低温オーブントラッピングキャピラリーガスクロマトグラフィーによるクレゾール異性体およびフェノールの分析

メタデータ	言語: Japanese
	出版者: 日本法中毒学会
	公開日: 2013-08-27
	キーワード (Ja):
	キーワード (En):
	作成者: 李, 暁鵬, 熊澤, 武志, 近藤, 圭, 佐藤, 啓造, 鈴木, 修
	メールアドレス:
	所属:
URL	http://hdl.handle.net/10271/1725

G 2　低温オーブントラッピングキャピラリーガスクロマトグラフィーによるクレゾール異性体およびフェノールの分析

昭和大・医　○李　暁鵬、熊澤 武志、近藤　圭、佐藤 啓造
浜松医大　鈴木　修

DETERMINATION OF CRESOL ISOMERS AND PHENOL BY CAPILLARY GAS CHROMATOGRAPHY WITH CRYOGENIC OVEN TRAPPING

Xiao-Pen Lee[a], Takeshi Kumazawa[a], Kei Kondo[a], Keizo Sato[a] and Osamu Suzuki [b]

[a] Department of Legal Medicine, Showa University School of Medicine
[b] Department of Legal Medicine, Hamamatsu University School of Medicine

【はじめに】

低温オーブントラッピングキャピラリーガスクロマトグラフィー(GC)は新しいヘッドスペース GC 法として法中毒学領域での応用が検討されている [1)−5)]。今回、我々は迅速かつ簡便に血中および尿中クレゾール異性体およびフェノールの GC 分析を行うことを目的として、低温オーブントラッピングキャピラリー GC 法による分析条件を設定したので報告する。

【材料と方法】

1) 試薬： 市販されているクレゾール石鹸液は一般的に *o*-、*m*-、*p*-の３種類のクレゾール異性体と不純物としてフェノールが含まれることがある。今回は *o*-クレゾール、*m*-クレゾール、*p*-クレゾール及びフェノールの４種類を分析対象とし、内部標準物質には 2,4-ジメチルフェノールを用いた。
2) 試料の調整：クレゾールの添加実験に用いた全血および尿は健常人より採取した。体液試料の 0.5 ml を 7.5 ml 容量のガラスバイアル瓶に入れ、4 種類のクレゾール成分を各々 5 μg、内部標準物質の 2,4-ジメチルフェノールを 2 μg、塩化ナトリウム を 0.4 g 添加後、蒸留水を加えて全量を 2 ml に調整した。バイアル瓶はシリコン製の内蓋で密栓し 100 °C で加温を施した。10 分後、ガラスバイアル瓶からヘッドスペースをガスタイトシリンジで 5 ml 採取し、その全量を GC に注入し検出を行った。
3) GC 分析：GC 装置は島津 GC-14B 冷却装置付ガスクロマトグラフを使用し、冷却剤には液化炭酸ガスを用いた。予めオーブンの温度を 0 °C に冷却し、温度が安定したところでヘッドスペースサンプルの注入を行った。昇温は 0 °C で 1 分間保持した後、170 °C までの多段階昇温を行った。注入口温度は 280 °C、ヘリウム流量は 3 ml/分で水素炎イオン化法による検出を行った。スプリッターはサンプル注入時にスプリットレスモードで、1 分後にスプリットモードに切り替えた。使用したカラムは Supelco 社製 α-DEX 120 ミドルボアキャピラリーカラム（長さ 30 m、内径 0.25 mm、膜厚 0.25 μm)である。

【結果及び考察】

今回設定した低温オーブントラッピングキャピラリー GC 法により、3種類のクレゾール異性体、フェノールおよび内部標準物質の 2,4-ジメチルフェノールは α-DEX 120 ミドルボアキャピラリーカラムを用いて 14 分以内に全てが分離良く検出され、不純ピークの出現が少ない良好な結果が得られた。抽出効率は全血において 0.25~0.68 %、尿では 0.51~1.14 %であった。また、全血および尿に4種類の成分を添加し検量線を作成したところ、1~10 μg/0.5ml の範囲でいずれの成分も良好な直線性が得られた。検出限界(signal-to-noise=3)はフェノールが 0.5 μg/0.5 ml、その他は 0.3 μg/0.5 ml であった。再現性(CV)はクレゾール異性体およびフェノール共に intra-day が全血では 3.0~9.7 %、尿では 3.9~10.6 %、inter-day が全血では 2.3~11.6 %、尿では 1.9~9.3 %の良好な結果が得られた。また、今回設定した分析方法を動物実験に応用したところ、市販クレゾール石けん液を経口投与したラットの心臓血から *m*-クレゾールと *p*-クレゾールを検出することができた。

本実験ではカラムオーブンの初期温度を 0 °C に設定することで、5 ml の気化したクレゾールサンプルをスプリットレスモードにてミドルボアキャピラリーカラム内に導入することができた。しかも、キャピラリーカラムの特性を充分生かしたシャープなピークが得られ、3種類のクレゾール異性体およびフェノールを迅速、簡便、定量性良く分析することが可能となった。

【SUMMARY】

A simple method for determination of *o*-cresol, *m*-cresol, *p*-cresol and phenol from human body fluids by capillary gas chromatography (GC) has been developed using cryogenic oven trapping. After heating a whole blood or urine sample containing the four compounds and 2,4-dimethylphenol as internal standard in a 7.5 ml-vial at 100 °C for 10 min, 5 ml of headspace vapor was drawn into a gas tight syringe. All vapor was introduced through an injection port of a GC instrument in the splitless mode into an α-DEX 120 middle-bore capillary column at 0 °C of oven temperature for trapping the compounds; the oven temperature was programmed up to 170 °C for their detection by GC with flame ionization detection. The present conditions gave sharp peaks for the compounds, a good separation of each peak and low background impurities for whole blood and urine samples. The extraction efficiencies of the compounds were 0.25–0.68 % for whole blood and 0.51–1.14 % for urine. The calibration curves for all compounds showed good linearity in the range 1–10 μg/0.5 ml and the detection limits were 0.3–0.5 μg/0.5 ml.

【文献】

1) Watanabe, K., Seno, H., Ishii, A., Suzuki, O. and Kumazawa, T. (1997) Anal Chem, **69**, 5178-5181.
2) Lee, X.-P., Kumazawa, T., Sato, K., Watanabe, K. Seno, H. and Suzuki, O. (1998) Analyst, **123**, 147-150.
3) Hattori, H., Iwai, M., Kurono, S., Yamada, T., Watanabe-Suzuki, K., Ishii, A., Seno, H. and Suzuki, O. (1998) J Chromatogr B, **718**, 285-289.
4) Ishii, A., Seno, H., Watanabe-Suzuki, K., Suzuki, O. and Kumazawa, T. (1998) Anal Chem **70**, 4873-4876.
5) Watanabe-Suzuki, K., Seno, H., Ishii, A., Kumazawa, T. and Suzuki, O. (1999) J Chromatogr B, **727**, 89-94.