

21PO-am194S

固相分散抽出法および固相誘導体化法を用いた GC/MS による尿中メタンフェタミンの分析

○瀬川 乃里子¹, 伊藤 里恵¹, 斉藤 貢一¹ (¹星薬科大学)

【目的】覚せい剤であるメタンフェタミン(MA)の分析において、MA は極性官能基を有することから揮発性が乏しいため、法科学分野で汎用されている GC/MS 分析が困難である。そのため従来、無水トリフルオロ酢酸(TFAA)を用いて、TFA 誘導体として分析する手法が行われている。本研究では、分析試料からの MA の抽出と TFA 誘導体化をより効率的に行うため、固相分散抽出法(SPDE)および固相誘導体化法を用いた尿中 MA の前処理方法の検討と GC/MS による測定を行った。

【実験】内部標準物質として *N*-メチルベンジルアミン(NMe-BA)を尿試料に加え、Oasis®HLB を固相剤として SPDE によって抽出・精製した後、SPDE 用器具(@ろ過™)に入ったままの固相剤を恒温槽(70°C)で乾燥させた。その固相剤に TFAA を加えて固相に保持された MA を TFA 誘導体化し、酢酸エチルを用いて SPDE で溶出させたものを試料溶液とした。GC/MS カラムには DB-5MS (30 m×0.250 mm i.d., 0.25 μm)を用い、昇温条件は 50°C (1 min)-10°C/min-280°C (10 min)とした。試料注入はスプリットレスで行い、MS での検出は SCAN モードで測定した。マスクロマトグラムとして MA は *m/z* 154、NMe-BA は *m/z* 217 を抽出イオンに設定した。

【結果および考察】構築した前処理法では、SPDE による MA の抽出・クリーンアップと TFA 誘導体化を固相上で連続して行うことが可能であった。また内部標準物質として数種類の物質を検討した結果、NMe-BA が有用であった。分析法バリデーションとして尿中 MA の添加回収試験を行い、良好な真度、併行精度および室内精度が得られ、内部標準法を用いることで従来の方法に比べて定量精度が向上した。