液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による
食肉中 β−ラクタム系抗生物質一斉分析法の妥当性評価

志良堂　裕子[a]，小池　裕[a]，吉川　聡一[a]，林　洋[a]，大場　由実[a]，山本　純代[a]，
林　もも香[a]，原　万里奈[a]，永野　智恵子[a]，横山　知子[b]，下井　俊子[a]，鈴木　仁[b]
（外部機関査読者：笹本　剛生[c]）

新規導入した液体クロマトグラフタンデム型質量分析計を用いて，食肉中の β−ラクタム系抗生物質 11 剤を対象とする一斉分析法の妥当性を確認した．試料として豚筋肉，鶏筋肉及び牛筋肉を用い，添加濃度 0.01 及び 0.1 μg/g の 2 濃度，2 併行，5 日間の添加回収試験を実施し，妥当性評価ガイドラインの目標値等への適合を評価した．その結果，マトリックス検量線法及び内部標準法による定量において，ガイドラインの目標値等に適合した薬剤は，添加濃度 0.01 μg/g では，豚筋肉，鶏筋肉及び牛筋肉でいずれも 11 薬剤中 9 薬剤，添加濃度 0.1 μg/g では，豚筋肉，鶏筋肉及び牛筋肉でいずれも 11 薬剤中 8 薬剤であった．本研究により，試験に供した 11 薬剤中アモキシシリン，アスポキシリン，ベンジルペニシリンの 3 薬剤を除いて，食肉中 β−ラクタム系抗生物質一斉分析法の有用性が示され，行政検査への適応が可能であることを確認した．

キーワード：β−ラクタム系抗生物質，食肉，液体クロマトグラフタンデム型質量分析計，妥当性評価，動物用医薬品

は　じ　め　に

食肉中に残留する動物用医薬品は，食品の安全性確保の観点から継続的かつ適切な監視が求められている[1)]．東京都では残留動物用医薬品等について，都内に流通する畜産物及び魚介類を対象として検査（以下，行政検査）を実施し，検査結果をホームページで公表している[2)]．特に畜産分野で用いられる β−ラクタム系抗生物質を含む抗菌性物質等については，食品中への残留による安全上の懸念に加え，薬剤耐性菌対策の側面からも，継続的な検査体制の整備が重要である[1,3,4)]．

当研究室では，β−ラクタム系抗生物質の定量試験法として，液体クロマトグラフタンデム型質量分析計（以下，LC-MS/MS）を用いる一斉分析法[5)]を改良し（以下，開発法），試験に供している．今般，開発法で用いていた機種よりもさらに高感度な LC-MS/MS の導入に伴い，大場らが報告した乳中カルバペネム系薬剤の一斉試験法[6)]を参考に，開発法の機器測定条件を再構築した．妥当性評価ガイドライン[7)]（以下，ガイドライン）では，分析機器の変更等により分析性能に重大な影響が生じる可能性がある場合，妥当性を再評価することが求められている．

そこで本研究では，新規導入した LC-MS/MS を用い，開発法の分析条件を確認及び最適化するとともに，食肉中の β−ラクタム系抗生物質11薬剤を対象として，変更後の分析条件における妥当性評価を実施した．さらに，定量精度の向上を目的として，安定同位体標識化合物を用いる内部標準法の適用についても検討した．

実　験　方　法

1. 試料

分析対象薬剤が残存していないことを確認した豚筋肉，鶏筋肉及び牛筋肉を用いた．試料はフードプロセッサーで細かく粉砕後，十分に混和・均一化し，試験開始まで冷凍庫（-20°C）で保存した．

2. 分析対象薬剤

行政検査での対象薬剤を含めた11薬剤を分析対象とした．

3. 試薬

1) 動物用医薬品標準品

標準品のうち，アモキシシリン，アンピシリン，ジクロキサシリン，セファゾリン，フェノキシメチルペニシリン，セフロキシムは富士フイルム和光純薬（株）製，アスポキシシリン，ナフシリンは Toronto Research Chemicals 製，オキサシリン，クロキサシリンは Dr.Ehrenstorfer-GmbH 製，ベンジルペニシリンは関東化学（株）製，アンピシリン-*d*5 は，HPC standard GmbH 製を用いた．塩や水和物等の場合は適宜分子量補正を行い，残留基準のある分析対象化合物としての重量を正確に秤量した．

[a] 東京都健康安全研究センター食品化学部残留物質研究科
169-0073 東京都新宿区百人町3-24-1
[b] 東京都健康安全研究センター食品化学部
[c] 一般社団法人東京都食品衛生協会東京食品技術研究所

2) 標準原液　開発法に則って調整し，標準原液（1,000 μg/mL）とした．

3) 内部標準原液　アンピシリン-*d*5 標準品 10.0 mg を正確に秤量し，0.1 mol/L/炭酸水素ナトリウム溶液 1 mL に溶解後，メタノールを用いて 10 mL とした（1,000 μg/mL）．

4) 混合標準溶液　各標準原液を混合し，混合標準原液を調製した後，0.1%ギ酸含有アセトニトリル溶液で段階的に希釈したものを混合標準溶液（1 μg/mL 及び 10 μg/mL）とした．

5) 検量線作成用混合標準溶液　混合標準溶液を水及び0.1%ギ酸含有アセトニトリル溶液比が1:1になるように適宜希釈し，検量線作成用混合標準溶液とした．

6) 0.1 mol/L EDTA-2Na含有pH7.0マキルベン緩衝液（以下，マキルベン緩衝液）　リン酸二ナトリウム二水和物 30.92 g，クエン酸一水和物 2.73 g及びEDTA-2Na 37.13 gを水に溶解し1 Lとした．

7) 塩析用塩化ナトリウム水溶液　塩化ナトリウム25 gを水に溶解し100 mLとした．

8) 固相カラム　PLS-3（200 mg/20 mL，60 μm）カラムはGLサイエンス（株）製を用いた．

4. 器具，装置及び分析条件

超音波発生装置：日本エマソン（株）製，超高速遠心分離機：（株）トミー精工製，ボルテックスミキサー：Scientific Industries, Inc製，多本架冷却遠心機：（株）トミー精工製，卓上遠心分離機：エッペンドルフ・ハイマック・テクノロジーズ（株）製．LC-MS/MSの装置分析条件をTable 1に，各薬剤の測定パラメータをTable 2に示した．

Table 1. LC-MS/MS conditions

HPLC system	ACQUITY UPLC I-Class PLUS （Waters Corporation）
HPLC column	InertSustain® AQ-C18 （2.1 mm i.d. × 150 mm, 3 μm p.d., GL Sciences）
Column temperature	40°C
Flow rate	0.3 mL/min
Mobile phase	（A） 0.1% Formic acid in water （B） Acetonitrile
Gradient	（A% : B%） = Initial （98 : 2） → 2.5 min （98 : 2） → 6.0 min （2 : 98） → 10.0 min （2 : 98） → 10.1 min （98 : 2） → 15.0 min （98 : 2）
Injection volume	2 μL
MS system	MS/MS：Xevo TQ-XS （Waters Corporation）
Ionization	ESI （±）
Capillary voltage	±0.5 kV
Source temperature	150°C
Desolvation temperature	400°C
Cone gas flow	150 L/hr
Desolvation gas flow	1,000 L/hr
Analysis mode	Multiple reaction monitoring （MRM）

Table 2. LC-MS/MS parameters

	Analyte	Transition 1[a] (*m/z*)	Transition 2[b] (*m/z*)	ESI	Cone Voltage 1 (V)	Cone Voltage 2 (V)	Collision Energy 1 (eV)	Collision Energy 2 (eV)
1	Ampicillin	350 > 106	350 > 192	+	40	40	16	14
	Ampicillin-*d*5	355 > 111	355 > 160	+	36	36	18	10
2	Amoxicillin	366 > 114	366 > 160	+	30	30	18	16
3	Cefazolin	455 > 323	455 > 156	+	30	30	10	14
4	Aspoxicillin	494 > 250	494 > 114	+	40	40	22	34
5	Benzylpenicillin	333 > 192	333 > 74	−	20	20	8	24
6	Phenoxymethylpenicillin	349 > 208	349 > 93	−	20	20	10	34
7	Oxacillin	400 > 259	400 > 356	−	10	10	12	8
8	Nafcillin	413 > 272	413 > 243	−	20	20	12	24
9	Cefuroxime	423 > 318	423 > 207	−	2	2	8	14
10	Cloxacillin	434 > 293	434 > 390	−	30	30	12	6
11	Dicloxacillin	468 > 327	468 > 424	−	10	10	10	8

a: Quantitative Transition
b: Qualitative Transition

5. 試料前処理法

試料5.00 gを50 mL PP製遠沈管（以下，遠沈管）に量り採り，内部標準溶液1 μg/mL又は10 μg/mLのいずれかを50 μL添加した．この試料にマキルベン緩衝液20 mLを加え，ボルテックスミキサーで1分間撹拌した．さらにヘキサン5 mLを加え，同様に1分間撹拌した後，超音波発生装置で10分間処理した．次いで，4°C，9,600×*g*で20分間遠心分離し，ヘキサン層を除去した後，マキルベン緩衝液層を別の50 mL遠沈管に分取した．これに塩析用塩化ナトリウム水溶液1 mLを加え，ボルテックスミキサーで1分間撹拌した後，4°C，9,600×*g*で10分間遠心分離し，上澄みを分取して抽出液とした．

得られた抽出液を，あらかじめアセトニトリル5 mL及びマキルベン緩衝液5 mLでコンディショニングしたPLS-3カラムに負荷した．カラムを水5 mLで洗浄後，3分間減圧下で乾燥させたものを乾燥PLS-3カラム（A）とした．

マキルベン緩衝液層を分取した後の残渣及び浮遊物に水2 mLを加え，撹拌棒で撹拌後，激しく振とうした．これに0.1%ギ酸含有アセトニトリル溶液10 mLを加え，ボルテックスミキサーで1分間撹拌した後，超音波発生装置で10分間処理した．さらに硫酸マグネシウム3 gを加えて撹拌棒で十分に撹拌し，4°C，1,800×*g*で10分間遠心分離した．得られたアセトニトリル層を乾燥PLS-3カラム（A）に負荷し，流出液を15 mL遠沈管に採取した．これを0.1%ギ酸含有アセトニトリル溶液で10 mLに定容し，溶出液とした．溶出液を水で2倍希釈した後，4°C，16,000×*g*で5分間遠心分離し，上清をPP製遮光バイアルに移して，LC-MS/MS用試験溶液（4倍希釈液）とした．

6. 妥当性評価

ガイドラインに従い，0.01及び0.1 μg/gの2濃度について，分析者1名，2併行，5日間の添加回収試験を実施した．各試料5.00 gに対し，添加濃度0.01 μg/gでは1 μg/mL混合標準溶液及び内部標準溶液50 μL（理論値2.5 ng/g），添加濃度0.1 μg/gでは10 μg/mL混合標準溶液50 μL（理論値25 ng/g）を添加し30分静置した後，前項5に従って試験溶液を調製した．ガイドラインの各評価項目である定量限界，選択性，真度，精度について目標値等への適合を確認した．

7. 検量線

検量線用混合標準溶液は 0.25, 0.5, 1, 2.5, 5, 7.5, 10, 25 及び 50 ng/mL を作成し，低濃度領域は理論値 2.5 ng/mL，高濃度領域は理論値 25 ng/mL を挟むように前後 5 点取り検量線に採用した．定量はマトリックス検量線法を採用し，アンピシリン，アモキシシリン及びアスポキシシリンでは，アンピシリン-*d5* を使用した内部標準法による定量も併せて行った．内部標準法の各検量点において，添加濃度に応じてアンピシリン-*d5* の濃度を理論値 2.5 又は 25 ng/mL になるように調整した．

結果及び考察

1. 前処理方法及びLC-MS/MS測定条件

本研究における試料前処理方法は開発法を基に実施した．新規機器の導入に伴いLC-MS/MS測定条件を大場らの報告した乳中カルバペネム系薬剤一斉分析法を参考にして再構築した．すなわち，HPLCカラムにInertSustain AQ-C18カラムを，移動相に0.1%ギ酸含有水及びアセトニトリルを用い，分析対象薬剤のMRM条件を最適化した．

2. 検量線

ベンジルペニシリンを除き，各薬剤の検量線は0.25–50 ng/mLの間で，良好な直線性（R^2>0.99）を示した．一方，ベンジルペニシリンでは高濃度領域において検出器応答能の飽和が認められ，直線性が悪化した(Fig.1)．特に，25, 50 ng/mLではピーク面積の増加率が低下した．

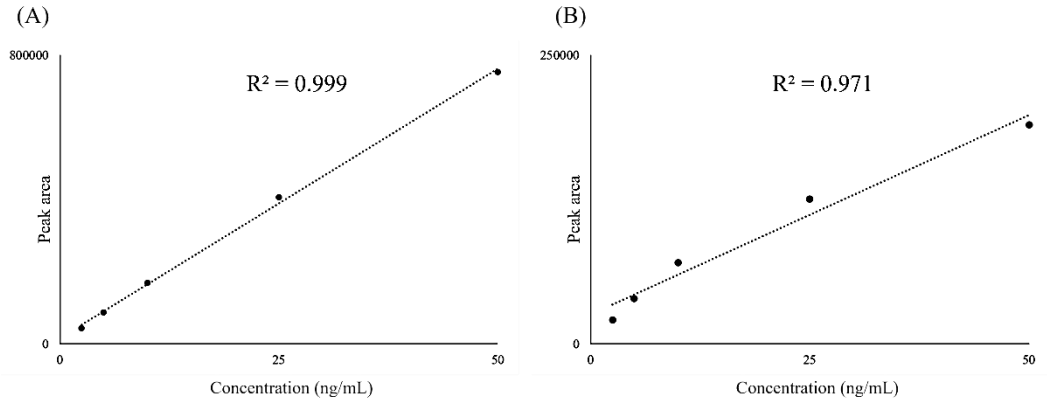


Fig. 1. Typical calibration curves from the matrix-matched standard solutions for benzylpenicillin in (A) swine and (B) chicken sample. The calibration curves for high ranges consist of five points (2.5, 5, 10, 25, and 50 ng/mL)

3. 定量限界

試料に試料中濃度が0.001 μg/g相当となるよう添加し分析したところ，すべての成分において*S/N*≧10であることを確認した．

4. 選択性

ブランク試料を分析したところ，牛筋肉のアスポキシシリンを除き定量を妨害するピークは認められず，十分な選択性を有することを確認した．牛筋肉に認められた妨害ピークはアスポキシシリンの保持時間0.2分前に溶出し，その強度は一律基準0.01 ppm（0.01 μg/g）の1/10未満であった．さらに，本妨害ピークのテーリング部分はアスポキシシリンの保持時間付近に及ぶものの，アスポキシシリンとは分離されており定量への影響は認められなかった．

5. 真度及び精度

添加した2濃度（0.01及び0.1 μg/g）について，各成分の真度，併行精度及び室内精度の結果をTable 3，4，5に示した．

Table 3. Validation data for 11 veterinary drugs in swine muscle

		0.01 μg/g	0.1 μg/g	0.01 μg/g	0.1 μg/g	0.01 μg/g	0.1 μg/g
	Analyte	Trueness (%)		Repeatability (RSD%)		Within-laboratory reproducibility (RSD%)	
1	Ampicillin	70.8	69.7	4.1	3.9	10.3	7.6
	Ampicillin*	97.2	109.9	3.9	2.5	12.3	2.9
	Ampicillin-*d5***	69.2	68.7	4.7	3.0	8.1	8.4
2	Amoxicillin	20.1	20.6	6.5	3.8	15.2	7.5
	Amoxicillin*	25.2	23.8	8.9	2.6	17.4	15.7
3	Cefazolin	87.9	87.4	3.2	2.5	6.6	7.0
4	Aspoxicillin	51.4	49.9	8.4	3.6	8.4	8.3
	Aspoxicillin*	67.1	64.4	6.7	1.7	16.0	16.2
5	Benzylpenicillin	103.8	124.6	4.7	5.3	19.5	27.4
6	Phenoxymethylpenicillin	85.7	84.8	9.4	6.1	9.4	7.3
7	Oxacillin	87.3	88.3	8.9	5.6	8.9	7.4
8	Nafcillin	91.8	92.5	8.5	4.1	8.5	7.0
9	Cefuroxime	88.1	88.5	9.4	5.3	9.4	7.5
10	Cloxacillin	83.8	85.1	7.8	4.1	7.8	7.3
11	Dicloxacillin	81.0	82.8	8.6	6.0	8.6	10.0

* Ampicillin-*d5* was the IS for the quantification of Ampicillin, Amoxicillin, and Aspoxicillin.

** The quantification value for ampicillin-*d5* was calculated from the matrix-matched calibration curve.

Gray background means out of the criteria in the Japanese guideline.

Table 4. Validation data for 11 veterinary drugs in chicken muscle

		0.01 μg/g	0.1 μg/g	0.01 μg/g	0.1 μg/g	0.01 μg/g	0.1 μg/g
	Analyte	Trueness (%)		Repeatability (RSD%)		Within-laboratory reproducibility (RSD%)	
1	Ampicillin	66.0	68.8	8.1	5.4	11.5	10.2
	Ampicillin*	110.4	112.7	6.6	2.0	6.6	4.1
	Ampicillin-*d5***	64.9	68.1	4.5	4.7	9.6	8.9
2	Amoxicillin	23.0	21.5	13.8	2.6	14.6	14.9
	Amoxicillin*	22.7	19.5	6.8	4.3	9.4	4.4
3	Cefazolin	81.1	85.3	6.2	3.0	7.2	3.8
4	Aspoxicillin	45.2	45.1	25.7	4.2	27.5	19.7
	Aspoxicillin*	59.5	47.9	5.6	3.8	8.0	5.0
5	Benzylpenicillin	108.5	150.8	10.3	12.3	10.3	12.7
6	Phenoxymethylpenicillin	87.1	92.3	4.7	5.6	4.7	5.6
7	Oxacillin	89.4	96.2	6.3	6.6	6.3	6.6
8	Nafcillin	95.7	115.8	6.6	12.3	6.6	14.6
9	Cefuroxime	85.6	88.8	4.2	4.2	7.0	4.2
10	Cloxacillin	89.3	93.8	6.0	8.4	6.0	8.4
11	Dicloxacillin	88.7	92.2	6.1	6.6	6.1	8.1

* Ampicillin-*d5* was the IS for the quantification of Ampicillin, Amoxicillin, and Aspoxicillin.

** The quantification value for ampicillin-*d5* was calculated from the matrix-matched calibration curve.

Gray background means out of the criteria in the Japanese guideline.

Table 5. Validation data for 11 veterinary drugs in bovine muscle

	Analyte	0.01 μg/g	0.1 μg/g	0.01 μg/g	0.1 μg/g	0.01 μg/g	0.1 μg/g
		Trueness (%)		Repeatability (RSD%)		Within-laboratory reproducibility (RSD%)	
1	Ampicillin	64.8	67.5	6.8	5.1	10.5	9.2
	Ampicillin*	104.8	105.2	3.9	1.3	7.0	5.6
	Ampicillin-*d5***	64.8	66.7	6.3	4.8	9.5	8.9
2	Amoxicillin	26.2	25.8	11.4	6.4	16.1	12.8
	Amoxicillin*	33.0	27.9	8.8	5.8	19.7	26.5
3	Cefazolin	78.7	82.3	4.1	3.1	7.1	7.3
4	Aspoxicillin	53.6	51.3	10.1	4.9	15.5	11.8
	Aspoxicillin*	85.0	59.0	8.3	2.4	28.5	25.7
5	Benzylpenicillin	97.2	134.1	5.3	2.6	11.3	28.7
6	Phenoxymethylpenicillin	81.0	84.1	4.5	1.8	4.5	4.6
7	Oxacillin	83.5	87.3	6.5	3.2	6.5	7.7
8	Nafcillin	89.2	101.3	6.2	6.5	7.5	17.9
9	Cefuroxime	81.9	84.8	6.7	3.0	9.2	8.5
10	Cloxacillin	81.2	83.8	5.9	4.3	6.1	7.6
11	Dicloxacillin	79.9	80.7	7.6	5.1	8.5	11.0

* Ampicillin-*d5* was the IS for the quantification of Ampicillin, Amoxicillin, and Aspoxicillin.
** The quantification value for ampicillin-*d5* was calculated from the matrix-matched calibration curve.
Gray background means out of the criteria in the Japanese guideline.

1) マトリックス検量線法による定量

マトリックス検量線法を用いて妥当性評価を行った結果，ガイドラインの目標値等に適合した薬剤は，添加濃度0.01 μg/gでは，豚筋肉で11薬剤中9薬剤，鶏筋肉及び牛筋肉で11薬剤中8薬剤であった．また，添加濃度0.1 μg/gでは，豚筋肉，鶏筋肉及び牛筋肉で11薬剤中7薬剤であった．添加濃度0.01 μg/gでは，豚筋肉はアモキシシリン及びアスポキシシリンがガイドラインに不適合であり，鶏筋肉及び牛筋肉はアンピシリン，アモキシシリン及びアスポキシシリンが不適合であった．添加濃度0.1 μg/gでは，全ての試料でアンピシリン，アモキシシリン，アスポキシシリン及びベンジルペニシリンが不適合であった．

本評価における真度は，開発法の真度と同様の傾向が見られた．そのため，これらの 11 薬剤についてはマトリックス効果及び測定条件等の機器間差の影響は少ないと判断した．一方で，アモキシシリン及びアスポキシシリンについては，ガイドラインの目標値等に適合しなかった要因は不明である．

また，ベンジルペニシリンの本評価における真度は，添加濃度 0.01 μg/g では 103.8–108.5%，添加濃度 0.1 μg/g では，124.6–150.8%と過回収を示した．これに対して，開発法での値は72.0–76.0%と，いずれの添加濃度においてもガイドラインの目標値等に適合していた．本評価で過回収になった試料では，試験で用いた検量線の高濃度領域の検量点に飽和が認められた（Fig.1）．このことから，添加濃度 0.1 μg/g でガイドラインの目標値等に適合しなかった原因としては，試料由来のマトリックスの影響により，検量線の直線性が十分に確保されなかったためと考えられた．試験溶液の希釈条件や検量線範囲の再設定など今後検討を重ねて分析法の改良を行う必要がある．

2) 内部標準法による定量

マトリックス検量線法による定量において，アモキシシリン及びアスポキシシリンは添加濃度0.01 μg/g，0.1 μg/gともに3試料全てでガイドラインの目標値等に適合しなかった．また，アンピシリンは豚筋肉の添加濃度0.01 μg/g以外でガイドラインの目標値等に適合しなかった．そこでアンピシリン-*d5*を内部標準物質として内部標準法による定量を行った．その結果，アンピシリンでは，添加濃度0.01 μg/g，0.1 μg/gともに3試料全てで，ガイドラインの目標値等に適合した．アンピシリン-*d5*を内部標準物質とすることで，前処理，分析工程でのマトリックス効果，回収率の補正ができたと考えられた．一方でアモキシシリンは両添加濃度，3試料ともガイドラインの目標値等に適合しなかった．また，アスポキシシリンでは，添加濃度0.01 μg/gの牛筋肉は回収率の向上は見られたものの，日間での回収率のばらつきが大きく，室内精度の値が高かった．以上より，アモキシシリン及びアスポキシシリンでは，アンピシリン-*d5*による内部標準法の補正は困難であると考えた．

ま と め

食肉中β−ラクタム系抗生物質11薬剤について，開発法を基に新規導入したLC-MS/MSに適用するための測定条件を再構築し，妥当性評価を実施した．その結果，多くの薬剤でガイドラインの目標値に適合し，日常検査法としての性能が証明された．また，アンピシリンでは内部標準法による定量が有効であることが確認された．一方，アモキシシリン及びアスポキシシリンでは真度において目標値を下回り，ベンジルペニシリンでは高濃度領域における検量線の直線性が不十分であった．今後さらなる検討を重ねて，原因究明と分析法の改善が必要であることを見出した．

文　　献

1）神田真軌：都薬雑誌，**41**(5), 8–13, 2019.

2）東京都保健医療局：食品衛生の窓，東京都　残留農薬等検査結果一覧 https://www.hokeniryo1.metro.tokyo.lg.jp/shokuhin/z_nouyaku/kekka/index.html　（2026年8月26日現在．なお本URLは変更又は抹消の可能性がある）

3）神田真軌，小林甲斐，西野由香里，他：東京健安研セ年報，**75**, 41–57, 2024.

4）Koike H, Yoshikawa S, Nakajima T, *et al*.: *J Environ Sci Health B*. **60**, 447–455, 2025.

5）Kanda M, Nakajima T, Hayashi H, *et al*.: *J AOAC Int.* **98**, 230–247, 2015.

6）Ohba Y, Hayashi H, Kanda M, *et al.*: *Food Addit Contam Part A Chem Anal Control Expo Risk Assess*. **41**, 151–161, 2024.

7）厚生労働省医薬局食品安全部長：食安発第 1224 第 1 号, 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の一部改正について（通知），平成 22 年 12 月 24 日.

利益相反（COI）利益相反はない.

LC–MS/MS Validation of a Method that Simultaneously Determines β-Lactam Antibiotics in Meats

Hiroko SHIRADOH[a], Hiroshi KOIKE[a], Souichi YOSHIKAWA[a], Hiroshi HAYASHI[a], Yumi OHBA[a],
Sumiyo YAMAMOTO[a], Momoka HAYASHI[a], Marina HARA, Chieko NAGANO[a], Tomoko YOKOYAMA[a],
Toshiko SHIMOI[a], and Jin SUZUKI[a]
(Reviewed by Takeo SASAMOTO[b])

Using a currently installed liquid chromatograph–tandem mass spectrometer, this study evaluates an analytical method that simultaneously quantifies 11 β-lactam antibiotics in meats. Recovery-fortification tests were conducted on swine, chicken, and bovine muscle samples at two concentrations (0.01 and 0.1 μg/g) on each of five days. All tests were performed duplicate. The method performance was assessed against the criteria in the Japanese validation guidelines (MHLW 2010, Director Notice, Syoku-An No. 1224-1). In adopting matrix-matched and internal-standard calibration curves, nine of the 11 analytes met the criteria in all muscle samples at 0.01 μg/g, whereas eight analytes met the criteria in all muscle samples at 0.1 μg/g. These results demonstrated the applicability of the simultaneous analytical method using the installed instrument can adequately determine β-lactam antibiotics in meats. Therefore, the method is suitable for routine regulatory testing of the validated analytes.

Keywords: β-lactam antibiotics, meats, LC–MS/MS, method validation, veterinary drug residues

[a] Tokyo Metropolitan Institute of Public Health,
3-24-1, Hyakunin-cho, Shinjuku-ku, Tokyo 169-0073, Japan
[b] Tokyo Food Sanitation Association Food Research Laboratory