

Fig. 20. LC-MS analysis of product K.

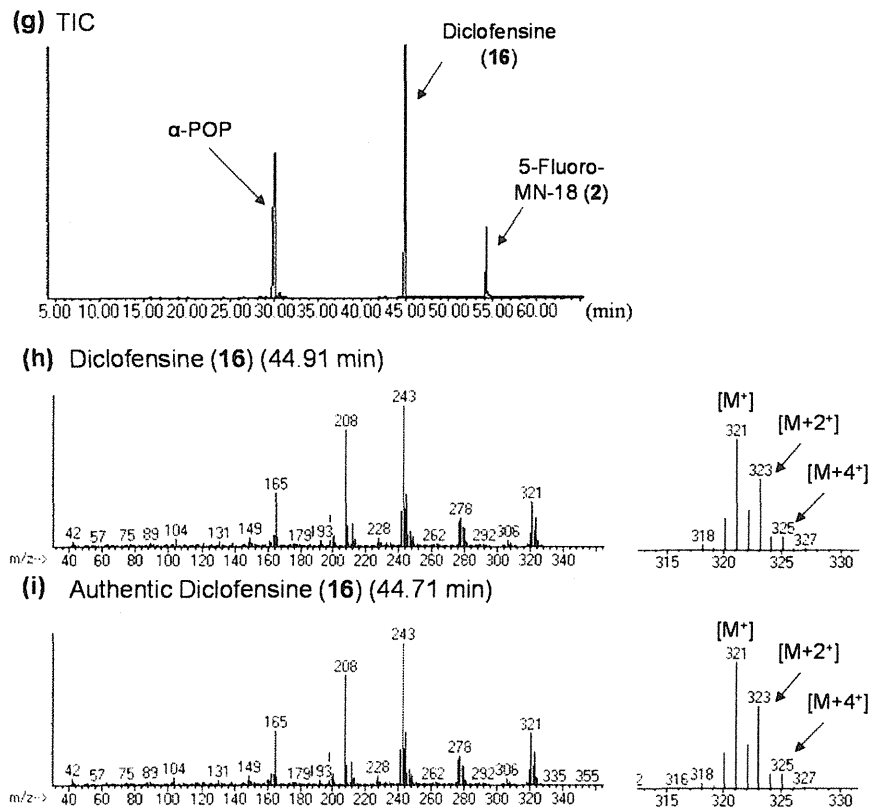


Fig. 21. GC-MS analysis of product K.

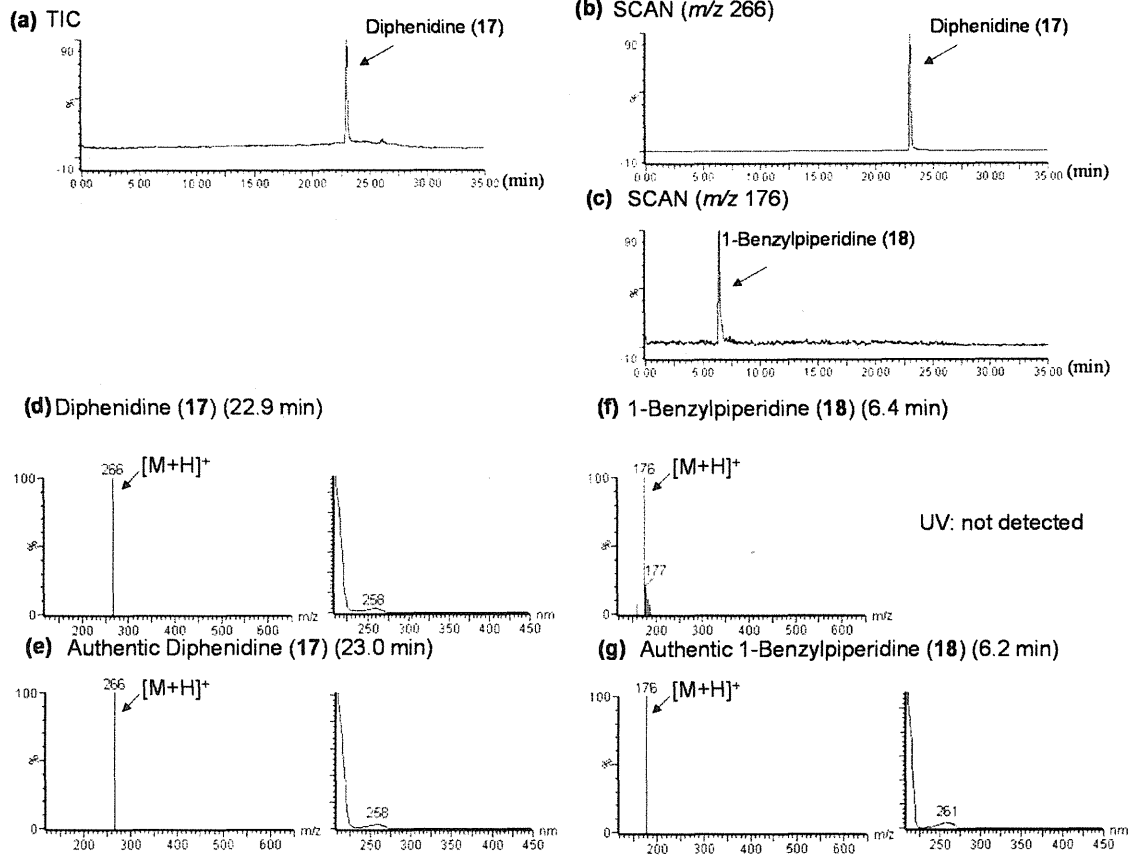


Fig. 22. LC-MS analysis of product L.

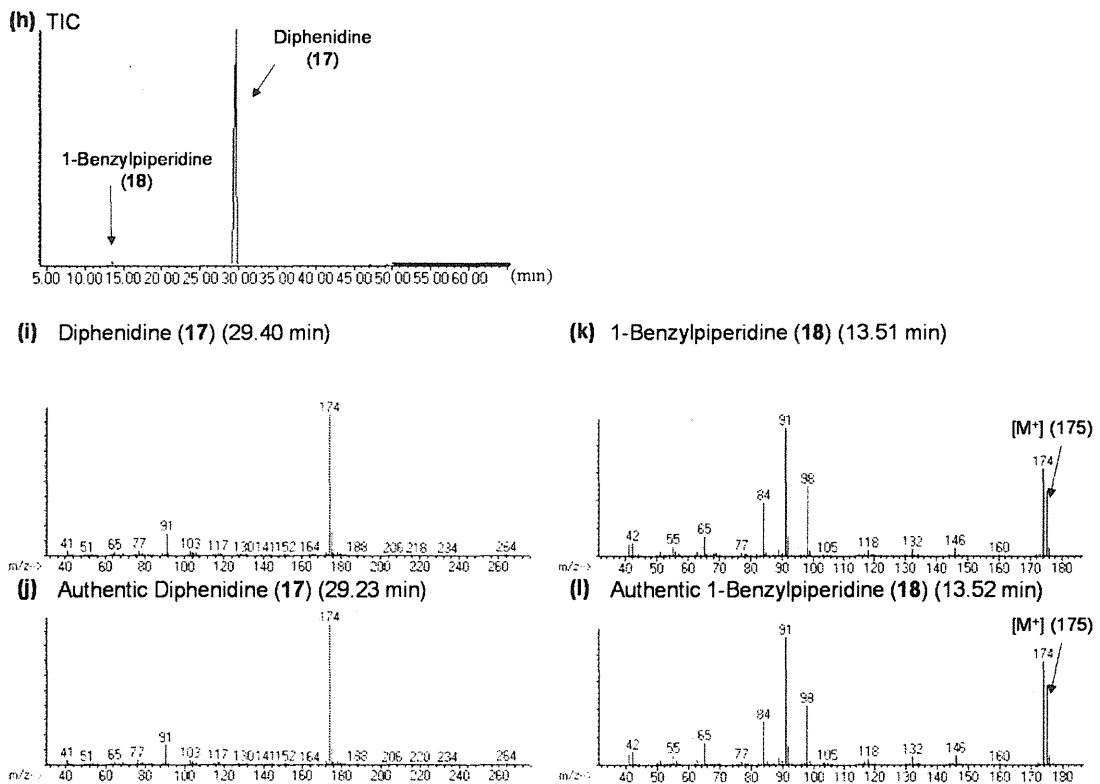


Fig. 23. GC-MS analysis of product L.

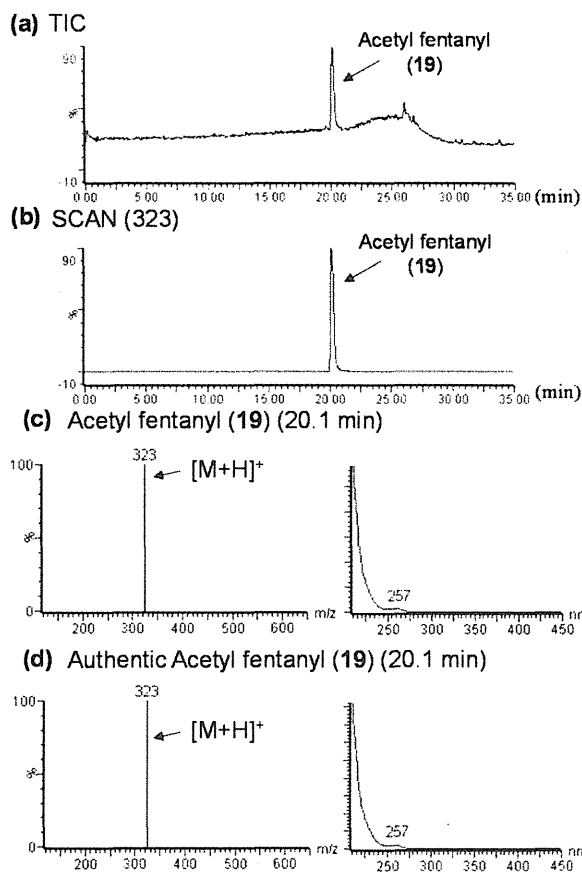


Fig. 24. LC-MS analysis of product M.

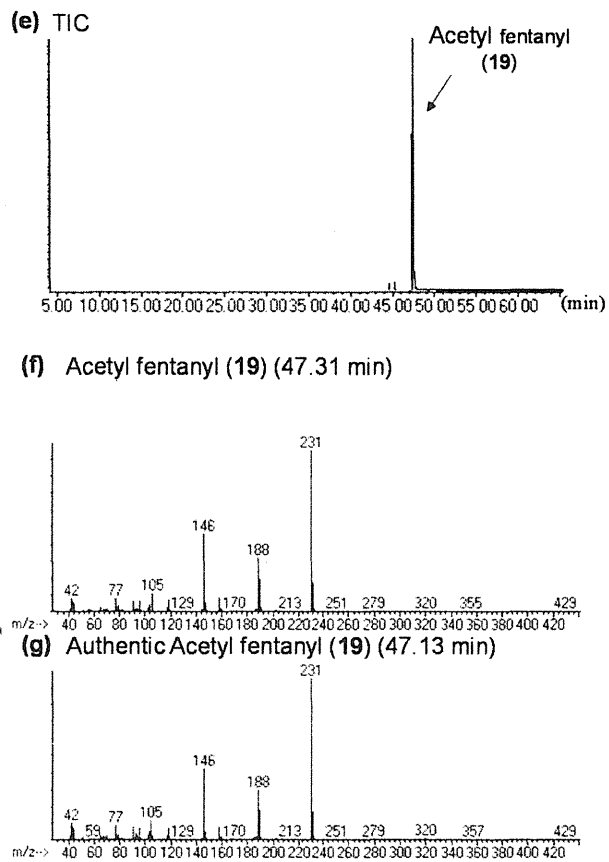


Fig. 25. GC-MS analysis of product M.

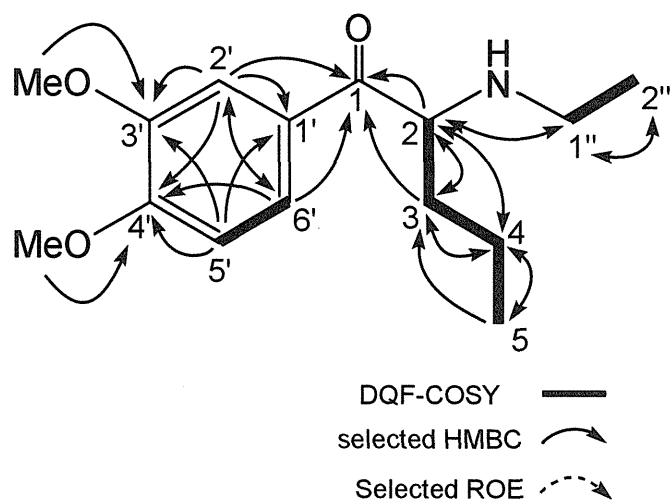


Table 1. NMR Data of Chemical Drugs ^a

No.	DL-4662 in CD ₃ OD	
	¹³ C	¹ H
1	191.1	—
2	62.5	5.12, 1H, t, <i>J</i> =5.5 Hz
3	34.4	1.94, 2H, m
4	18.8	1.35, 1H, m, overlapped 1.26, 1H, m
5	14.2	0.90, 3H, t, <i>J</i> =7.3 Hz
1'	128.2	—
2'	111.8	7.57, 1H, d, <i>J</i> =1.8 Hz
3'	151.1	—
4'	156.7	—
5'	112.0	7.12, 1H, d, <i>J</i> =8.3 Hz
6'	125.4	7.74, 1H, dd, <i>J</i> =8.3, 2.3 Hz
1''	43.3	3.08 and 3.00, each 1H, m
2''	11.8	1.34, 3H, t, <i>J</i> =7.3 Hz
3'-OMe	56.5	3.90, 3H, s
4'-OMe	56.7	3.94, 3H, s

^a Recorded at 800 MHz (¹H) and 150 MHz (¹³C), respectively; data in δ ppm (*J* in Hz). ^b *J*=8 Hz, The proton signal correlated with the indicated carbons.

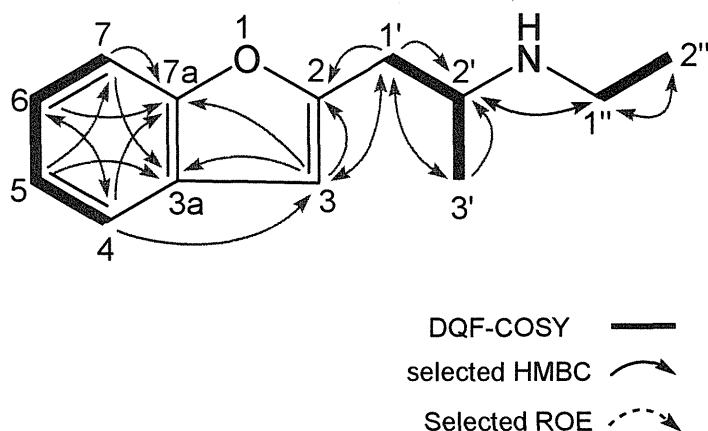
Table 2. ^{13}C -NMR Data of compounds **10** and **11** and α -POP ^a

No.	α -PHP (10) ^b	α -POP ^b	4-MeO- α -POP (11) ^b
1	198.0	198.7	196.7
2	66.8	66.8	66.9
3	30.2	30.1	30.7
4	27.9	26.2	26.0
5	22.8	29.5	29.5
6	13.7	31.6	31.6
7	–	22.7	22.7
8	–	14.1	14.1
1'	136.5	137.0	130.0
2'/6'	129.4	129.2	131.9
3'/5'	129.5	129.3	114.7
4'	134.7	134.2	164.8
2''/5''	52.0	51.3	51.7
3''/4''	24.0	24.0	23.9
4'-OMe	–	–	55.7

^a Recorded at 600 MHz (^1H) and 150 MHz (^{13}C), respectively; data in δ ppm (J in Hz).^b Recorded in pyridine- d_5 .**Table 3.** ^1H -NMR Data of compounds **10** and **11** and α -POP ^a

No.	α -PHP (10) ^b	α -POP ^b	4-MeO- α -POP (11) ^c
1	–	–	–
2	5.59, 1H, brs	5.03, 1H, brs	5.42, 1H, brs
3	2.18, 2H, m	2.11, 2H, m	2.17, 2H, m
4	1.42, 1H, m	1.37, 2H, m	1.38, 2H, m
	1.31, 1H, m	–	–
5	1.11, 2H, m	1.12, 2H, m, overlapped	1.12, 2H, m, overlapped
6	0.65, 3H, t, $J=7.3$ Hz	1.02, 2H, m, overlapped	1.02, 2H, m, overlapped
7	–	1.08, 2H, m, overlapped	1.07, 2H, m, overlapped
8	–	0.72, 3H, t, $J=7.6$ Hz	0.70, 3H, t, $J=7.3$ Hz
1'	–	–	–
2'/6'	8.35, 2H, dd, $J=8.2, 0.8$ Hz	8.33, 2H, dd, $J=8.6, 1.4$ Hz	8.44, 2H, d, $J=8.7$ Hz
3'/5'	7.51, 2H, t, $J=7.8$ Hz	7.50, 2H, t, $J=8.6$ Hz	7.09, 2H, t, $J=8.7$ Hz
4'	7.59, 1H, t, $J=7.3$ Hz	7.58, 1H, tt, $J=8.6, 1.4$ Hz	–
2''/5''	3.53, 3.39, each 2H, brs	3.28, 3.10, each 2H, brs	3.44, 3.30, each 2H, brs
3''/4''	1.95, 1.89, each 2H, m	1.80, 4H, m	1.88, 1.84, each 2H, m
4'-OMe	–	–	–

^a Recorded at 800 MHz (^1H) and 200 MHz (^{13}C), respectively; data in δ ppm (J in Hz).^b Recorded in pyridine- d_5 .



1-(Benzofuran-2-yl)-N-ethylpropan-2-amine

Table 4. NMR Data of Chemical Drugs ^a

1-(Benzofuran-2-yl)-N-ethylpropan-2-amine in DMSO		
No.	¹³ C	¹ H
1	—	—
2	153.7	—
3	105.0	6.79, 1H, s
3a	128.2	—
4	120.7	7.58, 1H, d, <i>J</i> =7.8 Hz
5	122.8	7.22, 1H, t, <i>J</i> =7.3 Hz
6	123.9	7.26, 1H, t, <i>J</i> =7.3 Hz
7	110.8	7.52, 1H, d, <i>J</i> =7.8 Hz
7a	154.3	—
1'	31.5	3.31, 1H, m, overlapped 3.04, 1H, m, overlapped
2'	51.4	3.56, 2H, m
3'	16.0	1.23, 3H, d, <i>J</i> =6.4 Hz, overlapped
1''	41.7 ^b	3.00, 2H, m, overlapped
2''	11.3	1.22, 3H, td, <i>J</i> =6.9, 2.0 Hz

^a Recorded at 800 MHz (¹H) and 150 MHz (¹³C), respectively; data in δ ppm (*J* in Hz). ^b Recorded in CD₃OD.

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: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

ー卓上型 NMR を用いた $^1\text{H-NMR}$ スペクトルによる異性体識別法の検討ー

研究要旨:日本国内に流通する違法ドラッグの乱用防止のため,平成19年から指定薬物制度が施行され,現在までに1370化合物1植物が指定薬物として規制された(平成26年4月時点).これら違法ドラッグ成分は非常に多くの構造類似化合物が検出されており,特に分子量及び分子式が同じである構造異性体は,GC-MS, LC-MS等のスペクトルが酷似している場合も多く,各標準品が無い場合などは,既知の分析データからでは同定が困難なケースもある.しかし,規制及び未規制化合物関係にある構造異性体の場合,迅速且つ正確な同定が必要となる.このような構造異性体の識別には,化合物構造自体の同定が可能なNMRが有用であると考えられる.卓上型NMRは,高磁場型NMRに比べて低感度ではあるものの,低価格かつ冷媒や専用設備が不要であるため,汎用性のある分析機器の一つとしての応用が考えられる.

そこで本研究では,構造異性体である指定薬物と未規制化合物について,卓上型NMR(45 MHz, 60 MHz, 80 MHz)を用いた識別の有無を検討することとした.位置異性体として,ピペラジン系化合物1-(3-methylbenzyl)piperadine(2):指定薬物予定化合物(パブリックコメント募集中,2014年4月時点),及び未規制化合物:1-(2-methylbenzyl)piperadine(1),1-(4-methylbenzyl)piperadine(3),また,構造異性体関係にある指定薬物として,カチノン系化合物4-Methyl-ethcathinone(4)及び4-Methyl-buphedrone(5),トリプタミン系化合物5-MeO-MIPT(6)及び5-MeO-DET(7)について検討を行った.その結果,位置異性体(オルト,メタ,パラ-フェニル基,1-3)は,80 MHzで測定した場合のみ,パラ-フェニル基の位置異性体(2)の識別が可能であった.また,45 MHz,60 MHz及び80 MHz全てにおいて,アルキル鎖の異なる構造異性体の識別が可能であった(化合物4-7).従って,化合物の種類によるものの,卓上NMRによる異性体識別が可能であることが示された.今後,さらに他の乱用薬物についても検討を行う必要があると考えられた.

以上,卓上NMRは,化合物の種類によるものの,従来汎用されているGC-MS,LC-MS分析での同定が比較的困難な異性体の識別が可能であったことから,汎用型分析機器の一つとして,乱用薬物の異性体分析への応用の可能性が示唆された.

A. 研究目的

日本国内に流通する違法ドラッグの乱用防止のため,平成19年から指定薬物制度が施行され,現在までに1370化合物1植物が指定薬物として規制された(平成26年4月時点).このうち,ナフトイルインドール骨格の合成カンナビノイド及びカ

チノン系化合物については,それぞれ包括指定が行われ,1230種類以上が規制された.これら違法ドラッグ成分は非常に多くの構造類似化合物が検出されており,特に分子量及び分子式が同じである構造異性体は,GC-MS,LC-MS等のスペクトルが酷似している場合も多く,各標準品

が無い場合などは、既知の分析データからでは同定が困難なケースもある。しかし、規制及び未規制化合物関係にある構造異性体の場合、迅速且つ正確な同定が必要となる。このような構造異性体の識別には、化合物構造自体の同定が可能な NMR が有用であると考えられる。

通常の高磁場型 NMR 装置は、液体窒素や液体ヘリウム等の冷媒が必要であり、高価格かつ専用設備が必要であるため、使用できる施設は限られている。一方、卓上型 NMR は、高磁場型 NMR に比べて低感度ではあるものの、低価格かつ冷媒や専用設備が不要であるため、汎用性のある分析機器の一つとしての応用が考えられる。

そこで本研究では、構造異性体である指定薬物と未規制化合物について、卓上型 NMR を用いた識別の有無を検討することとした。

B. 研究方法

1. 試料及び試薬

各化合物は、1-(3-methylbenzyl)piperadine , 1-(2-methylbenzyl)piperadine 及び 1-(4-methylbenzyl)piperadine は Aldrich 社製、4-Methyl-ethcathinone は OTAVA 社製、4-Methyl-buphedrone は Cayman chemical 社製、5-MeO-MIPT 及び 5-MeO-DET は、国立衛研にて合成したものをを用いた。

2. NMR 測定

【測定核種】¹H

【測定溶媒】CDCl₃, CD₃OD【(99.8%)0.03%TMS 入り, Acros 社製】、TMS は Sigma-Aldrich 社製 (99.9%)を用いた。

【測定条件】下記 2 社の卓上型 NMR 装置を用いて行った。その他、積算回数や試料濃度等は Table 1-3 に示した。

測定装置 1: 卓上型 NMR Pulsar (JASCO, Oxford instruments 社製)

周波数: 60 MHz

試料容量: 500 uL (NMR サンプル管を使用した通常の測定)

測定装置 2: 卓上型 FT-NMR「picoSpin 45」及び「picoSpin 80」(Thermo Fisher Scientific 社製)

周波数: 45 MHz 及び 80 MHz

試料容量: 200 uL (装置内のサンプルキャピラリーに直接試料を注入し、測定)

【NMR 解析】MestreLab Research 社 NMR 解析ソフト Mnova9.0.0 を用いた。

C. 研究結果・考察

各測定化合物(1-7)の構造式を Fig. 1 に示した。位置異性体として、ピペラジン系化合物 1-(3-methylbenzyl)piperadine (2) : 指定薬物予定化合物 (パブリックコメント募集中, 2014 年 4 月時点), 及び未規制化合物:

1-(2-methylbenzyl)piperadine (1),

1-(4-methylbenzyl)piperadine (3), また、構造異性体かつ指定薬物として、カチノン系化合物

4-Methyl-ethcathinone (4) 及び

4-Methyl-buphedrone (5), トリプタミン系化合物

5-MeO-MIPT (6) 及び 5-MeO-DET (7) について検討を行った (Fig. 1)。各測定における異性体の識別結果は Table 1 に示した。Fig はそれぞれ下記の結果を示した。

Fig. 2a-c: JASCO 60 MHz (8 scan) における化合物 (1-7) の異性体比較,

Fig. 3a-d: JASCO 60 MHz における化合物 (4-7) の scan 回数によるスペクトルの比較 (8 scan vs 64 scan),

Fig. 4a-c: Thermo 45 MHz (16 scan 又は 128 scan) における化合物 (1-7) の異性体比較,

Fig. 5a-c: Thermo 80 MHz (32 scan 又は 128 scan) における化合物 (1-7) の異性体比較

Fig. 6a, 6b: 周波数 45 MHz 又は 80 MHz (Thermo) における化合物 (6, 7) のスペクトルの比較 (128 scan)。

1. 構造異性体 (化合物 1-7) の 60 MHz におけるスペクトルの比較【JASCO: 測定装置 1】 (Fig. 2-3, Table 2)

1.1 位置異性体 (化合物 1-3) の ¹H-NMR スペク

トルの比較(8 scan)

オルト, メタ, パラ-位置異性体(化合物 1-3)のスペクトルを比較した結果, フェニル基のスペクトル, 及びピペラジン等他の部分のスペクトル全てブロードで類似しており, 3 化合物は識別できなかった(Fig. 2a., Table 2).

1.2 構造異性体(化合物 4, 5)の¹H-NMR スペクトルの比較(8 scan)

カチノン系化合物の構造異性体(化合物 4, 5)のスペクトルを比較したところ, 特に, 化合物 4 の 3-Me(doublet: 以下 d)及び 2''-Me(triplet: 以下 t)(両ピーク: overlapped)と, 化合物 5 の 4-Me(t), N-Me(singlet: 以下 s)のスペクトルが明らかに異なって観測されたことから, 両化合物の識別は可能であることが明らかとなった(Fig. 2b). また, 2 位のプロトンもそれぞれ化合物 4 は quartet, 化合物 5 は triplet として観測された.

1.3 構造異性体(化合物 6, 7)の¹H-NMR スペクトルの比較(8 scan)

トリプタミン系化合物の構造異性体(化合物 6, 7)のスペクトルを比較したところ, 特に, 化合物 6 の 2'',3''-Me(d)及び N-Me(s)と, 化合物 7 の 2''-Me(t)のスペクトルが明らかに異なって観測されたことから, 両化合物の識別は可能であることが明らかとなった(Fig. 2c).

1.4 積算回数の違いによる構造異性体(化合物 4-7)の¹H-NMR スペクトルの比較(8 scan vs 64 scan)

構造異性体(化合物 4-7)の 8 scan 及び 64scan におけるスペクトルをそれぞれ Fig. 3a-3d に示した. 積算回数を増やしたが, 各化合物のスペクトルはほとんど変わらなかった(Fig. 3a-3d).

以上, 卓上 NMR「JASCO Pulsar(60 MHz)」を用いて検討したところ, フェニル基の位置異性体は識別できなかったが, アルキル鎖の異なる構造異性体の識別は可能であった(Table 2). また, 本装置での測定は通常の測定と同様に, NMR サンプル管を用いて行うため, 回収率は 100% である.

2. 構造異性体(化合物 1-7)の 45 MHz 及び 80 MHz におけるスペクトルの比較【Thermo:測定装置 2】(Fig. 4-6, Table 3)

2.1 位置異性体(化合物 1-3)の¹H-NMR スペクトルの比較(45 MHz, 16 scan)

オルト, メタ, パラ-位置異性体(化合物 1-3)のスペクトルを比較した結果, フェニル基のスペクトル, 及びピペラジン等他の部分のスペクトル全てブロードで類似しており, 60 MHz(JASCO)での測定結果と同様に, 3 化合物は識別できなかった(Fig. 4a., Table 3).

構造異性体(化合物 4, 5)の¹H-NMR スペクトルの比較(45 MHz, 128 scan)

カチノン系化合物の構造異性体(化合物 4, 5)のスペクトルを比較したところ, 特に, 化合物 4 の 3-Me(d)及び 2''-Me(t)(両ピーク: overlapped)と, 化合物 5 の 4-Me(t), N-Me(s)のスペクトルが明らかに異なって観測されたことから, 両化合物の識別は可能であることが明らかとなった(Fig. 4b).

2.2 構造異性体(化合物 6, 7)の¹H-NMR スペクトルの比較(45 MHz, 128 scan)

トリプタミン系化合物の構造異性体(化合物 6, 7)のスペクトルを比較したところ, 特に, 化合物 6 の 2'',3''-Me(d)及び N-Me(s)と, 化合物 7 の 2''-Me(t)のスペクトルが明らかに異なって観測されたことから, 両化合物の識別は可能であることが明らかとなった(Fig. 4c).

以上, 45 MHz(Thermo)で測定したスペクトルと 60 MHz(JASCO)で測定したスペクトルでの識別の結果は一緒であった. しかし, Thermo の場合, 装置内のサンプルキャピラリーに直接試料を注入し, 測定するためか, 積算回数を多くした場合でも, ノイズが大きかった(Fig. 2b, 4b).

2.3 位置異性体(化合物 1-3)の¹H-NMR スペクトルの比較(80 MHz, 32 scan)

オルト, メタ, パラ-位置異性体(化合物 1-3)のスペクトルを比較した結果, *p*-Me 体(3)のフェニル基は d-like のスペクトルが観測され, *o*-Me 及び

m-Me体のそれと異なった (Fig. 5a). しかし, 指定薬物 (予定) 化合物 **2**, と未規制化合物 **1** は識別できなかった (Fig. 5a). また, ピペラジン等他の部分のスペクトル全てブロードで類似していた (Fig. 5a, Table 3).

2.4 構造異性体 (化合物 **4**, **5**) の ¹H-NMR スペクトルの比較 (80 MHz, 128 scan)

カチノン系化合物の構造異性体 (化合物 **4**, **5**) のスペクトルを比較したところ, 特に, 化合物 **4** の 45 MHz 及び 60 MHz では一部重なっていた 3-Me(d) 及び 2''-Me(t) のピークは, 明らかにクリアなスペクトルとして観測された (Fig. 5b). 上記スペクトルと, 化合物 **5** の 4-Me(t), N-Me(s) のスペクトルが明らかに異なって観測されたことから, 両化合物の識別は可能であることが明らかとなった (Fig. 5b). また, 2位のプロトンもそれぞれ化合物 **4** は quartet, 化合物 **5** は triplet として観測された.

2.5 構造異性体 (化合物 **6**, **7**) の ¹H-NMR スペクトルの比較 (80 MHz, 128 scan)

トリプタミン系化合物の構造異性体 (化合物 **6**, **7**) のスペクトルを比較したところ, 特に, 化合物 **6** の 2'',3''-Me(d) 及び N-Me(s) と, 化合物 **7** の 2''-Me(t) のスペクトルが明らかに異なって観測されたことから, 両化合物の識別は可能であることが明らかとなった (Fig. 5c). また, 化合物 **6** の 1, 2, 1'' の重なったピークが若干分かれた.

2.6 周波数の違いによる構造異性体 (化合物 **6**, **7**) の ¹H-NMR スペクトルの比較 (45 MHz vs 80 MHz) (128 scan)

構造異性体 (化合物 **6**, **7**) の 45 MHz 及び 80 MHz におけるスペクトルをそれぞれ Fig. 6a, 6b に示した. 化合物 **6**, **7** ともに 80 MHz の方がよりクリアなスペクトルとして観測された (Fig. 6a, 6b). 特に, 化合物 **6**, **7** ともにインドール基のプロトン (2'-7') のスペクトルがクリアとなり (Fig. 6a, 6b), 化合物 **6** は, 1, 2, 1'' のスペクトルがクリアとなった (Fig. 6a).

以上, 卓上型 FT-NMR 「picoSpin 45」及び「picoSpin 80」(45 MHz 及び 80 MHz) (Thermo)」

を用いて検討したところ, 80 MHz で測定した場合, フェニル基の *p* 位のみ位置異性体の識別が可能であった. また, 45 MHz 及び 80 MHz ともに, アルキル鎖の異なる構造異性体の識別が可能であった (Table 3).

また, 本装置での測定は通常の測定と異なり, 装置内のサンプルキャピラリーに直接試料を注入し, 測定するため, 回収率は低かった. しかし, 80 MHz で測定した場合, スペクトルはクリアとなり, *p*-位のフェニル基の識別が可能であった.

D. 結論

本研究では, 構造異性体である指定薬物と未規制化合物について, 卓上型 NMR を用いた識別の有無を検討した. その結果, 位置異性体 (オルト, メタ, パラ-フェニル基, **1-3**) は, 80 MHz で測定した場合のみ, パラ-フェニル基の位置異性体の識別が可能であった. また, 45 MHz, 60 MHz 及び 80 MHz 全てにおいて, アルキル鎖の異なる構造異性体の識別が可能であった (化合物 **4-7**). 従って, 化合物の種類によるものの, 卓上 NMR による異性体識別が可能であることが示された. 今後, さらに他の乱用薬物についても検討を行う必要があると考えられた.

また, 測定装置については, JASCO の装置では, 通常の NMR 測定と同様のサンプル管を用いるため, 回収率は 100% であり, また, 試料濃度は Thermo と比較して低濃度での測定が可能であった. 一方, Thermo の装置はより小型かつ可搬型であるため, 実際の乱用薬物の取り締まり現場における測定に応用できる可能性が考えられた.

以上, 卓上 NMR は, 従来汎用されている GC-MS, LC-MS 分析での同定が比較的困難な異性体について, 化合物の種類によるものの, 識別が可能であったことから, 乱用薬物の異性体分析への応用性が示唆された.

E. 参考文献

なし.

F. 健康危険情報

特になし.

G. 研究発表

H. 知的財産権の出願・登録状況

特になし.

I. 謝辞

本研究にご協力下さいました JASCO international 社及び Thermo Fisher Scientific 社の関係者各位に感謝致します.

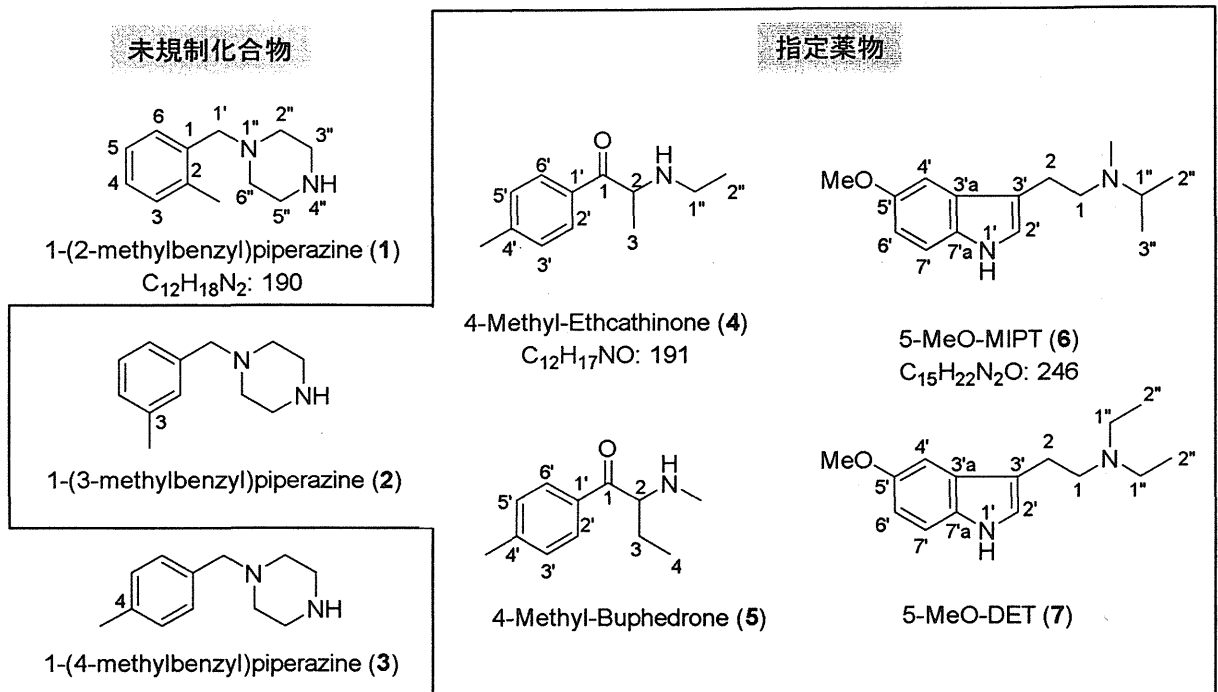


Fig. 1. 測定化合物(1-7)

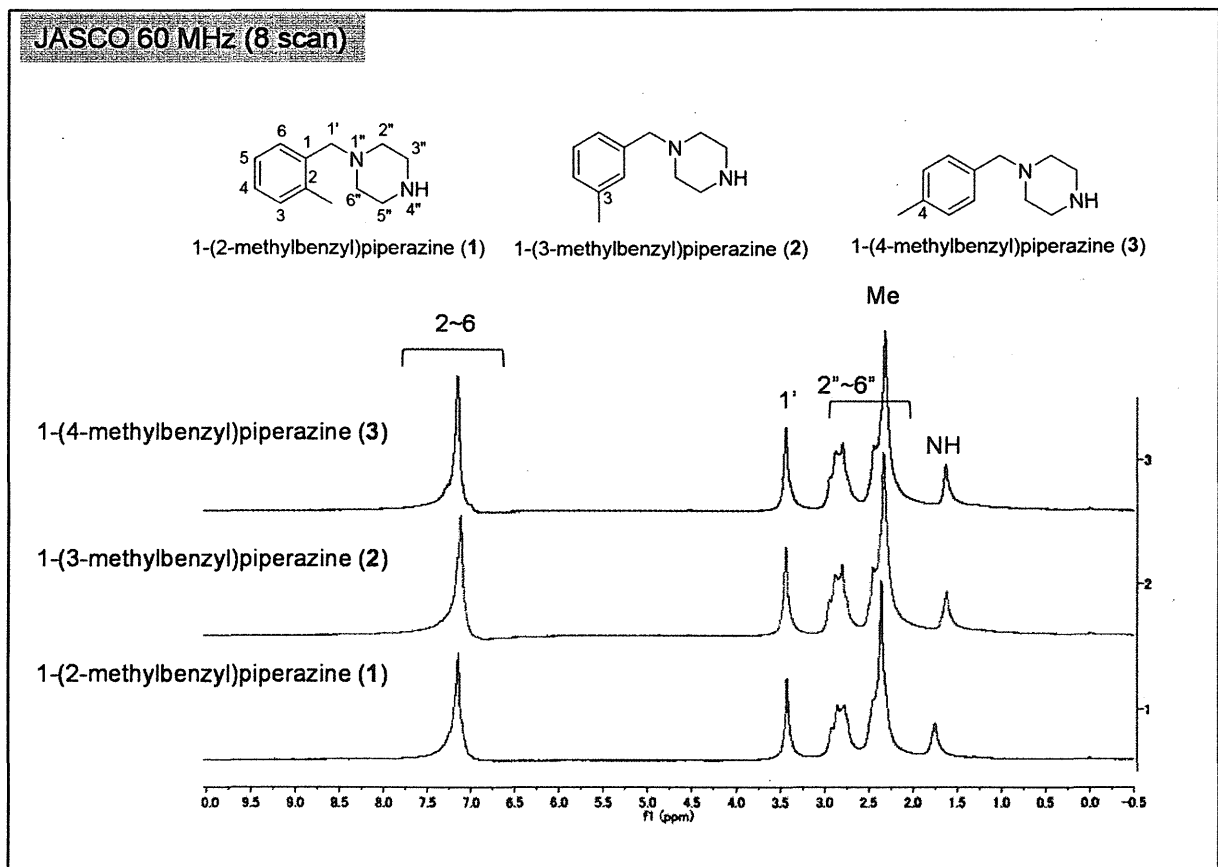


Fig. 2a. $^1\text{H-NMR}$ スペクトルの比較(化合物 1-3) 60 MHz, 8 scan

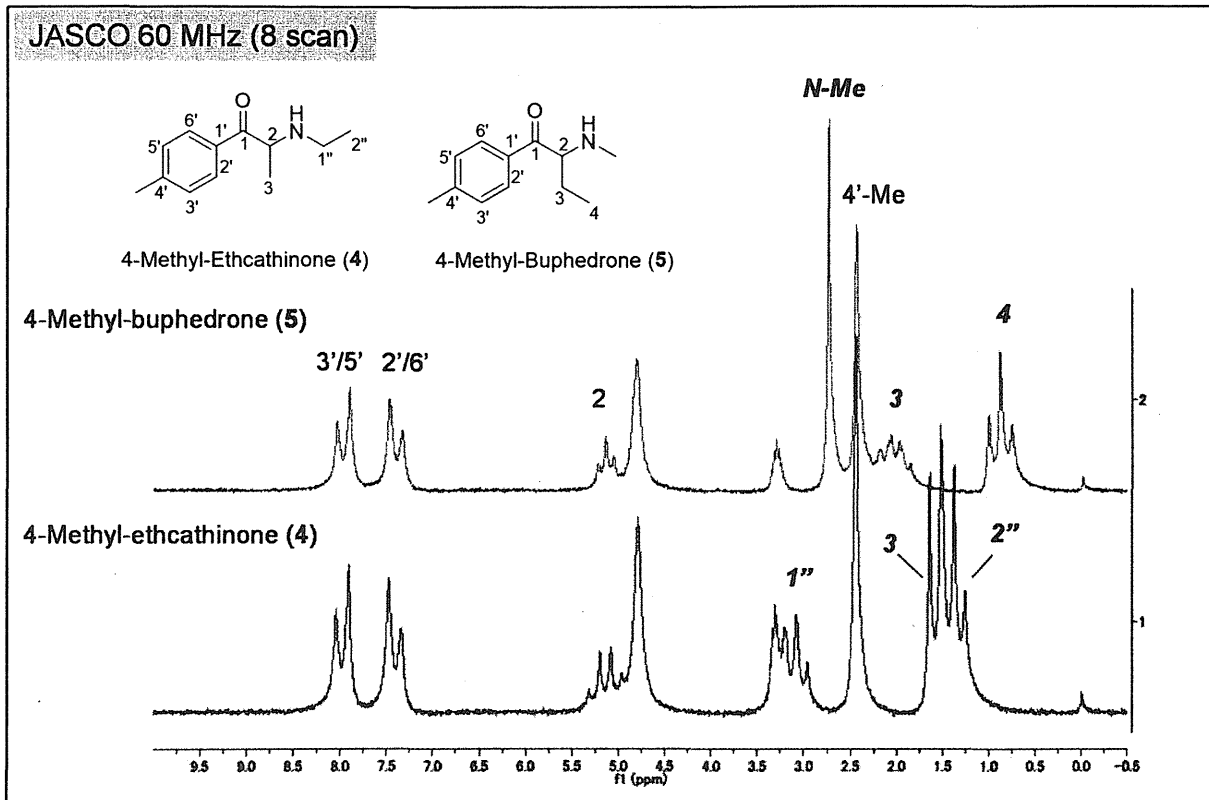


Fig. 2b. ¹H-NMR スペクトルの比較(化合物 4, 5) 60 MHz, 8 scan

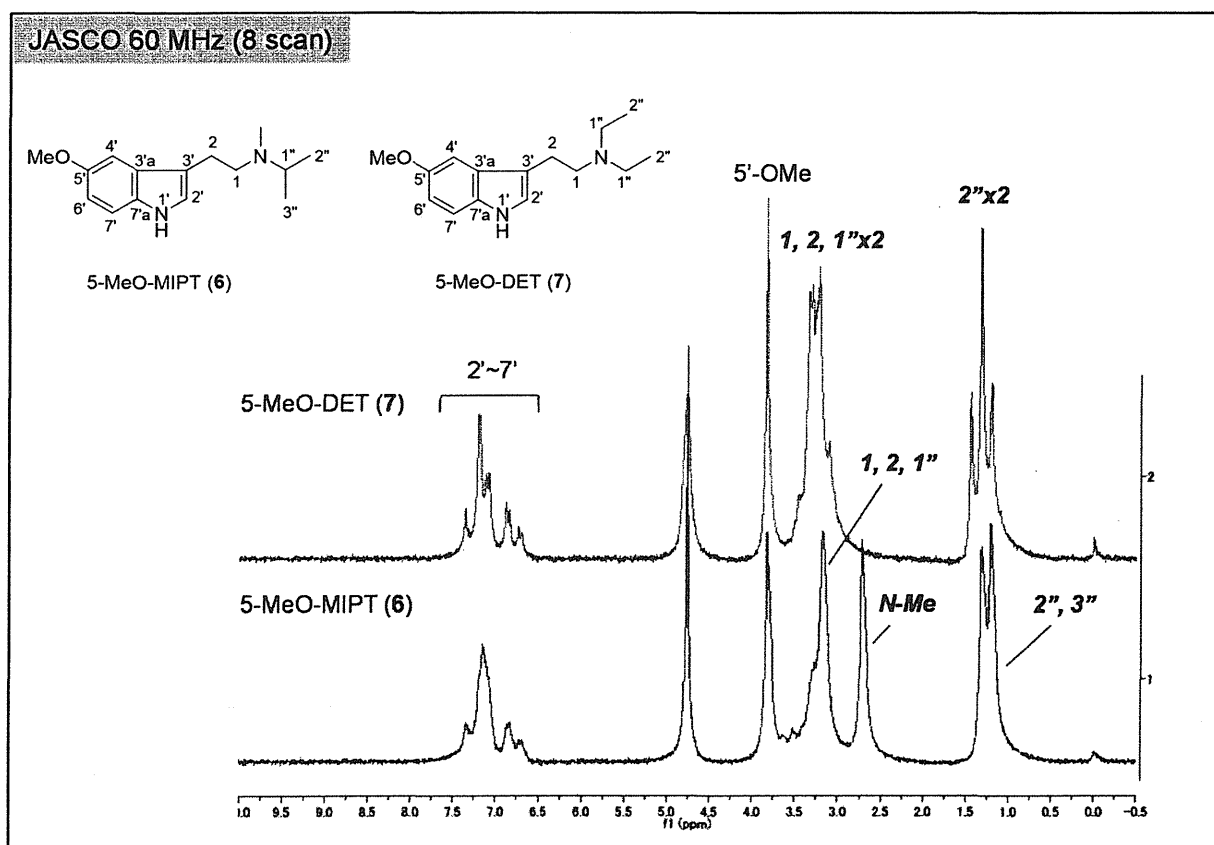


Fig. 2c. ¹H-NMR スペクトルの比較(化合物 6, 7) 60 MHz, 8 scan

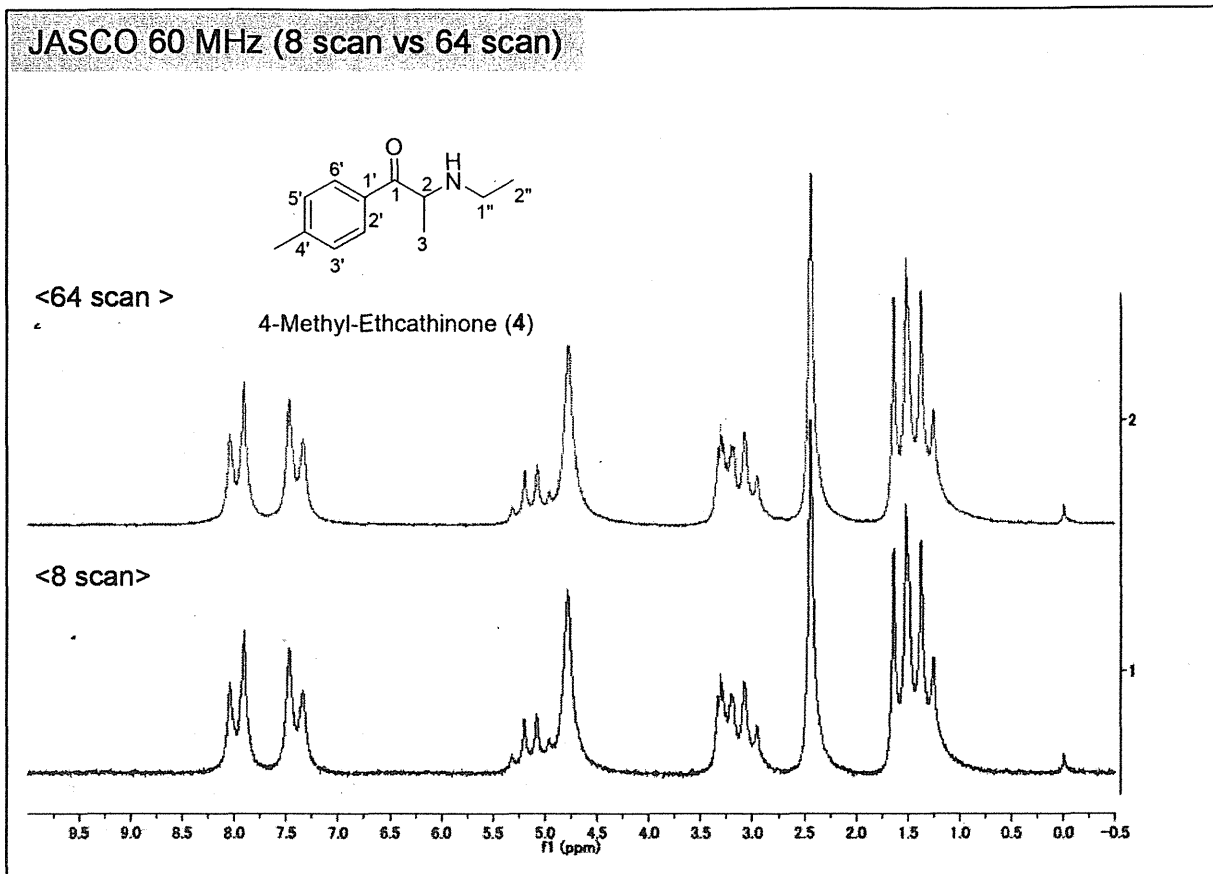


Fig. 3a. ¹H-NMR スペクトルの積算回数の比較 (化合物 (4) 60 MHz, 8 scan vs 64 scan)

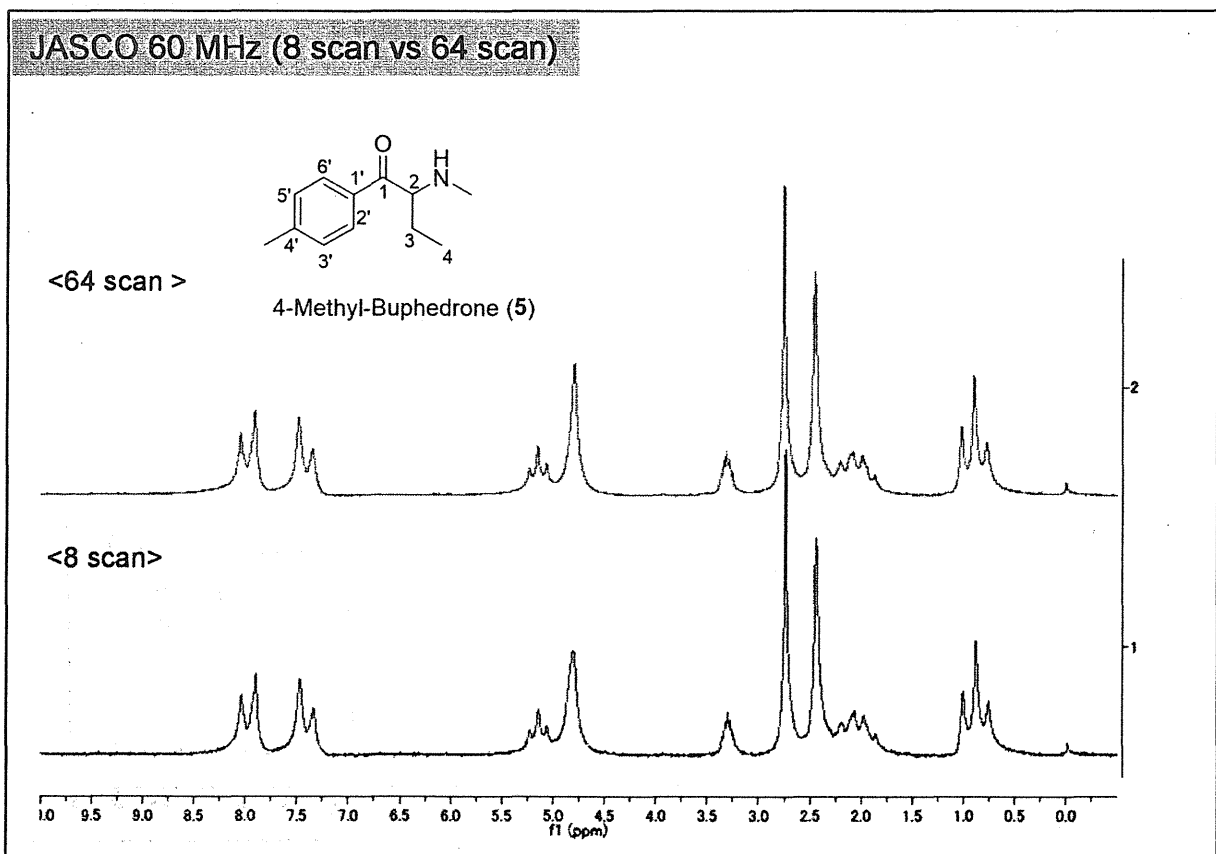


Fig. 3b. ¹H-NMR スペクトルの積算回数の比較 (化合物 (5) 60 MHz, 8 scan vs 64 scan)

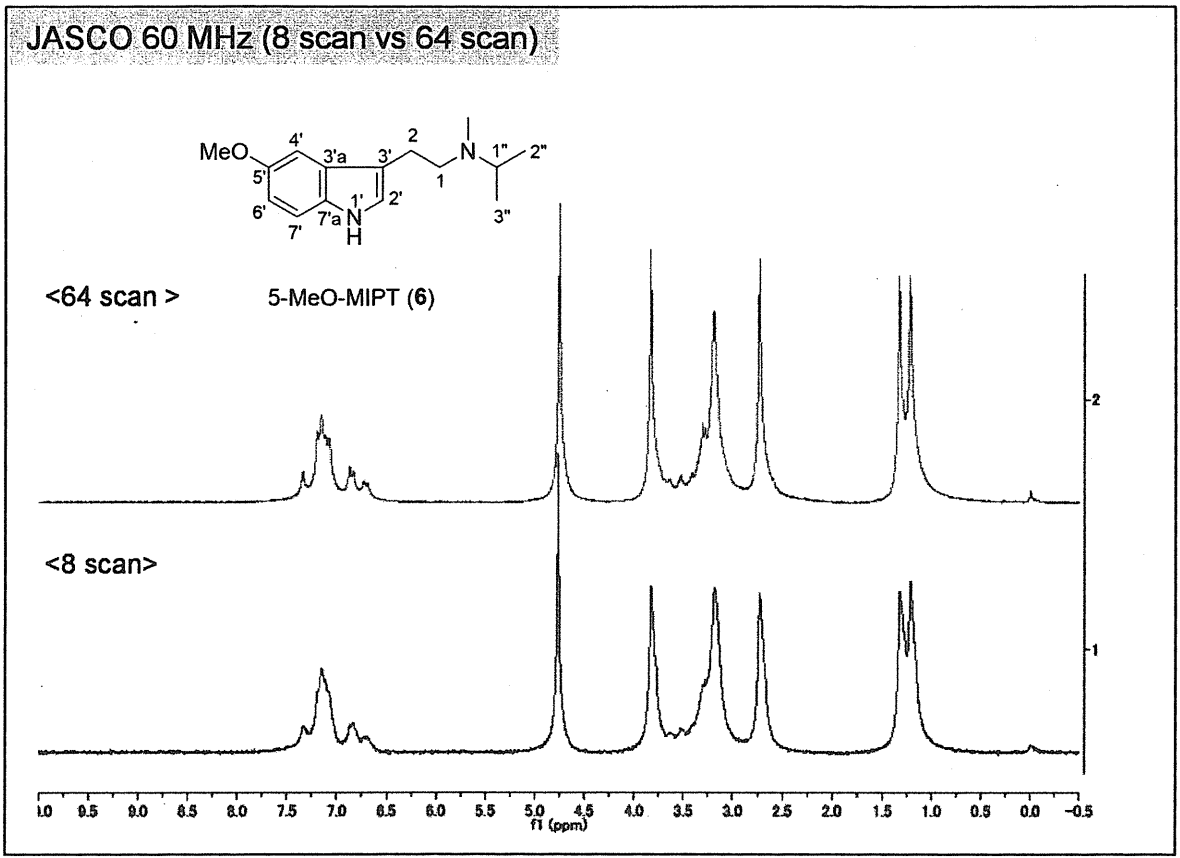


Fig. 3c. ¹H-NMR スペクトルの積算回数の比較(化合物(6)) 60 MHz, 8 scan vs 64 scan

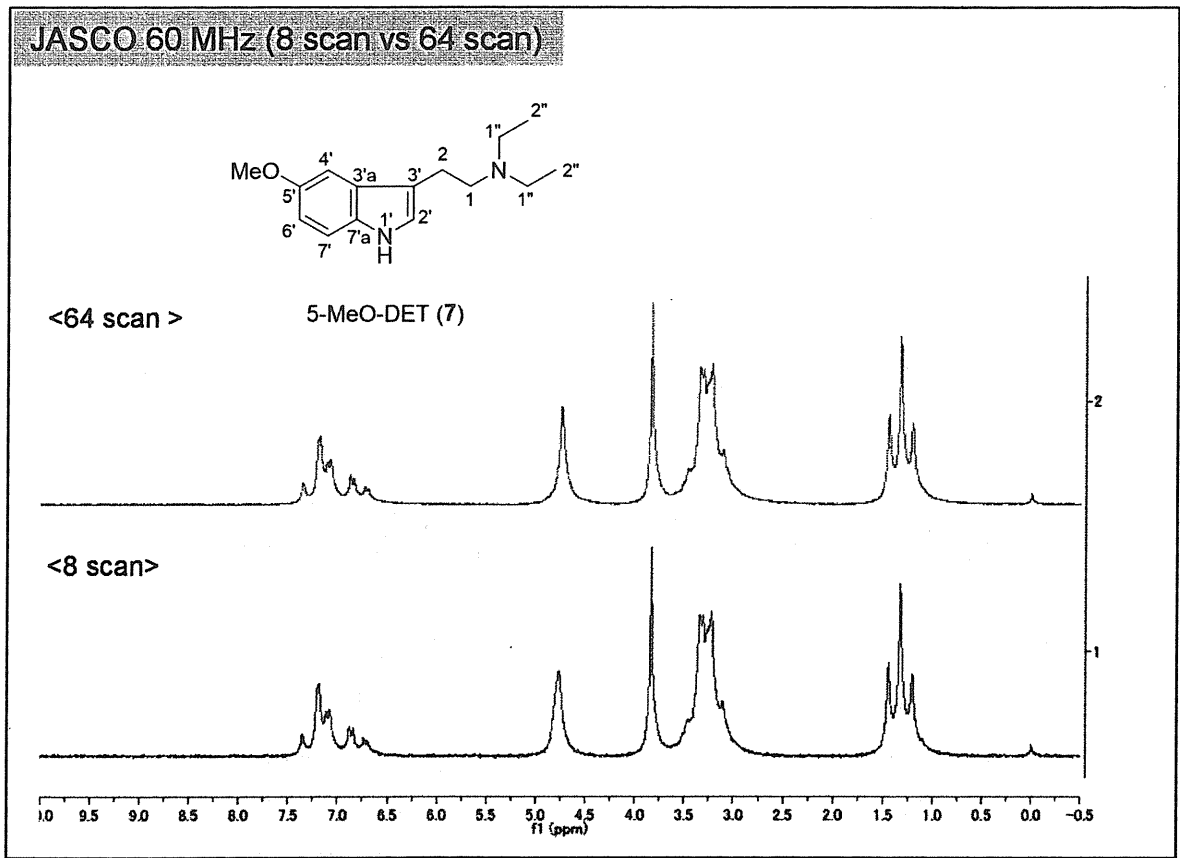


Fig. 3d. ¹H-NMR スペクトルの積算回数の比較(化合物(7)) 60 MHz, 8 scan vs 64 scan

Thermo 45 MHz (16 scan)

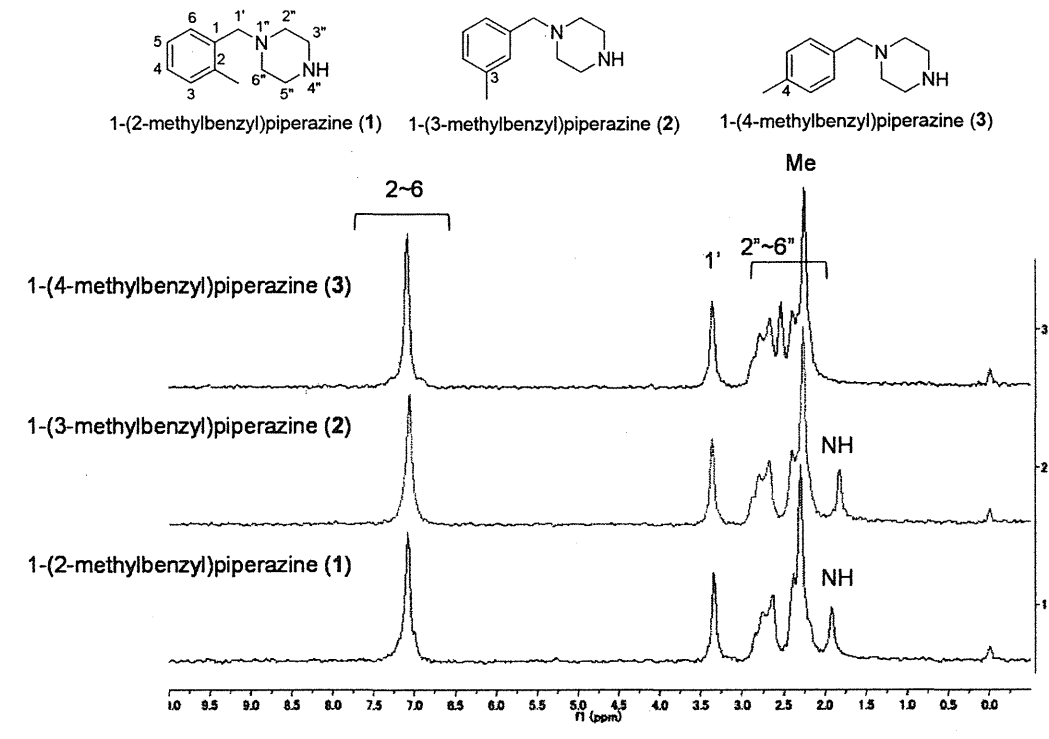


Fig. 4a. ¹H-NMR スペクトルの比較 (化合物 1-3) 45 MHz, 16 scan

Thermo 45 MHz (128 scan)

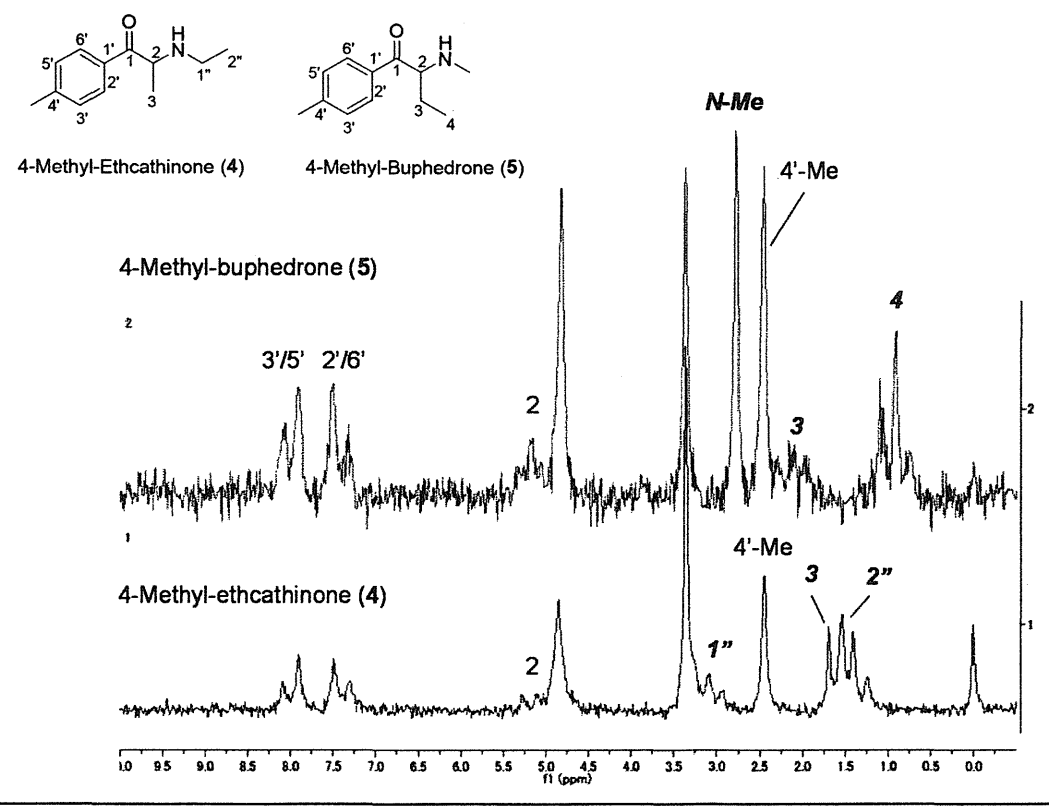


Fig. 4b. ¹H-NMR スペクトルの比較 (化合物 4, 5) 45 MHz, 128 scan

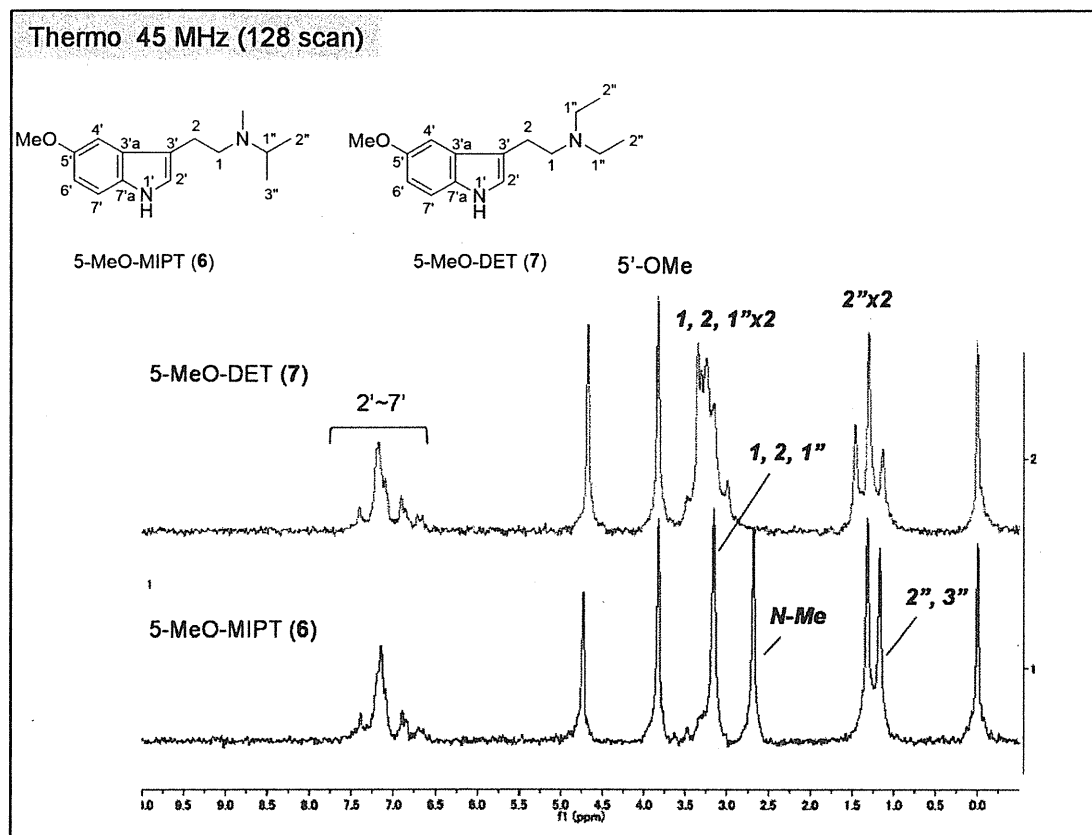


Fig. 4c. $^1\text{H-NMR}$ スペクトルの比較 (化合物 6, 7) 45 MHz, 128 scan

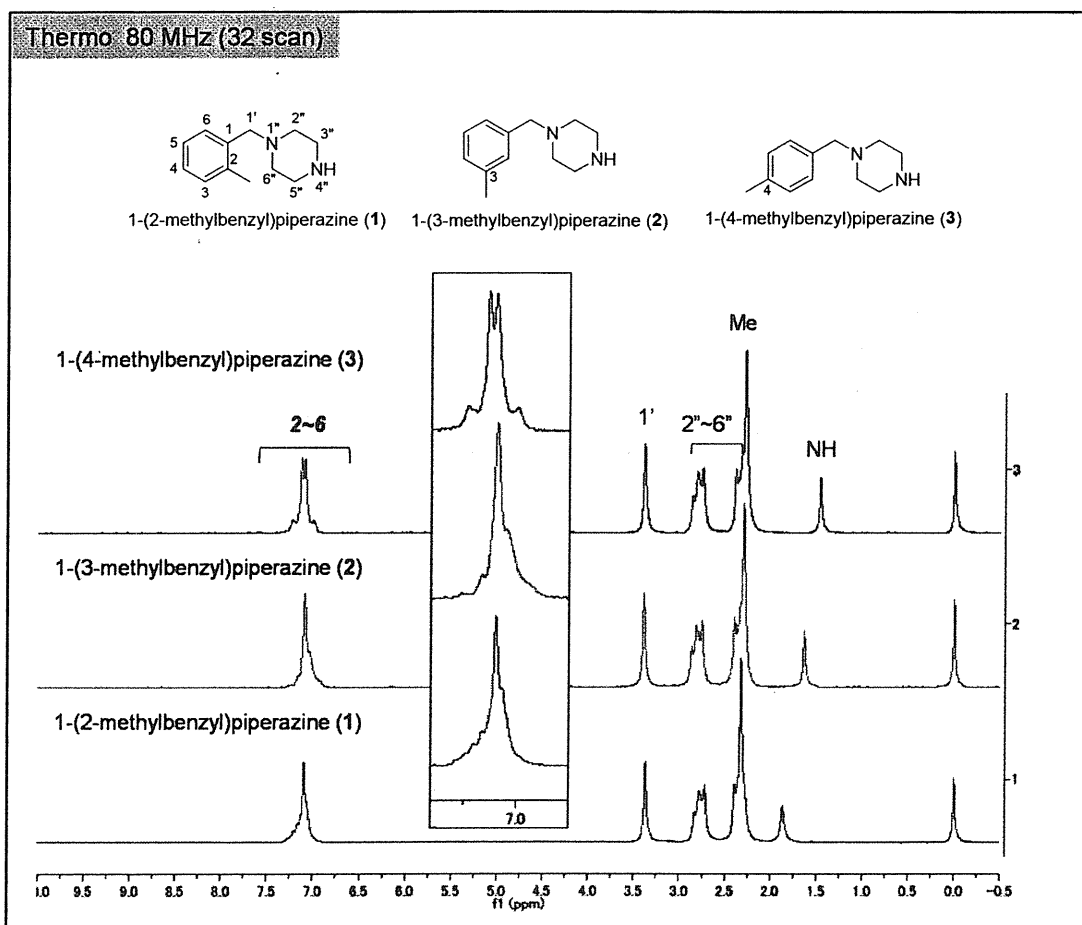


Fig. 5a. $^1\text{H-NMR}$ スペクトルの比較 (化合物 1-3) 80 MHz, 32 scan

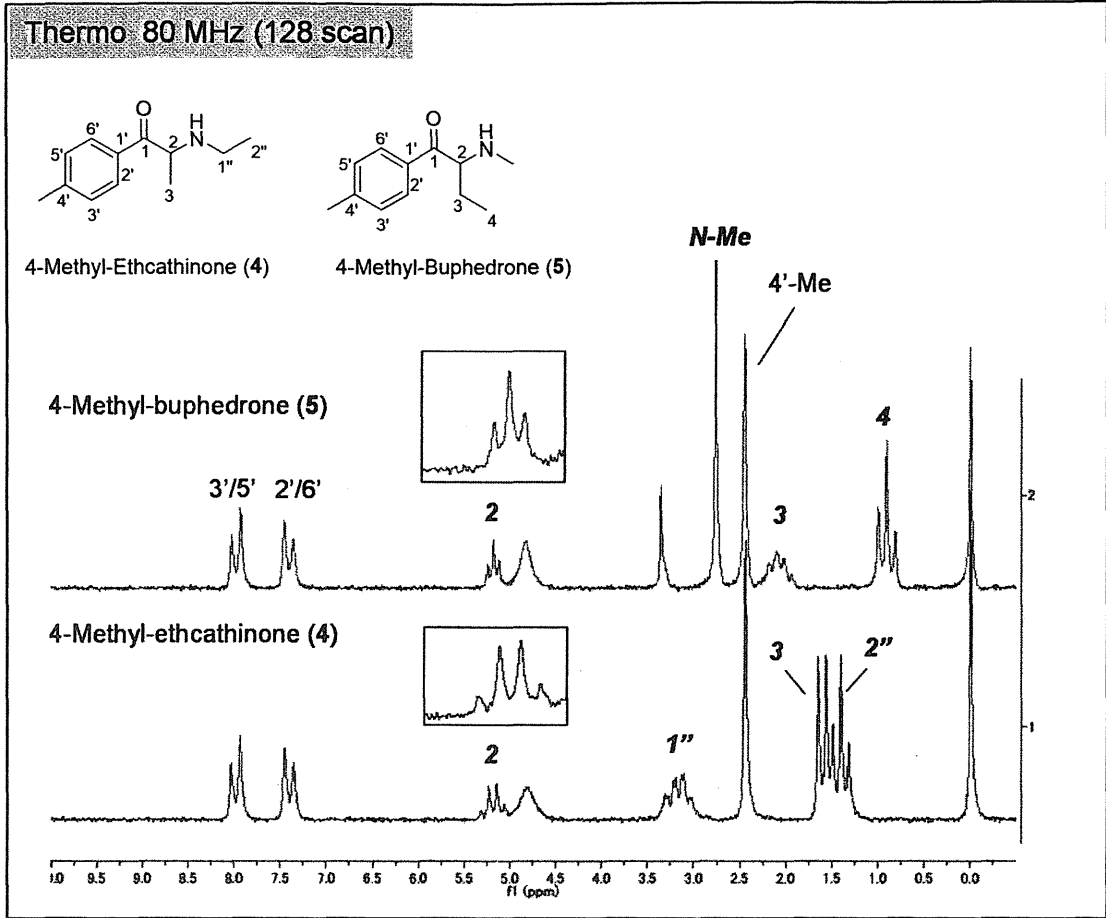


Fig. 5b. ¹H-NMR スペクトルの比較(化合物 4 , 5) 80 MHz, 128 scan

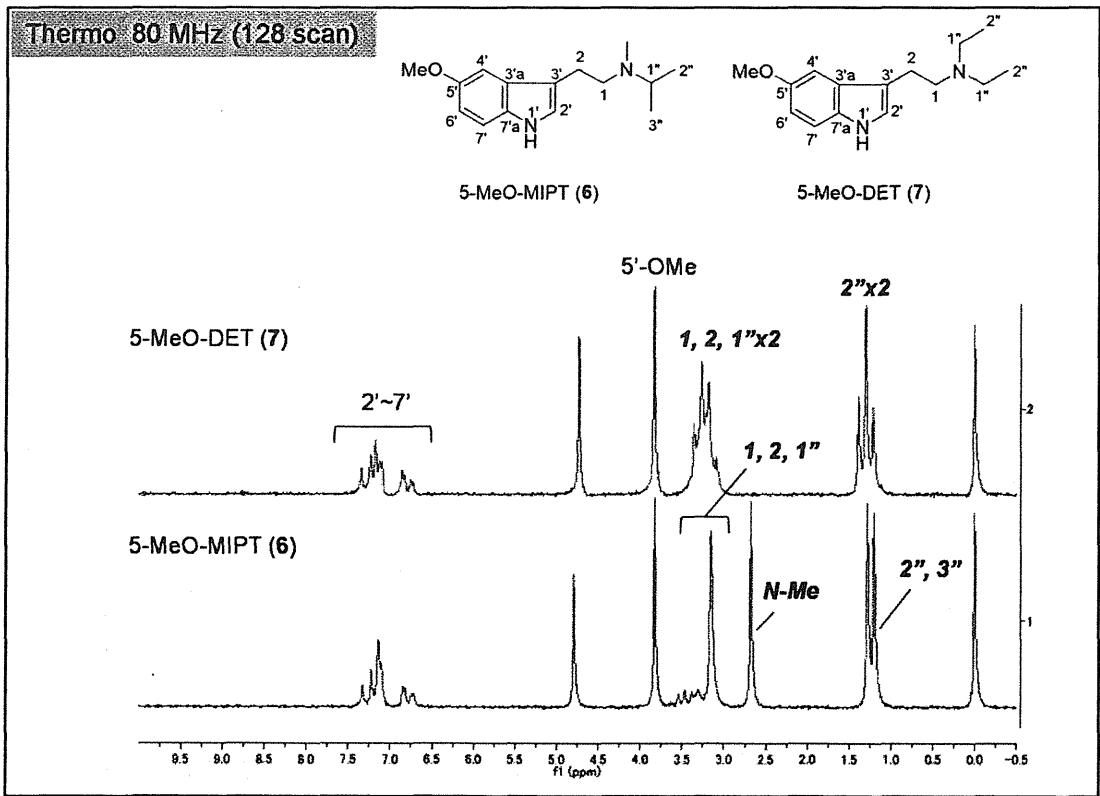


Fig. 5c. ¹H-NMR スペクトルの比較(化合物 6 , 7) 80 MHz, 128 scan

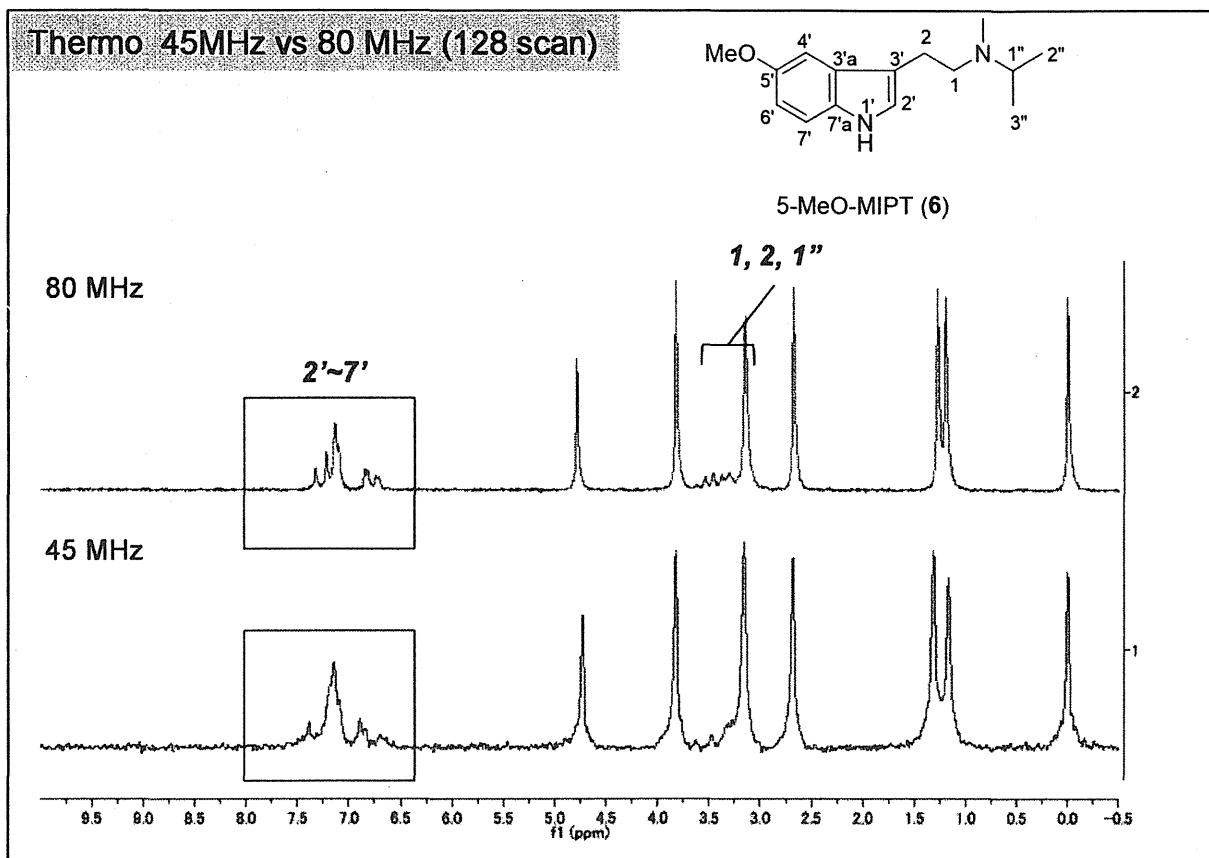


Fig. 6a. 45 MHz と 80 MHz における ^1H -NMR スペクトルの比較 (化合物 6) 128 scan

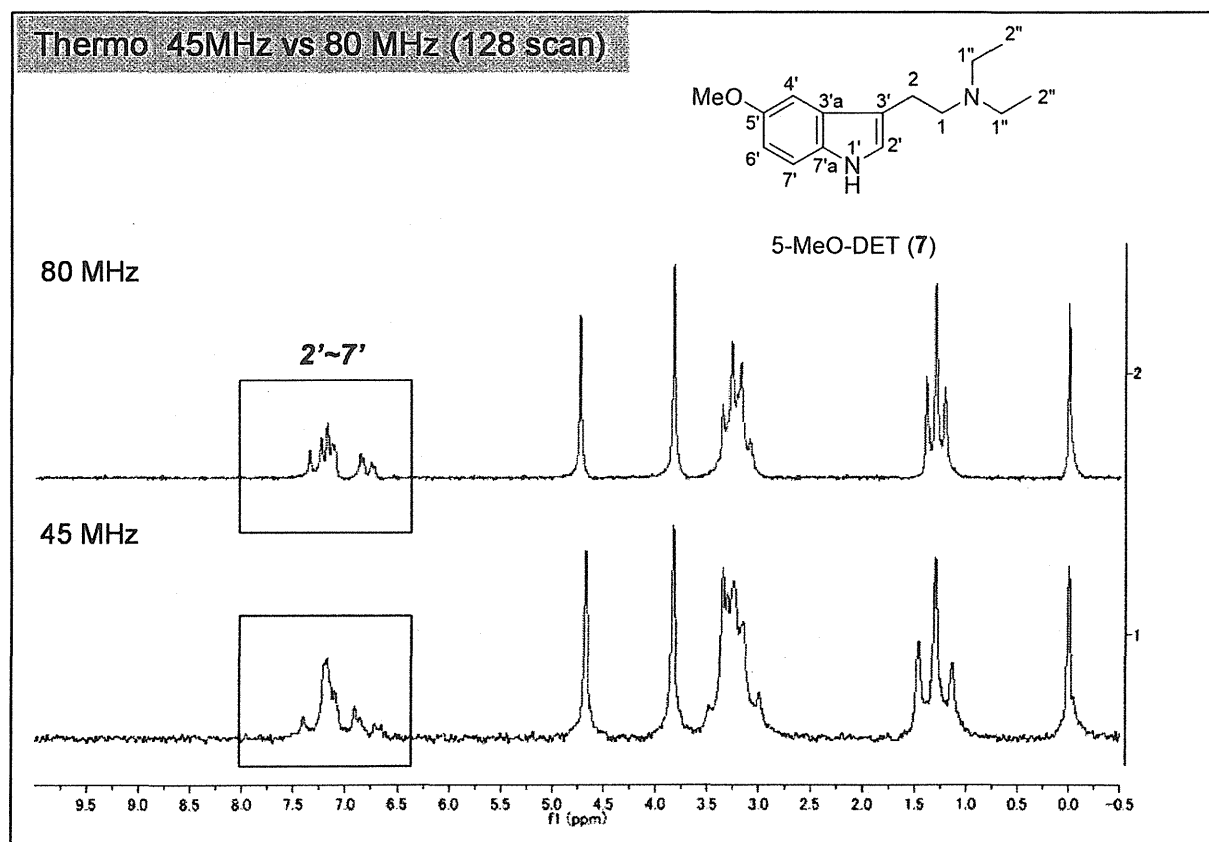


Fig. 6b. 45 MHz と 80 MHz における ^1H -NMR スペクトルの比較 (化合物 7) 128 scan

Table 1. 卓上 NMR 測定化合物リスト

No.	化合物	規制区分	溶媒 ¹⁾	測定周波数		
				JASCO	Thermo	
1	1-(2-methylbenzyl)piperadine	未規制	0.03%又は 5%TMS in CDCl ₃	60MHz	45MHz	80MHz
2	1-(3-methylbenzyl)piperadine	指定薬物				
3	1-(4-methylbenzyl)piperadine	未規制				
4	4-Methyl-ethcathinone	指定薬物	0.03%又は 5%TMS in MeOD			
5	4-Methyl-buphedrone	指定薬物				
6	5-MeO-MIPT	指定薬物				
7	5-MeO-DET	指定薬物				

¹⁾ JASCO:0.03%TMS, Thermo;5%TMS

Table 2. 卓上 NMR 測定条件及び結果【JASCO】

	化合物	濃度	周波数	scan		結果
1	1-(2-methylbenzyl)piperadine	50mg/0.5mL (100mg/mL)	60MHz	8	-	2,3,4-Me の 区別不可
2	1-(3-methylbenzyl)piperadine	50mg/0.5mL (100mg/mL)				
3	1-(4-methylbenzyl)piperadine	50mg/0.5mL (100mg/mL)				
4	4-Methyl-ethcathinone	15mg/0.5mL (30mg/mL)		8	64	区別可能
5	4-Methyl-buphedrone	15mg/0.5mL (30mg/mL)				
6	5-MeO-MIPT	15mg/0.5mL (30mg/mL)				
7	5-MeO-DET	15mg/0.5mL (30mg/mL)				

Table 3. 卓上 NMR 測定条件及び結果【Thermo】

	化合物	濃度	周波数	scan	結果	周波数	scan	結果
1	1-(2-methylbenzyl) piperadine	100mg/0.2 mL (500mg/mL)	45MHz	16	2,3,4-Me 区別不可	80MHz	32	4-Me のみ 区別可能
2	1-(3-methylbenzyl) piperadine	100mg/0.2 mL (500mg/mL)						
3	1-(4-methylbenzyl) piperadine	100mg/0.2 mL (500mg/mL)						
4	4-Methyl-ethcathinone	20mg/0.2 mL (100mg/mL)		128	区別可能		区別可能	
5	4-Methyl-buphedrone	20mg/0.2 mL (100mg/mL)						
6	5-MeO-MIPT	20mg/0.2 mL (100mg/mL)						
7	5-MeO-DET	20mg/0.2 mL (100mg/mL)						