

Application Data Sheet

No. 124

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

Quick-DB Forensicを用いた全血中の薬毒物の簡易定量

Semi-quantitation of toxicological substances in whole blood using the Quick-DB Forensic

GC-MSを用いた分析において、前処理は欠かせない作業です。試料中の対象化合物を定量する場合、前処理での回収率を考慮する必要があります。しかし、測定対象化合物が多くなるにつれて、最適な前処理方法や回収率を決定することは、経験と膨大な時間がかかります。また定量のための標準試料の購入と検量線作成は、コストと手間を要します。

「Quick-DB GC/MS/MS薬毒物データベース(Quick-DB Forensic)」は、中毒事例の多い薬毒物68成分についてGC/MS/MSの分析条件はもちろんのこと、前処理を通した多点での検量線情報が登録されており、データベースで最適化されたQuEChERSプロトコルに従って前処理を行うことにより、全血試料中の薬毒物をスタンダードレスで簡易定量することができます。

本アプリケーションデータシートでは、全血に薬物を添加して前処理した試料をQuick-DB Forensicに登録された検量線で定量結果を算出し、簡易定量の真度について評価した結果を紹介します。

Quick-DB Forensic

中毒事例の多い薬毒物68成分について前処理からGC/MS/MS測定、データ解析のトータルソリューションを提供することを目的としたデータベースです。簡易前処理法として知られているQuEChERSを採用しており、初めての方でも簡単に前処理を行う事ができます。データベースに登録された検量線情報には、あらかじめ全血試料に対象化合物を添加して前処理を行った多点での検量線情報が登録されています。これにより、定量精度に大きく影響を与えるマトリックスによる干渉や前処理の回収率などの定量誤差を低減させることにより、標準品を使用せずに精度の高い簡易定量値を得ることができます。

また、システム状態を自動的に判定する性能管理機能は、カラムやガラスインサートの汚染など装置状態の悪い部分を迅速に判断して常に最高の状態を維持しながら薬毒物分析を行えます。

分析プロトコル概要

Fig. 1にQuick-DBを用いた分析のプロトコルの概要を示します。全血試料200 μ Lを蒸留水で希釈し、内部標準を添加します。その後、プロトコルに従ってQuEChERS抽出および分散固相抽出(dSPE)によるクリーンアップを行い、濃縮乾燥して、酢酸エチルでメスアップします。分析用のメソッドファイルは、データベースからメソッドファイルを作成するSmart MRMで自動作成され、検量線情報も同時に登録されます。作成したメソッドファイルで検査試料を測定するだけで、検出された薬毒物の簡易定量値が得られます。フェネチルアミン系の薬物の場合は、オートインジェクタによるオンカラムTFA誘導体化して測定することができ、誘導体化作業を自動化します。

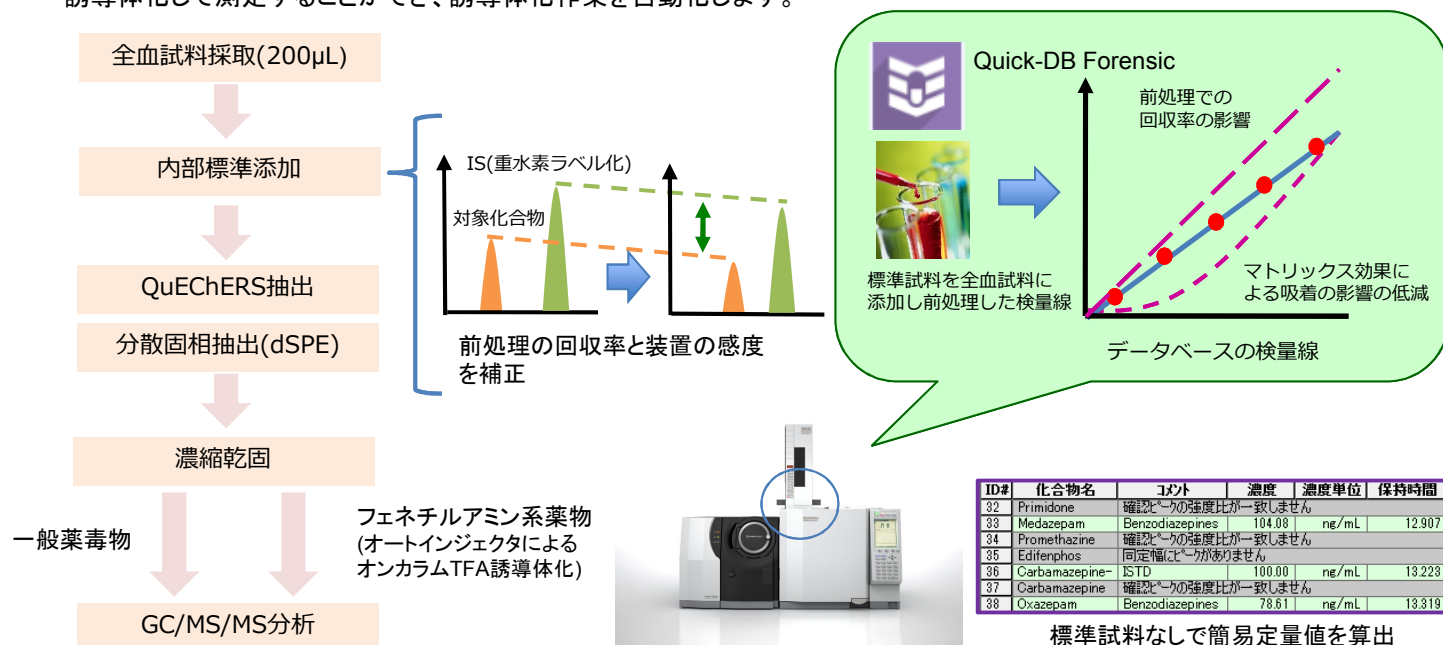


Fig.1 分析のプロトコル概要

標準試料なしで簡易定量値を算出

分析結果

データベースによる簡易定量の精度を評価するために、全血試料にベンゾジアゼピン系薬物およびフェネチルアミン系薬物を100 ng/mLの濃度でそれぞれ添加して前処理を行った抽出試料を測定しました。ベンゾジアゼピンの簡易定量結果をTable 1に、代表的なマスクロマトグラムをFig. 2に示します。また、フェネチルアミン系薬物の簡易定量結果をTable 2に、代表的なマスクロマトグラムをFig. 3に示します。MS/MSによる高い選択性から妨害の少ないクロマトグラムが得られ、定量にはマトリックスの影響を配慮した検量線を適用することで、標準試料を用いない簡易定量法でも、78~117%の真度で良好な定量結果が得られました。

Table 1 ベンゾジアゼピン系薬物の簡易定量と真度

	簡易定量値 (ng/mL)	真度(%)
Medazepam	104.08	104.08
Oxazepam	78.61	78.61
Fludiazepam	97.78	97.78
Diazepam	97.89	97.89
Clotiazepam	107.74	107.74
Clobazam	109.29	109.29
Flunitrazepam	111.46	111.46
Bromazepam	117.66	117.66
Prazepam	105.92	105.92
Nimetazepam	111.86	111.86
Flurazepam	117.83	117.83
Alprazolam	92.9	92.90
Tofisopam	80.19	80.19
Etizolam	84.13	84.13
Triazolam	81.86	81.86

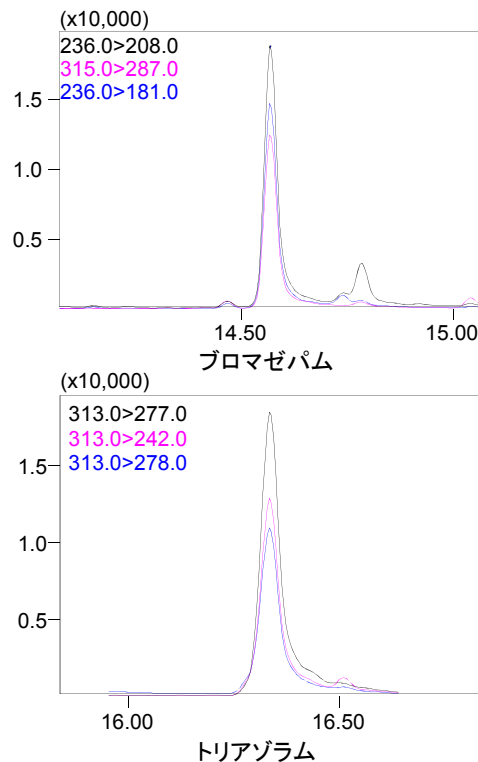


Fig. 2 代表的なベンゾジアゼピン系薬物のマスクロマトグラム

Table 2 フェネチルアミン系薬物の簡易定量と真度

	簡易定量値 (ng/mL)	真度(%)
Amphetamine-TFA	96.76	96.76
Methamphetamine-TFA	88.37	88.37
MDA-TFA	87.63	87.63
MDMA-TFA	80.01	80.01

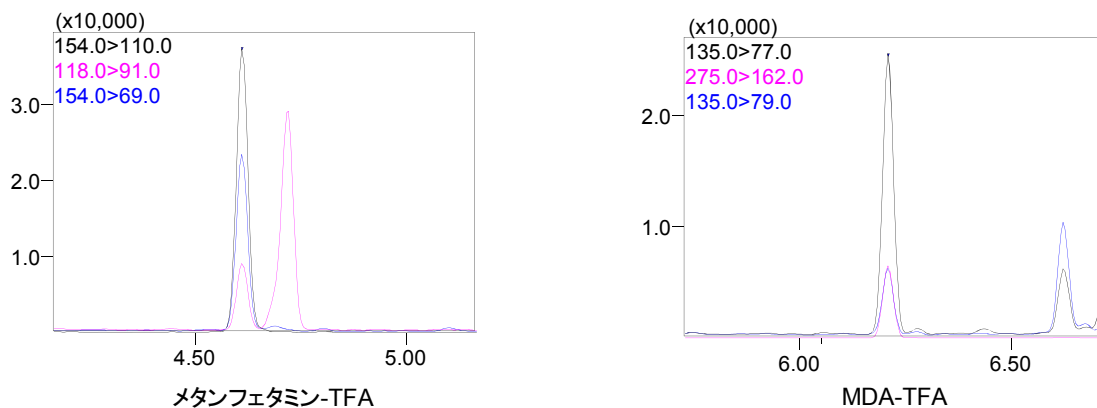


Fig. 3 代表的なフェネチルアミン系薬物-TFA誘導体化物のマスクロマトグラム

本システムで得られる定量情報は、あくまでも標準品を用いない定量値です。鑑定書に利用するなど正確な定量値を算出する場合は、必ず標準試料を用いた試験を実施してください。

株式会社 島津製作所
分析計測事業部 <http://www.an.shimadzu.co.jp/>

本資料の掲載情報に関する著作権は当社または原作者に帰属しており、権利者の事前の書面による許可なく、本資料を複製、転用、改ざん、販売等することはできません。掲載情報については十分検討を行っていますが、当社はその正確性や完全性を保証するものではありません。また、本資料の使用により生じたいかなる損害に対しても当社は一切責任を負いません。本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。