

C. MDMA (3,4-methylenedioxymethamphetamine)¹⁾および MDA (3,4-methylenedioxymphetamine)¹⁾

(1) ガスクロマトグラフィー・質量分析法 (GC/MS)

i) 前処理 (固相抽出)

試 料²⁾ 2.0 ml

- i) pHを約6に調整し、内部標準液³⁾ 0.1 mlを加えて混和する.
- ii) アプライする.

Bond Elut Certify カラム⁴⁾ (300 mg, Varian)

- i) 水 2 ml で洗浄後、5分間吸引してカラムを乾燥する.
- ii) メタノール 2 ml で洗浄後、5分間吸引してカラムを乾燥する.
- iii) メタノール/濃塩酸 (46 : 1) 3 ml で溶出する.

溶出液

窒素気流下、40°Cで溶媒を留去する.

残 渣

- i) 無水トリフルオロ酢酸 (TFAA)/酢酸エチル (1 : 1) 200 μl を加え、60°Cで20分間加温する.
- ii) 窒素気流下、反応液を留去する.

残 �渣

酢酸エチル 100 μl に溶かし、その 1 μl を注入する.

GC/MS

【注解】

- 1) MDMA は通称エクスタシー (Ecstasy), MDA はラブ (Love) と呼ばれている.
- 2) 試料は血液、尿、胃内容など。尿、胃内容は予め、NaOH 溶液などで pH を約 6 に調整しておく。
- 3) メトキシフェナミンの 5 μg/ml 水溶液。
- 4) 予め、メタノール 2 ml、水 2 ml を順次流してカラムを活性化する。疎水性基と陽イオン交換基の両方を結合した固定相を充填した類似の市販カートリッジカラムで代替可能。カラムは乾燥行程以外では乾燥させないように注意する。

代替可能。カラムは乾燥行程以外では乾燥させないように注意する。

ii) GC/MS の条件

装 置	: ガスクロマトグラフ/質量分析計
カラム	: Ultra-1, 25 m × 0.22 mm i.d., 膜厚 0.33 μm
温 度	: カラム 100°C (1 min) – (20°C/min) – 280°C (15 min) ; 注入部 250°C ; 導入部・イオン源 280°C
キャリアガス	: ヘリウム 圧力 6.5 psi
注入法	: スプリットレス (1 min)
イオン化	: EI (電子衝撃) 70 eV
測 定	: 質量範囲 m/z 50 – 550 ; 時間 25 min

【注 解】

- 1) ガスクロマトグラフで測定する場合は GC/MS の条件に準じて行う。

表1 MDA, MDMAの保持時間と主なフラグメントイオン

化合物	保持時間 (min)	フラグメントイオン (m/z)
MDA-TFA	7.26	135, 162, 275
MDMA-TFA	8.02	154, 162, 135
IS-TFA	6.99	154, 148, 110

MDA : methylenedioxyamphetamine ; TFA : trifluoroacetyl ;
MDMA : methylenedioxymethamphetamine ; IS : methoxyphenamine

【注 解】

- 1) Triage では、MDA, MDMA に対する抗体の反応性が覚せい剤より弱いので、陰性になる可能性がある。
2) MDA, MDMA は覚せい剤分析法でも測定できる。

【文 献】

1. 生体試料の薬物鑑定に関する総合的研究班 編 (厚生省) 「生体試料の薬物鑑定フォーラム '94」1994 ; 11.