

## 記

### 1) 薬物標準品 (保存条件)

アセトアミノフェン (遮光保存)	50mg	以上、医薬品
フェニトロチオン (1mg/ml) (2-10°C、遮光保存)	1ml (アセトン溶液)	
パラコート (1mg/ml) (2-10°C、遮光保存)	1ml (0.01M 塩酸水溶液)	以上、農薬

### 2) 前処理消耗品 (説明書も同封)

Sep Pak C <sub>18</sub> . . . . .	10 本	
OASIS HLB . . . . .	10 本	
Triage <sup>®</sup> DOA . . . . .	3 テスト (20°C以下で保存、凍結禁)	
有機りん系農薬検出キット . . . . .	10 テスト分 (別途、関東科学 (株) より送付)	
アセトアミノフェン検出キット . . . . .	10 テスト分 (別途、関東科学 (株) より送付)	

注意：本消耗品は、前処理の際に必要な方のみ御使用下さい。必ずしもこれらを使用して分析する必要はなく、他の前処理を行って結構です。

Triage<sup>®</sup> DOA の洗浄液は、3 テスト必要分をプラスチック容器に小分けし、1 テストの包装にテープ止めして添付しております。

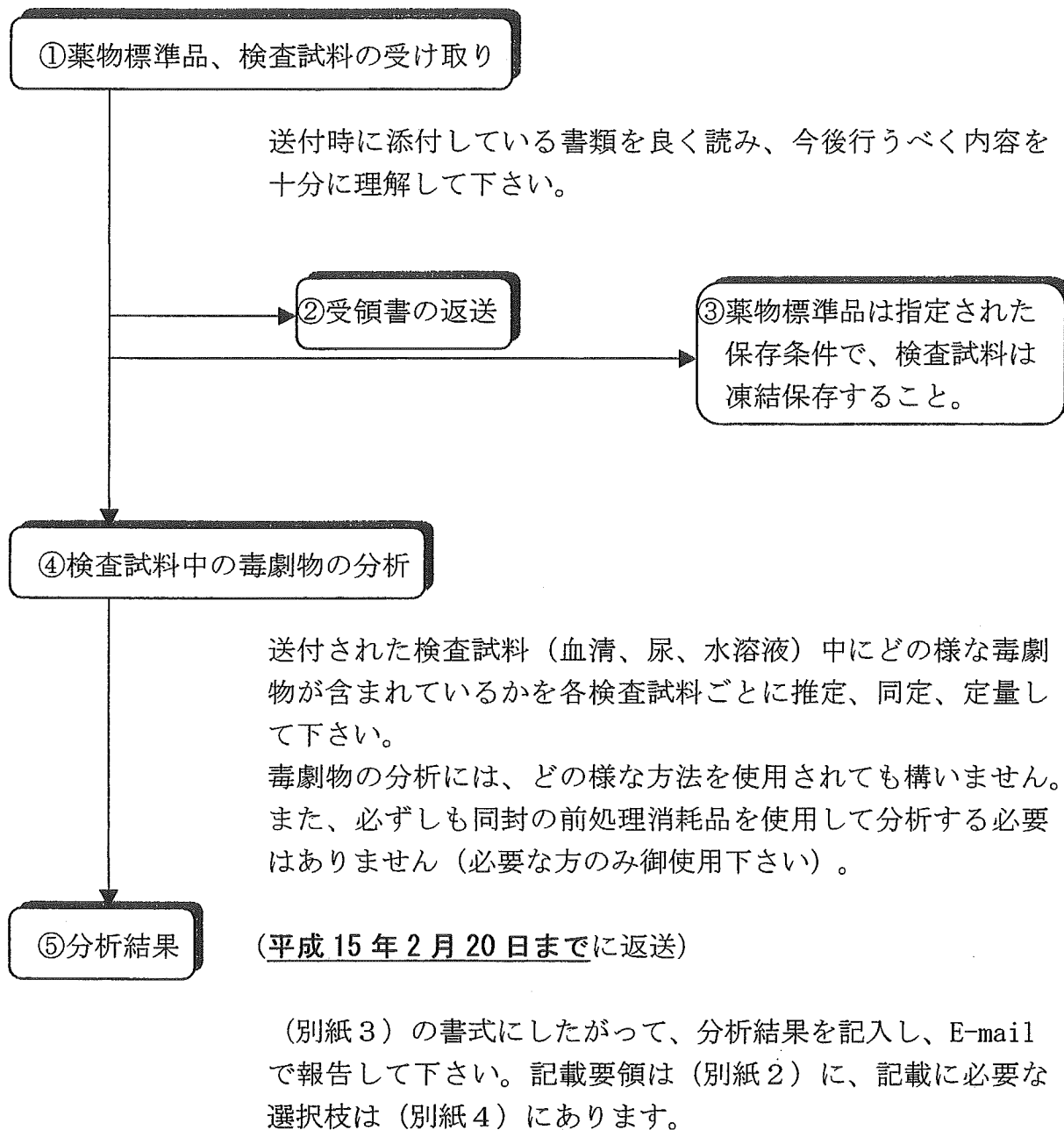
### 3) 検査試料 (合計 4 本)

血清① (パラコートを含んでおります)	3ml (1 本)
血清② (医薬品)	4ml (1 本)
尿 (農薬および医薬品)	5ml (1 本)
水溶液 (重金属)	4ml (1 本)

以上

〒734-8551  
広島大学大学院医歯薬学総合研究科  
法医学  
屋敷 幹雄  
FAX:082-257-5174  
E-mail:yashiki@hiroshima-u.ac.jp

## 検査試料の受け取りから検査結果報告までの流れ



## \* 重要 : E-mail での送信方法について

E-mail 送信時には、To: (送信先) が yashiki@hiroshima-u.ac.jp であることを必ず確認して下さい。また、Subject:は、“精度管理調査結果”として下さい。

本文中には、施設名を明記後、検査試料ごとに別紙 2 の記載項目 (a ~ g) を記載して下さい。

(別紙2)

分析結果の記載方法について

分析結果は、添付しているフォーマット (別紙3) にしたがって作成して下さい。

作成方法は、以下の例のように、**検査試料 (血清①、血清②、尿、水溶液)** ごとに検出した薬物名、その薬物の定量値、薬物の同定に至るまでの予試験、前処理方法、定性方法、定量方法、定量分析時の内部標準物質の有無 (化合物名: ) を記載して下さい。一つの**検査試料**から複数の**毒劇物**が検出された場合には、**検出された薬物ごと**に (その薬物の定量値、薬物の同定に至るまでの予試験、前処理方法、定性方法、定量方法、定量分析時の内部標準物質の有無など、a-gの項目を) 追加して記載して下さい。毒劇物が検出できなかった場合には、“**検出した薬物名**”の項に検出できなかった旨を記載して下さい。

また、予試験、前処理方法、定性方法、定量方法については、(別紙4) 選択枝の中から選択し、かつ具体的に行った操作方法も同時に記載して下さい。

a ; 検出した薬物名

b ; 定量値 (µg/ml or ng/ml で記載して下さい)

c ; 予試験 (具体的に)

d ; 前処理方法 (具体的に)

e ; 定性方法 (具体的に)

f ; 定量方法 (具体的に)

g ; 定量時の内部標準物質の有無 (化合物名: )

例. a ; トリアゾラム

b ; 15ng/ml

c ; 2 (Triage)

d ; 3 (アルカリ性下でエーテルにて抽出)

e ; 3 (200~350nm の紫外吸収を測定し、UV spectrum のパターンを附属のライブラリと比較することによって 同定)

f ; 3 (UV 254nm でモニタリングし、内部標準物質との面積比で定量した)

g ; 有 (プラゼパム)

(別紙3)

分析結果 (下記要領を返送して下さい。不足分はコピーして下さい。)

施設名 \_\_\_\_\_

検査血清①より検出された毒劇物

- a ; \_\_\_\_\_
- b ; \_\_\_\_\_
- c ; \_\_\_\_\_
- d ; \_\_\_\_\_ ( \_\_\_\_\_ )
- e ; \_\_\_\_\_ ( \_\_\_\_\_ )
- f ; \_\_\_\_\_ ( \_\_\_\_\_ )
- g : \_\_\_\_\_ ( \_\_\_\_\_ )

検査血清②より検出された毒劇物

- a ; \_\_\_\_\_
- b ; \_\_\_\_\_
- c ; \_\_\_\_\_
- d ; \_\_\_\_\_ ( \_\_\_\_\_ )
- e ; \_\_\_\_\_ ( \_\_\_\_\_ )
- f ; \_\_\_\_\_ ( \_\_\_\_\_ )
- g : \_\_\_\_\_ ( \_\_\_\_\_ )

検査尿より検出された毒劇物

- a ; \_\_\_\_\_
- b ; \_\_\_\_\_
- c ; \_\_\_\_\_
- d ; \_\_\_\_\_ ( \_\_\_\_\_ )
- e ; \_\_\_\_\_ ( \_\_\_\_\_ )
- f ; \_\_\_\_\_ ( \_\_\_\_\_ )
- g : \_\_\_\_\_ ( \_\_\_\_\_ )

検査水溶液より検出された毒劇物

- a ; \_\_\_\_\_
- b ; \_\_\_\_\_
- c ; \_\_\_\_\_
- d ; \_\_\_\_\_ ( \_\_\_\_\_ )
- e ; \_\_\_\_\_ ( \_\_\_\_\_ )
- f ; \_\_\_\_\_ ( \_\_\_\_\_ )
- g : \_\_\_\_\_ ( \_\_\_\_\_ )

(別紙4)

予試験、前処理方法、定性方法、定量方法の選択枝

- ・予試験 (項目: c)
  - 1: 呈色反応 (塩化第二鉄反応、ドラーゲンドルフ反応、シモン反応など)
  - 2: 免疫的検査法 (Triage、Visualine など)
  - 3: 酵素的検査法 (コリンエステラーゼ阻害反応 など)
  - 4: 自動分析装置 (acaSX、TDX、REMEDi など)
  - 5: その他 (Toxi-Lab、GC/MS、HPLC/MS など)
  
- ・前処理方法 (項目: d)
  - 1: 沈殿法による除蛋白 (有機溶剤や無機塩を使用)
  - 2: 限外濾過法
  - 3: 液液抽出
  - 4: 固相抽出
  - 5: 固相マイクロ抽出
  - 6: 誘導体化
  - 7: その他
  
- ・定性方法、定量方法 (項目: e, f)
  - 1: 薄層クロマトグラフ (TLC)
  - 2: ガスクロマトグラフ (GC)
  - 3: 高速液体クロマトグラフ (HPLC)
  - 4: イオンクロマトグラフ (IC)
  - 5: 質量分析計 (直接導入法) (MS)
  - 6: ガスクロマトグラフ/質量分析計 (GC/MS)
  - 7: 高速液体クロマトグラフ/質量分析計 (HPLC/MS)
  - 8: キャピラリー電気泳動 (CE)
  - 9: 蛍光X線分析装置
  - 10: 原子吸光光度計
  - 11: ICP 発光分析計
  - 12: ICP/質量分析計
  - 13: その他

広島大学大学院医歯薬学総合研究科法医学 御中

## 受 領 書

毒劇物分析の実態調査にともなう試薬類の送付につき、下記物品を確かに受領しました。

### 記

#### 1) 劇毒物標準品 (保存条件)

アセトアミノフェン	50mg
フェニトロチオン (1mg/ml)	1ml (アセトン溶液)
パラコート (1mg/ml)	1ml (0.01M 塩酸水溶液)

#### 2) 前処理消耗品 (説明書も同封)

Sep Pak C<sub>18</sub> . . . . . 10 本  
OASIS HLB . . . . . 10 本  
Triage<sup>®</sup> DOA . . . . . 3 テスト  
有機りん系農薬検出キット . . . . . 10 テスト分 (別途、関東科学 (株) より送付)  
アセトアミノフェン検出キット . . . . . 10 テスト分 (別途、関東科学 (株) より送付)

#### 3) 検査試料 (合計 4 本)

血清① (パラコートを含んでおります)	3ml (1 本)
血清② (医薬品)	4ml (1 本)
尿 (農薬および医薬品)	5ml (1 本)
水溶液 (重金属)	4ml (1 本)

平成 15 年 1 月 日

施設名 :

施設長名 :

印

## Sep-Pak カートリッジの使用法

セップパックカートリッジを用いたサンプル前処理には2つの方法があります。そしてそれらはいずれも簡単な操作です。

- (1) 目的物質は保持されず、妨害物質が保持されるようなカートリッジと溶媒組成を選択する。
- (2) 目的物質を保持し、妨害物質は溶出するようなカートリッジと溶媒組成を選択する。

(1)の方式は通常目的物質の濃度が妨害物質の濃度より高い場合に使用し、(2)の方式は目的物質の濃度が妨害物質の濃度より低い場合や極性幅の広い複数の成分を単離する場合に使用します。また(2)の方式は低い濃度のサンプルを濃縮する時にも使用します。15-16ページに順相系、逆相系およびイオン交換系の溶出手順を示しましたのでご参照ください。

あるサンプル中に含まれる異なる成分を単離するために上記の2つのいずれかの方法により処理が可能です。例えば最初の方法、すなわち目的物質は保持されず妨害物質を保持し除去する例としてFile #87032の赤ワイン中の有機酸分析があります。ここではpH調整した赤ワインをC18カートリッジに通すことにより目的の有機酸は素通りし妨害物質のワイン色素はカートリッジに吸着され除かれます。次に2番目の方法、すなわち目的物質を保持し妨害物質を素通りさせる方法として同じく赤ワイン中のフェノール色素の分析例、File#88081の報告例があります。ここでは同様にC18カートリッジを用い赤ワインを通すと妨害物質の砂糖や有機酸が素通りし、目的物質の色素は保持されます。そしてその後、溶出強度の強い溶媒で溶出させています。

### Custom Protocol

ある応用例では上記と異なる溶出選択性を示す方法が作られました。例えばFile#82011の例があります。C18カートリッジをジエチルエーテル3ml、メタノール3ml、水10mlでコンディショニングし水溶液のサンプル溶液(25-100ml)を通します。次に水で洗浄し塩を取り除いた後、空気を通しカートリッジ内の水を追い出します。但し固定相表面には吸着水が付いたままです。それから目的物質をジエチルエーテル3-6ml次いでメタノール3-6mlで溶出させます。ここでの水と相溶しないエーテルによる溶出はカートリッジ内の固定相に吸着している水溶液の相との間に液液分配クロマトグラフィーを形成します。

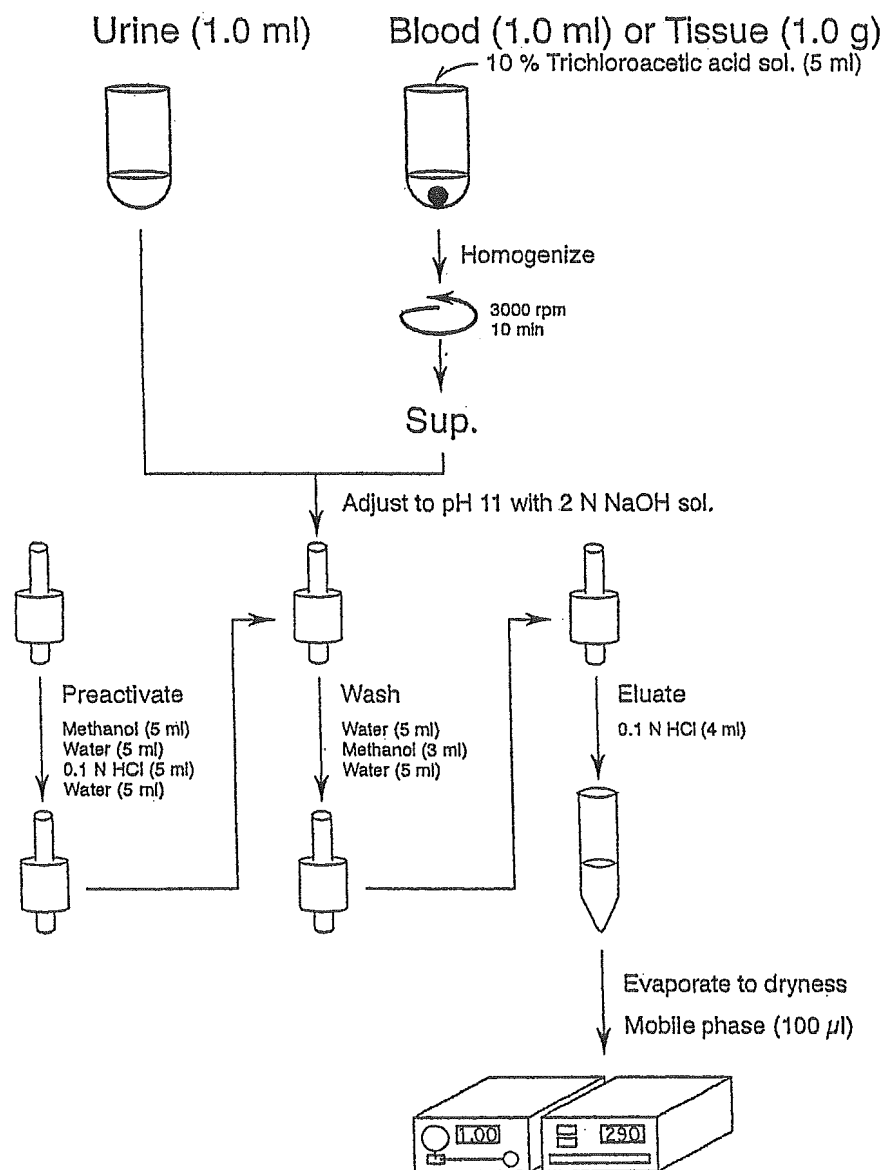
## 参考資料: HPLCによるパラコートとジクワットの高感度分析

分光光度法による分析が困難なときや試料が全血や臓器のとき、パラコートとジクワット濃度が低濃度のときなどに有効な分析法で、定性や検出感度は分光光度法より優れている。固相抽出法により抽出するのでかなり精製される。また、濃縮できるので試料中濃度として 0.01  $\mu\text{g/ml}$  (or g) まで定量できる。

### 1) 試薬と調製

- (1) 13.8 mg のパラコート・ジクロライドを 10 ml の水に溶解する (パラコートイオンとして 1 mg/ml)。
- (2) 18.7 mg のジクワット・ジプロマイドを 10 ml の水に溶解する (ジクワットイオンとして 1 mg/ml)。
- (3) 内部標準溶液: エチルパラコート・ジアイオダイドは Phillips らの方法により合成したもの 10 mg を 10 ml の水に溶解する (1 mg/ml)。1 mg/ml 溶液 1 ml を水で 10 ml にする。
- (4) 除蛋白剤: 10 g のトリクロロ酢酸を 100 ml の水に溶解する。

### 2) 抽出操作法



Sep-Pak C<sub>18</sub> カートリッジカラムによるパラコートとジクワットの抽出操作



# Oasis® HLB (オアシス HLB)

## 取り扱い説明書

### Section 1 : はじめに

本紙は Waters Oasis® HLB (オアシス HLB) 固相抽出カートリッジの取り扱い説明書です。Waters Oasis® HLB 固相抽出カートリッジには 30mg / 1cc、及び 60mg / 3cc の2種類があります。本製品に使用されている全く新しいタイプの HLB ポリマー (Patent pending) は、水、有機溶媒の双方に親和性が高く、使用中にカートリッジが乾燥した場合でも、酸性物質、塩基性物質、中性物質全てに対して高い回収率と再現性が得られます。次項 Section 2 では実試料を使用し、の最も簡単な Oasis® HLB 使用方法について説明しています。もし、さらなる回収率の改善が必要な場合は、Section 3 の方法でメソッドの最適化を行なって下さい。Section 4 では試薬の調製法について述べています。

本製品には品質証明書 (Certificate of Analysis ; C.O.A.) が各箱に添付されています。C.O.A.には、3種類の極性医薬品を Section 2 の方法で処理した場合の回収率と変動係数 (%RSD) が記載されています。更に、本製品の充填剤バルクとそのパッキング過程における厳しい品質試験の結果が記載されています。充填剤の性質等は C.O.A. をご参照下さい。

### Section 2 : 一般的な使用方法

1ml の試料に 10-50 µl の内部標準を加えます。血中蛋白質と強く結合しているような酸性物質を分析する場合は、20 µl の濃リン酸を試料に加えて下さい。

必要があれば 8000g で 20 分間遠心して下さい。

カートリッジをバキュームマニホールドにセットし、真空度を 5" Hg に設定します。

固相抽出操作 : 以下の方法で行なって下さい。この方法は、酸性、塩基性、中性と幅広い分析対象物の分離に使用でき、なおかつ簡便な方法です。

本方法でさらなる改善が必要な場合は Section 3 を参考にメソッドの最適化を行なって下さい。

★このポリマーは保水力が高いため、一度コンディショニング及び平衡化を行えば、その後のカートリッジは常にウェット状態 (湿潤) に保つ必要はありません。そのため、各ステップ (4a - 4d) において残存する液を除去する際、常に減圧状態を保ってご使用いただけます。カートリッジを乾燥させないためのバルブ操作等は必要ありません。

★試料注入 (4c)、及び脱離時 (4e) の流速は 1 ml / min. を越えない範囲でご使用下さい。その他の場合は最大 10ml / min. の流速までのご使用をお勧めいたします。水系の溶媒を流す際は、始めに少し高めの真空度に設定し、その後適切な値に戻してお使い下さい。

- 4a. コンディショニング  
カートリッジに 1ml のメタノールを流します。
- 4b. 平衡化  
カートリッジに 1ml の純水を流します。
- 4c. ロード  
カートリッジに 1ml の試料を注入します。
- 4d. 洗浄  
カートリッジに 1ml の 5% (v/v) メタノール水溶液を流します。真空ポンプを止め、マニホールド中の廃液を廃棄します。試料用の試験管をセットしたラックを入れ、ふたをし、再度真空で吸引します。
- 4e. 脱離  
カートリッジに 1ml のメタノールを流し、分析対象物をコレクトします。

5. 必要に応じコレクトした溶出液を濃縮乾燥し、移動相に再溶解します。
6. 分析を行ないます。

### Section 3 : メソッドの最適化

分析対象物の添加回収試験を行ないます。たとえば生体試料の場合は下記の要領で行なって下さい。1ml の生理食塩水 (調製法は Section 4 で説明します) に分析対象物と内部標準を添加し、Section 2 の手順 (4a-4e) で固相抽出処理を行ないます。その際に、試料ロード時 (4c)、洗浄時 (4d)、脱離時 (4e) にカートリッジから出てくる溶出液をそれぞれコレクトします。この3つのフラクションに加え、1回目の脱離後、さらに 1ml のメタノールで脱離操作を行なったフラクションもコレクトし、これら合計4つのフラクションをそれぞれ分析します。もし、分析対象物が1回目の脱離フラクション以外に溶出していたり、複数のフラクションにまたがって溶出している場合は、下記の表に従ってメソッドを最適化して下さい。また、生体試料以外の場合は生理食塩水の代わりに分析対象物が溶けている溶液、またはできるだけそれに近い溶液に分析対象物、及び内部標準を添加して行なって下さい。

分析対象物が溶出したフラクション	調整方法
ロード	分析対象物が保持されずに蒸過りしています。Oasis® HLB 充填剤は通常のシリカベースの逆相系充填剤に比べてイオン性物質を強く保持させることができますが、イオン性が抑制された状態の方がより保持能は強まります。試料を溶解させている液の pH を分析対象物の pKa (又は pKb) より酸性物質なら 1 以上低く、塩基性物質なら 1 以上高く調整して下さい。
洗浄	高極性物質は少量の有機溶媒でも脱離されます。洗浄溶媒を純水 1ml に変更して下さい。
脱離 1	この部分に 90% 以上の分析対象物が回収されている場合は、メソッドの最適化の必要はありません。
脱離 2	非常に疎水性の高い物質はメタノールでは十分に脱離されないことがあります。より脱離力の強い溶媒 (アセトニトリル、酢酸エチルなど) に変更して下さい。また、イオン性を持つような物質であれば、2% の酸またはアルカリを加えたメタノールを使用します。

### Section 4 : 生理食塩水の調製法

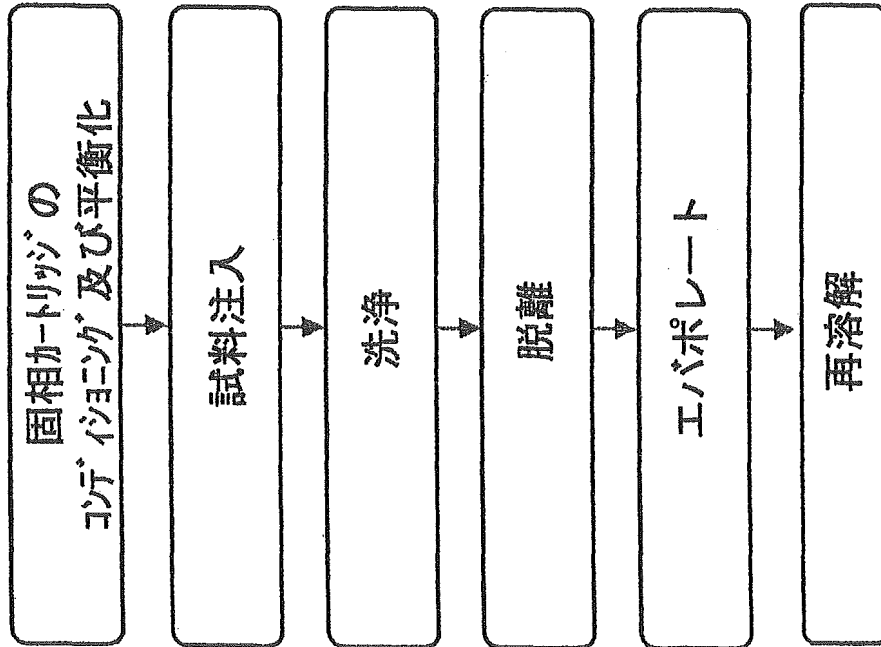
1. 1L のフラスコに下記の無水塩を入れます。
  - a) 200mg KCl
  - b) 8000mg NaCl
  - c) 200mg KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>
  - d) 1150mg Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>
2. 1L の純水を加え、攪拌します。
3. 10% のリン酸で pH を 7.0 に調整します。

### Section 5 : その他

- 使用 pH : Oasis® HLB 充填剤の使用可能 pH は 0-14 です。
- 使用溶媒 : Oasis® HLB 充填剤は HPLC 分析に用いられる一般的な有機溶媒に安定です。(THF、ジクロロメタン、酢酸エチル、トルエンなど)
- 使用温度 : 0-40°C でご使用いただけますが、基本的には室温でご使用下さい。室温からはなれた温度でご使用の際は、常に同じ温度に保って抽出操作を行なって下さい。分析対象物の溶出挙動は温度にも影響を受けます。操作中の温度変化は、再現性の低下を招くことがあります。

### 3.2) 固相抽出操作

## Oasis HLB plusカートリッジ ゼネラルガイド



Oasis HLB plusカートリッジに5mLディズベンジを使用し、3mLのメタノールを注入する。続けて同じディズベンジを使用して3mLの精製水を注入する。ここでの注入量はシリンジの目盛りの精度で可。流速についても特に注意の必要なし。

別の5mLディズベンジカートリッジを接続し、ピペットで正確に0.5mLの試料をディズベンジカートリッジへ計りとり、Oasis HLB plusカートリッジへ注入する。カートリッジへの注入時の流速は2mL/min以下を目安におこなう。

同じディズベンジカートリッジを使用し、3mLの5%メタノール水を注入し、洗浄を行う。コンデューション〜洗浄までの工程における廃液はまとめて廃液パケットへ廃棄する。

同じディズベンジカートリッジを使用し、3mLのメタノールを注入し、脱離操作を行い、溶出液を遠心エバポレータ用試験管に受け、遠心濃縮乾燥する。本操作におけるカートリッジへの注入時の流速は2mL/min以下を目安におこなう。

遠心濃縮器を使用し、固相抽出カートリッジからの溶出液を乾燥する。

遠心濃縮乾燥をおこなった試験管にHPLC用移動相 (GC測定の場合は測定に適した溶媒) をピペットを使用し正確に0.5mL計りとり、かくはん溶解後、ディズベンジを使用しHPLC用バイアルに移しHPLC分析に供する。

注1) 固相抽出操作を行う際は試料及び溶媒が目に入らないように注意する。

注2) 再溶解後の試料に固形物が存在する場合は、0.5  $\mu$ m以下のメンブランフィルターでろ過したものをHPLC分析用試料とする。

# トライエージDOA

Triage DOA

**簡単 | 清潔 | 正確**

● 検出項目

ベンゾジアゼピン類

覚せい剤

モルヒネ系麻薬

フェンシクリジン類

コカイン系麻薬

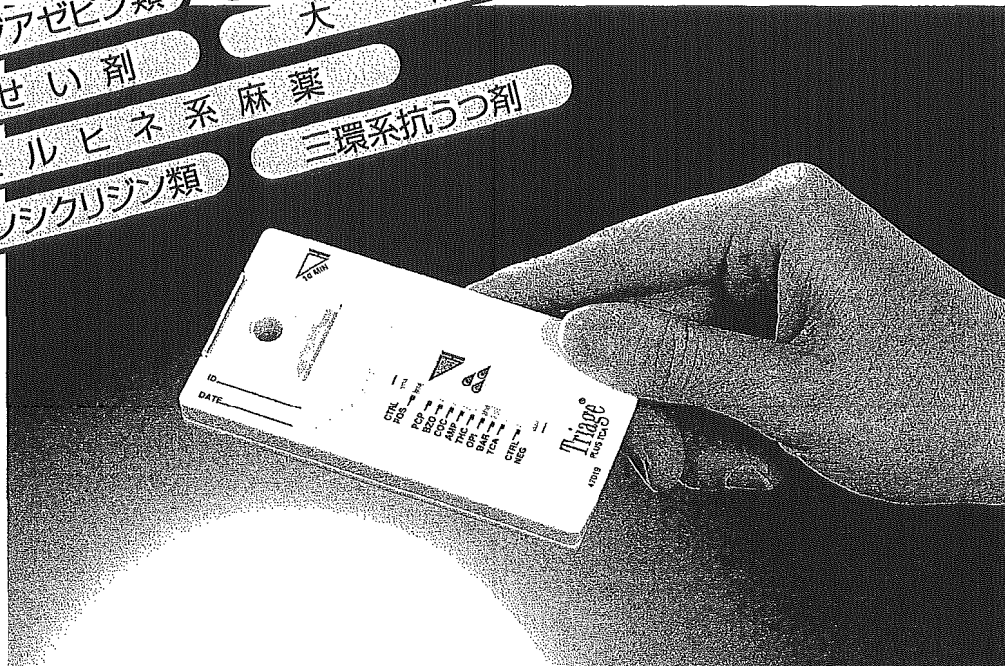
大麻

大

麻

三環系抗うつ剤

バルビツール酸類

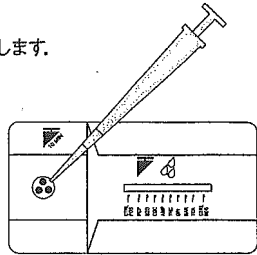


- ヒト尿中の8種の重要な薬物を同時に11分間で検出できます。
- 結果は、薬物検出ゾーンに赤い線が出ますので簡単に読み取れます。
- モノクローナル抗体を使用していますので特異性の高い検出が可能です。
- 操作コントロールが組み込まれていますので信頼性の高い結果(成績)が得られます。
- ほぼ、クレジットカードと同じ大きさで、わずか0.14mLの検体量で検出できる携帯可能な使い捨ての簡易検査キットです。

## 操作法

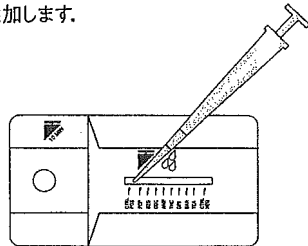
### Step 1 : サンプルの添加

反応槽のキャップを慎重にとりはずし、ピペットを用いてヒト尿を0.14mL 添加します。  
10 分間室温に放置します。



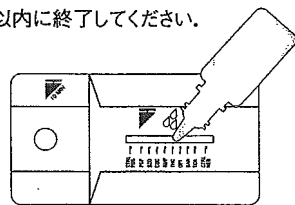
### Step 2 : 反応液の移動

ピペットに清浄なチップをつけて、反応槽から反応液の全量を薬物検出ゾーンへ添加します。  
完全に吸収させます。



### Step 3 : 洗浄と判定

洗浄液を3滴、薬物検出ゾーンの中心へ滴下します。  
完全に吸収させ、検査結果を判定します。  
陰性コントロールゾーン、陽性コントロールゾーンそして薬物検出ゾーンの順に読みます。  
結果の判定は5分以内に終了してください。



## 包装

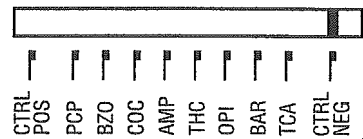
統一商品コード	製商品名	包装
562 19402 5	トライエージ DOA	25 テスト
562 19403 2	トライエージ DOA	10 テスト

製品の詳細は下記にお問い合わせ下さい。  
シスメックス株式会社 学術部 Tel. 078 (991) 1911  
神戸市西区高塚台4丁目4番地の4 〒651-2271

## 結果の読み方

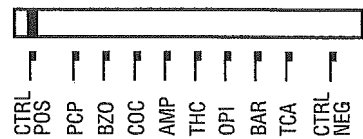
### 1 : 陰性コントロールゾーンを読む

陰性コントロールゾーンが発色した場合デバイスは廃棄して、新しいデバイスを用いて再検査して下さい。



### 2 : 陽性コントロールゾーンを読む

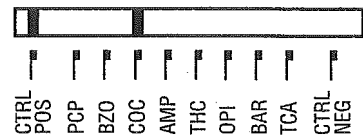
陽性コントロールゾーンが発色すれば結果は有効です。  
もし陽性コントロールゾーンが発色しない場合デバイスは廃棄して、新しいデバイスを用いて再検査して下さい。



### 3 : 薬物検出ゾーンを読む

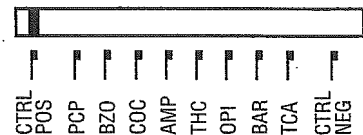
#### <陽性の場合>

薬物名に一致する発色線が表れれば、検体はその薬物名に陽性です。



#### <陰性の場合>

薬物名に一致するところに発色線が表れない場合、その検体は陰性です。



## 貯法

20°C以下で凍結を避けて保存。

## 有効期間

9ヵ月。

販売元

# シスメックス株式会社



本社 神戸市中央区臨海海岸通1丁目5番1号 〒651-0073 TEL(078)265-0500(代)  
ホームページURL=http://www.sysmex.co.jp  
営業推進本部 神戸市中央区臨海海岸通1丁目5番1号 〒651-0073 TEL(078)265-0513(代)  
支店 仙台(022)375-7751 北関東(048)600-3888 東京(03)3814-5046 名古屋(052)775-8101  
大阪(06)6337-8300 広島(082)248-9070 福岡(092)411-4314  
営業所 札幌(011)281-6116 盛岡(019)654-3331 長野(0263)54-4131 新潟(025)243-6266  
千葉(043)297-2701 横浜(045)473-3696 静岡(054)237-4815 金沢(076)221-9363  
京都(075)801-3196 神戸(078)251-5331 高松(087)823-5801 岡山(086)224-2605  
鹿児島(099)267-1344  
テクノセンター 神戸  
中央研究所 神戸  
工場 加古川・小野  
海外 アメリカ・ドイツ・イギリス・ベルギー・中国・シンガポール・マレーシア・タイ・インド

\*外観、仕様等については改良のため予告なしに変更することがあります。

輸入先

# BIOSITE

2002年5月 作成  
体外診断用医薬品  
トライエージ DOA  
承認番号 : 21300AMY00288000



ISO 9001 認証取得 ISO 14001 認証取得  
この印刷物は再生紙と大豆油インキを使用しています。

平成 15 年 1 月 15 日

各位

関東化学株式会社  
試薬事業本部  
試薬技術部  
Tel : 03-3663-7631

有機りん系農薬検出キットおよび  
アセトアミノフェン検出キットの送付について

拝啓

厳冬の候、貴施設におきましては、ますます御健勝のこととお喜び申し上げます。

さて、この度広島大学大学院医歯薬学総合研究科法医学研究室で実施されます「毒劇物分析の実態調査」に関連して同研究室より弊社販売の“有機りん系農薬検出キット”と“アセトアミノフェン検出キット”の送付委託を受けましたので、送付させていただきます。御査収のほど、宜しく願いいたします。

なお、詳細につきましては、下記連絡先にお問い合わせ下さい。

敬具

記

有機りん系農薬検出キット	10テスト用	1箱
アセトアミノフェン検出キット	10テスト用	1箱

以上

連絡先

広島大学大学院医歯薬学総合研究科法医学研究室  
屋敷 幹雄

FAX:082-257-5174

E-mail:yashiki@hiroshima-u.ac.jp

平成 15 年 2 月 6 日

## 迅速検出キットの御紹介

拝啓

寒冷の候、貴施設におかれましては、ますます御健勝のこととお喜び申し上げます。

過日、平成 14 年度厚生労働科学研究による「毒劇物分析の実態調査」の依頼をお願いいたしましたが、諸般の事情から協力が得られないとの連絡をいただきました。また、未だ諾否の連絡をいただけていない施設もございます。貴施設の都合も考慮せず、突然の依頼で申し訳ございませんでした。

さて、上記の調査とは関わりなく、簡易薬毒物検査法普及の一環で、薬毒物検出キットを無償で提供させていただきます。関東化学（株）より宅配便にて送付させていただきますので、御査収のほど宜しく願いいたします。これらのキットは、特殊な機器を使用せずに検査できるので、分析担当者にお渡しいただきければ幸いです。詳細は、荷物の中に記載されておりますので宜しく願いいたします。

敬具

広島大学大学院医歯薬学総合研究科法医学  
屋敷 幹雄  
FAX:082-257-5174  
E-mail:yashiki@hiroshima-u.ac.jp

(資料 2)

## 調査結果・集計表

## 送付した試料の調製法

検査対象となる薬毒物は、日本中毒学会「分析のあり方検討委員会」（中毒研究，12，437-441，1999）が提唱した 15 品目のなかで、中毒症例の多い薬物ならびに血中濃度の測定が治療に有意義とされているパラコート、アセトアミノフェン、有機リン系農薬（フェニトロチオン）、催眠薬（ペントバルビタール）、無機化合物（ヒ素）の 5 種類を対象とした。パラコート、アセトアミノフェン、有機リン系農薬（フェニトロチオン）、無機化合物（ヒ素）は呈色反応によって、催眠薬（ペントバルビタール）は Triage などのイムノアッセイキットによって予試験が可能である。また、ヒ素は、蛍光 X 線分析計でも検出可能である。つまり、調査に使用した薬毒物は、予試験としての簡易検査法が知られている薬物である。

実際の中毒症例からの検査試料を大量に得ることができないため、本調査では、市販の標準血清や薬物を服用していないヒトから得られた尿などに薬物を人為的に添加することで模擬試料を作成することとした。したがって、実際の中毒症発生時とは異なった生化学検査値が得られることの懸念は拭いがたい。

使用した標準血清は、以下の製品を使用した。各薬毒物の標準品（1mg/ml のメタノールあるいは水溶液）を添加した後、約 2 時間スターラーにて攪拌し、試料送付用のガラスのバイアル瓶（6ml 容量）に分注した。血清および尿は、薬物添加時まで凍結保存し、試料分注後、速やかに凍結保存した。尿や水溶液についても同様である。

### 【使用した標準血清】

Human Serum (Bio Whittaker, Lot No.: 9S072E, Cambrex company)

### 【使用した薬毒物標準品】

パラコート  
アセトアミノフェン  
ペントバルビタールナトリウム  
フェニトロチオン (MEP)  
ヒ素

血清にはパラコート（血清①）およびアセトアミノフェン（血清②）を、尿にはフェニトロチオンとペントバルビタールを下記の濃度となるように添加した。また、水にはヒ素を添加した。



【各薬毒物の添加濃度】

血清①

パラコート 3.58  $\mu$ g/ml (血清中濃度)

血清②

アセトアミノフェン 48.5  $\mu$ g/ml (血清中濃度)

尿

フェニトロチオン 13.5  $\mu$ g/ml (血清中濃度)

5.47  $\mu$ g/ml (尿中濃度)

水溶液

ヒ素 41.3  $\mu$ g/ml (水溶液中濃度)

Table 1 血清中パラコートの分析結果 (その1)

番号	結果返事	薬物名	定量値	予試験	予試験操作法
1	済	パラコート	6 $\mu$ g/ml		
2	済	パラコート	3.5 $\mu$ g/ml	呈色反応	ハイドロサルファイト反応
3	済	パラコート		呈色反応	血清をNaOH溶液で2倍希釈し、ハイドロサルファイトナトリウムを加え反応をみた。
4	済	パラコート	10 $\mu$ g/mL	呈色反応	血中定性パラコート検知管 (北川式)
5	済	パラコート	0.5 $\mu$ g/ml	呈色反応	ハイドロサルファイトナトリウム
6	済	パラコート	1.974 $\mu$ g/ml		
7	済	パラコート		呈色反応	ハイドロサルファイト法
8	済	検出できませんでした	実施していない	免疫的検査法	Triage
9	済	Flurazepam	測定不可		トライエージ8、パラコート簡易判定 (トライエージ8では何も反応しない。パラコート判定では陰性であった。)
		Dextromethorphan	測定不可		トライエージ8 (反応物なし)
10	未				
11	済	パラコート			
12	未				
13	済	検出できなかった		呈色反応	アセトアミノフェン検出キット
14	済	パラコート			
15	済	パラコート		呈色反応	ハイドロサルファイト法
16	済	測定せず			
17	済	パラコート	3.5 $\mu$ g/mL	呈色反応	アルカリ性下でハイドロサルファイトを用いた呈色反応
18	済	パラコート	35 $\mu$ g/ml	呈色反応	(パラコート定性試験で陽性) 血清1mlに0.1N NaOH 1mlと酢酸エチル1mlを加え攪拌後、酢酸エチル層を分取し、酢酸エチルを留去しメタノール1mlに再溶解し、パラコート尿定性試験を行った。
19	済	パラコート	4.0 $\mu$ g/ml		
20	済	パラコート	3.1 $\mu$ g/ml	呈色反応	ハイドロサルファイト反応
21	済	パラコート	5 $\mu$ g/ml	呈色反応	ハイドロサルファイト反応
22	済				
23	済	パラコート	1.12 $\mu$ g/ml	その他	HPLC, DADにて標準パラコートと類似のスペクトルを確認, リテンションタイムの一致
24	済	パラコート	9.8 $\mu$ g/mL	呈色反応	アルカリ下ハイドロサルファイトナトリウム呈色試験
25	済	パラコート	3.2 $\mu$ g/mL	無	
26	済	paraquat (今回、Diquatは検出されませんでした)	1.9 $\mu$ g/ml	呈色反応、免疫的検査法、自動分析装置	ハイドロサルファイト反応、TriageTCA、REMedi-HS
		caffeine	定量せず		
27	済	パラコート	113.0 $\mu$ g/ml	なし	
28	済	パラコート	定量できず	呈色反応	0.1N水酸化ナトリウム-1%ハイドロサルファイトナトリウム溶液を用いた呈色反応、以上をもって定性にかえた
29	済	不明		呈色反応	呈色反応 (ハイドロサルファイト反応) 通常ルーチン検査でTriageを行っているため、血清であったが参考にTriageを行った (結果は陰性)。次にパラコートという情報よりハイドロサルファイト試験を行った (結果は陰性)
30	済	分析できず			

Table 1 血清中パラコートの分析結果 (その2)

番号	結果返事	薬物名	定量値	予試験	予試験操作法
31	済	検出できず			
32	済	検出できませんでした			
33	済	カフェイン	定量不能	自動分析装置	REMEDi
34	済	パラコート	8.5mg/l		
35	済	パラコート	3.4 μg/mL	呈色反応	ハイドロサルファイト反応
36	済	パラコート	0.99 μg/ml	なし	
37	済	検出せず			
38	済	パラコート			
39	済	パラコート	3.03 μg/ml	なし	
40	済	パラコート	定性のみ	なし	
41	済	パラコート	4.4 μg/ml	呈色反応	ハイドロサルファイト法
42	済	(-)	実施せず	呈色反応、 免疫的検査法	
43	済	EDDP			
44	済	パラコート	3.7 μg/ml	呈色反応	0.1%ハイドロサルファイト、1M水酸化Naをもちいた呈色反応
45	済	以前はHPLCで測定できたが、カラムが劣化したためか、定量出来なかった。			
46	済	パラコート	定量できなかった	呈色反応	ハイドロサルファイト反応
47	済	パラコート	定量できませんでした	呈色反応	ハイドロサルファイトを用いる方法
48	済	パラコート検出設備がないので未実施			
49	済	検出不可			
50	済	検出できず	定量できず	呈色反応、 免疫的検査法	有機リン系農薬検出キット：陰性・アセトアミノフェン検出キット：陰性、Triage：TCA疑陽性？
51	済	パラコート	定量不可能	定量不可能	
52	済	パラコート	6.9 μg/mL		
53	済	不可能			
54	済	クロベンジレート	定量不可	免疫的検査法	Triage(-)、アセトアミノフェン(-)、ChE阻害反応 N
55	済	なし			
56	済	パラコート			
57	済	パラコート	2.9 μg/ml	呈色反応	添付簡易キット
58	済	パラコート	1.17 μg/ml	呈色反応	有機リン系農薬検出キット
59	済	検出せず	施行せず		ハイドロサルファイトナトリウム法
60	済	PAP			

Table 1 血清中パラコートの分析結果 (その3)

番号	結果返事	薬物名	定量値	予試験	予試験操作法
60	済	Lormetazepam			
		カルバマゼピン	0.1 $\mu$ g/ml		
61	済	パラコート	4.75 $\mu$ g/ml	呈色反応、 免疫的検査 法	ハイドロサルファイト反応→ (+)、トリエージDOA→ (-)
62	済	パラコート	実施できず	なし	
63	済	パラコート		呈色反応	ハイドロサルファイト反応
64	済	不明 (農薬と思われ るがライブラリーの パラコートと一致せ ず。)		呈色反応、 免疫的検査 法	
65	済	パラコート		呈色反応	ハイドロサルファイト反応
66	済	パラコート	2.9ng/ml	未実施	
67	済	パラコート	1.15 $\mu$ g/ml		
68	済	パラコート	4.5 $\mu$ g/ml	呈色反応	ハイドロサルファイトによる反応
69	済	パラコート	2 $\mu$ g/ml	なし	
70	済	なし		酵素的検査 法	自動分析器にてコリンエステラーゼ測定 (酵素法)、アセ トアミノフェンキットを使用したが出せず
71	済	パラコート	3.4 $\mu$ g/ml	呈色反応	ハイドロサルファイトナトリウムによる呈色反応
72	済	Thiometon			
73	済	パラコート		呈色反応、 酵素的検査 法	ハイドロサルファイト反応、コリンエステラーゼ正常
74	済	パラコート	5.79 $\mu$ g/ml		アルカリジチオナイト反応
75	済	パラコート	15 $\mu$ g/ml	免疫的検査 法	トリエージ
76	済	パラコート	2.7 $\mu$ g/ml		
77	済	パラコート	2.80 $\mu$ g/ml	なし	
78	未				
79	済	パラコート	不明 (分光光度 計が使用不可 能なため)	なし	
80	済	パラコート	11.8 $\mu$ g/ml		ハイドロサルファイト反応
81	済	パラコート	3.5 $\mu$ g/ml	なし	
82	済	パラコート	なし	なし	