



## 固相マイクロ抽出（SPME）/キャピラリーガスクロマトグラフィーによる尿中コカインの検出

メタデータ	言語: Japanese 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, 佐藤, 啓造, 渡部, 加奈子, 鈴木, 修 メールアドレス: 所属:
URL	<a href="http://hdl.handle.net/10271/1826">http://hdl.handle.net/10271/1826</a>

## A 6

固相マイクロ抽出(SPME)/キャピラリーガスクロマトグラフィーによる尿中  
コカインの検出

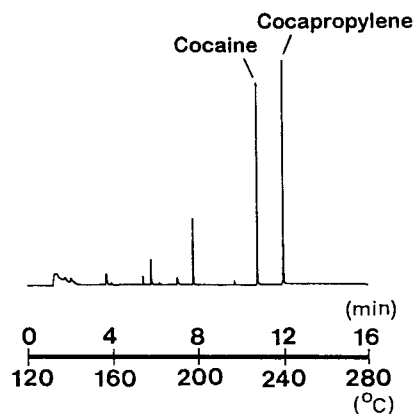
熊沢武志、李 曉鵬、佐藤啓造 (昭和大)  
渡部加奈子、鈴木 修 (浜松医大)

固相マイクロ抽出 (solid-phase microextraction; SPME) は 1990 年に報告された新しい抽出方法で、現在、ヒト体液試料からの薬毒物抽出への応用が検討されている。この方法は、メチルシリコン皮膜の針状フェーズドシリカファイバーを直接試料液中あるいは気相内に露出することで、ファイバー上に薬毒物を吸着させ、このファイバーをガスクロマトグラフ注入口に挿入し、吸着物質をファイバーから熱脱離によって GC カラムへ導入するものである。今回の実験では、ヒト尿中コカインについて SPME による抽出方法と、キャピラリーカラムを用いたガスクロマトグラフィー (GC) の検出条件を設定したので報告する。

コカインは塩野義製薬より入手した。また、本実験ではコカプロピレンを化学合成し内部標準物質として使用した。SPME には 100 $\mu$ m の polydimethylsiloxane 皮膜のフェーズドシリカファイバーを用い、GC 注入口で 250 $^{\circ}$ C、1~2 時間加熱処理を行いファイバーに付着している不純物質を除いたものを用いた。GC 装置は HP-5890 Series II (ヒューレットパッカード社) を用い、注入口温度 240 $^{\circ}$ C、カラム温度 120~280 $^{\circ}$ C (10 $^{\circ}$ C/分昇温)、ヘリウムガス流量 3ml/分、窒素検出 (NPD) 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 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 DB-1 ミドルボアキャピラリーカラム (長さ 30m、内径 0.32mm、膜厚 0.25  $\mu$ m、J&W 社製) である。1ml のガラスバイアル瓶に 0.5ml のヒト尿、20 $\mu$ l の 2.5% フッ化ナトリウム溶液、コカインおよびコカプロピレン各々 250ng を添加した後、試料液をスターラーで攪拌した状態で SPME ファイバーを直接試料液中に浸した。室温で 30 分間の浸漬の後、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 NPD 検出を

行った。

今回の実験では、コカインおよびコカプロピレンがそれぞれ 10.8 分、12.1 分に分離良く検出され、また、不純ピークの出現は非常に少なく、薬剤ピークとの重複は問題にならない良好な SPME-GC 結果が得られた。コカインとコカプロピレンの回収率は 30 分間の直接浸漬によりそれぞれ 22% および 32% であった。また、コカプロピレンを内部標準物質として尿中コカインの検量線を作成したところ、30~250ng/0.5ml の範囲で直線性を示した。さらに、コカインの検出限界は約 6ng/0.5ml であった。SPME 法は従来の液-液抽出や固相抽出のように有機溶媒の必要性がなく、抽出操作が非常に簡単であることが利点としてあげられる。また、今回の結果から回収率については約 20~30% 程度と低い値であったものの、検出限界は従来の抽出方法の場合と比べて劣るものではなく、定量性についても全く問題がなかった。以上、SPME-GC 法はヒト体液試料中コカイン分析の新しい方法として法医学領域での応用が可能であると考えられる。



尿中コカインおよびコカプロピレンの SPME-GC/NPD.