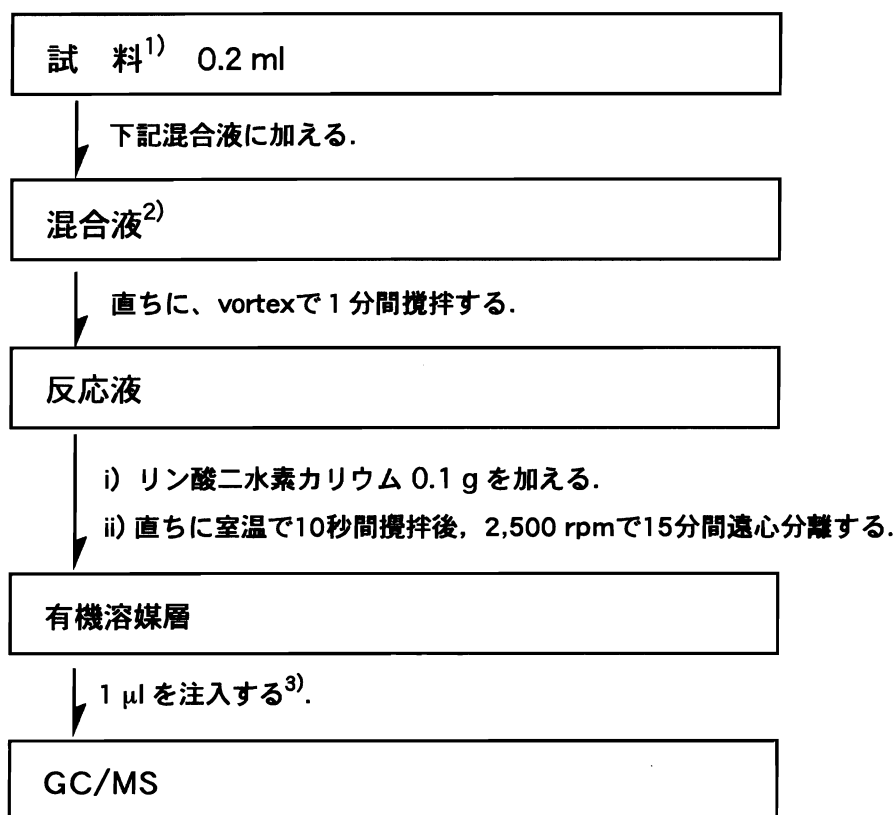


## (3) ガスクロマトグラフィー (GC), GC・質量分析法 (GC/MS)

## i) 前処理



## 【注 解】

- 1) 試料は血液。冷凍保存しておくことが望ましい。硫化水素の揮散を防ぐため、冷試料を用いる。
- 2) 予め、5 mM TDMBA (tetradecyldimethylbenzylammonium chloride)/oxygen-free ほう砂飽和水溶液<sup>4)</sup> 0.8 ml, 1 μM (あるいは 10 μM) 1,3,5-tribromobenzene (IS) /酢酸エチル溶液 2 ml および 20 mM PFBBr (pentafluorobenzyl bromide)/トルエン (あるいは酢酸エチル) 溶液 0.5 ml を入れておく。
- 3) GC-ECD の場合は、n-ヘキサンで 10 倍に希釈し、その 1 μl を注入する。
- 4) 5 mM 相当の TDMBA および過剰量のほう砂を 15 分間窒素ガスでバブリングした蒸留水に溶かす。

## ii) GC の条件

**装 置** : ガスクロマトグラフ, 電子捕獲型検出器 (ECD) 付き  
**カラム** : 5% Apiezon grease L - Chromosorb W (AW-DMCS)  
 (60-80 mesh), 2.1m X 3 mm i.d.  
**温 度** : カラム 200°C ; 注入部・検出器 200°C  
**キャリアーガス** : 窒素, 50 ml/min

【注 解】

- 1) 硫化水素のアルキル誘導体の保持時間は 4.2 分, 検出限界は 0.01  $\mu\text{g/g}$ .

iii) GC/MS の条件

装 置	: ガスクロマトグラフ/質量分析計
カラム	: HP-5, 30 m x 0.32 mm i.d., 膜厚 0.25 $\mu\text{m}$
温 度	: カラム 100°C (2 min) - (10°C/min) - 220°C ; 注入部 230°C ; セパレーター 240°C ; イオン源 210°C
キャリアガス	: ヘリウム 2 ml/min : EI (電子衝撃) , 70 eV

【注 解】

- 1) 硫化水素の誘導体化により生成する bis (pentafluorobenzyl) sulfide のフラグメントイオンは  $m/z$  394 ( $M^+$ ), 213, 181 (base peak) などである. 内部標準物質のフラグメントイオンは  $m/z$  314 ( $[M+2]^+$ , base peak), 235  $[(M+2) - \text{Br}]^+$  などである.
- 2) 本法の検出限界は 0.001  $\mu\text{mol/ml}$ , 定量範囲は 0.002 - 0.1  $\mu\text{mol/ml}$  (硫化物として) である.
- 3) 硫化水素は速やかにチオ硫酸塩に代謝されること, および死後産生されることから, その代謝物であるチオ硫酸塩の分析も行うことを奨める. 一般に, チオ硫酸塩濃度は硫化物濃度より数倍から 10 倍高い.

【文 献】

1. Kage, S. et al. J Forensic Sci 1998 ; 43 : 908-910.