

表3 急性中毒症例における分析結果と定量値

症例番号	分析依頼薬物名	状況	分析試料	検出薬毒物名	定量値 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)	検出下限 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)
0024	メチルピリドキシシン	分析終了	尿	メチルピリドキシシン	0.397	
			尿	メチルピリドキシシン	0.020	
0025	イブプロフェン	分析終了	血清	イブプロフェン	104.8	
			尿	イブプロフェン	11.9	
			胃内容	イブプロフェン	21.1	
0026	メタノール					
0027	有機リン?	分析終了	血清	MEP	0.135	
0028	KOH、ヒドラジン	分析機関調査中				
0029	5MeO-DIPT?	分析終了	血清	5-MeO-DIPT	検出下限以下	0.05
0030	マキロン	対象になし、分析機関調査中				
0031	バラコート、ジクワット	分析終了	血清	バラコート	0.1	
				ジクワット	0.2	
			尿	バラコート	2.5	
				ジクワット	3.1	
0032	エトフェンブロックス	対象になし、分析機関調査中				
0033		未受領				
0034	フェロジピン	対象になし、分析機関調査中				
0035	スミチオン	分析終了	血清	MEP	1.97	
			尿	MEP	0.064	
			胃内容	MEP	22.8	
0036	ナツメグ	対象になし、分析機関調査中				
0037		未受領				
0038	ブロムワレリル尿素	未受領				
0039	アセトアミノフェン	未受領				
0040	ヨウ素、ヨウ化物	未受領				
0041	レボメプロマジン	分析中				
0042	ゾルピデム	分析終了	血清	ゾルピデム	2.4	
			尿	ゾルピデム	1.4	
			胃内容	ゾルピデム	172.8	
0043	DDVP	分析中				
0044	PAP	分析終了	血清	PAP	検出下限以下	0.05
			尿	PAP	検出下限以下	0.05
			胃内容	PAP	323	
0045	アセトアミノフェン	未受領				
0046	マラソン	分析終了	血清	MEP	3.74	
			尿	MEP	41.8	
			胃内容	MEP	検出下限以下	0.05
0047	スミチオン	分析終了	血清	MEP	0.41	
				マラチオン	0.067	
			尿	MEP	0.056	
				マラチオン	0.13	
胃内容	MEP	9.87				

表4 急性中毒症例における分析結果と定量値

症例番号	分析依頼薬物名	状況	分析試料	検出薬毒物名	定量値 ($\mu\text{g/ml}$)	検出下限 ($\mu\text{g/ml}$)
0047	スミチオン		胃内容	マラチオン	7.17	
0048	有機リン	分析終了	尿	マラチオン	検出下限以下	0.05
			血清	マラチオン	0.36	
0049	クロルフェナビル	対象になし、分析機関調査中				
0050	石灰硫黄合剤	分析終了	血清	硫化水素として	2.63	
			胃内容	硫化水素として	218.40	
			尿	硫化水素として	40.20	
0051	有機リン	未受領				
0052	プロペリシアジン	対象になし、分析機関調査中、標準品の市販なし				
0053	ニフェジピン	分析終了	血清	ニフェジピン	0.205	
0054	トリカプト	分析終了	血清	メサコニチン	0.45ng/ml	
				ヒバコニチン	0.67ng/ml	
				アコニチン	検出下限以下	0.02ng/ml
0055	バスタ	分析終了	血清	グルホシネート	58.42	
			血清	グルホシネート	1.33	
0056	クエチアピン	分析中				
0057	リスベリドン	分析中				
0058	AMT, MDMA	分析中				
0059	アスピリン	分析終了	血清	サリチル酸	255.6	
				尿	アスピリン	123.7
			胃洗浄液	サリチル酸	437.0	
				アスピリン	8501.4	
				サリチル酸	1398.5	
0060	モノフルオロ酢酸ナトリウム	分析機関調査中				
0061	石灰・硫黄合剤	分析終了	血清	硫化水素として	0.73	
			尿	硫化水素として	7.40	
0062	バスタ	分析中				
0063	キシレン、アセトン	分析終了	血清	p-キシレン	2.2	
				o-キシレン	Trace	
				アセトン	192	
			血清	p-キシレン	Trace	
				o-キシレン	Trace	
				アセトン	215	
			血清	p-キシレン	Trace	
				o-キシレン	検出下限以下	
				アセトン	183	
			血清	p-キシレン	検出下限以下	
				o-キシレン	検出下限以下	
				アセトン	89	
			血清	p-キシレン	検出下限以下	
				o-キシレン	検出下限以下	
				アセトン	検出下限以下	

表5 急性中毒症例における分析結果と定量値

症例番号	分析依頼薬物名	状況	分析試料	検出薬毒物名	定量値 ($\mu\text{g/ml}$)	検出下限 ($\mu\text{g/ml}$)
0063	キシレン、アセトン	分析終了	血清	p-キシレン	検出下限以下	
				o-キシレン	検出下限以下	
				アセトン	検出下限以下	
0064	グリホサート	分析終了	血清	グリホサート	70.4	
			尿	グリホサート	825.0	
			血清	グリホサート	1.20	
			尿	グリホサート	32.1	
			血清	グリホサート	0.60	
			尿	グリホサート	5.40	
0065	5-MeO-DIPT	分析終了	血清	5-MeO-DIPT	0.36	
			尿	6-MeO-DIPT	5.21	
0066	アスピリン	未受領				
0067	テオフィリン	分析中				
0068	カフェイン	未受領				
0069	プロムワレリル尿素、 イブプロフェン	分析終了	血清	イブプロフェン	291.8	
			血清	イブプロフェン	検出下限以下	1
0070	スミチオン	分析終了	血清	MEP	2.0	
			尿	MEP	検出下限以下	0.05
			胃液	MEP	25.9	
0071	フェンチオン	分析中				
0072	メタノール	分析終了	全血	メタノール	2.56mg/g	
				エタノール	1.29mg/g	
			全血	メタノール	検出下限以下	0.2mg/g
			尿	メタノール	検出下限以下	
			全血	メタノール	検出下限以下	
			尿	メタノール	検出下限以下	
0073	ベルメトリン	対象になし、分析機関調査中				
0074	カルバマゼピン	分析終了	血清	カルバマゼピン	9.42	
			尿	カルバマゼピン	4.89	
			胃内容	カルバマゼピン	156.6	
0075	バルビツレート	分析終了	尿	アモバルビタール	3.89	
				フェノバルビタール	4.84	
			血清	アモバルビタール	0.73	
				フェノバルビタール	0.96	
			胃内容	アモバルビタール	41.8	
				フェノバルビタール	21.5	
0076	テトロドトキシシン	分析終了	血清	テトロドトキシシン	検出下限以下	18ng/ml
			尿	テトロドトキシシン	検出下限以下	
			胃内容	テトロドトキシシン	検出下限以下	
0077	石灰・硫黄合剤	未受領				
0078	界面活性剤	分析機関調査中				

表6 急性中毒症例における分析結果と定量値

症例番号	分析依頼薬物名	状況	分析試料	検出薬毒物名	定量値 ($\mu\text{g/ml}$)	検出下限 ($\mu\text{g/ml}$)
0079	バラコート・ジクワット	分析終了	血清	バラコート	0.2	
				ジクワット	0.3	
			尿	バラコート	1.2	
				ジクワット	1.5	
			血清	バラコート	0.1	
				ジクワット	0.1	
			血清	バラコート	検出下限以下	0.05
				ジクワット	検出下限以下	
			尿	バラコート	0.1	
				ジクワット	0.1	
			血清	バラコート	検出下限以下	
				ジクワット	検出下限以下	
			尿	バラコート	0.1	
				ジクワット	0.1	
			血清	バラコート	検出下限以下	
				ジクワット	検出下限以下	
			尿	バラコート	0.1	
				ジクワット	0.1	
			血清	バラコート	検出下限以下	
				ジクワット	検出下限以下	
尿	バラコート	夾雑の影響				
	ジクワット	0.1				
血清	バラコート	検出下限以下				
	ジクワット	検出下限以下				
尿	バラコート	夾雑の影響				
	ジクワット	0.2				
尿	バラコート	夾雑の影響				
	ジクワット	0.2				
0080	ミルナシبران	分析終了	血清	ミルナシبران	1.64	
			尿	ミルナシبران	335.3	
			胃内容	ミルナシبران	842.2	
0081	臭化エチレン	分析機関調査中				
0082	リスベリドン	分析中				
0083	ニコチン	分析機関調査中				
0084	バラコート・ジクワット	未受領				
0085	ナファゾリン	対象になし、分析機関調査中				
0086	アセトアミノフェン	未受領				
0087	アセトアミノフェン	分析終了	血清	アセトアミノフェン	108	
			血清	アセトアミノフェン	32.1	
0088	トリカプト	分析終了	血清	メサコニチン	1.05ng/ml	
				ヒバコニチン	0.12ng/ml	
				アコニチン	1.10ng/ml	

表7 急性中毒症例における分析結果と定量値

症例番号	分析依頼薬物名	状況	分析試料	検出薬毒物名	定量値 ($\mu\text{g/ml}$)	検出下限 ($\mu\text{g/ml}$)	
0088	トリカブト	分析終了	血清	ジェサコニチン	0.31ng/ml		
				尿	メサコニチン	142.12ng/ml	
					ヒバコニチン	13.02ng/ml	
					アコニチン	120.31ng/ml	
			ジェサコニチン		21.83ng/ml		
			胆汁	メサコニチン	0.08ng/ml		
				ヒバコニチン	検出下限以下	0.02ng/ml	
				アコニチン	0.22ng/ml		
ジェサコニチン	0.07ng/ml						
0089	イミプラミン	未受領					
0090	モノフルオロ酢酸ナトリウム	分析機関調査中					
0091	PHC	分析中					
0092	メソミル	分析終了	血清	メソミル	56		
			尿	メソミル	48		
			胃内容	メソミル	9mg/ml		
			コップ残留物	メソミル	28mg/ml		
0093	カリウム	分析機関調査中					
0094	スルピリド	分析終了	血清	スルピリド	9.17		
			尿	スルピリド	159.3		
			胃内容	スルピリド	4608.5		
0095	アセトアミノフェン	未受領					
0096	硫化カリウム	分析終了	血清	硫化水素として	5.11		
			尿	硫化水素として	21.25		
			胃内容	硫化水素として	20.97		
0097	青酸化合物	分析終了	血清	シアニオンとして	0.43		
			血清	シアニオンとして	0.34		
			血清	シアニオンとして	0.29		
			血清	シアニオンとして	0.20		
0098	ギンナン	分析終了	血清	メチルピリドキシン	0.041		
0099	クレゾール オルトジクロロベンゼン		血清	o-クレゾール	2.8		
				m-クレゾール	5.4		
				p-クレゾール	2.7		
				オルトジクロロベンゼン	8.5		
			尿	o-クレゾール	2.2		
				m-クレゾール	7.1		
				p-クレゾール	3.9		
				オルトジクロロベンゼン	検出下限以下	0.1	
			胃内容	o-クレゾール	25		
				m-クレゾール	113		
p-クレゾール	59						
オルトジクロロベンゼン	38.0						
0100	アセトアミノフェン	未受領					

表8 急性中毒症例における分析結果と定量値

症例番号	分析依頼薬物名	状況	分析試料	検出薬毒物名	定量値 ($\mu\text{g/ml}$)	検出下限 ($\mu\text{g/ml}$)
0101	アセトアミノフェン	未受領				
0102	バラコート	未受領				
0103	アセフェート	未受領				
0104	ヒ素	分析終了	血清	ヒ素	0.077	
			血清	ヒ素	0.067	
			尿	ヒ素	0.067	
			血清	ヒ素	0.068	
			尿	ヒ素	0.068	
			血清	ヒ素	0.110	
			尿	ヒ素	0.136	
			血清	ヒ素	0.076	
			尿	ヒ素	0.256	
			血清	ヒ素	0.072	
尿	ヒ素	0.103				
0105	イミプラミン	分析中				
0106	メチルエチルケトンパーオキシド	分析機関調査中				
0107	ジフェンヒドラミン	未受領				
0108	ジギトキシン	未受領				
0109	MPP	未受領				
0110	バラコート	未受領				
0111	バルプロ酸ナトリウム	未受領				
0112	クロルフェナピル	未受領				
0113	ピリミホスメチル	分析中				
0114	アセトアミノフェン	分析中				
0115	グリホサート	分析終了	胃内容	グリホサート	検出下限以下	5ng/ml
			血清	グリホサート	検出下限以下	
			血清	グリホサート	検出下限以下	
			血清	グリホサート	検出下限以下	
			尿	グリホサート	検出下限以下	
			尿	グリホサート	検出下限以下	
			尿	グリホサート	検出下限以下	
			血清	グリホサート	検出下限以下	
			尿	グリホサート	検出下限以下	
血清						
0116	メラトニン	分析機関調査中				
0117	アセトアミノフェン	未受領				
0118	アセトアミノフェン	未受領				
0119	アセトン	未受領				
0120	エベリソン	対象になし、分析機関調査中、標準品の市販なし				
0121	PCNB	未受領				
0122	グリホサート	分析機関調査中				
0123	亜硝酸イソブチル	分析機関調査中				

表9 急性中毒症例における分析結果と定量値

症例番号	分析依頼薬物名	状況	分析試料	検出薬毒物名	定量値 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)	検出下限 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)
0124	メタノール	分析機関調査中				
0125	ニコチン	分析機関調査中				
0126	EPN	分析機関調査中				
0127	バラコート	未受領				
0128	イミプラミン	未受領				
0129	トリアゾラム	未受領				
0130	ナトリウム	未受領				

中毒起因物質の分析法

青酸の分析

分析はヘッドスペース-GC-FTDによる血液中青酸の定量法を用いた。

<前処理>

1) 試薬と調整

- ① 50%リン酸 (w/v) : 濃リン酸 85%を蒸留水で1.7倍に希釈する。
- ② 1M L-アスコルビン酸 : L-アスコルビン酸 1.76gを蒸留水に溶かして10mlとする。
- ③ シアン化カリウム標準溶液 : シアン化カリウム 25.1mgを蒸留水に溶かして10mlとする。この溶液を蒸留水で200倍希釈して青酸標準溶液 (シアンイオン $5\mu\text{g/ml}$) を調整する。

2) GC分析

- ① スクリューキャップ付き硝子バイアル瓶 (10ml容) に試料の血清 0.5ml、1M アスコルビン酸 0.03ml、蒸留水 0.27mlをいれ、シリコンセプタム付きキャップで密栓する。
- ② 50%リン酸溶液 0.2mlをシリンジに採り、バイアル内に注入する。
- ③ 青酸の気化平衡 : 蓋付きアルミブロック内におき、 50°C 、30分加温する。
- ④ 加温後、ガスタイトシリンジを用い、バイアル瓶中の気相 0.5mlを採取し、速やかにガスクロマトグラフに注入する (ガスタイトシリンジはあらかじめ暖めておく)。

<分析条件>

装置 : FTD (フレームサーミオニック) 検出器付き GC-14A (島津)ガスクロマトグラフ

記録計 : C-R6A

カラム : ワイドボアキャピラリーカラム GS-Q, (30m \times 0.53mm id., 膜厚 0.25 μm , J&W)

注入口温度 : 200°C

検出器温度 : 250°C

カラム温度 : 120°C

キャリアーガス : ヘリウム 1.0 kg/cm²

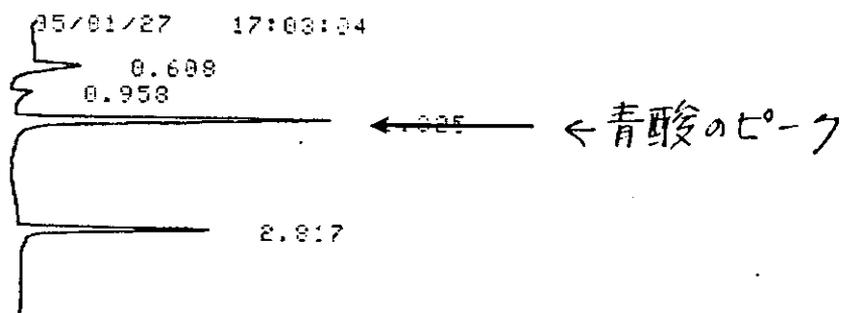
<参考>

・定量法

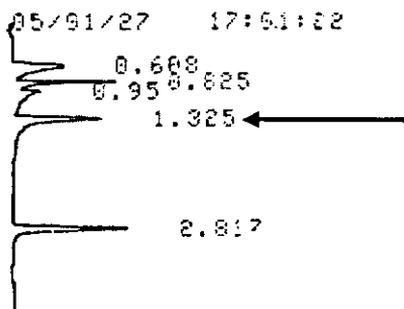
試料の代わりにシアン標準溶液の希釈溶液 (ゼロを含む) と対照血液 0.5mlをバイアル瓶に添加して、同様のヘッドスペースGCを行い、絶対検量線を作成。対照血での結果を差し引いた検量線を作成し、定量用検量線とした。

検出下限は 100ng/mlである。

ANAL 7



ANAL 4



硫化水素の分析

分析は有機溶媒抽出の後、炎光光度型検出器付ガスクロマトグラフで行った。

<前処理>

- ① 分析試料 1.0ml に冷アセトン 5ml、20%塩酸 0.5ml を加え 3 分間振とうする。
- ② 4℃、3000rpm で 5 分間遠心分離を行う（除蛋白・抽出）。
- ③ 上清を適宜冷アセトンで希釈し、炎光分光検出器付きガスクロマトグラフにより測定する。

<分析条件>

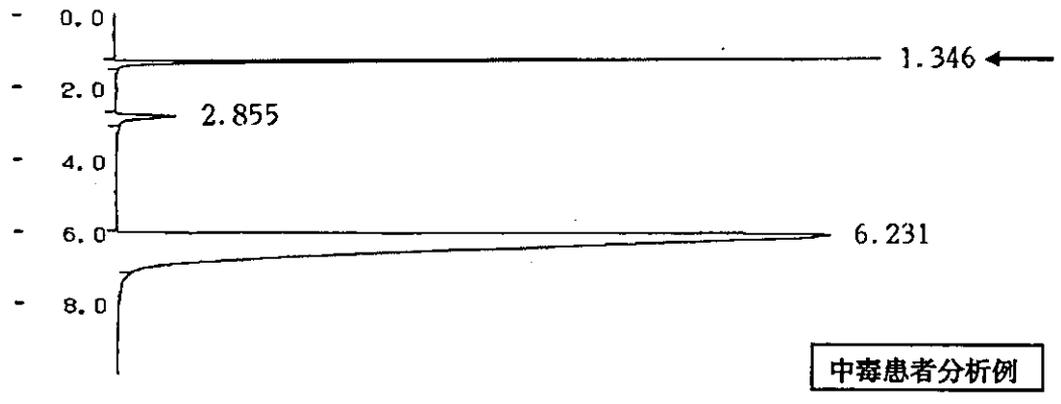
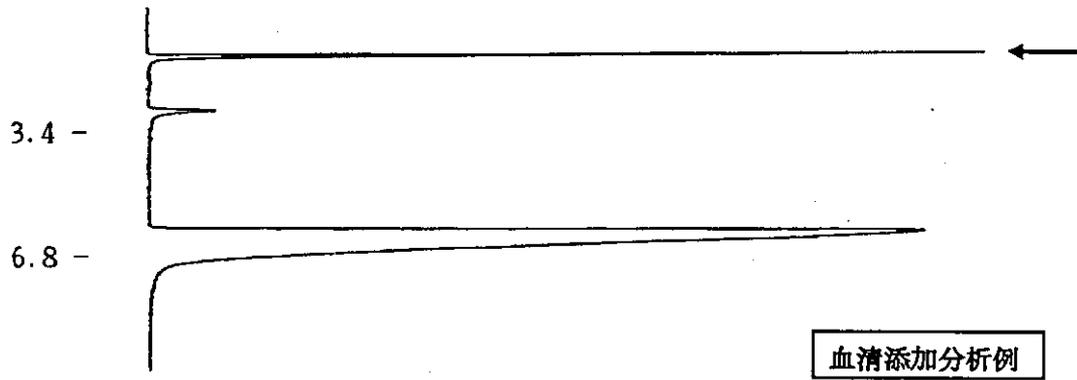
装置：島津 GC-6A
検出器：炎光分光検出器（FPD-S）
カラム：PPE 5 rings, 3mm×2m
カラム温度：80℃
注入口温度：150℃
検出器温度：150℃
キャリアーガス：窒素 40ml/min
検出感度： $10^1 \times \text{ATTEN.4}$
記録計：C-R6A
注入量：2-3 μ l

<参考>

・定量法

検量線は衛生試験法に準じて、硫化ナトリウム溶液を滴定後、希釈して標準液を作製し、試料と同様の抽出法により硫化水素を抽出、測定後、得られた硫化水素のピーク高指数計算法で作成した。各試料中硫化水素濃度は検量線から算出し、用いた試料量をもとに換算、算出した。ただし、本方法の信頼限界（測定下限値）は 250ng/ml である。

[min]



クレゾールの分析

HPLC-UVにて血清、尿、胃内容よりフェノール、クレゾール、キシレノールに相当するピークを確認。GC-MSにて血清、胃内容よりフェノール、クレゾール、キシレノール、ジクロロベンゼンに一致するマススペクトルを持つ化合物のピークを確認。また、尿よりフェノール、クレゾール、キシレノールおよびリドカインのスペクトルに一致する化合物のピークを確認。他に中毒の原因となるような、高濃度の化合物は検出されない。

<前処理>

- (1) 試料 100 μ l に 100 μ g/ml 4-エチルフェノール-10%メタノール溶液 10 μ l を加える。
- (2) ボルテックスミキサーで攪拌しながらアセトニトリル 100 μ l を加える。
- (3) 12000-g で 5 分間遠心分離する。
- (4) 上清 20 μ l を高速液体クロマトグラフに注入する。

・グルクロニダーゼ処理>

試料 100 μ l に内部標準溶液 10 μ l, 酢酸緩衝液 (pH 5.0) 5 μ l, グルクロニダーゼ溶液 5 μ l を加え 37°C で 2 時間加温する。

・スルファターゼ処理>

試料 100 μ l に内部標準溶液 10 μ l, Tris-HCl 緩衝液 (pH 7.5) 5 μ l, スルファターゼ溶液 5 μ l を加え 37°C で 2 時間加温する。

<分析条件>

ポンプ : Shimadzu LC-6A

検出器 : Shimadzu RF-530

検出波長 : Ex: 270nm, Em: 305nm

カラム : XTerra MS C18 (2.1 x 150mm, 3.5 μ m, Waters)

温度 : 室温

移動相 : アセトニトリル : 20 mM KH₂PO₄ (pH 3.0) = 25 : 75 溶液
(20 mM β -Cyclodextrine を含む)

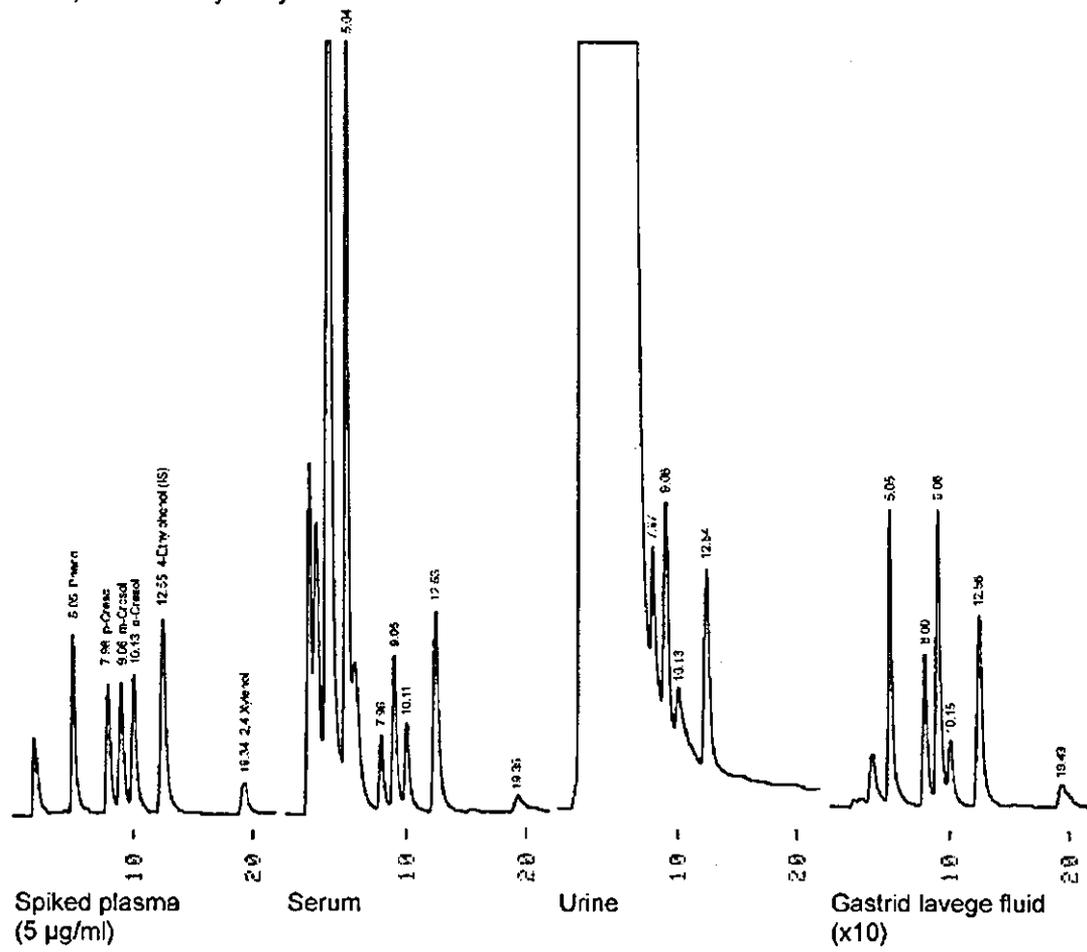
流速 : 0.2 ml/min

保持時間 (min)

Phenol	p-Cresol	m-Cresol	o-Cresol	4-Ethylphenol	Xylenol
5.05	7.98	9.06	10.13	12.55	19.34

検出下限 : 0.1 μ g/ml in plasma

0099; Cresol analysis by HPLC



ジクロロベンゼンの分析

<前処理>

- (1) 試料 100 μ l に 100 μ g/ml 1-methylnaphthole-アセトニトリル溶液 10 μ l を加える。
- (2) ヘキサン 100 μ l を加え、ボルテックスミキサーで攪拌する。
- (3) 12000-g で 5 分間遠心分離する。
- (4) 有機層を分取する。
- (5) 1 μ l をガスクロマトグラフ-質量分析計に注入する。

<分析条件>

装置：HP6890 + HP5972 GC-MS system (Scan mode)

カラム：HP-5, 30m x 0.25mm i.d., 膜厚 0.25 μ m

温度：カラム 50 $^{\circ}$ C (4min) - (20 $^{\circ}$ C/min) - 320 $^{\circ}$ C (12.5min)

注入部, 検出器 300 $^{\circ}$ C

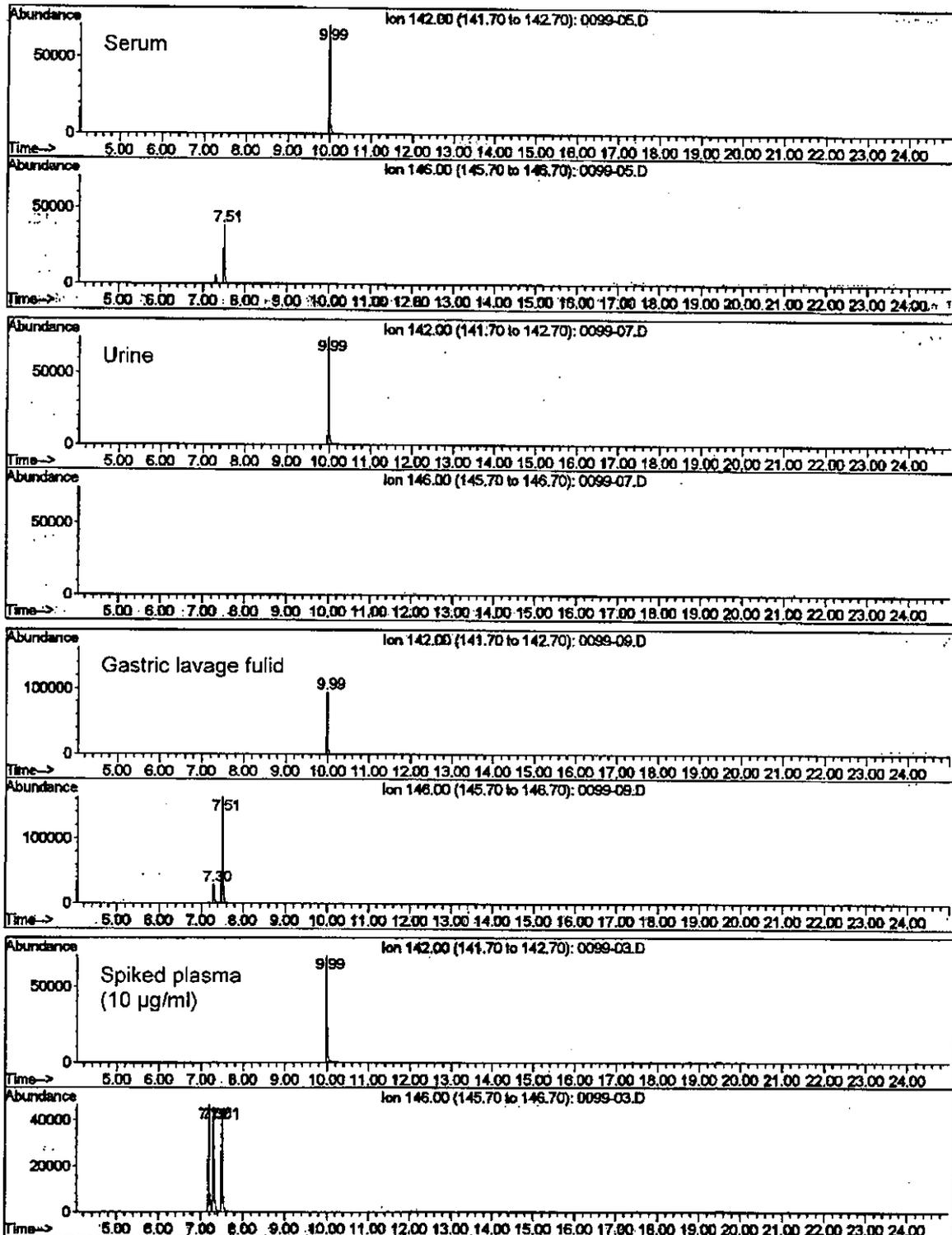
キャリアガス：ヘリウム 1ml/min

定量分析はジクロロベンゼン m/z 146, 内部標準物質 m/z 142 のマスクロマトグラムにて行った。

	o-DCB	m-DCB	p-DCB	1-MN
保持時間 (min)	7.50	7.19	7.30	9.99

検出下限：0.1 μ g/ml in plasma

0099; Dichlorobenzene analysis by GC/MS



メタノールの分析

<前処理>

- ① バイアル瓶 (10ml 容) に試料 0.5g と内部標準溶液 (イソプロパノール水溶液、2.0mg/ml) 0.5ml を入れ、シリコンセプタム付きキャップで密栓する。
- ② 55℃で20分間加温する。
- ③ ガスタイトシリンジを用い、バイアル瓶中の気相 0.2ml を採取し、速やかにガスクロマトグラフに注入する (ガスタイトシリンジはあらかじめ暖めておく)。

<分析条件>

Shimadzu GC-12A

カラム : Pola PLOT Q (0.35mm ID, 10m, film thickness 20 μ m)

カラムオープン温度 : 120℃

キャリアーガス : N₂ (1.0kg/cm²)

注入口温度 : 170℃

検出部温度 : 230℃

検出器 : 水素炎イオン化検出器 (FID)

	Rt (min)	検出下限 (mg/ml)
メタノール	0.301	0.2
エタノール	0.560	0.2
イソプロパノール	1.056	

シクロヘキサン、ヘキサンの分析

<前処理>

- ① バイアル瓶（10ml 容）に試料 0.5g を入れ、シリコンセプタム付きキャップで密栓する。
- ② 55℃で 20 分間加温する。
- ③ ガスタイトシリンジを用い、バイアル瓶中の気相 1.75ml を採取し、速やかにガスクロマトグラフに注入する（ガスタイトシリンジはあらかじめ暖めておく）。

<分析条件>

Shimadzu GC-3BF

カラム：BX-20(3mm ID,2.1m)

カラムオープン温度：70℃

キャリアーガス：N₂ (1.0kg/cm²)

注入口温度：レンジ x 4

検出部温度：70℃

検出器：水素炎イオン化検出器 (FID)

	Rt (min)	検出下限 (μg/ml)
シクロヘキサン	1.106	1.0
ヘキサン	0.782	1.0
トルエン	2.345	1.0

キシレンの分析

<前処理>

- ① パイアル瓶（10ml 容）に試料 0.5g をいれ、シリコンセプタム付きキャップで密栓する。
- ② 55℃で 20 分間加温する。
- ③ ガスタイトシリンジを用い、パイアル瓶中の気相 1.75ml を採取し、速やかにガスクロマトグラフに注入する（ガスタイトシリンジはあらかじめ暖めておく）。

<分析条件>

Shimadzu GC-3BF

カラム：BX-20(3mm ID,2.1m)

カラムオープン温度：70℃

キャリアーガス：N₂ (1.0kg/cm²)

注入口温度：レンジ x 4

検出部温度：70℃

検出器：水素炎イオン化検出器 (FID)

	Rt (min)	検出下限 (μg/ml)
o-キシレン	5.462	1.0
m-キシレン	4.526	1.0
p-キシレン	4.502	1.0
エチルベンゼン	4.220	

アセトアミノフェンの分析

<前処理>

1. 試料 50 μ l に水 0.2ml と内部標準溶液 (O-acetamidophenol, 0.1mg/ml) 溶液 10 μ l を加える。
2. 混合溶液を OASIS[®] MCX カートリッジ (あらかじめメタノール、水 1ml でコンディショニングしておく) にロードする。
3. 0.1M 塩酸 1ml で洗浄した後、メタノール 1ml で溶出する。
4. 窒素気流下 (50 $^{\circ}$ C) で溶媒を留去する。
5. 残渣に無水酢酸 25 μ l とピリジン 5 μ l を加え、密栓した後に 80 $^{\circ}$ C で 15 分間加温する。
6. 窒素気流下 (50 $^{\circ}$ C) で溶媒を留去する。
7. 残渣を酢酸エチル 0.2ml に溶解し、その 1 μ l を GC/MS で分析する。

<分析条件>

Agilent 6890GC/5973MSD

Coulun ; HP-5MS (0.25mm, 30m, 0.25 μ m)

Oven temp. ; 50 $^{\circ}$ C (1min) - 15 $^{\circ}$ C/min - 280 $^{\circ}$ C (3min)

Injection temp. ; 250 $^{\circ}$ C

Interface temp. ; 230 $^{\circ}$ C

Mass range ; m/z 50 ~ 450