

Carboxen/PDMSファイバーを用いたヘッドスペース SPMEによるヒト体液中シンナー成分の簡易抽出法

著者	李 曉鵬, 熊澤 武志, 近藤 圭, 佐藤 啓造, 鈴木 修
雑誌名	日本法医学雑誌
巻	55
号	1
ページ	131
発行年	2001-03-05
URL	http://hdl.handle.net/10271/1853

P-94 Carboxen/PDMS ファイバーを用いたヘッドスペース SPME によるヒト体液中シンナー成分の簡易抽出法

李 曉鵬、熊澤武志、近藤 圭、佐藤啓造（昭大）
鈴木 修（浜松医大）

固相マイクロ抽出（solid-phase microextraction; SPME）は薬毒物の簡便な抽出法として法医学領域での応用が検討されている。今回の実験では benzene, toluene, ethyl acetate, 1-butanol, butyl acetate および isoamyl acetate のシンナー成分 6 種類について、ヒト体液中からのヘッドスペース SPME による抽出とキャピラリーガスクロマトグラフィー（GC）による分析条件を設定したので報告する。

SPME では Carboxen/PDMS ファイバーを使用した。GC 装置は HP-6890 Series を使い、注入口温度 280 °C、カラム温度 10~120 °C（10 °C で 3 分間保持後多段階昇温）、ヘリウムガス流量 2 ml/分の条件で FID 検出を行った。スプリッターはファイバー挿入時にスプリットレスモードで、1.5 分後スプリットモードに切り替えた。使用した分離用カラムは DB-624 ミドルボアキャピラリーカラム（長さ 30 m、内径 0.32 mm、膜厚 1.80 μm）である。全血あるいは尿 0.5 ml（6 種類シンナー成分 50~200 ng 添加あるいは非添加）を 7.5 ml 容量のバイアル瓶に入れ、蒸留水 1.5 ml および塩化ナトリウム 0.6 g を加えた後、シリコンセプタム付きキャップで密栓した。なお、内部標準物質には ethylbenzene を使い、50 ng を試料に添加した。抽出は試料液をスターラーで攪拌した状態で、バイアル瓶を 70 °C で 5 分間加熱した後、Carboxen/PDMS ファイバーをバイアル瓶の気相内に露出させ、15 分後にファイバーをバイアル瓶から抜き取り、直ちに GC 注入口に挿入し検出を行った。

今回の SPME/GC 分析では 6 種類のシンナー成分および IS が 12 分以内に検出され、不純ピークとの重複が見られない良好な結果が得られた。抽出効率は全血で 8.7~74 %、尿で 10.7~75.4 % であった。6 種類のシンナー成分について検量線を作成したところ全血および尿において 0.5~500 ng/0.5 ml の範囲で良好な直線性が得られ、検出限界は 0.25~1.5 ng/0.5 ml であった。再現性 (CV) は全血および尿において、それぞれ 3.0~10.3 % および 1.6~6.2 % であった。本法は簡便で定量性に優れており、しかも、PDMS ファイバーを用いた従来の報告¹⁾に比べ、検出感度が 14~167 倍に向上する結果となった。

¹⁾ Lee XP, Kumazawa T, Sato K, Int. J. Legal Med., 107, 310-313, 1995.