

宮城県における残留動物用医薬品一斉試験法の 厚生労働省ガイドラインによる妥当性評価

Validation by Guideline of Ministry of Health, Labor and Welfare of Simultaneous Method of Residual Veterinary Drugs adopted in Miyagi Prefecture

遠藤美砂子*¹ 清野 陽子 濱名 徹
Misako TAGIRI-ENDO, Yoko KIYONO, Toru HAMANA

宮城県で導入したオンライン固相抽出-LC/MS/MS分析法について、平成19年11月15日付け食安発第1115001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について」の基準による検証を行った。検証は分析者2名がそれぞれ添加試料を1日2回、3日間分析する枝分かれ実験計画により、添加濃度0.01ppmで行った。その結果、行政モニタリング検査110医薬品（報告医薬品数として107医薬品）のうち、検査可能な医薬品数は、鶏卵77、鶏肉91、豚肉91、牛肉99であった。

キーワード：動物用医薬品；妥当性評価ガイドライン；LC/MS/MS；オンライン固相抽出

Key words：Veterinary Drugs；Adequacy evaluation guideline；LC/MS/MS；Online solid-phase extraction

1 はじめに

当所では平成18年度から残留動物用医薬品分析にオンライン固相抽出-LC/MS/MS分析法（以下「SOP法」という。）を導入し、行政モニタリング検査を実施してきた。分析法の評価は、スクリーニング検査としての許容条件として暫定的に回収率60～140%、相対標準偏差20%以内に設定し、平成19年度は鶏卵や畜肉について80～88の医薬品を検査することができた。しかし、平成19年11月15日付け食安発第1115001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について」（以下「ガイドライン」という。）において、通知試験法以外の方法によって試験を実施しようとする場合の同等な試験法として、このガイドラインの基準に適用していることが確認されたものという具体的な提示がなされた。そこで平成20年度は、精度管理においてガイドラインの評価法を導入したので、その結果について報告する。

2 方法

2.1 試料および分析対象医薬品

試料は平成20年度残留動物用医薬品モニタリング検査（買い上げ）検体として搬入された鶏卵・鶏肉・豚肉・牛肉の中、各々任意の1検体を用いた。分析対象医薬品は表1に示した110医薬品とした。

2.2 試験溶液の調製

試験溶液の調製方法はSOP法¹⁻³⁾に準じた。概要を図1に示す。添加試料は、添加後直ちに抽出操作を行った。

2.3 装置および測定条件

LCはAgilent 1100シリーズを用い、精製カラムは

Oasis HLB (2.1×20mm, 25 μ m)、分析カラムはAgilent ZORBAX SB-Aq (2.1×50 mm, 3.5 μ m)、移動相は0.1%ギ酸とアセトニトリルのグラジエント溶出とし、試料注入量は20 μ Lとした。MS/MSはApplied Biosystems API 3000を用いた。オンライン固相抽出-LC/MS/MSの分析条件はSOP法¹⁻³⁾に準じた。分析条件の評価は0.01ppmの標準溶液のピークがS/N \geq 10とした。また、試料中医薬品濃度はマトリックス添加法で算出した。

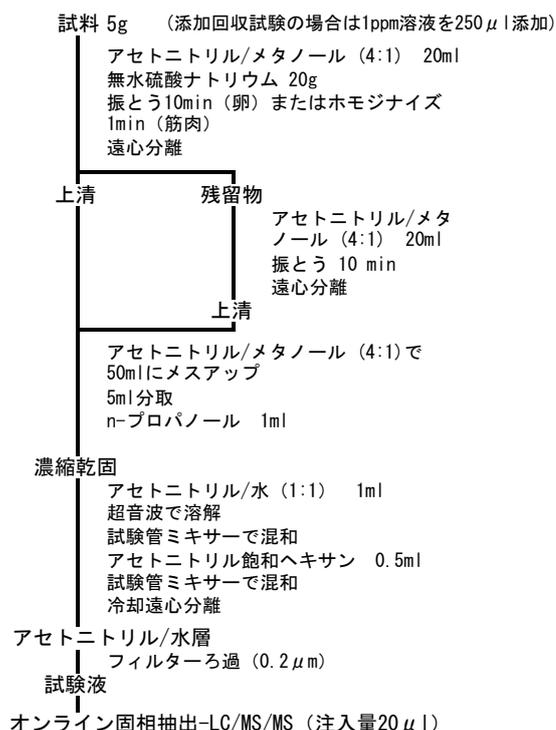


図1 試験溶液の調製法

* 1 現 仙南保健所

2.4 評価の方法

2.4.1 枝分かれ実験

ガイドラインでは5回以上の試行回数による併行精度及び室内精度による評価が必要である。今回は分析者2名がそれぞれ添加試料を1日2回、3日間分析する枝分かれ実験計画（併行条件=2, 室内再現条件=6）により評価することとした。添加濃度は原則として2種類と規定されているが、一斉分析法であることを考慮し、「一律基準の濃度かつ定量限界濃度」である0.01ppmとした。

2.4.2 定量限界および選択性の評価

SOP法が一斉分析法であることを考慮し、定量限界を一律基準と同じ0.01ppmとした。0.01ppmの定量限界であれば多くの医薬品の残留基準値以下である。食品、添加物等の規格基準第1のAの1で「含有してはならない」とされる個別に残留基準値が設定されていない抗生物質または化学合成品たる抗菌性物質（以下「不検出基準物質」という。）についても0.01ppmを定量限界として検査を実施した。

選択性の評価は、ブランク試料について操作して定量を妨害するピークが認められた場合は、マトリックス添加法により作成した0.01ppmの検量線用混合標準溶液のピーク高さの1/3よりもブランク試料のピーク高さが小さい場合は許容できる範囲とみなした。

2.4.3 真度と精度の評価

添加濃度が0.01ppmであることから、枝分かれ実験から求めた回収率が70～120%、併行精度が25RSD%以下、室内精度が30RSD%以下を許容範囲とした。併行精度及び室内精度はMicrosoft Excelを用いて一元配置の分散分析等を計算することにより求めた。

3 結果と考察

添加濃度0.01ppmにおける枝分かれ実験結果を表1に示した。今回検討した110医薬品のうち、ガイドラインに適合する医薬品数は、鶏卵77、鶏肉91、豚肉91、牛肉99であった（5-ヒドロキシチアベンダゾールとチアベンダゾール、ネオスピラマイシンとスピラマイシン、シプロフロキサシンとエンロフロキサシンは和で算出）。また、各試験品目のいずれにおいてもガイドラインに適合しない医薬品はなかった。鶏卵ではセフェム系（セフロキシム、セファピリン、セファゾリン、セフォペラゾン）、ニューキノロン系（シプロフロキサシン、ジフロキサシン、ダノフロキサシン、エンロフロキサシン、マルボフロキサシン、ノルフロキサシン、オフロキサシン、オルビフロキサシン、サラフロキサシン）抗生物質の回収率が低く、畜肉では逆にそれらの抗生物質は回収率が良好であった。

ガイドラインでは添加を行う食品の種類として、鶏卵と筋肉（牛、豚、鶏等）は別に検証するとしているが、同じ筋肉であっても種類によって回収率に違いが認められた。いずれの畜肉でもガイドラインの基準を満たせなかったものは、ナイカルバジン、キタサマイシンであった。鶏肉のみ検査できなかったものは、フロルフェニコール、レバミゾール、ピランテル、トルフェナム酸、ハロフジノン、モネンシン、ピペロニルブトキシド、ナラシンであり、豚肉のみ検査できなかったものは、アンピシリン、ジョサマイシン、スルファベンズアミド、ノボピオシン、フルアズロン、エトキサゾールであった。牛肉のみ検査できなかったのは、メロキシカムのみであった。今回の結果では、畜肉のうち牛肉が99医薬品で最も検査可能物質数が多かったが、この結果は過去の精度管理の結果と必ずしも一致しなかった。添加回収試験の結果は、筋肉の種類で異なるのはもちろん、検体毎にも異なることが予想される。また、ブランク試料を操作して得られたピークと標準品のピークの判別は目視によるため、異なった種類のブランク試料で判定しようとする誤りが発生しやすくなる。したがって少なくとも筋肉の種類ごとに精度管理を実施するのが望ましく、検証は検査実施と同時に回収率と併行精度により評価する方が良いと考えられる。

4 まとめ

行政モニタリング検査で採用しているオンライン固相抽出-LC/MS/MS分析法について、ガイドラインによる検証を行った。添加濃度を0.01ppmとし、枝分かれ実験から求めた回収率が70～120%、併行精度が25RSD%以下、室内精度が30RSD%以下を許容範囲とした。その結果、行政モニタリング検査110医薬品のうち、検査可能な医薬品数は、鶏卵77、鶏肉91、豚肉91、牛肉99であった。検査可能医薬品は、試験品の種類によって異なり、特に鶏卵と畜肉で大きく異なっていた。しかし、畜肉の種類ごとにも異なっていたことから、精度管理は従来と同様に検査実施時に試験品の種類毎に実施した方が良いと思われる。

参考文献

- 1) 遠藤美砂子, 柳田則明: 分析化学, 56, 317 (2007)
- 2) 遠藤美砂子, 柳田則明: 宮城県保健環境センター年報, 25, 62 (2007).
- 3) 遠藤美砂子, 佐藤勤: 宮城県保健環境センター年報, 26, 115 (2008).

表 1 枝分かれ実験による真度(回収率)と精度の結果

| 医薬品名 | Precursor ion (m/z) | Product ion (m/z) | 鶏卵 | | | | 豚肉 | | | | 牛肉 | | | |
|---------------------------------|---------------------|-------------------|-------|-------------|-------------|-------|-------------|-------------|-------|-------------|-------------|-------|-------------|-------------|
| | | | 回収率 | 併行精度 (%RSD) | 室内精度 (%RSD) |
| 2-アセチルアミノ-5-ニトロチアゾール | -185.9 | -138.9 | 83.8 | 10.2 | 11.2 | 70.4 | 5.5 | 19.8 | 74.5 | 8.6 | 28.2 | 80.3 | 11.4 | 21.1 |
| セプロキシム | -423.0 | -318.0 | 36.4 | 18.7 | 24.3 | 88.4 | 6.4 | 6.7 | 85.2 | 8.7 | 9.8 | 78.5 | 4.3 | 5.9 |
| クロルスロン | -379.9 | -343.8 | 86.6 | 5.2 | 7.3 | 86.3 | 5.3 | 21.4 | 74.9 | 13.7 | 19.8 | 107.5 | 8.6 | 13.3 |
| クロキサシリン | -434.1 | -292.9 | 21.9 | 22.3 | 42.2 | 88.3 | 9.5 | 12.2 | 85.2 | 9.2 | 9.4 | 95.1 | 5.3 | 8.7 |
| シクラズリル | -405.1 | -333.9 | 89.3 | 3.6 | 10.8 | 70.4 | 5.6 | 6.5 | 79.7 | 16.4 | 18.0 | 86.3 | 4.0 | 15.7 |
| ジフルベンズロン | -309.0 | -156.0 | 93.3 | 8.4 | 11.6 | 79.8 | 7.0 | 24.9 | 83.5 | 10.8 | 17.7 | 88.2 | 7.1 | 13.6 |
| エトパベイト | -235.9 | -191.9 | 81.3 | 14.7 | 21.2 | 74.2 | 10.6 | 17.2 | 83.4 | 8.4 | 12.7 | 98.0 | 13.5 | 14.2 |
| フロルフェニコール | -355.8 | -335.8 | 89.1 | 8.2 | 10.5 | 92.2 | 10.1 | 31.7 | 89.5 | 17.3 | 20.0 | 89.9 | 9.2 | 11.9 |
| モネンシン | -669.5 | -87.1 | 105.5 | 4.6 | 11.2 | 105.5 | 6.0 | 33.1 | 71.3 | 13.5 | 14.3 | 87.2 | 8.3 | 9.1 |
| ナイカルバジン | -300.9 | -136.9 | 74.9 | 9.1 | 19.5 | 53.2 | 12.1 | 58.5 | 50.0 | 26.1 | 37.4 | 61.3 | 20.3 | 27.1 |
| ニフルスチレン酸ナトリウム | -257.9 | -183.8 | - | - | - | 92.1 | 18.4 | 19.3 | - | - | - | - | - | - |
| ナラシン | -763.5 | -255.1 | 92.8 | 2.8 | 12.7 | 225.1 | 12.1 | 73.7 | 84.4 | 23.5 | 24.8 | 108.6 | 16.6 | 17.0 |
| ベンジルペニシリン | -332.9 | -192.0 | - | - | - | 90.6 | 11.1 | 22.0 | 82.9 | 7.4 | 9.3 | 96.4 | 14.6 | 16.6 |
| フェノキシメチルペニシリン | -349.0 | -207.9 | - | - | - | 91.4 | 7.0 | 9.9 | 86.8 | 7.0 | 7.6 | 82.9 | 4.1 | 10.9 |
| スルファモイルダブゾン | -326.0 | -169.9 | 99.1 | 21.4 | 22.8 | 89.4 | 18.7 | 22.3 | 99.0 | 17.6 | 38.9 | - | - | - |
| サリナマイシン | -749.5 | -241.1 | 101.3 | 5.6 | 10.1 | 128.0 | 7.2 | 47.1 | 77.5 | 28.2 | 31.1 | 94.2 | 6.6 | 14.9 |
| スルファエトラン | -334.1 | -136.4 | 80.8 | 10.1 | 12.0 | 81.4 | 9.0 | 13.6 | 80.5 | 12.7 | 21.7 | 99.4 | 13.3 | 14.1 |
| トルフェナム酸 | -260.0 | -215.9 | 87.8 | 3.1 | 7.4 | 150.2 | 8.3 | 48.2 | 77.8 | 12.8 | 20.5 | 94.4 | 6.4 | 15.2 |
| チアゾフェニコール | -353.8 | -185.0 | 85.1 | 4.2 | 7.6 | 96.6 | 11.3 | 20.2 | 97.7 | 9.1 | 20.3 | 95.4 | 15.4 | 15.6 |
| バージニアマイシン | -524.3 | -245.1 | 69.2 | 39.8 | 41.8 | 80.4 | 11.0 | 18.6 | 82.1 | 13.2 | 21.8 | 76.6 | 15.5 | 15.6 |
| 5-7脱ヒドロフルニール-1H-ベンズイミダゾール-2-アミン | 240.0 | 198.1 | 84.7 | 10.9 | 12.1 | 83.3 | 3.9 | 7.3 | 84.1 | 1.2 | 3.4 | 80.8 | 9.6 | 11.3 |
| アンピシリン | 350.1 | 106.0 | - | - | - | 80.1 | 5.0 | 7.2 | 58.4 | 5.6 | 11.9 | 70.2 | 7.0 | 14.8 |
| アザペロン | 328.2 | 165.0 | 83.8 | 23.2 | 29.4 | 87.5 | 10.8 | 16.0 | 89.2 | 4.9 | 10.0 | 87.1 | 7.5 | 7.8 |
| セファピリン | 424.0 | 292.2 | 35.4 | 21.4 | 27.0 | 81.3 | 6.8 | 12.5 | 84.8 | 6.7 | 7.5 | 78.2 | 9.9 | 11.0 |
| クロピドール | 192.0 | 101.1 | 89.7 | 20.7 | 23.8 | 94.6 | 5.1 | 7.6 | 92.1 | 7.9 | 8.8 | 83.8 | 7.4 | 11.8 |
| シプロフロキサシン | 332.1 | 288.1 | 40.9 | 11.9 | 16.9 | 85.5 | 11.9 | 13.0 | 87.9 | 4.2 | 7.1 | 80.0 | 7.4 | 7.4 |
| ジアベリジン | 261.1 | 123.2 | 83.1 | 12.9 | 15.0 | 78.9 | 23.1 | 26.3 | 82.4 | 6.6 | 7.5 | 81.0 | 12.7 | 14.5 |
| ジブチルサキシネート | 231.2 | 101.1 | 89.0 | 20.7 | 24.1 | 84.4 | 8.9 | 14.9 | 69.7 | 11.4 | 17.9 | 99.5 | 10.2 | 11.1 |
| ジフロキサシン | 400.2 | 356.2 | 62.6 | 11.7 | 21.5 | 92.1 | 4.1 | 4.8 | 85.4 | 6.6 | 7.8 | 86.1 | 6.6 | 7.8 |
| ダノフロキサシン | 358.1 | 314.2 | 55.3 | 12.0 | 18.2 | 87.0 | 7.3 | 7.5 | 82.6 | 8.3 | 15.6 | 80.4 | 14.0 | 16.0 |
| ダイアジン | 305.1 | 169.1 | 88.3 | 9.4 | 13.4 | 94.2 | 4.6 | 23.3 | 77.7 | 13.5 | 14.9 | 96.9 | 5.1 | 6.6 |
| エンロフロキサシン | 360.0 | 316.2 | 58.3 | 11.6 | 14.3 | 91.6 | 6.9 | 7.7 | 92.1 | 4.0 | 7.1 | 89.2 | 5.2 | 7.4 |
| フルアズロン | 506.1 | 158.2 | 97.9 | 13.4 | 20.1 | 85.3 | 21.5 | 28.5 | 49.7 | 33.8 | 46.4 | 87.6 | 9.8 | 17.9 |
| インメタジウム | 460.2 | 298.1 | 85.7 | 3.8 | 22.6 | 79.4 | 5.9 | 27.4 | 113.0 | 14.1 | 17.5 | 103.9 | 7.9 | 9.4 |
| ケトプロフェン | 255.2 | 209.1 | 75.6 | 20.5 | 21.4 | 84.9 | 7.9 | 13.8 | 81.9 | 8.5 | 11.9 | 112.1 | 7.5 | 11.5 |
| キタサマイシン | 772.6 | 109.2 | 82.1 | 14.8 | 18.4 | 60.0 | 11.9 | 22.9 | 38.7 | 12.7 | 33.9 | 60.9 | 12.8 | 13.6 |
| レバミゾール | 204.8 | 178.2 | 90.7 | 11.9 | 12.4 | 85.5 | 34.4 | 36.1 | 93.0 | 5.3 | 6.2 | 89.9 | 8.4 | 10.2 |

(次ページに続く)

| 医薬品名 | 鶏卵 | | | | 鶏肉 | | | | 豚肉 | | | | 牛肉 | | | | |
|-----------------|---------------------|-------------------|---------|-------------|-------------|---------|-------------|-------------|---------|-------------|-------------|---------|-------------|-------------|---------|-------------|-------------|
| | Precursor ion (m/z) | Product ion (m/z) | 回収率 (%) | 併行精度 (%RSD) | 室内精度 (%RSD) | 回収率 (%) | 併行精度 (%RSD) | 室内精度 (%RSD) | 回収率 (%) | 併行精度 (%RSD) | 室内精度 (%RSD) | 回収率 (%) | 併行精度 (%RSD) | 室内精度 (%RSD) | 回収率 (%) | 併行精度 (%RSD) | 室内精度 (%RSD) |
| マルボフロキサシン | 363.2 | 320.1 | 51.9 | 16.9 | 30.9 | 78.9 | 12.0 | 18.4 | 73.0 | 18.8 | 20.8 | 73.8 | 18.9 | 21.1 | | | |
| モランテル | 220.9 | 123.2 | 102.1 | 19.5 | 24.5 | 94.5 | 2.2 | 6.7 | 100.1 | 13.3 | 15.8 | 81.1 | 9.7 | 16.0 | | | |
| メロキシカム | 352.1 | 115.1 | 70.3 | 8.1 | 10.5 | 88.6 | 4.1 | 5.4 | 74.5 | 5.7 | 6.8 | 65.4 | 14.6 | 14.7 | | | |
| ノルフロキサシン | 320.2 | 276.1 | 38.4 | 9.0 | 41.6 | 78.4 | 12.2 | 13.4 | 84.3 | 10.7 | 11.3 | 78.8 | 9.7 | 13.7 | | | |
| ネオスピラマイシン*1 | 699.3 | 174.2 | 106.6 | 10.4 | 25.4 | 116.9 | 8.2 | 19.2 | - | - | - | 89.7 | 8.6 | 12.3 | | | |
| オフロキサシン | 362.1 | 318.2 | 60.4 | 7.6 | 17.6 | 86.3 | 15.0 | 16.7 | 92.8 | 0.9 | 3.2 | 87.4 | 7.6 | 8.6 | | | |
| オルフロキサシン | 396.1 | 352.2 | - | - | - | 86.3 | 4.6 | 9.0 | 92.3 | 3.9 | 10.1 | 78.5 | 8.4 | 13.7 | | | |
| オルメプリム | 274.9 | 123.2 | 72.8 | 23.5 | 24.8 | 85.8 | 16.4 | 17.9 | 92.3 | 8.1 | 8.7 | 79.3 | 8.1 | 15.7 | | | |
| プロボキスル | 210.2 | 111.1 | 78.0 | 11.5 | 24.7 | 86.8 | 2.5 | 15.4 | 76.4 | 3.7 | 12.1 | 86.4 | 6.3 | 10.6 | | | |
| ピベロニルプトキジド | 356.3 | 171.2 | 85.4 | 8.9 | 30.0 | 167.7 | 8.6 | 60.8 | 95.9 | 15.7 | 15.9 | 118.7 | 9.7 | 12.9 | | | |
| ピランテル | 207.0 | 150.2 | 97.2 | 6.5 | 12.7 | 94.2 | 32.2 | 35.5 | 97.5 | 5.8 | 6.1 | 90.6 | 8.6 | 10.1 | | | |
| プロペタンホス | 282.1 | 138.0 | 99.7 | 8.7 | 15.7 | 73.6 | 8.6 | 10.4 | 72.1 | 11.5 | 16.3 | 95.7 | 6.8 | 24.2 | | | |
| ピリメタミン | 248.8 | 177.1 | 80.9 | 7.0 | 19.9 | 85.0 | 7.1 | 9.2 | 78.3 | 4.9 | 6.5 | 80.2 | 6.0 | 10.3 | | | |
| スルファセタミド | 215.1 | 156.0 | 71.6 | 10.6 | 18.3 | 93.7 | 8.6 | 9.8 | 82.6 | 8.4 | 10.7 | 97.5 | 11.3 | 11.5 | | | |
| スルファジメトキシ | 311.0 | 156.1 | 78.4 | 6.7 | 13.7 | 84.8 | 6.5 | 10.1 | 75.0 | 6.6 | 11.3 | 90.2 | 8.0 | 8.1 | | | |
| スルファドキシ | 311.0 | 156.1 | 70.1 | 8.5 | 16.8 | 93.1 | 4.2 | 23.8 | 75.3 | 7.8 | 10.7 | 80.7 | 6.6 | 7.3 | | | |
| スルファジアジン | 251.1 | 156.0 | 79.3 | 3.0 | 13.1 | 86.9 | 2.4 | 10.5 | 77.0 | 8.3 | 9.2 | 83.2 | 3.5 | 8.5 | | | |
| スルファグアニジン | 215.1 | 92.2 | 73.6 | 7.3 | 16.2 | 88.2 | 6.5 | 7.6 | 78.2 | 9.3 | 10.9 | 87.5 | 5.1 | 5.4 | | | |
| スルファモノトキシ | 281.1 | 156.0 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | 83.8 | 9.9 | 18.2 | | | |
| スルファメトキシペリダジン | 281.0 | 156.0 | 77.4 | 11.5 | 17.8 | 95.3 | 15.3 | 16.5 | 88.8 | 12.9 | 13.8 | 91.8 | 8.8 | 10.2 | | | |
| スルファメトキサゾール | 254.1 | 92.2 | 72.5 | 5.5 | 10.8 | 85.2 | 3.0 | 6.7 | 79.0 | 11.0 | 15.5 | 85.9 | 5.0 | 8.6 | | | |
| スルファピリジン | 250.1 | 156.0 | 91.2 | 4.9 | 15.5 | 94.2 | 7.4 | 7.9 | 83.9 | 5.2 | 9.0 | 81.5 | 7.7 | 9.8 | | | |
| スピラマイシン*1 | 843.3 | 174.3 | 102.7 | 10.4 | 14.5 | 99.1 | 9.8 | 13.5 | - | - | - | 75.9 | 15.2 | 15.5 | | | |
| サラフロキサシン | 386.0 | 342.1 | 48.7 | 9.0 | 15.1 | 76.3 | 6.4 | 13.7 | 79.7 | 8.1 | 9.4 | 76.1 | 7.2 | 12.3 | | | |
| スルファチアゾール | 256.0 | 156.0 | 71.4 | 6.1 | 13.2 | 87.2 | 3.2 | 4.1 | 77.8 | 7.6 | 7.8 | 77.8 | 8.4 | 10.1 | | | |
| チアベンダゾール | 201.8 | 175.0 | 89.6 | 4.3 | 10.3 | 82.5 | 10.6 | 15.1 | 88.4 | 6.7 | 10.3 | 86.4 | 7.5 | 10.6 | | | |
| 5-ヒドロキシチアベンダゾール | 217.9 | 191.0 | 80.0 | 20.4 | 26.3 | 79.7 | 10.5 | 12.4 | 80.7 | 5.3 | 7.3 | 74.6 | 7.6 | 9.3 | | | |
| トリクロルホン | 257.0 | 127.1 | - | - | - | 98.3 | 7.2 | 12.6 | 87.0 | 4.7 | 13.0 | 92.2 | 11.0 | 12.2 | | | |
| トリメトプリム | 290.9 | 230.1 | 85.2 | 14.6 | 16.8 | 83.8 | 8.7 | 9.5 | 87.8 | 4.6 | 6.1 | 78.6 | 8.4 | 18.8 | | | |
| トリベレナミン | 256.3 | 211.1 | 72.0 | 17.6 | 18.9 | 93.9 | 4.6 | 13.0 | 88.3 | 11.1 | 12.3 | 87.7 | 5.1 | 8.3 | | | |
| ハルネムリン | 565.4 | 263.1 | 93.2 | 15.5 | 20.0 | 83.0 | 5.1 | 9.0 | 77.4 | 7.7 | 8.6 | 76.4 | 5.6 | 13.3 | | | |
| キシラジン | 221.1 | 90.2 | 100.0 | 7.7 | 18.2 | 87.0 | 10.7 | 11.1 | 90.3 | 3.3 | 7.3 | 79.4 | 4.6 | 16.2 | | | |
| アルベンダゾール | 266.0 | 234.0 | 84.0 | 10.7 | 11.6 | 81.2 | 3.1 | 8.5 | 76.3 | 10.8 | 12.4 | 79.5 | 6.9 | 7.5 | | | |
| セファゾリン | 455.0 | 323.0 | 34.8 | 15.2 | 27.8 | 76.7 | 12.8 | 21.1 | 81.1 | 6.4 | 11.9 | 86.2 | 7.8 | 11.2 | | | |
| セフトオラゾン | 646.2 | 530.2 | 31.9 | 15.1 | 34.4 | 87.3 | 7.1 | 9.7 | 86.6 | 11.9 | 12.2 | 80.1 | 6.4 | 9.2 | | | |
| ジフロゾン | 361.1 | 222.1 | 101.7 | 14.2 | 14.9 | - | - | - | 66.2 | 14.0 | 23.4 | 77.2 | 16.0 | 18.1 | | | |
| デキサメタゾン*2 | 435.2 | 415.1 | - | - | - | 75.8 | 14.3 | 14.3 | 78.0 | 12.3 | 15.1 | 93.4 | 9.7 | 11.2 | | | |
| エプリノメクセン | 914.5 | 186.2 | 81.5 | 10.7 | 13.0 | 82.3 | 10.6 | 13.7 | 77.8 | 8.7 | 9.8 | 89.6 | 9.5 | 14.0 | | | |

(次ページに続く)

| 医薬品名 | Precursor ion (m/z) | Product ion (m/z) | 鶏卵 | | | | 豚肉 | | | | 牛肉 | | | |
|---------------|---------------------|-------------------|-------|-------------|-------------|-------|-------------|-------------|-------|-------------|-------------|-------|-------------|-------------|
| | | | 回収率 | 併行精度 (%RSD) | 室内精度 (%RSD) |
| エリスロマイシン | 734.5 | 156.2 | 96.6 | 11.1 | 14.3 | 86.1 | 8.6 | 8.9 | 82.0 | 4.0 | 6.7 | 85.3 | 3.8 | 5.9 |
| エトキシキン | 218.3 | 148.2 | 73.8 | 5.9 | 7.9 | 52.9 | 9.9 | 44.5 | 73.7 | 10.1 | 10.3 | 63.3 | 41.1 | 42.4 |
| エトキサゾール | 360.2 | 141.1 | 83.8 | 8.3 | 11.8 | 72.6 | 5.2 | 25.1 | 64.0 | 20.6 | 24.6 | 84.1 | 6.4 | 13.9 |
| フェノカルブ | 208.1 | 95.2 | 87.4 | 8.3 | 10.4 | 72.8 | 4.9 | 13.0 | 70.0 | 10.5 | 12.2 | 85.5 | 6.1 | 10.1 |
| フルベンダゾール | 313.9 | 282.0 | 89.1 | 6.3 | 11.4 | 81.5 | 6.0 | 10.0 | 76.9 | 7.8 | 10.6 | 83.5 | 4.4 | 7.8 |
| ファミフォル | 326.1 | 93.1 | 87.0 | 11.0 | 14.7 | 70.9 | 8.6 | 12.3 | 70.0 | 13.0 | 25.6 | 95.8 | 10.4 | 10.8 |
| フルメキン | 262.1 | 202.2 | 49.4 | 13.5 | 15.2 | 79.2 | 7.2 | 9.7 | 78.2 | 9.1 | 10.1 | 83.0 | 4.8 | 13.2 |
| フルニキシン | 297.1 | 264.0 | 71.8 | 5.8 | 10.5 | 92.6 | 3.5 | 13.9 | 79.6 | 5.0 | 8.3 | 90.6 | 6.4 | 6.8 |
| ヒドロコルチゾン | 405.2 | 327.2 | 90.0 | 7.7 | 11.2 | 75.6 | 8.0 | 10.7 | 80.6 | 5.6 | 13.1 | 86.2 | 9.4 | 10.1 |
| ハロプロゾン | 416.0 | 138.2 | 85.0 | 15.5 | 19.3 | 69.2 | 35.0 | 39.2 | 78.9 | 13.3 | 25.4 | 76.2 | 18.9 | 21.9 |
| ジョサマイシン | 828.6 | 174.1 | 87.5 | 12.7 | 15.6 | 78.3 | 6.1 | 8.2 | 62.4 | 8.7 | 10.4 | 70.8 | 6.5 | 7.3 |
| メベンダゾール | 296.1 | 264.1 | 89.5 | 3.6 | 9.1 | 80.6 | 4.3 | 5.4 | 75.9 | 7.6 | 8.2 | 85.1 | 4.8 | 8.0 |
| メチルブレドニゾン | 375.2 | 91.2 | 89.2 | 10.0 | 14.1 | - | - | - | 73.6 | 13.8 | 18.9 | - | - | - |
| ナリジクス酸 | 232.9 | 187.2 | 53.4 | 11.7 | 18.7 | 77.9 | 3.4 | 5.1 | 80.4 | 5.3 | 10.7 | 84.1 | 6.7 | 9.4 |
| ノボピオン | 613.3 | 189.2 | 47.2 | 16.1 | 34.7 | 73.9 | 8.5 | 11.4 | 61.3 | 13.2 | 27.8 | 71.3 | 7.4 | 14.0 |
| オキシベンダゾール | 250.2 | 218.1 | 71.9 | 11.6 | 23.2 | 87.6 | 2.8 | 13.6 | 79.7 | 8.3 | 9.8 | 85.1 | 8.8 | 8.9 |
| オレアンドマイシン | 688.5 | 158.2 | 79.9 | 6.4 | 13.1 | 83.6 | 7.9 | 11.3 | 87.7 | 5.6 | 5.9 | 84.9 | 4.5 | 8.5 |
| オキシリニック酸 | 262.1 | 216.0 | 55.1 | 11.7 | 12.1 | 84.1 | 10.2 | 10.5 | 78.6 | 9.2 | 9.8 | 88.5 | 6.9 | 7.4 |
| オキサザリン | 402.0 | 160.0 | 16.7 | 30.2 | 84.3 | 87.6 | 5.2 | 7.1 | 86.3 | 5.2 | 5.2 | 85.7 | 4.3 | 4.8 |
| ピロミト酸 | 289.1 | 243.0 | 48.5 | 6.4 | 10.9 | 78.5 | 7.3 | 8.7 | 79.1 | 7.5 | 7.9 | 86.1 | 7.6 | 7.8 |
| ブラジクアンテル | 313.2 | 203.2 | 92.9 | 7.5 | 12.3 | 75.9 | 6.9 | 7.1 | 78.1 | 9.5 | 9.9 | 88.9 | 8.0 | 9.0 |
| ロベニジン | 334.1 | 155.1 | 80.3 | 8.0 | 9.0 | 70.2 | 11.8 | 29.5 | 71.8 | 13.7 | 15.3 | 80.9 | 12.1 | 15.8 |
| リファキシミン | 786.4 | 754.4 | 75.7 | 46.7 | 55.0 | 95.0 | 4.3 | 16.6 | 88.7 | 6.5 | 11.8 | 99.3 | 4.8 | 10.6 |
| スルファベンズアミド | 277.1 | 156.0 | 71.4 | 8.9 | 15.8 | 81.0 | 5.9 | 7.2 | 67.9 | 10.0 | 13.2 | 69.1 | 6.7 | 8.2 |
| スルファクロルピリダジン | 285.0 | 156.0 | 59.3 | 10.8 | 18.2 | 80.1 | 5.6 | 7.5 | 71.1 | 10.5 | 10.6 | 76.5 | 9.3 | 9.5 |
| スルファジミン | 279.0 | 186.0 | 76.2 | 14.0 | 16.6 | 86.1 | 7.0 | 12.6 | 81.7 | 5.9 | 11.3 | 81.8 | 6.7 | 9.4 |
| スルファエトキシピリダジン | 295.1 | 156.1 | 75.9 | 12.4 | 16.0 | 85.2 | 6.5 | 14.6 | 80.5 | 7.0 | 9.4 | 79.3 | 5.7 | 6.8 |
| スルフィンゾール | 240.1 | 156.0 | 72.4 | 15.8 | 19.0 | 78.2 | 9.6 | 13.9 | 88.5 | 12.1 | 17.6 | 79.9 | 14.5 | 18.7 |
| スルファメラジン | 265.1 | 92.2 | 73.2 | 14.1 | 16.2 | 89.1 | 8.9 | 13.6 | 80.0 | 11.8 | 11.8 | 81.6 | 13.4 | 15.5 |
| スルファメチゾール | 271.1 | 156.1 | 71.2 | 6.1 | 6.2 | 90.8 | 4.4 | 11.4 | 71.5 | 8.4 | 9.0 | 75.2 | 8.7 | 8.7 |
| スルファアキノキサリン | 301.0 | 156.0 | 72.5 | 4.8 | 9.5 | 77.7 | 6.7 | 9.5 | 77.8 | 6.6 | 10.8 | 80.5 | 4.4 | 9.0 |
| チアムリン | 494.3 | 192.2 | 72.5 | 26.9 | 35.1 | 86.0 | 4.1 | 18.0 | 79.6 | 7.0 | 8.9 | 84.1 | 9.1 | 9.3 |
| チルミコシン | 869.4 | 174.3 | 117.3 | 11.3 | 23.5 | 115.2 | 16.3 | 21.2 | 119.7 | 5.7 | 8.4 | 105.0 | 8.2 | 9.0 |
| テメホス | 467.0 | 419.1 | 76.5 | 12.9 | 26.7 | 48.2 | 12.1 | 52.2 | 43.0 | 53.5 | 60.3 | 78.3 | 8.9 | 25.3 |
| タイロシン | 916.5 | 174.2 | 73.0 | 23.3 | 24.0 | 70.7 | 4.3 | 7.6 | 51.7 | 6.1 | 9.4 | 65.1 | 6.2 | 11.2 |

- 1. 定量限界を設定できないもの

*1 豚肉においてはスピラマイシン I と同等のもの

*2 鶏卵においては告示試験法による「不検出」