

【短報】

平成 29 年度危険ドラッグ検査結果について

徳島県立保健製薬環境センター

吉田 理恵・中川 由貴・浅川 和宏*・岩佐 智佳

Examination Results of Illegal Drugs in the Fiscal Year 2017

Rie YOSHIDA, Yuki NAKAGAWA, Kazuhiro ASAKAWA and Chika IWASA

Tokushima Prefectural Public Health, Pharmaceutical and Environmental Sciences Center

要 旨

平成 29 年度に徳島県で実施した危険ドラッグ買上検査において、9 製品を検査したところ、指定薬物等の規制物質やそれらの構造類似物質は検出されなかったが、スクリーニング検査で 8 製品の主成分を推定した。不明であった 1 製品については、主成分を硫酸カリウムアルミニウム 12 水和物と同定した。近年は、危険ドラッグであるかのような販売形態にもかかわらず違法薬物を含有していない、いわゆるフェイク品が多く見られる傾向がある。

Key words : 指定薬物 Designated Substances, 危険ドラッグ Illegal Drugs

I はじめに

中枢神経系の興奮作用等を有し、人に健康被害を及ぼす危険ドラッグについては、「医薬品、医療機器等の品質、有効性及び安全性の確保等に関する法律」（以下「薬機法」という。）や「麻薬及び向精神薬取締法」等で規制されており、薬機法による指定薬物の指定数は、平成 30 年 9 月 1 日の時点で 2,366 物質 2 植物となっている。

当センターでは、危険ドラッグによる健康被害や事件・事故を未然に防止することを目的として、平成 20 年度から買上検査を実施しており、危険ドラッグが大きな社会問題となった平成 24 年度以降、複数の製品から指定薬物や向精神薬等を検出してきた¹⁾⁷⁾。しかし、近年は規制強化により販売サイトが減少しており、また、買い上げた製品から指定薬物等が検出される割合も減少している。

平成 29 年度は、年 2 回に分けて 2 カ所の販売サイト（以下「A サイト」、「B サイト」という。）から購入した 9 製品

について検査を行ったので、その結果について報告する。

II 方法

1 試料・試料溶液の調製

結晶 1 製品、粉末 3 製品、植物細片 4 製品及び「アロマチョコ」というカテゴリで販売されていた植物細片を蠟のようなもので固めた新しい形状の 1 製品（図 1）を試料とした。

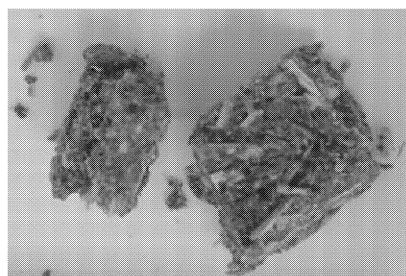


図 1 検体（アロマチョコ）写真

試料溶液は、厚生労働省通知⁸⁾に基づき次のとおり調製した。結晶及び粉末試料についてはそのまま、植物細片につい

*現 薬務課

てはフィンガーマッシャーで粉碎したものを約30 mg秤取し、メタノール6 mLを加え、5分間超音波下で抽出し、0.45 µmメンブランフィルターでろ過したものを試料溶液とした。アロマチョコについては、植物細片が含まれているが粉碎は行わずに30 mgを秤量し、メンブランフィルターろ過前にろ紙ろ過を追加した以外は、他の試料と同様に処理した。なお、同定検査時には、適宜調整方法を変更した。

2 試薬等

硫酸カリウムアルミニウム12水和物は試薬特級、硫酸カリウムアルミニウム（無水物）は食品添加物のグレードを使用した。

メタノール等、その他の試薬は市販HPLCあるいはLC/MSグレードを使用した。水については、SIMPLICITY UV SYSTEM（MILLIPORE社製）で製造した超純水を使用した。

3 装置及び分析条件

（1）スクリーニング検査

① GC/MS

装置：QP2010 Ultra（島津製作所社製）

カラム：DB-5MS+DG（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（16 min hold）

キャリアーガス：He, 30.8 cm/sec（制御モード：線速度）

注入口温度：200°C, スプリットレス注入, 注入量：2 µL

インターフェイス温度：280°C, イオン源温度：230°C

イオン化法：EI 法, 測定モード：SCAN（*m/z* 40-700）

② LC/MS

装置：ACQUITY UPLC及びQuattro micro API（Waters社製）

カラム：ACQUITY HSS T3（2.1 × 100 mm, 1.8 µm, Waters社製）

移動相：A液 10 mMギ酸アンモニウム緩衝液（pH 3）

B液 アセトニトリル

グラジエント条件（A:B）：90:10（0 min）→80:20（4 min）→10:90（8-14 min）

流速：0.3 mL/min, カラム温度：40°C, 注入量：2 µL

キャピラリー電圧：3.5 kV

脱溶媒ガス：N₂ 600 L/hr（350°C）

イオン源温度：120°C, コーン電圧：20 V及び50 V

イオン化法：ESI 法 positive/negative

測定モード：SCAN（*m/z* 40-1000）

③ LC/PDA

装置：Nexera（島津製作所社製）

カラム：Atlantis T3（2.1 × 150 mm, 5 µm, Waters社製）

移動相：A液 10 mMギ酸アンモニウム緩衝液（pH 3）

B液 アセトニトリル

グラジエント条件（A:B）：90:10（0 min）→80:20（50 min）→30:70（60-90 min）

流速：0.3 mL/min, カラム温度：40°C, 注入量：2 µL

検出器：PDA, 測定波長：200-450 nm

（2）同定検査

① FT-IR

装置：FTIR-8100A（島津製作所社製）

分解能：4 cm⁻¹, スキャン回数：40回

ミラースピード：2.8 mm/sec

KBr錠剤法（試料：KBr=1：100）

② 自記分光光度計

装置：UV-3100PC（島津製作所社製）

測定波長：200-450 nm

③ イオンクロマトグラフ

装置：ICS-1100（サーモフィッシャーサイエンティフィック社製）

試料導入量：10 µL, 測定時間：20分

カラム温度：30°C, 検出器：電気伝導度検出器（陽イオン）

分離カラム：CS12A（4×250 mm, サーモフィッシャーサイエンティフィック社製）

ガードカラム：CG12A（4×50 mm, サーモフィッシャーサイエンティフィック社製）

溶離液：20 mmol/L メタンスルホン酸

流量：1.0 mL/min, 電流値：59 mA

サブレッサー：CERS 500 4 mm リサイクルモード（陰イオン）

分離カラム：AS4A（4×250 mm, DIONEX社製）

ガードカラム：AG4A（4×50 mm, DIONEX社製）

溶離液：1.8 mmol/L 炭酸ナトリウム / 1.7 mmol/L 炭酸水素ナトリウム

流量：0.7 mL/min, 電流値：10 mA

サブレッサー：AERS 500 4 mm リサイクルモード

III 結果及び考察

A サイトで購入した検体 1~5 及び B サイトで購入した検体 6~9 のスクリーニング検査の結果を表 1 に示す。指定薬物等の規制物質やそれらの構造類似物質は検出されなかった。

また、標準品での同定検査は実施していないが、GC/MS のライブラリ検索（WR10, NIST14 等）を用いて、検体 2 から検体 9 の主な検出成分を以下のとおり推定した。

表1 試料のスクリーニング結果

製品	性状	主な検出成分
検体1	結晶	硫酸カリウムアルミニウム 12 水和物
検体2	粉末	カフェイン
検体3	植物細片	メンソール
検体4	植物細片	メンソール
検体5	アロマチョコ	炭化水素系
検体6	粉末	カフェイン, トリプトファン
検体7	粉末	カフェイン, トリオクタノイン
検体8	植物細片	トリオクタノイン
検体9	植物細片	メンソール

*下線を引いたものはGC/MS ライブラリ検索による推定のみ

次に、検体1の主成分であった硫酸カリウムアルミニウム 12 水和物の同定工程について以下に示す。

検体1はスクリーニング検査においてピークが観測されなかったため、FT-IR 測定を実施した。その結果、吸収はあるがブロードであり、無機物質の可能性が示唆された(図2)。

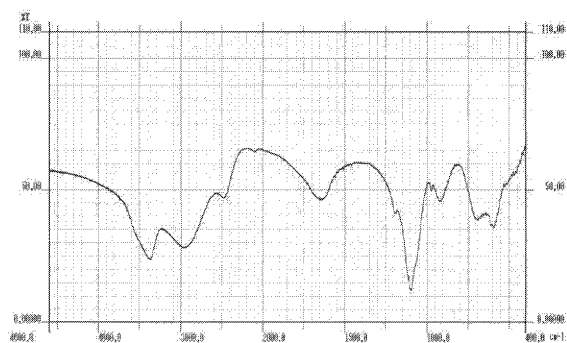


図2 検体1のIR スペクトル

溶解性を確認したところ、水には溶解するが、メタノール、酢酸エチル、アセトン及びヘキサンの有機溶媒への溶解性はほとんどなかった。

このため、検体1の水溶液(5 mg/mL)について、吸収スペクトルを測定したが、極大吸収は確認できなかった(図3)。また、炎色反応を確認したところ、うすい紫色の炎となり、コバルトガラスを通すと赤紫色となったことから、カリウムの含有が示唆された。

そこで、検体1の水溶液(陽イオン: 5 mg/mL, 陰イオン: 0.125 mg/mL)について、イオンクロマトグラフ法により測定したところ、 K^+ 及び SO_4^{2-} が1:2のモル比で検出されたため(図4)、未知物質は硫酸カリウムアルミニウムの可能性が高くなった。アルミニウム含有の有無を確認するため、第17改正日本薬局方の定性反応(1.09)アルミニウム塩(1)~(4)を実施したところ、すべてに適合した。

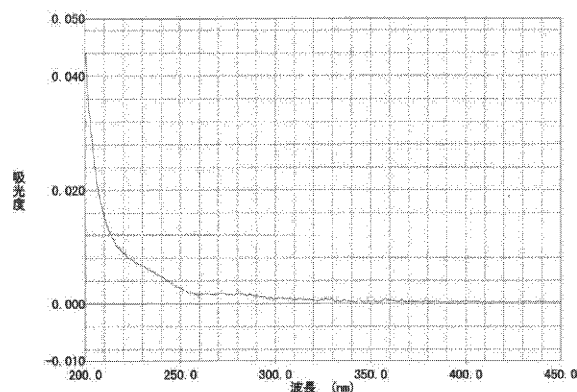


図3 検体1の吸収スペクトル

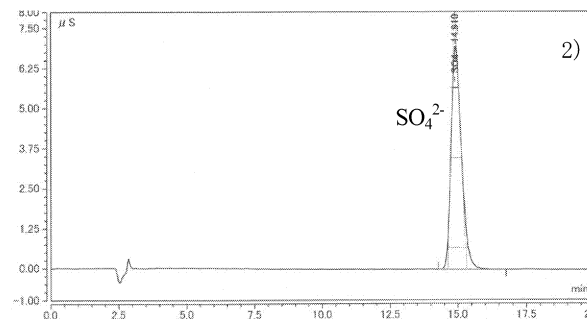
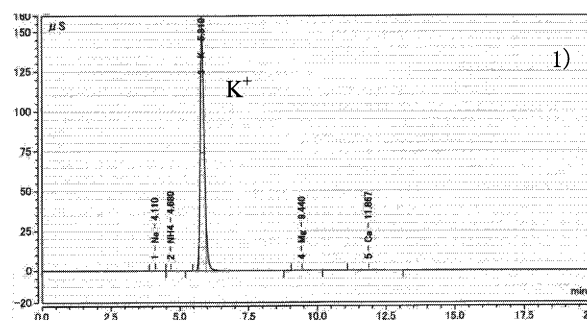


図4 検体1のイオンクロマトグラム

1) 陽イオン 2) 陰イオン

硫酸カリウムアルミニウムには無水物と 12 水和物が流通しているため、FT-IR により両者の標準品を測定し、スペクトルを比較した。その結果、検体1のスペクトル(図2)は、硫酸カリウムアルミニウム(無水物)のスペクトル(図5)とは異なったが、硫酸カリウムアルミニウム 12 水和物のスペクトルとは一致した。

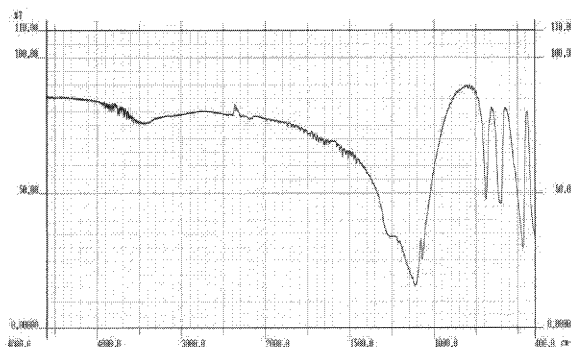


図5 硫酸カリウムアルミニウム(無水物)のIR スペクトル

IV まとめ

平成29年度の危険ドラッグ買上検査において、9製品を検査した結果、指定薬物等の規制物質やそれらの構造類似物質は検出されなかった。また、スクリーニング検査で主成分が不明であった1製品について、FT-IR やイオンクロマトグラフ等を用いることで主成分を硫酸カリウムアルミニウム 12水和物と同定した。当センターのFT-IRはライブラリ検索機能がなく同定までに時間を要したが、危険ドラッグはライブラリ未掲載の物質が含まれていることもあるため、今回の同定検査は未知物質探索の一例として今後の参考となるであろう。

近年は、危険ドラッグであるかのような販売形態にもかかわらず違法薬物を含有していない、いわゆるフェイク品が多く見られるようになってきた。そのような中で、新しい形状をした商品など、検査に注意を要するものも出現している。今後も、危険ドラッグに含まれる成分の調査を進めつつ、違法な成分を発見した場合は、健康被害や事件・事故の未然防止のため、関係部署への情報提供に努めたい。

参考文献

- 1) 豊成美香, 浅川和宏, 奈須扶美代:平成24年度指定薬物検査結果について, 徳島県立保健製薬環境センター年報, **3**, 29-31 (2013)
- 2) 浅川和宏, 豊成美香, 佐々木智理, 他:平成25年度危険ドラッグ検査結果について, 徳島県立保健製薬環境センター年報, **4**, 29-41 (2014)
- 3) 浅川和宏, 中西淳治, 豊田正仁:平成26年度危険ドラッグ検査結果について, 徳島県立保健製薬環境センター年報, **5**, 16-23 (2015)
- 4) 浅川和宏, 蟻井緑郎, 豊田正仁:危険ドラッグに含まれるMO-CHMINACAの分析について, 徳島県立保健製薬環境センター年報, **6**, 15-20 (2016)
- 5) 浅川和宏, 蟻井緑郎, 豊田正仁:危険ドラッグに含まれる5-MAPDBの分析について, 徳島県立保健製薬環境センター年報, **6**, 21-27 (2016)
- 6) 浅川和宏, 蟻井緑郎, 豊田正仁:カチノン系物質のGC/MS分析における分解挙動について, 徳島県立保健製薬環境センター年報, **6**, 28-38 (2016)
- 7) 浅川和宏:平成28年度危険ドラッグ検査結果について, 徳島県立保健製薬環境センター年報, **7**, 16-20 (2017)
- 8) 厚生労働省医薬食品局監視指導・麻薬対策課長通知:指定薬物の分析法について, 平成19年5月21日, 薬食監麻発第0521002号 (2007)