

〔報 文〕

LC-MS/MSによる畜産物中の動物用医薬品一斉試験法の 妥当性評価について（第1報）

石川県保健環境センター 健康・食品安全科学部

萩原 明香・竹田 正美・小澤 祐子
砺波 和子・水口 竜人

〔和文要旨〕

食品、添加物等の規格基準への適合を判定する試験法については、平成25年12月13日以降、妥当性の確認が必須となった。この試験法のうち、畜産物中の動物用医薬品一斉試験については、当センターではこれまで23動物用医薬品24成分について高速液体クロマトグラフ紫外分光検出器（HPLC-UV）や液体クロマトグラフ質量分析計（LC-MS）を用いた試験法を用いてきた。今回、高速液体クロマトグラフ・タンデム質量分析計（LC-MS/MS）を用いた試験法に改良し、併せて対象物質を20動物用医薬品21成分追加して、43動物用医薬品45成分について妥当性評価を実施した。その結果、牛の筋肉で39成分、牛の腎臓で43成分、牛の肝臓で24成分、鶏卵で34成分について妥当性が確認できた。

キーワード：LC-MS/MS、動物用医薬品、畜産物、妥当性評価

1 はじめに

「食品、添加物等の規格基準」¹⁾（以下「規格基準」という。）の適合を判定する試験法について、当センターではこれまで、規格基準に規定された試験法（以下「告示試験法」）および「食品に残留する農薬、飼料添加物または動物用医薬品の成分である物質の試験法について」²⁾（以下「通知試験法」という。）に準拠して、試験法を確立し、それに基づいた検査実施標準作業書（以下「SOP」という。）を整備してきた。

このうち、畜産物中の動物用医薬品検査については、一斉試験法については平成25年まで高速液体クロマトグラフ紫外分光検出器（以下「HPLC-UV」という。）および液体クロマトグラフ質量分析計（以下「LC-MS」という。）を用いたSOPにより23動物用医薬品（以下「品目」という。）24成分について検査を実施してきた。

しかし、「食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドラインの一部改正について」³⁾（以下

「ガイドライン」という。）が厚生労働省から通知され、平成25年12月13日以降、妥当性の確認が必須となった。今回、平成25年度に導入された液体クロマトグラフ・タンデム質量分析計（以下「LC-MS/MS」という。）を用い、HPLC-UVやLC-MSによる一斉試験法をLC-MS/MSによるものに変更し、併せて20品目21成分を対象物質として追加して、43品目45成分について妥当性評価を実施したのでその結果を報告する。

2 材料と方法

2・1 試料

ガイドラインに示されている代表的な畜産物の中から、牛の筋肉、牛の腎臓、牛の肝臓および鶏卵を選定した。

2・2 評価対象成分

評価対象成分としては、既存SOPの対象である23品目24成分に加え、通知試験法第2章一斉試験法の「HPLCによる動物用医薬品等の一斉試験法I（畜水産物）」（以

Validation of Simultaneous Determination Method of the Veterinary Drugs in Livestock Products by LC-MS/MS (1st. Report) by HAGIHARA Sayaka, TAKEDA Masami, OZAWA Yuko, TONAMI Kazuko, MIZUGUCHI Tatsuhito (Health and Food Safety Department, Ishikawa Prefectural Institute of Public Health and Environmental Science)

Key words : LC-MS/MS, Veterinary Drugs, Livestock Products, Validation

下「動薬一斉試験法 HPLC I 法」という。), 「HPLC による動物用医薬品等の一斉試験法 II (畜水産物)」(以下「動薬一斉試験法 HPLC II 法」という。) および「HPLC による動物用医薬品等の一斉試験法 III (畜水産物)」(以下「動薬一斉試験法 HPLC III 法」という。) の対象成分ならびに LC-MS/MS で一斉分析が可能であると考えられた 20 品目 21 成分を加えた 43 品目 45 成分を選定した。表 1 に評価対象動物用医薬品一覧を示す。

2・3 試薬等

各動物用医薬品の標準品は、関東化学(株)、林純薬工業(株)、和光純薬工業(株)のものを用いた。抽出に用いた n-ヘキサンは HPLC 用、無水硫酸ナトリウムは残留農薬試験・PCB 試験用、移動相等のギ酸アンモニウムは試薬特級、ギ酸、メタノールは LC-MS 用を用いた。N,N-ジメチルホルムアミドは試薬特級を、アセトニトリルは抽出には HPLC 用、標準溶液調製および移動相には

表 1 評価対象動物用医薬品一覧

No.	動物用医薬品分類	動物用医薬品名 (品目名)	対象成分名	通知試験法			当所 SOP			備考 (区分)	
				一斉試験法 ^{※1)}			個別試験法 ^{※5)}	一斉試験法			個別試験法
				HPLC I 法 ^{※2)}	HPLC II 法 ^{※3)}	HPLC III 法 ^{※4)}		LC-MS	HPLC -UV		
1	ニューキノロン剤	エンロフロキサシン	エンロフロキサシン	○			○			新規	
2	ニューキノロン剤	エンロフロキサシン	シプロフロキサシン	○						新規	
3	キノロン剤	オキシリニック酸	オキシリニック酸	○			○	○			
4	ニューキノロン剤	オフロキサシン	オフロキサシン	○			○			新規	
5	ニューキノロン剤	オルビフロキサシン	オルビフロキサシン	○			○			新規	
6	その他合成抗菌剤	オルメトプリム	オルメトプリム	○	○	○	○	○			
7	抗寄生虫剤	クロビドール	クロビドール	○	○	○		○			
8	ニューキノロン剤	サラフロキサシン	サラフロキサシン	○			○			新規	
9	ニューキノロン剤	ジアベリジン	ジアベリジン	○			○			新規	
10	ニトロフラン剤	ジフラゾン	ジフラゾン					○			
11	ニューキノロン剤	ジフロキサシン	ジフロキサシン	○						新規	
12	サルファ剤	スルファエトキシピリダジン	スルファエトキシピリダジン	○						新規	
13	サルファ剤	スルファキノキサリン	スルファキノキサリン	○	○	○	○	○			
14	サルファ剤	スルファクロルピリダジン	スルファクロルピリダジン	○	○	○	○				
15	サルファ剤	スルファジアジン	スルファジアジン	○	○	○	○				
16	サルファ剤	スルファジミジン	スルファジミジン	○	○	○	○	○	○		
17	サルファ剤	スルファジメトキシ	スルファジメトキシ	○	○	○	○	○			
18	サルファ剤	スルファチアゾール	スルファチアゾール	○	○	○				新規	
19	サルファ剤	スルファドキシ	スルファドキシ	○	○	○	○				
20	サルファ剤	スルファトロキサゾール	スルファトロキサゾール		○					新規	
21	サルファ剤	スルファニトラン	スルファニトラン	○	○	○				新規	
22	サルファ剤	スルファピリジン	スルファピリジン	○	○	○				新規	
23	サルファ剤	スルファプロモメタジナトリウム	スルファプロモメタジナトリウム		○					新規	
24	サルファ剤	スルファベンズアミド	スルファベンズアミド	○	○	○				新規	
25	サルファ剤	スルファメトキサゾール	スルファメトキサゾール	○	○	○	○				
26	サルファ剤	スルファメトキシピリダジン	スルファメトキシピリダジン	○	○	○	○			新規	
27	サルファ剤	スルファメラジン	スルファメラジン	○	○	○	○	○			
28	サルファ剤	スルファモノメトキシ	スルファモノメトキシ	○	○	○	○	○			
29	サルファ剤	スルフィソゾール	スルフィソゾール				○			新規	
30	ニューキノロン剤	ダノフロキサシン	ダノフロキサシン	○		○	○			新規	
31	線虫剤	チアベンダゾール	チアベンダゾール	○	○		○		○		
32	線虫剤	チアベンダゾール	5-ヒドロキシチアベンダゾール	○	○		○		○		
33	その他合成抗菌剤	チアンフェニコール	チアンフェニコール	○	○	○	○	○			
34	その他合成抗菌剤	トリメトプリム	トリメトプリム	○	○	○	○	○			
35	抗寄生虫剤	ナイカルバジン	N,N'-ビス(4-ニトロフェニル)ウレア	○	○	○	○	○	○		
36	キノロン剤	ナリジクス酸	ナリジクス酸	○			○	○			
37	ニューキノロン剤	ノルフロキサシン	ノルフロキサシン				○			新規	
38	抗寄生虫剤	ピリメタミン	ピリメタミン	○	○		○	○			
39	キノロン剤	ピロミド酸	ピロミド酸					○			
40	線虫剤	フルベンダゾール	フルベンダゾール	○	○	○	○	○	○		
41	キノロン剤	フルメキン	フルメキン	○			○			新規	
42	その他合成抗菌剤	フロルフェニコール	フロルフェニコール	○	○		○				
43	ニューキノロン剤	マルボフロキサシン	マルボフロキサシン	○						新規	
44	キノロン剤	ミロキサシン	ミロキサシン	○						新規	
45	その他合成抗菌剤	モランテル	モランテル	○				○			

※1) 食品に残留する農薬、飼料添加物または動物用医薬品の成分である物質の試験法について 第2章 一斉試験法
 ※2) HPLC による動物用医薬品等の一斉試験法 I (畜水産物)
 ※3) HPLC による動物用医薬品等の一斉試験法 II (畜水産物)
 ※4) HPLC による動物用医薬品等の一斉試験法 III (畜水産物)
 ※5) 食品に残留する農薬、飼料添加物または動物用医薬品の成分である物質の試験法について 第3章 個別試験法

LC-MS用を用いた。

メンブランフィルターは、Agilent Captiva Premium Syringe Filters RC 0.2 μ m 径15mm（アジレント・テクノロジー(株)製）を用いた。

測定用バイアルビンは、ガラスバイアルへの吸着や光による分解での測定の影響を極小化するため、ポリプロピレン製褐色バイアル（ジーエルサイエンス(株)製）を用いた。

2・4 標準溶液の調整

(1) 標準原液

標準原液は、混合標準溶液として、林純薬工業(株)の動物用医薬品混合標準溶液を、混合標準溶液に含まれない動物用医薬品については、個別に調製した。

各標準品の系列および測定条件は表2に示すとおりである。

表2 評価対象動物用医薬品の標準品の系列および測定条件

No.	成分名	標準品の系列 ^{※1)}	保持時間の目安 ^{※3)}	極性	測定条件 ^{※2)}					
					プレカーサーイオン		プロダクトイオン			
					m/z	Frag.(V) ^{※4)}	定量イオン		定性イオン	
		m/z	CE(V) ^{※5)}	m/z	CE(V)					
1	エンロフロキサシン	HPL-2	10.2	ポジティブ	360.2	160	342.1	20	316.2	16
2	シプロフロキサシン	HPL-2	9.7	ポジティブ	332.1	90	314.1	21	231.0	41
3	オキシリニック酸	HPL-2	12.3	ポジティブ	262.1	104	244.0	12	160.1	40
4	オフロキサシン	HPL-2	9.5	ポジティブ	362.2	140	318.1	16	261.1	28
5	オルビフロキサシン	HPL-2	10.4	ポジティブ	396.2	160	352.1	16	378.1	16
6	オルメトプリム	HPL-1	9.6	ポジティブ	275.2	180	123.0	24	259.1	24
7	クロビドール	個別(エ)	7.5	ポジティブ	192.0	140	101.0	25	87.1	25
8	サラフロキサシン	HPL-2	10.8	ポジティブ	386.1	140	368.1	20	299.1	28
9	ジアベリジン	HPL-1	8.6	ポジティブ	261.1	160	245.1	24	123.0	20
10	ジフラゾン	個別(イ)	14.1	ポジティブ	361.1	140	222.0	17	302.0	21
11	ジフロキサシン	HPL-2	11.0	ポジティブ	400.2	160	382.1	20	356.2	16
12	スルファエトキシビリダジン	HPL-1	11.8	ポジティブ	295.1	180	155.9	16	107.9	32
13	スルファキノキサリン	HPL-1	13.1	ポジティブ	301.1	120	155.9	12	92.0	28
14	スルファクロロビリダジン	HPL-1	10.9	ポジティブ	285.0	100	156.0	12	92.0	28
15	スルファジアジン	HPL-1	7.1	ポジティブ	251.1	100	155.9	12	92.0	24
16	スルファジミジン	HPL-1	9.9	ポジティブ	279.1	140	186.0	12	124.0	24
17	スルファジメトキシ	HPL-1	13.0	ポジティブ	311.1	140	156.0	20	108.0	28
18	スルファチアゾール	HPL-1	8.1	ポジティブ	256.0	140	156.0	8	92.0	24
19	スルファドキシ	HPL-1	11.5	ポジティブ	311.1	140	156.0	12	108.0	24
20	スルファトロキサゾール	HPL-1	11.6	ポジティブ	268.1	80	155.9	13	92.2	25
21	スルファニトラン	HPL-1	14.9	ネガティブ	334.0	180	136.0	24	133.1	24
22	スルファピリジン	HPL-1	8.4	ポジティブ	250.1	120	156.0	12	92.0	28
23	スルファプロモメタジンナトリウム	HPL-1	14.9	ポジティブ	357.0	140	156.0	20	91.9	12
24	スルファベンズアミド	HPL-1	12.5	ポジティブ	277.1	140	156.0	8	92.1	24
25	スルファメトキサゾール	HPL-1	11.4	ポジティブ	254.1	100	92.0	24	156.0	12
26	スルファメトキシビリダジン	HPL-1	10.6	ポジティブ	281.1	120	156.0	12	108.0	24
27	スルファメラジン	HPL-1	8.8	ポジティブ	265.1	120	156.0	12	172.0	12
28	スルファモノメトキシ	HPL-1	10.0	ポジティブ	281.1	120	156.0	12	92.0	28
29	スルフィンゾール	HPL-1	11.9	ポジティブ	268.1	80	156.0	12	113.1	17
30	ダノフロキサシン	HPL-2	10.0	ポジティブ	358.2	160	340.1	20	82.1	40
31	チアベンダゾール	個別(ウ)	9.3	ポジティブ	202.0	140	175.0	25	131.0	25
32	5-ヒドロキシチアベンダゾール	個別(ウ)	8.1	ポジティブ	218.0	160	147.0	36	191.0	24
33	チアンフェニコール	個別(ウ)	9.3	ネガティブ	354.0	110	185.0	13	289.9	5
34	トリメトプリム	HPL-1	9.2	ポジティブ	291.2	180	230.1	20	123.0	24
35	ナイカルバジン(N,N'-ビス(ニトロフェル)ウレア)	個別(ア)	18.1	ネガティブ	301.1	80	137.0	5	107.0	25
36	ナリジクス酸	HPL-2	14.2	ポジティブ	233.1	80	215.0	13	187.0	25
37	ノルフロキサシン	HPL-2	9.5	ポジティブ	320.1	140	302.1	16	276.1	12
38	ピリメタミン	HPL-1	11.9	ポジティブ	249.1	160	177.0	28	233.1	40
39	ピロミド酸	HPL-2	15.9	ポジティブ	289.1	110	271.1	17	243.0	25
40	フルベンダゾール	個別(エ)	15.1	ポジティブ	314.1	140	282.0	21	123.0	25
41	フルメキン	HPL-2	14.6	ポジティブ	262.1	90	244.0	17	202.0	37
42	フロルフェニコール	個別(ウ)	11.6	ネガティブ	356.0	110	185.0	9	335.9	5
43	マルボフロキサシン	HPL-2	9.2	ポジティブ	363.2	110	72.3	25	345.1	21
44	ミロキサシン	HPL-2	12.2	ポジティブ	264.1	100	246.0	8	215.0	20
45	モランテル	個別(ウ)	10.9	ポジティブ	221.1	140	150.0	25	123.0	25

※1) 表中品の系列欄の、「HPL-1」、「HPL-2」は林純薬工業(株)製の動物用医薬品混合標準溶液、「個別」は各標準品ごとに調製した標準溶液

※2) 測定条件は、Muss Hunter Optimizeizer（自動最適化ソフト）により最適化した条件を採用した。

※3) 保持時間については、得られた最適化条件下で、Dynamic MRM（保持時間、測定範囲を自動設定）により設定した。

※4) Frag.(V)は、フラグメンター電圧(V)を示す。

※5) CE(V)は、コリジョンエネルギー(V)を示す。

ア 混合標準原液

林純薬工業(株)製のPL動物薬LC/MS Mix 1 (サルファ剤+葉酸拮抗剤) (以下「HPL-1」という。)およびPL動物薬LC/MS Mix 2 (キノロン剤) (以下「HPL-2」という。) (各20 μ g/mLアセトニトリル溶液)を用いた。

イ 個別標準原液

(ア) ナイカルバジン標準原液

ナイカルバジンは、N,N'-ビス-(4-ニトロフェニル)ウレア5.0mgに相当するナイカルバジン標準品 (和光純薬(株)製) をN,N'-ジメチルホルムアミド10mLに溶解後、アセトニトリルを加えて50mLとした (N,N'-ビス-(4-ニトロフェニル)ウレアとして100 μ g/mL)。

(イ) ジフラゾン標準原液

ジフラゾン標準品 (和光純薬(株)製) を10.0mg秤量し、アセトニトリル/水(1:1)に溶かして50mLとした (200 μ g/mL)。

(ウ) チアベンダゾール標準原液, 5-ヒドロキシチアベンダゾール標準原液, チアンフェニコール標準原液, フロルフェニコール標準原液, モランテル標準原液, チアベンダゾール標準品 (関東化学(株)製), 5-ヒドロキシチアベンダゾール標準品, チアンフェニコール標準品, フロルフェニコール標準品, モランテル標準品 (いずれも和光純薬(株)製) を10.0mg秤量し、メタノールに溶かして50mLとした (200 μ g/mL)。

(エ) クロピドール標準原液, フルベンダゾール標準原液
クロピドール標準品 (和光純薬(株)製), フルベンダゾール標準品 (関東化学(株)製) を10.0mg秤量し、少量のN,N'-ジメチルホルムアミドに溶解し、メタノールを加えて50mLとした (200 μ g/mL)。

(2) 分析条件設定用溶液

ア 混合分析条件設定用混合溶液

HPL-1およびHPL-2を各1mL分取し、アセトニトリルで20mLとし、混合分析条件設定用混合溶液とした (1 μ g/mL)。

イ 個別分析条件設定用混合溶液

個別標準原液9種類を1mL (ナイカルバジン標準原液は2mL) 分取し、アセトニトリルで10mLとし、個別分析条件設定用混合原液とした (20 μ g/mL)。この原液を1mL分取し、アセトニトリルで20mLとし、個別分析条件設定用混合溶液とした (1 μ g/mL)。

(3) 混合標準溶液

HPL-1, HPL-2および個別分析条件設定用混合溶液2mL分取混合し、アセトニトリルで10mLとして、基準値添加用標準溶液 (2 μ g/mL) とした。これを、アセトニトリルで希釈して一律基準値添加用液 (0.2 μ g/mL) を調製した。

(4) 測定用標準溶液

基準値添加用標準溶液をアセトニトリル/水 (6:4) に転溶し、適宜希釈して検量線用の測定用標準溶液とした。

2・5 装置および測定条件

(1) 高速液体クロマトグラフ (HPLC)

機器: Agilent 1260 infinity

カラム: Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18
(2.1mm \times 100mm, 粒子径: 1.8 μ m)

カラム温度: 40 $^{\circ}$ C

移動相: A液 0.1%ギ酸

+10mmolギ酸アンモニウム水溶液

B液 アセトニトリル

流速: 0.25mL/min

グラジエント条件:

Time (min)	A液	B液
0.00	97.0 %	3.0 %
1.00	97.0 %	3.0 %
3.00	95.0 %	5.0 %
15.00	50.0 %	50.0 %
17.00	5.0 %	95.0 %
27.00	5.0 %	95.0 %
27.01	97.0 %	3.0 %
37.00	97.0 %	3.0 %

STOP

注入量: 3 μ L

サンプルクーラー温度: 6 $^{\circ}$ C

(2) 質量分析装置 (MS/MS)

機器: Agilent 6460 Triple Quad LC/MS

イオン化法: ESIポジティブおよびネガティブ測定
(AJS ESI)

ドライガス (流量および温度): N₂ (10L/min, 300 $^{\circ}$ C)

ネブライザーガス (圧力): N₂ (50psi)

キャピラリー電圧: +3,500V, -3,500V

シーサーガス (流量および温度): N₂ (12L/min, 400 $^{\circ}$ C)

(3) 測定条件

各成分の測定条件は、分析条件設定用混合溶液を用い、機器付属の自動最適化ソフトMassHunter Optimizerにより、各成分のフラグメンター電圧およびコリジョンエネルギーの最適化を行い、プレカーサーイオン、定量イオンおよび定性イオンを決定した。(表2)

2・6 試験溶液の調製

筋肉、肝臓および腎臓の細切試料5g, または鶏卵の均一化試料5gを用いて、既報⁴⁾を一部改良した手順で試験溶液の調製を行った。(図1)

2・7 検量線および定量限界の確認

LC-MS/MSの検量線は成分ごとに検液濃度で1ng/mL~100ng/mL (検体中濃度換算0.001ppm~0.1ppm)の範囲とし、定量イオンのピーク面積について、絶対検量線法により回帰直線を求め、各寄与率(R²)を確認

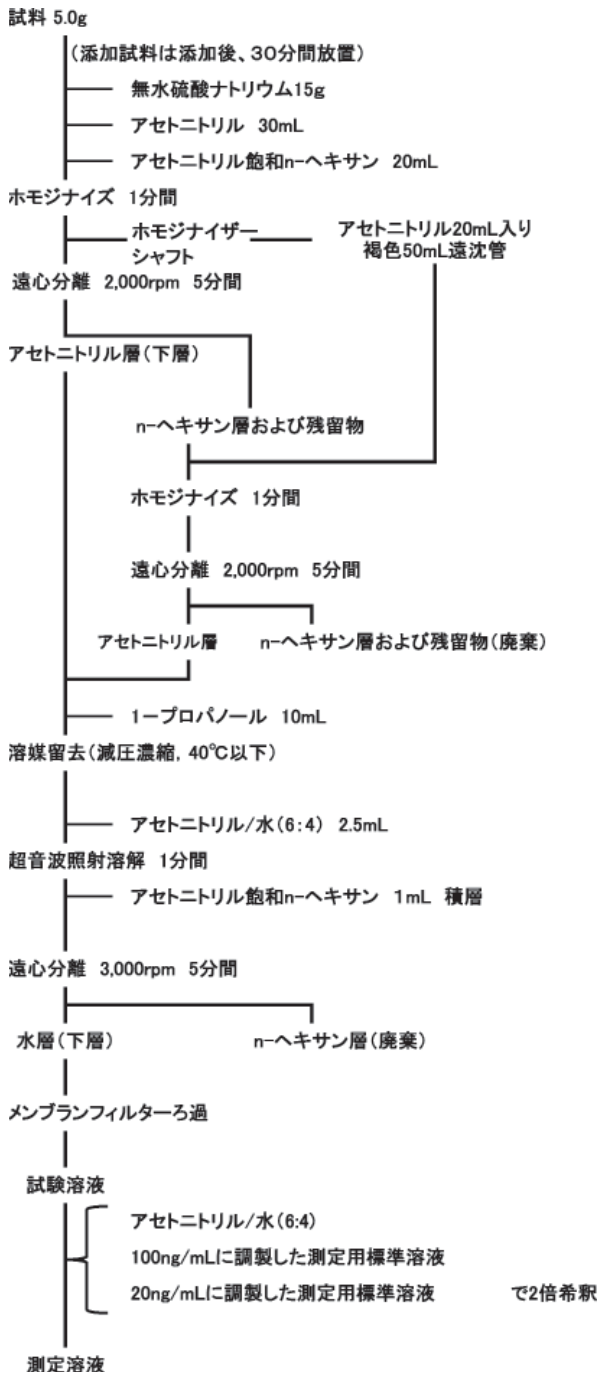


図1 試験溶液の調製

した。

定量限界は、一律基準値に相当する検液濃度10ng/mLと1ng/mLの測定用標準溶液を注入した時のピーク高により判定し、併せてS/N=10における定量限界値を算出した。

2・8 選択性の確認

ブランク試料により、定量を妨害するピークの有無を確認した。今回は、目標とする定量限界値を0.01ppmと設定し、ブランク試料溶液に20ng/mLの測定用標準溶液を添加したもののピーク面積と10ng/mLの測定用標準溶液のピーク面積を比較した。

2・9 妥当性評価

(1) 実験計画

精度評価はガイドラインに基づき、実施者1名が、同一の添加試料を1日1回(2併行)、5日間実施する枝分かれ実験計画により行った。

(2) 真度の確認及び精度評価

添加回収試験は、一律基準値濃度(0.01ppm)および基準値濃度(0.05ppm)の2濃度で実施した。真度の判定にあたっては、検液中の夾雑物(マトリックス)の影響で、イオン化の抑制や促進により真度の大幅な増減が見られたことから、算出にあたってはブランク試料溶液に添加濃度の2倍相当(100ng/mLまたは20ng/mL)の標準溶液を添加し、2倍希釈相当としたマトリックス添加標準溶液により真度を補正して求めた。

3 結果および考察

3・1 検量線および定量限界

検量線の直線性、選択性および定量限界の確認結果を表3に示す。2・7に基づき検量線のR²(寄与率)を確認したところ、すべての成分において0.99以上であった。

定量限界についても、すべての成分において一律基準値濃度でS/N≥10を満たすとともにS/N=10における値は0.007~0.361ng/mLであった。

3・2 妥当性評価試験

(1) 選択性

10ng/mLの測定用標準溶液のピーク面積に対して、ブランク試料溶液のピーク面積は、いずれも1/3未満であり、定量を妨害するピークは見られなかった。(表3)

(2) 真度および精度

今回検討した試験法における畜産物ごとの妥当性評価の結果を表4、5に示した。真度については、試料中のマトリックスの影響が大きく、真度が低めに観測されたため、ブランク試料に添加濃度相当の標準溶液を添加するマトリックス補正回収率で算出した。ガイドラインの真度および精度の目標値をとともに満たしているのは、45品目中牛の筋肉では39成分、牛の腎臓では43成分、牛の肝臓では24成分、鶏卵では34成分であった。これにより、これまでのSOPでは対応できなかった成分について分析することが可能となった。なお、SOP制定にあたっては、本検討結果をもとに、試料中から動物用医薬品が検出された場合には、標準添加法による定量を実施することとしている。また、筋肉、腎臓および鶏卵では真度が70%を下回ったものはニューキノロン剤が多く、シプロフロキサシンとノルフロキサシンはすべての畜産物で真度が70%に満たなかった。なお、牛の肝臓では、真度が70%を下回ったものが多く、筋肉や腎臓

表3 検量線の直線性、選択性および定量限界の確認

No.	成分名	牛の筋肉		牛の腎臓		牛の肝臓		鶏卵		S/N=10 における 定量限界 (ng/mL) ^{*1)}
		検量線	選択性 ^{*2)}	検量線	選択性	検量線	選択性	検量線	選択性	
		R ²		R ²		R ²		R ²		
1	エンロフロキサシン	0.999	○	1.000	○	1.000	○	1.000	○	0.040
2	シプロフロキサシン	1.000	○	1.000	○	1.000	○	1.000	○	0.015
3	オキシリニック酸	1.000	○	1.000	○	1.000	○	1.000	○	0.012
4	オフロキサシン	1.000	○	1.000	○	1.000	○	1.000	○	0.004
5	オルビフロキサシン	0.998	○	1.000	○	1.000	○	1.000	○	0.005
6	オルメトプリム	0.996	○	1.000	○	1.000	○	1.000	○	0.007
7	クロピドール	1.000	○	1.000	○	1.000	○	1.000	○	0.033
8	サラフロキサシン	0.997	○	1.000	○	1.000	○	1.000	○	0.017
9	ジアベリジン	1.000	○	1.000	○	1.000	○	1.000	○	0.003
10	ジフラゾン	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.145
11	ジフロキサシン	1.000	○	1.000	○	1.000	○	1.000	○	0.017
12	スルファエトキシピリダジン	1.000	○	0.996	○	0.996	○	0.996	○	0.054
13	スルファキノキサリン	1.000	○	0.998	○	0.998	○	0.998	○	0.045
14	スルファクロピリダジン	1.000	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.059
15	スルファジアジン	1.000	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.017
16	スルファジミジン	0.995	○	0.995	○	0.995	○	0.995	○	0.015
17	スルファジメトキシ	1.000	○	0.991	○	0.991	○	0.991	○	0.016
18	スルファチアゾール	0.996	○	0.998	○	0.998	○	0.998	○	0.147
19	スルファドキシ	1.000	○	0.997	○	0.997	○	0.997	○	0.008
20	スルファトキサゾール	1.000	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.030
21	スルファニトラン	0.991	○	1.000	○	1.000	○	1.000	○	0.327
22	スルファピリジン	1.000	○	0.996	○	0.996	○	0.996	○	0.015
23	スルファプロモメタラジン	1.000	○	0.997	○	0.997	○	0.997	○	0.126
24	スルファベンズアミド	0.999	○	0.993	○	0.993	○	0.993	○	0.099
25	スルファメトキサゾール	1.000	○	0.997	○	0.997	○	0.997	○	0.034
26	スルファメトキシピリダジン	0.997	○	0.991	○	0.991	○	0.991	○	0.029
27	スルファメラジン	0.997	○	0.997	○	0.997	○	0.997	○	0.025
28	スルファモノメトキシ	0.999	○	0.996	○	0.996	○	0.996	○	0.017
29	スルフィソゾール	0.999	○	1.000	○	1.000	○	1.000	○	0.076
30	ダノフロキサシン	0.996	○	1.000	○	1.000	○	1.000	○	0.016
31	チアベンダゾール	1.000	○	1.000	○	1.000	○	1.000	○	0.010
32	5ヒドロキシチアベンダゾール	1.000	○	1.000	○	1.000	○	1.000	○	0.019
33	チアンフェニコール	1.000	○	1.000	○	1.000	○	1.000	○	0.277
34	トリメトプリム	1.000	○	1.000	○	1.000	○	1.000	○	0.010
35	ナイカルバジン	0.993	○	1.000	○	1.000	○	1.000	○	0.005
36	ナイカルバジン(N,N'-ビス(ニトロフェル)ウレア)	0.991	○	1.000	○	1.000	○	1.000	○	0.008
37	ノルフロキサシン	0.998	○	1.000	○	1.000	○	1.000	○	0.013
38	ピリメタミン	0.999	○	1.000	○	1.000	○	1.000	○	0.006
39	ピロミド酸	1.000	○	1.000	○	1.000	○	1.000	○	0.007
40	フルベンダゾール	1.000	○	0.995	○	0.995	○	0.995	○	0.009
41	フルメキン	1.000	○	1.000	○	1.000	○	1.000	○	0.007
42	フルフェニコール	0.997	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.361
43	マルボフロキサシン	0.995	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.012
44	ミロキサシン	1.000	○	1.000	○	1.000	○	1.000	○	0.018
45	モランテル	1.000	○	1.000	○	1.000	○	1.000	○	0.031

*1) S/N=10における定量限界 (ng/mL) とは、標準溶液10ng/mL (検体濃度: 0.01ppm) または1ng/mL (検体濃度: 0.001ppm) 注入時のS/N比を求め、S/N=10の値を求めたもの。

*2) 選択性欄中の「○」は、一律基準濃度である10ng/mLの標準溶液のピーク面積に対して試料(ブランク)溶液のピーク面積が1/3未満であったものを示す。

と比較して精度でも目標値を満たさないものが多かった。これらの結果から、今回目標値を満たさなかった動物用医薬品について、試験溶液の希釈によりマトリックスの影響の低減を図ることやサロゲートによる回収率の補正または抽出・精製法の更なる検討が必要と考えられ

た。特に、一部のニューキノロン剤については、既報⁵⁾にてギ酸を添加した抽出溶液による酸性条件下抽出で真度の改善が確認されているので、酸性条件下におけるサルファ剤やその他の動物用医薬品の安定性を確認し、試験法の改良を検討したい。

表 4-1 代表畜産物別・添加濃度別妥当性評価結果

No.	対象化合物	筋肉 (牛の筋肉)							腎臓 (牛の腎臓)						
		一律基準値添加 (0.01ppm)			基準値添加 (0.05ppm)			評価結果	一律基準値添加 (0.01ppm)			基準値添加 (0.05ppm)			評価結果
		真度	併行精度	室内精度	真度	併行精度	室内精度		真度	併行精度	室内精度	真度	併行精度	室内精度	
		70-120%	<25%	<30%	70-120%	<15%	<20%		39	70-120%	<25%	<30%	70-120%	<15%	
1	エンロフロキサシン	90.2%	4.5%	4.4%	92.0%	4.7%	5.7%	○	93.4%	3.7%	7.2%	91.6%	2.8%	5.9%	○
2	シプロフロキサシン	51.3%	3.8%	3.3%	59.4%	6.5%	16.0%	×	70.2%	7.9%	9.4%	67.1%	3.9%	4.0%	×
3	オキソリニック酸	94.3%	3.6%	3.4%	94.6%	5.8%	6.1%	○	95.6%	3.9%	4.0%	96.3%	2.8%	4.0%	○
4	オフロキサシン	80.0%	3.1%	2.6%	84.8%	5.1%	7.0%	○	91.7%	5.2%	7.5%	90.4%	3.6%	5.5%	○
5	オルビフロキサシン	81.8%	2.4%	2.3%	85.4%	4.4%	5.5%	○	90.2%	2.9%	4.9%	89.5%	3.8%	4.6%	○
6	オルメトプリム	82.7%	3.6%	3.1%	84.8%	4.0%	6.5%	○	91.2%	3.6%	5.2%	90.2%	3.8%	5.1%	○
7	クロビドール	90.3%	3.0%	4.4%	90.9%	5.0%	6.3%	○	94.0%	3.5%	6.2%	93.0%	2.4%	5.7%	○
8	サラフロキサシン	66.4%	4.7%	4.0%	73.5%	5.6%	12.4%	×	83.0%	5.0%	6.2%	81.6%	3.9%	4.7%	○
9	ジアベリジン	79.4%	5.8%	4.7%	85.2%	4.4%	6.2%	○	90.1%	3.5%	6.0%	92.3%	3.1%	6.9%	○
10	ジフラボン	46.0%	14.5%	14.3%	59.3%	6.3%	28.4%	×	79.6%	6.6%	8.0%	70.5%	2.4%	12.1%	○
11	ジフロキサシン	93.1%	2.4%	2.4%	94.0%	4.4%	6.1%	○	95.2%	3.3%	5.4%	94.8%	3.7%	5.3%	○
12	スルファエトキシビリダジン	78.2%	4.8%	8.0%	88.4%	6.3%	19.0%	○	90.3%	5.6%	9.0%	99.6%	4.5%	7.0%	○
13	スルファキノキサリン	81.2%	6.3%	7.3%	90.7%	3.9%	16.4%	○	96.5%	4.9%	5.9%	101.7%	5.2%	5.9%	○
14	スルファクロビルダジン	78.9%	5.8%	8.0%	90.6%	9.3%	15.0%	○	89.5%	3.7%	9.1%	95.9%	6.0%	6.4%	○
15	スルファジアゾン	80.3%	9.2%	8.4%	86.2%	3.2%	8.0%	○	91.4%	2.2%	8.5%	95.5%	4.7%	5.3%	○
16	スルファジミジン	76.9%	7.1%	9.9%	88.4%	4.5%	13.4%	○	90.9%	4.0%	10.1%	99.1%	3.6%	7.6%	○
17	スルファジメトキシ	81.4%	7.8%	10.3%	92.7%	3.1%	14.4%	○	93.9%	4.2%	7.0%	101.5%	5.0%	7.9%	○
18	スルファチアゾール	83.4%	7.7%	9.2%	83.8%	3.9%	12.4%	○	86.5%	6.0%	9.4%	94.1%	4.3%	5.8%	○
19	スルファドキシ	82.3%	3.7%	4.7%	88.4%	4.8%	10.2%	○	92.7%	3.8%	5.5%	98.1%	4.1%	6.5%	○
20	スルファトロキサゾール	83.8%	3.8%	3.2%	89.1%	5.0%	6.4%	○	92.7%	5.0%	5.2%	96.2%	3.4%	5.2%	○
21	スルファニトラン	99.9%	6.1%	12.9%	93.0%	5.9%	12.9%	○	96.6%	8.4%	16.1%	80.5%	5.8%	6.7%	○
22	スルファペリジン	73.0%	6.7%	8.7%	82.7%	3.8%	9.8%	○	86.9%	3.2%	9.0%	92.7%	3.5%	5.4%	○
23	スルファプロモメタジンナトリウム	89.2%	8.2%	8.8%	98.3%	4.1%	19.1%	○	93.7%	5.6%	8.5%	101.2%	5.8%	9.3%	○
24	スルファベンズアミド	71.4%	5.4%	8.1%	80.4%	5.4%	7.3%	○	85.7%	6.9%	8.1%	94.5%	6.1%	7.3%	○
25	スルファメトキサゾール	85.1%	4.1%	4.8%	91.6%	4.5%	10.0%	○	93.4%	3.7%	5.3%	99.9%	3.7%	5.3%	○
26	スルファメトキシビリダジン	76.8%	11.0%	13.6%	94.0%	3.8%	19.6%	○	94.7%	4.5%	8.1%	103.0%	5.6%	10.4%	○
27	スルファメラジン	80.3%	6.9%	6.8%	84.1%	4.7%	10.3%	○	91.5%	3.3%	6.7%	98.5%	4.1%	7.5%	○
28	スルファモノメトキシ	75.9%	8.1%	9.9%	86.0%	4.4%	14.8%	○	90.1%	3.5%	8.2%	99.6%	4.5%	8.9%	○
29	スルフィンゾール	83.8%	4.8%	5.2%	87.1%	4.1%	9.9%	○	90.7%	4.6%	5.8%	93.1%	3.6%	4.7%	○
30	ダノフロキサシン	73.9%	2.8%	2.3%	79.6%	4.8%	7.6%	○	85.8%	4.1%	7.0%	83.5%	3.2%	5.5%	○
31	チアベンダゾール	94.2%	2.7%	2.9%	88.0%	4.3%	12.3%	○	95.5%	3.6%	4.6%	95.9%	2.9%	4.4%	○
32	5-ヒドロキシチアベンダゾール	39.0%	27.0%	28.4%	63.5%	7.0%	35.2%	×	86.8%	3.6%	6.1%	88.0%	1.9%	3.9%	○
33	チアンフェニコール	98.9%	10.2%	14.4%	89.7%	6.5%	13.8%	○	83.9%	16.1%	15.3%	103.1%	7.2%	19.5%	○
34	トリメトプリム	83.6%	2.2%	3.0%	82.8%	3.8%	6.3%	○	89.9%	3.3%	5.2%	89.9%	4.0%	5.8%	○
35	ナイカルバジン(N,N'-ビス(4-ニトロフェル)ウレア)	91.6%	4.8%	3.8%	90.7%	4.4%	6.6%	○	91.9%	4.8%	5.9%	92.2%	2.5%	4.8%	○
36	ナリジクス酸	95.3%	4.1%	3.9%	94.8%	4.9%	6.2%	○	95.3%	3.6%	3.7%	96.2%	2.9%	3.9%	○
37	ノルフロキサシン	49.4%	3.5%	2.9%	57.3%	5.5%	15.5%	×	68.4%	5.1%	9.2%	65.5%	3.9%	5.4%	×
38	ピリメタミン	84.6%	3.7%	4.0%	86.3%	3.8%	5.7%	○	88.1%	3.8%	3.9%	86.9%	4.1%	5.5%	○
39	ピロミド酸	94.0%	3.0%	3.1%	94.4%	4.8%	6.3%	○	94.0%	3.6%	3.9%	94.7%	2.7%	4.4%	○
40	フルベンダゾール	91.8%	4.0%	5.4%	98.1%	3.4%	9.4%	○	96.3%	3.2%	4.9%	100.6%	5.4%	8.2%	○
41	フルメキン	95.6%	2.5%	2.8%	96.8%	4.5%	6.2%	○	96.0%	4.0%	3.6%	98.9%	3.6%	4.4%	○
42	フロルフェニコール	123.7%	5.3%	5.2%	105.5%	7.0%	18.6%	×	101.9%	5.8%	9.7%	93.5%	11.9%	13.9%	○
43	マルボフロキサシン	77.4%	2.2%	2.6%	73.5%	2.5%	12.2%	○	89.5%	2.7%	8.7%	87.0%	3.2%	6.3%	○
44	ミロキサシン	92.4%	5.3%	4.6%	92.6%	6.4%	7.9%	○	95.1%	3.3%	3.7%	94.3%	3.1%	2.8%	○
45	モランテル	96.3%	4.2%	3.5%	91.2%	3.9%	11.0%	○	95.6%	3.9%	5.9%	91.5%	3.7%	4.8%	○

真度欄：真度の値が、70%以上120%以下が適合、70%未満が不適合、120%を超えたものが不適合
併行精度欄：一律基準値添加の場合、25%未満で適合、25%以上では不適合、基準値添加の場合、15%未満で適合、15%以上では不適合
室内精度欄：一律基準値添加の場合、30%未満で適合、30%以上では不適合、基準値添加の場合、20%未満で適合、20%以上では不適合
評価結果欄：「○」評価項目すべて適合、「×」評価項目のうち不適合項目があったもの。目標値に適合した化合物数は評価結果欄に記載。

4 まとめ

- (1) 今回、LC-MS/MSを用い新規に21成分、既存SOPからの移行24成分の計45成分について試験法を検討した。
- (2) ガイドラインに基づき、代表畜産物として、牛の筋肉、牛の肝臓、牛の腎臓、鶏卵を選定し、試験法の妥

当性評価を実施した。その結果、牛の筋肉で39成分、牛の腎臓で43成分、牛の肝臓で24成分、鶏卵で34成分について妥当性が確認できた。

(3) 今回LC-MS/MSを用いて妥当性を評価した試験法は、既存SOPによる試験法に比べて選択性が向上し、これまでHPLC-UVやLC-MSで対応不可能であった動物用医薬品の分析が可能となった。今後も、未検討

表 4-2 代表畜産物別・添加濃度別妥当性評価結果

No.	対象化合物	肝臓 (牛の肝臓)							評価結果	鶏卵							評価結果
		一律基準値添加 (0.01ppm)			基準値添加 (0.05ppm)			24		一律基準値添加 (0.01ppm)			基準値添加 (0.05ppm)			34	
		真度	併行精度	室内精度	真度	併行精度	室内精度			真度	併行精度	室内精度	真度	併行精度	室内精度		
		70-120%	<25%	<30%	70-120%	<15%	<20%			70-120%	<25%	<30%	70-120%	<15%	<20%		
1	エンロフロキサシン	92.4%	9.1%	9.7%	89.0%	7.3%	8.4%	○	71.3%	3.9%	9.1%	70.8%	3.6%	8.8%	○		
2	シプロフロキサシン	51.7%	4.3%	6.0%	47.3%	8.3%	9.4%	×	59.9%	8.2%	10.6%	37.0%	5.4%	11.8%	×		
3	オキシリニック酸	96.5%	6.2%	4.4%	94.3%	5.5%	5.8%	○	78.3%	3.3%	9.1%	77.5%	2.0%	7.7%	○		
4	オフロキサシン	85.7%	4.0%	3.7%	85.0%	8.1%	7.6%	○	61.0%	3.6%	9.7%	60.8%	3.4%	9.1%	×		
5	オルビフロキサシン	87.1%	3.7%	3.6%	81.7%	8.1%	7.8%	○	74.2%	1.7%	7.8%	75.7%	2.3%	7.1%	○		
6	オルメトプリム	85.5%	3.8%	4.1%	82.7%	7.1%	7.7%	○	91.2%	4.8%	8.0%	94.9%	3.3%	6.5%	○		
7	クロビドール	94.6%	3.7%	4.1%	91.4%	5.9%	6.6%	○	92.8%	4.1%	7.6%	95.2%	2.7%	6.3%	○		
8	サラフロキサシン	71.4%	3.0%	4.3%	71.1%	8.7%	9.0%	○	86.2%	5.6%	10.5%	56.3%	4.2%	10.4%	×		
9	ジアベリジン	85.5%	3.4%	3.2%	78.6%	9.9%	9.7%	○	91.9%	4.8%	7.4%	94.3%	3.7%	6.0%	○		
10	ジフラボン	72.9%	4.5%	3.8%	71.8%	9.9%	10.6%	○	79.5%	6.3%	11.2%	57.0%	6.8%	20.4%	×		
11	ジフロキサシン	96.1%	3.4%	4.1%	93.0%	6.7%	7.3%	○	74.2%	3.4%	9.1%	74.2%	1.6%	9.0%	○		
12	スルファエトキシピリダジン	49.9%	17.3%	18.4%	51.9%	15.1%	24.5%	×	92.0%	5.8%	9.7%	109.4%	3.5%	12.1%	○		
13	スルファキノキサリン	46.6%	12.4%	18.9%	52.9%	16.1%	18.8%	×	84.4%	4.2%	7.9%	100.4%	3.3%	12.5%	○		
14	スルファクロピリダジン	58.7%	14.7%	19.8%	64.1%	16.3%	22.3%	×	77.7%	4.2%	9.1%	87.3%	4.2%	11.4%	○		
15	スルファジアジン	66.8%	27.5%	23.8%	66.6%	25.2%	21.0%	×	75.0%	12.9%	10.2%	91.4%	3.0%	12.7%	○		
16	スルファジミジン	54.6%	17.8%	19.3%	63.2%	13.6%	23.6%	×	79.1%	7.4%	10.4%	102.6%	2.8%	12.2%	○		
17	スルファジメトキシ	64.7%	14.6%	17.1%	66.7%	14.1%	17.7%	×	89.9%	7.0%	10.8%	104.9%	1.7%	11.4%	○		
18	スルファチアゾール	43.4%	19.4%	20.4%	61.1%	11.4%	29.9%	×	82.1%	3.7%	8.4%	92.2%	4.2%	8.1%	○		
19	スルファドキシ	58.3%	14.6%	17.7%	56.1%	14.1%	17.5%	×	87.9%	5.1%	7.9%	95.8%	2.2%	8.1%	○		
20	スルファトロキサゾール	58.5%	15.0%	18.1%	51.0%	14.8%	19.5%	×	86.0%	5.3%	8.3%	93.4%	2.3%	8.9%	○		
21	スルファニトラン	100.0%	5.3%	10.0%	73.4%	10.1%	11.6%	○	87.4%	6.4%	11.8%	94.8%	4.7%	9.7%	○		
22	スルファピリジン	52.4%	16.5%	18.0%	62.6%	13.4%	26.6%	×	89.5%	7.7%	9.9%	98.8%	2.9%	9.9%	○		
23	スルファプロモメタジンナトリウム	62.3%	15.0%	19.9%	58.6%	15.4%	17.2%	×	83.5%	5.4%	9.8%	109.3%	2.7%	16.0%	○		
24	スルファベンズアミド	57.3%	14.8%	15.0%	58.8%	19.3%	22.6%	×	73.2%	3.5%	11.1%	90.9%	5.1%	10.8%	○		
25	スルファメトキサゾール	61.9%	12.9%	15.6%	64.5%	13.3%	18.4%	×	87.2%	4.7%	7.0%	96.5%	2.5%	10.6%	○		
26	スルファメトキシピリダジン	59.8%	15.9%	17.9%	68.0%	12.3%	19.5%	×	83.4%	6.6%	12.4%	101.1%	2.5%	15.5%	○		
27	スルファメラジン	59.3%	16.5%	18.2%	70.4%	14.4%	21.6%	×	89.1%	6.9%	9.8%	103.0%	3.1%	11.9%	○		
28	スルファモノメトキシ	49.7%	17.0%	18.1%	53.6%	14.1%	24.8%	×	88.1%	4.0%	8.1%	103.2%	2.9%	12.1%	○		
29	スルフィソゾール	59.2%	15.9%	17.4%	61.7%	16.1%	21.8%	×	79.3%	5.4%	8.1%	88.7%	4.9%	8.5%	○		
30	ダノフロキサシン	76.9%	4.0%	5.1%	71.0%	7.4%	8.9%	○	64.2%	3.4%	8.0%	65.7%	4.4%	8.0%	×		
31	チアベンダゾール	92.4%	3.4%	3.5%	90.0%	8.1%	8.2%	○	94.3%	5.2%	7.9%	97.2%	2.1%	5.8%	○		
32	5-ヒドロキシチアベンダゾール	91.5%	3.3%	3.4%	96.8%	8.0%	8.0%	○	90.4%	4.4%	7.6%	93.6%	3.0%	6.2%	○		
33	チアンフェニコール	101.9%	5.7%	8.6%	68.4%	16.8%	18.8%	×	85.0%	13.3%	16.5%	91.7%	15.7%	19.2%	×		
34	トリメトプリム	92.5%	3.2%	3.4%	79.6%	9.3%	13.0%	○	90.3%	5.0%	9.6%	95.6%	3.0%	5.9%	○		
35	ナイカルバジン (NN-ビス(4-ニトロフェル)ウレア)	91.1%	2.7%	3.2%	89.7%	6.3%	7.2%	○	87.9%	6.7%	8.4%	87.6%	7.2%	7.6%	○		
36	ナリジクス酸	96.0%	3.5%	4.2%	93.0%	5.1%	5.7%	○	60.0%	4.4%	12.6%	58.7%	2.8%	10.8%	×		
37	ノルフロキサシン	47.0%	4.8%	6.8%	49.4%	8.6%	9.5%	×	57.2%	7.5%	10.0%	35.1%	5.5%	12.8%	×		
38	ピリメタミン	77.9%	4.2%	3.3%	73.3%	7.4%	6.6%	○	92.8%	3.8%	8.3%	96.0%	1.7%	6.2%	○		
39	ピロミド酸	94.7%	2.0%	3.0%	91.7%	5.2%	6.1%	○	53.3%	4.4%	13.7%	50.8%	3.2%	11.3%	×		
40	フルベンダゾール	89.8%	6.1%	7.7%	92.9%	6.8%	8.5%	○	104.0%	7.5%	9.3%	106.6%	1.2%	6.8%	○		
41	フルメキン	99.3%	4.3%	3.6%	95.2%	5.5%	5.8%	○	72.1%	3.7%	10.9%	74.4%	2.5%	10.3%	○		
42	フロルフェニコール	104.5%	4.2%	9.5%	84.0%	5.0%	9.5%	○	93.6%	9.1%	12.3%	90.3%	9.6%	9.7%	○		
43	マルボフロキサシン	84.2%	3.7%	3.9%	78.4%	7.7%	7.9%	○	57.4%	3.5%	10.7%	56.5%	3.1%	9.5%	×		
44	ミロキサシン	92.4%	9.3%	7.9%	88.8%	18.3%	16.6%	×	67.1%	12.4%	15.6%	66.5%	18.4%	23.6%	×		
45	モランテル	91.8%	3.4%	2.5%	94.4%	7.0%	5.7%	○	96.6%	5.0%	10.5%	94.2%	3.2%	3.7%	○		

真度欄：真度の値が、70%以上120%以下が適合、70%未満が不適合、120%を超えたものが不適合
併行精度欄：一律基準値添加の場合、25%未満で適合、25%以上では不適合、基準値添加の場合、15%未満で適合、15%以上では不適合
室内精度欄：一律基準値添加の場合、30%未満で適合、30%以上では不適合、基準値添加の場合、20%未満で適合、20%以上では不適合
評価結果欄：「○」評価項目すべて適合、「×」評価項目のうち不適合項目があったもの。目標値に適合した化合物数は評価結果欄に記載。

の動物用医薬品および今回妥当性不適合であった動物用医薬品について試験法を改良し、妥当性評価を実施することとしている。

文 献

- 1) 厚生省告示第370号：食品、添加物等の規格基準、昭和34年

- 2) 厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知食安発第0124001号：食品に残留する農薬、飼料添加物または動物用医薬品の成分である物質の試験法について、平成17年1月24日

- 3) 厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知食安発1224第1号：食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドラインの一部改正について、平

表5 妥当性評価結果及び適合食品数

成分名	既存SOP	畜産食品				適合した食品数
		筋肉	腎臓	肝臓	鶏卵	
1 エンロフロキサシン	新規	○	○	○	○	4
2 シプロフロキサシン	新規	×	×	×	×	0
3 オキシリニック酸	LC-MS一斉試験法	○	○	○	○	4
4 オフロキサシン	新規	○	○	○	×	3
5 オルビフロキサシン	新規	○	○	○	○	4
6 オルメトプリム	LC-MS一斉試験法	○	○	○	○	4
7 クロビドール	HPLC一斉試験法	○	○	○	○	4
8 サラフロキサシン	新規	×	○	○	×	2
9 ジアベリジン	新規	○	○	○	○	4
10 ジフラゾン	HPLC一斉試験法	×	○	○	×	2
11 ジフロキサシン	新規	○	○	○	○	4
12 スルファエトキシピリダジン	新規	○	○	×	○	3
13 スルファキノキサリン	LC-MS一斉試験法	○	○	×	○	3
14 スルファクロルピリダジン	LC-MS一斉試験法	○	○	×	○	3
15 スルファジアジン	LC-MS一斉試験法	○	○	×	○	3
16 スルファジミジン	LC-MS一斉試験法	○	○	×	○	3
17 スルファジメトキシ	LC-MS一斉試験法	○	○	×	○	3
18 スルファチアゾール	新規	○	○	×	○	3
19 スルファドキシ	LC-MS一斉試験法	○	○	×	○	3
20 スルファトロキサゾール	新規	○	○	×	○	3
21 スルファニトラン	新規	○	○	○	○	4
22 スルファピリジン	新規	○	○	×	○	3
23 スルファプロモメタラジンナトリウム	新規	○	○	×	○	3
24 スルファベンズアミド	新規	○	○	×	○	3
25 スルファメトキサゾール	LC-MS一斉試験法	○	○	×	○	3
26 スルファメトキシピリダジン	新規	○	○	×	○	3
27 スルファメラジン	LC-MS一斉一斉試験法	○	○	×	○	3
28 スルファモノメトキシ	LC-MS一斉一斉試験法	○	○	×	○	3
29 スルフィソゾール	LC-MS一斉試験法	○	○	×	○	3
30 ダノフロキサシン	新規	○	○	○	×	3
31 チアベンダゾール	LC-MS一斉試験法	○	○	○	○	4
32 5ヒドロキシチアベンダゾール	LC-MS一斉試験法	×	○	○	○	3
33 チアンフェニコール	LC-MS一斉試験法	○	○	×	×	2
34 トリメトプリム	LC-MS一斉試験法	○	○	○	○	4
35 ナイカルバジン(N,N'-ビス(4-ニトロフェル)ウレア)	LC-MS一斉試験法	○	○	○	○	4
36 ナリジスク酸	LC-MS一斉試験法	○	○	○	×	3
37 ノルフロキサシン	新規	×	×	×	×	0
38 プリメタミン	LC-MS一斉試験法	○	○	○	○	4
39 ピロミド酸	HPLC一斉試験法	○	○	○	×	3
40 フルベンダゾール	LC-MS一斉試験法	○	○	○	○	4
41 フルメキン	新規	○	○	○	○	4
42 フロルフェニコール	LC-MS一斉試験法	×	○	○	○	3
43 マルボフロキサシン	新規	○	○	○	×	3
44 ミロキサシン	新規	○	○	×	×	2
45 モランテル	HPLC一斉試験法	○	○	○	○	4
適合数		39	43	24	34	

※：品目欄の「○」は適合、「×」は不適合

成22年12月24日

4) 竹田正美, 水口竜人, 北野肇一, 織田敏郎: LC/MS(SIM)による動物用医薬品の同時分析法について, 石川県保健環境センター研究報告書, 47, 54-59 (2010)

5) 竹田正美, 小澤祐子, 水口竜人, 北野肇一, 織田敏郎: LC/MS (SIM)による同時分析法におけるキノロン剤の抽出法の改良について, 石川県保健環境センター研究報告書, 48, 63-67 (2011)