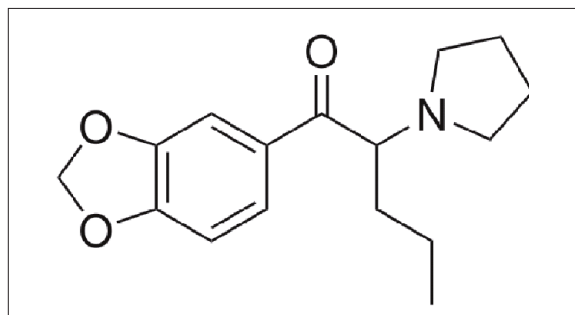


GC-MS分析サンプル前処理

# ISOLUTE SLE+を使用した ヒト尿中バスソルト(置換カチノン類)分析のための サンプル前処理

図1 MDPVの構造



## はじめに

“バスソルト”は化学的にカチノン類に類似したデザイナードラッグを指す俗称で、摂取すると覚醒剤(アンフェタミン)に似た作用を示します。バスソルトの濫用は近年増加傾向にあり、米国をはじめ、EU諸国や日本でも規制が始まっています。

このアプリケーション・ノートはISOLUTE SLE+カラムを用いた、GC-MSによるヒト尿中バスソルト分析のためのサンプル前処理法を詳しく説明しています。ターゲット回収率は87-99%、RSDは全ての薬物において10%未満です。

## 生体サンプル前処理用珪藻土 ISOLUTE SLE+

ISOLUTE SLE+プレートおよびカラムは、従来の液液抽出法(LLE)に代わる効率的なサンプル前処理製品です。エマルジョン形成を回避し、処理時間を大幅に短縮します。ターゲット回収率が高く、サンプル-to-サンプル(検体間)のデータ再現性に優れており、且つ、操作方法が極めてシンプルで容易に前処理を行うことができます。

## 分析薬物

メトカチノン、メフェドロン、メテドロン、メチロン、プチロン、エチロン、MDPV、ナフィロン

## ISOLUTE SLE+による抽出メソッド

使用製品:	ISOLUTE SLE+ 1mL サンプル用カラム(Part# 820-0140-C)
サンプルの希釈	尿を150mM水酸化アンモニウムで希釈する(1:1, v/v)。
サンプルロード	希釈した尿サンプル1mLをカラムにアプライし、軽く加圧(またはバキューム)してカラム内に導入する。5分間静置し、尿サンプルを珪藻土に完全に吸収させる。
溶出	MTBE 2mLをカラムに加え、重力下で5分間静置する。さらにMTBE 2mLをカラムに加え、重力下で5分間静置した後、軽く加圧(またはバキューム)して溶出を完了する。 なお、溶出された薬物をエバポレーション工程において安定に保つため、溶出液の回収には0.2M塩酸100μLを予め入れたガラスチューブを使用する。
エバポレーション	常温(ambient temperature)で溶媒を留去する。
誘導体化と再溶解	PFPA*150μLと酢酸エチル50μLを加える。 20秒間ボルテックスした後、ハイリカバリーバイアルに移し、ヒートブロック(70°C)で20分間加熱する。 バイアルを冷却後、常温(ambient temperature)で再度溶媒を留去し、ジクロロメタン:イソプロパノール(95:5, v/v)100μLを加える。 バイアルのキャップを閉めて30秒間ボルテックスし、再溶解する。

\*1:PFPA: Pentafluoropropionic acid

## GC条件

機器： Agilent 7890A GC  
カラム： SGE capillary column; 30m x 0.25mm ID-BPX5 x 0.25 $\mu$ m  
キャリアガス： Helium 1.2mL/min (constant flow)  
注入口： 250°C, Split (ratio 20:1), 24mL/min  
Septum purge flow: 3mL/min  
注入量： 1 $\mu$ L, wash solvents: ethyl acetate and DCM:IPA (95:5, v/v)  
オープン： 100°C initial  
4°C/min to 190°C then 100°C/min to 250°C  
hold 4 min  
トランスファーライン： 280°C

## MS条件

機器： Agilent 5975C MSD  
ソース温度： 230°C  
四重極温度： 150°C  
MSD モード： SIM

表1 SIMパラメータ

SIM Group	Analyte	Quant Ion	1st Qual Ion	2 <sup>nd</sup> Qual Ion	3 <sup>rd</sup> Qual Ion	Dwell (ms)
1	Methcathinone	105	204	160	77	40
2	Mephedrone	119	204	91	160	40
3	Methedrone	135	204	136	77	40
4	Methylone	204	149	160	121	40
5	Butylone	149	218	121	160	40
6	Ethylone-d5	223	191	150	121	25
7	Ethylone	218	190	121	-	25
8	MDPV	127	126	149	-	50
9	Naphyrone	126	127	96	-	50

## 結果

図2に、各分析薬物を濃度100ng/mLにおいて抽出、分析した際のクロマトグラムを示す。ISOLUTE SLE+を使用した本メソッドでの回収率は、全ての分析薬物において87-99% (図3)、RSDは10%未満だった。また、本メソッドの各分析薬物における定量下限は5-10ng/mLだった (表2)。図4に、メカチノンとメフェドロンの検量線を示す。5-250ng/mLの範囲で直線性が良好に保たれている。なお、本メソッドの安定性は由来の異なる3サンプル (尿) を3日間に渡って分析することで検証した。

図2 バスソルト・クロマトグラム拡大図

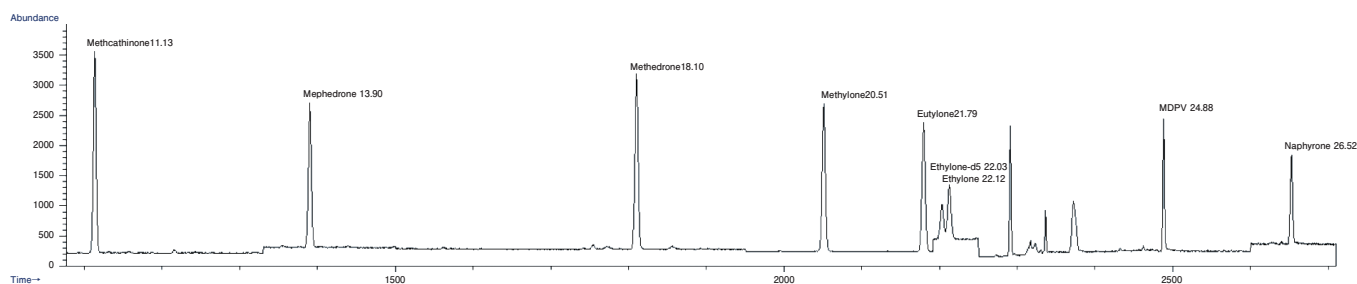


図3 分析薬物の回収率(n=7)

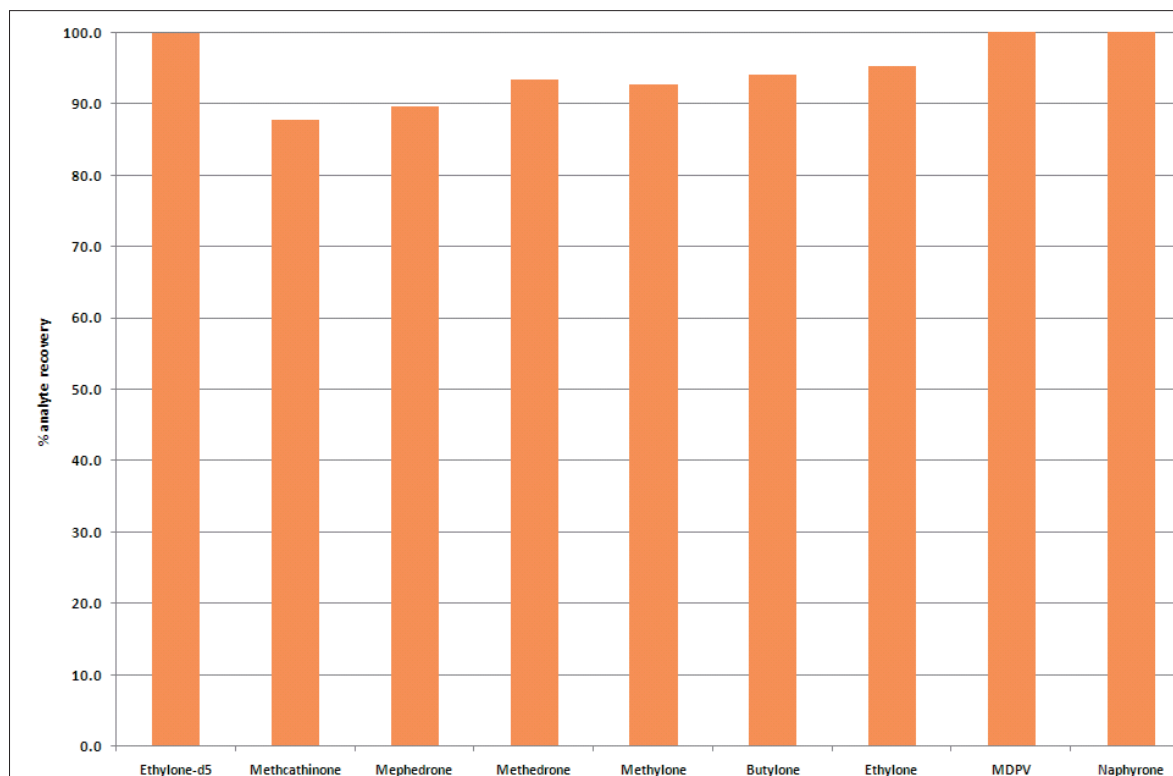
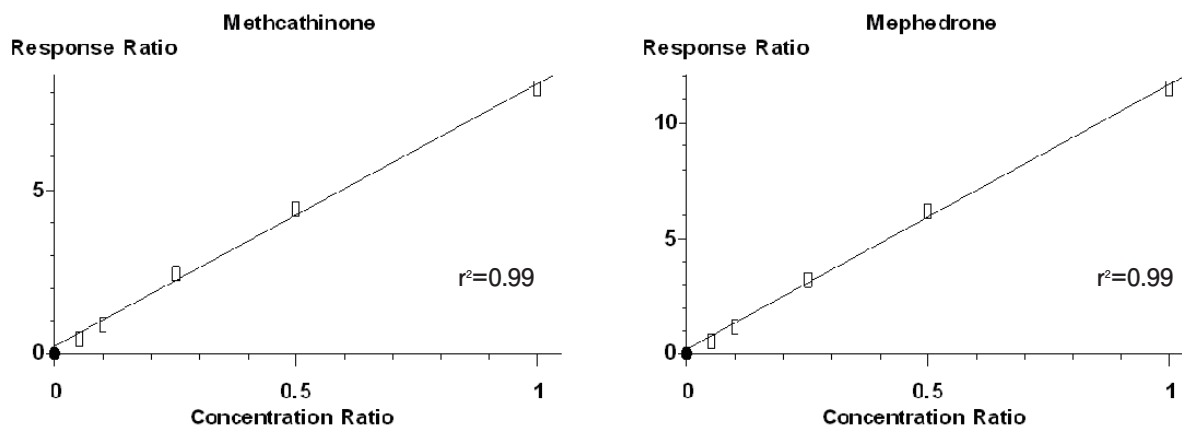


表2 各分析薬物の定量下限

Analyte	LOQ (ng/mL)
Methcathinone	5
Mephedrone	10
Methedrone	5
Methylone	5
Butylone	10
Ethylone	10
MDPV	5
Naphyrone	10

図4 メトカチノン、メフェドロンの検量線(濃度範囲 5-250ng/mL)



## 使用製品一覧

Part number	Description	Quantity
820-0140-C	ISOLUTE SLE+ 1 mL Sample Volume column	30
PPM-48	PRESSURE+48 Positive Pressure Manifold	1
121-2016	VacMaster 20 Sample Processing Manifold	1

加圧マニホールド (Pressure+ 48) またはバキュームマニホールド (VacMaster- 20) のいずれかを使用する。

### バイオタージ・ジャパン株式会社

本社：〒136-0071 東京都江東区亀戸1-14-4, 6F TEL 03-5627-3123 FAX 03-5627-3121  
大阪：〒532-0003 大阪市淀川区宮原5-1-28, 4F TEL 06-6397-8180 FAX 06-6397-8170  
URL: <http://www.biotage.co.jp> E-mail: [Japan\\_info@biotage.com](mailto:Japan_info@biotage.com)

© 2013.無断複写・複製・転載を禁じます。記載のブランド名および製品名はすべて各社の商標または登録商標です。本書に含まれる情報は予告なしに変更することがあります。