

Table 8 血清中薬物の前処理・定性・定量方法

番号	前処理方法	定性方法 (具体例)	定量方法 (具体例)
23	オアシスを使用しメタノールにて抽出	200~400nmの紫外外部吸収を測定し、UV spectrum のパターンを付属のライブラリーと比較することによって同定	UV 220nmでモニタリングし、絶対検量線法にて定量した
24	試料を同量の蒸留水で希釈し、エキストレールトでジエチルエーテルにて抽出	205~350nmの紫外外部吸収を測定し、UVスペクトルのパターンを付属のライブラリーと比較して同定	UV254nmでモニタリングし標準物質の検量線により定量
	試料を同量の蒸留水で希釈し、エキストレールトでジエチルエーテルにて抽出	205~350nmの紫外外部吸収を測定し、UVスペクトルのパターンを付属のライブラリーと比較して同定	UV210nmでモニタリングし標準物質の検量線により定量
	試料を同量の蒸留水で希釈し、エキストレールトでジエチルエーテルにて抽出	205~350nmの紫外外部吸収を測定し、UVスペクトルのパターンを付属のライブラリーと比較して同定	UV254nmでモニタリングし標準物質の検量線により定量
25	アセトニトリルにて2倍希釈、除タンパク	200~350nmの紫外外部吸収を測定し、UV Spectrum のパターンを付属のライブラリーと比較することによって同定	UV205でモニタリングし、内部標準物質との面積比で定量した。
26	アセトニトリル使用	200~350nmの紫外外部吸収を測定しUV spectrumのパターンを付属のライブラリーと比較することによって同定	UV210nmで外部標準液との面積比で定量
27	アセトニトリルによる除蛋白	205~350nmの紫外外部吸収を測定し、UVスペクトルのパターンを付属のライブラリーと比較することにより同定	UV245nmでモニタリングし、ピーク面積より定量
	アセトニトリルによる除蛋白	205~350nmの紫外外部吸収を測定し、UVスペクトルのパターンを付属のライブラリーと比較することにより同定	UV205nmでモニタリングし、ピーク面積より定量
	アセトニトリルによる除蛋白	205~350nmの紫外外部吸収を測定し、UVスペクトルのパターンを付属のライブラリーと比較することにより同定	UV240nmでモニタリングし、ピーク面積より定量
28	分析結果の返送なし		
29	アセトニトリルで除タンパク	210~350nmの紫外外部吸収を測定し、UVスペクトルのパターンを付属のライブラリーと比較する事によって同定	
	アセトニトリルで除タンパク	210~350nmの紫外外部吸収を測定し、UVスペクトルのパターンを付属のライブラリーと比較する事によって同定	
	アセトニトリルで除タンパク後、窒素気流下で蒸発乾固	210~350nmの紫外外部吸収を測定し、UVスペクトルのパターンを付属のライブラリーと比較する事によって同定	内部標準物質との面積比で定量した
30	分析結果の返送なし		
31	GC/MSの前処理は除タンパク血清に飽和塩化Naを等量加え、3倍量の酢酸エチルにて抽出、1μLをスプリットレス注入した。	標準品の保持時間とフルスキャンマスフラグメント (EI法) で確認した。	ODSカラムを用いた逆相HPLC-UV (245nm) 検出、除タンパク血清1mLに0.2N酒石酸 (pH 2.2) を等量加え、3mLの酢酸エチルで抽出、乾固した後移動相1mLに溶解してその10μLを用いた。HPLCの移動相は100mM過塩素酸/メタノール/アセトニトリル (149/42/9) pH2.7の専用移動相。また、この条件でサリチル酸、ブロムワレリル尿素も同時分離可能であるが検出はされなかった。
32	個相抽出(塩酸性とし、Extrelut NTに負荷、酢酸エチル抽出)	200~350nmのスペクトル及びリテンションタイムを標準品と比較し同定	既知濃度の標準液及び内部標準物質とのピーク高さ比で定量
	個相抽出(塩酸性とし、Extrelut NTに負荷、酢酸エチル抽出)	200~350nmのスペクトル及びリテンションタイムを標準品と比較し同定	HPLC (既知濃度の標準液及び内部標準物質とのピーク高さ比で定量)
	個相抽出(塩酸性とし、Extrelut NTに負荷、酢酸エチル抽出)	200~350nmのスペクトル及びリテンションタイムを標準品と比較し同定	HPLC (既知濃度の標準液及び内部標準物質との面積比で定量)
	個相抽出(塩酸性とし、Extrelut NTに負荷、酢酸エチル抽出)	200~350nmのスペクトル及びリテンションタイムを標準品と比較し同定	HPLC (既知濃度の標準液及び内部標準物質との面積比で定量)
33	分析結果の返送なし		

Table 9 血清中薬物の前処理・定性・定量方法

番号	前処理方法	定性方法 (具体例)	定量方法 (具体例)
34	アセトニトリル2容にて除蛋白抽出	200~350nmの紫外外部吸収を測定しUVスペクトルパターンを付属のライブラリと比較して同定	UV210にて送付された標準物質にて検量線を作製し、面積比によって定量
35	沈殿法による除タンパク (アセトニトリルを使用)	HPLC (島津CLASS-VPライブラリーによる)	UV210nmでモニタリング。標準品との面積比による。
36	アセトニトリル等量混和後、遠心 アセトニトリル	HPLC HPLC	TDX
37		200~350nmの紫外線吸収を測定し、UV spectrumのパターンを付属のライブラリーと比較する事により同定	蛍光偏光免疫測定法 (TDX)
38	酸性下でエキストレート	UVスペクトルのパターンを付属のライブラリーと比較	
39	アセトニトリルによる除タンパク	190~370nmの紫外外部吸収を測定し、UVスペクトルパターンを標準品のそれと比較し同定。	210nmでモニタリングして内部標準物質との面積比で定量。
40	abselet NEXUS	200~400nmの紫外外部吸収を測定し、UVスペクトルのパターンを標準品と比較することにより同定	240nmでモニタリングし、ピーク面積を測定した
		自動分析装置にて確認	自動分析装置にて確認
	abselet NEXUS	200~400nmの紫外外部吸収を測定し、UVスペクトルのパターンを標準品と比較することにより同定) →検査試料中からは検出されず	同定されなかったため、定量できず
41	分析結果の返送なし		
42	冷アセトニトリルにて除蛋白 冷アセトニトリルにて除蛋白	205~350nmの紫外外部吸収を測定しUV spectrumを付属のライブラリーと比較して同定 205~350nmの紫外外部吸収を測定しUV spectrumを付属のライブラリーと比較して同定	UV254nmでモニタリング、別に作成した標準物質の検量線 (面積) を用いて定量 UV220nmでモニタリング、別に作成した標準物質の検量線 (面積) を用いて定量
43	血清を移動相にて希釈	LC/MS (標準品とのマススペクトル、リテンションタイムの比較により同定)	LC/MS/MS (アミトリプチリンのm/z=233と内部標準物質のm/z=86の面積比より)
44	Extrelut NT1で酢酸エチルで抽出	200~350nmの紫外外部吸収を測定し、UV spectrumのパターンを付属のライブラリーと比較することによって同定	UV 254 nm でモニタリングし、外部標準物質・内部標準物質との面積比で定量した
45	不参加		
46	分析結果の返送なし		
47	アセトニトリルで抽出、除蛋白後、超遠心分離、上清を限外濾過)	200~300nmの紫外外部吸収を測定、UVスペクトルのパターンを付属のライブラリーと比較し同定	UV210nmでモニタリングし、内部標準物質との面積比で定量した
48	除タンパク (試料200mlに冷アセトニトリル400mlを加え、遠心上清を用いた。)	添付の薬品をHPLCで分析したものと比較して定性を行った。	

Table 10 血清中薬物の前処理・定性・定量方法

番号	前処理方法	定性方法 (具体例)	定量方法 (具体例)
49	分析結果の返送なし		
50	沈殿法 / 同量のアセトニトリルで除蛋白	HPLC DAD200-400固定波長220nmで標品とのRT及びスペクトルの比較をし確認した	内部標準物質との面積比で定量
51	試料200 μ l に冷アセトニトリル400 μ l を加えよく攪拌後12000 r p m で遠心分離した上清	200~350nmの紫外部吸収を測定し、UV spectrumのパターンを付属のライブラリーと比較することによって同定	UV245nm.233nm.239nmでそれぞれモニタリングし標準物質との面積比で定量した
			UV245nm.233nm.239nmでそれぞれモニタリングし標準物質との面積比で定量した
			UV245nm.233nm.239nmでそれぞれモニタリングし標準物質との面積比で定量した
52	有機溶剤使用	200~350nmのUV吸収のモニタリングと、UVスペクトラムパターンから、付属のライブラリーと比較する事によって同定	上記で同定したピークをUV210nmでモニタリングし、標準物質で作成した検量線から面積比により濃度を換算定量
53	血清1容と冷アセトニトリル2容混和後遠心し上清を使用	UV 200-350nmの吸光度を測定しスペクトルパターンをライブラリーにて検索	標準物質との面積比を用いた
54	OASISHHLBを使用して脱離した溶出液を測定、エバポレータはないので濃縮乾固できず	205~350nmの紫外部吸収を測定し、uv spectrum のパターンを付属のライブラリーと比較することによって同定	
55			
56	アセトニトリルによる除蛋白	200~350nmの紫外部吸収を測定し、UV spectrumのパターンを付属のライブラリーと比較することによって同定。尚、アセトアミノフェンとテオフィリンの標準液を混合するとアセトアミノフェンのピークとしてるので、AXSYMでテオフィリンを測定しゼロを確認。	254nmでモニタリングし、標準物質との面積比で定量
	アセトニトリルによる除蛋白	200~350nmの紫外部吸収を測定し、UV spectrumのパターンを付属のライブラリーと比較することによって同定。尚、アセトアミノフェンとテオフィリンの標準液を混合するとアセトアミノフェンのピークとしてるので、AXSYMでテオフィリンを測定しゼロを確認。	210nmでモニタリングし、標準物質との面積比で定量
	アセトニトリルによる除蛋白	200~350nmの紫外部吸収を測定し、UV spectrumのパターンを付属のライブラリーと比較することによって同定。尚、アセトアミノフェンとテオフィリンの標準液を混合するとアセトアミノフェンのピークとしてるので、AXSYMでテオフィリンを測定しゼロを確認。	210nmでモニタリングし、標準物質との面積比で定量
57	Oasis HLB固相抽出カートリッジ使用	GC/MS: EI法, HPLC: PDA	244nmにて測定
	Oasis HLB固相抽出カートリッジ使用	GC/MS: EI法, HPLC: PDA	205nmにて測定
	Oasis HLB固相抽出カートリッジ使用	GC/MS: EI法, HPLC: PDA	239nmにて測定
58	血清1mlに2%トリクロル酢酸を0.2ml加え、攪拌後3000rpm10分遠心後上清分離	インドフェノール呈色反応	インドフェノール呈色反応でブルー血清に標品添加し0、25、50、100、200 μ g/mlで検量線作成して濃度を求める
59	不参加		
60	OASIS HLBを使用し、抽出した検体を蒸発乾固後、移動相溶媒にて再溶解		0.1%リン酸水溶液とアセトニトリルの混合溶媒を使用 測定波長: 254nm 使用カラム SYMMETRY C18 (4.6 μ × 25mm) 標準液より作成した検量線及びスペクトルライブラリーにて同定・定量を行なった

Table 11 血清中薬物の前処理・定性・定量方法

番号	前処理方法	定性方法 (具体例)	定量方法 (具体例)
61	アセトニトリル	ライブラリー検索	
62	中性でメタノール抽出	205~350nmの紫外外部吸収を測定し、UV spectrumのパターンを附属のライブラリーと比較することによって同定	UV 245nmでモニタリングし、標準物質との面積比で定量した
	中性でメタノール抽出	205~350nmの紫外外部吸収を測定し、UV spectrumのパターンを附属のライブラリーと比較することによって同定したところ、フェノバルビタールとプロムワレリル尿素が同一保持時間、同率でヒットした。トライエージでバルビツール酸類が検出されなかったため、プロムワレリル尿素とした。	UV 220nmでモニタリングし、標準物質との面積比で定量した
63	不参加		
64	分析結果の返送なし		
65	分析結果の返送なし		
66	NEXUS にロード - 洗浄 - アセトニトリル溶出 - 濃縮乾固 - アセトニトリル再溶解	200~350nmの紫外外部吸収を測定し、UV spectrumのパターンを標準品と比較することによって同定	254nm でモニタリングし、外部標準物質との面積比で定量した
	NEXUS にロード - 洗浄 - アセトニトリル溶出 - 濃縮乾固 - アセトニトリル再溶解	200~350nmの紫外外部吸収を測定し、UV spectrumのパターンを標準品と比較することによって同定	220nm でモニタリングし、外部標準物質との面積比で定量した
	コデイションガーティファイIII にロード - 洗浄 - 3%NH3/メタノール溶出 - 濃縮乾固 - メタノール再溶解	200~350nmの紫外外部吸収を測定し、UV spectrumのパターンを標準品と比較することによって同定	220nm でモニタリングし、外部標準物質との面積比で定量した
67	弱酸性下でメタノールにて溶出	DAD (200-360) モニタリング及びRT時間の一致率にて同定	絶対検量線法にて定量
68	αナフトールを含むアセトニトリル2:血清1	HPLC (奥田先生のライブラリー検索)	UV210nm
	αナフトールを含むアセトニトリル2:血清1	HPLC (奥田先生のライブラリー検索)、フェノバルビタールも溶出時間スペクトルとも近似であった。Triageでフェノバルビタールを否定。蛍光X線ではBrがすかにカウントされた	UV210nm
69	血清をそのまま試料とした	他の薬物を定性したところ陰性だったため、TDXで定性・定量を行った。	TDX
70	不参加		
71	冷アセトニトリル	200~350nmの紫外外部吸収を測定、ライブラリーと比較	
72	分析結果の返送なし		
73	その他		酵素活性法 (2波長エンドポイント法)

Table 12 尿中薬物の定量結果

番号	定量薬物名	定量値	予試験	定性方法	定量方法	内部標準物質
1	MEP	13 μ g/ml	有機リン検査キット	HPLC	HPLC	
2	分析結果の返送なし					
3	不参加					
4	MEP	11.0 μ g/ml	有機リン検査キット	GC/MS	GC/MS	イソキサチオン
5	不参加					
6	MEP	16.0 μ g/ml	有機リン検査キット	HPLC	HPLC	
	アミトリプチリン塩 酸塩	定量できず	Triage	HPLC	HPLC	
7	MEP	14ng/ml	特になし	HPLC	HPLC	
8						
9	検出できなかった			HPLC		
10	デキストロメトル ファン (有機リン系 はライブラリーから 同定されなかった)	測定不可	有機リン検査キット	HPLC	測定不可	
11	MEP		有機リン検査キット	HPLC		
12	同定できなかった		有機リン検査キット, Triage,ChE	HPLC		
13	分析結果の返送なし					
14	NAC	3.9 μ g/ml	Triage	HPLC	LC/MS	
	MEP	0.6 μ g/ml	Triage	HPLC	LC/MS	
15	MEP	1.27 μ g/ml	NBP法による呈色反 応	GC/MS	GC/MS	EPN
	アセトアミノフェン	6.1 μ g/ml	GC/MS,HPLC	GC/MS,HP LC	TDX	
16	フェニトロチオン	7.2 μ g/ml	有機リン検査キット	HPLC	HPLC	ワーファリン カリウム：尿 0.5mlに5 μ g 添加した
17	MEP	15.5ug/ml	Triage	GC/MS	GC/MS	マラチオン
	アセトアミノフェン	27.8 μ g/ml	GC/MS		DADE dimennsio n	
18	MEP	13.3 μ g/ml	ニトロベンジルピリ ジン法	HPLC	HPLC	
19	MEP	26.3 μ g/ml	有機リン検査キット	HPLC	HPLC	
20	MEP	12.7 μ g/ml	有機リン検査キット	GC/MS	GC/MS	メフォバルビ タール
21	MEP	14.48 μ g/mL	有機リン検査キット	HPLC,有機 リン系検査	HPLC	
22	MEP	8.7 μ g/ml	有機リン検査キット, GC/MS	GC/MS	GC/MS	NAC
23	MEP	8 μ g/ml	有機リン検査キット	HPLC	HPLC	
24	MEP	11.030 μ g/ml	有機リン検査キット	HPLC	HPLC	
25	検出されず。 理由：測定までの時 間（前処理）がか かっていること。 アセトニトリルによ る2倍希釈によって検 出感度以下になった ことなどが考えられ る。					
26	MEP	14.49 μ g/ml	有機リン検査キット	HPLC	HPLC	

Table 13 尿中薬物の定量結果

番号	定量薬物名	定量値	予試験	定性方法	定量方法	内部標準物質
27	MEP	14.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$	有機リン検査キット	HPLC	HPLC	
28	分析結果の返送なし					
29	MEP	10.53 $\mu\text{g}/\text{ml}$	有機リン検査キット	HPLC	HPLC	α -ナフトール
30	分析結果の返送なし					
31	MEP	19.1 $\mu\text{g}/\text{ml}$	GC/MS	GC/MS	HPLC	MPP
32	MEP	12 $\mu\text{g}/\text{ml}$	なし	HPLC	HPLC	メチルパラチオン
33	分析結果の返送なし					
34	MEP	13.0 $\mu\text{g}/\text{ml}$	有機リン検査キット	HPLC	HPLC	
35	MEP	42 $\mu\text{g}/\text{ml}$	有機リン検査キット	HPLC	HPLC	
36	MEP		Triage	HPLC	HPLC	MEP標準品
37	MEP	21.7 $\mu\text{g}/\text{ml}$	有機リン検査キット, ChE	HPLC	HPLC	
	TCA類 (アミトリブチン?)	HPLC-PDAに検出されず (血清からも検出されず)	Triage	HPLC	HPLC	
38	NAC	7 $\mu\text{g}/\text{ml}$	なし	HPLC	HPLC	
	MEP	19 $\mu\text{g}/\text{ml}$	有機リン検査キット	HPLC	HPLC	
39	NAC...検出されませんでした。(農薬は現在NACのみ分析可能のため、他の農薬は検討中です。)		Triage,有機リン検査キット			
40	同定できず (有機リン系農薬の存在は確認)	定量できず	有機リン検査キット	HPLC		
41	分析結果の返送なし					
42	グルホシネート	156mg/l	HPLC	HPLC	HPLC	
43	MEP	9.6mg/ml	GC/MS, REMEDI	GC/MS	GC/MS	
44	MEP	38.6 $\mu\text{g}/\text{ml}$	有機リン検査キット	HPLC	HPLC	
45	不参加					
46	分析結果の返送なし					
47	MEP	9 $\mu\text{g}/\text{ml}$	使用せず	HPLC	HPLC	MEP標準品
48	有機リン系農薬		有機リン系農薬検出キット			
49	分析結果の返送なし					
50	MEP	12.28 $\mu\text{g}/\text{ml}$	呈色反応, Triage	HPLC	HPLC	MEP
	NAC	3.13 $\mu\text{g}/\text{ml}$	呈色反応, Triage	HPLC	HPLC	NAC
	ピアラホス	出来ませんでした	呈色反応, Triage	グルホシネート定性キット		
51	NAC	2.4 $\mu\text{g}/\text{ml}$	有機リン検査キット	HPLC	HPLC	
	MEP	23.7 $\mu\text{g}/\text{ml}$	有機リン検査キット	HPLC	HPLC	
	グルホシネート	962.3 $\mu\text{g}/\text{ml}$ (注) グルホシネートの標準品の作成時失敗して熱を加えて乾燥させたので標準品のピークが低くでているかも	有機リン検査キット	HPLC	HPLC	
52	MEP	18.27 $\mu\text{g}/\text{ml}$	有機リン検査キット	HPLC	HPLC	

Table 14 尿中薬物の定量結果

番号	定量薬物名	定量値	予試験	定性方法	定量方法	内部標準物質
53	検出されたがライブラリに合致するものがなく同定はできなかった。ただし、有機リン系農薬であることは予試験により判明している。	不明	有機リン検査キット	HPLC	不明	
54	有機リン系農薬 (+) で特定できず		有機リン検査キット	HPLC		
55	三環系抗うつ薬		Triage			
	E P N		有機リン検査キット	HPLC		
	ME P		有機リン検査キット	HPLC		
56	MEP	8.2 $\mu\text{g/ml}$	有機リン検査キット	HPLC	HPLC	
57	Fenitrothion	7.1 $\mu\text{g/ml}$	有機リン検査キット	GC/MS, HPLC	HPLC	
58	ME P	14.5ppm	ニトロベンジルピリジン法	HPLC	HPLC	ME P
59	不参加					
60	ME P	159.0 $\mu\text{g/ml}$	呈色反応		HPLC	
	グリホシネート			Paper Chromatography		
61	MEP			HPLC		
	PAP			HPLC		
	Dimethoate			HPLC		
62	ME P	22.7 $\mu\text{g/ml}$	無	HPLC	HPLC	
63	不参加					
64	分析結果の返送なし					
65	分析結果の返送なし					
66	MEP	10 $\mu\text{g/ml}$	無	HPLC	HPLC	
67	MEP	11 $\mu\text{g/ml}$	呈色反応、Triage, HPLC	HPLC	HPLC	
68	検出不可 (グリホシネートを推定)	アズウェルに簡易測定キットを申し込んだがことわられた。やり方の文献を送ってもらうことになったが間に合わない	有機リンキット (MEPを否定)	HPLC		
69	検出不可。					
70	不参加					
71	NAC			HPLC		
72	分析結果の返送なし					
73						

尿中フェニトロチオンの定量結果

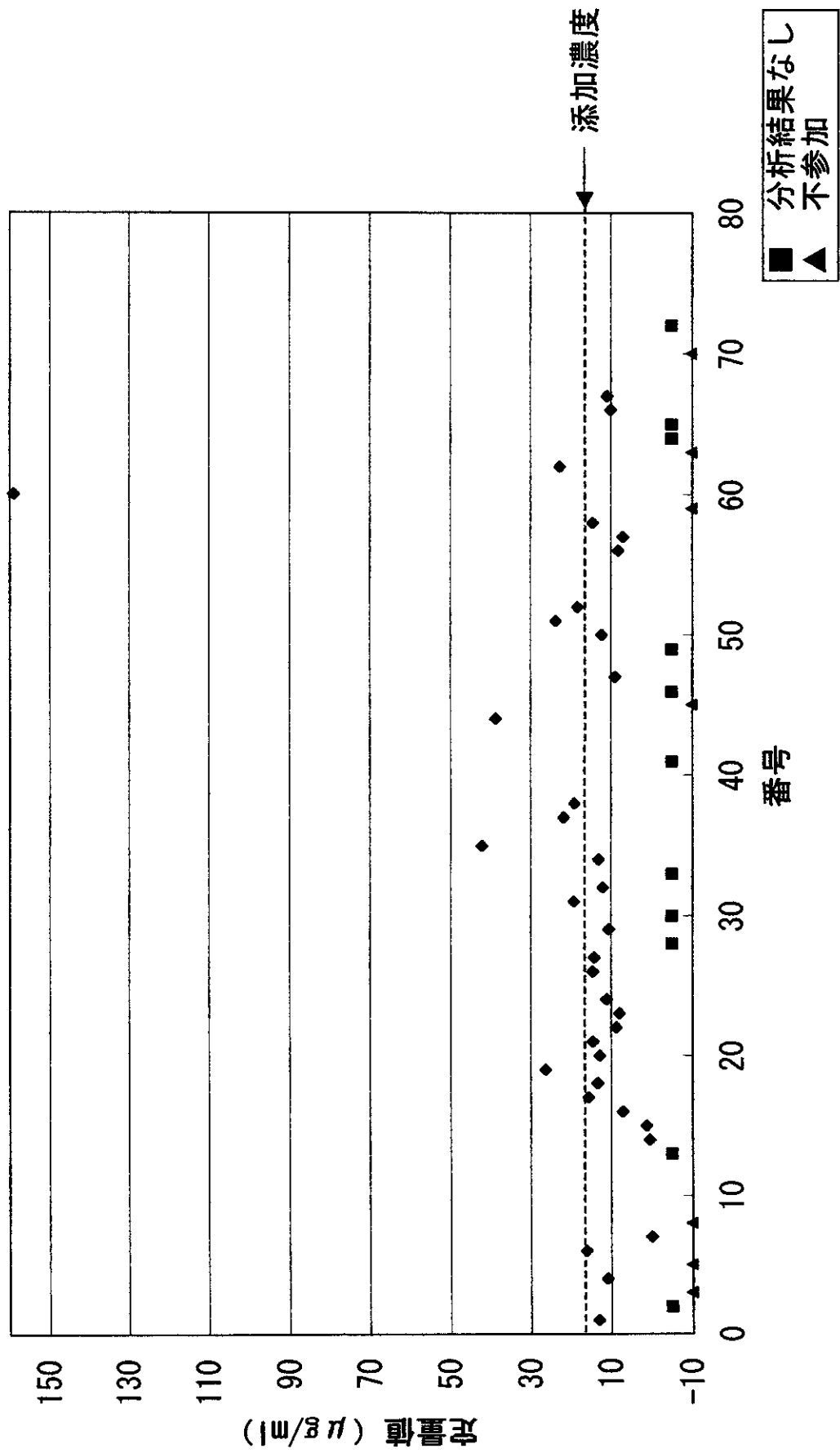


Table 15 尿中薬物の前処理・定性・定量方法

番号	前処理方法 (具体例)	定性方法 (具体例)	定量方法 (具体例)
1	オアシス	200~350nmのUVスペクトルパターンを附属のライブラリーと比較し同定	添付のMEP標準品にて一点検量線を作成し、その面積比で定量
2	分析結果の返送なし		
3	不参加		
4	酸性下でヘキサン抽出	full scanにて分析しmass fragmentationにて同定、標準品と比較	SIMにて定量
5	不参加		
6	アセトニトリル：血清を1：1に混ぜ13000回転5分遠心後の上清	200~400nmの紫外外部吸収を測定し、UVスペクトルのパターンを添付の標準品から作成したライブラリーと比較	230nmでモニタリング、絶対検量線法で面積比にて定量した。
	アセトニトリル：尿を1：1に混ぜ13000回転5分遠心後の上清	200~400nmの紫外外部吸収を測定し、UVスペクトルのパターンを添付の標準品から作成したライブラリーと比較	標準品の希釈がうまくなかったのか定量できず、標準品が足りなくなった。
7	アセトニトリルによる除蛋白	230nmのUVで測定し、同じくあらかじめ測定しておいた標準物質のRTと比較することによって同定した	UV230nmで測定し、標準物質で作製した検量線より定量した
8	不参加		
9	アセトニトリルで除蛋白	200~350nmの紫外外部吸収を測定し、UV spectrumのパターンを附属のライブラリーと比較することによって同定	
10	サンプル0.5mlにアセトニトリル1ml加え、12000rpmで3分間遠心分離	205~350nmの紫外外部吸収を測定し、UVスペクトルのパターンをライブラリーと比較し同定	
11	しなかった。	紫外吸収部を測定。また送られてきた標準試料と保持時間を比較。	
12	ULTRA FILTER UNIT	200-400nmの紫外外部吸収スペクトルをDAD検出器計り、ライブラリーと比較	
13	分析結果の返送なし		
14	OASIS HLB Cartridgeをコンディショニングさせた後、検査尿1mlをカラムに通して抽出し、メタノールで溶出させ溶出液を蒸発後アセトニトリルで3倍希釈し測定	200~350nmの紫外外部吸収を測定し、UV Spectrumのパターンを附属のライブラリーと比較することによって同定	HPLCにて添付の標準品をもちいて検量を行い定量
	OASIS HLB Cartridgeをコンディショニングさせた後、検査尿1mlをカラムに通して抽出し、メタノールで溶出させ溶出液を蒸発後アセトニトリルで3倍希釈し測定	200~350nmの紫外外部吸収を測定し、UV Spectrumのパターンを附属のライブラリーと比較することによって同定	HPLCにて添付の標準品をもちいて検量を行い定量
15	OASIS HLBカートリッジ	full scanにて測定しmass fragmentationにて同定	SIMにて定量
	OASIS HLBカートリッジ	full scanにて測定しmass fragmentationにて同定、PDA検出器を用い保持時間および200-350nmのUV吸収をライブラリーと比較	TDXを用いたEIA法にて測定
16	Waters製 OASIS HLBを用いて固相抽出 コンディショニング：メタノール1.0ml 平衡化：蒸留水1.0ml ロード：尿0.5ml 洗浄：5%(v/v)メタノール0.5ml、2回 脱離：メタノール0.5ml、3回 抽出液を窒素気流下、蒸発乾固、移動相0.5mlにて溶解	HPLCで200~400nmの紫外外部吸収を測定し、UVスペクトルパターンをシステム内のライブラリーにより同定した	HPLCで固定波長220nmで内部標準物質との面積比より定量した

Table 16 尿中薬物の前処理・定性・定量方法

番号	前処理方法 (具体例)	定性方法 (具体例)	定量方法 (具体例)
17	酢酸エチルによる液液抽出。定量時固層抽出	TIC測定 ライブラリーおよびリテンションインデックスから同定。さらに標準物質を用いて確認	HLBによる固層抽出(検体0.5mlに水1.0mlを加え活性化したHLBに付加5%メタノール3.0mlにて洗浄後、酢酸エチル3.0mlで抽出)。濃縮乾固後、酢酸エチル50ulで再溶解し、1ulをGC/MSへ。MS=109にSIMモードにて、内部標準との面積比で定量。
	酢酸エチルによる液液抽出		DADE dimenension による酵素法分析
18	トリクロル酢酸	200~400nmの紫外外部吸収を測定し、UVスペクトルのパターンを付属のライブラリーと比較することによって同定	UV200nmでモニタリングし、標準物質を用いて絶対検量線法により定量
19	アセトニトリルにて除タンパク	205~350nmの紫外外部吸収を測定し、UVスペクトルのパターンを付属のライブラリーと比較して同定	254nmでモニタリングし、標準物質の絶対検量線法により面積比で定量
20	エキストレルートにて抽出	リテンションタイムの一致とマススペクトル開裂パターン的一致	SIM, m/z 125, 277, 260 for MEP
21	Sample 200 μL+アセトニトリル 400 μLで除蛋白	有機リン系検査(+), 200~350nmの紫外外部吸収を測定し、UV spectrumのパターンを付属のライブラリーと比較することにより同定	UV265nmでモニタリング、コントロール血清より25 μg/mL以下で検量線を作成し、ピーク高さから濃度を算出
22	Sep-Pak C18カートリッジを用いて、クロロホルム:イソプロパノール(9:1)で溶出	GC/MS-QP5050A:マススペクトルのパターンを付属のライブラリーと比較、標準品とのマススペクトル・溶出時間的一致により同定	質量数227・125・109でモニタリングし、質量数144・115でモニタリングした内部標準物質(NAC)との面積比により定量
23	MILLIPORE CENTRICON(YM-10)を使用	200~400nmの紫外外部吸収を測定し、UV spectrumのパターンを付属のライブラリーと比較することによって同定	UV 220nmでモニタリングし、絶対検量線法にて定量した
24	試料をHClでpH1.76の酸性にし、エキストレルートでジエチルエーテルにて抽出	205~350nmの紫外外部吸収を測定し、UVスペクトルのパターンを付属のライブラリーと比較して同定	UV210nmでモニタリングし標準物質の検量線により定量
25			
26	アセトニトリル使用	200~350nmの紫外外部吸収を測定しUV spectrumのパターンを付属のライブラリーと比較することによって同定	UV210nmで外部標準液との面積比で定量
27	Extrelut NT3カラム[関東化学]を使用して抽出	205~350nmの紫外外部吸収を測定し、UVスペクトルのパターンを付属のライブラリーと比較することにより同定	UV270nmでモニタリングし、ピーク面積より定量
28	分析結果の返送なし		
29	アセトニトリルで徐タンパク後、窒素気流下で蒸発乾固	210~350nmの紫外外部吸収を測定し、UVスペクトルのパターンを付属のライブラリーと比較する事によって同定	内部標準物質との面積比で定量した
30	分析結果の返送なし		

Table 17 尿中薬物の前処理・定性・定量方法

番号	前処理方法 (具体例)	定性方法 (具体例)	定量方法 (具体例)
31	GC/MSの前処理は徐タンパク尿を試料に対して3倍量の酢酸エチル、ヘキサンでそれぞれ抽出した。	標準品の保持時間とフルスキャンマスフラグメント (EI法) で確認した。	ODSカラムを用いた逆相HPLC-UV (230nm) 検出、徐タンパク血清1mlに内部標準物質を添加、蒸留水で5mlまで希釈する。メタノールと蒸留水でコンディショニングしたISOLUTE(R) C18カラム (IST社) へ導入、蒸留水で洗浄後にクロロホルム/イソプロパノール (8/2) 3mlにて溶出、乾固した後、移動相1mlに溶解してその10 μ LをHPLCに用いた。移動相はアセトニトリル/蒸留水 (5/5)。
32	固相抽出 (SeepacC18に負荷、10%アセトン・nヘキサンで抽出)	HPLC (200~350nmのスペクトル及びリテンションタイムを標準品と比較し同定)	HPLC (既知濃度の標準液及び内部標準物質とのピーク高さ比で定量) □
33	分析結果の返送なし		
34	アセトニトリル2容にて除蛋白抽出	200~350nmの紫外外部吸収を測定しUVスペクトルパターンを付属のライブラリと比較して同定	UV210にて送付された標準物質にて検量線を作製し、面積比によって定量
35	沈殿法による除タンパク (アセトニトリルを使用)	HPLC (島津CLASS-VPライブラリによる。)	UV210nmでモニタリング。標準品との面積比による。
36	アセトニトリル	HPLC	HPLC
37	NEXUSによる抽出	200~350nmの紫外線吸収を測定し、UV spectrumのパターンを付属のライブラリと比較する事により同定	UV254nmでモニタリングし、MEPの標準品を用い、それぞれ0、20、40、60、80、100 μ g/mlのSTDを調製し6点より検量線作成後、面積比より定量した。
	特に無	200~350nmの紫外線吸収を測定し、UV spectrumのパターンを付属のライブラリと比較したが、クロマトピーク無	200~350nmの紫外線吸収を測定し、UV spectrumのパターンを付属のライブラリと比較したが、クロマトピーク無
38	沈殿法による除タンパク	UVスペクトルのパターンを付属のライブラリと比較	
	沈殿法による除タンパク	UVスペクトルのパターンを付属のライブラリと比較	
39			
40	absolut NEXUS	200~400nmの紫外外部吸収を測定し、UVスペクトルのパターンを標準品と比較することにより同定) →検査試料中からは検出されず	同定されなかったため、定量できず
41	分析結果の返送なし		
42	冷アセトニトリルにて除蛋白	205~350nmの紫外外部吸収を測定しUV spectrumを附属及び自施設で作成したライブラリと比較して同定	UV254nmでモニタリング、別に作成した標準物質の検量線 (面積) を用いて定量
43	Sep-Pak C18にてクロロホルム抽出	GC/MS (標準品とのマススペクトル、リテンションタイムの比較により同定)	GC/MS (MEPのm/z=277の面積より、絶対検量線法にて)
44	Extreiu NT1 酢酸エチルで抽出	200~350nmの紫外外部吸収を測定し、UV spectrumのパターンを付属のライブラリと比較することによって同定	UV 254 nm でモニタリングし、外部標準物質・内部標準物質との面積比で定量した
45	不参加		
46	分析結果の返送なし		

Table 18 尿中薬物の前処理・定性・定量方法

番号	前処理方法 (具体例)	定性方法 (具体例)	定量方法 (具体例)
47	アセトニトリルで抽出、除蛋白後、超遠心分離、上清を限外濾過	200~300nmの紫外外部吸収を測定、UVスペクトルのパターンを付属のライブラリと比較し同定	UV210nmでモニタリングし、内部標準物質との面積比で定量した
48		有機リン系農薬検出キット	
49	分析結果の返送なし		
50	NEXSUS abselut 60mg/3ml 使用。乾固後 水:アセトニトリル=1:1で再溶出	HPLC DAD200-400 固定波長220nmで ライブラリ検索 及び標品とのRTの比較をし、確認した	内部標準物質との面積比で定量
	NEXSUS abselut 60mg/3ml 使用。乾固後 水:アセトニトリル=1:1で再溶出	HPLC DAD200-400 固定波長220nmで ライブラリ検索 及び標品とのRTの比較をし、確認した	内部標準物質との面積比で定量
		TLC/アベンティス クロップサイエンス ジャパン (株) よりのグルホシネート定性キット使用。Rf値0.86に薄いけれどスポット有。確認後ビアラホスと判定。	
51	試料200 μ lに冷アセトニトリル400 μ lを加えよく攪拌後12000rpmで遠心分離した上清	200~350nmの紫外外部吸収を測定し、UV spectrumのパターンを付属のライブラリと比較することによって同定	UV219nm.267nm.279nmでそれぞれモニタリングし標準物質との面積比で定量した
	試料200 μ lに冷アセトニトリル400 μ lを加えよく攪拌後12000rpmで遠心分離した上清	200~350nmの紫外外部吸収を測定し、UV spectrumのパターンを付属のライブラリと比較することによって同定	UV219nm.267nm.279nmでそれぞれモニタリングし標準物質との面積比で定量した
	試料200 μ lに冷アセトニトリル400 μ lを加えよく攪拌後12000rpmで遠心分離した上清	200~350nmの紫外外部吸収を測定し、UV spectrumのパターンを付属のライブラリと比較することによって同定	UV219nm.267nm.279nmでそれぞれモニタリングし標準物質との面積比で定量した
52	有機溶剤使用	200~350nmのUV吸収のモニタリングと、UVスペクトラムパターンから、付属のライブラリと比較することによって同定	上記で同定したピークをUV210nmでモニタリングし、標準物質で作成した検量線から面積比により濃度を換算定量
53	血清1容と冷アセトニトリル2容混和後遠心し上清を使用	UV 200-350nmの吸光度を測定しスペクトルパターンをライブラリにて検索	
54			
55	限外濾過法	196~603nmの紫外外部吸収を測定し、パターンを付属のライブラリで検索・有機リン検出キットで陽性反応を示す薬物を検索し、同定した。	
	限外濾過法	196~603nmの紫外外部吸収を測定し、パターンを付属のライブラリで検索・有機リン検出キットで陽性反応を示す薬物を検索し、同定した。	
56	アセトニトリルによる除蛋白	200~350nmの紫外外部吸収を測定し、UV spectrumのパターンを付属のライブラリと比較することによって同定	210nmでモニタリングし、標準物質との面積比で定量
57	Oasis HLB固相抽出カートリッジ使用	GC/MS:EI法, HPLC:PDA	268nmにて測定

Table 19 尿中薬物の前処理・定性・定量方法

番号	前処理方法 (具体例)	定性方法 (具体例)	定量方法 (具体例)
58	日本ミリポア社製モルカトル-5000	200~400nmの紫外部吸収を測定しUVスペクトルを付属のライブラリーと比較することで同定	UV268nmでモニタリングし内部標準物質との面積比で定量、しかし10倍希釈と50倍希釈検体の濃度が合わなかったので自信はありません
59	不参加		
60	OASIS HLBを使用し、抽出した検体を蒸発乾固後、移動相溶媒にて再溶解		溶液 (ペンタンスルホン酸ナトリウム+ジエチルアミン+リン酸水溶液) とアセトニトリルの混合溶媒を使用 測定波長: 220nm 使用カラム SYMMETRY C18 (4.6μ×25mm) 標準液より作成した検量線及びスペクトルライブラリーにて同定・定量を行なった
		ペーパークロマトにてニンヒドリン反応を行なった	
61	アセトニトリル	ライブラリー検索	
	アセトニトリル	ライブラリー検索	
	アセトニトリル	ライブラリー検索	
62	中性でメタノール抽出	205~350nmの紫外部吸収を測定し、UV spectrumのパターンを付属のライブラリーと□比較することによって同定	UV268nmでモニタリングし、標準物質との面積比で定量した
63	不参加		
64	分析結果の返送なし		
65	分析結果の返送なし		
66	NEXUS にロード - 洗浄 - アセトニトリル溶出 - 濃縮乾固 - アセトニトリル再溶解	200~350nmの紫外部吸収を測定し、UV spectrum のパターンを標準品と比較することによって同定)	275nm でモニタリングし、外部標準物質との面積比で定量した
67	中性下でメタノールにて溶出	DAD (200-400) モニタ220nm スペクトル及びRT時間の一致率にて同定	
68	メンブランフィルターのみ	HPLC (奥田先生のライブラリー検索) (NACを否定)	
69			
70	不参加		
71	冷アセトニトリル	200~350nmの紫外部吸収を測定、ライブラリーと比較	
72	分析結果の返送なし		
73			

Table 20 水溶液中薬物の定量結果

番号	定量薬物名	定量値	予試験	定性方法	定量方法	内部標準物質
1	ヒ素	155 µg/ml	ヘッドスペース法	蛍光X線分析	蛍光X線分析	
2	分析結果の返送なし					
3	不参加					
4						
5	不参加					
6	砒素	1 mg/dl	なし	蛍光X線分析	蛍光X線分析	
7						
8	不参加					
9	ヒ素	73.434 p p m			蛍光X線分析	
10	ヒ素	54.208ppm	なし	蛍光X線分析	蛍光X線分析	
11	銅	86mg/l	なし	蛍光X線分析	蛍光X線分析	
12	ヒ素		酸化モリブデン	蛍光X線分析		
13	分析結果の返送なし					
14	ヒ素	53.163ppm	特になし	蛍光X線分析	蛍光X線分析	
15	As (ヒ素)	53.3ppm	ICP-MS	ICP-MS	ICP-MS	Y (イットリウム)
16	砒素	200 µg/ml	実施せず	蛍光X線分析	蛍光X線分析	塩化第二鉄
17	砒素	50ug/ml			ICP	
18						
19	ヒ素	139 µg/ml	蛍光X線分析	蛍光X線分析	蛍光X線分析	
20	ヒ素	28.6 µg/ml		CE	CE	
21	ヒ素	43.54 µg/mL	無	蛍光X線分析	蛍光X線分析	
22	As	40 ppm	蛍光X線分析	蛍光X線分析	蛍光X線分析	
23	ヒ素	42.9 µg/ml	無	無	蛍光X線分析	
24	ヒ素	0.095 µg/ml	なし	蛍光X線分析	蛍光X線分析	
25	ヒ素	15.8ppm	なし	蛍光X線分析	蛍光X線分析	
26	ヒ素	28.59 µg/ml		蛍光X線分析	蛍光X線分析	
27	ヒ素	66.0 µg/mL	バックテスト	蛍光X線分析	蛍光X線分析	
28	分析結果の返送なし					
29	ヒ素	59.1 p p m	無し	蛍光X線分析	蛍光X線分析	
30	分析結果の返送なし					
31	ヒ素	35.5 µg/ml	メロコアント	蛍光X線分析	蛍光X線分析	
32	ヒ素	60 µg/ml	メロコアント	蛍光X線分析	蛍光X線分析	
33	分析結果の返送なし					
34	As	0.04mg/ml	無	蛍光X線分析	蛍光X線分析	
35	ヒ素	50 µg/ml		メロコアント	メロコアント	
36	ヒ素	32mg/L (半定量)		メロコアント	メロコアント	ヒ素標準液
37	Cu	60.6mg/L	無	蛍光X線分析	蛍光X線分析	
38						
39	ヒ素	62.9ppm		蛍光X線分析	蛍光X線分析	
40	ヒ素	50 p p m	蛍光X線分析	蛍光X線分析	蛍光X線分析	
41	分析結果の返送なし					
42	ヒ素	74.9mg/l	EDX	蛍光X線分析	蛍光X線分析	
43	As	400 mg/ml	ICP-MS	ICP-MS	ICP-MS	Te
	Sn		ICP-MS	ICP-MS		
44	ヒ素	85 µg/ml	蛍光X線分析	蛍光X線分析	蛍光X線分析	
45	不参加					
46	分析結果の返送なし					
47	検出せず	なし	なし	蛍光X線分析	蛍光X線分析	砒素標準液
48						
49	分析結果の返送なし					
50	ヒ素	50 µg/ml	実施せず	蛍光X線分析	蛍光X線分析	
51	ヒ素	101.7ppm	行わず	蛍光X線分析	蛍光X線分析	
52	砒素	原子吸光度計調整のため定量不可	呈色反応			

Table 21 水溶液中薬物の定量結果

番号	定量薬物名	定量値	予試験	定性方法	定量方法	内部標準物質)
53	ヒ素	92.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$	無	蛍光X線分析	蛍光X線分析	
54	ヒ素			蛍光X線分析		
55	砒素	0.46wt%		蛍光X線分析	蛍光X線分析	
56	ヒ素	50 ppm	塩化第2鉄反応	蛍光X線分析	蛍光X線分析	
57	ヒ素	48.383ppm	無し	ICPM	ICPM、原子吸光	Te: テルル
58	時間的問題より分析にとりかかれませんでした。申し訳ありません					
59	不参加					
60	砒素			蛍光X線分析		
61	As			蛍光X線分析		
62	ヒ素	40.5 $\mu\text{g}/\text{ml}$	無	蛍光X線分析	蛍光X線分析	
63	不参加					
64	分析結果の返送なし					
65	分析結果の返送なし					
66	砒素	88 $\mu\text{g}/\text{ml}$	無	無	ICP/MS	
67	砒素	42 $\mu\text{g}/\text{ml}$	無	蛍光X線分析	蛍光X線分析	
	3環系抗うつ剤(アミトリアリン) 検出できなかった	トライエージにて TCA が弱陽性となる。2種類の固相カラムを用いて濃縮の倍率をあげ再検しましたが濃度が低いためかトライエージが疑陽性のためか検出できなかったサンプルの量が少なかった	呈色反応、Triage, TDx	HPLC	HPLC	
68	ヒ素	47 $\mu\text{g}/\text{ml}$	なし	蛍光X線分析	蛍光X線分析	
69	ヒ素	69.3 $\mu\text{g}/\text{L}$	特になし	蛍光X線分析	蛍光X線分析	
70	不参加					
71	ヒ素			蛍光X線分析		
72	分析結果の返送なし					
73						

水溶液中ヒ素の定量結果

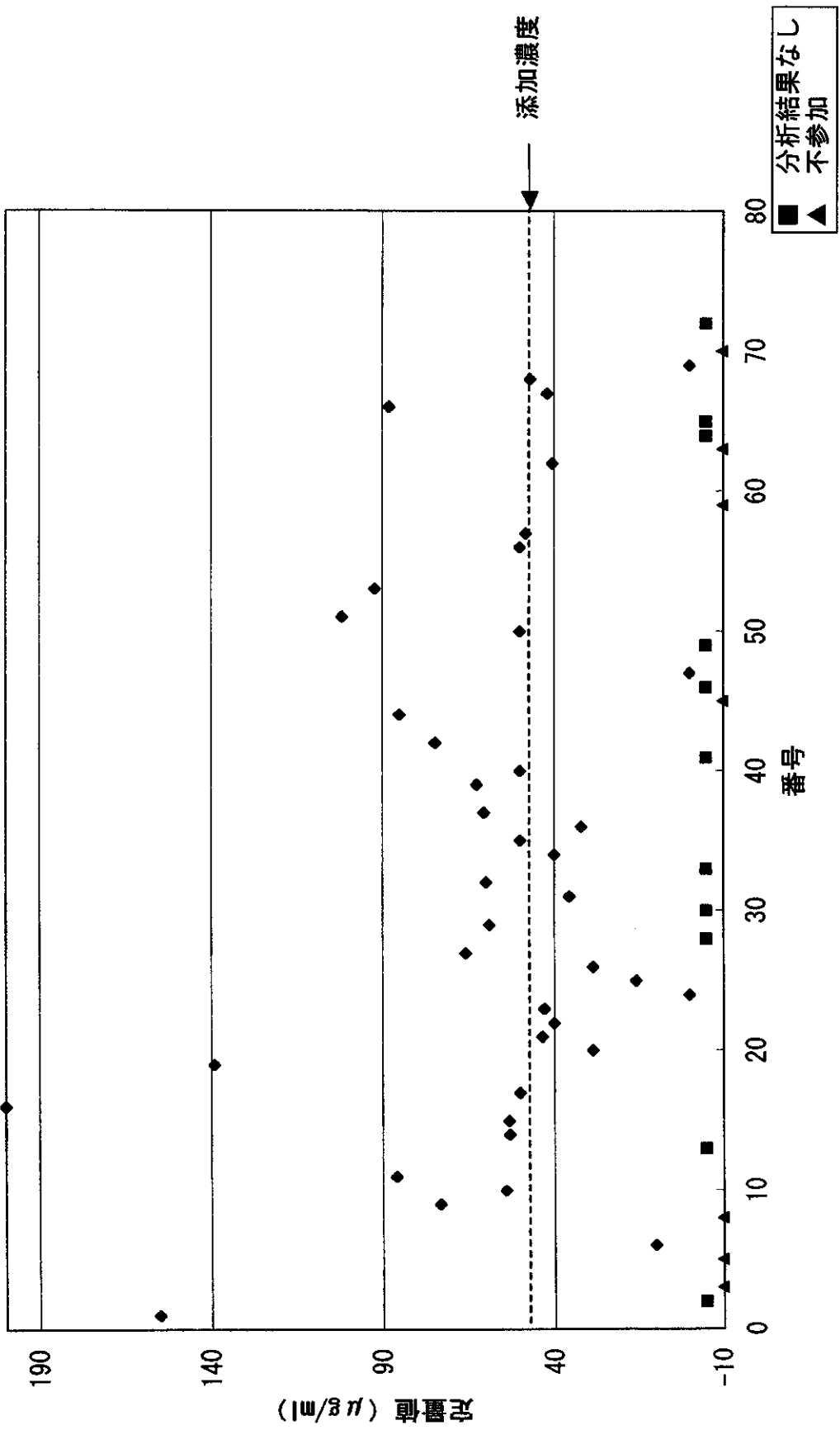


Table 22 水溶液中薬物の前処理・定性・定量方法

番号	前処理方法	定性方法 (具体例)	定量方法 (具体例)
1	ろ紙に濃縮乾固した		添付のヒ素標準品にて一点検量線を作成し、そのイオン強度比で定量
2	分析結果の返送なし		
3	不参加		
4			
5	不参加		
6		蛍光X線分析装置	
7			
8	不参加		
9			水溶液-He (6 μ mマイラ/He 雰囲気)
10	Sample preparation (6 μ mポリプロピレンフィルムでシールした液体試料溶液に3ml注いだ)	水溶液、大気で測定	水溶液、大気で測定
11		蛍光X線装置を用いて、ろ紙法にて実施	蛍光X線装置にて実施
12	未実施	蛍光X線分析装置 (ポリバ)	未実施
13	分析結果の返送なし		
14		検査水溶液 1 ml を 6 μ のマイラに載せ He 置換にて測定	検査水溶液 1 ml を 6 μ のマイラに載せ He 置換にて測定
15	1%硝酸で希釈	ICP-MSを用い、全元素選択モードで測定	ICP-MSを用い、全元素選択モードで測定
16		試料は濃縮するために濾紙に吸収乾燥させた。大気圧下、電圧15kVと50kVで50秒ずつ測定、システム内のデータで自動同定した。	絶対検量線をもちいて、自動分析による濃度比より定量した。
17	検体を10倍希釈		ICP発光分析
18			
19	なし	EDX: 水溶液-大気	EDX: 水溶液-大気/標準物質の絶対検量線法により定量
20	分子量35000限外ろ過法にて抽出	キャピラリ電気泳動法. 350nmの紫外部吸収のピークの保持比をヒ素標準品水溶液の保持比と比較することによって同定	キャピラリ電気泳動法. ヒ素標準品水溶液10-100 μ g/mlの検量線を用いて定量
21			100 μ g/mL以下のヒ素標準液による検量線を作成し、サンプルの強度を比較し濃度を算出した
22	ラインシュ法によるヒ素の検出は、 $As_2O_3 + 8Cu + 6HCl = Cu_5As_2 + 3CuCl_2 + 3H_2O$ という反応式に示されるように亜ヒ酸が銅と塩酸の存在下でヒ化銅を生成する反応に基づいている。そこで我々は検査試料2 ml に塩酸0.4 mlを加え、そこに5 \times 0.8 cmの銅板を完全に浸し90 $^{\circ}$ Cのヒートブロック上で30分間ラインシュ反応させた。	前処理にて反応させた銅板を細かく切断し、メタノール/アンモニア=8:2溶液1 mlに浸し、60 $^{\circ}$ Cのヒートブロック上でときどき攪拌しながら15分間反応させ、銅表面に付着したヒ化銅を溶解させた。この溶解液を蛍光X線分析用サークル付きろ紙に1滴ずつ滴下しドライヤーで乾燥させた。全ての溶解液をろ紙上に乾燥させたら、蛍光X線分析装置の試料室にセットし測定した。蛍光X線分析装置の分析条件は、雰囲気:真空、電圧:50 kV、電流:100 μ A、Niフィルタを使用した。	次にヒ素の検量線を作成し、半定量分析を行った。精製水に1000 ppmまたは100 ppmのヒ素標準溶液を添加し、100 ppm、50 ppm、25 ppm、10 ppm、5 ppm、1 ppmのヒ素溶液を作製した。上記の方法と同様に、各濃度のK α 線のNet強度を測定し検量線を作製した。作製した検量線は、 $y=0.0826x-0.0128$ で $r=0.996$ であり、この式をもとにヒ素のおおよその濃度を求めた。
23			MESA-500にて標準試料を使った1点校正で定量した
24		試料にX線を照射し、発生する蛍光X線を検出	FP法により定量
25	サンプル4mlをサンプルカップに分注して測定しました。	1次フィルターを使用し、蛍光X線を測定、スペクトル・含有量マッチング法にて同定した。	同じく、スペクトル・含有量マッチング法により4ml中のヒ素ppmを求め、1mg/ml中の定量値 (ppm) を計算して求めた。
26			添付の標準液より作成した検量線より定量

Table 23 水溶液中薬物の前処理・定性・定量方法

番号	前処理方法	定性方法 (具体例)	定量方法 (具体例)
27	専用濾紙に試料を滴下して乾燥	AsのK α [10.532keV]により定性、PbのL α 1[10.552keV]と重なるがPbのL β 1[12.614keV]が無いことを確認	AsのK α の強度よりAsを定量
28	分析結果の返送なし		
29		蛍光X線分析装置EDX-700(島津)によるスクリーニング分析	蛍光X線分析装置の定量値を基準にヒ素標準液で検量線を作成し、測定値を補正
30	分析結果の返送なし		
31	エネルギー分散形蛍光X線分析の前処理は試料100 μ Lを専用サークル濾紙に滴下、乾燥して用いた。	エネルギー分散形蛍光X線分析によりKLMマーカールにて解析、メルコクワントの結果と総合して判断した。	定量もエネルギー分散形蛍光X線分析の検量線法にて行った。前処理は試料100 μ Lを専用サークル濾紙に滴下、乾燥して用いた。本法の定量下限は試料濃度で5 μ g/mlである。
32		蛍光X線分析装置(チャンネル名As Line AsKa KeV10.54 Net強度cps/uA0.35)	蛍光X線分析装置(雰囲気:大気 コリメータ:10mm スピン:しない)
33	分析結果の返送なし		
34			送付された標準物質にて検量線を作製した。
35		簡易キット(メルコクワント)	簡易キット(メルコクワント)
36	アセトニトリル	メルコクワントヒ素イオン:半定量	メルコクワントヒ素イオン:半定量
37		水溶液1mlをろ紙に滴下乾燥後真空条件にてEDX分析	水溶液1mlをろ紙に滴下乾燥後真空条件にてEDX分析
38			
39		蛍光X線分析装置	チャンネル名Na-U
40	前処理なし	蛍光X線分析装置にて確認	蛍光X線分析装置にて標準品と比較して定量
41	分析結果の返送なし		
42	原液のままマイラーフィルムを通して大気雰囲気で測定	原液のままマイラーフィルムを通して大気雰囲気で測定、装置内部での処理結果をそのまま使用	装置の出力した濃度値に、別に測定した標準物質の濃度値より算出した計数を乗じて定量
43	検査水溶液を1%硝酸にて希釈	ICP-MSにより定性	ICP-MS(Asのm/z=75と内部標準物質のm/z=130の強度比より)
	検査水溶液を1%硝酸にて希釈	ICP-MSにより定性	標準品がないため定量出来ない
44	試料容器に未前処理検査水溶液を直接入れ測定	EDXから得られた定性分析結果から同定	標準物質との蛍光強度(cps/uA)比から定量した
45	不参加		
46	分析結果の返送なし		
47	濾紙に塗布後、乾燥	試料にX線を照射し、発生する蛍光X線を検出する。	試料にX線を照射し、発生する蛍光X線を検出する。
48			
49	分析結果の返送なし		
50	蒸留水にて希釈	蛍光X線分析装置/ヒ素100%	MERCK Aresenic Test使用、標品X1000。検体をX100・X50希釈発色を比較確認
51	直接専用容器に入れ測定	10.5KeVに出た標準品のピークと比較することにより同定	標準品の濃度より試料の濃度に補正をかけて定量した
52			
53	無処置	水溶液をそのまま大気下で検査	水溶液をそのまま大気下で検査、標準液のppmで補正定量
54		TREX660	
55		蛍光X線分析装置	蛍光X線分析装置の結果
56		機器設定の分析条件により同定	機器設定の検量線より定量し、送付のヒ素溶液を50ppmと100ppmに作成し確認
57	1%硝酸液による希釈	ICPM-8500	ICPM-8500, 原子吸光分光光度計AA-6800
58			
59	不参加		

Table 24 水溶液中薬物の前処理・定性・定量方法

番号	前処理方法	定性方法 (具体例)	定量方法 (具体例)
60		試料を濃縮乾燥した後、SEA5120でコリメータφ1.8mm、管電流500μAの条件で測定。また砒素標準液での比較測定を行った	
61			
62			
63	不参加		
64	分析結果の返送なし		
65	分析結果の返送なし		
66	0.15M 硝酸にて100倍希釈		外部標準物質との測定強度比で定量し、EPA法200.8の干渉補正式で算出した
67	ろ紙に滴下、乾燥	FP法 定性定量法 (ろ紙法)	絶対検量線法 (ろ紙法)
	弱酸性下でメタノールにて溶出	DAD (200-360) モニタ215nm スペクトル及びRT時間の一致率にて同定	絶対検量線法にて定量
68		蛍光X線 (ワットマンのガラスフィルターに100μl吸収させバルクFP法にて測定)	蛍光X線 (ワットマンのガラスフィルターに100μl吸収させバルクFP法にて測定)
69	直接ろ紙滴下・乾固	蛍光X線分析装置	蛍光X線分析装置
70	不参加		
71		ホリバ エネルギー分散形蛍光X線元素分析装置による定性	
72	分析結果の返送なし		
73			