

법과학 응용을 위한 QuickProbe GC/MS를 이용한 시료 전처리 없는 빠른 분석 워크플로

저자

Luis A. Cuadra-Rodriguez
Agilent Technologies, Inc.

개요

이 응용 자료는 시료 전처리 없는 Agilent QuickProbe GC/MS 시스템을 이용한 간단하고 빠른 약물 분석 워크플로를 설명합니다. 식용 대마초, 블랙 타르 헤로인 및 마법의 버섯을 비롯한 압수 약물의 복잡한 시료에 대한 1분 이내 분석이 가능해 졌습니다.

서론

다양한 시료의 화합물 식별을 위한 빠른 분석의 필요성은 시간에 따라 증가하고 있으며, 특히 압수 약물의 경우 더욱 그러합니다.^{1,2} 범죄 실험실에서의 스크리닝 동안 대량 시료의 약물 및 기타 화합물들에 대한 확실한 식별은 매우 중요합니다. 기존의 약물 분석에서는 보통, 약물 유형 분류를 위해 용출, 희석 및 여러 시약 분석을 포함한 시료 전처리가 필요하며, 이후 가스 크로마토그래피/질량 분석기(GC/MS) 분석 또는 기타 확인 기법을 수행합니다.^{3,4} QuickProbe GC/MS는 시료 전처리 없는 간단하고 빠른 분석 워크플로를 보여줍니다.

실험

시료

정제 형태의 처방약(Oxycodone 및 Vicodin) 및 블랙 타르 헤로인, 마법의 버섯과 식용 대마초(쿠키)와 같은 형사 사건에서의 압수 약물을 비롯한 다양한 약물 시료를 분석했습니다(그림 1).

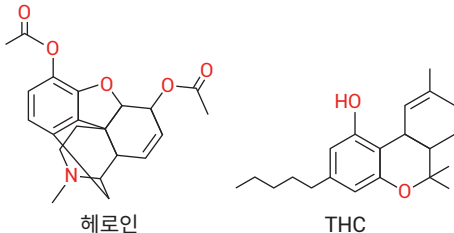


그림 1. 연구에서 시험한 두 가지 약물 화합물의 화학 구조

기기

QuickProbe는 GC/MS 시스템의 GC 상단, 검출기 슬롯에 설치됩니다(그림 2). 그것은 대기에 개방된 가열 주입구로 구성되어 있으며, 일정한 헬륨 유속으로 공기의 침입을 방지합니다. 이 시스템은 빠르게 가열되는 (최대 16°C/초 또는 960°C/분) 짧은 캐필러리 컬럼(Agilent J&W DB-1ht, ~1.5m × 0.25mm, 0.10µm)을 사용하여, 1분 이내에 기본적인 크로마토그래피 분리를 수행합니다. 유리 프로브에 개별

시료(액체, 고체 및 분말)를 접촉하고(그림 3) GC/MS로 데이터를 수집하기 전, 시료 기화를 위해 QuickProbe 주입구에 3~6초간 도입했습니다. 시료 전처리가 거의 또는 전혀 필요하지 않았습니다. 표준 GC/MS 데이터 분석 패키지(Agilent MassHunter Qualitative Analysis, Quantitative Analysis 및 Unknowns Analysis 소프트웨어)와 NIST 또는 Wiley 라이브러리 검색으로 화합물 식별을 수행하였습니다.

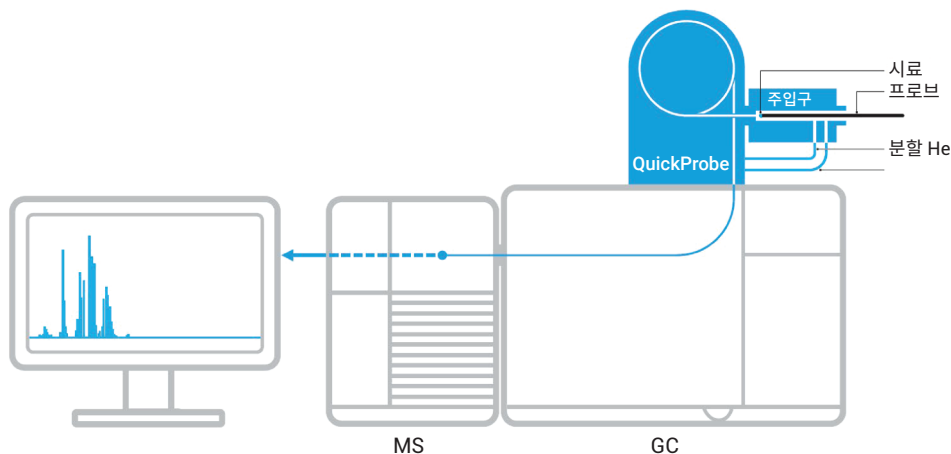


그림 2. Agilent QuickProbe GC/MS 시스템 구성도

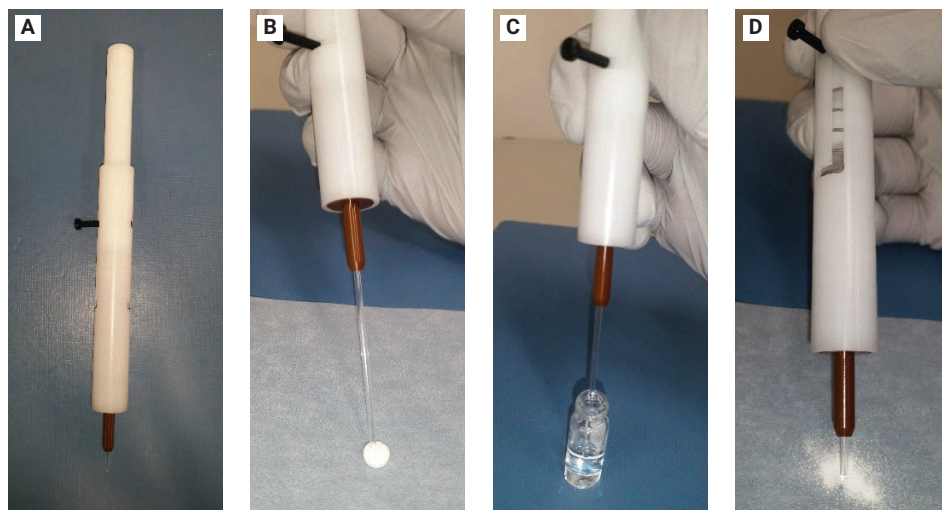


그림 3. 시료 전처리는 B) 고체(정제), C) 액체 또는 D) 분말(분말 정제) 시료에 그림과 같이 프로브 홀더의 유리 프로브(A)를 접촉함으로써 이뤄집니다.

결과 및 토의

1분 이내, 시료 전처리 없이 분쇄한 Vicodin 정제(hydrocodone:acetaminophen, 5:300mg)의 분석 결과, 두 가지 주요 성분인 acetaminophen과 hydrocodone의 크로마토그래피 분리도 QuickProbe GC/MS의 성능을 입증했습니다(그림 4). 또한, 두 가지 유효 성분은 hydrocodone가 acetaminophen 무게의 <2%일 때에도, NIST 라이브러리 매치가 >90인 것으로 식별되었습니다.

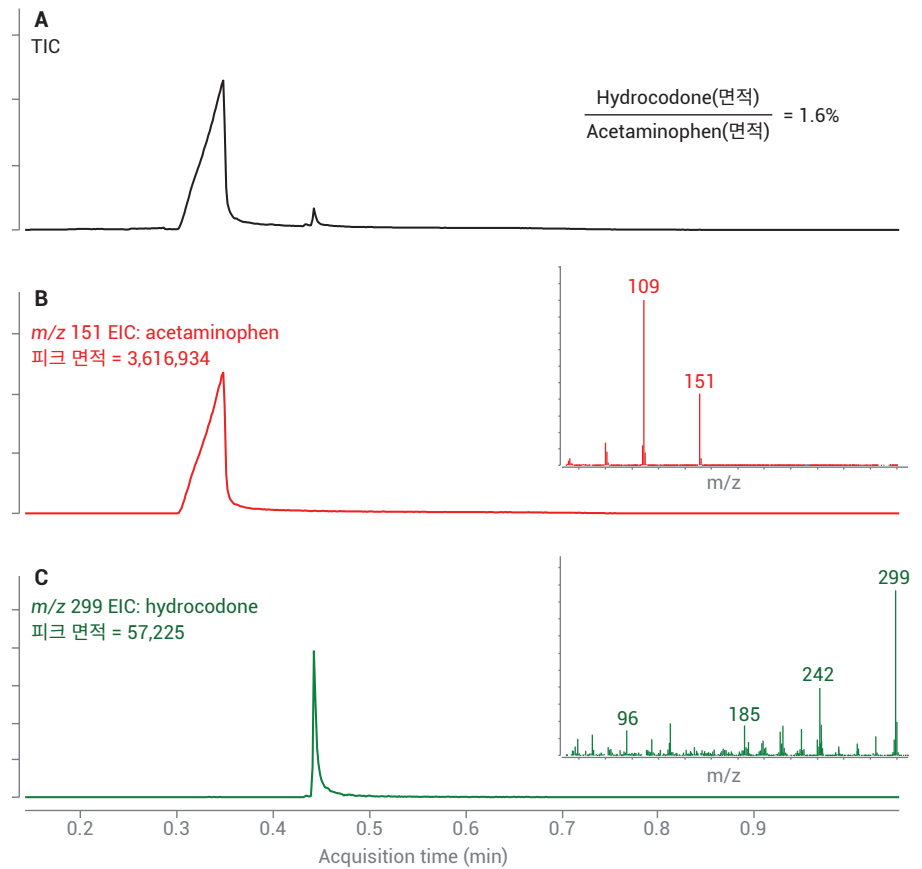


그림 4. 1분 이내, 분말 Vicodin 정제(hydrocodone:acetaminophen, 5:300mg) 분석. A) 총 이온 크로마토그램(TIC). Acetaminophen m/z 151(B) 및 hydrocodone m/z 299(C)의 추출 이온 크로마토그램(EIC). 두 가지 성분의 NIST 라이브러리 매치 >90

최소한의 시료 전처리, 기본적인 크로마토그래피 분리 및 라이브러리 검색과 빠른 분석의 조합으로 간단하고 법과학적으로 유효한 워크플로를 개발할 수 있습니다(그림 5). 5분 이내, 빠른 스크리닝 워크플로 분석은 다음과 같은 단계를 포함합니다:

1. 시스템 바탕
2. 프로브 바탕
3. 시료
4. 시스템 바탕

그림 5는 워크플로를 이용한 Oxycodone 정제 분석입니다. 바탕 분석에서는 phthalate와 유기산과 같은 백그라운드 피크가 보입니다. 시료 추출 스펙트럼은 NIST 라이브러리 매치 93인 Oxycodone으로 식별했습니다. 최종 시스템 바탕은 시스템이 정상적인 백그라운드 수준을 회복하였고, 다음 스크리닝 분석이 준비되었음을 보여줍니다.

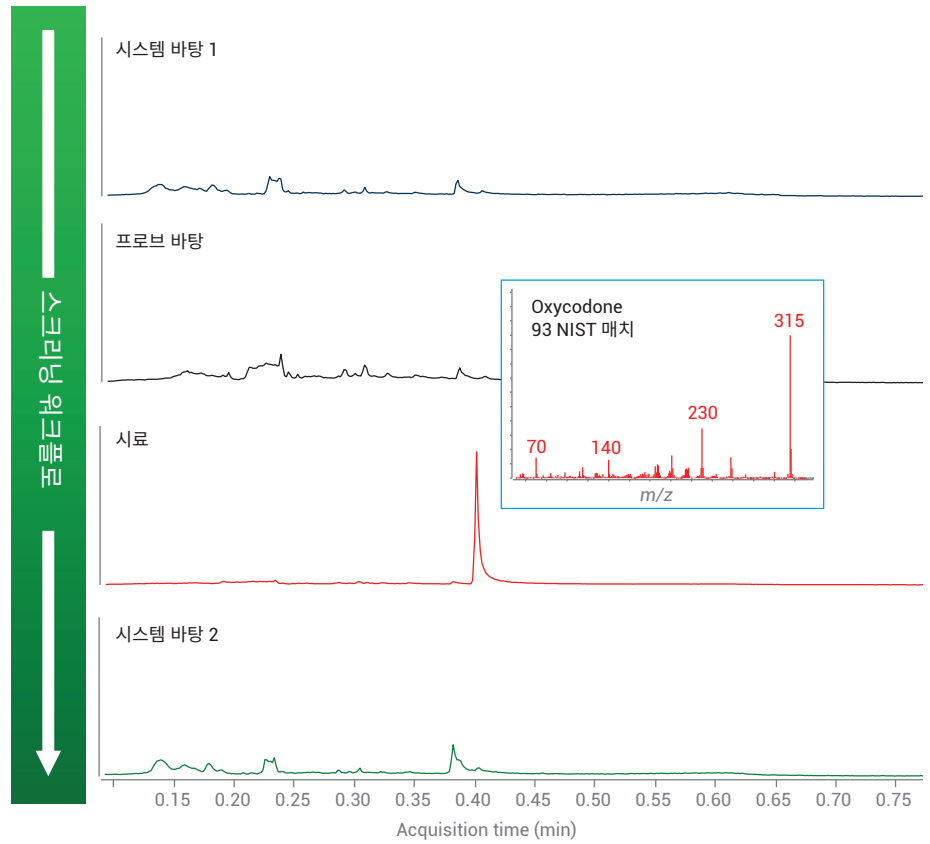


그림 5. 5분 이내, Oxycodone 정제의 스크리닝 워크플로 분석

빠른 워크플로를 법과학 사건의 압수 약물 시료에 적용하였습니다. 그림 6은 MassHunter Unknowns Analysis 소프트웨어를 이용한 식용 대마초(쿠키), 블랙 타르 헤로인 및 마법의 버섯에 대한 분석 스펙트럼입니다. 높은 NIST 라이브러리 매치 스코어로 농도가 높고 낮은 모든 성분을 식별했습니다. 예를 들어, 식용 대마초 분석에서는 시료에서 THC/dronabinol, cannabichromene 및 cholesterol가 확인되었습니다. 블랙 타르 헤로인 시료에서는 헤로인, acetylcodeine, 6-monoacetylmorphine, papaverine, noscapine이 식별되었습니다. 마법의 버섯 분석에서는 주요 피크가 아닌 psilocin이 식별되었습니다. 표 1은 다양한 압수 약물 시료 및 정제의 결과 요약입니다.

표 1. 법과학 사건 시료 및 처방약의 스크리닝 분석 결과 요약

시료	화합물	NIST 라이브러리 매치	화합식
블랙 타르 헤로인	Acetylcodeine	97	$C_{20}H_{23}NO_4$
	6-Monoacetylmorphine(6-MAM)	98	$C_{19}H_{21}NO_4$
	Diacetylmorphine(Heroin)	98	$C_{21}H_{23}NO_5$
	Papaverine	93	$C_{20}H_{21}NO_4$
	Noscapine	98	$C_{22}H_{23}NO_7$
식용 대마초	Dronabinol	99	$C_{21}H_{30}O_2$
	Cannabichromene	89	$C_{21}H_{30}O_2$
마법의 버섯	Psilocin	90	$C_{12}H_{16}N_2O$
Cocaine 분말	Cocaine	98	$C_{17}H_{21}NO_4$
	Tetramisole	97	$C_{11}H_{12}N_2S$
Red Tablet	Sildenafil(Viagra)	92	$C_{22}H_{30}N_6O_4S$
정제(Alprazolam)	Alprazolam	99	$C_{17}H_{13}ClN_4$
정제(Oxycodone)	Oxycodone	97	$C_{18}H_{21}NO_4$
정제(Vicodin)	Acetaminophen	99	$C_8H_9NO_2$
	Hydrocodone	96	$C_{18}H_{21}NO_3$

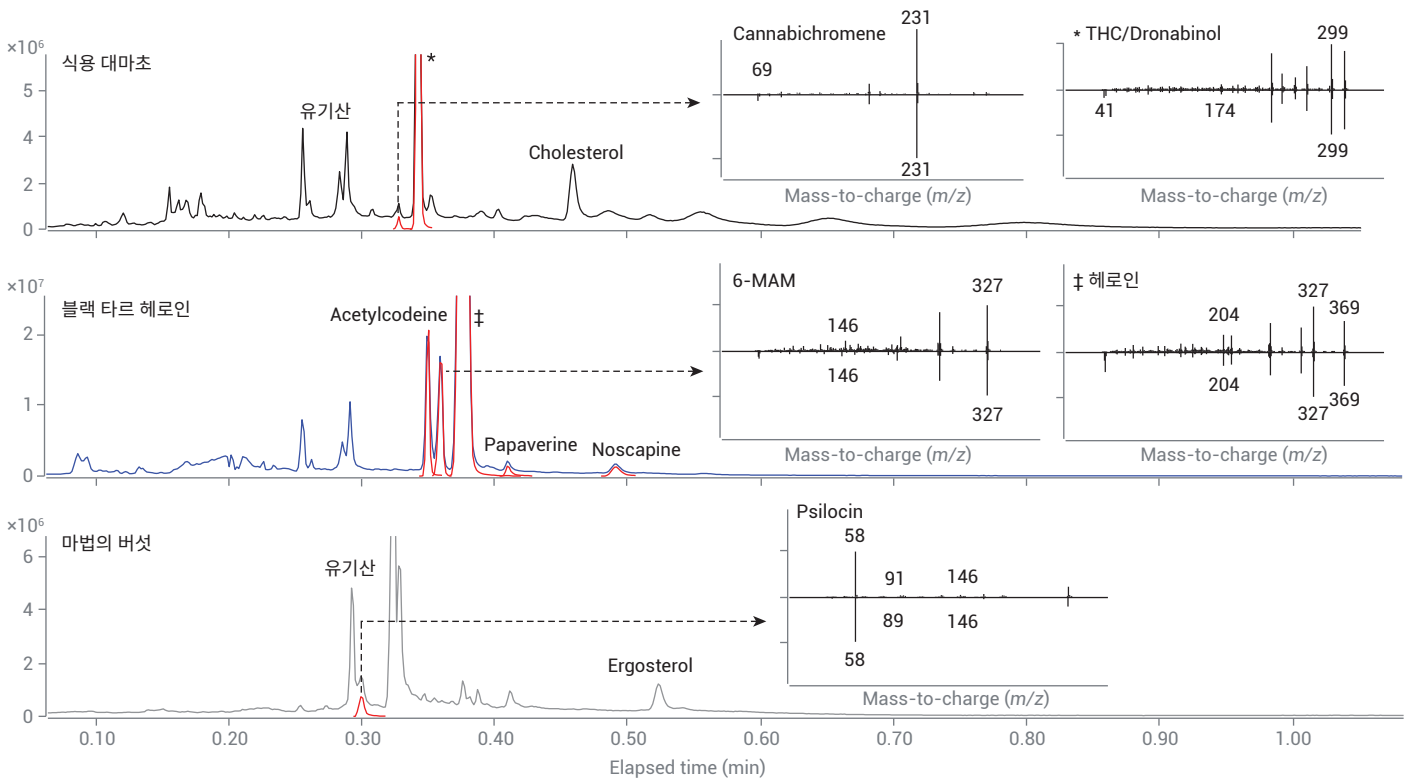


그림 6. 식용 대마초, 블랙 타르 헤로인, 마법의 버섯을 비롯한 다양한 법과학 사건 시료의 1분 이내 빠른 스크리닝 분석(시료 전처리 없음). 각 시료의 주요 표적 화합물에 대한 비교 스펙트럼(헤드에서 테일까지)입니다.

주요 성분의 확실한 식별로 분석자는 정제 분석 사례와 같이 특정 시료 전처리 절차 또는 확인 분석법을 설명할 수 있습니다. 또한, 복잡한 시료(식용 대마초, 블랙 타르 헤로인, 마법의 버섯 등)인 압수 약물의 1분 이내 스크리닝 분석으로 시간을 크게 절약할 수 있습니다.

결론

시료 전처리가 거의 또는 전혀 없는 빠른 시료 분석을 서로 다른 물리적 상태(고체, 겔 또는 분말)의 벌크 시료에서 정제 및 압수 약물의 스크리닝으로 입증하였습니다. 분석은 NIST 라이브러리 매치 및 알려진 출처를 이용한 약물 성분의 확실한 식별로 빠르게 수행했습니다. 빠르고 법과학적으로 유효한 분석 워크플로로 다음을 스크리닝하였습니다: 1) 시스템 바탕; 2) 프로브 바탕; 3) 시료; 4) 시스템 바탕.

참고문헌

1. Demoranville, L. T.; Brewer, T. M. Ambient Pressure Thermal Desorption Ionization Mass Spectrometry for the Analysis of Substances of Forensic Interest, *Analyst* **2013**, 138, 5332. (DOI: 10.1039/c3an00726j)
2. Deimler, R. E.; *et al.* Direct Analysis of Drugs in Forensic Applications Using Laser Ablation Electrospray Ionization-Tandem Mass Spectrometry (LAESI-MS/MS), *Analytical Methods* **2014**, 6, 4810. (DOI: 10.1039/c4ay01043d)
3. Scientific Working Group for the Analysis of Seized Drugs (SWGDRUG) Recommendations, United States Department of Justice Drug Enforcement Administration, 7th ed., **2016** (<http://www.swgdrug.org/Documents/SWGDRUG%20Recommendations%20Version%207-1.pdf>)
4. Scientific Working Group for the Analysis of Seized Drugs (SWGDRUG) Supplemental Document SD-2, United States Department of Justice Drug Enforcement Administration, (<http://www.swgdrug.org/Documents/Supplemental%20Document%20SD-2.pdf>)

www.agilent.com/chem

법과학 용도.

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
2019년 6월 6일, 한국에서 발행
5994-0874KO

서울시 용산구 한남대로 98, 일신빌딩 4층 우)04418
한국에질런트테크놀로지스(주) 생명과학/화학분석 사업부
고객지원센터 080-004-5090 www.agilent.co.kr