

表Ⅲ-2 症例3の分析結果

整理番号	薬物名	定量値 ($\mu\text{g/mL}$)	予試験	予試験 (具体的な方法、操作)
27	アセトアミノフェン	87	自動分析装置	アボット社のTDXを用いアセトミノフェン定量試薬で測定
28	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により青色を呈した。
29	アセトアミノフェン	86.1	呈色反応	アセトアミノフェン検出キット
30	アセトアミノフェン	86.43		
31				
32	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による呈色反応
33	アセトアミノフェン	80.2	呈色反応	アセトアミノフェン検出キットを使用して検査したところ、陽性となった。
34				
35	アセトアミノフェン	81.1		
36	アセトアミノフェン		免疫的検査法	Triage 陰性
37	アセトアミノフェン	82.4	呈色反応	アセトアミノフェン検出キット
38	アセトアミノフェン			
39				
40	アセトアミノフェン	80.5	自動分析装置	TDX
41				
42	アセトアミノフェン	79.7	呈色反応	アセトアミノフェン検出キットによる呈色反応
43	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による呈色反応
44	アセトアミノフェン			アセトアミノフェン検出キット
45	アセトアミノフェン	74	呈色反応	アセトアミノフェン検出キット
46	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による呈色反応
47	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による呈色反応
48	アセトアミノフェン		免疫的検査法	トライエージを施行、三環形抗うつ剤に若干の反応有り
	三環形抗うつ剤		免疫的検査法	トライエージを施行、三環形抗うつ剤に若干の反応有り

表Ⅲ-3 症例3の分析結果

整理番号	薬物名	定量値 ($\mu\text{g/mL}$)	予試験	予試験 (具体的な方法、操作)
49	検出できず		免疫的検査法	トライエージ
50				
51	アセトアミノフェン	68.5	自動分析装置	吸光度法
	エタノール	887	自動分析装置	吸光度法
52				
53	アセトアミノフェン	81.55	呈色反応	アセトアミノフェン検出キット (インドフェノール法)
54	アセトアミノフェン			
55	アセトアミノフェン			
56	アセトアミノフェン	81.5		
57	アセトアミノフェン	86.2	呈色反応	アセトアミノフェン検出キットによる呈色反応、Triageによる免疫学的検査法
58				
59	アセトアミノフェン	87.71	呈色反応	アセトアミノフェン検出キットによる呈色反応
60				
61	アセトアミノフェン	104.4		
62	アセトアミノフェン	100以下	呈色反応	アセトアミノフェン検出キットによる呈色反応
63	アセトアミノフェン		呈色試験	アセトアミノフェン検出キット
64	アセトアミノフェン	81	その他	蛍光X線で検出なし
65	アセトアミノフェン	100.2	なし	
66	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による呈色反応
67	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による呈色反応
68	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による呈色反応
69	三環系抗うつ剤		免疫的検査法	
70	アセトアミノフェン	80.4	その他	トライエージと蛍光X線による定性
71	アセトアミノフェン	86.4		
72	アセトアミノフェン	160	呈色反応	アセトアミノフェン検出キットによる呈色反応
73				
74	Acetaminophen		免疫的検査法	トライエージ
75	アセトアミノフェン	76.6	呈色反応	アセトアミノフェン検出キット 塩化第二鉄反応
76	アセトアミノフェン			

表Ⅲ-4 症例3の分析結果

整理番号	薬物名	定量値 ($\mu\text{g/mL}$)	予試験	予試験 (具体的な方法、操作)
77	アセトアミノフェン	71.6	呈色反応	アセトアミノフェン検出キットによる呈色反応
78				
79	アセトアミノフェン	74.42	その他	なし
80				
81	アセトアミノフェン	82.63	呈色反応	アセトアミノフェン検出キットによる呈色反応
201	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 (関東化学) による呈色反応で定性
202	アセトアミノフェン	100	呈色反応	アセトアミノフェン検出キット
203	アセトアミノフェン	74	呈色反応	アセトアミノフェン検出キット (関東化学株式会社)
204	アセトアミノフェン	78.7	呈色反応	アセトアミノフェン検出キットによる呈色反応
205	アセトアミノフェン	73.1	呈色反応	インドフェノール反応による呈色反応

表Ⅲ-5 症例3の分析結果

整理番号	前処理法	前処理法（具体的な方法、操作）	定性法	定性法（具体的な操作）
1				
2				
3				
4	固相抽出	absolut NEXUSによる固相抽出	HPLC/MS	m/z50-500をスキャンし、標準品のRT、マスフラグメンテーションとの比較により同定した
5				
6		固相抽出		HPLC (OasisHLB使用) UV230nm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	沈殿法による除蛋白	検体200μLにアセトニトリル400μLを加え、12,000rpm3分遠心後、サンプル前処理用フィルターで濾過する。	HPLC	「VP. Drug met」で測定し、UVスペクトラムのライブラリー検索より同定した。
8	沈殿法による除蛋白	試料とアセトニトリルを1対2に混和し、遠心分離上清をろ過	HPLC	200~300nm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
9				
10			その他	
11				
12	沈殿法による除蛋白	アセチアニリドによる除蛋白後、遠心分離し、上澄み液を採取	HPLC	ライブラリー検索による同定
13	固相抽出	OASIS HLBを用いた固相抽出	GC/MS	m/z40-550をスキャンし、NISTのライブラリー検索より同定した。
14	無し			
15				
16				
17	沈殿法による除蛋白	アセトニトリルによる除蛋白	HPLC	205~350nm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
18				
19	液液抽出	塩基性下ジクロロメタンにて抽出後、BSTFAにてTMS化し測定	GC/MS	標準物質と比較し、Rf値とフラグメントパターン的一致
20	沈殿法による除蛋白	Sample200μLにアセトニトリル400μLを加え攪拌後、遠心分離し、上清30μLをHPLCに注入	HPLC	Toxi-Labにてアセトアミノフェン(+)、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ーと比較することにより同定
21	その他	血清を直接測定		
22				
23				
24	液液抽出	アセトニトリルによる呈色反応	HPLC	内部標準物質との比較
25				
26				

表Ⅲ-6 症例3の分析結果

整理番号	前処理法	前処理法 (具体的な方法、操作)	定性法	定性法 (具体的な操作)
27				
28		血清400uLに冷アセトニトリル800uLを加え、攪拌後、12000rpmにて遠心分離し、上清を分析	HPLC	奥田メソッドにより、リテンションタイム・面積で求めた
29	沈殿法による除蛋白	アセトニトリルを使用	HPLC	205-350nmの紫外部吸収を測定し、UVスペクトルのパターンと保持時間を付属のライブラリーと比較することにより同定
30				
31				
32				
33	沈殿法による除蛋白	検査試料400μLに冷アセトニトリル800μLをいれ激しく振とうして、12,000rpmで遠心分離し、上清を0.45μm0.22μmのメンブレンフィルターに通過させた後HPLC検体とする。	HPLC	「LC-10Advp」(SHIMADZU)の薬物検出システム「VP Drug.met」と添付のライブラリー検索で同定した。また、p-アセトアミドフェノール(和光純薬試薬一級)を標準品として使用し、同様に保持時間を比較した。
34				
35	液液抽出	アセトニトリル2容による液液抽出	HPLC	HPLC200-350nmの紫外部吸収を測定し、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
36	沈殿法による除タン	アセトニトリルによる除タンパク	HPLC	HPLCによりアセトアミノフェン検出
37	沈殿法による除蛋白	アセトニトリルによる遠心沈殿	HPLC	HPLC PAD による UV スペクトルの比較
38			アセトアミノフェン検出	インドフェノール法
39				
40				
41				タイレノールはアセトアミノフェンを含んだ薬なのでアセトアミノフェンが検出されると予想してクレゾール・アンモニア反応により同定を試みたが検出されず。
42	沈殿法による除蛋白	冷アセトニトリルによる除蛋白	HPLC	吸収曲線をライブラリーと比較し保持時間を考慮して判定
43				
44				
45	固相抽出	けいそう土を用いた固相抽出	GC/MS	m/z40-600をスキャンし、標準物質とのスペクトルパターン、リテンションタイムより同定した。
46		試料200μLに冷アセトニトリル(氷冷)400μLを加えよく攪拌後、12,000rpm、10分間冷却(0℃)で遠心分離しその上清を分析用サンプルに使用した。		ライブラリー検索(205~350nmのスペクトルおよび保持時間)により同定した。また、他の薬毒物もライブラリーにて検索したがヒットしなかった。
47				
48	沈殿法による除蛋白	試料に同量のアセトニトリルを加え、ミキサーにかけ抽出し、12000rpm 5minで遠心後、ミリポアフィルター(LCC)にて更に濾過後、濾液を使用	HPLC	HPLCにて計測し、薬物ライブラリー内のアセトアミノフェンのスペクトルと0.997の確率で一致した。
	沈殿法による除蛋白	試料に同量のアセトニトリルを加え、ミキサーにかけ抽出し、12000rpm、5minで遠心後、をミリポアフィルター(LCC)にて更に濾過後、濾液を使用	HPLC	HPLCにて計測したが、薬物ライブラリー内のミアンセリンのスペクトルと0.992の確率で一致したが、具体的な確認は出来なかった。

表Ⅲ-7 症例3の分析結果

整理番号	前処理法	前処理法（具体的な方法、操作）	定性法	定性法（具体的な操作）
49				
50				
51				
52				
53	液液抽出	検体100 μ LにIS10 μ L+飽和食塩水100 μ L+酢酸エチル600 μ L。ボルテックス後に遠心を行い、回収した上清を窒素パージ。移動相100 μ Lに再溶解した。	HPLC	HPLC/UV検出器：測定範囲200-400nm、モニタ波長250nmで測定し、ライブラリー検索及び標品とのRTとスペクトルで確認した。
54			その他	アセトアミノフェン検出キット（関東化学）を用いた
55	液液抽出法	アセトニトリル混和後、遠心分離し、上清を使用	HPLC	保持時間 7.66min. ライブラリより検索
56				
57				
58				
59	沈殿法による除蛋白	アセトニトリルによる除蛋白		
60				
61	沈殿法による除蛋白	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	HPLC	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
62	沈殿法による除蛋白	尿：アセトニトリル=1：2による除蛋白	HPLC	
63				
64	沈殿法による除蛋白	検体200 μ Lにアセトニトリル400 μ Lを加え、遠心後0.45 μ mのメンブランフィルターで濾過	HPLC	200~300nm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することによって同定
65	固相抽出	GC/MSは固相抽出（OASIS MCX）後、BSTF-1%TMCSで誘導体化した。HPLCは、固相抽出（OASIS HLB）で測定した。	HPLC	PDAにより自家製ライブラリで同定した。
66				
67				
68				
69	その他		その他	sysmex社の尿中薬物検出キットを使用。商品名：トライエージDOA
70	なし			
71	固相抽出	OASIS MCXによる固相抽出	HPLC	付属のライブラリー検索より同定した
72	固相抽出	試料0.5mlに等量のアセトンを加え除タンパク、ジールサイエンスネクサスに注入、水2mL、80%メタノールで洗浄後、メタノール1.0mLにて抽出、乾固後溶離液を加える。	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
73				
74	沈殿法による除蛋白	アセトニトリル2：検体1を混和、12,000rpm遠心、上清を使用	HPLC	
75	沈殿法による除蛋白	試料0.25mLにアセトニトリル0.25mLを加え激しく混和後、遠心。その上清を限外濾過した。	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
76			HPLC	

表Ⅲ-8 症例3の分析結果

整理番号	前処理法	前処理法 (具体的な方法、操作)	定性法	定性法 (具体的な操作)
77				
78				
79	その他	なし	その他	なし
80				
81				
201				
202	液液抽出	弱アルカリ性酢酸エチル抽出	GC/MS	ライブラリー検索と標準による比較
203	固相抽出	試料0.5mLについてOASIS HLBによる固相抽出を行った。	GC/MS	上記抽出したものについて、m/z50-450をスキャンし、NISTのライブラリー検索より同定した。
204	液液抽出	血清に同量の飽和食塩水を加えてヘキサンにより抽出	HPLC	フォトダイオードアレイ検出器を使用しライブラリー検索より同定した。
205	固相抽出	OASIS HLBによる固相抽出	GC/MS	m/z 50-500をスキャンし、NISTのライブラリー検索及び標準品との比較により同定

表Ⅲ-9 症例3の分析結果

整理番号	定量法	定量法（具体的な操作）	内部標準	内部標準物質名
1				
2				
3				
4	HPLC/MS	m/z 152.1のイオンをモニタリングし、絶対検量線法により定量	無	
5	その他	TDX		
6		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	HPLC	アセトアミノフェン内部標準物質との面積比より定量した。	有	アセトアミノフェン
8				
9				
10	その他		有	
11	その他	ディメンションRXLにて、アルコール脱水素酵素法で測定	無	
12	その他	デイドベアリング社のDimension ARを使用し吸光度測定	有	ドラッグキャリブレーター2
13	その他	アボットTDX/FLX (FPIA) にて定量した。	無	
14	その他	自動分析装置Dimensionで測定	無	
15	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にて蛍光偏向を検出して定量	無	
16				
17	その他	FPIA法によるTDX-FLXにて測定	無	
18				
19	GC/MS	SIM m/z 280, 295を用いた	有	モルヒネ
20	HPLC	アセトアミノフェン 100 μ g/mL以下の検量線を作成し、245nmにてピーク高さより測定	無	
21	その他	自動分析装置TDXを用いた、蛍光偏向免疫測定法	無	
22				
23	その他	TDXにて測定		
24	HPLC	内部標準物質との面積比	無	
25	その他	ダイナボット社製のTDXによる定量分析（蛍光偏向免疫測定法FPIA法）		
26				

表Ⅲ-10 症例3の分析結果

整理番号	定量法	定量法 (具体的な操作)	内部標準	内部標準物質名
27				
28				
29	その他	Dimension(フレックスカートリッジ アセトアミノフェン)を使用	無	
30	その他	生化学自動分析装置Dimensionにて測定		
31				
32				
33	HPLC	「LC-10ADvp」(SHIMADZU)の薬物検出システムで、p-アセトアミドフェノール(和光純薬試薬一級)を標準品として使用し、ピーク面積の比較により算出した。	無	
34				
35	HPLC	アセトアミノフェンを標準品としてHPLCの面積で検量線を作成	無	
36	その他	自動分析装置 インテグラ800にて定量	無し	
37	その他	TDX	無	
38				
39				
40				
41				
42	HPLC	アセトアミノフェン標準液により作成した検量線より面積比で算出	無	
43				
44				
45	GC/MS	m/z305のイオンをモニタリングし、内部標準物質との面積比より定量 未実施	有	p-アセトアミノフェン
46				
47				
48				

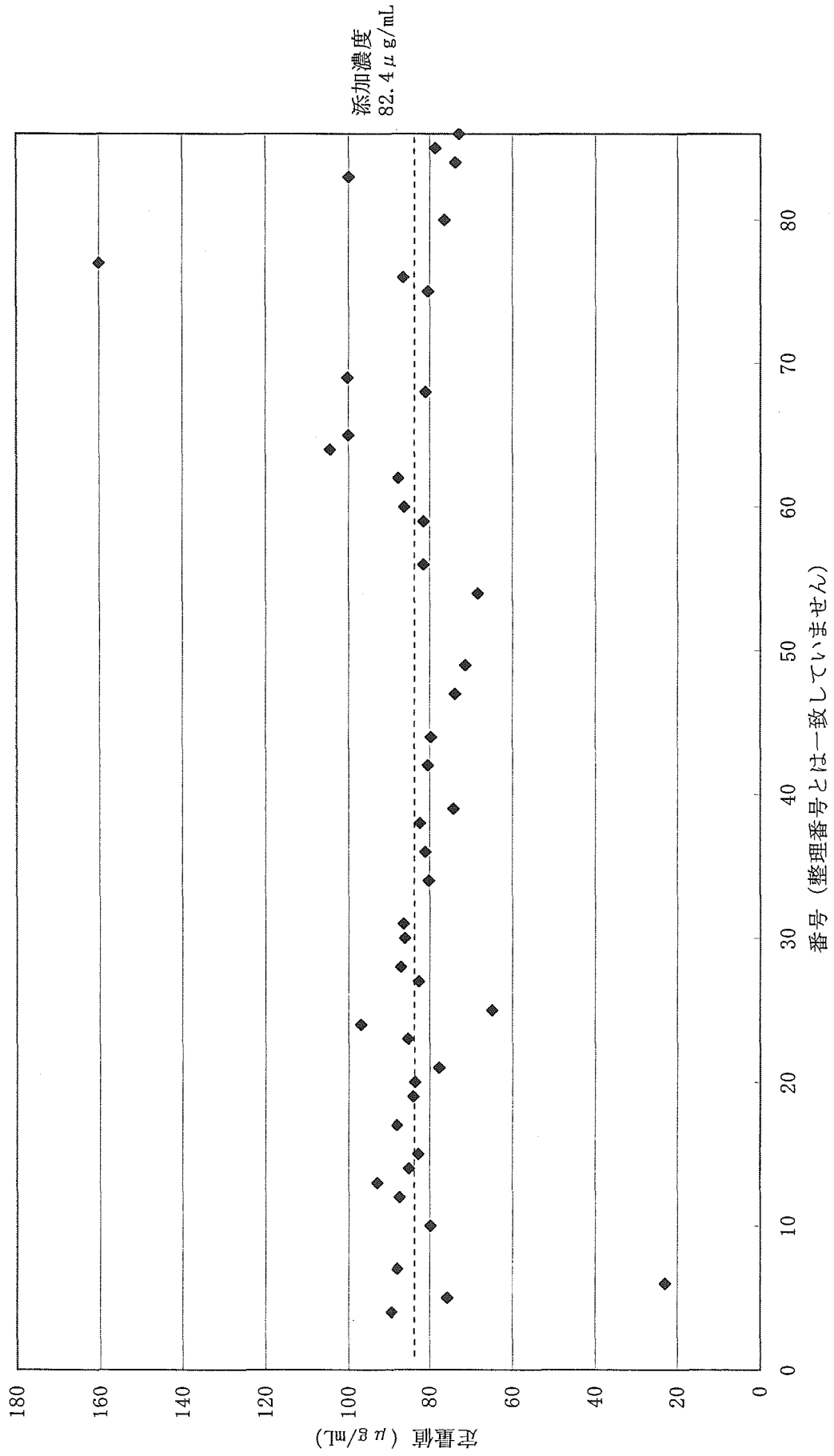
表Ⅲ-11 症例3の分析結果

整理番号	定量法	定量法 (具体的な操作)	内部標準	内部標準物質名
49				
50				
51			無 無	
52				
53	HPLC	移動相/20mMリン酸2水素カリウム (pH3.0) : MeCN=80:20。流量 1ml/1min。カラム温度40度。検出波長250nmで検出し、内部標準との面積比で定量した。	有	2-アセトアミドフェノール
54				
55				
56	その他	Dimension Xpand (DADE社) にて測定		
57	その他	DADE (Xpand) 社の自動分析による測定 (比色法)		
58				
59	HPLC	薬毒物分析システム (Class-VP) によるHPLC分析	無	
60				
61	HPLC	面積比で濃度が既知のコントロールと比較	無	
62			無	
63				
64	HPLC	254nmでモニタリングし、標準物質との面積比で定量	無	
65	GC/MS	m/z223でSIM測定し、定量した。	有	0-アセトアミドフェノール
66				
67				
68				
69				
70	その他	TDXによる定量	無	
71	GC/MS	BSTFA-TMCSで誘導体化後、m/z223のイオンをモニタリングし、内部標準物質との面積比より定量	有	0-アセトアミドフェノール
72	HPLC	UV254nmでモニタリングし、外部標準液との面積比で定量	無	
73				
74				
75	HPLC	245nmでモニタリングし、標準品との面積比で定量	無	
76				

表Ⅲ-12 症例3の分析結果

整理番号	定量法	定量法（具体的な操作）	内部標準	内部標準物質名
77	その他	自動分析装置で生化学的反応（酵素法）により生成するインドフェノールの吸光度変化を定量測定	有	0と300 μ g/mlアセトアミノフェン標準液
78				
79	その他	TDXアナライザーによる蛍光偏光免疫測定法により定量	有	アセトアミノフェン
80				
81	その他	競合法を利用したFPIAにより、検体中のアセトアミノフェン量を測定した	有	アセトアミノフェン（トレーサー）
201				
202	GC	標準品との面積比による	無	
203	GC/MS	m/z109のイオンをモニタリングし、内部標準物質（テオフィリン m/z180）との面積比より定量した。	有	テオフィリン
204	HPLC	UV検出器で250nmにて内部標準物質との面積比より定量	有	o-アセトアミドフェノール
205	GC/MS	m/z 50-500をスキャンし、TICにおける内部標準物質との面積比より定量	有	テオフィリン

血清中アセトアミノフェンの定量値



(資料 2-3)

参加者からのコメント

整理番号 コメント

- 5 当院は HPLC 等の分析をやめ、15 項目の定性試験を中心に分析を行うようになりました。維持費並びに経費やマンパワー等の問題で上司が決定しました。HPLC 分析をなんとか進めていきかけたのですが、残念でなりません。HPLC を配備した施設へもっと行政が指導すべきと思います。
- 8 症例 1 と 2 は、HPLC でうまく検出できず、1 はトライエージで、バルビツール酸類 (+) でしたが HPLC では出ませんでした。小さなピークでテオフィリンが出たので自動分析器で定量しました。2 は有機りんキットで (+) でしたが、何かは分かりませんでした。
- 14 正直なところ、症例 3 つを一人で、それも通常業務をやりながら行うのはキツイです。今回も生化学検査や細菌検査の合間や当直の時に、少しずつ行ったので、定量結果（特に農薬）に、全く自信がもてません。
- 16 現在、院内で測定可能の方法は検出キットを用いた定性検査のみですので定量検査は行っていません。
- 21 症例 2 の定性・定量結果につきましては、標準品が手に入り次第、期日は過ぎますが報告をさせていただきます。
- 23 当院では十分な設備がありませんので臨床症状や救急隊の現場報告より、治療に必要な検査までしか行っていませんので、劣る部分が多々あると思いますがよろしく願います。
- 29 このような精度管理を毎年企画して下さりありがとうございます。自分の分析技術の評価を知ることも重要であると思いますので、今後も可能な限り参加させていただきます。
- 30 我々の施設で現在懸案となっているのは、標品の希釈溶媒と保存条件についてです。以前メタノールに希釈し、冷蔵庫に保存してあった薬品で、その日に溶解し希釈した標品と面積が大きく違った経験があります。それ以降できるだけ用事調整を心がけていますが、無駄が多く、また手間もかかり、賢い方法とはいえません。できましたら、15 品目の薬品と有機リン系農薬の溶媒と保存方法についてアドバイスをいただけたらと思います。
- 31 当センターの器械は HPLC と放射線分析器です。いずれも設置からほとんど使用されず（原因物質は実際の臨床ではほとんどが推定可能で、手間や検査時間を考慮すると実用性がない機器です。必須のときは（年に 1 回くらい）、〇〇衛生研究所でよくトレーニングされた技術者が速やかに同定、定量してくれます）、稼動してみたところ故障しています。修理費用の工面、検査担当者の設置（検

査に数時間以上かかります) について全く目途が立っていません。このような状況で今回の貴殿の研究に協力することは出来そうにありません。

- 33 当検査科では、本調査時のみ HPLC 等を稼働させて検査しているのが実情です。一年に一度の検査なので、抽出・機器操作は困難を極めました。分析用の標準品も多くは持たず、調査の都度少しずつそろえている状態です。学会提言 15 項目とありますが、薬物、農薬等を同定しようとする多くの標準品が必要となりますので、最低限備えておくべき標準品を具体的に教えていただけたらありがたいです。
- 39 今回は期日までに測定できませんでした。当院の現状としては、後追いでトライエージを行うくらいで他の分析はほとんど行っていません。中毒に関しては薬毒物に関する情報提供が主業務となっています。
- 42 毎回、有意義な調査に参加させていただき有難うございます。今回の症例 1 と 2 は濃度が低かったようで、予備試験では反応するのですが HPLC では検出できず、ラインの洗浄とか固相抽出など、ない知恵を絞りながら孤軍奮闘しました。
- 43 当院では、尿中乱用薬物検査キット (Triage)、有機りん系農薬検査キット、アセトアミノフェン検出キットしか準備しておらず、中毒物質定量のシステムがないため、定性キットのみの検査となりました。ただ実際にそれらを検査する機会がほとんどなく、試薬も期限が切れてしまい、購入もなかなか難しい状況です。救急指定病院において、どの程度のレベルで対応すべきなのか教えて下さい。
- 45 今回初めて参加しました。提出までの期間が充分あったので、とてもやりやすかったです。
- 46 当院には、試料からの薬毒物の抽出・濃縮に必要なエポレータなどの機器が整備されていないため、分析能力に限界があります。今回の調査において、定性結果のみで参加させていただきました。各試料に対する予試験は、トライエージ・ニトロベンジルピリジン法・インドフェノール法を利用し、HPLC での同定を試みました。しかし、薬毒物を同定できなかった試料があったため、予試験の結果から推測した薬毒物を記入する調査結果欄があってもよいかと思いました。当院の薬毒物中毒患者さまのほとんどは、三環系抗うつ薬によるもので、服毒薬物が明らかなため、分析依頼がありません。当院に HPLC が導入されて正式な分析依頼は 1 件のみであり、同定された原因物質は、フェノバルビタールがあった。
- 49 トライエージでの定性試験しかできませんでした。

- 53 症例1（尿）に関しては標品が無く、ネンブタール（ペントバルビツレートナトリウム）を仮標品としました。濃度は記載の1mL=50mgを基にしておりません。（ナトリウムは、はずしています。）又、分析途上で突然に、スタートからRT3分までに、巨大なピークが出現しました。尿は検体を含む全てです。以前は無かったのに原因不明です。バルビツレートと完全にピークが重なり困っています。
- 56 症例1では、先にブロムワレリル尿素を疑い検査を進めたが、結果が陰性であったためTriageを施行するにあたった。その理由は、ビンに入っている市販薬が、ブロムワレリル尿素（ウット）ではないかと考えたためである。これはバルビタール系睡眠薬が医師の処方薬であること、また処方されたとしても病院薬剤部でビンの使用は考えにくいことなどからである。よって、ビンに入ったバルビタール系睡眠薬は市販されておらず、その空き瓶が家にあることは矛盾する。我々にとって患者情報は起因物質絞り込みの第一歩であるため、トライアルであるとしても提供して下さる患者情報にも考慮していただければと思う。また、結果の記入欄について質量分析装置などの精密機器がないところも参加していることを考慮していただければと思う。
- 59 質問…事例3(血清)を5-スルホサリチル酸で除蛋白後、酢酸アンモニウムでpH調製をし、Triageでスクリーニングをしたところ、THCが弱陽性となりました。しかし、HPLC分析ではアセトアミンフェンしか検出されませんでしたので、偽陽性だと思うのですが、同様の結果を報告された施設はありましたでしょうか？
- 64 年に一度の精度管理で、自己レベルの指標にしています。今後とも宜しくお願いします。
- 65 大変な時間と動力の要る仕事を、それも毎年実施していただきまして誠に有難うございます。我々にとりましては、トライアルに参加させて頂き、反省すべき点が明らかになることが大変有難いと思います。努力を怠らず、精進してまいりたいと思っています。
- 69 今回の毒劇物検査にあたり、当院他の〇〇市立病院での検査対応の問い合わせに時間がかかりました。現在院内で毒劇物の分析は一切しておらず、全て委託しており、院薬物中毒救急患者については、〇〇市内にある私立系の救急病院や、外注検査に頼っているのが現状でした。治療時に参考にする薬物血中濃度測定として、バルビタールとテオフィリンの2剤のみは院内で対応していました。しかし、他の薬剤の血中濃度や、今回のすべての薬剤の尿中濃度に至っては一切対応できないことが判明しました。

そこで、今回は、院内にあった Sysmetrix 社のトライエージ DOA の薬毒物緊急スクリーニングキットを用いて、わずかに定性検査をするにとどまりました。事前に充分確認せず、分析検査の参加の申し込みをしてしまい、今回の研究に充分な協力ができませんでしたことを深くお詫びします。

- 71 ペントバルビタールの標品が手に入りませんでした。定性のみの報告です。
- 75 症例 3 の予試験をアセトアミノフェン検出キットで行いましたが、反応液の発色程度が非常に淡かったので、アセトアミノフェンの濃度は検出限界付近と想定しました。しかし、HPLC での定量結果が、もっと高濃度であったため、定量検査の誤操作を疑いましたが、使用したキットが平成 15 年製造のものであることがわかり、試薬が劣化していたものと思われました。(メーカーから使用期限はないと聞いておりました。) キットには使用期限は記載されていませんが、アンモニアやクレゾールなどの揮発性物質を含むキットであるため、製造日を確認して使用しなければならないと今回の経験で思いました。一昨年の本トライアルで、アセトアミノフェンが含まれていない検体でも、淡いブルーに呈色したため、昨年より陰性対照も使うことにしましたが、陽性対照もキット添付のものより低い濃度のもも作製して、感度のチェックをした方が良いかもしれないと思いました。当院の分析器にはライブラリが搭載されていないため、簡易検査は重要であり、今回の経験を今後に活かしていきたいと思えます。
- 79 症例 1、2 については、当検査室で測定可能な薬物は含まれておりませんでしたので、記入をしております。
- 81 今回は、症例 1、2 とキットとトライエージだけでの試験しか行えなかったのが残念であった。これからは、色々な薬毒物の定量、定性試験を行えるように準備していきたいと考えています。
- 202 日頃取り扱うことのない成分や試料を利用した分析で、大変勉強になります。その後いただく報告書による他機関の分析法や分析例等も役立ちました。成分定量に慣れていないので、今後の課題にしたいと思います。
- 205 若手の試験代わりに分析させました。従って実際の分析担当者氏名は報告書の氏名と異なりますが、敢えて伏せておきます。結果のクロマトを見る限りでは問題がある結果ですが、そのまま報告いたします。後日、残っている試料で小生も確認を行うつもりであります。

(資料 2-4)

薬毒物分析例 1

福家千昭

琉球大学大学院医学研究科法医科学分野

精度管理（2005）分析結果報告書

<毒劇物分析結果と解説>

送られてきた試料（症例1・尿，症例2・尿，症例3・血清）について，薬毒物の検索，定性分析を行った後，検出された化合物について定量分析を行った。

薬毒物検索，定性分析は以下の方法・条件にて行った。

1. ヘッドスペースガスクマトグラフ法（HS-GC）：揮発性有機溶媒の検索

・処理操作

試料 0.5 ml を 10 ml バイアルに入れ，密栓したものを 60℃で 15 分間加温する。注射筒でバイアル中の気相 1 ml を採取し分析装置に注入する。

・HS-GC の分析条件

装置：Shimadzu GC-7A

検出器：水素炎イオン化検出器（FID）

カラム：25 % PEG-100（Mesh 60-80），ガラスカラム 1 m x 2.5 mm

温度：カラム 70 °C

注入部・検出器 110°C

キャリアガス：ヘリウム 50 ml/min

【注解】

HS-GC は，揮発性の高い有機溶媒の分析に適しており，メタノールの他にエタノールやシンナー成分の酢酸エチルやトルエンなども同時に分析できる。

2. 乱用薬物スクリーニング検査キット（シスメックス，Triage）：ベンゾジアゼピン系薬物，三・四環系抗うつ薬，バルビタール系薬物，メタンフェタミンの検索

・処理操作

使用説明書に従い操作する。

3. パラコート- ジチオナイト反応：パラコートとジクワットの検索

・処理操作

試料 100 μ l に 2 N 水酸化ナトリウム溶液 100 μ l を加え，ヒドロサルファイトナトリウムをミクロスパーテル軽く 1 杯加え攪拌する。検体の発色を確認する。

【注解】

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。ヒドロサルファイト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。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。

4. 窒素リン検出器付ガスクロマトグラフ法 (GC-NPD) : ベンゾジアゼピン系薬物, 三・四環系抗うつ薬, 有機リン剤, バルビタール系薬物, アセトアミノフェン, テオフィリン, カーバメート剤, 青酸化合物の検索

・処理操作

試料 100 μ l に塩化ナトリウム 0.1 g と酢酸エチル 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 を分析装置に注入。

・GC-NPD の分析条件

装置 : Shimadzu GC-7A

検出器 : フレームサーミオニック検出器

カラム : DB-1, 30 m x 0.53 mm, 膜厚 1.5 μ m

温度 : カラム 100 $^{\circ}$ C- (10 $^{\circ}$ C/min)- 320 $^{\circ}$ C

注入部・検出器 320 $^{\circ}$ C

キャリアガス : ヘリウム 40 ml/min

【注解】

今回使用した窒素リン検出器は、島津製でフレームサーミオニック検出器 (FTD) と呼ばれ、窒素もしくはリンを含む化合物に対して選択的に高感度を示すので、医薬品や農薬などの高感度検出が可能である。また、オープン温度を室温にすることにより溶媒のピークの前に青酸のピークが認められるので青酸の定性にも便利である。

5. ガスクロマトグラフ質量分析法 (GC-MS) : ベンゾジアゼピン系薬物, 三・四環系抗うつ薬, サリチル酸, 有機リン剤, バルビタール系薬物, ブロムワレリル尿素, アセトアミノフェン, テオフィリン, カーバメート剤の検索

・処理操作

試料 100 μ l に塩化ナトリウム 0.1 g と酢酸エチル 100 μ l を加え、ボルテックスミキサにて30秒間攪拌後、遠心分離 (12000-g, 5分) した上清 1 μ l を分析装置に注入。

・GC-MS の分析条件

装置 : HP6890 series

検出器 : 質量分析計

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

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

注入部・検出器 300 $^{\circ}$ C