

Application Note AN-RS-038

Detección de LSD en papel secante

Raman, SERS y la lucha contra las drogas

La dietilamina del ácido lisérgico (LSD), o "ácido" como se conoce popularmente, es una sustancia controlada de la denominada Schedule 1 que contiene potentes propiedades de inducción de la euforia y de alteración de los sentidos. Se han documentado consecuencias psicopatológicas duraderas, como alucinaciones auditivas/visuales y psicosis, en usuarios vulnerables de LSD. El LSD se detecta típicamente en papeles "secantes" coloridos y absorbentes para su administración sublingual y oral. La detección conveniente del LSD requiere un sistema flexible capaz de detectar trazas del compuesto objetivo en presencia de posibles interferentes (incluidos colorantes, sustratos y disolventes) con un procesamiento de muestras mínimo. En esta Application Note se describen simulaciones de pruebas en condiciones reales utilizando materiales

SERS (dispersión Raman mejorada en la superficie) y muestras de prueba que consisten en matrices de papel impresas con tinta y tenidas con colores y contaminadas con LSD. Se destacan los sencillos procedimientos de extracción para resaltar el compuesto objetivo y eliminar los rellenos, las tintas y los tintes que dan fluorescencia o confunden de alguna manera la identificación del LSD.

MISA (Metrohm Instant SERS Analyzer) y MIRA XTR (Metrohm Instant Raman Analyzer) son soluciones ideales para la identificación rápida sobre el terreno de una serie de sustancias químicas ilegales y peligrosas. Los kits de pruebas fáciles de usar y el muestreo flexible permiten una detección rápida y precisa de los materiales sospechosos con un tiempo, una formación y un gasto mínimos.

INTRODUCCIÓN

La espectroscopía Raman es un método superior para la detección de materiales a granel y productos químicos, aunque carece de sensibilidad para la detección de trazas. Cuando los productos de papel saturados con LSD se interrogan con Raman, el

espectro está dominado por la señal del sustrato. SERS, sin embargo, es lo suficientemente sensible como para detectar el ingrediente activo en muestras callejeras típicas de dosis única que contienen de 20 a 400 µg de LSD.

LSD EN PAPEL DE CROMATOGRAFÍA

Se recogieron mediciones SERS de muestras de LSD extraídas de papel de cromatografía no impreso. Se pipetaron diluciones en serie de 1 mg/ml de LSD en metanol en cuadrados individuales de papel, lo que arrojó concentraciones de LSD de prueba de 20, 10, 5, 2 y 1 µg/0,635 cm². Una vez seco, cada cuadrado se colocó en un vial de vidrio, se agitó con 500 µL de coloide de Ag y se dejó reposar durante cinco minutos para facilitar la extracción. Se retiró el papel y se anadieron al vial 100 µL de NaCl al 0,9 %. Esta mezcla se agitó suavemente y se dejó reposar durante un

minuto antes de insertar el vial en el soporte del vial en MISA y medirlo con el ID Kit OP.

Figura 1 muestra el perfil de concentración de LSD en papel de cromatografía, lo que indica una extracción acuosa eficiente y rápida del compuesto objetivo. Cabe destacar la ausencia de interferencia espectral del sustrato de papel. La inspección del perfil de concentración sugiere un LOD (límite de detección) de aproximadamente 1 µg de LSD, que es lo suficientemente sensible para la detección segura de muestras de drogas confiscadas.

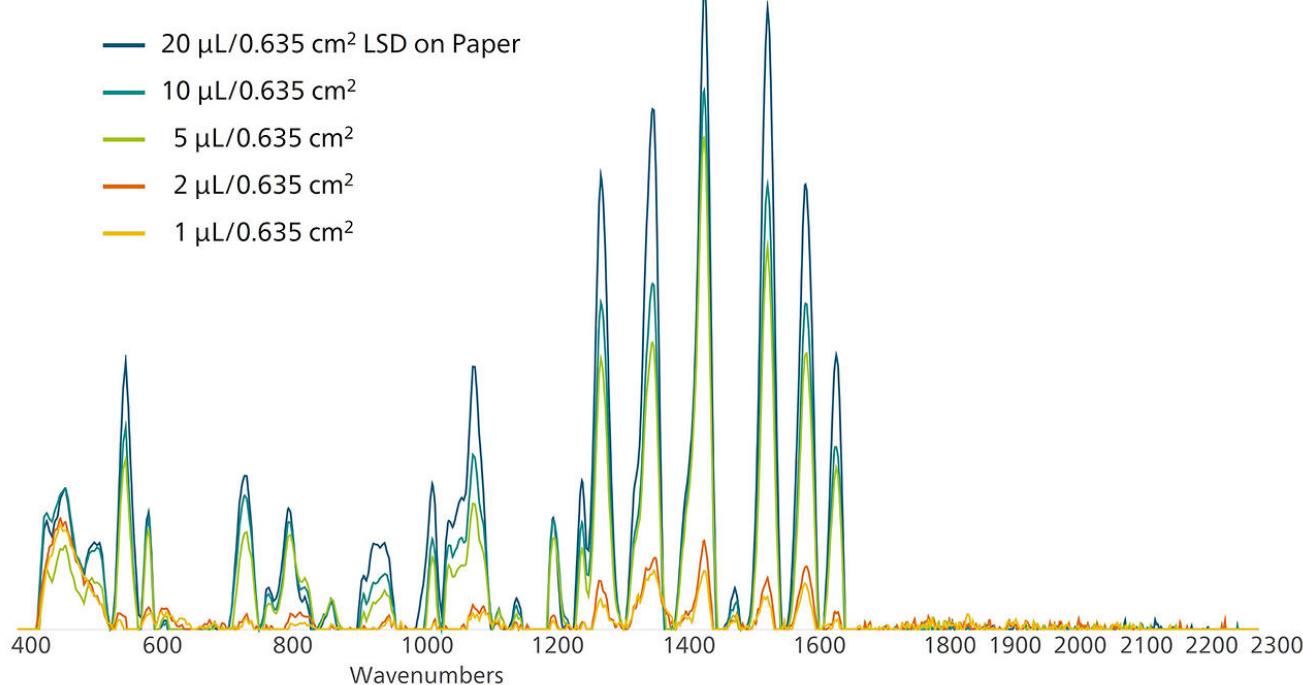


Figure 1. LSD de referencia en el perfil de concentración del papel de cromatografía.

LSD EN PAPEL DE IMPRESORA DE COLOR

Para evaluar los efectos de los colorantes en la identificación SERS del LSD extraído del papel, se replicó el procedimiento descrito en la sección anterior tanto con papel impreso con láser con tóner de color como con papel recubierto con una mezcla de colorantes alimentarios. Como los dos espectros inferiores en **Figura 2** muestran, ambos tratamientos reducen significativamente la intensidad y resolución de la señal LSD. Esto se debe en gran parte a las emisiones de fluorescencia de los colorantes, que sirven para reducir la relación señal/ruido (S/N) de los picos característicos.

Un sencillo procedimiento de limpieza de muestras basado en la extracción líquido-líquido mejoró drásticamente la intensidad de la señal. En esta modificación del procedimiento de extracción, se

añadió papel seco saturado con LSD a un vial de vidrio que contenía 500 μ L de agua y 10 μ L de 1 mol/L de NaOH. Esta mezcla se agitó suavemente, se anadieron 500 μ L de diclorometano (DCM) y la mezcla posterior se agitó de nuevo. Después de la separación de fases, la capa de DCM (inferior) que contenía LSD se pipeteó cuidadosamente a un vial nuevo, el solvente se eliminó por evaporación y el sólido restante se resuspendió en una solución de 500 μ L de coloide de Ag, 10 μ L de 1 mol/L de HCl y 50 μ L de NaCl al 0,9 %. Los contenidos se mezclaron suavemente y se midieron con MISA.

Este procedimiento convierte el LSD en su forma de base libre, que se solvata selectivamente en DCM y se puede separar del tóner soluble en agua y de los colorantes alimentarios que interfieren.

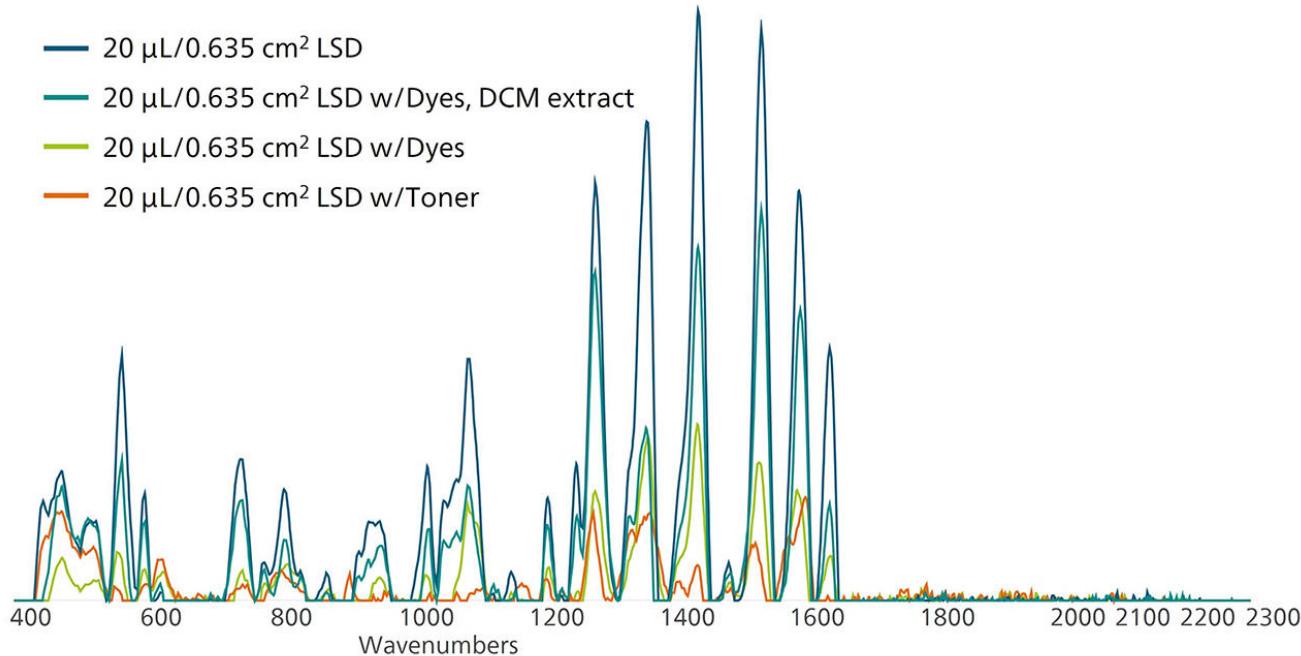


Figure 2. Referencia LSD (azul), en comparación con muestras tomadas directamente de papel de color y muestras que han sido extraídas.

LSD EN PAPEL SECANTE DE OBRAS DE ARTE

La detección simulada de LSD en la vida real se llevó a cabo con hojas comerciales de papel secante perforado para obras de arte. De nuevo, 0,635 cm² cuadrados de papel secante se saturaron con 20 µL de solución de LSD de 1 mg/mL. La extracción acuosa inicial de cuadrados de papel secante saturados con LSD reveló un espectro complejo que parecía ser una mezcla de LSD y otro compuesto (espectro verde en **Figura 3**). La extracción acuosa de un cuadrado de papel secante sin tratar y la comparación de la biblioteca dentro de la Biblioteca SERS - Materiales ilícitos indicaron una correlación con alta confianza (HQI = 0,79) con la rodamina 6G. La rodamina 6G es un tinte fluorescente que se usa en tintas y, a veces, como colorante en alimentos falsificados (ver AN-RS-014 para más información). Es fuertemente activo en Raman/SERS y puede oscurecer la señal LSD.

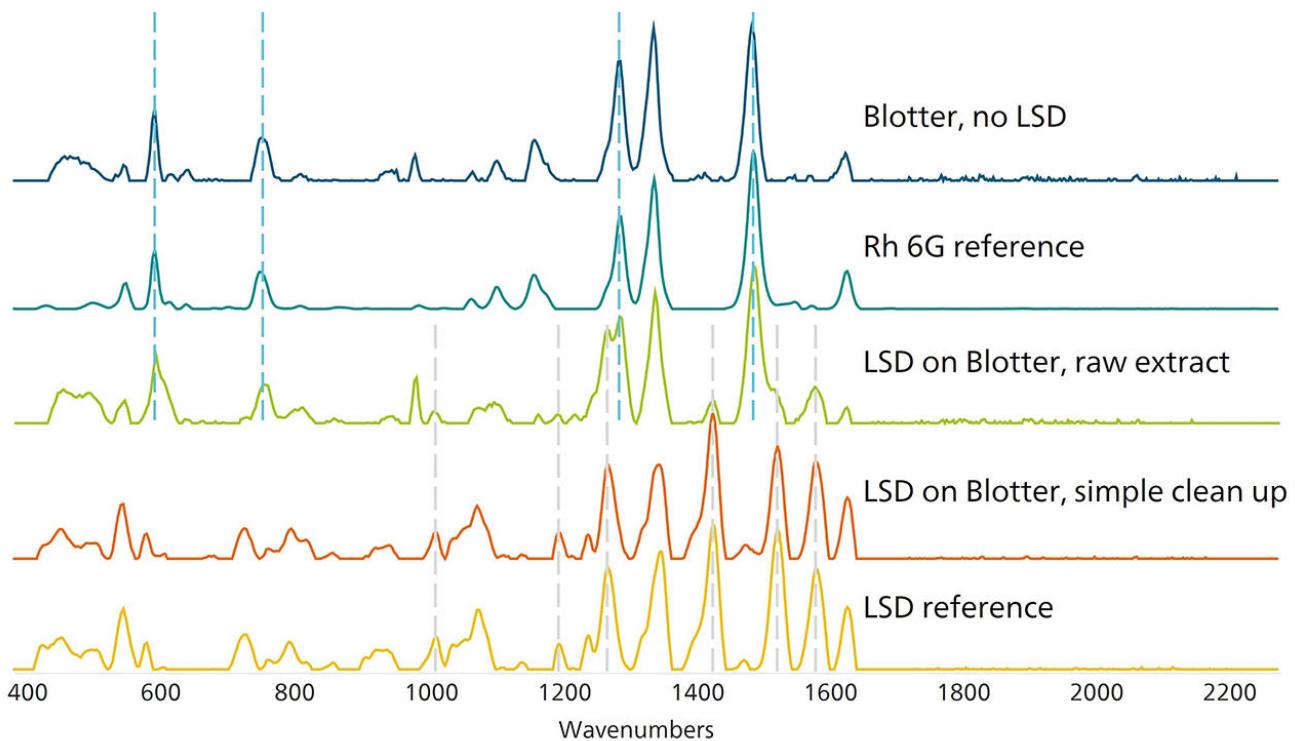
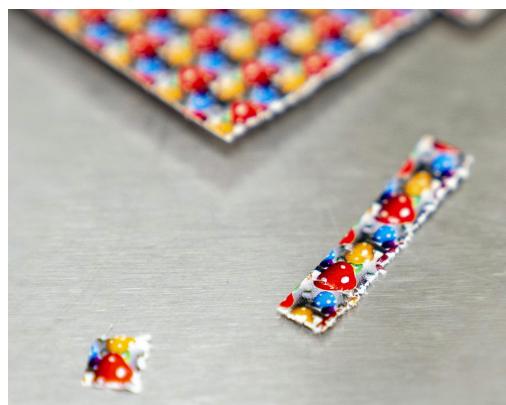


Figura 3. En última instancia, la comparación de espectros experimentales con dos referencias demuestra cuán efectivo puede ser un simple paso de extracción de muestra en la detección de LSD en sustrato de papel.

Para separar el LSD de la rodamina 6G, se colocó un papel secante en un vial de vidrio y se agitó con 500 μL de agua, luego con 20 μL de ácido tartárico 1 mol/L y luego con 0,5 mL de DCM. La fase acuosa (capa superior) se pipeteó en un vial separado que contenía 500 μL de coloide de Ag y 50 μL de NaCl al 0,9 % para la medición de SERS. El tratamiento con ácido tartárico da como resultado la formación de la

sal de tartrato de LSD, que es soluble en agua y puede separarse de la rodamina 6G, que permanece en la capa de DCM. Este simple procedimiento de limpieza resultó en una señal LSD muy fuerte y limpia (espectro naranja en **figura 3**). Este experimento demuestra que las interferencias coloreadas en las hojas secantes comerciales pueden eliminarse fácilmente para la detección sensible de LSD mediante SERS.

RESUMEN DE LA EXTRACCIÓN

Los dos procedimientos a continuación ilustran la selección apropiada de solvente para la separación de LSD de diferentes tipos de colorantes que pueden dificultar la detección. En un escenario del mundo real, puede estar presente una amplia variedad de colorantes. El mejor enfoque para cada muestra puede implicar la experimentación con los dos resúmenes de extracción incluidos aquí:

LSD con colorante soluble en agua

1. Agitar con NaOH diluido y DCM

2. Retire con cuidado la capa de DCM (inferior) a un vial separado y evapore el solvente
3. Resuspender la muestra en coloide, HCl y NaCl
4. Medir SERS

LSD con colorante soluble en disolvente

1. Agitar con ácido diluido y DCM
2. Retire con cuidado la capa acuosa (superior) a un vial separado
3. Agregar coloide y NaCl
4. Medir SERS



CONCLUSIÓN

Las capacidades de SERS en MISA y MIRA XTR brindan una identificación rápida en el sitio de LSD en muestras callejeras sospechosas con procedimientos simples y fáciles de usar. Excepcionalmente, esta aplicación proporciona extracciones alternativas como una forma de abordar situaciones del mundo real mientras mantiene la limpieza de la muestra lo

más simple posible. Esto proporciona una alternativa rápida y portátil a los procedimientos de prueba de laboratorio analíticos convencionales y sus gastos asociados de tiempo, materiales y personal. Las soluciones de prueba de última generación de Metrohm continúan apoyando la detección y regulación de sustancias ilícitas.

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es

CONFIGURACIÓN



MISA Advanced

El Metrohm Instant SERS Analyzer (MISA) es un sistema de análisis portátil de alto rendimiento para la rápida detección/identificación de sustancias prohibidas, aditivos alimentarios y trazas de contaminantes en los alimentos. El MISA tiene un espectrógrafo de alta eficiencia que está equipado con la tecnología única de Metrohm, el Orbital Raster Scan (ORS). Requiere un espacio mínimo y tiene una batería de larga duración, perfecta para pruebas in situ o aplicaciones de laboratorio móvil. MISA ofrece varios accesorios láser de clase 1 para opciones flexibles de toma de muestras. El analizador se puede manejar a través de Bluetooth o conectividad USB. El paquete MISA Advanced es un paquete completo que permite al usuario realizar análisis SERS con las soluciones de nanopartículas y las tiras P-SERS de Metrohm.

El paquete MISA Advanced incluye un accesorio de vial MISA, un accesorio P-SERS, un patrón de calibración ASTM, un cable mini USB, una fuente de alimentación USB y el software MISA Cal para manejar el aparato MISA. También se incluye un resistente estuche protector para guardar de forma segura el aparato y los accesorios.



MIRA XTR Basic

El MIRA XTR es una alternativa para los sistemas de alta potencia de 1064 nm. Con un procesamiento computacional avanzado, el MIRA XTR utiliza una luz láser de 785 nm más sensible junto con algoritmos XTR para extraer los datos Raman de la fluorescencia de la muestra. El MIRA XTR también cuenta con el escaneo Orbital Raster Scanning (ORS) para proporcionar una mejor cobertura de la muestra, aumentando así la exactitud de los resultados.

El paquete Basic es un paquete de elementos básicos que contiene los componentes esenciales necesarios para manejar el MIRA XTR. El paquete Basic incluye un patrón de calibración y el accesorio universal inteligente. Operación de láser de clase 3B. El MIRA XTR es compatible con las librerías Raman de mano de Metrohm.



MIRA XTR Advanced

El MIRA XTR es una alternativa para los sistemas de alta potencia de 1064 nm. Con un procesamiento computacional avanzado, el MIRA XTR utiliza un láser de 785 nm más sensible junto con algoritmos XTR para extraer los datos Raman de la fluorescencia de la muestra. El MIRA XTR también cuenta con el escaneo Orbital Raster Scanning (ORS) para proporcionar una mejor cobertura de la muestra, aumentando así la exactitud de los resultados.

El paquete Advanced de MIRA XTR incluye un patrón de calibración, el accesorio universal inteligente, el accesorio de ángulo recto, el accesorio para el vial y el accesorio MIRA SERS. Un paquete completo para cualquier tipo de análisis. Operación de clase 3B. El MIRA XTR es compatible con las librerías Raman de mano de Metrohm.



Kit de identificación: Nanopartículas de plata (Ag NP)

El kit de identificación Ag NP contiene los componentes requeridos por un usuario de Mira/Misa para realizar un análisis SERS con solución de plata coloidal. El kit contiene una espátula desechable, una pipeta de goteo, frascos de muestra y una botella con coloide de plata.