

蚊媒介感染症に関する蚊の生息調査 (2023年度)

井原 基, 中峯 文香, 高木 由美香, 松本 文昭, 吉川 亮

Monitoring of Vector Mosquitoes concerning Dengue virus, Chikungunya virus and Zika virus in Nagasaki (2023)

Motoki IHARA, Fumika NAKAMINE, Yumika TAKAKI, Fumiaki MATSUMOTO and Akira YOSHIKAWA

キーワード: 蚊媒介感染症、デング熱、チクングニア熱、ジカ熱、アルボウイルス
 Key words: Mosquito-borne Infection, Dengue Fever, Chikungunya Fever, Zika Fever, Arbovirus

はじめに

2014年8月、国内でデング熱に感染した患者が約70年ぶりに報告されたことを契機に、厚生労働省は2015年に「蚊媒介感染症に関する特定感染症予防指針」を策定し、国立感染症研究所は「デング熱・チクングニア熱等蚊媒介感染症の対応・対策の手引き」により各ブロックで実地研修を行った。

これを受け、都道府県には平常時の予防対策として、大規模公園等のリスクエリアの抽出と定期的な蚊の密度調査(蚊密度モニタリング)が求められ、本県においても2015年度から平常時における媒介蚊の発生状況の定点調査を実施している。加えて本県では、捕集した蚊(ヒトスジシマカ)についてPCRによる遺伝子(デングウイルス、チクングニアウイルス、ジカウイルス)検出を実施することとした。

2015年調査開始当初の実施地点は、外国からの来日者数が多く高リスクと想定される平和公園(長崎市)と佐世保公園(佐世保市)を対象とし、長崎市および佐世保市と共同で調査を行った。翌2016年度からは県医療政策課、長崎市、佐世保市および当センターで協議し、平和公園の調査は、蚊の捕集から遺伝子検出までを長崎市が担当し、佐世保公園については蚊の捕集を佐世保市が行い、遺伝子検出は当センターで実施するという体制となった。

また、2016年度からはデング熱の流行が報告されている中国、台湾に寄港するクルーズ船に着目し、停泊港に近い水辺の森公園(長崎市)を実施地点として追加した。

当センターでは、水辺の森公園における蚊の捕

集から遺伝子検出までを実施しており、本報では、2023年度の調査内容、蚊密度モニタリングおよび遺伝子検出結果について報告する。

調査方法

1 蚊密度モニタリング

(1) 調査時期及び回数

6月(6月は雨天のため中止)～10月に計4回、午前9時頃から実施した。

(2) 調査地点

事前の調査で蚊密度が高いと推測される水辺の森公園内の図1に示す6地点で調査した。



図1 蚊密度モニタリング定点

- ①メインゲート、②北ゲート駐車場裏、
 ③宵待橋西、④水の庭園トイレ、
 ⑤南ゲートプロム入口、⑥森の劇場奥

表1 2023年度 蚊捕集結果(水辺の森公園)

調査日	7月20日		8月16日		9月13日		10月11日		合計	
天気	曇り		曇り		晴れ		晴れ		-	
捕集数	雄	雌	雄	雌	雄	雌	雄	雌	雄	雌
地点①		3						2	0	5
地点②		3	1	4	4	17		2	5	26
地点③	4	9	1	2	2				7	11
地点④		3							0	3
地点⑤				1		1			0	2
地点⑥		5				1		1	0	7
合計	4	23	2	7	6	19	0	5	12	54

表2 2023年度 蚊密度モニタリング結果(水辺の森公園)

調査日	7月20日		8月16日		9月13日		10月11日		合計	
雌 密度	雌	密度	雌	密度	雌	密度	雌	密度	雌	密度
地点①	3	0.8					2	2.5	5	0.6
地点②	3	0.8	4	3.3	17	5.3	2	2.5	26	2.9
地点③	9	2.4	2	1.7					11	1.2
地点④	3	0.8							3	0.3
地点⑤			1	0.8	1	0.3			2	0.2
地点⑥	5	1.3			1	0.3	1	1.3	7	0.8
平均数	3.8		1.2		3.2		0.8			

(3) 捕集方法

捕集時間を各地点8分間として人囮法にて実施した。

(4) 蚊の種別・雌雄同定

地点ごとに捕集した蚊は、凍殺スプレーで凍殺後速やかに冷蔵保存した。帰所後、冷却しながら観察し、速やかにヒトスジシマカとそれ以外の蚊に分類した。さらにヒトスジシマカは雌雄を判別した。

2 遺伝子検出

(1) 捕集蚊ホモジネイト処理

雌雄判別したヒトスジシマカを地点ごとに20匹を目安にプールを作製した。作製したプールをMEM/2HI-FBSを1.0 mLずつ分注した2 mLビーズ入りチューブに入れ、ビーズ式破砕機で蚊を破砕(5,000 rpm、20 sec)した。破砕後、速やかに2 mLビーズ入り破砕チューブを冷却遠心(12,000 rpm、3 min、4 °C)した。保存用の2 mLチューブにMEM/2HI-FBSを0.5 mL分注しておき、滅菌スポイトで遠心上清を注射筒に移し、0.22 μm孔径のメン

ブレンフィルターでろ過した。

(2) RNA抽出

メンブレンフィルターでろ過した捕集蚊ホモジネイト140 μLを用いて、QIAamp Viral RNA mini kit (QIAGEN) により添付文書に基づきRNAを抽出した。

(3) PCR反応

RNA抽出液をDNase I 処理し、処理後のRNAを国立感染症研究所の病原体検出マニュアルや参考文献に準じてPCRを実施した。PCR産物については電気泳動にて増幅を確認した。

調査結果および考察

1 蚊密度モニタリング

地点ごとの捕集数および雌雄判別の結果を表1に示す。

調査日以前の天候や調査当日の風の強さにも影響されるが、調査時期別では、7月の捕集数が1番多く、次いで9月が多かった。

すべての調査時期の合計捕集数において、雌が

雄よりも多く捕集された。雄は吸血することはない、雌に誘引されてきているため多くの雄が捕集されていることは、多くの雌の存在が想定されるので注意が必要である。

地点別では、②北ゲート駐車場裏、③宵待橋西での捕集数が多かった。②北ゲート駐車場裏は生垣近くの斜面上にあり、日中も日陰になりやすく、③宵待橋西は道路が近く川沿いの斜面上であった。

地点ごとの雌成虫密度を表2に示す。

当センターでは、蚊の発生源や休息地となる場所を把握する目的で調査日別の雌捕集数平均を地点ごとに比較して雌成虫密度のランク付けを行っている。雌成虫密度も地点②および③は、他の地点よりも高値となっていた。ヒトスジシマカは昼間吸血性であり、雌のみが吸血を行う。雌は、潜伏場所から4～5mの距離に人が近づくと、ヒトの接近に気づいて吸血のために飛来するため、地点②および③は潜伏場所と非常に近かった可能性が高いと推測される。

また、公園全体の環境は2016年の調査開始時よりも整備が進んでおり、雨水桝や側溝、空き缶などの蚊の幼虫が生息できる場所や樹木が茂り下草のある風通しが悪い日陰等成虫が生息しやすい場所が全体的に少なくなっていた。

以上の調査結果から、蚊の幼虫対策や成虫に対する消毒等の対策の必要性はなかった。

2 遺伝子検出

すべての検体から、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の遺伝子は検出されなかった。

これまでの調査でも検出されることはなかったが、公園が整備されて蚊が生息しにくい環境になってきていることに加え、ここ数年の新型コロナウイルスの

影響で海外からの来日者数が減少しており、人の動きが平時より少なくなったため各ウイルス遺伝子を検出される可能性は低くなっていると考えられる。

まとめ

「蚊媒介感染症に関する特定感染症予防指針」の策定以降、長崎県内ではジカウイルス感染症の患者発生報告はないが、デング熱が2015年に2名、2016年に1名、2017年に1名、2020年に1名、2023年に2名の合計7名、チクングニア熱が2019年に2名発生している。これらデング熱の患者6名およびチクングニア熱の患者2名のすべてが海外への渡航歴があり、感染場所は海外と推定されている。このことから、海外での蚊媒介感染症に罹患し、日本に病原体を持ち帰り、媒介蚊をとおして新たな感染を引き起こす可能性が考えられる。

今後も、蚊密度モニタリング調査および病原体の遺伝子検出を継続することで、長崎県内の蚊媒介感染症の予防・発生対策に役立てていきたい。

参考文献

- 1) 厚生労働省:蚊媒介感染症に関する特定感染症予防指針,
<https://www.mhlw.go.jp/content/000832570.pdf>
(2022.4.5アクセス)
- 2) 国立感染症研究所:デング熱・チクングニア熱・ジカウイルス感染症等の媒介蚊ヒトスジシマカの対策<緊急時の対応マニュアル>
<https://www.niid.go.jp/niid/images/ent/2019/manabo20191024.pdf>
(2022.4.5アクセス)

長崎県における日本脳炎の疫学調査 (2023年度)

—豚の日本脳炎ウイルスに対する抗体保有状況調査—

井原 基, 中峯 文香, 高木 由美香, 松本 文昭, 吉川 亮

Epidemiological Study of Japanese Encephalitis in Nagasaki Prefecture (2023)

—Surveillance of swine infected by Japanese Encephalitis Virus—

Motoki IHARA, Fumika NAKAMINE, Yumika TAKAKI, Fumiaki MATSUMOTO
and Akira YOSHIKAWA

キーワード：日本脳炎、アルボウイルス、豚感染、HI抗体陽性率

Key words: Japanese Encephalitis, Arbovirus, Swine Infection, HI Antibody Positive Rate

はじめに

日本脳炎は東アジアから東南アジア、南アジアさらにはオーストラリアにかけて広く分布しており、年間およそ68,000人の患者が報告されている¹⁾。感染者のほとんどは無症状に終わるが、発症すると定型的な脳炎を呈し、1～2日で40℃以上の高熱となり、頭痛、嘔吐、頸部硬直などの髄膜刺激症状が現れ、次いで意識障害、筋硬直、けいれん等の脳炎症状が出現する。致命率は約20%であり、回復してもその半数に精神障害、運動障害等の後遺症が残る。

国内では、ワクチンの普及、媒介蚊の減少、生活環境の変化などにより1966年の2,017人をピークに患者数は減少しているが、毎年数名発生しており、県内でも2010年に1名、2011年に2名、2013年に1名(死亡例)、2016年に4名(2名死亡)および2021年に1名の患者発生が報告されている。

日本脳炎はFlavivirus属に属する日本脳炎ウイルス(Japanese encephalitis virus : JEV)に感染して起こる。JEVは主にコガタアカイエカが媒介するアルボウイルス(節足動物媒介性ウイルス)であり、「蚊→豚(ときにトリ)→蚊」のサイクルで生態環を形成している。終末宿主であるヒトでは、ヒト-ヒト感染はなく、ヒトはJEVのウイルス血症中の豚を吸血した蚊を介して感染する。

そこで、厚生労働省では毎年初夏から秋にかけて豚のJEV抗体獲得状況から間接的にJEVのまん延

状況を調べている。本県では、厚生労働省の定めた感染症流行予測調査実施要領に基づいて、豚を対象とした感染源調査を実施している。

加えて本県では、日本脳炎の発生予防とまん延防止を図ることを目的とした「感染症流行予測調査事業(日本脳炎感染源調査)における注意喚起等実施要領」に基づき、豚血清中のJEV遺伝子の検出ならびに抗JEV-IgM抗体を測定している。

本県の日本脳炎に関する疫学調査(感染症流行予測調査事業及び関連調査)について、2023年度の調査結果を報告する。

調査方法

1 感染源調査

(1) 調査時期及び回数

6月～9月の月上旬及び下旬に計8回実施した。

(2) 調査対象及び検体

調査対象は、諫早市内で飼育され、佐世保市と畜場に出荷された生後約6ヶ月の肥育豚80頭とし、調査対象の放血液より得られた血清を検体とした。

(3) 調査事項

感染症流行予測事業検査術式に従い、JEVに対する赤血球凝集抑制(HI)抗体および2-Mercaptoethanol (2-ME)感受性抗体を測定した。

2 JEV遺伝子検索

感染源調査で使用した豚血清を検体としてJEV遺伝子を検索した。具体的にはQIAamp Viral RNA Mini Kit (QIAGEN)を用いてRNAを抽出し、エンベロープ領域を標的としたOne-Step RT-PCRおよびNested PCR²⁾により326 bpの増幅産物が確認されたものを陽性とした。

3 JEVの分離

感染源調査で使用した豚血清を検体として既報に準じてウイルス分離を行った²⁾。細胞変性効果が

認められた場合、既報²⁾に基づきPCRによりJEV遺伝子を確認した。

4 抗JEV-IgM抗体測定

感染源調査で使用した豚血清を用いて、初感染の指標とされる血清中の抗JEV-IgM抗体を抗JEV-IgM capture ELISAにより測定した。ELISAの条件及び抗JEV-IgM抗体陽性の判定基準等は既報²⁾に準じた。

表1 2023年度豚HI抗体陽性率及び2-ME感受性抗体陽性率調査結果

採血 月日	採血 頭数	HI 抗体価 (倍)								HI抗体 陽性率 (%)	2-ME抗体 陽性率 (%)
		<10	10	20	40	80	160	320	≥640		
6/5	10				7	3				100	—
6/21	10			3	4	1	2			100	—
7/3	10					10				100	—
7/24	10			1	7	2				100	—
8/2	10					6	4			100	—
8/21	10							7	3	100	—
9/6	10								10	100	—
9/27	10		1	1	1		1	4	2	100	—

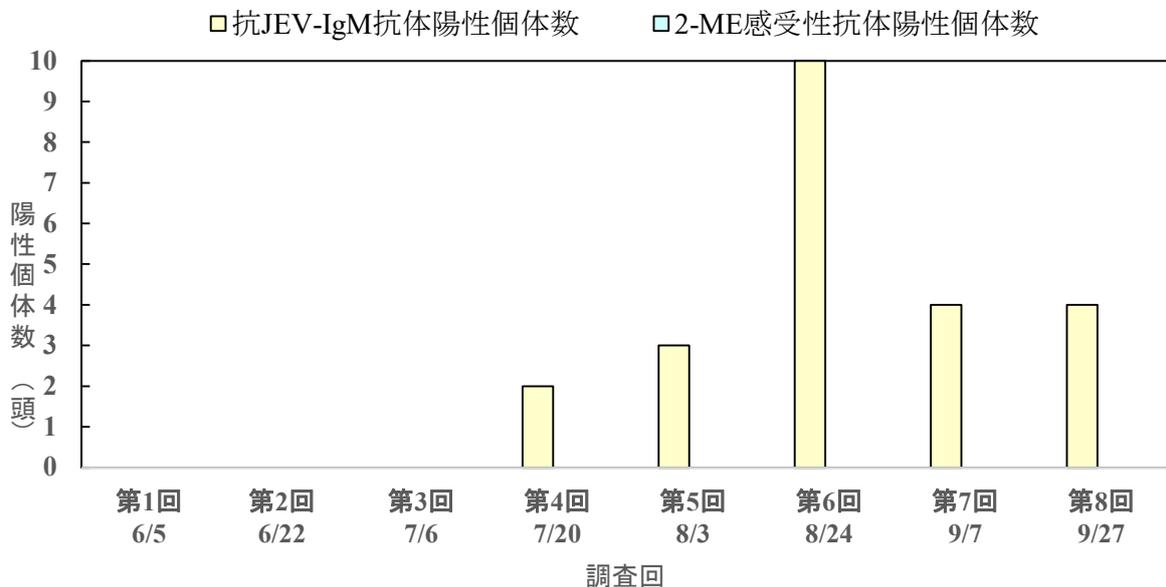


図1 豚の抗JEV-IgM抗体及び2-ME感受性抗体陽性個体数の推移

調査結果及び考察

1 感染源調査

2023年度の豚HI抗体陽性率および2-ME感受性

抗体陽性率調査結果を表1に示す。

2023年度は、第1回目調査（6月5日）の豚10頭すべてHI抗体陽性となった。その後も第8回（9月21

日)まで陽性率は100%で推移した。直近の感染の指標となる2-ME感受性抗体は、第8回まで検出されなかった。

保毒蚊(JEVに感染した媒介蚊)が生後4～6ヶ月の免疫のない豚を吸血することで豚はJEVに感染し、2～3日の潜伏期を経て約3日間持続するウイルス血症を起こす。このウイルス血症時に吸血した蚊がウイルスに感染し、10～13日の潜伏期を経てウイルスを媒介する³⁾。このことから2023年度本県ではJEVを保有した蚊が6月には活動を既に開始し、9月以降もウイルスを媒介しながら感染を拡大していたと推察される。

例年、7月末から8月初旬に豚のJEV感染が始まり、8月中旬にはほとんどの豚が感染する。その後2-ME感受性抗体陽性豚は減少するが、今回の調査では例年のような推移がみられなかった。本年度の感染状況によるものなのか、検査系の影響(使用している試薬、ガチョウ血球の性状変化や検査手技など)によるものか再点検が必要と思われた。

2 JEV遺伝子検索

遺伝子検索の結果、感染源調査で使用した豚血清80頭のうち4頭からJEV遺伝子が確認された。

3 JEVの分離

現在、ウイルス分離中である。

4 抗JEV-IgM抗体測定

豚の抗JEV-IgM抗体および2-ME感受性抗体陽性数の推移を図1に示す。

第4回目調査(7月20日)で2頭が抗JEV-IgM抗体陽性であった。当該調査回で抗JEV-IgM抗体陽性個体が確認されたため、注意喚起等実施要領に基づき感染症対策室へ報告した。

また、第4回目調査(7月20日)では、IgM抗体が検出されたが、2-ME感受性抗体は確認されていないことから、迅速にその地域におけるJEVに感染し

た蚊の活動を把握するうえでは、IgM capture ELISAによるIgM抗体検出は有用である。

まとめ

- 1 2023年度は第1回目調査(6月8日)の10頭からHI抗体が最初に確認された。2-ME感受性抗体陽性豚は全調査回をとおして確認されなかった。
- 2 抗JEV-IgM抗体陽性豚は第4回目調査(7月20日)に2頭確認され、感染症対策室から日本脳炎の注意喚起が行われた。
- 3 本年度の調査では豚血清からJEV遺伝子は4頭確認された。
- 4 例年よりやや遅くなっている感染の立ち上がりは、天候の影響が考えられるものの、HI抗体およびIgM抗体の推移は、大きな差はなかった。ただし、2-ME感受性抗体は、測定結果をみると例年とは大きく異なり、種々の検討が必要である。

謝辞と付記

感染症(日本脳炎)流行予測調査事業にご協力いただいた長崎県央農業協同組合、佐世保食肉センター株式会社及び佐世保市食肉衛生検査所の関係各位に感謝する。

参考文献

- 1) World Health Organization : Japanese encephalitis (2019),<https://www.who.int/news-room/fact-sheets/detail/japanese-encephalitis> (2021.5.19アクセス)
- 2) 山下 綾香, 他:長崎県環境保健研究センター所報63号, 103-107(2017)
- 3) 小早川 隆敏:改定・感染症マニュアル,株式会社マクガイヤ, 239～ 240(1999)
- 4) 倉根 一郎:平成26年度_環境研究総合推進費終了成果報告書(S-8-1(8))

長崎県におけるロタウイルスの感染源調査 (2023年度)

高木 由美香, 井原 基, 松本 文昭, 吉川 亮

Surveillance report of Rotavirus infection in Nagasaki (2023)

Yumika TAKAKI, Motoki IHARA, Fumiaki MATSUMOTO
and Akira YOSHIKAWA

キーワード: ロタウイルス、サポウイルス、ノロウイルス、パレコウイルス、アデノウイルス
Key words: Rotavirus, Sapovirus, Norovirus, Human Parechovirus, Adenovirus

はじめに

ロタウイルスは、乳幼児の重症急性胃腸炎の主要な病原体で、下痢、嘔吐、発熱などの症状を引き起こす。通常1週間程度で回復するが、他のウイルス性胃腸炎に比べると重度の脱水症状を呈することが多く、けいれんや腎不全、肝機能障害、脳炎・脳症などの合併症を引き起こすことがある。ロタウイルスに対する治療薬はなく、対症療法のみであるが、重症化予防を目的として、2020年10月よりワクチンの定期接種が開始された。ワクチン導入にあたり、厚生労働省は、ワクチン効果の把握や流行監視を目的に、2021年度より感染症流行予測調査実施要領に基づき、ロタウイルスの感染源調査を開始した。初年度から参加している3府県に続き、本県も2022年度より本調査に協力することとした。

今回、2023年度の上記調査の概要および結果について報告する。

調査方法

1 検査材料

検査材料は、本調査の協力医療機関において、2023年4月～2024年3月に感染性胃腸炎と診断された15歳以下の患者から採取された便または直腸拭い液68検体を対象とした。また、患者情報は、協力医によって記入・提出された「ロタウイルス感染症感染源調査用 調査票」をもとに集計した。

2 検査方法

感染症流行予測調査事業検査術式に基づき、ロタウイルス(RV)、ノロウイルス(NoV)、サポウイルス(SaV)のリアルタイムRT-PCRによる遺伝子検出を試みた。遺伝子が検出された場合には、conventional RT-PCRおよびシーケンス解析による遺伝子型別

を行った。また、当センター独自の検査項目として、エンテロウイルス(EVs)、ヒトパレコウイルス(HPeV)、アデノウイルス(AdV)の遺伝子検出を検査標準作業書に基づき実施した。

調査結果及び考察

2023年度に搬入された68検体中34検体からウイルス遺伝子が検出された。検体採取月別ウイルス遺伝子検出結果を図1に、検出されたウイルスの遺伝子型別の結果を図2に示す。

本調査の目的であるRV遺伝子がロタウイルスワクチン接種歴のない4歳男児から検出され、型別の結果、遺伝子型はG8であった。検査術式の対象ウイルスであるSaV、NoVについては、SaVが10月から2月にかけて5検体、NoVが10月から3月にかけて11検体からそれぞれ検出された。検出されたNoVはすべてG IIで、ウェブツール¹⁾による型別の結果は、G II.4、G II.7、G II.6であった。

また、当センター独自に実施した検査項目について、EVs遺伝子が9検体、HPeV遺伝子が9検体、AdV遺伝子が6検体から検出された。EVsは、コクサッキーウイルス(CV) B5が最も多く検出され、CVA10、CVA4、CVA6、エンテロウイルスA71も検出された。HPeV遺伝子は、1型が5検体、3型が1検体、6型が3検体から検出された。AdVは、41型、3型の遺伝子が検出された。

以上の結果をみると、2022年度²⁾と比較して、多彩なウイルスが検出され、EVsとHPeVは夏、NoVとSaVは冬と、ウイルスの検出に季節性が認められる傾向にあった。また、2023年は県内でヘルパンギーナや咽頭結膜熱が流行し、それらの患者からも、EVsやAdV3が検出されていることから、当該感染症

流行との関連が示唆された。本調査を継続していくことにより、経年のウイルスの流行の把握にも有用で

あると考える。

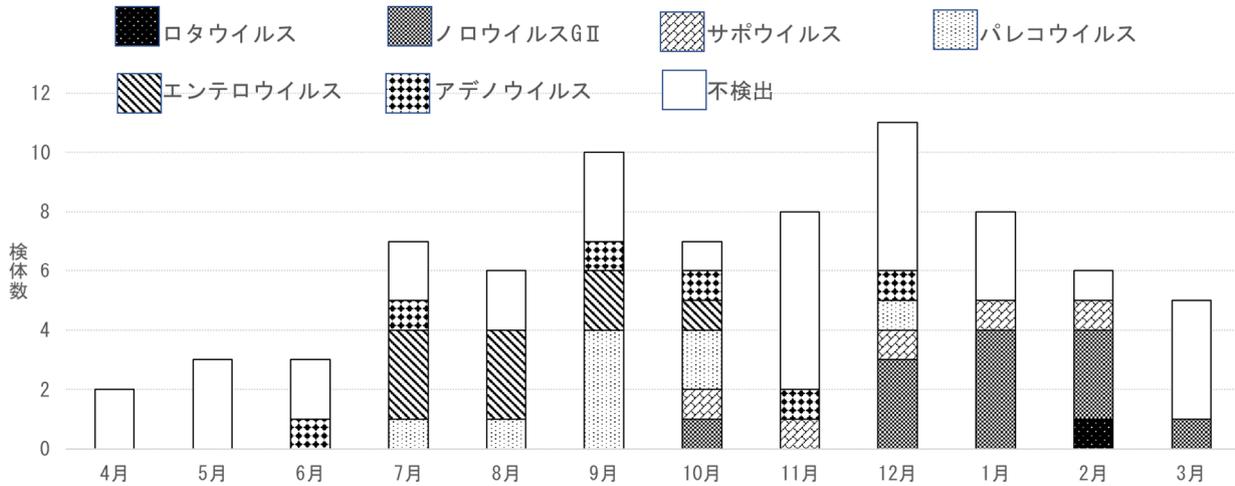


図1 検体採取月別ウイルス遺伝子検出結果 (n = 68)

(a) ノロウイルス (n = 11) (b) エンテロウイルス (n = 9) (c) アデノウイルス (n = 6)

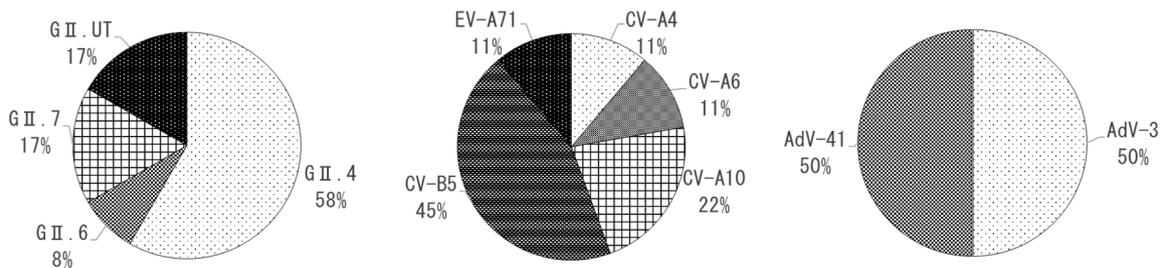


図2 2023年度 検出ウイルスの遺伝子型別結果

まとめ

2022年度からロタウイルスの感染源調査を開始し、2023年度搬入された1検体からRV遺伝子が初めて検出された。ワクチン効果の把握や流行監視のためには本調査に継続して取り組んでいくことが重要である。また、RVの検出だけではなく、その他のウイルスの検査を行うことにより、県内の感染性胃腸炎の原因となるウイルスの把握にも有用な調査であると考えられるため、引き続き本調査を実施していきたい。今後は、ウイルス遺伝子が検出された検体の患者情報を蓄積し、検出ウイルスと症状などの関係について考察していきたい。

謝辞

検体採取および送付にご協力頂いた医療法人やなぎクリニック 理事長 柳 忠宏先生および独立行政法人 地域医療機能推進機構 諫早総合病院 小児科 蓮把朋之先生ならびに協力医療機関選定に尽力いただいた県央保健所 藤田 利枝所長および長崎県小児医会に深謝する。

参考文献

- 1) A Kroneman et.al.: An Automated Genotyping Tool for Enteroviruses and Noroviruses, J Clin Virol 2011 Jun;51(2)
- 2) 高木由美香, 他: 長崎県環境保健研究センター所報68号, 147-148(2022)

長崎県における三類感染症の発生状況の概要(2023年度)

山口 結奈, 右田 雄二, 吉川 亮

Occurrence of Category III Infectious Diseases in Nagasaki (2023)

Yuina YAMAGUCHI, Yuji MIGITA and Akira YOSHIKAWA

キーワード: 腸管出血性大腸菌、反復配列多型解析法

Key words: EHEC, MLVA

はじめに

「感染症の予防及び感染症の患者に対する医療に関する法律」により三類感染症に分類される。コレラ、細菌性赤痢、腸管出血性大腸菌(*Enterohemorrhagic Escherichia coli*, EHEC)感染症、腸チフスおよびパラチフスについては、感染源の究明と感染拡大防止のため、長崎県感染症発生動向調査事業に基づき、菌の検索および疫学調査を実施している。今回、2023年度に長崎県内で発生した三類感染症の発生状況および分離同定された菌株に対する分子疫学解析結果をまとめたので報告する。

調査方法

1 発生状況

2023年度に長崎県において医師の届出に基づき感染症サーベイランスシステムに報告された三類感染症について取りまとめた。

2 分子疫学解析

県立保健所管内および佐世保市保健所管内で発生したEHEC感染症から分離同定されたEHECについては当センターにて血清型別、Vero毒素検査[Polymerase Chain Reaction (PCR)法、real-time PCR法もしくはReversed Passive Latex Agglutination (RPLA)法]を実施、確認後、O157、O111、O26については分子疫学解析のため反復配列多型解析法(Multilocus variable number tandem-repeat analysis, MLVA)¹⁾を実施した。得られた泳動結果は国立感染症研究所(感染研)に送付し、MLVA型の還元を受けた。長崎市保健所管内分については長崎市保健環境試験所から還元情報の提供を受けた。

EHEC O157、O26、およびO111以外の血清型は感染研に解析を依頼した。O121、O145、O165およびO91、O103の菌株については2017年から感染研

でMLVAを開始している。これらの8血清型以外の菌株については、パルスフィールドゲル電気泳動(Pulsed-Field Gel Electrophoresis, PFGE)法によるRFLP解析を実施している。

結果および考察

1 発生状況

県内EHEC感染症は、長崎市保健所、佐世保市保健所および各県立保健所(西彼、県央、県南、県北、壱岐)において67名届出された。このうち66名の分離株を収集し解析した。腸チフス、パラチフスおよび赤痢患者の届出はなかった。今年度のEHEC感染症月別届出人数は、5月から8月にかけて多かった。9月以降は減少傾向となり12月まで続いた。3月には6名の届出があった。(図1)

年齢階級別にみると10才未満が全体の約4割(28名)で最も多かった。一方70才以上は1割以下(4名)であった。またEHEC感染症に罹患した人のうち無症状病原体保有者は約3割(22名)であった。(図2)

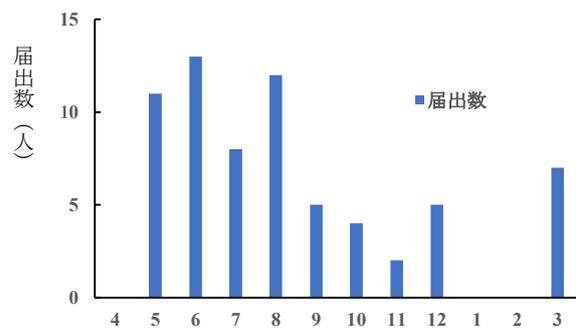


図1 EHEC月別届出件数 (月)

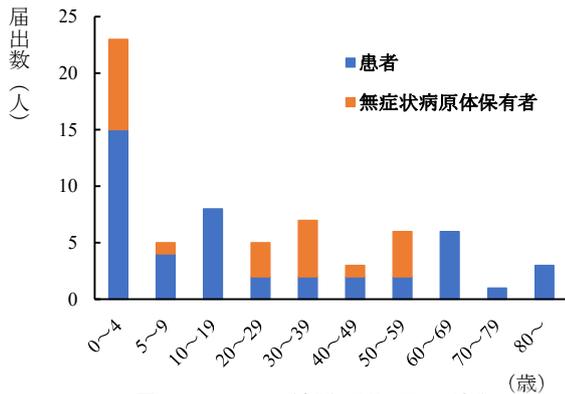


図2 EHEC年齢階級別届出件数

管轄保健所地域別届出人数は、県北が5事例21名と最も多く、長崎市9事例15名、壱岐3事例8名、県央5事例7名、県南3事例7名、西彼5事例5名、佐世保市3事例4名と続いた。五島、上五島、対馬から届出はなかった。

分離株のO血清型別については、O157が30名、O111が25名、O26が3名、O103が5名、O118、O115及びO174がそれぞれ1名であった。この他に血清からの抗O抗原凝集抗体の検出によって1名が診断された。(表1)

感染者が複数に及んだ事例は保育施設関連5事例(No.1、4、5、7および15)、家族内感染6事例(No.4、9、24、25、26、および30)で、この他はすべて1名の散発事例であった。(表1)

2 分子疫学解析

MLVA法ではリピート数が完全に一致すると「密接に関連あり」、相違する部位数が1部位であると「関連の可能性あり」と判断する²⁾。全国の分離株のMLVA結果と比較し、相違する部位数が1部位である株 (Single locus variant, SLV) 同士については、同じ遺伝子型として扱われ、MLVA型とあわせてMLVA complex として表記される。

2023年度に県内で発生したEHEC感染症32事例(66株)の疫学情報とMLVA型を示した(表1)。

さらに本県の分離株が全国の自治体との間でMLVA (MLVA complex) 型が一致(類似)した事例についてとりまとめた(表2)。

MLVA型(23c202、22m0101、23m0080、および23c026)は県外分離株との間で、さらにMLVA型(23c301、23c069および23m0335)は県内外の分離株との間で、MLVA型(23c013および21m3047)は県内分離株との間で、MLVA型が一致(類似)した。

県外との関連では、23c026(事例No.10)が、関西の焼肉店で発生した食中毒事件において分離され

た株と同じ遺伝子型であった。当該型は関西を中心に46名から検出され報告された。

県内をみると、県北地区の保育施設(園児の家族含む)などにおいて22m3001(事例No.1、2、4)および24m3007(事例No.5)による集団発生を含む感染事例が発生した。この2型は類似しておりMLVA complex 23c301を構成した。22m3001については2022年8月にも同じ保育施設で発生³⁾がみられた。すなわち2022年8月~2024年3月の間に当該保育施設関連で4回にわたり同じ遺伝子型のO111が発生していた。

さらにMLVA complex 23c013については6月~8月に西彼で4事例(No.17~20)4名、7月に佐世保市で1事例(No.22)1名、6~7月に長崎市で5事例(No.25~28、31)8名の合計10事例13名の散発事例が発生したが疫学的関連は不明であった。

2023年度に発生したEHEC感染症は保育施設関連が5事例29名と多く、特に県北地区は3事例19名と他の地域よりも多かった。いずれの事例も食中毒を疑う喫食歴などは確認されておらず、保健所から保育施設に対して感染対策などの衛生指導を行っているにもかかわらず感染事例が複数回発生していることから、園児や家庭の身近な場所にEHECの感染源が複数存在する可能性も考えられる。特に0~9歳までは他の年代と比べて重症化しやすく、保育施設および家庭における適切な感染対策が引き続き必要で、下痢などの症状が出現した際には速やかに医療機関を受診していただきたい。

今後も保健所と連携を深め、感染拡大の防止やEHEC感染症の感染経路の解明に寄与するため、MLVA型が一致(類似)しているが、疫学的関連性が確認できない事例については、全ゲノム解析を導入するなど詳細な解析が可能となる検査体制の構築を進めていきたい。

謝 辞

本調査を遂行するにあたり、情報を提供いただいた長崎市、長崎県立各保健所および長崎市保健環境試験所の担当者、並びに長崎県感染症対策室の担当者に深謝する。

参 考 文 献

- 1) Izumiya H, et al., Microbiol Immunol 54: 569-577, (2010).
- 2) Ishihara T, et al., IASR Vol.35:129-130, 2014

3) 右田 雄二 他: 長崎県環境保健研究センター

所報 68, (2022) 資料 p.139-142

表 1 長崎県において分離された腸管出血性大腸菌株 (2023年度)

事例 No.	管轄保健所	発生時期	発生規模	血清型	毒素型	菌株数	解析結果	
							MLVA型 (MLVA complex)	
1		2023年5月	集発 (幼稚園内)	O111:H-	VT1 VT2	10	22m3001	23c301
2		2023年7月	散発	O111:H-	VT1 VT2	1	22m3001	23c301
3	県北	2023年8月	散発	O157:H7	VT2	1	23m0080	
4		2023年10月	散発 (家族・幼稚園内)	O111:H-	VT1 VT2	1	23m3038	23c301
						2	22m3001	
5		2024年3月	散発 (幼稚園内)	O111:H-	VT1 VT2	6	24m3007	23c301
6		2023年5月	散発	O118:H16	VT1	1	PFGE解析のみ	
7	壱岐	2023年7月	集発 (保育園内)	O157:H7	VT1 VT2	6	22m0101	
8		2023年9月	散発	O115:H10	VT1	1	PFGE解析のみ	
9		2023年6月	散発 (家族内)	O26:H11	VT1	3	14m2085	23c202
10		2023年8月	散発	O157:H7	VT2	1	23m0212	23c026
11	県央	2023年8月	散発	O157:H7	VT2	1	23m0334	23c069
12		2023年9月	散発	O157:H7	VT1 VT2	1	23m0429	
13		2023年11月	散発	O157:H7	VT2	1	23m0335	
14		2023年11月	散発	O111:H-	VT1 VT2	1	21m3047	
15	県南	2023年11月	散発 (こども園内)	O103:H2	VT1	1	16m4021	
						4	16m4035	
16		2024年3月	散発	O157:H7	VT2	1	24m0050	
17		2023年6月	散発	O157:H7	VT2	1	23m0078	23c013
18		2023年6月	散発	O157:H7	VT2	1	23m0122	23c013
19	西彼	2023年7月	散発	O157:H7	VT2	1	23m0078	23c013
20		2023年8月	散発	O157:H7	VT2	1	23m0078	23c013
21		2023年8月	散発	O157:H7	VT2	1	23m0335	
22		2023年7月	散発	O157:H7	VT2	1	23m0078	23c013
23	佐世保市	2023年8月	散発	O157:H7	VT2	1	22m0291	23c069
24		2023年9月	散発 (家族内)	O157:H7	VT2	2	23m0424	
25		2023年6月	散発 (家族内)	O157:H7	VT2	3	23m0078	23c013
26		2023年6月	散発 (家族内)	O157:H7	VT2	2	23m0078	23c013
27		2023年6月	散発	O157:H7	VT2	1	23m0078	23c013
28	長崎市	2023年6月	散発	O157:H7	VT2	1	23m0078	23c013
29		2023年6月	散発	O157:H-	VT1 VT2	1	23m0121	
30		2023年7月	散発 (家族内)	O111:H-	VT1 VT2	4	21m3047	
31		2023年7月	散発	O157:H7	VT2	1	23m0078	23c013
32		2023年7月	散発	O174:H21	VT2	1	PFGE解析のみ	
33		2023年10月	散発	血清からのO抗原凝集抗体および、ペロ毒素抗体の検出による診断				

表2 長崎県EHEC感染事例とMLVA型が一致(類似)した事例(2023年度)

MLVA型 (MLVA complex)	長崎県分離株					血清型	毒素型	MLVA型が一致(類似)した自治体等
	事例No.	発生時期	保健所	菌株数				
14m2085 (23c202)	9	2023年6月	杵岐	3	O26:H11	VT1	(2023年) 5月(福岡市、札幌市)、6月(川崎市、滋賀県)	
22m0101	7	2023年7月	杵岐	6	O157:H7	VT1+2	(2023年) 5月(福岡県)	
23m0080	3	2023年8月	県北	1	O157:H7	VT2	(2023年) 5月(福岡県)	
22m3001 (23c301)	1	2023年5月	県北	10	O111:H-	VT1+2	(2022年)	
22m3001 (23c301)	2	2023年7月	県北	1	O111:H-	VT1+2	2月(北九州市)、8月(岐阜県、愛知県、福山市)	
23m3038 (23c301)	4	2023年10月	県北	1	O111:H-	VT1+2		
22m3001 (23c301)				2	O111:H-	VT1+2		
24m3007 (23c301)	5	2024年3月	県北	6	O111:H-	VT1+2		
22m0291 (23c069)	23	2023年8月	佐世保	1	O157:H7	VT2	(2022年)	
23m0334 (23c069)	11	2023年8月	県央	1	O157:H7	VT2	7月(佐賀県)、8月(大分県)	
							(2023年) 5月(和歌山県) 6月(福岡市、横須賀市、久留米市)、8月(福岡市、福岡県、大分県、)、10月(福岡県)、11月(大分県)、12月(福岡県)	
23m0078 (23c013)	17	2023年6月	西彼	1	O157:H7	VT2	* 県内個別事例でMLVA型が一致	
23m0122 (23c013)	18	2023年6月	西彼	1	O157:H7	VT2		
23m0078 (23c013)	19	2023年7月	西彼	1	O157:H7	VT2		
23m0078 (23c013)	20	2023年8月	西彼	1	O157:H7	VT2		
23m0078 (23c013)	22	2023年7月	佐世保市	1	O157:H7	VT2		
23m0078 (23c013)	25	2023年6月	長崎市	3	O157:H7	VT2		
23m0078 (23c013)	26	2023年6月	長崎市	2	O157:H7	VT2		
23m0078 (23c013)	27	2023年6月	長崎市	1	O157:H7	VT2		
23m0078 (23c013)	28	2023年6月	長崎市	1	O157:H7	VT2		
23m0078 (23c013)	31	2023年7月	長崎市	1	O157:H7	VT2		
23m0212 (23c026)	10	2023年8月	県央	1	O157:H7	VT2	(2023年) 7月(川崎市、徳島県、横浜市、神戸市、明石市、兵庫県、)、8月(兵庫県、明石市、東京都、神戸市、川崎市、大阪市、福山市、大阪市、神戸市)、9月(兵庫県、神戸市、神戸市)、10月(愛媛県)、11月(富山県)	
21m3047	30	2023年7月	長崎市	4	O111:H-	VT1 VT2	* 県内個別事例でMLVA型が一致	
	14	2023年11月	県南	1	O111:H-	VT1 VT2		
23m0335	13	2023年11月	県南	1	O157:H7	VT2	(2023年)	
	21	2023年8月	西彼	1	O157:H7	VT2	11月(沖縄県、東京都)	

長崎県における食中毒病因物質の概要 (2023年度)

右田 雄二, 山口 結奈, 井原 基, 松本 文昭, 高木 由美香, 吉川 亮

Prevalence and Etiological Agents of Food Poisoning in Nagasaki Prefecture (2023)

Yuji MIGITA, Yuina YAMAGUCHI, Motoki IHARA, Fumiaki MATSUMOTO,
Yumika TAKAKI and Akira YOSHIKAWA

キーワード：食中毒、カンピロバクター属菌、ノロウイルス、クドア・セプテンブクタータ、アニサキス
Key words : Food poisoning, *Campylobacter spp.*, *Norovirus*, *Kudoa septempunctata*, *Anisakis simplex*

はじめに

1997年5月30日の食品衛生法施行規則改正でノロウイルス (2003年8月29日同規則改正で小型球形ウイルスから名称変更) 及びその他のウイルスと腸管出血性大腸菌 (VT産生) が、1999年12月28日には同規則改正によりコレラ菌、赤痢菌、チフス菌、パラチフス A 菌が、2012年12月28日にはクドア・セプテンブクタータ (以下、クドア)、ザルコシスティス、アニサキス及びその他の寄生虫が食中毒事件票に病因物質として追加された。これらの施行規則改正により、ウイルス性食中毒が位置づけられるとともに、コレラ菌等の4菌種についても飲食に起因する健康被害発生時は、他の食中毒病因物質と同じ措置がとられるようになった。当センターでは保健所との協力体制の下、ノロウイルス及び細菌学的検査を同時に実施している。

本報告では、2023年度に発生した本県食中毒事例で検出された病因物質について報告する。

調査方法

長崎県生活衛生課が取りまとめた2023年度の食中毒発生状況 (長崎市及び佐世保市の発生届出分を含む) より、主要病因物質 (細菌、ウイルス、寄生虫、自然毒及び化学物質等) ごとに事件数及び患者数を集計した。

結果及び考察

長崎県内では食中毒が15件発生した。発生事例の内訳を表1に示す。

1 細菌性食中毒

長崎市及び大村市においてカンピロバクター属菌による食中毒が3件発生した (事例: 1、7、8)。

事例1: 長崎市の飲食店において提供された白レバー刺し、鶏ハツ刺し等を喫食した6名のうち3名が腹痛、下痢等の症状を呈し、3名すべてからカンピロバクター属菌が検出された。

事例7: 大村市の飲食店において提供された食事を喫食した2グループ18名中14名が下痢、頭痛、発熱等を呈し、このうち5名からカンピロバクター・ジェジュニを検出した。

事例8: 長崎市の飲食店において提供された食事 (鳥刺し、唐揚げ、ピザ等) を喫食した2グループ5名が腹痛、下痢等の症状を呈し、このうち4名からカンピロバクター属菌が検出された。

2 ウイルス性食中毒

ノロウイルスによる食中毒は4件発生した (事例: 9、11、12、15)。

事例9: 大村市の飲食店において提供された食事を喫食した5グループ87名中54名が下痢、嘔吐、発熱等の症状を呈した。調査の結果、喫食者52名のうち26名とトイレ水洗レバーからノロウイルスG II 遺伝子を検出した。そのうち24名はG II .4型であった。残り2名とトイレ水洗レバーからは遺伝子量が少なく型別不能であった。従事者20名からノロウイルス遺伝子は検出されなかった。

事例11:諫早市の飲食店において4グループ22名中17名が下痢、嘔吐、発熱等の症状を呈した。調査の結果、喫食者は5名中2名、従事者は9名中3名からノロウイルスG II.2型遺伝子を検出した。

事例12:長崎市の飲食店において1グループ6名が嘔吐、下痢等の症状を呈した。調査の結果、患者及び調理従事者の便からノロウイルスが検出された。当所においては長崎市の関連事例として対応し、喫食者4名中3名からノロウイルスG II.17型遺伝子を検出した。

事例15:諫早市の飲食店において6グループ23名が嘔吐、下痢、発熱等の症状を呈した。調査の結果、患者及び調理従事者の便からノロウイルスが検出された。当所においては喫食者12名中7名、従事者15名中2名からノロウイルスG II遺伝子を検出した。喫食者6名と従事者1名はG II.2型遺伝子であったが、喫食者1名と従事者1名は遺伝子量が少なく型別不能であった。

3 寄生虫性食中毒

クドアによる食中毒は4件発生した(事例:4、5、6、14)。

事例4:南島原市の飲食店においてヒラメの刺身を喫食した25名中13名が嘔吐、下痢症状を呈した。調査の結果、有症者1名の便からクドアの孢子遺伝子を検出した。

事例5:島原市の飲食店から配達されたヒラメの刺

身含む(推定)ちらし寿司を喫食した7名中5名が嘔吐、下痢症状を呈した。調査の結果、有症者3名中2名の便からクドアの孢子遺伝子を検出した。

事例6:佐世保市の飲食店においてヒラメを含む刺身(推定)を喫食した54名中9名が腹痛、嘔吐等の症状を呈した。調査の結果、有症者8名中5名の便からクドアの孢子遺伝子が検出された。

事例14:諫早市の飲食店においてヒラメの刺身(推定)を喫食した21名中18名が吐き気、嘔吐、下痢、悪寒等の症状を呈した。調査の結果、有症者1名の便からクドアの孢子遺伝子が検出された。

アニサキスによる食中毒は4件発生した(事例:2、3、10、13)。事例13以外は原因食品の特定に至らなかったが、魚介類の生食が確認された。いずれの事例も医療機関でアニサキスが確認された。

4 自然毒による食中毒

発生はなかった。

5 化学物質による食中毒

発生はなかった。

謝 辞

本調査を遂行するにあたり、種々の情報を提供していただいた長崎県生活衛生課、長崎市保健環境試験所、長崎市保健所、佐世保市保健所及び長崎県立各保健所の関係各位に深謝する。

表1 長崎県内の食中毒発生状況及び病因物質(2023年4月～2024年3月)

事例 No.	発生年月日	発生場所	罹患患者数	原因施設	摂食場所	原因食品	病因物質	検出/体数	検体	備考
1	2023/3/28	長崎市	6	飲食店	飲食店	飲食店が提供した食事 (白レバー刺し、鶏ハン刺し等を喫食)	<i>Campylobacter</i> spp.	2 / 3	喫食者便	
2	2023/4/5	長崎市	1	家庭	家庭	不明 (イワシ、鯛、キビナゴを喫食)	<i>Anisakis simplex</i>			医療機関で患者からアニサキスを摘出
3	2023/5/22	佐世保市	10	事業場	事業場	不明 (アジ、イカ、サバを喫食)	<i>Anisakis simplex</i>			医療機関で患者からアニサキスを摘出
4	2023/7/30	南島原市	25	飲食店	飲食店	ヒラメの刺身	<i>Kudoa septempunctata</i>	1 / 1	喫食者便	
5	2023/8/4	島原市	7	飲食店	事業所	ちらし寿司(ヒラメ刺身含む)	<i>Kudoa septempunctata</i>	2 / 3	有症者便	
6	2023/8/6	佐世保市	54	飲食店	飲食店	刺身(ヒラメ含む)[推定]	<i>Kudoa septempunctata</i>		喫食者便	
7	2023/9/30	大村市	18	飲食店	飲食店	9/28-29に飲食店が提供した食事	<i>Campylobacter</i> spp.	5 / 18 0 / 4	喫食者便 従事者便	<i>C. jejuni</i> (4)、 <i>C. coli</i> (1)
8	2023/11/12	長崎市	5	飲食店	飲食店	11/9、12に飲食店が提供した食事 (鳥刺し、唐揚げ、ピザ等を喫食)	<i>Campylobacter</i> spp.		喫食者便	
9	2023/12/23	大村市	87	飲食店	飲食店	12/22-23飲食店が提供した食事	Norovirus	26 / 52 0 / 20 1 / 6	喫食者便 従事者便 ふき取り	G II.4 G II
10	2023/12/28	長崎市	不明	飲食店	飲食店	不明 (刺し盛り、サバのしゃぶしゃぶ等を喫食)	<i>Anisakis simplex</i>			医療機関で患者からアニサキスを摘出
11	2024/1/2	諫早市	22	飲食店	飲食店	12/31-1/1に飲食店が提供した食事	Norovirus	2 / 5 3 / 9 0 / 6	喫食者便 従事者便 ふき取り	G II.2 G II.2
12	2024/1/30	長崎市	6	飲食店	飲食店	1/28に飲食店が提供した食事	Norovirus	3 / 4	喫食者便	G II.17 ※長崎市関連調査
13	2024/2/21	大村市	1	魚介類 販売業	家庭	2/20に販売された生食用鮮魚介類 (イワシの刺身)	<i>Anisakis simplex</i>			医療機関で患者からアニサキスを摘出
14	2024/3/21	諫早市	21	飲食店	飲食店	3/21に飲食店が提供した食事 ヒラメ刺身[推定]	<i>Kudoa septempunctata</i>	1 / 8	喫食者便	
15	2024/3/30	諫早市	110	飲食店	飲食店	3/29-31に飲食店が提供した食事	Norovirus	7 / 12 2 / 15	喫食者便 従事者便	G II.2 G II.2

※ 本表は、県民生活部生活衛生課の食中毒発生状況一覧表(長崎市、佐世保市発生分含む)から作成した。
 ※※ 病因物質の検出数は、環境保健研究センター保健科対応事例のみとした。

食品等の急性毒性物質の生物学的検査 (2023年度)

蔡国喜, 渡部富廣, 西村加奈子, 吉川亮

Biological examination of acutely toxic substances in food (2023)

Guoxi CAI, Tomihiro WATANABE, Kanako NISHIMURA and Akira YOSHIKAWA

キーワード: 生物学検査、ナシフグ、毒化、テトロドトキシン、麻痺性貝毒

Key words: Biological examination, Nashifugu (Fugu vermicularis), Toxicity, Tetrodotoxin, Paralytic shellfish poison

はじめに

長崎県では、ナシフグは古くより一般に食用にされてきた。昭和58年12月の「フグの衛生確保について」(昭和58年12月2日付け環乳第59号厚生省環境衛生局長通知)において、その筋肉及び精巢が食用可能な部位とされてきたが、昭和63年から平成元年にかけて発生した輸入ナシフグの食中毒や本県産のナシフグから毒性が検出されたことにより、平成5年2月3日付け環乳第23号によりナシフグは販売可能なフグの種類から削除された。

しかし、県内産ナシフグによる食中毒事例は発生していないため調査したところ、ナシフグの産卵期にはフグ毒規制値を超過する個体があったもののそれ以外の時期では規制値以下であった¹⁾。これらの調査結果より漁協関係者からの販売解禁の要望に応え、厚生省は専門者会議を開催し、平成7年12月7日付け衛乳第270号「長崎及び熊本県産のナシフグに関する局長通知」により、有明海及び橘湾で漁獲されるナシフグは有毒部位から筋肉部への毒の移行を確実に防止するための措置が適切に実施されるものに限り、販売が認められることとなった。

なお、平成12年12月19日付生衛発第1821号厚生省生活衛生局長通知により精巢も解禁され、長崎県「ナシフグによる食中毒防止対策要領」に基づき処理され産地確認証紙が貼付されるナシフグ精巢(ただし、3月から7月に漁獲されたものに限る。精巢重量10gに満たないもの及び雌雄の判別がつかないものは流通できない)が流通することとなった。

当センターでは食品の安全性の確保を図るため、食品中に残留する毒性物質の検査を行っており、ナシフグや貝類(アサリやカキ)などを対象として定期的にマウス急性毒性試験を実施し、モニタリングする

ことにより、基準値を超える食品の流通を防いでいる。

本資料は1999年度²⁾及び2000～2003年度³⁾の調査資料の続報であり、2023年度に実施したフグ毒及び麻痺性貝毒の検査結果を報告する。

調査方法

1 検査材料

県内保健所が収去した当該海域で漁獲されたものを対象とし、ナシフグは精巢と筋肉を、麻痺性貝毒はアサリとカキを検体とした。

ナシフグは、5月及び6月に精巢各2検体、1月に筋肉2検体の計6検体の検体搬入があった。

麻痺性貝毒は、4月にアサリ4検体及びカキ2検体、12月にカキ4検体、2月にカキ1検体の計11検体の搬入があった。

2 検査方法

ふぐ毒(ナシフグ精巢及び筋肉)の検査は、「フグの衛生確保について」(平成12年12月19日付生衛発第1821号)の別添「ナシフグによる食中毒防止対策要領」に基づき検査を実施した。

麻痺性貝毒(アサリ及びカキ)の検査は、「貝毒の検査法等について」(昭和55年7月1日環乳第30号厚生省環境衛生局長通知)の別添「麻痺性貝毒検査法」に基づき検査を実施した。

調査結果

2023年度の検体数は、ナシフグ6検体及び麻痺性貝毒11検体の計17検体で、いずれの検体からも規制値以上の毒力は検出されなかった(表1、表2)。

参 考 文 献

- 1) 梅原芳彦 他:長崎県衛生公害研究所報, 40, 141-142 (1994).
 2) 濱野敏一 他:長崎県衛生公害研究所報, 45, 119-120 (1999).
 3) 山崎省吾 他:長崎県衛生公害研究所報, 49, 111-112 (2003).

表1 ナシフグ精巢及び筋肉の毒性試験検査結果

番号	部位	採取日	海域	重量(g)	結果(MU/g)
R5F001	精巢	5月8日	有明海	23	5以下
R5F002	精巢	5月8日	有明海	13	5以下
R5F003	精巢	5月8日	有明海	42	5以下
R5F004	精巢	5月8日	有明海	30	5以下
R5F005	筋肉	1月18日	有明海	51	5以下
R5F006	筋肉	1月18日	有明海	98	5以下

(備考) MU:体重20gのマウスを30分で死亡させる毒量
 毒力規制値:10MU/g

表2 麻痺性貝毒の毒性試験検査結果

番号	検体	採取日	海域	重量(g)	結果(MU/g)
R5A001	アサリ(殻つき)	4月24日	有明海	2,000	0.875未満
R5A002	アサリ(殻つき)	4月24日	有明海	2,000	0.875未満
R5A003	アサリ(殻つき)	4月25日	有明海	2,000	0.875未満
R5A004	アサリ(殻つき)	4月25日	有明海	2,000	0.875未満
R5K001	カキ(むき身)	4月6日	玉之浦湾井持	519	0.875未満
R5K002	カキ(むき身)	4月6日	玉之浦湾大宝	549	0.875未満
R5K003	カキ(むき身)	12月11日	有明海(小ヶ浦)	300	0.875未満
R5K004	カキ(むき身)	12月11日	有明海(長里)	300	0.875未満
R5K005	カキ(むき身)	12月11日	宿ノ浦郷姥ヶ浦地先	300	0.875未満
R5K006	カキ(むき身)	12月14日	壱岐市内海湾	300	0.875未満
R5K007	カキ(むき身)	2月5日	奈摩湾青砂地先	519	0.875未満

(備考) MU:体重20gのマウスを15分で死亡させる毒量
 毒力規制値:4MU/g
 マウスが60分を超えて生存した場合:0.875MU未満

農産物中の残留農薬の検査結果 (2023 年度)

出口 雄也, 松尾 広伸, 谷口 香織, 辻村 和也

Survey of Pesticide Residues in Agricultural Products (2023)

Yuya DEGUCHI, Hironobu MATSUO, Kaori TANIGUCHI,
and Kazunari TSUJIMURA

キーワード: 残留農薬、一斉分析、農産物

Key words: Pesticide residues, Simultaneous determination, Agricultural products

はじめに

食品衛生法では、農作物等の栽培や保存時に使用された農薬が残留した食品を摂取することにより、人の健康を損なうことがないよう、全ての農薬について残留基準が設定され、これを超えるような農作物は販売等が禁止されている。長崎県では、長崎県食品衛生監視指導計画に基づき、県内で流通する農産物中の残留農薬検査を実施している。本報では、令和5年度センターで実施した残留農薬検査結果を報告する。

調査方法

1 試料及び試薬

表1に示す50試料について検査を行った。なお、みかんについては果皮を除いたものを検査した。

農薬標準溶液は、関東化学製農薬混合標準溶液48、54、58、63、70、77、78及び79を使用した。試薬に関しては、超純水及びメタノールは関東化学製のLC/MS用、試料の前処理に用いたアセトニトリル、アセトン、ヘキサン及びトルエンは関東化学製の残留農薬試験・PCB試験用(5000倍濃縮)、その他の試薬は残留農薬試験用又は特級を用いた。検体の前処理における精製には、スペルコ製 ENVI-Carb/LCNH2 (500 mg/500 mg、6 mL)を用いた。

2 検査対象農薬

検査対象農薬は、表2に示す242農薬の中から農産物の種類に応じA~Jとその他のグループ分けをし、186~216農薬を選択した。報告下限値はアセタミプリド

のみ0.05 ppm、他は全て0.01 ppmとした。

3 装置

(1) ガスクロマトグラフタンデム質量分析法 (GC/MS/MS)

株式会社島津製作所製 GCMS-TQ8040 を使用した。

(2) 液体クロマトグラフタンデム質量分析法 (LC/MS/MS)

アジレントテクノロジー株式会社製 1290 Infinity LC/6460 を使用した。

4 分析方法

分析は、厚生労働省通知¹⁾「GC/MSによる農薬等の一斉分析法(農産物)」及び「LC/MSによる農薬等の一斉分析法I(農産物)」に準じて行った。

検査結果

2023年度残留農薬検査の結果、農薬を検出した農産物の一覧を表3に示す。全50試料のうち9試料から報告下限値以上の農薬が検出された。全ての試料が食品衛生法に基づく残留基準値以内であった。

参考文献

1) 食安発第1129002号 厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知“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(一部改正).” (2015年11月29日).

表 1 検査対象農産物

区分	検査項目 グループ	農作物名	検体数	区分	検査項目 グループ	農作物名	検体数
県内産	A	かんしょ	1	県内産	J	かぼちゃ	3
	B	うめ	2		なす	2	
		みかん	2		ニガウリ	5	
	C	きゅうり	7		その他	とうもろこし	1
		トマト	2		うり	1	
	D	にんじん	3		オクラ	1	
	E	スイートスプリング	2		県外産	A	れんこん
はるか		1	G	ほうれんそう	1		
I	ばれいしょ	14	その他	ごぼう	1		

表 2 検査対象農薬

No	項目名	機器	A 根菜 1	B 酸性 果実	C ナス 科ウ リ科 1	D 根菜 2	E 柑橘 類	F その 他果 実	G 緑黄 色 葉菜 花菜	H 淡色 葉菜 未成 熟豆 類	I 根菜 3	J ナス 科ウ リ科 2	その 他 グル ープ 外
1	1, 1-ジクロロ-2, 2-ビス(4-エチルフェニル)エタン	GC			○				○	○	○		
2	2-(1-ナフチル)アセタミド	GC			○				○	○	○		
3	EPN	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
4	XMC	GC			○	○		○	○	○	○	○	
5	アザコナゾール	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
6	アジンホスメチル	GC		○		○		○			○	○	
7	アセタミプリド	GC	○	○	○	○	○	○		○	○	○	
8	アセトクロール	GC	○	○	○	○	○	○			○	○	
9	アゾキシストロビン	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
10	アトラジン	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
11	アニロホス	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
12	アメリン	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
13	アラクロール	GC	○	○	○	○	○		○	○	○	○	
14	イサゾホス	GC	○	○	○	○	○					○	
15	イソキサチオン	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
16	イソキサチオンオキシソ	GC									○		
17	イソフェンホス	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
18	イソプロカルブ	GC	○	○	○				○	○		○	
19	イソプロチオラン	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○

No	項目名	機器	A 根菜 1	B 酸性 果実	C ナス 科ウ リ科 1	D 根菜 2	E 柑橘 類	F その 他果 実	G 緑黄 色 葉菜 花菜	H 淡色 葉菜 未成 熟豆 類	I 根菜 3	J ナス 科ウ リ科 2	その 他 グル ープ 外
20	イプロバリカルブ	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
21	イプロベンホス	GC	○	○	○	○	○	○		○	○	○	
22	イミダクロブリド	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
23	イミベンコナゾール	GC				○		○	○			○	
24	インダノファン	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
25	インドキサカルブ	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
26	ウニコナゾールP	GC	○	○	○	○		○	○	○	○	○	
27	エスプロカルブ	GC	○	○	○	○	○	○			○	○	
28	エチオン	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
29	エディフェンホス	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
30	エトキサゾール	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
31	エトフェンブロックス	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
32	エトフメセート	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
33	エボキシコナゾール	GC			○				○	○	○		
34	オキサジアゾン	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
35	オキサジキシル	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
36	オキサジクロメホン	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
37	オキサミル	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
38	オキシカルボキシ	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
39	オキシフルオルフェン	GC	○	○	○	○		○	○	○	○	○	
40	カズサホス	GC		○	○	○						○	
41	カフェンストール	GC							○				
42	カルバリル	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
43	カルフェントラゾンエチル	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
44	カルプロバミド	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
45	キナルホス	GC	○	○	○	○		○	○	○	○	○	
46	キノキシフェン	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
47	キノクラミン	GC	○	○	○	○	○	○				○	
48	クミルロン	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
49	クレソキシムメチル	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
50	クロキントセツメキシル	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
51	クロチアニジン	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
52	クロマゾン	GC	○	○	○	○	○					○	
53	クロマフェノジド	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
54	クロメブロップ	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
55	クロリダゾン	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
56	クロルタールジメチル	GC	○	○	○	○	○	○			○	○	

No	項目名	機器	A 根菜 1	B 酸性 果実	C ナス 科ウ リ科 1	D 根菜 2	E 柑橘 類	F その 他果 実	G 緑黄 色 葉菜 花菜	H 淡色 葉菜 未成 熟豆 類	I 根菜 3	J ナス 科ウ リ科 2	その 他 グル ープ 外
57	クロルピリホス	GC	○	○	○	○	○	○		○	○	○	
58	クロルピリホスメチル	GC		○	○	○	○					○	
59	クロルフェナビル	GC	○	○	○	○	○		○	○	○	○	
60	クロルフェンゾン	GC			○					○	○		
61	クロルフェンビンホス	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
62	クロルブファム	GC		○		○		○	○	○	○	○	
63	クロルプロファム	GC	○	○	○	○	○					○	
64	クロルベンシド	GC			○								
65	クロロクスロン	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
66	クロロベンジレート	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
67	シアナジン	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
68	シアノホス	GC		○	○							○	
69	ジウロン	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
70	ジエトフェンカルブ	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
71	ジクロシメット	GC	○	○	○	○	○	○		○	○	○	
72	ジクロトホス	GC			○				○	○	○		
73	ジクロフェンチオン	GC	○	○	○	○	○					○	
74	ジクロホップメチル	GC	○	○	○	○	○	○		○	○	○	
75	ジクロラン	GC	○	○	○	○	○			○		○	
76	シニドンエチル	GC							○	○	○		
77	シハロホップブチル	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
78	ジフェナミド	GC	○	○	○	○	○	○	○		○	○	
79	ジフェノコナゾール	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
80	シフルフェナミド	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
81	ジフルフェニカン	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
82	シプロコナゾール	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
83	シプロジニル	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
84	シマジン	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
85	シメコナゾール	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
86	ジメタメトリン	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
87	ジメチピン	GC							○	○	○	○	
88	ジメチルビンホス	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
89	ジメテナミド	GC	○	○	○	○	○	○		○	○	○	
90	ジメトエート	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
91	ジメトモルフ	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
92	シメトリン	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
93	ジメピペレート	GC	○	○	○	○	○	○		○	○	○	

No	項目名	機器	A 根菜 1	B 酸性 果実	C ナス 科ウ リ科 1	D 根菜 2	E 柑橘 類	F その 他果 実	G 緑黄 色 葉菜 花菜	H 淡色 葉菜 未成 熟豆 類	I 根菜 3	J ナス 科ウ リ科 2	その 他 グル ープ 外
94	シラフルオフェン	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
95	スピノサド	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
96	スピロキサミン	GC				○	○				○	○	
97	スピロジクロフェン	GC		○	○	○		○	○	○	○	○	
98	ターバシル	GC	○	○	○	○		○	○	○	○	○	
99	ダイアジノン	GC	○	○	○	○						○	
100	チアクロプリド	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
101	チアベンダゾール	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
102	チアメキサム	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
103	チオジカルブ及びメソミル	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
104	チオベンカルブ	GC	○	○	○	○	○		○	○	○		
105	チフルザミド	GC	○	○	○	○		○	○	○	○	○	
106	テトラクロルビンホス	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
107	テトラコナゾール	GC			○			○	○	○			
108	テトラジホン	GC	○	○	○	○	○	○		○	○	○	
109	テニルクロール	GC	○	○	○	○	○		○	○	○		
110	テブコナゾール	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
111	テブチウロン	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
112	テブフェノジド	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
113	テブフェンピラド	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
114	テフルトリン	GC	○	○	○	○			○	○	○	○	
115	テルブトリン	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
116	トリアジメノール	GC	○	○		○	○				○		
117	トリアジメホン	GC	○	○	○	○			○	○	○	○	
118	トリアゾホス	GC	○	○	○	○		○			○	○	
119	トリアレート	GC			○								
120	トリンクラゾール	GC	○	○	○	○	○	○			○	○	
121	トリチコナゾール	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
122	トリデモルフ	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
123	トリブホス	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
124	トリフルラリン	GC			○								
125	トリフロキシストロビン	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
126	トルクロホスメチル	GC		○	○	○	○				○	○	
127	トルフェンピラド	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
128	ナプロバミド	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
129	ニトロタールイソプロピル	GC	○	○	○	○					○	○	
130	ノルフルラゾン	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○

No	項目名	機器	A 根菜 1	B 酸性 果実	C ナス 科ウ リ科 1	D 根菜 2	E 柑橘 類	F その 他果 実	G 緑黄 色 葉菜 花菜	H 淡色 葉菜 未成 熟豆 類	I 根菜 3	J ナス 科ウ リ科 2	その 他 グル ープ 外
131	パクロブトラゾール	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
132	バラチオン	GC	○	○	○	○			○	○	○	○	
133	バラチオンメチル	GC	○	○	○	○	○	○		○	○	○	
134	ハルフェンプロックス	GC		○	○	○	○	○	○	○	○	○	
135	ピコリナフェン	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
136	ビテルタノール	GC	○	○	○	○			○	○	○		
137	ビフェノックス	GC	○	○		○			○	○		○	
138	ビフェントリン	GC		○	○	○	○	○	○	○	○	○	
139	ビペロニルプトキシド	GC			○				○	○	○		
140	ビペロホス	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
141	ビラクロストロビン	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
142	ビラクロホス	GC				○		○	○	○	○	○	
143	ビラゾホス	GC	○	○	○	○		○	○	○	○	○	
144	ビラフルフェンエチル	GC	○	○		○	○	○	○	○	○		
145	ビリダフェンチオン	GC	○	○	○	○		○	○	○	○	○	
146	ビリダベン	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
147	ビリフェノックス	GC	○		○		○	○		○	○		
148	ビリブチカルブ	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
149	ビリブロキシフェン	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
150	ビリミカーブ	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
151	ビリミノバックメチル	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
152	ビリミホスメチル	GC	○	○	○	○	○	○		○	○	○	
153	ビリメタニル	GC	○	○	○	○	○	○		○	○	○	
154	ピロキロン	GC	○	○	○	○	○	○				○	
155	ピンクロゾリン	GC	○	○	○	○	○	○		○	○	○	
156	フィブロニル	GC				○	○	○	○		○	○	
157	フェナミホス	GC				○	○	○					
158	フェナリモル	GC	○	○	○	○	○	○		○	○	○	
159	フェントロチオン	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
160	フェノキサニル	GC	○	○	○	○		○	○	○	○	○	
161	フェノキシカルブ	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
162	フェノチオカルブ	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
163	フェノブカルブ	GC	○	○		○	○		○	○	○	○	
164	フェンアミドン	GC		○		○	○	○	○			○	
165	フェンクロルホス	GC			○								
166	フェンスルホチオン	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
167	フェンチオン	GC	○	○	○	○	○	○					

No	項目名	機器	A 根菜 1	B 酸性 果実	C ナス 科ウ リ科 1	D 根菜 2	E 柑橘 類	F その 他果 実	G 緑黄 色 葉菜 花菜	H 淡色 葉菜 未成 熟豆 類	I 根菜 3	J ナス 科ウ リ科 2	その 他 グル ープ 外
168	フェントエート	GC	○	○	○	○		○		○	○	○	
169	フェンピロキシメート	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
170	フェンブコナゾール	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
171	フェンプロパトリン	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
172	フェンプロピモルフ	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
173	フサライド	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
174	ブタクロール	GC	○	○	○	○		○	○	○	○	○	
175	ブタフェナシル	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
176	ブタミホス	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
177	ブピリメート	GC	○	○	○	○	○	○			○	○	
178	ブプロフェジン	GC	○	○	○	○	○	○		○	○	○	
179	フラムプロップメチル	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
180	フラメトビル	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
181	フルアクリピリム	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
182	フルジオキソニル	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
183	フルシラゾール	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
184	フルチアセツメチル	GC							○				
185	フルトラニル	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
186	フルトリアホール	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
187	フルフェノクスロン	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
188	フルフェンピルエチル	GC							○		○		
189	フルミオキサジン	GC	○	○		○	○	○	○	○	○	○	
190	フルミクロラックパンチル	GC				○			○	○		○	
191	フルリドン	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
192	ブレチラクロール	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
193	プロシミドン	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
194	プロチオホス	GC	○	○	○	○	○	○		○	○	○	
195	プロパキサホップ	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
196	プロバジン	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○		
197	プロパニル	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
198	プロパホス	GC			○								
199	プロバルギット	GC	○	○							○		
200	プロピコナゾール	GC	○	○	○	○		○		○	○	○	
201	プロピザミド	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
202	プロヒドロジャスモン	GC	○			○						○	
203	プロフェノホス	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
204	プロボキスル	GC				○			○	○	○	○	

No	項目名	機器	A 根菜 1	B 酸性 果実	C ナス 科ウ リ科 1	D 根菜 2	E 柑橘 類	F その 他果 実	G 緑黄 色 葉菜 花菜	H 淡色 葉菜 未成 熟豆 類	I 根菜 3	J ナス 科ウ リ科 2	その 他 グル ープ 外
205	プロマシル	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
206	プロトリン	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
207	プロモブチド	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
208	プロモプロピレート	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
209	プロモホス	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
210	プロモホスエチル	GC			○				○	○			
211	ヘキサコナゾール	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
212	ヘキサジノン	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
213	ヘキシチアゾクス	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
214	ベナラキシル	GC		○	○				○		○	○	
215	ベノキサコール	GC	○	○	○	○	○			○	○		
216	ベルメトリン	GC	○	○	○	○	○	○		○	○		
217	ベンコナゾール	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
218	ペンシクロン	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
219	ベンダイオカルブ	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
220	ベンディメタリン	GC	○	○	○	○	○		○	○	○		
221	ベンフレセート	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
222	ホサロン	GC							○				
223	ボスカリド	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
224	ホスチアゼート	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
225	ホスファミドン	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
226	ホレート	GC		○									
227	マラチオン	GC	○	○					○	○			
228	マイクロブタニル	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
229	メカルバム	GC			○				○	○	○		
230	メタバベンズチアズロン	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
231	メタラキシル	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
232	メチダチオン	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
233	メキシクロール	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
234	メキシフェノジド	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
235	メミノストロビン	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
236	メラクロール	GC	○	○	○	○	○		○	○	○		
237	メフェナセツ	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
238	メフェンピルジエチル	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
239	メプロニル	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
240	ラクトフェン	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
241	リニューロン	LC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○

No	項目名	機器	A 根菜 1	B 酸性 果実	C ナス 科ウ リ科 1	D 根菜 2	E 柑橘 類	F その 他果 実	G 緑黄 色 葉菜 花菜	H 淡色 葉菜 未成 熟豆 類	I 根菜 3	J ナス 科ウ リ科 2	その 他 グル ープ 外
242	レナシル	GC	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
検査項目数			201	211	216	214	186	193	185	201	213	212	134

表3 残留農薬検査結果

グループ	農産物名	検出数/検体数	区分	検出農薬	検出値 ^{※1} ppm	分析値 ^{※2} ppm	基準値 ppm
B	うめ	2/2	県内産	クレソキシムメチル	0.01	0	5
			県内産	フェンプロパトリン	0.12	0	3
			県内産	クロチアニジン	0.03	0	2
C	きゅうり	4/7	県内産	フェニトロチオン	0.01	0.0	0.3
			県内産	クロチアニジン	0.16	0	2
			県内産	クロルフェナピル	0.01	0.0	0.5
				クロチアニジン	0.03	0	2
	トマト	1/2	県内産	アゾキシストロビン	0.01	0	3
E	はるか	1/1	県内産	フェニトロチオン	0.06	0	10
				エトフェンプロックス	0.07	0	10
G	ほうれんそう	1/1	県外産	フルフェノクスロン	0.03	0	10

※1 報告下限値 0.01 ppm の桁数に合わせた値を検出値とする

※2 告示に定める食品に残留する農薬等の成分である物質の量の限度(基準値)の桁数に合わせた値を分析値とする

県内流通食品の成分規格基準および食品添加物の使用基準に関する 検査結果(2023 年度)

植木 香帆, 渡部 富廣, 右田 雄二, 吉川 亮, 辻村 和也

Survey Report in Commercially Available Food on Ingredient Standards of Food and Criteria for the Use of Food Additives (2023)

Kaho UEKI, Tomihiro WATANABE, Yuji MIGITA,
Akira YOSHIKAWA, and Kazunari TSUJIMURA

キーワード: 食品添加物、ソルビン酸、亜硝酸根、大腸菌群、酸価、過酸化値、魚肉ねり製品、揚げ麺、食肉製品

Key words: food additive, sorbic acid, nitrite, coliform bacteria, acid value, peroxide value, fish paste products, fried noodles, meat products

はじめに

2023 年度食品一斉収去検査として、理化学検査と細菌検査を実施した。

対象食品および検査項目は、魚肉ねり製品について添加物使用基準(ソルビン酸)および成分規格基準(大腸菌群)、加熱食肉製品について成分規格基準(亜硝酸根および大腸菌群などの細菌検査)、即席めん類について成分規格基準(酸価及び過酸化値)である。

これらの検査結果について報告する。

調査方法

1 魚肉ねり製品の理化学検査及び細菌検査

魚肉ねり製品を対象に、保存料(ソルビン酸)定量検査および大腸菌群検査を実施し、それぞれ添加物使用基準および成分規格基準に適合しているかを確認した。

試料は、県内に流通する魚肉ねり製品のうち、県内産を中心に計 19 検体 (ソルビン酸使用表示あり: 10 検体、なし: 9 検体)とした。

(1) 保存料 (ソルビン酸)定量検査

(a) 試薬

標準品として、ソルビン酸標準品(関東化学株式会社製)を使用した。

試薬に関しては、メタノール(関東化学株式会社製、LC/MS 用)を使用し、その他の試薬は特級品以上を

使用した。

(b) 検査方法

食品中のソルビン酸について、均質化試料を水蒸気蒸留装置(宮本理研工業株式会社製 型式: STC-5D)を用いて蒸留することにより、試験溶液を得た。これを高速液体クロマトグラフ装置(アジレント・テクノロジー株式会社製 型式: Agilent 1260 Infinity LC)を用いて、絶対検量線法により定量した。装置の測定条件を表 1 に示した^{1), 2)}。

表 1 高速液体クロマトグラフ装置条件

カラム	Inertsil ODS-3V、4.6 mmID×150 mm (ジーエルサイエンス社製)
ガードカラム	Inertsil ODS-3、4.6 mmID×50 mm (ジーエルサイエンス社製)
移動相	メタノール-水-0.2 mol/L リン酸緩衝液 (pH 4.0) (36:59:5)
流速	1.0 mL/min
カラム温度	40°C
測定波長	230 nm

(2) 大腸菌群検査

(a) 試薬

試薬に関しては、ペプトン(サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社製)を使用し、菌の培養には日水製薬株式会社製の BGLB 培地、EMB 培地、乳糖ブイヨン培地を使用し、その他の試薬は特級品以上を使用した。

(b) 検査方法

検体を細切して滅菌ペプトン加生理食塩水を加えた10倍希釈液を倍濃度BGLB発酵管に接種し、35°C 48時間培養後にガス発生の有無を確認した。ガス発生を認めただけの場合には確定試験としてEMB培地、完全試験として乳糖ブイオン発酵管を用いて追加で培養を実施し、完全試験でガスの発生を認めるものを「大腸菌群陽性」と判定した^{3), 4)}。

2 加熱食肉製品の理化学検査および細菌検査

加熱食肉製品を対象に、発色剤(亜硝酸根)定量検査および細菌検査(包装後加熱食肉製品について大腸菌群およびクロストリジウム属菌、加熱後包装食肉製品について*Escherichia coli* (*E.coli*)、黄色ブドウ球菌およびサルモネラ属菌)を実施し、それぞれの成分規格基準に適合しているかを確認した。

試料は、県内に流通する加熱食品製品のうち、県内産を中心に包装後加熱食肉製品4検体および加熱後包装食肉製品6検体の計10検体(亜硝酸根使用表示あり:8検体、なし:2検体)とした。

(1) 発色剤(亜硝酸根)定量検査

(a) 試薬

標準品として、亜硝酸ナトリウム(関東化学株式会社製)を使用した。試薬に関しては、特級品以上を使用した。

(b) 検査方法

検査は、食品中の亜硝酸ナトリウムについて、亜硝酸イオンとジアゾ化反応によって発色する赤紫色を分光光度計(日本分光株式会社 V-730)を用いて、波長540nmの吸光度を測定し、亜硝酸根として定量した^{3), 5), 6)}。

(2) 細菌検査

(a) 試薬

試薬は標準操作手順書等に従い、使用した⁷⁾。

(b) 検査方法

① 大腸菌群

魚肉練り製品と同様に行った。

② クロストリジウム属菌

検体を細切して滅菌ペプトン加生理食塩水を加えた10倍希釈液および、100倍希釈液を作製し、各々を滅菌パウチに10mLずつ接種し、クロストリジア測定用培地を加え溶封し35°C 24時間培養した。発育した培地上の黒色集落の数と希釈倍数から検体1gあたりの菌数を求めた^{3), 4), 8)}

③ *E.coli*

検体を細切して滅菌ペプトン加生理食塩水を加えた10倍希釈液を作製し、EC発酵管5本に接種し、

44.5°C 24時間培養後にガス発生の有無を確認した。ガス発生を認めただけの場合には確定試験としてEMB培地、完全試験として乳糖ブイオン発酵管を用いて追加で培養を実施し、完全試験でガスの発生を認め、グラム染色でグラム陰性無芽胞桿菌の場合を「*E.coli* 陽性」と判定した^{3), 4)}。

④ 黄色ブドウ球菌

検体を細切して滅菌緩衝ペプトン水を加えた10倍希釈液と100倍希釈液、1000倍希釈液を作製し、各段階の希釈液を卵黄加マンニット食塩寒天培地で培養した。発育した疑わしい集落2~5個をTSA培地で純培養し、グラム染色、コアグラゼ試験を実施した。グラム陽性球菌、コアグラゼ試験陽性のものを黄色ブドウ球菌と判定し、培地上の集落数と希釈倍数から試料1gあたりの菌数を求めた^{3), 4), 8)}。

⑤ サルモネラ属菌

検体を細切して滅菌緩衝ペプトン水を加えた10倍希釈液を37°C 22時間培養後、ラポポートバシリアデイス培地、テトラチオネート培地に接種し42°C 22時間増菌した。これをDHL寒天培地、クロモアガーサルモネラに塗抹して培養し、菌を分離した。今回の試験でサルモネラ属菌を疑う集落は確認されなかった。疑わしい集落が観察された場合には、生化学性状試験を実施する。

生化学性状としてTSI寒天培地で高層部黄変・黒変・ガス産生(高層部における気泡または亀裂の発生)および斜面部が鮮やかに赤変したものおよび、LIM培地で培地全体が紫変(リジン陽性)、運動性陽性、インドール反応陰性を確認した菌を定型的なサルモネラ属菌と判断する。それらの菌株についてサルモネラ診断用血清でO抗原の群別を決定した。また、非定型的なサルモネラ属菌が疑われる場合は、生化学性状試験を追加する^{3), 4), 8)}。

3 即席めん類の理化学検査

即席めん類を対象に、酸価油脂の試験として、酸価および過酸化値の測定を行い、成分規格基準に適合しているかを確認した。

試料は、県内に流通する即席めん類のうち、揚げ麺について県内産を中心に12検体とした。

(1) 試薬

試薬に関しては、ジエチルエーテル(関東化学株式会社製、油脂試験用)、0.1mol/Lエタノール性水酸化カリウム溶液(富士フィルム和光純薬株式会社製、容量分析用)、0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液(富士フィルム和光純薬株式会社製、容量分析用)、フェノールフタレイン溶液(関東化学株式会社製、滴定用指示薬)、でんぷん(溶性)(関東化学株式会社製、鹿一

級)を使用し、その他の試薬は特級品以上を使用した。

(2) 検査方法

検査は、試料より石油エーテルで抽出した油脂を用いて行った。酸価は、抽出した油脂をエタノール・ジエチルエーテル混液に溶解後、1%フェノールフタレイン溶液を指示薬とし、0.1 mol/L エタノール性水酸化カリウム溶液で滴定することで求めた。過酸化価は、抽出した油脂をイソオクタン・酢酸混液に溶解後、でんぷん溶液を添加し、0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定することで求めた^{6), 9), 10)}。

規格基準および使用基準¹¹⁾

1 魚肉ねり製品

- (1) ソルビン酸使用基準: 2.0 g/kg 以下
(定量下限: 0.01 g/kg)
- (2) 大腸菌群の成分規格基準: 陰性であること

2 加熱食肉製品

- (1) 亜硝酸根規格基準: 0.070 g/kg 以下
(定量下限: 0.0002 g/kg)
- (2) 微生物の成分規格基準:
 - ・包装後加熱食肉製品
大腸菌群: 陰性
クロストリジウム属菌: 1000/g 以下
 - ・加熱後包装食肉製品
E.coli: 陰性
黄色ブドウ球菌: 1000/g 以下
サルモネラ属菌: 陰性

3 即席めん類

即席めん類(めんを油脂で処理したものに限る)の成分規格基準は、含有油脂の酸価が 3 以下、かつ過酸化価が 30 以下である。

検査結果

1 魚肉ねり製品の理化学検査及び細菌検査

(1) 保存料(ソルビン酸)定量検査

原材料表示に保存料(ソルビン酸)の記載が無い9検体については、ソルビン酸の検出値が定量下限値未満であること、ソルビン酸の表示が有る10検体については使用基準の範囲内であることを確認した。ソルビン酸の表示のない9検体のうちの1検体について、魚肉すり身でありソルビン酸の使用基準がないため、ソルビン酸の検出値が定量下限値未満であることを確認した。また、すべての検体について使用表示との整合性を確認した。

(2) 大腸菌群検査

魚肉すり身1検体については、検査対象外であるため、大腸菌群検査は実施しなかった。そのほかの18検体については、すべて陰性で、規格基準に適合していた。

2 加熱食肉製品の理化学検査および細菌検査

(1) 発色剤(亜硝酸根)定量検査

亜硝酸根使用表示のない加熱後包装食肉製品1検体について、定量下限値(0.0002 g/kg)を超える0.0004 g/kgの亜硝酸根が検出されたため、生活衛生課へ報告し対応を依頼した。そのほかの9検体はすべて規格基準に適合していた。

(2) 細菌検査

すべて規格基準に適合していた。

3 即席めん類の理化学検査

すべて規格基準に適合していた。

参考文献

- 1) 薬生食基発0628第1号 厚生労働省医薬・生活衛生局食品基準審査課長通知及び薬生食監発0628第1号厚生労働省医薬・生活衛生局食品監視安全課長通知:『食品中の食品添加物分析法』の改正について, (2019年6月28日)。
- 2) 日本食品衛生協会編: 食品衛生検査指針(食品添加物編) 追補2020, 公益社団法人日本食品衛生協会, 東京(2020)。
- 3) 厚生省生活衛生局長通知: 衛乳第54号「食品衛生法施行規則及び食品、添加物等の規格基準の一部改正について」(1993年3月17日)。
- 4) 日本食品衛生協会編: 食品衛生検査指針(微生物編) 2018, 公益社団法人日本食品衛生協会, 東京(2018)。
- 5) 日本食品衛生協会編: 食品衛生検査指針(食品添加物編) 2003, 公益社団法人日本食品衛生協会, 東京(2003)。
- 6) 日本薬学会編: 衛生試験法・注解 2020, 金原出版株式会社, 東京(2020)。
- 7) 厚生労働省医薬・生活衛生局生活衛生・食品安全部基準審査課 事務連絡:「食品、添加物の規格基準に定めるサルモネラ属菌および黄色ブドウ球菌の試験法にかかる留意事項について」, (2016年1月28日)。
- 8) 食安発0729第4号厚生労働省医薬食品局食品安全部部長通知:「食品、添加物等の規格基準に定めるサルモネラ属菌及び黄色ブドウ球菌の試験法の改正について」, (2015年7月29日)。
- 9) 食安発0328第1号 厚生労働省医薬食品局食品

安全部長通知:「食品、添加物等の規格基準の一部を改正する件について」, (2016年3月28日).
10) 日本食品衛生協会編: 食品衛生検査指針(理化学編), 公益社団法人日本食品衛生協会, 東京

(2015).

11) 厚生省告示第370号: 食品、添加物等の規格基準, (1959年12月28日).

畜水産食品中の残留動物用医薬品の検査結果(2023 年度)

江川 真文, 松尾 広伸, 井原 基, 吉川 亮, 辻村 和也

Survey Report of Veterinary Drug Residues in Livestock Products and Sea foods (2023)

Masafumi EGAWA, Hironobu Matsuo, Motoki IHARA, Akira YOSHIKAWA
and Kazunari TSUJIMURA

キーワード: 畜水産食品、動物用医薬品、高速液体クロマトグラフータンデム質量分析装置(LC-MS/MS)

Key words: Livestock products and Sea foods, veterinary drug residues, liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS)

はじめに

2023 年度厚生労働省畜水産食品の残留有害物質モニタリング検査の一環として、県内産の畜水産食品(養殖魚介類、乳)中の抗生物質、合成抗菌剤、内寄生虫用剤の検査を行ったので報告する。

調査方法

1 試料及び試薬

検査に供した試料は、表1に示す。

標準品に関しては、富士フィルム和光純薬株式会社のものを使用した。

試薬に関しては、アセトニトリル及びメタノールは関東化学株式会社製の LC/MS 用を、ギ酸は富士フィルム和光純薬株式会社製の LC/MS 用を使用した。その他の試薬は、残留農薬用及び特級品以上のものを使用した。

2 検査項目及び残留基準

検査項目及び残留基準は、表2に示す。

3 検査方法

(1) 抗生物質の微生物学的検査

1994 年 7 月 1 日付け衛乳第 107 号「畜水産食品中の残留抗生物質簡易検査法(改定)別添 2」及び食品衛生検査指針(理化学編)、ペーパーディスク法(IDF standard)[関連法規:1951 年 12 月 27 日付け厚生省令第 52 号「乳及び乳製品の成分規格等に関する省令」]に準じた。

(2) 抗生物質、合成抗菌剤及び内寄生虫用剤の理化学検査

厚生労働省通知試験法 HPLC による動物用医薬品等の一斉試験法Ⅲ(畜水産物)及び文献²⁾を参考に、分析法を検討し、「食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドラインについて」(2007 年 11 月 15 日付け食安発第 1115001 号)³⁾及び「食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドラインの一部改正について」(2010 年 12 月 24 日付け食安発 1224 第 1 号)⁴⁾に従い、試験法妥当性を評価し⁵⁾、標準操作手順書を作成し、その方法を適用した。その概要を以下に示す。

当該前処理は、均質化検体から 0.3%ギ酸メタノール/アセトニトリル(7/3)混液及び 0.2 M EDTA-2Na 水溶液で対象成分を 2 回粉碎抽出し、さらに残渣に EDTA 含有クエン酸緩衝液を加えて粉碎抽出を行った。それらの上清を合わせたものを定容後、0.22 μ m フィルターでろ過し、試験溶液とした。分析装置は、高速液体クロマトグラフータンデム質量分析装置(LC-MS/MS)として、アジレントテクノロジー株式会社製 1290 Infinity LC/6460 を使用した。

検査結果及び考察

養殖魚介類 15 検体、乳 9 検体の検査を行った。結果、抗生物質、合成抗菌剤、内寄生虫用剤について基準値を超える検体は無かった。

参 考 文 献

- 1) 厚生労働省ホームページ：畜水産食品の残留有害物質モニタリング検査結果.
- 2) 松本理世、他：LC/MS/MS を用いた畜水産物中動物用医薬品等の迅速一斉分析法の検討(第3報), 熊本県保健環境科学研究所報, 44, 28-37, (2014).
- 3) 食安発第 1115001 号厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知:「食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドラインについて」(2007年11月15日).
- 4) 食安発 1224 号第1号厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知:「食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドラインの一部改正について」(2010年12月24日).
- 5) 松尾広伸, 辻村和也:LC-MS/MS を用いた畜水産物中動物用医薬品の迅速一斉分析法の検討, 長崎県環境保健研究センター所報, 66, 60-65, (2020).

表1 試 料

搬入機関	養殖魚介類		乳
	ぶり	まだい	
西彼保健所	1		1 8
県央保健所			
県南保健所	1	2	
県北保健所	3	2	
五島保健所	1	1	
上五島保健所		1	
対馬保健所	2		
壱岐保健所		1	
合 計	8	7	9

表2 検査項目及び残留基準 (単位: ppm)

検査項目	養殖魚介類		乳
	ぶり	まだい	
(抗生物質)			
テトラサイクリン類	0.2 ^{*1}	0.2 ^{*1}	0.1 ^{*2}
スピラマイシン類 ^{*3}	0.2	0.2	0.2 ^{*2}
ベンジルペニシリン (合成抗菌剤)			0.004
スルファメラジン	0.01	0.01	
スルファジミジン	0.01	0.01	0.025
スルファモノメキシシ	0.1	0.1	
スルファジメキシシ	0.1	0.1	
スルファキノキサリン	0.01	0.01	
オキシリン酸	0.06	0.06	
チアンフェニコール	0.02	0.02	
(内寄生虫用剤)			
チアベンタゾール類 ^{*4}			0.10

*1: 魚介類におけるオキシテトラサイクリンのみの値を記載。

検査においてテトラサイクリン、クロルテトラサイクリンに、一律基準 (0.01 ppm) を適用した。

*2: オキシテトラサイクリン、テトラサイクリン、クロルテトラサイクリンの和

*3: スピラマイシン、ネオスピラマイシンの和

*4: チアベンタゾール、5-ヒドロキシチアベンタゾールの和

*5: 残留基準の設定されていないものは、一律基準を記載

繊維製品中のホルムアルデヒドの検査結果(2023年度)

植木 香帆, 出口 雄也, 谷口 香織, 辻村 和也

Survey Report of Formaldehyde in Textile Goods (2023)

Kaho UEKI, Yuya DEGUCHI, Kaori TANIGUCHI and Kazunari TSUJIMURA

キーワード: ホルムアルデヒド、繊維製品

Key words: formaldehyde, textile goods

はじめに

例年、「有害物質を含有する家庭用品の規制に関する法律」に基づき県内の各地域において販売されている衣料品等の検査を行っている。2023年度は壱岐地区において販売されている衣料品等に含まれるホルムアルデヒドの検査を実施したので報告する。

調査方法

1 検体及び試薬

24月以内の乳幼児用の衣料品 15 検体、24月を超えるもの 5 検体の検査を行った(表 1)。

標準品として、ホルムアルデヒド標準液(関東化学株式会社製、水質分析用)を使用した。その他の試薬は特級品以上を使用した。

分光光度計は日本分光株式会社製 V-730 を用いた。

表 1 検体一覧

	検体数
24月以内のもの	15 検体
下着	7
くつした	3
よだれ掛け	2
手袋	1
中衣	1
おしめカバー	1
24月を超えるもの	5 検体
下着	2
くつした	2
寝衣	1
合計	20 検体

2 分析方法

試験は、公定法¹⁾に規定する方法に準じて行った。

身体と接触する部分を細かく切り、24月以内のものは 2.50 g を正確に、それ以外のは約 1 g を精密に量りとり、精製水 100 mL を正確に加えて 40°C で 1 時間抽出を行った。これをガラスろ過器 G2 によりろ過し、試験溶液とした。この試験溶液の波長 413 nm^{*1} におけるホルムアルデヒドによる吸光度^{*2} A-Ao を、分光光度計を用いて測定した。

*1: 事前に、ホルムアルデヒド 4.0 ppm 標準溶液のスペクトルを測定し、412~415 nm における吸収の極大波長が検出された 413 nm を測定波長として採用した。

*2: ホルムアルデヒドによる吸光度 A-Ao について、吸光度 A とは、試験溶液とアセチルアセトン試薬の反応により生じる吸光度であり、吸光度 Ao とは、吸光度 A の対照として、アセチルアセトン試薬の代わりに酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液を用いた溶液の吸光度である。ホルムアルデヒドによる吸光度 A-Ao は、遊離ホルムアルデヒドとアセチルアセトンの反応生成物(3,5-ジアセチル-1,4-ジヒドロルチジン)による吸光度を表す。

検査結果

表 1 に示した全ての検体は基準値以下であり、ホルムアルデヒドは検出されなかった。

(家庭用品中のホルムアルデヒド基準値)

(1) 24月以内の乳幼児用のもの

A-Ao の値が 0.05 以下又は下式により計算する試料 1 g についてのホルムアルデヒド溶出量が 16 µg 以下でなければならない。

(2) 24月を超えるもの

下式により計算する試料 1 g についてのホルムアルデヒド溶出量は 75 μg 以下でなければならない。

ホルムアルデヒド溶出量(μg)

= $C (\mu\text{g/ml}) \times (A - A_0) / A_s \times 100 \times 1 / \text{試料採取量(g)}$

C: ホルムアルデヒド標準液の濃度

A_s : ホルムアルデヒド標準液の吸光度

参 考 文 献

- 1) 薬生薬審発 0328 第 5 号:「家庭用品中の有害物質試験法について」.(2022 年 3 月 28 日).

健康食品等に含まれる無承認無許可医薬品の検査結果(2023 年度)

出口 雄也, 松尾 広伸, 辻村 和也

Survey Report of Pharmaceuticals Illegally Added to Dietary Supplements and Toiletry for the Enhancement of Sexual Performance (2023)

Yuya DEGUCHI, Hironobu MATSUO and Kazunari TSUJIMURA

キーワード: 無承認無許可医薬品, 強壮効果, 健康食品, LC-QTOF/MS

Key words: Illegal Pharmaceuticals, Enhancement of Sexual Performance, Dietary Supplements, LC-QTOF/MS

はじめに

近年、強壮効果を標榜している健康食品に無承認無許可医薬品が含まれている事例が相次いで報告されている¹⁾。このため、これら無承認無許可医薬品による健康被害を未然に防ぐため、2023 年度より県内で販売されている「いわゆる健康食品」(以下、健康食品)の医薬品成分検査を実施している。2023 年度の健康食品の強壮系成分の検査結果について報告する。

調査方法

1 検体

2023 年度は、県内雑貨量販店で販売されている無承認無許可医薬品にあたる強壮系成分の混入の可能性がある物品 5 製品 5 検体(液剤 1、ティッシュ様剤形 1、錠剤 2、カプセル剤 1)を購入し検体とした。

2 検査対象物質

強壮用医薬品であるシルデナフィル、ホンデナフィル、タダラフィル、バルデナフィル、ヨヒンビン、リドカイン、テトラカインの 7 種類をターゲット検査対象物質とした。

また、既知情報から整理した強壮系成分 60 成分(ターゲット検査対象と重複あり)をスクリーニング検査の対象物質とした。

3 試薬

シルデナフィル、ホンデナフィル、タダラフィル、バルデナフィル、ヨヒンビン、リドカイン、テトラカイン標準品は 10 mg をアセトニトリル:メタノール(1:1)の溶液に溶解して 10 mL とし、標準原液(1000 ppm)とした。さらに各標準原液をアセトニトリル-メタノール(1:1)で希釈し

て、混合標準溶液を調製した。

前処理及び標準溶液調製及び移動相に用いたアセトニトリルは LC/MS 用を用いた。その他のメタノールは関東化学株式会社製の LC/MS 用、超純水及びギ酸は富士フイルム和光純薬株式会社製の LC/MS 用を用いた。

4 分析装置及び条件

(1) 定性分析

ターゲット検査対象物質の名称、組成式及び精密質量数を表 1 に示す。

高速液体クロマトグラフ-四重極飛行時間型質量分析装置(LC-Q/TOF)として、株式会社エービー・サイエックス製 ExionLC 2.0+SCIEX X500R QTOF を使用した。分析条件は表 2 のとおりである。

表 1 ターゲット検査対象物質

物質名	組成式	精密質量数
シルデナフィル	C ₂₂ H ₃₀ N ₆ O ₄ S	474.2049
ホンデナフィル	C ₂₅ H ₃₄ N ₆ O ₃	466.2692
タダラフィル	C ₂₂ H ₁₉ N ₃ O ₄	389.1376
バルデナフィル	C ₂₃ H ₃₂ N ₆ O ₄ S	488.2206
ヨヒンビン	C ₂₁ H ₂₆ N ₂ O ₃	354.1943
リドカイン	C ₁₄ H ₂₂ N ₂ O	234.1732
テトラカイン	C ₁₅ H ₂₄ N ₂ O ₂	264.1838

(2) 定量分析

高速液体クロマトグラフ-三連四重極質量分析装置(LC-MS/MS)として、アジレント・テクノロジー株式会社製 LC1290 infinity + 6460TQ を使用し、分析条件は表 3 のとおりである。

表2 LC-Q/TOF 分析条件

機器	株式会社エービー・サイエックス製 ExionLC 2.0 / X500R QTOF
LC 条件	
分析カラム	ウォーターズ株式会社製 Waters UPLC HSS C18 (2.1 mm i.d. × 100 mm、粒子径1.8 μm)
移動相	A: 3 mMギ酸アンモニウム水溶液 B: 0.1%ギ酸アセトニトリル グラジエント条件:A/B = 80/20 (0 min) -80/20 (2.1 min) - 60/40 (6.5 min) - 40/60 (9.5 min) - 40/60 (11 min) - 2/98 (11.3 min) - 2/98 (12.8 min) - 80/20 (13 min) - 80/20 (15 min)
カラム温度	45°C
流量	0.35 mL/min
注入量	2 μL
MS 条件	
イオン化法	ESI
測定モード	IDA 分析、ポジティブモード
DAD スキャン	200 - 400 nm
MS スキャン	m/z: 50 - 1000

5 分析検体の前処理

錠剤は乳鉢で粉末にした。カプセル剤は、内容物と皮膜に分け、皮膜ははさみで細かくし、内容物とともに粉碎した。液剤および錠剤検体は、約 0.2 g を採取し、カプセルは、1 カプセル全量を用いた。またティッシュ様剤形のもの1枚を使用した。アセトニトリル-メタノール(1:1) 10 mL を加えて1分間攪拌した後、10分間超音波抽出した。これらを 3000 rpm で5分間遠心分離した後、上清 2 mL を分取し、アセトニトリル-メタノール(1:1) で 10 mL に定容した。その溶液を 0.2 μm メンブランフィルターでろ過し、試験溶液とした。

検査結果

(1) 定性分析

今回調査した健康食品からは全ての検体においてターゲット検査対象物質は未検出だった(表4)。また、ターゲット検査対象物質以外の強壮系成分についても精密質量数によるターゲットスクリーニング検査で含有が疑われる検体は無かった。

ただし、その他に医薬品成分の有無を確認したところ、ティッシュ様剤形の検体にて、日本薬局方第18改正に記載の医薬品成分であるアトロピンとスコポラミン、および同じく医薬品成分であるブシの主成分の1つで

表3 LC-MS/MS 分析条件

機器	アジレント・テクノロジー株式会社製 LC1290infinity - MS6460TQ
LC 条件	
分析カラム	アジレント・テクノロジー株式会社製ZORBA X Eclipse Plus C18 RRHT (2.1 mm i.d. × 100 mm、粒子径1.8 μm)
移動相	A: 0.1%ギ酸0.25mM酢酸アンモニウム水溶液 B: 0.1%ギ酸0.25mM酢酸アンモニウムメタノール グラジエント条件:A/B = 100/0 (0 min) -100/0 (1 min) - 85/15 (1.1 min) - 5/95 (10 min) - 0/100 (10.1 min) - 0/100 (15 min)
カラム温度	40°C
流量	0.25 mL/min
注入量	3 μL
MS 条件	
イオン化法	ESI
測定モード	MRM 分析 <アトロピン> 定量イオン:290.2 > 124.1 定性イオン:290.2 > 93.1 <スコポラミン> 定量イオン:304.2 > 138.1 定性イオン:304.2 > 156.1 <メサコニチン> 定量イオン:632.3 > 572.2 定性イオン:632.3 > 105.1

あるメサコニチンを検出した。

(2) 定量分析

ティッシュ様剤形検体にて検出したアトロピン、スコポラミン、メサコニチンについて、定量分析を行った。ティッシュ 1 枚当たりの平均値としてそれぞれ、アトロピン 241 ng、スコポラミン 655 ng、メサコニチン 52 ng と算出された。

まとめ

ティッシュ様剤形検体から医薬品成分であるアトロピン、スコポラミン、メサコニチンが検出された。この結果は医薬品成分の検出として薬務行政室に報告し、その内容は報道発表された。

今回、無承認無許可医薬品の検査依頼があった検体から医薬品成分が検出されたことで、健康被害の発生抑制に寄与したと考えられる。

表 4 健康食品中強壯用無承認無許可医薬品検査結果(2023)

検査項目		強壯成分検出 数/検体数	備考
①ターゲット検査対象物質	シルденаフィル	0/5	液剤 1 検体(1 製品) ティッシュ 1 検体(1 製品) 錠剤 2 検体(2 製品) カプセル 1 検体(1 製品)
	ホンデナフィル	0/5	
	タダラフィル	0/5	
	バルデナフィル	0/5	
	ヨヒンビン	0/5	
	リドカイン	0/5	
	テトラカイン	0/5	
② スクリーニング対象物質	① 以外の既報強壯系成分	0/5	
③ その他の医薬品成分		1/5	ティッシュ様剤形にて、アトロピン、スコポラミン、メサコニチンを検出

参考文献

- 1) 厚生労働省医薬食品局監視指導課・麻薬対策課
報道発表資料:平成 23 年度無承認無許可医薬品
等買上調査の結果について。(2012 年 6 月 22 日).
- 2) Waters Application Note:「UPLC/MS/MS for the
Screening, Confirmation, and Quantification of
Drugs Illegally Added to Herbal/Dietary
Supplements for the Enhancement of Male Sexual
Performance」, (2012).

指定薬物の検査結果(2023 年度)

松尾 広伸, 辻村 和也

Survey Report of Designated Substances Controlled by the Pharmaceuticals for Luxury Goods (2023)

Hironobu MATSUO and Kazunari TSUJIMURA

キーワード: 指定薬物、医薬品医療機器等法、LC-QTOF/MS、GC-MS

Key words: Designated Substances, PMD Act, LC-QTOF/MS, GC-MS

はじめに

近年、危険ドラッグの乱用による事件事故が大きな社会問題となっている。危険ドラッグ中の成分は主に「医薬品、医療機器等の品質、有効性及び安全性の確保等に関する法律(医薬品医療機器等法)」で指定薬物として規制される成分であり、その危険性は麻薬や覚醒剤をしのぐものもある。現在 2,300 成分を超える化学物質が指定薬物とされている。国は、包括指定制度導入、認定手続きの簡素化、単純所持禁止等の対応を行い、規制の強化及び迅速化に取り組んでいる。

長崎県でも 2014 年度より危険ドラッグ及びその含有が疑われる嗜好品等を買上し、指定薬物の混入検査を開始した。本年度は、指定薬物成分の混入の可能性のあるリキッド、固形剤、クリームおよびジェルについて検査を実施したので、その結果を報告する。

調査方法

1 検体

指定薬物成分の混入の可能性のある物品としてリキッド 1 製品、ジェル 1 製品およびクリーム 8 製品をインターネット通販で購入し、計 10 製品を検体とした。

2 前処理

検体 25 mg(クリーム製品にあつては 50 mg)をマイクロチューブに量り取り、メタノール 1 mL を加え、ボルテックス攪拌 30 秒及び 5 分間超音波照射(クリーム製品にあつては 60 °C で 5 分間加温後、50 °C で 10 分間超音波照射)による抽出後、0.2 μm フィルターバイアル(GVS)でろ過し、試験溶液とした。試験溶液は、必要に応じ適宜メタノールで希釈した。

3 分析装置

(1) ガスクロマトグラフィー質量分析装置(GC-MS)
アジレントテクノロジー株式会社製 7890A/5975C GC/MSD を使用した。

(2) 高速液体クロマトグラフ-四重極飛行時間型質量分析装置(LC-QTOF/MS-DAD)
株式会社エービー・サイエックス製 ExionLC 2.0 / X500R QTOF を使用した。

4 分析条件

指定薬物の GC-MS 分析条件は、「指定薬物の分析法について」(2007 年 5 月 21 日付け薬食監麻発第 0521002 号監視指導・麻薬対策課通知)に準じて行った。また、LC-MS 分析条件は、平成 27 年度指定薬物分析研究会議の資料を参考にした。その GC-MS 条件(表1)及び LC-QTOF/MS-DAD 条件(表2)に示す。

5 スクリーニング検査

GC-MS スキャン分析で取得したデータを対象に、AMDIS プログラム(NIST)を用い、Deconvolution 処理を行った。処理されたピークについて、当センターで作成した「指定薬物 GC-MS ライブラリー」、国衛研「違法ドラッグ閲覧データシステム」、「SWGDRUG Mass Spectral Library」及び「Cayman Spectral Library」を用い、各検体に含まれる指定薬物及び類似体のスクリーニングを行った。

LC-QTOF/MS スキャン分析では、取得したデータを対象に、当センターで作成した「指定薬物精密質量数データベース」及び株式会社エービー・サイエックス提供の「違法薬物ライブラリー」を用い検索を行った。

表 1 GC-MS 分析条件

【条件1】	【条件2】(合成大麻ノイド用)
カラム: HP-1MS (30 m×0.25 mm i.d., 膜厚 0.25 μm, Agilent 製)	カラム: HP-1MS (30 m×0.25 mm i.d., 膜厚 0.25 μm, Agilent 製)
キャリアーガス: He, 0.7 mL/min	キャリアーガス: He, 1.1 mL/min
(リテンションタイムロッキング: MDPPP: 27.8 min)	(リテンションタイムロッキング: MDPPP: 4.96 min)
注入口温度: 200°C、スプリットレス	注入口温度: 250°C、スプリットレス
検出器温度: 280°C	検出器温度: 280°C
イオン化法: EI	イオン化法: EI
カラム温度: 80°C (1 min) -5°C /min-190°C (15 min) -10°C /min -310°C (10 min)	カラム温度: 200°C (1 min) -5°C /min-310°C (7 min)
スキャン: m/z: 40-550	スキャン: m/z: 40-550

表 2 LC-QTOF/MS-DAD 分析条件

【条件1】	【条件2】(合成大麻ノイド用)
カラム: ACQUITY UPLC HSS T3 (2.1×100 mm, 1.8 μm, Waters 製)	カラム: ACQUITY UPLC HSS T3 (2.1×100 mm, 1.8 μm, Waters 製)
ガードカラム: Van Guard column (2.1 mm×5 mm, 1.8 μm, Waters 製)	ガードカラム: Van Guard column (2.1 mm×5 mm, 1.8 μm, Waters 製)
移動相 A: 0.1%ギ酸	移動相 A: 0.1%ギ酸
移動相 B: 0.1%ギ酸アセトニトリル	移動相 B: 0.1%ギ酸アセトニトリル
グラジエント条件: A(%) / B(%) = 95/5 (0 min) -80/20 (20 min) -20/80 (30 min, 10 min hold)	グラジエント条件: A(%) / B(%) = 65/35 (4 min fold) -35/65 to 25/75 (4-16 min) -10/90 (16-17 min, 6 min hold)
流速: 0.3 mL/min	流速: 0.3 mL/min
カラム温度: 約 40°C	カラム温度: 約 40°C
イオン化法: ESI	イオン化法: ESI
DAD スキャン範囲: 210-450 nm	DAD スキャン範囲: 210-450 nm
MS スキャン: m/z 100-800	MS スキャン: m/z 100-1000

検査結果

2023 年度指定薬物の検査において、医薬品医療機器等法第 2 条第 15 項に規定する指定薬物を含有する製品は確認されなかった。

参考文献

1) 薬食監麻発 0521002 号 厚生労働省医薬食品局監視指導・麻薬対策課長通知: 「指定薬物の分析法について。」(2007 年 5 月 21 日)。

2) 野澤真里奈他; 違法ドラッグ試買検査の実施について (2011), 京都府保環研年報 57, 56-63 (2012)

3) 高橋市長、他; 千葉県における違法ドラッグ試験検査について(平成 21 年度), 千葉県衛生研究所年報 58, 51-54 (2009).

4) 武田章弘、他; 平成 23・24 年度の違法ドラッグ買上調査について, 大阪府立公衛研所報 51, 23~27 (2013)

5) 内山菜穂子; 平成 27 年度指定薬物分析研究会議資料「危険ドラッグ製品の分析及び成分の同定について」(2015).

食品中のアレルゲン検査結果(2023 年度)

江川 真文, 松尾 広伸, 辻村 和也

Survey Report of Allergen in Food (2023)

Masafumi EGAWA, Hironobu MATSUO and Kazunari TSUJIMURA

キーワード: アレルゲン(特定原材料)、そば、酵素免疫測定法

Key words: allergen, wheat, ELISA method

はじめに

アレルギー物質を含む食品について、特定のアレルギー体質を持つ方の健康危害の発生を防止する観点から、食物アレルギーを引き起こすことが明らかになった食品のうち、特に発症数、重篤度から勘案して表示する必要性の高い特定原材料を食品衛生法施行規則(昭和 23 年厚生省令第 23 号)別表第 5 の 2 に掲げ、これらを含む加工食品については、施行規則第 5 条に定めるところにより当該特定原材料の記載が 2002 年 4 月に本格的に施行された。また、特定原材料の検査法については 2002 年 11 月の厚生労働省通知により、定量検査法(ELISA 法)および確認検査法(PCR 法・ウエスタンブロット法)が定められた¹⁾。

当センターでは、2007 年度から本格的にアレルゲンの検査を開始している。2023 年度は、「そば」の検査を行ったのでその結果を報告する。

調査方法

1 試料

県内に流通する加工食品のうち、「そば」の使用、または混入が疑われるもので、使用原材料表示に「そば」が記載されていない 13 検体とした(検体内訳: 西彼保健所(2)・県央保健所(4)・県南保健所(3)・県北保健所(2)・対馬保健所(2))。

2 試薬

定量検査法(ELISA 法)として、株式会社森永生化学研究所製モリナガ FASPEK エライザ II そばおよび日本ハム株式会社中央研究所製 FASTKIT エライザ Ver. III そばを使用した。

3 機器

フードカッター: レッチェ社製 GM200, 恒温振とう機: 東京理科器機株式会社製 MMS-3011, 冷却遠心機: クボタ商事株式会社製 3740, マイクロプレートリーダー: バイオ・ラッド ラボラトリーズ株式会社製 iMark, プレートウォッシャー: バイオ・ラッド ラボラトリーズ株式会社製 ImunoWash 1575 を用いた。

4 検査方法

2023 年 3 月 9 日消食表第 102 号消費者庁次長通知「食品表示基準について」の一部改正について²⁾に準じて検査を行った。

規格基準

特定原材料等由来のタンパク質含量が、10 $\mu\text{g/g}$ 未満でなければならない。

検査結果

2 種類の ELISA 法による定量検査の結果、10 $\mu\text{g/g}$ を超えてそば由来のタンパク質を含有する検体はなかった。そのため、PCR 法による確認検査法は実施しなかった。

今後も表示違反食品の排除および表示適正化を行う目的で、県内に流通する食品中のアレルゲンの検査が必要と考えられる。

参考文献

- 1) 第 0513003 号 厚生労働省通知食案基発: 「アレルギー物質を含む食品の検査法について」,
- 2) 消食表第 102 号 消費者庁次長通知: 「食品表示基準について」の一部改正について, (2023 年 3 月 9 日)

健康危機事案を想定した模擬訓練結果(2023年度)

出口 雄也, 江川 真文, 松尾 広伸, 植木 香帆, 谷口 香織, 辻村 和也

Results of Simulated Training for A Food Poisoning Outbreak Case (2023)

Yuya DEGUCHI, Masafumi EGAWA, Hironobu MATSUO,
Kaho UEKI, Kaori TANIGUCHI and Kazunari TSUJIMURA

キーワード: 健康危機管理、食中毒、ナツメグ、エレミシン、GC-MS、LC-MS/MS

Key words: health crisis management, food poisoning, nutmeg, elemicine, GC-MS, LC-MS/MS

はじめに

近年の健康危機は、健康食品事件や残留農薬の含まれた食品の流通、生物毒など多様で高度な対応を要するものに変容してきている。このような健康危機事案に的確に対応するため、地方衛生研究所の位置づけについては「地域保健対策の推進に関する基本的な指針(1994年12月1日厚生省告示第374号)」の中で、「地方衛生研究所は、地域における健康危機管理の科学的・技術的中核となる機関として機能の充実強化を図ること、他地方衛生研究所等の関係機関と連携体制の構築を図ること」とされている。

こうした状況を踏まえて、地方衛生研究所全国協議会九州支部では、2006年2月に「九州ブロック地方衛生研究所広域連携マニュアル」を策定し、情報の共有、試験検査・技術研修の相互支援等広域連携を行い、地域保健総合推進事業の一環として毎年原因不明の健康危機事案を想定した毒性物質の定性・定量検査の模擬訓練を実施している。

当センターでも本訓練に参加し、健康危機管理における理化学検査体制の強化を図っている。本報告では、2023年度の実施内容と当センターの結果について報告する。

実施方法

1 実施期間

2023年11月1日～11月9日

2 検体

事務局より送付された固形物約40 g

3 実施体制

模擬訓練の進行調整役として訓練責任者を配置し、実施要領に従い演習を行った。

4 シナリオ概要

大学生6名がキャンプを行い、夕方からバーベキューを始めた。食事内容は、石窯ピザ、アヒージョ、コーヒー、ウーロン茶、オレンジジュース、お酒であった。食材は道の駅、スーパーで購入したもの他、各自が持ち寄ったものもあった。バーベキュー後、6名のうち2名が気分不良(動悸、嘔吐、四肢脱力感、興奮、発汗、唾液分泌低下、散瞳、頻脈など)の症状を呈し、病院の救急外来を受診した。診察した医師から保健所へ食中毒疑いの届け出があり、保健所から当センターに検査依頼がなされたという設定であった。また、原因物質のために必要と思われる情報については適宜質問し、追加情報を入手した。なお、気分不良を起こした2名は、該当食品を1人あたり約300 gを喫食したと考えられた。

5 原因物質の探索および特定

(1) 候補物質の選定

喫食状況、患者症状、発症時間などの健康被害の特徴から、原因物質候補を選定し、その試験法等について情報収集を行った。

表1 GC-MS 分析条件

機器	アジレント・テクノロジー株式会社製 Agilent GC7890A-MS5975C
GC条件	
分析カラム	DB-5MS-DG, 30 m, 0.25 mm, 0.25 μm
キャリアガス	ヘリウムガス
昇温条件	100°C (0 min) – 100°C (4 min) – 200°C (14 min) – 320°C (16 min) – 320°C (26 min)
流量	1.1 mL/min
注入量	1 μL (スプリット比1:30)
MS条件	
イオン化法	EI (電子イオン化法, 70 eV)
測定モード	スキャン分析, SIM分析
イオン源温度	230°C
SIM分析の 測定イオン	<エレミシン> 208 (定量イオン), 193 (定性イオン) <ミスチシン> 192 (定量イオン), 91 (定性イオン)

表2 LC-Q/TOF 分析条件

機器	株式会社エービー・サイエックス製 ExionLC 2.0 / X500R QTOF
LC条件	
分析カラム	InertSustain, PFP HP, 3μm, 2.1×100 m (UP) GL Science
移動相	A: 0.1%ギ酸 B: 0.1%ギ酸アセトニトリル グラジエント条件: A/B(%) = 99/1 (0 min) – 99/1 (3 min) – 70/30 (6 min) – 70/30 (11 min) – 50/50 (14 min) – 50/50 (18 min) – 0/100 (18.1 min) – 0/100 (23 min) – 99/1 (25 min)
カラム温度	40°C
流量	0.2 mL/min
注入量	1 μL
MS条件	
イオン化法	ESI
測定モード	IDA分析, ポジティブモード
DADスキャン範囲	200 – 400 nm
MSスキャン範囲	m/z: 50 – 1000



図1 定性用分析試料の調製法

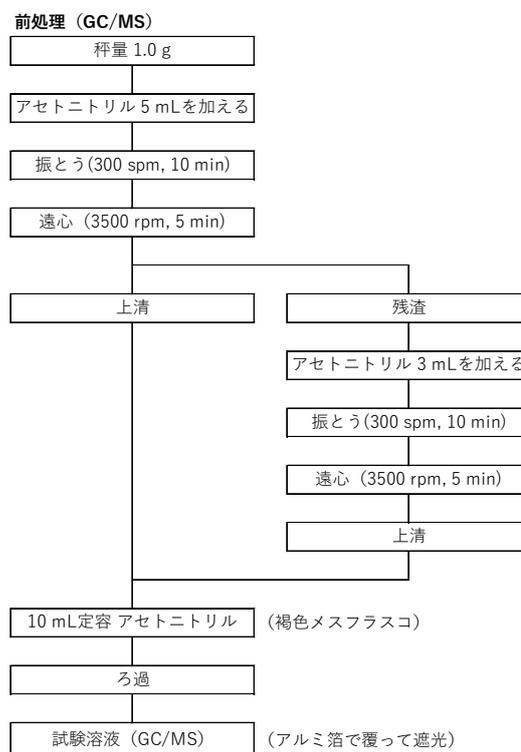


図2 定量用分析試料の調整法

(2) 定性分析

(1)で選定した物質の含有の確認、およびその他の原因となりうる物質の探索を目的として、ガスクロマトグラフィー四重極質量分析計(GC-MS)によるスキャン分析と、液体クロマトグラフィー四重極飛行時間型質量分析計(LC-Q/TOF)によるIDA分析(Information Dependent Acquisition)を実施した。装置条件は表1、表2のとおり、分析試料の調製方法は図1のとおりである。

(3) 定量分析

(2)の定性分析で確認された物質について、GC-MSを用いたSIM分析(3併行)を実施した。分析試料の

調製方法は図2のとおり、分析条件は表1のとおりである。

(4) 毒性量の推定、検証

候補物質の毒性量について、定量分析の結果から算出した含有量と毒性に関する文献等の既報の情報と比較検討した。

6 模擬訓練事業結果検討会

模擬訓練後に結果検討会が事務局(北九州市保健環境研究所)主催にてオンライン開催され、他機関との結果比較や演習時の課題等情報の共有を行った。

結果と考察

1 原因物質の探索および特定

(1) 候補物質の選定

原因物質候補として、持ち寄った食品中のナツメグに由来するミリスチシンやエレミシンが考えられた。

(2) 定性分析

GC-MSによるSIM分析の結果、検体試料からエレミシン、ミリスチシンの分子イオン、フラグメントイオンの存在を確認した。また、スキャン分析のクロマトグラムより、そのSIM分析で確認されたエレミシン等の分子イオンのピークがその保持時間で大きいことを確認した。エレミシン及びミリスチシンと考えられたピークのフラグメントパターンをライブラリ検索した結果、ライブラリ中のエレミシン及びミリスチシンとのマッチ度が90%以上であることを確認した。

以上のうち、エレミシンの標準品を同条件でGC-MS分析を行い、保持時間の一致及び、定量イオンと定性イオンのイオン比の類似から、検体に確かにエレミシンが含まれていることを確認した。

さらに、GC-MSでのスキャン分析とLC-Q/TOFでのスキャン分析から、エレミシン等の他に、該当症状を示すような毒性化合物が検出されないことを確認した。

(3) 定量分析

GC-MSのSIM分析によって、エレミシンの定量分析(3併行)を実施した。併せて、気分不良を起こした2名の共通食と思われた食事の疑似物を用意して、添加回収試験(2併行、疑似検体中のエレミシン濃度が0.1 µg/gになるように添加)も実施した。

結果、絶対検量線で3~30 µg/mLの範囲で良好な直線性(決定係数:0.9986)が得られた。この検量線を用いて、検体中のエレミシン濃度を160 µg/g(3併行の平均)と算出した。また、同時に実施した添加回収試験では、回収率98%(2併行の平均)となり、良好であった。

(4) 毒性量の推定、検証

定量分析の結果および該当食品の喫食量から、患者のエレミシン摂取量はおよそ48 mgであったと算出した。

Yangらによると、ナツメグ中にはエレミシンが0.08%以上入っており、エレミシン48 mgはナツメグ57 g程度になる。大学病院医療情報ネットワーク(UMIN)が提供する中毒データベース検索システムによると、ナツメグのヒト経口中毒量は5~15 gとされており²⁾、また、藤綱らによると10~35 gのナツメグを喫食したときに症状を呈すると報告されている³⁾。今回のエレミシン計算値から推定されたナツメグ喫食量は57 gと、先行論文等で中毒を呈すると報告されている量よりも多いが、このことはナツメグの個体差によるものと考えられ、いずれにせよ、今回の食中毒原因は、ナツメグの大量喫食によるものであると判断された。

2. 模擬訓練事業結果検討会

結果検討会での報告によると、食中毒の原因はエレミシンを含むナツメグの喫食であり、検体中のエレミシン濃度は150 µg/gと設定したとのことであった。当センターの結果が原因物質を正しく判断しており、定量の真度がそれぞれ106.7%であったことから、定性、定量いずれにおいても当センターの試験法が妥当であることを確認できた。

まとめ

本訓練では、シナリオから原因物質を推定し情報収集、協議を繰り返しながら、複数の分析方法による定性、定量分析するという健康危機管理における検査体制を確認することができた。今後も幅広い視野を持って情報収集力と分析技術の向上に努め検査体制強化を図るとともに、九州ブロックの関係機関と連携・協力体制を維持していきたい。

参考文献

- 1) Yang Cui et al. (2023) Detection of Mildewed

Nutmeg Internal Quality during Storage Using
an Electronic Nose Combined with Chemical
Profile Analysis, *Molecules*, 28, 6051

- 2) UMIN、中毒データベース
- 3) 藤岡隆太郎、他(2018)ナツメグ中毒の1例、日
救急医学会関東誌、39 (2)

血液中PCB分析における使用血液量の少量化に関する検討 (2023年度)

江川 真文, 谷口 香織, 辻村 和也

Study on Reducing the Amount of Blood Used in PCB Analysis in Blood (2023)

Masafumi EGAWA, Kaori TANIGUCHI and Kazunari TSUJIMURA

キーワード: PCB、血液、油症、GC-ECD

Key words: PCB, human blood, Yusho, GC-ECD

はじめに

1968年に発生したカネミ油症発生当時から長崎県では「長崎油症研究班」が組織され、毎年、五島市及び長崎市で油症検診を実施し、油症の診断と治療法に関する研究等を行っている。

当センター(旧、長崎県衛生公害研究所)においても1973年から血液中のポリ塩化ビフェニル(PCB)の分析を開始し、各年度の分析結果をカネミ油症認定審査の基礎資料として認定審査会に提供してきた。血中PCB分析は少量の血液量で安定した結果が求められる。今回、高齢化しつつある認定患者の身体的負担の軽減や再検査時における検体の有効活用を目的として、従来、血液5.0 gを使用する方法(5 g法)により検査していたところ、血液2.0 gを使用する方法(2 g法)について検討を行った。

また、従来の5 g法は、還流冷却装置を用いたアルカリ分解や分析ロートを用いたヘキサン抽出を行っており、安全面や作業効率面において課題があった。そこで、2 g法を検討するにあたり、低温条件下でのアルカリ分解方法や試験管を用いたヘキサン抽出方法の検討を行い、5 g法との回収率等について比較検証し妥当性評価を行った。これらの検討結果について報告する。

試験方法

1 試薬等および器具

(1) PCB標準液

- ・カネクロールKC-300、KC-400、KC-500、KC-600、ジーエルサイエンス(株)製(1:1:1:1)より調製したPCB標準原液400 ppmを使用した。
- ・ヘキサン5000: 関東化学(株)製、残留農薬・

PCB分析用

(2) 試薬

- ・ヒト全血A型(個別)、コスモ・バイオ(株)製
- ・蒸留水(ヘキサン洗浄品): 関東化学(株)製、残留農薬試験用
- ・エタノール(99.5): 富士フイルム和光純薬(株)製、残留農薬・PCB試験用
- ・無水硫酸ナトリウム: 富士フイルム和光純薬(株)製、残留農薬・PCB試験用
- ・水酸化カリウム: 関東化学(株)製、試薬一級

(3) 器具

- ・シリカゲルフロリジルー一体型ミニカラム(以下、一体型ミニカラム)(SI/FL(500 mg/500 mg/6 mL)カスタムメイド品)、ジーエルサイエンス(株)製

(4) PCB標準溶液の調製

PCB標準液400 ppmをヘキサン5000で希釈し0.1 ppmのPCB標準溶液を調製した。

2 分析方法及び分析機器

(1) 前処理法

5 g法については、松永ら¹⁾の報告を参考にし、2 g法については、堀ら²⁾の報告を参考に実施した(図1)。

2 g法では、10 mL容丸底試験管に血液2.0 gを量り取り、2 mol/L水酸化カリウム/エタノール溶液5 mLを加え、ボルテックスミキサーを用いてよく混合した。アルカリ分解では、30°Cに設定したアルミブロック恒温槽に装着し、約12時間静置した。

アルカリ分解後の操作は、ヘキサンを3 mLを加えて密栓し、ボルテックスミキサーで十分に混合し

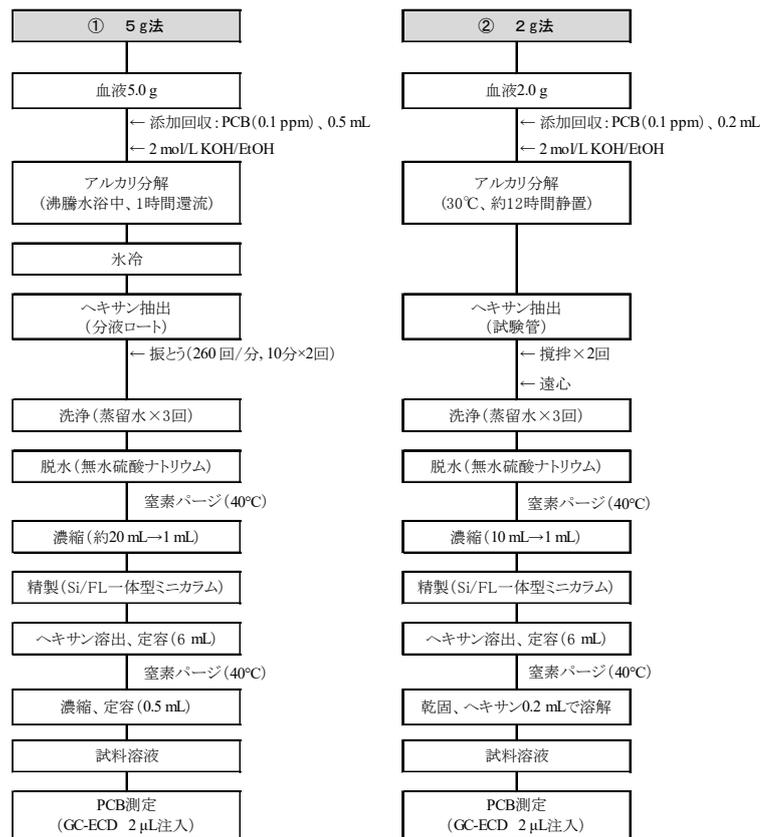


図1 血液中PCB前処理法

た。試料を1000 rpmで5分間遠心分離し、上層のヘキサン層を別の試験管に分取し、この操作を繰り返した。

合わせたヘキサン層(約6 mL)を蒸留水3 mLで3回洗浄した後、無水硫酸ナトリウム約1 gを詰めたカラムを通過させ、溶出液が10 mLになるまでヘキサンを添加した。その後、窒素ガスパージで、約1 mLになるまで濃縮し、5 g法と同様の方法で精製を行った。精製した溶出液を、再度窒素ガスでパージ乾固させ、ヘキサン0.2 mLで再溶解したものを試料とした。

なお、使用する器具類は、事前にアセトンにより洗浄を行ったものを使用した。

(2) 添加回収試験

5 g法の場合、血液5.0 gにPCB標準溶液(0.1 ppm)を血液量の1/10量の0.5 mLを添加して前処理を行い、最終試料溶液を0.5 mLとした。2 g法の場合、血液2.0 gにPCB標準溶液(0.1 ppm)を血液量の1/10量の0.2 mLを添加して前処理を行い、最終試料溶液を0.2 mLとした。

(3) 分析機器、測定条件
表1の方法で行った。

表1 GC-ECD測定条件

GC	GC-2014((株)島津製作所)
検出器	電子捕獲検出器(ECD)
カラム	SiliconOV-1 Uniport HP60/80 mesh (2.1 m x 3.2 mm I.D.)
カラム温度	200°C
注入口温度	250°C
検出器温度	290°C
キャリアガス、流量	N ₂ , 40 mL/min
注入量	2 µL

(4) データ解析

PCBの定量は、数値化法³⁾を参考にピーク高さにより解析を行った。

3 実施項目

2 g法によるPCB分析への影響を確認するため、5 g法と2 g法による比較を、既知濃度PCB添加血液による添加回収試験により行った。各前処理法のクロマトグラムについて標準品とのピーク形状を確認し、真度、精度について妥当性評価を実施した。妥当性評価の性能パラメータは、真度、精度(n=3、1濃度、3日間)とした。

結果と考察

1 2 g法によるクロマトグラムへの影響

ブランク血液に、PCB標準溶液を添加したPCB添加血液を、5 g法及び2 g法により前処理し、GC-ECDにて分析したクロマトグラムの一例を示す(図2)。2 g法の各ピーク形状は、5 g法と同様のピーク形状を示した。また、5 g法では確認されていない妨害ピークは

認められず、2 g法とした場合も、妨害ピークの影響の無い良好なクロマトグラムが得られることが確認された。

2 5 g法と2 g法の各ピークの添加回収率の比較

5 g法及び2 g法の各ピークにおける添加回収率を示す(表2)。2 g法の総ピーク平均値の回収率が98.2%、5 g法では102.5%であり、ほぼ同等であった。また、2 g法の各ピークとも約94~104%と良好な回収率が得られた。

また、パターン判定等に使用しているピークNo.15、No.16、No.20、No.21について、5 g法及び2 g法における真度、併行精度、室内精度を示す(表3)。5 g法及び2 g法のいずれも、医薬品開発ガイドラインの目標⁴⁾(真度:理論値の±15%以内、精度:目標値の±15%以下)を満たしており、良好な結果が得られた。

表2 前処理の精製法の違いによる各ピークの添加回収率の影響比較

ピークNo.	5g法					2g法				
	回収率(%) (n=3/回)					回収率(%) (n=3/回)				
	1回目	2回目	3回目	平均%	RSD%	1回目	2回目	3回目	平均%	RSD%
No.15	102.0	99.3	100.0	100.4	1.4	94.8	94.7	95.6	95.0	0.5
No.16	102.2	100.3	101.0	101.2	1.0	96.3	96.1	96.7	96.4	0.3
No.17	100.2	102.4	96.3	99.6	3.1	92.4	98.1	94.3	94.9	3.1
No.18	100.8	100.0	100.0	100.3	0.5	94.4	93.4	94.1	93.9	0.5
No.19	102.5	100.8	103.2	102.2	1.2	96.2	95.6	96.8	96.2	0.6
No.20	103.9	101.6	102.0	102.5	1.2	99.9	99.2	95.4	98.2	2.5
No.21	101.6	101.0	101.4	101.3	0.3	100.9	98.8	98.8	99.5	1.2
No.22	102.8	105.0	99.4	102.4	2.8	101.2	96.5	98.4	98.7	2.4
No.23	114.2	108.3	103.6	108.7	4.9	100.7	99.4	100.1	100.1	0.6
No.24	112.1	106.4	99.5	106.0	5.9	107.6	95.4	105.2	102.7	6.3
No.25	106.4	101.7	101.3	103.1	2.8	111.4	100.8	100.6	104.3	5.9
総ピーク平均値	104.4	102.4	100.7	102.5	1.8	99.6	97.1	97.8	98.2	1.3

表3 妥当性評価試験結果

	5g法			2g法			評価
	真度(%)	併行精度(RSD%)	室内精度(RSD%)	真度(%)	併行精度(RSD%)	室内精度(RSD%)	
No.15	100.4	2.6	2.6	95.0	1.7	1.9	○
No.16	101.2	2.5	2.8	96.4	1.2	1.4	○
No.20	102.5	3.6	4.0	98.2	2.3	3.1	○
No.21	101.3	3.4	3.9	99.5	1.8	1.9	○
総ピークの平均値	102.5	2.7	2.9	98.2	1.5	1.8	○

まとめ

5 g法と2 g法の比較検討を行い、妥当性評価試験を実施した結果、2 g法は従来法の5 g法と同等の性能を示し、前処理法として実用化できる可能性が示唆された。2 g法の実用化により、油症検診における採血量の少量化が期待できる。

今後は、実検体による検討を蓄積し、実用化に向けた取り組みを進めたい。

参考文献

1) 松永尚子, 他: GC-ECDによる血中PCB分析法

最適化の検討(2020-2021年度), 長崎県環境保健研究センター所報, 67, (2021).

- 2) 堀就英 他: 血液中PCB異性体分離分析におけるアルカリ分解温度の検討, 福岡医誌, 104(4), 152-160(2013)
- 3) 鶴川昌弘, 他: PCBの数値化方法に関する研究, 食衛誌, 14, 415(1973).
- 4) 薬食審査発0711第1号「医薬品開発における生体試料中薬物濃度分析のバリデーションに関するガイドライン」について(2013年7月11日)

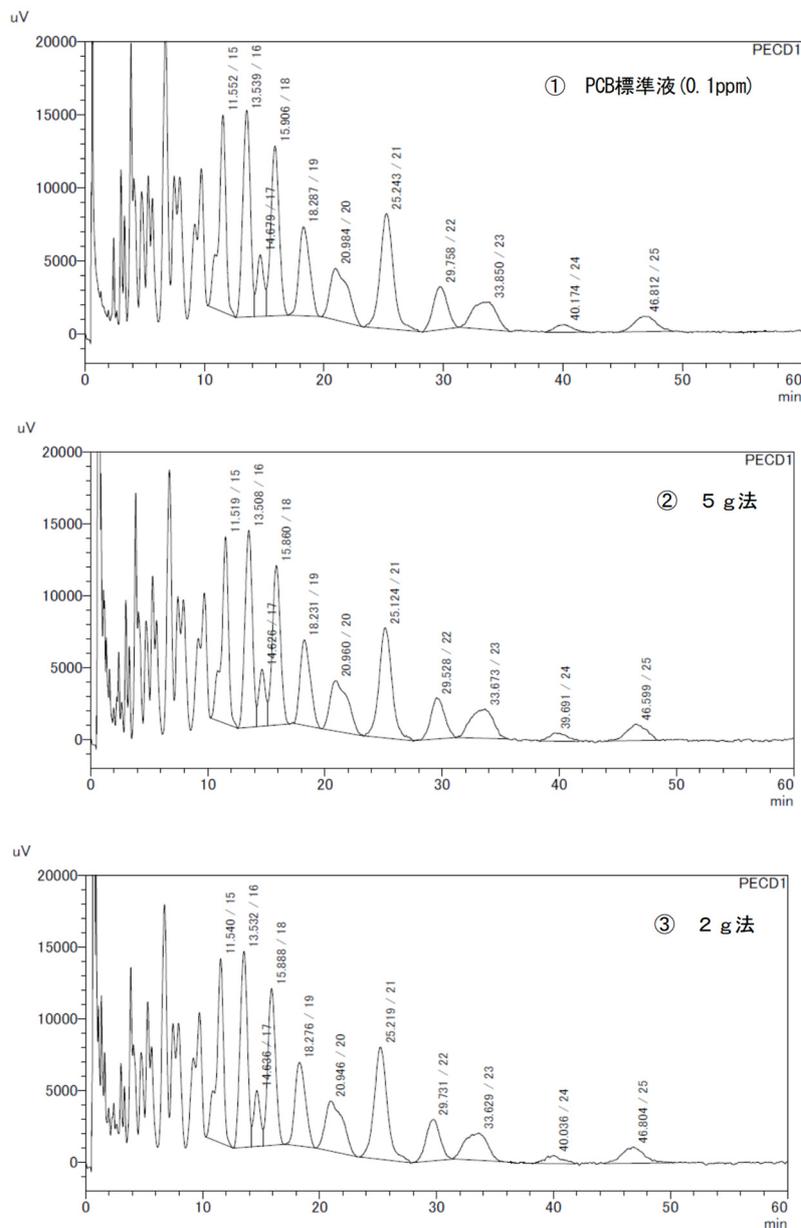


図2 前処理法の違いによるクロマトグラムの比較 (① PCB標準液(0.1 ppm)、②5 g法、③2 g法)