

## 固相ミクロ抽出による血中ギ酸の簡易抽出法

著者	李 曉鵬, 熊澤 武志, 近藤 圭, 佐藤 啓造, 妹尾 洋, 鈴木 修
雑誌名	日本法医学雑誌
巻	53
号	1
ページ	62
発行年	1999-04-05
URL	<a href="http://hdl.handle.net/10271/1838">http://hdl.handle.net/10271/1838</a>

## A-31 固相マイクロ抽出による血中ギ酸の簡易抽出法

李 曉鵬、熊澤武志、近藤 圭、佐藤啓造（昭和大）  
妹尾 洋、鈴木 修（浜松医大）

固相マイクロ抽出 (Solid-Phase Microextraction, SPME) は薬毒物の新しい抽出方法として注目されている。今回我々はメタノールを経口投与したラット血中から、メタノールの代謝物であるギ酸をヘッドスペースSPMEを用いたキャピラリーガスクロマトグラフィー (GC) 法により検出することが出来たので報告する。

実験動物にはWistar系雄性ラット(体重約280g)を使用した。30%メタノール水溶液をラットに一週間経口投与(2.2 g メタノール/kg 体重 /day)した後、心臓血を採取した。抽出には血液 0.5 ml を使用し、蒸留水 0.2 ml を加え 7.5 ml 容量のバイアル瓶に入れた。氷冷下にて濃硫酸 0.3 ml を加え攪拌後、メタノール 20 mg、アセトニトリル(内部標準物質) 20  $\mu$ g を加え、直ちにバイアル瓶をシリコンセプタム付きキャップで密栓し 35  $^{\circ}$ C で保温した。5分後、Carboxen/polydimethylsiloxane ファイバー(膜厚 75  $\mu$ m)をバイアル瓶の気相内に露出させ、10分後にファイバーをバイアル瓶から抜き取り、直ちに GC 注入口に挿入して分析を行った。

GC分析は島津GC-14Bガスクロマトグラフを使用し水素炎イオン化法にて検出を行った。また、質量分析には JMS-AX505H を用い正イオン電子衝撃イオン化(PIEI)法による検出を行った。使用したカラムはSupelco社製SUPELCO WAX 10キャピラリーカラム(長さ 30 m、内径 0.25 mm、膜厚 0.25  $\mu$ m)である。カラム温度は 30 ~ 145  $^{\circ}$ C (30  $^{\circ}$ C で3分間保持後多段階昇温)、注入口温度は 280  $^{\circ}$ C、キャリアーガスのヘリウムは流量を 0.7 ml/min に設定した。サンプル注入時はスプリットレスモードで90秒後にスプリットモードに切り替えて行った。

今回設定したギ酸のヘッドスペース SPME-GC 法では、酸性条件下で血液に過剰のメタノールを加え、血中ギ酸をメチル化したギ酸メチルを SPMEファイバーに吸着させて検出を行った。血液から検出したピークを PIEI 法による質量分析を行ったところ、 $m/z$  60 の分子イオンと 44, 31 (ベースピーク), 29, 15 のフラグメントイオンが観察され、これはギ酸メチル標準物質と一致した。また、ラット血中ギ酸は約 16.5  $\mu$ g/0.5 ml であった。本法は体液中ギ酸を簡便に分析することができ、法医学領域において有用であると考えられる。