

技術レポート**12 ベンタゾンの分析法の定量下限及び検出下限の確認**青山 恵介^{*1}, 松崎 美由起^{*2}**1 目 的**

農林水産省の定めた有害化学物質のサーベイランス・モニタリングに関するガイドライン¹⁾の中で、当該サーベイランス・モニタリングの結果を評価・公表するに当たっては、個々の分析法について、妥当性確認結果、定量限界、検出限界、標準添加回収率等の技術的情報を明らかにすることが求められている。

飼料分析基準²⁾に記載されている飼料中のベンタゾンの分析法については、開発当時の検討から定量下限を5 µg/kgと報告³⁾している。当該定量下限は、添加回収試験を3回程度繰り返して実施し、平均回収率が70%以上120%以下であり、かつ、相対標準偏差が20%以内という条件を満たせる最低の濃度として求めたものであった。

このたび、検出下限についても確認する必要性が生じたことから、クロマトグラムにおけるシグナル対ノイズに基づく定量下限 (SN比 10) 及び検出下限 (SN比 3) を改めて求めたので、その結果を報告する。

2 実験方法**2.1 試料**

市販の配合飼料（ほ乳期子牛育成用配合飼料）及び乾牧草（チモシー）をそれぞれ1 mmの網ふるいを通すまで粉砕し、供試試料とした。

2.2 装置及び器具

- 1) ガスクロマトグラフ : Agilent 製 GC6890N (NPD 検出器)
- 2) 振とう機 : タイテック製 レシプロシェーカーSR2-W
- 3) エバポレーター : 柴田科学器械工業製 R-114
- 4) シリカゲルカートリッジ : Waters 製 Sep-Pak Plus Silica

2.3 定量方法

分析法は、飼料分析基準 6.124 によった。

3 結果及び考察**3.1 定量下限及び検出下限について**

定量下限及び検出下限を確認するため、ほ乳期子牛育成用配合飼料及びチモシーにベンタゾンとして10及び5 µg/kg相当量を添加した試料を用いて本法に従って分析を実施し、得られたピークのSN比を求めた。その結果、SN比が10となる濃度は10 µg/kgであり、本法の定量下限は10

^{*1} 独立行政法人肥飼料検査所福岡事務所, 現 (独) 農林水産消費安全技術センター神戸センター岡山事務所

^{*2} (独) 肥飼料検査所福岡事務所, 現 (独) 農林水産消費安全技術センター消費安全情報部

μg/kg 程度と考えられた。また、本法の検出下限は、SN 比が 3 となる濃度から 3 μg/kg 程度と考えられた。なお、得られたクロマトグラムの一例を図 1 に示した。

なお、先の各試料につき、3 回併行分析を実施した結果は、表 1 のとおり、平均回収率は 94.5~98.3%、その繰返し精度は相対標準偏差 (RSD) として 10%以下であった。

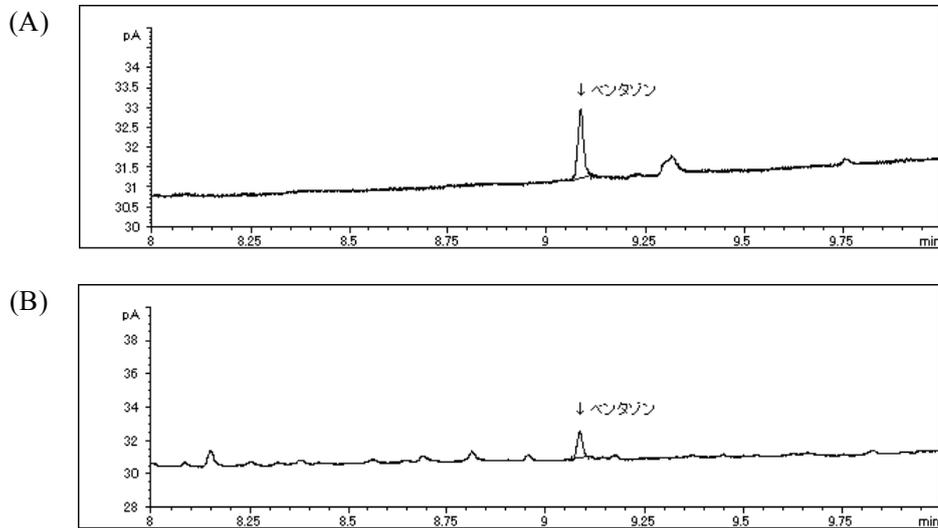


図 1 ベンタゾンのクロマトグラム

(A) 標準液 0.04 ng

(B) ほ乳期子牛育成用配合飼料にベンタゾンとして 10 μg/kg 相当量を添加した試料

表 1 添加回収試験結果

添加濃度 (μg/kg)	回収率 (%)	
	ほ乳期子牛育成用配合飼料	チモシー
10	94.5 ^{a)} (10 ^{b)})	98.3 (8.5)
5	115.2 (8.8)	80.0 (8.5)

a) n=3

b) 相対標準偏差

文 献

- 1) 農林水産省消費・安全局長通知：“「サーベイランス・モニタリングの計画・実施及び結果の評価・公表に関するガイドライン」の制定について”，平成 17 年 6 月 7 日，17 消安第 2330 号 (2005).
- 2) 農林水産省畜産局長通知：“飼料分析基準の制定について”，平成 7 年 11 月 15 日，7 畜 B 第 1660 号 (1995).
- 3) 松崎美由起：飼料研究報告，30，26 (2005).