

QuickProbe GC/MS を用いた 法医学アプリケーションにおける サンプル前処理不要の高速分析ワークフロー

著者

Luis A. Cuadra-Rodriguez
Agilent Technologies, Inc.

概要

このアプリケーションノートでは、Agilent QuickProbe GC/MS システムを用いて、薬物をサンプル前処理なしで効率的かつ迅速に分析するワークフローを紹介します。食用の大麻、ブラックタールヘロイン、マジックマッシュルームなどを含む複雑な押収薬物サンプルを 1 分未満で分析することができました。

はじめに

さまざまなサンプル中の化合物、特に押収薬物を同定するための高速分析のニーズは、ますます高まっています^{1,2}。バルクサンプル中の薬物や他の化学物質の明瞭な識別は、犯罪科学捜査研究所でのスクリーニング時にきわめて重要です。従来の薬物分析では多くの場合、ガスクロマトグラフィー/質量分析 (GC/MS) などの分析法による確認の前に、薬物のタイプを分類する目的で、溶解、希釈、複数の試薬に基づく試験などのサンプル前処理が必要になります^{3,4}。QuickProbe GC/MS により、サンプル前処理が必要ないシンプルかつ高速な分析ワークフローが実現します。

実験方法

サンプル

錠剤の処方薬 (オキシコドンとバイコジン) や、ブラックタールヘロイン、マジックマッシュルーム、大麻入り食品 (クッキー) といった刑事事件の押収薬物など、さまざまな薬物サンプルを分析しました (図 1)。

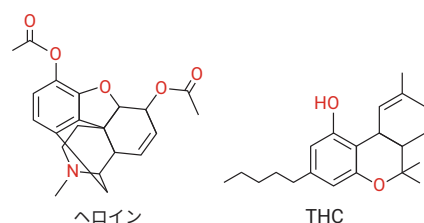


図 1. 今回の研究でテストした 2 つの薬剤化合物の化学構造

機器

QuickProbe を GC/MS システムの GC の上部にある検出器スロットに取り付けました (図 2)。QuickProbe には、大気には開放された加熱注入口があり、一定のヘリウムパージにより空気の流入を防ぎます。このシステムでは、高速加熱される (最高 16 °C/s、960 °C/min) 短いキャピラリーカラム (Agilent J&W DB-1ht、 $\sim 1.5 \text{ m} \times 0.25 \text{ mm}$ 、0.10 μm) によって、基本的なクロマトグラフィー分離が 1 分以内に可能です。各サンプル (液体、固体、粉末) にガラス製プローブ (図 3) を接触させて QuickProbe 注入口に 3 ~ 6 秒間で導入し、

気化させた後、GC/MS でデータを取り込みました。サンプル前処理は、ほぼ必要ありませんでした。化合物の同定は、標準 GC/MS データ解析パッケージ (Agilent MassHunter Qualitative Analysis、Quantitative Analysis、Unknowns Analysis ソフトウェア) を使用し、NIST ライブラリまたは Wiley ライブラリで検索することによって実行しました。

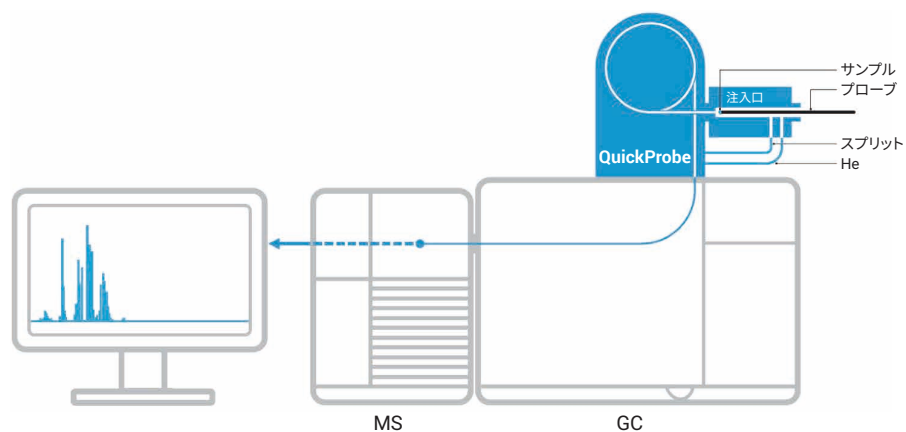


図 2. Agilent QuickProbe GC/MS システム構成の概略図

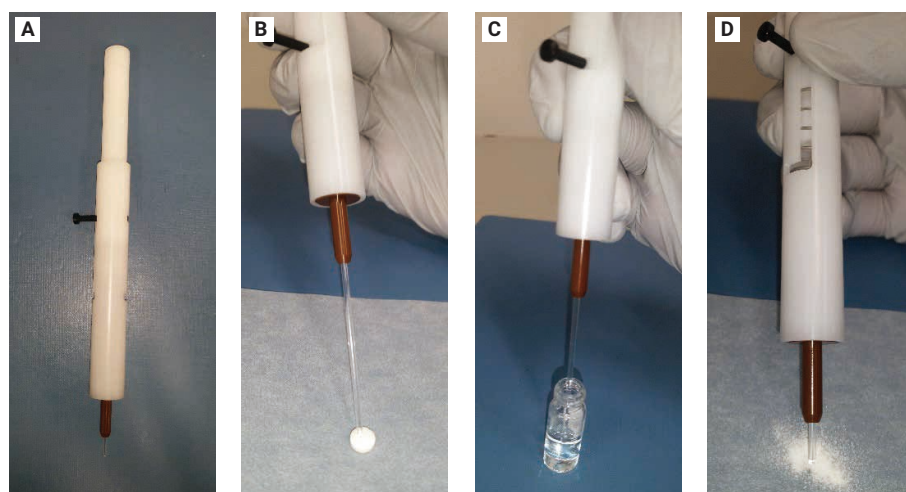


図 3. サンプル前処理では、プローブホルダのガラスプローブ A) を B) 固体 (錠剤)、C) 液体、D) 粉末 (粉状にされた錠剤) のサンプルに接触させる

結果と考察

粉状にされたバイコジン錠 (ヒドロコドン:アセトアミノフェン が 5:300 mg) の分析は、サンプル前処理なしで 1 分以内に完了しました。アセトアミノフェンとヒドロコドンという 2 つの主要成分のクロマトグラフィー分離が得られ、これによって QuickProbe GC/MS の性能が実証されました (図 4)。さらに、ヒドロコドンの質量がアセトアミノフェンの質量の < 2 % の場合でも、この 2 つの有効成分は NIST ライブラリで > 90 の一致率で同定されました。

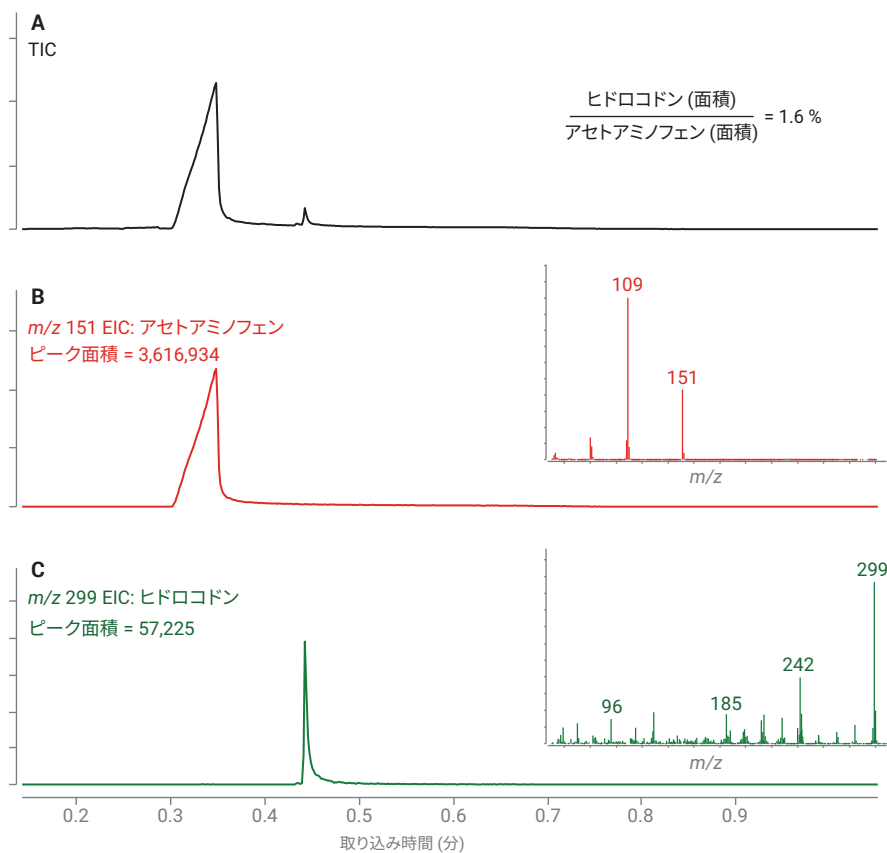


図 4. 粉状にされたバイコジン錠 (ヒドロコドン:アセトアミノフェン が 5:300 mg) の分析が 1 分以内に完了。
A) トータルイオンクロマトグラム (TIC)。B) アセトアミノフェン m/z 151 および C) ヒドロコドン m/z 299 の抽出イオンクロマトグラム (EIC)。どちらの成分も NIST ライブラリで > 90 の一致率

高速分析と最小限のサンプル前処理、基本的なクロマトグラフィー分離、ライブラリ検索の組み合わせにより、科学捜査に適したシンプルなワークフローの開発が可能になりました(図 5)。5 分未満の高速スクリーニングワークフロー分析の手順は、次のとおりです。

1. システムブランク
2. プローブブランク
3. サンプル
4. システムブランク

図 5 は、このワークフローに従ったオキシコドンの錠剤の分析を示しています。ブランクランは、フタレートや有機酸などのバックグラウンドピークを示しています。サンプル抽出スペクトルは、NIST ライブラリとの一致率 93 でオキシコドンと同定されました。最後のシステムブランクは、システムが通常のバックグラウンドレベルに戻り、次のスクリーニング分析の準備ができていることを示しています。

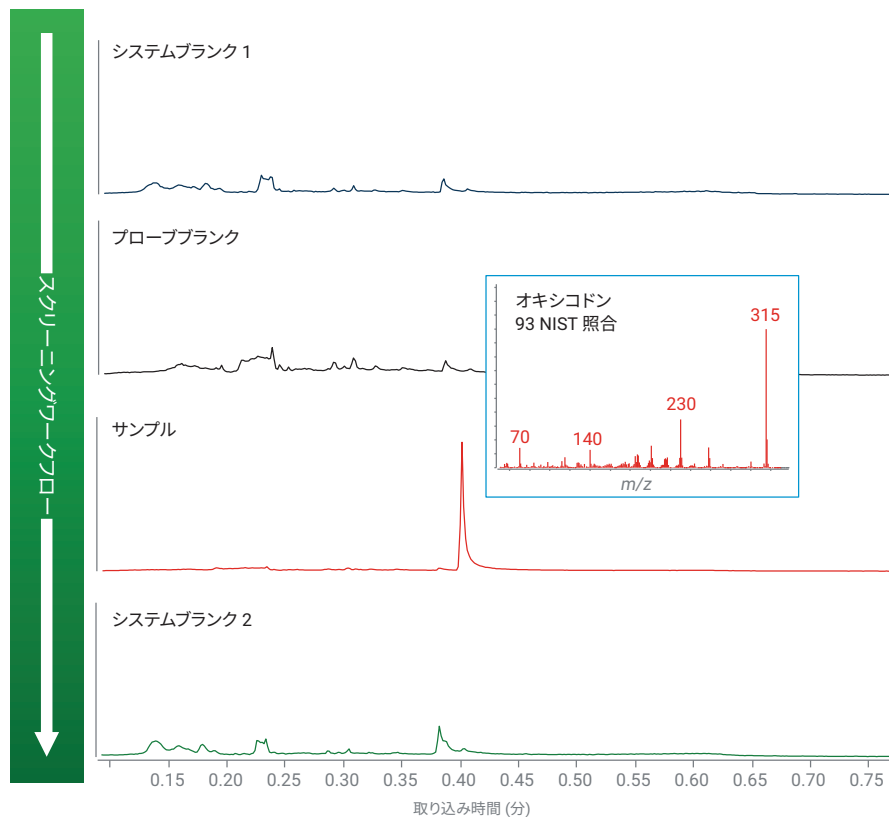


図 5. 5 分未満で完了するオキシコドン錠のスクリーニングワークフロー分析

この高速ワークフローを、法医学事例で押収された薬物サンプルに適用しました。図 6 は、MassHunter Unknowns Analysis ソフトウェアを使用して、大麻入り食品(クッキー)、ブラックタールヘロイン、「マジック」マッシュルームを分析した結果です。主要成分も微量成分も NIST ライブラリによって高い一致スコアで同定されたことがわかります。例えば、大麻入り食品の分析では、サンプル中の THC/ドロナビノール、カンナビクロメン、コレステロールが示されました。ブラックタールサンプルでは、ヘロイン、アセチルコデイン、6-モノアセチルモルヒネ、パパペリン、ノスカピンが同定されました。「マジック」マッシュルームの分析では、主要なピークではありませんが、サイロシンが同定されました。表 1 に、さまざまな押収薬物サンプルおよび錠剤の分析結果をまとめています。

表 1. 法医学事例のサンプルと処方薬のスクリーニング分析結果の要約

サンプル	化合物	NIST ライブラリの照合	分子式
ブラックタールヘロイン	アセチルコデイン	97	C ₂₀ H ₂₃ NO ₄
	6-モノアセチルモルヒネ (6-MAM)	98	C ₁₉ H ₂₁ NO ₄
	ジアセチルモルヒネ (ヘロイン)	98	C ₂₁ H ₂₃ NO ₅
	パパペリン	93	C ₂₀ H ₂₁ NO ₄
	ノスカピン	98	C ₂₂ H ₂₃ NO ₇
大麻入り食品	ドロナビノール	99	C ₂₁ H ₃₀ O ₂
	カンナビクロメン	89	C ₂₁ H ₃₀ O ₂
「マジック」マッシュルーム	サイロシン	90	C ₁₂ H ₁₆ N ₂ O
コカインパウダー	コカイン	98	C ₁₇ H ₁₉ NO ₄
	テトラミゾール	97	C ₁₁ H ₁₂ N ₂ S
レッドタブレット	シルデナフィル (バイアグラ)	92	C ₂₂ H ₃₀ N ₆ O ₄ S
錠剤 (アルプラゾラム)	アルプラゾラム	99	C ₁₇ H ₁₃ ClN ₄
錠剤 (オキシコドン)	オキシコドン	97	C ₁₈ H ₂₁ NO ₄
錠剤 (バイコジン)	アセトアミノフェン	99	C ₉ H ₉ NO ₂
	ヒドロコドン	96	C ₁₈ H ₂₁ NO ₃

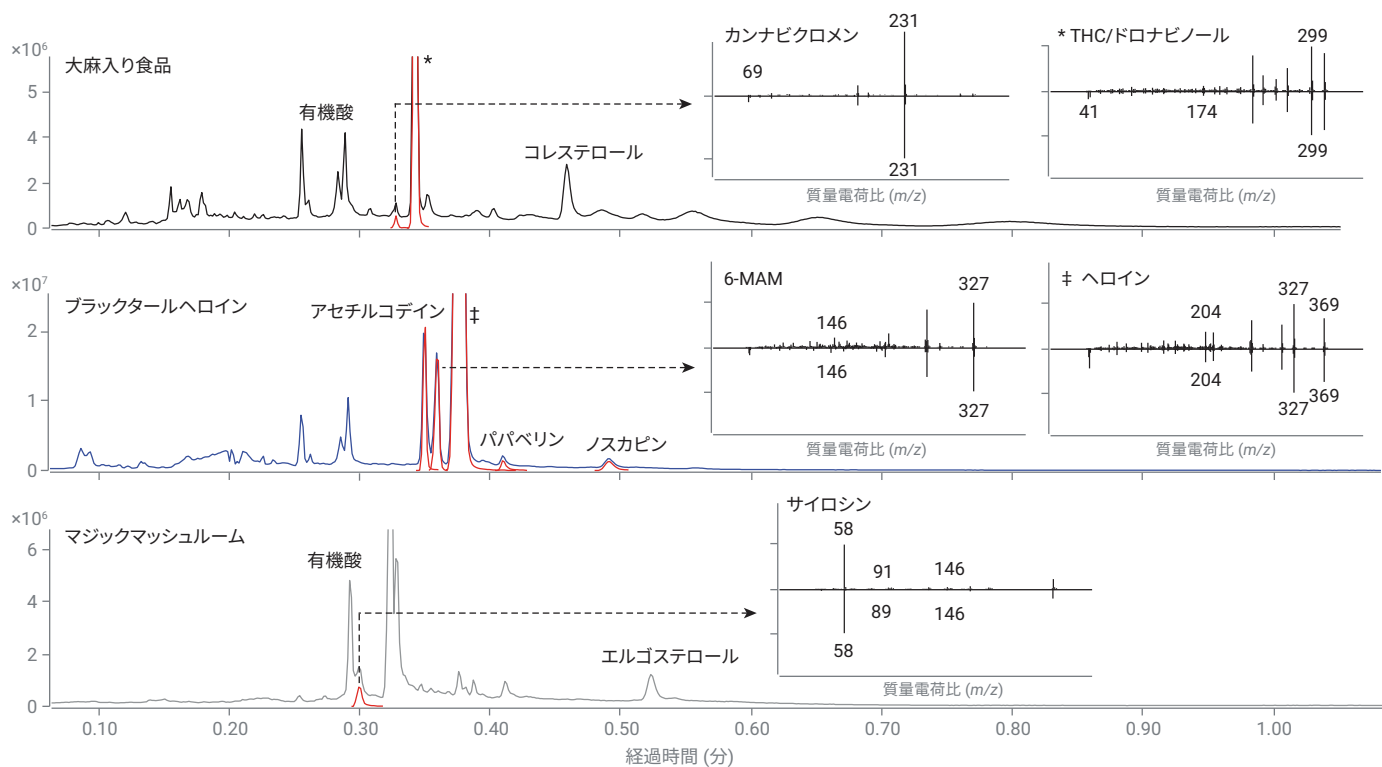


図 6. 大麻入り食品、ブラックタールヘロイン、「マジック」マッシュルームなど、さまざまな法医学事例のサンプルを 1 分未満で高速スクリーニング分析 (サンプル前処理なし)。各サンプルの主要ターゲット化合物のスペクトルの (直接) 比較

前述の錠剤分析の例と同様に、主要成分を明確に識別できるため、分析者は具体的なサンプル前処理手順や確認メソッドの指針を得られます。また、複雑なサンプル（大麻入り食品、ブラックタールヘロイン、「マジック」マッシュルームなど）を対象とした1分未満の押収薬物のスクリーニング分析により、大幅な時間短縮が可能になります。

結論

錠剤や、押収薬物のさまざまな物理的状態（固体、ゲル、粉末）のバルクサンプルのスクリーニングにおいて、前処理がほぼ必要ない高速サンプル分析を実証しました。NIST ライブラリの照合と既知の由来物質により、薬物成分を明確に識別し、短時間で分析を実行できました。1) システムブランク、2) プローブブランク、3) サンプル、4) システムブランクという手順のスクリーニングで、科学捜査に適した高速分析ワークフローが示されました。

参考文献

1. Demoranville, L. T.; Brewer, T. M. Ambient Pressure Thermal Desorption Ionization Mass Spectrometry for the Analysis of Substances of Forensic Interest, *Analyst* **2013**, 138, 5332. (DOI:10.1039/c3an00726j)
2. Deimler, R. E.; et al. Direct Analysis of Drugs in Forensic Applications Using Laser Ablation Electrospray Ionization-Tandem Mass Spectrometry (LAESI-MS/MS), *Analytical Methods* **2014**, 6, 4810. (DOI:10.1039/c4ay01043d)
3. Scientific Working Group for the Analysis of Seized Drugs (SWGDRUG) Recommendations, United States Department of Justice Drug Enforcement Administration, 7th ed., **2016** (<http://www.swgdrug.org/Documents/SWGDRUG%20Recommendations%20Version%207-1.pdf>)
4. Scientific Working Group for the Analysis of Seized Drugs (SWGDRUG) Supplemental Document SD-2, United States Department of Justice Drug Enforcement Administration, (<http://www.swgdrug.org/Documents/Supplemental%20Document%20SD-2.pdf>)

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタマコンタクトセンタ

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2019
Printed in Japan, June 6, 2019
5994-0874JAJP