

4) LC/MS/MSを用いた畜水産食品中の残留動物用医薬品迅速分析法の

検討（第4報） ―既存データの集積による妥当性評価―

濱田 寛尚* 吉元 秀和 村川 弘

はじめに

畜水産食品中に残留する動物用医薬品等の検査については、厚生労働省が示している「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」¹⁾（以下「ガイドライン」という。）により、当該検査に使用する試験法の妥当性を確認することが求められている。これまで²⁾に、当所で開発したLC/MS/MSによる残留動物用医薬品の一斉分析法（以下「LC/MS/MS法」という。）について、豚肉（筋肉）及びブリを試料に用い、ガイドラインに基づき、枝分かれ実験による妥当性評価試験を行い、当該試験法が畜水産食品中の残留動物用医薬品多成分一斉迅速分析法として有用であることを報告した。

また、ガイドラインでは、試験検査と併行して実施した5回以上の添加回収試験のデータを利用することも認めていることから、今回、鶏肉（筋肉）、マダイ、ウナギ試料について、既存の添加回収試験のデータを集積し、妥当性評価を行ったので、その結果を報告する。

実 験

1 試薬

混合標準液：表2の＊を付した各標準を秤量、メタノール又はアセトニトリル等に溶解し、100 mg/ℓ の混合標準原液を調製した。各混合標準原液と市販の動物用医薬品混合液PL-1-3, PL-2-1（和光純薬工業(株)製）を混合し、メタノールで200 μg/ℓ に調整した。検量線は前報²⁾のとおりとし、マトリックス一致検量線を用いた。

2 装置及び分析条件

前報²⁾のとおりと。

3 試験方法

1) 試料

鶏肉（筋肉）、マダイ、ウナギ試料をフードプロセッサで細切して試料とした。

2) 添加回収試験及び妥当性評価

試料10.0g に混合標準液（表2に示す動物用医薬品

155成分を含有する。）を40及び10 ng/g になるように添加し、LC/MS/MS 法により当該試料を分析した過去5回分の添加回収試験のデータを集積し、妥当性評価を行った。

なお、ガイドラインに基づき、室内精度が併行精度の目標値を下回る場合は、併行精度も目標値を満足するものとみなした。

結果及び考察

今回実施した妥当性評価試験の結果を表1～4（表3、4は表2と同成分）に示した。動物用医薬品155成分中、ガイドラインに示されている目標値のうち、真度が適合した成分数は、添加濃度40 ng/gでは、鶏肉（筋肉）試料で135成分、マダイ試料で139成分、ウナギ試料で133成分であった。また、添加濃度10 ng/gでは、鶏肉（筋肉）試料で136成分、マダイ試料で135成分、ウナギ試料で126成分であった。そのうち、室内精度も適合であった動物用医薬品成分は、添加濃度40 ng/gでは、鶏肉（筋肉）及びマダイ試料で122成分、ウナギ試料で110成分、添加濃度10 ng/gでは、鶏肉（筋肉）試料で127成分、マダイ試料で125成分、ウナギ試料で118成分であった。両添加濃度で真度及び室内精度の目標値を満足するものは、鶏肉（筋肉）試料で120成分、マダイ試料で116成分、ウナギ試料で102成分であった。

目標値に適合する動物用医薬品成分の真度の平均値は、両添加濃度とも94～97 %程度であり、両濃度間で真度に大きな差がある適合成分はほとんどなかった。しかしながら、不適合の動物用医薬品成分のうち、真度不適合の動物用医薬品成分数は、添加濃度40 ng/gでは、鶏肉（筋肉）試料で20成分、マダイ試料で16成分、ウナギ試料で22成分、添加濃度10 ng/gでは、鶏肉（筋肉）試料で19成分、マダイ試料で20成分、ウナギ試料で28成分であった。また、真度適合で精度不適合の動物用医薬品成分数は、添加濃度40 ng/gでは、鶏肉（筋肉）試料で13成分、マダイ試料で17成分、ウナギ試料で23成分、添加濃度10 ng/gでは、鶏肉（筋肉）試料で9成分、マダイ試料で10成分、ウナギ試料で9成分認められた。精度が不適合となった理由としては、試料マトリックスのイオン化阻害

* 現熊本県健康福祉部健康福祉政策課

表 1 妥当性評価試験の結果（全体）

試 料	添加量: 試料中 40ng/g				添加量: 試料中 10ng/g				両濃度とも適合
	真度適合成分数	真度適合精度適合成分数	真度不適合成分数	真度適合精度不適合成分数	真度適合成分数	真度適合精度適合成分数	真度不適合成分数	真度適合精度不適合成分数	
鶏 肉	135	122	20	13	136	127	19	9	120
マダイ	139	122	16	17	135	125	20	10	116
ウナギ	133	110	22	23	126	118	28	9	102

による定量値のばらつき等が推測され、さらに、高濃度の添加量の場合はガイドラインで要求される精度の目標値が低いため、両濃度における精度が同程度であっても高濃度の添加量の場合に不適合が多くなったこと、通常の試験検査における添加回収試験の集積データであるため、添加回収試験に用いる試料が毎回異なるものであること、などが考えられた。

また、今回の妥当性評価試験では、豚肉（筋肉）及びブリ試料を用いた場合と比較し、適合した動物用医薬品成分数は少なかった。この理由は先ほど述べたように、同一試料を用いた枝分かれ実験による妥当性評価と異なり、試料が同一でないことからバラつきが多かったものと考えられた。

しかしながら、枝分かれ実験により、すべての畜水産物試料に対しての妥当性評価試験を実施することは困難であるため、今回のように既存データを使用した妥当性評価は有効であると考えられる。今後も添加回収試験のデータを蓄積し、本法の妥当性評価を行っていくこととしている。

参考資料

- 1) 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.
- 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).

表2 妥当性評価試験結果(試料:鶏(筋肉))

試料: 鶏(筋肉)	Name	添加量: 試料中 40 ng/g			添加量: 試料中 10 ng/g			両濃度 とも適合
		回収率 平均(%)	室内精度 (%)	判定	回収率 平均(%)	室内精度 (%)	判定	
1	2-Acethylamino-5-Nitrothiazol	103.0	2.3	○	95.0	4.0	○	◎
2	Albendazole*	96.3	7.2	○	91.5	17.9	○	◎
3	Albendazole Metabolite*	96.9	10.9	○	99.7	5.4	○	◎
4	Azaperone*	98.1	7.5	○	102.4	14.1	○	◎
5	Altrenogest*	92.0	3.8	○	87.7	6.2	○	◎
6	Amprolium*	135.6	10.2		97.8	93.9		
7	Isoprothiolane*	89.9	4.0	○	90.2	5.1	○	◎
8	Isometamidium*	71.1	91.7		0.0	0.0		
9	Ivermectin*	91.7	2.3	○	90.2	12.7	○	◎
10	Ethopabate	98.3	1.5	○	97.7	1.7	○	◎
11	Eprinomectin B1a*	91.6	7.8	○	104.3	17.0	○	◎
12	Epoxiconazol*	94.3	1.0	○	95.1	3.5	○	◎
13	Emamectin B1a	92.3	2.0	○	92.9	3.4	○	◎
14	Emamectin B1a (8, 9Z)*	92.6	3.4	○	95.9	4.7	○	◎
15	Erythromycin*	96.1	7.4	○	98.4	3.2	○	◎
16	Enrofloxacin*	130.8	15.2		138.3	18.9		
17	Ciprofloxacin*	165.4	15.3		148.7	57.9		
18	Oxacillin*	84.7	17.0		92.0	36.3		
19	Oxabetrinil*	90.8	4.7	○	85.5	3.1	○	◎
20	Oxytetracycline*	80.0	4.9	○	110.1	8.1	○	◎
21	Chlorotetracycline*	84.7	9.4	○	103.9	10.6	○	◎
22	Tetracycline*	104.8	16.8		114.8	7.3	○	
23	Oxibendazole*	98.0	4.1	○	99.9	4.0	○	◎
24	Oxolinic Acid*	97.3	8.1	○	100.3	7.9	○	◎
25	Ofloxacin*	155.7	18.0		177.8	7.6		
26	Olaquinox*	78.1	21.4		81.6	18.1	○	
27	Orbifloxacin*	103.1	6.4	○	132.6	28.2		
28	Ormetoprim*	99.0	7.6	○	94.5	11.5	○	◎
29	Oleandomycin*	101.2	5.4	○	96.2	7.2	○	◎
30	Carazolo*	89.8	5.4	○	91.5	4.4	○	◎
31	Carprofen*	88.9	7.5	○	91.7	7.2	○	◎
32	Xylazine	88.3	9.9	○	90.6	11.6	○	◎
33	Cloxacillin*	89.8	43.7		88.5	27.3		
34	Cloquintcet Mexyl*	68.1	16.6		64.3	23.3		
35	Closantel*	86.2	6.9	○	83.4	12.4	○	◎
36	Clostebol*	95.6	1.2	○	91.3	9.6	○	◎
37	Clopidol*	97.8	6.1	○	103.4	5.0	○	◎
38	Clorslon	96.0	9.6	○	97.4	18.2	○	◎
39	Chlorhexidine*	52.4	94.8		67.6	148.7		
40	Chlormadinone*	94.6	5.3	○	99.0	3.9	○	◎
41	Ketoprofen*	87.7	14.9	○	90.9	11.5	○	◎
42	Trenbolone	92.2	11.3	○	86.7	10.4	○	◎
43	Melengestrol Acetate	92.2	7.6	○	91.3	4.1	○	◎
44	Sarafloxacin*	126.7	13.8		135.2	56.5		
45	Diaveridine*	90.9	11.9	○	94.6	16.1	○	◎
46	Diclazuril*	94.9	4.3	○	87.1	14.1	○	◎
47	Dicyclanil*	104.7	29.5		108.2	18.9	○	
48	Dinitlmide*	103.1	8.8	○	93.2	17.2	○	◎
49	Difloxacin*	105.7	2.8	○	115.4	14.2	○	◎
50	Josamycin*	84.8	10.3	○	83.8	13.6	○	◎
51	Cyromazin*	96.7	4.0	○	95.3	6.3	○	◎
52	Spiramycin*	94.1	41.4		93.1	87.1		
53	Neospiramycin*	117.2	19.0		132.6	87.1		
54	Sulfaethoxypyridazine*	96.0	2.5	○	97.1	5.3	○	◎
55	Sulfaquinoxaline	98.7	6.5	○	94.1	2.6	○	◎
56	Sulfachlorpyridazine	102.1	5.3	○	93.8	8.3	○	◎
57	Sulfadiazine*	96.8	8.3	○	99.6	9.5	○	◎

表2 妥当性評価試験結果(試料:鶏(筋肉))

試料: 鶏(筋肉)	Name	添加量: 試料中 40 ng/g			添加量: 試料中 10 ng/g			両濃度 とも適合
		回収率 平均(%)	室内精度 (%)	判定	回収率 平均(%)	室内精度 (%)	判定	
58	Sulfadimidine	94.2	10.5	○	101.9	10.2	○	◎
59	Sulfadimethoxine	99.0	5.0	○	102.1	3.8	○	◎
60	Sulfacetamide	103.2	4.5	○	99.2	5.3	○	◎
61	Sulfathiazole	101.1	5.8	○	98.6	6.3	○	◎
62	Sulfadoxine	99.5	2.4	○	99.3	5.1	○	◎
63	Sulfatroxazole*	97.2	4.5	○	98.7	5.2	○	◎
64	Sulfantran	97.5	7.5	○	96.2	15.3	○	◎
65	Sulfapyridine	96.8	12.8	○	90.7	14.5	○	◎
66	Sulfabromorethazine*	92.4	4.3	○	99.1	2.5	○	◎
67	Sulfabenzamide*	99.5	7.4	○	100.9	9.3	○	◎
68	Sulfamethoxazole	99.3	6.1	○	94.2	7.0	○	◎
69	Sulfamethoxypyridazine	101.6	4.8	○	97.4	5.3	○	◎
70	Sulfamerazine	97.7	8.8	○	88.2	12.4	○	◎
71	Sulfamonomethoxine	104.3	6.5	○	96.8	9.7	○	◎
72	Sulfisozole*	102.0	2.4	○	94.7	3.6	○	◎
73	Zeranol	91.9	5.9	○	86.7	7.3	○	◎
74	Tylosin*	71.1	24.1		82.4	25.1		
75	Danofloxacin	188.9	16.2		215.7	26.3		
76	Thiabendazole	96.1	3.8	○	91.3	8.5	○	◎
77	5-Hydroxy-Thiabendazole*	97.8	7.5	○	96.6	5.6	○	◎
78	Tiamulin	94.8	3.4	○	98.5	4.5	○	◎
79	Thiamphenicol	98.2	6.0	○	97.3	4.6	○	◎
80	Tilmicosin	120.8	10.4		118.6	12.5	○	
81	Dexamethasone	95.0	13.3	○	93.3	7.4	○	◎
82	Decoquinat*	79.6	4.0	○	80.5	2.6	○	◎
83	Temephos	80.5	7.5	○	82.9	6.5	○	◎
84	Doramectin*	93.0	5.0	○	94.8	16.1	○	◎
85	Triclabendazole*	96.0	6.0	○	94.2	9.7	○	◎
86	Triclabendazole Sulpohne*	97.5	11.3	○	102.2	13.4	○	◎
87	Trichlorhon*	95.1	6.5	○	99.4	8.3	○	◎
88	Tribromsalan*	85.0	15.9		82.8	9.0	○	
89	Tripelennamine*	100.4	10.1	○	97.9	8.1	○	◎
90	Trimethoprim	93.6	10.7	○	93.8	11.4	○	◎
91	Toltrazuril*	92.7	14.8	○	95.8	12.2	○	◎
92	Tolfenamicacid*	86.7	5.5	○	85.9	9.7	○	◎
93	Nicarbazin*	86.3	3.3	○	88.5	3.9	○	◎
94	Nafcillin*	96.1	9.7	○	104.2	10.6	○	◎
95	Nalidixic Acid*	94.8	2.6	○	100.8	7.1	○	◎
96	Nitarson*	55.2	91.3		50.3	91.9		
97	Nitroxylnil*	93.9	2.4	○	84.6	6.3	○	◎
98	Novobiocin*	91.0	6.5	○	88.9	18.5	○	◎
99	Norfloxacin*	158.1	11.6		81.0	137.0		
100	Halofuginone*	55.1	91.4		58.5	91.3		
101	Bithionol*	82.9	9.2	○	78.6	8.1	○	◎
102	Hydrocortisone	97.8	3.7	○	95.2	11.0	○	◎
103	Pyrantel-2*	76.8	12.7	○	90.0	10.6	○	◎
104	Pyrimethamine	89.0	4.9	○	93.0	8.1	○	◎
105	Famphur	93.5	4.2	○	93.4	4.7	○	◎
106	Fenitrothion*	75.9	12.5	○	80.0	14.8	○	◎
107	Phenoxymethylpenicillin*	92.7	5.8	○	97.6	24.0	○	◎
108	Fenobucarb	100.5	11.1	○	103.7	24.7	○	◎
109	Praziquantel*	93.1	7.5	○	90.6	9.3	○	◎
110	Flamprop Methyl*	93.2	0.6	○	91.9	1.9	○	◎
111	Prifinium*	94.3	4.0	○	98.9	4.4	○	◎
112	Flunixin*	96.7	3.3	○	92.7	3.4	○	◎
113	Flubendazol*	85.2	19.6		79.6	31.1		
114	Flumequine*	92.6	8.7	○	91.7	6.5	○	◎

表2 妥当性評価試験結果(試料:鶏(筋肉))

試料: 鶏(筋肉)	Name	添加量: 試料中 40 ng/g			添加量: 試料中 10 ng/g			両濃度 とも適合
		回収率 平均(%)	室内精度 (%)	判定	回収率 平均(%)	室内精度 (%)	判定	
115 Prednisolone		96.2	5.0	○	97.9	5.9	○	◎
116 Brotizolam*		93.7	3.5	○	93.7	5.9	○	◎
117 Propaquizafop*		66.7	30.0		64.6	36.6		
118 Propxur*		96.3	1.2	○	95.1	4.3	○	◎
119 Florfenicol		97.7	4.5	○	100.1	5.4	○	◎
120 Permethrin*		12.5	22.1		12.1	31.1		
121 Benzylpenicillin*		99.7	9.2	○	108.6	17.7	○	◎
122 Benzocaine*		94.8	4.5	○	96.8	6.1	○	◎
123 Boscalid*		95.0	3.6	○	92.2	3.1	○	◎
124 Mafoprazine*		95.0	1.6	○	93.9	1.7	○	◎
125 Marbofloxacin*		136.2	21.3		40.9	223.6		
126 Miloxacin*		91.9	12.8	○	94.8	9.5	○	◎
127 Methylprednisolone*		98.7	8.9	○	105.9	14.7	○	◎
128 Mefenpyr Diethyl*		85.4	2.9	○	82.8	3.5	○	◎
129 Mebendazol*		94.3	3.3	○	105.3	28.0		
130 Meloxicam*		91.8	14.5	○	89.3	17.1	○	◎
131 Menbutone*		91.1	15.5		84.2	14.0	○	
132 Moxidectin*		78.9	2.8	○	80.2	8.2	○	◎
133 Monensin		89.0	2.4	○	92.9	3.7	○	◎
134 Morantel*		91.7	7.5	○	97.2	15.5	○	◎
135 Lasalocid*		82.3	3.2	○	82.7	7.2	○	◎
136 Rifaximin*		107.9	14.9	○	109.7	10.6	○	◎
137 Lincomycin		96.5	8.1	○	93.1	8.1	○	◎
138 Revamisole*		96.5	5.5	○	100.2	9.3	○	◎
139 Robenidine*		69.1	11.6		71.1	19.2	○	
140 Warfarin*		95.7	3.5	○	95.9	4.0	○	◎
141 Glycyrrhizic Acid*		13.8	148.7		11.8	148.2		
142 Chloramphenicol*		92.5	6.0	○	92.2	13.0	○	◎
143 Chlorpromazine*		77.6	12.0	○	79.1	15.4	○	◎
144 Dimetrildazole*		103.0	9.2	○	101.0	13.8	○	◎
145 Nitrofurazone*		118.5	15.6		109.5	60.6		
146 Metorondazole*		102.3	7.0	○	99.8	5.3	○	◎
147 Malachitegreen*		24.7	29.8		26.7	29.4		
148 Leucomalachitegreen*		34.4	16.0		34.9	11.4		
149 Oxfendazole Sulfone*		94.5	2.9	○	94.3	3.4	○	◎
150 Oxfendazole*		93.4	3.0	○	94.0	4.3	○	◎
151 Febantel*		94.5	3.6	○	93.8	2.1	○	◎
152 Fenbendazole*		93.0	3.8	○	92.4	2.6	○	◎
153 Canthaxanthin*		5.0	120.1		0.0	0.0		
154 Pirlimycin*		83.5	6.4	○	85.1	8.9	○	◎
155 Ractopamine*		97.9	11.7	○	89.3	22.5	○	◎
合 計				122			127	120

表3 妥当性評価試験結果(試料:マダイ)

試料: マダイ	Name	添加量: 試料中 40 ng/g			添加量: 試料中 10 ng/g			両濃度 とも適合
		回収率 平均(%)	室内精度 (%)	判定	回収率 平均(%)	室内精度 (%)	判定	
1	2-Acethylamino-5-Nitrothiazol	109.6	9.5	○	102.1	11.4	○	◎
2	Albendazole*	97.3	6.1	○	95.6	9.3	○	◎
3	Albendazole Metabolite*	92.9	7.0	○	93.1	6.9	○	◎
4	Azaperone*	99.9	8.7	○	95.1	9.2	○	◎
5	Altrenogest*	88.2	7.3	○	88.2	8.8	○	◎
6	Amprolium*	124.2	11.6		100.0	60.4		
7	Isoprothiolane*	74.8	56.0		94.5	6.9	○	
8	Isometamidium*	106.4	63.3		80.2	178.8		
9	Ivermectin*	91.5	5.1	○	93.3	6.7	○	◎
10	Ethopabate	102.5	4.2	○	102.8	10.1	○	◎
11	Eprinomectin B1a*	92.9	9.1	○	96.7	18.2	○	◎
12	Epoxiconazol*	95.6	6.6	○	93.7	10.2	○	◎
13	Emamectin B1a	96.1	5.7	○	75.1	56.0		
14	Emamectin B1a (8, 9Z)*	92.0	5.5	○	92.7	1.9	○	◎
15	Erythromycin*	102.3	3.0	○	105.3	8.6	○	◎
16	Enrofloxacin*	130.1	8.0		173.7	22.1		
17	Ciprofloxacin*	150.3	12.9		153.2	59.1		
18	Oxacillin*	96.2	3.1	○	90.5	24.8	○	◎
19	Oxabetrinil*	90.6	6.7	○	90.6	13.6	○	◎
20	Oxytetracycline*	77.5	13.2	○	112.4	21.8	○	◎
21	Chlorotetracycline*	78.3	18.1		111.5	18.5	○	
22	Tetracycline*	92.2	15.7		135.3	23.4		
23	Oxibendazole*	99.9	7.4	○	95.3	9.5	○	◎
24	Oxolinic Acid*	88.2	15.4		100.5	6.5	○	
25	Ofloxacin*	138.7	17.4		126.8	60.1		
26	Olaquinox*	89.0	20.6		67.1	33.1		
27	Orbifloxacin*	98.5	6.5	○	117.7	16.0	○	◎
28	Ormetoprim*	94.9	3.2	○	92.0	6.1	○	◎
29	Oleandomycin*	103.4	4.2	○	99.7	10.4	○	◎
30	Carazolol*	94.0	7.7	○	97.5	9.5	○	◎
31	Carprofen*	88.6	2.8	○	94.9	5.0	○	◎
32	Xylazine	97.7	7.0	○	98.6	5.6	○	◎
33	Cloxacillin*	96.8	13.8	○	94.2	19.3	○	◎
34	Cloquintcet Mexyl*	48.7	30.0		46.4	35.9		
35	Closantel*	88.5	5.8	○	95.4	14.8	○	◎
36	Clotebol*	91.7	6.6	○	93.0	3.8	○	◎
37	Clopidol*	101.2	7.5	○	102.6	11.7	○	◎
38	Clorslon	98.3	10.9	○	110.2	24.1	○	◎
39	Chlorhexidine*	43.8	84.0		8.6	223.6		
40	Chlormadinone*	92.2	7.7	○	95.2	11.9	○	◎
41	Ketoprofen*	97.5	6.4	○	99.0	8.9	○	◎
42	Trenbolone	96.0	6.0	○	101.9	14.6	○	◎
43	Melengestrol Acetate	88.3	4.8	○	86.4	14.1	○	◎
44	Sarafloxacin*	115.2	14.7	○	127.9	58.1		
45	Diaveridine*	93.8	3.3	○	98.9	7.9	○	◎
46	Diclazuril*	93.7	8.8	○	83.8	8.4	○	◎
47	Dicyclanil*	96.5	13.2	○	94.5	13.0	○	◎
48	Dinitlmide*	108.1	10.6	○	93.0	15.7	○	◎
49	Difloxacin*	110.0	5.6	○	138.3	26.0		
50	Josamycin*	85.8	4.0	○	81.9	8.6	○	◎
51	Cyromazin*	99.6	2.3	○	96.2	13.9	○	◎
52	Spiramycin*	87.4	22.7		98.0	26.4		
53	Neospiramycin*	106.8	22.2		107.0	57.7		
54	Sulfaethoxypyridazine*	101.5	6.3	○	97.4	5.6	○	◎
55	Sulfaquinoxaline	97.3	3.3	○	93.2	4.9	○	◎
56	Sulfachlorpyridazine	107.7	3.2	○	102.7	16.6	○	◎
57	Sulfadiazine*	102.4	4.8	○	99.3	11.0	○	◎
58	Sulfadimidine	97.2	6.6	○	97.0	8.7	○	◎

表3 妥当性評価試験結果(試料:マダイ)

試料: マダイ	Name	添加量: 試料中 40 ng/g			添加量: 試料中 10 ng/g			両濃度 とも適合
		回収率 平均(%)	室内精度 (%)	判定	回収率 平均(%)	室内精度 (%)	判定	
59	Sulfadimethoxine	93.9	19.8		91.2	12.5	○	
60	Sulfacetamide	108.0	8.2	○	105.4	12.2	○	◎
61	Sulfathiazole	98.9	6.2	○	91.7	6.4	○	◎
62	Sulfadoxine	104.1	5.6	○	102.2	10.8	○	◎
63	Sulfatroxazole*	103.4	8.4	○	96.9	7.8	○	◎
64	Sulfantran	98.1	3.1	○	98.3	19.2	○	◎
65	Sulfapyridine	109.3	3.1	○	104.8	9.5	○	◎
66	Sulfabromorethazine*	96.2	12.4	○	93.3	17.2	○	◎
67	Sulfabenzamide*	101.4	18.1		98.1	8.4	○	
68	Sulfamethoxazole	100.0	3.3	○	102.6	6.6	○	◎
69	Sulfamethoxypyridazine	105.3	3.3	○	102.5	4.6	○	◎
70	Sulfamerazine	110.7	4.5	○	103.3	9.1	○	◎
71	Sulfamonomethoxine	111.4	9.8	○	100.9	18.2	○	◎
72	Sulfisozole*	100.7	7.0	○	98.9	12.4	○	◎
73	Zeranol	94.0	4.1	○	95.0	4.4	○	◎
74	Tylosin*	81.9	21.7		89.8	18.4	○	
75	Danofloxacin	154.9	9.4		152.0	57.2		
76	Thiabendazole	99.6	5.3	○	98.4	4.3	○	◎
77	5-Hydroxy-Thiabendazole*	107.6	10.5	○	98.8	17.5	○	◎
78	Tiamulin	96.6	2.9	○	94.2	2.7	○	◎
79	Thiamphenicol	103.5	3.3	○	102.1	7.1	○	◎
80	Tilmicosin	124.0	16.8		144.9	37.0		
81	Dexamethasone	94.1	6.7	○	89.6	4.3	○	◎
82	Decoquinat*	82.9	3.5	○	81.8	2.8	○	◎
83	Temephos	85.4	3.7	○	85.0	10.5	○	◎
84	Doramectin*	91.6	5.0	○	97.5	13.4	○	◎
85	Triclabendazole*	96.3	2.5	○	90.8	6.8	○	◎
86	Triclabendazole Sulphone*	93.4	9.2	○	75.1	19.1	○	◎
87	Trichlorhon*	101.7	19.3		52.4	104.0		
88	Tribromsalan*	80.2	3.4	○	89.1	19.9	○	◎
89	Tripelennamine*	102.4	7.1	○	112.2	5.0	○	◎
90	Trimethoprim	100.0	7.3	○	96.4	8.6	○	◎
91	Toltrazuril*	99.2	9.6	○	98.6	19.1	○	◎
92	Tolfenamicacid*	90.0	3.6	○	89.0	4.6	○	◎
93	Nicarbazin*	84.5	4.1	○	85.4	8.1	○	◎
94	Nafcillin*	96.5	7.4	○	107.6	15.4	○	◎
95	Nalidixic Acid*	96.5	9.5	○	96.3	9.8	○	◎
96	Nitarson*	37.8	137.3		34.8	136.9		
97	Nitroxylin*	94.2	6.4	○	92.7	11.8	○	◎
98	Novobiocin*	88.9	5.6	○	87.9	14.9	○	◎
99	Norfloxacin*	167.2	18.6		166.6	60.2		
100	Halofuginone*	90.5	7.1	○	87.4	58.2		
101	Bithionol*	81.0	7.8	○	79.4	11.3	○	◎
102	Hydrocortisone	92.2	7.2	○	102.5	11.2	○	◎
103	Pyrantel-2*	83.5	14.3	○	87.4	11.7	○	◎
104	Pyrimethamine	90.4	6.2	○	91.9	11.2	○	◎
105	Famphur	95.8	4.5	○	99.1	6.7	○	◎
106	Fenitrothion*	81.6	22.3		82.8	13.1	○	
107	Phenoxymethylpenicillin*	95.8	4.0	○	92.1	6.3	○	◎
108	Fenobucarb	98.3	13.5	○	100.1	18.5	○	◎
109	Praziquantel*	99.4	8.8	○	100.9	11.7	○	◎
110	Flamprop Methyl*	95.3	6.9	○	97.5	11.5	○	◎
111	Prifinium*	95.8	7.1	○	96.0	8.1	○	◎
112	Flunixin*	92.7	10.3	○	89.7	9.4	○	◎
113	Flubendazol*	96.6	2.6	○	93.6	6.1	○	◎
114	Flumequine*	95.6	3.9	○	98.4	17.1	○	◎
115	Prednisolone	95.6	6.4	○	94.8	5.4	○	◎
116	Brotizolam*	97.1	3.2	○	96.4	8.7	○	◎

表3 妥当性評価試験結果(試料:マダイ)

試料: マダイ	Name	添加量: 試料中 40 ng/g			添加量: 試料中 10 ng/g			両濃度 とも適合
		回収率 平均(%)	室内精度 (%)	判定	回収率 平均(%)	室内精度 (%)	判定	
117	Propaquizafop*	70.6	12.0	○	68.9	18.1		
118	Propxur*	90.2	9.7	○	91.2	16.3	○	◎
119	Florfenicol	99.4	10.9	○	97.7	13.3	○	◎
120	Permethrin*	14.3	21.4		14.0	32.3		
121	Benzylpenicillin*	97.6	3.7	○	113.0	8.4	○	◎
122	Benzocaine*	98.9	9.6	○	98.9	17.4	○	◎
123	Boscalid*	94.7	6.8	○	79.4	55.7		
124	Mafopezine*	94.5	6.1	○	94.7	9.9	○	◎
125	Marbofloxacin*	142.3	19.3		101.1	91.5		
126	Miloxacin*	91.5	19.5		93.4	27.2		
127	Methylprednisolone*	95.6	2.6	○	97.4	12.8	○	◎
128	Mefenpyr Diethyl*	76.7	13.5	○	74.2	14.1	○	◎
129	Mebendazol*	94.0	5.3	○	91.9	6.0	○	◎
130	Meloxicam*	96.8	5.8	○	99.6	7.5	○	◎
131	Menbutone*	94.8	2.5	○	94.8	8.8	○	◎
132	Moxidectin*	78.9	6.5	○	74.1	7.4	○	◎
133	Monensin	92.0	3.5	○	91.3	5.7	○	◎
134	Morantel*	90.0	16.4		94.4	14.8	○	
135	Lasalocid*	84.0	3.8	○	80.8	3.4	○	◎
136	Rifaximin*	119.9	12.0	○	119.0	9.9	○	◎
137	Lincomycin	92.2	1.9	○	96.3	3.8	○	◎
138	Revamisole*	94.4	3.5	○	100.0	5.9	○	◎
139	Robenidine*	87.7	18.3		85.8	15.7	○	
140	Warfarin*	98.7	6.7	○	98.0	8.7	○	◎
141	Glycyrrhizic Acid*	25.7	8.3		24.8	58.7		
142	Chloramphenicol*	92.3	6.3	○	98.6	8.3	○	◎
143	Chlorpromazine*	84.4	10.3	○	83.2	8.5	○	◎
144	Dimetrildazole*	98.6	7.2	○	102.7	9.9	○	◎
145	Nitrofurazone*	101.7	24.2		86.6	140.4		
146	Metronidazole*	102.8	11.0	○	105.6	13.4	○	◎
147	Malachitegreen*	18.9	23.8		17.0	23.7		
148	Leucomalachitegreen*	36.6	18.6		36.7	13.8		
149	Oxfendazole Sulfone*	91.5	5.3	○	90.1	4.6	○	◎
150	Oxfendazole*	99.0	6.1	○	101.9	2.6	○	◎
151	Febantel*	92.5	2.3	○	90.3	5.1	○	◎
152	Fenbendazole*	91.9	8.0	○	91.8	10.0	○	◎
153	Canthaxanthin*	3.6	157.3		0.0	0.0		
154	Pirlimycin*	74.9	14.5	○	79.5	13.6	○	◎
155	Ractopamine*	99.0	6.8	○	93.6	8.9	○	◎
合 計				122			125	116

表4 妥当性評価試験結果(試料:ウナギ)

試料: ウナギ	Name	添加量: 試料中 40 ng/g			添加量: 試料中 10 ng/g			両濃度 とも適合
		回収率 平均(%)	室内精度 (%)	判定	回収率 平均(%)	室内精度 (%)	判定	
1	2-Acethylamino-5-Nitrothiazol	99.8	4.0	○	95.2	4.3	○	◎
2	Albendazole*	96.3	2.8	○	93.5	4.8	○	◎
3	Albendazole Metabolite*	103.8	8.2	○	80.7	43.8		
4	Azaperone*	112.6	21.6		95.8	12.7	○	
5	Altrenogest*	85.1	6.4	○	85.1	9.2	○	◎
6	Amprolium*	140.6	27.6		81.2	136.9		
7	Isoprothiolane*	88.5	9.4	○	85.8	3.7	○	◎
8	Isometamidium*	100.4	22.9		67.2	92.4		
9	Ivermectin*	92.6	2.0	○	86.0	3.1	○	◎
10	Ethopabate	101.9	2.3	○	96.5	5.5	○	◎
11	Eprinomectin B1a*	103.1	2.6	○	101.1	10.7	○	◎
12	Epoxiconazol*	93.7	4.7	○	93.1	6.2	○	◎
13	Emamectin B1a	94.5	2.5	○	93.9	3.8	○	◎
14	Emamectin B1a (8, 9Z)*	92.2	4.0	○	90.5	3.3	○	◎
15	Erythromycin*	102.8	3.7	○	101.4	2.1	○	◎
16	Enrofloxacin*	118.2	10.2	○	135.2	23.8		
17	Ciprofloxacin*	140.8	29.3		127.5	70.4		
18	Oxacillin*	117.3	50.3		80.9	21.5	○	
19	Oxabetrinil*	88.7	3.1	○	86.7	10.3	○	◎
20	Oxytetracycline*	75.6	6.6	○	94.4	11.0	○	◎
21	Chlorotetracycline*	62.9	5.4		92.2	9.1	○	
22	Tetracycline*	93.3	31.1		107.6	6.8	○	
23	Oxibendazole*	99.1	3.6	○	97.1	6.3	○	◎
24	Oxolinic Acid*	96.8	9.7	○	101.4	8.7	○	◎
25	Ofloxacin*	136.0	43.0		201.1	33.3		
26	Olaquinox*	72.4	31.8		61.9	52.0		
27	Orbifloxacin*	117.2	23.8		120.4	15.5		
28	Ormetoprim*	107.9	10.9	○	87.6	14.9	○	◎
29	Oleandomycin*	101.0	5.6	○	81.0	53.0		
30	Carazolol*	103.2	14.8	○	89.2	6.9	○	◎
31	Carprofen*	86.7	5.1	○	68.1	58.0		
32	Xylazine	99.4	15.0		101.2	9.9	○	
33	Cloxacillin*	103.6	7.6	○	112.6	12.7	○	◎
34	Cloquintcet Mexyl*	40.2	47.6		35.5	45.8		
35	Closantel*	94.6	6.2	○	90.7	7.7	○	◎
36	Clotebol*	93.4	3.4	○	89.4	5.6	○	◎
37	Clopidol*	100.1	5.5	○	96.8	8.6	○	◎
38	Clorslon	102.0	6.4	○	97.0	13.1	○	◎
39	Chlorhexidine*	40.7	42.3		31.0	142.5		
40	Chlormadinone*	94.6	7.0	○	95.2	7.0	○	◎
41	Ketoprofen*	100.9	9.3	○	95.0	10.2	○	◎
42	Trenbolone	96.9	4.3	○	95.7	12.9	○	◎
43	Melengestrol Acetate	95.3	5.0	○	96.1	13.5	○	◎
44	Sarafloxacin*	126.5	30.0		136.9	31.1		
45	Diaveridine*	96.7	13.9	○	88.3	9.8	○	◎
46	Diclazuril*	96.2	3.6	○	99.7	9.4	○	◎
47	Dicyclanil*	98.2	16.0		100.9	12.5	○	
48	Dinitlmide*	101.9	5.8	○	92.8	21.0	○	◎
49	Difloxacin*	116.1	12.4	○	115.4	12.0	○	◎
50	Josamycin*	96.5	4.0	○	94.7	4.1	○	◎
51	Cyromazin*	95.6	6.4	○	96.0	3.2	○	◎
52	Spiramycin*	146.9	38.4		137.9	16.3		
53	Neospiramycin*	158.5	16.8		179.4	14.2		
54	Sulfaethoxypyridazine*	92.1	3.7	○	90.6	7.3	○	◎
55	Sulfaquinoxaline	96.6	2.6	○	93.5	3.8	○	◎
56	Sulfachlorpyridazine	102.3	6.2	○	92.2	7.3	○	◎
57	Sulfadiazine*	106.1	8.8	○	94.2	7.0	○	◎
58	Sulfadimidine	102.1	6.9	○	87.4	10.6	○	◎

表4 妥当性評価試験結果(試料:ウナギ)

試料: ウナギ	Name	添加量: 試料中 40 ng/g			添加量: 試料中 10 ng/g			両濃度 とも適合
		回収率 平均(%)	室内精度 (%)	判定	回収率 平均(%)	室内精度 (%)	判定	
59	Sulfadimethoxine	99.8	3.7	○	98.8	6.2	○	◎
60	Sulfacetamide	108.9	8.0	○	100.3	9.7	○	◎
61	Sulfathiazole	114.3	4.5	○	95.5	9.1	○	◎
62	Sulfadoxine	103.4	2.2	○	98.0	3.2	○	◎
63	Sulfatroxazole*	100.8	5.7	○	99.9	5.1	○	◎
64	Sulfantran	96.6	2.4	○	88.8	7.5	○	◎
65	Sulfapyridine	97.2	15.2		89.1	6.2	○	
66	Sulfabromorethazine*	99.9	6.1	○	95.2	3.8	○	◎
67	Sulfabenzamide*	100.2	5.1	○	98.7	6.3	○	◎
68	Sulfamethoxazole	104.0	8.9	○	98.3	8.2	○	◎
69	Sulfamethoxypyridazine	100.4	12.2	○	89.9	8.0	○	◎
70	Sulfamerazine	96.3	8.6	○	88.1	13.6	○	◎
71	Sulfamonomethoxine	112.5	16.2		94.0	9.4	○	
72	Sulfisozole*	100.2	4.9	○	94.8	7.9	○	◎
73	Zeranol	96.4	3.4	○	99.5	8.4	○	◎
74	Tylosin*	96.7	5.9	○	92.0	16.1	○	◎
75	Danofloxacin	163.9	41.3		170.5	61.9		
76	Thiabendazole	95.2	8.0	○	88.3	6.5	○	◎
77	5-Hydroxy-Thiabendazole*	94.4	34.9		69.1	25.7		
78	Tiamulin	98.0	4.8	○	93.7	3.5	○	◎
79	Thiamphenicol	102.2	4.6	○	102.5	2.0	○	◎
80	Tilmicosin	118.9	15.1		121.6	8.0		
81	Dexamethasone	102.1	1.4	○	92.6	7.8	○	◎
82	Decoquinat*	82.0	3.8	○	78.6	4.9	○	◎
83	Temephos	86.0	5.4	○	85.5	4.9	○	◎
84	Doramectin*	98.6	6.0	○	100.2	10.7	○	◎
85	Triclabendazole*	116.0	18.4		108.5	14.7	○	
86	Triclabendazole Sulphone*	99.5	7.6	○	86.6	19.1	○	◎
87	Trichlorhon*	113.8	13.5	○	111.6	24.9	○	◎
88	Tribromsalan*	77.9	14.7	○	82.5	18.8	○	◎
89	Tripelennamine*	91.8	30.8		78.8	17.3	○	
90	Trimethoprim	96.6	13.9	○	102.4	7.7	○	◎
91	Toltrazuril*	95.1	13.6	○	107.6	23.9	○	◎
92	Tolfenamicacid*	92.3	3.5	○	83.6	9.3	○	◎
93	Nicarbazin*	90.2	2.6	○	86.5	7.2	○	◎
94	Nafcillin*	99.0	5.4	○	103.1	19.2	○	◎
95	Nalidixic Acid*	96.0	4.7	○	93.1	2.1	○	◎
96	Nitarson*	38.1	137.5		37.2	137.9		
97	Nitroxynil*	96.5	3.4	○	88.7	7.3	○	◎
98	Novobiocin*	90.4	5.1	○	95.7	1.7	○	◎
99	Norfloxacin*	133.5	25.2		141.0	58.3		
100	Halofuginone*	60.0	91.4		59.1	93.0		
101	Bithionol*	81.6	3.4	○	81.2	7.1	○	◎
102	Hydrocortisone	89.2	8.0	○	81.4	23.0	○	◎
103	Pyrantel-2*	84.9	9.9	○	87.3	17.0	○	◎
104	Pyrimethamine	95.4	7.3	○	93.6	9.2	○	◎
105	Famphur	95.6	3.8	○	89.9	7.7	○	◎
106	Fenitrothion*	91.0	4.6	○	52.8	86.3		
107	Phenoxymethylpenicillin*	94.5	12.9	○	86.0	26.8		
108	Fenobucarb	106.3	19.2		92.5	6.5	○	
109	Praziquantel*	97.1	5.4	○	95.5	6.8	○	◎
110	Flamprop Methyl*	87.6	15.1		84.4	9.6	○	
111	Prifinium*	101.6	2.2	○	91.7	15.7	○	◎
112	Flunixin*	95.6	5.2	○	93.2	4.4	○	◎
113	Flubendazol*	106.6	19.6		117.1	39.3		
114	Flumequine*	102.0	4.4	○	97.2	7.7	○	◎
115	Prednisolone	96.9	4.1	○	96.8	5.5	○	◎
116	Brotizolam*	97.1	3.5	○	98.3	3.9	○	◎

表4 妥当性評価試験結果(試料:ウナギ)

試料: ウナギ	Name	添加量: 試料中 40 ng/g			添加量: 試料中 10 ng/g			両濃度 とも適合
		回収率 平均(%)	室内精度 (%)	判定	回収率 平均(%)	室内精度 (%)	判定	
117	Propaquizafop*	52.2	33.2		45.4	26.6		
118	Propxur*	96.7	3.3	○	95.8	5.6	○	◎
119	Florfenicol	100.7	6.0	○	101.3	7.3	○	◎
120	Permethrin*	11.4	16.1		10.6	23.6		
121	Benzylpenicillin*	93.8	25.9		121.2	28.3		
122	Benzocaine*	97.2	3.9	○	92.4	5.3	○	◎
123	Boscalid*	91.8	9.0	○	88.5	14.4	○	◎
124	Mafoxprazine*	108.3	10.1	○	98.3	4.9	○	◎
125	Marbofloxacin*	144.7	17.9		182.4	23.4		
126	Miloxacin*	74.1	17.8		76.9	7.5	○	
127	Methylprednisolone*	92.5	7.5	○	95.5	15.5	○	◎
128	Mefenpyr Diethyl*	53.2	34.6		51.0	29.8		
129	Mebendazol*	95.0	8.2	○	94.4	7.2	○	◎
130	Meloxicam*	88.9	4.2	○	91.2	6.8	○	◎
131	Menbutone*	103.1	12.9	○	102.5	26.7		
132	Moxidectin*	78.7	3.2	○	73.5	8.5	○	◎
133	Monensin	95.3	3.2	○	93.6	10.5	○	◎
134	Morantel*	101.1	18.8		96.5	14.2	○	
135	Lasalocid*	87.1	4.1	○	81.9	5.7	○	◎
136	Rifaximin*	107.9	16.7		106.2	18.4	○	
137	Lincomycin	97.0	7.6	○	96.9	1.1	○	◎
138	Revamisole*	108.0	3.5	○	100.3	7.2	○	◎
139	Robenidine*	75.9	7.6	○	70.5	21.8	○	◎
140	Warfarin*	92.9	10.3	○	89.4	5.0	○	◎
141	Glycyrrhizic Acid*	20.7	91.8		12.7	93.8		
142	Chloramphenicol*	95.1	5.9	○	97.0	12.1	○	◎
143	Chlorpromazine*	62.1	32.0		66.3	27.2		
144	Dimetrildazole*	94.0	8.6	○	93.8	6.1	○	◎
145	Nitrofurazone*	90.7	12.6	○	82.1	33.2		
146	Metronidazole*	97.2	10.8	○	110.1	15.7	○	◎
147	Malachitegreen*	22.6	6.8		21.4	7.9		
148	Leucomalachitegreen*	29.4	15.1		29.6	18.3		
149	Oxfendazole Sulfone*	94.5	2.7	○	92.8	3.5	○	◎
150	Oxfendazole*	99.6	3.4	○	96.7	3.2	○	◎
151	Febantel*	96.4	3.8	○	93.7	3.2	○	◎
152	Fenbendazole*	91.7	4.8	○	85.0	7.5	○	◎
153	Canthaxanthin*	1.5	137.0		0.0	0.0		
154	Pirlimycin*	100.5	22.1		91.1	8.3	○	
155	Ractopamine*	105.1	26.7		97.3	38.2		
合 計				110			118	102