

キュリーポイントパイロライザーを利用した大麻の分析

中村 文雄*, 磯田 育恵*, 榎本 敬次*, 平元 秀和*

Analysis of delta-9-Tetrahydrocannabinol (Δ^9 -THC) in Cannabis by Gas Chromatography – Mass Spectrometry Coupled with a Curie-point Pyrolyzer

Fumio NAKAMURA*, Ikue ISOTA*, Keiji ENOMOTO* and Hidekazu HIRAMOTO*

*Osaka Customs Laboratory

4-11-28, Nankohigashi, Suminoe-ku, Osaka 559-0031 Japan

It was found that delta-9-tetrahydrocannabinol (Δ^9 -THC) was detected in cannabis by gas chromatography – mass spectrometry coupled with a Curie-point pyrolyzer without solvent extraction. The maximum yield of Δ^9 -THC was obtained by pyrolysis at 358°C for 5 seconds.

1. 緒 言

大麻の鑑定において、大麻草 (*Cannabis sativa* L.) の特異成分であるカンナビノイド、特に主たる薬理活性成分である Δ^9 -テトラヒドロカンナビノール (Δ^9 -THC) を検出することは重要な要件のひとつである。 Δ^9 -THC の検出法として、ガスクロマトグラフィー質量分析法 (GC-MS) が主要な分析法として用いられている。

GC-MS では、通常、試料の有機溶媒抽出液を導入するが、堀田ら¹⁾は、ヘッドスペースガスクロマトグラフィー質量分析法 (HS-GC-MS) により、溶媒抽出せず、試料を直接加熱することにより大麻成分を熱脱離させ、GC-MS に導入し、微量試料でも効率的に Δ^9 -THC を検出できることを報告した。しかし、装置の仕様により、200°C以上の加熱温度の設定ができなかった。そこで、より高温での加熱が可能なキュリーポイントパイロライザーを利用して、大麻の特異成分を熱脱離させ、GC-MS で検出する方法について検討した。

2. 実 験

2.1 試料及び試薬

2.1.1 試料及び試薬

大麻草 (当関所有)
ヒムカ (大麻成分入りたばこ、当部門にて作成¹⁾)
あへん散 (当関所有)
こしょう、カカオマス (市販品)
n-ヘキサン (HPLC 用、キンダ化学)

2.2 分析装置及び条件

GC-MS : GCMS-QP2010 (島津製作所)
カラム : HP-5MS (30 m × 0.25 mm, 0.25 μ m)
カラム温度 : 90°C (3 min) → (20°C/min) → 310°C (5min)
注入口温度 : 310°C
注入方法 : Split (20:1)
キュリーポイントパイロライザー : JCI-22 (日本分析工業)
熱分解温度 : 280, 315, 333, 358, 386, 445, 590°C
熱分解時間 : 5 sec
予備加熱温度 : 150°C

2.3 実験方法

2.3.1 加熱温度の検討

粉碎した大麻草約 0.1 g を 10 ml メスフラスコに取り、n-ヘキサンで定容し、よくかく拌した後、24 時間静置し、No.5C のろ紙でろ過した溶液を、パイロホイルにマイクロピペットを用いて 1 μ l 滴下し、室温で 30 分間放置して溶媒を揮発させたあと、折りたたんでパイロライザーに設置し、GC-MS に導入した。

パイロホイルは、280, 315, 333, 358, 386, 445 及び 590°C の各熱分解温度のものをいい、各々 6 回繰り返し測定して、 Δ^9 -THC の検出量が最大となる熱分解温度を求めた。

2.3.2 大麻草の分析

粉碎した大麻草約 0.01 mg を、2.3.1 で求めた熱分解温度のパイロホイルに包み込み、同様に折りたたんでパイロライザーに設置し、GC-MS に導入した。

また、極少量を想定して、顕微鏡下、大麻草の剛毛 1 本を針先でパイロホイル上に採取し、同様にパイロライザーに設置し、

* 大阪税関業務部分析部門 〒559-0031 大阪市住之江区南港東 4-11-28

GC-MS に導入した。

2.3.3 その他のものの分析

その他、税関分析で想定されるであろう試料について、各々0.1 mg 以下 (0.05~0.08 mg) をパイロホイルに包み込み、同様にパイロライザーに設置し、GC-MS に導入した。

3. 結果及び考察

3.1 加熱温度の検討

熱分解温度と Δ^9 -THC の検出量の関係を Fig.1 に示した。熱分解温度 358℃ のパイロホイルを用いた時、 Δ^9 -THC の検出量は最大となった。

その時の相対標準偏差は 10.1% であった。

なお、熱分解時間を、5, 10, 15 秒間 (今回用いた装置は、この 3 種類の時間しか設定できない) と変化させても検出量は変わらなかった。以下の分析には、358℃ のパイロホイルを用い、加熱時間は 5 秒間とした。

3.2 大麻草の分析

粉碎した大麻草のクロマトグラムを Fig.2 に示した。 Δ^9 -THC の他に、カンナビジオール (CBD)、カンナビノール (CBN)、カンナビゲロール (CBG)、カンナビクロメン (CBC) などを検出できた。

大麻草の剛毛 1 本 (長さ約 0.2 mm、重量は測定不能) からでも Δ^9 -THC, CBD, CBN 等を検出することができた。

3.3 その他のものの分析

税関分析で想定されるであろう植物系試料 6 種類についてのクロマトグラムを Fig.3 から Fig.8 に示した。各々から、それぞれの含有特異成分を検出することができた。

今回は、予備実験的に行ったので、熱分解条件は、熱分解温度 358℃、熱分解時間 5 秒間で行った。これが各々の最適条件かどうかの検討は行っていない。

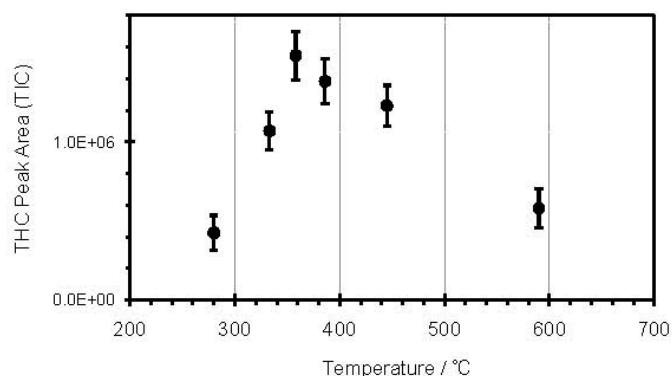


Fig. 1 Effect of pyrolysis temperature

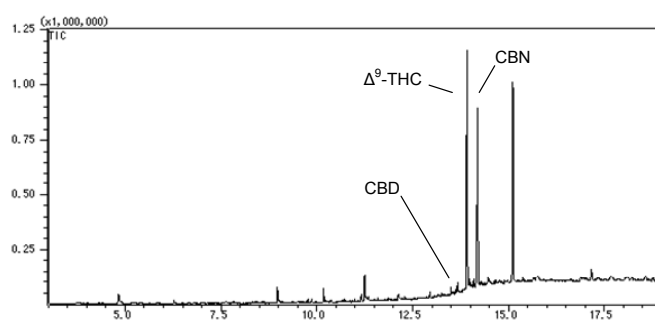


Fig. 2 Total ion chromatogram of cannabis

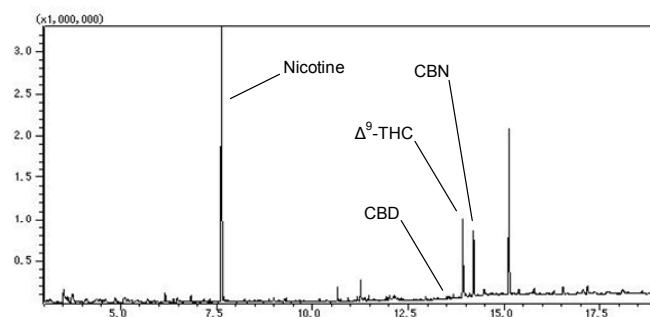


Fig. 3 Total ion chromatogram of Khimka

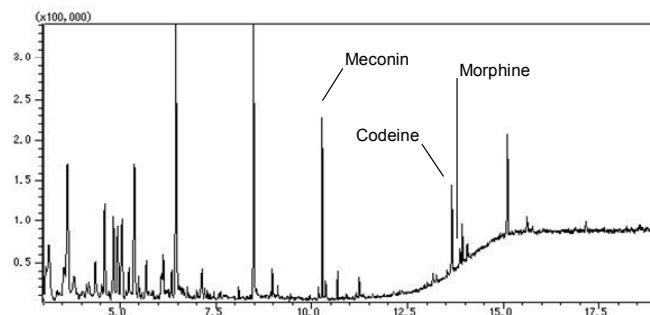


Fig. 4 Total ion chromatogram of diluted opium powder

4. 要 約

キュリーポイントパイロライザーを利用して、溶媒抽出することなく、大麻草から Δ^9 -THC 等のカンナビノイドを熱脱離させ、GC-MS で検出することができた。 Δ^9 -THC に関しては、熱分解温度 358℃、熱分解時間 5 秒間で最大の検出量であった。

また、その他の植物系試料においても、溶媒抽出することなく、含有特異成分を熱脱離させ GC-MS で検出することができた。

キュリーポイントパイロライザーを使用することで、固形物試料中の成分を熱脱離させ、直接 GC-MS へ導入することが可能であることから、極微量の試料に対して有用であり、また、抽出操作を必要としないので、分析時間の短縮化も期待できるものと考えられる。

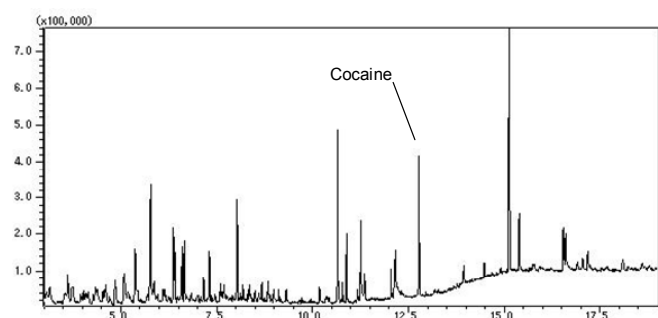


Fig. 5 Total ion chromatogram of mate de coca

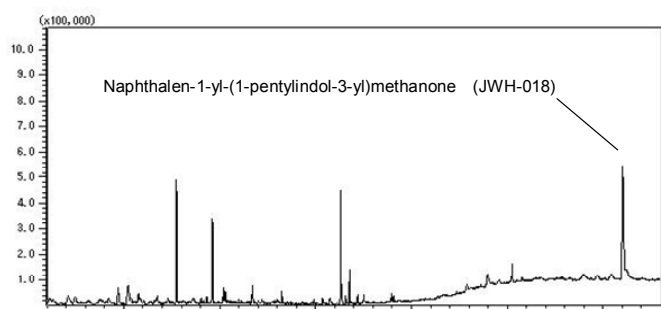


Fig. 6 Total ion chromatogram of SPICE (Hot Stuff)

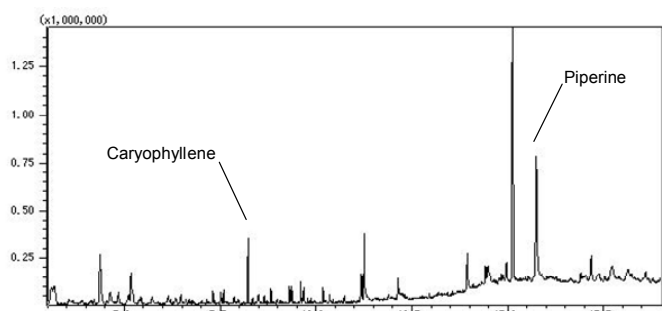


Fig. 7 Total ion chromatogram of pepper

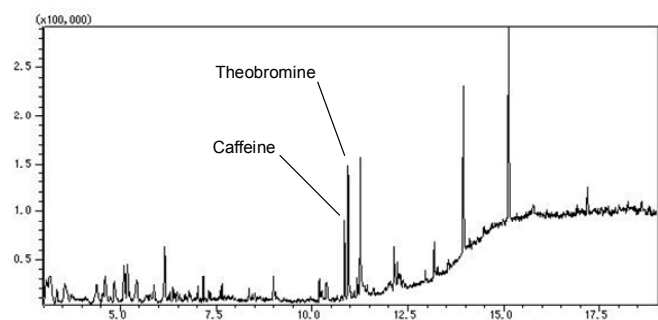


Fig. 8 Total ion chromatogram of cacao mass

文 献

- 1) 堀田佳江, 早川彬, 廣瀬達也, 中村文雄: 関税中央分析所報, 49, 57 (2009).