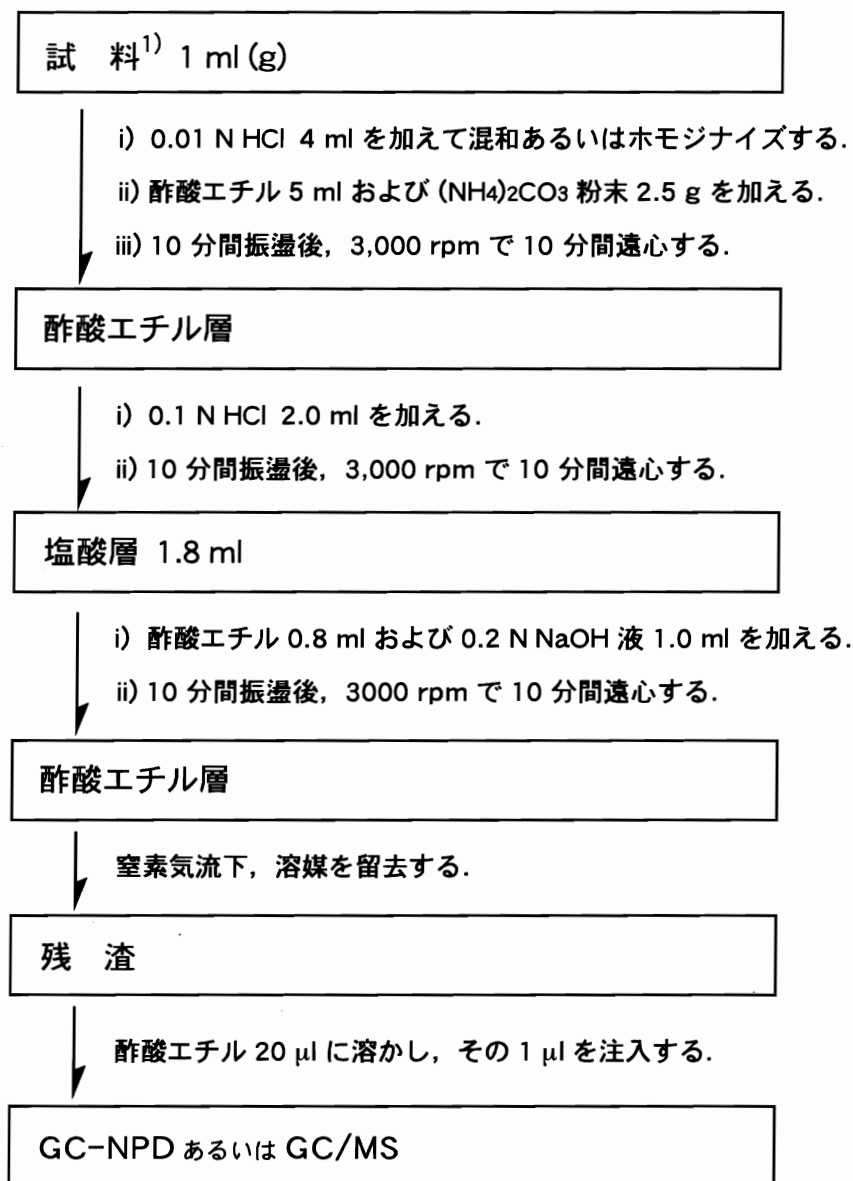


(2) 塩基性薬毒物 (液-液抽出)

i) 前処理



【注 解】

- 1) 試料は血清, 血液, 尿, 胃内容物あるいは組織. 試料量により, 抽出操作スケールの変更可能.
- 2) 本抽出法は塩基性薬毒物の定量分析に適用できる. その際の内部標準物質には, 分析対象物質の類縁化合物あるいは重水素標識体を用いる.
- 3) 0.1 N 塩酸による逆抽出および酢酸エチルによる再抽出の際, 水層の pH が正しく酸性あるいはアルカリ性になっていることを pH 試験紙で確認する.

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 および GC/MS の条件は中・酸性および塩基性薬毒物（固相抽出）と同じ. ただし, ハロペリドール, トリアゾラムのように治療レベルが低く, かつ保持時間が長い化合物が想定されるときには, 以下の条件で行う.

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, 10 m x 0.25 mm i.d., 膜厚 0.25 μ m
温 度	: カラム 150°C (1 min, スプリットレス) - (30°C/min) - 300°C (9 min); 注入部 290°C ; 検出器 300°C
キャリアガス	: ヘリウム 1.0 ml/min
メイクアップガス	: 40 ml/min
測定時間	: 12 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, 10 m x 0.25 mm i.d., 膜厚 0.25 μ m
温 度	: カラム 150°C (0.5 min, スプリットレス) - (30°C/min) - 300°C (9 min); 注入部 290°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 1.0 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 12 min

iii) コメント

本法は逆抽出および再抽出操作を含むので十分クリーンな抽出物が得られ, 回収率もほぼ満足できるが, 主として化合物の pKa 値の違いに起因する回収率の変動は避け得ない. 本法では抽出に (NH₄)₂CO₃, 0.1 N HCl, 0.2 N NaOH 液および酢酸エチルを用いているが, これらは他の試薬, 緩衝液および溶媒に変更できる.

スクリーニングおよび確認については中・酸性および塩基性薬毒物（固相抽出）のコメント参照.