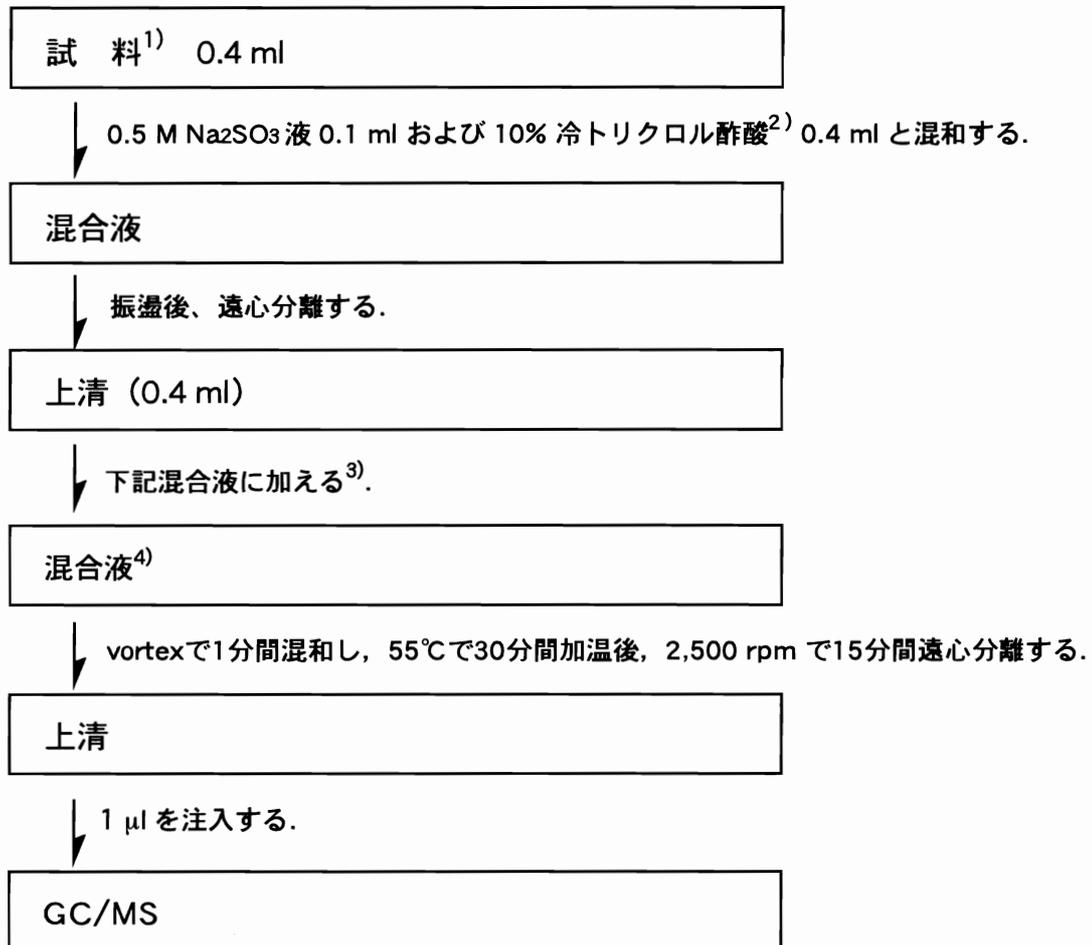


(3) ガスクロマトグラフィー・質量分析法 (GC/MS)

i) 操作法



【注 解】

- 1) 試料は血液、尿など。冷凍保存しておくことが望ましい。青酸の揮散を防ぐため、冷試料を用いる。
- 2) 氷冷しておく。
- 3) チオシアン酸塩を分析するときは、ここからスタートし、上清の代わりに全血 0.2 ml を加える。
- 4) 予め、5 mM TDMBA (tetradecyldimethylbenzylammonium chloride)/oxygen-free ほう砂飽和水溶液⁵⁾ 0.8 ml, 10 μM 1,3,5-tribromobenzene (IS)/酢酸エチル溶液 2 ml および 20 mM PFBBR (pentafluorobenzyl bromide)/酢酸エチル溶液 0.5 ml を入れておく。
- 5) 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/MS の条件

装置	: ガスクロマトグラフ/質量分析計
カラム	: DB-225, 30 m x 0.32 mm i.d., 膜厚 0.25 μ m
温度	: カラム 80°C (3min) - (10°C/min) - 200°C ; 注入部 220°C ; セパレーター : 200°C ; イオン源 220°C
キャリアガス	: ヘリウム 2 ml/min : EI (電子衝撃) 70 eV

【注 解】

- 1) 誘導体化により生成する pentafluorobenzyl cyanide のフラグメントイオンは m/z 207 (M^+ , base peak), 188 などである。内部標準物質は m/z 314 ($[M+2]^+$, base peak), 235 ($[(M+2) - Br]^+$ など、チオシアン酸塩の誘導体は m/z 239 (M^+), 181 (base peak) などである。
- 2) 本法の検出限界はシアン化物 0.01 μ mol/ml, チオシアン酸塩 0.003 μ mol/ml, 定量範囲はシアン化物 0.02-1.0 μ mol/ml, チオシアン酸塩 0.01-1.0 μ mol/ml である。
- 3) NICI (負イオン化学イオン化法) で分析すれば, EI (電子衝撃法) より少なくとも 10 倍は感度が上昇するので, 健常人の体液中シアン化物濃度 (0.01 μ mol/ml 以下) を測定できる。NICI マススペクトルに出現するイオンは, 磁場型では m/z 206 ($[M-1]^-$, base peak) と m/z 187 ($[M-HF]^-$), 四重極型では m/z 187 ($[M-HF]^-$, base peak) と m/z 207 である。

【文 献】

1. Kage S et al. J Chromatogr B. 1996 ; 33 : 27-32.