

平成22年度薬物分析調査について

長嶋 真知子, 鈴木 仁, 守安 貴子, 吉田 正雄, 清水 雅子, 濱野 朋子, 中江 大

Analysis of Uncontrolled Drugs Purchased in the Fiscal Year 2010

Machiko NAGASHIMA, Jin SUZUKI, Takako MORIYASU, Masao YOSHIDA,
Masako SHIMIZU, Tomoko HAMANO and Dai NAKAE

平成22年度薬物分析調査について

長嶋 真知子^a, 鈴木 仁^a, 守安 貴子^a, 吉田 正雄^a, 清水 雅子^a, 濱野 朋子^a, 中江 大^b

平成22年度に行った薬物分析調査の結果を報告する。ケミカル系ドラッグ46製品を調査したところ、薬物が検出されたドラッグは39製品で、25製品は1種類の薬物のみを含有であったが、残りは2種類以上の薬物を含有し5種類以上含有するものが1製品あった。検出薬物は薬事法指定薬物が2種、新規検出薬物が7種、既知薬物が7種であった。新規検出薬物のうち検出後薬事法指定薬物に指定されたものが2種あった。また既知薬物のうち検出後薬事法指定薬物に指定されたものが5種あった。検出された新規薬物は、naphyrone(1-(naphthalen-2-yl)-2-(pyrrolidin-1-yl)pentan-1-one), MPPP(1-(4-methylphenyl)-2-(1-pyrrolidinyl)propan-1-one), MDPBP(1-(benzo[d][1,3]dioxol-5-yl)-2-(pyrrolidin-1-yl)butan-1-one), 4MEC(2-(ethylamino)-1-(4-methylphenyl)propan-1-one), bk-MDBZ(1-(benzo[d][1,3]dioxol-5-yl)-2-(benzylamino)propan-1-one), buphedrone(2-(methylamino)-1-phenylbutan-1-one)および2,3-DCPP(1-(2,3-dichlorophenyl)piperazine)で、これらについてはTLC, LC/PDA, GC-EI/MS, HR-TOF/MS およびNMR から得られた種々のデータにより化学構造を決定した。

キーワード : 違法ドラッグ, naphyrone(1-(naphthalen-2-yl)-2-(pyrrolidin-1-yl)pentan-1-one), MPPP(1-(4-methylphenyl)-2-(1-pyrrolidinyl)propan-1-one), MDPBP(1-(benzo[d][1,3]dioxol-5-yl)-2-(pyrrolidin-1-yl)butan-1-one), 4MEC(2-(ethylamino)-1-(4-methylphenyl)propan-1-one), bk-MDBZ(1-(benzo[d][1,3]dioxol-5-yl)-2-(benzylamino)propan-1-one), buphedrone(2-(methylamino)-1-phenylbutan-1-one), 2,3-DCPP(1-(2,3-dichlorophenyl)piperazine)

はじめに

東京都は、平成17年4月1日に全国に先駆けて「東京都薬物の濫用防止に関する条例」を制定し、違法ドラッグの規制を行っている。平成19年4月には国の薬事法改正による指定薬物の指定により、取締りがいっそう強化された。このことは違法ドラッグ取扱店やインターネット販売サイトの減少をもたらしたが、販売方法が巧妙化し、その後も新規薬物の出現が後を絶たない。東京都は、平成8年から違法ドラッグの流通実態調査を開始し、毎年100を超えるドラッグ製品中の薬物分析調査を行い、その結果を報告している。本報は、平成22年度に行ったケミカル系ドラッグ46製品に関する調査において、東京都で新たに検出した薬物（以下新規検出薬物と略す）7種を含む検出薬物について報告する。

実験方法

1. 試薬および試液

標準品としては、2,3-ジクロロフェニルピペラジン塩酸塩（東京化成工業）、4-ブチロラクトン（関東化学）、2-フェネチルアミン（和光純薬工業）、ジフェニルプロリノール（東京化成工業）を用いた。市販の標準品がない場合は、既報¹⁾に従って薬物を検出した製品から薬物成分を単離精製したものをを用い、あるいは薬物を化学合成したものをを用いた。他の試薬はHPLC用および特級、試液は日局一般試験法および日局通則により調製したものをを用いた。

2. 試料

東京都薬事監視員が平成22年4月から平成23年3月に都内の違法ドラッグ販売店、露店あるいはインターネットで試買したケミカル系ドラッグ46製品を試料とした。

3. 分析方法

既報²⁻⁴⁾にしたがって、薄層クロマトグラフィー（以下TLCと略す）、フォトダイオードアレイ検出器付液体クロマトグラフィー（以下LC/PDAと略す）、高分解能飛行時間型質量分析法（以下HR-TOF/MSと略す）、電子イオン化質量分析計付ガスクロマトグラフィー（以下GC-EI/MSと略す）および核磁気共鳴スペクトル測定法（以下NMRと略す）を適宜組み合わせることで薬物の確認、同定を行った。

結果および考察

1. 平成22年度薬物分析調査結果

ケミカル系ドラッグ46製品のうち39製品から16種の薬物が検出された。その内訳は、薬事法指定薬物2種、新規検出薬物7種、その他既知薬物7種であった。新規検出薬物のうち検出後薬事法指定薬物に指定されたものが2種あった。また、既知薬物のうち検出後薬事法指定薬物に指定されたものが5種あった。これら以外に医薬品成分であるプロカインが検出された。調査対象製品には、2種類以上の薬物を含有するものが14製品あり、5種類の薬物を含有するものも1製品あった。検出された16種の薬物の略称並びにIUPAC名をTable 1に示す。新規検出薬物7種は、

^a 東京都健康安全研究センター医薬品部医薬品研究科
169-0073 東京都新宿区百人町3-24-1

^b 東京都健康安全研究センター医薬品部
169-0073 東京都新宿区百人町3-24-1

Table 1. The 16 Kinds of Drugs Detected from 46 Products Purchased in Fiscal Year 2010

| Abbreviated Name | IUPAC Name | Number of Detected Products | Note |
|--------------------------------------|--|-----------------------------|-----------------------|
| Diphenylpyrrolinol | Diphenyl(pyrrolidin-2-yl)methanol | 1 | Designated substances |
| 4MMC | 2-(Methylamino)-1-(4-methylphenyl)propan-1-one | 1 | |
| Naphyrone ¹⁾ | 1-(Naphthalen-2-yl)-2-(pyrrolidin-1-yl)pentan-1-one | 3 | |
| MPPP | 1-(4-Methylphenyl)-2-(1-pyrrolidinyl)propan-1-one | 6 | Newly detected |
| MDPBP | 1-(Benzo[d][1,3]dioxol-5-yl)-2-(pyrrolidin-1-yl)butan-1-one | 5 | |
| 4MEC ¹⁾ | 2-(Ethylamino)-1-(4-methylphenyl)propan-1-one | 11 | uncontrolled drugs |
| bk-MDBZ | 1-(Benzo[d][1,3]dioxol-5-yl)-2-(benzylamino)propan-1-one | 1 | |
| Buphedrone | 2-(Methylamino)-1-phenylbutan-1-one | 4 | |
| 2,3-DCPP | 1-(2,3-Dichlorophenyl)piperazine | 1 | |
| 4-Methoxymethcathinone ²⁾ | 1-(4-Methoxyphenyl)-2-(methylamino)propan-1-one | 14 | |
| 5-MeO-EPT ²⁾ | <i>N</i> -Ethyl- <i>N</i> -(2-(5-methoxy-1 <i>H</i> -indol-3-yl)ethyl)propan-1-amine | 5 | Repeatedly detected |
| ALEPH-4 ²⁾ | 1-(4-(Isopropylsulfanyl)-2,5-dimethoxyphenyl)propan-2-amine | 3 | uncontrolled drugs |
| 3FMC ²⁾ | 1-(3-Fluorophenyl)-2-(methylamino)propan-1-one | 1 | |
| 4FMC ¹⁾ | 1-(4-Fluorophenyl)-2-(methylamino)propan-1-one | 3 | |
| GBL | Dihydrofuran-2(3 <i>H</i>)-one | 1 | |
| PEA | 2-Phenethylamine | 1 | |

1) Controlled as designated substances from October 20, 2011 2) Controlled as designated substances from May 14, 2011

1-(naphthalen-2-yl)-2-(pyrrolidin-1-yl)pentan-1-one (以下 naphyrone と略す), 1-(4-methylphenyl)-2-(1-pyrrolidinyl)propan-1-one (以下 MPPP と略す), 1-(benzo[d][1,3]dioxol-5-yl)-2-(pyrrolidin-1-yl)butan-1-one (以下 MDPBP と略す), 2-(ethylamino)-1-(4-methylphenyl)propan-1-one (以下 4MEC と略す), 1-(benzo[d][1,3]dioxol-5-yl)-2-(benzylamino)propan-1-one (以下 bk-MDBZ と略す), 2-(methylamino)-1-phenylbutan-1-one (以下 buphedrone と略す) および 1-(2,3-dichlorophenyl)piperazine (以下 2,3-DCPP と略す) で、ピペラジン系薬物である 2,3-DCPP を除き、他の 6 種はすべてフェネチルアミン系薬物であった。なお、薬事法指定薬物については、別途報告⁵⁾する。

2. 新規検出薬物

Table 2. Formulas and HR-TOF/MS Data of Newly Detected Uncontrolled Drugs

| Abbreviated Name | Formula (Molecular Weight) | [M+H] ⁺ ion (Calcd.) <i>m/z</i> |
|------------------|---|--|
| Naphyrone | C ₁₉ H ₂₃ NO (281.39) | 282.1850 (282.1852) |
| MPPP | C ₁₄ H ₁₉ NO (217.31) | 218.1547 (218.1539) |
| MDPBP | C ₁₅ H ₁₉ NO ₃ (261.32) | 262.1433 (262.1438) |
| 4MEC | C ₁₂ H ₁₇ NO (191.27) | 192.1382 (192.1383) |
| bk-MDBZ | C ₁₇ H ₁₇ NO ₃ (283.33) | 284.1285 (284.1281) |
| Buphedrone | C ₁₁ H ₁₅ NO (177.24) | 178.1229 (178.1226) |
| 2,3-DCPP | C ₁₀ H ₁₂ N ₂ Cl ₂ (231.13) | 231.0444 (231.0450) |

新規検出薬物の化学構造式をFig. 1, PDAスペクトルをFig. 2, HR-TOF/MSの結果をTable 2, GC-EI/MSの結果をTable 3, NMRの結果をTable 4に示す。

1) Naphyrone

3製品から検出された。そのうちの2製品はnaphyroneのみの検出であった。

TLCの結果は、UV 365 nm照射でRf値0.52のスポットが蛍光を発した。またドラーゲンドルフ試薬-10%硫酸で呈色した。標準品も同様の結果を示した。LC/PDAにおいて保持時間25.9分のピークについて吸収スペクトルを見ると207, 255 および297 nm付近に吸収の極大があった。HR-TOF/MSで[M+H]⁺が*m/z* 282.1850に認められ、分子量281, 組成式C₁₉H₂₃NOと推定された。GC-EI/MSにより*m/z* 126にベースピークがあった。¹³C-NMRにおいてメチル炭素1本、メチレン炭素4本(2本が炭素2個分), メチン炭素8本, 4級炭素4本が観測された。δ 124.6~137.7 ppmに10個分の芳香族炭素が認められた。¹H-NMRにおいてδ 7.55~8.70 ppmに水素7個分の2-置換ナフタレン特有のシグナルが観測された。さらにHMQC, ¹H-¹H-COSY, HMBCを測定し、解析した結果naphyroneと決定した。

2) MPPP

6製品から検出された。MPPPのみを含有する製品はなく、2-5種の薬物の混合製品であった。製品から複数の薬物を検出した場合は単離精製¹⁾後、NMR, HR-TOF/MS等の測定に供した。

TLCにおける呈色試験の結果は、ドラーゲンドルフ試薬-10%硫酸でRf値0.33のスポットが呈色した。標準品も同様の結果を示した。LC/PDAにおいて保持時間17.7分のピークについて吸収スペクトルを見ると263 nm付近に

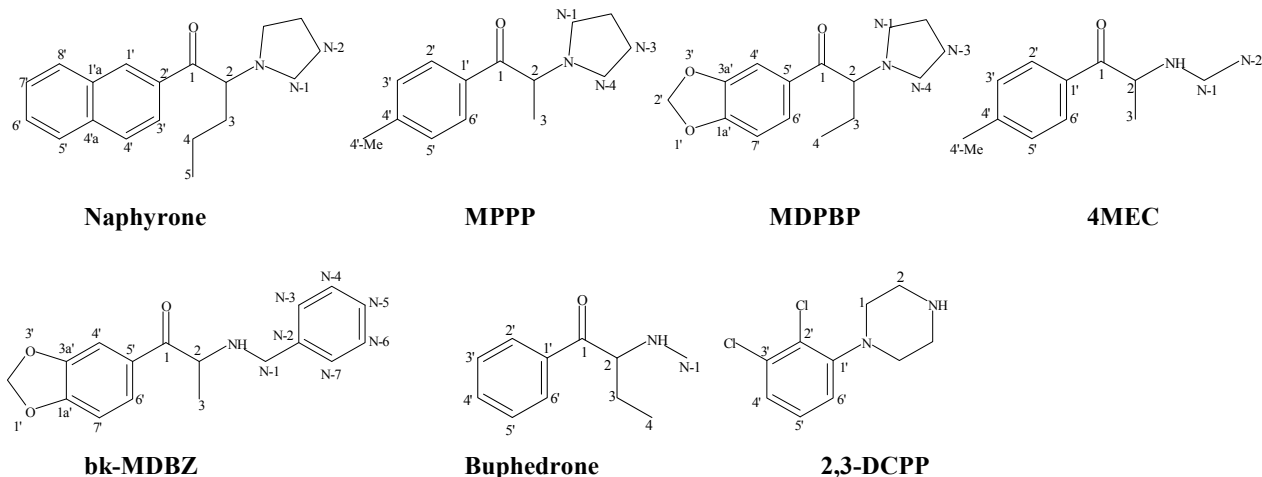


Fig. 1. Chemical Structures of Newly Detected Uncontrolled Drugs

吸収の極大があった。HR-TOF/MS で $[M+H]^+$ が m/z 218.1547 に認められ、分子量 217、組成式 $C_{14}H_{19}NO$ と推定された。GC-EI/MS により m/z 98 にベースピークがあった。 ^{13}C -NMR においてメチル炭素 2 本、メチレン炭素 4 本、メチン炭素 3 本 (2 本が炭素 2 個分)、4 級炭素 3 本が観測された。 δ 108.9~155.3 ppm に 6 個分の芳香族炭素が認められた。 1H -NMR において δ 7.33 ppm および 7.87 ppm に水素 4 個分の 1,4-置換ベンゼン特有のシグナルが観測された。さらに HMQC, 1H - 1H -COSY, HMBC を測定し、解析した結果 MPPP と決定した。

3) MDPBP

5 製品から検出された。MDPBP のみを含有する製品はなく、2-5 種の薬物の混合製品であった。

TLC の結果は、UV 365 nm 照射で Rf 値 0.30 のスポットが蛍光を発した。またドラーゲンドルフ試薬-10%硫酸で呈色した。標準品も同様の結果を示した。LC/PDA において保持時間 15.8 分のピークについて吸収スペクトルを見ると 236, 283 および 322 nm 付近に吸収の極大があった。HR-TOF/MAS で $[M+H]^+$ が m/z 262.1433 に認められ、分子量 261、組成式 $C_{15}H_{19}NO_3$ と推定された。GC-EI/MS により m/z 112 にベースピークがあった。 ^{13}C -NMR においてメチル炭素 1 本、メチレン炭素 6 本、メチン炭素 4 本、4 級炭素 4 本が観測された。 δ 108.9~155.3 ppm に 6 個分の芳香族炭素が認められた。 1H -NMR において δ 7.02~7.59 ppm に水素 3 個分の 1,2,4-置換ベンゼン特有のシグナルが観測された。さらに HMQC, 1H - 1H -COSY, HMBC を測定し、解析した結果 MDPBP と決定した。

4) 4MEC

11 製品から検出された。5 種の薬物を含有する製品もあったが、4MEC のみ含有するものは 3 製品あった。また、すべてが液体であった。

TLC における呈色試験の結果は、ドラーゲンドルフ試薬-

10%硫酸で Rf 値 0.52 のスポットが呈色した。標準品も同様の結果を示した。LC/PDA において保持時間 17.0 分のピークについて吸収スペクトルを見ると 262 nm 付近に吸収の極大があった。HR-TOF/MS で $[M+H]^+$ が m/z 192.1382 に認められ、分子量 191、組成式 $C_{12}H_{17}NO$ と推定された。GC-EI/MS により m/z 72 にベースピークがあった。 ^{13}C -NMR においてメチル炭素 3 本、メチレン炭素 1 本、メチン炭素 3 本 (2 本が炭素 2 個分)、4 級炭素 3 本が観測された。 δ 130.1~147.7 ppm に 6 個分の芳香族炭素が認められた。 1H -NMR において δ 7.41 ppm および 7.96 ppm に水素 4 個分の 1,4-置換ベンゼン特有のシグナルが観測された。さらに HMQC, 1H - 1H -COSY, HMBC を測定し、解析した結果 4MEC と決定した。

5) bk-MDBZ

1 製品から検出され、4 種の薬物を含有する製品であった。

TLC の結果は、UV 365 nm 照射で Rf 値 0.65 のスポットが蛍光を発した。またドラーゲンドルフ試薬-10%硫酸で呈色した。標準品も同様の結果を示した。LC/PDA において保持時間 22.2 分のピークについて吸収スペクトルを見ると 202, 235, 282 および 321 nm 付近に吸収の極大があった。HR-TOF/MS で $[M+H]^+$ が m/z 284.1285 に認められ、分子量 283、組成式 $C_{17}H_{17}NO_3$ と推定された。GC-EI/MS により m/z 91 にベースピークがあった。 ^{13}C -NMR においてメチル炭素 1 本、メチレン炭素 2 本、メチン炭素 7 本 (2 本が炭素 2 個分)、4 級炭素 5 本が観測された。 δ 104.0~155.0 ppm に 12 個分の芳香族炭素が認められた。 1H -NMR において δ 7.02~7.59 ppm に水素 3 個分の 1-置換ベンゼンおよび 1,2,4-置換ベンゼン特有のシグナルが観測された。さらに HMQC, 1H - 1H -COSY, HMBC を測定し、解析した結果 bk-MDBZ と決定した。現在 N-1 位のカップリングについて検討中である。

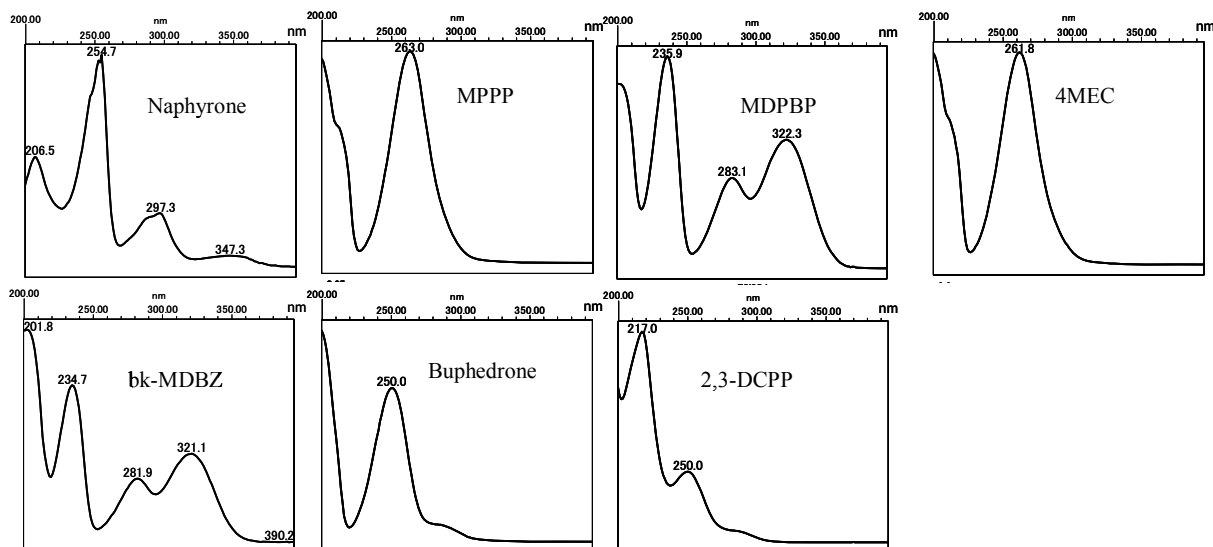


Fig. 2. PDA Spectra of Newly Detected Uncontrolled Drugs

Table 3. GC-EI/MS Fragment Ions of Newly Detected Uncontrolled Drugs

| Name | MS (m/z , %) |
|------------|---|
| Naphyrone | 281 (M^+ , 1), 127 (20), 126 (100), 96 (3), 55 (3) |
| MPPP | 217 (M^+ , 1), 99 (7), 98 (100), 91 (5), 56 (9) |
| MDPBP | 261 (M^+ , 1), 149 (4), 113 (8), 112 (100), 70 (4) |
| 4MEC | 191 (M^+ , 1), 119 (4), 91 (8), 72 (100), 44 (21), 42 (3) |
| bk-MDBZ | 282 ($[M-1]^+$, 1), 149 (10), 134 (77), 92 (8), 91 (100), 65 (13) |
| Buphedrone | 177 (M^+ , 1), 77 (11), 73 (5), 72 (100), 57 (9), 51 (5) |
| 2,3-DCPP | 231 (M^+ , 2), 195 (15), 190 (64), 188 (100), 172 (16), 56 (17) |

6) Buphedrone

4 製品から検出され、2 製品は buphedrone のみを含有する製品であった。

TLC における呈色試験の結果は、ドラーゲンドルフ試薬-10%硫酸で Rf 値 0.46 のスポットが呈色した。標準品も同様の結果を示した。LC/PDA において保持時間 13.8 分のピークについて吸収スペクトルを見ると 250 nm 付近に吸収の極大があった。HR-TOF/MS で $[M+H]^+$ が m/z 178.1229 に認められ、分子量 177, 組成式 $C_{11}H_{13}NO$ と推定された。GC-EI/MS により m/z 72 にベースピークがあった。 ^{13}C -NMR においてメチル炭素 2 本、メチレン炭素 1 本、メチン炭素 4 本 (2 本が炭素 2 個分)、4 級炭素 2 本が観測された。 δ 129.9~136.1 ppm に 6 個分の芳香族炭素が認められた。 1H -NMR において δ 7.60~8.06 ppm に水素 5 個分の 1-置換ベンゼン特有のシグナルが観測された。さらに HMQC, 1H - 1H -COSY, HMBC を測定し、解析した結果 buphedrone と決定した。

7) 2,3-DCPP

1 製品から検出され、2,3-DCPP のみを含有する製品であった。

TLC における呈色試験の結果は、ドラーゲンドルフ試薬-10%硫酸で Rf 値 0.50 のスポットが呈色した。標準品も同

様の結果を示した。LC/PDA において保持時間 23.1 分のピークについて吸収スペクトルを見ると 217 および 250 nm 付近に吸収の極大があった。HR-TOF/MS で $[M+H]^+$ が m/z 231.0444 に認められ、分子量 231, 組成式 $C_{10}H_{12}N_2Cl_2$ と推定された。GC-EI/MS により m/z 188 にベースピークがあった。 ^{13}C -NMR においてメチレン炭素 2 本 (2 本が炭素 2 個分)、メチン炭素 3 本、4 級炭素 3 本が観測された。 δ 118.6~151.6 ppm に 6 個分の芳香族炭素が認められた。 1H -NMR において δ 6.88~7.08 ppm に水素 3 個分の芳香族特有のシグナルが観測された。さらに HMQC, 1H - 1H -COSY, HMBC を測定し、解析した結果 2,3-DCPP と決定した。

ま と め

- 平成 22 年度にケミカル系ドラッグ 46 製品の薬物分析調査を行った結果、39 製品から 16 種の薬物が検出された。検出薬物は、薬事法指定薬物が 2 種、新規検出薬物が 7 種で、このうちの 2 種が検出後に薬事法指定薬物に指定された。このほか検出された既知薬物 7 種のうち、検出後に薬事法指定薬物に指定されたものが 5 種あった。25 製品は 1 種類の薬物のみを含有であったが、残りは 2 種以上の薬物を含有し、5 種類以上含有するものが 1 製品あった。
- 新規検出薬物 7 種について TLC, LC/PDA, HR-TOF/MS, GC-EI/MS, および NMR により構造解析を行い naphyrone, MPPP, MDPBP, 4MEC, bk-MDBZ, buphedrone および 2,3-DCPP と決定した。
- 試買調査を行うことによって、都内での薬物の流通実態を把握することができた。薬事法で指定薬物が定められると、その検出頻度は少なくなるが、一方で新たな薬物が検出される事例が後を絶たない。また最近では合成カンナビノイドの流行も懸念されており、今後も引き続き注意深く薬物分析調査を行う必要がある。

Table 4. NMR Data of Newly Detected Uncontrolled Drugs

| Napyrone in CDCl ₃ | | | MDPBP in CD ₃ OD | | | bk-MDBZ in CD ₃ OD | | |
|-------------------------------|---------------------|--------------------------|----------------------------------|-----------------------|---|-------------------------------|-----------------------|--------------------------------|
| ¹³ C | ¹ H | | ¹³ C | ¹ H | | ¹³ C | ¹ H | |
| 1 | 201.2 | | 1 | 194.8 | | 1 | 194.8 | |
| 2 | 69.0 | 4.07 (dd, J=8.6, 4.6 Hz) | 2 | 70.8 | 5.27 (t, J=5.1 Hz) | 2 | 59.0 | 5.12 (m) |
| 3 | 33.2 | 1.80 (m), 1.97 (m) | 3 | 24.8 | 2.12 (m) | 3 | 17.2 | 1.60 (d, J=6.9 Hz) |
| 4 | 19.5 | 1.29 (tq, J=8.6, 7.5 Hz) | 4 | 8.5 | 0.86 (t, J=7.5 Hz) | 1'a | 155.0 | |
| 5 | 14.4 | 0.87 (t, J=7.5 Hz) | 1'a | 155.3 | | 2' | 104.0 | 6.11 (s) |
| 1'a | 132.7 | | 2' | 104.1 | 6.12 (s) | 3'a | 150.3 | |
| 1' | 130.3 | 8.70 (br.s) | 3'a | 150.4 | | 4' | 109.0 | 7.48 (1H, d, J=1.7 Hz) |
| 2' | 134.6 | | 4' | 108.9 | 7.51 (d, J=2.2 Hz) | 5' | 128.8 | |
| 3' | 124.6 | 8.14 (dd, J=8.6, 1.7 Hz) | 5' | 130.1 | | 6' | 127.2 | 7.68 (dd, J=6.9, 1.2 Hz) |
| 4' | 128.4 ^{a)} | 7.89 (br.d, J=8.6 Hz) | 6' | 127.4 | 7.59 (dd, J=8.0, 2.2 Hz) | 7' | 109.5 | 7.00 (d, J=8.6 Hz) |
| 4'a | 135.7 | | 7' | 109.5 | 7.02 (d, J=8.0 Hz) | N-1 | 51.1 | 4.19 (2H, dd, J=35.5, 12.6 Hz) |
| 5' | 127.8 | 7.87 (br.d, J=8.0 Hz) | N-1 ^{a)} | 56.3 | 3.65 (m), 3.02 (m) | N-2 | 132.5 | |
| 6' | 128.5 ^{a)} | 7.60 (dt, J=8.0, 1.2 Hz) | N-4 ^{a)} | 53.0 | 3.69 (m), 3.32 (m) | N-3,7 | 131.2 | 7.51 (m) |
| 7' | 126.7 | 7.55 (dt, J=8.0, 1.2 Hz) | N-2 | }24.0, 24.2 }2.13 (m) | | N-4,6 | 130.3 | 7.45 (m) |
| 8' | 129.8 | 7.98 (br.d, J=8.0 Hz) | N-3 | | | N-5 | 130.8 | 7.43 (m) |
| N-1 | 51.2 | 2.64 (m), 2.75 (m) | a)interchangeable | | | | | |
| N-2 | 23.6 | 1.78 (br.t, J=6.3 Hz) | | | | | | |
| a)interchangeable | | | | | | | | |
| 4MEC in CD ₃ OD | | | Buphedrone in CD ₃ OD | | | MPPP in CD ₃ OD | | |
| ¹³ C | ¹ H | | ¹³ C | ¹ H | | ¹³ C | ¹ H | |
| 1 | 196.5 | | 1 | 196.6 | | 1 | 196.7 | |
| 2 | 59.0 | 5.10 (q, J=7.4 Hz) | 2 | 65.4 | 5.16 (t, J=5.2 Hz) | 2 | 66.7 | 5.20 (q, J=6.8 Hz) |
| 3 | 16.7 | 1.56 (d, J=7.4 Hz) | 3 | 24.4 | 2.11 (qd, J=7.4, 5.2 Hz), 2.04 (qd, J=7.4, 5.2 Hz) | 3 | 17.0 | 1.52 (d, J=6.8 Hz) |
| 1' | 131.7 | | 4 | 8.4 | 0.89 (t, J=7.4 Hz) | 1' | 131.7 | |
| 2',6' | 130.1 | 7.96 (d, J=8.6 Hz) | 1' | 135.1 | | 2',6' | 131.1 | 7.87 (d, J=8.6 Hz) |
| 3',5' | 131.0 | 7.41 (d, J=8.6 Hz) | 2',6' | 129.9 | 8.06 (d, J=8.6 Hz) | 3',5' | 130.2 | 7.33 (d, J=8.0 Hz) |
| 4' | 147.7 | | 3',5' | 130.4 | 7.60 (t, J=7.4 Hz) | 4' | 147.9 | |
| 4'-Me | 21.7 | 2.44 (s) | 4' | 136.1 | 7.74 (t, J=7.4 Hz) | N-1 | 55.7 | 2.96 (m), 3.62 (m) |
| N-1 | 42.4 | 3.15 (m), 3.06 (m) | N-1 | 32.5 | 2.74 (s) | N-4 | 53.2 | 3.22 (m), 3.64 (m) |
| N-2 | 11.7 | 1.36 (t, J=7.4 Hz) | | | | N-2 | }24.2, 24.3 }2.05 (m) | |
| | | | | | | N-3 | | |
| | | | | | | 4'-Me | 21.7 | 2.36 (s) |
| 2,3-DCPP in CDCl ₃ | | | | | | | | |
| ¹³ C | ¹ H | | | | | | | |
| 1 | 52.6 | 2.95 (br.t, J=4.6 Hz) | | | | | | |
| 2 | 46.1 | 3.00 (br.t, J=4.6 Hz) | | | | | | |
| 1' | 151.6 | | | | | | | |
| 2' | 127.4 | | | | | | | |
| 3' | 134.0 | | | | | | | |
| 4' | 118.6 | 6.88 (dd, J=6.3, 3.5 Hz) | | | | | | |
| 5' | 127.6 | | | | | | | |
| 6' | 124.5 | }7.08 ^{a)} | | | | | | |
| N-H | | 2.21 (s) | | | | | | |
| a)overlapped | | | | | | | | |

文 献

- 1) 瀬戸隆子, 高橋美佐子, 長嶋真知子, 他: 東京健安研七年報, **56**, 75-80, 2005.
- 2) 長嶋真知子, 瀬戸隆子, 高橋美佐子, 他: 東京健安研七年報, **55**, 67-71, 2004.
- 3) 長嶋真知子, 瀬戸隆子, 高橋美佐子, 他: 東京健安研七年報, **56**, 59-64, 2005.
- 4) 鈴木 仁, 高橋美佐子, 瀬戸隆子, 他: 東京健安研七年報, **57**, 115-120, 2006.
- 5) 吉田正雄, 鈴木 仁, 高橋美佐子, 他: 東京健安研七年報, **62**, 107-114, 2011.

Analysis of Uncontrolled Drugs Purchased in the Fiscal Year 2010

Machiko NAGASHIMA^a, Jin SUZUKI^a, Takako MORIYASU^a, Masao YOSHIDA^a,
Masako SHIMIZU^a, Tomoko HAMANO^a and Dai NAKAE^a

Thirty-nine drugs were detected during the analysis of 46 products purchased in Tokyo during the fiscal year 2010. The detected drugs included 7 newly detected uncontrolled drugs, 2 designated substances, and 7 repeatedly detected uncontrolled drugs. The newly detected uncontrolled drugs were as follows: naphyrone(1-(naphthalen-2-yl)-2-(pyrrolidin-1-yl)pentan-1-one), MPPP(1-(4-methylphenyl)-2-(1-pyrrolidinyl)propan-1-one), MDPBP(1-(benzo[*d*][1,3]dioxol-5-yl)-2-(pyrrolidin-1-yl)butan-1-one), 4MEC(2-(ethylamino)-1-(4-methylphenyl)propan-1-one), bk-MDBZ(1-(benzo[*d*][1,3]dioxol-5-yl)-2-(benzylamino)propan-1-one), buphedrone(2-(methylamino)-1-phenylbutan-1-one), and 2,3-DCPP(1-(2,3-dichlorophenyl)piperazine). The structure of each compound was identified by a combination of thin-layer chromatography (TLC), liquid chromatography with photodiode array detection (LC/PDA), gas chromatography with electrospray ionization and mass spectrometry (GC-EI/MS), high-resolution time-of-flight mass spectrometry (HR-TOF/MS), and nuclear magnetic resonance (NMR) analyses.

Keywords: Uncontrolled Drugs, naphyrone(1-(naphthalen-2-yl)-2-(pyrrolidin-1-yl)pentan-1-one), MPPP(1-(4-methylphenyl)-2-(1-pyrrolidinyl)propan-1-one), MDPBP(1-(benzo[*d*][1,3]dioxol-5-yl)-2-(pyrrolidin-1-yl)butan-1-one), 4MEC(2-(ethylamino)-1-(4-methylphenyl)propan-1-one), bk-MDBZ(1-(benzo[*d*][1,3]dioxol-5-yl)-2-(benzylamino)propan-1-one), buphedrone(2-(methylamino)-1-phenylbutan-1-one), 2,3-DCPP(1-(2,3-dichlorophenyl)piperazine)

^a Tokyo Metropolitan Institute of Public Health
3-24-1, Hyakunin-cho, Shinjuku-ku, Tokyo 169-0073, Japan