

LC-MS/MS を用いた一斉分析法によるフルベンダゾール代謝体 R35475 の 妥当性評価について

清野 詩織

(環境保健研究所 健康科学課)

要 旨 食品、添加物の規格基準が一部改正され、牛、豚及びその他の陸棲哺乳類に属する動物の食用組織及び乳についてはフルベンダゾール及び代謝物 R35475 を残留の規制対象とすることになった。そこで液体クロマトグラフタンデム質量分析計 (LC-MS/MS) による牛及び牛乳の残留農薬一斉分析法の妥当性評価を行った。

Key Words : LC-MS/MS, R35475, 妥当性評価

1. はじめに

フルベンダゾールは、ベンズイミダゾール系の寄生虫駆除剤であり、日本では、牛、豚、馬及び犬を対象とした動物用医薬品として承認されている。平成 28 年 9 月 16 日に、食品、添加物の規格基準 (昭和 34 年厚生労働省告示第 370 号。以下「告示」という) の一部が改正¹⁾され、牛、豚及びその他の陸棲哺乳類に属する動物の食用組織及び乳については、残留規制対象をフルベンダゾール及び代謝物(2-amino-1H-benzimidazole-5-yl)(4-fluoro-phenyl)methanone (以下、「R35475」という) とすることになった。

現在、当所におけるフルベンダゾールの測定は、平成 17 年 1 月 24 日食安発第 0124001 号「HPLC による動物用医薬品等の一斉分析法 I (畜水産物)」²⁾ (以下、「一斉法 I」という) に則し、一斉法 I のうちの 1 項目として測定している。今回の改正により、追加された R35475 について、牛、豚及びその他の陸棲哺乳類に属する動物の食用組織及び乳のうち牛の筋肉及び乳を対象として LC-MS/MS を用いた妥当性評価を実施したので報告する。

2. 試料

牛の筋肉、乳

3. 試薬・試液

試薬は、LC/MS 用又は特級グレード、試液は通知¹⁾に従った。

4. LC-MS/MS 分析条件

LC-MS/MS : Waters 社製 Quattro micro API System

LC カラム : Waters Atlantis T3

3 μ m (2.1mm \times 150mm)

LC 部

カラム温度 : 40 $^{\circ}$ C

流速 : 0.2mL/min

グラジェント条件

移動相 A 0.1%ギ酸

移動相 B アセトニトリル

A : B=99 : 1 (初期) \rightarrow 0 : 100 (40 分 5 分間ホールド)

サンプル量 : 10 μ L

MS/MS 部

ESI-Positive MRM モード

イオン源温度 : 120 $^{\circ}$ C

脱溶媒温度 : 350 $^{\circ}$ C

コーンガス流速 : 50L/h

脱溶媒ガス流速 : 600L/h

MRM 条件

プレカーサイオン : 256.4

プロダクトイオン : 122.8

コーン電圧 : 30V

コリジョンエネルギー : 35eV

5. 試験溶液の調製

一斉法 I の試験溶液調製法を一部改変し、調製した (図 1)。

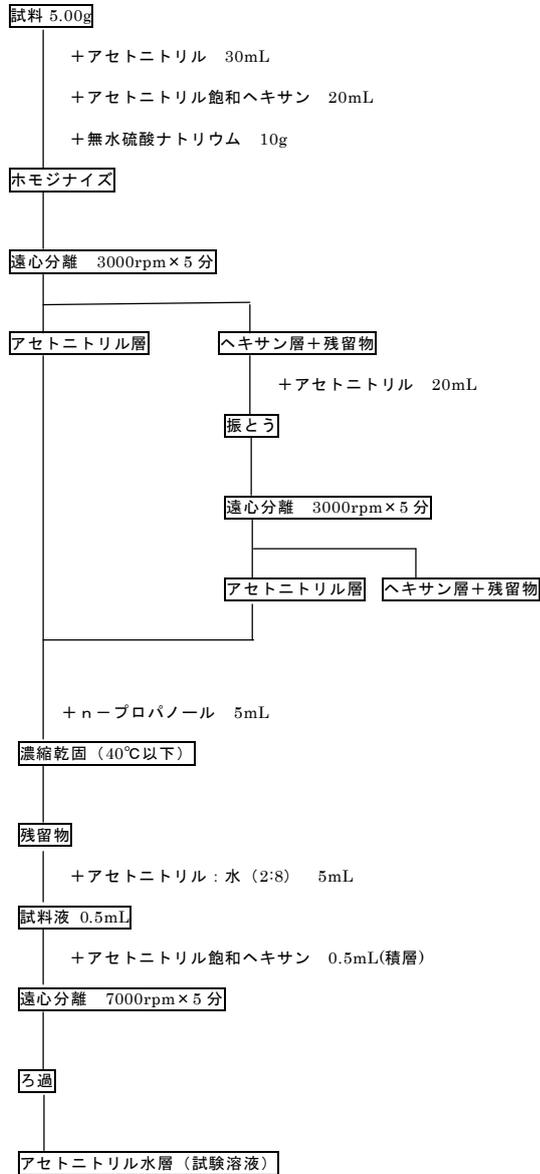


図 1 調整方法

6. 妥当性評価法

妥当性評価は、「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」³⁾に則して行った。

添加濃度は牛の筋肉は $0.02\mu\text{g/g}$ 、牛乳は $0.7\mu\text{g/g}$ の基準値相当量で実施した。検量線の範囲は、牛の筋肉は $0.005\sim 0.1\mu\text{g/mL}$ 、乳は $0.01\sim 1\mu\text{g/mL}$ の範囲とし、この場合の定量下限値は牛の筋肉では $0.005\mu\text{g/g}$ 、乳では $0.01\mu\text{g/g}$ となる。施行回数は、真度 (回収率) は 5 回、精度は分析者 1 名が 1 日 2 回 5 日間分析する枝分かれ実験を行った。

7. 結果

牛の筋肉、乳について、真度、精度のいずれも妥当性評価ガイドラインの目標値を達成した (表 1)。

表 1 妥当性評価結果

パラメーター	牛の筋肉		乳	
	結果	目標値	結果	目標値
真度(%)	71	70~120	90	70~120
併行精度(RSD%)	3.8	15>	1.2	10>
室内精度(RSD%)	4.4	20>	5.7	15>

8. まとめ

告示の一部改正に伴い、妥当性評価を行った。結果、牛の筋肉、乳ともに妥当性評価ガイドラインの目標値を達成し、評価は良好だった。今後は標準作業書の改正を行い、行政検査に対応していきたい。

文献

- 1) “食品、添加物等の規格基準の一部を改正する件について”，生食発 0916 第 1 号，平成 28 年 9 月 16 日
- 2) “HPLC による動物用医薬品の一斉試験法 I (畜水産物)”，食安発第 0124001 号，平成 17 年 1 月 24 日
- 3) “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