

表5 試料からの抗ウイルス剤の添加回収試験結果

試料	回収率 (%)									
	リバビリン	アシクロビル	アルビドール	リマンタジン	オセルタミビル	イミキモド	アマンタジン	ペラミビル	ラニナミビル	ザナミビル
鶏筋肉	111.4	99.6	102.3	105.6	105.3	95.3	113.7	112.1	102.0	100.4
	97.7	103.0	98.7	103.9	101.2	92.8	112.9	110.1	105.8	103.8
	89.0	95.8	97.6	100.9	101.6	100.6	107.3	103.3	100.8	100.1
平均 <sup>※1</sup>	99.4	99.5	99.5	103.5	102.7	96.2	111.3	108.5	102.9	101.4
標準偏差 (RSD, %)	11.3	3.6	2.5	2.4	2.3	4.0	3.5	4.6	2.6	2.1
参考値 <sup>※2</sup>	107.3	—	87.5	95.0	80.3	98.0	115.8	—	—	—
鶏肝臓	110.2	115.6	98.8	103.0	99.6	111.1	110.8	108.3	114.3	108.6
	104.1	104.1	106.1	102.8	100.7	107.6	108.1	98.3	107.4	112.6
	100.7	100.4	100.8	98.8	99.9	106.9	106.7	97.7	105.6	106.5
平均 <sup>※1</sup>	105.0	106.7	101.9	101.5	100.1	108.5	108.5	101.4	109.1	109.2
標準偏差 (RSD, %)	4.8	7.9	3.8	2.4	0.6	2.3	2.1	6.0	4.6	3.1
参考値 <sup>※2</sup>	107.6	—	97.9	115.4	103.4	94.2	116.6	—	—	—

添加量：0.1 mg/kg 相当

※1 n=3 の平均値、※2 内部標準により補正した値

表6 機種の違いによる抗ウイルス剤の回収率

単位 %

農薬名	試験部位	メーカー名				
		Thermo	waters	Agilent	AB	島津
アマンタジン	A	12.0	194.8	96.0	104.0	94.4
	D	26.0	104.8	84.0	96.0	114.6
	E	294.0	99.6	78.0	72.0	130.0
リマンタジン	A	48.8	220.0	71.2	100.5	47.2
	D	32.5	105.6	72.8	37.4	80.4
	E	25.7	110.3	75.4	51.6	94.9
オセルタミビル	A	200.0	221.6	76.0	184.0	200.0
	D	98.0	106.0	76.0	74.0	100.0
	E	100.0	105.6	84.0	88.0	42.0
ザナミビル	A	117.8	212.4	85.0	87.6	83.8
	D	104.4	107.5	90.6	87.4	63.5
	E	105.5	107.4	75.1	82.1	57.0
アシクロビル	A	182.4	237.0	69.6	94.4	104.0
	D	99.2	105.2	79.6	104.0	96.8
	E	99.2	106.7	70.8	100.0	96.0
アルビドール	A	86.6	80.9	69.6	104.0	49.7
	D	105.0	79.8	73.4	70.6	76.3
	E	111.8	75.1	77.7	76.6	76.3
イミキモド	A	-	95.6	112.0	32.0	44.0
	D	114.0	88.0	142.0	20.0	78.0
	E	118.0	66.4	142.0	16.0	104.0
ペラミビル	A	32.0	53.2	76.0	104.0	48.0
	D	32.0	62.4	52.0	46.0	92.0
	E	18.0	50.0	46.0	52.0	122.0
ラニナミビル	A	-	-	13.9	31.7	56.4
	D	-	105.5	4.4	3.1	95.9
	E	-	144.8	5.5	3.2	95.6
リバビリン	A	176.0	205.6	112.0	-	100.0
	D	99.0	102.4	122.0	-	132.0
	E	104.0	83.8	128.0	-	180.0

添加量： A:鶏筋肉 (0.01 mg/kg)、B:鶏筋肉 (0.1 mg/kg)、C:鶏卵 (0.1 mg/kg)

表7 外部機関評価試験 回収率の結果(低濃度)

Lab	抗ウイルス剤										リバビリン									
	アマンタジン	リマンタジン	オセルタミビル	ザナミビル	アシクロビル	アルビドール	イミキモド	ペラミビル	ラニナミビル	リバビリン										
1	71.3	29.4	51.0	27.9	86.3	72.5	17.3	19.7	51.0	24.3	15.6	16.9	95.9	87.2	67.1	75.4	75.6	73.2	60.8	25.2
2	68.6	63.2	66.6	70.4	60.2	60.2	44.6	44.6	58.6	75.2	48.4	53.2	81.2	78.2	43.8	43.8	62.4	63.6	32.6	34.4
3	109.8	80.2	70.2	62.4	54.3	54.6	43.2	45.0	49.2	38.0	43.2	39.8	68.0	65.6	75.6	58.2	32.0	37.4	167.0	34.4
4	100.0	68.6	175.2	165.2	75.2	57.0	8.3	8.3	75.2	78.0	45.6	30.8	92.6	72.0	110.2	98.2	14.0	12.2	110.8	115.8
5	29.0	29.0	80.2	70.0	85.0	91.4	75.0	80.0	80.0	80.2	79.2	76.8	102.0	88.4	58.6	55.6	72.2	48.0	16.4	10.8
6	84.8	84.6	51.0	34.4	75.0	89.6	88.8	93.6	93.6	89.2	94.2	94.6	90.2	89.8	92.2	92.4	90.4	88.8	94.6	109.8
7	97.2	98.8	122.4	126.4	92.0	92.8	108.2	108.4	77.2	80.2	89.4	88.2	81.6	83.2	96.8	96.4	116.6	117.4	94.4	93.6
Ave	72.46		83.81		74.72		56.07		67.85		58.28		83.99		76.02		64.56		41.19	

赤字：回収率 70～120%

黄色：回収率 50～120%

添加量：0.01 mg/kg 相当

単位 %

表 8 外部機関評価試験 回収率の結果 (高濃度)

単位 %

Lab	抗ウイルス剤																			
	アマンタジン		リマンタジン		オセルタミビル		ザナミビル		アシクロビル		アルビドール		イミキモド		ペラミビル		ラニナミビル		リバビリン	
1	71.3	29.4	51.0	27.9	86.3	72.5	17.3	19.7	51.0	24.3	15.6	16.9	95.9	87.2	67.1	75.4	75.6	73.2	60.8	25.2
2	68.6	63.2	66.6	70.4	60.2	60.2	44.6	44.6	58.6	75.2	48.4	53.2	81.2	78.2	43.8	43.8	62.4	63.6	32.6	34.4
3	109.8	80.2	70.2	62.4	54.3	54.6	43.2	45.0	49.2	38.0	43.2	39.8	68.0	65.6	75.6	58.2	32.0	37.4	167.0	34.4
4	100.0	68.6	175.2	165.2	75.2	57.0	8.3	8.3	75.2	78.0	45.6	30.8	92.6	72.0	110.2	98.2	14.0	12.2	110.8	115.8
5	29.0	29.0	80.2	70.0	85.0	91.4	75.0	80.0	80.0	80.2	79.2	76.8	102.0	88.4	58.6	55.6	72.2	48.0	16.4	10.8
6	84.8	84.6	51.0	34.4	75.0	89.6	88.8	93.6	93.6	89.2	94.2	94.6	90.2	89.8	92.2	92.4	90.4	88.8	94.6	109.8
7	97.2	98.8	122.4	126.4	92.0	92.8	108.2	108.4	77.2	80.2	89.4	88.2	81.6	83.2	96.8	96.4	116.6	117.4	94.4	93.6
Ave	72.46		83.81		74.72		56.07		67.85		58.28		83.99		76.02		64.56		41.19	

赤字：回収率 70～120%

黄色：回収率 50～120%

添加量：0.01 mg/kg 相当

表9 外部機関評価試験結果(低濃度)

単位 µg/g

Lab	抗ウイルス剤																			
	アマンタジン		リマンタジン		オセルタミビル		ザナミビル		アシクロビル		アルビドール		イミキモド		ペラミビル		ラニナミビル		リバビリン	
1	3.57	1.47	2.55	1.40	4.32	3.63	0.87	0.99	2.55	1.22	0.78	0.85	4.80	4.36	3.36	3.77	3.78	3.66	3.04	1.26
2	3.43	3.16	3.33	3.52	3.01	3.01	2.23	2.23	2.93	3.76	2.42	2.66	4.06	3.91	2.19	2.19	3.12	3.18	1.63	1.72
3	5.49	4.01	3.51	3.12	2.72	2.73	2.16	2.25	2.46	1.90	2.16	1.99	3.40	3.28	3.78	2.91	1.60	1.87	8.35	1.72
4	5.00	3.43	8.76	8.26	3.76	2.85	0.42	0.42	3.76	3.90	2.28	1.54	4.63	3.60	5.51	4.91	0.70	0.61	5.54	5.79
5	1.45	1.45	4.01	3.50	4.25	4.57	3.75	4.00	4.00	4.01	3.96	3.84	5.10	4.42	2.93	2.78	3.61	2.40	0.82	0.54
6	4.24	4.23	2.55	1.72	3.75	4.48	4.44	4.68	4.68	4.46	4.71	4.73	4.51	4.49	4.61	4.62	4.52	4.44	4.73	5.49
7	4.86	4.94	6.12	6.32	4.60	4.64	5.41	5.42	3.86	4.01	4.47	4.41	4.08	4.16	4.84	4.82	5.83	5.87	4.72	4.68
Ave	4.38		3.85		3.73		4.62		3.83		3.90		4.20		4.07		4.04		5.16	
Recovery (%)	87.60		77.00		74.60		92.40		76.60		78.00		84.00		81.40		80.80		103.20	
RSD <sub>r</sub> (%)	21.3		5.7		10.0		3.1		8.7		2.5		8.4		8.1		9.6		6.3	
RSD <sub>R</sub> (%)	22.8		36.4		21		16.9		10.8		24.9		12.7		23.9		29.6		10.4	
PRSD <sub>R</sub> (%)	22		22		22		22		22		22		22		22		22		22	
HoRat	1.0		1.7		1.0		0.8		0.5		1.1		0.6		1.1		1.3		0.5	

添加量 : 0.01 µg/g 相当

表 10 外部機関評価試験結果(高濃度)

単位 µg/g

Lab	抗ウイルス剤																			
	アマンタジン		リマンタジン		オセルタミビル		ザナミビル		アシクロビル		アルビドール		イミキモド		ペラミビル		ラニナミビル		リバビリン	
1	6.24	11.50	5.95	12.48	46.83	51.64	1.63	3.63	11.91	16.79	0.47	2.68	57.35	58.59	30.29	28.94	5.75	6.76	24.64	26.07
2	34.82	32.33	34.95	35.16	31.54	31.62	14.30	12.12	15.30	9.50	39.11	41.05	43.55	43.69	20.50	20.66	21.26	20.25	15.53	9.97
3	38.50	45.21	24.34	20.27	30.52	31.28	4.01	1.96	21.88	27.62	10.67	8.72	31.24	29.08	37.42	31.85	5.52	5.19	22.92	11.78
4	42.01	39.88	47.73	44.95	36.79	33.10	1.15	11.83	37.17	35.81	22.47	17.96	42.92	40.70	40.03	41.22	9.91	10.30	62.32	57.14
5	33.30	36.40	32.50	38.41	39.91	43.53	2.00	1.42	30.38	37.50	54.26	44.36	45.45	46.04	35.13	33.92	3.61	2.40	12.59	10.76
6	47.68	45.17	41.35	44.48	47.64	48.65	45.89	48.10	47.64	48.08	51.92	52.93	47.04	48.03	47.65	47.05	44.88	46.85	52.20	50.70
7	52.67	52.47	61.46	63.88	53.12	53.34	56.55	56.94	49.83	50.00	51.08	52.68	48.66	48.51	52.54	51.80	52.22	51.65	38.22	44.49
Ave	41.70		44.49		41.39		51.87		38.59		48.42		45.06		39.82		39.52		44.47	
Recovery (%)	83.40		88.98		82.78		103.74		77.18		96.84		90.12		79.64		79.04		88.94	
RSD <sub>r</sub> (%)	8.4		5.4		4.6		-		7.6		7.5		2.1		4.4		2.4		6.7	
RSD <sub>R</sub> (%)	12.7		17.6		22.2		-		17.6		13.0		18.6		21.8		41.9		33.6	
PRSD <sub>R</sub> (%)	22.0		22.0		22.0		22.0		22.0		22.0		22.0		22.0		22.0		22.0	
HoRat	0.6		0.8		1.0		-		0.8		0.6		0.8		1.0		1.9		1.5	

添加量：0.1 mg/kg 相当

表 11 妥当性評価ガイドラインによる室内精度結果

単位 ug/g

Lab	抗ウイルス剤																													
	アマンタジン			リマンタジン			オセルタミビル			ザナミビル			アシクロビル			アルピドール			イミキモド			ペラミビル			ラニナミビル			リバビリン		
A-1	4.834	4.779	4.876	5.145	5.136	5.202	4.312	4.435	4.269	4.808	4.980	5.184	4.477	4.514	4.336	4.480	4.414	4.418	4.385	4.383	4.364	4.735	4.728	4.714	4.574	4.511	4.362	4.213	4.282	4.287
A-2	4.114	4.418	4.403	4.751	4.575	4.627	4.864	4.833	4.917	5.356	5.349	5.456	4.403	4.442	4.649	4.692	4.717	4.641	4.435	4.289	4.311	4.570	4.391	4.480	4.353	3.827	3.910	4.432	4.374	4.302
A-3	4.373	4.293	3.954	4.834	4.318	4.488	4.503	4.462	4.479	5.317	5.340	5.705	4.254	4.270	4.456	4.600	4.535	4.512	4.264	4.073	4.172	4.325	4.253	4.394	4.342	4.374	4.475	4.496	4.404	4.296
B-1	4.780	4.762	4.839	5.228	4.952	5.868	4.481	4.467	4.463	5.372	5.436	5.245	4.574	4.639	4.595	4.426	4.434	4.436	4.322	4.156	4.131	4.713	4.597	4.614	0.700	4.278	4.091	4.226	4.401	4.254
B-2	4.299	4.132	4.236	5.313	4.893	4.641	4.971	4.903	4.975	5.367	5.412	5.559	4.768	4.706	4.750	4.685	4.673	4.688	4.278	4.138	4.221	4.524	4.505	4.388	3.610	4.018	4.250	4.259	4.138	4.651
B-3	4.368	4.153	4.399	4.931	4.684	4.936	4.655	4.516	4.506	5.499	5.879	5.357	4.402	4.458	4.269	4.617	4.638	4.593	4.215	4.141	4.257	4.406	4.467	4.368	4.520	4.374	4.604	4.279	4.313	4.568
Ave	4.445			4.918			4.612			5.367			4.498			4.567			4.252			4.510			4.065			4.343		
Recovery (%)	88.90			98.36			92.23			107.34			89.95			91.33			85.04			90.19			81.30			86.86		
RSD <sub>r</sub> (%)	3.0			5.5			1.2			3.2			2.0			0.7			1.8			1.4			4.1			3.3		
RSD <sub>d</sub> (%)	8.2			8.5			6.5			5.1			4.4			3.1			2.8			4.2			6.7			3.6		

添加量：0.01 mg/kg 相当

表 12 加工品での添加回収試験の結果

加工食品	抗ウイルス剤									
	アマンタジン	リマンタジン	オセルタミビル	ザナミビル	アシクロビル	アルビドール	イミキモド	ペラミビル	ラニナミビル	リバビリン
鶏卵	97.5 (79.4)	98.4 (91.5)	89.9 (102.8)	98.7 (92.7)	92.8	100.9	69.6	82.9	79.2	83.9 (91.9)
焼き鳥(ムネ)	96.1 (86.5)	106.8 (117.0)	89.3 (95.6)	102.8 (103.8)	89.7	88.9	85.6	93.0	85.4	86.0 (96.0)
焼き鳥(ハツ)	43.4 (108.4)	62.0 (91.00)	63.8 (107.6)	69.6 (88.2)	75.8	97.1	84.0	66.3	68.7	104.0 (100.8)
焼き鳥(レバー)	35.1 (95.6)	47.3 (81.9)	44.7 (101.1)	57.2 (88.7)	43.8	92.3	74.5	65.1	60.0	99.3 (99.9)
唐揚げ	78.2 (95.3)	73.2 (111.4)	96.5 (101.1)	97.6 (88.2)	85.2	80.1	85.6	92.2	81.6	96.9 (93.1)
チキンナゲット	107.2 (90.3)	48.2 (104.8)	82.4 (100.0)	96.9	95.3	95.0	104.1	111.1	102.8	89.0 (110.0)

()内：安定同位体を用いて補正した結果 添加量：0.01 mg/kg 相当

単位 %



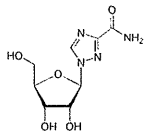
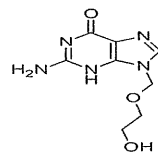
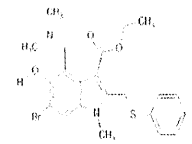
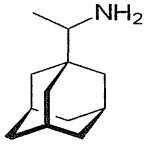
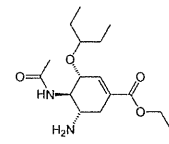
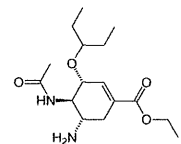
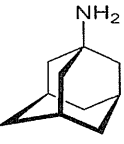
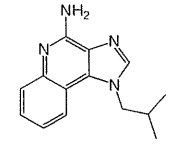
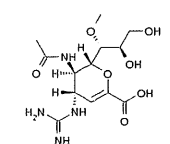
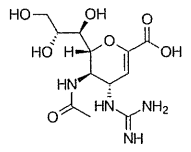
化合物名 ( ) : 分子量	構造式	化合物名 ( ) : 分子量	構造式	化合物名 ( ) : 分子量	構造式
リバビリン (244. 21)		アシクロビル (225. 21)		アルビドール (531. 89)	
リマンタジン (179. 30)		オセルタミビル (312. 41)		イミキモド (240. 30)	
アマンタジン (151. 25)		ペラミビル (328. 41)		ラニナミビル (346. 34)	
ザナミビル (332. 31)					

図 1 抗ウイルス剤の構造式

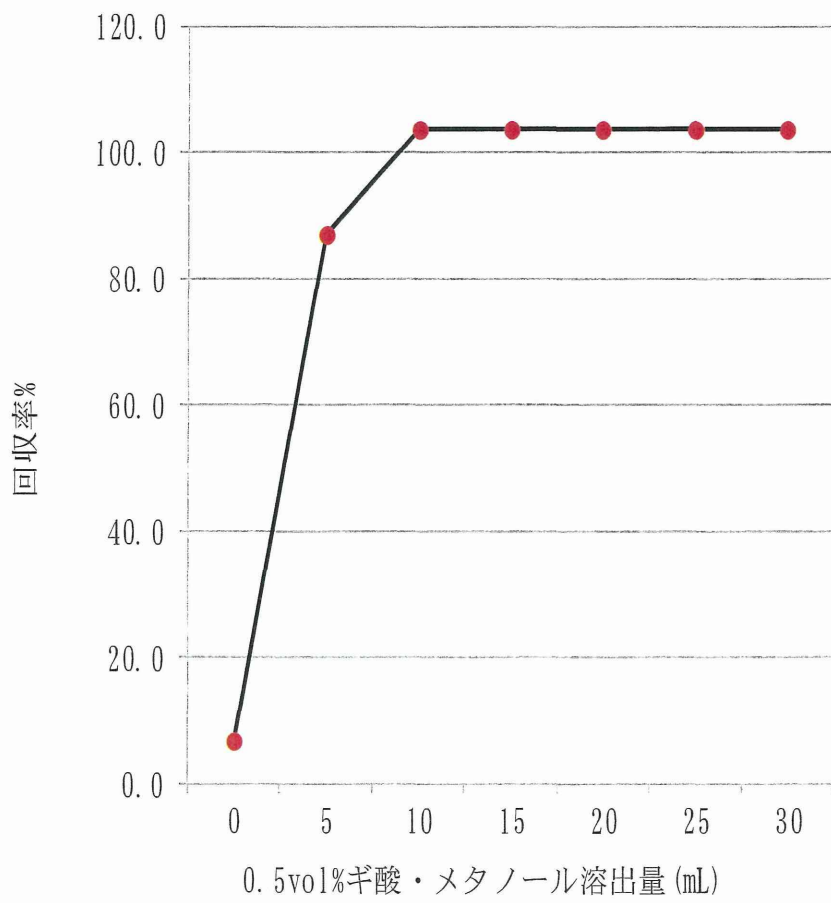
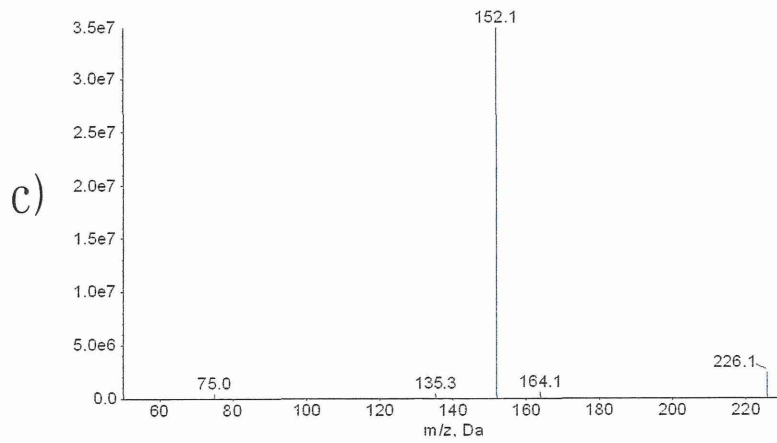
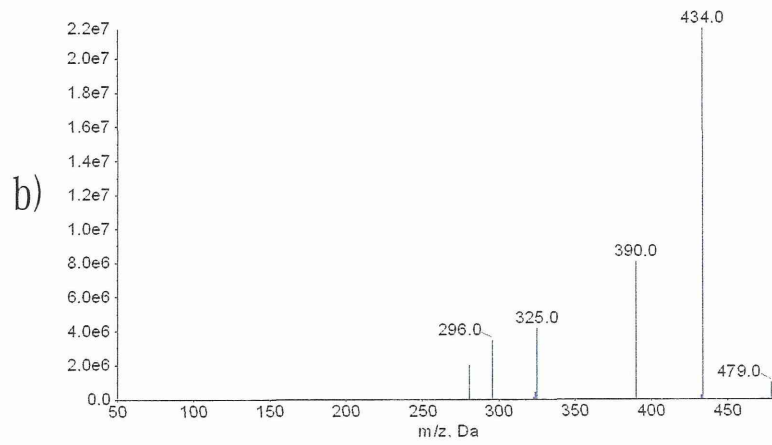
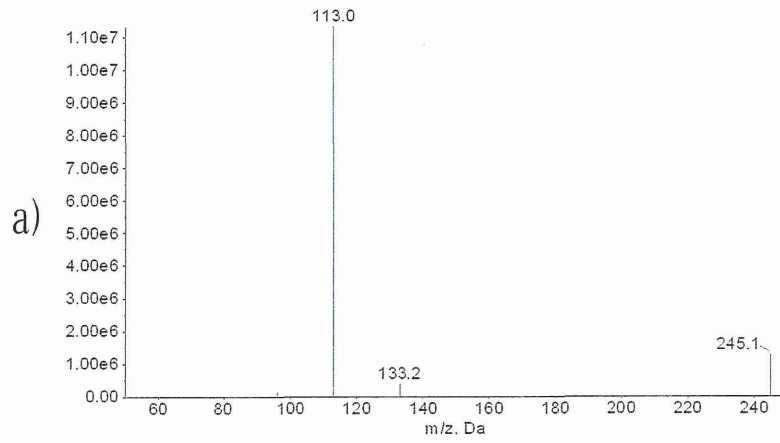
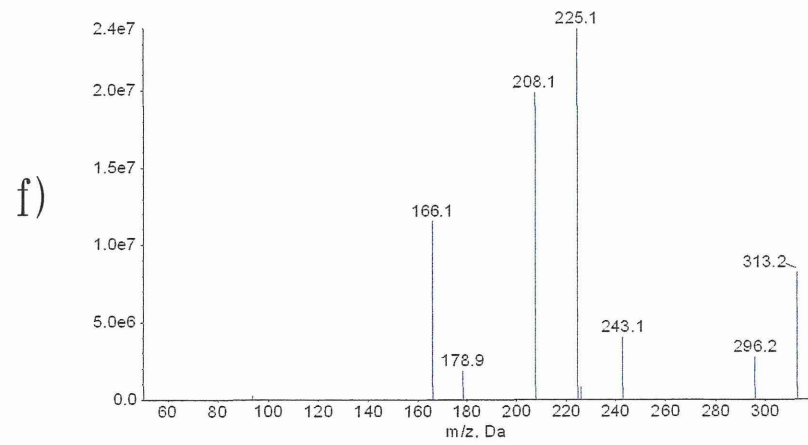
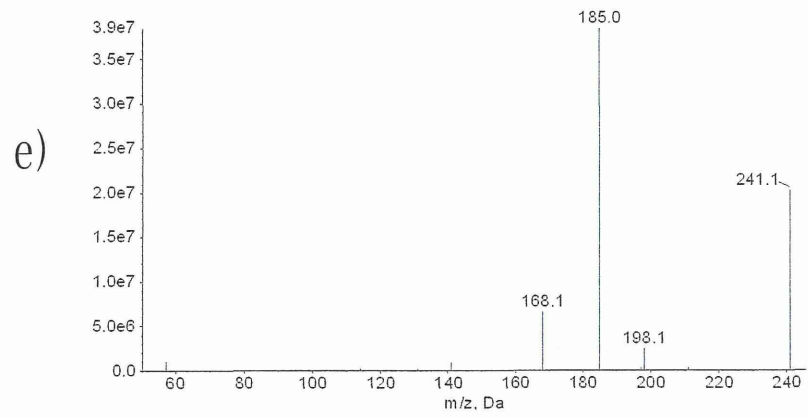
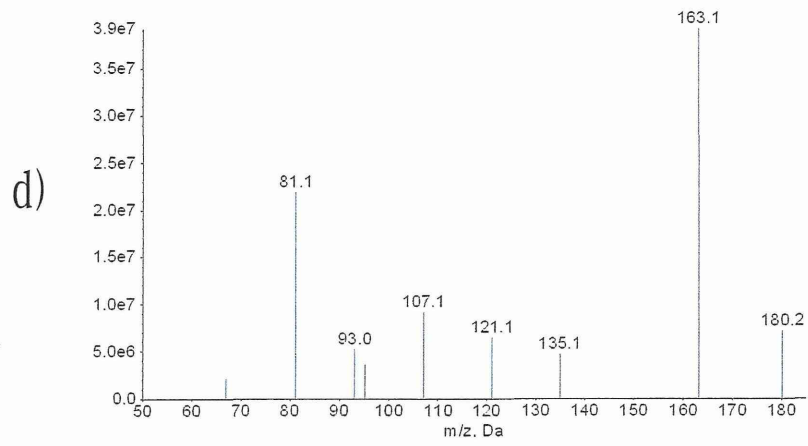
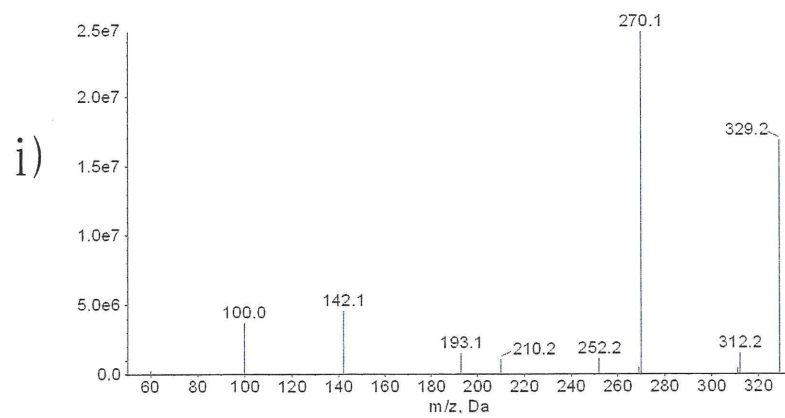
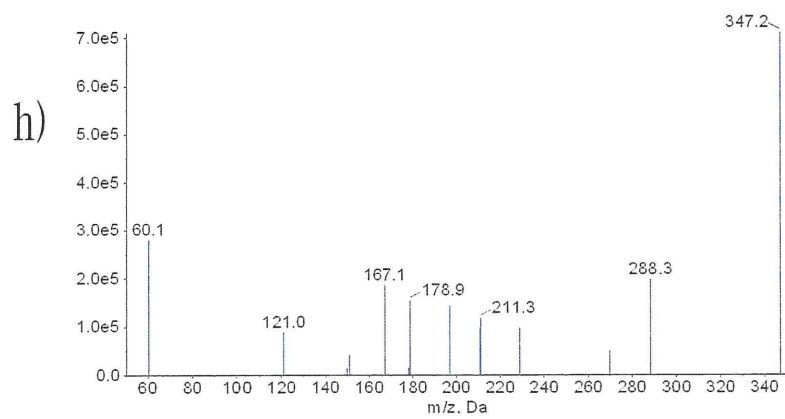
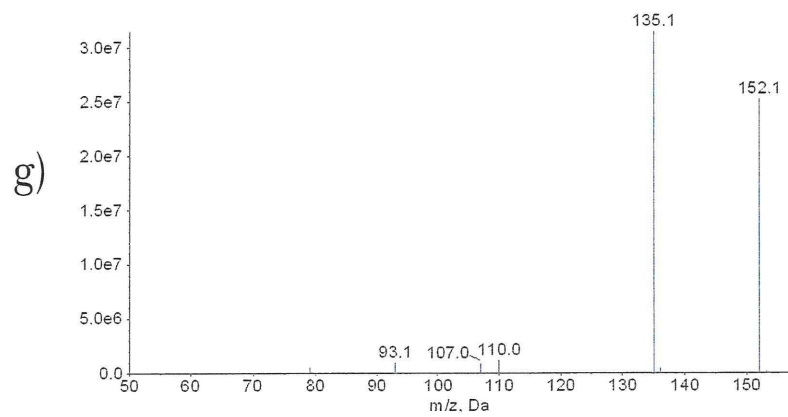


図2 PBA ミニカラムからのリバビリンの溶出挙動







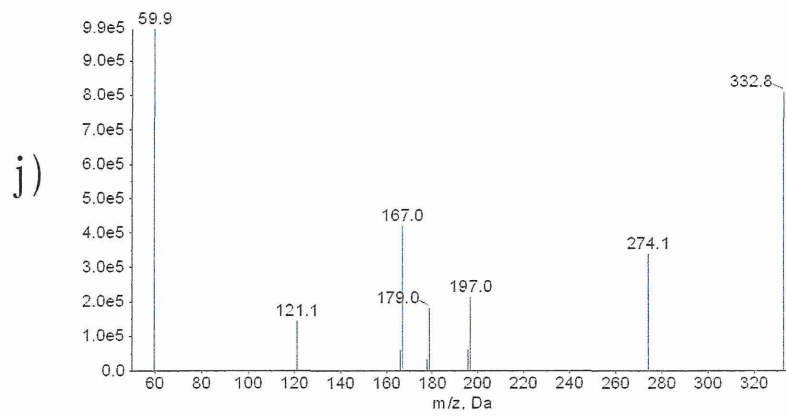


図3 抗ウイルス剤のMSスペクトル

- (a) リバビリン、(b) アシクロビル、(c) アルビドール、(d) リマンタジン、  
(e) オセルタミビル、(f) イミキモド、(g) アマンタジン、(h) ペラミビル、  
(i) ラニナミビル、(j) ザナミビル

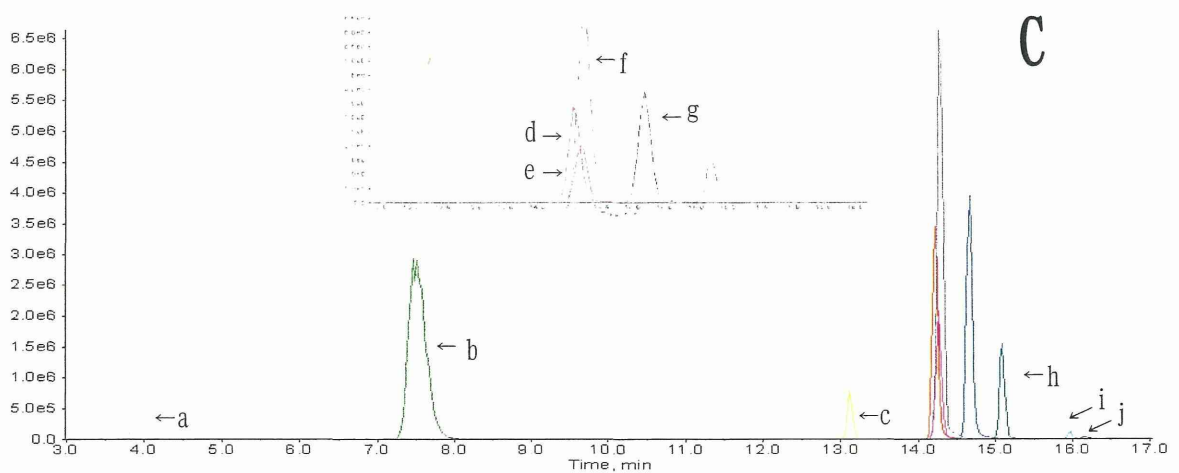
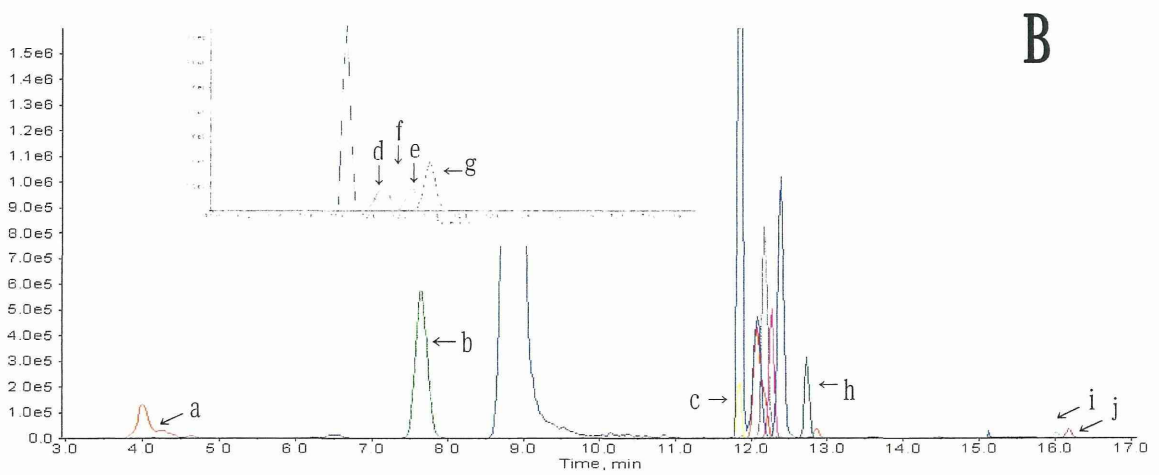
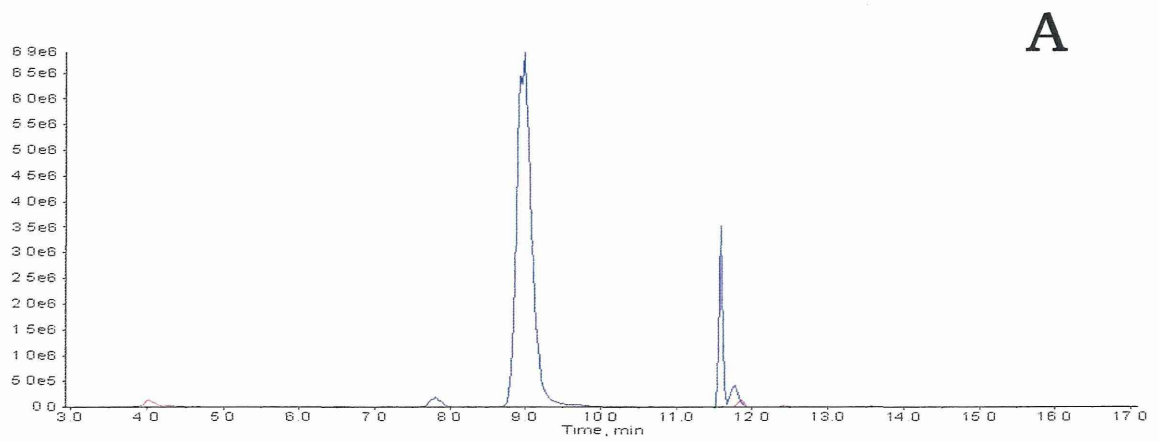


図4 鶏筋肉のSRMクロマトグラム

(A) ブランク試料、(B) 添加試料 (添加量: 0.1  $\mu\text{g/g}$  相当)、(C) 標準溶液 (0.01  $\mu\text{g/mL}$ )

(a) リバビリン、(b) アシクロビル、(c) アルビドール、(d) リマンタジン、(e) オセルタミビル、(f) イミキモド、(g) アマンタジン、(h) ペラミビル、(i) ラニナミビル、(j) ザナミビル

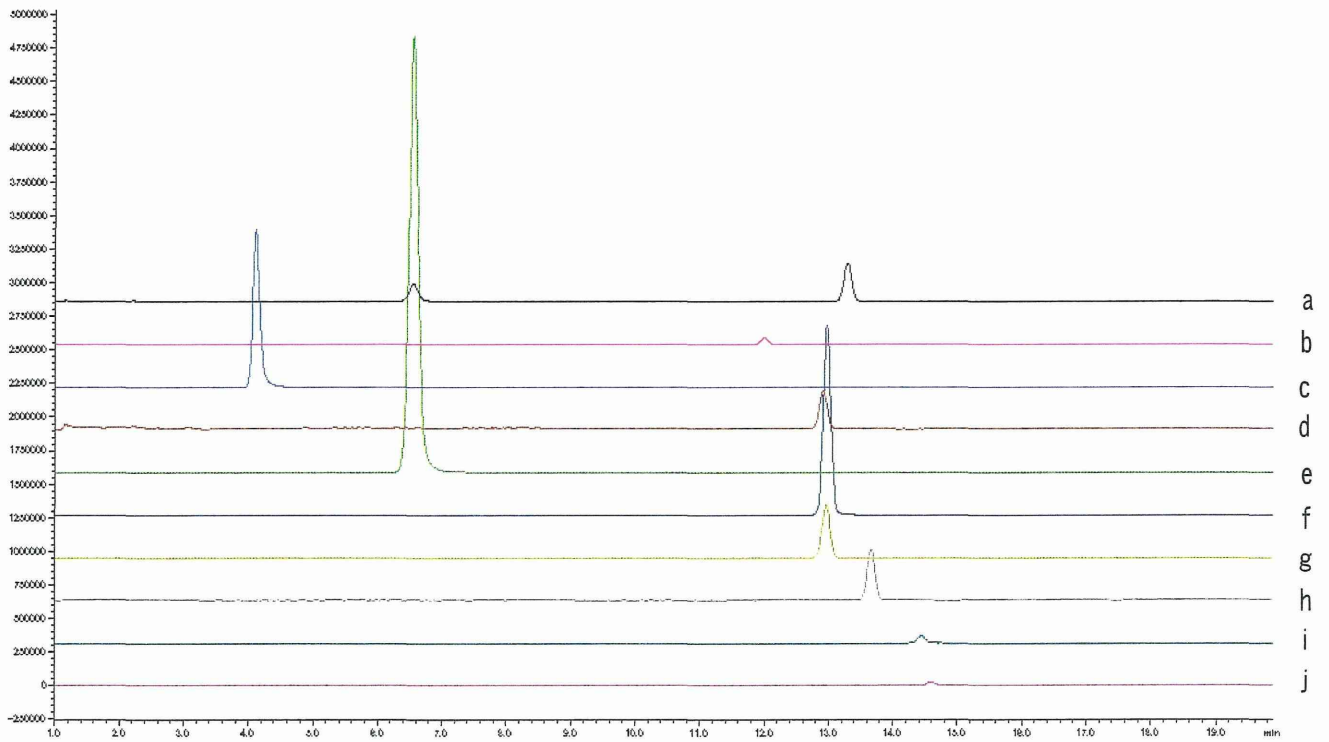


図5 標準溶液 (0.01 µg/mL) の SRM クロマトグラム  
 使用機器：LCMS-8050 システム (島津製作所株)

- (a) アマンタジン、(b) アルビドール、(c) リバビリン、(d) リマンタジン、
- (e) アシクロビル、(f) イミキモド、(g) オセルタミビル、(h) ペラミビル、
- (i) ラニナミビル、(j) ザナミビル



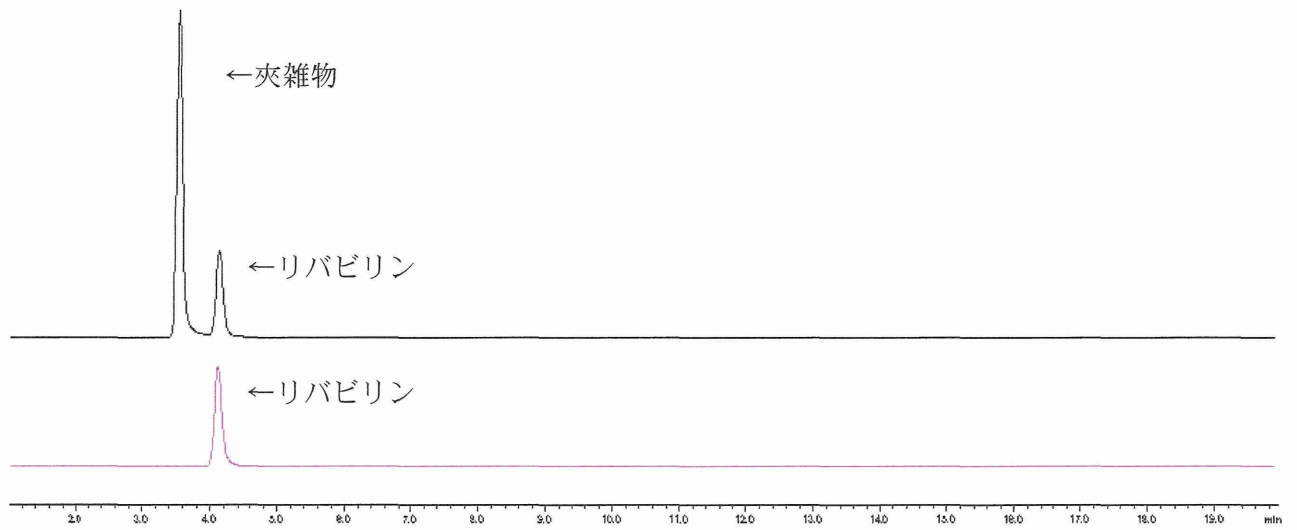


図6 リバビリンのSRMクロマトグラム  
使用機器：LCMS-8050 システム（島津製作所株）

別紙

研究成果の刊行に関する一覧表

書籍

無し

雑誌

無し

