

GC/MS法薬毒物データベースの有用性 (その2)

GC/MS Forensic Toxicological Database (Part 2)

■はじめに

Introduction

近年、覚せい剤や違法ドラッグ(いわゆる脱法ドラッグ)の乱用が後を絶たず、また、向精神薬などの医薬品や農薬を用いた犯罪や中毒事件も増加傾向にあり、社会的な問題となっています。科学捜査研究所や大学の法医学研究室では、ガスクロマトグラフ-質量分析計(GC-MS)を用い、これら薬毒物の分析が行われています。

これらの薬毒物の検出には、GC-MS分析条件と薬毒物ごとのデータ処理条件の検討が必要です。それらの煩雑な作業を省くために、弊社は向精神薬、睡眠薬、覚せい剤や農薬など1000種類*に及ぶ薬毒物分析用の“GC/MS法薬毒物データベース”を開発しました。過去に乱用された薬

毒物を中心に、標準試料の入手困難な薬毒物や代謝物が登録された法薬毒物分析に最適なデータベースです。また、データベースにはマススペクトルライブラリのほかに薬毒物名、定量・確認イオン、標準マススペクトルと保持指標が登録されたメソッドファイルが含まれています。

本アプリケーションニュースでは、メソッドファイルを用いた簡便かつ迅速な薬毒物の検出方法と半定量法についてご紹介します。

*誘導体化合物を含む

R.Kitano Y.Sakamoto

■メソッドファイル登録内容

Information of Forensic Toxicological Method Files

“GC/MS法薬毒物データベース”のメソッドファイルには、Fig. 1に示すように薬毒物名、定量・確認イオン、標準マススペクトルと保持指標が登録されています。また、特定の

薬毒物については相対レスポンスファクタも登録されており、半定量値を計算することが可能です。

ID#	化合物名	保持時間	保持指標	質量	確認イオン	標準スぺクト
300	Promethazine	21.582	2319	72.00	284.00-213.00	登録
301	Biperiden	21.615	2323	98.00	218.00-112.00	登録
302	Benzalkonium chloride art	21.632	2325	134.00	91.00-317.00	登録
303	5-MeO-DALT	21.632	2325	110.00	270.00-160.00	登録
304	5-MeO-DPT	21.632	2325	114.00	274.00-160.00	登録
305	4-OH-DIPT	21.725	2336	114.00	260.00-146.00	登録
306	6-MeO-DIPT	21.759	2340	114.00	160.00	登録
307	Setipiline	21.767	2341	261.00	217.00-202.00	登録
308	Piroheptine	21.868	2353	288.00	303.00-215.00	登録
309	Endosulfan sulfate	21.868	2353	272.00	387.00-274.00	登録
310	Carbamazepine	21.910	2358	193.00	236.00-165.00	登録
311	5-OH-DIPT	22.037	2373	114.00	160.00-146.00	登録
312	Maprotiline	22.054	2375	277.00	203.00-191.00	登録
313	Oxazepam	22.096	2380	269.00	239.00-268.00	登録
314	Acetazolamide	22.129	2384	180.00	222.00-194.00	登録
315	Profenamine	22.369	2413	100.00	180.00-312.00	登録

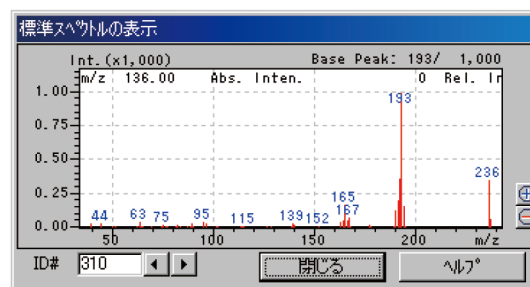


Fig. 1 登録情報
Registered Information in Method File

Table 1 分析方法
Analytical Conditions

Model	: GCMS-QP2010シリーズ	-GC-	-MS-
Workstation	: GCMSsolution Ver.2.5以上	Column Temp.	: 60 °C (2 min)-10 °C/min-320 °C (10 min)
Column	: DB-5 ms (30 m × 0.25 mm I.D. df = 0.25 μm) またはRxi®-5 Sil MS (30 m × 0.25 mm I.D. df = 0.25 μm)	Carrier Gas	: He (Constant Linear Velocity Mode)
		Linear Velocity	: 45.6 cm/sec
		Injection Method	: Splitless
		Interface Temp.	: 280 °C
		Ion Source Temp.	: 200 °C
		Scan Interval	: 0.3 sec

■マスクロマトグラムによるピーク検出

Peak Detection using Mass Chromatograms and Predicted Retention Time

Fig. 2は、尿を前処理したサンプルを本メソッドを用いて分析し、得られたデータを解析した画面です。図の上段に示すトータルイオンカレントクロマトグラム (TIC) で見られるように実試料を分析した場合、きょう雑物によって薬毒物のピークが埋もれてしまいターゲットを確認することが非常に困難です。

本メソッドファイルを使うと、そのような場合も容易に薬毒物を検出できます。まず、予め測定した n -アルカン類の保持時間と薬毒物ごとに登録された保持指標から、GCMS

solutionのAART (Automatic Adjustment of Retention Time) 機能を使って薬毒物の保持時間を推測します。そして、Fig. 2の左下に示しますように、推測された保持時間近傍の定量・確認イオンのマスクロマトグラムから対象となる薬毒物を検出します。これらの操作は、ソフトウェアの自動処理機能を使って行なうことができます。また、最終結果の確認は、Fig. 2の左中段に示しますようにメソッドに登録された標準スペクトルと比較することで行なえます。

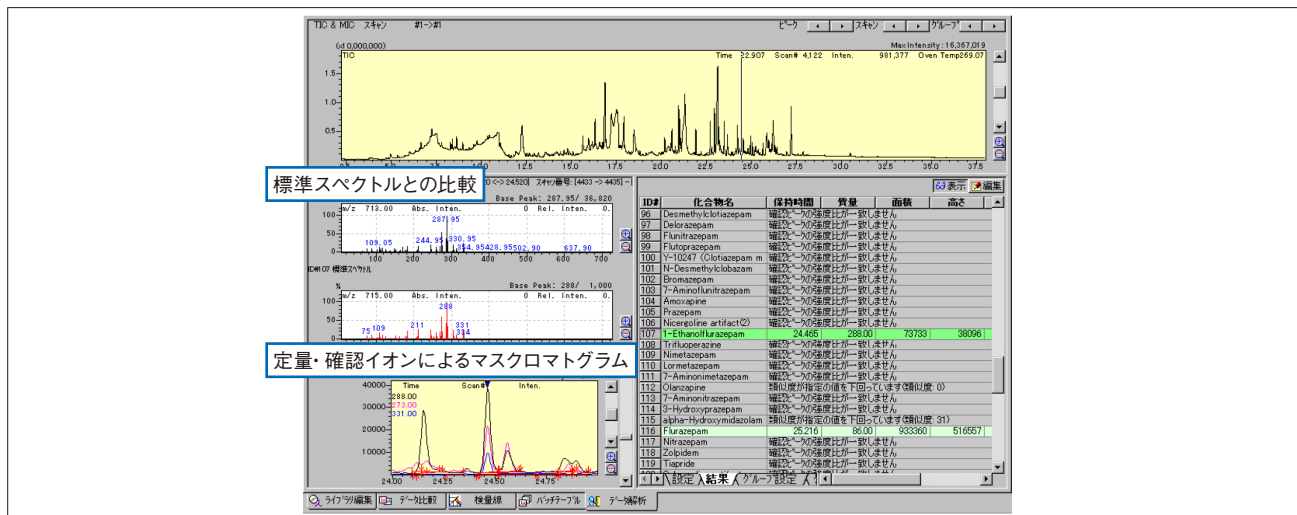


Fig. 2 データ解析画面
Screen Capture of Data Processing Using GCMSsolution

■半定量値の算出

Calculation of Semi-quantitation

本データベースのメソッドファイルには、特定の薬毒物において半定量を算出するための相対レスポンスファクタが登

録されています。Fig. 3に示すように、検量線を作成せずに薬毒物の大まかな濃度を算出することが可能です。

ID#	化合物名	保持時間	質量	面積	高さ	検索	類似度	S/N	濃度	濃度単位
304	5-MeO-DIPT									
305	4-OH-DIPT									
306	6-MeO-DIPT	21.653	114.00	11451	4838		14	21.89	0.00000	ng
307	Setipiline									
308	Pinazepine									
309	Endosulfan sulfate									
310	Carbamazepine	21.662	193.00	1224959	647709		98	1727.22	9.99980	ng
311	5-OH-DIPT									
312	Meprobamate									
313	Oxazepam									
314	Acetazolamide									
315	Propranolol									
316	Misclindol									
317	Sertraline									
318	Levamisole									
319	Melatonin									
320	RAZ-009 (Haloxazolam									
321	Tricaine	22.281	99.00	21248	10969		45	10.88	0.00000	ng
322	Cannabidiol									

Fig. 3 半定量値の算出結果
Calculated Result of Semi-quantitation

■まとめ

Summary

“GC/MS法薬毒物データベース”のメソッドファイルは最適化された分析条件が設定されているため、すぐに薬毒物の分析を行うことができます。また、このメソッドファイル

には全ての薬毒物において様々な情報が登録されており、法薬毒物の自動同定から半定量値の算出が可能です。

A改訂版発行：2012年5月
初版発行：2011年7月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津コールセンター

0120-131691
TEL:075-813-1691

※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。改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。