

## 7) 畜産物内臓中残留動物用医薬品の一斉分析法の検討

濱田寛尚\* 山本理世 村川 弘

### 要 旨

畜産物内臓（肝臓）試料中の残留動物用医薬品一斉分析法の開発を目的として、当所で開発した畜水産物（筋肉等）中残留動物用医薬品一斉分析法をもとに、改良試験法を作成した。当該試験法について、妥当性評価ガイドラインに基づく枝分かれ実験による妥当性評価試験を行った。目標値を満たしたものは、動物用医薬品等 155 成分中、鶏肝臓試料では標準添加濃度 40 ng/g で 129 成分、10 ng/g で 123 成分、豚肝臓試料では 40 ng/g で 126 成分、10 ng/g で 121 成分であり、良好な結果が得られた。

**キーワード：動物用医薬品，畜産物内臓，LC/MS/MS**

#### はじめに

当所ではこれまで、畜水産物中の残留動物用医薬品一斉分析法を開発<sup>1)</sup>、改良<sup>2)</sup>し(以下「従来法」という。)、熊本県食の安全・安心推進条例に基づく畜水産物の出荷前食品安全検査、及び食品衛生法に基づく収去検査に資してきた。

しかしながら従来法は、畜産物の筋肉及び水産物の可食部を対象とした分析法であり、内臓試料を用いた検討は行っていなかった。

そこで、従来法により、その分析対象動物用医薬品 155 成分について、鶏の筋肉及び肝臓試料を用いた添加回収試験 (n=3) を行い、回収率の平均値を比較した。その結果、「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」<sup>3)</sup> (以下「ガイドライン」という。) で要求される真度 70%~120%の範囲内にある成分数が、筋肉では 138 成分であったが、肝臓では 118 成分と筋肉より少なかった。

このことから、畜産物の内臓（肝臓）を分析対象とした場合、従来法の改良が必要であると考え、従来法の試料抽出時に、水溶性夾雑物を低減させる目的で無水硫酸ナトリウムを添加する改良試験法を作成した。

この改良試験法について、動物用医薬品等 155 成分を対象に、鶏肝臓及び豚肝臓試料を用いたガイドラインに基づく妥当性評価試験を行ったところ、良好な結果が得られたので報告する。

#### 実験方法

##### 1 試薬

###### 1. 1 標準品

添加回収試験及び妥当性評価試験に用いた各標準品（表 3 に示す動物用医薬品等）は、和光純薬工業(株)製、関東化学(株)製、林純薬工業(株)製、Dr.Ehrenstorfer 社製、Riedel-de Haen 社製、Sigma 社製を使用した。

###### 1. 2 その他の試薬

メタノール（和光純薬工業(株)）、残留農薬・PCB 試験用、HPLC 用）、アセトニトリル（和光純薬工業(株)）、残留農薬・PCB 試験用）、無水硫酸ナトリウム（和光純薬工業(株)）、残留農薬・PCB 試験用）、その他の試薬は HPLC 用または特級を使用した。

###### 1. 3 混合標準液

表 3 の\*を付した各成分の標準品を秤量し、メタノール、アセトン、アセトニトリル（一部ジメチルスルホキシド、水等を添加）に溶解後、混合したものに市販混合標準液（和光純薬工業(株)製 PL-1-3 及び PL-2-1）を加え、200 µg/l の混合標準液を調製した。

\* 現熊本県健康福祉部健康福祉政策課

## 2 試料

### 2.1 試験用試料

分析対象の動物用医薬品等が含まれないことを確認した鶏肝臓及び豚肝臓を、フードプロセッサーで細切し、試験用試料とした。

### 2.2 添加回収試験用試料

2.1で作成した試料 5.0 g (改良法用) 及び 10.0 g (従来法用) を 100 mlpp 遠沈管にとり、40 ng/g となるように混合標準溶液を添加し、混和したものを添加回収試験用試料とした。

### 2.3 妥当性評価試験用試料

2.1で作成した試料 5.0 g を 100 mlpp 遠沈管にとり、10 ng/g 及び 40 ng/g となるように混合標準溶液を添加し、混和したものを妥当性評価試験用試料とした。

## 3 LC/MS/MS 測定条件

高速液体クロマトグラフ：Waters 社製 Waters2795

タンデム型質量分析装置：Waters 社製 Quattro Premier

分析カラム：Waters 社製 Symmetry Shield

(4.6 mm×50 mm, 3.5 µm)

LC/MS/MS の測定条件は、前報<sup>2)</sup>のとおり。

なお、定量はマトリックス一致検量線を用いた。

## 結果及び考察

### 1 従来法の改良

畜産物の内臓（肝臓）を分析対象とした場合、試料から抽出される水溶性夾雑物等の妨害が考えられるので、これらの夾雑物を除去するため、従来法では使用していない無水硫酸ナトリウムを試料抽出時に添加することとし、下記に示す内臓（肝臓）を分析対象とした試験方法（以下「改良法」という。）を作成した。

#### ・改良法

試料 5.0 g に、アセトニトリル 30 ml、アセトニトリル飽和 n-ヘキサン 20 ml 及び無水硫酸ナトリウム 10 g を加え、ホモジナイズした後、10 分間激しく振とうし、毎分 3,000 回転で 5 分間遠心分離し、アセトニトリル層を別の 100mlpp 遠沈管に分取する。また、n-ヘキサン層を 50 mlpp 遠沈管に分取し、アセトニトリル 2 ml を加え、軽く混和した後、毎分 3,000 回転で 5 分間遠心分離し、アセトニトリル層を先のアセトニトリル層と併せる。さらに、残渣に、メタノール：水 (9 : 1) 混液 20 ml 及びメタノール：水 (9 : 1) 混液飽和ヘキサン 20 ml を加え、同様に 10 分間激しく振とう後、毎分 3,000 回転で 5 分間遠心分離し、メタノール：水 (9 : 1) 層を先のアセトニトリル層と併せる。併せたものを、ガ

ラスロートでろ過し、そのろ液を 200 ml ナス型フラスコに採り、n-プロパノール 10 ml を加え、40℃以下で濃縮、チッ素気流下で溶媒を除去する。残留物にアセトニトリル：メタノール：水 (3 : 2 : 5) 混液で 50 ml メスフラスコに洗いこみ、50 ml に定容したものを抽出液とする。この抽出液を 5 ml 採り、メタノール 0.5 ml を加え、非水系フィルター (GL クロマトディスク 25N 0.45 µm, GL Sciences 製) を用いてろ過したものを LC/MS/MS 測定用試験液とする。(図 1)

なお、検量線は、マトリックス試料からの抽出液 5 ml に、各濃度の混合標準溶液 (0.1 ng/ml, 0.5 ng/ml, 1 ng/ml, 5 ng/ml, 10 ng/ml, 40 ng/ml, 200 ng/ml) 0.5 ml を加え、同様にろ過したものをマトリックス一致検量線用試験液とする。(検量線濃度として 0.01 ng/ml, 0.05 ng/ml, 0.1 ng/ml, 0.5 ng/ml, 1 ng/ml, 4 ng/ml, 20 ng/ml)

### 2 内臓試料（肝臓）を用いた改良法と従来法の比較

鶏肝臓及び豚肝臓を用い、添加回収試験（対象動物用医薬品等は表 3 に示す 155 成分、n=3）による改良法と従来法の比較を行った。

添加回収試験を実施するにあたって、分析対象とする試料が肝臓であるため、標準品添加後の静置時間によって動物用医薬品成分が分解する可能性が考えられた。そこで、経時的な成分の分解を確認するため、添加回収試験に用いる動物用医薬品等 155 成分を添加し、0, 0.5, 2, 6, 12, 24 時間経過後に抽出を行い、その回収率を確認したところ、147 成分は経時的な回収率の変化が認められなかったが、図 2 に掲げる 8 成分は、添加後 30 分で、図に示すとおり回収率が 60%以下となり、以降経時的に回収率が減少する傾向がみられた。このことから、肝臓試料の場合は、標準品を添加後に十分に混和したのち、直ちに抽出を開始することとした。

以上のことを踏まえ、添加回収試験を実施し、回収率平均値が妥当性評価ガイドラインにおける真度の目標値 70%~120%の範囲にある成分数を比較したところ、鶏肝臓では改良法 132 成分、従来法 118 成分、豚肝臓では改良法 131 成分、従来法 120 成分となり、両試料とも改良法の方が、従来法より真度が目標値に適合する成分数が増加した。

### 3 無水硫酸ナトリウムの添加量の検討

次に改良法における無水硫酸ナトリウムの添加量の検討を行った。

検討には鶏肝臓試料を用い、表 3 に示す動物用医薬品等 155 成分を対象とし、改良法の抽出時に使用する

無水硫酸ナトリウムの添加量をそれぞれ 0 g, 10 g, 20 g, 30 g として添加回収試験 (n=1) を実施し比較を行ったところ, 155 成分のうち, 表 1 に掲げる 14 成分は, 無水硫酸ナトリウムを添加しない場合 (0 g) に回収率が低下し, 10 g 以上の添加量ではその回収率に大きな差は出ないことが分かった。このことから, 無水硫酸ナトリウムの添加量を 10 g とした。

#### 4 ガイドラインに基づく妥当性評価試験

改良法のガイドラインに基づく妥当性評価試験を, 表 3 に示す動物用医薬品等 155 成分について, 鶏肝臓及び豚肝臓試料を用い実施した。

試験は分析者 3 名, 併行回数 2 回で 2 日間の枝分かれ実験で行い, 真度, 併行精度, 室内精度を求めた結果, 表 2, 表 3 及び表 4 (表 3 と同成分) に示すとおり, 良好な結果が得られ, 鶏肝臓及び豚肝臓試料について, 本分析法の妥当性が確認された。

#### まとめ

当所で開発した畜産物の筋肉等を検査対象とした残留動物用医薬品一斉分析法 (従来法) をもとに, 畜産物内臓 (肝臓) 試料中の残留動物用医薬品一斉分析法

(改良法) を開発した。改良法を鶏及び豚の肝臓試料を用いた添加回収試験 (分析対象動物用医薬品等 155 成分) により従来法と比較した結果, 真度の目標値に適合する成分数の増加が認められた。

さらに, 改良法について, ガイドラインに基づく枝分かれ実験による妥当性評価試験を行ったところ, 目標値を満たしたものは, 動物用医薬品 155 成分中, 鶏肝臓試料では標準添加濃度 40 ng/g で 129 成分, 10 ng/g で 123 成分, 豚肝臓試料では 40 ng/g で 126 成分, 10 ng/g で 121 成分であり, 良好な結果が得られた。

これらのことから, 今回開発した分析法により, 鶏及び豚肝臓中動物用医薬品の迅速一斉分析が可能な成分数が増加し, 本県の食の安全安心に係る検査体制の強化に寄与できるものと考えられる。

#### 文献

- 1) 和久田俊裕, 西名武士, 増永ミキ, 飛野敏明: 熊本県保健環境科学研究所報, 35, 39-44 (2005) .
- 2) 村川弘, 福島孝兵, 飛野敏明: 熊本県保健環境科学研究所報, 39, 21-25 (2009) .
- 3) 厚生労働省 : 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, 平成 22 年 12 月 24 日 .

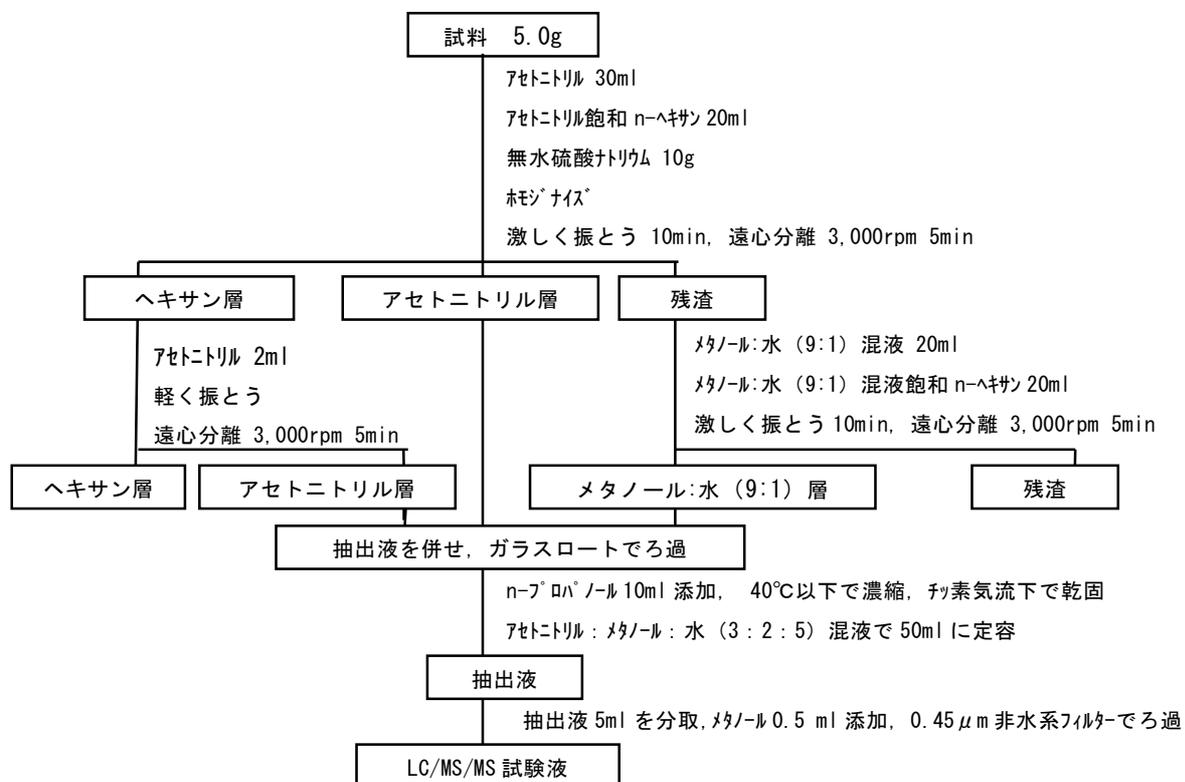


図 1 改良法フロー

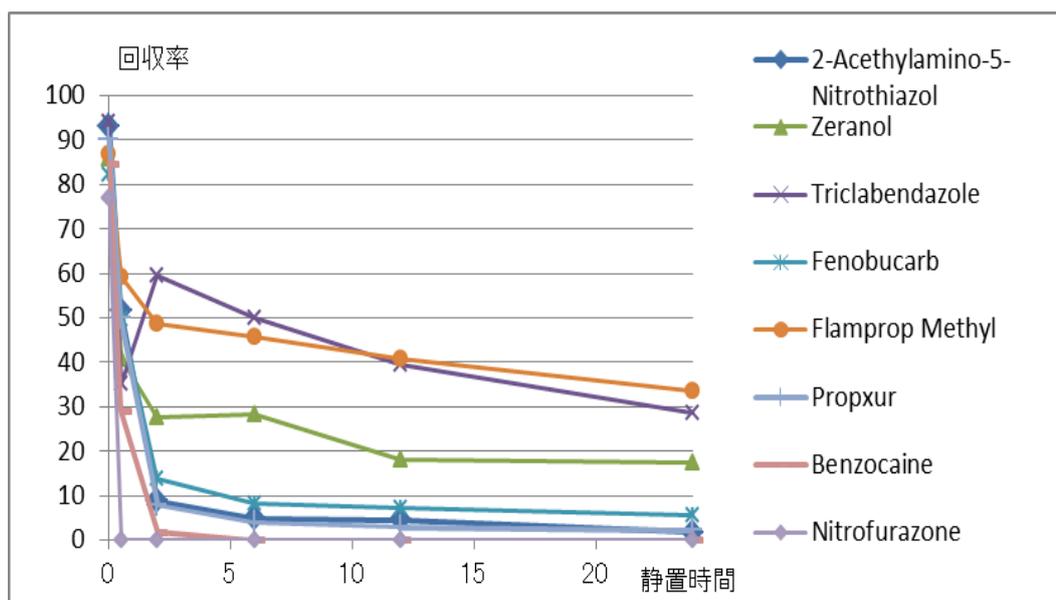


図2 鶏肝臓試料に標準添加後の経時的変化

表1 無水硫酸ナトリウム添加量の検討結果

動物用医薬品名	無水硫酸ナトリウム添加量			
	0g	10g	20g	30g
Albendazole	55.1	99.5	99.1	98.3
Oxacillin	53.7	88.8	97.3	83.6
Cloxacillin	41.5	85.3	82.9	78.7
Ketoprofen	66.3	94.4	95.4	90.7
Trenbolone	55.1	81.3	82.5	84.2
Sulfanitran	59.7	80.3	87.0	83.9
Tylosin	64.9	97.4	83.7	73.3
Phenoxymethylpenicillin	29.0	73.8	70.2	74.8
Flubendazol	43.4	105.5	107.5	105.9
Benzylpenicillin	52.1	85.3	89.7	85.7
Methylprednisolone	53.1	88.1	92.4	87.3
Meloxicam	59.4	109.0	103.2	103.3
Menbutone	40.6	96.2	90.1	88.2
Revamisole	53.9	73.0	73.9	77.7

※数値は回収率 (%) (試行回数 = 1)

表2 妥当性評価試験の結果

	40ppb で適合	10ppb で適合	両濃度 で適合
鶏肝臓	129	123	121
豚肝臓	126	121	116

※数値は真度及び精度が適合の成分数 (155成分中)

表3 妥当性評価試験結果 (試料：鶏肝臓)

No	Name	添加濃度：試料中 40 ng/g				添加濃度：試料中 10 ng/g				両濃度とも適合
		回収率 平均値 (%)	併行精度 RSD%	室内精度 RSD%	判定	回収率 平均値 (%)	併行精度 RSD%	室内精度 RSD%	判定	
1	2-Acethylamino-5-Nitrothiazol	98.9	3.0	3.6	○	93.9	4.4	4.4	○	◎
2	Albendazole*	100.6	3.1	4.2	○	99.1	2.4	4.0	○	◎
3	Albendazole Metabolite*	104.8	3.7	5.0	○	100.1	5.7	8.3	○	◎
4	Azaperone*	103.1	2.8	4.4	○	103.6	5.3	8.4	○	◎
5	Altrenogest*	83.0	7.7	7.7	○	80.7	7.3	7.6	○	◎
6	Amprolium*	125.6	4.6	23.0	○	131.9	6.1	12.8	○	◎
7	Isoprothiolane*	94.8	2.4	4.0	○	99.4	3.9	5.2	○	◎
8	Isometamidium*									
9	Ivermectin*	100.2	6.1	6.1	○	103.8	5.6	14.8	○	◎
10	Ethopabate	102.5	2.2	4.0	○	98.4	2.7	2.8	○	◎
11	Eprinomectin B1a*	95.6	1.7	2.2	○	100.0	7.5	7.5	○	◎
12	Epoxiconazol*	99.0	2.4	2.7	○	98.6	3.0	3.0	○	◎
13	Emamectin B1a	97.4	1.4	3.1	○	97.6	3.6	3.6	○	◎
14	8,9Z-Emamectin B1a*	95.1	2.5	3.9	○	96.9	2.6	2.6	○	◎
15	Erythromycin*	98.3	3.1	4.7	○	100.3	5.0	5.0	○	◎
16	Enrofloxacin*	112.3	3.7	3.7	○	130.2	10.6	20.2	○	◎
17	Ciprofloxacin*	95.5	2.9	5.7	○	140.1	7.6	23.5	○	◎
18	Oxacillin*	89.2	13.7	16.7	○	90.7	17.6	18.7	○	◎
19	Oxabetrinil*	95.6	3.9	3.9	○	96.8	5.8	5.8	○	◎
20	Oxytetracycline*	28.5	4.2	13.9	○	49.1	5.0	14.5	○	◎
21	Chlorotetracycline*	31.2	8.3	23.7	○	56.3	4.0	33.3	○	◎
22	Tetracycline*	46.2	6.1	16.2	○	63.4	10.6	10.6	○	◎
23	Oxibendazole*	103.0	3.6	5.6	○	99.0	6.4	8.6	○	◎
24	Oxolinic Acid*	101.7	2.5	2.5	○	101.5	4.1	5.6	○	◎
25	Ofloxacin*	119.0	6.1	19.7	○	171.3	6.0	10.8	○	◎
26	Olaquinox*	73.7	12.3	31.0	○	64.8	39.8	62.5	○	◎
27	Orbifloxacin*	117.3	4.9	12.2	○	119.2	3.0	12.2	○	◎
28	Ormetoprim*	96.7	3.4	6.5	○	92.7	7.5	7.5	○	◎
29	Oleandomycin*	105.0	5.3	5.4	○	98.0	4.1	5.2	○	◎
30	Carazolol*	106.5	4.7	5.2	○	101.8	4.3	6.5	○	◎
31	Carprofen*	95.0	2.8	4.6	○	93.0	9.1	9.1	○	◎
32	Xylazine	102.7	4.3	6.3	○	94.1	8.2	8.9	○	◎
33	Cloxacillin*	97.6	6.9	6.9	○	98.8	7.9	7.9	○	◎
34	Cloquintcet Mexyl*	8.7	36.0	53.4	○	10.2	34.9	52.0	○	◎
35	Closantel*	96.0	3.3	4.0	○	98.6	4.4	4.5	○	◎
36	Clostebol*	63.0	3.7	5.1	○	69.3	6.1	10.1	○	◎
37	Clopidol*	98.9	3.1	4.9	○	99.7	5.9	7.2	○	◎
38	Clorslon	101.4	4.4	4.4	○	109.6	9.7	10.3	○	◎
39	Chlorhexidine*									
40	Chlormadinone*	70.0	5.5	7.2	○	74.3	6.8	7.4	○	◎
41	Ketoprofen*	99.1	3.7	4.5	○	92.1	6.6	6.6	○	◎
42	Trenbolone	97.4	2.8	3.9	○	100.8	5.3	6.4	○	◎
43	Melengestrol Acetate	87.7	2.8	4.2	○	92.8	4.7	4.7	○	◎
44	Sarafloxacin*	117.7	5.5	6.5	○	123.5	3.4	40.4	○	◎
45	Diaveridine*	103.7	3.4	10.2	○	98.5	6.4	13.6	○	◎
46	Diclazuril*	93.7	3.8	4.6	○	99.7	8.3	10.7	○	◎
47	Dicyclanil*	98.0	8.4	10.1	○	113.5	13.2	21.2	○	◎
48	Dinitlmide*	104.0	7.1	11.5	○	93.0	11.8	16.3	○	◎
49	Difloxacin*	113.2	4.1	4.9	○	114.7	4.9	4.9	○	◎
50	Josamycin*	82.5	2.8	3.4	○	79.6	2.5	5.0	○	◎
51	Cyromazin*	102.8	4.5	10.4	○	81.8	5.8	23.0	○	◎
52	Spiramycin*	92.4	12.1	12.4	○	131.8	6.2	28.1	○	◎
53	Neospiramycin*	121.3	10.9	13.3	○					
54	Sulfaethoxypyridazine*	99.7	5.8	5.8	○	102.0	4.6	5.3	○	◎
55	Sulfaquinoxaline	101.4	3.1	3.1	○	96.8	6.6	6.8	○	◎
56	Sulfachlorpyridazine	106.7	3.5	6.0	○	91.2	7.4	10.4	○	◎
57	Sulfadiazine*	95.9	5.2	5.5	○	93.6	8.5	8.5	○	◎
58	Sulfadimidine	98.2	6.0	8.5	○	94.0	4.8	8.1	○	◎
59	Sulfadimethoxine	102.7	3.9	4.2	○	99.5	5.4	5.4	○	◎
60	Sulfacetamide	111.0	3.8	6.0	○	97.0	2.9	7.7	○	◎
61	Sulfathiazole	104.0	3.8	4.9	○	90.9	7.4	10.1	○	◎
62	Sulfadoxine	99.6	4.0	5.0	○	95.1	2.9	6.0	○	◎
63	Sulfatroxazole*	101.8	2.7	4.0	○	101.5	6.0	6.2	○	◎
64	Sulfanitran	97.5	3.8	5.4	○	88.4	7.0	7.0	○	◎
65	Sulfapyridine	108.5	4.8	4.8	○	105.1	8.2	8.3	○	◎
66	Sulfabromorethazine*	97.3	2.4	2.4	○	96.7	5.9	6.7	○	◎
67	Sulfabenzamide*	91.3	2.8	6.8	○	86.7	5.5	7.8	○	◎
68	Sulfamethoxazole	99.7	3.0	5.6	○	92.0	2.1	5.7	○	◎
69	Sulfamethoxypridazine	103.2	3.8	3.8	○	95.5	5.5	5.5	○	◎
70	Sulfamerazine	103.9	2.2	4.4	○	97.6	8.8	8.8	○	◎
71	Sulfamonomethoxine	101.7	6.9	6.9	○	86.9	10.7	10.7	○	◎
72	Sulfisozole*	98.7	5.3	6.8	○	96.3	7.7	7.7	○	◎

表3 妥当性評価試験結果 (試料：鶏肝臓)

No	Name	添加濃度：試料中 40 ng/g				添加濃度：試料中 10 ng/g				両濃度とも適合
		回収率 平均値 (%)	併行精度 RSD%	室内精度 RSD%	判定	回収率 平均値 (%)	併行精度 RSD%	室内精度 RSD%	判定	
73	Zeranol	87.0	3.4	4.5	○	84.3	17.2	17.2	○	◎
74	Tylosin*	83.3	7.3	7.3	○	76.2	7.8	12.2	○	◎
75	Danofloxacin	155.0	9.7	9.7		177.6	10.1	10.6		
76	Thiabendazole	101.2	2.4	2.7	○	97.9	4.4	4.4	○	◎
77	5-Hydroxythiabendazole*	106.6	4.3	8.1	○	97.5	8.2	8.2	○	◎
78	Tiamulin	100.2	3.6	3.6	○	99.8	3.2	3.2	○	◎
79	Thiamphenicol	106.1	9.3	9.3	○	102.1	9.4	13.4	○	◎
80	Tilmicosin	121.3	5.8	10.8		126.9	19.4	19.4		
81	Dexamethasone	100.1	2.8	7.0	○	102.7	6.0	7.8	○	◎
82	Decoquinat*	97.2	3.1	3.7	○	94.5	2.2	2.9	○	◎
83	Temephos	98.1	3.8	4.0	○	101.1	2.9	3.9	○	◎
84	Doramectin*	88.4	4.6	6.9	○	84.6	7.6	8.8	○	◎
85	Triclabendazole*	88.5	36.0	36.0		82.8	30.0	46.4		
86	Triclabendazole Sulphone*	93.6	8.6	9.9	○	101.8	15.1	15.1	○	◎
87	Trichlorhon*	83.7	5.5	27.5						
88	Tribromsalan*	93.8	10.4	10.4	○	88.6	7.2	17.9	○	◎
89	Tripelennamine*	98.5	3.4	3.4	○	94.1	3.2	4.2	○	◎
90	Trimethoprim	124.1	66.8	66.8		144.1	26.1	39.2		
91	Toltrazuril*	102.1	4.4	30.0		113.5	10.8	27.4	○	
92	Tolfenamicacid*	92.2	4.2	5.9	○	86.9	6.9	9.9	○	◎
93	Nicarbazin*	96.3	3.3	3.3	○	90.7	3.8	8.8	○	◎
94	Nafcillin*	93.3	2.9	2.9	○	96.9	4.1	4.1	○	◎
95	Nalidixic Acid*	98.0	3.7	3.7	○	91.2	2.5	4.6	○	◎
96	Nitarson*									
97	Nitroxynil*	85.3	4.1	5.3	○	91.4	7.9	13.0	○	◎
98	Novobiocin*	91.7	6.3	6.3	○	94.4	10.6	13.9	○	◎
99	Norfloracin*	110.0	4.6	8.2	○	203.7	6.9	19.0		
100	Halofuginone Lactate*	102.1	4.6	6.7	○	93.2	14.3	14.3	○	◎
101	Bithionol*	96.0	3.4	4.3	○	92.3	6.1	7.4	○	◎
102	Hydrocortisone	94.7	4.1	4.1	○	98.0	5.5	11.4	○	◎
103	Pyrantel*	105.9	5.1	5.8	○	104.7	6.8	6.8	○	◎
104	Pyrimethamine	104.4	6.5	7.8	○	96.4	3.9	6.6	○	◎
105	Famphur	104.1	5.2	5.2	○	109.3	5.7	7.2	○	◎
106	Fenitrothion*	99.4	5.0	10.0	○	100.1	15.3	15.3	○	◎
107	Phenoxymethylpenicillin*									
108	Fenobucarb	93.7	4.6	5.8	○	92.5	4.2	4.8	○	◎
109	Praziquantel*	100.9	2.9	2.9	○	99.9	4.1	4.4	○	◎
110	Flamprop Methyl*	95.4	3.8	4.3	○	94.6	4.5	4.5	○	◎
111	Prifinium*	104.8	3.8	7.2	○	104.4	7.4	8.5	○	◎
112	Flunixin*	100.1	2.8	2.8	○	101.7	5.2	5.2	○	◎
113	Flubendazol*	104.0	2.2	3.9	○	97.7	4.5	5.1	○	◎
114	Flumequine*	94.9	4.9	4.9	○	95.3	4.3	5.8	○	◎
115	Prednisolone	95.1	4.7	6.2	○	94.0	8.0	10.8	○	◎
116	Brotizolam*	100.9	4.4	4.4	○	102.7	4.9	5.9	○	◎
117	Propaquizafop*	3.2	53.5	53.5		4.5	24.2	44.8		
118	Propxur*	97.3	3.1	3.3	○	96.4	1.6	4.5	○	◎
119	Florfenicol	103.3	5.1	5.1	○	100.0	7.7	7.7	○	◎
120	Permethrin*	70.7	2.8	4.7	○	69.1	5.7	7.2		
121	Benzylpenicillin*	102.1	4.1	8.5	○	97.4	8.7	8.7	○	◎
122	Benzocaine*	90.3	4.5	5.3	○	92.8	4.9	9.1	○	◎
123	Boscalid*	97.9	2.1	3.6	○	95.6	3.6	3.6	○	◎
124	Mafoprozine*	107.9	3.5	5.7	○	103.0	5.7	7.5	○	◎
125	Marbofloxacin*	115.2	9.1	12.6	○	183.1	12.4	16.4		
126	Miloxacin*	90.5	4.1	13.1	○	87.5	6.3	8.7	○	◎
127	Methylprednisolone*	96.0	3.4	8.6	○	91.9	10.6	10.6	○	◎
128	Mefenpyr Diethyl*	19.8	52.5	52.5		15.9	56.3	59.2		
129	Mebendazol*	110.4	5.8	5.8	○	106.6	6.2	6.2	○	◎
130	Meloxicam*	102.9	5.4	5.4	○	102.1	2.7	7.2	○	◎
131	Menbutone*	104.2	6.7	6.7	○	92.7	7.4	11.4	○	◎
132	Moxidectin*	100.8	4.3	4.3	○	96.6	2.6	6.3	○	◎
133	Monensin	99.5	2.9	2.9	○	92.5	3.0	5.8	○	◎
134	Morantel*	94.3	5.6	6.3	○	88.6	7.7	9.8	○	◎
135	Lasalocid*	95.9	2.5	2.7	○	93.6	4.3	4.8	○	◎
136	Rifaximin*	107.3	2.4	8.4	○	106.0	2.4	6.6	○	◎
137	Lincomycin	107.5	5.7	13.7	○	92.3	19.5	28.0	○	◎
138	Revamisole*	98.8	3.1	5.8	○	98.3	3.9	5.4	○	◎
139	Robenidine*	95.1	3.2	3.8	○	99.7	9.8	9.8	○	◎
140	Warfarin*	99.8	1.8	2.5	○	96.4	2.8	2.8	○	◎
141	Glycyrrhizic Acid*	40.0	25.0	32.4						
142	Chloramphenicol*	99.8	4.5	5.2	○	100.0	6.3	7.4	○	◎
143	Chlorpromazine*	92.7	3.4	3.7	○	88.6	2.8	4.2	○	◎
144	Dimetridazole*	99.0	7.5	7.5	○	98.8	5.4	5.8	○	◎

表3 妥当性評価試験結果（試料：鶏肝臓）

No	Name	添加濃度：試料中 40 ng/g				添加濃度：試料中 10 ng/g				両濃度とも適合	
		回収率 平均値 (%)	併行精度 RSD%	室内精度 RSD%	判定	回収率 平均値 (%)	併行精度 RSD%	室内精度 RSD%	判定		
145	Nitrofurazone*				○	96.5	8.3	8.3	○	◎	
146	Metoronidazole*	107.8	5.0	6.3	○	32.7	8.8	9.2	○	◎	
147	Malachitegreen*	31.6	8.5	16.7	○	79.7	3.8	4.6	○	◎	
148	Leucomalachitegreen*	80.5	3.8	4.3	○	110.9	4.0	4.5	○	◎	
149	Oxfendazole Sulfone*	112.5	3.8	3.8	○	99.8	4.5	5.9	○	◎	
150	Oxfendazole*	101.9	2.2	3.6	○	96.0	2.3	2.7	○	◎	
151	Febantel*	100.0	2.8	2.8	○	95.6	3.7	4.0	○	◎	
152	Fenbendazole*	97.8	4.3	4.3	○						
153	Canthaxanthin*	70.7	21.5	21.9							
154	Pirlimycin*	53.6	5.0	7.4		53.9	7.1	7.2			
155	Ractopamine*	99.1	6.5	14.0	○	108.3	7.8	10.6	○	◎	
合計					129					123	121

表4 妥当性評価試験結果 (試料：豚肝臓)

No	Name	添加濃度：試料中 40 ng/g				添加濃度：試料中 10 ng/g				両濃度とも適合
		回収率 平均値 (%)	併行精度 RSD%	室内精度 RSD%	判定	回収率 平均値 (%)	併行精度 RSD%	室内精度 RSD%	判定	
1	2-Acethylamino-5-Nitrothiazol	102.3	1.3	9.8	○	97.4	2.3	9.2	○	◎
2	Albendazole*	100.3	1.3	2.0	○	97.8	2.7	3.3	○	◎
3	Albendazole Metabolite*	105.9	5.3	5.3	○	107.7	6.3	6.3	○	◎
4	Azaperone*	108.3	2.7	3.5	○	103.9	4.4	4.4	○	◎
5	Altrenogest*	68.9	18.6	18.6	○	73.9	14.5	16.0	○	◎
6	Amprolium*	117.0	2.3	17.2	○	161.7	6.4	15.7	○	◎
7	Isoprothiolane*	94.3	2.8	3.6	○	100.2	4.8	5.4	○	◎
8	Isometamidium*									
9	Ivermectin*	102.8	2.4	7.3	○	93.2	5.4	6.4	○	◎
10	Ethopabate	100.5	2.2	4.5	○	101.8	3.0	4.2	○	◎
11	Eprinomectin B1a*	93.8	5.7	5.7	○	96.8	5.3	5.3	○	◎
12	Epoxiconazol*	96.8	1.8	5.2	○	85.7	46.6	46.6	○	◎
13	Emamectin B1a	93.1	3.7	3.7	○	95.5	2.2	2.8	○	◎
14	8,9Z-Emamectin B1a *	93.7	5.2	7.7	○	97.6	2.3	3.3	○	◎
15	Erythromycin*	96.8	1.8	2.7	○	95.7	4.8	5.8	○	◎
16	Enrofloxacin*	134.9	5.6	16.8	○	157.1	4.7	16.8	○	◎
17	Ciprofloxacin*	137.7	8.9	28.9	○	173.3	8.2	11.1	○	◎
18	Oxacillin*	91.5	4.9	7.1	○					
19	Oxabetrinil*	91.1	2.6	8.2	○	95.0	1.4	5.9	○	◎
20	Oxytetracycline*	41.6	8.2	8.2	○	72.6	4.1	10.1	○	◎
21	Chlorotetracycline*	46.9	9.3	10.3	○	71.1	18.4	32.4	○	◎
22	Tetracycline*	58.9	7.7	10.4	○	93.2	2.9	7.0	○	◎
23	Oxibendazole*	101.9	3.1	4.0	○	94.8	4.7	4.8	○	◎
24	Oxolinic Acid*	102.6	3.6	3.6	○	104.9	3.9	4.2	○	◎
25	Ofloxacin*	157.1	4.6	10.8	○	191.3	8.7	11.8	○	◎
26	Olaquinox*	30.5	29.6	42.9	○	39.8	71.9	71.9	○	◎
27	Orbifloxacin*	103.0	2.0	3.2	○	98.6	3.7	8.0	○	◎
28	Ormetoprim*	94.4	5.7	8.9	○	92.1	5.7	5.7	○	◎
29	Oleandomycin*	102.2	4.5	4.6	○	105.6	3.4	3.6	○	◎
30	Carazolol*	101.6	4.4	4.4	○	101.6	4.6	8.0	○	◎
31	Carprofen*	85.6	2.7	4.8	○	81.9	2.7	3.0	○	◎
32	Xylazine	102.3	5.1	7.4	○	96.3	4.1	8.7	○	◎
33	Cloxacillin*	102.6	4.3	7.5	○	98.5	5.9	12.1	○	◎
34	Cloquintcet Mexyl*	3.1	22.7	25.9	○	3.3	29.5	29.5	○	◎
35	Closantel*	95.8	4.0	4.0	○	98.3	6.6	6.8	○	◎
36	Clostebol*	88.8	3.4	7.4	○	93.6	4.1	4.1	○	◎
37	Clopidol*	98.6	2.6	4.6	○	98.2	7.5	7.5	○	◎
38	Clorslon	95.1	4.7	4.7	○	105.1	7.0	7.0	○	◎
39	Chlorhexidine*									
40	Chlormadinone*	91.8	4.8	4.8	○	94.3	6.0	7.4	○	◎
41	Ketoprofen*	94.7	2.4	3.0	○	93.2	3.8	4.6	○	◎
42	Trenbolone	90.1	3.7	6.6	○	93.2	4.9	7.0	○	◎
43	Melengestrol Acetate	93.2	4.4	4.4	○	98.7	7.0	7.0	○	◎
44	Sarafloxacin*	104.7	5.4	5.4	○	131.8	4.0	4.0	○	◎
45	Diaveridine*	102.8	3.2	9.2	○	104.7	7.1	11.6	○	◎
46	Diclazuril*	95.7	3.4	5.4	○	94.5	4.6	6.9	○	◎
47	Dicyclanil*	98.4	2.9	11.9	○	115.1	3.2	3.3	○	◎
48	Dinitlmide*	90.9	5.8	14.0	○					
49	Difloxacin*	105.9	2.5	5.5	○	121.6	4.8	8.0	○	◎
50	Josamycin*	63.6	5.3	7.0	○	54.6	7.8	7.8	○	◎
51	Cyromazin*	95.0	6.1	6.1	○	88.7	5.2	15.5	○	◎
52	Spiramycin*	123.6	9.9	16.3	○	120.2	18.0	29.8	○	◎
53	Neospiramycin*	97.4	10.9	18.7	○					
54	Sulfaethoxyipyridazine*	97.5	5.0	5.7	○	101.4	3.9	4.6	○	◎
55	Sulfaquinoxaline	98.2	2.6	3.5	○	101.0	2.4	2.8	○	◎
56	Sulfachlorpyridazine	96.4	3.4	6.4	○	99.9	6.8	8.4	○	◎
57	Sulfadiazine*	98.7	4.1	4.9	○	97.6	7.3	7.3	○	◎
58	Sulfadimidine	97.3	3.4	3.4	○	102.4	6.2	6.2	○	◎
59	Sulfadimethoxine	98.5	5.2	5.2	○	101.3	4.4	7.0	○	◎
60	Sulfacetamide	97.1	3.6	3.7	○	94.0	6.2	6.8	○	◎
61	Sulfathiazole	93.9	4.5	6.3	○	105.8	2.2	6.7	○	◎
62	Sulfadoxine	98.6	1.7	3.4	○	98.8	2.2	3.0	○	◎
63	Sulfatroxazole*	96.0	3.2	3.2	○	98.3	4.1	4.2	○	◎
64	Sulfanitran	96.3	4.2	5.2	○	111.7	5.5	5.8	○	◎
65	Sulfapyridine	98.0	4.4	4.4	○	91.7	6.9	16.4	○	◎
66	Sulfabromothiazine*	112.8	8.5	32.3	○	98.8	5.9	5.9	○	◎
67	Sulfabenzamide*	93.0	3.4	4.8	○	94.9	4.6	4.6	○	◎
68	Sulfamethoxazole	101.6	2.0	4.1	○	97.8	5.6	6.3	○	◎
69	Sulfamethoxyipyridazine	97.3	4.8	7.1	○	98.3	5.2	10.3	○	◎
70	Sulfamerazine	97.0	2.1	2.9	○	94.8	8.5	8.5	○	◎
71	Sulfamonomethoxine	101.1	4.7	8.5	○	91.5	6.0	16.2	○	◎
72	Sulfisozole*	98.6	3.5	4.3	○	105.1	7.7	9.0	○	◎
73	Zeranol	85.4	5.7	5.7	○	98.3	4.2	7.5	○	◎
74	Tylosin*	94.2	2.7	3.3	○	85.3	4.0	17.0	○	◎

表4 妥当性評価試験結果 (試料：豚肝臓)

No	Name	添加濃度：試料中 40 ng/g				添加濃度：試料中 10 ng/g				両濃度とも適合
		回収率 平均値 (%)	併行精度 RSD%	室内精度 RSD%	判定	回収率 平均値 (%)	併行精度 RSD%	室内精度 RSD%	判定	
75	Danofloxacin	171.1	5.4	22.8		226.2	7.2	8.4		
76	Thiabendazole	104.0	2.9	4.5	○	104.0	6.1	6.1	○	◎
77	5-Hydroxythiabendazole*	102.4	4.9	5.4	○	98.8	12.0	14.5	○	◎
78	Tiamulin	97.6	4.0	4.3	○	101.4	3.5	4.5	○	◎
79	Thiamphenicol	92.8	5.6	8.3	○	90.3	3.6	12.1	○	◎
80	Tilmicosin	130.1	10.3	14.0		130.0	7.1	14.5		
81	Dexamethasone	107.7	4.7	5.9	○	108.3	4.9	8.8	○	◎
82	Decoquinat*	95.1	1.8	2.2	○	96.5	2.4	2.4	○	◎
83	Temephos	95.3	3.1	4.5	○	95.0	4.0	4.4	○	◎
84	Doramectin*	110.1	4.6	5.4	○	103.6	8.0	8.0	○	◎
85	Triclabendazole*	94.4	23.3	35.2		87.3	16.0	27.8	○	
86	Triclabendazole Sulphone*	83.5	6.2	11.8	○	91.9	11.1	14.4	○	◎
87	Trichlorhon*	65.2	50.2	50.2						
88	Tribromsalan*	82.2	4.8	6.2	○	84.7	8.0	8.3	○	◎
89	Tripelennamine*	99.3	2.4	3.5	○	99.6	5.5	9.4	○	◎
90	Trimethoprim	102.0	2.5	12.2	○	96.4	2.3	18.5	○	◎
91	Toltrazuril*	95.6	2.9	10.2	○	99.8	9.4	10.5	○	◎
92	Tolfenamicacid*	89.3	3.4	4.3	○	94.7	5.9	8.3	○	◎
93	Nicarbazin*	97.3	2.2	3.3	○	97.4	3.1	5.7	○	◎
94	Nafcillin*	91.1	2.0	2.1	○	99.0	1.8	7.2	○	◎
95	Nalidixic Acid*	97.2	3.5	6.8	○	100.6	4.4	5.7	○	◎
96	Nitarson*									
97	Nitroxynil*									
98	Novobiocin*	92.0	5.0	5.0	○	86.8	7.0	7.0	○	◎
99	Norfloxacin*	116.3	4.4	10.7	○	173.1	10.0	11.3		
100	Halofuginone Lactate*									
101	Bithionol*	91.2	4.7	5.1	○	89.2	6.2	10.4	○	◎
102	Hydrocortisone	95.0	6.5	6.5	○	108.8	5.7	5.7	○	◎
103	Pyrantel*	82.7	4.8	13.0	○	88.8	5.9	11.7	○	◎
104	Pyrimethamine	99.6	2.9	3.6	○	91.8	5.3	7.3	○	◎
105	Famphur	94.4	3.1	3.1	○	97.3	7.0	7.0	○	◎
106	Fenitrothion*	85.7	9.2	12.6	○	81.5	28.2	38.5		
107	Phenoxyethylpenicillin*	95.9	4.9	8.4	○	94.9	5.7	8.3	○	◎
108	Fenobucarb	80.0	4.3	9.3	○	82.1	4.8	12.4	○	◎
109	Praziquantel*	101.1	2.9	5.8	○	103.7	2.7	5.7	○	◎
110	Flamprop Methyl*	102.4	2.0	8.2	○	101.6	4.8	9.4	○	◎
111	Prifinium*	95.5	2.5	3.6	○	95.3	5.3	7.9	○	◎
112	Flunixin*	98.8	2.7	4.6	○	94.2	3.7	5.2	○	◎
113	Flubendazol*	102.1	5.3	7.8	○	98.0	4.3	12.4	○	◎
114	Flumequine*	96.5	3.3	6.1	○	97.6	3.5	3.5	○	◎
115	Prednisolone	92.1	5.2	7.3	○	92.8	4.7	6.1	○	◎
116	Brotizolam*	102.2	2.7	3.3	○	107.0	5.3	5.3	○	◎
117	Propaquizafop*	5.8	27.8	35.7		6.6	27.8	37.0		
118	Propxur*	77.1	2.3	14.1	○	76.2	5.5	17.4	○	◎
119	Florfenicol	100.4	4.0	4.0	○	99.4	6.4	6.4	○	◎
120	Permethrin*	53.5	8.3	12.2		54.2	10.2	15.2		
121	Benzylpenicillin*	90.9	4.1	4.8	○	93.4	4.4	7.9	○	◎
122	Benzocaine*	79.1	5.3	10.1	○	74.5	5.3	7.7	○	◎
123	Boscalid*	97.6	2.9	2.9	○	100.4	3.9	5.0	○	◎
124	Mafoprozine*	102.3	3.3	5.5	○	100.8	6.8	6.8	○	◎
125	Marbofloxacin*	118.4	8.1	10.2	○	199.4	20.6	20.6		
126	Miloxacin*	79.0	1.7	2.3	○	78.2	2.3	3.1	○	◎
127	Methylprednisolone*	102.5	2.6	3.8	○	97.3	4.9	6.8	○	◎
128	Mefenpyr Diethyl*									
129	Mebendazol*	99.3	3.5	5.3	○	101.9	4.4	4.4	○	◎
130	Meloxicam*	93.6	2.6	6.4	○	94.4	3.7	7.0	○	◎
131	Menbutone*	95.3	1.8	5.1	○	99.5	5.3	14.0	○	◎
132	Moxidectin*	105.4	2.6	6.5	○	106.7	10.6	10.6	○	◎
133	Monensin	98.4	2.3	3.7	○	97.3	4.5	4.7	○	◎
134	Morantel*	95.5	3.8	4.2	○	96.4	4.0	4.9	○	◎
135	Lasalocid*	90.6	3.2	3.2	○	94.8	4.3	4.3	○	◎
136	Rifaximin*	91.5	3.5	5.4	○	97.0	3.4	4.0	○	◎
137	Lincomycin	99.4	3.5	18.3	○	101.3	5.8	11.3	○	◎
138	Revamisole*	87.9	5.3	7.4	○	93.0	4.0	5.6	○	◎
139	Robenidine*	82.2	4.7	14.4	○	98.8	2.9	3.3	○	◎
140	Warfarin*	95.5	1.8	2.5	○	98.8	2.1	2.3	○	◎
141	Glycyrrhizic Acid*									
142	Chloramphenicol*	98.4	4.8	4.8	○	98.4	6.9	7.6	○	◎
143	Chlorpromazine*	89.3	3.4	5.0	○	91.1	5.4	7.3	○	◎
144	Dimetrildazole*	86.0	2.1	7.9	○	80.6	3.5	6.1	○	◎
145	Nitrofurazone*									
146	Metoronidazole*	94.8	2.2	5.0	○	83.0	2.6	12.9	○	◎
147	Malachitegreen*	33.8	6.6	6.6		36.5	6.2	6.2		
148	Leucomalachitegreen*	80.8	6.1	8.5	○	80.6	3.5	5.4	○	◎

表 4 妥当性評価試験結果 (試料：豚肝臓)

No	Name	添加濃度：試料中 40 ng/g				添加濃度：試料中 10 ng/g				両濃度とも適合
		回収率 平均値 (%)	併行精度 RSD%	室内精度 RSD%	判定	回収率 平均値 (%)	併行精度 RSD%	室内精度 RSD%	判定	
149	Oxfendazole Sulfone*	86.4	3.6	18.8	○	92.4	3.2	12.4	○	◎
150	Oxfendazole*	101.0	2.2	4.6	○	98.7	3.8	3.8	○	◎
151	Febantel*	97.2	2.1	2.5	○	98.7	3.6	3.7	○	◎
152	Fenbendazole*	99.9	4.0	4.6	○	99.3	2.8	3.2	○	◎
153	Canthaxanthin*									
154	Pirlimycin*	49.8	8.1	8.1		45.8	8.9	16.7		
155	Ractopamine*	96.0	4.7	4.7	○	95.9	2.6	12.4	○	◎
合 計					126				121	116