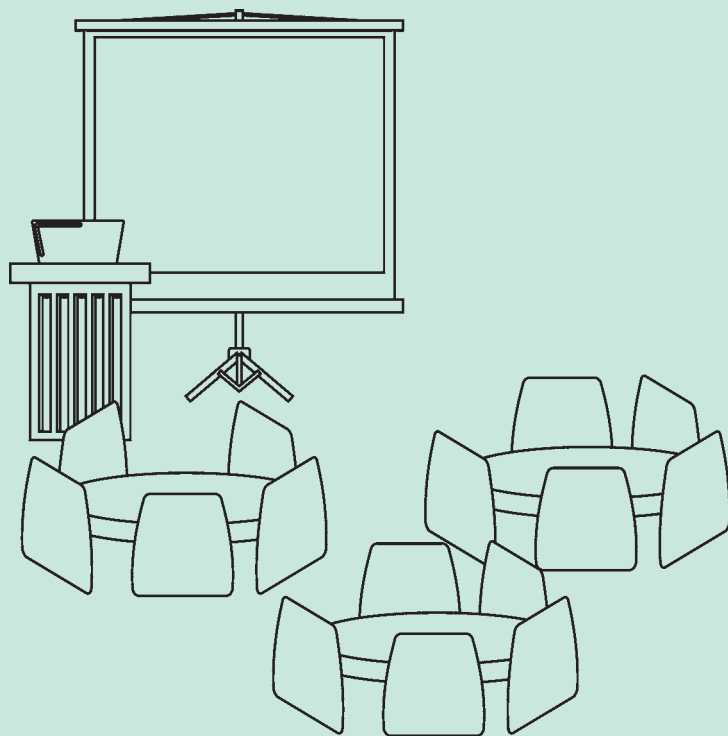


# 3 その他



## 1 国際協力

当研究所では、昭和61年度から主に(独)国際協力機構(JICA)の国際研修員を受け入れている。

研修内容は、主に環境分析と保健検査の実習である。

令和4年度については、表1のとおり計2コース12名を受け入れた。

表1 国際研修

| 実施期日    | 研修コース名                  | 研修員人数 |
|---------|-------------------------|-------|
| 11/2    | 食品安全行政コース<br>(オンデマンド方式) | 7名    |
| 2/27～28 | 水環境行政コース                | 5名    |

## 2 技術研修

当研究所では、市内外の公的研究機関などを対象に職務に関連した様々な技術研修を行っている。令和4年度はインターンシップ研修を行い、大学生2名を受け入れた。

## 3 講師派遣

当研究所では、他機関における講演会や学習会等への講師派遣を行っている。令和4年度は2件で、表2のとおりである。

表2 講師派遣

| 期日   | 講義内容     | 依頼機関       | 人数  |
|------|----------|------------|-----|
| 6/27 | 食品中の化学物質 | 伊川市民サブセンター | 10名 |
| 9/15 | 食品中の化学物質 | 生活学校五月会    | 10名 |

## 4 視察・施設見学

当研究所では、国や他の自治体職員の視察や、学校や市民の学習会における施設見学を受け入れている。

## 5 会議・学会・研修会への参加

令和4年度は表3のとおりである。

表3 会議・学会・研修会への参加

|         | 開催日        | 会議等の名称                                   | 開催地等  |
|---------|------------|--|-------|
| 管理部門・総合 | 5/12       | 令和4年度地方衛生研究所全国協議会第1回理事会・総務委員会            | W E B |
|         | 6/3        | 令和4年度地方衛生研究所全国協議会臨時総会                    | W E B |
|         | 8/25       | 令和4年度地方衛生研究所全国協議会第2回理事会・総務委員会            | W E B |
|         | 9/1～2      | 令和4年度指定都市衛生研究所長会議                        | 書 面   |
|         | 9/9        | 令和4年度地方衛生研究所全国協議会第1回地域ブロック会議             | 福岡県   |
|         | 10/6       | 令和4年度第73回地方衛生研究所全国協議会総会                  | W E B |
|         | 10/13～14   | 第48回九州衛生環境技術協議会                          | W E B |
|         | 12/5       | 令和4年度全国環境研協議会第2回理事会                      | W E B |
|         | 12/8       | 令和4年度地方衛生研究所全国協議会第2回地域ブロック会議             | 福岡県   |
|         | 1/19       | 第2回地方衛生研究所ブロック長等会議                       | 東 京   |
|         | 2/3        | 第51回全国環境研協議会総会及び令和4年度地方公共団体環境試験研究機関等所長会議 | W E B |
| 環境部門    | 4/18       | 河川プラスチックごみ対策研究会合(Ⅱ型共同研究)                 | W E B |
|         | 6/8        | 全国環境研協議会第1回理事会                           | W E B |
|         | 6/14       | 第30回環境化学討論会                              | 富山市   |
|         | 7/5        | 令和4年度精度管理九州ブロック会議                        | W E B |
|         | 7/12       | 災害時等における化学物質の緊急調査プロトコルの開発に係る会合(Ⅱ型共同研究)   | W E B |
|         | 11/16～17   | 第49回環境保全・公害防止研究発表会                       | W E B |
|         | 12/5       | 全国環境研協議会第2回理事会                           | W E B |
|         | 1/23～24    | 令和4年度化学物質環境実態調査環境科学セミナー                  | W E B |
|         | 2/3        | 第51回全国環境研協議会総会                           | W E B |
|         | 2/9～10     | 第38回全国環境研究所交流シンポジウム                      | W E B |
|         | 2/17       | 災害時等における化学物質の緊急調査プロトコルの開発に係る会合(Ⅱ型共同研究)   | W E B |
|         | 3/17       | 第57回日本水環境学会年会併設研究集会                      | W E B |
|         | 3/22       | 河川プラスチックごみ対策研究会合(Ⅱ型共同研究)                 | W E B |
| 衛生化学部門  | 7/11       | 令和4年度第1回分析班会議(全国油症治療研究班会議)               | 福岡市   |
|         | 10/31～11/1 | 第59回全国衛生化学技術協議会年会                        | 川崎市   |
|         | 11/4       | 地方衛生研究所全国協議会近畿支部自然毒部会                    | W E B |
|         | 11/25      | 令和4年度地方衛生研究所地域専門家会議(九州ブロック)              | 福岡県   |
|         | 1/13       | 令和4年度第2回分析班会議(全国油症治療研究班会議)               | 福岡市   |
|         | 2/2        | 衛生理化学分野研修会                               | W E B |
|         | 2/6        | 令和4年度生活衛生危機管理シミュレーション研修                  | 北九州市  |
|         | 2/8        | 実験動物管理者等研修会                              | W E B |
|         | 2/24       | 令和4年度地方衛生研究所九州ブロック模擬訓練検討会                | 福岡県   |
| 微生物部門   | 5/17       | 第69回福岡県公衆衛生学会                            | 福岡県   |
|         | 6/30～7/1   | 衛生微生物技術協議会第42回研究会                        | W E B |
|         | 9/8～9      | 令和4年度検査機関に対する検査能力・精度管理等の向上を目的とした講習会      | W E B |
|         | 10/27      | 令和4年度地域レファレンスセンター連絡会議                    | 福岡県   |
|         | 1/26～27    | 第36回公衆衛生情報研究協議会総会                        | W E B |
|         | 2/15～16    | 令和4年度希少感染症診断技術研修会                        | W E B |

# 第3 講 演 発 表



## Neonicotinoid Insecticide containing Triflumezopyrim at downstream of large paddy field in Kitakyushu city

北九州市保健環境研究所 ○田中 哲博、谷崎 定二

## 【はじめに】

ネオニコチノイド系殺虫剤は、カメムシ目昆虫に対して高い防除効果を発揮する浸透性農薬であるが、近年イミダクロプリドに対するトビイロウンカのLD50が、2005年から2012年の間に0.7 $\mu\text{g/g}$ から98.5 $\mu\text{g/g}$ まで増大したという報告<sup>1)</sup>があるなど、耐性を獲得した昆虫も出現しており更なる新薬開発が進められている。トリフルメゾピリムは、ウンカ被害に悩む水稲耕作地域の中国、アセアン諸国、インド及び日本で開発が進められ、国内では2018年9月に育苗箱剤として登録認可された。

北九州市では、2020年より水田の基幹防除においてトリフルメゾピリムを薬効成分とする育苗箱剤を使用している<sup>2)</sup>。

同農薬については公共用水域の濃度を測定したデータが少ないことから、今回、本市の東部・西部地域の大規模水田下流域の河川水について調査した。併せて、従来ウンカ防除剤として用いられてきたイミダクロプリド及びフィプロニルについても調査したので結果を報告する。

## 【方法】

調査は、農薬の使用による影響が良く把握できるように、本市の東西に存在する大規模水田(30ha以上)下流の河川で実施した。調査地点をFig.1に示す。

調査期間は2020年4～10月の農繁期を中心とした6ヵ月とし、稲作の状況にあわせて概ね一月おきに調査地点の河川水を採水して試料とした。市南部の林地で稲作及び居住実体のない頂吉(かぐめよし)をバックグラウンド地点とした。採取日及び稲作の状況をTable1に示す。

前処理は次のように行った。InertSep mini RP-1 (GLサイエンス社製) をアセトニトリル5mlを用いてコンディショニングし、試料100mlを通水した。これを30分間通気して脱水した後、アセトニトリル5mlで溶出し窒素を吹き付けて0.5mlまで濃縮・定容して分析用試料とした。

測定には、Agilent 1200 Series HPLC及び6460 Triple Quad LC/MS/MSを用いた。LC/MS/MS条件をTable2に示す。トリフルメゾピリム及びイミダクロプリドは、ESI-positiveモード、フィプロニルはESI-negativeモードにより測定した。分析法の検出限界は試料に換算してトリフルメゾピリム及びイミダクロプリドは1ng/L、フィプロニルは0.1ng/Lであった。



Fig.1 Sampling Points

Table1

| Sampling day  | Condition       |
|---------------|-----------------|
| May 25th      | Raising Seeding |
| June 23rd     | Rice Planting   |
| August 4th    | Core control    |
| September 4th | Core control    |
| October 1st   | Harvesting Rice |

Table2 LC/MS/MS condition

|          |   |
|----------|---|
|          | Column : GL Science InertSustain C18 (2 $\mu\text{m}$ , 2.1mm i.d., 100mm)<br>Temp. : 40 $^{\circ}\text{C}$   |
| HPLC     | Triflumezopyrim, Imidacloprid<br>Moving phase A : 0.1% $\text{HCOOH}$ , 5m $\text{MCH}_3\text{COONH}_4$ B : $\text{CH}_3\text{CN}$ Flow rate 0.2ml/min<br>B (20%) (4min) $\rightarrow$ B (45%) (2min) $\rightarrow$ B (90%) (1min) $\rightarrow$ B (20%) (5min) $\rightarrow$ postrun |
|          | Fipronil<br>Moving phase A : 0.1% $\text{HCOOH}$ , 5m $\text{MCH}_3\text{COONH}_4$ B : $\text{CH}_3\text{CN}$ Flow rate 0.2ml/min<br>B (70%) isocratic Flow rate 0.2ml/min  |
| LC/MS/MS | Triflumezopyrim 399.1 > 279.0 (MRM), Imidacloprid 256.1 > 175.1 (MRM)<br>Ionization method : ESI Positive (jetstream)<br>Gas flow 10L/min, 300 $^{\circ}\text{C}$ Nebulizer 45psi Sheath gas 11L/min, 300 $^{\circ}\text{C}$  |
|          | Fipronil 434.9 > 329.9 (MRM)<br>Ionization method : ESI Negative (jetstream)<br>Gas flow 5L/min, 300 $^{\circ}\text{C}$ Nebulizer 45psi Sheath gas 11L/min, 250 $^{\circ}\text{C}$  |

## 【結果と考察】

Table3に、今回の調査結果を示す。

バックグラウンド地点では、全期間を通じいずれの農薬も検出されなかった。

トリフルメゾピリムは、伊川、猿喰（さるはみ）、香月及び土手ノ内で、5～6月にかけて数ng/L～数十ng/Lの濃度範囲で検出された。

この時期は、田植えを控えて全市的に基幹防除が行われており、育苗箱で農薬を与えた際に残留したものが一部流出した

と考えられる。検出濃度はいずれも環境省による水産動植物の被害防止に係る農薬登録基準<sup>3)</sup>及び水質汚濁に係る農薬登録基準<sup>4)</sup>（いずれも85μg/L）の約1/10,000～1/1,000であった。また田植え期を過ぎた後では、河川水からの検出濃度は大幅に低下していた。

一方、イミダクロプリドは香月及び土手ノ内で8～9月に、フィプロニルは伊川で5～6月にかけて、数ng/L～数十ng/Lの濃度範囲で検出された。フィプロニルについては、水産動植物の被害防止に係る農薬登録基準<sup>3)</sup>（24ng/L）の約1/2～1/30であった。イミダクロプリド及びフィプロニルの用途はウンカ類等の害虫予防であり、トリフルメゾピリム同様に田植え期又は播種時の育苗箱への散布のほか、播種前の床土への均一の混和と使用法が規定されている。本市の水田においてこれらの農薬は育苗及び田植え期に使用され、水田から下流域に流出していることが推測された。

## 【結 論】

本市の大規模水田下流域において、ウンカ防除等を主目的とするネオニコチノイド系農薬類について河川水の濃度を測定した。2018年に新規登録されたトリフルメゾピリムは、2020年から田植え期の基幹防除に使用され、5～6月に数ng/L～数十ng/Lの濃度範囲で検出された。同様な効果を持つイミダクロプリド及びフィプロニルについても田植え期を中心に検出された。

## 【参考文献】

- 1) Bulletin of Insectology 67 (1), p125-130 (2014)
- 2) 2020年JA北九稲作ごよみ
- 3) 水域の生活環境動植物の被害防止に係る農薬登録基準(環境省)
- 4) 水質汚濁に係る農薬登録基準(環境省) 8) アジレント・テクノロジー株式会社アプリケーションノート(2019), 5994-0916JAJP

Table3 Triflumezopyrim, Imidacloprid and Fipronil Conc. at downstream of large paddy field in Kitakyushu city (ng/L)

|                 | Date | Ikawa | Saruhami | Sone shinden | Kagumeyoshi (Background) | Katsuki | Dotenouchi |
|-----------------|------|-------|----------|--------------|--------------------------|---------|------------|
| Triflumezopyrim | 5/25 | ND    | 67       | ND           | ND                       | ND      | 36         |
|                 | 6/23 | 26    | 29       | ND           | ND                       | 9.8     | 39         |
|                 | 8/4  | 1.9   | 4.6      | ND           | ND                       | ND      | ND         |
|                 | 9/4  | 2.1   | ND       | ND           | ND                       | ND      | 4.1        |
|                 | 10/1 | ND    | ND       | ND           | ND                       | ND      | ND         |
| Imidacloprid    | 5/25 | ND    | ND       | ND           | ND                       | ND      | ND         |
|                 | 6/23 | ND    | ND       | ND           | ND                       | 62      | 19         |
|                 | 8/4  | ND    | ND       | ND           | ND                       | ND      | 3.6        |
|                 | 9/4  | ND    | ND       | ND           | ND                       | 2.5     | ND         |
|                 | 10/1 | ND    | ND       | ND           | ND                       | ND      | ND         |
| Fipronil        | 5/25 | 9.6   | ND       | ND           | ND                       | ND      | ND         |
|                 | 6/23 | 11    | ND       | ND           | ND                       | 0.9     | ND         |
|                 | 8/4  | ND    | ND       | ND           | ND                       | ND      | ND         |
|                 | 9/4  | 0.8   | ND       | ND           | ND                       | ND      | ND         |
|                 | 10/1 | ND    | ND       | ND           | ND                       | ND      | ND         |



HPLC-ICP/MSによる大気粉じん中の六価クロム化合物の測定について

北九州市保健環境研究所 ○末富 良次、谷崎 定二  
 上下水道局水質管理課 岡田 真由

1 概要

大気粉じん中のクロム化合物の存在形態は、主として三価クロム化合物及び六価クロム化合物(以下、六価クロム)である。六価クロムは発がん性等の健康影響が特に問題視されており、大気汚染防止法における有害大気汚染物質に該当する可能性がある物質のうち優先取組物質であることから、環境大気における濃度の実態把握は重要である。有害大気汚染物質測定方法マニュアル(以下、有害大気マニュアル)では、平成30年3月に大気粉じん中のクロムの形態別測定方法が追加されており、分析法としてイオンクロマトグラフ-ICP/MS法及びイオンクロマトグラフ-ポストカラム吸光光度法が指定された<sup>1)</sup>。

今回、HPLC-ICP/MSを整備し、強アニオン交換機能を有するHPLCカラムを採用してイオンクロマトグラフ-ICP/MSと同等の機能を持たせ、大気粉じん中のクロムの形態別測定を検討した。

その結果、有害大気マニュアルで要求する精度管理(操作ブランク及び目標定量下限値)について満足できることが明らかとなった。また、同法により保健環境研究所屋上で採取した大気粉じん中の六価クロム濃度を測定したので併せて報告する。

2 装置及び分析操作

測定装置には、Agilent LC1200 (HPLC) 及びAgilent ICP/MS7800 (ICP/MS) を用いた。HPLCはイオンクロマトグラフの構造に近づくため、配管等の金属と溶離液が接触する部分をできるだけ樹脂のパーツに置き換えた。気液分離には標準の同軸ネブライザを用い、HPLCカラム出口の配管を接続してICP/MS側に試料を導入して測定した。分析条件を表1に示す。

標準液には市販の重クロム酸カリウム( $K_2CrO_7$ ) 溶液を適宜希釈して調製した。当該の分析条件に従い、標準液(5.0ng/ml)を測定した際のクロマトグラムを図1に示す。併せて0.1～5.0ng/mLの範囲での検量線を図2に示す。クロマトグラムでは特段の妨害は見られず、検量線も良好な直線性を示した。

表1 分析条件<sup>2)</sup>

|          |          |                                  |
|----------|----------|----------------------------------|
| HPLC条件   | HPLC     | Agilent LC1200series             |
|          | カラム      | Agilent社製 Bio SAX, NP5, 4.6×50mm |
|          | 溶離液      | 30mM硝酸アンモニウム5mMEDTA (pH7)        |
|          | 流速       | 0.4ml/min                        |
|          | 注入量      | 100 $\mu$ L                      |
| ICP/MS条件 | ICP-MS   | Agilent ICP/MS7800               |
|          | キャリアガス流量 | 1.03L/min                        |
|          | サンプリング位置 | 10mm                             |
|          | 試料導入     | ネブライザー                           |
|          | 測定質量数    | m/z 52                           |
|          | コリジョンモード | He 3.5mL/min                     |

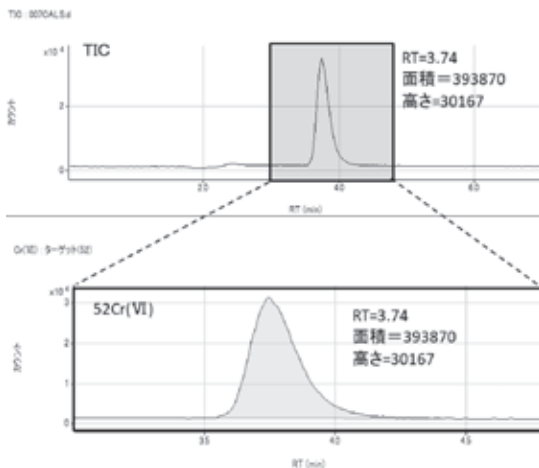


図1 標準液のHPLC-ICP/MSクロマトグラム

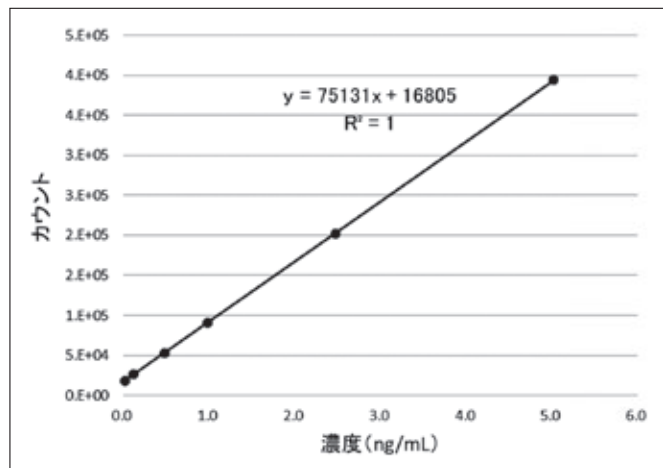


図2 検量線(0.1～5.0ng/ml)

### 3 分析精度の確認

有害大気マニュアルの分析精度を満足しているか確認するため、HPLC-ICP/MSによる六価クロムの測定における操作ブランク及び定量下限について検討した。

#### 3.1 操作ブランク試験

直径47mmの5Cろ紙を酸洗浄した後、0.12mol/L炭酸水素ナトリウムを含浸したもの（以下、アルカリ含浸フィルタ）を用意した。これを有害大気マニュアルに従って、超純水5mLを用いて超音波抽出しクロマトディスクでろ過しHPLC-ICP/MSにより測定して操作ブランクとした。この操作を5回繰り返した結果、平均値は0.016ng/m<sup>3</sup>（大気試料7.2m<sup>3</sup>換算）であった。有害大気マニュアルに規定する操作ブランクの目標値は0.04ng/m<sup>3</sup>であり、目標値よりも十分小さいことを確認した。

#### 3.2 定量下限値の確認

3.1の操作ブランク試験の標準偏差から求めた定量下限値は0.047ng/m<sup>3</sup>（検出下限値 0.014ng/m<sup>3</sup>）となった。有害大気マニュアルに規定する目標定量下限値は0.08ng/m<sup>3</sup>でありこれを満足できることを確認した。なお、検量線の最低濃度の標準液を5回定量した結果の標準偏差から求めた定量下限値は、0.041ng/m<sup>3</sup>であった。以上のことから、今回検討した分析法は有害大気マニュアルが要求する分析精度を満足できることが分かった。

## 4 測定

### 4.1 サンプリング

保健環境研究所（戸畑）屋上において、冷凍保存したアルカリ含浸フィルタを用い、大気試料を5検体サンプリングした。表2に試料採取日、当日の天気、平均気温、吸引量及び六価クロムの測定結果を示す。

試料の吸引速度は5L/minで、試料採取時間は概ね午前11時～翌日午前11時の24時間とした。平均気温は気象庁のHP<sup>3)</sup>によった。

表2 試料採取日、気象条件、吸引量、六価クロム濃度

| 採取日      | 天気  | 平均気温(°C) | 吸引量(Nm <sup>3</sup> ) | Cr(VI)(ng/Nm <sup>3</sup> ) |
|----------|-----|----------|-----------------------|-----------------------------|
| R3.12.23 | 晴   | 10.4     | 7.1998                | 0.11                        |
| R4.1.4   | 晴/曇 | 7.9      | 7.1999                | 0.044                       |
| R4.1.5   | 曇/雨 | 7.2      | 7.1998                | 0.14                        |
| R4.1.6   | 晴/曇 | 8.1      | 7.1997                | 0.84                        |
| R4.1.11  | 曇/曇 | 4.8      | 7.2002                | ND                          |

### 4.2 分析

4.1のアルカリ含浸フィルタを前処理し、HPLC-ICP/MSにより測定した。

その結果、検出下限値（0.014ng/m<sup>3</sup>）未満～0.84ng/m<sup>3</sup>の範囲であった。このうち、令和4年1月6日の測定結果は0.84ng/m<sup>3</sup>と、EPAの10<sup>-5</sup>リスクレベル基準（0.8ng/m<sup>3</sup>）を超過していた。図3に、この試料のHPLC-ICP/MSクロマトグラムを示すが、特に妨害・ノイズも見られず支障なく測定できた。

大気粉じん中の六価クロム濃度を測定している他自治体の測定結果と比較すると、福岡市0.028～0.19ng/m<sup>3</sup><sup>4)</sup>、川崎市0.16～1.0ng/m<sup>3</sup><sup>5)</sup>（令和2年度）と同程度の濃度レベルであった。

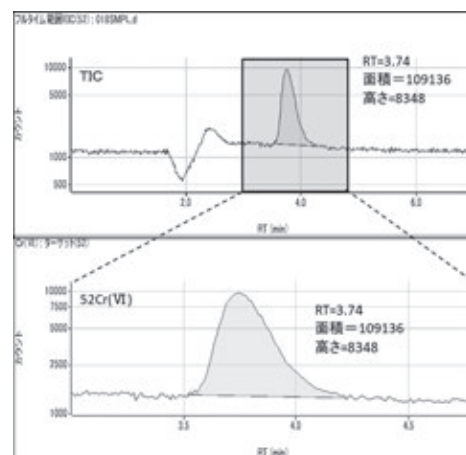


図3 試料のHPLC-ICP/MSクロマトグラム

## 5 まとめ

HPLC-ICP/MSを用いた六価クロムの分析を検討した。今回検討した分析法は、有害大気マニュアルの分析精度を満足していることを確認した。また、保健環境研究所屋上で採取した大気試料を5検体測定した結果、六価クロムは検出下限値未満～0.84ng/m<sup>3</sup>の濃度であった。

## 6 文献

- 1) 環境省 有害大気汚染物質測定マニュアル 大気粉じん中の六価クロム化合物測定方法（アルカリ含浸フィルタ捕集－イオンクロマトグラフ－ポストカラム吸光度法）（平成30年3月作成）
- 2) Agilent Technologies 六価クロム化合物測定方法としての高速液体クロマトグラフ－誘導結合プラズマ質量分析法, アプリケーションノート, LC-201902WN-001, 2019
- 3) 気象庁 過去の気象データ検索 <https://www.data.jma.go.jp/obd/stats/etrn/index.php?>
- 4) 福岡市 福岡市大気測定結果報告書 令和2年度(2020年度)版, p97-100, 2021
- 5) 川崎市 HP「大気汚染物質の環境モニタリングの測定結果」(令和4年4月1日閲覧) <https://www.city.kawasaki.jp/300/page/0000121169.html>



水質事故・苦情に係る検査依頼への対応力向上の取り組み

保健福祉局保健環境研究所 池田 隆史

1 はじめに

当所では、水質事故や苦情(油流出、白濁等)発生時に環境監視部門や河川管理者等(以下「検査依頼者」という。)から依頼を受け、水質検査を実施している(図1)。

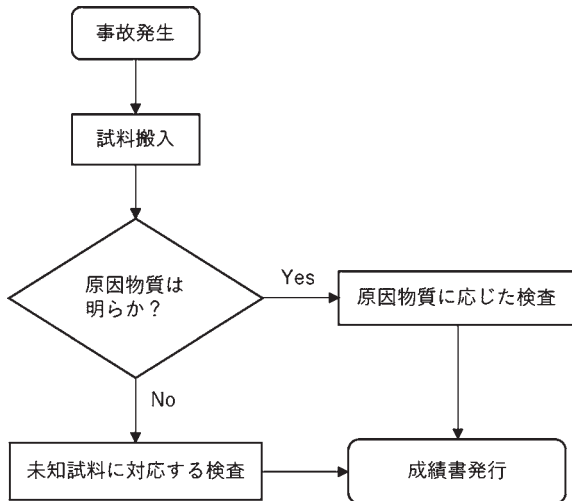


図1 検査依頼への対応フロー

事故や苦情の原因物質が不明である、いわゆる「未知試料」については、(1) ICP/MSによる重金属類(排水基準項目)の定量分析、(2) GC/MSによる農薬等化学物質の定性・半定量分析(NAGINATA)を実施し、原因物質を究明しているところである(図1中の「未知試料に対応する検査」)。

この場合、試料採取地点の基準適合性や有害性を確認できる点で有意義であるが、事故や苦情の原因につながる情報が十分に得られない場合もある。

市民の安全性の確認に加え、検査依頼者は、検査結果を含む諸情報を基に事故原因者を特定し、行政指導等を行なう場合があり、原因の特定につながり得る情報を提供することは重要である。

そこで、未知試料に対応する検査を実施する際に原因の特定につながり得る情報を効果的に入手するために、現行の検査方法を精査・拡充するとともに、苦情事案に関する必要な検査体制を整備した。また、今回整備した実施手順に従い、新たな視点で過去のデータを解析した結果、整備した手順の有用性が確認できたので、あわせて報告する。

2 実施内容

(1)他地環研の対応状況の整理

「河川」、「白濁」、「苦情」等の単語でインターネットを検索し、水質事故や苦情発生時の対応について詳細に記載されていた地環研報告書を抽出し、内容を整理した<sup>1)</sup>。

(2)当所で実施する検査内容の整理

上記(1)の情報を基に、当所で実施する検査内容をまとめた(表1)。

現在実施している(1) ICP/MSによる重金属類(排水基準項目)の定量分析、(2) GC/MSによる農薬等化学物質の定性・半定量分析(NAGINATA)に加え、下表に記載する機器を使用した検査が実施可能であると考え、機器やソフトウェアの取扱手順書を作成した。

表1 未知試料に対応する検査時に今後実施する検査内容

| 機器種類     | 実施内容                 | 目的                  |
|----------|----------------------|---------------------|
| GC/MS    | ライブラリを用いた定性          | 化学物質の検出(農薬等)        |
| HS-GC/MS | ライブラリを用いた定性          | 揮発性化学物質の検出(塗料の添加剤等) |
| ICP/MS   | ライブラリを用いた定性・半定量分析の実施 | 金属の検出(塗料等)          |
| SEM-EDS  | 外観の観察、定性             | 金属の検出(塗料等)          |

(3)過去データの解析

上記(2)の検査の有用性を確認するため、過去の河川白濁事案の際にGC/MSで測定したTICクロマトグラムを解析した。

ア 事案の概要

令和元年度に発生した河川白濁事案。重金属類は定量下限(排水基準の1/100)程度の値であり、GC/MSでも特徴的な化学物質は検出されなかった。なお、環境監視部門の調査により、河川近傍の塗装業者が誤って塗材を流出させていたことが後に判明している。

## イ 方法

TICクロマトグラムを解析用ソフト「MassHunter Unknowns Analysis」でデコンボリューションし、約30万種の化学物質が登録されているNIST20ライブラリで照合した。なお、デコンボリューションとは複雑な混合物から1つの信号を抽出するアルゴリズムであり、複雑な夾雑成分中のピーク検出に応用されている<sup>2)</sup>。

## ウ 結果

一致率が95以上の化合物のうち、ピーク面積が大きな化合物は溶剤、インキ溶剤等として用いられる物質であった。表2に一致率が95以上且つピーク面積が上位の3化合物を示す。

表2 TICクロマトグラム解析結果

| 化合物名                     | 一致率  | ピーク面積       | 主な用途     |
|--------------------------|------|-------------|----------|
| 2-(2-ブトキシエトキシ)-エタノール     | 98.2 | 104,484,571 | 溶剤       |
| 2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタンジオール | 97.0 | 61,527,907  | インキ溶剤等   |
| ジプロピレングリコール              | 95.4 | 15,878,500  | 印刷インキ原料等 |

検量線を作成していないため、定量性については正確に言及することはできないが、ピーク面積値の結果から、当該試料には溶剤、インキ溶剤等が多く含まれている可能性が示唆された。

当該事案ではSEM-EDSによりチタンが観測されていたため、TICクロマトグラムの新たな解析結果と合わせることで、「塗料が白濁原因である可能性が高い」と環境監視部門に報告でき、原因者の特定に寄与できていた可能性が示された。

### (4) 模擬訓練の実施

職員が定期的に異動するため、検査担当者以外は一連の動きを当事者として経験できない。技術水準を向上・維持するため、「模擬訓練を年1回以上実施すること」とし、令和4年8月に模擬訓練を実施した。

水性塗料を溶かした水を模擬検体とし、検体調製者以外は正解を知らない状態で各分析を実施した。分析の結果、塗料を示唆する結果が得られ、参加者からも概ね「塗料」という回答が得られた。

訓練では正解することよりも、「分析データや文献の情報を基に可能性のある結果を推測すること」が大切であると考え。今回の訓練では各参加者が個別にデータの解釈や文献調査を行い、試験成績書を想定した回答を作成し、教育効果が非常に高かったと考える。また、訓練の実施後に、全員で議論する機会を設けた結果、訓練の実施方法やデータ解析方法をより良くするための意見が多く出された。

## 3 まとめ

原因物質不明の検査依頼では、検査依頼者が原因者を特定し、再発防止策を講じることができるよう、原因の特定につながり得る情報を提供することは重要である。今回、原因の特定につながり得る情報を効果的に入手するために必要な検査体制を整備した。また、過去に測定したGC/MSのTICクロマトグラムを改めて解析した結果、今回整備した実施手順の有用性が示された。さらに、組織としての技術水準を向上・維持する仕組みとして模擬訓練を実施し、教育面からも検査方法の改善という面からも好ましい効果があった。

なお、今回整備した検査体制は令和4年度から実際に運用している。

## 4 参考文献

- 1) 京都府保環研年報(2018) 35-39、京都府保環研年報(2020) 31-33、宮崎県衛生環境研究所年報(平成24年度) 92-96、福岡市保健環境研究所報(平成19年度) 69-73、横浜市環境科学研究所報(2018) 12-16、岡山県環境保健センター年報(2006) 25-29、神奈川県環境科学センター研究報告(2007) 54-59、2) アジレント・テクノロジー株式会社アプリケーションノート(2019)、5994-0916JAJP