

# LCMS-8045 快速检测尿样中致幻剂麦角酸二乙胺

## LCMSMS-367

**摘要：**本文采用岛津超高效液相色谱仪 LC-30A 和三重四极杆质谱仪 LCMS-8045 联用，参考相关司法鉴定规程，建立了一种检测尿样中麦角酸二乙胺（LSD）的方法。采用液-液萃取方式对尿样中的 LSD 进行萃取、净化。低浓度 0.02 ng/mL 样品保留时间和峰面积的相对标准偏差分别为 0.50% 和 3.96% (n=6)，表明仪器精密度高；在 0.005~100.0 ng/mL 线性范围内，校准曲线相关系数为 0.9992，仪器检出限和定量限分别为 0.001 ng/mL 和 0.004 ng/mL。低、中、高浓度加标样的回收率在 70.5%~82.80% 之间，双样相对相差小于 20%，满足鉴定技术规范要求。此方法可为司法刑侦系统检测尿样中 LSD 提供参考。

**关键词：**超高效液相色谱仪 三重四极杆质谱仪 液质联用 尿样 麦角酸二乙胺

麦角酸二乙胺 (Lysergic acid diethylamine)，又称 LSD，LSD-25，属麦角类生物碱，具有强烈致幻作用，是致幻剂的代表药品，可经人工合成得到。服用后常出现眩晕、肌肉抽搐，欣快感或恐怖感，有色彩丰富的幻觉、错觉、幻听、感觉增强或联想等，并出现距离感觉紊乱和四肢分离等异常感觉。LSD 具有一定的精神依赖性，具有很高的滥用倾向，因此国际麻醉品管制局将其列入国际管制的精神药物清单，中华人民共和国精神药品品种目录（2007 版）也将其列入。

用于 LSD 滥用检测的生物检材有很多，其中以尿样和血样报道最多。根据报道，LSD 经口服 0.5~1 h 后出

现症状，2~3 h 症状达到高峰，致幻效果能持续 8 h~12 h 或更长时间，在血浆中的半衰期约 3.6 h，而在尿液中允许的检测窗口时间更长。由于尿样检测窗口长，容易获得，采集方便等优势，因此报道的用于检测 LSD 滥用的检材中，又以尿液更为普遍。

本文参考司法鉴定技术规范 (SFZ JD0107005-2016)，采用液-液萃取方式处理尿液，建立了一种使用岛津超高效液相色谱仪 LC-30A 和三重四极杆质谱仪 LCMS-8045 联用快速检测尿样中 LSD 的方法，该方法前处理简单，分析速度快，灵敏度高，能够对尿样中的 LSD 进行快速准确的检测，可供司法刑侦领域人员参考。

## 实验部分

### 1.1 仪器

本实验使用岛津超高效液相色谱仪 LC-30A 与三重四极杆质谱仪 LCMS-8045 联用系统。具体配置为 LC-30AD×2 输液泵，DGU-20A<sub>5</sub> 在线脱气机，SIL-30AC 自动进样器，CTO-30A 柱温箱，CBM-20A 系统控制器，LCMS-8045 三重四极杆质谱仪，LabSolutions Ver. 5.86 色谱工作站。

### 1.2 分析条件

#### 液相条件

色谱柱：Shim-pack XR-ODS III(2.1 mm I.D. × 75 mm L., 1.6 μm)

流动相：A 相 - 水 +0.1% 甲酸 +2 mM 乙酸铵，  
B 相 - 甲醇 +0.1% 甲酸 +2 mM 乙酸铵

流速：0.3 mL/min

柱温：40℃

进样量：2 μL

洗脱方式：梯度洗脱，B 相初始浓度为 20%。

表1 梯度洗脱时间程序

Time(min)	Module	Command	Value
0.50	Pumps	Pump B Conc.	20
3.50	Pumps	Pump B Conc.	95
4.50	Pumps	Pump B Conc.	95
4.51	Pumps	Pump B Conc.	20
6.00	Controller	Stop	

质谱条件:

离子源: ESI

工作模式: MRM (+)

雾化气流速: 3.0 L/min

加热气流速: 10.0 L/min

干燥气流速: 10.0 L/min

接口温度: 300°C

脱溶剂管温度: 250°C

加热模块温度: 400°C

接口电压: 0.5 kV

MRM 参数: 见表 2

表2 MRM参数

中文名称	CAS.No.	英文名称 (简称)	前体离子	产物离子	Q1 Pre Bias(V)	CE(V)	Q3 Pre Bias(V)
麦角酸二乙胺	50-37-3	Lysergic acid diethylamine(LSD)	324.15	223.10*	-15	-24	-24
				208.10	-15	-31	-21

\*表示定量离子

### 1.3 样品制备

取准确体积的 100 µg/mL 标样储备液, 加到空白尿液中, 配制得到浓度为 0.1、10、50 ng/mL 基质加标溶液, 每个浓度平行取样 2 份, 分别加入 1 mL pH=9.2 的硼砂缓冲液, 3 mL 乙醚, 涡旋震荡 1 min, 离心 2 min (8000 r/min), 上清液取出, 常温氮吹至干, 初始流动相复溶后过滤, 上机分析。

按上述样品制备方式, 处理得到空白基质。取 100 µg/mL 对照品溶液, 以空白基质作为稀释溶剂, 配制成 0.005、0.01、0.02、0.05、0.1、0.5、1.0、5.0、10.0、50.0、100.0 ng/mL 的系列浓度。

## 分析结果

### 2.1 标准样品及空白基质的 MRM 色谱图

由图 1 和图 2 可知, 空白基质不干扰目标物的检测。

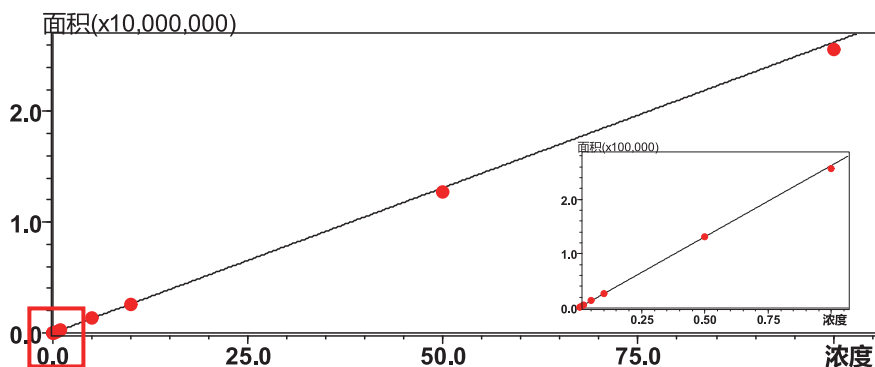


图3 LSD标准工作曲线

表3 工作曲线参数 (权重1/C<sup>2</sup>)

名称	校准曲线	线性范围 (ng/mL)	相关系数 r	准确度 (%)
LSD	$Y = (258563)X + (57.1215)$	0.005~100	0.9992	95.0~107.0

### 2.2 线性范围

将配制的 0.005、0.01、0.02、0.05、0.1、0.5、1.0、5.0、10.0、50.0、100.0 ng/mL 系列浓度标准溶液按上述分析条件进样分析, 以浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标绘制标准曲线。结果如图 3 及表 3 所示:

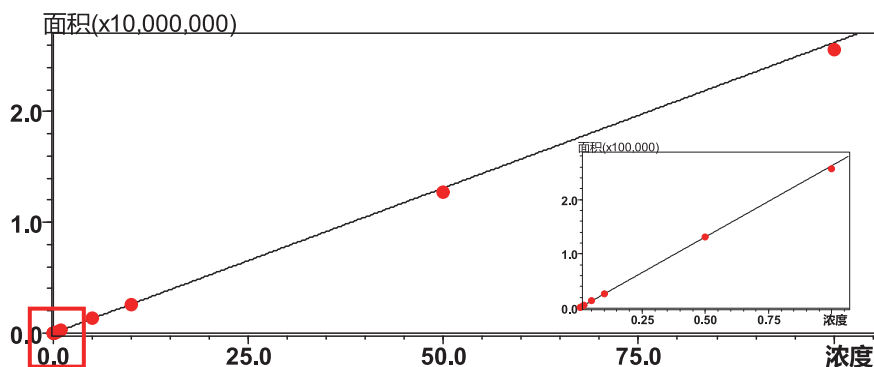


图3 LSD标准工作曲线

表3 工作曲线参数 (权重1/C<sup>2</sup>)

名称	校准曲线	线性范围 (ng/mL)	相关系数 r	准确度 (%)
LSD	$Y = (258563)X + (57.1215)$	0.005~100	0.9992	95.0~107.0

### 2.3 精密度实验

对浓度为 0.02 ng/mL 标准工作溶液连续测定 6 次，考察仪器的精密度，结果如表 4 所示，表明仪器精密度良好。

表4 保留时间和峰面积重复性结果(n=6)

名称	保留时间 RSD(%)	峰面积 RSD(%)
LSD	0.50	3.96

### 2.4 灵敏度实验

对浓度为 0.005 ng/mL 标样进样分析，以 ASTM 法计算噪声，以噪声的 3 倍作为检出限（即 S/N=3），以噪声的 10 倍作为定量限（即 S/N=10），则仪器对 LSD 的检出限、定量限分别为 0.001 ng/mL、0.004 ng/mL。

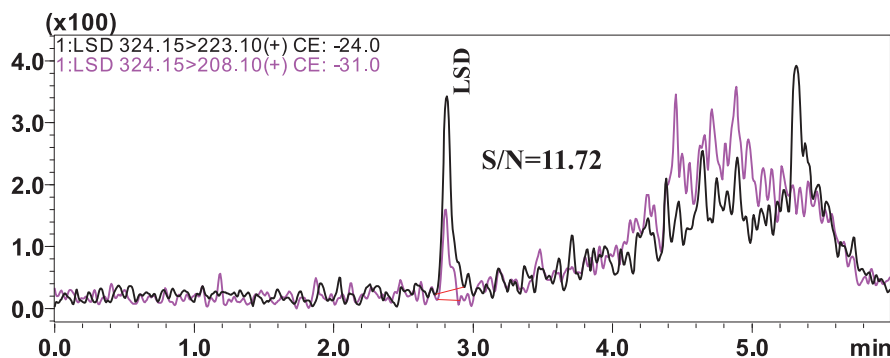


图4 0.005 ng/mL麦角酸二乙胺标样MRM色谱图

### 2.5 加标回收实验

对空白尿液样品进行加标，加标浓度为 0.1、10.0 及 50.0 ng/mL，每个浓度样品平行处理两份，考察回收率及双样相对相差。结果如下表 5 所示，满足《司法鉴定技术规范 (SFZ JD0107005-2016)》中“平行试验中两份检材的双样相对相差不得超过 20%（腐败检材不得超过 30%）”的要求。

表5 加标回收实验结果(n=2)

目标物名称	加标浓度 (ng/mL)	回收率(%)	双样相对相差(%)
LSD	0.1	70.50	15.51
	10.0	81.96	8.68
	50.0	82.80	2.03

## ■ 结论

本文参考《司法鉴定技术规范(SFZ JD0107005-2016)》，采用液-液萃取的方式，建立了一种使用岛津超高效液相色谱仪 LC-30A 和三重四极杆质谱仪 LCMS-8045 联用检测尿样中麦角酸二乙胺的方法。低浓度 0.02 ng/mL 样品保留时间和峰面积的相对标准偏差分别为 0.50% 和 3.96%，表明仪器精密度良好；在 0.005~100.0 ng/mL 线性范围内，校准曲线相关系数为 0.9992，仪器检出限和定量限分别为 0.001 ng/mL 和 0.004 ng/mL。低、中、高浓度加标样的回收率在 70.5%~82.80% 之间，双样相对相差小于 20%，满足鉴定技术规范要求。此方法可为司法刑侦系统检测涉尿样中麦角酸二乙胺提供参考。