

ISSN 1346-0501

浜松市保健環境研究所年報

平成27年度版

No. 26 2015



目 次

I 概要

1 沿 革	1
2 施 設	1
3 組 織	1
4 予 算 額	2
5 主要機器の購入・リース状況	3

II 試験検査業務

1 試験検査実施検体数	4
2 試験検査実施項目数	5
3 微生物検査グループ検査実施数	6
4 食品分析グループ検査実施数	8
5 環境測定グループ検査実施数	9
6 微生物検査の概要	12
7 食品分析の概要	19
8 環境測定の概要	24

III 調査研究業務

1 鮮魚類における粘液胞子虫寄生状況について（第2報）	30
2 LC-EMA-qPCR 法によるレジオネラ属菌スクリーニング検査の検討（第3報）	32
3 市内小児肺炎患者から分離される肺炎球菌の血清型調査	34
4 加工食品中に含まれる農薬の迅速検出法の検討について	37
5 LC-MS/MS による下痢性貝毒の分析	40
6 妥当性評価ガイドラインへの対応状況について	43
7 「藻類発光阻害試験」を用いた公共用水域等の化学物質による影響評価	45
8 魚へい死事故発生時における魚体農薬分析	47
9 ヘッドスペース法を用いたガソリン等の分析による油種判定方法	49

I 概 要

I 概要

1 沿革

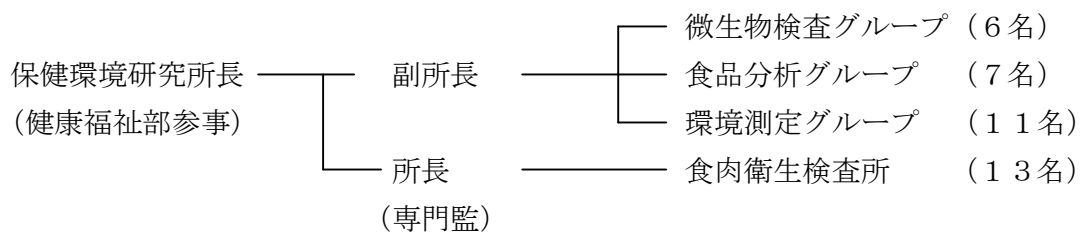
昭和49年 4月	浜松市高町に浜松市保健所試験検査課として発足（職員14名）
昭和50年10月	浜松市鴨江二丁目の浜松市保健所新庁舎に移転
平成2年 4月	試験検査課が衛生試験所に名称変更（職員12名）
平成10年 4月	環境保全課の測定業務を衛生試験所に統合（職員20名）
平成11年 3月	浜松市上西町の新庁舎に移転
平成11年 4月	衛生試験所が保健環境研究所に名称変更（職員23名）
平成21年 4月	食肉衛生検査所を第2種事業所として統合（職員37名）

2 施設

(1) 所在地	浜松市東区上西町939番地の2
(2) 建物構造	鉄筋コンクリート4階建
(3) 敷地面積	2,999㎡
(4) 本体建築面積	866㎡
(5) 本体延床面積	3,220㎡
(6) 竣工	平成11年2月（平成18年7月増築）

3 組織

(1) 組織



(職員40名うち再任用8名)

※平成28年4月1日現在

(2) 所掌事務

- ア 感染症及び食中毒に係る微生物検査及び寄生虫検査に関すること
 - イ 食品、飲料水等に係る微生物検査及び化学物質検査に関すること
 - ウ 大気汚染、水質汚濁、悪臭、騒音、振動、廃棄物等に係る測定及び検査に関すること
 - エ 食肉衛生検査所に関すること ※
 - オ その他生活衛生及び環境対策上必要な検査及び調査研究に関すること
- ※別途事務概要作成

4 予算額（当初）

(1) 歳入 (単位：円)

節	27年度	28年度
行政財産使用料	9,000	9,000
感染症予防事業費負担金	4,163,000	1,311,000
疾病予防対策事業費等補助金	2,881,000	2,881,000
感染症発生動向調査事業費負担金	2,970,000	2,970,000
計	10,023,000	7,171,000

(2) 歳出

【保健衛生検査費】 (単位：円)

節	27年度	28年度
旅費	1,410,000	1,410,000
需用費	43,137,000	43,204,000
役務費	6,192,000	6,215,000
委託料	18,631,000	18,541,000
使用料及び賃借料	40,040,000	43,786,000
工事請負費	1,077,000	4,121,000
備品購入費	11,486,000	7,480,000
負担金補助及び交付金	207,000	207,000
計	122,180,000	124,964,000

【環境監視費】 (単位：円)

節	27年度	28年度
報償費	94,000	94,000
旅費	0	0
需用費	17,114,000	17,185,000
役務費	1,610,000	1,736,000
委託料	42,297,000	41,409,000
使用料及び賃借料	6,704,000	9,676,000
備品購入費	7,300,000	0
計	75,119,000	70,100,000

5 主要機器の購入・リース状況

購入・リース開始年度	品名	型式	リース期間
H 2 7	遺伝子増幅装置	バイオ・ラッド C-1000 Touch	
	遺伝子増幅定量装置	ABI 7500 Fast	
	固相抽出装置	アクトレス ASPE-799	7年
	水銀分析装置	RA-4300	
H 2 6	マイクロチップ電気泳動装置	島津 MCE-202	
	水銀測定装置	日本インスツルマンツ WA-5A/TC-WA	
	LC-MS/MS	アジレント LC 1290/MS 6460	7年
	イオンクロマトグラフ	メロム 930 コンパクト IC Flex	7年
H 2 5	マイクロウェーブ分解装置	パーキンエルマー Multiwave3000	
	GC-MS	日本電子 JMS-Q1050GC	7年
	GC-MS/MS	ブルカー 456GC / SCIION TQ	7年
H 2 4	ガスクロマトグラフ (ECD)	島津 GC-2010 Plus	7年
H 2 3	ICP-MS	パーキンエルマー NexION 300X	7年
	HPLC	アジレント 1260/1290	7年
	ゲルマニウム半導体検出器付核種分析装置	キャンベラ GC2020	7年
	LC-MS/MS	ウォーターズ TQD	7年

Ⅱ 試験検査業務

II 試験検査業務

1 試験検査実施検体数

(平成27年度)

検体区分	微生物検査		食品分析		環境測定		合計	
	経常業務	臨時業務	経常業務	臨時業務	経常業務	臨時業務		
感染症	722						722	
血液	3,791						3,791	
食品等	魚介類及びその加工品	45	56	4			105	
	冷凍食品	12					12	
	肉卵類及びその加工品	29		86			115	
	乳及び乳製品	19		42			61	
	穀類及びその加工品			29			29	
	豆類及びその加工品	10		13			23	
	果実類			36			36	
	野菜	8		209			217	
	種実類						0	
	茶及びホップ						0	
	野菜・果実加工品	12		5			17	
	菓子類	10		1			11	
	調味料			8			8	
	飲料	8		18			26	
	油脂食品						0	
	食品添加物						0	
	その他の食品	52		26			78	
	器具及び容器包装			10			10	
	おもちゃ						0	
	洗浄剤						0	
食中毒等		321				321		
その他						0		
栄養関係検査						0		
医薬品等						0		
家庭用品			19			19		
環境等	水道原水						0	
	飲用水						0	
	利用水等	81	81			80	3	245
	廃棄物関係検査	14				48	1	63
	環境・公害関係検査	52				1,078	159	1,289
	放射能（食品除く）							0
温泉泉質検査							0	
その他の検査	15			27		36	78	
外部精度管理	3		5		1		9	
計	4,883	402	563	31	1,207	199	7,285	
合計		5,285		594		1,406	7,285	

2 試験検査実施項目数

(平成27年度)

項目区分	微生物検査		食品分析		環境測定		合計
	経常業務	臨時業務	経常業務	臨時業務	経常業務	臨時業務	
感染症	1,603						1,603
血液	5,290						5,290
食品等	魚介類及びその加工品	43	423	856			1,322
	冷凍食品	24					24
	肉卵類及びその加工品	91	789				880
	乳及び乳製品	58	495				553
	穀類及びその加工品		69				69
	豆類及びその加工品	60	40				100
	果実類		1,938				1,938
	野菜	48	8,836				8,884
	種実類						0
	茶及びホップ						0
	野菜・果実加工品	36	10				46
	菓子類	40	11				51
	調味料		46				46
	飲料	10	109				119
	油脂食品						0
	食品添加物						0
	その他の食品	222	113				335
	器具及び容器包装		25				25
	おもちゃ						0
	洗浄剤						0
食中毒等		3,144				3,144	
その他						0	
栄養関係検査						0	
医薬品等						0	
家庭用品			39			39	
環境等	水道原水						0
	飲用水						0
	利用水等	191	81		214	15	501
	廃棄物関係検査	14			1,113	2	1,129
	環境・公害関係検査	52			23,022	1,042	24,116
	放射能（食品除く）						0
温泉泉質検査						0	
その他の検査	75	1		553		629	
外部精度管理	3		21		2	26	
計	7,860	3,226	12,964	1,409	24,351	1,059	50,869
合計		11,086		14,373		25,410	50,869

3 微生物検査グループ検査実施数

(1) 経常業務①

検体数	感 染 症	血 液	食 品 等 検 査										環 境 等 検 査			そ の 他 の 検 査	外 部 精 度 管 理	計
			そ の 他	飲 食	菓 子	野 菜	加 工 果 実	野 菜	豆 類	乳 製 品	肉 卵 製 品	冷 凍 食 品	魚 介 類	そ の 他	利 用 水			
722	3,791	13	12	29	19	10	8	12	10	8	52	81	14	52	15	3	4,851	
1,603	5,290	43	24	91	58	60	48	36	40	10	222	191	14	52	75	3	7,860	
感 染 症 ・ 食 中 毒 菌 等	赤 痢 菌	12															12	
	チ フ ス 菌	3															3	
	パ ラ チ フ ス A 菌																0	
	サ ル モ ネ ラ				26					10		18					54	
	コ レ ラ	1															1	
	腸 炎 ビ ブ リ オ			3						12							15	
	病 原 ビ ブ リ オ																0	
	病 原 大 腸 菌																0	
	腸 管 出 血 性 大 腸 菌 O157												4				4	
	腸 管 出 血 性 大 腸 菌 (O157 を 含 む)	309			16	7	10	8	12			21					383	
	黄 色 ブ ド ウ 球 菌				10	7	10	8		10		28				15	1	89
	カ ン ピ ロ バ ク タ ー				19							18					37	
	セ レ ウ ス 菌					7	10	8				18					43	
	ウ ェ ル シ ュ 菌											18					18	
	ク ロ ス ト リ ジ ウ ム 属 菌																0	
	リ ス テ リ ア																0	
	百 日 咳 菌	13															13	
	細 菌 性 髄 膜 炎																0	
	溶 血 性 連 鎖 球 菌	2															2	
	レ ジ オ ネ ラ	1											65				66	
	カ ル バ ペ ネ ム 耐 性 腸 内 細 菌 科 細 菌																0	
	多 剤 耐 性 緑 膿 菌																0	
	中 東 呼 吸 器 症 候 群 (MERS)	1															1	
	麻 疹	21															21	
	風 疹	27															27	
	重 症 熱 性 血 小 板 減 少 症 候 群 (SFTS)	3															3	
	デ ン グ 熱	13															13	
	チ ク ン グ ニ ヤ 熱	5															5	
	ジ カ ウ イ ル ス 感 染 症	2															2	
	急 性 弛 緩 性 麻 痺	11															11	
急 性 脳 症	13															13		
A 型 肝 炎 ウ イ ル ス	3		7													10		
E 型 肝 炎 ウ イ ル ス					7											7		
感 染 性 胃 腸 炎 (ノ ロ ウ イ ル ス を 含 む)	156		7													163		
イ ン フ ル エ ン ザ	491															491		
無 菌 性 髄 膜 炎	75															75		
急 性 脳 炎 (日 本 脳 炎 を 除 く)	200															200		
咽 頭 結 膜 熱	115															115		
手 足 口 病	70															70		
ヘ ル パ ン ギ ー ナ	56															56		

4 食品分析グループ検査実施数

(1) 経常業務

	食 品 等 検 査															計	
	そ魚 の介 加類 工及 品び	冷 凍 食 品	そ肉 の卵 加類 工及 品び	乳 及 び 乳 製 品	そ穀 の類 加 工 品 び	そ豆 の類 加 工 品 び	果 実 類	野 菜	加 野 菜 工 ・ 果 実 品	菓 子 類	調 味 料	飲 料	そ の 他 の 食 品	容 器 具 包 及 装 び	家 庭 用 品		外 部 精 度 管 理
検 体 数	56	0	86	42	29	13	36	209	5	1	8	18	26	10	19	5	563
食品 添加物	保 存 料		10		2					1	29	19	1			1	63
	発 色 剤		10														10
	漂 白 剤													5			5
	酸 化 防 止 剤					8				4	4	4	4				24
	甘 味 料			10	54	12				6	13	36	6				137
	品 質 保 持 剤					10											10
	合成着色料(許可)															11	11
	防 か び 剤							20									
乳成分規格				30													30
残留動物用医薬品	318		660	266												1	1,245
残 留 農 薬			55	105			1,860	8,403							5	8	10,436
P C B	4			4													8
無機・有機金属	21											16					37
水分活性																	0
シアン化合物																	0
医薬品成分													46				46
カビ毒						20											20
材質試験														10			10
溶出試験														10			10
容器試験															25		25
ホルムアルデヒド															9		9
トリクレン類・メタール																	0
放 射 能	70		44	36	37	20	58	433	10			18	56				782
そ の 他	10											16					26
項 目 数 計	423	0	789	495	69	40	1,938	8,836	10	11	46	109	113	25	39	21	12,964

(2) 臨時業務

	食 品 等 検 査															計	
	そ魚 の介 加類 工及 品び	冷 凍 食 品	そ肉 の卵 加類 工及 品び	乳 及 び 乳 製 品	そ穀 の類 加 工 品 び	そ豆 の類 加 工 品 び	果 実 類	野 菜	茶 及 び ホ ッ プ	加 野 菜 工 ・ 果 実 品	調 味 料	飲 料	そ の 他 の 食 品	容 器 具 包 及 装 び	医 薬 品		家 庭 用 品
検 体 数	4	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	27	0		0	31
農 薬	856												553				1,409
動物用医薬品																	0
食品添加物																	0
医薬品成分																	0
そ の 他																	0
項 目 数 計	856	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	553	0	0	0	1,409

5 環境測定グループ検査実施数

(1) 大気関係の経常業務

検 体 数	経常業務													外 部 精 度 管 理	計		
	環境保全関係											その他					
	※ 一 般 大 気	有 害 大 気	う ち 委 託 分	微 小 粒 子 状 物 質	う ち 委 託 分	ば い 煙	臭 気	う ち 委 託 分	騒 音 ・ 振 動	う ち 委 託 分	酸 性 雨	ア ス ベ ス ト	大 気 環 境			小 計	
検 体 数		24	6	4	-	23	-	16	6	97	15		185	1	186		
二酸化硫黄等*1	4,367												4,367		4,367		
浮遊粒子状物質*2	3,255												3,255		3,255		
微小粒子状物質*2	3,236												3,236		3,236		
総 水 銀		24											24		24		
ニッケル化合物		24											24		24		
砒素及びその化合物		24											24		24		
ベリリウム及びその化合物		24											24		24		
マンガン及びその化合物		24											24		24		
クロム及びその化合物		24											24		24		
テトラクロロエチレン		24											24		24		
トリクロロエチレン		24											24		24		
ベンゼン		24											24		24		
ジクロロメタン		24											24		24		
塩化ビニルモノマー		24											24		24		
1,3-ブタジエン		24											24		24		
アクリロニトリル		24											24		24		
クロロホルム		24											24		24		
1,2-ジクロロエタン		24											24		24		
塩化メチル		24											24		24		
トルエン		24											24		24		
ベンゾ[a]ピレン		24											24		24		
ホルムアルデヒド		24											24	1	25		
アセトアルデヒド		24											24	1	25		
酸化エチレン		24											24		24		
エチルベンゼン等													0		0		
C F C 12 等													0		0		
4-エチルトルエン等													0		0		
ダイオキシン類		6	6										6		6		
質量濃度				4	4								4		4		
無機元素*3				116									116		116		
イオン成分*4				32									32		32		
炭素成分*5				12	12								12		12		
硫黄分						23							23		23		
臭気指数													0		0		
pH										97			97		97		
粉 じ ん													0		0		
騒音・振動								26	12				26		26		
アスベスト											15		15		15		
その他													0		0		
項 目 数 計	10,858	510	(6)	164	(16)	23	0	(0)	26	(12)	97	15	0	11,693	2	11,695	
																一般大気、委託分除く	803

*1 二酸化硫黄、二酸化窒素、オキシダント、一酸化炭素等のうち最大自動連続測定日数

*2 浮遊粒子状物質、微小粒子状物質の自動連続測定日数

*3 29項目(Na,Al,K,Ca,Sc,Ti,V,Cr,Mn,Fe,Co,Ni,Cu,Zn,As,Se,Rb,Mo,Sb,Cs,Ba,La,Ce,Sm,Hf,Ta,W,Pb,Th)

*4 8項目(SO₄²⁻,NO₃⁻,Cl⁻,Na⁺,Mg²⁺,K⁺,Ca²⁺,NH₄⁺)

*5 3項目(有機炭素、元素状炭素、炭素補正值)

(2) 大気関係の臨時業務

検 体 数	屋根付着物	調査研究	計
検 体 数	4	1	5
そ の 他	4	1	5

(3)水質関係の経常業務

	飲用水・利用水等 (生活衛生課)			廃棄物関係検査 (産業廃棄物対策課)			環境・公害関係検査 (環境保全課)					外部 精度 管理	計	
	飲 用 水 等	ブ ー ル 水	浴 槽 水	浸 放 出 流	汚 泥	燃 え 殻	公 共 用 水 域	う ち 委 託 分	事 業 場 排 水	地 下 水	地 下 水 等 委 託 分			水 浴 場
検 体 数	21	43		21	9	3	738	—	68	95	7	16	—	1,021
pH	21			21	9	3	656	288	61	16		16		803
DO							654	288						654
B O D				21			368		57					446
COD (ろ過 COD 含む)				21			692	288	52			16		781
SS(VSS 含む)				21			368		59					448
大腸菌群							20	20						20
全窒素				14			534	168	18					566
全リン				14			534	168	18					566
亜鉛				14			142	10	25					181
ノニルフェノール							308	140						308
L A S							96	60						96
カドミウム				21	9	3	122	10	2	12				169
シアニン				21	9		118	8	11	42				201
鉛				21	9	3	126	10	4	12				175
六価クロム				21	9	3	124	10	15	42				214
ひ素				21	9	3	114	10	3	12				162
水銀				21	9	3	62	10	3	12				110
アルキル水銀									2					2
PCB							6							6
トリクロロエチレン等 *1				305	117		1,320	110	34	634				2,410
農薬 *2				63			156	30	6	36				261
セレネ				21	9	3	114	10	2	12				161
硝酸性窒素および亜硝酸性窒素							418	266		25				443
フッ素				14			42		14	25				95
ホウ素				12			42		17	40				111
1,4-ジオキサン				21	9	3	16	10	1	12				62
銅				14			104	10	10	16				144
クロム				14			104	10	21	16				155
アンモニア性窒素				12			384	264	30					426
亜硝酸性窒素				12			418	266	30	25				485
硝酸性窒素				12			418	266	30	25				485
リン酸態リン							384	264						384
塩素イオン				21			500	288						521
クロロフィル *3							36							36
濁度	21	43					36							100
T O C									7					7
窒素等 *4				12					30					42
有機機									1					1
溶解性マンガ				14					4					18
溶解性鉄				14					7					21
ニッケル									10	16				26
フェノール				14					1					15
環境ホルモン類 *5														
環境生物検査														
ダイオキシン類							6	6		9				15
有機物等	21	43												64
総トリハロメタン	21													21
蒸発残留物														
含水率					9									9
油分				28	9				34					71
熱しゃく減量						3								3
その他の項目							144					12		156
項目数計	84	86		855	216	27	9,686	3,288	619	1,030	9	44		12,656

*1:ジクロロメタン, 四塩化炭素, 1,2-ジクロロエタン, 1,1-ジクロロエチレン, シス-1,2-ジクロロエチレン, 委託分除く 9,359
 1,1,1-トリクロロエタン, 1,1,2-トリクロロエタン, トリクロロエチレン, テトラクロロエチレン, 1,3-ジクロロプロペン, ベンゼン
 *2:シマジン, チウラム, チオベンカルブ 3項目
 *3:クロロフィルa,クロロフィルb,クロロフィルc 3項目
 *4:アンモニア性窒素、硝酸性窒素及び亜硝酸性窒素の総和
 *5:環境ホルモン類 29項目(フェノール類10、フタル酸エステル類9、PCB10)

(4) 水質関係の臨時業務

	飲用水・利用水等				廃棄物関係検査				環境・公害関係検査				その他の検査	調査・研究	計
	飲用水等	プール水	浴槽水	その他	浸流出液水	汚泥	燃え殻	その他	公共用水域	事業場	地下水	その他			
検 体 数			3				1		111	2	21	28		28	194
pH									14		8	16			38
DO									20						20
B O D									5	1		12			18
COD (ろ過COD含む)									52	1		6			59
SS(VSS含む)									22	1		1			24
大腸菌群															
全窒素									30	1					31
全リン									30	1					31
亜鉛									5	1		14		4	24
ノニルフェノール															
L A S															
カドミウム									24		4	15		3	46
シアン												4			4
鉛									36		14	6		4	60
六価クロム									5		7	1		3	16
ひ素									24		2	7		4	37
水銀									24			7			31
アルキル水銀															
P C B															
トリクロロエチレン等 *1									2		12	12			26
農薬 *2															
セレン									24			7		3	34
硝酸性窒素および亜硝酸性窒素									5		4				9
フッ素									6		4				10
ホウ素									5		6			1	12
1,4-ジオキサン												1			1
銅											6	14		4	24
クロム									2	1	6	6		4	19
アンモニア性窒素									20	1	4				25
亜硝酸性窒素									20	1	4				25
硝酸性窒素									20	1	4				25
リン酸態リン									20	1					21
塩素イオン									33		4				37
クロロフィル *3															
濁度									11						11
T O C															
窒素等 *4										1	4				5
有機機															
溶解性マンガ									1						1
溶解性鉄									1						1
ニッケル											6			3	9
フェノール															
環境ホルモン類 *5															
環境生物検査														12	12
ダイオキシン類															
有機物等															
総トリハロメタン															
蒸発残留物			15												15
含水率												1			1
油分												1			1
熱しゃく減量							1								1
その他の項目									256			13		21	290
項 目 数 計			15				1		717	12	99	144		66	1,054

*1:ジクロロメタン, 四塩化炭素, 1,2-ジクロロエタン, 1,1-ジクロロエチレン, シス-1,2-ジクロロエチレン, 1,1,1-トリクロロエタン, 1,1,2-トリクロロエタン, トリクロロエチレン, テトラクロロエチレン, 1,3-ジクロロプロペン, ベンゼン
 *2:シマジン, チウラム, チオベンカルブ 3項目
 *3:クロロフィルa,クロロフィルb,クロロフィルc 3項目
 *4:アンモニア性窒素、硝酸性窒素及び亜硝酸性窒素の総和
 *5:環境ホルモン類 29項目(フェノール類10、フタル酸エステル類9、PCB10)

6 微生物検査の概要

保健予防関係および食品衛生関係では、保健予防課から腸管出血性大腸菌、風疹等の感染症病原体検査のほか、健康相談等における梅毒反応検査やエイズ相談事業によるH I V抗体検査依頼がある。また、感染症発生動向調査に係るインフルエンザ、感染性胃腸炎等の検査依頼がある。生活衛生課から浴槽水、プール水などの細菌学的水質検査、食中毒に係る細菌やウイルス検査のほか、市内食品業者の製造する食品を中心とした細菌学的検査依頼がある。

環境関係では、環境保全課から公共用水域や水浴場、事業場排水の細菌学的水質検査依頼があり、産業廃棄物対策課から産業廃棄物処理場の浸出液の細菌学的水質検査依頼がある。

6-1 経常業務

(1) 保健予防関係

1) 感染症検査

① 感染症法に基づく感染症発生届に伴う病原体等の検査（表-1）

465 検体について、腸管出血性大腸菌（EHEC）、腸チフス、コレラ、麻疹及び風疹、ジカウイルス感染症、デング熱、急性脳炎等の検査を行った。その結果、EHEC O157:H7、Measles virus D8 等が検出された。

表-1 感染症発生届に伴う病原体等の検査結果

検査項目	検査検体			計	検出病原体等
	生便	菌株	その他		
腸管出血性大腸菌 感染症	286 (12)	23 (23)		309 (35)	O157:H7, VT1/VT2 産生 (14) O157:H7, VT2 産生 (9) O26:H11, VT1 産生(7) その他 (2)
細菌性赤痢	10 (1)	2 (2)		12 (3)	<i>Shigella sonnei</i> (3)
腸チフス	3 (0)			3 (0)	
コレラ	1 (0)			1 (0)	
レジオネラ症			1 (0)	1 (0)	
劇症型溶血性 レンサ球菌感染症		1 (1)	1 (1)	2 (2)	<i>Streptococcus A</i> (2)
中東呼吸器症候群			1 (0)	1 (0)	
麻疹			21 (1)	21 (1)	Measles virus D8 (1)
風疹			27 (0)	27 (0)	
重症熱性血小板減少 症候群 (SFTS)			3 (0)	3 (0)	
デング熱			13 (5)	13 (5)	Dengue virus 1 (4) Dengue virus 3 (1)
チクングニヤ熱			5 (0)	5 (0)	
ジカウイルス感染症			2 (0)	2 (0)	

A型肝炎	2 (2)		1 (0)	3 (2)	Hepatitis A virus (2)
インフルエンザ			10 (7)	10 (7)	Influenza virus AH1pdm09 (5) Influenza virus AH3 (2)
急性脳炎	2 (1)		36 (18)	38 (19)	Human Herpesvirus 6 (9) Human Herpesvirus 7 (2) Mumps virus(1) Sapovirus (1) Rhinovirus (4)
急性弛緩性麻痺	2 (0)		9 (3)	11 (3)	Rhinovirus (3)
感染性胃腸炎	5 (0)			5 (0)	

() 内は陽性数

②感染症発生動向調査事業に基づく病原体定点等から搬入された検体の検査（表－2）

浜松市の感染症発生動向調査事業に基づいて病原体定点等から搬入された鼻咽頭拭い液、生便等の検体について、インフルエンザ、感染性胃腸炎、手足口病、咽頭結膜熱等のウイルス検査を行った。その結果、Influenza virus が 142 件検出されたほか、Norovirus、Adenovirus、Respiratory syncytial virus、Coxsackievirus 等が検出された。

表－2 病原体定点等から搬入された検体の検査結果

検査項目	検査検体			計	検出病原体等
	鼻咽頭	生便	その他		
インフルエンザ	149 (144)			149 (144)	Influenza virus AH1pdm09 (60) Influenza virus AH3 (8) Influenza virus B (74) Respiratory syncytial virus (1) Rhinovirus (1)
感染性胃腸炎	1 (1)	32 (13)		33 (14)	Norovirus GII (11) Sapovirus (2) Human Herpesvirus 6 (1)
手足口病	10 (7)	5 (2)	2 (1)	17 (10)	Coxsackievirus A6 (4) Parvovirus B19 (1) Human Herpesvirus 6 (1) Human Herpesvirus 7 (1) Rhinovirus (3)
ヘルパンギーナ	11 (4)	4 (0)		15 (4)	Adenovirus 2 (1) Rhinovirus (3)
無菌性髄膜炎	4 (2)	3 (0)	6 (0)	13 (2)	Human Herpesvirus 7 (1) Rhinovirus (1)
咽頭結膜熱	18 (10)	6 (1)		24 (11)	Coxsackievirus A10 (1) Rhinovirus (8) Human Herpesvirus 7 (1) Parainfluenza virus 3 (1)
急性脳炎	1 (1)	1 (0)	2 (0)	4 (1)	Human Herpesvirus 6 (1)
百日咳	2 (1)			2 (1)	<i>Bordetella pertussis</i> (1)

() 内は陽性数

2) 血液検査

梅毒検査 777 件、H I V 抗体検査 850 件、クラミジア抗体検査 721 件、C 型肝炎抗体検査 687 件、H B s 抗原検査 756 件を実施した。

(2) 食品衛生関係 (表-3)

浜松市食品衛生監視指導計画に基づき、収去食品の規格検査や、食肉由来食中毒防止対策のための検査等を行った。

表-3 食品の規格検査等の検査数

	魚介類	冷凍食品	肉卵類	乳・乳製品	豆類加工品	野菜	野菜・果実加工品	菓子類	飲料水	その他の食品	計
検体数	13	12	29	19	10	8	12	10	8	52	173
総菌数				2							2
細菌数	3	12		15	10	8		10	2	28	88
大腸菌群		7		17	10	8		10	8	18	78
大腸菌	3	5	10		10	8	12			28	76
乳酸菌数				3							3
腸内細菌科菌群			3								3
腸管出血性大腸菌 O157									4		4
腸管出血性大腸菌 (O157 を含む)			16	7	10	8	12			21	74
黄色ブドウ球菌			10	7	10	8		10		28	73
サルモネラ			26					10		18	54
腸炎ビブリオ	3						12				15
セレウス菌				7	10	8				18	43
ウエルシュ菌										18	18
カンピロバクター			19							18	37
ノロウイルス	7										7
A 型肝炎ウイルス	7										7
E 型肝炎ウイルス			7								7
下痢性貝毒	10										10
麻痺性貝毒	10										10
アレルギー物質検査										15	15
恒温試験										6	6
細菌試験										6	6

(3) 環境関係（表－4）

1) 利用水等検査

① プール水の検査

市内の遊泳用プールのプール水 21 検体について、細菌学的検査を行った。

② 水浴場の検査

市内の水浴場（海）16 検体について糞便性大腸菌群および腸管出血性大腸菌 O157 の検査を行った。

③ 浴槽水の検査

市内の公衆浴場の浴槽水等 44 検体について、細菌学的検査を行った。

2) 廃棄物関係検査

産業廃棄物（管理型）最終処分場における浸出液 14 検体について、大腸菌群数の検査を行った。

3) 事業場排水および公共用水域の検査

水質関係立入検査における事業場排水 40 検体、および市内の公共用水域の 12 検体について、大腸菌群数の検査を行った。

表－4 環境等の検査数

	利用水等			廃棄物関係 浸出液	環境・公害関係	
	プール水	水浴場（海）	浴槽水等		事業場排水	公共用水域
検体数	21	16	44	14	40	12
一般細菌	21					
大腸菌群	21		43			
大腸菌群数				14	40	12
糞便性大腸菌群数		16				
大腸菌	21					
腸管出血性大腸菌 O157		4				
レジオネラ	21		44			

(4) その他の検査

1) おしぼりの衛生検査

飲食店等で提供されるおしぼりの衛生面での実態を把握するために、貸しおしぼり 15 検体について、一般細菌数、大腸菌群、黄色ブドウ球菌の検査および官能検査を行った。

6-2 臨時業務

(1) 食中毒等検査（表-5、6）

平成27年度に検査依頼のあった食中毒・苦情等受付数は15件、検体数は321検体であり、そのうち陽性となったのは、78検体であった。なお、食中毒事件となった事例は15件中2件あった。

表-5 食中毒等の検査結果

	検査検体				計
	便・吐物	食品・水	ふきとり	その他	
検体数	170 (72)	48 (3)	103 (3)	0 (0)	321 (78)
赤痢菌	129 (0)	0 (0)	0 (0)	0 (0)	129 (0)
チフス菌	129 (0)	34 (0)	66 (0)	0 (0)	229 (0)
パラチフスA菌	129 (0)	34 (0)	66 (0)	0 (0)	229 (0)
サルモネラ	131 (0)	34 (0)	78 (0)	0 (0)	243 (0)
コレラ	74 (0)	34 (0)	66 (0)	0 (0)	174 (0)
病原ビブリオ	74 (0)	34 (0)	66 (0)	0 (0)	174 (0)
腸炎ビブリオ	74 (0)	34 (0)	66 (0)	0 (0)	174 (0)
黄色ブドウ球菌	74 (7)	34 (1)	66 (0)	0 (0)	174 (8)
病原大腸菌	74 (3)	34 (0)	66 (0)	0 (0)	174 (3)
セレウス菌	74 (0)	34 (0)	66 (2)	0 (0)	174 (2)
カンピロバクター	74 (0)	34 (0)	66 (0)	0 (0)	174 (0)
ウエルシュ菌	74 (2)	34 (0)	66 (0)	0 (0)	174 (2)
エロモナス	74 (0)	34 (0)	66 (0)	0 (0)	174 (0)
プレシオモナス	74 (0)	34 (0)	66 (0)	0 (0)	174 (0)
エルシニア	74 (0)	0 (0)	0 (0)	0 (0)	74 (0)
腸管出血性大腸菌O157	129 (0)	34 (0)	66 (0)	0 (0)	229 (0)
ノロウイルス	139 (61)	23 (0)	52 (3)	0 (0)	214 (64)
その他	39 (6)	10 (2)	8 (0)	0 (0)	57 (8)

() 内は陽性数

表－6 食中毒事件の概要

発生日	原因施設	原因食品	患者数	原因物質	概要
平成 27 年 5 月 30 日	食堂	ヒラメの 刺身	16 名	クドア・セプテ ンプリンクター タ	5 月 30 日昼に原因施設 で提供されたヒラメの 刺身を喫食した 25 名中 16 名が、嘔吐、下痢、 腹痛等を発症
平成 27 年 11 月 30 日	料理店	不明	44 名	ノロウイルス	11 月 29 日に原因施設 で提供された会食料理 を喫食した 69 名中 44 名が、嘔吐、下痢、腹痛 等を発症

(2) 公衆浴場の臨時検査

利用者からレジオネラ症患者の発生が確認された公衆浴場について、施設の清掃・消毒後の再検査を行った。

	浴槽水	拭き取り	合計
レジオネラ属菌	72 (13)	9 (1)	81 (14)

() 内は陽性数

(3) 市場ふきとり検査

市場ふきとり検査でサルモネラ属菌の推定試験陽性となった 1 検体について、確定試験を行った。結果は陰性であった。

6-3 その他

(1) LC EMA-qPCR 法によるレジオネラ属菌スクリーニング検査の検討

浴槽水等のレジオネラ検査において、迅速検査法である LC EMA-qPCR 法によるレジオネラ属菌スクリーニング検査の有用性を検討した。詳細については、Ⅲ調査研究業務(①LC EMA-qPCR 法によるレジオネラ属菌スクリーニング検査の検討(第3報))に掲載。

	検体数	PCR	培養法
浴槽水等	159	156	159
プール水	21	21	21
計	180	177	180

(2) 肺炎球菌の血清型別調査

髄膜炎の起因菌である肺炎球菌の感染実態の把握目的で、小児呼吸器疾患の患者より分離された菌について市内医療機関より菌株の提供を受け、莢膜抗原の型や遺伝子検査を行い、両菌の性状を調査した。詳細については、Ⅲ調査研究業務（②市内小児肺炎患者から分離される肺炎球菌の血清型調査）に掲載。

髄膜炎起因菌	検体数	同定	血清型別 (莢膜抗原型別)	P C R
肺炎球菌	69	57	54	54

(3) 魚介類におけるクドア属粘液胞子虫保有状況調査

平成 23 年 6 月新たに食中毒の病因物質として追加されたクドア・セプテンpunkタータを含むクドア属粘液胞子虫の魚介類における保有状況を調査した。詳細については、Ⅲ調査研究業務（③鮮魚類における粘液胞子虫寄生状況について（第 2 報））に掲載。

検体数	顕微鏡検査	リアルタイム PCR
44	44	7

(4) 平成 27 年度調査・研究発表

調査・研究発表については、

- ①パンソルビン・トラップ法を用いた一般食品からのノロウイルス検出法の検討
- ②LC EMA-qPCR 法によるレジオネラ属菌スクリーニング検査の検討（第 3 報）
- ③市内小児肺炎患者から分離される肺炎球菌の血清型調査
- ④鮮魚類における粘液胞子虫寄生状況について（第 2 報）

を行った。

①については、第 36 回日本食品微生物学会学術総会において発表した。③については、第 52 回静岡県公衆衛生研究会及び平成 26 年度所内調査・研究発表会において発表した。②、④については、所内調査・研究発表会において発表した。

また、厚生労働科学研究費補助金（健康安全・危機管理対策総合研究事業）における「レジオネラ検査の標準化及び消毒等に係る公衆浴場等における衛生管理手法に関する研究」の分担研究に参加し、「マンガニオンを含む浴槽水へのモノクロラミン消毒の適用」の研究に協力した。

7 食品分析の概要

食品関係では、農産物・畜産物中の残留農薬や鮮魚介類・食肉中の動物用医薬品、加工食品中の食品添加物及び魚介類のP C B・水銀等の有害汚染物質の検査を実施している。また、最近検出事例が増加している健康食品中の医薬品成分の検査も実施している。

家庭用品関係では、衣類中のホルムアルデヒドや家庭用洗剤等の検査を実施している。

これらの試験検査や調査研究を通して、食の安心・安全と家庭用品の安全確保に努めている。

7-1 経常業務

(1) 食品添加物

1) 保存料（ソルビン酸、安息香酸、パラオキシ安息香酸エステル類）

食肉製品 10 検体、輸入食品 6 検体、調味料 7 検体及び清涼飲料水 6 検体について検査した結果、全て基準値未満であった。

2) 発色剤（亜硝酸根）

食肉製品 10 検体について検査した結果、全て基準値未満であった。

3) 漂白剤（二酸化硫黄）

割り箸 5 検体について検査した結果、全て基準値未満であった。

4) 酸化防止剤（tert-ブチルヒドロキノン、ブチルヒドロキシアニソール、ジブチルヒドロキシトルエン、没食子酸プロピル）

輸入食品 6 検体について検査した結果、すべて基準値未満であった。

5) 甘味料

表-1 のとおり検査した結果、全て基準値未満であった。

表-1 甘味料の検体数

	食肉製品	乳飲料発酵乳	アイスクリーム類 氷菓	輸入食品	調味料	清涼飲料水
サッカリンナトリウム	10	6	6	6	7	6
アスパルテーム	—	—	6	6	—	—
アセスルファムカリウム	—	6	6	6	—	6
スクラロース	—	6	6	6	—	6
不許可 甘味料	サイクラミン酸	—	6	6	—	6
	ズルチン	—	6	6	—	6

6) 品質保持剤（プロピレングリコール）

めん類 10 検体について検査した結果、全て基準値未満であった。

7) 防かび剤（イマザリル、オルトフェニルフェノール、ジフェニル、チアベンダゾール）

オレンジ 2 検体、グレープフルーツ 2 検体及びレモン 1 検体について検査した結果、全

て基準値未満であった。(全て輸入検体)

(2) 牛乳等規格検査

生乳 2 検体、牛乳 4 検体、加工乳 1 検体及びはっ酵乳 3 検体について比重、酸度、乳脂肪及び無脂乳固形分の各規格基準設定項目を検査した結果、全て基準に適合していた。

(3) アフラトキシン

輸入ナッツ 5 検体について検査した結果、全て定量下限値未満であった。

(4) 残留農薬

表 2 のとおり、農産物 57 検体及び畜産物 10 検体について検査した結果、すべて基準値未満であった。

表 2 残留農薬の検体数、項目数及び検出農薬

検体名	産地	検体数	項目数	検出農薬
ばれいしょ	浜松市	6	165	—
	静岡県	2	165	ホスチアゼート
	県外	1	165	—
かんしょ	浜松市	9	165	—
	静岡県	1	165	—
	県外	3	165	クロルピリホス
みかん	浜松市	10	186	クレソキシメチル
こまつな	浜松市	3	192	シアゾファミド [®] 、フルフェノクスロン
たまねぎ	浜松市	7	195	—
キャベツ	浜松市	4	183	—
	静岡県	1	183	—
	県外	1	183	—
いちご	浜松市	5	190	アゾキシストロビン、エトキサゾール、クレソキシメチル、ノバルロン、フェンピロキシメート、ヘキシチアゾクス、ミクロブタニル、メネビリム
トマト	浜松市	4	196	シアゾファミド [®] 、チアクロプリド [®] 、ホスカリド [®] 、ルフェスロン
牛乳	浜松市	2	21	—
	静岡県	1	21	—
	県外	2	21	—
牛肉	浜松市	3	11	—
	静岡県	2	11	—

(5) 残留動物用医薬品（抗生物質、合成抗菌剤等）

表－3 のとおり検査した結果、全て基準値未満であった。

表－3 動物用医薬品の検体数

	牛肉	豚肉	鶏肉	魚介類	牛乳等
オキシテトラサイクリン類	20	20	10	11	7
合成抗菌剤 等	20	20	10	9	7
検体数×項目数	240	280	140	318	266

(6) ヒスタミン

魚介類加工品 10 検体について検査を実施したところ、全て定量下限値未満となった。

(7) PCB・水銀・有機スズ

表－4 のとおり PCB 及び総水銀を検査した結果、暫定的規制値を超える検体はなかった。また、有機スズ化合物の検査も行った。

表－4 PCB・総水銀・有機スズの検体数

	鮮魚	生乳・牛乳
PCB	4	4
総水銀	6	—
有機スズ	5	—

(8) 重金属類（カドミウム、鉛）

容器・包装 5 検体について溶出試験及び材質試験（カドミウム、鉛）を行った結果、全て定量下限値未満であった。

(9) 健康食品

ダイエット効果を標榜する健康食品 2 検体について医薬品成分（向精神薬等 16 項目）を検査した結果、全て定量下限値未満であった。

強壮効果を標榜する健康食品 2 検体について医薬品成分（シルデナフィル等 7 項目）を検査した結果、全て定量下限値未満であった。

(10) 家庭用品

繊維製品 12 検体中 7 検体についてホルムアルデヒド、5 検体についてディルドリンを検査した結果、全て定量下限値未満であった。

接着剤 2 検体についてホルムアルデヒドを検査した結果、全て基準に適合した。

家庭用洗剤 5 検体について漏水試験、落下試験、圧縮変形試験、耐アルカリ性試験及び酸消費量を検査した結果、全て基準に適合した。

(11) 放射能（放射性ヨウ素 I-131、放射性セシウム Cs-134, 137）

食品中の放射能検査を表－５のとおり実施した結果、全て基準値未満であった。

表－５ 放射能の検体数

名 称	流通食品	給食食材
魚介類及びその加工品	35	0
冷凍食品	0	0
肉卵類及びその加工品	19	2
乳及び乳製品	18	0
穀類及びその加工品	14	3
豆類及びその加工品	4	4
果実類	5	16
野菜	53	109
野菜・果実加工品	5	0
飲料水	9	0
その他の食品	7	14
合 計	169	148

7－2 臨時業務

苦情及び突発事例として1件（34検体）の臨時検査を行った。結果は表－6 下線部に示した。

表－6 苦情内容と検査項目

苦情・突発事例概要	検体名	検体数	検査項目	結果
市内の河川において発生した、魚のへい死事故に対する調査。	魚類	7	農薬	<u>魚類</u> フェニトロチオン、メチダチオン、クロキシムメチル
	河川水	27		<u>河川水</u> フェニトロチオン、メチダチオン、クロキシムメチル、ボスカリド、ジウロン

7-3 その他

調査研究については、

- ① 加工食品中に含まれる農薬等の迅速検出法の検討
- ② LC-MS/MS による下痢性貝毒の分析
- ③ 妥当性評価ガイドラインへの対応状況について

を行った。

①については全国衛生化学技術協議会において、②については平成 27 年度所内研究発表会において、③については静岡県公衆衛生研究会において、それぞれ発表した（①～③「Ⅲ調査研究業務」に掲載）。

8 環境測定の概要

大気等については、環境保全関係では、大気環境の常時監視及び有害大気汚染物質、微小粒子状物質、酸性雨、ばい煙（重油中の硫黄分）、悪臭（臭気指数）、騒音等の測定を実施している。廃棄物関係では、産業廃棄物処分場周辺の繊維状物質濃度の測定を実施している。

水質等については、生活衛生関係では、プール水や浴槽水の水質測定を実施している。環境保全関係では、市内を流れる主要河川や佐鳴湖等の公共用水域、事業場排水、地下水及び浜名湖の水浴場の水質測定を実施している。廃棄物関係では、汚泥・燃え殻等の産業廃棄物の溶出試験や埋立地浸出水等の測定を実施している。

8-1 大気関係経常業務

(1) 大気環境の常時監視

大気汚染防止法に基づき、平成 27 年度は一般環境大気測定局 9 ヶ所及び自動車排出ガス測定局 3 ヶ所の計 12 ヶ所の測定局で、大気汚染自動測定機により表-1 に示す項目の測定を行っている。各測定局の測定データは、浜松市大気汚染監視システムにより、専用回線にて当研究所の情報処理室へ常時伝送され、データ処理・監視を行っている。

表-1 常時監視測定項目

測定項目		二酸化硫黄	二酸化窒素	一酸化炭素	浮遊粒子状物質	光化学オキシダント	微小粒子状物質	炭化水素
環境基準		1時間値の1日平均値が0.04ppm以下であり、かつ1時間値が0.1ppm以下であること	1時間値の1日平均値が0.04～0.06ppmまでのゾーン内、またはそれ以下であること	1時間値の1日平均値が10ppm以下であり、かつ1時間値の8時間平均値が20ppm以下であること	1時間値の1日平均値が0.10mg/m ³ 以下であり、かつ1時間値が0.20mg/m ³ 以下であること	1時間値が0.06ppm以下であること	1年平均値が15μg/m ³ 以下であり、かつ1日平均値が35μg/m ³ 以下であること	—
測定局								
一般大気測定局	浜松中央	○	○	○	○	○	○	○
	東南部		○		○	○	○	○
	西部	○	○		○	○	○	
	北部	○	○		○	○	○	○
	東北部		○			○		
	浜北	○	○		○	○	○	
	引佐					○		
	三ヶ日		○		○	○	○	
天竜					○			
自排局	R-257		○	○	○		○	○
	R-150		○	○	○		○	○
	浜松環状線		○		○		○	

光化学オキシダントは、年間を通して昼間の 1 時間値が環境基準を上回っていたが、注意報の発令はなかった。微小粒子状物質は、環境基準を下回っていた。また、微小粒子状物質の成分分析については、四季毎に実施した。

(2) 有害大気汚染物質測定

「有害大気汚染物質」に該当する可能性のある物質 248 種類のうち、優先取組物質として 23 種類がリストアップされている。当研究所では、大気汚染防止法及び有害大気汚染物質モニタリング指針に基づき、優先取組物質のうち表-2 に示す 21 物質について、葵が丘小学校及び伝馬町交差点において毎月 1 回、24 時間採気し、大気中濃度を年間 24 検体測定した。測定した 2 地点では、環境基準値及び指針値を超えたものはなかった。この他、委託によりダイオキシン類の測定を 6 検体実施した。結果、環境基準値を下回っていた。

表-2 有害大気汚染物質 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)

No.	調査項目	環境基準値	指針値
1	塩化メチル		
2	塩化ビニルモノマー		10
3	1, 3-ブタジエン		2.5
4	ジクロロメタン	150	
5	アクリロニトリル		2
6	クロロホルム		18
7	1, 2-ジクロロエタン		1.6
8	ベンゼン	3	
9	トリクロロエチレン	200	
10	トルエン		
11	テトラクロロエチレン	200	
12	ベンゾ[a]ピレン		
13	ホルムアルデヒド		
14	アセトアルデヒド		
15	水銀及びその化合物		0.04
16	ベリリウム		
17	クロム化合物		
18	マンガン		0.14
19	ニッケル		0.025
20	ひ素		0.006
21	酸化エチレン		

(3) 酸性雨

当研究所において観測された降雨は 97 降雨あった。測定した降雨全てが酸性雨とされる pH 5.6 未満の降雨であった。なお、人体被害が生じるおそれのある pH 3.5 以下の降雨については、観測されなかった。

(4) 重油中の硫黄分測定

大気汚染防止法及び静岡県生活環境の保全等に関する条例に基づき、ばい煙発生施設で使用している重油 23 検体の硫黄分を測定した。結果、全て硫黄分の届出値を下回っていた。

(5) 騒音及び振動測定

騒音規制法に基づき、自動車騒音について、業者委託により 2 地点での騒音測定と 19 区間の面的評価を行なった。結果、全評価区間内の 39,943 戸のうち、88.9%に当たる 35,512 戸において昼夜とも環境基準を下回っていた。

また、「航空機騒音に係る環境基準について」に基づき、航空自衛隊浜松基地周辺の航空機による騒音の実態を把握するために、業者委託により、西区佐浜町（地域類型Ⅱ、環境基準 62dB）及び東区小池町（地域類型Ⅰ、環境基準 70dB）の 2 地点で測定を行なった。結果、2 地点ともに環境基準を下回っていた。

新幹線鉄道騒音及び振動について、「新幹線鉄道騒音に係る環境基準について」及び振動対策に係る指針の達成状況を把握するために、年 1 回、南区鶴見町及び西区舞阪町（共に地域類型Ⅰ、騒音環境基準 70dB、振動指針値 70dB）の 2 地点で騒音 4 検体及び振動 2 検体の調査を行った。騒音の測定結果、南区鶴見町は、環境基準を下回っていたが、西区舞阪町は、環境基準を上回っていた。振動の測定結果は、いずれも指針値を下回っていた。

市内の環境騒音の実態を把握するため、東区笠井町（第一種住居地域、騒音環境基準、昼 55dB、夜 45dB）、南区堤町（市街化調整区域、騒音環境基準、昼 55dB、夜 45dB）、西区桜台三丁目（第一種低層住居専用地域、騒音環境基準、昼 55dB、夜 45dB）及び東区上西町（工業地域、騒音環境基準、昼 60dB、夜 50dB）の 4 地点で環境騒音の測定を行った。結果、全て環境基準を下回っていた。

(6) 大気環境中の繊維状物質濃度測定

アスベストモニタリングマニュアル（第 3 版）に基づき、産業廃棄物処分場周辺における大気環境中の繊維状物質濃度の測定を 15 検体実施した。結果は低いレベルで推移している。

8-2 大気関係臨時業務

表-3 のとおり、屋根付着物 4 検体及び調査研究 1 検体の臨時検査を行った。

表-3 大気関係臨時検査

	検体種類	検査実施項目	検体数	依頼課
環境保全関係	その他	VOC 等	4	環境保全課
廃棄物関係	廃棄物調査研究	繊維状物質	1	産業廃棄物対策課

8-3 水質関係経常業務

(1) 生活衛生関係

1) プール水

浜松市遊泳用プール衛生管理指導要綱に基づき、公営及び民営のプール水 21 検体について、衛生管理のための水質基準に係る pH、過マンガン酸カリウム消費量、濁度及び総トリハロメタンの測定を行った。結果、基準を下回っていた。

2) 浴槽水

浜松市公衆浴場法施行条例に基づき、公衆浴場の浴槽水 43 検体について、衛生管理のための水質基準に係る過マンガン酸カリウム消費量及び濁度の測定を行った。結果、基準を下回っていた。

(2) 環境保全、廃棄物関係

1) 公共用水域

公共用水域の水質を監視するために、静岡県公共用水域水質測定計画等に基づき、河川・湖沼として、浜名湖水域 40 地点、馬込川水域 11 地点、天竜川水域 11 地点の 372 検体について、生活環境項目、健康項目等の測定を行った。一方、海域である浜名湖 7 地点、遠州灘 2 地点の 288 検体については、測定を業務委託した。結果、生活環境項目において環境基準を上回った地点があった。

また、ダイオキシン類対策特別措置法に基づき、ダイオキシン類による汚染の状況を監視するため、河川、湖沼の水質 3 検体及び河川、湖沼の底質 3 検体の測定を業務委託した。結果、環境基準を下回っていた。

2) 事業場排水

事業場排水の測定は、水質汚濁防止法及び静岡県生活環境の保全等に関する条例に基づく特定事業場に対して、環境保全課職員が立入検査を行い、当研究所にて 68 検体測定した。結果、9 検体が排水基準を上回っていた。

3) 地下水等

六価クロム等の重金属類やトリクロロエチレン等の揮発性有機化合物（VOC）による地下水の水質の状況を監視するために、静岡県地下水の水質測定計画等に基づいて、95 検体の地下水の測定を実施した。その内訳は、市域を 10 km のメッシュに区切り、毎年数箇所ずつを選定して調査する環境モニタリング 12 検体、及び、過去に地下水の水質汚濁に係る環境基準を超過した地域で、継続的に水質の状況を把握する定点モニタリング等 83 検体である。環境モニタリングの結果は、環境基準を下回っていた。定点モニタリングの結果は、環境基準を上回っていた。さらに、ダイオキシン類対策特別措置法に基づき、地下水 2 検体及び土壌 7 検体についてダイオキシン類の測定を業者委託した。ダイオキシン類の結果は、環境基準を下回っていた。

4) 水浴場

環境省水・大気環境局水環境課長の「平成 27 年度水浴に供される公共用水域の水質調査結果の報告について」（環水大水発第 1503315 号、平成 27 年 3 月 31 日）に基づき、弁天島及び館山寺海水浴場の 2 ヶ所、16 検体について pH、COD の検査を行った。結果、水質判定基準は、適及び可であった。

5) 浸出液・放流水

廃棄物の処理及び清掃に関する法律に基づき、産業廃棄物最終処分場における浸出液及び放流水 21 検体について pH、COD や有害物質等の測定を行った。結果、1 検体が基準を上回っていた。

6) 汚泥・燃え殻

廃棄物の処理及び清掃に関する法律に基づき、汚泥 9 検体、燃え殻 3 検体の溶出試験を行った。結果、汚泥 1 検体が基準を上回っていた。

8-4 水質関係臨時業務

表-4 のとおり、公共用水域 111 検体、地下水 21 検体、その他 62 検体、合計 194 検体の臨時検査を行った。結果、基準を上回っていた検体種類及び項目については、公共用水域は COD、事業場排水は BOD、SS、T-N 及び T-P であった。

表-4 水質関係臨時検査

	検体種類	検査実施項目	検体数	依頼課	
環境保全関係	公共用水域	生活環境項目、健康項目等	111	環境保全課 水窪協働センター	
	事業場排水	BOD、SS、T-N、T-P 等	2	環境保全課	
	地下水	pH、Ni、健康項目等	21	環境保全課 水窪協働センター 公園課	
	その他	実験、 土壌等	COD、Zn、Cd、着色度等	19	環境保全課 天竜区振興課
		魚	Cd、Pb、As、Se、外観調査等	6	環境保全課
利用水関係	浴槽水	総トリハロメタン	3	生活衛生課	
廃棄物関係	がれき	熱しゃく減量	1	産業廃棄物対策課	
その他	調査研究	プランクトン、魚体の金属等	31	—	
合計			194		

8-5 その他

調査研究については、下記①～④を実施した。

- ①ヘッドスペース法を用いたガソリン等の分析による油種判定方法
- ②魚へい死事故発生時における魚体農薬分析
- ③「藻類発光阻害試験」を用いた公共用水域等の化学物質による影響評価
- ④佐鳴湖の水草・魚類調査

平成 27 年度は 4 件の調査研究を行い、以下の 2 件を静岡県公衆衛生発表会等で発表した。

- ・懸濁物に含まれる有機物起源の推定方法
 - ・へい死魚に含まれる金属及びシアン化合物の分析について
- ①～③については、所内調査・研究発表会において発表した。
(①～③については、「Ⅲ調査研究業務」に掲載)

Ⅲ 調査研究業務

鮮魚類における粘液胞子虫寄生状況について（第2報）

微生物検査グループ 葭葉 莉恵, 疋田 都希, 加藤 和子, 土屋 祐司

【はじめに】

近年、鮮魚類に寄生する粘液胞子虫を原因とする食中毒事例が全国で頻発し、浜松市内でも浜名湖産魚類の刺身を原因とする有症事例が発生している。このうち、ヒラメの生食に起因する有症事例については、クドア属粘液胞子虫である *Kudoa septempunctata* が病因物質であると判明しており、厚生労働省は2011年6月、*K. septempunctata* を起因とすると考えられる有症事例が報告された際には食中毒事例として取り扱うよう、自治体宛に通知を発出した。

当所では、主に浜名湖産魚類を対象とした粘液胞子虫寄生状況調査を2012年7月から実施してきた。今回は、2015年4月～2016年1月の調査結果に加え、有症事例における検査結果について報告する。

【材料および方法】

1. 材料

1. 1 寄生状況調査

2015年4月～2016年1月に収去検査等により搬入された鮮魚 12種 34検体

スズキ（セイゴ、マダカを含む）(7)、クロダイ（カイズを含む）(7)、イサキ(5)、ヒラメ(4)、ハマチ(2)、アジ(2)、ボラ(2)、キビレ(1)、トウジン(1)、グレ(1)、アカダイ(1)、チダイ(1)

1. 2 有症事例

2015年に発生した有症事例における食品検体 3件 5種 10検体

ヒラメ(4)、マグロ(3)、マダカ(1)、サーモン(1)、コチ(1)

2. 方法

「*Kudoa septempunctata* の検査法について（暫定版）」（2011年7月11日付厚労省通知）により実施。

【結果】

1. 寄生状況調査

カイズ 2検体、マダカ 1検体、クロダイ 1検体（いずれも浜名湖産）から、鏡検により *Kudoa* 属粘液胞子虫の胞子が検出され

た。胞子数は $1.17 \times 10^4 \sim 8.13 \times 10^7$ 個/gであった。しかし、いずれもリアルタイムPCR法により、*K. septempunctata* 陰性と判定された。観察された胞子の極嚢は4極であった（表）。

2. 有症事例

患者喫食と同ロットのヒラメ 1検体（産地不明）およびヒラメエンガワ 1検体から、鏡検により 6～7極を有する *K. septempunctata* 胞子が観察された（図）。鏡検法による胞子数はそれぞれ 4.4×10^9 個/g、 5.7×10^7 個/gであった。いずれもリアルタイムPCR法により確認検査を行い、*K. septempunctata* 陽性となった。コピー数はそれぞれ、 3.8×10^{10} コピー/g、 2.0×10^9 コピー/gであった。また、残食とは別ロットのヒラメエンガワにおいて、リアルタイムPCRにより *K. septempunctata* 遺伝子が検出されたが、コピー数が暫定基準値の 10^7 以下であったため、陰性となった。

【考察】

今回の寄生状況調査では、ヒラメ、その他の魚類について *K. septempunctata* は検出されなかった。2012年からの調査を合わせても、ヒラメ計 19検体から *K. septempunctata* は検出されていない。国内産ヒラメの *K. septempunctata* による汚染率は0.7%と報告されており、これと比較して、浜名湖やその周辺を産地とするヒラメのリスクが特に高いわけではないと考えられる。

一方、浜名湖産のマダカ、カイズ、クロダイから4極を有するクドア属粘液胞子虫が検出された。これらは筋肉内にシストの形成が肉眼的に認められ、*K. iwatai* と推測されたが、同定には至らなかった。今後、コンベンショナルPCRまたはシーケンスによる *K. iwatai* の同定方法を検討し導入したい。

有症事例においては、ヒラメ 2検体から鏡検法で *K. septempunctata* が検出され、当所では初の事例となった。寄生状況調査、有症事例とも、クドア属粘液胞子虫が観察されたのは5月末～8月に搬入された検体であり、ク

ドアによる食中毒の発生が夏季に多いことと矛盾しなかった。

前回の調査に引き続き、今回も浜名湖産魚類への *K. iwatai* とと思われるクドア属粘液胞子虫の感染が確認された。*K. septempunctata* 以外のクドア属のヒトへの病原性は不明であるが、これらが原因と考えられる有症事例も報告されている。他のクドア属についても、モニタリングを継続し汚染率や好発魚種のデータを蓄積することで、食中毒の発生防止に役立てることができると思う。

【文献】

1. 農林水産省:平成 23 年度新たな農林水産政策を推進する実用化技術開発事業「養殖ヒラメに寄生する新種のクドア属粘液胞子虫による食中毒の防止技術の開発」の概要



図 *K. septempunctata* の胞子

表 クドア属粘液胞子虫の検査状況

	検体名	搬入日	産地	鏡検	リアルタイム PCR	胞子数	DNA コピー数
調査	マダカ	2015/7/22	浜名湖	+(4 極)	-	2.0×10^4 個/g	
	カイズ	2015/7/22	浜名湖	+(4 極)	-	8.13×10^7 個/g	
	クロダイ	2015/8/12	浜名湖	+(4 極)	-	1.17×10^4 個/g	
	カイズ	2015/8/12	浜名湖	+(4 極)	-	3.42×10^4 個/g	
有症事例	ヒラメ(同ロット)	2015/5/31	不明	+	+	4.4×10^9 個/g	3.8×10^{10} copy/g
	ヒラメエンガワ(同)	2015/5/31	不明	+	+	5.7×10^7 個/g	2.0×10^9 copy/g
	ヒラメエンガワ(別)	2015/5/31	不明	-	-		4.2×10^4 copy/g

LC EMA-qPCR 法によるレジオネラ属菌スクリーニング検査の検討（第3報）

微生物検査グループ 疋田都希

【はじめに】

当所では、浜松市内の公衆浴場の浴槽水について、培養法によるレジオネラ属菌の検査と並行して、液体培養による生菌の選択的増殖と EMA 処理による死菌由来の PCR 増幅抑制を組み合わせたレジオネラ生菌遺伝子検査法である LC EMA-qPCR 法（以下 qPCR 法）によるスクリーニング検査を実施している。

昨年、本発表会において、濃縮後の試料の ATP が 5,000 RLU 未満で qPCR 法が 60 CFU/100mL 以上の場合、ほぼ培養法で陽性となるとの報告を行った。しかし、今年度搬入された検体で qPCR 法が陰性であっても培養法で陽性となる検体が数件あった。この原因について検討し、若干の知見が得られたので報告する。

【材料及び方法】

1. 培養法と qPCR 法

平成 25、26、27 年度にレジオネラ属菌の検査を依頼された浴槽水 215 件を検体とした。これらの検体について、培養法と並行して qPCR 法を実施した。なお qPCR 法には、Viable *Legionella* Selection Kit for LC EMA -qPCR (タカラバイオ)、及び Cycleave PCR *Legionella* (16S rRNA) Detection Kit (タカラバイオ) を使用した。培養法で陽性となった検体については抗血清（デンカ生研）を用いて同定を行った。

2. 調整菌液による qPCR 法定量値

L. pneumophila 血清群 1 と *L. micdadei* をそれぞれ滅菌水にマクファーランド 0.5 になるよう懸濁後、 10^3 倍希釈した菌液を調整した。*L. pneumophila* 血清群 1 の菌液、*L. micdadei* の菌液、および両者を等量混和した菌液の 3 種類、200 μ L ずつを検体とし、1. と同様に qPCR 法を実施した。

【結果】

1. 培養法と qPCR 法

遺伝子増幅が確認された（qPCR 法陽性）のは 215 件のうち 61 件であり、培養法で陽

性となったのは 22 件であった。qPCR 法が陰性にも関わらず、培養法陽性となったのは 3 件であった（表 1）。

qPCR 法による遺伝子定量値と培養法菌数との関係は図 1 のとおりであった。また、レジオネラ肺炎の主な原因とされる *L. pneumophila* 血清群 1 が分離された検体における、遺伝子定量値と菌数の関係は図 2 のとおりであった。*L. pneumophila* 血清群 1 が分離された検体を除いた遺伝子定量値と菌数の関係は図 3 のとおりであった。

qPCR 法が陰性で培養法陽性となった 3 検体すべてから *L. micdadei* が分離された（表 2）。

2. 調整菌液による qPCR 法定量値

得られた増幅曲線は図 4 のとおりであった。*L. pneumophila* 血清群 1、*L. micdadei*、両者を等量ずつ加えたものの Ct 値は、それぞれ 25.22、34.49、27.53 であった。

【考察】

L. pneumophila 血清群 1 が分離された検体に限定すると、培養法と qPCR 法は良好な相関が見られたが、*L. pneumophila* 血清群 1 が分離された検体を除いた検体では良好な相関が見られなかった。また、調整菌液による qPCR 法から、*L. micdadei* の検出感度は *L. pneumophila* 血清群 1 に比べて低いことが推定された。以上のことから、レジオネラ属菌の検出感度は菌種によって差があると考えられた。今回、qPCR 法陰性にも関わらず、培養法陽性となった検体は、菌数が少なく、検出感度が低い *L. micdadei* で汚染されていたためと考えられる。

qPCR 法の結果が陰性であれば、必ず培養法で陰性になるとは限らず、qPCR 法の結果の解釈には注意が必要である。実検体では、検出感度が異なる複数の菌種が含まれていることもあることから、培養法と qPCR 法の完全な一致は難しいと感じた。レジオネラ肺炎の主な原因とされる *L. pneumophila* 血清群 1 の検出感度は良いことから、qPCR 法の特性を理解し、目的に応じた活用が重

要であると考える。

表 1 培養法と qPCR 法の比較

		培養法		計
		陽性	陰性	
qPCR法	陽性	19	42	61
	陰性	3	151	154
計		22	193	215

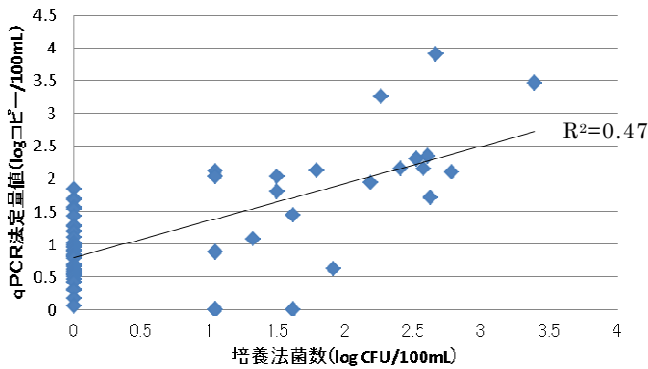


図 1 qPCR 法定量値と培養法菌数との相関

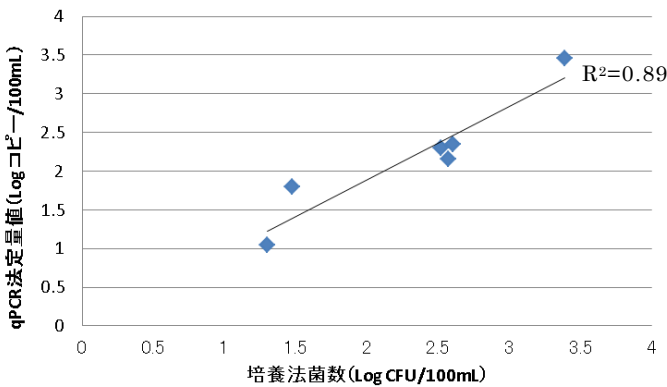


図 2 *L. pneumophila* 血清群 1 が分離された検体における qPCR 法定量値と菌数の相関

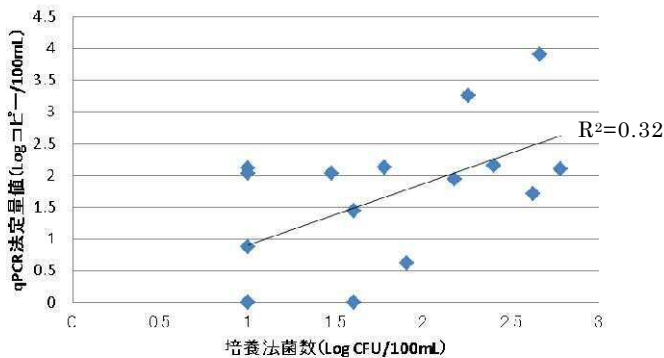


図 3 *L. pneumophila* 血清群 1 が分離された検体を除いた qPCR 法定量値と菌数の相関

表 2 培養法、qPCR 法の結果比較と分離された菌種

培養法 (CFU/100mL)	qPCR法 1000倍濃縮液 (CFU/100ml)	分離された菌種
460	7940	<i>L.pneumophila</i> 5
2440	2880	<i>L.pneumophila</i> 1,12 <i>L.micdadei</i>
180	1800	<i>L.pneumophila</i> 3,6
400	222	<i>L.pneumophila</i> 1,6 <i>L.micdadei</i>
330	201	<i>L.pneumophila</i> 1,12 <i>L.micdadei</i>
370	144	<i>L.pneumophila</i> 1 <i>L.micdadei</i>
250	143	<i>L.micdadei</i>
60	134	<i>L.pneumophila</i> 2-14,12
10	131	<i>L.pneumophila</i> 5
600	125	<i>L.micdadei</i>
10	106	<i>L.pneumophila</i> 7-14
30	106	<i>L.pneumophila</i> 6
150	85.3	<i>L.pneumophila</i> UT
30	62.8	<i>L.pneumophila</i> 1
420	50.5	<i>L.micdadei</i>
40	26.4	<i>L.micdadei</i>
20	11	<i>L.pneumophila</i> 1 <i>L.micdadei</i>
10	6.61	<i>L.pneumophila</i> 12
80	3.25	<i>L.pneumophila</i> 10
40	0	<i>L.micdadei</i>
10	0	<i>L.micdadei</i>
10	0	<i>L.micdadei</i>

(215 件中、培養法陽性検体を抜粋)

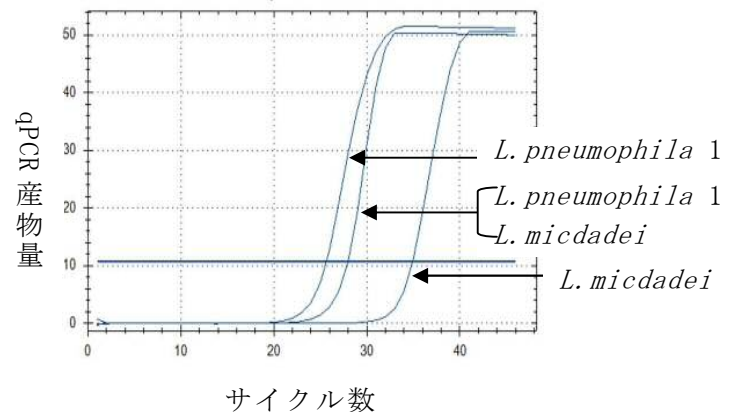


図 4 調整菌液による qPCR 法増幅曲線

市内小児肺炎患者から分離される肺炎球菌の血清型調査

微生物検査グループ 佐原篤, 加藤和子, 土屋祐司

【目的】

肺炎球菌は多くの小児の鼻咽頭に常在し、中耳炎や肺炎の起病菌となる。また、成人の肺炎患者の20～40%からも分離されている。血液中など無菌部位に侵入することで、侵襲性肺炎球菌感染症（2013年4月に感染症法五類全数把握疾患に追加）を起こすことも知られている。

一方、小児肺炎の予防として行われているワクチン接種は、2010年11月から7価肺炎球菌結合型ワクチン（PCV7）による5歳未満の小児に対する接種公費助成が始まった。また、2013年11月より、PCV7にさらに6種類の血清型が加わった、13価肺炎球菌結合型ワクチン（PCV13）の定期接種が始まっている（図1）。

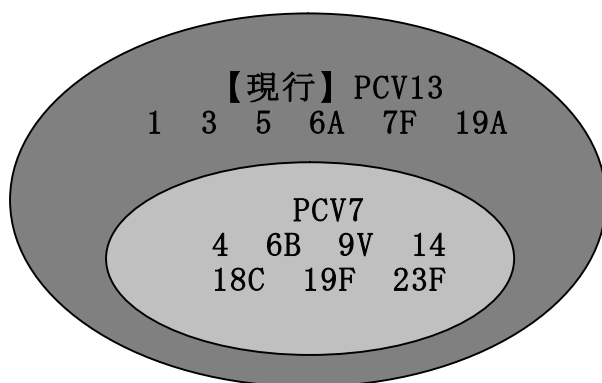


図1 ワクチンに含まれる血清型（抗原型）

今回、浜松市内の医療機関から提供された肺炎球菌の血清型を調査したところ、ワクチン接種の開始前後で、分離された血清型に変化が見られたので報告する。

【方法】

2012年2月から2016年1月に市内医療機関小児科を受診した、肺炎患者の鼻咽頭拭い液328検体から分離された肺炎球菌289株を用い調査を行った。すべての菌株はDanielらの方法に従い *lytA* 遺伝子の検出、および制限酵素 *BsaA I* による切断の有無を確認することにより肺炎球菌と同定した。同定された菌株は、Multiplex PCR法を用いて血清型を決定した。

【結果】

1. 分離された肺炎球菌の血清型

当所において同定検査を実施した289株のうち、10株は *lytA* 遺伝子が不検出であったため、279株（2012年85株・2013年75株・2014年69株・2015年50株）について血清型別を実施したところ、23種類の血清型に分離された（表）。

2. ワクチン接種状況

肺炎球菌が分離された患者279人のうち、PCV7または、PCV13を接種済みの患者は241人（86.9%）であり、2012年は80.2%、2013年は88.0%、2014年は91.3%、2015年は88.0%であった。

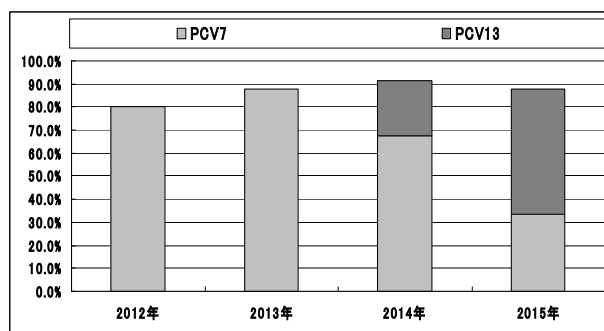


図2 肺炎患者のワクチン接種状況

3. ワクチン含有血清型の分離率

PCV7含有血清型（4/6B/9V/14/18C/19F/23F）の分離率は、2012年は11.8%、2013年は1.3%、2014年は1.4%、2015年は未分離であった（図3）。

PCV13含有血清型（1/3/5/6A/7F/19A）の分離率は、2012年は14.1%、2013年は22.7%、2014年は15.9%、2015年は18.0%であった（図3）。

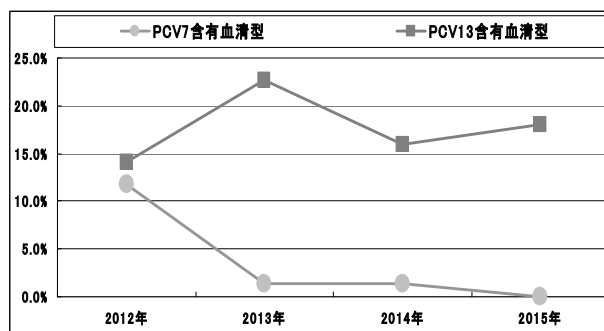


図3 ワクチン含有血清型の分離率

4. ワクチン非含有血清型の分離率

PCV7及びPCV13に含まれない血清型である、15A、15B、23Aの分離率は表のような結果となった。

年毎に分離率の変化を見たところ、15Aや15Bでは増加傾向が見られた（図4）。一方で、23Aは減少傾向が見られた（図4）。

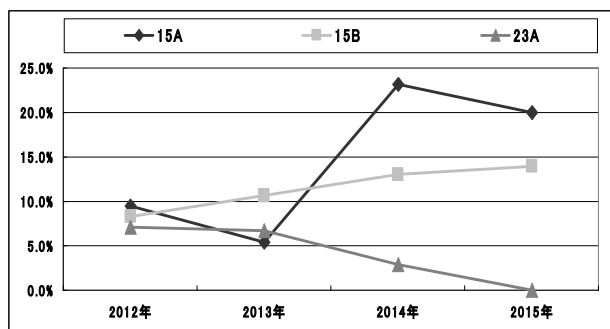


図4 ワクチン非含有血清型の分離率

【考察】

今回の調査の結果、ワクチンの定期接種が開始された2013年より、PCV7含有血清型の分離率の減少が見られた。このことよりPCV7の効果が十分に表れていると思われた。それに伴い、2013年は、2012年に比べ、PCV7に含まれない血清型（PCV13に新たに追加された6種類の血清型）の相対的な増加が見られた。しかし、2013年11月よりPCV13が導入され、PCV13の接種済の患者の結果が反映された2014年のPCV13含有血清型の分離率は、2013年より減少する傾向となった。これにより、一時的にPCV7の効果により分離率が増加すると思われた、PCV13含有血清型がPCV13の効果により抑えられたと考えられる。

2014年と比較し、2015年はPCV13含有血清型の分離率が増加する傾向となっていた。これはワクチンの接種率の減少が原因と思われる。しかし、PCV7含有血清型は2014年、2015年と継続して減少傾向を示しており、これはPCV7の導入がPCV13よりもはやく、2013年と2014年には、すでに分離率が十分に減少していたため、市中感染が起きにくい状況であったためと思われた。

ワクチンに含まれない血清型については、国立感染症研究所発刊の病原微生物検出情報によると、PCV7接種公費助成後、小児侵襲性肺炎球菌感染症患者から分離されたPCV7に含まれる血清型の数が減少し、それに相対してPCV7に含まれない血清型の数が増加しており、血清型交代が起きたと報告されている。

今後PCV13の接種が広がっていく中では、PCV13に含まれない15A/15Bなどの血清型は相対的に増加していくと思われるが、15A/15Bはペニシリン耐性株（PRSP）の割合が多いという報告もあることから、分離動向に注視していく必要がある。今後は、分離菌株の薬剤耐性化状況も調査していきたい。

現在肺炎球菌には、93種の血清型が存在するといわれており、現行のワクチンでは全てをカバーすることは難しいと感じた。今後は、共通の抗原を標的とした新たなワクチンの開発が期待される。

表 分離された肺炎球菌の血清型

		2012年		2013年		2014年		2015年	
		血清型	件数	血清型	件数	血清型	件数	血清型	件数
PCV7 含有	4	0		4	0	4	0	4	0
	6B	0		6B	0	6B	0	6B	0
	9V	1	1.2%	9V	0	9V	0	9V	0
	14	1	1.2%	14	0	14	0	14	0
	18C	0		18C	0	18C	0	18C	0
	19F	7	8.2%	19F	1	1.3%	19F	1	1.4%
	23F	1	1.2%	23F	0	23F	0	23F	0
	合計	10	11.8%	合計	1	1.3%	合計	1	1.4%
PCV13 のみ含有	1	0		1	0	1	0	1	0
	3	6	7.1%	3	3	4.0%	3	1	1.4%
	5	0		5	0		5	0	
	6A	0		6A	0		6A	0	
	7F	0		7F	0		7F	2	4.0%
	19A	6	7.1%	19A	14	18.7%	19A	10	14.5%
	合計	12	14.1%	合計	17	22.7%	合計	11	15.9%
	合計	85		合計	75		合計	69	
	15A	8	9.4%	15A	4	5.3%	15A	16	23.2%
	15B	7	8.2%	15B	8	10.7%	15B	9	13.0%
	23A	6	7.1%	23A	5	6.7%	23A	2	2.9%
	6	4	4.7%	6	1	1.3%	6C	5	7.2%
	6C	13	15.3%	6C	10	13.3%	10A	2	2.9%
	10A	2	2.4%	10A	7	9.3%	11A	4	5.8%
	11A	3	3.5%	11A	3	4.0%	24	3	4.3%
	22F	5	5.9%	18	1	1.3%	33F	1	1.4%
	34	1	1.2%	22F	6	8.0%	34	1	1.4%
	35B	7	8.2%	35B	3	4.0%	35B	2	2.9%
	cpsA(-)	7	8.2%	UT	1	1.3%	38	1	1.4%
				cpsA(-)	8	10.7%	UT	2	2.9%
	合計	85		合計	75		cpsA(-)	9	13.0%
							合計	50	

cpsA(-)は、肺炎球菌夾膜抗原陰性

加工食品中に含まれる農薬の迅速検出法の検討について

食品分析グループ 木俣智香子

【目的】

加工食品中の残留農薬等の試験法については、平成25年3月26日付け事務連絡「加工食品中に高濃度に含まれる農薬等の迅速検出法について」（以下「事務連絡」）において、3つの試験法が示されている。

当所においても事務連絡に示された迅速検出法Ⅰを参考に、加工食品中の残留農薬試験法の検討及び性能評価を実施したので報告する。

【方法】

1. 試料

カップラーメン、冷凍ピザ、レトルトカレー、冷凍ピラフ及びポテトチップスを用いた。

2. 対象農薬

迅速検出法Ⅰの対象化合物の中から表4に示した66農薬を対象とした。

3. 試験溶液の調製

調製方法を図1に示した。

4. 測定機器

LC-MS/MS：Waters社製TQD

5. HPLC条件

カラム：Waters社製ACQUITY UPLC BEH C18(2.1mm×100mm、1.7μm)

移動相：100mM酢酸アンモニウム(A)/メタノール(B)/水(C)

グラジエント条件：表1

注入量：2μL

流量：0.3mL/min

表1 グラジエント条件

時間(min)	%A	%B	%C
0	5	85	10
2	5	47.5	47.5
11	5	15	80
14	5	15	80
17.5	5	10	10

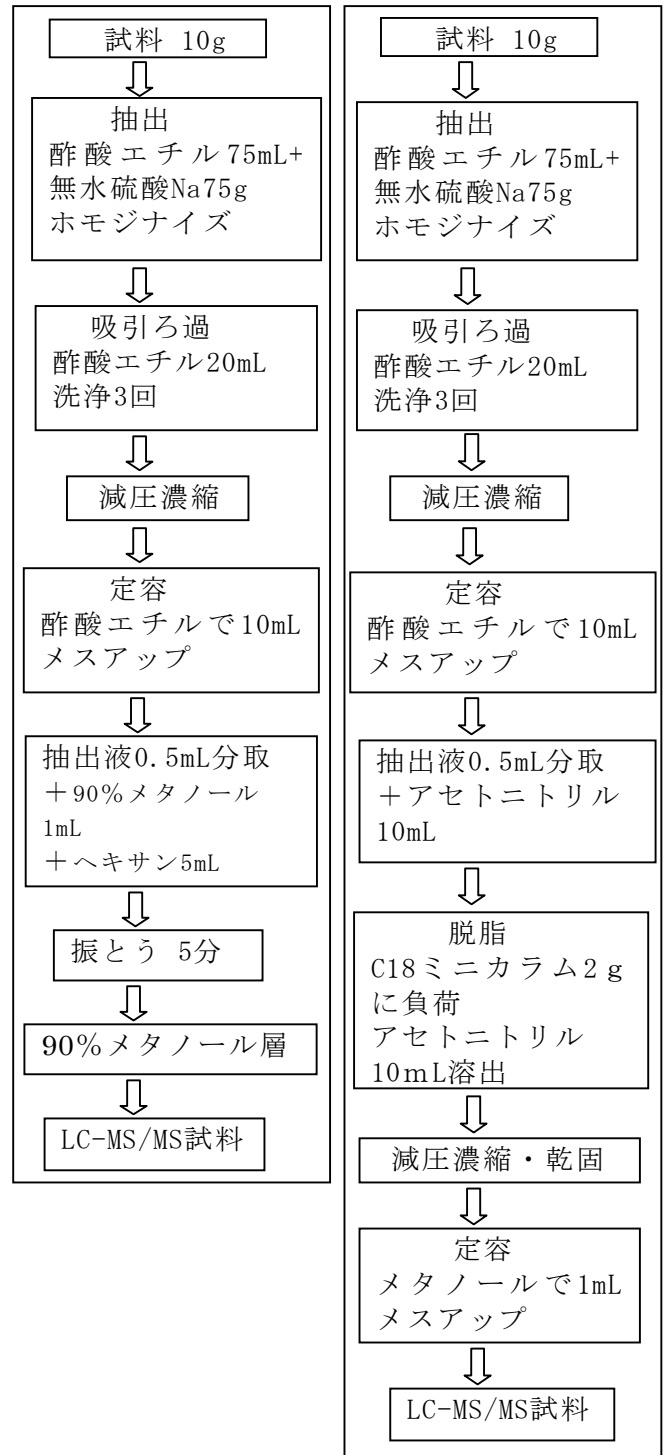


図1 試験溶液の調製方法
(左図：迅速検出法Ⅰ 右図：改良法)

6. MS測定条件

イオン化法：ESI
 ソース温度：150℃
 脱溶媒温度：400℃
 キャピラリー電圧：3kV
 コーンガス流量(N₂)：50L/h
 脱溶媒ガス流量(N₂)：1000L/h
 コリジョンガス流量(Ar)：0.18mL/min
 MRM条件：表4

7. 性能評価方法

各対象農薬を添加した試料について、試験溶液を調製した。評価濃度は0.1mg/kgとし、試験は5併行で行い、回収率(%)及び併行精度(RSD%)を算出した。また選択性及び評価濃度の確認を行った。各性能パラメータの目標値を表2に示す。

表2 性能パラメータの目標値

選択性	回収率(%)	併行精度(RSD%)	評価濃度の確認
添加濃度ピーク面積の1/3未満	50~200	30>	S/N比≥10

[結果]

1. 試料溶液調製の検討

事務連絡に示された迅速検出法Iに準じて検討を行ったところ、回収率が20%に満たない農薬が数多くみられた。これは抽出溶液0.5mL(酢酸エチル溶液)に水及びメタノール(1:9)とヘキサンを入れ振とうする際に、農薬がヘキサン層に移行していると考えられた。そのためヘキサンによる脱脂操作を省き、油脂成分の多い加工食品に対応するため、抽出過程にC18ミニカラム2gによる精製工程を追加した。抽出液0.5mL(酢酸エチル溶液)にアセトニトリル10mLを加え、C18ミニカラム2gに負荷し、10mLアセトニトリルで溶出した。各試料で検討したところ、レトルトカレー、冷凍ピラフ及びポテトチップスにおいては2gの充填量で十分であった。カップラーメン、冷凍ピザについては、溶出液に少量の油脂成分を確認したが、分析結果に影響はなかった。

2. 性能評価

(1) 選択性

各試料について分析を行い、定量を妨害するピークの有無を確認したところ、全対象農薬において目標値である添加濃度に相当するピークの面積の1/3未満であった(表3)。

(2) 回収率及び併行精度

各試料についてn=5で添加回収試験を行った。カップラーメン、冷凍ピラフ及びポテトチップスにおいては、エチオフェンカルブの回収率が低く適合しなかった。また冷凍ピザはイサゾホス、ジメチルビンホス、トリアゾホスの回収率が、ポテトチップスはエチオフェンカルブの回収率、フェンプロピモルフの回収率と併行精度が不適合となった。レトルトカレーについては、66農薬すべて適合であった。各試料において対象66農薬中63~66農薬が性能評価に適合し、良好な結果が得られた(表3、表4)。

(3) 評価濃度の確認

各試料について回収率の評価で得られた対象化合物のピークのS/N比を確認した。すべての試料において全対象農薬が目標値を満たした(表3)。

表3 性能評価の適合項目数

	カップ ラーメン	冷凍 ピザ	レトル カレー	冷凍 ピラフ	ポテ トチップス
選択性	66	66	66	66	66
回収率	65	63	66	65	64
併行精度	65	66	66	66	65
評価濃度の確認	66	66	66	66	66
総合結果	65	63	66	65	64

[考察]

今回、加工食品中に含まれる農薬等の迅速検出法の検討を行った。性能評価の結果から、加工食品中の農薬迅速検出法として有用性が示された。今回66農薬をLC-MS/MSを用いて分析することが可能となったが、様々な事態に対応できるようGC-MS/MS及びGC-FPDも組み合わせた緊急時の検査法を確立していきたい。

[参考文献等]

厚生労働省医薬食品局食品安全部基準審査課「加工食品中に高濃度に含まれる農薬等の迅速検査法について」(平成25年3月26日事務連絡)

表4 対象農薬のMRM条件及び性能評価結果（回収率及び併行精度）

	Q1	Q3	Cone (V)	Coil (eV)	カプラーメン		冷凍ピザ		レトルター		冷凍ピラフ		ホテトチップス	
					回収率	併行精度	回収率	併行精度	回収率	併行精度	回収率	併行精度	回収率	併行精度
アゼメチホス	325.0	183.0	40	15	92.2	1.9	85.4	3.6	88.6	5.6	93.6	6.4	85.7	4.8
アジンホスメチル	318.1	132.1	20	15	92.1	2.0	85.4	4.7	84.5	6.7	95.0	6.2	86.9	5.9
アセタミプリド	223.1	125.9	34	20	90.3	1.8	78.0	4.7	73.7	4.9	95.2	5.8	86.9	4.2
アゾキシストロピン	404.2	372.2	40	15	89.4	1.5	82.1	5.4	88.6	5.7	91.7	5.5	86.5	4.4
アニロホス	368.5	199.0	22	16	80.7	5.1	57.3	7.5	76.2	4.8	93.3	5.7	89.6	4.8
アルジカルブ	208.1	116.1	10	7	68.8	6.9	76.7	3.9	77.5	8.3	81.1	8.8	81.1	7.7
イサゾホス	314.6	162.1	28	16	85.0	3.4	39.6	10.5	60.3	5.0	90.2	4.7	89.9	5.6
イソフェンホス	346.1	245.0	10	16	86.9	3.1	75.0	4.7	82.3	3.2	90.6	3.4	89.7	5.6
イソプロカルブ	194.1	137.1	16	10	88.1	2.5	81.1	4.7	74.3	10.3	83.8	6.6	86.0	3.7
イプロバリカルブ1	321.3	203.2	30	10	88.5	3.7	74.3	5.0	79.7	2.9	91.3	5.6	88.7	7.8
イプロバリカルブ2	321.3	203.2	30	10	90.0	3.6	57.2	7.2	73.0	7.1	94.2	6.4	89.7	7.5
イプロベンホス	289.1	205.1	10	10	85.0	5.3	80.4	3.7	84.9	4.2	92.7	4.2	92.4	5.1
イミダクロプリド	256.8	176.0	46	16	101.3	10.2	97.3	11.2	102.3	12.9	114.1	13.3	78.6	12.7
インドキサカルブ	528.2	203.1	40	40	75.5	2.1	73.9	6.1	84.6	4.9	91.5	6.7	80.6	7.0
エスプロカルブ	266.2	91.0	28	22	86.1	4.0	79.4	4.8	83.6	4.8	89.4	4.3	89.6	6.0
エチオフェンカルブ	226.2	107.0	22	16	5.7	121.4	57.8	15.6	68.0	5.9	41.2	25.0	48.1	18.4
エチオン	385.2	199.0	10	10	90.7	2.5	70.3	10.3	87.5	5.0	90.2	4.6	84.3	8.4
エディフェンホス	311.1	283.0	28	16	86.0	5.7	81.5	4.3	89.0	4.8	93.7	3.5	92.4	4.0
エトプロホス	243.1	173.0	16	16	83.2	3.0	76.7	5.6	75.7	9.0	84.4	3.9	87.2	3.1
エトリムホス	293.1	265.1	10	16	85.7	7.6	83.1	5.5	78.1	9.8	83.3	5.3	99.6	6.0
カズサホス	271.1	159.0	28	16	84.1	3.5	79.1	3.7	79.8	7.2	84.3	6.5	88.7	3.8
カルバリル	201.9	145.1	22	10	92.6	2.9	85.8	4.3	80.0	5.0	94.6	6.6	88.7	5.1
キナルホス	299.1	163.1	16	10	87.4	6.1	83.0	6.4	85.5	6.2	91.0	4.9	92.2	6.4
クロロピリホス	351.9	200.0	28	16	88.7	2.8	83.4	5.7	90.7	2.6	92.1	3.6	90.5	4.1
クロロプロファミ	214.9	173.0	16	10	83.9	16.0	89.3	12.8	81.3	13.4	89.4	9.4	104.2	6.3
ジエトフェンカルブ	268.2	226.1	22	10	88.3	2.9	83.1	5.1	85.8	4.7	93.2	4.3	91.3	3.7
ジメチルピホス_E	332.9	127.0	22	10	87.6	3.8	82.5	5.3	85.3	6.5	92.1	5.2	91.9	3.6
ジメチルピホス_Z	332.9	127.0	22	10	89.2	5.1	25.5	13.7	52.7	3.5	99.1	5.6	92.4	5.6
ジメエート	230.0	199.0	28	10	86.6	3.4	74.9	5.4	78.7	3.4	90.6	4.3	89.9	4.7
ダイアジノン	305.1	169.1	22	22	85.3	6.6	79.3	4.7	77.5	9.9	88.7	6.2	89.6	4.7
チアクロプリド	253.5	127.0	46	22	97.7	6.0	91.7	5.5	76.2	8.3	88.5	12.1	82.4	8.9
チオベンカルブ	258.4	125.0	22	16	83.7	4.9	74.3	5.6	80.7	5.5	90.3	4.4	88.1	5.7
テトラクロロピホス	366.9	127.0	34	16	87.1	3.1	81.7	5.1	82.1	4.6	92.6	3.7	88.9	4.8
テブフェジド	353.3	133.1	20	20	94.1	1.9	89.4	6.5	93.0	6.0	99.4	6.1	89.9	2.6
テブフェンピラド	334.9	145.1	46	28	81.8	3.7	58.2	11.1	78.6	4.4	86.8	6.0	86.6	9.4
トリアジメノール	267.2	70.1	22	16	83.3	7.9	68.9	3.4	62.8	4.1	88.7	6.4	80.5	9.5
トリアゾホス	314.1	162.1	40	22	88.4	3.9	40.6	6.8	56.7	3.4	89.7	3.3	89.8	4.1
トリアレート	306.0	86.0	22	16	86.8	4.9	85.3	3.3	88.6	4.9	89.8	2.8	91.3	4.9
トリブホス	315.1	169.0	10	16	87.7	3.0	81.7	5.6	88.5	4.9	92.7	4.2	88.3	4.7
ビベロホス	354.1	171.0	10	22	85.9	4.6	81.8	4.2	88.4	3.4	92.2	4.3	90.8	5.6
ピラクロホス	388.5	194.0	22	10	90.2	8.8	76.0	6.0	81.3	9.7	99.5	6.8	85.2	5.1
ピラクロストロピン	361.7	258.1	40	22	90.5	3.0	84.2	6.7	92.8	4.4	97.3	6.0	89.0	6.6
ピリダベン	365.5	309.1	16	16	84.4	3.5	75.3	5.3	86.7	6.4	89.6	3.9	86.1	5.0
ピリピチカルブ	331.2	181.1	16	16	85.3	3.7	74.1	8.9	86.9	4.8	92.4	4.2	83.7	6.4
ピリミカルブ	239.0	182.2	22	16	92.2	1.6	84.3	3.4	88.3	5.8	94.7	6.0	89.1	4.8
ピリミホスメチル	306.1	164.2	22	22	86.5	3.0	82.1	4.9	89.5	5.3	93.9	2.3	90.3	6.2
フェノピカルブ	207.9	95.0	22	16	88.7	1.9	80.8	4.7	76.3	10.6	86.6	8.9	85.4	4.5
フェンシルホチオン	309.1	281.1	50	16	89.5	4.0	82.8	3.4	88	4.6	92.2	3.6	86.8	3.9
フェンチオン	279.1	169.1	16	16	75.5	7.0	81.0	5.1	80.8	6.6	87.0	3.1	91.1	4.6
フェントエート(PAP)	321.1	163.1	16	10	80.5	3.7	72.6	2.6	89.1	5.5	93.3	5.1	93.5	7.3
フェンピロキシメート_E	422.3	366.2	30	15	86.8	2.8	79.7	5.6	82.8	6.8	92.4	5.9	80.2	6.5
フェンピロキシメート_Z	422.3	366.2	30	15	83.9	4.7	62.7	10.7	84.0	5.4	91.5	7.1	68.4	17.0
フェンプロバトリン	350.2	125.1	34	10	87.0	4.2	82.0	5.0	85.6	5.3	91.4	3.8	81.7	7.2
フェンプロピモルフ	304.3	147.2	10	28	71.0	6.2	65.0	16.5	71.4	21.6	75.2	29.3	42.8	51.9
プタミホス	333.1	180.1	10	10	83.5	4.5	72.2	3.3	66.4	3.5	91	5.4	88.8	6.2
フルバリネート	504.4	208.2	28	16	80.4	4.7	73.7	5.6	87.8	10.8	82.3	8.3	85.7	4.1
プロバホス	305.1	221.0	34	16	76.4	3.3	79.1	6.5	84.3	5.1	85.5	5.7	80.7	5.1
プロピコナゾール1	343.6	161.0	34	34	82.9	3.3	76.1	5.9	80.5	6.6	93.7	4.3	76.9	11.3
プロピコナゾール2	343.6	161.0	34	34	84.6	8.5	57.8	9.9	83.9	4.4	101.1	2.2	80.0	4.6
ペナラキシル	326.2	148.1	10	22	88.8	4.7	72.1	5.9	82.1	3.1	92.2	5.0	91.6	7.1
ベンダイオカルブ	223.9	167.1	22	10	89.4	1.6	81.7	3.6	83.3	6.4	91.9	7.0	87.9	4.8
ホサロン	368.4	182.0	28	16	83.5	4.0	73.3	5.6	68.1	5.2	96.5	4.1	87.9	5.1
ホスチアゼート	284.0	228.0	34	10	90.5	3.3	84.5	4.0	89.9	4.3	94.3	7.2	89.1	3.7
ホスメット	318.0	160.1	16	16	113.1	2.6	113.1	3.5	101.4	6.1	79.8	21.5	96.6	19.7
マラチオン	331.1	127.1	22	10	89.8	3.0	86.1	4.1	87.4	5.2	92.3	3.7	90.9	4.0
メカルバム	330.1	227.0	22	10	90.8	4.0	85.9	4.0	87.3	4.5	90.9	4.0	89.8	4.1
メチオカルブ	242.8	226.2	16	10	90.7	2.6	81.9	5.7	79.9	6.0	93.1	5.7	85.1	4.9
メチダチオン	303.0	145.0	16	10	90.3	2.6	86.4	4.9	85.4	4.7	91.7	3.0	92.1	4.7
メトキシフェノジド	369.3	149.1	22	15	89.8	3.0	89.1	4.8	87.4	5.7	93.2	5.7	85.7	4.3
メピンホス_E	225.1	193	22	10	85.8	2.0	79.0	3.3	73	10.8	80.4	7.4	83.8	4.9
メピンホス_Z	225.1	193.0	22	10	84.5	2.1	77.2	2.8	75.1	10.5	81.8	7.8	86.7	5.0

LC-MS/MSによる下痢性貝毒の分析

食品分析グループ 山本 典由

【目的】

下痢性貝毒は、プランクトン的一种である有毒渦鞭毛藻等が産生する毒素であり、これらを摂食するなどして毒化した二枚貝をヒトが喫食することで食中毒が発生する。食中毒症状として、喫食後4時間程度で下痢、嘔吐、腹痛などを主に発症するが、通常は2~3日程度で回復し、死亡事例や後遺症は知られていない。

下痢性貝毒は、かつては脂溶性貝毒と呼ばれ、オカダ酸群、ペクテノトキシン群、イェットキシン群に分類されていたが、現在では下痢原性をもつオカダ酸群のみを下痢性貝毒といい、その他の脂溶性貝毒と区別されている。

下痢性貝毒の検査法として、従来はマウスを使った毒性試験が行われていたが、国際的に機器分析法の導入が進められている現状に鑑み、平成27年3月6日にマウス毒性試験から機器分析法(LC-MS/MS)への公定法改正が示されるとともに、新たな規制値が設定され、平成27年4月1日から施行されている。

現在、貝類の貝毒については、保健所の収去検査として毎年約10検体の検査を実施しており、今後も継続して検査を実施していく方針であることから、当所においても機器分析法による下痢性貝毒の定量法を確立し、保健所からの検査依頼に対応できる体制を早急に整える必要がある。

そこで今回、LC-MS/MSを用いて貝類の下痢性貝毒の分析法を検討したので報告する。

【方法】

1. 試料

貝類のうち、当研究所において定常的に貝毒の検査を実施しているカキ及びアサリを選択し、これを試料とした。

2. 標準品・試薬等

2.1. 標準品

National Research Council Canada製のオカダ酸(OA)、ジノフィシストキシン-1(DTX1)及びジノフィシストキシン-2(DTX2)(いずれも認証標準品)を用いた。

2.2. 試薬等

- ①アセトニトリル、ギ酸、ギ酸アンモニウム：HPLC用又はLC-MS用
- ②水：超純水
- ③前処理用カートリッジカラム：オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム(Waters Sep-Pak[®] Vac(3cc/200mg))をメタノール及び水でコンディショニングしたもの
- ④その他の試薬：「食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法について」(平成17年1月24日付け食安発第0124001号)別添の第1章総則の3に示すもの

2.3. 検量線用標準溶液

標準品を混合してメタノールで希釈し、1~20ng/mLを定量範囲とする5点の検量線用標準溶液を調製した。なお、本法による定量下限値は0.01mg/kgである。

3. 試験溶液の調製

3.1. 抽出

均質化した試料2.00gを量り採り、メタノール9mLを加えて激しく混和した後、遠心分離(3600rpm, 10min)して上清を得た。沈殿に90%メタノール9mLを加えて激しく混和した後、同様に遠心分離し、得られた上清を合一し、これに90%メタノールを加えて正確に20mLとした。

3.2. 加水分解

「1.抽出」で得られた溶液2.00mLを採り、2.5M水酸化ナトリウム溶液0.25mLを加えて攪拌し、76℃で40分間加水分解した。放冷後、2.5M塩酸0.25mLを加えて攪拌し、中和した。

3.3. 精製

「2.加水分解」で得られた溶液にn-ヘキサン2.5mLを加えて振り混ぜた後、n-ヘキサンを除去する操作を2回繰り返した。メタノール層に水3mLを加えて攪拌し、この液を前処理カートリッジに注入し、容器を40%メタノール2mLで2回洗い込み、この液もミニカラムに注入し、流出液は捨てた。ミニカラムに水

3mL、40%メタノール3mLを順次注入し、各流出液は捨てた。次いで、90%メタノール4mLを注入し、抽出液を採り、40℃以下で濃縮し、溶媒を完全に除去した。この残留物をメタノールに溶解して正確に2mLとし、0.2μmメンブレンフィルターでろ過したものを試験溶液とした。

4. 測定条件

4.1. 測定機器

- LC : Agilent 1290 Infinity LC
- MS : Agilent 6460 Triple Quad LC/MS

4.2. LC条件

- カラム : Agilent ZORBAX SB-C18 (2.1mm×50mm, 1.8μm)
- 移動相 : A:B=(0.1%ギ酸+5mMギ酸アンモニウム):アセトニトリルを表1のとおりグラジェント
- カラム温度 : 40℃
- 流速 : 0.2mL/min
- 注入量 : 5μL

表1 移動相条件

Time(min)	%A	%B
0.00	70	30
8.00	15	85
8.01	1	99
11.00	1	99
11.01	70	30
15.00	70	30

4.3. MS条件

- イオン化法 : ESI(-)
- 乾燥ガス温度及び流量 : 350℃、10L/min
- キャピラリー電圧 : 4000V
- MRM条件 : 表2のとおり

表2 MRM条件

	MS1 (m/z)	FE (V)	MS2 (m/z)	CE (eV)
OA DTX2	803.5	180	255	55
DTX1	817.5	180	255	55

MS1:プリカーサーイオン, MS2:プロダクトイオン
FE:フラグメンター電圧, CE: コリジョンエネルギー

5. 評価方法

カキ及びアサリそれぞれについて、以下のとおり妥当性評価試験を実施した。試験は実施者2名がそれぞれ1日1回2併行の試験を3日間実施した。

- 1) オカダ酸群を含まないブランク試料を分析法に従って分析し、目的物質の選択性を確認した。
- 2) オカダ酸群を一定量添加した試料を分析法に従って分析し、その結果から真度、併行精度及び室内精度を算出した。

【結果】

1. 選択性

カキ及びアサリともに、OA、DTX1及びDTX2いずれにおいても妨害ピークが検出されたが、その面積値は試料中0.01mg/kgに相当する濃度(Std 1ppb)のピーク面積値の1/10未満であり、目標値を満たしていた(表3)。

表3 選択性

	OA	DTX1	DTX2
カキ	0.08	0.09	0.01
アサリ	0.09	0.09	0.04

面積比(妨害/Std) 目標値 : < 1/10

2. 真度、併行精度及び室内精度

評価パラメータの結果を表4に示した。カキ及びアサリともに、OA、DTX1及びDTX2いずれにおいても目標値を満たしていた。

表4 評価パラメータ

カキ	OA	DTX1	DTX2	目標値
真度(%)	84.8	97.0	86.4	70~120
併行精度(RSD%)	7.4	15.0	7.9	≤15
室内精度(RSD%)	5.5	9.9	5.3	≤20
アサリ	OA	DTX1	DTX2	目標値
真度(%)	82.4	82.4	82.1	70~120
併行精度(RSD%)	13.2	14.6	10.4	≤15
室内精度(RSD%)	6.3	4.6	2.4	≤20

【総括】

今回の検討では、OA、DTX1及びDTX2ともに定量下限値相当の濃度において $S/N \geq 10$ の良好なピークを得た(図1)。また、検量線はブランク試料抽出液を用いたマトリクス検量線とし、定量範囲において $r \geq 0.995$ の良好な直線性を示した。加えて、定量を妨害する夾雑物は精製工程により効果的に除去され、(妨害ピーク面積値)/(定量下限値相当の標準品面積値) $< 1/10$ を満たす選択性が得られた。さらに、真度、併行精度及び室内精度はそれぞれ82.1~97.0%、7.4~15.0%、2.4~9.9%であり、いずれも目標値を満たしていた。

以上のことから、今回の検討法の妥当性は確実に確保され、検査体制を整えることができた。

【関連通知】

- 平成27年3月6日付け食安基発0306第3号厚生労働省医薬食品局食品安全部基準審査課長通知「下痢性貝毒(オカダ酸群)の検査について」

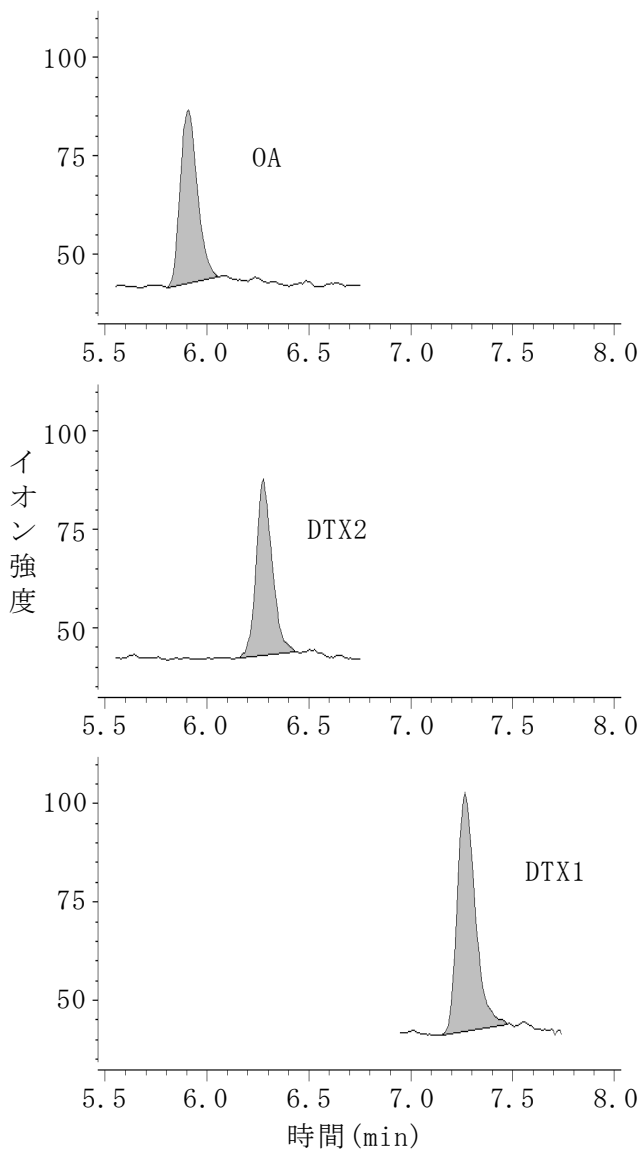


図1 LC-MS/MSクロマトグラム
(1ppb 標準液)

妥当性評価ガイドラインへの対応状況について

浜松市保健環境研究所

○神谷隆史 山本典由 長野見知子 木俣智香子
吉川英治 山本安子 大村雅一 進士一男

【はじめに】

妥当性評価ガイドラインの改正（平成22年12月24日付け食安発1224第1号）により、食品中に残留する農薬、飼料添加物及び動物用医薬品の濃度が基準に適合していることを判定するための試験を行う際は、すべての試験法について妥当性評価ガイドライン（以下、ガイドライン）（平成19年11月15日付け食安発第1115001号）に従った評価が必要となった。これを受けて、当研究所においても妥当性評価を進めており、今回残留農薬及び動物用医薬品の妥当性評価への対応状況をまとめたので報告する。

【方法】

1 評価試験法と対象食品及び使用機器

妥当性評価を実施した試験法と対象食品及び使用機器を表1に示す。

表1 試験法と対象食品及び使用機器

試験法	食品	使用機器
残留農薬一斉分析法 (野菜、果実)	ばれいしょ、キャベツ、ほうれんそう、みかん、たまねぎ、いちご、かんしょ、こまつな	GC-MS/MS (Bruker 社製 SCION TQ)、LC-MS/MS (Waters 社製 TQD、Agilent 社製 6460)
残留農薬一斉分析法 (畜水産物)	牛筋肉、牛乳	GC-MS/MS (Bruker 社製 SCION TQ)
動物用医薬品一斉分析法	牛筋肉、鶏筋肉、豚筋肉、牛乳、魚(すずき目)	LC-MS/MS (Waters 社製 TQD)
オキシテトラサイクリン類分析法	牛筋肉、鶏筋肉、豚筋肉、牛乳、魚(すずき目)	HPLC (島津製作所製 LC-10、Waters 社製 UPLC、Agilent 社製 1260)
マラカイトグリーン分析法	うなぎ(生)	LC-MS/MS (Waters 社製 TQD、Agilent 社製 6460)

2 評価方法

試験法の性能は、ガイドラインに準拠して評価した。評価は、添加回収試験を繰り返し行い、真度（添加回収試験を十分多数繰り返して得られた回収率の平均値）、併行精度（同一の条件で添加回収試験を併行して行い得られた回収率のばらつき）、室内精度（同一の条件で添加回収試験を独立した別日に行い得られた回収率のばらつき）及び選択性（ブランク試料を試験法に従い分析し、定量を妨害するピーク等が無いことを確認）の項目について、ガイドラインの目標値（表2）と比較して判定した。

表2 妥当性評価の目標値

目標濃度(mg/kg)	真度 (%)	併行精度(RSD%)	室内精度(RSD%)
≤ 0.001	70~120	30 >	35 >
$0.001 < \sim \leq 0.01$	70~120	25 >	30 >
$0.01 < \sim \leq 0.1$	70~120	15 >	20 >
$0.1 <$	70~120	10 >	15 >

【結果および考察】

平成27年11月現在の妥当性評価結果を表3～6に示す。残留農薬一斉分析法においては、これまでに10種類の食品で妥当性を評価した(表3)。しかしながら、Agilent社製のLC-MS/MSにおいては、この機器が納入される以前に評価を終了していた4種類の食品(ばれいしょ、きゃべつ、ほうれんそう、みかん)が未評価となっている。適合項目数の増加及び検査における信頼性の向上のため、今後Agilent社製のLC-MS/MSにおいても妥当性評価を順次進めていきたい。

また、動物用医薬品一斉分析法およびオキシテトラサイクリン類分析法においては、5種類の食品で妥当性評価を完了し(表4、5)、マラカイトグリーン分析法は、うなぎ(生)において妥当性評価を完了した(表6)。今後も順次妥当性評価を行っていきたい。

表3 残留農薬一斉分析法の妥当性評価結果(適合項目数/評価項目数)

食品	Bruker GC-MS/MS	Waters LC-MS/MS	Agilent LC-MS/MS
牛筋肉	24/24	項目なし	項目なし
牛乳	35/35	項目なし	項目なし
ばれいしょ	167/171	41/57	未評価
きゃべつ	187/188	44/57	未評価
ほうれんそう	180/181	54/57	未評価
みかん	189/201	49/57	未評価
たまねぎ	194/201	49/57	50/56
いちご	193/201	50/57	45/55
かんしょ	166/168	41/41	40/40
こまつな	187/201	53/57	51/55

表4 動物用医薬品一斉分析法の妥当性評価結果(適合項目数/評価項目数)

食品	Waters LC-MS/MS
牛乳	39/55
鶏筋肉	39/55
豚筋肉	36/39
牛筋肉	32/39
魚介類 (すずき目)	37/55

表5 オキシテトラサイクリン類分析法の妥当性評価結果(適合項目数/評価項目数)

食品	島津 HPLC	Waters HPLC	Agilent HPLC
牛乳	3/3	3/3	3/3
鶏筋肉	3/3	3/3	3/3
豚筋肉	3/3	3/3	3/3
牛筋肉	3/3	3/3	3/3
魚介類 (すずき目)	1/1	1/1	1/1

表6 マラカイトグリーン分析法の妥当性評価結果(適合項目数/評価項目数)

食品	Waters LC-MS/MS	Agilent LC-MS/MS
うなぎ(生)	1/1	1/1

「藻類発光阻害試験」を用いた公共用水域等の化学物質による影響評価

環境測定グループ 金野 拓也、岩井 利晃⁽¹⁾、野末 泰宏、鈴木 大介

(1) H27.4 より産業廃棄物対策課所属

【はじめに】

国内で使用される化学物質は年々増え、個別に管理することが困難になってきているため環境水や排水の生態影響への大きさを、生物を用いて直接測定し、市民が安心して暮らせる環境づくりを目指す動きが進められている。環境省では「生物応答を利用した排水管理手法」などの有効性について検討を行っており、生態リスク評価には主に藻類、ミジンコ類、魚類を用いた影響試験が実施されている。このうち藻類を用いた試験については、OECD テストガイドライン (TG201) に試験方法が示されているが、長い試験時間(72 時間培養)と生物の管理が必要となっている。この課題に対し、浜松ホトニクス^(株)(以下、HPK) は、より迅速、簡便かつ低コストの生物影響評価手法として、藻類の「遅延発光」を利用した藻類発光阻害試験法を開発した。本試験法については(国研)国立環境研究所が浜松ホトニクスとの共同研究により、TG201 との整合性について調査を行っているところである。今回、上記試験法が公共用水域等の環境影響評価に活用可能か検討するため、市内河川水等を用いた影響評価を実施したので報告する。

【原理】

遅延発光とは、藻類・植物への光照射後、光合成の逆反応により発生する微弱な蛍光である。藻類は化学物質の影響によって代謝阻害を受け、細胞生長や光合成に影響が生じる。光合成に影響が生じると無影響な検体と比較して生育時間に伴い遅延発光量が変化する。また、影響する物質により特徴的な曲線を示すことが知られている。この遅延発光量の変化を観測することにより生長阻害の程度を予測することができる。(勝又政和：生体微弱発

光によるバイオアッセイ～排水の環境リスク評価への挑戦～. PHOTON FAIR 2013.)

【実験方法・装置等】

(1) 凍結藻類試験キット (HPK 製)

TG201 標準種 (*P. subcapitata*)

(2) 培地 (HPK 製)

OECD 培地 (TG201 準拠)

(3) 試料溶液

浜松市内公共用水域等の水

(4) 装置 等

高感度ルミノメータ (HPK 製)

解析用ソフトウェア (HPK 製) 他

(5) 試験方法

① -80℃で凍結した藻類キットを専用解凍装置にて解凍する。チューブに OECD 培地 10 mL を分注し、解凍した藻類全量 (約 420 μL) をチューブに移し攪拌する。

② ①で作製した試料を回復培養する。
(1 h、25±1 °C)

③ 回復培養後の遅延発光をルミノメータで測定する。

④ チューブに各濃度の検体溶液 (全量 10 mL) を調製 (表 1) する。

表 1 検体溶液の調製方法

試料濃度 (%)	0	5	10	20	40	80
培地 (mL)	9.5	9	8.5	7.5	5.5	1.5
試料 (mL)	0	0.5	1	2	4	8
藻類 (mL)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5

⑤ 曝露 24 時間後の遅延発光を測定する。

⑥ 試料濃度 0% の発光量に対する各試料濃度の発光量の増加速度の低下率 (以下、速度低下率) を算出し、速度低下率が 50% となる試料濃度 EC₅₀ (曝露 24 時間後) を算出し (図 1)、ろ過後の試料を JIS K 0102 の方法を用いて金属等を測定する。

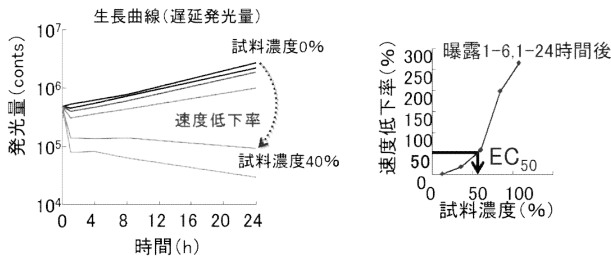


図 1 EC₅₀ 算出方法

【結果と考察】

浜松市内の公共用水域等の水に対して藻類発光阻害試験を行い、試料濃度毎の発光量を測定し、速度低下率（曝露 24 時間後）を求めた。また、速度低下率と試料濃度から各試料の EC₅₀ を算出結果(図 2)および金属、農薬などの検査結果(表 2、3)を示す。なお、検体 1～3 は魚へい死事故が発生したときの現場及び周辺の水を使用した。

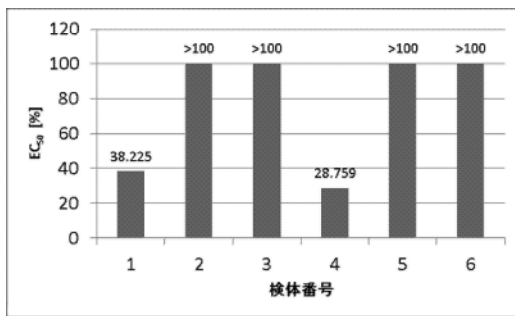


図 2 公共用水域等における EC₅₀

表 3 試料の水質検査結果(魚へい死関連)

測定項目	単位:mg/L		
	検体名 検体1	検体2 (検体1の10倍希釈)	検体3
カドミウム	<0.0003	-	-
鉛	<0.005	-	-
ひ素	<0.005	-	-
水銀	<0.0005	-	-
セレン	<0.002	-	-
フェニトロチオン	0.0050	0.0005	<0.0003
メチダチオン	0.019	0.0019	<0.0003
クレソキシムメチル	0.011	0.0011	<0.0003
ボスカリド	0.0024	<0.0003	<0.0003
ジウロン	0.0068	0.0006	<0.0003

表 4 試料の水質検査結果

測定項目	単位:mg/L		
	検体名 検体4	検体5	検体6
カドミウム	<0.0003	<0.0003	-
鉛	<0.005	0.005	<0.005
六価クロム	<0.02	<0.02	<0.02
ひ素	<0.005	<0.005	<0.005
セレン	<0.002	<0.002	-
銅	<0.01	<0.01	0.02
亜鉛	0.58	0.036	0.084
クロム	0.11	<0.02	<0.02
ニッケル	0.12	<0.01	0.03

検体 1 と 4 において EC₅₀ が 30 程度であり、藻類の遅延発光が有意に阻害されていることが分かった。また、水質調査結果から検体 1 については農薬類が、検体 4 については亜鉛、ニッケルの濃度が高く、これらの物質が遅延発光阻害の原因になった可能性がある。岩井(2014)では主に金属についての影響を考えていたが、この結果は藻類発光阻害試験が金属に加えて農薬類の藻類への影響も評価できるという可能性を示したものである。

しかしながら、環境省等で検討されている「生物応答を利用した排水管理手法」の法制度化も見送られ、現行の排水規制との整合性を慎重に図る必要があるなど課題は多い。

また、水質事故の原因究明のために用いることは難しいが、事故現場等の水の生物影響の程度や生物に支障がないことをいくつかの方法により確認するための 1 つの手段として活用できる可能性はあると考えられる。

【謝辞】

本研究を始めるにあたって特別なお計らいを頂いた国立研究開発法人国立環境研究所の鑪迫典久氏に御礼申し上げます。

また、本研究を進めるにあたって協力して頂いた浜松ホトニクス株式会社、検査法等につきましてご指導・ご鞭撻頂いた同社勝又政和氏、佐藤由紀子氏に御礼申し上げます。

魚へい死事故発生時における魚体農薬分析

環境測定グループ 萩原 彩華

【はじめに】

平成 27 年度から、魚へい死事故発生時において、魚体の金属やシアン化合物の検査依頼を受け検査を実施している。しかし、農薬については分析法が確立しておらず、要望はあるが検査を実施していない。平成 27 年 9 月、釣橋川で発生した魚へい死事故では、環境保全課が民間業者に委託した農薬分析結果にて、魚体から数種類の農薬が検出された。その際に採取した水試料からも同様の農薬が検出され、魚へい死の原因として大きな推察材料となった。しかし、魚へい死事故発生時の水試料は、数時間後の採水では既に流れてしまい、原因物質が検出される可能性は低い。そのため、魚体の分析を実施することで、更なる原因究明に繋がると考える。今回、魚体の農薬分析について検討を行ったので報告する。

【方法】

1. 試料

ワカサギ（エラ・内臓）、うなぎ

2. 対象農薬

リン系農薬 41 物質（表 1）

3. 試験溶液の調製

検査フローを図 1（前処理 I 法とする）に示す。これは沖縄県衛生環境研究所で実施している魚体の農薬分析における前処理法¹⁾を参考にした。添加回収試料として、エラ・内臓に各々リン系農薬 41 物質を 0.2 μg 添加した。また、平成 27 年 9 月に発生した魚へい死事故時に採取したうなぎにおいても、同様の方法で検査を実施した。試料はフードプロセッサでうなぎ全体を粉砕したものを用いた。また、食品分析グループにて同様のうなぎを図の方法（前処理 II 法とする）で検査を実施した。

4. 測定機器

Agilent7890 GC/FPD

5. 測定条件

カラム：J&W DB-5

（長さ 30m, 内径 0.25mm, 膜厚 0.25 μm）

昇温条件：50°C (1min)-20°C/min-190°C-5°C/min-300°C (2min)

注入量：2 μL

【結果と考察】

添加回収試験結果を表 1 に示す。リン系農薬 41 物質中、エラで 32 物質、内臓で 34 物質において 50~150%の回収率が得られた。パラチオンメチルやクロロフェンビンホス等、エラと内臓で回収率に違いがみられたものがあるが、これは各々に含まれるマトリックス成分による抽出率の相違や、部位別の組織成分による分解が原因と推測される。分解を防ぐ方法が示された報告²⁾もあるため、回収率を向上するには組織成分の解析や抽出法の検討をする必要がある。メタミドホスやアセフェート等、部位によらず回収率が 50%を下回った物質について回収率を改善するためには、標準添加法等による検討を行う必要があるが、緊急時における原因究明のための分析手法としては十分であると考ええる。

次に、うなぎの検査結果を表 2 に示す。前処理 II 法による抽出法で分析した結果値と比較すると、ほぼ同様の結果値が得られた。今回添加回収試験を行った前処理 I 法では、採取量が 0.5g と少量であったため、結果値に誤差が生じる可能性が考えられるが、例えば 1 匹 2g の魚から採取できるエラは 0.05g ~0.1g 程度と、ごく少量である。よって採取量を増やすならば、へい死魚が多量に必要と

なる。現場の状況等からへい死魚の多量採取が困難になる場合には、部位別に採取した後の混合は十分行い、n=2 以上で検査を実施することが望ましいと考える。また、今回部位別に検査を実施したが、内臓には魚へい死事故発生時以前に既に農薬が蓄積している可能性もあるため、今後は生魚を用いた試験も行うことでデータを蓄積していきたい。

【参考文献】

- 1) 沖縄県衛生環境研究所報第 40 号: 沖縄県の公共用水域におけるへい死魚調査事例-2005 年度-(2006)
- 2) 高知県環境研究センター所報 28: 和食川での魚類へい死事案調査結果(2011)

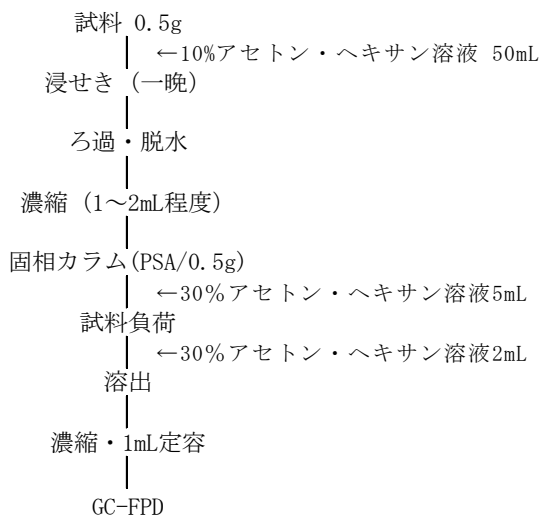


図 1 前処理 I 法(本法)

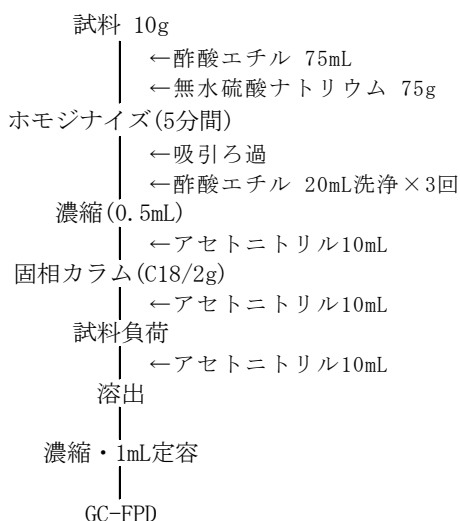


図 2 前処理 II 法

表 1 ワカサギの添加回収試験結果(前処理 I 法による)

物質名	回収率(%)	
	エラ	内臓
1 メタミドホス	14.6	14.6
2 カズサホス	70.2	79.7
3 テルブホス	73.0	79.6
4 パラチオンメチル	34.7	71.8
5 フェニトロチオン (MEP)	39.4	73.1
6 クロルピリホス	76.4	85.9
7 クロルフェンビンホス(α)	46.4	79.2
クロルフェンビンホス(β)	38.8	77.7
8 メチダチオン (DMTP)	29.6	73.6
9 エチオン	68.1	80.4
10 EPN	50.9	81.8
11 ジクロルボス (DDVP)	55.0	38.3
12 ホレート	74.5	71.1
13 ダイアジノン	76.4	74.4
14 クロルピリホスメチル	76.3	70.9
15 ジメチルビンホス(E)	64.7	63.7
ジメチルビンホス(Z)	65.9	64.9
16 ホスチアゼート1	60.2	62.9
ホスチアゼート2	62.1	65.7
17 イソフェンホス	73.1	70.7
18 プロパホス	70.9	68.9
19 フェンスルホチオン	42.5	52.0
20 ホスメット (PMP)	59.5	62.9
21 アセフェート	15.9	15.9
22 チオメトン	71.9	104.8
23 エトリムホス	71.7	99.9
24 トルクロホスメチル	74.6	109.9
25 マラチオン	74.1	109.5
26 パラチオン	75.4	112.1
27 フェントエート (PAP)	72.0	109.7
28 ブタミホス	73.8	109.2
29 エディフェンホス (EDDP)	74.8	109.3
30 ホサロン	81.8	106.9
31 エトプロホス	83.4	68.1
32 ジメトエート	2.7	2.7
33 シアノホス (CYAP)	55.8	44.4
34 イプロベンホス (IBP)	74.1	60.7
35 プリミホスメチル	82.0	67.0
36 フェンチオン (MPP)	67.3	57.6
37 イソフェンホスオキシソン	25.2	13.8
38 キナルホス	76.6	62.8
39 プロチオホス	88.1	71.3
40 プリダフェンチオン	35.6	24.2
41 ピラクロホス	68.8	50.4

表 2 うなぎ検査結果

物質名	結果値(μg/g)	
	前処理 I 法	前処理 II 法
フェニトロチオン	0.14	0.13
メチダチオン	0.07	0.05

ヘッドスペース法を用いたガソリン等の分析による油種判定方法

環境測定グループ 野末 泰宏

【はじめに】

水質事故の一つとして、油流出事故を疑われる事案はあるが、原因が不明となることも多い。そこで、原因究明の一助とするため、油種等を判別する方法を検討した。

地方環境研究所において、油流出事故を想定した油種判別方法等の調査研究は広く行われている。例えば、山口県環境保健センター¹⁾では、油をヘキサンに溶かし、ガスクロマトグラフ質量分析計(以下、GC-MS という)へ液打ちすることで、鉱物油の判別方法を検討している。また、岡山県環境保健センター²⁾では、油をヘキサンに溶かし、GC-MS へ液打ちしたときのトータルイオンクロマトグラフ(以下、TIC という)のパターンを報告している。

このように、油種の分析にあたっては、GC-MS への液打ちにより分析する方法がよく用いられている。本研究では、これらとは異なる方法として、ヘッドスペース法による GC-MS 分析によって、油種を判別する方法を検討した。

【方法】

ガソリン、灯油、軽油、A 重油の 4 種をミネラルウォーターにて 10⁵ 希釈し、検体を調製した。検体 15 ml を密封ビンに封印し、ヘッドスペース法によって揮発する気体を GC-MS により分析し、TIC による定性解析を行った。

GC-MS の GC 部は Agilent7890A(Agilent)、MS 部は JMS-Q1050GC(日本電子株)を使用した。GC カラムは、ZB-624(0.32 mm×1.80 μm×60 m)を使用した。

68 °C、10 分間の攪拌で発生する気体をヘッドスペース法により直接注入した。インターフェイス温度は 180 °C、イオン源温度は 180 °C に設定した。カラムの昇温条件は、40 °C で 3 分間定温に保った後、200 °C まで 10 °C/分で昇温させ、3 分間定温に保った。

【結果】

ガソリン、灯油、軽油、A 重油の 4 種を希釈したものをヘッドスペース法により GC-MS に注入し、定性解析した(図 1)。定性解析であるため、濃度の大小を示すものではないが、含有する特徴的な化合物についての情報を得ることはできた。

油 4 種で TIC に違いがあった。軽油と A 重油

はキシレンとトルエンを含み、ガソリンはキシレン、トルエン、及びベンゼンを含んでいた。

【考察】

油 4 種を 10⁵ 希釈した検体は、油膜や油臭を感じることはできなかったが、分析をすると特徴的な化合物が揮発することが分かった。そのため、ヘッドスペース法による GC-MS 分析は、油種の判別をするにあたっての一手段となりえると考えられた。

理化学的分析が必要になるのは、油膜や油臭といった感覚的には、油であると判断が難しい検体である。

例えば、10,000 m³(幅 100 m×幅 100 m×水深 1 m の水塊)にガソリン 1L(ベンゼン 0.5%含有していると仮定)を流出させた事故を考える。この場合、ガソリンを 10⁷ 希釈した濃度に相当しており、ベンゼンとしては、

$$1 \times 0.005 \times 10^{-3} (\text{m}^3) / 10,000 (\text{m}^3) =$$

$$0.5 \times 10^{-9} (\text{m}^3/\text{m}^3) = 0.5 \text{ppb}$$

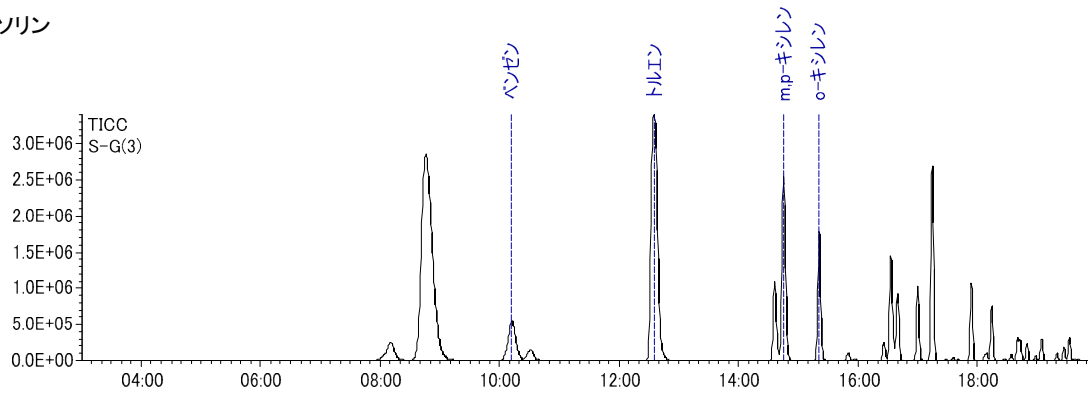
となる。公用水域の水質測定では、ベンゼンの定量下限値 0.1 ppb で測定可能である。したがって、このような検体が持ち込まれた場合であっても理化学的分析により、油流出の痕跡を読み取ることができると考えられる。

ヘッドスペース法による GC-MS 分析は、揮発性の高い油種を判別するには、有効な手段となる。また、ヘッドスペース法による GC-MS 分析は、前処理が少なく、カラムへの負担も少ない。その一方で、不揮発性の油種については、液打ちによる GC-MS 分析等を活用することが必要と考える。今後は、液打ちによる GC-MS 分析等についても検討し、標準パターンを作成する予定である。

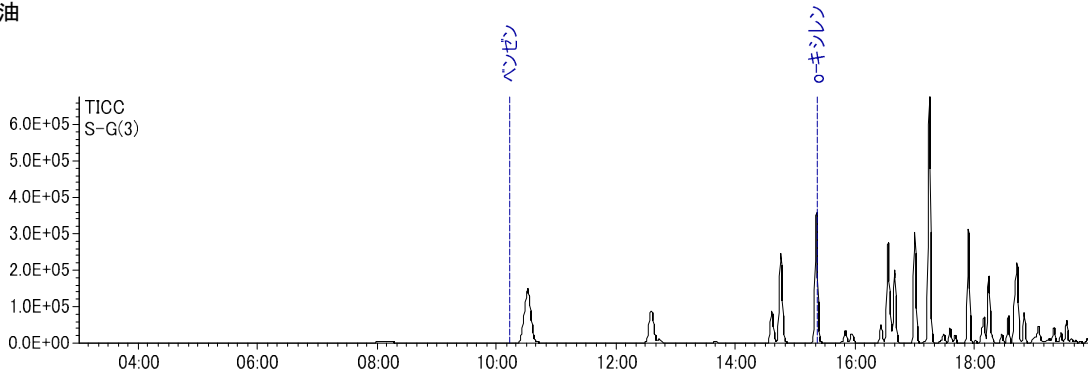
【文献】

1. 下尾和歌子, 田中克正, 下濃義弘:GC/MS データベースを用いた鉱物油の油種判別方法の検討. 山口県環境保健センター所報 53, 61-64 (2011)
2. 藤原博一, 吉岡敏行, 劔持堅志, 中桐基晴, 浦山豊弘:環境中超微量有害化学物質の分析, 検索技術の開発に関する研究-油分析に影響する各種要因について-. 岡山県環境保健センター 32, 67-74(2008)

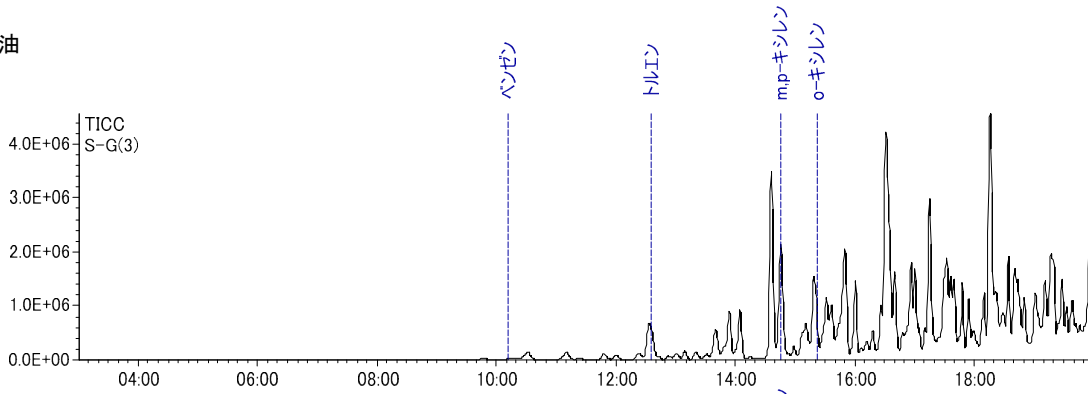
ガソリン



灯油



軽油



重油

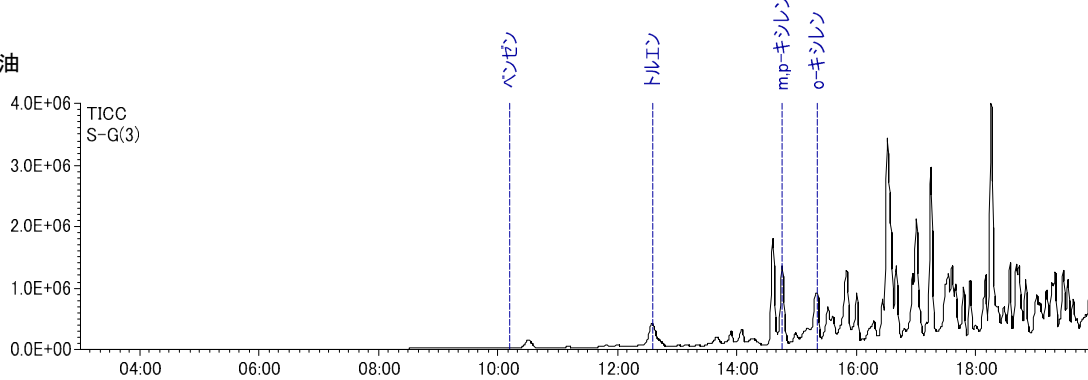


図1 ヘッドスペース法によるGC-MS分析により得られたTIC

浜松市保健環境研究所年報

第 2 6 号

平成 2 8 年 9 月発行

編集発行

浜松市保健環境研究所

〒435-8642 静岡県浜松市東区上西町939-2

TEL 053-411-1311

FAX 053-411-1313

E-mail hokanken@city.hamamatsu.shizuoka.jp
