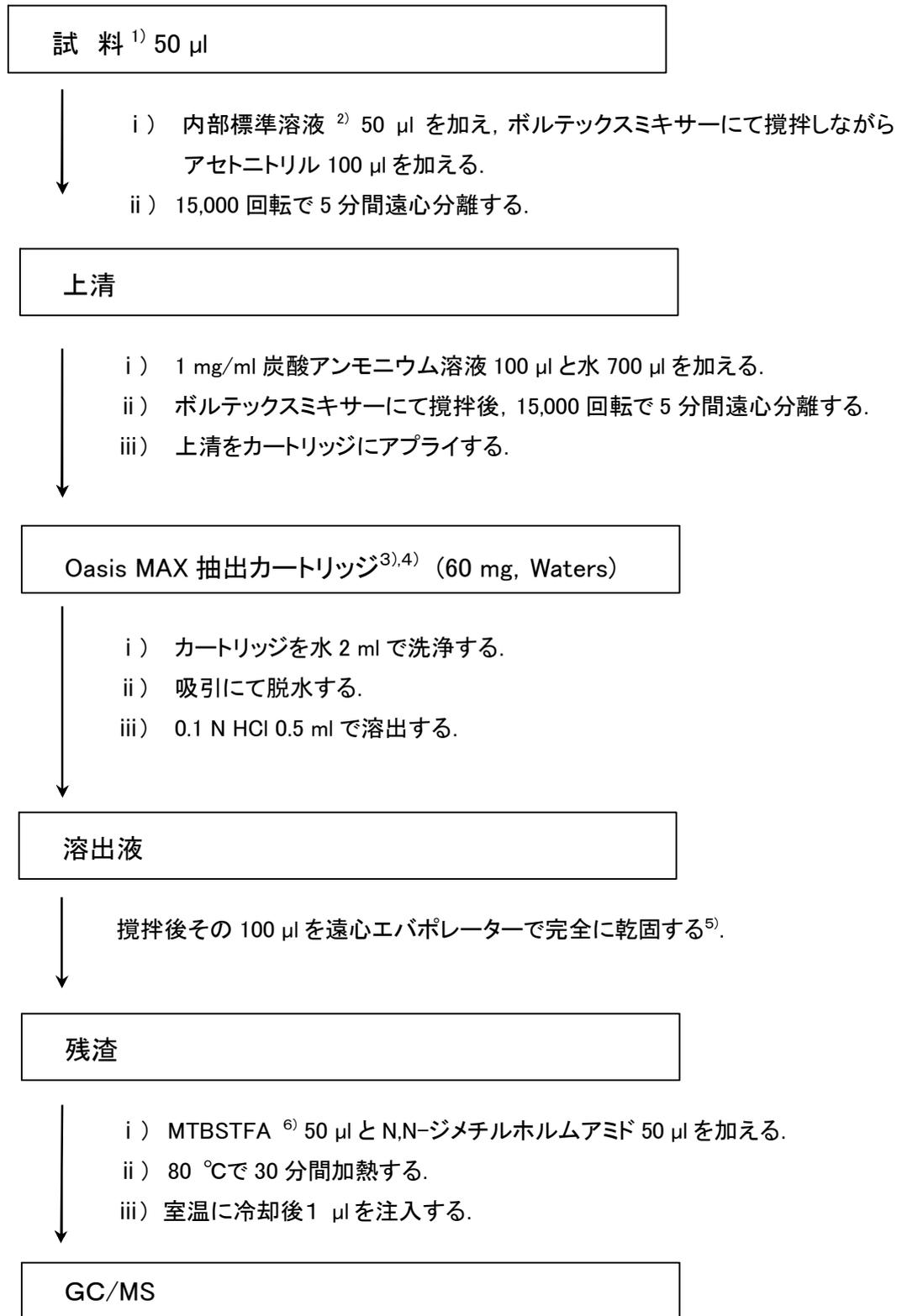


(3)ガスクロマトグラフィー・質量分析法(GC/MS)

i) 前処理 (固相抽出とt-BDMS誘導体化)



【注 解】

- 1) 試料は血液, 尿, 胃内容など. 尿や胃内容は高濃度なことが多いので, 必要があれば水で希釈する.
- 2) 内部標準溶液は500 µg/ml DL-2-amino-3-phosphonopropionic acid溶液を用いる.
- 3) 予め, メタノール2 ml, 0.1 N水酸化ナトリウム 2 ml, 水2 mlを順次流してカートリッジを活性化する.
- 4) 陰イオン交換と逆相の2種類の保持メカニズムを持つ固相抽出カートリッジであれば代用可能. ただし, 処理条件は前もって検討しておく必要がある.
- 5) 溶出液の濃縮乾固は窒素気流下濃縮乾固, 減圧濃縮乾固などでもよいが, 塩酸を含んでいるので乾固後の装置の保守を充分に行う必要がある.
- 6) MTBSTFAはN-methyl-N-(tetra-butyl-dimethylsilyl) trifluoroacetamideである.

ii) GC/MSの条件

装 置	: ガスクロマトグラフ/質量分析計 ¹⁾
カラム	: HP-5MS, 30 m x 0.25 mm i.d., 膜厚 0.25 µm
温 度	: カラム 80 °C (2 min) - (15 °C/min) - 300 °C (5 min); 注入部 300 °C ; 導入部・イオン源 280 °C
キャリアガス	: ヘリウム 1 ml/min
注入法	: パルスドスプリット ²⁾ スプリット比10:1(圧 50.0 psi, 時間 0.2 min)
イオン化	: EI 70 eV
測 定	: 質量範囲 m/z 70 - 650 ; 時間 21.67 min

【注 解】

- 1) 誘導体化試薬とN,N-ジメチルホルムアミドが注入後長時間にわたって溶出してくるので, 溶媒カットの時間を長く取る必要がある.
- 2) 注入は誘導体化試薬とN,N-ジメチルホルムアミドのオーバーロードを防ぐためスプリットで10:1の比率以上にする必要がある.

表1 グリホサートとグルホシネートとそれぞれの代謝物および内部標準物質のt-BDMS誘導体の保持時間とフラグメントイオン

化合物	保持時間(分)	フラグメントイオン(m/z)
グリホサート	14.85	454, 253, 352
グルホシネート	15.36	466, 364, 73
AMPA	12.83	396, 73, 144
MPPA	12.59	323, 73
APPA	15.75	568, 466, 73

AMPA: Aminomethyl phosphoric acid (グリホサート代謝物)

MPPA: 3-Methylphosphinopropionic acid (グルホシネート代謝物)

APPA: DL-2-Amino-3-phosphonopropionic acid (内部標準物質)

【文献】

1. Tsunoda N. J Chromatogr 1993; 637: 167 - 173.