

演 題 名：ベンジルペニシリン試験法の検討

発 表 者 名：○仲村清崇 熊谷佳子 照屋理香

発表者所属：中央食肉衛生検査所

1. はじめに

ベンジルペニシリン(以下 PCG)定量法は微生物学的手法を用いた試験法であり、当所でも告示法^{〔1〕}を基に標準作業書を作成している。しかし添加回収試験における回収率が70%以下と低いことが課題として挙げられる。PCGは生産現場での使用頻度も高く食肉への残留も懸念され、検査精度の向上が望まれる。今回、処理工程における回収率低下の原因を検索しその改善法について検討を行ったので報告する。

2. 材料

試料には豚筋肉(予め残留抗生物質簡易検査法により陰性を確認)を用い、標準品、試薬及び試験菌液、並びにその調整等は告示法を参考にした。

3. 方法

- (1) 処理工程(試料→ホモジナイズ工程→ろ過工程→カラム工程)におけるPCG添加箇所を4通り(①試料②ホモジナイズ後③ろ過後④カラム溶出後)設定し、それぞれ添加回収試験を行い、回収率を比較してPCG損失工程を検索した。PCGは試料5gに0.05 μ g/gとなるよう添加した。
- (2) (1)の結果で得られた各損失工程及びその他要因として硫酸(タングステン酸の除蛋白効果の補助を目的としてホモジナイズ後に添加)濃度について、条件を変え添加回収試験を行った。

4. 結果

- (1) 回収率を比較した結果①は③よりも26.08%低く、③は④よりも10.94%低かった。また①は②よりも4.27%高かった。以上のことから損失工程はろ過工程及びカラム工程であった。
- (2) ろ過の検討：漏斗の壁に残ったろ液を共洗いにより回収したところ7.45%向上した。ガラス繊維ろ紙を普通ろ紙に替えたところ5.34%向上した。また、ろ過操作を省いた(ただし不溶物除去のため遠心後の上清を再度遠心)ところ5.26%低下した。

カラムの種類を検討：定法で用いているBond Elut C18[Varian]と比較してInert Sep PLS-2[GL]では5.81%向上し、Sep-Pak Vac C18[Waters]では1.19%向上した。

硫酸濃度の検討：告示法の0.17mol/Lを100%として50%濃度まで検討したところ、90%濃度では回収率に差はなく80%濃度以下ではカラムが目詰まりした。

5. 考察およびまとめ

今回の結果から最もPCGを損失する工程はろ過工程で、次いでカラム工程であった。ろ過工程での損失は共洗いによりろ液を回収することで抑えられた。ろ液がカラムを通過できるだけの除蛋白効果を得るには硫酸濃度0.17mol/Lが適当であった。カラムについてはPLS-2を用いることで回収率の向上が見られたが、流速や溶出液の調整など検討を重ねる必要がある。また同じ条件で処理した検体でも結果にばらつきがあったことから、今後は回収率向上と共に精度向上にも努めていきたい。

6. 参考資料 [1] 食品衛生検査指針《動物用医薬品・飼料添加物編》(2003)