391.5	36.1	15.96	1.47	52.65	2.20	0.359	0.015	358.8	15.02

Appendix IV: overzicht berekeningen oppervlaktewater 2de staalname champagne, RWZI Hasselt

Dag	Datum	Debiet (m ³ /staal)	Conc. AMF (ng/l)	Conc. MDMA (ng/l)	AMF/dag (g/staal)	MDMA/dag (g/staal)	AMFeq (g/dag)	MDMAeq (g/dag)	g AMFeq/ dag*1000pers	g MDMAeq/ dag*1000pers	AMFeq(mg/ dag*1000pers)	MDMAeq (mg/ dag*1000pers)	Opmerking
Dinsdag	13/04/2010	32976	471.7	20.9	15.55	0.69	51.33	1.03	0.783	0.016	782.7	15.76	Paasvakantie
Woensdag	14/04/2010	32664	335.0	21.1	10.94	0.69	36.10	1.03	0.551	0.016	550.6	15.76	Paasvakantie
Donderdag	15/04/2010	30480	462.4	12.7	14.09	0.39	46.51	0.58	0.709	0.009	709.2	8.82	Paasvakantie
Zondag	18/04/2010	29144	450.0	43.5	13.11	1.27	43.28	1.90	0.660	0.029	660.0	29.00	Paasvakantie
Maandag	19/04/2010	27664	540.3	25.5	14.95	0.70	49.32	1.06	0.752	0.016	752.1	16.10	
Dinsdag	20/04/2010	28768	552.2	16.0	15.88	0.46	52.42	0.69	0.799	0.010	799.3	10.50	
Woensdag	21/04/2010	28000	553.0	15.4	15.48	0.43	51.10	0.64	0.779	0.010	779.2	9.83	
Donderdag	22/04/2010	27224	453.2	11.8	12.34	0.32	40.71	0.48	0.621	0.007	620.8	7.35	
Woensdag	28/04/2010	25784	524.9	34.3	13.53	0.88	44.66	1.33	0.681	0.020	681.1	20.23	
Donderdag	29/04/2010	25840	514.9	18.4	13.30	0.47	43.90	0.71	0.669	0.011	669.5	10.85	
Zaterdag	1/05/2010	24568	603.3	46.8	14.82	1.15	48.91	1.72	0.746	0.026	745.8	26.27	
Zondag	2/05/2010	47496	625.0	48.0	29.69	2.28	97.96	3.42	1.494	0.052	1493.8	52.15	
Maandag	3/05/2010	40496	256.2	24.1	10.37	0.98	34.23	1.46	0.522	0.022	522.0	22.32	
Dinsdag	4/05/2010	28304	436.8	17.5	12.36	0.49	40.80	0.74	0.622	0.011	622.1	11.30	
Woensdag	5/05/2010	25688	475.8	16.5	12.22	0.42	40.33	0.63	0.615	0.010	615.0	9.67	
Donderdag	6/05/2010	26568	524.6	15.5	13.94	0.41	45.99	0.62	0.701	0.009	701.4	9.42	
Zaterdag	8/05/2010	24928	585.3	43.4	14.59	1.08	48.14	1.62	0.734	0.025	734.1	24.75	

Dag	Datum	Debiet (m ³ /staal)	Conc. AMF (ng/l)	Conc. MDMA (ng/l)	AMF/dag (g/staal)	MDMA/dag (g/staal)	AMF _{eq} (g/dag)	MDMA _{eq} (g/dag)	g AMF _{eq} / dag*1000pers	g MDMA _{eq} / dag*1000pers	AMF _{eq} (mg/ dag*1000pers)	MDMA _{eq} (mg/ dag*1000pers)	Opmerking
Maandag	10/05/2010	24072	681.6	28.3	16.41	0.68	54.14	1.02	0.826	0.016	825.7	15.55	
Dinsdag	11/05/2010	32080	513.1	24.5	16.46	0.78	54.31	1.18	0.828	0.018	828.2	17.94	
Woensdag	12/05/2010	49480	263.6	13.1	13.04	0.65	43.04	0.97	0.656	0.015	656.3	14.77	
Donderdag	13/05/2010	24832	937.6	43.3	23.28	1.08	76.83	1.61	1.172	0.025	1171.6	24.59	
Vrijdag	14/05/2010	31144	400.4	15.7	12.47	0.49	41.15	0.73	0.627	0.011	627.4	11.18	
Zaterdag	15/05/2010	23320	692.5	26.3	16.15	0.61	53.29	0.92	0.813	0.014	812.6	14.00	
Zondag	16/05/2010	17488	594.3	47.0	10.39	0.82	34.29	1.23	0.523	0.019	523.0	18.78	
Maandag	17/05/2010	22504	432.2	27.5	9.73	0.62	32.09	0.93	0.489	0.014	489.4	14.16	
Dinsdag	18/05/2010	20304	523.4	22.8	10.63	0.46	35.07	0.69	0.535	0.011	534.8	10.57	
Woensdag	19/05/2010	23744	548.1	20.7	13.01	0.49	42.94	0.74	0.655	0.011	654.8	11.22	
Zaterdag	22/05/2010	23552	661.8	46.2	15.59	1.09	51.43	1.63	0.784	0.025	784.3	24.89	
Zondag	23/05/2010	22168	689.5	43.1	15.28	0.95	50.44	1.43	0.769	0.022	769.2	21.83	
Maandag	24/05/2010	22608	694.0	25.4	15.69	0.57	51.78	0.86	0.790	0.013	789.5	13.11	
Dinsdag	25/05/2010	25904	673.0	30.2	17.43	0.78	57.53	1.17	0.877	0.018	877.3	17.89	