

2 飼料中のアジンホスメチル及びプロフェノホスのガスクロマトグラフ (FPD) による定量法

矢本 亮介*

Determination of Azinphos-methyl and Profenofos in Feeds by GC

Ryosuke YAMOTO*

(* Food and Agricultural Materials Inspection Center, Sapporo Regional Center)

An analytical method for determination of azinphos-methyl and profenofos in feed using gas chromatography (GC) was developed. After addition of water to samples, azinphos-methyl and profenofos were extracted with acetonitrile and filtered. The filtrates were purified by gel permeation chromatography (GPC) and Florisil column chromatography, and subjected to capillary column GC for determination of azinphos-methyl and profenofos. A recovery test was conducted using two kinds of formula feed, wheat and cottonseed spiked with azinphos-methyl and profenofos at 50 µg/kg and 3,000 µg/kg. A recovery test was also conducted using ryegrass straw spiked with azinphos-methyl and profenofos at 50 µg/kg and 10,000 µg/kg. These tests resulted in recoveries of 76.3~116.5% of azinphos-methyl with relative standard deviations (RSD) of within 11.9% and recoveries of 88.0~119.5% of profenofos with RSD of within 10.3%. A collaborative study was conducted in eight laboratories using a formula feed and alfalfa hay spiked with azinphos-methyl and profenofos at 100 µg/kg. The mean recovery of azinphos-methyl in formula feed was 88.0%, and the repeatability and reproducibility in terms of the relative standard deviations (RSD_r and RSD_R) were 7.2% and 9.7% respectively. The mean recovery of profenofos in formula feed was 92.4%, and the repeatability and reproducibility in terms of RSD_r and RSD_R were 7.0% and 14% respectively. The mean recoveries of azinphos-methyl and profenofos in alfalfa hay were 99.3% with RSD_r of 4.1% and RSD_R of 12%, and 96.6% with RSD_r of 6.8% and RSD_R of 12% respectively.

Key words: 残留農薬 pesticide residue ; 有機リン系殺虫剤 organophosphorus insecticide ; アジンホスメチル azinphos-methyl ; プロフェノホス profenofos ; ガスクロマトグラフィー gas chromatography (GC) ; ゲル浸透クロマトグラフィー gel permeation chromatography (GPC) ; 綿実 cottonseed ; 共同試験 collaborative study ; 飼料 feed ; 乾牧草 grass hay

1 緒 言

アジンホスメチル [$C_{10}H_{12}N_3O_3PS_2$] (Fig. 1) は, Bayer 社が開発した有機リン系殺虫剤である. 国内の食品中の残留基準値は, とうもろこしで 2 mg/kg, 豆類で 0.05~0.5 mg/kg, いも類で 0.05~0.5 mg/kg, 野菜で 0.2~5 mg/kg, 果実で 0.1~5 mg/kg である¹⁾.

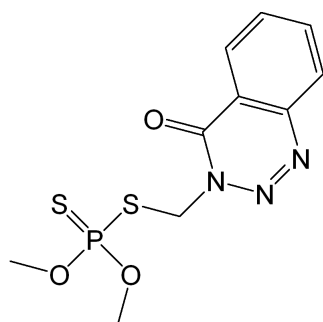
プロフェノホス [$C_{11}H_{15}BrClO_3PS$] (Fig. 1) は, スイスの Ciba Geigy 社が開発した非対称リン酸エ

* 独立行政法人農林水産消費安全技術センター札幌センター

ステル構造を有する有機リン系殺虫剤である。国内の食品中の残留基準値は、穀類、豆類及び果実で 0.05 mg/kg, いも類で 0.02~0.05 mg/kg, 野菜で 0.05~5 mg/kg である¹⁾。

これらの残留分析法として、アジンホスメチルについては、厚生労働省通知²⁾による「LC/MS による農薬等の一斉試験法」等、プロフェノホスについては、飼料分析基準³⁾による「ガスクロマトグラフ質量分析計による農薬の一斉分析法」等がある。

今回、財団法人日本食品分析センターが開発した「配合飼料中のアジンホスメチル及びプロフェノホスの残留分析法」⁴⁾を基に、飼料検査分析法（飼料分析基準）への適用性の可否についての検討を行ったので、その概要を報告する。



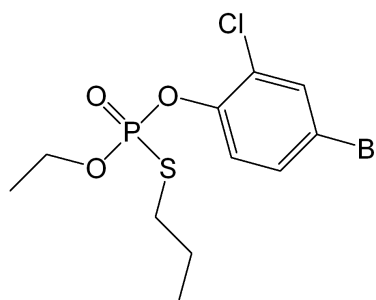
Azinphos-methyl

S-(3,4-Dihydro-4-oxo-1,2,3-benzotriazin-3-ylmethyl)

O,O-dimethyl phosphorodithioate

$C_{10}H_{12}N_3O_3PS_2$ MW: 317.3

CAS No.: 86-50-0



Profenofos

O-(4-Bromo-2-chlorophenyl)-*O*-ethyl-*S*-propyl
phosphorothioate

$C_{11}H_{15}BrClO_3PS$ MW: 373.6

CAS No.: 41198-08-7

Fig. 1 Chemical structures of azinphos-methyl and profenofos

2 実験方法

2.1 試料

市販の配合飼料（成鶏飼育用及び乳用牛飼育用），小麦，綿実及び乾牧草（ライグラスストロー）を 1 mm の網ふるいを通過するまで粉砕して用いた。

なお，検討に用いた配合飼料の配合割合を Table 1 に示した。

Table 1 Composition of the formula feed used in this study

Kind of formula feed	Group of ingredients	Ratio (%)	Ingredients
For layer	Grains	60	Corn, Milo, Rice
	Oil meals	27	Soybean meal, Rapeseed meal, Corn gluten meal
	Animal by-products	1	Fish meal
	Brans	1	Wheat bran
	Others	11	Calcium carbonate, Animal fat, Calcium phosphate, Salt, Paprika extract, Silicic anhydride
For cattle	Grains	52	Corn, Lupins, Rice, Wheat
	Oil meals	22	Soybean meal, Rapeseed meal
	Brans	21	Corn gluten feed, Wheat bran, Distiller's dried grains with solubles, Screening pellet
	Others	5	Molasses, Calcium carbonate, Alfalfa meal, Salt

2.2 試 薬

1) アジンホスメチル標準原液

アジンホスメチル標準品（和光純薬工業製，純度 99.1%）25 mg を正確に量って 50 mL の全量フラスコに入れ，アセトンを加えて溶かし，更に標線までアセトンを加えてアジンホスメチル標準原液を調製した（この液 1 mL は，アジンホスメチルとして 0.5 mg を含有する．）。

2) プロフェノホス標準原液

プロフェノホス標準品（和光純薬工業製，純度 99.0%）25 mg を正確に量って 50 mL の全量フラスコに入れ，アセトンを加えて溶かし，更に標線までアセトンを加えてプロフェノホス標準原液を調製した（この液 1 mL は，プロフェノホスとして 0.5 mg を含有する．）。

3) 混合標準液

使用に際して，アジンホスメチル標準原液及びプロフェノホス標準原液各 1 mL を 50 mL の全量フラスコに正確に入れ，更に標線まで 2,2,4-トリメチルペンタン-アセトン（4+1）を加えて，1 mL 中に各農薬としてそれぞれ 10 µg を含有する混合標準原液を調製した。

更に，混合標準原液の一定量を 2,2,4-トリメチルペンタン-アセトン（4+1）で正確に希釈し，1 mL 中に各農薬としてそれぞれ 0.01, 0.02, 0.05, 0.1, 0.2, 0.5 及び 1 µg を含有する各混合標準液を調製した。

4) アセトン，アセトニトリル，ヘキサンは残留農薬試験用試薬を，シクロヘキサン，2,2,4-トリメチルペンタンは高速液体クロマトグラフ分析用試薬を用いた。

2.3 装置及び器具

1) ガスクロマトグラフ：Agilent Technologies 製 6890N（FPD 検出器（リン検出用フィルター））

2) ゲル浸透クロマトグラフ：日本分光製 GPC システム

ポンプ：PU-980

オートサンプラー：AS-950

フラクションコレクター：SF-212N

3) 振とう機：タイテック製 レンプロシェーカー SR-2W

4) エバポレーター：東京理化学器械製 NAJ-160

- 5) フロリジルカートリッジ：Waters 製 Sep-Pak Plus Florisil
- 6) メンブランフィルター：関東化学製 HLC-DISK 25 (孔径 0.45 μm , 直径 25 mm)

2.4 定量方法

1) 抽出

試料 10.0 g を量って 200 mL の共栓三角フラスコに入れ、水 10 mL を加えて潤し、30 分間静置した後、アセトニトリル 100 mL を加え、30 分間振り混ぜて抽出した。300 mL のなす形フラスコをブフナー漏斗の下に置き、抽出液をろ紙 (5 種 B) で吸引ろ過した後、容器及び残さをアセトニトリル 50 mL で洗浄し、吸引ろ過した。ろ液を 40°C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固した。シクロヘキサン-アセトン (7+3) 10 mL (綿実は 20 mL) を正確に加えて残留物を溶かし、10 mL の共栓遠心沈殿管に入れ、3,000 \times g で 5 分間遠心分離した後、上澄み液をメンブランフィルター (孔径 0.45 μm) でろ過し、ゲル浸透クロマトグラフィーに供する試料溶液とした。

2) ゲル浸透クロマトグラフィー

試料溶液 5.0 mL をゲル浸透クロマトグラフに注入し、アジンホスメチル及びプロフェノホスが溶出する画分を 100 mL のなす形フラスコに分取し、40°C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固した。ゲル浸透クロマトグラフの条件を Table 2 に示した。

ヘキサン 2 mL を加えて残留物を溶かし、カートリッジカラムクロマトグラフィーに供する試料溶液とした。

Table 2 Operating conditions for GPC

Column	Shodex CLNpak EV-2000 AC (20 mm i.d. \times 300 mm, 15 μm)
Guard column	Shodex CLNpak EV-G AC (20 mm i.d. \times 100 mm, 15 μm)
Eluent	Cyclohexane-acetone (7:3)
Flow rate	5 mL/min
Fraction volume	70~120 mL

3) カートリッジカラムクロマトグラフィー

フロリジルカートリッジを注射筒に連結し、予めヘキサン 5 mL でカラムを洗浄した。試料溶液を注射筒に入れ、容器をヘキサン 2 mL ずつで 2 回洗浄し、洗液を順次フロリジルカートリッジに加え、液面が充てん剤の上端に達するまで流出させた。

50 mL のなす形フラスコをフロリジルカートリッジの下に置き、ヘキサン-アセトン (17+3) 15 mL を加えてアジンホスメチル及びプロフェノホスを溶出させ、溶出液を 40°C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固した。

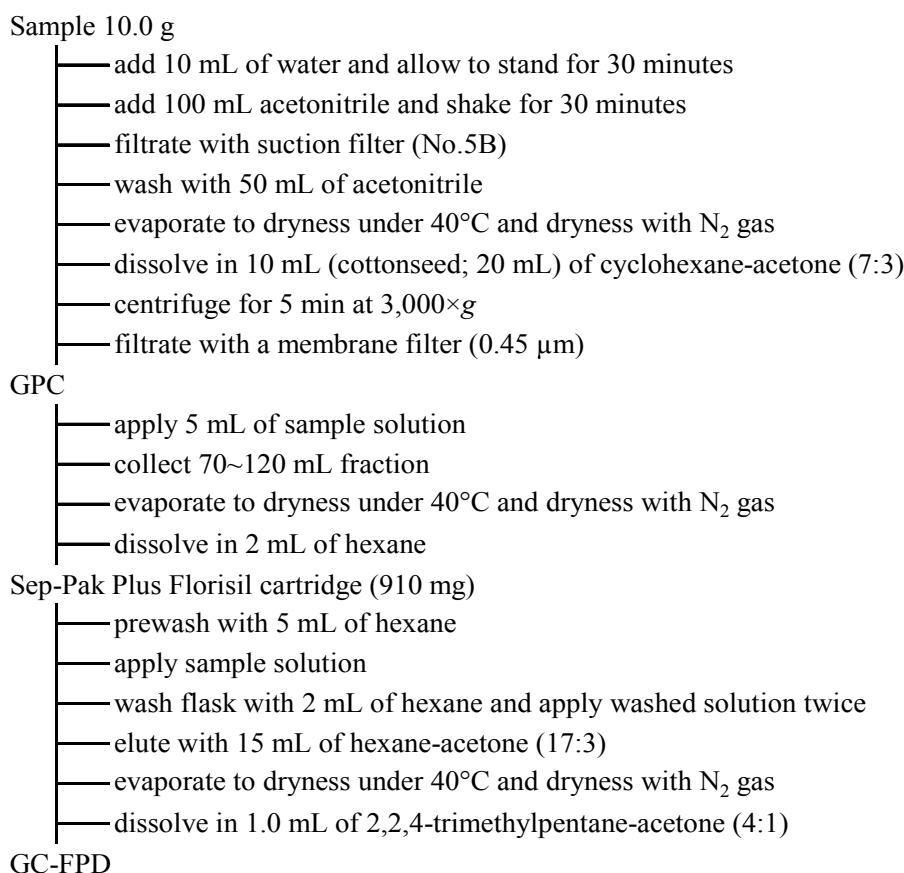
2,2,4-トリメチルペンタン-アセトン (4+1) 1 mL を正確に加えて残留物を溶かし、ガスクロマトグラフィーに供する試料溶液とした。

4) ガスクロマトグラフィー

試料溶液及び各混合標準液各 2 μL をガスクロマトグラフに注入し、クロマトグラムを得た。

得られたクロマトグラムからピーク面積を求めて検量線を作成し、試料中のアジンホスメチル量及びプロフェノホス量を算出した。

なお、定量法の概要を Scheme 1 に、ガスクロマトグラフィーの測定条件を Table 3 に示した。

**Scheme 1 Analytical procedure for azinphos-methyl and profenofos****Table 3 Operating conditions for GC**

Column	Rtx-200 (0.25 mm i.d.× 15 m, 0.25 μm film thickness)
Column temp.	70°C (1 min)→20°C/min→250°C (4 min)
Injection mode	Splitless
Injection temp.	250°C
Carrier gas	He 2.0 mL/min
Hydrogen	75 mL/min
Air	100 mL/min
Make up gas	He (30 mL/min)
Detector	FPD
Detector temp.	250°C
Injection volume	2 μL

3 結果及び考察

3.1 検量線

調製した 0.01, 0.02, 0.05, 0.1, 0.2, 0.5 及び 1.0 μg/mL の各農薬混合標準液 2 μL をガスクロマトグラフに注入し、得られたクロマトグラムのピーク面積から検量線を作成した。

その結果、いずれの検量線とも 0.02~2 ng の範囲で原点を通る直線性を示した。

3.2 ゲル浸透クロマトグラフィーの検討

ゲル浸透クロマトグラフィーにおけるアジンホスメチル及びプロフェノホスの溶出画分の確認を行

った。

1 mL 中に各農薬として 1.0 μg を含有する標準液を調製し、5 mL を正確にとり、乾固した後、シクロヘキサン-アセトン (7+3) 10 mL に溶解し、2.4 の 2) のゲル浸透クロマトグラフィーに供する試料溶液とし、60 mL から 130 mL における溶出画分の回収率を確認した。

その結果、Table 4 のとおりアジンホスメチル及びプロフェノホスはシクロヘキサン-アセトン (7+3) で 70~120 mL の区分で溶出していることから、本法では 70~120 mL の画分を分取することとした。

Table 4 Elution pattern from GPC (standard solution)

	Fraction volume (mL)								(%)
	60~65	~70	~75	~80	~85	~90	~95	~100	
Azinphos-methyl	0	0	0	0	0	0	0	2	
Profenofos	0	0	1	29	54	13	0	0	

	Fraction volume (mL)							Total
	~105	~110	~115	~120	~125	~130		
Azinphos-methyl	26	46	14	1	0	0	89	
Profenofos	0	0	0	0	0	0	97	

3.3 カートリッジカラムクロマトグラフィーの検討

カートリッジカラムクロマトグラフィーにおけるアジンホスメチル及びプロフェノホスの溶出画分の確認を行った。

1 mL 中に各農薬として 1.0 μg を含有する標準液を調製し、1 mL を正確にとり乾固した後に、ヘキサン 2 mL に溶解し、2.4 の 3) のカートリッジカラムクロマトグラフィーにより、0 mL から 30 mL における溶出画分の回収率を確認した。

その結果、Table 5 のとおりアジンホスメチル及びプロフェノホスはヘキサン-アセトン (17+3) で 0~15 mL の区分で溶出していることから、本法ではヘキサン-アセトン (17+3) 15 mL で溶出することとした。

Table 5 Elution pattern from Florisil cartridge (standard solution)

	Fraction volume (mL)						(%)
	0~5	~10	~15	~20	~30	Total	
Azinphos-methyl	52	50	1	0	0	103	
Profenofos	100	0	0	0	0	100	

3.4 ガスクロマトグラフィーの検討

ガスクロマトグラフィーの測定条件について検討を行った。

グラスウール入りのインサートを使用すると、標準液のレスポンスが低下し、添加回収試験における過回収が生じたため、グラスウールが詰められていないインサートを用いることとした。

3.5 妨害物質の検討

配合飼料（成鶏飼育用，子豚育成用，乳用牛飼育用），小麦，大麦，スクリーニングペレット，ふすま，綿実及び乾牧草（ライグラスストロー，クレイングラスヘイ，アルファルファヘイ）を用い，本法に従って操作し，クロマトグラムを作成した．その結果，アジンホスメチル及びプロフェノホスの定量を妨害するピークは認められなかった．なお，アルファルファからアジンホスメチルと保持時間が一致するピークの痕跡が確認されたが，GC-MS を用いて当該ピークのマススペクトルを測定したところ，アジンホスメチルのマススペクトルとの一致を確認した．

なお，妨害物質の検討で得られたクロマトグラムの一例及び GC-MS で得られた当該ピークのマススペクトルを Fig. 2 に示した．

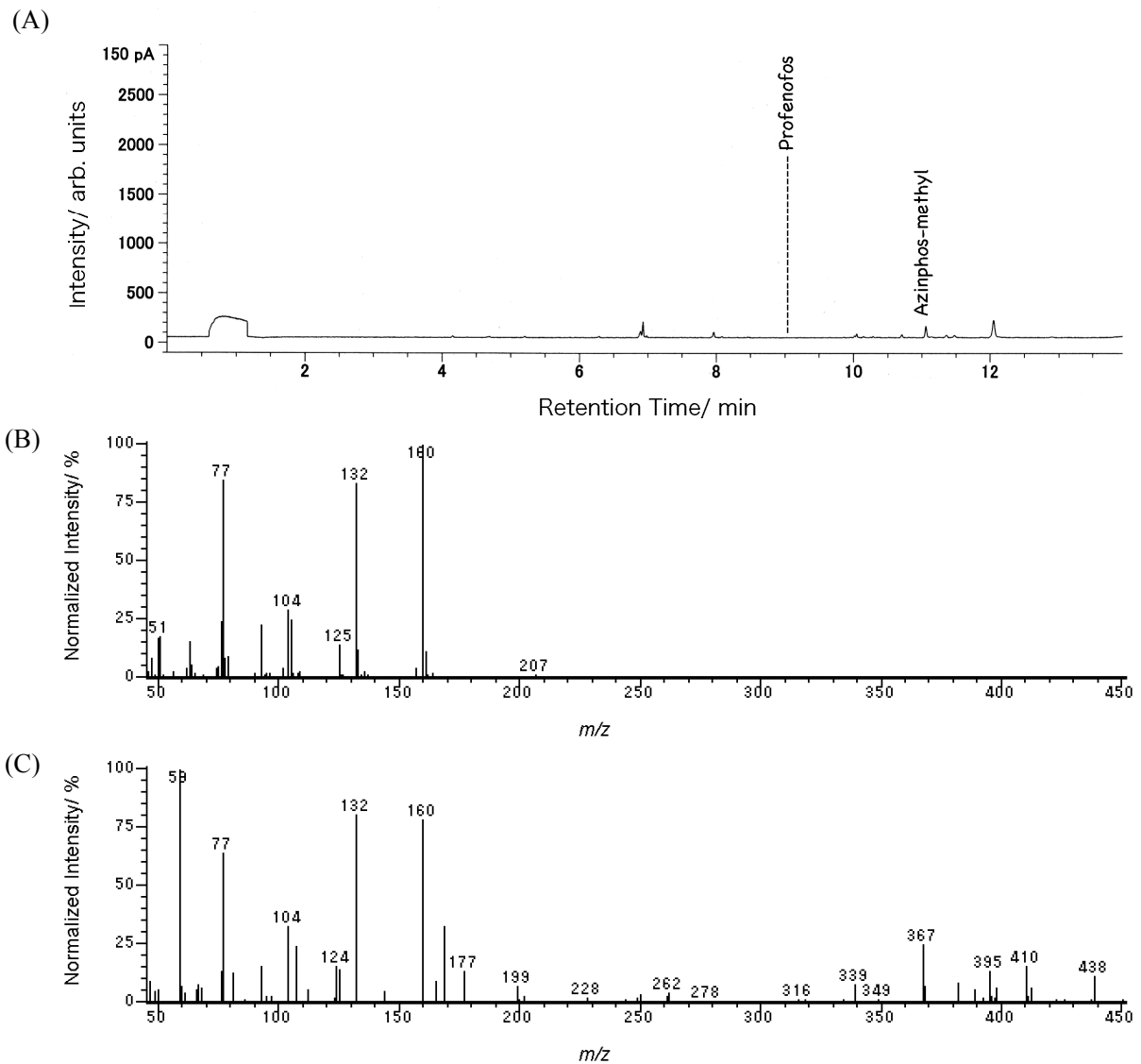


Fig. 2 Example of chromatograms and mass spectra of azinphos-methyl in alfalfa hay

(A) Chromatogram of sample solution of alfalfa hay (not spiked)

(B) Mass spectrum of azinphos-methyl in standard solution

(C) Mass spectrum of azinphos-methyl in contaminated alfalfa hay

3.6 添加回収試験

配合飼料（成鶏飼育用及び乳用牛飼育用），小麦及び綿実（ライグラスストロー）にアジンホスメチル及びプロフェノホスとして 50 及び 3,000 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 相当量を，また乾牧草（ライグラスストロー）にアジンホスメチル及びプロフェノホスとして 50 及び 10,000 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 相当量をそれぞれ添加した試料を用いて，本法に従って分析を 3 回実施し，回収率及び繰返し精度を検討した．その結果は Table 6 のとおりであり，アジンホスメチルの平均回収率は 76.3~117%，その繰返し精度は相対標準偏差（RSD）として 12%以下であった．また，プロフェノホスの平均回収率は 88.0~120%，その繰返し精度は RSD として 10%以下であった．

なお，添加回収試験で得られたクロマトグラムの一例を Fig. 3 に示した．

Table 6 Recovery test of azinphos-methyl and profenofos

	Spiked level ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	Recovery (%)									
		Formula feed for layer		Formula feed for cattle		Wheat		Cottonseed		Ryegrass straw	
		Recovery ^{a)}	RSD ^{b)}	Recovery ^{a)}	RSD ^{b)}	Recovery ^{a)}	RSD ^{b)}	Recovery ^{a)}	RSD ^{b)}	Recovery ^{a)}	RSD ^{b)}
Azinphos-methyl	10,000	---	---	---	---	---	---	---	---	78.3	(4.2)
	3,000	104	(2.4)	78.7	(4.3)	86.4	(1.7)	112	(4.6)	---	---
	50	104	(3.3)	76.3	(12)	111	(2.0)	117	(3.3)	88.7	(8.8)
Profenofos	10,000	---	---	---	---	---	---	---	---	88.0	(3.4)
	3,000	92.9	(10)	96.6	(3.5)	98.5	(1.0)	114	(4.5)	---	---
	50	110	(0.7)	105	(7.7)	110	(2.8)	120	(0.8)	99.4	(3.7)

a) Mean recovery ($n=3$)

b) Relative standard deviation of repeatability

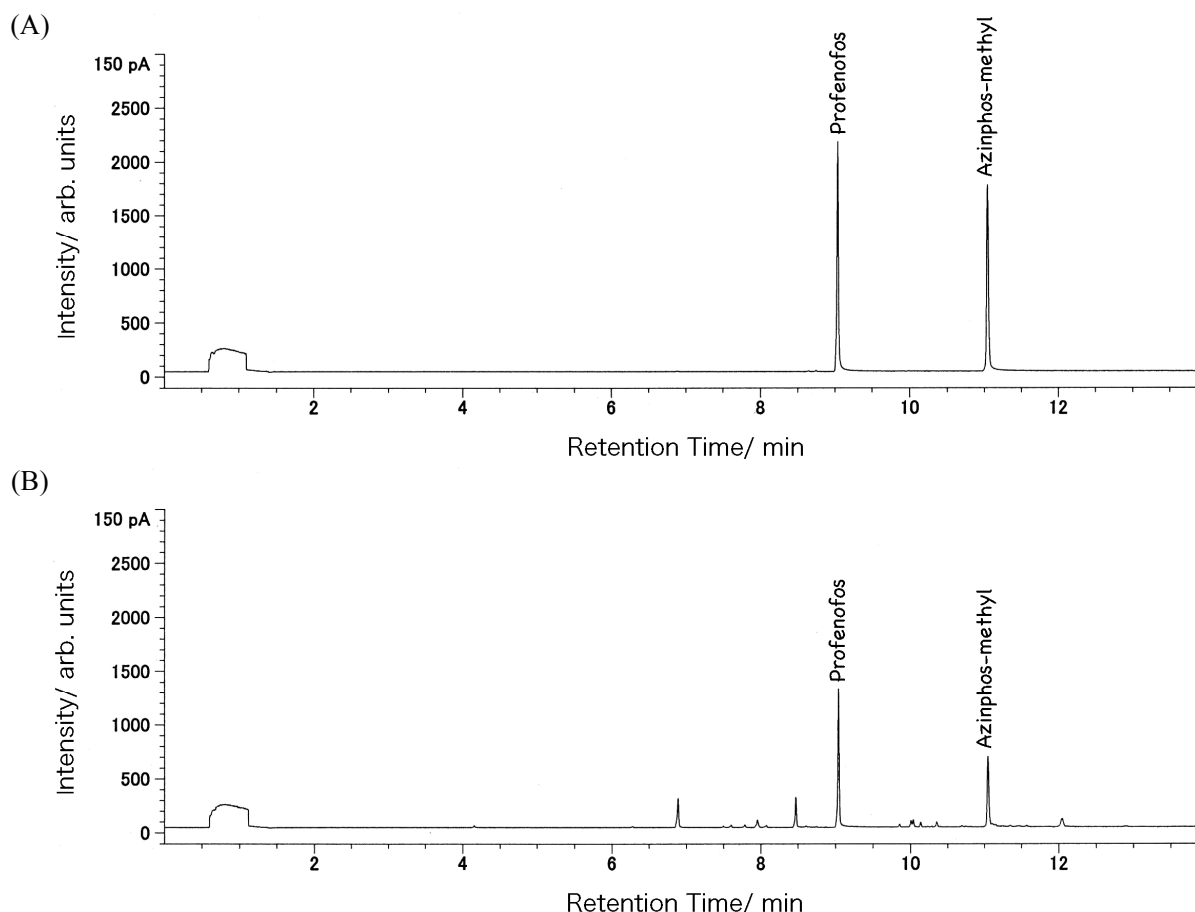


Fig. 3 Example of chromatograms of recovery test

(A) Standard solution (The amount of each pesticide is 1 ng.)

(B) Sample solution of formula feed for cattle spiked each pesticide at 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$

3.7 定量下限及び検出下限

本法による定量下限を確認するために、配合飼料（乳用牛飼育用）及び乾牧草（ライグラスストロー）にアジンホスメチル及びプロフェノホスとして 5 及び 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 相当量を、また綿実にアジンホスメチル及びプロフェノホスとして 10 及び 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 相当量をそれぞれ添加した試料を用いて、本法に従って分析を 3 回実施し、得られたピークの SN 比を求めた。

その結果、得られたピークの SN 比が 10 となる濃度は、アジンホスメチル及びプロフェノホス共に 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ （綿実は 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ）であったが、Table 7 のとおり添加量 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ （綿実は 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ）における試料では、アジンホスメチルでは平均回収率 108~128%，繰返し精度は相対標準偏差（RSD）として 9.1~23%，プロフェノホスでは平均回収率 100~151%，繰返し精度は RSD として 9.5~23%であった。

添加量 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ （綿実は 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ）における試料では、アジンホスメチルでは平均回収率 90.9~110%，繰返し精度は RSD として 3.9~13%，プロフェノホスでは平均回収率 105~112%，繰返し精度は RSD として 1.4~8.3%とほぼ良好な結果であった。

以上の結果から、本法の定量下限はそれぞれ 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ （綿実は 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ）程度であると考えられた。また、検出下限はピークの SN 比が 3 となる濃度からそれぞれ 2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ （綿実は 3 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ）程度であると見積もられた。

Table 7 Recovery test to define the limit of quantification

	Spiked level ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	(%)					
		Formula feed for cattle		Ryegrass straw		Cottonseed	
		Recovery ^{a)}	RSD ^{b)}	Recovery ^{a)}	RSD ^{b)}	Recovery ^{a)}	RSD ^{b)}
Azinphos- methyl	20	---	---	---	---	110	(3.9)
	10	90.9	(13)	108	(12)	128	(23)
	5	108	(17)	111	(9.1)	---	---
Profenofos	20	---	---	---	---	109	(3.7)
	10	112	(1.4)	105	(8.3)	151	(23)
	5	131	(13)	100	(9.5)	---	---

a) Mean recovery ($n=3$)

b) Relative standard deviation of repeatability

3.8 共同試験

本法の再現精度を調査するため、共通飼料による共同試験を実施した。

配合飼料（乳用牛飼育用）及び乾牧草（アルファルファヘイ）にアジンホスメチル及びプロフェノホスとしてそれぞれ 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 相当量を添加した試料を用い、財団法人日本食品分析センター多摩研究所、財団法人マイコトキシン検査協会、全国酪農業協同組合連合会分析センター、独立行政法人農林水産消費安全技術センター肥飼料安全検査部、同名古屋センター、同福岡センター、同神戸センター大阪事務所及び同札幌センターの計 8 試験室で共同分析を実施した。

アジンホスメチルについての結果は Table 8 のとおりであり、配合飼料では、平均回収率は 88.0%、その室内繰返し精度及び室間再現精度はそれぞれ相対標準偏差 (RSD_f 及び RSD_R) として 7.2%及び 9.7%であり、HorRat は 0.44 であった。また、乾牧草では、平均回収率は 99.3%、その室内繰返し精度及び室間再現精度はそれぞれ RSD_f 及び RSD_R として 4.1%及び 12%であり、HorRat は 0.54 であった。

プロフェノホスについての結果は Table 9 のとおりであり、配合飼料では、平均回収率は 92.4%、その室内繰返し精度及び室間再現精度はそれぞれ RSD_f 及び RSD_R として 7.0%及び 14%であり、HorRat は 0.65 であった。また、乾牧草では、平均回収率は 96.6%、その室内繰返し精度及び室間再現精度はそれぞれ RSD_f 及び RSD_R として 6.8%及び 12%であり、HorRat は 0.56 であった。

配合飼料中のアジンホスメチルについて HorRat が 0.5 を下回っていたが、他の値 (0.54, 0.56 及び 0.65) と比較して特に異常があったとは考えられなかった。

参考のため、各試験室で使用したガスクロマトグラフの機種等を Table 10 に示した。

Table 8 Collaborative study results of azinphos-methyl

Lab. No.	Sample			
	Formula feed for cattle		Alfalfa hay	
1	89.6	97.5	112	113
2	96.9	92.1	91.8	105
3	96.9	99.5	116	112
4	77.4	83.5	93.5	95.0
5	84.1	96.7	94.3	91.6
6	92.0	80.8	85.7	84.1
7	83.4	83.0	112	107
8	85.0	70.1	90.7	84.8
Spiked level ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	100		100	
Mean value ^{a)} ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	88.0		99.3	
Recovery (%)	88.0		99.3	
RSD _r ^{b)} (%)	7.2		4.1	
RSD _R ^{c)} (%)	9.7		12	
HorRat	0.44		0.54	

a) $n=16$

b) Repeatability relative standard deviation within same laboratory

c) Reproducibility relative standard deviation

Table 9 Collaborative study results of profenofos

Lab. No.	Sample			
	Formula feed for cattle		Alfalfa hay	
1	97.7	103	107	110
2	86.8	82.4	76.8	90.6
3	86.7	104	113	101
4	80.8	82.3	81.8	88.4
5	94.3	97.9	102	89.5
6	74.6	66.9	90.9	83.1
7	102	103	106	115
8	116	100	96.4	94.1
Spiked level ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	100		100	
Mean value ^{a)} ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	92.4		96.6	
Recovery (%)	92.4		96.6	
RSD _r ^{b)} (%)	7.0		6.8	
RSD _R ^{c)} (%)	14		12	
HorRat	0.65		0.56	

a) $n=16$

b) Repeatability relative standard deviation within same laboratory

c) Reproducibility relative standard deviation

Table 10 Instruments used in the collaborative study

Lab. No.	GC	Column (i.d.×length, filmthickness)
1	Agilent Technologies 6890N	RESTEK Rtx-200 (0.25 mm i.d.×15 m, 0.25 μm)
2	Agilent Technologies 6890N	RESTEK Rtx-200 (0.25 mm i.d.×30 m, 0.25 μm)
3	Agilent Technologies 6890N	RESTEK Rtx-200 (0.25 mm i.d.×30 m, 0.25 μm)
4	SHIMADZU GC-17A	RESTEK Rtx-200 (0.32 mm i.d.×30 m, 0.25 μm)
5	HEWLETT PACKARD 5890 SERIES II	RESTEK Rtx-200 (0.25 mm i.d.×15 m, 0.25 μm)
6	Agilent Technologies 6890	RESTEK Rtx-200 (0.25 mm i.d.×15 m, 0.25 μm)
7	SHIMADZU GC-2010	Agilent DB-210 (0.25 mm i.d.×15 m, 0.25 μm)
8	Agilent Technologies 6890	J&W DB-200 (0.25 mm i.d.×30 m, 0.25 μm)

4 まとめ

ガスクロマトグラフ (FPD) を用いた飼料中のアジンホスメチル及びプロフェノホスの定量法について検討したところ、次の結果を得た。

- 1) アジンホスメチル及びプロフェノホス標準液の検量線は 0.02~2 ng の範囲で直線性を示した。
- 2) 本法によりアジンホスメチル及びプロフェノホスの定量を妨げるピークの確認をした結果、妨害ピークは認められなかった。
- 3) アジンホスメチル及びプロフェノホスを 2 種類の配合飼料、小麦及び綿実に 50 及び 3,000 μg/kg、乾牧草に 50 及び 10,000 μg/kg を添加し添加回収試験を実施した結果、平均回収率はアジンホスメチルで 76.3~117%、プロフェノホスで 88.0~120%であり、繰返し精度は相対標準偏差 (RSD) として、アジンホスメチルで 12%以下、プロフェノホスで 10%以下の結果が得られた。
- 4) 本法によるアジンホスメチル及びプロフェノホスの定量下限は 10 μg/kg (綿実は 20 μg/kg) , 検出下限は 2 μg/kg (綿実は 3 μg/kg) 程度であると考えられた。
- 5) 配合飼料及び乾牧草にアジンホスメチル及びプロフェノホスとしてそれぞれ 100 μg/kg 相当量を添加した試料を用いて、8 試験室で本法による共同試験を実施した。その結果、アジンホスメチルについての配合飼料における平均回収率は 88.0%、その室内繰返し精度及び室間再現精度は相対標準偏差 (RSD_r 及び RSD_R) として 7.2%及び 9.7%であり、HorRat は 0.44 であった。また、乾牧草における平均回収率は 99.3%、その室内繰返し精度及び室間再現精度は RSD_r 及び RSD_R として 4.1%及び 12%であり、HorRat は 0.54 であった。

プロフェノホスについての配合飼料における平均回収率は 92.4%、その室内繰返し精度及び室間再現精度は RSD_r 及び RSD_R として 7.0%及び 14%であり、HorRat は 0.65 であった。また、乾牧草における平均回収率は 96.6%、その室内繰返し精度及び室間再現精度は RSD_r 及び RSD_R として 6.8%及び 12%であり、HorRat は 0.56 であった。

謝 辞

共同試験に参加していただいた財団法人日本食品分析センター多摩研究所，財団法人マイコトキシン検査協会及び全国酪農業協同組合連合会分析センターの各位に感謝の意を表します。

文 献

- 1) 厚生省告示：“食品，添加物等の規格基準”，昭和 34 年 12 月 28 日，厚生省告示第 370 号 (1959).
- 2) 厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知：“食品に残留する農薬，飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法”，平成 17 年 1 月 24 日，食安発第 0124001 号 (2005).
- 3) 農林水産省消費・安全局長通知：“飼料分析基準の制定について”，平成 20 年 4 月 1 日，19 消安第 14729 号 (2008).
- 4) 財団法人日本食品分析センター：“配合飼料中のアジンホスメチル及びプロフェノホスの残留分析法”，平成 15 年度有害物質調査事業微量分析法の開発事業，飼料中の農薬の分析法の開発 (2004).