

科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和2年7月8日現在

機関番号：
研究種目：奨励研究
研究期間：2019
課題番号：19H00292
研究課題名：イオン液体抽出を用いた陽イオン性薬毒物分析の高精度化

研究代表者
濱本 拓也 (HAMAMOTO, Takuya)
千葉県警察本部刑事部科学捜査研究所・地方公務員

交付決定額（研究期間全体）（直接経費）：540,000 円

研究成果の概要：これまで我々は、薬毒物中毒事案の発生時に行われる各種水溶液試料の分析の中で、一般的に分離濃縮操作が煩雑なカチオン薬毒物を対象とした分析の迅速化・簡便化を図るため、高いカチオン抽出能を持つイオン液体を用いた高倍率の分離濃縮法および分離濃縮後の機器分析法を開発してきた。本研究では、分析する上で問題が見られたカチオン薬毒物を良好に分析できるよう、分離濃縮条件や機器分析条件等の改善を試み、結果としてより精度良く分析できる条件を見いだすことができた。

研究成果の学術的意義や社会的意義

イオン液体を用いた分離濃縮法（抽出法）は、カチオン薬毒物の分析で従来から活用されている固相抽出法と比較して、抽出操作をより迅速かつ簡便に行うことができる、抽出コストを削減できるといったメリットがある。加えて、本研究の成果である分析精度の改善は、イオン液体を応用できる水溶液試料や薬毒物の拡充につながる。これらは最終的に、多様な薬毒物中毒事案における中毒者への早期かつ適切な処置や警察による事案対応の迅速化に結びつくものと期待される。

研究分野：分析化学

キーワード：イオン液体 マイクロ抽出 薬毒物分析

1. 研究の目的

薬毒物中毒事案の発生時には、原因究明や犯罪捜査のため、中毒者の体液や遺留された飲料などの各種水溶液試料の分析が行われる。この時、試料中の対象薬毒物が微量であったり、夾雑成分が分析を妨害したりするため、試料から対象薬毒物を分離濃縮する操作が必要になる。しかし、分析対象がイオン性の薬毒物である場合、高親水性であるため抽出が容易ではなく、時間と手間を要するという問題がある。

以前我々は、高いカチオン抽出能を持つイオン液体（IL）である 2-エチルピリジニウム・ビス（ノナフルオロブタンシルホニル）アミド（ $[\text{EPyH}][\text{NNf}_2]$ ）を用いた、カチオン薬毒物のマイクロ抽出法および IL 抽出試料の液体クロマトグラフィー（HPLC）による分析法を検討した。しかし、一部のカチオン薬毒物（コリン作動薬であるネオスチグミンおよびピリドスチグミン）で IL の影響によるピーク形状の悪化や感度低下が見られた。

そこで本研究では、IL 抽出が応用できる水溶液試料および対象薬毒物の拡充と分析の高精度化を図るため、IL マイクロ抽出の条件および HPLC 条件の改善を試みた。

2. 研究成果

(1) カチオン薬毒物として、ネオスチグミンおよびピリドスチグミンを用いた。

(2) IL 抽出試料の HPLC 分析時における IL の影響を抑制するため、IL に抽出したカチオン薬毒物を逆抽出する方法を検討した。その結果、 $[\text{EPyH}][\text{NNf}_2]$ の $[\text{EPyH}]^+$ を 1-メチルイミダゾリウムイオン（ $[\text{MImH}]^+$ ）で置き換えた $[\text{MImH}][\text{NNf}_2]$ を IL 抽出剤として用い、さらに、カチオン薬毒物の水溶液に対して in situ IL 生成によるマイクロ抽出を行って得られた IL 残さに

塩化セシウム水溶液を添加するという手順によって、IL 抽出したカチオン薬毒物を水相へと定量的に逆抽出できることを見いだした。また、IL 種の変更によりカチオン抽出能の向上も見られた。

(3) 逆抽出の条件について詳細に検討したところ、カチオン薬毒物を含む [MImH][NNf₂] 10 μL に対して 2 M 塩化セシウム水溶液 100 μL を添加して混合した後 50° C で 10 分間加熱することで、80%以上のカチオン薬毒物を水相へと逆抽出できた。今後も様々な条件を検討し、逆抽出率の更なる向上を目指す。

(4) 逆抽出したカチオン薬毒物の水溶液試料は、ペンタフルオロフェニル基結合型カラムを用いた逆相条件によって HPLC 分析できることが示唆された。分析試料中の IL 残留成分や塩化セシウム等によるカチオン薬毒物のピーク形状の悪化や感度低下は見られず、それらの分離も良好であった。今後も様々な条件を検討して更なる分析の高精度化を目指すと共に、他のカチオン薬毒物や水溶液試料への応用を試みる。

3. 主な発表論文等

[学会発表] (計 1 件)

- ① 岡 卓哉, 瀧本 拓也, 勝田 正一, イオン液体を用いたピリドスチグミン及びネオスチグミンのマイクロ抽出, 日本分析化学会第 68 年会, 2019

4. 研究組織

研究協力者

研究協力者氏名：勝田 正一

※科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属されます。