

CHROM 15,204

Note

Nachweis von LSD in Körperflüssigkeiten mit Hochleistungsflüssigkeitschromatographie

K HARZER

Chemisches Untersuchungsamt der Landeshauptstadt Stuttgart Staffenbergstrasse 81, 7000 Stuttgart 1 (BRD)

(Eingegangen am 13 Juli 1982)

Labors, die sich mit dem Nachweis von Suchtmitteln befassen, sind immer wieder damit konfrontiert, eine Einnahme von LSD nachweisen zu müssen. Die Schwierigkeit dieses Nachweises liegt darin, dass aufgrund der geringen Dosierung von LSD nur niedrige Spiegel im Blut, Serum oder Urin entstehen. Es können deshalb nur empfindliche Nachweismethoden verwendet werden, wie z. B. Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC) mit Fluoreszenzdetektion^{1,2} oder Radioimmunoassay^{2,3}.

Die vorliegende Arbeit beschreibt den Nachweis von LSD in Körperflüssigkeiten mit HPLC und Fluoreszenzdetektion. Um die bei forensischen Fällen notwendige Sicherheit der Befunde zu erhalten, wurde die Absicherung durchgeführt mit zwei verschiedenen Laufmitteln und mit Saulenschaltung.

EXPERIMENTELLES

Hochleistungsflüssigkeitschromatographie

Gerät Hewlett-Packard Hochleistungsflüssigkeitschromatograph 1084 B mit automatischem Probengeber HP 79842 A und Spektralfluorimeter SFM 23 der Fa. Kontron. Anregung bei 325 nm, Emission bei 430 nm.

„Reversed-Phase“-Chromatographie, Säule Merck Hibar Fertigstahlsäule EC 250-4 mit C₈ Reversed-Phase Material LiChrosorb (7 µm), Fluss 1.5 ml/min, Ofentemperatur 60°C, Laufmittel A: Methanol-Wasser mit 3 g KH₂PO₄/l, eingestellt mit H₃PO₄ auf pH 3 (50:50), Laufmittel B: Methanol-Wasser mit 1% (NH₄)₂CO₃ (60:40).

Saulenschaltung Laufmittel A, Säule 1: C₈ Reversed-Phase wie beschrieben, Säule 2: Merck Hibar Fertigstahlsäule EC 125-4 mit Kieselgel Merck LiChrosorb Si 60 (5 µm), Zeitprogramm: Zunächst Säule 1, nach 3,2 min Umschaltung auf Säule 2.

Probenmaterial

Es handelte sich um Blut und Urin von Personen, bei denen der Verdacht bestand, dass LSD eingenommen worden war. Wenn es möglich war, wurde aus dem Blut Serum gewonnen, ansonsten wurde das Blut direkt eingesetzt.

Blut, Serum oder Urin (1–3 ml) wurden mit Boratpuffer pH 9,5 (5 g Na₂B₄O₇ · 10 H₂O auf 1 l) auf 20 ml aufgefüllt und auf eine Extraktionssäule EX-

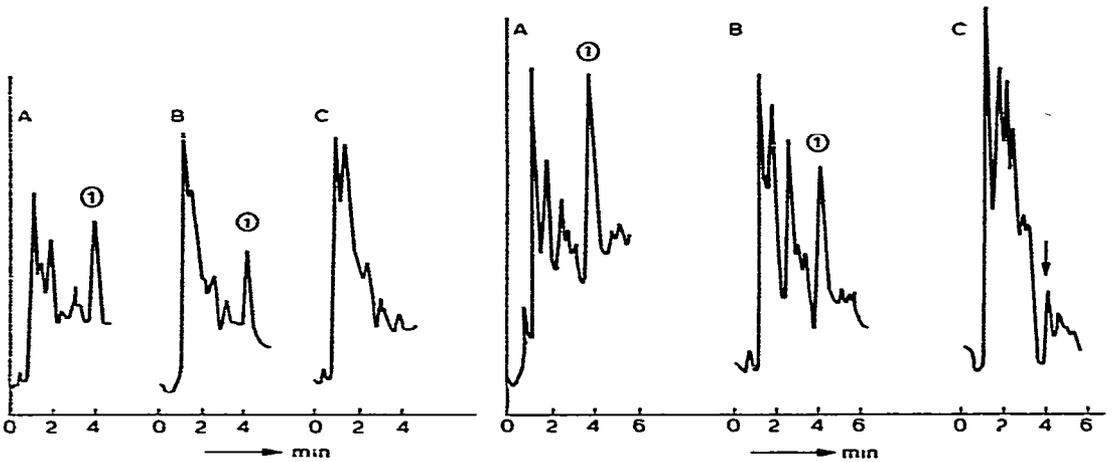


Fig. 1. Chromatogramme von (A) Serum mit Zusatz von 2 ng/ml LSD (1), (B) positive Serumprobe mit 1.4 ng/ml LSD (1), und (C) negative Serumprobe Säule, C_8 Reversed-Phase; Laufmittel, B

Fig. 2. Chromatogramme von Serumproben wie in Fig. 1 Säule, C_8 Reversed-Phase; Laufmittel A 1 = LSD. C vorgetäushtes LSD (Pfeil).

trelet® gegeben⁴. Die Säule wurde mit Dichlormethan-Isopropanol (85:15) eluiert, die organische Phase eingedampft und der Rückstand mit 200 μ l Methanol aufgenommen. Von dieser Lösung wurden 10 μ l eingespritzt.

Die quantitativen Bestimmungen im Blut oder Serum wurde über externe Standardisierung durchgeführt. Hierfür wurde eine Eichlösung von 2 ng pro ml LSD in Rinderblut oder Rinderserum hergestellt, die jeweils analog aufgearbeitet wurde.

ERGEBNISSE

Die Erfassungsgrenze für LSD betrug ca. 0.5 ng/ml. Die Wiederfindungsrate war 60–70%, die Standardabweichung 6.5% ($n = 5$). Die Bestimmung war von 0.5–20 ng/ml linear.

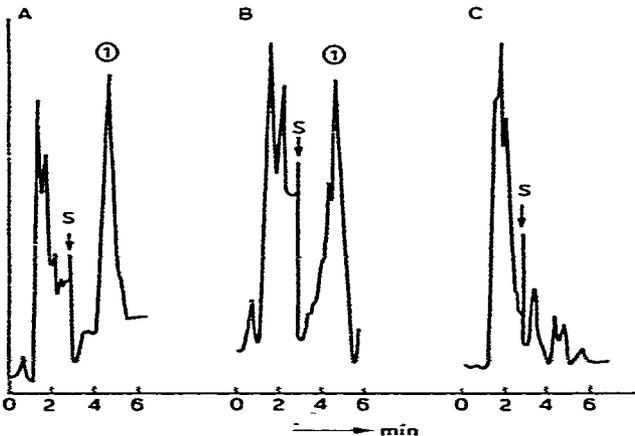


Fig. 3. Chromatogramme von Serumproben wie in Fig. 1. Säule, C_8 Reversed-Phase, nach 3.2 min Kieselsäule (S = Schaltkontakt); Laufmittel, A. 1 = LSD.

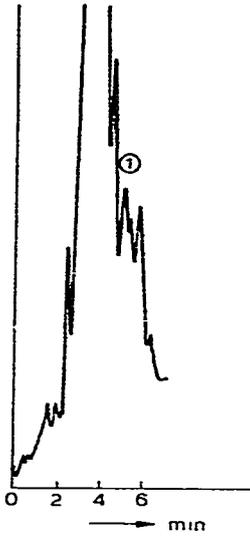


Fig 4 Chromatogramm einer Urinprobe Säule C_8 Reversed-Phase, Laufmittel A. 1 = LSD (0.5 ng/ml)

Fig. 1 zeigt eine positive und negative Serumprobe mit dem alkalischen Laufmittel B; Fig. 2 dieselben Proben mit dem sauren Laufmittel A und Fig. 3 dieselben Proben nach Säulenschaltung Fig. 4 zeigt eine positive Urinprobe mit Laufmittel A.

Die Spiegelwerte von Serumproben, die wir gefunden haben, sind in Tabelle I angegeben.

TABELLE I

LSD-SPIEGEL (ng/ml)

	Fall						
	A	B	C	D	E	F	G
Serum	5.2	1.6	15.1	1.4	1.6	7	
Urin						5	0.5

DISKUSSION

Nach Einnahme von 160 μg LSD werden nach *ca.* 1 h Serum-Spiegel von 2–8 ng/ml erreicht⁵. Die von uns gefundenen Werte liegen mit einer Ausnahme in diesem Bereich, wobei nähere Einzelheiten zu der Vorgeschichte nicht bekannt waren. Auch Twitchet *et al.*² finden Werte in diesem Bereich.

Die Absicherung des Befundes wird erreicht durch Verwendung eines sauren und eines alkalischen Laufmittels, sowie durch Verwendung zweier Säulen unterschiedlicher Polarität, eine Reversed-Phase-Säule und einer Kieselsäule, die hintereinander geschaltet sind.

Wie Fig. 2 zeigt, ist eine derartige Absicherung notwendig, da manchmal geringe Konzentrationen von LSD vertauscht werden können. Es wurde deshalb

auch als Erfassungsgrenze 0.5 ng/ml festgelegt, obwohl der Detektor noch eine Verstärkung um den Faktor 10 zuliesse.

Die Bestimmung ist ebenfalls im Urin möglich; wie Fig. 4 zeigt. Wenn möglich ziehen wir eine Bestimmung im Serum vor, da hier weniger Störungen auftreten.

Iso-LSD, Lysergsäureamid, Lysergsäure und Ergotamin, die dasselbe Fluoreszenzverhalten haben, stören die Bestimmung nicht.

DANK

Der Fa. Sandoz (Nürnberg, B.R.D./Basel, Schweiz) danken wir für die Überlassung von Reinsubstanz.

LITERATUR

- 1 J. Christie, M. W. White und J. M. Wiles, *J. Chromatogr.*, 120 (1976) 496–501
- 2 P. J. Twitchett, S. M. Fletcher, A. T. Sullivan und A. C. Moffat, *J. Chromatogr.* 150 (1978) 73–84
- 3 W. A. Ratcliffe, S. M. Fletcher, A. C. Moffat, J. G. Ratcliffe, W. A. Harland und T. E. Levitt, *Clun Chem.*, 23 (1977) 169
- 4 J. Breiter, R. Helger und H. Lang, *J. Forensic. Sci.*, 7 (1976) 131
- 5 B. Berde und H. O. Schild (Herausgeber) *Ergot Alkaloids and Related Compounds* Springer, Berlin, Heidelberg, New York, 1978, S. 755–761