

鶏卵に移行する有機リン剤のガスクロマトグラフィーによる分析

誌名	鶏病研究会報
ISSN	0285709X
巻/号	163
掲載ページ	p. 139-142
発行年月	1980年8月

農林水産省 農林水産技術会議事務局筑波産学連携支援センター
Tsukuba Business-Academia Cooperation Support Center, Agriculture, Forestry and Fisheries Research Council
Secretariat



鶏卵に移行する有機リン剤のガスクロマト グラフィーによる分析

Transfer of Fenitrothion to Chicken Eggs Analyzed by Gas Chromatography

後藤新平・西川信義・山田保

(岐阜県岐阜家畜保健衛生所, 岐阜市今嶺)

Shimpei GOTO, Nobuyoshi NISHIKAWA and Tamotsu YAMADA

Gifu Livestock Hygiene Service Center, Imamine, Gifu, Gifu 500

「飼料の安全性の確保及び品質の改善に関する法律」が、1977年1月23日より完全施行され、鶏用飼料への抗菌性物質製剤の添加が規制された。産卵鶏飼料に対するロイコトゾーン症予防剤の添加も認められなくなり、1977年4月に沖縄県で初発のあったロイコトゾーン症は、以後、全国各地で発生報告され^{1,2)}、その対策が問題となっている。一策として、その伝播媒介となるニワトリスカカによる吸血を防ぐ目的で、殺虫剤の鶏体噴霧が行なわれている。この場合、食品衛生上、殺虫剤の鶏卵への移行が問題となるが、これに関する報告は少ない^{3,6)}。著者らは、今後の衛生指導の指標とするため、有機リン剤であるフェニトロチオン (Fenitrothion) の経口投与及び鶏体噴霧による鶏卵への移行を、ガスクロマトグラフィーにより分析したので報告する。

検査方法

1. 試料

1) 18か月齢の白色レグホーン系雌鶏を、各区6羽用いて、次の試験を行なった。

試験区 1: フェニトロチオンを、10 mg/kg/日、7日間連続経口投与し、投与開始後2週間にわたって採卵した。

試験区 2: フェニトロチオンの1,000倍稀釈液を、鶏体に15 ml/羽/日、及び飲水・飼料に5 ml/羽/日、7日間連続噴霧し、噴霧開始後2週間にわたって採卵した。

試験区 3: フェニトロチオンの1,000倍稀釈液を、鶏体のみ20 ml/羽/日、7日間連続噴霧し、噴霧開始後2週間にわたって採卵した。

各区とも、6羽からの鶏卵を1日ごとに、卵黄と卵白別々に混ぜ合せて、分析試料とした。

2) フェニトロチオンの1,000倍稀釈液を毎週1回噴霧して殺虫を行なっている岐阜市内の6養鶏場より、各場10個ずつ採卵し、各養鶏場ごとに全卵を混ぜ合せて分析試料とした。

2. 鶏卵からの抽出法^{4,5)}

卵黄、卵白又は全卵をよくかくはんし、それぞれ15 gを秤取した。アセトニトリル (残留農薬試験用) 45 mlを加えて10分間振とう、1,500 rpmで5分間遠心分離を行ない、上清を500 mlの分液漏斗に移した。残渣を再度45 mlのアセトニトリルで抽出し、上清を先の分液漏斗に移した。この抽出液に、石油エーテル (残留農薬試験用) 45 mlを加えて振とうし、さらに2.5%硫酸ナトリウム溶液360 mlを加えて振とうした。静置して2層に分離させ、下層を除き、上層の石油エーテル抽出液を2.5%硫酸ナトリウム溶液240

1979年9月13日受付

図 1. フェニトロチオンの最小検出量 (0.04 ng) (FPD-GC)

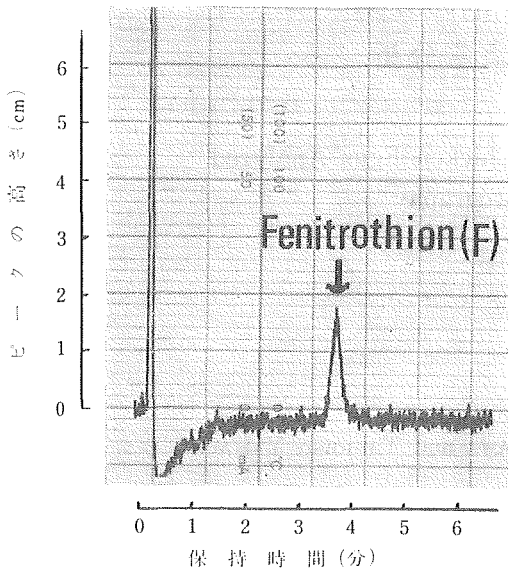
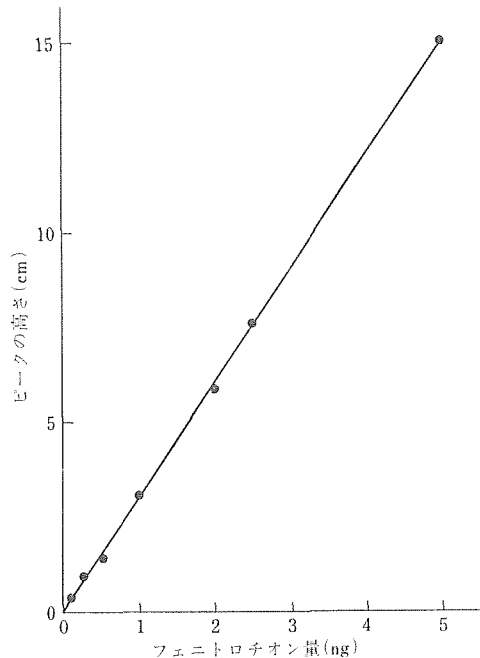


図 2. フェニトロチオンの検量線 (FPD-GC)



ml で洗浄した。この抽出液をメスシリンダーに移し容量を測定した (石油エーテル抽出液 1 ml は卵黄, 卵白, 又は卵黄・卵白混合物の 0.33 g に相当)。これに無水硫酸ナトリウム 10 g を加えて脱水し, 浴温 30°C で減圧濃縮して 5 ml とした。

3. クリーンアップ^{4,5)}

内径 15 mm, 長さ 300 mm のクロマト管の下部に少量のガラス綿を詰め, アセトン (残留農薬試験用) を入れて気泡を除き, この上に無水硫酸ナトリウム 5 g を詰めた。これに, ガスクロマトグラフ用活性炭 (Darco G-60) とガスクロマトグラフ用微結晶粉末セルロース (Avicel) の混合物 (1:10) 5 g をアセトン懸濁液にして注ぎ, さらに無水硫酸ナトリウム 5 g を積層して活性炭カラムを作製した。

これに抽出濃縮液 (5 ml) を注入し, 容器を少量の石油エーテルで洗いカラムに注いだ。さらにアセトンを注ぎ, 5 ml/min の流出速度で溶出し, 流出液 200 ml を分取した。これを浴温 30°C で減圧濃縮し 5 ml としたものを試験溶液とした。

10 μ l のマイクロシリンジを用いて, この試験溶液から 5 μ l を採り, ガスクロマトグラフに注入し分析した。

この抽出法による, フェニトロチオンの回収率

は, 卵黄で 70%, 卵白で 89%, 全卵で 82% であった。

4. ガスクロマトグラフの操作条件

装置は島津ガスクロマトグラフ GC-6A型, 検出器はフレイムフォトメトリックディテクター (FPD-GC と略す) を用いた。カラムは内径 3 mm, 長さ 1.5 m のガラスカラムを使用し, 充てん剤は Chromosorb w (AW-DMCS) 80~100 メッシュに, Silicone OV-1 (3%) をコーティングしたものを用いた。測定条件は, 試料注入口温度及び検出器温度 250°C, カラム槽温度 210°C, キャリアーガス (N₂) 50 ml/min, 水素 110 ml/min, 空気 40 ml/min とした。

フェニトロチオンの保持時間 (tr) は 3.9 分, 最小検出量は 0.04 ng (図 1), 検量線は, 0.1 ng から 5 ng にかけて直線を示した (図 2)。

検査結果

1. 試験区 1 (経口投与試験) では, 投与開始 4 日後までの鶏卵からはフェニトロチオンは検出されず, 5 日後の卵黄に 0.012 ppm 認められた (図 3)。以後 12 日後まで産卵が無かったが, 13

図 3. 鶏卵抽出液のガスクロマトグラム (FPD-GC)

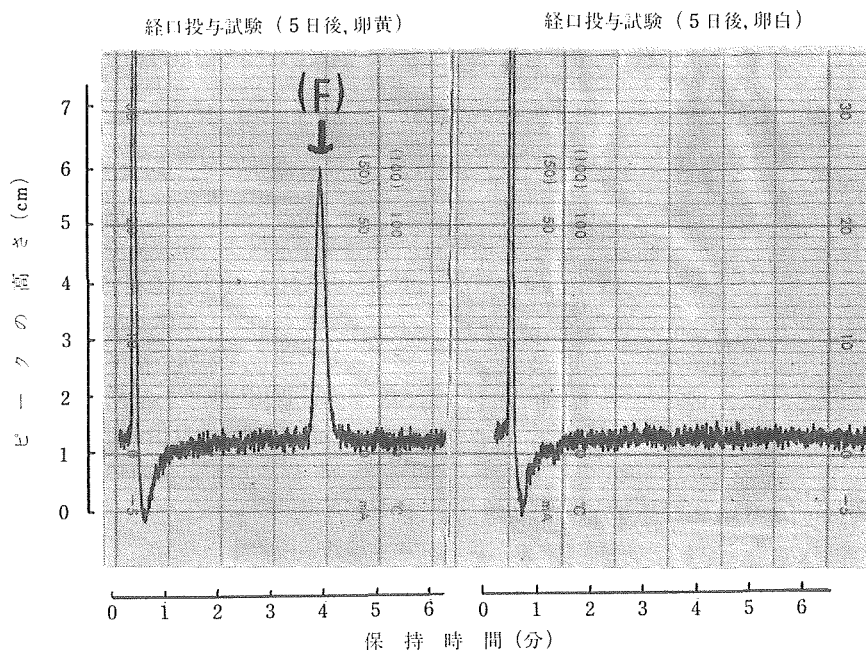


表 1. 経口投与試験成績

経過日数	経口投与	フェニトロチオンの移行量	
		卵黄	卵白
0	10 mg/kg	0.000* ppm	0.000 ppm
1	//	—**	—
2	//	0.000	0.000
3	//	—	—
4	//	0.000	0.000
5	//	0.012	0.000
6	//	—	—
7	//	—	—
8	//	—	—
9	//	—	—
10	//	—	—
11	//	—	—
12	//	—	—
13	//	0.000	0.000

注) * 0.003 ppm (0.04 ng × $\frac{5 \text{ mL}}{5 \mu\text{L}}$ / 15 g) 以下で検出不能
 ** — は産卵しなかった日

表 2. 鶏体及び飲水・飼料への噴霧試験成績

経過日数	噴霧 1,000倍液	フェニトロチオンの移行量	
		卵黄	卵白
0	20 mL/羽*	0.000** ppm	0.000 ppm
1	//	0.046	0.040
2	//	0.071	0.057
3	//	—***	—
4	//	—	—
5	//	—	—
6	//	0.073	0.053
7	//	—	—
8	//	0.000	0.000
9	//	—	—
10	//	—	—
11	//	0.000	0.000
12	//	—	—
13	//	0.000	0.000

注) * 鶏体に 15 mL, 飲水・飼料に 5 mL 噴霧
 ** 0.003 ppm (0.04 ng × $\frac{5 \text{ mL}}{5 \mu\text{L}}$ / 15 g) 以下で検出不能
 *** — は産卵しなかった日

表 3. 鶏体噴霧試験成績

経過日数	噴霧 1,000倍液	フェニトロチオンの移行量	
		卵黄	卵白
0	20 ml/羽	0.000* ppm	0.000 ppm
1	〃	0.000	0.000
2	〃	0.000	0.000
3	〃	—**	—
4	〃	—	—
5	〃	0.000	0.000
6	〃	—	—
7	〃	0.000	0.000
8	〃	—	—
9	〃	0.000	0.000
10	〃	—	—
11	〃	0.000	0.000
12	〃	—	—
13	〃	—	—

注) * 0.003 ppm (0.04 ng × $\frac{5 \text{ ml}}{5 \mu\text{l}}$ / 15 g) 以下で検出不能
 ** — は産卵しなかった日

日後の鶏卵からは検出されなかった (表 1)。

試験区 2 (鶏体及び飲水・飼料への噴霧試験) では、噴霧開始 1 日後の卵黄に 0.046 ppm, 卵白に 0.040 ppm, 2 日後の卵黄に 0.071 ppm, 卵白に 0.057 ppm, 6 日後の卵黄に 0.073 ppm, 卵白に 0.053 ppm のフェニトロチオンが認められたが、8 日後以降の鶏卵からは検出されなかった (表 2)。

試験区 3 (鶏体噴霧試験) では、いずれの鶏卵からもフェニトロチオンは検出されなかった (表 3)。

2. 岐阜市内 6 養鶏場から採取した鶏卵の分析では、いずれからもフェニトロチオンは検出されなかった。

総括並びに考察

今回の試験では、フェニトロチオンの経口投与をした場合と、鶏体及び飲水・飼料への噴霧をした場合に、鶏卵への移行が見られた。三原ら³⁾も報告しているように、フェニトロチオンは、卵白よりも卵黄へ移行しやすく、噴霧投与終了後は、すみやかに減少した。また、鶏卵への移行量については、米、果実、野菜等に規定されている農薬の残留基準 (現在、鶏卵については規定されていない) 0.2 ppm を下廻る量であった⁵⁾。

本実験において、鶏体のみフェニトロチオンを噴霧した場合、鶏卵への移行は認められなかった。また、吉川⁶⁾は、フェニトロチオン 10% 乳剤を用い、1,000 倍、500 倍及び 250 倍稀釈液を、50 ml/羽、3 日に 1 度鶏体噴霧して 10 日間鶏卵の分析をしたが、フェニトロチオンは検出されなかったと報告している。

以上のことから、殺虫剤の噴霧をする時には、給餌前に行なって、飼料や飲水に殺虫剤がかからないようにしたり、連続噴霧を避けるなどの配慮により、さらに安全な鶏卵を供給でき得るものと思われる。

引用文献

- 1) 藤本達男: 鶏のロイコチトゾーン症の発生状況 (7). 家畜衛生週報, No. 1474, 360-363 (1977)
- 2) 藤本達男: 本年における鶏のロイコチトゾーン症の発生状況. 家畜衛生週報, No. 1525, 376-379 (1978)
- 3) 三原一優, 三崎義則, 宮本純之: フェニトロチオンの鳥類における代謝. 日本農薬学会第 3 回大会講演要旨集, 113 (1978)
- 4) 竹下隆三, 武田明治, 土屋輝悦: 環境汚染分析法 10. 山根登, 大喜多敏一編, 大日本図書, 東京 (1974)
- 5) 田辺弘也: 残留農薬の分析. 講談社, 東京 (1971)
- 6) 吉川真治: スミチオンの鶏卵への移行. 家畜衛生週報, No. 1523, 360 (1978)