

低温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ヒト体液中ヘキサソおよびシクロヘキサソの高感度分析

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: 近藤, 圭, 李, 暁鵬, 熊澤, 武志, 佐藤, 啓造, 妹尾, 洋, 鈴木, 修 メールアドレス: 所属:
URL	http://hdl.handle.net/10271/1846

A-7 低温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ヒト体液中ヘキサンおよびシクロヘキサンの高感度分析

近藤 圭¹、李 暁鵬¹、熊澤武志¹、佐藤 啓造¹、
妹尾 洋²、鈴木 修²、(¹昭和大、²浜松医大)

低温トラッピングキャピラリーガスクロマトグラフィー(GC)は揮発性物質を高感度に検出できる新しいヘッドスペースGC法として開発され、現在、その法医学的応用が検討されている。今回我々は低温トラッピングキャピラリーGC法によるヒト体液中ヘキサンおよびシクロヘキサン分析についての詳細を検討したので報告する。

ヒト全血あるいは尿(ヘキサンおよびシクロヘキサン添加あるいは非添加)0.5 ml、蒸留水0.5 mlを7.5 ml容量のバイアル瓶に入れ、シリコンセブタム付きキャップで密栓し、攪拌後アルミブロックヒーターにて70℃で15分間加熱した。その後ガラスシリンジにてヘッドスペースサンプル5 mlを採取し、直ちにその全量をガスクロマトグラフに注入して検出を行った。

GC分析には液化炭酸ガスによる冷却装置を備えた島津GC-14Bガスクロマトグラフを使用し、水素炎イオン化法にて検出を行った。使用したカラムはRestek社製Rtx-volatilesキャピラリーカラム(長さ30 m、内径0.32 mm、膜厚1.5 μm)である。カラム温度は初期温度-40℃で1分間保持後、20℃/minで180℃までの昇温を行った。注入口温度は240℃、キャリアーガスのヘリウム流量は2 ml/minに設定した。注入モード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て行った。

今回の結果では全血および尿いずれにおいても、ヘキサンおよびシクロヘキサンのシャープなピークが9分以内に出現し、不純ピークの少ない良好な結果が得られた。抽出効率にはヘキサンについて全血が14%、尿が13%、シクロヘキサンでは全血が13%、尿が12%であった。全血および尿にヘキサンおよびシクロヘキサンを添加し検量線を作成したところ、全血および尿共に5-500 ng/0.5 mlの範囲で良好な直線性が得られ、検出限界は2-3 ng/0.5 mlであった。再現性(CV)は全血および尿において、それぞれ5.2-9.5%および6.8-10.8%の結果であった。

本実験ではカラム初期温度を-40℃の低温にした状態で、5 mlのヘッドスペースサンプルをキャピラリーカラム内に注入した。その結果、一時的に目的物質をカラム内にトラップさせる事ができ、昇温プログラムを開始する事によりシャープなピークの出現が可能となり、検出感度が従来法に比べ約15倍以上向上する結果となった。本法は体液中ヘキサンおよびシクロヘキサンを簡便かつ高感度に分析する方法として、法医学領域において有用であると考えられる。