

GCMS APPLICATION NEWS 用于兴奋剂检查的 GC/MS 筛选法 Screening method in doping analysis by GC/MS

服用运动兴奋剂是违反公正比赛的行为，并且，危害选手的健康，在社会上造成恶劣影响。因此，根据 WADA(World Anti-Doping Agency) 的规定，进行运动兴奋剂检查。

Table 1 表示运动兴奋剂的筛选方法。四极杆型 GC/MS 用于难挥发性药剂 (筛选号 2)、利尿剂 (筛选号 5) 以及 β - 阻断药 (筛选号 7) 的分析。

本应用新闻介绍了难挥发性药剂 (筛选号 2) 的分析例，本分析得到了 WADA 的正式承认机构 --- 株式会社三菱化学 GCL 公司的大力协助。

Y. Sakamoto

Table1 运动兴奋剂的筛选方法分类
Classification of Screening Method in Sport Doping Analysis

筛选号	分析上的分类	药剂例	分析装置
1	挥发性药剂	安非他明	GC-NPD
2	难挥发性药剂	可卡因代谢物	GC/MS (Scan)
3	热分解物质	地塞米松	Q-TOF LC/MS
4	蛋白同化类固醇类	睾丸激素	GC/MS (SIM)
	低浓度蛋白同化剂	stanozolol	GC/HRMS (SIM)
5	利尿剂	速尿灵	GC/MS (SIM)
6	代谢性类固醇制剂	男性激素	GC/C/IRMS
7	β - 阻断药	metoprolol	GC/MS (Scan)
8	肽激素	EPO, hCG	EIA, 免疫转渍法

■ 分析方法

Analytical Procedures

Fig. 1 表示筛选号 2 的前处理流程，GC/MS 的分析条件表示在 Table 2。

在前处理中，5mL 尿中添加 6M 的盐酸，通过 105°C、30 分钟加热进行加水分解。使用二乙醚清洗后，在水相中添加 2-甲基 -2- 丙醇和内标物，将 pH 调为 9.6±0.1，然后，使用二乙醚进行萃取。使用纯氮气将萃取液吹干，添加甲基橙 / 乙腈 / TFA 混合溶液，然后，添加 MSTFA 直到溶液变为黄色，进行 80°C、5 分钟的加热。添加 MBTFA，以 80°C，加热 10 分钟，进行 N-TFA-O-TMS 衍生化。

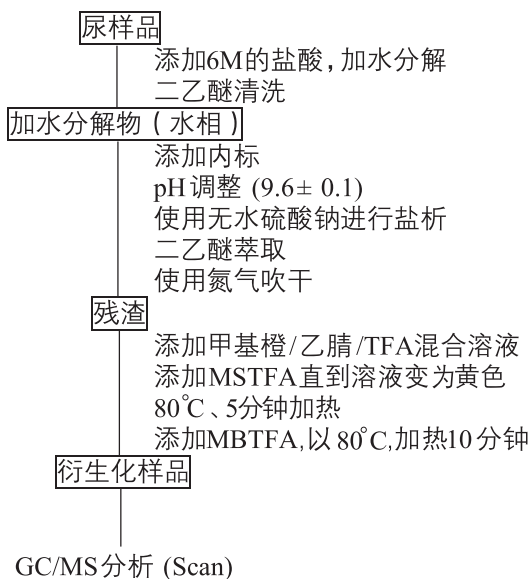
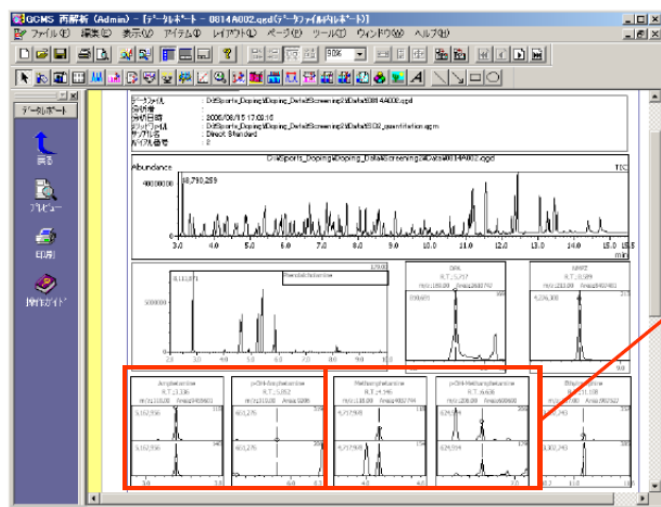


图1 筛选号的分析流程
Flow Chart for Screening Analysis No.2

兴奋剂检查的报告格式

Report Format in Sports Doping Testing

为了更正确、快速地进行兴奋剂的检查,需要做出布局清晰的报告,使每个成分的分析结果一目了然。设法(比如,将药物和其代谢物的色谱图并列排列等)使所有成分紧凑地收录在报告中,以减少报告的页数。GCMSsolution 可将用于报告输出的项目粘贴在画板上,自由地进行编辑,因此,可简单地制作出符合兴奋剂检查要求的报告。(Fig. 2)



Amphetami ne和p-OH- Amphetami ne
以及Met hamphetami ne和p-OHMet hamphe tam i ne
的关系是药剂和代谢物的关系,通过并列排列色
谱图,可方便地确认结果。

图2 报告制作画面
Report Creation Screen

WADA 为确保数据的可靠性, 要求进行多种确认试验。作为 GC/MS 的灵敏度确认, 规定了 MRPL(Minimum Required Performance Limit)。筛选号 2 设定为 0.5 μ g/mL(只有士的宁为 0.2 μ g/mL)。*1 另外, 为了确保前处理法、装置空白的可靠性, 需要分析 Control、Drug Free Urine 以及 Blank 样品。

Fig. 3 表示使用 GC/MSsolution 报告功能输出的这些样品的确认试验结果。通过上下并列排列表示各个成分的目标离子和参比离子的质色图, 可一目了然地判断成分是否存在。

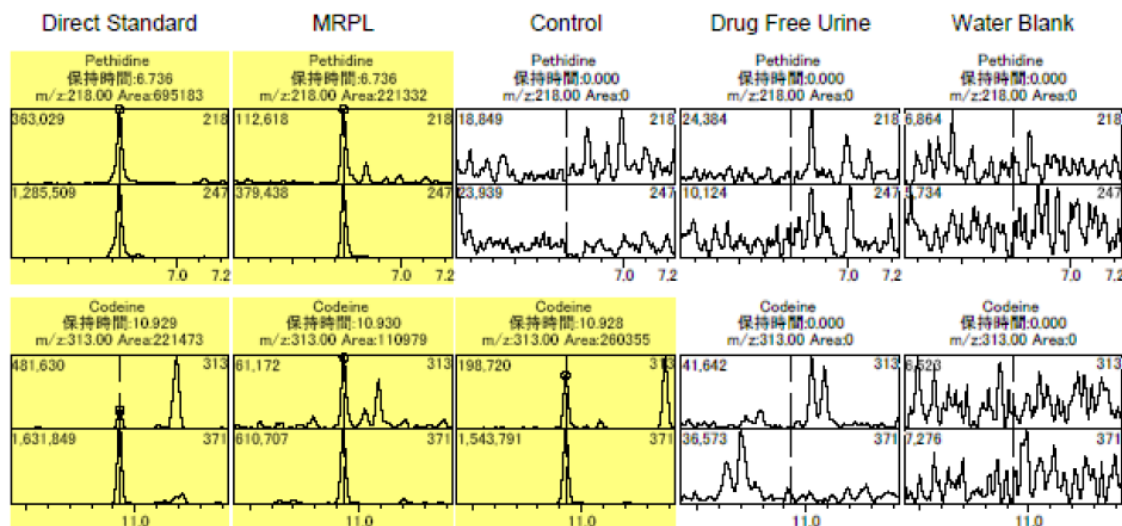


图2 兴奋剂检查中的确认试验结果例
 Example of Report Format for Sports Doping Testing

* 刊登的数据不是使用经药事认可的装置采集的数据。

引用文章

*1: MINIMUM REQUIRED PERFORMANCE LIMITS FOR DETECTION OF PROHIBITED SUBSTANCES - WADA Technical Document TD2004MRPL