

SPD-M10Avp、分析カラム：Wakosil-II 5C18 RS (150cm×4.6mm, 和光純薬工業 (株) 製)、移動相：アセトニトリル-25mM リン酸二水素ナトリウム (30:70)、流速：1.0ml/min、カラム温度：40℃、検出波長：274nm (SMMX, SMXZ, SDMX)、268nm (SDD)、注入量：50 μ l

2 と畜場搬入病畜におけるサルファ剤残留検査

本分析法を用いて、と畜場搬入病畜 (豚 1843 頭、牛 420 頭) について血清中のサルファ剤残留検査を行う一方、残留が認められたものについては、告示試験法または通知試験法 (衛乳第 79 号.H5.4.1) に基づき食肉中の残留を検査した。

成 績

1 サルファ剤 4 剤 (SMMX、SDD、SMXZ 及び SDMX) の検量線及び添加回収実験

検量線は 0.01 μ g/ml~1.0 μ g/ml の範囲で作成したところ、原点を通る良好な直線性 ($r > 0.99$) を示した。添加回収実験は、豚及び牛血清 1ml に各薬剤を 0.1 及び 1.0 μ g 添加して行ったところ、いずれの薬剤も回収率 66~100% で変動係数 1.2~12.5% ($n=5$) の比較的良好な成績が得られた。なお、本分析法における定量下限は、標準品と比較した吸収スペクトル (200~400nm) による確認同定 (一致度 0.98 以上) が可能な濃度とし、SMMX 及び SDD が 0.02 μ g/ml、SMXZ が 0.03 μ g/ml、SDMX が 0.05 μ g/ml であった。

2 と畜場搬入病畜におけるサルファ剤残留状況

豚では 1843 頭中 10 頭 (0.5%) の血清からサルファ剤 (SMMX: 9 頭、SDD: 1 頭) が検出され、このうち 7 頭の筋肉に残留 (SMMX: 6 頭、SDD: 1 頭) が認められた。牛では 420 頭中 4 頭 (0.9%) の血清からサルファ剤 (SDD: 2 頭、SMMX: 1 頭、SDMX: 1 頭) が検出され、このうち 3 頭の筋肉に残留 (SDD

検出薬剤	獣畜	検出濃度 (ppm)		直接法		投与方法
		血清	筋肉	腎臓		
SMMX	豚 (繁殖用)	0.12	-	-	-	飼料添加
SMMX	豚 (繁殖用)	0.13	-	-	-	飼料添加
SMMX	豚 (繁殖用)	0.15	-	-	-	飼料添加
SMMX	豚 (繁殖用)	0.51	0.29	+	+	飼料添加
SMMX	豚 (繁殖用)	0.56	0.20	-	-	飼料添加
SMMX	豚 (繁殖用)	1.03	0.44	+	+	飼料添加
SMMX	豚 (繁殖用)	1.35	0.18	+	+	飼料添加
SMMX	豚 (繁殖用)	1.55	0.55	+	+	飼料添加
SMMX	豚 (繁殖用)	2.65	2.10	+	+	飼料添加
SDD	豚 (肉用)	0.20	0.10	-	-	飼料添加
SDD	牛 (2週齢)	0.96	0.82	-	-	ミルク添加
SDD	牛 (9日齢)	4.35	2.12	-	-	ミルク添加
SMMX	牛 (6歳)	0.03	0.04	-	-	手術部滴下
SDMX	牛 (5ヶ月齢)	1.13	-	+	+	不明
OXA	牛 (1ヶ月齢)	2.60	0.82	+	+	ミルク添加

+: 1mm以上の阻止帯形成、-: 阻止帯形成せず

: 2 頭、SMMX: 1 頭) が認められた。また、上記サルファ剤以外に本分析法で分析可能なオキサリ酸 (OXA) が牛 1 頭の血清及び筋肉から検出された。これら HPLC における各種薬剤の検出状況と併せて実施した微生物学的検査 (腎臓の直接法) の成績を表に、残留事例の代表的なマトグラムを図 1~図 6 に示した。

なお、聞き取り調査により、残留獣畜 15 頭中 14 頭で検出薬剤の投与歴が認められ、それら大半が出荷制限期間内に搬入されたものであった。

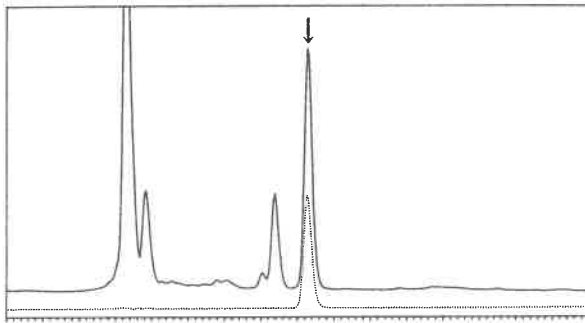


図1 SMMX(矢印)が検出された豚血清(実線)と SMMX 標準溶液(破線)のクロマトグラム

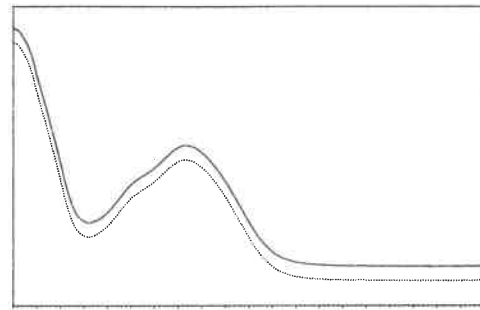


図2 4.16分(図1)におけるUV 吸収スペクトル(200~400nm)

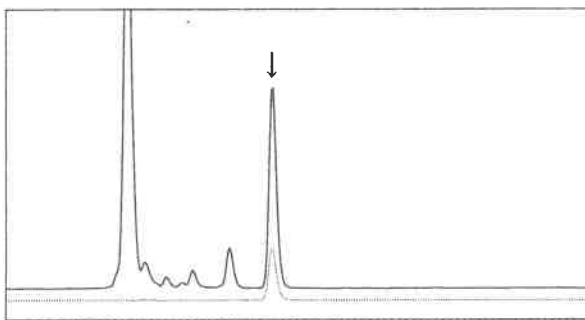


図3 SDD(矢印)が検出された牛血清(実線)と SDD 標準溶液(破線)のクロマトグラム

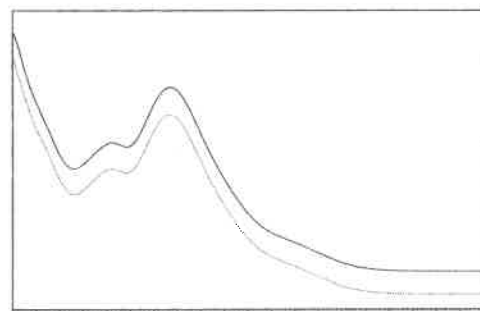


図4 3.68分(図3)におけるUV 吸収スペクトル(200~400nm)

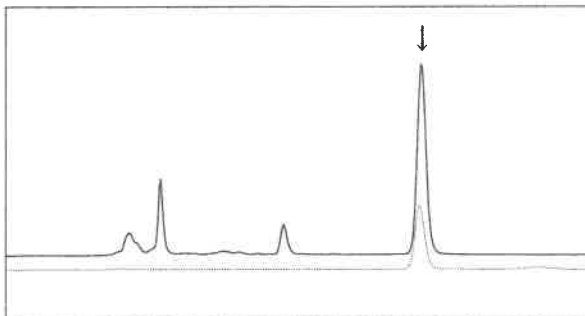


図5 OXA(矢印)が検出された牛血清(実線)と OXA 標準溶液(破線)のクロマトグラム

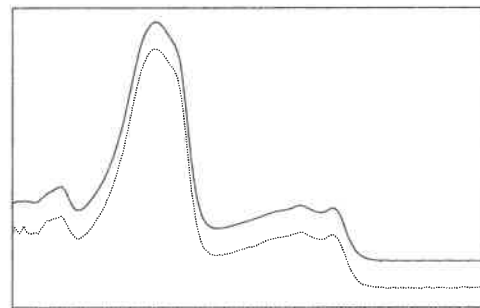


図6 5.68分(図5)におけるUV 吸収スペクトル(200~400nm)

考 察

血清を用いた本分析法は、従来法に比べきわめて短時間で行えることから年間数千頭に及ぶ検査も可能であり、食肉への残留事例の摘発に至ったことから十分有効な方法と思われる。しかし、血中残留が確認されたものの大半が薬剤投与後およそ48時間以内のものであり、サルファ剤の血中濃度は比較的早期に低下し、投与後2~3日以上経過したものではHPLCの定量下限を下回る可能性も示唆された。食肉に残留するサルファ剤の血中モニターは、その迅速性において有効な方法と考えられる一方で、モニター効果の厳密な評価には、血中濃度と食肉残留量との経時的相関性についてさらに検討を加える必要がある。