



# 横須賀市健康安全科学センター一年報

第 17 号

平成 26 年度（2014 年度）

横須賀市健康安全科学センター

はじめに

横須賀市健康安全科学センターは、市民の健康と環境を守る中核検査機関として、保健所をはじめとする関係行政部局との緊密な連携のもとで、食の安全、感染症のまん延防止、生活環境の保全そして飲用水の安全確保に取り組んでいます。

ここに平成26年度の業務概要を「横須賀市健康安全科学センター一年報第17号」としてまとめました。忌憚のないご意見をお寄せ願います。

平成26年度は、引き続き新規検査項目の追加、信頼性確保体制の整備を進め、検査体制のさらなる強化、拡充に努めてまいりました。また、環境用GC/MS/MSの導入によって検査精度および水質事故等発生時の対応能力を大きく向上させることができました。

調査研究としては、市販食肉中の残留動物用医薬品の調査とβ-ラクタマーゼ産生菌の検査方法の構築の二題について実施しました。いずれも市民の健康を守る重要な取組みであり、その成果は危機管理対応も含めた検査能力の向上に結びついています。

近年は、新型インフルエンザにとどまらず、デング熱、エボラ出血熱そしてMERSなど世界規模の様々な感染症に日本も大きな影響を受けつつあります。人の移動のグローバル化が進む中で、健康危機の大波はいつ押し寄せても不思議はありません。その一方で平成26年度は河川への有害物質流入による魚類のへい死など市民生活を脅かす地域的な事象も頻発し、原因の究明が求められた年でもありました。当センターではこれら内外を問わない多様な事態に適切に対処するために、市民の安全安心を支える基盤として将来にわたって高度な検査体制を維持、強化しなければならないと、認識を新たにしています。

平成27年10月

横須賀市健康安全科学センター所長 村田省平

# 目 次

I	概 要	
	i 健康安全科学センターの概要	
	1 沿革	1
	2 施設	1
	3 組織	3
	4 職員構成	4
	5 平成 26 年度、歳入、歳出決算額	4
	6 主要備品の整備状況	5
II	試験検査実施状況及び事業概要	
	i 試験検査実施状況	
	1 微生物学的検査	7
	2 臨床検査	9
	3 食品、家庭用品等検査	10
	4 大気、水質、廃棄物等の検査	11
	5 精度管理	12
	6 調査研究	12
	ii 感染症検査業務	
	1 予防検査	13
	2 感染症病原体検査	13
	3 食中毒(疑)、有症苦情検査	14
	4 感染症発生動向調査	15
	5 結核菌(抗酸菌)	16
	iii 臨床検査業務	
	1 血液検査	17
	iv 食品、家庭用品等検査業務	
	1 食品微生物検査	18
	2 食品理化学検査	22
	3 家庭用品試買検査	27
	v 大気、水質、廃棄物等検査業務	
	1 飲用水、利用水等水質検査	28
	2 環境・公害関係検査	31
III	精度管理の実施状況	
	i 精度管理実施状況	34
IV	調査研究	
	・ $\beta$ -ラクタマーゼ産生菌の検査方法の構築	35
	・ 市内に流通している畜産物中の残留動物用医薬品調査(第 4 報)	41
V	資料	
	i 課題検討及び発表報告等	52
	・ GC-MS/MS による農産物中の残留農薬一斉試験法の妥当性評価	53
	・ GC-MS/MS による水質事故等の農薬一斉分析について	59
	・ 横須賀市におけるインフルエンザ検査状況(平成 26 年度)	66
	・ ヒラメからの <i>Kudoa septempunctata</i> 検査法(暫定)の検討	67

# I 概 要

## i 健康安全科学センターの概要

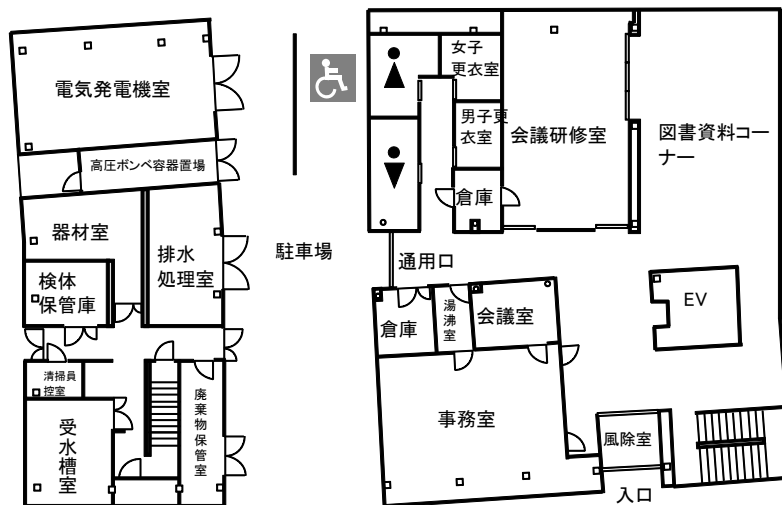
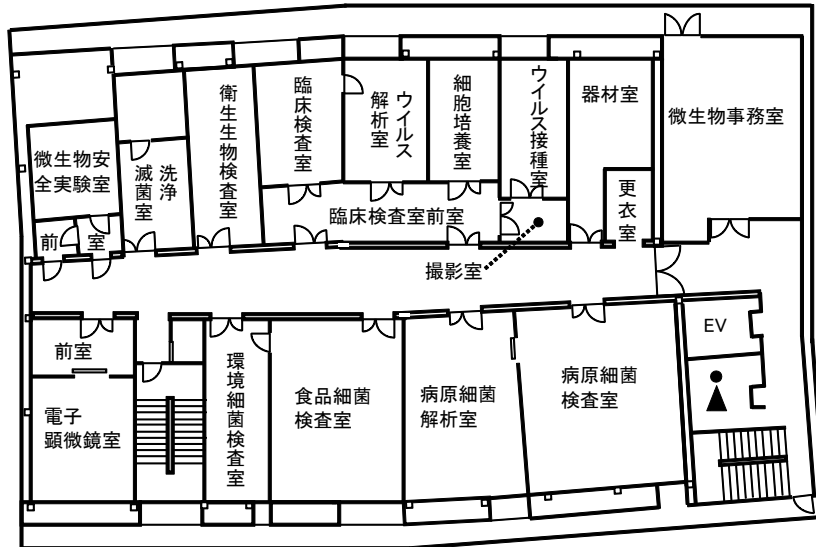
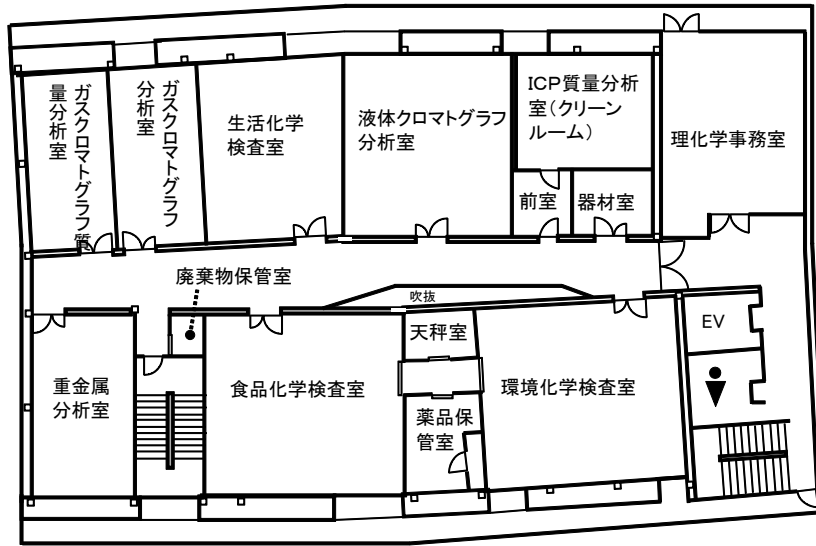
### 1 沿革

昭和 41 年 4 月	中央保健所と日の出診療所の検査部門を統合して衛生試験所を開設する。
昭和 49 年 9 月	中央保健所、衛生試験所合同庁舎新築により横須賀市米が浜通 2-7 に移転する。
昭和 52 年 4 月	事務分掌規則の改正により検査係が廃止となり、化学検査係と細菌検査係の二係となる。
昭和 62 年 4 月	衛生試験所条例施行規則の一部を改正し、手数料を全面改定する。
平成 7 年 4 月	水道法の改正に伴い、衛生試験所条例施行規則の一部を改正する。
平成 10 年 4 月	機構改革により主査制が導入され、環境検査・庶務担当と感染症・臨床・食品検査担当の二体制となる。
平成 12 年 4 月	手数料の条例化に伴い、衛生試験所条例及び施行規則の一部を改正する。
平成 13 年 1 月	保健所のウェルシティ市民プラザへの移転により、衛生試験所の単独施設となる。
平成 13 年 4 月	総務・管理担当、理化学検査担当、微生物・臨床検査担当の三体制となる。
平成 18 年 2 月	横須賀市日の出町 2-14 に新築移転。「健康安全科学センター」に改称する。
平成 26 年 4 月	総務・管理係、精度管理担当、理化学検査係、微生物・臨床検査係となる。

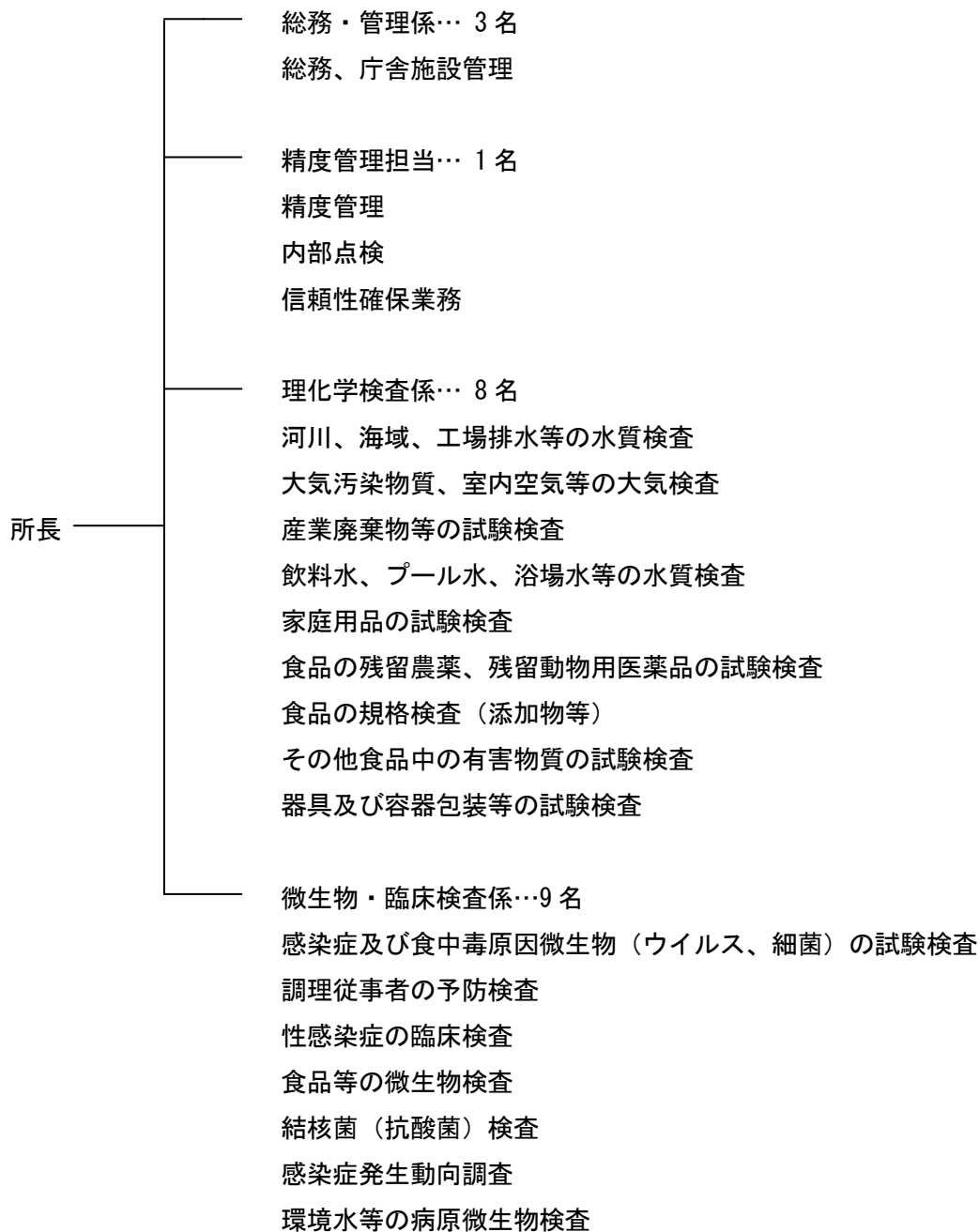
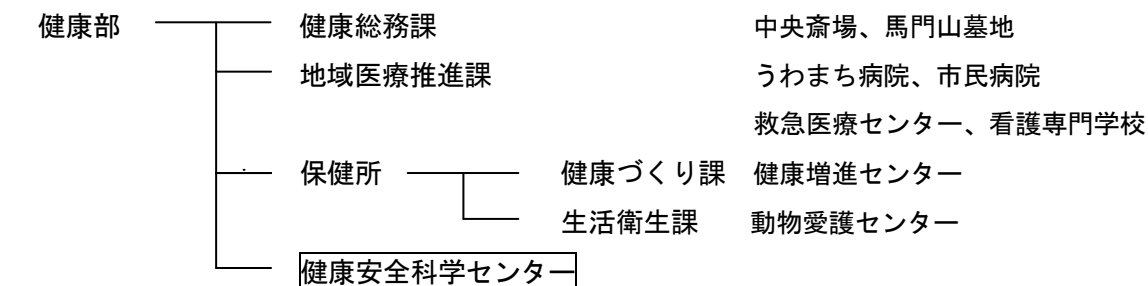
### 2 施設

所在地	〒238-0006 神奈川県横須賀市日の出町 2 丁目 14 番地 TEL 046 (822) 4057 (直通) FAX 046 (822) 5540	
敷地	敷地面積	1,460.12 m <sup>2</sup>
	総延床面積	2,349.71 m <sup>2</sup>
建物	鉄骨造（一部鉄筋コンクリート造 3 階建）免震装置付	

# 健康安全科学センター平面図



3 組織（平成 27 年 4 月 1 日現在）



#### 4 職員構成

平成 27 年 4 月 1 日現在

	事務職	技術職				合計
	一般事務	臨床検査技師	化学技術	看護師	准看護師	
所長			1			1
総務管理部門	2			1		3
精度管理部門		1				1
理化学検査部門		3	5			8
微生物臨床検査部門		8			1	9
合計	2	12	6	1	1	22

#### 5 平成 26 年度 歳入、歳出決算額

##### 1) 歳入

(単位：円)

区分	予算現額	決算額
健康安全科学センター手数料	7,140,000	6,149,700

##### 2) 歳出

(単位：円)

区分	予算現額	決算額
給料	88,332,000	87,975,706
職員手当等	55,709,000	54,729,136
共済費	29,250,000	29,004,077
旅費	272,000	264,000
需用費	41,946,750	40,934,138
役務費	547,680	530,375
委託料	35,802,000	35,041,958
使用料及び賃借料	5,369,320	4,156,804
備品購入費	5,445,000	5,253,161
負担金、補助及び交付金	398,250	398,250
合計	263,072,000	258,287,605



6 主要備品の整備状況

主要備品（100万円以上）

健康安全科学センター所管

平成27年4月現在

購入年度	品名	メーカー・規格	数量
S63	マイクロプレートリーダー	東ソー MRP-A4	1
S63	オートダイリユーター	三光 SPR-2	1
H5	高速液体クロマトグラフ	日本分光ガリバーシリーズ	1
H5	顕微鏡（落射蛍光）	オリンパス BHS-RFC	1
H5	オートダイリユーター	三光 SJ101-24A	1
H7	増幅インキュベーター一式	日本ロシュ PCR-2400	1
H8	ポストカラム蛍光検出反応ユニット	日本分光	1
H9	微量高速遠心器	日立 Cr-22F	1
H9	テーパー式CO2培養器	平沢 CPD-1702	1
H9	滅菌器（高圧）GLP用	池田理化 MC-40	1
H10	高速液体クロマトグラフ	日本分光ガリバーシリーズ	1
H11	生物顕微鏡	オリンパス BX-40-33	1
H12	カンピロ・インキュベーター	ヒラサワHZC-3	1
H12	炭酸ガス培養器	ヒラサワCPD-1702	1
H12	炭酸ガス培養器	ヒラサワCPD-1702	1
H12	組織顕微鏡	オリンパス IX70-22PM	1
H12	安全キャビネット	日本エアテックBHC-1303ⅡA/B3型	1
H12	GPCクリーンアップシステム	島津 LC-10AVP GPCシステム	1
H13	パルスフィールド電気泳動装置	日本バイオラッドラボラトリー-CHEF MAPPER他	1
H14	高速液体クロマトグラフ	日本ウォーターズ 2695システム	1
H15	振とう器	杉山元医理器VS-L	1
H15	水分活性測定装置	スイスアクセル社THF100型	1
H15	マイクロプレートリーダー	日本バイオラッド社モデル680	1
H16	全有機炭素測定装置（TOC）	島津製作所 TOC-VCSH	1
H17	ガスクロマトグラフ	島津製作所 GC-2010	1
H17	液体クロマトグラフ質量分析計	日本ウォーターズ LC-MS/MS Quattro micro	1
H17	原子吸光度計（水素化物発生装置付）	島津製作所 AA-6300	1
H17	蒸留装置	杉山元 P-521-1ELC	1
H17	赤外分光光度計	島津製作所 FTIR-8400	1
H17	イオンクロマトグラフ	ダイオネクスICS2000, ICS1500	1
H17	マイクロウェーブ分解装置	理学 Multiwave3000	1
H17	Sep-pakコンセントレータープラス	日本ウォーターズ	2
H17	ガスブロー式濃縮ラック	GLサイエンス	1
H17	ロータリーエバポレーター	柴田科学 R-205V-5	1
H17	超純水製造装置	ミリポア EQE-3S	1
H17	誘導結合プラズマ質量分析計	アジレント AGILENT 7500CE	1
H17	ガスクロマトグラフ質量分析計（PT付）	アジレント GC-MS5973N	1
H17	ガスクロマトグラフ質量分析計（MS/MS）	バリアン 1200	1
H17	マウスゲージ	ヤマト科学 KN-734-A	1
H17	冷凍冷蔵庫	三洋バイオメディカ MDF-U72V	1

主要備品（100万円以上）の続き

購入年度	品名	メーカー・規格	数量
H17	恒温器	日本ビオメリユーバクテアラート3D60	1
H17	クリーンベンチ	三洋バイオメディカ MCV-B131F	1
H17	超純水製造装置	日本ミリポア GPA-3S	1
H17	遠心沈殿器（冷却）	久保田商事 3-16K	1
H17	超高速遠心分離器	日立工機 CP-80WX	1
H17	遺伝子増幅装置（定量）	ABI 7900HT4	1
H18	ガスクロマトグラフ	島津製作所 GC-2010	2
H18	分光光度計	島津製作所 UV2550	1
H18	電子顕微鏡	日立ハイテクノロジーズH-7650	1
H19	水銀分析装置	日本インスツルメンツ	1
H19	位相差機能付微分干渉顕微鏡	オリンパス BX51N-34DICT	1
H23	遺伝子解析装置（リース対応）	ベックマン・コールター GenomeLab GeXP Basic	1
H24	安全キャビネット	日本エアーテックBHC-1306 II A2	1
H25	遠心沈殿器	久保田商事 Model6200	1
H26	ガスクロマトグラフ質量分析計 （リース対応）	島津製作所 GCMS-TQ8040	1
H26	電気泳動ゲル撮影装置	アトー WSE-5200A フリントグラフ 2M	1
H26	ロータリーエバポレーター	日本ビュッヒ R-215V	1
H26	濁度計	日本電色工業 WA6000	1

## Ⅱ 試験検査実施状況及び事業概要

# i 試験検査実施状況

## 1 微生物学的検査

表1 微生物学的検査実施状況

		依頼によるもの								検体数 総合計	検査内容	
		住民		保健所		庁内各部等		その他(学校、 事業所等)			項目名	項目数
		検体数	項目数	検体数	項目数	検体数	項目数	検体数	項目数			
細菌 検査	分離・同定・ 検出			19	19	10,583	31,749			10,602	1.大腸菌	10,601
											腸管出血性大腸菌(EHEC)	10,601
											毒素原性大腸菌(ETEC)	0
											組織侵入性大腸菌(EIEC)	0
											腸管病原性大腸菌(EPEC)	0
											腸管凝集付着性大腸菌(EAggEC)	0
											2.赤痢菌	10,583
											3.腸チフス菌	0
											4.パラチフスA菌	0
											5.その他のサルモネラ属菌	10,583
											6.コレラ菌 O1・O139 (CT+)	0
											7.コレラ菌 O1・O139 (CT-)	0
											8.コレラ菌 (O1・O139以外)	0
											9.腸炎ビブリオ	0
											10.ビブリオ フルビアールス	0
											11.ビブリオ・ミミカス	0
											12.エロモナス属菌	0
											13.ブレジオモナス シゲロイデス	0
											14.カンピロバクター属菌	0
											15.エルシニア・エンテロコリチカ	0
											16.黄色ブドウ球菌	0
											17.セレウス菌	0
											18.ウェルシュ菌	0
											19.ジフテリア菌	0
											20.A群溶血性レンサ球菌	0
											21.A群以外の溶血性レンサ球菌	0
											22.百日咳菌	0
											23.レジオネラ菌	0
											24.マイコプラズマ	0
											25.淋菌	0
											26.ペニシリン耐性肺炎球菌	0
									27.侵襲性髄膜炎菌	1		
									28.侵襲性インフルエンザ菌	0		
									29.侵襲性肺炎球菌	0		
									30.その他の細菌	0		
									* 核酸検査(PCR) (※)	(48)		
									* 核酸検査(PFGE) (※)	(0)		
結核	分離・同定・ 検出 (結核対策 事業)			3	6					3	1.結核菌	3
											2.非結核性抗酸菌	3
											3.薬剤感受性検査	0
											* 核酸検査(PCR) (※)	(3)
											* 核酸検査(VNTR) (※)	(0)
ウイルス 等 検査	分離・同定・ 検出 ウイルス			167	687					167	1.細胞培養法	128
											2.血球凝集阻止試験	11
											3.イムノクロマト法	7
											4.中和試験	4
											5.薬剤耐性株検査	0
											6.蛍光抗体法	0
											7.EIA法	0
											8.核酸検査	537
											* 核酸検査(DNAシーケンス)(※)	(0)
									9.その他	0		

表2 微生物学的検査実施状況

	依頼によるもの								検体数 総合計	検査内容				
	住民		保健所		庁内各部等		その他(学校、事業所等)			項目名	項目数			
	検体数	項目数	検体数	項目数	検体数	項目数	検体数	項目数						
原虫 寄生虫等	原虫									0	1.アメーバ赤痢	0		
										0	2.クリプトスポリジウム	0		
										0	3.ジアルジア	0		
										0	4.その他	0		
原虫 寄生虫等	寄生虫									0	1.ザルコシステス	0		
										0	2.その他	0		
										(0)	* 核酸検査(PCR) (※)	(0)		
										(0)	* 核酸検査(DNAシーケンス)(※)	(0)		
原虫 寄生虫等	そ族・節足動物									0				
	真菌・その他									0				
	食中毒 病原微生物検査	細菌			34	581					34	1.大腸菌	160	
												32	腸管出血性大腸菌(EHEC)	32
											32	毒素原性大腸菌(ETEC)	32	
											32	組織侵入性大腸菌(EIEC)	32	
											32	腸管病原性大腸菌(EPEC)	32	
											32	腸管凝集付着性大腸菌(EAggEC)	32	
											23	2.赤痢菌	23	
											23	3.腸チフス菌	23	
											23	4.パラチフスA菌	23	
											28	5.その他のサルモネラ属菌	28	
											23	6.コレラ菌 O1・O139(CT+)	23	
											23	7.コレラ菌 O1・O139(CT-)	23	
											23	8.コレラ菌 (O1・O139以外)	23	
											26	9.腸炎ビブリオ	26	
											23	10.ビブリオ フルビア-リス	23	
											23	11.ビブリオ・ミカス	23	
											23	12.エロモナス属菌	23	
											23	13.プレジオモナス シゲロイデス	23	
											28	14.カンピロバクター属菌	28	
											23	15.エルシニア・エンテロコリチカ	23	
											30	16.黄色ブドウ球菌	30	
											28	17.セレウス菌	28	
											28	18.ウェルシュ菌	28	
											0	19.その他の細菌	0	
											(31)	* 核酸検査(PCR) (※)	(31)	
											(0)	* 核酸検査(PFGE) (※)	(0)	
食中毒 病原微生物検査			ウイルス			183	187					183	1.ノロウイルス	183
													0	2.アデノウイルス
											0	3.ロタウイルス	0	
											4	4.その他のウイルス	4	
											(183)	* 核酸検査(PCR) (※)	(183)	
											(70)	* 核酸検査(DNAシーケンス)(※)	(70)	
食中毒 病原微生物検査	理化学的検査									0	5.電子顕微鏡検査	0		
	その他									0		0		
平成26年度		—	—	406	1,480	10,583	31,749	—	—	10,989		33,229		
平成25年度		1	1	465	2,232	10,626	31,878	—	—	11,092		34,111		
平成24年度		—	—	344	1,636	10,746	32,238	—	—	11,090		33,874		
平成23年度		—	—	624	3,348	10,882	32,644	—	—	11,506		35,992		
平成22年度		—	—	548	2,440	11,124	33,372	—	—	11,672		35,812		

※:核酸検査のうち、項目数が他の検査と重複するものは数値を括弧書きとした(項目数に含まず)。

## 2 臨床検査

表3 臨床検査実施状況

			依頼によるもの						検体数 総合計	検査内容	
			保健所		庁内各部等		その他(学校、 事業所等)				
			検体数	項目数	検体数	項目数	検体数	項目数		項目名	項目数
性病	梅毒		231	462					231	1.RPRテスト	231
								2.イムノクロマト		231	
								3.その他		0	
	その他							0			
ウイルスリ ケッチア等 検査	抗体検査	クラミジア	229	458					229	1.IgA抗体	229
										2.IgG抗体	229
臨床検査	血清等検査	エイズ(HIV) 検査	254	256					254	1.一次	254
								2.二次		2	
		QFT検査							0	0	
		その他						0	0		
平成26年度			714	1,176	—	—	—	—	714		1,176
平成25年度			670	1,081	—	—	—	—	670		1,081
平成24年度			965	1,398	—	—	—	—	965		1,398
平成23年度			892	1,327	—	—	—	—	892		1,327
平成22年度			1,215	1,862	—	—	—	—	1,215		1,862

### 3 食品、家庭用品等検査

表4 食品、家庭用品等検査実施状況

		依頼によるもの								検体数 総合計	検査内容	
		住民		保健所		庁内各部等		その他(学校、事業所等)				
		検体数	項目数	検体数	項目数	検体数	項目数	検体数	項目数		項目名	項目数
食 品 等	微生物学的検査			737	2,428	450	1,055	9	9	1,196	1.一般細菌数	1,067
											2.大腸菌群	782
											3.大腸菌	262
											4.腸管出血性大腸菌O157	49
											5.腸管出血性大腸菌O26	49
											6.腸管出血性大腸菌O111	49
											7.サルモネラ	276
											8.腸炎ピブリオ	192
											9.カンピロバクター	34
											10.黄色ブドウ球菌	568
											11.ウエルシュ菌	35
											12.ノロウイルス	14
											13.その他	115
											* 核酸検査(PCR)(※)	(73)
								* 核酸検査(DNAシーケンス)(※)	(0)			
検 査	理化学的検査			229	4,482	19	493			248	1.保存料	41
											2.漂白剤	12
											3.発色剤	22
											4.着色料	0
											5.甘味料	10
											6.品質保持剤	27
											7.酸化防止剤	4
											8.殺菌剤	10
											9.添加物他	7
											10.残留農薬	4,168
											11.動物用医薬品	332
											12.環境汚染物質	53
											13.乳成分	174
											14.苦情品等	115
家庭用品検査				31	31					31	1.ホルムアルデヒド	31
											2.有機水銀化合物	0
											3.ディルドリン	0
											4.トリフェニルスズ化合物	0
											5.トリブチルスズ化合物	0
											6.メタノール	0
											7.テトラクロロエチレン	0
											8.トリクロロエチレン	0
											9.容器試験	0
平成26年度	—	—	997	6,941	469	1,548	9	9	1,475		8,498	
平成25年度	—	—	1,071	6,386	531	1,644	9	9	1,611		8,039	
平成24年度	—	—	979	6,054	468	1,653	7	7	1,454		7,714	
平成23年度	—	—	1,108	7,582	475	1,533	9	13	1,592		9,128	
平成22年度	—	—	1,036	12,303	520	2,207	1	1	1,557		14,511	

※:核酸検査のうち、項目数が他の検査と重複するものは数値を括弧書きとした(項目数に含まず)。

4 大気、水質、廃棄物等の検査

表5 大気、水質、廃棄物等の検査実施状況

			依頼によるもの								検体数 総合計	検査内容	
			住民		保健所		庁内各部等		その他(学校、事業所等)			項目名	項目数
			検体数	項目数	検体数	項目数	検体数	項目数	検体数	項目数			
水道水等 水質検査	飲用水	総検査数	14	168	0	0	0	0	28	361	42		529
		細菌学的検査	14	28					28	56	42	1.一般細菌	42
			2.大腸菌	42								3.その他の菌	0
	3.その他の菌		0										
	理化学的検査	14	140						28	305	42	1.簡易項目	445
		2.複雑項目	42								2.複雑項目	0	
3.特殊項目		0								3.特殊項目	0		
		4.その他の項目	0							4.その他の項目	0		
利用水等(プール水等を含む)	総検査数			205	1,049	146	938	36	36	387		2,023	
	細菌学的検査			205	497	146	290			351	1.一般細菌数	324	
		2.大腸菌									2.大腸菌	200	
		3.大腸菌群									3.大腸菌群	96	
4.その他の菌									4.その他の菌	167			
理化学的検査			175	552	144	648	36	36	355	1.基準項目	1,091		
	2.その他の項目									2.その他の項目	145		
廃棄物	一般廃棄物	総検査数					1	25			1	25	
		細菌学的検査									0	0	
		理化学的検査						1	25		1	1.溶出試験	25
	産業廃棄物	細菌学的検査									0	0	
理化学的検査										0	0		
環境・公害 関係 検査	大気検査	SO <sub>2</sub> ・NO <sub>2</sub> ・OX等									0	0	
		有害化学物質重金属等					7	21			7	1.大気汚染物質	21
		酸性雨									0	0	
		その他									0	0	
	水質検査	公共用水域					40	1,978			40	1.健康項目	15
			2.生活項目	40							2.生活項目	68	
			3.その他の項目	1,895							3.その他の項目	1,895	
		工場・事業場排水 廃棄物処理場排水含む				110	2,849	65	538		175	1.健康項目	1,969
			2.生活項目	175							2.生活項目	1,345	
			3.その他の項目	73							3.その他の項目	73	
	浄化槽放流水					6	54			6	1.健康項目	12	
		2.生活項目	6							2.生活項目	42		
		3.その他の項目	0							3.その他の項目	0		
悪臭検査										0	1.悪臭物質	0	
	2.官能試験	0								2.官能試験	0		
土壌・底質検査										0	1.土壌溶出	0	
環境生物検査	藻類・プランクトン・魚介類									0	1.有害残留物質	0	
	その他					30	30			30	1.腸管系病原菌	30	
一般室内環境										0	1.有害化学物質	0	
平成26年度		14	168	205	1,049	340	5,895	129	935	688		8,047	
平成25年度		9	63	168	958	302	3,931	238	1,893	717		6,845	
平成24年度		6	57	128	701	313	3,893	284	2,339	731		6,990	
平成23年度		16	176	169	914	314	3,735	287	2,430	786		7,255	
平成22年度		7	77	208	1,163	323	4,344	244	2,197	782		7,781	



## 5 精度管理

表6 外部精度管理実施状況

精度管理名	区分	検体数	検査項目	検査項目数
日臨技臨床検査精度管理	微生物検査	7	グラム染色・鏡検	1
			分離培養同定	2
			薬剤感受性	3
			フォトサーベイ	4
神奈川県臨床検査精度管理	微生物検査	4	グラム染色・鏡検	1
			分離培養同定	2
			薬剤感受性	6
結核菌遺伝子型別法の外部精度評価	微生物検査	3	結核菌VNTR遺伝子型別(JATA12)	3
インフルエンザウイルス核酸検出検査(EQA2014)	微生物検査(ウイルス)	6	A型インフルエンザウイルス 亜型診断	6
平成26年度外部精度管理(ウイルス検査)	微生物検査(ウイルス)	2	リアルタイムRT-PCR法によるノロウイルス遺伝子定量	2
厚労省科学研究補助金 研究事業	環境細菌検査	1	レジオネラ属菌	1
厚労省水道水質検査	環境理化学検査	1	1,4-ジオキサン	1
神奈川県外部精度管理調査(水道水質)	環境理化学検査	1	セレン及びその化合物	1
環境測定分析統一精度管理	環境理化学検査	1	COD	1
			全窒素	1
			全燐	1
			pH	1
食品衛生精度管理	食品細菌検査	1	菌数測定	1
			細菌同定	2
	食品理化学検査	2	添加物	2
			動物用医薬品	1
ブロック協定に基づく模擬訓練	食品理化学検査	1	α-ソラニン	1
			α-チャコニン	1
平成26年度		33		45
平成25年度		23		38
平成24年度		20		29
平成23年度		20		32
平成22年度		17		31

表7 内部精度管理実施状況

精度管理名	区分	検体数	検査項目	検査項目数
臨床検査精度管理	微生物検査	29	グラム染色・鏡検	5
			分離培養同定	10
			薬剤感受性	21
			フォトサーベイ	12
排水水質検査	環境理化学検査	1	シアン化合物	1
食品衛生	食品細菌検査	6	菌数測定	6
			細菌同定	14
	食品理化学検査	2	添加物	2
			残留農薬(妥当性評価確認試験)	1,200
平成26年度		62		1,271
平成25年度		68		4,863
平成24年度		54		71
平成23年度		40		67
平成22年度		20		20

## 6 調査研究(区分内訳)

表8 調査研究実施状況

調査名	検体名	検体数	調査項目	調査項目数
市内に流通している畜産物中の残留動物用医薬品調査	畜産物	8	残留動物用医薬品	312
カルバペネマーゼを中心としたβ-ラクタマーゼ産生菌の検出方法の構築	グラム陰性桿菌	36	β-ラクタマーゼ	108
平成26年度		44		420
平成25年度		34		216
平成24年度		58		294
平成23年度		58		604
平成22年度		22		3,724

## ii 感染症検査業務

本検査業務は、感染症や食中毒の予防検査として行う食品取扱者や給食従事者等の健常者検便、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や食品衛生法に基づき行う患者等の病原細菌およびウイルス検査、感染症発生動向調査で実施する病原細菌およびウイルス検査である。

平成 26 年度の検査実施状況を表 1 に示した。

表1 感染症検査実施状況

検査区分	件数	項目数	依頼元	件数	項目数
予防検査	10,583	31,749	教育委員会学校教育部学校保健課	9,060	27,180
			こども育成部保育運営課	1,511	4,533
			こども育成部児童相談所	12	36
感染症病原体検査	19	19	保健所健康づくり課(細菌)	19	19
食中毒(疑)、有症苦情等検査	217	768	保健所生活衛生課(細菌)	34	581
			保健所生活衛生課(ウイルス)	170	174
			保健所健康づくり課(ウイルス)	13	13
感染症発生動向調査	167	687	保健所健康づくり課 (感染症情報センター)(細菌)	0	0
			保健所健康づくり課 (感染症情報センター)(ウイルス)	150	636
			保健所健康づくり課 (ウエストナイルウイルス、デングウイルス)	17	51
結核菌(抗酸菌)検査	3	6	保健所健康づくり課	3	6
合計				10,989	33,229

### 1 予防検査

予防検査の実施件数 10,583 件 31,749 項目のうち、検出病原菌はサルモネラ属菌 2 株が検出された。赤痢菌、腸管出血性大腸菌 0157、026、0111 は検出されなかった。

検出された病原菌を表 2 に示した。

表 2 予防検査の検出病原菌

種類	血清型	毒素型等	検出数
サルモネラ属菌	Singapore		1
	Infantis		1
合計			2

### 2 感染症病原体検査

感染症病原体検査の細菌検査は、19 件 19 項目であり、その内訳は、患者・接触者陰性確認が 10 件 10 項目、ペロ毒素確認試験が 8 件 8 項目、髄膜炎菌の同定依頼が 1 件 1 項目であった。検出病原菌は腸管出血性大腸菌 1 株、腸管凝集付着性大腸菌 1 株、侵襲性髄膜炎菌 1 株の計 3 株であった。検出された病原菌を表 3 に示した。

表 3 感染症病原体検査の検出病原菌

種類	血清型	毒素型	検出数
腸管出血性大腸菌	0121 : H19	VT1 (-) ; VT2 (+)	1
腸管凝集付着性大腸菌	0111 : H21		1
侵襲性髄膜炎菌	Y群		1
合計			3

### 3 食中毒（疑）、有症苦情等検査

#### 1) 細菌

保健所生活衛生課から依頼された食中毒（疑）及び有症苦情等検査のうち、細菌検査の依頼は34件581項目であった。検査の内訳は、有症苦情事例が4事例26件405項目、他都市依頼事例が4事例8件176項目であった。病原菌の検出状況は、有症苦情事例からエンテロトキシン産生ウエルシュ菌1株（血清型 UT）とエンテロトキシン A 型産生黄色ブドウ球菌1株が検出され、他都市依頼事例から腸管病原性大腸菌1株（血清型 OUT:H6）が検出された。

#### 2) ウイルス

食中毒（疑）、有症苦情等検査として、保健所生活衛生課からの依頼が170件174項目あった。検査の内訳は食中毒事例が2事例72件72項目、有症苦情例が5事例73件73項目、他都市依頼事例が6事例25件29項目であった。検査項目はノロウイルス及びサポウイルスであり、ノロウイルスはリアルタイム PCR 法、サポウイルスはコンベンショナル PCR 法にて検査を行った。ノロウイルスによる食中毒事例の検査検出状況を表4に示した。事例別検出状況は食中毒事例の2事例31件（GII 31件）、有症苦情例の1事例17件（GI 16件、GII 1件）、他都市依頼の4事例18件（GI・GII 1件、GII 17件）がノロウイルス検査陽性となった。サポウイルスは陰性だった。

表4 ノロウイルスによる食中毒事例の検査検出状況

発生日	原因施設	摂食場所	原因食品	喫食者数	発症者数	死者数	区分	検査材料	検査件数	陽性数	遺伝子群
11月22日 ~23日	学校	食堂	不明	931	21	0	有症者	便	21	20	GII 20件
								調理従事者	便	40	4
2月22日 ~23日	飲食店	飲食店	不明	12	7	0	有症者	便	7	7	GII 7件
								調理従事者	便	4	0

保健所健康づくり課から学校での集団発生疑い1事例2件、給食従事者等ノロウイルス検査（陰性確認検査含）6事例11件の依頼があった。検査項目はすべてノロウイルスであり、リアルタイム PCR 法にて検査を行った。ノロウイルスによる感染症事例の検査検出状況を表5に示した。

学校での集団発生疑いは、陰性だった。給食従事者等ノロウイルス検査（陰性確認検査含）は、6事例であった。GI・GII（2件）とGI（3件）の両方が検出された。

表5 ノロウイルスによる感染症事例の検査検出状況

依頼課	事例種別	原因施設	検査材料	検査件数	陽性数	遺伝子群
保健所健康 づくり課	給食従事者等 ノロウイルス検査 （陰性確認検査含）7 事例	不明	便	3	2	GI 2件
		不明	便	1	0	
		不明	便	1	0	
		不明	便	1	0	
		学校	便	2	0	
		不明	便	1	0	
		不明	便	4	3	GI・GII 2件 GI 1件
合計				13	5	GI・GII 2件 GI 3件

#### 4 感染症発生動向調査

##### 1) ウイルス

平成 26 年度はインフルエンザ 118 件、流行性角結膜炎 20 件、デング熱・重症熱性血小板減少症候群（以下 SFTS）疑い 12 件の依頼があった。

##### ① インフルエンザ

本調査は、市内の医療機関から提供された咽頭ぬぐい液 38 件、鼻腔ぬぐい液 77 件とインフルエンザ防疫対策実施要領に基づく含嗽水 3 件の合計 118 件について、リアルタイム PCR 法または細胞培養法によってインフルエンザウイルス検査を行った。結果を表 6 に示した。検出されたインフルエンザウイルスの内訳は、AH3 型が 94 件 (83.9%) であり、B 型は山形系統が 18 件 (16.1%) であった。AH1pdm09 と B 型ビクトリア系統は検出されなかった。

表 6 インフルエンザウイルス検査検出状況

月	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3	合計
検査件数	0	0	0	0	0	0	3	6	30	35	29	15	118
AH1pdm09	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
AH3	0	0	0	0	0	0	0	6	28	29	21	10	94
B/山形系統	0	0	0	0	0	0	0	0	0	5	8	5	18
B/ビクトリア系統	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
陰性	0	0	0	0	0	0	3	0	2	1	0	0	6

##### ② 流行性角結膜炎

7 月から 9 月にかけて 20 件の依頼があった。細胞培養法にて、CPE が認められた検体について中和試験を行い、アデノウイルス 19 型 1 件、37 型 1 件、型別不能が 2 件検出された。

##### ③ デング熱・SFTS 疑い

8 月から 10 月にかけて 12 件の依頼があり、デング熱疑い検査として、デングウイルス遺伝子検査 11 件（デングウイルス NS1 抗原検査 7 件・チクングニアウイルス遺伝子検査 1 件・SFTS ウイルス遺伝子検査 1 件も併せて）検査を行った結果、すべて陰性であった。また、SFTS 疑い検査として、SFTS ウイルス遺伝子検査を 1 件行い、結果は陰性であった。

##### 2) ウエストナイル熱等媒介蚊調査

ウエストナイル熱等媒介蚊の調査として 17 件実施した。期間は平成 26 年 6 月より 9 月までの計 4 回（6 月 5 件、7 月 6 件、8 月 4 件、9 月 2 件）、設置場所は三笠公園敷地内および動物愛護センター敷地内の 2 か所で蚊を捕獲（ドライアイス併用 CDC 型ライトトラップ法）して分類後、RT-PCR 法によるウエストナイルウイルス遺伝子、デングウイルス遺伝子及びチクングニアウイルス遺伝子検査を行った。結果を表 7 に示した。捕獲した 128 匹の蚊（イエカ類 15 匹、ヤブカ類 113 匹）のウエストナイルウイルス遺伝子、デングウイルス遺伝子及びチクングニアウイルス遺伝子検査は陰性であった。

表 7 ウエストナイル熱等媒介蚊調査結果

設置回数	1	2	3	4	合計（匹）	
設置月	6月	7月	8月	9月		
設置場所	三笠公園	6	13	29	17	65
	動物愛護センター	22	17	20	4	63
総計	28	30	49	21	128	
内訳	イエカ類	5	8	2	0	15
	ヤブカ類	23	22	47	21	113
ウエストナイルウイルス	陰性	陰性	陰性	陰性	陰性	
デングウイルス	陰性	陰性	陰性	陰性	陰性	
チクングニアウイルス	陰性	陰性	陰性	陰性	陰性	

## 5 結核菌（抗酸菌）検査

結核菌検査は管理健診として保健所健康づくり課から検査依頼が3件あり、喀痰から検査を行った結果、すべて陰性であった。

### iii 臨床検査業務

本検査業務は、保健所健康づくり課で行う各種事業の血液検体を対象とした臨床検査である。

#### 1 血液検査

保健所健康づくり課の感染症予防対策事業として梅毒検査、クラミジア抗体検査を、エイズ対策事業としてHIV検査を実施した。

平成26年度の血液検査実施状況を表1に示した。

表1 血液検査実施状況

区 分	件数	項目数	陽 性 数
梅毒検査	231	462	TP法 3 RPR法 1
クラミジア抗体検査	229	458	IgA抗体 34 IgG抗体 41
HIV検査	254	256	HIV-1型 1
合 計	714	1,176	

梅毒検査は231件中、陽性はTP法3件、RPR法1件であった。

クラミジア抗体検査は229件中、陽性はIgA抗体34件(14.8%)、IgG抗体41件(17.9%)であった。また、IgA抗体、IgG抗体ともに陽性は20件(8.7%)であった。

HIV検査は254件行い、1件陽性でHIV-1型であった。このうち、HIV即日検査はHIV検査単独で年間4回(6、9、12、3月)20件実施した。

## iv 食品、家庭用品等検査業務

本検査業務は、健康部、教育委員会等庁内各部課からの行政依頼及び市民、市内事業者等からの一般依頼による試験検査である。検査業務の内容は、食品衛生法に基づく食品等の微生物及び理化学検査、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く検査等である。

平成 26 年度の検査実施状況を表 1 に示した。

表1 食品、家庭用品試験検査等実施状況

検査区分	件数	項目数	区分	件数	項目数	依頼元	内 訳	件数	項目数
食品微生物検査	1,196	3,492	行政依頼	1,187	3,483	保健所生活衛生課	収去検査	620	1,892
							食中毒・苦情品等検査	111	497
							試買検査	1	4
							おしぼり検査	5	35
						教育委員会学校教育部 学校保健課	食材検査	16	91
							食器器具検査	338	676
			手指検査	96	288				
一般依頼	9	9	事業者	食品検査	9	9			
食品等理化学検査	248	4,975	行政依頼	248	4,975	保健所生活衛生課	収去検査	228	4,397
							苦情品等検査	1	85
						教育委員会学校教育部 学校保健課	食材検査	4	463
			食器器具検査	15	30				
家庭用品等検査	31	31	行政依頼	31	31	保健所生活衛生課	繊維製品等検査	26	26
合計							化学製品検査	5	5
								1,475	8,498

### 1 食品微生物検査

#### 1) 収去検査

保健所生活衛生課より依頼された収去検査を 620 件、1,892 項目行った。食品分類別検査項目数を表 2 に示した。

このうち、成分規格に係る検査は 353 項目行い、すべて基準に適合していた。衛生規範に係る検査は 973 項目行い、不適合の食品が 6 件（6 項目）あった。その内訳は惣菜 2 件と弁当 3 件（細菌数）、洋生菓子 1 件（大腸菌群）である。県の指導基準に係る検査は 445 項目行い、不適合な食品が 3 件（3 項目）あった。その内訳は弁当 1 件（黄色ブドウ球菌）、生菓子 1 件（細菌数）、豆腐及びその加工品 1 件（細菌数）であった。

表2 食品微生物食品分類別検査項目数

		細菌数	大腸菌群	大腸菌 (E・Coli)	腸管出血性大腸菌 O157	腸管出血性大腸菌 O26	腸管出血性大腸菌 O111	黄色ブドウ球菌	サルモネラ属菌	腸炎ビブリオ	カンピロバクター	乳酸菌数	リステリア	クロストリジウム属菌	残留抗菌性物質	ノロウイルス	合計	
01魚介類		2		2						53							57	
魚介類 加工品	02魚肉練り製品	1	9	1				1		1							13	
	03その他	11	10					1		13							35	
04食肉		16	16		16	16	16		16		16						112	
05食肉製品及び食肉加工品				21				20	20					1			62	
06卵及びその加工品		8		8				8	18								42	
乳	07生乳																	
	08牛乳	35	35														70	
	09部分脱脂乳																	
	加工乳	10乳脂肪分3%以上	1	1														2
		11乳脂肪分3%未満	4	4														8
12その他の乳																		
13アイスクリーム類・氷菓（*ソフトクリームを除く）		3	3														6	
14ソフトクリーム																		
15乳製品		10	35									25	4				74	
16乳類加工品（アイスクリーム類を除きマーガリンを含む）																		
17穀類（豆類を除く）																		
18めん類		37	10	27				37									111	
19もち																		
20菓子類		55	55					55	55								220	
21上記以外の穀類加工品																		
22生野菜（豆類含む）及び果物		1															1	
23野菜果物乾燥品及び加工品																		
24豆腐及びその加工品		14	14														28	
25漬物				2						2							4	
26そうざい及びその半製品		114		101	2	2	2	114	62	38							443	
27上記以外の野菜・果物加工品		1															1	
弁当類	28弁当	126		87				126	62	62							463	
	29調理パン	30		11				30	24	3							98	
冷凍食品	30無加熱摂取	23	23														46	
	31凍結前加熱加熱後摂取																	
	32凍結前未加熱加熱後摂取	1		1													2	
	33生食用冷凍鮮魚介類																	
34かん詰・びん詰食品																		
35清涼飲料水																		
36酒精飲料																		
37氷雪		1	1														2	
38水																		
39調味料																		
40その他の食品																		
合計		494	216	261	18	18	18	392	257	172	16	25	5	0	0	0	1,892	



2) 食中毒・苦情品等検査

保健所生活衛生課より依頼された食中毒・苦情品等の検査を 112 件 582 項目(ノロウイルス検査 13 項目を含む)を行った。検査結果を表 3 に示した。

食中毒事例は 2 事例あった。事例 1、2 はノロウイルスを原因とする食中毒事例で、有症者便からノロウイルスが検出されたが、ふきとり検体からノロウイルスは検出されなかった。また、苦情品等検査は 5 事例あり、検査件数が 61 件であった。苦情品等の検査結果を表 4 に示した。

表3 食中毒・苦情品等検査結果

区分	検体	検体数/項目数	検査結果
食中毒	事例1	ふきとり 30/195	細菌数：特記なし 大腸菌群：1検体陽性 黄色ブドウ球菌：陰性 腸管出血性大腸菌：陰性 サルモネラ属菌：陰性 腸炎ビブリオ：陰性 カンピロバクター：陰性 セレウス菌：陰性 ウェルシュ菌：陰性 (有症者からノロウイルス検出)
	事例2	ふきとり 21/55 (ノロウイルス検査13項目を含む)	細菌数：特記なし 大腸菌群：10検体陽性 (有症者からノロウイルス検出)
苦情品等	食品	61/332	詳細は表4参照
	ふきとり		
合計		112/582	

表4 食中毒・苦情品等検査結果

区分	検体	検体数/項目数	苦情内容	検査項目及び検査結果
苦情品	事例1	ふきとり 29/116	下痢 嘔吐 腹痛	細菌数：特記なし 大腸菌群：6検体陽性 黄色ブドウ球菌：陰性 セレウス菌：陰性
	事例2	食品 ふきとり 10/30	下痢 嘔吐 発熱	細菌数：特記なし 大腸菌群：4検体陽性 黄色ブドウ球菌：1検体陽性
	事例3	食品 1/1	異物	カタラーゼ反応：陰性
	事例4	食品… アルコール飲料 1/85	異味	農薬類 塩化物イオン
	事例5	ふきとり 20/100	下痢 嘔吐 発熱	細菌数：特記なし 大腸菌群：4検体陽性 黄色ブドウ球菌：1検体陽性 セレウス菌：陰性 ウェルシュ菌：陰性
微生物検査		60/247		
理化学検査		1/85		

3) 試買検査

保健所生活衛生課より依頼された試買検査を1件4項目(ノロウイルス検査1項目を含む)行った。検査結果を表5に示した。

表5 試買検査結果

区分	検体	検体数/項目数	検査項目及び検査結果
試買	殻付きカキ	1/4 (ノロウイルス検査1項目を含む)	細菌数：300未満 E. coli最確数：16未満 腸炎ビブリオ最確数：3未満 ノロウイルス：陰性

4) おしぼり検査

保健所生活衛生課より依頼された市内2業者の貸しおしぼり5検体について、変色及び異臭、大腸菌群、黄色ブドウ球菌、一般細菌数(1枚当たり)、pH、異物混入の検査を行った。結果、すべての項目で衛生基準に適合していた。

5) 小学校等給食施設検査

教育委員会学校教育課より依頼された小学校等給食施設検査を450件1,055項目行った。検体は小学校等で使用する給食食材、食器器具ふきとり及び調理従事者手指ふきとりで、検査項目は細菌数、大腸菌群、黄色ブドウ球菌、サルモネラ属菌、腸炎ビブリオ、カンピロバクター、腸管出血性大腸菌026、0111及び0157であった。検査結果を表6に示した。

給食食材16件のうち2件から大腸菌群が検出された。また、調理従事者手指ふきとり96件のうち3件から大腸菌群、14件から(再検査を含む)黄色ブドウ球菌が検出された。サルモネラ属菌、カンピロバクター、腸炎ビブリオ、腸管出血性大腸菌026、0111及び0157、については検出されなかった。

表6 小学校等給食施設検査結果

区分	検体	検体数	項目数	検査結果
食材	給食食材	16	91	大腸菌群：2検体陽性
食器器具	食器器具 ふきとり	338	676	大腸菌群：1検体陽性
手指	調理従事者 手指ふ	96	288	大腸菌群：3検体 黄色ブドウ球菌：14検
合計		450	1,055	

6) 一般依頼食品検査

市内事業者より依頼された一般依頼食品検査を9件9項目行った。検査項目は細菌数6項目、大腸菌群2項目、黄色ブドウ球菌1項目であった。

## 2 食品理化学検査

保健所生活衛生課及び教育委員会学校教育委員会学校保健課からの依頼による食品中の添加物、残留農薬等の検査を248件、4,975項目実施した。

表7に食品理化学検査状況を示した。

表7 食品理化学検査実施状況

検査区分	保健所		教育委員会		合計	
	検体数	項目数	検体数	項目数	検体数	項目数
食品添加物等	85	133			85	133
残留農薬	42	3,705	4	463	46	4,168
魚介類	25	53			25	53
抗菌性物質等	14	332			14	332
乳製品	62	174			62	174
その他	1	85	15	30	16	115
合計	229	4,482	19	493	248	4,975

### 1) 食品添加物等検査

保健所生活衛生課及びからの依頼により、市内で製造又は流通している食品中の食品添加物使用基準検査及び成分規格検査を85件、134項目実施した。結果は全て基準、成分規格共に適合していた。表8に食品添加物等検査状況を示した。

表8 食品添加物等検査実施状況

項目名		区分					合計
		魚介類加工品	食肉製品	めん類	菓子類	野菜果物加工品	
検体数		13	22	37		13	85
保存料	ソルビン酸	12	21			8	41
漂白剤	二酸化硫黄					12	12
漂白剤	過酸化水素			10			10
発色剤	亜硝酸根	1	21				22
着色料	合成着色料						0
甘味料	サッカリンナトリウム	10					10
品質保持剤	プロピレングリコール			27			27
酸化防止剤	BHA、BHT	4					4
成分規格	シアン（生あん等）					6	6
成分規格	水分活性		2				2
合計		27	44	37		26	134

2) 残留農薬検査

保健所生活衛生課からの依頼（収去検査）による市内産農産物 21 件（トマト 3 件、なす 3 件、きゅうり 3 件、大根 3 件、キャベツ 3 件、みかん 3 件、いちご 3 件）、輸入柑橘類 5 件（オレンジ 2 件、レモン 1 件、グレープフルーツ 2 件）、輸入果実類 6 件（バナナ 2 件、マンゴー 2 件、パパイア 2 件）及び教育委員会学校教育部学校保健課からの依頼による学校給食食材 4 件（きゅうり 2 件、キャベツ 2 件）計 36 件について残留農薬検査を行った結果、基準を超えた項目はなかった。残留農薬検査実施状況を表 9、10、検出した農薬を表 11 に示した。

表9 残留農薬検査実施状況(収去検査)

検体名	検体数	項目数	検体名	検体数	項目数
トマト	3	294	オレンジ	2	46
なす	3	288	レモン	1	42
きゅうり	3	390	グレープフルーツ	2	52
大根	3	315	バナナ	2	198
キャベツ	3	294	マンゴー	2	208
みかん	3	306	パパイア	2	240
いちご	3	282			

表10 残留農薬検査実施状況(学校給食食材)

検体名	検体数	項目数
きゅうり	2	259
キャベツ	2	204

表11 検出した農薬(収去検査)

農産物名	農薬名	検出数	検出値 (ppm)
バナナ	クロルピリホス	2	0.004~0.011
	ジウロン	1	0.005
	チアベンダゾール	1	0.003
オレンジ	イマザリル	2	1.0~1.2
	チアベンダゾール	2	0.66~0.75
グレープフルーツ	イマザリル	2	0.1~0.4
	イミダクロプリド	1	0.003
	チアベンダゾール	2	0.60~0.90
	オルトフェニルフェノール	2	0.94~1.4
レモン	アゾキシストロビン	1	0.02
	イマザリル	1	1.7
	チアベンダゾール	1	0.79
きゅうり	アゾキシストロビン	1	0.04
トマト	アゾキシストロビン	2	0.004~0.049
なす	クロルフェナピル	1	0.016
大根	フェンバレレート	1	0.014

3) 魚介類中の有害物質検査

魚介類収去検査として18件、試買検査として7件、計25件についてPCB及び総水銀検査を実施した結果、暫定的規制値を超える検体はなかった。

表12に魚介類中の有害物質検査実施状況を示した。

表12 魚介類中の有害物質検査実施状況 (単位: ppm)

番号	魚介類名	検査名	PCB	総水銀
1	サバ☆	収去	0.02	0.06
2	スズキ*	収去	0.04	0.06
3	メジナ*	収去	定量下限値未満	0.04
4	クロダイ*	収去	0.1	0.31
5	シコイワシ*	収去	0.04	0.02
6	サザエ*	試買	定量下限値未満	定量下限値未満
7	アナゴ*	試買	0.02	定量下限値未満
8	カレイ*	試買	0.04	定量下限値未満
9	マイワシ*	収去	0.01	定量下限値未満
10	イナダ*	収去	定量下限値未満	0.09
11	テンスダイ*	収去	0.01	0.14
12	サバ☆	収去	0.03	0.1
13	アジ*	収去	0.01	定量下限値未満
14	ボラ*	収去	0.05	定量下限値未満
15	カマス*	収去	0.01	0.04
16	タイ*	収去	0.03	0.08
17	ウルメイワシ	収去	定量下限値未満	定量下限値未満
18	メバル*	試買	0.02	0.08
19	スズキ*	試買	0.04	0.05
20	サザエ*	試買	定量下限値未満	定量下限値未満
21	シコイワシ*	収去	定量下限値未満	0.04
22	シコイワシ*	収去	定量下限値未満	0.03
23	クロダイ*	収去	0.12	0.12
24	タナゴ*	収去	0.03	0.06
25	アサリ*	試買	定量下限値未満	定量下限値未満
検出範囲			定量下限値未満~0.12	定量下限値未満~0.31
定量下限値			0.01	0.02
暫定的規制値			遠洋沖合魚介類 0.5	0.4
			内海内湾魚介類 3	

☆：遠洋沖合魚介類 \*：内海内湾魚介類

アサリ1検体について重金属類含有量試験を実施した結果、カドミウムは0.05ppm(定量下限値:0.04ppm)、鉛は定量下限値未満(定量下限値:1.2ppm)、クロムは定量下限値未満(定量下限値:0.20ppm)であった。

これらの項目は魚介類についての基準値は設定されていないが、他の食品の基準値(\*注)と比較すると低濃度であった。

(\*注)他の食品の残留基準値(鉛:5.0 μg/g(りんご))

4) 畜水産物中の残留抗菌性物質等の検査

保健所生活衛生課からの依頼による残留抗菌性物質等の検査を、市内養鶏場の鶏卵4件、牛肉5件、及び養殖エビ5件について実施した。検査結果は、すべて定量下限値未満であった。

表13に残留抗菌性物質等検査状況を示した。

表13 残留抗菌性物質等検査実施状況

区分	鶏卵	牛肉	養殖エビ
検体数	4	5	5
オキシテトラサイクリン	4	5	5
テトラサイクリン	4	5	5
クロルテトラサイクリン		5	
フルベンダゾール	4	5	5
スルファジミジン	4	5	5
スルファメラジン	4	5	5
スルファモノメトキシ	4	5	5
スルファジメトキシ	4	5	5
スルファキノキサリン	4	5	5
オキシリニック酸	4	5	5
チアンフェニコール		5	
オルメトプリム	4	5	5
トリメトプリム	4	5	5
ピリメタミン	4	5	5
チアベンダゾール	4	5	5
5-プロピルスルホニル-1H-ベンズイミダゾール-2-アミン	4	5	5
ナイカルバジン			
レバミゾール	4	5	5
エンロフロキサシン	4	5	5
ジクラズリル			
ダノフロキサシン	4	5	5
オフロキサシン	4	5	5
サラフロキサシン	4	5	5
ジフロキサシン	4	5	5
ナリジクス酸	4	5	5
ピロミド酸	4	5	5
クロピドール	4	5	5
合計	92	125	115

5) 乳及び乳製品の成分規格検査

保健所生活衛生課からの依頼による乳及び乳製品について、比重、酸度、乳脂肪分、無脂乳固形分等の成分規格検査を62件174項目実施した。検査結果は、すべて基準に適合していた。

表14に乳及び乳製品の成分規格検査状況を示した。

表14 乳及び乳製品の成分規格検査実施状況

区分		牛乳	加工乳	発酵乳	アイスクリーム類	合計
検体数		35	5	20	2	62
検査項目	比重	35				35
	酸度	35	5			40
	乳脂肪分	35			2	37
	無脂乳固形分	35	5	20		60
	乳固形分				2	2
合計		140	10	20	4	174

6) 磁器製食器検査

教育委員会学校保健課の依頼により、学校給食用磁器食器3件について鉛及びカドミウム検査、学校給食用合成樹脂食器12件について重金属及び過マンガン酸カリウム消費量検査を実施した結果、すべて基準に適合していた。

7) 苦情品検査

保健所生活衛生課からの依頼により、苦情品1件85項目について検査を実施した結果、検体に異常は認められなかった。(表4 苦情品等検査結果に併記)

### 3 家庭用品試買検査

保健所生活衛生課より依頼された家庭用品試買検査等を31件31項目実施した。結果は、すべて基準に適合していた。表15に家庭用品の試買検査等状況を示した。

表15 家庭用品の試買検査等状況

検査区分	繊維製品												
	おしめ	おしめカバー	よだれ掛け	下着	中衣	外衣	靴下	衛生パンツ	寝衣	寝具	手袋	帽子	合計
試買件数	2	1		4		2	3		2	3	1	2	20
検査件数	3	1		7		3	3		3	3	1	2	26
ホルムアルデヒド乳幼児用	3	1		2		3	2			1	1	2	15
ホルムアルデヒド乳幼児以外				5			1		3	2			11
ディルドリン													
有機水銀化合物													
トリブチルスズ化合物													
トリフェニルスズ化合物													
項目数計	3	1		7		3	3		3	3	1	2	26

検査区分	家庭用化学製品								合計	
	家庭用接着剤	かつら等の接着剤	家庭用塗料	家庭用ワックス	靴墨靴クリーム	家庭用エアゾル製品	住宅用洗剤	家庭用洗剤		クレオソート油
試買件数		5								5
検査件数		5								5
ホルムアルデヒド		5								5
有機水銀化合物										
トリブチルスズ化合物										
トリフェニルスズ化合物										
メタノール										
トリクロロエチレン										
テトラトリクロロエチレン										
酸消費量										
アルカリ消費量										
落下試験・漏水試験										
耐酸耐アルカリ試験										
圧縮変形試験										
塩化ビニル										
ジベンゾ[a,h]アントラセン										
ベンゾ[a]アントラセン										
ベンゾ[a]ピレン										
項目数計		5								5



## v 大気、水質、廃棄物等検査業務

本検査業務は、健康部、環境政策部、資源循環部、教育委員会等庁内各部課からの行政依頼及び市民、市内事業所等からの一般依頼による試験検査である。検査業務の内容は、飲用水、利用水等の水質検査並びに大気検査、工場・事業所排水、環境生物検査等の環境・公害関係検査である。

平成26年度の検査実施状況を表1に示した。

表1 平成26年度の検査実施状況

検査区分	件数	項目数		件数	項目数	依頼元	件数	項目数
飲料水水質検査	42	529	一般依頼	42	529	市民、事業所等(井戸水等)	17	204
						市民、事業所等(貯水槽水等)	18	234
						市民、事業所等(船舶水)	7	91
海水浴場水質検査	24	78	行政検査	24	78	保健所生活衛生課	24	78
プール水質検査	237	1,262	行政検査	201	1,226	保健所生活衛生課	55	288
						教育委員会学校教育部スポーツ課	105	677
						環境政策部公園管理課	41	261
			一般検査	36	36	事業所	36	36
公衆浴場水質検査	126	683	行政検査	126	683	保健所生活衛生課	126	683
公共用水域水質検査	40	1,978	行政検査	40	1,978	環境政策部環境管理課	39	1,970
						環境政策部自然環境共生課	1	8
工場・事業所水質検査	175	3,387	行政検査	110	2,849	環境政策部環境管理課	44	1,319
						資源循環部資源循環施設課	41	911
						資源循環部廃棄物対策課	12	252
						健康安全科学センター	13	367
			一般依頼	65	538	事業場	65	538
浄化槽水質検査	6	54	行政検査	6	54	環境政策部環境管理課	6	54
大気検査	7	21	行政検査	7	21	環境政策部環境管理課	7	21
廃棄物関係検査	1	25	行政検査	1	25	資源循環部資源循環施設課	1	25
環境生物検査 (腸管系病原菌調査)	30	30	一般依頼	30	30	事業場	30	30
合計	688	8,047					688	8,047

### 1 飲用水、利用水等水質検査

行政依頼及び一般依頼による飲用水（貯水槽水等、船舶水、井戸水等）、利用水等（プール水、海水浴場海水、公衆浴場等浴槽水）の試験検査を実施した。

表2に飲用水・利用水等の検体別検査状況を示した。

表2 飲用水・利用水等の検体別検査状況

	検体区分	行政依頼		一般依頼		合計	
		件数	項目数	件数	項目数	件数	項目数
飲用水	貯水槽水等	0	0	18	234	18	234
	船舶水	0	0	7	91	7	91
	井戸水等	0	0	17	204	17	204
	その他	0	0	0	0	0	0
	計	0	0	42	529	42	529
利用水等	プール水	201	1226	36	36	237	1262
	海水浴場海水	24	78	0	0	24	78
	公衆浴場等浴槽水	126	683	0	0	126	683
	計	351	1987	36	36	387	2023

1) 飲用水水質検査

飲用水検査は計 42 件実施し、内訳は貯水槽水等 18 件、船舶水 7 件、井戸水等 17 件であった。水質基準不適合は、全体で 10 件 (23.8%) であり、内訳は一般依頼の井戸水等 10 件であった。不適項目は一般細菌、大腸菌の他、亜硝酸態窒素、硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、全有機炭素 (TOC)、蒸発残留物、pH 値、色度、濁度であった。

過去 3 年間の検体区分別水質基準不適合項目の件数を図 1-1 から図 1-3 に示した。

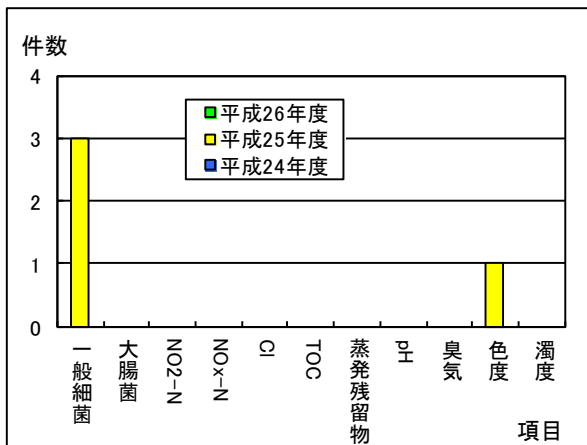


図 1-1 貯水槽水の不適合項目数 (過去 3 年間)

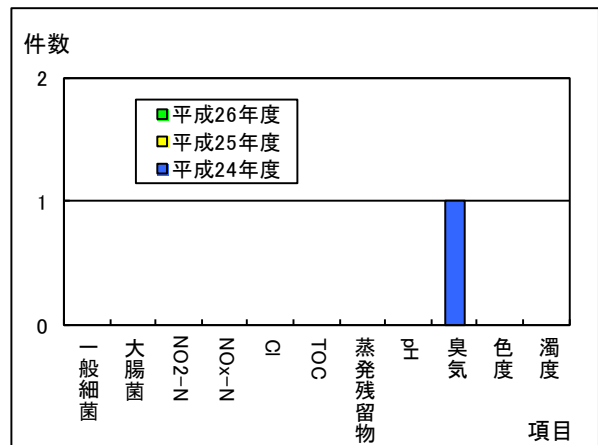


図 1-2 船舶水の不適合項目数 (過去 3 年間)

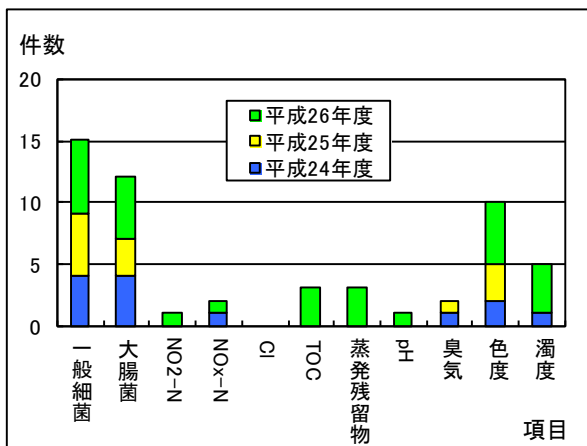


図 1-3 井戸水の不適合項目数 (過去 3 年間)

井戸水等の基準不適合項目数は昨年比で増加しており、一般細菌 6 件、大腸菌 5 件、亜硝酸態窒素 1 件、硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素 1 件、全有機炭素(TOC)3 件、蒸発残留物 3 件、pH 値 1 件、色度 5 件、濁度 4 件、であった。

## 2) 利用水等水質検査

利用水等水質検査は計 387 件実施し、プール水検査は 237 件、海水浴場海水等検査は 24 件、公衆浴場等浴槽水検査は 126 件であった。

プール水検査 237 件の内訳は、行政依頼が保健所生活衛生課 55 件、教育委員会スポーツ課 105 件、環境政策部公園管理課 41 件、一般依頼が 36 件であった。

過去 3 年間の水質基準不適合項目の件数を図 2 に示した。

プール水の遊離残留塩素の基準不適合項目数は、22 件（不適率 12.0%）であった。

学校プールにおいては、学校環境衛生基準により「遊離残留塩素は 0.4mg/L 以上であること。また、1.0mg/L 以下であることが望ましい。」とされている。学校プール 105 件中、遊離残留塩素 0.4mg/L 未満は 7 件、1.0mg/L を超えた検体は 51 件あり、その中で 2.0mg/L を超えた検体は 29 件あった。特に気温が上昇する 8 月の検査では 7.0mg/L という高濃度の検体もあった。

高濃度の遊離残留塩素は総トリハロメタン（以下総 THM）濃度上昇の一因となるため、塩素系消毒剤の過剰な使用を避けたり、適切な換水を行う必要がある。

その他、プール水の基準不適合項目数は、一般細菌が 2 件、大腸菌が 1 件、pH 値が 12 件、濁度が 2 件であった。

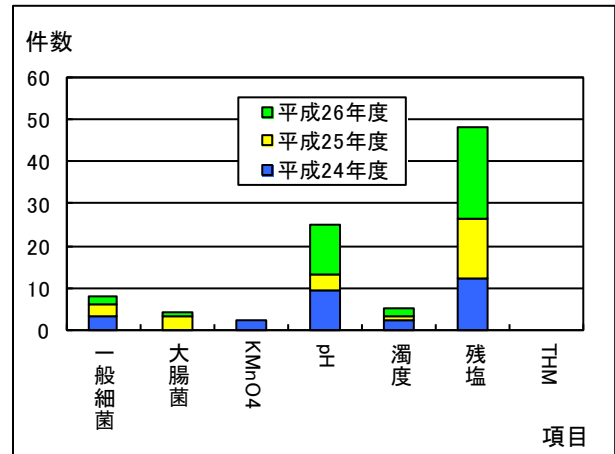


図 2 プール水の不適合項目数（過去 3 年間）

総 THM は、学校プールにおいては学校環境衛生基準として「0.2mg/L 以下であることが望ましい。」とされているが、0.2mg/L を超えるものはなかった。

なお、市営プールにおいては県条例が適用されるため総 THM の基準はないが、学校の授業において使用することがあるので総 THM の測定を行っている。

保健所生活衛生課の依頼により、海水浴場海水検査は 3 ヶ所について、1 日に午前、午後 2 回の検査を 2 日間、2 回行い計 24 件の検査を実施した。結果は良好であった。この検査とあわせて腸管出血性大腸菌 O157 の検査を 6 件実施し、すべて陰性であった。

公衆浴場等浴槽水検査は計 126 件実施した。一部の浴槽水において遊離残留塩素が 2mg/L を超える高濃度で検出された。消毒剤を過剰に入れており、浴槽水中の遊離残留塩素を頻繁に測定し管理する必要があると思われる。

また、保健所生活衛生課の依頼により、公衆浴場等浴槽水及びプール水等の計 107 件について、レジオネラ属菌検査を実施した。

表 3 にレジオネラ属菌検査結果を示した。

公衆浴場等浴槽水は 96 件中 19 件（19.8%）、プール水等は 11 件中 3 件（27.3%）が基準値（10 未満）を超え、管理不適切とされる結果であった。

保健所生活衛生課の依頼により、「レジオネラ患者発生による関連調査」として浴槽水とシャワー水それぞれ 1 件、合計 2 件についてレジオネラ属菌検査を実施した。その結果レジオネラ属菌は両者とも検出されなかった。

表3 レジオネラ属菌検査結果

検査区分	施設区分	検体区分	検査 件数	レジオネラ属菌数 (CFU/100ml)				血清群別											
				10 未満	10 以上 100 未満	100 以上 1000 未満	1000 以上	<i>L.pneumophila</i>										L gormanii	レジ オネ ラ属 菌UT
								SG1	SG3	SG5	SG6	SG8	SG9	SG15	UT				
公衆浴場等	一般公衆 浴場	内湯	44	38	5	1	0	2	0	3	2	0	0	0	2	0	1		
		露天風呂	2	0	2	0	0	0	0	0	1	1	0	0	0	0	0		
	その他の 公衆浴場	内湯	34	28	2	2	2	1	1	1	0	1	1	0	1	1	1		
		露天風呂	9	5	0	2	2	2	1	0	0	0	1	1	0	1	0		
	老人福祉 施設	内湯	3	2	0	0	1	1	1	0	0	0	0	0	0	0	1		
	旅館等	内湯	4	4	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		
プール水等	プール水	プール水	3	3	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0			
	ジャグジー	ふきとり	20	20	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0			
合計			107	85	11	6	5	8	3	5	3	3	2	1	3	2	3		

保健所生活衛生課の依頼により、「一般公衆浴場におけるレジオネラ属菌の生息状況調査」を検査目的とした、内湯、露天風呂及びふきとり検体につきそれぞれ入浴前14件、入浴後14件の計28件について、レジオネラ属菌検査を実施した。

表4にレジオネラ属菌検査結果を示した。

内湯検体の入浴前2件中2件(100.0%)、入浴後2件中1件(50.0%)からレジオネラ属菌が検出された。

表4 レジオネラ属菌検査結果

検査区分	施設区分	検体区分	検査 件数	レジオネラ属菌数 (CFU/100ml)				血清群別										
				10 未満	10 以上 100 未満	100 以上 1000 未満	1000 以上	<i>L.pneumophila</i>										レジ オネ ラ属 菌UT
								SG1	SG3	SG5	SG6	SG8	SG9	SG12	SG15	UT		
公衆浴場等	一般公衆 浴場	内湯	4	1	3	0	0	1	0	0	0	0	2	0	0	0	0	
		露天風呂	4	4	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
		ふきとり	20	20	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
合計			28	25	3	0	0	1	0	0	0	2	0	0	0	0	0	

## 2 環境・公害関係検査

行政依頼による水質、大気、廃棄物、環境生物、一般依頼による工場・事業場排水の試験を実施した。表5に環境・公害関係検査の検査状況を示した。

表5 環境・公害関係検査の検査状況

	検体区分	行政依頼		一般依頼		合計	
		件数	項目数	件数	項目数	件数	項目数
水質	浄化槽放流水	6	54	0	0	0	54
	工場・事業場排水	110	2,849	65	538	175	3,387
	公共用水域	40	1,978	0	0	40	1,978
	計	156	4,881	65	538	221	5,419
大気	有害化学物質	7	21	0	0	7	21
廃棄物	産業廃棄物	1	25	0	0	1	25
環境生物	環境微生物	0	0	30	30	30	30

1) 水質検査

表6に水質検査の検体別検査状況を示した。

浄化槽放流水検査は、行政依頼として環境政策部環境管理課から6件(501人槽以上)、54項目の検査を実施した。

事業場排水検査は、行政依頼として環境政策部環境管理課から44件、資源循環部資源循環施設課から41件、同廃棄物対策課から12件、当健康安全科学センターが13件、一般依頼として65件、合計175件3,387項目の検査を実施した。行政検査110件2,849項目の内訳は、規制対象事業場排水調査36件、主要工場夜間排水調査5件、廃棄物処理場排水調査41件、ゴルフ場農薬2件、その他の排水調査26件である。結果は、基準値を超えるものはなかった。

また、公共用水域検査は、環境政策部環境管理課から39件1,970項目、同自然環境共生課から1件8項目の検査を実施した。内容は、市内河川事故の調査39件、里山的環境の保全・活用事業に伴う、河川の水質確認1件である。

表6 水質検査の検体別検査状況

表6-1

検査区分	浄化槽放流水		事業場排水		公共用水域	合計
	行政依頼	行政依頼	一般依頼	行政依頼		
件数	6	110	65	40	221	
項目数計	54	2,849	538	1,978	5,419	
カドミウム		72	11		83	
全シアン		59	4	4	67	
有機りん農薬		50	4		54	
鉛		71	17	1	89	
6価クロム		58	11		69	
ヒ素		55	9	1	65	
全水銀		67	29		96	
アルキル水銀		37			37	
PCB		38	4		42	
トリクロエチレン		70	9	1	80	
テトラクロエチレン		70	9		79	
ジクロロメタン		70	9		79	
四塩化炭素		70	9		79	
1,2-ジクロロエタン		70	9		79	
1,1-ジクロロエチレン		70	9	1	80	
シス-1,2-ジクロロエチレン		70	9	1	80	
1,1,1-トリクロロエタン		70	9		79	
1,1,2-トリクロロエタン		70	9		79	
1,3-ジクロロプロペン		70	9		79	
チウラム		42	9		51	
シマジン		42	9		51	
テオベンカルブ		42	9		51	
ベンゼン		70	9	1	80	
セレン		55	9	1	65	
ほう素		47	4		51	
フッ素		51	4	1	56	

表6-2

検査区分	浄化槽放流水		事業場排水		公共用水域	合計
	行政依頼	行政依頼	一般依頼	行政依頼		
1,4-ジオキサン			52	4		56
pH	6		75	24	12	117
BOD	6		86	28	42	162
COD	6		86	28		120
SS	6		86	24		116
ノルマルヘキサン抽出物質			41	8		49
フェノール類			53	28		81
銅			71	17		88
亜鉛			71	17		88
溶解性鉄			71	17		88
溶解性マンガン			71	17		88
全クロム			59	11		70
大腸菌群数	6		54	4		64
全窒素	6		76	29		111
全リン	6		76	29		111
ニッケル			71	17		88
アンモニア性窒素	6		58			64
硝酸性窒素及び亜硝酸性窒素	6		57			63
アンモニア等				4		4
硝酸性窒素			1			1
亜硝酸性窒素			1			1
塩化ビニルモノマー			1			1
ゴルフ場農薬			64			64
溶存酸素					14	14
陽イオン			6		6	12
陰イオン			6		7	13
農薬					1,885	1,885

2) 大気検査

表7に有害化学物質の検査状況を示した。

有害化学物質検査は、行政依頼として環境政策部環境管理課から7件、21項目の検査を実施した。結果は、各検査において、基準値を超えるものはなかった。

表7 有害化学物質検査状況

検査区分	有害化学物質
件数	7
項目数計	21
トルエン	4
キシレン	4
ベンゼン	4
ジクロロメタン	3
トリクロロエチレン	3
テトラクロロエチレン	3

3) 廃棄物検査

表8に廃棄物の検査状況を示した。

廃棄物検査は、資源循環部資源循環施設課から1件25項目の検査を実施した。内容は不燃ごみの溶出試験である。

表8 廃棄物の検査状況

検査区分	溶出試験
件数	1
項目数計	25
カドミウム	1
全シアン	1
有機りん化合物	1
鉛	1
6価クロム	1
ヒ素	1
全水銀	1
アルキル水銀化合物	1
PCB	1
トリクロロエチレン	1
テトラクロロエチレン	1
ジクロロメタン	1

検査区分	溶出試験
四塩化炭素	1
1,2-ジクロロエタン	1
1,1-ジクロロエチレン	1
シス-1,2-ジクロロエチレン	1
1,1,1-トリクロロエタン	1
1,1,2-トリクロロエタン	1
1,3-ジクロロプロパン	1
チウラム	1
シマジン	1
チオベンカルブ	1
ベンゼン	1
セレン	1
1,4-ジオキサン	1

4) 環境生物検査

環境微生物検査は、一般依頼検査として事業場排水等30件について、腸管出血性大腸菌0157検査を実施した。すべての検体から腸管出血性大腸菌0157は検出されなかった。

### Ⅲ 精度管理の実施状況

## i 精度管理実施状況

試験検査精度の維持向上を目的として、微生物検査、食品細菌検査、食品理化学検査、環境細菌検査、環境理化学検査に関して、外部精度管理を延べ33件45項目、内部精度管理を延べ62件1,271項目実施した。外部精度管理の実施状況を表1に、内部精度管理の実施状況を表2に示した。

表1 外部精度管理実施状況

精度管理名	区分	検体数	検査項目	検査項目数
日臨技臨床検査精度管理	微生物検査	7	グラム染色・鏡検	1
			分離培養同定	2
			薬剤感受性	3
			フォトサーベイ	4
神奈川県臨床検査精度管理	微生物検査	4	グラム染色・鏡検	1
			分離培養同定	2
			薬剤感受性	6
結核菌遺伝子型別法の外部精度評価	微生物検査	3	結核菌VNTR遺伝子型別(JATA12)	3
インフルエンザウイルス核酸検出検査(EQA2014)	微生物検査(ウイルス)	6	A型インフルエンザウイルス亜型診断	6
平成26年度外部精度管理(ウイルス検査)	微生物検査(ウイルス)	2	リアルタイムRT-PCR法によるノロウイルス遺伝子定量	2
厚労省科学研究補助金 研究事業	環境細菌検査	1	レジオネラ属菌	1
厚労省水道水質検査	環境理化学検査	1	1,4-ジオキサン	1
神奈川県外部精度管理調査(水道水質)	環境理化学検査	1	セレン及びその化合物	1
環境測定分析統一精度管理	環境理化学検査	1	COD	1
			全窒素	1
			全磷	1
			pH	1
食品衛生精度管理	食品細菌検査	1	菌数測定	1
			細菌同定	2
	食品理化学検査	1	添加物	2
			動物用医薬品	1
ブロック協定に基づく模擬訓練	食品理化学検査	1	α-ソラニン	1
			α-チャコニン	1
平成26年度		33		45
平成25年度		23		38
平成24年度		20		29
平成23年度		20		32
平成22年度		17		31

表2 内部精度管理実施状況

精度管理名	区分	検体数	検査項目	検査項目数
臨床検査精度管理	微生物検査	29	グラム染色・鏡検	5
			分離培養同定	10
			薬剤感受性	21
			フォトサーベイ	12
排水水質検査	環境理化学検査	1	シアン化合物	1
食品衛生	食品細菌検査	6	菌数測定	6
			細菌同定	14
	食品理化学検査	2	添加物	2
			残留農薬(妥当性評価確認試験)	1,200
平成26年度		62		1,271
平成25年度		68		4,863
平成24年度		54		71
平成23年度		40		67
平成22年度		20		20



## IV 調 査 研 究

## β-ラクタマーゼ産生菌の検査方法の構築

片倉 孝子

### I はじめに

イミペネム (IPM) やメロペネム (MEPM) に代表されるカルバペネム系抗菌薬は、細菌感染症の治療に用いられる各種抗菌薬の中で「最後の頼みの綱」的な存在と位置づけられている。しかし、1980年代の終わり頃より伝達性のイミペネム耐性を獲得した緑膿菌の出現が報告され、後に IMP-型や VIM-型のカルバペネム系抗菌薬分解酵素 (以下、カルバペネマーゼとする) を産生していることが判明した。近年では、緑膿菌だけでなく腸内細菌科のなかにもカルバペネム系抗菌薬に耐性を示す菌株が報告され、IMP-型、VIM-型以外の新たなカルバペネマーゼも次々と報告されている<sup>1</sup>。

カルバペネマーゼはカルバペネム系薬剤だけでなく多くのβ-ラクタム薬を分解するため患者の治療に支障をきたし、しばしば院内感染の原因となる。カルバペネマーゼ遺伝子の多くはプラスミド上に存在し、一般的には接合等により同一菌種間で伝達されることが多い。しかし、腸内細菌科では異なる菌種でもプラスミドが水平伝達されるため、同じカルバペネマーゼ遺伝子が複数菌種に伝達された感染事例が日本国内でも報告されている<sup>2</sup>。海外の多くの国でもカルバペネム耐性菌の割合が増加しており、世界保健機構 (WHO) が2014年4月に発表した世界の耐性菌状況をまとめた「Antimicrobial Resistance Global Report on Surveillance」によると肺炎桿菌のカルバペネム耐性率がすでに50%を超える地域が一部にあることが報告され、医療現場に脅威をもたらしている実態が示された<sup>3</sup>。同年5月に行われた第67回WHO総会では、耐性菌の感染制御の強化、抗菌薬の適正使用、耐性菌サーベイランスの強化等について加盟国の取り組みが求められ<sup>4</sup>、わが国でも平成26(2014)年9月19日にカルバペネム耐性腸内細菌科細菌感染症が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に基づく感染症発生動向調査の5類全数把握疾患に追加された<sup>5</sup>。また、それとは別に平成23(2011)年6月17日付厚生労働省医政局指導課長通知 (医政指発0617第1号) 「医療機関等における院内感染対策について」において地方衛生研究所等における薬剤耐性菌の検査体制の強化も求められている<sup>6</sup>。

これらの状況をふまえて、当センターでもカルバペネマーゼ耐性腸内細菌科細菌感染症の検査体制を構築するために、臨床分離株の調査を行った。

### II 供試菌株

カルバペネム系薬剤に対する耐性機構には各種カルバペネマーゼ産生の他にも基質特異性拡張型β-ラクタマーゼ (ESBL) や Class C (Amp C)-β-ラクタマーゼの過剰産生と細胞膜透過性低下変異の組み合わせ等があるため、カルバペネマーゼだけでなく各種β-ラクタマーゼを検査し総合的に判断する必要がある。そのため、β-ラクタム薬であるセフェム系薬剤に耐性を示す腸内細菌科の臨床分離株35株と多剤耐性緑膿菌 (MDRP) 1株を市内医療機関から供与いただき、β-ラクタマーゼ産生のスクリーニングと遺伝子検出を行った。腸内細菌科の内訳は *Escherichia coli* 19株、*Proteus mirabilis* 5株、*Serratia* 属 5株、*Enterobacter* 属 4株、*Klebsiella oxytoca* 1株、*Citrobacter freundii* 1株であった。

### III 方法

薬剤感受性試験、ディスク法によるβ-ラクタマーゼ産生スクリーニング及びPCR法による耐性遺伝子検出を行った。薬剤感受性試験は Clinical and Laboratory Standards Institute (CLSI) 法 (M100-S23) に準じて行い、ディスク法によるβ-ラクタマーゼ産生スクリーニングとPCR法による耐性遺伝子検出は国立感染症研究所細菌第二部で行われた「院内感染に関連する薬剤耐性菌の検査に関する研修」の資料に基づき行った。

#### 1 薬剤感受性試験

マイクロスキャンパネル Neg MIC 1J (ベックマン・コールター社) を用いて微量液体希釈法で行った。カルバペネム系薬剤としてイミペネム (IPM)、メロペネム (MEPM)、ドリペネム (DRPM) の3剤とセフェム系薬剤及び2015年3月に再承認となったコリスチン (CL) 等の最小発育阻止濃度を測定し、耐性パターンを確認した。

#### 2 ディスク拡散法によるβ-ラクタマーゼ産生のスクリーニング

KB ディスク (栄研化学) を使用し、Class A-β-ラクタマーゼ (ESBL) に対しクラバン酸とスルバクタム、Class B (メタロ)-β-ラクタマーゼに対しメルカプト酢酸ナトリウム、Class C (Amp C)-β-ラクタマーゼと KPC-型カルバペネマーゼに対し3-アミノフェニルポロン酸の各β-ラクタマーゼ阻害剤による阻害効果の確認を行った。クラバン酸、スルバクタム、メルカプト酢酸ナトリウムの阻害効果の確認は Double Disc Synergy Test (DDST) 法により行い、3-アミノフェニルポロン酸の阻害効果の確認は50mg/ml 溶液10μlを直接ディスクに添加し行った。更に、Class A-β-ラクタマーゼ (ESBL) については、クラバン酸、スルバクタムによる阻害効果の有無とセフォタキシム (CTX)、セフトジジム (CAZ) の阻止円径の大きさを比較した阻害パターンから表1に示すとおり表現型の型別を行った。

表1 Class A β-ラクタマーゼ表現型型別

阻止円径の大きさ	阻害効果の有無	
	クラバン酸、スルバクタム両方有	クラバン酸のみ有
CTX > CAZ	TEM-, SHV型	判定保留
CTX < CAZ	判定保留	CTX-M-型
CTX = CAZ	判定保留	判定保留

#### 3 PCR法によるβ-ラクタマーゼ遺伝子の検出

腸内細菌科の菌株に対してESBL遺伝子としてTEM-型、SHV-型、CTX-M-1, 2, 8, 9型の6種類<sup>7, 8</sup>、カルバペネマーゼ遺伝子としてNDM-型、KPC-型、IMP-1, 2型、VIM-2型、OXA-48型の6種類<sup>9, 10, 11</sup>、プラスミド性Amp C遺伝子としてMOX-型、CIT-型、DHA-型、ACC-型、EBC-型、FOX-型の6種類<sup>12</sup>、合計18種類の遺伝子をPCR法で検出した。また、緑膿菌に対しては、カルバペネマーゼ遺伝子のIMP-1, 2型、VIM-2型の3種類の遺伝子のみをPCR法で検出した。更に、TEM-型とSHV-型のプライマーはESBL遺伝子だけでなくペニシリナーゼ遺伝子も増幅してしまうため、上記のClass A-β-ラクタマーゼ (ESBL) 表現型の型別結果と合わせESBL遺伝子であるか判断した。増幅条件と使用したプライマーを表2, 3, 4, 5に示した。

表2 増幅条件

ESBL	カルバペネマーゼ	プラスミド性Amp C
95°C 1min	95°C 1min	95°C 1min
95°C 30sec	95°C 30sec	95°C 30sec
53°C 30sec 35cycle	55°C 30sec 35cycle	64°C 30sec 35cycle
72°C 1min	72°C 1min	72°C 1min
72°C 5min	72°C 5min	72°C 5min
4°C ∞	4°C ∞	4°C ∞

表3 ESBL 遺伝子検出用プライマー

Ambler の分類	Primer name	Sequence(5'-3')	Length	Product size (bp)
Class A	TEM-F	CCGTGTCGCCCTTATTCC	18	824
	TEM-R	AGGCACCTATCTCAGCGA	18	
	SHV-F	ATTTGTCGCTTCTTTACTCGC	21	1051
	SHV-R	TTTATGGCGTTACCTTTGACC	21	
	CTX-M-1-F	GCTGTTGTTAGGAAGTGTGC	20	516
	CTX-M-1-R	CCATTGCCCGAGGTGAAG	18	
	CTX-M-2-F	ACGCTACCCCTGCTATTT	18	779*
	CTX-M-2-R	CCTTCCGCGCTTCTGCTC	18	
	CTX-M-8-F	CGGATGATGCTAATGACAAC	20	569
	CTX-M-8-R	GTCAGATTGCGAAGCGTC	18	
	CTX-M-9-F	GCAGATAATACGCAGGTG	18	393
CTX-M-9-R	CGGCGTGGTGGTGTCTCT	18		

\*Toho-1 780bp

表4 カルパペネマーゼ遺伝子検出用プライマー

Ambler の分類	Primer name	Sequence(5'-3')	Length	Product size (bp)
Class B	NDM-F	TTGCCCAATATTATGCACCC	20	420
	NDM-R	ATTGGCATAAGTCGCAATCC	20	
Class A	KPC-F	ATGTCACTGTATCGCCGTCT	20	893
	KPC-R	TTTTCAGAGCCTTACTGCC	20	
Class B	IMP-1-F	ACCGCAGCAGAGTCTTTGCC	20	587
	IMP-1-R	ACAACCAGTTTTGCCTTACC	20	
	IMP-2-F	GTTTTATGTGTATGCTTCC	19	678
	IMP-2-R	AGCCTGTTCCCATGTAC	17	
	VIM-2-F	ATGTTCAAACTTTTGAGTAAG	21	801
	VIM-2-R	CTACTCAACGACTGAGCG	18	
Class D	OXA-48-F	TTGGTGGCATCGATTATCGG	20	744
	OXA-48-R	GAGCACTTCTTTTGTGATGGC	21	

表5 プラスミド性 Amp C β-ラクタマーゼ遺伝子検出用プライマー

Ambler の分類	Primer name	Sequence(5'-3')	Length	Product size (bp)
Class C	MOX-F	GCTGCTCAAGGAGCACAGGAT	21	520
	MOX-R	CACATTGACATAGGTGTGGTGC	22	
	CIT-F	TGGCCAGAACTGACAGGCAAA	21	462
	CIT-R	TTTCTCCTGAACGTGGCTGGC	21	
	DHA-F	AACTTTCACAGGTGTGCTGGGT	22	405
	DHA-R	CCGTACGCATACTGGCTTTGC	21	
	ACC-F	AACAGCCTCAGCAGCCGGTTA	21	346
	ACC-R	TTCGCCGCAATCATCCCTAGC	21	
	EBC-F	TCGGTAAAGCCGATGTTGCGG	21	302
	EBC-R	CTTCCACTGCGGCTGCCAGTT	21	
	FOX-F	AACATGGGGTATCAGGGAGATG	22	190
	FOX-R	CAAAGCGCGTAACCGGATTGG	21	

表6 βラクタマーゼ判定結果一覧

番号	菌名	β-ラクタマーゼ表現型	耐性遺伝子	総合判定
A1	<i>Escherichia coli</i>	Class C	CIT型	CIT型 pAmpC
A2	<i>Ps. aeruginosa</i> (MDRP)	Class B(メタロ)	IMP-1型	IMP-1型MBL
A3	<i>Escherichia coli</i>	Class A(CTX-M型)	CTX-M-9型、TEM型	CTX-M-9型ESBL
A4	<i>Proteus mirabilis</i>	Class A(CTX-M型)	CTX-M-2型	CTX-M-2型ESBL
A5	<i>Escherichia coli</i>	Class C		Class C
A6	<i>Proteus mirabilis</i>	Class A(CTX-M型)	CTX-M-2型	CTX-M-2型ESBL
A7	<i>Escherichia coli</i>	Class A(CTX-M型)	CTX-M-9型、TEM型	CTX-M-9型ESBL
A8	<i>Enterobacter cloacae</i>	Class C		Class C
A9	<i>Serratia marcescens</i>	Class C		Class C
A10	<i>Escherichia coli</i>	Class A(TEM型,SHV型)	TEM型	TEM型ESBL
A11	<i>Escherichia coli</i>	Class C		Class C
A12	<i>Escherichia coli</i>	Class A(CTX-M型)	CTX-M-9型、TEM型	CTX-M-9型ESBL
A13	<i>Escherichia coli</i>	Class C		Class C
A14	<i>Serratia marcescens</i>	Class C		Class C
A15	<i>Enterobacter cloacae</i>	Class C	EBC型	EBC型 pAmpC
A16	<i>Escherichia coli</i>	Class A(判定保留)+Class C	CTX-M-1型	CTX-M-1型ESBL+Class C
A17	<i>Proteus mirabilis</i>	Class A(CTX-M型)	CTX-M-2型	CTX-M-2型ESBL
A18	<i>Enterobacter cloacae</i>	Class C		Class C
A22	<i>Escherichia coli</i>	Class A(判定保留)+Class C	CTX-M-1型	CTX-M-1型ESBL+Class C
A23	<i>Enterobacter aerogenes</i>	Class C		Class C
A24	<i>Escherichia coli</i>	Class A(判定保留)	CTX-M-9型	CTX-M-9型ESBL
A25	<i>Proteus mirabilis</i>	Class A(CTX-M型)	CTX-M-2型	CTX-M-2型ESBL
A26	<i>Citrobacter freundii</i>	Class C		Class C
A27	<i>Proteus mirabilis</i>	Class A(CTX-M型)	CTX-M-2型	CTX-M-2型ESBL
A28	<i>Escherichia coli</i>	Class A(判定保留)+Class C	CTX-M-1型	CTX-M-1型ESBL+Class C
A29	<i>Serratia marcescens</i>	Class C		Class C
A30	<i>Escherichia coli</i>	Class A(CTX-M型)	CTX-M-1型、TEM型	CTX-M-1型ESBL
A31	<i>Escherichia coli</i>	Class A(CTX-M型)+Class C	CTX-M-9型、TEM型	CTX-M-9型ESBL+Class C
A32	<i>Escherichia coli</i>	Class A(判定保留)+Class C	CTX-M-1型	CTX-M-1型ESBL+Class C
A33	<i>Escherichia coli</i>	Class C	CIT型	CIT型 pAmpC
A34	<i>Serratia liquefaciens</i>	Class C		Class C
A35	<i>Klebsiella oxytoca</i>	Class C		Class C
A36	<i>Escherichia coli</i>	Class A(CTX-M型)	CTX-M-1型	CTX-M-1型ESBL
A37	<i>Escherichia coli</i>	Class A(判定保留)+Class C	CTX-M-9型	CTX-M-9型ESBL+Class C
A38	<i>Escherichia coli</i>	Class A(CTX-M型)+Class C	CTX-M-9型、TEM型	CTX-M-9型ESBL+Class C
A39	<i>Serratia marcescens</i>	Class C		Class C

#### IV 結果

##### 1 薬剤感受性試験

腸内細菌科の 35 株のなかでカルバペネム系薬剤に耐性もしくは中間と判定された菌株は 5 株であった。内訳は、*Proteus mirabilis* 2 株がイミペネム (IPM) に耐性 (MIC 値: 4)、*Proteus mirabilis* 2 株と *Enterobacter cloacae* 1 株が IPM に中間 (MIC 値: 2) と判定された。メロペネム (MEPM) とドリペネム (DRPM) に耐性もしくは中間と判定された腸内細菌科の菌株は無かった。IPM の判定が中間となった *Enterobacter cloacae* 1 株 (表 6 の A15) は、セフメタゾール (CMZ) の判定も耐性 (MIC 値: >32) となり、腸内細菌科の菌株で唯一カルバペネム耐性腸内細菌科細菌感染症の届出基準を満たした。多剤耐性緑膿菌 (MDRP) は、IPM、MEPM、DRPM 全てが耐性 (全て MIC 値: >8) と判定された。また、コリスチン (CL) の適応菌種のなかで耐性 (MIC 値: >4) と判定されたのは *Enterobacter* 属 2 株であり、上記のカルバペネム耐性腸内細菌科細菌感染症の届出基準に該当する菌株も含まれた。

##### 2 ディスク拡散法によるβ-ラクタマーゼ産生のスクリーニング

表現型で Class A-β-ラクタマーゼ (ECBL) のみ陽性になった菌株は 12 株あり、型別の内訳は CTX-M-型が 10 株、TEM-, SHV-型が 1 株、判定保留が 1 株であった。Class A-β-ラクタマーゼ (ESBL) と Class C (Amp C)-β-ラクタマーゼの両方を産生している菌株は 7 株あり、Class A-β-ラクタマーゼ (ESBL) の型別の内訳は CTX-M-型が 2 株、判定保留が 5 株であった。Class C (Amp C)-

$\beta$ -ラクタマーゼのみ陽性となった菌株は16株であった。多剤耐性緑膿菌(MDRP)はClass B(メタロ)- $\beta$ -ラクタマーゼに陽性を示した。結果を表6に示した。

なお、Class C(Amp C)- $\beta$ -ラクタマーゼの阻害剤である3-アミノフェニルボロン酸の阻害効果の判定に際し、阻害効果が弱く既定の5mmに満たないものも薬剤感受性試験の結果と比べて矛盾が無ければ陽性と判定した。

### 3 PCR法による $\beta$ -ラクタマーゼ遺伝子の検出

ESBL遺伝子が検出された菌株は19株あり、内訳はCTX-M-1型のみが5株、CTX-M-2型のみが5株、CTX-M-9型のみが2株、TEM-型のみが1株、TEM-型とCTX-M-1型の両方が1株、TEM-型とCTX-M-9型の両方が5株であった。TEM-型とCTX-M-1, 9型の両方が検出された菌株は、上記のClass A- $\beta$ -ラクタマーゼ(ESBL)表現型の型別でCTX-M-型を示したため、TEM-型遺伝子はペニシリナーゼだと推定された。そのため総合判定時にESBLの結果から削除した。プラスミド性Amp C- $\beta$ -ラクタマーゼ遺伝子が検出された菌株は3株あり、内訳はCIT-型が2株、EBC-型が1株であった。多剤耐性緑膿菌(MDRP)からはIMP-1型メタロ- $\beta$ -ラクタマーゼ遺伝子が検出された。遺伝子が検出されなかった菌株は13株ありこれらの菌株の表現型は全てClass C(Amp C)- $\beta$ -ラクタマーゼであった。また、表現型で他の $\beta$ -ラクタマーゼと共にClass C(Amp C)- $\beta$ -ラクタマーゼが陽性となった株でも遺伝子が検出されない場合が多かった。結果を表6に示した。

## V 考察

横須賀市内の医療機関に供与いただいた菌株を使用し各種 $\beta$ -ラクタマーゼ産生のスクリーニングと遺伝子検出を行い、カルバペネム系やセフェム系薬剤に対する耐性機構の解析を試みた。その結果、腸内細菌科の菌株35株のうち耐性機構にClass A- $\beta$ -ラクタマーゼ(ESBL)の関与が疑われたのは12株、Class A- $\beta$ -ラクタマーゼ(ESBL)とClass C(Amp C)- $\beta$ -ラクタマーゼの両方の関与が疑われたのは7株、Class C(Amp C)- $\beta$ -ラクタマーゼの関与が疑われたのは16株であった。また、多剤耐性緑膿菌(MDRP)はClass B(メタロ)- $\beta$ -ラクタマーゼの関与が疑われた。

ESBLの産生が疑われた菌株のうちTEM-型遺伝子が検出されTEM-型ESBLが疑われたのは1株のみであり、その他の18株は全てCTX-M-型遺伝子を検出した。国内のESBL感染症例はCTX-M-型が主流であり<sup>13</sup>、今回の結果と一致した。

Amp C- $\beta$ -ラクタマーゼの産生が疑われた菌株のうち、CIT-型遺伝子が検出されたのは2株、EBC-型遺伝子が検出されたのは1株であり、その他の20株はAmp C遺伝子未検出であった。EBC-型遺伝子を検出した*Enterobacter cloacae*は今回の調査で唯一の5類のカルバペネム耐性腸内細菌科細菌感染症の届出基準に該当し、その耐性機構はAmp C- $\beta$ -ラクタマーゼの過剰産生と細胞膜透過性低下と推定された。Amp C- $\beta$ -ラクタマーゼ産生が疑われた菌株で遺伝子未検出が多かった原因として考えられるのは、今回の調査対象であった遺伝子が全てプラスミド性の遺伝子であったため染色体上のAmp C遺伝子が検出できなかったことに加え、今回対象とした6種類以外のプラスミド性の遺伝子が含まれたためだと推測された。

多剤耐性緑膿菌(MDRP)はメタロ- $\beta$ -ラクタマーゼのIMP-1型遺伝子が検出された。IMP-1型は国内でしばしば分離され<sup>1</sup>、今回の結果と一致した。

## VI まとめ

世界中で問題となっている薬剤耐性菌の中でも伝搬力が強く急速に拡散が進みつつあるカルバペネム耐性腸内細菌科の判定には、カルバペネマーゼだけでなく各種 $\beta$ -ラクタマーゼの判定等の総合的な判断が求められる。菌株収集を依頼した時期はカルバペネム耐性腸内細菌科細菌感染症が5類に追加される前であり、市内の発生の情報も無かったため、苦肉の策としてカルバペネマーゼ産生が疑われる多剤耐性緑膿菌(MDRP)とセフェム系薬剤に耐性を示す腸内細菌科の菌株を収集していただいたが、幸いにもカルバペネム耐性腸内細菌科細菌感染症の届出基準に該当する*Enterobacter cloacae* 1株が含まれていた。この菌株のカルバペネム耐性機構はAmp C- $\beta$ -ラクタマーゼの過剰産生と細胞膜透過性低下の関与が疑われ、カルバペネマーゼは検出されなかったものの、検査体制を整備する上で有用であった。今回検討した検査法は、 $\beta$ -ラクタマーゼの解

析が全てできるものではないが、国立感染症研究所等の上位研究機関に相談する前段のスクリーニング検査法として用いることで、連携を円滑に行うことが可能になると考えられた。

## VII 謝辞

菌株収集にご協力頂いた市内医療機関の皆様と研修でご指導いただいた国立感染症研究所細菌第二部の先生方に感謝いたします。

## VIII 参考文献

- 1 荒川宜親: 病原微生物検出情報, 35(12) 238-284. (2014)
- 2 国立感染症研究所: 病原微生物検出情報 35(12) 281-282. (2014)
- 3 WORLD HEALTH ORGANIZATION, et al: *Antimicrobial resistance: global report on surveillance*. (2014).
- 4 WORLD HEALTH ORGANIZATION, et al: *Sixty-seventh world health assembly, resolutions and decisions, annexes*. (2014)
- 5 「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第12条第1項及び第14条第2項に基づく届出基準等について(一部改正)」(厚生労働省健康局結核感染症課長通知 平成26年9月9日 健感発0909第2号)
- 6 「医療機関等における院内感染対策について」(厚生労働省医政局指導課長通知 平成23年6月17日 医政指発0617第1号)
- 7 Shibata, Naohiro, et al: *Antimicrobial agents and chemotherapy* 50(2) 791-795. (2006)
- 8 Yagi, Tetsuya, et al: *FEMS microbiology letters* 184(1) 53-56. (2000)
- 9 Shibata, Naohiro, et al: *Journal of clinical microbiology* 41(12) 5407-5413. (2003)
- 10 荒川宜親 他: 厚生労働省科学研究費補助金 新型インフルエンザ等新興・再興感染症研究事業「新型薬剤耐性菌等に関する研究」平成22年度研究報告書, 22-27. (2011)
- 11 Poirel, Laurent, et al: *Antimicrobial Agents and Chemotherapy* 48(1) 15-22. (2004)
- 12 Pérez-Pérez, F, et al: *Journal of Clinical Microbiology* 40(6) 2153-2162. (2002)
- 13 Ishii, Yoshikazu, et al: *Antimicrobial agents and chemotherapy* 39(10) 2269-2275. (1995)

## 市内に流通している畜産物中の残留動物用医薬品調査（第 4 報）

加藤 秀樹

### I はじめに

動物用医薬品は畜水産物の生産段階において、疾病の予防と治療、生産性の向上等の目的で使用されている。しかし、食品に残留した動物用医薬品の食品衛生法違反事例が相次いでいる。また、輸入時の検査において、検疫所等での輸入食品検査は届出件数の約 8%<sup>1) 2)</sup> であり、全ての輸入食品の検査が行われるわけではなく、新たな動物用医薬品・農薬・食品添加物等の開発・使用・違反事例発生も考えられる。これらの背景を受けて、平成 23 年度より食肉について残留動物用医薬品の試験法検討と実態調査を実施してきたところであり、本報では平成 26 年度の調査結果について報告する。また、調査に先立って、平成 22 年度に策定された「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」<sup>3) 4)</sup>（以下、「ガイドライン」という。）に基づき、妥当性評価試験を行ったので併せて報告する。

### II 調査方法

#### 1 調査計画

調査期間は平成 23 年度から平成 27 年度までの 5 ケ年とし、保健所収去検査で未実施かつ市民生活で消費量の多い食肉、肝臓及び食鳥卵を対象として、「市内に流通している畜産物中の残留動物用医薬品調査」を継続して実施する。

#### 2 調査対象（試買品）

当所において、これまでに検査未実施であった豚肉と鶏肉を中心に調査対象とする。畜産物は検査部位（筋肉、脂肪、肝臓、腎臓、その他）により試験法及び基準値が異なる場合がある。

#### 調査計画（調査対象部位）

H23 年度	H24 年度	H25 年度	H26 年度	H27 年度
豚筋肉 ロース		豚筋肉 もも肉		牛筋肉 リブ
フィレ		豚肝臓 レバー		もも肉
鶏筋肉 ササミ		鶏筋肉 もも肉		鶏卵
胸肉		鶏肝臓 レバー		うずら卵

平成 26 年度は平成 25 年度に引き続き、筋肉部位（豚もも肉、鶏もも肉各 2 検体）、肝臓（豚、鶏各 2 検体）の計 8 検体を調査対象とした。

### III 試験方法

#### 1 試薬

動物用医薬品 67 分析対象化合物（以下、「化合物」という。）を測定対象として検討を行った。

混合標準液：和光純薬（株）動物用医薬品混合標準液 PL-1-3 21 化合物

和光純薬（株）動物用医薬品混合標準液 PL-2-1 24 化合物

標準品：関東化学（株）、和光純薬（株）、林純薬（株）、シグマアルドリッチジャパン（株）及び Dr. Ehrenstorfer 22 化合物（代謝物 5 化合物を含む）

標準原液：標準品をメタノール、アセトニトリル又はテトラヒドロフランを用いて 100 μg/mL に調製した。



標準混合溶液：混合標準液と標準原液を混合し、40%アセトニトリルで希釈した（1 $\mu$ g/mL）。  
添加回収試験用標準混合溶液は標準混合溶液を40%アセトニトリルで希釈し、0.01、0.1 $\mu$ g/mLとし、同様に検量線作成用標準混合溶液は0.025、0.05、0.1、0.25及び0.5 $\mu$ g/mLを調製した。

クリーンアップ用カートリッジカラム：GLサイエンス（株）InertSep PLS-2 265mg/20mL

## 2 装置

LC-MS/MS:Waters社製 2695 Quattro micro  
ホモジナイザー：Kinematika社製 ポリトロンPT3100  
遠心機：（株）日立製作所製 CF7D2

## 3 測定条件

### 1) HPLC 条件

カラム：関東化学（株）Mightysil RP-18 GP 150-2.0（3 $\mu$ m）  
カラム温度：40 $^{\circ}$ C  
移動相：A液 0.1%ギ酸 B液 0.1%ギ酸アセトニトリル  
グラジエント条件（分析時間45分）  
A液 95%—85%（2分）—70%（10分）—5%（15分）—5%（30分）—95%（30.1分）  
流速：0.2mL/min  
注入量：10 $\mu$ L

### 2) MS 条件

イオン化：ESI+及びESI-のMRM測定  
キャピラリー電圧：3.5kV  
ソース温度：110 $^{\circ}$ C  
デゾルベーション温度：350 $^{\circ}$ C

## 4 分析方法

通知試験法<sup>5)</sup>及び既報<sup>6) 7)</sup>の方法を参考に検討を実施した。

### 1) 一斉分析法

厚生労働省より通知された「HPLCによる動物用医薬品等の一斉試験法I（畜水産物）」（以下「一斉試験法I」という。）及び既報の方法を参考に実施を検討した。操作の概要を図-1に示す。一斉試験法Iでは試料5gにアセトニトリル30mL、アセトニトリル飽和ヘキサン20mL、無水硫酸ナトリウム10gを加え抽出しアセトニトリル層を分離後、アセトニトリル20mLで2回目の抽出を行うが、当所では保有する遠心機の50mL遠沈管に試料を採取したため、抽出をアセトニトリル20mL、15mL $\times$ 2回の3回抽出に変更した。試験溶液に濁りが生じる場合があったため、最後に0.2 $\mu$ mフィルターろ過を行った。その他の操作は通知法に従った。

### 2) オキシテトラサイクリン法

通知法「オキシテトラサイクリン、クロルテトラサイクリン及びテトラサイクリン試験法」及び既報の方法を参考に実施を検討した。操作の概要を図-2に示す。通知法では試料5gに抽出液50mLを加えホモジナイズし、ヘキサンを加え振とう・遠心分離後、抽出液を全量回収してカラムによる精製を行うことになっているが、試料によってはヘキサンを加えて振とうした後にエマルジョンを生じるため、抽出液を全量分離することが困難な場合があった。このため、試料10g、抽出液100mLと2倍量にして抽出し、遠心分離後の抽出液を50mL分取してカラムによる精製を行った。その他の操作方法は通知法に従った。

## 5 妥当性評価試験

平成26年度は豚レバーと鶏もも肉を対象品としてガイドラインに基づき、4 1)及び2)の試験法について試料1gにつき、各標準品をそれぞれ0.01、0.1 $\mu$ g添加した。また、妥当性

評価試験を実施するにあたり、試料として使用する畜産物は測定対象の動物用医薬品が含まれていないブランク試料であることを確認した。

1) 併行精度

それぞれの濃度の試料について、5 併行の試験を実施した。

2) 室内精度

それぞれの濃度の試料について、1 日 1 回 (2 併行)、5 日間の試験を実施した。

#### IV 調査結果及び考察

##### 1 イオン化最適条件

5  $\mu$ g/mL に希釈した各標準品をシリンジポンプにより ESI プローブに注入し、ポジティブイオン化とネガティブイオン化の MRM 測定を行い、感度が最大となるようなコーン電圧及びオリジオン電圧等の条件を求めた。フロルフェニコール、クロルスロン、チアンフェニコール、スルファニトラン、ナイカルバジン及びジクラズリルはネガティブイオン化での感度が高い結果となった。分析対象化合物 67 化合物 (代謝物 5 化合物を含む) ごとの測定条件を表-1 に示す。

##### 2 検量線

LC-MS/MS による分析では、試料からの夾雑物の影響によるイオン化の促進・抑制といったマトリクス効果により定量を妨害されることが知られている。そのため、既報<sup>7)</sup>をもとに測定対象動物用医薬品を含まない試料を用いた試料抽出液に標準混合溶液を添加したマトリクス標準混合溶液を用いて検量線を作成した。

##### 3 妥当性評価試験

###### 1) 併行精度

一斉分析法とオキシテトラサイクリン法について、定量した結果より得られた回収率と変動係数を表-2 に示した。67 化合物 (代謝物 5 化合物を含む) を測定対象として、ガイドラインに示されている回収率 70 から 120%かつ濃度が 0.01ppm の試料では変動係数 25%未満、及び 0.1ppm の試料では変動係数 15%未満の条件を満たすことができた項目数は豚レバー 39 化合物、鶏もも肉 53 化合物となった。

###### 2) 室内精度

一斉分析法とオキシテトラサイクリン法について、定量した結果より得られた回収率と変動係数を表-3 に示した。ガイドラインに示されている回収率 70 から 120%かつ濃度が 0.01ppm の試料では変動係数 30%未満、及び 0.1ppm の試料では変動係数 20%未満の条件を満たすことができた数は豚レバー 37 化合物、鶏もも肉 50 化合物となった。

鶏もも肉と比較すると豚レバーの方が目標値に適合する化合物数が少ないが、試料が肝臓であるために代謝酵素の作用により、動物用医薬品が分解された可能性が考えられる。

##### 4 試買調査結果

「市内に流通している畜産物中の残留動物用医薬品調査」として国内産の豚もも肉、豚レバー、鶏もも肉及び鶏レバー各 2 検体計 8 検体を市内にて購入した。妥当性評価試験 3 (1)、2) において、併行精度の目標値と室内精度の目標値をそれぞれ 2 つの濃度ですべて満たすことができた化合物を本試買調査の測定対象化合物とした。測定対象とすることができたのは豚レバー 37 化合物、鶏もも肉 50 化合物であった。また、今年度妥当性確認を実施していない豚もも肉と鶏レバーについては、それぞれ昨年度実施した妥当性評価試験の結果を適用して調査を行った。表-4 に示す結果のとおり、調査において検出された化合物はなかった。

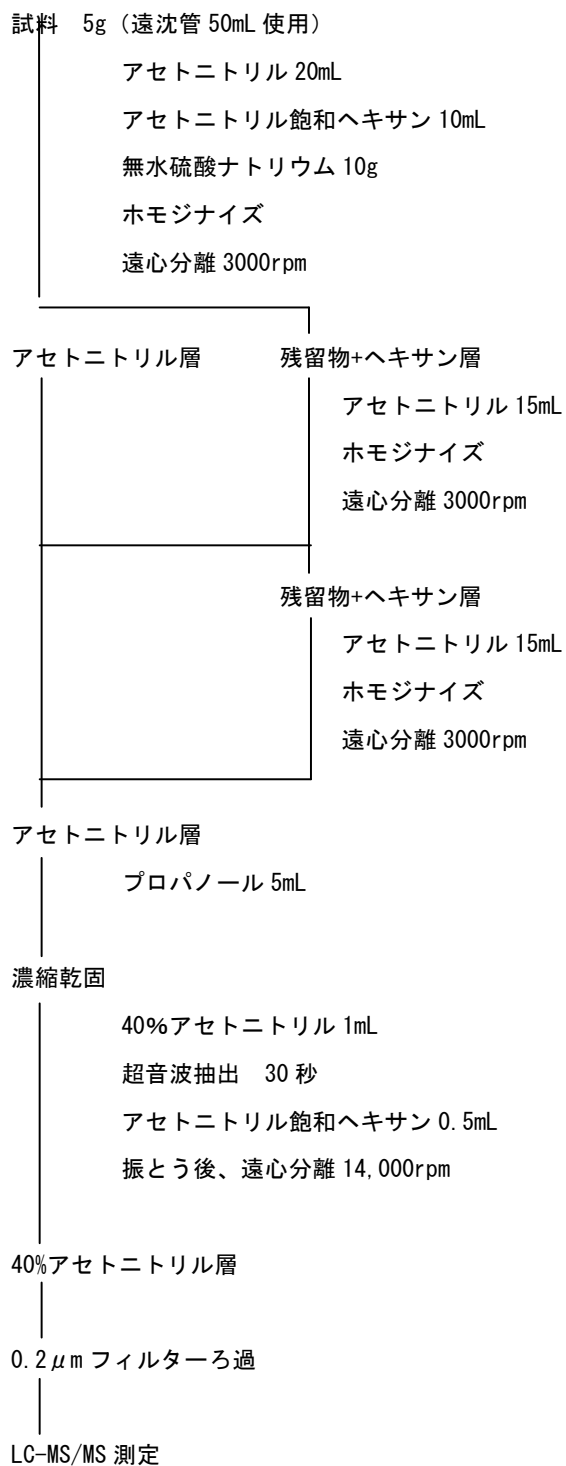


図-1 一斉分析法

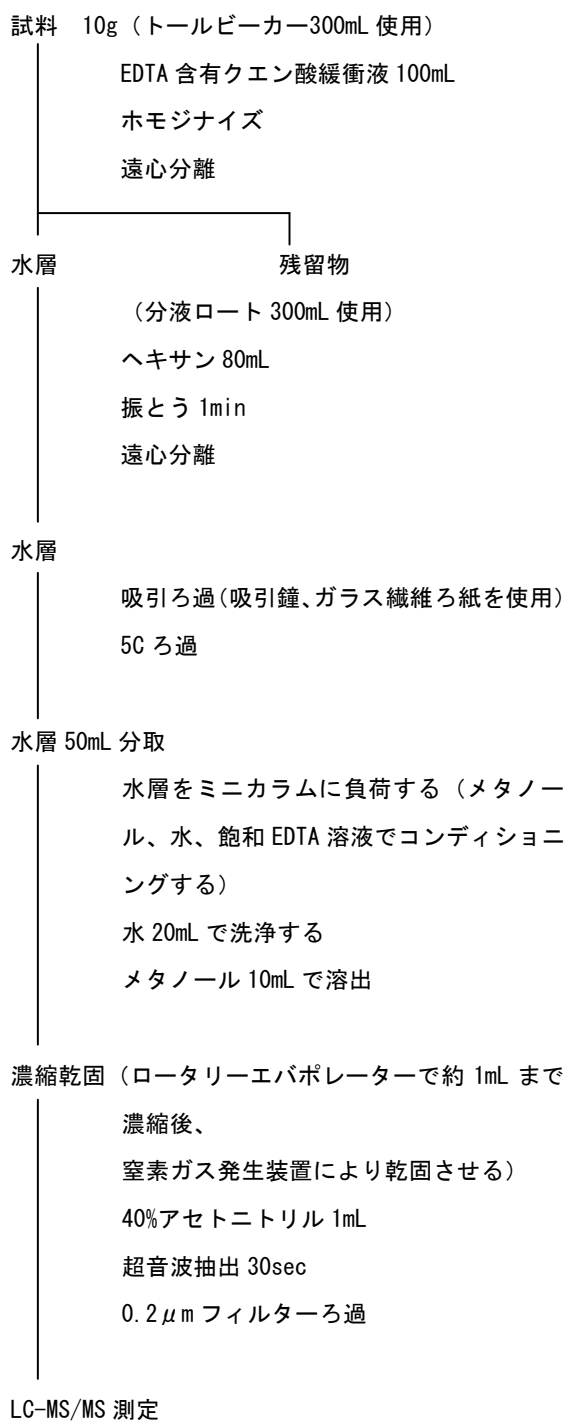


図-2 オキシテトラサイクリン分析法

表-1 分析対象化合物名とイオン化最適条件

No	分析対象化合物名	RT (min)	定量用イオン測定条件				確認用イオン測定条件				Q Trace
			フレカーサー (m/z)	プロダクト (m/z)	CV(V)	CE(V)	フレカーサー (m/z)	プロダクト (m/z)	CV(V)	CE(V)	
1	リンコマイシン	8.25	407	126	40	25	407	359	40	20	1
2	スルファセタミド	6.89	215	156	20	10	215	92	20	15	1
3	ダノフロキサシン	9.84	358	340	40	25	358	96	40	30	3
4	キンラジン	10.71	221	90	40	25	221	164	40	30	3
5	クレンブテロール	11.01	277	203	25	15	277	259	25	10	5
6	ピリメタミン	13.21	249	177	45	30	249	233	45	35	7
7	トリクロルホン	12.22	259	127	25	15	259	223	25	10	6
8	チルミコシン	14.76	870	174	55	45	870	88	55	50	8
9	チアムリン	16.98	494	192	35	25	494	119	35	30	10
10	フレドニゾロン	16.95	361	343	25	10	361	325	25	15	10
11	ヒドロコルチゾン	17.16	363	121	35	25	363	327	35	20	10
12	デキサメタゾン	17.91	393	373	20	10	393	355	20	15	11
13	エマメクチンB1	18.76	886	158	50	35	886	82	50	40	12
14	ファミフル(ファンフル)	19.43	326	217	30	20	326	281	30	15	13
15	フェノブカルブ	19.61	208	95	20	15	208	152	20	10	13
16	テメボス(アバテ)	21.54	467	419	35	25	467	143	35	30	14
17	アレスリン	21.94	303	107	20	20	303	93	20	15	14
18	モネンシン	24.65	679	465	55	55	679	447	55	50	15
19	フロルフェニコール	14.70	356	336	-30	-10	356	185	-30	-15	4
20	2-アセチルアミノ-5-ニコチンアゾール	14.32	188	146	20	10	188	100	20	15	8
21	クロルスロン	16.41	380	344	-25	-20	380	344	-25	-25	4
22	5-プロピルスルホニル-1H-ベンズイミダゾール-2-アミン	8.11	240	133	40	25	240	198	40	20	1
23	レバミゾール	7.75	205	178	40	20	205	123	40	25	1
24	チアベンダゾール	8.29	202	175	45	25	202	131	45	30	1
25	トリメトプリム	8.97	291	230	40	25	291	123	40	30	2
26	スルファジアジン	8.04	251	156	30	15	251	108	30	20	1
27	オルメトプリム	9.59	275	123	40	25	275	81	40	30	2
28	スルファチアゾール	8.86	256	156	20	15	256	92	20	20	2
29	スルファピリジン	9.18	250	92	30	25	250	156	30	20	2
30	スルファメラジン	9.69	265	156	30	20	265	108	30	25	2
31	チアンフェニコール	10.56	354	185	-30	-25	354	79	-30	-25	4
32	スルファジミジン	11.01	279	124	30	20	279	92	30	25	5
33	スルファメトキシピリダジン	11.33	281	156	30	15	281	108	30	20	5
34	スルファモノメトキシ	12.65	281	156	35	20	281	92	35	25	6
35	スルファクロピリダジン	13.10	285	156	30	15	285	92	30	20	7
36	スルファメトキサゾール	14.05	254	156	30	15	254	92	30	20	8
37	スルファドキシ	14.14	311	92	35	25	311	126	35	20	8
38	エトバベート	16.63	238	206	20	15	238	164	20	20	10
39	スルファキノキサリン	16.81	301	156	30	15	301	108	30	20	10
40	スルファジメトキシ	16.75	311	156	35	20	311	92	35	25	10
41	スルファニトラン	17.97	334	136	-50	-30	334	137	-50	-35	4
42	β-トレンボロン	18.40	271	199	35	25	271	107	35	30	12
43	α-トレンボロン	18.58	271	253	35	25	271	107	35	30	12
44	メレンゲステロールアセテート	20.71	397	337	30	15	397	279	30	20	14
45	ゼラノール	18.67	305	189	25	20	305	167	25	15	12
46	オキシテトラサイクリン	9.59	461	426	30	20	461	443	30	15	2
47	テトラサイクリン	10.11	445	410	25	20	445	427	25	15	3
48	クロルテトラサイクリン	12.78	479	444	30	20	479	462	30	15	6
49	フルベンダゾール	17.64	314	282	35	20	314	123	35	25	11
50	オキシリニック酸	15.78	262	244	30	20	262	216	30	25	9
51	ナイカルバジン	19.50	301	137	-25	-15	301.1	137	-25	-20	4
52	エンロフロキサシン	10.30	360	316	35	20	360	245	35	25	3
53	ジクラズリル	20.04	405	334	-35	-20	405	335	-35	-20	4
54	オフロキサシン	9.39	362	318	35	20	362	261	35	25	2
55	サラフロキサシン	11.06	386	342	40	20	386	299	40	25	5
56	ジフロキサシン	11.18	400	299	40	30	400	356	40	25	5
57	ナリジクス酸	17.82	233	187	25	25	233	215	25	20	11
58	ピロミド酸	18.76	289	271	30	25	289	243	30	30	12
59	クロビドール	8.25	192	101	50	25	192	87	50	30	1
60	クロサンテル	23.52	663	264	45	30	663	150	45	25	15
61	フルフロキサシン	9.22	320	276	35	20	320	233	35	25	2
62	シプロフロキサシン	9.55	332	288	35	20	332	288	35	25	2
63	5-ヒドロキシチアベンダゾール	7.28	218	191	45	30	218	147	45	35	1
64	ピオアレスリン	21.73	303	135	15	10	303	93	15	15	14
65	89Z-エマメクチン安息香酸塩	18.78	887	158	45	30	887	82	45	35	12
66	スピラマイシン	12.26	422	101	20	20	422	145	20	15	6
67	ネオスピラマイシン	11.01	350	174	20	15	350	160	20	20	5

表-2 併行精度結果 (n=5)

No	分析対象化合物名	0.01ppm添加 回収率%(CV%)		0.1ppm添加 回収率%(CV%)	
		豚レバー	鶏もも肉	豚レバー	鶏もも肉
1	リンコマイシン	87.04(3.61)	88.34(6.76)	86.63(3.29)	86.96(4.45)
2	スルファセタミド	44.50(13.68)	89.60(7.19)	61.84(6.00)	98.51(2.62)
3	ダノフロキサシン	77.98(21.56)	54.03(6.52)	105.84(1.40)	100.60(2.42)
4	キシラジン	41.08(13.33)	93.02(10.75)	62.49(8.21)	96.32(2.92)
5	クレンブテロール	81.90(1.89)	96.31(1.69)	78.14(2.62)	95.60(4.73)
6	ピリメタミン	62.93(11.15)	80.65(13.81)	60.12(3.67)	83.11(3.62)
7	トリクロルホン	97.42(4.44)	89.94(5.10)	103.88(3.52)	97.80(2.47)
8	チルミコシン	105.26(0.85)	99.63(1.55)	102.13(2.59)	94.73(3.86)
9	チアムリン	97.63(4.28)	97.82(2.01)	94.11(5.78)	97.27(3.03)
10	プレドニゾロン	98.10(6.43)	99.21(6.26)	96.68(3.20)	97.97(5.00)
11	ヒドロコルチゾン	92.57(7.03)	94.47(4.00)	101.12(2.13)	93.40(2.80)
12	デキサメタゾン	95.81(4.38)	98.27(8.02)	102.91(6.76)	99.23(2.67)
13	エマメクチンB1	67.35(6.62)	81.99(1.13)	48.71(3.36)	79.02(7.11)
14	ファミフル(ファンフル)	84.13(11.49)	75.70(4.07)	102.91(3.72)	91.85(5.03)
15	フェノブカルブ	58.27(22.64)	64.75(24.09)	61.63(3.68)	69.22(23.76)
16	テメホス(アバテ)	15.56(49.46)	13.29(24.78)	7.50(21.60)	9.29(16.97)
17	アレスリン	3.31(209.00)	12.69(26.89)	2.44(35.98)	4.04(26.15)
18	モネンシン	18.66(11.42)	30.10(17.87)	9.70(5.69)	20.38(6.98)
19	フロルフェニコール	97.04(10.14)	102.29(7.72)	107.54(2.62)	99.65(3.95)
20	2-アセチルアミノ-5-ニトロチアゾール	75.91(9.19)	74.50(17.54)	89.36(5.94)	79.74(3.39)
21	クロルスロン	79.99(11.53)	93.08(9.78)	89.81(1.73)	80.78(7.26)
22	5-フロピルスルホニル-1H-ベンズイミダゾール-2-アミン	77.07(3.81)	92.23(4.92)	75.73(5.56)	90.24(4.33)
23	レバミゾール	85.36(3.00)	94.62(4.95)	100.92(4.62)	96.41(4.70)
24	チアベンダゾール	86.41(6.06)	97.21(10.03)	87.66(4.35)	92.52(5.42)
25	トリメトプリム	92.33(1.38)	97.53(3.13)	95.07(3.21)	97.13(4.83)
26	スルファジアジン	36.09(11.38)	91.63(2.83)	53.18(7.92)	98.92(1.13)
27	オルメトプリム	92.75(2.70)	101.48(2.23)	93.50(4.82)	99.69(6.03)
28	スルファチアゾール	80.96(10.28)	90.43(2.34)	89.07(2.59)	97.17(4.76)
29	スルファピリジン	82.07(11.93)	81.11(4.77)	73.87(1.29)	99.01(2.87)
30	スルファメラジン	38.47(11.56)	87.93(7.82)	51.13(7.71)	99.48(1.63)
31	チアンフェニコール	98.98(3.09)	94.11(2.35)	107.21(3.85)	88.73(6.06)
32	スルファジミジン	77.73(1.72)	84.11(4.04)	91.16(2.34)	98.50(3.08)
33	スルファメトキシピリダジン	78.31(6.06)	83.37(2.19)	91.46(2.51)	100.26(1.26)
34	スルファモノメトキシ	38.71(9.49)	100.19(2.86)	49.94(7.24)	99.47(4.00)
35	スルファクロルピリダジン	64.06(5.73)	92.21(4.11)	67.34(2.96)	97.95(3.85)
36	スルファメトキサゾール	65.68(5.20)	93.06(4.18)	70.59(3.24)	98.58(1.92)
37	スルファドキシ	70.49(4.81)	89.16(3.34)	85.60(2.09)	100.96(2.72)
38	エトパベート	95.69(1.73)	93.23(3.08)	106.82(3.69)	99.90(3.77)
39	スルファキノキサリン	41.10(7.81)	89.08(13.48)	45.44(9.09)	93.58(8.37)
40	スルファジメトキシ	44.76(8.88)	92.86(3.45)	55.89(7.61)	94.89(4.81)
41	スルファニトラン	86.29(12.73)	81.09(19.75)	107.66(3.34)	94.00(3.97)
42	β-トレンボロン	73.12(3.65)	87.82(8.95)	74.77(1.55)	86.72(4.85)

表-2の続き

No	分析対象化合物名	0.01ppm添加 回収率%(CV%)		0.1ppm添加 回収率%(CV%)	
		豚レバー	鶏もも肉	豚レバー	鶏もも肉
43	α-トレンボロン	74.19(1.22)	77.34(4.09)	75.54(1.90)	86.98(3.67)
44	メレンゲストロールアセテート	54.52(11.12)	61.35(4.06)	48.70(3.38)	62.73(14.00)
45	ゼラノール	86.32(15.60)	97.24(5.18)	100.79(2.76)	95.72(4.42)
46	オキシテトラサイクリン	81.95(4.69)	87.30(13.72)	88.20(3.84)	92.45(4.85)
47	テトラサイクリン	74.96(2.57)	83.86(13.62)	85.73(5.06)	82.83(6.90)
48	クロルテトラサイクリン	90.63(12.21)	51.99(13.02)	58.31(15.46)	34.33(28.45)
49	フルベンダゾール	86.90(19.37)	81.82(10.48)	59.19(3.63)	81.17(16.12)
50	オキシリニック酸	97.23(4.86)	94.44(8.51)	108.05(2.05)	101.71(1.22)
51	ナイカルバジン	43.53(42.91)	—	56.57(5.05)	42.34(2.59)
52	エンロフロキサシン	92.68(4.24)	99.69(3.20)	87.86(3.66)	96.07(2.44)
53	ジクラズリル	44.09(21.34)	56.82(11.37)	62.31(7.79)	52.69(6.64)
54	オフロキサシン	87.27(2.53)	91.48(1.98)	91.70(4.13)	94.96(6.14)
55	サラフロキサシン	73.00(3.87)	80.71(3.97)	69.74(2.83)	78.79(4.61)
56	ジフロキサシン	89.30(1.86)	99.43(1.02)	88.74(3.88)	96.10(4.20)
57	ナリジクス酸	89.21(11.54)	83.24(12.09)	100.77(2.29)	91.82(4.29)
58	ピロミド酸	87.40(7.70)	77.40(1.92)	89.31(2.17)	90.52(5.70)
59	クロピドール	96.43(3.65)	91.04(3.54)	107.53(3.34)	100.03(3.14)
60	クロサンテル	30.38(85.31)	42.39(33.15)	11.27(52.08)	12.02(23.03)
61	ノルフロキサシン	65.17(5.74)	72.74(11.16)	65.96(1.28)	72.46(3.63)
62	シプロフロキサシン	66.50(9.41)	74.03(17.81)	68.75(7.25)	73.96(22.71)
63	5-ヒドロキシチアベンダゾール	85.64(2.59)	100.17(12.77)	99.37(4.12)	99.42(2.36)
64	ピオアレスリン	7.90(20.65)	17.23(17.60)	2.26(7.73)	4.94(16.87)
65	89Z-エマメクチン安息香酸塩	64.07(5.05)	83.27(2.85)	47.36(3.61)	77.41(6.84)
66	スピラマイシン	97.14(3.91)	102.77(7.72)	57.62(2.85)	71.59(12.37)
67	ネオスピラマイシン	77.19(6.15)	91.25(14.10)	58.36(5.49)	61.76(2.39)

表-3 室内精度結果 (n=2 5 日間)

No	分析対象化合物名	0.01ppm添加 回収率% (CV%)		0.1ppm添加 回収率% (CV%)	
		豚レバー	鶏もも肉	豚レバー	鶏もも肉
1	リンコマイシン	84.96(3.61)	82.30(9.45)	83.53(4.80)	81.59(8.68)
2	スルファセタミド	37.70(23.80)	79.66(15.74)	59.21(6.85)	96.25(5.99)
3	ダノフロキサシン	70.26(20.04)	50.29(11.05)	108.75(3.56)	94.19(10.38)
4	キシラジン	36.20(17.81)	83.42(15.19)	57.66(11.00)	93.50(4.13)
5	クレンプテロール	80.08(2.84)	89.94(8.66)	74.97(5.19)	89.89(7.71)
6	ピリメタミン	59.21(10.42)	74.22(14.41)	57.58(5.75)	80.63(4.27)
7	トリクロロホン	92.70(6.43)	83.74(9.35)	107.24(4.22)	96.22(6.57)
8	チルミコシン	105.74(5.88)	96.67(8.76)	100.11(4.79)	89.92(6.81)
9	チアムリン	94.08(5.05)	91.48(9.35)	89.77(6.76)	98.27(6.17)
10	プレドニゾロン	87.64(15.80)	91.41(10.50)	96.77(4.94)	93.39(6.27)
11	ヒドロコルチゾン	84.07(12.37)	88.44(7.86)	97.85(5.64)	90.14(4.83)
12	デキサメタゾン	88.93(9.67)	92.41(8.96)	112.45(9.97)	94.82(5.34)
13	エマメクチンB1	64.17(7.07)	76.57(9.49)	45.89(7.25)	74.08(9.30)
14	ファミール(ファンフル)	79.63(10.25)	72.18(6.34)	104.40(4.83)	88.42(5.78)
15	フェノブカルブ	52.43(20.52)	58.49(21.57)	59.30(5.15)	64.73(21.00)
16	テメホス(アバテ)	—	9.18(58.70)	5.92(34.27)	7.23(35.33)
17	アレスリン	1.66(297.64)	8.25(69.21)	1.30(104.05)	2.83(62.35)
18	モネンシン	16.25(18.41)	24.90(28.60)	9.10(8.20)	20.75(17.16)
19	フロルフェニコール	88.87(12.45)	98.54(19.16)	111.05(3.81)	93.25(12.59)
20	2-アセチルアミノ-5-ニトロアゾール	70.40(10.77)	63.17(24.22)	85.36(6.71)	79.19(14.16)
21	クロルスロン	66.01(24.90)	91.63(28.01)	86.76(4.00)	79.65(18.58)
22	5-プロピルスルホニル-1H-ベンズイミダゾール-2-アミン	74.01(5.26)	85.58(9.77)	70.70(8.78)	85.04(7.46)
23	レバミゾール	82.81(4.35)	87.23(10.34)	95.90(6.48)	93.26(4.92)
24	チアベンダゾール	82.34(6.90)	88.07(13.60)	82.70(7.33)	88.48(6.31)
25	トリメトプリム	91.15(1.90)	90.61(9.00)	91.56(5.43)	91.41(7.50)
26	スルファジアジン	32.71(14.03)	86.10(7.88)	49.88(9.25)	99.70(4.81)
27	オルメトプリム	89.07(5.19)	95.67(10.06)	89.13(6.26)	92.74(9.13)
28	スルファチアゾール	70.58(18.16)	83.17(9.41)	86.41(4.02)	93.00(6.00)
29	スルファピリジン	74.79(14.01)	76.67(8.48)	72.17(2.85)	96.35(3.66)
30	スルファミラジン	42.69(96.16)	82.38(9.71)	48.21(8.78)	98.49(6.54)
31	チアンフェニコール	93.86(15.63)	102.41(29.63)	110.81(9.98)	78.91(14.40)
32	スルファジミジン	75.35(4.81)	83.38(10.40)	89.31(2.78)	100.24(6.95)
33	スルファメキシピリダジン	74.60(7.58)	83.61(9.95)	88.81(3.67)	99.30(6.64)
34	スルファモノメキシ	34.42(15.33)	94.22(8.15)	46.89(8.97)	95.50(5.61)
35	スルファクロルピリダジン	26.30(29.12)	85.45(10.35)	37.46(10.52)	93.31(6.84)
36	スルファメキサゾール	32.06(20.84)	87.77(7.60)	47.50(12.24)	94.25(7.07)
37	スルファドキシ	23.43(25.30)	85.51(5.59)	82.97(4.29)	101.11(6.53)
38	エトパベート	93.26(3.33)	89.38(6.00)	109.85(4.22)	97.25(6.48)
39	スルファキノキサリン	36.00(16.48)	82.56(12.82)	43.01(8.91)	88.90(8.33)
40	スルファジメキシ	41.04(11.93)	88.25(6.61)	53.20(7.73)	94.35(6.48)
41	スルファニトラン	78.22(14.53)	72.38(19.65)	111.08(3.99)	89.12(7.49)
42	β-トレンボロン	70.48(4.75)	78.71(14.17)	72.42(4.06)	87.71(13.35)
43	α-トレンボロン	71.57(4.34)	77.87(14.33)	73.23(4.18)	87.45(12.57)
44	メレンゲストロールアセテート	51.40(10.33)	57.56(8.41)	47.80(3.07)	52.21(35.66)
45	ゼラノール	72.63(24.63)	89.34(10.72)	101.41(6.51)	94.05(10.30)

表-3の続き

No	分析対象化合物名	0.01ppm添加 回収率%(CV%)		0.1ppm添加 回収率%(CV%)	
		豚レバー	鶏もも肉	豚レバー	鶏もも肉
46	オキシテトラサイクリン	76.82(9.22)	80.17(13.86)	85.34(4.67)	78.74(18.93)
47	テトラサイクリン	70.97(7.34)	76.52(14.22)	81.32(7.04)	70.89(19.72)
48	クロルテトラサイクリン	76.68(22.99)	40.36(40.75)	51.20(19.15)	28.31(40.43)
49	フルベンダゾール	76.51(20.83)	74.67(12.93)	56.94(5.25)	67.13(36.39)
50	オキシリニック酸	93.69(5.46)	90.83(7.33)	110.30(2.66)	101.13(6.31)
51	ナイカルバジン	27.18(79.64)	—	54.14(6.22)	36.80(22.86)
52	エンロフロキサシン	88.94(5.42)	99.31(7.25)	84.92(4.67)	71.73(4.42)
53	ジクラズリル	36.03(29.54)	50.23(16.64)	57.94(9.95)	48.81(11.07)
54	オフロキサシン	85.50(2.81)	89.50(13.80)	88.16(5.25)	90.31(7.24)
55	サラフロキサシン	70.57(4.97)	80.74(15.54)	71.68(4.81)	78.44(13.79)
56	ジフロキサシン	87.51(2.74)	95.57(8.18)	84.88(5.61)	92.22(5.53)
57	ナリジクス酸	85.35(9.39)	77.95(11.54)	101.49(3.62)	91.84(9.37)
58	ピロミド酸	81.78(9.23)	77.07(13.98)	86.43(4.47)	86.87(6.22)
59	クロビドール	93.23(5.20)	86.84(6.03)	110.35(3.73)	98.97(5.96)
60	クロサンテル	15.52(150.34)	27.46(70.49)	6.70(92.97)	8.90(42.63)
61	ノルフロキサシン	47.01(6.47)	65.92(13.79)	43.02(5.60)	70.56(3.80)
62	シプロフロキサシン	49.60(8.32)	67.84(25.37)	48.78(5.87)	66.94(3.95)
63	5-ヒドロキシチアベンダゾール	83.37(3.62)	90.11(15.34)	94.54(6.12)	98.16(6.94)
64	ビオアレスリン	6.22(34.64)	12.15(55.98)	1.97(17.62)	3.86(38.56)
65	89Z-エマメクチン安息香酸塩	60.31(7.57)	77.87(9.20)	44.88(6.59)	72.94(8.45)
66	スピラマイシン	91.41(7.98)	98.94(12.49)	42.52(12.09)	70.19(32.67)
67	ネオスピラマイシン	76.93(23.58)	84.53(21.99)	25.89(21.24)	58.67(6.49)



表-4 試買調査結果

No	分析対象化合物名	A店舗購入品				B店舗購入品			
		豚もも肉	豚レバー	鶏もも肉	鶏レバー	豚もも肉	豚レバー	鶏もも肉	鶏レバー
1	リンコマイシン	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出
2	スルファセタミド	不検出	——	不検出	——	不検出	——	不検出	——
3	ダノフロキサシン	——	不検出	——	不検出	——	不検出	——	不検出
4	キシラジン	——	——	不検出	——	——	——	不検出	——
5	クレンプテロール	不検出	不検出	不検出	——	不検出	不検出	不検出	——
6	ピリメタミン	不検出	——	不検出	——	不検出	——	不検出	——
7	トリクロロホン	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出
8	チルミコシン	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出
9	チアムリン	不検出	不検出	不検出	——	不検出	不検出	不検出	——
10	フレニゾロン	不検出	不検出	不検出	——	不検出	不検出	不検出	——
11	ヒドロコロチゾン	——	不検出	不検出	——	——	不検出	不検出	——
12	デキサメタゾン	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出
13	エマメクテンB1	不検出	——	不検出	——	不検出	——	不検出	——
14	ファムフル(ファンフル)	不検出	不検出	不検出	——	不検出	不検出	不検出	——
15	フェノブカルブ	——	——	——	——	——	——	——	——
16	テメホス(アバテ)	——	——	——	——	——	——	——	——
17	アレスリン	——	——	——	——	——	——	——	——
18	モネンシン	——	——	——	——	——	——	——	——
19	フロルフェニコール	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出
20	2-アセチルアミノ-5-クロロアゾール	不検出	不検出	——	——	不検出	不検出	——	——
21	クロルスロン	——	——	不検出	——	——	——	不検出	——
22	5-フルロピルホル-1H-ベンズイミダゾール-2-アミン	不検出	不検出	不検出	——	不検出	不検出	不検出	——
23	レハミゾール	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出
24	チアベンダゾール	不検出	不検出	不検出	——	不検出	不検出	不検出	——
25	トリメトプリム	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出
26	スルファジアジン	不検出	——	不検出	不検出	不検出	——	不検出	不検出
27	オルメトプリム	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出
28	スルファチアゾール	不検出	不検出	不検出	——	不検出	不検出	不検出	——
29	スルファピリジン	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出
30	スルファメラジン	不検出	——	不検出	不検出	不検出	——	不検出	不検出
31	チアンフェニコール	——	不検出	不検出	不検出	——	不検出	不検出	不検出
32	スルファジミジン	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出
33	スルファメキシピリダジン	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出
34	スルファモノトキシ	不検出	——	不検出	不検出	不検出	——	不検出	不検出
35	スルファクロルピリダジン	不検出	——	不検出	不検出	不検出	——	不検出	不検出
36	スルファメキサゾール	不検出	——	不検出	不検出	不検出	——	不検出	不検出
37	スルファドキシ	不検出	——	不検出	不検出	不検出	——	不検出	不検出
38	エトバベート	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出
39	スルファキノキサリン	不検出	——	不検出	——	不検出	——	不検出	——
40	スルファジメトキシ	不検出	——	不検出	——	不検出	——	不検出	——
41	スルファニトラ	——	不検出	不検出	——	——	不検出	不検出	——
42	β-トレンボロン	——	不検出	不検出	——	——	不検出	不検出	——
43	α-トレンボロン	——	不検出	不検出	——	——	不検出	不検出	——
44	メレンゲストロールアセテート	——	——	——	——	——	——	——	——
45	ゼラノール	不検出	不検出	不検出	——	不検出	不検出	不検出	——
46	オキシテトラサイクリン	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出
47	テトラサイクリン	——	不検出	不検出	不検出	——	不検出	不検出	不検出
48	クロルテラサイクリン	——	——	——	——	——	——	——	——
49	フルベンダゾール	不検出	——	——	——	不検出	——	——	——
50	オキシリニク酸	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出
51	ナイカルバジン	——	——	——	——	——	——	——	——
52	エンロフロキサシン	——	不検出	不検出	——	——	不検出	不検出	——
53	ジクラズリル	——	——	——	——	——	——	——	——
54	オフロキサシン	不検出	不検出	不検出	——	不検出	不検出	不検出	——
55	サラフロキサシン	不検出	——	不検出	——	不検出	——	不検出	——
56	ジフロキサシン	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出
57	ナリジク酸	——	不検出	不検出	——	——	不検出	不検出	——
58	ピロミド酸	不検出	不検出	不検出	——	不検出	不検出	不検出	——
59	クロビドール	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出
60	クロサンテル	——	——	——	——	——	——	——	——
61	ルフロキサシン	——	——	——	——	——	——	——	——
62	シフロフロキサシン	——	——	——	——	——	——	——	——
63	5-ヒドロキシチアベンダゾール	——	不検出	不検出	不検出	——	不検出	不検出	不検出
64	ピオアレスリン	——	——	——	——	——	——	——	——
65	89Z-エマメクテン安息香酸塩	不検出	——	不検出	——	不検出	——	不検出	——
66	スピラマイシン	不検出	——	——	——	不検出	——	——	——
67	ネオスピラマイシン	不検出	——	——	——	不検出	——	——	——

表中の「——」は妥当性評価確認にてガイドラインの目標値を満たすことのできなかった化合物を表す。

## V まとめ

- 1) LC-MS/MS を用いた一斉分析法及びオキシテトラサイクリン法により、豚肝臓(レバー)及び鶏筋肉(もも肉)を対象品として動物用医薬品 67 化合物(代謝物 5 化合物を含む)を各 0.01ppm 及び各 0.1ppm 添加し併行精度の確認を実施した結果、豚レバー 39 化合物、鶏もも肉 53 化合物がガイドラインに示されている回収率 70~120%かつ変動係数 15%未満(0.1ppm)又は 25%未満(0.01ppm)の条件を満たすことができた。また、同様に室内精度の確認を実施した結果、豚レバー 37 化合物、鶏もも肉 50 化合物がガイドラインに示されている回収率 70~120%かつ変動係数 20%未満(0.1ppm)又は 30%未満(0.01ppm)の条件を満たすことができた。鶏もも肉と比較すると豚レバーの方が目標値に適合する化合物数が少ないが、試料が肝臓であるために代謝酵素の作用により、動物用医薬品が分解された可能性が考えられる。
- 2) 市内に流通している国内産の豚もも肉、豚レバー、鶏もも肉及び鶏レバー各 2 検体計 8 検体を購入し、動物用医薬品調査を実施した。妥当性評価試験において、併行精度及び室内精度ともにガイドラインの目標値を満たした化合物(豚もも肉 43 化合物、豚レバー 37 化合物、鶏もも肉 50 化合物及び鶏レバー 26 化合物)について、検出された動物用医薬品はなかった。

## VI 参考文献等

- 1) 厚生労働省ホームページ 輸入食品の安全を守るために  
<http://www.mhlw.go.jp/topics/yunyu/tp0130-1.html>
- 2) 厚生労働省ホームページ 食品安全情報  
平成 9~18 年度 畜水産食品の残留有害物質モニタリング検査結果  
<http://www.mhlw.go.jp/topics/bukyoku/iyaku/syoku-anzen/monitorring/index.html>
- 3) 「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ついて」  
(厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知 平成 19 年 11 月 15 日 食安発第 1115001 号)
- 4) 「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 平成 22 年 12 月 24 日 食安発第 1224 第 1 号)
- 5) 「食品中に残留する農薬、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」  
(厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知 平成 17 年 11 月 29 日 食安発第 1129002 号)
- 6) 佐藤浩他：横須賀市健康安全科学センター年報 第 9 号(2006)~第 13 号(2010)  
「市内に流通している養殖魚介類中の残留有害物質調査」
- 7) 加藤秀樹：横須賀市健康安全科学センター年報 第 14 号(2011)~第 16 号(2013)  
「市内に流通している畜産物中の残留動物用医薬品調査」

# V 資 料

## i 課題検討及び発表報告等

### I 課題検討報告等

衛生管理や感染症対策等の検査業務に関しては、新たな感染症への対応や検査体制の充実を目的として新規の検査項目を導入するとともに、検査精度の向上と検査の効率化、迅速化を目指して検査方法の改善・変更、課題の解決に取り組んだ。また、感染症対策上で重要な検査結果については別途、内容を取りまとめた。実施した取組みを表1に示した。

表1 取組み課題検討報告等

題 名	氏 名	掲載ページ*
肺炎球菌の検査方法について	長澤由美子	…
インフルエンザ菌の検査方法について	長澤由美子	…
検査法の変更 ノロウイルス遺伝子検査	天野肇	…
GC-MS/MSによる農産物中の残留農薬一斉試験法の妥当性評価について	鈴木良太	53
GC-MS/MSによる水質事故等の農薬一斉分析について	工藤昭信	59

\* 報告内容について、掲載ありは「ページ数」、掲載なしは「…」を表示

### II 発表報告等

地方衛生研究所全国協議会の研究部会での発表報告、また、3月20日に当センターにおいて検査業務に関する業務報告会を開催した。

所内業務報告会の演題名等を表2、保健所生活衛生課発表報告の演題名を表3、特別講演演題名を表4に示した。

表2 業務報告会の演題名等

	演 題 名	氏 名
1	排水のノニルフェノール検査について	尾崎良幸
2	輸入柑橘類中の防カビ剤検査について	加藤秀樹
3	平成26年度 精度管理・信頼性確保 ～検査精度のさらなる向上をめざして～	河崎正太郎
4	災害に対する事前対策及び対応について	沼田和也
5	デングウイルスの検査について	山口純子
6	予防検査業務について	穴戸みずほ

表3 保健所生活衛生課発表報告の演題名

研究部会名	題 名	氏 名
平成26年度全国食品衛生監視員研修会 優秀演題 (全国食品衛生監視員協議会会長賞)	殻付きカキの加熱による中心温度の変化について	三浦健太

表4 特別講演演題名

題 名	所 属	氏 名
インフルエンザ発生状況と最新の知見について	横浜市衛生研究所	川上千春先生

## GC-MS/MSによる農産物中の残留農薬一斉試験法の妥当性評価

鈴木良太

### I はじめに

食品中に残留する農薬等の検査については、厚生労働省が示す「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ついて」<sup>1)2)3)</sup>（以下ガイドラインという）により、使用する試験法の妥当性を確認することが求められている。このため、当センターで採用するQuECHERS法を用いた食品中の残留農薬迅速分析法について、ガイドラインに従って妥当性評価試験を実施したので、その結果を報告する。

### II 方法

#### 1 試料

バナナ及び市内で生産されたナス、イチゴ及びキャベツを添加回収用の試料とした。

#### 2 対象農薬

和光純薬(株)製農薬混合標準液 PL-1-1、PL-2-1、PL-3-2 に含まれる 84 農薬成分を対象とした。

#### 3 装置及び分析条件及び前処理法

既報のとおり<sup>4)5)</sup>

#### 4 妥当性評価方法

妥当性評価は、ガイドラインに基づいて定めた枝分かれ実験計画に従って実施した。キャベツ及びイチゴでは3名が、1日1回(2併行)、2日間、バナナ及びナスでは2名が、1日1回(2併行)、3日間、添加濃度は0.01ppm 及び0.1ppm の2濃度として、添加回収試験を実施した。

### III 結果および考察

添加回収試験の結果を表1、2に示す。真度、室内精度、併行精度ともにガイドラインの目標値を満たしたものは、バナナ 71 成分、ナス 72 成分、イチゴ 55 成分、キャベツ 67 成分であった。イチゴは、目標値を満たす成分が他の作物より少なく、特に精度に関して目標値を満たせない成分が他の作物よりも多い傾向があった。

4 作物のすべてで目標値を満たせなかった成分は、Bitertanol と Pyraclofos であった。Bitertanol は感度が悪いこともあって、どの作物でも精度が低く、装置を含めたこの試験法には適さないことが示唆された。

### IV まとめ

GC-MS/MS を用いた残留農薬一斉分析法について、ガイドラインに従い 4 種の作物を用いて妥当性評価をおこなった。84 農薬成分のうちの 7~9 割の成分が目標値を満たしており、一斉分析法として適用できると考えられた。

また目標値を満たす農薬成分は作物によって異なるため、今後も、他の作物について妥当性評価を実施することを予定している。

## V 参考文献

- 1) 「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ついて」  
(厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知 平成 19 年 11 月 15 日 食安発第 1115001 号)
- 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 平成 22 年 12 月 24 日 食安発第 1224 第 1 号)
- 3) 「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関する質疑応答集  
(Q&A)について」(厚生労働省医薬食品安全部基準審査課長通知 平成 23 年 12 月 8 日 食  
安其発第 1208 第 1 号)
- 4) 原晋一他 市内に流通している農作物中の残留農薬調査 (第 3 報) 横須賀市健康安全科学セ  
ンター年報 第 11 号 (2008) 53-71
- 5) 原晋一他 市内に流通している農作物中の残留農薬調査 (第 4 報) 横須賀市健康安全科学セ  
ンター年報 第 12 号 (2009) 38-51

表1 妥当性評価確認試験結果一覧(バナナ及びナス)

No	分析対象成分名	バナナ						ナス					
		添加濃度 0.01ppm			添加濃度 0.1ppm			添加濃度 0.01ppm			添加濃度 0.1ppm		
		真度 (%)	室内精度 (RSD%)	併行精度 (RSD%)	真度 (%)	室内精度 (RSD%)	併行精度 (RSD%)	真度 (%)	室内精度 (RSD%)	併行精度 (RSD%)	真度 (%)	室内精度 (RSD%)	併行精度 (RSD%)
1	Alachlor	98.1	12.5	6.7	101.4	12.0	3.9	102.9	6.0	4.3	92.9	8.1	6.2
2	Atrazine	97.8	11.2	11.7	99.3	10.5	6.9	80.4	10.5	4.9	89.5	8.5	7.5
3	Azinfos-methyl	107.0	16.6	7.2	111.3	12.7	8.1	80.8	19.1	4.9	101.5	12.1	7.0
4	Bifenthrin	76.1	22.3	14.0	77.8	16.6	8.1	83.1	18.3	14.4	71.2	8.1	8.1
5	Bitertanol1	<b>154.1</b>	<b>42.2</b>	10.7	<b>128.9</b>	19.6	7.4	119.6	15.0	7.6	86.3	12.9	4.8
6	Bitertanol2	<b>186.0</b>	<b>59.3</b>	10.5	<b>140.7</b>	<b>35.3</b>	<b>18.2</b>	<b>195.7</b>	<b>38.9</b>	<b>32.1</b>	<b>134.6</b>	<b>51.4</b>	<b>35.7</b>
7	Bromopropylate	96.9	11.0	4.2	101.0	9.6	4.2	97.5	4.1	2.5	103.3	5.5	4.9
8	Buprofezin	104.9	9.4	6.4	103.8	9.8	4.5	89.3	8.6	7.2	83.0	7.6	4.9
9	Carbofuran	<b>173.5</b>	<b>61.7</b>	7.2	<b>192.4</b>	<b>51.3</b>	8.5	95.9	7.9	2.5	99.1	10.6	5.8
10	Chlorbenzilate	112.9	6.6	3.7	108.0	6.8	2.4	87.0	7.4	6.8	83.2	4.7	6.3
11	Chlorfenapyr	<b>125.0</b>	19.2	14.9	101.0	12.9	<b>15.8</b>	106.2	25.6	12.7	85.7	18.9	13.9
12	Chlorfenvinphos(E)	109.3	10.5	6.4	104.8	11.8	5.5	113.2	5.9	5.0	101.7	5.8	6.3
13	Chlorfenvinphos(Z)	112.0	4.4	3.8	110.9	5.2	4.1	106.9	13.9	5.8	96.3	8.0	2.3
14	Chlorpyrifos	92.9	13.9	6.5	81.5	12.9	3.6	102.8	8.2	6.0	104.6	5.6	3.0
15	Chlorpyrifos-methyl	94.1	9.4	7.8	86.9	14.9	7.6	95.6	6.4	6.4	101.2	7.5	4.4
16	Cyfluthrin1	110.0	15.4	10.8	103.7	17.8	6.6	96.5	9.5	11.7	79.5	6.8	9.3
17	Cyfluthrin2	108.0	11.0	6.2	102.2	14.6	5.7	92.7	6.9	7.7	81.2	7.2	6.9
18	Cyhalothrin1	104.2	8.4	7.1	103.3	7.0	6.7	95.4	8.7	6.3	87.6	7.7	5.5
19	Cyhalothrin2	101.9	15.1	11.0	104.2	6.7	5.7	91.8	7.0	5.2	87.0	9.4	8.8
20	Cypermethrin1	105.7	10.2	9.2	101.2	15.4	7.6	96.3	16.7	14.1	80.9	8.5	7.6
21	Cypermethrin2	112.3	8.7	5.8	108.0	9.0	6.6	87.8	7.7	5.9	79.2	7.6	5.7
22	Cyproconazole	111.1	11.4	4.0	107.9	10.5	3.9	100.4	9.5	7.2	92.3	6.8	4.6
23	Diazinon	93.9	15.2	8.9	98.4	10.1	5.0	92.5	10.5	7.8	99.8	8.6	2.8
24	Difenoconazole	104.7	11.2	5.1	104.1	10.0	3.4	86.6	5.7	4.1	101.9	11.0	4.1
25	Diflufenican	88.0	7.0	4.3	91.8	5.5	3.1	95.9	5.9	4.2	90.5	5.5	3.8
26	Dimethoate	109.0	19.4	17.0	108.4	18.1	13.0	99.9	17.0	16.5	105.7	8.9	10.2
27	Endosulfan(a)	101.2	11.9	9.2	85.2	5.7	4.6	91.9	5.0	6.0	86.2	12.0	9.2
28	Endosulfan(b)	91.1	17.1	8.1	93.2	13.0	8.4	100.2	9.3	9.9	96.2	9.8	11.5
29	Ethion	104.0	9.3	2.1	99.0	4.1	3.1	106.0	6.5	6.0	94.1	6.4	4.2
30	Ethoprophos	77.9	26.2	<b>32.7</b>	87.0	12.7	6.6	<b>51.8</b>	10.6	3.6	<b>68.0</b>	9.5	9.1
31	Fenamiphos	105.5	21.6	11.9	<b>125.2</b>	12.0	5.7	<b>228.5</b>	<b>30.4</b>	6.3	<b>181.5</b>	<b>37.2</b>	11.9
32	Fenarimol	112.5	7.2	7.1	110.2	11.5	4.9	104.4	8.1	8.2	77.1	10.4	7.1
33	Fenbuconazole	117.1	14.0	6.6	109.1	14.8	5.4	104.8	8.4	4.4	88.7	8.7	4.4
34	Fenitrothion	111.3	9.4	10.0	108.0	11.4	5.8	96.6	10.4	6.4	99.0	12.3	3.5
35	Fenpropathrin	97.0	11.5	4.8	94.8	13.8	7.8	105.1	9.0	9.4	92.5	6.2	7.3
36	Fenpropimorph	119.3	13.6	5.2	98.2	6.8	5.5	<b>130.9</b>	15.3	12.7	110.4	<b>23.1</b>	12.3
37	Fenthion	109.4	8.4	3.2	106.0	9.4	4.7	<b>164.0</b>	27.9	7.2	<b>150.0</b>	<b>29.1</b>	13.4
38	Fenvalerate1	103.7	8.5	7.5	96.7	9.2	7.3	88.2	13.7	12.6	90.2	11.4	6.6
39	Fenvalerate2	99.1	8.7	2.6	92.4	9.3	4.6	79.8	16.3	6.5	83.2	14.8	6.0
40	Fipronil	99.2	11.3	11.6	107.1	6.9	4.1	79.9	15.8	9.8	102.3	11.2	5.2
41	Flucythrinate1	107.3	12.9	5.0	101.7	14.0	5.6	91.3	7.6	5.3	84.2	6.7	5.4
42	Flucythrinate2	108.1	12.0	4.5	104.9	11.9	5.4	85.8	7.4	5.4	85.3	5.5	5.0
43	Fluquinconazole	100.3	10.4	7.4	95.2	9.0	6.5	79.6	5.7	2.7	90.8	12.4	5.2
44	Fluridone	99.0	14.3	4.8	101.4	13.4	4.5	103.2	12.2	2.7	117.3	13.1	4.2
45	Flutolanil	109.0	5.2	3.5	102.3	5.0	3.1	97.2	13.0	7.0	87.3	8.5	5.1
46	Fluvalinate	95.8	10.6	5.9	97.9	10.3	6.2	<b>124.9</b>	<b>57.1</b>	3.1	<b>133.2</b>	<b>50.5</b>	4.0
47	Fosmet	105.7	3.9	2.9	112.7	6.7	4.1	89.2	10.5	4.3	103.0	13.2	5.9
48	Hexazinone	108.8	6.4	5.7	99.0	11.0	3.8	101.5	7.1	3.8	87.2	9.6	4.7
49	Isofenphos	108.7	20.1	4.8	107.4	15.6	8.0	109.8	12.3	5.3	90.8	6.8	6.4
50	Isofenphos Oxon	<b>130.9</b>	<b>46.6</b>	3.8	<b>127.4</b>	<b>31.8</b>	7.3	100.3	13.5	5.8	95.8	7.3	4.8
51	Isoprothiolane	107.0	7.4	4.5	107.5	6.5	3.5	106.9	7.0	5.9	95.4	7.2	4.7
52	Kresoxim-methyl	100.5	11.6	3.6	101.7	11.4	4.5	104.1	8.7	6.5	100.2	6.5	3.7
53	Malathion	<b>126.4</b>	20.4	6.0	<b>124.9</b>	<b>20.2</b>	5.6	103.3	6.0	3.5	96.4	8.3	4.9
54	Methodathion	101.3	14.9	5.6	106.7	12.8	4.7	103.7	6.5	5.6	98.3	12.4	5.3
55	Methoxychlor	106.4	7.1	5.2	103.3	5.5	2.4	94.6	3.0	2.6	94.2	3.9	5.0
56	Metolachlor	104.4	6.2	2.5	99.9	4.9	2.5	92.9	13.7	4.4	90.0	8.0	5.4
57	Myclobutanil	110.0	6.7	4.1	105.7	8.3	3.4	96.2	11.3	8.8	89.7	6.5	3.9
58	Norflurazon	96.3	9.5	4.4	88.8	10.1	3.2	100.3	10.1	5.4	104.1	9.5	4.0
59	Omethoate	<b>170.0</b>	<b>58.9</b>	15.6	<b>170.6</b>	<b>32.3</b>	6.8	90.3	14.6	6.4	94.4	15.9	10.8
60	Oxadiazon	102.2	10.6	6.2	98.4	9.2	3.7	106.7	8.9	1.9	90.0	8.2	4.7
61	Oxyfluorfen	97.2	12.8	9.7	100.0	10.6	8.1	88.5	11.1	7.5	99.8	14.8	4.8

表1 続き

No	分析対象成分名	バナナ						ナス					
		添加濃度 0.01ppm			添加濃度 0.1ppm			添加濃度 0.01ppm			添加濃度 0.1ppm		
		真度 (%)	室内精度 (RSD%)	併行精度 (RSD%)	真度 (%)	室内精度 (RSD%)	併行精度 (RSD%)	真度 (%)	室内精度 (RSD%)	併行精度 (RSD%)	真度 (%)	室内精度 (RSD%)	併行精度 (RSD%)
62	Parathion	100.4	12.3	7.7	98.1	15.2	5.9	95.9	11.7	7.4	97.2	9.3	6.8
63	Parathion-methyl	105.7	11.5	9.0	101.5	9.3	6.0	86.3	8.5	5.6	101.8	12.2	3.3
64	Penconazole	102.6	10.0	3.8	110.1	9.0	4.4	101.6	11.8	6.0	89.3	8.6	3.9
65	Pendimethalin	107.0	13.8	11.2	102.0	12.5	4.4	89.4	9.3	7.9	99.4	8.9	5.4
66	Permethrin(cis)	98.4	8.6	7.3	85.6	7.9	8.3	91.6	21.0	18.0	<b>66.3</b>	7.2	7.7
67	Permethrin(trans)	100.7	8.1	8.1	79.6	6.6	4.7	74.0	20.0	18.6	<b>58.3</b>	8.4	7.8
68	Pirimiphos-methyl	100.0	15.4	7.4	92.7	13.3	3.6	110.6	7.5	5.3	105.0	6.3	3.6
69	Procymidone	91.1	5.7	5.0	93.2	9.3	2.5	106.6	11.4	7.1	111.7	4.7	4.1
70	Profenofos	116.1	11.5	4.1	106.8	8.8	5.5	92.9	6.8	7.4	94.3	6.2	4.9
71	Propanil	97.2	16.0	11.5	113.3	12.5	7.9	96.2	10.7	8.5	92.8	9.9	5.7
72	Propargite	108.2	6.8	5.5	104.5	11.5	6.3	95.1	15.3	12.2	81.8	11.7	12.2
73	Propiconazole1	102.1	11.3	6.8	90.4	15.8	8.2	107.6	10.1	5.0	98.9	12.2	10.2
74	Propiconazole2	99.9	12.0	5.9	93.4	10.6	5.1	106.0	12.1	9.3	93.5	9.1	4.4
75	Propoxur	<b>128.5</b>	<b>54.3</b>	21.7	<b>155.2</b>	<b>39.1</b>	8.9	78.5	3.7	3.5	86.0	9.0	8.7
76	Propyzamide	89.8	10.3	6.6	95.4	11.8	8.1	82.4	6.8	4.2	86.9	7.3	5.0
77	Pyraclifos	<b>156.3</b>	<b>38.8</b>	7.3	<b>136.9</b>	<b>25.3</b>	4.1	<b>132.6</b>	14.2	6.5	<b>120.4</b>	7.3	4.4
78	Pyridaben	107.7	8.3	6.5	95.7	9.3	5.6	95.0	16.7	13.4	74.3	9.1	9.9
79	Pyriproxyfen	102.7	9.2	6.2	97.3	9.8	5.5	96.8	16.1	14.1	81.6	11.8	8.0
80	Quinoxifen	91.1	10.0	7.1	77.1	6.9	3.4	94.5	12.7	7.7	87.7	4.5	5.5
81	Quintozene	81.1	16.9	17.5	76.2	16.2	13.1	<b>68.4</b>	17.8	12.8	92.2	17.5	7.0
82	Simazine	98.2	5.5	4.7	96.5	7.1	4.8	87.9	13.1	6.4	90.0	12.5	7.5
83	Spiroxamin1	<b>130.1</b>	26.3	10.8	<b>132.1</b>	<b>42.1</b>	<b>15.9</b>	<b>232.9</b>	<b>130.2</b>	<b>63.2</b>	100.3	<b>111.2</b>	<b>49.0</b>
84	Spiroxamin2	<b>130.1</b>	21.5	12.6	<b>140.0</b>	<b>32.6</b>	13.5	<b>272.5</b>	<b>92.6</b>	<b>68.8</b>	100.0	<b>148.0</b>	<b>146.5</b>
85	Tebuconazole	97.2	16.0	8.5	100.3	15.5	6.5	107.1	5.2	3.7	91.4	6.9	6.3
86	Tefluthrin	105.4	12.3	9.0	89.1	10.2	7.8	77.5	4.0	4.8	79.0	6.7	5.1
87	Terbufos	100.8	12.4	5.1	102.0	11.3	7.4	<b>156.3</b>	<b>37.7</b>	6.8	<b>144.6</b>	<b>38.6</b>	12.2
88	Terbutryn	106.8	9.1	3.5	104.4	6.9	5.0	103.0	6.7	1.5	98.3	7.7	5.1
89	Tetrachlorvinphos	107.9	12.0	6.5	107.9	6.1	4.8	89.8	7.3	7.8	106.1	5.3	5.0
90	Thiobencarb	91.6	11.3	5.2	88.9	10.7	2.8	85.5	11.3	5.0	88.3	10.7	6.1
91	Triadimefon	113.2	8.4	7.5	107.5	7.4	3.2	100.8	10.9	7.2	94.5	12.5	6.3
92	Triadimenol1	104.8	18.8	5.1	119.9	13.3	6.7	102.6	9.4	3.7	92.1	12.3	8.5
93	Triadimenol2	100.4	20.6	3.9	111.0	12.1	6.0	103.9	11.0	6.4	93.8	8.2	5.8
94	Triallate	<b>64.9</b>	25.1	9.5	<b>64.2</b>	15.7	7.1	<b>61.4</b>	9.0	9.4	<b>69.0</b>	7.6	5.6
95	Triazophos	<b>121.2</b>	28.0	6.2	117.1	10.2	5.6	100.9	7.8	9.4	87.7	7.9	6.5
96	Trifluralin	93.5	8.9	9.0	94.0	16.5	10.8	75.0	9.6	5.6	102.0	10.5	4.0
97	Vinclozoline	102.9	10.9	6.7	93.4	13.3	5.4	84.4	7.7	6.6	88.8	6.2	2.8



表2 妥当性評価確認試験結果一覧(イチゴ及びキャベツ)

No	分析対象成分名	イチゴ						キャベツ					
		添加濃度 0.01ppm			添加濃度 0.1ppm			添加濃度 0.01ppm			添加濃度 0.1ppm		
		真度 (%)	室内精度 (RSD%)	併行精度 (RSD%)	真度 (%)	室内精度 (RSD%)	併行精度 (RSD%)	真度 (%)	室内精度 (RSD%)	併行精度 (RSD%)	真度 (%)	室内精度 (RSD%)	併行精度 (RSD%)
1	Alachlor	89.6	10.3	10.8	88.7	9.1	4.1	104.5	4.7	4.9	92.7	6.2	5.7
2	Atrazine	<b>123.6</b>	20.4	19.4	82.9	16.5	12.0	85.3	6.8	7.4	87.9	6.1	3.4
3	Azinfos-methyl	107.0	12.7	9.5	100.7	6.4	7.9	79.4	23.5	9.3	117.0	17.6	6.9
4	Bifenthrin	72.7	10.1	9.4	<b>46.6</b>	18.4	<b>19.0</b>	84.6	10.4	6.3	72.1	7.1	6.1
5	Bitertanol1	108.8	14.7	6.2	94.9	10.4	7.4	77.0	19.5	10.8	101.0	12.6	8.4
6	Bitertanol2	<b>132.7</b>	20.2	16.0	98.8	<b>26.0</b>	<b>18.9</b>	77.7	<b>30.7</b>	13.6	115.5	15.4	10.2
7	Bromopropylate	93.4	12.4	11.1	86.6	10.3	10.7	107.4	8.7	6.0	100.4	4.4	3.7
8	Buprofezin	98.7	21.8	14.1	82.6	<b>25.7</b>	<b>15.6</b>	99.3	5.4	5.5	88.3	6.9	7.6
9	Carbofuran	<b>151.0</b>	14.3	8.8	<b>123.5</b>	10.3	6.2	<b>275.6</b>	<b>37.5</b>	14.4	<b>303.8</b>	<b>33.4</b>	7.6
10	Chlorbenzilate	101.9	7.7	5.6	99.6	5.2	3.0	95.0	6.7	5.2	96.2	6.0	4.5
11	Chlorfenapyr	<b>0.0</b>	0.0	0.0	<b>0.0</b>	0.0	0.0	89.5	20.6	14.7	90.9	18.9	<b>24.9</b>
12	Chlorfenvinphos(E)	<b>150.4</b>	21.8	<b>22.0</b>	116.2	18.2	9.3	107.1	7.7	4.1	102.2	8.7	7.5
13	Chlorfenvinphos(Z)	112.3	6.1	3.2	106.4	8.9	8.2	102.6	6.7	4.3	104.5	8.1	4.9
14	Chlorpyrifos	109.8	10.4	6.2	85.8	10.8	7.9	104.3	6.8	4.6	91.4	4.0	3.8
15	Chlorpyrifos-methyl	103.1	13.3	9.6	89.6	12.7	12.1	100.3	9.3	5.2	93.3	6.9	6.6
16	Cyfluthrin1	93.6	21.4	14.4	77.6	<b>27.7</b>	<b>24.8</b>	100.5	6.5	5.7	92.0	10.8	7.9
17	Cyfluthrin2	99.2	16.1	12.5	85.7	13.5	13.7	92.2	10.2	7.6	89.7	16.2	5.1
18	Cyhalothrin1	89.6	9.2	11.5	81.5	<b>28.3</b>	<b>20.5</b>	94.2	5.5	7.2	90.3	8.3	4.2
19	Cyhalothrin2	91.0	18.3	14.3	80.3	<b>26.2</b>	<b>29.5</b>	97.3	10.5	10.9	91.3	13.7	5.2
20	Cypermethrin1	101.2	13.4	8.5	82.8	10.9	8.5	103.7	6.8	6.7	92.5	10.7	3.7
21	Cypermethrin2	100.7	11.9	7.9	84.8	12.1	8.6	103.5	7.3	5.9	94.4	10.2	5.5
22	Cyproconazole	106.0	11.7	8.9	94.3	9.4	7.4	109.1	6.6	4.3	101.0	8.2	5.8
23	Diazinon	87.9	8.5	10.4	90.3	11.3	8.0	89.7	11.0	6.2	91.3	9.0	5.4
24	Difenoconazole	107.4	16.9	11.3	94.8	13.2	12.0	<b>66.5</b>	18.7	8.5	102.8	16.1	10.5
25	Diflufenican	92.3	13.6	13.7	87.4	12.5	9.4	106.9	11.6	4.2	95.7	4.9	3.5
26	Dimethoate	<b>141.0</b>	22.2	12.7	<b>52.1</b>	<b>26.9</b>	<b>16.6</b>	97.5	14.6	15.5	<b>126.5</b>	13.3	10.0
27	Endosulfan(a)	95.8	19.4	18.0	79.9	<b>57.7</b>	14.8	87.9	7.9	7.0	80.1	9.7	7.7
28	Endosulfan(b)	105.6	22.0	<b>27.4</b>	94.3	<b>27.4</b>	<b>18.6</b>	90.4	8.2	2.9	87.7	8.5	7.2
29	Ethion	113.5	9.1	10.1	89.6	7.7	3.8	97.0	5.7	5.2	90.3	5.4	4.9
30	Ethoprophos	77.4	7.2	8.5	72.1	11.2	7.7	80.5	9.0	6.2	83.6	6.4	6.3
31	Fenamiphos	<b>120.3</b>	22.6	7.6	111.7	<b>26.2</b>	13.6	119.3	11.4	5.3	114.9	9.5	7.6
32	Fenarimol	99.1	11.6	10.9	89.8	11.4	8.2	94.9	7.4	5.4	95.1	8.6	4.3
33	Fenbuconazole	104.0	12.5	5.9	89.7	12.3	12.4	<b>63.9</b>	19.9	10.6	104.0	7.5	5.0
34	Fenitrothion	115.9	16.2	17.1	89.1	13.0	14.1	119.9	8.1	5.5	118.3	8.0	8.5
35	Fenpropathrin	88.9	21.4	18.7	81.3	13.7	<b>16.1</b>	93.1	7.8	6.5	87.2	6.1	6.3
36	Fenpropimorph	93.9	9.0	8.9	86.2	7.4	7.8	93.7	6.3	3.9	90.9	8.1	2.3
37	Fenthion	<b>122.2</b>	12.3	8.0	95.4	14.2	7.9	83.8	7.5	5.4	85.9	8.9	2.6
38	Fenvalerate1	94.5	18.4	15.2	75.9	15.5	<b>18.0</b>	101.5	7.3	4.4	95.7	10.9	4.7
39	Fenvalerate2	118.6	20.2	13.0	78.7	14.1	<b>17.0</b>	86.2	7.4	5.6	88.7	12.9	6.1
40	Fipronil	<b>122.5</b>	17.7	10.5	98.5	10.4	8.5	96.9	7.6	5.3	95.8	9.8	8.1
41	Flucythrinate1	100.0	13.6	9.0	89.1	11.6	8.2	109.0	6.4	5.3	98.7	7.1	4.6
42	Flucythrinate2	97.4	11.2	6.7	92.8	11.1	10.5	96.7	8.4	6.4	95.7	9.8	4.5
43	Fluquinconazole	95.4	7.8	9.0	87.5	7.5	6.2	78.7	18.5	10.0	86.4	13.7	9.7
44	Fluridone	115.8	16.0	8.7	106.6	9.8	9.7	<b>122.0</b>	11.1	4.8	116.8	7.6	5.9
45	Flutolanil	103.9	9.7	4.6	100.1	6.6	4.0	107.9	8.4	4.5	101.7	5.9	5.4
46	Fluvalinate	94.8	<b>31.2</b>	<b>29.0</b>	78.7	17.8	<b>17.3</b>	102.7	10.5	6.0	106.6	14.9	6.5
47	Fosmet	102.1	11.5	7.2	94.6	8.5	7.4	<b>59.7</b>	<b>37.6</b>	15.4	102.2	16.9	4.0
48	Hexazinone	91.2	13.2	5.9	92.7	8.7	4.7	97.9	11.5	6.8	96.9	9.7	3.6
49	Isofenphos	117.2	9.1	9.2	102.1	10.3	9.6	98.0	5.6	4.8	97.1	6.3	4.3
50	Isofenphos Oxon	<b>134.6</b>	9.4	7.9	110.2	8.3	7.7	<b>201.3</b>	<b>41.8</b>	6.4	<b>158.1</b>	<b>38.2</b>	11.3
51	Isoprothiolane	103.0	7.3	6.9	97.1	8.5	7.4	107.0	3.9	5.1	98.0	4.7	4.4
52	Kresoxim-methyl	119.0	14.4	15.3	89.0	9.9	8.2	102.8	5.1	4.8	93.9	7.3	6.0
53	Malathion	113.0	8.4	8.0	95.4	8.2	7.2	113.5	12.0	3.0	109.5	13.6	5.4
54	Methidathion	118.6	6.6	8.3	104.4	8.5	8.0	98.2	12.6	12.9	103.6	7.6	4.8
55	Methoxychlor	98.7	8.3	10.4	86.9	7.1	5.3	92.5	4.2	3.7	92.5	5.6	4.2
56	Metolachlor	96.2	7.4	9.9	84.6	8.5	7.1	107.6	6.9	6.2	97.3	6.3	5.5
57	Myclobutanil	95.1	10.2	4.9	93.8	10.3	9.4	106.6	6.5	4.5	99.7	9.5	4.6
58	Norflurazon	98.5	12.4	10.3	95.7	9.4	7.9	<b>125.3</b>	10.9	3.6	109.8	5.7	3.9
59	Omethoate	<b>240.9</b>	24.8	9.6	<b>186.4</b>	17.9	5.3	<b>291.7</b>	28.4	7.5	<b>328.0</b>	<b>24.3</b>	5.3
60	Oxadiazon	105.4	9.0	7.2	93.0	4.4	2.5	95.0	5.8	4.3	91.2	5.4	4.1
61	Oxyfluorfen	<b>139.0</b>	<b>32.6</b>	15.9	106.9	<b>41.1</b>	13.5	108.7	12.4	4.3	105.6	13.3	6.9

表 2 続き

No	分析対象成分名	イチゴ						キャベツ					
		添加濃度 0.01ppm			添加濃度 0.1ppm			添加濃度 0.01ppm			添加濃度 0.1ppm		
		真度 (%)	室内精度 (RSD%)	併行精度 (RSD%)	真度 (%)	室内精度 (RSD%)	併行精度 (RSD%)	真度 (%)	室内精度 (RSD%)	併行精度 (RSD%)	真度 (%)	室内精度 (RSD%)	併行精度 (RSD%)
62	Parathion	97.3	13.8	17.0	81.7	9.8	11.7	108.4	6.3	6.9	104.5	9.0	9.6
63	Parathion-methyl	93.5	13.7	15.5	89.0	9.1	4.1	101.7	9.6	8.6	111.3	5.4	4.8
64	Penconazole	102.7	12.1	5.5	103.3	12.6	6.8	101.9	5.4	4.6	100.8	8.8	6.0
65	Pendimethalin	98.6	15.1	18.2	78.9	13.3	9.6	92.3	6.1	3.5	95.1	10.8	6.9
66	Permethrin(cis)	86.1	8.9	10.7	<b>65.4</b>	8.7	7.4	85.5	6.9	5.5	78.9	7.7	5.7
67	Permethrin(trans)	85.3	9.4	7.7	<b>57.0</b>	15.6	13.8	78.1	6.4	5.4	70.1	7.7	4.7
68	Pirimiphos-methyl	91.0	8.4	8.6	88.1	7.7	4.8	106.1	5.2	3.8	91.7	4.8	3.7
69	Procymidone	101.8	9.4	9.1	96.6	13.0	11.4	97.8	5.7	5.7	91.0	7.2	5.9
70	Profenofos	105.8	8.1	10.0	94.2	11.3	8.9	115.9	14.3	4.6	112.5	19.0	3.8
71	Propanil	<b>166.3</b>	15.0	11.4	<b>138.1</b>	5.9	2.7	<b>188.1</b>	<b>40.2</b>	6.7	<b>186.8</b>	<b>35.3</b>	3.0
72	Propargite	112.0	17.9	18.9	88.7	15.3	<b>15.2</b>	89.0	7.5	6.3	88.5	7.7	4.3
73	Propiconazole1	95.0	15.0	13.7	90.4	13.5	14.9	97.6	8.8	9.0	94.1	13.1	8.2
74	Propiconazole2	95.7	13.9	13.3	91.2	13.9	14.7	101.3	8.7	6.4	92.0	10.4	7.2
75	Propoxur	92.6	11.5	11.5	104.3	10.5	10.5	<b>217.0</b>	<b>42.7</b>	7.6	<b>212.8</b>	<b>32.2</b>	9.3
76	Propyzamide	89.8	6.6	6.2	91.8	11.1	7.8	110.7	8.9	3.0	101.6	9.4	4.8
77	Pyraclifos	<b>121.6</b>	16.4	11.0	105.9	8.1	7.1	<b>149.2</b>	14.9	6.4	<b>144.9</b>	18.7	8.0
78	Pyridaben	98.2	13.2	9.7	76.7	8.7	10.3	88.3	6.6	5.3	79.8	8.2	4.1
79	Pyriproxyfen	100.6	7.3	9.0	88.3	6.5	5.3	101.8	8.4	4.9	93.0	5.1	4.5
80	Quinoxifen	105.8	10.4	7.3	72.9	12.4	10.4	97.5	10.1	5.4	87.7	5.0	4.1
81	Quintozene	<b>62.3</b>	8.4	9.7	<b>59.7</b>	18.3	12.1	<b>69.6</b>	9.5	7.4	81.7	11.4	7.8
82	Simazine	102.1	14.3	17.3	87.7	<b>20.5</b>	<b>20.8</b>	96.2	11.9	6.4	98.7	9.4	4.9
83	Spiroxamin1	116.8	19.1	13.5	112.9	16.2	12.2	<b>0.0</b>	<b>0.0</b>	<b>0.0</b>	110.2	11.5	5.1
84	Spiroxamin2	120.0	18.4	15.5	108.2	11.9	8.9	<b>0.0</b>	<b>0.0</b>	<b>0.0</b>	102.0	14.5	6.3
85	Tebuconazole	96.7	14.6	8.6	94.3	11.6	8.1	98.0	10.6	5.1	99.0	11.4	3.8
86	Tefluthrin	92.6	8.4	9.0	78.8	12.3	7.4	92.5	5.6	5.2	86.3	6.7	4.9
87	Terbufos	<b>69.8</b>	6.5	7.3	77.2	13.8	7.8	84.6	4.6	3.8	88.0	9.4	3.9
88	Terbutryn	105.4	9.7	10.1	91.7	8.3	7.8	95.0	5.4	5.7	95.5	8.4	3.9
89	Tetrachlorvinphos	107.9	8.2	5.7	108.4	4.0	4.5	114.7	21.9	4.1	119.9	<b>21.4</b>	4.4
90	Thiobencarb	116.4	7.8	9.7	86.8	7.3	7.3	93.8	7.5	5.1	89.1	7.6	2.0
91	Triadimefon	114.8	10.2	12.6	88.3	10.3	9.5	101.9	7.1	4.0	95.2	7.9	4.6
92	Triadimenol1	106.8	11.7	7.8	99.5	8.7	5.2	101.2	9.9	5.0	100.3	11.7	6.5
93	Triadimenol2	107.0	11.5	7.7	99.5	8.7	5.3	99.1	11.3	6.2	95.8	10.2	4.8
94	Triallate	70.3	8.7	10.6	<b>61.5</b>	15.7	9.5	82.9	6.7	4.9	77.7	8.1	5.8
95	Triazophos	118.4	20.4	17.1	98.8	<b>26.1</b>	<b>16.3</b>	111.1	12.6	4.5	116.4	8.8	6.2
96	Trifluralin	86.6	13.4	5.3	77.4	18.4	<b>16.1</b>	75.8	14.4	8.1	87.5	13.7	5.6
97	Vinclozoline	91.5	13.3	15.4	78.4	12.6	9.6	105.1	7.0	5.3	92.4	6.1	7.0

## GC-MS/MSによる水質事故等の農薬一斉分析について

工藤昭信

### I はじめに

横須賀市内の河川では、魚類等がへい死する事例が、ときどき発生している。その原因として、魚毒性の高い農薬の流出事故と推定される事例も確認されていることから、そのような水質事故時の原因究明のために農薬一斉分析を迅速に行えるよう、GC-MS/MSによる分析法の検討を行ったので報告する。

### II 試薬および器具

#### a) 試薬

##### 1 純水

日本ミリポア（株）EQE-3Sにより精製されたもの

##### 2 塩酸(1+11)

塩酸（塩化水素 35.0%）10ml を純水 110ml に添加したもの

##### 3 アセトン

残留農薬試験・PCB試験用(300倍濃縮)

##### 4 ヘキサン

残留農薬試験・PCB試験用(300倍濃縮)

##### 5 農薬混合標準液

① 和光純薬（株）農薬混合標準液 PL-1-1

② 和光純薬（株）農薬混合標準液 PL-2-1

③ 和光純薬（株）農薬混合標準液 PL-3-3

④ 関東化学（株）農薬混合標準液 64

#### b) 器具

##### 1 固相カラム

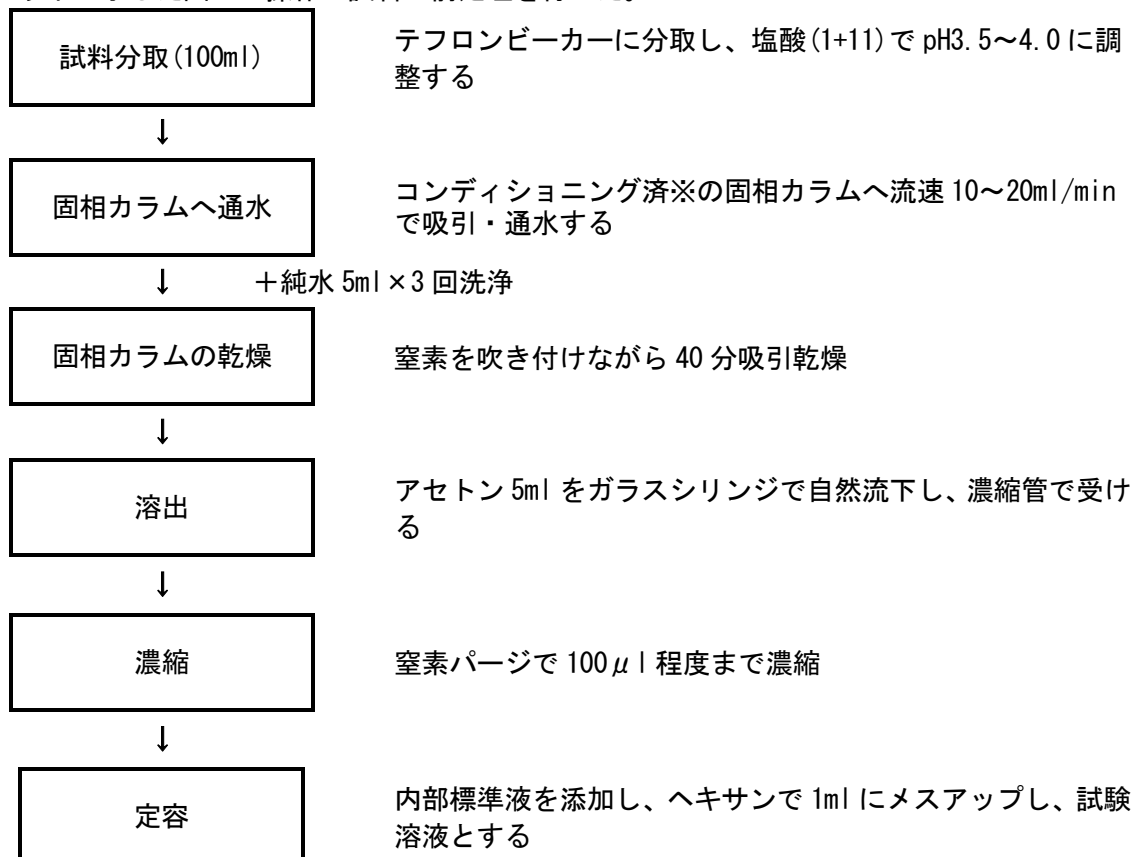
ジーエルサイエンス(株) InertSep SlimJ PLS-2 for AQUA

### Ⅲ 方法

横須賀市内の河川水検体 100ml に対し、標準液を添加しないもの(検体 BL)と、上記農薬混合標準液①~④1mg/L を 100  $\mu$ l 添加したもの(100 倍濃縮で 100  $\mu$ g/L 相当)を調製(n=3)し、下記 a)~b)の条件で操作して回収率を確認した。

#### a) 前処理

以下に示した図 1 の操作で試料の前処理を行った。



※固相カラムのコンディショニングはアセトン 10ml→純水 30ml の順で流して行なった。

図 1 試験の操作フロー

#### b) 装置条件

装置メソッドは島津製作所製のソフトウェア「Smart Pesticides Database」を利用して作成し、以下に示した条件により試料の測定を行った。(モニターイオンは表 1 を参照)

機種	GCMS-TQ8040(島津製作所)
カラム	Rxi-5sil MS 30m×0.25mm×0.25 $\mu$ m (Restek)
カラム温度	50°C(1min)-25°C/min-125°C(0min)-10°C/min-300°C(15min)
注入方法	スプリットレス(高圧注入 250.0 kPa)
キャリアーガス	ヘリウム(線速度 47.2 cm/sec)
インターフェース温度	250°C
イオン源温度	230°C
イオン化電流	60 $\mu$ A
検出器電圧	2.00kV
測定モード	MRM モード

表 1 モニターイオン(MRM トランジション)

化合物名	定量トランジション	CE	確認トランジション1	CE	確認トランジション2	CE
オメート	156.0>110.0	8	156.0>141.0	4	156.0>79.0	22
プロホキシル	152.1>110.1	8	152.1>64.0	28	152.1>92.0	24
エトプロホス	200.0>158.0	6	200.0>114.0	14	200.0>97.0	24
トリフルラリン	306.1>264.1	8	306.1>206.1	14	306.1>160.1	22
ジメート	125.0>79.0	8	125.0>47.0	14	125.0>62.0	10
カルホフラン	164.1>149.1	8	164.1>131.1	18	164.1>103.1	24
シマジン	201.1>173.1	6	201.1>186.1	6	201.1>138.1	12
アトラジン	215.1>58.0	14	215.1>200.1	6	215.1>173.1	6
キントゼン	294.8>236.8	16	294.8>264.8	12	294.8>142.9	30
テルプロホス	231.0>174.9	14	231.0>128.9	26	231.0>202.9	8
プロピザミド	172.9>144.9	16	172.9>74.0	28	172.9>109.0	26
ダイアジノン	304.1>179.1	10	304.1>162.1	8	304.1>137.1	26
テフルトリン	177.0>127.1	16	177.0>137.1	16	177.0>107.1	28
トリアレート	268.1>226.0	14	268.1>184.0	20	268.1>125.0	34
プロパニル	160.9>99.0	24	160.9>90.0	22	160.9>126.0	18
クロルピリホスメチル	285.9>93.0	22	285.9>270.9	14	285.9>240.9	26
ピンクゾリン	285.0>212.0	12	285.0>178.0	14	285.0>241.0	4
スピロキサミン	100.1>72.0	8	100.1>58.0	12	100.1>99.1	14
パラチオンメチル	263.0>109.0	14	263.0>136.0	8	263.0>246.0	6
アラクロー	188.1>160.1	10	188.1>132.1	18	188.1>117.1	26
ピリミホスメチル	305.1>180.1	8	305.1>290.1	12	305.1>125.0	28
テルブトリン	241.2>185.1	6	241.2>170.1	14	241.2>111.0	24
フェントロチオン	277.0>260.0	6	277.0>109.1	14	277.0>228.0	14
マラチオン	173.1>99.0	14	173.1>127.0	6	173.1>145.0	6
メトラクロー (S-メトラクロー)	238.1>162.1	12	238.1>133.1	26	238.1>77.0	24
クロルピリホス	313.9>257.9	14	313.9>285.9	8	313.9>193.9	28
チオベンカルブ	257.1>100.0	8	257.1>72.0	20	257.1>224.0	4
フェンチオン	278.0>109.0	20	278.0>125.0	20	278.0>169.0	14
フェンプロモル	128.1>110.1	8	128.1>70.0	10	128.1>84.0	18
パラチオン	291.1>109.0	14	291.1>137.0	6	291.1>81.0	24
イソフェホスオキソン	229.1>201.0	10	229.1>121.0	26	229.1>93.0	30
トリアジメホ	208.1>181.0	10	208.1>127.0	14	208.1>111.0	22
ペンデイメタリン	252.1>162.1	10	252.1>191.1	8	252.1>208.1	6
(E)-クロルフェンピホス	323.0>267.0	16	323.0>295.0	6	323.0>159.0	28
フィプロニル	366.9>212.9	30	366.9>254.9	22	366.9>331.9	14
ペンコナゾール	248.1>192.1	14	248.1>157.1	26	248.1>206.1	18
イソフェホス	213.1>121.1	14	213.1>185.1	6	213.1>93.1	26
アレスリン	136.1>93.1	14	136.1>77.1	26	136.1>121.1	10
(Z)-クロルフェンピホス	323.0>267.0	16	323.0>295.0	6	323.0>159.0	28
ピオアレスリン	136.1>93.1	14	136.1>77.1	26	136.1>121.1	10
キャプタン	149.1>105.1	4	149.1>79.1	14	149.1>70.0	18
プロシメドン	283.0>96.0	10	283.0>255.0	12	283.0>68.0	24
トリアジメノール	168.1>70.0	10	168.1>112.1	4	168.1>150.1	6
メチダチオン	145.0>85.0	8	145.0>58.0	14	145.0>71.0	6
テトラクロルピホス	328.9>109.0	20	328.9>313.9	18	328.9>79.0	24
フェナミホス	303.1>195.1	8	303.1>154.1	18	303.1>122.0	20
ナプロバミド	128.1>72.0	6	128.1>57.0	12	128.1>100.0	8
フルトニル	173.0>145.0	14	173.0>95.0	26	173.0>125.0	26
イソプロチオラン	290.1>118.0	14	290.1>204.1	6	290.1>162.0	14
プロフェホス	336.9>266.9	14	336.9>308.9	6	336.9>294.9	10
オキサジアゾン	258.0>175.0	8	258.0>112.0	28	258.0>147.0	14
ミクロブタニル	179.1>125.0	14	179.1>152.0	8	179.1>90.0	26

表 1 の続き

化合物名	定量トランジション	CE	確認トランジション1	CE	確認トランジション2	CE
オキシフルオルフェン	361.0>300.0	14	361.0>252.0	20	361.0>317.0	6
ブプロフェジン	172.1>57.0	14	172.1>131.1	6	172.1>116.1	8
クレソキシムメチル	206.1>116.1	6	206.1>131.1	14	206.1>59.0	16
クロルフェナピル	247.1>227.0	16	247.1>200.0	24	247.1>75.0	24
シプロコナゾール	222.1>125.1	24	222.1>82.0	12	222.1>153.1	12
クロルベンジレート	251.0>139.0	14	251.0>111.0	28	251.0>75.0	32
beta-エントスルファン	338.9>160.0	18	338.9>266.9	8	338.9>195.9	20
エチオン	230.9>174.9	14	230.9>184.9	12	230.9>129.0	24
トリアゾホス	257.0>162.0	8	257.0>134.0	22	257.0>119.0	26
ノルフルラザン	303.0>145.0	22	303.0>173.0	10	303.0>102.0	24
プロピコナゾール	259.0>69.0	14	259.0>191.0	8	259.0>173.0	14
キノキシフェン	237.1>208.1	28	237.1>182.1	28	237.1>190.1	26
ヘキサジノン	171.1>71.0	16	171.1>85.0	16	171.1>101.1	12
テブコナゾール	250.1>125.1	22	250.1>153.1	12	250.1>70.0	12
プロバルギット	135.1>107.1	16	135.1>77.0	24	135.1>95.0	14
ジフルフェニカン	394.1>266.0	14	394.1>374.1	4	394.1>246.0	30
ピリダフェンチオン	340.0>199.1	8	340.0>109.1	22	340.0>125.1	20
アセタミプリド	152.0>116.0	18	152.0>89.0	26	152.0>125.0	14
ホスメット	160.0>133.0	14	160.0>77.0	24	160.0>105.0	18
ピフェントリン	181.1>166.1	12	181.1>153.1	8	181.1>179.1	12
プロモプロピレート	340.9>182.9	18	340.9>184.9	20	340.9>157.0	30
メキシクロール	227.1>169.1	24	227.1>212.1	14	227.1>141.1	28
フェンプロパトリン	265.1>210.1	12	265.1>172.1	14	265.1>89.0	28
アジンホスメチル	160.1>132.1	6	160.1>77.0	20	160.1>51.0	28
ピリプロキシフェン	136.1>78.0	20	136.1>96.0	14	136.1>108.0	6
シハロトリン	197.0>161.0	8	197.0>141.0	12	197.0>91.0	26
フェナリモル	251.0>139.0	14	251.0>111.0	26	251.0>93.0	24
ピラクロホス	360.1>194.0	14	360.1>139.0	14	360.1>97.0	24
ピテルタノール	170.1>141.1	22	170.1>115.1	28	170.1>55.0	24
ヘルメトリン	183.1>168.1	14	183.1>165.1	14	183.1>153.1	14
フルキンコナゾール	340.0>298.0	20	340.0>313.0	14	340.0>108.0	28
ピリダベン	147.1>117.1	22	147.1>132.1	14	147.1>119.1	10
フェンコナゾール	198.1>129.1	10	198.1>102.1	24	198.1>78.0	28
シフルトリン	226.1>206.1	14	226.1>199.1	6	226.1>151.1	28
シヘルメトリン	181.1>152.1	22	181.1>127.1	22	181.1>77.0	24
フルシトリネート	199.1>157.1	10	199.1>107.1	22	199.1>171.1	8
エトフェンロックス	163.1>135.1	10	163.1>107.1	18	163.1>95.0	18
シラフルフェン	286.1>258.1	14	286.1>207.1	14	286.1>165.1	24
フルリドン	328.1>259.0	24	328.1>313.0	22	328.1>127.0	24
フェンバレレート	419.1>225.1	6	419.1>167.1	12	419.1>125.1	26
フルバリネート	250.1>55.0	20	250.1>200.0	20	250.1>208.0	20
ジフェコナゾール	323.0>265.0	14	323.0>202.0	28	323.0>209.0	28
テルタメトリン(トラロメトリン分解物)	252.9>93.0	20	252.9>171.9	8	252.9>77.0	26
トリフルラリン-d14(ISTD)	315.0>209.0	15	315.0>267.0	15	————	————
メトラクロール-13C(ISTD)	244.0>139.0	20	244.0>168.0	20	————	————
フルオランテン-d10(ISTD)	212.2>210.2	37	212.2>208.2	46	————	————
メキシクロール-13C(ISTD)	239.0>151.0	25	239.0>180.0	25	————	————

#### IV 結果と考察

標準液を添加していない河川水（検体 BL）は 95 項目すべて不検出であった。河川水に標準液を添加したものの回収率は表 2 の通りであった。

表 2 回収率の結果（網かけは回収率(70~120%内のもの)

化合物名	0.1 $\mu$ g/L 添加回収率 (%)			回収率平均 (%)	CV (%)
	1	2	3		
オメトエート	16.6	19.6	18.8	18.3	8.6
プロホキシル	106.1	109.3	105.8	107.1	1.8
エトプロホス	102.1	106.2	104.3	104.2	2
トリフルラリン	62.2	52.7	52.2	55.7	10.1
ジメトエート	106	79.3	78	87.8	18
カルボフラン	117.7	119	99.1	111.9	10
シマジン	99.1	99.1	99.3	99.2	0.1
アトラジン	99.4	98.9	99.9	99.4	0.5
キントゼン	77.4	70	71.2	72.9	5.4
テルブホス	82.6	75.2	73.6	77.1	6.2
プロビザミト	104.6	105.9	102.7	104.4	1.5
ダイアジノン	100.3	97.2	93.2	96.9	3.7
テフルリン	60.6	43.4	42.9	49	20.6
トリアレート	76.9	75.4	75.1	75.8	1.3
プロバニル	105.2	108.9	100.5	104.9	4
クロルピリホスメチル	92.4	89.1	88.1	89.9	2.5
ピンクロゾリン	99.5	97.3	92.1	96.3	3.9
スピロキサミン	88.7	74.9	70.8	78.1	12
ハラチオンメチル	102	97.7	99.2	99.7	2.2
アラクロール	106.5	104.8	104.3	105.2	1.1
ピリミホスメチル	90.8	95.6	95.3	93.9	2.9
テルブトリン	97.4	95.7	93.5	95.5	2.1
フェイトロチオン	86.9	101.5	93.5	93.9	7.8
マラチオン	103.8	106.6	104.2	104.9	1.4
メトラクロール (S-メトラクロール)	98.7	102.7	96.7	99.4	3.1
クロルピリホス	80.7	75	74.7	76.8	4.4
チオベンカルブ	88.6	85.7	81	85.1	4.5
フェンチオン	86.8	87.9	83.1	85.9	2.9
フェンプロピモルフ	90.4	91.3	82.3	88	5.6
ハラチオン	92.5	87.8	86.7	89	3.5
イソフェンホスオキシソ	114.7	121.6	118.1	118.1	2.9
トリアジメホ	94.6	98.3	93.6	95.5	2.6
ベンデイメタリン	80.1	76.5	76.6	77.7	2.6
(E)-クロルフェンピホス	105.4	124.4	128.9	119.6	10.4
フィプロニル	100.5	105.4	106.6	104.2	3.1
ベンコナゾール	99.6	112.7	107.4	106.5	6.2
イソフェンホス	99.2	107.7	105	104	4.2
アレスリン	94.73	100.28	94.3	96.4	3.5
(Z)-クロルフェンピホス	106.1	107.4	105.8	106.4	0.8
ピオアレスリン	89.85	89.74	88.63	89.4	0.8
キャプタン	93.9	108.6	104.8	102.4	7.5
プロシミト	91	102.2	100.9	98	6.2
トリアジメノール	113	117.7	116	115.6	2.1
メチダチオン	105.3	116.1	115.3	112.2	5.4
テトラクロルピホス	110.4	118.1	116.7	115.1	3.6
フェナミホス	104.6	109.4	108.4	107.5	2.4

表 2 の続き

化合物名	0.1 $\mu$ g/L添加回収率(%)			回収率平均(%)	CV(%)
	1	2	3		
ナフ <sup>+</sup> ロハ <sup>+</sup> ミド <sup>+</sup>	105.9	115.7	111.6	111.1	4.5
フルラニル	109.3	119.6	120	116.3	5.2
イソフ <sup>+</sup> ロチオラン	105.5	117.5	118.8	114	6.4
フ <sup>+</sup> ロフェノホス	101.9	109.8	103.9	105.2	3.9
オキサジ <sup>+</sup> アゾ <sup>+</sup> ン	87.9	87.1	85.3	86.8	1.5
ミクロフ <sup>+</sup> タニル	99.3	109.3	108	105.5	5.1
オキシフルオルフェン	84.1	81	70.5	78.5	9.1
フ <sup>+</sup> フ <sup>+</sup> ロフェジ <sup>+</sup> ン	104.8	114.3	109.3	109.5	4.3
クレソキシムメチル	99.6	109	105.3	104.6	4.6
クロルフェナピ <sup>+</sup> ル	82	76.8	74.1	77.6	5.2
シフ <sup>+</sup> ロコナゾ <sup>+</sup> ール	105.2	113.6	114.6	111.2	4.6
クロルハ <sup>+</sup> ンゾ <sup>+</sup> レート	99.6	104.7	101.1	101.8	2.6
beta-エント <sup>+</sup> スルファン	90.8	91.6	93.5	92	1.5
エチオン	79.3	73.3	71.8	74.8	5.3
トリアゾ <sup>+</sup> ホス	106.1	114.2	114.5	111.6	4.3
ノルフルラゾ <sup>+</sup> ン	115.6	117.9	117.5	117	1.1
フ <sup>+</sup> ロヒ <sup>+</sup> コナゾ <sup>+</sup> ール	111.8	117.8	117	115.6	2.8
キノキシフェン	93.5	100.3	97.2	97	3.5
ヘキサジ <sup>+</sup> ノン	112.7	93.5	92.9	99.7	11.3
テフ <sup>+</sup> コナゾ <sup>+</sup> ール	111.3	117.8	114.9	114.7	2.8
フ <sup>+</sup> ロハ <sup>+</sup> ルキ <sup>+</sup> ット	118.5	111	107.2	112.2	5.1
ジ <sup>+</sup> フルフェニカン	96.8	97.1	94.5	96.1	1.5
ヒ <sup>+</sup> リタ <sup>+</sup> フェンチオン	111.4	117.3	111.9	113.5	2.9
アセタミフ <sup>+</sup> リド <sup>+</sup>	92.9	62.2	61.9	72.3	24.7
ホスメット	109.7	116.2	116.1	114	3.3
ヒ <sup>+</sup> フェントリン	70.5	58.6	57.7	62.2	11.4
フ <sup>+</sup> ロモフ <sup>+</sup> ロヒ <sup>+</sup> レート	88.9	86.6	84.8	86.7	2.4
メトキシクロール	83.5	79	78.6	80.4	3.4
フェンフ <sup>+</sup> ロハ <sup>+</sup> トリン	68.6	55.1	56.2	60	12.5
アジ <sup>+</sup> ンホスメチル	113.2	110.8	110.3	111.4	1.4
ヒ <sup>+</sup> リフ <sup>+</sup> ロキシフェン	90.7	86.7	87.8	88.4	2.3
シハロトリン	70.8	58.7	57.5	62.3	11.8
フェナリモル	110.2	113.5	114.9	112.8	2.1
ヒ <sup>+</sup> ラクロホス	118.3	119.7	112.4	116.8	3.3
ヒ <sup>+</sup> テルタノール	106.5	111	104.9	107.5	3
ハ <sup>+</sup> ルメトリン	72.6	57.4	59.9	63.3	12.9
フルキンコナゾ <sup>+</sup> ール	100	103.1	102.3	101.8	1.6
ヒ <sup>+</sup> リタ <sup>+</sup> ハ <sup>+</sup> ン	75.7	64.3	64	68	9.8
フェンフ <sup>+</sup> コナゾ <sup>+</sup> ール	104.2	107.6	106.3	106	1.6
シフルトリン	69.5	55.3	56.6	60.5	13
シハ <sup>+</sup> ルメトリン	70.9	57.9	54.1	61	14.4
フルシトリネート	70.5	59.3	56.4	62.1	12
エトフェンフ <sup>+</sup> ロックス	66.7	51.1	53.4	57.1	14.7
シラフルオフェン	67.9	53.8	54.7	58.8	13.4
フルリド <sup>+</sup> ン	119.2	119.7	111.7	116.9	3.8
フェンハ <sup>+</sup> レート	70	56.7	58.1	61.6	11.9
フルハ <sup>+</sup> リネート	72.8	59	56.3	62.7	14.1
ジ <sup>+</sup> フェノコナゾ <sup>+</sup> ール	105.7	104.5	101.6	103.9	2
テルタメトリン(トラロメトリン分解物)	65.2	54.6	53.7	57.8	11.1

結果より、今回検討を行った 95 項目で回収率 70~120%に入った項目は n=3 平均で 79 項目であり、約 8 割の項目で良好な回収率が得られることが確認できた。検討項目のうち、オメトエートは回収率 20%未満、テフルトリンは変動係数(CV) 20%以上とあまり良くない結果であり、これら 2 項目については今回の一斉分析法の適用は難しいと考えられた。その他の回収率 70%未満の項目は、



概ね回収率 50%、CV20%未満は達成できており、定量は困難であるものの、水質事故の原因物質の推定には有用と考えられた。

また、分析に要する時間に関しては、MRM モードでの測定により、カラムクロマトグラフィー等によるクリーンアップ操作を省略しても、河川に含まれる夾雑成分の影響をあまり受けることなく分析可能であり、検体数 5 件程度であれば、検体到着から 2 時間から 3 時間程度で前処理が完了する。GC-MS/MS で測定に要する時間も 1 件につき 40 分程度であるため、事故当日に結果を得ることも可能と考えられた。

## V まとめ

今回の検討により、水質事故の検体に適用する GC-MS/MS での農薬多成分一斉分析法を作成することが出来た。検討を行った項目については、スキャンモードでの検出が難しい低濃度や夾雑物質が多い検体でも、MRM モードにより高感度かつ特異性の高い分析が可能であると考えられた。ただし、検討に使用した混合標準液は、当センターで通常は食品の残留農薬試験用に使用しているものであり、ゴルフ場暫定指導指针对象農薬や水質管理目標設定項目等は網羅できていない。それらの項目に関する追加検討は今後の課題としたい。

## VI 参考文献

- 1) 用水・排水中の農薬試験方法 JIS K0128、4-6 (2000)

## 横須賀市におけるインフルエンザウイルス検出状況（平成 26 年度）

山口純子

### I はじめに

平成 26 年度の横須賀市内におけるインフルエンザウイルスの流行は 11 月中旬から始まり 3 月下旬まで続いた。流行注意報が発令されたのは平成 26 年 12 月であり、昨シーズンより約 1 ヶ月早かった。流行注意報が発令される前々月の 10 月下旬には、防疫対策事業として、学級閉鎖の学生に含嗽水の提供を協力してもらい、インフルエンザウイルスの分離を試みた。また、市内定点病院から提出される検体について遺伝子検査および、一部検体について細胞培養を実施した。

### II 検査材料

鼻腔ぬぐい液 77 件、咽頭ぬぐい液 38 件、含嗽水 3 件の合計 118 件である。

### III 方法

インフルエンザ診断マニュアル（第 3 版）に従い実施した。

### IV 結果と考察

月別の検査検出状況については表 1 に示すとおりである。AH3 型が 94 件（83.9%）、B 型山形系統が 18 件（16.1%）であった。AH1pdm09 と B 型ビクトリア系統は検出されなかった。

表 1 インフルエンザウイルス検査検出状況

月	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3	合計
検査件数	0	0	0	0	0	0	3	6	30	35	29	15	118
AH1pdm09	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
AH3	0	0	0	0	0	0	0	6	28	29	21	10	94
B/山形系統	0	0	0	0	0	0	0	0	0	5	8	5	18
B/ビクトリア系統	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
陰性	0	0	0	0	0	0	3	0	2	1	0	0	6

今年度は昨年度より流行が早く、11 月に某学校において集団事例が発生した。鼻腔ぬぐい液 6 検体の遺伝子検査を行った結果、すべて AH3 型であった。うち 2 検体について MDCK 細胞、Caco-2 細胞を用いてウイルス分離を行ったが、血球凝集試験 HA 活性が低かったため、型別不能であった。また、12 月以降に検出された遺伝子検査陽性 106 検体のうち 29 検体について、MDCK 細胞、Caco-2 細胞を用いてウイルス分離を行った。結果の内訳は AH3 型が 8 検体、B 型山形系統が 2 検体、不検出が 19 検体であった。今年度、国内流行の主流を占めた AH3 型の分離株は、MDCK 細胞で分離すると、変異を獲得しやすい傾向があり、血球凝集試験 HA 活性が極めて弱いことがわかっており、当センターの分離株においても 8 検体中 4 検体は HA 活性が低く、型別不能であった。

平成 22 年から当センターで検査を実施しているインフルエンザ防疫対策の実施において、10 月に市内インフルエンザ集団発生初発校の 3 名の生徒の含嗽水から分離培養検査を実施したが、結果はすべて陰性であった。

## ヒラメからの *Kudoa septempunctata* 検査法(暫定)の検討

進藤 みちる

### I はじめに

「生食用生鮮食品による病因物質有症事例への対応について」<sup>1)</sup>が通知され、*Kudoa septempunctata* 及び *Sarcocystis fayeri* 等の寄生虫が起因と考えられる有症事例を食中毒事例として取り扱うこととした。また、「*Kudoa septempunctata*の検査法について(暫定版)」<sup>2)</sup>において検査法が示された。

当センターにおいても有症苦情や食中毒事例で検査対応ができるよう、*Kudoa septempunctata* の検査実施にあたり、検査マニュアルを作成するため「ヒラメからの *Kudoa septempunctata* 検査法(暫定)」(別添)<sup>3)</sup>に基づいて検査法の検討を行ったので報告する。

### II 使用検体

平成 26 年度神奈川県公衆衛生実務者研修「クドア検査法」に出席した際に分与された以下のものを使用した。

- ・ Sample1(ヒラメ肉片) : *Kudoa septempunctata* の検出が確認されたヒラメ肉片
- ・ Sample2(メジマグロ DNA) : *Kudoa* 属の検出が確認されたメジマグロから抽出した DNA 溶液

### III 検討方法

#### 1 顕微鏡検査(定量検査)

##### 1) kudoa 胞子の確認(上記研修で習得、胞子数測定前に実施)

Sample1(ヒラメ肉片)をスライドガラスにとり、カバーガラスをのせて十分に押しつぶし、顕微鏡で kudoa 胞子を確認する。

##### 2) kudoa 胞子数の計測

Sample1(ヒラメ肉片)を 0.5g 秤量し、シャーレ等に入れ 100 $\mu$ m 程度のメッシュを検体の上に置き、PBS 液 約 3ml をメッシュの上から加え、ピンセットで軽く押しつぶす。メッシュを通したろ液をさらに 100 $\mu$ m 程度のメッシュに通し、そのろ液を遠心管に回収する。遠心(1500 rpm、10分、10 $^{\circ}$ C)した後、上清を出来る限り完全に捨て沈査に PBS 液 0.5ml を正確に加え、懸濁する。懸濁液から必要量とり、同量のトリパンプルー溶液を加え白血球用血球計算盤(1区画 1mm $\times$ 1mm $\times$ 0.1mm)の4区画で kudoa 胞子を計測する。(1区画 5~200個になるように適時 PBS で希釈)

#### 2 遺伝子検査法(確認検査)

Sample1(ヒラメ肉片)筋肉組織約 50mg を 2カ所から採取後、DNA を抽出し、リアルタイム PCR のサンプルとする。リアルタイム PCR 反応調整液(表 1)を作成し、検量線を作成すると共にリアルタイム PCR を行う。

今回は、Sample2(メジマグロ DNA)も併せて実施。PCR に用いた DNA 溶液 4 $\mu$ l 中のコピー数を求める。最終的にヒラメ 1グラム当たりの kudoa rDNA のコピー数を算出する。

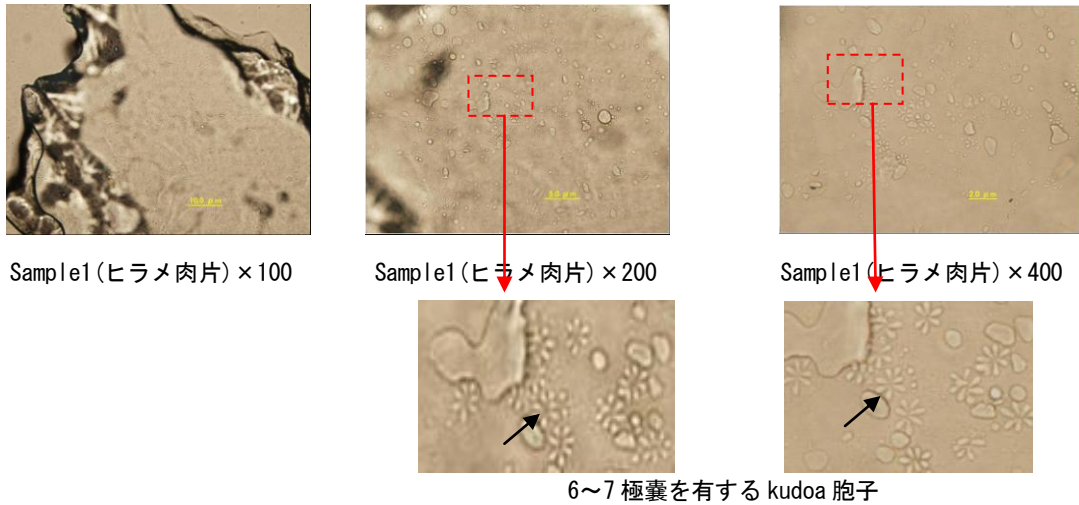
表1 リアルタイム PCR 反応調整液(1 サンプル当たり)

	試 薬	( $\mu$ l)
1	TaqMan 2×Universal Master Mix	12.5
2	プライマー・プローブミックス	2.5
3	検体からのDNA溶液or陽性コントロール溶液or精製水	4
4	精製水	6
合 計		25

IV 結果

1 顕微鏡検査(定量検査)

1) kudoa 孢子の確認(Sample1(ヒラメ肉片))



2) kudoa 孢子数の計測(Sample1(ヒラメ肉片))

白血球用血球計算盤(1 区画 1 mm×1 mm×0.1 mm)の4 区画を計測

\* 今回は、懸濁液原液、以下の計測値を使用。

32	28	21	12	33	42	26	30	25	32	12	24	33	17	12	21
22	24	25	15	21	7	18	24	21	15	24	14	24	23	16	21
12	22	26	15	22	12	11	21	16	14	24	16	6	15	8	22
16	21	11	17	20	18	8	21	17	13	23	15	6	13	22	12
計 319 個				計 334 個				計 305 個				計 271 個			

$$n = \frac{\text{平均 } 307.25 \text{ 個}}{0.1 \mu\text{l}} \quad (\text{定量限界は } 1 \text{ 区画 } n=5)$$

\* 同量の染色液を加えた場合(表 2)

$$(n \times 10^4) \times 2 \times \text{希釈倍数} = 1 \text{ グラム当たりの } Kudoa \text{ septempunctata}$$

表2 計測に必要な項目及び量と kudoa 孢子数

検体量	懸濁液量	染色液量	希釈倍数	1 グラム当たりの <i>Kudoa septempunctata</i>
0.5g	0.5ml	0.5ml	1	$6.1 \times 10^6$

$$(307.25 \times 10^4) \times 2 \times 1 = 6,145,000$$

3) 判定基準及び結果の判定

ヒラメ肉片 1 グラム当たりの kudoa 孢子数が  $1.0 \times 10^6$  を超えることが確認された場合、陽性とする。(定量限界 10 万孢子)

Sample1(ヒラメ肉片)の孢子数は  $6.1 \times 10^6$  なので、顕微鏡検査を陽性とする。

2 遺伝子検査法(確認検査)

1) 各検体の選択 Well(表 3) 及びリアルタイム PCR レポート(図 1、図 2)

表 3 リアルタイム PCR の Well 配分表

機種:ABI 7900HT			ファイル名:									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
A	Kudoa $\times 10^8$	Kudoa $\times 10^8$	Kudoa $\times 10^8$	Kudoa $\times 10^6$	Kudoa $\times 10^6$	Kudoa $\times 10^6$	Kudoa $\times 10^4$	Kudoa $\times 10^4$	Kudoa $\times 10^4$	Kudoa $\times 10^2$	Kudoa $\times 10^2$	Kudoa $\times 10^2$
B	NC	NC	NC	Sample I	Sample I	Sample I	Sample II	Sample II	Sample II			

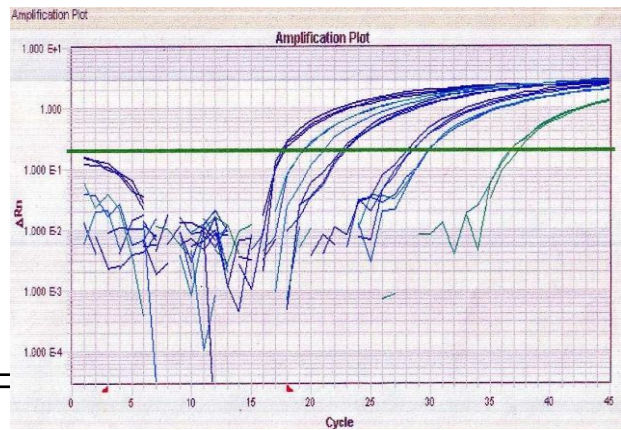
A1~A12……Kudoa 陽性コントロール(検量線作成用:  $1 \times 10^8$ 、 $1 \times 10^6$ 、 $1 \times 10^4$ 、 $1 \times 10^2$  コピー/ $4 \mu\text{l}$ )

B1~B3 ……陰性コントロール(精製水)

B4~B6……Sample1(ヒラメ肉片)

B7~B8……Sample2(メジマグロ DNA)

Position	Flag	Sample	Detector	Task	Ct	Ct Median	Quantity
A1		1E8	Kudoa	Standard	17.472145		1E8
A2		1E8	Kudoa	Standard	17.691544		1E8
A3		1E8	Kudoa	Standard	17.81923		1E8
A4		1E6	Kudoa	Standard	22.580097		1E6
A5		1E6	Kudoa	Standard	22.75267		1E6
A6		1E6	Kudoa	Standard	22.890797		1E6
A7		1E4	Kudoa	Standard	29.894108		1E4
A8		1E4	Kudoa	Standard	29.617055		1E4
A9		1E4	Kudoa	Standard	29.653765		1E4
A10		1E2	Kudoa	Standard	36.618372		1E2
A11		1E2	Kudoa	Standard	36.68964		1E2
A12		1E2	Kudoa	Standard	37.272827		1E2
B1	▲	NTC	Kudoa	NTC	Undetermined		0
B2	▲	NTC	Kudoa	NTC	Undetermined		0
B3	▲	NTC	Kudoa	NTC	Undetermined		0
B4		Sample 1	Kudoa	Unknown	27.972628	28.430017	4.39E4
B5		Sample 1	Kudoa	Unknown	28.440296	28.430017	3.16E4
B6		Sample 1	Kudoa	Unknown	28.430017	28.430017	3.16E4
B7		Sample 2	Kudoa	Unknown	19.353844	19.414377	1.96E7
B8		Sample 2	Kudoa	Unknown	20.93793	19.414377	5.37E6
B9		Sample 2	Kudoa	Unknown	19.414377	19.414377	1.87E7



① Sample1(ヒラメ肉片)

Quantity の平均値  $3.58 \times 10^4 \times 2000 = 7.16 \times 10^7$

$7.2 \times 10^7$  kudoa rDNA のコピー数 /1 グラム試料

② Sample2(メジマグロ DNA)

Quantity の平均値  $1.49 \times 10^7 \times 2000 = 2.98 \times 10^{10}$

$3.0 \times 10^{10}$  kudoa rDNA のコピー数 /1 グラム試料

2) 判定基準及び結果の判定

スクリーニング検査として遺伝子検査法を行い、 $10^7$  kudoa rDNA のコピー数/1 グラム試料以上検出された場合、遺伝子検査のスクリーニング陽性とする。

※遺伝子検査法を確認検査として行う場合、Sample の融解曲線の波形が陽性コントロール DNA の波形と同じパターンを示したものを陽性とする。検量線の傾きに関しては、 $-0.301(\pm 0.020)$  以下であることを確認する。

① Sample1(ヒラメ肉片) : 顕微鏡検査(定量) → 陽性

遺伝子検査法(確認検査) → 陽性

② Sample2(メジマグロ DNA) : 遺伝子検査法(確認検査) → 陽性

3 総合判定

Sample1(ヒラメ肉片)は顕微鏡検査(定量検査)、遺伝子検査法(確認検査)共に陽性であるため、Kudoa septempunctata 陽性とする

Sample2(メジマグロ DNA)は遺伝子検査法のみ実施のため、総合判定せず。

## V まとめ

「*Kudoa septempunctata* 検査法について(暫定版)」<sup>2)</sup>が通知された。今回は、この通知に基づいてヒラメからの *Kudoa septempunctata* の検査を実施し、検討を行なった。

平成 26 年度神奈川県公衆衛生実務者研修「クドア検査法」に出席した際に分与された Sample 1 (ヒラメ肉片) を使用して顕微鏡検査(定量検査)を実施、Sample 1 (ヒラメ肉片) 及び Sample 2 (メジマグロ DNA) を使用して遺伝子検査法(確認検査)を実施した。

Sample 1 (ヒラメ肉片) の *kudoa* 胞子の確認は分与後直ちに実施し、顕微鏡検査で一視野に 6~7 極嚢を有する多数の胞子が確認できた。*kudoa* 胞子数の計測では、1 グラム当たりの胞子数  $6.145 \times 10^6$  個で陽性と判定した。

Sample 1 (ヒラメ肉片) 及び Sample 2 (メジマグロ DNA) の遺伝子検査法(確認検査)については、Sample 1 (ヒラメ肉片) は、 $7.2 \times 10^7$  *kudoa* rDNA のコピー数 /1 グラム試料、Sample 2 (メジマグロ DNA)  $3.0 \times 10^{10}$  *kudoa* rDNA のコピー数 /1 グラム試料で、ともに遺伝子検査法(確認検査)陽性と判定した。

Sample 1 (ヒラメ肉片) の総合判定は、顕微鏡検査(定量検査)、遺伝子検査法(確認検査)共に陽性であるため、*Kudoa septempunctata* 陽性とした。

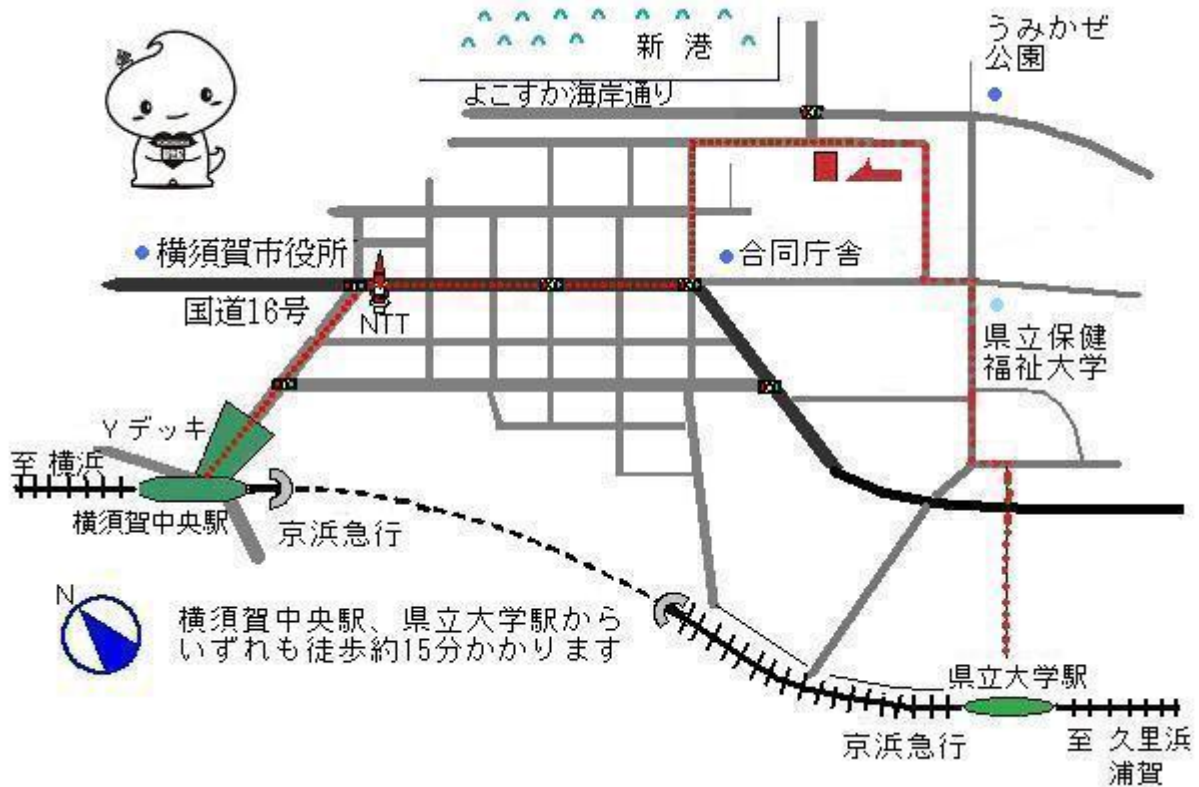
今回の *Kudoa septempunctata* の検査を実施し必要物品、試薬等はすべて準備が整った。今後、健康安全科学センター *Kudoa septempunctata* の検査を実施する際は、食品検体からの直接標本作製し胞子数を確認する。その後、適時希釈をおこない顕微鏡検査(定量検査)を実施。陽性であれば、リアルタイム PCR で定性的に遺伝子検査法(確認検査)にて確認する通知法の B を実施する。

## VI 参考文献

- 1) 「生食用生鮮食品による病因物質不明有症事例への対応について」(厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知 平成 23 年 6 月 17 日 食安発 0617 第 3 号)
- 2) 「*Kudoa septempunctata* 検査法について(暫定版)」(厚生労働省医薬食品局食品安全部監視安全課長通知 平成 23 年 7 月 11 日 食安監発 0711 第 1 号)
- 3) 「ヒラメからの *Kudoa septempunctata* 検査法(暫定)」(別添) (厚生労働省医薬食品局食品安全部監視安全課長通知 平成 23 年 7 月 11 日 食安監発 0711 第 1 号)の別添



# 健康安全科学センター案内図



横須賀市健康安全科学センター年報 第17号 2014

編集・発行・印刷

横須賀市健康安全科学センター

〒238-0006

神奈川県横須賀市日の出町2丁目14番地

TEL 046(822)4057

FAX 046(822)5540