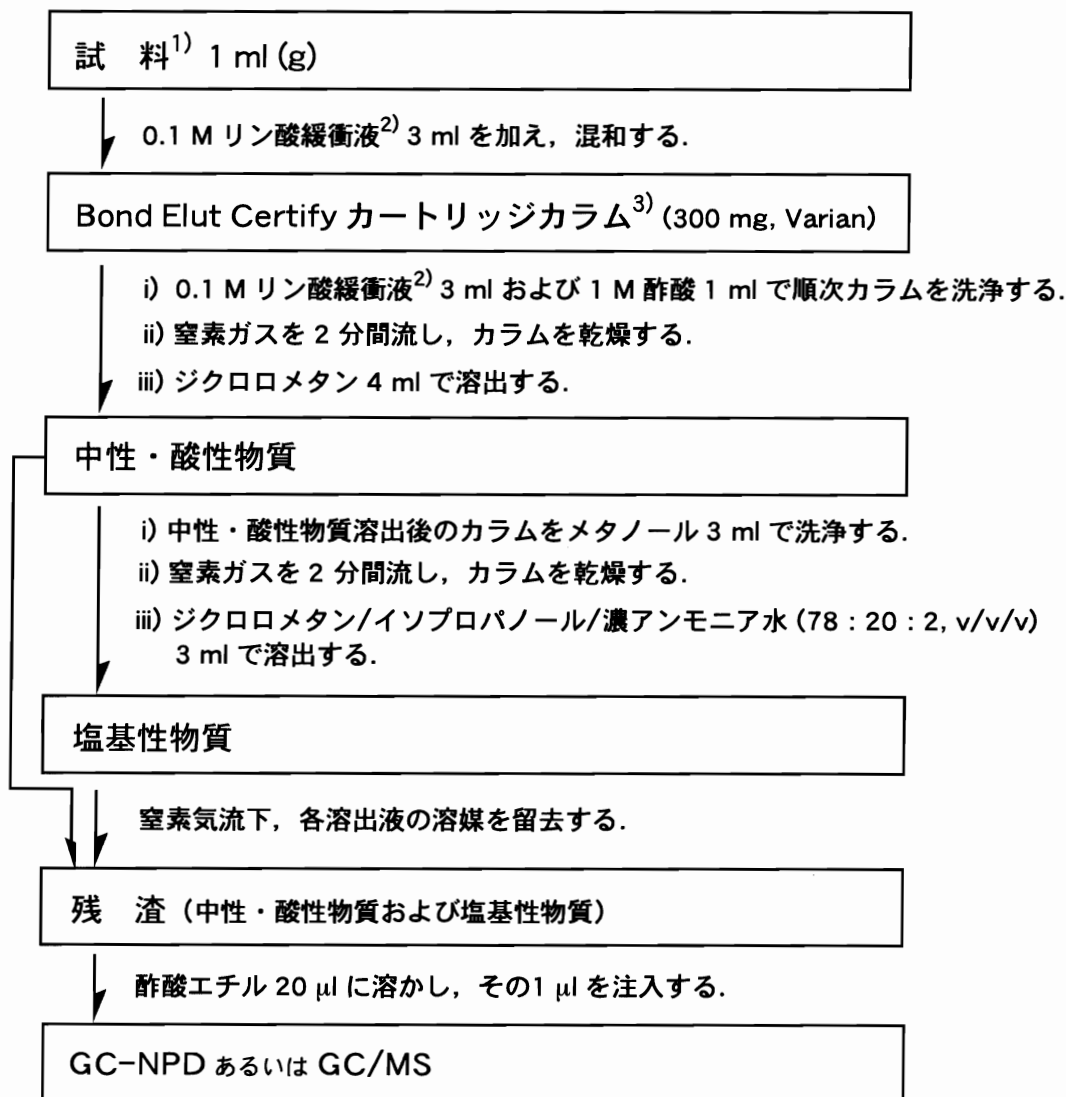


### C. ガスクロマトグラフィー (GC), GC・質量分析法 (GC/MS)

#### (1) 中性・酸性および塩基性薬毒物 (固相抽出)

##### i) 前処理



#### 【注 解】

- 1) 試料は血清, 血液, 尿, 胃内容上清あるいは組織ホモジネートの上清. ある種の血液は目詰まりを起こすことがあるので, 遠心分離し, 上清を用いることを奨める.
- 2) 0.1 M リン酸緩衝液 (pH 6.0):  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  2.72 g を水 200 ml に溶かし, 1M-KOH 液を加えて pH 6.0 に調整する.
- 3) 予め各 2 ml のメタノール, 水および 0.1 M リン酸緩衝液<sup>2)</sup> を順次流して活性化しておく. 他の市販カートリッジカラム (疎水性基と陽イオン交換基の両方を結合した固定相) で代替可能.

## ii) GC-NPD および GC/MS の操作法および条件

GC-NPD および GC/MS の操作法は各機器の取り扱い説明書を参照。

## GC-NPD の条件

|          |  |
|----------|--|
| 装置       | : ガスクロマトグラフ  |
| 検出器      | : NPD (FTD) (窒素-リン検出器)   |
| カラム      | : DB-5ms, 30 m x 0.25 mm i.d., 膜厚 0.25 $\mu$ m                                       |
| 温度       | : カラム 80°C (1 min, スプリットレス) - (15°C/min) - 290°C (15 min) ;<br>注入部 250°C ; 検出器 300°C |
| キャリアガス   | : ヘリウム 1 ml/min  |
| メイクアップガス | : 40 ml/min  |
| 測定時間     | : 30 min   |

## GC/MS の条件

|        |   |
|--------|---|
| 装置     | : ガスクロマトグラフ/質量分析計   |
| カラム    | : DB-5ms, 30 m x 0.25 mm i.d., 膜厚 0.25 $\mu$ m  |
| 温度     | : カラム 80°C (1 min, スプリットレス) - (15°C/min) - 300°C (10 min) ;<br>注入部250°C ; インターフェース・イオン源 260°C |
| キャリアガス | : ヘリウム 1.5 ml/min   |
| イオン化   | : EI (電子衝撃) 70 eV   |
| 測定     | : 質量範囲 m/z 50 - 650 ; 時間 20 min   |

## iii) コメント

法医中毒学の対象となる薬毒物は THC (tetrahydrocannabinol) のような窒素原子を含まない一部の化合物を除いて、殆どの化合物は窒素 (あるいはリン) 原子を含むので、それらを含まない化合物 (例えば脂肪酸) の妨害を殆ど受けずに、GC-NPD によって高感度で検出できる。したがって、検体試料の GC-NPD クロマトグラムパターンをブランク試料のクロマトグラムパターン (血液試料では一般に、ニコチンアミド、ニコチン、カフェインなどのピークが観察される) と比較してプレ・スクリーニングが可能である。すなわち、未知ピークの保持時間を同一条件で測定した幾つかの標準物質のピークの保持時間および文献中の保持指標 (retention indices) 順に化合物名を記載した表とを比較して幾つかの候補薬毒物をピックアップすることである。ついで、候補薬毒物の標準物質を検体試料と同一条件で測定し、各ピークの保持時間を精査して同定する。あるいは GC/MS で測定した TIC (total ion chromatogram) の未知ピークのマスペクトルを機器に内蔵のマスペクトルデータベースを用いて、該当する化合物を検索する。ついで、ヒットした化合物の標準物質を検体試料と同一条件で測定し、保持時間とマスペクトルの一致を確認する。

GC/MS ではスクリーニングと確認が同時に達成できるが、GC-NPD を用いたスクリーニングでは別途に確認検査が必要である。