

表面電離検出ガスクロマトグラフィーの法中毒学的 応用

著者	妹尾 洋, 服部 秀樹, 熊澤 武志, 鈴木 修, 木村 美智子, 山田 高路
雑誌名	法中毒 = Japanese journal of forensic toxicology
巻	10
号	2
ページ	82-83
発行年	1992-09-30
URL	http://hdl.handle.net/10271/1681

6 表面電離検出ガスクロマトグラフィー の法中毒学的応用

浜松医大¹ 愛知医大² ○妹尾 洋¹, 服部秀樹², 熊沢武志¹, 鈴木 修¹,
木村美智子², 山田高路²

APPLICATION OF GAS CHROMATOGRAPHY-SURFACE IONIZATION DETECTION TO
FORENSIC TOXICOLOGY

Hiroshi Seno^{*),} Hideki Hattori^{**),} Takeshi Kumazawa^{*,} Osamu Suzuki^{*,}
Michiko Kimura^{**)} and Takamichi Yamada^{**)}

* Department of Legal Medicine, Hamamatsu University School of
Medicine

** Department of Legal Medicine, Aichi Medical University

[はじめに]

表面電離検出器 (S I D) は三級アミンに特異的で、高感度を有するガスクロマトグラフィー (G C) 用検出器である¹⁾。今回我々は三環系抗うつ剤、局所麻酔剤につきキャピラリー G C - S I D を用いた微量定量分析法を行い良好な結果を得たので報告する。

[実験方法]

1) 薬剤の抽出

生体試料からの薬剤の分離は鈴木らの方法²⁾をもとに行った。

①三環系抗うつ剤 (amitriptyline, imipramine, trimipramine, chlorimipramine) : 1mlの尿、血漿、全血に各5ngの薬剤を添加し1mlの1M炭酸水素ナトリウムと2mlの蒸留水を加えた。

②局所麻酔剤 : (1) lidocaine, mepivacaine, bupivacaine : 1mlの全血または脳脊髄液 (C S F) に各5ngの薬剤を添加し9mlの蒸留水を加えた。(2) procaine, dibucaine, benoxinate : 1mlの全血または C S F に各50ngの薬剤を添加し7mlの蒸留水、3mlの1M炭酸水素ナトリウムを加えた。

上記各溶液を前処理をした Sep-Pak C₁₈ カートリッジ (Waters) にゆっくり通し、蒸留水でカートリッジを洗浄後、3-4mlの溶出溶媒 [① : クロロフォルム/イソプロパノール (9:1)、②-(1) : クロロフォルム/メタノール (9:1)、②-(2) : クロロフォルム/エタノール (8:2)] で薬剤を溶出した。溶出液の水層を除去し、有機層を窒素気流下で蒸発乾固させ、残差を100 μ lのメタノールに溶かし、その1-2 μ lを G C に供した。

2) G C の条件

装置は島津製 G C - 1 5 A に S I D 及びスプリット/スプリットレスインジェクターを装着し、カラムは長さ30m、内径0.32mm、膜厚0.25 μ mの fused silica capillary column を用いた。サンプル注入はスプリットレスモードで、2分後にスプリットモードに切り替えた。

①では、SPB-1カラム (Supelco)、カラム温度 : 100-280 $^{\circ}$ C (6 $^{\circ}$ C/min)、注入口温度 : 200 $^{\circ}$ C、ヘリウム流量 : 22.0cm/sで行った。②-(1)では、Ulbon HR-1カラム (Shinwa-kako)、カラム温度 : 100-280 $^{\circ}$ C (10 $^{\circ}$ C/min)、注入口温度 : 200 $^{\circ}$ C、ヘリウム流量 : 22.5cm/sで行った。②-(2)では、DB-17カラム (J & W)、カラム温度 : 120-280 $^{\circ}$ C (8 $^{\circ}$ C/min)、注入口温度 : 200 $^{\circ}$ C、ヘリウム流量 : 22.0cm/sで行った。

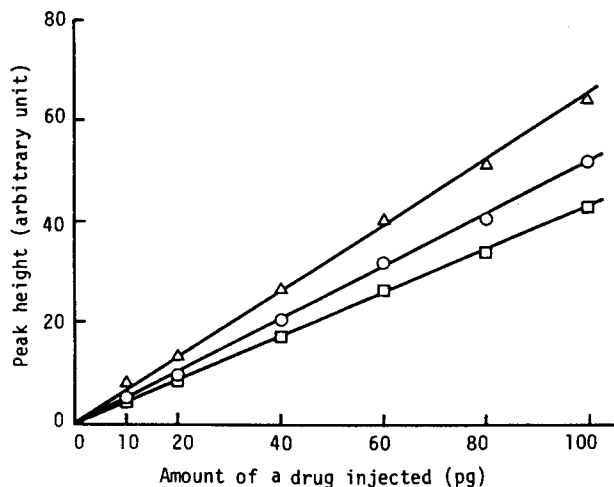


Fig. 1. GC-SID calibration curves for lidocaine (o), mepivacaine (Δ) and bupivacaine (□).

[結果及び考察]

各薬剤の分離は比較的良好で妨害不順ピークも殆ど認められず、薬剤の回収率は全て60%以上であった。図にlidocaine、mepivacaine、bupivacaineの検量線を示す。検量線は注入量で10-80pg (三環系抗うつ剤)、10-100pg (lidocaine、mepivacaine、bupivacaine)、100-1000pg (procaine、benoxinate、dibucaine) で高い直線性を示した。検出限界は注入量で、5-10pg (三環系抗うつ剤、lidocaine、mepivacaine、bupivacaine)、100-200pg (procaine、benoxinate、dibucaine) であった。

これらの薬剤の感度をNPDと比較したところ、SIDの方が10-100倍高感度であった。Lidocaine、mepivacaine、bupivacaineでは、FIDと比べ1000倍以上の感度を有していた。各試料のバックグラウンドもNPDに比し不純ピークも少なく、昇温分析時のベースラインの上昇もなかった。

以上よりGC-SIDは薬毒物の微量分析に非常に有用であると考えられる。なお、モルヒネ、コカインについても現在検討中である。

[SUMMARY]

Tricyclic antidepressants and local anesthetics were detected by gas chromatography (GC)-surface ionization detection (SID), which has been reported to be very sensitive and specific to tertiary amines. The detection limit in an injected volume was 5-10 pg for amitriptyline, imipramine, trimipramine, chlorimipramine, lidocaine, mepivacaine and bupivacaine, and 100-200 pg for procaine, benoxinate and dibucaine. When compared with the GC-nitrogen-phosphorus detection (NPD), the GC-SID sensitivity was 10-100 times higher, the background was cleaner, and the baseline remained steady as the column temperature was increased. The drugs could be rapidly isolated with Sep-Pak C₁₈ cartridges from biological fluids before GC. The recovery of the drugs was more than 60%.

[文献]

- 1) T. Fujii, H. Arimoto; Anal. Chem., 57, 2625-2628, 1985.
- 2) O. Suzuki, T. Kumazawa, H. Seno, H. Hattori; Med. Sci. Law, 29, 242-248, 1989.