

HPLC を用いたりんごジュース中オキシテトラサイクリンの残留試験法

(2023 年 8 月 14 日受付)

(2023 年 9 月 21 日受理)

平田祥太郎^{a, b)}、昌山 敦^{a)}、仲谷 正^{a)}、星 英之^{b)}

a) (地方独立行政法人) 大阪健康安全基盤研究所 衛生化学部

b) 大阪公立大学 現代システム科学研究科

Analytical method of residual oxytetracycline in apple juices using HPLC

(Received August 14, 2023)

(Accepted September 21, 2023)

Shotaro Hirata^{a, b)}, Atsushi Masayama^{a)}, Tadashi Nakatani^{a)}, Hidenobu Hoshi^{b)}

a) Division of Hygienic Chemistry, Osaka Institute of Public Health

b) Graduate School of Sustainable System Sciences, Osaka Metropolitan University

Abstract

An analytical method using HPLC was developed to analyze residual oxytetracycline (OTC) in apple juices. Residual OTC was extracted with a citrate-phosphate buffer containing EDTA-2Na. The matrix was removed from the extract by a solid-phase column, InertSep PLS-2 (265 mg/20 mL). After removing the solvent, the extract was resolved in a potassium phosphate solution. OTC in the test solution was determined quantitatively using HPLC with a photodiode array detector (PDA). The interfering peaks were not observed in chromatograms of blank extracts, indicating the high selectivity of this method. The limit of quantification of this method was 0.01 µg/g in apple juices. Method validation was performed by recovery tests at 0.2 µg/g to evaluate the trueness, repeatability (RSD_r), and with-in laboratory reproducibility (RSD_{wr}). The validation results for two types of apple juice exhibited sufficient recovery (99% and 85%) and precision (RSD_r ≤ 4% and RSD_{wr} ≤ 5%). The time required for the preparation of eight test solutions was less than three hours. This method can help inspect residual OTC in apple juices.

Keywords: りんごジュース、オキシテトラサイクリン、小スケール化、高速液体クロマトグラフィー、妥当性確認

apple juice, oxytetracycline, down scale, HPLC, single-laboratory validation study

I 緒言

オキシテトラサイクリン (OTC) は抗生物質の一種であり、農薬 (殺菌剤) として多様な果実に散布されている¹⁾。りんご栽培においては枝枯細菌病を適用病害として散布される。一方、OTC が残留した食品を摂取した場合、薬剤耐性菌の発生や薬剤アレルギー等の健康危害が懸念される²⁾。これより、食品衛生法に基づき残留規制が行われている³⁾。2023 年 8 月末時点では、「りんご」において 0.2 ppm の残留基準が設定されている^{*1}。また、果実中 OTC の残留試験法として、厚生労働省は「オキシ

テトラサイクリン試験法 (農産物)」を通知している (以下、通知法)⁴⁾。

りんごはそのまま喫食するだけでなく、圧搾加工で得られるりんごジュースとして利用されることが多い⁵⁾。りんごジュースは乳幼児の体重当たり摂取量が多いため、安全安心確保の重要性が高い加工食品である。りんごに散布された農薬がりんごジュースへ残留するケースが報告されており、りんごジュースを対象に残留農薬の試験検査を行うことが重要である⁶⁾。これまで、りんごジュースを対象としたネオニコチノイド系農薬、防かび剤、有機リン系農薬等の残留試験法が報告されている⁶⁻⁸⁾。

連絡先: 〒 537-0025 大阪府大阪市東成区中道 1-3-3 地方独立行政法人 大阪健康安全基盤研究所 平田祥太郎

Corresponding author: Shotaro Hirata, Osaka Institute of Public Health,
1-3-3 Nakamichi, Higashinari-ku, Osaka 537-0025, Japan

*1 日本食品化学研究振興財団: 残留農薬基準値検索システム
“http://db.ffcr.or.jp/front/pesticide_detail?id=13800” (確認日: 2023 年 8 月 31 日)