

Table 1 血清中パラコートの分析結果 (その4)

番号	前処理方法	前処理操作法	定性方法	定性方法 (具体的な操作)
1	固相抽出	オアシス		
2	除蛋白、固相抽出	トリクロロ酢酸で除タンパクしSep-Pak C18抽出	HPLC	標準品との保持時間で比較
3			HPLC	高速液体クロマトグラフHPLC (日立)
4	除蛋白	アセトニトリル	HPLC	200-350nmの紫外吸収を測定しUVスペクトルのパターン、および検出時間を附属のライブラリと比較
5	固相抽出	0.5Mリン酸により2倍希釈しアセトニトリル抽出、乾固なし		
6	固相抽出	OasisHLB使用	HPLC	UV290nmで測定し、あらかじめ測定しておいた標準物質のRTと比較して同定した。
7				
8	除蛋白	アセトニトリルで除蛋白	HPLC	200-350nmの紫外外部吸収を測定し、UVspectrum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
9	除蛋白	検体0.5mlとアセトニトリル1mlを混合し、その上澄み1mlを採取	HPLC	175-350nmの紫外外部吸収を測定し、UVスペクトラムのパターンをライブラリと比較し、同定
	除蛋白	検体0.5mlとアセトニトリル1mlを混和し、その上澄み1mlを採取	HPLC	175-350nmの紫外外部吸収を測定し、UVスペクトラムのパターンをライブラリと比較し、同定
10				
11				簡易定性分析法 (NaOH+Na2S2O4)
12				
13				
14			その他	アルカリ性下でNa2So4で発色
15				
16				
17	除蛋白	スルホサリチル酸を用いて除蛋白	その他	アルカリ性下でヒドロサルファイトを用いた呈色反応を行い、同定した
18	固相抽出	血清1mlをOASIS HLB (蒸留水2mlで洗浄) に添加し、5%メタノール1ml×2回洗浄後、メタノール1ml×2回抽出した。メタノールを窒素気流下留去し、移動相1mlで再溶解して試料とした。	HPLC	200-360nmの紫外外部吸収を測定し、UVspectrum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
19			その他	ヒドロサルファイト反応
20	除蛋白	トリクロロ酢酸	HPLC	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附属のライブラリと比較することによって同定
21	除蛋白	アセトニトリルを使用	なし	
22				
23	固相抽出	TCA除蛋白後Sep-Pakにて精製	MS	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	除蛋白	アセトニトリルによる除タンパク法	HPLC	UVスペクトルパターン
25	除蛋白	Sample100 μ L+6%HC1O4過塩素酸50 μ Lで除蛋白、遠心分離後上清20 μ LをHPLCに注入	無	
26	液液抽出、固相抽出	10% Trichloroacetic acid solで液液抽出後、Sep-Pak C18カートリッジカラムによる固相抽出 (福家らの方法)	HPLC	HPLC Class-vp: Sep-Pak C18カートリッジカラムによる固相抽出法 (福家らの方法) でUV 290nmの紫外外部吸収を測定し、既知標準物質との保持時間で同定
27	除蛋白	試料: アセトニトリル=1:2に希釈し、除蛋白し遠心分離をして上清を濾過したものを試料とした。	HPLC	205-350nmの紫外線吸収を測定し、UVspectrumのパターンを附属のライブラリと比較する事により同定
28	なし			
29				
30				

Table 1 血清中パラコートの分析結果 (その5)

番号	前処理方法	前処理操作法	定性方法	定性方法 (具体的な操作)
31				
32				
33	実施せず		実施せず	
34			その他	ハイドロサルファイト反応
35	固相抽出	Sep-Pak Plus C18カートリッジ使用	HPLC	205-350nmの紫外外部吸収を測定し、UVスペクトルのパターンと保持時間をパラコート標準品のものと比較することによって同定
36	除蛋白	血清に9倍量のアセトニトリルを加え、上清を乾燥後移動相に溶解	HPLC/MS	HPLCのA250とMSのESI (SIM, positive m/z186) のリテンションタイムで確認
37				
38	除蛋白、固相抽出	トリクロル酢酸で除蛋白後、Sep-PacC18カートリッジカラムによる抽出	その他	抽出液をNaOHでアルカリにした後、ハイドロサルファイトナトリウムの粉末を加える。一方はハイドロサルファイトナトリウムの粉末を入れず、Blankとする。Blankと比べ、うっすらと青色に発色
39	除蛋白	同量のアセトン添加、混合、遠心分離	HPLC	HPLCによる保持係数
40	限外濾過	限外濾過法	HPLC	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ーと比較することによって同定
41	実施せず		TLC	呈色反応 ハイドロサルファイト法
42	その他	不明、前処理なし	その他	目視
43	除蛋白	アセトニトリルによる除蛋白	HPLC	200-350nmの紫外外部吸収を測定しUVspectrum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
44	除蛋白	アセトニトリルによる除タンパク	HPLC	弱イオン交換カラムを用いたHPLC
45				
46	固相抽出	この際に溶出液の選択を誤り抽出できなかったと思われる		
47	除蛋白	アセトニトリル:血清=1:1で遠心沈殿		
48				
49				
50	固相抽出	Sep-Pak	HPLC	溶出時間および200-350nmの紫外外部吸収を測定し、UVspectrum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
51	定量不可能		その他	検体に0.1N NaOH-1%Na2S2O4液を加えて呈色反応をみる
52	限外濾過	限外濾過法	HPLC	220-400ng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
53				
54	除蛋白	アセトニトリルによる除蛋白		210-254nmの紫外外部を測定し、UVspectrumのパターンを付属のライブラリーと比較することで同定、パラコートの定性反応は量不足のため未実施
55				
56	除蛋白	血清1mlに20%ズルホサリチル酸1mlを加え除蛋白	その他	1%ハイドロサルファイトナトリウム/1N NaOH 0.25mlを加え陽性色を確認
57	除蛋白	20%ズルホサリチル酸	その他	薬毒物検査マニュアルに従い発色を目視判定
58	除蛋白	アセトニトリルで除蛋白		
59	実施せず		実施せず	
60	液液抽出	サンプル200μLをアセトニトリル400μLにて抽出	HPLC	200-350nmの紫外外部吸収を測定し、UVspectrumのパターンを付属のライブラリーと比較し同定する

Table 1 血清中パラコートの分析結果 (その6)

番号	前処理方法	前処理操作法	定性方法	定性方法 (具体的な操作)
60	液液抽出	サンプル200 μ Lをアセトニトリル400 μ Lにて抽出	HPLC	200-350nmの紫外外部吸収を測定し、UVspectrumのパターンを付属のライブラリーと比較し同定する
61	固相抽出	(1)血清0.5ml+10%TCA \rightarrow ボルテックス \rightarrow 遠心2000g10分 \rightarrow 上清を回収 \cdot (2)沈殿に1を2回繰り返す \cdot (3)回収した上清を2MNaOHでpH11に調整 \cdot (4) Waters Sep-Pak C18を使用。(MeOH 5ml、水5ml、0.1M塩酸5ml、水5mlで活性化しておく) \cdot (5)3を注入したSep-Pak C18を水5ml、MeOH3ml、水5mlで洗浄後、0.1M塩酸2mlで溶出。 \cdot (6)ロータリーエバポレーターで乾固(10mlの梨コルを用いた)	HPLC	HPLC/UV検出器:測定波長220-400nm モニタ波長260nmで測定しライブラリー検索及び標品とのRT及びスペクトルの比較を行い、確認した
62			その他	ハイドロサルファイト反応
63				
64	限外濾過		HPLC	200-350nmの紫外外部吸収を測定し、UVspectrumのパターンを付属ライブラリーと比較して同定
65				
66	限外濾過	限外濾過法	HPLC	HPLCで分析
67	なし		その他	検体にハイドロサルファイト、水酸化ナトリウムで青色に発色
68	なし			
69	除蛋白	3%過塩素酸による除蛋白(血清対除蛋白液=1対4)後、Sep-PakC18による分離	その他	1%ハイドロサルファイト-1NNaOHによる発色
70				
71	除蛋白	アセトニトリルにて除蛋白後、上清を蒸発乾固したのち移動相溶媒に再溶解	HPLC	260nmの波長で測定、同時に測定した標準液のピークと照合して同定
72	除蛋白	アセトニトリルで遠沈	HPLC	200-350nmの紫外外部吸収を測定、スペクトルパターンをライブラリーと比較し、同定
73				
74		SepPak C18による固相抽出		アルカリジチオナイト反応陽性およびHPLC法(福家らの方法、検出器UV290nm)でretention timeが一致したことにより同定した
75				
76				
77	除蛋白	20%TCAを使用1:1除タンパク	HPLC	200-350nmの紫外外部吸収を測定し、UVspectrumのパターンをライブラリーと比較することにより同定
78				
79		Knepilらの抽出法(クロロホルム4:エタノール1を2ml 血清2ml 硫酸アンモニウム1.2g)で遠心分離後ハイドロサルファイトNa加の1NNaOH添加(日本病院薬剤師会誌Vol. 22 No. 3 1986 245-248)		薄い青色を確認(経験では0.5ppmくらいでは?)
80		有機溶媒にて除蛋白		高速液体クロマトグラム(HPLC)
81	除蛋白、限外濾過	アセトニトリルで除蛋白後、限外濾過	HPLC	230-350nmの紫外外部吸収を測定し、UVスペクトルと溶出時間を標準品と比較することによって同定
82	除蛋白	アセトニトリル	その他	NaOH水溶液を加えハイドロサルファイトナトリウムにて発色させる

Table 1 血清中パラコートの分析結果 (その7)

番号	定量方法	定量方法 (具体的な操作)	内標の有無	使用した内部標準物質
1				
2	HPLC	UV260nmでモニタリングし、内部標準物質との面積比で定量した	有	イソニコチン酸
3	HPLC	高速液体クロマトグラフHPLC (日立)	有	パラコート標準品 (和光)、ジクアトジプロミド-水和物標準品 (和光)
4	HPLC	UV256nmでモニタリングし絶対検量線法で定量	無	
5	HPLC	絶対検量線により定量	無	
6	HPLC	UV290nmで測定し、標準物質で作成した検量線より定量した。	無	
7				
8	実施していない		実施していない	
9	定量不可		無	
	定量不可		無	
10				
11				
12				
13				
14				
15				
16				
17	その他	アルカリ性下でハイドロサルファイトナトリウムを用いて発色後、吸光度計を用いて370-420nmの紫外部吸収を測定し、UV 379及び406nmの吸光度を用いて定量した	無	
18	HPLC	215nmでモニタリングし、絶対検量線より定量した	無	
19	その他	2次微分を用いた吸光度法によるパラコートの定量	無	
20	HPLC	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	無	
21	HPLC	UV254nmでモニタリングし標準物質の絶対検量線法により定量	無	
22				
23	MS	HPLC, UV260nm	無	
24	HPLC	256nmで定量	無	
25	HPLC	分析カラムはYMC-Pack ODS-AQ、移動相にはアセトニトリル/りん酸にてpH3.0に調整した10mM-ヘプタンスルホン酸Na、4mM-KH ₂ PO ₄ 、10mM-KCl溶液 (15/85 V/V) を1.0mLで送液し、検出波長290nmでモニタリング、20 μg/mL以下のコントロール血清で検量線を作成し、ピーク高さから濃度を算出	無	
26	HPLC	UV 290nmでモニタリングし、標準物質を用いた絶対検量線法5点の面積から求めた式より定量	無	
27	HPLC	UV210nmでモニタリングし、標準物質の検量線により定量	無	
28				
29			無	
30				

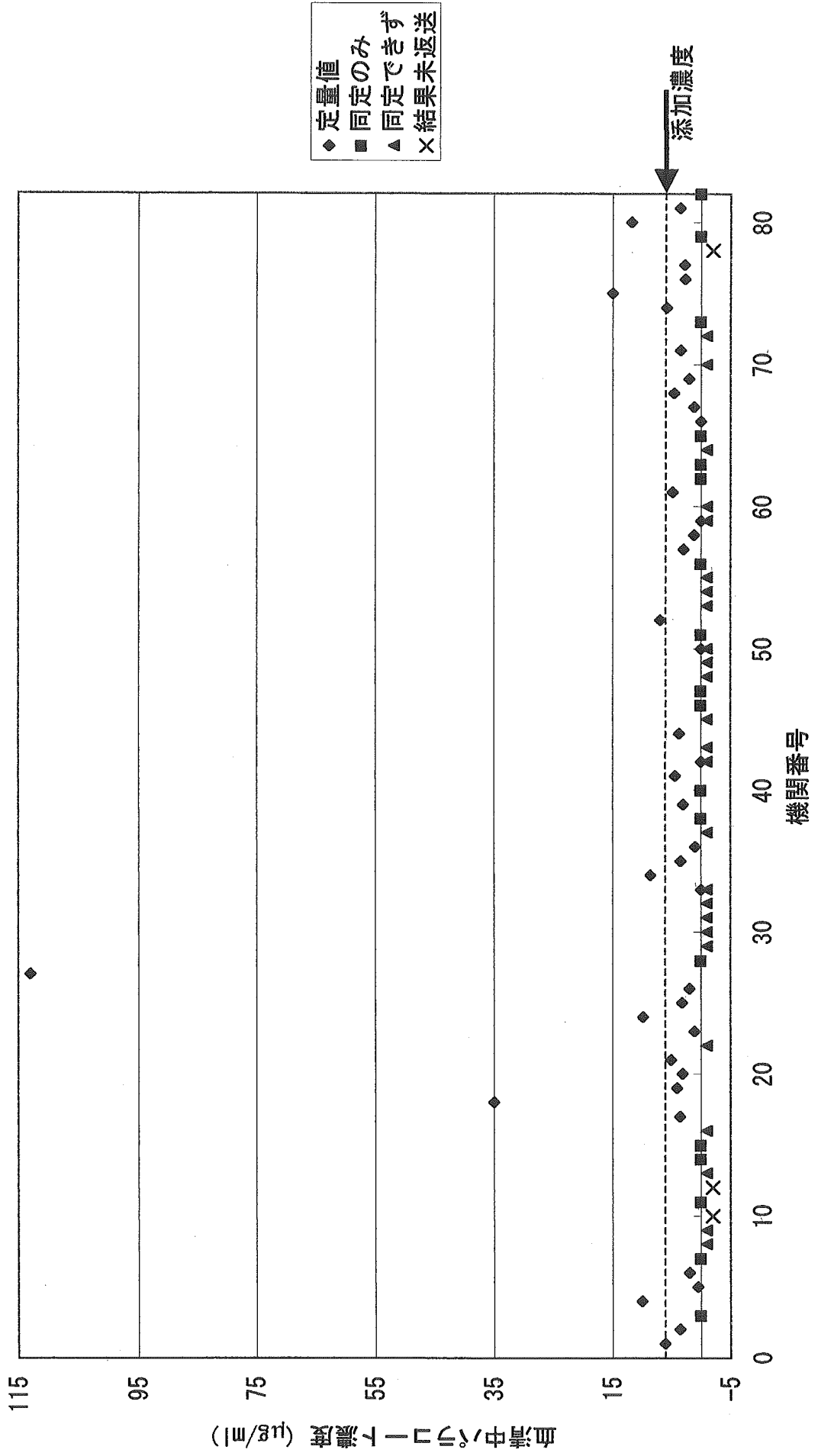
Table 1 血清中パラコートの分析結果 (その8)

番号	定量方法	定量方法 (具体的な操作)	内標の有無	使用した内部標準物質
31				
32				
33	実施せず		実施せず	
34	その他	ハイドロサルファイト反応による比色定量		
35	HPLC	UV257nmでモニタリングし、内部標準物質との面積比で定量	有	ethyl viologen dibromide
36	HPLC/MS	A250の面積値を標準品と比較し定量	無	
37				
38			無	
39	HPLC	イオンペアクロマトグラフィ-UV検出、検出波長290nmを用いた内部標準法	有	エチルピオロゲン・ジプロマイド
40	定性のみ		無	
41	TLC	呈色反応 送付の標準液を希釈、血清に添加しハイドロサルファイト反応による呈色を600nmで比色して定量	無	
42	実施せず			
43			無	
44	HPLC	弱イオン交換カラムを用いたHPLC	無	
45				
46				
47				
48				
49				
50	HPLC	同定できなかったため、未算出	有	α -ナフトール
51	定量不可能		定量不可能	
52	HPLC	UV250nmでモニタリングし、標準物質との面積比で定量した	無	
53				
54	無		無	
55				
56				
57	その他	青色発色を600nmで比色測定	無	外部標準として添付パラコート液を希釈使用
58	HPLC	UV254nmで分析 内部標準物質との面積比率で定量	有	フェノール
59	実施せず			
60				

Table 1 血清中パラコートの分析結果 (その9)

番号	定量方法	定量方法 (具体的な操作)	内標の有無	使用した内部標準物質
60				
	その他	コバスインテグラ700 (免疫法)	有	カルバマゼピン
61	HPLC	「e」の結果を基に標準物質との面積比で定量	無	
62	実施できず		なし	
63				
64				
65				
66	HPLC	内部標準物質との面積比で定量	有	パラコート
67	その他	検体に飽和塩化アンモニウム、ハイドロサルファイト、水酸化ナトリウムで発色し600nmで比色し標準物質と比較	無	
68	HPLC	290nmにて測定	無	
69	その他	1%ハイドロサルファイト-1NnaOHによる呈色を600nmで測定、検量線より濃度をもとめた	有	パラコート標準品
70				
71	HPLC	260nmの波長で測定、同時に測定した標準液のピークと照合して定量	無	
72				
73				
74		HPLC法 (福家らの方法) に基づき、検出器UV290nmで行なった。一点検量線 (25ug/ml, ピーク面積) により定量を行なった	無	
75		HPLC、パラコート仕様でアセトニトリル:血清を1:1		
76	TLC	ハイドロサルファイトナトリウム吸光度法	無	
77	HPLC	UV254nmでモニタリングし、外部標準物質との面積比で定量	無	
78				
79				
80		高速液体クロマトグラム (HPLC)	無	
81	HPLC	259nmでモニタリングし、標準品との面積比で定量	無	
82	なし		なし	

血清中パラコートのアナリ結果



血清中パラコート分析結果

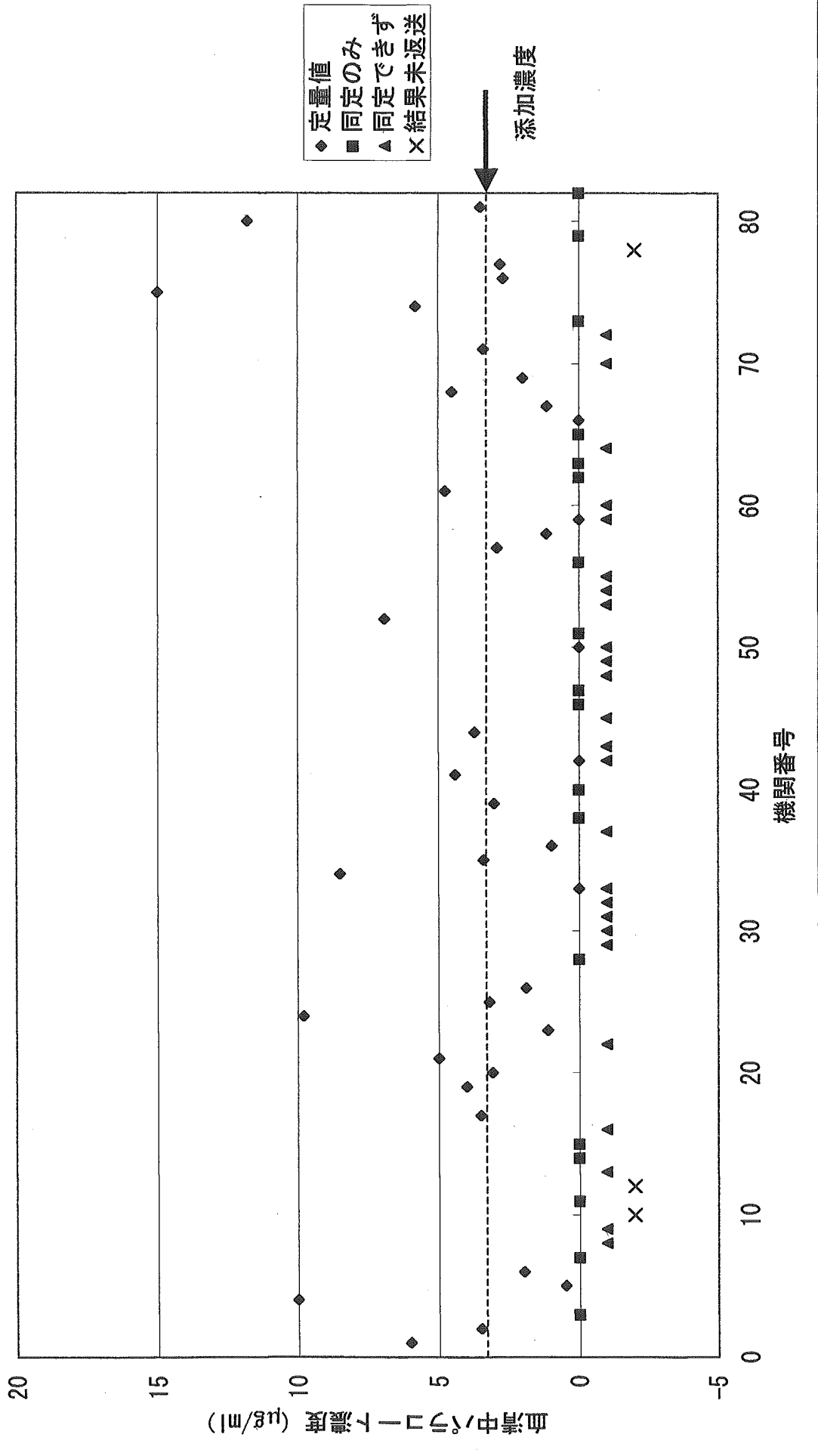


Table 2 血清中アセトアミノフェンの分析結果 (その1)

番号	結果返事	薬物名	定量値	予試験	予試験操作法
1	済	アセトアミノフェン	46 μ g/ml	呈色反応	
2	済	アセトアミノフェン	51.2 μ g/ml	その他	GC/MS
3	済	アセトアミノフェン		呈色反応	インドフェノール法
4	済	アセトアミノフェン	20 μ g/mL	呈色反応、 免疫的検査 法	アセトアミノフェン検出キット (関東化学)、Triage
5	済	アセトアミノフェン	45.3 μ g/ml	呈色反応	アセトアミノフェン検出キット
6	済	アセトアミノフェン	14.8 μ g/ml	なし	
7	済	アセトアミノフェン		呈色反応	インドフェノール法
8	済	アセトアミノフェン	実施してい ない	免疫的検査 法	Triage
9	済	Ethyl loflazepate	測定不可		トライエージ8
		Hydroxyzine	測定不可		トライエージ8 (反応物なし)
10	未				
11	済	アセトアミノフェン			インドフェノール法 (定性キット)
12	未				
13	済	アセトアミノフェン		呈色反応	アセトアミノフェン検出キット
14	済	アセトアミノフェン		呈色反応	アセトアミノフェン検出キット
15	済	アセトアミノフェン		呈色反応	インドフェノール法、アセトアミノフェン検出キット (関東化学)
16	済	アセトアミノフェン	49.6 μ g/mL	その他	HPLC
17	済	アセトアミノフェン	48.0 μ g/mL	その他	HPLC-PDA
18	済	アセトアミノフェン	10 μ g/ml	呈色反応、 免疫的検査 法	アセトアミノフェン検出キット、Triage
19	済	アセトアミノフェン	50.2 μ g/ml	免疫的検査 法、自動分 析装置、そ の他	Triage、Remedi、有機りん系農薬検出キット
20	済	アセトアミノフェン	51.6 μ g/ml	呈色反応	アセトアミノフェン検出キット
21	済	アセトアミノフェン	50.0 μ g/ml	呈色反応	インドフェノール反応
22	済	アセトアミノフェン		呈色反応	アセトアミノフェン検出キット
23	済	アセトアミノフェン	49.8 μ g/ml		13 TDX:アセトアミノフェン
24	済	アセトアミノフェン	59.02 μ g/mL	その他	GC/MSによるTIC
25	済	アセトアミノフェン	43.6 μ g/mL	呈色反応、 その他	アセトアミノフェン検出キット、Toxi-Lab
		サリチル酸 (?)	74.6 μ g/mL	無	
26	済	Acetaminophen	44.9 μ g/ml	呈色反応、 免疫的検査 法、自動分 析装置	アセトアミノフェン検出キット、TriageTCA、REMEDI- HS、HPLC Class-vp
		*caffeineも同時に 検出されましたが定 量は行っていませ ん。			
27	済	アセトアミノフェン	32.89 μ g/ml	呈色反応	
28	済	アセトアミノフェン	50 μ g/mL	自動分析装 置	送付して頂いたアセトアミノフェン検出キット・TDX 以上 をもって定性、定量にかえた

Table 2 血清中アセトアミノフェンの分析結果 (その2)

番号	結果返事	薬物名	定量値	予試験	予試験操作法
29	済	アセトアミノフェン	57.46 $\mu\text{g/ml}$	呈色反応	呈色反応 (アセトアミノフェン定性試験) 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)。次にアセトアミノフェンを疑いアセトアミノフェン定性試験を行った (結果は陽性)。その結果を踏まえてHPLCへ
30	済	検出できず		呈色反応	アセトアミノフェン検査キット
31	済	アセトアミノフェン		呈色反応	アセトアミノフェン検出試薬
32	済	caffeine	893ng/ml	免疫的検査法	REMEDi
33	済	アセトアミノフェン	定量不能	呈色反応	アセトアミノフェン検出キット
34	済	アセトアミノフェン	53.3 $\mu\text{g/ml}$	呈色反応	アセトアミノフェン検出キット: 関東化学
35	済	アセトアミノフェン	40.1 $\mu\text{g/ml}$	呈色反応	アセトアミノフェン検出キット
		アセトアミノフェン-グルクロニド*	277ng/ml	呈色反応	アセトアミノフェン検出キット
36	済	アセトアミノフェン	46.1 $\mu\text{g/ml}$	呈色反応	アセトアミノフェン検出キット
		サリチル酸	0.12 $\mu\text{g/ml}$		
37	済	アセトアミノフェン	40.8 $\mu\text{g/ml}$	なし	
38	済	アセトアミノフェン			
39	済	アセトアミノフェン	26.9 $\mu\text{g/ml}$	免疫的検査法、その他	Triage DOA, GC/MSスクリーニング
40	済	アセトアミノフェン	定性のみ		アセトアミノフェン検出キット
41	済	アセトアミノフェン	38.3 $\mu\text{g/ml}$	実施せず	
42	済	アセトアミノフェン	実施せず	呈色反応	
43	済	Acetaminophen		呈色反応	インドフェノール法; アセトアミノフェン検出キット使用
44	済	アセトアミノフェン	50 $\mu\text{g/ml}$	その他	HPLC
45	済	アセトアミノフェン	55.0 $\mu\text{g/ml}$	呈色反応	アセトアミノフェン検出キット
46	済	アセトアミノフェン	23.3 $\mu\text{g/ml}$	呈色反応	アセトアミノフェン検出キット
47	済	アセトアミノフェン	定量できませんでした	呈色反応	アセトアミノフェン検出キット
48	済	アセトアミノフェン	43.3 $\mu\text{g/ml}$		
49	済	アセトアミノフェン			
50	済	アセトアミノフェン	38.1 $\mu\text{g/ml}$	呈色反応、免疫的検査法	アセトアミノフェン検出キット・インドフェノール法; 関東化学社製、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: 陽性、Triage: 陰性
51	済	アセトアミノフェン	定量不可能	定量不可能	
52	済	アセトアミノフェン	47.9 $\mu\text{g/ml}$	呈色反応	アセトアミノフェン検出キット
53	済	アセトアミノフェン			
54	済	アセトアミノフェン	29.5 $\mu\text{g/ml}$	免疫的検査法	Triage(-)、アセトアミノフェン(+)、ChE阻害反応 N
55	済	アセトアミノフェン		酵素的検査法	検出キット

Table 2 血清中アセトアミノフェンの分析結果 (その3)

番号	結果返事	薬物名	定量値	予試験	予試験操作法
56	済	アセトアミノフェン		免疫的検査法	Triage
57	済	アセトアミノフェン	96.8 μ g/ml	呈色反応	添付簡易キット
58	済	アセトアミノフェン	196.6 μ g/ml	呈色反応	アセトアミノフェン検出キット
59	済	エタノール	106.9mg/dl		トライエージDOA、aca-SX(エタノール、フェニトイン、フェノバルビタール、テオフィリン、ジコキシシ、アセトアミノフェン、バルプロ酸、カルバマゼピンの8項目で定性、定量兼ねて施行
		アセトアミノフェン	68.0 μ g/ml		トライエージDOA、aca-SX(エタノール、フェニトイン、フェノバルビタール、テオフィリン、ジコキシシ、アセトアミノフェン、バルプロ酸、カルバマゼピンの8項目で定性、定量兼ねて施行
60	済	PAP			
		アセトアミノフェン		免疫的検査法	アセトアミノフェン検出キット
61	済	アセトアミノフェン	32.61 μ g/ml	呈色反応、免疫的検査法	呈色反応/NBP法→(-)、呈色反応/インドフェノール法→(+)、トライエージDOA→(-)
62	済	アセトアミノフェン	実施できず	なし	
63	済	アセトアミノフェン	46 μ g/ml	自動分析装置	aca STAR
		サリチル酸	2.1mg/dl	自動分析装置	aca STAR
64	済	アセトアミノフェン	70.2 μ g/ml	呈色反応、免疫的検査法	
		カフェイン		呈色反応、免疫的検査法	
65	済	アセトアミノフェン			アセトアミノフェン検出キット
66	済	アセトアミノフェン	53 μ g/ml		アセトアミノフェン検出キット
67	済	アセトアミノフェン	50.7 μ g/ml	呈色反応、免疫的検査法	アセトアミノフェン定性キット(+)(トライエージ)
68	済	アセトアミノフェン	46.7 μ g/ml	なし	
69	済	アセトアミノフェン	50 μ g/ml	なし	
70	済	アセトアミノフェン		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)
71	済	アセトアミノフェン	104.0 μ /ml	呈色反応	アセトアミノフェン検出キット※送付されたキットを使用
72	済	テオフィリン			
		アセトアミノフェン			
73	済	アセトアミノフェン		呈色反応、免疫的検査法	インドフェノール反応(キット)、コリンエステラーゼ正常
74	済	アセトアミノフェン	31.6ug/ml		免疫的検査法(Triage)、呈色反応(アセトアミノフェン検出キット)
75	済	アセトアミノフェン	71 μ g/ml	免疫的検査法	トリアージ
76	済	アセトアミノフェン	31.5 μ g/ml		

Table 2 血清中アセトアミノフェンの分析結果 (その4)

番号	結果返事	薬物名	定量値	予試験	予試験操作法
77	済	アセトアミノフェン	50.78 μ g/ml	呈色反応、 自動分析装置	トライエージDOA、インドフェノール反応、TDX
78	未				
79	済	アセトアミノフェン		呈色反応	アセトアミノフェン検出キット
80	済	アセトアミノフェン	46.4 μ g/mL		インドフェノール法
		PAP	測定値なし		有機りん検出キット
81	済	アセトアミノフェン	47.3 μ g/ml	呈色反応	アセトアミノフェン検出キット
82	済	アセトアミノフェン	なし	なし	

Table 2 血清中アセトアミノフェンの分析結果 (その5)

番号	前処理方法	前処理操作法	定性方法	定性方法 (具体的な操作)
1	固相抽出	オアシス	その他	キット
2	固相抽出	スクリーニング: Certifyで抽出、定量: Oasis HLBで抽出	GC/MS	full scanにて分析、mass fragmentationおよびRTにより同定、標品と比較
3			HPLC	高速液体クロマトグラフHPLC (日立)
4	除蛋白	アセトニトリル	HPLC	200~350nmの紫外吸収を測定しUVスペクトルのパターン、および検出時間を附属のライブラリと比較
5	なし		なし	
6		固相抽出 (OasisHLB使用)	HPLC	UV230nmで測定し、あらかじめ測定しておりた標準物質のRTと比較して同定した。
7				
8	除蛋白	アセトニトリルで除蛋白	HPLC	200~350nmの紫外外部吸収を測定し、UVspectrum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
9	除蛋白	検体0.5mlとアセトニトリル1mlを混合し、その上澄み1mlを採取	HPLC	HPLC (175-350nmの紫外外部吸収を測定し、UVスペクトラムのパターンをライブラリと比較し、同定)
	除蛋白	検体0.5mlとアセトニトリル1mlを混合し、その上澄み1mlを採取	HPLC	HPLC (175-350nmの紫外外部吸収を測定し、UVスペクトラムのパターンをライブラリと比較し、同定)
10				
11				
12				
13				
14			TLC	アセトアミノフェン
15				
16	除蛋白	沈殿法 (アセトニトリルにて3倍希釈)	HPLC	
17	固相抽出	Oasis HLBを用いて固相抽出	GC/MS	MS 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
18	液液抽出	血清1mlに0.1NHCl 1mlと酢酸エチル2mlを加え2分間攪拌後、酢酸エチル層を分取し、窒素気流下留去し、移動相1mlで再溶解して試料とした。	HPLC	200~360nmの紫外外部吸収を測定し、UVspectrum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
19	なし		GC/MS	GC/MS: HLBによる固相抽出を行った。方法は添付資料に準じた。MSスペクトルおよびリテンションインデックスよりアセトアミノフェンを同定した。
20	その他	前処理実施せず		
21	除蛋白	アセトニトリルを使用	HPLC	205~350nmの紫外外部吸収を測定し、UVspectrum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
22				
23	液液抽出	アルカリ性下でジクロロメタンにて抽出	GC/MS	GC/MS (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)
24	無		GC/MS	マススペクトルパターン
25	除蛋白	Sample 200 μ L + アセトニトリル 400 μ L で除蛋白	HPLC、その他	Toxi-Labにて (+)、205~350nmの紫外外部吸収を測定し、UVspectrumのパターンを附属のライブラリと比較することにより同定
	除蛋白	Sample 200 μ L + アセトニトリル 400 μ L で除蛋白	その他	205~350nmの紫外外部吸収を測定し、UVspectrumのパターンを附属のライブラリと比較することにより同定
26	液液抽出	[スクリーニング]アセトニトリルで液液抽出、[定量]塩酸酸性下、ジクロロメタンで抽出後、TMS誘導体化	HPLC	HPLC Class-vp: 200~350nmの紫外外部吸収を測定し、スペクトルパターンを附属のライブラリと比較、標準品との溶出時間の一致により同定
27	除蛋白	試料: アセトニトリル=1:2に希釈し、除蛋白し遠心分離をして上清を濾過したものを試料とした。	HPLC	205~350nmの紫外外部吸収を測定し、UVspectrumのパターンを附属のライブラリと比較する事により同定
28	なし			

Table 2 血清中アセトアミノフェンの分析結果 (その6)

番号	前処理方法	前処理操作法	定性方法	定性方法 (具体的な操作)
29	液液抽出	液液抽出 (アセトニトリルによる除蛋白処理)	HPLC	HPLC (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で同定)
30				
31	除蛋白	アセトニトリル		
32				
33	実施せず		実施せず	
34	除蛋白	アセトニトリル使用	HPLC	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
35	除蛋白	6%過塩素酸水溶液を加え混和後遠心	HPLC	205-350nmの紫外外部吸収を測定し、UVスペクトルのパターンと保持時間をアセトアミノフェン標準品のものと比較することによって同定
	除蛋白	6%過塩素酸水溶液を加え混和後遠心	HPLC	205-350nmの紫外外部吸収を測定し、UVスペクトルのパターンと保持時間をアセトアミノフェン-グルクロニド標準品のものと比較することによって同定
36	固相抽出	OASIS HLBにて定法に従いメタノールにて溶出, 乾燥後移動相に溶解	HPLC/MS	HPLCのA230、A250とMSのESI (SIM, positive m/z152) のリテンションタイムで確認
	固相抽出	OASIS HLBにて定法に従いメタノールにて溶出, 乾燥後移動相に溶解	HPLC/MS	HPLCのA230、A250とMSのESI (SIM, negative m/z137) のリテンションタイムで確認
37	除蛋白	アセトニトリルで除タンパク	HPLC	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ことによって同定
38			その他	アセトアミノフェン検出キット (関東化学) にて定性、陽性コントロール (100 ppm) より低い濃度で検出
39	液液抽出	酸性条件下酢酸エチル抽出	GC/MS	m/z 109, 151のマスクロマトグラムで追跡し、フルマスペクトルで同定
40	限外濾過	限外濾過法	HPLC	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ーと比較することによって同定
41	除蛋白	沈殿法による除蛋白 アセトニトリル2容による抽出	HPLC	HPLC200-350nmの紫外外部吸収を測定し、UVスペクトラムのパターンを付属のライブラリーと比較して同定
42	除蛋白		その他	
43	除蛋白	アセトニトリルによる除蛋白	HPLC	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
44	除蛋白	アセトニトリルによる除タンパク	HPLC	島津のDRUGモードをもちいた
45	固相抽出	oasis HLB固相抽出	HPLC	200~350nmの紫外外部吸収を測定し、UV spectrumのパターンより
46	固相抽出		HPLC	UVスペクトルのパターンを標準品と比較することによって同定した
47	除蛋白	アセトニトリル:血清=1:1	HPLC	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
48	除蛋白	冷アセトニトリルにて除蛋白	HPLC	205~350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
49				送付のアセトアミノフェン検出キット
50	除蛋白	冷アセトニトリルにて徐タンパク	HPLC	溶出時間および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
51	測定不可能		その他	アセトアミノフェン検出キット
52	なし			
53			その他	アセトアミノフェン検出キット (関東化学) インドフェノール法
54	除蛋白	アセトニトリルによる除蛋白		210-254nmの紫外外部を測定し、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				

Table 2 血清中アセトアミノフェンの分析結果 (その7)

番号	前処理方法	前処理操作法	定性方法	定性方法 (具体的な操作)
56	その他	アセトニトリルにて除蛋白後、分画分子量5000にて限外ろ過	HPLC	200~350nm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と比較することによって同定
57	除蛋白	冷アセトニトリル	その他	210~284nmの紫外外部吸収を測定し標準液との保持時間比により同定
58	限外濾過	内部標準を添加した血清を10000カットフィルターで遠心濾液を分析		
59	実施せず		施行せず	
60	液液抽出	サンプル200 μ Lをアセトニトリル400 μ Lにて抽出	HPLC	200~350nmの紫外外部吸収を測定し、UVspectrumのパターンを付属のライブラリと比較し同定する
	液液抽出	サンプル200 μ Lをアセトニトリル400 μ Lにて抽出	HPLC	200~350nmの紫外外部吸収を測定し、UVspectrumのパターンを付属のライブラリと比較し同定する
61	固相抽出	(i) 血清0.5mlに0.5Mリン酸1.5ml加え攪拌・(ii) NEXSUS abselut 60mg/3mlにiを注入・(iii) カートリッジを0.5Mリン酸2ml、水2mlで洗浄後、1mlのアセトニトリルで溶出・(iv) 窒素気流下で溶媒を除去	HPLC	HPLC/ UV検出器: 測定範囲190-430nm、モニタ波長260nmで測定しライブラリ検索及び標品とのRTの比較を行い、確認した
62	なし		その他	インドフェノール法
63				
64	限外濾過		HPLC	200~350nmの紫外外部吸収を測定し、UVSpectrumのパターンを付属ライブラリと比較して同定
	限外濾過		HPLC	200~350nmの紫外外部吸収を測定し、UVSpectrumのパターンを付属ライブラリと比較して同定
65	除蛋白	アセトニトリルで除蛋白し、上清を測定	HPLC	205~350nmの紫外外部吸収を測定し、UVspectrum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
66	未実施		その他	自動分析装置TDX
67	除蛋白	アセトニトリルによる除蛋白	HPLC	200~350nmの紫外外部吸収を測定し、UVspectrum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
68	固相抽出	OASIS HLBカートリッジ3cc	HPLC、GC/MS	
69	除蛋白	0.8N過塩素酸による除蛋白(血清対除蛋白液=1対1)	その他	インドフェノール呈色反応
70				
71	固相抽出	固相抽出を行った後、蒸発乾固→移動相溶媒に再溶解	HPLC	254nmの波長で測定、同時に測定した標準液のピークと照合して同定
72	除蛋白	アセトニトリルで遠沈	HPLC	200~350nmの紫外外部吸収を測定、スペクトルパターンをライブラリと比較し、同定
	除蛋白	アセトニトリルで遠沈	HPLC	200~350nmの紫外外部吸収を測定、スペクトルパターンをライブラリと比較し、同定
73				
74		Oasis HLBによる固相抽出		Triage陰性、アセトアミノフェン検出キット陽性および抽出液をGC-MSでスクリーニングした検出したピークをライブラリで検索して同定した。GC-MS (EI) 条件 (カラム; CBP-1, 15m \times 0.25mm温度条件; 60C(1min)から230C(10C/min) で昇温, EI;70ev)
75				
76	固相抽出	NEXUS	HPLC	210~350nmの紫外外部吸収を測定し、UVspectrum 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

Table 2 血清中アセトアミノフェンの分析結果 (その8)

番号	前処理方法	前処理操作法	定性方法	定性方法 (具体的な操作)
77	固相抽出	弱酸性下でメタノールにて抽出	HPLC	200~350nmの紫外外部吸収を測定し、UV Spectrumのパターンをライブラリーと比較することにより同定
78				
79	除蛋白	α ナフトールを含むアセトニトリル2:血清1	HPLC	HPLC (奥田先生のライブラリー検索)
80		有機溶媒にて除蛋白	TDX	TDX、HPLC
			TDX	無
81	除蛋白、限外濾過	アセトニトリルで除蛋白後、限外濾過	HPLC	210~400nmの紫外外部吸収を測定し、UV スペクトルと溶出時間を標準品と比較することによって同定
82	除蛋白	冷アセトニトリル	HPLC	200~350nm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って同定

Table 2 血清中アセトアミノフェンの分析結果 (その9)

番号	定量方法	定量方法 (具体的な操作)	内標の有無	使用した内部標準物質
1	HPLC	一点検量による面積比	なし	
2	HPLC/MS	ESI-Positive、SIMm/z152、絶対検量線法によって定量	無	
3	HPLC	高速液体クロマトグラフHPLC (日立)	無	
4	HPLC	UV245nmでモニタリングし絶対検量線法で定量	無	
5	TDx		無	
6	HPLC	HPLC (UV230nmで測定し、標準物質で作成した検量線より定量した。)	無	
7				
8	実施していない		実施していない	
9	測定不可		無	
			無	
10				
11				
12				
13				
14				
15				
16	その他	DadeディメンションARXにて測定		
17	その他	DXを用いて定量した	無	
18	HPLC	215nmでモニタリングし、内部標準物質との面積比で定量した	有	アモバルピタール
19	その他	自動分析装置 Dimension : 測定原理はアシルアミダーゼを用いた比色法	無	
20	その他	ダイナボットオリジナルキャリブレーターを用いて自動分析装置FLXにて蛍光偏光を検出して定量	無	
21	その他	TDX	無	
22				
23	GC/MS	GC/MS (TMS化後SIM, m/z 250, 295, 206 for acetaminophen)	有	モルヒネ
24	その他	TDXFLX	無	
25	HPLC	UV245nmでモニタリング、100 μ g/mL以下のコントロール血清で検量線を作成し、ピーク高さから濃度を算出	無	
	HPLC	UV210nmでモニタリング、125 μ g/mL以下のコントロール血清で検量線を作成し、ピーク高さから濃度を算出	無	
26	GC/MS	質量数206・280・295でモニタリングし、質量数317・196でモニタリングした内部標準物質 (Codeine) との面積比により定量	有	Codeine
27	HPLC	UV210nmでモニタリングし、標準物質の検量線により定量	無	
28				

Table 2 血清中アセトアミノフェンの分析結果 (その10)

番号	定量方法	定量方法 (具体的な操作)	内標の有無	使用した内部標準物質
29	HPLC	HPLC (UV 210nmでモニタリングし、標準物質との面積比で定量)	無	
30				
31				
32			有	Nordiazepam Chlorpheniramine
33	実施せず		使用せず	
34	HPLC	210nmで外部標準液との面積比で定量	無	
35	HPLC	UV254nmでモニタリングし、標準薬物添加血清による検量線 (面積) で定量	無	
	HPLC	UV254nmでモニタリングし、標準薬物添加血清による検量線 (面積) で定量	無	
36	HPLC/MS	ESI (SIM, positive m/z152) の面積値を標準品と比較し定量	無	
	HPLC/MS	ESI (SIM, negative m/z137) の面積値を標準品と比較し定量	無	
37	HPLC		無	
38				
39	HPLC	逆相クロマトグラフィーUV検出、検出波長245nmを用いた内部標準法	有	o-アセトアミドフェノール
40	定性のみ		無	
41	その他	TDX (FPIA法)	無	
42	その他		実施せず	
43			無	
44	その他	TDX	無	
45	HPLC	標準品との面積比で定量した	無	
46	HPLC	ピーク面積にて定量した	無	
47				
48	HPLC	標準物質との面積比を用いて定量した	無	
49				
50	HPLC	UV 254nmでモニタリングし、外部および内部標準物質との面積比で定量した	有	α -ナフトール
51	定量不可能		定量不可能	
52	IC	TDX	無	
53				
54	HPLC	UV254nmでモニタリングし、添付の外部標準液との面積比で定量した	無	
55				

Table 2 血清中アセトアミノフェンの分析結果 (その11)

番号	定量方法	定量方法 (具体的な操作)	内標の有無	使用した内部標準物質
56				
57	HPLC	UV254nmでアセトアミノフェン標準液とのピーク高比で定量した	無	外部標準 (アセトアミノフェン溶液)
58	HPLC	UV230nmで分析、内部標準物質との面積比率で定量	有	フェノール
59				
	施行せず		施行せず	
60				
61	HPLC	「e」の結果を基に標準物質との面積比で定量した・上記「e」での結果RTt21.3に大きなピークあるも、不明。・トライエージDOAでTHCが完全に否定出来ない状態だったが、HPLCではアミトリプチリンが否定	無	
62	実施できず		なし	
63				
64		UV254nmでモニタリングし、あらかじめ作成していた検量線より定量した。		
		UV254nmでモニタリングし、あらかじめ作成していた検量線より定量した。		
65				
66	その他	TDXの検量線	有	TDXのSTD
67	HPLC	254nmでモニタリングし、標準物質との面積比で定量	無	
68	HPLC	244nmにて測定	無	
69	その他	インドフェノール呈色反応による呈色を600nmで測定、検量線より濃度をもとめた	有	アセトアミノフェン標準品
70				
71	HPLC	254nmの波長で測定、同時に測定した標準液のピークと照合して定量	無	
72				
73				
74		インドフェノール反応に基づき、分光光度法 (波長620nmの吸光度) で定量を行なった。既知濃度100ug/mlの溶液を用い、一点検量線法で行なった	無	
75		HPLC DrugmetにてUVスペクトル、ライブラリー分析		
76	HPLC	UV254nmでモニタリングし、外部標準物質との面積比で定量した	無	

Table 2 血清中アセトアミノフェンの分析結果 (その12)

番号	定量方法	定量方法 (具体的な操作)	内標の有無	使用した内部標準物質
77	HPLC	UV254nmでモニタリングし、外部標準物質との面積比で定量	無	
78				
79				
80		TDX, TDX-AXIM, HPLC	無	
81	HPLC	245nmでモニタリングし、標準品との面積比で定量	無	
82	なし		なし	