

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：誘導體化
  - 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

(資料 3-2)

## 調査結果・集計表

表の見方

下記のような1枚のシートを12分割しています。

各表 (I、II、III、IV)

-1	-5	-9
-2	-6	-10
-3	-7	-11
-4	-8	-12

-1 : 縦 (番号 1~24)

横 (薬物名、定量値、予試験、予試験の具体的な方法、操作)

-2 : 縦 (番号 25~39)

-3 : 縦 (番号 40~66)

-4 : 縦 (番号 67~79)

-5 : 横 (前処理法、前処理の具体的な方法、定性法、定性法の具体的な操作)

-9 : 横 (定量法、定量法の具体的な操作、内部標準、内部標準物質名)

表 I - 1 症例1血清の分析結果

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)
1	イミプラミン			
2	なし			
3	なし			
4	イミプラミン	4.8		予試験は行わなかった。(尿試料のみ予試験を行った。→Triage)
	デシプラミン	1.9		
5	記載なし			
6	イミプラミン		呈色反応	アセトアミノフェン定性キット
7	記載なし			
8	記載なし			
9	イミプラミン		免疫的検査法	Triage
	デシプラミン			
10	イミプラミン		免疫的検査法	トライエージ
11	三環系抗うつ薬		免疫的検査法	トライエージ8、有機リン検出キット、アセトアミノフェン検出キット、パラコート検出キット
12	アセトアミノフェン		呈色反応	インドフェノール法 関東化学アセトアミノフェン検出キット
13	記載なし			
14	記載なし			
15	検出できず		呈色反応	アセトアミノフェン検出キット
16	イミプラミン			
	デシプラミン			
17	三環系抗うつ剤		免疫的検査法	Triage DOA
18	記載なし			
19	イミプラミン	4.7	その他	GC/MSにて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。
20	イミプラミン		免疫的検査法	トライエージDOAにてTCA陽性を確認
21	Imipramine	20		
22	記載なし			
23	デシプラミン	6.9	免疫的検査法	トライエージ
24	イミプラミン	8.189	免疫的検査法	トライエージ
	デシプラミン	1.93		
	イブプロフェン	2.26	その他	なし

表 I - 2 症例1血清の分析結果

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)
25	イミプラミン	5.5	免疫的検査法	FPIA法によりTCA(+)
	代謝物(デシプラミン)	1.6		特になし
26	Imipramine	4.3	自動分析装置	REMEDi-HSによるスクリーニング
	Desipramine			
	Caffeine			
27	Imipramine			
	Desipramine			
28	記載なし			
29	記載なし			
30	結果未返送			
31	イミプラミン			Triage、アセトアミノフェン検出キット
32	イミプラミン デシプラミン (イミプラミン代謝物)			
33	結果未返送			
34	なし		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
35	検出できませんでした			血清を、スルホサリチル酸で除たんぱくし、遠心上清を、トライエージDOAによる免疫学的検出法を試みたが、コントロールも他の部分にも反応線が現れませんでした。
36	なし			
37	デシプラミン		呈色反応	有機リン系農薬検出キットとアセトアミノフェン検出キットによる呈色反応
38	Imipramine	39.2	自動分析装置	自動分析装置Dimensionにてフェノバルビタール、フェニトイン、テオフィリン、カルバマゼピン、アセトアミノフェンを定量し検出感度以下で有ることを確認、また症例1の尿にてトラージェ実施、TCA陽性を確認
	Desipramin	16.9		
39	イミプラミン	6	免疫的検査法	パラコート分析(ハイドロサルファイト反応)、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を使用して検査したところ、Triageのみ三環系抗うつ剤(TCA)を陽性に検出した。

表 I - 3 症例1血清の分析結果

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)
40	イミプラミン	10.6	呈色反応	トライエージDOA
41	検出できませんでした		呈色反応	アセトアミノフェン検出キット(関東化学)説明書通り
42	特定不可		免疫的検査法	尿検体使用、トライエージ(DOA)でTCA(+)
43	アミトリプチン		その他	HPLCフォトダイオードアレイによる吸収波長ライブラリー検索
44	イミプラミン			
45	三環系抗うつ剤		免疫的検査法	トライエージDOAにてTCAが陽性であることを確認した。
46	三環系抗うつ剤		免疫的検査法	トライエージ
47	Imipramine	5.5	呈色反応	アセトアミノフェン検出キットを使用した が陰性であった。
	Desipramine			
48	なし		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
49	三環系抗うつ剤(TCA)		免疫的検査法	トライエージ
50	三環系抗うつ剤 (クロカプラミン?)		免疫的検査法	トライエージDOAによる免疫的検査法
	フェニトイン	0.45	その他	HPLCにより、フェニトインに似たスペクトルを確認
51	結果未返送			
52	検出できず		自動分析装置	テオフィリン・カルマゼパムが検出限界以下
53	なし			
54	記載なし			
55	三環系抗うつ剤		免疫的検査法	Triage、塩化第二鉄反応、RXLによる抗不整脈薬、テオフィリンの測定
56	結果未返送			
57	結果未返送			
58	なし			
59	TCA			
60	イミプラミン		呈色反応	アセトアミノフェン検出キット(-)
61	Imipramine	4.2		
	Desipramine	1.9		
62	記載なし			
63	なし			アセトアミノフェン検出キット:陰性、 80FRneolにてフェノバルビタール・フェニトイン・カルバマゼピン・バルプロ酸・テオフィリンを測定:陰性
64	—		自動分析装置	日立7170による薬物測定
65	記載なし			
66	三環系抗うつ剤		免疫的検査法	トライエージによる免疫的検査法

表 I-4 症例1血清の分析結果

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)
67	イミプラミン	14.9	その他	
	デシプラミン	6		
68	イミプラミン		呈色反応	塩化第二鉄反応, FPN反応
69	Amoxapine		免疫的検査法	トライエージによる、免疫反応及びアセトアミノフェン検出キットによる反応をみる。
70	イミプラミン			
71	なし		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 アキュメータ・テオフィリンによる免疫的検査法
72	イミプラミン	4.4		
	デシプラミン	2		
73			免疫的検査法	Dimensionで測定 DGNA・PHNO・PTN・THEO・CRBM・ GENT・TOBR・VANC・VALP・LI・ALC・ TOBR・ACTM・
74	記載なし			
75	記載なし			
76	Imipramine			
	Desipramine			
77	三環系抗うつ剤		免疫的検査法	送付して頂いたTriageでTCAとポジティブコントロールの位置にのみピンク色の明瞭なバンドを検出
78	イミプラミン	4.8	免疫的検査法	トライエージ
	デシプラミン	2		
79	Imipramine	4.1		尿のみ行った。

表 I - 5 症例1血清の分析結果

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	沈殿法による除蛋白	試料200ulに冷アセトニトリル400ulを加え12000rpmで3分間遠心分離	HPLC	波長205~350nmで吸収スペクトル測定、島津CLASS-VPのライブラリ検索により同定
2				
3				
4	固相抽出	試料0.5ml + IS10 $\mu$ l + リン酸10 $\mu$ l → NEXUSへアプライ → 水3mlで洗浄 → メタノール2mlで溶出 → 乾固(窒素気流下40°C) → 残渣を移動相0.5mlに溶解 → HPLC	HPLC	UV254nmでモニタリングし、標準品との保持時間で同定
5				
6	沈殿法による除蛋白	アセトニトリル	HPLC	フォトダイオードアレイでUV吸収と検出時間を標品と比較
7				
8				
9	沈殿法による除蛋白	検体200 $\mu$ lにアセトニトリル400 $\mu$ l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検索より推定した。
10	沈殿法による除蛋白	試料1mlにアセトニトリル2mlを加えて攪拌した後、4000回転40分遠心する。	HPLC	200~350nmの紫外部吸収を測定し、UVスペクトラム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測定
11	沈殿法による除蛋白	検体5mlにアセトニトリル1mlを加え、遠心分離後、上澄み1mlを抽出し、検体とした。	HPLC	
12	沈殿法による除蛋白	関東化学アセトアミノフェン検出キット 試料0.05mlに試薬Aを10滴加えて激しく攪拌する。		
13				
14				
15				
16	その他	試料1mlに内部標準物質0.2mlを加え、攪拌後、遠心する。	HPLC	REMEDi Hsによる
17				
18			HPLC	当院使用のパラメーターには確定薬物が検出されませんでした。
19	固相抽出	OASIS HLBIによる固相抽出	GC/MS	GC/MSにてm/z50-550をスキャンし、NISTのライブラリ検索より同定した。
20	固相抽出	フィルター膜(OASIS)を使用	HPLC	内部データと照合
21	液液抽出	血清を酢酸エチルにて液・液抽出	GC/MS	GC/MSにて通常使用しているメソッドを利用して分析
22				
23	固相抽出	Oasis HLBIによる固相抽出	HPLC	205~350nmの紫外部吸収を測定し、UVスペクトラムのパターンを附属のライブラリと比較し、同定
24	液液抽出	サンプル500 $\mu$ L、水500 $\mu$ L、I.S.50 $\mu$ L(10 $\mu$ g/mL)を混ぜてExtrelutNT1に入れ20分後酢酸エチル4mLで抽出、酢酸エチルを窒素気流下50°Cで蒸発されHPLCは流動層100 $\mu$ Lに、GC/MSが酢酸エチル100 $\mu$ Lに溶解させた。	GC/MS	島津GCMS-QP5050、カラムSGE BPX35(内径0.53mm、膜厚1.0 $\mu$ m、長さ30m)を使用し、PTVインジェクターによりサンプルを10 $\mu$ L打ち込みTIC測定を行った。
	液液抽出			



表 I - 6 症例1血清の分析結果

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)
25	液液抽出	Sample 100 $\mu$ Lに5mM-NaOH 100 $\mu$ L、内標10 $\mu$ Lを加え2mLのヘキサンで抽出。有機層を窒素気流下で蒸発乾固し、残さをHPLC移動相100 $\mu$ Lで溶解。20 $\mu$ LをHPLCに注入	HPLC	薬毒物分析用HPLCより保持時間およびスペクトルが一致。TOXI-LABIにて(+)
	沈殿法による除蛋白	Sample 200 $\mu$ Lにアセトニトリル400 $\mu$ Lを加え攪拌後、遠心分離し、上清30 $\mu$ LをHPLCに注入	HPLC	薬毒物分析用HPLCより保持時間およびスペクトルが一致。またTOXI-LABIにてイミプラミン代謝物(デシプラミン)と考えられた。
26	固相抽出	BondElut Certifyによる固相抽出	GC/MS	m/z40-400をスキャンし、NISTのライブラリー検索と標準品のマススペクトル・保持時間と比較し同定した。
				m/z40-400をスキャンし、NISTのライブラリー検索より同定した。
27	沈殿法による除蛋白	アセトニトリルによる除タンパク	HPLC	205~350nmの紫外部吸収を測定し、UV Spectrumのパターンをライブラリーと比較し同定
28				
29				
30				
31		試料200 $\mu$ Lにアセトニトリル400 $\mu$ Lを添加。12000rpm5分間遠心後、上清250 $\mu$ Lを測定		上記処理方法により前処理をした検体をそれぞれ、HPLC、GCMSへ。
32			自動分析装置	REMEDi-Hs
33				
34				
35				分析手段を持っていませんので予試験のみの報告です。
36				
37	除蛋白	血清400ulに冷アセトニトリル800ulを加え、攪拌後、12,000rpmで遠心分離し、上清にて分析	HPLC	奥田メソッドより、リテンションタイム・面積で求めた。
38	固相抽出	サンプルに25倍希釈リン酸を同量加え、OasisHLBにて定法に従って抽出後、減圧遠心濃縮を行い、使用した試料量にメスアップした。	HPLC/MS	Setiptiline, Nortriptyline, Mianserin, Desipramine, Amitriptyline, Imipramine, Trimipramine, Amoxapine, Clomipramin, Quetiapine混合液を逆相カラムにて分離し、各分子量にて標品のリテンションタイムを確認した。同条件でサンプルの分離を行いDesipramin、Imipramineを検出した。
39	沈殿法による除蛋白	検査試料血清400 $\mu$ Lに冷アセトニトリル800 $\mu$ Lをいれ激しく振とうして、12000rpmで遠心分離し、上清を0.45 $\mu$ m、0.22 $\mu$ mのメンブレンフィルターに交互通過させたのち、HPLC検体とする。	HPLC	「LC-10ADvp」(SHIMADZU)の薬物検索システム「VP-Drug.met」と添付のライブラリー検索で同定した。また別に薬剤部よりイミプラミン錠、クロカプラミン錠を入手し、定性用の標準品として使用し、同様にHPLCを行い、保持時間を比較したところ、イミプラミンと推定された。

表 I - 7 症例1血清の分析結果

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)
40	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と比較して同定
41	沈殿法による除蛋白	アセトアミノフェン検出キット(関東化学)説明書通り	その他	アセトアミノフェン検出キット(関東化学)説明書通り
42	沈殿法による除蛋白	検体と同量のアセトニトリルで除蛋白し、遠心後上澄をHPLCにて分析	HPLC	リテンションタイム(R・Time)15分60付近にビックなピークをみるが特定できず。
43	沈殿法による除蛋白	アセトニトリルによる除蛋白	HPLC	フォトダイオードアレイによる吸収波長ライブラリー検索
44	固相抽出	エキストルレートカラムによる固相抽出	HPLC	固相抽出後、島津製のHPLC薬毒分析システムにかけ、保持時間、UVスペクトルから判定
45				
46				
47	沈殿法による除蛋白	冷アセトニトリル1mlに検体0.5mlを攪拌しながら混和し、遠心分離した上清を検査に用いた。	HPLC	205~350nmの紫外外部吸収を測定し、スペクトルパターンと保持時間を付属のライブラリーと比較して同定
48				
49				
50	液液抽出	血清200 $\mu$ lにアセトニトリル200 $\mu$ lを加え、ミキシングし、12000rpmで遠心し除蛋白、液液抽出	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
	その他	前処理なし		
51				
52	固相抽出	OASIS HLBによる固相抽出	HPLC	固相抽出後220-400をスキャンし標品とのRT及びスペクトルで確認。微妙なズレ有り。手持ちの標品では一番近いかったのだ。
53				
54				
55				
56				
57				
58				
59				トライエージ(シスメックス)取り扱い説明書に従う。
60	沈殿法による除蛋白	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
61	固相抽出	OASIS HLBで固相抽出	GC/MS	m/z40~700でスキャン分析し、NISTライブラリおよび自家製ライブラリで同定した。
				m/z40~700でスキャン分析し、NISTライブラリで同定した。
62				
63				
64				
65				
66				

表 I - 8 症例1血清の分析結果

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)
67	固相抽出	OASIS HLBによる固相抽出	GC/MS	m/z 50-650をスキャンし、wileyのライブラリー検索より同定した。
68	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にて溶出。乾固後100%メタノールを加える。	HPLC	200~350nmの紫外部吸収を測定し、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
69	沈殿法による除蛋白	検体200 $\mu$ lに、冷アセトニトリル400 $\mu$ lを加え、12000rpmの5分遠心操作、上清を検体として使用する。	HPLC	機器の検索パラメーター(付属ライブラリー)より検索
70	沈殿法による除蛋白	アセトニトリルで除蛋白	HPLC	LC-10AVP SHIMADZUのライブラリーより
71				
72				
73				
74				
75				
76	液液抽出	弱アルカリ性下酢酸エチル抽出	GC/MS	ライブラリー検索による
77		10mlの試験管に血清0.5ml、水0.5ml、20%Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> を0.2ml入れ、ヘキサン3mlを加えてVortex-mixerで2分間抽出後、遠心分離し、ヘキサンそうを2.5ml分取し、水4ml加えて手で振とう後、ヘキサン2ml分取した。N <sub>2</sub> 気流下乾固し、ヘキサン0.5mlに溶解した。		m/z50-550をスキャンし、NISTのライブラリー検索より同定を試みたが、分析者の薬剤に関する知識が乏しく現在検討中です。
78	固相抽出	OASIS MCXによる固相抽出	HPLC	PDA検出器にてライブラリー検索により同定
79	液液抽出	蒸留水で希釈後アルカリ性とし、ヘキサン/イソアミルアルコール(98.5:1.5 v/v)で振盪抽出。遠心後ヘキサン層を分取し窒素ガスで乾固。残差をヘキサンで溶かした。	GC/MS	m/z50-450をスキャンし、NBS75Kのライブラリー検索より同定した。

表 I - 9 症例1血清の分析結果

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	UV254nmでモニタリングし、内部標準物質との面積比により定量	有	アミトリプチリン
5				
6				
7				
8				
9				
10				
11				
12				
13				
14				
15				
16			有	
17				
18				
19	GC/MS	GC/MSにてm/z280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した。	有	プロメタジン
20	HPLC	試料をイミプラミン10 $\mu$ gを加えたものと加えなかったものの2種類を作り、増えた量より試料に含まれるイミプラミンの量を計算しようとしたが、濃度をあげようと溶媒を飛ばし、結果一定量になっていないことに気付いた。	有	イミプラミン
21	GC/MS	トフラニール(イミプラミンを25mg)を砕いて水溶液を作成し希釈系列を作り検量線資料を作成、同時に添加回収試験も行う。	有	Promethazine
22				
23	その他	FPIA法によるTDX-FLXにて分析	無	
24	HPLC	流動相:15mM KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> :15mM H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> :アセトニトリル:ノニルアミン=500:200:300:0.6(pH3.0),流速:1.5ml/min、温度:40°C、測定:200nm	有	チオリダジン
		流動相:10mM pH7.5リン酸Na/バッファー:メタノール=40:60,流速:1ml/min、温度:40°C、測定:205nm	有	クロチアゼパム

表 I - 10 症例1血清の分析結果

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
25	HPLC	カラムにYMC-PakProC18を用い、移動相として5mM-KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> (500mL)、アセトニトリル(500mL)、トリエチルアミン(2mL)の混液をリン酸にてpH7.5に調整した溶液を0.8mL/minで送液。242nmにて検出。イミプラミン10 $\mu$ g/mL以下の検量線を作成。内標とのピーク高さ比から濃度を算出	有	アミトリプチリン
	その他	標準血清で20倍に希釈したSampleをTDxにて測定。TCA総濃度からイミプラミン濃度との差の値を代謝物(デシプラミン)濃度とした。	無	
26	その他	m/z234、280、85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	amoxapine
27				
28				
29				
30				
31		標準品を持ち合わせていないため、定量は行っていない。	無	
32				
33				
34				
35				
36				
37				
38	HPLC/MS	標品(1 $\mu$ g/ml, 10 $\mu$ g/ml)及び未知試料を以下の条件で分析し、SIMのピーク面積を比較して定量した。 Waters XTerraMS C18 3.5 $\mu$ m, 2.1 $\times$ 150mmColumn, 0.2ml/min at 50 $^{\circ}$ C A液:10mMギ酸アンモニウム(20%アセトニトリル)、B液:100%アセトニトリル 20%B, 0min>30%B, 8min>100%B, 10min>100%B, 12min>20%B, 12.2min>20%B, 15min APCI Positive SIM	無	
39	HPLC	「LC-10ADvp」(SHIMADZU)の薬物検索システム「VP-Drug.met」でイミプラミン塩酸塩(和光純薬生化学用)を標準品として使用し、ピーク面積値の比較により算出した。	無	

表 I - 11 症例1血清の分析結果

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
40	HPLC	トフラニール錠剤を標準品としてHPLCの面積で検量線を作成	無	
41				
42				
43			無	
44		未定量		
45				
46				
47	HPLC	254nmでモニタリングし、イミプラミン製剤トフラニール10mg錠を標準物質と仮定し、作製した検量線を用いて面積比から算出	無	
48				
49				
50	その他	アキシムにて、フェニトインの定量値を確認	有	アキシムフェニトイン キャリブレーター
51				
52	HPLC	固相抽出後260でモニタリング。スパイクした標準品の検量線から定量	無	
53				
54				
55				
56				
57				
58				
59				
60		実施せず		
61	HPLC	HPLCで標準物質により検量線を作製し定量した。	無	
62				
63				
64				
65				
66				

表 I - 12 症例1血清の分析結果

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
67	HPLC	外部標準物質との面積比より定量	無	
68		標準品がないため、定量できない。		
69			無	
70				
71				
72		尿試料で三環系抗うつ剤陽性であったため同薬剤に分類されるカルバマゼピンを自動分析装置で定量測定(FPIA法)を行ったが検出できなかった。三菱化学ビーシーエルにて外注検査実施、イミプラミン4.4 $\mu$ g/ml、デシプラミン2.0 $\mu$ g/mlとの報告でした。		
73				
74				
75				
76		標品がなかったために実施せず		
77		精神神経系薬剤の標準を持ち合わせていないので定量は考えておりませんでした。定性法のトライと考えています。		
78	HPLC	250nmで内部標準物質との面積比より定量	有	ノルトリプチリン
79	GC/MS	m/z234のイオンをモニタリングし、内部標準物質(promethazine m/z72)との面積比より定量した。	有	Promethazine

表Ⅱ-1 症例1尿の分析結果

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)
1	なし			
2	TCA(三環系抗うつ剤)		免疫的検査法	Triageを使用
3	3環系抗うつ薬		免疫的検査法	Triageによる免疫的検査法
4	イミプラミン	9.7	免疫的検査法	Triage
	デシプラミン	7.9		
5	TCA三環系抗うつ剤		免疫的検査法	尿用乱用薬物検査キット(Triage)(シスメックス製)
6	記載なし		免疫的検査法	トライエージ
7	TCA		免疫的検査法	尿トライエージ
8	三環系抗うつ薬		その他	尿中乱用薬物検査キットを使用したスクリーニング法
9	イミプラミン		免疫的検査法	Triage
	デシプラミン			
10	イミプラミン		免疫的検査法	トライエージ
11	三環系抗うつ薬		免疫的検査法	トライエージ8、有機リン検出キット、アセトアミノフェン検出キット、パラコート検出キット
12	TCA		免疫的検査法	トライエージ
13	三環系抗うつ剤		免疫的検査法	尿中乱用薬物検出キット(Triage)
14	三環系抗うつ剤			
15	TCA(三環系抗うつ剤)		呈色反応、 免疫検査法	トライエージ、アセトアミノフェン検出キット、有機リン系農薬検出キット、パラコート定性
16	イミプラミン		免疫的検査法	トライエージDOAによる
	デシプラミン			
17	三環系抗うつ剤		免疫的検査法	Triage DOA
18	三環系抗うつ剤			Triageを実施し、三環系抗うつ剤の陽性反応
19	イミプラミン	8.7	免疫的検査法	トライエージ
20	イミプラミン	2.85	免疫的検査法	トライエージにてTCA陽性を確認
21	Imipramine	35	呈色反応	Triage、アセトアミノフェン定性キットを用い定性、プロムフレリル尿素中毒も考え、念のため有機リン定性も行う。
	Desipramine	7.5		
22	三環系抗うつ薬		その他	トライエージによる測定
23	デシプラミン		免疫的検査法	トライエージ



表Ⅱ-2 症例1尿の分析結果

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)
24	イミプラミン	15.767	免疫的検査法	トライエージ
	デシプラミン	6.478		
25	イミプラミン	10	免疫的検査法	トライエージ(+)
	代謝物(デシプラミン)	7		
26	Imipramine	8.3	自動分析装置	Triageによる免疫的検査法とREMED-i-HSによるスクリーニング
	Desipramine			
27	Naphazoline		免疫的検査法	TriageDOA
	Imipramine			
28	三環系抗うつ薬		免疫的検査法	トライエージを使用 サリチル酸(塩化第二鉄反応)とアセトアミノフェンは(-)
29	イミプラミン	30.2	免疫的検査法	トライエージでTCA陽性
30	結果未返送			
31	イミプラミン			TriageにてTCA陽性、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
	デシプラミン			
32	イミプラミン		免疫的検査法	尿中乱用薬物検出キット(Triage)による免疫的検査法
	デシプラミン (イミプラミン代謝物)			
33	結果未返送			
34	三環系抗うつ薬		呈色反応	トライエージによる呈色反応
35	三環系抗うつ薬類		免疫的検査法	トライエージDOAによる免疫学的検出法によった。
36	三環系抗うつ剤			
37	デシプラミン		呈色反応	有機リン系農薬検出キットとアセトアミノフェン検出キットによる呈色反応、トライエージにて三環系抗うつ剤に陽性反応
38	Imipramine	70.6		トライエージを実施、TCA陽性を確認
	Desipramine	60.9	その他	

表Ⅱ-3 症例1尿の分析結果

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)
39	イミプラミン	6.5	免疫的検査法	パラコート分析(ヒドロサルファイト反応)、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を使用して検査したところ、Triageのみ三環系抗うつ剤(TCA)を陽性に検出した。
40	イミプラミン	15.7	呈色反応	トライエージDOA
41	TCA		免疫的検査法	尿中乱用薬物検査キット(triage)説明書通り
42	特定不可		免疫的検査法	トライエージDOAIにてTCA(+)
43	イミプラミン??		免疫的検査法	トライエージDOA
44	イミプラミン		呈色反応	トライエージで三環系抗うつ薬が陽性となった。
45	三環系抗うつ剤		免疫的検査法	トライエージDOAIにてTCAが陽性であることを確認した。
46	三環系抗うつ剤		免疫的検査法	トライエージ
	ヒ素	5	呈色反応	パックテスト
47	Imipramine	19.7	免疫的検査法	トライエージDOAIにてTCAを検出
	Desipramine		呈色反応	
48	三環系抗うつ剤	1 $\mu\text{g/ml}$ 以上	免疫的検査法	トライエージDOAキットによる免疫学的反応
49	三環系抗うつ剤(TCA)		免疫的検査法	トライエージ
50	三環系抗うつ剤(クロカプラミン?)		免疫的検査法	トライエージDOAIによる免疫的検査法
51	結果未返送			
52	検出できず		免疫的検査法	TriageDOAでTCAが陽性
53	TCA		免疫的検査法	Triage
54	TCA			
55	三環系抗うつ剤		免疫的検査法	Triage、メルコクアントヒ素イオンテスト、尿中アセトアミノフェン定性キット、塩化第二鉄反応
	ヒ素			
56	結果未返送			
57	結果未返送			
58	三環系抗うつ剤 (Desipramine or/ & Imipramineを疑う)		免疫的検査法	Triage
59	TCA			
60	イミプラミン		免疫的検査法	トライエージDOA
61	Imipramine	12.8	免疫的検査法	トライエージDOA
	Desipramine	9.4		
62	三環系抗うつ剤		免疫的検査法	Triageによる反応

表Ⅱ-4 症例1尿の分析結果

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)
63	TCA(三環系抗うつ剤)		免疫的検査法	TriageDOAにて検出
64	三環系抗うつ剤	>1.0	免疫的検査法	トライエージDOA
65	三環系抗うつ薬(TCA)	1<		
66	三環系抗うつ剤		免疫的検査法	トライエージによる免疫的検査法
67	イミプラミン	18.2	免疫的検査法	トライエージDOA
	デシプラミン	13.5		
68	イミプラミン		呈色反応	塩化第二鉄反応, FPN反応, トライエージ
69	Clomipramine		免疫的検査法	トライエージによる、免疫反応及びアセトアミノフェン検出キットによる反応を見る。
70	三環系抗うつ薬		呈色反応	TriageIによる簡易定性法
71	三環系抗うつ剤		免疫的検査法	トライエージによる免疫的検査法 塩化第二鉄反応(呈色反応) 有機りん系農薬検出キット(呈色反応 プロムワレリル尿素を検査するため)
72	三環系抗うつ剤		免疫的検査法	TriageDOAでTCAに陽性バンド確認
73	三環系抗うつ剤	+	その他	トライエージ・パラコート(検知管)・有機りん系農薬検出キット
74	三環系抗うつ剤			Triage
75	三環系抗うつ剤		免疫的検査法	トライエージにて陽性反応
76	Imipramine		免疫的検査法	トライエージによる
	Desipramine			
77	イミプラミン		免疫的検査法	送付して頂いたTriageでTCAとポジティブコントロールの位置にのみピンク色の明瞭なバンドを検出
78	イミプラミン	8.7	免疫的検査法	トライエージ
	デシプラミン	7.5		
79	Imipramine	13.1	呈色反応	トライエージ及びアセトアミノフェン検出キット

表Ⅱ-5 症例1尿の分析結果

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	●定性:試料1.0ml + 0.1Mリン酸バッファ-3ml試料→Certifyへアプライ→0.1Mリン酸バッファ-, 1M酢酸で洗浄→ジクロロメタン4mlで溶出(1)→Certifyカラムをメタノール3mlで洗浄→ジクロロメタン/イソプロパノール/濃アンモニア(78/20/2)で溶出(2)→(1), (1)を窒素気流下40°Cで乾固→残渣を酢酸エチル50μlに溶解→GC/MS ●定量:0.5ml + IS10μl + リン酸10μl→NEXUSへアプライ→水3mlで洗浄→メタノール2mlで溶出→乾固(窒素気流下40°C)→残渣を移動相0.5mlに溶解→HPLC	GC/MS	m/z50~500をスキャンし, NISTのライブラリー, および標準品のmass fragmentation, RTにより同定
5			その他	バンドの有無を目視
6				
7				
8				
9	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推定した。
10	沈殿法による除蛋白	試料1mlにアセトニトリル2mlを加えて攪拌した後、4000回転40分遠心する。	HPLC	200~350nm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することによって測定
11	沈殿法による除蛋白	検体5mlにアセトニトリル1mlを加え、遠心分離後、上澄み1mlを抽出し、検体とした。	HPLC	
12				
13				
14				
15				
16	その他	試料1mlに内部標準物質0.2mlを加え、攪拌後、遠心する。	HPLC	REMEDi Hsによる
17				
18			HPLC	当院使用のパラメーターには確定薬物が検出されませんでした。
19	固相抽出	OASIS HLBによる固相抽出	GC/MS	GC/MSにてm/z50-550をスキャンし、NISTのライブラリー検索より同定した。
20	固相抽出	フィルター膜(OASIS)を使用	HPLC	内部データと照合
21	液液抽出	尿を酢酸エチルにて液・液抽出	GC/MS	Remediにてスクリーニング後、GC/MSにて通常使用しているメソッドを利用して分析
22				
23	固相抽出	Oasis HLBによる固相抽出	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し、同定