

[技術資料]

## LC-Q TOF MSを用いた指定薬物のスクリーニング

医薬品課 八ヶ代一郎 江口晴香 中園陽子 中山秀幸 古川義朗  
佐賀県警察本部科学捜査研究所 大槻光彦

キーワード: 指定薬物、スクリーニング、LC-Q TOF MS

## 1 はじめに

近年、指定薬物等の乱用を原因とする事件・事故が急増しており、大きな社会問題となっている。このため、指定薬物類に係る分析体制の整備・充実は本県においても急務の課題となっている。今回、我々は LC-Q TOF MS を用いた指定薬物類のスクリーニングについて検討したので報告する。

## 2 方法

指定薬物及びその類似体を対象とし、標準品を保有しているものについては、表1に示す条件で LC 保持時間及び精密質量を計測し、データベース化した。一方、標準品を保有していないものについては、化学構造式を基に、同位体存在比の最も大きい同位体の質量を使用して精密質量を算出しデータベースに追加した。試料はメタノールを用いて抽出し、適宜希釈したものを、メンブランフィルターでろ過して用いた。

## 3 結果・考察

指定薬物及びその類似体については、Ethcathinone や Buphedrone など、同一の化学組成を持つものもあり、保持時間情報をデータベース化することは、物質の特定に有用であると考えられた。一方、3-Fluoromethcathinone や 4-Fluoromethcathinone (図1) など、構造の一部のみが異なる指定薬物については、近似した保持時間を示すものもあるため、更なる検討が必要であると考えられた。

また、コアシェル型カラムの性能について、同一分析条件下で同一組成のカラム(2.1×150mm、粒径:5µm)と比較したところ、分析時間を概ね半分に短縮できることがわかった。指定薬物類の分析では特に迅速な測定結果の提供を求められることが想定されるため、コアシェル型充填剤カラムは指定薬物類の分析に有用であるといえる。また、精密質量による化学組成式の推定が可能な TOF MS はスクリーニングに有用であると考えられた。

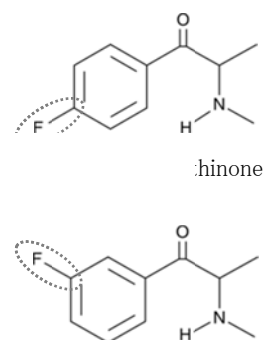
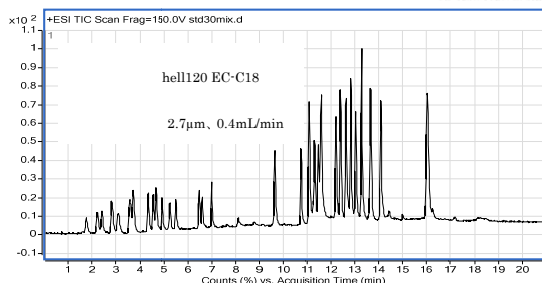
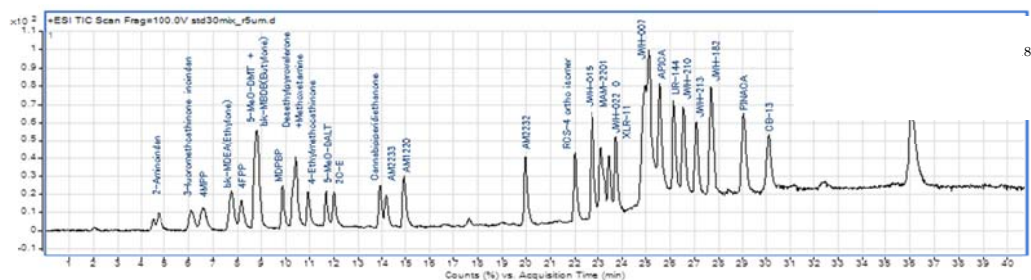


図1. 構造異性体の例



## [技術資料]

表1. 測定条件

装置: Agilent 1200 シリーズ  
 カラム: Agilent Poroshell 120 EC-C18 2.1×100mm 粒径 2.7μm  
 移動相: (A) 0.1%ギ酸+2.5mM 酢酸アンモニウム/10%アセトニトリル  
 (B)0.1%ギ酸+2.5mM 酢酸アンモニウム/90%アセトニトリル  
 グラジエント条件: (A) : (B) = 100:0 (0min) → 0:100 (10min) → 0:100 (20min)  
 カラム温度: 40℃付近の一定温度 流速: 0.4mL/min 注入量: 2μL

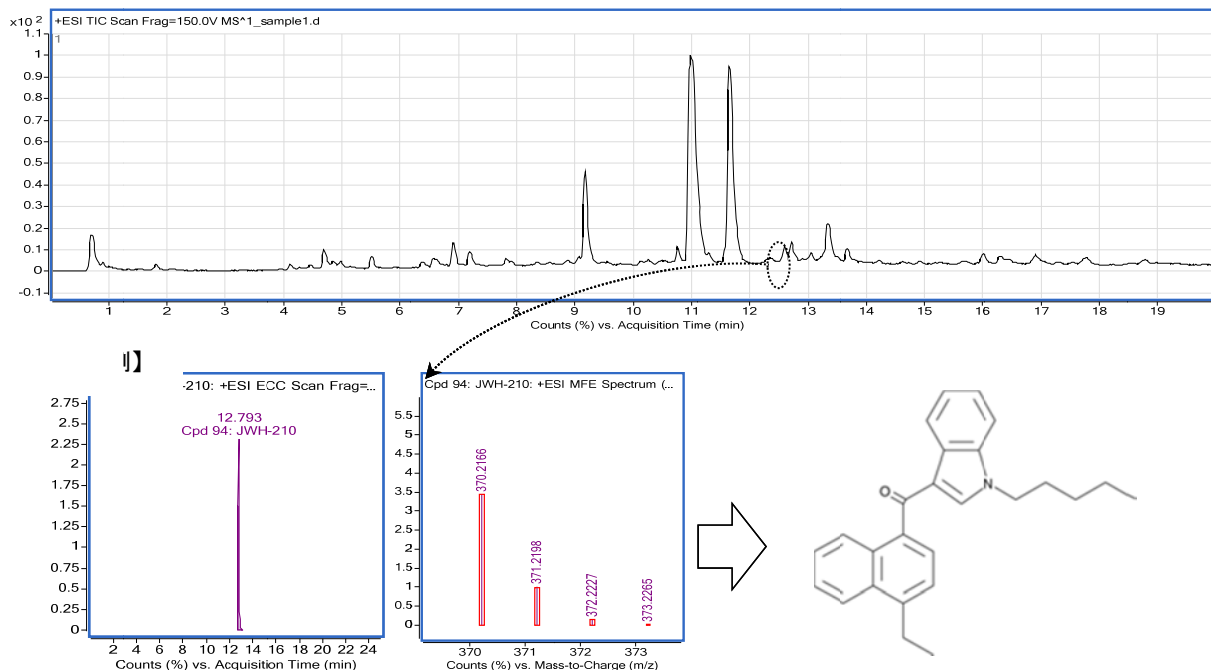
装置: Agilent G6540(Q-TOF/MS)  
 イオン化: ESI, Positive mode 乾燥ガス: N<sub>2</sub>, 350℃, 10.0L/min  
 ネブライザー: N<sub>2</sub>, 50psi キャピラリー電圧: 4000V  
 フラグメンター電圧: 150V Scan 範囲: 80~1250m/z  
 リファレンスマス: 121.0509 及び 922.0098

## [実試料 分析例]

本システムを用いて、実試料の分析を行った。

- 1) 前処理
- 2) MFE (Find Compounds by Molecular Feature) によるピーク抽出
- 3) データベース解析

条件: 検索イオン: [M+H]<sup>+</sup>, [M+NH<sub>4</sub>]<sup>+</sup>, [M+Na]<sup>+</sup>, 質量誤差: ±10ppm, RT 誤差: ±1min



I.20926)

## [技術資料]

## 4 まとめ

測定の結果、得られた TIC から、Agilent 社製の解析ソフト MassHunter を用いてピーク抽出を行ったところ、129 物質が候補に挙がった。さらに、本データベースを用いて解析を進めると、6 物質にまで絞り込むことができた。

本試料のように、指定薬物及びその類似体を含む製品では植物片を含むものが多く、またミニカラム等を用いた精製処理もしないため、TIC クロマト上に植物由来のピークが多数観察されるケースが少なくない。このようなピークは、スクリーニングするうえでの妨害となるが、ミリマス単位で精密に計測することにより判別は可能であり、検索精度を高めることができた。

