

# LC-MS/MS による畜水産物中の動物用医薬品等の一斉分析 (Ⅲ)

久保記久子・中村正規

福岡市保健環境研究所保健科学課

## Rapid Simultaneous Analysis of Residual Veterinary Drugs in Livestock Products and Seafoods Using Liquid Chromatography Coupled with Tandem Mass Spectrometry(Ⅲ)

Kikuko KUBO and Masanori NAKAMURA

Health Science Division, Fukuoka City Institute for Hygiene and the Environment

### 要約

国内での使用が可能な動物用医薬品20化合物について、当所で開発したLC-MS/MSによる一斉分析法への適応性を検討した。また、使用するバイアルの種類についても合わせて検討した。試験溶液はアセトニトリルで抽出後、n-ヘキサンで脱脂し、アセトニトリルおよび水(1:9)混液に転溶して調製した。各化合物の標準溶液において良好な感度が得られた17化合物について添加回収試験を行った。卵、牛乳、牛肉、牛の肝臓、鮭、エビ、牡蠣および活鰻に各化合物を100ng/g添加して回収試験を行った結果、13化合物について回収率は50%以上で相対標準偏差は概ね10%未満であり、スクリーニング法として適応可能であった。また、これら13化合物を含む動物用医薬品および飼料添加物50化合物について、不活性処理済み褐色ガラス製バイアルと褐色ポリプロピレン製バイアルを用いて、時間経過による安定性の違いについて検討した。その結果、ガラス製では10時間後には6化合物で約60%までピーク強度の減少が見られ、5化合物において約150%までピーク強度の増加が見られた。ポリプロピレン製では50時間後でも49化合物において安定であった。

**Key Words** : 液体クロマトグラフータンデム型質量分析装置 LC-MS/MS, 一斉分析 simultaneous analysis, 動物用医薬品 veterinary drug, 畜産食品 livestock product, 水産物 seafood, 飼料添加物 feed additive, 不活性処理済ガラス製バイアル silanized glass vial, ポリプロピレン製バイアル polypropylene vial

### 1 はじめに

病気の予防や治療、飼料の品質保持等の目的で畜水産物に使用される動物用医薬品や飼料添加物は、その開発、販売、使用に至るまで、動物用医薬品は薬事法により、飼料添加物は飼料安全法により厳しく規制されている。また、市場に流通する食品については、食品衛生法により安全な食品が供給されるよう、規制、監視等がなされている。

食品の安全性に対する国民の関心が高まり、平成18年5月には食品中に残留する農薬等にポジティブリスト制度

が導入され、残留基準が設定された動物用医薬品等の数も大幅に増加した。これに伴い食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法<sup>1)</sup>が通知され、畜水産物中の動物用医薬品等については、「HPLCによる動物用医薬品等の一斉試験法Ⅰ(畜水産物)」(以下Ⅰ法)、「HPLCによる動物用医薬品等の一斉試験法Ⅱ(畜水産物)」(以下Ⅱ法)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)」が示された。

当所では、前報<sup>2), 3)</sup>で報告した迅速一斉分析法を用いてスクリーニング検査を行っている。今回、当所の試験法と

同様にアセトニトリルを用いて抽出を行う I 法および II 法の分析対象化合物のうち、検討未実施で薬事法により国内での使用が認められている 20 化合物について、新たに本法への適応性を検討した。

また、日常の動物用医薬品等の試験検査で測定に時間を要した際、標準溶液において不活性処理済み褐色ガラス製バイアルが原因と思われるピーク強度の低下が見られたため、今回、褐色ポリプロピレン製バイアルを用いてその有用性についても合わせて検討した。

## 2 実験方法

### 2.1 試料

市販の卵、牛乳、牛肉、牛の肝臓、鮭、エビ、牡蠣および活鰻を用いた。

### 2.2 試薬等

標準品：分析対象化合物は表 1 に示すとおりで、食品分析用、残留物質試験用または生化学用を使用した。

表1 分析対象化合物の主な用途

No.	化合物名	主な用途
1	アンブロリウム	合成抗菌剤
2	オルビフロキサシン	合成抗菌剤
3	クロステボル	ホルモン剤
4	クロルヘキシジン	消毒剤
5	ジフロキサシン	合成抗菌剤
6	ジョサマイシン	抗生物質
7	セフロキシム	抗生物質
8	タイロシン	抗生物質
9	チアムリン	抗生物質
10	ニフルスチレン酸ナトリウム	合成抗菌剤
11	ノボピオシン	抗生物質
12	バルネムリン	抗生物質
13	プラジクアンテル	寄生虫駆除剤
14	フルニキシム	非ステロイド系抗炎症薬
15	プロチゾラム	神経系用薬
16	ミロキサシン	合成抗菌剤
17	メロキシカム	非ステロイド系消炎剤
18	メンブトン	止瀉剤
19	リンコマイシン	抗生物質
20	レバミゾール	寄生虫駆除剤

標準原液：メタノールで濃度 100mg/L を調製した。溶解しにくいものについては、少量の N,N-ジメチルホルムアミドに溶解後、メタノールで希釈した。

混合標準溶液：標準原液をアセトニトリルおよび水(1:9)混液で適宜希釈し調製した。

0.2μm フィルター：アドバンテック東洋(株)製 DISMIC

25HP を使用した。

ろ紙：アドバンテック東洋(株)製 ろ紙 5A を使用した。

不活性処理済み褐色ガラス製バイアル：GL サイエンス社製 Target DP バイアル 不活性処理済 Silanized vials 2mL ラベル付褐色を使用した。

褐色ポリプロピレン製バイアル：GL サイエンス社製 1.5mL スクリューバイアル PP 褐色を使用した。

その他の試薬：HPLC 用または残留農薬試験用を使用した。

### 2.3 装置

高速液体クロマトグラフ：Agilent 社製 Agilent1100 シリーズを使用した。

質量分析装置 (MS/MS)：AB SCIEX 社製 API4000 を使用した。

ホモジナイザー：Kinematica 社製 PT10-35 を使用した。

超音波装置：アイワ医科工業 (株) 製 AU-308CB を使用した。

遠心機：(株) コクサン製 H103-NR を使用した。

### 2.4 測定条件

前報<sup>2), 3)</sup>に示した方法に準じて行った。

#### 2.4.1 高速液体クロマトグラフ

分析カラム：(株) YMC 製 YMC-Pack Pro C18  
2mm i.d.×50mm, 5μm

移動相：A 液：0.02%ギ酸, B 液：アセトニトリル

グラジエント条件：表 2 および表 3 に示す。

表2 測定条件(ポジティブイオン化)

時間(min)	A液(%)	B液(%)	流速(mL/min)
0	95	5	0.2
3	95	5	0.2
15	5	95	0.2
20	5	95	0.2
20.1	95	5	0.5
27	95	5	0.5
27.1	95	5	0.2
30	95	5	0.2

表3 測定条件(ネガティブイオン化)

時間(min)	A液(%)	B液(%)	流速(mL/min)
0	95	5	0.2
3	95	5	0.2
15	5	95	0.2
20	5	95	0.2
25.1	95	5	0.5
32	95	5	0.5
32.1	95	5	0.2
35	95	5	0.2

カラム温度：30℃

注入量：10μL

## 2.4.2 質量分析計

### 1) 条件1 (ポジティブイオン化)

イオン化：ESI,(+)

イオンスプレー電圧：5.5kV

イオンソース温度：700℃

化合物ごとの条件：表4に示した.

### 2) 条件2 (ネガティブイオン化)

イオン化：ESI,(-)

イオンスプレー電圧：-4.5kV

イオンソース温度：600℃

化合物ごとの条件：表4に示した.

## 2.5 試験溶液の調製

前報<sup>2), 3)</sup>に示した方法により行った.

試料 5g にアセトニトリル 30mL を加え、ホモジナイズ (牛乳の場合は5分間振とう) し、上澄み液をろ紙でろ過した. ろ液にアセトニトリル飽和 n-ヘキサン 15mL を加え振とう後、アセトニトリル層を 50mL に定容した. 抽出液 10mL を濃縮乾固後、残留物にアセトニトリル 0.5mL を加え超音波装置で 30 秒間溶解後、水 4.5mL を加え 0.2μm フィルターでろ過し試験溶液とした.

## 2.6 バイアルの検討

動物用医薬品等 50 化合物の 10ng/mL 混合標準溶液を作成し、測定開始の直前に不活性処理済み褐色ガラス製バイアルおよび褐色ポリプロピレン製バイアルに移して測定を開始し、10 時間後と 50 時間後に測定を行った.

## 3 実験結果および考察

### 3.1 LC-MS/MS 条件の検討

イオン化はエレクトロスプレー (ESI) により、セフロキシムおよびニフルスチレン酸ナトリウムはネガティブモードで、その他の化合物はポジティブモードで MRM 分析を行った. 各化合物の条件を表4に示す. 各プレカーサーイオンに対して、相対的に最もピーク強度の強いプロダクトイオンを定量イオンとした. イオンスプレー電圧およびイオンソース温度などの固定した条件については、前報<sup>2), 3)</sup>のとおりとした.

標準溶液を用いて MRM 分析を行った. その結果、アンプロリウムはカラムに保持されず、リンコマイシンおよびレバミゾールはピークが割れて定量が不可能であった. その他の 17 化合物については、表4に示すとおり、標準溶

表4 各化合物のMW, 測定条件, 定量下限および直線性

No.	化合物名	MW <sup>※1</sup>	測定条件				定量下限 (ng/mL)	直線性 <sup>※4</sup>
			Q1 (m/z)	Q3 (m/z)	DP(V) <sup>※2</sup>	CE(V) <sup>※3</sup>		
1	アンプロリウム	242	243.3	150.1	41	17	—	—
2	オルビフロキサシン	395	396.2	352.3	81	27	0.1	1.000
3	クロステボル	322	323.3	143.1	76	37	0.2	0.997
4	クロルヘキシジン	504	505.3	353.2	96	23	0.3	0.992
5	ジフロキサシン	399	400.3	356.2	76	29	0.3	1.000
6	ジョサマイシン	827	828.5	174.2	71	45	0.1	0.999
7	セフロキシム	424	423.0	317.9	-12	-7	1	1.000
8	タイロシン	915	917.1	174.2	11	51	0.1	0.996
9	チアムリン	493	494.3	192.2	71	29	0.05	0.993
10	ニフルスチレン酸ナトリウム	281	257.9	183.9	-18	-3	0.3	1.000
11	ノボピオシン	612	613.2	189.2	201	35	0.1	1.000
12	バルネムリン	564	565.2	263.1	101	27	0.05	0.991
13	プラジクアンテル	312	313.3	203.1	86	27	0.2	1.000
14	フルニキシム	296	297.2	279.2	86	33	0.2	0.996
15	プロチゾラム	394	394.9	314.0	96	35	0.02	1.000
16	ミロキサシン	263	264.2	215.2	61	35	0.02	1.000
17	メロキシカム	351	351.9	115.1	86	31	0.02	1.000
18	メンブトン	258	259.2	241.2	51	19	0.2	0.999
19	リンコマイシン	406	406.7	126.1	96	51	—	—
20	レバミゾール	204	205.1	123.0	66	35	—	—

※1 単一同位体における分子量

※2 DP: Declustering potential

※3 CE: Collision energy

※4 1~50ng/mLの範囲における相関係数

液での定量下限 (S/N=10) が 0.02~1ng/mL と良好な感度  
 が得られた. 検量線は 1~50ng/mL の範囲で相関係数 0.991  
 以上と良好な直線性が得られた

### 3.2 添加回収試験

標準溶液において良好な感度を得られた 17 化合物につ  
 いて, 卵, 牛乳, 牛肉, 牛の肝臓, 鮭, エビ, 牡蠣および  
 活鰻に各化合物を 100ng/g 添加して回収試験を行った. そ  
 の結果を表 5 に示す. クロルヘキシジンはいずれの食品で  
 もほとんど回収されなかった. ニフルスチレン酸ナトリウ  
 ム, ノボビオシンおよびバルネムリンについては, 一部の  
 食品において回収率が 50%未満のものがあった. その他の  
 13 化合物については回収率が 50%以上, 相対標準偏差  
 (RSD)は概ね 10%未満であった.

牛乳への添加回収試験においてオルビフロキサシンで  
 定量に支障をきたす夾雑ピークが見られたため, オルビフ  
 ロキサシンの定量イオンを 2 番目にピーク強度の強い  
 295.3(m/z)に変更した. その他の化合物についてはいずれ  
 の食品においても定量に支障をきたすような試料由来の  
 夾雑ピークは見られなかった.

### 3.3 バイアルの検討

不活性処理済みガラス製バイアルを用いた日常の動物  
 用医薬品等の試験検査において, 測定に時間を要した際,

添加回収試験の回収率が 200%を超える化合物が見られ  
 た. 各化合物を試料に添加し調製した試験溶液ではピーク  
 強度に変化は見られず, 標準溶液のバイアルへの吸着が疑  
 われた. 今回, 添加回収試験において良好な結果の得られ  
 た 13 化合物と, 通常当所で試験を実施している動物用医  
 薬品等 37 化合物を合わせた 50 化合物について, 10ng/mL  
 の混合標準溶液を作成し, 不活性処理済み褐色ガラス製バ  
 イアルと褐色ポリプロピレン製バイアルに詰めて, それぞ  
 れ測定開始から 10 時間後と 50 時間後に測定を行った. そ  
 の結果を表 6 に示す. EFX, OFX, SFX, DFLX, CPFX お  
 よび DFX のニューキノロン系抗生物質において, ガラス  
 製では 10 時間後ですでに約 60%まで減少が見られた. こ  
 れに対しポリプロピレン製では 50 時間後でもほぼ減少は  
 見られなかった. OXA, CLO, NA, PMA および MIX の  
 5 化合物においては, ガラス製において 150%前後まで増  
 加が見られた. これに対しポリプロピレン製ではほぼ変化  
 は見られなかった. ガラス製バイアルで比較的安定な NAF  
 において, ポリプロピレン製バイアルで 50 時間後に 45%  
 まで減少した. 不活性処理をしていないガラス製バイアル  
 についても測定を行った結果, 不活性処理済みと同様の傾  
 向を示し, ピーク強度が減少した 6 化合物のうち, EFX,  
 OFX, CPFX, および DFX では, 50 時間後で約 30%まで  
 減少した. バイアルでのピーク強度の増減には, 吸着や分  
 解, イオン化促進物質の溶出等が考えられるが, 今回影響

表5 添加回収試験結果

No.	化合物名	回収率(%)									
		卵	牛乳	牛肉	牛の肝臓	鮭	エビ	牡蠣	活鰻		
1	オルビフロキサシン	74.0 (4.6)	77.2 (5.5)	82.0 (7.6)	74.1 (8.5)	73.7 (16.4)	63.8 (2.2)	69.9 (1.4)	74.7 (1.4)		
2	クロステボル	69.2 (3.9)	78.0 (3.3)	76.3 (5.7)	55.1 (6.1)	57.4 (1.5)	76.2 (11.4)	63.1 (2.1)	64.6 (2.4)		
3	クロルヘキシジン	8.6 (5.6)	8.7 (32.7)	—	—	—	—	11.8 (17.1)	3.7 (39.8)	13.6 (15.0)	
4	ジフロキサシン	90.2 (11.1)	98.3 (9.2)	94.2 (5.9)	99.4 (2.3)	78.7 (6.1)	96.2 (4.1)	88.9 (9.6)	88.3 (5.4)		
5	ジョサマイシン	77.1 (2.0)	83.8 (4.3)	80.4 (11)	75.8 (3.8)	81.9 (10.0)	53.6 (5.9)	82.5 (6.4)	71.6 (7.8)		
6	セフロキシム	62.6 (4.7)	78.4 (6.9)	66.4 (2.9)	62.0 (5.1)	72.7 (6.0)	67.9 (2.6)	53.0 (3.9)	61.2 (6.0)		
7	タイロシン	74.9 (3.9)	77.7 (7.2)	82.4 (17.9)	78.6 (4.9)	88.5 (8.5)	66.4 (4.4)	77.2 (5.9)	68.6 (7.8)		
8	チアムリン	71.5 (8.5)	87.3 (6.9)	86.4 (0.2)	70.5 (2.2)	77.4 (2.8)	53.5 (7.6)	84.1 (2.0)	73.9 (2.0)		
9	ニフルスチレン酸 ナトリウム	62.3 (4.0)	47.6 (3.3)	71.9 (3.1)	56.2 (4.2)	36.2 (17.9)	75.1 (3.1)	51.3 (2.9)	29.1 (7.8)		
10	ノボビオシン	16.0 (22.9)	73.7 (14.5)	12.8 (28.8)	28.6 (10.7)	22.5 (12.0)	58.1 (7.3)	27.0 (14.2)	11.0 (19.8)		
11	バルネムリン	60.3 (5.2)	71.5 (8.4)	81.1 (3.0)	40.2 (7.8)	40.9 (9.5)	44.2 (3.8)	59.1 (11.9)	29.0 (22.7)		
12	ブラジクアンテル	81.6 (5.9)	87.4 (0.2)	87.5 (3.0)	85.1 (2.3)	78.8 (7.4)	84.0 (5.7)	79.4 (1.8)	73.6 (2.2)		
13	フルニキシム	88.8 (3.0)	92.8 (2.9)	75.8 (6.3)	67.2 (9.6)	80.6 (0.4)	92.2 (3.0)	84.4 (1.6)	81.4 (2.5)		
14	プロチゾラム	81.7 (3.6)	83.0 (3.9)	92.0 (3.6)	77.6 (3.3)	75.6 (7.0)	84.7 (2.9)	73.0 (11.6)	70.4 (8.7)		
15	ミロキサシン	56.4 (10.5)	90.6 (6.9)	113.0 (9.0)	125.7 (5.9)	89.9 (8.2)	86.8 (5.8)	86.0 (9.0)	105.8 (9.8)		
16	メロキシカム	80.1 (8.0)	91.1 (1.3)	80.7 (6.9)	72.1 (3.3)	69.1 (4.2)	98.5 (3.7)	58.7 (5.2)	56.7 (7.1)		
17	メンプトン	70.4 (3.8)	92.9 (3.5)	74.4 (5.3)	60.4 (4.3)	64.1 (6.1)	69.8 (2.9)	66.1 (2.4)	64.4 (1.3)		

( ) の値は相対標準偏差 (n=3)

表6 各化合物のバイアルごとの経時変化

No.	化合物名	略称	イオン化	測定開始を100とした値			
				不活性処理済み褐色ガラス製バイアル		褐色ポリプロピレン製バイアル	
				10時間後	50時間後	10時間後	50時間後
1	5-ヒドロキシチアベンダゾール	5HTBZ	+	85.8 (7.0)	87.3 (15.2)	86.6 (10.9)	80.2 (10.2)
2	5-プロピルスルホニル-1H-ベンゾイミダゾール-2-アミン	ABZ_Met	+	91.1 (6.7)	69.4 (13.6)	90.8 (10.2)	67.7 (7.2)
3	エトパペート	ETB	+	105.0 (2.6)	108.8 (3.6)	96.3 (9.4)	100.2 (3.9)
4	エンロフロキサシン	EFX	+	61.8 (8.6)	62.3 (6.2)	90.7 (0.6)	94.8 (17.3)
5	オキサシリン	OX	-	108.3 (2.4)	114.5 (2.5)	100.7 (2.9)	107.0 (7.7)
6	オキソリニック酸	OXA	+	153.6 (9.9)	167.7 (5.1)	98.9 (9.3)	98.1 (14.9)
7	オフロキサシン	OFX	+	61.3 (17.0)	42.5 (26.1)	93.5 (2.8)	84.4 (5.3)
8	オラキンドックス	ODX	+	92.2 (9.5)	93.0 (15.3)	95.1 (13.7)	100.1 (14.9)
9	オルビロキサシン	OBFX	+	98.3 (4.2)	85.5 (5.6)	89.2 (11.3)	87.8 (9.8)
10	オルメトプリム	OMP	+	86.1 (11.8)	83.5 (13.3)	88.7 (8.2)	85.3 (7.9)
11	クロキサシリン	CLOX	-	97.0 (4.7)	88.5 (0.3)	97.3 (0.3)	83.8 (2.1)
12	クロステボル	CLO	+	136.8 (5.4)	136.8 (5.9)	107.0 (17.0)	102.7 (10.4)
13	クロピドール	CLP	+	100.4 (8.8)	103.5 (11.3)	97.4 (2.7)	97.2 (4.6)
14	サラフロキサシン	SFX	+	58.6 (9.7)	56.7 (20.1)	91.3 (4.4)	90.7 (10.7)
15	ジフラゾン	DFZ	+	96.0 (7.6)	89.8 (9.5)	91.3 (4.8)	97.4 (14.6)
16	ジフロキサシン	DFLX	+	58.2 (17.7)	60.3 (21.6)	93.4 (4.9)	87.2 (9.7)
17	シプロフロキサシン	CPFEX	+	52.8 (21.9)	43.8 (22.3)	96.2 (4.3)	82.6 (12.6)
18	ジョサマイシン	JM	+	91.8 (9.4)	83.4 (13.8)	94.0 (19.8)	100.1 (19.7)
19	スピラマイシン	SPM	+	83.5 (2.2)	69.7 (17.8)	90.1 (11.5)	78.8 (10.4)
20	スルダジメトキシシン	SDMX	+	103.2 (3.4)	103.3 (6.5)	89.9 (7.7)	94.7 (13.7)
21	スルファキノキサリン	SQ	+	99.4 (2.7)	95.0 (3.8)	90.3 (13.3)	100.7 (8.0)
22	スルファクロルピリダジン	SCPD	+	98.2 (7.0)	103.1 (1.4)	95.2 (4.4)	98.8 (5.8)
23	スルファジアジン	SDZ	+	97.3 (9.7)	99.6 (8.6)	98.7 (4.4)	104.9 (8.5)
24	スルファジミジン	SDD	+	89.4 (9.2)	92.5 (8.4)	95.5 7.7	101.5 (18.7)
25	スルファチアゾール	STZ	+	90.3 (6.1)	95.5 (8.8)	95.9 (8.4)	99.1 (5.3)
26	スルファメトキサゾール	SMX	+	100.9 (4.0)	106.8 (4.3)	94.9 (5.6)	99.3 (13.2)
27	スルファメトキシピリダジン	SMPD	+	91.9 (3.8)	92.9 (8.0)	99.4 (4.6)	99.2 (5.9)
28	スルファメラジン	SMR	+	95.3 (1.8)	100.0 (2.7)	98.2 (3.7)	108.8 (13.7)
29	セフロキシム	CEFX	-	100.1 (8.1)	82.0 (11.5)	96.2 (5.7)	75.7 (2.3)
30	タイロシン	TYS	+	98.8 (10.9)	102.5 (31.1)	99.8 (2.8)	99.9 (12.4)
31	ダノフロキサシン	DFX	+	53.4 (15.5)	42.9 (22.3)	95.8 (12.5)	101.3 (9.3)
32	チアベンダゾール	TBZ	+	91.2 (6.1)	76.9 (5.2)	94.1 (1.2)	84.3 (3.9)
33	チアムリン	TIA	+	94.5 (6.7)	93.0 (7.4)	85.5 (5.6)	85.3 (1.1)
34	チアンフェニコール	TP	-	92.2 (13.8)	98.8 (18.7)	96.5 (10.1)	96.6 (8.3)
35	トリメトプリム	TMP	+	86.0 (5.9)	80.2 (3.3)	89.3 (4.9)	85.0 (7.8)
36	ナフシリン	NAF	-	90.4 (0.4)	72.0 (2.5)	83.0 (0.6)	44.8 (3.5)
37	ナリジクス酸	NA	+	152.6 (16.7)	151.9 (9.2)	100.6 (8.9)	106.8 (12.1)
38	ネオスピラマイシン	NSPM	+	87.9 (20.8)	68.3 (14.8)	91.6 (3.6)	97.7 (7.9)
39	ピリメタミン	PYR	+	94.4 (10.8)	90.7 (11.8)	92.9 (13.5)	90.9 (6.7)
40	ピロミド酸	PMA	+	149.9 (14.6)	161.4 (9.0)	109.1 (15.9)	112.5 (19.6)
41	フェノキシメチルペニシリン	PEN V	-	97.4 (4.6)	99.8 (3.2)	97.0 (3.0)	101.0 (10.4)
42	ブラジクアンテル	PRA	+	124.0 (11.7)	111.1 (11.5)	98.4 (16.2)	100.1 (17.2)
43	フルニキシシン	FNX	+	104.0 (6.3)	103.9 (6.8)	91.2 (7.8)	83.2 (2.1)
44	フルベンダゾール	FBZ	+	105.8 (4.4)	108.3 (4.9)	97.4 (1.7)	103.0 (6.1)
45	プロチゾラム	BRO	+	121.1 (11.8)	123.8 (21.9)	104.3 (15.2)	103.3 (10.9)
46	フロルフエニコール	FLP	-	102.0 1.8	97.5 (1.9)	110.7 (1.5)	108.9 (1.6)
47	ミロキサシン	MIX	+	150.8 4.3	169.5 (10.7)	97.5 (8.7)	94.1 (5.0)
48	メロキシカム	MEX	+	103.3 (5.6)	90.0 (4.3)	86.8 (9.6)	75.9 (10.0)
49	メンプトン	MBT	+	111.7 4.9	123.6 (0.7)	94.8 (7.8)	102.9 (4.8)
50	モランテル	MOR	+	90.5 (6.5)	97.7 (5.2)	97.0 (4.7)	108.1 (8.7)

( ) の値は相対標準偏差 (n=3)

が見られた化合物の共通点は CLO を除き、分子内に -COOH 基を有していることであった。ポリプロピレン製バイアルを用いて最終検液と同じ組成である 10%アセトニトリル水溶液の MRM 分析を行った結果、定量に支障をきたすような夾雑ピークは見られなかった。

#### 4 まとめ

国内で使用が可能な動物用医薬品 20 化合物について、前報<sup>2), 3)</sup>で報告した一斉分析法への適応性を検討した。添加回収試験を行った結果、13 化合物において回収率は 50% 以上で相対標準偏差は概ね 10%未満であり、スクリーニング法として適用可能であった。また、測定に使用するバイアルについては、ポリプロピレン製バイアルで 50 化合物

の動物用医薬品等のうち NAF を除く 49 化合物で 50 時間後も安定であり、動物用医薬品等の試験において有用であると考える。

#### 文 献

- 1) 厚生労働省通知食安発第 0124001 号：食品に残留する農薬、飼料添加物又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
- 2) 中尾朱美：LC/MS/MS による畜水産食品の残留動物用医薬品及び合成抗菌剤の迅速一斉分析，福岡市保健環境研究所報，29，80～ 85，2004
- 3) 中尾朱美，畑野和広：LC/MS/MS による畜水産食品の残留動物用医薬品および合成抗菌剤の迅速一斉分析(II)，福岡市保健環境研究所報，30，167～ 169，2005