

2. 確認検査に用いる機器と検査法 ◆◆◆

毒物検査で用いられることが多い代表的な機器と検査法について解説する。個々の毒物における具体的な確認検査法については、専門的な知識と技能が必要となるため割愛した。詳細は参考文献および専門書を参照してもらいたい。

I gas chromatography (GC)

①特徴および分離の原理

GCは揮発性をもつ物質の分離・同定に適した分析機で、検出器の種類も多い等の利点をもつ。検査試料は試料気化室でただちにガス化され、キャリアガス（移動相）と呼ばれるガス（窒素、ヘリウム等の不活性ガス）とともにカラムに運ばれる。目的とする物質は液相との相互作用により分離され、検出器に達する。

②基本構成

試料気化室、ヒータおよび冷却ファン、カラム、検出器、データ処理部等で構成されている。

③カラム

内径2～4 mm、長さ30 cm～数 m までの充填カラム（パックドカラム）と、内径0.25～0.53 mm、長さ十数 m～60 m 程度のキャピラリーカラムと呼ばれるカラムがあり、後者のほうが高い分離能をもっている。いずれのカラムも数多くの液相が用意されており、対象物質に応じて適した液相を選択する必要がある。

④検出器

最も広く利用されている検出器は水素炎イオン化検出器（flame ionization detector ; FID）で、ほとんどの有機化合物の検出が可能である。その他に、ハロゲン、ニトロ基をもつ化合物に高感度を示す電子捕獲型検出器（electron capture detector ; ECD）、イオウやリン化合物に対して高感度を示す炎光光度検出器（flame photometric detector ; FPD）、後述のMS等があり、対象物質に応じて使い分ける。

II 高速液体クロマトグラフィー (high performance liquid chromatography ; HPLC)

①特徴および分離の原理

熱に不安定な化合物や難揮発性物質等、GCで検査が難しい場合に用いられることが多い。移動相は水や有機溶媒等の液体を用い、送液ポンプを使って充填剤（固定相）を詰め込んだ分離カラムに流す。抽出処理した試料を移動相とともに分離カラムに導入し、固定相と化合物との相互作用によって生ずる移動速度の差を利用して目的物質を分離する。

②基本構成

ポンプ、試料注入器、分離カラム、検出器、データ処理部等で構成されている。

③分離モード

分離モードには、順相、逆相、イオン交換クロマトグラフィーがあるが、毒物検査では主に逆相クロマトグラフィーまたはイオン交換クロマトグラフィーが用いられる。逆相クロマトグラフィーでは、充填剤に極性の小さいオクタデシル基（ $-C_{18}H_{37}$ ）を化学結合させた通称ODSカラムと呼ばれている固定相と、水、メタノール、アセトニトリル等の溶媒を移動相として用いる方法が主流である。イオン交換クロマトグラフィーは、塩化物イオン（ Cl^- ）やナトリウムイオン（ Na^+ ）といった無機イオンが検査対象のときに用いられる。

④検出器

検出器には、紫外可視吸光光度検出器、ファトダイオードアレイ型紫外可視吸光光度検

出器，蛍光検出器の他に，後述する MS 等が用いられる。

Ⅲ質量分析法 (mass spectrometry ; MS)

①特徴

質量分析法とは試料分子をイオン化し，そこから得られる質量と電荷数の比 (m/z) から化合物を分析する方法である。質量分析計は高い感度と物質識別能(定性能力)を有し，今日では GC や LC における高感度検出器としてなくてはならない装置である。

②基本構成

試料導入部，イオン化部，質量分離部，検出部，データ処理部から構成されている。

③試料導入部

LC および GC 等が用いられる。GC-MS あるいは LC-MS は MS の識別能を組み合わせることで，GC あるいは LC のみに比べてより正確な定性検査が可能となる。また，GC-MS には十数万を超える化合物のマススペクトルがデータベース化されており，未知化合物のスクリーニング分析においても有効な機器である。特に農業検査では GC や GC-MS で必要な前処理の行程を簡略化することが可能なため，残留農薬のスクリーニング検査等で使用されている。その反面，GC で気化しない化合物や熱不安定な化合物は測定できない等の制限がある。一方，LC-MS は化合物の制限はほとんどなく，適応範囲が GC-MS に比べて広い。

④イオン化法

質量分析計では，マススペクトル（横軸に m/z ，縦軸にイオンの相対存在量をとったスペクトル）を得るために物質をイオン化する必要がある。イオン化法には電子イオン化法 (EI 法)，化学イオン化法 (CI 法)，エレクトロスプレーイオン化法 (ESI 法)，大気圧化学イオン化法 (APCI 法)，マトリックス支援レーザー脱離イオン化法 (MALDI 法)，高速原子衝撃化法 (FAB 法) 等がある。GC-MS には EI 法，CI 法，LC-MS には ESI 法，MALDI 法が用いられることが多い。

⑤質量分離部

質量分離部としては，四重極型，イオントラップ型，飛行時間型，磁場型，フーリエ変換イオンサイクロトロン型等がある。GC-MS には主に四重極型と磁場型が，LC-MS には主に四重極型，イオントラップ型，飛行時間型，フーリエ変換イオンサイクロトロン型等が使用されている。

Ⅳ蛍光 X 線分析法

試料に X 線を照射したときに発生する蛍光 X 線（特性 X 線）を測定することで，試料を構成する元素の種類や含有量を分析する装置である。試料を破壊することなく，含有元素のスクリーニング検査を行うことが可能である。毒物検査においては，主にヒ素化合物に用いられる。

Ⅴ誘導結合プラズマ質量分析法 (inductively coupled plasma-MS ; ICP-MS)

高温のアルゴンプラズマに試料を噴霧すると，試料中の原子が励起されその一部がイオン化する。このイオン化した原子を MS に導入することで，質量数の異なる多くの元素を同時に測定することができる。質量分離部には四重極型が用いられ，原子吸光法や蛍光 X 線分析法に比べ高感度で同時多元素分析が可能であり，微量元素の検査に用いられる。