

CODEN SEKSCS

ISSN 1880-4519

# 滋賀県衛生科学センター所報

第 57 集

令和 4 年

ANNUAL REPORT OF  
SHIGA PREFECTURAL INSTITUTE  
OF PUBLIC HEALTH

VOL. 57

2022

滋賀衛科セ所報  
*Ann.Rep.Shiga Pref.Inst.Pub.Hlth.*

## はじめに

当所では、感染症、食中毒や放射性物質など健康危機管理事案について調査研究を実施するとともに、疫学情報の分析および提供を行うことで、県民の方々の安全・安心に貢献することを目的として業務実施しているところです。

さて、令和2年1月に日本国内で初めて患者が確認された新型コロナウイルス感染症は、令和3年末に確認されたオミクロン株の流行により、令和4年には第6波、第7波および第8波となって流行が拡大し、現在も流行が持続している状況です。そうした状況ではありますが、重症度が低下したことを受け、令和5年5月8日から5類感染症となることが決定されました。

また、令和4年には国内でサル痘が発生し、早急に検査体制を整備したところです。健康危機管理事案はいつ起こるか予想できないため、多様な微生物や化学物質の検出に対応できる技術を常に継承することの重要性を感じています。

令和4年12月には、国勢調査結果に基づく全国の平均寿命が公表され、全国都道府県の中で滋賀県は男性1位、女性2位という大変嬉しい結果でした。当所では平均寿命に影響する要因解析を実施しているところであり、今後も県民の方々の健康増進に係る情報発信を行っていく所存です。

当所報は、令和3年度に実施した業務を取りまとめたものです。同年は新型コロナウイルス感染症の影響が大きく、調査研究や情報交換について大変苦慮した年度です。業務遂行にあたりましては、関係各位の御協力に感謝するとともに、さらなる御指導をいただければ幸いに存じます。

令和5年2月

滋賀県衛生科学センター所長  
吉田 智子

# 目 次

## 第1章 組織機構および決算

第1節 沿革	1
第2節 施設の概要	2
第3節 令和3年度決算	4
第4節 組織および業務概要	5

## 第2章 業務の概要

第1節 試験検査件数	6
第2節 健康科学情報係	8
第3節 微生物係	10
第4節 理化学係	14
第5節 講師派遣, 各種委員会活動報告	19

## 第3章 調査研究報告

### 第1節 調査報告編

1. LC-MS/MSによる農産物中の残留農薬一斉試験法	20
友澤潤子 田中博子 中尾美加子 川端彰範	
2. LC-MS/MSによる畜産物中の動物用医薬品等一斉試験法	37
友澤潤子 田中博子 中尾美加子 川端彰範	

### 第2節 ノート編

1. 高齢者施設巡回支援事業を実施した特別養護老人ホームにおける感染対策の現状と課題	47
小林亮太 鈴木智之 我藤一史	
2. 水道水質検査外部精度管理実施結果について(令和3年度)	53
小林博美 佐野政文 三田村徳子	

# CONTENTS

## Reports

1. **Simultaneous Analytical Method of Pesticide Residues in Agricultural Products by LC-MS/MS**  
Junko TOMOZAWA, Hiroko TANAKA, Mikako NAKAO and Akinori KAWABATA ..... 20
2. **Simultaneous Analytical Method of Veterinary Drugs Residues in Livestock Products by LC-MS/MS**  
Junko TOMOZAWA, Hiroko TANAKA, Mikako NAKAO and Akinori KAWABATA ..... 37

## Notes

1. **Current Status and issue of Infection Prevention at Elderly Nursing Home.**  
Ryota KOBAYASHI, Tomoyuki SUZUKI and Hitoshi GATO ..... 47
2. **The Results of External Quality Control on the Analytical Measures for Tap Water (2021)**  
Hiromi KOBAYASHI, Masafumi SANO and Noriko MITAMURA ..... 53

# 第1章 組織機構および決算

## 第1節 沿革

- 昭和 27 年 8 月 大津市粟津晴嵐町（現、大津市御殿浜）に滋賀県立衛生研究所が設置される。組織は庶務係、業務係の 2 係制で、職員数 14 名で発足する。
- 昭和 42 年 4 月 従来の 2 係制から庶務課、理化学課および微生物課の 3 課制となる。
- 昭和 45 年 9 月 現地において改築される。
- 昭和 46 年 4 月 環境公害および食品衛生問題に対処するため、組織を従来の 3 課制から庶務課、病理微生物課、環境食品課および公害課の 4 課制となり、職員数は 25 名となる。
- 昭和 47 年 4 月 滋賀県立衛生公害研究所と改称される。
- 昭和 50 年 4 月 滋賀県立衛生公害研究所の環境公害部門（人体関係調査を除く）と県生活環境部公害規制課が所轄していた水質、大気のテレメータによる常時監視部門を統合するため、隣接して滋賀県立環境センターが新築される。滋賀県立環境センターは組織を庶務課、水質課および大気課の 3 課制とし、職員数 16 名で発足する。滋賀県立衛生公害研究所は、滋賀県立衛生研究所と改称され、職員数 21 名となる。
- 昭和 52 年 4 月 滋賀県立衛生研究所および滋賀県立環境センターが統合され、滋賀県立衛生環境センターとなる。組織は庶務課、微生物課、環境保健課、食品化学課、水質課および大気課の 6 課制とし、職員数 40 名で発足する。
- 平成 2 年 4 月 水質部門の体制整備のため、水質課を水質第一課および水質第二課に組織替えし、7 課制となる。
- 平成 6 年 4 月 執行体制の見直しによる組織（1 課・4 科・8 係）替えをする。
- 平成 13 年 4 月 全庁的な組織替えにより、1 課・4 科・8 係制から管理担当、微生物担当、環境衛生担当、琵琶湖水質担当、水環境科学担当および大気担当の 6 グループ制となる。感染症情報センター機能が付置される。
- 平成 17 年 4 月 滋賀県立衛生環境センターの環境部門と滋賀県琵琶湖研究所が統合され、滋賀県琵琶湖環境科学研究センターが大津市柳が崎に新築される。滋賀県立衛生環境センターの衛生部門は、滋賀県衛生科学センターと改称し、管理担当、微生物担当および環境衛生担当の 3 グループ制となる。
- 平成 17 年 7 月 長浜保健所と草津保健所の検査部門が統合された。これに伴い組織改編にて草津保健所内に草津分室として食品・飲用水担当が新設され 4 グループ制となる。
- 平成 18 年 4 月 成人病センターの健康管理部で行っていたがん情報の業務と健康福祉部健康福祉政策課で行っていた衛生統計業務、また他のグループで行っていた感染症情報センター業務に加え死亡統計業務を統合し、新たに付置された健康危機管理情報センターの中心的役割を担う健康科学情報担当が新設され 5 グループ制となる。
- 平成 19 年 2 月 草津分室を廃止し、食品・飲用水担当を本所に移転する。
- 平成 19 年 4 月 組織改編により、管理担当、健康科学情報担当、微生物担当および生活化学担当の 4 グループ制となる。
- 平成 21 年 4 月 健康科学情報担当で行っていた、がん情報の業務が、成人病センターの診療情報管理室に移管される。
- 平成 28 年 4 月 組織改編により、総務係、健康科学情報係、食品細菌係、感染症細菌係、ウイルス係、食品化学係、生活化学係の 7 係制となる。
- 平成 29 年 4 月 組織改編により、総務係、健康科学情報係、微生物係、理化学係の 4 係制となる。

## 第2節 施設 の 概 要

1. 所 在 地 : 大津市御殿浜 13 番 45 号

2. 敷 地 面 積 : 5,038.00 m<sup>2</sup>

3. 建物の概要 :

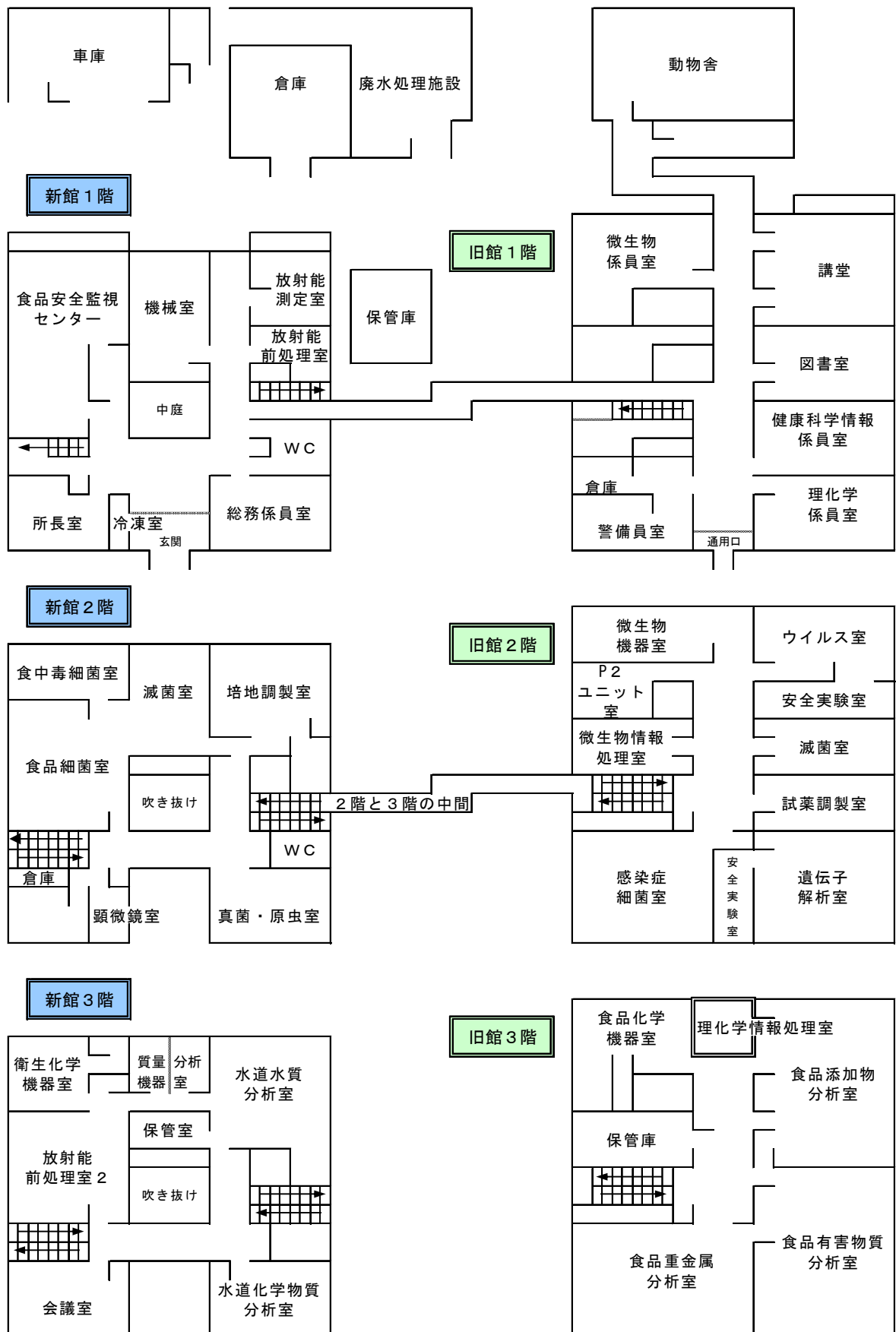
(1) 本	館	3,067.83 m <sup>2</sup>	
	旧	館	鉄筋コンクリート造 3階建 1,462.68 m <sup>2</sup>
	新	館	鉄筋コンクリート造 3階建 1,605.15 m <sup>2</sup>
			(* 食品安全監視センターは生活衛生課の管轄)
(2) 付	属 建 物	425.04 m <sup>2</sup>	
	動物飼育実験ボイラー棟	コンクリートブロック造	122.82 m <sup>2</sup>
	実験廃水処理施設	鉄骨カラートタン葺	70.08 m <sup>2</sup>
	車庫・その他	鉄骨カラートタン葺	219.08 m <sup>2</sup>
	保管庫	コンクリートブロック造	13.06 m <sup>2</sup>



滋賀県衛生科学センター全景

#### 4. 庁舎の平面図

(令和3年4月1日)



### 第3節 令和3年度決算

歳 入

単位：千円

科 目			決 算 額
款	項	目	
使用料及び手数料			0
	手 数 料		0
		健康福祉手数料	0
	合 計		0

歳 出

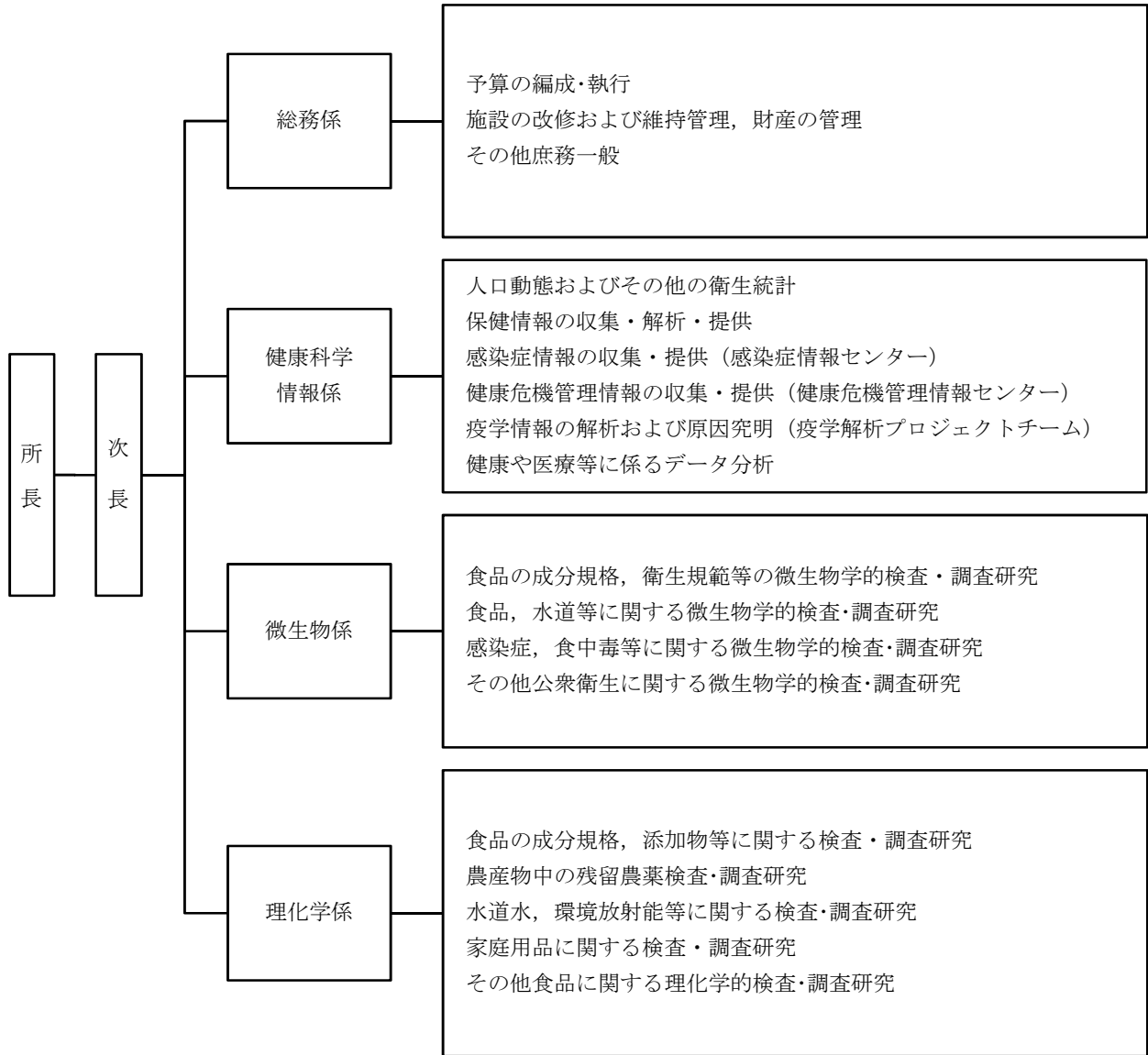
単位：千円

科 目			決 算 額
款	項	目	
総合企画費			5,351
	防 災 費		5,351
		防災対策費	5,351
健康医療福祉費			155,166
	公 衆 衛 生 費		128,257
		公衆衛生総務費	1,549
		予 防 費	64,393
		衛生科学センター費	62,315
	生 活 衛 生 費		25,647
		食品衛生指導費	21,667
		水道事業対策費	3,980
	医 薬 費		1,262
		薬 務 費	1,262
	合 計		160,517



## 第4節 組織および業務概要

(令和3年度)



## 第2章 業務の概要

### 第1節 試験検査件数

#### 1. 検査項目別集計

令和3年度

項 目		件数	項 目		件数	
結核	分離・同定・検出		医薬品・家庭用品等検査	医薬品		
	核酸検査	21		医薬部外品		
	化学療法剤に対する耐性検査			化粧品		
性病	梅毒		医療機器			
	その他		毒劇物			
リケツチア等検査	分離・同定・検出	ウイルス	家庭用品	20		
		リケツチア	その他			
	抗体検査	ウイルス	栄養関係検査			
		リケツチア	水道等水質検査			
	クラミジア・マイコプラズマ	水道原水	細菌学的検査	24		
			理化学的検査	97		
			生物学的検査			
病原微生物の動物試験			飲用水	細菌学的検査		
寄生虫等	原虫			理化学的検査		
	寄生虫		利用水等(プール水等を含む)	細菌学的検査		
	そ族・節足動物			理化学的検査		
	真菌・その他		廃棄物関係検査	一般廃棄物	細菌学的検査	
食中毒	病原微生物検査	細菌		238	理化学的検査	
		ウイルス		41	生物学的検査	
	核酸検査	54	産業廃棄物	細菌学的検査		
	理化学的検査			理化学的検査		
動物を用いる検査		生物学的検査				
	その他					
臨床検査	血液検査(血液一般検査)		環境検査	大気	SO <sub>2</sub> ・NO <sub>2</sub> ・O <sub>x</sub> 等	
	血清等検査	エイズ(HIV)検査		1	浮遊粒子状物質	
		HBs抗原・抗体検査			降下煤塵	
		その他			有害化学物質・重金属等	
	生化学検査	先天性代謝異常検査		酸性雨		
		その他		その他		
	尿検査	尿一般		水質検査	公共用水域	
		神経芽細胞腫			工場・事業場排水	
		その他			浄化槽放流水	
	アレルギー検査(抗原検査・抗体検査)		その他			
その他	292	環境関係検査	騒音・振動			
食品等検査	微生物学的検査		256	悪臭検査		
	理化学的検査(残留農薬・食品添加物等)		1,098	土壌・底質検査		
	動物を用いる検査			環境生物検査	藻類・プランクトン・魚介類	
	その他		その他			
(上記以外)細菌検査	分離・同定・検出	281	一般室内環境			
	核酸検査	67	その他			
	抗体検査		放射能	環境試料(雨水・空気・土壌等)	149	
	化学療法剤に対する耐性検査	128	食品	8		
			その他	3,300		
			温泉(鉱泉)泉質検査			
			その他			
			計	28,093		

\*「衛生行政報告例」の分類を参考に、当所で行った検査について独自集計したもの。

## 2. 依頼先別集計

令和3年度

項目	由来	依頼によるもの				依頼によらないもの	計
		保健所	保健所以外の行政機関	住民	その他 (医療機関、学校、事業所等)		
結核性病					21	21	
ウイルス・リケッチア等検査		21,809	56		153	22,018	
病原微生物の動物試験						0	
原虫・寄生虫等						0	
食中毒		333				333	
臨床検査		293				293	
食品等検査		392	469		493	1,354	
(上記以外)細菌検査		330			146	476	
医薬品・家庭用品等検査			15		5	20	
栄養関係検査						0	
水道等水質検査			66		55	121	
廃棄物関係検査						0	
環境・公害関係検査						0	
放射能			3,448		9	3,457	
温泉(鉱泉)泉質検査						0	
その他						0	
計		23,157	4,054	0	0	882	28,093

## 第2節 健康科学情報係

健康科学情報係の主要な業務は、科学的根拠に基づいた地域保健対策を効果的に推進するため、保健福祉統計調査事業、感染症発生動向調査事業および公衆衛生情報解析事業など、広範な公衆衛生情報の収集、解析および提供のほか、公衆衛生に関する課題を発掘し、その解決のための調査研究を行っている。

また、当所には、平成13年4月に感染症情報センター、平成18年4月に健康危機管理情報センターが付置されており、両センターの業務運営についても行っている。

健康危機管理情報センターでは、腸管出血性大腸菌感染症、新型インフルエンザ、新興再興感染症および農薬などの化学物質による健康被害など、多様で複雑化する健康危機に対して適切な対応をするために、健康危機管理情報・疫学情報の収集・提供および関係機関への科学的・専門的助言等の支援を行っている。

また、感染症情報センターでは、感染症発生動向調査体制の中心的な役割を担い、結核、インフルエンザ等の患者情報をはじめ、その他様々な感染症情報について、メール等で関係機関に情報提供するとともに、ホームページにおいても情報提供している。

さらに、当所には、平成24年6月に健康危機事例に対する疫学解析プロジェクトチームを設置して、腸管出血性大腸菌感染症などの感染症、食中毒などのうち疫学解析が必要な事例について、感染（汚染）経路や感染（汚染）源の究明を行うこととしている。

地域保健対策の効果的な推進に向けて様々な場で必要となる基礎的な公衆衛生情報等広範な情報を蓄積しており、今後ともこれら情報が有効利用できるような情報提供の工夫などに努めていきたいと考えている。

### 業務の概要

#### 1. 人口動態調査およびその他衛生統計調査

統計法に基づき調査を行い、国等の結果公表をもとに、本県の人口動態事象等を把握し、衛生行政施策の基礎資料を得ることを目的としている。

##### (1) 人口動態調査

人口動態調査令に基づき「出生、死亡、死産、婚姻および離婚」の人口動態事象を把握した。さらに、

市町別の標準結果表を作成し、関係機関に資料提供した。また、人口動態総覧等についてホームページに掲載した。令和2年の滋賀県の出生数は10,437人、死亡数は13,039人、死産数は184人、婚姻数は5,878組、離婚数は2,050組であった。

##### (2) 病院報告

医療法施行令に基づき、病院および療養病床を有する診療所における患者の利用状況および病院の従事者の状況を把握した。調査対象は58病院、1診療所である（令和4年3月現在）。

##### (3) 医療施設調査

医療施設調査規則に基づき、医療施設（病院・診療所）の分布および整備の実態を明らかにし、医療施設の診療機能を把握することを目的に行った。医療施設数は1,765施設（病院：58、一般診療所：1,145、歯科診療所：562）である（令和4年3月現在、概数）。

##### (4) 医師・歯科医師・薬剤師統計

医師、歯科医師および薬剤師について、性、年齢、業務の種別、従事場所および診療科名（薬剤師を除く）等による分布を明らかにし、厚生労働行政の基礎資料を得ることを目的に行った。2年に1回の統計である。

##### (5) その他

地域保健・健康増進事業報告、衛生行政報告例その他各種衛生統計調査について、集計を行った。

また、滋賀県健康福祉統計年報（令和元年）を令和3年12月に発行した。

#### 2. 感染症発生動向調査

滋賀県感染症発生動向調査事業実施要綱（平成13年4月）に基づき滋賀県感染症情報センター機能が設置され、平成13年4月から感染症情報の収集を開始している。感染症予防対策の資料とするため、患者情報および病原体情報の収集・解析・提供を行った。

##### (1) 滋賀県感染症情報（SIDR）の発行

令和3年4月から令和4年3月まで、週報として毎週1回（計52回）発行した。

##### (2) 病原体情報の発行

細菌検出情報およびウイルス検出情報を月報に併せて月1回（計12回）、随時発行した。

(3) 滋賀県感染症情報センターホームページによる情報の公開

感染症情報センターのホームページに、滋賀県感染症情報（SIDR）等を掲載した。

### 3. 公衆衛生情報解析

疾病対策に関する行政施策立案を支援するためには、正確な現状把握が必要である。このことから、過去からの疾病の動向を把握することを目的に死亡統計のデータベースを構築している。令和 3 年度は、2010 年～2019 年の 10 年間について標準化死亡比を計算した。これら結果については、「滋賀県の死因統計解析 市町別標準化死亡比」としてホームページに掲載した。

さらに、事象ごと担当部署ごとに作成されて、部署ごとに保管されている健康関連情報をとりまとめ、健康づくり支援資料集（令和 3 年度版）として発行するとともにホームページにも掲載した。

### 4. 健康寿命延伸のためのデータ活用事業

県民の平均寿命・健康寿命，受診率や要介護認定率など健康や医療，介護等に関する各種データを一体的に分析・活用することにより，市町や県における予防的な取組の推進を図り，県民の健康寿命延伸および，市町間の健康格差を縮小するために平成 29 年度から新たに発足した事業である。

### 5. 健康危機管理情報センター事業

滋賀県健康危機管理情報センター設置要綱，健康危機管理情報センター運営要領に基づき，平成 18 年 4 月から健康危機管理情報センターの運営を開始している。

#### (1) 会議等への情報提供

令和 3 年度は，滋賀県新型コロナウイルス感染症対策本部員会議，新型コロナウイルス感染症対策協議会，新型コロナウイルス感染症対策会議（拡大

調整会議）等に新型コロナウイルス感染症患者の発生動向，感染予防対策等について，情報提供を計 110 回行った。

#### (2) 県民への情報提供

新型コロナウイルス感染症にかかる県内の感染動向等について週報等により県民に情報提供および啓発を行った。週報は，令和 3 年 4 月から令和 4 年 3 月まで毎週 1 回（計 52 回）発行した。

#### (3) 研修会の開催等

疫学解析技術の向上を図るため，疫学情報研修会を 1 回開催した。また，講師として 5 回の研修を行った。

#### (4) 感染症の集団発生等事例対応支援

新型コロナウイルス感染症以外の感染症について，1 件の集団発生事例の対応支援を保健所に対して行った。

### 6. 新型コロナウイルス感染症クラスター対策事業

2020 年 4 月から，新型コロナウイルス感染症のクラスター事例についての保健所の行政対応を技術的に支援した。また，同年 9 月からは新たに設置されたクラスター対策班として，県内病院の感染管理認定看護師とともに，クラスター発生施設に対する技術的支援を行った。令和 3 年 4 月から令和 4 年 3 月までに 62 事例の支援依頼があり，延べ 148 名の職員を派遣した。

また，保健所からの依頼・相談に基づいて，新型コロナウイルス感染症に関する疫学的・技術的な情報提供を行った。

### 第3節 微生物係

微生物係の主要な業務は、県民の生命および健康の安全を確保するため、感染症や食中毒の原因となるウイルス、細菌、原虫、真菌などの微生物に関する検査、調査研究および技術研修を行っている。

ウイルスについては、インフルエンザウイルスサーベイランス、感染症発生動向調査事業に係るウイルスの検出および解析を行いウイルスの流行を把握している。また、感染症流行予測事業、特定感染症検査、食中毒原因ウイルス検索なども行っている。

令和2年度に引き続き世界的な新型コロナウイルスに流行により、濃厚接触者等のPCR検査、変異株スクリーニング検査を実施している。また、次世

代シーケンサーによるゲノム解析を実施している

細菌については、病原細菌の分離・同定・血清型別・毒素産生試験・分子疫学的解析を行い、感染拡大防止のために感染源、感染経路の究明に努めている。また、食中毒原因菌検索、収去食品の規格基準検査、環境細菌検査等も行っている。

微生物係では、日常の試験検査をはじめバイオテロ、新興・再興感染症および食中毒事件など健康危機事象の発生時における迅速な検査対応と検査精度の向上が求められていることを踏まえ、今後とも必要な体制の構築に努めていきたいと考えている。

表1 令和3年度検査検体数

試験目的		依頼検査		自らの調査研究	合計
		保健所	保健所以外の行政機関		
細菌検査	腸管系病原菌の分離	126			126
	腸管系病原菌の同定	56			56
	薬剤耐性検査	56			56
	結核菌の分子生物学的疫学検査			16	16
	四類、五類感染症病原菌	18			18
	食品検査（収去食品）	115	81		196
	ふき取り検査			20	20
	水道原水			24	24
ウイルス検査	新型コロナウイルス感染症	21,719	56		21,775
	感染症発生動向調査	42			42
	全数把握 五類定点把握			147	147
	インフルエンザ（ヒト）			5	5
	ウエストナイル、デングウイルス、チクングニアウイルスおよびジカウイルス（蚊）			13	13
	呼吸器系ウイルス調査研究			39	39
血清検査	エイズ（HIV）検査	1			1
	風しん感受性調査		39	292	331
	新結核診断検査（QFT検査）	292			292
食中毒検査	細菌検査	256			256
	寄生虫	3			3
	ウイルス検査	41			41
合計		22,725	220	512	23,457

## 業務の概要

### 1. 結核菌の分子生物学的疫学解析に関する研究

滋賀県結核感染源事業実施要領（平成 12 年 6 月）に基づいて、収集した結核菌株 16 株について JATA(15)-VNTR（Variable Numbers of Tandem Repeat）解析を実施した。

同一の VNTR パターンは認められず、それぞれ異なる VNTR パターンを示した。

### 2. 結核予防対策検査

結核患者接触者の血液 292 検体について、QFT 検査を行った結果、陽性 31 検体（10.6%）、陰性 261 検体（89.4%）であった。

### 3. 三類感染症発生に伴う細菌検査

滋賀県感染症予防対策事務処理要綱（平成 17 年 4 月 1 日）に基づき、当該感染症が疑われる事例に際して細菌検査を行った。

腸管出血性大腸菌感染者の接触者検便 124 検体および井戸水 2 検体について病原菌検索を行った、接触者検便 16 検体から腸管出血性大腸菌が検出された。また、腸管出血性大腸菌感染者の陰性確認を 7 検体実施した。

### 4. 三類感染症病原菌に関する試験研究

腸管出血性大腸菌（EHEC）感染症の拡大防止、感染源の究明のため、感染者由来株について細菌学的疫学解析を行った。

EHEC 感染者 56 名から分離された 56 株の血清型は、O157:H7 が最も多く 41 株であった（表 2）。

表 2 腸管出血性大腸菌感染者由来株の血清型

血清型	VT1	VT1&VT2	VT2	計
O157:H7		25	16	41
O157:H-		7		7
O111:H-	1			1
O115:H10	2			2
O105:H7			1	1
O168:H8			1	1
O113:H21			1	1
O128:H2	1			1
O156:H25	1			1
計	5	32	19	56

### 5. 四類、五類感染症病原菌に関する試験研究

カルバペネム耐性腸内細菌科細菌（CRE）の届出 11 名由来の 11 菌株についてカルバペネマーゼ遺伝子の検査を実施したところ、すべて不検出であった。

薬剤耐性アシネトバクター感染症の届出 1 名由来の 1 菌株についてメタロ-β-ラクタマーゼ遺伝子および OXA 型 β-ラクタマーゼ遺伝子の検査を実施したところ、IMP-1 型遺伝子が検出された。

オウム病クラミジア疑い患者 3 名の血清 4 検体、ハトの糞 1 検体およびハトの糞で汚染された可能性のある場所のふきとり 1 検体について国立感染症研究所に行政検査を依頼した。Micro-IF 法による抗体測定で患者 2 名が陽性、1 名は陰性であった。ハトの糞およびふきとりからの遺伝子は不検出であった。

### 6. 感染症発生動向調査に関する病原体（ウイルス・リケッチア）の検出・解析調査

#### (1) 新型コロナウイルス（SARS-CoV-2）

令和 2 年 2 月 1 日に指定感染症となった新型コロナウイルス感染症が疑われた患者（陰性確認検査を含む）および接触者の咽頭・鼻腔ぬぐい液、唾液、喀痰および気管吸引液からの新型コロナウイルス遺伝子検査を 21,775 検体実施した。また、変異検出スクリーニング検査、次世代シーケンサーを用いて 900 検体のゲノム解析を実施した。

#### (2) 四類感染症

##### ①重症熱性血小板減少症候群（SFTS）

県内医療機関で、SFTS 感染が疑われた患者 7 名由来の 21 検体（咽頭ぬぐい液 6 検体、血液 7 検体、尿 6 検体および痂皮 2 検体）について SFTS ウイルスの遺伝子検査を行ったところ、1 名の血清から SFTS ウイルス遺伝子が検出された。

##### ②日本紅斑熱およびつつが虫

内医療機関で、日本紅斑熱およびつつが虫病が疑われた患者 6 名由来の 9 検体（全血 6 検体、痂皮 2 検体および刺咬部拭い液 1 検体）について、日本紅斑熱リケッチアおよびつつが虫病リケッチアの遺伝子検査を行ったところ、1 名由来 2 検体からつつが虫病リケッチア遺伝子が検出された。また、リケッチア遺伝子が検出されなかった 2 名由来のペア血清について国立感染症研究所に抗体検査を依頼したところ、すべて不検出であった。

#### (3) 五類全数報告感染症

##### ①麻疹

県内医療機関で、麻疹と診断または疑われた患者 4 名 11 検体について麻疹ウイルス遺伝子の検査

を行ったところ、いずれの検体からも麻疹ウイルス遺伝子は検出されなかった。

#### (4) 病原体定点把握の感染症

病原体定点医療機関で採取された 111 名由来 141 検体（インフルエンザサーベイランス検体を除く）についてウイルス検査を実施した。65 名 66 検体からウイルスが検出された。

#### (5) インフルエンザウイルスサーベイランス

県内インフルエンザ定点および小児科定点 10 施設からのインフルエンザまたはインフルエンザ様疾患患者 3 名 5 検体について、インフルエンザウイルスの分離・型別を行ったところ、すべて不検出であった。

### 7. 感染症流行予測調査（風しん感受性調査）

風疹の感受性について、年代ごとの社会集団の免疫保有の程度を調査するため、追加的対策の対象者である県内在住 40 代および 50 代男性に関して風疹抗体価を測定する。対象者である 40 代 21 名および 50 代 18 名について 6 月から 7 月に採取した血清の風疹ウイルスに対する HI 抗体保有率は 40 代が 95%、50 代が 94%、全体では 95%であった。

### 8. 蚊の生息調査および病原ウイルス保有蚊の調査

令和 3 年 7 月から 10 月まで県内の公園にて蚊の生息調査を実施した。月に 1 回、計 4 回の蚊の採集を行った。4 回の採集総数は 21 匹で、種類はヒトスジシマカ 8 匹、アカイエカ群 6 匹およびオオクロヤブカ 7 匹であった。採集された蚊についてデングウイルス、ジカウイルス、チクングニアウイルスおよびウエストナイルウイルス遺伝子の検査を実施したところ、すべて不検出であった。

### 9. 呼吸器感染症等のウイルス調査研究

病原体サーベイランス対象疾患以外の上気道炎および下気道炎の起因ウイルスとして注目されているヒトメタニューモウイルス、ヒトボカウイルス、パラインフルエンザウイルス等の検索を鼻腔・咽頭ぬぐい液 39 検体について実施した。

### 10. 滋賀県特定感染症相談・検査事業に係る検査

滋賀県特定感染症相談・検査事業実施要綱（平成 30 年 4 月 1 日）に基づき、県内の各保健所で実施される即日検査において HIV 迅速検査で要確認となった 1 検体について、追加検査（ELISA 法および PA 法）を実施した結果、陰性であった。

#### 1 1. 食中毒予防対策調査

##### (1) サルモネラの動向調査

サルモネラ食中毒予防の資料とするため、県内の散発下痢症および食中毒事例由来のサルモネラ血清型の推移を調査した。

県内医療機関、衛生検査所および当所で分離された散発下痢症、食中毒等の材料から分離された 63 株を使用した。63 株の血清型は、24 種の血清型に分類された。*Salmonella* Schwarzengrund 9 株（14.3%）の分離頻度が最も高かった。

##### (2) ノロウイルスの動態調査

ノロウイルスによる食中毒予防の資料とするため、県内 13 ヶ所の病原体定点医療機関で採取された下痢症由来の糞便検体 28 検体のノロウイルス調査を実施した。28 検体のうち 3 検体（10.7%）からノロウイルスが検出された。3 検体の遺伝子型は、すべて GII.4 であった。

#### 1 2. 食中毒等集団下痢症関連検査

食中毒等の集団下痢症事例について、病因物質を究明するため、微生物学的検査を実施した（表 3）。

細菌検査は病原ビブリオ属菌、サルモネラ属菌、赤痢菌、腸管出血性大腸菌 O157、病原大腸菌、エロモナス、プレシオモナス、カンピロバクター、ウェルシュ菌、黄色ブドウ球菌、セレウス菌、エルシニアおよび *Escherichia albertii* について検査を実施した。ウイルスについては、ノロウイルス検査を行った。寄生虫検査は、クドア属粘液胞子虫の検査を行った。

糞便検体よりカンピロバクター、黄色ブドウ球菌（エンテロトキシン A 型、コアグララーゼ III 型）、*Kudoa septempunctata* 遺伝子が検出された。糞便および吐物よりノロウイルスが検出された。食品検体より腸管出血性大腸菌 O 群血清型不明および O183 が検出された。

#### 1 3. 食品の規格基準等の微生物検査

県内保健所および県食品安全監視センターから搬入された 196 検体について細菌数、大腸菌群、大腸菌、黄色ブドウ球菌、腸炎ビブリオ等の微生物検査を実施した（表 4）。

検査結果

(1) 規格基準検査は、39 検体すべて基準適合であった。

(2) 乳等省令検査は、アイスクリーム類 6 検体



中 2 検体（大腸菌群）が基準不適合であった。  
大腸菌群が検出された 2 検体のうち、1 検体は、  
細菌数も基準不適合であった。

(3) 衛生規範検査は、弁当・そうざい類 114 検体  
中 3 検体、洋生菓子 19 検体中 2 検体（細菌数）  
が基準不適合であった。

(4) 自主検査は、1 検体すべて基準適合であった。

#### 14. 畜水産食品の残留有害物質モニタリング調査

新型コロナウイルス感染症が流行したことにより、  
予定していた残留抗生物質の細菌学的検査は、中止  
となった。

なお、理化学的検査（合成抗菌剤および内寄生虫  
剤）については理化学係で行った。

#### 15. 水道原水および水道水の検査

水道原水目標設定項目である従属栄養細菌の検査  
を 6 月および 10 月に 24 検体実施した。すべて、  
管理目標設定値（2,000cfu/mL）以下の結果であっ  
た。

表 3 食中毒事例検体の検査項目別の種別

項目 種別	細菌	ウイルス	寄生虫	計
患者便	39	26	3	68
吐物	4	4	0	8
従事者便	54	7	0	61
ふき取り	135	0	0	135
食品	22	4	0	26
水	2	0	0	2
計	256	41	3	300

表 4 収去食品種別検体数および検査項目数

	実検体数	検査項目数
規格基準	39	49
乳等省令	6	12
衛生規範	150	460
自主検査	1	2
合計	196	523

## 第4節 理化学係

理化学係では、県民の健康や生活の衛生面での安全確保の一端を担うため、食品や飲用水などの理化学検査を行っている。具体的には、食品中の添加物や成分規格、食品に残留する農薬や環境汚染物質、遺伝子組換え食品やアレルギー含有食品、飲用水、家庭用品、環境放射能、危険ドラッグ等の試験検査と調査研究を行っている。

食品の安全性について、BSE（牛海綿状脳症）問題、輸入野菜の残留農薬問題、偽装表示等の食の安全性を脅かす事例を背景に、平成15年に国民の健康の保護を基本理念とした「食品安全基本法」が制定された。同時に「食品衛生法」が改正され、規格・基準の見直し、監視・検査体制の強化、残留農薬等の規制強化（ポジティブリスト制の導入）等が実施されている。平成30年には、「食品衛生法等の一部を改正する法律」により、食品等事業者を対象とし

たHACCAPに沿った衛生管理の制度化等が成立し、食をとりまく環境変化や国際化等に対応した食品の安全を確保が推進されている。滋賀県では、平成21年12月に「滋賀県食の安全・安心推進条例」を制定し、条例に基づく推進計画である「（第2次）滋賀県食の安全・安心推進計画（2019～2023年度）」を実施している。この推進計画では、「県民の安全で安心な食生活の実現」のため、「食品の安全性の確保」と「食への安心感の醸成」の2つを柱とし、5年間で実施すべき15の施策と67の具体的な取り組みを設定している。これらを踏まえ、食品衛生法および関係法令に基づく監視指導および試験検査を重点的、効果的かつ効率的に実施するため、「滋賀県食品衛生監視指導計画」が毎年度策定されている。当所もこの計画に基づき食品検査を実施している。

表1 令和3年度事業別検査検体数（理化学係）

（件）

事業名	依頼検査				自らの調査研究	合計
	住民	保健所	保健所以外の行政機関	広域流通食品の検査事業		
食品調査						
食品添加物検査		53	13	77	60	203
食品理化学検査		31	17		33	81
食品放射能検査		65	10			75
農産物中の残留農薬検査		65		70	76	211
畜水産食品の残留有害物質検査			71		22	93
遺伝子組換え食品検査		1	4		7	12
アレルギー含有の食品検査		18	6		16	40
指定外添加物検査				76	12	88
化学物質の分離定量法に関する研究					266	266
緊急時分析対応					3	3
その他（苦情食品等）		3			1	4
飲用水調査						
水道水質基準項目検査			6		13	19
水道水質管理目標設定項目検査			24		24	48
水道水質検査機関外部精度管理					18	18
危険ドラッグ検査						
家庭用品検査			15		5	20
環境放射能調査						
環境放射能水準調査			3401			3401
原子力防災モニタリング			47		31	78
合計		236	3614	223	587	4660

令和 3 年度も前年に引き続き、新型コロナウイルス感染症の検査対応を優先するなか、理化学検査を行った。

食品検査では、県内で製造または販売される食品について、不良食品の流通防止を図るため試験検査を行うとともに、県政モニターアンケートの調査結果より県民が特に不安に思っている食品を選択し検査を実施した。

飲用水に関しては、平成 15 年に水道水質基準の大幅な見直しが行われ、その後、逐次改正されている。現在 51 項目の基準値が設定され、水質管理上留意すべき項目としての「水質管理目標設定項目」や「要検討項目」が設けられている。これら水道水について検査を実施した。

環境放射能に関しては、福島第一原子力発電所の事故を受け、文部科学省の予算で全国の空間放射線量率の監視が拡充されることとなり、本県では平成 24 年度にモニタリングポスト 8 カ所が増設され、9 カ所での監視体制となった。令和 3 年度も、引き続きモニタリングポストによる監視および放射性核種分析調査等を実施した。

危険ドラッグに関しては、その使用による健康被害や、他人を巻き込む交通事故などが社会問題となったことから、県民の安全・安心を確保するため、指導・取締りを行う必要がある。当所では、インターネットで入手された危険ドラッグの検査を実施しているが、令和 3 年度は未実施となった。

理化学係では、県民が安心して安全な生活ができるよう、食品、飲用水等に関して迅速な検査や調査、試験研究を行っている。また、研修等により職員の技術の向上を図り、精度管理などにより分析精度の向上と信頼性確保を行っている。さらに、緊急時に迅速かつ適切な対応ができるよう分析体制の充実に努めている。

令和 3 年度において理化学係が実施した業務の概要は次のとおりであり、また、事業ごとの検査検体数は表 1 のとおりである。

## 業務の概要

### 1. 食品添加物・理化学検査

乳・乳製品、清涼飲料水、漬物、つくだ煮、農産物等の収去等食品 189 検体について、添加物検査、理化学検査および放射性物質検査を実施した（表 2）。

#### (1) 添加物検査

保存料（ソルビン酸、安息香酸、パラオキシ安息香酸類）、甘味料（サッカリンナトリウム）、着色

料（合成着色料 12 種類）等について検査を実施した。その結果、すべて食品添加物等の使用基準を満たしていたが、佃煮 1 検体で保存料（パラオキシ安息香酸）の添加物使用表示の記載が無いものがあった。

#### (2) 理化学検査

食品の成分規格（無脂乳固形分、乳脂肪分、酸度、混濁、沈殿物、ヒ素、鉛、スズ、酸価、異物等）等について検査を実施した。

#### (3) 放射性物質検査

食品中の放射性セシウム（セシウム-134 およびセシウム-137）の検査を実施した。すべての検体において、放射性物質は検出限界値未満であった。

表 2 収去保健所別検体数 (件)

	草津	甲賀	東近江	彦根	長浜	高島	監視*	合計
総数	34	23	27	17	36	13	40	189
添加物	14	5	11	6	16	1	13	66
理化学	5	3	6	6	10	1	17	49
放射能	15	15	10	5	10	10	10	75

\*：食品安全監視センター

## 2. 農産物中の残留農薬検査

食品中に残留する農薬等については、平成 18 年 5 月 29 日からポジティブリスト制が導入され、リストに記載のない場合の一律基準は 0.01ppm と規定された。さらに、試験法について妥当性を評価することが要求されたため、平成 26 年度以降は妥当性評価の確認を行った試験法で検査を実施している。

令和 3 年度は 65 検体（全て県内産農産物、うち野菜 61 検体、果実 1 検体およびねぎ類 3 検体）について、野菜 243 種類、果実 233 種類およびねぎ類 256 種類の農薬の検査を実施した。

その結果、野菜 6 検体から 11 種類のべ 12 農薬およびねぎ類 1 検体から 1 種類のべ 1 農薬が検出された。このうち、かぶ類の根 1 検体から検出されたダイアジノンが基準値を超過したが、その他はすべて基準値以下であった。

## 3. 畜水産食品の残留有害物質モニタリング検査

食品衛生法の食品成分規格に基づき、畜水産物（鶏肉 5 検体、牛肉 66 検体の計 71 検体）について、抗生物質、合成抗菌剤および内寄生虫用剤の残留検査を行った。検査の結果、調査対象物質は、すべての検体において不検出であった。

#### 4. 遺伝子組換え食品検査

食品衛生法により安全性未審査の遺伝子組換え作物を食品に使用することは禁止されており、また、安全性審査済みの組換え遺伝子では、使用または含まれる可能性のある食品での表示制度が導入されている。大豆 5 検体について安全性審査済み遺伝子 RRS, LLS, および RRS2 の検査を実施した。すべての検体において基準の含有率を超えたものは無かった。

#### 5. アレルゲン含有食品検査

そば、卵、小麦、乳、落花生、えび、かこの 7 品目の特定原材料を含む食品は、アレルゲンを含む食品として表示が義務づけられている。適正に表示されているかを確認するため、卵および小麦を原材料として含む旨の表示がない菓子類、そうざい等 24 検体について、アレルゲン（卵、小麦）の検査を実施した。検査の結果、すべての検体において陰性であった。

#### 6. 広域流通食品の検査事業

県民の食に対する不安を解消することを目的として、平成 26 年度から開始された事業である。県政モニターアンケート制度により、県民が不安に思っている食品について次の検査を行った。

##### (1) 添加物検査

加工食品および輸入果物 77 検体について、保存料、合成着色料および防かび剤等食品添加物検査を実施した。その結果、食品・食品添加物等の規格基準および表示違反はなかった。

##### (2) 残留農薬検査

輸入野菜 55 検体、輸入果実 11 検体、輸入ねぎ類 3 検体および輸入豆類 1 検体の合計 70 検体について、野菜 243 種類、果実 233 種類、ねぎ類 256 種類および豆類 244 種類の農薬の検査を実施した。

その結果、輸入野菜 16 検体から 14 種類のべ 33 農薬、輸入果実 6 検体から 10 種類のべ 24 農薬および輸入ねぎ類 2 検体から 2 種類のべ 4 農薬が検出されたが、すべて基準値以下であった。2 検体以上の検査を実施した農産物の種類別にみても、農薬の検出頻度は、ほうれんそう (3/3)、ねぎ (2/2)、ブルーベリー (3/4) およびえだまめ (7/10) で高かった。農薬の種類別では、アゾキシストロビン (9/70)、アセタミプリド (7/70)、ボスカリド (6/67) およびシハロトリン (6/70) の検出頻度が高かった。

##### (3) 指定外添加物検査

輸入された加工食品等 76 検体について、食品衛生法に規格基準のない指定外食品添加物である酸化防止剤 (tert-ブチルヒドロキノン、没食子酸オクチル、没食子酸ドデシル、4-ヒドロキシメチル-2,6-ジ-tert-ブチルフェノール)、甘味料 (サイクラミン酸) および着色料 (7種類) の検査を実施した。その結果、すべての検体で不検出であった。

#### 7. 日常食中の汚染物質摂取量調査

国立医薬品食品衛生研究所が分担研究者となっている厚生労働科学研究費補助金事業の「食品を介したダイオキシン類等有害物質摂取量の評価とその手法開発に関する研究」の共同調査であり、当所は昭和 58 年度から参加している。県内店舗で購入した国民健康栄養調査に基づく 14 群の食品について、試料の調製等を実施した。

#### 8. 食品添加物等の分離定量法に関する研究

妥当性評価ガイドライン (平成 22 年 12 月 24 日付け食安発 1224 第 1 号) に基づき、農産物中の残留農薬および畜産物中の動物用医薬品について試験法の妥当性評価を実施している。

令和 3 年度は LC-MS/MS の更新を行ったため、更新装置を用いた農産物中の残留農薬一斉試験法および畜産物中の動物用医薬品等一斉試験法を検討した。農産物中の残留農薬一斉試験法は、7種類の農産物を対象として妥当性評価を行った結果、170 農薬中 153 ~ 162 農薬がすべての評価項目に適合した。畜産物中の動物用医薬品等一斉試験法は、4種類の畜産物を対象として妥当性評価を行った結果、71 成分中 57 ~ 61 成分がすべての評価項目に適合した。

#### 9. 植物性自然毒の多成分同時分析法の開発

国立研究開発法人 水産研究・教育機構 水産技術研究所が研究代表者となっている厚生労働科学研究費補助金による研究課題「自然毒等のリスク管理のための研究」の分担研究課題「汎用性の高い植物性自然毒の分析法の確立」(研究分担者：岐阜県保健環境研究所)に参加した。令和 3 年度は、先の厚生労働科学研究費補助金による研究課題「植物性自然毒による食中毒対策の基盤整備のための研究」の分担研究課題「植物性自然毒の多成分同時分析法の開発」(研究分担者：岐阜県保健環境研究所)において確立した ODS カラムによるキノコ毒 9 成分の LC-MS/MS 分析条件を用いて添加回収試験を行う検討に協力した。

## 10. 水道水質管理目標設定項目検査

今後、水質基準項目になる可能性のある項目として、平成15年に設定された水質管理目標設定項目について、令和3年度は6月および10月に、県内主要浄水場12カ所の原水を対象（消毒副生成物およびアルミニウムは浄水）に調査を行った。

検査の結果、各浄水場における原水の水質は大きく変化はしていなかった。また、農薬類については、毎年度6月のみ調査を行っており、琵琶湖水を原水とする5施設すべてからテフリルトリオンが、内1施設からはピラクロニルが検出された。いずれの農薬も水稲用除草剤として用いられるものであり、検出値は目標値を満たしていた。

## 11. 水道水質検査機関外部精度管理

分析技術の向上を図り、精度の高い検査結果を得るため、県内水道水質検査機関を対象に外部精度管理を行った。令和3年度は有機物（全有機炭素（TOC）の量）、クロロ酢酸、ジクロロ酢酸およびトリクロロ酢酸について行い、8機関が参加した。

報告された測定データについて評価した結果、有機物（全有機炭素（TOC）の量）において Grubbs 検定により棄却された機関が1機関あった。また、報告書、作業手順書等から、告示法およびガイドラインに基づいて検査しているかを確認したところ、トリクロロ酢酸において検査方法が告示法を逸脱している等不備があった機関が1機関あった。いずれの機関においても確認不足が原因であったが、各機関で確認体制等の改善が図られたことを確認した。

## 12. 家庭用品検査

繊維製品（乳幼児用出生24カ月以内）15検体についてホルムアルデヒド検査を実施した。

すべての検体において「有害物質を含有する家庭用品の規制に関する法律」に基づく基準に適合していた。

## 13. 環境放射能水準調査

環境における放射線量の変動状況や人工放射性核種の蓄積状況を監視し、核実験や原子炉の事故等による影響をいち早く把握する目的で原子力規制庁からの委託により平成元年度から環境放射能水準調査を実施している。

調査は、①降雨の全β線放射能測定、②大気浮遊じんや土壌、農産物などγ線放射核種分析、③モニタリングポストによる空間放射線量率の24時間連続測定を実施している。

調査の結果、降雨の全β線放射能測定において、1検体検出されたが、人工放射性核種は検出されなかった。また、γ線放射核種分析において、土壌表層（0～5cm）から放射性セシウム-137が検出されたが、その濃度は、全国の調査結果（福島第1原子力発電所事故前）と同程度の値であった。

## 14. 原子力防災モニタリング

原子力防災に関する滋賀県地域防災計画（原子力災害対策編）に基づき、万一の事態に備え、放射性物質分析を行う体制を執っている。

知事公室防災危機管理局が実施する滋賀県原子力防災訓練に参加し、24検体の環境試料について、放射性物質の緊急検査を実施し、緊急時の体制等について確認を行った。また、平常時の環境放射線モニタリングとして、林産物1検体、農産物2検体、陸水5検体、土壌8検体、大気浮遊じん4検体および指標生物3検体について放射性物質調査を行った。調査の結果、林産物1検体土壌3検体および指標生物1検体から放射性セシウム-137が検出されたが、その濃度は、全国の調査結果（福島第1原子力発電所事故前）と同様の値であった。

## 15. 化学物質緊急時分析対応マニュアル

健康危機管理に影響を及ぼす化学物質による事故・事件等について、迅速な分析対応ができるように、「健康被害原因物質検査マニュアル」を作成している。令和3年度は、エゾボラ属の一部の巻貝の唾液腺に含まれるテトラミンをLC-MS/MSで分析する方法を整備した。

## 16. 事故、苦情等への対応

保健所等に寄せられた苦情や相談に対して、理化学検査を行い科学的なデータを提供した。主な事案を次に示す。

### (1) スイセンによる食中毒疑いに係る検査

自宅の庭にスイセンとニラが生えていたため、スイセンをニラと間違えて採取して喫食し、嘔吐等を発症する事例が発生した。保健所からの依頼に基づき、喫食残品および採取した2種類の植物についてスイセンの毒成分の検査を実施した。その結果、喫食残品からはリコリン、ガラントアミンおよびガラントアミノン、スイセンと推測された植物からはガラントアミンおよびガラントアミノンが検出された。ニラと推測された植物からはいずれの毒成分も検出されなかった。

## (2) 地下水の減免検査

ヒ素による地下水汚染の可能性のある区域が新たに判明したことから該当区域の飲用井戸水 6 検体について、ヒ素の検査を実施した。その結果、全て不検出であった。

## 第5節 講師派遣,各種委員会活動報告

### 1. 講師派遣

年月日	講習内容	対象者(参加者数)	主催者	講師担当者	開催場所
2021.6.3	養護教諭研修	養護教諭	滋賀県総合教育センター	鈴木智之	野洲市
2021.6.10	第41回衛生微生物技術協議会シンポジウム	地方衛生研究所等の協議会参加者	厚生労働省 国立感染症研究所	鈴木智之	オンライン
2021.7.5	新型コロナウイルス感染症研修会	病院職員	野洲病院	鈴木智之	野洲市
2021.9.14	南部地域感染症予防対策連絡会	病院職員	草津保健所	小林亮太	草津市・オンライン
2021.9.28	令和3年度滋賀県モニタリング実務研修会	県職員(26名)	防災危機管理局原子力防災室	小林博美	長浜市・オンライン
2021.9.30	学校で予防すべき感染症研修会	学校職員、保健所職員(100名)	教育委員会事務局保健体育課等	鈴木智之	大津市
2021.12.2	第80回日本公衆衛生学会自由集会	地方感染症情報センター担当者等(50名)	日本公衆衛生学会	鈴木智之	東京都
2022.1.17	衛生関係者研修	理容・飲食関係者(50名)	滋賀県生活衛生営業指導センター	鈴木智之	大津市
2022.1.27	石川県立看護大学特別講義	感染管理認定看護師教育課程学生(50名)	石川県立看護大学	鈴木智之	オンライン

### 2. 各種委員会活動報告

#### (1) 機関紙委員会

公衆衛生学に関する新たな知見,技術開発および社会的に話題になっている事柄等とそれらに関連する当所の業務の解説等を目的として,機関紙「衛生科学センターだより」を作成し当所ホームページに掲載している。

令和3年度はNo.29を発行した。

<No.29> 2021年12月発行

- 所長に就任して
- 滋賀県における新型コロナウイルス感染症の感染動向(第1波～第5波の比較)

#### (2) 集談会委員会

新型コロナウイルス感染拡大防止および検査対応のため,研究発表会等を中止した。当所で開催した地方衛生研究所全国協議会近畿支部疫学情報部会(2022年2月4日WEB開催)を講習会と兼ねた。

#### (3) 図書・情報委員会

「CDCのフィールド疫学マニュアル」ほか7冊の図書を購入した。

#### (4) 所報委員会

所報第56集を令和4年2月に当所ホームページに掲載した。

# **第 3 章 調查研究報告**

## **第 1 節 調查報告編**



## 調査研究報告

# LC-MS/MS による農産物中の残留農薬一斉試験法

友澤潤子\*<sup>1</sup> 田中博子\*<sup>1</sup> 中尾美加子\*<sup>1</sup> 川端彰範\*<sup>2</sup>

## Simultaneous Analytical Method of Pesticide Residues in Agricultural Products by LC-MS/MS

Junko TOMOZAWA\*<sup>1</sup>, Hiroko TANAKA\*<sup>1</sup>, Mikako NAKAO\*<sup>1</sup> and Akinori KAWABATA\*<sup>2</sup>

農産物中の残留農薬検査に用いる LC-MS/MS を更新したことから、更新装置による試験法の妥当性評価が必要となった。170 農薬を対象に妥当性評価を行ったところ、ガイドラインの目標値等に適合した農薬数は、大豆 161 農薬、ほうれんそう 161 農薬、キャベツ 161 農薬、ばれいしょ 160 農薬、たまねぎ 162 農薬、オレンジ 153 農薬およびバナナ 162 農薬であった。

キーワード：残留農薬，農産物，LC-MS/MS，妥当性評価

### 緒言

当所では、県内で生産または流通している農産物およびその加工品を対象とした残留農薬検査を実施している。残留農薬検査に用いる試験法は、平成 22 年 12 月に改正されたガイドライン<sup>1)</sup>に基づき、各試験機関で妥当性評価を行うことが求められている。当所における評価結果は既報<sup>2)</sup>・<sup>3)</sup>で報告したが、令和 3 年度に LC-MS/MS を更新したことから、更新装置による再評価が必要となった。

本検討では、7 種類の農産物を対象とし、更新装置による妥当性評価を行ったので結果を報告する。

### 方法

#### 1. 試料

大豆、ほうれんそう、キャベツ、ばれいしょ、たまねぎ、オレンジおよびバナナを用いた。

#### 2. 試薬等

##### 2.1 市販の農薬混合標準液

関東化学株式会社製の農薬混合標準液 54, 58, 74,

75 および 78 を用いた。

##### 2.2 標準品

アシベンゾラル酸、シアゾファミド、ダイアジノン、ビフェントリン、ピリプロキシフェン、ピリミノバックメチル (Z 体)、フェナリモル、フルトラニル、フルバリネート、プレチラクロール、ペンデイメタリン、メチオカルブスルホン、メチオカルブスルホキシド、メトラクロール、メパニピリムプロパノール体、メフェナセットおよびメプロニルは富士フィルム和光純薬株式会社製、アラクロール、アルジカルブスルホキシド、イソプロカルブおよびペルメトリンは Dr. Ehrenstorfer 社製、アラマイト溶液 (2,000 µg/mL) は Merck 社製を用いた。

##### 2.3 試薬等

移動相の緩衝剤として、液体クロマトグラフ用の 1 mol/L 酢酸アンモニウム溶液を希釈して用いた。その他の試薬等は既報に準じた<sup>2)</sup>。

#### 3. 標準溶液の調製

各農薬の標準品を量り採り、メタノール等の溶媒に溶解して個別標準原液を調製した。この各個別標準原液に市販の農薬混合標準液 5 種類およびアラマ

\*1 滋賀県衛生科学センター 〒520-0834 滋賀県大津市御殿浜 13-45

Shiga Prefectural Institute of Public Health, 13-45, Gotenhamma, Otsu, Shiga, 520-0834, Japan

\*2 (現) 滋賀県東近江健康福祉事務所 (滋賀県東近江保健所) 〒527-0023 滋賀県東近江市八日市緑町 8-22

Higashiomi Office of Public Health and Welfare, 8-22, Yokaichimidorimachi, Higashiomi, Shiga, 527-0023, Japan

イト溶液を混合し、1 µg/mL となるようにメタノールで定容して混合標準溶液を調製した。

#### 4. 装置および測定条件

##### 4.1 液体クロマトグラフ (LC)

装置：SCIEX 社製 Exion LC AD システム

カラム：Waters 社製 Atlantis dC18 (内径 2.1 mm, 長さ 150 mm, 粒子径 3 µm)

移動相：A 液 0.5 mM 酢酸アンモニウム溶液

B 液 0.5 mM 酢酸アンモニウムメタノール溶液

グラジエント条件：0 分(B 液 5%)－0.75 分(B 液 20%)－3 分(B 液 45%)－18 分(B 液 85%)－20 分(B 液 98%)－25 分(B 液 98%)－25.01 分(B 液 5%)－30 分(B 液 5%)

流速：0.3 mL/分

カラム温度：40°C

注入量：3 µL

##### 4.2 タンデム型質量分析計 (MS/MS)

装置：SCIEX 社製 QTRAP 5500+

イオン化法：ESI (+) および ESI (-)

測定モード：MRM

イオンスプレー電圧：4,500 V および -4,500 V

ターボヒーター温度：450°C

各農薬の測定条件：表 1

#### 5. 試験溶液の調製

既報<sup>2)</sup>に従って試験溶液 (GC・LC 共通) を調製した後、大豆では 0.2 mL, 大豆以外の試料では 0.1 mL を分取して 40°C 以下で溶媒を除去し、残留物をメタノールで溶解して正確に 2 mL としたものを試験溶液とした。

#### 6. 測定

混合標準溶液をメタノールで希釈し、0.001~0.02 µg/mL の濃度範囲で検量線用標準溶液を調製した。各検量線用標準溶液を LC-MS/MS で測定してピーク面積を求め、絶対検量線法により検量線を作成した。試験溶液を LC-MS/MS で測定してピーク面積を求め、検量線から定量値を算出した。

#### 7. 添加回収試験

添加濃度は 0.01 ppm および 0.05 ppm の 2 濃度とし、標準溶液を添加した後、30 分間放置してから試験溶液の調製を開始した。また、添加試料と併行して、ブランク試料の試験溶液を調製した。

#### 8. 妥当性評価

実施者 1 名が 2 併行で添加回収試験を 5 日間実施し、ガイドラインに従って真度および精度の評価を行った。選択性は、ブランク試料から検出された妨

害ピークの面積が定量限界濃度に相当する標準溶液のピーク面積の 1/3 未満であることを確認した。検量線は添加回収試験の実施日ごとに作成し、相関係数が 0.99 以上であることを確認した。定量限界は 0.01 ppm とし、定量限界濃度に相当する添加試料から得られるピークの S/N 比が 10 以上であることを確認した。

## 結果

### 1. 測定条件の検討

更新前の LC-MS/MS (SCIEX 社製 API4000 および Waters 社製 ACQUITY UPLC システム) で用いていた測定条件<sup>2)</sup>・<sup>4)</sup>で標準溶液を分析したところ、多くの農薬で期待する感度が得られず、ピーク形状も悪かった。ガードカラムを外し、新品の Atlantis dC18 カラムを用いると良好な感度およびピーク形状が得られたが、分析を続けていくうちにピーク幅が広がって形状が悪くなり、カラムを交換する以外に不具合の対処法がなかった。

そこで、SCIEX 社から提案された測定条件を参考にして、カラムを他社製 N (内径 2.1 mm, 長さ 100 mm, 粒子径 2 µm), 流速を 0.3 mL/分, 移動相に用いる緩衝剤濃度を 5 mM から 0.5 mM に変更した。また、グラジエント条件を変更して分析時間を 18 分に短縮した。Atlantis dC18 カラムではアシベンズラ酸およびトラルコキシジムの保持時間が安定せず、ピーク形状も悪かったが、カラム N では良好であり、上述した不具合も起こらなかった。

しかしながら、カラム N を用いて添加回収試験を実施したところ、一部の試料で良好な回収率が得られない農薬があった。グラジエント条件を変更して分析時間を 30 分としたところ、一部の農薬では回収率が改善したが、変更によって回収率が低下する農薬もあった。試料マトリックスによる定量値への影響が原因であると考えられたが、カラム N を用いた場合、アセタミプリド等の検出頻度が高い農薬への影響が大きく、グラジエント条件を最適化することが困難であった。

Atlantis dC18 カラムを用いた場合も同様に、試料マトリックスによる定量値への影響がみられたが、グラジエント条件を変更しながら確認したところ、分析時間を 30 分とした場合に、検出頻度が高い農薬への影響がカラム N よりも軽度であった。そこで本検討では、妥当性評価に用いる LC 測定条件として、Atlantis dC18 カラムおよび分析時間 30 分のグラジエント条件を採用した。

表1 各農薬の測定条件

農薬名		Q1 (m/z)	Q3 (m/z)	DP (V)	CE (V)	CXP (V)	農薬名		Q1 (m/z)	Q3 (m/z)	DP (V)	CE (V)	CXP (V)
1	XMC	180.1	123.0	61	15	6	61	スピノシン A	732.5	142.3	106	43	12
2	アザメチホス	325.0	183.0	31	21	4		スピノシン D	746.5	142.3	101	45	12
3	アシベンゾラルS-メチル	211.0	136.0	50	40	6	62	スピロジクロフェン	411.1	313.0	92	17	6
	アシベンゾラル酸	179.0	107.0	-36	-24	-5	63	ターバシル	215.1	159.0	-64	-18	-10
4	アジンホスメチル	318.0	132.0	36	21	4	64	ダイアジノン	305.1	169.1	66	32	9
5	アセタミプリド	223.0	126.0	51	29	6	65	ダイアレート	270.1	86.1	50	21	10
6	アゾキシストロピン	404.0	372.0	71	21	10	66	ダイムロン	269.0	151.0	81	19	10
7	アニロホス	368.0	199.0	60	30	10	67	チアクロプリド	253.0	126.0	96	29	4
8	アミスルブロン	466.0	227.0	101	25	12	68	チアベンダゾール	202.0	175.0	71	35	4
9	アラクロー	270.0	238.0	36	15	14	69	チアメトキサム	292.0	211.0	66	17	4
10	アラマイト	352.1	191.1	36	19	4	70	テトラクロロルビンホス	367.0	127.0	76	21	8
	アルジカルブ	208.0	116.0	31	11	10	71	テトラコナゾール	372.0	159.0	95	45	6
11	アルジカルブスルホキシド	207.1	132.1	53	11	6	72	テブコナゾール	308.0	70.0	71	47	12
	アルドキシカルブ	240.0	148.0	36	19	14	73	テブチウロン	229.0	172.0	71	25	12
12	イソウロン	212.2	167.0	66	23	6	74	テブフェンジド	353.0	297.0	41	13	16
13	イソキサチオン	314.1	105.0	84	21	6	75	テフルベンズロン	381.0	158.0	66	25	10
14	イソキサフルトール	360.1	251.1	57	24	4	76	トラルコキシジム 1	330.2	284.2	63	17	6
15	イソプロカルブ	194.0	95.0	51	21	16		トラルコキシジム 2	330.2	284.1	63	17	6
16	イプロバリカルブ	321.2	119.0	36	23	4	77	トリアジメノール	296.1	70.1	56	19	6
17	イマザリル	297.0	159.0	91	31	10	78	トリアジメホン	294.0	197.2	76	21	6
18	イミダクロプリド	256.0	209.0	61	21	4	79	トリクラミド	340.0	121.0	48	30	6
19	インダノファン	341.0	175.0	41	33	12	80	トリコナゾール	318.1	70.0	51	33	4
20	インドキサカルブ	528.1	203.1	75	51	4	81	トリフルミゾール	346.0	278.0	46	17	6
21	エチプロール	396.9	350.9	116	29	24		トリフルミゾール代謝物	295.0	215.0	85	34	6
22	エトキサゾール	360.2	141.0	76	37	6	82	トリフルムロン	359.0	156.0	60	30	10
23	エポキシコナゾール	330.0	121.0	56	27	4	83	トリフロキシストロピン	409.1	186.1	59	23	6
24	オキサジアルギル	341.1	223.0	91	21	6	84	トリホリン 1	435.0	390.0	83	29	10
25	オキサジクロメホン	376.0	190.0	81	27	12		トリホリン 2	435.0	390.0	83	29	10
26	オキサミル	237.0	72.0	36	45	12	85	トルフェンピラド	384.2	197.1	91	38	6
27	オキシカルボキシ	268.0	175.0	51	19	4	86	ナプロアニリド	292.1	171.1	50	20	4
28	オリザリン	345.1	281.1	-85	-24	-10	87	ノバルロン	493.0	158.0	71	25	8
29	カルバリル	219.0	145.0	31	21	10	88	バーバン	275.1	258.0	56	11	14
30	カルフェントラゾンエチル	412.0	366.1	101	25	6	89	バクプロトラゾール	294.0	70.0	66	45	10
31	カルプロバミド	336.0	139.0	81	45	12	90	ピテルタノール	338.0	269.1	40	15	14
32	キノキシフェン	308.0	197.0	61	55	6	91	ピフェントリン	440.0	181.0	41	17	10
33	クミルロン	303.0	185.0	81	25	16	92	ビベロニルプトキシド	356.2	177.1	56	19	6
34	クレソキシムメチル	314.0	206.0	56	11	12	93	ピラクロストロピン	388.0	163.0	46	33	10
35	クロキントセツトメキシル	336.1	238.1	31	21	6	94	ピラクロニル	315.0	169.0	80	39	6
36	クロチアジニン	250.0	169.0	51	19	10	95	ピラクロホス	361.1	257.0	91	30	6
37	クロフェンテジン	303.0	138.0	56	21	8	96	ピラゾキシフェン	403.1	91.0	91	61	6
38	クロマフェンジド	395.2	175.1	36	23	4	97	ピラゾホス	374.1	222.1	81	29	6
39	クロメブロップ	324.1	120.1	51	31	4	98	ピラゾリネート	439.0	91.0	66	63	4
40	クロリダゾン	222.0	92.0	70	35	4	99	ピリダベン	365.1	309.1	64	19	6
41	クロルピリホス	350.0	198.0	58	25	10	100	ピリフタリド	319.1	139.1	76	40	4
42	クロルブファミ	241.0	172.1	31	17	6	101	ピリブチカルブ	331.1	181.1	25	21	6
43	クロロクスロン	291.1	72.0	61	41	4	102	ピリブロキシフェン	322.0	96.0	40	20	14
44	シアゾファミド	325.0	108.0	56	21	10	103	ピリミカーブ	239.2	72.1	48	34	4
45	ジウロン	233.0	72.0	66	41	6	104	ピリミノバックメチル(E体)	362.0	330.0	61	23	18
46	ジエトフェンカルブ	268.0	226.0	61	13	12		ピリミノバックメチル(Z体)	362.0	330.1	61	23	18
47	シエノピラフェン	394.2	310.1	126	35	18	105	ピリミホスメチル	306.1	108.0	91	43	6
48	シクロエート	216.1	154.0	36	17	10	106	ファミキサドン	392.2	331.0	54	15	6
49	ジフェノコナゾール	406.0	251.0	101	37	6	107	フェナリモル	331.0	268.0	86	33	14
50	シフルフェナミド	413.1	295.1	61	21	6	108	フェノキシカルブ	302.2	88.1	43	28	4
51	ジフルフェニカン	395.1	265.8	74	33	6	109	フェノブカルブ	208.0	95.0	60	30	10
52	ジフルベンズロン	311.0	158.0	42	23	12	110	フェリムゾン	255.1	91.1	65	45	4
53	シプロジニル	226.0	93.0	91	47	6	111	フェンアミドン	312.0	236.0	66	21	22
54	シメコナゾール	294.1	70.1	51	35	4	112	フェンスルホチオン	309.0	281.0	66	19	6
55	ジメタトリン	256.2	186.1	71	27	6	113	フェンビロキシメート	422.0	366.0	86	23	10
56	ジメチリモール	210.2	71.0	66	45	4	114	フェンプロピモルフ	304.2	147.1	74	39	6
57	ジメトエート	230.0	198.9	61	13	6	115	フェンメディファミ	301.1	168.1	45	14	4
58	ジメトモルフ 1	388.0	301.1	106	37	16	116	ブタクロー	312.1	238.1	56	15	14
	ジメトモルフ 2	388.0	301.1	106	37	16	117	ブタフェナシル	492.1	331.1	46	29	6
59	シモキサニル	199.0	128.0	50	13	6	118	ブブプロフェジン	306.2	201.1	66	17	6
60	シラフルオフェン	426.0	287.0	51	18	18	119	フラムブロップメチル	336.1	105.0	61	19	6

Q1: プリカーサーイオン, Q3: プロダクトイオン, DP: Declustering Potential, CE: Collision Energy, CXP: Collision Cell Exit Potential

表1 各農薬の測定条件(つづき)

農薬名	Q1 (m/z)	Q3 (m/z)	DP (V)	CE (V)	CXP (V)	農薬名	Q1 (m/z)	Q3 (m/z)	DP (V)	CE (V)	CXP (V)		
120	フラメトビル	334.0	157.0	76	47	10	146	ベンゾフェナップ	431.1	105.1	71	45	4
121	フルオビコリド	383.1	173.0	86	33	6	147	ベンダイオカルブ	224.0	167.0	56	13	10
122	フルオメツロン	233.1	71.8	75	39	6	148	ベンチアバカルブイソプロピル	382.1	180.0	32	43	6
123	フルジオキソニル	247.0	126.0	-79	-45	-6	149	ベンチオピラド	360.0	256.0	91	29	14
124	フルシラゾール	316.0	247.0	96	25	6	150	ベンディメタリン	282.0	212.0	31	17	12
125	フルトラニル	324.0	262.0	61	27	14	151	ベントキサゾン	354.1	286.1	96	16	12
126	フルトリアホール	302.1	122.9	84	39	6	152	ホキシム	299.0	77.0	46	41	12
127	フルバリネート	503.0	208.0	71	17	10	153	ボスカリド	343.0	307.0	86	33	8
128	フルフェナセット	364.0	194.0	26	17	4	154	ホスファミドン	300.0	174.0	74	19	6
129	フルフェノクスロン	489.0	158.0	71	29	10	155	マラチオン	331.1	127.1	60	18	6
130	フルベンジアミド	681.0	254.1	-69	-40	-6	156	マンジプロバミド	412.1	328.1	31	22	4
131	フルミオキサジン	372.1	355.1	66	27	6	157	メタベンズチアズロン	222.0	165.0	61	33	10
132	フルリドン	330.1	310.1	86	37	6	158	メタラキシル及びメフェノキサム	280.1	220.0	71	19	6
133	プレチラクロール	312.0	252.0	51	23	14		メチオカルブ	226.0	121.0	56	27	8
134	プロバキサホップ	444.1	100.1	46	29	4	159	メチオカルブスルホン	258.1	122.1	66	27	6
135	プロフェノホス	373.0	303.0	116	25	6		メチオカルブスルホキシド	242.1	185.1	60	19	10
136	プロボキシル	210.1	111.0	45	20	6	160	メチダチオン	302.9	145.1	61	15	6
137	プロマシル	261.0	205.0	81	19	6	161	トキシフェノジド	369.2	149.1	51	23	4
138	プロメトリン	242.1	158.1	91	31	6	162	トコナゾール	320.1	70.1	76	45	4
139	プロモブチド	312.0	194.0	80	15	6	163	トラクロール	284.0	252.0	46	21	14
	プロモブチド脱臭素体	234.2	116.0	72	16	10	164	メバニピリム	224.0	106.0	86	35	10
140	ヘキサフルムロン	459.0	439.0	-40	-14	-19		メバニピリムプロパノール体	244.1	200.1	66	25	10
141	ヘキシチアゾクス	353.0	228.0	66	21	12	165	メフェナセット	299.0	148.0	46	21	8
142	ベナラキシル	326.2	148.2	71	29	6	166	メプロニル	270.0	228.0	86	21	12
143	ベルメトリン 1	408.1	183.1	46	27	10	167	モノリニューロン	215.1	126.1	46	23	4
	ベルメトリン 2	408.1	183.1	46	27	10	168	ラクトフェン	479.1	344.1	47	21	6
144	ペンシクロン	329.0	125.0	101	41	8	169	リニューロン	249.0	160.0	51	29	8
145	ペンスリド	398.0	314.0	64	15	6	170	ルフェヌロン	509.0	326.0	-55	-26	-7

Q1: プリカーサーイオン, Q3: プロダクトイオン, DP: Declustering Potential, CE: Collision Energy, CXP: Collision Cell Exit Potential

## 2. 妥当性評価

混合標準溶液に含まれる農薬のうち、概ね良好な感度およびピーク形状が得られた 170 農薬 181 物質を妥当性評価の対象とした。各試料における結果を表 2~5 に示す。なお、オレンジから検出されたイマザリル、チアベンダゾールおよびフルジオキソニルの 3 農薬は、評価対象から除外した。

### 2.1 選択性

たまねぎのブランク試料からベンゾフェナップの保持時間に妨害ピークが検出され、選択性の許容範囲を満たさなかった。その他の農薬の妨害ピークについては、すべての試料で選択性の許容範囲を満たしていた。

### 2.2 検量線の直線性

181 物質すべてで相関係数が 0.99 以上となり、検討した濃度範囲で良好な直線性が得られた。

当所では、ガラス製バイアルに不活性化処理済みガラスインサート（以下、インサートという）を入れて使用している。インサートに標準溶液を採り、数日経過したものを測定したところ、アザメチホスおよびメチオカルブスルホンの検量線の相関係数が 0.99 未満となった。一部の検量線濃度でピーク面積が極端に減少したためであり、新品のインサートに標準溶液を採り直して測定すると、すべての検量線

濃度でピーク面積が増加し、相関係数は 0.99 以上に改善した。これらの農薬はインサートに吸着すると考えられたため、数日経過したものは使用せず、検量線の直線性とピーク面積の変動に注意しながら以降の評価を行った。

### 2.3 真度

真度の目標値は、添加濃度に関係なく 70~120% である。2 濃度とも目標値を満たした農薬数は、大豆 161 農薬、ほうれんそう 161 農薬、キャベツ 161 農薬、ばれいしょ 161 農薬、たまねぎ 164 農薬、オレンジ 154 農薬およびバナナ 162 農薬であった。

アシベンズラル酸、アルジカルブスルホキシドおよびトラルコキシジムは、すべての試料で真度の目標値を下回った。

### 2.4 精度

精度の目標値は、添加濃度が 0.01 ppm で併行精度 25% 未満および室内精度 30% 未満、添加濃度が 0.05 ppm で併行精度 15% 未満および室内精度 20% 未満である。2 濃度とも目標値を満たした農薬数は、大豆 168 農薬、ほうれんそう 167 農薬、キャベツ 168 農薬、ばれいしょ 166 農薬、たまねぎ 167 農薬、オレンジ 164 農薬およびバナナ 168 農薬であった。

精度の目標値を満たさなかった農薬のほとんどは、真度においても目標値を下回っていた。

## 2.5 定量限界

添加濃度が 0.01 ppm の試験溶液から得られたピークの S/N 比を確認したところ、真度が低かったアシベンゾラル酸およびトラルコキシジムでは、ほとんどの試料で 10 未満となった。ばれいしょでは、ブプロフェジンのクロマトグラム上で検出された夾雑ピークが影響し、S/N 比が 10 未満となった。バーバンは測定感度が低い農薬であり、たまねぎでは他の試料よりも夾雑ピークが多かったため、S/N 比が 10 未満となった。

## 2.6 総合評価および考察

すべての評価項目に適合した農薬数は、大豆 161 農薬、ほうれんそう 161 農薬、キャベツ 161 農薬、ばれいしょ 160 農薬、たまねぎ 162 農薬、オレンジ 153 農薬およびバナナ 162 農薬であった。

更新前の LC-MS/MS を用いた妥当性評価では、同種類の試料で 80~109 農薬が適合した<sup>2)</sup>。当時の妥当性評価では 114 農薬を対象としたが、本検討では 170 農薬に増加した。更新前の LC-MS/MS を用いた妥当性評価と比較して、たまねぎ以外の試料では適合率に大きな変化がなく、評価対象農薬数の増加に伴って適合農薬数が増加したと考えられる。一方、たまねぎにおいては、適合率が 70%<sup>2)</sup> から 95% に上昇し、適合農薬数は約 2 倍に増加した。本検討では試験法の抽出・精製工程の変更はしなかったが、試験溶液の希釈率を上げ、注入量を減らした。その結果、試料マトリックスによる定量値への影響が軽減され、妥当性評価に適合する農薬が増加したと考えられる。

## まとめ

農産物中の残留農薬検査に用いる LC-MS/MS を更新したことに伴い、7 種類の農産物を対象として試験法の妥当性評価を行った。適合農薬数は 153~162 農薬であり、9 割以上の農薬が適合した。

本検討では、Atlantis dC18 カラムを用いた測定条件を採用したが、使用の継続によってピーク形状が不良となる不具合が発生した。更新前の装置において、Atlantis dC18 カラムを用いた農産物中の残留農薬検査を 10 年以上実施してきたが、同様の不具合は発生しなかった。更新装置における不具合を解消するため、LC 部の洗浄や交換を実施したが、不具合は再発し、原因は不明のままである。ただし、更新装置の導入当初は、カラムの使用開始後 1 週間以内にピーク形状が悪化していたが、導入から半年が経過した時点では形状の変化が軽度になり、発生頻度も低下する傾向がみられた。

今後、更新装置を用いて農産物中の残留農薬検査を実施する際には、ピーク形状の変化、変化が生じるまでの期間等に注意し、必要があれば測定条件を再検討する等、検査の実施に支障がないよう対応していきたい。

## 引用文献

- 1) 厚生労働省医薬食品局食品安全部長：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変更について、平成 22 年 12 月 24 日付け食安発 1224 第 1 号
- 2) 友澤潤子，小嶋美穂子，藤田直樹：LC-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，滋賀衛科セ所報，52，46~58 (2017)
- 3) 友澤潤子，上田宜和：Analyte protectants および複数の内標準物質を用いた GC-MS/MS による農産物中の残留農薬一斉試験法，滋賀衛科セ所報，53，42~66 (2018)
- 4) 友澤潤子，瀧野昭彦，南真紀，小嶋美穂子：LC-MS/MS による畜産物中の残留農薬一斉分析法の検討，滋賀衛科セ所報，51，56~66 (2016)

表2 大豆およびほうれんそうの妥当性評価結果

農薬名	大豆							ほうれんそう						
	0.01 ppm			0.05 ppm			総合評価	0.01 ppm			0.05 ppm			総合評価
	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)		真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	
1 XMC	93	6	7	90	3	5	○	84	3	3	82	2	2	○
2 アザメチホス	96	3	14	96	1	16	○	79	3	3	78	1	5	○
3 アシベンゾラルS-メチル	83	6	5	83	3	6	BCD	28	6	13	31	7	15	BCD
アシベンゾラル酸	1	45	121	0	21	68		0	-	-	0	12	130	
4 アジンホスメチル	101	4	4	101	3	4	○	90	3	4	87	2	4	○
5 アセタミプリド	98	4	4	99	2	2	○	90	2	3	87	4	3	○
6 アゾキシストロビン	98	4	4	99	2	4	○	89	1	2	86	1	2	○
7 アニロホス	98	5	5	98	1	3	○	90	2	2	87	2	2	○
8 アミスプロム	76	3	7	77	5	7	○	77	4	9	73	3	5	○
9 アラクロール	97	3	6	95	2	4	○	89	3	4	84	1	1	○
10 アラマイト	93	5	5	94	1	4	○	88	2	3	85	1	2	○
アルジカルブ	87	5	6	87	4	7	B	82	1	3	78	2	2	B
11 アルジカルブスルホキシド	74	7	7	68	4	4		64	6	5	61	3	4	
アルドキシカルブ	93	5	6	93	2	3		84	2	2	81	2	3	
12 イソウロン	99	3	3	99	1	3	○	89	2	2	87	1	2	○
13 イソキサチオン	95	5	5	96	2	2	○	89	3	3	87	1	2	○
14 イソキサフルトール	96	5	6	96	1	4	○	81	2	5	79	1	3	○
15 イソプロカルブ	91	8	8	86	4	5	○	82	2	4	79	2	2	○
16 イプロバリカルブ	97	4	5	99	1	4	○	89	3	3	86	1	3	○
17 イマザリル	92	8	8	92	2	4	○	72	4	5	70	2	2	○
18 イミダクロプリド	90	4	3	91	2	4	○	86	3	2	85	3	3	○
19 インダノファン	97	5	5	97	3	3	○	85	3	4	86	2	3	○
20 インドキサカルブ	95	6	5	96	2	3	○	87	1	3	83	1	2	○
21 エチプロール	99	5	5	100	1	3	○	89	1	3	88	2	2	○
22 エトキサゾール	90	4	5	91	1	3	○	87	1	2	85	2	2	○
23 エボキシコナゾール	98	4	4	99	2	3	○	89	2	2	87	2	2	○
24 オキサジアルギル	98	5	5	97	3	3	○	91	5	6	85	2	2	○
25 オキサジクロメホン	93	4	4	94	1	3	○	88	1	3	85	1	2	○
26 オキサミル	91	5	5	91	2	3	○	81	1	2	79	2	2	○
27 オキシカルボキシシン	92	5	5	93	3	3	○	85	2	3	83	2	2	○
28 オリザリン	97	4	5	100	2	4	○	88	4	4	86	3	3	○
29 カルバリル	99	4	5	100	1	4	○	88	2	3	86	1	2	○
30 カルフェントラゾンエチル	97	4	5	98	2	3	○	65	3	7	66	2	3	B
31 カルプロパミド	99	4	5	98	2	2	○	88	3	5	87	3	3	○
32 キノキシフェン	80	6	5	79	2	3	○	84	4	3	82	3	2	○
33 クミロン	98	5	6	102	2	3	○	89	3	2	88	2	2	○
34 クレソキシムメチル	101	5	8	100	4	5	○	86	4	4	83	2	4	○
35 クロキントセットメキシル	90	5	5	92	2	4	○	77	1	4	78	3	2	○
36 クロチアジニン	94	3	3	94	2	4	○	86	1	4	85	2	3	○
37 クロフェンテジン	52	8	7	57	7	8	B	60	16	13	78	4	5	B
38 クロマフェナジド	98	5	4	100	2	4	○	88	2	3	85	1	3	○
39 クロメブロップ	80	6	4	80	4	3	○	82	2	5	77	2	3	○
40 クロリダゾン	97	4	4	97	2	3	○	87	2	3	85	3	3	○
41 クロルピリホス	84	5	6	85	2	4	○	85	2	3	84	1	2	○
42 クロルブファム	94	3	6	97	4	8	○	86	9	9	84	3	4	○
43 クロロクスロン	99	5	6	102	2	3	○	90	2	2	89	2	2	○
44 シアゾファミド	98	5	6	99	2	3	○	89	3	3	87	1	1	○
45 ジウロン	99	5	4	100	1	3	○	89	2	2	89	2	3	○
46 ジエトフェンカルブ	97	3	5	99	2	3	○	88	2	3	86	1	2	○
47 シェノピラフェン	86	4	4	87	1	4	○	79	1	3	76	2	1	○
48 シクロエート	59	12	14	55	8	11	B	71	4	5	68	5	4	B
49 ジフェノコナゾール	96	4	5	97	1	3	○	87	2	3	83	2	3	○
50 シフルフェナミド	96	4	4	97	2	3	○	86	1	2	85	2	2	○
51 ジフルフェニカン	86	4	5	86	2	3	○	81	2	3	79	2	2	○
52 ジフルベンズロン	95	5	4	96	1	3	○	87	2	3	86	2	2	○
53 シプロジニル	89	5	7	87	3	5	○	82	3	4	80	3	4	○
54 シメコナゾール	100	4	5	102	2	3	○	89	3	3	88	1	1	○
55 ジメタリン	95	4	5	96	2	3	○	90	2	2	86	1	2	○
56 ジメチリモール	84	5	4	87	1	4	○	76	1	4	76	3	2	○
57 ジメトエート	100	4	5	99	2	3	○	91	1	3	87	3	3	○
58 ジメトモルフ1	96	4	5	98	2	4	○	89	2	3	85	2	2	○
ジメトモルフ2	98	2	4	99	2	2		90	3	3	87	1	2	
59 シモキシニル	93	4	4	93	2	3	○	85	3	3	84	2	2	○
60 シラフルオフエン	58	3	6	60	2	4	B	85	4	5	83	5	6	○

\* 総合評価の方法は、○:全ての評価項目に適合、A:選択性が許容範囲外、B:真度が目標値外、C:精度が目標値外、D:定量限界が目標値外とした。

表2 大豆およびほうれんそうの妥当性評価結果(つづき)

農薬名	大豆							ほうれんそう						
	0.01 ppm			0.05 ppm			総合評価	0.01 ppm			0.05 ppm			総合評価
	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)		真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	
61 スピノシン A	99	5	7	94	1	4	○	73	25	18	37	27	30	BC
スピノシン D	99	4	8	95	1	5		76	23	17	41	26	28	
62 スピロジクロフェン	80	4	5	84	2	6	○	79	1	4	78	3	4	○
63 ターバシル	98	3	5	100	2	3	○	89	2	2	87	1	1	○
64 ダイアジノン	92	5	6	88	3	5	○	87	2	3	83	1	1	○
65 ダイアレート	69	11	11	65	6	9	B	76	6	6	73	2	2	○
66 ダイムロン	98	3	5	99	2	4	○	88	3	3	87	1	2	○
67 チアクロプリド	100	4	4	101	1	3	○	91	1	2	88	4	3	○
68 チアベンダゾール	85	4	5	87	2	4	○	68	11	11	62	7	12	B
69 チアトキサム	87	4	4	88	2	4	○	83	1	3	82	3	3	○
70 テトラクロルピホス	97	5	5	99	1	3	○	87	3	2	86	2	2	○
71 テトラコナゾール	99	4	4	101	1	4	○	89	2	3	89	2	2	○
72 テブコナゾール	97	5	5	99	3	3	○	86	3	3	86	2	3	○
73 テブチウロン	98	3	4	98	2	3	○	88	2	2	86	2	2	○
74 テブフェノジド	98	6	7	100	5	5	○	87	2	3	86	2	3	○
75 テフルベンズロン	82	5	4	84	2	4	○	82	4	5	81	3	3	○
76 トラルコキシジム 1	8	15	17	8	13	18	BC	10	16	23	9	10	9	BD
トラルコキシジム 2	28	30	29	39	12	20		35	20	14	43	11	10	
77 トリアジメノール	100	5	6	101	1	3	○	91	3	2	88	2	2	○
78 トリアジメホン	99	4	5	100	2	2	○	90	3	4	88	1	2	○
79 トリクラミド	90	5	4	94	2	5	○	85	5	5	84	3	5	○
80 トリチコナゾール	98	4	4	101	1	3	○	86	2	3	87	2	2	○
81 トリフルミゾール	92	3	4	93	2	4	○	79	2	3	77	2	2	○
トリフルミゾール代謝物	95	4	4	97	3	4		82	2	4	84	5	4	
82 トリフルムロン	96	5	5	100	1	4	○	87	2	3	87	2	3	○
83 トリフロキシストロビン	96	4	4	98	1	3	○	86	2	2	84	1	2	○
84 トリホリン 1	99	3	5	99	2	4	○	87	2	4	86	1	4	○
トリホリン 2	99	6	7	101	2	5		85	4	3	86	2	3	
85 トルフェンピラド	88	4	4	88	1	2	○	86	1	4	84	2	2	○
86 ナプロアニド	94	6	6	95	1	3	○	86	2	3	84	2	1	○
87 ノバルロン	92	5	4	94	2	4	○	84	1	3	84	1	2	○
88 パーバン	100	8	7	101	4	6	○	92	6	13	88	4	4	○
89 パクロブトラゾール	90	5	6	95	1	4	○	89	2	2	87	2	1	○
90 ピテルタノール	99	4	4	102	2	4	○	88	3	4	87	2	2	○
91 ビフェントリン	64	9	10	65	4	4	B	81	3	3	78	2	6	○
92 ビベロニルプトキシド	94	5	6	96	3	4	○	87	1	3	86	2	3	○
93 ビラクロストロビン	93	4	4	94	2	4	○	86	1	3	84	2	3	○
94 ビラクロニル	101	4	6	103	2	3	○	91	2	3	90	2	2	○
95 ビラクロホス	96	3	4	98	2	3	○	87	1	2	87	2	2	○
96 ビラゾキシフェン	97	5	5	98	2	4	○	87	2	3	86	1	3	○
97 ビラゾホス	88	5	5	88	2	3	○	83	1	2	81	2	2	○
98 ビラゾリネート	89	5	9	89	2	10	○	75	1	2	74	1	4	○
99 ビリダベン	80	5	4	82	2	2	○	85	1	2	82	2	3	○
100 ビリフタリド	97	4	5	100	1	3	○	89	3	3	88	2	2	○
101 ビリブチカルブ	89	3	4	91	1	3	○	89	2	2	85	2	3	○
102 ビリプロキシフェン	88	4	5	89	1	2	○	88	1	3	86	2	3	○
103 ビリミカーブ	97	4	6	97	1	3	○	87	2	2	85	1	2	○
104 ビリミノバックメチル(E体)	98	4	5	99	1	2	○	88	2	3	86	2	2	○
ビリミノバックメチル(Z体)	98	3	4	100	2	3		88	2	3	86	2	2	
105 ビリミホスメチル	93	5	6	92	2	4	○	86	2	3	85	1	2	○
106 ファモキサドン	95	4	5	97	2	3	○	87	3	4	86	3	2	○
107 フェナリモル	99	4	4	100	2	3	○	89	2	3	90	2	2	○
108 フェノキシカルブ	98	5	5	99	1	3	○	89	1	2	87	1	2	○
109 フェノブカルブ	95	5	9	91	4	5	○	83	2	4	82	3	2	○
110 フェリムゾン	89	4	5	94	1	3	○	76	5	5	84	2	3	○
111 フェンアミド	95	5	5	98	2	4	○	89	4	4	88	3	3	○
112 フェンシルホチオン	101	3	4	102	1	3	○	89	2	3	88	1	2	○
113 フェンピロキシメート	83	5	4	83	2	3	○	80	3	5	79	2	3	○
114 フェンプロビモルフ	72	3	5	73	2	5	○	65	22	18	38	24	31	BC
115 フェンメディファム	98	5	5	99	4	5	○	86	3	3	84	2	2	○
116 プタクロール	92	2	5	93	3	4	○	81	3	4	80	2	2	○
117 プタフェナシル	100	3	6	101	1	4	○	87	2	3	87	1	2	○
118 ププロフェジン	88	4	5	90	1	3	○	87	3	4	85	1	2	○
119 フラムブロッブメチル	98	4	4	100	1	3	○	89	2	3	87	1	2	○

\* 総合評価の方法は、○: 全ての評価項目に適合、A: 選択性が許容範囲外 B: 真度が目標値外、C: 精度が目標値外、D: 定量限界が目標値外とした。

表2 大豆およびほうれんそうの妥当性評価結果(つづき)

農業名	大豆							ほうれんそう							
	0.01 ppm			0.05 ppm			総合評価	0.01 ppm			0.05 ppm			総合評価	
	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)		真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)		
120	フラメトビル	97	5	4	99	1	3	○	87	2	3	85	2	2	○
121	フルオビコリド	98	6	5	100	1	3	○	89	2	3	87	2	3	○
122	フルオメツロン	99	3	4	99	2	3	○	89	1	2	86	1	2	○
123	フルジオキシニル	98	5	6	100	1	2	○	90	2	3	88	2	2	○
124	フルシラゾール	98	4	4	99	1	3	○	89	2	3	86	2	2	○
125	フルトラニル	98	4	5	100	1	3	○	89	0	1	87	2	2	○
126	フルトリアホール	100	4	4	102	2	4	○	89	2	4	87	2	2	○
127	フルバリネート	82	4	7	83	3	8	○	83	2	2	80	3	3	○
128	フルフェナセット	100	5	4	100	1	4	○	88	2	3	87	1	3	○
129	フルフェノクスロン	90	5	4	92	1	4	○	83	1	3	82	2	3	○
130	フルベンジアミド	97	2	6	99	4	6	○	87	2	6	83	1	5	○
131	フルミオキサジン	97	6	7	98	2	4	○	85	3	3	85	2	3	○
132	フルリドン	97	4	5	100	1	3	○	88	2	4	86	2	2	○
133	プレチラクロー	94	4	4	95	1	3	○	84	2	3	82	2	2	○
134	プロバキサホップ	89	6	4	90	3	4	○	82	2	4	79	3	2	○
135	プロフェノホス	91	5	6	94	1	4	○	86	1	3	87	2	2	○
136	プロボキシル	98	5	7	94	3	4	○	87	2	2	84	1	1	○
137	プロマシル	98	3	4	100	1	3	○	88	2	4	86	2	2	○
138	プロメリン	97	3	5	98	2	3	○	89	1	2	87	2	2	○
139	プロモブチド	96	4	5	97	2	5	○	88	3	3	84	2	3	○
	プロモブチド脱臭素体	97	6	7	96	2	4	○	88	3	4	84	2	2	○
140	ヘキサフルムロン	93	5	7	95	3	3	○	85	2	3	84	2	2	○
141	ヘキシチアゾクス	86	4	4	88	1	3	○	86	2	3	84	1	2	○
142	ベナラキシル	98	4	5	98	1	3	○	89	2	2	86	1	2	○
143	ベルメリン 1	71	4	8	73	4	6	B	81	3	3	77	4	4	○
	ベルメリン 2	68	6	9	68	5	5	B	87	3	4	82	3	4	○
144	ベンシクロン	94	4	6	96	2	3	○	88	1	3	86	1	2	○
145	ベンスリド	99	6	5	100	2	5	○	89	2	2	86	2	2	○
146	ベンゾフェナップ	93	4	4	94	1	3	○	85	2	2	84	3	3	○
147	ベンダイオカルブ	98	4	5	97	2	3	○	89	2	2	85	1	1	○
148	ベンチアバリカルブイソプロピル	97	4	5	99	1	3	○	87	3	3	85	2	1	○
149	ベンチオピラド	98	4	4	100	1	2	○	88	2	2	86	1	2	○
150	ベンディメタリン	85	5	5	83	2	3	○	85	2	2	83	1	2	○
151	ベントキサゾン	94	7	6	97	3	8	○	85	6	5	85	4	3	○
152	ホキシム	93	4	5	92	2	5	○	84	2	3	82	1	2	○
153	ボスカリド	99	4	4	99	2	3	○	88	2	2	86	1	2	○
154	ホスファミドン	97	3	5	98	2	3	○	89	3	3	86	2	2	○
155	マラチオン	95	6	6	98	2	4	○	88	3	3	84	2	2	○
156	マンジプロバミド	98	4	5	99	3	3	○	90	2	4	87	2	2	○
157	メタベンズチアズロン	93	4	4	94	1	3	○	85	2	4	83	2	2	○
158	メタラキシル及びメフェノキサム	100	4	4	100	2	4	○	89	2	3	87	2	2	○
	メチオカルブ	98	2	3	99	1	3	○	90	3	2	87	2	3	○
159	メチオカルブスルホン	107	5	12	108	2	13	○	91	3	4	88	3	4	○
	メチオカルブスルホキシド	96	4	5	97	1	4	○	86	2	2	84	2	3	○
160	メチダチオン	98	5	5	99	2	4	○	90	2	3	87	2	2	○
161	メトキシフェノジド	99	6	5	102	4	6	○	88	3	6	85	2	2	○
162	メトコナゾール	96	4	4	97	1	3	○	87	2	2	85	2	2	○
163	メトラクロー	95	4	5	96	2	3	○	87	2	2	85	1	2	○
164	メバニピリム	88	3	5	92	3	6	○	83	4	3	81	2	3	○
	メバニピリムプロパノール体	96	5	4	97	2	3	○	87	2	2	85	2	2	○
165	メフェナセット	98	5	5	100	1	3	○	90	2	3	87	1	1	○
166	メプロニル	99	5	5	100	2	3	○	88	3	4	88	1	1	○
167	モノリニユロン	97	4	5	96	2	3	○	88	2	2	85	2	2	○
168	ラクトフェン	94	4	4	96	1	3	○	84	2	3	84	2	2	○
169	リニユロン	97	5	5	98	2	3	○	89	3	3	87	2	2	○
170	ルフェヌロン	93	5	5	95	3	5	○	85	3	4	84	3	5	○

\* 総合評価の方法は、○:全ての評価項目に適合、A:選択性が許容範囲外、B:真度が目標値外、C:精度が目標値外、D:定量限界が目標値外とした。



表3 キャベツおよびばれいしょの妥当性評価結果

農薬名	キャベツ							ばれいしょ						
	0.01 ppm			0.05 ppm			総合評価	0.01 ppm			0.05 ppm			総合評価
	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)		真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	
1 XMC	85	1	2	83	2	3	○	84	4	3	84	3	2	○
2 アザメチホス	84	2	10	84	3	12	○	83	3	6	84	3	9	○
3 アシベンゾラルS-メチル	8	15	54	8	33	47	BCD	81	4	3	81	3	3	BCD
アシベンゾラル酸	1	126	167	0	126	167		0	35	196	0	0	149	
4 アジンホスメチル	90	2	3	88	1	2	○	85	3	6	88	4	4	○
5 アセタミプリド	87	2	2	85	1	3	○	91	4	4	91	3	3	○
6 アゾキシストロピン	88	2	2	86	1	2	○	87	1	2	86	3	3	○
7 アニロホス	89	1	3	87	2	3	○	89	3	4	88	2	2	○
8 アミスルプロム	69	3	6	68	4	8	B	72	3	9	71	5	5	○
9 アラクロール	87	1	4	84	2	2	○	91	1	2	87	2	2	○
10 アラマイト	87	3	4	86	2	3	○	80	3	5	82	3	5	○
アルジカルブ	85	2	3	82	3	5	B	84	4	4	83	4	4	B
11 アルジカルブスルホキシド	60	3	3	56	2	3		65	5	5	63	4	4	
アルドキシカルブ	83	2	3	81	2	2		87	2	2	86	3	3	
12 イソウロン	90	2	3	88	2	2	○	86	3	3	87	3	2	○
13 イソキサチオン	87	0	3	86	2	2	○	87	2	2	88	2	2	○
14 イソキサフルトール	86	1	3	83	2	3	○	84	1	3	86	3	3	○
15 イソプロカルブ	83	2	2	81	2	3	○	82	2	3	82	4	3	○
16 イプロバリカルブ	87	2	4	87	2	2	○	89	3	2	89	2	2	○
17 イマザリル	75	2	5	73	2	2	○	81	3	5	83	3	5	○
18 イミダクロプリド	83	2	3	82	2	3	○	86	5	5	89	3	3	○
19 インダノファン	86	2	3	85	1	1	○	84	3	4	84	3	2	○
20 インドキサカルブ	83	2	5	82	2	2	○	83	3	3	84	3	4	○
21 エチプロール	87	2	3	86	2	3	○	90	2	2	90	3	3	○
22 エトキサゾール	83	2	4	83	2	2	○	78	2	3	78	3	5	○
23 エボキシコナゾール	88	2	4	85	1	1	○	84	3	3	86	4	3	○
24 オキサジアルギル	84	3	6	85	4	3	○	90	3	5	88	2	3	○
25 オキサジクロメホン	86	2	4	85	2	3	○	86	2	2	86	3	3	○
26 オキサミル	82	2	3	80	2	4	○	86	2	3	84	3	3	○
27 オキシカルボキシシン	80	3	4	79	2	4	○	85	3	2	86	4	3	○
28 オリザリン	86	2	4	86	2	2	○	83	2	3	85	4	5	○
29 カルバリル	90	2	4	87	3	3	○	89	3	2	90	4	3	○
30 カルフェントラゾンエチル	44	4	12	46	3	10	B	73	2	7	76	4	6	○
31 カルプロバミド	86	3	3	88	3	2	○	87	3	3	88	1	1	○
32 キノキシフェン	81	4	5	81	3	3	○	83	4	3	83	3	2	○
33 クミルロン	86	2	5	88	2	2	○	86	2	3	88	2	2	○
34 クレソキシムメチル	89	5	5	85	3	5	○	86	3	3	86	6	7	○
35 クロキントセットメキシル	81	3	4	81	3	4	○	78	2	5	82	1	2	○
36 クロチアジニン	80	2	4	79	1	2	○	88	5	4	89	3	3	○
37 クロフェンテジン	70	4	11	73	4	7	○	16	22	38	25	14	37	BC
38 クロマフェノジド	86	2	2	87	3	3	○	88	2	3	88	4	4	○
39 クロメブロップ	78	3	5	77	3	3	○	77	1	4	76	2	4	○
40 クロリダゾン	87	2	5	85	2	2	○	87	5	6	89	3	3	○
41 クロルピリホス	87	2	4	83	2	2	○	85	3	3	86	3	2	○
42 クロルブファム	88	2	8	87	5	7	○	84	3	4	87	2	6	○
43 クロロクスロン	89	2	3	89	2	2	○	73	3	6	80	2	3	○
44 シアゾファミド	89	2	3	89	2	4	○	85	2	3	86	3	3	○
45 ジウロン	88	1	2	89	2	2	○	87	3	3	91	2	2	○
46 ジエトフェンカルブ	92	2	3	90	2	4	○	87	3	3	88	3	2	○
47 シエノピラフェン	77	2	3	77	3	3	○	77	3	3	77	4	4	○
48 シクロエート	67	5	8	64	5	5	B	64	6	5	64	6	5	B
49 ジフェノコナゾール	88	2	3	85	1	2	○	81	2	3	82	2	2	○
50 シフルフェナミド	85	2	3	84	2	3	○	85	2	3	86	2	2	○
51 ジフルフェニカン	78	3	5	76	2	3	○	78	3	4	80	1	2	○
52 ジフルベンズロン	87	2	4	86	1	2	○	87	1	2	88	2	3	○
53 シプロロジニル	83	4	6	82	4	3	○	81	4	5	80	2	3	○
54 シメコナゾール	88	2	3	87	1	2	○	87	3	3	89	3	3	○
55 ジメタドリン	89	1	2	87	3	3	○	88	2	2	88	2	2	○
56 ジメチリモール	75	3	4	76	4	3	○	73	3	5	77	2	2	○
57 ジメトエート	89	1	3	86	1	4	○	92	2	2	90	2	2	○
58 ジメトモルフ1	87	2	4	85	1	2	○	86	1	2	85	4	3	○
ジメトモルフ2	89	2	3	87	3	3		86	3	3	88	3	3	
59 シモキサニル	80	2	4	79	1	2	○	81	4	4	85	4	4	○
60 シラフルオフェン	85	5	4	84	3	3	○	87	4	3	87	5	5	○

\* 総合評価の方法は、○: 全ての評価項目に適合、A: 選択性が許容範囲外 B: 真度が目標値外、C: 精度が目標値外、D: 定量限界が目標値外とした。

表3 キャベツおよびばれいしよの妥当性評価結果(つづき)

農薬名	キャベツ							ばれいしよ							
	0.01 ppm			0.05 ppm			総合評価	0.01 ppm			0.05 ppm			総合評価	
	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)		真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)		
61	スピノシン A	87	2	5	81	2	5	○	87	2	7	84	4	5	○
	スピノシン D	86	2	5	81	2	4		85	3	7	83	4	5	
62	スピロジクロフェン	78	2	1	78	2	3	○	76	4	6	77	2	5	○
63	ターバシル	91	1	3	89	2	2	○	89	2	2	89	3	3	○
64	ダイアジノン	85	2	3	82	2	3	○	87	2	2	84	4	4	○
65	ダイアレート	71	5	6	69	4	6	B	70	5	5	70	4	4	○
66	ダイムロン	87	2	4	87	1	2	○	85	2	3	86	3	2	○
67	チアクロプリド	89	2	4	87	1	4	○	89	5	4	90	3	3	○
68	チアベンダゾール	77	2	3	76	3	3	○	62	11	13	73	4	5	B
69	チアトキサム	83	1	3	82	1	4	○	86	3	3	86	3	4	○
70	テトラクロルピホス	84	3	5	85	1	1	○	87	2	2	88	3	2	○
71	テトラコナゾール	87	3	4	87	3	3	○	88	1	3	90	1	2	○
72	テブコナゾール	85	3	5	85	1	2	○	83	2	2	85	3	4	○
73	テブチウロン	89	1	2	87	2	2	○	82	2	4	86	3	2	○
74	テブフェノジド	87	5	5	87	4	5	○	89	2	3	90	6	4	○
75	テフルベンズロン	76	7	7	79	3	4	○	77	5	8	78	3	5	○
76	トラルコキシジム 1	6	17	55	7	21	18	BCD	12	9	38	10	28	45	BC
	トラルコキシジム 2	24	14	34	35	24	20		28	8	22	35	27	23	
77	トリアジメノール	89	2	3	86	2	3	○	88	2	4	90	2	2	○
78	トリアジメホ	89	2	2	88	2	3	○	85	1	2	87	3	2	○
79	トリクラミド	77	5	6	78	2	4	○	84	7	6	82	3	4	○
80	トリチコナゾール	86	3	4	85	2	2	○	82	4	4	87	3	3	○
81	トリフルミゾール	80	2	4	79	2	3	○	82	1	3	83	2	4	○
	トリフルミゾール代謝物	86	4	4	86	3	4		88	3	4	88	3	2	
82	トリフルムロン	85	2	4	85	1	2	○	88	3	2	89	3	3	○
83	トリフロキシストロピン	84	2	3	83	2	2	○	84	2	3	85	2	3	○
84	トリホリン 1	78	5	8	74	4	10	○	73	3	8	77	2	3	○
	トリホリン 2	86	3	7	85	1	4		73	5	8	77	2	3	
85	トルフェンピラド	85	3	4	84	2	2	○	80	2	5	81	3	6	○
86	ナプロアニド	87	2	3	85	3	3	○	86	3	3	86	3	2	○
87	ノバルロン	83	3	3	83	3	2	○	85	1	3	86	3	5	○
88	パーバン	87	5	8	86	5	6	○	89	2	8	91	4	4	○
89	パクロブトラゾール	88	1	2	88	1	2	○	84	2	4	86	2	2	○
90	ピテルタノール	86	2	4	87	2	2	○	83	2	2	86	4	4	○
91	ピフェントリン	83	4	5	81	3	5	○	83	5	7	84	3	5	○
92	ピペロニルブトキシド	87	2	3	86	2	2	○	82	2	3	83	4	4	○
93	ピラクロストロピン	85	2	3	83	3	3	○	85	3	4	85	2	2	○
94	ピラクロニル	90	2	3	90	2	3	○	90	3	3	92	2	2	○
95	ピラクロホス	87	2	4	86	3	2	○	83	2	2	86	2	2	○
96	ピラゾキシフェン	86	2	5	85	2	2	○	86	2	3	87	3	3	○
97	ピラゾホス	81	3	4	78	3	3	○	79	2	3	79	2	2	○
98	ピラゾリネート	76	2	5	75	3	8	○	74	3	5	76	4	6	○
99	ピリダベン	84	2	3	83	2	2	○	82	3	3	82	3	4	○
100	ピリフタリド	89	2	3	88	2	3	○	87	2	3	88	2	2	○
101	ピリプチカルブ	86	1	4	85	2	2	○	85	2	2	85	3	3	○
102	ピリプロキシフェン	87	2	3	86	2	3	○	84	2	3	86	3	2	○
103	ピリミカーブ	89	1	2	87	2	2	○	89	2	3	88	2	2	○
104	ピリミノバックメチル(E体)	89	2	3	87	2	2	○	88	1	3	88	3	2	○
	ピリミノバックメチル(Z体)	89	2	3	87	1	2		89	2	3	89	2	2	
105	ピリホスメチル	86	1	2	84	1	2	○	88	2	2	86	2	2	○
106	ファミキサドン	80	1	4	79	3	5	○	68	3	11	64	2	18	B
107	フェナリモル	86	3	6	86	2	2	○	83	5	5	87	3	3	○
108	フェノキシカルブ	88	2	3	87	2	3	○	73	3	5	78	3	3	○
109	フェノブカルブ	84	2	3	83	2	3	○	83	2	4	84	4	3	○
110	フェリムゾン	88	2	2	87	2	2	○	73	2	5	81	3	4	○
111	フェンアミド	84	2	5	83	2	3	○	62	2	13	60	5	19	B
112	フェンシルホチオン	88	2	2	89	1	2	○	88	1	1	90	2	2	○
113	フェンピロキシメート	81	2	4	79	3	2	○	75	2	4	75	2	5	○
114	フェンプロビモルフ	80	2	3	77	2	3	○	81	3	3	81	2	2	○
115	フェンメディファミ	88	3	5	84	2	3	○	84	4	4	85	3	3	○
116	ブタクロール	82	3	5	81	1	2	○	86	2	2	87	3	3	○
117	ブタフェナシル	85	2	3	86	2	2	○	86	2	3	88	3	3	○
118	ブプロフェジン	87	2	3	86	2	2	○	83	2	2	85	3	2	D
119	フラムブロッツメチル	89	2	3	87	1	1	○	89	1	1	89	3	2	○

\* 総合評価の方法は、○: 全ての評価項目に適合、A: 選択性が許容範囲外、B: 真度が目標値外、C: 精度が目標値外、D: 定量限界が目標値外とした。

表3 キャベツおよびばれいしょの妥当性評価結果(つづき)

農業名	キャベツ							ばれいしょ							
	0.01 ppm			0.05 ppm			総合評価	0.01 ppm			0.05 ppm			総合評価	
	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)		真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)		
120	フラメトビル	88	2	3	86	2	2	○	88	3	2	89	2	3	○
121	フルオビコリド	89	1	3	88	1	2	○	90	1	2	89	2	2	○
122	フルオメツロン	89	1	2	87	2	2	○	88	1	2	89	2	2	○
123	フルジオキシニル	89	1	3	88	2	2	○	89	2	3	89	3	2	○
124	フルシラゾール	88	2	3	87	1	2	○	88	1	3	88	3	3	○
125	フルトラニル	88	1	3	88	2	2	○	90	3	5	89	3	2	○
126	フルリアホール	89	2	3	88	1	2	○	85	2	2	88	2	3	○
127	フルバリネート	89	4	4	87	1	5	○	87	2	2	87	3	6	○
128	フルフェナセット	87	2	4	88	2	3	○	86	2	4	87	2	2	○
129	フルフェノクスロン	78	2	6	77	2	3	○	84	2	3	85	2	5	○
130	フルベンジアミド	83	2	4	84	3	2	○	87	4	6	88	5	4	○
131	フルミオキサジン	87	3	4	85	3	3	○	87	4	3	87	3	3	○
132	フルリドン	89	2	3	87	2	2	○	85	2	3	86	2	2	○
133	プレチラクロール	85	2	4	84	2	2	○	88	1	1	87	2	2	○
134	プロバキサホップ	69	4	6	69	3	4	B	22	19	31	24	17	21	BC
135	プロフェノホス	84	3	4	85	2	3	○	85	2	2	88	2	2	○
136	プロボキシル	86	2	4	85	2	3	○	88	3	3	86	3	3	○
137	プロマシル	86	3	4	85	2	2	○	90	2	3	91	3	3	○
138	プロメリン	89	2	2	88	2	3	○	89	2	2	88	3	3	○
139	プロモブチド	89	1	3	85	2	2	○	86	3	3	85	3	3	○
	プロモブチド脱臭素体	88	2	3	86	2	2	○	86	3	3	86	3	3	○
140	ヘキサフルムロン	85	2	3	86	3	3	○	86	3	4	87	3	5	○
141	ヘキシチアゾクス	86	2	2	86	2	2	○	87	2	2	87	3	3	○
142	ベナラキシル	88	2	4	87	2	2	○	87	1	2	88	3	3	○
143	ベルメリン 1	86	4	4	81	2	3	○	73	3	4	72	2	2	○
	ベルメリン 2	85	5	7	84	5	6	○	86	3	5	84	3	4	○
144	ベンシクロン	87	1	2	86	2	2	○	85	2	2	86	3	2	○
145	ベンスリド	88	3	4	86	2	2	○	87	2	5	87	3	3	○
146	ベンゾフェナップ	85	2	4	84	3	2	○	85	1	2	86	2	2	○
147	ベンダイオカルブ	88	2	2	86	2	3	○	88	3	2	88	3	3	○
148	ベンチアバリカルブイソプロピル	89	2	4	86	1	2	○	89	1	2	88	3	2	○
149	ベンチオピラド	87	1	4	86	2	2	○	87	2	2	88	3	3	○
150	ベンディメタリン	84	2	4	82	1	2	○	82	2	2	82	3	3	○
151	ベントキサゾン	86	8	7	86	3	5	○	81	4	6	87	4	7	○
152	ホキシム	84	3	4	82	2	2	○	84	2	3	84	2	4	○
153	ボスカリド	89	2	3	87	2	2	○	89	2	2	89	2	2	○
154	ホスファミドン	88	1	2	87	2	3	○	90	1	2	89	3	2	○
155	マラチオン	88	2	4	86	2	2	○	84	3	4	85	3	4	○
156	マンジプロバミド	89	2	3	87	2	3	○	87	2	3	87	3	3	○
157	メタベンズチアズロン	86	2	2	84	3	3	○	83	4	4	85	3	2	○
158	メタラキシル及びメフェノキサム	90	1	3	88	2	2	○	90	1	2	91	3	3	○
	メチオカルブ	90	4	4	88	2	2	○	84	2	3	87	3	3	○
159	メチオカルブスルホン	90	4	8	91	2	12	B	91	4	8	92	4	8	○
	メチオカルブスルホキシド	54	4	10	52	2	11	○	86	3	2	87	3	2	○
160	メチダチオン	84	3	6	83	3	4	○	89	3	3	88	3	3	○
161	メトキシフェノジド	86	4	4	87	4	3	○	86	2	4	90	3	3	○
162	メトコナゾール	87	1	3	86	1	2	○	80	2	3	83	2	3	○
163	メトラクロール	88	2	3	86	2	2	○	89	1	1	87	3	2	○
164	メバニピリム	86	3	4	84	4	3	○	81	3	4	81	2	2	○
	メバニピリムプロパノール体	87	1	1	86	2	2	○	85	3	3	87	3	2	○
165	メフェナセット	89	2	2	87	1	1	○	87	1	1	88	2	2	○
166	メプロニル	87	2	4	86	2	2	○	87	2	2	90	2	2	○
167	モノリニューロン	88	1	2	85	1	2	○	87	3	3	87	3	2	○
168	ラクトフェン	76	2	4	77	2	2	○	77	2	3	79	3	4	○
169	リニューロン	88	2	2	87	2	3	○	87	3	3	89	3	2	○
170	ルフェヌロン	85	4	4	85	3	3	○	86	3	5	86	4	4	○

\* 総合評価の方法は、○:全ての評価項目に適合、A:選択性が許容範囲外、B:真度が目標値外、C:精度が目標値外、D:定量限界が目標値外とした。

表4 たまねぎおよびオレンジの妥当性評価結果

農薬名	たまねぎ							オレンジ						
	0.01 ppm			0.05 ppm			総合評価	0.01 ppm			0.05 ppm			総合評価
	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)		真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	
1 XMC	90	3	2	84	2	2	○	91	2	3	88	2	4	○
2 アザメチホス	88	3	8	86	2	9	○	87	3	6	85	3	6	○
3 アシベンゾラルS-メチル	88	5	5	84	2	4	BCD	78	7	10	79	5	7	BCD
アシベンゾラル酸	1	63	179	0	29	160		1	49	131	0	10	106	
4 アジンホスメチル	83	5	10	80	3	11	○	92	4	3	91	2	2	○
5 アセタミプリド	94	2	4	90	3	3	○	89	5	6	91	2	1	○
6 アゾキシストロピン	93	3	2	89	2	2	○	77	13	11	78	10	10	○
7 アニロホス	96	2	3	90	3	3	○	86	1	2	85	2	3	○
8 アミスルブロム	76	4	6	73	3	4	○	73	3	9	72	3	8	○
9 アラクロール	89	4	4	83	2	3	○	73	2	3	68	1	3	B
10 アラマイト	90	3	3	89	2	3	○	90	3	2	90	1	2	○
アルジカルブ	91	3	4	85	2	4	B	89	2	5	86	3	4	B
アルジカルブスルホキシド	65	4	5	60	2	3		64	7	8	59	4	3	
アルドキシカルブ	90	3	3	86	2	3		87	4	4	85	2	2	
12 イソウロン	94	2	2	89	2	2	○	95	3	3	92	1	2	○
13 イソキサチオン	92	3	2	89	2	3	○	90	2	2	90	2	2	○
14 イソキサフルトール	88	4	4	85	2	5	○	89	1	3	87	1	4	○
15 イソプロカルブ	86	4	3	81	3	3	○	89	4	4	86	1	4	○
16 イプロバリカルブ	90	4	3	88	2	3	○	44	5	6	44	4	3	B
17 イマザリル	80	6	7	79	3	4	○	-	-	-	-	-	-	-
18 イミダクロプリド	94	3	6	90	2	3	○	85	8	7	87	2	2	○
19 インダノファン	83	3	5	77	2	8	○	48	3	3	45	2	3	B
20 インドキサカルブ	90	4	4	88	2	2	○	90	3	3	87	1	1	○
21 エチプロール	88	3	4	85	2	5	○	86	8	7	88	2	2	○
22 エトキサゾール	93	3	2	90	2	2	○	90	3	3	89	1	2	○
23 エボキシコナゾール	73	3	15	70	2	15	○	76	3	4	75	1	4	○
24 オキサジアルギル	93	4	4	89	2	2	○	87	3	6	87	2	3	○
25 オキサジクロメホン	91	1	2	88	2	3	○	91	2	2	89	1	2	○
26 オキサミル	88	3	3	85	2	2	○	86	2	3	83	3	2	○
27 オキシカルボキシシン	91	2	4	87	2	3	○	86	3	4	85	1	2	○
28 オリザリン	95	4	4	92	2	2	○	83	2	5	84	1	5	○
29 カルバリル	94	4	3	89	2	2	○	99	4	4	93	1	2	○
30 カルフェントラゾンエチル	91	4	4	89	2	3	○	90	2	3	89	1	2	○
31 カルプロバミド	88	4	7	87	3	4	○	62	2	6	63	3	3	B
32 キノキシフェン	84	3	3	81	2	4	○	85	6	6	85	4	3	○
33 クミルロン	84	4	7	85	3	5	○	93	3	3	92	1	2	○
34 クレソキシムメチル	87	3	4	86	3	4	○	78	4	4	76	5	4	○
35 クロキントセットメキシル	88	3	5	87	2	3	○	89	4	4	88	3	4	○
36 クロチアジニン	93	3	4	90	3	4	○	87	8	8	89	2	2	○
37 クロフェンテジン	66	7	11	69	5	7	B	60	6	10	67	6	6	B
38 クロマフェノジド	87	4	4	85	3	4	○	90	4	7	88	2	6	○
39 クロメプロップ	81	4	4	78	1	2	○	83	4	6	81	1	3	○
40 クロリダゾン	88	2	2	85	2	3	○	90	3	3	89	2	2	○
41 クロルピリホス	90	4	5	87	3	2	○	91	3	5	88	1	3	○
42 クロルブファム	90	6	5	90	3	4	○	92	5	9	91	3	5	○
43 クロロクスロン	88	4	4	87	2	3	○	93	2	3	94	2	2	○
44 シアゾファミド	77	3	11	75	2	11	○	71	2	6	71	1	7	○
45 ジウロン	87	4	4	85	2	4	○	92	3	4	92	2	3	○
46 ジエトフェンカルブ	88	3	5	86	2	4	○	92	4	4	91	1	3	○
47 シェノピラフェン	84	4	4	82	3	4	○	82	3	4	82	2	3	○
48 シクロエート	74	6	7	69	6	6	B	72	4	4	70	3	6	○
49 ジフェノコナゾール	86	2	2	83	2	4	○	91	3	2	89	1	2	○
50 シフルフェナミド	90	3	3	87	3	3	○	85	2	2	85	1	2	○
51 ジフルフェニカン	81	5	4	80	1	3	○	82	5	6	82	4	3	○
52 ジフルベンズロン	89	3	6	84	2	4	○	88	3	4	88	1	1	○
53 シプロジニル	87	5	5	85	2	5	○	86	3	7	84	4	4	○
54 シメコナゾール	86	2	7	84	2	7	○	88	3	6	88	1	3	○
55 ジメタドリン	92	3	3	89	2	3	○	86	1	3	83	1	3	○
56 ジメチリモール	73	5	5	76	2	4	○	81	3	2	80	3	2	○
57 ジメトエート	95	3	4	91	1	1	○	93	2	3	90	2	2	○
58 ジメトモルフ1	85	4	8	82	3	7	○	90	6	5	88	2	2	○
ジメトモルフ2	83	4	7	81	2	6		91	3	3	91	1	2	
59 シモキサニル	76	4	12	73	1	12	○	88	2	3	87	2	2	○
60 シラフルオフェン	94	4	4	91	4	5	○	86	7	8	88	5	6	○

\*1 総合評価の方法は、○:全ての評価項目に適合、A:選択性が許容範囲外、B:真度が目標値外、C:精度が目標値外、D:定量限界が目標値外とした。  
 \*2 真度、精度および総合評価に「-」を記載した農薬は、ブランク試料から検出された農薬である。

表4 たまねぎおよびオレンジの妥当性評価結果(つづき)

農薬名	たまねぎ							オレンジ						
	0.01 ppm			0.05 ppm			総合評価	0.01 ppm			0.05 ppm			総合評価
	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)		真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	
61 スピノシン A	99	1	5	92	2	5	○	97	5	6	93	2	5	○
スピノシン D	98	2	4	94	3	4		97	5	5	93	2	4	
62 スピロジクロフェン	87	3	4	85	2	4	○	85	4	4	85	2	3	○
63 ターバシル	94	2	3	91	2	2	○	120	4	9	116	1	8	○
64 ダイアジノン	90	3	3	87	3	2	○	89	4	5	86	1	3	○
65 ダイアレート	81	5	5	76	4	6	○	79	4	6	76	1	5	○
66 ダイムロン	86	2	5	84	2	6	○	94	3	3	92	2	3	○
67 チアクロプリド	90	2	5	86	2	5	○	91	7	6	91	1	2	○
68 チアベンダゾール	48	9	27	43	9	46	BC	-	-	-	-	-	-	-
69 チアトキサム	88	2	4	85	2	4	○	85	3	4	84	2	2	○
70 テトラクロルピホス	73	2	11	72	2	12	○	91	2	2	89	1	2	○
71 テトラコナゾール	82	5	13	81	2	12	○	91	4	6	91	1	2	○
72 テブコナゾール	90	2	3	89	2	3	○	92	3	3	92	2	2	○
73 テブチウロン	91	4	3	88	2	2	○	86	2	3	84	1	4	○
74 テブフェノジド	75	3	8	73	3	10	○	89	3	5	89	3	3	○
75 テフルベンズロン	82	4	3	81	2	3	○	83	7	5	85	5	5	○
76 トラルコキシジム 1	13	9	44	11	8	54	BCD	6	21	34	7	22	28	BCD
トラルコキシジム 2	30	11	22	33	6	15		29	23	28	31	12	26	
77 トリアジメノール	91	4	4	88	2	4	○	88	4	3	86	2	4	○
78 トリアジメホン	83	4	7	81	2	5	○	92	5	4	91	2	2	○
79 トリクラミド	93	4	4	87	2	3	○	85	6	6	88	3	4	○
80 トリコナゾール	88	3	5	87	2	4	○	84	3	6	85	2	3	○
81 トリフルミゾール	84	3	4	83	2	4	○	91	2	3	89	1	3	○
トリフルミゾール代謝物	90	3	4	87	1	2		34	10	13	33	7	7	B
82 トリフルムロン	89	3	3	89	2	4	○	77	4	4	79	1	3	○
83 トリフロキシストロピン	90	2	1	87	2	2	○	90	2	2	89	1	2	○
84 トリホリン 1	75	7	15	72	3	15	○	83	3	4	84	2	3	○
トリホリン 2	77	5	15	73	4	17		87	9	10	86	4	6	
85 トルフェンピラド	90	2	3	87	2	3	○	90	3	3	89	2	2	○
86 ナプロアニド	84	3	3	81	2	5	○	88	4	5	88	1	2	○
87 ノバルロン	90	2	4	87	3	3	○	87	3	4	87	1	3	○
88 パーバン	87	5	5	85	4	5	D	98	8	9	96	2	4	○
89 パクロトラゾール	82	4	7	80	2	9	○	56	8	8	57	5	5	B
90 ビテルタノール	89	4	4	89	3	3	○	75	3	3	77	1	3	○
91 ビフェントリン	91	2	4	89	5	4	○	77	9	9	76	3	10	○
92 ビベロニルプトキシド	93	3	2	90	3	3	○	92	4	3	90	1	2	○
93 ビラクロストロピン	90	3	3	87	3	3	○	84	3	3	84	2	3	○
94 ビラクロニル	93	2	2	90	2	2	○	96	2	3	94	1	1	○
95 ビラクロホス	88	3	5	87	3	3	○	87	4	4	88	1	1	○
96 ビラゾキシフェン	88	2	4	85	2	5	○	73	3	4	67	1	5	B
97 ビラゾホス	81	3	4	79	1	3	○	86	4	5	84	3	3	○
98 ビラゾリネート	78	4	7	77	2	8	○	82	2	6	80	2	4	○
99 ビリダベン	90	2	3	87	2	2	○	86	8	7	87	1	3	○
100 ビリフタリド	86	5	8	84	3	8	○	93	4	3	91	1	2	○
101 ビリブチカルブ	91	3	3	88	2	3	○	92	2	3	89	1	2	○
102 ビリブロキシフェン	92	2	2	88	3	4	○	91	3	3	90	1	2	○
103 ビリミカーブ	93	3	3	89	2	2	○	94	2	2	90	1	3	○
104 ビリミノバックメチル(E体)	91	4	5	87	1	3	○	91	3	3	89	1	2	○
ビリミノバックメチル(Z体)	86	5	9	83	3	9		93	2	2	91	1	1	
105 ビリミホスメチル	93	3	3	88	2	2	○	91	3	4	90	1	3	○
106 ファモキサドン	90	3	3	86	3	4	○	91	4	4	89	2	3	○
107 フェナリモル	91	3	3	90	3	5	○	80	6	8	81	1	3	○
108 フェノキシカルブ	86	2	4	84	2	5	○	92	2	3	90	1	2	○
109 フェノブカルブ	87	4	4	82	3	4	○	91	3	4	87	1	3	○
110 フェリムゾン	89	4	4	88	2	2	○	84	3	2	83	2	3	○
111 フェンアミド	91	4	5	88	2	4	○	72	19	16	75	15	12	C
112 フェンシルホチオン	88	4	4	86	2	3	○	95	3	4	93	1	3	○
113 フェンピロキシメート	90	3	3	85	2	3	○	85	9	8	84	4	4	○
114 フェンプロビモルフ	89	2	2	85	4	4	○	84	3	5	80	1	5	○
115 フェンメディファム	83	7	7	79	3	8	○	91	6	6	88	2	3	○
116 プタクロール	91	2	4	89	3	4	○	92	3	4	90	1	2	○
117 プタフェナシル	89	3	3	88	2	3	○	89	2	6	88	1	2	○
118 ププロフェジン	91	2	2	88	3	2	○	90	2	2	89	2	3	○
119 フラムブロッブメチル	87	4	5	84	3	3	○	91	5	5	90	1	2	○

\*1 総合評価の方法は、○:全ての評価項目に適合、A:選択性が許容範囲外、B:真度が目標値外、C:精度が目標値外、D:定量限界が目標値外とした。  
 \*2 真度、精度および総合評価に「-」を記載した農薬は、ブランク試料から検出された農薬である。

表4 たまねぎおよびオレンジの妥当性評価結果(つづき)

農業名	たまねぎ							オレンジ							
	0.01 ppm			0.05 ppm			総合評価	0.01 ppm			0.05 ppm			総合評価	
	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)		真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)		
120	フラメトビル	80	3	6	78	2	7	○	93	3	3	91	1	3	○
121	フルオビコリド	79	4	8	77	2	8	○	93	3	3	92	1	2	○
122	フルオメツロン	90	4	3	86	2	3	○	94	3	2	90	1	2	○
123	フルジオキシニル	95	3	4	92	3	2	○	-	-	-	-	-	-	-
124	フルシラゾール	87	3	3	84	2	3	○	92	3	3	90	1	2	○
125	フルトラニル	79	4	7	78	2	6	○	92	3	4	91	1	2	○
126	フルリアホール	86	3	6	83	2	4	○	87	5	5	86	1	4	○
127	フルバリネート	91	1	4	88	3	5	○	86	7	7	87	3	5	○
128	フルフェナセット	86	2	5	84	1	6	○	88	2	4	88	1	2	○
129	フルフェノクスロン	89	3	3	87	3	3	○	87	5	5	87	1	1	○
130	フルベンジアミド	95	2	2	92	2	3	○	91	5	6	91	4	4	○
131	フルミオキサジン	91	3	5	86	3	3	○	90	2	4	90	1	2	○
132	フルリドン	93	2	2	89	2	2	○	93	4	4	92	1	3	○
133	プレチラクロール	91	2	2	89	1	2	○	91	3	2	89	1	2	○
134	プロバキサホップ	87	4	4	83	3	2	○	88	6	6	86	4	4	○
135	プロフェノホス	88	2	3	86	2	4	○	90	2	2	89	1	1	○
136	プロボキシル	91	2	2	86	2	2	○	94	2	2	91	2	3	○
137	プロマシル	93	3	4	90	3	3	○	91	6	5	92	2	2	○
138	プロメリン	93	2	2	89	3	2	○	91	2	4	88	2	2	○
139	プロモブチド	84	4	7	81	2	5	○	52	1	7	49	3	7	B
	プロモブチド脱臭素体	84	3	4	81	2	4	○	93	3	4	90	1	2	○
140	ヘキサフルムロン	94	3	4	90	3	3	○	91	4	4	90	3	5	○
141	ヘキシチアゾクス	88	2	4	87	2	4	○	89	6	6	89	1	2	○
142	ベナラキシル	90	3	3	87	2	3	○	90	2	2	88	1	2	○
143	ベルメリン 1	92	2	2	87	3	3	○	82	9	9	83	2	5	○
	ベルメリン 2	91	3	6	87	4	4	○	82	9	8	84	2	3	○
144	ベンシクロン	88	2	3	86	2	3	○	91	4	3	89	1	3	○
145	ベンスリド	72	5	11	70	2	14	○	87	1	3	85	3	3	○
146	ベンゾフェナップ	109	8	16	92	1	4	A	91	2	2	89	2	2	○
147	ベンダイオカルブ	92	3	3	88	2	2	○	95	2	2	91	1	2	○
148	ベンチアバリカルブイソプロピル	87	3	7	84	3	7	○	94	2	2	91	1	1	○
149	ベンチオピラド	90	3	3	88	2	3	○	91	3	4	90	2	2	○
150	ベンディメタリン	91	2	2	87	2	2	○	88	3	3	86	1	2	○
151	ベントキサゾン	89	5	8	87	2	3	○	88	6	7	87	4	6	○
152	ホキシム	92	4	4	89	2	2	○	89	3	5	85	2	2	○
153	ボスカリド	85	4	7	82	3	8	○	90	5	6	88	1	1	○
154	ホスファミドン	93	2	2	90	2	2	○	87	2	3	87	1	2	○
155	マラチオン	82	3	8	79	2	8	○	94	3	4	93	2	3	○
156	マンジプロバミド	88	5	5	84	2	4	○	82	4	4	83	2	3	○
157	メタベンズチアズロン	82	4	5	78	2	6	○	87	5	6	85	4	5	○
158	メタラキシル及びメフェノキサム	88	4	4	86	2	4	○	94	1	2	92	0	3	○
	メチオカルブ	92	3	4	88	2	3	○	78	14	11	80	8	8	○
159	メチオカルブスルホン	94	3	8	92	1	8	○	91	3	4	91	2	4	○
	メチオカルブスルホキシド	90	3	3	88	2	2	○	88	2	3	86	2	2	○
160	メチダチオン	81	4	10	76	2	10	○	93	3	4	92	2	2	○
161	メキシフェノジド	83	5	6	85	3	6	○	95	5	6	93	3	4	○
162	メコナゾール	89	4	4	87	3	3	○	91	4	4	90	1	1	○
163	メトラクロール	86	3	4	83	2	6	○	92	3	4	89	1	3	○
164	メバニピリム	89	6	6	85	4	5	○	55	6	7	53	4	9	B
	メバニピリムプロパノール体	86	3	5	84	3	5	○	92	4	4	90	2	3	○
165	メフェナセット	90	4	4	88	2	3	○	91	3	3	90	1	2	○
166	メプロニル	72	4	12	73	2	12	○	94	3	3	93	1	2	○
167	モノリニユロン	92	2	2	87	2	2	○	94	2	3	90	1	3	○
168	ラクトフェン	91	3	2	88	2	2	○	90	2	3	89	1	3	○
169	リニユロン	88	4	5	85	2	5	○	91	6	5	90	1	1	○
170	ルフエヌロン	93	4	3	89	5	4	○	90	4	5	89	2	3	○

\*1 総合評価の方法は、○:全ての評価項目に適合、A:選択性が許容範囲外、B:真度が目標値外、C:精度が目標値外、D:定量限界が目標値外とした。

\*2 真度、精度および総合評価に「-」を記載した農業は、ブランク試料から検出された農業である。

表5 バナナの妥当性評価結果

農業名	バナナ						総合評価
	0.01 ppm			0.05 ppm			
	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	
1 XMC	82	3	3	81	2	4	○
2 アザメチホス	83	2	5	81	3	4	○
3 アシベンゾラルS-メチル	77	3	5	74	3	4	BCD
アシベンゾラル酸	1	0	224	0	102	156	
4 アジンホスメチル	89	4	4	87	5	4	○
5 アセタミプリド	88	3	3	87	3	3	○
6 アゾキシストロビン	87	1	2	86	2	3	○
7 アニロホス	87	1	3	86	2	4	○
8 アミスルプロム	70	6	9	68	5	5	B
9 アラクロール	87	2	3	85	3	4	○
10 アラマイト	82	1	3	81	2	4	○
アルジカルブ	72	4	4	71	3	3	B
11 アルジカルブスルホキシド	62	4	4	59	4	4	
アルドキシカルブ	83	2	2	82	3	3	
12 イソウロン	88	1	1	88	3	3	○
13 イソキサチオン	86	3	3	86	2	3	○
14 イソキサフルトール	85	2	3	85	3	3	○
15 イソプロカルブ	80	3	2	79	3	4	○
16 イプロバリカルブ	88	1	2	87	2	3	○
17 イマザリル	74	3	7	78	6	8	○
18 イミダクロプリド	84	2	3	83	4	5	○
19 インダノファン	86	3	3	85	2	5	○
20 インドキサカルブ	85	1	4	84	3	3	○
21 エチプロール	87	2	3	88	2	4	○
22 エトキサゾール	84	1	3	84	2	5	○
23 エボキシコナゾール	89	2	1	88	2	3	○
24 オキサジアルギル	88	3	3	85	3	5	○
25 オキサジクロメホン	85	3	3	84	2	4	○
26 オキサミル	82	1	2	81	2	4	○
27 オキシカルボキシシン	84	1	3	84	3	4	○
28 オリザリン	85	4	5	88	3	7	○
29 カルバリル	88	2	2	86	3	3	○
30 カルフェントラゾンエチル	85	2	4	86	2	3	○
31 カルプロバミド	87	2	4	87	3	5	○
32 キノキシフェン	80	3	4	78	3	4	○
33 クミルロン	88	1	3	89	2	4	○
34 クレソキシムメチル	84	4	3	84	4	3	○
35 クロキントセットメキシル	82	3	4	82	2	5	○
36 クロチアジニン	84	2	4	85	3	4	○
37 クロフェンテジン	61	4	8	68	5	9	B
38 クロマフェナジド	88	2	3	86	3	5	○
39 クロメプロップ	77	3	3	73	3	5	○
40 クロリダゾン	85	1	3	85	3	5	○
41 クロルピリホス	86	3	7	82	2	5	○
42 クロルブファム	88	1	7	86	3	7	○
43 クロロクシロン	86	2	2	89	3	4	○
44 シアゾファミド	84	1	2	86	3	4	○
45 ジウロン	88	2	2	89	3	3	○
46 ジェトフェンカルブ	87	1	3	87	2	4	○
47 シエノピラフェン	77	2	3	76	2	3	○
48 シクロエート	65	3	6	63	4	6	B
49 ジフェノコナゾール	86	1	2	85	2	3	○
50 シフルフェナミド	85	2	3	85	3	4	○
51 ジフルフェニカン	78	2	5	75	2	5	○
52 ジフルベンズロン	86	1	2	86	1	3	○
53 シプロジニル	78	3	3	76	4	5	○
54 シメコナゾール	88	1	1	90	1	3	○
55 ジメタリン	87	1	2	86	2	3	○
56 ジメチリモール	72	4	4	72	4	4	○
57 ジメトエート	89	2	1	87	3	3	○
58 ジメトモルフ1	85	2	2	83	3	4	○
ジメトモルフ2	88	2	2	87	3	3	
59 シモキサニル	86	2	3	85	4	4	○
60 シラフルオフェン	72	5	10	71	8	9	○

\* 総合評価の方法は、○:全ての評価項目に適合、A:選択性が許容範囲外、B:真度が目標値外、C:精度が目標値外、D:定量限界が目標値外とした。

表5 バナナの妥当性評価結果(つづき)

農業名	バナナ						総合評価
	0.01 ppm			0.05 ppm			
	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	
61 スピノシン A	92	4	5	90	3	4	○
スピノシン D	94	3	4	92	3	5	
62 スピロジクロフェン	72	2	5	74	3	5	○
63 ターバシル	88	1	2	88	3	4	○
64 ダイアジノン	84	3	2	82	3	4	○
65 ダイアレート	73	2	4	69	4	5	B
66 ダイムロン	88	2	2	87	3	4	○
67 チアクロプリド	90	3	3	89	4	4	○
68 チアベンダゾール	72	4	5	73	6	7	○
69 チアトキサム	82	1	1	82	3	4	○
70 テトラクロロピピンホス	87	2	3	87	3	4	○
71 テトラコナゾール	88	2	2	91	1	3	○
72 テブコナゾール	87	3	2	88	2	3	○
73 テブチウロン	87	0	2	86	2	4	○
74 テブフェノジド	89	3	3	87	4	3	○
75 テフルベンズロン	76	3	5	76	3	6	○
76 トラルコキシジム 1	10	17	32	8	10	16	BC
トラルコキシジム 2	34	26	32	40	8	10	
77 トリアジメノール	91	4	3	89	2	4	○
78 トリアジメホン	88	2	2	89	3	4	○
79 トリクラミド	83	5	7	83	3	5	○
80 トリチコナゾール	86	2	2	90	2	2	○
81 トリフルミゾール	78	3	5	81	3	4	○
トリフルミゾール代謝物	88	4	5	85	2	4	
82 トリフルムロン	86	2	4	88	2	4	○
83 トリフロキシストロピン	85	2	3	84	2	4	○
84 トリホリン 1	86	5	5	84	3	4	○
トリホリン 2	85	5	6	86	4	6	
85 トルフェンピラド	80	3	4	79	3	4	○
86 ナブロアニリド	85	2	3	84	3	3	○
87 ノバルロン	82	3	5	82	3	5	○
88 バーバン	88	7	10	88	4	6	○
89 バクロブトラゾール	88	2	3	88	2	3	○
90 ビテルタノール	87	3	3	90	2	3	○
91 ビフェントリン	69	4	6	68	5	8	B
92 ビベロニルプトキシド	84	2	3	85	2	5	○
93 ビラクロストロピン	85	3	4	83	4	4	○
94 ビラクロニル	89	1	2	90	2	3	○
95 ビラクロホス	85	2	4	86	2	4	○
96 ビラゾキシフェン	86	1	2	86	2	4	○
97 ビラゾホス	79	3	3	77	3	4	○
98 ビラゾリネート	76	3	4	76	3	3	○
99 ビリダベン	81	1	3	80	3	3	○
100 ビリフタリド	88	2	2	89	3	3	○
101 ビリブチカルブ	85	1	2	84	2	4	○
102 ビリブプロキシフェン	85	2	3	85	2	4	○
103 ビリミカーブ	86	1	2	86	2	3	○
104 ビリミノバックメチル(E体)	87	1	3	85	3	4	○
ビリミノバックメチル(Z体)	87	1	2	87	2	4	
105 ビリホスメチル	84	2	3	83	3	4	○
106 ファモキサドン	84	2	4	84	3	4	○
107 フェナリモル	80	6	12	87	3	3	○
108 フェノキシカルブ	85	2	2	86	3	4	○
109 フェノブカルブ	84	3	3	82	3	4	○
110 フェリムゾン	79	3	4	82	3	4	○
111 フェンアミドン	87	2	2	88	3	3	○
112 フェンスルホチオン	89	2	2	89	3	3	○
113 フェンピロキシメート	73	3	4	73	3	5	○
114 フェンプロピモルブ	81	2	6	78	3	4	○
115 フェンメディファム	84	3	4	84	4	4	○
116 ブタクロール	84	3	3	84	3	4	○
117 ブタフェナシル	88	2	3	88	3	4	○
118 ブプロフェジン	83	2	4	83	2	3	○
119 フラムブロップメチル	87	2	2	87	2	4	○

\* 総合評価の方法は、○:全ての評価項目に適合、A:選択性が許容範囲外、B:真度が目標値外、C:精度が目標値外、D:定量限界が目標値外とした。



表5 バナナの妥当性評価結果(つづき)

農業名	バナナ						総合評価	
	0.01 ppm			0.05 ppm				
	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)		
120	フラメトビル	87	1	3	85	3	4	○
121	フルオピコリド	87	3	4	87	3	4	○
122	フルオメツロン	87	1	3	86	2	3	○
123	フルジオキシソニル	88	2	2	88	1	4	○
124	フルシラゾール	88	1	2	87	2	3	○
125	フルトラニル	86	2	2	88	2	4	○
126	フルトリアホール	89	2	2	89	2	4	○
127	フルバリネート	77	4	7	75	6	7	○
128	フルフェナセット	86	2	2	87	2	4	○
129	フルフェノクスロン	78	2	5	78	4	5	○
130	フルベンジアミド	87	2	4	86	4	7	○
131	フルミオキサジン	87	2	2	86	3	4	○
132	フルリドン	87	2	2	87	3	4	○
133	プレチラクロー	85	2	3	84	2	4	○
134	プロバキサホップ	81	4	5	79	3	5	○
135	プロフェノホス	83	3	4	85	3	4	○
136	プロボキスル	85	2	2	83	3	3	○
137	プロマシル	87	2	4	87	2	4	○
138	プロメトリン	88	1	1	86	2	4	○
139	プロモブチド	86	4	4	84	2	4	○
	プロモブチド脱臭素体	86	3	3	84	3	4	
140	ヘキサフルムロン	85	3	3	84	3	6	○
141	ヘキシチアゾクス	83	2	3	84	3	4	○
142	ベナラキシル	87	2	2	86	2	4	○
143	ベルメトリン 1	74	4	6	72	5	8	○
	ベルメトリン 2	78	4	7	76	3	7	
144	ベンシクロン	86	2	3	86	2	4	○
145	ベンスリド	87	2	4	85	3	4	○
146	ベンゾフェナップ	83	2	4	84	2	4	○
147	ベンダイオカルブ	87	1	1	85	3	3	○
148	ベンチアバリアルブイソプロピル	86	2	2	86	2	3	○
149	ベンチオピラド	87	2	3	86	2	4	○
150	ベンディメタリン	82	2	2	80	3	4	○
151	ベントキサゾン	84	6	7	82	4	7	○
152	ホキシム	84	2	2	82	3	5	○
153	ホスカリド	86	2	2	86	3	4	○
154	ホスファミドン	87	1	2	87	3	3	○
155	マラチオン	87	2	3	87	2	3	○
156	マンジプロバミド	89	2	2	88	2	3	○
157	メタベンズチアズロン	84	2	4	82	2	3	○
158	メタラキシル及びメフェノキサム	88	1	2	87	3	3	○
159	メチオカルブ	88	2	3	87	2	3	○
	メチオカルブスルホン	89	2	5	88	4	4	
	メチオカルブスルホキシド	85	1	1	84	3	3	
160	メチダチオン	89	2	2	87	3	3	○
161	メキシフェノジド	88	3	3	85	3	5	○
162	メトコナゾール	87	2	2	87	3	3	○
163	メトラクロー	85	1	2	85	2	4	○
164	メバニピリム	81	4	4	77	4	5	○
	メバニピリムプロパノール体	84	2	3	83	3	4	
165	メフェナセット	87	1	2	87	2	4	○
166	メプロニル	86	2	4	88	3	4	○
167	モノリニューロン	87	2	3	85	3	4	○
168	ラクトフェン	83	1	3	82	3	5	○
169	リニューロン	86	1	3	86	2	3	○
170	ルフェヌロン	82	4	6	83	5	9	○

\* 総合評価の方法は、○:全ての評価項目に適合、A:選択性が許容範囲外、B:真度が目標値外、C:精度が目標値外、D:定量限界が目標値外とした。

## 調査研究報告

# LC-MS/MSによる畜産物中の動物用医薬品等一斉試験法

友澤潤子\*<sup>1</sup> 田中博子\*<sup>1</sup> 中尾美加子\*<sup>1</sup> 川端彰範\*<sup>2</sup>

## Simultaneous Analytical Method of Veterinary Drugs Residues in Livestock Products by LC-MS/MS

Junko TOMOZAWA\*<sup>1</sup>, Hiroko TANAKA\*<sup>1</sup>, Mikako NAKAO\*<sup>1</sup> and Akinori KAWABATA\*<sup>2</sup>

畜産物中の動物用医薬品等検査に用いる LC-MS/MS を更新したことから、更新装置による試験法の妥当性評価が必要となった。試験法は、LC/MS 通知法を一部変更して抽出し、ジルコニア修飾シリカゲルである Z-Sep<sup>+</sup>を用いた分散固相抽出により精製する方法を検討した。71 成分を対象に本法の妥当性評価を行ったところ、ガイドラインの目標値等に適合した成分数は、牛の筋肉 58 成分、牛の肝臓 57 成分、牛の腎臓 61 成分および鶏の筋肉 59 成分であった。

キーワード：動物用医薬品，畜産物，LC-MS/MS，妥当性評価

### 緒言

当所では、畜産物を対象とした動物用医薬品、飼料添加物および農薬（以下、動物用医薬品等という）の検査を実施している。この検査に用いる試験法は、通知法<sup>1)</sup>である「HPLC による動物用医薬品等の一斉試験法 I（畜水産物）」（以下、HPLC 通知法という）に準拠した方法とし、平成 25 年度に LC-MS/MS を用いて妥当性評価を行った<sup>2)</sup>。しかしながら、令和 3 年度に LC-MS/MS を更新したことから、更新装置による再評価が必要となった。また、令和 3 年 9 月には通知法が改正され<sup>3)</sup>、HPLC 通知法が廃止となり、新たに「LC/MS による動物用医薬品等の一斉試験法 I（畜水産物）」（以下、LC/MS 通知法という）が追加された。

そこで、LC-MS/MS の更新に伴う妥当性評価を行うにあたり、LC/MS 通知法を参考にした抽出法および簡便な精製法への変更を検討した。さらに、検討した試験法について、4 種類の畜産物を対象とし、妥当性評価を行ったので結果を報告する。

### 方法

#### 1. 試料

牛の筋肉、牛の肝臓、牛の腎臓および鶏の筋肉を用いた。

#### 2. 試薬等

##### 2.1 市販の動物用医薬品混合標準液

富士フィルム和光純薬株式会社製の動物用医薬品混合標準液 PL-1-3 および PL-2-1、林純薬工業株式会社製の PL 動物薬 LC/MS Mix2 を用いた。

##### 2.2 標準品

5-ヒドロキシチアベンダゾール、クロピドール、ケトプロフェン、ジアベリジン、ジクラズリル、ジョサマイシン、スルファベンズアミド、タイロシン、トルフェナム酸、ナイカルバジン、フルニキシメグルミン、フルベンダゾール、フルベンダゾール代謝物 R35475、ベンゾカイン、メチルプレドニゾロン、メベンダゾール、メロキシカムおよびメンブロンは富士フィルム和光純薬株式会社製、プロマシルは Dr. Ehrenstorfer 社製を用いた。

\*1 滋賀県衛生科学センター 〒520-0834 滋賀県大津市御殿浜 13-45

Shiga Prefectural Institute of Public Health, 13-45, Gotenhamma, Otsu, Shiga, 520-0834, Japan

\*2 (現) 滋賀県東近江健康福祉事務所 (滋賀県東近江保健所) 〒527-0023 滋賀県東近江市八日市緑町 8-22

Higashiomi Office of Public Health and Welfare, 8-22, Yokaichimidorimachi, Higashiomi, Shiga, 527-0023, Japan

表1 各成分の測定条件

成分・物質名	Q1 (m/z)	Q3 (m/z)	DP (V)	CE (V)	CXP (V)	成分・物質名	Q1 (m/z)	Q3 (m/z)	DP (V)	CE (V)	CXP (V)
1 2-アセチルアミノ-5-ニトロチアゾール	185.9	138.9	-40	-18	-7	36 スルファメラジン	265.2	155.9	66	25	8
2 アルベンダゾール代謝物 I	240.2	133.0	76	39	10	37 スルファモノメトキシ	281.0	156.0	51	25	10
3 エトパペート	238.1	206.1	46	17	12	38 ゼラノール	321.0	277.0	-105	-32	-17
4 エマメクテンB1a	886.6	158.3	116	47	10	39 タイロシン	916.4	174.1	16	47	10
5 エンロフロキサシン	360.3	316.2	71	29	18	40 ダノフロキサシン	358.2	314.1	76	27	18
シプロフロキサシン	332.2	288.1	81	27	16	41 チアベンダゾール	202.2	175.0	76	35	10
6 オキシリン酸	262.2	216.0	56	41	12	5-ヒドロキシチアベンダゾール	218.1	191.0	81	37	10
7 オフロキサシン	362.2	318.1	66	27	8	42 チアムリン	494.4	192.1	71	29	10
8 オルビフロキサシン	396.2	352.3	76	27	10	43 チアンフェニコール	354.1	185.0	-72	-26	-10
9 オルメトプリム	275.3	123.0	81	35	10	44 チルミコシン	869.6	696.4	111	55	20
10 キシラジン	221.2	90.0	56	31	6	45 デキサメタゾン	393.2	373.1	71	15	22
11 クレブテロール	277.1	203.1	51	23	12	46 テメホス	466.9	419.0	91	29	22
12 クロビドール	192.1	100.9	81	39	18	47 トリクロロホン	257.1	109.0	61	27	8
13 クロルスロン	377.9	341.8	-70	-18	-7	48 トリメトプリム	291.2	230.1	81	33	16
14 ケトプロフェン	255.2	209.1	71	21	12	49 トルフェナム酸	262.1	209.1	66	39	12
15 酢酸トレンボロン( $\alpha$ -トレンボロン)	271.2	199.1	71	35	10	50 ナイカルバジン	300.9	136.6	-50	-18	-7
酢酸トレンボロン( $\beta$ -トレンボロン)	271.2	199.1	71	35	10	51 ナリジクス酸	233.2	187.0	41	35	12
16 酢酸メレンゲステロール	397.2	337.3	71	21	18	52 ノルフロキサシン	320.2	276.1	86	25	14
17 サラフロキサシン	386.2	342.1	86	29	10	53 ピリメタミン	249.2	177.0	76	41	12
18 ジアベリジン	261.1	245.2	126	37	18	54 ピロミド酸	289.1	243.2	61	43	14
19 ジクラズリル	404.9	334.0	-75	-28	-19	55 ファムフル	325.9	93.0	66	41	16
20 ジフルベンズロン	311.0	158.1	42	23	12	56 フェノブカルブ	208.2	94.9	56	21	6
21 ジフロキサシン	400.2	356.2	76	29	10	57 フルニキシ	297.2	264.0	71	47	14
22 ジョサマイシン	828.3	174.1	96	45	22	58 フルベンダゾール	314.2	282.0	96	31	16
23 スルファキノキサリン	301.2	155.9	71	25	8	フルベンダゾール代謝物R35475	256.0	123.0	141	37	14
24 スルファクロルピリダジン	285.1	155.9	56	23	10	59 フルメキン	262.2	202.0	51	45	14
25 スルファジアジン	251.1	92.0	61	35	16	60 ブレドニゾロン	361.1	343.1	66	15	42
26 スルファジミジン	279.2	186.0	66	25	10	61 ブロマシル	261.1	204.9	56	19	14
27 スルファジメキシ	311.2	156.1	66	29	12	62 フロルフェニコール	355.9	335.9	-60	-14	-7
28 スルファセタミド	215.2	92.0	51	31	6	63 ベンゾカイン	166.1	138.0	61	19	12
29 スルファチアゾール	256.2	156.0	56	23	10	64 マルボフロキサシン	363.2	320.1	71	23	8
30 スルファドキシ	311.2	156.1	66	29	12	65 ミロキサシン	263.9	215.1	56	35	12
31 スルファニトラン(positive mode)	336.1	156.1	71	21	8	66 メチルブレドニゾロン	375.2	339.2	51	17	10
スルファニトラン(negative mode)	334.0	136.0	-91	-35	-8	67 メベンダゾール	296.2	264.1	71	31	14
32 スルファビリジン	250.2	156.0	66	23	10	68 メロキシカム	352.1	115.0	66	25	8
33 スルファベンズアミド	277.2	155.9	61	19	10	69 メンブトン	259.2	159.0	61	15	8
34 スルファメトキサゾール	254.2	155.9	51	25	10	70 リンコマイシン	407.2	126.0	76	43	8
35 スルファメトキシピリダジン	281.0	156.0	51	25	10	71 レバミゾール	205.2	178.1	76	31	10

Q1: プリカーサーイオン, Q3: プロダクトイオン, DP: Declustering Potential, CE: Collision Energy, CXP: Collision Cell Exit Potential

## 2.3 試薬等

アセトニトリルは残留農薬試験用または LC/MS 用, *n*-ヘキサンおよび無水硫酸ナトリウムは残留農薬試験用, 酢酸は特級, ギ酸は LC/MS 用を用いた。精製用の分散固相は Merck 社製の Supel QuE Z-Sep<sup>+</sup> Tube(以下, Z-Sep<sup>+</sup>という)および Supel QuE Z-Sep Tube(以下, Z-Sep という), 精製カートリッジはアジレント・テクノロジー株式会社製の Captiva ND Lipids (3 mL), 孔径 0.2  $\mu$ m フィルターは日本ポール株式会社製のエキクロディスク 13CR, バイアルは Waters 社製の PTFE シリコンセプタム付ポリプロピレン製バイアルを用いた。

## 3. 標準溶液の調製

各成分の標準品を量り採り, アセトニトリル等の溶媒に溶解して個別標準原液を調製した。この各個別標準原液および市販の動物用医薬品混合標準液 3 種類を混合し, 1  $\mu$ g/mL となるようにアセトニトリ

ルで定容して混合標準溶液を調製した。

## 4. 装置および測定条件

### 4.1 液体クロマトグラフ (LC)

装置: SCIEX 社製 Exion LC AD システム

カラム: Waters 社製 XBridge C18 (内径 2.1 mm, 長さ 150 mm, 粒子径 3.5  $\mu$ m)

移動相: A 液 0.05% ギ酸

B 液 アセトニトリル

グラジエント条件: 0 分(B 液 5%) - 15 分(B 液 99%) - 20 分(B 液 99%) - 20.1 分(B 液 5%) - 25 分(B 液 5%)

流速: 0.2 mL/分

カラム温度: 40°C

注入量: 2  $\mu$ L

### 4.2 タンデム型質量分析計 (MS/MS)

装置: SCIEX 社製 QTRAP 5500+

イオン化法: ESI (+) および ESI (-)

測定モード：MRM

イオンスプレー電圧：4,500 V および 4,500 V

ターボヒーター温度：450°C

各成分の測定条件：表 1

## 5. 試験溶液の調製

試料 5.0 g を量り採り、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル 25 mL、*n*-ヘキサン 25 mL および酢酸 0.2 mL を加えてホモジナイズした後、無水硫酸ナトリウム 10 g を加えてさらにホモジナイズした。毎分 3,500 回転で 5 分間遠心分離した後、*n*-ヘキサン層を捨て、アセトニトリル層を採り、残留物にアセトニトリル 25 mL を加えて 5 分間振とうした。毎分 3,500 回転で 5 分間遠心分離した後、アセトニトリル層を採り、先のアセトニトリル層と合わせ、アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とした。この溶液 25 mL に Z-Sep<sup>+</sup>75 mg を加えて 30 秒間混合し、毎分 3,500 回転で 5 分間遠心分離した。得られた上清から正確に 4 mL を分取し、40°C 以下で減圧濃縮して溶媒を除去した。残留物をアセトニトリルおよび 0.1% ギ酸 (2:3) 混液に溶かして正確に 2 mL とし、孔径 0.2 μm フィルターでろ過して試験溶液とした。

## 6. 測定

混合標準溶液をアセトニトリルおよび 0.1% ギ酸 (2:3) 混液で希釈し、0.001~0.02 μg/mL の濃度範囲で検量線用標準溶液を調製した。なお、検量線用標準溶液の調製は、すべてプラスチック製の器具を用いて行った。各検量線用標準溶液を LC-MS/MS で測定してピーク面積を求め、絶対検量線法により検量線を作成した。試験溶液を LC-MS/MS で測定してピーク面積を求め、検量線から定量値を算出した。

## 7. 添加回収試験

添加濃度は 0.01 ppm および 0.05 ppm の 2 濃度 (ダノフロキサシンのみ 0.02 ppm および 0.1 ppm の 2 濃度) とし、標準溶液を添加した後、30 分間放置してから試験溶液の調製を開始した。また、添加試料と併行して、ブランク試料の試験溶液を調製した。

## 8. 妥当性評価

実施者 1 名が 2 併行で添加回収試験を 5 日間実施し、ガイドラインに従って真度および精度の評価を行った。選択性は、ブランク試料から検出された妨害ピークの面積が定量限界濃度に相当する標準溶液のピーク面積の 1/3 未満であることを確認した。検量線は添加回収試験の実施日ごとに作成し、相関係数が 0.99 以上であることを確認した。定量限界は 0.01 ppm とし、定量限界濃度に相当する添加試料から得られるピークの S/N 比が 10 以上であることを

確認した。

## 9. 試料マトリックスによる定量値への影響確認

ブランク試料を試験溶液の調製に従って操作し、得られた残留物を定量限界濃度に相当する標準溶液に溶かしてマトリックス添加標準溶液を調製した。マトリックス添加標準溶液および定量限界濃度に相当する標準溶液を LC-MS/MS で 2 回ずつ測定してピーク面積の平均値を求めた後、標準溶液に対するマトリックス添加標準溶液のピーク面積比を算出し、試料マトリックスによる定量値への影響を確認した。

## 結果

### 1. 測定条件の検討

#### 1.1 LC 条件

更新前の LC-MS/MS (SCIEX 社製 API4000 および Waters 社製 ACQUITY UPLC システム) で採用していたカラムおよび移動相<sup>2)</sup>を用いて測定条件を検討した。注入量を 3 μL 以上とした場合、保持時間が早い成分のピーク形状が悪かったため、注入量は 2 μL に設定した。保持時間が最も早い 5-ヒドロキシチアベンダゾールのみピーク形状がやや不良であったが、その他の成分は良好であった。

#### 1.2 MS/MS 条件

更新装置はポジティブモードとネガティブモードの極性切り替えが速いため、両モードでの同時分析が可能である。2-アセチルアミノ-5-ニトロチアゾール等、両モードで MRM 条件の設定が可能であった成分については、より感度が高いモードでの条件を選択した。スルファニトランは、ネガティブモードの感度のほうが良好であったが、予備検討において回収率が 100% を超える試料があり、試料マトリックスによる定量値への影響が大きい可能性があった。そこで、スルファニトランについては、両モードで測定して評価を行うことにした。

### 2. 試験溶液の調製法の検討

#### 2.1 抽出法

LC/MS 通知法を小スケール化し、試料 5.0 g を *n*-ヘキサン、酢酸および無水硫酸ナトリウム存在下でアセトニトリルにより抽出し、50 mL に定容する方法を検討した。小スケール化したことにより酢酸添加量は 0.5 mL となるが、スルファキノキサリンやスルファチアゾール等の一部の成分で良好な回収率が得られなかった。そこで、酢酸添加量を 0, 0.1, 0.2 および 0.5 mL と変化させて確認したところ、添加量の増加に伴って回収率が低下する成分があった。一方、酢酸を添加しなかった場合はキノロン系成分

等で良好な回収率が得られず、酢酸添加量が少ない場合は一部の試料でアセトニトリル層と *n*-ヘキサン層の分離が悪かった。以上の検討結果を考慮して、酢酸添加量を 0.2 mL に設定した。

## 2.2 精製法

LC/MS 通知法は、抽出液をオクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムで精製する方法となっている。この方法ではミニカラム溶出液の濃縮等に時間がかかることから、より簡便な精製法として、分散固相であるジルコニア修飾シリカゲルおよび脂質除去機能付きフィルターである Captiva ND Lipids による精製を比較検討することにした。

ジルコニア修飾シリカゲルには Z-Sep と Z-Sep<sup>+</sup>があるが、どちらを用いた場合にもキノロン系成分の回収率が低下した。特に Z-Sep を用いた場合に回収率への影響が顕著であったことから、本検討では Z-Sep<sup>+</sup>を用いることにした。また、使用する Z-Sep<sup>+</sup>の量が多くなるほど回収率への影響および回収率が低下する成分が増加したため、抽出液 25 mL に対し、75 mg の Z-Sep<sup>+</sup>を加えて精製する方法を採用した。

Captiva ND Lipids による精製は、抽出液を濃縮乾固した後、アセトニトリルおよび 0.1%ギ酸 (2:3) 混液で溶解した試験溶液を通過させる方法とした。本法によるキノロン系成分の回収率は良好であったが、Z-Sep<sup>+</sup>を用いた場合と比較して、エマメクチン B1a、酢酸メレンゲステロール、ジクラズリル等、回収率が低下する成分が多かった。

牛の肝臓抽出液を Z-Sep<sup>+</sup>または Captiva ND Lipids を用いて精製し、MRM 測定して比較したところ、トリクロルホンやプロマシル等のクロマトグラム上で検出された夾雑ピークが Z-Sep<sup>+</sup>による精製を行った場合のみ認められなかった。また、Z-Sep<sup>+</sup>を用いて精製した牛の肝臓抽出液を GC/MS でスキャン測定したところ、精製しなかった場合と比較してコレステロールの量が明らかに減少していた。より高い精製効果が得られる可能性があることから、本検討では Z-Sep<sup>+</sup>による精製法を採用した。

## 3. 妥当性評価

71 成分 75 物質を妥当性評価の対象とした。各試料における結果を表 2 および 3 に示す。なお、選択性の許容範囲を満たさなかった成分については、真度、精度および定量限界の評価対象から除外した。また、試料マトリックスによる定量値への影響を確認した結果を表 4 に示す。

### 3.1 選択性

シプロフロキサシンおよびダノフロキサシンは牛の腎臓、ファムフルは牛の肝臓および牛の腎臓、

プレドニゾロンは牛の筋肉、牛の肝臓および鶏の筋肉、メチルプレドニゾロンは鶏の筋肉のブランク試料から妨害ピークが検出され、選択性の許容範囲を満たさなかった。

プロマシルにおいては、牛の筋肉、牛の肝臓および牛の腎臓のブランク試料から妨害ピークが検出された。この妨害ピークは、すべての添加回収試験ではなく、同一条件で実施した 2 日間のみで検出されており、溶媒注入でも検出された。この 2 日間以外の添加回収試験では移動相のラインを変更して測定したところ、妨害ピークは明らかに減少した。本検討で検出されたプロマシルの妨害ピークについては、ラインの汚染等が原因であったと考えられる。

### 3.2 検量線の直線性

75 物質すべてで相関係数が 0.99 以上となり、検討した濃度範囲で良好な直線性が得られた。

### 3.3 真度

真度の目標値は、添加濃度に関係なく 70~120% である。2 濃度とも目標値を満たした成分数は、牛の筋肉 58 成分、牛の肝臓 57 成分、牛の腎臓 62 成分および鶏の筋肉 62 成分であった。

シプロフロキサシン、トルフェナム酸およびノルフロキサシンは、ほぼすべての試料で真度の目標値を下回った。シプロフロキサシンおよびノルフロキサシンについては、Z-Sep<sup>+</sup>による精製が原因となり、回収率が低下したと考えられる。トルフェナム酸については、Z-Sep<sup>+</sup>による精製他、試料マトリックスによるイオン化抑制も影響したと考えられる。

スルファニトランは、ポジティブモードではすべての試料で真度の目標値を満たしたが、ネガティブモードでは鶏の筋肉における真度が 120%を超過し、目標値の範囲外となった。ポジティブモードとネガティブモードで試料マトリックスによる定量値への影響に差があり、後者では牛の筋肉および鶏の筋肉においてイオン化促進が認められたため、正確な定量値が得られなかったと考えられる。

エトパベート、ジョサマイシン、タイロシン等では、一部の試料で真度の目標値を満たさなかった。特定の試料で真度が低く、かつ試料マトリックスによる定量値への影響が認められなかった成分については、試料由来成分が原因となり、抽出工程等で損失した可能性が考えられる。

### 3.4 精度

精度の目標値は、添加濃度が 0.01 ppm の場合は併行精度 25%未満および室内精度 30%未満、添加濃度が 0.01 ppm を超え、0.1 ppm までの場合は併行精度 15%未満および室内精度 20%未満である。2 濃

度とも目標値を満たした成分数は、牛の筋肉 67 成分、牛の肝臓 64 成分、牛の腎臓 64 成分および鶏の筋肉 65 成分であった。

精度の目標値を満たさなかった成分のほとんどは、真度においても目標値を下回っていた。一方、鶏の筋肉における  $\beta$ -トレンボロンおよびゼラノールでは真度は目標値の範囲内であったが、精度が目標値の範囲外となった。鶏の筋肉においては、5 日間の添加回収試験で完全に同一の試料を用意することができなかった。このことが原因となり、 $\beta$ -トレンボロンおよびゼラノールの定量値にばらつきが生じ、精度の目標値を満たさなかったと考えられる。

### 3.5 定量限界

添加濃度が 0.01 ppm の試験溶液から得られたピークを確認したところ、牛の筋肉では 5-ヒドロキシチアベンダゾールの真度が低かったため、S/N 比が 10 未満となった。また、サラフロキサシンでは、牛の腎臓のクロマトグラム上で検出された夾雑ピークが影響し、S/N 比が 10 未満となった。

### 3.6 総合評価

すべての評価項目に適合した成分数は、牛の筋肉 58 成分、牛の肝臓 57 成分、牛の腎臓 61 成分および鶏の筋肉 59 成分であった。また、試料マトリックスによる定量値への影響を確認した結果、8 割以上の成分が 85~115%の範囲となった。

## まとめ

畜産物中の動物用医薬品等検査に用いる LC-MS/MS の更新および通知法の改正に伴い、LC/MS 通知法を一部変更した抽出法および Z-Sep<sup>+</sup>を用いた分散固相抽出による精製法を検討した。

4 種類の畜産物を対象として本法の妥当性評価を行った結果、適合成分数は 57~61 成分であり、8 割以上の成分が適合した。

本検討で採用した精製法は、LC/MS 通知法と比較して作業工程が少なく、作業時間の短縮が可能となった。一方、少量の分散固相による簡便な精製法であるため、定量を妨害するピークが認められる等、一部の試料および成分においては精製効果が十分ではなかった。しかしながら、試料マトリックスによる定量値への影響は多くの成分で軽度であり、多成分一斉試験法として有用であると考えられる。ただし、本法の妥当性評価において、同じ食品の種類であっても同一でない試料を用いた場合に、精度が損なわれる成分が認められた。このため、今回妥当性評価に適合した成分についても、今後、内部精度管理等で得られる結果に注意していきたい。

## 引用文献

- 1) 厚生労働省医薬食品局食品安全部長：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、平成 17 年 1 月 24 日付け食安発第 0124001 号
- 2) 友澤潤子，中村忠貴，一瀬佳美，藤田直樹：LC/MS/MS による動物用医薬品等一斉試験法の妥当性評価，滋賀衛科セ所報，49，51~58 (2014)
- 3) 厚生労働省大臣官房生活衛生・食品安全審議官：「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，令和 3 年 9 月 6 日付け生食発 0906 第 1 号

表2 牛の筋肉および牛の肝臓の妥当性評価結果

成分・物質名	牛の筋肉							牛の肝臓						
	0.01 ppm			0.05 ppm			総合評価	0.01 ppm			0.05 ppm			総合評価
	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)		真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	
1 2-アセチルアミノ-5-ニトロチアゾール	101	3	4	99	2	5	○	95	3	5	91	5	10	○
2 アルベンダゾール代謝物 I	88	3	3	88	2	5	○	90	2	6	89	5	5	○
3 エトバベート	99	3	3	99	3	4	○	53	9	31	52	15	39	BC
4 エマメクチンB1a	86	5	16	93	3	10	○	91	2	15	90	7	13	○
5 エンロフロキサシン	84	5	5	84	3	5	B	86	4	7	86	3	3	B
シプロフロキサシン	57	6	9	62	4	3		60	4	4	60	4	4	
6 オキシリン酸	90	4	7	92	6	6	○	87	3	6	88	3	4	○
7 オフロキサシン	82	5	5	83	3	3	○	87	3	5	86	3	3	○
8 オルビフロキサシン	88	4	4	87	3	5	○	90	3	3	89	2	5	○
9 オルトプリム	85	3	3	86	1	5	○	82	3	4	83	2	4	○
10 キシラジン	80	4	9	81	3	8	○	93	1	3	91	2	3	○
11 クレンプテロール	86	2	2	85	2	4	○	90	1	3	89	2	2	○
12 クロビドール	93	5	5	92	4	5	○	93	4	5	91	1	2	○
13 クロルスロン	94	3	2	92	2	3	○	99	5	5	96	2	3	○
14 ケトプロフェン	93	2	2	90	3	4	○	73	3	8	69	3	14	B
15 酢酸トレンボロン(α-トレンボロン)	89	6	7	88	3	4	○	90	5	11	88	3	7	○
酢酸トレンボロン(β-トレンボロン)	83	2	6	81	2	5		85	3	6	83	3	4	
16 酢酸メレンゲステロール	86	2	3	83	3	4	○	90	3	3	89	2	3	○
17 サラフロキサシン	74	2	4	76	4	6	○	77	2	4	78	1	3	○
18 ジアベリジン	83	1	2	86	2	4	○	76	3	4	80	1	4	○
19 ジクラズリル	96	2	2	96	2	3	○	93	2	2	91	3	3	○
20 ジフルベンズロン	93	2	4	91	2	3	○	92	2	3	90	2	3	○
21 ジフロキサシン	88	2	3	89	2	3	○	91	3	4	91	2	3	○
22 ジョサマイシン	85	3	5	85	5	5	○	59	3	18	52	2	21	BC
23 スルファキノキサリン	69	5	10	72	3	7	B	45	12	44	50	12	53	BC
24 スルファクロルピリダジン	75	3	8	74	2	9	○	84	5	6	83	7	6	○
25 スルファジアジン	77	4	14	79	3	8	○	73	4	7	75	7	10	○
26 スルファジミジン	76	2	11	79	1	8	○	80	5	6	82	7	8	○
27 スルファジメトキシ	79	3	9	82	3	9	○	89	4	5	92	5	5	○
28 スルファセタミド	82	4	10	82	3	7	○	81	3	6	79	6	8	○
29 スルファチアゾール	66	5	11	67	3	10	B	65	10	11	64	15	15	B
30 スルファドキシ	81	4	11	83	3	9	○	86	6	7	88	7	8	○
31 スルファニトラン(positive mode)	98	6	6	95	5	5	○	89	2	7	88	2	3	○
スルファニトラン(negative mode)	116	2	5	113	2	5	○	99	3	5	98	2	2	○
32 スルファピリジン	76	6	12	77	4	9	○	76	6	9	79	9	9	○
33 スルファベンズアミド	80	4	8	79	4	7	○	82	4	6	80	6	7	○
34 スルファメトキサゾール	81	6	10	82	2	5	○	87	5	5	86	7	7	○
35 スルファメトキシピリダジン	74	4	11	77	3	8	○	75	7	9	78	10	11	○
36 スルファメラジン	81	3	11	82	1	9	○	79	6	7	82	8	8	○
37 スルファモノメトキシ	68	3	6	68	3	6	B	85	6	5	85	7	6	○
38 ゼラノール	85	4	8	83	2	9	○	91	2	6	90	1	4	○
39 タイロシン	85	6	7	86	3	3	○	25	8	33	21	7	41	BC
40 ダノフロキサシン	81	3	6	79	5	4	○	78	6	6	78	1	3	○
41 チアベンダゾール	95	1	3	95	1	3	BCD	92	2	5	93	2	4	○
5-ヒドロキシチアベンダゾール	4	83	80	4	87	82		87	2	6	86	2	5	
42 チアムリン	99	2	3	97	3	5	○	98	2	4	98	2	2	○
43 チアンフェニコール	100	3	5	96	3	4	○	98	3	6	98	3	5	○
44 チルミコシン	99	3	9	104	3	8	○	96	5	7	96	2	6	○
45 デキサメタゾン	95	5	4	93	5	5	○	99	4	6	97	2	4	○
46 テメホス	58	6	16	52	6	14	B	79	4	13	75	6	9	○
47 トリクロルホン	101	4	5	95	2	4	○	98	3	4	96	2	3	○
48 トリメトプリム	86	2	3	84	3	6	○	87	3	4	86	3	4	○
49 トルフェナム酸	56	2	25	54	1	24	BC	62	3	4	59	2	3	B
50 ナイカルバジン	93	3	4	94	3	4	○	93	2	4	92	3	3	○
51 ナリジクス酸	89	3	4	91	4	6	○	89	3	5	91	3	2	○
52 ノルフロキサシン	56	5	11	59	5	5	B	57	7	13	56	4	7	B
53 ピリメタミン	89	2	8	85	2	5	○	84	3	7	81	2	4	○
54 ピロミド酸	92	3	5	96	5	6	○	87	2	4	87	2	3	○
55 ファムフル	97	2	2	94	2	4	○	-	-	-	-	-	-	A
56 フェノブカルブ	89	3	4	86	3	5	○	91	2	3	90	2	2	○
57 フルニキシン	84	2	3	84	2	4	○	84	1	3	83	3	3	○
58 フルベンダゾール	98	3	3	97	3	4	○	96	4	5	94	3	4	○
フルベンダゾール代謝物R35475	79	3	4	78	2	4		78	3	4	76	2	2	
59 フルメキン	97	3	4	99	5	6	○	109	4	5	110	2	2	○

\*1 総合評価の方法は、○:全ての評価項目に適合、A:選択性が許容範囲外、B:真度が目標値外、C:精度が目標値外、D:定量限界が目標値外とした。

\*2 選択性が許容範囲外となった成分の真度および精度欄には「-」を記載した。

表2 牛の筋肉および牛の肝臓の妥当性評価結果(つづき)

成分・物質名	牛の筋肉							牛の肝臓						
	0.01 ppm			0.05 ppm			総合評価	0.01 ppm			0.05 ppm			総合評価
	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)		真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	
60 プレドニゾロン	-	-	-	-	-	-	A	-	-	-	-	-	-	A
61 プロマシル	-	-	-	-	-	-	A	-	-	-	-	-	-	A
62 フロルフェニコール	105	2	5	105	4	5	○	101	4	4	100	3	3	○
63 ベンゾカイン	64	7	18	63	4	13	B	68	8	9	67	14	17	B
64 マルボフロキサシン	80	2	4	81	3	3	○	84	2	5	83	3	3	○
65 ミロキサシン	92	4	4	95	5	5	○	85	4	5	84	3	5	○
66 メチルプレドニゾロン	99	5	5	96	1	3	○	89	2	8	87	3	6	○
67 メベンダゾール	97	4	4	95	3	4	○	97	4	5	93	2	4	○
68 メロキシカム	68	12	9	71	6	5	B	105	2	5	105	3	4	○
69 メンプトン	96	4	4	94	3	5	○	96	2	3	94	3	3	○
70 リンコマイシン	65	2	3	66	3	4	B	66	2	3	66	2	4	B
71 レバミゾール	94	3	2	95	3	4	○	94	2	3	93	2	3	○

\*1 総合評価の方法は、○:全ての評価項目に適合、A:選択性が許容範囲外、B:真度が目標値外、C:精度が目標値外、D:定量限界が目標値外とした。

\*2 選択性が許容範囲外となった成分の真度および精度欄には「-」を記載した。



表3 牛の腎臓および鶏の筋肉の妥当性評価結果

成分・物質名	牛の腎臓							鶏の筋肉						
	0.01 ppm			0.05 ppm			総合評価	0.01 ppm			0.05 ppm			総合評価
	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)		真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	
1 2-アセチルアミノ-5-ニトロチアゾール	92	5	5	94	4	7	○	98	2	3	98	1	2	○
2 アルベンダゾール代謝物 I	92	3	4	91	4	4	○	90	2	4	91	3	3	○
3 エトバベート	97	5	4	98	4	5	○	97	2	3	99	2	3	○
4 エマメクチンB1a	93	5	8	92	5	7	○	88	4	5	92	4	8	○
5 エンロフロキサシン	84	3	4	85	3	5	A	85	4	6	84	2	2	B
シプロフロキサシン	-	-	-	-	-	-		60	5	8	64	2	3	
6 オキシリン酸	82	5	9	84	5	7	○	89	4	12	93	2	10	○
7 オフロキサシン	83	2	3	86	4	6	○	81	6	8	83	3	4	○
8 オルビフロキサシン	90	5	5	87	4	5	○	89	4	3	87	1	3	○
9 オルトプリム	87	5	7	88	3	5	○	85	2	3	85	1	6	○
10 キシラジン	92	5	6	91	2	5	○	88	2	6	88	2	6	○
11 クレンブテロール	86	5	5	86	4	6	○	91	3	4	91	1	3	○
12 クロビドール	93	8	6	92	4	5	○	91	3	4	93	1	2	○
13 クロルスロン	99	3	3	96	4	5	○	91	2	5	92	3	6	○
14 ケトプロフェン	94	6	6	93	4	6	○	89	1	5	90	1	5	○
15 酢酸トレンボロン(α-トレンボロン)	89	3	9	91	3	5	○	81	4	18	81	3	15	C
酢酸トレンボロン(β-トレンボロン)	90	6	6	90	3	5		75	4	22	75	2	23	
16 酢酸メレンゲステロール	91	4	5	91	3	4	○	83	2	6	83	1	6	○
17 サラフロキサシン	71	4	7	75	3	8	D	76	5	5	80	3	4	○
18 ジアベリジン	83	5	8	86	2	6	○	84	3	5	87	2	3	○
19 ジクラズリル	95	5	4	94	4	4	○	97	2	6	97	1	3	○
20 ジフルベンズロン	96	4	4	93	4	4	○	90	3	7	89	1	9	○
21 ジフロキサシン	88	5	6	89	4	6	○	87	3	4	89	2	2	○
22 ジョサマイシン	55	8	26	56	9	35	BC	89	3	4	91	2	4	○
23 スルファキノキサリン	86	4	8	89	4	9	○	69	4	35	76	2	26	BC
24 スルファクロルピリダジン	90	6	5	90	4	5	○	86	4	10	86	2	9	○
25 スルファジアジン	87	4	7	87	4	6	○	92	5	6	94	2	4	○
26 スルファジミジン	79	6	15	83	2	14	○	91	5	9	94	2	5	○
27 スルファジメトキシ	96	4	5	97	3	3	○	82	2	17	86	1	14	○
28 スルファセタミド	94	6	6	93	3	5	○	90	5	8	93	2	4	○
29 スルファチアゾール	82	6	6	83	4	5	○	85	9	9	87	2	7	○
30 スルファドキシ	96	5	6	97	2	5	○	89	3	12	92	2	11	○
31 スルファニトラン(positive mode)	93	5	5	90	7	8	○	95	4	9	91	2	8	○
スルファニトラン(negative mode)	97	3	3	98	6	5	○	123	4	18	123	3	18	B
32 スルファピリジン	94	4	5	95	2	3	○	91	3	7	95	3	4	○
33 スルファベンズアミド	91	5	5	92	3	5	○	87	3	8	88	2	6	○
34 スルファメトキサゾール	96	5	5	96	5	6	○	89	7	12	93	1	6	○
35 スルファメトキシピリダジン	57	4	29	65	2	27	BC	87	3	9	92	2	6	○
36 スルファメラジン	93	5	5	97	2	3	○	91	5	7	96	1	5	○
37 スルファモノメトキシ	95	6	5	95	3	3	○	86	2	10	87	2	8	○
38 ゼラノール	94	6	7	94	3	4	○	77	4	18	79	2	21	C
39 タイロシン	26	20	68	28	13	72	BC	90	5	9	89	3	8	○
40 ダノフロキサシン	-	-	-	-	-	-	A	80	6	8	79	2	4	○
41 チアベンダゾール	93	6	7	93	3	5	○	95	3	4	95	1	3	BC
5-ヒドロキシチアベンダゾール	89	4	5	88	3	4		62	3	39	63	3	36	
42 チアムリン	98	5	4	98	3	5	○	97	2	2	97	1	1	○
43 チアンフェニコール	97	3	6	95	4	9	○	99	2	4	98	2	2	○
44 チルミコシン	90	4	5	92	6	7	○	103	3	9	104	2	12	○
45 デキサメタゾン	95	5	7	95	2	5	○	90	3	6	91	2	8	○
46 テメホス	86	3	12	86	4	7	○	64	5	17	62	3	19	B
47 トリクロルホン	97	3	3	95	2	6	○	96	3	5	95	2	4	○
48 トリメトプリム	86	4	7	86	2	5	○	85	2	4	87	1	3	○
49 トルフェナム酸	70	4	7	69	3	4	B	55	3	6	53	2	8	B
50 ナイカルバジン	96	4	7	96	4	7	○	92	4	6	93	2	7	○
51 ナリジクス酸	83	3	4	85	4	6	○	91	3	11	94	1	11	○
52 ノルフロキサシン	62	4	7	65	6	5	B	60	5	6	61	4	5	B
53 ビリメタミン	89	7	8	88	3	5	○	80	3	7	82	1	6	○
54 ビロミド酸	82	2	5	83	5	7	○	95	2	12	97	2	12	○
55 ファムフル	-	-	-	-	-	-	A	103	2	6	97	1	4	○
56 フェノブカルブ	91	4	4	89	5	5	○	90	1	4	89	2	4	○
57 フルニキシン	84	4	5	84	3	5	○	82	2	4	84	1	4	○
58 フルベンダゾール	96	4	4	96	3	4	○	97	1	3	97	2	3	○
フルベンダゾール代謝物R35475	85	5	5	83	3	5		80	1	4	80	1	5	
59 フルメキン	88	2	5	89	4	5	○	97	3	12	98	2	10	○

\*1 総合評価の方法は、○:全ての評価項目に適合、A:選択性が許容範囲外、B:真度が目標値外、C:精度が目標値外、D:定量限界が目標値外とした。

\*2 選択性が許容範囲外となった成分の真度および精度欄には「-」を記載した。

表3 牛の腎臓および鶏の筋肉の妥当性評価結果(つづき)

成分・物質名	牛の腎臓							鶏の筋肉						
	0.01 ppm			0.05 ppm			総合評価	0.01 ppm			0.05 ppm			総合評価
	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)		真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	
60 ブレドニゾロン	98	4	8	98	4	6	○	-	-	-	-	-	-	A
61 プロマシル	-	-	-	-	-	-	A	96	3	4	95	2	5	○
62 フロルフェニコール	100	6	7	99	4	4	○	102	3	4	103	3	3	○
63 ベンゾカイン	89	5	4	89	3	6	○	79	7	12	82	3	10	○
64 マルボフロキサシン	85	4	6	83	4	4	○	79	4	6	82	3	4	○
65 ミロキサシン	85	4	4	86	6	8	○	87	3	9	90	3	8	○
66 メチルブレドニゾロン	96	8	10	96	3	6	○	-	-	-	-	-	-	A
67 メベンダゾール	96	4	4	95	3	3	○	98	1	3	96	1	2	○
68 メロキシカム	85	4	6	87	3	3	○	96	2	7	97	1	5	○
69 メンプトン	94	4	5	95	4	7	○	91	2	5	91	3	5	○
70 リンコマイシン	73	3	4	74	2	3	○	66	5	6	67	3	4	B
71 レバミゾール	95	4	5	95	2	5	○	95	5	4	95	1	2	○

\*1 総合評価の方法は、○:全ての評価項目に適合、A:選択性が許容範囲外、B:真度が目標値外、C:精度が目標値外、D:定量限界が目標値外とした。

\*2 選択性が許容範囲外となった成分の真度および精度欄には「-」を記載した。

表4 試料マトリックスによる定量値への影響

成分・物質名	牛の筋肉	牛の肝臓	牛の腎臓	鶏の筋肉	成分・物質名	牛の筋肉	牛の肝臓	牛の腎臓	鶏の筋肉
1 2-アセチルアミノ-5-ニトロチアゾール	98	95	94	95	36 スルファメラジン	99	95	102	100
2 アルベンダゾール代謝物 I	103	97	100	100	37 スルファモノメトキシ	81	98	100	90
3 エトバベート	97	95	97	94	38 ゼラノール	88	95	94	68
4 エマメクテンB1a	103	111	115	111	39 タイロシン	107	102	104	110
5 エンロフロキサシン	93	94	93	94	40 ダノフロキサシン	93	95	-	93
シプロフロキサシン	90	93	-	87	41 チアベンダゾール	95	89	95	97
6 オキサリニン酸	89	86	88	96	5-ヒドロキシチアベンダゾール	77	91	99	90
7 オフロキサシン	98	98	93	92	42 チアムリン	103	99	98	95
8 オルビフロキサシン	100	96	99	99	43 チアフェニコール	99	97	95	97
9 オルメトプリム	95	91	97	97	44 チルミコシン	110	107	106	121
10 キシラジン	100	99	99	102	45 デキサメタゾン	95	93	94	87
11 クレンプテロール	91	94	90	92	46 テメホス	69	72	92	57
12 クロビドール	100	95	100	101	47 トリクロルホン	103	98	100	94
13 クロルスロン	97	98	101	92	48 トリメトプリム	96	91	90	95
14 ケトプロフェン	94	79	99	89	49 トルフェナム酸	80	71	89	67
15 酢酸トレネボロン(α-トレネボロン)	88	87	91	74	50 ナイカルバジン	93	89	93	86
酢酸トレネボロン(β-トレネボロン)	86	79	89	65	51 ナリジクス酸	99	92	90	106
16 酢酸メレンゲステロール	90	90	97	84	52 ノルフロキサシン	92	87	89	95
17 サラフロキサシン	101	97	83	99	53 ビリメタミン	95	92	96	88
18 ジアベリジン	98	91	97	98	54 ビロミド酸	103	95	94	115
19 ジクラズリル	102	98	98	103	55 ファムフル	100	-	-	108
20 ジフルベンズロン	93	90	98	84	56 フェノプカルブ	92	90	96	89
21 ジフロキサシン	94	93	95	95	57 フルニキシン	91	91	92	91
22 ジョサマイシン	100	102	105	102	58 フルベンダゾール	102	97	99	98
23 スルファキノキサリン	88	94	96	63	フルベンダゾール代謝物R35475	100	94	98	96
24 スルファクロルピリダジン	99	100	98	90	59 フルメキン	105	106	93	109
25 スルファジアジン	97	90	90	98	60 プレドニゾロン	-	-	96	-
26 スルファジミジン	96	97	77	95	61 プロマシル	-	-	-	95
27 スルファジメトキシ	91	96	98	80	62 フロルフェニコール	101	94	97	97
28 スルファセタミド	96	96	95	96	63 ベンゾカイン	98	95	101	98
29 スルファチアゾール	92	87	88	96	64 マルボフロキサシン	96	95	93	93
30 スルファドキシ	98	97	100	87	65 ミロキサシン	99	88	87	100
31 スルファニトラン(positive mode)	90	89	97	103	66 メチルプレドニゾロン	99	89	97	-
スルファニトラン(negative mode)	118	97	109	134	67 メベンダゾール	97	95	98	94
32 スルファピリジン	100	98	102	99	68 メロキシカム	100	112	95	111
33 スルファベンズアミド	98	100	100	95	69 メンブトン	98	98	97	88
34 スルファメトキサゾール	93	95	97	90	70 リンコマイシン	102	98	101	98
35 スルファメトキシピリダジン	95	96	54	94	71 レバミゾール	100	97	99	97

\* 妥当性評価において選択性が許容範囲外となった成分には「-」を記載した。

## 第2節 ノート編

## ノート

# 高齢者施設巡回支援事業を実施した特別養護老人ホームにおける 感染対策の現状と課題

小林亮太\*<sup>1</sup> 鈴木智之\*<sup>2</sup> 我藤一史\*<sup>1</sup>

## Current Status and issue of Infection Prevention at Elderly Nursing Home

Ryota KOBAYASHI\*<sup>1</sup>, Tomoyuki SUZUKI\*<sup>2</sup> and Hitoshi GATO\*<sup>1</sup>

滋賀県内の特別養護老人ホーム 17 施設に対し、感染対策に関する研修および施設内の巡回支援を併せて実施する高齢者施設巡回支援事業を行った。感染対策ができていない割合が 5 割を下回ったカテゴリは、「水回り」38.5%、「排泄ケア」35.3%、「汚物処理室」49.5%であり、課題として共通することは、「汚物（有機物）への対応」であった。感染対策が実施できない要因として、コスト、人員や施設の構造などがあり、現場職員の知識の普及だけでは、施設内の感染対策が進まない可能性があると考えられた。感染対策を推進するための委員会は全施設で設置されているが、自施設内の感染対策の実施状況を確認している施設は少なく、施設内のラウンドを実施する体制を持つことによって、感染対策の実践に繋がる可能性があると考えられた。

キーワード：感染対策，特別養護老人ホーム，巡回支援

### 緒言

本県において、令和 2 年 3 月に 1 例目の新型コロナウイルス感染症(COVID-19)の感染者を認め、その後も波を伴いながら感染拡大を続けている。感染拡大の当初から、本県ではクラスター対策チームを県庁内に立ち上げ、高齢者施設での COVID-19 の集団発生事例の対策支援を行っている。高齢者施設については、新型コロナウイルス感染症のパンデミック以前から、職員の手指衛生の遵守率が低い<sup>1)</sup>など平時からの感染対策に対する課題が示されていたが、今回の支援を行う中において、感染対策が十分に実施されていない場面が散見された。

厚生労働省が示している「高齢者介護施設における感染対策マニュアル」では、感染症に対する抵抗力が弱い高齢者が集団で生活する場であるため、感染拡大しやすいとされており<sup>2)</sup>、平時からの感染対

策の適切な実施が必要となる。四宮らの報告では、医療機関が地域連携により介護保険施設に感染制御ラウンドを実施することによって、感染対策が改善された<sup>3)</sup>としており、施設に訪問し感染対策について支援を行うことが、平時からの適切な感染対策を行う上で有用であると考えられる。また、COVID-19 の集団発生が頻発する現状において、高齢者施設等における標準予防策、経路別対策の理解および環境の改善のための研修需要は COVID-19 のパンデミック前と比べて高い可能性がある。

これらのことから、健康危機管理情報センターとして技術支援を行っている滋賀県衛生科学センターでは、県内特別養護老人ホームを対象に平時からの感染対策の向上を目的として、施設に訪問しての研修および施設内の巡回支援を併せて実施する高齢者施設巡回支援事業を行った。

\*1 滋賀県衛生科学センター 〒520-0834 滋賀県大津市御殿浜 13-45

Shiga Prefectural Institute of Public Health, 13-45, Gotenhama, Otsu, Shiga, 520-0834, Japan

\*2 (現) 滋賀県感染症対策課 〒520-8577 滋賀県大津市京町四丁目 1 番 1 号

Shiga Prefectural Infectious Disease Prevention Division, 4-1-1, Kyomachi, Otsu, Shiga, 520-8577, Japan

## 方法

実施対象は、県内（大津市を除く）の特別養護老人ホームとした。特別養護老人ホームを所管する県医療福祉推進課から 109 施設へ当事業の案内を通知し、申し込みのあった施設に対して当事業を実施した。

実施期間は、令和 3 年 9 月 29 日から令和 4 年 3 月 31 日までとした。

事業の内容は、施設職員に対する講義（約 1 時間）および施設内の巡回支援（約 1 時間）を実施した。巡回支援では、事前に作成したチェックリストの項目に沿って施設内の感染対策の確認を行った。チェックリストは、「玄関・入口」、「ワクチン接種歴および体調確認」、「手洗い・手指衛生」、「水回り」、「医薬品」、「トイレ」、「排泄ケア」、「有機物処理」、「汚物処理室（または洗濯室）」、「浴室」、「リネン庫」、「（医療）廃棄物」、「COVID19 対応」、「感染対策チーム活動と人材育成」、「その他」の 15 カテゴリとし、合計 78 項目について施設内を目視または施設職員に口頭で確認を行った。施設側には少なくとも 1 名の職員同行をお願いし、チェックリストの内容を共に確認し、感染対策の実施状況や運用状況を確認した。

チェックリストの各項目に「○（できている）」、「△（できているが不十分）」、「×（できていない）」で巡回者が評価を行った。施設内巡回後、その評価内容について、施設職員と共有した。

## 結果

案内を通知した 109 施設のうち 18 施設から申し込みがあり、17 施設に対して当事業を実施した。1 施設は、事業実施日付近において、職員が新型コロナウイルス感染症の患者あるいは濃厚接触者となり、職員数が減少し研修等を実施できる状況でなかったため未実施となった。

施設の保健所圏域は、草津保健所管内 3 施設、甲賀保健所管内 1 施設、東近江保健所管内 3 施設、彦根保健所管内 4 施設、長浜保健所管内 4 施設、高島保健所管内 2 施設であった。

チェックリストを項目ごとに集計し、カテゴリごとで評価の割合の平均値を計算した（表 1-15）。「できている」が、8 割以上となったカテゴリは、「ワクチン接種歴および体調確認」で 83.8%、「トイレ」で 82.4%、「浴室」で 88.2%、「リネン庫」で 87.9%、「（医療）廃棄物」で 88.2%、「その

他」で 80.9%であった。「できている」が 5 割を下回ったカテゴリは、「水回り」で 38.5%、「排泄ケア」で 35.3%、「汚物処理室（または洗濯室）」で 49.5%であった。

項目別では、「ワクチン接種歴および体調確認」カテゴリの項目 2「利用者の健康観察（咽頭痛、鼻汁などを含む）を毎日実施している」、項目 3「利用者における体調異常者数の増加を直ちに探知することができる」、項目 8「出勤前に体調異常を認める職員が出勤することはない」、「手洗い・手指衛生」カテゴリの項目 1「職員は出勤時に手洗いしている」、「COVID19 対応」カテゴリの項目 4「会議時にマスク着用なく会話することはない」、「感染対策チーム活動と人材育成」カテゴリの項目 1「感染対策を推進するための委員会（又は担当者）を設置している」では、全ての施設が実施していた。一方で、「排泄ケア」カテゴリの項目 1「排泄ケア時は、使い捨ての手袋、マスクおよびエプリンを利用している」、項目 2「利用者ごとに PPE を交換して排泄ケアを行っている」では、実施している施設はなかった。

## 考察

### 1. 「汚物（有機物）への対応」が課題

当事業は新型コロナウイルス感染症のパンデミック中に実施しており、利用者と職員に対する健康管理、距離の確保、換気やマスク着用などは多くの施設で実施されていたのは新型コロナウイルス感染症の対策として広く周知されていたためであると考えられる。

一方で、感染対策ができている割合が 5 割を下回ったのは「水回り」、「排泄ケア」、「汚物処理室（または洗濯室）」のカテゴリであり、課題として共通することは「汚物（有機物）への対応」であった。

排泄ケアについては、「高齢者介護施設における感染対策マニュアル」で、排泄ケア時の手袋とエプロン等の着用や 1 ケアごとに取り換えることは明記されているが、当事業で確認した施設の中で実施されている施設はなかった。

要因については、巡回支援時に施設職員に確認すると、感染対策の必要性を必ずしも理解していないわけではなく、コスト、人員や施設の構造などにより実施できない施設も少なからずあることがわかった。どの施設も人員不足が共通してあり、業務の効率化を図っている中、感染対策は一定手間も増え

るため、現場職員の感染症に対する知識の普及だけでは高齢者施設での感染対策が進まない可能性がある。排泄ケア時の感染対策が実施されていない要因については、今回実施した事業では十分に確認が行えていないため、今後、調査していく必要があると考える。

## 2. 感染対策を監視できている施設は少ない

個人防護具の 1 ケアごとの取り換えについては、コストや手間が大きく増えるため、すぐに実践することは難しいことが考えられる。しかし、適切なタイミングでの手指衛生や汚物室の汚染区域と清潔区域の設定などは、大きくコストや人員をかけなくても実践できる感染対策であると考ええる。

特別養護老人ホームの設備および運営に関する基準第 26 条第 2 項 1 号において、「感染症および食中毒の予防およびまん延防止のための対策を検討する委員会をおおむね 3 か月に 1 回以上開催する」こととされている。そのため、感染対策を推進するための委員会は全ての施設で設置されており、2 施設を除いて感染対策のマニュアルの作成がされていた。しかし、適切なタイミングで手洗いを実施していることを確認している施設は 1 施設、施設内の感染対策を定期的に確認している施設は 4 施設と、施設内で感染対策を監視できている施設は少ないことがわかった。実際のケアの手技等は現場の職員に任せている施設も多くあった。医療機関での ICT ラウンドには、療養環境の改善や一定の監視効果がある<sup>4)</sup>とされている。このことから、委員会が ICT ラウンドのような機能を持つことで、施設内の環境改善やコスト等をかけずにできる感染対策を実践できる可能性があると考ええる。

また、他施設の実施状況を確認することや、外部からラウンドを受けている施設も少ないことがわかった。他施設を見ることで、良い感染対策を取り入れ、外部からの目を入れることで見えていなかった課題に気付くきっかけになり、感染対策の向上に繋がると考える。

## 3. 実効性のある感染対策の検討が必要

感染対策において、個人の知識や態度に焦点をあてられることがあるが、今回、研修だけでなく施設内を巡回することで、個人だけでなく、コストや人

員不足など高齢者施設での共通した実態が見えてきた。いくらマニュアルを整えても、実効性に乏しいと意味がなく、実態を踏まえて実効性があり、かつ有効な感染対策の検討が必要である。また、自施設内を監視するシステム構築も高齢者施設での感染対策向上に必要であると考ええる。今回は、自主的に申し込みのあった 17 施設のみから見えてきた課題であり、今後も当事業を継続することで課題を集積し、福祉主管課と共に、具体的な施策に繋げていくことが必要である。

## 制限

事業を実施した施設が 17 施設と少なく、また申し込みいただいた施設は、積極的に感染対策を実施している施設である可能性があり、今回の結果は過大評価している可能性がある。

## 謝辞

高齢者施設巡回支援事業を行うにあたり、研修の運営や巡回支援の同行等ご協力いただいた高齢者施設関係者、事業実施を支援いただいた医療福祉推進課職員、巡回支援に同行いただいた保健所職員に感謝します。

## 引用文献

- 1) Ikuko Takahashi 他 : The current status of hand washing and glove use among care staff in Japan : its association with the education, knowledge, and attitudes of staff, and infection control by facility . Environ Health Preventive Medicine 14 336,2009
- 2) 厚生労働省 高齢者介護施設における感染対策マニュアル 改訂版 2019年3月
- 3) 四宮聡他 : 長期療養施設への感染制御ラウンドの有用性の検討. 医療関連感染 Vol. 11 No1, 2018
- 4) 牧野恵津子ほか : 院内感染対策の改善に向けた病棟ラウンド方法の変更とその効果. 環境感染誌 Vol. 25 no. 6,2010

表1 「玄関・入口」の集計結果

玄関・入口	できている	できているが不十分	できていない
1 来訪者が手指衛生していることを確認している	13 ( 76.5%)	1 ( 5.9%)	3 ( 17.6%)
2 来訪者の健康観察(咽頭痛、鼻汁など含む)を実施している	14 ( 82.4%)	2 ( 11.8%)	1 ( 5.9%)
カテゴリ内の平均割合	79.4%	8.8%	11.8%

表2 「ワクチン接種歴および体調確認」の集計結果

ワクチン接種歴および体調確認	できている	できているが不十分	できていない
1 利用者のワクチン接種歴を把握している	15 ( 88.2%)	1 ( 5.9%)	1 ( 5.9%)
2 利用者の健康観察(咽頭痛、鼻汁など含む)を毎日実施している	17 ( 100.0%)	0 ( 0.0%)	0 ( 0.0%)
3 利用者における体調異常者数の増加を直ちに探知することができる	17 ( 100.0%)	0 ( 0.0%)	0 ( 0.0%)
4 利用者に体調異常を認める場合にどのように対応していますか	16 ( 94.1%)	1 ( 5.9%)	0 ( 0.0%)
5 職員および実習生のワクチン接種歴を把握している	3 ( 17.6%)	1 ( 5.9%)	13 ( 76.5%)
6 職員の健康観察(咽頭痛、鼻汁など含む)を毎日実施している	13 ( 76.5%)	3 ( 17.6%)	1 ( 5.9%)
7 体調異常を認める利用者について職員間でどのように情報共有していますか	16 ( 94.1%)	0 ( 0.0%)	1 ( 5.9%)
8 出勤前に体調異常を認める職員が出勤することはない	17 ( 100.0%)	0 ( 0.0%)	0 ( 0.0%)
カテゴリ内の平均割合	83.8%	4.4%	11.8%

表3 「手洗い・手指衛生」の集計結果

手洗い・手指衛生	できている	できているが不十分	できていない
1 職員は出勤時に手洗いしている	17 ( 100.0%)	0 ( 0.0%)	0 ( 0.0%)
2 職員は常に手指衛生できるように、アルコールの設置や携帯など工夫している	11 ( 64.7%)	3 ( 17.6%)	3 ( 17.6%)
3 液体や泡タイプの石けんをつぎ足して使う場合は、ボトルを洗浄・乾燥させてからつぎ足している	6 ( 35.3%)	3 ( 17.6%)	8 ( 47.1%)
4 手洗いの方法を全ての職員へ研修している	12 ( 70.6%)	2 ( 11.8%)	3 ( 17.6%)
5 職員が適切なタイミングで手洗いを実施していることを確認している	1 ( 5.9%)	5 ( 29.4%)	11 ( 64.7%)
6 消毒薬に開封日(年月日)、開封後の期限を記載している	7 ( 41.2%)	1 ( 5.9%)	9 ( 52.9%)
カテゴリ内の平均割合	52.9%	13.7%	33.3%

表4 「水回り」の集計結果

水周り	できている	できているが不十分	できていない
1 汚物処理室では汚染区域と清潔区域を区別できている	1 ( 6.3%)	7 ( 43.8%)	8 ( 50.0%)
2 シンク周辺には水の飛散や汚れ等がない	10 ( 58.8%)	5 ( 29.4%)	2 ( 11.8%)
3 スポンジや雑巾などは①用途別に分ける②使用后しっかり洗ってよく乾燥させる	9 ( 60.0%)	4 ( 26.7%)	2 ( 13.3%)
4 シンク周辺には不要な物品を置いていない	5 ( 29.4%)	4 ( 23.5%)	8 ( 47.1%)
カテゴリ内の平均割合	38.5%	30.8%	30.8%

表5 「医薬品」の集計結果

医薬品	できている	できているが不十分	できていない
1 保冷庫に薬品と食品は区分けして入れている	8 ( 50.0%)	1 ( 6.3%)	7 ( 43.8%)
2 アルコール綿の容器は1回以上/日で交換している	12 ( 75.0%)	2 ( 12.5%)	2 ( 12.5%)
カテゴリ内の平均割合	62.5%	9.4%	28.1%

表6 「トイレ」の集計結果

トイレ	できている	できているが不十分	できていない
1 便器周辺やトイレの床は清潔である	15 ( 88.2%)	2 ( 11.8%)	0 ( 0.0%)
2 ポータブルトイレは洗浄、消毒および乾燥させている	13 ( 76.5%)	2 ( 11.8%)	2 ( 11.8%)
カテゴリ内の平均割合	82.4%	11.8%	5.9%



表7 「排泄ケア」の集計結果

排泄ケア	できている	できているが不十分	できていない
1 排泄ケア時は、使い捨ての手袋、マスクおよびエプロンを利用している	0 ( 0.0%)	1 ( 5.9%)	16 ( 94.1%)
2 利用者毎にPPEを交換して排泄ケアを行っている	0 ( 0.0%)	1 ( 5.9%)	16 ( 94.1%)
3 職員が排泄ケア時の感染対策を適切に実施していることを確認している	2 ( 11.8%)	3 ( 17.6%)	12 ( 70.6%)
4 使用後のおむつはビニール袋等に密閉している	10 ( 58.8%)	6 ( 35.3%)	1 ( 5.9%)
5 陰部洗浄ボトルは利用者毎に交換できている	7 ( 41.2%)	1 ( 5.9%)	9 ( 52.9%)
6 排泄ケア時に清潔物品と不潔物品が接触しないように工夫している	11 ( 64.7%)	1 ( 5.9%)	5 ( 29.4%)
7 おむつカート利用している場合は利用方法を確認する	12 ( 70.6%)	2 ( 11.8%)	3 ( 17.6%)
カテゴリ内の平均割合	35.3%	12.6%	52.1%

表8 「有機物処理」の集計結果

有機物処理	できている	できているが不十分	できていない
1 有機物処理時は、使い捨ての手袋、マスクおよびエプロンを利用している	5 ( 29.4%)	0 ( 0.0%)	12 ( 70.6%)
2 衣類やリネンが汚染された場合は、次亜塩素酸ナトリウム等により消毒している	14 ( 87.5%)	2 ( 12.5%)	0 ( 0.0%)
カテゴリ内の平均割合	57.6%	6.1%	36.4%

表9 「汚物処理室（または洗濯室）」の集計結果

汚物処理室(または洗濯室)	できている	できているが不十分	できていない
1 汚物処理室では汚染区域と清潔区域を区別できている	1 ( 6.3%)	7 ( 43.8%)	8 ( 50.0%)
2 汚物処理槽に汚物の停留がない	15 ( 88.2%)	1 ( 5.9%)	1 ( 5.9%)
3 尿器や陰部洗浄ボトルなどは、洗浄、消毒および乾燥させて保管している	4 ( 25.0%)	2 ( 12.5%)	10 ( 62.5%)
4 使用済オムツは蓋付き容器に捨てている	14 ( 87.5%)	1 ( 6.3%)	1 ( 6.3%)
5 使い捨ての手袋、マスク、汚物処理専用のエプロン等を設置している	1 ( 5.9%)	2 ( 11.8%)	14 ( 82.4%)
6 汚物処理後は手洗がすぐできるよう手洗い設備がある	14 ( 82.4%)	0 ( 0.0%)	3 ( 17.6%)
カテゴリ内の平均割合	49.5%	13.1%	37.4%

表10 「浴室」の結果

浴室	できている	できているが不十分	できていない
1 浴室は利用している物品等も含めて洗浄後に乾燥している	15 ( 88.2%)	1 ( 5.9%)	1 ( 5.9%)

表11 「リネン庫」の集計結果

リネン庫	できている	できているが不十分	できていない
1 リネン庫の清潔物が床についでいない	15 ( 93.8%)	1 ( 6.3%)	0 ( 0.0%)
2 汚染されているリネンは分別して保管している	14 ( 82.4%)	1 ( 5.9%)	2 ( 11.8%)
カテゴリ内の平均割合	87.9%	6.1%	6.1%

表12 「(医療)廃棄物」の集計結果

(医療)廃棄物	できている	できているが不十分	できていない
1 インスリン注射等の針は廃棄容器に捨て、八分目ぐらいになれば廃棄する	14 ( 82.4%)	2 ( 11.8%)	1 ( 5.9%)
2 適切に分別している	16 ( 94.1%)	0 ( 0.0%)	1 ( 5.9%)
カテゴリ内の平均割合	88.2%	5.9%	5.9%

表 13 「COVID19 対応」の集計結果

COVID19対応	できている	できているが不十分	できていない
1 職員は他者と距離を確保できない場合はマスク着用している	16 ( 94.1%)	1 ( 5.9%)	0 ( 0.0%)
2 職員は利用者と接触する場合にゴーグルなどで目を防護している	6 ( 35.3%)	5 ( 29.4%)	6 ( 35.3%)
3 会議時は換気できている	16 ( 94.1%)	1 ( 5.9%)	0 ( 0.0%)
4 会議時にマスク着用なく会話することはない	17 ( 100.0%)	0 ( 0.0%)	0 ( 0.0%)
5 当直時に利用する寝具は職員毎にシーツを交換している	14 ( 82.4%)	0 ( 0.0%)	3 ( 17.6%)
6 喫煙室, 更衣室および休憩室は常時換気できている	12 ( 70.6%)	2 ( 11.8%)	3 ( 17.6%)
7 喫煙室, 更衣室および休憩室では対人距離が確保できる	11 ( 64.7%)	3 ( 17.6%)	3 ( 17.6%)
8 喫煙室, 更衣室および休憩室の換気, 距離の確保とマスク着用が遵守できていることを定期的に確認している	5 ( 29.4%)	1 ( 5.9%)	11 ( 64.7%)
9 職員が入室する場合に, 利用者の居室は換気されている	8 ( 47.1%)	4 ( 23.5%)	5 ( 29.4%)
10 職員の他所での就業(ダブルワーク)の有無を確認している	15 ( 88.2%)	0 ( 0.0%)	2 ( 11.8%)
11 入浴介助時に常時換気できている	13 ( 76.5%)	1 ( 5.9%)	3 ( 17.6%)
12 入浴介助時に職員はマスク着用およびエプロン利用している	1 ( 5.9%)	7 ( 41.2%)	9 ( 52.9%)
13 共用スペースでは換気できている	11 ( 64.7%)	4 ( 23.5%)	2 ( 11.8%)
14 特に会話時は, 利用者へマスク着用するように促している	15 ( 88.2%)	1 ( 5.9%)	1 ( 5.9%)
15 利用者は共用スペースを利用時(食事, レクリエーションなど)に手洗いしている	12 ( 85.7%)	2 ( 14.3%)	0 ( 0.0%)
16 対人距離の確保などの飛沫対策ができている	5 ( 29.4%)	4 ( 23.5%)	8 ( 47.1%)
カテゴリ内の平均割合	65.8%	13.4%	20.8%

表 14 「感染対策チーム活動と人材育成」の集計結果

感染対策チーム活動と人材育成	できている	できているが不十分	できていない
1 感染対策を推進するための委員会(又は担当者)を設置している	17 ( 100.0%)	0 ( 0.0%)	0 ( 0.0%)
2 感染対策について困った場合に相談する相手がいる	16 ( 94.1%)	0 ( 0.0%)	1 ( 5.9%)
3 日常利用している感染対策マニュアルがある	15 ( 88.2%)	1 ( 5.9%)	1 ( 5.9%)
4 COVID19に関する対策マニュアルがある	13 ( 76.5%)	1 ( 5.9%)	3 ( 17.6%)
5 他施設の感染対策の実施状況を直接見たことがある	1 ( 5.9%)	0 ( 0.0%)	16 ( 94.1%)
6 職員に対する感染の研修を年1回以上実施している	16 ( 94.1%)	0 ( 0.0%)	1 ( 5.9%)
7 標準予防策を実践するべき場面や実践方法を研修している	13 ( 76.5%)	0 ( 0.0%)	4 ( 23.5%)
8 手洗いの方法や実施のタイミングを研修している	12 ( 70.6%)	3 ( 17.6%)	2 ( 11.8%)
9 個人用防護具の着脱方法や着脱手順を研修している	15 ( 88.2%)	0 ( 0.0%)	2 ( 11.8%)
10 おむつ交換等の排泄ケア時の感染対策方法を研修している	11 ( 64.7%)	0 ( 0.0%)	6 ( 35.3%)
11 嘔吐物等の有機物処理時の感染対策の方法を研修している	14 ( 82.4%)	0 ( 0.0%)	3 ( 17.6%)
12 4月以降にCOVID19に特化した研修を実施もしくは受講している	12 ( 70.6%)	0 ( 0.0%)	5 ( 29.4%)
13 施設内の感染対策を定期的に確認している	4 ( 23.5%)	4 ( 23.5%)	9 ( 52.9%)
14 外部職員によるラウンドを受けたことがある(いつ?誰が実施?)	5 ( 29.4%)	1 ( 5.9%)	11 ( 64.7%)
15 COVID19に関する最新情報をどのように入手しますか?	16 ( 94.1%)	1 ( 5.9%)	0 ( 0.0%)
カテゴリ内の平均割合	70.6%	4.3%	25.1%

表 15 「その他」の集計結果

その他	できている	できているが不十分	できていない
1 職員の詰所は整理整頓されている	15 ( 88.2%)	1 ( 5.9%)	1 ( 5.9%)
2 歯ブラシ・シェーバーは個人専用で, 適切に保管している	10 ( 58.8%)	5 ( 29.4%)	2 ( 11.8%)
3 高頻度接触面は1回/1日以上以上の清拭を実施している	16 ( 94.1%)	1 ( 5.9%)	0 ( 0.0%)
4 清潔な物品や滅菌物は床から30cm以上, 上に保管している	14 ( 82.4%)	1 ( 5.9%)	2 ( 11.8%)
カテゴリ内の平均割合	80.9%	11.8%	7.4%

## ノート

# 水道水質検査外部精度管理実施結果について（令和3年度）

小林博美\*<sup>1</sup> 佐野政文\*<sup>1</sup> 三田村徳子\*<sup>1</sup>

## The Results of External Quality Control on the Analytical Measures for Tap Water (2021)

Hiromi KOBAYASHI\*<sup>1</sup>, Masafumi SANO\*<sup>1</sup> and Noriko MITAMURA\*<sup>1</sup>

滋賀県では「滋賀県水道水質管理計画」に基づき、水道事業者および厚生労働大臣の登録を受けた検査機関の水質検査担当者の技術向上を図るため、毎年度、外部精度管理を実施している。令和3年度は、有機物（全有機炭素（TOC）の量）、クロロ酢酸、ジクロロ酢酸およびトリクロロ酢酸の4項目を対象に実施した。その結果、有機物（全有機炭素（TOC）の量）において Grubbs 検定により棄却された機関が1機関、トリクロロ酢酸において検査方法が告示法を逸脱している等不備のあった機関が1機関あった。その他の項目および機関においては、併行精度は20%未満、回収率は設定値の±20%未満、Zスコアは±3未満で良好な結果であった。

キーワード：水道水質精度管理、有機物（全有機炭素（TOC）の量）、ハロ酢酸

### 緒言

滋賀県では「滋賀県水道水質管理計画」（平成5年12月策定）に基づき、水質検査担当者の技術向上を目的とし、水道事業者および厚生労働大臣の登録を受けた検査機関（以下、「登録検査機関」）の水質検査担当者を対象とした外部精度管理を実施している。

今回、令和3年度に実施した結果をまとめたので報告する。

### 方法

#### 1. 参加機関

滋賀県内の水道事業者および登録検査機関8機関が参加した。

#### 2. 調査方法

当所で調製した配布試料（以下、「試料」）を参加機関において測定を実施した後、測定結果および測定に係る書類等を当所に報告することとした。報

告された測定結果および書類等について、当所で確認と解析を実施し、調査結果は県生活衛生課および参加機関に報告を行った。なお、調査は下記の日程で実施した。

- 1) 試料発送 : 令和3年11月29日
- 2) 報告期限 : 令和4年1月14日
- 3) 暫定結果報告 : 令和4年1月20日
- 4) 調査報告 : 令和4年2月21日
- 5) 結果検討会 : 令和4年3月2日

#### 3. 調査対象項目

水質基準項目の中から有機物（全有機炭素（TOC）の量、以下、「TOC」）、クロロ酢酸、ジクロロ酢酸およびトリクロロ酢酸（以下、「ハロ酢酸類」）の4項目を選定した。

#### 4. 試料

##### 4.1 試料調製に用いた試薬等

標準溶液は、関東化学（株）ジクロロ酢酸標準液（1000mg/L）およびトリクロロ酢酸標準液（1000mg/L）を使用した。添加試薬は、シグマアル

\*<sup>1</sup> 滋賀県衛生科学センター 〒520-0834 滋賀県大津市御殿浜13-45

Shiga Prefectural Institute of Public Health, 13-45, Gotenhama, Otsu, Shiga, 520-0834, Japan

ドリッジ製 L-アスコルビン酸ナトリウム（特級）を使用した。

#### 4.2 試料の調製

試料は、発送日の前日に調製を行った。試料は、基準値の 1/10 以上、基準値以下の濃度となるよう、当所水道水を用いて調製し、十分に攪拌を行った後、500mL ガラス容器に充填（満水）した。なお、調製した試料は、冷蔵（4℃）で保存した。各試料の調製方法を以下に述べる（表 1）。

##### 4.2.1 TOC

TOC 標準液を添加せず、水道水を試料とした。

##### 4.2.2 ハロ酢酸類

アスコルビン酸ナトリウムを添加して残留塩素を除去した水道水に、ジクロロ酢酸標準液およびトリクロロ酢酸標準液を添加したものを試料とした。なお、クロロ酢酸については、報告下限値未満（基準値の 1/10 未満）を確認するため未添加とした。

#### 4.3 試料の均一性および保存性確認

試料の均一性を確認するため、試料を一定の間隔で抜き取り測定を行った。また、保存性を確認するため、冷蔵保存した試料を試料調製日から 18 日間定期的に測定を行った。なお、測定は、「水道基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法」（以下、「告示法」）で実施した。

#### 5. 試料の配布

試料は、各参加機関へ宅配便（クール便）を用いて配布した。

#### 6. 試料の測定

試料は、告示法に基づき、各機関で通常用いている方法により、5 回繰り返し測定を実施することとした。

#### 7. 報告

各機関が算出した試料 5 回の繰り返し測定値、分析フロー、測定条件（標準液、機器の情報等）および検量線を含む測定時のチャート等を報告することとした。なお、測定値は統計解析を行うため、単位は  $\mu\text{g/L}$ 、有効数字 3 桁で報告することとした。

#### 8. 評価

各機関から報告された書類等を確認し、検査方法が告示法を逸脱している等不備があった機関および 5 回繰り返しの併行精度が 20% を超える機関の測定値を解析の対象外とした。次に、各機関の平均値を用いて、Grubbs 検定（危険率 5%）により外れ値を棄

却した。棄却されなかった機関の測定値の回収率および JIS 法による Z-スコアを算出した。なお、設定値は、測定法逸脱が認められた機関の報告値を除き、各機関から報告された各項目の 5 回測定の平均値について、Grubbs の棄却検定を行い、異常値を除いた後の中央値とした。

これらの結果から下記に該当する機関を「要検討」とした。なお、「要検討」に該当した機関には、その要因と改善策について当所に報告することとした（図 1）。

- 1) 解析対象外機関
- 2) 棄却された機関
- 3) 回収率が設定値  $\pm 20\%$  を超える機関
- 4) Z-スコアが  $\pm 3$  を超えた機関
- 5) 未添加のクロロ酢酸を報告した機関

### 結果および考察

#### 1. 試料の均一性および保存性確認結果

試料の均一性を確認した結果、TOC は平均値  $579 \mu\text{g/L}$ 、変動係数 3.2%、クロロ酢酸は 1/10 値未満、ジクロロ酢酸は平均値  $5.05 \mu\text{g/L}$ 、変動係数 1.8%、トリクロロ酢酸は平均値  $21.7 \mu\text{g/L}$ 、変動係数 1.9% であり、均質な試料であることを確認した（表 2）。

表 1. 試料調製方法

項目	基準値 (mg/L)	標準溶液			試料調製溶液	添加試薬		調製容量 (L)
		添加溶液濃度 (mg/L)	添加量 (ml)	添加量 (ml)				
TOC	3	未添加			水道水	未添加		20
ハロ酢酸類	クロロ酢酸	未添加				2% アスコルビン酸Na水溶液	100	20
	ジクロロ酢酸	ジクロロ酢酸標準液 (1000mg/L)	10	8				
	トリクロロ酢酸	ジクロロ酢酸標準液 (1000mg/L)	100	4				

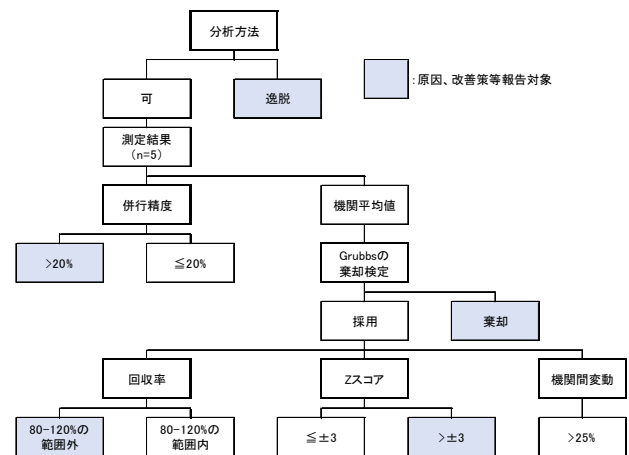


図 1. 評価方法

また、保存性の確認を行った結果、試料調製日の測定結果を100%とすると、TOC、ジクロロ酢酸およびトリクロロ酢酸は92~106%の変動であり、告示法に定められている試料の保存期間（72時間以内）および18日間の安定性を確認した（図2）。

## 2. 実施結果

### 2.1 参加機関数

参加機関数は、TOC：8機関、ハロ酢酸類：7機関であった。

### 2.2 報告

全ての機関から、報告期限内に報告に関する書類が提出された。報告された測定結果および書類等を基に評価を行い、結果を調査報告書にまとめ県生活衛生課および参加機関に報告を行った。

## 3. 評価結果

各機関から報告された結果等により評価した結果を表3~7および図3~5に示す。

### 3.1 検査実施状況の確認

#### 3.1.1 TOC

検査の実施状況を確認したところ、測定機器は、全ての機関で燃焼酸化式TOC計を用いていた。また、検査は告示法および妥当性ガイドラインに基づき試験が行われていた。

#### 3.1.2 ハロ酢酸類

検査の実施状況を確認したところ、告示別表第17を採用している機関は5機関、別表第17の2を採用している機関は2機関であった。ほぼ全ての機関において、告示法および妥当性ガイドラインに基づき試験が行われていたが、トリクロロ酢酸において、検量線の範囲を超過して定量されていた機関が1機関あり、「要検討」に該当した。

### 3.2 報告値の評価結果

#### 3.2.1 未添加項目

添加していないクロロ酢酸を報告した機関はなかった。

#### 3.2.2 併行精度

各試料5回の繰り返し測定値より各機関の併行精度を算出したところ、TOC：1.2~11%、ジクロロ酢酸：0.3~4.1%、トリクロロ酢酸：0.4~2.6%と全ての項目において20%未満であり良好な結果であった。

#### 3.2.3 Grubbs 検定（危険率5%）

検査方法に逸脱が認められた項目のデータを除き、各機関の5回の繰り返し測定値より平均値を算出した。算出した平均値によりGrubbs検定（危険率5%）を行ったところ、TOCにおいて、1機関棄却され

「要検討」に該当した。ジクロロ酢酸およびトリクロロ酢酸において棄却された機関はなかった。

### 3.2.4 解析

検査実施状況確認およびGrubbs検定により「要検討」に該当した機関の測定値を除く各機関の平均値

表2. 調製試料の均質性確認結果

項目	調製試料測定結果 (n=7)		
	平均濃度 (μg/L)	SD	CV(%)
TOC	579	18.4	3.2
ハロ酢酸類	クロロ酢酸	<2	
	ジクロロ酢酸	5.05	0.09
	トリクロロ酢酸	21.7	0.40

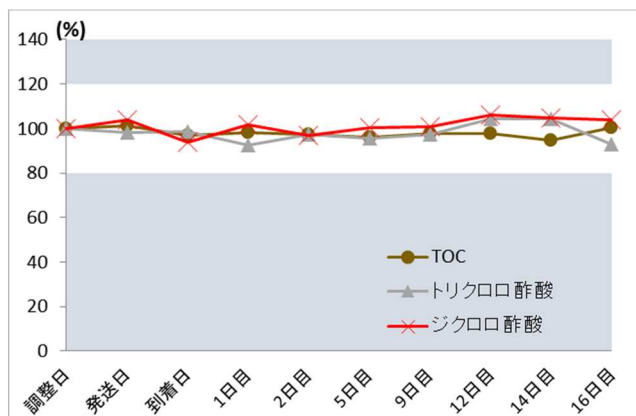


図2. 調製試料の保存性確認結果

表3. 参加機関の測定方法

項目	告示法	参加機関数
TOC	別表第30 全有機炭素計測定法	8
ハロ酢酸類	別表第17 溶媒抽出-誘導体化-GC/MSによる一斉分析法	5
	別表第17の2 LC/MSによる一斉分析法	2

表4. 報告値および評価結果概要

項目	TOC	ジクロロ酢酸	トリクロロ酢酸	
設定値(μg/L)	609	4.95	20.2	
データの種類	5回測定の平均値			
データ数	8	7	7	
測定法逸脱(機関数)	無	無	有(1)	
告示逸脱棄却後	併行精度(%)	1.2-11	0.3-4.1	0.4-2.6
	Grubbsの棄却検定	有(1)	無	無
棄却後	回収率(%)	93~105	83~106	88~112
	Zスコア	-2.2~1.9	-2.5~0.92	-2.2~2.6

より、各項目の設定値、回収率および JIS 法による Z-スコアを算出した結果を下記に述べる。

### 1) 設定値

各項目の中央値を算出したところ、TOC：609  $\mu$ g/L、ジクロロ酢酸：4.95  $\mu$ g/L、トリクロロ酢酸：20.2  $\mu$ g/L となり、これらの値を設定値とした。

### 2) 回収率

上記設定値より各機関、各項目の回収率を算出したところ、TOC：93～105%、ジクロロ酢酸：83～106%、トリクロロ酢酸：88～112%と全ての項目において設定値の±20%未満で良好な結果であった。

### 3) Z-スコア

各項目の Z-スコアを算出したところ、TOC：-2.2～1.9、ジクロロ酢酸：-2.5～0.92、トリクロロ酢酸：-2.6～2.6 と全ての項目において Z-スコアが±3未満で良好な結果であった。

## 4. 原因と改善

「要検討」に該当した機関には、その原因と改善策について報告書を求めた。報告書の検討と聞き取り調査により、原因の特定を行った。

### 4.1 TOC

Grubbs 検定により棄却された原因は、報告単位の誤りであった。通常、水道水質基準項目の検査結果は「mg/L」で報告することとなっているが、当精度管理事業における結果報告は、統計解析を行う関係上「 $\mu$ g/L」で報告を求めた。このため、担当者が通常の検査結果と同様単位で報告を行い、複数人で確認を実施しているなか、報告単位が異なっていることを確認できなかったことが原因であった。また、確認不足の原因は、当精度管理事業に係る検査は通常検査の合間に実施しており、その結果、検査開始から報告までの期間が短期間となったことであった。

今後、確認すべき項目には印をつけ、注意喚起を促すとともに、確認のための期間を十分確保することであった。

### 4.2 トリクロロ酢酸

検量線の範囲を超えて定量を実施していたため、検査方法等に不備があったと判断した。原因は、当検査が外部精度管理ということで、検査結果のばらつきに気を取られ、検量線範囲の確認ができていなかったことであった。

今後、検量線範囲の拡大（告示法の範囲内、標準作業書の改訂）と検査結果の確認体制強化（確認人数増加）を行うとのことであった。

表 5. 機関毎結果概要

項目	機関	平均値 最小値 最大値 ( $\mu$ g/L)			併行精度 回収率 (%)		測定法 逸脱	Grubbsの 棄却検定	Zスコア	
		平均値	最小値	最大値	併行精度	回収率				
TOC	1	0.595	0.582	0.603	1.4	-	無	有	-	
	2	601	576	634	4.8	99	無	無	-0.41	
	3	569	560	578	1.5	93	無	無	-2.2	
	4	595	585	603	1.3	98	無	無	-0.78	
	5	609	597	629	2.1	100	無	無	0.00	
	6	621	609	628	1.2	102	無	無	0.69	
	7	623	579	739	11	102	無	無	0.81	
	8	642	619	690	4.5	105	無	無	1.9	
ハロ酢酸類	ジクロロ酢酸	A	4.11	4.00	4.20	2.0	83	無	無	-2.5
		B	5.20	5.17	5.25	0.6	105	無	無	0.75
		C	4.95	4.82	5.19	2.9	100	無	無	0.00
		D	4.87	4.79	4.95	1.4	98	無	無	-0.25
		E	5.14	4.93	5.48	4.1	104	無	無	0.57
		F	4.58	4.30	4.78	3.8	92	無	無	-1.1
		G	5.25	5.24	5.28	0.3	106	無	無	0.92
	トリクロロ酢酸	A	17.7	17.0	18.2	2.6	88	無	無	-2.6
		B	21.0	20.7	21.3	1.3	104	無	無	0.92
		C	20.2	19.9	20.6	1.4	100	無	無	0.04
		D	20.1	19.9	20.4	1.1	100	無	無	-0.04
		E	21.9	20.8	24.1	-	-	有	-	-
		F	19.4	19.0	19.8	1.7	96	無	無	-0.84
		G	22.7	22.6	22.8	0.4	112	無	無	2.6

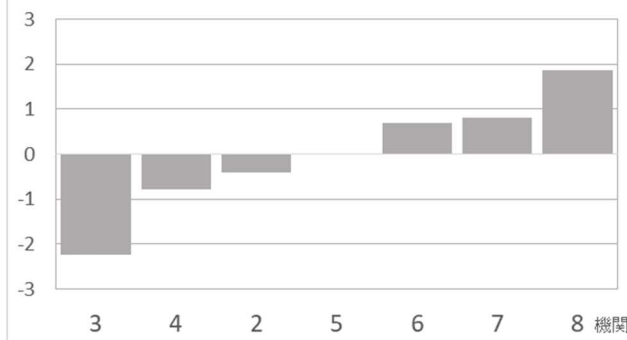


図 3. Zスコア (TOC)

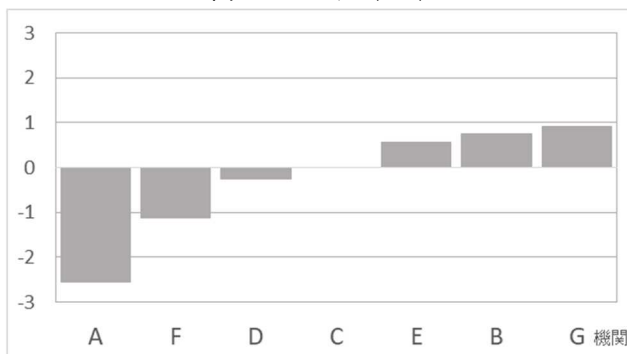


図 4. Zスコア (ジクロロ酢酸)

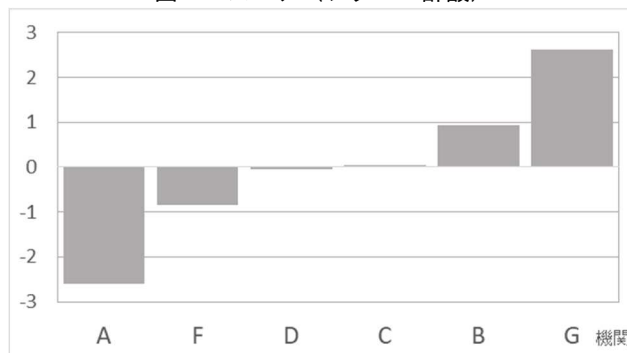


図 5. Zスコア (トリクロロ酢酸)



5. その他

TOC の報告結果において、各機関の報告値を確認すると、併行精度は 20%未満であっても、5 回の測定の中で 1 つだけ他のデータに比べて大きく変動している場合がみられた (図 6)。また、各機関の 5 回測定値より Z スコアを算出すると、Z スコアが±3 を超えるデータがみられた (図 7)。

各機関のばらつきについて、R 管理図を作成すると、1 機関が上方管理限界を超えており、当該機関のばらつきに何らかの原因があると推定できた (図 8)。

TOC は測定環境等からの汚染を受けやすく、測定においてばらつきやすい項目である。このような場合、再測定により測定値の確認や原因推定を行うことで、測定精度等の向上に寄与すると考えられる。

まとめ

水道水質精度管理調査を実施した結果、「要検討」に該当する機関が 2 機関あった。いずれの機関においても確認不足が原因であったが、各機関で確認体制等の改善が図られたことを確認した。

また、各機関の検査体制の改善に繋げるため、これらの課題と改善方法等について、調査結果検討会において情報を共有している。

今後も検査機関の検査精度向上に努めたいと考える。

引用文献

- 1) 滋賀県健康医療福祉部生活衛生課：滋賀県水道水質管理計画 (平成 29 年 3 月)
- 2) (社) 日本水道協会：上水試験方法 2020 年版 (令和 3 年 3 月 1 日)
- 3) (社) 日本環境測定分析協会：分析技術者のための統計的方法

表 6. 全体評価 (TOC)

機関番号	1	2	3	4	5	6	7	8
<b>全体評価</b>	△	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
1. 検査実施状況	○	○	○	○	○	○	○	○
(ア) 標準液の調製	○	○	○	○	○	○	○	○
(イ) 精製水濃度	○	○	○	○	○	○	○	○
(ウ) 検量線の濃度範囲	○	○	○	○	○	○	○	○
(エ) 検量線の点数および公比	○	○	○	○	○	○	○	○
(オ) 連続測定時の措置	○	○	○	○	○	○	○	○
(カ) 妥当性評価の実施	○	○	○	○	○	○	○	○
2. Grubbsの棄却検定	×	○	○	○	○	○	○	○
3. 回収率(%)	-	○	○	○	○	○	○	○
4. 併行精度(%)	○	○	○	○	○	○	○	○

表 7. 全体評価 (ハロ酢酸類)

機関番号	A	B	C	D	E	F	G
<b>全体評価</b>	ジクロロ酢酸	◎	◎	◎	◎	◎	◎
	トリクロロ酢酸	◎	◎	◎	◎	△	◎
1. 検査実施状況	○	○	○	○	○	○	○
(ア) 検水量	○	○	○	○	○	○	○
(イ) 試験操作:前処理(GC/MS法)	○	○	○	○	○	○	○
(ウ) 標準液の調整	○	○	○	○	○	○	○
(エ) 内部標準物質(GC/MS法)	○	○	○	○	○	○	○
(オ) 測定質量数	○	○	○	○	○	○	○
(カ) 標準試料の前処理(GC/MS法)	○	○	○	○	○	○	○
(キ) 検量線の濃度範囲	ジクロロ酢酸	○	○	○	○	○	○
	トリクロロ酢酸	○	○	○	○	×	○
(ク) 検量線の点数および公比	○	○	○	○	○	○	○
(ケ) 空試験	○	○	○	○	○	○	○
(コ) 連続測定時の措置	○	○	○	○	○	○	○
(サ) 妥当性評価の実施	○	○	○	○	○	○	○
2. Grubbsの棄却検定	ジクロロ酢酸	○	○	○	○	○	○
	トリクロロ酢酸	○	○	○	○	-	○
3. 回収率(%)	ジクロロ酢酸	○	○	○	○	○	○
	トリクロロ酢酸	○	○	○	○	-	○
4. 併行精度(%)	ジクロロ酢酸	○	○	○	○	○	○
	トリクロロ酢酸	○	○	○	○	-	○

【表6および7 記載方法】

- ・全体評価: 1~4全て○の場合◎(良好)、×、△または-がある場合△(要検討)
- ・検査実施状況: 全て○の場合○、×が1項目以上ある場合△
- ・Grubbs検定: 採用○、棄却×
- ・回収率(%): 80-120の範囲内○、範囲外×
- ・併行精度(%): 20%以内○、20%超過×

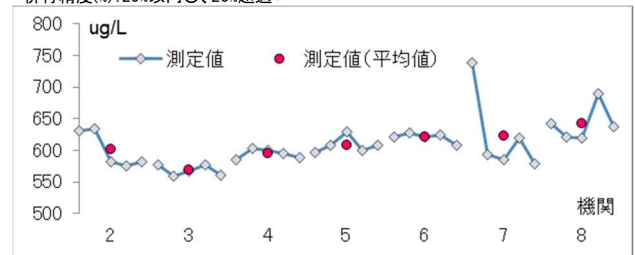


図 6. 報告結果 (TOC)

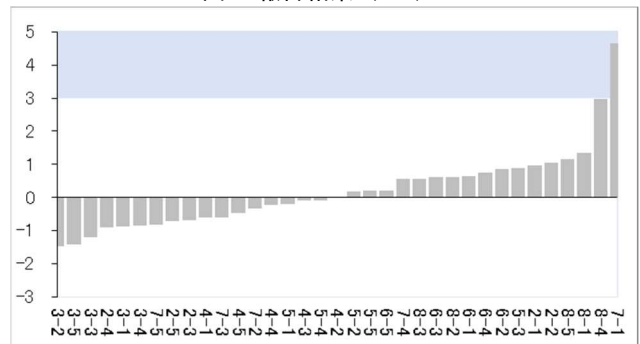


図 7. Z スコア (TOC、5 回測定値)

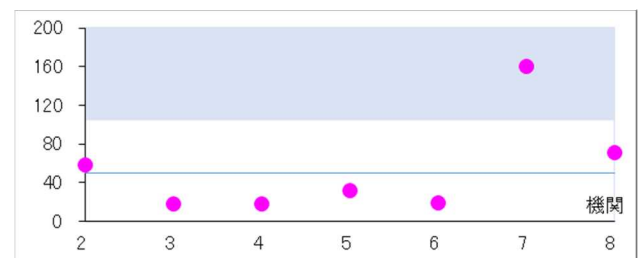


図 8. R 管理図 (TOC)

## 既 刊

滋賀県立衛生研究所報	第1集 (創刊号)	昭和27年～28年の業績	昭和29年10月発刊
同	第2集	昭和29年～30年の業績	昭和32年3月発刊
同	第3集	昭和31年～32年の業績	昭和34年3月発刊
同	第4集	昭和33年～34年の業績	昭和36年2月発刊
同	第5集	昭和35年～37年の業績	昭和38年3月発刊
同	第6集	昭和38年～39年の業績	昭和40年3月発刊
同	第7集	昭和40年～41年の業績	昭和42年3月発刊
同	第8集	昭和42年～43年の業績	昭和43年3月発刊
滋賀県立衛生公害研究所報	第9集	昭和44年～48年の業績	昭和49年12月発刊
同	第10集	昭和49年の業績	昭和51年3月発刊
滋賀県立衛生研究所報	第11集	昭和50年の業績	昭和52年3月発刊
滋賀県立環境センター所報	第1集 (創刊号)	昭和50年の業績	昭和52年5月発刊
滋賀県立衛生研究所報	第12集	昭和51年の業績	昭和53年3月発刊
	(合本)		
滋賀県立環境センター所報	第2集	昭和51年の業績	昭和53年3月発刊
滋賀県立衛生環境センター所報	第13集	昭和52年の業績	昭和54年3月発刊
同	第14集	昭和53年の業績	昭和55年2月発刊
同	第15集	昭和54年の業績	昭和55年12月発刊
同	第16集	昭和55年の業績	昭和56年12月発刊
同	第17集	昭和56年の業績	昭和58年3月発刊
同	第18集	昭和57年の業績	昭和59年3月発刊
同	第19集	昭和58年の業績	昭和60年3月発刊
同	第20集	昭和59年の業績	昭和61年3月発刊
同	第21集	昭和60年の業績	昭和62年3月発刊
同	第22集	昭和61年の業績	昭和63年2月発刊
同	第23集	昭和62年の業績	平成元年2月発刊
同	第24集	昭和63年の業績	平成2年2月発刊
同	第25集	平成元年の業績	平成3年3月発刊
同	第26集	平成2年の業績	平成4年3月発刊
同	第27集	平成3年の業績	平成5年3月発刊
同	第28集	平成4年の業績	平成6年2月発刊
同	第29集	平成5年の業績	平成7年2月発刊
同	第30集	平成6年の業績	平成8年3月発刊
同	第31集	平成7年の業績	平成9年3月発刊
同	第32集	平成8年の業績	平成10年3月発刊
同	第33集	平成9年の業績	平成11年3月発刊
同	第34集	平成10年の業績	平成12年2月発刊
同	第35集	平成11年の業績	平成12年12月発刊
同	第36集	平成12年の業績	平成14年3月発刊
同	第37集	平成13年の業績	平成15年3月発刊
同	第38集	平成14年の業績	平成15年12月発刊
同	第39集	平成15年の業績	平成17年3月発刊
滋賀県衛生科学センター所報	第40集	平成16年の業績	平成18年3月発刊
同	第41集	平成17年の業績	平成18年12月発刊
同	第42集	平成18年の業績	平成20年3月発刊
同	第43集	平成19年の業績	平成21年3月発刊
同	第44集	平成20年の業績	平成22年3月発刊
同	第45集	平成21年の業績	平成23年3月発刊
同	第46集	平成22年の業績	平成24年1月発刊
同	第47集	平成23年の業績	平成25年3月発刊
同	第48集	平成24年の業績	平成26年2月発刊
同	第49集	平成25年の業績	平成27年2月発刊



滋賀県衛生科学センター所報	第 50 集	平成 26 年の業績	平成 28 年 3 月発刊
同	第 51 集	平成 27 年の業績	平成 29 年 3 月発刊
同	第 52 集	平成 28 年の業績	平成 30 年 2 月発刊
同	第 53 集	平成 29 年の業績	平成 31 年 2 月発刊
同	第 54 集	平成 30 年の業績	令和元年 12 月発刊
同	第 55 集	令和元年の業績	令和 3 年 3 月発刊
同	第 56 集	令和 2 年の業績	令和 4 年 2 月発刊

## 所報編集委員

杉 木 佑 輔 (健康科学情報係)	三田村 徳 子 (理化学係)
梅 原 成 子 (微生物係)	小 林 博 美 (理化学係)
谷 野 亜 沙 (微生物係)	

### 滋賀県衛生科学センター所報 第57集

令和 5 年 2 月 発行

編集兼発行 滋賀県衛生科学センター

所在地 〒520-0834 滋賀県大津市御殿浜13-45  
TEL 077(537)3050(代)