

逐次抽出法による畜水産物の筋肉および牛乳中の残留動物用医薬品の LC-MS/MS 一斉分析法

(2022年5月16日受付)

(2022年7月29日受理)

上村聖子^{a)}、先山孝則^{b)}、浅川大地^{b)}、山野哲夫^{a)}

a) 地方独立行政法人大阪健康安全基盤研究所

b) 大阪市立環境科学研究センター

LC-MS/MS method for simultaneous determination of veterinary drugs in muscle of animal and fishery products and milk using sequential extraction

(Received May 16, 2022)

(Accepted July 29, 2022)

Masako Uemura^{a)}, Takanori Sakiyama^{b)}, Daichi Asakawa^{b)}, Tetsuo Yamano^{a)}

a) Osaka Institute of Public Health

b) Osaka City Research Center of Environmental Science

Abstract

We developed a simultaneous LC-MS/MS determination method for veterinary drugs in muscle of animal and fishery products and milk using sequential extraction with an organic solvent and buffer solution. To enhance the extraction efficiency of both the chelating compound and the hydrophobic compound, freeze ground samples were extracted first with an acetonitrile-methanol (1:1) solution and then with the buffer solution (pH 4.0). The extracts were combined after purification using a hexane/SPE cartridge column. Analytical validations for 65 compounds were done with salmon, shrimp, cattle muscle and milk. The accuracy and precision were within the required ranges of Japanese validation guidelines for a wide range of veterinary drugs (58 compounds in salmon, 51 compounds in shrimp, 63 compounds in cattle muscle, and 63 compounds in milk).

Keywords : 動物用医薬品、一斉分析法、逐次抽出法、畜水産物の筋肉および牛乳、高速液体クロマトグラフィー・タンデム質量分析計
veterinary drug, simultaneous determination, sequential extraction, muscle of animal and fishery product and milk, LC-MS/MS

I 緒言

畜水産物の生育・飼育現場では、疾病の予防や治療、生産効率の向上を目的として、各種の動物用医薬品（動薬）が用いられている。中でも細菌性疾病の治療の際に第一次選択薬として用いられる、オキシテトラサイクリン等のテトラサイクリン系抗生物質、アンピシリン、ベンジルペニシリン等のペニシリン系抗生物質、タイロシン等のマクロライド系抗生物質、カナマイシン、ストレプトマイシン等のアミノグリコシド系抗生物質、サル

ファ剤は使用量が多く、国内の動薬販売量の80%以上を占めている¹⁾。また、直近10年間（2012年度～2021年度分）の輸入食品の残留動薬にかかる違反事例では、エンロフロキサシン（ニューキノロン系）、フラゾリドン（フラン系）などの合成抗菌剤や、クロラムフェニコール、オキシテトラサイクリンなどの抗生物質の検出頻度が高い^{*1}。食品衛生法に基づく行政検査においては、これらの使用量や違反事例の多い動薬の重点的な監視と併せて、2006年に導入されたポジティブリスト（PL）制度への対応として、より多くの動薬を測定可能な一斉分析

連絡先：〒537-0025 大阪府大阪市東成区中道1-3-3 地方独立行政法人大阪健康安全基盤研究所 上村聖子

Corresponding author: Masako Uemura, Osaka Institute of Public Health,
1-3-3 Nakamichi, Higashinari-ku, Osaka 537-0025, Japan

*1 厚生労働省 輸入食品監視業務 過去の違反事例（2012年度～2021年度分） https://www.mhlw.go.jp/stf/seisakunitsuite/bunya/kenkou_iryuu/shokuhin/yunyu_kanshi/ihan/index.html (2022年3月7日閲覧)