

Agilent QuickProbe GC/MS 시스템을 사용한 원 사건 시료의 법의학 스크리닝 처리량 증대

저자

Melissa Churley와
Luis Cuadra-Rodriguez
Agilent Technologies, Inc.

Erin Shonsey
Alabama Department of
Forensic Sciences

개요

Agilent QuickProbe GC/MS 시스템을 사용하는 법의학 분석 사전 스크리닝은 시료 전처리가 필요하지 않은 간단하고 빠른 분석 워크플로를 가능하게 합니다. 라이브러리 검색 가능한 질량 스펙트럼을 얻을 수 있는 초고속 크로마토그래피 분리 기법을 이용하면 법의학적으로 유효한 스크리닝 프로세스를 개발할 수 있습니다. QuickProbe GC/MS는 확인 테스트 전에 전처리 단계와 시약 기반 분석의 필요성을 없애주므로 실험실 생산성이 크게 향상됩니다. ADFS(Alabama Department of Forensic Science)는 법정에서의 방어력을 높이기 위해 법의학 분석의 모든 단계에서 검토 가능한 데이터를 요구하고 있으며, QuickProbe GC/MS 스크리닝으로 획득한 스펙트럼은 이 요구사항을 충족합니다.

서론

형사 사법 연구소는 지금까지 추출 및 GC/MS 분석을 통한 확인을 수행하기 전에 육안 검사, 무게 측정, 그리고 다양한 추정 테스트를 진행하는 시료 분석 워크플로를 사용해 왔습니다. NAS 보고서의 요구에 부응하고 ISO 17025 인증을 대비하여 ADFS는 법의학 분석의 모든 단계에서 검토 가능한 데이터를 요구하는 작업 절차를 새롭게 작성했습니다. QuickProbe GC/MS에 대한 평가(그림 1)는 추출 작업이 필요하지 않은 질량 스펙트럼으로 압수한 시료를 사전 스크리닝하는 방법을 제공하여 처리량을 극대화할 수 있습니다.

실험

QuickProbe 장치는 GC/MS 시스템의 GC 기기 상단에 있는 검출기 슬롯에 설치됩니다(그림 2). 이 장치는 대기에 노출된 가열 주입구로 구성되었으며, 일정한 헬륨 유속으로 공기의 유입을 막을 수 있습니다. 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 크로마토그래피 분리를 수행합니다. 유리 프로브로 개별 시료(액체, 고체 및 분말)를 접촉하고(그림 3) GC/MS로 데이터를 수집하기 전, 시료 기화를 위해 3~6초간 QuickProbe 주입구에 주입했습니다. 시료 전처리가 거의 또는 전혀 필요하지 않았습니다. 우선 유리 프로브를 프로브 홀더에 삽입한 다음, 로딩 포지션(그림 3)에서 액체 시료에 담그거나 고체 시료 또는 식물 재료를 따라 긁어냅니다. 분말형 또는 과립형 시료는 컵 모양의 디자인으로 팁에 홈이 있는 포켓형 팁 프로브를 사용하여 샘플링합니다. 유리 프로브를 홀더에 먼저 밀어 넣고 시료 주입을 수행합니다. QuickProbe 장치의 시작 버튼과 프로브 홀더의 플런저를 동시에 눌러 실행을 시작하고, 프로브를 주입구에서 가장 뜨거운 부분에 배치했습니다. 삽입 시간은 일반적으로 5초이지만, 필요에 따라 달라질 수 있습니다. 화합물 식별을 위해 표준 GC/MS 데이터 분석 패키지로 검색을 수행했습니다. 이 패키지에는 Agilent



그림 1. Agilent 5977 GC/MS 시스템에 장착된 Agilent QuickProbe 장치(G3971A)

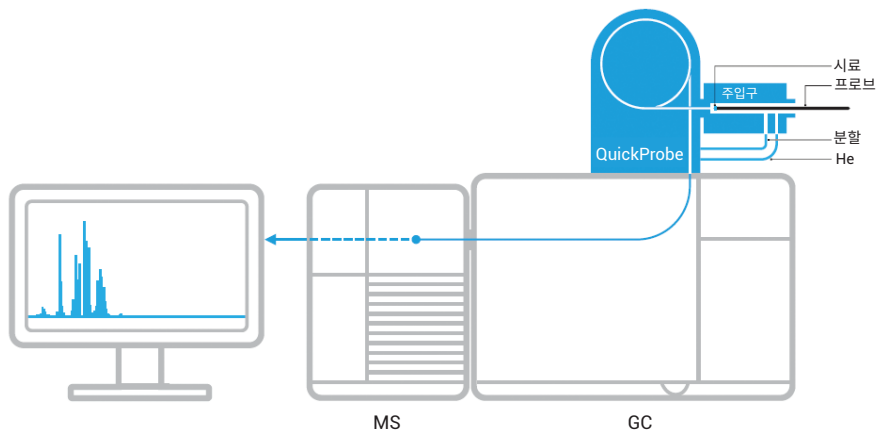


그림 2. QuickProbe 직접 삽입식 GC/MS 기기의 구성도



그림 3. 비접촉식 포장에 들어 있는 시료 프로브(A)와 프로브 홀더(B)

ChemStation, MassHunter 정성 분석, 정량 분석 및 미지 물질 분석 소프트웨어가 포함됩니다. AAFS(American Academy of Forensic Science) 및 Cayman Chemical(Cayman) 약물 라이브러리 매치에 최소 매치 계수 80을 사용했습니다.

결과 및 토의

이 연구에 사용된 사건 시료는 이전에 분석 및 판결되어 연구 시료로 전환된 시료입니다. 시료 처리는 법의학적으로 유효한 분석에 있어 매우 중요하며, 프로브 로딩 기법은 시료 유형과 원하는 스크리닝에 따라 다릅니다. 제안하는 워크플로는 다음과 같습니다. 1) 시스템 공분석 실행, 2) 프로브 공분석 실행, 3) 시료 실행 및 4) 공분석 실행. 시스템 공분석이 완료된 후, 사용자는 홀더 팁이 오염되지 않도록 프로브 홀더 공분석을 수행할 수 있습니다. 이 홀더 팁은 물이나 용매로 헹구어 세척할 수 있습니다. 벌크 재료와 압수된 약물을 포함한 다양한 시료 유형은 서로 다른 성질을 가지며, 주어진 스크리닝에 전략적인 접근 방식이 필요할 수 있습니다. 예를 들어, 정제의 내부와 외부 모두 샘플링하면 정제 성분, 이전의 취급 및 보관 환경에 관한 정보를 얻을 수 있습니다. 일부 경우에 메스로 외부 표면을 긁으면 내부 성분이 노출될 수 있습니다.

대마초 및 헴프와 같은 식물 재료는 프로브 팁으로 재료를 긁어내거나 문질러 샘플링을 수행할 수 있습니다. 대마초의 경우, 일반적으로 THC가 크로마토그램에서 가장 강한 피크입니다. THC와 cannabidiol을 구분할 수 있지만, 식물 재료가 산업용 헴프인지 마리화나인지(후자는 건조 중량으로 THC $\geq 0.3\%$) 확인하기 위해서는 추가적인 시료 평가가 필요합니다. QuickProbe GC/MS는 주요 성분인 THC를 분리하여 식별할 수 있지만, 보다 정확하고 정량적인 목적에 유용한지 여부는 아직 확실하지 않습니다.

코카인과 같은 특정 분말 시료는 정전기 성질을 가지고 있어 오염을 방지하기 위해 시료 사이에 프로브 홀더를 물로 헹구었습니다. 또는, 분말을 1mL의 메탄올에 용해시킬 수 있습니다. 선택된 압수 시료의 결과를 그림 4와 5에 나타내었습니다.



그림 4A. 포켓 팁 프로브를 사용하여 압수된 분말 코카인 시료를 샘플링합니다. 그런 다음 깨끗한 칭량 종이에 프로브를 놓고 포켓 팁이 아래를 향한 상태로 메탄올로 두 번 헹구었습니다. 프로브가 건조된 후, 앞서 물로 세척하고 실험실 와이퍼로 말린 프로브 홀더에 프로브를 삽입했습니다.

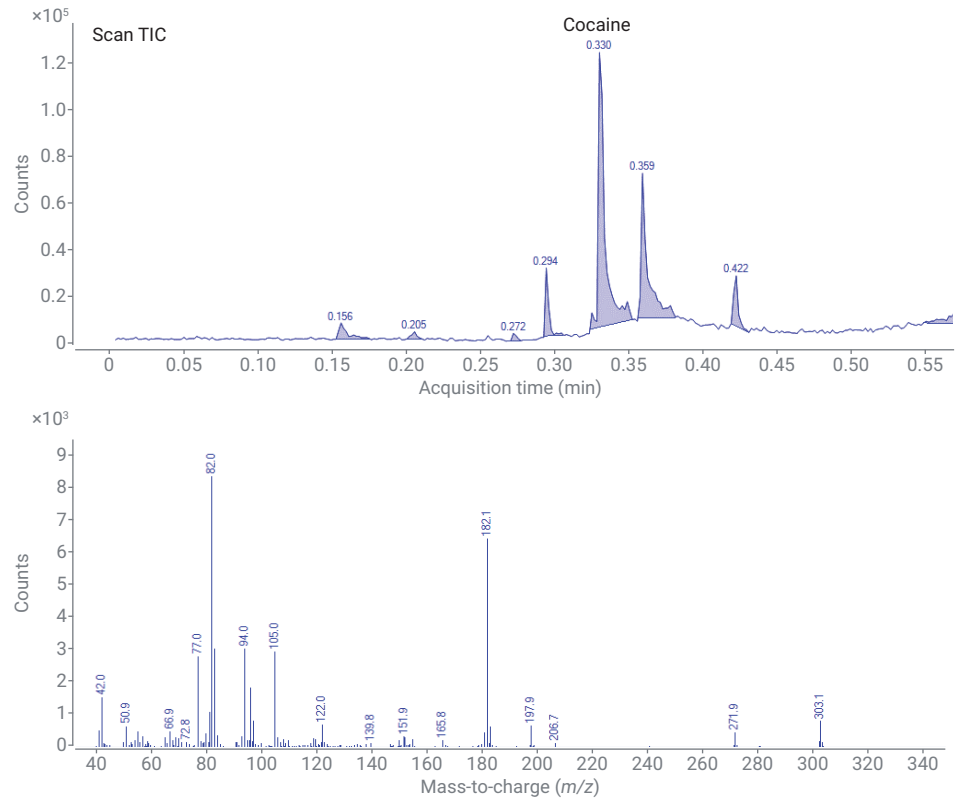


그림 4B. 동일한 분말 코카인의 시료에 대한 크로마토그래피 및 스펙트럼 결과. 코카인 피크는 0.330분에서 용리되고 AAFS 라이브러리 매치 스코어는 99입니다.

원 시료 또는 용해된 시료의 결과 스펙트럼은 AAFS 및 Cayman 약물 라이브러리에서 우수한 라이브러리 매치 스코어를 기록했습니다. 따라서, 스크리닝 과정에서 추출 단계를 없앨 수 있었습니다. 기존의 분석 시간은 시료당 1분이었지만 해당 공분석(시스템, 프로브 및 사용된 용매)을 포함한 총 분석 시간은 3분~4분이기 때문에 시료 처리량이 크게 증대되었습니다.

약물 화학 실험실에서 QuickProbe GC/MS를 구현하면 사건 스크리닝을 위한 검토 가능한 스펙트럼을 생성하고 합성 칸나비노이드와 같이 앞서 기술 부족으로 스크리닝할 수 없었던 시료를 스크리닝하는 등 다양한 이점을 누릴 수 있습니다.

표 1은 본 연구에서 평가한 라이브러리 매치 스코어를 포함해 사건 시료에 대한 결과를 나타냈습니다. 노란색으로 강조 표시된 결과는 식별된 화합물이 사건 시료 (이전에 판결되어 본 연구를 위해 테스트 시료로 전환)의 알려진 식별 결과와 일치하지 않았음을 나타냅니다. 일부 누락된 식별 결과는 쉽게 설명됩니다. 예를 들어, clonazepam은 늦게 용리되기 때문에 GC/MS로 식별이 어렵습니다. GHB는 GC/MS 분석을 수행하기 위해 유도체화되어야 하고, 라이터 유의 methamphetamine은 propane 피크로 가려집니다. Nicotinamide는 pseudoephedrine의 절단제입니다(후자 중 일부가 시료에서 관찰될 수 있음). 그러나 QuickProbe는 연구 시료의 83%를 올바르게 식별했습니다.

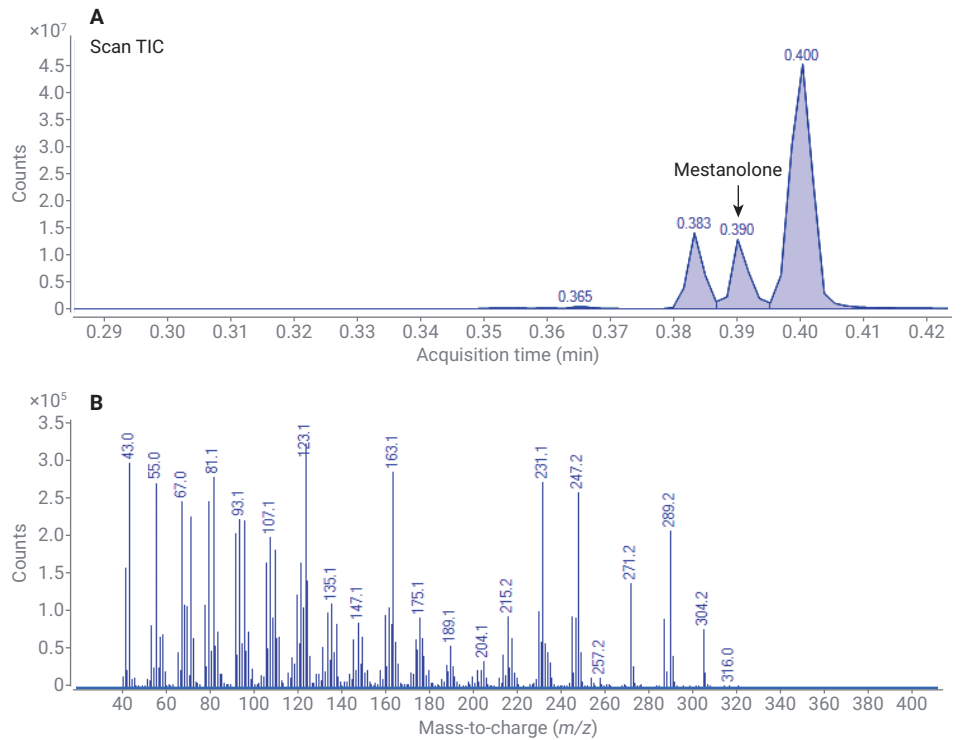


그림 5. Mestanolone을 함유한 시료의 크로마토그래피(확대) 및 스펙트럼 결과. Mestanolone 피크는 0.390분에서 용리되고 AAFS 라이브러리 매치 스코어는 91입니다.

표 1. 라이브러리 매치 스코어를 포함한 사건 시료(앞서 판결됨) 결과

시료	식별된 주요 화합물	식별 결과
13HQ00031-1	Amobarbital (91), secobarbital (91)	Amobarbital Sodium
13HQ00048-1	Chlordiazepoxide (87)	Chlordiazepoxide
13HQ00114-1	Hexanedioic acid (93)	식물 재료
13HQ00128-1	Stearic acid (89)	Clonazepam
13HQ00170-1	Lorazepam (99)	Lorazepam
13HQ00180-1	Oxazepam (72)	Oxazepam
13HQ00289-1	JWH250 (80)	JWH 250
13HQ00411-1	Morphine (98)	Morphine
13HQ00434-1	Phenobarbital (96)	Phenobarbital
13HQ00505-1	Pentobarbital (72)	Pentobarbital
13HQ00522-1	PCP (phencyclidine) (92), cyclohexene (95)	Phencyclidine
13HQ00525-1	Ketamine (97)	Meth, ketamine
13HQ00552-1	Dimethyl sulfone (90), nicotinamide (96), methamphetamine (64)	Meth, nicotinamide
13HQ00581-1	Temazepam (99)	Temazepam
13HQ00584-1	PCP (phencyclidine) (96)	Phencyclidine
13HQ00591-1	Pentobarbital (91)	Pentobarbital
13HQ00611-1	Benzoic acid (90), cocaine (99), anhydroecgonine methyl ester(98), benzoyllecgonine (96)	Cocaine
13HQ00615-1	Cocaine (99)	Cocaine HCl
13HQ00622-1	Dimethyl sulfone (76), nicotinamide (96), methamphetamine (93)	Methamphetamine, nicotinamide
13HQ00866-2	Hexanedioic acid (47)	GHB/H ₂ O/CHCl ₃
13HQ00869-1	Pseudoephedrine (83)	Pseudoephedrine

시료	식별된 주요 화합물	식별 결과
13HQ00881-1	Guaiaphenesin (98)	Guaphenesin
13HQ00893-1	Mestanolone (91)	Mestanolone
13HQ00912-1	Hexanedioic acid (86)	Sodium bicarbonate
13HQ00933-1	Testosterone propionate (99), testosterone enanthate (72)	Steroid
13HQ00938-1	Diisooctyl adipate (72), hexanedioic acid (80)	Hydromorphone
13HQ00949-1	Dodecanoic acid (86)	Trenbolone
13HQ00970-1	Nandrolone decanoate (99)	Nandrolone decanoate
13HQ00972-1	Bezyl benzoate (98), testosterone cypionate (99)	Testosterone
13HQ00975-1	Nicotinamide (98)	Pseudoephedrine
13HQ01188-1	Codeine(97)	Codeine sulfate
13HQ01192-1	Hydromorphone(99)	Dilaudid
13HQ01193-1	Ketamine (97)	Ketamine
13HQ01195-1	heroin(99)	Heroin
13HQ01198-1	Benzophenone (91), nordiazepam (99)	Clorazepate
13HQ01217-1	AM2201 (99)	AM2201
13HQ01231-1	AM2201 (99)	AM2201
13HQ01238-1	Hexanedioic acid (86)	음성
14HQ00003-1	1,4-Butanediol (83)	1,4-Butanediol
15HQ00097-1	Heroin (99)	Heroin 및 lactose
16HQ00095-1	Propane (78)	라이터 유의 Meth
16HQ00197-1	Caffeine (97)	Kratom으로 의심
16HQ00197-8	Hexanedioic acid (62)	Kratom으로 의심
18HQ00193-1	1-Di-Cyclobutanol (72)	식물 재료
18HQ00195-1	Cannabidiol (90)	Relax 젤리
18HQ00203-1	Hexanedioic acid (91)	브라우니
18HQ00204-1	Theobromine (95), glycerine (83)	Kush 케이크
18HQ00216-1	Cannabidiol (93)	Pharxma
18HQ00218-1	Propylene glycol (86)	CBD Drip Gold
19HQ00057-1	Acetaminophen (87)	Hydrocodone/APAP 시럽
HW250	Cannabidiol (98)	Cannabidiol
HW750	Cannabidiol (97)	Cannabidiol

QuickProbe 스크리닝 분석법을 평가한 결과, 약물 분석 사건 연구를 위한 완전한 워크플로를 권장할 수 있습니다. 그림 6의 다이어그램에서 알 수 있듯이 전통적인 사건 분석에서처럼 분석가가 각 사건을 개별적으로 스크리닝하지 않고 스크리닝 팀이 분석 전에 사건을 분류합니다. QuickProbe GC/MS는 분말, 액체 또는 미지의 식물 재료를 포함한 모든 시료에 사용할 수 있는 사전 스크리닝 기법입니다. 사건을 분류한 다음 다른 분석가가 약물 스크리닝을 수행합니다. 이 새로운 워크플로에서는 각 분석가의 필요한 작업을 제한하여 스크리닝 팀이 분석 실행 전에 분석가를 위해 사건을 배치로 분류할 수 있습니다. 이는 결국 분석에 중복성을 더하고 직원의 업무량을 줄여줍니다.

사건당 한 명의 분석가에서 한 팀의 분석가들로 전환했을 때 생산성이 향상됩니다. 첫 번째 샘플링을 수행한 다음 추출하지 않고 사건을 배치 별로 효과적으로 분류할 수 있으므로, 확인 분석가가 사건에 대한 전체 배치를 순차적으로 테스트할 수 있습니다. QuickProbe 스크리닝은 나중에 참조할 수 있도록 배치와 함께 기록하고 저장할 수 있는 검토 가능한 데이터를 생성합니다. 각 사건에 최소 2명의 과학자가 관여하기 때문에 이제 추가로 투입된 과학자가 증거 기술 자료를 확인할 수 있어 분석물질 측정의 신뢰도가 높아집니다.

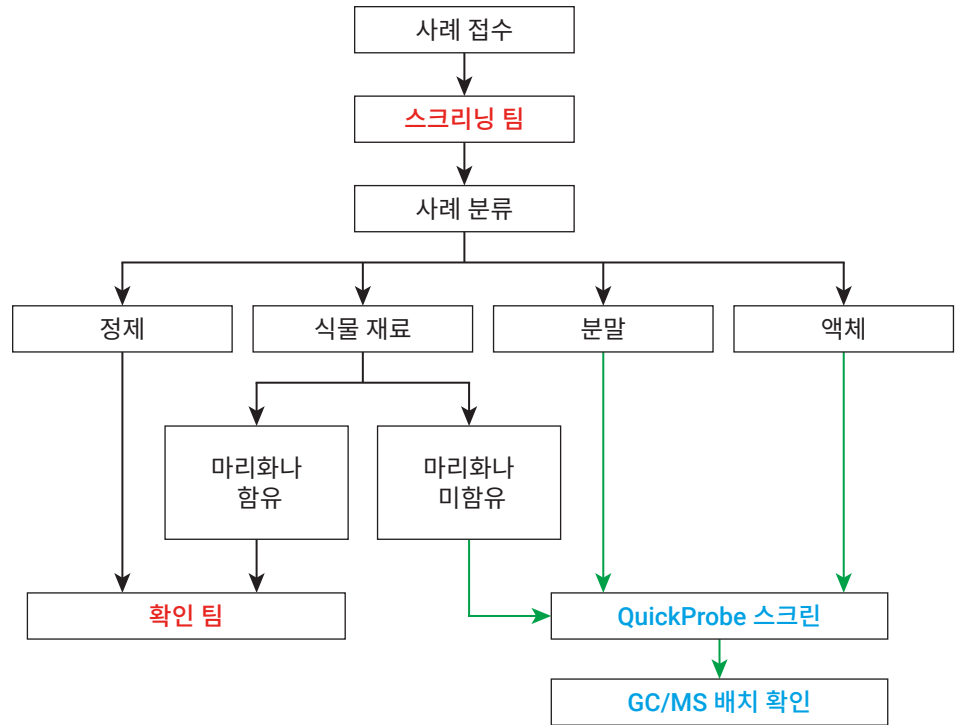


그림 6. 권장하는 실험실 워크플로

결론

QuickProbe GC/MS 시스템 스크리닝 분석법이 법의학 약물 화학 실험실에서 기존 스크리닝 기법보다 더 많은 이점을 제공하는 것으로 입증되었습니다. 이 분석법은 사건 기록과 함께 기록 및 저장할 수 있는 검토 가능한 데이터 뿐만 아니라 광범위한 분석물질에 적용할 수 있는 단일한 스크리닝 테스트를 제공합니다. 또한 합성 칸나비노이드와 같이 기존에 스크리닝 기법으로 스크리닝할 수 없었던 신종 분석물질을 스크리닝할 수 있습니다.

QuickProbe GC/MS 시스템을 사용하여 스크리닝을 수행하면 실행할 때마다 라이브러리 검색 가능한 질량 스펙트럼이 생성되므로 결과에 대한 신뢰도가 높아집니다. 이 분석법의 결과를 바탕으로 개발한 워크플로는 생산성과 분석 결과의 신뢰도가 향상됩니다.

www.agilent.com/chem

법의학 용도.

DE.6378472222

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2020
2020년 6월 25일, 한국에서 인쇄
5994-2025KO

한국에질런트테크놀로지스(주)
대한민국 서울특별시 서초구 강남대로 369,
A+ 에셋타워 9층, 06621
전화: 82-80-004-5090 (고객지원센터)
팩스: 82-2-3452-2451
이메일: korea-inquiry_lsca@agilent.com

 **Agilent**
Trusted Answers