

・開催日時 平成28年2月25日(木) 午後1時00分～午後5時00分

・会場 京都市衛生環境研究所 本館1階 会議室

開会のあいさつ		川上 雅弘 所長
水質検査の妥当性評価について	生活衛生部門	柴田 さよ
魚介類中のPCB・水銀含有量実態調査	生活衛生部門	並河 幹夫
細菌検査を背景とした中央卸売市場の衛生指導への試み	生活衛生部門 第一検査室	山下 毅
下痢性貝毒機器分析法に関する検討及び妥当性評価	生活衛生部門 第一検査室	山下 毅
※高タンパク食品中のキサントレン系色素分析法に関する検討	生活衛生部門 第一検査室	山下 毅
※食品中の放射能測定における精度管理 多種類の測定容器選択の影響について	生活衛生部門	伴埜 行則
京都市内における蚊の生息分布調査	微生物部門	土佐 祐輔
食中毒(疑い)事例で検出されたノロウイルスGII遺伝子型の推移	微生物部門	西中 麻里子
地方衛生研究所全国協議会近畿支部精度管理事業 (含:模擬訓練)実践報告	管理課	清水 英信
京都市の感染症発生状況に対する感染症流行モデルの適用	管理課	平河 勝美
牛枝肉のサルモネラ拭き取り調査	食肉検査部門	浜田 絢也
光化学オキシダントの環境改善効果を適切に示すための 新指標による集計結果について	環境部門	三浦 潤子
京都府環境を守り育てる条例における敷地境界線上 ホルムアルデヒドの分析方法の検討	環境部門	伊藤 裕美
有害大気汚染物質モニタリングの調査結果について	環境部門	和田 好生
直鎖アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム及びその塩(LAS)の 分析精度の向上に関する検討	環境部門	西村 仁志
総括と講評		川上 雅弘 所長

※短報に掲載

水質検査の妥当性評価について

○柴田 さよ, 伴 創一郎, 中尾 好絵, 並河 幹夫, 伴 埜 行則

【目的】

水道水質検査を行う検査機関においては、検査方法の妥当性評価を行う必要があり、その標準的な方法として「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドラインについて」(平成 24 年 9 月 6 日付け、健水発 0906 第 1 号厚生労働省健康局水道課長通知。以下、「ガイドライン」とする)が示され、平成 25 年 10 月 1 日から施行されている。これを受けて、当所で行っている水道水質検査について、ガイドラインに基づき妥当性評価を行ったので報告する。

【方法】

水質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(平成 15 年厚生労働省告示第 261 号)により、当所で行っている水道水質検査のうち、妥当性評価を行うべきと考えられる、①鉄及びその化合物(原子吸光光度計による一斉分析法)、②有機物(TOC)(全有機炭素計測定法)、③色度(透過光測定法)、④濁度(③に同じ)、⑤塩化物イオン(イオンクロマトグラフによる一斉分析法)、⑥硝酸態窒素(⑤に同じ)、⑦亜硝酸態窒素(⑤に同じ)の 7 項目の検査法について評価を行った。検査項目の後ろのカッコ内は分析方法を示す。

添加を行う水については、ガイドライン及び「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドラインに関する質疑応答集(Q&A)について」(平成 26 年 1 月 15 日付け、厚生労働省健康局水道課事務連絡)に従い、当所で使用している水道水とした。

ガイドラインに示されている真度及び精度の目標は表 1 のとおりである。

表 1 真度及び精度の目標

評価	添加濃度の基準値等に対する割合	真度(%)	併行精度(RSD%)	室内精度(RSD%)
I	1/100以下	70~120	<30	<35
II	1/100超1/10以下	70~120	<25	<30
III	1/10超1倍以下	70~120	<15	<20
IV	1倍超	70~120	<10	<15

【結果】

結果のまとめを表 2 に示す。

表 2 測定結果

項目	添加濃度	基準値	評価	真度(%)	併行精度(RSD%)	室内精度(RSD%)
①	0.03mg/L	0.3mg/L	II	101.8	4.8	4.1
②	0.3mg/L	3mg/L	II	103.8	3.2	10.2
③	1度	5度	III	110	7.6	14.3
	5度		III	105.4	1.9	3.5
④	0.5度	2度	III	88.5	1.0	3.4
	2度		III	97.1	0.3	1.3
⑤	20mg/L	200mg/L	II	98.5	0.4	0.9
	200 mg/L		III	100.7	0.4	0.6
⑥	1mg/L	10mg/L	II	98.9	0.3	6.4
	10mg/L		III	95.9	1.2	6.4
⑦	0.004 mg/L	0.04mg/L	II	116.6	2.4	2.3
	0.04 mg/L		III	107.5	0.7	4.4

【考察】

どの検査項目についても、真度、併行精度、室内精度の全てについて目標を満たすことができた。

しかしながら、検査によっては若干の精度のばらつきが見られるなど、今後の課題とすべき点も見つかった。また、色度及び濁度については、機器の老朽化により安定性を欠き、複数回の測定を余儀なくされた。

今後は新たな機器導入や、検査法の改良及び手順の見直しなど、継続して妥当性評価を行う機会があると考えられるため、今回得た知見を活かして、より精度の高い検査法の確立に努めていきたい。

魚介類中の PCB・水銀含有量実態調査

生活衛生部門

中尾好絵, ○並河幹夫, 伴埜行則

【はじめに】

京都市では、市民の食生活の安全性を確保する目的で、市内に流通する魚介類の PCB、水銀の含有量調査を継続的に実施している。今回、平成 12 年 5 月から平成 27 年 5 月までの 15 年間にわたる検出状況についてまとめたので報告する。

【方法】

(1) 試料

京都市中央卸売市場第一市場に入荷した魚介類を原則として 1 回 16 検体、年 4 回収去し、試料とした。サンプリング方法は、昭和 48 年 7 月 23 日環乳第 99 号「魚介類の水銀の暫定的規制値について」に示す方法に従った。

(2) 装置

- ・ECD 付ガスクロマトグラフィー：
 - 平成 25 年 6 月まで 島津 GC-17A
 - 平成 25 年 7 月以降 島津 GC-2010 Plus
 - 平成 27 年 3 月以降 Agilent 7890B
- ・還元気化原子吸光度計：平沼産業 HG-200
- ・マイクロウェーブ分解装置：マイルストーンゼネラル ETHOS PLUS

(3) 試験法

PCB の試験法は、試料をアルカリ分解後 n-ヘキサンで抽出し、水洗後 10%硝酸銀/硫酸処理シリカゲルカートリッジにより精製し、ECD-GC で測定した。

総水銀の試験法は、平成 12 年度から平成 14 年度までは、硫硝酸湿式分解後、還元気化原子吸光度法で測定した。平成 15 年度からは、マイクロウェーブ(MW)分解装置により湿式分解後、還元気化原子吸光度法で測定した。

【結果・考察】

(1) 試料の種類

過去 15 年間に検査に供した魚介類の合計は、1017 検体で、魚種は 72 種類であった。検体数の多い魚種は、タイ、カレイ、スズキ、アジ、イカ、サバ、カマス、タコ、ハモ等であった。

(2) 暫定基準を超えた事例

PCB の暫定基準は、遠洋沖合魚介類 0.5ppm、内海内湾魚介類 3ppm と設定されている。PCB については、すべて暫定基準を満たしていた。

水銀の暫定基準は、マグロ類、内水面水域の河川産の魚介類（湖沼産を除く）及び深海性魚介類を除いて、総水銀 0.4ppm、メチル水銀 0.3ppm と設定されている。総水銀が暫定基準を超えた事例は、7 検体あり、その試料についてはメチル水銀の検査を実施した。最終的に暫定基準を超えた事例は平成 12 年度に 1 検体、平成 16 年度に 1 検体、平成 17 年度に 3 検体、平成 27 年度に 1 検体の合計 6 検体であった。

表1 過去の暫定基準を超えた事例（単位：ppm）

年度	試料名	総水銀	メチル水銀	判定
H12	アマダイ	0.61	0.57	超過
H16	アカガレイ	0.77	0.65	超過
H17	マサバ	0.41	0.26	適合
H17	カマス	0.71	0.53	超過
H17	カマス	0.48	0.43	超過
H17	カマス	0.64	0.50	超過
H27	ハモ	0.55	0.51	超過

(3) PCB の検出状況

魚種別の PCB 検出値を年度別にプロットすると、**図 1** に示すとおり、平均 0.03ppm 程度の低濃度で推移していた。

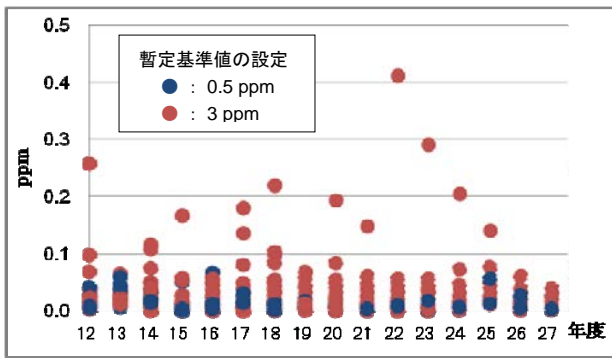


図1 年度別 PCB 含有量の推移

PCB 含有量が 0.1ppm を超えた試料は、8 種、39 検体であった。それらの魚種の 0.1ppm を超えた試料数の割合と平均値を図 2 に示した。0.1ppm を超えた割合を棒グラフで、測定値の平均値を折れ線グラフで表している。スズキは、0.1ppm を超える試料が 5 割を超え、平均値も高い傾向が見られたが、スズキの暫定規制値は 3ppm に設定されており、検出値の平均は、暫定基準の 1/15 以下であった。

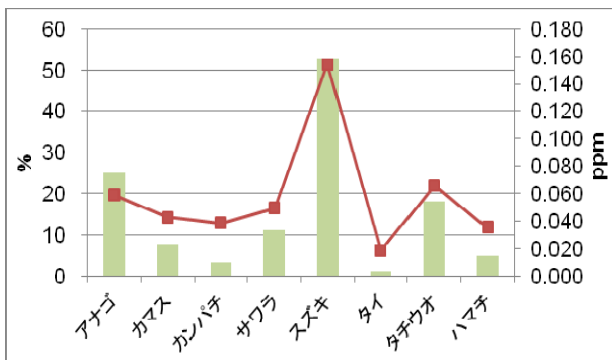


図2 魚種別 0.1ppm 超過試料数の割合と検出値の平均

(4) 総水銀の検出状況

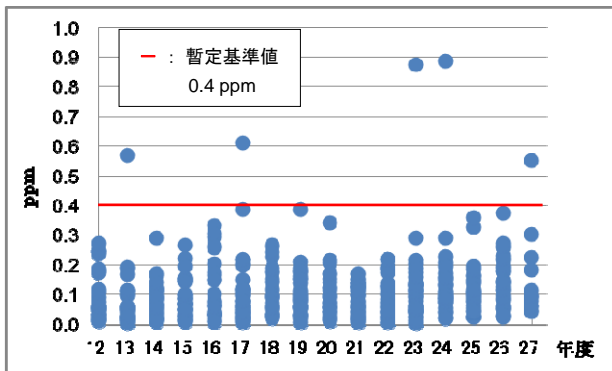


図3 年度別総水銀検出値の推移

魚種別の総水銀検出値を年度別にプロットすると、図 3 に示すとおりであり、平均値は暫定基準の 1/4 である 0.1ppm 前後で推移した。ただし、マグロ類・キンメダイ等、暫定基準の適用を除外されている魚種を含む。なお総水銀の測定法は、平成 15 年度に MW 分解法に変更している。一般に、MW 分解法は、閉鎖系で処理するため水銀の揮散が無く、使用する試薬も少量で済むため、測定効率が向上すると言われている。

暫定基準の 1/2 である 0.2ppm を超えた試料は、27 種、127 検体と全体の約 1 割を占めた。暫定基準を超過した事例のあるアマダイ、アカガレイ、カマス、ハモは、単発的なもので、それぞれの魚種別の平均は、全国調査の値に近いものであった。しかし、検出範囲が比較的広い魚種が多く、今後とも注意深く監視する必要がある。

また、現在の魚介類中の水銀含有量は、摂食制限対象者以外の人にとって、安全上問題にならないレベルであるが、暫定基準を超える試料を市場から排除する等、水銀の摂食量を少しでも低減化していくためにも監視の継続は重要である。

【まとめ】

平成 12 年 5 月から平成 27 年 5 月までの 15 年間に実施した魚介類中の PCB・水銀の検査結果をまとめた。

全試料の平均値を年度別に比較すると、PCB・水銀ともここ 15 年に大きな変動は無く、全試料の平均として、PCB は 0.03ppm、総水銀は 0.1ppm 近辺で推移している。

PCB は、すべて暫定基準を下回り、良好な状態が保たれていた。魚種別に見るとスズキが比較的高い検出値を示す傾向が認められた。総水銀は、単発的に暫定基準を超える事例が散見された。全試料の 1 割以上が暫定基準の 1/2 となる 0.2ppm を超えており、検出範囲の広い魚種も多いことから、今後とも注意深い監視が必要である。

細菌検査を背景とした中央卸売市場の衛生指導への試み

生活衛生部門 第一検査室

○山下 毅（北部環境共生センター）、上田 一穂、高尾 恭平、中川 大輔、
篠崎 史義（保健衛生推進室）、田中 正二

1 はじめに

近年の食料品の流通を取り巻く環境は、生産・出荷組織の大型化、専門小売店の減少と量販店の増加、流通経路や消費者ニーズの多様化などを背景に大きく変化している。こうした中、京都市中央卸売市場は、日々多くの生鮮食品などを取り扱い、京都市における食の流通の大きな拠点としての役割を果たしているが、現在、施設の老朽化による市場機能低下の恐れのため、近年中に市場の建替え工事の着工が予定されており、前述の流通環境の変化にも対応できる施設を目指し、協議が重ねられている。

今回の検討は、京都市食品衛生監視指導計画の基本理念の一つである「科学的知見に基づく健康被害の未然防止」を実践するために、中央卸売市場内で継続的に細菌学的な調査を実施し、その結果をもとに衛生指導を行うことで、市場関係者の衛生管理意識・認識を深め、食品衛生について、今まで以上に配慮した建替え協議が行われることに貢献することを目的とする。

計画初年度である本年は、鮮魚セリ場周辺の床について、汚染指標菌として一般的に用いられる、一般細菌及び大腸菌群について調査を行い、その結果を食品衛生指導につなげることを目的として検討を行った。

2 方法

ガーゼを綿布に接着して滅菌したものを、消毒した長靴にガーゼが地面と接触するように固定し、市場敷地内の検査対象箇所を片足に付き 100 歩となるよう歩いた。その後、無菌的にガーゼを 5 cm 四方に切り取り、滅菌生理食塩水 25 mL につけて激しく振とうし、ガーゼに付着した菌を溶出した。この付着菌の懸濁液を用いて、一般生菌数は標準寒天培地を用いた混釈平板培養法により、大腸菌群は乳糖ブイヨン培地を用いた最確数法により定量を行った。

3 結果及び考察

今回の検討では、車の往来の多いセリ場南通路、商品が多く並べられているセリ場、人の往来の多い仲卸店舗通路の 3 箇所を検査対象箇所とした。その結果、いずれの箇所についても大腸菌群に汚染されており、特に商品が多く並べられているセリ場で高い値となった（表 1）。今回調査した一般生菌及び大腸菌群は環境汚染指標としてだけではなく、食品の衛生管理上でも重要であり、食品衛生法により規格基準として基準が定められている食品も多く存在する。一年を通して、セリ場の床は水で濡れており、多くの卸業者や仲卸業

者が長靴で往来しているため、水ハネ等を介して細菌が食品に付着することが懸念された。大腸菌群の全てが食中毒の原因となるわけではなく、万が一付着しても、その後の取扱いや処理により問題とならないことも多いが、付着する機会が増えれば増えるほど食中毒リスクは高まることとなる。また付着した量が少量であっても、細菌は食品表面上で増殖する可能性があるため、流通過程の温度管理等も注意が必要となる。

今後、今回の調査結果をもとに、食品衛生講習会等を通じて食品衛生についての啓発活動を行うと共に、さらに市場内の細菌検査を充実させ、建替え後の新施設における食の安全・安心に貢献できるよう、継続的に調査していく予定である。

	一般生菌cfu/100cm ²	大腸菌群 MNP/100cm ²
南通路	2.9 x 10 ⁴	2.4 x 10 ³
セリ場	2.8 x 10 ⁶	2.1 x 10 ⁵
仲卸通路	6.5 x 10 ⁶	2.4 x 10 ⁴

表1 敷地内歩行調査による一般生菌及び大腸菌群数

下痢性貝毒機器分析法に関する検討及び妥当性評価

生活衛生部門 第一検査室

○山下 毅 (北部環境共生センター), 中川 大輔

1 はじめに

ホタテやカキなどの二枚貝は、有毒プランクトンを摂食することで毒素を一時的に蓄積し、食中毒を引き起こすことがある。この毒素は貝毒と総称され、日本では主に麻痺性貝毒と下痢性貝毒の2種類が食中毒原因毒素として知られている。このため、第一検査室では京都市中央卸売市場内に流通している二枚貝について、貝毒の収去検査を実施しているところであるが、これまで、麻痺性貝毒及び下痢性貝毒に関しては公定法に従い、マウス毒性試験法により分析を行ってきた。このうち、下痢性貝毒であるオカダ酸群(OA, DTX-1, DTX-2)について、EUで分析機器による定量法が公定法に採用されたことを受け、平成27年3月に、国からLC-MS/MSによるオカダ酸群機器分析法が通知された。これにより、数年の猶予期間の後、国内の下痢性貝毒検査は機器分析法に完全移行することとなるが、機器分析法を行政検査に用いるためには、各検査機関において、検体種ごとに試験法の妥当性を評価し、通知の定める基準(表1)を満たすことが求められている。そこで今回、この機器分析法について、精度管理基準を満たすことができる条件を探索した後、妥当性評価を実施し、検査室に導入することを目的に検討を行った。

2 方法

(1) 試験溶液の調製

試料2.0gを量り採り、メタノール9mLを加え、ホモジナイズした後、室温で9,000rpmで3分間遠心分離し、上清をとった。沈殿に90%メタノール9mLを加えホモジナイズした後、同様に遠心分離した。得られた上清を合わせ、90%メタノールを加えて正確に20mLとした。この内、2mLを分取し、2.5M水酸化ナトリウム0.25mLを加え、76°Cで40分間加水分解した。放冷後、2.5M塩酸0.25mLを加えて中和し、n-ヘキサン2.5mLを加えて振り混ぜた後、4,200rpmで3分間遠心分離し、n-ヘキサン層を除去した。再びn-ヘキサン2.5mLを加えて振り混ぜた後、4,200rpmで3分間遠心分離し、エタノール・水層を分取した。蒸留水2.5mLを加えて良く混和したものを、予めメタノール3mL、蒸留水3mLでコンディショニングしたODS精製カラムに負荷した後、容器を40%メタノール2mLで2回洗い込み、洗液もカラムに負荷した。カラムを水3mL、40%メタノール3mLで順次洗浄した後、90%メタノール3mLを注入し、溶出液を40°C以下で減圧濃縮後、窒素気流下で溶媒を完全に除去した。残留物をメタノール2mLに溶解し、これをDISMIC-13HP(PORE SIZE:0.20µm)に通じたものを試験溶液とした。

(2) 測定条件

- ア カラム：X-Bridge (Waters 社) 2.1 mm i.d. x 150 mm, 粒子径 3.5 μm
 イ 移動相：0.05 vol %アンモニア水 (A 液) 及びアセトニトリル (B 液)
 ウ 流速：0.2 mL/min
 エ カラム温度：40 $^{\circ}\text{C}$
 オ グラジエント条件

時間 (min)	0	2.5	5	25	25.01	30	30.01	35
B 液 (%)	20	20	30	30	100	100	20	20

- カ 注入量：3 μL
 キ イオン化法：エレクトロスプレーイオン化(ESI)法
 ク インターフェイス電圧：- 3.5 kV(Negative mode)
 ケ ネブライザーガス流量：3.0 L/min
 コ ドライニングガス流量：15 L/min
 サ ヒートブロック温度：400 $^{\circ}\text{C}$
 シ DL 温度：250 $^{\circ}\text{C}$
 ス 検出条件

分析対象物質	ESI	プリカーサイオン	CE	プロダクトイオン
OA	-	803.5	54	255.2
			70	113.1
DTX1	-	817.5	68	113.1
			55	255.2
DTX2	-	803.5	70	113.1
			54	255.2

3 結果・考察

国の通知による LC 条件は移動相にギ酸を含有した酸性溶液を用いており、グラジエント条件は有機溶媒濃度 40 %を 2.5 分間維持し、40 ~ 100 %までの濃度勾配を 5 分間行うというものであるが、この条件を用いてオカダ酸群標準溶液の測定を行ったところ、通知の求める下限である 0.01 mg/kg 相当濃度(1 ng/mL)において定量に十分なピークが観測されなかった。また、溶媒希釈標準溶液と、ホタテ試験溶液を用いて作製したマトリックス添加標準溶液を比較したところ、DTX-2 で 1.854 と大きなマトリックス効果が見られた (表 2)。そこで感度とマトリックス効果についての問題点を解決するため、LC 条件の検討を行った。

まず、感度に関して、今回測定対象であるオカダ酸群は 3 種類ともカルボキシル基を持つため、ESI においてはネガティブモードによるプロトン脱離によりイオン化が起りやすい。プロトン脱離によるイオン化は、イオン化時の pH が分析対象物の pKa より高い場

合に効率よく起こるため、移動相を通知のギ酸含有酸性のものから、水相に 0.05vol %アンモニア水、有機相にアセトニトリルを用いる塩基性条件に変更した。また、これに伴い、分析に用いるカラムも耐塩基性 ODS カラムに変更した。その結果、通知の求める下限である 0.01 mg/kg 相当濃度(1 ng/mL) においても S/N 比が 10 以上のピークが得られるようになった。

次に、マトリックス効果を改善するための検討を行った。通知法では 5 分間という短時間で 40 ~ 100 %までの濃度勾配を行っているが、今回の検討では分析対象物のオカダ酸群とマトリックスを効率よく分離するため、まず、塩基性条件下でそれぞれのオカダ酸群について、アイソクラティック分析条件を検討した。その結果、OA, DTX-2 については、アセトニトリル濃度が 20 ~ 25 %程度、DTX-2 については 30 %程度のときに良好なピーク形状と適度な保持時間が得られた。そこで、3 成分同時分析にはアセトニトリル濃度 20 %を 2.5 分維持した後、2.5 分で 20 ~ 30 %の濃度勾配を行い、その後 30 %を 20 分間維持する条件としたところ、マトリックス効果は表 2 のように良好となった。

通知法に以上の変更を加え、分析者 1 名が 1 日に標準添加試料 1 個を用いて行う試験を、5 日間繰り返して得られたデータをもとに、真度と室内精度 (RSD%) を求めたところ、表 3 に示すとおりとなった。通常、併行精度 (RSD%) の値は室内精度 (RSD%) の値より小さくなると考えられることから、精度について、通知の求める基準を満足すると考えることができる。また、選択性や定量下限についても通知の求める基準を満たしており、これらから、本検討における分析方法はホタテについて行政検査に用いることが可能となった。

性能基準	
選択性	妨害ピークの面積が、0.01 mg/kgに相当するピーク的面積と比較し1/10未満であること
真度(%)	70 ~120
併行精度(RSD%)	15以下(自由度4以上)
室内精度(RSD%)	20以下(自由度4以上)
定量限界	0.01 mg/kg以下

表1 通知の求める分析法の性能基準

	OA	DTX-1	DTX-2
通知法条件	0.960	0.876	1.854
検討法条件	0.949	1.077	0.937

表2 各LC条件におけるオカダ酸群のマトリックス効果

	真度 (%)	室内精度 (RSD%)	定量下限 (mg/kg)
OA	85.6	10.8	0.01
DTX-1	91.8	11.4	0.01
DTX-2	90.9	8.6	0.01

表3 ホタテ中各オカダ酸群分析法の妥当性評価結果

京都市内における蚊の生息分布調査

○土佐祐輔，長谷昌巳

要約

国内外から多くの観光客が訪れる京都市では，特に外国から持ち込まれ蚊によって媒介される輸入感染症が発生する可能性が高く，あらかじめ蚊の生態調査を行いそのリスクを評価することは公衆衛生学上重要である。今回，京都市嵐山地域における蚊の定期的な採取調査を行ったところ，2015年を通じてヤマトヤブカ，ハトリヤブカ及びトラフカクイカのみを採取することができた。調査期間を通じてヒトスジシマカが観察されなかったことから，同地域でデング熱，チクングニア熱及びジカウイルス感染症が流行する可能性は低いと考えられる。一方で，ヤマトヤブカ及びハトリヤブカの吸血嗜好性については不明な点が多く，実験的にはヒトや家畜から吸血することが知られているため，疾病の媒介昆虫となる可能性は否定できない。今後も同地域及び京都市内での継続的な調査とリスク評価が必要である。

1 諸言

疾病媒介者の生態，分布及び生息数は，昆虫媒介性疾患の発生リスクを予測するうえで重要な基礎情報である。しかしながら，自然界における媒介者の生態についてはこれまで限られた研究しか行われてこなかった。特に京都市域における蚊の生態については，京都市衛生害虫研究会による1962年の報告以来，本格的な調査が行われていなかった。

2014年の採取調査から，我々は京都市内6地点での発生種及び分布についての知見を得た。このうち，特に観光客が多い嵐山地域（右京区保津川川岸）で行われた2度の調査では，ヤマトヤブカのみが採取された一方1962年の報告にみられたハトリヤブカは採取されなかった。過去の報告とは蚊の分布が大幅に異なることから，同地域における蚊の生息数の変化が推測された。

そこで今回，嵐山地域における蚊の継続的な生息調査を行うこととした。これにより同地域における蚊の分布と生息数を明らかにし，京都市における感染症予防の一資料とすることを目的とした。

2 方法

(1) 採取場所

嵐山地域の川岸岩溜水の定点を定め（35° 0'N; 135° 40'，図 1），毎月1回ボウフラを採取した。この採取地点は岩石に覆われ，樹木などは見られない。また，採取地点から川を挟んだ北側及び道路を挟んだ南側は木本類に覆われ日陰となっており，イエカ属

及びヤブカ属の好適な生息地域となっている。

(2) 採取空間及び時間

この採取は2015年7月から2016年1月にかけて行った。採取地域で岩間の貯留水の幼虫及び蛹の有無を目視確認し、発見した場合はこれをスポイトで採取した。幼虫については、可能な限り終齢個体を採取した。

(3) 飼育鑑別

採取した幼虫は500ml合成樹脂製容器に入れて衛生環境研究所へ搬送、成虫用ケージ(20×20×30cm)内で容器の蓋を開放して飼育した。飼育条件は室温(9℃から28℃)、餌として乾燥酵母エビオス(アサヒヘルスアンドフード株式会社)を使用した。1962年の報告では幼虫及び蛹の形態鑑別が行われていたが、本調査においては精確性を高めるため、羽化後の成虫形態鑑別を行った。

羽化した成虫は吸虫管で吸引し、-18℃条件下に15分間保存した。これを速やかに実体顕微鏡下で観察し、検索表(福田久子, 2008)に従って鑑別した。採取月別に集計を行い、他月との比較を行った。



図 1 : 嵐山地域の川岸岩溜水の定点

3 結果

調査の結果、ハトリヤブカ、ヤマトヤブカ及びトラフカクイカのみが確認された。

ヤマトヤブカは岩のくぼみに溜まった水によく発生する。樹洞、古タイヤ、石製の手

水鉢や雨水マスなどにも発生する。国内分布は、北海道、四国、九州とされる（福田久子，2008）。吸血嗜好性は明らかでないが，実験的にはヒトや家畜からも吸血することが知られている（津田良夫，2013）。

ハトリヤブカはヤマトヤブカに似た中型の蚊で，岩上の水溜りに多く発生する。時にコンクリート，石などでできた人工容器にも発生し，日本各地に普通に存在する（福田久子，2008）。

トラフカクイカは大型の蚊で，地上の水たまり，流れの緩やかな小川，岩のくぼみ，その他さまざまな自然及び人工の容器に発生する。全国に普通に存在し，幼虫が他種のボウフラを捕食するという特徴をもち（福田久子，2008），ヒトへの吸血例は確認されていない。

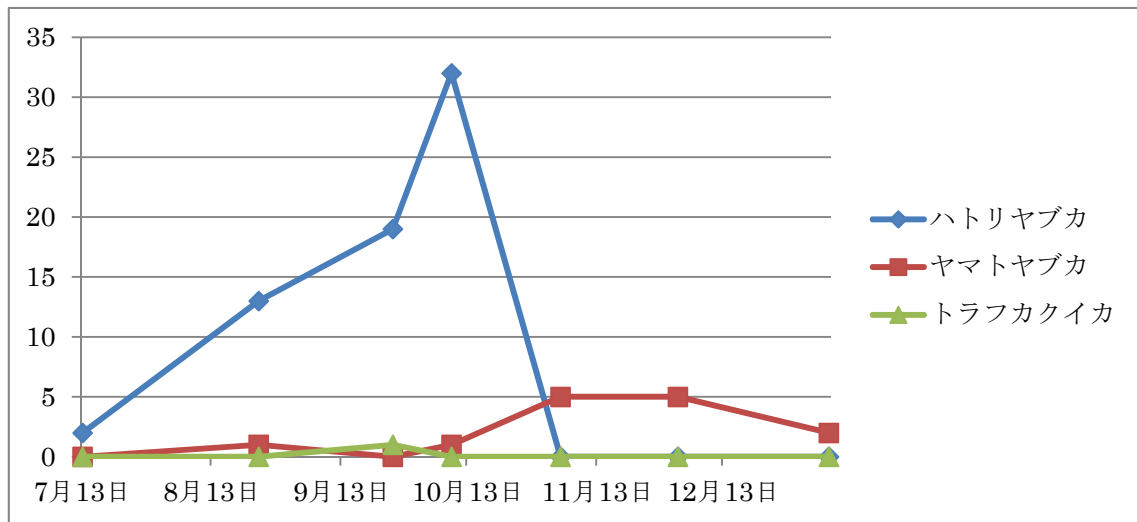


図 2 : 2015 年嵐山蚊幼虫採取結果

4 考察

デング熱及びチクングニア熱の媒介者は，ネッタイシマカ (*Aedes aegypti*) 及びヒトスジシマカ (*A. albopictus*) である（厚生労働省，2016，感染症情報センター，2016）。一方ジカウイルス感染症の媒介者としては，ネッタイシマカ，ヒトスジシマカ，*A. Africanus*, *A. hensilli*, ポリネシアヤブカ (*A. polynesiensis*) が確認されている（厚生労働省，2016）。

今回，京都市嵐山地域における蚊の定期的な採取調査を行ったところ，上記に該当する蚊は採取されなかった。特に日本国内において普通に存在するヒトスジシマカが観察されなかったことから，本地域においてデングウイルス，チクングニアウイルス又はジカウイルスが侵入した場合でも，国内感染が発生する可能性は低いと考えられる。一方で，今回観察されたヤマトヤブカ及びハトリヤブカの吸血嗜好性については不明な点が多いが，実験的にはヒトや家畜から吸血することが知られているため，疾病の媒介昆虫となる可能性は否定できない。今後も本地域における継続的な調査とリスク評価が必要であると考えら

れる。

京都市内には、嵐山地域以外にも海外からの観光客等が多数訪れる地域があることから、次年度以降は、これらの地域における蚊の生息分布調査を実施し、基礎情報としての蓄積を行いたい。

5 参考文献

- (1) 津田良夫 蚊の観察と生態調査 北隆館 2013
- (2) 福田久子 新訂原色昆虫大圖鑑第Ⅲ巻 北隆館 2008
- (3) デングウイルスとは (厚生労働省)
<http://www.nih.go.jp/niid/ja/kansennohanashi/238-dengue-info.html>
- (4) チクングニア熱Q&A (感染症情報センター)
<http://idsc.nih.go.jp/disease/chikungunya/aboutQA/about.html>
- (5) ジカウイルスとは (厚生労働省)
<http://www.nih.go.jp/niid/ja/kansennohanashi/6224-zika-fever-info.html>

食中毒（疑い）事例で検出されたノロウイルス GII 遺伝子型の推移

微生物部門 ○橋本 貴弘, 西中 麻里子, 今江 清朝

1 目的

ノロウイルスは主に冬季に流行し、胃腸炎の原因となるウイルスである。ノロウイルスは 5 つの遺伝子群（genotype GI ~GV）に分類されているが、ヒトに病原性を示すのは GI, GII 及び GIV の 3 群であり、食中毒及び感染症から検出されるほとんどは GI 及び GII に属している。さらに GI は 9 種、II は 22 種の遺伝子型に分類されている。ノロウイルスは 2006 年度と 2012 年度に大流行を起しており、その原因はいずれも GII.4 変異株（Den Haag_2006b, Sydney_2012）であった。しかし、今までに報告のなかった新しい遺伝子型の GII.17 変異株（GII.P17-GII.17）が近年注目を浴びている。GII.17 変異株は 2014 年 3 月に川崎市に搬入された検体から検出され、新規遺伝子型であることが報告された。その後、2014 年に全国で流行していたことが確認され、日本以外でも検出が報告されている。そこで今回、当部門に搬入された食中毒（疑い）事例で検出したノロウイルス GII の遺伝子型を調査したので報告する。

2 方法

(1) 検査材料

2012 年 1 月から 2015 年 12 月までに食中毒（疑い）事例として搬入され、ノロウイルス陽性となった 104 事例のうち、GII 陽性（GI との混合事例も含む）と判断された 98 事例 172 検体を対象とした。

(2) 検査方法

検体を PBS(-)を用いて 10%乳剤とし、QIAamp Viral RNA Mini Kit を用いて RNA を抽出した。その後、キャプシド領域をターゲットとするプライマー（G1-SKF/G1-SKR 及び G2-SKF/G2-SKR）を用いて RT-PCR を行った。得られた増幅産物を精製後、ダイレクトシーケンス法を実施し、塩基配列を決定した。決定した塩基配列はノーウォークウイルス（ノロウイルス）の遺伝子型（2015 年改訂版）（IASR 2015 年 9 月 8 日掲載）を参考に、Norovirus Genotyping Tool Version1.0 (<http://www.rivm.nl/mpf/norovirus/typingtool>) によって遺伝子型分類を行った。

3 結果

2012 年から 2014 年の事例では GII.4 が検出した遺伝子型のほとんどを占めていた。しかし、2015 年 1 月から 5 月の期間では GII.17 が GII.4 の事例数を逆転し、優位となっていることが分かった。（図 1）

年次毎の GII 遺伝子型の検出事例の割合を見てみると、2012 年及び 2013 年は GII.4 がほとんどを、また 2014 年も半数近くを占めるのに対し、2015 年は GII.4 は 3 割程度に減少し、GII.17 が半数以上を占めていた。（図 2～5）しかし、2015 年の 6 月からは GII.17 は検出されず、また 11 月からは GII.4 のみの検出となった。（図 1）

2015 年に検出された GII.4 を Norovirus Genotyping Tool で解析すると、すべて 2012 年に流行した型（Sydney_2012）と近縁であった。

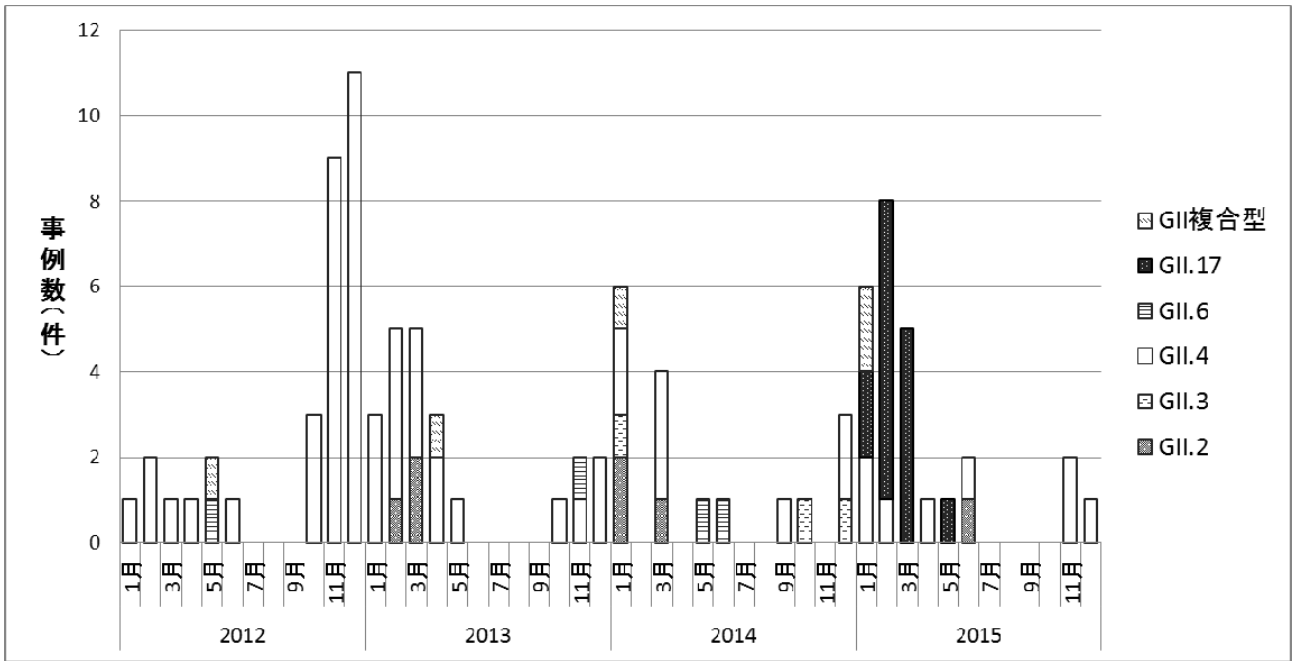


図1 ノロウイルス GII 遺伝子型の推移 (2012年1月～2015年12月)

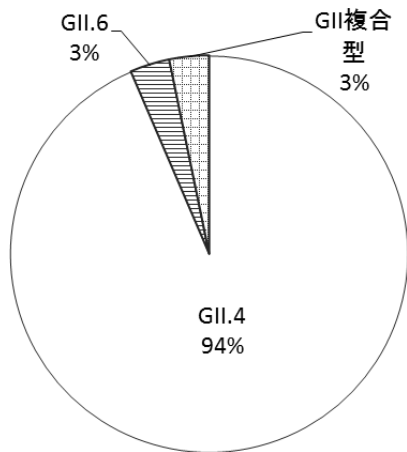


図2 2012年 GII 遺伝子型別事例

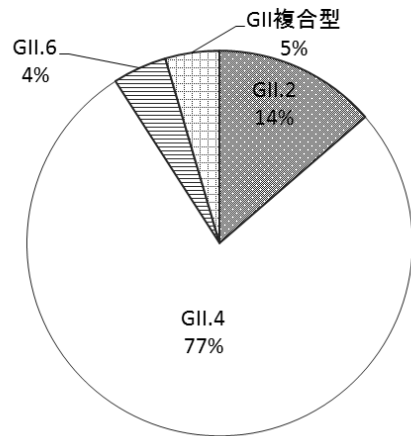


図3 2013年 GII 遺伝子型別事例

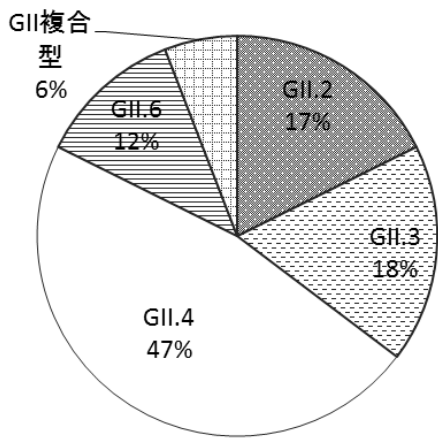


図4 2014年 GII 遺伝子型別事例

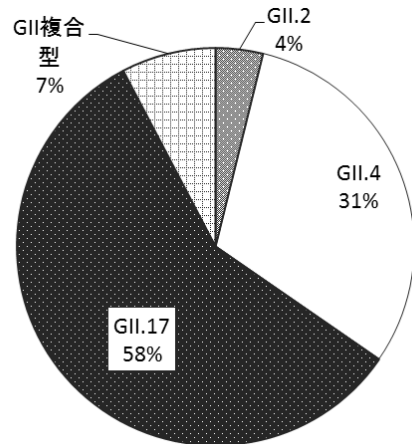


図5 2015年 GII 遺伝子型別事例

4 考察

GII.17 はもともと全国的に検出数の少ない遺伝子型であり、京都市内で最近の検出記録はなかった。しかし、今回の解析結果を見てみると 2015 年 1 月から急激に GII.17 の検出事例数が増加しており、今までの主な流行型であった GII.4 の検出事例数を大きく上回った。GII.17 は国内の他地域でも検出が報告されていることから全国で広く流行していたことが考えられた。

2014 年から全国的に流行し始めた GII.17 変異株はノロウイルス簡易検査キットで検出できない場合があることが報告されており、実際に簡易検査キットでノロウイルス陰性と判断されていた検体が当部門でリアルタイム PCR を使用して検査した結果、ノロウイルス陽性となる場合もあった。GII.17 変異株はその免疫を持っていない人が多いこともあり、今後、GII.4 とともに流行が予想される遺伝子型のひとつである。京都市では 2015 年冬季、GII.17 の検出例はないが、全国では GII.17 の発生が報告されており、今後、全国と同様に京都市内でも GII.17 の発生と流行の可能性があり注意が必要である。

また、2015 年に検出された GII.4 についてはノロウイルスが大流行した 2012 年と近縁の変異株であった。GII.4 は今まで新たな変異株が 2～3 年という短い期間で出現してきており、それが流行拡大の原因となっている。しかし、2015 年に検出された GII.4 は 2012 年と近縁の型であり、前回から新たな変異株が出現するのに十分な年月が経過していることから、新たな変異株が近く出現する可能性が高く、今後の動向に注意が必要である。

今回、京都市内での検出状況を調査することで、GII.17 が京都市内でも検出されており、今後も発生する可能性があること、また、GII.4 の新たな変異株が現れる可能性があることが示唆された。今後も引き続き、ノロウイルスの遺伝子型を調査していくことで流行型の動向について注視していきたい。

地方衛生研究所全国協議会近畿支部精度管理事業(含：模擬訓練)実践報告

管理課 疫学情報

○清水英信, 石田由貴子, 北村喜一,
平河勝美, 池永充宏(中京保健センター)

【はじめに】

地方衛生研究所全国協議会近畿支部疫学情報部会では、健康危機事象の発生を想定した模擬訓練(※)を毎年継続してきた。さらに平成26年度からは地域保健総合推進事業実施計画書の中で精度管理事業(理化学分野)を行うこととされ、疫学情報部会が精度管理事業(理化学分野)の統括を引き受けることになった。

これまでの模擬訓練及び新しく行う精度管理事業(理化学分野)の実施について地方衛生研究所全国協議会近畿支部で検討を行った結果、内容的にはこれまでの模擬訓練を継承し、健康危機事象から原因物質の特定を行った上で定量等を行い、精度管理としても成り立たせることとなった。さらに各地研の内部事情がそれぞれ異なることから、取組み方法を下記の3つから選択できることとした。

- ①模擬訓練のみに参加
- ②精度管理のみに参加
- ③両方に参加

当疫学情報担当は平成26年及び27年の2年間にわたり、疫学情報部会長として新しく行うこととなった上記事業の企画、準備、各地研の実施支援、分析、総括などを行った。

本報告では、この事業に関する2年間の経過を振り返り、目的を達成した点や残された課題を明らかにする。

※模擬訓練：健康危機事象が発生した場合の各地衛研対応体制について点検し、各自治体における「危機管理マニュアル」等の確認を行うことを目的として、例年、疫学情報部会長を担当する地研がシナリオ、試料を作成し、各地研がシナリオから原因物質を想定、検査を行いかつ体制等の確認を行っている。

【実施方法】

(1)参加形態について

事前に参加対象施設17地研及び3検疫所に問い合わせを行った結果、参加形態及び参加施設数は表1のとおりであった。

参加形態	H26年度	H27年度
模擬訓練のみに参加	7	7
精度管理のみに参加	5	3
両方に参加	5	6

表1 参加形態及び参加施設数

(2)模擬訓練シナリオ及び試料について

模擬訓練及び精度管理(理化学分野)双方の検査が行えるよう健康危機事象のシナリオ及び試料の検討・作製を当研究所生活衛生部門の協力を得て行った。

- ・平成26年度
 - 広域にわたり発生した食中毒様事象
(ミネラルウォーターに農薬が混入)
- ・平成27年度
 - 有症苦情から探知した添加物不正使用
(マグロのたたきに着色料使用)

(3)模擬訓練及び精度管理の実施方法(当日)

あらかじめ実施日前日までに参加施設に試料を送付した上、実施日当日にシナリオをメール配信した。

参加施設ではそれぞれの参加形態に応じて検査及び物質の特定等を行った。

(4)結果の報告

検査終了後、参加施設から結果報告書及び事後アンケートが事務局へメール送付され、折り

返し模擬訓練参加施設に対しては事務局から回答メールを送付し、終了とした。

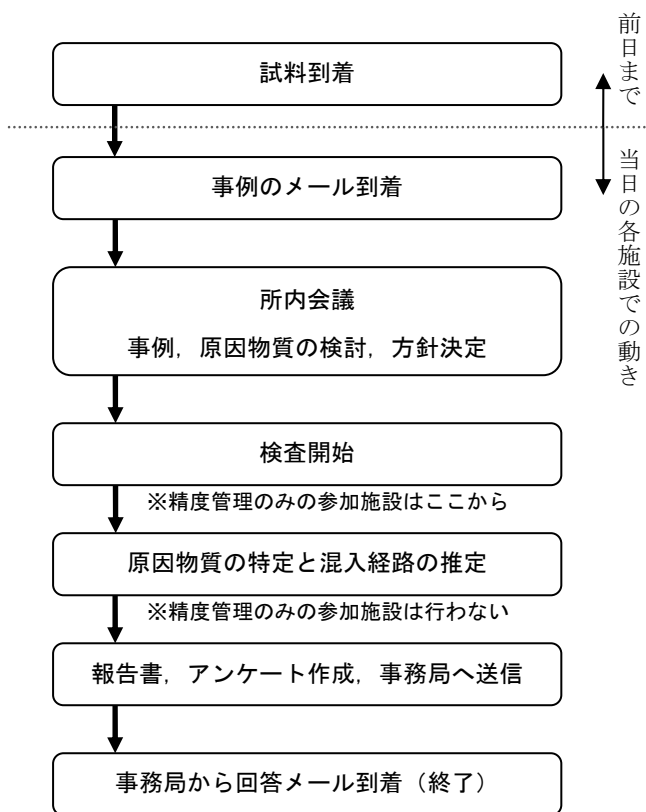


図1 参加施設での流れ

【結果及び実施後のアンケートについて】

結果について平成26年度は全ての参加施設が原因物質を特定し、定量を行うことができたが、平成27年度はシナリオの健康危機事象から原因物質の着色料の特定に至らない施設が数件あった。

事後アンケートでは平成26年度、27年度ともにマニュアルや体制の見直しの必要性を感じたと回答した施設が複数あった。また原因物質の検査体制そのものが整備されていない施設もあり、現状を認識するきっかけとなったという回答もあった。

【問題点】

一方で参加施設の状況は様々であり、精度管理事業(含：模擬訓練)を実施する上で、以下の

ような問題点があった。

- ・精度管理が理化学分野に限定されているため、原因物質が微生物分野の事例を作製できない。
- ・通常、ほとんどの施設では検査業務のみを行っており、模擬訓練のように物質の混入経路までを推測した上で、検査を行う業務は行っていない。
- ・試料作製はもとより、事例の検討及び作成についても理化学部門の大きな協力が必須。
- ・参加形態やそれぞれの施設の事情に合わせて対応を行うため、事務局ではメール配信、データ集計等、膨大な業務量となった。
- ・模擬訓練、精度管理それぞれの性質上、両方を行える試料およびストーリー作成には無理がある。

【まとめ】

従来の模擬訓練は参加した参加施設にとって、日常の業務を振り返り、マニュアルやSOP(標準作業書)などの問題点発見の良い機会となってきた。

しかしながら、平成26年度から精度管理事業と模擬訓練を合わせることとなり、様々な問題点が浮かび上がった。

疫学情報部会長としての役割は本年度で終了となり、来年度以降は一地研として精度管理事業(含：模擬訓練)に参加することとなる。

この2年間の経験を次年度に引継ぎ、業務の問題点が発見できる、より良い精度管理事業(含：模擬訓練)を行えるよう、疫学情報部会でさらに議論を行っていきたい。

京都市の感染症発生状況に対する感染症流行モデルの適用

○平河勝美（管理課疫学情報担当）

<はじめに>

感染症発生動向調査においてはアウトブレイクの早期探知が重要であり、そのためにはモニタリングデータを〈人〉、〈時〉、〈場所〉によって分析し、解釈することが基本とされる。これに基づき、地方感染症情報センターでは、データを性別・年代別に分類したり、過去5年平均値と比較したり、近隣他府県や全国の状況と比較するなどの分析が行われ、結果の解釈が検討されている。

しかし、これらルーチンの分析に加えて、その週末までの報告数から今後どう変動するかが何らかのエビデンスに基づいて予測できれば、発生動向をいっそう的確に把握でき、また、市民に対する注意喚起のタイミングもより適切に見極められるであろう。

そこで本報告では、数週間程度の発生動向をある程度予測する方法について検討する。

<方法>

1 分析対象

インフルエンザを対象とし、京都市のインフルエンザ定点あたり報告数（以下、報告数）のうち、2010年第1週～2015年第53週（週数で313週、シーズン数で5シーズン）を用いる。なお京都市内のインフルエンザ定点医療機関数は、68である。

2 分析方法

単純集計を行う他、時系列分析加法モデルの方法を参照して分析する。

<結果と考察>

1 分析対象の概況

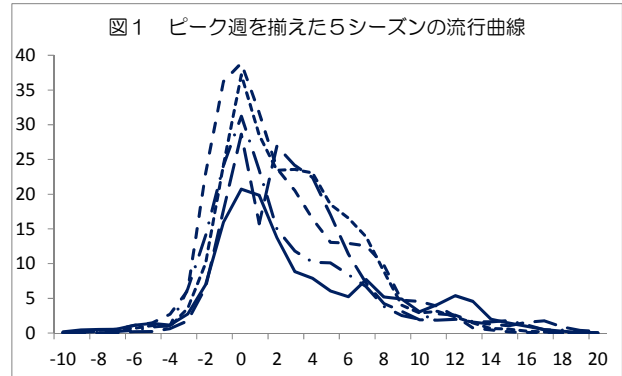
313週の報告数の平均値は3.48で、中央値は3.58、最大値は38.89であった。また、313週のうち68週で報告数が0であった。

各シーズンの最多報告数は、順に、20.73、38.89、31.22、37.19、28.63で、平均31.33であった。

2 平均流行曲線とその分割

5シーズンは流行のタイミングも流行曲線の形も異なっているが、最多報告数の週（以下、ピーク週）が1回あることは共通している。そこでピーク週を揃えることにより周期変動を修正した上で分析を行うことにした（図1）。

次に、図1の5シーズンを平均した流行曲線を作



り、そこに報告数1.0と報告数3.48の線を加えた（図2）。報告数1.0はインフルエンザの流行期に入った目安とされており、ここでも1.0を超えてから次に1.0を下回るまでの21週間を流行期とした。また、313週の平均3.48で区切るのは時系列分析のseasonalに準じたもので、3.48を超えて次に3.48を下回るまでの13週間をシーズン期とした。

以上により、流行期は4期に分けられた。

I期：1.0を超えてから3.48までの2週間

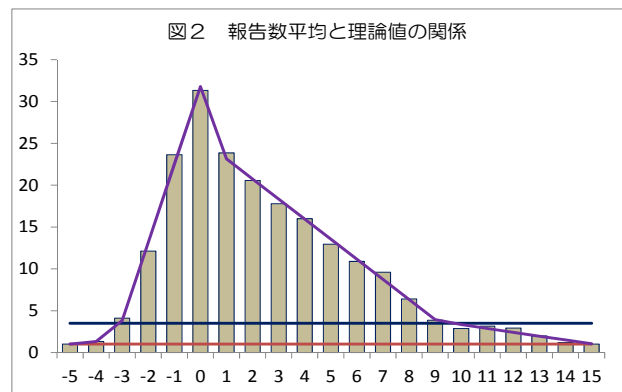
II期：3.48を超えてからピーク週までの4週間

III期：ピークを過ぎてから3.48までの9週間

IV期：3.48を下回ってから1.0までの6週間

3 報告数平均値と理論値の比較

上記の4期それぞれについて回帰分析を行ったところ、決定係数は、I期1.0、II期0.99、III期0.99、IV期0.85と高い値になった。そこで、各期の回帰式から算出した回帰値を合成して流行期全体の理論値とし、5シーズンの報告数平均値との関係を見ると、これも相関係数0.998と、高い値になった（図2）。



以上のことから、インフルエンザに関しては、流行期を4分割して得られる理論値によって、発生動向をある程度予測できるのではないかとと思われる。

牛枝肉のサルモネラ拭き取り調査

食肉検査部門

○浜田 絢也, 中森 健人, 児玉 泰輔, 小野寺 佳隆, 力身 寛

1 目的

平成 27 年 4 月 1 日から「と畜場法施行規則」が一部改正され、新たに HACCP を用いて衛生管理を行う際の基準が加えられた。当施設も平成 30 年度から新施設に移転し、アメリカ等海外に向けた輸出を目指しており、HACCP システムの構築を行っている段階である。また、「対米輸出食肉を取り扱うと畜場等の要綱」において指名検査員が HACCP システムの検証を行う目的で枝肉のサルモネラ検査を行うことが規定されている。

当調査は、現段階でのサルモネラの調査を行うことで衛生管理手法の検証を行うとともに、データを集積し今後の対米輸出に係るサルモネラ検査における指標とすることを目的とした。

2 方法

- (1) 調査期間 平成 27 年 9 月から平成 27 年 11 月まで
- (2) 材料 解体処理を全て終え、予冷庫に搬入された牛枝肉 82 頭の拭き取り検体
(牛枝肉の臀部、腹部及び胸部各 100cm²)
- (3) 調査方法

本調査は「米国農務省食品検査局 (FSIS) のサルモネラ検査法」及び「国立医薬品食品衛生研究所のサルモネラ属菌標準試験法」に準じて実施した。

牛枝肉の臀部、腹部及び胸部各 100cm² をスポンジ (Whirl-Pak® Speci-Sponge®, Nasco) で拭き取り、拭き取った検体を一つにまとめ、緩衝ペプトン水 (BPW) を加えスタマッカー処理後 37°C、20~24 時間で前増菌培養した。前増菌した BPW をテトラチオネート (TT) ブイヨン 10ml およびラパポート・ヴァシリアディス (RV) ブイヨン 10ml にそれぞれ 1ml、100µl 接種し、42°C、20~24 時間で増菌培養した。その後、増菌培養液をブリリアントグリーン・スルファピリジン (BGS) 寒天培地に塗抹し培養、疑わしいコロニーが存在する培地について最大 5 個のコロニーを釣菌し、TSI 培地および LIA 培地に接種し典型的なサルモネラ属菌の性状を示すコロニーに対してサルモネラ免疫血清 (デンカ生研) を用いて血清型別を決定しサルモネラと同定した。

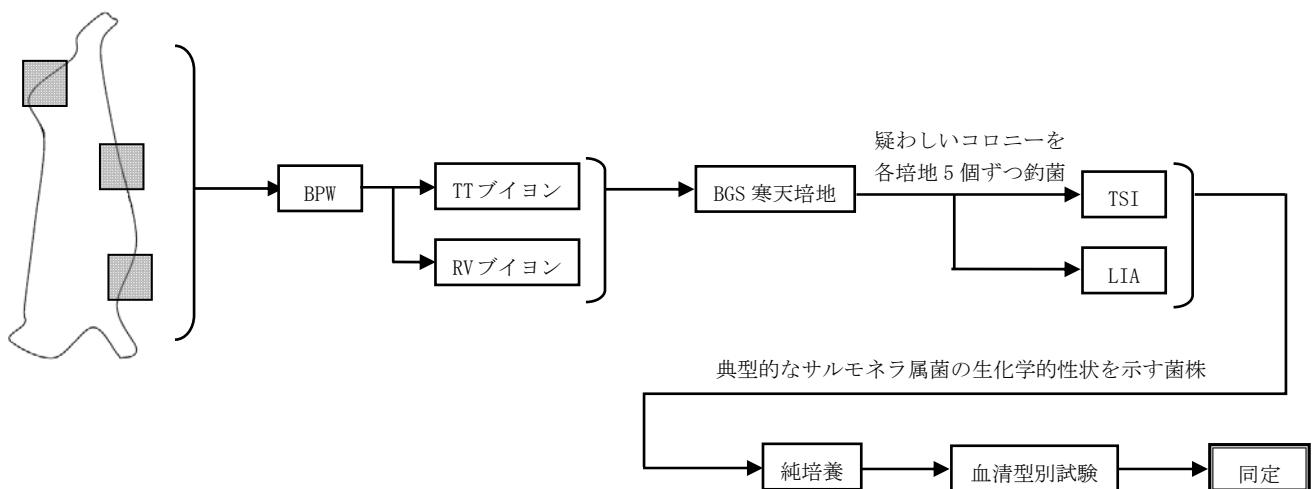


図. サルモネラ拭き取り検査の手順

3 調査結果

牛枝肉の拭取り 82 検体からサルモネラは分離されなかった。

表 1. サルモネラ拭き取り検査結果

拭取り年月日	検体数	分離数
平成27年9月24日	10	0
平成27年10月6日	10	0
平成27年10月8日	10	0
平成27年10月16日	10	0
平成27年10月20日	10	0
平成27年10月22日	10	0
平成27年10月30日	10	0
平成27年11月9日	12	0
計	82	0

4 考察・展望

今回の結果では調査した 82 検体でサルモネラは分離されなかったが、これは「対米輸出食肉を取り扱うと畜場等の要綱」で規定されるサルモネラ達成規格値（表 2）を満たしているといえる。しかし調査期間が 10 月を中心に偏ってしまったため、食中毒菌の増殖しやすい夏季及び生体外皮への糞便の固着（ヨロイ）が増加傾向にある冬季における調査も今後必要である。

また、対米輸出認可における厚生局の査察対象が指名検査員によるサルモネラ検査の実施も含まれること、さらに厚生労働省としても指定検査機関並みのレベルを求めていくとしていることから、当所でもサルモネラ検査に関する標準作業マニュアルの再整備や培地の管理等の準備を進めていく必要がある。

表 2. サルモネラ達成規格値

製品分類	達成規格値 (サルモネラ陽性率)	検査検体数	最大許容 検体数
去勢牛肉／未経産牛肉	1.00%	82	1
廃用牛肉／種雄牛肉	1.70%	58	2

光化学オキシダントの環境改善効果を適切に示すための新指標による集計結果について

環境部門 大気常時監視担当 三浦潤子

1. はじめに

我が国においては、大気汚染防止のための様々な取り組み強化によって、光化学オキシダント(Ox)の前駆物質である揮発性有機化合物(VOC)や窒素酸化物(NOx)の大気中濃度が減少しているにも関わらず、光化学オキシダントについては、昼間の日最高1時間値濃度の年平均値漸増傾向や注意報発令地域の広域化が見られ、また環境基準達成率も極めて低い水準にとどまっている。

京都市内においても、全国と同様の状況であり、光化学オキシダントの環境基準達成率は0%である。

このような中で、従来の光化学オキシダント濃度の指標としては、「環境基準の達成状況」、「光化学オキシダント注意報等の発令状況」、「昼間の日最高値1時間濃度の年平均値」などを用いてきたが、気象要因による年々変動が大きく、長期的な環境改善効果を適切に示す指標となっていないことが問題点として指摘されている。

そこで国(環境省)は、「光化学オキシダント調査検討会」を設置し、前駆物質削減対策によるOx濃度の改善傾向などOxの長期的トレンドを評価するための指標の作成について検討をすすめてきた結果、新たに日最高8時間平均値の年間99%タイル値の3年平均値を指標として活用することが提案され、新指標として平成26年9月26日付けで通知された。

今回、京都市データを用いて新指標による集計を行い、評価をした。

2. 方法

2003年度から2014年度までの12年分のオキシダント1時間測定値を用いて、下記の算出手順で指標値を求めた。

なお、京都市の大気常時監視測定局のうちオキシダント測定局は9局あるが、代表局として壬生局(衛研設置)のデータを用いた。

(算出手順)

- ①オキシダント濃度の8時間移動平均値を算出する。
- ②日最高8時間値を算出する。
- ③日最高8時間値の年間上位1%を除外した値(年間99%タイル値)を求める。
- ④年間代表値(99%タイル値)を3年平均し、指標値とする。

3. 結果

指標値(3年平均値)は、最高値が98.4ppb(2005~2007年度)で、最低値が82.3ppbであった。日本では新指標についての評価基準値が未設定であるため、USEPA(米国環境保護庁)の基準値である75ppbと比較したところ、全年度において基準値超過であった。

引用文献

- 環境省：「光化学オキシダントの環境改善効果を適切に示すための指標(中間とりまとめ)について」(平成26年9月26日環水大大発第1409262号)
- 大泉毅他：「我が国の光化学オゾン汚染の8時間平均値による評価」, 大気環境学会誌第48巻第4号(2013)

京都府環境を守り育てる条例における敷地境界線上 ホルムアルデヒドの分析方法の検討

環境部門 伊藤裕美（伏見区役所保健部）

I はじめに

京都府環境を守り育てる条例施行規則別表第4（第5条関係）には、ホルムアルデヒドに規制基準が設けられ、その測定方法が定められている。しかし、敷地境界線上の濃度測定法として指定されている悪臭物質の測定の方法（昭和47年環境庁告示第9号）別表第4に定めるアルデヒド類の測定方法（以下「告示法」という。）にはホルムアルデヒドは含まれていないことから、今回、告示法でホルムアルデヒドの分析が可能か検討を行った。

II 実験方法

1 試薬および標準品

ア ホルマリン：ナカライテスク製 37%ホルマリンをホルムアルデヒドの標準原液として用いた。

イ N,N-ジメチルホルムアミド（ナカライテスク製スペクトル用特製試薬）

ウ 酢酸エチル（東京化成工業(株)99%）

エ 超純水：ELGA 製超純水製造装置で製造したもの

オ 試料濃縮管：島津製作所製 S 用濃縮管に GL サイエンス(株)製 Uniport HP 60/80 を詰めたもの

カ 活性炭：GL サイエンス(株)製 Active Carbon 60/80

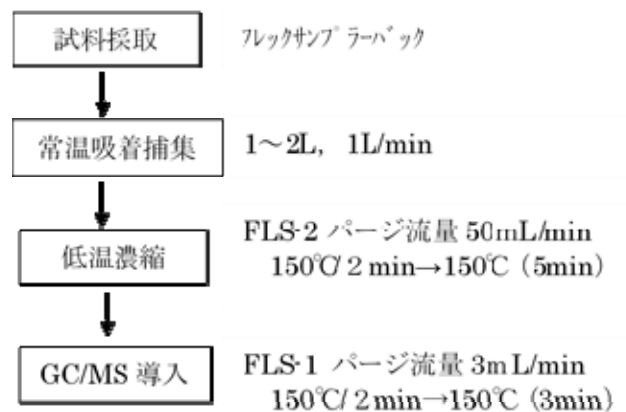
キ 多孔性シリカビーズ：GL サイエンス(株)製 UNCOATED SILICA X-005 100-300 ミクロン（以下「X-005」という）

ク ポーラスポリマービーズ：GL サイエンス(株)製 Tenax TA 60/80（以下「Tenax TA」という）

2 使用機器とその操作条件

① 島津製作所製 GCMS-QP2010PLUS
島津製作所製 加熱脱着装置 FLS-1
および FLS-2

② 操作方法及び FLS-1, -2 条件



③ GC-MS 条件

GC/MS条件	
使用カラム	SPB-1 (SUPELCO製, 60m × 0.53mm × 5.0um)
イオン化電圧	70eV
試料導入方法	スプリット(1:2)
カラム温度 *	55.0°C(3.2min)→10°C/min→75°C→40°C/min→210°C(3.5min)
気化室温度	180°C
キャリアーガス	He 40kPa(定圧力)
インターフェース温度	230°C
イオン源温度	200°C
検出モード	SIM
モニターイオン	m/z29, 30

*カラム温度は、35.0°C(1.5min)→10°C/min →75°C→40°C/min→210°C (3.5min) でも検討した。

④ 定量は絶対検量線法で行った。

III 結果と考察

1 告示法に従い、溶媒を N,N-ジメチルホルムアミドおよび超純水とした場合、

N,N-ジメチルホルムアミドでは妨害ピークの影響が、超純水では連続測定時の再現性悪化が強く見られた。また、告示法による捕集管（内径 4mm のほう珪酸ガラス管に Tenax TA, X-005, 活性炭を各 0.2 g ずつ充填したもの）を使用すると目的ピーク直後に妨害ピークが出現し分離が困難であった。

2 溶媒を酢酸エチルに変更し、捕集管の充填剤を Tenax TA, X-005 の各単体として検討を行ったところ、いずれにおいても妨害ピークの低減と再現性の改善が見られた。

3 定量用の検量線として、充填剤に Tenax TA, X-005 各単体 (0.6g) を用いた捕集管を作成し、そのそれぞれについて添加量 $0.0091 \mu\text{l} \sim 0.364 \mu\text{l}$ (0°C , 1 気圧換算) の範囲でレベルを 8 段階作成し測定したところ、相関係数は各々 $R^2 = 0.99$ 以上を示した。そのうち、検量線の傾きがより高濃度まで一定していた Tenax TA を充填した捕集管を使用した場合、装置検出下限値は $0.00065 \mu\text{l}$ であった。

4 添加回収試験

Tenax TA を充填した捕集管に $0.0128 \mu\text{l}$ (0°C , 1 気圧換算) のホルムアルデヒドを含む $0.7 \mu\text{l}$ の標準液を添加し、その先に無添加の捕集管を連結して、回収実験を行った ($n=7$)。回収率は 71.1%~105.3% (平均 86.9%) となった。

5 保存性

参考文献に捕集管は強光にさらすとアルデヒド類が発生したり捕集したものが分解する恐れがあるとの記述があったため遮光して取扱った。捕集管は両端を密栓していたものの不十分なのか室温に数日

保存するとブランク値が上昇した。

IV まとめ

- 告示法のままでは、妨害ピークや再現性の不良によりホルムアルデヒドの分析は困難であった。
- 標準試料溶媒の変更および試料捕集管の変更等により、現状では定量下限値が高いものの、ホルムアルデヒドの京都府環境を守り育てる条例における定量が可能であることが示唆された。
- 今後、更なる分析条件の最適化を行うとともに、破過の確認や保存性試験、実際のサンプルを用いた確認等を行い、実測定に使用できるようにしたい。

参考文献

- 特定悪臭物質の測定の方法（昭和 47 年環告第 9 号）
- 特定悪臭物質測定マニュアル（(財) 日本環境衛生センター編集）
- 化学物質環境実態調査実施の手引（平成 20 年度）分析実務者のための環境技術法（(社) 日本環境測定分析協会編集）

有害大気汚染物質モニタリングの調査結果について

環境部門 和田 好生

1 はじめに

有害大気汚染物質モニタリング調査について、当研究所において大気汚染防止法に基づき平成9年度から順次、優先取組物質の環境モニタリングを開始し、現在は21物質について市内4地点、月1回の調査を行っている。

瀧野らの手法を参考にして⁽¹⁾、既報⁽²⁾以降の平成15年度からの測定物質の経年変化や、直近5年間(平成22~26年度)の調査結果について月別変動、測定物質間の相関を解析した。

2 調査方法

(1) 調査地点及び調査開始期間

現在の調査地点は表1のとおりである。これらの地点で月1回、24時間サンプリングの調査を行っている。

(2) 調査対象項目

表2に調査対象項目21物質を示した。一般環境地点の市役所は21物質すべて調査しているが、それ以外の地点では、実施していない項目もある。

(3) 分析方法

分析方法は、環境省の「有害大気汚染物質測定方法マニュアル」⁽³⁾に基づいており、その概要を表2に示す。

3 調査結果及び考察

(1) 環境基準値及び指針値との比較

調査対象項目のうち、環境基準値または指針値(以下、「環境基準値等」とい

う)が設定されているものを表3に示した。

平成15年度以降で環境基準値等を超過したのは、平成15~16年度における道路沿道の自排大宮のベンゼンのみで、これを除く全項目で環境基準値等は満たしていた。

(2) 年平均値の経年変化

いくつかの項目について特徴的な変化が見られた。

ア 道路沿道の自排大宮及び自排山科では、ベンゼン、1,3-ブタジエンは低下傾向にあるものの、他の種類の調査地点より高い値であった。これは自動車排ガスの影響を受けていることが推察される。

イ ベンゾ[a]ピレンは自排大宮が一般環境の市役所より高かった。その要因として、ベンゾ[a]ピレンは自動車排ガスが発生源になっていることが推察される。

ウ 美化センターではトリクロロエチレン(平成20年度以降)が、自排大宮ではテトラクロロエチレンが他の調査地点より高値で推移している。これは、両項目とも溶剤等として使用されることから、測定地点周辺の発生源の影響を受けていることが推察される。

(3) 月別変動

平成22~26年度の調査地点ごとの月別平均値の変動について、いくつかの項目に

特徴的なピークが見られた。

ア ベンゼン, 1,3-ブタジエン, ベンゾ[a]ピレンは12月～2月の冬季に濃度のピークが見られた。冬季に自動車等の使用が多くなることなどが要因として推察される。

イ アルデヒド類では, 7～9月の夏季にピークが観察された。これらは, 強い日射や高温により光化学反応が活発化することにより生成すると考えられる。

(4) 調査対象項目間の相関

表4に平成22～26年度の各調査地点の調査対象項目間の相関係数を示した。相関係数が0.7以上のものについては強い相関があるとし, 表中に灰色で着色している。相関係数の計算は, この期間中の毎月のデータによって行った。

各調査地点により若干の差異はあるものの, ベンゼンと1,3-ブタジエン間, ベンゼンとベンゾ[a]ピレン間, アルデヒド類であるアセトアルデヒドとホルムアルデヒド間に, また金属類のクロム, マンガン, ニッケル, ベリリウム間に相関が見られた。

4 まとめ

- (1) 環境基準等の評価について, 平成15年度以降で環境基準等を超過した測定対象項目は, 平成15年度～16年度の自排大宮のベンゼンのみ。これを除くすべての項目について, 環境基準等を満たしていた。
- (2) 平成15年度～26年度の経年変化について, 地点による濃度の違いが見られた項目があった。

ア ベンゼン及び1,3-ブタジエン, ベンゾピレンは, 自動車排ガスの影響で道路沿道の地点で高かった。

イ トリクロロエチレンは美化センターで, テトラクロロエチレンは自排大宮で, 周辺の溶剤等を使用する発生源の影響により, 他の地点と比べて濃度が高かった。

- (3) 平成22年度～26年度の5年間の月別変動について, ベンゼン及び1,3-ブタジエン, ベンゾ[a]ピレンは冬季に, アルデヒド類は夏季に濃度のピークが見られた。

- (4) 平成22年度～26年度の5年間の測定項目間の相関について, 自動車排ガスを発生源とするベンゼンと1,3-ブタジエン間, ベンゼンとベンゾ[a]ピレンの間に, アルデヒド類のアセトアルデヒドとホルムアルデヒドの間に, 金属類のクロム, マンガン, ニッケル, ベリリウム間に相関が見られた。

5 参考文献

- (1) 瀧野昭彦・三田村徳子他：滋賀県琵琶湖環境科学研究センター研究報告書第8号, 50-60 (2012)
- (2) 三輪真理子, 松本正義他：京都市衛生公害研究所年報 No.70, 101-109 (2004)
- (3) 環境省水・大気環境局 大気環境課：有害大気汚染物質測定方法マニュアル, 平成23年3月

表1 調査地点一覧

地点名	所在地	設置場所	調査種別	調査開始年
市役所	中京区寺町通御池上ル上本能寺前町488	本庁舎屋上	一般環境	平成15年(2003年)～
自排大宮	中京区錦大宮町116	四条大宮交差点北西角	道路沿道	平成9年(1997年)～
自排山科	山科区榎辻池尻町14-2	山科区総合庁舎 前庭	道路沿道	平成14年(2002年)～
生活環境美化センター (美化センターと略す。)	南区西九条森本町62-1	屋上	固定発生源周辺	平成20年(2008年)～

表2 調査項目及びサンプリング・分析方法

	調査対象項目	サンプリング方法・前処理方法	分析方法
1	塩化ビニルモノマー	キャニスター(容器)採取法	GC/MS法
2	1,3-ブタジエン		
3	ジクロロメタン		
4	アクリロニトリル		
5	クロロホルム		
6	ベンゼン		
7	1,2-ジクロロエタン		
8	トリクロロエチレン		
9	テトラクロロエチレン		
10	クロロメタン(塩化メチル)		
11	トルエン		
12	アセトアルデヒド	固相(DNPH)捕集-溶媒抽出法	HPLC法
13	ホルムアルデヒド	固相(HBr)捕集-溶媒抽出法	GC/MS法
14	酸化エチレン	ハイボリウムエアサンプラーによるフィルタ捕集-溶媒抽出法	HPLC法
15	ベンゾ[a]ピレン	金アマルガム捕集法	加熱酸化冷原子吸光法
16	水銀とその化合物	ハイボリウムエアサンプラーによるフィルタ捕集-圧力容器法 *圧力容器法は、MWIによる酸分解(2種類)である。 ○硝酸+過酸化水素水 ○ふっ化水素酸+硝酸+過酸化水素水	電気加熱原子吸光法
17	クロムとその化合物		
18	ニッケル化合物		
19	ベリリウムとその化合物	水素化物発生原子吸光法	
20	マンガンとその化合物		
21	ヒ素とその化合物		

表3 優先取組物質

物質名	環境基準または指針値(*年平均値)	設定年	
ベンゼン	環境基準 (5物質)	3 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 以下	1996
トリクロロエチレン		200 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 以下	1996
テトラクロロエチレン		200 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 以下	1996
ジクロロメタン		150 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 以下	1999
ダイオキシン類		0.6pg-TEQ/ m^3 以下	2000
アクリロニトリル	指針値 (9物質)	2 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 以下	2003
塩化ビニルモノマー		10 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 以下	2003
水銀及びその化合物		40ng/ m^3 以下	2003
ニッケル化合物		25ng/ m^3 以下	2003
クロロホルム		18 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 以下	2006
1,2-ジクロロエタン		1.6 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 以下	2006
1,3-ブタジエン		2.5 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 以下	2006
ヒ素及びその化合物		6ng/ m^3 以下	2010
マンガン及びその化合物		140ng/ m^3 以下	2014
未設定物質(9物質)			
アセトアルデヒド、ベンゾ[a]ピレン、酸化エチレン、ベリリウム及びその化合物、ホルムアルデヒド、六価クロム化合物、クロロメタン(塩化メチル)、クロム及び三価クロム、トルエン化合物			

表4 調査対象項目間の相関係数

【市役所】

	塩ビモノマー	1,3-ブタジエン	ジクロロメタン	アクリロニトリル	クロロホルム	ベンゼン	1,2-ジクロロエタン	トリクロロエチレン	テトラクロロエチレン	クロロメタン	トルエン	アセトアルデヒド	ホルムアルデヒド	酸化エチレン	ベンゾaピレン	水銀	クロム	ニッケル	ベリリウム	マンガン
塩ビモノマー																				
1,3-ブタジエン	0.244																			
ジクロロメタン	0.009	0.202																		
アクリロニトリル	0.477	0.467	0.245																	
クロロホルム	0.216	0.607	0.199	0.385																
ベンゼン	0.627	0.647	0.238	0.638	0.296															
1,2-ジクロロエタン	0.272	0.102	0.336	0.318	0.436	0.187														
トリクロロエチレン	0.082	0.481	0.119	0.294	0.384	0.302	0.022													
テトラクロロエチレン	0.186	0.431	0.186	0.279	0.086	0.382	0.186	0.310												
クロロメタン	0.220	-0.018	0.219	0.141	0.252	0.162	0.6998	-0.020	0.144											
トルエン	0.366	0.747	0.290	0.595	0.591	0.641	0.074	0.472	0.368	0.015										
アセトアルデヒド	-0.111	0.241	0.180	0.213	0.577	0.016	0.311	0.404	-0.003	0.234	-0.020									
ホルムアルデヒド	-0.235	-0.020	0.147	-0.002	0.485	-0.280	0.253	0.090	-0.042	0.189	-0.115	0.756								
酸化エチレン	0.125	0.334	0.404	0.401	0.535	0.223	0.487	0.249	0.197	0.205	0.253	0.454	0.358							
ベンゾaピレン	0.614	0.503	0.004	0.583	0.284	0.670	0.067	0.264	0.284	0.050	0.606	-0.020	-0.115	0.253						
水銀	0.058	0.018	0.328	0.143	0.397	0.030	0.583	0.025	0.143	0.591	0.017	0.501	0.576	0.352	0.017					
クロム	0.191	0.355	0.113	0.516	0.266	0.307	0.262	0.176	0.183	0.149	0.514	0.286	0.180	0.497	0.514	0.253				
ニッケル	0.136	0.401	0.344	0.521	0.389	0.278	0.416	0.161	0.227	0.209	0.288	0.448	0.350	0.598	0.288	0.338	0.796			
ベリリウム	0.068	0.147	0.133	0.302	0.010	0.233	0.213	-0.019	-0.022	0.149	0.120	0.125	-0.059	0.282	0.120	0.162	0.709	0.603		
マンガン	0.268	0.359	0.160	0.484	0.329	0.336	0.368	0.157	0.118	0.171	0.483	0.360	0.199	0.570	0.483	0.274	0.894	0.807	0.757	
ヒ素	0.264	0.238	0.323	0.321	0.215	0.464	0.495	-0.011	0.072	0.342	0.173	0.105	-0.078	0.407	0.173	0.167	0.254	0.347	0.435	0.421

【自排大宮】

	塩ビモノマー	1,3-ブタジエン	ジクロロメタン	アクリロニトリル	クロロホルム	ベンゼン	1,2-ジクロロエタン	トリクロロエチレン	テトラクロロエチレン	クロロメタン	トルエン	アセトアルデヒド	ホルムアルデヒド
塩ビモノマー													
1,3-ブタジエン	0.337												
ジクロロメタン	0.064	0.241											
アクリロニトリル	0.497	0.472	0.372										
クロロホルム	0.247	0.395	0.271	0.371									
ベンゼン	0.565	0.756	0.355	0.681	0.258								
1,2-ジクロロエタン	0.323	0.281	0.255	0.302	0.492	0.276							
トリクロロエチレン	0.277	0.628	0.398	0.427	0.483	0.600	0.129						
テトラクロロエチレン	-0.017	0.383	0.084	0.190	0.467	0.112	0.236	0.472					
クロロメタン	0.250	0.279	0.167	0.187	0.317	0.300	0.6640	0.033	0.041				
トルエン	0.430	0.486	0.273	0.416	0.498	0.494	0.307	0.480	0.226	0.178			
アセトアルデヒド	0.033	0.196	0.273	0.262	0.614	0.210	0.385	0.313	0.351	0.298	0.490		
ホルムアルデヒド	-0.145	-0.087	0.116	-0.014	0.655	-0.178	0.306	0.043	0.299	0.234	0.248	0.685	
ベンゾaピレン	0.567	0.570	0.073	0.615	0.155	0.733	0.058	0.473	0.016	-0.029	0.391	0.034	-0.236

【自排山科】

	塩ビモノマー	1,3-ブタジエン	ジクロロメタン	アクリロニトリル	クロロホルム	ベンゼン	1,2-ジクロロエタン	トリクロロエチレン	テトラクロロエチレン	クロロメタン	トルエン	アセトアルデヒド
塩ビモノマー												
1,3-ブタジエン	0.170											
ジクロロメタン	0.071	0.302										
アクリロニトリル	0.468	0.489	0.336									
クロロホルム	0.239	0.573	0.276	0.398								
ベンゼン	0.420	0.738	0.353	0.666	0.447							
1,2-ジクロロエタン	0.246	0.047	0.236	0.225	0.562	0.145						
トリクロロエチレン	0.336	0.663	0.324	0.530	0.609	0.577	0.081					
テトラクロロエチレン	0.191	0.526	0.398	0.497	0.573	0.391	0.316	0.704				
クロロメタン	0.138	0.060	0.261	0.118	0.451	0.103	0.6440	0.092	0.058			
トルエン	0.200	0.646	0.459	0.574	0.517	0.598	-0.028	0.713	0.433	0.100		
アセトアルデヒド	-0.019	0.255	0.177	0.112	0.496	0.106	0.184	0.454	0.425	0.234	0.339	
ホルムアルデヒド	-0.162	0.028	-0.023	-0.026	0.401	-0.212	0.268	0.202	0.134	0.355	0.121	0.623

【美化センター】

	塩ビモノマー	1,3-ブタジエン	ジクロロメタン	アクリロニトリル	クロロホルム	ベンゼン	1,2-ジクロロエタン	トリクロロエチレン	テトラクロロエチレン	クロロメタン	トルエン
塩ビモノマー											
1,3-ブタジエン	0.257										
ジクロロメタン	0.162	0.410									
アクリロニトリル	0.648	0.434	0.291								
クロロホルム	0.439	0.302	0.296	0.379							
ベンゼン	0.515	0.755	0.383	0.600	0.244						
1,2-ジクロロエタン	0.292	-0.003	0.381	0.253	0.403	0.104					
トリクロロエチレン	0.332	0.028	0.027	0.237	0.559	0.153	0.136				
テトラクロロエチレン	0.201	0.280	0.307	0.272	0.513	0.178	0.167	0.324			
クロロメタン	-0.047	0.064	0.015	0.018	-0.044	0.168	0.0487	-0.126	-0.143		
トルエン	0.293	0.588	0.676	0.454	0.342	0.558	0.189	0.002	0.330	0.053	

直鎖アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム及びその塩(LAS)の 分析精度の向上に関する検討

環境部門 西村 仁志, 中川 和子(南部環境共生センター), 小林 博恭,
宮尻 久美(京都府保健環境研究所), 水谷 聡之
とおりである。

1 はじめに

平成 25 年 3 月 27 日, 「水質汚濁に係る環境基準についての一部を改正する件」(平成 25 年 3 月環境省告示第 30 号)が告示され、公共水域における水生生物及びその生息又は生育環境を保全する観点から、生活環境の保全に関する環境基準の項目に直鎖アルキルベンゼンスルホン酸及びその塩(以下, 「LAS」という)(表 1)が追加され、基準値が設定された。分析には、液体クロマトグラフ・タンデム質量分析計(以下, 「LC/MS/MS」という)を使用するため、本市においても平成 26 年 9 月に装置を導入し、測定を行っている。

LAS 分析に関して, LAS が容器内壁へ吸着し、回収率が低下することが報告されている²⁾。また, 操作ブランク値が高値になることが多くの分析機関から報告³⁾され, 操作に用いる器具⁴⁾や固相抽出カラム⁵⁾からのコンタミネーションが主な原因と考えられている。今回, LAS の分析精度の向上を目的とし, 各種試料保存容器への LAS 吸着量の確認及び代表的な固相抽出カートリッジのブランク試験を行った。

2 実験方法

機器分析条件を表 2 に, モニターイオンを表 3 に示す。

2-1 試料保存容器への LAS 吸着量の確認

表 4 に示す各種容器をメタノール, 超純水の順に洗浄し, 実験に用いた。実験方法は図 1 に示すとおりである。

2-2 固相抽出カートリッジのブランク試験

使用するガラス器具は, 温水(40°C程度), アセトン, メタノールの順に洗浄した。評価した固相抽出カートリッジ及び評価方法は, 表 5 及び図 2 に示す

表 1 物理化学的性状, 用途など¹⁾

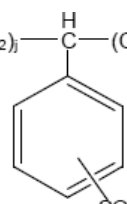
分子量	348.48 (C12-LAS)
融点	>300°C (C12LAS-Na)
Log Pow	0.45 (C12LAS-Na)
水溶解度	2.0×10 ⁵ mg/L (C12LAS-Na)
用途	家庭用洗濯用洗剤(約 8 割), 工業用洗剤(約 2 割)など
構造式	$\text{H}_3\text{C}-(\text{CH}_2)_j-\overset{\text{H}}{\underset{\text{SO}_3\text{X}}{\text{C}}}-(\text{CH}_2)_k-\text{CH}_3$  <p>n=j+k+3=10~14 X=Na, Ca, Mg など 市販されている LAS のアルキル基の炭素数 n は 10~14 であり, 大部分がパラ位である。</p>

表 2 機器分析条件(公定法記載条件)

装置	島津製作所製 LCMS-8050
カラム	InertSustain C18/3µm/2.1x 150 mm
注入量	5 µL
流速	0.2 mL/min
カラム温度	40°C
移動相	アセトニトリルとギ酸(0.1v/v%)・ギ酸アンモニウム水溶液(50 mmol/L)を体積比 65 対 35 の割合で混合したもの
イオン化モード	ESI negative

表 3 モニターイオン(公定法記載値)

物質名	プリカーサーイオン	プロダクトイオン
C8-LAS	269	183
C10-LAS	297	183
C11-LAS	311	183
C12-LAS	325	183
C13-LAS	339	183
C14-LAS	353	183

表4 保存容器

容器商品名	材質	容量
アローメスフラスコ	硬質ガラス	100 mL
アイボーイ(細口)	ポリプロピレン(PP)	100 mL
アイボーイ角瓶	ポリエチレン(PE)	100 mL
ビッグボーイ広口	フッ素樹脂(PFA)	100 mL
ステン保存容器	ステンレス(SUS304)	100 mL

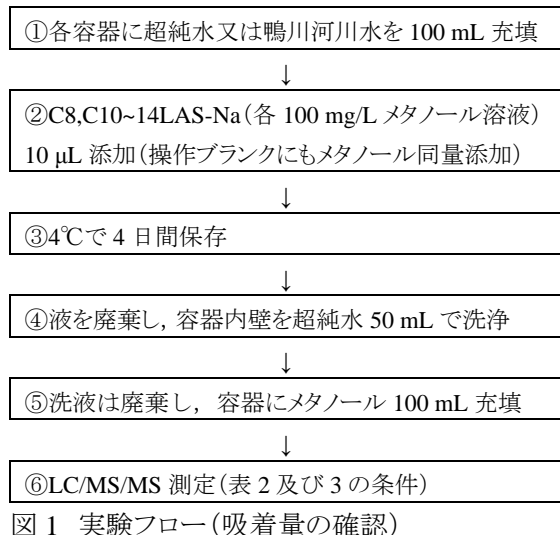


図1 実験フロー(吸着量の確認)

表5 逆相系ポリマーベース固相抽出カートリッジ

商品名	ポリマーの種類	カラムサイズ
InertSep PLS-2	スチレンビニルベンゼン共重合体(SDB)	265 mg
Sep-Pak PS-2	SDB	265 mg
InertSep RP-1	SDB+メタクリレート	230 mg
InertSep RP-C18	SDB+オクタデシル基導入	230 mg
InertSep PLS-3	ジビニルベンゼン(DVB)-N含有メタクリレート共重合体	230 mg
OasisHLB	DVB+N-ビニルピロリドン	225 mg

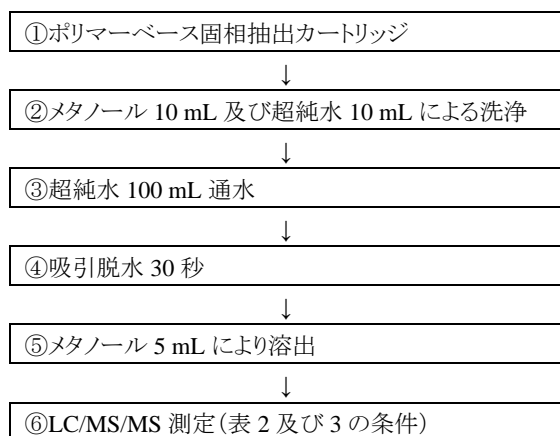


図2 実験フロー(固相カートリッジのブランク試験)

3 結果及び考察

3-1 保存容器への LAS 吸着量の確認

材質の異なる5種類の容器について、容器内壁への LAS 吸着量の確認を行った。その結果、容器の材質によって吸着量に差があることがわかった。詳細結果及び考察については発表スライドに示すとおりである。

3-2 固相抽出カートリッジのブランク試験

様々なポリマーベース固相抽出カートリッジについて検討した。詳細結果及び考察については発表スライドに示すとおりである。

4 まとめ

今回の実験から試料を保存する容器の材質を決めることができた。また、各種固相カートリッジのブランク値に関する情報も得られた。今後、洗浄溶媒の種類や量、さらに添加回収試験を行った上で、最適な抽出条件を決定していく予定である。

【参考文献】

- 1) 環境省環境保健部環境リスク評価室(2008)「直鎖アルキルベンゼンスルホン酸及びその塩」,『化学物質の環境リスク評価』(http://www.env.go.jp/chemi/risk/index.html), 第6巻
- 2) 森内 裕香他(2015)「平成 27 年度特定機器分析研修 II (LC/MS) (第2回) Waters 班実験結果」
- 3) 環境省水・大気環境局総務課環境管理技術室(2014)『平成 25 年度環境測定分析統一精度管理調査結果(本編)』, p.110
- 4) 荻野 賢治(2014)「環境水中の LAS 分析における操作ブランク低減化の検討」,『福井県衛生環境研究センター年報』, 第13巻, pp.87-88
- 5) 古武家 善成(2006)「環境水・底質中の直鎖アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム(LAS)の分析」,『化学物質環境実態調査における LC/MS を用いた化学物質の分析法とその解説』, pp.113-133