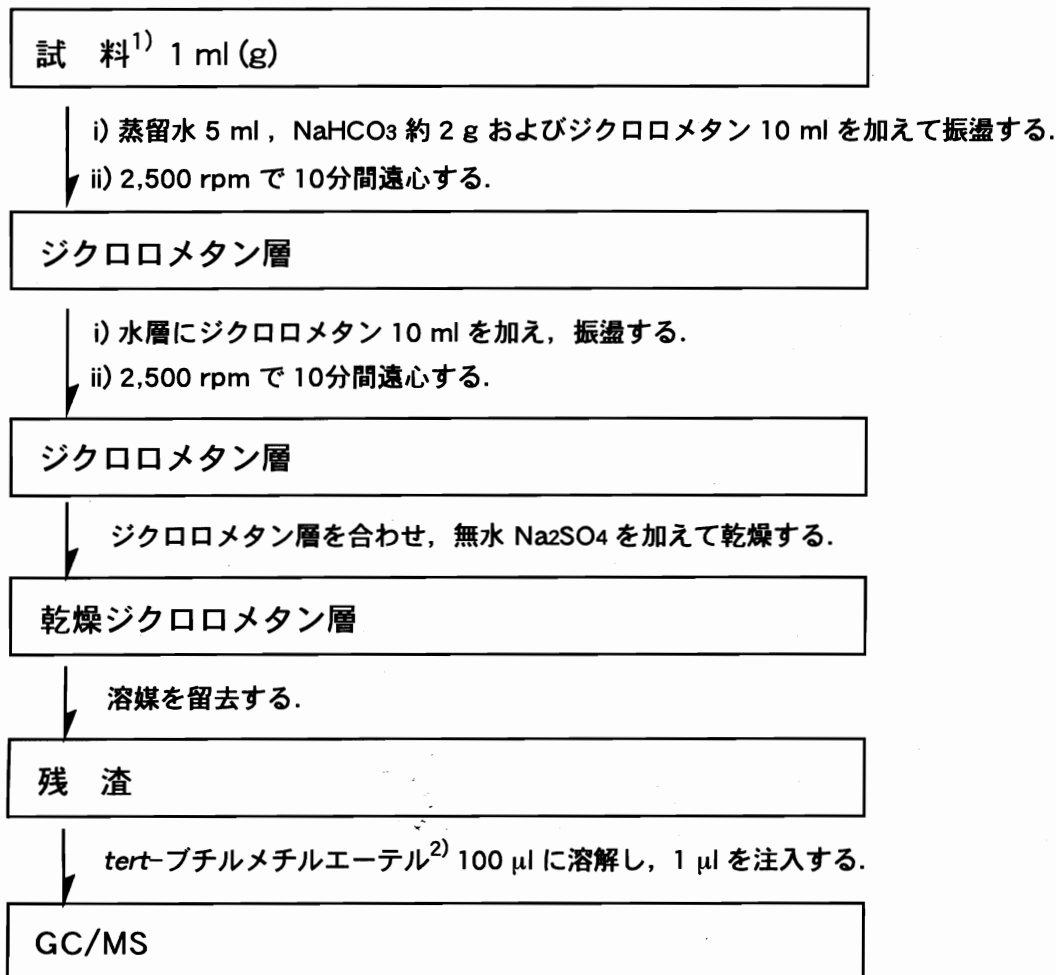


## (2) ガスクロマトグラフィー・質量分析法 (GC/MS)

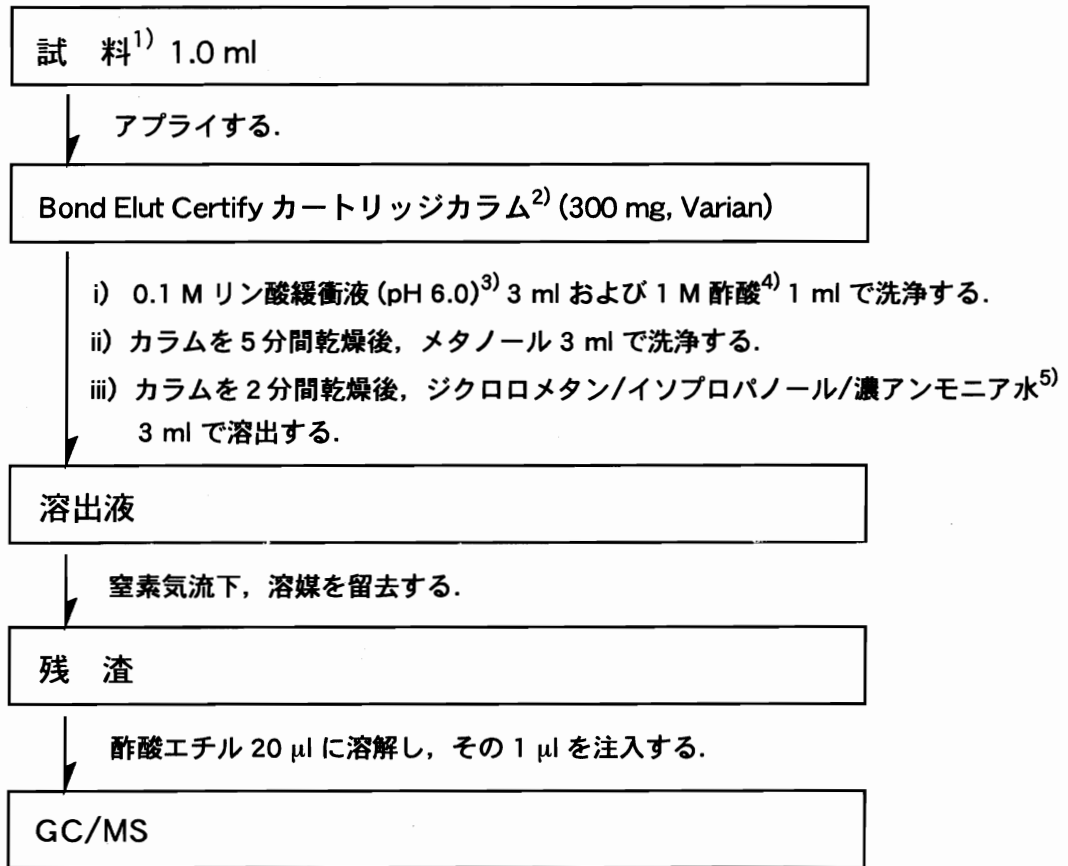
### i) 液-液抽出



#### 【注解】

- 1) 試料は血液あるいは尿.
- 2) tert-ブチルメチルエーテル (東京化成) はジエチルエーテルより沸点が高く, 過酸化水素等も含まれないので使い易いが高価である. ジクロロメタン等の溶媒で代用可能.
- 3) III. スクリーニング 1. 多種薬毒物 (群) C. GC, GC/MS (2) 塩基性薬毒物 (液-液抽出) の前処理は GC/MS で分析するのであれば, 向精神薬の確認試験法としても有用である.

## ii) 固相抽出



## 【注 解】

- 1) 血清，血液，尿，胃内容上清，組織ホモジネート上清。全血は目詰まりを起こすことがあるので，遠心分離することが望ましい。
- 2) 予め，メタノール 2 ml，水 2 ml，0.1 M リン酸緩衝液 (pH 6.0) 2 ml を順次流してカラムを活性化する。疎水性基と陽イオン交換基の両方を結合した固定相を充填した類似の市販カートリッジカラムも使用できる。Bond Elut Certify カラムは乾燥の行程以外では乾燥させないように注意する。
- 3)  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  2.72 g を水 200 ml に溶かし，1N KOH 液 (KOH 5.6 g に水を加えて 100 ml とする。室温で 3 ヶ月安定) で pH 6.0 に調整する。5℃で 30 日間安定。
- 4) フェノチアジン系薬物，三環系抗うつ薬は ketamine を内部標準にして分析すると，0.1-5.0  $\mu\text{g}/\text{ml}$  の範囲で直線性がある。
- 5) ジクロロメタン/イソプロパノール/濃アンモニア水を 39 : 10 : 1 (v/v/v) の割合に混合したもの。

## 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	: Ultra-2, 12 m x 0.2 mm i.d., 膜厚 0.33 $\mu$ m
温度	: カラム 60°C (1 min, スプリットレス) -(20°C/min) - 280°C (10 min); 注入部 250°C; 導入部・イオン源 280°C
キャリアガス	: ヘリウム 圧力 6 psi (約 1 ml/min)
イオン化	: EI (電子衝撃) 70 eV
測定	: 質量範囲 m/z 50 - 550; 時間 22 min

## 【注解】

- 1) カラムは, ULTRA-2 と同等品でもよい.
- 2) フェノチアジン系薬物, 三環系抗うつ薬は ketamine を内部標準にして分析すると 0.1-5.0  $\mu$ g/ml の範囲で直線性がある. プチロフェノン系精神作用薬は 0.1  $\mu$ g/ml 以下の濃度では測定できない.

表 1. 代表的な向精神薬の保持時間および検出下限<sup>1)</sup>

化合物	保持時間 (分)	検出限界 ( $\mu$ g/ml)	主なイオン (m/z)
Desipramine	10.9	0.02	234, 195, 208
Clomipramine	12.1	0.05	58, 85, 269
Imipramine	10.8	0.02	58, 235, 85
Nortriptyline	10.7	0.05	202, 220, 189
Amitriptyline	10.6	0.02	58, 202, 215
Promethazine	11.2	0.02	72, 268, 283
Chlorpromazine	12.9	0.02	58, 318, 86
Levomepromazine	13.1	0.02	58, 328, 228
Haloperidol	19.4	0.1	224, 237, 123
Caffeine	8.7	0.02	194, 109, 82
Nicotine	7.3	0.02	84, 162, 133
Cotinine	9.5	0.02	98, 178, 118

## 【文献】

1. 仁平 信, 林田真喜子 他. 機器・試薬 1997; 20: 519-525.