



ОРГАНИЗАЦИЯ ОБЪЕДИНЕННЫХ НАЦИЙ  
*Управление по наркотикам и преступности*

# РЕКОМЕНДУЕМЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

---

## лизергида (ЛСД)

ОТДЕЛ ПО НАРКОТИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ  
Вена

Рекомендуемые методы анализа  
**лизергида (ЛСД)**

РУКОВОДСТВО  
ДЛЯ НАЦИОНАЛЬНЫХ ЛАБОРАТОРИЙ  
ЭКСПЕРТИЗЫ НАРКОТИКОВ



ОРГАНИЗАЦИЯ ОБЪЕДИНЕННЫХ НАЦИЙ  
Нью-Йорк, 2005 год

Упоминание названий фирм и коммерческих изделий не означает одобрения Организации Объединенных Наций. Настоящая публикация официально не редактировалась.

ST/NAR/17

Настоящее Руководство первоначально было опубликовано на английском языке в 1989 году. Органы, упоминаемые в его тексте, сейчас называются “Управление Организации Объединенных Наций по наркотикам и преступности” и “Секция лабораторного и научного обеспечения”.

Адреса, по которым следует обращаться в настоящее время:

Laboratory and Scientific Section  
United Nations Office on Drugs and Crime  
Vienna International Centre, VIC  
P.O. Box 500  
1400 Vienna, Austria  
Факс: (+43-1) 26060-5967  
Эл. почта: [lab@unodc.org](mailto:lab@unodc.org)

## СОДЕРЖАНИЕ

	<i>Стр.</i>
<b>Введение</b> .....	1
<b>I. Описание чистого соединения</b> .....	4
<b>II. Незаконное производство ЛСД</b> .....	5
<b>III. Внешний вид незаконных продуктов ЛСД</b> .....	7
<b>IV. Анализ материалов, содержащих ЛСД</b> .....	8
A. Отбор проб .....	8
B. Методы экстракции .....	10
C. Презумптивные анализы .....	11
1. Флуоресценция .....	11
2. Цветовая реакция .....	11
3. Анализ кристаллов .....	11
D. Тонкослойная хроматография .....	11
E. Газожидкостная хроматография .....	13
1. Метод насадочной колонны .....	13
2. Метод капиллярной колонны .....	14
F. Высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ) .....	15
1. Нормальная фаза .....	15
2. Обращенная фаза .....	15
G. Спектроскопические методы .....	17

# Введение

## История вопроса

За последние несколько лет произошло значительное увеличение числа веществ, недавно взятых под международный контроль. Вместе с тем в ряде регионов наблюдается вызывающее тревогу беспрецедентное увеличение количества изъятых наркотиков, уже находящихся под контролем. Эта новая ситуация, характеризующаяся увеличением как количества случаев изъятия, так и объема конфискованных материалов, представляет проблему не только для национальных правоохранительных органов, но и для технического и научного персонала лабораторий судебной экспертизы.

Химики-аналитики должны работать с большим числом веществ и препаратов и использовать более быстрые, точные и специфические методы идентификации и анализа. Кроме того, международный характер незаконного оборота наркотиков требует своевременного обмена данными анализов между лабораториями и правоохранительными органами как на национальном, так и на международном уровне.

На своей десятой специальной сессии в феврале 1988 года Комиссия по наркотическим средствам рассмотрела программу технической и научной помощи Отдела по наркотическим средствам, уделив особое внимание разработке лабораторных методологий. Она с удовлетворением отметила, что согласование лабораторных методов и программа по разработке рекомендованных методов экспертизы для национальных лабораторий судебной экспертизы успешно выполняются и что многие такие методы уже разработаны и опубликованы.

Подчеркнув важность проводимых Отделом по наркотическим средствам совещаний групп экспертов по различным научным и техническим аспектам контроля над наркотиками и большое практическое значение для национальных правоохранительных органов и лабораторий технических руководств, подготовленных по результатам совещаний групп экспертов, Комиссия настоятельно рекомендовала и далее проводить такие совещания и осуществлять публикации руководств для лабораторий на регулярной основе.

## Назначение Руководства

В ответ на просьбу Комиссии Отдел по наркотическим средствам при сотрудничестве и финансовой поддержке правительства Канады через Фонд Организации Объединенных Наций по борьбе со злоупотреблениями наркотическими средствами (ЮНФДАК) собрал в июне 1988 года в Оттаве, Канада, группу из одиннадцати экспертов. Настоящее Руководство, опубликованное Отделом по наркотическим средствам Организации Объединенных Наций, отражает заключения группы экспертов и разработано с целью оказания практической помощи национальным органам путем изложения рекомендуемых методов для использования в лабораториях судебной экспертизы для идентификации и анализа ЛСД. Настоящее издание также может служить практическим руководством для национальных органов при оценке имеющихся методов, используемых в их государственных и университетских лабораториях.

Настоящее Руководство является одним из изданий в серии аналогичных публикаций, посвященных идентификации и анализу различных групп наркотических средств, находящихся под международным контролем; ранее вышли руководства по анализу героина (ST/NAR/6), кокаина (ST/NAR/7), каннабиса (ST/NAR/8), амфетамина и метамфетамина (ST/NAR/9), опия/неочищенного морфина (ST/NAR/11), замещенных по циклу производных амфетамина (ST/NAR/12), метаквалона/меклокавалона (ST/NAR/15) и бензодиазепинов (ST/NAR/16).

В этих руководствах излагаются подходы, которые могут помочь судебному химику-аналитику выбрать метод, подходящий для исследуемой им пробы. Затем химик-аналитик может выбрать любой из методов, описанных в руководстве, поскольку, как предполагается, каждый метод обеспечивает надежную аналитическую информацию по образцам, к которым он был применен. Каждый метод применялся в течение несколько лет в пользующихся признанием лабораториях судебной экспертизы и описан в научной литературе. При отборе этих методов группа экспертов знала, что в мире имеется много других полезных и приемлемых методов проведения анализов и обеспечения ценной информацией судебных химиков-аналитиков и что в научной литературе по судебной экспертизе описан целый ряд других приемлемых вариантов.

### Применение Руководства

Лишь немногие методы являются безупречными, и прежде всего это можно сказать в отношении анализа наркотических средств в лабораториях судебной экспертизы, когда исследуемые материалы с большой вероятностью сильно различаются как по физической форме, так и по химическому составу. Выбор методологии и подхода к проведению анализа остается за химиком-аналитиком, работающим в условиях своей страны. Химик-аналитик непосредственно видит подозрительный материал и лучше всего может выбрать правильный подход к решению стоящей перед ним задачи. Кроме того, выбор методов будет неизбежно зависеть от наличия эталонных материалов и оборудования.

Не *все* перечисленные здесь методы нужно применять ко *всем* пробам, предположительно содержащим ЛСД. Требования могут меняться, например, в зависимости от местных тенденций в характеристиках проб, типа имеющейся аппаратуры и стандартов для доказательств, принятых в системе судебного преследования, с которыми имеет дело химик-аналитик.

Для установления идентичности любого контролируемого наркотического средства предполагается, что критериями должны являться, по крайней мере, два независимых аналитических параметра. Выбор этих параметров в каждом конкретном случае будет зависеть от вида данного наркотического средства и имеющихся у химика-аналитика лабораторных ресурсов. Например, две некоррелирующие системы ТСХ (тонкослойная хроматография) считаются двумя параметрами. В таком контексте понятие “некоррелирующие системы ТСХ” означает, что либо используемые растворители, либо покрытия пластинок являются абсолютно различными. По мере возможности следует использовать три совершенно различные аналитические методики, например цветовую реакцию, хроматографию [ТСХ, ГЖХ (газожидкостную хроматографию) или ВЭЖХ (высокоэффективную жидкостную хроматографию)] и спектроскопию [ИК (инфракрасную) или УФ (ультрафиолетовую)]. Выбор используемых параметров остается за химиком-аналитиком.

Также обращено внимание на особую важность наличия учебной литературы по наркотикам, являющимся предметом злоупотребления, и методам анализа. Кроме того, химик-аналитик должен быть в курсе последних тенденций развития методов анализа, постоянно следить за современной аналитической и научной литературой по судебной экспертизе. Для ознакомления с общим описанием методов анализа, включенных в настоящее Руководство, химик-аналитик должен обращаться к таким изданиям и предыдущим руководствам данной серии.

Не менее важным вопросом является быстрое распространение новейшей информации об изменениях в наркотических средствах, находящихся в незаконном обороте. Зачастую это следует делать еще до публикации такой информации в специализированных периодических изданиях, посвященных судебному и иному химическому анализу, поскольку эти публикации становятся доступны для судебных органов примерно через два-три года после того, как об этих изменениях становится известно. Невозможно переоценить значение публикуемых с регулярной частотой национальных докладов с последней информацией о таких изменениях в наркотических средствах, а также о предпринятых действиях и результатах анализов, полученных в отдельных лабораториях.

Отдел по наркотическим средствам с благодарностью примет замечания по содержанию и практической полезности настоящего Руководства. Комментарии и предложения следует направлять по адресу:

Division of Narcotic Drugs  
United Nations Office at Vienna  
Vienna International Centre  
P.O. Box 500  
1400 Vienna, Austria

# I. Описание чистого соединения

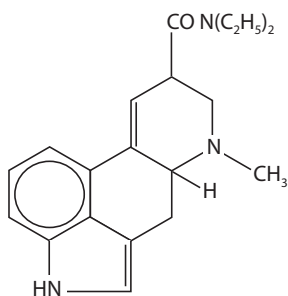
ЛСД

Диэтиламид d-лизергиновой кислоты  
N,N-диэтил-d-лизергамид  
Лизергид

Включено в Список Конвенции о психотропных веществах 1971 года

ЛСД

Список I



$C_{20}H_{25}N_3O$

Молекулярная масса = 323,4

Температура плавления = 80–85°C  
(с разложением)

Тартрат ЛСД

$(C_{20}H_{25}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6 \cdot 2CH_3OH$

Молекулярная масса = 860,9

Температура плавления = 198–200°C  
(сольватированный)  
(кристаллизованный из метанола)

*Растворимость*

Вода  
Метанол

*Основание*

очень слабо растворим  
растворим

*Тартрат*

растворим  
растворим



## II. Незаконное производство ЛСД

ЛСД является одним из наиболее сильных галлюциногенных веществ, которые известны в настоящее время. Его свойства впервые были открыты в 1930-х годах, и в течение многих лет его изредка использовали для лечения психических расстройств. В течение более чем 20 лет ЛСД не находил законного применения, и в настоящее время продукты ЛСД, встречающиеся на незаконном рынке, изготавливаются только в подпольных лабораториях.

ЛСД можно изготавливать несколькими способами, в большей части из них в качестве исходного вещества используется лизергиновая кислота. Саму лизергиновую кислоту также изготавливают в подпольных лабораториях, чаще всего используя в качестве исходного вещества эргометрин или тартрат эрготамина. Вместо него можно использовать другие алкалоиды спорыньи, хотя, видимо, они применяются нечасто. Неизвестно, какой метод синтеза чаще всего применяется в подпольных лабораториях.

### Синтез ЛСД из лизергиновой кислоты

Описано три метода получения ЛСД с использованием лизергиновой кислоты в качестве прекурсора. Первый предусматривает обработку лизергиновой кислоты гидроксидом лития с получением лизергата лития, который затем вводят в реакцию с комплексом триоксида серы-диметилформамид и с диэтиламином с получением неочищенного продукта ЛСД.

При втором методе используется реакция лизергиновой кислоты с N,N-карбонилдиимидазолом с последующей обработкой диэтиламином. Третий метод включает реакцию лизергиновой кислоты с трифторуксусным ангидридом и обработку полученных смешанных ангидридов диэтиламином.

### Синтез ЛСД из алкалоидов спорыньи

Данный метод предусматривает использование в качестве исходного вещества алкалоида спорыньи или смеси алкалоидов спорыньи. Алкалоид(ы) обрабатывают гидразингидратом с получением гидразида лизергиновой кислоты. С помощью нитрата натрия гидразид превращают в азид, который затем вводят в реакцию с диэтиламином и получают конечный продукт.

Все описанные методы синтеза ЛСД дают неочищенный продукт, который содержит большие количества изо-ЛСД и других побочных продуктов. Удаление этих примесей обычно проводят путем хроматографирования неочищенного продукта на колонке, наполненной оксидом алюминия, или путем последовательного распределения между слабыми органическими кислотами и слабыми основаниями с использованием подходящего органического растворителя. Примерами применяющихся химикатов являются винная кислота, бикарбонат натрия и метиленхлорид. Кроме того, вследствие нестабильности свободного основания ЛСД обычно получают тартрат. Это осуществляют путем осаждения данной соли из метанолового раствора свободного основания ЛСД с использованием раствора винной кис-

лоты в метаноле в качестве осаждающего реагента. Более подробное описание синтеза ЛСД приведено в ST/NAR/10 (Подпольное производство веществ, находящихся под международным контролем).

### **Синтез лизергиновой кислоты**

Наиболее часто употребляемым методом получения лизергиновой кислоты в подпольных лабораториях является превращение эргометрина или тартрата эрготамина в лизергиновую кислоту. Это осуществляют путем нагревания с обратным холодильником алкалоида спорыньи с гидроксидом калия и гидразином в спиртово/водной среде. В качестве альтернативного метода лизергиновую кислоту можно получить путем экстракции лизергамида из семян ипомеи “Утренняя слава” или малой гавайской древовидной розы и обработки очищенных экстрактов лизергамида таким же образом, как это указано для эрготамина.

Лизергиновую кислоту также можно получить ферментацией культур *Claviceps purpurea* или *Aspergillus clavatus* или путем многоэтапного процесса, начиная с метил-6-метилникотиноата.

### III. Внешний вид незаконных продуктов ЛСД

Когда в 1960-х годах ЛСД впервые появился на незаконном рынке, обычной практикой было наносить его на различные подложки, добавляя каплю раствора ЛСД во впитывающий материал. Наиболее часто употребляемыми подложками являлись кусочки сахара, промокательная или другая впитывающая бумага и фармакологически инертные порошки, которые затем использовались для наполнения желатиновых капсул. Еще одна распространенная дозировочная форма называлась “оконным стеклом” или “пирамидой” и представляла собой желатиновую матрицу, куда вводился ЛСД. Затем затвердевший желатин нарезался на небольшие квадратики. Однако самыми популярными дозировочными формами были таблетки различного размера, формы и окраски.

Содержание наркотического вещества в таблетках сильно варьировалось, составляя от 20 до 500 микрограммов ЛСД, вследствие трудности получения однородного порошка для таблетирования. Поэтому, хотя в 1970-х годах таблетки ЛСД продолжали оставаться преобладающей дозировочной формой, количество видов таблеток уменьшалось, ограничиваясь теми, что были произведены лабораториями, которые могли изготавливать более однородный продукт. В частности, преобладающей формой стала “микротаблетка”, представляющая собой круглые таблетки диаметром приблизительно 1,6 мм. Содержащаяся в них доза была стабильной и составляла приблизительно 100 микрограммов ЛСД на таблетку.

В 1980-х годах более широкое распространение получили бумажные дозировочные формы. Однако в отличие от прежних бумажных форм, предусматривавших нанесение капель ЛСД на бумагу и до сих пор еще часто встречающихся в некоторых странах, новые бумажные дозировочные формы изготавливают путем намачивания бумаги с предварительно нанесенным рисунком в растворе ЛСД, что обеспечивает получение более единообразного продукта. Обычно эти листы перфорируют на квадратики размером приблизительно  $5 \times 5$  мм, каждый из которых содержит типичную дозу, составляющую 30–50 микрограммов ЛСД. На этих листах встречаются различные изображения – от абстрактных фигур до персонажей мультфильмов. Бумажная дозировочная форма с нанесенным ЛСД все еще нередко встречается в некоторых странах.

В настоящее время подавляющее большинство дозировочных форм ЛСД, имеющих на незаконном рынке, представляют собой бумажные дозировочные единицы, небольшие таблетки, сходные с “микротаблетками”, и желатиновые формы. Эти формы обычно содержат приблизительно 50 микрограммов ЛСД. Тем не менее вследствие легкости, с которой растворы ЛСД можно наносить на различные подложки, не следует сбрасывать со счетов и другие формы.

## IV. Анализ материалов, содержащих ЛСД

Вследствие того, что ЛСД отличается чрезвычайно высокой силой действия, при анализе материалов, содержащих ЛСД, необходимо соблюдать принципы надлежащей лабораторной практики для предотвращения случайного заглывания или вдыхания ЛСД химиком-аналитиком. Осторожность следует соблюдать на всех стадиях анализа – от работы с образцом при его получении до конечного хранения материала после проведения анализа. Особые меры предосторожности также следует принимать при всех процедурах анализа.

### А. Отбор проб

Главная задача процедуры отбора проб – обеспечить осуществление правильного и достоверного химического анализа. Поскольку большинство методов – качественных и количественных, – используемых в судебных научных лабораториях для изучения наркотиков, требуют очень небольших аликвот материала, чрезвычайно важно, чтобы эти небольшие аликвоты являлись полностью репрезентативными для большого количества материала, из которого они отбираются. Отбор проб следует проводить в соответствии с принципами аналитической химии, как это описано, в частности, в национальных фармакопеях или в материалах таких организаций, как Ассоциация официальных химиков-аналитиков.

Могут возникнуть ситуации, когда по юридическим соображениям обычные правила отбора проб и гомогенизации не могут быть выполнены, например, если аналитик хочет сохранить некоторую часть вещественного доказательства в качестве визуального доказательства. С другой стороны, может оказаться необходимым проведение отдельных анализов двух образцов порошка, а не смешивать порошки и проводить один анализ получившейся смеси, поскольку каждый образец был представлен проводившим изъятие полицейским по отдельности, а правовая система, в рамках которой работает аналитик, требует получения отдельных результатов для каждого вещественного доказательства, представляемого в суде.

С целью экономии ценных ресурсов и времени судебный химик-аналитик во всех возможных случаях должен стремиться использовать утвержденную систему отбора проб и тем самым сокращать число необходимых количественных определений. Для облегчения такого подхода судебному химику-аналитику может понадобиться обсудить конкретную ситуацию как с проводившими изъятие сотрудниками, так и с юристами, с которыми он работает.

Как отмечено в разделе III, большинство вещественных доказательств с ЛСД находятся в бумажной, таблетированной или желатиновой форме. Порошки обычно не встречаются. Приведенная процедура отбора проб применима ко всем этим трем формам. Для составления плана отбора проб один лист бумаги, разделенный на меньшие дозирочные единицы, следует считать одним “контейнером”.

Как указано в разделе II, законные продукты ЛСД не изготавливаются, и поэтому можно считать, что контроль качества не проводится. Для каждой дози-

ровочной формы можно ожидать большого разброса содержания, хотя в большинстве случаев некоторое количество активного компонента будет содержаться в каждой из них. Поэтому необходима предварительная проверка отдельных объектов или контейнеров.

*a) Один контейнер*

Определите общее количество дозирочных единиц и среднюю массу дозирочной единицы (ДЕ).

Для проб величиной до 10 ДЕ – проведите предварительную проверку всех дозирочных единиц.

Для проб величиной от 11 до 27 ДЕ – методом случайной выборки отберите и проведите предварительную проверку  $\frac{3}{4}$  всех дозирочных единиц, округлив количество до следующего целого числа.

Для проб величиной от 28 ДЕ и выше – методом случайной выборки отберите и проведите предварительную проверку  $\frac{1}{2}$  всех дозирочных единиц, округлив количество до следующего целого числа, выбрав минимально 21 ДЕ и максимально 50 ДЕ.

Основываясь на результатах предварительной проверки, действуйте следующим образом:

1. если все дозирочные единицы оказываются идентичными, приготовьте смесь из всех прошедших предварительную проверку единиц путем размолла, просеивания через сито с ячейками 20 меш и тщательного перемешивания в случае таблеток либо простого смешивания единиц в случае бумажных или желатиновых дозирочных форм. Проведите анализ смеси;
2. если проба представлена в двух дозирочных формах, разделите пробу на две части. При необходимости проведите предварительную проверку дополнительных дозирочных единиц, пока обе разделенные пробы не будут содержать материал для анализа, затем приготовьте две смеси и проведите их анализ;
3. если представлены более двух дозирочных форм, план действий таков: приготовьте смесь из преобладающей дозирочной формы, затем проведите предварительную проверку дополнительных единиц, пока не получится проба такой же величины, но содержащая только представленную в меньших количествах дозирочную форму. Эту процедуру следует повторять, пока не будет получена смесь для каждой дозирочной формы или пока материал пробы не закончится.

Процентную долю дозирочных единиц, содержащих ЛСД, можно определить как процентное содержание единиц, в которых обнаружено это вещество, в общем количестве единиц, которые были отобраны при выполнении случайной выборки и подвергнуты предварительной проверке.

*b) Несколько контейнеров*

Химик-аналитик должен выполнить визуальное обследование содержимого всех контейнеров для определения того, не содержится ли в каком-либо контейнере или каких-либо контейнерах материал, отличающийся от материала большинства упаковок. Простейшим индикатором является внешний вид образца. Если содержимое одного или нескольких контейнеров явно отличается от содержимого других, его следует отделить и подвергнуть отдельному анализу.

Для каждой группы вычислите квадратный корень из общего числа контейнеров. Методом случайной выборки отберите число контейнеров, равное квадратному корню из общего количества имеющихся контейнеров, округленному до следующего целого числа.

Из каждого выбранного контейнера методом случайной выборки отберите число дозирочных единиц, равное квадратному корню из общего числа единиц, деленному на квадратный корень из числа упаковок, округленному до следующего целого числа.

Проведите предварительную проверку каждой единицы с помощью презумптивного анализа и/или ТСХ.

Основываясь на результатах предварительной проверки, действуйте следующим образом:

1. если все подвергнутые предварительной проверке единицы оказываются идентичными, объедините все предварительно проверенные единицы, отобранные из всех контейнеров, и приготовьте смесь, как это описано выше для одного контейнера;
2. если внешний вид подвергнутых предварительной проверке единиц различается, каждый контейнер следует исследовать как отдельное вещественное доказательство или объект. Таким образом, в отношении каждого контейнера необходимо совершать действие в соответствии с приведенной выше процедурой для одного контейнера.

## **В. Методы экстракции**

1. Для проведения презумптивного анализа или качественного анализа ЛСД с использованием хроматографических методов часто бывает достаточно выполнить простую экстракцию ЛСД из его матриц метанолом.

### **МЕТОДИКА**

Перемешивайте исследуемую пробу в течение 30 секунд с небольшим количеством метанола, достаточным для получения раствора, содержащего приблизительно 1 мкг ЛСД в 1 мл. После фильтрования экстракт можно сразу же использовать.

2. Для количественного определения или при наличии примесей, которые при использовании метода простой экстракции метанолом могут создавать помехи, рекомендуется следующая процедура.

### **МЕТОДИКА**

Репрезентативную пробу растворите или суспендируйте в делительной воронке в 15 мл 1%-ного раствора винной кислоты. Трижды проэкстрагируйте с одинаковыми объемами хлороформа и отделите хлороформный слой. Подщелочите водный слой 1 н. раствором бикарбоната натрия и трижды проэкстрагируйте свободное основание ЛСД с помощью 15 мл хлороформа. Объедините эти хлороформовые экстракты и профильтруйте через стеклянную вату. Профильтрованный экстракт разбавьте до известного объема путем разведения или выпаривания в токе азота.

3. В тех случаях, когда ЛСД необходимо отделить от изо-ЛСД, рекомендовано обратиться к следующей работе:

J. Assoc. Off. Anal. Chem., **50**, 1967, pp. 1362-1366.

## С. Презумптивные анализы

Следует подчеркнуть, что положительные результаты тестов, описанных в этом разделе, являются лишь презумптивными указаниями на возможное наличие ЛСД. *Все алкалоиды спорыньи, многие из которых являются законными фармацевтическими продуктами и не подпадают под действие национального или международного контроля, в этих тестах дадут сходные результаты.* Кроме того, компоненты самых различных матриц, в которые включен ЛСД, также могут привести к тому, что данный образец даст ложные положительные или ложные отрицательные результаты. Поэтому химик-аналитик обязан подтвердить такие результаты с помощью альтернативных методов.

### 1. Флуоресценция

#### МЕТОДИКА

Осмотрите образец исходной дозировочной формы под длинноволновым УФ-излучением. В качестве альтернативы нанесите на фильтровальную бумагу каплю метанолового экстракта, описанного в разделе В, и дайте высохнуть. Осмотрите пятно под длинноволновым УФ-излучением. В обоих случаях на присутствие ЛСД указывает синяя флуоресценция. Предел обнаружения у этого метода составляет менее 1 мкг.

### 2. Цветовая реакция

#### Реагент Эрлиха

Растворите 1 г пара-диметиламинбензальдегида в 10 мл метанола, затем добавьте 10 мл концентрированной ортофосфорной кислоты (плотностью приблизительно 1,75).

#### МЕТОДИКА

Поместите небольшое количество пробы или 2 капли метанолового экстракта пробы в лунку пластинки для капельного анализа и прибавьте две капли реагента Эрлиха. Окраска от синей до пурпурной указывает на присутствие ЛСД. Предел обнаружения у этого теста составляет приблизительно 1 мкг.

### 3. Анализ кристаллов

Для презумптивной идентификации ЛСД применение анализа кристаллов не рекомендуется.

## Д. Тонкослойная хроматография

#### ПЛАСТИНЫ

Активированный силикагель G на пластине со стеклянной подложкой; покрытие (толщиной 0,25 мм) содержит добавку, флуоресцирующую при 254 нм.

## ПРОЯВЛЯЮЩИЕ РАСТВОРИТЕЛИ

СИСТЕМА А:	Хлороформ	90
	Метанол	10
СИСТЕМА В:	Хлороформ	20
	Ацетон	80

*Приготовление растворов, наносимых на пластинку для ТСХ*

*Проба:* Экстрагируйте материал с помощью любого из методов, описанных в разделе IV, и приготовьте раствор, содержащий эквивалент приблизительно 1 мг/мл.

*Стандартные растворы:* Все растворы готовьте при концентрации 1 мг/мл в метаноле.

Нанести на пластину 2–3 мкл растворов пробы и стандартных растворов.

## ПРИДАНИЕ ВИДИМОЙ ФОРМЫ

Перед приданием видимой формы пластинки следует высушить на воздухе при комнатной температуре.

*Реагент для опрыскивания*

Реагент Эрлиха: приготовьте так, как это указано выше, в разделе IV С 2.

## МЕТОДИКА

Осмотрите пластину под УФ-излучением с длиной волны 254 нм. ЛСД будет поглощать излучение и появится в виде темного пятна на флуоресцирующем фоне. Затем осмотрите пластину под УФ-излучением с длиной волны 365 нм. ЛСД образует флуоресцирующее пятно на темном фоне. Наконец, опрыскайте пластину реагентом Эрлиха. С этим реагентом ЛСД дает сине-пурпурную окраску.

## РЕЗУЛЬТАТЫ

Значения  $R_f \times 100$ :

<i>Соединение</i>	<i>Проявляющая система</i>	
	А	В
Лизергиновая кислота	0	0
Эргометрин	10	14
Эрготамин	39	67
ЛСД	48	60
Эргокрестин	62	84
Эргокорнин	62	84

Литература: J. Chromatogr. Sci., **12**, 1974, pp. 265-266.



## ПРИМЕЧАНИЕ

Помимо результатов, приведенных выше для алкалоидов спорыньи, показано, что система А отделяет ЛСД от его аналогов, за исключением метилпропилового аналога (J. Assoc. Off. Anal. Chem. **56**, 1973 pp. 88-99).

## Е. Газожидкостная хроматография

### 1. Метод насадочной колонны

#### a) Без образования производных

Использование метода насадочной колонны для анализа ЛСД без образования производных не рекомендуется.

#### b) С образованием производных

Рабочие условия:	
Детектор:	ПИД (пламенный ионизационный детектор)
Колонна:	3 фута, внутренний диаметр 2,4 мм, стеклянная
Насадка:	3% SE-30 на 80–100 меш Хромосорб W
Газ-носитель:	Азот со скоростью потока 30 мл/мин
Температура колонны:	250°C
Температура инжектора/детектора:	275°C
Внутренний эталон:	н-алканы в хлороформе
Агент, образующий производные:	N,O-бис-триметилсилилацетамид (BSA)

## МЕТОДИКА

Стандартный раствор ЛСД в концентрации приблизительно 1 мг/мл готовят следующим образом: стандарт ЛСД растворяют в минимальном объеме метанола, к которому прибавляют 1 мл раствора внутреннего эталона. Смесь разбавляют хлороформом до соответствующего объема, так чтобы конечная концентрация внутреннего эталона была приблизительно равна концентрации ЛСД.

Прибавьте раствор внутреннего эталона к порции *экстракта образца*, описанного выше, в разделе IV В. Концентрации ЛСД и внутреннего эталона должны быть приблизительно равны концентрации стандартного раствора.

В атмосфере азота в колбе с притертой пробкой выпарьте досуха 0,5 мл стандартного раствора. Прибавьте 0,5 мл раствора агента, образующего производное, и 10 минут нагревайте при 100°C. Таким же образом обработайте 0,5 мл раствора незаконного ЛСД.

Инжектируйте 1–2 мкл в газовый хроматограф.

Содержание (в %) любого компонента можно рассчитать по приведенной ниже общей формуле:

$$C_x \% = \frac{C_{r.std.}}{C_{sam.}} \times \frac{A_x/A_{int.std. \text{ in sam. chrom}}}{A_{r.std.}/A_{int.std. \text{ in std. chrom}}} \times 100,$$

где:

$C_x$  % – содержание компонента x в пробе (в отношении масса/масса %),

$C_{r. std.}$  – концентрация вещества x в эталонном стандартном растворе (в отношении масса/масса %),

$C_{sam.}$  – концентрация пробы (в отношении масса/объем %),

$A_x$  – пиковая область вещества x, полученного при хроматографировании пробы,

$A_{r. std.}$  – пиковая область вещества x, полученного при хроматографировании стандарта,

$A_{int. std. \text{ in sam. chrom}}$  – пиковая область внутреннего эталона, полученного при хроматографировании пробы,

$A_{int. std. \text{ in std. chrom}}$  – пиковая область внутреннего эталона, полученного при хроматографировании стандарта.

Литература: J. Assoc. Off. Anal. Chem., Vol. 56 (No. 1), 1973, pp. 88-99.

## 2. Метод капиллярной колонны

Рабочие условия:

Детектор:	ПИД
Колонна:	Плавленный кварц ВР1
Толщина пленки:	0,25 мкм
Длина:	25 м, внутренний диаметр 0,22 мм
Газ-носитель:	Азот со скоростью 1 мл/мин
Коэффициент разделения:	20:1
Температура колонны:	275°C
Температура инжектора/детектора:	300°C/325°C
Внутренний эталон:	н-алканы

## МЕТОДИКА

Приготовьте стандартные растворы и растворы неизвестного образца в концентрациях, равных 1 мг/мл, как описано выше. Инжектируйте 1 мкл растворов в газовый хроматограф.

## РЕЗУЛЬТАТЫ

Соединение	Индексы удерживания <sup>a</sup>
Эргогамин	2410
Изолизергиновая кислота	2947
Дигидроэрготамин	2953
Эргометрин	2999
ЛСД	3130
N-метил-N-пропиллизергамид	3175
Метиллизергид	3300

<sup>a</sup> Эти значения меняются в зависимости от лабораторных условий и других параметров аппаратуры.

Литература: J. Forensic Sci., **32**, 1987, pp. 933-940.

Альтернативные методы ГЖХ см. в работах:

J. Chromatogr. Sci., **12**, 1974, pp. 265-266.

J. Forensic Sci., **29**, 1984, pp. 291-298.

## **Ф. Высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ)**

### *1. Нормальная фаза*

Колонна:	125 мм при внутреннем диаметре 4,9 мм
Материал насадки:	Диоксид кремния для ВЭЖХ, диаметр частиц 5 мкм (Spherisorb S5W или эквивалентный)
Подвижная фаза:	Раствор, содержащий 1,17 г (0,01 М) перхлората аммония в 1000 мл метанола. Довести значение рН до 6,7 добавлением 0,1 М раствора гидроксида натрия в метаноле (приблизительно 1 мл)
Скорость потока:	2,0 мл/мин.
Детектирование:	УФ при 313 нм; или флуоресценция: возбуждение при 308 нм, испускание при 370–700 нм (Детектирование флуоресценции обеспечивает более высокую селективность и чувствительность, чем детектирование УФ-излучения, хотя для большинства судебных экспертиз детектирование УФ-излучения дает удовлетворительный результат.)
Раствор пробы и стандартный раствор:	Все материалы растворяют в метаноле с получением концентрации, равной приблизительно 1 мг/мл
Инжектируемый объем:	От 1 до 5 мкл с помощью шприца или петлевого инжектора
Количественное определение:	По пиковой области методом внешнего эталона
Литература:	J. Chromatogr., <b>323</b> , 1985, pp. 191-225.

### *2. Обращенная фаза*

#### МЕТОД 1

Колонна:	10 см с внутренним диаметром 4,6 мм
Материал насадки:	Октадецилоксид кремния для ВЭЖХ, диаметр частиц 5 мкм (Spherisorb 5-ODS или эквивалентный)

Подвижная фаза:	Раствор 65% метанола и 35% 0,025 М гидрофосфата натрия в воде, значение рН которого доведено до 8,0 с помощью 10% ортофосфорной кислоты
Скорость потока:	1,0 мл/мин
Детектирование:	УФ при 280 нм; или флуоресценция: возбуждение при 308 нм, испускание при 370–700 нм
Раствор пробы и стандартный раствор:	Все материалы растворяют в метаноле с получением концентрации, равной приблизительно от 0,5 до 1,0 мг/мл
Инъектируемый объем:	От 1 до 5 мкл с помощью шприца или петлевого инжектора
Количественное определение:	По пиковой области методом внешнего эталона
Литература:	J. Chromatogr., <b>150</b> , 1978, pp. 73-84.

## МЕТОД 2

Колонна:	30 см с внутренним диаметром 1 мм
Материал насадки:	Октадецилдиоксид кремния для ВЭЖХ, диаметр частиц 5 мкм (LiChrosorb RP-18 или эквивалентный)
Подвижная фаза:	Водный раствор, содержащий 1 г/л $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ 1 Ацетонитрил – метанол, 25 : 75 1
Скорость потока:	2,0 мл/мин
Детектирование:	УФ при 313 нм
Приготовление пробы:	В атмосфере азота выпарьте досуха часть экстракта, описанного в разделе IV В, эквивалентную приблизительно 1 мг ЛСД. Остаток растворите в 1 мл раствора внутреннего эталона, содержащего 10 мг бензокаина в 100 мл ацетонитрила
Стандартные растворы:	Растворите в растворе внутреннего эталона, содержащего 10 мг бензокаина в 100 мл ацетонитрила, количество стандарта ЛСД, достаточное для обеспечения концентрации, равной приблизительно 1 мг/мл
Инъектируемый объем:	10 мкл с помощью шприца или петлевого инжектора
Количественное определение:	Методом внутреннего эталона с использованием уравнения, приведенного в разделе IV Е
Литература:	Arch. Krim., <b>164</b> , 1979, pp. 25-30 (с изменениями)

## РЕЗУЛЬТАТЫ

Коэффициенты емкости (значения  $K'$ ) или время удерживания (относительно ЛСД) являются следующими:

	Нормальная фаза <sup>a</sup>	Обращенная фаза <sup>a</sup>	
		1	2
<i>Соединение</i>			
ЛСД	0,7	1,00	1,00
d-лизергамид	0,31	0,38	—
d-лизергиновая кислота	0,8	0,23	0,42
Моноэтиламид d-лизергиновой кислоты	— —*	0,52	
Эргокорнин	0,4	1,39	
Эргокрестин	0,25	2,31	
Эргокриптин	0,26	1,86	
Эргометрин	0,26	0,26	
Эргозин	0,25	1,22	
Эрготамин	0,29	1,57	
Бензокаин (внутренний эталон)	— —	— —	0,74

\* Не определено.

<sup>a</sup> Эти значения меняются в зависимости от лабораторных условий и других параметров аппаратуры.

Альтернативные системы ВЭЖХ см. в работах:

J. Forensic Sci. Soc., **19**, 1979, p. 253.

J. Liquid Chromatogr., **7**, 1981, pp. 357-374.

J. Forensic Sci., **32**, 1987, pp. 933-940.

## Г. Спектроскопические методы

В некоторых странах требуется подтверждение природы вещества с помощью спектроскопических методов. Теоретически каждое вещество обладает уникальным инфракрасным спектром, и данный метод должен обеспечить однозначную идентификацию ЛСД. За немногими исключениями масс-спектроскопия обеспечивает такую идентификацию. Поскольку в образцах, полученных лабораториями судебной экспертизы, ЛСД неизбежно содержится лишь в крайне незначительных количествах, его необходимо отделить и выделить в чистом виде до проведения спектроскопического анализа. Для выделения ЛСД из остальной части материала обычно используется процедура экстракции, описанная выше, в разделе IV В.

В последующих разделах приведены ссылки на спектроскопические методы, предназначенные для тех лабораторий, которым необходимо такое подтверждение.

### А. УФ/флуоресценция

Поскольку другие алкалоиды спорыньи и аналоги ЛСД дают сходные результаты, при анализе ЛСД эти методы не являются специфичными и поэтому не рекомендуются.

### *В. Инфракрасная спектроскопия*

Описание стандартных методов (таких, как галогенидная таблетка, галогенидная микротаблетка, взвесь в медицинском масле и метод тонкослойной хроматографии) см. в предыдущих руководствах серии.

Литература:

1. J. Assoc. Off. Anal. Chem., **50**, 1967, pp. 1362-1366.
2. J. Assoc. Off. Anal. Chem., **56**, 1973, pp. 88-99.
3. Bull. Narc., **19**, 1967 pp. 39-45.

### *С. Масс-спектрометрия*

Литература:

1. J. Assoc. Off. Anal. Chem., **51**, 1968, pp. 164-175.
2. J. Assoc. Off. Anal. Chem., **56**, 1973, pp. 88-99.



ОРГАНИЗАЦИЯ ОБЪЕДИНЕННЫХ НАЦИЙ  
*Управление по наркотикам и преступности*

Vienna International Centre, PO Box 500, 1400 Vienna, Austria  
Tel: (+43-1) 26060-0, Fax: (+43-1) 26060-5866, [www.unodc.org](http://www.unodc.org)