

ベンゾフェノン類の迅速分離法とワイドボアキャピラリーガスクロマトグラフィー

メタデータ	言語: jpn 出版者: 日本法医学会 公開日: 2013-08-27 キーワード (Ja): キーワード (En): 作成者: 妹尾, 洋, 鈴木, 修, 熊澤, 武志, 服部, 秀樹 メールアドレス: 所属:
URL	http://hdl.handle.net/10271/1795

妹尾 洋・鈴木 修・熊沢 武志 (浜松医大)

服部 秀樹 (愛知医大)

ベンゾジアゼピン系薬剤は、抗不安剤、睡眠剤、抗てんかん剤として広く使用されている薬剤である。今回の報告では、ベンゾジアゼピン類を酸加水分解して得られるベンゾフェノン (図1参照) を12種類用い、Sep-Pak C₁₈カートリッジによる迅速分離法と、ワイドボアキャピラリーガスクロマトグラフィー (GC) において良好な結果を得たので報告する。

薬剤の検出はワイドボアキャピラリーGCによるFID法、ECD法を用いた。カラムは、Hewlett・Packard社製 HP-17 fused silicaキャピラリーカラムで、長さ10m、内径0.53mm、液層の厚さ2.0μmである。注入温度は270°C、カラム温度180-270°C、5°C/分昇温、窒素ガス流量20ml/分で行った。試料は、健康人より採取した尿、血漿、全血を用いた。

FID法では、Sep-Pak C₁₈カートリッジの前処理として、10mlクロロフォルム、10mlアセトニトリル、10ml蒸溜水を通し、これを3回繰り返した。尿にベンゾフェノンもしくはベンゾジアゼピン (各々10μg) を添加し塩酸を加え100°Cで1時間加温加水分解後カートリッジにゆっくり流し (5ml/分以下)、さらに20ml蒸溜水を流しカートリッジを洗浄した。最後にクロロフォルム3mlを流し、ベンゾフェノンを溶出した。水層を除去し、有機層を窒素気流下で蒸発乾固し、残渣を0.1mlのアセトニトリルに溶解し、その1μlをGCに供した。

血漿、全血では、塩酸を加え除蛋白後、その上清を加温加水分解しSep-Pak C₁₈カートリッジに通し、それ以後は前述の通りである。

ECD法では、ベンゾジアゼピン各々1μgずつ添加し上記と同様に加温加水分解後、KOHで中性となし、Sep-Pak C₁₈カートリッジに通した。

12種類のベンゾフェノンのGC上の分離はFIDならびにECD検出共に比較的良好であり、回収率はほとんどのもので60%以上であった。薬剤を添加しない抽出物のバックグラウンドには、妨害不純ピークはほとんどみられなかった。

本実験にて設定したSep-Pak C₁₈カートリッジによる迅速抽出法ならびにワイドボアキャピラリー検出法は、ベンゾフェノン検出においても利用価値が高いものと思われる。

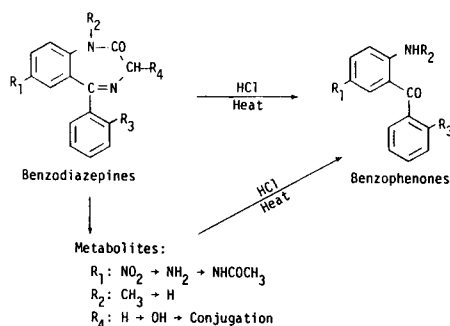


Fig. 1. Conversion of benzodiazepines and their metabolites to benzophenones by heating in acid