

演題名：一斉試験法 I を用いた HPLC による殺鼠剤試験法の検討

発表者名：○仲村清崇 照屋理香 中込秀子

発表者所属：中央食肉衛生検査所

### 1. はじめに

当所では殺鼠剤中毒の検査の際、山口らの方法<sup>1)</sup> (従来法)を参考にワルファリン(WRF)及びクマテトラリル(CTR)の検査を行ってきたが、標準作業手順書(SOP)はない。しかし平成 19 年に WRF の残留基準値が設定され、一斉試験法 I (厚生労働省通知食安発第 1228004 号) (通知法)による LC/MS での測定条件が設定された。そこで SOP 作成を目標に、通知法を応用し HPLC で検査を行い従来法との比較検討を行った。また CTR 及びダイファシノン(DIF)も同時に分析が可能か検討を行ったので報告する。

### 2. 材料及び方法

(1) 平成 19 年度に正常畜として搬入された豚の筋肉及び腎臓に、標準品として WRF(Wako)、CTR(関東化学)及び DIF(Wako)を 1ppm の混液となるよう調整した溶液を 1ml 添加し、回収試験を行った。検出器は蛍光(RF)検出器及びフォトダイオードアレイ(PDA)紫外可視検出器を用いた。

(2) 試験法 A 及び B について比較検討した。ただし DIF は試験法 B のみ実施した。

試験法 A：抽出法及び分析条件の両方とも従来法 [筋肉 15 検体、腎臓 9 検体]

試験法 B：抽出法は通知法とし、分析条件は①従来法、②通知法及び③宇藤の方法<sup>2)</sup>の 3 通りを参考に検討 [筋肉及び腎臓各 12 検体]

### 3. 結果

WRF 及び CTR は、試験法 B の分析条件が①の場合に RF 検出器で各ピークの良好な分離が確認され、平均回収率及び変動係数は、WRF は筋肉で 85.0%及び 5.5、腎臓で 73.7%及び 17.9、CTR は筋肉で 38.9%及び 14.9、腎臓で 52.8%及び 17.8 であった。また試験法 A での結果は、WRF は筋肉で 76.3%及び 25.2、腎臓で 70.8%及び 25.5、CTR は筋肉で 44.9%及び 40.6、腎臓で 39.3%及び 72.1 であった。

DIF は RF 検出器では検出できず PDA 検出器によるスペクトル分析を行ったところ最適波長は UV 波長 285nm であった。試験法 B の分析条件③の場合に良好なピークが確認され、平均回収率及び変動係数は、筋肉で 25.9%及び 34.1、腎臓で 50.6%及び 28.9 であった。

### 4. 考察及びまとめ

WRF の平均回収率及び変動係数は GLP 基準(回収率 70~120%、変動係数 20 未満)を満たしており、WRF 検査の SOP 作成に大いに役立つ結果が得られたと思われる。今回は筋肉及び腎臓を用いて検討を行ったが、今後は急性中毒の場合に残留が疑われる胃内容物並びに残留基準値の設定されている肝臓についても検討を行う予定である。

CTR 及び DIF は GLP 基準を満たす結果が得られず、今後更なる検討が必要と思われる。しかし CTR は、回収率は低いが変動係数が 20 未満と安定しているため、今後最適な分析方法が得られるまで今回検討した方法で検査を行っていききたい。

5. 参考資料 1) 山口智洋ら：平成 12 年度長崎県食肉衛生調査研究書

2) 宇藤国英：平成 17 年度長崎県食肉衛生調査研究書