

# LC-MS/MS による畜水産物中の動物用医薬品等の一斉分析 ( )

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( )

Kikuko KUBO and Masanori NAKAMURA

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

### 要約

食品中に残留する農薬等のポジティブリスト制度の導入に伴って、厚生労働省より通知された動物用医薬品等の一斉試験法での対象外20物質を含む動物用医薬品等148物質について、LC-MS/MSを用いた簡易試験法を検討した。試験溶液は、試料に少量の蒸留水を加え混合後、アセトニトリルとn-ヘキサンを加えてホモジナイズし、アセトニトリル層を一部分取り溶媒除去後、アセトニトリルおよび水(1:9)混液に転溶して調製した。10ng/mLの標準溶液において感度が得られなかったセフォペラゾン、デキサメタゾンおよびブチルヒドロキシアニソールを除く145物質について添加回収試験を行った。卵、牛乳、牛肉、鮭、エビおよび牡蠣に各化合物を100ng/g添加して回収試験を行った結果、回収率が70~120%と良好に回収されたものは、卵で105物質、牛乳で111物質、牛肉で85物質、鮭で69物質、エビで96物質、牡蠣で87物質であった。また101物質については全ての食品において回収率は概ね50%以上で相対標準偏差は概ね10%未満であった。

**Key Words** : 液体クロマトグラフ - 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

## 1 はじめに

動物用医薬品や飼料添加物(以下、動物用医薬品等)は、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、安定した食料の供給に寄与している。その一方で食品中への残留による人体への影響が危惧される中、平成18年5月に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た。これにより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、「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>も通知された。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 ~ (畜

水産物)」(以下、通知法)が示された。

当所では、前報<sup>2~4)</sup>のとおり動物用医薬品等の一斉試験法について検討してきた。今回、試験溶液の調製法と分析カラムについて再度検討を行い、通知一斉試験法の対象外20物質を含む動物用医薬品等148物質について、LC-MS/MSを用いたより簡易で迅速な試験法を検討した。

## 2 実験方法

### 2.1 試料

市販の卵、牛乳、牛肉、鮭、エビおよび牡蠣を用いた。

## 2.2 試薬等

標準品：食品分析用，残留物質試験用または生化学用を使用した。

標準原液：メタノールで濃度 100~1000mg/L を調製した。溶解しにくいものは，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。デコキネートは，クロロホルム：アセトニトリル：メタノール (2:1:1) に溶解し 100mg/L を調製した。またハロフジノン標準品が 100 mg/L のアセトニトリル溶液であったため，アセトニトリルで 10 mg/L とし，これを標準原液とした。

混合標準溶液：標準原液を一定量分取し混合後，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

液体クロマトグラフ：Agilent 社製 Agilent 1260 Infinity バイナリポンプシステムを使用した。

質量分析装置 (MS/MS)：AB SCIEX 社製 TQ5500 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)久保田製作所ユニバーサル冷却遠心機 KUBOTA5930 を使用した。

## 2.4 測定条件

前報<sup>2-4)</sup>に示した方法に準じて行った。

### 2.4.1 液体クロマトグラフ

分析カラム：Waters 社製 Xterra MS C18  
2.1mm i.d. × 50mm, 3.5μm

移動相：A 液：0.1%ギ酸，B 液：アセトニトリル

グラジエント条件：表 1 および表 2 に示した。

カラム温度：40

注入量：5μL

### 2.4.2 質量分析計

1) 条件 1 (ポジティブモード)

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

各物質の条件：表 3 に示した。

2) 条件 2 (ネガティブモード)

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

各物質の条件：表 3 に示した。

表1 グラジエント条件(ポジティブモード)

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2 グラジエント条件(ネガティブモード)

時間(min)	A液(%)	B液(%)	流速(mL/min)
0	95	5	0.2
3	95	5	0.2
15	10	90	0.2
25	10	90	0.2
25.1	95	5	0.5
32	95	5	0.5
32.1	95	5	0.2
35	95	5	0.2

## 2.5 試験溶液の調製

試験溶液調製のフローチャートを図 1 に示した。調製した試験溶液の測定用バイアルは，前報<sup>4)</sup>で報告したとおり，ガラスバイアルでの吸着・分解等为了避免するため，ポジティブモード用の試料は褐色ポリプロピレン製バイアルに，ポリプロピレン製バイアルで減少の見られたナフシリンを含むネガティブモード用の試験溶液は不活性処理済み褐色ガラス製バイアルを使用した。

試料3g (50mL褐色遠沈管)

蒸留水1.5mL (牛乳を除く)

ミクロスパーテル等で混合

アセトニトリルで30mLとする

アセトニトリル飽和n-ヘキサン15mL

ホモジナイズ 1min

(牛乳の場合は振とう5min + 超音波5min)

遠心分離 (3000rpm, 15min, 4 )

アセトニトリル層 5mL分取

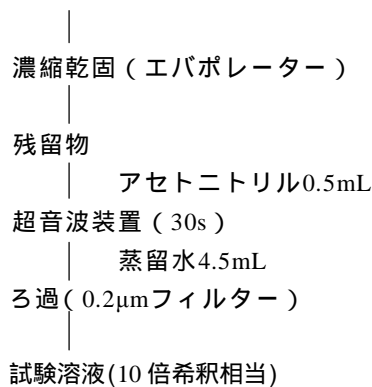


図1 試験溶液調製のフローチャート

### 3 実験結果および考察

#### 3.1 LC-MS/MS 条件の検討

前報<sup>2~4)</sup>では分析カラムに YMC 社製 YMC-Pack Pro C18, 2mm i.d. × 50mm, 5μm を用いていたが、リンコマイシン等を含む一部の物質においてピーク形状が悪く、またクロサンテルの保持が強く 35 分の測定条件では溶出しないう問題があった。そこで、使用する分析カラムについて検討を行った。検討には GL サイエンス社製 Inertsustain C18, ウォーターズ社製 Xterra MS C18, ウォーターズ社製 Xbridge C18 を用いた。いずれのカラムにおいてもこれらの問題点は改善されたが、Inertsustain C18 ではダノフロキサシンの定量イオンにおいて定量に支障をきたす妨害ピークが見られた。また Xbridge C18 ではラサロシドにおいて良好なピーク形状が得られず定量が不可能であった。Xterra MS C18 カラムでは移動相に従来法の 0.02% ギ酸を用いた場合にはエンロフロキサシン等の塩基性化合物においてテーリングがみられたが、0.1% ギ酸に変更することで改善された。これらの結果より分析カラムに Xterra MS C18 を用いることとした。

表 3 に各物質の測定条件、保持時間、定量下限および直線性を示した。アンプロリウム、ジシクラニルおよびスルファグアニジンはほとんどカラムに保持されず 1 分前後で溶出した。標準溶液における定量下限 (S/N = 10) が 1ng/mL (最終試験溶液が 10 倍希釈のため試料換算濃度 10ng/mL) を満たさなかったものは、アレスリン、エプリノメクチン、エマメクチン安息香酸、ジシクラニル、セファピリン、セフォペラゾン、デキサメタゾン、ニタルゾン、ニフルスチレン酸ナトリウム、ブチルヒドロキシアニソール、プレドニゾロンおよびメチルプレドニゾロンの 12 物質であった。その他の物質については、<0.01~1ng/mL と良好な感度が得られた。また直線性については、10ng/mL の標準溶液において感度が得られなかったセフォペラゾ

ン、デキサメタゾンおよびブチルヒドロキシアニソールを除く 145 物質について、0.5~50ng/mL の範囲 (検出限界が 0.5ng/mL に満たない場合は検出可能な濃度から 50ng/mL の範囲) で検討した。その結果、エマメクチン安息香酸を除く 144 物質について、相関係数は 0.990~1.000 と良好な直線性が得られた。エマメクチン安息香酸では時間の経過とともに分解・吸着が原因と思われる著しいピーク強度の低下が見られた。

今回の検討の中で、測定に時間を要した際に一部の物質の標準溶液において時間の経過とともにピーク強度の低下が見られた。前報<sup>4)</sup>のとおりポリプロピレン製のバイアルを用いても、ロットの違いによっては若干のピーク強度の低下が見られ、また今回新たに検討した項目においても著しくピーク強度が低下するものがあった。今後、他の材質のバイアルも含めて、一斉分析に最適なバイアルを検討する必要がある。

#### 3.2 試験溶液の調製法の検討

より簡易で迅速な操作を行うことを目的として試験溶液の調製法について検討を行った。従来法ではアセトニトリルのみで抽出を行っていた。しかし食肉やエビなどにおいてタンパク質が凝集し、ホモジナイザーでの均一化に時間を要したり、十分に均一化できないことがあった。これを改善するため、試料にアセトニトリルを加える前に少量の蒸留水を加え混合することとした。加える蒸留水の量はその後の操作性を考慮し 1.5mL とした。また抽出操作と脱脂操作を同時に行うために、n-ヘキサンを加えてからホモジナイズすることとした。また LC-MS/MS の機種の変更によって、より低濃度まで測定が可能となったため、より夾雑物の影響を少なくするために希釈倍率を従来法の 5 倍から 10 倍とした。

#### 3.3 添加回収試験

10ng/mL の標準溶液において感度が得られなかったセフォペラゾン、デキサメタゾンおよびブチルヒドロキシアニソールを除く 145 物質について、卵、牛乳、牛肉、鮭、エビおよび牡蠣に各物質を 100ng/g 添加して回収試験を行った。結果を表 4 に示した。回収率が 70~120% と良好に回収されたものは、卵で 105 物質、牛乳で 111 物質、牛肉で 85 物質、鮭で 69 物質、エビで 96 物質、牡蠣で 87 物質であった。また 101 物質についてはすべての食品において回収率は概ね 50% 以上で相対標準偏差は概ね 10% 未満であった。

表3 各物質のM.W.，測定条件，保持時間，定量下限および直線性

No.	物質名	M.W. <sup>1</sup>	イオン化	測定条件				保持時間 (min)	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	2-アセチルアミノ-5-ニトロチアゾール	187	-	185.9	138.9	-30	-20	8.67	<0.1	0.998
2	5-ヒドロキシチアベンダゾール	217	+	217.9	191.3	91	34	3.33	0.1	1.000
3	5-プロピルスルホニル-1H-ベンズイ ミダゾール-アミン	239	+	240.1	133.3	71	41	3.83	0.1	1.000
4	α-トレンボロン	270	+	270.9	165.0	196	65	11.19	0.5	0.999
5	β-トレンボロン	270	+	270.9	199.0	216	35	11.01	0.5	0.999
6	アクロミド	200	+	201.0	138.0	71	37	7.12	1	1.000
7	アザペロン	327	+	328.0	123.0	81	53	7.49	<0.1	0.994
8	アルトレノゲスト	310	+	311.0	227.0	96	33	12.49	0.1	1.000
9	アレスリン	302	+	303.1	135.0	1	19	15.19	5	0.999
10	アンピシリン <sup>5</sup>	349	-	348.0	207.1	-50	-16	6.95	<0.1	1.000
11	アンブロリウム	242	+	243.0	150.3	1	15	0.73	<0.1	0.996
12	イソメタミジウム <sup>5</sup>	459	+	460.3	298.3	66	31	8.47	1	0.995
13	エトパベート	237	+	238.0	136.3	41	39	9.65	0.1	0.999
14	エノキサシン <sup>5</sup>	320	+	321.2	303.2	66	29	7.23	1	0.991
15	エプリノメクチン	913	+	914.1	186.1	6	21	15.37	10	0.990
16	エマメクチン安息香酸	885	+	886.0	157.9	126	41	12.26	5	0.972
17	エリスロマイシン	733	+	734.3	157.9	96	33	9.61	0.5	0.999
18	エンロフロキサシン	359	+	360.1	316.1	126	25	7.81	0.1	0.997
19	オキサシリン	401	-	400.0	258.8	-55	-16	11.44	0.1	0.999
20	オキシテトラサイクリン	460	+	461.2	426.2	66	29	7.24	0.5	0.997
21	オキシベンダゾール	249	+	249.8	217.8	186	29	8.76	<0.1	0.998
22	オキシロニク酸	261	+	261.8	244.3	56	25	9.38	0.1	0.998
23	オクスフェンダゾール <sup>5</sup>	315	+	316.2	104.3	66	77	9.08	0.5	0.999
24	オクスフェンダゾールスルホン <sup>5</sup>	331	+	332.2	300.1	81	31	10.06	<0.1	1.000
25	オフロキサシン	361	+	362.0	318.3	71	29	7.38	0.1	0.991
26	オラキンドックス	263	+	263.9	102.0	51	59	2.16	0.5	0.999
27	オルビフロキサシン	395	+	396.2	352.3	81	27	7.87	0.1	1.000
28	オルメトプリム	274	+	274.9	259.4	86	35	7.21	<0.1	0.991
29	オレアンドマイシン	687	+	688.0	157.7	1	31	9.36	0.1	0.999
30	カラゾロール	298	+	298.9	116.1	11	27	8.67	<0.1	1.000
31	キシラジン	220	+	221.1	90.1	71	31	7.58	<0.1	0.993
32	キノキサリン-2-カルボン酸 <sup>5</sup>	174	-	172.8	102.1	-40	-26	7.47	0.1	1.000
33	クロキサシリン	435	-	433.9	292.9	-45	-16	11.87	0.1	0.995
34	クロサンテル	662	-	660.7	126.9	-110	-76	17.9	<0.1	0.998
35	クロステボル	322	+	323.3	143.1	76	37	12.63	0.1	1.000
36	クロピドール	191	+	191.9	101.2	81	37	3.6	0.1	0.998
37	クロラムフェニコール <sup>5</sup>	322	-	322.8	152.0	-60	-24	9.44	<0.1	0.999
38	クロルスロン	379	-	379.7	343.9	-30	-20	9.6	0.5	1.000
39	クロルテトラサイクリン	478	+	479.2	443.9	46	31	8.48	1	0.996
40	クロルマジノン	404	+	404.6	309.1	31	21	13.63	0.2	1.000
41	ケトプロフェン	254	+	255.0	105.0	51	31	11.65	0.5	1.000
42	酢酸メレンゲステロール	396	+	396.8	279.0	156	27	13.66	0.5	1.000
43	サラフロキサシン	385	+	386.0	299.3	81	37	8.1	0.5	0.992
44	ジアベリジン	260	+	260.9	123.0	121	29	4.75	<0.1	0.998
45	ジクラズリル	406	-	406.7	335.7	-60	-26	13.56	<0.1	1.000
46	ジクロキサシリン <sup>5</sup>	469	-	467.5	327.0	-50	-16	12.48	0.5	1.000
47	ジシクラニル	190	+	191.0	108.9	61	35	1.37	2	0.998
48	ジニトルミド(ゾーリン)	225	-	223.8	42.0	-50	-28	8.28	<0.1	1.000
49	ジフラゾン(パナゾン) <sup>5</sup>	360	+	360.7	222.0	191	23	9.65	0.5	0.999
50	ジフルベンズロン	310	+	311.1	158.1	51	21	13.11	<0.1	1.000
51	ジフロキサシン	399	+	400.3	356.2	76	29	8.14	0.5	0.995
52	シプロフロキサシン	331	+	332.0	287.8	126	23	7.5	0.5	0.991
53	ジョサマイシン	828	+	828.5	174.2	71	45	10.58	<0.1	0.999
54	スピラマイシン	843	+	422.3	174.3	56	29	8.42	0.1	0.999
55	スルファエトキシピリダジン	294	+	294.9	156.1	91	25	8.95	0.1	0.999
56	スルファキノキサリン	300	+	300.8	156.2	51	23	9.76	0.1	1.000
57	スルファグアニジン	214	+	215.0	92.0	51	35	1.08	1	0.998
58	スルファクロルピリダジン	284	+	284.8	155.9	116	19	8.23	0.1	1.000
59	スルファジアジン	250	+	250.9	156.2	51	21	3.09	0.1	0.999
60	スルファジミジン	278	+	279.0	124.3	56	33	7.29	0.1	0.999
61	スルファジメトキシ	310	+	310.9	156.3	71	29	9.7	0.1	0.999
62	スルファセタミド	214	+	215.0	92.0	31	29	2.39	0.5	0.998
63	スルファチアゾール	255	+	255.9	156.0	101	19	4.25	0.1	1.000
64	スルファドキシ	310	+	311.1	156.1	61	23	8.69	<0.1	0.994
65	スルファトロキサゾール	267	+	268.1	156.1	36	21	8.73	0.1	0.998
66	スルファントラン	335	+	336.1	134.1	71	35	10.76	0.5	0.999
67	スルファピリジン	249	+	250.0	156.2	61	21	4.46	0.1	0.997
68	スルファプロモメタジンナトリウム	356	+	356.7	263.9	101	27	10.74	0.1	1.000
69	スルファベンズアミド	276	+	277.0	156.0	51	19	9.36	<0.1	1.000
70	スルファメトキサゾール	253	+	253.8	156.2	66	23	8.62	0.1	0.999
71	スルファメトキシピリダジン	280	+	280.8	156.3	56	25	7.66	0.1	0.995
72	スルファメラジン	264	+	264.9	108.3	66	35	5.23	0.1	1.000
73	スルファモノメトキシ	280	+	280.9	156.1	11	23	8.21	0.1	0.999
74	スルフィソミジン <sup>5</sup>	278	+	278.9	124.3	156	27	2.72	0.1	0.999
75	セファゾリン	454	+	455.0	323.2	56	17	10	1	0.999
76	セファピリン	423	+	423.7	291.9	206	21	3.95	5	0.999

表3続き

No. 物質名	M.W. <sup>1</sup>	イオン化	測定条件				保持時間 (min)	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>			
77 セフォペラゾン	645	+	645.8	143.0	46	35	8.49	50	-
78 セフロキシム	424	-	423.0	317.9	-45	-12	8.54	1	0.999
79 ゼラノール	322	-	321.0	277.1	-85	-30	11.8	0.5	1.000
80 タイロシン	916	+	916.3	174.1	16	49	9.88	0.5	0.999
81 ダノフロキサシン	357	+	357.9	340.1	91	31	7.71	0.5	0.991
82 チアベンダゾール	201	+	201.8	175.1	91	35	4.62	<0.1	0.999
83 チアムリン	493	+	494.3	192.2	71	29	10.04	<0.1	1.000
84 チアンフェニコール	355	-	354.0	184.9	-120	-30	7.12	0.1	1.000
85 チルミコシン	869	+	869.8	174.1	56	55	9.01	1	0.999
86 デキサメタゾン	392	+	393.0	91.0	101	73	10.67	20	-
87 デコキネート <sup>5</sup>	417	+	417.8	372.4	56	31	15.02	0.5	0.997
88 テトラサイクリン	444	+	445.2	410.2	61	29	7.47	0.5	0.997
89 テメホス	466	+	466.9	419.0	111	29	15.32	1	0.991
90 トリクラベンダゾール <sup>5</sup>	358	-	358.9	196.9	-80	-46	13.95	0.1	0.999
91 トリクラベンダゾール代謝物 <sup>5</sup>	328	-	328.7	182.1	-90	-34	12.76	0.1	1.000
92 トリクロルホン	256	+	256.8	108.9	96	23	7.84	0.4	0.998
93 トリベレナミン	255	+	256.0	211.0	36	19	7.81	<0.1	0.996
94 トリメトプリム	290	+	290.9	122.9	181	31	6.58	0.1	0.998
95 トルフェナム酸	261	+	262.1	209.0	66	41	13.91	0.1	0.999
96 N,N'-ビス(4-ニトロフェニル)ウレア	302	-	300.8	136.9	-45	-22	12.9	<0.1	1.000
97 ナフシリン	414	-	413.0	272.0	-55	-14	12.08	0.1	0.997
98 ナリジクス酸	232	+	233.0	187.4	46	35	10.36	0.1	0.998
99 ニタルゾン	247	+	247.8	90.8	146	33	2.83	5	0.998
100 ニトロキシニル	290	-	288.5	127.0	-5	-36	11.44	<0.1	0.994
101 ニトロフラゾン <sup>5</sup>	198	-	196.8	79.9	-45	-14	6.57	0.5	1.000
102 ニフルスチレン酸ナトリウム	259	-	257.9	183.9	-60	-18	11.92	5	0.999
103 ネオスピラマイシン	698	+	350.2	174.3	51	23	8.11	0.1	0.999
104 ノボピオシン	612	+	613.2	189.2	201	35	13.64	0.5	0.999
105 ノルジエストメット	372	+	372.9	312.9	156	21	13.08	1	1.000
106 ノルフロキサシン <sup>5</sup>	319	+	320.1	302.2	66	29	7.37	1	0.994
107 ノルネムリン	564	+	565.2	263.1	101	27	10.48	<0.1	0.999
108 ハロフジノン	413	+	415.7	138.0	1	25	8.91	0.1	1.000
109 ビチオノール	354	-	354.5	191.9	-90	-34	15.25	<0.1	0.992
110 ヒドロコルチゾン	362	+	362.9	121.0	111	29	10.03	10	1.000
111 ピランテル	206	+	207.0	150.0	71	39	6.25	<0.1	1.000
112 ピリメタミン	248	+	248.9	233.3	96	39	8.62	0.1	0.997
113 ピロミド酸 <sup>5</sup>	288	+	289.0	243.4	51	41	11.22	0.1	0.999
114 ファムフル	325	+	326.0	93.1	61	37	12.27	0.1	1.000
115 フェネチシリン <sup>5</sup>	364	-	362.7	222.0	-55	-14	11.51	0.1	0.999
116 フェノキシメチルペニシリン	350	-	348.8	208.2	-45	-14	11.11	0.1	0.999
117 フェノブカルブ (BPMC)	207	+	208.2	95.1	51	19	12.22	0.1	1.000
118 フェバンテル <sup>5</sup>	446	+	447.1	415.1	56	19	13.15	<0.1	1.000
119 フェンベンダゾール <sup>5</sup>	299	+	301.2	269.2	76	29	11.12	0.1	1.000
120 プチルヒドロキシアニソール	180	-	178.8	163.9	-60	-20	13.07	20	-
121 プラジクアンテル	312	+	313.3	203.1	86	27	11.74	0.5	1.000
122 プリフィニウム	306	+	306.1	86.1	116	31	10.01	<0.1	0.990
123 フルニキシン	296	+	297.2	264.2	86	47	11.7	<0.1	1.000
124 フルベンダゾール	313	+	314.1	282.0	81	31	10.47	<0.1	1.000
125 フルメキン	261	+	262.0	202.0	46	45	10.58	<0.1	0.999
126 プレドニゾン	360	+	360.8	325.0	1	13	9.95	5	1.000
127 プロチゾラム	392	+	394.9	314.0	96	35	11.33	0.1	1.000
128 プロマシル	260	+	261.0	205.0	46	19	9.91	0.5	1.000
129 フロルフェニコール	357	-	356.1	185.0	-65	-26	8.85	0.1	0.998
130 ベンジルペニシリン	334	-	332.8	191.9	-45	-14	10.58	0.1	1.000
131 ベンゾカイン	165	+	166.0	138.0	56	23	9.76	0.1	1.000
132 マフロブラジン	401	+	402.0	193.0	76	39	8.76	<0.1	0.994
133 マルボフロキサシン	362	+	363.0	72.0	46	25	7.06	0.1	0.998
134 ミロキサシン	263	+	264.2	215.2	61	35	9.28	0.1	1.000
135 メシリナム	325	+	326.1	167.2	81	33	9.74	1	0.998
136 メチルプレドニゾン	374	+	375.0	321.0	66	15	10.54	5	0.999
137 メベンダゾール	295	+	296.0	264.0	59	29	10.12	0.1	0.998
138 メロキシカム	351	+	351.9	115.1	86	31	11.8	<0.1	1.000
139 メンプトン	258	+	259.2	159.3	51	15	11.41	0.5	1.000
140 モネンシン	670	-	669.0	637.0	-90	-52	17.87	0.1	1.000
141 モランテル	220	+	221.0	123.2	81	47	7.91	0.1	0.998
142 ラサロシド	590	-	588.8	235.0	-175	-44	21.05	0.1	0.998
143 リファキシミン	785	+	785.7	753.9	201	29	12.56	0.5	0.998
144 リンコマイシン	406	+	406.8	126.1	66	39	4.56	<0.1	1.000
145 レバミゾール	204	+	204.9	178.1	76	29	2.85	<0.1	0.999
146 ロベニジン	333	+	334.0	155.0	96	29	10.8	1	0.996
147 ロメフロキサシン <sup>5</sup>	351	+	352.1	308.1	71	25	7.66	0.5	0.998
148 ワルファリン	308	-	307.0	250.1	-40	-28	12.5	<0.1	0.999

1 単一同位体における分子量

2 DP: Declustering potential

3 CE: Collision Energy

4 0.5~50ng/mLの範囲における直線性(検出限界が0.5ng/mLに満たない物質は、検出可能な濃度から50ng/mLの範囲での直線性)

5 通知一斉試験法対象外化合物

表4 添加回収試験結果

No.	物質名	回収率 (%)					
		卵	牛乳	牛肉	鮭	エビ	牡蠣
1	2-アセチルアミノ-5-ニトロチアゾール	88.9 (1.0)	97.6 (0.3)	99.2 (2.0)	97.1 (1.6)	98.6 (1.2)	96.6 (1.6)
2	5-ヒドロキシチアベンダゾール	116.2 (1.6)	114.0 (1.4)	94.2 (0.8)	102.2 (1.5)	94.6 (1.2)	85.7 (1.7)
3	5-プロピルスルホニル-1H-ベンズイミ ダゾール アミン	109.0 (0.8)	112.4 (1.3)	102.7 (0.6)	93.4 (0.9)	96.0 (0.8)	96.5 (1.8)
4	α-トレンボロン	82.4 (1.6)	86.0 (0.6)	77.5 (4.4)	68.1 (3.7)	71.8 (1.8)	83.1 (6.0)
5	β-トレンボロン	103.6 (2.1)	108.6 (2.3)	92.0 (1.7)	82.3 (1.9)	84.5 (1.4)	87.2 (2.1)
6	アクロミド	95.8 (1.5)	103.1 (0.5)	92.0 (0.8)	91.3 (1.4)	88.2 (2.5)	83.8 (0.5)
7	アザペロン	90.0 (4.9)	86.9 (6.1)	67.5 (5.1)	35.8 (3.7)	73.0 (1.4)	72.7 (4.5)
8	アルトレノゲスト	81.6 (1.9)	87.5 (0.5)	77.6 (2.5)	54.3 (0.3)	76.7 (0.5)	80.4 (2.8)
9	アレスリン	32.1 (2.5)	20.3 (10.2)	7.9 (2.2)	2.5 (45.4)	16.0 (4.6)	54.3 (12.1)
10	アンピシリン	78.6 (0.5)	60.7 (0.5)	49.7 (2.9)	47.7 (4.0)	77.9 (2.9)	35.8 (3.7)
11	アンブロリウム	38.6 (0.9)	12.9 (3.0)	8.6 (2.1)	6.2 (0.5)	8.4 (4.7)	2.8 (7.3)
12	イソタミジウム	117.9 (2.3)	84.6 (8.4)	68.7 (0.8)	2.3 (17.2)	206.3 (9.0)	39.8 (20.6)
13	エトパベート	82.3 (1.9)	85.0 (5.4)	79.5 (1.9)	79.6 (1.7)	75.9 (1.7)	79.6 (1.7)
14	エノキサシン	52.5 (2.7)	60.2 (8.6)	60.9 (3.1)	54.9 (7.7)	39.2 (5.6)	32.8 (8.0)
15	エプリノメクチン	80.5 (3.4)	37.2 (3.4)	36.2 (8.7)	3.8 (26.1)	47.9 (4.6)	38.4 (1.9)
16	エマメクチン安息香酸	42.3 (5.7)	28.1 (5.6)	24.2 (1.0)	0.4 (82.5)	47.0 (2.4)	31.0 (13.6)
17	エリスロマイシン	55.3 (6.2)	54.2 (5.5)	20.7 (3.7)	27.8 (2.6)	48.8 (7.3)	32.2 (8.3)
18	エンロフロキサシン	75.0 (2.6)	66.2 (5.4)	67.1 (0.8)	59.0 (5.1)	53.4 (2.4)	51.8 (1.9)
19	オキサシリン	78.3 (3.0)	90.1 (1.4)	92.6 (2.4)	91.6 (5.5)	84.7 (2.8)	83.1 (1.6)
20	オキシテトラサイクリン	2.0 (4.8)	35.7 (4.4)	18.0 (4.9)	20.9 (6.6)	1.2 (14.2)	2.9 (6.5)
21	オキシベンタゾール	108.9 (1.8)	110.8 (4.0)	96.6 (1.1)	58.7 (3.5)	96.7 (1.3)	90.6 (4.0)
22	オキシリニック酸	69.9 (0.9)	82.1 (2.4)	57.3 (0.9)	58.1 (1.0)	46.2 (2.2)	65.8 (0.9)
23	オクスフェンダゾール	75.1 (2.1)	79.7 (4.5)	81.5 (3.2)	72.9 (4.9)	77.1 (3.9)	84.3 (4.4)
24	オクスフェンダゾールスルホン	102.8 (1.8)	113.7 (1.8)	94.9 (1.7)	87.2 (4.9)	89.9 (3.4)	95.8 (0.4)
25	オフロキサシン	81.5 (3.8)	72.1 (10.2)	75.3 (2.7)	72.4 (2.2)	56.7 (0.6)	46.5 (0.8)
26	オラキンドックス	94.7 (1.3)	96.9 (2.1)	87.6 (2.5)	74.6 (2.7)	78.8 (1.6)	74.8 (2.2)
27	オルビフロキサシン	76.1 (2.3)	85.2 (5.4)	82.5 (0.3)	75.4 (1.3)	59.8 (2.6)	68.3 (0.5)
28	オルメトプリム	99.6 (0.6)	101.0 (2.0)	79.3 (1.4)	74.7 (3.1)	81.2 (2.0)	85.3 (4.8)
29	オレアンドマイシン	57.5 (5.5)	62.8 (1.7)	51.1 (3.3)	47.1 (1.9)	44.6 (4.7)	54.8 (0.9)
30	カラゾロール	90.8 (1.6)	105.4 (1.5)	87.7 (0.7)	50.0 (2.0)	73.6 (1.8)	93.4 (3.3)
31	キシラジン	90.6 (2.3)	99.8 (1.1)	97.6 (0.8)	85.1 (0.8)	75.2 (3.8)	89.3 (3.1)
32	キノキサリン-2-カルボン酸	81.5 (1.8)	75.2 (0.7)	70.0 (1.5)	66.8 (3.1)	82.6 (1.6)	49.5 (1.6)
33	クロキサシリン	83.6 (5.4)	99.9 (5.8)	89.7 (3.2)	91.3 (2.3)	86.5 (2.5)	80.0 (5.4)
34	クロサンテル	128.4 (2.5)	58.0 (4.4)	8.9 (6.5)	0.4 (86.4)	136.0 (1.9)	39.2 (14.6)
35	クロステボル	89.0 (1.9)	97.2 (1.5)	79.2 (0.9)	55.1 (3.4)	80.7 (1.7)	82.5 (1.5)
36	クロピドール	99.5 (1.1)	108.1 (1.1)	111.3 (0.5)	109.0 (2.3)	100.5 (1.5)	86.8 (0.7)
37	クロラムフェニコール	90.9 (1.5)	101.7 (0.8)	104.5 (1.6)	101.7 (0.8)	103.1 (1.3)	110.4 (1.8)
38	クロルスロン	92.1 (1.6)	100.9 (2.7)	99.4 (1.2)	99.1 (2.7)	95.7 (0.8)	97.7 (2.2)
39	クロルテトラサイクリン	0.5 (20.3)	32.7 (14.6)	21.7 (5.9)	12.6 (18.4)	0.3 (19.8)	3.4 (5.2)
40	クロルマジノン	72.0 (1.3)	83.1 (1.8)	63.1 (1.2)	30.1 (1.7)	66.5 (1.1)	67.3 (3.5)
41	ケトプロフェン	92.6 (0.9)	102.7 (1.1)	91.1 (2.5)	83.6 (1.4)	86.8 (0.8)	90.5 (2.1)
42	酢酸メレンゲステロール	70.0 (0.7)	77.2 (0.7)	59.4 (2.4)	27.3 (0.7)	65.3 (0.7)	62.4 (4.4)
43	サラフロキサシン	66.9 (0.9)	71.3 (10.3)	64.4 (1.9)	45.1 (6.6)	55.2 (2.5)	49.8 (3.0)
44	ジアベリジン	105.1 (0.6)	99.7 (2.1)	91.5 (0.7)	89.1 (0.9)	88.0 (0.7)	87.1 (2.1)
45	ジクラズリル	69.1 (1.2)	81.4 (1.5)	38.6 (2.2)	10.3 (1.5)	97.9 (1.2)	60.9 (3.9)
46	ジクロキサシリン	76.4 (4.1)	93.3 (4.1)	89.1 (2.0)	84.6 (3.5)	80.5 (3.8)	82.7 (5.6)
47	ジシクラニル	130.8 (2.0)	132.0 (0.7)	112.6 (0.6)	110.3 (2.7)	115.0 (1.2)	104.7 (2.7)
48	ジニトルミド	92.4 (1.1)	98.7 (0.3)	100.9 (0.4)	97.1 (0.9)	96.5 (0.9)	93.6 (2.2)
49	ジフルazon	54.9 (6.3)	65.9 (2.8)	32.5 (2.7)	6.3 (12.0)	0.9 (37.6)	21.4 (2.8)
50	ジフルベンズロン	81.9 (1.1)	86.2 (2.2)	58.9 (2.2)	28.8 (3.0)	79.0 (1.5)	72.2 (4.7)
51	ジフロキサシン	81.5 (0.4)	74.5 (7.4)	68.7 (10.2)	52.1 (5.9)	65.4 (0.8)	60.9 (3.8)
52	シプロフロキサシン	47.0 (1.6)	58.7 (11.0)	57.1 (1.5)	51.4 (4.2)	36.0 (1.2)	34.4 (1.8)
53	ジョサマイシン	70.7 (3.7)	73.4 (2.4)	63.3 (3.6)	56.1 (5.1)	57.5 (1.7)	69.2 (3.1)
54	スピラマイシン	95.2 (0.7)	96.8 (5.1)	97.1 (2.0)	79.9 (2.9)	86.6 (2.0)	95.1 (6.2)
55	スルファエトキシピリダジン	67.8 (4.7)	69.5 (1.1)	64.5 (1.3)	63.6 (3.7)	63.6 (1.6)	62.2 (6.3)
56	スルファキノキサリン	83.9 (2.2)	89.3 (1.7)	73.8 (4.1)	72.0 (1.9)	70.3 (1.5)	68.6 (3.0)
57	スルファグアニジン	103.0 (1.6)	109.6 (0.9)	56.7 (0.7)	57.9 (0.4)	53.6 (1.9)	37.9 (1.1)
58	スルファクロルピリダジン	89.8 (1.5)	99.3 (3.0)	80.7 (1.0)	82.2 (1.1)	74.0 (0.6)	76.4 (2.5)
59	スルファジアジン	93.1 (0.5)	104.2 (0.8)	89.1 (0.8)	90.4 (1.4)	73.7 (1.2)	81.4 (2.5)
60	スルファジミジン	80.8 (2.9)	86.4 (0.4)	72.3 (1.3)	73.4 (3.9)	73.3 (3.3)	69.8 (2.6)
61	スルファジメトキシシン	66.8 (1.2)	74.2 (1.2)	67.7 (0.5)	68.0 (1.9)	60.4 (0.5)	68.7 (3.3)
62	スルファセタミド	101.3 (1.4)	108.8 (1.7)	98.2 (1.0)	100.9 (1.3)	80.8 (1.2)	89.6 (2.8)
63	スルファチアゾール	94.5 (1.2)	99.1 (0.5)	83.7 (0.9)	85.4 (0.8)	75.2 (1.5)	79.1 (1.9)
64	スルファドキシ	81.6 (1.6)	90.4 (0.8)	73.4 (1.8)	75.2 (2.1)	65.5 (1.5)	72.2 (2.6)
65	スルファトロキサゾール	87.1 (0.8)	94.7 (1.0)	80.2 (1.2)	81.0 (1.1)	72.7 (1.5)	76.7 (2.7)
66	スルファニトラン	89.5 (3.9)	97.4 (1.4)	76.8 (1.1)	77.0 (3.5)	72.1 (1.5)	72.1 (8.2)
67	スルファピリジン	103.9 (0.9)	108.7 (1.3)	91.4 (0.4)	94.2 (1.2)	82.1 (1.1)	85.0 (2.1)
68	スルファプロモメタジン	82.9 (2.0)	92.3 (1.2)	77.0 (0.1)	71.5 (2.3)	74.0 (0.9)	70.1 (3.1)
69	スルファベンスアミド	86.8 (3.3)	96.0 (2.4)	81.8 (1.7)	82.3 (2.6)	80.3 (0.4)	79.8 (1.8)
70	スルファメトキサゾール	92.6 (0.4)	102.9 (2.7)	88.9 (0.9)	88.4 (3.2)	80.0 (1.8)	84.7 (2.2)
71	スルファメトキシピリダジン	90.2 (2.1)	96.0 (1.8)	73.4 (0.3)	73.4 (5.3)	70.5 (0.8)	70.9 (6.5)
72	スルファメラジン	90.2 (0.5)	107.0 (1.3)	85.5 (1.6)	86.8 (2.3)	72.7 (1.1)	78.5 (1.3)
73	スルファモノメトキシシン	87.9 (5.7)	98.8 (2.3)	81.7 (1.4)	79.6 (4.4)	72.1 (1.6)	78.3 (0.7)
74	スルフィソミジン	103.7 (1.2)	105.0 (0.3)	92.1 (1.2)	92.2 (1.6)	78.0 (0.9)	82.0 (1.0)
75	セファゾリン	74.3 (3.6)	79.9 (3.6)	79.8 (9.4)	81.0 (5.5)	85.3 (7.2)	60.0 (7.2)

表4続き

No.	物質名	回収率(%)					
		卵	牛乳	牛肉	鮭	エビ	牡蠣
76	セファピリン	95.1 (4.3)	103.1 (2.7)	139.4 (9.6)	155.1 (1.0)	151.1 (3.5)	108.0 (2.5)
77	セフロキシム	86.9 (2.3)	90.8 (2.1)	84.0 (7.0)	81.3 (5.3)	87.9 (6.5)	70.8 (5.2)
78	ゼラノール	92.6 (1.2)	97.9 (3.2)	89.3 (0.7)	77.1 (0.5)	92.2 (1.6)	89.0 (2.4)
79	タイロシン	44.5 (1.5)	54.5 (3.0)	49.5 (1.4)	46.5 (3.2)	37.7 (7.3)	57.9 (3.5)
80	ダノフロキサシン	68.7 (2.5)	66.7 (8.8)	66.0 (1.4)	56.4 (4.0)	59.2 (2.5)	48.6 (3.3)
81	チアベンダゾール	117.4 (0.4)	118.4 (0.6)	120.1 (0.2)	114.5 (0.2)	107.3 (1.1)	108.5 (1.5)
82	チアムリン	62.4 (1.5)	75.6 (3.8)	80.5 (1.0)	49.0 (6.9)	61.9 (1.6)	84.1 (6.1)
83	チアンフェニコール	90.6 (1.2)	98.0 (3.0)	103.2 (1.3)	101.5 (2.2)	101.6 (0.8)	99.8 (1.1)
84	チルミコシン	90.0 (6.1)	89.4 (13.4)	103.9 (2.9)	61.8 (3.6)	79.7 (5.4)	109.0 (4.6)
85	デコキネート	78.0 (1.5)	29.2 (7.9)	9.0 (2.9)	0.9 (26.0)	71.8 (1.1)	28.6 (17.3)
86	テトラサイクリン	1.1 (11.4)	33.2 (11.3)	24.4 (5.8)	21.4 (13.5)	0.6 (7.8)	4.2 (1.3)
87	テメホス	65.3 (1.0)	30.0 (2.9)	4.6 (8.2)	0.2 (116.9)	56.1 (1.5)	24.2 (24.4)
88	トリクラベンダゾール	101.5 (0.4)	69.8 (1.0)	17.4 (3.0)	2.1 (11.2)	90.8 (1.4)	27.0 (7.6)
89	トリクラベンダゾール代謝物	76.9 (2.9)	74.9 (1.3)	22.8 (1.7)	5.4 (8.6)	73.7 (1.5)	39.1 (6.9)
90	トリクロルホン	1.0 (22.3)	100.9 (3.0)	96.9 (2.8)	95.6 (4.1)	1.5 (23.0)	92.2 (1.9)
91	トリペレナミン	91.8 (1.9)	104.3 (4.6)	105.6 (1.9)	72.8 (2.8)	87.3 (0.6)	106.0 (0.9)
92	トリメトプリム	96.6 (1.3)	92.9 (2.2)	75.6 (0.0)	74.0 (1.4)	73.4 (1.3)	74.3 (1.1)
93	トルフェナム酸	67.5 (1.2)	66.6 (1.9)	10.8 (4.5)	3.0 (17.5)	79.3 (0.9)	35.1 (7.7)
94	N,N'-ビス(4-ニトロフェニル)ウレ	81.7 (1.3)	93.6 (0.6)	47.1 (1.9)	20.9 (2.0)	83.6 (1.9)	64.8 (1.3)
95	ナフシリン	85.8 (2.8)	99.6 (3.2)	88.8 (4.3)	86.2 (1.3)	85.5 (7.4)	72.9 (2.5)
96	ナリジクス酸	60.1 (0.7)	83.7 (4.4)	70.0 (2.4)	61.3 (4.1)	41.4 (1.2)	73.4 (1.8)
97	ニタルゾン	52.4 (2.8)	76.6 (2.5)	80.5 (1.3)	70.9 (5.5)	38.3 (2.3)	37.2 (8.0)
98	ニトロキシニル	95.1 (0.9)	101.9 (0.9)	96.1 (1.6)	96.1 (1.2)	94.2 (2.0)	89.5 (1.4)
99	ニトロフラゾン	100.4 (1.3)	91.0 (1.1)	95.8 (0.2)	89.6 (1.4)	95.4 (1.3)	86.3 (1.6)
100	ニフルスチレン酸ナトリウム	96.9 (2.6)	98.6 (3.9)	83.4 (1.5)	77.1 (1.2)	80.5 (0.8)	66.1 (3.8)
101	ネオスピラマイシン	94.6 (1.9)	88.8 (7.1)	84.6 (1.4)	62.4 (6.0)	84.5 (3.5)	87.6 (1.5)
102	ノボピオシン	54.5 (2.0)	60.8 (3.4)	30.3 (1.7)	25.6 (8.1)	56.5 (3.5)	51.8 (2.5)
103	ノルジエストメット	75.0 (1.9)	84.0 (2.3)	73.0 (1.1)	54.4 (0.5)	71.4 (0.6)	75.3 (2.7)
104	ノルフロキサシン	50.0 (1.4)	59.7 (14.1)	61.1 (2.1)	54.8 (7.4)	37.9 (1.6)	37.5 (2.8)
105	バルネムリン	46.4 (2.8)	49.5 (9.6)	30.4 (9.1)	7.9 (8.3)	35.9 (12.7)	29.8 (12.5)
106	ハロフジノン	77.3 (5.9)	83.4 (1.2)	61.5 (2.9)	21.0 (2.1)	58.8 (1.9)	71.0 (3.2)
107	ピチオノール	122.1 (0.8)	71.3 (7.5)	13.7 (2.7)	1.5 (22.3)	112.9 (0.4)	13.4 (24.0)
108	ヒドロコルチゾン	287.3 (7.5)	43.1 (4.7)	52.3 (3.8)	110.7 (3.2)	115.8 (2.4)	207.6 (3.5)
109	ピランテル	96.2 (0.4)	103.1 (0.8)	122.0 (0.9)	116.3 (1.2)	98.8 (1.2)	114.7 (2.9)
110	ピリメタミン	133.4 (1.9)	134.9 (1.7)	111.4 (3.6)	55.1 (2.0)	115.9 (1.9)	119.7 (3.3)
111	ピロミド酸	52.0 (0.7)	77.7 (2.4)	61.1 (1.3)	36.1 (9.0)	36.1 (1.5)	71.7 (3.1)
112	ファミール	111.6 (1.6)	120.2 (1.6)	107.2 (3.6)	96.6 (2.1)	103.5 (0.2)	109.9 (1.7)
113	フェネチシリン	78.8 (4.8)	97.2 (0.4)	88.9 (1.6)	87.6 (7.0)	81.3 (2.0)	81.1 (3.3)
114	フェノキシメチルペニシリン	81.6 (4.1)	98.5 (2.1)	85.7 (1.2)	92.8 (5.7)	90.5 (4.7)	84.0 (1.1)
115	フェノブカルブ (BPMC)	105.7 (0.3)	111.8 (1.9)	116.8 (1.6)	106.0 (1.4)	113.0 (0.5)	117.2 (1.9)
116	フェバンテル	76.4 (1.3)	79.3 (0.7)	74.3 (2.5)	51.8 (1.2)	77.1 (1.9)	88.4 (2.9)
117	フェンベンダゾール	89.7 (2.0)	87.7 (1.3)	39.4 (3.0)	8.9 (2.2)	85.8 (0.8)	45.8 (13.8)
118	ブラジクアンテル	70.1 (2.4)	70.9 (1.6)	70.3 (3.8)	62.7 (1.5)	67.5 (0.5)	86.3 (1.5)
119	プリフィニウム	79.5 (3.3)	93.8 (2.1)	93.1 (3.1)	48.5 (1.1)	71.1 (6.3)	91.1 (2.5)
120	フルニキシン	86.0 (1.3)	92.6 (0.6)	81.2 (1.9)	74.2 (2.4)	83.2 (1.4)	83.5 (1.3)
121	フルベンダゾール	89.6 (1.2)	93.7 (1.6)	78.1 (0.8)	50.8 (0.5)	82.2 (1.8)	80.6 (3.6)
122	フルメキン	61.5 (0.6)	78.9 (1.3)	61.7 (2.4)	52.2 (5.6)	45.2 (1.8)	69.3 (1.9)
123	ブレドニゾロン	41.8 (3.0)	48.2 (4.2)	44.6 (12.5)	41.9 (15.0)	39.1 (5.1)	43.7 (12.4)
124	プロチゾラム	79.8 (0.4)	85.2 (0.9)	77.4 (1.8)	66.4 (2.4)	73.8 (1.9)	83.9 (2.0)
125	プロマシル	94.4 (1.4)	99.1 (3.7)	97.0 (4.0)	95.1 (1.5)	89.7 (0.3)	95.4 (6.5)
126	フルルフェニコール	91.1 (0.2)	102.0 (1.1)	107.9 (0.5)	103.7 (1.9)	107.2 (0.2)	114.3 (0.7)
127	ベンジルペニシリン	79.6 (4.3)	92.8 (2.4)	78.7 (2.1)	80.1 (2.9)	81.1 (0.9)	76.1 (2.0)
128	ベンゾカイン	86.1 (3.2)	90.4 (1.6)	85.6 (1.3)	85.0 (0.3)	84.4 (2.5)	78.1 (2.0)
129	マフォブラジン	85.4 (2.1)	90.5 (1.4)	80.4 (1.0)	61.4 (0.7)	77.6 (2.1)	78.2 (3.3)
130	マルボフロキサシン	118.8 (2.3)	109.4 (7.5)	130.2 (2.6)	130.0 (2.7)	104.7 (2.1)	72.2 (1.4)
131	ミロキサシン	55.3 (2.2)	74.3 (7.6)	67.8 (2.2)	69.5 (2.5)	49.9 (1.5)	78.2 (1.3)
132	メシリナム	72.2 (3.1)	75.6 (4.8)	65.3 (4.8)	63.0 (9.7)	73.7 (3.7)	55.2 (3.8)
133	メチルブレドニゾロン	56.9 (1.6)	59.9 (3.3)	48.1 (12.8)	64.1 (15.5)	47.7 (7.1)	105.1 (3.5)
134	メベンダゾール	94.1 (2.4)	98.2 (3.5)	87.1 (0.7)	61.7 (1.2)	90.4 (1.1)	85.7 (1.7)
135	メロキシカム	79.5 (0.9)	83.1 (1.9)	70.3 (2.4)	63.2 (2.3)	73.4 (0.2)	76.1 (1.5)
136	メンプトン	75.9 (0.6)	84.1 (1.5)	76.8 (2.8)	66.2 (2.4)	77.5 (1.2)	80.1 (1.1)
137	モネンシン	82.1 (1.6)	77.0 (2.9)	39.7 (3.6)	7.0 (4.5)	75.8 (0.9)	50.3 (6.4)
138	モランテル	104.4 (3.9)	112.8 (1.0)	122.0 (2.8)	112.3 (4.2)	109.2 (1.3)	129.9 (3.0)
139	ラサロシド	120.0 (1.6)	36.0 (5.4)	36.5 (1.3)	9.8 (6.6)	133.3 (12.9)	62.9 (7.2)
140	リファキシミン	44.9 (0.7)	48.7 (3.0)	45.1 (4.6)	33.5 (1.9)	36.2 (3.5)	42.2 (2.7)
141	リンコマイシン	94.2 (1.4)	90.4 (1.7)	76.2 (1.2)	71.9 (2.4)	78.7 (0.8)	64.3 (1.2)
142	レバミゾール	105.7 (0.4)	113.0 (0.3)	115.1 (0.3)	116.3 (1.0)	106.1 (0.1)	112.2 (0.9)
143	ロベニジン	84.7 (1.0)	63.2 (2.1)	4.9 (3.1)	0.5 (71.7)	67.0 (0.9)	31.0 (19.5)
144	ロメフロキサシン	55.2 (3.2)	71.5 (8.0)	69.5 (2.5)	64.5 (6.2)	47.6 (1.6)	44.3 (6.3)
145	ワルファリン	91.7 (0.5)	99.5 (3.0)	93.4 (0.9)	80.1 (0.7)	96.4 (1.0)	95.7 (1.8)
	70%以上120%以下の化合物数	105	111	85	69	96	87
	120%を超える化合物数	5	3	5	2	4	2
	50%以上70%未満の化合物数	23	17	26	34	19	24
	50%未満の化合物数	12	14	29	40	26	32

( )の値は相対標準偏差 (n = 3)

#### 4 まとめ

動物用医薬品等の通知一斉試験法での対象外 20 物質を含む動物用医薬品等 148 物質について、LC-MS/MS を用いた簡易試験法を検討した。10ng/mL の標準溶液において感度が得られなかったセフォペラゾン、デキサメタゾンおよびブチルヒドロキシアニソールを除く 145 物質について、添加回収試験を行った結果、101 物質についてはすべての食品において回収率は概ね 50% 以上で相対標準偏差は概ね 10% 未満であり、簡易スクリーニング試験法として適用可能であった。

#### 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( )，福岡市保健環境研究所報，30，167～169，2005
- 4) 久保記久子，中村正規：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( )，福岡市保健環境研究所報，35，110～115，2010