

【資 料】

厚生労働省ガイドラインによる残留動物用医薬品一斉試験法の妥当性評価（第2報）

Validity Evaluation of Simultaneous Method of Residual Veterinary Drugs by Guideline of The Ministry of Health, Labor and Welfare (II)

浦山豊弘, 肥塚加奈江, 赤木正章, 山本 淳 (衛生化学科)

Toyohiro Urayama, Kanae Koeduka, Masaaki Akaki, Jun Yamamoto
(Department of Food and Drug Chemical Research)

要 旨

既報においてサルファ剤を主とする動物用医薬品21種についてLC/MS/MSを用いた一斉分析法を検討し、その妥当性について厚生労働省ガイドラインに基づき評価を実施した。今回、既報と同じ分析法を用い、対象物質追加の検討を行ったので、その概要を報告する。

[キーワード：動物用医薬品, 妥当性評価, LC/MS/MS法]

[Key words : Veterinary Drugs, Validity Evaluation, LC/MS/MS]

1 はじめに

動物用医薬品は、家禽等を病気や寄生虫から守るために用いられているが、その食品への残留基準については、食品衛生法で設定されているが、個別の基準が設定されていないものについては、平成18年5月29日付けのポジティブリスト施行以降0.01ppmの一律基準を超えて残留してはならないとされている。

このような経緯や食への安全・安心に対する県民の意識高まりを踏まえ、残留動物用医薬品の検査を平成22年度から実施している。

動物用医薬品の分析法としては、厚生労働省からLC/MS/MSを用いる一斉分析法¹⁾が示されているが、同分析法は水系溶媒であるメタリン酸を多く用いて抽出を行った後、これを濃縮する作業があるなど煩雑で時間がかかる難

点があった。そのため、既報²⁾において、文献を参考に有機溶媒と二種類の固相カラムを用いることにより簡単かつ確実にクリーンアップを行える一斉分析法を開発した。

今回、22物質を追加候補として既報と同じ分析法により分析し、厚生労働省通知のガイドライン³⁾（以下「妥当性ガイドライン」という。）に基づき妥当性評価を実施した。

2 実験方法

2.1 検討対象物質

和光純薬製動物用医薬品混合標準液PL-1-3に含まれている21物質及び22年度に国が実施した輸入食品監視指導結果で違反のあった項目の1つであるラサロシドの計22項目について検討を行った。（表1）

表1 検討対象物質

既報の対象物質	エトパベート、オルメトプリム、酢酸メレンゲステロール、スルファキノキサリン、スルファクロルピリダジン、スルファジアジン、スルファジミジン、スルファジメトキシシン、スルファチアゾール、スルファドキシシン、スルファニトラン、スルファピリジン、スルファメトキサゾール、スルファメトキシピリダジン、スルファメラジン、スルファモノメトキシシン、ゼラノール、チアベンダゾール、チアンフェニコール、トリメトプリム、レバミゾール	
追加検討物質	殺虫剤	アレスリン、エマメクチンB1a、テムホス、トリクロルホン、ファミフル、フェノブカルブ
	抗生物質	チアムリン、チルミコシン、モネンシン、ラサロシド、リンコマイシン
	合成抗菌剤	スルファセタミド、ダノフロキサシン、ピリメタミン、フロルフェニコール
	ステロイド系消炎剤	デキサメタゾン、ヒドロコルチゾン、プレドニゾン
	寄生虫駆除剤	2-アセチルアミノ-5-ニトロチアゾール、クロルスロン
	鎮静剤	キシラジン
	成長促進剤	クレンプテロール

2.2 試料

妥当性ガイドラインによる妥当性評価には、肉類、魚類、その他の魚介類の代表として、市販の鶏肉（もも）、さけ及びイカを用いた。

また、添加回収試験は、今回の妥当性評価未実施の豚肉、えび、かに、たこ、アカニシ貝及びカラフトシシャモに対して行った。

2.3 試薬

- 1) 動物用医薬品混合標準液PL-2-1（各20 µg/mlメタノール溶液）：和光純薬工業社製
- 2) 動物用医薬品混合標準液PL-1-3（各20 µg/mlメタノール溶液）：和光純薬工業社製
- 3) ラサロシッドA ナトリウム塩（100 ppm）：Dr.Ehrenstorfer社製
- 4) 超純水：ELGA社製超純水製造装置PURELAB flexで精製
- 5) 酢酸、アセトニトリル：LC/MS用

2.4 装置及び測定条件

1) LC

HPLC：島津製 LC-20A 高圧グラジエントシステム
 カラム：Waters社製 XTerra MS C18 3.5 µm (2.1mm I.D.x15cm)
 カラム温度：40℃

移動相：A液（0.1%酢酸水溶液）とB液（0.1%酢酸アセトニトリル）

グラジエント条件：A/B=99/1（0min）→20/80（35min）→2/98（40-45min）→99/1（50-60min）

移動相流量：0.2mL/min

試料注入量：5 µL

保持時間：表2に示した

2) MS/MS

MS：Applied Biosystems製 API3200 QTrap

インターフェース：Turbo V source

測定法：MS/MSモード

条件1（ポジティブイオン化）—

イオン化モード：ESI positive mode

イオン源温度：600℃

イオン化電圧：5500V

測定イオン（precursor ion/product ion）：表2に示した

条件2（ネガティブイオン化）—

イオン化モード：ESI negative mode

イオン源温度：500℃

イオン化電圧：-4500V

測定イオン（precursor ion/product ion）：表2に示した

表2 保持時間及び測定イオン(追加検討物質)

化合物名	イオン化モード	保持時間 (min)	測定イオン		dwell time (ms)
			定量 (amu)	定性 (amu)	
2-アセチルアミノ-5-クロロアゾール	Neg	14.3	185.9/138.9	185.9/95.9	20
アレスリン	Pos	34.6	303.3/135.2	303.3/91.0	30
キシラジン	Pos	11.0	221.1/90.1	221.1/164.1	20
クレンブテロール	Pos	11.3	277.2/203.2	277.2/132.1	50
クロルスロン	Neg	16.3	379.8/343.9	379.8/342.0	100
スルファセタミド	Pos	7.48	215.1/156.2	215.1/92.0	30
チアムリン	Pos	17.9	494.3/192.1	494.3/119.2	20
チルミコシン	Pos	14.6	435.5/88.1	435.5/174.1	50
デキサメタゾン	Pos	19.9	393.4/147.0	393.4/91.1	50
テメホス	Pos	35.2	467.1/125.0	467.1/418.9	30
トリクロルホン	Pos	12.4	257.0/109.1	257.0/127.1	50
ヒドロコルチゾン	Pos	17.9	363.4/121.2	363.4/91.2	50
ピリメタミン	Pos	13.4	249.1/177.2	249.1/198.2	20
ファミフル	Pos	25.0	326.2/93.1	326.2/217.2	20
フェノバルブ	Pos	24.7	208.2/95.1	208.2/152.1	20
プレドニゾン	Pos	17.8	361.3/343.2	361.3/147.4	30
	Neg	17.8	359.2/329.3	359.2/295.2	100
フロルフェニコール	Neg	14.4	356.0/185.0	356.0/336.0	20
ラサロシッド	Neg	40.8	589.5/235.1	589.5/121.0	30
リンコマイシン	Pos	8.50	407.4/126.3	407.4/82.0	20

(precursor ion/product ion)

表3 イオン化温度とピーク面積

	350℃	400℃	500℃	600℃
アレスリン	107	119	100	87.7
キシラジン	82.0	84.4	100	111
クレンブテロール	77.9	87.0	100	124
スルファセタミド	99.1	98.0	100	103
チアムリン	77.0	85.0	100	107
チルミコシン	105	98.2	100	109
デキサメタゾン	88.1	99.1	100	97.5
テメホス	33.5	44.9	100	142
トリクロルホン	100	101	100	114
ヒドロコルチゾン	79.1	88.0	100	110
ピリメタミン	89.3	93.9	100	121
ファミール	97.2	101	100	106
フェノブカルブ	118	108	100	99.4
プレドニゾン	96.4	100	100	113
リンコマイシン	83.5	89.9	100	112
平均	88.9	93.2	100	110

(500℃でのピーク面積を100とした値)

2.5 前処理操作

大月らの操作²⁾に基づき試験溶液を調製したが、濃縮過程において泡立ちにより試料をロスすることが懸念されたので、最終液量を2mlに変更した。

2.6 検量線

検量線は、2.3の1)～3)を等濃度になるよう混合した後、10%アセトニトリル水溶液を用いて順次希釈し、0.001, 0.002, 0.005, 0.01, 0.02, 0.05, 0.1, 0.2 μ g/mLの混合標準液を調製し、ピーク面積法により検量線を作成した。

3 結果及び考察

3.1 条件の最適化の結果

検討項目のうち、エマメクチンB1a, ダノフロキサシン及びモネンシンの3物質は、質量分析計の最適化をすることができなかつたため、測定対象から外すこととした。

3.2 測定回数とtimeの調整

今回の検討でポジティブイオン化で測定するものは36物質であり、dwell timeを全て20msとすればポジティブイオン化での測定を1回とすることも可能と考えられたが、感度の悪い物質ではdwell timeを長くする必要があり、ポジティブ2回、ネガティブ1回の計3回の測定とした。dwell timeは感度に応じて20ms～50ms(ネガティブイオン化では物質数が少ないため20～100ms)で設定した。(表2参照)

3.3 新規追加物質のイオン化温度の検討

ESIのイオン化温度を350℃, 400℃, 500℃, 600℃と変更し比較したところ(表3), イオン化温度が高いほどピーク面積が大きくなる物質が多かつたため、既報と同じ600℃とした。

3.4 妥当性評価試験

添加量は試料1gに対し定量限界(一律基準濃度)である0.01 μ g添加の低濃度と、高濃度として0.1 μ g添加の2種類で実施した。

妥当性評価試験の結果は表4のとおりで、その概要は次のとおりであった。

- 1) 2-アセチルアミノ-5-ニトロチアゾール, スルファセタミド, チアムリン, ヒドロコルチゾン, ピリメタミン, ファミール, フェノブカルブ及びフロルフェニコールの8物質は、真度(回収率), 平行精度, 室内精度のいずれも妥当性ガイドラインの目標値を満たしていた。
- 2) リンコマイシンは、鶏肉及びさけへの低濃度添加試料(0.01 μ g添加)で真度(回収率)が目標よりやや低めのそれぞれ68.7%, 67.4%であったが、平行精度及び室内精度は妥当性ガイドラインの目標値を満たしており、できるだけ多くの項目を一斉分析できるよう、モニタリング対象項目に加えることとした。
- 3) アレスリンは、鶏肉の低濃度添加試料(0.01 μ g添加)において夾雑物質のピークが重なって定量不能となり、選択性の目標を満たさなかつた。
- 4) クロルスロン及びラサロシドは、不規則に回収率が変動する傾向にあり、目標値を満たさなかつた。
- 5) クレンブテロール, デキサメタゾン及びプレドニゾロンは、基準値が低いか不検出であり、0.01ppmでは下限値として十分でない項目である。
- 6) キシラジン及びトリクロルホンは、多くの検体で回収率が10%未満となり、検討した方法では十分に回収できないものと判断された。(表4には未掲載)
- 7) チルミコシン及びテメホスは、検量線が直線にならず定量性に問題があつた。(表4には未掲載)

3.5 添加回収試験

添加回収試験(n=1)の結果を表5に示した。豚肉, えび, アカニシ貝及びカラフトシシャモは、試料1gに対し0.1 μ g添加と0.01 μ g添加の2濃度で実施, かに及びたこは0.1 μ g添加のみを行った。

ピリメタミンは、3.4では妥当性ガイドラインの目標値を

表4 妥当性評価試験結果

	添加量	鶏肉(もも)			さけ			イカ			
		回収率 (真度) (%)	併行 精度 (RSD%)	室内 精度 (RSD%)	回収率 (真度) (%)	併行 精度 (RSD%)	室内 精度 (RSD%)	回収率 (真度) (%)	併行 精度 (RSD%)	室内 精度 (RSD%)	
目標値	0.1 μg	70~120	15 >	20 >	70~120	15 >	20 >	70~120	15 >	20 >	
	0.01 μg	70~120	25 >	30 >	70~120	25 >	30 >	70~120	25 >	30 >	
2-アセチルアミノ-5-ニコチアゾール	0.1 μg	89.6	7.5	5.4	88.8	3.5	3.9	80.9	4.7	12.6	
	0.01 μg	87.2	9.2	15.1	90.2	15.0	5.1	76.9	7.4	7.6	
アレスリン	0.1 μg	85.8	6.7	19.1	99.9	4.4	3.6	84.0	5.9	5.1	
	0.01 μg	—	—	—	81.8	13.3	46.0	91.0	6.7	17.2	
クレンブテロール	0.1 μg	81.3	8.5	19.2	91.9	3.5	4.5	86.9	3.9	9.1	
	0.01 μg	63.4	11.5	27.6	71.9	8.3	7.7	76.9	9.4	7.0	
クロルスロン	0.1 μg	74.5	10.4	39.0	91.3	2.2	3.6	83.1	4.1	8.3	
	0.01 μg	77.5	29.0	46.1	104.1	15.8	10.7	87.0	8.1	15.1	
スルファセタミド	0.1 μg	101.6	7.0	14.8	107.4	3.1	1.0	92.0	6.2	5.9	
	0.01 μg	81.9	13.8	24.5	97.9	7.0	11.7	75.1	16.1	14.1	
チアムリン	0.1 μg	90.4	7.2	18.2	97.8	6.2	8.9	91.2	9.2	16.3	
	0.01 μg	82.0	9.6	28.7	98.2	10.9	15.7	92.4	9.8	21.8	
デキサメタゾン	0.1 μg	98.1	8.5	19.4	108.5	7.8	6.4	100.0	9.8	8.8	
	0.01 μg	99.7	28.3	28.4	110.8	10.2	18.4	90.3	6.0	17.0	
ヒドロコルチゾン	0.1 μg	94.1	7.7	17.6	107.4	3.6	5.1	93.2	5.2	9.0	
	0.01 μg	102.1	13.2	22.6	107.5	10.4	17.8	79.9	10.3	18.0	
ピリメタミン	0.1 μg	88.0	7.7	17.0	96.5	3.8	2.7	91.7	4.8	11.3	
	0.01 μg	73.0	4.8	27.9	70.8	8.3	6.8	75.4	5.0	21.7	
ファムフル	0.1 μg	93.1	5.4	16.0	106.7	3.3	6.4	94.6	6.5	3.1	
	0.01 μg	93.5	8.4	19.5	111.3	14.0	24.3	83.3	8.3	5.5	
フェノプロカルブ	0.1 μg	89.4	3.4	20.0	103.5	2.2	4.0	92.9	4.5	8.9	
	0.01 μg	93.0	7.3	11.8	85.6	14.5	11.9	90.6	9.2	10.9	
プレドニゾン	Pos	0.1 μg	99.2	4.9	17.0	109.2	3.8	1.9	97.0	8.7	9.6
		0.01 μg	83.9	14.9	28.7	94.8	9.6	16.0	84.2	12.2	10.3
	Neg	0.1 μg	87.7	7.6	7.2	92.8	7.4	5.5	85.3	4.0	10.0
		0.01 μg	88.8	15.2	14.7	96.6	17.8	5.9	88.9	7.8	11.6
フロルフェニコール	0.1 μg	105.9	6.5	7.5	103.7	5.2	11.3	98.2	8.9	14.9	
	0.01 μg	112.6	14.6	7.5	113.0	9.9	14.8	83.2	14.3	12.0	
ラサロシド	0.1 μg	82.1	19.8	46.7	57.9	6.4	35.2	68.6	6.0	7.2	
	0.01 μg	77.5	3.8	62.7	47.0	11.0	41.3	68.7	5.8	14.7	
リンコマイシン	0.1 μg	80.4	10.0	14.5	85.3	7.1	15.0	88.4	3.6	11.0	
	0.01 μg	68.7	4.2	16.1	67.4	6.1	23.8	80.1	7.2	8.8	

網掛け部は、ガイドラインの目標値を満足していない。ヒドロコルチゾンの下線部は、添加元の検体の含有量(さけ: 0.002 μg/g)を減じた値。

満たしていたが、豚肉への0.01 μ g添加試料で回収率38%となったため、今回は対象項目への追加を見送った。

3.6 既報の対象物質の確認

既報において豚肉、えび及びさけを用いて妥当性評価済である21物質について、最終液量を1mlから2mlに変更したため選択性と真度の確認が必要になったことから、今回の追加対象項目と併せて鶏肉（もも）、さけ、イカを用いて妥当性評価を実施した。

結果を表6に示す。レバミゾール、オルメトプリム、スルファジアジン及びトリメトプリムについては、妥当性ガイドラインの目標値を満たさなかった。なお、レバミゾールでは、同位体標準物質（サロゲート）を用いた場合でも満たす必要のある回収率40%も満たさない検体が複数あり、表7に示すとおり回収率が低い検体は添加から測定までの日数が長いほど多い傾向にあったので、分解性によるものと考えられた。

既報においては、妥当性ガイドラインの目標値を満たさなかった項目もサロゲートの使用により妥当な分析法と判断されているが、今回はサロゲートを使用しなくても目標値を満たす項目に限定することとし、23年度の報告項目から4項目を外した。

4 まとめ

既報のLC/MS/MSを用いた動物用医薬品21種の一斉分

析法を用い、同じ分析法で分析可能な動物用医薬品の追加を検討した。厚生労働省ガイドラインに基づき妥当性評価を実施し分析法の妥当性を確認したところ、8項目が追加可能と判断されたが、既報の項目のうち4項目を対象から外したため、25項目の一斉分析法となった。

今後も、一斉分析できる動物用医薬品の検査項目を増加させるため、クリーンアップ法等の前処理法を見直したり、新たな物質の同時分析を検討する予定である。

文 献

- 1) 厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知：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、食安発第0124001号、平成17年1月24日、2005
- 2) 大月史彦、肥塚加奈江、前田大輔、山本 淳：厚生労働省ガイドラインによる残留動物用医薬品一斉試験法の妥当性評価、岡山県環境保健センター年報、35、109-113、2011
- 3) 厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知：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、食安発第1115001号、平成19年11月15日、2007

表5 添加回収試験結果（回収率%）（n=1）

添加量(試料1gに対し)	0.1 μ g						0.01 μ g				
	えび	かに	たこ	豚肉	アカニシ貝	カラフトシヤモ	えび	豚肉	アカニシ貝	カラフトシヤモ	
2-アセチルアミノ-5-ニトロアゾール	89	89	83	89	90	69	102	105	98	117	
アレスリン	63	78	74	79	64	95	59	64	63	108	
クレンプテロール	54	89	76	66	86	79	77	53	92	79	
クロルスロン	83	83	82	90	91	86	71	84	103	56	
スルファセタミド	105	92	86	69	64	88	84	110	82	60	
チアムリン	63	93	77	67	81	110	75	58	85	135	
デキサメタゾン	77	93	95	87	85	108	100	132	152	151	
ヒドロコルチゾン	102	90	79	74	96	82	134	97	96	53	
ピリメタミン	58	85	69	64	79	92	68	38	80	70	
ファムフル	94	92	86	85	87	88	83	71	120	117	
フェノプカルブ	83	91	83	83	84	88	110	93	107	79	
ブレドニゾン	Pos	82	92	85	81	98	94	100	62	110	81
	Neg	95	106	95	90	88	88	125	77	96	66
フロルフェニコール	92	102	96	92	94	120	121	83	92	93	
ラサロシド	80	67	70	74	41	47	53	75	4	34	
リンコマイシン	70	93	71	59	94	72	79	58	94	59	

※ヒドロコルチゾンの下線部は、添加元の検体の含有量（豚肉：0.012 μ g/g、カラフトシヤモ：0.031 μ g/g）を減じた値。

表6 既報の物質の妥当性評価試験結果

	添加量	鶏肉(もも)			さけ			イカ			
		回収率(真度)(%)	併行精度(RSD%)	室内精度(RSD%)	回収率(真度)(%)	併行精度(RSD%)	室内精度(RSD%)	回収率(真度)(%)	併行精度(RSD%)	室内精度(RSD%)	
目標値	0.1 μg	70~120	15 >	20 >	70~120	15 >	20 >	70~120	15 >	20 >	
	0.01 μg	70~120	25 >	30 >	70~120	25 >	30 >	70~120	25 >	30 >	
エトパベート	0.1 μg	95.3	3.7	2.6	98.5	1.8	1.3	90.6	5.1	6.9	
	0.01 μg	99.2	2.8	12.6	96.1	4.7	7.5	99.3	6.9	11.2	
オルメプリム	0.1 μg	81.9	7.1	16.5	81.8	4.3	8.7	91.7	5.7	6.9	
	0.01 μg	58.3	14.0	11.0	69.8	12.2	9.7	96.5	10.1	11.1	
酢酸トレンボロン(*)	α-トレンボロン	0.1 μg	86.9	3.8	15.1	92.2	3.4	9.4	87.6	3.4	8.6
		0.01 μg	91.0	29.6	22.2	98.3	10.0	29.5	93.5	24.8	20.8
	β-トレンボロン	0.1 μg	85.6	9.1	9.5	88.1	2.0	7.9	91.7	6.6	4.7
		0.01 μg	77.8	19.6	11.2	81.9	17.0	16.8	75.8	22.9	50.8
酢酸メレンゲステロール	0.1 μg	83.1	4.6	7.1	88.1	4.9	3.6	83.0	4.4	5.3	
	0.01 μg	77.1	14.7	18.3	86.4	6.0	8.0	89.1	3.2	9.4	
スルファキノキサリン	0.1 μg	90.3	3.4	7.3	90.9	2.0	6.2	84.3	2.5	3.3	
	0.01 μg	98.4	7.0	21.5	104.9	4.3	20.8	90.3	12.8	10.5	
スルファクロルピリダジン	0.1 μg	89.5	4.9	7.2	94.4	4.8	1.9	86.8	4.3	7.7	
	0.01 μg	90.6	10.1	4.3	90.3	4.1	4.4	94.2	4.1	8.2	
スルファジアジン	0.1 μg	80.6	7.0	4.1	85.2	3.0	4.7	80.0	4.7	9.3	
	0.01 μg	65.5	9.9	6.7	84.1	3.5	10.7	79.3	14.8	13.6	
スルファジミジン	0.1 μg	86.6	3.6	7.2	93.8	2.0	3.7	89.9	5.7	6.5	
	0.01 μg	79.0	9.5	8.2	97.7	5.7	6.5	102.9	3.4	5.2	
スルファジメトキシ	0.1 μg	97.7	5.3	5.2	100.4	3.4	3.8	94.2	2.5	4.7	
	0.01 μg	94.8	5.8	12.3	100.4	4.3	8.0	96.5	8.2	4.9	
スルファチアゾール	0.1 μg	85.5	5.5	6.7	91.4	4.3	5.3	90.0	4.9	2.5	
	0.01 μg	76.9	7.3	12.8	91.9	6.2	8.3	96.5	4.2	9.8	
スルファドキシ	0.1 μg	90.1	3.7	7.4	93.2	1.9	2.9	91.1	3.4	4.4	
	0.01 μg	86.5	8.1	12.1	99.3	3.7	6.5	98.1	3.8	5.2	
スルファニトラン	0.1 μg	95.9	5.9	9.2	90.9	4.6	4.2	95.3	2.9	6.3	
	0.01 μg	109.3	21.7	19.6	90.6	10.2	14.5	97.9	18.2	8.5	
スルファピリジン	0.1 μg	84.0	2.6	6.3	88.8	5.4	2.3	92.4	4.4	3.9	
	0.01 μg	79.4	10.0	6.9	98.1	6.7	11.9	94.1	5.2	6.7	
スルファメキサゾール	0.1 μg	90.9	3.8	7.9	92.1	2.1	4.0	91.3	7.5	7.6	
	0.01 μg	87.2	6.6	3.7	88.1	5.0	7.1	82.4	5.8	14.5	
スルファメキシピリダジン	0.1 μg	89.7	1.9	6.7	93.1	1.3	5.0	88.5	6.8	2.3	
	0.01 μg	89.0	5.8	10.8	95.2	9.5	7.8	101.9	6.4	8.2	
スルファメラジン	0.1 μg	93.2	4.3	3.4	92.8	5.2	5.2	91.6	2.0	6.1	
	0.01 μg	81.0	11.9	5.7	108.0	10.4	7.4	104.5	6.0	8.3	
スルファモノメトキシ	0.1 μg	89.8	5.7	12.1	89.4	3.3	2.6	90.4	3.5	3.2	
	0.01 μg	95.6	5.9	12.1	92.8	5.3	8.1	91.5	7.3	9.2	
チアベンダゾール	0.1 μg	82.5	5.8	6.7	84.6	1.6	2.9	87.7	4.0	5.3	
	0.01 μg	78.7	8.9	16.5	80.6	4.2	6.8	89.5	4.8	7.2	
トリメプリム	0.1 μg	82.4	4.7	15.5	91.0	7.3	2.8	86.4	5.3	4.8	
	0.01 μg	64.6	7.7	16.9	80.8	8.8	11.8	82.8	3.6	12.6	
レバミゾール	0.1 μg	52.6	27.5	50.3	54.5	19.7	25.3	84.8	3.7	4.3	
	0.01 μg	35.6	21.6	65.3	47.2	30.3	48.3	85.1	4.4	9.5	

網掛け部は、ガイドラインの目標値を満足していない。

酢酸トレンボロンは基準値が“不検出”であり、0.01ppmでは下限値として十分でないため、分析可能項目としていない。

表7 レバミゾールの回収率と標準品添加から測定までの日数の比較

	添加量	鶏肉(もも)、回収率(真度)(%)									
		①-1	①-2	②-1	②-2	③-1	③-2	④-1	④-2	⑤-1	⑤-2
レバミゾール	0.1 μg	17.7	28.3	23.3	27.7	63.9	90.8	37.4	88.4	79.2	69.7
	0.01 μg	10.6	50.9	13.4	15.4	40.2	39.3	16.7	22.7	75.8	70.6
標準品添加から測定までの日数		28日	28日	28日	28日	14日	14日	14日	14日	5日	5日

網掛け部は、サロゲートを用いた場合でも満たす必要のある40%も満たさない検体