

1 保健科学課
 (1) 微生物係

調査研究名	研究の概要
<p>カルバペネム耐性腸内細菌科細菌、バンコマイシン耐性腸球菌、薬剤耐性アシネトバクターの薬剤耐性試験検査について</p> <p>研究担当者：石黒真琴 尾島拓也 大門世理奈</p> <p>研究期間：平成 30 年度～</p>	<p>【目的】 カルバペネムをはじめとするβ-ラクタム系薬剤に耐性を示す多剤耐性菌等、抗菌薬が効かない薬剤耐性菌の増加が世界的な問題となっている。平成 29 年 3 月 28 日に出された厚生労働省の通知は、カルバペネム耐性腸内細菌科細菌（CRE）感染症、バンコマイシン耐性黄色ブドウ球菌（VRSA）感染症、バンコマイシン耐性腸球菌（VRE）感染症、薬剤耐性アシネトバクター（MDRA）感染症の発生届を保健所が受理した場合、係る感染症病原体薬剤耐性遺伝子等の検査を地方衛生研究所が実施することを求めるものとなっており、当所でも、平成 30 年 11 月より薬剤耐性菌の検査を開始した。札幌市保健所に届出のあった CRE、VRE、MDRA の菌株について薬剤耐性遺伝子等の検査を実施し、札幌市の薬剤耐性菌流行状況について把握するとともに、医療機関へ情報提供する。</p> <p>【方法】 当所に搬入のあった菌株について、ディスク拡散法による薬剤感受性検査、PCR による遺伝子検査、mCIM 法を実施した。さらに、PCR 陽性検体についてはシーケンス解析による薬剤耐性遺伝子の型別等を実施した。</p> <p>【結果及び考察】 1. VRE、MDRA については菌株搬入がなかったため検査を実施しなかった。 2. CRE について、令和 3 年度は 49 株の検査を実施した。49 株のうち、カルバペネマーゼ遺伝子検出株は 8 株、その内訳は IMP 型 7 株、NDM 型 1 株であった。 IMP 型と NDM 型についてシーケンス解析を実施した。その結果、IMP 型は当所で検査開始以降検出された株すべてが IMP-1 であった。IMP 型で国内での報告が多いのは、全国的に報告のある IMP-1 と、関西圏での報告が主な IMP-6 であり、本市の結果は全国的な傾向と同様であった。NDM 型は、令和 2 年度以前に検出された 3 株はすべて NDM-1、令和 3 年度検出された 1 株は NDM-5 となり、別のタイプであった。NDM 型は海外型と呼ばれているが、近年、国内において、海外渡航歴なし・不明症例からの NDM 型検出の増加が報告されている。本市で検出された NDM 型についてもすべて海外渡航歴がない症例由来であり、複数のタイプの NDM 型が潜在的に拡散している可能性が考えられ、今後も注意が必要である。</p>

(2) 母子スクリーニング検査係

調査研究名	研究の概要																
<p>LC-MS/MS を用いたステロイド測定項目の追加についての検討</p> <p>研究担当者：阿部正太郎 藤倉かおり 扇谷陽子</p> <p>研究期間：令和元年度～令和5年度</p>	<p>【目的】</p> <p>先天性副腎過形成症 (CAH) は、コルチゾールの分泌不全を起こす常染色体劣性遺伝疾患群の総称であり、障害されている酵素の種類によって数種類の病型に分けられる。</p> <p>当係における新生児 CAH スクリーニングは、最も頻度の高い 21-水酸化酵素欠損症 (21-OHD) をターゲットに、一次検査では ELISA 法により 17-OHP を、二次検査では LC-MS/MS を用いて 17-OHP を含む 5 種のステロイドを測定し、血中濃度及び濃度比を基準値と比較する運用としている。</p> <p>この方法で 21-OHD 以外の CAH を発見することは困難であるが、下表のステロイドを同時に測定できれば、外性器異常等の症状がある児に対し、診断補助として大変有用である。</p> <p>そこで、ろ紙血中の下表ステロイドの LC-MS/MS による分析系の構築について検討したい。</p> <table border="1" data-bbox="600 736 1383 1178"> <thead> <tr> <th>名前</th> <th>疑われる疾患</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>デヒドロエピアンドロステロン (DHEA)</td> <td>3β-HSD 欠損症 POR 欠損症</td> </tr> <tr> <td>テストステロン(T)</td> <td>11β-水酸化酵素欠損症 17α-水酸化酵素欠損症</td> </tr> <tr> <td>プロゲステロン(Prog)</td> <td>17α-水酸化酵素欠損症</td> </tr> <tr> <td>プレグネノロン(Preg)</td> <td>3β-HSD 欠損症</td> </tr> <tr> <td>11-デオキシコルチコステロン (DOC)</td> <td>17α-水酸化酵素欠損症 11β-水酸化酵素欠損症</td> </tr> <tr> <td>17-ヒドロキシプレグネノロン (17-OHPreg)</td> <td>3β-HSD 欠損症</td> </tr> <tr> <td>コルチコステロン(B)</td> <td>17α-水酸化酵素欠損症</td> </tr> </tbody> </table> <p>【方法】</p> <p>高速液体クロマトグラフタンデム質量分析装置 LC-MS/MS (Waters 社) を使い、現在ルーチンで測定している 5 種のステロイドに、7 種のステロイドを追加し、同時に測定する方法について検討する。</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. 標準液を調製し、検討対象物質の検出条件 (質量数設定、電圧等) を検討する。 2. 分離条件 (グラジエント条件等) を検討する。 3. 検討対象物質の添加されたろ紙血液を用いて、2. のメソッドで分析を行い、感度等について確認する。 4. 新生児マススクリーニングの検査済み検体を測定し、正常群における対象物質濃度について調査する。 <p>なお、本研究は札幌市衛生研究所倫理審査委員会の承認を得て実施している。</p> <p>【結果及び考察】</p> <p>検出条件及び分離条件等を検討した結果、現在ルーチンで測定している 5 種を含む 12 種のうち、10 種について良好なクロマトグラムを得た。17-ヒドロキシプレグネノロン及びプレグネノロンについては、定量可能な感度での検出に至らなかった。</p> <p>その後の調査において、一般的にステロイド化合物はガラス表面に対し不安定である旨の報告を確認したため、プラスチック製器具のみを使用し試料調製・測定を行った。その結果、デヒドロエピアンドロステロン以外の 9 種についてピーク面積及び直線性が大幅に改善し、外部標準法を用いた検量線では 0.39~100.00 ng/mL の範囲において良好な直線性を得た。</p>	名前	疑われる疾患	デヒドロエピアンドロステロン (DHEA)	3β-HSD 欠損症 POR 欠損症	テストステロン(T)	11β-水酸化酵素欠損症 17α-水酸化酵素欠損症	プロゲステロン(Prog)	17α-水酸化酵素欠損症	プレグネノロン(Preg)	3β-HSD 欠損症	11-デオキシコルチコステロン (DOC)	17α-水酸化酵素欠損症 11β-水酸化酵素欠損症	17-ヒドロキシプレグネノロン (17-OHPreg)	3β-HSD 欠損症	コルチコステロン(B)	17α-水酸化酵素欠損症
名前	疑われる疾患																
デヒドロエピアンドロステロン (DHEA)	3β-HSD 欠損症 POR 欠損症																
テストステロン(T)	11β-水酸化酵素欠損症 17α-水酸化酵素欠損症																
プロゲステロン(Prog)	17α-水酸化酵素欠損症																
プレグネノロン(Preg)	3β-HSD 欠損症																
11-デオキシコルチコステロン (DOC)	17α-水酸化酵素欠損症 11β-水酸化酵素欠損症																
17-ヒドロキシプレグネノロン (17-OHPreg)	3β-HSD 欠損症																
コルチコステロン(B)	17α-水酸化酵素欠損症																

一方で、デヒドロエピアンドロステロンについてはピーク面積が改善しなかった。また、17-ヒドロキシプレグネノロン及びプレグネノロンについては、ガラス器具の影響を排除したうえで、再度条件検討を行ったが、検出には至らなかった。

今後は、デヒドロエピアンドロステロンの定量の可否を検討後、【方法】3.以降について実施する。

2 生活科学課

(1) 食品化学係

調査研究名	研究の概要
<p>GC-MS/MSによる残留農薬分析一斉検査における、採取部位変更の影響の比較</p> <p>研究担当者：佐藤寛子 河崎真悠子 首藤広樹</p> <p>研究期間：令和3年度</p>	<p>【目的】</p> <p>すいか、みかん等は従来、果皮等を除いた部分に残留基準が設定されており、当係の GC-MS/MS による残留農薬分析一斉検査（以下、「一斉試験法」という。）においても果皮等を除いた検査部位で試験を行っていた。しかし、令和元年度から一部の農薬において残留基準が果皮等を含む基準に順次変更されており、これらの作物を従来通りの項目数で検査するためには、果皮等を含む試料と含まない試料の両方を検査することが必要となった。</p> <p>当係では令和3年度、収去検査においてみかんのみ、外果皮等を含む試料と含まない試料の両方を検査することとなった。</p> <p>これらの変更により、農薬の測定結果にどのような影響が出るのかを調査する。</p> <p>【方法】</p> <p>みかん4検体入手し（①～④）、それぞれについて外果皮を除去しない試料と除去した試料を調製した。試験は一斉試験法で行った。試料20gに混合標準液を0.01 ppmとなるように添加する、収去検査と同様の添加回収試験を外果皮含有・非含有それぞれについて3併行で行い、GC-MS/MSで測定した。外果皮含有・非含有それぞれについて、一斉試験法の果物における対象農薬168項目を解析した。</p> <p>【結果】</p> <p>外果皮非含有の試料については、全ての検体において全項目不検出であった一方、外果皮含有の検体では全ての検体で定量下限値0.01 ppmを超えて農薬が検出され、検出された項目は8項目であった。このうち、①と②の検体において検出されたクロルピリホスとピフェントリンで残留基準が外果皮含有の検体に変更されているため、従前の外果皮を含まない部位で検査を行った場合にはいずれの検体も残留農薬は不検出であるが、現在の残留基準では①と②の検体で2項目の検出となる（ただし、クロルピリホスの変更摘要日は令和4年5月13日）。</p> <p>添加回収試験の結果、適正な回収率と判断されるのは70～120%である。回収率不良の項目（以下、「不良データ」という。）は4検体全体で8項目であった。外果皮含有の4検体で不良データは延べ10項目、外果皮非含有の検体では延べ11項目であり、項目数に大きな差は見られなかったが、外果皮の有無が回収率に大きく影響する項目も見られた。外果皮含有で1検体以上不良データとなった項目のうち、残留基準が外果皮含有検体に変更されたのはジェットフェンカルブであり、従前の基準では不良データとしない見込みが高いが、現在の基準では不良データとなる可能性がある。</p> <p>従前の、外果皮非含有の検体のみで検査した場合と、令和4年2月25日時点で外果皮含有に基準変更されている項目について基準変更を適用して検査した場合の結果を比較すると、検出された農薬が延べ0項目から4項目へ、平均1.0項目増加し、不良データ数が延べ11項目から13項目へ、平均0.5項目増加した。</p> <p>以上の結果から、外果皮非含有から外果皮含有に農薬の残留基準が置き換わっていった場合、農薬の検出数は増加することが見込まれる。不良データ数に関しては今回の調査結果では微増となったが、168項目全体で比較すると、外果皮含有検体の方が不良データが少ない項目も存在し、今後の残留基準の変更項目によっては不良データ数は従前の結果と比較して、ほぼ変わらない、もしくは減少する可能性もある。</p>

<p>令和3年度地域保健総合推進事業精度管理事業</p> <p>研究担当者：小金澤望 滝川香織 村越早織</p> <p>研究期間：令和3年度</p>	<p>【目的】</p> <p>地域保健総合推進事業 北海道・東北・新潟ブロック「精度管理事業」は、参加機関が共通の試料を検査し、得られた結果を集計・解析することによって、データのばらつき等を把握するとともに、各参加機関が客観的に自己の技術を認識して、技術の向上、信頼性の確保に資することを目的とし行われている。</p> <p>令和3年度は札幌市が担当である。北海道・東北・新潟ブロックの多くの機関が参加可能で、かつ、上記の目的を遂行可能である事業を計画・実施する。</p> <p>【方法】</p> <p>本市学校給食等で大規模食中毒が発生したことがあるヒスタミンについて、各地研が事件発生時に対応可能な検査技術を有していることを確認する目的で、精度管理の対象物質として設定した。</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. 参加機関 北海道・東北・新潟ブロック内の衛生研究所 11 機関 2. 試料 魚肉製品（はんぺん）を主としたペーストを調製し、ヒスタミン添加試料（50 mg/100g）及び無添加試料それぞれ約 200 g を冷凍（クール便）にて、各地研に送付した。 3. 分析方法・回数 各機関で実施した 5 回試行の結果と、検査法の詳細を電子メールで報告するよう依頼した。なお、当市採用の試験法は衛生試験法注解 2015 日本薬学会編 p. 205～207 に準拠している。 4. 検査結果報告書の集計及び解析 送付された報告書の結果を統計的に集計・解析した。併せて、参加機関の検査方法等を集約し、これらの結果を参加機関に報告した。 <p>【結果及び考察】</p> <p>事業計画案及び実施手順案はいずれも第 1 回ブロック会議（8 月 24 日開催）にて承認された。9 月 27 日着で試料を各地研に送付し、報告期限は 10 月 20 日とした。</p> <p>参加機関全体の平均回収率は 99.0% であった。X 管理図において、上部管理限界線（60 mg/100g）を上回った参加機関、下部管理限界線（35 mg/100g）を下回った参加機関はなかった。また、R 管理図において管理限界線（5.9 mg/100g）を上回った参加機関はなかった。</p> <p>以上の結果は、1 月 14 日開催の第 2 回ブロック会議にて報告した。</p> <p>今回の調査で各参加機関のヒスタミン試験法がブロック全体に共有されたことは、今後何らかの問題が生じた際に解決への一助となることが期待される。また、今回の調査に際して、新たにヒスタミンの検査体制を構築された機関もあり、本精度管理調査を調査機関の技術向上に資することができたと考えられる。</p>
--	---

LC-MS/MSによる食品中の不揮
発性腐敗アミン類分析法の検
討

研究担当者：滝川香織
 小金澤望
 村越早織

研究期間：令和3年度

【目的】

不揮発性腐敗アミン類（以下「アミン類」という。）は、食品中でタンパク質やアミノ酸が微生物的腐敗により分解される過程で生じる食中毒の原因物質である。

当係では衛生試験法注解 2015 に基づき、ダンシル化試薬で蛍光誘導体化して HPLC(蛍光)により測定しているが、誘導体化の操作が煩雑で時間を要する。

そこで、本研究では LC-MS/MS を使用することにより誘導体化を行わない迅速分析法を検討する。

【方法】

アミン類として、ヒスタミン・カダベリン・チラミン・プトレシンについて LC-MS/MS による測定条件を検討した。フローインジェクションにより、イオン化条件の検討を行い、HILIC カラムを用いて分析を行った。また、前処理はトリクロロ酢酸を添加して抽出後、適宜移動相で希釈した。

定量下限濃度で添加回収試験を行い、ガイドラインに沿って評価を行った。

測定条件

装置

Waters QuattroPremirXE/Acquity UPLC

HPLC 条件

カラム：Inertsil HILIC 3um 2.1×150mm

A：60mM ギ酸アンモニウム 0.2%ギ酸溶液

B：アセトニトリル

flow：0.25mL/min

A:B=10：90→12min→ A:B=90：10

注入量：10μL

MRM 条件

	Parent (m/z)	Daughter (m/z)	Cone (V)	Collision (V)
ヒスタミン	111.9	94.9	21	13
カダベリン	103.02	86	15	9
チラミン	138.01	120.9	17	7
プトレシン	88.99	72	17	7

前処理条件

検体 (2.0 g) 50mL 遠沈管

- ←20%トリクロロ酢酸 2mL
- ←水 20mL
- ←ホモジナイズ
- ←水 10mL で洗浄
- ←遠心分離 1000rpm
- ←50mL に定容
- ←移動相で希釈
- ▼ ←フィルターでろ過

測定試料

【結果及び考察】

まぐろ

対象物質	真度 (%)	併行精度 (RSD%)	室内精度 (RSD%)	妥当性評価結果
ヒスタミン	100.3	5.2	8.1	○
カダベリン	84.0	7.0	10.0	○
チラミン	87.9	8.0	10.8	○
プトレシン	101.1	4.3	14.7	○

ひらきにしん

対象物質	真度 (%)	併行精度 (RSD%)	室内精度 (RSD%)	妥当性評価結果
ヒスタミン	88.6	3.3	11.8	○
カダベリン	20.3	8.9	22.2	×
チラミン	90.3	2.7	13.0	○
プトレシン	11.1	20.4	122.0	×

かれいひもの

対象物質	真度 (%)	併行精度 (RSD%)	室内精度 (RSD%)	妥当性評価結果
ヒスタミン	88.6	6.3	8.3	○
カダベリン	58.2	5.8	14.4	×
チラミン	90.3	2.4	6.3	○
プトレシン	0.0	-	-	×

目標値

真度 (%) 70-120%

併行精度 (RSD%) 10

室内精度 (RSD%) 15

まぐろ（生）、にしんの開き及びかれいの干物を検体とした。選択性はいずれも良好だった。まぐろについては全ての項目でガイドラインの基準を満たし良好な結果が得られた。にしんの開きとかれいの干物については、ヒスタミンとチラミンのみガイドラインの基準を満たした。

カダベリンとプトレシンについては、無添加の試料溶液に標準品を添加したものを測定したところ感度が著しく低く、測定が困難であり、精製過程の必要性が示唆された。

収去検査や食中毒対応で依頼される成分はヒスタミンのみのため、本法は迅速に分析する方法として有効であると推察される。

食品添加物一日摂取量調査

研究担当者：村越早織
 小金澤望
 滝川香織
 畠山久史

研究期間：令和3年度

【目的】

食品添加物一日摂取量調査は、日本人が一日にどの程度の量の食品添加物を摂取しているのかを把握する目的で、厚生労働省の委託事業として行われている。令和3年度は、国立医薬品食品衛生研究所及び7つの地方研究所（札幌市、仙台市、東京都、香川県、広島県、長崎市、沖縄県）が参加し、それぞれ担当の食品添加物を調査した。今年度は、成人（20歳以上）の「酸化防止剤」、「製造用剤」及び「結着剤」が調査対象であり、札幌市はエチレンジアミン四酢酸カルシウム二ナトリウム、エチレンジアミン四酢酸二ナトリウムの分析を担当した。

【方法】

食品喫食量リストに基づき、約280品目の食品について、7つの食品群に分類し、喫食量の比率に応じて混合した試料（混合群試料）及び購入食

品の中で分析対象物質の表示のあった食品（表示群試料）を購入し、各機関に送付した。

各機関から送付のあった 42 検体の混合群試料中のエチレンジアミン四酢酸カルシウム二ナトリウム、エチレンジアミン四酢酸二ナトリウムの含有量を 3 併行で測定した。検査結果に喫食量に乗じて一日摂取量とし、その総和を一日総摂取量とした。表示群試料については、該当する食品がなかったため、測定していない。

【結果及び考察】

全ての混合群試料にエチレンジアミン四酢酸カルシウム二ナトリウム及びエチレンジアミン四酢酸二ナトリウムは含有されていなかった。このことから、当該物質の成人における一日摂取量は 0 mg/人/日と算出された。

清涼飲料水中のヒ素と鉛の新規分析法の妥当性評価

研究担当者：村越早織
小金澤望
滝川香織

研究期間：令和 3 年度

【目的】

清涼飲料水中のヒ素の公定法は、試料を湿式酸分解したのち、ジエチルジチオカルバミン酸銀法により吸光度を測定する限度試験である。鉛についても限度試験であり、同様の分解ののち、原子吸光で測定する。湿式酸分解法は、試料の種類によっては大量の酸を使用し、分解時間が数日にわたることがある。これに対し、マイクロウェーブによる分解は数十分で終了し、さらに、使用する酸は数 mL であり、結果が速く判明するだけでなく、環境負荷や分析者の負担の軽減にもつながる。また、ICP-MS による同時分析も検討することができる。

清涼飲料水中のヒ素と鉛について、マイクロウェーブにて分解した後に ICP-MS を用いて分析する試験法の妥当性評価を実施する。

【方法】

性状の異なる清涼飲料水（茶、スポーツドリンク、トマトジュース、野菜ジュース）の試料 1 g を分解容器に計り取り、EL 硝酸（60%）を 5 mL 加え、表 1 の条件にてマイクロウェーブ分解装置を用いて分解し、5B ろ紙でろ過して 50 mL に定量し、As 試験溶液とした。それを 10 倍希釈し、Pb 試験溶液とした。両試験液を ICP-MS にて分析した。内部標準物質は As については Ga、Pb は Tl を使用した。添加回収試験の標準品添加量は基準値（ヒ素は三酸化二ヒ素として 0.2 ppm、鉛は 0.4 ppm）とした。

表 1 分解条件

STEP	TIME	POWER (W)	TEMP (°C)
1	0:00:01	0	100
2	0:05:00	250	100
3	0:05:00	400	100
4	0:10:00	600	100

基準値の標準液及び添加回収試験を各 5 併行分析し、表 2 に示す食品中の有害物質等に関する分析法の妥当性ガイドラインの目標値と比較した。

表 2 目標値

SI _{ratio}	S _{standard}	S _{sample}
0.9-1.0	5 未満	15 未満

SI_{ratio} は、標準品の測定により得られる信号の平均値に対する添加試料の分析による平均値の比であり、S_{standard} (RSD%) は標準品の相対標準偏差、S_{sample} (RSD%) は添加試料の相対標準偏差である。

【結果及び考察】

ヒ素の分析結果は表3に示すとおりである。茶、スポーツドリンクについては SI_{ratio} 、 $S_{standard}$ 、 S_{sample} 、ともに目標値を満たした。トマトジュース、野菜ジュースについては、 $S_{standard}$ 、 S_{sample} は目標値を満たしたことから、標準品と試料のばらつきは問題がなかったものの、 SI_{ratio} は目標値1.0を超えこれはすなわち回収率が100%を超える結果となった。

表3 ヒ素の分析結果

試料名	SI_{ratio}	$S_{standard}$	S_{sample}
茶	1.0	3.7	1.4
スポーツドリンク	1.0	2.4	1.2
トマトジュース	1.2	1.6	1.8
野菜ジュース	1.1	1.3	0.9

鉛の分析結果は表4に示すとおりである。茶では全ての目標値を満たしたが、標準品のばらつき $S_{standard}$ が目標値を上回ったものがあった。

表4 鉛の分析結果

試料	SI_{ratio}	$S_{standard}$	S_{sample}
茶	1.0	1.8	1.0
スポーツドリンク	1.0	5.1	3.5
トマトジュース	1.0	5.9	10.5
野菜ジュース	1.1	1.2	2.1

今回検討した試験法は、ヒ素については、茶とスポーツドリンクが食品中の有害物質等に関する分析法の妥当性ガイドラインの目標値を全て満たしたため、一部の夾雑物の少ない検体に適用することは可能であると考えられた。トマトジュースと野菜ジュースの結果は夾雑物の影響と考えられ、今後の検討としては分解条件を見直すことがあげられる。

鉛については、目標値を満たした試料はあったものの、標準品のばらつきが基準値よりも大きい結果となったため、本ガイドラインを満たすことはできず、収去検査に適用することは難しいと考えられた。しかしながら、JISK0102:2016で示されているICP-MSの繰返し精度は2~10%であり、一般的な分析においては、許容されるばらつきであったことから、食中毒疑い時等のスクリーニング検査の利用が期待される。

(2) 大気環境係

調査研究名	研究の概要
<p>令和3年度化学物質環境実態調査（エコ調査）</p> <p>研究担当者：太田 優 渡辺大智 菅原雅哉</p> <p>研究期間：令和3年度</p>	<p>【目的】 化学物質の環境の残留実態を把握し、地域環境のリスク評価のためのデータを得る。</p> <p>【方法、結果及び考察】</p> <p>1. 詳細調査 大気中のメチルアミンについて試料の採取及び分析を行った。 令和3年11月8日（月）～11日（木）、札幌市衛生研究所敷地内にて試料採取を行った。当所周辺の大気試料からはメチルアミンは検出されなかった。〔担当：太田〕</p> <p>2. 環境モニタリング調査 大気中の化学物質の状況把握のため、大気試料のサンプリングを実施した。令和3年10月18日（月）～10月21日（木）、モニタリング定点である札幌市南区の札幌芸術の森敷地内にて試料採取を行った。採取した試料は環境省から業務を受託した分析業者に送付し分析を実施した。〔担当：渡辺、菅原〕</p>
<p>災害時等の緊急調査を想定した GC/MS による化学物質の網羅的簡易迅速測定法の開発（Ⅱ型共同研究）</p> <p>研究担当者：太田 優</p> <p>研究期間：令和元～3年度</p>	<p>【目的】 国立環境研究所と地方公共団体環境研究機関等による共同研究（Ⅱ型共同研究）で、事故・災害時における初動時スクリーニングに有効な GC/MS による全自動同定定量データベースシステム（AIQS-DB）の構築を目指す。</p> <p>【方法】 日本電子製の GC-MS を用いて一定条件下で半揮発性化合物の一斉分析を行い、保持時間やスペクトルパターンなどのデータを採取する。</p> <p>【結果及び考察】 AIQS の実装に向けた活動が主だった。1、2年目ではクライテリアサンプルやチェックスタンダードと呼ばれる濃度既知のサンプルを用いて AIQS の基本操作の習得を行い、3年目は解析実習を行った。令和4年度からはデータベースの充実等を目的とした継続テーマが引き続き開始されるので、それに参加する。緊急調査が必要となる事態を想定した上で非常時に適切に対応できるよう努めたい。</p>
<p>酸性降下物に関する調査研究</p> <p>研究担当者：丸山敦子 太田 優</p> <p>研究期間：令和3年度</p>	<p>【目的】 札幌市における酸性降下物の実態を把握することを目的とした。</p> <p>【方法】 全国環境研協議会の酸性雨部会では、全国酸性雨調査を実施し、酸性降下物の試料採取方法及び分析方法を定めている。当係では、昨年度に引き続き湿性沈着調査及び乾性沈着調査に参加した。 試料採取は衛研屋上にて通年1週間単位で実施した。湿性沈着調査では雨水採取器を用い、乾性沈着調査ではフィルターパック法により行った。採取した試料は、採水量、pH、電気伝導度、イオン成分等の測定を行い、各項目の月平均値及び年平均値を算出した。 これらの調査結果を、全国環境研協議会の酸性雨部会に報告した。</p> <p>【結果及び考察】 湿性沈着調査では、1年を通じて良好に試料採取を行うことができた。pHの年間加重平均は5.09であり、昨年度並みであった。Na⁺は冬期間に多く、海塩の影響が考えられる。nss-Ca²⁺沈着量は春季に高かった。 乾性沈着調査でも、1年を通じて良好に試料採取を行うことができた。なお、フィルター構成は、前段にインパクトを装備し、粗大粒子とPM_{2.5}を分けて採取することが可能な6段構成により実施した。 月毎の測定値を比較したところ、粒子状成分のうちPM_{2.5}が占める割合は27～69%であり、NH₄⁺とNO₃⁻は冬季に高かった。ガス状成分ではSO₂は冬季に高く、NH₃は夏季に高く冬季に低い傾向がみられた。</p>

<p>環境ストレスによる植物影響評価およびモニタリングに関する研究(Ⅱ型共同研究)</p> <p>研究担当者：太田 優 菅原雅哉</p> <p>研究期間：令和3～5年度</p>	<p>【目的】 国立環境研究所と地方公共団体環境研究機関等による共同研究(Ⅱ型共同研究)で、分子的メカニズムに基づくストレス診断によって、野外における植物の環境ストレスに対する影響評価・解析を行い、環境情報の充実と大気環境の保全に取り組むための科学的知見の蓄積を目的としている。</p> <p>【方法】 アサガオを観察対象としてオゾンによる植物被害をモニタリングする。</p> <p>【結果及び考察】 観察中に明らかにオゾンによる白斑被害の生じた葉はなかった。</p>
<p>光化学オキシダントおよびPM2.5の地域的・気象的要因の解明(Ⅱ型共同研究)</p> <p>研究担当者：渡辺大智</p> <p>研究期間：令和元～3年度 (札幌市は令和2年度から途中参加)</p>	<p>【目的】 国立環境研究所と地方公共団体環境研究機関等による共同研究(Ⅱ型共同研究)で、光化学オキシダントの現状把握と、光化学オキシダントの生成に関する基礎的知見の取得、PM2.5発生源解析や気象等の高濃度要因の解明、シミュレーションによる大気汚染物質の挙動と光化学オキシダントやPM2.5の高濃度要因を明らかにすることを目的とする。</p> <p>【方法】 光化学オキシダントを調査するグループと、PM2.5を調査するグループと、シミュレーションの3グループに分かれ、それぞれのグループで更に各種調査をする小グループに分かれて調査を行う。</p> <p>【結果及び考察】 札幌市はPM2.5を調査するグループに所属し、今年度は報告書作成作業に参加した。現在作成作業中。</p>

(3) 水質環境係

調査研究名	研究の概要
<p>令和3年度化学物質環境実態調査（エコ調査）</p> <p>研究担当者：木原敏博 菅原弘行 東山裕美 箕岡健輔</p> <p>研究期間：令和3年度</p>	<p>【目的】 化学物質環境実態調査（エコ調査）は、化学物質の一般環境中での残留実態を把握し、化審法、化管法へ反映させることを目的とした環境省の調査である。令和3年度は分析法の開発及び本市における残留実態を調査した。</p> <p>【結果及び考察】</p> <p>1. 分析法開発 環境水中の 17β-エストラジオール及び 17α-エチニルエストラジオールの分析法（要求感度：各々0.0001 μg/L及び0.00001 μg/L） 対象物質の検出感度（IDL）を確定、抽出方法について分子鑄型固相カラム（AFFINIMIP SPE Estrogens）を用いて溶出溶媒の種類、溶出溶媒量、クリーンアップ効果を検討した。また、実試料として河川水、下水処理水、海水を用いて分析を行った。実試料に関してはクロマトグラムのベースラインが高くなり、要求感度（MDL）を満たせないと思われる。抱合体については 標準品についてLC/MS/MSのメソッドを作成し、HILICカラムを用いて測定を行った。</p> <p>2. 初期環境調査 ベンゾフェノン-3（以下BP-3）について豊平川下流（中沼）、新川下流（第一新川橋）の2地点で水質調査を実施した。また、札幌市独自調査として東橋及び茨戸橋でも調査を実施した。BP-3については東橋以外の3地点で検出された。〔担当：菅原〕 この他、中沼、第一新川橋でアミオダロン、イベルメクチン、N-(2,3-ジメチルフェニル)アントラニル酸、ストレプトマイシン、p-メトキシケイ皮酸エチル、環状ポリシロキサン、テトラアルキルアンモニウム及びその塩、テトラメチルアンモニウム=ヒドロキッドについての試料採水業務も実施した。〔担当：木原、菅原〕</p>
<p>イオンクロマトグラフ誘導結合プラズマ質量分析計（IC-ICP/MS）による水中クロムの形態別（価数別）分析方法の検討について</p> <p>研究担当者：東山裕美 白倉広巳 箕岡健輔</p> <p>研究期間：令和3年度</p>	<p>【目的】 六価クロムは人体に有害な化学物質で、環境基準（0.05 mg/L）及び一律排水基準（0.5 mg/L）が定められている。現在、当係では比色法により定量下限値0.02 mg/Lで分析を実施しており、環境基準値は下回っているものの基準値の1/10濃度を確保できていない状況である。 比色法は試料が着色している場合に妨害を受け易いこと、また ICP/MSは高感度であることから、イオンクロマトグラフ（IC）と ICP/MSを組み合わせた IC-ICP/MS法により Cr(VI)と Cr(III)を分別定量し、定量下限値0.005 mg/Lを達成することを目的とする。</p> <p>【方法】 イオンクロマトグラフ（IC）と ICP/MSを組み合わせた IC-ICP/MSにより、ICで分離したクロム(VI、III)を ICP/MSを検出器として測定する。JIS K 0102改正(2019.3)で追加された方法(PDCA 錯体形成-液体クロマトグラフ-ICP/MS法)を検討し、当所の保有する機器で測定できるようにする。</p> <p>【結果及び考察】</p> <ul style="list-style-type: none">Cr(VI)と Cr(III)を分離度1.3以上で分離できた。1 μg/L～50 μg/Lで Cr(VI)と Cr(III)を混合し、6点検量線を作成し直線性(r²>0.99)を確保できた。クロマトグラムの積分時間を0.1秒にすることで、ピーク形状を良くすることができた。実試料を用いた検討により、ろ過過程で Cr(III)がろ紙に吸着することが判明したため、ろ過方法を検討する必要がある。

<p>第Ⅱ型共同研究「LC-MS/MSによる分析を通じた生活由来物質のリスク解明に関する研究」</p> <p>研究担当者：東山裕美 白倉広巳 箕岡健輔</p> <p>研究期間：令和元年～3年度</p>	<p>【目的】</p> <p>第Ⅱ型共同研究は、国立環境研究所(国環研)が環境問題の解決に資するため、全国環境研協議会の提言を受けて、国環研と複数の地方公共団体環境研究機関等(地環研)が共同研究を実施するものである。「LC-MS/MSによる分析を通じた生活由来物質のリスク解明に関する研究」は、医薬品を始めとする生活由来物質の汚染実態解明の研究を行う。この共同研究に参加し、札幌市内河川での医薬品等生活由来物質の濃度実態調査を行う。</p> <p>【方法】</p> <p>下水処理水の河川水への影響を見るため、下水処理場の上流（琴似川新川橋）と下流（新川第一新川橋）にて水試料を夏季・冬季の2回採取し、医薬品等18物質をLC/MS/MS法により測定する。</p> <p>また、当初測定を予定していたレボフロキサシン（抗菌薬；平成30年度エコ調査にて当所が分析法開発）については、分析の都合上一斉分析になじまないため、参加機関のうち協力の得られたところから試料の提供を受け、濃度測定を札幌市で実施する。</p> <p>【結果及び考察】</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ 多くの物質で、下水処理場下流で濃度が顕著に上昇しており、PNEC（予測無影響濃度）を超えるものもあった。 ・ 夏季/冬季で濃度があまり変わらないものが多かったが、DEET（虫除け）は夏季、クラリスロマイシン（抗生物質）は冬季に濃度が上昇した。 ・ レボフロキサシン分析については、本年度は11自治体から34検体の依頼を受け、分析を実施した。また、3年間を通じた依頼数は21自治体183検体であった。
---	---