

山梨県産鶏卵中のナイカルバジン, エトパベート及び アンプロリウムの定量

小宮山美弘 望月恵美子 山田一朗 中山 昭

Determination of Nicarbazin, Ethopabate and
Amprolium in Eggs for the Market

Yoshihiro KOMIYAMA, Emiko MOCHIZUKI, Ichiro YAMADA
and Akira NAKAYAMA

1988年11月18日の日本食品衛生学会で発表¹⁾され、翌19日付で新聞報道²⁾された福岡県での鶏卵中の合成抗菌剤ナイカルバジンの残留問題は、検出量が微量とはいえ、食品衛生法により食品から検出されてはならないとされているので、県内の鶏卵生産業者、消費者からの依頼検査や問合わせがあった。

合成抗菌剤は家畜飼料中に添加され、家畜の疾病予防薬として使用されているが、今回問題となったナイカルバジンは鶏の抗コクシジウム剤で、飼料安全法ではふ化後10週齢までが使用限界とされており³⁾、これを順守すれば鶏卵には検出されないとされている。

本調査は山梨県内の消費者の安全確保と生産業者の指導を目的として県内で生産されている鶏卵中のナイカルバジンの調査を緊急に実施し、併せて使用量の多い同種の疾病予防合成抗菌剤エトパベートとアンプロリウムの検査も行った。なお、本調査は3種の抗菌剤を簡易かつ同時に分析することも目的の一つとした。

実験方法

1. 試薬

アセトニトリル, メタノール: 和光純薬工業(株)液体クロマトグラフ用

ハイフろスーパーセル: 和光純薬工業(株)

ナイカルバジン, エトパベート, アンプロリウム標準液: (社)日本食品衛生協会内の食品衛生指定検査協議会頒布標準物から調製した。

2. 装置

高速液体クロマトグラフ: (株)島津製作所 LC-2型
検出器: SPD-1型可視紫外分光光度計 (ナイカル

バジン, エトパベート) 及びRF-510型蛍光検出器 (アンプロリウム)

高速ホモジナイザー: ヤマト科学(株)

Ultra-DispenserLK-21型

3. 試料

1988年11月23~30日に生産したプラスチック容器詰卵を山梨県内のスーパー及び生産者から甲府保健所食品監視専門班が収去した23検体を供試した。

4. 試験溶液の調製と分析条件

3種類の抗菌剤を同時かつ迅速に定性と定量をするため星野ら⁴⁾、「動物用医薬品・飼料添加物の畜・水産物への残留とその分析法⁵⁾」を一部改変して調製した。すなわち試料の卵を割卵後目的物質のほとんどが卵黄部分に蓄積することから、卵黄部分約40gを採取し、ハイフろスーパーセル10~20gとアセトニトリル60mlを加えて、高速ホモジナイザーで3分間攪拌抽出した後、1,000rpm10分間遠心分離して上澄液を得た。これにアセトニトリルを加えて100mlとした後図1に従って抽出し、0.45 μ mのメンブランフィルターを通して高速液体クロマトグラフ用の試料とした。

分析条件も試料調製とあわせて図1に示した。

結果及び考察

1. ナイカルバジン, アンプロリウム及びエトパベートの分離

図2-1と図2-2に試料調製と同様に処理した各標準溶液とそれぞれの合成抗菌剤を試料に添加した時のクロマトグラムを示した。ナイカルバジンとエトパベートから

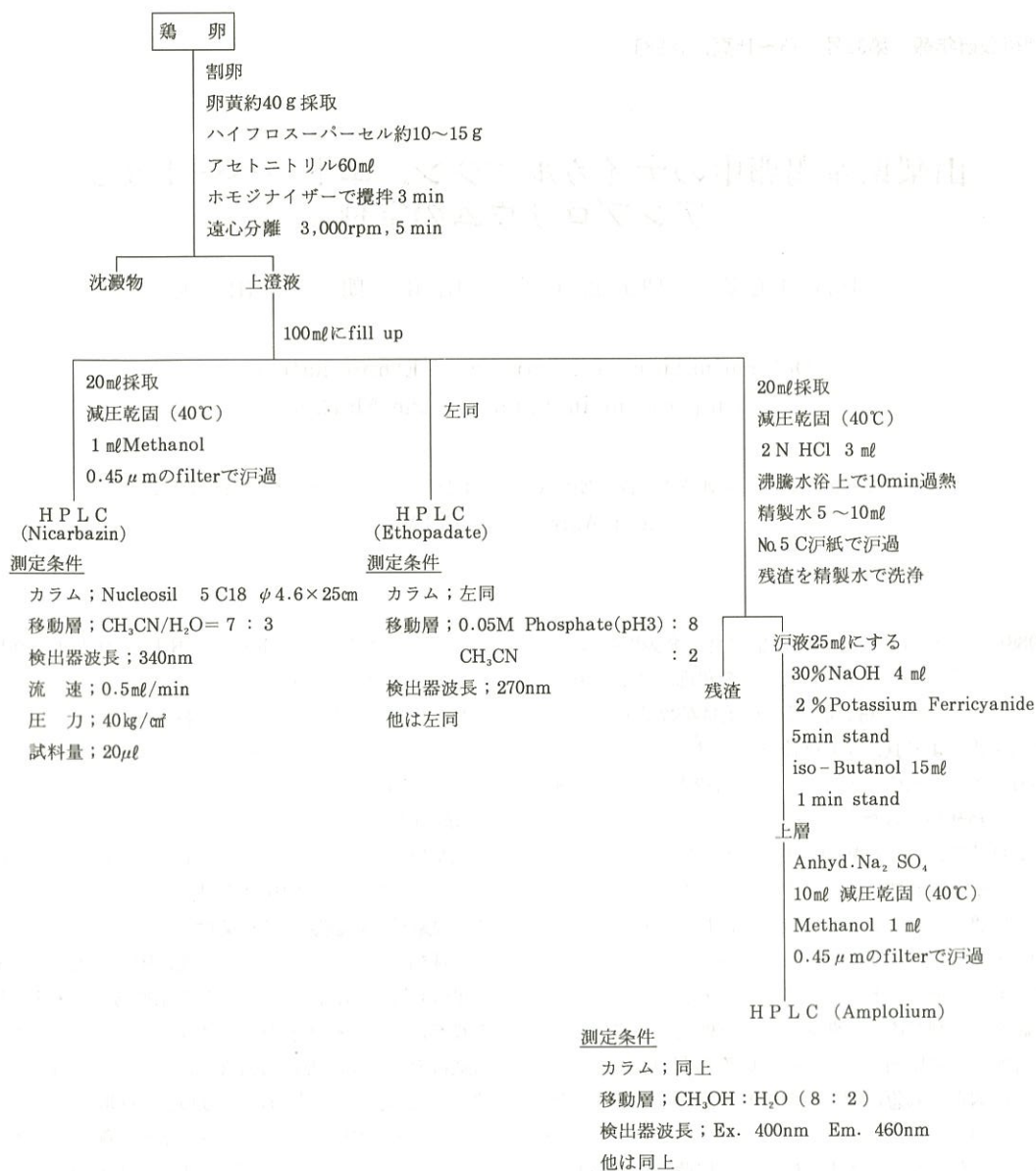


図1 鶏卵からのナイカルバジン、エトパベート及びアンプロリウムの分析法

は単一なピークが得られたが、アンプロリウムは3つのピークを示した。アンプロリウムについては、山口ら⁷⁾が、定量の際の酸化物質として2つのピークを認めており、これらの物質の化学構造も推定している。本報告ではこれらの検討を行わなかったが、いずれもアンプロリウムからの酸化物質であると考えられるので、この3つのピークのいずれかが検出可能であればアンプロリウムとした。

次に卵からの抽出液中の各合成抗菌剤のクロマトグラ

ムをみるとエトパベートは明瞭に分離できた。一方ナイカルバジンは卵由来のピークNo.1とNo.2の間に認められたもののピーク形から判断可能であった。また、アンプロリウムは3つ目のピークが卵由来のピークに重ならなかったため、このピークをアンプロリウムの検出ピークとした。この結果から本抽出法でも3種類の抗菌剤の同時検出には十分可能であることがわかった。

2. 添加回収実験

ナイカルバジン5.45 μg, エトパベート5.2 μg, アン

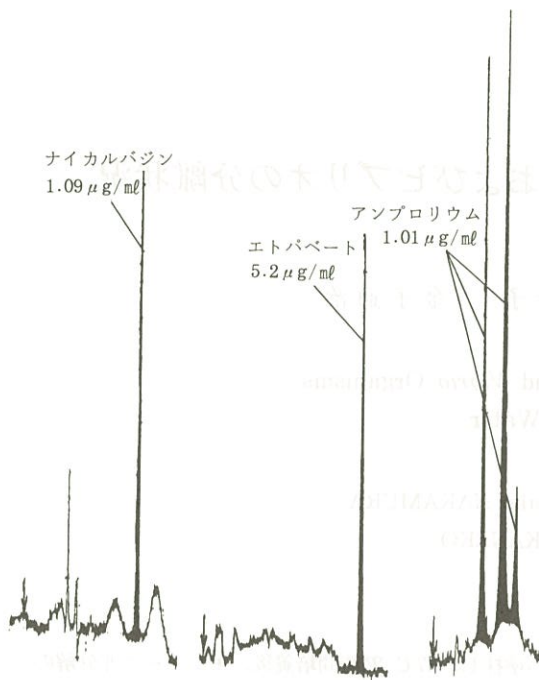


図 2-1 ナイカルバジン、エトパベート及びアンプロロリウムのクロマトグラム

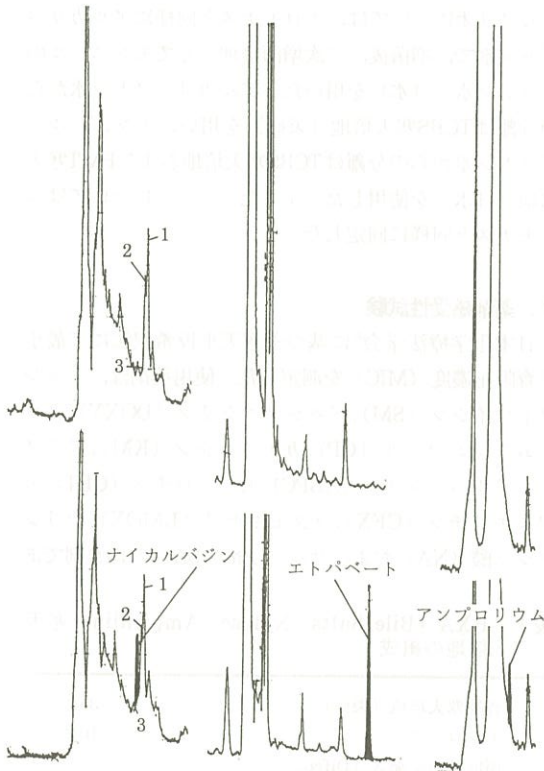


図 2-2 鶏卵と 3 種類の標準抗菌性物質添加鶏卵の HPLC クロマトグラム

上段は鶏卵調製試料
下段は鶏卵調製試料に抗菌性物質を添加

プロリウム $1.01 \mu\text{g}$ を卵中に添加した時の添加回収率は、それぞれ、83.3%、65.6%、32.7%で、特にアンプロロリウムの回収率が低かった。これはそれぞれの定量法ではアンプロロリウムのみがメタノール抽出で他の 2 種類はアセトニトリル抽出であるため、この差が回収率の差となって現われたものと考えられる。したがって、本抽出法は同時定性分析の可能な利点はあっても定量操作では信頼性にやや欠けるといえる。

3. 市場鶏卵中の残留調査結果

収去した市場鶏卵 23 検体中のナイカルバジン、エトパベート及びアンプロロリウムの検査結果はそれぞれ検出下限 0.02ppm 、 0.05ppm 及び 0.05ppm で、いずれの残留も認められなかった。今回問題となったナイカルバジンは添加中止 10 日後で卵からは検出されなくなることから使用基準どおり使用すれば産卵齢まで達した鶏の卵中には残留しないものと考えられる。したがって、残留しているとすれば、故意に使用しているか、飼料の混合過程などでの不可抗力で起きた事象の要素が強いといえる。

いずれにしても今回の調査では検出されなかった合成抗菌剤も卵の経済的生産活動においては不可欠な添加物であり、今後とも継続的な監視と検査が必要と考えられる。

ま と め

山梨県内の市販鶏卵 23 検体中の合成抗菌剤であるナイカルバジン、エトパベート及びアンプロロリウムの検査を行った。3 種類を同時に分析するため、全てアセトニトリルを使用した便宜的な抽出法を採用し、分析には高速液体クロマトグラフを用いた。アンプロロリウムの回収率が低かったが一つの抽出法で全て検出は可能であった。その結果いずれの合成抗菌剤も不検出であった。

最後に試料を収去された甲府保健所の食品監視専門班の各位に感謝申し上げます。

文 献

- 1) 大石義也：日本食品衛生学会第 56 回学術講演会発表 (1988)
- 2) 読売新聞：1988 年 (昭和 63 年) 11 月 19 日号
- 3) 能勢憲英：ファルマシア, 18, 395~400 (1982)
- 4) 星野庸二, 堀江正一, 能勢憲英：食衛誌, 25, 499~504 (1984)
- 5) 畜産物科学安全研究所編：動物医薬品・飼料添加物の畜・水産物への残留とその分析法, 310~312, 314~316, 耕文社 (1985)
- 6) 能勢憲英ら：食衛誌, 23, 246~252 (1982)
- 7) 山口敏幸ら：食衛誌, 25, 449~504 (1984)