



負イオン化学イオン化GC/MSによるマラチオンの分析

メタデータ	言語: Japanese 出版者: 公開日: 2013-08-27 キーワード (Ja): キーワード (En): 作成者: 鈴木, 修, 服部, 秀樹, 浅野, 稔 メールアドレス: 所属:
URL	http://hdl.handle.net/10271/1783

138

負イオン化学イオン化 GC/M S によるマラチオンの分析

鈴木 修, 服部秀樹, 浅野 稔 (浜松医大)

最近、負イオン化学イオン化 (C I) GC/M S が注目を集めている。本法は GC の電子捕獲検出器に相当するもので、M S の E C D とよばれている。今回われわれは農薬中毒死が疑われる一剖検例を経験し、毒物の検出に負イオン C I GC/M S を利用したところ、良好な結果を得たので報告する。

【実験材料と方法】

今回経験した剖検例は 53 歳の女性で、自宅で農薬らしいものを服用したとの通報があり、救急車が到着した時には既に死亡していたもので当大学で解剖した。

血液もしくは胃内容 (1.0 ml) を 5 ml のアセトニトリルで 2 回振とう遠沈し、分離した上清に、飽和食塩水 5 ml と 30 ml の水を加えさらに 10 ml のクロロホルムを加えて、2 回振とう遠沈しクロロホルム層を集め、蒸発乾固した後に残渣を 100 μ l のアセトンに溶解し、GC/M S 分析に供した。

GC/M S 分析には J M S - D 300 を使用しオプションとして負イオン検出器を装着した。GC には Silicone DC-200P on Uniport HPS (60/80 mesh) の 2.0 mm x 2.0 mm のガラスカラムを使用し、注入口温度 240°C、カラム温度 210°C、ヘリウム流量 4.0 ml/分である。EI 法ではイオン化電圧 70 e V、イオン源温度 200°C である。C I M S の条件は反応ガス CH_4 、イオン化電圧 200 e V、イオン化電流 300 μ A、イオン源温度 180°C、イオン化室圧 1.0 Torr である。EI、C I 法共にセパレーター温度 220°C である。

【結果と考察】

死者の血液、胃内容物の抽出物を負イオン C I GC/M S にかけたところ、T I M で強いピークが約 4.7 分のところに現われ、そのスペクトルを測定したところ、 m/z 157 に極めて強い負イオンが出現した (図 1)。これは有機リン剤に由来する $(\text{CH}_3\text{O})_2\text{PS}_2^-$ を示唆するものである。従って、毒物として有機リン剤に的をしぼり、EI スペクトル (図 1) を測定し、文献に記載されたものと比較検索したところ、マラチオンであることが判明した。

負イオン C I 法でマラチオンを定量する目的で、負イオン S I M を行った結果、バックグラウンドも低く、妨害ピークも存在しなかった。総体検量線も満足できる直線性を示した。従って本法で本死体血液と胃内容物のマラチオン濃度を定量したところ、それぞれ、1.89 μ g ならびに 2110 μ g/ml であった。回収率を検討した結果、血液では 119%、胃内容物では 93.6% と良好であった。

負イオン C I 法による S I M では正イオン EI 法にくらべ 5~10 倍感度が高く検出限界も 50 pg 以下であった (図 2)。

以上の結果から、負イオン C I GC/M S は有機リン剤のスクリーニングと高感度定量に極めて有用であると思われる。

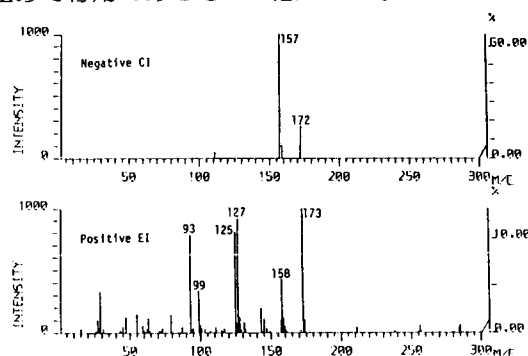


図 1. 胃抽出物のマスペクトル

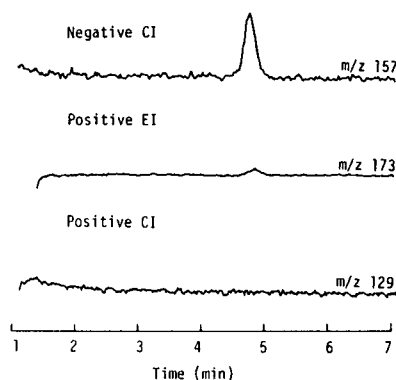


図 2. 正負イオン S I M による感度比較 (100 pg マラチオン注入)