

# Application Data Sheet

## No. 142

### GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

## GC-MS(/MS)を用いたスマートドラッグの分析 (2)

Analysis of smart drugs using GC-MS(/MS) (2)

GC-MS(/MS)では2段階の質量分離により、薬毒物と生体試料中のきょう雑物を分離し、高感度で検出することができます。そのため、生体試料中の薬毒物の含有の有無の判断を簡便にし、データ解析にかかる時間を大幅に短縮することが可能です。その一方でMRMモードで分析するためには、MRMトランジションやコリジョンエネルギー(CE)の最適化を行う必要があり、これらの最適化作業は手間がかかることから、あらかじめ最適化されたデータベースが要望されています。

「Smart Forensic Database Ver.2」は、MRM分析に必要な情報が登録されたデータベースであり、従来の製品と比較して、登録薬毒物を201成分から486成分に増強しました。乱用薬物、精神神経病用薬、一般医薬品、農薬などの薬毒物を全般的に増強しており、一回の測定でモニタリングできる薬毒物が大幅に増えています。

本アプリケーションでは、「Smart Forensic Database Ver.2」を用いて、血しょう中のスマートドラッグ分析に適応した例を紹介します。

### 試料調製

血しょう抽出試料は、QuEChERSと分散固相抽出(dSPE)を組み合わせることで処理しました。0.2 mL 血しょうと1.3 mL 蒸留水を混ぜ合わせ、あらかじめ0.5 gのQ-sep QuEChERS抽出塩パッケージ[AOAC 2007.01] (島津GLC, P/N:26238)、ステンレスビーズと1.5 mLアセトニトリルを入れた5mL チューブに添加し、速やかに攪拌しました。その後3000rpmで10分間遠心分離を行い、アセトニトリル相を分取しました。Q-sep QuEChERS精製キット(島津GLC, P/N:26242)に分取した抽出液を添加し、よく混ぜ合わせて2分間ボルテックス後、3000rpmで5分間遠心分離を行いました。再度分取した抽出液は窒素気流下で乾固し、酢酸エチルで再溶解して血しょう抽出試料を調製しました。得られた抽出試料に血しょう中濃度が50 ng/mLになるようにスマートドラッグ標準試料を添加しました。

### 分析条件

分析条件はSmart Forensic Database Ver.2に登録されている条件を利用しました(Table 1)。MRMの測定対象化合物はデータベースに登録されている未変化体 401成分を設定したスキャン/MRM同時分析メソッドを作成しました。また、シングルGC-MSにおけるきょう雑物との分離の比較のため、未変化体で測定できるスマートドラッグ17成分のスキャン/SIM同時分析メソッドも作成しました。

Table 1 分析条件

GC-MS	: GCMS-TQ8040	[MS]	
カラム	: SH-Rxi™-5Sil MS (長さ30m, 0.25mm I.D., df=0.25 μm) (島津製作所, P/N: 221-75940-30)	インターフェース温度	: 280°C
ガラスインサート	: スプリットレスインサートウール入り (PN:221-48876-03)	イオン源温度	: 200°C
[GC]		測定モード	: スキャン/MRM同時測定
気化室温度	: 260°C		: スキャン/SIM同時測定
カラムオープン温度	: 60°C(2分)→(10°C/分)→320°C(15分)	スキャンイベント時間	: 0.1秒
注入モード	: スプリットレス	スキャン質量範囲	: m/z 43 – 600
キャリアガス制御	: 線速度 (45.6 cm/秒)	スキャンスピード	: 10,000 u/秒
高圧注入	: 250kPa (1.5分)	MRM (SIM)イベント時間	: 0.4秒
注入量	: 1 μL	合計ループタイム	: 0.5秒

分析結果

スマートドラッグを添加した血しょう抽出試料をSIMおよびMRMで測定して得られたマスキロマトグラムをFig. 1に示します。SIMの分析では、血しょう由来のきょう雑物由来のイオンと重なって、含有の有無の判断が非常に困難ですが、MRMではいずれの成分についても明瞭に検出することができました。

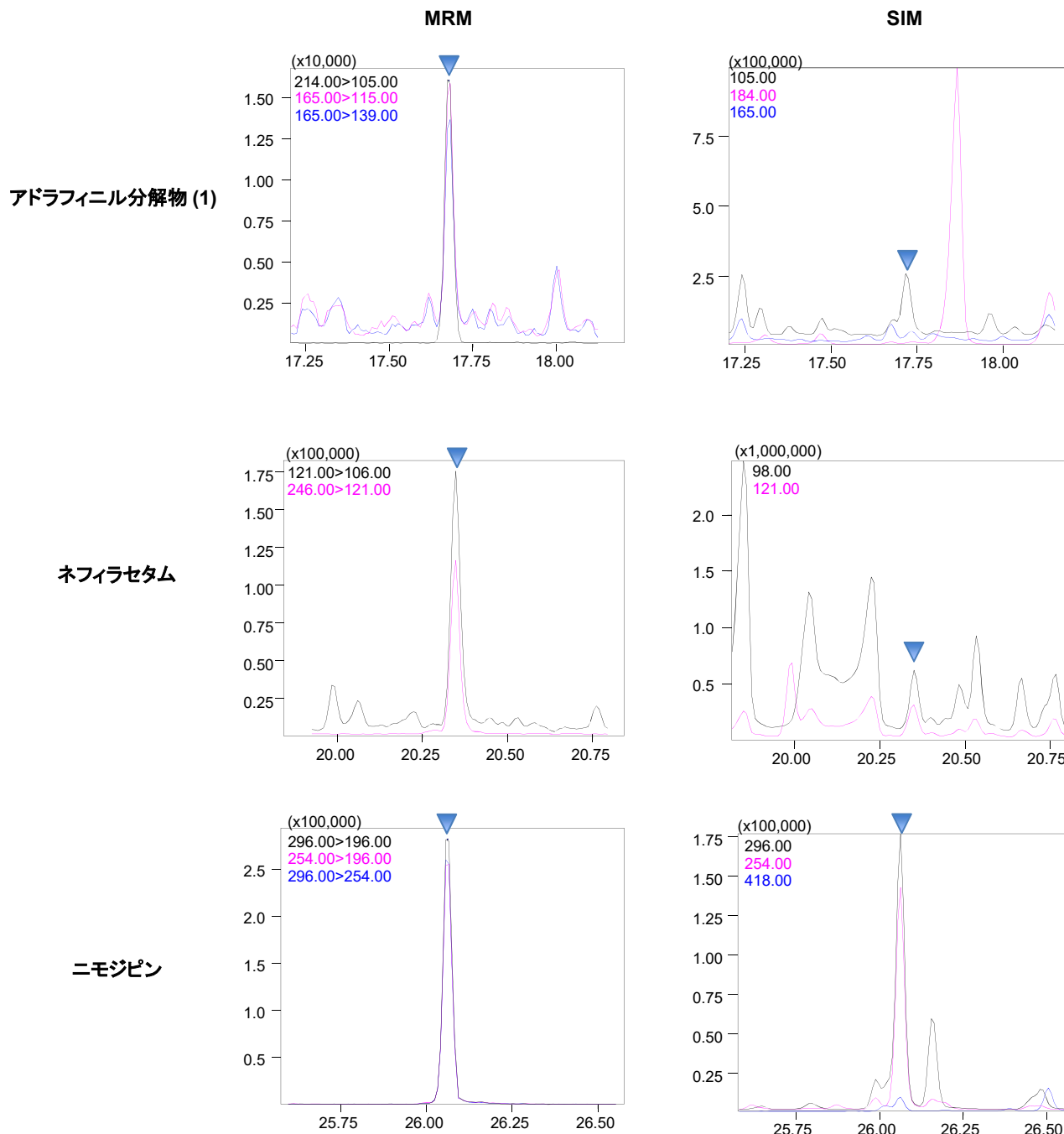


Fig. 1 血しょう抽出試料中スマートドラッグのMRMとSIMマスキロマトグラム(血しょう中濃度 50ng/mL)  
(左:MRM, 右:SIM)

RxiはRestek Corporationの登録商標です。

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。