

関税中央分析所における覚醒剤プロファイル分析について

青山 繁俊*, 安藤 利典*, 柴田 正志*

Methamphetamine Profiling Program at Japan's Central Customs Laboratory

Shigetoshi AOYAMA*, Toshinori ANDO* and Masashi SHIBATA*

*Central Customs Laboratory, Ministry of Finance 6-3-5, Kashiwanoha, Kashiwa, Chiba 277-0882

The Methamphetamine Profiling Program (MPP) that revealed the scientific characteristics of methamphetamine (MA) seized by Japan Customs started at Japan's Central Customs Laboratory (CCL) in 2007. The MPP's ultimate goal is to provide useful information to Customs to enhance its enforcement and intelligence capacity. Four types of experiment are conducted under the MPP, namely: (i) purity analysis by NMR, (ii) chirality analysis by HPLC, (iii) stable isotope ratio analysis by IR-MS, and (iv) impurity analysis by GC-MS. A total of 2,422 samples from 920 cases, including 117 samples from 63 cases in 2017, have been analyzed. The results in 2017 showed that 96 samples were more than 95% pure, and that 114 samples were d isomer of MA. MA seized by Customs has the unique feature that it can be traced to a place or region of its shipment. With this geographical information and the accumulated results of stable isotope ratio, it was found that the MA seized by Japan Customs were divided into three groups: "Mexico Type", "China Type", and "Africa / Europe Type." This grouping provides a novel framework for further usage of the MPP. CCL is continuing to improve the activities of the MPP in cooperation with national and foreign authorities concerned to support Customs' fight against illicit drug trafficking.

1. 覚醒剤プロファイル分析

関税中央分析所（以下、中分と略記する）では覚醒剤プロファイル分析を行っている。これは、覚醒剤の水際取締の強化に資するため、税関で摘発・押収された覚醒剤の科学的特徴を分析するものである。最近の分析内容、分析結果の概要を報告する。

覚醒剤は我が国最大の乱用薬物である。税関における覚醒剤の押収量は平成29年（暦年）で約1,159 kg（平成28年（暦年）は約1,501 kg）であり、2年連続で1トンを超えている。覚醒剤の密輸は深刻な状況で

ある。

覚醒剤の原料(precursor)はエフェドリン類（エフェドリン、プソイドエフェドリン）とフェニルアセトン（P2P）である。エフェドリン類は東アジア、東南アジア、アフリカの一部で、P2Pは欧州、北米、中米で用いられている¹⁾。

覚醒剤の製造方法は原料によって異なる。エフェドリン類の場合は、エフェドリン類を直接還元する Nagai 法、他の物質を一旦経由する Emde 法などがある。P2P の場合には Reductive Amination 法、Leuckart 法などがある（Fig.1）。

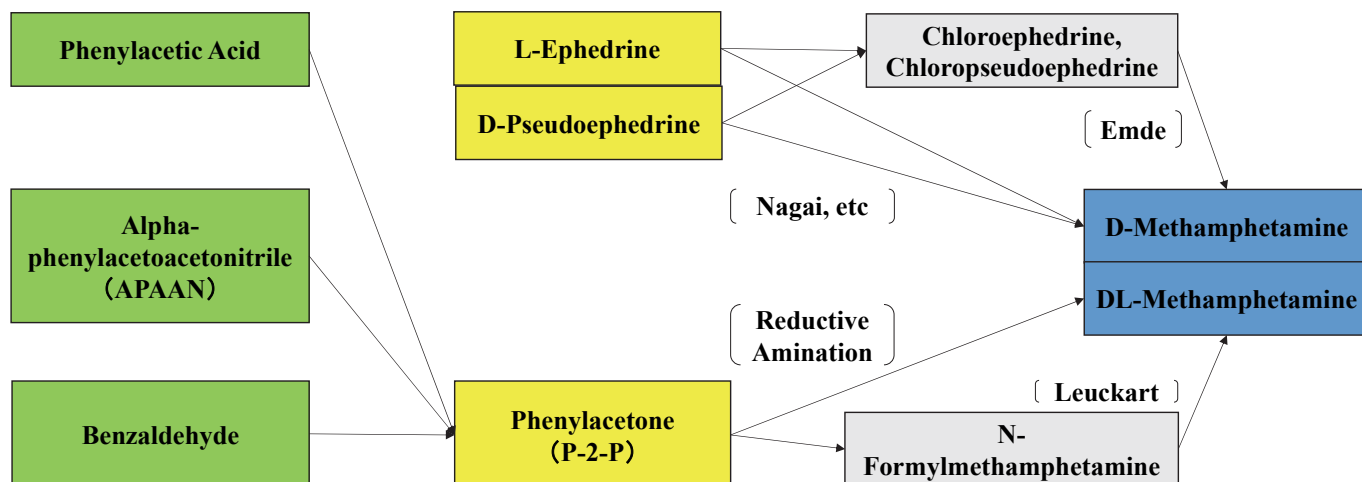


Fig.1 Synthesis routes of methamphetamine
Prepared by authors referring to 3), 10), 18), and 19)

* 財務省関税中央分析所 〒277-0882 千葉県柏市柏の葉 6-3-5

覚醒剤プロファイル分析とは、上述のとおり押収された覚醒剤の科学的特徴を明らかにするもので、この結果の考察と様々な知見（覚醒剤合成、過去の事件のプロファイル分析結果）を組み合わせ、新たな知見・情報を構築するものである。具体的には、①覚醒剤の製造・取引の一般的傾向や変化の把握、②分析された覚醒剤の原料、製造方法、密輸ルート（製造地、仕出地、中継地、仕向地）、他の事件との関連性などの推定である。

このようなプロファイル分析は国際的にも進められている。国際的には、覚醒剤原料からさらにその原料となる物質(pre-precursor)を把握し規制しその入手を困難にするため²⁾、pre-precursor の特定に重きが置かれている。2014年には、主に欧州でP2Pの原料として用いられていたアルファーフェニルアセトアセトニトリル(APAAN)が国際的に規制されることとなった³⁾。

2. 中分における覚醒剤プロファイル分析

中分では、約20年程度、覚醒剤プロファイル分析に取り組んでいる。平成7年に調査研究を始め、平成19年から税関で摘発・押収された一定量以上の覚醒剤について、覚醒剤プロファイル分析を行い、Table 1のとおり累計920事件2,422検体を分析した。

中分では、検体の外観を確認した後、純度分析、光学異性体分析、安定同位体比質量分析、微量成分分析を行っている。

Table 1 Number of analyses under MPP

Calender Year	No. of Cases	No. of Samples
2007	24	94
2008	39	156
2009	136	451
2010	93	224
2011	110	251
2012	121	402
2013	105	281
2014	121	246
2015	81	134
2016	27	66
2017	63	117
Total	920	2,422

2.1 純度分析

我が国で不法に流通している覚醒剤の大宗は、純度の高い結晶状のものである⁴⁾。しかしながら、近年では、覚醒剤の重量を増やすため、増量剤を添加している場合がある。また、押収された不正薬物の純度を明らかにすることにより供給側の供給能力や覚醒剤密売市場の状況などを推測することができる。

このため、中分では、核磁気共鳴装置を用いて、税関で摘発・押収された覚醒剤の純度を分析している。平成29年の純度分析の結果はTable 2のとおりである。

Table 2 Result of purity analysis

Calender Year	Range of Purity				Total
	≥99%	98%—98.9%	95%—97.9%	<95%	
2017	57	27	12	21	117
2016	39	9	5	13	66

2.2 光学異性体分析

覚醒剤には、右旋性(d体)及び左旋性(l体)の光学異性体があり、また、これらの等量混合物であるラセミ体(dl体)も存在する。光学異性体分析により原料の推定や供給側の供給能力をうかがい知ることができる。覚醒剤原料として、天然のl体エフェドリンを用いる場合にはd体覚醒剤が、P2Pを用いる場合にはdl体の覚醒剤が生成される。また、我が国で乱用されている覚醒剤はd体である⁴⁾。

このため、中分では、高速液体クロマトグラフィーを用いて、押収された覚醒剤の光学異性体を確認している。平成29年の光学異性体分析の結果はTable 3のとおりである。

Table 3 Results of chirality analysis

Calender Year	Dextro-Rotatory	Racemate	Levo-Rotatory	Total
2017	114	0	3	117
2016	66	0	0	66

2.3 安定同位体比質量分析

覚醒剤を構成する原子の安定同位体比は、覚醒剤の原料、製造方法等の違いにより異なった値を示す。このため、様々な研究が行われている。炭素の安定同位体比により覚醒剤原料がエフェドリンかP2Pかの判断ができるとした報告⁵⁾、エフェドリン類を原料とした覚醒剤について炭素・窒素の安定同位体比によりエフェドリン類の由来(麻黄抽出、糖蜜発酵、化学合成)が判断できるとした報告^{6,7)}、エフェドリン類を原料とした覚醒剤について炭素・窒素の安定同位体比に加え水素同位体比の活用が効果的であるとした報告⁸⁾などがある。

このため、中分では、安定同位体比質量分析計を用いて、押収された覚醒剤の炭素、窒素などの安定同位体比を確認している。平成29年の安定同位体比分析の結果はTable 4のとおりである。

2.4 微量成分分析

密造された覚醒剤には様々な微量成分(副産物、不純物など)が含まれている。原料や製造方法に特徴的な微量成分についての研究が進められている^{4,9-11)}。

我が国にはエフェドリン類を原料とすると思われる覚醒剤が密輸されることが多い。このため、中分では、文献及び所内での検証を踏まえ、エフェドリン類を原料とする製造方法の確認に重要と考えられる物質(エフェドリン類、アジリジン化合物及びナフタレン化合物)に着目し、これらの検出を行っている。また、併せてその他の不純物の分析を行っている。平成29年の微量成分分析の結果はTable 5のとおりである。

Table 4 Results of stable isotope ratio analysis

Calendar Year	Range of $\delta^{13}\text{C}$ [‰]					Range of $\delta^{15}\text{N}$ [‰]		
	≤ -30.4	-30.3 to -29.1	-29.2 to -26.5	> -26.6	Total	≤ 2.5	> 2.5	Total
2017	16	47	44	10	117	88	29	117
2016	1	15	33	17	66	34	32	66

Table 5 Results of impurity analysis

Calendar Year	Ephedrine			Pseudoephedrine			Aziridine Compound		Naphthalene		Dimethyl Sulfone	
	+	±	-	+	±	-	+	-	+	-	+	-
2017	94	11	12	90	18	9	85	32	18	99	14	103
2016	34	5	24	33	8	22	36	27	15	48	13	50

2.4.1 エフェドリン類の検出

エフェドリン類を原料とする覚醒剤にはエフェドリン類が微量残存することが多い^{12,13)}。このため、中分では、高速液体クロマトグラフィーを用いて、押収された覚醒剤にエフェドリン類が含まれているかを確認している。

なお、覚醒剤原料がP2Pと考えられる場合でも、エフェドリン類が極めて僅かに検出されることもある¹⁴⁾。

2.4.2 アジリジン化合物及びナフタレン化合物の検出

アジリジン化合物は、覚醒剤原料がエフェドリン類の場合にエフェドリン類とともに検出される^{13,15)}。ナフタレン化合物は、覚醒剤原料がエフェドリン類の場合、Nagai法による特徴的な微量成分である^{12,15)}。このため、中分では、ガスクロマトグラフィー質量分析計を用いて、押収された覚醒剤にアジリジン化合物及びナフタレン化合物が含まれているかを確認している。

2.4.3 その他の不純物の検出

密造された覚醒剤には様々な不純物が含まれている。中には、上述のとおり、取引される覚醒剤の重量を増やすことを目的に、ジメチルスルホンなどの増量剤が意図的に混入されているものもある¹⁶⁾。このため、中分では、内外の研究の結果を踏まえ新たに特徴的な微量成分として考えられる物質の検出などをガスクロマトグラフィー等を用いて行っている。

3. 中分の覚醒剤プロファイル分析結果及び考察

3.1 平成29年の覚醒剤プロファイル分析結果

平成29年(暦年)は63事件117検体を分析した。

純度は、99%以上が57検体、純度95%未満が21検体であった(Table 2)。光学異性体は、ほぼ全てが右旋性で、3検体は左旋性であった(Table 3)。

安定同位体比は、既存の報告を参考に便宜的な区分に分け、炭素及び窒素の検体数を示した(Table 4)。G.Toskeらは、炭素の安定同位体比が -39.8‰ から -30.4‰ の場合は覚醒剤原料はP2Pであり、 -29.2‰ から -22.6‰ の場合はエフェドリン類であることを報告した⁵⁾。H.Salourosらは、原料がエフェドリン類の覚醒剤について、炭素の安定同位体比が -26.5‰ より大きい場合は糖蜜発酵法で、 -26.5‰ より小さい場合には窒素の安定同位体比が 2.5‰ より大きい場合は麻黄抽出で、小さい場

合は化学合成であることを報告した⁷⁾。Table 4では、炭素の安定同位体比を4つの区分に、窒素の安定同位体比は 2.5‰ を境に2つに分け、それらの検体数を示した。

微量成分は、エフェドリン、プソイドエフェドリン、アジリジン化合物を検出したものが多数であった(Table 5)。このことから、覚醒剤原料がエフェドリン類であるものが多数あったことが窺われる。

3.2 押収された覚醒剤の類型化

中分における覚醒剤プロファイル分析は、一部のものを除き仕出地が特定されている。近年の炭素・窒素の安定同位体比をプロットすると、3つのグループに分かれる。このグループと仕出地を整理したところ、「メキシコ型」、「中国型」、「アフリカ・欧州型」に類型化できることが分かった(Fig.2)。

この3類型に仕出地が不明である検体を当てはめると、当該検体の仕出地の推測が可能となる場合があった。また、米州仕出地の検体が「アフリカ・欧州型」であったように仕出地と類型が一致しない事例もあった。この3類型の今後の活用が期待される。

3.3 個別事件との関連性

平成29年の分析結果によるものではないが、平成26年に摘発・押収された覚醒剤について、摘発日や仕出地が異なるにもかかわらず、安定同位体比やクロマトグラフなどの科学的特徴が一致する事例があった。(Table 6, Fig.3)

4. 今 後

近年、メキシコ系薬物犯罪組織、中国系薬物犯罪組織、西アフリカ系薬物犯罪組織が我が国における覚醒剤等で存在感を示している¹⁷⁾。これら地域は、上述で説明した炭素・窒素の安定同位体比による3類型(「メキシコ型」、「中国型」、「アフリカ・欧州型」)と地理的には重なる。中分としては、内外の関係機関と連携し、税関における不正薬物との闘いを支援するため、覚醒剤プロファイル分析を推進していく。

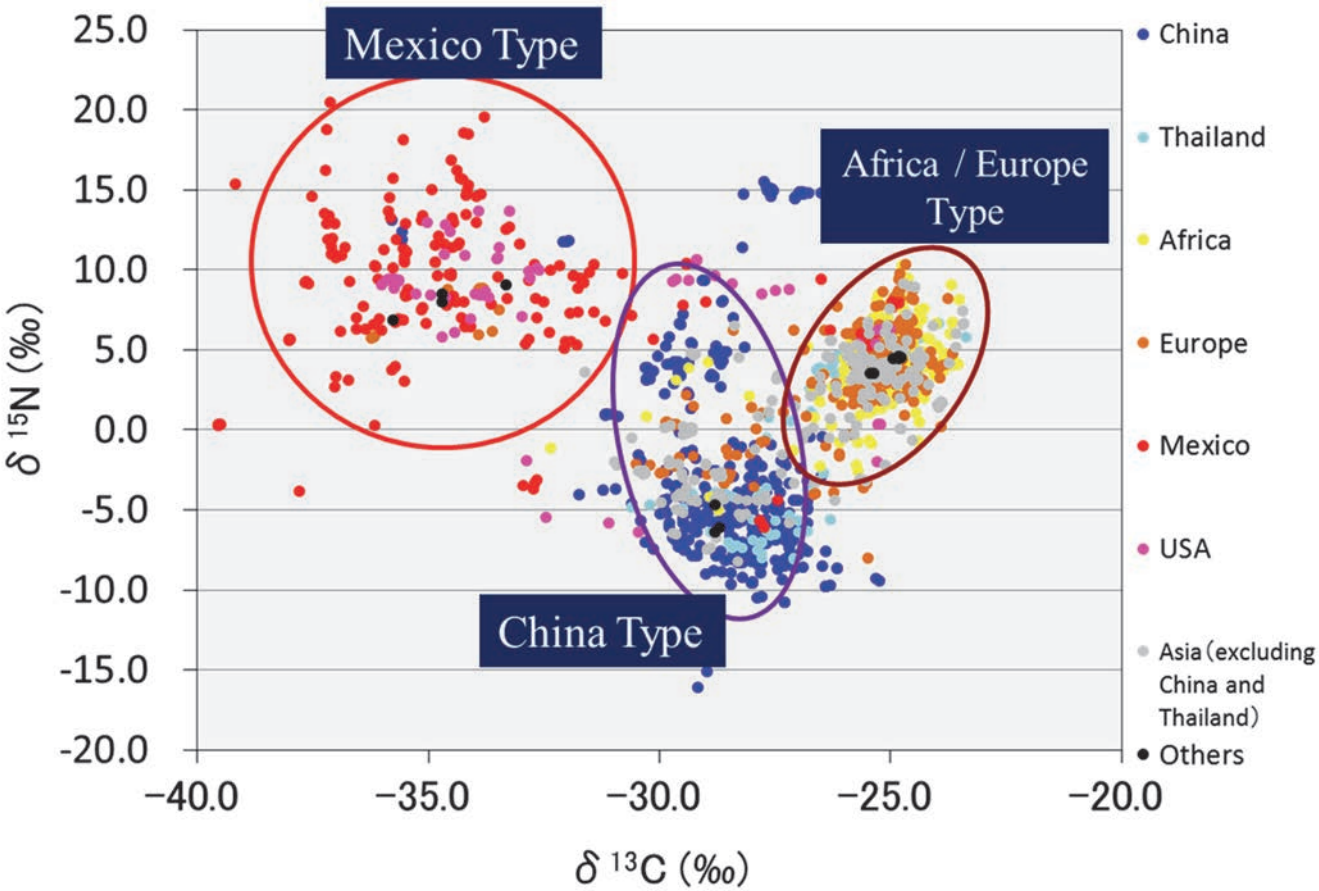


Fig.2 Results of stable isotope ratio analysis from 2011 to 2017 with geographical information.
Prepared by Central Customs Laboratory, Japan.

Table 6 Cases with the same scientific characteristics

	Case Overview			Chirality	Stable Isotope Ratio			Impurity				
	Month of Interdiction	Place of Departure	Place of Interdiction		δ 13C [‰]	δ 15N [‰]	δ D [‰]	EP	PSE	A-C	N-C	DS
Case A	September, 2014	Hongkong	Narita	d(100%)	-27.7	-3.8	-101	+	+	+	-	-
Case B	October, 2014	Bangkok	Narita	d(100%)	-27.9	-4.2	-118	+	+	+	-	-
Case C	November, 2014	Bangkok	Narita	d(100%)	-27.8	-3.8	-106	+	+	+	-	-

(EP)Ephedrine; (PSE)Pseudoephedrine; (A-C)Aziridine Compound; (N-C)Naphthalene Compounds; (DS)Dimethyl Sulfone
(d)Dextro-Rotatory; (+)Detected; (-)Not Detected
Purity Analysis by NMR were NOT conducted in 2014.

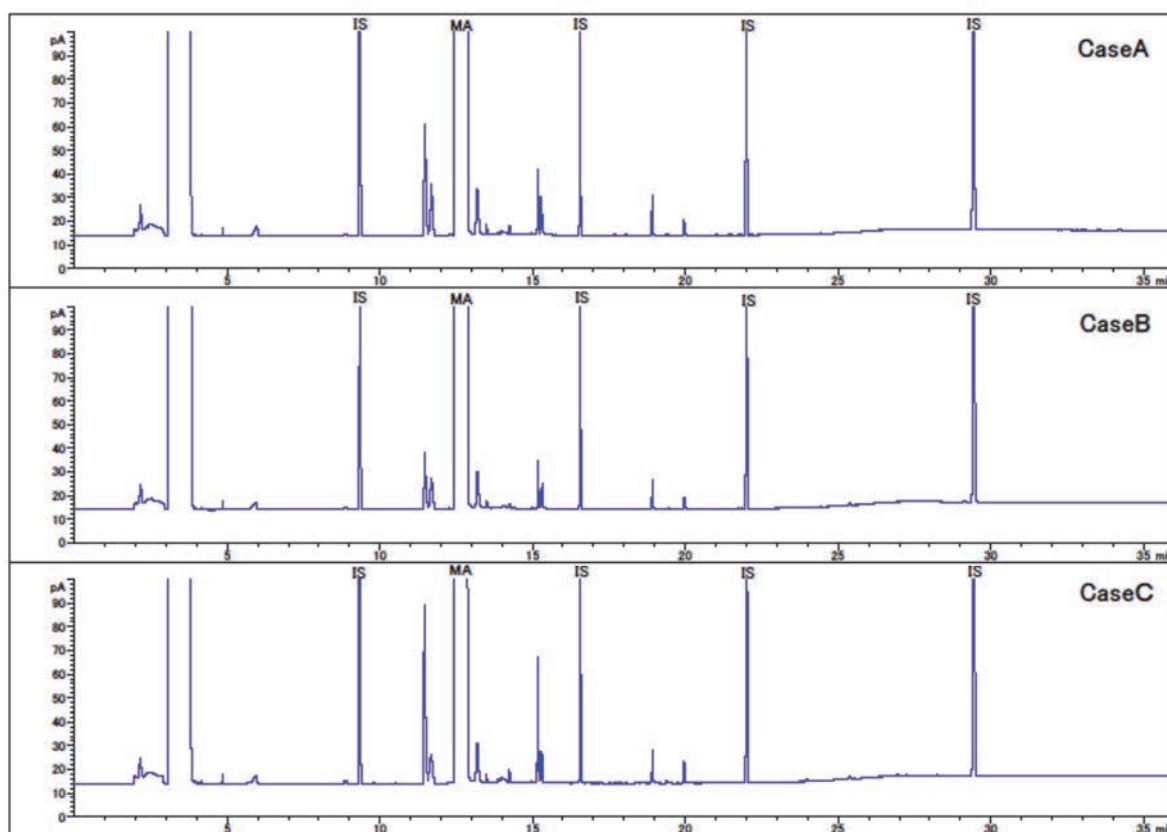


Fig.3 GC-FID Chromatograms on the cases with the same scientific characteristics.
(IS)Internal Standard; (MA) Methamphetamine.

文 献

- 1) United Nations Office on Drugs and Crime: “Global SMART Update”, **12**, P.3 (2014)
- 2) Steven G. Toske, Jennifer B.McConnell, Jaclyn L. Brown, Jennifer M. Tuten, Erin E. Miller, Monica Z. Phillips, Etienne R. Vazquez, Ira S. Lurie, Patrick A. Hays, and Elizabeth M. Guest: *Drug Testing and Analysis*, **9** (3), 453 (2017)
- 3) US Department of State: “International Narcotics Control Strategy Report 2018”, **1**, P.51 (2018)
- 4) 小林寛也, 岩田祐子, 金森達之, 井上博之, 岸徹: 科学警察研究所報告法科学編, **53**(1), 1(2000)
- 5) Steven Toske, David Morello, Jennifer Berger, Etienne Vazquez: *Forensic Science International*, **234**, 1 (2014)
- 6) Naoki Kurashima, Yukiko Makino, Setsuko Sekita, Yasuteru Urano, and Tetsuo Nagano: *Analytical Chemistry*, **76**, 4233 (2004)
- 7) Helen Salouros, Gordon Sutton, Joanna Howes, D.Brynn Hibbert, Michael Collins: *Analytical Chemistry*, **85**, 9400 (2013)
- 8) Naoki Kurashima, Yukiko Makino, Yasuteru Urano, Kaori Sanuki, Yukari Ikehara, Tetsuo Nagano: *Forensic Science International*, **189**, 14 (2009)
- 9) 渡部聡, 柴田正志, 片岡憲治: 関税中央分析所報, **42**, 73(2002)
- 10) Natasha Stojanovska, Shanlin Fu, Mark Tahtouh, Tamsin Kelly, Alison Beavis, K. Paul Kirkbride: *Forensic Science International*, **224**, 8(2013)
- 11) 岩田祐子, 桑山健次, 辻川健治, 金森達之, 井上博之: 分析化学, **63**, 221(2014)
- 12) Jae Sin Lee, Eun Young Han, Soo Yeun Lee, Eun Mi Kim, Yong Hoon Park, Mi Ae Lim, Hee Sun Chung, Jeong Hill Park: *Forensic Science International*, **161**, 209(2006)
- 13) 岸徹, 井上堯子, 鈴木真一, 安田年博, 及川智正, 丹羽口徹吉: 衛生化学, **29**, 400(1983)
- 14) 安藤利典, 秋元里美, 岡本健, 池田啓久, 倉嶋 直樹: 関税中央分析所報, **56**, 71(2016)
- 15) T.S. Cantrell, Noban John, Leroy Johnson, and A.C. Allen: *Forensic Science International*, **39**, 39(1988)
- 16) Hiroyuki Inoue, Kenji Kuwayama, Yuko T. Iwata, Tatsuyuki Kanamori, Kenji Tsujikawa, Hajime Miyaguchi: *Forensic Toxicology*, **26**, 19(2008)
- 17) 警察庁 組織犯罪対策部 組織犯罪対策企画課: 「平成 29 年における組織犯罪の情勢【確定値版】」 P.1(2018)
- 18) United Nations Office on Drugs and Crime: “2017 Global Synthetic Drugs Assessment”, P.41(2017)
- 19) International Narcotics Control Board: “Precursors and chemicals frequently used in the illicit manufacture of narcotic drugs and psychotropic substances” P.12(2018)