

三環系抗うつ剤のヘッドスペースSPMEによる簡易抽出法

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: 熊澤, 武志, 李, 暁鵬, 田口, 智子, 佐藤, 啓造, 妹尾, 洋, 鈴木, 修 メールアドレス: 所属:
URL	http://hdl.handle.net/10271/1822

熊沢武志・李 暁鵬・田口智子・佐藤啓造 (昭和大)
妹尾 洋・鈴木 修 (浜松医大)

Solid-phase microextraction (SPME) は気体や液体試料から揮発性あるいは難揮発性化合物をジメチルシリコン被膜のフューズドシリカファイバーに吸着、保持させるという新しい試料抽出法として1990年に報告されている。今回の実験では、三環系抗うつ剤である amitriptyline、chlorimipramine、imipramine、trimipramine の4種類についてヒト尿からの SPME による抽出法を検討したので報告する。

SPME 装置はマイクロシリンジ様のホルダーと、その針先内に取り付けられた膜厚が100 μm のポリジメチルシロキサン被膜を持つフューズドシリカファイバーによって構成される。このファイバーはホルダー針内から露出したり針内に収納したりすることが出来る長さ1 cm のものである。試料の調整は1 ml のヒト尿(1 μg の各薬剤もしくは非添加)と50 μl の5M NaOH 溶液を7.5 ml 容量のバイアル瓶に入れ、シリコン製の内蓋付きキャップでバイアル瓶を密封しスターラーバーで攪拌しながら100°Cにて加温を行った。30分後SPMEホルダー針をバイアル瓶の内蓋に突き刺しヘッドスペース内でファイバーを露出させた。15分後そのファイバーをホルダー針内に収納し、バイアル瓶から引き抜き、直ちにガスクロマトグラフ(GC)注入口に差し込みファイバーを3分間露出させGC分析を行った。GCは島津製GC-14Bを使用し、検出器は水素炎イオン化法(FID)を用いた。カラムはJ&W社製DB-1フューズドシリカキャピラリーカラム(長さ30m、内径0.32mm、膜厚0.25 μm)を用いた。GCの条件は注入口温度280°C、カラム温度100-300°C(昇温20°C/分)、ヘリウムガス流量3ml/分、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分後スプリットモードに切り替えた。

今回の実験では、尿をアルカリ性にて加熱

後、気相中へ遊離した薬剤をSPMEファイバーに吸着させるヘッドスペースSPME法を試み、GC-FID検出を行ったところ、4種類すべての薬剤が検出することができた(図1)。また、不純ピークの出現が非常に少ない良好な結果が得られた。SPMEファイバーへのこれら薬剤の吸着率はchlorimipramineでは45%で、その他は75-81%であった。また、4種類の薬剤の検量線を作製したところ0.05-2 $\mu\text{g}/\text{ml}$ の範囲で直線性を示し、検出限界は24-38 ng/ml であった。従来から難揮発性薬剤の抽出には液-液抽出法あるいは固相抽出法が広く用いられているが、多量の有機容媒を使用することや高価な固相カートリッジカラムによる面倒な抽出操作とGC分析における不純ピークの出現が問題となっていた。しかし、今回の結果から、ヘッドスペースSPMEは薬剤を迅速かつ簡単に抽出することができ、さらに、GC分析ではクリーンなバックグラウンドが得られ、法医学実例の試料の分析にも応用が可能と思われる。

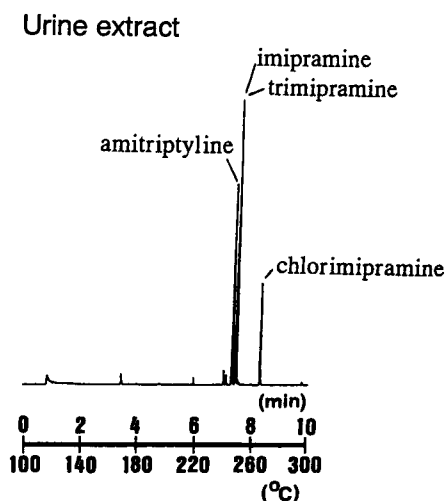


図1.ヘッドスペースSPMEによる三環系抗うつ剤のキャピラリーGC.