

液体クロマトグラフィー・質量分析 (LC/MS) 法によるブチロフェノン類の検出

著者	服部 秀樹, 妹尾 洋, 岩井 雅枝, 黒野 俊介, 鈴木 修, 山田 高路
雑誌名	日本法医学雑誌
巻	53
号	1
ページ	132
発行年	1999-04-05
URL	http://hdl.handle.net/10271/1841

P-104 液体クロマトグラフィー・質量分析 (LC/MS)法によるブチロフェノン類の検出

服部秀樹¹⁾、妹尾 洋²⁾、岩井雅枝¹⁾、黒野俊介¹⁾、鈴木 修²⁾、山田高路¹⁾ (¹⁾ 愛知医大、²⁾ 浜松医大)

ブチロフェノン誘導体は抗精神病薬として広く使用されている薬剤である。今回我々はブチロフェノン誘導体とその類似化合物につき、ヒト全血から抽出し、HPLC/MS(MS)による分析を行ったので報告する。

使用した薬剤は pimozone、 bromperidol、 timiperone ならびに flunarizine である。HPLC/MS(MS)分析には、サーモクエスト社製 LCQ、HPLC はヒューレットパッカード社製 HP-1100 を用いた。使用カラムは CAPCELLPAK UG80 (250 mm x 1.0 mm) である。移動相は、A : 0.1%ギ酸含有 10 mM 酢酸アンモニウム、B : アセトニトリルを用い、B を 25% から開始し、20 分間で B 90% までのグラジエント溶出を行い、流速は 50 μ l/min とした。イオン化法はイオン化法エレクトロスプレーイオン化 (ESI) を用いた。

血液からの抽出は以下のように行った。全血 1 ml に蒸留水 4 ml と 1 M 炭酸水素ナトリウム 0.5 ml を加え、3000 rpm で 5 分間遠沈した。メタノール 2 ml 及び蒸留水 2 ml で前処理を施した Oasis HLB 固相抽出カートリッジにサンプルの上清を注入し、蒸留水 4 ml で洗浄後、アセトニトリル 2 ml で薬剤を溶出した。溶媒を蒸発乾固後、残渣をメタノール 50 μ l に溶かし、蒸留水 100 μ l と混ぜ、その 100 μ l を HPLC/MS(MS) に注入した。

HPLC/MS でのトータルイオンクロマトグラム上、薬剤自身の分離は良好であったが、多数の妨害不純ピークが認められた。しかし、各薬剤の擬分子イオンをプリカーサーイオンとして MS/MS にてプロダクトイオンスキャンを行ったところ夾雑物は認められなかった。各薬剤の full scan MS/MS による検出限界は 0.5-1 ng/ml であった。

HPLC/MS では、難揮発性物質、高極性物質や熱に不安定な物質等、GC や GC/MS では検出困難な物質を誘導体化等の操作をすることなく検出同定ができる。さらに、MS/MS による分析を行えば、夾雑物が減少し、特異性及び感度が向上する。本法は法中毒学的に有用であると思われる。