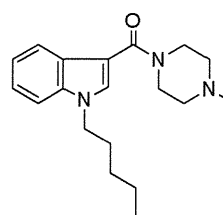


May 2013 D.S.



D.S.
Designated Substances

Fig. 7 Cannabinoid CB₁ and CB₂ receptors binding affinities of other-type synthetic cannabinoids and their chemical structures

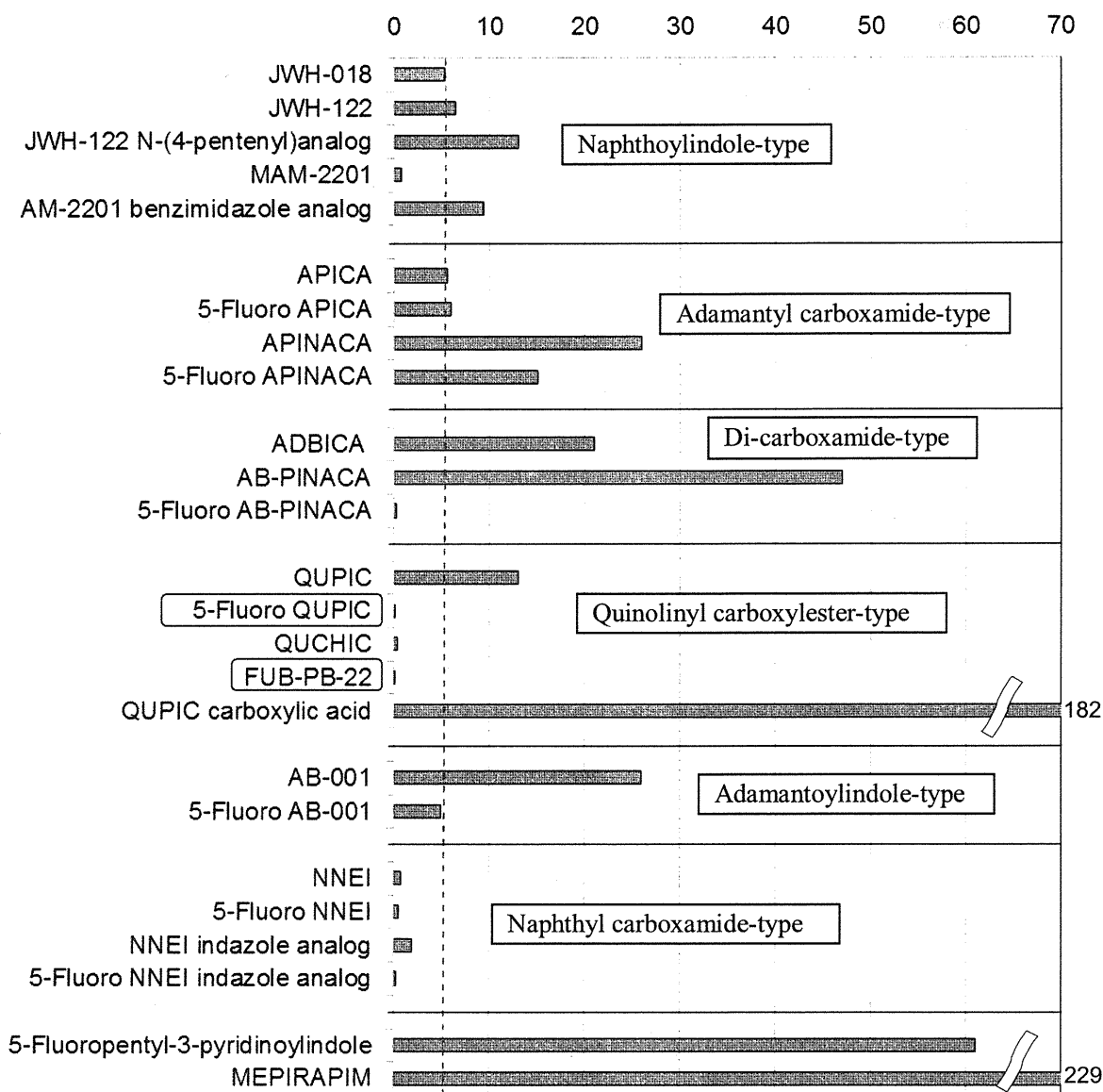


Fig. 8 Cannabinoid CB₁ receptor binding affinities* of 25 synthetic cannabinoids
 *The ratios of the IC₅₀ values of the test substances on a labeled ligand binding to the cannabinoid CB₁ receptor to that of a typical CB₁/CB₂ agonist; (R)-(+)-WIN55212-2 [(R)-(+)-WIN55212-2 = 1].

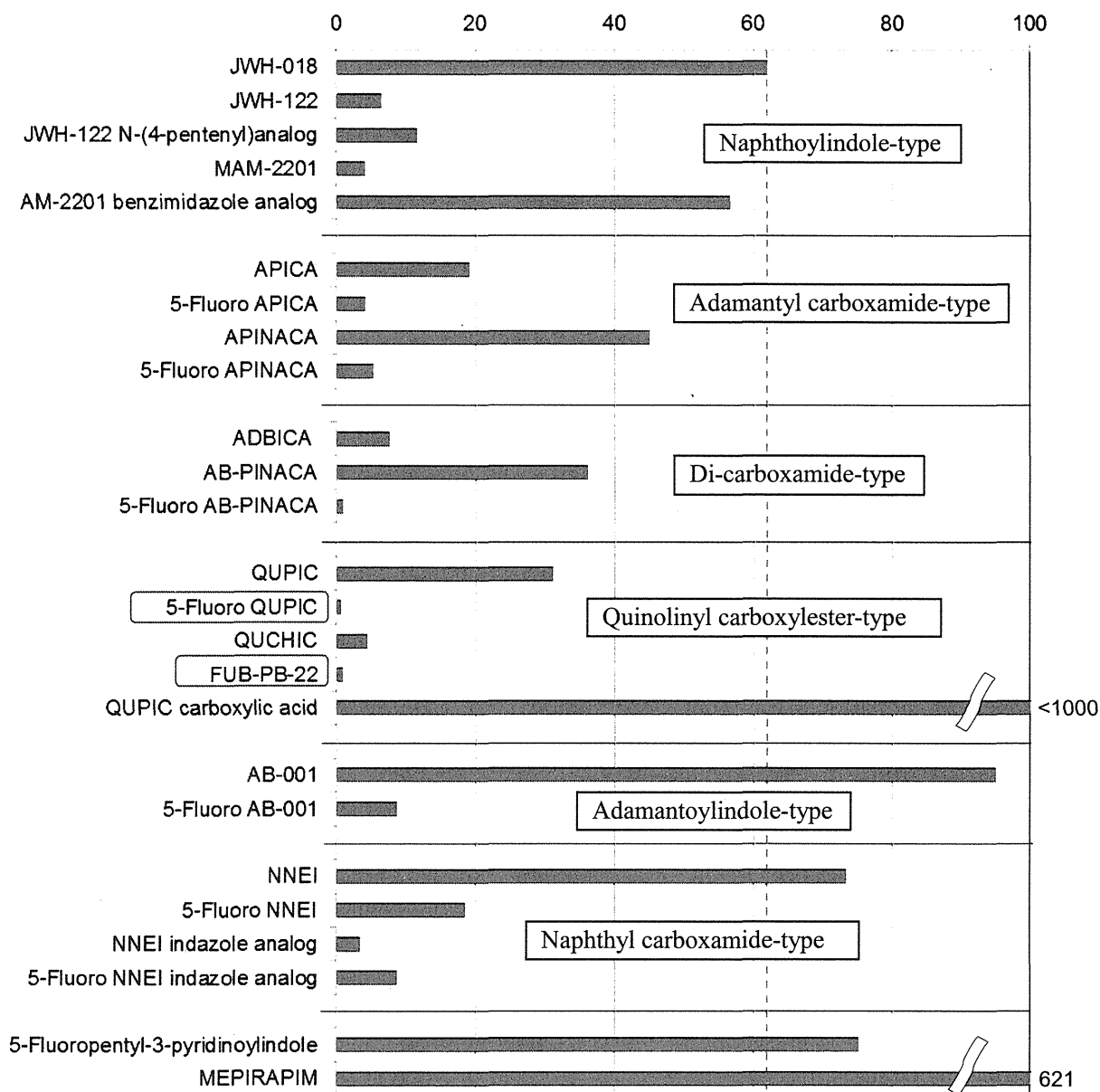


Fig. 9 Cannabinoid CB₂ receptor binding affinities of 25 synthetic cannabinoids
 *The ratios of the IC₅₀ values of the test substances on a labeled ligand binding to the cannabinoid CB₂ receptor to that of a typical CB₁/CB₂ agonist; (R)-(+)-WIN55212-2 [(R)-(+)-WIN55212-2 = 1].

分担研究課題:違法ドラッグ製品の分析法の開発,成分分析,分析標準品の調製

分担研究者:花尻(木倉)瑠理 国立医薬品食品衛生研究所生薬部 室長

—指定薬物及び構造類似関連化合物の TLC による識別法について—

研究要旨: 指定薬物, 指定薬物から麻薬に規制強化された化合物及び構造類似未規制化合物を中心に, 合成カンナビノイド類 55 種類, カチノン系 36 化合物, フェネチルアミン系化合物 34 種類, トリプタミン系化合物 14 種類, その他 13 種類, 合計 152 化合物を対象とし, 簡易スクリーニング法検討のために, 2 種の展開溶媒を用いて TLC 分析を行い, 各 Rf 値を確認した. また 4 種類の検出試薬(呈色試薬)による発色を確認し, 色調の差異を検討した. TLC 分析は, GC-MS や LC-PDA-MS などの機器分析と比較すると, 特に特異性, 感度, 再現性等の面で劣るが, 「脱法ハーブ」製品など, 様々なマトリックス中に存在する薬物について, 簡単な抽出操作だけで, 分析機器を用いることなく, 比較的短時間で多検体同時処理を行うことが可能である. GC-MS や LC-PDA-MS などの測定データと共に, これら化合物の TLC 分析データを整備・蓄積することは, 指定薬物関連の識別法を検討する上で有用であると考えられる.

河村 麻衣子 国立医薬品食品衛生研究所
生薬部

内山 奈穂子 国立医薬品食品衛生研究所
生薬部主任研究官

合わず, 試験室内で行う GC-MS や LC-MS 等の分析機器等を用いた薬物分析に頼らざるを得ないのが現状である.

TLC 分析は, GC-MS や LC-PDA-MS などの機器分析と比較すると, 特に特異性, 感度, 再現性等の面で劣る. しかし, 「脱法ハーブ」製品など, 様々なマトリックス中に存在する薬物について, 簡単な抽出操作だけで, 分析機器を用いることなく, 比較的短時間で多検体同時処理を行うことが可能である. そのため, GC-MS や LC-PDA-MS などの分析機器測定データと共に, 各化合物の呈色反応を含む TLC 分析データを整備・蓄積することは, 薬物の識別法を検討する上で, 有用であると考えられる.

A. 研究目的

近年, いわゆる“脱法ドラッグ”や“脱法ハーブ”と呼ばれる製品が広く流通している. 問題となる化合物が指定薬物として法律で規制されるのと同様にして, 様々な構造類似化合物が新たに出現することから, 規制化合物と未規制化合物の簡易識別が極めて困難となっている. 現場においても, 従来覚せい剤や大麻などの検出に用いられていた呈色反応を基本とした簡易検査キットを用いた場合, 構造類似未規制化合物による擬陽性が問題となっている. 従って, 現場でも簡単に使用できる, より特異性の高いイムノアッセイキット等の開発が望まれている. しかし, 次から次へと新たな構造類似化合物が出現するため開発が間に

我々は, 近年麻薬に指定された化合物及びその構造類似麻薬合計 43 化合物について, 呈色反応及び TLC による分析結果を別途報告している¹⁾. 本報告では, 指定薬物, 指定薬物から麻薬に規制強化された化合物及び構造類似未規制

化合物を中心に、152 化合物を対象とし、2 種の展開溶媒を用いて TLC 分析を行い、Rf 値を確認した。また 4 種類の検出試薬 (呈色試薬) による発色を確認した。

B. 研究方法

1. 分析対象化合物

指定薬物、指定薬物から麻薬に規制強化された化合物及び構造類似未規制化合物を中心に、合成カンナビノイド類 55 種類、カチノン系 36 化合物、フェネチルアミン系化合物 34 種類、トリプタミン系化合物 14 種類、その他 13 種類、合計 152 化合物を対象とした。各化合物の名称は Table 1 から Table 5 に記載した通りである。これらの化合物については、Cayman 社製 (Ann Arbor, Michigan, USA)、LGC 社製 (Wesel, Germany)、もしくは、国立衛研で合成し精密質量分析及び NMR 分析により構造を同定しものを用いた。各化合物のメタノールまたはアセトニトリル溶液 (1 mg/mL) を試験に使用した。

2. 呈色試薬

マルキス試薬 (関東化学)、ニンヒドリン試薬スプレー (和光純薬) は市販品を用いた。ドラーゲンドルフ-2 試薬は、次硝酸ピスマス 0.85 g に水 40 mL と酢酸 10 mL を加えて溶解した溶液 (I)、ヨウ化カリウム 8 g を水 20 mL に溶解した溶液 (II) を作成し、I-II-酢酸-水混合液 (1:1:4:20) を調製した。合成カンナビノイド以外の化合物の呈色に用いたヨウ化白金酸カリウム溶液は、10%塩化白金酸 1 mL に 4%ヨウ化カリウム 25 mL を加え、さらに水 24 mL を加えて調整した。なお、ドラーゲンドルフ-2 試薬及びヨウ化白金酸カリウム溶液の調製法は日本薬学会編「薬毒物試験法と注解 2006」²⁾ に従った。

3. TLC 分析条件

3-1. TLC プレート

シリカゲルプレートは Silica gel 60F₂₅₄, 20 cm x 20 cm (Merck 社製) を、フェネチルアミン系の一部化合物の分離には逆相 TLC 用プレート RP-18

Silica gel 60F₂₅₄, 20 cm x 20 cm (Merck 社製) を用いた。シリカゲルの TLC プレートは使用前に 120°C で 30 分加熱し活性化を行った。

3-2. 展開溶媒及び試験法

① 合成カンナビノイド

展開溶媒

i) ヘキサン:酢酸エチル (3:1)

ii) ヘキサン:アセトン (4:1)

試験法

TLC プレートに各化合物溶液を約 10 μ L ずつ点着 (約 10 μ g) し、2 種類の展開溶媒を用いて 10 cm 展開した。各プレートを風乾した後、紫外線照射 (254 nm 及び 365 nm) により吸収を確認し、各化合物の Rf 値を求めた。なお、TLC プレートごとに、指標成分として JWH-018 を毎回展開し、各化合物の Rf 値との相対値を算出した。その後、溶媒 i) で展開を行ったプレートでは 10%硫酸噴霧後加熱 (A) を行い、溶媒 ii) で展開を行ったプレートではドラーゲンドルフ-2 試薬噴霧 (B) により呈色を確認した。また、プレート上に各化合物を約 10 μ g ずつ点着し、溶媒による展開を行わずに風乾後、マルキス試薬添加 (C)、およびニンヒドリン試薬をスプレー後加熱 (D) してそれぞれの発色を確認した。

② 合成カンナビノイド以外の化合物

展開溶媒

i) ヘキサン:アセトン:トリエチルアミン (30:10:1)

ii) ヘキサン:酢酸エチル:トリエチルアミン (10:10:1)

逆相 TLC: 0.5 mol/L 酢酸:メタノール (3:7)

試験法

合成カンナビノイド類の試験法と同様に展開を行った。TLC プレートごとに、指標成分として methcathinone を毎回展開し、各化合物の Rf 値との相対値を算出した。溶媒 i) で展開を行ったプレートではヨウ化白金酸カリウム溶液 (A) を噴霧し、溶媒 ii) で展開を行ったプレートではドラーゲンドルフ-2 試薬噴霧 (B) により呈色を確認した。また TLC 上に点着した状態で、合成カンナビノイ

ド類の試験法と同様に試液(C), (D)を用いて発色を確認した。

C. 結果・考察

1. 合成カンナビノイド類

55 化合物を 2 種の展開溶媒を用いて展開し、UV または呈色試液を用いて Rf 値を確認した。また、JWH-018 の Rf 値を指標とした相対値を併記した。結果を Table 1 に示す。

溶媒 i) を用いた展開ではいくつかの化合物で原点付近から展開しなかったが、他の化合物については展開溶媒 ii) より比較的良好な分離を示した。今回検討した化合物を一部含む既報の試験法^{3), 4)}では展開溶媒にジエチルアミンやアンモニア水を加えている。しかし、アルカリ溶液を添加することにより Rf 値が大きくなる傾向にあり、添加をしない溶媒においてより良好な分離を示した。また、アンモニア水を添加することにより、展開後の乾燥時間が長くなる等の短所があるため、展開溶媒は、ヘキサン:酢酸エチル(3:1)が最も有用であると考えられた。

合成カンナビノイド類では、全ての化合物について UV 254nm で検出が可能であった。一方、呈色試薬 C(マルキス試薬)についても、全ての化合物で発色が認められた。多くの化合物で、黄色、黄褐色、褐色及び茶色を示し、APICA, *N*-(5-fluoropentyl) analog, NNEI, NNEI *N*-(5-fluoropentyl) analog では紫色が認められた。呈色試薬 B(ドラーゲンドルフ-2 試薬)においても、cyclohexylphenol タイプの CCH 及び CP-47497, CB-13, さらには di-carboxamide 構造を有する AB-FUBINACA, ADB-FUBINACA, ADBICA, AB-PINACA については白抜きとなったが、その他化合物については発色が認められ、薄橙色～濃橙色となった。一方、呈色試薬 A(硫酸噴霧後加熱)においては、naphthoylindole タイプの化合物を含む多くの化合物で黄色の発色を示し、その他、赤、薄褐色、薄紫色等を示したが、今回用いた濃度条件(10 µg)では呈色が認められな

かった化合物も存在した。特に di-carboxamide 構造を有する AB-FUBINACA, ADB-FUBINACA, ADBICA, AB-PINACA では発色は認められなかった。呈色試薬 D(ニンヒドリン試薬)においては、QUPIC 等、quinolinyl carboxylester 構造を有する化合物では紫がかった褐色を示し、ピペリジン環を有する化合物が褐色を示す傾向が認められたが、その他の化合物では発色しなかった。

以上を考慮すると、合成カンナビノイドにおいては、TLC 分析の呈色試薬として、検討したすべての化合物が発色した試薬 C(マルキス試薬)が適していると考えられた。

2. カチノン類

36 化合物を 2 種の展開溶媒を用いて展開し、UV と呈色試液を用いて Rf 値を確認した。また、methcathinone の Rf 値を指標とした相対値を併記した。結果を Table 2 に示す。

すべての化合物で、展開溶媒 i), ii) ともに比較的良好な分離を示し、UV 254 nm により確認可能であった。しかし、bk-MDEA と bk-MBDB については両展開溶媒を用いても分離ができなかった。なお、従来、覚せい剤等の分離に用いられているメタノール・28%アンモニア水(100:1.5)を用いて展開を行うと、分析対象化合物の Rf 値が 0.5-0.7 と大きくなり各々の分離が悪くなった。カチノン系化合物の分離には、今回提示した展開溶媒の方が有用であると考えられた。

呈色試薬 D(ニンヒドリン)では全ての化合物で褐色、紫、赤紫等の呈色を示したため、一斉分析に用いる呈色試液として有用であると考えられた。一方、呈色試薬 A(ヨウ化白金酸カリウム試薬)、呈色試薬 B(ドラーゲンドルフ-2 試薬)では、今回用いた濃度条件(10 µg)では、呈色試薬 A により褐色、赤紫の発色が認められる化合物と、呈色試薬 B で橙色を示す化合物、両方で呈色が認められない化合物があった。Pyrrolydine 環や methylenedioxy 構造を有する化合物は呈色試薬 B で濃橙色を示し、呈色試薬 A では白抜きとなる

傾向が認められた。呈色試薬 C(マルキス試薬)では, methylenedioxy 構造を持つ化合物が, 特徴的に黄色に発色した。

3. フェネチルアミン類

34 化合物を 2 種の展開溶媒を用いて展開し, UV と呈色試液を用いて Rf 値を確認した。また, methcathinone の Rf 値を指標とした相対値を併記した。結果を Table 3-1 に示す。

今回用いた 2 種類の展開溶媒においては, フェネチルアミン類の Rf 値が小さく, 分離が悪い結果となった。特に, 溶媒 ii)を用いて展開を行った場合, 分析対象化合物の多くが原点付近であった。従来, 覚せい剤等の分離に用いられているメタノール・28%アンモニア水(100:1.5)を用いて展開を行う方が有用であると思われた。また, 一部, 今回用いた濃度では UV 254 nm の吸収が弱く確認できない化合物があったため, Rf 値を算出するための検出は呈色試薬による発色で行った。

2,5-Dimethoxyphenethylamine 構造を有する 15 種類の幻覚薬については, シリカゲルプレートを用いた TLC 分析における分離が困難なため, 逆相 TLC プレート(展開溶媒:0.5 mol/L 酢酸:メタノール (3:7))を用いて分析を行った。結果を Table 3-2 に示す。ODS 系の逆相 TLC を用いることにより, これら化合物において, 分離の改善が見られたが, 完全に分離することは困難であった。

呈色試薬 A(ヨウ化白金酸カリウム試薬)では, 褐色, 薄紫, 薄赤紫, 赤紫, 濃紫等の明確な発色が認められた。呈色試薬 B(ドラーゲンドルフ-2 試薬)は, 2C シリーズや NBOMe シリーズ等の化合物については薄橙色を示したが, その他の化合物では, 総じて陰性であった。試薬 C(マルキス試薬)では化合物により様々な呈色を示したが, fluoroamphetamine, fluoromethamphetamine, methoxyamphetamine, methoxymethamphetamine, 2C-C-3 では発色が認められなかった。呈色試薬 D(ニンヒドリン試薬)では, 2C シリーズの化合物

で濃い紫~赤紫の明確な発色が認められたが, 他化合物の発色は薄かった。

4. トリプタミン類

分析対象 14 化合物を 2 種の展開溶媒を用いて展開し, UV と呈色試液を用いて Rf 値を確認した。また, methcathinone の Rf 値を指標とした相対値を併記した。結果を Table 4 に示す。

展開溶媒 ii)において, AMT が原点付近からほとんど移動しなかったが, その他化合物においては, 展開溶媒 i), ii)ともに良好な分離を確認できた。特に, DPT と DIPT などの異性体も, 溶媒 ii)で良好な分離が認められた。また, UV 吸収, 呈色試薬 A~D 共に, 全ての化合物が良好に検出可能であった。

5. その他化合物

13 化合物を 2 種の展開溶媒を用いて展開し, UV と呈色試液を用いて Rf 値を確認した。また, methcathinone の Rf 値を指標とした相対値を併記した。結果を Table 5 に示す。

一部, 今回検討した濃度では, UV 254 nm の吸収が弱く確認できない化合物があったため, Rf 値を算出するための検出は, 呈色試薬による発色で行った。ピペラジン類は展開溶媒 i), ii) ともに良い分離が得られないため(原点付近), ピペラジン類においては, 従来法であるメタノール・28%アンモニア水(100:1.5)を用いて展開を行う方が良いと考えられた。呈色試薬 A(ヨウ化白金酸カリウム試薬)では, 5-IT 以外の化合物で薄紫~濃紫に発色し, 呈色試薬 D(ニンヒドリン試薬)では全ての化合物で発色が確認できた。呈色試薬 B(ドラーゲンドルフ-2 試薬)においては, methoxetamine 以外の化合物で薄橙色の発色が認められ, 呈色試薬 C(マルキス試薬)では一部の化合物のみ発色が認められた。

D. 結論

指定薬物、指定薬物から麻薬に規制強化された化合物及び構造類似未規制化合物を中心に、合計 152 化合物を対象とし、簡易スクリーニング法検討のために、2 種の展開溶媒を用いて TLC 分析を行い、各 Rf 値を確認した。また 4 種類の検出試薬(呈色試薬)による発色を確認し、色調の差異を検討した。今回提示した 2 種類の展開溶媒では十分分離できない化合物も存在したが、GC-MS や LC- MS などの測定データと共に、これら麻薬類の TLC 分析データを整備・蓄積することは、指定薬物やその他関連化合物の識別法を検討する上で有用であると考えられる。

E. 参考文献

- 1) 厚生労働科学研究補助金(医薬品・医療機器等レギュラトリーサイエンス総合研究事業)「乱用薬物の鑑別法に関する研究」(H25-医薬一般-019)平成 25 年度研究分担報告「麻薬類の TLC 分析による識別法」(花尻(木倉)瑠理)。
- 2) 日本薬学会編, 薬毒物試験法と注解 2006—分析・毒性・対処法—東京科学同人 (2006)。
- 3) 桑山健次, 辻川健治, 金森達之, 岩田祐子, 井上博之: 大麻関連試料の理化学的検査の迅速化, 法科学技術, **18(2)**, 143-153 (2013)
- 4) 財津桂, 片木宗弘, 中西啓子, 志摩典明, 鎌田寛恵, 鎌田徹, 西岡裕, 三木昭宏, 辰野道昭, 岩村樹憲, 佐藤貴子, 土橋均, 鈴木廣一, 違法ドラッグとして流通している合成カンナビノイド類の分析, 法科学技術, **16(2)**, 73-90 (2011)。

F. 健康危険情報

なし

G. 研究発表

なし

H. 知的財産権の出願・登録状況

なし。

Table 1 指定薬物及び構造類似関連化合物*の呈色及び TLC 分析結果(合成カンナビノイド類)

化合物名	溶媒 i)		溶媒 ii)		呈色				UV	
	Rf値	相対	Rf値	相対	試薬A	試薬B	試薬C	試薬D	254nm	365nm
JWH-018(指標, 2012.8.3麻薬)	0.46	1.00	0.37	1.00	薄黄色	薄橙色	黄褐色	-	○	△
JWH-122(2013.3.1麻薬)	0.49	1.07	0.37	1.00	薄黄色	薄橙色	黄褐色	-	○	△
AM2201(2013.5.26麻薬)	0.29	0.63	0.25	0.68	薄黄色	薄橙色	黄褐色	-	○	-
MAM-2201(2013.5.26麻薬)	0.31	0.67	0.27	0.73	薄黄色	薄橙色	黄褐色	-	○	△
JWH-019	0.48	1.04	0.37	1.00	薄黄色	薄橙色	黄褐色	-	○	-
JWH-210	0.51	1.11	0.40	1.08	薄黄色	薄橙色	黄褐色	-	○	△
JWH-213	0.48	1.04	0.41	1.11	薄黄色	薄橙色	黄褐色	-	○	-
JWH-122 N-pentenyl analog	0.43	0.93	0.35	0.95	薄黄色	薄橙色	黄褐色	-	○	△
EAM-2201	0.34	0.74	0.30	0.81	薄黄色	薄橙色	黄褐色	-	○	△
4-MeO-AM2201	0.21	0.46	0.22	0.59	濃黄色	薄橙色	黄褐色	-	○	○
JWH-073(2013.3.1麻薬)	0.42	0.91	0.34	0.92	薄黄色	薄橙色	黄褐色	-	○	△
JWH-015	0.35	0.76	0.32	0.86	薄黄色	薄橙色	茶色	-	○	-
JWH-081	0.36	0.78	0.31	0.84	濃黄色	薄橙色	黄褐色	-	○	○
JWH-022	0.42	0.91	0.33	0.89	薄黄色	薄橙色	褐色	-	△	-
AM2232	0.08	0.17	0.12	0.32	薄黄色	薄橙色	黄色	-	○	-
JWH-398	0.55	1.20	0.41	1.11	薄黄色	薄橙色	黄褐色	-	○	△
JWH-182	0.55	1.20	0.41	1.11	薄黄色	薄橙色	黄褐色	-	○	△
JWH-007	0.45	0.98	0.36	0.97	薄黄色	薄橙色	黄褐色	-	○	-
Cannabicyclohexanol (CCH) (2012.8.3麻薬)	0.12	0.26	0.19	0.51	-	白抜き	茶色	-	△	-
CP-47,497	0.11	0.24	0.18	0.49	-	白抜き	茶色	-	△	-
JWH-200	0.03	0.07	0.11	0.30	薄黄色	濃橙色	黄色	-	○	△
AM1220	0.01		0.18	0.49	薄黄色	濃橙色	黄色	褐色	○	△
JWH-030	0.41	0.89	0.34	0.92	-	薄橙色	橙色	-	○	-
JWH-307	0.46	1.00	0.35	0.95	-	薄橙色	橙色	-	○	△
JWH-250	0.37	0.79	0.30	0.86	薄赤色	薄橙色	桃色	-	○	△
JWH-251	0.46	0.98	0.34	0.97	-	薄橙色	褐色	-	○	-
JWH-203	0.47	1.00	0.34	0.97	-	薄橙色	褐色	-	○	-
RCS-4	0.31	0.66	0.28	0.80	濃黄色	薄橙色	茶色	-	○	○
RCS-4 α -isomer	0.27	0.57	0.26	0.74	濃黄色	薄橙色	黄色	-	○	-
AM694	0.26	0.55	0.23	0.66	薄黄色	薄橙色	褐色	-	○	-
AM679	0.41	0.87	0.32	0.91	-	薄橙色	褐色	-	○	-
AM2233	0.00		0.04	0.11	-	濃橙色	褐色	褐色	○	-
AM1241	0.00		0.03	0.09	-	濃橙色	黄褐色	褐色	○	-
AM1248	0.00		0.09	0.26	濃赤色	濃橙色	褐色	褐色	○	-
CB-13	0.60	1.28	0.47	1.34	薄黄色	白抜き	黄褐色	-	○	-
Cannabipiperidiethanone (CPE)	0.00		0.03	0.09	薄赤色	濃橙色	褐色	褐色	○	-
APICA	0.34	0.72	0.35	1.00	薄赤色	濃橙色	紫色	-	○	-
APINACA	0.42	0.89	0.37	1.06	薄赤色	濃橙色	褐色	-	△	-
APICA N-(5-fluoropentyl)analog	0.17	0.36	0.26	0.74	薄赤色	濃橙色	紫色	-	○	-
APINACA N-(5-fluoropentyl)analog	0.42	0.89	0.37	1.06	-	濃橙色	薄黄褐色	-	△	-
AB-001	0.62	1.32	0.46	1.31	薄赤色	薄橙色	褐色	-	○	-
UR-144	0.62	1.32	0.47	1.34	薄赤色	薄橙色	褐色	-	○	-
XLR-11(2014.1.19麻薬)	0.45	0.96	0.35	1.00	薄赤色	薄橙色	褐色	-	○	-
AB-FUBINACA	0.00		0.03	0.09	-	白抜き	薄黄褐色	-	△	-
ADB-FUBINACA	0.01		0.05	0.14	-	白抜き	薄黄褐色	-	△	-
ADBICA	0.01		0.04	0.11	-	白抜き	薄紫色	-	△	-
AB-PINACA	0.02		0.05	0.14	-	白抜き	褐色	-	△	-
QUPIC	0.18	0.38	0.25	0.71	薄赤色	濃橙色	紫がかった褐色	薄紫色	○	-
5-Fluoropentyl-3-pyridinoylindole	0.02		0.07	0.20	薄黄色	薄橙色	黄色	-	○	-
A-834735	0.18	0.38	0.30	0.86	薄赤色	薄橙色	薄黄褐色	-	○	-
AB-001 N-(5-fluoropentyl)analog	0.35	0.92	0.30	1.03	薄紫色	薄橙色	桃色	-	○	-
QUPIC N-(5-fluoropentyl)analog	0.07	0.18	0.12	0.41	薄褐色	濃橙色	薄黄褐色	紫がかった褐色	○	-
QUCHIC	0.15	0.39	0.21	0.72	薄紫色	濃橙色	薄黄褐色	紫がかった褐色	○	-
NNEI	0.20	0.53	0.19	0.66	薄紫色	薄橙色	紫色	-	○	○
NNEI N-(5-fluoropentyl)analog	0.09	0.24	0.12	0.41	薄紫色	薄橙色	紫色	-	○	○

原点付近

*指定薬物から麻薬に規制が変更された化合物及び未規制構造類似化合物を含む。JWH-018 から JWH-007 は包括規制範囲内の構造を有する化合物。

Table 2 指定薬物及び構造類似関連化合物*の呈色及び TLC 分析結果(カチノン系化合物)

化合物名	溶媒 i)		溶媒 ii)		呈色				UV 254nm
	R値	相対	R値	相対	試薬A	試薬B	試薬C	試薬D	
Methcathinone (指標)	0.15	1	0.17	1	紫	薄橙色	-	赤紫	○
Ethcathinone (2013.3.1麻薬)	0.28	1.87	0.31	1.82	薄紫	-	-	赤紫	○
4-Methylmethcathinone (2012.8.3麻薬)	0.16	1.07	0.18	1.06	赤紫	黄色	-	赤紫	○
4-Methoxymethcathinone	0.09	0.60	0.10	0.59	薄赤紫	-	-	赤紫	○
4-Methylethcathinone	0.29	1.93	0.32	1.88	紫	-	-	赤紫	○
4-Ethylmethcathinone	0.18	1.20	0.19	1.12	赤紫	黄色	-	赤紫	○
3,4-Dimethylmethcathinone	0.17	1.13	0.19	1.12	赤紫	黄色	-	赤紫	○
N,N-Dimethylcathinone	0.43	2.87	0.51	3.00	紫	-	薄橙	赤	○
Buphedrone	0.29	1.93	0.31	1.82	赤紫	-	-	褐色	○
Pentdrone	0.36	2.40	0.40	2.35	赤紫	-	-	褐色	○
N-Ethylbuphedrone	0.41	2.73	0.48	2.82	紫	薄黄色	-	赤紫	○
4-Methylbuphedrone	0.30	2.00	0.32	1.88	赤紫	薄黄色	-	薄紫	○
4-Methyl-N-methylbuphedrone	0.51	3.40	0.60	3.53	赤紫	黄色	-	紫	○
4-Methoxy-N,N-dimethylcathinone	0.35	2.33	0.39	2.29	赤紫	-	-	褐色	○
4-Methyl- α -ethylaminopentiophenone	0.48	3.20	0.57	3.35	赤紫	-	-	薄紫	○
3-FMC	0.18	1.20	0.17	1.00	-	-	-	赤紫	○
4-FMC	0.14	0.93	0.14	0.82	紫	-	-	赤紫	○
4-Bromomethcathinone	0.18	1.20	0.16	0.94	-	-	-	赤紫	○
MDPV (2012.8.3麻薬)	0.41	2.93	0.65	3.42	白抜き	濃橙色	濃黄色	薄紫	○
α -PVP (2013.3.1麻薬)	0.53	3.79	0.70	3.68	白抜き	橙色	-	薄紫	○
α -PBP	0.48	3.43	0.66	3.47	白抜き	橙色	-	薄紫	○
α -PVT	0.49	3.50	0.68	3.58	白抜き	橙色	-	薄紫	○
4-Methyl- α -PPP	0.38	2.71	0.56	2.95	白抜き	薄橙色	-	赤褐色	○
3,4-Methylenedioxy- α -PPP	0.32	2.29	0.50	2.63	-	薄橙色	黄色	褐色	○
3,4-Dimethoxy- α -PVP	0.33	2.36	0.52	2.74	白抜き	濃橙色	薄黄色	薄紫	○
4-Methyl- α -PBP	0.49	3.50	0.67	3.53	白抜き	橙色	-	薄紫	○
4-MeO- α -PVP	0.40	2.86	0.61	3.21	白抜き	濃橙色	-	薄紫	○
MPHP	0.57	4.07	0.73	3.84	白抜き	濃橙色	-	薄紫	○
α -PHPP	0.60	4.29	0.73	3.84	白抜き	濃橙色	-	薄紫	○
bk-MDEA (2014.1.19麻薬)	0.18	1.29	0.28	1.47	白抜き	橙色	濃黄色	紫	○
bk-MBDB	0.18	1.29	0.28	1.47	白抜き	橙色	濃黄色	紫	○
bk-MDDMA	0.31	2.21	0.48	2.53	薄紫	濃橙色	黄色	褐色	○
Pentylone	0.23	1.64	0.36	1.89	白抜き	橙色	黄色	紫	○
3,4-Methylenedioxy- α -PBP	0.38	2.71	0.61	3.21	薄紫	橙色	黄色	薄紫	○
Naphylone	0.50	3.57	0.66	3.47	白抜き	濃橙色	薄黄色	薄紫	○
BMDP (bk-MDBZ)	0.29	2.07	0.49	2.58	薄紫	濃橙色	黄色	褐色	○

原点付近

*指定薬物から麻薬に規制が変更された化合物及び未規制構造類似化合物を含む。

Table 3-1 指定薬物及び構造類似関連化合物*の呈色反応及び TLC 分析結果 1 (フェネチルアミン系化合物)

化合物名	溶媒 i)		溶媒 ii)		呈色				UV 254nm
	Rf値	相対	Rf値	相対	試薬A	試薬B	試薬C	試薬D	
Methcathinone (指標)	0.16	1	0.16						
PMMA (2013.3.1麻薬)	0.06	0.38	0.07		紫	-	-	薄青	○
Methiopropamine	0.16	1.00	0.14		薄紫	-	紫	薄赤紫	○
4-Methylamphetamine	0.25	1.56	0.09		赤紫	-	赤	薄褐色	-
2-Methoxyamphetamine (未規制)	0.17	1.06	0.06		薄赤紫	-	-	薄褐色	-
MMDA-2	0.14	0.88	0.06		薄褐色	薄橙	黄褐色	褐色	○
BDB	0.31	1.94	0.11		薄赤紫	-	濃青紫	薄褐色	○
HMDMA	0.05	0.31	0.05		紫	-	濃青紫	薄紫	○
2-Aminoindan	0.26	1.63	0.06		薄褐色	-	茶	灰色	○
ALEPH-2	0.14	0.88	0.04		薄褐色	-	薄紫	薄褐色	○
ALEPH-4	0.17	1.06	0.05		薄褐色	薄橙	薄褐色	薄赤紫	○
4-Fluoromethamphetamine	0.08	0.50	0.07		紫	-	-	薄紫	○
3-Fluoromethamphetamine	0.11	0.69	0.09		紫	-	-	薄紫	○
2-Fluoromethamphetamine	0.16	1.00	0.13		紫	-	-	薄紫	-
4-Fluoroamphetamine	0.22	1.29	0.05		薄赤紫	-	-	-	○
3-Fluoroamphetamine (未規制)	0.27	1.59	0.07		紫	-	-	薄褐色	○
2-Fluoroamphetamine (未規制)	0.16	1.00	0.13		紫	-	-	薄紫	○
5-IAI	0.25	1.56	0.04		赤紫	-	薄紫	薄灰色	-
6-APB	0.20	1.25	0.07		薄褐色	-	濃青	薄褐色	○
MDAI	0.18	1.13	0.05		薄褐色	-	濃褐色	紫	-
2C-I (2008.1.18麻薬)	0.13	0.76	0.02		濃紫	薄橙	濃緑色	濃紫	○
2C-C	0.12	0.71	0.02		濃紫	薄橙	黄緑	濃紫	○
2C-E	0.18	1.06	0.03		濃赤紫	薄橙	薄黄緑	濃紫	○
2C-T-2 (2008.1.18麻薬)	0.12	0.71	0.02		薄赤紫	薄橙	薄褐色	濃紫	○
2C-T-4 (2008.1.18麻薬)	0.14	0.82	0.02		薄赤紫	薄橙	薄褐色	濃紫	○
2C-C-3	0.31	1.82	0.06		薄赤紫	薄橙	-	薄紫	○
25I-NBOMe	0.20	1.18	0.19		濃紫	濃橙	褐色がかった緑色	薄褐色	○
2C-C-NBOMe	0.20	1.18	0.19		濃紫	濃黄色	薄褐色	薄褐色	○
25B-NBOMe	0.20	1.18	0.18		濃紫	濃黄色	濃黄色	薄褐色	○
25D-NBOMe (未規制)	0.25	1.47	0.25		濃紫	濃黄色	薄褐	薄褐色	○
25H-NBOMe	0.25	1.47	0.27		濃紫	濃橙	褐色	薄褐色	○
DOI	0.16	0.94	0.04		薄赤紫	-	緑色	薄褐色	○
DOC	0.15	0.88	0.03		薄赤紫	-	黄色	薄褐色	○
DON	0.08	0.47	0.02		薄赤紫	薄黄色	黄褐色	薄褐色	○
TMA-6	0.12	0.71	0.04		薄赤紫	-	黄褐色	褐色	○

* 原点付近

*指定薬物から麻薬に規制が変更された化合物及び未規制構造類似化合物を含む。

Table 3-2 指定薬物及び構造類似関連化合物*の呈色反応及び TLC 分析結果 2(逆相 TLC) (フェネチルアミン系化合物)

化合物名	Rf値	相対	呈色試薬A
Methcathinone (指標)	0.50	1.00	○
2C-I (2008.1.18麻薬)	0.40	0.80	○
2C-C	0.41	0.82	○
2C-E	0.39	0.78	○
2C-T-2 (2008.1.18麻薬)	0.40	0.80	○
2C-T-4 (2008.1.18麻薬)	0.37	0.74	○
2C-C-3	0.29	0.58	○
25I-NBOMe	0.27	0.54	○
2C-C-NBOMe	0.33	0.66	○
25B-NBOMe	0.29	0.58	○
25D-NBOMe (未規制)	0.32	0.64	○
25H-NBOMe	0.40	0.80	○
DOI	0.39	0.78	○
DOC	0.45	0.90	○
DON	0.50	1.00	○
TMA-6	0.48	0.96	○

*指定薬物から麻薬に規制が変更された化合物及び未規制構造類似化合物を含む。

Table 4 指定薬物及び構造類似関連化合物*の呈色反応及び TLC 分析結果(トリプタミン系化合物)

化合物名	溶媒 i)		溶媒 ii)		呈色				UV 254nm
	Rf値	相対	Rf値	相対	試薬A	試薬B	試薬C	試薬D	
Methcathinone (指標)	0.18	1	0.17	1					
MIPT	0.18	1.00	0.18	1.06	紫	橙	薄褐色	薄褐色	○
DPT	0.41	2.28	0.45	2.65	薄紫	橙	薄褐色	薄赤紫	○
DIPT	0.42	2.33	0.50	2.94	紫	橙	薄褐色	薄赤紫	○
5-MeO-DALT (2013.3.1麻薬)	0.36	2.00	0.39	2.29	薄紫	橙	薄灰色	薄褐色	○
5-MeO-AMT	0.03	0.17	0.00		薄紫	薄橙	濃茶褐色	濃赤紫	○
5-MeO-DMT	0.04	0.22	0.05	0.29	紫	薄橙	茶褐色	褐色	○
5-MeO-DET	0.17	0.94	0.18	1.06	濃紫	橙	褐色	褐色	○
5-MeO-MIPT	0.15	0.83	0.15	0.88	濃紫	橙	灰色	薄褐色	○
5-MeO-DPT	0.38	2.11	0.40	2.35	薄紫	橙	薄灰色	薄紫	○
5-MeO-EIPT	0.30	1.67	0.33	1.94	紫	橙	灰色	薄褐色	○
5-MeO-EPT	0.29	1.61	0.30	1.76	紫	濃橙	濃茶褐色	赤紫	○
4-OH-DIPT	0.31	1.72	0.39	2.29	紫	濃褐色	濃青紫	濃紫	○
4-AcO-DIPT	0.33	1.83	0.35	2.06	濃紫	褐色	薄灰色	灰褐色	○
4-OH-DET	0.20	1.11	0.25	1.47	紫	濃褐色	濃青紫	濃紫	○

原点付近

*指定薬物から麻薬に規制が変更された化合物及び未規制構造類似化合物を含む。

Table 5 指定薬物の構造類似呈色反応及び TLC 分析結果(その他化合物)

化合物名	溶媒 i)		溶媒 ii)		呈色				UV 254nm
	Rf値	相対	Rf値	相対	試薬A	試薬B	試薬C	試薬D	
Methcathinone (指標)	0.20	1	0.18	1					
MBZP	0.28	1.40	0.18	1.00	薄紫	薄橙	-	薄褐色	-
4MPP	0.02		0.01		薄紫	橙	-	濃赤褐色	○
MDBP	0.01		0.00		薄紫	薄橙	薄紫	茶	-
4FPP	0.02		0.01		薄紫	薄橙	-	濃赤褐色	○
1-(2,3-Dichlorophenyl)piperazine	0.04	0.20	0.01		薄紫	薄橙	-	濃赤紫	○
MT-45	0.63	3.15	0.63	3.50	紫	濃橙	薄黄色	薄褐色	○
Diphenylprolinol	0.48	2.40	0.37	2.06	紫	濃橙	薄赤紫	濃赤褐色	-
Methoxetamine	0.49	2.45	0.45	2.50	薄紫	-	-	薄紫	○
Ethylphenidate	0.45	2.25	0.37	2.06	紫	薄橙	-	濃紫	-
3,4-Dichloromethylphenidate	0.35	1.75	0.23	1.28	紫	薄橙	-	紫	-
2-Diphenylmethylpyrrolidine	0.29	1.45	0.27	1.50	濃紫	濃橙	薄褐色	赤みがかった黄色	○
AH-7921	0.42	2.10	0.25	1.39	濃紫	濃橙	-	薄赤紫	○
5-IT	0.07	0.39	0.05	0.29	-	薄橙	薄赤紫	薄褐色	○

原点付近

分担研究課題: 違法ドラッグ製品の分析法の開発, 成分分析, 分析標準品の調製

分担研究者: 花尻(木倉)瑠理 国立医薬品食品衛生研究所生薬部 室長

—カチノン系化合物異性体の GC-MS 及び LC-PDA-MS による識別法について—

研究要旨: カチノン系化合物については, 平成 26 年 1 月 12 日に包括規制が施行されたが, 合成カンナビノイドと異なり, GC-MS の EI マススペクトルだけでは識別が困難な化合物が多い. 本研究では, 位置異性体を複数有するカチノン系化合物 61 化合物について, GC-MS 及び LC-PDA-MS における保持時間, UV スペクトル, EI マススペクトル, ESI マススペクトルデータを取りまとめ, 各異性体の識別法について検討を行った. その結果, 今回用いた分析条件で, 検討した 61 化合物において, GC, LC の保持時間及び GC-EI マススペクトル, UV スペクトルを組み合わせることにより, 各異性体を識別することが可能であった. 特に, カチノン系化合物のベンゼン環上のメチル基, エチル基, メキシ基, ハロゲン, メチレンジオキシ基などの置換基の位置異性体は, それぞれ EI マススペクトルはほぼ同等であったが, UV については, 4 位と 2 位もしくは 3 位の置換基の違いで異なるスペクトルを示し, UV スペクトルがこれら異性体識別には有用であることが示された.

河村 麻衣子 国立医薬品食品衛生研究所
生薬部

A. 研究目的

近年, カンナビノイド受容体に強い活性を示す合成カンナビノイド類を乾燥植物細片に混合して販売されるいわゆる「脱法ハーブ」や, 「リキッド・アロマ」「バスソルト」等として販売される興奮性アミン類(カチノン誘導体等)含有製品による健康被害が急増して深刻な社会問題となっている. その対応策のひとつとして, 平成 25 年 3 月 22 日にはナフトイルインドール骨格を有する合成カンナビノイド 759 化合物(既規制化合物を除く)が, そして平成 26 年 1 月 12 日にはカチノン系化合物 474 化合物(既規制化合物を除く)が, 新たに包括的に指定薬物として追加規制された. しかし, 包括規制を逃れた構造類似化合物が新たに次々と出現し, 鑑定現場を混乱させている. 特にカチノン系化合物は, 合成カンナビノイドと異なり,

GC-MS の EI マススペクトルだけでは識別が困難な化合物が多い. 本研究では, 位置異性体を複数有するカチノン系化合物 61 化合物について, GC-MS 及び LC-PDA-MS における保持時間, UV スペクトル, EI マススペクトル, ESI マススペクトルデータを取りまとめ, 各異性体の識別法について検討を行った.

B. 研究方法

カチノン系化合物 61 種類については, Cayman 社製(Ann Arbor, Michigan, USA), LGC 社製(Wesel, Germany)もしくは, 国立衛研で合成し精密質量分析及び NMR 分析により構造を同定した化合物を用いた. 測定には, 各化合物の 1 mg/mL メタノール溶液を使用した. 各化合物の名称と構造を Table 1-1~Table 1-10 に示した.

GC-MS 及び LC-PDA-MS の測定条件は以下の通りである.

[GC-MS 測定条件]

カラム:HP-1MS (30 m × 0.25 mm i.d., 膜厚 0.25 μm, Agilent 社製)

カラム温度:80°C(1 min hold)–5°C/min–190°C (15 min hold)–10°C/min–310°C(10 min hold)

キャリアーガス:He, 0.7 mL/min

注入口温度:200°C, スプリットレス

トランスファーライン温度:280°C

イオン化法:EI 法

[LC-PDA-MS 測定条件]

カラム:Atlantis HSS T3 (2.1 mm i.d. x 100 mm, 1.8 μm, Waters), ガードカラム:Van Guard column (2.1 mm i.d. x 5 mm, 1.8 μm, Waters)

移動相:A: 0.1% ギ酸水溶液, B:0.1 % ギ酸アセトニトリル

A/B 95/5–80/20(20 min)–20/80(30 min, 5 min hold)

測定波長:190-450 nm, 流速:0.3 mL/min

カラム温度:40°C, 注入量: 1 μL

検出:フォトダイオードアレイ検出器 (PDA) および質量検出器

質量分析条件

イオン化: ESI, Positive and negative mode

Capiary voltage:3.0 kV, Cone voltage:30 V,

Desolvation temp. 350°C, N₂ gas flow : 650

L/hr, Scan range: m/z 100-650

C. 結果

本研究において検討を行った 61 種類のカチノン系化合物の構造, GC-MS 分析における保持時間, マススペクトル, LC-PDA-MS 保持時間, UV スペクトル, ESI マススペクトルについて, Table 1-1 から Table 1-10 にまとめた.

今回実施した GC-MS 及び LC-PDA-MS の分析条件において, 一部化合物を除き, 各種異性体は分離し, 保持時間により識別が可能であった. フルオロメカチノンにおいては, 特にベンゼン環

上の 3 位と 4 位のフルオロ基の位置異性体で分離が困難であった. しかし, GC-MS では, カラム温度を 80°C からの昇温条件を 60°C からの昇温条件にすることにより, 両異性体のピークトップにおける分離が可能となった. また, LC-PDA-MS 分析においても, 移動相のグラジエント条件を, 初期条件 A/B 95/5 において (A: 0.1% ギ酸水溶液, B: 0.1 % ギ酸アセトニトリル), 10 分間保持した後に, グラジエントを行うことにより, 両異性体のピークトップにおける分離が可能となった. なお, フルオロアンフェタミン類及びフルオロメタンフェタミン類においては, LC 分析において, ODS カラムを用いると, 特に 3 位及び 4 位置換体の分離が困難であることが報告されている¹⁾. これらの分離を改善するために, 固定相との π - π 電子相互作用を利用したフェニルタイプやペンタフルオロフェニルタイプのカラムを用いると, 各異性体を良好に分離することが可能となる¹⁾. この結果を考慮すると, フルオロメカチノン類の異性体分析においても, フェニルタイプやペンタフルオロフェニルタイプのカラムを用いれば, さらに良好に分離する可能性が考えられた.

また, ベンゼン環上のメチル基, エチル基, メキシ基, ハロゲン, メチレンジオキシ基などの置換基の位置異性体は, それぞれ EI マススペクトルがほぼ同等であり, 紛らわしい結果となった. しかし, UV において, これらはすべて, 4 位に置換基が導入された化合物と 2 位もしくは 3 位に置換基が導入された化合物では明らかにスペクトルが異なった. 従って, 保持時間と UV スペクトルを組み合わせることで, これら異性体の識別が可能であることが示された.

D. 結論

位置異性体を複数有するカチノン系化合物 61 化合物について, GC-MS 及び LC-PDA-MS における保持時間, UV スペクトル, EI マススペクトル, ESI マススペクトルデータを取りまとめ, 各異性体の識別法について検討を行った. その結果,

今回用いた分析条件で、検討した 61 化合物において、GC, LC の保持時間及び GC-EI マスペクトル, UV スペクトルを組み合わせることにより、各異性体を識別することが可能であった。特に、カチン系化合物のベンゼン環上のメチル基, エチル基, メトキシ基, ハロゲン, メチレンジオキシ基などの置換基の位置異性体は、それぞれ EI マスペクトルがほぼ同等であったが、UV については、4 位と 2 位もしくは 3 位の置換基の違いで異なるスペクトルを示し、UV スペクトルがこれら異性体識別には有用であることが示された。

E. 参考文献

1) Y. Nakazono, K. Tsujikawa, K. Kuwayama, T. Kanamori, Y. T. Iwata, K. Miyamoto, F. Kasuya, H. Inoue, Differentiation of regioisomeric fluoroamphetamine analogs by gas chromatography–mass spectrometry and liquid chromatography–tandem mass spectrometry. *Forensic Toxicol.* 31(2), 241-250 (2013).

F. 健康危険情報

なし

G. 研究発表

なし

H. 知的財産権の出願・登録状況

なし

Table 1-1 カチノン系化合物の異性体の GC-MS 及び LC-PDA-MS 測定結果 1

組成式	精密質量	化合物名	構造式	GC-MS保持時間	マススペクトル	EI フラグメントイオン	LC-MS保持時間	UVスペクトル	マススペクトル	識別
C10H13NO	163.09971	4-Methylcathinone	<chem>CC(N)C(=O)c1ccc(C)cc1</chem>	14.26		44(100), 91(32), 119(30), 65(15), 120(10), 42(8), 89(6), 63(5)	7.5			・GC, LC保持時間 ・GC-MS, LC-PDAスペクトル
		Methcathinone	<chem>CC(N)C(=O)c1ccccc1</chem>	12.03		58(100), 77(13), 56(7), 51(6), 105(5), 42(3)	4.08			
C11H15NO	177.11536	Ethcathinone	<chem>CCNC(=O)c1ccccc1</chem>	13.55		72(100), 44(24), 77(12), 105(6), 42(6), 51(5), 70(5)	5.37			・GC, LC保持時間 ・GC-MSスペクトル
		N,N-Dimethylcathinone	<chem>CN(C)C(=O)c1ccccc1</chem>	13.39		72(100), 77(8), 70(4), 42(4), 56(4), 44(3)	4.85			
		Buphedrone	<chem>CCNC(=O)c1ccccc1</chem>	14.1		72(100), 77(12), 57(8), 105(5), 51(5), 70(5), 42(4), 148(4)	7.09			
		4-Methyl methcathinone, (Mephedrone)	<chem>CC(N)C(=O)c1ccc(C)cc1</chem>	15.12		58(100), 91(9), 56(7), 65(6), 119(4), 59(4), 42(3)	8.5			・GC, LC保持時間 ・4-と2-, 3-位の異性体のUVスペクトル異
		2-Methyl methcathinone	<chem>CC(N)C(=O)c1cc(C)ccc1</chem>	13.71		58(100), 91(10), 56(10), 65(7), 119(4), 59(4), 42(3), 89(3)	8.38			
		3-Methyl methcathinone	<chem>CC(N)C(=O)c1cc(C)ccc1</chem>	14.45		58(100), 56(15), 91(11), 65(7), 119(5), 59(4), 42(3)	9.04			

Table 1-2 カチノン系化合物の異性体の GC-MS 及び LC-PDA-MS 測定結果 2

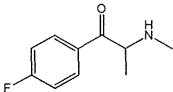
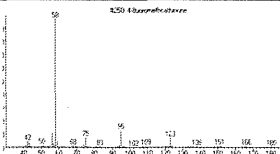
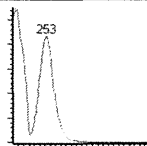
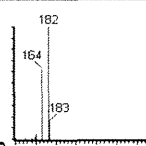
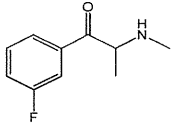
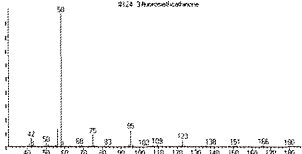
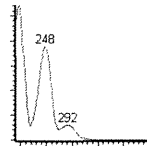
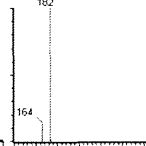
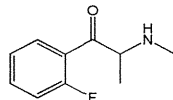
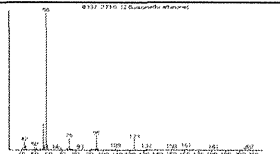
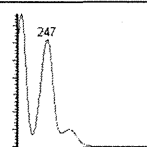
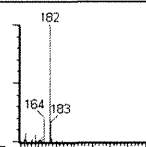
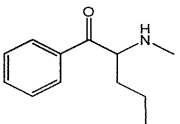
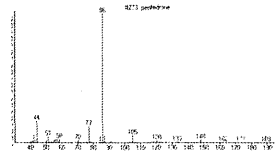
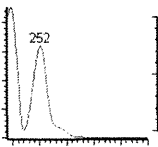
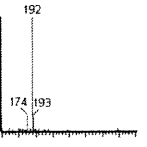
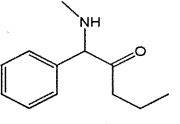
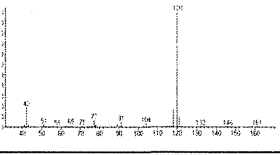
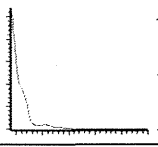
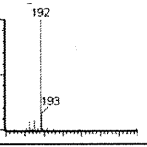
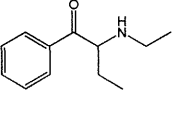
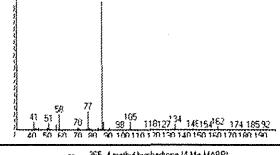
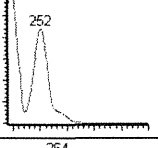
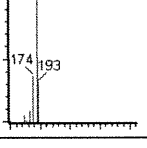
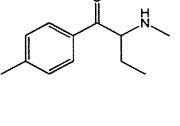
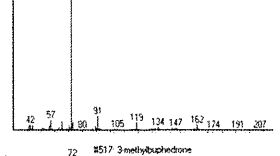
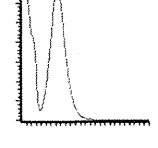
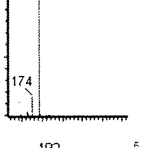
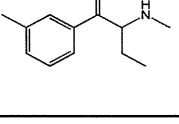
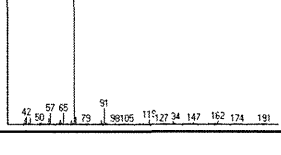
組成式	精密質量	化合物名	構造式	GC-MS保持時間	マススペクトル	EI フラグメントイオン	LC-MS保持時間	UVスペクトル	マススペクトル	識別
C10H12FNO	181.09029	4-Fluoromethcathinone		11.7/15.43		58(100), 95(13), 56(10), 75(7), 123(6), 42(4)	5.2			<p>・GC-MSで60°Cからの昇温条件にすれば、3-4位異性体のピークトップ分離可能</p> <p>・LC-MSで95%で10min holdすれば 3-4位異性体のピークトップ分離可能</p> <p>・4-と2-, 3-位の異性体のUVスペクトル異</p>
		3-Fluoromethcathinone		11.59/15.3		58(100), 56(12), 95(12),75(8),42(6), 123(4)	5			
		2-Fluoromethcathinone		11.39/15.08		58(100), 56(19), 95(9),75(8),123(7), 42(5)	4.2			

Table 1-3 カチノン系化合物の異性体の GC-MS 及び LC-PDA-MS 測定結果 3

組成式	精密質量	化合物名	構造式	GC-MS保持時間	マススペクトル	EI フラグメントイオン	LC-MS保持時間	UVスペクトル	マススペクトル	識別
C ₁₂ H ₁₇ NO	191.13101	Pentdrone		15.84		86(100), 44(16), 77(12), 42(5), 105(5), 84(4), 51(4)	12.2			<ul style="list-style-type: none"> •GC, LC保持時間 •GC-MS, LC-PDAス ペクトル
		Isopentdrone		15.15		120(100), 42(16), 118(15), 121(9), 77(6), 91(4), 104(3)	12.5			
		α -Ethylaminobutyrophenone (NEB)		15.18		86(100), 77(14), 58(11), 87(6), 105(6), 41(6), 51(5)	7.9			
		4-Methylbuphedrone		16.66		72(100), 91(10), 57(6), 65(5), 119(5), 73(5), 42(3), 162(3), 44(3)	12.56			
3-Methylbuphedrone		16.17		72(100), 91(11), 57(8), 65(7), 42(5), 73(4), 44(4)	12.8	