

Table 3 尿中薬毒物の分析結果 (その19)

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
54				
55				
56				
57	HPLC	UV254nmで測定しフェニトロチオン標準液とのピーク高 比で定量	無	外部標準 (フェニトロチオン溶 液)
57	HPLC	UV210nmで測定、4つのピークを認めた、first peakは 1500mAUの大きなピークであり該当すると考えられるが、 同定できず	無	外部標準として、バルビタール・ フェノバルビタール・イソミター ル・サイアミラールを使用した が、同定できず
58	GC/MS	SIMで分析、内部標準物質との面積比率で定量	有	エチルパラベン
	施行せず 施行せず			
60				
	その他	コバスインテグラ700 (免疫法)	有	フェノバルビタール
	その他	コバスインテグラ701 (免疫法)	有	カルバマゼピン
	その他	コバスインテグラ702 (免疫法)	有	フェニトイン
	その他	コバスインテグラ703 (免疫法)	有	テオフィリン
61		「e」の結果を基に標準物質との面積比で定量	無	
	HPLC	「e」の結果、バルビタールもしくはフェノバルビ タールに絞れたのでHPLC/ UV検出器：固定波長215nmで 測定し、標準物質との面積比で定量	無	
62	定量できず			
	定量できず			
63				

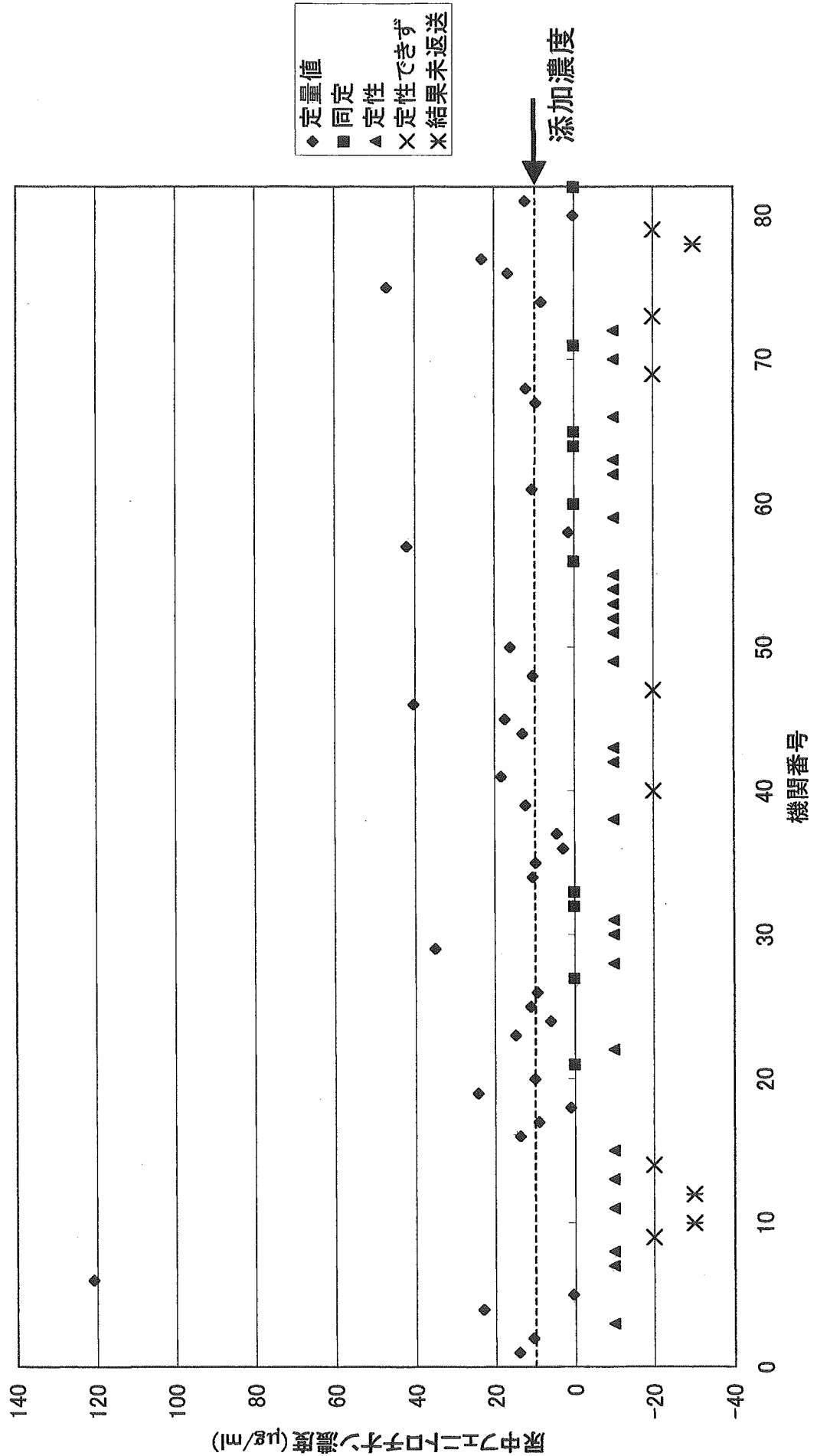
Table 3 尿中薬毒物の分析結果 (その20)

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
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	未実施 未実施		無 無	
67	HPLC	254nmでモニタリングし、標準物質との面積比で定量	無	
	HPLC	254nmでモニタリングし、標準物質との面積比で定量		
68	HPLC	268nmにて測定	無	
	HPLC	210nmにて測定	無	
69	不明			
70				
71				
72				
73				
74		GC-MS (EI法) のSI法による一点検量線法で行なった。・既知濃度のペントバルビタール (25ug/ml)、フェニトロチオン (25ug/ml) をOasisHLBで抽出 (添付書類の方法に基づき) したものを、ペントバルビタール (m/z:141とm/z:156) およびフェニトロチオン (m/z:277, m/z:260) のピーク面積で作成した一点検量線に基づいて定量した。	無	
		GC-MS (EI法) のSI法による一点検量線法で行なった。・既知濃度のペントバルビタール (25ug/ml)、フェニトロチオン (25ug/ml) をOasisHLBで抽出 (添付書類の方法に基づき) したものを、ペントバルビタール (m/z:141とm/z:156) およびフェニトロチオン (m/z:277, m/z:260) のピーク面積で作成した一点検量線に基づいて定量した。	無	
75		HPLC Agrimet		
		自動分析装置 (アキシム)		

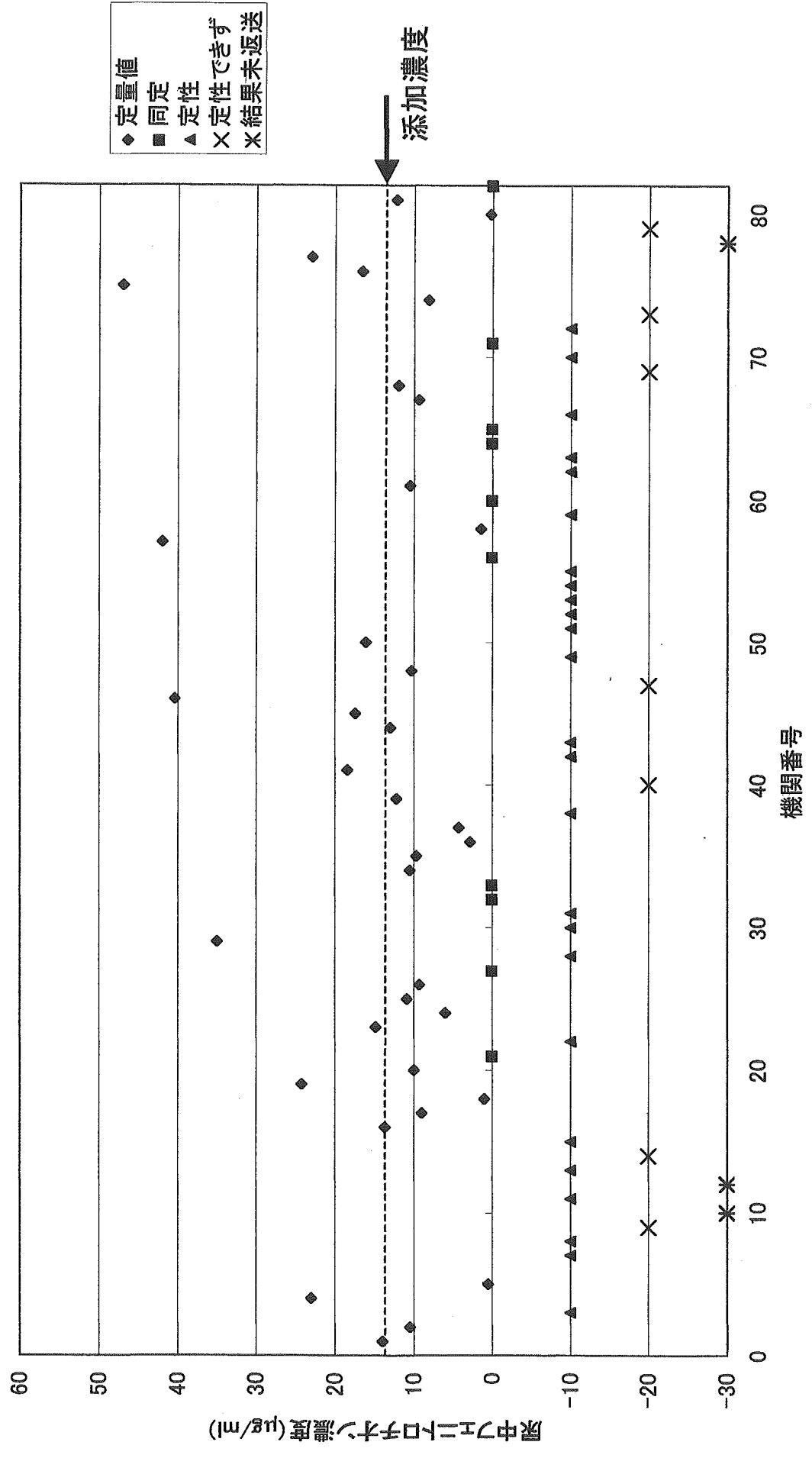
Table 3 尿中薬毒物の分析結果 (その21)

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
		自動分析装置 (アキシム)		
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	
		標準品入手できず定量不可	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	
	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	
		TDX、TDX-AXIM、HPLC	無	
		TDX、TDX-AXIM、HPLC	無	
81	HPLC	210nm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			

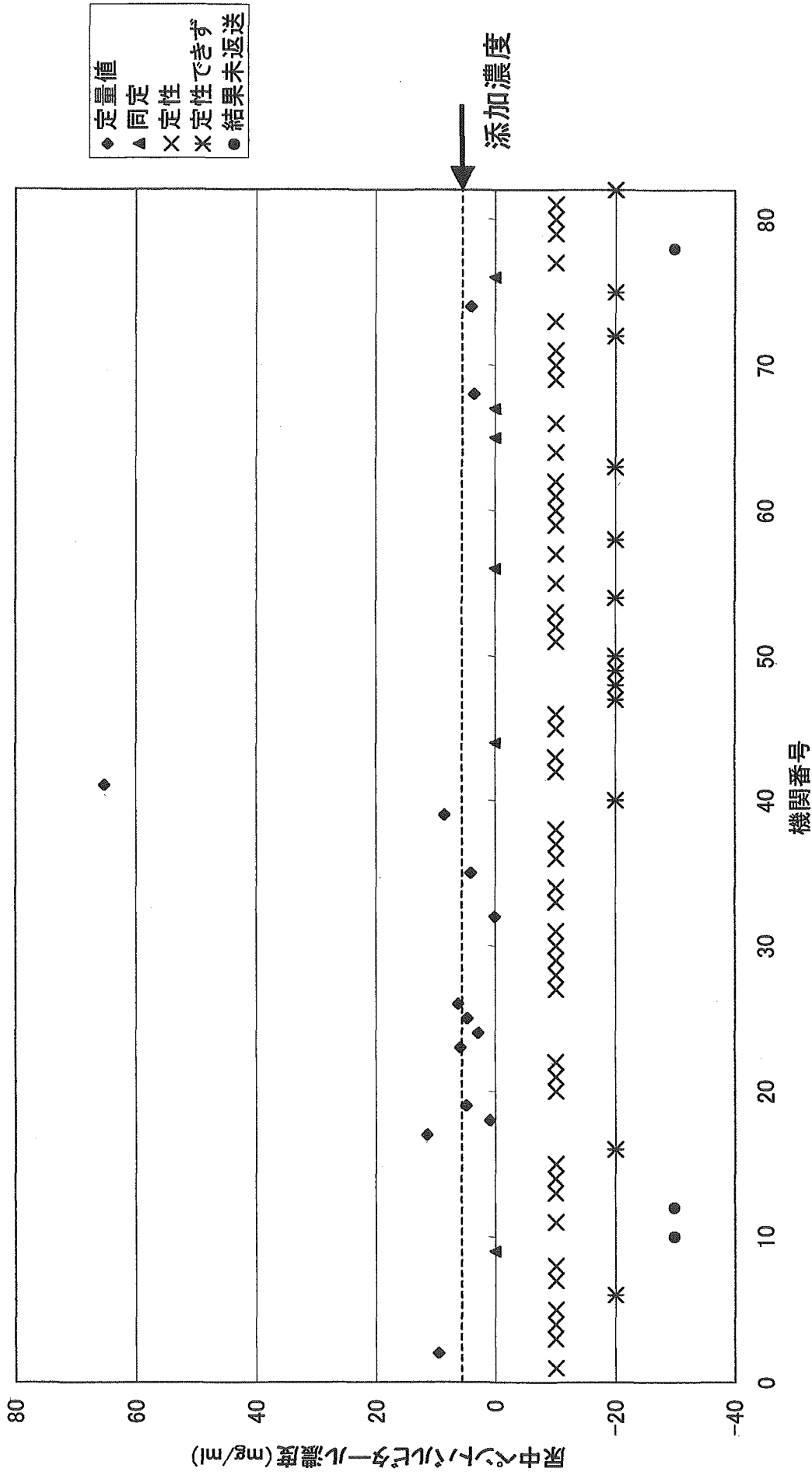
尿中フェニトロチオンの分析結果



尿中フェニトロチオンの分析結果



尿中ペントバルビタールの分析結果



尿中ペントバルビタールの分析結果

- ◆ 定量値
- ▲ 同定
- × 定性
- * 定性できず
- 結果未返送

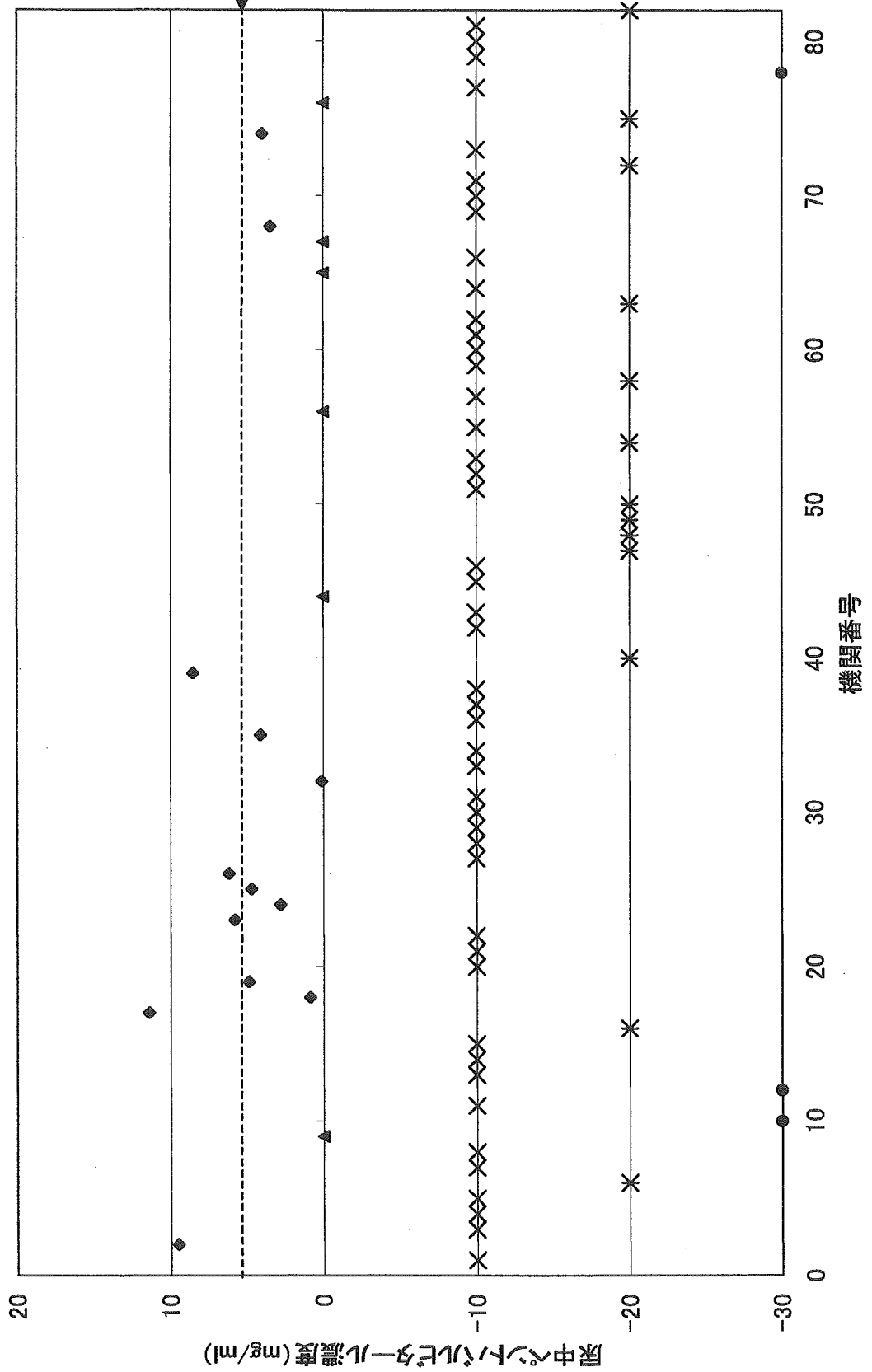


Table 4 水溶液中金属の分析結果 (その1)

番号	結果返事	薬物名	定量値	予試験	予試験操作法
1	済	ヒ素	感度以下	呈色反応, その他	ヘッドスペース法、蛍光X線
2	済	ヒ素	45.0 $\mu\text{g/ml}$	その他	ICP/MS
		アンチモン	0.28 $\mu\text{g/ml}$	その他	ICP/MS
3	済	ヒ素		免役的検査法	免疫学的検査 (トライエージDOA)
4	済	亜ヒ酸	定量できませんでした	呈色反応	Reinsch法
5	済	砒素	定量できませんでした	なし	
6	済	検定できず			
7	済	砒素			ヒ素イオンテスト
8	済	蛍光X線分析装置不良のため実施できませんでした			
9	済	砒素	59.583ppm	なし	
		銀	175.972ppm	なし	
10	未				
11	済				
12	未				
13	済	検出できなかった		呈色反応、免役的検査法	アセトアミノフェン検出キット、有機りん系農薬検出キット、トライエージ
14	済	院内では測定不可			
15	済	硝酸イオン		呈色反応	メルコクワント Test-Nitrates
16	済	ヒ素	62.8ppm		
17	済	ヒ素	40.3 $\mu\text{g/ml}$	その他	ICP/MS
18	済	砒素	40 $\mu\text{g/ml}$		
19	済	砒素	40 $\mu\text{g/ml}$		
20	済	ヒ素	15 $\mu\text{g/ml}$		
21	済	ヒ素	65.7 $\mu\text{g/ml}$	自動分析装置	EDX
22	済				
23	済	ヒ素	4.7 $\mu\text{g/ml}$	その他	蛍光X線分析装置
24	済	砒素 (As)	14.44 $\mu\text{g/ml}$	無	
25	済	ヒ素	24.8 $\mu\text{g/ml}$	なし	
26	済	As	44 ppm ($\mu\text{g/ml}$)	その他	その他: 蛍光X線分析装置 検査試料4mlを蛍光X線分析装置 EDX-700にて、溶液状態のまま蛍光X線分析装置用カップに入れて測定し、AsのK α 線を検出。
27	済	ヒ素	52.19 $\mu\text{g/ml}$	なし	
28	済	検出できず			
29	済	ヒ素	16.31 $\mu\text{g/ml}$	なし	
30	済	分析できず			
31	済	鉛			
32	済	検出できず			
33	済	検出されず	定量不能	自動分析装置、呈色反応	REMEDi、アセトアミノフェン検出キット
34	済	ヒ素	32.7 ppm		
35	済	ヒ素	46.8 $\mu\text{g/ml}$	呈色反応	バックテスト (酸化モリブデン青法)

Table 4 水溶液中金属の分析結果 (その2)

番号	結果返事	薬物名	定量値	予試験	予試験操作法
36	済	ヒ素	39 $\mu\text{g/ml}$	なし	
37	済	ヒ素	53.1 $\mu\text{g/ml}$	なし	
38	済	重金属を検出する試薬及びキットなし			
39	済	砒素	43.8 $\mu\text{g/ml}$	呈色反応	メルコクワント砒素定性キット
40	済	未実施			
41	済	As ヒ素	44.2 $\mu\text{g/ml}$	実施せず	
42	済		実施せず ^a		
43	済	検出できませんでした			
44	済	ヒ素	30 $\mu\text{g/ml}$	呈色反応	メルコンクヒ素
45	済	分析できそうな機器がないので実施しなかった			
46	済	ヒ素	6 $\mu\text{g/ml}$		
47	済	砒素	60ppm	呈色反応	ヘッドスペース法
48	済	砒素	56.4 $\mu\text{g/ml}$	なし	
49	済	ヒ素			
50	済	同定できず	定量できず	その他	未実施
51	済	重金属を測定する機器などがいないため			
52	済	鉄	7 $\mu\text{g/ml}$		
		砒素	22 $\mu\text{g/ml}$		
		鉛	4 $\mu\text{g/ml}$		
53	済	不可能			
54	済	Cu	16.8mg/dl		
55	済	なし			
56	済	砒素			
57	済	分析できず			
58	済	銅	8ppm	その他	分析用試験紙
		亜鉛	1.5ppm	その他	分析用試験紙
59	済	検出せず	施行せず ^a		ラインシュ法
60	済				
61	済	ヒ素	48 $\mu\text{g/ml}$	実施せず ^a	
62	済	検出できず	実施できず		
63	済	硝酸	10mg/l	呈色反応	メルコクワント
		ヒ素化合物	3mg/l	呈色反応	メルコクワント
64	済	Rh ロジウム			
65	済	ヒ素			
66	済	ヒ素	0.0028wt%	未実施	
67	済	ヒ素	56 $\mu\text{g/ml}$		pH (6~7)
68	済	ヒ素	35.4 $\mu\text{g/ml}$	なし	
69	済	実施できませんでした			
70	済	なし		免役的検査法	有機リン系農薬検出キット、アセトアミノフェン検出キット、Triage DOA
71	済	ヒ素	実施せず ^a		
72	済	ヒ素	62.8 $\mu\text{g/ml}$		
73	済	検出なし			
74	済	ヒ素	定性のみ		呈色反応 (ラインシュ反応, グッツアイト試験)
75	済	砒素	38 $\mu\text{g/ml}$		
76	済	ヒ素	5.2 $\mu\text{g/ml}$		
77	済	砒素	5.0 $\mu\text{g/ml}$	なし	
78	未				
79	済	ヒ素	不明	なし	

Table 4 水溶液中金属の分析結果 (その3)

番号	結果返事	薬物名	定量値	予試験	予試験操作法
80	済	ヒ素	104 μ g/mL	なし	
81	済	ヒ素	定量していません	なし	
82	済	ヒ素	なし	なし	

Table 4 水溶液中金属の分析結果 (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	その他	ろ紙への滴下、乾燥	蛍光X線	
2	その他	2%硝酸で適宜希釈	ICP/MS	半定量的にLiからUまでscan
	その他	2%硝酸で適宜希釈	ICP/MS	半定量的にLiからUまでscan
3	無			蛍光X線元素分析装置 (堀場) MESA-500
4	無		その他	Reinsch法によりHg、As、Sbに限定、亜ヒ酸の定性分析として硝酸銀水溶液を加えると黄白色に沈殿を生じた。HClを加えた際、沈殿を生じないことからHg、Sbの存在が否定された。また、ヨウ化カリウム水溶液を加えても黄色沈殿が生じないことからHgの存在が否定された。
5	なし			蛍光X線
6				
7				
8				
9	なし		蛍光X線	EDX-700装置を使用 (要アダプタ: 6umマイラ/4ml) を水溶液、大気で定量
	なし		蛍光X線	EDX-700装置を使用 (要アダプタ: 6umマイラ/4ml) を水溶液、大気で定量
10				
11				
12				
13				
14				
15				
16				
17	その他	1%硝酸で希釈	ICP/MS	定性分析モードで、全元素測定を行い同定
18	なし		蛍光X線	5kV, 50kVそれぞれ50秒
19			ICP発光	ICP発光分析
20			蛍光X線	装置付属のライブラリと比較することによって同定
21	なし		蛍光X線	簡単分析-金属-大気、水溶液-大気より定性
22				
23		ろ紙	蛍光X線	蛍光X線分析装置
24	その他	水で希釈	原子吸光	Asランプの吸光度
25	なし		蛍光X線	
26	その他	その他: ラインシュ法を応用した方法		ラインシュ法を応用した方法を用い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のヒ素標準溶液を添加し、50ppm、25ppm、10ppm、5ppm、1ppmのヒ素溶液を作製した。・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、 $y = 0.0628x - 0.1509$ で $r=0.98$ であり、この式をもとにヒ素のおおよその濃度を求めた。
27	なし		蛍光X線	試料にX線を照射し、発生する蛍光X線を検出
28				
29	除蛋白	沈殿除蛋白	蛍光X線	蛍光X線分析装置を用いて測定
30				
31			蛍光X線	蛍光X線分析装置
32				
33	実施せず			
34			蛍光X線	
35	その他	濾紙に水溶液を滴下し乾燥	蛍光X線	AsK α 線があることにより確認 (またPbでないことの確認としてL B 1の無いこと)

Table 4 水溶液中金属の分析結果 (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)
36	その他	濾紙に滴下、乾燥	蛍光X線	
37	なし		蛍光X線	蛍光X線分析装置EDX-700 (島津) によるスクリーニング分析
38				
39	なし		蛍光X線	
40				
41	実施せず		蛍光X線	EDX-700
42	その他		その他	
43				
44	その他	行わない	その他	メルコンクヒ素
45				
46	なし		蛍光X線	自動測定による
47	なし		蛍光X線	
48	その他	原液のまま使用	蛍光X線	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した 蛍光X線分析装置
49				
50	その他	試料容器に検査水溶液を直接入れ大気圧で測定	蛍光X線	EDXの定性結果から鉛が最も疑われたが同定に至らなかった
51				
52			蛍光X線	付属のライブラリーと比較することによって同定
			蛍光X線	付属のライブラリーと比較することによって同定
53				
54			蛍光X線	蛍光X線分析装置
55				
56			蛍光X線	大気圧下で水溶液を、蛍光X線分析装置にて分析
57				
58			蛍光X線 蛍光X線	
59				
60				
61	その他	蒸留水にて希釈	蛍光X線	蛍光X線分析装置/ヒ素100%
62				
63				
64			蛍光X線	
65			蛍光X線	TREX660で測定
66	なし		蛍光X線	蛍光X線分析装置
67			蛍光X線	機器設定の分析条件により同定
68	その他	1%硝酸にて希釈	ICP/MS	ICPM-8500にて定性検査
69				
70				
71			蛍光X線	機器内にある元素表と照合して同定
72			蛍光X線	スペクトルパターンをライブラリーで比較、同定
73				
74				
75				
76				
77	その他	ろ紙に滴下、乾燥	蛍光X線	
78				
79	なし			蛍光X線 (ワットマンのガラスフィルターに吸収させバルクFP法にて測定)

Table 4 水溶液中金属の分析結果 (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)
80		専用ろ紙に滴下・乾燥		蛍光X線分析装置
81	なし		蛍光X線	
82	なし		蛍光X線	ホリバエネルギー分散形蛍光X線分析装置による定性

Table 4 水溶液中金属の分析結果 (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	蛍光X線		なし	
2	ICP/MS	絶対検量線によって定量、イットリウムを内部標準物質として補正した	有	Y: イットリウム
	ICP/MS	絶対検量線によって定量、イットリウムを内部標準物質として補正した	有	Y: イットリウム
3		測定不可能	無	
4	定量できず		無	
5	なし		無	
6				
7				
8				
9	蛍光X線	EDX-700装置を使用 (要アダプタ: 6umマイラ/4mlを水溶液、大気で定量)	無	
	蛍光X線	EDX-700装置を使用 (要アダプタ: 6umマイラ/4mlを水溶液、大気で定量)		
10				
11				
12				
13				
14				
15				
16	蛍光X線	蛍光X線分析装置 (水溶液・大気で分析)		
17	ICP/MS	As(75)をモニタリングし、絶対検量線法にて定量	無	
18	蛍光X線	50kV, 500秒にて絶対検量線を作成し、定量した	無	
19	ICP発光	ICP発光分析: 検体を10倍希釈し測定	無	
20	蛍光X線	装置付属のスタンダードレス定量ソフトにより定量	無	
21	蛍光X線	水溶液-大気にて標準物質の絶対検量線により定量	無	
22				
23	蛍光X線	キャピラリー電気泳動法にて定量の予定であったが、器械不調のため測定できず	無	
24	原子吸光	D2ランプバックグラウンド補正法	無	
25	蛍光X線	ヒ素標準液としてAs203溶液をもとにヒ素として75 μg/mL以下の検量線を作成し、サンプル強度を比較し濃度を算出した		
26		ラインシユ法を応用した方法を用い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のヒ素標準溶液を添加し、50ppm、25ppm、10ppm、5ppm、1ppmのヒ素溶液を作製した。・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、 $y = 0.0628x - 0.1509$ で $r=0.98$ であり、この式をもとにヒ素のおおよその濃度を求めた		
27	蛍光X線	FP法より定量	無	
28				
29	蛍光X線	蛍光X線分析装置を用いて測定	無	
30				
31				
32				
33	実施せず		無	
34	蛍光X線	検量線により定量		
35	蛍光X線	AsK α強度をヒ素添加水溶液の検量線より定量	無	

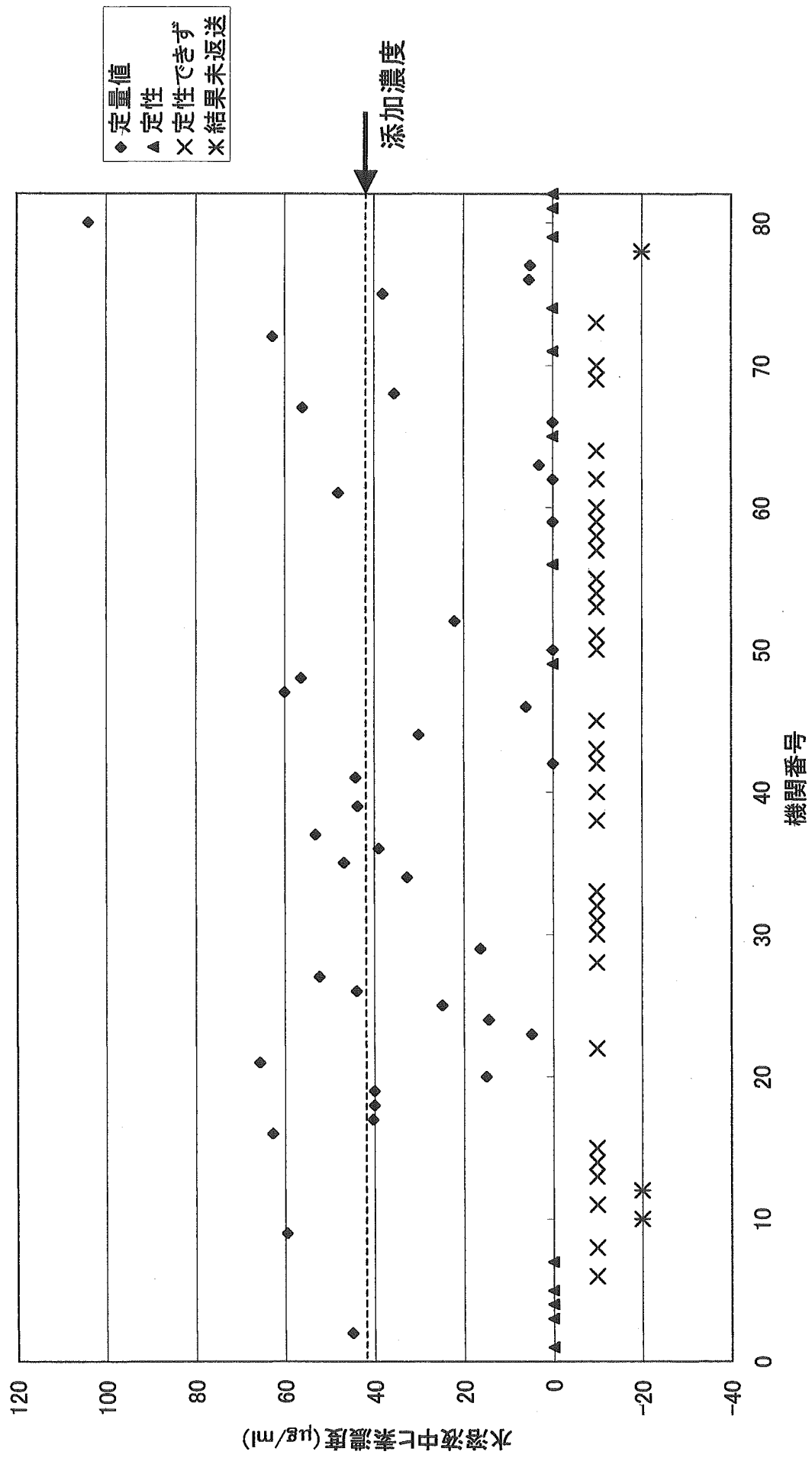
Table 4 水溶液中金属の分析結果 (その8)

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
36	蛍光X線	検量線による	無	
37	蛍光X線	蛍光X線分析装置EDX-700 (島津) の内部検量線を使用	無	
38				
39	蛍光X線	検量線法	無	
40				
41		100 μ g/mlのAsを標準原液とし蒸留水にて希釈、EDXの蛍光強度により定量	無	
42	その他			
43				
44	その他	メルコンクヒ素	無	
45				
46	蛍光X線	自動測定による	無	
47				
48	蛍光X線	装置の出力した濃度値をそのまま使用した	無	
49				
50	蛍光X線	EDXから定量分析結果が得られず	無	
51				
52	蛍光X線	附属のライブラリーと比較することによって定量		
	蛍光X線	附属のライブラリーと比較することによって定量		
53				
54		蛍光X線分析装置		
55				
56				
57				
58	蛍光X線		無	
	蛍光X線		無	
59				
60				
61	その他	MERCK Aresenic Test使用・i) 検体を蒸留水で・ $\times 100 \cdot \times 50 \cdot \times 10 \cdot \times 5$ に希釈・ii) 発色の具合をMERCK Aresenic Testについている標準色と比較・ $\times 50 \times 10$ では標準色とほぼ同一で50ug/mlとなるが、 $\times 100$ で標準色よりやや薄くなったので $\times 5$ の結果も含め判断した	無	
62				
63				
64				
65				
66	蛍光X線	蛍光X線分析装置	無	
67	蛍光X線	機器設定の検量線より定量	無	
68	ICP/MS	ICPM-8500にて定量検査	有	Teテルル
69				
70				
71				
72				
73				
74				
75		蛍光X線		
76	原子吸光	ファーンズ原子化法	無	
77	蛍光X線		無	
78				
79				

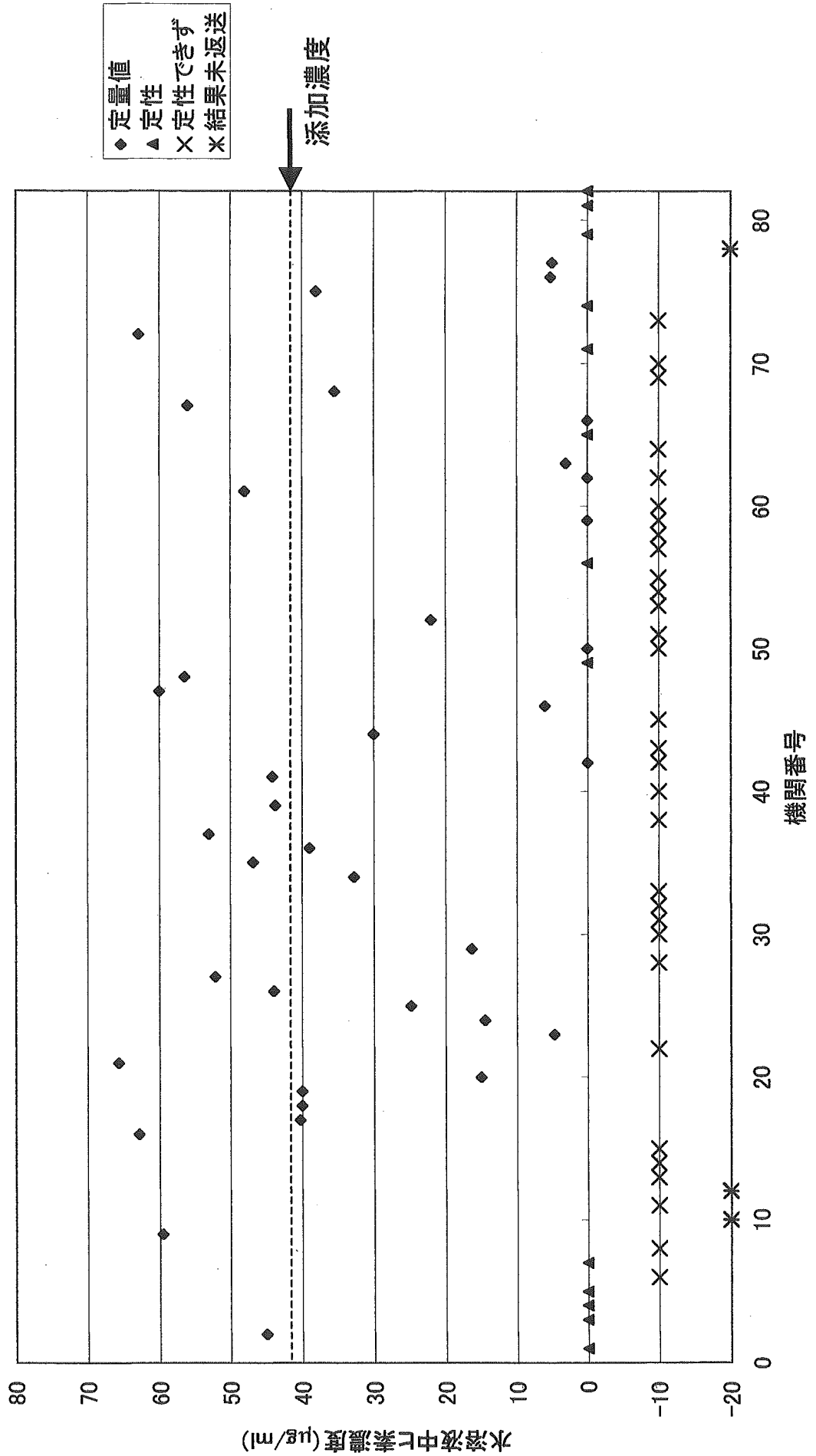
Table 4 水溶液中金属の分析結果（その9）

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
80		蛍光X線分析装置	無	
81				
82				

水溶液中ヒ素の分析結果



水溶液中ヒ素の分析結果



(資料 3)

薬毒物分析例 1

<毒劇物分析結果と解説>

1 定性分析

定性分析は、試料中に何か異常なものが含まれていないかを検索するために行うもので、あらゆる毒劇物の存在を想定し、可能なかぎり多くの情報が得られるように行うべきである。しかし、今回の毒劇物分析の実態調査では、試料量も限られており、分析対象となるものが農薬と医薬品、重金属と知らされていたので、それらを中心に定性分析を行った。

【分析法】

1. パラコート- ジチオナイト反応: 試料 100 μ l に 2 N 水酸化ナトリウム溶液 100 μ l を加え、
 水酸化ナトリウムをミクロスパーテル軽く 1 杯加え攪拌。
2. アセトアミノフェン検出キット: 取り扱い説明書に従い操作。
3. 有機りん系農薬検出キット: 取り扱い説明書に従い操作。
4. 乱用薬物スクリーニング検査キット: 使用説明書に従い操作。
5. 炎光光度検出器付ガスクロマトグラフ法 (GC-FPD) : 試料 100 μ l に酢酸エチル 100 μ l
 を加え、ボルテックスミキサにて 1 分間攪拌後、遠心分離 (12000-g, 5 分) した上清 1 μ l
 を注入。
6. 窒素リン検出器付ガスクロマトグラフ法 (GC-NPD) : 試料 100 μ l に酢酸エチル 100 μ l
 を加え、ボルテックスミキサにて 1 分間攪拌後、遠心分離 (12000-g, 5 分) した上清 1 μ l
 を注入。
7. ガスクロマトグラフ質量分析法 (GC-MS) : 試料 100 μ l に酢酸エチル 100 μ l を加え、ボ
 ルテックスミキサにて 1 分間攪拌後、遠心分離 (12000-g, 5 分) した上清 1 μ l を注入。
8. 紫外可視検出器付高速液体クロマトグラフ法 (HPLC) : 試料 100 μ l に 10 % トリクロロ
 酢酸 20 μ l を加え、ボルテックスミキサにて攪拌後、遠心分離 (12000-g, 5 分) した上清
 20 μ l を注入。

【注解】

- 1) パラコート- ジチオナイト反応は、試料中にパラコートが存在する場合、試料本来の色
 に加えて青色の発色が観られる。標準溶液での検出下限は約 1 μ g/ml であるが、試料に着
 色がある場合はその影響を受け検出しにくくなる。水酸化ナトリウムが
 失活しているとパラコートが存在しても発色しないので、対象をおいて判定すること。
- 2) パラコートを含有する試料を保存するときはガラス製の容器は避け、ポリプロピレン製
 などの容器を使用することが望ましい。簡単な実験を行ったので次ページに示す。