

表面電離検出ガスクロマトグラフィーによるモルヒネの検出

メタデータ	言語: jpn 出版者: 日本法医学会 公開日: 2013-08-27 キーワード (Ja): キーワード (En): 作成者: 黒野, 俊介, 妹尾, 洋, 木村, 美智子, 服部, 秀樹, 山田, 高路 メールアドレス: 所属:
URL	http://hdl.handle.net/10271/1818

黒野俊介（愛知医大）、妹尾 洋（浜松医大）、木村美智子、
服部秀樹、山田高路（愛知医大）

今回我々は、体液中からモルヒネをカラム抽出し、二級アミン、三級アミンに対して特異性、感度共に優れる表面電離検出ガスクロマトグラフィー（SID）による検出を試みたので報告する。

方法

試料：健康成人より採取した血液及び尿

抽出：全血1mlまたは尿1mlにモルヒネおよび内部標準としてジメモルファン50ngを添加し、1M炭酸水素ナトリウム1ml、水10mlを加え、メタノール、水で前処理したSep-Pak C₁₈にアプライした。水20mlにて洗浄した後、クロロホルム：エタノール（9：1）3mlにて抽出後、窒素気流下にて蒸発乾固し、Pentafluoropropionic anhydride(PFPA) 100 μ l及び酢酸エチル50 μ lを加え80°C10分間加熱し誘導体化し、蒸発乾固後酢酸エチルに溶解しGC分析に供した。

GC条件：SID装置付き島津GC-14Aガスクロマトグラフ及び窒素リン検出器（NPD）を装置したHewlett-Packard5890ガスクロマトグラフを用いた。カラムはJ&W社製フェーズドシリカキャピラリーカラムDB-1, 30m \times 0.25mm i.d.を用い、カラム温度は130-280°Cで、10°C/分の昇温で行った。試料注入後カラム温度130°Cにて1分間スプリットレスモードにて保持した後、昇温を開始した。注入口温度は250°C、検出器温度は280°Cである。キャリアガスは、ヘリウムを使用し22 cm/秒の流速とした。

結果及び考察：今回我々はPFPAを用いて誘導体化したが、Trimethylchlorosilane(TMCS)を用いて誘導体

化した場合、サンプル注入するたびに感度の低下をきたした。これは、シリル基がSID検出器表面の酸化膜に対して悪影響を及ぼすためと考えられる。またTrifluoroacetic anhydride(TFA)を用いた場合では時間経過に伴い1本のピークが2本となって出現する傾向が見られたが、PFPA誘導体ではSID検出器に対する影響も、時間経過に対する影響も最小限に抑えることが出来た。モルヒネの検量線を作成したところ20-200ngの間で良好な直線性を示した。また回収率は80%以上であった。SIDとNPDとの比較検討したところ、SIDで測定した場合、尿、血液ともに試料由来の不純ピークの出現は少なく、又強度も弱くモルヒネの誘導体及び内部標準（ジメモルファン）のピーク判定に際し妨害となるピークの出現は認められず、他方NPDで同じサンプルを測定したところ多数の不純ピークが数多くかつ強い強度で出現しさらにクリーンアップ操作を繰り返さないと実用には不適であると考えられる。モルヒネのごとく誘導体化しなければGC測定が困難な物質に対してシリル化剤の使用はSID検出器表面に悪影響を及ぼし著しい感度低下を見るので避け、アシル化剤などシリル化以外の誘導体化を試みるべきであると考ええる。モルヒネに関してはPFPA誘導体化した後SIDを用いた本方法は、NPDを用いた方法に比して安定性、特異性に優れ、より高感度に検出できる。よってGC/MS等による最終的な同定にさきだつスクリーニングとして適したものであると考えられる。