

고체상추출과 GC/MS를 이용한 소변 중 암페타민계 마약성분 동시분석법

정재철* · 김진영 · 인문교 · 정원조¹

대검찰청 마약감식실, ¹인하대학교 화학과
(2007. 8. 28. 접수. 2007. 11. 19. 승인)

Simultaneous determination of amphetamine-like drugs in human urine by SPE and GC/MS

Jae Chul Cheong*, Jin Young Kim, Moon Kyo In and Won Jo Cheong¹

Drug Analysis Laboratory, Forensic Science Division, Supreme Prosecutors' Office, 706 Banporo,
Seochogu, Seoul 137-730, Korea

¹Department of Chemistry, Inha University, Incheon 402-751, Korea

(Received August 28, 2007; Accepted November 19, 2007)

요 약: 소변 중 암페타민계 5성분(amphetamine; AP, methamphetamine; MA, 3,4-methylenedioxyamphetamine; MDA, 3,4-methylenedioxymethamphetamine; MDMA, 3,4-methylenedioxyethylamphetamine; MDEA)의 동시분석을 위하여 기존의 액체상추출(liquid-liquid extraction; LLE) 방법과는 달리 감정과정의 자동화가 가능한 고체상추출(solid-phase extraction, SPE) 방법을 도입하였다. 시험관에 소변 3 mL와 0.1 M 인산완충액 1 mL (pH 7.0)를 넣고, 자동추출장치를 이용하여 추출하고, 증발·건고하여 유도체화 한 다음 GC/MS로 분석하였다. 그 결과 검정곡선의 직선성 상관계수 (r^2)는 AP와 MDA [농도범위 34.0 (AP), 28.0 (MDA)~1000.0 ng/mL] 및 MA, MDMA, MDEA (농도범위 50.0~2000.0 ng/mL)에서 0.994 이상으로 나타났다. 그리고 각 성분들의 검출한계 (LOD)는 4.0~10.0 ng/mL 범위였고, 정량한계 (LOQ)는 12.0~34.0 ng/mL 범위였다. 상대 회수율은 5성분 모두 93.5~107.7%로 측정되었다. 정밀도 (precision)와 정확도 (accuracy)는 각각 1.9~14.8%와 -8.7~14.8% 범위 값을 나타냈다. 본 실험방법을 실제 남용자 소변에 적용한 결과 메스암페타민 또는 엑스터시 투약자를 신속하고 정확하게 동시에 확인할 수 있었다.

Abstract: Although liquid-liquid extraction (LLE) method has been used routinely for the analysis of amphetamine-like drugs (amphetamine; AP, methamphetamine; MA, 3,4-methylenedioxyamphetamine; MDA, 3,4-methylenedioxymethamphetamine; MDMA, 3,4-methylenedioxyethylamphetamine; MDEA), a solid-phase extraction (SPE) method, which can be automated, was applied for the simultaneous determination by GC/MS in human urine. Urine samples (3 mL) and 0.1 M phosphate buffer (1 mL, pH 7.0) were extracted by an automated SPE system. The eluent was evaporated, derivatized with trifluoroacetic anhydride (TFAA), and analyzed by GC/MS. The calibration curves was linear with correlation coefficient (r^2) above 0.994 in the ranges

★ Corresponding author

Phone : +82-(0)2-535-4173 Fax : +82-(0)2-535-4175

E-mail : saturn_jjc@spo.go.kr

of 34.0 (AP), 28.0 (MDA)~1000.0 ng/mL for AP, MDA, and 50.0~2000.0 ng/mL for MA, MDMA, and MDEA. The limits of detection ranged from 4.0 to 10.0 ng/mL, and the limits of quantitation ranged from 12.0 to 34.0 ng/mL. The relative recoveries were 93.5~107.7 %. The precisions and accuracies were 1.9~14.8 % and -8.7~14.8 %, respectively. The present method was successfully applied to identify the MA or Ecstasy (MDMA) abusers in exact as well as rapid.

Key words: Methamphetamine, Ecstasy (MDMA), SPE, GC/MS, urine

1. 서 론

암페타민계 성분인, amphetamine (AP), methamphetamine (MA), 3,4-methylenedioxyamphetamine (MDA), 3,4-methylenedioxyamphetamine (MDMA), 3,4-methylenedioxyethylamphetamine (MDEA)은 메스암페타민 (MA) 및 MDMA (일명 엑스터시) 투약 여부를 확인하는 경우 분석되는 성분들이다. 이 성분들은 중추신경 흥분 효과가 있는 향정신성의약품으로 모두 마약류관리법 규제약물이며, 남용할 경우 환각증상, 흥분, 정신이상, 혈압상승, 불면증과 같은 약리작용을 나타내는 것으로 알려져 있다.¹⁻⁵ MA 성분은 우리나라에서 가장 많이 남용되는 마약류이며,⁶ MDMA 성분은 2000년 유학생과 국내 거주 외국인부터 시작하여 최근에는 일반인까지 남용이 확산되고 있는 마약성분이다.³ AP와 MDA는 그 자체가 남용 성분이 되기도 하지만 각각 MA와 MDMA의 생체 대사산물이다. MDEA 성분은 투약하면 대사체로 MDA 성분이 생성되므로 MDMA와 MDEA 중 어느 성분을 투약하였는지를 확인하려면 두 성분을 동시에 분석하여야만 구분이 가능하다.^{7,9} MA와 MDMA 투약 여부를 소변을 이용하여 확인할 수 있는 가능기간은 투약 후 약 5-10 일 정도로 알려져 있다.^{3,10}

소변에서 MA를 포함하여 상기 5종의 마약성분을 동시에 분석하는 방법은 일반적으로 액체상추출법 (Liquid-Liquid Extraction, LLE)이나 고체상추출법 (Solid Phase Extraction, SPE)으로 추출한 후, 유도체화 하여 기체크로마토그래피/질량분석기(GC/MS)를 이용하여 분석한다. SPE 방법은 LLE 방법보다 정제 효과가 우수하고, 처리시간이 짧으며, 조작이 간편한 장점이 있다. 그러므로 다량의 시료를 신속하고 정확하게 처리해야 하는 법과학 및 환경 분야 등에서 많이 사용되고 있다.^{5,11} 현재까지 이들의 분석은 주로 LLE 방법에 의하여 수행되었으나, LLE 방법은 소변의 pH를 조절하고, 추출용매를 넣은 후 진탕 추출하

고, 유기층을 원심분리 하는 모든 과정을 사람이 직접 관여하므로 많은 시료를 짧은 시간에 처리하기에는 한계가 있다. 마약감정 업무는 신속하면서도 정확해야 하는 업무 특성 때문에 자동화시스템 구축이 필요하다. 소변으로부터 암페타민계 성분을 추출하는 지금까지의 SPE방법은¹²⁻¹⁷ 단일 추출용매가 아닌 혼합된 추출용매를 사용하거나, 추출과정 단계가 많아 효율성 면에서 MA 및 MDMA 감정에 그대로 적용하기는 어려웠다.

따라서 본 연구는 소변을 이용하여 MA 또는 MDMA 투약 여부를 확인하기 위하여 기존의 LLE 추출법 대신에 SPE 방법을 적용하여, 5종 마약성분 (AP, MA, MDA, MDMA, MDEA)을 자동으로 추출하여 분석하는 감정방법을 제시하였다. 또한 개발된 감정방법을 메스암페타민 또는 엑스터시 실제 투약 혐의자의 소변에 적용한 결과 이들 성분을 신속하고 정확하게 분석할 수 있었다.

2. 실험

2.1. 시약 및 재료

표준물질 (±)-amphetamine (AP), (±)-methamphetamine (MA), (±)-3,4-methylenedioxyamphetamine (MDA), (±)-3,4-methylenedioxyamphetamine (MDMA), (±) 3,4-methylenedioxyethylamphetamine (MDEA)는 Cerilliant 사 (Austin, TX, USA)에서, 내부표준물질 (±)-P-chloroamphetamine는 Sigma사 (St. Louis, MO, USA)에서 구입하였다. SPE 카트리지는 Waters사 (Milford, MA, USA) Oasis HLB 카트리지 (60 mg, 3 cc)를 사용하였다. 유도체 시약으로 사용된 trifluoroacetic anhydride (TFAA)는 Sigma-Aldrich사 (St. Louis, MO, USA)에서 구입하였다. 추출에 사용된 메탄올과 에틸아세테이트는 Mallinckrodt Baker사 (Phillipsburg, NJ, USA)에서 구입하였으며, 용매와 시약은 모두 특급을 사용하였다. 표준용액은 1 mg/mL 농도로 된 각 표준물질을 메탄

올에 녹여 MA, MDMA, MDEA 성분은 100, 10, 1 $\mu\text{g/mL}$ 농도로, AP, MDA 성분은 50, 5, 0.5 $\mu\text{g/mL}$ 농도로 각각 희석하여 제조하였다. 내부표준용액은 분말로 된 내부표준물질을 메탄올에 녹여 10 $\mu\text{g/mL}$ 로 희석시켜 사용하였다. 표준용액은 사용 전까지 -20°C 에 보관하였다.

2.2. 분석기기 및 작동조건

SPE 장비는 Caliper Life Science사 (Hopkinton, MA, USA)의 자동 RapidTrace를 사용하였으며, pH meter는 Orion Research사 (Boston, MA, USA)의 420A 모델을 사용하였다. 분석기기는 미국 Hewlett-Packard사의 HP 6890 Series Gas Chromatograph/HP 5973 Mass Selective Detector이 사용되었으며, 시료 자동주입기는 HP 6890 series injector를 사용하였다. 분석 컬럼은 미국 Agilent Technologies사의 DB-5MS (30 $\text{m} \times 0.25 \text{ mm I.D.}$, 0.25 mm film thickness)를 사용하였다. 운반기체는 유속 1.0 mL/min의 헬륨 가스를 사용하였다. 컬럼 온도는 110 에서 2분간 유지시킨 후 280°C 까지는 15°C/min 속도로 온도를 높이고, 그 후 290°C 까지는 30°C/min 속도로 승온 하고 3분 동안 유지시켰다. 주입구와 검출기의 온도는 각각 250°C 와 280°C 로 설정하였다. 시료 주입은 분할 주입방식 (split mode)을 적용하였으며, 각 성분에 대한 이온 검출 방법으로는 선택적 이온 검출법(selected ion monitoring)을 적용하였다.

2.3. 시료

본 연구에 사용된 시료는 일선 마약수사팀에서 의뢰한 메스암페타민 또는 엑스터시 남용자 14명의 소변을 시료로 사용하였다. 시료는 사용 전까지 -64°C 초저온 냉장고에 보관하였다.

2.4. 실험방법

2.4.1. 시료 pH에 따른 각 성분 절대 회수율 비교
SPE 방법에서 시료의 pH는 성분의 추출효율에 영향을 미치는 중요한 요인 중 하나이다. 선택한 SPE 카트리지에 시료 pH 변화에 따른 절대 회수율 (absolute recovery)을 비교하여 상기 5종 성분을 동시에 추출 할 수 있는 최적의 적정 pH를 선정하고자 하였다. 실험에 사용된 소변은 마약성분 투약 사실이 없는 성인 남자 소변을 채취하여 대조 소변(blank urine)으로 하였다. 그리고 대조 소변에 각 성분 표준용액을 첨가하여 0.3 $\mu\text{g/mL}$ 농도가 되도록 하여 절대 회수율

비교용 시료를 제조하였다. 대조 소변의 pH는 6이었으며, 0.1 M NaOH 용액을 가하여 pH가 7, 8, 11이 되도록 조정하였다. 실험은 pH별로 제조된 각 시료 3 mL를 시험관(16 \times 100 mm)에 넣고 자동 SPE 장비에 장착 한 후에 '2.4.2.'항의 고체상추출 및 유도체화 조건에 따라 실시하였다. pH별 절대 회수율 결과는 각각 성분의 크로마토그램 면적을 5회 반복 비교하였다.

2.4.2. 고체상추출 및 유도체화

시료 3 mL를 시험관에 넣은 후, 10 $\mu\text{g/mL}$ 농도의 내부표준물질(chloroamphetamine; Cl-AP) 50 mL를 첨가한다. 0.1 M 인산완충액 1 mL (pH 7.0)를 첨가한 후 교반기를 이용하여 혼합한 후, 시료를 자동 SPE 장비에 장착한다. 카트리지를 사용하여 3 mL의 메탄올을 22 mL/min 속도로, 3 mL 증류수를 12 mL/min 속도로 순서대로 흘려줘 카트리지를 활성화시킨다. 활성화된 카트리지에 7 mL/min 속도로 시료를 흘려준다. 그 다음 증류수 2 mL를 15 mL/min 속도로 흘려 세척 한 후, 카트리지를 질소 가스로 2분 간 건조시킨다. 추출용매 메탄올 3 mL를 3 mL/min 속도로 주입하여 각 성분들을 추출한다. 카트리지에서 유출된 추출액을 45°C 의 수욕조와 질소 가스(31 kPa) 하에 증발 · 건조시킨다.

유도체화 방법으로는 위의 시험관 안의 잔사에 ethyl acetate 50 mL와 유도체시약 TFAA 50 mL를 첨가 한 후 70°C 에서 15분 동안 반응을 시킨다. 반응액을 상온으로 냉각하고 건조한 후 50 μL 의 ethyl acetate로 용해시켜 GC/MS에 1 μL 를 주입하여 분석한다.

2.4.3. 검정실험

MA, MDMA, MDEA 성분은 100, 10, 1 $\mu\text{g/mL}$ 농도로, AP, MDA 성분은 50, 5, 0.5 $\mu\text{g/mL}$ 농도로 희석된 표준용액을 이용하여 검정곡선을 작성하였다. 검정곡선 작성용 표준액은 AP, MDA는 34 (28; MDA), 50, 150, 300, 500, 1000 ng/mL의 농도로, MA, MDMA, MDEA는 50, 100, 300, 600, 1000, 2000 ng/mL의 농도가 되도록 하였다. 검정곡선 작성용 표준액은 대조 소변 3 mL에 각각의 농도에 맞추어 표준용액을 첨가하고 질소 하에 증발시킨 후, 각각의 농도에 내부표준용액 50 mL를 첨가하여 앞서 기술한 분석방법을 이용하여 실험하였다.

검출한계(limit of detection, LOD)는 대조 소변을 10회 분석한 결과와 서로 비교하여 신호대 잡음비 (signal/noise, S/N)가 3 이상인 농도를 검출한계 값으

로 정하였고, 정량한계(limit of quantitation, LOQ)는 S/N 비가 10 이상인 값을 정량한계 값으로 정하였다.

상대 회수율(relative recovery)은 대조 소변에 표준 용액을 이용하여 AP, MDA는 75, 350, 750 ng/mL 농도로 각각 첨가하고, MA, MDMA, MDEA는 75, 700, 1500 ng/mL 농도가 되도록 각각 첨가한 후 시료 처리 방법과 동일한 방법으로 분석하였다. 상대 회수율은 대조 소변에 표준용액을 첨가하여 추출 한 후 분석한 결과와 대조 소변을 추출 한 후 표준용액을 첨가하여 분석한 결과를 상호 비교하여 구하였다.

정밀도(precision)와 정확도(accuracy)는 회수율 실험에서 사용된 각각의 농도를 사용하여 시료와 동일한 방법으로 처리하고 분석하여 측정하였다. 정밀도는 각각의 농도에서 측정된 값들을 비교하여 구하였으며, 그 결과는 변동계수(coefficient of variance, % CV)로 나타났다. 그리고 정확도는 분석하여 얻은 측정농도(calculated concentration)와 명목농도(nominal concentration)를 비교하여 계산하였다. 그 결과는 치우침값(% bias)으로 나타났다. 정밀도와 정확도의 실험일내(intra-day) 측정은 하루 동안 3회 실시하였으며, 실험 일간(inter-day) 측정은 3일 동안 실시하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 시료 pH에 따른 각 성분 절대 회수율 비교

본 연구에 사용된 SPE 카트리지로 시료 pH 변화에 따른 각 성분의 절대 회수율을 비교한 결과는 Fig. 1에 나타났다. 절대 회수율을 비교한 결과, pH 6에서 AP, MA 성분이 가장 높은 회수율을 나타냈으나, MDA, MDMA, MDEA 성분은 낮았다. pH 8에서는 반대로 MDA, MDMA, MDEA 성분은 높았으나, AP, MA 성분은 낮았다. 그리고 pH 7에서는 5성분의 동시 회수율이 양호하였다. pH 11에서는 모든 성분에서 회

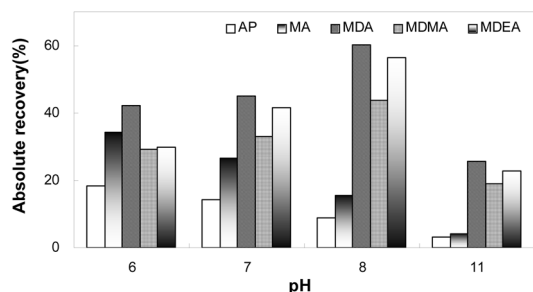


Fig. 1. Comparison of recoveries of each analyte on different extraction pH.

수율이 낮았다.

3.2. 특성이온 선정

각 성분들의 화학구조식에 아민기(-NH)가 포함되어 있어 분리관 내벽에 흡착이 일어나 분리가 쉽지 않다. 따라서 성분의 분리와 감도를 향상시키기 위해서는 아민기를 비극성 성질로 전환해주는 유도체화 과정이 필요하다. 이를 위해 유도체 시약 trifluoro-acetic anhydrid (TFAA)을 사용하여 유도체화 후 분석하였다. Table 1은 유도체화된 5종 성분의 표준물질과 내부표준물질의 정량 및 정성 이온들을 나타낸 것이다. Fig. 2의 (A)는 대조 소변의 크로마토그램으로 대조 소변에 표준용액을 첨가한 크로마토그램 (B)와 비교시 동일한 위치의 머무름 시간에서 방해물질이 나타나지 않았다. 또한 Fig. 3의 질량 스펙트럼으로부터 각 성분 TFA-AP (m/z 140, 118, 91), TFA-MA (m/z 154, 118, 91), TFA-MDA (m/z 275, 162, 135), TFA-MDMA (m/z 289, 162, 154), TFA-MDEA (m/z 303, 168, 162)와 내부표준물질 TFA-Cl-AP (m/z 152, 140, 125)의 특성이온들을 확인하였다.

3.3. 실험방법의 유효성 검증

암페타민계 각 대상성분에 대한 검정곡선은 각 정

Table 1. Characteristic ions of trifluoroacetyl (TFA) derivatives

Compounds	Molecular weight	Characteristic ions (m/z)
TFA-AP	231	<u>140</u> ^a , 118, 91
TFA-MA	245	<u>154</u> , 118, 91
TFA-MDA	275	<u>135</u> , 162, 275
TFA-MDMA	289	<u>154</u> , 162, 289
TFA-MDEA	303	<u>168</u> , 162, 303
TFA-Cl-AP (IS ^b)	265	<u>140</u> , 152, 125

^aUnderlined ion used for the quantitation

^bInternal standard

Table 2. Results of linearity, limit of detection, and limit of quantitation

	Concentration range (ng/mL)	Linearity (r^2)	LOD ^a	LOQ ^b
AP	34.0~1000.0	0.998	10.0	34.0
MDA	28.0~1000.0	0.999	5.0	28.0
MA	50.0~2000.0	0.997	5.0	17.0
MDMA	50.0~2000.0	0.994	7.0	23.0
MDEA	50.0~2000.0	0.996	4.0	12.0

^aLimit of detection ^bLimit of quantitation

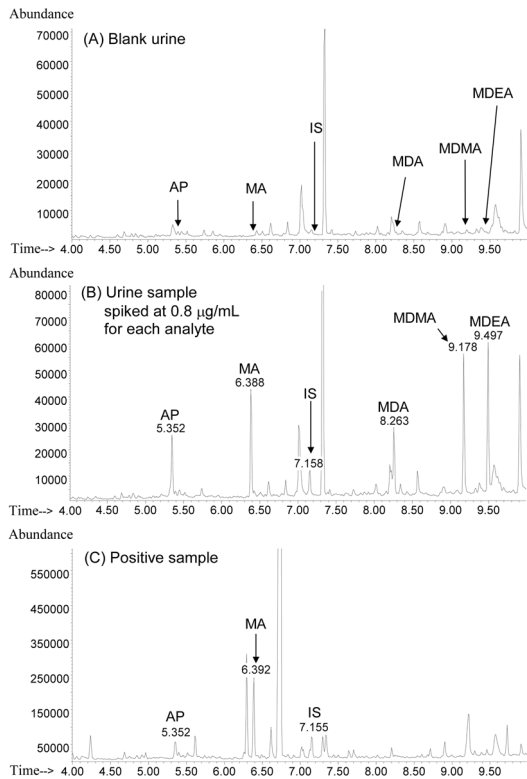


Fig. 2. Total ion chromatograms of five analytes and an internal standard (IS).

Table 3. Results of recovery, accuracy, and precision (n=3)

Concentration (ng/mL)	Relative recovery (%, Mean±SD ^a)	Accuracy ^b		Precision ^c	
		Intra-day	Inter-day	Intra-day	Inter-day
AP					
75	93.8±5.4	1.2	6.9	10.1	9.0
350	103.7±4.8	10.0	9.3	9.1	13.1
700	96.2±6.9	8.2	-0.3	6.2	12.6
MDA					
75	96.8±4.4	-8.7	8.1	7.4	12.6
350	95.6±2.7	-1.1	5.6	9.8	12.8
700	93.5±3.5	-2.1	-2.0	5.5	13.0
MA					
75	100.3±1.2	8.5	-3.0	6.5	10.1
750	107.7±10.7	0.1	3.7	8.8	1.9
1500	104.1±5.3	3.3	-1.9	9.5	5.9
MDMA					
75	100.8±5.0	-6.2	7.2	8.0	11.3
750	100.7±4.5	-1.8	8.9	13.7	11.6
1500	98.2±4.5	-7.5	-0.7	9.8	11.8
MDEA					
75	105.1±4.3	-3.5	14.8	2.1	10.1
750	99.3±6.3	-0.2	13.8	14.8	13.3
1500	102.1±3.2	-3.2	3.1	8.9	10.6

^aStandard deviation

^bCalculated as [(mean calculated concentration-nominal concentration)/nominal concentration]×100 (% bias)

^cCalculated as (standard deviation/mean)×100, expressed as the coefficient of variance (% CV)

량범위 내에서 상관계수 (r^2) 0.994 이상의 직선성을 나타냈다(Table 2). 검출한계(LOD)는 AP 10.0 ng/mL, MA 5.0 ng/mL, MDA 8.0 ng/mL, MDMA 7.0 ng/mL, 그리고 MDEA 4.0 ng/mL 농도로 측정되었으며, 정량한계(LOQ)는 AP 34.0 ng/mL, MA 17.0 ng/mL, MDA 28.0 ng/mL, MDMA 23.0 ng/mL, 그리고 MDEA 12.0 ng/mL 농도로 측정되었다.

상대 회수율은 AP 93.8~103.7 %, MA 100.3~107.7 %, MDA 93.5~96.8 %, MDMA 98.2~100.8 %, 그리고 MDEA 99.3~105.1 %로 측정되었다(Table 3). 정확도(accuracy)의 경우, 시험일내(intra-day) 치우침 값은 AP 1.2~10.0 %, MA 0.1~8.5 %, MDA -8.7~-1.1 %, MDMA -7.5~-1.8 %, 그리고 MDEA -3.5~-0.2 %였으며, 시험일간(inter-day)은 AP -0.3~9.3 %, MA -3.0~3.7 %, MDA -2.0~8.1 %, MDMA -0.7~8.9 %, 그리고 MDEA 3.1~14.8 %로 나타났다. 정밀도(precision)의 경우, 시험일내(intra-day) 변동계수 값은 AP 6.2~10.1 %, MA 6.5~9.5 %, MDA 5.5~9.8 %, MDMA 8.0~13.7 %, 그리고 MDEA 2.1~14.8 %였으며, 시험일간(inter-day)은 AP 9.0~13.1 %, MA 1.9~10.1 %, MDMA 12.6~13.0 %, MDMA 11.3~11.8 %, 그리고 MDEA 10.1~13.3 %로 나타났다.

3.4. 시료 분석결과

메스암페타민과 엑스터시 남용자 소변을 자동 SPE

Table 4. The quantitative results obtained from MA or MDMA abuser in human urine ($\mu\text{g/mL}$)

Specimen No.	AP	MA	Ratio (AP/MA)	MDA	MDMA	Ratio (MDA/MDMA)
1	0.04	0.12	0.33			
2	0.33	2.07	0.16			
3	-	-	-	0.20	3.75	0.05
4	0.03	1.58	0.02	0.04	1.52	0.03
5	0.45	2.83	0.16	0.10	3.67	0.03
6	0.80	3.71	0.22			
7	0.11	0.13	0.85			
8	0.15	2.77	0.05			
9	0.07	2.10	0.03			
10	0.09	1.74	0.05			
11	0.04	0.88	0.05			
12	0.19	0.14	1.36			
13	0.36	0.61	0.59			
14	0.60	0.18	3.33			

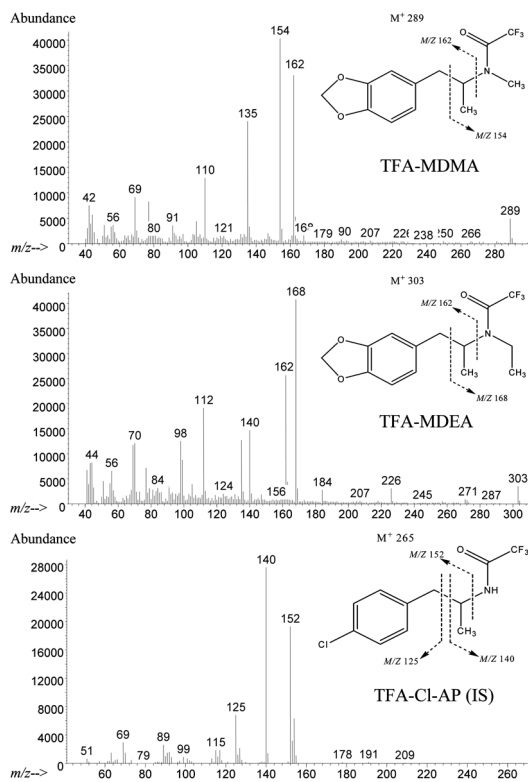


Fig. 3. Mass spectra of five analytes (amphetamine, methamphetamine, 3,4-methylenedioxyamphetamine, 3,4-methylenedioxymethamphetamine, 3,4-methylenedioxyethylamphetamine) as their TFA derivatives.

방법으로 추출한 후 GC/MS로 분석한 결과를 Table 4에 나타냈다. 일반적으로 다성분 분석을 위해서는 카트리지를 활성화 과정이나 세척 과정이 많고, 혼합된 추

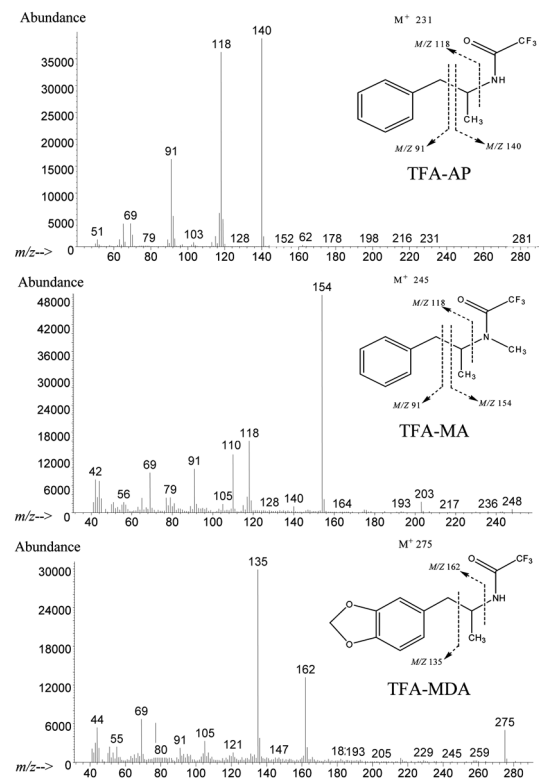


Fig. 3. Continued

출용매를 사용하는 SPE 방법을 적용한다.¹⁷ 그러나 본 실험방법에서는 최소한의 추출과정과 단일 추출용매를 사용하여도 남용자 소변 시료에서 위의 5성분을 간편하고 정확하게 확인할 수 있었다. 결과로부터 14명 중 13명은 MA 투약자로 확인하였고, 그 중 2명은

MA와 MDMA를 함께 투약하였음을 알 수 있었다. 그리고 나머지 1명은 MDMA를 투약한 사실이 확인되었다. 약물의 대사체 종류와 그 양의 비는 MA와 MDMA 투약여부 판단에 중요한 요소이다. MA 투약자의 대사체 농도비(AP/MA)는 0.02~3.33 범위 값을 나타내었고, MDMA 투약자 대사체 농도비(MDA/MDMA)는 0.03~0.05 범위 값을 나타내었다. 기존의 문헌^{18,19}에 의하면 MA 투약의 경우 AP/MA 대사체 농도비는 0.13~0.36 범위이고, MDMA 투약의 경우 MDA/MDMA 농도비는 0.02~0.65 범위임이 알려져 있다. 그리고 MA 또는 MDMA 대사체 농도비가 1.0 이상인 경우는 한 성분의 약물을 투약한 것이 아니라, 2종 이상의 약물을 함께 투약한 것으로 추정하였다. 본 연구에서도 두 시료(NO. 12, 14)를 분석한 결과 AP/MA 대사체 농도비가 1.0 이상인 것으로 보아 MA와 다른 약물을 함께 투약한 것으로 추정할 수 있었다.

4. 결 론

소변 중 암페타민계 5성분(AP, MA, MDA, MDMA, MDEA)을 기존 LLE 방법 대신 SPE 방법을 도입하여 추출하고 GC/MS로 동시 분석하는 방법을 제시하였으며, MA와 MDMA 투약여부를 확인하는 감정과정의 자동화를 가능하게 하였다.

본 실험방법의 검량곡선은 직선성 상관계수 (r^2)가 0.994 이상이었으며, 검출한계(LOD)와 정량한계(LOQ)는 각각 10.0 ng/mL, 34.0 ng/mL 이하로 측정되었다. 상대 회수율은 5성분 모두 93.5% 이상을 나타냈다. 정밀도(precision)와 정확도(accuracy)는 각각 1.9~14.8%, -8.7~14.8% 범위를 나타냈다. 그리고 실제 마약 투약자 소변을 개발한 분석방법을 이용하여 감정한 결과 기존 LLE 방법보다 간편하고 정확한 투약여부의 확인이 가능하였다.

감사의 글

본 과제는 대한민국 과학기술부(MOST)와 한국과학재단(KOSEF)의 특정연구개발사업 프로그램(M10640010000-06N4001-00100)에 의해 일부 지원되었습니다.

참고문헌

1. G. W. Kunsman, B. Levine, J. J. Kuhlman, R. L. Jones, R. O. Hughes, C. I. Fujiyama, and M. L. Smith, *J. Anal. Toxicol.*, **20**(7), 517-521(1996).
2. J. K. Fallon, A. T. Kicman, J. A. Henry, P. J. Milligan, D. A. Cowan, and A. J. Hutt, *Clin. Chem.*, **45**(7), 1058-1069(1999).
3. 김진영, 서승일, 고범준, 이재일, 정재철, 서용준, 인문교, *약학회지*, **47**(3), 142-147(2003).
4. G. W. Kunsman, J. E. Manno, K. R. Cockerham, and B. R. Manno, *J. Anal. Toxicol.*, **14**(3), 149-153(1990).
5. Z. Huang and S. Zhang, *J. Chromatogr. B.*, **792**(2), 241-247(2003).
6. 대검찰청, “마약류범죄백서”, 106-108, 2006.
7. C. E. Cook, A. R. Jeffcoat, J. M. Hill, D. E. Pugh, P. K. Patetta, B. M. Sadler, W. R. White, and M. Perez-Reyes, *Drug Metab. Dispos.*, **21**(4), 717-723(1993).
8. H. H. Maurer, *Ther. Drug Monit.*, **18**(4), 465-470(1996).
9. H. K. Ensslin, K. A. Kovar, and H. H. Maurer, *J. Chromatogr. B.*, **683**(2), 189-197(1996).
10. M. Vaddevenne, H. Vandebussche, and A. Verstraete, *Acta Clin. Belgica*, **55**(6), 323-333(2000).
11. M. R. Lee, S. C. Yu, C. L. Lin, and Y. C. Yeh, *J. Anal. Toxicol.*, **21**(4), 278-282(1997).
12. B. K. Gan, D. Baugh, R. H. Liu, and A. S. Walia, *J. Forensic. Sci.*, **36**(5), 1331-1341(1991).
13. C. Jurado, M. P. Gimenez, T. Soriano, M. Menendez, and M. Repetto, *J. Anal. Toxicol.*, **24**(1), 11-16(2000).
14. P. R. Stout, C. K. Horn, and K. L. Klette, *J. Anal. Toxicol.*, **26**(5), 253-261(2002).
15. K. L. Klette, M. H. Jamerson, C. L. Morris-Kukoski, A. R. Kettle, and J. J. Snyder, *J. Anal. Toxicol.*, **29**(7), 669-674(2005).
16. K. L. Klette, A. R. Kettle, and M. H. Jamerson, *J. Anal. Toxicol.*, **30**(5), 319-322(2006).
17. S. O. Pirnay, T. T. Abraham, and M. A. Huestis, *Clin. Chem.*, **52**(9), 1728-1734(2006).
18. G. W. Kunsman, B. Levine, J. J. Kuhlman, R. L. Jones, R. O. Hughes, C. I. Fujiyama, and M. L. Smith, *J. Anal. Toxicol.*, **20**(7), 517-521(1996).
19. I. Kim, J. M. Oyler, E. T. Moolchan, E. J. Cone, and M. A. Huestis, *Ther. Drug. Monit.*, **26**(6), 664-672(2004).