



Application Note AN-RS-038

あふらとり紙に吸い込ませたLSDの 検出

Raman, SERS, and Drug Enforcement

リセルク酸シエチルアミト(LSD)は、一般に「アシット」と呼ばれ、多幸感をもたらし、感覚を変化させる作用があるとして、スケジュール1の規制薬物となっています。脆弱なLSD使用者において、幻聴・幻視や精神病などの長期にわたる精神病理的な影響が記録されています。LSDは通常、舌下および経口投与用にカラフルな吸収性のある「フロッター」紙に斑点がつけられています。LSDを簡便に検出するためには、色素、基質、溶媒などの妨害物質が存在しても、最小限のサンプル処理で目的化合物を微量検出できる柔軟なシステムが必要となります。本Application Noteでは、SERS(表面増強ラマン散乱)材料と、LSDを添加したインク印刷およびカラー染

色紙マトリックスからなるテストサンプルを用いた実際のテストシミュレーションについて説明します。ターゲット化合物を持ち上げ、LSDの識別を妨げる蛍光を発する充填物、インク、染料を除去する簡単な抽出方法に光を当てて紹介しています。

MISA (Metrohm Instant SERS Analyzer) と MIRA XTR DS (Metrohm Instant Raman Analyzer) は、様々な違法化学物質や危険化学物質を現場で迅速に識別するための理想的なソリューションです。使いやすい検査キットと柔軟なサンプリングにより、最小限の時間、トレーニング、費用で、疑わしい物質を迅速かつ正確に調べることができます。

はじめに

ラマン分光法は、微量の検出には感度がありませんが、ハルク材料や化学物質の検出には優れた方法です。LSDで飽和した紙製品にラマンを問合わせると、スペクトルは基板信号によって支配されます。

薄層クロマトグラフィでLSDを抽出

印刷されていないクロマトグラフィーパーから抽出されたLSDサンプルのSERS測定値が収集されました。メタノール中の1mg/mL LSDの段階希釈液をビレットで紙の個々の正方形に移し、20、10、5、2、および1 $\mu\text{g}/0.635\text{cm}$ のテストLSD濃度を得ました。²。乾燥したら、各正方形をガラスバイアルに入れ、500 μL のAgコロイトと一緒に振とうし、抽出を容易にするために5分間静置しました。紙を取り除き、100 μL の0.9%NaClをバイアルに加えた。この混合物を穏やかに振とうし、1分間静置してから、バイアルをMISAのバイアルホルターアタッチメ

ただし、SERSは、20~400 μg のLSDを含む一般的な単回投与のストリートサンプルで有効成分を検出するのに十分な感度があります。

ントに挿入し、IDキットOPを使用して測定しました。

図1は、クロマトグラフィーパー上のLSDの濃度プロファイルを示しており、ターゲット化合物の効率的かつ迅速な水性抽出を示しています。注目すべきは、紙の基板からのスペクトル干渉がないことです。濃度プロファイルの検査は、約1 μg LSDのLOD(検出限界)を示唆します。これは、没収された薬物サンプルの確実なスクリーニングに十分な感度があります。

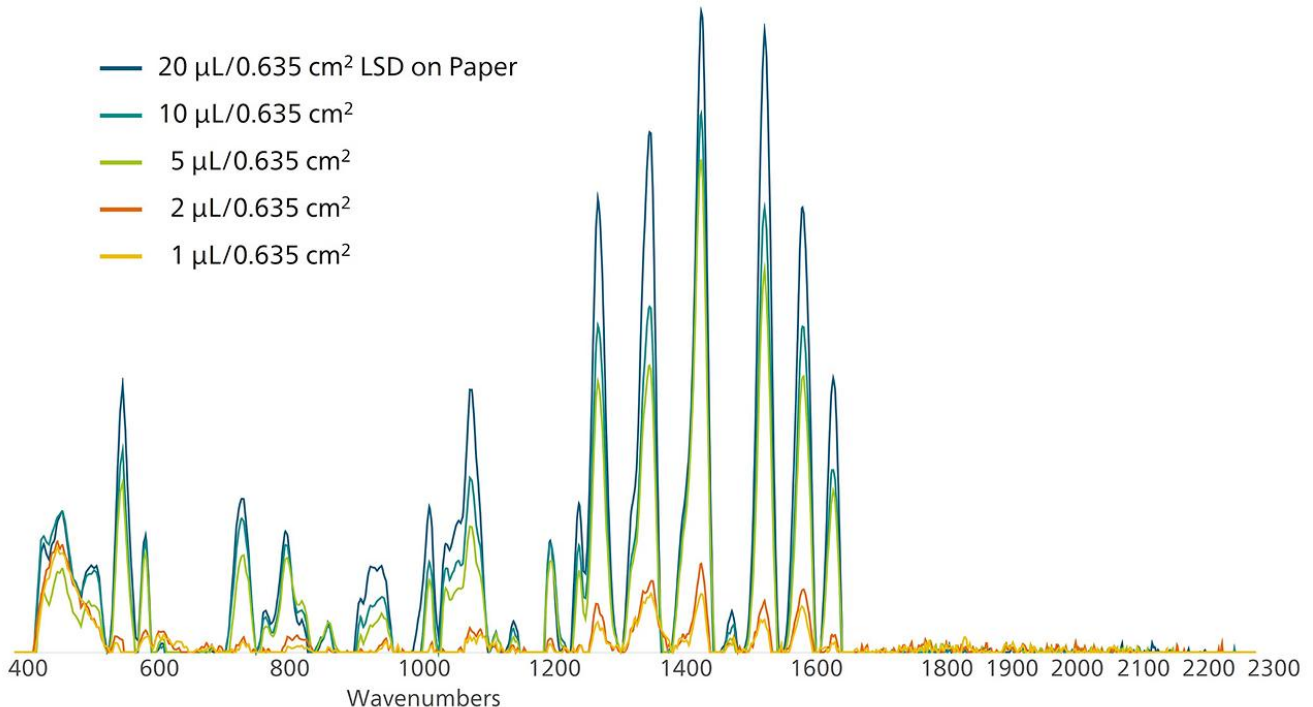


Figure 1. クロマトグラフィーパー濃度プロファイルの参照LSD。

印刷用色紙に吸い込ませたLSD

紙から抽出されたLSDのSERS識別に対する着色剤の影響を評価するために、前のセクションで概説した手順を、着色トナーでレーザー印刷した紙と食用色素の混合物でコーティングした紙の両方で繰り返しました。下の2つのスペクトルとして 図2 示すように、両方の処理は、LSD信号の強度と解像度を大幅に低下させます。これは主に、シクネチャーピークの信号対雑音(S/N)比を下げるのに役立つ着色剤の蛍光発光によるものです。

液液抽出に基づく簡単なサンプルクリーンアップ手順により、シクナル強度が劇的に向上しました。この抽出手順の変更では、乾燥したLSD飽和紙を、

500 μ Lの水と10 μ Lの1 mol/L NaOHを含むガラスバイアルに追加しました。この混合物を穏やかに振とうし、500 μ Lのシクロロメタン(DCM)を加え、その後の混合物を再び振とうした。相分離後、LSDを含む(下の)DCM層を新しいバイアルに注意深くヒベットで移し、溶媒を蒸発により除去し、残りの固体を500 μ LのAgコロイト、10 μ Lの1 mol/L HCl、および50 μ Lの0.9% NaCl。内容物を穏やかに混合し、MISAで測定した。

この手順により、LSDが遊離塩基の形に変換されます。遊離塩基はDCMに選択的に溶媒和され、水溶性トナーや食用色素の干渉物質から分離できます。

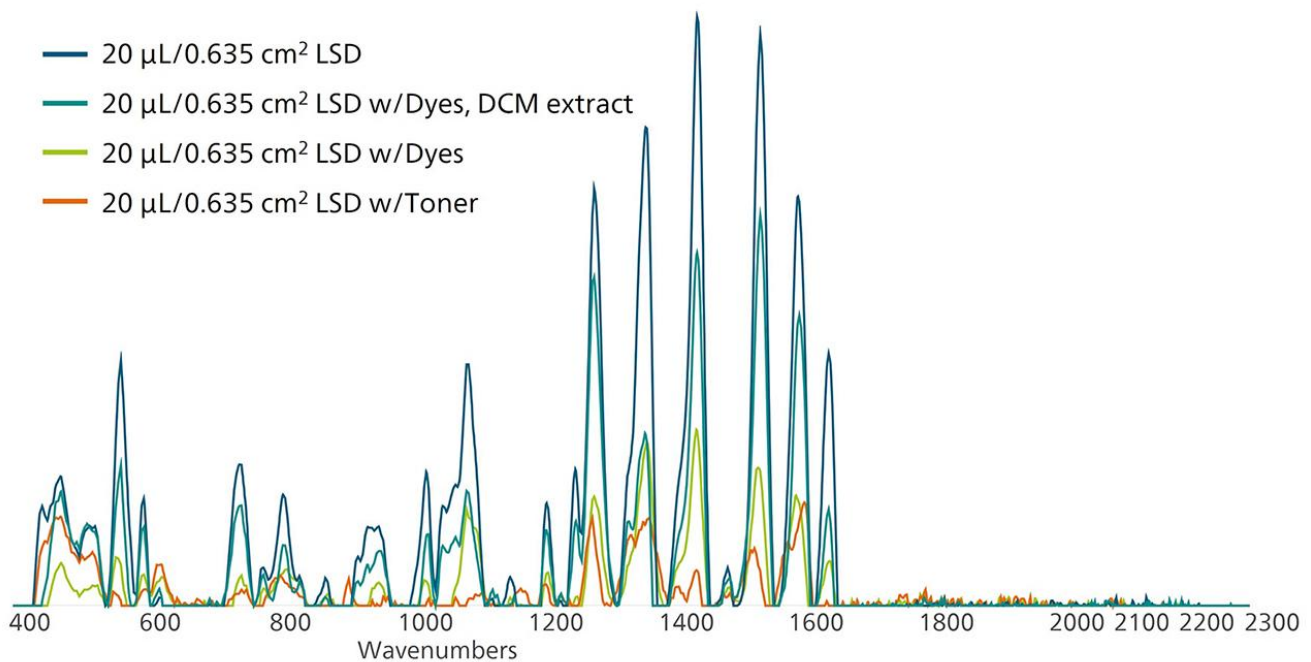


Figure 2. 色紙から直接採取したサンプルや抽出したサンプルと比較したLSDリファレンス（青）。

アートワーク吸取紙に吸い込ませたLSD

LSDの実際の検出のシミュレーションは、市販の穴あきアートワーク吸取紙を使用して行われました。繰り返しますか、 0.635 cm^2 フロッターの正方形は、 $20\text{ }\mu\text{L}$ の 1 mg/mL LSD溶液で飽和しました。LSDで飽和したフロッタースクエアの最初の水抽出により、LSDと別の化合物の混合物のように見える複雑なスペクトルが明らかになりました(図3)。WileyからのOrganicChemicalsv3KnowItAll®RamanSpectralLibrary(Handheld)内の未処理のフロッタースクエアとライフラリマッチングの水性抽出は、ロータミン6Gとの高い信頼性(HQI = 0.79)との相関を示しました。ロータミン6Gは、インクに使用される蛍光染料であり、偽造食品の着色剤として使用されることもあります(を参照)。AN-RS-014 詳細については)。それは強くラマン/SERS活性であり、LSD信号を覆い隠す可能性があります。

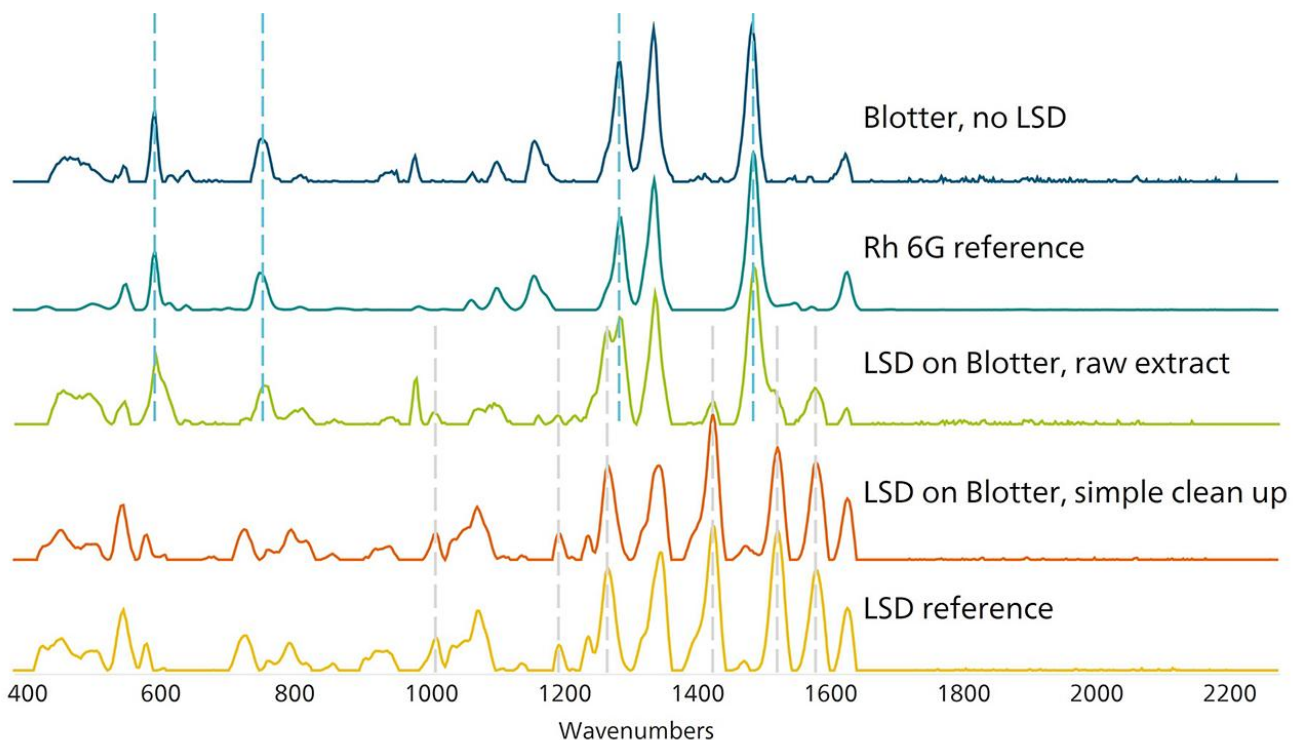


Figure 3. 最終的に、実験スペクトルを2つのリファレンスと比較すると、紙の基板上的LSDの検出に簡単なサンプル抽出ステップがどれほど効果的であるかがわかります。

LSDをロータミン6Gから分離するために、フロッタースクエアをカラスハイアルに入れ、500 μ Lの水、次に20 μ Lの1 mol/L酒石酸、次に0.5mLDCMで振とうしました。水相(最上層)を、SERS測定用に500 μ LのAgコロイトと50 μ Lの0.9%NaClを含む別のハイアルにヒヘットで移しました。酒石酸で処理すると、LSDの酒石酸塩が形成されます。これは水

溶性であり、DCM層に残っているロータミン6Gから分離できます。この単純なクリーンアップ手順により、非常に強力なクリーンなLSD信号が得られました(図3)。この実験は、LSDの高感度SERS検出のために、市販の吸取紙上の着色された干渉物質を簡単に除去できることを示しています。

抽出作業

以下の2つの手順は、検出を妨げる可能性のあるさまざまなタイプの着色剤からLSDを分離するための溶媒の適切な選択を示しています。実際のシナリオでは、多種多様な染料が存在する可能性があります。各サンプルの最良のアプローチには、ここに含まれる両方の抽出サマリーを使用した実験が含まれる場合があります。

水溶性着色剤入りLSD

1. 希NaOHとDCMで振とう
2. (下の)DCM層を慎重に取り外して別のハイアルに入れ、溶媒を蒸発させます

3. サンプルをコロイト、HCl、NaClに再懸濁します
4. SERSを測定する

水溶性着色剤を含むLSD

1. 希酸とDCMで振とう
2. (上部の)水層を慎重に別のハイアルに移します
3. コロイトとNaClを追加します
4. SERSを測定する



結論

MISAおよびMIRAXTRDSのSERS機能により、疑わしいストリートサンプルのLSDを、簡単でユーザーフレンドリーな手順で迅速にオンサイトで識別できます。ユニークなことに、このアプリケーションは、サンプルのクリーンアップを可能な限り単純に保ちながら、実際の状況に対処する方法として代替抽

出を提供します。これにより、従来の分析ラボテスト手順とそれに関連する時間、材料、および人件費に代わる、迅速でホータフルな代替手段が提供されます。メトロームの最先端のテストソリューションは、違法物質の検出と規制を引き続きサポートします。

CONTACT

メトロームジャパン株式会社
143-0006 東京都大田区平
和島6-1-1
null 東京流通センター アネ
ックス9階

metrohm.jp@metrohm.jp

装置構成



MISA Advanced

Metrohm Instant SERS Analyzer (MISA) は、微量レベルでの違法物質、食品添加物、および食品汚染物質の迅速な検出 / 同定のための高性能な携帯可能分析システムです。MISAは、Metrohm 独自の軌道ラスタースキャン技術 (Orbital Raster Scan Technologie, ORS) を備えた高効率の分光器を有しています。これは省スペースで、より長いバッテリー寿命を持ち、現場やラボでの移動式用途にも完璧に適しています。MISA ではフレキシブルなサンプル採取を可能にする、レーザークラス1の様々なアタッチメントをご利用いただけます。アナライザーはBluetoothまたはUSBコネクタを介して操作可能です。

MISA Advanced ハッチケースは、ユーザーに Metrohmのナノ粒子溶液とP-SERSストリップを用いたSERS分析を可能にするコンフリートハッチケースです。

MISA Advanced ハッチケースには、MISAハイアルアタッチメント、P-SERSアタッチメント、ASTM校正標準、USBミニケーブル、USB電源装置、ならびにMISA装置を操作するためのMISA Calソフトウェアが含まれます。装置と付属品を安全に保管するための頑丈な保護ケースも同梱されています。



MIRA XTR Basic

MIRA XTRは、高出力1064 nmシステムに代わる装置です。高度な計算処理により、サンプルの蛍光発光からのラマンシフトを抽出するのに、MIRA XTRは XTR アルコリスムと共により感度の高い 785 nm のレーザー光を使用します。MIRA XTRはまた、サンプルの包括域を拡張して結果の精度を高めるための軌道ラスタースキャン (Orbital Raster Scanning、ORS) を特徴としています。

Basic packageは、MIRA XTRを操作するのに必要とされる基本コンポーネントを含むスターターハッチケースです。Basic packageには、校正標準、インテリジェントなユニバーサルアタッチメント、ならびに違法物質のライブラリが含まれます。クラス3B操作。



MIRA XTR Advanced

MIRA XTRは、高出力1064 nmシステムに代わる装置です。高度な AI と機械学習により、サンプルの蛍光発光からのラマンピークを抽出するのに、MIRA XTR は XTR アルゴリズムと共に感度の高い 785 nm のレーザー光を使用します。MIRA XTR はまた、サンプルの包括域を拡張して結果の精度を高めるための軌道ラスタースキャン (Orbital Raster Scanning、ORS) を特徴としています。MIRA XTR Advanced package には、校正標準、インテリジェントなユニバーサルアタッチメント、ライトアングルアタッチメント、ハイアルアタッチメント、MIRA SERS アタッチメントが含まれています。あらゆるタイプの分析に対応する完全なパッケージです。クラス3B操作。



ID - (Ag NP)

IDキット - Ag NPには、Mira/Misaユーザーが銀コロイド溶液でSERS分析を行うのに必要なコンポーネントが含まれています。このキットには、使い捨てのペーパー、滴下ヒベット、サンプルホルダー、および銀コロイド入りのホルダーが含まれています。