

```

2250 *IINT
2260 DATA Si,28,C1,35,Br,79,Sn,118," ",0,*,0,*,0,*,0,*,0
2270 DATA H,1,C,12,N,14,O,16,F,19,P,31,S,32,I,127," ",0,*,0
2280 FOR I=1 TO 20:READ ATOM$(I,0),ATOM$(I,1):NEXT
2290 SOC$(0)="情報源"
2300 SOC$(1)="QP-1000 " :SOC$(2)="文献-M " :SOC$(3)="文献-Q "
2310 IOC$(0)="イオン化条件"
2320 IOC$(1)=" E I " :IOC$(2)=" C I " :IOC$(3)="F A B "
2330 INC$(0)="導入条件"
2340 INC$(1)=" G C " :INC$(2)=" D I " :INC$(3)="T L C "
2350 '
2360 ' AA1$-NAME1$,BB$-FORM1$,CC$-MOWT%,DD$-IOC%,EE$-INC%,FF$-SOC%
2370 FIELD #1,50 AS AA1$,20 AS BB$,2 AS CC$,2 AS DD$,2 AS EE$,2 AS FF$
2380 FOR I=1 TO 10
2390 FIELD #1,78 +(I-1)*4 AS DUMM$,2 AS FF$(I,0),2 AS FF$(I,1)
2400 NEXT
2410 RETURN
2420 '
2430 ' ***** メニュー センタク
2440 *MS : LOCATE ,,0
2450 *RET1: COLOR@(X1,YY)-(X2,YY),4 : WY1=WY
2460 *RET2: LOCATE X1,YY:IN$=INPUT$(1)
2470 JN=VAL(IN$) : IF JN>=1 AND JN<=KOSU THEN 2540
2480 IF IN$=CHR$(13) THEN *NEX1
2490 IF IN$=CHR$(30) THEN IF YY<=SY THEN YY=EY:GOTO *RET3 ELSE YY=YY-Z
: GOTO *RET3
2500 IF IN$=CHR$(31) THEN IF YY>=EY THEN YY=SY:GOTO *RET3 ELSE YY=YY+Z
: GOTO *RET3
2510 BEEP:GOTO *RET2
2520 *RET3:COLOR@(X1,WY1)-(X2,WY1),7:GOTO *RET1
2530 *NEX1 : JN=(YY-SY+2)¥2
2540 LOCATE ,,1:RETURN
2550 '
2560 ' ***** ショウケン センタク
2570 *HOL5
2580 LOCATE ,,0:X1=19:Z=9:X2=19+Z*2:XX=(XX-1)*Z+X1
2590 *HOL1: COLOR@(XX,YY)-(XX+Z-1,YY),4 : WX1=XX
2600 *HOL2: LOCATE XX,YY:IN$=INPUT$(1)
2610 IF IN$=CHR$(27) THEN YY=99:GOTO *NEX2
2620 IF IN$=CHR$(13) THEN *NEX2
2630 IF IN$=CHR$(28) THEN IF XX=X2 THEN XX=X1:GOTO *HOL3 ELSE XX=XX+Z
: GOTO *HOL3
2640 IF IN$=CHR$(29) THEN IF XX=X1 THEN XX=X2:GOTO *HOL3 ELSE XX=XX-Z
: GOTO *HOL3
2650 BEEP:GOTO *HOL2
2660 *HOL3:COLOR@(WX1,YY)-(WX1+Z-1,YY),5:GOTO *HOL1
2670 *NEX2:XX=(XX-X1)¥Z+1 : LOCATE ,,1
2680 RETURN
2690 '
2700 ' ***** セツメイ ルーチン
2710 *SETU
2720 CLS 3
2730 OPEN"A:MASSHLP.DAT" FOR INPUT AS #2
2740 FOR I=1 TO 500:IF EOF(2) THEN 2780
2750 LINE INPUT #2,A$:PRINT A$
2760 IF INKEY$<>CHR$(32) THEN 2760
2770 NEXT
2780 CLOSE #2
2790 CLS 1:RETURN *FIN1
2800 *HLP
2810 KEY (1) OFF:KEY (9) OFF:KEY (10) OFF
2820 LOCATE 0,0,1:COLOR 5 : CLS 3
2830 IF JNO=2 THEN RETURN *SOUT ELSE CLOSE:RETURN *MENU
3000 ' *****
3010 '
3020 ' ***** データ シュツリヨク ルーチン JNO=3
3030 *FOUT
3040 CLS 3
3050 LOCATE 8,3 :PRINT"データ番号を入力して下さい。 MAX=";LFILE;
3055 INPUT CN%

```

```

3060 IF CNZ<1 OR CNZ>LFILE THEN 3050 ELSE *NOOUT
3070 '
3080 *NOOUT
3090 CLS 3 : 'WIDTH 80,20
3100 GET #1,CNZ : MINM=1000 : MAXM=1
3110 FOR I=1 TO 10
3120 MASS%(I,0)=CVI(FF$(I,0)) :IF MASS%(I,0)=0 THEN 3160
3130 IF MASS%(I,0)>MAXM THEN MAXM=MASS%(I,0)
3140 IF MASS%(I,0)<MINM THEN MINM=MASS%(I,0)
3150 MASS%(I,1)=CVI(FF$(I,1))
3160 NEXT
3170 MAXM=(MAXM#10+2)*10
3180 IF (MINM MOD 10)=0 THEN MINM=(MINM#10-2)*10 ELSE MINM=(MINM#10-1)
*10
3190 IF MAXM-MINM<=250 THEN PT=1 ELSE IF MAXM-MINM<=500 THEN PT=2 ELSE
PT=3
3200 'PT=3
3210 IOC%=CVI(DD$):INC%=CVI(EE$):SOC%=CVI(FF$)
3220 COLOR 5:LOCATE 5,1
3230 PRINT"マススペクトルデータ表示画面" N o . ";CNZ
3240 LOCATE 6,3 : PRINT"化合物名" ";AA1$
3250 LOCATE 6,4 : PRINT"分子式" ";BB$
3260 LOCATE 40,4 :PRINT"分子量" ";CVI(CC$)
3270 LOCATE 6,5 : PRINT SOC$(0);TAB(21);SOC$(SOC%)
3280 LOCATE 6,6 : PRINT IOC$(0);TAB(20);IOC$(IOC%)
3290 LOCATE 40,6: PRINT INC$(0);TAB(53);INC$(INC%)
3300 'LOCATE 6,7 : PRINT"スペクトルデータ "
3310 LINE ( 50,129)-(550,230),4,B
3320 IF PT<>1 THEN LINE ( 50,259)-(550,360),4,B
3330 LOCATE 4,15:PRINT MINM
3340 ON PT GOSUB *PT1,*PT2,*PT3
3350 IF JNO=2 THEN RETURN
3360 Q$=INKEY$:IF Q$="" THEN 3360
3362 IF Q$=CHR$(&H1E) THEN CNZ=CNZ-1:GOTO 3366
3364 IF Q$=CHR$(&H1F) THEN CNZ=CNZ+1 ELSE CLOSE :GOTO *MENU
3366 IF CNZ<1 THEN CNZ=1 ELSE IF CNZ>LFILE THEN CNZ=LFILE
3369 GOTO *NOOUT
3380 '
3390 *PT1
3400 Y=230 : Y1=15 : MM=MINM
3410 LOCATE 4,15:PRINT MINM
3420 GOSUB *PTT
3430 FOR I=1 TO 10 : IF MASS%(I,0)=0 THEN 3460
3440 X=(MASS%(I,0)-MINM)*2+50 : Y=230-MASS%(I,1)
3450 LINE (X,Y)-(X,230),5
3460 NEXT I : RETURN
3470 '
3480 *PT2
3490 Y=230 : Y1=15 : MM=MINM
3500 LOCATE 4,15:PRINT MINM
3510 GOSUB *PTT
3520 Y=360 : Y1=23 : MM=MINM+250
3530 LOCATE 4,23:PRINT MINM+250
3540 GOSUB *PTT
3550 FOR I=1 TO 10 : IF MASS%(I,0)=0 THEN 3610
3560 IF MINM+250<MASS%(I,0) THEN 3590
3570 X=(MASS%(I,0)-MINM)*2+50 : Y=230-MASS%(I,1)
3580 LINE (X,Y)-(X,230),5 : GOTO 3610
3590 X=(MASS%(I,0)-(MINM+250))*2+50 : Y=360-MASS%(I,1)
3600 LINE (X,Y)-(X,360),5
3610 NEXT I : RETURN
3620 '
3630 *PT3
3640 PRINT "まだできていません。" :RETURN
3650 '
3660 *PTT
3670 FOR I=50 TO 550 STEP 10
3680 IF I MOD 20 THEN LINE (I,Y)-(I,Y+6),4 ELSE LINE (I,Y)-(I,Y+3),4
3690 NEXT
3700 FOR I=1 TO 500/80 : LOCATE 4+I*10,Y1:PRINT MM+I*40

```

```

3710 NEXT
3720 RETURN
3730 '
4000 ' ***** E N D ルーチン   JNO=5
4010 *PEND
4020 CLS : LOCATE 15,6:COLOR 5:PRINT"今日はよくがんばったわね!!"
4030     LOCATE 15,8:COLOR 5:PRINT"お疲れさまでした。"
4040 KEY (9) OFF: KEY (10) OFF
4050 CLOSE
4060 END
5000 '
5010 ' ***** セーブ データ シュウセイルーチン   JNO=4
5020 *RFD
5040 CLS 3
5050 LOCATE 8,3 :INPUT"データ番号を入力して下さい。" ;CN%
5060 IF CN%<1 OR CN%>LFILE THEN 5050
5070 CLS 3
5080 GET #1,CN%
5090 IOC%=CVI(DD$) : INC%=CVI(EE$) : SOC%=CVI(FF$)
5100 FOR I=1 TO 10
5110   MASS%(I,0)=CVI(FF$(I,0))
5120   MASS%(I,1)=CVI(FF$(I,1))
5130 NEXT
5140 GOSUB *DP
5160 NAME1$=AA1$ : LOCATE 21,3 : PRINT NAME1$
5170 FORM1$=BB$ : LOCATE 21,5 : PRINT FORM1$
5180 MOWT%=CVI(CC$) : LOCATE 60,5:PRINT MOWT%
5190 FOR J=0 TO 4 : FOR I=0 TO 1
5200   LOCATE 12+I*15,15+J : PRINT MASS%(I*5+J+1,0)
5210   LOCATE 19+I*15,15+J : PRINT MASS%(I*5+J+1,1)
5220 NEXT I : NEXT J
5230 GOTO *DR
5240 '
6000 ' ***** データサーチ コレクション ルーチン   jno=2
6010 *SOUT
6020 CLS 3
6030 COLOR 5
6040 LOCATE 8,3 :PRINT"G C - M a s s データ検索ルーチン"
6050 COLOR 7
6060 X1=4 : X2=78 : SY=6 : Z=2 : KOSU=5
6070 EY=SY+Z*(KOSU-1) : YY=(JSNO-1)*2+SY
6080 LOCATE 10,SY :PRINT"1. 化合物名"
6090 LOCATE 10,SY+2:PRINT"2. フラグメント質量数"
6100 LOCATE 10,SY+4:PRINT"3. 分子量"
6110 LOCATE 10,SY+6:PRINT"4. 構成元素"
6120 LOCATE 10,SY+8:PRINT"5. メインメニュー"
6130 '
6140 GOSUB *MS
6150 JSNO=JN
6160 ON JSNO GOTO *JS1,*JS2,*JS3,*JS4,*JS0
6170 '
6180 *JS0:CLOSE:GOTO *MENU
6190 '
6200 *JS1
6210 LOCATE 10,17:INPUT "化合物名 ";SU$
6220 IF SU$="" THEN 6210
6230 FOR II=1 TO LFILE : GET #1,II
6240   IF INSTR(AA1$,SU$)>0 THEN CN%=II:GOSUB *NOOUT : GOSUB *JS5
6250 NEXT II
6260 LOCATE 6,7:PRINT"これ以上データはありません。":BEEP
6270 IF INKEY$="" THEN 6270
6280 GOTO *SOUT
6290 '
6300 *JS2
6310 LOCATE 10,17:INPUT "何本のピークで検索しますか。5本以内 ";PN%
6320 IF PN%<1 OR PN%>5 THEN 6310
6330 LOCATE 10,18:PRINT "ピークの質量数は "
6340 FOR II=1 TO PN%:LOCATE 27+II*7,18:INPUT PN%(II) : NEXT
6350 CLS
6360 FOR II=1 TO LFILE : GET #1,II

```

```

6370 EQ=0
6380 FOR J=1 TO 10:MASS%=CVI(FF$(J,0)) : IF MASS%=0 THEN 6410
6390   FOR K=1 TO PN%:IF PN%(K)=MASS% THEN EQ=EQ+1
6400   NEXT K
6410 NEXT J
6420 IF EQ=PN% THEN CN%=II:GOSUB *NOOUT : GOSUB *JS5
6430 NEXT II
6440 LOCATE 6,7:PRINT"これ以上データはありません。":BEEP
6450 IF INKEY$="" THEN 6450
6460 GOTO *SOUT
6470 '
6480 *JS3:CLS:PRINT"まだできていない。":BEEP:GOTO *SOUT
6490 *JS4:CLS:PRINT"まだできていない。":BEEP:GOTO *SOUT
6500 '
6510 *JS5
6520 LOCATE 6,7:PRINT"続けますか y / n or C"
6530 LOCATE 33,7:Q$=INPUT$(1)
6540 LOCATE 6,7:PRINT SPC(30)
6550 IF INSTR("yY>",Q$)>0 THEN RETURN
6560 IF INSTR("cC>",Q$)>0 THEN COPY : GOTO 6520
6570 CLOSE:RETURN *JS0

```

# 順相高速液体クロマトグラフィーによる 油性食品中の $\beta$ -カロチンの定量

桃崎悦子<sup>1</sup>・中村正規<sup>1</sup>

## Determination of $\beta$ -Carotene in Fatty Foods by Normal Phase High Performance Liquid Chromatography

Etsuko MOMOSAKI and Masanori NAKAMURA

油性食品中の $\beta$ -カロチンの抽出法の検討をおこない、バター、マーガリン中の $\beta$ -カロチン濃度を測定した。

1. 抽出法の検討をおこなったところ、ヘキサンによる直接抽出法および室温 24 時間の条件下でのけん化抽出法が、良好な回収を示した。加熱けん化をおこなうと回収率が低下する原因として、加熱によりトランス体がシス体に異性化するためであることがわかった。
2.  $\beta$ -カロチンは、アミノアルキルカラム・可視検出器を用いた順相高速液体クロマトグラフィーにより妨害のないクロマトグラムを得ることができた。
3. 62 年度取去された市販および業務用のバター・マーガリン等 29 件について直接抽出法にて $\beta$ -カロチンを測定した。バターでは 11 件全てから検出し、平均 3.6 mg/kg であった。市販マーガリンは 7 件全てから検出し平均 4.3 mg/kg であった。業務用マーガリンは 10 件中 8 件から検出し平均 2.4 mg/kg であった。

**Key words:**  $\beta$ -カロチン  $\beta$ -carotene, マーガリン margarine, バター butter, 高速液体クロマトグラフィー high performance liquid chromatography, アミノアルキルカラム aminoalkylcolumn, 可視検出器 visual detector,

### I はじめに

近年、食品にたいする合成着色料の使用が減少し、これにかわって天然着色料の使用が増加している。

現在天然添加物については表示の義務はないが、食品添加物表示基準改正の中で天然添加物に対しても諸外国と同じように表示の義務を負う可能性が強くなっており、天然添加物の分析法の検討が急がれるところである。 $\beta$ -カロチンの順相系液体クロマトグラフィーでの分析にはシリカゲルカラムが用いられているが<sup>3)</sup>、今回、アミノアルキルカラム(NH<sub>2</sub>カラム)を用いてバター・マーガリン中の $\beta$ -カロチンの定量をおこなった。また油性食品の抽出法については直接抽出法<sup>1-3)</sup>、けん化抽出法があり、けん化条件は沸騰水中 30 分<sup>4)</sup>、60℃水浴中 20 分<sup>5)</sup>、室温 24 時間<sup>4)</sup>があげられている。今回 $\beta$ -カロチ

ンを含む市販マーガリンを用いて抽出法を比較検討したので報告する。

### II 材料および方法

#### 1. 試料

市内各保健所の食品衛生監視員により取去された市販及び業務用のバター・マーガリンおよび業務用の製菓用油脂を用いた。

#### 2. 試薬

$\beta$ -カロチン: 和光純薬 特級

$\beta$ -カロチン標準液:  $\beta$ -カロチン 10 mg を精秤し、少量のクロロホルムで溶かし n-ヘキサンで 100 ml とした。これを n-ヘキサンで希釈し 0.1-1.0 ppm の標準液を作成した。標準品は、食品添加物公定書(V)規格基準試験法-純度試験(5) $\beta$ -カロチンの定量法<sup>6)</sup>に準じて含量を測定した後用いた。

1. 福岡市衛生試験所 理化学課

n-ヘキサン：和光純薬 残留農薬分析用  
その他は特級試薬を使用した。

### 3. 装置

遠心分離機：KR/702（久保田製作所製）  
エバポレーター：N-4型（東京理化学器械製）  
高速液体クロマトグラフ（HPLC）：  
ポンプ：Model-510（Waters製）  
検出器：Model-490（Waters製）  
インジェクター：7125 type（レオダイン社製）

### 4. 実験方法

#### (1) 直接抽出法

試料 1 g を 50 ml 褐色遠沈管に精秤し、水浴中で加温し溶かした。n-ヘキサン 40 ml を加え振とうし冷蔵庫に一夜放置して不溶物を析出させた後、3000 rpm で 15 分間遠心分離をおこなった。上澄の n-ヘキサン液を取りエバポレーターを用いて溶媒を留去した後残留物を n-ヘキサンに溶かし試験液とした。

#### (2) けん化抽出法

衛生試験法注解に準じて<sup>4)</sup>、試料 4 g を褐色ナシ型フラスコに精秤しエタノール 20 ml、水酸化カリウム溶液（9→10）2 ml、10%ピロガロールエタノール溶液 1 ml を加えけん化をおこなった。けん化条件として、温度は沸騰水中・60℃水浴中・室温にて、時間を変えて試みた。けん化処理後すみやかに冷却し褐色 300 ml 分液ロートに移し水 20 ml を加え、石油エーテル 50 ml、30 ml で 2 回抽出した。石油エーテル層は蒸留水 30 ml で洗浄し、中性となるまで洗浄を繰り返した。さらに無水硫酸ナトリウムで脱水し、褐色ナシ型フラスコに移して石油エーテルを留去し、残留物を n-ヘキサンに溶かしこれを試験液とした。

#### (3) 測定条件

試験液の一部を 0.45 μm メンブランフィルターでろ過し、ろ液を下記の条件で HPLC に注入した。

表 1 Condition of HPLC

column	Unisil Q NH <sub>2</sub> 5 μm 4.6*250mm
column temp	Ambient
mobile phase	n-Hexan
flow rate	1.0ml/min
detector	450nm, 270nm, 0.01AUFS
sample size	10 μ l

## III 結果および考察

### 1. 抽出法の検討

β-カロチンを 3 ppm 程度含むマーガリンを用いて、

直接抽出法およびそれぞれの条件のけん化抽出法による定量値を比較した。直接抽出法の定量値を 100 とした時の他の抽出法の値を表 2 に示した。直接抽出法および室温 24 時間けん化抽出法の定量値が高かった。

図 1 に β-カロチンの標準液、直接抽出法による試験液および沸騰水中にてけん化をおこなった試験液のクロマトグラムを示した。沸騰水中でけん化時間が長くなると、主ピークが低くなり 2 分前に出る副ピークが高くなった。この二つのピークについて、ピークの頂点が検出器内に来た時送液ポンプを止めて 200~600 nm の吸収スペクトルを測定した。吸収スペクトルを図 2 に示した。主ピークは 270 nm と 450 nm 付近に極大吸収があり、副ピークは 340 nm と 445 nm 付近に極大吸収が見られた。副ピークの 340 nm 付近の極大吸収はシスカロチノイド特有のものである<sup>7)8)</sup>。また、中性アルミナカラムでトランス体とシス体とを分ける方法<sup>1)</sup>により分離したところ、主ピークはトランス体のフラクションに副ピークはシス体のフラクションに溶出することを確認した。このことより、加熱けん化抽出法による回収率が低い原因は、トランス体がシス体へ異性化したためと考えられた。抽出法としては加熱操作をおこなわない直接抽出法または室温・24 時間けん化抽出法が適当であった。

β-カロチンを含まないマーガリンに β-カロチンを添加したところ直接抽出法にて 0.5 ppm 添加で 94.7%、3 ppm 添加で 95.0% の回収率を得た。

試料については操作の簡易な直接抽出法にて検査をおこなうこととした。

表 2 けん化条件の違いによる定量値の比較 (%)

けん化時間	沸騰水中	60℃水浴中	室温
10分	86.9		
20分		91.4	
30分	75.9		
60分	69.0	81.7	
24時間			99.7

注) 各定量値を直接抽出法で得られた値に対する割合 (%) で示した

### 2. 測定条件について

β-カロチンの分析において、Ca(OH)<sub>2</sub>カラム<sup>8)</sup>・シリカゲルカラムを用いた順相 HPLC<sup>3)</sup>、ODS カラムを用いた逆相 HPLC<sup>2)</sup>などがおこなわれている。今回、Unisil Q NH<sub>2</sub>カラムに移動相として n-ヘキサンを用いる順相系で分析したところ、保持時間 10 分程度でシャープなピークを得た（図 1）。可視部波長（450 nm）

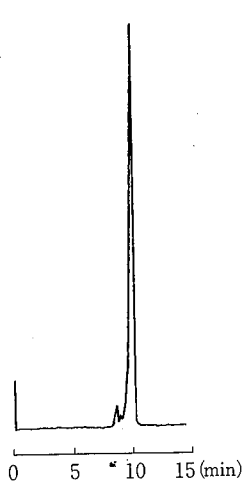


図1-1  $\beta$ -カロチン標準液のクロマトグラフ

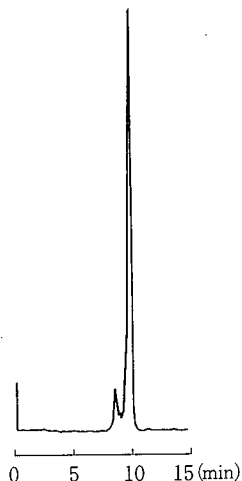


図1-2 直接抽出法によるクロマトグラム

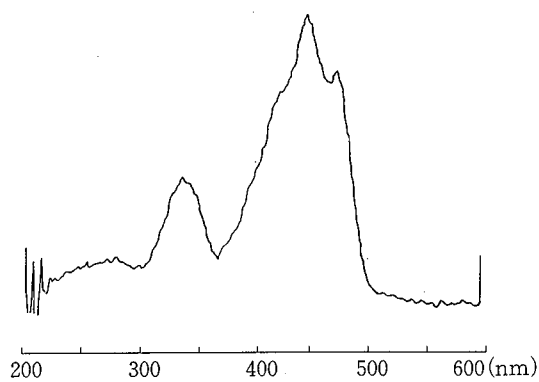


図2-1 副ピーク (シス $\beta$ -カロチン) の吸収スペクトル

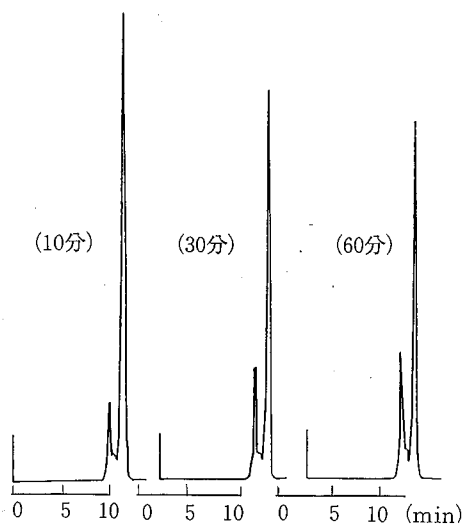


図1-3 沸騰水中けん化抽出法におけるけん化時間別のクロマトグラム

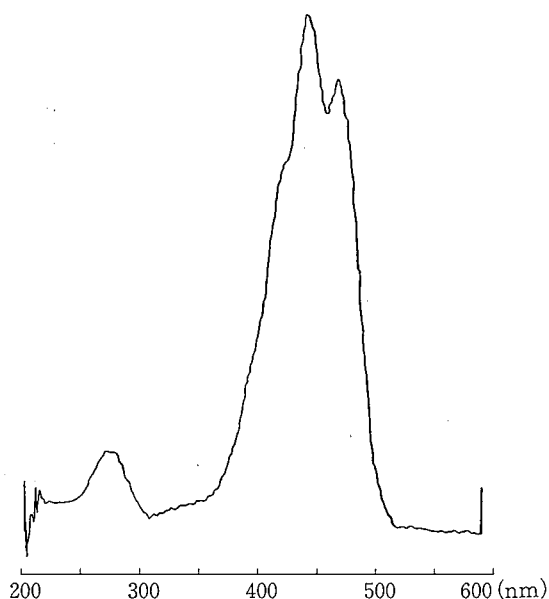


図2-2 主ピーク (トランス $\beta$ -カロチン) の吸収スペクトル

においては妨害のないクロマトグラムが得られた。UV域波長 (270 nm) では、ブロードなピークによる妨害がありそのままの定量には問題があったが、アルミナカラムによりクリーンアップ<sup>4)</sup>をおこなった場合、450 nm における定量値と 270 nm における定量値はよく一致した。

### 3. 油性食品中の $\beta$ -カロチンの検査結果

市販品および業務用のバター、マーガリン、製菓用油脂中の $\beta$ -カロチン検査結果を表3に示した。バターの平均値は3.6 mg/kgであった。マーガリンは、市販品においては7件全てから検出され $\beta$ -カロチンが広く使用されていた。業務用については市販品より濃度

が低い傾向がみられ、検出されないものも2件あった。

表3  $\beta$ -カロチンの含有量 (mg/kg)

油性食品	(n)	Min-Max	Av	$\sigma$
バター業務用	5	2.0-4.5	3.0	1.0
バター市販品	6	2.5-6.7	4.0	1.3
マーガリン業務用	10	<0.2-3.8	2.4*	1.1
マーガリン市販品	7	2.8-6.9	4.3	1.3
製菓用油脂(業務用)	1	13		

\*検出された検体についての平均値を示した

### 文 献

- 1) 厚生省環境衛生局食品化学課：食品中の食品添加物分析法，473～481，講談社，1983
- 2) 高槻圭吾 他：マーガリン中の $\beta$ -カロチンの定量，宮城県保健環境センター年報，5，72～74，1984

- 3) 長谷川ゆかり 他：油性食品中カロチノイド系色素のHPLCによる定量法，第24回全国衛生化学技術協議会講演集，40～41，1987
- 4) 日本薬学会：衛生試験法注解（1980）追補（1983），1289～1291，金原出版，1983
- 5) 日本ビタミン学会：ビタミン学実験法 [I]，33～40，東京化学同人，1983
- 6) 石館守三 谷村顕雄：第V版食品添加物公定書解説書，D-204～D-209，広川書店，1987
- 7) 伊藤良仁： $\beta$ -カロチンに関する知見，New Food Industry，29，8，22～29，1987
- 8) L. A. CHANDLER 他：HPLC Separation of Cis-Trans Carotene Isomers in Fresh and Processed Fruits and Vegetables，JOURNAL OF FOOD SCIENCE，52，669～672，1987



# 高速液体クロマトグラフィーによる食肉および食肉製品中のニコチン酸・ニコチン酸アミドの定量法について

桃崎悦子<sup>1</sup>

## Determination of Nicotinic Acid and Nicotinamide in Meat and Meat Products by High Performance Liquid Chromatography

Etsuko MOMOSAKI

昨年に引き続き食肉中のニコチン酸、ニコチン酸アミドの検査を行った。さらに、食肉製品についても前処理法の検討をおこない、ニコチン酸およびニコチン酸アミドの使用状況調査をおこなった。

1. 市販食肉 35 件をアルミナカラムによる前処理法にて検査した結果、ニコチン酸、ニコチン酸アミドとも使用の疑いのあるものは認められなかった。
2. 食肉製品については、前処理にエクストレルートカラムを用いて水酸化ナトリウムアルカリ性で抽出液を負荷し、ニコチン酸アミドは酢酸エチル、ニコチン酸は 20%メタノール含有酢酸エチルで溶出した。アルカリ性で負荷することによりニコチン酸アミドのフラクションにソルビン酸が溶出しなくなったため分析の迅速化をはかることができた。
3. 市販食肉製品を検査した結果、ニコチン酸アミドを使用した可能性のあるものが 63 件中 5 件見られた。その濃度は 18~35 mg%であった。

**Key words :** ニコチン酸 nicotinic acid, ニコチン酸アミド nicotinamide, 食肉 meat, 食肉製品 meat products, エクストレルートカラム extrelut column, 高速液体クロマトグラフィー high performance liquid chromatography,

### I はじめに

ニコチン酸およびニコチン酸アミドは強化剤として昭和 32 年、食品添加物に指定された。しかし、ニコチン酸による食中毒が発生したことにより昭和 57 年に食肉並びに鮮魚介類（鯨肉を含む）に使用することが禁止された<sup>1)</sup>。その後、61 年 7 月牛肉に発色剤としてニコチン酸を使用した事例が発生したため指導強化がなされた<sup>2)</sup>。本市においても市内に流通する食肉について調査をおこない前号にて報告した<sup>3)</sup>。

昨年に引き続き食肉についてニコチン酸、ニコチン酸アミドの使用状況調査をおこなった。さらに食肉製品については使用が認められているが、その使用実態を把握

するため今回調査をおこなった。食肉製品については保存料としてソルビン酸を含むものが多いが、ソルビン酸は HPLC チャート上で遅く現れるため分析に時間を要することから、分析の迅速化を計るため前処理法にエクストレルートカラムを用いる方法について検討をおこなったので報告する。

### II 材料および方法

#### 1. 試料

市内各保健所の食品衛生監視員により、当試験所に検査依頼された食肉製品および食肉を用いた。

#### 2. 試薬

ニコチン酸（標準品）：和光純薬

ニコチン酸アミド（標準品）：和光純薬

1. 福岡市衛生試験所 理化学課

### III 結果および考察

Extrelut column : type 1 (0.7 g/本) type 3  
(1.8 g/本) (メルク社製)

中性アルミナ : Art 1077 (メルク社製)

メタノール : HPLC 用

臭化テトラブチルアンモニウム (TBA) : 東京化成  
特級

酢酸エチル : 和光純薬 残留農薬分析用

その他の試薬 : 市販特級を用いた。

#### 3. 装置

ホモジナイザー : POLYTRON PT 10/35 Kinem-  
atica 製

超音波洗浄器 : Sono Cleaner-200 a 海上電機製

エバポレーター : N-4 型 東京理化学器械社製

高速液体クロマトグラフ (HPLC) : L-2000 柳本製  
作所

#### 4. 実験方法

##### (1) 抽出法

前号で藤本らが報告した方法<sup>4)</sup>に準じておこなった。  
すなわち、細切した試料 5 g をとり、メタノール中で  
ホモジナイズし、超音波洗浄器で 10 分間抽出した。

##### (2) 食肉の前処理法

抽出液の中から 1 g 相当分をとりエバポレーターに  
てほとんど乾固するまで濃縮し、アルミナカラムで精製  
して試験液とした。

##### (3) 食肉製品の前処理法

上記のアルミナカラムによる精製法と下記に述べるエ  
クストレルートカラムによる精製法を比較した。抽出液  
1 g 相当分を濃縮乾固し、1 ml 程度の 0.2 N 水酸化ナ  
トリウム溶液に溶かしエクストレルートカラム-3 に負  
荷した。15 分間放置した後、酢酸エチル 15 ml で溶出  
しニコチン酸アミドのフラクションとした。さらに 20  
%メタノール含有酢酸エチルを 25 ml 流し、ニコチン  
酸のフラクションとした。各フラクションをエバポレー  
ターを用いて溶媒を留去し残留物を水に溶かして試験液  
とした。

##### (3) 測定条件

試験液の一部を 0.45 μm メンブランフィルターでろ  
過し、ろ液を下記の条件の HPLC に注入した。

column	UnisilQ C-18-5 (4.6 mm * 250 mm)
column temp	Ambient
mobile phase	10 mM Sodium Acetate + 1 mM TBA : MeOH (76 : 24)
flow rate	1.0 ml/min
UV detector	wave length 254 nm, 0.04 AUFS

#### 1. 食肉製品の前処理法について

当所では前号で報告したようにアルミナカラムによる  
前処理法でニコチン酸、ニコチン酸アミドの分析をおこ  
なってきた。しかし、食肉製品でソルビン酸を含むもの  
についてはニコチン酸アミド、ニコチン酸のフラクシヨ

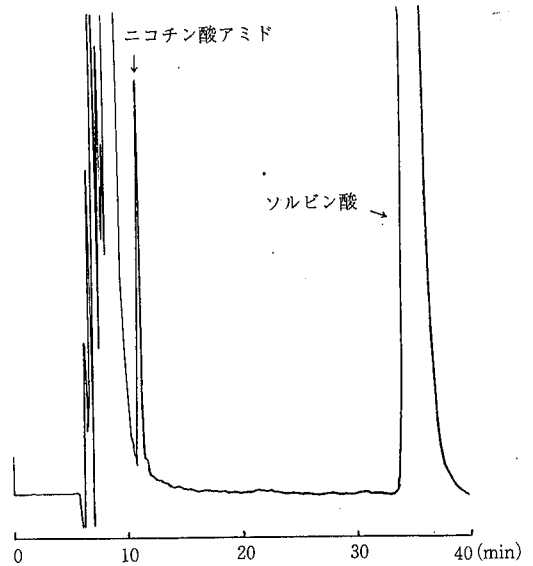


図 1-1 アルミナカラム処理による HPLC クロマトグラム

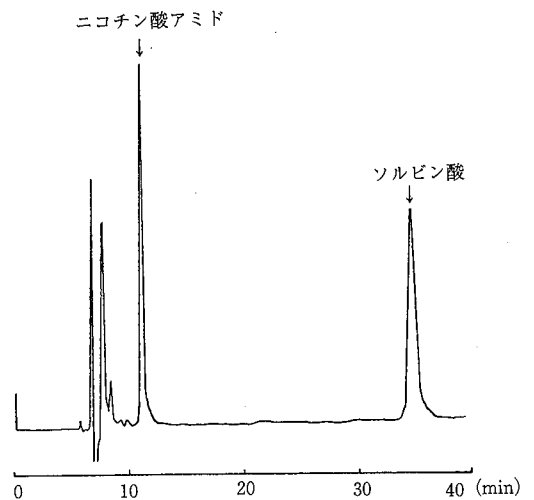


図 1-2 エクストレルートカラム処理による HPLC クロマトグラム (0.05N Na OH 溶液にて負荷)

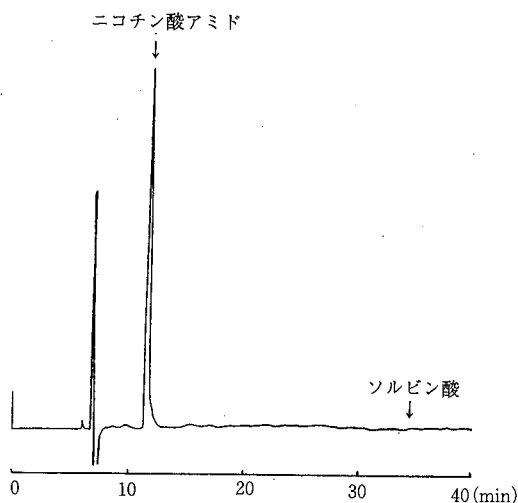


図1-3 エクストレルートカラム処理による HPLC クロマトグラム (0.2 N NaOH 溶液にて負荷)

ン中にソルビン酸が溶出し、図1-1に示したように HPLC チャート上でかなり遅れて出てくるため分析に時間を要した。そこでソルビン酸を除去する方法としてエクストレルートカラムにアルカリ性で負荷する方法<sup>5,6)</sup>を検討したところ次のような結果であった。

- (1) Extrelut-1 (充填剤 0.7 g) を用いると回収が 80%~90% であった。エクストレルートの充填量を 1 g 以上にすると 95%以上の回収がえられたので Extrelut-3 (充填剤 1.8 g) を用いることとした。

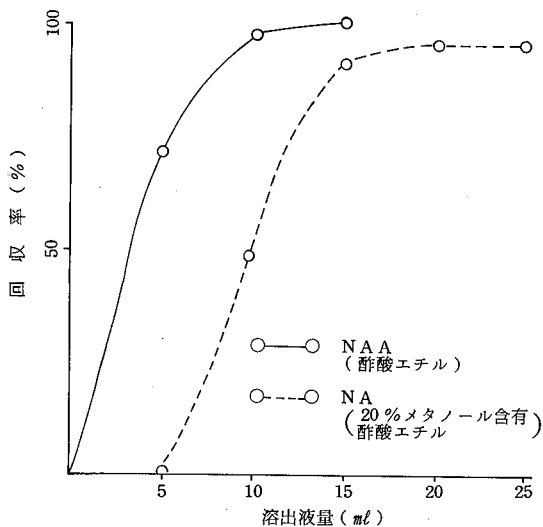


図2 Extrelut-3 カラムよりNAA, NAの溶出パターン

- (2) 負荷する液のpHをあげるとニコチン酸アミドの前に出てくるピークが除かれ妨害のない良好なチャートが得られた。また、アルカリ濃度をあげるとソルビン酸もエクストレルートカラムに保持されたが、ニコチン酸アミドのフラクションからソルビン酸を完全に除いてしまうにはアルカリ濃度は 0.2 N 以上が必要であった。(図1-2, 3)

- (3) Extrelut-3 にニコチン酸アミド・ニコチン酸のスタンダードを各々 50  $\mu$ g, 0.2 N水酸化ナトリウム溶液にて負荷し、ニコチン酸アミドのフラクションは酢酸エチル 15 ml 流し、その後ニコチン酸フラクションとして 20%メタノール含有酢酸エチル 25 ml を流した時の溶出パターンは図2のような結果であった。この時のニコチン酸アミドの回収率は 103%, ニコチン酸の回収率は 96% であった。

- (4) ソルビン酸を含有する食肉製品 6 件について、アルミナカラム前処理による値とエクストレルートカラム前処理による値との比較をおこなった。エクストレルートカラムによる値は、アルミナカラムによる値の 94%~110%, 平均で 98%の値を示し、ほぼ同等の結果を示した。

以上の結果によりエクストレルートカラムは Extrelut-3 を使い、ニコチン酸アミドのフラクションは酢酸エチル 15 ml, ニコチン酸のフラクションは 20%メタノール含有酢酸エチル 25 ml とした。

## 2. 市販食肉および食肉製品中のニコチン酸およびニコチン酸アミドの検査結果

### (1) 食肉について

表2に市販食肉中のニコチン酸アミドの検査結果を示した。ニコチン酸アミドについては 5.1 mg % 以下で、ニコチン酸についてはすべて 1.0 mg % 以下であり、昨年同様使用されたと認められるものはなかった。

表2 食肉中のニコチン酸アミド (mg%)

食肉	(n)	Min-Max	Av	$\sigma$
牛肉	14	1.4-5.1	2.4	0.93
豚肉	5	3.0-4.9	3.8	0.85
合びき	16	1.7-4.8	3.2	0.74

### (2) 食肉製品について

表3に市販食肉製品中のニコチン酸アミドの検査結果を示した。1983年度版四訂食品成分表において食肉加工品中発色剤としての添加分を含むものとして、焼き豚

13.5 mg%, セミドライソーセージ 17.4 mg% があげられている。今回検査した 63 件中この値をこえ、使用された可能性のあるものは 5 件見られた。表中に \* 印にて示したように、ロースハム 4 件、ボロニアソーセージ 1 件であった。その他については 7.5 mg% 以下でありニコチン酸アミドの使用はないと考えられた。

ニコチン酸については、ロースハムで 2 件検出され、

表 3 食肉製品中のニコチン酸アミド (mg%)

食肉製品	(n)	Min-Max	Av	$\sigma$
焼き豚	3	3.1-4.0	3.6	0.37
ベーコン	7	1.7-3.6	2.7	0.57
ロースベーコン	2	2.2-3.8	3.0	0.80
ボンレスハム	3	3.4-5.0	4.4	0.73
ロースハム	11	1.1-6.1	3.3	1.5
ロースハム	* 4	18-29	25	4.3
プレスハム	3	1.8-2.4	2.0	0.26
セミドライソーセージ	1	2.2		
ボロニアソーセージ	* 1	35		
フランクフルトソーセージ	2	1.9-3.5	2.7	0.80
ウインナーソーセージ	16	1.1-2.9	2.1	0.71
リオナソーセージ	1	2.3		
スモークタン	3	1.6-1.8	1.7	0.08
スモークチキン	3	2.1-7.5	4.1	2.4
合鴨ロース焼	1	2.1		
合鴨たたき	1	6.1		
鴨そぼろ	1	1.9		

\* 印はニコチン酸アミドを使用した可能性がある検体

2.3 mg% と 4.0 mg% であった。発色目的には 10 mg% 以上の添加が必要とされること、さらに牛、豚挽肉などからニコチン酸が 6 mg% 以下検出した場合、肉に含有しているニコチン酸アミドが変化した可能性があるという報告がなされている<sup>7)</sup>ことから、ニコチン酸が検出した 2 件については保存中にニコチン酸アミドがニコチン酸に変化したものと考えられた。その他の検体についてニコチン酸は 1.0 mg% 以下であった。

## 文 献

- 1) 厚生省告示第 20 号：昭和 57 年 2 月 16 日付 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
- 2) 厚生省生活衛生局乳肉衛生課：衛乳第 32 号 昭和 61 年 7 月 17 日付 食肉販売業及び食肉処理業の監視指導の強化について
- 3) 厚生省生活衛生局乳肉衛生課：衛化第 47 号 昭和 61 年 7 月 17 日付 食品添加物の適正使用の周知徹底について
- 4) 藤本 喬 他：高速液体クロマトグラフィーによる食肉中のニコチン酸及びニコチン酸アミドの迅速定量法の検討，福岡市衛試報，12，60～62，1987
- 5) 厚生省環境衛生局食品化学課：食品中の食品添加物の分析法，330～335，講談社，1982
- 6) 高槻圭吾 他：HPLC による食肉中の NA 及び NAA の分析，宮城県保健環境センター年報，第 2 号，89～92，1984
- 7) 大石充男 他：食肉中のニコチン酸及びニコチン酸アミド分析法及びそれらの保存中の変化，食品衛生学雑誌，29，32～37，1988

# 陶器からの鉛及びカドミウムの溶出試験

加 茂 和 義<sup>1</sup>

## Migration Test of Lead and Cadmium from Earthenware

Kazuyoshi KAMO

器具容器包装の法改正にともない、市内窯元及び販売元の陶器（55 検体）について規格基準のカドミウム、鉛及び重金属（ヒ素・鉄・マンガン・銅・亜鉛）の溶出試験を行った。その結果、絵付け皿より鉛が 2.9 ppm と高く検出されたが、器具容器包装の規格基準には全ての検体が適合していた。その他の重金属は鉄及びマンガンが一部検出されたほかは問題になるような値ではなかった。釉薬は、4%酢酸の24時間溶出において鉛やマンガン・亜鉛が溶出しやすく、ヒ素・鉄は溶出されにくいことが分かった。また、その釉薬を使った陶器からは重金属はほとんど溶出されなかった。

陶器の溶出試験を行った結果、法改正により溶出条件が24時間と長くなったために溶出液の液漏れを起した検体がみられ、今後、器具容器包装の溶出試験の試験方法の問題があることが分かった。

Keywords ; 溶出試験 : migration test, 陶器 : earthenware, 鉛 : lead, カドミウム : cadmium 釉薬 : glaze

### I はじめに

陶磁器やクリスタルガラス等の製品には、鉛、アンチモン、コバルト等を含む釉薬やカドミウム、銅、クロム等の顔料が用いられている<sup>1-2)</sup>。そのため、以前から陶器等からの鉛やヒ素その他の重金属の溶出が問題となっている<sup>3)</sup>。福岡市内においては窯元が9ヶ所あり、市内及び近郊等に販売されている。当試験所においても昭和50年に陶磁器の重金属の溶出試験を行った結果<sup>4)</sup>、市内に流通している中華皿等から鉛の検出された検体が多く見られた。今回、昭和61年4月1日付にて器具容器包装の法改正<sup>5)</sup>（厚生省告示第84号）されたことにともない、市内で製造されている陶器を中心に窯元から収去を行い、陶器の規格試験を行うと共に重金属の溶出状況を把握するために調査を行ったのでここに報告する。また、釉薬の溶出試験及び含有されている重金属量も測定したので併せて報告する。

### II 試料及び実験方法

#### 1. 試料

昭和61, 62年度において、市内窯元及び販売元から収去された陶器および釉薬について行った。

陶器	昭和61年度	26 検体
	昭和62年度	29 検体 (内販売元3 検体)
	合 計	55 検体
釉薬	昭和61年度	2 検体
	昭和62年度	4 検体
	合 計	6 検体

#### 2. 試薬及び装置

重金属及びヒ素標準試薬 :

原子吸光分析用 和光純薬 (株)

NaBH<sub>4</sub> : 原子吸光分析用 和光純薬 (株)

酢酸, 硝酸, 過塩素酸 : 精密分析用 和光純薬 (株)

酢酸ブチル : 原子吸光用 和光純薬 (株)

その他の試薬は和光純薬の特級試薬を用いた。

原子吸光装置 : ジャーレル アッシュ社製 AA-781

水素化物発生装置 : ジャーレル アッシュ社製

HYD-1, 2

1. 福岡市 衛生試験所 理化学課

III 結 果

3. 試験方法

陶器の溶出条件については厚生省告示第84号に従い溶出させた後、溶出液を、硝酸・過塩素酸による湿式分解後定容とし、試験に供した。

釉薬については、湿式分解し、ろ過（アドバンテック東洋ろ紙 No.1）・定容後試験溶液とした。また、釉薬の溶出試験については10倍量の4%酢酸による室温24時間溶出を行った後、ろ過を行い湿式分解後定容とし、試験に供した。

重金属（Pb, Cd, Fe, Mn, Cu, Zn）及びヒ素の測定方法については既報<sup>9)</sup>にて行った。

昭和61年度の陶器の試験結果を表-1に、昭和62年度の陶器の試験結果を表-2に示した。

61年度においては、陶器の大きさは全て深さが2.5cm以上で容量が1.1ℓ未満であり、規格基準としてはカドミウムが0.5ppm、鉛が5ppmとなる。溶出試験の結果は全ての検体において、規格基準を満たしていたが、陶器26検体中5検体が溶出液の液漏れを起こしていた。陶器に残っていた溶出液と液漏れした溶出液を比較するとカドミウム及び鉛については双方とも検出されなかったが、鉄・マンガン・銅・亜鉛については液漏れした溶出液の方が一桁高い検出値であった。

表-1 昭和61年度 陶器の溶出試験結果

		容量 (ml)	回収量 (ml)	Cd (ppm)	Pb (ppm)	Fe (ppm)	Mn (ppm)	Cu (ppm)	Zn (ppm)
H 1	湯のみ	130	110	<0.01	<0.05	(液漏れ有り)			
2	〃	150	50	〃	〃	〃			
3	茶 碗	290	140	〃	〃	〃			
4	湯のみ	230	165	〃	〃	0.14	0.03	<0.01	0.01
	漏れ溶液	65		〃	〃	6.1	0.25	0.21	0.19
5	湯のみ	115	115	〃	〃				
6	とっくり	180	110	〃	〃	0.04	<0.01	<0.01	0.02
	漏れ溶液	70		〃	〃	5.0	0.15	0.22	0.17
7	杯	40	40	〃	〃				
S 1	コーヒーカップ	160	160	〃	〃				
2	〃	180	180	〃	〃				
3	茶 碗	220	220	〃	〃				
4	湯のみ	130	130	〃	〃				
5	抹茶碗	350	350	〃	〃				
6	コーヒーカップ	180	180	〃	〃				
7	湯のみ	95	95	〃	〃				
8	〃	110	110	〃	〃				
9	〃	120	120	〃	〃				
10	〃	230	230	〃	〃				
N 1	湯のみ	170	170	〃	〃				
2	〃	90	90	〃	〃				
3	〃	240	240	〃	〃				
4	猪 口	50	50	〃	〃				
5	〃	45	45	〃	〃				
6	〃	40	40	〃	〃				
7	湯のみ	130	130	〃	〃				
8	〃	170	170	〃	〃				
9	〃	180	180	〃	〃				

62年度においては、陶器 29 検体中 1 検体 (S5) が液体を満たせないものであり、規格基準としてはカドミウムが  $1.7 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 、鉛においては  $17 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 、その他の検体については深さが 2.5 cm 以上で容量が 1.1 l 未満であり、カドミウムが 0.5 ppm、鉛が 5 ppm の規格基準であった。

溶出試験の結果、基準値を超えているものはなかったが、湯のみ及びスプ皿 (J 2, 3) において鉛が 0.18, 2.9 ppm 検出された。この検体はいずれも市内

の販売店から収去したものであり、製造所は不明であった。その他の検体については問題になるような数値ではなかった。しかし、62年度においても、溶出液の液漏れを起こした検体が 1 検体あり、液漏れの溶液から鉛が 0.03 ppm 検出された。他の金属については 61 年度と同様であった。

釉薬の溶出試験の結果を表-3に、釉薬の重金属の結果を表-4にそれぞれ示した。

61年度において、釉薬の溶出試験で 2 検体中 1 検体

表-2 昭和 62 年度陶器の溶出試験結果

		容量 (ml)	As (ppm)	Pb (ppm)	Cd (ppm)	Fe (ppm)	Mn (ppm)	Cu (ppm)	Zn (ppm)
H 1	湯のみ ※ 1	120/60	<0.01	<0.01	<0.01	0.23	0.09	0.02	0.01
	漏れ溶液	60	〃	0.03	〃	4.4	0.43	0.39	0.13
2	湯のみ	150	〃	<0.01	〃	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
3	とっくり	180	〃	〃	〃	0.10	〃	0.01	〃
J 1	湯のみ ※ 2	190	〃	〃	〃	0.18	0.04	0.02	〃
2	〃 ※ 2	170	〃	0.18	〃	0.06	<0.01	<0.01	0.01
3	スプ皿 ※ 2	180	〃	2.9	〃	0.05	〃	〃	0.16
S 1	湯さまし	130	〃	<0.01	〃	0.06	〃	〃	<0.01
2	湯のみ	130	〃	〃	〃	1.3	0.16	0.07	0.01
3	〃	170	〃	〃	〃	1.2	0.22	0.08	<0.13
4	抹茶碗	370	〃	〃	〃	1.9	0.21	0.08	0.01
5	中華皿 ※ 3	320	〃	〃	〃	0.08	<0.01	0.02	0.06
6	カップ	130	〃	〃	〃	0.09	0.03	<0.01	0.11
7	湯のみ	90	〃	0.02	〃	0.12	0.02	〃	<0.01
8	〃	90	〃	<0.01	〃	0.05	0.01	〃	〃
9	湯さまし	150	〃	〃	〃	0.17	0.02	〃	〃
10	湯のみ (シロ)	100	〃	〃	〃	0.06	0.01	0.07	〃
11	〃 (フラシ)	110	〃	〃	〃	0.14	0.03	1.4	0.02
12	〃 (クロ)	110	〃	0.02	〃	0.23	0.02	0.02	0.02
13	〃 (サキユウ)	120	〃	<0.01	〃	0.08	0.03	0.01	<0.01
N 1	猪 口	50	〃	<0.01	<0.01	2.4	0.20	0.14	0.03
2	〃	50	〃	〃	〃	0.70	0.07	0.03	0.02
3	湯さまし	100	〃	〃	〃	4.9	0.34	0.20	0.04
4	湯のみ	80	〃	〃	〃	2.2	0.03	0.06	0.02
5	〃	90	〃	〃	〃	0.16	0.01	<0.01	<0.01
6	〃	150	〃	〃	〃	0.87	0.08	0.05	〃
7	〃	130	〃	〃	〃	0.13	0.01	0.02	0.07
8	〃	200	〃	〃	〃	0.92	0.08	0.02	0.02
9	〃	120	〃	〃	〃	0.35	0.02	<0.01	0.02
10	〃	190	〃	〃	〃	0.56	<0.01	<0.01	<0.01

\* 1 : 容量/回収量      \* 2 : 市内販売元 J 1 ~ 3

\* 3 : 深さ 2.5 cm 以下 ( $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ )

から鉛が250 ppmと高い検出値であった。そこで、62年度には、釉薬とその釉薬を使った陶器についての試験も行った。その検体は湯のみS10～13であり、釉薬1～4と対応している。この結果からみると、釉薬からカドミウムがND～0.03 ppm、鉛0.14～0.68 ppmの

溶出がみられたが、陶器においてはカドミウム、鉛は、ほとんど溶出がみられなかった。

釉薬の重金属はヒ素0.09～1.2 ppm、鉛2.4～37 ppm、カドミウムが0.08～0.57 ppmと高い値であり、その他の重金属についても高く検出された。

表-3 釉薬の溶出試験 (単位: ppm)

		As	Pb	Cd	Fe	Mn	Cu	Zn
昭和61年度	1 釉薬 (金)		<0.10	<0.01				
	2 〃 (緑)		250	〃				
昭和62年度	1 釉薬 (シロ)	0.02	0.68	0.03	3.3	13	0.50	5.1
	2 〃 (フラシ)	<0.01	0.32	<0.01	7.6	1.3	0.14	14
	3 〃 (クロ)	〃	0.44	〃	2.3	3.0	<0.10	0.38
	4 〃 (サキユウ)	〃	0.14	0.02	1.5	0.76	〃	0.79

表-4 釉薬の重金属の結果 (単位: ppm)

	As	Pb	Cd	Fe	Mn	Cu	Zn
白	1.2	37	0.57	2300	240	32	140
フラシ	0.09	2.4	0.08	2200	37	3.6	160
黒	1.2	5.5	0.09	2800	71	2.7	10
砂丘	0.83	3.2	0.23	610	17	2.0	15

#### IV 考 察

釉薬には絵を描き易いように原料として鉛やカドミウムなどの重金属が含まれているものがあり、一般には高温焼成することによって重金属等は不溶化すると言われている。62年度において釉薬の重金属の結果と溶出試験の結果を比較すると、焼成しない場合は鉛やマンガ・亜鉛の溶出 (溶出試験/釉薬の重金属; Pb: 1.8～13.3%, Mn: 3.5～9.6%, Zn: 3.6～8.8%) は容易であり、ヒ素・鉄の溶出 (As: 0～1.7%, Fe: 0.08～0.35%) がされにくいことが解った。また、釉薬とそれを使った陶器との溶出試験の結果から、釉薬において、カドミウム及び鉛等が検出されても製品である陶器からはほとんど検出されなかった。このことは、市内窯元での陶器の製造にあたっては、通常、窯の温度が約1100～1300℃で3日ほど焼き続けるとのことであり、この間に大部分の重金属は不溶化したり、消失してしまうと考えられる。しかし、62年度に収去されたスーパ皿 (J3) は鉛が2.9 ppm 検出されており、窯の温度が低いために検出されたものか、陶器の製品に後で絵付けを行

い、低温で焼付けを行ったものと推察される。

今回の法改正において溶出時間が24時間と長くなっており、溶出液の液漏れを起こす検体が見られ、原因として主に考えられるのは次のとおりである。

1. 陶器の材質の粘土の違いにより陶器の目が荒くなり、液漏れを起こすもの。
2. 製法の違いによるもの。例えば、糸状の粘土を積み重ねて作る方法などにより液漏れを起こすもの。
3. 温度が低い窯では表面の釉薬が陶器内にしみ込まず、窯出し後の表面のヒビ割れが起こって、液漏れを起こすものなどである。

今回の試験結果で、液漏れを起こした溶液から0.03 ppmと低い値ではあるが、鉛を検出し、他の重金属 (鉄・マンガ・銅・亜鉛) も検出値が一桁高い値であった。これは陶器の糸底 (素焼の部分) からの溶出も考えられたが、原因の究明には至らなかった。今後、このような溶出液の液漏れを起こした検体が基準値を超えていた場合、一律に器具・容器包装の基準にあてはめてもよいものかどうかの疑問が残り、溶出条件の検討が必要ではないかと思われた。



## 文 献

- 1) 本莊義郎：陶磁器食器等の安全確保に係わる諸問題，食品衛生研究，27，533～549，1977
- 2) 和田 裕 他：陶磁器製食器の製造時における焼成温度と鉛溶出量について，食衛誌 11，295～298，1970
- 3) 石綿 肇 他：中国製クリスタルカットガラスからの鉛及びヒ素の溶出試験，国立衛生試験所報，102，140～141，1984
- 4) 藤本 喬 他：陶磁器からの重金属の溶出について，福岡市衛生試験所報第 1 号，61～62，1975
- 5) 厚生省告示第 84 号（昭和 61 年 4 月 1 日）
- 6) 加茂和義：米の成分規格におけるサンプリング量の検討，福岡市衛生試験所報第 12 号，111～114，1987

# 可視検出器を用いた高速液体クロマトグラフィーによる 食品中の総エリソルビン酸の定量

木内佳伸<sup>1</sup>・久保倉 宏<sup>1</sup>

## Determination of Total Erythorbic Acid in Foodstuffs by High Performance Liquid Chromatography with Visual Detector

Yoshinobu KIUCHI and Kouichi KUBOKURA

食品中のエリソルビン酸をヒドラジンによる誘導体とし、可視検出器を用いた高速液体クロマトグラフィーにより分析した。本法はエリソルビン酸、デヒドロエリソルビン酸の合計値を総エリソルビン酸として測定する。本法における定量下限は、1 mg/100 g で、エリソルビン酸を食品 5 g に 100  $\mu$ g 添加した場合の回収率は、92~105%であった。水煮野菜、食肉、食肉製品、辛子明太子および漬物（調味液）について測定したところ、この方法は、妨害物の影響がなく、選択性の高いエリソルビン酸の定量法として優れていることがわかった。

**Key words:** エリソルビン酸 erythorbic acid, L-アスコルビン酸 L-ascorbic acid, 可視検出器 visual detector, 高速液体クロマトグラフィー high performance liquid chromatography, 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン 2,4-dinitrophenylhydrazine

### I はじめに

酸化防止剤として用いられるエリソルビン酸には、L-アスコルビン酸 (L-AsA) と同様に、還元型と酸化型があり、それぞれエリソルビン酸 (ErA)、デヒドロエリソルビン酸 (DErA) と呼ばれている。還元型 ErA の定量法としては、そのエンジオールの還元性を利用したインドフェノール滴定法 (DCPI 法)<sup>1)2)</sup>、抽出試料液を直接、紫外検出器を用いた高速液体クロマトグラフィーで定量する方法 (UV-HPLC 法)<sup>1)2)</sup>、また ErA の酸化により生成される酸化型 ErA (DErA) を 2,4-dinitrophenylhydrazine (ヒドラジン) による誘導体に変えて比色定量するヒドラジン法<sup>1)2)</sup>があり、これらの方法が広く用いられている。当試験所においては DCPI 法と、UV-HPLC 法を併用して ErA、L-AsA の分別定量をおこなっている。ところが、UV-HPLC 法は、紫外検出器を用いているため妨害物の

影響を受け易く選択性に欠けるため目的物の確認定量ということで若干の不安を生じたり試料によっては定量下限を上げざるをえない。そこで、妨害物の影響を避け、選択性をもたせるため小高ら<sup>3)</sup>の示した、ヒドラジンによる誘導体を作り可視検出器を用いた高速液体クロマトグラフィー法 (VIS-HPLC 法) により食品中の総 ErA (ErA+DErA) の定量を行った。また、現行の DCPI 法、UV-HPLC 法との比較をしたので報告する。

### II 実験方法

#### 1. 試料

食品衛生監視員により、当試験所に検査依頼された水煮野菜、食肉、食肉製品、辛子明太子および漬物（調味液）を用いた。

#### 2. 試薬および標準品

エリソルビン酸 (標準品) 和光純薬 (株)  
L-アスコルビン酸 (標準品)  $\times$

その他の試薬は、市販特級または高速液体クロマト

1. 福岡市衛生試験所 理化学課

グラフィー用を用いた。

### 3. 装置

ホモジナイザー：ポリトロン Kinematica 製

PT 10-35

高速液体クロマトグラフ

ポンプ：MITSUMI-LDC SF-0709

検出器：SHIMADZU SPD-2A

インジェクター：RHEODYNE 7125

### 4. 試験溶液の調整

細切した試料 5 g に 5%メタリン酸溶液約 40 ml を加えポリトロンによりホモジナイズし、吸引口過（ワットマン GF/A）後、50 ml に定容した。総 ErA の濃度が 1~10  $\mu\text{g}/\text{ml}$  となるように適宜希釈し検液とした。

検液 5 ml を試験管にとり、0.2%ジクロロフェノールインドフェノールナトリウム溶液を数滴加え酸化した。2%チオ尿素溶液（5%メタリン酸溶液で調整）5 ml、2%ヒドラジン溶液（9 N 硫酸で調整）1 ml を加え混和し、50°C 90 分間加温した。水冷後、酢酸エチル 5 ml を加え振とうした。酢酸エチル層をとり、無水硫酸ナトリウム 2 g を加え脱水し、試験溶液とした。

### 5. HPLC 条件

カラム：NUCLEOSIL 100-5 シリカ 5  $\mu\text{m}$   
(250 mm\*4.6 mm i.d.)

移動相：n-ヘキサン・酢酸エチル・酢酸・n-プロパノール  
(4 : 3 : 0.1 : 0.1 v/v)

カラム温度：室温

流速：0.9 ml/min

検出波長：495 nm

検出感度：0.04 AUFS

### 6. HPLC による定量

試験溶液 20  $\mu\text{l}$  を HPLC に注入し、ピーク高さにより予め作成した検量線により定量値を求めた。

## III 実験結果

### 1. HPLC 移動相

小高ら<sup>3)</sup>は、NUCLEOSIL シリカ 3  $\mu\text{m}$  (150 mm\*6.0 mm i.d.) カラムに移動相として n-ヘキサン・酢酸エチル・酢酸・n-プロパノール (4 : 3 : 0.1 : 0.2 v/v) を使用して ErA と L-AsA の分離定量をしている。著者らは、NUCLEOSIL シリカ 5  $\mu\text{m}$  (250 mm\*4.6 mm i.d.) カラムを使用し、上記の移動相を使用したところ感度は高いが ErA と L-AsA の分離が不十分であった。そこで、図-1 に示すように数種の移動相を比較した。n-プロパノールの配合比を 0.1 にし

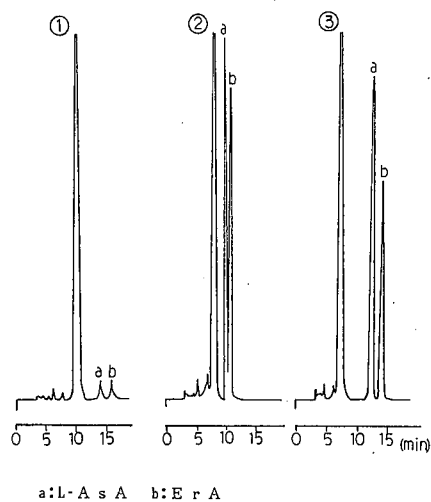


図-1 ErA と L-AsA のクロマトグラム

Mobile phases:

① n-hexane・ethylacetate・acetic acid  
(4 : 3 : 0.1 v/v)

② n-hexane・ethylacetate・acetic acid・n-propanol  
(4 : 3 : 0.1 : 0.2 v/v)

③ n-hexane・ethylacetate・acetic acid・n-propanol  
(4 : 3 : 0.1 : 0.1 v/v)

Condition: column, Nucleosil silica 5  $\mu\text{m}$  250 mm\*4.6 mm i.d.; flow rate, 0.9 ml/min; detection, 495 nm (0.04 AUFS); sample size, 20  $\mu\text{l}$

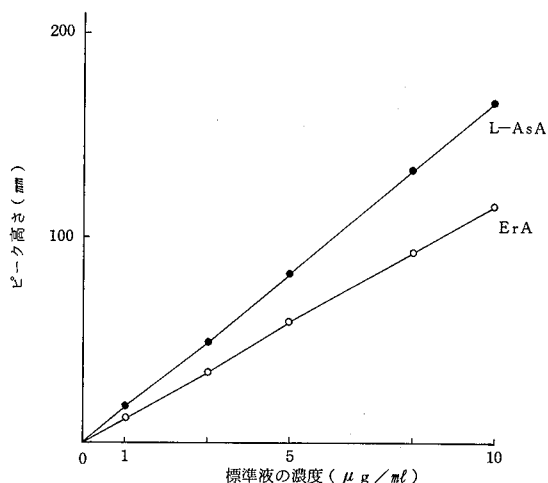


図-2 ErA と L-AsA の検量線

たところ ErA と L-AsA の分離が良好で Peak の高さも十分であったので以後この移動相を使用して水煮野菜、食肉、食肉製品、辛子明太子および漬物（調味液）について ErA、L-AsA の測定をした。

## 2. 検量線

検量線は 1~10  $\mu\text{g}/\text{ml}$  において直線性を示した。試料 5 g をとり 50 ml に抽出、メスアップするので定量下限は検体換算において 1  $\text{mg}/100\text{g}$  となった。ErA の標準的な使用量<sup>14)</sup>から考えると十分であるといえる。（図-2）

## 3. 再現性、添加回収

ErA の検出された水煮蓮根、ベーコン、ポークハムについての再現性と ErA の検出されなかった試料に ErA 100  $\mu\text{g}$  を添加しその回収率を調べた。変動係数は 1.7~3.2%，回収率は 92~105%であった。（表-1, 2）

表-1 再現性

Sample	n	mean (mg/100g)	c.v. %
水煮蓮根	3	5.1	3.2
ベーコン	3	51	1.7
ポークハム	3	80	2.6

表-2 エリソルビン酸の添加回収率

Sample	回収率 %
水煮筍	101
水煮ごぼう	105
牛豚合挽ミンチ	94
牛肉ミンチ	92
ショルダーベーコン	95
フランクフルト	92
辛子明太子 ①	95
辛子明太子 ②	98

## 4. 測定方法の比較

漬物材料および漬物について DCPI 法、UV-HPLC 法、VIS-HPLC 法の 3 法の比較を行った。結果を表-3 に示した。

DCPI 法は、還元性物質の総量を測定しているので他の方法での測定値の L-AsA と ErA の合計値より

表-3 測定方法の比較

		(mg/100g)				
		AsA		ErA		
		DCPI	UV	VIS	UV	VIS
調味液	①	<10	<5	<1	<5	<1
	②	35	<5	4	20	22
	③	34	<5	<1	17	17
	④	<10	<5	<1	<5	<1
	⑤	24	18	20	<5	<1
漬物①	<10	<5	28	<5	10	
漬物②	<10	7	7	<5	<1	

DCPI: インドフェノール法

UV: UV-HPLC 法 VIS: VIS-HPLC 法

表-4 各種食品中の ErA, L-AsA の測定結果

		(mg/100g)	
		ErA	L-AsA
水煮野菜	メンマ①	<1	<1
	メンマ②	<1	<1
	蓮根①	5.1	<1
	蓮根②	4.1	<1
	ごぼう	<1	150
食肉	牛ミンチ①	<1	1.0
	牛ミンチ②	<1	1.0
	牛豚合挽ミンチ	<1	<1
	豚ミンチ	<1	<1
	ベーコン	51	<1
食品	ショルダーベーコン	<1	34
	ポークハム	80	<1
	ソーセージ	<1	23
	ウインナー	3	<1
	ポークウインナー	35	2.0
	フランクフルト	<1	61
	焼豚	10	<1
	辛子		
①	<1	250	
②	<1	33	
明			
③	<1	190	
太			
④	<1	95	
子			
⑤	<1	29	
⑥	<1	100	
⑦	<1	73	
⑧	<1	190	

高い値となった。UV-HPLC 法と VIS-HPLC 法とは良好の値を示した。ただ、漬物①においては DCP I 法、UV-HPLC 法では検出されず VIS-HPLC 法

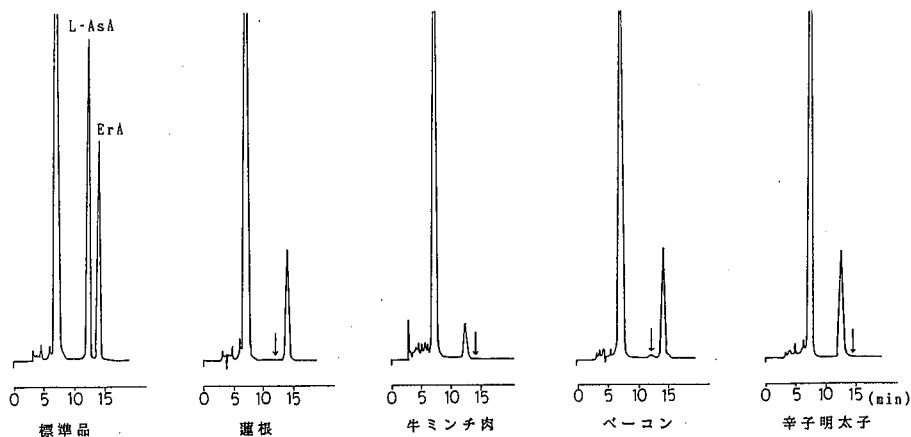


図-3 各種食品のHPLCクロマトグラム

においてのみ検出された。これは、還元型 L-AsA および ErA が消費されて酸化型に変わったためと考えられる。

#### 5. 各種食品中の ErA, L-AsA の分析

水煮野菜 5 件, 食肉 4 件, 食肉製品 8 件, 辛子明太子 8 件について ErA, L-AsA を測定した。結果を表-4 に、またその時のクロマトグラムを図-3 に示した。図-3 に示すように反応試薬が 3 ~ 9 分で溶出し、ErA, L-AsA の保持時間 12 ~ 15 分には妨害ピークは認められなかった。

### IV 考 察

ErA は、本来、食品中には含まれていない。食品への ErA の使用の有無を検査する場合、ErA を酸化型もしくは還元型に一度変換したうえで総 ErA として測定した方が良いと考えられる。現行の食品中の食品添加物分析法<sup>1)</sup>記載の UV-HPLC 法による ErA の測定法では、還元型 ErA のみを測定しているため、表-3 で示した漬物<sup>①</sup>のように還元型 ErA が消費され酸化型に変わった場合判別できない。そこで ErA を測定する場合も L-AsA 測定法と同様に硫化水素または吉田ら<sup>5)</sup> が示した DL-ホモシステインの還元性を利用して ErA を還元型にし測定したほうがより確実に判断できると考えられる。だが UV-HPLC 法は、抽出試料を直接分析するので簡便であるが、紫外部検出器を用いているため妨害物の影響を受け易く選択性に欠けるため目的物の確認という点で若干の不安を感じる。当試験所においても図-4 に示した水煮筍や、食肉、食肉製品等において ErA の保持時間付近や後に妨害ピークが現れた

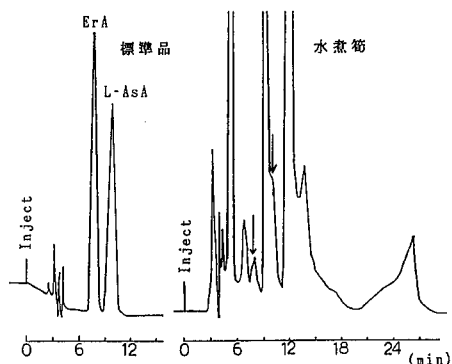


図-4 UV-HPLC 法における妨害ピーク

Condition: column, Fin pak sil NH<sub>2</sub> 250 mm \* 4.6 mm i.d.; mobile phase, CH<sub>3</sub>CN : H<sub>2</sub>O : AcOH = 87 : 11 : 2 ; flow rate, 1.1 ml/min ; detection, 254 nm (0.04 AUFS) ; sample size, 20 μl

めに定量下限を 5 mg/100 g から 10 mg/100 g に上げざるを得なかったり迅速な分析が出来なかった。ErA の分析の目的は ErA 使用の有無の表示の確認であるため定量下限はより低く、一定であるほうが望ましいと考えられる。

そこで ErA の測定方法を考えた場合、

- ① 総 ErA を測定する。
  - ② 検出方法に選択性をもたせる。
  - ③ 妨害物の影響を避ける。 (安定した定量下限)
- 以上の 3 点を満足できる方法がよいといえる。

今回、著者らが行った VIS-HPLC 法は、インドフェノールにより ErA を DErA にし、さらにヒドラジンにより誘導体を作り、可視検出器を用いた高速液体クロマトグラフィーにより総 ErA (ErA+DErA) を測定する方法である。本法での定量下限は、1 mg/100 g で DCPI 法の 10 mg/100 g や UV-HPLC 法の 5 mg/100 g に比べ低いところまで測定でき、再現性や添加回収率も良好であった。さらに、DCPI 法や UV-HP LC 法に比べ選択性が高く、妨害物の影響のない方法で上記①～③を満足する ErA の確認定量法としてすぐれていることがわかった。

## 文 献

- 1) 厚生省環境衛生局食品課：食品中の食品添加物分析法，283～302，講談社，1983
- 2) 日本ビタミン学会：ビタミン学実験法（Ⅱ），1～29，東京化学同人，1985
- 3) 小高 要，他：高速液体クロマトグラフィーによる食品中の総ビタミン C の定量，ビタミン，59（9），451～455，1985
- 4) 石館守三，谷村顕雄：食品添加物公定書解説書（第 5 版），D-131～D-136，広川書店，1987
- 5) 吉田政晴，他：高速液体クロマトグラフィーによる果実および清涼飲料水中のアスコルビン酸の定量ならびにエリソルビン酸の確認，大阪府立公衛研所報，18，37～42，1987

# 短期熟成味噌製造における漂白料 (SO<sub>2</sub>) 使用法の検討

渡 辺 美千代<sup>1</sup>・藤 本 喬<sup>2</sup>

古 野 善 久<sup>2</sup>・戸 越 剛<sup>2</sup>・草 場 與 曾 次<sup>2</sup>

## A Study of Bleaching Methods in Production of Short Period Fermented Miso

Michiyo WATANABE, Takashi FUJIMOTO

Yoshihisa FURUNO, Tsuyoshi TOGOE and Yosoji KUSABA

十分な熟成を行わない味噌, いわゆる早出し味噌より漂白料 (SO<sub>2</sub>) の過量残存が発見されたため, 味噌の製造におけるSO<sub>2</sub>の使用法について検討し, 以下の結果を得た。

- (1) 熟成期間3日程度のもものではSO<sub>2</sub>製剤 (60%) 使用量は2kg/tでも過量残存となる。また2kg/t使用の場合は少なくとも1週間程度の熟成を要する。
- (2) 3kg/tの場合, 1週間程度の熟成でも, 過量残存となる可能性がある。
- (3) 早出し味噌製造におけるSO<sub>2</sub>の使用法としては漂白に使用した液を落としたのち, 再度蒸煮する方法が優れていた。この場合, 漂白製剤使用量は4kg/tでも残存量は17ppmであり使用量3kg/tの残存量とほとんど変わらなかった。
- (4) 早出し味噌の製造は別工程を採用することが製品管理上望ましい。

Key words: 味噌 miso, 漂白料 bleaching agents, 二酸化イオウ sulfur dioxide

### I はじめに

味噌の熟成期間は普通1~3ヶ月<sup>1)</sup>と言われている。しかしながら, 都市部の味噌製造所の一部においては, 製造量の増加, 熟成貯蔵庫の確保など製造施設の問題に伴い, あるいは, 甘塩嗜好など消費者の嗜好の多用化に伴う商品開発の問題などから, 味噌の熟成期間を著しく短縮した, いわゆる早出し味噌の製造に着手しているところもある。これらの早出し味噌製造所では, 熟成期間を短縮し, 極端な場合には, 熟成期間を全くおこなわずに出荷することもあり, そうした場合も従来の製法をそのまま採用するケースがみられる。

貯蔵期間にある程度の減少を見込んで添加される漂白量 (SO<sub>2</sub>) は早出しを行うことによって過量残存につながる危険性が大きく, 今回これらの早出し味噌製品からSO<sub>2</sub>の過量残存による違反事例が発見された。そこで, 早出し味噌製造におけるSO<sub>2</sub>の使用法について検討

を行ったので以下報告する。

### II 試料及び方法

#### 1 試料

大豆の漂白方法としては, 大豆を蒸煮漂白後, 湯落しを行い, そのまま用いる方法と, 蒸煮漂白後, 湯落しを行い, 再度蒸煮を行う方法とがある。これら二つの方法について管内製造所で試作した味噌の一部を採取し試料とした。製造工程については図1に示す。

#### 2 試薬及び装置

##### 1) 試薬

標準溶液: 亜硫酸水素ナトリウム (和光純薬(株) 特級) を用い, チオ硫酸ナトリウムで標定したものをういた。

SO<sub>2</sub>吸収液: 四塩化第二水銀溶液<sup>2)</sup>を用いた。

漂白製剤: S-WAT (東海物産(株) 食品添加物) (次亜硫酸ナトリウムを60%含有する製剤)

その他試薬: 市販特級試薬を用いた。

1 福岡市衛生試験所 理化学課

2 福岡市東保健所 衛生課

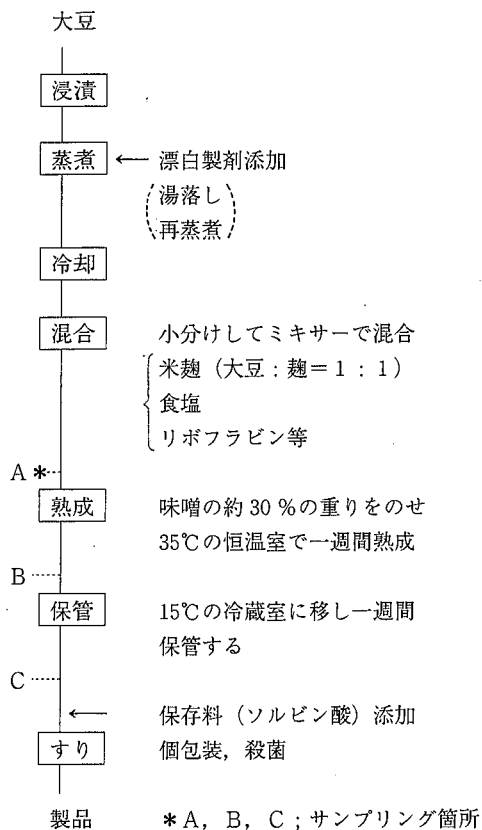


図-1 味噌の製造工程

## 2) 装置

通気蒸留装置：衛生試験法注解<sup>3)</sup>に準じた。ただし、加熱は沸騰水浴で行った。

分光光度計：島津 UV-240

恒温器：東洋インキュベーター F I

## 3 実験方法

### 1) 熟成実験

仕込混合直後（製造工程図A段階）の試料約1kgをポリエチレンの袋で密封し、試料重量の約30%のおもりをのせ、35℃の恒温器中で熟成し、実験に供した。

### 2) SO<sub>2</sub>の測定

改良ランキン法<sup>3)</sup>によって行った。試料として5～10gを用い、沸騰水浴中で60分蒸留後、P-ロザリニン・ホルムアルデヒド比色定量法<sup>3)</sup>を用いて測定した。

## III 結果

SO<sub>2</sub>の消長については、製造におけるばらつきを考慮し、製造された味噌を蒸煮釜の上部、中部、下部から

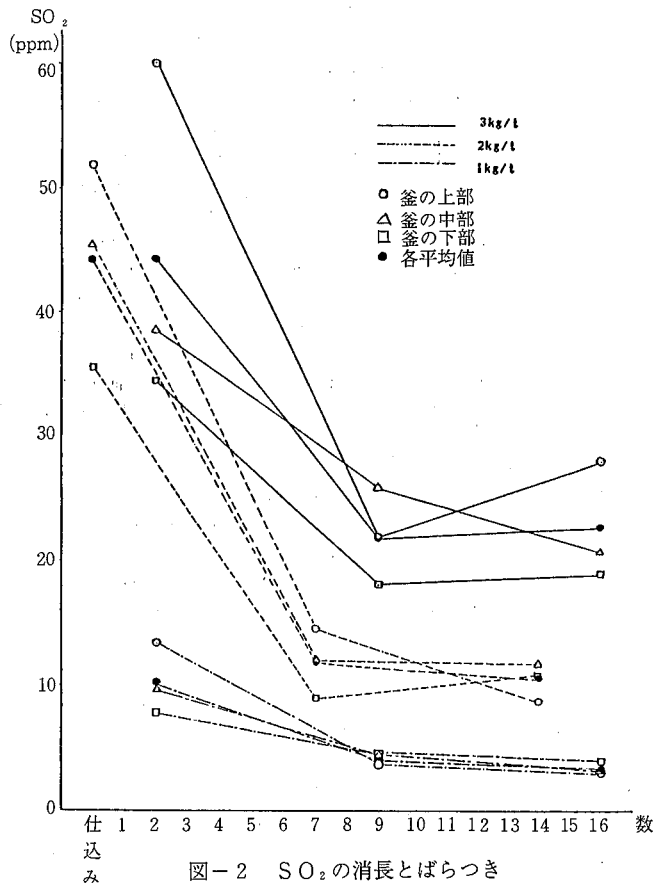


図-2 SO<sub>2</sub>の消長とばらつき

採取し、熟成日数の経過ごとに、SO<sub>2</sub>の残存量を測定した。

その結果熟成の初期段階では、SO<sub>2</sub>の濃度は上部で高く、中部、下部の順に低くなる傾向にあった。しかしながら、味噌の熟成日数の経過に伴い釜の部位によるばらつきはなくなる傾向にあった（表1）。またSO<sub>2</sub>の残存量は熟成日数の経過に伴い著しく減少し、約1週間程度で1/2から1/3に減少した。SO<sub>2</sub>の貯蔵期間による減少について、図2に示した。次に、漂白剤3kg/t、4kg/tを添加し蒸煮漂白後湯落しを行い、再度湯を加えて蒸煮を行った場合の仕込混合直後の味噌についての結果を表2に示した。この漂白剤使用方法においては3kg/tと4kg/tにおいてSO<sub>2</sub>残存量にほとんど差はなかった。

## IV 考察

淡泊な色調や味を好む地方においては味噌の白さは商品として欠くことのできない要素の一つである。味噌製



表-1 製造工程中各箇所における残存SO<sub>2</sub>量

(単位 ppm)

熟成日数 (日)	製 剤 添 加 量								
	3 kg/t*			2 kg/t			1 kg/t		
	上部	中部	下部	上部	中部	下部	上部	中部	下部
A** (0-2)	53.2	32.1	30.9	49.5	37.9	31.1	13.8	9.7	7.1
	58.5	35.8	33.0	49.8	44.2	32.1	12.8		8.4
	60.2	38.8	34.4	50.5	47.9	33.7			
	63.0	39.3	36.2	51.4	52.0	36.0			
	64.8	46.6	36.9	58.0		38.0			
					41.3				
B (7-9)				13.7	10.0	6.9	2.9	4.4	3.4
				14.2	10.4	7.3	3.2	4.7	4.3
	22.0	26.0	18.0	14.8	11.7	8.5	4.2		4.7
				14.9	14.0	10.3	5.0		5.0
				15.6	14.3	11.7			
C (14-16)	27.1	24.5	19.1	7.3	9.8	8.8	2.1	3.6	3.7
	29.2	17.6		8.8	11.5	9.7	3.0	3.3	4.1
				9.2	11.8	10.5	3.5		4.2
				9.3	12.3	11.4	3.6		4.3
				6.5	13.6	13.4			

\*kg/t; 大豆1t当りの漂白剤添加量 (kg)

\*\*A, B, C; 図-1の味噌の製造工程で示す採取箇所

A; 仕込混合直後 B; 35℃一週間熟成後 C; 35℃一週間熟成, 15℃一週間保存後

表-2 再蒸煮を取り入れた場合の  
仕込混合直後の味噌の残留SO<sub>2</sub>量

製剤添加量* (kg/t)	SO <sub>2</sub> (ppm)
3	16.7
4	17.1

\*大豆1t当りの漂白剤添加量

造者もそれぞれの白さの追求を行っており、大手業者ではグラインダーなどを用いて大豆の皮けずりを行い着色部分の事前除去を施していることもある。この場合、漂白料はごく少量で十分な効果を及ぼすことが可能であるが、中小の製造所では、このような高価な機械を備えていることはきわめて希であり、いきおい添加物としての漂白料に頼らざるをえないことが多い。製造者は、違反

にならないようにそれぞれのマニュアルを作成し、独自の味噌製造を行ってきた。しかしながら、昨今、消費者の嗜好の変化にともない、熟成期間の短い製品が製造されるようになった。漂白料としてのSO<sub>2</sub>は、時間の経過にしたがって減少するため、熟成期間の長短がSO<sub>2</sub>の残存量を左右する。そこで、今回の実験では漂白料の使用量と熟成期間について検討を行った。その結果、約1週間の熟成期間でSO<sub>2</sub>の残存量はほぼ平衡に達し、漂白剤の使用量としては、大豆1tにつき3kgが法的残存量の限界であった。また熟成期間をおかずに出荷する場合には、2kg/tの使用でも明らかに違反となり、安全使用量は、1kg/t程度であることがわかった。また、漂白加熱後湯落しを行い、再度蒸煮することによって、SO<sub>2</sub>の添加量が3kg/t, 4kg/tの仕込混合直後の味噌の実験で、いずれも基準値の約1/2の安定した値が得られた。短期熟成味噌を製造するときには、このような全くの別工程を採用することが望ましい。しかしながら、都市部の中小味噌製造所においては消費者の嗜好の多用化にとまなう多様な商品製造の必要に迫られる一方で、機器の老朽化、資材不足、貯蔵施設の不足や従

## 文 献

業員不足など様々な悩みを抱えている。そのため、既存の機械を使用し充分検討されてない製造マニュアルを作成し、添加物に頼る味噌製造を行うこととなる。数種の商品を同時に製造し、時として、添加物の基準違反など、思わぬ結果を招くことがある。

私たちはこのような製造所の悩みの一助として、新しい商品、新しい製造方法における食品添加物の安全で効果的な使用法についてもっと検討を行うべきではなからうか。

- 1) 桜井芳人 他編：増補新版総合食料工業，560-575，恒星社厚生閣，東京，1975
- 2) 日本薬学会編：衛生試験法注解，184-189，金原出版，東京，1973
- 3) 日本薬学会編：衛生試験法注解，65-66，313-316，金原出版，東京，1980



# IV 事例報告



## 薬湯の大腸菌群について

梶原 一人<sup>1</sup>・村上 直海<sup>1</sup>・大久保 忠 敬<sup>1</sup>

南保健所衛生課 早良保健所衛生課

博多保健所衛生課 東保健所衛生課

### A Study of Coli-form Group Bacteria for the Public Bath Water Containing Medical Herbs

Kazuto KAJIWARA・Naomi MURAKAMI・Tadanori OHKUBO

Environmental inspectors of Minami, Sawara, Hakata and Higashi Health Center

公衆浴場水の検査時に薬湯を検査したところ、 $10^5$  / ml の大腸菌群が検出されたことから、市内4カ所の健康センター等における薬湯の大腸菌群汚染実態調査を行ない、次の結果を得た。

薬湯中の大腸菌群は *Escherichia coli*, *klebsiella* 等多くの菌種で構成されていたが、薬湯に使用する薬剤粉末からは *Enterobacter* 属が主で *Escherichia coli*, *klebsiella* は検出されなかった。

薬湯における大腸菌群数の経時的变化をみると、営業開始前（ヒト入浴前）の時点ですでに  $10^2$  / ml の *Escherichia coli* を含む大腸菌群が検出され、浴槽、循環装置の洗浄、殺菌不充分が示唆され、以後3時間後に  $10^3$  / ml, 6時間後に  $10^4 \sim 10^5$  / ml と漸次増加した。

各薬湯は消毒のため次亜塩素酸ソーダを一定量添加しているが、いずれも塩素要求量に満たず、薬剤成分にて次亜塩素酸の殺菌効果が減殺され、また  $37 \sim 38$  °C という発育至適な湯温にともなって大腸菌群が増加しているものと思われた。

今回の実験において、人工的に作った薬湯の塩素消費量は  $18.9 \text{ mg Cl} / \ell$ 、塩素要求量は  $32.1 \text{ mg Cl} / \ell$  であった。

**Key Words:** 薬湯 public bath water containing medical herbs,  
大腸菌群 coli-form group bacteria, 塩素消費量 chlorine consumed,  
塩素要求量 chlorine demand

#### I はじめに

近年の健康ブームから、最近都市郊外に健康センターという名の公衆浴場が各地で営業を開始している。その設備は通常の風呂の他にサウナや薬湯等を持ち、食堂、簡易宿泊施設等もあって多角的に営業がなされ、一日の入浴者数が1,000人以上と盛況の所もある。

当市では年2~3回程度、保健所の環境衛生監視員に

より公衆浴場の採水を行ない、当所で細菌検査を実施してきたが、昭和62年度に初めて市内4カ所の健康センターの薬湯を検査したところ、 $10^5$  / ml の大腸菌群が検出された（基準<sup>1)</sup>は1mlにつき1個以下）ため、今回これら薬湯の大腸菌群汚染の実態を調査し、原因究明を行なった。

#### II 材料および方法

1 福岡市衛生試験所 微生物課

1) 薬湯の採水及び調査

環境衛生監視員により採水した薬湯を当所に搬入後、すみやかに検査を実施した。薬湯の経時的变化については、昭和63年2月24～25日、大腸菌群が多量に検出されたM施設とS施設について調査した。営業開始前は原水および薬剤抽出後満水にした状態の薬湯について、営業開始後は終了まで男湯、女湯それぞれの薬湯についてほぼ3時間ごとに採水し、検査に供した。

2) 薬湯に使用する薬剤中の菌種並びにその経時的变化  
市内4施設のうち3施設で実際に薬湯に使用しているR薬剤粉末中の菌種の同定を実施するとともに、滅菌生理食塩水もしくは滅菌した井戸水を用いて人工的に作った薬湯を37℃に保持し、菌数の経時的变化についても調査した。

実際の薬湯は、約2～3kgの薬剤粉末を木綿等の袋に入れ、浴槽に湯をはった後、足で踏みだして抽出し、最終的に約2.5～3tの湯を循環(約1,000倍)させることで当所においても1,000倍希釈液(0.1%液)を作製し実験に使用した。

3) 細菌検査の方法

実際の薬湯と人工的に作った薬湯について、一般細菌数、大腸菌群数、および分離菌の同定を実施した。一般細菌数、大腸菌群数は常法により、標準寒天およびデソキシコーレイト寒天平板混積法を用い、37℃、24～48

時間培養後菌数を測定した。菌分離にはDHL、マッコンキー、普通各寒天培地を使用し、各10倍段階希釈液を塗抹培養後、一平板あたり5～10個を対象にIMViC試験およびバイオテスト(栄研)にて同定した。

4) 薬湯における塩素要求量および塩素消費量の測定

薬湯は通常の風呂の湯(白湯)と異なり種々の有機物を含有するので、添加した次亜塩素酸ソーダのほとんどは消費されるであろうと考えられたので、このR薬剤0.1%液の塩素要求量並びに塩素消費量を測定した。

R薬剤粉末を使用した薬湯は黄～黄褐色を呈しており、オートリジンによる比色法では測定できず、JIS K 0101 よう素滴定法<sup>2)</sup>により、5gを5ℓの蒸留水で溶解して人工的に作った薬湯について実施した。なお実際の薬湯を想定し、37℃恒温水槽中で、開放状態、塩素との接触時間1時間で行なった。

### III 結 果

1) 大腸菌群が検出された薬湯の塩素消毒状況

M施設は、朝9時より深夜2時までの17時間営業で、原水として市上水道水を使用し、薬湯の消毒として一日に3回(8時、11時、14時頃)、12%次亜塩素酸ソーダ80mlを直接薬湯(2.5t)に投入している(塩素注入

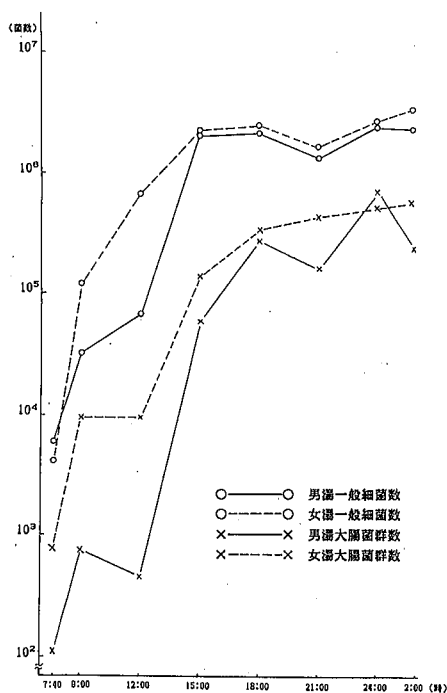


図1 M施設における薬湯の経時的变化

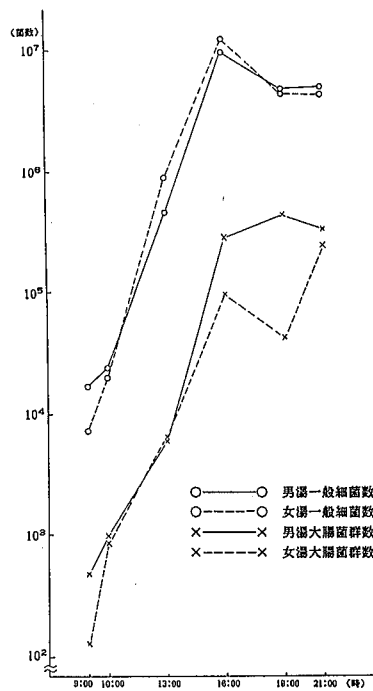


図2 S施設における薬湯の経時的变化

量は延べ 11.52 mgCl/ℓ となる)。

S施設は、朝9時より夜21時までの12時間営業で、原水には井戸水(ポーリング)を使用し、白湯および薬湯の消毒として、白湯で常時0.2~0.3ppmの残留塩素が確認される程度の次亜塩素酸ソーダをダイヤフラム式薬注ポンプを使用して常時滴下している。

## 2) 薬湯の経時的变化

原水については、M施設では市上水道水を使用し残留塩素も認められたので検査は実施しなかった。S施設では井戸水を使用しているが、次亜塩素酸ソーダ添加前の原水の細菌検査の結果も一般細菌数0/ml、大腸菌群陰性で異常は認められなかった。また白湯について検査したが、前述のとおり残留塩素が確認され、大腸菌群は陰性であった。

しかしながら、実際の薬湯における薬剤投入直後の検査では、一般細菌数 $10^3 \sim 10^4$ /ml、大腸菌群数 $10^2$ /mlで、しかも *Escherichia coli* (以下 *E. coli* と略)、*Klebsiella* 等が多数検出された。以後ほぼ3時間おきに検査を実施したが、3時間後に一般細菌数 $10^4 \sim 10^5$ /ml、大腸菌群数 $10^3$ /ml、6時間後では一般細菌数 $10^5 \sim 10^6$ /ml、大腸菌群数 $10^4 \sim 10^5$ /mlと増加していった(図1, 2)。

S施設の19時、M施設の21時以後の検体については、採水後冷蔵保管、翌朝当所に搬入、検査したため菌数がやや減少の傾向がみられたが、営業終了時の最終的な値

は、一般細菌数 $10^5$ /ml、大腸菌群数 $10^5$ /mlであった。

## 3) 薬剤中の菌種および人工薬湯の経時的变化

R薬剤粉末中の菌数を測定したところ、一般細菌数は $5.2 \sim 9.0 \times 10^4$ /g、大腸菌群数は $2.5 \sim 3.5 \times 10^2$ /gであり、大腸菌群のほとんどは *Enterobacter* 属(*E. cloacae*, *E. agglomerans*, *E. sakazakii*等)で、*E. coli* や *Klebsiella* は検出されず、大腸菌群以外では *Bacillus* 属(未同定)が多く検出された。

この薬剤粉末を実際の薬湯と同じ1,000倍希釈(1gを1ℓの滅菌生理食塩水に溶解)後、直後と37℃保存後の経時的变化を調査した結果、直後では一般細菌数 $10^1$ /ml、大腸菌群は陰性~10以下/mlであったが、6時間後では一般細菌数 $10^3$ /ml、大腸菌群数 $10^2$ /mlとなり、18時間後では、一般細菌数 $10^7$ /ml、大腸菌群数 $10^6$ /mlと増加した。またS施設で使用している井戸水を口過滅菌後、同様実施したが、滅菌生理食塩水と顕著な差は認められなかった。

## 4) 塩素消費量および塩素要求量

J I S K 0101 よう素滴定法を用いて、R薬剤粉末0.1%液における塩素添加濃度と残留塩素濃度の関係を図3に示した。初めて残留塩素が0.1 mgCl/ℓ認められるポイントの塩素消費量は18.9 mgCl/ℓ、残留塩素濃度が一端上昇した後、下降し、極小値(不連続点)を過ぎ、再び上昇して0.1 mgCl/ℓを示すポイントの

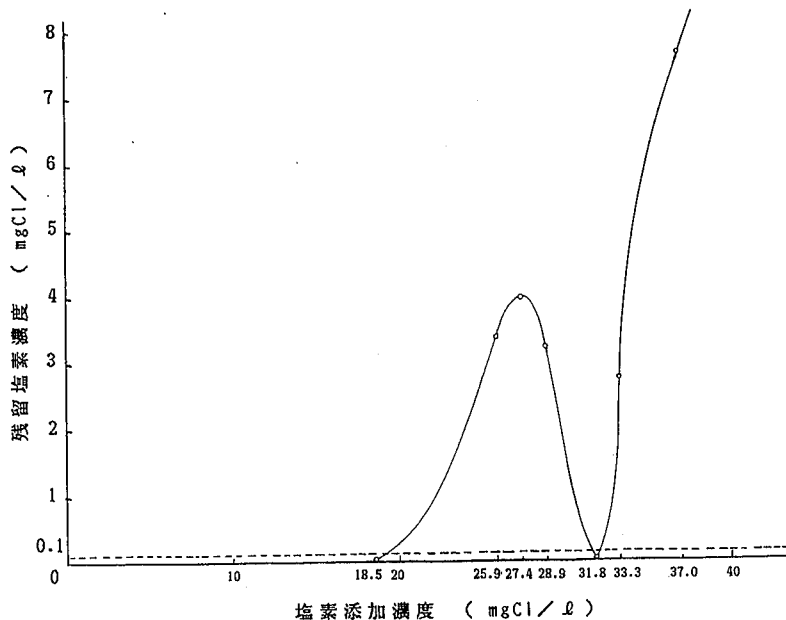


図3 R薬剤粉末0.1%液の塩素要求量および塩素消費量



塩素要求量は、32.1 mgCl/lであった。

#### IV 考 察

薬湯は37～38℃という発育至適温度のため、菌数は急速に増加する。人工的に作った薬湯が、18時間後に一般細菌数 $10^7$ /ml、大腸菌群数 $10^6$ /mlになるのに対し、実際の薬湯では一般細菌数 $10^6$ /ml、大腸菌群数 $10^5$ /mlとやや少なくなっているのは、薬湯を循環させる際のボイラーによる加熱(70～80℃, 5～10分)のためと思われる。

実際の薬湯中の大腸菌群は侵入経路から次の3つに分けられる。

- 1) 薬剤粉末中の *Enterobacter* 等の大腸菌群
- 2) 入浴者由来の *E. coli*, *Klebsiella* 等の大腸菌群
- 3) 上記1, 2が洗浄, 殺菌不十分なために浴槽, 循環経路中に残存している大腸菌群

1) については、オートクレーブ等の加熱殺菌を行えば効果があることは明瞭であるが、加熱による薬効の変化が懸念される。

2) については、入浴者に入浴前に洗体を励行させているが、限度があって、やむをえない。

3) については、不純物の多い薬湯であるため、循環経路中にフィルター等の口過装置をつけられないこと、またボイラーの温度を殺菌できるほど高くできないこと

等が原因していると思われる。しかし営業終了後に原因施設部分の洗浄殺菌が徹底できれば、入浴開始以前から *E. coli* 等が検出されるようなことはないと考えられる。

以上の諸条件に経費, 施設等の要素を加味して、薬湯の細菌, 特に大腸菌群を大幅に減少もしくは死滅させる事のみを優先すれば、次亜塩素酸ソーダの添加は簡潔な一方法ではある。著者らの今回の実験では、塩素要求量は32.1 mgCl/lであり、実験に使用した10%次亜塩素酸ソーダは、J I S K 0101よう素滴定法によりもめた力価が表示の74%であったことから、この次亜塩素酸ソーダを実際の薬湯(3t)に使用する場合は、初期に1,300 ml以上を添加しないと遊離塩素が薬湯中に出現せず、またその後継続して残留塩素が存在するよう添加していかなければ大腸菌群等の殺菌には効果が生じないことが判明した。

稿を終わるにあたり、実験に御助言, 御協力いただいた当所理化学課環境化学係の諸兄に深謝いたします。

#### 文 献

- 1) 福岡県公衆浴場法施行細則：県規則第19号, 昭和63年3月31日
- 2) 日本工業標準調査会：残留塩素, 工業用水試験方法 J I S K 0101, 81～88, 1979

# 1988年1月に福岡市で発生したインフルエンザの流行について

馬場 純一<sup>1</sup>・門司 慶子<sup>2</sup>

## An Epidemic of Influenza in Fukuoka City (January, 1988)

Jun-ichi BABA and Keiko MONJI

1987年度、福岡市内の学校集団におけるインフルエンザ様疾患の流行は、1988年1月26日に初発の届出があり、発生施設16、患者数728名で小、中学生を主体とした比較的小規模の流行であった。そこで、当市におけるインフルエンザ流行の実態を把握するため、これら発生施設のうち、2小学校の18名の患者についてウイルス学的、血清学的調査を行うと共に、分離されたウイルスについて抗原分析を行い次の結果を得た。

1. 患者18名中13名からB型インフルエンザウイルスを分離（発育鶏卵法で6株、MDC K細胞法で13株）し、13/16名において標準株B/長崎/1/87、B/長崎/3/87、分離株等に対してHI抗体価の有意上昇を認め、B型インフルエンザの流行を確認した。また、1/18名（ウイルス分離陰性例）において、A・H3型ウイルスに対してHI抗体価の有意上昇が認められ、同時期にB型とA・H3型が混合流行していた事が判明した。
2. 分離された13株のうち発育鶏卵で分離されたウイルス4株の鶏免疫血清を作成し、抗原分析を行った結果、B/長崎/1/87及び抗原性が若干異なるB/長崎/3/87株に類似した一連のウイルスであったが、中には数株抗原的差異が認められるものもあった。

**Key words ;** インフルエンザ influenza, B型インフルエンザウイルス Influenza B viruses, 赤血球凝集抑制抗体価 HI titers, 抗原分析 antigenic analysis, 福岡市 Fukuoka City

### I はじめに

昨年度のインフルエンザ様疾患の流行は全国的にA・H1型で抗原的にワクチン株として追加されたA/山形/120/86株とはほぼ同じウイルスによるもので、最近の流行の中で最低を記録している<sup>1)</sup>。この流行後の初夏の5~7月にかけて長崎、熊本、高知県等で、小、中学校集団においてB型の流行が確認され、これまでのワクチン株に対して抗原的差異を示した事から、昨年と同様の経過で急速にB/長崎/1/87株がワクチン株として追加されている<sup>1)</sup>。

このように、今季はB型インフルエンザの流行が注目されている状況で、11月に東京都、京都府等でA・H3型の集団発生が認められている。一方、B型は11月7日に神戸市の散発患者から分離され<sup>2)</sup>、その後集団

発生としては熊本、福岡県、鹿児島県等に始まり、全国的にB型とA・H3型の同時流行が認められている。

当市においては、1988年1月26日に城南区T小学校で初発の届出があり、その後流行は3月頃まで続いたが、比較的小流行であった。以下発生届のあった2施設についてウイルス学的、血清学的調査を行い、分離されたウイルスについて抗原分析を実施したので報告する。

### II 材料および方法

#### 1. ウイルス分離

1月26日に発生届があった城南区T小学校の患者9名及び1月28日に発生届があった中央区A小学校患者9名の計18名より採取した咽頭うがい液を材料として、発育鶏卵法<sup>3)</sup>（10日卵）及びMDC K細胞法<sup>4,5)</sup>（回転培養法）によりウイルス分離を試みた。初代陰性の場合には2代目まで継代分離を行った。

1. 福岡市衛生試験所 微生物課
2.       〃       (現所属 食品衛生検査所)

## 2. 分離ウイルスの同定および患者血清H I抗体価測定

分離ウイルスの同定は国立予防衛生研究所配布の同定用抗原および抗血清並びに過去のA, B型標準株ウイルス抗原と自家鶏免疫血清を用いた。また、患者ペア血清の抗体価測定には上記抗原および分離株を用い、予研法に準じてH I試験をマイクロタイター法<sup>6)</sup>により実施した。

## 3. 分離ウイルスの交差H I試験による抗原分析

### 1) 抗原

標準株	分離株
B/茨城/2/85	B/福岡/C1/88
B/長崎/1/87	B/福岡/C9/88
B/長崎/3/87	B/福岡/C12/88
	B/福岡/C15/88

上記の7株を抗原分析に用いた。

### 2) 抗血清

1) の標準株3株及び分離株4株の自家鶏免疫血清を用いて交差H I試験にて抗原分析を行った。

## III 結 果

### 1. 流行状況

今季のインフルエンザ様疾患の集団発生は、1988年1月下旬に始まり、3月初旬頃まで続き比較的小流行に終わった。施設別発生状況及び過去5年間の患者発生状況及び流行ウイルスの型を表1, 2に示した。

表1. 施設別発生状況

施設	発生施設数	在籍者数	患者数	欠席者数	休校数	学年閉鎖	学級閉鎖
幼稚園	2	216	134	75	1	0	2
小学校	10	580	348	165	0	0	18
中学校	4	423	246	79	0	1	4
その他	0						
計	16	1,219	728	319	1	1	24

表2. 過去5年間の患者発生状況と流行ウイルス

年度	流行ウイルスの型	患者数(人)
1983	A・H1N1	1,321
1984	B	1,801
1985	A・H3N2	4,874
1986	A・H1N1	49
1987	B, A・H3N2	728

## 2. ウイルスの分離同定(表3)

2施設18名の患者について発育鶏卵法とMDC K細胞法にてウイルス分離を試みた結果、すべてB型ウイルスであった。各分離法による分離状況は発育鶏卵法では6/18株が、またMDC K細胞法では13/18株が分離され、後者の方法で分離率が高かった。卵で4/6株が初代で、2/6株が2代で分離された。MDC K細胞法では2~3本/件のtube法により分離したところ、ほとんど4~5日目までCPEが確認され、HA価はほとんどが64倍を示した。

## 3. 患者ペア血清の血清学的検査成績(表3)

18名の患者のうち、ペア血清が得られたのは16名で、このうち13名にB型ウイルスに対して有意の抗体価の上昇を認めた。これらの回復期血清は3~4週後に採血されたにも拘わらず、No.1, 16の2例はB/長崎/1/87, B/長崎/3/87並びに分離株のいずれに対しても4倍以上の有意の抗体上昇は認められなかった。No.15, 18の2例はB/長崎/1/87に対して、No.6, 17の2例は分離株に対してのみ有意の抗体上昇を示したに過ぎず、6/18例は抗体獲得が悪かった。特に、No.1, 15の2例は抗体価のレベルも低かった。これら6例からはすべてB型ウイルスが分離されている。

一方、No.14の患者においてはウイルスを分離することはできなかったが、A/福岡/C29/85株(A・H3型)に対して16倍から256倍に有意の抗体上昇が認められ、A・H<sub>3</sub>(香港)型に感染していた事が判明した。

## 4. 分離ウイルスの抗原分析(表4, 5)

各施設から分離されたウイルス2株ずつの計4株の自家鶏免疫血清を使用して交差H I試験によって抗原分析を行った結果、表4に示すように、B/長崎/1/87及びB/長崎/3/87株に対してほぼ同じか、または1~2管程度の相違がみられる抗原性であった事から、一連の類似したウイルスであることが判明した。日本インフルエンザセンターによるフェレット感染抗血清を用いた同定試験成績(表5)でもほぼ同様の結果であったが、中には抗原性にかなりの差異が認められるものが2~3株あった。なお、山形で今季の1月に分離されたウイルスに対してはほとんど交差が認められない。

## IV 考 察

今季のインフルエンザ流行は、前季の流行直後に九州、四国等でB型の流行がみられ、分離されたウイルスがそれまでのワクチン株であるB/茨城/2/85等に対して抗原的差異を示した事から、この型が主流になると予

表3. ウイルス分離および血清学的検査成績

施設	No.	年令	ワクチン '86'87	ウイルス分離 卵	MDCK	採血	A/福岡/ C29/85	A/山形/ 120/86	B/長崎/ 1/87	B/長崎/ 3/87	B/福岡/ C9/88	判定
城南区 T小学校	1	7	--	+	+	急回	32	128	<16	<16	<16	B+
						回	32	128	<16	16	<16	
	2	9	+-		+	急回	128	16	<16	<16	<16	B+
						回	128	16	128	32	64	
	3	7	+-		+	急回	128	64	64	32	32	B+
						回	128	64	512	256	256	
	4	6	--	+	+	急回	NT	NT	NT	NT	NT	B+
						回						
	5	10	--	+	+	急回	64	64	16	<16	<16	B+
					回	64	64	1024	512	512		
中学校 A小学校	6	10	--		+	急回	64	32	64	32	32	B+
						回	64	32	128	64	128	
	7	7	--			急回	64	32	<16	<16	<16	B+
						回	64	32	64	32	32	
	8	10	--		+	急回	64	<16	<16	<16	<16	B+
						回	64	<16	128	64	64	
	9	10	--	+	+	急回	128	32	16	16	16	B+
						回	128	32	512	256	256	
	10	12	--			急回	256	256	64	32	64	不能
					回	NT	NT	NT	NT	NT		
中央区 A小学校	11	12	不明			急回	256	128	64	32	64	B+
						回	256	128	256	128	128	
	12	12	+-	+	+	急回	128	64	64	32	32	B+
						回	128	64	256	128	128	
	13	12	++			急回	512	128	64	32	64	B+
						回	512	128	256	128	128	
	14	12	--			急回	16	16	64	32	32	A・H3+
						回	256	16	128	64	64	
	15	11	+-	+	+	急回	128	128	<16	<16	<16	B+
					回	128	128	32	<16	16		
中学校	16	12	+-		+	急回	128	64	256	128	128	B+
						回	128	64	512	256	256	
	17	12	+-		+	急回	256	128	32	16	16	B+
						回	256	128	64	32	64	
18	12	+-		+	急回	256	32	32	16	32	B+	
					回	256	32	128	32	64		

注) 採血時期: T小学校 (急) 1月27日, (回) 2月18日  
A小学校 (急) 1月28日, (回) 2月28日

表4. 分離株の抗原分析結果

抗 原	ニワトリ抗血清						
	B/茨城/ 2/85	B長崎/ 1/87	B/長崎/ 3/87	B/福岡/ C1/88 (E3)	B/福岡/ C9/88 (E2)	B/福岡/ C12/88 (E3)	B/福岡/ C15/88 (E2)
B/茨城/2/85	512	1024	256	256	1024	512	1024
B/長崎/1/87	256	1024	512	1024	1024	1024	1024
B/長崎/3/87	256	256	512	1024	512	512	1024
B/福岡/C1/88 (E3)	256	512	512	1024	512	1024	512
B/福岡/C9/88 (E2)	256	1024	512	1024	1024	1024	1024
B/福岡/C12/88 (E3)	128	256	256	1024	512	512	1024
B/福岡/C15/88 (E2)	256	1024	512	1024	1024	1024	1024

表5. 分離株の同定試験成績

(日本インフルエンザセンター)

抗 原	フェレット感染抗血清			
	B/茨城/2/85 No.1378	B/長崎/1/87 No.1458	B/長崎/3/87 No.1461	B/山形/16/88 No.1499
B/茨城/2/85 (E18)	2048	512	1024	<32
B/長崎/1/87 (E5)	512	512	1024	<32
B/長崎/3/87 (E4)	64	64	256	<32
B/山形/16/88 (E5)	<32	32	32	1024
B/福岡/C1/88 (E4)	<32	128	64	<32
B/福岡/C4/88 (E4)	64	512	128	<32
B/福岡/C5/88 (E4)	32	128	32	<32
B/福岡/C9/88 (E4)	128	512	128	<32
B/福岡/C12/88 (E4)	<32	128	32	<32
B/福岡/C15/88 (E4)	64	256	128	<32

想された。そのため、前回と同様にワクチンにB/長崎/1/78が追加されたのである<sup>1)</sup>。ところが、大阪、京都の関西地方及び東京、横浜等の関東地方で10月から11月にかけてA・H3(香港)型ウイルスの流行が散発または集団発生で確認されている<sup>2)</sup>。一方、B型の流行は11月7日に神戸市で初めて散発患者が確認され、<sup>2)</sup>その後、集団発生としては12月下旬に全国に先立ち熊本、福岡、鹿児島県等で確認されている。

今冬は全国的に1~2月にかけてA・H3型とB型の混合流行がみられ、B型は関西以南を中心に、A・H3型は関西以北を中心に流行がみられている。(日本インフルエンザセンター情報)

当市においては、小学校2施設を調査した結果では、B型ウイルスのみが分離されたが、1例が血清学的にA・H3型に罹患していた事及びサーベイランスの定点調査

によってA・H3型ウイルスが分離されている事からB型とA・H3型が混合流行していたのは確かである。

当市における今季の流行規模としては、2種の型のインフルエンザが流行した割にはそれほど大きな流行ではなかった。

今回のウイルス分離状況は発育鶏卵法では6/18例(33%)、MDCK細胞法(回転培養法)では13/18例(72%)であった。卵で分離された例は細胞でも分離されたが、細胞法のみで分離されたのは7/18例(38.9%)であり、分離率にかなりの差があった。

最近、発育鶏卵が入手困難となってきたため、MDCK細胞法によるウイルス分離法は有効と考えられるが、分離されたウイルスの抗原性が分離系、宿主歴によって異なってくることもあり<sup>7)</sup>、また、MDCK細胞で分離したウイルスはワクチン株として使用する場合に問題が

あるとされており、今後、分離法等の統一化が望まれる。

我々は今回、検査の都合上、1検体当り2～3本のtubeを使用して分離を行ったが、5本/検体程度で行えばさらに分離率は高くなり、特に回転培養法によって高率化すると思われる。

患者の抗体産生についてみると、一般的にB型の場合、抗体価の上昇が悪いといわれているように、今回の患者の中にも数例認められた。

今回流行したB型は昨年5～6月にかけて流行した一連のウイルスであり、根路銘の抗原分析報告<sup>8)</sup>のとおり、複数の変異種が同時に流行している事を示唆していた。

この事は今回の我々の抗原分析及び日本インフルエンザセンターによる同定試験結果でも同様の傾向が伺われる。特にB/長崎/3/87株は前季の流行時においても相当の変り株といわれていたが、今回の流行株はそれからさらに種々変異した株が流行した様子が伺える。

全国で今季流行したウイルスの中に、昨年12月鹿児島で分離された株と今年1月山形で分離された株は抗原性が大きく変っており、これらのウイルスに対しては当然、人は免疫を持っていないため、次季流行株となる可能性が考えられる。

稿を終るにあたり、ウイルスの分与を賜った国立予防衛生研究所、根路銘国昭、石田正年先生並びに長崎県衛生公害研究所、鋏塚 眞研究員に深謝いたします。

## 文 献

- 1) 国立予防衛生研究所、厚生省保健医療局結核難病感染症課感染症対策室：〈特集〉インフルエンザ 1986～1987、病原微生物検出情報、8、1(245)～20(264)、1987
- 2) 国立予防衛生研究所、厚生省保健医療局結核難病感染症課感染症対策室：〈速報〉B型インフルエンザの流行、病原微生物検出情報、8、2(130)～4(132)、1987
- 3) 厚生省公衆衛生局保健情報課：伝染病流行予測調査検査術式、1975
- 4) 飛田清毅：MDC K細胞によるインフルエンザウイルスの分離、臨床とウイルス、4、58～61、1976
- 5) 根路銘国昭：MDC K細胞におけるインフルエンザウイルスの分離、臨床病理、臨床増刊特集35号、111～124、1978
- 6) 国立予防衛生研究所学友会編：ウイルス実験学各論(改訂二版)、287～330、丸善、1982
- 7) 前田章子 他：1985年分離されたA・H3型インフルエンザウイルスの分離宿主歴と抗原性について、第34回日本ウイルス学会総会演説抄録、1084、1986、福岡
- 8) 根路銘国昭：1986～1987年インフルエンザの流行状況と分離ウイルスの抗原分析、インフルエンザワクチン研究会(1986年度)、第26回討論会記録、1～7、1987

# 糞線虫が検出された1事例

渡部 高貴<sup>1</sup>・真子 俊博<sup>1</sup>

## A Case of *Strongyloides stercoralis* Were Detected from Stools of a Foreigner

Takaki WATANABE and Toshihiro MAKO

1987年7月、海外研修の目的で来日した東南アジアの研修生6名の寄生虫検査の結果、4名より鞭虫卵を検出した。さらに、このうち1名のフィリッピン出身の23才の男性からは薄層塗抹法にてラブリチス型幼虫も検出され、精査の結果、糞線虫と同定された。また、この患者の2回目の検便より1回目には検出されなかった大腸アメーバのシストも検出され、この男性は3種の寄生虫に罹患していたことがわかった。患者は、メベンダゾール、ポキールの投与を受け陰転した。

Key words : 糞線虫 *Strongyloides stercoralis*, 糞線虫症 *Strongyloidiasis*  
ラブリチフ型幼虫 Rhabditiform larva, フィラリア型幼虫 Filariform larva, 鞭虫 *Trichuris trichiura*, 大腸アメーバ *Entamoeba coli*

### I はじめに

寄生虫症は、近年生活様式の改善等により激減したと言われており、一般的に関心も低くなっている。しかし、ペットブームやグルメブーム、輸入寄生虫の増加等により、一部の寄生虫に注意を払わなければならなくなっている<sup>1)2)</sup>。糞線虫 (*Strongyloides stercoralis* Bavay, 1876) は、主に熱帯・亜熱帯に広く分布し世界各地で見られる寄生虫であり、日本では九州や沖縄に寄生率が高かったが、現在では沖縄を除いてあまり見られなくなった寄生虫症である。病状は消化器症状が主で、重症化するにつれて様々な病態を呈し、死亡例もかなり見られており、寄生虫疾患のなかでも重要な感染症になっている<sup>3)4)</sup>。

今回、糞線虫を含む鞭虫 (*Trichuris trichiura* Linne, 1771)、大腸アメーバ (*Entamoeba coli* Grassi, 1879) の、3種寄生虫の検出事例を経験したのでその概要を報告する。

### II 概 要

患者は、土木研修の目的でフィリッピンより来日した23才の男性で、1987年7月、保健所に健康診断に来所、その際、東南アジア出身の他の5名と一緒に当所に寄生虫検査の依頼があった。検査の結果、4名より鞭虫卵を検出した。この4名のうち1名から鞭虫卵の他に大腸アメーバのシストと糞線虫が検出された。患者は無症状であったが感染防止のため福岡市立こども病院・感染症センターにおいて治療を行い、メベンダゾール、ポキールの投与を受け陰転した。

### III 材料と結果

材料は、保健所より寄生虫検査の依頼をされたもので、東南アジア出身の研修生6名の便を対象とした。

寄生虫検査としてセロハン厚層塗抹とホルマリン・エーテル法を行った結果、原虫は1件も検出されなかったが、6名中4名より鞭虫卵 (Fig. 1) を検出した。また、そのうち1名よりラブリチス型幼虫 (Fig. 2) を検出した。そこで、他の蠕虫類との鑑別を行うため、便の再提出を依頼した。再検査の結果、1回目の検査では検出

1. 福岡市衛生試験所 微生物課

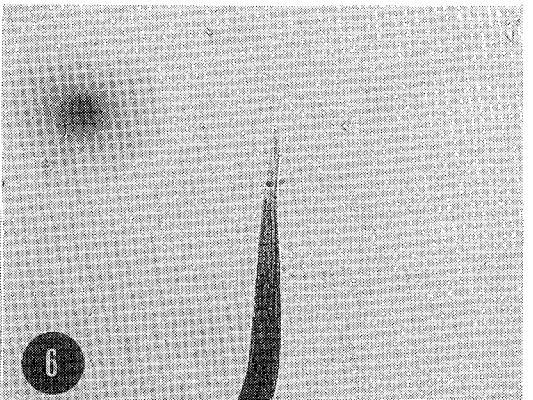
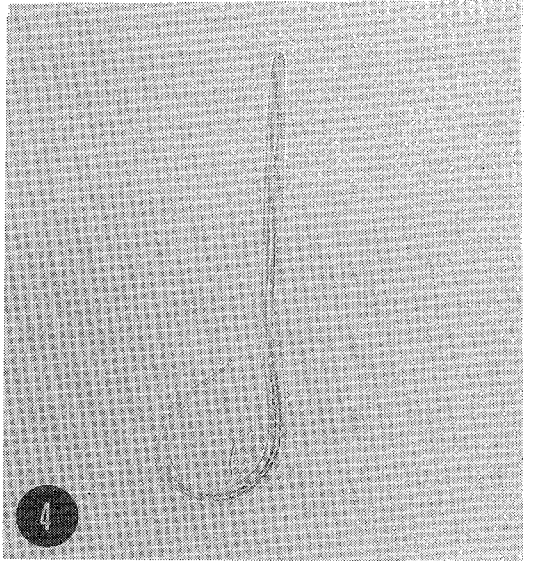
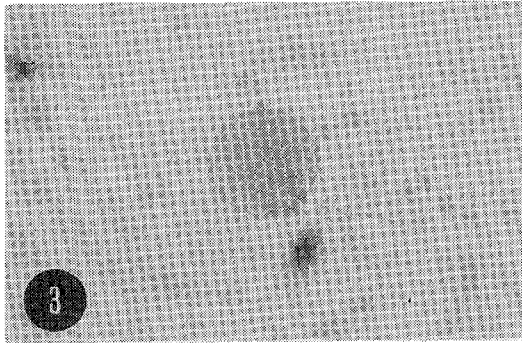
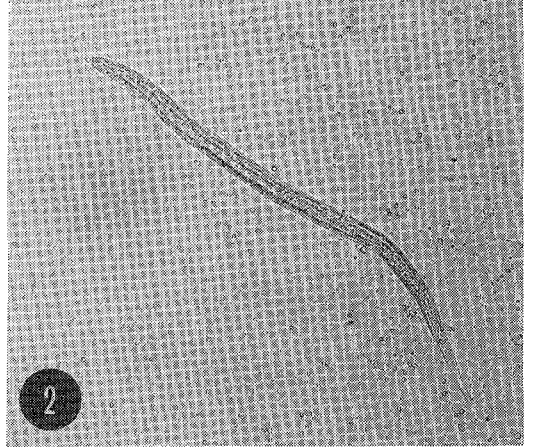
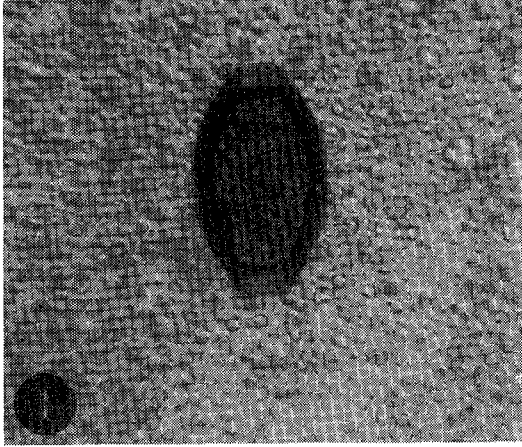


Fig. 1 鞭虫卵 Fig. 2 ラブジチス型幼虫 Fig. 3 大腸アメーバのシスト Fig. 4 フィラリア型幼虫  
Fig. 5 自由世代の雄 Fig. 6 フィラリア型幼虫の尾端



されなかった大腸アメーバのシスト (Fig. 3) が多数検出された。また、ろ紙培養の結果、5日目には活発に運動するフィラリア型幼虫 (Fig. 4) と同時に自由世代の雄 (Fig. 5) を検出した。虫体は10%ホルマリンに固定後種の鑑別を行った。精査の結果、フィラリア型幼虫の尾端がV字 (Fig. 6) に切れこんでいるのを確認して、糞線虫 (*Strongyloides stercoralis* Bavay, 1876) と同定した。

#### IV 考 察

糞線虫の生活史には寄生世代と自由世代の2つがあり、寄生世代での成虫はすべて雌で、小腸に産卵された虫卵は数時間でラブリジス型幼虫となり糞便と共に排出される。この排出されたラブリジス型幼虫は、一部は感染性のフィラリア型幼虫となり、一部は自由世代の雄と雌になる糞線虫症の感染形式は経皮感染であり、中間宿主を必要としないが感染力は強く、患者が便秘等を起こすと腸管内でフィラリア型幼虫となり腸壁や肛門付近の皮膚から、感染を起こす自家感染が知られているが、患者の60%近くは自覚症状もなくほとんどが無症状である。しかし、患者の1/3は重症者であり、そのほとんどが自家感染によるものであるとされている<sup>4-6)</sup>。この自家感染は他の線虫類にはみられない糞線虫に特有な感染形式であり、このように多数感染すると胆道や肺の臓器障害や肺血症等の重篤な症状をおこし、死亡例も多く見られている<sup>7-12)</sup>。また、無症状の患者においても発症予備群として重要であると考えられている。

今回の事例では、寄生率の高い東南アジアからの研修生であり偶然健康診断を受診し無症状の時点で発見することができたが、一般に病院等で診断がついた時点では手遅れの状態の場合が多く、最近では組織検査により診断される例も多くみられる。これは、ステロイドの投与により無症状の患者が重症化すること<sup>3)7)10)</sup>や、糞線虫の重症患者の症状が多岐にわたり一様ではないこと<sup>11)</sup>など、また、治療薬が市販されておらず入手困難であること<sup>13)</sup>などが原因しているのではないかとと思われる。さらに、一般的に寄生虫に対する感心が低いため、初期の時点での寄生虫検査が実施されていないことも原因として上げられる。

近年の交通機関の発達やグルメブーム、ペットブームにより輸入食品や輸入動物の増加がみられているが、これにともない輸入寄生虫の増加もみられている<sup>2)14)</sup>。輸入ドジョウの生食による顎口虫症や棘口吸虫症が続発した事例<sup>15-17)</sup>、オーストラリアから輸入された牛の70~80%に単包虫の感染がみられた例<sup>2)</sup>、真子ら<sup>18)</sup>の東南アジ

アの研修生からの赤痢アメーバ検出例や、今回の事例等のように、寄生虫症が海外から持ち込まれていることは明らかである。今後、海外旅行ブームや海外交流の活発化にともない、日本にはあまり見られない輸入寄生虫症の増加に拍車がかかるものと予想され、検査の立場からも糞便検査にかぎらず寄生虫症のことを念頭において検査を実施することが必要であると思われる。

本論文の要旨は第35回福岡県公衆衛生学会 (福岡市、1988) にて発表した。

#### 文 献

- 1) 大鶴正満：臨床寄生虫学，第2版，南江堂，東京，1982
- 2) 高田季久，他編：輸入寄生虫感染症の現状，輸入感染症，近代出版，211-219，1987
- 3) 川平 稔：糞線虫症の臨床的研究，琉大保医誌，2，319-334，1979
- 4) 山口富雄：糞線虫，臨床寄生虫学，第2版，南江堂，268-273，1982
- 5) 堀栄太郎，高木 実：尋常性天庖瘦に合併した糞線虫症の一部検例，寄生虫学雑誌，21，241-246，1972
- 6) 安里龍二，他：沖縄県における糞線虫の疫学的調査研究，沖縄公研年，17，58-63，1983
- 7) 川平 稔：糞線虫，病理と臨床，1448-1453，1983
- 8) Jones, C. A : Clinical studies in human strongyloidiasis, Gastroenterology, 16, 743-758, 1950
- 9) Bras, G., Richards, R. C., Irvine, R. A. et al : Infection with *strongyloides stercoralis* in Jamaica, Lancet, 12, 1257-1260, 1964
- 10) 楠部 滋，他：副腎皮質ホルモン連続服用中にみられた重症糞線虫症，広島医学，32，775-776，1979
- 11) 山下正策，他：ランブル鞭毛虫症，糞線虫症，胃と腸，18，353-360，1983
- 12) 宮原道明，他：糞線虫症の3例-胃生検・客談・胆汁からの検出，衛生検査，35，1320-1323，1986
- 13) 木原 疆：診断そして治療，臨床病理，32，66-77，1984
- 14) 吉村裕之：ペット (犬，猫) よりの寄生虫感染症，臨床検査，17，42-48，1973
- 15) 中山英俊，他：皮膚顎口虫症，顎口虫性 (Creeping disease) の1例，皮膚臨床，23，673-677，1981
- 16) 津島弘文，他：広島市内で感染したと思われる皮膚

- 顎口虫症, 広島医学, 33, 19-23, 1980
- 17) 吉田幸雄, 他: 最近ドジョウ生食による寄生虫症の増加とくに顎口吸虫, 横川吸虫, 顎口虫について, 寄生虫誌(補), 30, 93, 1981
- 18) 真子俊博, 渡部高貴: 福岡市における腸管寄生原虫類の疫学的研究, 第4報 過去10年間の赤痢アメーバ及び寄生虫検査成績, 福岡市衛試報, 12, 42-47, 1987

## アジの唐揚げによるヒスタミン食中毒事例

小田 隆 弘<sup>1</sup>・中西 和 道<sup>1</sup>

### An Outbreak of Food Poisoning Caused by Fried Horse Mackerel Containing Histamine

Takahiro ODA and Kazumichi NAKANISHI

昭和 62 年 11 月 2 日に、福岡市中央区の某ビル内飲食店にてアジの唐揚げを摂食した 60 名のうち 38 名が、10 分から 2 時間以内に顔面紅潮、頭痛、下痢等を主症状とするアレルギー様食中毒症状を呈した。原因食品として疑われたアジの唐揚げの残品について、液体クロマトグラフィー等によるヒスタミンの検査を行ったところ、ヒスタミンが 560 mg%，カダベリンが 53 mg% 検出され、ヒスタミン食中毒であることが判明した。

**Key words** ; アレルギー様食中毒 allergy-like food poisoning, 高速液体クロマトグラフィー high performance liquid chromatography, ヒスタミン histamine, カダベリン cadaverine, アジの唐揚げ fried horse mackerel, 薄層クロマトグラフィー thin layer chromatography

#### I はじめに

魚介類を摂食し、アレルギー様症状を呈したという苦情は当市でも年間 4~5 件が保健所等に持ち込まれているが、原因食品が残っていないか、原因食品が残っていた場合でもヒスタミンが検出されるケースはほとんどなく、当市でヒスタミン食中毒と明確に決定された事例は過去に、患者 2~5 名の散発事例 2 例があるのみである。

今回、患者数 38 名にのぼるヒスタミン集団食中毒事例をはじめて経験したので報告する。

#### II 事例概要

事件の探知は、昭和 62 年 11 月 2 日午後 3 時頃、福岡市中央区の T 病院から、昼食にアジ唐揚げを喫食し、アレルギー様中毒症状を呈する患者を診察した旨の通報が保健所にあったことによる。

福岡市中央保健所衛生課の食品衛生監視員による患者からの聞きとり調査、飲食店や鮮魚店に対する調査および当所の検査結果にもとづく本食中毒事例の概要を表 1

に示した。

表 1. 食中毒の概要

発生年月日 ; 昭和 62 年 11 月 2 日 12 : 20 ~ 14 : 00 頃  
発生場所 ; 福岡市中央区某ビル内飲食店  
喫食者数 ; 60 名  
発症者数 ; 38 名 (死者なし) 発症率 63.3%  
原因食品 ; 昼食献立中のアジの唐揚げ  
病因物質 ; ヒスタミン  
潜伏時間 ; 10 分 ~ 2 時間  
症状 (患者における発症率 %) ;  
顔面紅潮 (95), 頭痛 (68), 下痢 (45)  
腹痛 (18), 吐気 (18), 発熱 (13)  
倦怠感 (8), 悪寒 (3), 戦りつ (3)

なお、発熱の程度は 37℃ 台、下痢回数は 1~2 回、潜伏時間別患者数では 30 分以内に発症したものが 47.4%、30 分~1 時間以内で発症したものが 44.7%、1~2 時間で発症したものが 7.9% であった。

また、原因となったアジの喫食までの経路を図 1 に示した。昭和 62 年 10 月 30 日 (金曜日) の朝に鮮魚市場の仲卸業者からトロ箱で数箱のアジを購入した鮮魚小売業者が、10 月 31 日昼頃まで冷蔵で保管し、内臓や頭等

1. 福岡市衛生試験所 理化学課

を除去したのち、11月1日夕方までは凍結保存、その後は冷蔵保存し、11月2日（月曜日）の朝に飲食店に納入している。飲食店では昼の献立に間にあうようにすぐ味付け、唐揚げ等の調理を行っていた。従って、飲食店での取扱いには問題はなく、鮮魚小売業者が金曜日の朝に仕入れたアジを月曜日の朝に飲食店に納品するまでのまる3日間のあいだにおこなった「冷蔵→加工→冷凍→冷蔵」の工程中もしくは仲卸業者の段階に何らかの不適切な取扱いがあったものと推定された。

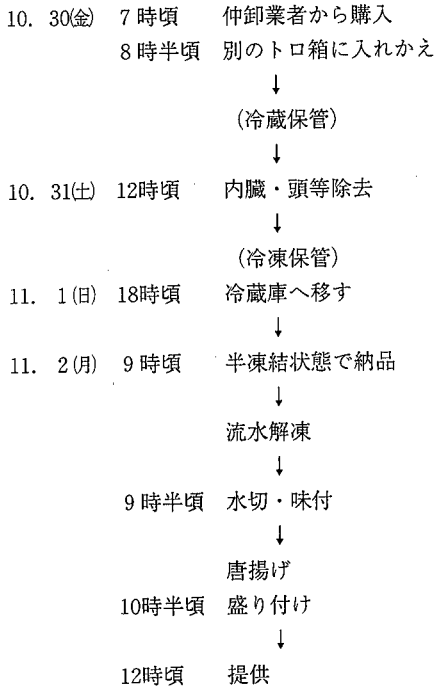


図1. 原因となったアジの喫食までの経路

### III 検査方法及び結果

喫食状況調査から昼食献立中のアジの唐揚げ（あんかけ）が疑われ、また、症状や発症までの潜伏時間からヒスタミン食中毒の可能性が大きいと考えられたため、アジの唐揚げ残品について、ヒスタミンの検査を実施した。なお、念のため、唐揚げに使用した油についても酸価、過酸化物質の検査も実施した。

#### 1. アジの唐揚げ残品中のヒスタミンの検査

検査法の概略を図2に示した。すなわち、まず、トリクロロ酢酸抽出液を用いて、薄層クロマトグラフィー（TLC）によるヒスタミン等の定性検査<sup>1)</sup>を行ったの

ち、「食品衛生検査指針 II」<sup>2)</sup>に準拠して、Amberlite カラム処理液をジアゾカップリング試薬により発色させ、定量した。また、抽出液およびカラム処理液の両方を用いて、液体クロマトグラフィー法（HPLC）によっても定量を行った。

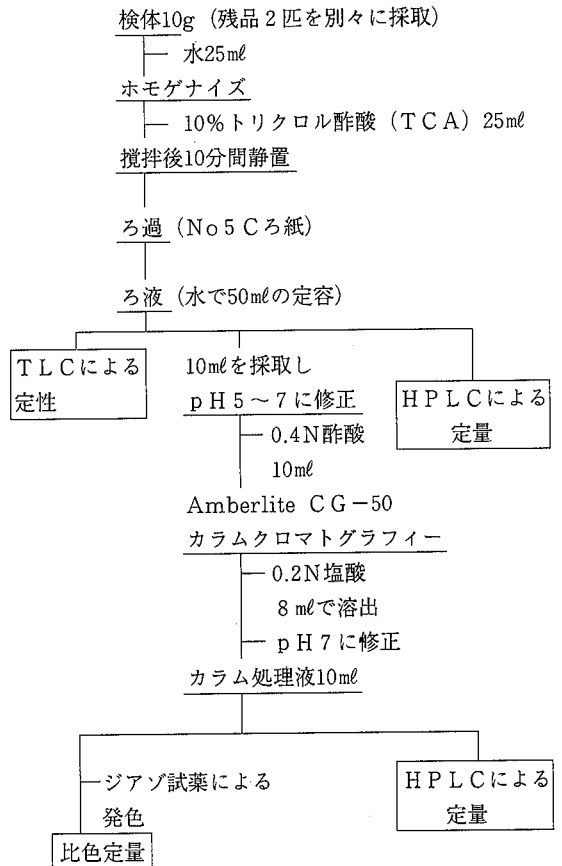


図2. ヒスタミン検査の概略

#### 1) TLCによる定性検査

「衛生試験法 注解(1980) 追補」<sup>1)</sup>に記載されている方法に従い実施した。TLCプレートは市販のシリカゲルプレート（メルク社製HPTLCplates Silicagel 60、濃縮ゾーン付、10×10cm）を用い、スポット量は10μl、展開溶媒はアセトン-25%アンモニア水（9:1）で行った。展開後の発色試薬は、フルオレスカミン試薬噴霧による蛍光スポットを観察したのち、ニンヒドリン試薬による呈色スポットを観察する方法を用いた。

トリクロロ酢酸抽出液のTLCクロマトグラムを図3に示した。

アミノ酸類のスポットおよびヒスタミンのスポットの

他にもう1個のスポットが認められたので、ヒスタミンを含む種々の不揮発性のアミン類について、同様にTLCを行い、そのRf値を求めた結果を表2に示した。これからわかるとおり、もう1個のスポットのRf値はカダベリンのRf値に一致した。

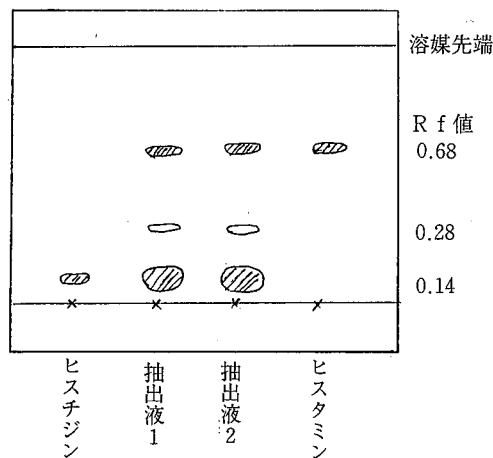


図3. TLC クロマトグラム

表2. 各種不揮発性アミン類等のTLC (Rf値)

	Rf 値
フェネチルアミン	0.86
カダベリン	0.28
トリメチルジアミン	0.15
トリブタミン	0.88
チラミン	0.85
ブトレミン	0.23
スベルミジン	0.03
アグマチン	0.21
ヒスタミン	0.68
ヒスチジン	0.14
グルタミン酸	0.02

また、フルオレスカミン試薬およびニンヒドリン試薬によるヒスタミンの最少検出濃度は、 $10 \mu\text{l}$ をスポットした時、それぞれ10 ppm と20 ppmであった。アジの唐揚げ残品のトリクロル酢酸抽出液の10倍希釈液を $10 \mu\text{l}$ スポットした場合にも、ニンヒドリン試薬によりヒスタミンのスポットが認められたことから、残品中には少なくとも100 mg%以上のヒスタミンが含有されていたことが、この時点で推定された。

## 2) 比色法によるヒスタミンの定量

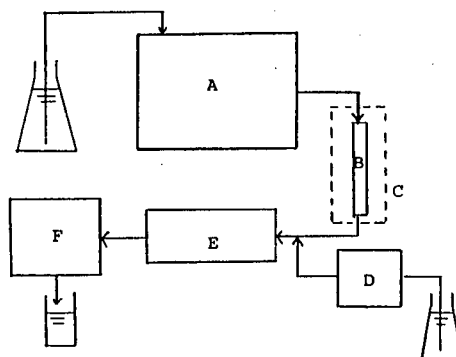
「食品衛生検査指針 II」に示されている方法に準拠

し、トリクロル酢酸抽出液をAmberlite CG-50カラム処理した試薬溶液について、比色定量を行った。

その結果、アジの唐揚げ残品2個体のヒスタミン濃度の平均値は630 mg%であった。

## 3) HPLCによるヒスタミン等の定量

トリクロル酢酸抽出液およびAmberlite CG-50カラム処理液両者を用い、HPLCによりヒスタミン等の定量を行った。HPLCの構成は図4に示したとおり、カラム分離後、O-フタルアルデヒド試薬と反応させ、生じた蛍光物質を蛍光検出器により検出する方法で行った。HPLCの条件を表3に示した。



- A ; 高圧ポンプ (移動層用) ・島津 LC-5 A
- B ; カラム 島津 ISC-07 (15cm)
- C ; カラム恒温器 島津 CTO-2 A
- D ; 中圧ポンプ (反応液用) 東洋化学 RFP20 L
- E ; 化学反応槽 島津 CRB-3 A (3本直列)
- F ; 蛍光検出器 日本分光 EP110 C

図4. HPLC構成図

表3. HPLC測定条件

移動相 ; 0.2 Mクエン酸3 Na-NaOH (pH 12.0)

移動相流速 ;  $500 \mu\text{l}/\text{分}$

移動相用高圧ポンプ ; 島津 LC-5 A

HPLCカラム ; 島津 ISC-07 (15cm)

蛍光化試薬 ; 0.8% O-フタルアルデヒド  
(0.002%メタルカプトエタノール含有)

化学反応槽 ; 島津 CRB-3 A (3本直列)

試薬注入ポンプ ; 東洋化学 RFP 20 L

試薬注入量 ;  $500 \mu\text{l}/\text{分}$

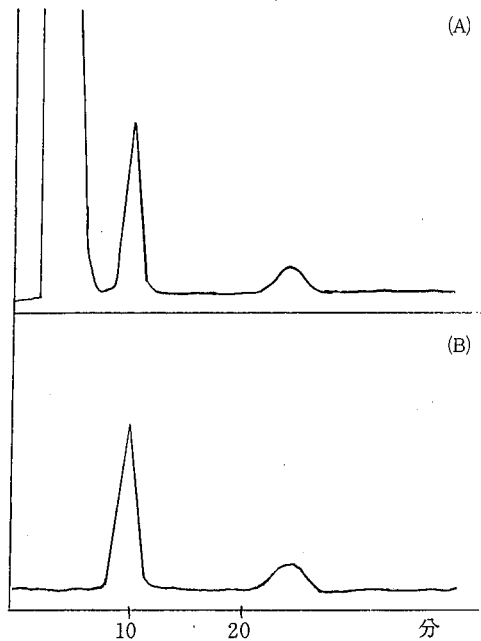
蛍光検出器 ; 日本分光 FP110 C

蛍光測定条件 ; Ex 334 nm Em 460 nm

カラム恒温槽温度 ;  $55^\circ\text{C}$

化学反応槽温度 ; 室温

トリクロロ酢酸抽出液および Amberlite CG - 50 カラム処理液, それぞれ HPLC クロマトグラムを図 5 に示した。



(A) トリクロロ酢酸抽出液  
(B) Amberlite CG-50 カラム処理液

図 5. HPLC クロマトグラム

トリクロロ酢酸抽出液では, 大きなピークのすぐあとにヒスタミンのピークと, もう一つ小さなブロードなピークがみられ, Amberlite CG - 50 カラム処理液では大きなピークは消失し, ヒスタミンのピークともう一つ同様なピークが認められた。後の方のピークは, pH 12.0 の移動相では 24 分, pH 12.4 の移動相では 12 分でカダベリンの  $R_t$  に一致した。

HPLC により求めたアジの唐揚げ中のヒスタミン濃度は 2 個体の平均で 560 mg% であり, カダベリンの濃度は同様に 53 mg% であった。

## 2. 唐揚げに用いた油の酸価, 過酸化物質

原因食品を提供した飲食店で, アジの唐揚げに用いた油について, 常法<sup>3)</sup>に従い, 酸価 (AV) 及び過酸化物質価を測定したところ, それぞれ, 1.1 と 2 meq / kg 以下で, 全く異常は認められなかった。

以上の結果から, 本食中毒の原因食品はアジの唐揚げであり, 病因物質は, その中に多量に含まれていたヒスタミンであることが判明した。

## IV 考 察

魚介類を原因食品とするヒスタミン食中毒は, わが国では毎年数例が発生しているが, そのほとんどは患者数が 10 名以下の小規模な発生例となっている<sup>4)</sup>。

今回, 私共が遭遇したヒスタミン食中毒事例は, 患者数が 38 名であり, ヒスタミン食中毒としては規模が大きい部類に属すると思われる。

症状や発症までの潜伏時間等は, 従来, 報告<sup>6-7)</sup>されているヒスタミン食中毒事例とほぼ同様であり, 典型的なヒスタミン食中毒事例であった。原因食品から検出されたヒスタミン濃度も, 560 mg% (HPLC による値) で, 食中毒をおこす濃度として言われている<sup>1)</sup> 400 mg% を大きく上回っていた。また, 昭和 45 年から 60 年までに, 食中毒事件録 (厚生省) や各地方衛生研究所報告, 全国食品衛生監視員研修会研究発表抄録などに記載されているヒスタミン食中毒例の中から, 原因食品中のヒスタミン濃度が記載されている事例をピックアップしてみたところ表 4 のような結果であった。

表 4. わが国におけるヒスタミン食中毒の代表例

年月	発生地	原因食品	患者数		原因食品中のヒスタミン濃度	
			人	%	mg%	
32	宮城県	さんま	10	91	600-700	
35	東京都	いわし	16	64	1000	
38	愛知県	さば	65	4	350	
45.7	〃	さば	38	13	400-800	
48.9	〃	あじ	2656	54	700-1000	
48	横浜市	まぐろ	9	?	250-500	
50.9	岐阜県	さば	278	13	500-800	
51	横浜市	かじき	?	?	700	
54	〃	まぐろ	?	?	350	
55.9	東京都	いわし	12	11	400	
56.5	〃	さば	1	100	133	
58.8	広島県	まぐろ	?	?	230	
58	栃木県	さわら	?	?	300	
59	福岡県	さば	?	?	390	
59.3	静岡県	かつお	29	63	430-510	
59.12	和歌山	かれい	101	78	630	
60.4	三重県	かじき	4	?	760	
60.7	東京都	さわら	20	77	210	
60.9	宮崎県	ぶり	13	93	850	
52.8	福岡市	さば	2	?	750	
52.8	〃	あじすりみフライ	5	63	480	
62.11	〃	あじ	38	63	630	

この表からわかるとおり、原因食品中のヒスタミン濃度が 400 mg % 以下の事例もかなりみられ、最も低いものでは、72 ~ 102 mg % の事例<sup>9)</sup>も報告されている。喫食量の差を当然考慮すべきであるが、それを無視すれば、これら過去の事例からみて、食中毒をおこす虞れのあるヒスタミン濃度としては 100 mg % 程度以上とみるのが最も妥当であろう。

今回の私共の事例では、ヒスタミンの他に少量 (53 mg %) のカダベリンも検出されたが、S. 60 年 7 月の東京都の事例<sup>9)</sup>でも同様な報告がみられる。ヒスタミン食中毒の際、他のアミンの共存はヒスタミンによるアレルギー症状の発症を高めると言われているが、実際の食中毒事例の際に、ヒスタミン以外のアミンが検出されたという報告は上記の例以外に見当たらない。今回の事例でも検出されたカダベリンがアレルギー症状発症に関係していたかどうかは不明であり、今後のデータの積み重ねを待つ必要がある。

ヒスタミンが疑われる食中毒の検出方法については、今回、私共が実施したように、まず TLC によりヒスタミンおよび他のアミンの存在を確認 (定性) したのち、HPLC<sup>10-13)</sup>により定量する方法が、ヒスタミン以外のアミン類の検出が同時におこなえる点から最も有効であろうと考える。Amberlite CG-50 カラム処理後に、ジアゾ試薬による比色定量法では、ヒスタミン以外のアミン類を識別して定量できないためである。今回の場合も、比色定量法で求めたヒスタミンの濃度は、HPLC で求めたヒスタミンの濃度およびカダベリンの濃度の和よりも高い値を示し、上記のことが確認された。

今回のアジの唐揚げを原因食品とするヒスタミン食中毒事例の発生原因については、唐揚げとして提供した飲食店に納入した鮮魚店が、週末の金曜日の朝に仕入れた

アジを月曜日に飲食店に納入するまでに、冷蔵保管と冷凍保管をくり返している間に何らかの原因でヒスタミンが生成されたものとしか推定できなかった。

本食中毒の喫食状況調査、患者の症状等、原因食品の流通経路等の調査については福岡市中央保健所衛生課の食品衛生監視員によって行われたものである。

## 文 献

- 1) 日本薬学会論; 衛生試験法・注解 (1980) 追補 (1983), 金原出版
- 2) (社) 日本食品衛生協会; 食品衛生検査指針 II, 211 - 213, 1978
- 3) (社) 日本食品衛生協会; 食品衛生検査指針 II, 121 - 127, 1978
- 4) 山中 英明, 天野 慶之; 食品衛生研究, 34, 277 - 288, 1984
- 5) 厚生省食品保健課; 全国食中毒事件録, 30 - 33, 1973
- 6) 浮島 美之; 食衛誌, 26, 531 - 532, 1985
- 7) 中村 章; 食衛誌, 23, 197 - 198, 1982
- 8) 泉広 栄 他; 石川県衛公研年報, 24, 407 - 411, 1987
- 9) 真木 俊夫 他; 東京衛研年報, 37, 163 - 165, 1986
- 10) 吉田 綾子 他; 食衛誌, 339 - 343, 1982
- 11) 玉瀬喜久雄 他; 食衛誌, 525 - 529, 1984
- 12) 外海 泰秀 他; 食衛誌, 525 - 529, 1984
- 13) Gouygou, J. O. et al; J. Food Sci. 52, 925-927, 1987

# V 資 料





(資料) 昭和62年度食中毒・苦情関係細菌検査結果

微生物課 微生物係

昭和62年度に食中毒・有症苦情として当所に搬入されたものは51事例、588件であった。本年は民間の検査施設よりの患者菌株譲渡が5事例8株あった。民間の検査施設では病院等からの依頼で患者便の菌分離を実施するのみであることから、血清型等のさらに詳細な検査のため当所に菌株を譲渡してもらったものである。

その他にも無症苦情として6事例、13件が搬入された。詳細は表に示す。

昭和62年度 食中毒・苦情関係細菌検査結果

No.	保健所	受付日	喫食又は購入施設	喫食者数	発症者数	潜伏時間(hr)	主症状	原因とおぼしき食品	検体種類(数)	推定原因菌	備考
1	西	4/20	弁当屋	3	2	3	腹痛・下痢	天とじ丼	患者便1(従業員便4)ふきとり(4)苦情品(1)参考品(1)	不明	
2	博	4/23	弁当屋	2	2	3	嘔吐	高菜弁当	患者便(1)ふきとり(1)苦情品(1)参考品(1)	ブドウ球菌 コア2型 ET A型	手にかぶれのある従業員が原因
3	博	4/28	デパート	4	4	5~13	下痢・嘔気・嘔吐	刺身・天ぷら	患者便(3)苦情品(1)参考品(1)	不明	
4	中	5/1	惣菜店	7	3	9~10	嘔吐・下痢	ちくわ	患者便(1)家族便(1)吐物(1)苦情品(1)	不明	
5	博	5/14	ラーメン屋	1	1	1	下痢	チャンポン	患者便(1)	不明	
6	早	5/21	スーパー	3	2	8~9	下痢	刺身・うなぎ	患者便(1)苦情品(2)	不明	
7	博	5/21	駅弁	259	40	?	下痢	筑前弁当	参考品(7)	不明	患者は姫路の中学生、原因は他施設
8	博	5/22	ホテル	180	3	8	腹痛	パーティーの食事	従業員便(4)ふきとり(1)苦情品(2)	不明	
9	城	5/27	スーパー	7	2	1.5~6.5	下痢	辛子めんたい	患者便(2)苦情品(1)	不明	
10	博	5/30	食堂	15	7	18	下痢・発熱	定食	患者便(7)従業員便(3)ふきとり(1)参考品(1)	サルモネラ 07,H: eh,en,Z15 (S.braenderup)	
11	博	6/1	料亭	5	2	2~2.5	下痢・腹痛	料亭の食事	患者便(1)	不明	福岡県でも不明
12	中・城・博	6/10	弁当屋	32	4	3~4	嘔吐・腹痛	幕の内弁当	患者便(3)従業員便(2)ふきとり(9)苦情品(8)	ブドウ球菌 コア7型 ET AB型	
13	中	6/29	塾の寮	186	6	不明	下痢	寮の食事	患者便(7)従業員便(1)参考品(1)	病原大腸菌 (0128: K67)	患者3名、従業員2名より検出
14	西	6/30	保育園	15	7	不明	下痢	保育園での食事	患者便(42)	カンピロバクター (C. jejuni)	当初は伝言扱い
15	南	7/18	病院	132	7	不明	下痢・悪寒・発熱	病院の給食	患者便(26) 従業員(31)ふきとり(15) 検食(9)	サルモネラ 04,Hi,1,2 (S.typhimurium)	患者7名より検出
16	博	7/20	スーパー	1	1	不明	下痢	おにぎり	苦情品(1)参考品(1)	不明	
17	博	7/22	スーパー	1	1	3	腹痛・下痢	サラダ	苦情品(1)参考品(1)	不明	
18	博	7/22	食堂	83	3	18~19	下痢	食堂の昼食	患者便(4)従業員便(5)ふきとり(2)	腸炎ビブリオ (K-63)	
19	博	7/23	食堂	7	3	10~12	腹痛・下痢	食堂の夕食	患者便(2)従業員便(4)ふきとり(5)参考品(1)	腸炎ビブリオ (K-63)	患者1名(検査センター分与)より検出

No.	保健所	受付日	喫食又は 購入施設	喫食 者数	発症 者数	潜伏 時間(hr)	主症状	原因とおぼしき 食品	検体種類(数)	推定 原因菌	備考
20	博	7/24	割烹料理店	644	23	13~24	下痢・発熱	500円定食	患者便(8)従業員便(6)ふきとり(22) 検査(7)	腸炎ビブリオ (K-8)	
21	博	7/25	自宅 (飲食店)	1	1	12	腹痛・下痢	不明	患者便(1)	腸炎ビブリオ (K-5)	
22	南	7/26	団地の 夏祭り	385	64	4~6	嘔吐・腹痛・下痢	かしわのおに ぎり他	患者便(48)吐物(1)残品(12)	ブドウ球菌 コア7型ET AB型	
23	中	7/26	食堂	1以上	1	3	嘔吐・下痢	かしわのおにぎり	患者便(1)ふきとり(3)	ブドウ球菌 コア6型ET AC型	患者便は7/31 検査センター より入手
24	中	7/31	食堂	2	1	45分	嘔吐・下痢	チキンカツ	患者便(1)ふきとり(2)	不明	
25	博・西	8/10	レクセン ター	7	3	10	嘔吐・下痢	寿司・天ぷら	患者便(3)参考品(1)	腸炎ビブリオ (K-38, K-56)	
26	早	8/12	弁当屋	1	1	2	嘔吐・下痢	ハンバーグ弁当	苦情品(1)ふきとり(3)	不明	
27	南	8/14	鮮魚店 (北九州市 若松区)	4	2	16~27	腹痛・下痢	ウニ(韓国産)	患者便(2)	腸炎ビブリオ (K-3)	北九州市でも 同型検出
28	中	8/20	スーパー	1	1	1	嘔吐・下痢	ワカメうどん	患者便(1)	不明	スーパーの検 査室でうどん よりセレウス 菌検出
29	中	8/22	鮮魚店?	1	1	?	嘔吐・下痢	赤貝の刺身?	患者便(1)参考品(1)	腸炎ビブリオ (K-21, K-33)	
30	博	8/24	ホテル (滋賀県)	343	45	19~21	嘔吐・下痢	ホテルの夕食	患者便(7)	腸炎ビブリオ (K-8)	
31	東・南	8/27	民宿	1以上	1	?	腹痛・下痢	民宿の朝食	患者便(2)	腸炎ビブリオ (K-56)	菌株1を検査 センターより 分与
32	南・東	8/27	食堂 (広島県)	5	3	11~18	腹痛・下痢	ウニめし	患者便(3)	腸炎ビブリオ (K-63)	菌株1を検査 センターより 分与
33	西・南	8/28	仕出し屋 (福岡県)	11	5	9~17	腹痛・下痢	仕出し料理	患者便(2)ふきとり(4)参考品(8)	腸炎ビブリオ (K-33)	
34	博	8/29	不明	1以上	1	9~15	嘔吐・腹痛・下痢	ウニ (ピン入り)?	患者便(1)ふきとり(5)参考品(1)	腸炎ビブリオ (K-15)	
35	西・早	9/7	自宅	2	2	20~22	嘔吐・腹痛・下痢	さよりの刺身	患者便(2)ふきとり(3)参考品(1)	腸炎ビブリオ (K-3)	
36	南	9/7	工事現場 の食事	14	12	?	腹痛・下痢	塩さば?	患者便(4)ふきとり(6)参考品(1)	腸炎ビブリオ (K-3)	菌株4を検査 センターより 分与
37	城・中 南・東	9/9	自宅	1	1	20~22	嘔吐・腹痛・下痢	刺身 (ヒラスタク)	患者便(1)ふきとり(3)参考品(2)	腸炎ビブリオ (K-3)	菌株1を検査 センターより 分与
38	東	9/16	食堂	2以上	2	21~26	嘔吐・下痢	会席料理 (ウニ)	患者便(5)ふきとり(2)参考品(1)	腸炎ビブリオ (K-33)	

No.	保健所	受付日	喫食又は購入施設	喫食者数	発症者数	潜伏時間(hr)	主症状	原因とおぼしき食品	検体種類(数)	推定原因菌	備考
39	東・早	9/16	不明	1	1	?	下痢	不明	患者便(1)	サルモネラ O18 H: Z4 Z23?	型別不能
40	東・南	9/24	弁当屋	1	1	1	嘔吐・腹痛	寿司	患者便(1)ふきとり(4)参考品(3)	不明	
41	東	10/29	菓子店	?	1	?	下痢	和生菓子	患者便(1)苦情品(1)参考品(1)	不明	
42	城	11/17	不明	2	1	?	腹痛・下痢	不明	患者便(1)	不明	
43	南	11/18	スーパー	4	4	1	嘔吐	いか足	苦情品(1)	不明	
44	博	12/15	サウナ	1	1	1~1.5	嘔吐	焼鳥	患者便(1)吐物(1)参考品(1)	不明	
45	博	12/25	弁当屋	2	2	11	下痢	おにぎり	患者便(2)ふきとり(8)	不明	
46	博	1/25	スナック	6	5	36~60	下痢	酢ガキ	患者便(5)ふきとり(1)苦情品(3)	不明	ウイルス学的 調査未実施
47	博多	2/9	旅館 (雲仙)	70	20	13~25	嘔吐・腹痛	旅館の食事 (酢ガキ)	患者便(14)	不明	〃
48	南	2/15	焼鳥屋	54	15	3.5~62	嘔気・下痢	酢ガキ	患者便(15)ふきとり(4)苦情品(4)	不明	〃
49	博	2/26	空港食堂 (羽田)	1	1	4.5	嘔吐・下痢	ポークカレー ライス	患者便(1)吐物(1)	不明	
50	博	2/29	自宅	1	1	?	腹痛・軟便	米飯	患者便(1)苦情品(1)	不明	
51	南	3/5	鮮魚店	2	2	2	嘔気・嘔吐	ゴマさば	患者便(2)苦情品(1)ふきとり(7)	不明	アニサキスの 疑い?

(資料) 昭和62年度における腸内病原微生物検出状況

微生物課 臨床検査係

昭和62年度に実施した一般依頼、勸奨検便及び行政依頼による防疫検便からの腸内病原微生物検出状況は表1に示す通りである。

1) 赤痢菌検出状況

行政依頼による防疫検便2,943件より、*Shigella sonnei* 1株、*Shigella flexneri 2a* 4株及び*Shigella flexneri 3a* 1株計6株を検出した。また、本年度は、*Shigella flexneri 2a* (以後、*S.flex 2a*と略す)の散発事例をいくつか経験したのでその概要を述べる。

62年5月下旬、中央区で女性の真性赤痢の届け出があり調査の結果、家族(小児2人)より赤痢菌が検出された。子供の通うA幼稚園、B小学校及び接触者計315名の検便を実施したが、結果はすべて陰性であり、家族内感染のみであった。その後、10月まで市内における赤痢発生は見られなかったが、10月中旬、西区で刺身を食べた家族(母親、姉、園児)が次々に発病し、以後63年1月まで早良区、城南区、東区、中央区、南区、博多区の順で相次いで魚介類を食べた小、中、大学生及び大人の発病が認められた。接触者等計2,051名及び魚介類計68件を検査したところ、小学生の患者の同級生2名及び2回目の家族検便より1名の計3名より*S.flex 2a*が検出された。魚介類から赤痢菌は検出されず、原因は不明であった。

表2. 分離サルモネラの血清型別

血清型	勸奨検便			一般株 検依同 便頼定	行政 株同 検査	群 合別 計 (%)
	食品取 扱い者	保育 園等	そ の 他			
04 : d; 1,7 : i; 1,2 : l,v; enz <sub>15</sub>	1	1		3 1		6 (22.2)
07 : d; 1,5 : d; 1,7 : g,m;— : g,m,s;— : y; 1,5 : Z <sub>29</sub> ;—		1 1 1		1 1	1	6 (22.2)
08 : l,v; 1,2 : z <sub>10</sub> ; enx		1	1	1 3	1	8 (29.6)
09 : d;— : g,m;— : l,v; 1,5		1		2 1		4 (14.8)
03,10 : eh; 1,6		1				1 (3.7)
01,3,19 : g,s,t;—	1			1		2 (7.4)
合計	2	7	2	2 12 2	2	27

表1. 腸内病原微生物検出状況

区	菌種	検 査 件 数	赤痢		サルモネラ						N A G ビ ブ リ オ	カ ン ピ ロ バ ク タ ー	E T E C	E P E C	プ レ シ オ モ ナ ス	合 計 ( 検 出 率 )
			2a	3a	04	07	08	09	03,10	01,3,19						
依 頼 査	小 計	40,216	4	1 1	2	4	5	1	1	2	1	1	1	4	1	29 (0.07)
依 頼 査	一 般 検 便	3,561						1		1						2 (0.06)
	勸 奨 検 便	33,711			2	3	3	1	1	1						11 (0.03)
	小 計	2,943	4	1 1	1	1					1	1	1	4	1	16 (0.5)
行 政 査	チ フ ス	141														0
	赤 痢	2,503	4									1				5 (0.2)
	海 外 旅 行 者 ( 接 触 者)	43(167)		1 1			1	1			1		1	4	1	11 (5.2)
	チ フ ス 経 過 者	10														0
赤 痢 ア メ ー バ	79														0	

2) チフス及びその他のサルモネラ検出状況

一般依頼及び勸奨検便 37,273 件より 13 株, 防疫検便 2,809 件より 2 株計 15 株のサルモネラが検出された。検出株数は, 前年度より減少した。また, 病院等より 12 株 (うちチフス 2 株) の菌株同定依頼があった。合計 27 株の血清型を表 2 に示した。血清型では, 08: z<sub>10</sub>; enx が 5 株と最も多く, 次いで 04: i; 1,2 の 4 株であった。

3) その他の病原菌検出状況

台湾人のツアー客より, NAG ビブリオ 1 株及び EPEC (01) 1 株を, タイツアー参加者より, プレシオモナス 1 株及び EPEC (044) 3 株を, 疑似赤痢患者よりカンピロバクター 1 株を検出した。

4) 原虫類検出状況

本年度は, 赤痢アメーバの事例が 4 事例あり, 接触者等 79 名より糞便からの検出を試みたが, 原虫類は検出されなかった。

5) 海外旅行者からの病原菌検出状況

本年度当所で検査を実施した海外旅行者は, 43 名と前年度よりやや減少した。海外旅行者からの病原菌検出状況は表 3 に示すとおりで, EPEC が 4 株と最も多く検出されており, 以下, サルモネラ及び赤痢の 2 株の順であったが, 赤痢菌の検出された 2 事例を次に述べる。

表 3. 海外旅行者からの病原菌検出状況

月	旅行先	検査件数	検出件数	検出菌名
S62				
4	インドネシア	2	1	ETEC (LT)
7	※台湾・韓国	11	1	サルモネラ 07
			1	〃 08
			1	NAG ビブリオ
			1	EPEC (01)
9	タイ・バンコク	5	1	<i>P.shigelloides</i>
			3	EPEC (01)
10	中 国	11	1	<i>Shigella sonnei</i>
11	バンコク・ネパール	2	1	<i>Shigella flexneri 3a</i>

※台湾人が韓国経由で来福した事例

表 4. 月別にみた病原細菌検出状況 (昭和 62 年度) 同定依頼除く

菌種・群	検出事例数												合計	
	月	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2		3
<i>Shigella</i> (A-D total)								5	1					6
<i>S. schwarzengrund</i> (04)													1	1
<i>typhimurium</i> (04)			1											1
<i>bareilly</i> (07)					1									1
<i>isangi</i> (〃)			1											1
<i>kambole</i> (〃)			1											1
<i>othmarschen</i> (〃)						1								1
<i>istanbul</i> (08)					1						1			2
<i>litchfield</i> (〃)		1	1											2
<i>pakistan</i> (〃)					1									1
<i>panama</i> (09)										1				1
<i>anatum</i> (03,10)											1			1
<i>senftenberg</i> (01,3,19)									1				1	2
NAG vibrio					1									1
<i>Campylobacter</i> spp.											1			1
<i>Plesiomonas shigelloides</i>					1									1
ETEC		1												1
EPEC					4									4
合計		2	4		9	1		5	2	1	3		2	29

#### 事例 1

10月に、6才児（♀）が、真性赤痢（*S. sonnei*）との連絡があった。家族及び患者の通う幼稚園関係者計431名を検査したところ、中国旅行帰りの祖父母より同菌を検出した。その後、患者の母親、弟からも同菌が検出され、家族内感染事例であった。

#### 事例 2

11月に、タイ・ネパール旅行者より、大阪検疫所にて（*S. flex 3a*）の真性赤痢発生との連絡があり、同行者2名及び接触者17名計19名を検査したところ、同行者1名より同菌が検出された。

#### 6) 月別にみた病原微生物検出状況

月別にみた病原微生物検出状況は表4に示す通りで、7月が9件と最も多く次いで10月の5件、5月の4件の順であり、年間を通してはほぼ毎月検出されているが、特に5～7月にかけて多く検出された。

## (資料) 過去14年間の食品化学関係違反食品についてのまとめ

### 理化学課 衛生化学係

過去14年間に扱った食品化学関係の違反事例を一覧表として表1に示した。また、これらを食品と年別、食品と検査項目別、検査項目と年別に整理し、それぞれ表2～4に示した。

#### 1 違反事例一覧からみた特徴(表1)

そのほとんどが添加物の使用基準違反で、特に食品衛生法七条違反であるが、なかには同法六条違反の事例もみられた。例えば昭和49年1月に味付けしょうがからスルファミン酸が検出された例、昭和50年6月のグレープフルーツからオルトフェニルフェノールが検出された事例、昭和51年8月、昭和56年4月、昭和60年11月、昭和61年9月に干菓子等から旧食用色素紫1号が検出された事例、昭和59年8月果実加工品(ファーム)にサイクラミン酸、ズルチンが検出された事例などがあつた。

また、添加物違反以外のものとして残留農薬の過量残留例や、昭和57年以降検査を開始した合成抗菌剤特にナイカルバジンの鶏卵への残留例がかなりみられた。

#### 2 食品と年別からみた特徴(表2)

昭和59年は、切りごぼう等の簡易加工野菜の違反例が多く全体として違反数が最も多い。昭和55年まで毎年違反が続いていたゆでめんの違反が昭和55年から顕著に減少している。

#### 3 食品と検査項目からみた特徴(表3)

検査項目では、亜硫酸塩の違反が最も多くその約3分の2を簡易加工野菜が占めている。ソルビン酸の違反は多くの種類の食品にわたって見られる。過酸化水素の違反は、そのほとんどをゆでめんが占めている。

#### 4 検査項目と年別からみた特徴(表4)

ソルビン酸と亜硫酸塩は各年を通して違反の多い項目である。プロピレングリコールは、昭和56年以降連続して違反がおこっている。

#### 5 添加物の用途分類別の特徴

- 1) 保存料 デヒドロ酢酸は、昭和48年に指定対象が大幅に狭められた後、菓子類に不正使用が目だっていたが、昭和57年以降違反例はなくなっている。

ソルビン酸は各年を通して違反が多くポピュラーな添加物であることを示しているが、魚練り製品、あん類、漬物等での過量使用が顕著である。近年饅頭のようにあんと皮のある製品で、皮のほうに不正使用がなされる例も散見されている。

- 2) 漂白剤 各年を通して亜硫酸塩の違反例が多い。特に野菜、かるかん、さらし鯨等。
- 3) 着色料 食品添加物指定削除となり使用禁止の色素が検出する例が時折見受けられる他、外国で許可されている指定外色素が輸入品から検出される例や、鮮魚に対する不正使用例がある。
- 4) 甘味料 サッカリンナトリウムに使用基準が設けられて以来、過量使用による違反例が多い。
- 5) 品質保特剤 昭和56年6月にプロピレングリコールの使用基準が設けられて以来、生めん、ぎょうざの皮への過量使用など違反例が多い。
- 6) 発色剤 食肉製品に違反例がなく、鯨肉製品に亜硝酸塩の不正使用が目だっている。明太子は昭和58年の基準緩和以降違反例は少ない。
- 7) 殺菌料 過去に過酸化水素の違反例が多かったが、昭和55年10月より事実上使用禁止となって以来漸次減少した。しかし、その後も散発的に違反がみられ最近もうどん等において検出例があつた。



表一 過去14年間の違反食品の検査結果

表示違反を除く

【年月日】	【食品名】	【内容】		【備考】
49. 1.29	味付けしょうが (台湾産)	スルファミン酸		
49. 1.22	かずのこ (韓国ルート輸入もの)	過酸化水素	80 ppm	
49. 6	ばれいしょ	Dieldrin	0.0056 ppm	
49. 7	きゅうり	Dieldrin	0.073 ppm	
		Endrin	0.029 ppm	
49. 8	きゅうり	Dieldrin	0.087 ppm	
49. 8	きゅうり	Endrin	0.012 ppm	
49. 8	きゅうり	Dieldrin	0.078 ppm	
49. 8. 2	水ようかん	デヒドロ酢酸	0.56 g/kg	48.4.28デヒドロ酢酸
49. 8. 5	くずまんじゅう	デヒドロ酢酸	0.12 g/kg	あん類に使用禁止
49.12. 5	醤油	安息香酸	0.72-0.90 g/kg	
49.12.19	かまぼこ	ソルビン酸	3.1 g/kg	
50. 1. 9	ゆでめん	過酸化水素	170 ppm	
* 50. 1.22	餅	デヒドロ酢酸	0.4 g/kg	
50. 2.27	もやし	SO <sub>2</sub>	1.2 ppm	
50. 2	大根	Endrin	0.007-0.008 ppm	
50. 3.24	もやし	SO <sub>2</sub>	1.8 ppm	
50. 3.26	もやし	SO <sub>2</sub>	20 ppm	
50. 4.30	もやし	SO <sub>2</sub>	5.0 ppm	
50. 4.30	もやし	SO <sub>2</sub>	2.7 ppm	
50. 6. 9	ゆでめん	過酸化水素	125 ppm	
50. 6.12	切りごぼう	SO <sub>2</sub>	17 ppm	
50. 6.14	グレープフルーツ	オルトフェニルフェノール	2 ppm	52.4.30 オルトフェニルフェノール
50. 6.14	ゆでめん	過酸化水素	120 ppm	添加物に指定
50. 6.14	ゆでめん	過酸化水素	890 ppm	
50. 6.24	水ようかん	ソルビン酸	1.4 g/kg	
49. 6	きゅうり	Dieldrin	0.036 ppm	
50. 7.22	酢	パラオキニン安息香酸	0.16 g/l	
50. 7.30	水ようかん	ソルビン酸	0.05 g/kg	
50. 8. 8	ワカサギフライ	ソルビン酸	0.05 g/kg	
50. 9.27	切りごぼう	SO <sub>2</sub>	67.2 ppm	
50. 9.27	切りごぼう	SO <sub>2</sub>	37.6 ppm	
50.11.18	ちゃんぽんめん	過酸化水素	0.14 g/kg	
50.11.18	さらし鯨	SO <sub>2</sub>	1.5 mg/kg	
50.11.27	ゆでめん	過酸化水素	220 ppm	
50.11.27	ゆでめん	過酸化水素	150 ppm	
50.11.28	鯨肉ベーコン	亜硝酸根	159 ppm	
51. 3.26	ゆでめん	過酸化水素	389.5 ppm	
51. 3.30	切りごぼう	SO <sub>2</sub>	17 ppm	
51. 4. 8	切りごぼう	SO <sub>2</sub>	78 ppm	
51. 5.18	ゆでめん	過酸化水素	0.16 g/kg	
51. 5.18	ゆでめん	過酸化水素	0.20 g/kg	

【年月日】	【食品名】	【内容】	【備考】
51. 5.20	てんぷら	ソルビン酸	2.4-3.3 g/kg
51. 5.20	てんぷら	ソルビン酸	2.4-3.3 g/kg
51. 5.29	切りごぼう	SO <sub>2</sub>	
51. 6.10	さらし鯨	SO <sub>2</sub>	1007.5 ppm
51. 6.10	さらし鯨	SO <sub>2</sub>	88.9 ppm
51. 7.31	ゆでめん	過酸化水素	0.11 g/kg
51. 7	きゅうり	Dieldrin	0.35-0.079 ppm
		Endrin	0.022-0.046 ppm
51. 8. 6	さらし鯨	SO <sub>2</sub>	85 ppm
51. 8.18	らくがん	合成着色料	食用紫色1号検出
51. 9.10	ゆでめん	過酸化水素	0.26 g/kg
51. 9.10	ゆでめん	過酸化水素	0.20 g/kg
51.12.16	ゆでめん	過酸化水素	0.12 g/kg
51.12.16	ゆでめん	過酸化水素	0.19 g/kg
51.12.16	ゆでめん	過酸化水素	0.34 g/kg
51.12.23	さらし鯨	過酸化水素	0.26 g/kg
51.12.25	餅	ソルビン酸	0.38 g/kg
* 52. 4	てんぷら	ソルビン酸	2.3 g/kg
52. 5. 6	てんぷら	ソルビン酸	2.26 g/kg
* 52. 5	ゆでめん (うどん)	過酸化水素	0.1 g/kg
52. 6.30	さらし鯨	SO <sub>2</sub>	100.4 ppm
52. 7. 8	ゆでめん (うどん)	過酸化水素	0.11-0.24 g/kg
52. 7.27	魚練り製品	SO <sub>2</sub>	3.3 g/kg
* 52. 8	かに味 (魚練り)	過酸化水素	0.45 g/kg
52. 8. 4	茎わかめ	合成着色料	黄色4号, 青色1号検出
52. 8.10	てんぷら	ソルビン酸	2.4 g/kg
52. 8.12	イカフライ	ソルビン酸	0.17 g/kg
52. 9. 1	かに味 (魚練り)	過酸化水素	0.13-0.74 g/kg
52. 9.27	甘酢しょうが	ソルビン酸	0.77 g/kg
52.10. 4	煮豆	ソルビン酸	1.49 g/kg
52.10.21	さらし鯨	SO <sub>2</sub>	116 ppm
* 52.11	かにかまぼこ	過酸化水素	0.16 g/kg
52.12.19	ゆでめん (うどん)	過酸化水素	115 ppm
52.12.19	ゆでめん (チャンポンめん)	過酸化水素	31 ppm
52.12.24	クリスマスケーキ	ソルビン酸	0.14 g/kg (スポンジ)
53. 4.20	やおれまんじゅう	SO <sub>2</sub>	86 ppm
* 53. 4.21	つぶあん	SO <sub>2</sub>	63 ppm
53. 7. 8	てんぷら	ソルビン酸	3.43 g/kg
53. 9. 1	魚介加工品 (カレイみりん干し)	ソルビン酸	1.41 g/kg
53.10.19	さらし鯨	SO <sub>2</sub>	83 ppm
53.11.20	いか煮物	サッカリンナトリウム	0.09 g/kg
53.11.25	ゆでめん (うどん)	過酸化水素	480 ppm
53.12. 5	ゆでめん (うどん)	過酸化水素	190 ppm
53.12.16	切りようかん	ソルビン酸	1.2 g/kg
* 53.12.26	ゆでめん (うどん)	過酸化水素	120 ppm

【年月日】	【食品名】	【内容】		【備考】
53.12.26	ゆでめん (うどん)	過酸化水素	100 ppm	
53.12.27	ゆでめん (うどん)	過酸化水素	150 ppm	
54. 1.25	醤油	サッカリンナトリウム	0.59 g/kg	
54. 2.17	福神漬け	サッカリンナトリウム	1.37 g/kg	
54. 2.26	そうざい (やきとり)	ソルビン酸	0.07 g/kg	
54. 3.22	みそ	SO <sub>2</sub>	67 ppm	
54. 4.10	加糖あん	SO <sub>2</sub>	72,41 ppm	
54. 4.17	白つぶあん	SO <sub>2</sub>	82 ppm	
54. 4.24	あん	ソルビン酸	1.14 g/kg	
54. 4.24	あん	ソルビン酸	1.02 g/kg	
54. 5.25	ゆでめん	過酸化水素	210 ppm	
54. 6. 7	もやし	SO <sub>2</sub>	4 ppm	
54. 6.15	ゆでめん	過酸化水素	160 ppm	
54. 6.19	切りごぼう	SO <sub>2</sub>	11 ppm	
54. 6.29	魚介加工品 (焼きのし)	ソルビン酸	1.39, 2.02 g/kg	
54. 7. 4	魚練り (かに味)	過酸化水素	0.2 g/kg	
54. 7.17	魚介加工品 (みりん浸)	ソルビン酸	0.044 g/kg	
54. 7.17	米菓子	SO <sub>2</sub>	60 ppm	
54. 7.19	ゆでめん	過酸化水素	170 ppm	
54. 7.19	ゆでめん	過酸化水素	126 ppm	
54. 8.17	わかめの味噌汁	ソルビン酸	1.55 g/kg (わかめ) 2.90 g/kg (みそ)	
54. 7.28	ちくわ	ソルビン酸	2.2 g/kg	
54. 9.14	魚肉練り製品	ソルビン酸	2.23, 2.80, 2.73 g/kg	
54. 9.17	魚肉練り製品	ソルビン酸	2.13, 2.36 g/kg	
54.10.25	さらし鯨	SO <sub>2</sub>	410, 39 ppm	
54.12.26	魚肉練り製品 (てんぷら)	サッカリンナトリウム	0.31 g/kg	
55. 3.25	鯨南蛮漬け	合成着色料	赤色102号検出	55.2.20 過酸化水素 使用基準改正
55. 6. 9	ゆでうどん	過酸化水素	0.15 g/kg	
55. 6. 9	ゆでうどん	過酸化水素	0.14 g/kg	
55. 7. 7	魚介乾製品 (珍味さきいか)	ソルビン酸	1.1 g/kg	
55. 7	きゅうり	Dieldrin	0.026 ppm	
55. 8. 6	水ようかん	デヒドロ酢酸	0.8 g/kg	
55. 8.20	練りあん	SO <sub>2</sub>	0.06 g/kg	
55. 8.26	鯨の腸	亜硝酸根	10.2 g/kg	
55. 8.26	鯨のじん臓	亜硝酸根	4.1 g/kg	
55. 8.30	鯨の腸	亜硝酸根	1.2 g/kg	
55. 8.30	鯨のうね	亜硝酸根	0.6 g/kg	
55. 8.30	鯨の百ヒロ	亜硝酸根	2.2 ppm	
55.10. 1	ちくわ	臭素酸	0.30 g/kg	
55.10. 2	ゆでうどん	過酸化水素	0.14 g/kg	
55.10. 6	ゆでうどん	過酸化水素	0.048 g/kg	
55.10.13	寿司しょうが	ソルビン酸	0.85 g/kg	
55.10.21	ちくわ	過酸化水素	0.085 g/kg	
* 55.10.21	ゆでうどん	過酸化水素	0.009 g/kg	

【年月日】	【食品名】	【内容】		【備考】
55.10.22	油菓子	サッカリンナトリウム	0.36 0.15 g/kg	
55.11. 6	洗芋	SO <sub>2</sub>	0.76 g/kg	
55.11.11	芋納豆	SO <sub>2</sub>	0.04 g/kg	
55.12. 2	うどんめん	過酸化水素	0.034 g/kg	
55.12.25	一汐鯛 (宮崎県より通知)	合成着色料	赤色102号検出 (塩分濃度0.6%)	
56. 2.20	博多饅頭	ソルビン酸	0.16-4.22 g/kg ュ皮	
			0.59-1.10 g/kg (あん)	
56. 2.25	さらし鯨	SO <sub>2</sub>	40.0 ppm	
56. 2.25	鯨の腸	亜硝酸根	17.7 g/kg	
56. 3. 3	切りごぼう	SO <sub>2</sub>	5.7 ppm	
56. 3. 5	もやし	SO <sub>2</sub>	1.2 ppm	
56. 4. 2	高級珍味中華くらげ	ソルビン酸	0.17 g/kg	
56. 4.16	干菓子	合成着色料	食用紫1号検出	
56. 4.25	明太子 (紅葉子)	亜硝酸根	4.5-8.6 ppm	
56. 6. 5	ちくわ (北九州市より通知)	ソルビン酸	1.62 g/kg	
56. 6. 5	かるかんまんじゅう	SO <sub>2</sub>	0.034 g/kg (皮)	
			0.012 g/kg (あん)	
56. 6.18	ゆでうどん	過酸化水素	4.5 ppm	
56. 6.24	つぶあん入りういろう	ソルビン酸	0.098 g/kg	
* 56. 6.29	さおかるかん	ソルビン酸	0.13 g/kg	
* 56. 7. 9	だて巻	ソルビン酸	0.08 g/kg	
56. 7. 7	きゅうり	Dieldrin	0.053 ppm	
* 56. 9.10	ゆでめん	過酸化水素	0.4-1.6 ppm	
* 56.10.28	一口明太子	ソルビン酸	0.68, 0.80 g/kg	56.6.10 プロピレングリコール
* 56.12.16	ぎょうざの皮	プロピレングリコール	1.26 %	使用基準設定
* 57. 1.13	珍味 (イカフライ)	プロピレングリコール	0.98 %	
* 57. 1.22	高菜漬け	ソルビン酸	1.20 g/kg	
* 57. 2.16	ぎょうざの皮	プロピレングリコール	1.46 %	
* 57. 2.23	ぎょうざの皮	プロピレングリコール	2.10 %	
* 57. 2.23	ぎょうざの皮	プロピレングリコール	1.4 %	
57. 2.26	ぎょうざの皮	プロピレングリコール	1.76 %	
57. 5.11	からし明太子	亜硝酸根	3.4 ppm	
57. 5.12	煮豆	ソルビン酸	1.25 g/kg	
* 57. 5.27	鶏卵	ナイカルバジン	0.03 ppm	54.4.16 食品一般の
57. 6.30	きゅうり	Dieldrin	0.105 ppm	成分規格基準改正
57. 6.30	きゅうり	ダイアジノン	0.14 ppm	
57. 7. 8	氷菓 (苦情品として持ち込み)	塩化カルシウム	検出	
* 57. 7.14	鶏卵	ナイカルバジン	0.02 ppm	
* 57. 7.15	鶏卵	ナイカルバジン	0.67 ppm	
57. 8. 6	ゆでめん	過酸化水素	14 ppm	
57. 8. 9	生めん	プロピレングリコール	3.53 %	
57. 8. 9	生らーめん	プロピレングリコール	2.58 %	
57. 8.16	なす	EPN	0.19 ppm	
57. 8.21	生めん (ざるそば)	プロピレングリコール	2.26 %	

【年月日】	【食品名】	【内容】	【備考】
57. 8.25	栗ようかん	デヒドロ酢酸	0.55 g/kg
* 57. 9. 2	生めん	プロピレングリコール	2.36 %
* 57. 9. 6	鶏卵	ナイカルバジン	0.10 ppm
* 57. 9. 6	鶏卵	ナイカルバジン	0.02 ppm
57. 9.27	煮豆	ソルビン酸	1.85 g/kg
57. 9.27	煮豆	ソルビン酸	1.1 g/kg
57.10.14	大福もち (あん)	ソルビン酸	1.2 g/kg
57.10.19	破れまんじゅう	ソルビン酸	0.43 g/kg (皮) 0.09 g/kg (あん)
57.10.20	そうざい	ソルビン酸	0.02 g/kg
57.11.10	からし明太子 (東京都より 3.7 ppm検出通知)	サッカリンナトリウム 亜硝酸根	0.18 g/kg すべて1.0 ppm以下 (原卵15件, 製品他5件)
57.11.11	ぎょうぎの皮	プロピレングリコール	1.4 %
57.11.15	鶏卵	ナイカルバジン	0.43 ppm
57.11.15	鶏卵	ナイカルバジン	0.25 ppm
57.12.18	魚肉ねり製品	ソルビン酸	2.2 g/kg
58. 2. 3	洗いさといも	SO <sub>2</sub>	95 ppm
58. 3. 3	かるかんまんじゅう	ソルビン酸	0.59 g/kg (皮) 0.07 g/kg (あん)
58. 3. 3	ひし餅	合成着色料	黄色1号検出
58. 4. 6	ゆでれんこん	SO <sub>2</sub>	53 ppm
58. 5.26	ぎょうぎの皮	プロピレングリコール	2.2 %
* 58. 6. 2	鶏卵	クロビドール	0.07 ppm
* 58. 6. 2	鶏卵	クロビドール	0.08 ppm
58. 6.22	きゅうり	Dieldrin	0.057 ppm
* 58. 7.13	液卵	クロビドール	0.05 ppm
* 58. 7.14	鶏卵	ナイカルバジン	0.07 ppm
* 58. 7.14	鶏卵	ナイカルバジン	0.05 ppm
* 58. 7.14	鶏卵	ナイカルバジン	0.02 ppm
* 58. 7.14	鶏卵	ナイカルバジン	0.04 ppm
* 58. 7.14	鶏卵	ナイカルバジン	0.04 ppm
58. 7.28	生らーめん	プロピレングリコール	2.45 %
58. 8.10	魚肉ねり製品	ソルビン酸	2.2 g/kg
58. 8.18	ワイン	SO <sub>2</sub>	640 ppm
58. 9.22	ばれいしょ	Dieldrin	0.009 ppm
* 58.10.13	うずらの卵	スルファジメトキシ アンプロリウム	0.37 ppm 0.01 ppm
58.10.17	切りごぼう	SO <sub>2</sub>	1.3 ppm
58.11.15	ゆでうどん	過酸化水素	1 ppm
58.11.26	からし明太子 (神戸市より 亜硝酸根7.0ppm検出通知)	亜硝酸根	漬け込み液 12-14 ppm 漬け込み中めんたい 5.2 ppm
58.12.15	みそ	ソルビン酸	1.1 g/kg
59. 1.27	切りごぼう	SO <sub>2</sub>	46 ppm
59. 1.30	そぎごぼう	SO <sub>2</sub>	140 ppm

【年月日】	【食品名】	【内容】	【備考】
59. 1.30	手切りごぼう	SO <sub>2</sub>	220 ppm
59. 2.13	切りごぼう	SO <sub>2</sub>	7.6 ppm
59. 3. 8	さらしあん	SO <sub>2</sub>	(上白) 33-78 ppm (並) 34-44 ppm
* 59. 4. 5	柿の茶葉	BHC	2.9 ppm
		パラチオン	0.34 ppm
59. 4. 9	魚肉すり身	ソルビン酸	0.80 g/kg
59. 4.18	漬物 (しょうゆ漬)	サッカリンナトリウム	2.11 g/kg
59. 5. 4	生めん (東京都より通知)	プロピレングリコール	2.87-2.90 %
59. 5. 9	切りごぼう	SO <sub>2</sub>	0.8 ppm
59. 5. 9	切りごぼう	SO <sub>2</sub>	22 ppm
59. 5. 9	切りごぼう	SO <sub>2</sub>	4.4 ppm
59. 5. 9	洗いさといも	SO <sub>2</sub>	4.2 ppm
59. 5.10	れんこん水煮	SO <sub>2</sub>	51 ppm
59. 5.23	鶏卵	ナイカルバジン	Tr (0.01-0.03ppm)
59. 6.18	切りごぼう	SO <sub>2</sub>	5.0 ppm
59. 6.19	切りごぼう	SO <sub>2</sub>	0.5 ppm
	切りごぼう	SO <sub>2</sub>	0.5 ppm
	切りごぼう	SO <sub>2</sub>	3.6 ppm
59. 6.20	桜大根 (酢漬)	ソルビン酸	0.78 g/kg
59. 7.12	鶏卵	ナイカルバジン	Tr (0.01-0.03ppm)
59. 7.14	ウースターソース (熊本県より0.44 g/kg検出通知)	サッカリンナトリウム	0.31-0.41 g/kg
* 59. 7.17	からし明太子 (福岡県より3.9ppm検出通知)	亜硝酸根	漬け込み液 3.6 ppm 製品 1-1.4 ppm 原卵 <1 ppm
59. 7.28	液卵	ナイカルバジン	0.02 ppm
59. 7.28	液卵	ナイカルバジン	0.015 ppm
59. 8. 7	果実加工品	サッカリンナトリウム	0.14 g/kg
		サイクラミン酸	7.1 g/kg
		ズルチン	0.19 g/kg
* 59. 8.23	からし明太子 (愛知県より2ppm検出通知)	亜硝酸根	漬け込み液<1 ppm 製品 <1 ppm 原卵 <1 ppm
59. 9.25	百ヒロ	亜硝酸根	9.9 ppm
59.10. 1	漬物 (しょうゆ漬)	ソルビン酸	1.14 g/kg
* 59.10. 9	温州みかん	鉛	0.01, 0.96 ppm (皮)
		ヒ素	0.25, 0.20 ppm (皮)
* 59.10.24	くらげめんたい	亜硝酸根	4.5 ppm
59.11.13	百ヒロ	亜硝酸根	2.5 ppm
* 59.11.19	うずらの卵	ナイカルバジン	0.01 ppm
* 59.11.19	うずらの卵	ナイカルバジン	0.04 ppm
* 59.11.19	うずらの卵	ナイカルバジン	0.06 ppm
59.11.19	鶏卵	ナイカルバジン	0.02 ppm
59.12. 1	珍味 (のしたら)	プロピレングリコール	1.2%

【年月日】	【食品名】	【内容】	【備考】
59.12.11	切りごぼう	SO <sub>2</sub>	15 ppm
59.12.13	漬物（しょうゆ漬け）	ソルビン酸	1.33 g/kg
59.12.14	切りごぼう	SO <sub>2</sub>	30 ppm
59.12.17	さらし鯨	SO <sub>2</sub>	69.4 ppm
59.12.18	れんこん水煮	SO <sub>2</sub>	96 ppm
59.12.18	鮮魚介類（一汐鯛）	合成着色料	赤色102号検出（塩分0.5%）
59.12.19	もやし	SO <sub>2</sub>	5.3 ppm
60. 3.11	高菜漬け	ソルビン酸	1.1, 1.2 g/kg
60. 3.19	切りごぼう	SO <sub>2</sub>	0.8 ppm
60. 4.15	切りごぼう	SO <sub>2</sub>	3.9 ppm
60. 5.16	切りごぼう	SO <sub>2</sub>	2.8 ppm
60. 5.16	さらし鯨	SO <sub>2</sub>	220 ppm
60. 6. 5	あみしおから	ソルビン酸	0.05 g/kg
60. 6.27	生めん	プロピレングリコール	2.0%未満
	（東京都より2.4%検出通知）		
60. 7. 4	鯨肉加工品（鯨舌の塩漬けボイル）	亜硝酸根	23.5 ppm
* 60. 7. 9	鶏肉（レバー）	ナイカルバジン	0.02 ppm
* 60. 7. 9	鶏肉（レバー）	ナイカルバジン	0.06 ppm
*	鶏肉（もも）	ナイカルバジン	0.01 ppm
*	鶏肉（もも）	ナイカルバジン	0.02 ppm
60. 8.27	きんぴらごぼう	ソルビン酸	0.6 g/kg
60.11.20	飴玉	合成着色料	食用紫1号検出
60.12.17	鯨肉加工品（鯨の腸）	亜硝酸根	1.9 ppm
* 60. 1.22	鶏卵	ナイカルバジン	0.026 ppm
* 60. 1.22	鶏卵	ナイカルバジン	0.013 ppm
* 60. 1.22	鶏卵	ナイカルバジン	0.010 ppm
61. 4. 9	生めん	プロピレングリコール	2.4%
* 61. 4.15	鶏卵	ナイカルバジン	0.02 ppm
* 61. 4.15	鶏卵	ナイカルバジン	0.02 ppm
* 61. 4.15	鶏卵	ナイカルバジン	0.02 ppm
* 61. 4.15	鶏卵	ナイカルバジン	0.06 ppm
* 61. 6.11	鶏卵	クロピドール	0.016 ppm
* 61. 6.11	鶏卵	クロピドール	0.013 ppm
* 61. 6.11	液卵	ナイカルバジン	0.016 ppm
61. 7. 8	たらこ（埼玉県より表示違反の通知2.1ppm検出）	亜硝酸根	19 ppm
61. 7.29	和菓子（淡雪）	ソルビン酸	0.12 g/kg
61. 7.30	酢漬け漬物	ソルビン酸	0.77 g/kg
61. 8.19	生めん	プロピレングリコール	2.05, 2.10 %
61. 8.19	生めん（春巻）	プロピレングリコール	1.38 %
61. 8.20	切りごぼう	SO <sub>2</sub>	3.3 ppm
61. 8.27	梨	ホスメット	0.19 ppm
		プロチオホス	0.41 ppm
61. 9.10	ガム（東京都よりパテントブルー-V 検出の通知）	合成着色料 パテントブルー-V	青色2号, 黄色4号検出 検出せず

【年月日】	【食品名】	【内容】	【備考】
61. 9.18	干菓子	合成着色料	食用紫1号検出
61. 9.18	まんじゅう	ソルビン酸	0.56 g/kg (皮) 0.34 g/kg (あん)
61. 9.30	切りごぼう	SO <sub>2</sub>	37,62 ppm
* 61. 9.30	皮むきさといも	SO <sub>2</sub>	5.6,0.7 ppm
* 61.10.28	温州みかん (早生)	鉛	0.71 ppm (皮) <0.1 ppm (実)
		ヒ素	0.10 ppm (〃) <0.1 ppm (〃)
* 61.11. 4	ワカメサラダ	ソルビン酸	1.5 g/kg
* 61.12. 2	ゆでうどん	過酸化水素	0.88 ppm
* 61.12.10	かんぴょう	SO <sub>2</sub>	8.8 g/kg
* 62. 1.27	液卵, 鶏卵	ナイカルバジン	0.02, 0.013 0.16, 0.026 0.039, 0.025 0.061, 0.064 0.029, 0.016 0.02, 0.034 ppm
* 62. 1.27	酢漬け漬物	ソルビン酸	0.65 g/kg
* 62. 3.11	さらし鯨	SO <sub>2</sub>	0.033 g/kg

参考資料：福岡市環境衛生事業統計  
福岡市衛生試験所報 (\*印で示す)



表-2 違反食品年別件数表 S.49.1~S.62.3

合 計	年	年													
		49	50	51	52	53	54	55	56	57	58	59	60	61	62
合 計	309	11	25	21	18	12	24	23	19	33	23	44	15	27	14
45 魚介類	一汐鯛	2						1				1			
乾製品	珍味	4					1	1		1	1				
	みりん干し	2				1	1								
塩蔵品	あみしおから	1											1		
魚練り製品	ちくわ	4					1	2	1						
	かまぼこ	9	1		3		3			1	1				
	てんぷら	8		2	4	1	1								
魚肉すり身		1										1			
かずのこ		1	1												
めんたい	からし明太子	6							1	2	1	2			
	たらこ	2							1					1	
海藻加工品	茎わかめ	1			1										
その他	フライ	2	1		1										
	中華くらげ	1							1						
	くらげめんたい	1										1			
76 食肉	鶏肉 (内臓を含む)	10									2		4	4	
鯨肉製品	さらし鯨	13	1	4	2	1	1		1			1	1		1
	百ヒロ 他	12	1					6	1			2	2		
卵	鶏卵・液卵	36								7	6	5		6	12
	うずらの卵	4									1	3			
氷菓		1								1					
59 餅		2	1	1											
めん	ゆでめん (チャンポン)	3	1		1					1					
	〃 (うどん)	37	6	9	3	5	4	6	2		1			1	
	生めん (ラーメン, そば)	9								4	1	1	1	2	
	〃 (ぎょうざの皮)	7							1	5	1				
	〃 (春巻)	1												1	
76 野菜	もやし	9	5				1		2			1			
	切りごぼう	27	3	3			1		1		1	13	3	2	
	洗いさといも	4						1			1	1		1	
	れんこん水煮	3									1	2			
	きゅうり	11	4	1	1			1	1	2	1				
	ばれいしょ	2	1								1				
	なす	1								1					
	大根	1		1											
果実	みかん	2										1		1	
	梨	1												1	
	グレープフルーツ	1		1											
漬物	酢漬け	6	1		1			1				1		1	1
	しょうゆ漬け	6					1			1		3	1		
かんぴょう		1												1	
果実加工品		1										1			

(つづき)

	合計	年													
		49	50	51	52	53	54	55	56	57	58	59	60	61	62
あん	8					2	4	1				1			
茶	1											1			
26 生菓子	2					1				1					
	4	1	2					1							
	1				1										
	1								1						
	3								2		1				
	4	1							1	1				1	
	1									1					
	1										1				
油菓子	1							1							
その他の菓子	1			1											
	1										1				
	2								1					1	
	1												1		
	1							1							
	1						1								1
	1														1
酒精飲料	1										1				
6 調味料	2						1				1				
	2	1					1								
	1		1												
	1										1				
7 そうざい	1									1					
	1												1		
	1					1									
	1						1								
	1							1							
	1								1						
	1													1	
煮豆	4				1						3				

表-3 違反食品検査項目別件数表 S.49.1~S.62.3

		合計	ソルビン酸	デヒドロ酢酸	安息香酸	パラオキシ安息香酸	過酸化水素	サットリウム	合成着色料	亜硫酸塩	亜硝酸塩	グリコリン	臭素酸塩	防ばい剤	その他添加物	残留農薬	合成抗菌剤
合計		317	58	5	1	1	47	9	10	68	19	19	1	1	4	23	51
45	魚介類	2							2								
	乾製品	4	2									2					
	塩蔵品	2	2														
	魚練り製品	1	1														
		21	4				2	1		1			1				
			2				1										
			1					2									
			6														
	魚肉すり身	1	1														
	かずのこ	1					1										
	めんたい	6										6					
		2	1									1					
	海藻加工品	1							1								
	その他	2	2														
		1	1									1					
		1															
76	食肉	10															10
	鯨肉製品	13					1			12							
	卵	12							1		11						
		36															36
		5															5
	氷菓	1														1*	
59	餅	2	1	1													
	めん類	40					40										
		9										9					
		7										7					
		1										1					
81	野菜	9									9						
		27									27						
		4									4						
		3									3						
		13															13
		2															2
		1															1
	果実	1															1
		2															2
		2															2
		1												1			
	漬物	6	5														1*2
		6	4					2									

(つづき)

	合 計	ソ ル ビ ン 酸	デ ヒ ド ロ 酢 酸	安 息 香 酸	パ ラ オ キ シ	安 息 香 酸	過 酸 化 水 素	サ ッ ト リ ウ ム	ナ ト リ ウ ム	合 成 着 色 料	亜 硫 酸 塩	亜 硝 酸 塩	プ ロ ピ コ ー ル	臭 素 酸 塩	防 ば い 剤	そ の 他 添 加 物	残 留 農 薬	合 成 抗 菌 剤
かんぴょう	1										1							
果実加工品	3							1								2*3		
あん	8	2									6							
茶	2																2	
26 生菓子	2	1	1															
ようかん	4	2	2															
水ようかん	1	1																
ケーキ	1	1																
ういろう	1	1																
かるかん	3	2									1							
まんじゅう	4	3	1															
大福もち	1	1																
淡雪	1	1																
油菓子	1							1										
その他の菓子	1								1									
らくがん	1									1								
ひし餅	1									1								
干菓子	2									2								
飴玉	1									1								
芋納豆	1										1							
米菓子	1										1							
ガム	1									1								
酒精飲料	1										1							
ワイン	1										1							
6 調味料	2	1									1							
みそ	2			1				1										
醤油	1				1													
酢	1																	
ソース	1							1										
8 そうざい	2	1							1									
きんぴらごぼう	1	1																
いか煮物	1							1										
やきとり	1	1																
わかめの味噌汁	1	1																
だて巻	1	1																
ワカメサラダ	1	1																
煮豆	4	4																

\*<sup>1</sup>CaCl<sub>2</sub> \*<sup>2</sup>スルファミン酸 \*<sup>3</sup>サイクラミン酸, ズルチン

表-4 違反食品検査項目年別表 S.49.1~S.62.3

	合計	年														
		49	50	51	52	53	54	55	56	57	58	59	60	61	62	
合計	317	12	25	22	18	12	24	23	19	34	24	47	15	28	14	
検査項目	ソルビン酸	58	1	3	3	7	3	9	2	7	8	3	4	3	4	1
	デヒドロ酢酸	5	2	1				1		1						
	安息香酸	1	1													
	パラオキシ安息香酸	1		1												
	過酸化水素	47	1	7	10	7	5	5	7	2	1	1			1	
	サッカリンナトリウム	9					1	3	1		1		3			
	合成着色料	10			1	1			2	1		1	1	1	2	
	亜硫酸塩	68		9	6	3	3	7	3	5		4	19	4	4	1
	亜硝酸塩	19		1					5	2	2	1	5	2	1	
	プロピレングリコール	19								1	10	2	2	1	3	
	臭素酸塩	1							1							
	防ばい剤	1		1												
	その他添加物	4	1								1		2			
	残留農薬	23	6	2	2				1	1	3	2	3		3	
	合成抗菌剤	51									7	10	8	4	10	12

(資料) 昭和62年度油症検診・血液中PCB及びPCQ検査結果

理化学課 衛生化学係

昭和62年度福岡県油症一斉検診に分析班の一員として当試験所も参加し、血液中のPCB及びPCQ（ポリ塩化クォーターフェニル）の分析を担当したのでその概要を報告する。

1) 検査件数

昭和62年度に当試験所で分析を担当した件数は以下の通りである。

PCBのみ 23件  
 PCB及びPCQ 4件  
 計27件  
 (精度管理用希釈血液一件を含む)

2) 測定機器及び測定条件

測定機器：柳本G-2800 (<sup>63</sup>Ni-ECD)

カラム：PCB；2%-OV1 on Chromosorb W  
 AW-DMCS 80/100, 2.0m×2.5mmid  
 温度；220℃

PCQ；2%-SE52 on Chromosorb W  
 AW-DMCS 60/80, 0.4m×2.5mmid  
 温度；300℃

3) 分析法

概本の方法（油症患者及び健常者血液中のPCB、PCQ濃度、全国油症班会議、福岡、1979）に準じて行った。

4) 対照血液分析結果

PCBピークパターンの判定基準を求めるために、健常人の血液（男5人、女5人の混合物）を福岡県、北九州市及び当市の3者間で交換して分析を実施したが、その結果は表1の通りである。

表1 対照血液分析結果

試料	PCB濃度	$\frac{1}{2}$ %値*	$\frac{5}{2}$ %**
福岡県	2.9ppb	25.5%	9.0%
福岡市	2.5	15.7%	10.2%
北九州市	3.3	21.5%	7.8%
平均(M)	2.9	21.0%	9.0%
標準偏差(σ)		6.9	2.1

\* : peak height ratio (%) of first peak to second peak after pp'-DDE

\*\* : peak height ratio (%) of 5th peak to second peak after pp'-DDE

以上の結果より、PCBピークパターンの判定基準値は図1のとおりである。

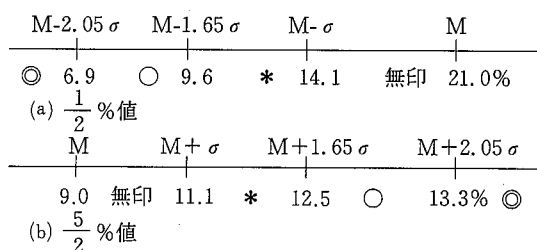


図1. PCBピークパターン判定基準

5) PCBピークパターンの判定

上記の判定基準値をもとに、各PCBピークパターンのタイプ別判定は表2のように行った。

表2. PCBピークパターンのタイプ別判定基準表

タイプ	(1/2) + (5/2) の記号
A	◎+◎, ◎+○, ○+◎
B	◎+*, ○+○, *+◎
B-C	無印+○, ○+無印, ○+*, *+○, *+*
C	無印+無印, 無印+*, *+無印

6) 血液中のPCBの分析結果

表3に昭和62年度の血液中PCB分析結果及びPCBピークパターン別人数の内訳を示した。認定患者でAタイプの人にはPCB濃度が最大35ppb, 最小2.2ppb, 平均8.4ppbであり、健常人の血液中PCB濃度2.9ppbと比較すると2~3倍高い値であった。タイプB及びCの認定患者、保留者、未認定者については、最大3.8ppb, 最小1.5ppbであり、健常人の血液中PCB濃度と同程度であった。

表3. PCBピークパターン別人数の内訳及びPCB濃度(ppb)の範囲

タイプ	患者 (Max, Min)	保留者	未認定者
A	15人 (35, 2.2)		
B	2人 (3.7, 2.9)		
C	7人 (3.8, 1.5)	1人 (3.1)	1人 (3.1)

7) 血液中PCQの分析結果

本年度のPCQ分析件数は保留者1名、患者2名及び精度管理用希釈血液1件の計4件であった。保留者については検出下限0.02ppb未満であったが、患者2名に

ついで分析結果は4.0 ppb及び1.9 ppbであった。希釈血液（PCQ 4.0 ppbの患者の50倍希釈）の分析結果は、0.08ppbであった。患者2名及び希釈血液の3件については、精度管理を目的として福岡県及び北九州市でも同時に分析を実施したが、3者の間で分析結果はよく一致した。

(資料) 昭和62年度 食中毒・苦情関係化学検査

理化学課 衛生化学係

昭和62年度の食中毒・苦情により化学検査を行った件数は、21件(表-1)であった。

- (1) 下痢、吐気、発疹等の食中毒疑いのものは8件あったが、7件は原因不明であった。1件(No.12)は社員食堂で起こった患者数38名のヒスタミンによる食中毒であった。
- (2) 官能的に不快を感じたものが10件あった。No.8の蒸しパンの苦みは使用された添加物の焼きミョウバンがよく混ざっていなかったことによるものと推定された。No.10の生めんからのセメダイン臭は酵母増殖による酢酸エチルの生成が原因であった。No.16の切りごぼうの青変は、クロロゲン酸がアルカリもしくはある種の細菌の働きにより青変したものと推定された。

表-1

昭和62年度 食中毒・苦情関係化学検査結果

No.	年月日	保健所	検体名	検体数	概要	検査項目及び結果	推定原因
1	62. 4. 20	西	天とじどんぶり	1	喫食2.5hrs後嘔気下痢	AV POV 使用中油 2.2 2.8meq/kg	不明
2	62. 5. 17	中央	紙コップ	1	チュウハイ用に使用 パラフィン様の溶出 人体に影響はないか	(mg/kg) 60°C30min As Cd Pb KMnO4消費量 溶出液 <0.01 <0.01 <0.05 <1.0 IR:パラフィン (90°C1.3)	異常ナシ
3	62. 6. 9	博多	さわやかバモント (5倍希釈用)	1	異常な酸味を感じ急性 舌炎と診断された	pH 酸度 成分規格 希釈pH (苦情品) 2.8 4.3% 適合 2.9 (参考品) 3.0 4.4 - 3.0	不明
4	62. 6. 9	南	漬物(白菜)	3	薬品臭	(g/kg) SoA pH 臭気 (苦情品) <0.01 4.4 苦情品, 対照品 (対照品1) <0.01 4.4 とも大差なし (対照品2) <0.01 4.4	不明
5	62. 6. 10	東	給食用パン	1	緑色の粉末が付着 パン場のベルトコンベアー の粉か、規格にあうか	1. 粉末はベルトコンベアーの一部である。 顕微鏡観察, 熱分解GLCにて確認 2. 材質推定試験 燃焼→ゴム臭 赤外分光吸収→ゴム(ブタジエンアクリルニトリルゴム) 3. 器具容器包装規格試験(ゴム)(mg/kg) 60°C30min Cd Pb 着色料 溶出液 <0.5 <5.0 (-)	ベルトコンベアーの 一部が付着
6	62. 6. 26	東	塩漬梅	1	梅を漬けたステンレス 容器がはげた	(mg/kg) As Cd Pb Fe Zn Al Sn 漬液 <0.05<0.05<0.25 240 1.8 <25 0.85	異常なし
7	62. 7. 11	早良	ソフトコーヒー (缶入り)	4	自販機より購入。すっ ぱく腐ったような苦み あり	(mg/kg) 製造年月日pH As Cd Pb Sn 苦情品1(61.9.12) 5.8 <0.01 <0.01 <0.1 <1.0 苦情品2( ) 5.8 <0.01 <0.01 <0.1 <1.0 対照品1(61.12.12) 6.6 <0.01 <0.01 <0.1 <1.0 対照品2(62. 4.17) 5.6 <0.01 <0.01 <0.1 <1.0	不明
8	62. 8. 21	東	蒸しパン	3	苦みがする (重曹, 焼きミョウバ ン使用)	(mg/kg) (g/kg) Al Na K SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> 苦情品 2260 2590 3630 6650 <5 対照品1 1140 2690 2110 5980 <5 対照品2 960 2520 1700 4510 <5	焼きミョウバンの 不均一分散による



No.	年月日	保健所	検体名	検体数	概要	検査項目及び結果	推定原因
9	62. 8. 27	南	牛乳	1	飲んで12時間後下痢 発熱をおこした	比重 酸度 乳脂肪分 無脂乳固形分 1.031 0.11 3.5% 8.4%	不明
10	62. 9. 10	中央	生めん	1	セメダイン臭がする	酢酸エチル (酵母) 470mg/kg (1.9×10 <sup>7</sup> )	酵母増殖による酢 酸エチルの生成
11	62. 9. 28	東	牛肉	1	シャブシャブにしたら 肉の色が赤と白に地図 状になった。発色剤の 使用ではないか	L-アスコルビン酸 ニコチン酸 ニコチン酸アミド < 5 mg% < 1 mg% 1.7mg%	不明
12	62.11. 2	中央	あじ唐揚げ、油	2	社員食堂で60名中38名 が発疹、食中毒	ヒスタミン AV POV 唐揚げ 630mg% 油 1.1 < 2 meq/kg	ヒスタミンに よる食中毒
13	62.11.12	東	給食用食パン	1	女生徒7名が食べ、吐 気、めまい、頭痛、発 熱し加療入院	pH 臭気 燃焼臭気 残留農薬等 5.5 異常なし 異常なし 39項目 (-) 重金属 (Cd,Pb,As Cu) 異物 マウス毒性試験 (-) なし 異常なし	不明
14	62.11.17	早良	アジ刺身	1	食後3時間でジンマン ン発現	ヒスタミン <10mg%	不明
15	62.12. 4	東	味噌	1	異物混入	1 異物の形状、色、固さ、含有毛状から ネズミのふんに類似 2 異物の懸濁液の顕微鏡観察グラム染色 及び対照のハツカネズミのふんとの比較 により確認	ネズミのふん の混入
16	62.12.21	東	切りごぼう	2	冷蔵保管した水煮切り ごぼうが2-3日で青 変した(さびどめ剤を 入れたボイラー水使用)	pH 一般細菌数 ① 苦情品 8.2 10 <sup>6</sup> /g 以上 対照品 6.4 10 <sup>6</sup> /g 以下 ② 原因求明試験 1 対照ごぼうを使用しpHを種々変えて一夜放 置した結果、pH7.2付近以上になると緑変化する 2 クロロゲン酸とフェニルアラニン、ロイシンの 共存液はアルカリ下で一夜後緑色を呈する 3 苦情ごぼうより分離した3種の細菌を対照ご ぼうに接種したところ1-2日後に緑変化させる ものがあつた。	クロロゲン酸がアル カリまたは細菌 の作用による緑変 と推定
17	63. 1. 22	博多	餅とり粉	3	アンモニア臭がする。お湯 にとくと強くなる	アンモニア性N SO <sub>2</sub> 苦情品 < 3 mg% 1.7mg/kg 対照品 (1) " 2.6 " 対照品 (2) " 1.4 "	不明
18	63. 1. 25	早良	米	1	灯油臭の申し立てであ つたが異なるので残農 の検査依頼	有機塩素系、有機リン系、カルバメイト 系等47品目のいづれも検出せず	不明
19	63. 2. 17	中央	さばの刺身	1	16日14:50購入18:30摂 食17日0:30じんましん 発症	ヒスタミン<10mg%	不明
20	63. 3. 9	南	菓子パン	1	8日23時購入9日8時 摂食、油のまわった味 がし、11時吐気がした	AV POV フラワーペースト部分 2.9 11meq/kg パン部分 2.8 14 "	不明
21	63. 3. 14	東	ごまさば	1	摂食後じんましん発症	VBN ヒスタミン 苦情品 19mg% <10mg%	不明

(資料) 昭和62年度 食品化学違反関連検査結果

理化学課 衛生化学係

昭和62年度の違反食品に関する化学検査の件数は表に示す通り31件であった。主な内容は次の通り。

- (1) 昨年度とまったく同様、酢漬のソルビン酸の過量使用が2件あったが、使用基準がしょうゆ漬等の1/2となっており、今後も製造者の注意を喚起する必要があると思われた。
- (2) 合成抗菌剤についてはナイカルバジンがこれまで同様鶏卵及び鶏肉から、比較的高率（鶏卵で40.6%）に検出されたが、今後原因究明及び農林サイドを含めての対策が必要と思われた。
- (3) 魚肉すり身にソルビン酸が使用された（対象外使用）事例が1件あったが、このすり身はいわゆる原料すり身ではなく加熱工程のみを残した半完成品であった。
- (4) 農産物のみかん2件より比較的多量のヒ素及び鉛が検出されヒ酸鉛の使用が疑われたが、時期的及び件数的に昨年とまったく同様であった。
- (5) 寒天よりホウ酸が過量に検出されたが、比較的珍しい事例であり、原料由来の可能性も考えられた。
- (6) サッカリンナトリウムおよび二酸化イオウが添加された漬物材料（床のようなもの）を使用して製造したふすま大根（浅漬と判明）からサッカリンナトリウムが検出されたが、漬物材料のような間接的食品にあらかじめ合成添加物が使用されていることは注目すべきだと思われた。

表 違反に関する検査

No.	収去年月日	管轄保健所	検体名	件数	検査結果	備考
1	62. 4. 8	南	ぎくらふぶき (大根酢漬)	1	ソルビン酸 0.62g/kg	過量残存
2	4.15	東	鶏肉	1	合成抗菌剤 ナイカルバジン 0.044ppm	検出/件数: 1/2
3	〃	早良	〃	2	〃 0.016 〃 0.030ppm	〃: 2/5
4	6. 2 6. 8	東	みそ	6	二酸化イオウ 0.034, 0.037 0.037, 0.034, 0.038 0.046 (g/kg)	過量残存 収去3件 再収去3件
5	7. 8	〃	魚肉ねり製品 (てんぷら)	1	ソルビン酸2.3g/kg	過量残存
6	〃	早良	〃 (ちぎり天)	1	〃 2.2g/kg	〃
7	〃	博多	〃 (てんぷら)	1	サッカリンNa 0.35g/kg	〃
8	7.13	中央	魚肉すり身	1	ソルビン酸 0.70g/kg	指定外使用
9	7.15	博多	鶏卵	2	ナイカルバジン 0.02 0.02ppm	検出/件数: 2/3
10	〃	南	〃	2	〃 0.04 0.01ppm	〃: 2/3
11	〃	城南	〃	1	〃 0.01ppm	〃: 1/1
12	〃	早良	〃	1	〃 0.02ppm	〃: 1/2
13	〃	食検	〃	5	〃 0.06, 0.02, 0.01 0.01, 0.01ppm	〃: 5/15

(次頁につづく)

No.	収去年月日	管轄保健所	検体名	件数	検査結果	備考
14	7.20	博多	れんこん (水ゆで)	1	二酸化イオウ 0.059g/kg	過量残存
15	9.22	東	鶏肉	2	ナイカルバジン 0.10 0.02ppm	検出/件数: 2/3
16	10.7	博多	鶏肉	1	〃 0.01ppm	〃 1/4
17	〃	東	〃	1	〃 0.01ppm	〃 1/4
18	10.9	食検	みかん	2	重金属 As 0.09 Pb 0.56 As 0.05 Pb 0.32 ppm	ヒ酸鉛使用の疑い
19	10.9	食検	キャンデー (オレンジ)	1	二酸化イオウ 0.031 g/kg	過量残存
20	10.16	中央	支那竹水煮 (メンマ)	2	二酸化イオウ 0.120 〃 0.120g/kg	〃
21	10.20	〃	たくあん	1	サッカリンNa 2.2 g/kg	〃
22	11.6	食検	寒天	4	ホウ酸 1.34, 1.45 1.45, 1.46 g/kg	規格不適合
23	11.24	〃	即席めん	1	過酸化物価 72 meq/kg	規格不適合
24	12.8	博多	鶏肉	1	ナイカルバジン 0.01 ppm	検出/件数: 1/4
25	12.16	食検	かずのこ	1	過酸化水素 2.7 ppm	〃 : 1/9
26	12.21	西	連子鯛	1	食用赤色102号 検出 〃 黄色4号	塩分1.9% 鮮魚扱い
27	63.2.9	城南	桜漬 (酢漬)	1	ソルビン酸 0.54 g/kg	過量残存
28	3.1	南	からしめんたい	1	発色剤 0.0021 g/kg (NO <sub>2</sub> ) (原卵0.0011g/kg)	使用疑い
29	3.8	食検	即席めん	1	過酸化物価 75 meq/kg	規格不適合
30	3.15	早良	しょうゆ	1	サッカリンNa 0.54 g/kg	過量残存 (再除去品は基準内)
31	3.22	〃	ふすま大根 (つけもの)	1	サッカリンNa 0.41 g/kg	浅漬と判明 指定外使用
			梅酢糖 (つけもの材料)	1	サッカリンNa 2.5 g/kg 二酸化イオウ 0.034 g/kg	間接的食品

# (資料) 結論を誰にでもわかるようにするための データ処理プログラム

古川滝雄<sup>1</sup>・安増真一<sup>2</sup>

## I. はじめに

調査結果や分析結果の統計計算（解析もしくは検定）をしようとするとき、統計の本を見ながら計算し、有意水準表を見て検定することがよくある。ある程度統計を知っている人でもこれらのことは面倒であり、知らない人にとってはなおさらである。そこで統計を全く知らない人でも適切に使用でき、またコンピューターを扱ったことがない人でも、使用できるように自動的に統計計算を行なうソフトを作成した。なおコンピューターはNECのPC-9801 VM21を使用し、N88-BASICによってプログラムを作成した。

このソフトはどのような検定（解析）方法を使用したらいかの選択プログラムに始まり（知っている人には不必要）、いろんな統計計算をする。条件によっては数値を補正したり、解析方法が条件によって異なる場合は自動的に適切な解析を行なうようにしている。また有意水準値のあるものはすべてファイルから自動的に取り出すようにしている。それらを観測値（計算値）と比較して、結論も簡単に理解できるように文章で表現している。

なお統計計算ソフトとともに、このソフトのためのマニュアルも作成した。マニュアルのなかには各検定（解析）方法について1つ以上の例題を必ず掲載し、使用方法や解釈が分かりやすいようにしている。例題の入力方法（例題によってはdataをファイルしている）、計算結果のプリントアウトや結果の理解の仕方も詳しく説明している。なお必要な方への提供はいつでも応じます。

以下マニュアルから抜粋しながら紹介していくが、紙面の都合でわずかした抜粋できなかった。ただし各検定方法の表題とその説明は全て記載し、いくつかの例題についてはほぼそのまま記載している。なお結果など途中で省略したものについてはその旨を記載している。

## II. 全体の使用方法

### 1. MENUについて

1) コンピューターのスイッチをオンにしてディスクをセットするか、既にオンになっている場合resetを押すと次のmenuが出て来る。

1. 福岡市衛生試験所理化学課
2. 福岡市中央保健所衛生課

*****menu*****	
1: 平均	2: 比率
3: 分散	4: 相関
5: 適合度	6: 一様性
7: 棄却	8: 回帰分析
9: 分散分析	10: 時系列
11: 変数変換&data整理	12: programの選択法
13: 終了	
ナニヲ シマスカ バンゴウ ヲ オシテクダサイ?	

2) 目的とする解析（検定）がわかっている場合、その番号を押す。もしわからない場合は「12: programの選択法」によって、どの解析にいけばよいかを調べることができる。

3) 数値を変換したり、既にファイル（file）しているdataの追加や削除をして、解析したい場合は「11: 変数変換&data整理」によって、dataの調整をすることができる。

### 2. dataの入力方法

通常下記のように入力方法や計算済の有無を求めてくるので、その番号を入力し、return key（以下retと略）を押す。

- |            |        |               |
|------------|--------|---------------|
| 1. dataを入力 | 2. 計算済 | 3. dataをmerge |
| 4. fileから  |        |               |

また解析に使用したdataは解析終了後、ファイルに保存することができ、その他の解析にも使用できる。以下各入力方法について説明する。（以下省略）

### 3. 結果の見方

結果はディスプレイに表示し、同時にプリントされる。その一般的な例は下記のようなものであるが、解析によっては多少異なったものがある。しかし言葉の意味はすべて同じである。各解析には例題を掲載し、解析結果とその説明を示しているのので、参考にしてもらいたい。

- 1) 最初にプリントされるのは通常計算結果である。
- 2) 自由度は標本集団の自由度であり、有意水準値の自由度ではない。
- 3)  $\chi^2$ , F, t の分布表やその他の有意水準表がある

ものについては、標本集団の自由度における値がプリントされる。もしその自由度のときの値がない場合は、比較する側に大きい値の自由度のものがプリントされ、その自由度も同時にプリントされる（例題4参照）。

4) 有意水準値などと比較した結論は文章で表現する。わかりにくいものについては理由などもプリントするようにしている。ただしここで「～であるとはいえない」などと表現しているのは、～であるという結論がでなかったのであって、～でないという結論ではないということである。したがって非常に消極的な結論といえるから、その他適当な解析法があれば、そちらで行なうことが望ましい。

#### 4. その他

1) dataのプリントも可能である。解析が終了してから、プリントの有無を求めてくる。なお期待値等があるものはそれも同時にプリントする。

2) 解析が終了すると、dataをファイルに保存するかどうか求めてくる。これは入力方法の「fileから」で入力するためのもので、他の解析にも使用できる。Yを押し、適当なファイル名を入力する。入力するときは20文字以内にし、同一名は使用してはならない。

3)  $\chi^2$ 検定において度数が5未満のものがあるときは、自動的にYatesの補正を行ない、その旨も同時にプリントする。

4) 標本分散 $s^2$ は次のように求め、標準偏差sはその平方根である。

$$s^2 = \sum (X_i - \text{mean})^2 / (n - 1) \quad \text{mean : 平均値} \\ n : \text{data数}$$

#### 5. 記号の説明



: この中はディスプレイで表示するもの。

sample: 網かけになつてゐるものは入力するもの  
(以下省略)

### III. 目次

#### 1. 平均

- 1) 標本平均と母平均との差の検定 (t分布)
- 2) 2組の母平均の差の検定 (t分布)
- 3) 対応のある2組の母平均の差の検定 (t分布)

#### 2. 比率

- 1) 標本比率と母比率との差の検定 (F分布)
- 2) 2組の母比率の差の検定 (正規分布)

#### 3. 分散

- 1) 標本分散と母分散との差の検定 ( $\chi^2$ 分布)
- 2) k組の母分散の差の検定 ( $\chi^2$ 分布)
- 3) 等分散の検定 (F分布)

#### 4. 相関

- 1) 標本相関係数と母相関係数との差の検定 (正規分布)
- 2) 2組の標本相関係数の差の検定 (正規分布)
- 3) 単純相関係数の有意性の検定 (t分布)
- 4) 順位相関係数の有意性の検定 (t分布)

#### 5. 適合度

- 1) 観察度数の期待度数への適合度の検定 ( $\chi^2$ 分布)
- 2) 観察度数の2項分布への適合度の検定 ( $\chi^2$ 分布)
- 3) 観察度数のポアソン分布への適合度の検定 ( $\chi^2$ 分布)
- 4) 観察度数の正規分布への適合度の検定 ( $\chi^2$ 分布, 累積率, 積率)

#### 6. 一様性 (食中毒の検定を含む)

- 1) h x k 分割表による無相関の検定 ( $\chi^2$ 分布, 直接確率検定)

#### 7. 棄却

- 1) 棄却検定 (t分布)

#### 8. 回帰分析

- 1) 高次回帰分析 (F分布)
- 2) 重回帰分析 (F分布, Durbin-Watson ratio, t分布)

#### 9. 分散分析

- 1) 一元配置法 (F分布, t分布)
- 2) 繰り返しのない二元配置法 (F分布, t分布)
- 3) 繰り返しのある二元配置法 (F分布, t分布)

#### 10. 時系列

#### 11. 変数変換 & dataの整理

#### 12. programの選択法

### IV. 統計解析

#### 1. 平均

1-1) . 標本平均と母平均との差の検定  
ある(地区などの)標本集団があつてその平均と母平均(例えば全国平均もしくは一定の値)との差を比較したいときなどに適用する。

1-2) . 2組の母平均の差の検定  
ある変量について2組の標本集団があつて、その2組の間に差があるかどうかを調べるときなどに適用する。  
なお、この場合、等分散の条件が満たされていることが

必要である。そこで等分散の検定も同時に行なうようにしている。

### 1-3) 対応のある2組の母平均の差の検定

2組の母平均の差の検定で、とくにdata間に時間や場所などによるずれがないときはその差をとって標本平均と母平均との差の検定を行なえばよい。従って、差があるかどうかの検定をするのだから母平均は0となる。

〔例題3〕<sup>1)</sup>次表はFisherのA、Bの催眠剤を10人の患者に投与した場合の催眠時間の延長時間を比較したものである。両催眠剤に効果の差が認められるか。

(ここでは手順のなかのdataを参照)

(手順)

(1) 「1: dataを入力」を選択して入力するか、もしファイルしていたら「3: fileから」を選択する。

1. dataを入力 2. dataをmerge 3. fileから?  
標本数 ? 10

(2) 画面が変わった後、次のように2組同時に入力していく。以下は同様に行なっていく。

	x (1)		x (2)
1	? +0.7	?	+1.9
2	? -1.6	?	+0.8
3	? -0.2	?	+1.1
4	? -1.2	?	+0.1
5	? -0.1	?	-0.1
6	? +3.4	?	+4.4
7	? +3.7	?	+5.5
8	? +0.8	?	+1.6
9	? 0.0	?	+4.6
10	? +2.0	?	+3.4
	訂正がありますか (Y/N)	?	N

(3) 検定結果は次のようにプリントする。この検定の場合は例題2とは逆に  $t > t^*(0.01)$  だから平均に有意差がある。即ち、両剤に催眠時間の延長効果の差があるといえる。そして結果が間違っている確率は有意水準が0.01だから1%ということになる。

\*\*\* 対応のある2組の母平均の差の検定 \*\*\*

t = 4.06213

自由度 = 9

t (0.05) = 9

t (0.01) = 2.262

第1組の標本平均 = 0.75

第2組の標本平均 = 2.33

平均に有意差があるといえる。有意水準 0.01

## 2. 比率

### 2-1) 標本比率と母比率との差の検定

ある(地区などの)標本集団があって、そのなかのあることについての比率と母比率(例えば全国比率もしくは一定の値)との差を比較したいときなどに適用する。

〔例題4〕福岡市における昭和55年の胃ガンによる男性の死亡者を調べたところ196人であった。一方全国の比率は54.0人/(10万人)であった。福岡市と全国に死亡率に差があるか。ただし福岡市の男性の数は514,789人である。

(手順)

(1) 次のように標本比率を求めてくる。この場合は計算をしていないので、以下のように入力する。

全体の標本数 ? 514,789  
標本比率は  
1: 計算済 2: 出現数から ? 2  
出現数 ? 196  
母比率 ? 0.00054

(2) 検定結果は次のようにプリントする。この場合、標本の自由度(1029190, 392)のF値がないので、より大きなF値で比較している。それでも  $F_0 > F_{500,200}(0.01)$  だから比率に有意差がある。即ち、福岡市における胃ガンによる男性の死亡率は全国の比率と差があるといえる。そして、福岡市の死亡率は0.000381だから全国の比率より低いといえる。

\*\*\* 標本比率と母比率との差の検定 \*\*\*

標本比率 = 3.80738E-04 (0.000380738)

母比率 = .00054

$F_0 = 1.41852$

自由度 = 1.02919E+6 (1029190)

自由度 = 392

$F_{500,200}(0.05) = 1.22$

$F_{500,200}(0.01) = 1.33$

自由度 1.02919E+06と392のF値がないので

自由度 500と200のF値と比較すると

比率に有意差があるといえる。有意水準 0.01

### 2-2) 2組の母比率の差の検定

2組の標本集団があり、あることについての比率が2組の間に差があるかどうかを調べるときなどに適用する。

## 3. 分散

### 3-1) 標本分散と母分散との差の検定

ある(地区などの)標本集団があってその分散と母分散(例えば全国平均もしくは一定の値)との差を比較し

たいときなどに適用する。

### 3-2) . k組の母分散の差の検定

ある変数についてk組の標本集団があって、そのk組の分散に差があるかどうかを調べるときなどに適用する。

### 3-3) . 等分散の検定

ある2組の標本集団があって、その2組の分散に差があるかどうかを調べるときに適用する。

## 4. 相 関

### 4-1) . 標本相関係数と母相関係数との差の検定

ある（地区などの）標本集団があって、そのなかの2つの変数についての相関係数と母相関係数（一定の相関係数值）との差を比較したいときなどに適用する。なおここでは標本数が十分大きいことが必要であるが、実用上10以上あれば十分である。

### 4-2) . 2組の標本相関係数の差の検定

ある2組の標本の母相関係数の差を比較したいときなどに適用する。なおここでは標本数が十分大きいことが必要であるが、実用上10以上あれば十分である。

### 4-3) . 単純相関係数の有意性の検定

ある標本集団があって、そのなかの2つの変数についての相関係数の有意性を調べたいときなどに適用する。

### 4-4) . 順位相関係数の有意性の検定

2組の順位のついた標本集団があって、その2つ順位についての相関係数の有意性を調べたいときなどに適用する。なおここでは標本数が6以上必要である。

## 5. 適合度

### 5-1) . 観察度数の期待度数への適合度の検定

任意標本を適当なk個の階級に分け、その各階級に属する度数がある場合、その度数（観察度数）と期待される度数への適合度を調べたいときなどに適用する。

〔例題16〕博多保健所において昭和58年循環器検診を行なったところ次のような年令別の検診者数と異常者数であった。年令と異常者数に相関があるか。

（手順）

1) 比較する階級数9を入力する。観察度数を異常者数とし、期待度数を検診者数とすればよい。入力の前例題と同様にする。

dataは

1. keyで入力 2. dataをmerge 3. fileから?   
比較する階級数 ?

年 令	検診者数	異常者数
25-29	32	6
30-34	123	37
35-39	123	45
40-44	115	60
45-49	113	69
50-54	119	86
55-59	114	91
60-64	95	76
65-69	50	33
計	884	503

2) 検定結果はつぎのようにプリントする。この場合、 $\chi^2 > \chi^2(0.001)$ だから、有意水準0.001で適合していないといえる。即ち、年令によって異常の差が認められる。

\*\*\* 観察度数の期待度数への適合度の検定 \*\*\*

$$\chi^2 = 58.5548$$

自由度 = 8

$$\chi^2(0.05) = 15.507$$

$$\chi^2(0.01) = 20.09$$

$$\chi^2(0.001) = 26.125$$

有意差があるといえる。有意水準 0.001

3) dataをプリントさせれば、次のように期待度数もプリントする。

	観察度数	期待値
1	6.00	18.21
2	37.00	69.99
3	60.00	69.99
4	60.00	65.44
5	69.00	64.30
6	86.00	67.71
7	91.00	64.87
8	76.00	54.06
9	33.00	28.45

### 5-2) . 観察度数の2項分布への適合度の検定

ある確率p（ここで  $p+q=1$ ）で出現する事象が試行n回で起こる回数の確率分布は  $(p+q)^n$  の展開式の各項になる。この2項分布に観察度数が適合するかどうかを検定するときなどに適用する。

5-3). 観察度数のポアソン分布への適合度の検定  
2項分布において、とくにpが十分小さい場合がポアソン分布である。このポアソン分布に観察度数が適合するかどうかを検定するときに適用する。

5-4). 観察度数の正規分布への適合度の検定  
正規分布には、目的や標本数によって、3とおりの解析を行なうことができる。 $\chi^2$ 検定では、標本数が多くて正規分布に近いものやその有無を調べたりするのに使用する。累積率による検定では標本数が30以下のとき、積率による検定では30以上で正規分布の有無の検定に使用する。

5-4) - (1).  $\chi^2$ 検定

ここでの度数分布はdataから平均値と標準偏差を自動的に計算して求め、正規分布の確率分布を約10等分して期待度数と観察度数と比較する。

5-4) - (2). 累積率による検定

(標本数が30以下のとき)

5-4) - (3). 積率による検定

[例題21] 例題18で行なった博多湾のクロロフィルa (10000行からのdata文) のdataを同様に行なってみる。この分布は正規分布に適合しているか。

(手順)

1) data文をマージする方法は例題19を参照すること。次に正規分布の検定及びdata入力の方法を選択すると、次のmenuが出て来る。この場合は3番を選択し、dataを入力する。

```

dataは
1. keyで入力 2. dataをmerge 3. fileから? 2
1.  $\chi^2$ 検定
2. 累積率による検定
3. 積率による検定
ナンバン ヲ シマスカ? 3
data数 ? 107
累積を計算していますか。(Y/N) ? N
  
```

2) 検定結果は次のようにプリントする。ここで歪度とは非対称とか“ゆがみ”，尖度とは尖りの程度を表わすものである。この場合、 $\alpha_3 > \alpha_3(0.01)$  ,  $\alpha_4 > \alpha_4(0.01, upper)$  だから、歪度及び尖度とも母分布は正規でないということになる。なおこれは $\chi^2$ 検定と同じ結果である。

\*\*\*\*\* 積率による検定 \*\*\*\*\*

標本歪度  $\alpha_3 = 3.1199$

標本尖度  $\alpha_4 = 14.886$

標本数 n = 107

正規性の検定表に107のときの値がないので100のときの値と比較すると

有意水準0.05  $\alpha_3(0.05) = .389$

有意水準0.01  $\alpha_3(0.01) = .567$

有意水準0.01で歪度について母分布は正規でない

有意水準0.05  $\alpha_4(0.05, lower) = 2.35$

有意水準0.05  $\alpha_4(0.05, upper) = 3.77$

有意水準0.01  $\alpha_4(0.01, lower) = 2.18$

有意水準0.01  $\alpha_4(0.01, upper) = 4.39$

有意水準0.01で尖度について母分布は正規でない

6. 一様性

6-1). h x k 分割表による無相関の検定

変数の分類が定性的な場合で、種別統計表などにまとめられているときなどに適用する。これらの場合、通常 $\chi^2$ 検定を行なうが、2 x 2分割表においては度数が5以下のものがある場合、Yatesの補正を行なわなければならない。更に度数が3以下の場合は直接確率検定によらなくてはならない。ここでは度数が4, 5のときは自動的にYatesの補正による $\chi^2$ 検定を行なうようにしているが、3以下の場合はYatesの補正による $\chi^2$ 検定も直接確率検定もどちらでもできるようにしている。

[例題24] 昭和57年8月、福岡市のH保健所の管内で食中毒が発生した。そのなかの有頭エビの検定を試みる。

	発病者	非発病者
食べた人	9	3
食べてない人	5	15

(手順)

1) dataの入力方法を「1:keyで入力」にして、次のように階級数を入力する。

```

dataは
1. keyで入力 2. dataをmerge 3. fileから? 1
比較する階級数 (<10) ? 2
比較する階級数 (<20) ? 2
  
```

2) dataを入力した後、度数に3以下のものがあったので、次のようにどちらをするのか求めてくる。最初は2の直接確率検定を試みる。



3以下のdataがあるので  
通常は直接確率検定をしますが、必要ならばYates  
の補正をした $\chi^2$ 検定をします。

- 1 : Yatesの補正  
2 : 直接確率検定  
ドチラ デスカ ?

3) 検定結果は次のようにプリントする。ここで出現  
確率Pとは偏りが大きくなるほうへの度数の出現確率を  
直接計算したものである。それを有意水準値と比較すれ  
ばよく、有意水準値より小さいものが有意となる。こ  
こでは有意水準0.01で有意となっているが、実際の確率  
は $P=0.0079$ 以下ということになる。

```
***** 直接確率検定 *****
(度数に3以下のものがあつたため、
直接確率検定を行ないました)
出現確率 P=7.94267E-03 (0.00794267)
有意水準  $\alpha$  (0.05) =0.05
有意水準  $\alpha$  (0.01) =0.01
有意差があるといえる。有意水準 0.01
```

4) 現在各保健所で使用されている方法は $\chi^2$ 検定だ  
けなので、次にYatesの補正による $\chi^2$ 検定をした場合  
の結果を示す。 $\chi^2(0.05) < \chi^2 < \chi^2(0.01)$  だから有  
意水準0.05で有意といえる。直接確率検定と比較する  
と $0.05 > 0.0079$  だから、直接確率検定のほうが説得力  
があるといえる。

```
** h x k 分割表による無相関の検定 **
(度数に5以下のものがあつたため
Yatesの補正をしています)
 $\chi^2=5.7225$ 
自由度=1
 $\chi^2(0.05)=3.841$ 
 $\chi^2(0.01)=6.635$ 
 $\chi^2(0.001)=10.827$ 
有意差があるといえる。有意水準 0.05
```

### 7-1) 棄却検定

ある標本集団のなかにとびぬけて大きかったり、小さ  
かったりする不良標本とみられるdataが含まれること  
がある。これはサンプリングミスとか測定ミスなど原因  
はいろいろ考えられるかもしれないが、このdataを棄  
却するには客観的な判断が必要である。そのようなとき  
にこの検定を適用する。

## 8. 回帰分析

### 8-1) 高次回帰分析

2つの変数について、一方の変数によって他方の変数  
を高次にわたって説明するときなどに使用する。一般的  
には次のような式になる。

$$Y = a + b_1 \cdot X + b_2 \cdot X_2 + b_3 \cdot X_3 + \dots + b_n \cdot X_n$$

### 8-2) 重回帰分析

2つ以上の変数間について、いくつかの変数によって  
1つの変数を説明するときなどに使用する。一般的には  
次のような式になる。なおここでは説明変数間の影響を  
考慮しながら、有意な変数を選択していくことができる。

$$Y = a_1 \cdot X + a_2 \cdot X_2 + a_3 \cdot X_3 + \dots + a_n \cdot X_n + b$$

【例題27】<sup>2)</sup>次表のモデルの重回帰分析を行なってみる。  
なおkeyで入力してもよいが、このdataはdata文とし  
てファイルしているので、ここではマージして行なうこ  
とができる。(dataは省略)

(手順)

1) マージは次のように行なう。プログラムが出て来  
たら、stopキーを押して、次のようにdata文をつない  
で始める。

```
stop
merge "samカイギ" ret
run (もしくはf.5)
```

2) dataの入力を「2:dataをmerge」にして、da  
ta数を17、変数の数を5にすると、次のように変数の  
順序がよいかどうかをきいてくる。目的変数Yは変数の  
列の最後におこななければならないので、もしそう  
でない場合はNを押して順序を入れ替える。

```
Y = a1 · X1 + a2 · X2 + … + an · Xn + b
のような形のときはYは変数の最後におく
目的変数を入れ替えますか (Y/N) ? N
```

3) 検定結果はまず平均から次のようにプリントして  
いく。return keyを押していけば、分散行列、標準偏  
差と相関係数の順にプリントしていく。

```
***** 平均 *****
変数 1 14.49
変数 2 75.17
変数 3 31.89
変数 4 1.982
変数 5 69.70
```

*** 分散共分散行列 *** (結果は省略)				
*** 標準偏差 *** (結果は省略)				
*** 相関係数 ***				
X (1)	X (2)	X (3)	X (4)	X (5)
1.000	0.947	0.995	-0.532	0.786
0.947	1.000	0.915	-0.474	0.908
0.995	0.915	1.000	-0.534	0.731
-0.532	-0.474	-0.534	1.000	-0.268
0.786	0.908	0.731	-0.268	1.000

4) 重回帰分析に入るが、基準となるのは分散分析におけるF値であって、いろんな自由度での有意水準0.05(もしくは0.01)のときのF分布の値と比較しなければならない。しかし通常F値が+2.5を超えていると有意であることが多いので、この値を基準にすればよい。その変数の番号を押せば、回帰式に取り入れることである。逆に負の場合には0から-2.5の値の番号を押せば、回帰式からその変数を取り除くことである。説明変数とくに指定したいときはその変数を選択すればよい。ここでは、まず最も大きな値の2の変数を選ぶ。

**** 重回帰分析 ****	
=Fの値が+2.5を超えているもののNOを押す=	=
=もしくはFの値が-2.5以下のNOを押す=	=
=但しFが+のときはその変数のNOを取り入れ=	=
= -のときはその変数を捨て去る =	=
1 24.27	
2 70.40	
3 17.17	
4 1.16	
どの変数を選びますか?	
もしなければOを押してください。? 2	

5) 選ばれた変数2のF値は-1になり、次に大きな変数3から1と押していくと、変数2は-1.32となってしまった。そこで変数2を取り除くために2を押すと、変数4が3.54なので、これを取り入れるために4を押す。ここで取り入れたり取り除く変数がなくなってしまったので、Oを押して重回帰分析を終了する。これらの経過は次のようにプリントしていく。

1	24.27	6.04	3.18	-3.18	-51.15
2	70.40	-70.40	-43.64	-1.32	1.32
3	17.17	7.71	-7.71	-4.53	-39.37
4	1.16	3.40	1.98	3.08	3.54
(2ヲオス) (3ヲオス) (1ヲオス) (1ヲオス) (4ヲオス)					
1	-60.50				
2	1.06				
3	-44.86				
4	-3.54				
(0ヲオス)					

6) 回帰分析及び分散分析の結果は次のようにプリントする。Y=の以下の式は回帰式を示している。

**** 回帰分析の結果 ****			
		偏回帰係数	標準回帰係数
変数	1	3.038260	6.201480
変数	3	-2.837570	-5.348860
変数	4	3.968760	0.173127
定数		108.314	
Y=3.03826・X1-2.83757・X3+3.96876・X4			
+108.314			
**** 分散分析 ****			
要 因		回 帰	残 差
平 方 和	S	13.80	1.18
自 由 度	f	3	13
不 偏 分 散	s	4.600	0.091
不 偏 分 散 比	Fo	50.68	
判 定 基 準	F (.05)	3.41	
	F (.01)	5.74	
回帰式は有意であるといえる。有意水準0.01			

7) 回帰式による推定値と観察値及びその残差を計算することもできる。もし計算するようにすれば、それらの値をプリントし、残差のグラフをディスプレイに表示する。そのコピーの有無をきいてくる。

残差の計算をしますか (Y/N) ?		
観察値	推定値	残差
65.70	67.51	0.01
71.00	70.23	0.77
71.00	70.64	0.14-
(以下省略)		

8) 更に、残差間に相関 (dataが時系列の場合に必要)があるかどうかのチェックのために、次のようにd (Durbin-Watson ratio) 計算でき、その結果もプリントする。d < d Lまたは4 - d < d Lのときは相関があるということで、d >= d Uかつ4 - d >= d Uのときは相関なしで、それ以外はどちらとも断定しないということである。ここではd > d U (0.02) かつ4 - d >= d U (0.02) だから相関はないということになる。

```

残差の検定 (時系列の場合) をしますか(Y/N)? Y
***** 残差の検定 *****
Durbin-Watsonratio d =2.14157
説明変数= 3
data数=17
有意水準      d L      d U
0.02          0.66      1.44
0.10          0.89      1.72
有意水準 0.02 で相関なし

```

9) 重回帰分析で選ばれた変数についての相関分析を行なう。偏相関係数とは例えば変数1の場合、変数3と4の影響を除去したときの目的変数Yと説明変数X1だけの相関係数である。したがってここでは変数1と3はr (0.01) より大きいので有意であるが、変数4はr (0.05) より小さいので有意ではないことになり、取り入れる必要はなかったことになる。

```

***** 相関分析 *****
重相関係数=0.959808
偏相関係数
変数 1  0.9073  相関があるといえる。
              有意水準0.01
変数 3  -.8805  相関があるといえる。
              有意水準0.01
変数 4  0.4624  相関があるとはいえない。
自由度=13
r (0.05) = .5139
r (0.01) = .6411

```

\*ここで変数2に注目していただきたい。(単純)相関係数は.908と他の変数と比較して最も大きな値であったが、重回帰分析の過程で、有意でなくなってしまった。これは表面的にはいくら相関が出ていても単なる結果論であって、両者に必ずしも因果関係がない場合などにみられるものである。したがって、他の要因(変数)を考慮すると例題のように有意でなくなることがあり、(単純)相関係数で速断することは注意を要する。

## 9. 分散分析法

### 9-1). 一元配置法

ある結果について影響を与えたり、いくつかの水準に分けられたりするものがある、その水準等が一種類であるときに適用する。

### 9-2). 繰り返しのない二元配置法

ある結果について影響を与えたり、いくつかの水準に分けられたりするものがある、その水準等が二種類であるときなどに適用する。ただし、交互作用があるときは次の繰り返しのある二元配置法で行なう。

〔例題27〕<sup>1)</sup>次表は1人1年間当たりの電気使用量(kw)を世帯人員数別、職業別に二元配置法で調査した結果である。世帯人員数によって、また職業別によって1人当たり電気使用量に差があるといえるか。

	A 1	A 2	A 3	A 4	A 5
世帯人員数	3人	4人	5人	6人	7人
B 1 公務員	162	115	140	131	102
B 2 会社員	169	130	158	171	120
B 3 商業	192	190	163	135	125
B 4 その他	188	136	150	145	130

(手順)

1) dataの入力方法を選択し、10未満のA水準数(世帯人員数)と20未満のB水準数(職業)を入力する。

```

dataは
1. keyで入力 2. data文をmerge 3. fileから? 1
比較するA水準数 (<10) ? 5
比較するB水準数 (<20) ? 4

```

2) dataの入力は次のようにする。横がA水準(世帯人員数)であり、縦がB水準(職業)である。

(入力方法は省略)

3) 検定結果は次のようにプリントする。この場合、A水準はF o > F (.01) だから有意水準0.01で有意差、即ち、世帯人員数によって電気使用量に差があるといえる。ところがB水準はF o < (.05) だから有意差がない。即ち、職業別によって電気使用量に差があるとはいえないことになる。ここでA水準に差があったので、F o を押せば、A水準間の平均の差の検定を行なうことができる。

\*\*\* 繰り返しのない二元配置法 \*\*\*

==== 分散分析表 ====

要因	A水準間	B水準間	残差
平方和	7069	2491	3073
自由度 f	4	3	12
不偏分散 s	1767	830	256
不偏分散比 F <sub>0</sub>	6.90	3.24	
判定基準 F (.05)	3.26	3.49	
F (.01)	5.41	5.95	

A水準間：有意差があるといえる 有意水準0.01

B水準間：有意差があるとはいえない

A水準間の母平均の差の検定をします

return key  ret

4) 母平均の差の検定の結果は次のようにプリントする。\*のついてるものは信頼区間 34.5715 を超えているから、有意水準 0.01 で差があることになる。同様に\*は有意水準 0.05 で差があることになる。例えば、A 1 と A 2 は母平均に有意水準 0.01 で差があり、A 1 と A 3 は有意水準 0.05 で差があるということである。

==== A水準間の母平均の差の検定 ====

	A 1	A 2	A 3	A 4
A 2	35.0**			
A 3	25.0*	10.0		
A 4	32.3*	2.8	7.3	
A 5	58.5**	23.5	33.5	26.3

\*\*は有意水準0.01で有意差がある

信頼区間 34.5715

\*は有意水準 0.05 で有意差がある

信頼区間 24.6583

### 9-3) . 繰り返しのある二元配置法

ある結果について影響を与えたり、いくつかの水準に分けられたりするものがあって、その水準等が二種類あるときで、かつ交互作用があるかどうかを検定するときに適用する。

## 10. 時系列<sup>9)</sup>

時間の推移に従って（等間隔に順序づけられたdataでもよい）、一定間隔で測定されたdataについて、移動平均、原data-移動平均の計算及び原dataを含めたそれらの自己相関と相互相関をとるときなどに使用する。

【例題29】1982年から1983年にかけて博多湾の荒津ふ頭において、週2回の頻度で、次表のような107回の分析を行なった。その結果はファイル名「samハカタ」

としてファイルしているのので、自己相関や相互相関をとってみよ。（dataは省略）

(手順)

1) ここではファイルからdataを入力する。入力方法を選択すると、次のように何番をしますかときいてくるので、「3. ファイル選択」を押す。ファイルの一覧表とともに使用する番号を求めてくるので、1番の「samハカタ」を押す。

dataは

1. keyで入力 2. data文をmerge

3. fileから ?  3

何番をしますか

1. ファイル (次へ) 2. ファイル (前へ)

3. ファイル選択

4. ファイル削除 5. メニュー ?  3

使用するファイル番号は ?  1

2) 相関係数を求めるdataをどれにするかを次のように求めてくる。まず「1:原data」をやってみる。

相関係数を求めるdata

1:原data

2:移動平均

3:原data-移動平均

ドレヲ シマスカ ?  1

3) 次に、相関の種類をどれにするか求めてくるので、最初は「1:自己相関」をやってみる。するとtime lag の数（何回までdataをずらせた相関係数を求めるか）をきいてくるので5としてみる。なおここでは相関係数を求めるdataと相関の種類がそれぞれ3とおらずつあるので、合計9とおりの方法ができることになる。

\*\*\* 相関の種類 \*\*\*

1:自己相関

2:相互相関(他の変数と最後の変数を遅らせたもの)

3:相互相関(最後の変数と他の変数を遅らせたもの)

ドレヲ シマスカ ?  1

何段階の相関係数を求めますか (time lag) ?  5

4) 結果は次のようにプリントする。最初の相関は同じdata同士の相関だからすべて1となるが、それ以降については以下のように変化を示している。なお項目は例題中の順序のとおりである。そしてそのグラフを表示し、コピーの有無を求めてくる。

***** 原データ *****						
DATA 数=107						
変数の数=10						
===== 自己相関 =====						
1.000	0.983	0.972	0.960	0.945	0.927	
1.000	0.532	0.448	0.281	0.208	0.106	
1.000	0.148	0.292	-.022	0.119	-.050	
1.000	0.458	0.389	0.467	0.360	0.281	
1.000	0.498	0.324	0.447	0.480	0.372	
1.000	0.269	0.250	0.081	0.122	0.013	
1.000	0.544	0.384	0.418	0.237	0.280	
1.000	0.357	0.260	0.339	0.374	0.284	
1.000	0.622	0.523	0.511	0.483	0.562	
1.000	0.408	0.119	0.350	0.387	0.262	

5) 一とおりの解析が終了すると、次の解析をしますかと求めてくるので、を押すと相関係数を求めるdata aをきいてくることに戻ることができる。今度は原データの「2:相互相関(他の変数と最後の変数を遅らせたもの)」をすると、下表のようにプリントする。Chl.aを遅らせて他の変数と相関をとったものだから、いろんな変数(項目)がその後のChl.aにどのように影響するかが図1のようにわかることになる。

***** 原データ *****	
DATA 数=107	
変数の数=10	
相互相関(他の変数と最後の変数を遅らせたもの)	
(結果は省略。図1参照)	

6) 次に「3:原data-移動平均」を選択すると、移動平均をとらなくてはならないので、次のように移動平均していく数を求めてくる。ここでは3を入力してみる。

移動平均していく数 ?

7) 図2のように各変数(項目)毎に原data, 移動平均や(原data-移動平均)の図をディスプレイに示す。そしてその図及びその値もプリントすることができる。

8) 先程と同様に相関及びtime lagの数を求めてくる。ここでは「3:相互相関(最後の変数と他の変数を遅らせたもの)」にして、time lagを5にしてみる。すると次表のような結果となる。ここでdata数が105となっているのは3個ずつの移動平均をとったため、 $107 - 2 = 105$ となったのである。

***** 原data-移動平均 *****	
DATA 数=105	
変数の数=10	
相互相関(最後の変数と他の変数を遅らせたもの)	

## 11. 変数&data整理

まず次のmenuが出て来る。このmenuのprogramでファイルしたdataやそれらの使用を目的とするdataについて入力後、変数変換やdata整理ができる。なお、回帰分析については1つのファイルで、その他のファイルは同一のファイルリストに入っている。

*** 変数を使用しているprogram ***	
1 : 平均	2 : 分散
3 : 相関	3 : 適合度
5 : 棄却	6 : 回帰分析
7 : 時系列	8 : to menu
何番をしますか ?	

変数変換やdata整理は下のよう大きく分けて4とおりの方法がある。

- 1) . 変数変換  
平方根に変換 (root)  
べき乗に変換 ( $y^x$ )  
自然対数に変換 (底がe)  
常用対数に変換 (底が10)
- 2) . dataの追加もしくは削除  
dataの追加  
dataの削除
- 3) . 変数の追加もしくは削除  
変数の追加  
変数の削除
- 4) . 変数の配列の交換  
(以下は省略)

## 13. programの選択法

dataがあっても、それをどのように解析(検定)したらよいかわからないときは、このprogramの選択法でどの解析をすればよいかを見つけることができる。更に、直接その解析のprogramに行くこともできる。数値例(番号に-をつけるとその例を見ることができる)をすべてに用意しているので、それを見ながら、この選択法で直接探すことができる。したがって、このマニュアルを必ずしも見なくてもよいと思う。

ここでは種類によって枝分かれしていく段階で、あまり神経質にならなくてもよい。なぜならdataによってはいろんな解釈も可能だから、あらゆる可能性を含めて行き着く先は用意している。したがって、違う枝分かれの方向にいても大きく解釈が異なっていないかぎり、同じprogramに行き着くはずである。

また、**ret**を押せば、前のmenuにいつでも戻れるから、あまりためらわずいろんなところに行ってもらいたい。

(以下省略)

## 文 献

- (1) 岸根卓郎, 統計学, 養賢堂, 1975
- (2) 小林龍一, 相関・回帰分析入門, 日科技連, 1982
- (3) 奥野忠一編, 応用統計ハンドブック, 養賢堂, 1984
- (4) 奥野忠一, 久米均, 芳賀敏郎, 吉沢正, 多変量解析法(改定版), 日科技連, 1984



## VI 学会・雑誌発表抄録





昭和62年度 学会誌等論文発表

表 題	著 者	雑 誌 名	巻(号)・頁(年)	抄録No.
Morphological Features of "Large-Type" Laval <i>Gnathostoma</i> in Loaches from Mainland China	Hiroshige AKAHANE Toshihiro MAKO	Jpn. J. Parasitol.	36(6)424-426 1987	

学会誌等論文発表抄録

Morphological Features of "Large-Type" Larval *Gnathostoma* in Loaches from Mainland China.

Department of parasitology, School of Medicine, Fukuoka University, Hiroshige AKAHANE  
Bacteriology Toshihiro MAKO

Jpn. J. Parasitol. 36 (6) , 424-426, 1987

Some examinations were made of the number and features of hooklets on the head bulb and of the number of nuclei of intestinal epitheli-

al cells in the "Large-Type" larvae *Gnathostoma* in loaches from Mainland China. The number of hooklets in 2 "Large-Type" larvae was 36 or 37 in the first row, 37 in the second row, 41 in the third row and 44 or 46 in the fourth row. The intestinal wall of "Large-Type" larvae consisted of a single layer of many elongate epithelial cell. "Large-Type" larvae in loaches imported from Mainland China appear to be the advanced third-stage larvae of *G. hi-spidium*.

昭和62年度 学会等口演発表一覧

演 題 名	発 表 者 (口演者○印)	学 会 名	会 期	会 場	抄録No.
6種血清型が混在した腸炎ビブリオ食中毒事例	・梶原一人 村上直海 大久保忠敬 光来真弓 大坪道隆 青木勲	第34回 福岡県公衆衛生 学会	1987年 5月19日	福岡県看護等 研究研修センター (福岡市)	1
〃	・梶原一人 村上直海 大久保忠敬	第13回 九州衛生公害 技術協議会	1987年 11月26日	城山会館 (鹿児島市)	1
福岡市における5歳未満の日本脳炎中和抗体保有状況	・馬場純一 松隈慶子	第34回 福岡県公衆衛生 学会	1987. 5. 19	福岡県看護等 研究研修センター (福岡市)	2
〃	〃	第46回 日本公衆衛生 学会	1987. 10. 20	長崎県医師 会館 (長崎市)	2
1986年度におけるインフルエンザウイルス分離および血清学的検査成績	・松隈慶子 馬場純一	第34回 福岡県公衆衛生 学会	1987. 5. 19	福岡県看護等 研究研修センター (福岡市)	3
〃	・馬場純一	第13回 九州衛生公害 技術協議会	1987. 11. 26 ~27	城山会館 (鹿児島市)	3
補体結合反応によるアメーバ症診断評価と梅毒陽性者のアメーバ抗体保有状況	・渡部高貴 真子俊博	〃	〃	〃	4

演 題 名	発 表 者 (口演者○印)	学 会 名	会 期	会 場	抄録No.
輸入淡水魚からの Aeromonas, Plesiomonas 及び病原ビブリオ検出状況	・渡部高貴 真子俊博 大隈英子	第 13 回九州衛生 公害技術協議会	1987. 11. 26 ~27	城山会館 (鹿児島市)	5
輸入淡水魚からの Aeromonas, Plesiomonas 検出状況	・渡部高貴 真子俊博 大隈英子 大庭三和子 村尾利光	第 34 回福岡県 公衆衛生学会	1987. 5. 19	福岡県看護等 研究研習センター (福岡市)	6
最近増加してきた赤痢アメーバ検査状況	・真子俊博	〃	〃	〃	7
輸入淡水魚からの病原ビブリオ検出状況	・大隈英子 真子俊博 渡部高貴 大庭三和子 村尾利光	〃	〃	〃	8
・赤痢アメーバの検査法を中心に —その他下痢症から検出される原虫 類の動向—	・真子俊博	第 36 回日本臨床 衛生検査学会	1987. 5. 2 ~ 3	鹿児島市民文化ホー ル (鹿児島市)	9
・剛棘顎口虫幼虫のブタへの感染実験	・堀内伸二 真子俊博 赤羽啓栄	第 40 回日本寄生 虫学会南日本支部 大会	1987. 10. 10 ~11	大分医科大学 臨床大講堂 (大分市)	10
・輸入淡水魚からの Aeromonas, Plesiomonas 及び病原ビブリオ 検出状況	・大隈英子	第 46 回日本公衆 衛生学会総会	1987. 11. 19 ~21	長崎県薬剤師 会館 (長崎市)	11
高速液体クロマトグラフィー によるストリキニーネの分析法	中村正規	第 53 回九州山口 薬学大会	1987. 10. 17 ~18	福岡市 電気ビル (福岡市)	12
〃	中村正規	第 34 回 福岡県公 衆衛生学会	1987. 5. 19	福岡県看護等 研究研修センター (福岡市)	12
FTD-GCによる 米中カーバメート系農薬の 分析法	中村正規	第 13 回九州衛生 公害技術協議会	1987. 11. 26 ~27	城山会館 (鹿児島市)	13
分光光度計を用いた 野菜漬物中許可タール 色素の簡易定量法	・桃崎悦子 藤本喬	〃	〃	〃	14
高速液体クロマトグラフィーによる テロドトキシン検出法とその応用	・小田隆弘 中西和道	第 53 回 九州山口薬学大会	1987. 10. 17 ~18	福岡市 電気ビル (福岡市)	15
〃	〃	第 13 回 九州衛生公害 技術協議会	1987. 11. 26 ~27	城山会館 (鹿児島市)	15
底生動物による 瑞梅寺川の水質評価	古川滝雄	第 34 回 福岡県公衆 衛生学会	S. 62. 5. 19	福岡県看護等 研究研修センター (福岡市)	16

演 題 名	発 表 者 (口演者○印)	学 会 名	会 期	会 場	抄録No.
底生動物による 福岡市内河川（那珂川及び 瑞梅寺川）の水質評価	古川滝雄	第13回九州衛生 公害技術協議会	1987. 11. 26 ~27	城山会館 (鹿児島市)	17
処理水における 分子量分布について	松原英隆	福岡県公衆 衛生学会	1987. 5. 19	福岡県看護等研究 研修センター(福岡市)	18
河川水中の有機物の ゲルクロマトグラフィーに およぼす無機塩の影響	松原英隆	第22回 水質汚濁学会	1988. 3. 17 ~19	昭和大学 (東京都)	19

## 学会等口演発表抄録

### 1. 6種血清型が混在した腸炎ビブリオ集団食中毒事例

微生物課 梶原一人・村上直海

大久保忠敬

第34回福岡県公衆衛生学会(福岡市)

1987. 5. 19

第13回九州衛生公害技術協議会(鹿児島市)

1987. 11. 26

昭和61年7月、福岡市東区の老人ホームにおいて患者48名の集団食中毒が発生し、細菌検査の結果、昼食の鉢盛による腸炎ビブリオ食中毒と判明した。腸炎ビブリオの血清型は食品および患者便等から15種検出されたが、耐熱性溶血毒性を示す血清型はそのうちの6種(K-7, 8, 13, 29, 38, 64すべて患者便由来)であり、本事例はこれら6種血清型による腸炎ビブリオ集団食中毒と思われた。

### 2. 福岡市における5歳未満の日本脳炎中和抗体保有状況

微生物課 馬場純一・松隈慶子

第46回日本公衆衛生学会総会 1987. 10. 20

第34回福岡県公衆衛生学会 1987. 5. 19

1986年9月16日~12月25日の期間の採取された5歳未満児137名の血清について自然感染の有無を調べるため、日本脳炎ウイルス3株(JaF Ar 3085-7野生株、中山一子研株、JaG Ar O1株)に対する中和抗体保有状況を調べた。その結果、17/137名(12.4%)に保有が認められ、0歳児21.4%、1~3歳児10%以下、4歳児30.8%とかなり低い保有率であった。ウイルス株別の保有状況では中山一子研株、JaG Ar O1株、野生株の順に高かった。この17名のうち8名はワクチン未接種者であり、これらは母乳による移行抗体、

輸血、Globulin 製剤投与等による保有と思われた。3歳の1名のみが自然感染が疑われたが、抗体価が比較的低い事と野生株に対する抗体保有が認められない事から否定的と思われた。本文は前報にて報告した。

### 3. 1986年度におけるインフルエンザウイルス分離および血清学的検査成績

微生物課 馬場純一・松隈慶子

第34回福岡県公衆衛生学会 1987. 5. 19

第13回九州衛生公害技術協議会 1987. 11. 26~27

今冬のインフルエンザ流行は、昨年から予想されていたA・ソ連型の変異株であるA・ソ連型の変異株であるA/山形/120/86株と同様のウイルスによるものであり、全国的に年末から発生が確認された。当市においても同型の流行が認められたが1施設の報告に止り、極めて2規模の流行に終わった。

1/7名から分離されたウイルスの抗原分析を行った結果、A/山形/120/86株から若干の抗原性の相異が認められた。本文は前報にて報告した。

### 4. 補体結合反応によるアメーバ症診断の評価と梅毒陽性者のアメーバ抗体保有状況

微生物課 渡部高貴・真子俊博

第43回九州衛生公害技術協議会(鹿児島市)

1987. 11. 26・27

補体結合反应用抗原が市販されたこととともない、従来のゲル内沈降反応と比較検討を行うと同時に梅毒陽性者のアメーバ抗体保有状況を調査した。その結果、アメーバ患者15名全員が補体結合反応16倍以上の抗体価を示し、また、ゲル内沈降反応で陰性であった腸アメーバ症の2名も陽性であった。肝膿瘍の患者4名はいずれも高い抗体価を示し、補体結合反応32倍以上ではいずれもゲル内沈降反応は陽性であった。TPHA陽性者では25名4名が陽性であり、抗体価は8倍から64倍と高い価

を示した。しかし、この4名はゲル内沈降反応等が陰性を示すことからアメーバ症は否定された。

## 5. 輸入淡水魚からの *Aeromonas*, *Plesiomonas* 及び病原ビブリオ検出状況

微生物課 渡部高貴・真子俊博  
大隈英子

第13回九州衛生公害技術協議会(鹿児島市)

1987. 11. 26・27

1987年2月から7月に福岡市内で購入した輸入熱帯淡水魚を対象に各種病原ビブリオ及び *Aeromonas*, *Plesiomonas* の保菌状況を調査した。輸入淡水魚90件中57件(63.3%)より *Aeromonas* を検出した。しかし、養殖ものの香港産と国内産は40%でやや低い値を示した。*Plesiomonas* は、全体では100件中36件(36.0%)と高い値ではなかったが養殖ものに比べ天然産が高い検出率を示した。一方、病原ビブリオは、そのほとんどが *Vibrio cholerae* non 0-1 であり、天然、養殖、国内産とほとんど変わらない検出率であったが、天然産では東南アジア産より5菌種が分離され、養殖ものでは、香港、台湾産より4菌種が検出された。

## 6. 輸入淡水魚からの *Aeromonas*, *Plesiomonas* 検出状況

微生物課 渡部高貴・真子俊博・大隈英子  
大庭三和子・村尾利光

第34回福岡県公衆衛生学会(福岡市)

1987. 5. 19

1987年2月と3月に福岡市内で購入した輸入熱帯魚から、*Aeromonas*, *Plesiomonas* について調査をおこなった。熱帯魚40件のうち *Aeromonas* が検出されたのは32件(80.0%)でその内訳は、*A. hydrophila* 11件(27.5%)、*A. sobria* 9件(22.5%)、*A. cariae* 22件(55.0%)、*A. spp* 4株(10.0%)で、魚体より飼育水が優勢であり、病原性の確認されていない *A. cariae* が高率に検出された。*P. shigelloides* は、40件中20件(50.0%)と高い検出率であり、ほとんどが魚体より検出されたものであった。

## 7. 最近増加してきた赤痢アメーバの検査状況

微生物課 真子俊博

第34回 福岡県公衆衛生学会(福岡市)

1987. 5. 19

本症の診断は虫体の証明により決定されるものであるが、同定には多少の経験を要し、検査方法も複雑である。当所では昭和56年より、血清学的検査法を導入して

いるが、最近依頼検査の増加にともなって、検査法等に同定上の問題点が生じてきた。そこで、今回、当所で行ってきた赤痢アメーバの検査方法を中心に紹介するとともに、これらの問題点を報告する。

現在までに25例のアメーバ症を経験したが、近年では血清による抗体価測定への依頼が増加している。由来別では一般検便より2例、防疫検便より2例、来日外国人より6例、海外旅行者より2例、外部からの依頼検査より12例であった。診断までの検査方法は虫体検出、血清診断によるものが11例、血清診断のみによるものが9例、虫体検出のみによるものが5例であった。最近、アメーバ症の増加が指摘されていることから、検査法の充実が望まれるとともに、血清学的検査が現在最も有効な検査であると思われる。

## 8. 輸入淡水魚からの病原ビブリオ検出状況

微生物課 大隈英子・真子俊博・渡部高貴  
大庭三和子・村尾利光

第34回福岡県公衆衛生学会(福岡市)

1987. 5. 19

1987年2月から3月にかけて福岡市内の熱帯魚輸入卸業者より購入した観賞用輸入淡水魚35件及び日本国内で養殖された5件の計40件につき、その腸管と飼育水を試料として各種病原ビブリオの検索を行なった。

輸入淡水魚35件中21件(60%)からいずれかの病原ビブリオが検出された。*V. cholerae* は19件、*V. vulnificus* は4件、*V. mimicus* は3件から分離されており、*V. cholerae* は全て0・1非凝集性のいわゆるNAGビブリオであった。NAGは産地等に無関係に半数前後の検体から分離されたが、*V. vulnificus* は台湾産からのみ分離された。また、検体数は少ないものの、ホンコン産は病原ビブリオ検出率は比較的低かった。日本産の5件ではNAGのみ2件から検出された。

分離したNAG36株、*V. mimicus* 7株について、CT様毒素及びヒツジ赤血球溶血素の産生性を調べたところ、CT様毒素産生性は全株陰性で、溶血素産生性は、NAG23株、*V. mimicus* 6株が陽性であった。

## 9. 赤痢アメーバの検査法を中心に—その他下痢症から検出される原虫類の動向—

微生物課 真子俊博

第36回日本臨床衛生検査学会(鹿児島市)

1987. 5. 2~3

赤痢アメーバ(*Entamoeba histolytica* Schaudium, 1903)症が近年激増して、1970年代には10名前後の患者数であったものが、最近では毎年100名をこえる

に至っている。このような中で、近年検査法の誤りや、同定のまちがいが目立つようになっている。そこで、原虫検査の標準化というテーマで、赤痢アメーバの疫学調査、人体に寄生する腸管寄生原虫類、赤痢アメーバの検査法および同定検査、血清学的検査法について、当所の自験例を含めて紹介した。

## 10. 剛棘顎口虫幼虫のブタへの感染実験

福大アニマルセンター 堀内 伸二  
微生物課 真子 俊博  
福大寄生虫教室 赤羽 啓栄

第40回 日本寄生虫学会南日本支部大会(大分市)

1987. 10. 10・11

我々は1981年以来ブタおよびイノシシに対し剛棘顎口虫幼虫の感染実験を行ってきた。供した動物は全て雌で、ゲッチングミニブタ3頭、ランドレース×デュロックF<sub>1</sub>2頭、パークシャー10頭およびイノシシ1頭であった。感染に用いた幼虫は第3前期と第3後期の2種、感染開始日齢は34から208であった。感染数は20から350虫で、感染後86から286日後に解剖し、胃および肝臓に寄生している虫体数を数えた。

これらの実験から以下の結論が得られた。宿主としてはパークシャーがやや好適な宿主と思われた。34日齢で感染させその106日後に解剖したブタでは虫体回収率は27.2%であり、胃腔内に多くの成虫と胃壁内に若干の未熟虫をみた。208日齢で感染させて、その106日後に解剖したブタでは虫体回収率10.4%であったが、胃壁内に未熟虫のみが認められた。また生後3カ月を過ぎたブタでは成虫はほとんど回収されず未熟虫が胃壁内にみられる場合が多かった。このようにブタの感染時の日齢は虫体の回収率や成長に著しく影響し、加齢に伴い回収率は低下し、かつ虫体は胃壁内に留まり成長が抑制された。

第3前期と第3後期幼虫を感染させた場合、虫体回収率においては大きな差はなかった。以上の結果より剛棘顎口虫のLife cycleの中で虫卵排出の主役を担っているのは仔ブタであることが強く示唆された。

## 11. 輸入淡水魚からの *Aeromonas*, *Plesiomonas* 及び病原ビブリオ検出状況

微生物課 大隈 英子

第46回日本公衆衛生学会総会(長崎市)

1987. 11. 19・21

1987年2月から5月にかけて、福岡市内の熱帯魚輸入卸業者より購入した観賞用輸入淡水魚71件を対象として *Aeromonas*, *Plesiomonas* 及び各種病原ビブ

リオの分離を試みた。輸入淡水魚のうちわけは、天然魚28件(東南アジア産20件、南米産8件)と、養殖魚43件(ホンコン産16件、台湾産20件、東南アジア産7件)であった。

輸入淡水魚71件中40件が *Aeromonas*陽性で、*A. hydrophila* は26件、*A. sobria* は22件から検出された。天然魚では、*A. sobria* より *A. hydrophila* が優熱であったが、東南アジアで養殖されたものでは *A. hydrophila* より *A. sobria* の検出率が高かった。

*P. shigelloides* は71件中27件より検出され、天然魚の方が養殖魚より検出率が高かった。

病原ビブリオは71件中34件から検出され、分離菌種はNAGが最多で30件、*V. vulnificus* は6件、*V. fluvialis* は2件、*V. mimicus* は5件から検出された。

## 12. 高速液体クロマトグラフィーによるストリキニーネの分析法

理化学課 中村 正規

第34回福岡県公衆衛生学会(福岡市)1987. 5. 19

第53回九州山口薬学大会(福岡市)1987. 10. 17-18

捕獲が困難な野犬の薬殺に、ストリキニーネが用いられるが、死亡した犬の死因の確認や薬剤による事故が発生した場合の迅速分析法を、アミノアルキルカラムを用いた高速液体クロマトグラフィーを用いて検討した。

試料は餌に使用された市販の鯖みそ煮の缶詰と牛レバーを使用した。試料を酸性でホモジナイズし、20%  $\text{CHCl}_3$  含有 *n*-Hexane で洗浄後、2N NaOH で pH を9~10に調整し、20%  $\text{CHCl}_3$  含有 *n*-Hexane で抽出。有機層を脱水後、溶媒留去し、SEP-PAK Silica で精製を行い、EtOH で定容し検液とした。HPLCの条件として、順相系はカラムに LiChrospher NH<sub>2</sub>、移動相に10% エタノール含有 *n*-ヘキサンを用い、水系は Finepak Sil NH<sub>2</sub> に10mM  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ :  $\text{CH}_3\text{CN}$  = 30:70を用いた。検出器はUV 254nm で最小検出量は両方法とも10ngで10ngから200ngの範囲で原点を通る直線を示した。試料も妨害ピークの少いクロマトグラムが得られた。鯖のみそ煮に100~1000ppm、牛レバーに1~10ppmを添加し回収率を求めたところ、いずれも80%以上と良好であった。

## 13. FTD-GCによる米中カーバメート系農薬の分析法

理化学課 中村 正規

第13回九州衛生公害技術協議会(鹿児島市)

1987. 11. 26・27

F T D - G C を用いて、米中に残留するカーバメート系殺虫剤 7 種 (NAC、BPMC、XMC、MTMC、MIP C、PHC、MPMC) の同時分析法を検討した。粉碎した試料を 30 % 含水アセトンで 1 夜浸出し、20 % ジクロロメタン含有 n - ヘキサン抽出を行い、ニトリル分配で脂肪を除去した後、フロリジルカラムにより精製を行った。n - ヘキサンで定容後、F T D - G C 及び G C - M a s s の検液とした。

F T D - G C で用いた分析カラムは C B P - 10 0.53 mmI. D.  $\times$  12 m の F. S. カラムで 0.2 ~ 6 n g の範囲において検量線は直線を示し、玄米でも妨害の少ないクロマトグラムが得られた。回収率は、0.025 p p m 添加で全て 80 % 以上で、検出下限は 0.01 p p m であった。高濃度試料やカーバメート系殺虫剤が数種類残留している場合、ベースピークによる S I M 法による確認が有効であった。59 年度に福岡市内で取去された玄米 7 件、胚芽米 1 件、精米 6 件を測定したところ MTMC が 0.012 ~ 0.19 p p m、XMC を 0.01 ~ 0.045 p p m、B P M C が 0.01 ~ 0.43 p p m 検出した。

#### 14. 分光光度計を用いた野菜漬物中許可タール色素の簡易定量法

理化学課 桃崎悦子・藤本 喬  
第 13 回九州衛生公害技術協議会 (鹿児島市)

1987. 11. 26・27

食品添加物としてわが国で許可されているタール色素 (11 種及びそのアルミニウムレーキ 7 種) は、使用量についての基準が定められていないが、漬物については、昭和 56 年 9 月に定められた衛生規範により 100 p p m 以下にすることが望ましいと明記されている。近年における色素定量は HPLC 法が主流であるが迅速かつ簡易な方法として、ポリアミドカラムクロマトグラフィーにより精製および色素の分離を行った後、分光光度計により定量する方法を検討し以下の結果を得た。

1. しば漬、さくら大根、梅干し、紅しょうがは、色素が単一で使用されておりポリアミドカラムにより良く精製された。
2. 福神漬、きゅうり、しそ漬 (緑色) は色素が数種使用されているので、ポリアミドカラムの溶離液濃度を変化させることにより分離できた。
3. たかな漬は食品成分の色が色素の定量にプラス妨害を与えるため、食品の影響の少ない波長を選ぶことによってプラス妨害が除去できた。
4. たくあん漬では食品成分よりの妨害はみられなかった。

5. 以上の方法により昭和 61 年度に定期取去された市販漬物 38 件について検査したところ 17 件が 100 p p m をこえていた。

#### 15. 高速液体クロマトグラフィーによるテトロドトキシン検出法とその応用

理化学課 小田隆弘・中西和道  
第 53 回九州山口薬学大会 (福岡市)

1987. 10. 17 ~ 18

第 13 回九州衛生公害技術協議会 (鹿児島市)

1987. 11. 26 ~ 27

高速液体クロマトグラフィーによるフグ毒 (テトロドトキシン) 検出法を検討した。分離カラムとしては陽イオン交換樹脂カラムを用い、カラム分離後、5 N 水酸化ナトリウムを送液し、95 °C 反応槽中でテトロドトキシンを蛍光物質に変換して蛍光検出器により検出する方法によりおこなった。この方法により、各種フグの各臓器別のテトロドトキシン濃度を測定したところ、毒性不明フグであるホシフグでは 5 個体全てで、全ての臓器ともテトロドトキシンは検出されなかった。また、ドクサバフグの肉及び肝臓を用いて、煮沸、油揚げ、乾燥などによるクッキングロス実験をおこなったところ煮沸では、時間が長くなる程、肉中に残留するテトロドトキシンは著明に減少したが、油揚げ、乾燥では全く減少せず、むしろ、水分の減少に伴ないテトロドトキシンの濃度は数倍に増加することがわかった。

#### 16. 底生動物による瑞梅寺川の水質評価

理化学課 古川 滝雄

第 34 回福岡県公衆衛生学会 (福岡市)

1987. 5. 19

瑞梅寺川について昭和 61 年 6 月 11 日及び 9 月 24 日に上流から 6 地点について生物調査を行ない、それらについて生物指数及び多様性指数をもちいて水質評価を行なった。上流奇徳橋と瑞梅寺橋は清澄な水域であったが、立角橋から池田川橋まではやや汚濁化の傾向にあり、3 地点間にあまり変化がなかった。若宮橋はやや汚濁化していた。

#### 17. 底生動物による福岡市内河川 (那珂川、瑞梅寺川) の水質評価

理化学課 古川 滝雄

第 13 回九州公害技術協議会 (鹿児島市)

1987. 11. 26・27

那珂川 (昭和 60 年 5 月 28 日から 31 日及び 10 月 23 日から 25 日) は上流から下流の 9 地点について、瑞梅

寺川（昭和 61 年 6 月 11 日及び 9 月 24 日）は 6 地点について生物調査を行なった。那珂川橋について、赤坂橋下から橋本橋までは、清澄な水域であることを示していたが、那珂川橋から警弥郷橋にかけて上流よりやや汚濁化の傾向にあった。塩原橋はやや汚濁化した水域であった。瑞梅寺川について、奇徳橋と瑞梅寺橋は清澄な水域であったが、若宮橋はやや汚濁化していた。那珂川について、昭和 48 年の調査と比較した結果、上流域の水質が改善されたものと考えられた。

#### 18. 処理水における分子量分布について

理化学課 松原英隆

第 34 回福岡県公衆衛生学会（福岡市）1987. 5. 19

水を溶離液とし、セファデックス G-15 を用いて下水処理水中の有機物のゲルクロマトグラフィーを行ない、得られたクロマトグラムについて検討した。その結果、有機物のクロマトグラムは無機塩の影響を強く受けていることが判明した。

#### 19. 河川水の有機物のゲルクロマトグラフィーにおよぼす無機塩の影響

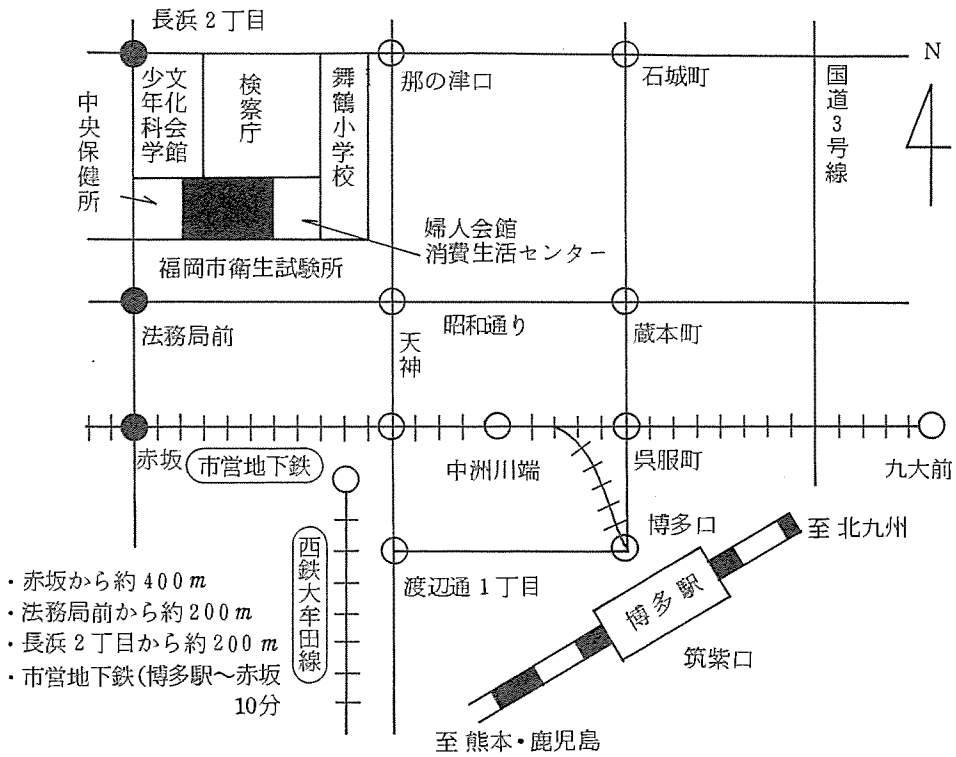
理化学課 松原英隆

第 22 回水質汚濁学会（東京）1987. 3. 17-19

水を溶離液とし、セファデックス G-15 を用いて河川水中の有機物のゲルクロマトグラフィーを行なったとき試料中に溶存している塩が有機物の溶離パターンにいかに関与するかを調査した。この時ゲルは 0.1 M アンモニア水および精製水で十分に洗浄したものをを用いた。この結果によると、有機物のピークは、塩の溶出ピークの直前に見られることが明らかとなった。又、脱塩試料のクロマトグラムでは、有機物のほとんどはカラム上部に吸着された。







編 集 委 員

馬場純一 小田隆弘 古川滝雄  
 真子俊博 梶原一人 中村正規

福岡市衛生試験所報 ( ISSN 0388 - 6166 )

第 13 号

昭和62年度版

発行所 福岡市衛生試験所  
 〒 810 福岡市中央区舞鶴二丁目 5 番 10 号  
 TEL (092) 721-0585  
 印刷所 大商印刷株式会社  
 〒 810 福岡市中央区薬院三丁目 11 番 39 号  
 TEL (092) 522-0885

Annual Report  
of  
Fukuoka City Institute of Public Health

Volume 13

Dec. 1, 1988

福岡市衛試報
--------

Ann. Rep. Fukuoka Inst. Public Health
--

Fukuoka City Institute of Public Health

2-5-10 Maizuru

Chuo-ku Fukuoka