

表 I-5 症例1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	定性：Bond Elut Certifyによる固相抽出、定量：ExtrelutとBond Elut Certifyによる固相抽出	GC/MS	m/z50-500をスキャンし、NISTのライブラリー検索と標準品の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				
7	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、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。
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
	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 ヒットせず
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	液液抽出	酢酸エチルにて液液抽出	GC/MS	各ピークをマニュアル検索
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	酸性下ジクロロメタンで抽出	GC/MS	標準物質と比較、Rf値とフラグメントパターンの一致
20	沈殿法による除蛋白	Sample200 μ Lにアセトニトリル400 μ Lを加え攪拌後、遠心分離し、上清30 μ LをHPLCに注入	HPLC	Toxi-Labにてペントバルビタール(+)、205~350nmの紫外部吸収を測定し、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	固相抽出	Sep-pak C18カラムによる固相抽出	GC/MS	m/z50-500をスキャンし、NISTのライブラリー検索より同定
22				
23				トライエージにより同定
24	固相抽出	OASISHLBによる固相抽出	HPLC	内部標準物質との比較
	固相抽出	OASISHLBによる固相抽出	HPLC	内部標準物質との比較

表 I - 6 症例1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)
25				
26				
27				
28	除蛋白	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	奥田メソッドより、リテンションタイム・面積で求めた。
29	液液抽出	酢酸ナトリウム緩衝液(pH 6.0)を加え、酢酸エチル/エーテル(1:1, v/v)で抽出	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付属のライブラリーと比較することにより同定
30	固相抽出	OASIS-HLBにて抽出	HPLC/MS	抽出後、LC/MSにてm/z225 (Pentobarbital、Amobarbital)、m/z231 (Phenobarbital) をモニターし、ペントバルビタールのみを検出した。
31				
32				
33	沈殿法による除蛋白	検査試料400 μ Lに冷アセトニトリル800 μ Lをいれ激しく振とうして、12,000rpmで遠心分離し、上清を0.45 μ m0.22 μ m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。保持時間よりアモバルビタールまたはペントバルビタールと推定されるが、標準品がないため同定不能。
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パク	アセトニトリルによる除タンパク	HPLC	HPLCにてペンとバルビタール検出
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
	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			その他	金コロイド粒子を用いた競合的免疫学的測定法 (トライエージ DOA)
39				
40				
41				
42	固相抽出	OASIS-HLBによる固相抽出	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	OasisHLBによる固相抽出	GC/MS	m/z40-500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	沈殿法による除蛋白	試料200 μ Lに冷アセトニトリル(氷冷)400 μ Lを加えよく攪拌後、12,000rpm、10分間冷却(0 $^{\circ}$ C)で遠心分離しその上清を分析用サンプルに使用した。	HPLC	ライブラリー検索(205~350nmのスペクトルおよび保持時間)により同定を試みたがヒット(バルビツール酸系を含む)しなかった。
47				

表 I-7 症例1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)
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、上清を使用	HPLC	HPLCにて計測したが、薬物ライブラリー内のバルビタール系薬剤のスペクトルと一致しなかった。流速1/2で弱いバルビタールのスペクトルを0.996で確認
	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、上清を使用	HPLC	HPLCにて計測したが、薬物ライブラリー内のバルビタール系薬剤のスペクトルと一致しなかった。
49				
50	液液抽出			
	液液抽出			
51				
52				
53	液液抽出	検体100 μ LにIS5 μ L+DDW100 μ L+0.2M酢酸/酢酸ナトリウム20 μ L+酢酸エチル/エーテル(1:1)600 μ L。ボルツテクス後に遠心を行い、回収した上清を窒素ページし、移動相50 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215nm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	遠心沈澱	その他	Triage
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	
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		
	沈殿法による除蛋白	アセトニトリルによる除蛋白		
60				
61	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ーにて検索		
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	OASIS HLBによる固相抽出	GC/MS	自家製ライブラリーで同定した。
	固相抽出	固相抽出 (ASIS MCX) 後、BSTF-1%TMCSで誘導体化した。HPLCは、固相抽出 (OASIS HLB) した。	HPLC	PDAにより自家製ライブラリーで同定した。
66			その他	
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				
71	固相抽出	OASIS HLBによる固相抽出	GC/MS	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、ジーエ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				

表 I - 8 症例1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)
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				HPLC装置にライブラリが附属していないため、定性・定量はできません。
76			HPLC	アモバルビタール・ペントバルビタールのヒットがあったが確定できなかった。
77			HPLC	HPLCを実施しましたが薬物は特定できませんでした。
78				
79				
80			その他	金コロイド粒子免疫法
81				
201				
202	液液抽出	Na酢酸緩衝液で弱酸性下酢酸エチルで液液抽出	GC/MS	ライブラリー検索と標品による比較
203	液液抽出	試料0.2mLに蒸留水とリン酸バッファー (pH6.0) を加え、酢酸エチル：エーテル (1:1 v/v) で振盪抽出する。遠心分離後、有機溶媒層を採取し、40°Cで窒素気流下で濃縮する。	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。
	液液抽出	試料0.2mLに蒸留水とリン酸バッファー (pH6.0) を加え、酢酸エチル：エーテル (1:1 v/v) で振盪抽出する。遠心分離後、有機溶媒層を採取し、40°Cで窒素気流下で濃縮する。	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	尿にリン酸緩衝液 (pH6.8) を同量加え酢酸エチルで抽出	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。数種の移動相の条件で行った。
205	液液抽出	0.2Mリン酸緩衝液 (pH6) を加え、酢酸エチル/エーテル (1:1, v/v) で抽出	GC/MS	誘導体化後、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 I -9 症例1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	UV210nm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	フェノバルビタール
5				
6				
7				
8	その他	遠心分離した上清をディメンションRXLで測定		
9				
10			無	
11				
12				
13	GC/MS	尿に緩衝液 (pH6) を加え、酢酸エチルにて抽出後、m/z156のイオンをモニタリングし、内部標準法との面積比より定量した。	有	フェノバルビタール
14	GC/MS	アモバルビタール・フェノバルビタールを内部標準とし、各ピーク的面積比の計算で算出	有	アモバルビタール・フェノバルビタール
15				
16				
17	その他	FPIA法によるTDX-FLXにて測定	無	
18				
19	GC/MS	SIM m/z 156, 141による定量	有	メフェソバルビタール
20	HPLC	ペントバルビタール20 μg/mL以下の検量線を作成し、210nmにてピーク高さより測定	無	
21	GC/MS	m/z156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	Barbital
22				
23				
24				
	HPLC	内部標準物質との面積比により	無	

表 I -10 症例1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
25				
26				
27				
28				
29	HPLC	UV215nmでモニタリングし、内部標準物質との面積比で定量	有	バルビタール
30	HPLC/MS	抽出後、LC/MSにて、RTよりペントバルビタールであることが確認できたためペントバルビタールの標品との面積比で定量を行った。	無	
31				
32				
33				
34				
35	HPLC	ラボナを標準品としてHPLCの面積で検量線を作成	無	
36	不可	標準物質がないため	無	
37			無	
	その他	TDX	無	
38				
39				
40				
41				
42	HPLC	ネンブタール注射液を標準物質と仮定し、検体の抽出による回収率を100%と仮定して面積比より算出	無	
43				
44				
45	GC/MS	m/z156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	メホバルビタール
46		未実施		
47				

表 I -11 症例1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
48	その他	アボット社のAxSymにて定量	無	
	その他	アボット社のAxSymにて定量	無	
49				
50	GC/MS	メタノール抽出溶液を注入		
	GC/MS	メタノール抽出溶液を注入		
51				
52				
53	HPLC	移動相/20mMリン酸2水素カリウム (pH3.0) : アセトニトリル =70:30。流量1ml/1min。カラム温度40度。検出波長215nm で検出。ISとの面積比で定量した。	有	5- (4-メチルフェニル) -5-フェニルヒダントイン
54				
55				
56				
57				
58				
59	HPLC	薬毒物分析システム (Class-VP) によるHPLC分析・・・Drug Method	無	
	HPLC	薬毒物分析システム (Class-VP) によるHPLC分析・・・Drug Method	無	
60				
61				
62			無	
63				
64				
65	HPLC	205nmで測定。あらかじめ標準物質を使用して作製した検量線より定量した。	無	
	GC/MS	223m/z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			無	
71				
72				
73				

表 I-12 症例1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
74				
75				
76				
77				
78				
79				
80				
81				
201			無	
202	GC	標準品との面積比による		
203	GC/MS	m/z156のイオンをモニタリングし、内部標準物質（フェノバルビタールm/z204）との面積比より定量した。	有	フェノバルビタール
		実施せず。		
204	HPLC	UV検出器で220nmにて内部標準物質との面積比より定量	有	カルバマゼピン
205	GC/MS	誘導体化後、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	フェノバルビタール

表Ⅱ-1 症例2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)
1				
2	有機リン剤		呈色反応	有機りん系農薬検出キットを使用
3				
4	MEP	12.6	その他	予試験は行なわなかった。
5	有機りん系農薬		呈色反応	有機りん系農薬検出キット・尿ト ライエージ・パラコート定性試験
6	フェニトロチオン			
7	MEP		呈色反応	有機りん系農薬検査検出キットに よる呈色反応
8	有機りん系農薬		呈色反応	有機りん測定キット
9	有機りん		呈色反応	有機りん系農薬検出キットによる 定性試験
10	検出不可			尿中用薬物検出キット「トライ エージDOA」による測定及びパラ コート検査実施したが検出でき ず。
11	有機リン系農薬		呈色反応	有機リン系農薬検出キット (関東 化学)
12	有機リン系薬物		呈色反応	有機リン系農薬検出キットによる 呈色反応
13	MEP	9.5	呈色反応	ニトロベンジルピリジンをを用いた 定性反応試験
14	フェニトロチオン	20	呈色反応	有機リン定性キット陽性
15	フェニトロチオン	11.9	呈色反応	有機リン系農薬検出キットによる 呈色反応
16	有機リン剤		呈色反応	有機リン系農薬検出キットによる 呈色反応
17	MEP		呈色反応	有機リン系農薬検出キットを使用
18				
19	MEP	24	その他	GC/MS
20	MEP	22.4	呈色反応	有機リン検出反応キット (+)、 トリエージ (-)
21	カルバメート系農薬		酵素的検査法	Triage Remedi-HS 有機リンキッ ト 自動分析装置
22				
23	有機リン			

表Ⅱ-2 症例2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)
24	フェニトロチオン	25.3	呈色反応	有機リン検出キットによる呈色反応
25	有機りん		呈色反応	有機りん検出キット
	なし		自動分析装置	REMEDi-HS
26				
27	有機リン系農薬		呈色反応	有機リン系農薬検出キット (関東化学) による方法
28	p-Cresol		呈色反応	有機リン系農薬検出キットにより赤紫色
29	フェニトロチオン	14.3	呈色反応	有機リン系農薬検出キット
30	MEP	10.6		トライエージ、有機リン系農薬定性試験を実施
31				
32	有機りん系農薬		呈色反応	有機りん系農薬検出キットによる呈色反応
33	有機りん系農薬		呈色反応	有機りん系農薬キットを使用して検査したところ、有機りん系農薬を陽性に検出した。
34				
35	ピリダフェンチオン (有機リン系農薬)		呈色反応	有機リン系農薬検出キット
36	MEP	17.1	免疫的検査法	Triage 陰性
37	MEP	定量不能	呈色反応	有機リン定性キット
	テオフィリン	3.5	自動分析装置	TDX
38	有機リン系農薬			
39				
40	有機リン系殺虫剤		呈色反応	有機りん系農薬検出キット (関東化学)
41	有機リン			
42	MEP	6.9	呈色反応	有機リン検出キットによる呈色反応
43	有機りん系農薬	>10ppm	呈色反応	有機りん系農薬検出キットによる呈色反応
44	有機リン			有機リン系農薬検出キット
45	フェニトロチオン	12	呈色反応	有機リン系農薬検出キット
46	MEP (フェニトロチオン)		呈色反応	有機リン系農薬検出キット (ニトロベンジルピリジン法) による呈色反応
47	有機リン剤		呈色反応	有機リン系農薬農薬検出キットによる呈色反応
48	MEP(スミチオン)		免疫的検査法	トライエージを施行、反応無し
49	検出できず		免疫的検査法	トライエージ

表Ⅱ-3 症例2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)
50				
51	有機リン系農薬		呈色反応	ニトロベンジルピリジン法
52				
53	フェニトロチオン	12.12	呈色反応	有機リン定性反応キット (NBP反応)
54	有機リン剤			
55	なし			
56	有機リン系農薬		呈色反応	NBP法 (有機リン系農薬検出キット)
57	有機リン		呈色反応	有機リン検出キットによる呈色反応
58				
59	MEP	20.7	呈色反応	有機リン系農薬検出キットを使用した呈色反応
	テオフィリン	7.37		
60				
61	有機リン剤	同定できず	呈色反応	有機リン系農薬検出キットによる呈色反応で陽性
62	有機リン剤 (MEPを疑う)		呈色反応	有機リン系農薬検出キットによる呈色反応
63	有機リン系農薬		呈色反応	有機リン系農薬検出キット
64	MEP		呈色反応	有機リン系農薬検出反応陽性。蛍光X線検出なし。
65	フェニトロチオン (MEP)	12.37	呈色反応	有機リン検出キット
66	有機リン酸系農薬		呈色反応	有機リン酸系農薬検出キットによる呈色反応
67	有機リン系農薬		呈色反応	有機リン系農薬検出キットによる呈色反応
68	有機リン剤		呈色反応	有機リン系農薬検出キットによる呈色反応
69	検出できず		免疫的検査法	
70	青酸化合物		その他	トライエージと蛍光X線による定性、パラコート、ジクワットの呈色反応による定性、有機リン系キットによる定性
71	MEP	22.9		
72	MEP	31.24	呈色反応	ニトロベンジルピリジン法、ヒドロサルファイト反応
73				
74	MEP		免疫的検査法	トライエージ
75	有機りん系農薬		呈色反応	有機りん系農薬検出キット
76	検出できなかった			
77	有機リン系農薬		呈色反応	有機りん系農薬キットによる呈色反応

表Ⅱ-4 症例2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)
78				
79				
80	有機リン			
81	有機リン系薬剤		呈色反応	有機リン検出キットによる呈色反応
201	有機リン剤		呈色反応	有機リン系農薬キット (関東化学) による呈色反応で定性
202	フェニトロチオン		呈色反応	有機リン系農薬検査キット
203	フェニトロチオン	4.4	呈色反応	有機リン系農薬検出キット (関東化学株式会社)
	カフェイン		実施せず	液液抽出
204	フェニトロチオン	22.5	呈色反応	有機リン系農薬検査キットによる呈色反応
205	フェニトロチオン	16.4	呈色反応	ニトロベンジルピリジン法による呈色反応

表Ⅱ-5 症例2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	定性：酢酸エチルを用いた液液抽出、定量：absolut NEXUSによる固相抽出	GC/MS	m/z50-500をスキャンし、NISTのライブラリー検索と標準品の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（Oasis HLB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200 μ Lにアセトニトリル400 μ 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. Agri 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。
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				
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 ヒットせず
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	液液抽出	ヘキサンで中性にて液液抽出	GC/MS	各ピークをマニュアル検索
15	沈殿法による除蛋白	アセトニトリルによる除蛋白	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付属のライブラリーと比較することによって同定
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	酸性下ジクロロメタンによる抽出	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	Sample200 μ Lにアセトニトリル400 μ Lを加え攪拌後、遠心分離し、上清30 μ LをHPLCに注入	HPLC	有機リン検出反応キット(+)、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	固相抽出	Sep-Pak C18による固相抽出	GC/MS	抽出後、酢酸エチルに溶解、m/z50-500をスキャンしNISTのライブラリー検索を施行したが、標準品が無いため最終的な同定不能。現在カルバメート系農薬の標準品をメーカーにオーダー中。定性・定量可能になりましたら、結果報告させていただきます。
22				
23			その他	有機リン系農薬検出キットによる呈色反応

表Ⅱ-6 症例2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)
24	液液抽出	アセトニトリルによる液液抽出	HPLC	内部標準物質との比較
25			その他	
26				
27				
28	除蛋白	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	固相抽出	Extrelute NT1を使用	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付属のライブラリーと比較することにより同定
30	固相抽出	Waters、OASIS-HLBにて抽出	HPLC/MS	抽出後、LC/MSにてAPCI (-) m/z262 (MEP)、APCI (+)にてDiadion、DDVP、EPN、Malathionをモニターし、MEPのみを検出した。
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)の検出システム「VP Agri.met」と添付のライブラリー検索した。標準品がないため同定不能
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
36	沈殿法による除タンパク	アセトニトリルによる除タンパク	HPLC	HPLCにて MEP 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
	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			有機リン系農薬検出キット	NBPおよびTEPを用いた呈色反応
39				
40				
41				4-(4-ニトロベンジル)ピリジン-TEP法により同定した
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	Sep pak C18を用いた固相抽出	GC/MS	m/z40-500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	沈殿法による除蛋白	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。	HPLC	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、上清を使用	HPLC	HPLCにて流速1/2で計測し、毒物ライブラリー内のMEPのスペクトルに0.998の確率で一致した。
49				

表Ⅱ-7 症例2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）
50				
51				
52				
53	液液抽出	検体100 μ LにIS10 μ Lとヘキサン500 μ Lを加え、ボルテックス後に遠心し、回収した上清を窒素パーズ。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270nm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	有機リン系農薬検出キット（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	
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		
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	OASIS HLBによる固相抽出	GC/MS	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				
71	固相抽出	OASIS HLB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、ジーエルサイエンスネクスに注入、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				HPLC装置にライブラリが附属していないため、定性・定量はできない。
76				
77				

表Ⅱ-8 症例2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）
78				
79				
80			その他	ニトロベンジルピリジン法
81				
201				
202	液液抽出	塩酸酸性下クロロホルム抽出	GC/MS	ライブラリーによる検索
203	液液抽出	試料0.5mLに蒸留水を加え、1N塩酸を加えpH2としたものに、クロロホルムを加え、振盪抽出する。遠心分離後、クロロホルム層を採取し、40℃で窒素気流下で濃縮する。	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。
		試料0.5mLに蒸留水を加え、1N塩酸を加えpH2としたものに、クロロホルムを加え、振盪抽出する。遠心分離後、クロロホルム層を採取し、40℃で窒素気流下で濃縮する。		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	尿を酸性にし酢酸エチルで抽出	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	BOND ELUT C18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Ⅱ-9 症例2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	GC/MS	MEPはm/z125、109のイオンをI. S. はm/z160. 8、188. 2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	アラクロール
5				
6				
7				
8				
9				
10				
11				
12				
13	GC/MS	尿により酢酸エチルにて抽出後、m/zのイオンをモニタリングし、内部標準法との面積比より定量した。	有	EPN
14	GC/MS	マラソンを内部標準とし、各ピーク的面積比の計算で算出	有	マラソン
15	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	
16				
17				
18				
19	GC/MS	SIM m/z125, 277を用いての定量	有	メフォバルビタール
20	HPLC	MEP 50 μg/mL以下の検量線を作成し、265nmにてピーク高さより測定	無	
21				
22				
23				

表Ⅱ-10 症例2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
24	HPLC	内部標準物質との面積比	無	
25				
26				
27				
28				
29	HPLC	UV230nmでモニタリングし、内部標準物質との面積比で定量	有	フェンチオン
30	HPLC/MS	抽出後、LC/MSにてAPCI (-) 分子量262 (MEP) を検出したため、標品の面積と比較し定量を行った。	無	
31				
32				
33				
34				
35		標準品が無いため定量せず		
36	HPLC	MEP標準品との面積比により算出	無し	
37			無	
	その他	TDX	無	
38				
39				
40				
41				
42	HPLC	MEP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/z277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	EPN
46				
47				
48				
49				

表Ⅱ-11 症例2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
50				
51				
52				
53	HPLC	移動相/アセトニトリル： DDW=50：50。流量1ml/1min。カラム温度40度。検出器270nmで検出。内部標準との面積比で定量した。	有	シアノホス
54				
55				
56				
57				
58				
59	HPLC	薬毒物分析システム（Class-VP）によるHPLC分析・・・Agri Method	無	
	HPLC	薬毒物分析システム（Class-VP）によるHPLC分析・・・Drug Method		
60				
61			無	
62	HPLC		無	
63				
64				
65	HPLC	268nmで測定。あらかじめ標準物質を使用して作製した検量線より定量した。	無	
66				
67				
68				
69				
70			無	
71	GC/MS	EI m/z125 絶対検量線法で定量	無	
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				
76				
77				

表Ⅱ-12 症例2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
78				
79				
80				
81				
201			無	
202				
203	GC/MS	m/z277のイオンをモニタリングし、内部標準物質（マラチオン m/z173）との面積比より定量した。	有	マラチオン
		実施せず。		
204	HPLC	UV検出器で270nmにて内部標準物質との面積比より定量	有	シアノフォス
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	マラチオン