

○飼料分析基準（平成 20 年 4 月 1 日付け 19 消安第 14729 号農林水産省消費・安全局長通知）一部改正 新旧対照表

（下線部は改正箇所）

改 正 後	改 正 前
目 次 第 1 章～第 5 章 〔略〕	目 次 第 1 章～第 5 章 〔略〕
第 6 章 農 薬	第 6 章 農 薬
第 1 節 各条 1～264 〔略〕 <u>265 プロクロラズ</u> <u>266 ブロモブチド脱臭素体</u>	第 1 節 各条 1～264 〔略〕 〔新設〕 〔新設〕
第 2 節 〔略〕	第 2 節 〔略〕
第 3 節 多成分同時分析法 1～30 〔略〕 <u>31 シハロホップブチル及びベンフレセートの液体クロマトグラフ タンデム型質量分析計による同時分析法</u>	第 3 節 多成分同時分析法 1～30 〔略〕 〔新設〕
〔以下略〕	〔以下略〕
第 1 章～第 5 章 〔略〕	第 1 章～第 5 章 〔略〕
第 6 章 農 薬	第 6 章 農 薬
第 1 節 各条 1～27 〔略〕 28 イミダクロプリド 28.1 液体クロマトグラフ質量分析計による単成分分析法 <u>（適用範囲：穀類及び乾牧草（稲わらを除く。））</u> A 〔略〕	第 1 節 各条 1～27 〔略〕 28 イミダクロプリド 28.1 液体クロマトグラフ質量分析計による単成分分析法 〔新設〕 A 〔略〕

改正後	改正前																																								
<b>B 定 量</b>	<b>B 定 量</b>																																								
<p>抽出 分析試料 10.0 g を量って 200 mL の共栓三角フラスコに入れ、アセトニトリル-水 (13+7) 50 mL (乾牧草は 100 mL) を加え、30 分間振り混ぜて抽出する。200 mL のトールビーカーをブフナー漏斗の下に置き、抽出液をろ紙 (5 種 B) で吸引ろ過した後、先の三角フラスコ及び残さを順次アセトニトリル 25 mL (乾牧草は 50 mL) で洗浄し、同様に吸引ろ過する。ろ液を 100 mL (乾牧草は 200 mL) の全量フラスコに入れ、先のトールビーカーを少量のアセトニトリルで洗浄し、洗液を全量フラスコに加える。更に全量フラスコの標線までアセトニトリルを加え、<u>(乾牧草は、更にアセトニトリルで正確に 10 倍希釈し、)</u> 液液分配に供する試料溶液とする<sup>注1</sup>。</p> <p>液液分配 [略]</p> <p>カラム処理 I [略]</p> <p>カラム処理 II [略]</p> <p>液体クロマトグラフ質量分析計による測定 [略]</p> <p>計 算 [略]</p> <p>注 [略]</p> <p>(参考) 分析法バリデーション</p> <p>・添加回収率及び繰返し精度</p> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="text-align: center;">試料の種類</th> <th style="text-align: center;">添加濃度 (<math>\mu\text{g}/\text{kg}</math>)</th> <th style="text-align: center;">繰返 し</th> <th style="text-align: center;">添加回収率 (%)</th> <th style="text-align: center;">繰返し精度 RSD (%以下)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>小麦</td> <td style="text-align: center;">5~200</td> <td style="text-align: center;">5</td> <td style="text-align: center;">71.1~87.9</td> <td style="text-align: center;">3.3</td> </tr> <tr> <td>とうもろこし</td> <td style="text-align: center;">5~100</td> <td style="text-align: center;">3</td> <td style="text-align: center;">83.4~92.6</td> <td style="text-align: center;">3.1</td> </tr> <tr> <td>ライグラス</td> <td style="text-align: center;">200~6,000</td> <td style="text-align: center;">3</td> <td style="text-align: center;">89.9~92.2</td> <td style="text-align: center;">1.6</td> </tr> </tbody> </table> <p>[以下略]</p>	試料の種類	添加濃度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	繰返 し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD (%以下)	小麦	5~200	5	71.1~87.9	3.3	とうもろこし	5~100	3	83.4~92.6	3.1	ライグラス	200~6,000	3	89.9~92.2	1.6	<p>抽出 分析試料 10.0 g を量って 200 mL の共栓三角フラスコに入れ、アセトニトリル-水 (13+7) 50 mL (乾牧草は 100 mL) を加え、30 分間振り混ぜて抽出する。200 mL のトールビーカーをブフナー漏斗の下に置き、抽出液をろ紙 (5 種 B) で吸引ろ過した後、先の三角フラスコ及び残さを順次アセトニトリル 25 mL (乾牧草は 50 mL) で洗浄し、同様に吸引ろ過する。ろ液を 100 mL (乾牧草は 200 mL) の全量フラスコに入れ、先のトールビーカーを少量のアセトニトリルで洗浄し、洗液を全量フラスコに加える。更に全量フラスコの標線までアセトニトリルを加え、液液分配に供する試料溶液とする<sup>注1</sup>。</p> <p>液液分配 [略]</p> <p>カラム処理 I [略]</p> <p>カラム処理 II [略]</p> <p>液体クロマトグラフ質量分析計による測定 [略]</p> <p>計 算 [略]</p> <p>注 [略]</p> <p>(参考) 分析法バリデーション</p> <p>・添加回収率及び繰返し精度</p> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="text-align: center;">試料の種類</th> <th style="text-align: center;">添加濃度 (<math>\mu\text{g}/\text{kg}</math>)</th> <th style="text-align: center;">繰返 し</th> <th style="text-align: center;">添加回収率 (%)</th> <th style="text-align: center;">繰返し精度 RSD (%以下)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td colspan="5" style="text-align: center;">[新設]</td> </tr> <tr> <td>とうもろこし</td> <td style="text-align: center;">5~100</td> <td style="text-align: center;">3</td> <td style="text-align: center;">83.4~92.6</td> <td style="text-align: center;">3.1</td> </tr> <tr> <td>ライグラス</td> <td style="text-align: center;">200~6,000</td> <td style="text-align: center;">3</td> <td style="text-align: center;">89.9~92.2</td> <td style="text-align: center;">1.6</td> </tr> </tbody> </table> <p>[以下略]</p>	試料の種類	添加濃度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	繰返 し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD (%以下)	[新設]					とうもろこし	5~100	3	83.4~92.6	3.1	ライグラス	200~6,000	3	89.9~92.2	1.6
試料の種類	添加濃度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	繰返 し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD (%以下)																																					
小麦	5~200	5	71.1~87.9	3.3																																					
とうもろこし	5~100	3	83.4~92.6	3.1																																					
ライグラス	200~6,000	3	89.9~92.2	1.6																																					
試料の種類	添加濃度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	繰返 し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD (%以下)																																					
[新設]																																									
とうもろこし	5~100	3	83.4~92.6	3.1																																					
ライグラス	200~6,000	3	89.9~92.2	1.6																																					

改正後	改正前
29～227 〔略〕	29～227 〔略〕
<p>228 シハロホップブチル</p> <p>228.1 シハロホップブチル及びベンフレセートのガスクロマトグラフ質量分析計による同時分析法 <u>(適用範囲：稲わら及び粃米)</u> 第3節24による。</p> <p>228.2 <u>シハロホップブチル及びベンフレセートの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時分析法</u> <u>(適用範囲：稲発酵粗飼料)</u> 第3節31による。</p>	<p>228 シハロホップブチル</p> <p>228.1 シハロホップブチル及びベンフレセートのガスクロマトグラフ質量分析計による同時分析法 〔新設〕 第3節24による。</p> <p>〔新設〕</p>
229～238 〔略〕	229～238 〔略〕
<p>239 ベンフレセート</p> <p>239.1 シハロホップブチル及びベンフレセートのガスクロマトグラフ質量分析計による同時分析法 <u>(適用範囲：稲わら及び粃米)</u> 第3節24による。</p> <p>239.2 <u>シハロホップブチル及びベンフレセートの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時分析法</u> <u>(適用範囲：稲発酵粗飼料)</u> 第3節31による。</p>	<p>239 ベンフレセート</p> <p>239.1 シハロホップブチル及びベンフレセートのガスクロマトグラフ質量分析計による同時分析法 〔新設〕 第3節24による。</p> <p>〔新設〕</p>
240～264 〔略〕	240～264 〔略〕

改正後	改正前
<p>265 <u>プロクロラズ</u></p> <p>265.1 <u>プロクロラズのガスクロマトグラフ質量分析計による単成分分析法<sup>注1</sup></u>  <u>(適用範囲：稲わら、稲発酵粗飼料及び粃米)</u></p> <p style="text-align: center;"><b>A 試薬の調製</b></p> <p>1) <u>2,4,6-トリクロロフェノール標準液</u>    <u>2,4,6-トリクロロフェノール [C<sub>6</sub>H<sub>2</sub>Cl<sub>3</sub>OH] 25 mg を正確に量って 50 mL の全量フラスコに入れ、アセトンを加えて溶かし、更に標線まで同溶媒を加えて 2,4,6-トリクロロフェノール標準原液を調製する (この液 1 mL は 2,4,6-トリクロロフェノールとして 0.5 mg を含有する。)</u>  <u>使用に際して、2,4,6-トリクロロフェノール標準原液の一定量をアセトンで正確に希釈し、1 mL 中に 2,4,6-トリクロロフェノールとして 5 µg を含有する液を調製する。更にこの液の一定量をヘキサンで正確に希釈し、1 mL 中に 2,4,6-トリクロロフェノールとして 0.0002~0.1 µg を含有する数点の 2,4,6-トリクロロフェノール標準液を調製する。</u></p> <p>2) <u>検量線作成用標準液</u>    <u>各 2,4,6-トリクロロフェノール標準液 1 mL をバイアル瓶に正確に入れ、N,O-ビス (トリメチルシリル) トリフルオロアセトアミド<sup>注2</sup> 50 µL を加えて混合し、各検量線作成用標準液を調製する。</u></p> <p style="text-align: center;"><b>B 定 量</b></p> <p><u>抽 出</u>    <u>分析試料 10.0 g を量って 300 mL の共栓三角フラスコに入れ、水 30 mL (粃米は 20 mL) を加え、30 分間静置後、更にアセトン 120 mL (粃米は 100 mL) を加え、30 分間振り混ぜて抽出する。200 mL の全量フラスコをブフナー漏斗の下に置き、抽出液をろ紙 (5 種 B) で吸引ろ過した後、先の三角フラスコ及び残さを順次アセトン 50 mL で洗浄し、同</u></p>	<p>〔新設〕</p>

改正後	改正前
<p><u>様に吸引ろ過する。更に全量フラスコの標線までアセトンを加える。この液 20 mL を 100 mL のなす形フラスコに正確に入れ、40 °C 以下の水浴で約 3 mL まで減圧濃縮し、カラム処理に供する試料溶液とする。</u></p> <p><u>カラム処理</u> 試料溶液を多孔性ケイソウ土カラム (20 mL 保持用)<sup>注3</sup>に入れた後、10 分間静置する。300 mL のなす形フラスコをカラムの下に置き、試料溶液の入っていたなす形フラスコを酢酸エチル 20 mL ずつで 3 回洗浄し、洗液を順次カラムに加え、液面が充てん剤の上端に達するまで流下してプロクロラズを溶出させる。更に酢酸エチル 100 mL をカラムに加えて同様に溶出させる。</p> <p><u>溶出液にアセトン-ジエチレングリコール (49+1) 1 mL を加え、40 °C 以下の水浴で約 1 mL まで減圧濃縮した後、5 mL の全量フラスコに入れ、溶出液の入っていたなす形フラスコを酢酸エチル 1 mL ずつで 3 回洗浄し、洗液を先の全量フラスコに合わせる。更に全量フラスコの標線まで同溶媒を加えて分解に供する試料溶液とする。</u></p> <p><u>分解</u> 試料溶液 1 mL を反応管<sup>注4</sup>に正確に入れ、40 °C 以下で加温しながら窒素ガスを送って乾固させる。残留物に塩化ピリジニウム 1 g を加え、反応管内を減圧した後密封する。これを 200 °C で 3 時間加熱した後放冷し、ヘキサン転溶に供する。</p> <p><u>ヘキサン転溶</u> 反応管に塩酸 (1+50) 5 mL を加えて内容物を溶かし、この液を 50 mL の共栓遠心沈殿管に入れる。反応管を塩酸 (1+50) 5 mL ずつで 3 回洗浄し、洗液を順次共栓遠心沈殿管に加える。ヘキサン 4 mL を共栓遠心沈殿管に正確に加え、5 分間振り混ぜる。1,000×g で 5 分間遠心分離し、更にヘキサン層 (上層) の一定量を 5,000×g で 5 分間遠心分離す</p>	

改正後	改正前
<p><u>る。</u></p> <p><u>上澄み液 1 mL をバイアル瓶に正確に入れ、N,O-ビス（トリメチルシリル）トリフルオロアセトアミド<sup>注2</sup> 50 <math>\mu</math>L を加えて混合し、ガスクロマトグラフ質量分析計による測定に供する試料溶液とする。</u></p> <p><u>ガスクロマトグラフ質量分析計による測定 試料溶液及び各検量線作成用標準液各 2 <math>\mu</math>L をガスクロマトグラフ質量分析計に注入し、選択イオン検出クロマトグラムを得る。</u></p> <p><u>測定条件 例</u></p> <p><u>カラム：溶融石英製キャピラリーカラム</u>  <u>(100%ジメチルポリシロキサンコーティング、内径 0.32 mm、長さ 30 m、膜厚 0.25 <math>\mu</math>m)</u></p> <p><u>キャリアーガス：He (1.5 mL/min、初期流量)</u></p> <p><u>試料導入法：スプリットレス (60 s)</u></p> <p><u>試料導入部温度：250 <math>^{\circ}</math>C</u></p> <p><u>カラム槽温度：初期温度 50 <math>^{\circ}</math>C (1 min 保持) <math>\rightarrow</math> 昇温 20 <math>^{\circ}</math>C/min<math>\rightarrow</math>280 <math>^{\circ}</math>C (10 min 保持)</u></p> <p><u>検出器：四重極型質量分析計<sup>注5</sup></u></p> <p><u>インターフェース温度：250 <math>^{\circ}</math>C</u></p> <p><u>イオン源温度：230 <math>^{\circ}</math>C</u></p> <p><u>イオン化電圧：70 eV</u></p> <p><u>イオン化法：電子衝撃イオン化 (EI) 法</u></p> <p><u>モニターイオン：<math>m/z</math> 253 (定量)、217 (確認)</u></p> <p><u>計算 得られた選択イオン検出クロマトグラムからピーク面積又は高さを求めて検量線を作成し、試料中の 2,4,6-トリクロロフェノール量を算出し、これに 1.91 を乗じて試料中</u></p>	

改正後	改正前
<p><u>のプロクロラズ量を算出する。</u></p> <p><u>注 1 本法では、試料中のプロクロラズ、<i>N</i>-ホルミル-<i>N'</i>-1-プロピル-<i>N'</i>- [2- (2,4,6-トリクロロフェノキシ) エチル] 尿素及び <i>N</i>-プロピル-<i>N'</i>- [2- (2,4,6-トリクロロフェノキシ) エチル] 尿素を 2,4,6-トリクロロフェノールに分解し、試料中のプロクロラズ、プロクロラズに換算した <i>N</i>-ホルミル-<i>N'</i>-1-プロピル-<i>N'</i>- [2- (2,4,6-トリクロロフェノキシ) エチル] 尿素、プロクロラズに換算した <i>N</i>-プロピル-<i>N'</i>- [2- (2,4,6-トリクロロフェノキシ) エチル] 尿素及びプロクロラズに換算した 2,4,6-トリクロロフェノールの総和として定量する。</u></p> <p><u>2 ガスクロマトグラフ用試薬又はこれと同等のもの</u></p> <p><u>3 Chem Elut、20 mL (Agilent Technologies 製) 又はこれと同等のもの</u></p> <p><u>4 Vacuum Hydrolysis Tube (19×100 mm Wilmad-LabGlass 製) 又はこれと同等のもの</u></p> <p><u>5 GCMS-2010 (島津製作所製) による条件例</u></p>	

## 改正後

## (参考) 分析法バリデーション

## ・ 添加回収率及び繰返し精度

添加成分名	試料の種類	添加濃度 (mg/kg)	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD <sub>r</sub> (%)
2,4,6-トリクロロフェ ノール	稲わら	0.01	5	109	4.3
		0.1	5	99.3	3.0
	稲発酵粗飼料	0.004	5	117	6.4
		0.04	5	110	12
	粃米	0.01	5	117	6.4
		1	5	114	7.6
プロクロラズ	稲わら	0.02	5	114	12
		0.2	5	109	11
	稲発酵粗飼料	0.009	5	108	13
		0.09	5	117	4.8
	粃米	0.02	5	102	15
		2	5	101	5.5

## ・ 共同試験

試料の種類	有効試 験室数	棄却試 験室数	添加濃度 (mg/kg)	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD <sub>r</sub> (%)	室間再現精度 RSD <sub>R</sub> (%)	HorRat
稲わら	10	1	0.2	99.1	10	14	0.68
稲発酵粗飼料	10	1	0.2 <sup>注</sup>	101	4.3	18	0.91
粃米	10	1	2	97.6	4.6	18	1.2

注 分析試料（風乾物）に対する添加濃度

- ・ 定量下限 試料（稲発酵粗飼料は風乾物）中 0.02 mg/kg
- ・ 検出下限 試料（稲発酵粗飼料は風乾物）中 0.006 mg/kg

## 266 ブロモブチド脱臭素体

266.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

第2節 [略]

第3節 多成分同時分析法

## 改正前

[新設]

第2節 [略]

第3節 多成分同時分析法



改正後	改正前																																	
<p>1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法</p> <p>(1) 分析対象化合物<sup>注1</sup>  <u>〔中略〕</u>、プロペタンホス、ブロモブチド、<u>ブロモブチド脱臭素体</u>、<u>ブロモプロピレート</u>、〔中略〕及びメビンホス (<u>142</u>成分)</p> <p>(2) 分析法</p> <p style="text-align: center;">A           〔略〕 B   定      量</p> <p>抽出～カラム処理 III   〔略〕  ガスクロマトグラフ質量分析計による測定   〔中略〕  測定条件 例  〔中略〕  モニターイオン：表1参照  表1 各農薬の測定イオン</p> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="text-align: center;">項目名</th> <th style="text-align: center;">定量イオン</th> <th style="text-align: center;">確認イオン</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td colspan="3" style="text-align: center;">〔中略〕</td> </tr> <tr> <td>ブロモブチド</td> <td style="text-align: center;">119</td> <td style="text-align: center;">232</td> </tr> <tr> <td><u>ブロモブチド脱臭素体</u></td> <td style="text-align: center;"><u>119</u></td> <td style="text-align: center;"><u>233</u></td> </tr> <tr> <td>ブロモプロピレート</td> <td style="text-align: center;">341</td> <td style="text-align: center;">183</td> </tr> <tr> <td colspan="3" style="text-align: center;">〔以下略〕</td> </tr> </tbody> </table> <p>計 算   〔略〕  注   〔略〕</p> <p>(参考) 分析法バリデーション  ・添加回収率及び繰返し精度  1) <i>α</i>-R-デルタメトリン及び <i>trans</i>-デルタメトリン</p>	項目名	定量イオン	確認イオン	〔中略〕			ブロモブチド	119	232	<u>ブロモブチド脱臭素体</u>	<u>119</u>	<u>233</u>	ブロモプロピレート	341	183	〔以下略〕			<p>1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法</p> <p>(1) 分析対象化合物<sup>注1</sup>  〔中略〕、プロペタンホス、ブロモブチド、<u>ブロモプロピレート</u>、〔中略〕及びメビンホス (<u>141</u>成分)</p> <p>(2) 分析法</p> <p style="text-align: center;">A           〔略〕 B   定      量</p> <p>抽出～カラム処理 III   〔略〕  ガスクロマトグラフ質量分析計による測定   〔中略〕  測定条件 例  〔中略〕  モニターイオン：表1参照  表1 各農薬の測定イオン</p> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="text-align: center;">項目名</th> <th style="text-align: center;">定量イオン</th> <th style="text-align: center;">確認イオン</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td colspan="3" style="text-align: center;">〔中略〕</td> </tr> <tr> <td>ブロモブチド</td> <td style="text-align: center;">119</td> <td style="text-align: center;">232</td> </tr> <tr> <td>〔新設〕 ブロモプロピレート</td> <td style="text-align: center;">341</td> <td style="text-align: center;">183</td> </tr> <tr> <td colspan="3" style="text-align: center;">〔以下略〕</td> </tr> </tbody> </table> <p>計 算   〔略〕  注   〔略〕</p> <p>(参考) 分析法バリデーション  ・添加回収率及び繰返し精度  1) <i>α</i>-R-デルタメトリン及び <i>trans</i>-デルタメトリン</p>	項目名	定量イオン	確認イオン	〔中略〕			ブロモブチド	119	232	〔新設〕 ブロモプロピレート	341	183	〔以下略〕		
項目名	定量イオン	確認イオン																																
〔中略〕																																		
ブロモブチド	119	232																																
<u>ブロモブチド脱臭素体</u>	<u>119</u>	<u>233</u>																																
ブロモプロピレート	341	183																																
〔以下略〕																																		
項目名	定量イオン	確認イオン																																
〔中略〕																																		
ブロモブチド	119	232																																
〔新設〕 ブロモプロピレート	341	183																																
〔以下略〕																																		

## 改正後

農薬名	試料の種類	添加濃度	繰返し	添加回収率	繰返し精度
		(mg/kg)		(%)	RSD <sub>r</sub> (%)
<i>α</i> -R-デルタメトリン	牛用配合飼料	0.2	3	201	8.9
		1	3	109	11
		5	3	109	11
	とうもろこし	0.2	3	176	9.9
		1	3	110	5.5
		5	3	101	6.7
<i>trans</i> -デルタメトリン	牛用配合飼料	0.2	3	241	9.3
		1	3	140	14
		5	3	144	3.6
	とうもろこし	0.2	3	208	9.8
		1	3	144	3.6
		5	3	131	9.5

※ 斜字は、回収率が 50~200 %の範囲にないもの。

2) [略]

3) プロモブチド脱臭素体

試料の種類	添加濃度	繰返し	添加回収率	繰返し精度
	(mg/kg)		(%)	RSD <sub>r</sub> (%)
プロイラー肥育後期 用配合飼料	0.05	5	131	7.7
	0.5	5	87.6	8.8
とうもろこし	0.05	5	142	4.1
	0.5	5	121	2.6
スーダングラス乾草	0.05	5	114	8.1
	0.5	5	99.2	8.9
稲わら	0.05	5	154	11
	1.5	5	124	8.1
稲発酵粗飼料	0.02	5	135	2.6
	0.4	5	121	3.8

4) [略]

5) [略]

・共同試験

1)・2) [略]

3) プロモブチド脱臭素体

## 改正前

農薬名	添加濃度 (mg/kg)	試料の種類					
		牛用配合飼料		とうもろこし		チモシー乾草	
		回収率 <sup>a)</sup> (%)	RSD <sub>r</sub> <sup>b)</sup> (%)	回収率 <sup>a)</sup> (%)	RSD <sub>r</sub> <sup>b)</sup> (%)	回収率 <sup>a)</sup> (%)	RSD <sub>r</sub> <sup>b)</sup> (%)
<i>α</i> -R-デルタメトリン	0.2	201	8.9	176	9.9	—	—
	0.5	—	—	—	—	196	6.9
	1	109	11	110	5.5	—	—
	5	—	—	—	—	101	6.7
<i>trans</i> -デルタメトリン	0.2	241	9.3	208	9.8	—	—
	0.5	—	—	—	—	239	8.8
	1	140	14	144	3.6	—	—
	5	—	—	—	—	131	9.5

※ 斜字は、回収率が 50~200 %の範囲にないもの。

2) [略]

[新設]

3) [略]

4) [略]

・共同試験

1)・2) [略]

[新設]

改正後

試料の種類	試験室数	添加濃度	添加回収率	繰返し精度	室内再現精度	HorRat
		(mg/kg)	(%)	RSD <sub>r</sub> (%)	RSD <sub>s</sub> (%)	
プロイラー肥育後期用配合飼料	6	1.0	107	8.7	12	0.77
とうもろこし	6	1.0	113	7.5	13	0.84
稲わら	6	1.5	129	7.9	10	0.66

4) 〔略〕

5) 〔略〕

- ・ 定量下限 フィプロニル：試料（稲発酵粗飼料は風乾物。以下本項において同じ。）中 10 µg/kg、デルタメトリン及びトラロメトリン：試料中 100 µg/kg（乾牧草 150 µg/kg）、ペンディメタリン：試料中 50 µg/kg（稲わら 20 µg/kg）、その他の農薬：試料中 各 50 µg/kg
- ・ 検出下限 〔略〕

2～30 〔略〕

31 シハロホップブチル及びベンフレセートの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時定量法

- (1) 分析対象化合物 シハロホップブチル及びベンフレセート (2成分)
- (2) 適用範囲 稲発酵粗飼料
- (3) 分析法

A 試薬の調製

- 1) シハロホップブチル標準原液 シハロホップブチル [C<sub>20</sub>H<sub>20</sub>FNO<sub>4</sub>] 25 mg を正確に量って 50 mL の全量フラスコに入れ、アセトンを加えて溶かし、更に標線まで同溶媒を加えてシハロホップブチル標準原液を調製する（この液 1 mL は、シハロホップブチルとして 0.5 mg を含有する。）。
- 2) ベンフレセート標準原液 ベンフレセート [C<sub>12</sub>H<sub>16</sub>O<sub>4</sub>S] 25 mg を正確に量って 50 mL の全量フラスコに入れ、アセト

改正前

3) 〔略〕

4) 〔略〕

- ・ 定量下限 フィプロニル：試料中 10 µg/kg、デルタメトリン及びトラロメトリン：試料中 100 µg/kg（乾牧草 150 µg/kg）、ペンディメタリン：試料中 50 µg/kg（稲わら 20 µg/kg）、その他の農薬：試料中 各 50 µg/kg
- ・ 検出下限 〔略〕

2～30 〔略〕

〔新設〕

改正後	改正前
<p>ンを加えて溶かし、更に標線まで同溶媒を加えてベンフレセート標準原液を調製する（この液 1 mL は、ベンフレセートとして 0.5 mg を含有する。）。</p> <p>3) 農薬混合標準液 使用に際して、各標準原液の一定量を混合し、アセトンを加えて、1 mL 中にシハロホップブチル及びベンフレセートとしてそれぞれ 50 µg を含有する農薬混合標準原液を調製する。この標準原液を水-メタノール (1+1) で正確に希釈し、1 mL 中にシハロホップブチル及びベンフレセートとしてそれぞれ 1~200 ng を含有する数点の農薬混合標準液を調製する。</p> <p style="text-align: center;"><b>B 定 量</b></p> <p><b>抽出</b> 分析試料 10.0 g を量って 200 mL の共栓三角フラスコに入れ、水 20 mL を加え、30 分間静置後、更にアセトン 100 mL を加え、30 分間振り混ぜて抽出する。200 mL の全量フラスコをブフナー漏斗の下に置き、抽出液をろ紙（5 種 B）で吸引ろ過した後、先の三角フラスコ及び残さを順次アセトン 50 mL で洗浄し、同様に吸引ろ過する。更に全量フラスコの標線までアセトンを加える。この液 5 mL を 50 mL のなす形フラスコに正確に入れ、40 °C 以下の水浴で約 0.5 mL まで減圧濃縮し、カラム処理 I に供する試料溶液とする。</p> <p><b>カラム処理 I</b> 試料溶液を多孔性ケイソウ土カラム（5 mL 保持用）<sup>注 1</sup> に入れ、試料溶液の入っていたなす形フラスコを水 4 mL で洗浄し、洗液をカラムに加えた後、10 分間静置する。200 mL のなす形フラスコをカラムの下に置き、試料溶液の入っていたなす形フラスコをヘキサン 5 mL ずつで 2 回洗浄し、洗液を順次カラムに加え、液面が充てん剤の上端に達するまで流下してシハロホップブチル及びベンフレセートを溶出させる。更にヘキサン 90 mL をカラムに加えて同様に溶</p>	

改正後	改正前
<p><u>出させ、溶出液を 40 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。酢酸エチル 2 mL を加えて残留物を溶かし、カラム処理 II に供する試料溶液とする。</u></p> <p><u>カラム処理 II <sup>注2</sup>    グラファイトカーボン／アミノプロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム (500 mg/500 mg) <sup>注3</sup> を酢酸エチル 10 mL で洗浄する。</u></p> <p><u>50 mL のなす形フラスコをミニカラムの下に置き、試料溶液をミニカラムに入れ、液面が充てん剤の上端に達するまで流下してシハロホップブチル及びベンフレセートを流出させる。試料溶液の入っていたなす形フラスコを酢酸エチル 2 mL ずつで 2 回洗浄し、洗液を順次ミニカラムに加え、同様に流出させる。更に酢酸エチル 4 mL をミニカラムに加えて同様に流出させる。流出液を 40 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。水メタノール (1+1) 1 mL を正確に加えて残留物を溶かし、5,000×g で 5 分間遠心分離し、上澄み液を液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による測定に供する試料溶液とする。</u></p> <p><u>液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による測定    試料溶液及び各農薬混合標準液各 10 µL を液体クロマトグラフタンデム型質量分析計に注入し、選択反応検出クロマトグラムを得る。</u></p> <p><u>測定条件 例</u>  <u>(液体クロマトグラフ部)</u>  <u>カ            ラ            ム：オクタデシルシリル化シリカゲルカラム (内径 2.1 mm、長さ 150 mm、粒径 3 µm) <sup>注4</sup></u></p>	

## 改正後

## 改正前

溶 離 液：0.1 v/v%ギ酸溶液－0.1 v/v%ギ酸  
メタノール溶液 (4+6) (1 min  
保持) → 12 min → (01+1099)  
(15 min 保持)

流 速：0.1 mL/min

カラム槽温度：40 °C

(タンデム型質量分析計部<sup>注5</sup>)

イオン化法：大気圧化学イオン化 (APCI) 法  
(正イオンモード)

ネブライザーガス：空気 (4.4 L/min)

乾燥ガス：N<sub>2</sub> (20 L/min)

インターフェース温度：350 °C

ヒートブロック温度：300 °C

D L 温度：300 °C

コリジョンガス：Ar (230 kPa)

コリジョンエネルギー：下表のとおり

モニターイオン：下表のとおり

表 各物質のモニターイオン条件

測定対象物質	プリカーサー	プロダクトイオン		コリジョン
	イオン	定量用	確認用	エネルギー
	(m/z)	(m/z)	(m/z)	(eV)
シハロホップチル	358	256	二	11
		二	120	28
ベンフレセート	257	163	二	11
		二	121	22

計 算 得られた選択反応検出クロマトグラムからピーク  
面積又は高さを求めて検量線を作成し、試料中のシハロホッ  
プチル量及びベンフレセート量を算出する。

注 1 InertSep K-solute 5 mL (ジーエルサイエンス製) 又はこ  
れと同等のもの

改正後

- 2 流速は 1 mL/min 程度とする。必要に応じて吸引マニホールドを使用する。
- 3 ENVI-Carb/LC-NH<sub>2</sub> (500 mg/500 mg) (Sigma-Aldrich 製) 又はこれと同等のもの
- 4 Inertsil ODS-3 (ジーエルサイエンス製、本測定条件によるシハロホップブチル及びベンフレセートの保持時間はそれぞれ約 15.5 及び 11.1 分) 又はこれと同等のもの
- 5 LCMS-8040 (島津製作所製) による条件例

(参考) 分析法バリデーション

・添加回収率及び繰返し精度

添加成分名	試料の種類	添加濃度 (mg/kg)	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD <sub>r</sub> (%)
シハロホップ ブチル	稲発酵粗飼料1	0.009	5	93.2	7.7
		0.1	5	87.0	11
	稲発酵粗飼料2	0.009	5	85.3	14
		0.1	5	91.0	5.4
ベンフレセート	稲発酵粗飼料1	0.009	5	86.0	6.4
		0.2	5	89.0	11
	稲発酵粗飼料2	0.009	5	91.1	12
		0.2	5	101	2.7

・共同試験

成分名	試料の種類	有効試 験室数	棄却試 験室数	添加濃度 <sup>註</sup> (mg/kg)	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD <sub>r</sub> (%)	室間再現精度 RSD <sub>R</sub> (%)	HorRat
シハロホッ ブチル	稲発酵粗飼 料1	11	0	0.225	92.7	2.7	22	1.1
	稲発酵粗飼 料2	11	0	0.045	97.0	4.8	32	1.5
ベンフレ セート	稲発酵粗飼 料1	11	0	0.45	96.1	2.6	8.1	0.45
	稲発酵粗飼 料2	11	0	0.045	94.7	3.7	10	0.45

注 分析試料 (風乾物) に対する添加濃度

- ・定量下限 試料 (風乾物) 中 各 0.02 mg/kg
- ・検出下限 試料 (風乾物) 中 シハロホップブチル

改正前

改正後	改正前
<p><u>0.0005 mg/kg、ベンフレセート 0.006 mg/kg</u></p> <p>第7章～第17章 〔略〕</p> <p>第18章 病原微生物</p> <p>1 サルモネラ</p> <p>1.1 培養法 〔略〕</p> <p>A 試薬等の調製</p> <p>1)～4) 〔略〕</p> <p>5) ハーナ・テトラチオン酸塩培地<sup>注2</sup> 〔中略〕 これを 45 °C 以下に冷却した後、ヨウ素・ヨウ化カリウム溶液 40 mL を加え、かき混ぜながら <u>25 mL</u> の培養瓶に <u>10 mL</u> 分注する。</p> <p>6) ラパポート・バシリアディス培地<sup>注3</sup> 〔中略〕これを <u>25 mL</u> の培養瓶に <u>10 mL</u> 分注する。</p> <p>7)～12) 〔略〕</p> <p>B 培養</p> <p>前増菌培養 〔略〕</p> <p>選択増菌培養 前増菌培養液 <u>1 mL</u> 及び <u>0.1 mL</u> をそれぞれハーナ・テトラチオン酸塩培地及びラパポート・バシリアディス培地に加え、振り混ぜた後、41～43 °C で 18～24 時間培養する。 〔以下略〕</p> <p>第19章・第20章 〔略〕</p> <p>別表1 試薬で特級とあるのは、工業標準化法（昭和24年法律第185号）に</p>	<p>第7章～第17章 〔略〕</p> <p>第18章 病原微生物</p> <p>1 サルモネラ</p> <p>1.1 培養法 〔略〕</p> <p>A 試薬等の調製</p> <p>1)～4) 〔略〕</p> <p>5) ハーナ・テトラチオン酸塩培地<sup>注2</sup> 〔中略〕 これを 45 °C 以下に冷却した後、ヨウ素・ヨウ化カリウム溶液 40 mL を加え、かき混ぜながら <u>200 mL</u> の培養瓶に <u>100 mL</u> 分注する。</p> <p>6) ラパポート・バシリアディス培地<sup>注3</sup> 〔中略〕これを <u>200 mL</u> の培養瓶に <u>100 mL</u> 分注する。</p> <p>7)～12) 〔略〕</p> <p>B 培養</p> <p>前増菌培養 〔略〕</p> <p>選択増菌培養 前増菌培養液 <u>10 mL</u> ずつをハーナ・テトラチオン酸塩培地及びラパポート・バシリアディス培地にそれぞれ加え、振り混ぜた後、41～43 °C で 18～24 時間培養する。 〔以下略〕</p> <p>第19章・第20章 〔略〕</p> <p>別表1 試薬で特級とあるのは、工業標準化法（昭和24年法律第185号）に</p>



改正後	改正前
<p>基づく日本工業規格の一般試薬の特級の規格に該当するものを、また、日局とあるのは、医薬品、医療機器等の品質、有効性及び安全性の確保等に関する法律（昭和 35 年法律第 145 号）に基づく日本薬局方の規格に該当するものを示す。</p>	<p>基づく日本工業規格の一般試薬の特級の規格に該当するものを、また、日局とあるのは、医薬品、医療機器等の品質、有効性及び安全性の確保等に関する法律（昭和 35 年法律第 145 号）に基づく日本薬局方の規格に該当するものを示す。</p>
<p>また、CAS とあるのは、アメリカ化学会発行の <i>Chemical Abstracts</i> 誌で使用される化合物登録番号を示す。</p>	<p>また、CAS とあるのは、アメリカ化学会発行の <i>Chemical Abstracts</i> 誌で使用される化合物登録番号を示す。</p>
<p>〔中略〕</p>	<p>〔中略〕</p>
<p>塩化ナトリウム 特級 NaCl (CAS : 7647-14-5)</p>	<p>塩化ナトリウム 特級 NaCl (CAS : 7647-14-5)</p>
<p><u>塩化ピリジニウム C<sub>5</sub>H<sub>6</sub>ClN (CAS : 628-13-7)</u></p>	<p>〔新設〕</p>
<p>塩化フェニルヒドラジニウム 特級 C<sub>6</sub>H<sub>9</sub>ClN<sub>2</sub> (CAS : 59-88-1)</p>	<p>塩化フェニルヒドラジニウム 特級 C<sub>6</sub>H<sub>9</sub>ClN<sub>2</sub> (CAS : 59-88-1)</p>
<p>〔中略〕</p>	<p>〔中略〕</p>
<p>1,1,2-トリクロロ-1,2,2-トリフルオロエタン C<sub>2</sub>Cl<sub>3</sub>F<sub>3</sub> (CAS : 76-13-1) 無色、揮発性の液体でアセトン及びエーテルと混和し、水と混和しない。</p>	<p>1,1,2-トリクロロ-1,2,2-トリフルオロエタン C<sub>2</sub>Cl<sub>3</sub>F<sub>3</sub> (CAS : 76-13-1) 無色、揮発性の液体でアセトン及びエーテルと混和し、水と混和しない。</p>
<p><u>2,4,6-トリクロロフェノール C<sub>6</sub>H<sub>3</sub>Cl<sub>3</sub>O (CAS : 88-06-2)</u></p>	<p>〔新設〕</p>
<p>トリシクラゾール C<sub>9</sub>H<sub>7</sub>N<sub>3</sub>S (CAS : 41814-78-2)</p>	<p>トリシクラゾール C<sub>9</sub>H<sub>7</sub>N<sub>3</sub>S (CAS : 41814-78-2)</p>
<p>〔中略〕</p>	<p>〔中略〕</p>
<p>N,O-ビス (トリメチルシリル) アセトアミド C<sub>8</sub>H<sub>21</sub>NOSi<sub>2</sub> (CAS : 10416-59-8)</p>	<p>N,O-ビス (トリメチルシリル) アセトアミド C<sub>8</sub>H<sub>21</sub>NOSi<sub>2</sub> (CAS : 10416-59-8)</p>
<p><u>N,O-ビス (トリメチルシリル) トリフルオロアセトアミド C<sub>8</sub>H<sub>18</sub>F<sub>3</sub>NOSi<sub>2</sub> (CAS : 25561-30-2)</u></p>	<p>〔新設〕</p>
<p>ビス (3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロン) 特級 C<sub>20</sub>H<sub>18</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub> (CAS : 7477-67-0)</p>	<p>ビス (3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロン) 特級 C<sub>20</sub>H<sub>18</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub> (CAS : 7477-67-0)</p>
<p>〔中略〕</p>	<p>〔中略〕</p>
<p>ブロモブチド C<sub>15</sub>H<sub>22</sub>BrNO (CAS : 74712-19-9)</p>	<p>ブロモブチド C<sub>15</sub>H<sub>22</sub>BrNO (CAS : 74712-19-9)</p>
<p><u>ブロモブチド脱臭素体 C<sub>15</sub>H<sub>23</sub>NO (CAS : 75463-73-9)</u> <u>N-(α,α-ジメチルベンジル)-3,3-ジメチルブチルアミド</u></p>	<p>〔新設〕</p>
<p>ブロモプロピレート C<sub>17</sub>H<sub>16</sub>Br<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (CAS : 18181-80-1)</p>	<p>ブロモプロピレート C<sub>17</sub>H<sub>16</sub>Br<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (CAS : 18181-80-1)</p>

改正後	改正前
<p>〔以下略〕</p> <p>別表2 〔略〕</p> <p>別表3</p> <p style="text-align: center;">試験法の妥当性確認法ガイドライン</p> <p>1 〔略〕</p> <p>2 本ガイドラインの対象</p> <p style="padding-left: 2em;">飼料のサーベイランス<sup>注2</sup>又はモニタリング<sup>注2</sup>に使用される機器分析による試験法（飼料分析基準本文に示す試験法及びそれ以外の方法）であって、妥当性が未確認のものを対象とする。</p> <p style="padding-left: 2em;">注2 「サーベイランス・モニタリングの計画・実施及び結果の評価・公表に関するガイドライン」（農林水産省公表。 <a href="http://www.maff.go.jp/j/syouan/seisaku/risk_analysis/survei/pdf/guide_zenbun_1.pdf">http://www.maff.go.jp/j/syouan/seisaku/risk_analysis/survei/pdf/guide_zenbun_1.pdf</a>）の用語の定義による。</p>	<p>〔以下略〕</p> <p>別表2 〔略〕</p> <p>別表3</p> <p style="text-align: center;">試験法の妥当性確認法ガイドライン</p> <p>1 〔略〕</p> <p>2 本ガイドラインの対象</p> <p style="padding-left: 2em;">飼料のサーベイランス<sup>注2</sup>又はモニタリング<sup>注2</sup>に使用される機器分析による試験法（飼料分析基準本文に示す試験法及びそれ以外の方法）であって、妥当性が未確認のものを対象とする。</p> <p style="padding-left: 2em;">注2 「サーベイランス・モニタリングの計画・実施及び結果の評価・公表に関するガイドライン」（平成19年4月10日付け18消安第13845号農林水産省消費・安全局長通知）の用語の定義による。</p>