

(別表)HPLCによる動物用医薬品等の一斉試験法 I (畜水産物)

品目名	分析対象化合物名	測定波長 (nm)	測定イオン (m/z)	定量限界 (mg/kg)
アクロミド	アクロミド		199	0.5
アザベロン	アザベロン		328	0.01
2-アセチルアミノ-5-ニトロアゾール	2-アセチルアミノ-5-ニトロアゾール		186	0.01
アレスリン	アレスリン		303	0.01
アンブロリウム	アンブロリウム	245	243	0.01
エトパベート	エトパベート		238	0.01
エプリノメクチン	エプリノメクチンB1a		914	0.03
エマメクチン安息香酸	エマメクチンB1a		886	0.003
エリスロマイシン	エリスロマイシン		716	0.01
エンフロキサシン	エンフロキサシン	280	360	0.01
	<b>シプロフロキサシン</b>	<b>280</b>	<b>332</b>	<b>0.01</b>
オキサシリン	オキサシリン		402	0.4
オキシリニック酸	オキシリニック酸	260	262	0.01
オフロキサシン	オフロキサシン		362	0.01
オラキンドックス	オラキンドックス	260	264	0.01
<b>オルビフロキサシン</b>	<b>オルビフロキサシン</b>		<b>396</b>	<b>0.01</b>
オルメプリム	オルメプリム	230	275	0.02
オレアンドマイシン	オレアンドマイシン		688	0.01
キシラジン	キシラジン		221	0.001
クレンブテロール	クレンブテロール		277	0.001
クロキサシリン	クロキサシリン		436	0.1
クロピドール	クロピドール	230	192	0.01
クロルスロン	クロルスロン		380	0.01
クオルヘキシジン	クオルヘキシジン		506	0.01
サラフロキサシン	サラフロキサシン		386	0.01
ジアベリジン	ジアベリジン		261	0.02
ジクラズリル	ジクラズリル	275	382	0.01
ジシクラニル	ジシクラニル		191	0.01
ジフルベンズロン	ジフルベンズロン		311	0.03
<b>ジフロキサシン</b>	<b>ジフロキサシン</b>		<b>400</b>	<b>0.01</b>
スルファキノキサリン	スルファキノキサリン	270	301	0.01
スルファグアニジン	スルファグアニジン		215	0.01
スルファクロルピリダジン	スルファクロルピリダジン		285	0.01
スルファジアジン	スルファジアジン		251	0.01
スルファジミジン	スルファジミジン	270	279	0.01
スルファジメトキシシ	スルファジメトキシシ	275	311	0.01
スルファセタミド	スルファセタミド		215	0.01
スルファチアゾール	スルファチアゾール		256	0.01
スルファドキシシ	スルファドキシシ		311	0.01
スルファニトラン	スルファニトラン		336	0.01
スルファピリジン	スルファピリジン		250	0.01
スルファベンズアミド	スルファベンズアミド		277	0.01
スルファメキサゾール	スルファメキサゾール		254	0.01
スルファメキシピリダジン	スルファメキシピリダジン		281	0.01
スルファメラジン	スルファメラジン	270	265	0.01
スルファモノメトキシシ	スルファモノメトキシシ	275	281	0.01
タイロシン	タイロシン		916	0.01
ダノフロキサシン	ダノフロキサシン		358	0.01
チアベンダゾール	チアベンダゾール	300	202	0.01
	5-ヒドロキシチアベンダゾール	300	218	0.01
チアムリン	チアムリン		494	0.05
チアンフェニコール	チアンフェニコール	225	354*	0.01
チルミコシン	チルミコシン	235	870	0.05 (筋肉、脂肪、 内臓) 0.01 (乳)
デキサメタゾン	デキサメタゾン		393	0.01
テメホス	テメホス		467	0.05
トリクロルホン	トリクロルホン		258	0.1
トリベレナミン	トリベレナミン		256	0.002-0.02
トリメプリム	トリメプリム	230	291	0.02
トルフェナム酸	トルフェナム酸		261	0.005
酢酸トレンボロン	$\alpha$ -トレンボロン(肝臓)	340	271	0.002
	$\beta$ -トレンボロン(筋肉)	340	271	0.002
ナフシリン	ナフシリン		447	0.01
ナリジクス酸	ナリジクス酸	260	233	0.01
ニトロキシニル	ニトロキシニル		291	0.05
ハロフジノン	ハロフジノン	245		0.01
ナイカルバジン	N,N'-ビス(4-ニトロフェニル)ウレア	350	303	0.02
ヒドロコルチゾン	ヒドロコルチゾン		405	0.01

品目名	分析対象化合物名	測定波長 (nm)	測定イオン (m/z)	定量限界 (mg/kg)
ピランテル	ピランテル		207	0.01
ピリメタミン	ピリメタミン	230	249	0.02
ファミフル	ファミフル		326	0.02
フェノキシメチルペニシリン	フェノキシメチルペニシリン		383	0.02
フェノブカルブ	フェノブカルブ		208	0.01
フルニキシム	フルニキシム		297	0.005
フルベンダゾール	フルベンダゾール	315	314	0.01
<b>フルメキン</b>	<b>フルメキン</b>		<b>282</b>	<b>0.01</b>
ブレドニゾロン	ブレドニゾロン		361	0.002
プロチゾラム	プロチゾラム		395	0.0005
5-プロピルホルニル-1H-ベンズイミダゾール-2-アミン	5-プロピルホルニル-1H-ベンズイミダゾール-2-アミン	300	240	0.01
フロルフェニコール	フロルフェニコール		356	0.01
マルボフロキサシン	マルボフロキサシン		363	0.01
ミロキサシン	ミロキサシン		264	0.01
メチルブレドニゾロン	メチルブレドニゾロン		375	0.01
メベンダゾール	メベンダゾール		296	0.01
モネンシン	モネンシン		679	0.001
モランテル	モランテル		221	0.01
ラサロシド	ラサロシド		613	0.01
リファキシミン	リファキシミン		786	0.01
リンコマイシン	リンコマイシン		407	0.05
レバミゾール	レバミゾール	220	205	0.01
ロベニジン	ロベニジン		334	0.01

◎化合物名の五十音順に示した。

◎測定波長は紫外分光光度型検出器又は多波長検出器付き高速液体クロマトグラフによるものを示す。

◎5-プロピルホルニル-1H-ベンズイミダゾール-2-アミン及びチアベンダゾールについては蛍光検出器付き高速液体クロマトグラフ(ex 300 nm、em 370 nm)による測定も可能である。

◎測定イオンはLC/MSIによるもので、ESIポジティブ測定によるものを示す(\*チアンフェニコールのみESIネガティブ測定)。

エンロフロキサシン、オキシリニック酸、オフロキサシン、オルビフロキサシン、サラフロキサシン、ジフロキサシン、ダノフロキサシン、ナリジクス酸、ノルフロキサシン及びフルメキン試験法（畜水産物）

### 1. 分析対象化合物

農薬等の成分である物質	分析対象化合物
エンロフロキサシン	エンロフロキサシン、シプロフロキサシン
オキシリニック酸	オキシリニック酸
オフロキサシン	オフロキサシン
オルビフロキサシン	オルビフロキサシン
サラフロキサシン	サラフロキサシン
ジフロキサシン	ジフロキサシン
ダノフロキサシン	ダノフロキサシン
ナリジクス酸	ナリジクス酸
ノルフロキサシン	ノルフロキサシン
フルメキン	フルメキン

### 2. 装置

蛍光検出器付き高速液体クロマトグラフ（HPLC-FL）

液体クロマトグラフ・質量分析計（LC/MS）

### 3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の2に示すものを用いる。

アセトニトリル 液体クロマトグラフ用に製造したのものを用いる。

水 液体クロマトグラフ用に製造したのものを用いる。

メタノール 液体クロマトグラフ用に製造したのものを用いる。

ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム（60 mg） 内径 12～13 mm のポリエチレン製のカラム管にジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体 60 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

エンロフロキサシン標準品 本品はエンロフロキサシン 98%以上を含み、融点は 219～225℃である。

シプロフロキサシン標準品 本品はシプロフロキサシン 98%以上を含み、融点は 255～257℃である。

オキシリニック酸標準品 本品はオキシリニック酸（オキシリン酸）99%以上を含み、融点は 314～316℃である。

オフロキサシン標準品 本品はオフロキサシン 98%以上を含み、融点は 250～257℃である。

オルビフロキサシン標準品 本品はオルビフロキサシン 95%以上を含み、分解点は 263℃である。

塩酸サラフロキサシン標準品 本品は塩酸サラフロキサシン 95%以上を含み、融点は 200°Cである。

塩酸ジフロキサシン標準品 本品は塩酸ジフロキサシン 95%以上を含み、融点は 275°C以上である。

メシル酸ダノフロキサシン標準品 本品はメシル酸ダノフロキサシン 95%以上を含み、融点は 328°Cである。

ナリジクス酸標準品 本品はナリジクス酸 99%以上を含み、融点は 225~230°Cである。

ノルフロキサシン標準品 本品はノルフロキサシン 98%以上を含み、融点は 220~221°Cである。

フルメキン標準品 本品はフルメキン 99%以上を含み、融点は 253~255°Cである。

#### 4. 試験溶液調製

##### 1) 抽出

試料 5.00 g を量り採り、アセトニトリル及び 0.2% メタリン酸溶液 (2 : 3) 混液 100 mL を加えて細砕した後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトニトリル及び 0.2% メタリン酸溶液 (2 : 3) 混液 20 mL を加えてかき混ぜた後、上記と同様に操作して、ろ液を合わせ、40°C 以下で約 30 mL に濃縮する。

##### 2) 精製

ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム (60 mg) に、メタノール 5 mL 及び水 5 mL を順次注入し、流出液は捨てる。このカラムに 1) で得られた溶液を注入した後、水 5 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムにメタノール 5 mL を注入し、溶出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、40°C 以下でメタノールを除去する。この残留物に水及びメタノール (7 : 3) 混液 1.0 mL を加えて溶かし、これを試験溶液とする。

#### 5. 検量線の作成

各標準品の 10 mg/100 mL メタノール溶液を調製し、水及びメタノール (7 : 3) 混液で希釈して 0.05~5 mg/L の標準溶液を数点調製する。それぞれ HPLC に注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。

#### 6. 定量

試験溶液を HPLC に注入し、5 の検量線で各物質の含量を求める。

なお、エンロフロキサシンについては、その代謝物のシプロフロキサシンとの和を分析値とする。

#### 7. 確認試験

LC/MS により確認する。

#### 8. 測定条件

HPLC

検出器 : FL

エンロフロキサシン、シプロフロキサシン、オフロキサシン、オルビフロキサシン、サラフロキサシン、ジフロキサシン、ダノフロキサシン及びノルフロキサシン：  
励起波長 290 nm、蛍光波長 450 nm

オキシリニック酸、ナリジクス酸及びフルメキン：励起波長 325 nm、蛍光波長 365 nm  
カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径 2.0～6.0 mm、長さ 100～250 mm、  
粒子径 2～5 μm

カラム温度：40℃

移動相：アセトニトリル及び 0.1%ギ酸溶液の混液（1：99）から（1：0）までの  
濃度勾配を 35 分間で行い、（1：0）で 5 分間保持する。

保持時間の目安：20 分（エンロフロキサシン）

## 9. 定量限界

各分析対象化合物について 0.01 mg/kg

## 10. 留意事項

### 1) 試験法の概要

エンロフロキサシン、シプロフロキサシン、オキシリニック酸、オフロキサシン、オルビフロキサシン、サラフロキサシン、ジフロキサシン、ダノフロキサシン、ナリジクス酸、ノルフロキサシン及びフルメキンを試料からアセトニトリル及び 0.2%メタリン酸溶液の混液で抽出し、ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラムで精製した後、HPLC-FL で測定し、LC/MS で確認する方法である。

### 2) 注意点

- ① HPLC-FL 及び LC/MS における標準溶液及び試験溶液の標準的な注入量は、内径 3.0 mm のカラムにおいて 10 μL であるが、カラム及び装置により最適な注入量が異なる場合があるので、必要に応じて最適注入量を検討すること。
- ② LC/MS における測定条件は用いる装置により、最適なイオン化方法、生成するイオンが異なる場合があるので、装置ごとに最適条件を検討すること。

## 11. 参考文献

堀江ら、食品衛生学雑誌、36, 62(1995)

## 12. 類型

C

## ツラスロマイシン試験法（畜水産物）

### 1. 分析対象化合物

ツラスロマイシン

### 2. 装置

液体クロマトグラフ・質量分析計（LC/MS 又は LC/MS/MS）

### 3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の2に示すものを用いる。

水 液体クロマトグラフ用に製造したものを用いる。

メタノール 液体クロマトグラフ用に製造したものを用いる。

ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム（60 mg） 内径 12～13 mm のポリエチレン製のカラム管にジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体 60 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

ツラスロマイシン標準品 本品はツラスロマイシン 97%以上を含み、融点は 190～192℃である。

### 4. 試験溶液調製

#### 1) 抽出

##### ① 筋肉、肝臓、腎臓及びその他の食用部分の場合

試料 5.00 g を量り採り、メタノール及び 0.2% メタリン酸溶液（3：7）混液 100 mL を加えて細砕した後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にメタノール及び 0.2% メタリン酸溶液（3：7）20 mL を加えてかき混ぜた後、上記と同様に操作して、ろ液を合わせ、40℃以下で約 30 mL に濃縮する。

##### ② 脂肪の場合

試料 5.00 g を量り採り、*n*-ヘキサン 30 mL 及び 0.2% メタリン酸溶液 70 mL を加えて細砕した後、毎分 3,000 回転で 5 分間遠心分離する。*n*-ヘキサン層を捨て、残りの層を吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にメタノール及び 0.2% メタリン酸溶液（3：7）混液 20 mL を加えてかき混ぜた後、上記と同様に操作して、ろ液を合わせ、40℃以下で約 30 mL に濃縮する。

#### 2) 精製

ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム（60 mg）に、メタノール 5 mL 及び水 5 mL を順次注入し、流出液は捨てる。このカラムに1) で得られた溶液を注入した後、水 5 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムにメタノール 5 mL を注入し、溶出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、40℃以下でメタノールを除去する。この残留物にアセトニトリル及び 0.05% トリフルオロ酢酸溶液（1：3）混液 1.0 mL を加えて溶かし、これを試験溶液とする。

### 5. 検量線の作成

ツラスロマイシン標準品の 10 mg/100 mL メタノール溶液を調製し、アセトニトリル及び 0.05% トリフルオロ酢酸溶液（1：3）混液で希釈して 0.5～50 mg/L の標準溶液を

数点調製する。それぞれ LC/MS に注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。

## 6. 定量

試験溶液を LC/MS に注入し、5 の検量線でツラスロマイシンの含量を求める。

## 7. 確認試験

LC/MS 又は LC/MS/MS により確認する。

## 8. 測定条件

### LC/MS

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径 2.0～6.0 mm、長さ 100～250 mm

粒子径 2～5  $\mu\text{m}$

カラム温度：40℃

移動相：アセトニトリル及び 0.05% トリフルオロ酢酸溶液（1：3）混液

イオン化モード：ESI(+)

主なイオン ( $m/z$ )：577、807

保持時間の目安：4～6 分

## 9. 定量限界

0.01 mg/kg

## 10. 留意事項

### 1) 試験法の概要

ツラスロマイシンを試料からメタノール及び 0.2% メタリン酸溶液の混液で抽出し、ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラムで精製した後、LC/MS 又は LC/MS/MS で測定及び確認する方法である。

### 2) 注意点

- ① LC/MS における標準溶液及び試験溶液の標準的な注入量は、内径 3.0 mm のカラムにおいて 10  $\mu\text{L}$  であるが、カラム及び装置により最適な注入量が異なる場合があるので、必要に応じて最適注入量を検討すること。
- ② LC/MS における測定条件は用いる装置により、最適なイオン化方法、生成するイオンが異なる場合があるので、装置ごとに最適条件を検討すること。主なモニターイオン 577 ( $m/z$ ) は、ツラスロマイシンの代謝物からも生成する場合があるので、他のイオンでも確認すること。

## 11. 参考文献

なし

## 12. 類型

C

食品名	シプロフロキサシン	オルビフロキサシン	ジフロキサシン	ノルフロキサシン
牛の筋肉	○	○	○	●
豚の筋肉	○	○	○	○
その他の陸棲哺乳類に属する動物 <sup>(注1)</sup> の筋肉	●	●	○	●
牛の脂肪	○	○	○	●
豚の脂肪	○	○	○	○
その他の陸棲哺乳類に属する動物の脂肪	●	●	○	●
牛の肝臓	○	○	○	●
豚の肝臓	○	○	○	○
その他の陸棲哺乳類に属する動物の肝臓	●	●	○	●
牛の腎臓	○	○	○	●
豚の腎臓	○	○	○	○
その他の陸棲哺乳類に属する動物の腎臓	●	●	○	●
牛の食用部分 <sup>(注2)</sup>	○	○	○	●
豚の食用部分	○	○	○	○
その他の陸棲哺乳類に属する動物の食用部分	●	●	○	●
乳	○	○	●	●
鶏の筋肉	○	●	○	○
その他の家きん <sup>(注3)</sup> の筋肉	●	●	○	○
鶏の脂肪	○	●	○	○
その他の家きんの脂肪	●	●	○	○
鶏の肝臓	○	●	○	○
その他の家きんの肝臓	●	●	○	○
鶏の腎臓	○	●	○	○
その他の家きんの腎臓	●	●	○	○
鶏の食用部分	○	●	○	○
その他の家きんの食用部分	●	●	○	○
魚介類(さけ目魚類に限る。)	●	●	○	●
魚介類(うなぎ目魚類に限る。)	●	●	○	●
魚介類(すずき目魚類に限る。)	●	●	○	●
魚介類(その他の魚類 <sup>(注4)</sup> に限る。)	●	●	○	●
魚介類(貝類に限る。)	●	●	○	●
魚介類(甲殻類に限る。)	●	●	○	●
その他の魚介類 <sup>(注5)</sup>	●	●	○	●
上記以外の食品	●	●	●	●

(注1) 牛及び豚を除く陸棲哺乳類に属する動物をいう。

(注2) 筋肉、脂肪、肝臓及び腎臓を除く食用に供する部分をいう。

(注3) 鶏を除く家きんをいう。

(注4) さけ目魚類、うなぎ目魚類及びすずき目魚類を除く魚類をいう。

(注5) 魚類、貝類及び甲殻類を除く魚介類をいう。

○ 平成18年11月30日施行。

● 平成19年5月30日施行。