

# 浜松市保健環境研究所年報

令和3年度版

No. 32 2021



# 目 次

## I 概要

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

## II 試験検査業務

1 試験検査実施検体数	5
2 試験検査実施項目数	6
3 微生物検査グループ検査実施数	7
4 食品分析グループ検査実施数	9
5 環境測定グループ検査実施数	10
6 微生物検査の概要	13
7 食品分析の概要	19
8 環境測定の概要	22

## III 調査研究業務

1 農産物中の残留農薬一斉分析法に関する検討	26
2 家庭用品中のディルドリン及びDTTB 検査法について	30
3 PFOS 及び PFOA の測定条件等の検討	33
4 大気粉じん中の六価クロム化合物の測定について	36
5 有害大気汚染物質の測定における操作手技の確認について	39
6 浜松市における有害大気汚染物質濃度の15年間の経年変化	41

# I 概 要

# I 概要

## 1 沿革

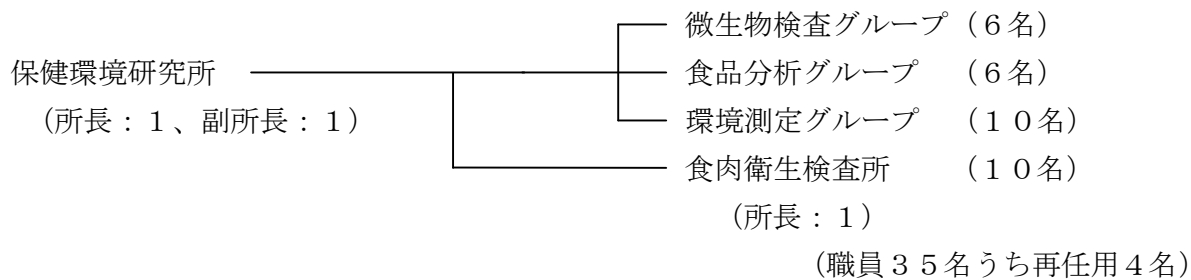
昭和49年 4月	浜松市高町に浜松市保健所試験検査課として発足（職員14名）
昭和50年10月	浜松市鴨江二丁目の浜松市保健所新庁舎に移転
平成2年 4月	試験検査課が衛生試験所に名称変更（職員12名）
平成10年 4月	環境保全課の測定業務を衛生試験所に統合（職員20名）
平成11年 3月	浜松市上西町の新庁舎に移転
平成11年 4月	衛生試験所が保健環境研究所に名称変更（職員23名）
平成21年 4月	食肉衛生検査所を第2種事業所として統合（職員37名）

## 2 施設

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

## 3 組織

### (1) 組織



※令和4年4月1日現在

### (2) 所掌事務

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

## 4 予算・決算

### (1) 歳入

(単位：円)

節	令和3年度 最終予算額	令和3年度 決算額	令和4年度 当初予算額
行政財産使用料	9,000	9,000	9,000
感染症予防事業費負担金	5,606,000	5,606,825	1,126,000
感染症発生動向調査事業費負担金	49,341,000	49,342,474	40,234,000
疾病予防対策事業費等補助金	899,000	717,700	117,000
新型コロナウイルス感染症 緊急包括支援交付金	4,147,000	4,056,000	0
その他の収入	0	121,707	0
計	60,002,000	59,853,706	41,486,000

### (2) 歳出

#### 【保健衛生検査費】

(単位：円)

節	令和3年度 最終予算額	令和3年度 決算額	令和4年度 当初予算額
旅費	305,000	115,590	1,405,000
需用費	106,404,000	102,733,894	105,470,000
役務費	4,014,000	2,555,686	3,512,000
委託料	44,169,000	35,596,446	30,437,000
使用料及び賃借料	58,307,000	57,944,181	61,444,000
工事請負費	10,836,000	10,835,000	34,218,000
備品購入費	24,071,000	24,070,024	2,166,000
負担金補助及び交付金	196,000	131,050	198,000
償還金利息及び割引料	205,000	205,000	0
計	248,507,000	234,186,871	238,850,000

#### 【環境監視費】

(単位：円)

節	令和3年度 最終予算額	令和3年度 決算額	令和4年度 当初予算額
報償費	30,000	14,000	30,000
需用費	16,733,000	14,939,716	15,820,000
役務費	2,086,000	1,857,023	3,623,000
委託料	41,488,000	41,487,600	49,978,000
使用料及び賃借料	15,718,000	15,716,340	18,480,000
備品購入費	0	0	0
計	76,055,000	74,014,679	87,931,000

## 5 主要機器の購入・リース状況（過去8年）

購入・リース 開始年度	品名	型式	リース 期間
R03	イオンクロマトグラフ	サーモ・フィッシャー・サイエンティフィック Dionex Integrion	7年
	キャニスタークリーニング装置	ジーエルサイエンス CC2180	—
	LC-MS/MS	アジレント・テクノロジー 1290Infinity II/6470B	7年
	農薬用ゲル浸透クロマトグラフ	島津製作所 Prominence GPC クリーンアップシステム	7年
	次世代シーケンサー	イルミナ iSeq 100 システム	—
	ディープフリーザー	日本フリーザー CLN-72UWHC	—
	超高速遠心分離機	エッペンドルフ CP80NX	—
R02	GC-MS/MS	アジレント・テクノロジー 8890B/7000D	7年
	GC-MS	アジレント・テクノロジー 5977B	7年
	原子吸光分光光度計	島津製作所 AA-7000F	7年
	紫外可視分光光度計	日本分光 V-750ST	—
	遺伝子増幅定量装置（2台）	サーモ・フィッシャー・サイエンティフィック QuantStudio 5	—
	遺伝子抽出装置（2台）	キアゲン QIAcube Connect System	—
	核酸抽出装置/リアルタイム等温 核酸増幅器	ダナフォーム LifeCase Smart & Amp	—
	多検体PCR検査分注機	パーキンエルマージャパン CJL8002 JANUS G3 Primary Sample Reformatter	—
R01	DNAシーケンサー	サーモ・フィッシャー・サイエンティフィック 3500 Genetic Analyzer	7年
	遺伝子増幅定量装置	サーモ・フィッシャー・サイエンティフィック QuantStudio 5	—
	ガスクロマトグラフ (ECD)	島津製作所 GC-2030	7年
	ガスクロマトグラフ (FTD/FPD)	アジレント・テクノロジー 7890B	7年
	ガスクロマトグラフ (FID/ECD)	島津製作所 GC-2014	—
H30	ICP-MS	アジレント・テクノロジー 7800	7年
	HPLC	アジレント・テクノロジー1260/1290	7年
	ゲルマニウム半導体検出器付核種 分析装置	ミリオンテクノロジーズ・キャンベラ GC2518	7年
	LC-MS/MS	ウォーターズ TQS-micro	7年

購入・リース開始年度	品名	型式	リース期間
H 2 9	ポストカラム付高速液体クロマトグラフシステム	島津製作所 LC-20	7年
H 2 8	ガスクロマトグラフ (FTD/FPD)	島津製作所 GC-2010 Plus	7年
	大気用GC-MS	島津製作所 GCMS-QP2020	7年
	UPLC・HPLC	ウォータース ACQUITY/alliance	7年
	農薬用GC-MS	島津製作所 GCMS-TQ8040	7年
H 2 7	遺伝子増幅装置	バイオ・ラッド ラボラトリーズ C-1000 Touch	—
	遺伝子増幅定量装置	サーモ・フィッシャー・サイエンティフィック ABI 7500 Fast	—
	固相抽出装置	ジーエルサイエンス アクアトレース ASPE-799	7年
	水銀測定装置 (水質用)	日本インスツルメンツ RA-4300	—
H 2 6	マイクロチップ電気泳動装置	島津製作所 MCE-202	—
	水銀測定装置 (大気用)	日本インスツルメンツ WA-5A/TC-WA	—
	LC-MS/MS	アジレント・テクノロジー LC 1290/MS 6460	7年
	イオンクロマトグラフ	メトロームジャパン 930 コンパクト IC Flex	7年

## Ⅱ 試験検査業務



## II 試験検査業務

### 1 試験検査実施検体数

(令和3年度)

検体区分	微生物検査		食品分析		環境測定		合計
	経常業務	臨時業務	経常業務	臨時業務	経常業務	臨時業務	
感染症	17,155						17,155
特定感染症検査等事業	119						119
食品等	魚介類及びその加工品	8	15				23
	冷凍食品						0
	肉卵類及びその加工品	6	49				55
	乳及び乳製品		7				7
	穀類及びその加工品		13				13
	豆類及びその加工品		1				1
	果実類		11				11
	野菜		77				77
	種実類						0
	茶及びホップ						0
	野菜・果実加工品						0
	菓子類						0
	調味料						0
	飲料			1			1
	油脂食品						0
	食品添加物						0
	その他の食品	9		9			18
	器具及び容器包装			5			5
	おもちゃ						0
	洗浄剤						0
食中毒等		93				93	
その他						0	
栄養関係検査						0	
医薬品等						0	
家庭用品			5			5	
環境等	水道原水						0
	飲用水						0
	利用水等	40				16	56
	廃棄物関係検査	8				22	33
	環境・公害関係検査	35	2			1,005	1,096
	放射能（食品除く）						0
温泉泉質検査						0	
その他の検査						112	
外部精度管理	17		4		4	25	
計	17,397	95	197	0	1,047	169	18,905
合計		17,492		197		1,216	18,905

## 2 試験検査実施項目数

(令和3年度)

項目区分	微生物検査		食品分析		環境測定		合計
	経常業務	臨時業務	経常業務	臨時業務	経常業務	臨時業務	
感染症	19,800						19,800
特定感染症検査等事業	176						176
食品等	魚介類及びその加工品	16	24				40
	冷凍食品						0
	肉卵類及びその加工品	24	542				566
	乳及び乳製品		156				156
	穀類及びその加工品		20				20
	豆類及びその加工品		2				2
	果実類		2,572				2,572
	野菜		1,525				1,525
	種実類						0
	茶及びホップ						0
	野菜・果実加工品						0
	菓子類						0
	調味料						0
	飲料		2				2
	油脂食品						0
	食品添加物						0
	その他の食品	21	58				79
	器具及び容器包装		20				20
	おもちゃ						0
	洗剤						0
食中毒等		1,184				1,184	
その他						0	
栄養関係検査						0	
医薬品等						0	
家庭用品			15			15	
環境等	水道原水						0
	飲用水						0
	利用水等	60			32		92
	廃棄物関係検査	8			652	3	663
	環境・公害関係検査	35	2		14,077	283	14,397
	放射能（食品除く）						0
温泉泉質検査						0	
その他の検査					342	342	
外部精度管理	17		10		59	86	
計	20,157	1,186	4,946	0	14,820	628	41,737
合計		21,343	4,946		15,448		41,737

### 3 微生物検査グループ検査実施数

(1) 経常業務

	感 染 症	検 査 特 定 等 感 染 事 業 症	食 品 関 係			環 境 関 係			そ の 他 の 検 査	外 部 精 度 管 理	計
			そ の 魚 の 介 加 類 工 及 品 び	そ の 肉 の 卵 加 類 工 及 品 び	の そ の 食 の 品 他	利 用 水 等	関 係 廃 棄 物 検 査	環 境 関 係 ・ 公 害 検 査			
検 体 数	17,155	119	8	6	9	40	8	35	0	17	17,397
感 染 症 ・ 食 中 毒 菌 等	コ レ ラ										0
	赤 痢 菌										0
	チ フ ス 菌									1	1
	バ ラ チ フ ス A 菌									1	1
	サ ル モ ネ ラ				6					1	7
	腸 炎 ビ ブ リ オ			2							2
	腸管出血性大腸菌(0157を含む)	37			6	3	4				50
	黄 色 ブ ド ウ 球 菌					6				2	8
	カ ン ピ ロ バ ク タ ー				6						6
	セ レ ウ ス 菌										0
	ウ ェ ル シ ュ 菌										0
	ク ロ ス ト リ ジ ウ ム 属 菌										0
	百 日 咳 菌										0
	細 菌 性 髄 膜 炎 菌										0
	劇 症 型 溶 血 性 レ ン サ 球 菌	2									2
	レ ジ オ ネ ラ						24			1	25
	カルバペネム耐性腸内細菌科細菌	18									18
	侵 襲 性 肺 炎 球 菌	2									2
	侵 襲 性 イン フ ル エ ン ザ 菌	1									1
	淋 菌										0
	中 東 呼 吸 器 症 候 群 (MERS)										0
	麻 し ん	3									3
	風 し ん	3									3
	重 症 熱 性 血 小 板 減 少 症 候 群 (SFTS)	11									11
	デ ン グ 熱	12									12
	チ ク ン グ ニ ア 熱										0
	ジ カ ウ イ ル ス 感 染 症	12									12
	急 性 弛 緩 性 麻 痺										0
	A 型 肝 炎 ウ イ ル ス			2							2
	E 型 肝 炎 ウ イ ル ス	1			6						7
	つ つ が 虫 病	13									13
	日 本 紅 斑 熱	13									13
	感 染 性 胃 腸 炎 (ノロウイルスを含む)	87		2							89
	イ ン フ ル エ ン ザ										0
	RS ウ イ ル ス 感 染 症	81									81
	伝 染 性 紅 斑	11									11
無 菌 性 髄 膜 炎										0	
急 性 脳 炎 (日 本 脳 炎 を 除 く)	24									24	
流 行 性 耳 下 腺 炎	2									2	
水 痘										0	
咽 頭 結 膜 熱	7									7	
手 足 口 病										0	
突 発 性 発 疹	10									10	
ヘ ル バ ン ギ ー ナ	6									6	
新 型 コ ロ ナ ウ イ ル ス	17,000								6	17,006	
変 異 株 ス ク リ ー ニ ン グ	2,444									2,444	

(1) 経常業務 (続き)

		感 染 症	検 査 特 定 等 感 染 事 業 症	食 品 関 係			環 境 関 係			そ の 他 の 検 査	外 部 精 度 管 理	計
				そ の 魚 の 介 加 類 工 及 品 び	そ 肉 の 卵 加 類 工 及 品 び	の そ の 食 の 品 他	利 用 水 等	関 係 廃 棄 物 検 査	環 境 ・ 公 害 関 係 検 査			
感 染 症 ・ 食 中 毒 菌 等	梅 毒	T P H A 法	57									57
		R P R テ ス ト	57									57
	H I V	抗 体 検 査	62									62
	B 型 肝 炎	H B s 抗 原										0
	C 型 肝 炎	H C V 抗 体										0
		H C V R N A										0
	ク ラ ミ ジ ア	I g A										0
		I g G										0
	一 般 細 菌											0
	細 菌 数 (標 準 平 板 培 養 法)			2		6					1	9
	細 菌 数 (直 接 個 体 鏡 頭 法)											0
	大 腸 菌 群					1	16				2	19
	大 腸 菌 群 数							8	35			43
	大 腸 菌 ( E . c o l i )			2		5					2	9
	乳 酸 菌 数											0
	糞 便 性 大 腸 菌 群						16					16
	腸 内 細 菌 科 菌 群											0
	腸 球 菌											0
	緑 膿 菌											0
	官 能 試 験	変 色										0
異 臭											0	
生 物	麻 痺 性 貝 毒 試 験			6							6	
ア レ ル ギ ー 物 質 検 査											0	
項 目 数 計		19,800	176	16	24	21	60	8	35	0	17	20,157

(2) 臨時業務

	食 中 毒 等	環 境 ・ 公 害 関 係 検 査	計
検 体 数	93	2	95
感 染 症 ・ 食 中 毒 菌 等	赤 痢 菌	41	41
	チ フ ス 菌	91	91
	バ ラ チ フ ス A 菌	91	91
	サ ル モ ネ ラ	91	91
	コ レ ラ	72	72
	病 原 ビ ブ リ オ	72	72
	腸 炎 ビ ブ リ オ	72	72
	黄 色 ブ ド ウ 球 菌	72	72
	病 原 大 腸 菌	72	72
	セ レ ウ ス 菌	72	72
	カ ン ピ ロ バ ク タ ー	72	72
	ウ エ ル シ ュ 菌	72	72
	エ ロ モ ナ ス	72	72
	プ レ シ オ モ ナ ス	72	72
	エ ル シ ニ ア	22	22
	腸 管 出 血 性 大 腸 菌 0157	91	91
	ノ ロ ウ イ ル ス	24	24
粘 液 胞 子 虫	13	13	
大 腸 菌 群 数		2	2
項 目 数 計	1,184	2	1,186

#### 4 食品分析グループ検査実施数

##### (1) 経常業務

	食 品 等 検 査														家 庭 用 品	外 部 精 度 管 理	計
	そ の 介 加 類 工 及 品 び	冷 凍 食 品	そ 肉 の 卵 加 類 工 及 品 び	乳 及 び 乳 製 品	そ 穀 の 類 加 工 品 び	そ 豆 の 類 加 工 品 び	果 実 類	野 菜	加 野 菜 工 ・ 果 実 類	菓 子 類	調 味 料	飲 料	そ の 他 の 食 品	容 器 具 包 装 び			
検 体 数	15		49	7	13	1	11	77				1	9	5	5	4	197
食 品 添 加 物	保 存 料															1	1
	発 色 剤																0
	漂 白 剤																0
	酸 化 防 止 剤																0
	甘 味 料																0
	品 質 保 持 剤					6											6
	合 成 着 色 料 (許 可)																0
	殺 菌 料																0
	防 か び 剤																0
	乳 成 分 規 格																
残 留 動 物 用 医 薬 品			524													1	525
残 留 農 薬				150			2,570	1,435								8	4,163
P C B				2													2
無 機 ・ 有 機 金 属																	0
シ ア ン 化 合 物																	0
医 薬 品 成 分													48				48
カ ビ 毒																	0
材 質 試 験														10			10
溶 出 試 験														10			10
容 器 試 験																	0
ホ ル ム ア ル デ ヒ ド																	0
ト リ ク レ ン 類 ・ メ タ ノ ール															15		15
放 射 能	18		18	4	14	2	2	90				2	10				160
そ の 他	6																6
項 目 数 計	24	0	542	156	20	2	2,572	1,525	0	0	0	2	58	20	15	10	4,946

##### (2) 臨時業務

	食 品 等 検 査														医 薬 品	そ の 他	計
	そ の 介 加 類 工 及 品 び	冷 凍 食 品	そ 肉 の 卵 加 類 工 及 品 び	乳 及 び 乳 製 品	そ 穀 の 類 加 工 品 び	そ 豆 の 類 加 工 品 び	果 実 類	野 菜	茶 及 び ホ ッ プ	加 野 菜 工 ・ 果 実 類	調 味 料	飲 料	そ の 他 の 食 品	容 器 具 包 装 び			
検 体 数	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
農 薬																	0
動 物 用 医 薬 品																	0
食 品 添 加 物																	0
医 薬 品 成 分																	0
そ の 他																	0
項 目 数 計	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

## 5 環境測定グループ検査実施数

### (1) 大気、騒音・振動関係の経常業務

検 体 数	一	有	微 小 粒 子 状 物 質  (成 分 分 析)	う ち 委 託 分	ば い 煙	臭 気	う ち 委 託 分	騒 音 ・ 振 動	う ち 委 託 分	外 部 精 度 管 理	小 計
	般	害									
検 体 数	大 気	大 気									
二酸化硫黄等*1	4,369										4,369
浮遊粒子状物質*2	3,278										3,278
微小粒子状物質*2	3,233										3,233
総 水 銀		24									24
ニッケル化合物		24									24
砒素及びその化合物		24									24
バリウム及びその化合物		24									24
マンガン及びその化合物		24									24
クロム及びその化合物		24									24
テトラクロロエチレン		24									24
トリクロロエチレン		24									24
ベンゼン		24									24
ジクロロメタン		24									24
塩化ビニルモノマー		24									24
1,3-ブタジエン		24									24
アクリロニトリル		24									24
クロロホルム		24									24
1,2-ジクロロエタン		24									24
塩化メチル		24									24
トルエン		24									24
ベンゾ[a]ピレン		8									8
ホルムアルデヒド		8									8
アセトアルデヒド		8									8
酸化エチレン		24									24
エチルベンゼン等											0
C F C 12 等											0
4-エチルトルエン等											0
ダイオキシン類		6	6								6
質 量 濃 度				60	60						60
無 機 元 素 *3				1,740						34	1,774
イオン成分*4				480						8	488
炭素成分*5				240	240						240
硫 黄 分											0
臭 気 指 数											0
pH											0
粉 じ ん											0
騒 音 ・ 振 動								28	14		28
ア ス ベ ス ト											0
そ の 他											0
項 目 数 計	10,880	462	6	2,520	300	0	0	0	28	14	13,932
											一般大気及び委託分除く 2,732

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

\*2 浮遊粒子状物質、微小粒子状物質の自動連続測定日数

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

\*4 8項目(SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>,NO<sub>3</sub><sup>-</sup>,Cl<sup>-</sup>,Na<sup>+</sup>,Mg<sup>2+</sup>,K<sup>+</sup>,Ca<sup>2+</sup>,NH<sub>4</sub><sup>+</sup>)

\*5 4項目(有機炭素、元素炭素、炭素補正值、水溶性有機炭素)

### (2) 大気・騒音・振動関係の臨時業務

検 体 数	臭気*7	調査研究	その他	小計
検 体 数	0	51	3	54
臭 気 指 数	2			2
揮 発 性 有 機 化 合 物 *6			84	84
ニッケル化合物		6		6
砒素及びその化合物		6		6
バリウム及びその化合物		6		6
マンガン及びその化合物		6		6
クロム及びその化合物		6		6
ベンゾ[a]ピレン		1		1
ホルムアルデヒド			2	2
アセトアルデヒド			2	2
酸化エチレン		1		1
騒 音 ・ 振 動			2	2
六 価 ク ロ ム 化 合 物		43		43
項 目 数 計	2	75	90	167

\*6 43項目

\*7 今回の臭気の検体数は水質関係に計上している。

(3)水質関係の経常業務

	飲用水・利用水等			廃棄物関係検査			環境・公害関係検査							外部 精度 管理	小 計		
	飲 用 水 等	プ ー ル 水	浴 槽 水	浸 放 出 流 液 水	汚 泥	燃 え 殻	公 共 用 水 域	う ち 委 託 分	事 業 場 排 水	地 下 水	う ち 委 託 分	土 壌	う ち 委 託 分			水 浴 場	う ち 委 託 分
検 体 数			16	14	5	3	740	322	44	95	-	3	3	16	-	2	938
pH				14	5		704	312	36					16			775
DO							702	312									702
BOD				14			368		33								415
COD (ろ過COD含む)				13			692	288	3					16		1	725
SS (VSS含む)				14			368		36								418
大腸菌群							20	20									20
全窒素				8			518	168	11								537
全リン				8			518	168	11							1	538
亜鉛				8			138	10	23								169
ノニルフェノール							308	140								14	322
LAS							132	60									132
カドミウム				14	5	3	114	10	1	12							149
シアン				14	5		110	8	3	22							154
鉛				14	5	3	116	10	3	12							153
六価クロム				14	5	3	116	10	6	38							182
ヒ素				14	5	3	114	10	2	12							150
水銀				14	5	3	54	10	3	12							91
アルキル水銀							0										0
PCB				6	5		6	6	1								18
トリクロロエチレン等	*1			160	55		1,256	110	13	578							2,062
農薬	*2			42	15		168	30	4	36							265
セレン				14	5	3	114	10	1	12							149
硝酸性窒素および亜硝酸性窒素							418	266		33							451
フッ素				8			44		14	24							90
ホウ素				8			44		11	40						1	104
1,4-ジオキサン				14	5	3	16	10	1	12							51
銅				8			104	10	6	16							134
クロム				8			104	10	10	16							138
アンモニア性窒素							394	264	1								395
亜硝酸性窒素							418	266	1	24							443
硝酸性窒素							418	266	1	24							443
リン酸態リン							394	264									394
塩素イオン				14			548	312									562
クロロフィル	*3						36										36
濁度			16				36										52
TOC																	0
窒素等	*4			8					36								44
有機機				8	5				1								14
溶解性マンガン				8					2								10
溶解性鉄				8					6								14
ニッケル							6		5	16							27
フェノール				8													8
環境ホルモン類	*5						6										6
環境生物検査																	0
ダイオキシン類							10	10		4	4	3	3				17
有機物等			16														16
総トリハロメタン																	0
蒸発残留物																	0
含水率					5												5
油分量				8	5				16								29
熱しゃく減量						3											3
その他の項目							156										156
項目数計	0	0	32	493	135	24	9,788	3,370	301	943	4	3	3	32	0	17	11,768
														委託分除く			8,391

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

(4)水質関係の臨時業務

検 体 数	飲用水・利用水等				廃棄物関係検査				環境・公害関係検査				そ の 他 の 検 査	調 査 ・ 研 究	計
	飲 用 水 等	プ ー ル 水	浴 槽 水	そ の 他	浸 放 出 流 液 水	汚 泥	燃 え 殻	そ の 他	公 共 用 水 域	事 業 場	地 下 水	そ の 他			
					3				25	10	18			59	115
pH										7					7
DO															0
BOD									1	7					8
COD (ろ過COD含む)					3				1	7					11
SS (VSS含む)										2					2
大腸菌群															0
全窒素										6					6
全リン										6					6
亜鉛									2	2					4
ノニルフェノール															0
LAS															0
カドミウム									2	1					3
シアン															0
鉛										2	1				3
六価クロム											1				1
ヒ素									22						22
水銀															0
アルキル水銀															0
PCB															0
トリクロロエチレン等											198				198
農薬															0
セレン															0
硝酸性窒素および亜硝酸性窒素															0
フッ素															0
ホウ素										1					1
1,4-ジオキサン															0
銅									2	2					4
クロム									2	2					4
アンモニア性窒素															0
亜硝酸性窒素															0
硝酸性窒素															0
リン酸態リン															0
塩素イオン															0
クロロフィル															0
濁度															0
TOC															0
窒素等															0
有機リン															0
溶解性マンガ															0
溶解性鉄															0
ニッケル										1					1
フェノール															0
環境ホルモン類															0
環境生物検査															0
ダイオキシン類															0
有機物等															0
総トリハロメタン															0
蒸発残留物															0
含水率															0
油										3					3
熱しゃく減量															0
その他の項目														177	177
項目数計	0	0	0	0	3	0	0	0	34	49	198	0	0	177	461

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



## 6 微生物検査の概要

感染症関係では、感染症法に基づく病原体検査（新型コロナウイルス、麻しんウイルス、腸管出血性大腸菌等）、感染症発生動向調査に係る検査（感染性胃腸炎、RSウイルス感染症、突発性発疹等）、蚊のウイルス保有検査、特定感染症検査等事業に係る検査（梅毒、HIV）を実施した。

食品関係では、収去した食品の検査、食中毒に関する検査等を実施した。

環境関係では、浴槽水、水浴場、公共用水域、事業場排水等の検査を実施した。

また、検査以外の業務として、浜松市感染症発生動向調査事業に基づき当研究所内に浜松市感染症情報センターを設置し、浜松市内における患者発生情報及び病原体検出情報を収集・解析し国へ報告するとともに、週報・月報としてホームページ上で情報提供している。

### 6-1 経常業務

#### (1) 感染症関係

##### 1) 感染症

##### ① 感染症法に基づく病原体検査（表-1、2）

感染症法に基づく感染症発生届に伴う病原体等の検査は、ウイルス検査が19,514件、細菌検査が60件であった。その結果、Human herpesvirus 6、SFTS virus、EHEC O157:H7等が検出された。

ウイルス検査の中で新型コロナウイルス感染症の検査は17,000検体実施しており、そのうち2,444検体については、N501Y、L452Rの変異株スクリーニング検査を実施した。

表-1 感染症発生届に伴う病原体等の検査結果（ウイルス）

検査項目	検査数 (計 19,514)	陽性数 (計 3,877)	検出病原体等(検出数)
E型肝炎	1	0	
急性脳炎	24	9	Human herpes virus 6(7) Rhinovirus, Cytomegalovirus(1) Human parechovirus 1(1)
流行性耳下腺炎	2	0	
つつが虫病	13	4	<i>Orientia tsutsugamushi</i> (4)
日本紅斑熱	13	0	
重症熱性血小板減少症候群（SFTS）	11	2	SFTS virus(2)
麻しん	3	0	
風しん	3	0	
新型コロナウイルス感染症	17,000	3,862	SARS-CoV-2(3,862)
変異株スクリーニング検査	2,444	-	N501Y, L452R

表－2 感染症発生届に伴う病原体等の検査結果（細菌）

検査項目	検査数 (計 60)	陽性数 (計 43)	検出病原体等(検出数)
腸管出血性大腸菌感染症	37	22	026:HNM VT1 産生 (1) 0136:H12 VT2 産生 (1) 0157:H7 VT1, VT2 産生 (4) その他陰性確認 (16)
カルバペネム耐性腸内細菌科細菌感染症	18	18	
劇症型溶血性レンサ球菌感染症	2	2	<i>Streptococcus Pyogenes</i> A群 (1) <i>Streptococcus Agalactiae</i> B群 (1)
侵襲性肺炎球菌感染症	2	0	
侵襲性インフルエンザ菌感染症	1	1	<i>Haemophilus influenzae</i> (1)

② 感染症発生動向調査に係る検査（表－3）

浜松市の感染症発生動向調査事業に基づいて病原体定点等から搬入された検体について検査し、その結果、Rhinovirus、Human parechovirus 1 等が検出された。

表－3 病原体定点等から搬入された検体の検査結果

検査項目	検体数 (計 38)	陽性数 (計 14)	検出病原体等(検出数)
感染性胃腸炎	13	2	Rhinovirus, Human parechovirus 1 (1) Rhinovirus (1)
ヘルパンギーナ	2	1	Rhinovirus (1)
咽頭結膜熱	3	0	
RS ウイルス感染症	13	6	Human parechovirus 1 (1) Human parechovirus 3 (3) Parainfluenza virus 3 (1) Coxsackievirus A4 (1)
突発性発疹	4	4	Human herpes virus 6 (3) Human parechovirus 3 (1)
伝染性紅斑	3	1	Rhinovirus (1)

③ 蚊のウイルス保有検査

感染症媒介蚊定点モニタリングとして、5～10月に捕獲されたヒトスジシマカのみス 12 検体についてデングウイルス及びジカウイルスの保有検査を実施し、すべて陰性であった。

2) 特定感染症検査等事業

梅毒検査 57 件、H I V 抗原抗体検査 62 件を実施した。

## (2) 食品関係 (表-4)

浜松市食品衛生監視指導計画に基づき、市内で製造・販売される食品等の収去検査や食肉由来食中毒防止対策のための検査等を実施した。

表-4 食品関係の検査数

	魚介類及び その加工品	肉卵類及び その加工品	その他の食品	計
検体数	8	6	9	23
細菌数	2		6	8
大腸菌群			1	1
大腸菌	2		5	7
乳酸菌数				0
腸管出血性大腸菌 (O157 を含む)		6	3	9
黄色ブドウ球菌			6	6
サルモネラ		6		6
腸炎ビブリオ	2			2
セレウス菌				0
ウエルシュ菌				0
クロストリジウム属菌				0
カンピロバクター		6		6
ノロウイルス	2			2
A型肝炎ウイルス	2			2
E型肝炎ウイルス		6		6
麻痺性貝毒	6			6
アレルギー物質検査				0
計	16	24	21	61

(3) 環境関係 (表-5)

1) 利用水等

① 浴槽水の検査

市内の公衆浴場・旅館の浴槽水 24 検体について、細菌学的検査を行った。

② 水浴場の検査

市内の水浴場 16 検体について、糞便性大腸菌群数および腸管出血性大腸菌 0157 の検査を行った。

2) 廃棄物関係

産業廃棄物 (管理型) 最終処分場における浸出液 8 検体について、大腸菌群数の検査を行った。

3) 環境・公害関係

市内の公共用水域の河川水等 16 検体および立入検査における事業場排水 19 検体について、大腸菌群数の検査を行った。

表-5 環境関係の検査数

	利用水等		廃棄物関係	環境・公害関係	
	浴槽水	水浴場	浸出液	公共用水域	事業場排水
検体数	24	16	8	16	19
一般細菌					
大腸菌群	16				
大腸菌群数			8	16	19
糞便性大腸菌群数		16			
大腸菌					
腸管出血性大腸菌 0157		4			
レジオネラ	24				

## 6-2 臨時業務

### (1) 食中毒等検査（表-6）

令和3年度の食中毒等に関する検査依頼は6件であり、全検体数93検体うち18検体が陽性となった。なお、食中毒事件となった事例はなかった。

表-6 食中毒等の検査結果

	検査検体（陽性数）			計
	便	食品	ふきとり	
検体数	43 (4)※	20 (9)	30 (5)	93 (18)
赤痢菌	41			41
チフス菌	41	20	30	91
パラチフスA菌	41	20	30	91
サルモネラ	41	20	30	91
コレラ	22	20	30	72
病原ビブリオ	22	20	30	72
腸炎ビブリオ	22	20	30	72
黄色ブドウ球菌	22	20	30	72
病原大腸菌	22 (2)	20	30	72 (2)
セレウス菌	22	20 (7)	30 (5)	72 (12)
カンピロバクター	22 (1)	20	30	72 (1)
ウエルシュ菌	22 (1)	20	30	72 (1)
エロモナス	22	20	30	72
プレシオモナス	22	20	30	72
エルシニア	22			22
腸管出血性大腸菌 0157	41	20	30	91
ノロウイルス	24 (1)			24 (1)
粘液胞子虫	10	3 (2)		13 (2)

※項目数の合計は5であるが、1検体で2項目陽性となったものがあるため、4検体陽性となる。

### (2) 事業場排水の臨時検査

悪臭苦情に係る水質調査のため事業場排水2検体について、大腸菌群数の検査を行った。

### 6-3 その他

(1) 令和3年度調査・研究発表

調査研究については、新型コロナウイルス検査関連の業務が増大したため、実施しなかった。

(2) 外部精度管理の実施（表-7）

感染症、食品衛生検査の外部精度管理として、7つの調査項目（17検体）を実施した。

表-7 外部精度管理

	調査項目	検体数
感染症検査	新型コロナウイルスの核酸検出検査	6
	チフス菌・パラチフスA菌	3
	レジオネラ属菌	1
食品衛生検査	E. coli	2
	一般細菌数	1
	黄色ブドウ球菌	2
	大腸菌群	2

## 7 食品分析の概要

食品関係では、農産物・畜産物中の残留農薬や食肉中の動物用医薬品、加工食品中の食品添加物、魚介類の下痢性貝毒及び健康食品中の医薬品成分の検査等を実施している。

家庭用品関係では、エアゾル製品中のトリクレン類及びメタノールの検査を実施している。

これらの試験検査や調査研究を通して、食の安心・安全と家庭用品の安全確保に努めている。なお、食品検査及び家庭用品検査の一部については、新型コロナウイルス流行の影響により計画検査が中止となった。

### 7-1 経常業務

#### (1) 食品添加物

めん類 6 検体について品質保持剤（プロピレングリコール）の検査をした結果、全て基準値未満であった。

#### (2) 残留農薬

表－1 のとおり、農産物 42 検体及び畜産物 5 検体について検査した結果、全て基準値未満であった。

表－1 残留農薬の検体数、項目数及び検出農薬

検体名	産地	検体数	項目数	検出農薬
ばれいしょ	浜松市	13	45	—
	静岡県	1	45	—
ほうれんそう	浜松市	10	44 45	イミダクロプリド <sup>®</sup> 、クチアジソン、シアゾファミド <sup>®</sup> 、フルフェノクスロン
	静岡県	3	45	シアゾファミド <sup>®</sup> 、フルフェノクスロン
	県外	1	45	イミダクロプリド <sup>®</sup> 、シアゾファミド <sup>®</sup>
だいこん	浜松市	4	45	—
みかん	浜松市	10	257	シアゾファミド <sup>®</sup>
牛乳	浜松市	2	30	—
	静岡県	3	30	—

#### (3) 残留動物用医薬品（抗生物質、合成抗菌剤等）

表－2 のとおり検査した結果、全て定量下限値未満であった。

表－2 動物用医薬品の検体数

	牛肉	豚肉	鶏肉
オキシテトラサイクリン類	18	20	2
合成抗菌剤 等	18	20	2
検体数×項目数	216	280	28

(4) PCB

牛乳 2 検体について PCB の検査をした結果、暫定的規制値を超える検体はなかった。

(5) 重金属類（カドミウム、鉛等）

器具及び容器包装 5 検体について検査した結果、全て基準値未満であった。

(6) 健康食品

ダイエット効果を標榜する健康食品 2 検体について医薬品成分（フェンフルラミン等 17 項目）を検査した結果、全て定量下限値未満であった。

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

(7) 家庭用品

家庭用エアゾル製品 5 検体についてトリクロロエチレン、テトラクロロエチレン及びメタノールを検査した結果、全て基準値未満であった。

(8) 放射能（放射性セシウムとして Cs-134, 137）

食品中の放射能検査を表-3 のとおり実施した結果、全て基準値未満であった。

表-3 放射能の検体数

名 称	流通食品	給食食材
魚介類及びその加工品	9	0
冷凍食品	0	0
肉卵類及びその加工品	9	0
乳及び乳製品	2	0
穀類及びその加工品	5	2
豆類及びその加工品	1	0
果実類	0	1
野菜	12	33
野菜・果実加工品	0	0
菓子類	0	0
調味料	0	0
飲料水	1	0
その他の食品	1	4
合 計	40	40

(9) 下痢性貝毒

あさり 2 検体及びかき 4 検体について検査を実施したところ、全て定量下限値未満であった。



## 7-2 臨時業務

苦情及び突発事例はなかった。

## 7-3 その他

調査研究については、「農産物中の残留農薬一斉分析法に関する検討」及び「家庭用品中のディルドリン及びDTTB検査法について」を実施した。

抄録は「Ⅲ調査研究業務」に掲載する。(例年行っている所内調査研究発表会は、新型コロナウイルス流行の影響により中止とした。)

## 8 環境測定の概要

大気関係では、大気環境の常時監視、有害大気汚染物質等の測定及び微小粒子状物質の成分分析調査を実施した。また、騒音・振動関係として、自動車交通騒音面的評価、航空機騒音測定、新幹線鉄道騒音・振動測定、一般環境騒音測定を行った。

水質関係では、浴槽水の生活衛生関係、公共用水域や地下水等の環境保全関係、産業廃棄物最終処分場の浸出液や汚泥等の廃棄物関係の測定を行った。

その他として、ダイオキシン類の測定及び調査研究を実施した。

### 8-1 大気関係経常業務

#### (1) 大気環境の常時監視

二酸化硫黄、二酸化窒素、光化学オキシダント等の常時監視のために設置している、一般環境大気測定局 9 局及び自動車排出ガス測定局 3 局について、測定局舎及び自動測定機器の維持管理と更新を行った。測定データは常時監視システムにより毎時収集され、浜松市及び静岡県のホームページで公開されている。

二酸化硫黄、二酸化窒素、一酸化炭素、浮遊粒子状物質及び微小粒子状物質については環境基準を達成していたが、光化学オキシダントは冬季を除き環境基準を達成していなかった。また、光化学オキシダントの注意報発令及び微小粒子状物質の注意喚起情報の発表はなかった。

#### (2) 有害大気汚染物質等測定

有害大気汚染物質の優先取組物質（六価クロム化合物及びダイオキシン類を除く。）に水銀を加えた 21 項目について、項目ごとに年 4～12 回、葵が丘小学校と伝馬町交差点の 2 地点において測定を行った。その結果、環境基準値又は指針値が設定されている項目については、すべて基準値等を達成していた。

#### (3) 微小粒子状物質の成分分析調査

春夏秋冬の季節ごとに各 14 日間、葵が丘小学校の 1 地点において、微小粒子状物質 (PM<sub>2.5</sub>) の成分分析として質量濃度、イオン成分、炭素成分及び無機元素成分の測定を行った。成分分析結果については、関東地方大気環境対策推進連絡会の微小粒子状調査会議において、発生源寄与の解析等に使用されている。

### 8-2 騒音・振動関係経常業務

#### (1) 自動車交通騒音面的評価

浜松市で作成した 5 ヶ年計画（令和元年～5 年）に基づき、3 地点において自動車交通騒音測定及び 29 区間の面的評価を行なった。これまでの累計の評価結果では、昼夜とも環境基準

値を達成している戸数は、全評価区間内の 46,732 戸の 96.3%にあたる 45,002 戸であった。

#### (2) 航空機騒音測定

航空自衛隊浜松基地周辺地域の西区佐浜町及び東区大瀬町の 2 地点において年 2 回測定を行った結果、2 地点とも環境基準値を達成していた。

#### (3) 新幹線鉄道騒音・振動測定

西区鶴見町及び西区舞阪町の 2 地点において年 1 回の騒音・振動測定を行った。その結果、新幹線の軌道中心から 25m 地点の騒音は 2 地点とも環境基準値を達成しておらず、振動は 2 地点とも指針値を達成していた。

#### (4) 一般環境騒音測定

西区村櫛町、中区和合町、浜北区貴布祢及び東区市野町の 4 地点において、年 1 回の騒音測定を行った。その結果、全地点において昼間、夜間それぞれの環境基準値を達成していた。

### 8-3 水質関係経常業務

#### (1) 生活衛生関係

##### 1) プール水

新型コロナウイルス流行の影響により、計画検査が中止となった。

##### 2) 浴槽水

公衆浴場の浴槽水 16 検体について、衛生管理のための水質基準に係る過マンガン酸カリウム消費量及び濁度の測定を行った。その結果、すべて基準値を満たしていた。

また、新型コロナウイルス流行の影響により、計画検査が一部中止となった。

#### (2) 環境保全関係

##### 1) 公共用水域

河川・湖沼 66 地点（浜名湖水域 42 地点、馬込川水域 11 地点、天竜川水域 13 地点）及び海域 9 地点（浜名湖 7 地点、遠州灘 2 地点）について、生活環境項目、健康項目等の測定を年 4～12 回実施した。その結果、海水の影響等によるものを除くと、健康項目については環境基準値を達成していたが、生活環境項目については一部河川等で pH や COD 等の基準値を達成していなかった。

##### 2) 事業場排水

水質汚濁防止法の特定事業場の排水等 44 検体について測定を行った。その結果、3 検体で BOD やジクロロメタン等の排水基準を超過していた。

### 3) 地下水

市内の全体的な地下水の状況を把握するための環境モニタリング 12 検体、過去に汚染が確認された地点での継続的な監視を目的とした定点モニタリング 83 検体について測定を行った。その結果、環境モニタリングでは全ての基準値を達成していたが、定点モニタリングでは一部の地点で基準値を達成していないものの、例年と同程度の値であった。

### 4) 海水浴場

弁天島及び館山寺海水浴場の 2 地点における開設前、開設中の 16 検体について pH、COD の測定を行った。その結果、水浴に供される公共用水域の水質判定基準について、開設前の弁天島は適（水質 A）、館山寺は可（水質 B）であった。開設中の弁天島、館山寺はともに可（水質 B）であった。

## (3) 廃棄物関係

### 1) 浸出液・放流水

産業廃棄物最終処分場における浸出液及び放流水 14 検体について測定を行った。その結果、すべて基準値を満たしていた。

### 2) 汚泥・燃え殻

産業廃棄物の中間処理業者が排出する汚泥 5 検体及び燃え殻 3 検体について溶出試験による金属等の測定を行った。その結果、すべて基準値を満たしていた。

## 8-4 水質関係臨時業務

表-1 のとおり、河川等の水質汚濁に関する調査、地下水汚染に伴う周辺地下水調査、事業場排水や産業廃棄物関係の調査等の臨時測定を行った。

表-1 水質関係臨時測定

検体種別		検体数	備考
環境保全関係	公共用水域	25	追跡調査
	事業場排水	10	悪臭等の苦情に係る水質調査、 基準違反報告の確認
	地下水	18	地下水汚染調査
廃棄物関係	放流水	3	再調査
合計		56	

## 8-5 その他

### (1) ダイオキシン類

ダイオキシン類対策特別措置法に基づき、河川・湖沼の水質 5 検体及び底質 5 検体、地下水 4 検体、土壌 3 検体、大気 3 地点（年 2 回）についてダイオキシン類の調査を行った。その結果、すべての検体において環境基準値を達成していた。

### (2) 調査研究

調査研究については、下記の 4 件を実施した。

- ① PFOS 及び PFOA の測定条件等の検討
- ② 大気粉じん中の六価クロム化合物の測定について
- ③ 有害大気汚染物質の測定に関する調査・研究
- ④ 浜松市における有害大気汚染物質濃度の 15 年間の経年変化

①～④の抄録は「Ⅲ調査研究業務」に掲載する。（例年行っている所内調査研究発表会は、新型コロナウイルス流行の影響により中止とした。）

### Ⅲ 調査研究業務

## 農産物中の残留農薬一斉分析法に関する検討

食品分析グループ 酒井 好穂

### 【はじめに】

当所では、平成 29 年に改正された通知試験法である「LC/MS による農薬等の一斉試験法（農産物）」を参考にした独自の試験法（以下、現行法という）により、農産物中の残留農薬試験を行っている<sup>1)</sup>。

QuEChERS 法<sup>2)</sup>は、迅速かつ簡便な方法として欧米で広く用いられており、近年、日本国内でも導入が進んでいる残留農薬試験法である。本分析法は、ポリプロピレン製の遠心管中で抽出・塩析・脱水操作を同時に行った後、分散固相抽出で精製を行う方法であるが、作物によっては精製が不十分との報告がある<sup>3)</sup>。このため、精製工程には従来の固相抽出カラムを使用し、それ以前の前処理工程に QuEChERS 法を取り入れた方法が多く報告されている<sup>4)5)</sup>。

今回、QuEChERS 法を前処理に取り入れ、精製に固相抽出カラムを使用する試験法（以下、検討法という）の有用性を確認するため、当所で GC-MS/MS 分析を行っている農薬 242 化合物について、当所で検査頻度が高い 3 種の農産物における添加回収試験を行ったので報告する。

### 【実験方法】

#### 1. 検討対象化合物

GC-MS/MS で分析を行っている 242 化合物（表 1）を対象とした。

#### 2. 試料

添加回収用試料として、こまつな、ばれいしょ、たまねぎを用いた。

#### 3. 試薬等

標準品は富士フィルム和光純薬（株）製の農薬標準品をアセトンに溶解した 1000ppm の標準原液および同社製の混合標準液を用いた。

抽出塩キットは Restek 社製の Q-Sep QuEChERS Extraction Packet を、固相抽出カラムは Supelco 社製の ENVI-Carb/NH<sub>2</sub>SPE (1000mg/500mg) を用いた。

#### 4. 試験溶液の調製

粉碎均一化した試料 10g を 50mL のポリプロピレン製遠心管に採取し、アセトニトリル 20mL を正確に加え、1 分間ホモジナイズした。これに抽出塩キット（塩化ナトリウム 1g、無水硫酸マグネシウム 4g、クエン酸水素二ナトリウム 1.5 水和物 0.5g、クエン酸三ナトリウム 2 水和物 1g の混合品）を加え、1 分間手で振とうした。その後遠心分離（2500rpm、10 分間）し、アセトニトリル層 8mL を正確に分取し、コンディショニングした固相抽出カラムに負荷後、25%トルエン・アセトニトリル 30mL で溶出した。これを濃縮乾固したものを 10%アセトン・ヘキサンに溶解し、試験溶液とした。図 1 に現行法と検討法の検査フローの比較を示した。

現行法	検討法
試料 20g	試料 10g
↓ アセトニトリル 60mL	↓ アセトニトリル 20mL
ホモジナイズ	ホモジナイズ
↓	↓ ←抽出塩キット
遠心分離(3000rpm,5min)	↓ (塩化ナトリウム 1g,
↓	↓ 無水硫酸マグネシウム 4g,
残渣	↓ クエン酸水素二ナトリウム1.5水和物 0.5g
↓ アセトニトリル 20mL	↓ クエン酸三ナトリウム2水和物 1g)
搅拌・ろ過	↓
↓ アセトニトリル	↓
100mLにメスアップ	↓
↓	↓
50mL 分取	振とう 1min(手振り)
↓ リン酸緩衝液 50mL	↓
↓ 塩化ナトリウム 20g	遠心分離(2500rpm,10min)
振とう 10min	↓
アセトニトリル層	アセトニトリル層を8mL分取
↓	↓
濃縮乾固	↓
↓	↓
25%トルエン・アセトニトリル2mLに溶解	↓
↓	↓
活性炭+NH <sub>2</sub> ミカラム	活性炭+NH <sub>2</sub> ミカラム
↓ 25%トルエン・アセトニトリル	↓ 25%トルエン・アセトニトリル
濃縮乾固	濃縮乾固
↓ 10%アセトン・ヘキサン	↓ 10%アセトン・ヘキサン
5mLに溶解	2mLに溶解
↓	↓
GC-MS用試験溶液	GC-MS用試験溶液

図 1 検査フロー比較

#### 5. 添加回収試験

試料に各農薬が 0.01ppm、0.1ppm となるように標準溶液を添加し、試験溶液を調製した。試験は各濃度 2 併行で行い、マトリックス検量線により各測定化合物の回収率(%)を算出した。

#### 6. 測定機器

測定機器は、Agilent 社製のガスクロマトグラフ 8890B および質量分析計 7000D を用い

た。

測定条件は以下の通り。

カラム：VF-5ms (Agilent 社製) (30m×0.25mm +10m EZ-Guard 膜厚 0.25µm)

キャリアガス：ヘリウム

注入口温度：250℃

昇温条件：70℃ (2min) - (25℃/min) - 150℃ - (3℃/min) - 200℃ - (8℃/min) - 310℃ (5min)

注入量：2 µL

イオン源温度：320℃

イオン化法：EI

分析モード：MRM

### 【結果】

ばれいしょ、こまつな、たまねぎの添加濃度 0.01ppm、0.1ppm における測定対象 242 化合物の回収率の 2 併行の平均値を表 1 に示した。妥当性評価ガイドラインに示された目標値である 70～120% を両濃度で満たすことができた化合物は、ばれいしょ 230 化合物、こまつな 227 化合物、たまねぎ 222 化合物であった。

### 【考察】

検討法により前処理を行ったところ、工程が少ないため従来法より検査に要する時間が大幅に短縮できた。さらに、前処理に緩衝液が不要であり、使用器具が少ないことから、これらの調製や洗浄に要する時間も削減でき、業務の効率化につながると考えられた。

添加回収試験の結果、ばれいしょ、こまつな、たまねぎのいずれの作物においても検討対象化合物の 9 割以上で、ガイドラインの目標値を満たす回収率が得られた。100% に近い回収率を示すものも多く、前処理の工程が少ないことにより、操作中の化合物損失が減少している可能性があると思われた。

以上により、検討法は GC-MS/MS 測定化合物の残留農薬試験において有用であると考えられた。今後、LC-MS/MS 測定化合物についても適用可能であるか検討した上で、妥当性評価を実施し、精度等の評価を行う必要がある。

### 【文献】

1) 厚生労働省医薬・生活衛生局生活衛生・食品安全部長：「食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法について」の一部改正について。平

成 29 年 6 月 20 日, 生食発 0620 第 1 号 (2014).

2) Anastassiades, M. et al.: Fast and Easy Multiresidue Method Employing Acetonitrile Extraction/Partitioning and “Dispersive Solid-Phase Extraction” for the Determination of Pesticide Residues in Produce, J. AOAC Int., 86, 412-431 (2003).

3) 赤木祐介他：QuEChERS 法を活用した GC/MS/MS による農産物中残留農薬一斉分析法の検討. 平成 24 年度地方衛生研究所全国協議会関東甲信静支部理化学研究部会, 53-56 (2013).

4) 高取聡他：LC-MS/MS を用いた迅速な野菜類および果実類中の残留農薬一斉分析法の妥当性評価. 食品衛生学雑誌, 54, 237-249 (2013).

5) 小林千恵他：迅速かつ簡便な前処理法による農産食品中の残留農薬一斉分析法の検討. 静岡県環境衛生科学研究所報告, No. 61, 29-36 (2018).



表1 検討対象項目化合物と各作物における回収率(No. 1~206)

No.	化合物名	ばれいしょ		こまつな		たまねぎ		No.	化合物名	ばれいしょ		こまつな		たまねぎ	
		添加濃度		添加濃度		添加濃度				添加濃度		添加濃度		添加濃度	
		0.01ppm	0.1ppm	0.01ppm	0.1ppm	0.01ppm	0.1ppm			0.01ppm	0.1ppm	0.01ppm	0.1ppm	0.01ppm	0.1ppm
1	EPN	100.2	91.8	100.5	87.6	103.4	89.2	104	テラシリン	94.9	90.5	105.8	89.3	113.6	90.1
2	XMC	100.3	83.6	96.1	84.1	102.8	88.5	105	テチクロール	96.2	91.7	104.7	90.2	109.9	90.4
3	アクトリン	113.6	90.3	110.2	86.7	101.4	88.8	106	テブコナゾール	97.3	88.6	100.3	82.6	103.5	87.4
4	アザコナゾール	100.4	89.3	100.9	85.6	104.2	87.7	107	テブフェンダゾール	98.6	88.7	103.4	89.3	106.4	89.2
5	アジンホスフィン	97.1	92.0	106.0	83.1	110.3	89.7	108	テブリン	96.8	84.8	96.8	87.1	100.6	87.6
6	アザジアリド	88.1	63.9	84.1	63.5	103.8	81.1	109	テブリン	94.5	87.8	104.0	88.7	101.2	88.7
7	アトラン	104.2	89.2	102.0	90.5	104.1	90.0	110	テブリン	91.9	77.4	88.0	81.6	97.3	84.5
8	アニコホス	104.8	78.6	105.5	82.7	117.6	92.0	111	トリラン/ミノールI	110.9	83.3	139.1	87.1	110.0	87.6
9	アトリン	106.2	90.1	99.3	89.0	107.5	88.4	112	トリラン/ミノールII	104.2	86.1	119.4	86.3	108.7	87.5
10	アトラコール	100.0	88.0	98.5	89.2	98.1	88.4	113	トリラン/メコン	101.0	90.0	103.5	88.6	96.6	90.0
11	アトリン	87.5	78.6	81.5	82.7	98.7	85.9	114	トリラン/メコン	145.2	85.9	97.7	76.6	106.1	87.9
12	アトリン	93.7	85.3	94.0	84.4	104.3	88.9	115	トリラン/メコン	91.4	77.8	91.8	84.6	100.2	86.9
13	アトリン	98.8	93.5	102.3	88.3	99.2	88.3	116	トリラン/メコン	92.1	81.0	90.6	73.5	97.4	83.9
14	イランホス	96.2	88.7	101.0	86.1	104.1	87.7	117	トリラン/メコン	97.2	90.6	99.9	87.7	101.2	90.2
15	イランホス/イランホス	98.3	87.7	97.4	80.3	106.7	85.9	118	トリラン/メコン	91.1	76.3	92.6	84.3	100.7	84.6
16	イランホス	95.4	81.2	92.3	85.6	99.5	87.5	119	トリラン/メコン	97.0	91.3	101.1	89.5	99.2	89.5
17	イランホス	100.9	89.5	104.1	88.2	99.9	88.6	120	トリラン/メコン	96.5	84.2	100.5	88.9	103.2	89.5
18	イランホス	96.7	85.5	97.6	84.6	101.3	87.3	121	トリラン/メコン	90.8	86.8	122.2	93.9	107.1	88.1
19	イランホス/イランホス I	—	57.5	96.2	72.8	114.4	—	122	トリラン/メコン	92.4	83.0	103.7	78.2	103.5	86.8
20	イランホス/イランホス II	—	76.9	108.4	68.8	115.5	—	123	トリラン/メコン	100.3	90.2	106.7	88.4	103.3	88.4
21	イランホス	96.8	85.3	98.5	87.1	100.9	88.2	124	トリラン/メコン	99.3	89.3	103.0	89.0	102.3	90.0
22	イランホス	90.3	77.4	83.7	82.0	94.2	82.3	125	トリラン/メコン	97.9	86.9	101.5	85.8	102.0	88.3
23	イランホス	101.6	91.0	100.6	86.2	102.6	88.8	126	トリラン/メコン	104.8	88.8	106.4	86.4	103.8	87.2
24	イランホス	101.7	88.9	99.5	81.1	115.5	90.3	127	トリラン/メコン	101.0	85.8	105.6	90.7	98.7	89.0
25	イランホス	91.7	88.0	95.0	86.2	103.9	87.9	128	トリラン/メコン	98.9	86.9	103.8	89.4	103.9	90.6
26	イランホス	95.7	89.5	100.2	87.0	102.4	86.4	129	トリラン/メコン	97.8	89.5	100.6	86.1	103.0	88.2
27	イランホス	93.8	82.4	88.5	81.9	99.2	84.7	130	トリラン/メコン	98.7	88.8	105.3	88.0	101.9	88.8
28	イランホス	99.1	91.0	99.3	86.5	102.8	89.7	131	トリラン/メコン	95.0	76.0	101.6	84.3	103.4	87.4
29	イランホス	97.1	91.9	101.4	90.8	102.7	90.9	132	トリラン/メコン	45.8	62.8	116.6	80.7	106.7	119.9
30	イランホス	103.6	94.0	101.2	88.8	105.4	89.3	133	トリラン/メコン	102.5	90.9	101.4	87.7	104.6	89.8
31	イランホス	97.7	90.1	102.0	84.0	108.8	86.5	134	トリラン/メコン	101.5	91.4	97.7	87.2	100.2	87.7
32	イランホス	92.3	90.7	109.3	90.6	99.7	90.4	135	トリラン/メコン	105.8	78.8	97.5	82.3	103.4	86.9
33	イランホス	92.2	69.0	103.3	50.8	165.8	85.7	136	トリラン/メコン	99.4	88.1	92.5	69.2	123.1	91.0
34	イランホス	95.2	82.2	91.5	82.5	99.5	85.1	137	トリラン/メコン	96.0	86.3	97.6	81.9	99.1	78.9
35	イランホス	92.9	89.8	106.0	80.0	106.8	88.6	138	トリラン/メコン	107.9	92.2	109.0	89.6	106.0	89.4
36	イランホス	108.0	90.5	99.4	89.2	104.7	89.0	139	トリラン/メコン	104.8	87.2	99.7	86.4	107.0	88.3
37	イランホス	100.0	88.0	97.3	86.2	101.8	88.1	140	トリラン/メコン	99.6	90.4	98.5	84.3	104.0	86.1
38	イランホス	95.4	87.7	100.0	89.0	101.4	87.9	141	トリラン/メコン	104.4	88.4	101.2	89.6	102.3	89.2
39	イランホス	102.0	89.6	94.2	85.6	104.8	88.6	142	トリラン/メコン	102.7	89.5	101.0	88.7	99.3	90.1
40	イランホス	102.1	87.3	68.1	28.2	48.3	29.5	143	トリラン/メコン	103.4	88.2	99.9	87.2	101.7	89.4
41	イランホス	85.9	75.3	81.8	80.9	95.8	81.4	144	トリラン/メコン	102.8	93.0	100.5	87.1	102.1	87.3
42	イランホス	101.2	92.8	103.6	87.0	100.1	89.1	145	トリラン/メコン	97.8	88.9	103.0	87.3	103.4	87.8
43	イランホス	94.6	85.3	92.7	85.6	99.7	86.9	146	トリラン/メコン	101.5	89.8	103.5	87.5	101.0	88.5
44	イランホス	77.2	68.3	68.6	73.7	87.3	68.7	147	トリラン/メコン	98.2	87.1	108.6	86.9	103.0	88.7
45	イランホス	100.7	85.0	98.6	89.2	101.4	89.3	148	トリラン/メコン	88.7	78.7	99.0	87.1	100.2	87.9
46	イランホス(cis)	97.7	87.5	104.2	91.1	107.5	92.2	149	トリラン/メコン	101.2	85.0	97.0	86.5	101.5	88.2
47	イランホス(trans)	111.7	87.5	103.2	90.8	99.8	90.4	150	トリラン/メコン	98.7	86.5	103.0	91.9	101.0	92.1
48	イランホス	99.6	87.4	108.6	88.0	102.8	90.5	151	トリラン/メコン	98.3	88.2	110.0	91.6	108.1	89.3
49	イランホス	95.9	83.3	100.6	87.2	103.1	88.5	152	トリラン/メコン	106.0	87.2	95.0	85.0	97.0	85.4
50	イランホス	107.9	96.2	99.7	89.8	105.5	93.5	153	トリラン/メコン	95.6	89.4	101.8	86.9	103.0	88.1
51	イランホス	96.5	90.2	101.7	90.0	100.7	90.9	154	トリラン/メコン	99.5	88.0	102.3	90.5	101.3	90.9
52	イランホス(E)	101.3	90.7	102.9	87.1	113.3	86.8	155	トリラン/メコン	101.6	90.9	100.1	90.5	104.4	89.5
53	イランホス(Z)	100.3	86.8	102.2	86.8	101.3	88.3	156	トリラン/メコン	103.4	90.1	102.5	87.6	102.2	88.1
54	イランホス	97.8	84.6	101.7	87.9	103.3	89.1	157	トリラン/メコン	109.2	90.5	87.6	90.1	109.4	87.9
55	イランホス	98.6	85.5	100.8	89.4	99.4	88.6	158	トリラン/メコン	108.5	90.4	99.0	86.9	96.1	88.6
56	イランホス	83.1	73.7	13.6	11.4	36.2	0.0	159	トリラン/メコン	111.8	93.1	117.3	92.8	123.3	96.7
57	イランホス	102.1	91.8	104.2	90.0	104.4	89.9	160	トリラン/メコン	97.2	83.5	100.5	88.3	101.3	88.6
58	イランホス	101.1	88.2	103.2	89.4	99.6	94.5	161	トリラン/メコン	95.0	85.7	103.0	82.7	104.5	86.0
59	イランホス	95.4	85.1	99.5	88.6	101.7	89.0	162	トリラン/メコン	97.8	87.8	104.6	89.4	105.3	89.4
60	イランホス	102.3	82.2	106.0	87.0	103.5	86.8	163	トリラン/メコン	95.1	85.0	96.1	89.0	102.8	86.4
61	イランホス	109.2	89.4	103.0	86.7	97.8	88.2	164	トリラン/メコン	102.4	92.2	101.9	87.3	103.5	89.9
62	イランホス	100.5	89.9	108.7	90.0	106.4	91.4	165	トリラン/メコン	101.0	91.1	103.5	86.7	103.8	86.2
63	イランホス	95.3	86.3	104.7	75.1	122.1	88.3	166	トリラン/メコン	97.4	86.7	106.2	84.2	99.2	86.4
64	イランホス	96.6	82.4	97.2	87.5	100.8	88.2	167	トリラン/メコン	100.5	89.0	98.5	88.4	94.6	87.6
65	イランホス	104.2	93.2	106.2	90.0	100.9	89.6	168	トリラン/メコン	93.0	84.1	95.0	84.2	99.6	86.2
66	イランホス	98.4	85.8	98.7	87.7	99.9	88.8	169	トリラン/メコン	89.8	82.7	100.1	85.5	98.3	89.7
67	イランホス	—	88.6	55.7	36.5	118.8	—	170	トリラン/メコン	97.5	87.5	102.9	86.6	107.4	88.8
68	イランホス(分解物)	—	133.7	104.8	91.2	99.6	105.7	171	トリラン/メコン	109.5	91.8	105.3	90.2	99.4	92.3
69	イランホス	83.2	78.0	101.9	84.5	93.9	61.0	172	トリラン/メコン	103.9	87.2	101.9	87.9	106.5	90.6
70	イランホス	102.5	91.5	107.0	89.9	106.0	89.5	173	トリラン/メコン	97.9	90.8	97.6	89.1	98.9	89.5
71	イランホス	99.9	91.3	97.5	89.5	105.8	89.7	174	トリラン/メコン	104.9	89.4	107.4	89.2	101.4	89.1
72	イランホス	103.9	91.8	102.5	88.8	103.8	89.9	175	トリラン/メコン	101.9	87.4	100.2	86.8	102.0	88.2
73	イランホス	98.3	89.8	102.9	87.5	99.0	88.6	176	トリラン/メコン	100.2	89.1	101.3	86.4	104.1	88.4
74	イランホス	98.0	87.0	92.0	78.4	106.0	85.8	177	トリラン/メコン	102.6	88.9	142.6	147.3	203.9	216.1
75	イランホス	102.3	86.8	105.1	91.4	103.3	85.7	178	トリラン/メコン	97.0	92.5	97.8	89.8	102.9	88.8
76	イランホス	96.1	91.4	101.1	86.0	105.6	87.7	179	トリラン/メコン	95.8	90.4	104.8	88.0	102.3	88.8
77	イランホス	79.0	80.1	112.8	86.4	116.7	90.7	180	トリラン/メコン	90.3	83.6	109.6	81.4	112.3	99.5
78	イランホス	90.5	88.7	102.4	87.0	105.3	88.4	181	トリラン/メコン	104.3	89.7	103.5	89.1	102.5	89.1
79	イランホス	94.8	90.8	96.9	85.2	104.4	87.8	182	トリラン/メコン	99.7	92.9	105.5	86.7	103.7	90.3
80	イランホス	99.7													

表1 検討対象項目および各作物における回収率(No. 207~242)

No.	化合物名	ばれいしよ		こまつな		たまねぎ	
		添加濃度		添加濃度		添加濃度	
		0.01ppm	0.1ppm	0.01ppm	0.1ppm	0.01ppm	0.1ppm
207	プロモアロピレート	100.1	90.8	108.8	88.6	104.1	88.8
208	プロモス	101.8	86.3	104.2	89.6	100.9	89.8
209	プロモスエチル	99.5	87.9	105.0	91.3	100.2	90.0
210	ヘキサクロロベンゼン	0.0	7.0	27.7	26.7	23.7	10.1
211	ヘキサクロロベンゼン	100.6	91.8	105.3	84.3	106.9	88.7
212	ヘキサリン	100.1	88.3	100.5	84.2	102.0	87.0
213	ヘキサリン	101.6	89.9	105.3	88.8	103.0	88.0
214	ヘキサリン	99.8	85.7	102.1	90.1	102.4	89.8
215	ヘキサリン	90.5	76.9	86.7	80.6	102.7	85.7
216	ヘキサクロロシクロヘキサン(cis)	100.3	85.1	98.8	91.2	100.1	90.7
217	ヘキサクロロシクロヘキサン(trans)	109.0	88.2	88.1	88.6	103.0	88.6
218	ヘキサリン(cis)	104.0	88.7	96.5	84.6	102.8	87.6
219	ヘキサリン(trans)	101.9	90.1	99.4	85.3	102.5	87.0
220	ヘキサリン	105.2	89.4	99.0	85.7	102.9	89.7
221	ヘキサリン	96.8	89.2	103.0	89.8	102.5	88.1
222	ヘキサリン	91.1	77.1	92.7	84.5	99.4	84.3
223	ヘキサリン	98.4	86.2	103.9	90.1	102.0	87.9
224	ヘキサリン	102.5	89.0	104.4	86.9	102.9	88.9
225	ヘキサリンI	100.6	87.5	103.3	77.6	128.9	91.5
226	ヘキサリンII	94.7	87.5	91.4	79.1	129.4	93.1
227	ヘキサリンI	87.9	85.0	103.7	75.8	120.9	90.0
228	ヘキサリンII	85.6	87.9	100.6	80.2	92.4	90.6
229	ヘキサリン	100.4	93.4	104.2	85.6	109.3	90.6
230	ヘキサリン	99.4	88.0	97.4	83.3	100.4	86.5
231	ヘキサリン	76.1	71.8	79.8	78.3	97.2	81.8
232	ヘキサリン	100.2	89.6	102.7	87.2	102.1	89.1
233	ヘキサリン	105.3	90.4	103.3	88.0	109.6	88.8
234	ヘキサリン	108.0	84.6	105.4	81.9	94.0	87.4
235	ヘキサリン	102.4	91.7	101.8	87.1	107.0	90.7
236	ヘキサリン	100.9	91.9	103.7	88.8	103.1	88.9
237	ヘキサリン	99.9	88.2	103.1	88.1	102.3	88.7
238	ヘキサリン	98.8	87.4	98.9	83.2	110.8	88.2
239	ヘキサリン	100.9	90.9	101.3	88.3	102.6	89.5
240	ヘキサリン	99.9	90.1	104.4	87.0	100.6	87.1
241	ヘキサリン	84.4	71.3	98.9	65.9	126.9	86.7
242	ヘキサリン	95.3	90.7	102.6	87.0	105.9	83.7

回収率は2併行の平均値

：妥当性評価ガイドラインの目標値 (70~120%) から逸脱したもの

# 家庭用品中のディルドリン及び DTTB 検査法について

食品分析グループ 夏目 佳代子

## 【はじめに】

ヘキサクロルエポキシオクタヒドロエンドエキソジメタノナフタリン（以下、ディルドリン）及び 4, 6-ジクロル-7-(2, 4, 5-トリクロルフェノキシ)-2-トリフルオルメチルベンズイミダゾール（以下、DTTB）は羊毛製品の防虫加工剤であり、有害物質を含有する家庭用品の規制に関する法律（以下「家庭用品規制法」という。）により使用が規制されている。

当所では、家庭用品のディルドリンの検査を、家庭用品規制法施行規則に示された検査法により行っている。現在、厚生労働省によりその検査法の見直しが検討されており、有害試薬を使用せず、使用する有機溶媒がより少なく、より簡便にディルドリン及び DTTB を同時抽出することが出来る検査法に変更される予定である。

本研究では、規則改正後の新検査法によりディルドリンの検査を行えるようにするとともに、当所で現在検査を行っていない DTTB についても、ディルドリンと同時に検査を行うことを可能にし、検査の効率化と体制の充実を図ることを目的とする。

## 【方法】

### 1. 試薬等

ディルドリンは Dr. Ehrenstorfer から、DTTB 標準品、フルオランテン-d<sub>10</sub> 標準品、クリセン-d<sub>12</sub> は富士フィルム和光純薬（株）から、0.2mol/L フェニルトリメチルアンモニウムヒドロキシド（以下、PTAH）メタノール溶液は、GLサイエンス社から購入した。

その他有機溶媒は、残留農薬・PCB 試験用を用いた。

前処理用カートリッジカラムは、強陽イオン交換カラム (Bond Elut Mega-BE PRS、1g) (Agilent 社製) をアセトン 5mL 及びヘキサン 10mL でコンディショニングしたものを用いた。

### 2. 試料

添加回収用試料は市販の羊毛糸を用いた。

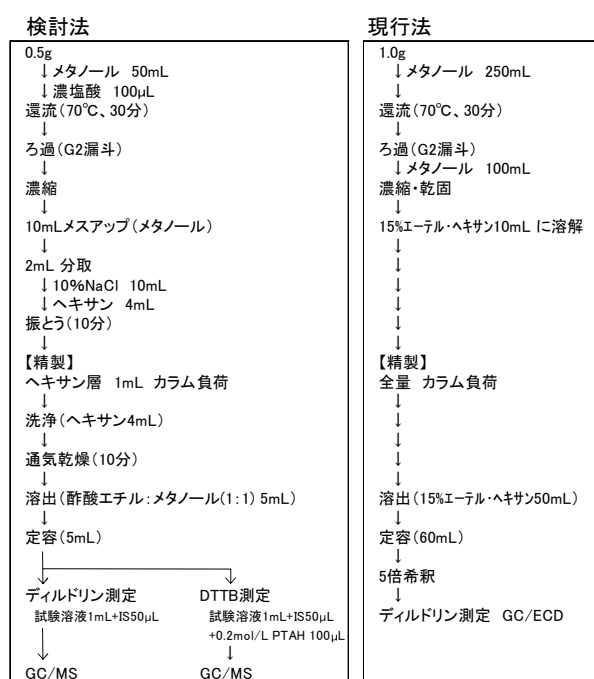


図1 検査フロー

## 3. 試験溶液の調製

### 3.1. 抽出

均一とした試料 0.5g をとり、50mL のメタノール及び 100μL の濃塩酸を加え、70°C で 30 分還流した。これをガラスろ過器（細孔記号 2）でろ過後、減圧濃縮し、メタノールで 10mL に定容した。これを正確に 2mL 分取し、10% 塩化ナトリウム溶液 10mL 及びヘキサン 4mL を加え、10 分間振とうした。

### 3.2. 精製

ヘキサン層 1mL を前処理用カートリッジカラムに負荷し、ヘキサン 4mL で洗浄後、10 分間通気乾燥し、酢酸エチル:メタノール (1:1) 5mL で溶出し、全量を 5mL としたものを試験溶液とした。

### 3.3. 測定溶液の作成(内部標準物質の添加及びPTAHによる誘導体化)

ディルドリン測定用試験溶液及びディルドリン標準液 1mL に内部標準物質（フルオランテン-d<sub>10</sub> 溶液）50μL を、DTTB 測定用試験溶液及び DTTB 標準液 1mL に内部標準物質（クリセン-d<sub>12</sub> 溶液）50μL 及び誘導体化試薬(0.2mol/L

PTAH メタノール溶液) を 100 $\mu$ L 添加し、測定溶液とした。図 1 に現行法と検討法の検査フローを示した。

#### 4. 検量線

検量線は 3~200ng/mL の範囲内で 5 点調製し、測定で得られた面積値を内部標準物質の測定で得られた面積値で除し、その面積比の値から作成した。

#### 5. 測定機器及び測定条件

GC-MS/MS : Agilent 社製 8890B/7000D  
 カラム : VF-5ms (30m $\times$ 0.25mmID、膜厚 0.25 $\mu$ m) (Agilent 社製)  
 昇温条件 : 100 $^{\circ}$ C (1 分)-10 $^{\circ}$ C/分-240 $^{\circ}$ C-5 $^{\circ}$ C/分-280 $^{\circ}$ C (7 分)  
 注入方式 : パルスドスプリットレス  
 注入口温度 : 240 $^{\circ}$ C  
 注入量 : 1 $\mu$ L  
 スキャンタイプ : MS1 SIM  
 トランスファライン温度 : 280 $^{\circ}$ C  
 キャリアガス : ヘリウム (カラム流量 0.6mL/分 定流量モード)  
 イオン源温度 : 300 $^{\circ}$ C  
 イオン源クリーニング水素流量 : 0.40mL/分

#### 6. 測定イオン

測定イオンは表 1 のとおりとした。なお、DTTB のメチル誘導化体は 2 種類生成し、Me-DTTB-1 及び Me-DTTB-2 とした。

表 1 測定イオン

化合物名	定量イオン (m/z)	定性イオン (m/z)
ディルドリン	263	277
Me-DTTB-1	392	464
Me-DTTB-2	429	414
フルオランテン-d <sub>10</sub>	212	—
クリセン-d <sub>12</sub>	240	—

#### 【結果】

##### 1. 検量線

ディルドリン、Me-DTTB-1 及び Me-DTTB-2 について、3~200ng/mL の範囲で相関係数 (r)  $\geq$  0.995 の直線性を示した。また、検量線の最低濃度の標準溶液及び内部標準物質溶液の 3 回の繰り返し測定において、面積値の変動

係数 (CV%) は Me-DTTB-1 が 13.3%、Me-DTTB-2 が 17.4% であり、どちらも 20% 以内と良好であった。ただし、検量線の最低濃度における S/N 比は、Me-DTTB-1 は 10 以上であったが、ディルドリン及び Me-DTTB-2 は 10 未満であった。

#### 2. 添加回収試験

測定対象成分が含まれていない試料に、測定用試験溶液中濃度が各 75ppb となるように標準液を添加して分析を行い、回収率を算出した。その結果、両成分において良好な回収率及び変動係数が得られた。表 2 に 5 併行の回収率 (平均値) と変動係数を示す。

表 2 添加回収試験結果

成分名	回収率 (%)	変動係数 (CV%)
ディルドリン	103.71	3.42
DTTB	102.25	4.23

#### 【考察】

ディルドリンの回収率は、収去検査時に現行法で測定した過去 5 回の平均値が 99.2% であり、今回の検討法における値は、同等の値であった。

DTTB のメチル誘導化体は参考文献と同様に 2 種類生成し、保持時間の早い生成物を Me-DTTB-1、他方を Me-DTTB-2 とした。当所においては、Me-DTTB-1 よりも Me-DTTB-2 の方が同時測定時における面積値が大きく、イオン化効率は Me-DTTB-2 の方が大きいと考えられたが、検量線の最低濃度の標準溶液の S/N 比及び 3 回の繰り返し測定における面積値の変動係数 (CV%) が、Me-DTTB-1 の方が低かったことから、低濃度でもより精度よく定量できる Me-DTTB-1 を用いることとした。回収率の平均値は Me-DTTB-1 が 102.25%、Me-DTTB-2 が 102.43% と同等であった。

#### 【まとめ】

本研究によって、ディルドリン及び DTTB の同時抽出及び GC-MS 法による分析法が確立された。また、現行のディルドリン測定法と比較して、抽出に使用する有機溶媒を減らすことが可能になった。今後、参考文献に示された方法が家庭用品規制法施行規則に定める

方法となれば、当所において公定法が導入可能となる。さらに、これまで検査を行っていなかった DTTB について、新たに検査を行うことが出来るようになり、検査体制の充実を図ることが可能となる。

**【参考文献】**

- 1) 西 以和貴他：繊維製品中のディルドリン及び DTTB 分析法の開発. 薬学雑誌, 140, 809-818 (2020)

# PFOS及びPFOAの測定条件等の検討

環境測定グループ 柴田 久実

## 【はじめに】

令和2年5月の環境省通知において、ペルフルオロオクタンスルホン酸（以下PFOS）及びペルフルオロオクタン酸（以下PFOA）が新たに人の健康の保護に関する要監視項目に追加された<sup>1)</sup>。有機フッ素化合物であるPFOSやPFOAはテフロン加工の際の乳化剤、撥水材、泡消火剤等として幅広く使用されていたが、PFOSやPFOAは環境中で分解されにくく、高い蓄積性も有することから「残留性有機汚染物質に関するストックホルム条約（POPs条約）」をはじめとして、国内外で様々な規制の対象となっている。

そこで、LC/MS/MSの分析条件等の検討及び、市内環境水におけるモニタリング調査を行ったので、その結果を報告する。

## 【調査方法】

### 1. 前処理方法及び分析条件等

#### ① 試薬等

- ・固相抽出装置  
ジーエルサイエンス社 AQUATrace ASPE799
- ・固相カートリッジ  
ジーエルサイエンス社 InertSep PLS-3 200mg/6mL
- ・メンブレンフィルター  
アドバンテック社 DISMIC®-13HP
- ・メタノール  
富士フィルム和光純薬製、（LC/MS用）
- ・アセトニトリル  
富士フィルム和光純薬製、（LC/MS用）
- ・ギ酸アンモニウム  
富士フィルム和光純薬製、特級
- ・混合標準液  
CIL製 PFOS ナトリウム塩・PFOA MIX 5000ng/mL in Methanol
- ・内部標準混合液  
CIL製 <sup>13</sup>C<sub>8</sub>-PFOS(ナトリウム塩)/<sup>13</sup>C<sub>8</sub>-PFOA MIX(<sup>13</sup>C<sub>8</sub>, 99%) 2000 ng/mL in Methanol

#### ② 前処理方法

固相カートリッジにメタノール4mL、超純水4mLの順に通液し、コンディショニングを行っ

た。検体1Lに10ng/mLに希釈した内部標準混合液100μLを添加したものを固相カートリッジに通水し、脱水後、メタノール5mLで溶出した。溶出液を窒素ガス吹付で約0.1mLに濃縮し、メタノールで1mLにメスアップした後、フィルターろ過後、測定用試料とした。なお、抽出作業は固相抽出装置を用いて行った。

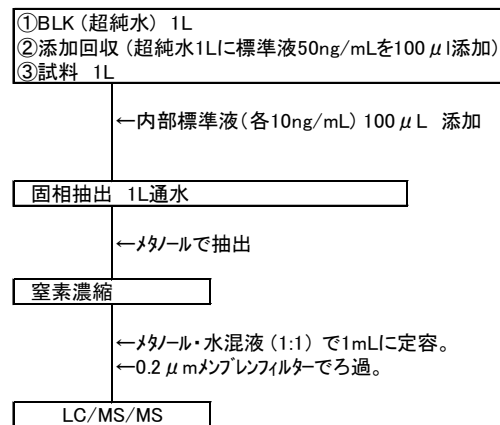


図1 前処理フロー

#### ③ 検量線及び分析条件

混合標準液をメタノール・水混液(1:1)で0.5~100ng/mLに希釈し、測定で得られた内標との面積比から検量線を作成した。分析条件は表1、2のとおり。

表1 LC/MS/MS 測定条件

装置	: Agilent 1290 Infinity LC + 6460 Triple Quad LC/MS
カラム	: GL サイエンス社 InertSustain AQ-C18HP 3μm 2.1I.D.x150mm
移動相	: 10mM酢酸アンモニウム(A):アセトニトリル(B)のグラジエント
グラジエント条件	: B 50%(2min)-15min-B 100%(1min)
カラム温度	: 40℃
流速	: 0.1 mL/min
注入量	: 5 μL
イオン化法	: ESI(-)

※移動相条件については調査方法2で検討した。

表2 PFOS・PFOAのMRM条件

化合物名	RT (min)	MS1 (m/z)	MS2 (m/z)	FE (V)	CE (eV)	Dwell time (ms)
PFOS	11.36	498.9	80	200	90	100
	11.36		99	200	55	100
PFOS- <sup>13</sup> C <sub>8</sub>	11.36	506.9	80	170	50	100
	11.36		99	170	65	100
PFOA	7.57	412.9	376.1	80	4	100
	7.57		169	80	16	100
PFOA- <sup>13</sup> C <sub>8</sub>	7.57	421	368.9	85	3	100
	7.57		172	85	12	100

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

## 2. 移動相条件の検討

環水大発第2005281号、環水大土発第2005282号付表1では、PFOS及びPFOAともに直鎖体と分岐鎖体を可能な限り分離することになっている。そこで、直鎖体と分岐鎖体を十分に分離するため、10mM酢酸アンモニウム水溶液 (A) とアセトニトリル (B) のグラジエント条件を変更して分析を行い、ピーク形状を比較した (表3)。

表3 グラジエント条件

条件1	: B 20%(2min)-15min-100%(1min)
条件2	: B 50%(2min)-15min-100%(1min)

なお、標準品には直鎖体の化合物しか含まれていないため、分析結果より、分岐鎖体が含まれることがわかった佐鳴湖湖心の検体を使用した。直鎖体と分岐鎖体のピークについては文献<sup>2)</sup>をもとに判定した。

## 3. 添加回収試験

超純水1Lに50ng/mLに希釈した標準品を100 $\mu$ L添加し(最終濃度5ng/mL)、回収率を求めた(n=3)。また、超純水の代わりに環境水(佐鳴湖湖心(汽水湖)、馬込川茄子橋、馬込川白羽橋)を用いた添加回収試験も同様に行った。なお、環境水については由来のPFOS及びPFOA濃度を差し引いて算出した。

## 4. 環境水の平常時モニタリング調査

平常時における河川水の実態調査のため、環境基準点を含む9地点を選定し、各地点において夏季と秋季の2回調査を行った(表4)。

表4 地点名と採水日

地点名	1回目採水日(夏季)	2回目採水日(秋季)
佐鳴湖湖心		
佐鳴湖拓希橋*		
新川志都呂橋*		
伊佐地川中之谷橋*	令和3年7月6日	令和3年11月9日
新川御茶屋橋		
段子川新富塚橋		
都田川落合橋*		
馬込川茄子橋*	令和3年7月8日	令和3年11月4日
馬込川白羽橋*		

\*は環境基準点を表す

## 【結果及び考察】

### 1. 移動相条件の検討

表3の移動相条件により分析した結果、条件1ではPFOSの直鎖と分岐鎖の分離が不十分であった。条件2ではPFOS、PFOA共に充分分離できていたことから、条件2を採用した。

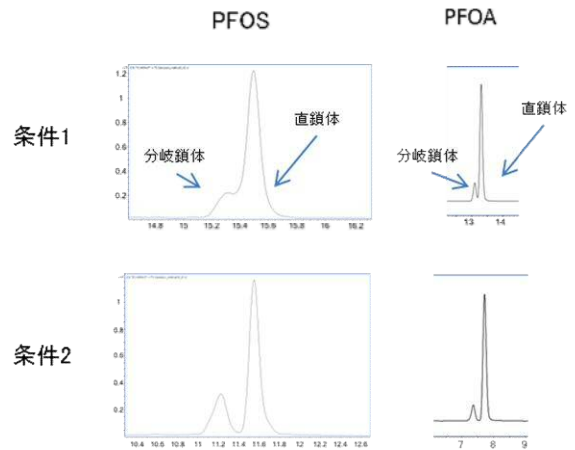


図5 PFOSとPFOAのピーク

### 2. 添加回収試験

添加回収試験の結果を表5に示す。超純水を用いた試験ではPFOS 106.6%、PFOA 97.4%と良好であり、変動係数も10%以内に収まっていた。また、環境水についても地点間で大きな差は見られず、良好な回収率であった。

表5 平均回収率と変動係数

	超純水(n=3)		環境水(3地点合計 n=5)	
	PFOS	PFOA	PFOS	PFOA
平均回収率(%)	106.6	97.4	102.6	93.9
変動係数(%)	6.1	4.5	6.7	2.7

### 3. 環境水の平常時モニタリング調査

環境水の分析結果を表6、7に示す。全地点において夏季秋季共にPFOS及びPFOAが検出され、伊佐地川中之谷橋と新川御茶屋橋の2地点では指針であるPFOS及びPFOA合算値で50ng/Lを超えていた。

表 6 夏季の調査結果

調査地点	(単位:ng/L)		
	PFOS	PFOA	合算値
佐鳴湖湖心	15	5.7	20
佐鳴湖拓希橋*	13	6.0	18
新川志都呂橋*	12	6.1	18
伊佐地川中之谷橋*	65	18	83
新川御茶屋橋	97	14	111
段子川新富塚橋	32	11	43
都田川落合橋*	1.1	1.5	2.6
馬込川茄子橋*	2.8	3.8	6.6
馬込川白羽橋*	36	6.7	43

表 7 秋季の調査結果

調査地点	(単位:ng/L)		
	PFOS	PFOA	合算値
佐鳴湖湖心	19	7.2	26
佐鳴湖拓希橋*	21	7.4	28
新川志都呂橋*	12	6.4	18
伊佐地川中之谷橋*	>190 <sup>※</sup>	39	>230 <sup>※</sup>
新川御茶屋橋	90.7	13	103
段子川新富塚橋	14	4.9	18
都田川落合橋*	1.5	3.0	4.5
馬込川茄子橋*	5.7	5.7	11
馬込川白羽橋*	12	7.1	19

※検量線を超過したため、推定値

### 【まとめ】

分析方法を検討した結果、添加回収試験の結果により測定方法について問題がないことを確認することができた。

平常時の河川水におけるPFOS及びPFOAのモニタリング調査により、暫定指針値を超えた河川が発見された。しかしながら、夾雑物の影響なども考えられるので、今後もデータの集積や暫定指針値を超えた河川水を用いた添加回収試験等の追試験が必要と考える。また、地点によっては夏季と秋季の値に差が見られたので、流量等の変化による季節変動によるものか注視していきたい。

### 【参考文献】

1. 環境省：水質汚濁に係る人の健康の保護に関する環境基準等の施行等について（通知）環水大発第2005281号、環水大土発第2005282号
2. PFOS及びPFOA 固相抽出—液体クロマトグラフ—質量分析法 質疑応答集(Q&A)



# 大気粉じん中の六価クロム化合物の測定について

環境測定グループ 赤池 綾太

## 【はじめに】

大気汚染防止法における有害大気汚染物質である六価クロム化合物（以下「六価クロム」という。）は、発がん性等の有害性が確認されており、優先取組物質に指定されている。しかし、六価クロムの化学的な不安定さから、有害大気汚染物質の常時監視では、三価クロム化合物を含むクロム及びその化合物（以下「全クロム」という。）として測定されてきた。

平成31年3月に有害大気汚染物質等測定方法マニュアルが改訂され、「大気粉じん中のクロムの形態別測定方法<sup>1)</sup>」（以下、「マニュアル」という。）が追加されたことで、六価クロムを分離して測定することが可能となった。

そこで、大気粉じん中の六価クロム濃度を把握することを目的として、測定法の検討を行ったので報告する。

## 【方法】

### 1. 試料採取、測定方法等

#### 1. 1 アルカリ含浸フィルタの作成方法

5種Cろ紙（φ47mm, ADVANTEC）を使用し、マニュアルに従いアルカリ含浸フィルタを作成した。アルカリ含浸後のフィルタは、マイクロスライド（MISL-47, ADVANTEC）に乗せてデシケーター内で一晩乾燥させた後、アルミ蒸着袋に密封し、使用時まで-25℃で冷凍保存した。

#### 1. 2 試料採取方法

アルカリ含浸フィルタをフィルタホルダ（オープン型, NILU製）にセットし、サンプリングポンプ（ASP-6000, 光明理化学工業株式会社）により、5L/minで24時間採取した。なお、採取中は図1のとおりハイポリウムサンブラを加工した容器にセットし、直射日光が当たらないようにした。

#### 1. 3 試験液の調製、測定方法

フィルタをPP製チューブに入れ、超純水5mLを加え、超音波照射下で30分間抽出した。この抽出液をPP製ディスポシリンジに採

り、フィルタ（13HP045AN, ADVANTEC）でろ過して試験液とした。測定方法は、イオンクロマトグラフ-ポストカラム吸光光度法とし、測定条件は表1のとおりとした。



図1 試料採取の様子

表1 測定条件

装置	: Dionex Integrion RFIG (Thermo)
カラム	: Dionex IonPac AS20
溶離液	: 35mmol/L KOH
反応液	: 2mmol/Lジフェニルカルボノヒドラジド -10%メタノール-1mol/L硫酸
反応コイル	: 内径 0.3mm、長さ 5m (40℃)
流量	: 溶離液 1.0mL/min、反応液 0.5mL/min
検出器	: 分光光度検出器 (波長: 540nm)
注入量	: 500μL

### 2. 調査方法

#### 2. 1 定量下限値の算出、ブランク試験等

六価クロム標準液を0.1~5ng/mLとなるように超純水で希釈し、検量線を作成した。定量下限値は、0.1ng/mLの標準液の5回繰り返し測定、及び操作ブランク試験（n=5）の測定により算出した。また、アルカリ含浸フィルタ作成後、1日、1週間及び3カ月経過したもので操作ブランク試験を行い（n=2）、ブランク値の変化を確認した。

#### 2. 2 マトリックスマッチングの検討

イオンクロマトグラフでの測定時、条件によっては溶液のpH等の影響によりピーク形状や感度に変化があることがある<sup>2)</sup>。試験液はアルカリ含浸フィルタにより弱アルカリ性となるため、これと同様な液性の溶液（マトリックスマッチングした溶液）で標準液を希釈

する方法がマニュアルに記載されている。

そこで、超純水5mLに0.12mol/L炭酸水素ナトリウム溶液300 $\mu$ Lの割合で添加し、この溶液で標準液を希釈して検量線を作成し、超純水で希釈した場合と比較した。また、操作ブランクフィルタから作成した試験液によって標準液を希釈したものも併せて測定した。

### 2. 3 抽出時のフィルタの状態による影響

抽出時に使用する容器の形状によっては、フィルタを折りたたんで入れる必要があり、この操作によって抽出効率に影響を与えるのではないかと考えた。そこで、大気を採取したフィルタ (n=2) を4分の1サイズにカットし、折りたたみの有無で分け、六価クロムの測定値を比較した。なお、抽出時の超純水の量は1.5mLとした。

### 2. 4 添加回収試験・保存性試験

500ng/mLの六価クロム標準液をフィルタ上に10 $\mu$ L添加し（試験液の濃度として1ng/mLに相当）、フィルタホルダにセットした。これを採取場所に直射日光が当たらないように24時間放置した後抽出し、回収率を求めた。

また、採取による粉じん存在下での回収率を確認するため、同様に標準液を添加したフィルタにより24時間大気を採取したもの、比較のため無添加のフィルタにより採取したものについても加えて測定した。

### 2. 5 環境試料の測定

有害大気汚染物質の常時監視地点である伝馬町（伝馬町交差点、沿道）及び葵が丘（葵が丘小学校、一般環境）において、大気を採取し、六価クロム濃度を測定した。また、通常の常時監視項目として測定している粉じん中の全クロム濃度との比較を行った。

### 3. 採取条件等

調査2.2～2.4に使用したフィルタの採取条件等は表2のとおりである。

表2 採取条件等

調査	採取地点	採取開始日時	天候	SPM ( $\mu$ g/m <sup>3</sup> )	気温 ( $^{\circ}$ C)
調査2-3	本所屋上	2021年12月15日 9時	晴	10.5	10.3
調査2-4	本所屋上	2021年12月22日 9時	晴	6.1	9.4
調査2-5	伝馬町	2022年 1月 6日 9時	雨～晴	6.3	3.7
	葵が丘	2022年 1月 6日10時	雨～晴	4.8	3.7

※SPMは採取地点又は近傍の大気自動測定局における値、気温は浜松特別地域気象観測所の値よりそれぞれ平均値を算出した。

### 【結果及び考察】

#### 1. 定量下限値の算出、ブランク試験等

六価クロムは8.2minに検出され（図2）、検量線の各濃度における乖離率はすべて5%以内であり、直線性も良好であった（図3）。

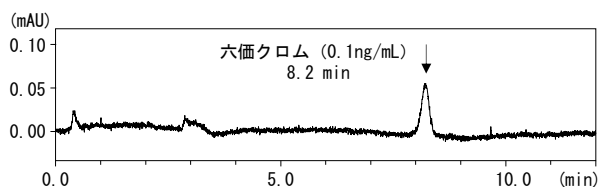


図2 六価クロムのクロマトグラム

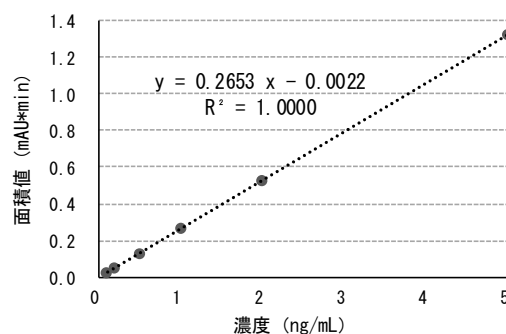


図3 六価クロムの検量線

標準液の繰り返し測定から算出した装置定量下限値は0.013ng/m<sup>3</sup>、操作ブランクの測定 (n=5) から算出した方法定量下限値は0.010ng/m<sup>3</sup>であり、いずれもマニュアル記載の目標定量下限値0.08ng/m<sup>3</sup>を満たしており、また、WHO欧州事務局ガイドラインの基準値0.25ng/m<sup>3</sup>の10分の1以下であった。

アルカリ含浸フィルタ作成から使用までの保存期間における操作ブランク値は表3のとおり、1日及び1週間では差がなく、マニュアル記載の操作ブランク値の目標値を満たしていた。一方、保存期間が3ヵ月ではブランク値の上昇が見られたため、以降の調査におけるアルカリ含浸フィルタの作成は、使用前1週間以内に行うこととした。

表3 操作ブランク値の変化

保存期間	平均定量値 (ng/mL)	大気濃度換算 (ng/m <sup>3</sup> )	操作ブランク値の 目標値 (ng/m <sup>3</sup> )
1日	0.052	0.036	
1週間	0.052	0.036	0.04
3ヵ月	0.077	0.053	

#### 2. マトリックスマッチングの検討

検量線作成時の希釈を、超純水又は超純水に炭酸水素ナトリウム溶液を添加したものとし、それぞれの検量線を比較した結果、面積値、保持時間、検量線の傾き及び切片等につ

いて違いは見られなかった。また、操作ブランクフィルタから作成した試験液により希釈した場合は、操作ブランク値と同等分面積値の上昇が見られた。以上の結果より、検量線の希釈に用いる溶液は超純水とした。

### 3. 抽出時のフィルタの状態による影響

図4のとおり、各フィルタ (A, B) の半数を折りたたみ、残りを開いた状態で抽出して測定した。その結果、平均値は折りたたんだ状態でわずかに小さくなったが、2枚のフィルタでその傾向に一貫性は見られなかった。そのため、超純水に浸っていればそれほど問題ないと考えられるが、作業性の向上のため、今後はフィルタを折りたたまずに入れることができる容器での抽出を検討している。

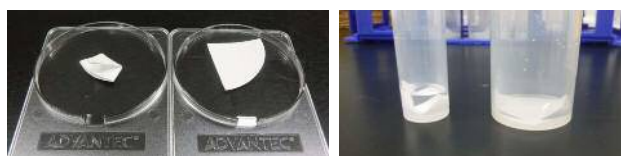


図4 フィルターの折りたたみ、抽出の様子

表4 各フィルターの測定結果

	(ng/mL)			
	折りたたんだ状態		開いた状態	
	1	2	1	2
フィルターA	0.152	0.137	0.131	0.136
フィルターB	0.121	0.123	0.168	0.143
平均値	0.133		0.144	

### 4. 添加回収試験・保存性試験

添加回収試験の結果を表5に示す。標準液を添加し、24時間放置したフィルタ (a) では回収率98.5%と良好であった。一方、標準液を添加後に大気試料を採取したフィルタ (b) では定量値が増加していた。この差は大気試料由来 (c) とほぼ一致しており、その分を差し引いた回収率は98.2%と良好であった。また、マニュアルでは抽出液の状態に放置すると形態変化が起りやすいと記載されているため、今回の試験液を4日間冷蔵保存した後に再測定を行ったが、定量値に変化は見られなかった。

表5 添加回収試験結果

	フィルタの条件		定量値* (ng/mL)	回収率 (%)
	標準液添加	大気採取		
a	あり	なし	0.985	98.5
b	あり	あり	1.064	-
c	なし	あり	0.082	-
	(b-c)		0.982	98.2

※定量値は操作ブランク補正後

### 5. 環境試料の測定

伝馬町及び葵が丘における測定結果を表6に示す。六価クロムの大気濃度換算値は、伝馬町0.029ng/m<sup>3</sup>、葵が丘0.041ng/m<sup>3</sup>であり、いずれも米国環境保護庁 (EPA) の10<sup>-5</sup>リスクレベル基準 (0.8ng/m<sup>3</sup>) を下回っていた。2地点で大気濃度に差が見られるが、全クロムに対する比率はそれぞれ2.2%及び1.9%であり、ほぼ同程度となっていた。また、環境試料では5~6min付近に夾雑ピークが検出されるが、十分に分離出来ており、測定に問題がないことを確認した (図5)。

表6 環境試料の測定結果

	六価クロム		全クロム 濃度 (ng/m <sup>3</sup> )	六価クロム /全クロム (%)
	定量値* (ng/mL)	大気濃度換算 (ng/m <sup>3</sup> )		
伝馬町	0.042	0.029	1.3	2.2
葵が丘	0.059	0.041	2.2	1.9

※定量値は操作ブランク補正後

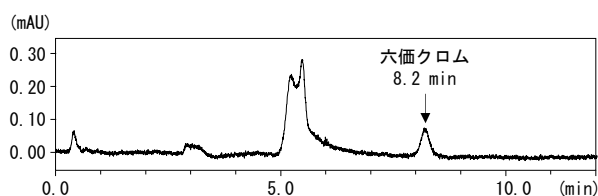


図5 伝馬町のクロマトグラム

### 【まとめ】

定量下限値の算出、ブランク試験、添加回収試験等を行い、いずれも良好な結果を得ることができた。ただし、マニュアルでは気温が高い日にブランク値が上昇することや、SPMの値が高いときに回収率が下がることが記載されている。そのため、今後年間を通じた測定によって季節変動を把握していくことに加え、気温等による影響についても併せて確認していくことが必要である。また、イオンクロマトグラフの条件検討をしていく過程で、反応液ポンプのエア噛みによるノイズの増大や、エアコンの風によるベースラインのうねりも確認されているため、採取や抽出だけでなく、全体を通した測定精度の向上にも努めていきたい。

### 【参考文献】

1. 環境省：有害大気汚染物質測定方法マニュアル (平成31年3月改定)
2. 林英和, 庄司岳志, 佐藤修一：大気粉じん中六価クロム化合物の分析条件検討及び添加回収試験の結果について, 全国環境研会誌, 46, No. 1, 5-9 (2021).

# 有害大気汚染物質の測定における操作手技の確認について

環境測定グループ 青山 美由紀

## 【はじめに】

本市では、有害大気汚染物質の環境大気中における濃度の把握のため、有害大気汚染物質等測定方法マニュアル<sup>1)</sup>（以下「マニュアル」という。）に基づき試料採取及び分析を実施している。

本調査では、測定精度の向上を目的とし、マニュアルに記載のない操作手技の違いが測定値に与える影響について確認したので報告する。

## 【方法】

### 1. 測定方法

各調査における測定方法は以下の方法とし、調査内容に記載のないものについてはマニュアルに従って実施した。

#### （1）重金属類

フィルタ捕集（ハイボリウムエアサンプラ法）-圧力容器法（B法）-誘導結合プラズマ質量分析法

#### （2）ベンゾ [a] ピレン

フィルタ捕集-溶媒抽出法（超音波抽出）-高速液体クロマトグラフ法

### 2. 調査内容

有害大気汚染物質の常時監視地点である北部測定局（図1）で試料を採取し、次の（1）～（2）について検討を行った。



図1 試料採取場所（小学校東側）

## （1）重金属類

### ① フィルタの位置による測定値の差

マニュアルでは、フィルタの適量を切り取り測定に使用すると記載されているが、使用する位置や面積に関する定めはない。そこで、使用するフィルタの位置により測定値に差が出るかを確認するため、フィルタを分割して前処理を行い、測定値を比較した。測定に使用したフィルタの採取条件は表1のとおりである。

表1 重金属類の試料採取条件

	採取開始日	天候	主風向	平均風速 (m/s)	平均気温 (°C)	平均湿度 (%)
1回目	令和3年 6月10日	晴～曇	東北東	1.7	19.9	61
2回目	令和3年 7月29日	晴	南西	1.4	27.4	82
3回目	令和3年 8月31日	晴	西	2.0	28.6	68
4回目	令和3年10月20日	晴	西北西	4.3	14.7	51
5回目	令和4年 1月 4日	晴	西北西	4.3	5.6	46

### ② フィルタの切り取り方法による影響

毎月の測定では、作業性を考慮し、フィルタを4分割した1区画の中心部（3.6cm角）1枚を代表として切り取り測定している。上記の①フィルタ捕集面上の濃度差の結果より、4分割間においても濃度差が出るかもしれないと分かったため、対角線上の代表区画を合算することでこの差を抑えることができるか検討した。

#### （2）ベンゾ [a] ピレン

捕集フィルタの超音波抽出時、試験管内のフィルタが丸まることがあり、抽出効率が低下している懸念があった。そこでフィルタを3.6cm角に切り取り、一方は捕集面を内側に折りたたみ丸めた状態、もう一方は開いた状態としてそれぞれ抽出を行い、測定値を比較した。

## 【結果及び考察】

### 1. 重金属類

#### （1）フィルタの位置による測定値の差

分割した各区画の測定値を4分割の区画（1区画101cm<sup>2</sup>）ごとに合算した結果を図2に示す。なお、フィルタの向きはすべての調査で統一し、上側が北北西方向となるように示している。試料採取日ごとに、区画ごとの測定



値に差がみられ、特に1,4回目では左右方向に、5回目では上下方向に差がみられた。測定項目間で比較すると、区画ごとの測定値の差はあるが、位置による傾向は同様であった。

また、試料採取日の気象条件（表1）と区画ごとの測定値を比較すると、主風向による傾向はみられなかったが、平均風速との関連はみられ、特に風の強い4,5回目は区画ごとの測定値の差が大きくなっていった。

	1回目	2回目	3回目	4回目	5回目
Cr	879 999	348 377	1153 1104	443 575	364 379
	758 1048	314 350	932 1119	420 529	291 235
Mn	3185 3533	2454 2932	4931 4386	1032 1408	2387 2305
	2805 3731	2462 3203	4068 4982	948 1210	2160 1772
Ni	550 581	186 208	627 568	213 283	242 218
	452 607	180 206	496 615	171 229	199 159
As	516 551	52 56	297 279	28 35	123 115
	445 552	49 55	262 297	26 33	116 107

平均値から+15%以上の値  
 平均値から-15%以下の値

図2 区画ごとの測定値 (ng) (4分割)

測定値の差の要因をさらに確認するため、16分割した区画（1区画25cm<sup>2</sup>）ごとの測定値を比較した。代表として1回目のCr及びMnの結果を図3に示す。その結果、特にフィルタの外側で差が大きくなる傾向が確認できた。また、採取後のフィルタを確認すると、日によってフィルタの縁周辺に粒子の蓄積があり（図4）、採取地点に隣接した小学校運動場の砂埃の影響とみられた。そのため、特に風の強い日に濃度差が大きくなることが考えられた。

Cr	988	814	1061	561	Mn	182	135	175	92
	598	784	854	1056		104	128	140	174
	694	676	936	1192		106	111	148	191
	774	661	823	780		124	111	144	124

平均値から+15%以上の値  
 平均値から-15%以下の値

図3 区画ごとの測定値 (ng) (16分割)

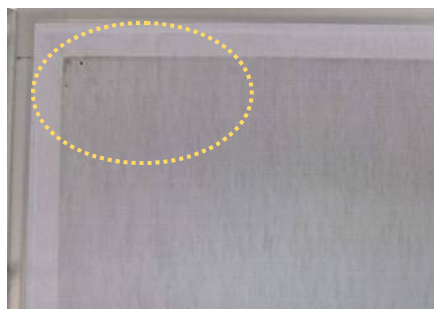


図4 粒子蓄積の様子

## (2) フィルタ切り取り方法による影響

4分割したフィルタについて、1区画の中心部分（3.6cm角）1枚のみで測定した結果及び対角線上の2枚を使用して測定した結果を表2に示す。

フィルタ1枚のみを使用した場合には、4区画間での差が大きく、平均値に対する濃度差も大きくなった。一方、対角線上の2枚を合算した結果、1枚の結果よりばらつきの範囲を抑えることができ、本測定地点においては有効な方法であると考えられた。

表2 フィルタ枚数の違いによる比較

項目	平均値からの差の範囲 (%)	
	1枚使用 (n=8)	2枚使用 (n=4)
Cr	-15 ~ 26	-4 ~ 15
Mn	-31 ~ 21	-12 ~ 14
Ni	-7 ~ 28	-6 ~ 16
As	-11 ~ 23	1 ~ 15

## 2. ベンゾ [a] ピレン

フィルタの折りたたみの有無により測定値を比較した結果を表3に示す。いずれの条件においても測定値に差はなく、抽出時のフィルタの形状による影響は小さいと考えられた。

表3 フィルタの状態による濃度差

フィルタの状態	測定値 (ng/m <sup>3</sup> )
折りたたんだ状態 (n=3)	0.065±0.009
開いた状態 (n=3)	0.066±0.012

## 【まとめ】

マニュアルに記載のない操作手技の違いが測定値に与える影響について確認した結果、北部測定局での重金属類の測定においては、周辺環境の影響を受け、フィルタの使用位置によって測定値に差が出るということがわかった。そこで、対角線上の2枚の区画を合算することで測定精度の向上につなげることができた。

今後、周辺環境の違う他の測定局においても、測定値に与える影響について確認し、測定精度の向上に努めていきたい。

## 【参考文献】

1. 環境省：有害大気汚染物質等測定方法マニュアル（2019）。

# 浜松市における有害大気汚染物質濃度の15年間の経年変化

環境測定グループ 大島 功

## 【はじめに】

本市では大気汚染防止法第22条に基づき、大気汚染状況の常時監視を行っている。

「継続的に摂取される場合には人の健康を損なうおそれがある物質で大気汚染の原因となるもの」として有害大気汚染物質が248物質リストアップされており、そのうち有害性の程度や大気環境の状況等に鑑み、健康リスクがある程度高いと考えられる物質として22物質の優先取組物質が選定されている。本市の優先取組物質等の長期的な経年変化や傾向を把握するため、全国平均値<sup>1)</sup>との比較等を行った。

## 【評価方法】

### 1. 評価物質

評価した優先取組物質等22物質を表1に示す。

表1 評価物質

揮発性有機化合物 (VOC)	ベンゼン
	トリクロロエチレン
	テトラクロロエチレン
	ジクロロメタン
	アクリロニトリル
	塩化ビニルモノマー
	クロロホルム
	1,2-ジクロロエタン
	1,3-ブタジエン
	塩化メチル
トルエン	
水銀及びその化合物	
重金属類	ニッケル化合物
	ヒ素及びその化合物
	マンガン及びその化合物
	クロム及びその化合物
ベリリウム及びその化合物	
酸化エチレン	
アルデヒド類	アセトアルデヒド
	ホルムアルデヒド
ベンゾ[a]ピレン	
ダイオキシン類	

### 2. 評価地点

評価地点は、図1のとおり、本市の有害大気汚染物質の常時監視地点である北部測定局（一般環境又は固定発生源周辺<sup>2)</sup>）と、R-257測定局（沿道<sup>2)</sup>）を選定した。なお、ダイオキシン類は市内測定地点の平均値で評価した。



図1 評価地点

### 3. 評価期間

評価期間を表2に示す。

表2 評価期間

	評価物質	
	ダイオキシン類を除く	ダイオキシン類
浜松市	2006～2020年度 (H18～R2年度)	2006～2019年度 (H18～R1年度)
全国平均	2006～2018年度 (H18～H30年度)	2006～2019年度 (H18～R1年度)

## 【結果】

優先取組物質等22物質の年平均値の経年変化について、一般環境又は固定発生源周辺と沿道の別に、基準値設定物質を図2に、指針値設定物質を図3に、その他の物質を図4に示す。また、化学物質排出把握管理促進法（以下PRTR）における対象物質の2019年度の届出排出量（集計値）及び届出外排出量（推計値）<sup>3)</sup>を表3に示す。

### 1. 基準値設定物質

揮発性有機化合物（以下VOC）のうち、基準値設定のある4物質（ベンゼン、トリクロロエチレン、テトラクロロエチレン、ジクロロメタン）及びダイオキシン類の経年変化は、低下傾向が見られた。

### 2. 指針値設定物質

水銀及びその化合物、重金属類（ニッケル化合物、ヒ素及びその化合物、マンガン及びその化合物）は、経年変化としては横ばい若

しくは緩やかな低下傾向が見られた。また、1,3-ブタジエンは低下傾向、1,3-ブタジエンを除くVOCは横ばいであった。光化学オキシダントの生成に関与するアセトアルデヒドは、本市において近年平均値の上昇傾向が見られた。

### 3. その他の物質

トルエン及び自動車排ガス由来とされるベンゾ[a]ピレンは低下傾向が見られたのに対し、ホルムアルデヒドでは横ばいの傾向が見られた。また、重金属類（クロム及びその化合物、ベリリウム及びその化合物）及び酸化エチレンは概ね横ばいの傾向であった。

### 4. PRTRとの比較

水銀及びその化合物、重金属類は大気への排出量割合が低く、経年変化としては横ばい若しくは緩やかな低下傾向が見られた。アセトアルデヒド、1,3-ブタジエン、ベンゼン及びホルムアルデヒドは自動車を中心とした移動体からの排出量割合が高いが、1,3-ブタジエン及びベンゼンで経年変化が低下傾向だったのに対し、アセトアルデヒドでは本市において近年上昇傾向、ホルムアルデヒドでは横ばいの傾向が見られた。様々な産業施設のほか自動車からの排出も重要な発生源であるトルエンは、低下傾向が見られた。

#### 【まとめ】

本市の優先取組物質等22物質の年平均値は、一過性の濃度上昇が見られる物質もあつ

たが、概ね全国平均値と同様に横ばい若しくは低下傾向が見られた。また、調査期間において、年平均値が基準値及び指針値を超過した物質はなかった。

優先取組物質等の長期的な経年変化は、PRTR制度やVOCの排出抑制制度に加え、事業者による自主的な取組により、有害大気汚染物質の排出削減に効果を上げてきたものと考えられる。

また、米国の投資会社であるリーマン・ブラザーズの経営破綻に端を発した所謂リーマンショックにより、2008年から2009年にかけて全国の鉱工業生産指数<sup>4)</sup>及び本市の製造品出荷額<sup>5)</sup>は大きく落ち込んだが、有害大気物質濃度に顕著な影響は見られなかった。

#### 【参考文献等】

1. 環境省：大気汚染状況報告書，平成18年度-令和元年度
2. 環境省：有害大気汚染物質モニタリング地点選定ガイドライン，平成25年8月
3. 経済産業省：PRTR制度，集計結果，令和元年度
4. 経済産業省：統計，鉱工業指数
5. 浜松市：統計情報，工業統計情報結果報告書
6. 浜松市：浜松市の現状と対策，平成18年度-令和2年度
7. 大野隆史，山神真紀子，中島寛則，森健次，池盛文数，久恒邦裕：名古屋市における有害大気汚染物質濃度の20年間の経年変化，名古屋市年報，第7号，23-31，2018

表3 PRTR対象物質の届出排出量及び届出外排出量（2019年度、全国）

PRTR 対象物質 番号	PRTR対象物質 名称	届出排出量（集計値）（kg/年） （ダイオキシン類：mg-TEQ/年）					届出外排出量（推計値）（kg/年） （ダイオキシン類：mg-TEQ/年）					合計	届出 排出量 構成比 （%）	届出外 排出量 構成比 （%）
		大気	公共用水域	土壌	埋立	小計	対象業種	非対象業種	家庭	移動体	小計			
9	アクリロニトリル	106,219	4,353	0	0	110,571	12,164	0	11,355	0	23,519	134,090	82	18
12	アセトアルデヒド	43,638	17,633	0	0	61,271	23,399	27,257	201,474	1,721,715	1,973,846	2,035,117	3	97
56	エチレンオキシド	125,450	4,220	0	0	129,670	90,435	0	0	0	90,435	220,104	59	41
87	クロム及び三価クロム化合物	4,358	24,877	1	130,000	159,236	6,751	0	0	0	6,751	165,987	96	4
88	六価クロム化合物	174	10,344	0	0	10,518	103	0	0	0	103	10,621	99	1
94	クロロエチレン （別名塩化ビニル）	132,145	4,012	0	0	136,156	1,434	0	0	0	1,434	137,590	99	1
127	クロホルム	248,482	36,848	0	0	285,330	30,552	11,337	45,904	0	87,793	373,123	76	24
128	クロロメタン （別名塩化メチル）	612,609	5,505	0	0	618,114	0	0	0	0	0	618,114	100	0
157	1, 2-ジクロロエタン	143,429	2,407	0	0	145,836	2,340	0	0	0	2,340	148,175	98	2
186	ジクロロメタン （別名塩化メチレン）	9,234,241	4,328	0	0	9,238,569	1,826,253	0	0	0	1,826,253	11,064,822	83	17
237	水銀及びその化合物	54	190	0	347	590	3,047	0	0	0	3,047	3,637	16	84
243	ダイオキシン類	78,478	1,143	0	134,126	213,746	28,336	11,460	50	940	40,786	254,532	84	16
262	テトラクロロエチレン	597,066	1,330	0	0	598,396	204,349	0	0	0	204,349	802,745	75	25
281	トリクロロエチレン	2,453,450	1,410	0	0	2,454,860	494,377	0	0	0	494,377	2,949,237	83	17
300	トルエン	47,034,270	22,747	17	0	47,057,034	10,149,901	7,014,348	871,342	21,020,729	39,056,319	86,113,353	55	45
308	ニッケル	2,537	616	0	0	3,153	265	0	0	0	265	3,418	92	8
309	ニッケル化合物	1,870	53,407	0	69,640	124,918	81,259	0	0	0	81,259	206,177	61	39
332	砒素及びその無機化合物	1,234	18,810	740	855,777	876,561	1,294	0	0	0	1,294	877,855	100	0
351	1, 3-ブタジエン	53,906	1,911	0	0	55,817	50	15,700	42,917	975,414	1,034,081	1,089,898	5	95
394	ベリリウム及びその化合物	0	2	0	0	2	850	0	0	0	850	852	0	100
400	ベンゼン	598,375	5,966	200,000	0	804,341	150,453	304,633	35,061	5,027,934	5,518,082	6,322,422	13	87
411	ホルムアルデヒド	211,196	17,222	0	0	228,418	1,188,432	126,365	52,801	4,515,045	5,882,644	6,111,061	4	96
412	マンガン及びその化合物	48,414	596,428	138	573,600	1,218,579	4,121	0	0	0	4,121	1,222,700	100	0

※ ベンゾ[a]ピレンはPRTR法の対象物質に該当しない

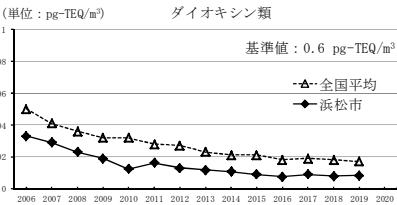
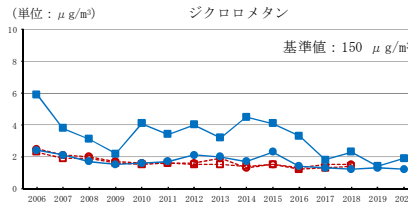
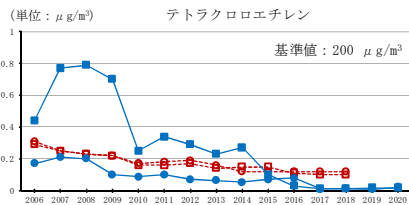
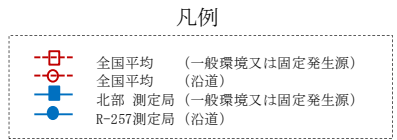
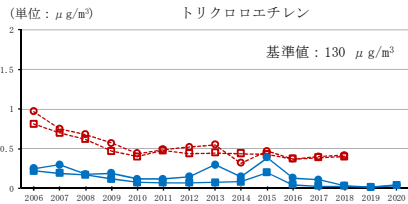
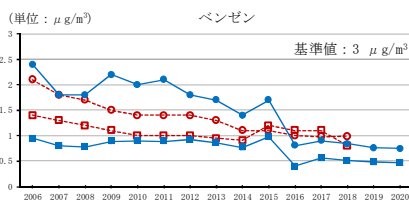


図2 基準値設定物質

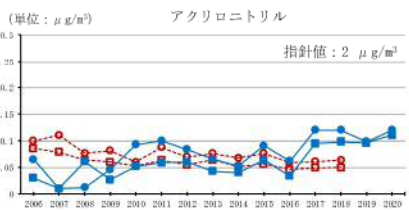


図3 指針値設定物質

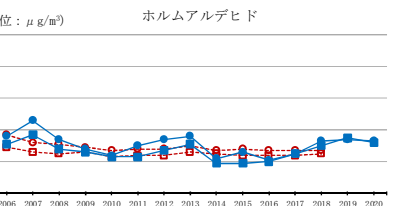
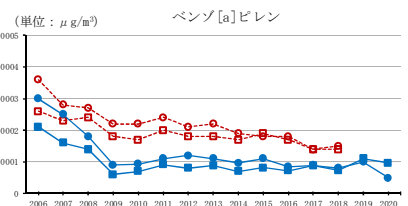
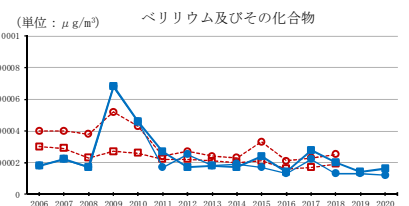
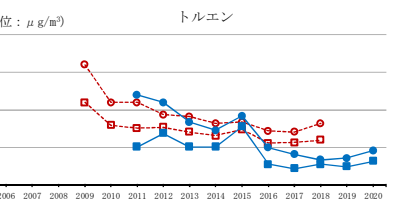
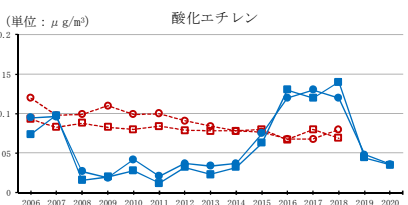
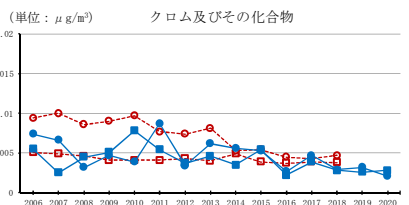


図4 その他の物質