

豚及び鶏組織中のピペラジンの LC/MS による残留分析法 Determination of piperazine residue in swine and chicken tissues by LC/MS

○浜本好子、堀内隆史、北園裕子、水野安晴、関谷辰朗（動薬検）

【目的】 平成15年5月に食品衛生法が改正され、動物用医薬品約230成分について暫定残留基準値（暫定MRL）が設定され、平成18年にはポジティブリスト制として施行されることとなった。ピペラジン（PZ）は、回虫等の駆虫剤として古くから豚や鶏等に用いられていることから、暫定MRLの設定成分となっている。農林水産省では、MRLの設定に伴って、動物用医薬品の使用禁止期間の設定又は見直しを行っている。PZの高感度な残留分析法については報告がなったことから、我々は豚及び鶏の臓器中PZのLC/MSによる残留分析法を開発したので報告する。

【実験方法】 組織1.0gを取り、一部組織はアセニトリルでホモジナイズし、抽出溶媒で震蕩により抽出、他の組織は、抽出溶媒でホモジナイズ及び震蕩により抽出した。これらの抽出液に10mmol/Lへプタンフルオロ酢酸（HPBA）アセトニトリル溶液および5mmol/LHPBA液

を添加した後、30°Cで約0.5mLまで濃縮し、水で1mLとした後、濾過した試料をLC/MS装置に注入した。HPLCカラムはカプセルパック C18 MG II (2×100mm) を用い、5mmol/LHPBA：アセトニトリル (88:12) の移動相を流した。MSはESI法にてイオン化し、ポジティブモードでのSIM分析には87.2m/zを選択し測定した。

【結果及び考察】 豚の筋肉、脂肪、肝臓、腎臓、腸管及び鶏の筋肉、脂肪、肝臓、腎臓、心臓のそれぞれに暫定MRL（案）の量（100～1000ppb）を添加した添加回収率は全て70%以上で、変動係数は10%以下であった。薬物無添加コントロール組織のクロマトグラムには、妨害ピークがほとんどみられず、検出限界は20～30ppbであり充分な感度であった。この結果より、今回開発したPZのLC/MSによる残留分析法は、豚及び鶏組織中のPZの残留分析に有用であることが示された。

（第125回日本薬学会）

牛及び豚組織中の HPLC によるカナマイシンの残留分析法の検討 Determination of Kanamycin Residues in Bovine and Swine Tissues by HPLC.

○関谷辰朗、堀内隆史、水野安晴、北園裕子、浜本好子（動薬検）

【目的】 平成15年5月の食品衛生法の改正により、食品中に残留する動物用医薬品等については、公布後3年以内にポジティブリスト制を導入することとされた。この改正に伴い、現在残留基準が設定されていない動物用医薬品等については、暫定的な残留基準（暫定MRL）を設定することとされており、農林水産省では、それに対応して既に承認されている動物用医薬品の使用基準の見直し、設定等の作業を進めている。今回、動物用医薬品として牛、豚等の肺炎、細菌性下痢症等に広く用いられている抗生物質であるカナマイシン（KM）について、牛及び豚の組織中における残留分析法を検

討した。

【方法】 KMの残留分析法は、これまで微生物学的方法によるものの他、牛の筋肉及び腎臓中のKMについては、o-フタルアルデヒドを用いた蛍光誘導体化によるHPLC法（中屋ら、食衛誌27,258-262（1986））が報告されている。そこで、牛及び豚の組織試料について、固相抽出用カートリッジカラム（Waters社製、OASIS MCX カートリッジカラム）により試料の精製・前処理の簡略化を検討し、上記蛍光誘導体化によるHPLC法を用いて測定した。