

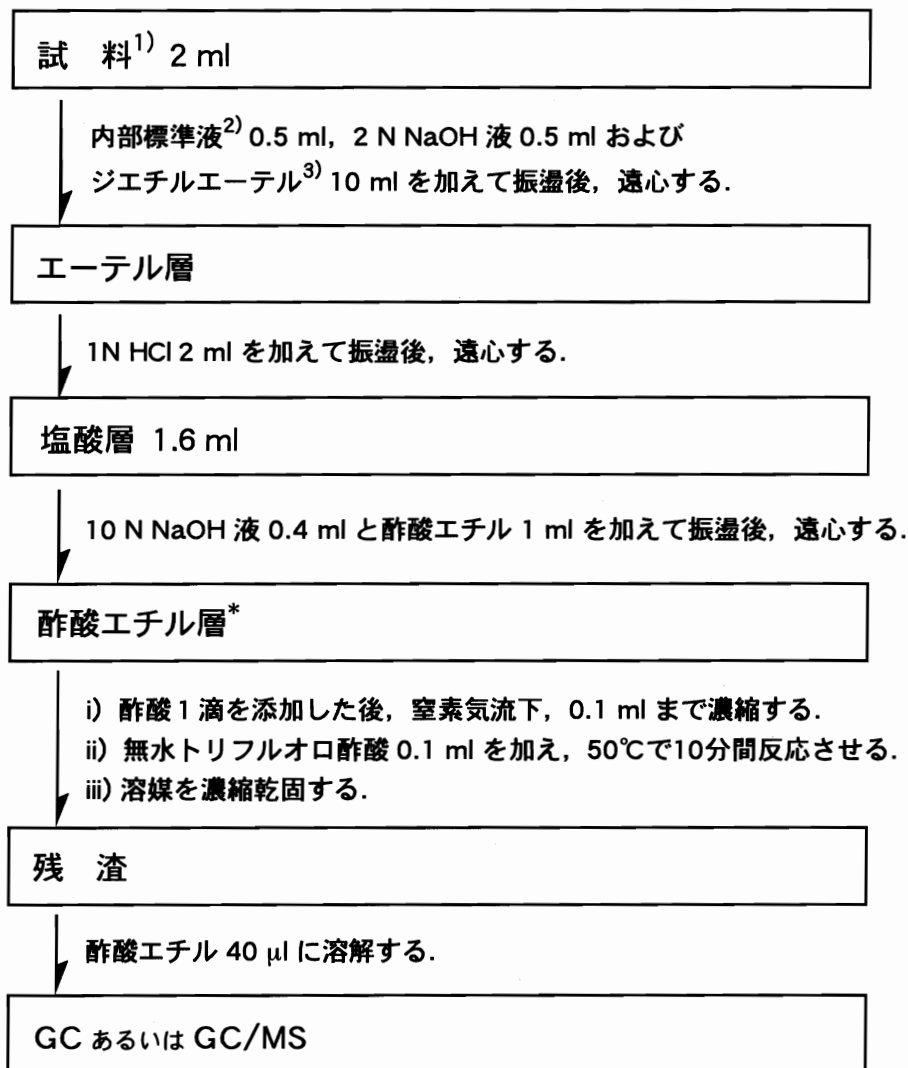
### 3. 覚せい剤

覚せい剤は一部の臨床応用を除いて「覚せい剤取締法」によりその使用や所持は厳しく規制されている。しかし、不法な製造や密輸は後を絶たない。法的に規制された薬物を検査する際には、人権に関わることから慎重に分析しなくてはならず、採取した試料の取扱から分析に使用する器具、機器類の汚染など細心の注意を要する。また、簡易スクリーニング法で検出された場合、GC/MS等の分析機器で覚せい剤の存在を確認することが必要である。

以下、メタンフェタミンおよびアンフェタミンをMAおよびAと略して表記する。

#### (1) ガスクロマトグラフィー (GC), GC・質量分析法 (GC/MS)

##### i) 液-液抽出



#### 【注解】

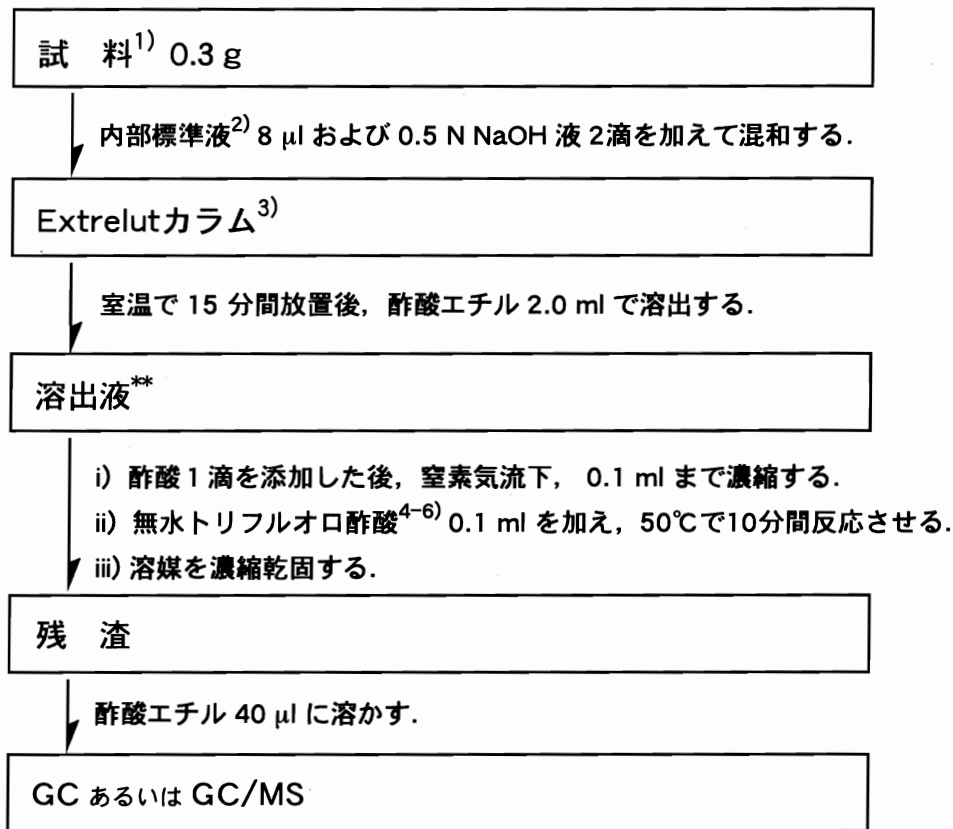
- 1) 試料は尿, 血液, 毛髪など。血液の場合は, その 1 g (ml) を 0.1N HCl で 2 倍に希釈したものを試料とする。爪や毛髪は, 試料片をジエチルエーテルで洗浄後, 細かく切って, 2 ml の 2.5 N NaOH 液に浸し, 70~80℃で 30 分間加熱し, 硬組織を溶解させる。これを酢酸エチル 2 ml で 2 回抽出し, 酢酸エチル層に酢酸 0.1 ml を加えた後, 窒素気流下で溶媒を留去する。残渣に無水トリフルオロ酢酸 50 μl およびピリジン 20 μl を加え, 10~20 分間室温で放置した後, 溶媒を留去し, 残渣を再び酢酸エチルに溶解して分析試料とする。

- 2) 内部標準液は 3-フェニルプロピルアミンの 10  $\mu\text{g}/\text{ml}$  0.5 N HCl 溶液.
- 3) 抽出溶媒は、クロロホルム/イソプロパノール (3 : 1, v/v) などが報告されているが、溶媒留去などの操作性を考慮してジエチルエーテルを推奨する.

## 【文献】

1. 永田武明 他. 医用マス研究会講演集 1979 ; 4 : 95-102.
2. 宇根伊津子 他. 医用マス研究会講演集 1981 ; 6 : 125-128.
3. Suzuki O et al. Forensic Sci Int 1984 ; 24 : 9-16.
4. 日本薬学会編. 薬毒物化学試験法と注解 南山堂 第4版.

## ii) 固相抽出



## 【注解】

- 1) 試料は尿、血液など。血液の場合は、その 1 g に 0.05 N HCl 2.5 ml を加え攪拌し、15 分間静置した後、1N NaOH 液 0.5 ml を加えて混和し、その 0.6 ml に内部標準液を添加し、Extrelut カラムに通す。
- 2) 内部標準液は 3-フェニルプロピルアミンの 25  $\mu\text{g}/\text{ml}$  水溶液。GC/MS で分析する場合、内部標準物質には A-d5, MA-d5 の使用を奨める。
- 3) Extrelut 20 (Merck, Art. 11737) をジエチルエーテルで洗浄し、風乾した後、ガラスカラムに詰めて使用する。既にガラスカラムに充填済みの Extrelut 3 (Merck, Art. 15372) を使用してもよい。
- 4) 誘導化剤としては、TFAA (無水トリフルオロ酢酸) をはじめ、HFBA (無水ヘプタフルオロ酪酸), PFPA (無水ペンタフルオロプロピオン酸), 4-CB (4-カルベトキシヘキサフルオロ酪酸クロリド) などが報告されているが、誘導体調製の容易さ、安定性、試薬の価格など考慮すると TFAA が実用的である。しかし、HFBA などは、GC の注入部で誘導体化 (オンカラム誘導体化) ができるなどの利点もあり、必要に応じて使い分けると便利である。

### 3/覚せい剤/GC, GC/MS

5) TFA 誘導体は、揮発性が高く、溶媒留去時の損失が大きいため、注意を要する。

A, MA やエフェドリン, ノルエフェドリンの TFA 誘導体は安定であるが, メチルエフェドリン, *p*-ヒドロキシアンフェタミン, *p*-ヒドロキシメタンフェタミンの TFA 誘導体は不安定で分解しやすいため, 試料溶液調製後速やかに(試料調製後 2~3 時間内)分析する必要がある。

5) 誘導化剤としてクロロギ酸プロピルを用いると, 室温で短時間に反応し, また, 抽出溶媒に混合して用いると, 抽出と誘導体化が同時に行える。

#### 【文献】

1. 宇根伊都子 他. 日法医誌 1983 ; 37 : 63-66.
2. 寺田賢 他. 法中毒学ニュース 1986 ; 4 : 74-75.
3. Meatherall R. J Anal Toxicol 1995 ; 19 : 316-322.

#### iii) GC の条件

装 置	: ガスクロマトグラフ
検出器	: FID (水素炎イオン化検出器)
カラム	: 3% OV-17/Gas Chrom Q (80-100mesh), 3 m x 1.2 mm i.d.
温 度	: カラム 150°C ; 注入部・検出器 170°C
キャリアガス	: 窒素 59 ml/min

#### 【注解】

- 1) A-TFA および MA-TFA の保持時間はそれぞれ 1.6 分および 2.8 分である。
- 2) MA および A の定量範囲は, それぞれ 20~800 ng および 40~800 ng であり, 検出下限は, MA 10 ng, A 20 ng である。
- 3) 定量は, MA 200 µg/ml および MA 100 µg/ml と 200 µg/ml の標品を TFA 化した標準液を毎回 1 µl 注入し, それぞれのピーク面積を基準にして濃度を求める。
- 4) 充填カラムでは, SE-30, OV-7, OV-17, OV-225, XE-60 などが, キャピラリーカラムでは, 5% phenylmethylsilicone (Ultra-2) や polydimethylsiloxane (DB-5) などが用いられる。
- 5) 近年, 代謝物としてアンフェタミン関連化合物を生成する医薬品が流通するようになり, 光学分割して分析する必要が生じている。このような場合, 光学活性カラムを使用して分析すれば, 医薬品由来であるか否かを推定できる。
- 6) 他の検出器, NPD (FTD) (窒素-リン検出器), ECD (電子捕獲型検出器) などによる分析例も報告されている。

#### iv) GC/EI (電子衝撃) MS の条件

装 置	: ガスクロマトグラフ/質量分析計
カラム	: PTE-5 および BD-5 相当品, 30 m x 0.25 mm i.d., 膜厚 0.25 µm
温 度	: カラム 60°C - (20°C/min) - 280°C ; 注入部 250°C ; イオン源 230°C
キャリアガス	: ヘリウム 0.8 ml/min
イオン化電圧	: 70 eV
測定質量範囲	: m/z 50 - 500

## 【注 解】

1) 各化合物の誘導体のフラグメントイオンを表1に示す.

表 1. アンフェタミン, メタンフェタミンおよびそれらの誘導体の主なフラグメントイオン

化合物	主なフラグメントイオン (m/z)			
	遊離塩基	HFBA 誘導体	TFA 誘導体	TBDMS 誘導体
amphetamine	91, 65, 120	118, 240, 91	140, 118, 91	158, 73, 100, 192
methamphetamine	58, 91, 134	254, 118, 91	154, 110, 118	172, 73, 206

v) GC/CI (化学イオン化) MS の条件

装 置	: ガスクロマトグラフ/質量分析計
カラム	: 3% OV-17/Gas Chrom Q (80-100mesh), 1.0 m X 2.6 mm i.d.
温 度	: カラム 140°C ; 注入部 180°C ; セパレーター 250°C ; イオン源 200°C
キャリアガス	: ヘリウム 20 ml/min
イオン化ガス	: イソブタン
測定質量範囲	: m/z 50 - 500

## 【注 解】

- 1) A-TFA, MA-TFA および PPA (3-phenylpropylamine)-TFA の保持時間はそれぞれ 1.5 分, 2.7 分および 3.2 分である.
- 2) A-TFA, MA-TFA および PPA-TFA の疑似分子イオンピークは, それぞれ m/z 232, m/z 246 および m/z 232 である.
- 3) MA および A の定量範囲は, それぞれ 4~4000 ng/ml および 2~4000 ng/ml である.
- 4) 定量は, 水 2 ml に MA 0.2 μg および A 0.05 μg を添加し, 抽出, TFA 化したものを分析し, それぞれのピーク面積比を基準にして濃度を求める.
- 5) キャピラリーカラムでも分析できる.

## 【文 献】

1. 宇根伊津子 他. 医用マス研究会講演集 1981 ; 6 : 125-128.
2. Kojima T et al. Forensic Sci Int 1983 ; 21 : 253-258.