

和歌山市衛生研究所報

第 27 号

(2021)



和歌山市衛生研究所

〒640-8422 和歌山市松江東3丁目2番67号

ANNUAL REPORT
OF
WAKAYAMA CITY INSTITUTE
OF PUBLIC HEALTH

No. 27

(2021)



**WAKAYAMA CITY INSTITUTE
OF
PUBLIC HEALTH**

**3-2-67, Matsuehigashi, Wakayama-shi, Wakayama 640-8422
JAPAN**

はじめに

新型コロナウイルス感染症の感染拡大から、早 3 年が経過しましたが、今もなお、変異ウイルスの出現とともに、感染拡大の波を繰り返しており未だ収束には至っていない状況です。

これまで、ワクチン接種等による重症化予防や感染拡大の防止に努めてきた結果、徐々に社会経済活動も再開し始め、着実に以前の日常を取り戻しつつあります。

また国では、新型コロナウイルス感染症に係る新たな出口戦略として、現状の 2 類相当から 5 類への見直しの検討を始めており、その動向に注目が集まっているところです。

当所におきましては、迅速かつ正確に SARS-CoV-2 の PCR 検査と変異株スクリーニング検査を継続的に実施し、市内における感染者の早期発見及び感染拡大防止に寄与してきました。

また、手狭で老朽化していた高度安全実験室を更新するなど、新型コロナウイルス感染症をはじめ、様々な健康危機事象への対策強化に努めているところです。

さらに食品分野では、残留農薬及び自然毒に係る検査対象品及び検査項目数の順次拡大に取り組み、環境分野では、光学式溶存酸素測定装置の導入による BOD 及び DO の効率的な検査法の検討など、和歌山市における公衆衛生分野の検査拠点として和歌山市民の生命、健康を守るための新たな課題に取り組んで参ります。

このたび、令和 3 年度の業績を第 27 号和歌山市衛生研究所報として取りまとめました。ご高覧いただき、ご指導、ご鞭撻を賜りますようお願い申し上げます。

令和 5 年 1 月

和歌山市衛生研究所
所長 畑村 博史

目次

I	総説	
1	沿革	1
2	施設	1
3	機構	4
4	事業費等	6
5	関係条例及び規則	7
6	主要機器	10
7	学会、研修会及び地研全国協議会等への出席状況	12
8	調査研究投稿規定	13
II	業務概要	
1	生活科学班	16
2	環境科学班	19
3	微生物学班	23
III	調査研究	
1	農産物中の残留農薬一斉分析法の妥当性評価	25
2	ICP-MSによる工場排水中の六価クロムの分析方法の検討について	32
3	令和3年度和歌山市における新型コロナウイルス感染症の検査状況について	36
IV	発表業績	
	調査、研究協力	38

I 総説

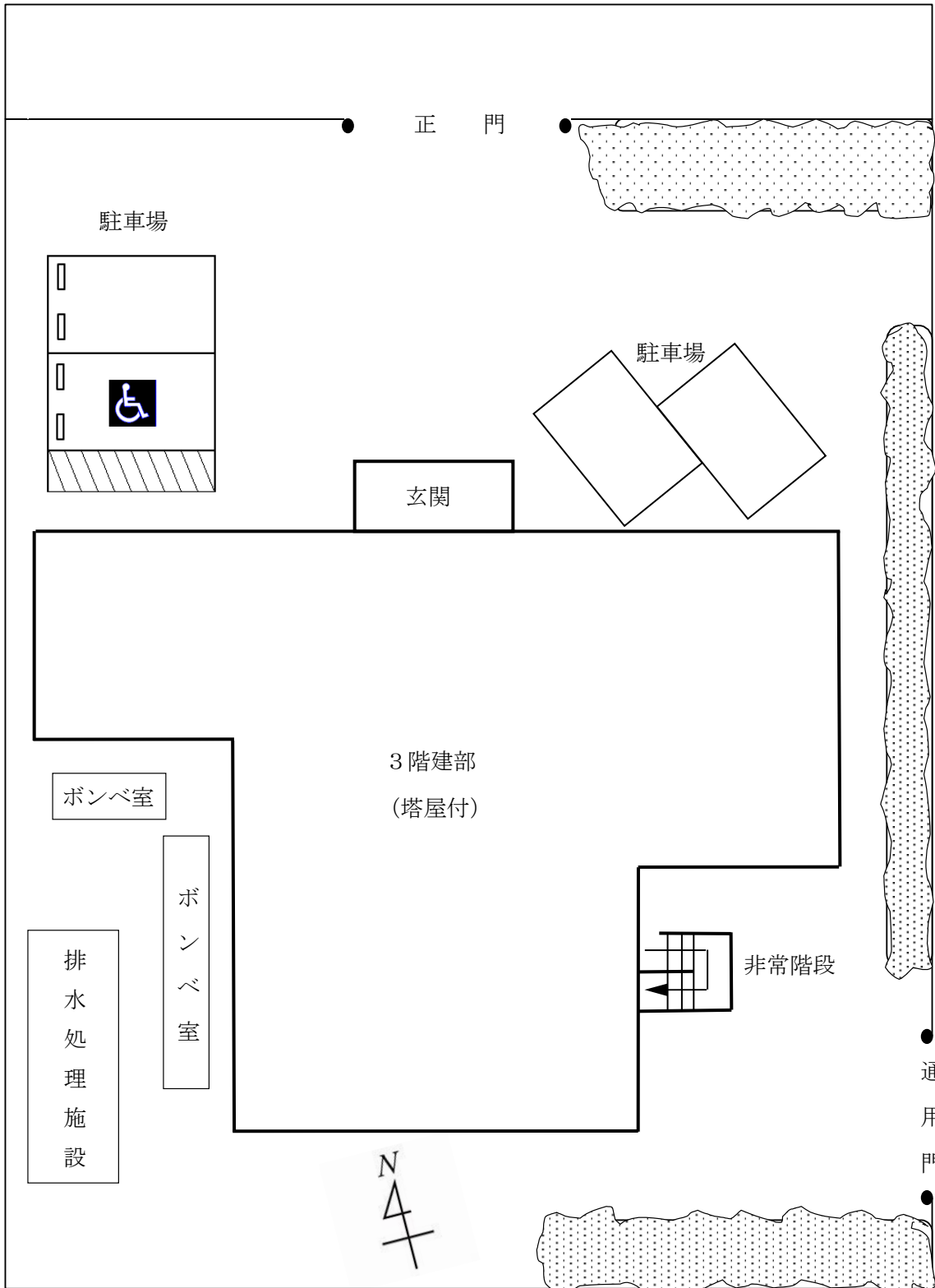
1 沿 革

昭和 22 年 10 月 1 日	旧市立皮革工業研究所（汐見町 1 丁目—当時、閉鎖中）の空舎を改造して、所長以下 6 名により市立衛生試験所を開設する。
昭和 23 年 8 月 23 日	保健所法による政令市として市保健所（友田町 3 丁目）が設置され、衛生試験所は保健所に統合される。
昭和 40 年 12 月 1 日	河西地区に西保健所（松江東 3 丁目）を設置したため従来の保健所は中央保健所と改称し、試験検査は 2 ヶ所の保健所で実施するようになる。
昭和 52 年 4 月 1 日	各保健所の試験検査室を統合して現在地に和歌山市衛生研究所を設置し、所員 15 名により、3 係制（化学検査係、細菌検査係、環境検査係）で業務を開始する。
昭和 55 年 11 月 15 日	機構改革により、従来の 3 係制を 5 科制（総務企画科、生活科学科、水質衛生科、衛生微生物科、環境衛生科）に改める。
昭和 62 年 4 月 1 日	機構改革により、従来の 5 科制を 3 班制（生活科学班、環境衛生班、衛生微生物班）に改める。
平成 7 年 4 月 1 日	機構改革により、従来の 3 班制を 4 班制（管理班、生活科学班、環境衛生班、衛生微生物班）に改める。
平成 13 年 4 月 1 日	機構改革により、従来の 4 班制を 4 担当制（管理担当、生活科学担当、環境科学担当、微生物学担当）に改め、グループリーダーとして管理室長、生活科学研究室長、環境科学研究室長、微生物学研究室長を置く。
平成 15 年 4 月 1 日	機構改革により、生活科学担当、環境科学担当、微生物学担当のグループリーダーを総括研究員に改め、班長を置く。
平成 17 年 4 月 1 日	副所長を置く。
平成 18 年 4 月 1 日	機構改革により、従来の 4 担当制を 4 班制（管理班、生活科学班、環境科学班、微生物学班）に改める。
平成 19 年 4 月 1 日	機構改革により、従来の 4 班制を 3 班制（生活科学班、環境科学班、微生物学班）に改める。
平成 26 年 3 月 28 日	研究所建物の耐震工事を実施する。

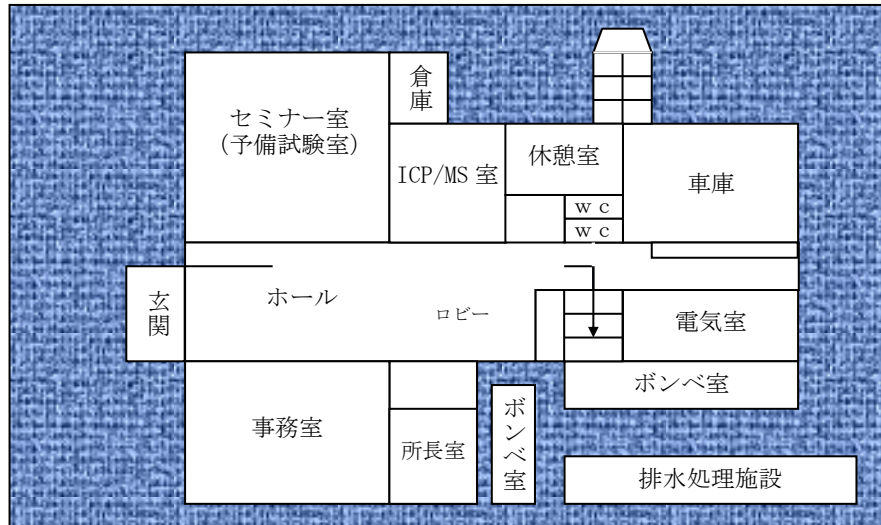
2 施 設

敷地面積	1,253.12 m ²
建物延面積	1,482.23 m ²
	1 階 439.83 m ²
	2 階 462.20 m ²
	3 階 462.20 m ²
	塔屋 118.00 m ²
構 造	鉄筋コンクリート 3 階建 一部塔屋付
	起工 昭和 50 年 7 月 30 日
	竣工 昭和 52 年 3 月 31 日
総 工 費	228,575,000 円

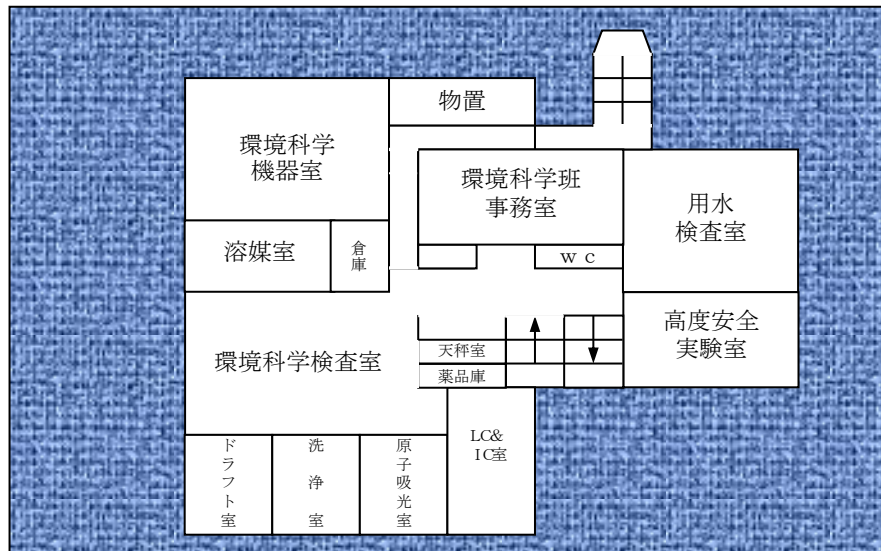
配置図



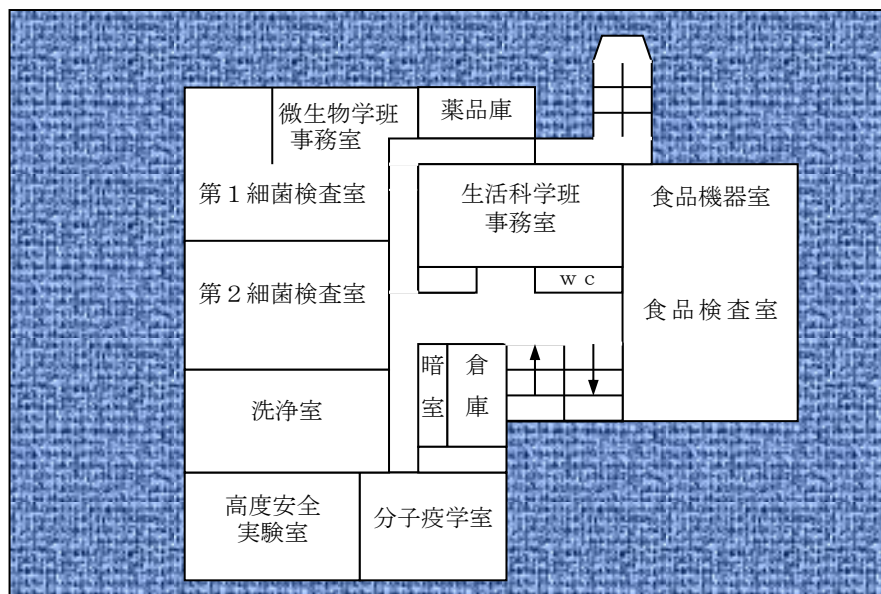
1 階



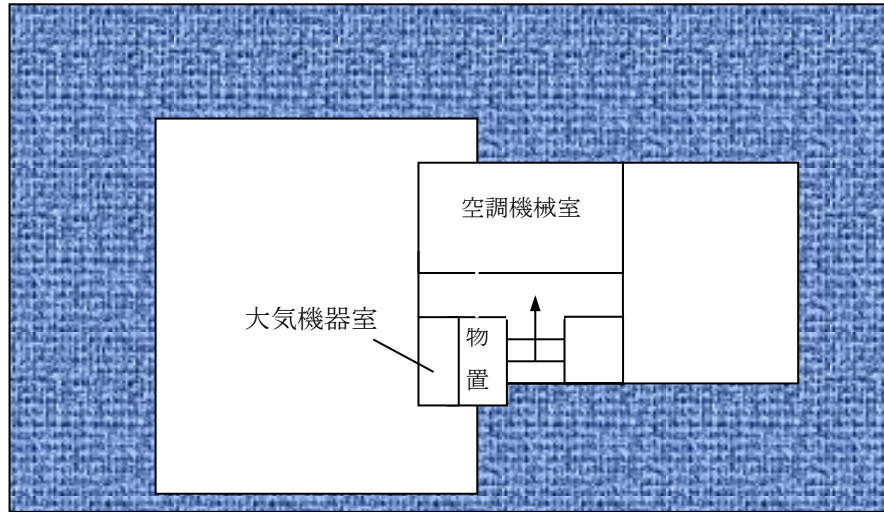
2 階



3 階

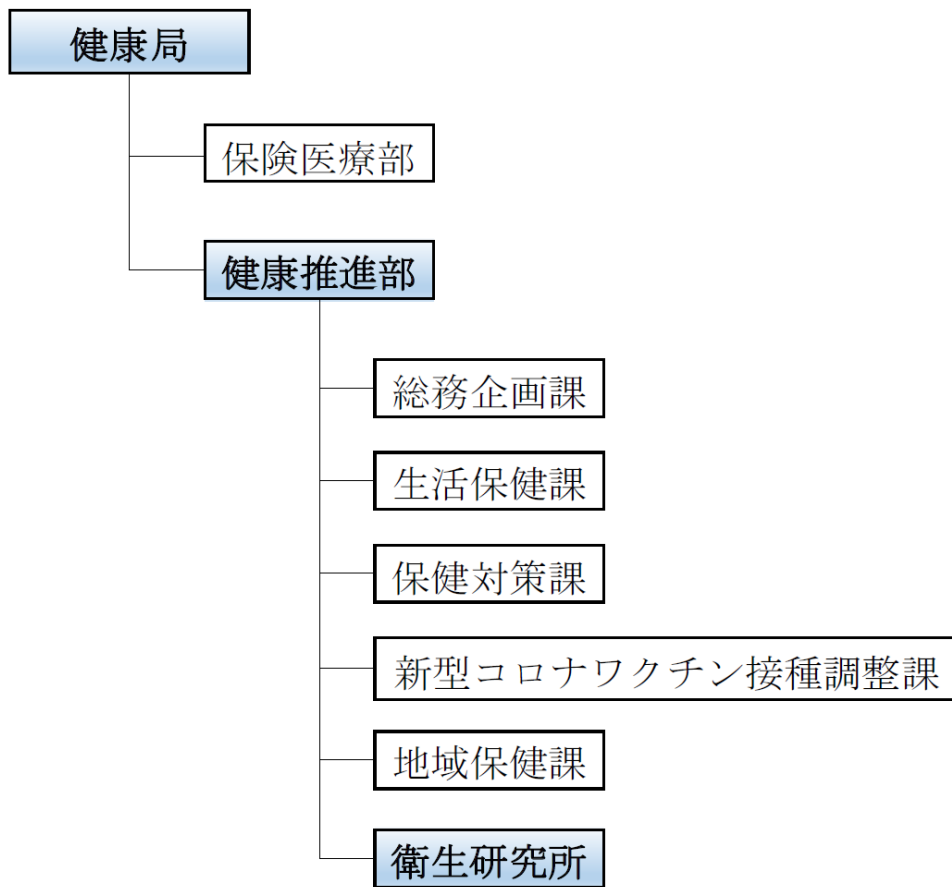


塔 屋

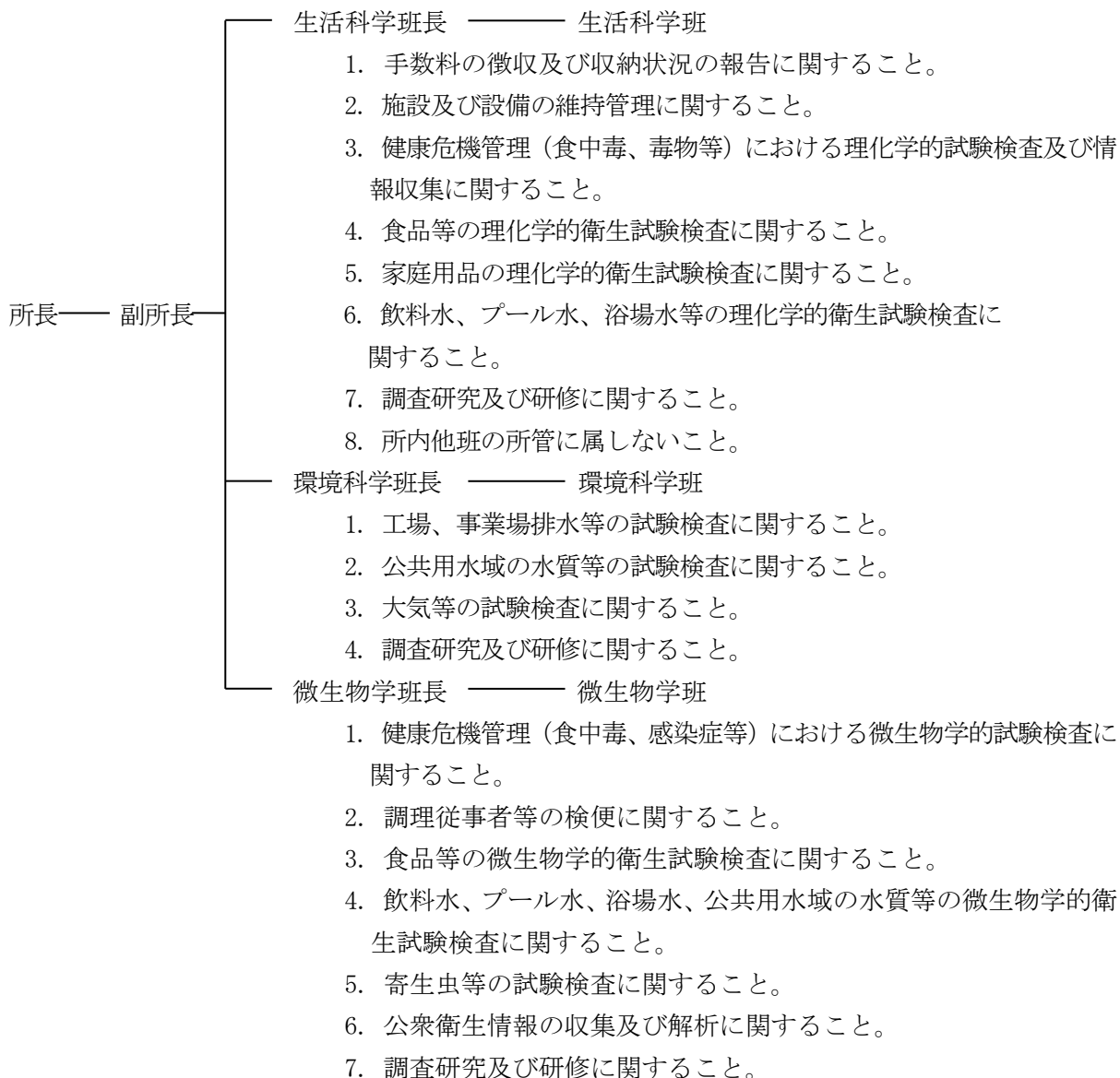


3 機 構

(令和 4 年 3 月 31 日現在)



1. 組織と主な業務



2. 職員人員配置表

(令和 4 年 3 月 31 日現在)

	事務系	理工系	臨床検査技師	薬剤師	獣医師	計
所 長				1		1
副 所 長		1				1
生活科学班		2	1			3
環境科学班	(1)	1(1)		2		3(2)
微生物学班	(1)			2	2	4(1)
計	(2)	4(1)	1	5	2	12(3)

※ () 内は再任用職員、会計年度職員

4 事業費等

1. 令和 3 年度

事業別歳出

単位：円

事業名	決算額
一般諸経費	5,472,896
衛生研究所施設管理事業	8,171,343
生活科学検査事務	6,387,762
環境衛生検査事務	4,553,733
衛生微生物検査事務	2,152,459
新興感染症等検査体制強化事業	81,221,573
毒物等検査事業	3,612,709
新型インフルエンザ検査体制整備事業	697,900
合計	112,270,375

歳入

単位：円

説明	決算額
衛生研究所手数料	1,778,700

5 関係条例及び規則

○ 和歌山市手数料条例(抜粋)

(平成 12 年 3 月 27 日条例第 5 号)

(その他の手数料)

第 43 条 衛生検査事務に関し、次の各号に掲げる手数料として当該各号に定める金額を申請者から徴収する。

(1) 臨床に関するもの

ア 寄生虫卵検査

- (ア) 塗抹法 1 検体 220 円
- (イ) 浮遊法 1 検体 160 円
- (ウ) セロファン法 1 検体 220 円

イ 細菌検査

(ア) ふん便培養検査

- a 腸管出血性大腸菌 0157 1 検体 2,800 円 (法令等義務者は 1,400 円)
- b 赤痢菌、サルモネラ及び腸管出血性大腸菌 0157 1 検体 4,400 円 (法令等義務者は 2,200 円)
- c 赤痢菌及びサルモネラ 1 検体 1,760 円 (法令等義務者は 880 円)
- d その他の細菌 1 項目 1,760 円 (法令等義務者は 880 円)

(イ) 細菌性状試験 1 項目 1,760 円

(2) 環境衛生に関するもの

ア 特殊水質検査

- (ア) 単純なもの 1 項目 1,100 円
- (イ) 普通のもの 1 項目 2,730 円
- (ウ) 複雑なもの 1 項目 26,690 円

(3) 食品衛生に関するもの

ア 食品添加物検査

- (ア) 定性 1 項目 2,790 円
- (イ) 定量 1 項目 5,600 円
- (ウ) 特殊分析 1 項目 27,220 円

イ 食品微生物検査

(ア) 大腸菌群

- a 定性 1 検体 2,090 円
- b 定量 1 検体 2,960 円

(イ) 乳酸菌数 1 検体 1,740 円

(ウ) 一般細菌数 1 検体 1,520 円

(エ) 腸管出血性大腸菌 0157 1 検体 5,240 円

(オ) その他

- a 単純なもの 1 項目 1,740 円
- b 普通のもの 1 項目 4,400 円
- c 複雑なもの 1 項目 29,700 円

ウ 成分検査、規格検査

(ア) 牛乳規格検査 1 検体 5,810 円

(イ) アイスクリーム類規格検査 1 検体 5,810 円

(ウ) 発酵乳規格検査 1 検体 5,810 円

(エ) その他

- a 単純なもの 1 項目 1,420 円
- b 普通のもの 1 項目 4,400 円
- c 複雑なもの 1 項目 29,700 円

(4) 家庭用品に関するもの

- ア 液体洗淨剤検査 1 検体 1,420 円
- イ 繊維製品検査 1 検体 11,000 円
- ウ 容器被包検査
 - (ア) 漏水 1 検体 1,420 円
 - (イ) 落下 1 検体 1,420 円
 - (ウ) 耐酸性 1 検体 1,420 円
 - (エ) 圧縮変形 1 検体 1,420 円
- (5) 成績証明 1 件 310 円

○和歌山市衛生研究所規則

昭和 52 年 3 月 31 日
規則第 12 号

(設置)

第 1 条 保健衛生の向上を図るため、衛生に関する試験検査及び調査研究を行う機関として衛生研究所(以下「所」という。)を設置する。

(名称及び位置)

第 2 条 所の名称及び位置は、次のとおりとする。

名称	位置
和歌山市衛生研究所	和歌山市松江東 3 丁目 2 番 67 号

(試験検査の依頼)

第 3 条 所に試験検査を依頼しようとするものは、市長の承認を受けなければならない。

(手数料及び試験検査物件の不還付)

第 4 条 試験検査のために提出した物件は、還付しない。ただし、市長が特別の理由があると認めるときは、この限りでない。

(成績書の交付)

第 5 条 市長は、依頼を受けた試験検査の結果が判明したときは、試験検査成績書を交付する。ただし、その必要がないと認めるときは、この限りでない。

(雑則)

第 6 条 この規則に定めるもののほか必要な事項は、市長が別に定める。

附 則抄

(施行期日)

1 この規則は、昭和 52 年 4 月 1 日から施行する。

附 則(昭和 52 年 12 月 28 日)

この規則は、昭和 53 年 1 月 1 日から施行する。

附 則(昭和 55 年 11 月 15 日)抄

1 この規則は、公布の日から施行する。

附 則(昭和 59 年 3 月 30 日)

この規則は、昭和 59 年 4 月 1 日から施行する。

附 則(昭和 62 年 3 月 31 日)

この規則は、昭和 62 年 4 月 1 日から施行する。

附 則(昭和 63 年 3 月 31 日)

1 この規則は、昭和 63 年 4 月 1 日から施行する。

2 この規則による改正後の和歌山市衛生研究所規則別表の規定は、この規則の施行の日以後に依頼される試験検査に係る手数料から適用し、同日前に依頼された試験検査に係る手数料は、なお従前の例による。

附 則(平成元年 3 月 31 日)

1 この規則は、平成元年 4 月 1 日から施行する。

2 この規則による改正後の和歌山市衛生研究所規則別表の規定は、この規則の施行の日以後に依頼される試験検査に係る手数料から適用し、同日前に依頼された試験検査に係る手数料は、なお従前の例による。

附 則(平成元年 5 月 31 日)

この規則は、平成元年 6 月 1 日から施行する。

附 則(平成 4 年 3 月 26 日)

- 1 この規則は、平成 4 年 4 月 1 日から施行する。
- 2 この規則による改正後の和歌山市衛生研究所規則の規定は、この規則の施行の日以後に依頼される試験検査に係る手数料から適用し、同日前に依頼された試験検査に係る手数料は、なお従前の例による。

附 則(平成 5 年 3 月 26 日)

- 1 この規則は、平成 5 年 4 月 1 日から施行する。
- 2 この規則による改正後の和歌山市衛生研究所規則の規定は、この規則の施行の日以後に依頼される試験検査に係る手数料から適用し、同日前に依頼された試験検査に係る手数料は、なお従前の例による。

附 則(平成 5 年 3 月 29 日)抄

- 1 この規則は、平成 5 年 4 月 1 日から施行する。

附 則(平成 5 年 11 月 30 日)

この規則は、平成 5 年 12 月 1 日から施行する。

附 則(平成 7 年 3 月 15 日)

- 1 この規則は、平成 7 年 4 月 1 日から施行する。
- 2 この規則による改正後の和歌山市衛生研究所規則の規定は、この規則の施行の日以後に依頼される試験検査に係る手数料から適用し、同日前に依頼された試験検査に係る手数料は、なお従前の例による。

附 則(平成 7 年 3 月 31 日)抄

(施行期日)

- 1 この規則は、平成 7 年 4 月 1 日から施行する。

附 則(平成 8 年 3 月 15 日)

- 1 この規則は、平成 8 年 4 月 1 日から施行する。
- 2 この規則による改正後の和歌山市衛生研究所規則の規定は、この規則の施行の日以後に依頼される試験検査に係る手数料から適用し、同日前に依頼された試験検査に係る手数料は、なお従前の例による。

附 則(平成 9 年 3 月 27 日)

- 1 この規則は、平成 9 年 4 月 1 日から施行する。
- 2 この規則による改正後の和歌山市衛生研究所規則の規定は、この規則の施行の日以後に依頼される試験検査に係る手数料から適用し、同日前に依頼された試験検査に係る手数料は、なお従前の例による。

附 則(平成 9 年 3 月 31 日)抄

(施行期日)

- 1 この規則は、平成 9 年 4 月 1 日から施行する。

附 則(平成 10 年 3 月 26 日)

- 1 この規則は、平成 10 年 4 月 1 日から施行する。
- 2 この規則による改正後の和歌山市衛生研究所規則の規定は、この規則の施行の日以後に依頼される試験検査に係る手数料から適用し、同日前に依頼された試験検査に係る手数料は、なお従前の例による。

附 則(平成 10 年 3 月 27 日)抄

(施行期日)

- 1 この規則は、平成 10 年 4 月 1 日から施行する。

附 則(平成 11 年 3 月 15 日)

- 1 この規則は、平成 11 年 4 月 1 日から施行する。
- 2 この規則による改正後の和歌山市衛生研究所規則の規定は、この規則の施行の日以後に依頼される試験検査に係る手数料から適用し、同日前に依頼された試験検査に係る手数料は、なお従前の例による。

附 則(平成 12 年 3 月 30 日)抄

(施行期日)

- 1 この規則は、平成 12 年 4 月 1 日から施行する。

6 主要機器

100 万円以上の重要物品及びそれに準ずる機器

(令和 4 年 3 月 31 日現在)

品 名	数量	機 種
原 子 吸 光 光 度 計	2	日立 偏光ゼーマン Z-5310 (フレーム) 日立 偏光ゼーマン Z-2000
水 銀 分 析 計	1	日本インスツルメンツ マーキュリー RA-2、SC20
ガ ス ク ロ マ ト グ ラ フ	3	島津 GC-7AG (FID) 島津 GC-14A (FID, FPD) 島津 GC-17A (FID, FTD)
ガスクロマトグラフ質量分析装置	3	島津 QP-2010 Ultra 日本電子 JMS-AM II 120 ブルカー・ダルトニクス 300MS、450GC
高 速 液 体 ク ロ マ ト グ ラ フ	1	Agilent Technologies 1260 Infinity (DAD、蛍光付)
高速液体クロマトグラフ質量分析装置	1	AB Sciex API4000QTRAP LCMS/MS システム
超 低 温 フ リ ー ザ	1	ハンコックフリーザー HKF-300SWI
ラ ボ ラ ト リ ー ウ オ ッ シ ャ ー	1	ヤマト科学 AW-83
高 度 安 全 実 験 室	1	日立冷熱
自 動 p H メ ー タ ー	2	東亜電波 HM-60G、TTT-510 東亜電波 MM-60R、TTT-510、FAR-210A/HSU-202
ク ラ ス II A 安 全 キ ャ ビ ネ ッ ト	1	日立 SCV-1302EC II A
超 純 水 装 置	1	日本ミリポア Milli-Q Integral 3
イ オ ン ク ロ マ ト グ ラ フ	2	サーモフィッシャーサイエンティフィック ICS-2000 サーモフィッシャーサイエンティフィック ICS-2000、ICS-1000
有 機 溶 剤 用 ド ラ フ ト チ ャ ン バ ー	1	ヤマト科学 KFU 特型
サ ー マ ル サ イ ク ラ ー	1	ライフテクノロジー ProFlex3×32-55, ProFlex PCR system
紫 外 可 視 分 光 光 度 計	1	島津 UV-2400PC
パ ル ス フ ィ ー ル ド ゲ ル 電 気 泳 動 装 置	1	BIO-RAD CHEF-DR III
マ イ ク ロ プ レ ー ト リ ー ダ ー	1	BIO-RAD 550
誘 導 結 合 プ ラ ズ マ 質 量 分 析 装 置	1	Agilent 社製 7900 ICP-MS G8403A

品 名	数量	機 種
高 速 溶 媒 抽 出 装 置	1	サーモフィッシャーサイエンティフィック ASE-100
T O C 計	1	島津製作所 TOC-L CPH
冷 蔵 設 備	1	紀陽ダイキン 1800×2700×2600
普 通 貨 物 自 動 車	1	トヨタ ハイエースロングバン ジャストロー
軽 自 動 車	1	スズキ エブリイ バン
マ イ ク ロ 冷 却 遠 心 機	1	KUBOTA 3740
電 気 泳 動 ゲ ル 撮 影 装 置	1	ATTO AE-6933FXCF-U
遺 伝 子 抽 出 装 置	2	QIAGEN QIAcube TypeV plus 1 QIAGEN QIAcube Connect System FUL-1
リ アル タイ ム P C R 装 置	3	アプライドバイオシステムズ 7500Fast ライフテクノロジーズ Quant Studio 5 2台
リ アル タイ ム 濁 度 測 定 装 置	1	栄研化学 LoopampEXIA
D N A シ ー ケ ン サ ー	1	ライフテクノロジーズ 3500-250
顕 微 鏡	2	ニコン エクリプス 50iT-RFL-4 ニコン Ti-S
自 動 電 気 泳 動 装 置	1	島津 MCE-202
フ ー リ エ 変 換 赤 外 分 光 光 度 計	1	島津 IRAffinity-1
ケ ル ダ ー ル 分 析 装 置 一 式	1	BUCHI K-350 K-415 K-439
蒸 留 装 置	1	スギヤマゲン EHP-521-6ELC
卓 上 フ ー ド	2	オリエンタル技研工業 GCH-2100-2S オリエンタル技研工業 GCH-2000-2S

7 学会、研修会及び地研全国協議会等への出席状況

月 日	名 称	場 所	参加人員
5. 28	地方衛生研究所全国協議会近畿支部第 1 回総会	兵庫県(Web 開催)	1
6. 4	地方衛生研究所全国協議会臨時総会	東京都(Web 開催)	1
6. 9～10	衛生微生物技術協議会第 41 回研究会	東京都(Web 開催)	1
6. 18	地方衛生研究所全国協議会近畿支部疫学情報部役員会	滋賀県(Web 開催)	1
6. 29	地方衛生研究所全国協議会近畿支部役員会	兵庫県(Web 開催)	1
7. 9	地方衛生研究所全国協議会近畿支部ウイルス部役員会	神戸市(Web 開催)	1
7. 21	地方衛生研究所全国協議会近畿支部自然毒部世話人会	奈良県(Web 開催)	1
7. 26	地方衛生研究所全国協議会近畿支部理化学部役員会	尼崎市(Web 開催)	1
7. 27	第 1 回近畿ブロック会議及び第 2 回支部総会	滋賀県(Web 開催)	1
8. 12	地方衛生研究所全国協議会近畿支部細菌部役員会	東大阪市(Web 開催)	1
10. 8	地方衛生研究所全国協議会近畿支部ウイルス部研究会	神戸市(Web 開催)	2
11. 5	地方衛生研究所全国協議会近畿支部自然毒部研究発表会	奈良県(Web 開催)	3
11. 19	地方衛生研究所全国協議会近畿支部細菌部研究会	東大阪市(Web 開催)	2
11. 25～26	第 58 回全国衛生化学技術協議会年会	名古屋市(Web 開催)	1
11. 26	アニサキスを中心とした寄生虫性食中毒に関する技術講習会	東京都(Web 開催)	1
12. 10	市立衛生研究所・衛生試験所連絡協議会総会及び第 72 回地方衛生研究所全国協議会総会	豊田市(Web 開催)	1
12. 13	地方衛生研究所全国協議会近畿支部理化学部研修会	尼崎市(Web 開催)	4
1. 14	第 2 回近畿ブロック会議及び第 3 回支部総会	兵庫県(Web 開催)	1
2. 4	地方衛生研究所全国協議会近畿支部第 36 回疫学情報部研究会	滋賀県(Web 開催)	1
2. 17～18	希少感染症診断技術研修会	東京都(Web 開催)	1

8 調査研究投稿規定

和歌山市衛生研究所調査研究報告投稿規定

平成 9年11月 1日施行
 平成13年 4月 1日改定
 平成23年 4月 1日改定
 平成27年 1月27日改定

1. 構成

研究報告は原則として、表題、著者名、抄録及びキーワード、はじめに、材料と方法、結果、考察、おわりに、参照文献から構成し、通し番号を付けずに記述する。

2. 原稿の作成

原稿は原則としてワードプロセッサを用い、著者が構成し作成する。

3. 表題

- (1) 2行以上の表題は原則として中央に配置し、逆三角形とする。
- (2) 副題は行を変え、前後にハイフンを付ける。
- (3) シリーズの表題は表題の後に（第1報）、（第2報）とする。
- (4) 論文の発表機関名、号数、発表年次（西暦年号）、記載ページを第1ページの左上に配置する。

4. 著者名

- (1) 著者名は表題または副題の下に1行あけて中央に配置する。
- (2) 著者の所属に変更があった場合、著者名の右肩に全角上付け文字で*印を付け、脚注に記す。ただし、脚注が2つ以上になる場合には、最初に出現したものから順に一連の通し番号を付けて *1, *2, *3の順に列記する。

(例：*1, *2, *3)

5. 英文表題と英文著者名

- (1) 論文には必ず英文表題（名詞、代名詞、形容詞の頭文字は大文字）およびローマ字の著者名（フルネーム、姓は全部大文字、名は頭文字のみ大文字）を記載する。
 - (a) 英文表題は著者名の下に1行あけて中央に配置する。

- (b) ローマ字の著者名は英文表題の下に1行あけて中央に配置する。

6. 抄録及びキーワード

- (1) 抄録は簡潔にまとめ字数200～300とし、英文著者名の下に1行あけて配置し、左右の行端は左右の端から1文字文中側に記載する。
- (2) キーワードは日本語および英語を用い選定数は3個以上5個以内とし、抄録の下に1行あけて配置する。

7. 本文

- (1) 本文中では物質名を化学式であらわさない。ただし、反応式であらわす部分は化学式を用いてもよい。
- (2) 句読点は、と。を用いる（、と. は用いない）。（ ）や「 」などは全角文字とする。
- (3) 文の書き出しは1文字あける。行を改めるときも1文字あける。書き出しに続く行は、先頭行より1文字左から書き始める。
- (4) 英字・数字は成語となっているもの以外は、原則として半角とする。コンマ等の記号もこれらに準じて記載する。
- (5) 小数点は半角とする。
- (6) 項目を細別するときの見出し符号は、次の順序で用いる。

1. □ ○○○
1.1 □ ○○○
(1) □ ○○○
□ (a) □ ○○○

□ は半角

ただし、結果と考察は次の順序とする。

1. □ ○○○
(1) □ ○○○
□ (a) □ ○○○

- (7) 文中の人名は姓のみとし、欧語にあっても姓のみとし、大文字で記載する。なお、人名が複数の場合は列記しないで、最初の人名の後に「ら」を付け、年号は省く。

8. ワードプロセッサの文書設定

- (1) 用紙設定 A4単票、縦方向
- (2) 原稿のページ設定は以下のとおりとする。

- (a) 字数 44文字
 (b) 行数 42行
 (c) 上端マージン 20mm
 (d) 下端マージン 20mm
 (e) 左端マージン 20mm
 (f) 右端マージン 20mm
 (g) 段組 2段組 段間7mm
 各段22文字
 (h) ページ番号 (フッター)
 位置 中央下
 マージン 10mm
 飾り (- ? -)
 (i) ヘッダー 12mm

9. 文体・文字

- (1) 原稿は原則として新仮名遣い、新送り仮名、平仮名混じり、国語文とし、簡潔で理解し易い表現にする。やむを得ぬ学術用語、地名、人名などのほかは常用漢字を用いる。

- (2) 書体は基本的に和文フォント、数字フォント及び欧文フォントはMS明朝体、10.5ポイントとする。

ただし、表題、著者名等以下の項目はその設定に従う。

- (a) 表題
MS明朝体、16ポイント
- (b) 英文表題
Century、12ポイント
- (c) 著者名
MS明朝体、12ポイント
- (d) 英文著者名
Century、12ポイント
- (e) 抄録
MS明朝体、9ポイント
- (f) キーワード
タイトルMS明朝体ボールド体、9ポイント
内容はMS明朝体、9ポイント
- (g) はじめに、材料と方法、結果、考察、おわりに、参考文献
MS明朝体ボールド体、13ポイント
- (h) 本文中の中見出し
(1. 試薬及び材料、1.1 試薬等 等)
MS明朝体ボールド体、10.5ポイント
- (i) 本文中の小見出しの記号や数字
(a)、(b)、(1)、(2)等
MS明朝体、10.5ポイント
- (j) 表と図
MS明朝体、10.5ポイント

- (k) ページ番号
MS明朝体、10.5ポイント
- (L) 本文中の「-」はMS明朝体を用いる。
- (3) 物質名は原則として略号は用いないが、記載頻度の高い場合、または一般に使用されている場合は使用してもよい。
- (4) 人名、地名は原語を用いる。
- (5) 動物・植物名は全角カタカナ、学名はCenturyイタリック体を用いる。その他カタカナ書きで表現するものは、全角とする。

10. 数字・数式・単位・記号

- (1) 数字フォントは、和文フォント (MS明朝体) を用いる。
- (2) 数字は原則としてアラビア数字を用いる。
(例：1、2、3)
- (3) 文中の数字は、原則として半角を用いる。
- (4) 単位「%」及びローマ字は、原則として半角、Centuryを用いる。
- (5) 単位として用いる英字及び記号は、「%」を除き、原則として半角、MS明朝体を用いる。また、ミリリットルは「mL」、ナノリットルは「nL」、リットルは「L」を、摂氏は「°C」を用いる。
(例：%、pH、cm、km、mg、kg、cc、m²、cm³、m³)
- (6) 表や図に続く数字は、全角とする。
(例：図1、表2)
- (7) 本文中の中見出し、小見出しの(a)、(b)、(1)、(2)などは、すべて半角を用いる。
- (8) 文章中に数式を挿入するときは、 a/b 、 $(a+b)/(c+d)$ とし、文章中でないものは以下のように記す。

$$\frac{a}{b} \quad , \quad \frac{a+b}{c+d}$$

- (9) 単位は原則としてMKS単位を用いる。必要に応じてCGS単位を用いてもよい。
- (10) 記号は国際的に慣用されているものを用いる。

11. 行のとりかた

- (1) 大見出し (はじめに、材料と方法等) は上下に1行づつあけ、中央に書く。ただし、「はじめに」の場合のみ上の1行は省く。
- (2) 中見出し (1. 試薬及び材料等) は上1行のみをあけ、左端から書き始め、中見出しに続く文は半角あけて書く。
- (3) 中見出し (1.1 試薬等) は行をあけずに行を

変えるだけで、左端から書き始め、中見出しに続く文は半角あけて書く

- (4) 小見出しの(1)、(2)などは行をあげずに行を変えるだけで、左端から書き始める。
- (5) 小見出しの(a)、(b)などは行を変え、左端から半角あけて配置し、小見出しに続く文は半角あけて書き始める。

12. 表と図

- (1) 番号と表題は、表では表の上部に1文字あけて、図では図の下部に1文字あけて配置する。図〇に続く説明文は1文字空白を入れてから書き始める。
- (2) 表と図は本文中にその説明があるので、原則として同じページか同じ見開きページに配置する。

13. 参考文献

- (1) 文中における参考文献は、引用箇所の右肩に通し番号を、右側かっこを付けて全角上付文字(例¹⁾・²⁾)で書く。複数の場合はコンマで区切って記載する。また参考文献数が3を超える場合は、最初と最後を「～」で繋ぎ、全角上付文字で表示する。(例¹⁾～⁵⁾)
- (2) 参考文献は、本文の末尾に引用番号順に列記する。左端より書き始め、書き出しに続く行は、先頭行と同じ位置から書き始める。
- (3) 参考文献の句読点は、全角の「,」と「.」を用いる。
- (4) 著者名が複数の場合は、代表者を1人記載し、半角スペース挿入後「他」と書く。
- (5) 引用形式は原則として次の形式による。
 - (a) 雑誌、所報の場合
著者名：雑誌名，巻数，開始ページ-最終ページ(発行年)の順に記載する。ただし、通しページのない場合のみ巻数のあとに号数を挿入する。雑誌の巻数はMS明朝体ボールド体で記す。欧文雑誌はCenturyで記す。

[例]

- 1) Krisman C. : J.Clin.Microbiol, **25**, 1043-1047 (1987)
- 2) 殿山繁治：環境と測定技術, **5**, 22-28(1995)
- 3) 中村明子：モダンメディア, **40**, 7, 30-33 (1994)
- 4) 宇治田正則 他：和歌山市衛生研究所報, **9**, 61-64(1994)

(b) 官報、告示、通達の場合

表題，号数，日付の順に記載する。ただし、

表題がない場合は省略する。ページ数は省略してもよい。

[例]

- 5) 水質汚濁防止法の一部を改正する法律の施行について，環水管第189号，平成元年9月14日
- 6) 官報第1725号，平成7年12月1日
- (c) 図書(単行本)の場合
著者名：図書名，発行所，ページ数(西暦)の順に記載する。ページ数は省略してもよい。
- [例]
- 7) 並木博：工場排水試験方法，日本検査協会(1995)
- (d) 資料の場合
会社名，資料名(西暦)
著者名：所属機関名，資料名(西暦)
- (e) その他
(a)～(d)に該当しない場合は、所報編集委員が検討し、決定する。

14. 謝辞

論文の末尾、参考文献の前に上1行をあげ、1文字あけて書く。謝辞のタイトルは入れないで、MS明朝体、9ポイントで記載する。

15. 校正

原則として著者が行い、各班で最終調整し、所報編集委員会へ提出するものとする。提出された研究報告を所報編集委員で再調整する。

16. 発行

和歌山市衛生研究所報は1年に1回の発行とする。

17. 編集委員

和歌山市衛生研究所報編集委員は、所報の作成及び発行を行うものとする。

Ⅱ 業務概要

1. 生活科学班

(1) 概要

当班は、総務及び企画等の事務的業務、保健所や事業者からの依頼による食品の理化学検査及び家庭用品検査、保健所から依頼される用水検査を実施している。

事務的業務は、主として予算及び決算、手数料収納等の経理事務、庁舎とその付帯設備の維持管理業務を行うほか、公衆衛生情報の収集、解析、提供、調査研究や研修の企画及び連絡調整を担っている。

食品検査は、残留農薬検査、動物用医薬品検査、食品添加物の規格等検査、乳及び乳製品の成分規格検査、異物検査及び毒物混入の疑いのある食中毒検査等を実施している。

用水検査は公衆浴場水の検査を実施している。

(2) 食品等の検査

食品の検査には、保健所からの行政依頼検査と製造業者などからの一般依頼検査があり、令和3年度の検査内容を表 1（18ページに記載）に示した。

(a) 残留農薬検査

輸入野菜及び果実、国産野菜及び果実、加工野菜等について、残留農薬一斉分析法で農薬の検査を行なっている。

市内で流通している野菜及び果実について40検体延べ4,621項目の検査を実施したところ、すべて基準に適合していた。

(b) 動物用医薬品検査

鶏卵、牛肉、豚肉、鶏肉及び魚介類等について、一斉分析法で動物用医薬品検査を行っている。鶏の筋肉について、市内で流通している 20 検体延べ 360 項目の検査を実施したところ、すべて基準に適合していた。

(c) 食品の添加物検査

魚肉ねり製品、漬物、菓子、惣菜等の保存料、甘味料、着色料、漂白剤、生めん類等の品質保持剤、食肉製品の発色剤、果実の防ばい剤の検査を

行っている。各添加物の検査項目については、表 2 のとおりである。

市内で生産された49検体延べ302項目について検査を実施したところ、すべて基準に適合していた。

表 2 各添加物の検査項目

添加物	検査項目
保存料	安息香酸
	ソルビン酸
	デヒドロ酢酸
	プロピオン酸
甘味料	サッカリンナトリウム
着色料	酸性タール色素
漂白剤	亜硫酸ナトリウム
	過酸化水素
品質保持剤	プロピレングリコール
発色剤	亜硝酸ナトリウム
防ばい剤	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

(d) 乳及び乳製品の成分規格検査

乳及び乳製品について、成分規格検査を行なっている。市内で流通している21検体延べ50項目について検査を実施したところ、すべて基準に適合していた。

(e) 清涼飲料水の成分規格検査

清涼飲料水について、成分規格検査を行なっている。市内で流通している5検体延べ15項目について検査を実施したところ、すべて基準に適合していた。

(f) 苦情検査

表 1 に示した食品の理化学検査のうち、苦情品として検査したものは1検体1項目であった。

(3) GLP（業務管理基準）

食品衛生に関する検査データの信頼性確保を目的として、国及び地方自治体の検査施設に導入さ

れたGLPについて、和歌山市衛生研究所食品衛生検査施設等の業務管理要領に基づく検査機器の保守点検及び外部精度管理調査を実施した。

(a) 外部精度管理

一般財団法人食品薬品安全センター秦野研究所が実施する外部精度管理調査に参加し、表 3 のとおり外部精度管理を実施した。

表 3 外部精度管理項目

	残留動物用医薬品検査
試料	鶏肉ペースト
項目名	スルファジミジン

(4) 家庭用品等の検査

「有害物質を含有する家庭用品の規制に関する法律」に基づき、生後24ヶ月以内の乳幼児用繊維製品の試買検査を行っている。

表 4 に実施した検査内容を示した。いずれの製品も規格基準に適合していた。

表 4 ホルムアルデヒド検査製品内訳

検体数	繊維製品 (24ヶ月以内の乳幼児用のもの)				
	洋服	よだれ掛け	帽子	手袋・靴下	その他
10	3	1	1	2	3

(5) 公衆浴場水の検査

保健所の依頼による公衆浴場水について、「公衆浴場における水質基準等に関する指針」に基づき水質検査を行っている。市内の公衆浴場水38検体延べ228項目について検査を実施した。

表 1 食品等の検査

検体種別	依頼別 (検体数)				項目別 (項目数)										乳等規格	栄養成分	その他		
	依頼別及び項目別	総数	保健所依頼	一般依頼	自主検査	総数	食品規格	食品中の添加物試験						甘味料				着色料	発色剤
総数		244	127	1	116	28,799	28,171	21	225	6	12	4	129	155	0	64	12		
魚介類		0	0	0	0														
魚介類加工品		9	7	0	2	53			36		5								
肉卵類及びその加工品		32	23	0	9	473	455			6									
穀類及びその加工品		2	0	0	2	4						4							
野菜類、果実及びその加工品		135	55	0	80	28,037	27,685	21	132		7								
菓子類		11	10	0	1	44													
牛乳及び加工乳		7	5	0	2	26										26			
乳製品		0	0	0	0														
乳類加工品		0	0	0	0														
アイスクリーム類、氷菓		19	15	0	4	38										38			
清涼飲料水		9	5	0	4	27	27												
その他		20	7	1	12	97	4	57									24	12	

2. 環境科学班

(1) 概要

当班は、環境政策課からの依頼による行政検査が主で、河川等の公共用水域、市内の工場・事業場等の排水、地下水の水質検査、ゴルフ場排水中の残留農薬の検査及び工場等の敷地境界線上における悪臭検査を実施している。

(2) 検査実績

令和 3 年度は次のとおりである。なお、(a)～(f)の詳細については表 1-1、表 1-2 に示した。

(a) 公共用水域の水質検査

公共用水域の常時監視のための測定計画に基づき、市内の主要河川において 252 検体 4,000 項目の水質検査を実施した。

また、測定計画以外で必要に応じて実施した検査は、29 検体 57 項目であった。

(b) 工場・事業場の水質検査

工場等の排水基準監視のための測定計画に基づき実施した水質検査は、236 検体 2,128 項目であった。

また、測定計画以外で必要に応じて実施した検査は、7 検体 127 項目であった。

(c) 地下水検査

地下水水質状況の把握を目的とする水質測定計画に基づき実施した水質検査は、市内 32 地点で 27 有害物質であった。計画以外の検査を含め、45 検体 977 項目であった。

(d) 他行政機関依頼の水質検査

青岸清掃センター、住宅政策課、農林水産課等からの依頼により実施した検査は、38 検体 212 項目であった。

(e) 所排水処理施設の水質検査

排水処理施設の管理のため実施した検査は、22 検体 138 項目であった。

(f) その他の検査

市民からの一般依頼検査及び自主検査として実施した検査は、171 検体 526 項目であった。

(g) 悪臭測定

工場等の敷地境界線上における悪臭測定として実施した検査は、硫化水素 12 検体 12 項目とアンモニア 12 検体 12 項目であった。

(h) ゴルフ場排水の残留農薬検査

環境省から指針値が示されている農薬等について、市内のゴルフ場の調整池で採取し実施した水質検査は、5 検体 215 項目であり、詳細については表 2 に示した。(平成 29 年 3 月 9 日ゴルフ場で使用される農薬による水質汚濁の防止及び水産動植物被害の防止に係る指導指針において、分析項目の分類方法が変更になった。)

表 1 - 1 水質検査実績 1

	公共用水域		工場・事業場		地下水	他行政 機 関	所排水 施 設	その他	合計
	計 画	その他	計 画	その他					
検体数	252	29	236	7	45	38	22	171	800
項目数	4,000	57	2,128	127	977	212	138	526	8,165
pH	216		165	6		38	22	96	543
COD	216	28	118	6		38	12	49	467
BOD	216	28				28		40	312
SS	216		113	6		28	8	4	375
DO	216					2		36	254
n-ヘキサン抽出物質	54	1	63	5		4	2	10	139
全窒素	108		114	5		18	6	44	295
全燐	108		114	5		18	6	44	295
カルシウム	108		79	4	34		2	2	229
全アン	36		42	4	34		2	1	119
鉛	108		79		37		4	2	230
六価クロム	108		79	4	34		4	2	231
砒素	108		77	4	35		2	2	228
総水銀	36		22		34		2	1	95
ジクロロメタン	36		51	5	38		4	2	136
四塩化炭素	36		51	5	38		4	2	136
1,2-ジクロロエタン	36		51	5	38		4	2	136
1,1-ジクロロエチレン	36		51	5	38		4	2	136
1,2-ジクロロエチレン	0				38			1	39
シス-1,2-ジクロロエチレン	36		51	5	4		4	1	101
1,1,1-トリクロロエタン	36		51	5	38		4	2	136
1,1,2-トリクロロエタン	36		51	5	38		4	2	136
トリクロロエチレン	36		51	5	38		4	2	136
テトラクロロエチレン	36		51	5	38		4	2	136
1,3-ジクロロプロパン	36		51	5	38		4	2	136
チウラム	36		2		34			1	73
シマジン	36		2		34			1	73
チオベンカルブ	36		2		34			1	73
ベンゼン	36		51	5	38		4	2	136
セレン	36		9		34		2	1	82
1,4-ジオキサン	36		45	5	34		4	1	125

表 1 - 2 水質検査実績 2

	公共用水域		工場・事業場		地下水	他行政 機 関	所排水 施 設	その他	合計
	計 画	その他	計 画	その他					
フェノール	36								36
フェノール類			18	4					22
EPN	36								36
銅	108		34				2		144
亜鉛	54		34	4			2		94
溶解性鉄			36				2	1	39
溶解性マンガ			36				2	1	39
全クロム	108		34				2		144
ふっ素	56		15		34			2	107
ほう素	56		23		34		2	2	117
全鉄									
全マンガ									
クロホルム	36								36
トルエン	36								36
キシレン	36								36
ニッケル			22						22
アンチモン									
塩素イオン	216					12		4	232
リン酸性リン	72								72
亜硝酸性窒素+硝酸	72				35			1	108
アンモニア性窒素	72					4		1	77
亜硝酸性窒素	72				35	4		2	113
硝酸性窒素	72				35	4		2	113
アンモニア・硝酸・亜硝酸				4					4
硫化物イオン			15	4					19
着色度	36		71	1				150	258
透視度	36		71	1					108
残留塩素			33						33
大腸菌群数	54					12	4		70
大腸菌数	36								36
電気伝導率	216								216
その他	54				4	2			60

表 2 農薬検査実績

検体数		5
項目名		項目数
殺 虫 剤	アセフェート	5
	イキサチオン	5
	クロルピリホス	5
	ダイアジノン	5
	フェントロチオン(MEP)	5
	フェノバカルブ	5
	EPN	5
殺 菌 剤	アゾキシストロビン	5
	イプロチオラン	5
	イプロシオン	5
	イプロベンホス	5
	オキシ銅	5
	キャプタン	5
	クロタロニル(TPN)	5
	チウラム	5
	トルクロホスメチル	5
	フルトラニル	5
	ペンシクロン	5
	メタラキシル	5
	メプロニル	5
プロピコナゾール	5	
除 草 剤	アシュラム	5
	ジチオピル	5
	シマジン(CAT)	5
	チオベンカルブ	5
	トリクロピル	5
	ナプロハミト	5
	ピリブチカルブ	5
	ブタミホス	5
	プロピサミト	5
	ペンデイメタリン	5
	ベンフルリン	5
	メコプロップ	5
	ハロスルフロメチル	5
フラサスルフロ	5	
独 自 項 目	エトリシアゾール	5
	クロロニトロフェン	5
	クロネブ	5
	ジクロルホス	5
	シテュロン	5
	テルブカルブ	5
	ピリダフェンチオン	5
ベンスト	5	
合 計	215	

3. 微生物学班

(1) 概要

当班の主な業務は、感染症や食中毒の原因となる細菌やウイルスの検査である。

感染症や食中毒の発生時には行政依頼により、感染源究明と感染拡大防止のために、原因微生物の検索および遺伝子検査による疫学解析を実施している。さらに、新型インフルエンザ等の健康危機事象の発生に備えて検査体制を整備するとともに、感染症のサーベイランス検査や発生動向調査に係る検査を実施している。

また、食品による健康被害を未然に防止するため、事業所等の一般及び行政から依頼された食品について、衛生指標菌や食中毒起因菌の検査を実施するとともに、食品取扱従事者等の健康保菌者検査も実施している。

(2) 検査実績

(a) 感染症に係る検査

新型コロナウイルス感染症については、保健所からの依頼により、患者や疑似症患者、濃厚接触者の検査を実施した。また変異株がデルタ株からオミクロン株の亜系統である BA.1 系統、そして BA.2 系統、さらに BA.5 系統へと置き換わりの兆候がみられたことから、変異株スクリーニング検査を迅速に実施し、監視体制を強化した。

そのほか、腸管出血性大腸菌等 3 類感染症の事例発生時には患者やその接触者の検査を実施した。

感染症に係る主な行政検査は表 1 のとおりである。

表 1 感染症に係る行政検査

	患者数 (疑)	検体数
新型コロナウイルス	-	12,240
・変異株スクリーニング検査	-	1,222
インフルエンザウイルス	11	11
麻疹ウイルス	8	23
風疹ウイルス	6	15
SFTS ウイルス	12	16
日本紅斑熱リケッチア	20	35
ノロウイルス	4	4
フラビウイルス属ウイルス	-	10
腸管出血性大腸菌 0157	10	13

(b) 食中毒及び苦情に伴う検査 (行政依頼)

保健所からの行政依頼によって、食中毒疑い等の事例発生時には有症者及びその原因食品や施設の検査を実施し、原因微生物の検査および疫学解析を行なった。

苦情の事例数、検体数は表 2 のとおりである。

表 2 食中毒及び苦情に係る行政検査

	事例数	検体数	検体項目数
有症苦情等	13	156	634

(c) 臨床検体検査 (一般依頼)

食品取扱従事者、学校関係者、水道関係従事者等について、赤痢菌、サルモネラ、腸管出血性大腸菌 0157 等の項目について保菌者検索を実施した。

検体数、検体項目数は表 3 のとおりである。

表 3 検便及び寄生虫卵検査

	検体数	検体項目数
検便	311	1,035

(d) 食品等検査 (行政依頼・一般依頼)

保健所からの行政依頼による収去食品及び施設等のふき取り材料、並びに食品製造事業所等からの一般依頼による食品について、細菌検査を実施した。

検査の内訳は表 4 のとおりである。

(e) 水質検査 (行政依頼・一般依頼)

環境政策課の依頼により、市内の河川水について、大腸菌群数、大腸菌数の検査を 90 件実施した。また、農林水産課の依頼により、海域の大腸菌群数の検査を 2 件実施した。

なお、浴場水等の水質検査の実施数は生活科学班で集計している。

表 4 食品微生物等検査

項目	種別	行政依頼検査										一般依頼検査										合計			
		魚介類・魚肉練り製品	弁当・惣菜	食肉・食肉製品	アイスクリーム類	牛乳・乳酸菌飲料	冷凍食品	菓子	豆腐	めん類	ふきとり	その他	計	魚介類・魚肉練り製品	弁当・惣菜	食肉・食肉製品	アイスクリーム類	氷雪・清涼飲料水類	菓子	豆腐	野菜・果物		めん類	その他	計
検体数		22	44	42	16	5	0	10	8	0	148	30	325	9	23	2	2	0	0	0	0	4	6	46	371
大腸菌群		3	0	2	16	5	0	10	8	0	148	5	197	2	23	2	2	0	0	0	0	0	4	33	230
大腸菌		4	44	3	0	0	0	0	0	0	48	8	107	0	22	0	0	0	0	0	0	0	4	26	133
一般細菌数		7	44	9	16	5	0	10	8	0	48	4	151	9	23	2	2	0	0	0	0	4	4	44	195
黄色ブドウ球菌		15	44	3	0	0	0	10	8	0	148	5	233	2	23	1	2	0	0	0	0	0	6	34	267
サルモネラ		0	44	42	0	0	0	10	0	0	25	16	137	2	1	0	0	0	0	0	0	0	1	4	141
腸炎ビブリオ		19	0	0	0	0	0	0	0	0	55	8	82	2	2	0	0	0	0	0	0	0	3	7	89
セレウス菌		0	0	0	0	0	0	0	8	0	0	0	8	0	9	0	0	0	0	0	0	0	1	10	18
腸管出血性大腸菌0157		0	44	37	0	0	0	0	0	0	0	0	81	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	81
腸管出血性大腸菌026, 103, 121, 111, 145		0	220	185	0	0	0	0	0	0	0	0	405	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	405
ウエルシュ		0	0	0	0	0	0	0	0	0	5	0	5	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	5	
酵母		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
カンピロバクター		0	0	39	0	0	0	0	0	0	25	0	64	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	64	
クロストリジア		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
カビ		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
発育し得る微生物 (容器包装詰加圧加熱殺菌食品)		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
項目数合計		48	440	320	32	10	0	40	32	0	502	46	1,470	17	103	5	6	0	0	0	0	4	23	158	1,628

Ⅲ 調査研究

農産物中の残留農薬一斉分析法の妥当性評価

土山 ゆう子 杉本 高志 勝本 昌宏
吐崎 修

Validation Study of Simultaneous Determination Method for the Pesticide Residues in Agricultural Products

DOYAMA Yuko SUGIMOTO Takashi KATSUMOTO Masahiro
HANZAKI Osamu

GC-MS/MS 更新に伴い、より簡便で迅速な残留農薬一斉分析法について、「食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドライン」に基づき 5 種類の農作物の妥当性評価を行った。評価対象 225 成分のうち、添加回収 0.01ppm では 136~197 成分、0.05ppm では 183~207 成分についてガイドライン基準に適合した。時間を要していた抽出工程にセラミックホモジナイザーを使用する Quechers 法を採用することで検査時間が短縮され、溶媒使用量についても削減することができた。

キーワード：農薬、GC-MS/MS、Quechers

はじめに

当所では和歌山市保健所が収去した農産物の残留農薬検査を実施している。食品衛生法に定められている規格基準¹⁾への適合性について判断を行う試験法については、「食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドライン」²⁾(以下「ガイドライン」という。)により各試験機関で妥当性評価を実施するよう定められている。当所では農産物中の残留農薬試験を、「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」³⁾(以下「通知法」という。)に定める試験法により行っていたが、人員削減や人事異動による技術継承の課題もあり、より迅速で簡便な試験法が必要であった。そこでGC-MS/MSの更新に伴い、時間を要していた抽出工程にセラミックホモジナイザーを使用する Quechers 法を採用した試験法⁴⁾⁵⁾について検討し、妥当性評価を実施したので報告する。

方法

1. 試料

キャベツ、大根、ほうれん草、りんご、オレンジについて、フードプロセッサー及びミルでよく裁断し、均質にしたものを用いた。

2. 試薬及び器具

農薬混合標準液 PL-1-2、PL-2-1、PL-3-3、PL-4-2、PL-5-1、PL-6-3

(富士フィルム和光純薬製)

固相カートリッジ ENVI-Carb/LC-NH2

(スペルコ製)

アセトニトリル

(残農用 富士フィルム和光純薬製)

アセトン

(残農用 富士フィルム和光純薬製)

ヘキササン

(残農用 関東化学製)

塩化ナトリウム

(残農用 富士フィルム和光純薬製)

クエン酸 3 ナトリウム 2 水和物

(特級 富士フィルム和光純薬製)

クエン酸水素 2 ナトリウム 1.5 水和物

(和光一級 富士フィルム和光純薬製)

硫酸マグネシウム

(特級 富士フィルム和光純薬製)

3. 装置及び測定条件

装置：GC 部 SHIMADZU Nexis GC-2030

MS 部 SHIMADZU GCMS-TQ8040NX

カラム：SHIMADZU SH-I-5Sil MS

30m×0.25 mm 0.25 μm

カラム温度：50°C(1min)-25°C/min-125°C-

10°C/min-300°C(15min)

キャリアガス：ヘリウム(1.69mL/min)

注入量：2 μL(スプリットレス)

測定モード：MRM

イオン化モード：EI

インターフェース温度：250°C

イオン源温度：230°C

4. 試料溶液の調製

Quechers 法を基に改良した試験法で試料溶液を調製した(図 1)。試料 10g を 50mL 遠沈管に量り入れ、セラミックホモジナイザー 2 個、アセトニトリル 10mL を加え、振とうした。その後、塩化ナトリウム 1g、クエン酸 3 ナトリウム 2 水和物 1g、クエン酸水素 2 ナトリウム 1.5 水和物 0.5g を加え、手振りにより試薬を混ぜた後、無水硫酸マグネシウム 4g を加え振とうした。振とう後、4000rpm5 分間遠心分離を行い、上部のアセトニトリル層を分取した。残渣にアセトニトリル 5mL を加え振とうし、4000rpm5 分間遠心分離後、アセトニトリル層をあわせ、15mL 遠沈管を使用し 15mL に定容した。この抽出液のうち 6mL を分取し、40°C 以下で減圧濃縮して溶媒を除去した。その残留物をアセトン：*n*-ヘキサン (1:1) 混液 2mL に溶解し、この溶液をあらかじめアセトン：*n*-ヘキサン (1:1) 混液 10mL でコンディショニングした ENVI-Carb/LC-NH₂ ミニカラムに付加し、アセトン：*n*-ヘキサン (1:1) 20mL で溶出

した。溶出液を 40°C 以下で 1mL 以下に減圧濃縮して溶媒を除去し、その残留物にアセトン：*n*-ヘキサン (1:1) 混液を加えて 4mL に定容し、GC-MS/MS 用試験溶液とした。

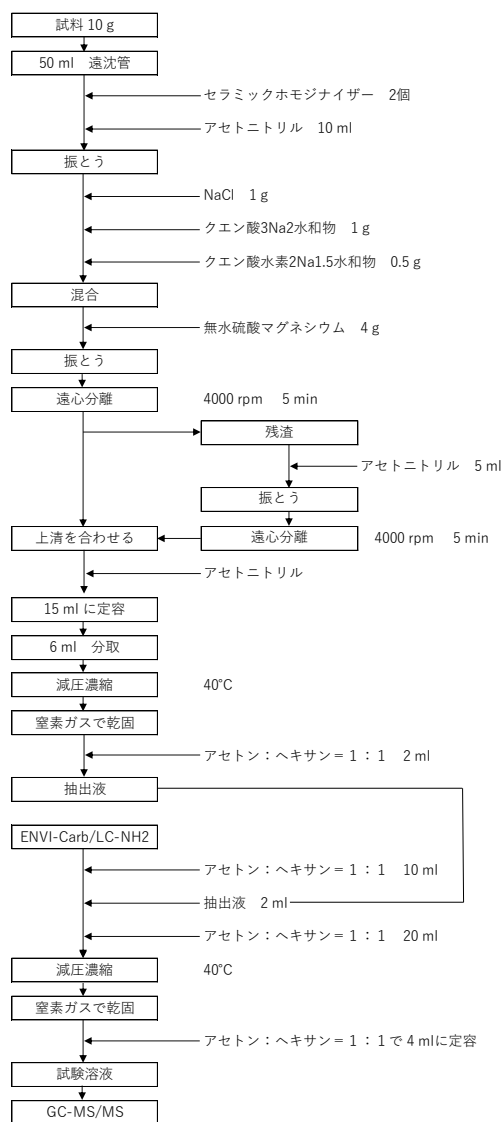


図 1 試料溶液調製フロー

5. 妥当性評価の方法

ガイドラインに従い、実験者 1 名が 1 日 1 回 (2 併行) 5 日間実施し、選択性、真度、精度 (併行精度及び室内精度)、定量限界の項目を評価した。評価対象数は 225 成分で、添加回収濃度は 0.01ppm 及び 0.05ppm の 2 濃度とした。

結果及び考察

1. 選択性

ガイドラインに従い、定量を妨害するピークにつ

いて確認したところ、ほうれん草・りんごで2成分、オレンジで10成分が不適合であった。

2. 真度

真度の目標値 (70~120%) に適合した成分数を表 1 に示す。

表 1 真度の目標値に適合した成分数

	添加濃度 0.01ppm	添加濃度 0.05ppm
キャベツ	188	208
大根	202	209
ほうれん草	183	209
りんご	191	205
オレンジ	149	190

3. 精度

併行精度及び室内精度の目標値に適合した成分数を表 2 に示す。

表 2 精度の目標値に適合した成分数

添加濃度 (ppm) (目標値)	併行精度 (RSD%)		室内精度 (RSD%)	
	0.01 (25>)	0.05 (15>)	0.01 (30>)	0.05 (20>)
キャベツ	219	218	218	218
大根	214	213	214	210
ほうれん草	213	211	211	211
りんご	217	219	216	221
オレンジ	214	214	213	213

4. 定量限界

0.01ppm の添加回収試料から得られるピークの S/N 比について確認したところ、目標値 (S/N \geq 10) に適合しなかったのは、キャベツ・オレンジで 21 成分、大根で 11 成分、ほうれん草で 14 成分、りんごで 12 成分であった。

5. 総合評価

評価項目の目標値にすべて適合した成分数を表 3 に示す。添加回収濃度 0.01ppm では 136~197 成

分、0.05ppm では 183~207 成分が適合した。0.01ppm の低濃度では真度の目標値を上回る成分が多かったが、これは試料の夾雑成分による影響が大きくなったためと考えられる。

表 3 評価項目すべてに適合した成分数

	添加濃度 0.01ppm	添加濃度 0.05ppm
キャベツ	185	207
大根	197	205
ほうれん草	178	198
りんご	186	199
オレンジ	136	183

各成分の妥当性評価結果を表 4 に示す。両添加回収濃度・すべての農作物共通で目標値不適合となったものは、ゾキサミド分解物、ピリメタニル、ピレトリン I であった。

試験法については、通知法では結果が出るまで 2~3 日要していたが、抽出工程にセラミックホモジナイザーを使用することで抽出時間を、溶媒にトルエンを使用しないことで溶媒除去時間を短縮でき、検査時間は従来の約半分となった。抽出に使用する溶媒量も従来の 100mL から 15mL へ大幅に削減することができた。また操作についても通知法より簡便であるため、個人差によるばらつきの影響も少なくなり、技術継承も容易になると考えられる。

おわりに

残留農薬検査は高い正確性が求められることはもちろんであるが、消費者の食事に供せられないようにするために迅速性が重要になる。令和 2 年度にみずなからダイアジノンが検出された際、基準値超過の可能性が判明してから確認試験を行い、保健所に確認結果を報告するまでに 5 日要した⁶⁾ が、GC-MS/MS の更新及び迅速で簡便な試験法の導入により、確認試験を含めても結果報告が検体搬入日の翌日中に可能となり、市民の食の安全についてより実効性の高いものとなった。今後は他の農作物についても妥当性評価を行い、検査可能な農作物の種類や検体数の拡大に取り組んでいきたい。

表 4 妥当性評価結果

成分名	キャベツ		大根		ほうれん草		りんご		オレンジ	
	0.01ppm	0.05ppm	0.01ppm	0.05ppm	0.01ppm	0.05ppm	0.01ppm	0.05ppm	0.01ppm	0.05ppm
1 delta - BHC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
2 EPN	×	○	×	○	×	○	○	○	○	○
3 XMC	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○
4 アクリナトリン-1	×	×	×	×	×	×	×	×	×	○
5 アクリナトリン-2	×	×	○	×	×	×	×	×	○	○
6 アサコナゾール	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
7 アゼンホスメチル	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
8 アセタミフ リト	○	○	×	○	○	○	○	○	×	○
9 アセトコール	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
10 アトリン	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
11 アニホス	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
12 アメトリン	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
13 アラコール	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
14 アレスリン-1, 2	×	○	×	×	×	×	×	×	×	○
15 アレスリン-3, 4 (ヒアレスリン)	×	○	×	×	×	×	×	×	×	○
16 イソキサチオン	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
17 イソフェンホス	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
18 イソフェンホスオキソ	○	○	×	○	×	○	○	○	×	×
19 イソプロカルブ	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
20 イソプロチオラン	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
21 イプロホス	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
22 イマサメタヘンズメチル-1	×	×	×	×	×	×	×	×	○	○
23 イマサメタヘンズメチル-2	×	×	×	×	×	×	×	×	○	○
24 イミヘンコナゾール	○	×	○	×	○	○	○	○	○	○
25 イミヘンコナゾール脱ヘンシール体	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
26 ウニコナゾール (ウニコナゾールP)	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
27 エスプロカルブ	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
28 エタルフルラリン	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
29 エチオン	○	○	○	○	×	○	○	○	×	×
30 エテイフェンホス	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
31 エトキサゾール	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
32 エトフェンロックス	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
33 エトプロホス	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
34 オキサジメソリン	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
35 オキサジキシル	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
36 オキシフルオルフェン	×	○	×	○	×	○	×	○	×	×
37 オメトエート	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
38 オクサホス	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
39 カフェンストロール	×	○	○	○	○	○	○	○	○	○
40 カルボフラン	○	○	○	○	○	○	×	×	○	○
41 キナルホス	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
42 キノキシフェン	×	○	×	×	○	○	×	○	○	○
43 キノキサミン	×	×	×	×	×	×	×	×	○	○
44 キントゼン	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○
45 クレゾキシムメチル	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
46 クロルタルジメチル	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
47 クロルヒリホス	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
48 クロルヒリホスメチル	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
49 クロルフェナヒル	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
50 クロルフェンヒンホス (E)	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
51 クロルフェンヒンホス (Z)	○	○	○	○	○	○	○	○	○	×
52 クロルプロファミ	○	○	○	○	○	○	○	○	○	×
53 クロルヘンシレート	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
54 シアナジン	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
55 シアノホス	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
56 シエトフェンカルブ	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
57 シクロシメット-1	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○
58 シクロシメット-2	○	○	○	○	×	×	○	○	×	○
59 シクロフェンチオン	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○
60 シクロホップメチル	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
61 シクロラン	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○
62 シハトリン-1	×	○	○	○	×	○	×	×	×	○
63 シハトリン-2	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
64 シハロホップフェチル	○	○	○	○	×	○	○	○	○	○
65 シフェナミト	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
66 シフェノコナゾール-1	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
67 シフェノコナゾール-2	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○
68 シフルトリン-1	×	○	○	○	○	○	×	×	○	○
69 シフルトリン-2	×	×	○	○	×	○	×	×	○	○
70 シフルトリン-3	×	○	○	○	○	○	○	○	○	○
71 シフルトリン-4	○	○	×	×	○	○	○	○	○	○
72 シフルフェニカン	×	×	×	×	×	×	×	×	×	○
73 シプロコナゾール-1	○	○	○	○	○	×	○	○	×	×
74 シプロコナゾール-2	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○

成分名	キャベツ		大根		ほうれん草		りんご		オレンジ	
	0.01ppm	0.05ppm	0.01ppm	0.05ppm	0.01ppm	0.05ppm	0.01ppm	0.05ppm	0.01ppm	0.05ppm
75 シベ ^ル メトリン-1	×	×	○	○	○	○	×	×	×	×
76 シベ ^ル メトリン-2	○	○	○	○	○	○	×	○	×	×
77 シベ ^ル メトリン-3	○	○	○	○	○	○	×	○	×	×
78 シベ ^ル メトリン-4	×	○	○	○	○	○	×	○	×	×
79 シマジン	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
80 ジ ^メ タメトリン	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
81 ジ ^メ チルピ ^ン ホス (Z)	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
82 ジ ^メ テナミト [®] (ジ ^メ テナミト [®] P)	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
83 ジ ^メ トエート	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
84 シメトリン	○	○	○	○	○	○	○	○	○	×
85 ジ ^メ ビ ^ベ レート	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
86 スビ [®] ロキサミン-1	×	×	○	○	×	○	○	○	○	○
87 スビ [®] ロキサミン-2	○	×	○	○	×	○	○	○	×	○
88 ソ [®] キサミト [®]	○	○	×	×	×	○	×	×	×	×
89 ソ [®] キサミト [®] 分解物	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×
90 ターハ [®] シル	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
91 タ [®] イアジ [®] ン	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
92 チオヘ [®] ンカルブ [®]	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
93 テカナセ [®] ン	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
94 テトラクロルピ [®] ンホス	○	○	○	○	×	×	○	○	○	○
95 テトラコナゾ [®] ール	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
96 テトラジ [®] ホソ	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
97 テニルクロール	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
98 テブ [®] コナゾ [®] ール	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
99 テブ [®] フェンビ [®] ラト [®]	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
100 テフルトリン	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
101 テ [®] ルタメトリン-1 (トラロメトリン分解物-1)	×	×	×	×	○	○	×	×	×	×
102 テ [®] ルタメトリン-2 (トラロメトリン分解物-2)	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×
103 テルブ [®] トリソ	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
104 テルブ [®] ホス	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
105 トリアジ [®] メノール-1	×	○	×	○	×	×	○	○	×	○
106 トリアジ [®] メノール-2	○	○	○	○	×	○	○	○	×	○
107 トリアジ [®] メホソ	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○
108 トリアゾ [®] ホス	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○
109 トリアレート	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
110 トリシクラゾ [®] ール	○	○	×	×	○	×	×	×	×	○
111 トリア [®] ホス	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
112 トリフルラソ	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
113 トリフロキサストロピ [®] ン	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
114 トルクロホスメチル	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
115 トルフェンビ [®] ラト [®]	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
116 ナブ [®] ロバ [®] ミト [®]	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○
117 ニトターケルイゾブ [®] ロピ [®] ル	×	○	○	○	×	○	○	○	○	○
118 ノルフルラソ [®] ン	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
119 バ [®] クロブ [®] トラゾ [®] ール	○	○	○	○	×	×	○	○	○	○
120 バ [®] ラチオン	×	○	×	○	×	○	○	○	×	○
121 バ [®] ラチオンメチル	×	○	○	○	○	○	○	○	○	○
122 ハルフェンブ [®] ロックス	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○
123 ビ [®] テルタノール-1	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
124 ビ [®] テルタノール-2	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
125 ビ [®] フェノックス	×	○	×	○	×	○	○	○	×	○
126 ビ [®] フェントリン	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
127 ビ [®] ベ [®] ロホス	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○
128 ビ [®] ラクロホス	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
129 ビ [®] ラゾ [®] ホス	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
130 ビ [®] ラフルフェンエチル	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
131 ビ [®] リタ [®] フェンチオン	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○
132 ビ [®] リタ [®] ヘ [®] ン	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
133 ビ [®] リフェノックス (E)	○	○	○	○	×	×	○	○	×	○
134 ビ [®] リフェノックス (Z)	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
135 ビ [®] リブ [®] チカルブ [®]	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
136 ビ [®] リフ [®] ロキシフェン	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○
137 ビ [®] リミノハ [®] ックメチル (E)	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
138 ビ [®] リミノハ [®] ックメチル (Z)	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
139 ビ [®] リミホスメチル	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
140 ビ [®] リメタニル	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×
141 ビ [®] レトリン I	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×
142 ビ [®] ロキロン	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
143 ビ [®] ンクワゾ [®] リン	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
144 フィブ [®] ロニル	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
145 フェナミホス	○	○	○	○	○	○	○	○	×	×
146 フェナリモル	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
147 フェニトロチオン	○	○	×	○	×	○	○	○	×	○
148 フェノキサニル	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
149 フェノチオカルブ [®]	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
150 フェノトリン-1	×	○	×	×	×	×	×	×	×	×
151 フェノトリン-2	○	○	○	○	×	×	×	×	×	○

成分名	キャベツ		大根		ほうれん草		りんご		オレンジ	
	0.01ppm	0.05ppm	0.01ppm	0.05ppm	0.01ppm	0.05ppm	0.01ppm	0.05ppm	0.01ppm	0.05ppm
152 フェンスルホチオン	×	○	×	○	×	×	○	○	×	×
153 フェンチオン	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
154 フェントエート	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
155 フェンハ ^レ レート-1	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
156 フェンハ ^レ レート-2 (エスフェンハ ^レ レート)	×	○	○	○	○	○	×	○	×	○
157 フェンブ ^コ ナゾ ^{ール}	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
158 フェンブ ^ロ バ ^{トリ} ン	○	○	○	○	○	○	○	○	×	×
159 フェンブ ^ロ ビ ^モ ル ^フ	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
160 フサライト ^ス	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
161 フ ^タ ク ^ロ ール	○	○	○	○	×	○	○	○	×	○
162 フ ^タ ミ ^ホ ス	×	○	×	○	×	○	○	○	×	○
163 フ ^ビ リ ^メ ート	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
164 フ ^ア ロ ^フ ェ ^ジ ン	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
165 フラムブ ^ロ ップ ^メ チ ^ル	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
166 フル ^ア クリ ^ビ リ ^ム	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
167 フル ^キ ン ^コ ナゾ ^{ール}	○	○	○	○	○	○	×	○	×	○
168 フル ^シ トリ ^ネ ート-1	○	○	○	○	×	○	×	○	×	○
169 フル ^シ トリ ^ネ ート-2	○	○	○	○	×	○	○	○	×	○
170 フル ^チ ア ^セ ット ^メ チ ^ル	×	○	○	○	○	○	×	○	×	×
171 フル ^ト ラ ^ニ ル	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○
172 フル ^ハ リ ^ネ ート-1	×	×	○	○	×	×	×	×	×	×
173 フル ^ハ リ ^ネ ート-2	×	×	○	○	×	×	×	×	×	×
174 フル ^ミ オ ^キ サ ^ジ ン	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○
175 フル ^ミ ク ^ロ ラ ^ク ハ ^ン チ ^ル	×	○	○	○	○	○	○	○	×	×
176 フル ^リ ト ^ン	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
177 フ ^レ チ ^ラ ク ^ロ ール	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
178 フ ^ロ シ ^ミ ト ^ン	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
179 フ ^ロ チ ^オ ホ ^ス	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
180 フ ^ロ バ ^ク ロ ^{ール}	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○
181 フ ^ロ バ ^シ ン	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
182 フ ^ロ バ ^ニ ル	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
183 フ ^ロ バ ^ル キ ^ッ ト-1	○	○	○	○	×	×	×	○	×	○
184 フ ^ロ バ ^ル キ ^ッ ト-2	×	○	×	○	×	×	○	○	×	×
185 フ ^ロ ビ ^コ ナゾ ^{ール} -1	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
186 フ ^ロ ビ ^コ ナゾ ^{ール} -2	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
187 フ ^ロ ビ ^サ ミ ^ト	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
188 フ ^ロ ビ ^ト ロ ^シ キ ^ス モ ^シ -1	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
189 フ ^ロ ビ ^ト ロ ^シ キ ^ス モ ^シ -2	×	○	×	×	×	×	×	×	×	×
190 フ ^ロ フェ ^ノ ホ ^ス	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○
191 フ ^ロ ホ ^キ ス ^ル	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
192 フ ^ロ マ ^シ ル	○	○	○	○	○	○	×	×	×	○
193 フ ^ロ メ ^ト リ ^ン	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
194 フ ^ロ モ ^ブ チ ^ト	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○
195 フ ^ロ モ ^ブ ロ ^ビ レ ^{ート}	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
196 フ ^ロ モ ^ホ ス	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
197 ヘ ^キ サ ^コ ナゾ ^{ール}	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○
198 ヘ ^キ サ ^ジ ン	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
199 ヘ ^ナ ラ ^キ シ ^ル	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
200 ヘ ^ノ キ ^サ コ ^{ール}	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
201 ヘ ^ル メ ^ト リ ^ン -1	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
202 ヘ ^ル メ ^ト リ ^ン -2	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○
203 ヘ ^ン コ ^ナ ゾ ^{ール}	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
204 ヘ ^ン テ ^ィ メ ^タ リ ^ン	×	○	○	○	○	○	○	○	×	○
205 ヘ ^ン フ ^ル ラ ^リ ン	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
206 ヘ ^ン フ ^レ セ ^{ート}	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
207 ホ ^サ ロ ^ン	○	○	○	○	×	○	×	○	×	×
208 ホ ^ス チ ^ア セ ^{ート} -1	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
209 ホ ^ス チ ^ア セ ^{ート} -2	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
210 ホ ^ス チ ^ア ミ ^ト ン-1	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
211 ホ ^ス チ ^ア ミ ^ト ン-2	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
212 ホ ^ス メ ^{ット}	○	○	○	○	×	○	×	○	×	×
213 マ ^ラ チ ^オ ン	○	○	○	○	×	○	○	○	×	○
214 ミ ^ク ロ ^ブ タ ^ニ ル	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
215 メ ^タ ラ ^キ シ ^ル (メ ^{フェ} ノ ^キ サ ^ム)	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
216 メ ^チ タ ^チ オ ^ン	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
217 メ ^ト キ ^シ ク ^ロ ール	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○
218 メ ^ト ラ ^ク ロ ^{ール} (S-メ ^ト ラ ^ク ロ ^{ール})	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
219 メ ^ビ ン ^ホ ス-1	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
220 メ ^ビ ン ^ホ ス-2	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
221 メ ^{フェ} ネ ^セ ット	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
222 メ ^{フェ} ン ^ビ ル ^ジ エ ^チ ル	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
223 メ ^フ ロ ^ニ ル	○	○	○	○	○	○	×	○	○	○
224 モ ^ノ ク ^ロ ト ^ホ ス	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○
225 レ ^ナ シ ^ル	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○

(○：評価項目すべての目標値に適合したもの ×：目標値不適合の評価項目があったもの)

参照文献

- 1) 食品，添加物等の規格基準，厚生省告示第 370 号，昭和 34 年
- 2) 食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドラインの一部改正について，厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知食安発 1224 第 1 号，平成 22 年 12 月 24 日
- 3) 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，厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知食安発第 0124001 号，平成 17 年 1 月 24 日
- 4) 永井雄太郎：日本農薬学会誌，**37** (4)，362-371 (2012)
- 5) 株式会社アイスティサイエンス，STQ 法ガイドブック 2021 (2021 年 7 月 1 日版)
- 6) 杉本高志 他：和歌山市衛生研究所報，**26**，25-26 (2020)

ICP-MSによる工場排水中の六価クロムの 分析方法の検討について

高橋 和也 山下 晃司 吉増 幸誠

Studies on Determination of Hexavalent Chromium in Discharge Water by ICP-MS

TAKAHASHI Kazuya YAMASHITA Koji YOSHIMASU Kosei

令和 4 年 4 月より、公共用水域の水質汚濁に係る人の健康の保護に関する環境基準のうち、六価クロムの基準値が 0.05mg/L 以下から 0.02mg/L 以下に改正された¹⁾。これに伴い当所では前回の調査研究²⁾にて、河川水中の六価クロムの測定方法を、フレイム原子吸光から誘導結合プラズマ質量分析装置（以下「ICP-MS」という。）を用いた方法へと見直した。環境省では、水質汚濁防止法に定める特定事業場から排出される水（以下「工場排水」という。）についても六価クロムの適切な基準の設定に向けて、実態を把握するなど検討を進めており、今後基準の見直しが予想される³⁾。そこで今回、基準の改正に備えて、工場排水中の六価クロムの測定方法についても河川水と同様の見直しを図った。その結果、実試料を用いた添加回収試験において良好な結果が得られ、基準の改正が行われた場合にも対応が可能であることが確認できた。

キーワード：六価クロム、ICP-MS、工場排水

はじめに

令和 4 年 4 月 1 日より、公共用水域における六価クロムの水質環境基準値が 0.05mg/L 以下から 0.02mg/L 以下に改正された。これに続き、環境省では工場排水についても適切な基準の設定に向け、検討を進めており、今後基準の改正が予想される。

当所では、従来河川水及び工場排水中の六価クロムをフレイム原子吸光法にて測定していた。

しかし、令和 4 年 4 月の改正により、河川水の告示法としてフレイム原子吸光法は除外された。そのため、前報の調査研究では ICP-MS を用いた河川水中の六価クロムの分析条件及び前処理の検討を行った。

今回は予想される工場排水の基準改正に備えて、工場排水についても河川水と同様の方法で測定を行い、精度の確認を行ったので報告する。

材料と方法

1. 試薬及び試薬の調製

1.1 試薬

クロム標準液 1 (Cr 1000)

(関東化学株式会社 1000µg/mL JCSS 化学分析用 100mL)

内部標準 6 成分混合溶液 (ICP-MS 用)

(ジーエルサイエンス株式会社)

硫酸鉄 (Ⅲ) アンモニウム 12 水和物

(富士フィルム和光純薬株式会社 500g)

硝酸アンモニウム

(関東化学株式会社 原子吸光分析用)

64%硫酸 (硫酸 (1+1))

(富士フィルム和光純薬株式会社 500mL)

硝酸 1.38

(電子工業用 EL 規格 1kg)

超純水

(日本ミリポア株式会社 MILLI-Q INTEGRAL 3)

硝酸アンモニウム

(富士フィルム和光純薬株式会社 試薬特級)

1.2 試薬の調製

- ・硫酸アンモニウム鉄 (III) 溶液

硫酸鉄 (III) アンモニウム 12 水和物 5g を硫酸 (1+1) 1mL に溶かし、超純水で 100mL にする。

- ・1%温硝酸アンモニウム溶液

硝酸アンモニウム溶液 1g を超純水で 100mL とし、沸騰しない程度に温めておく。

2. 装置及び測定条件

2.1 装置

ウォーターバス (COD 測定電気湯煎器)

(宮本理研工業株式会社 CD-21)

マイクロウェーブ分解システム

(マイルストーンゼネラル社製 ETHOS D)

ICP-MS

(Agilent Technologies 社製 Agilent 7900)

2.2 マイクロウェーブ分解条件

マイクロウェーブ分解条件を表 1 に示す。

表 1 マイクロウェーブ分解条件

ステップ	時間 (分)	出力 (W)	外部温度 (°C)
1	5	250	110
2	2	0	110
3	5	400	110
4	10	600	110
5	5	400	110

ローターコントロール ON

ツイスト ON

ベンチレーション 5分

2.3 ICP-MS の分析条件

ICP-MS の測定条件を表 2 に測定対象元素を表 3 に示す。なお、内部標準物質については、0.1mg/L に調製したものを、測定時に装置付属のペリスタルティックポンプで一定量自動注入した。

表 2 ICP-MS の測定条件

高周波出力 (W)	1550
積分時間/質量 (秒)	0.1
ピークパターン (ポイント)	1
繰り返し回数 (回)	3

表 3 元素の測定質量

元素名		測定質量 m/z
Cr	クロム	52
Y*	イットリウム	89

*内部標準元素は内部標準 6 成分混合溶液 (ICP-MS 用) に含まれ従来から当所のクロム分析で選択していたイットリウムとした。

3. 試料の前処理方法

試料の前処理方法は前回所報で検討した河川水の方法と同様である (図 1)。

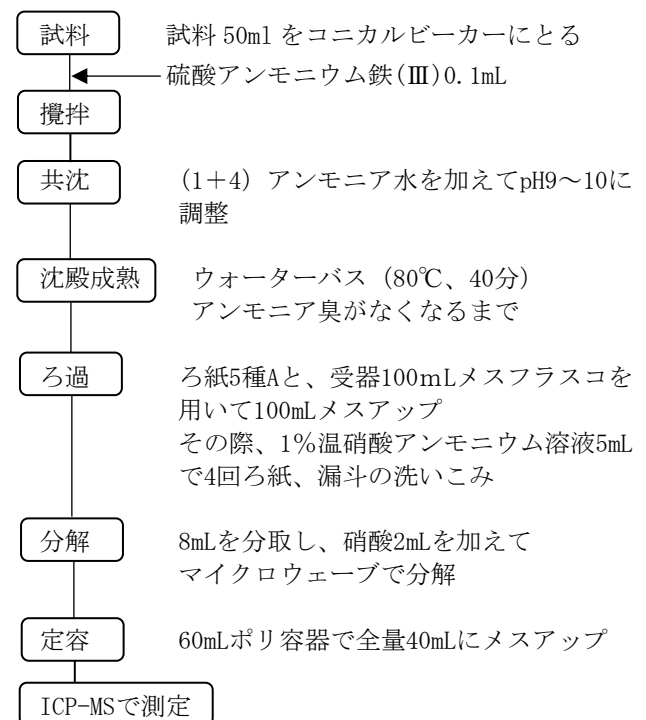


図 1 前処理方法

結果及び考察

1. 検量線

クロム標準液 1 (Cr 1000) 1000mg/L を超純水で希釈し 10mg/L の標準液を調製した。さらにそれらを適宜希釈し 0.0005、0.001、0.0025、0.01、0.025、0.1、0.2 (mg/L) となるよう標準列を調製し、検量線を作成した (図 2)。

検量線の相関係数 (R) は 1.000 以上と良好な直線性を示した。ただし、広範囲濃度の検量線であり、低濃度領域では誤差が大きくなるため、定量の濃度範囲に応じて分割して使用した。

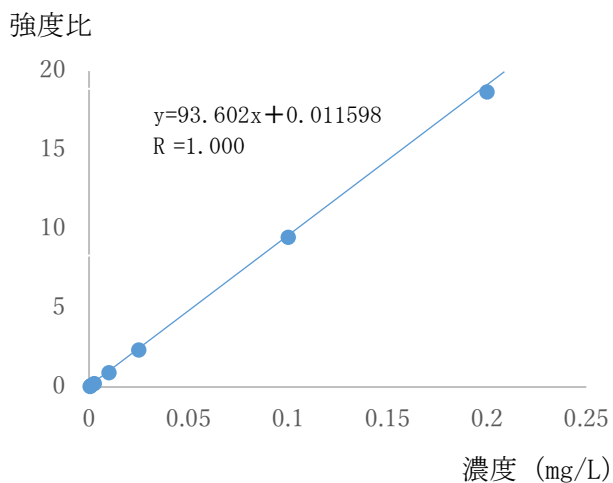


図 2 六価クロム検量線

2. 実試料を用いた添加回収試験

当所に分析のために搬入された、めっき処理等を行う工場排水のうち、六価クロムの濃度が 0.01mg/L 未満の 3 検体を用いて試験を行った。試験に使用した工場排水 A、B、C の水質を表 4 に示す。表 4 より、工場排水 C は A と B より SS が高く、Zn を高濃度に含む、夾雑物の比較的多い検体であることがわかる。

工場排水 A、B、C にそれぞれ六価クロムを 0.01mg/L 相当添加し試料とした。5 回繰り返し測定を行い、回収率と変動係数を算出した結果を表 5 に示す。

全検体で回収率 90%以上、変動係数 5%以下の良好な結果が得られた。

工場排水 C を用いた添加回収試験においても良好な結果が得られたことから、比較的夾雑物が多

い工場排水でも測定可能なことが確認できた。

なお、環境省の令和 4 年 5 月の通知³⁾ より、工場排水の六価クロムの基準が改正された場合、新基準は 0.2mg/L 付近になると予想される。今回添加回収試験濃度として設定した 0.01mg/L は、予想される新基準の 20 分の 1 と十分に低い濃度であることから、基準の改正があった場合にも、対応可能である。

表 4 工場排水 A、B、C の水質

	工場排水 A	工場排水 B	工場排水 C
pH	7.0	7.0	7.7
COD (mg/L)	8.6	0.9	29
SS (mg/L)	2	5	13
T-Cr (mg/L)	<0.01	<0.01	<0.01
Cr ⁶⁺ (mg/L)	<0.01	<0.01	<0.01
Cd (mg/L)	<0.003	<0.003	0.006
Pb (mg/L)	<0.01	<0.01	<0.01
As (mg/L)	<0.01	<0.01	<0.01
Cu (mg/L)	0.56	<0.04	<0.04
Zn (mg/L)	<0.15	<0.15	3.8
Ni (mg/L)	0.07	0.24	0.07

表 5 添加回収試験結果

	工場排水 A	工場排水 B	工場排水 C	
添加回収試験濃度 (mg/L)	0.01			
結果 (mg/L)	1	0.0091	0.0088	0.0087
	2	0.0097	0.0093	0.0093
	3	0.0094	0.0097	0.0093
	4	0.0090	0.0098	0.0092
	5	0.0101	0.0087	0.0086
平均値 (mg/L)	0.0095	0.0093	0.0091	
平均回収率 (%)	95.5	93.1	91.1	
変動係数 (%)	4.46	4.81	2.86	

*実試料濃度を減算して算出した。

3. フレーム原子吸光を用いた測定結果との比較

当所では現在、工場排水中の六価クロムはフレーム原子吸光を用いて測定している。今回検討した ICP-MS による測定方法に変更した場合のデータの連続性を確認するため、同一試料を ICP-MS とフレーム原子吸光でそれぞれ測定し、結果を比較した。

超純水に六価クロムを 0.1mg/L 相当添加した試料、当所に分析のために搬入された工場排水のうち、全クロムを含む工場排水 D、E の 3 種類の試料を試験に用いた。

3.1 超純水を用いた比較試験

超純水に六価クロムを 0.1mg/L 相当添加した試料をそれぞれ前処理し、ICP-MS とフレーム原子吸光にて分析した結果を表 6 に示す。

ICP-MS でフレーム原子吸光を上回る良好な回収結果を得ることができた。

表 6 超純水に六価クロムを 0.1mg/L 相当添加した試料の ICP-MS とフレーム原子吸光による測定結果

	ICP-MS	フレーム原子吸光
調製濃度 (mg/L)	0.10	
測定結果 (mg/L)	0.09	0.08

3.2 工場排水を用いた比較試験

工場排水 D、E の水質と、それぞれを ICP-MS とフレーム原子吸光にて分析した結果を表 7 に示す。

ICP-MS とフレーム原子吸光で共通して、前処理では三価クロムを鉄共沈により沈殿除去して六価クロムを測定している。工場排水 D には全クロムが含まれているが、両方で 0.02mg/L 未満の結果が得られた。この結果から、図 1 の前処理にて適切に三価クロムが除去できていることが確認できた。

工場排水 E の測定結果には、ICP-MS とフレーム原子吸光で差がみられた。この原因のひとつとしては回収率の差が考えられる。

表 7 工場排水 D、E の水質と ICP-MS とフレーム原子吸光による測定結果

	工場排水 D	工場排水 E
pH	7.1	7.8
COD (mg/L)	3.6	25
SS (mg/L)	9	5
T-Cr (mg/L)	0.25	0.22
Cd (mg/L)	<0.003	<0.003
Pb (mg/L)	<0.01	<0.01
As (mg/L)	<0.01	<0.01
Cu (mg/L)	<0.04	0.05
Zn (mg/L)	<0.15	<0.15
Ni (mg/L)	<0.05	0.14
ICP-MS Cr ⁶⁺ (mg/L)	<0.01	0.03
フレーム原子吸光 Cr ⁶⁺ (mg/L)	<0.02	0.02

おわりに

今回の検討結果より、工場排水について六価クロムの基準改正があった場合でも、ICP-MS 法で分析可能なことが確認できた。ただし、フレーム原子吸光との実試料測定結果では差がみられた。今後は定量下限値をさらに下げ、低濃度の分析精度向上を図っていきたい。

参考文献

- 1) 水質汚濁に係る環境基準についての一部を改正する件の施行及び地下水の水質汚濁に係る環境基準についての一部を改正する件の施行について、環水大水発第 2110072 号、環水大土発第 2110072 号、令和 3 年 10 月 7 日
- 2) 高橋和也 他：和歌山市衛生研究所報，26，39-42 (2020)
- 3) 六価クロム化合物に係る排水実態等の調査について (依頼)，環水大水発第 2205094 号，令和 4 年 5 月 9 日

令和3年度和歌山市における新型コロナウイルス感染症 の検査状況について

池端孝清 廣岡真理子*¹ 江川秀信 木口祐子
土山ゆう子 杉本高志 太田裕元*² 西山貴士*²

Survey of COVID-19 in Wakayama City

IKEBATA Takakiyo HIROOKA Mariko*¹ EKAWA Hidenobu KIGUCHI Yuko
DOYAMA Yuko SUGIMOTO Takashi OHTA Hiromoto*²
NISHIYAMA Takashi*²

和歌山市における令和3年度の新型コロナウイルス感染症遺伝子検査は、患者等から採取された13,460検体を検査した。その結果、2,691検体が陽性であった。また、陽性検体のうち2,593検体について変異株スクリーニング検査を実施した。

キーワード：新型コロナウイルス、令和3年度、リアルタイムPCR、変異株スクリーニング

はじめに

新型コロナウイルスは、令和元年12月頃に中華人民共和国湖北省武漢市で発生した原因不明の肺炎患者から検出された新種のコロナウイルスである。新型コロナウイルス感染症は、令和2年2月1日から感染症の予防及び感染症の患者に対する医療に関する法律（以下、「感染症法」という。）の指定感染症に指定され、その後、令和3年2月13日に「指定感染症」から「新型インフルエンザ等感染症」に法的位置付けが変更された。

和歌山市においても令和2年1月31日より感染症法第15条に基づき、新型コロナウイルス感染症への感染が疑われる者について、新型コロナウイルスの遺伝子検査を行った。また、国立感染症研究所が感染性や重篤性から懸念される変異株として、B.1.1.7（アルファ株）、B.1.351（ベータ株）B.1.617.2系統（デルタ株）、B.1.1.529系統

（オミクロン株）についてN501Y、L452R、G339D等の変異株スクリーニング検査を実施した。

材料と方法

1. 材料

新型コロナウイルス感染症を疑う者や新型コロナウイルス感染症患者の接触者等から採取された鼻咽頭ぬぐい液、喀痰及び唾液等13,460検体を用いて遺伝子検査を行った。また、変異株スクリーニング検査は、陽性となった検体のうち2,593検体について行った。

2. 方法

新型コロナウイルスPCR検査については、抽出操作のいらぬダイレクト法（SARS-CoV-2 Direct Detection RT-qPCR Kit（タカラバイオ製））により検査を実施した。

* 1 和歌山市保健所総務企画課 * 2 和歌山市保健所生活保健課

また、変異株スクリーニング検査は、地方衛生研究所全国協議会で共有されたマニュアルに基づき、リアルタイムPCR で実施した。

結果及び考察

実施した13,460検体のうち、2,691検体から新型コロナウイルス遺伝子を検出した（陰性確認を含む）（表1）。8月が最も陽性数が多く564検体、次いで1月の548検体、2月の432検体となった。陽性率が最も高かったのは8月であったが、これは保健所からの依頼検体4分の1が変異株スクリーニングを目的とした陽性検体の搬入が多くあったためである。変異株スクリーニング検査依頼を除いた陽性率では、1月から3月が高くなっている。これは、オミクロン株の流行及び陽性患者家族（濃厚接触者）に対するドライブスルー検査の検体が大半を占めていたこ

とが要因であったと考えられた。変異株スクリーニング検査を実施した2,593検体のうち、4月から7月は501Y変異遺伝子（アルファ株疑い）、8月から11月は452R変異遺伝子（デルタ株疑い）、1月以降は339D変異遺伝子（オミクロン株疑い）が多く確認された（図1）。これらは国内の流行状況とも一致しており、それぞれの流行期には検体数の増加傾向がみられた。新たな流行の波が出現する前には、次の流行株が出現していることから、変異株スクリーニングによるサーベイランスは有効であると考えられた。

おわりに

新型コロナウイルス感染症は、変異をつづけながら流行を繰り返している。今後も早期探知のため迅速かつ正確な検査を継続し、保健所等と情報を共有し感染拡大防止に努めていきたい。

表1 令和3年度新型コロナウイルス遺伝子検査

2021年/2022年	4月	5月	6月	7月	8月	9月	10月	11月	12月	1月	2月	3月	計
検査検体数	2,031	1,511	417	768	1,666	857	82	90	119	2,550	1,960	1,409	13,460
陽性数	386	157	23	133	564	170	15	4	0	548	432	259	2,691
(変異株SC依頼数)	216	100	17	95	421	128	11	1	0	166	15	12	1,182
陽性率	19.0%	10.4%	5.5%	17.3%	33.9%	19.8%	18.3%	4.4%	0%	21.5%	22.0%	18%	20%
変異株SCを除いた陽性率	9.4%	4.0%	1.5%	5.6%	11.5%	5.8%	5.6%	3.4%	0.0%	16.0%	21.4%	17.7%	12.3%

表2 陽性検体の変異株スクリーニング検査結果

2021年/2022年		4月	5月	6月	7月	8月	9月	10月	11月	12月	1月	2月	3月	計
アルファ株疑い	N501	171	28	0	1	1								201
	501Y	121	96	23	96	145	8							489
デルタ株疑い	L452					1					1	2	3	7
	452R				33	391	158	14	2		5		2	605
オミクロン株疑い	G339													0
	339D										510	417	243	1,170
	T547												1	1
	547K										6	1	2	9
判定保留等		32	4	0	3	26	4	1	1		27	12	1	111
計		324	128	23	133	564	170	15	3	0	549	432	252	2,593

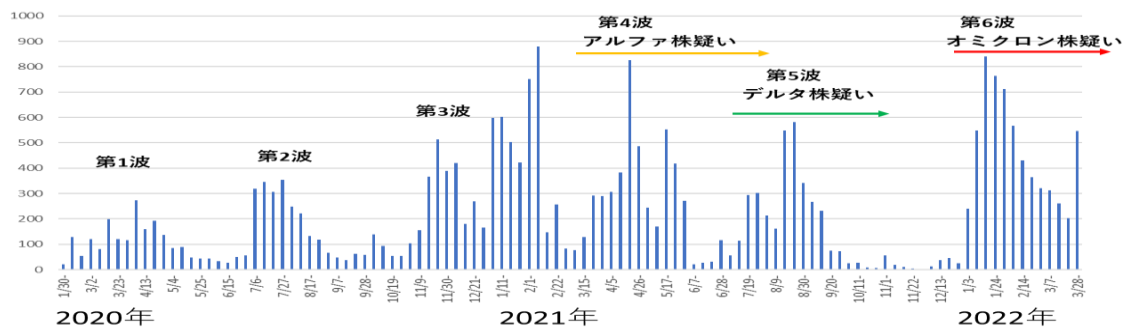


図1 新型コロナウイルス遺伝子検査数と流行の波

IV 発表業績

調査、研究協力

廣岡真理子：新興・再興感染症及び予防接種政策推進研究事業「食品由来感染症の病原体解析の手法及び病原体情報の共有に関する研究」

編集委員

勝本昌宏

土山ゆう子

杉本高志

木口祐子

高橋和也

和歌山市衛生研究所報

第27号

(2021)

発行日 令和5年2月

発行所 和歌山市衛生研究所

〒640-8422 和歌山市松江東3丁目2番67号

TEL 073-453-0055 FAX 073-454-7831

E-mail eiken@city.wakayama.lg.jp