

## ○ 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）の一部改正の新旧対照表

(下線部分は改正部分)

改 正 後	改 正 前
目 次	目 次
第 1 章 通則	第 1 章 通則
1~4 (略)	1~4 (略)
5 試 薬	5 試 薬
(1)~(2) (略)	(1)~(2) (略)
(3) 試薬に ( ) で標準試薬又はヒ素分析用と付けたものは、 <u>産業標準化法</u> （昭和 24 年法律第 185 号）に基づく <u>日本産業規格</u> （以下「JIS」という。）の容量分析用標準試薬又は <u>ヒ素分析用</u> 試薬の規格に該当するものを、また、標準品と付けたものは、 <u>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</u> （昭和 35 年法律第 145 号）に基づく日本薬局方（以下「日局」という。）の標準品の規格に該当するものを示す。	(3) 試薬に ( ) で標準試薬又はヒ素分析用と付けたものは、 <u>工業標準化法</u> （昭和 24 年法律第 185 号）に基づく <u>日本工業規格</u> （以下「JIS」という。）の容量分析用標準試薬又は <u>ひ素分析用</u> 試薬の規格に該当するものを、また、標準品と付けたものは、 <u>薬事法</u> （昭和 35 年法律第 145 号）に基づく日本薬局方（以下「日局」という。）の標準品の規格に該当するものを示す。
(4)~(5) (略)	(4)~(5) (略)
6~14 (略)	6~14 (略)
第 2 章 (略)	第 2 章 (略)
第 3 章 一般成分及びデータージェント繊維	第 3 章 一般成分及びデータージェント繊維

改 正 後	改 正 前
<p>1~2 (略)</p> <p>3 粗脂肪</p> <p>3.1 (略)</p> <p>3.2 酸分解ジエチルエーテル抽出法 (適用範囲：エキスパンド状の飼料、<u>全脂粉乳を原料とする配合飼料</u>、粉末油脂を原料とする配合飼料（ほ乳期子牛育成用代用乳用配合飼料及びほ乳期子豚育成用配合飼料に限る。）、脂肪酸カルシウムを原料とする乳用牛飼育用配合飼料、<u>全脂粉乳</u>、大豆油さい及びなたね油さい)</p> <p style="text-align: center;"><b>定 量</b></p> <p>分析試料<sup>注1</sup> 2 g を正確に量って 100 mL のビーカー<sup>注2</sup>に入れ、エタノール 2 mL を加え、ガラス棒で混和して試料を潤した後、塩酸 (4+1) 20 mL を加えて時計皿で覆い、70~80 °C の水浴中でときどきかき混ぜながら 1 時間加熱した後放冷する。</p> <p>先のビーカーの内容物を 200 mL の分液漏斗 A<sup>注2</sup>に入れ、ビーカーをエタノール 10 mL 及びジエチルエーテル 25 mL で順次洗浄し、洗液を分液漏斗 A に合わせる。更にジエチルエーテル 75 mL を分液漏斗 A に加え、振り混ぜた後静置する。ジエチルエーテル層（上層）をピペット等でとり、あらかじめ水 20 mL を入れた 300 mL の分液漏斗 B<sup>注3</sup>に加える。</p> <p>分液漏斗 A にジエチルエーテル 50 mL を加え、同様に 2 回操作し、各ジエチルエーテル層をピペット等でとり、分液漏斗 B に合わせる。</p> <p>分液漏斗 B を振り混ぜた後静置し、水層（下層）を捨てる。更に水 20 mL (<u>全脂粉乳及びこれを原料とする配合飼料は 60 mL</u>) を分液漏斗 B に加え、同様に 2 回操作する。ジエチルエーテル層をあらかじめ脱脂綿を詰め硫酸ナトリウム（無水）10</p>	<p>1~2 (略)</p> <p>3 粗脂肪</p> <p>3.1 (略)</p> <p>3.2 酸分解ジエチルエーテル抽出法 (適用範囲：エキスパンド状の飼料、粉末油脂を原料とする配合飼料（ほ乳期子牛育成用代用乳用配合飼料及びほ乳期子豚育成用配合飼料に限る）、脂肪酸カルシウムを原料とする乳用牛飼育用配合飼料、大豆油さい及びなたね油さい)</p> <p style="text-align: center;"><b>定 量</b></p> <p>分析試料<sup>注1</sup> 2 g を正確に量って 100 mL のビーカー<sup>注2</sup>に入れ、エタノール 2 mL を加え、ガラス棒で混和して試料を潤した後、塩酸 (4+1) 20 mL を加えて時計皿で覆い、70~80 °C の水浴中でときどきかき混ぜながら 1 時間加熱した後放冷する。</p> <p>先のビーカーの内容物を 200 mL の分液漏斗 A<sup>注2</sup>に入れ、ビーカーをエタノール 10 mL 及びジエチルエーテル 25 mL で順次洗浄し、洗液を分液漏斗 A に合わせる。更にジエチルエーテル 75 mL を分液漏斗 A に加え、振り混ぜた後静置する。ジエチルエーテル層（上層）をピペット等でとり、あらかじめ水 20 mL を入れた 300 mL の分液漏斗 B<sup>注3</sup>に加える。</p> <p>分液漏斗 A にジエチルエーテル 50 mL を加え、同様に 2 回操作し、各ジエチルエーテル層をピペット等でとり、分液漏斗 B に合わせる。</p> <p>分液漏斗 B を振り混ぜた後静置し、水層（下層）を捨てる。更に水 20 mL を分液漏斗 B に加え、同様に 2 回操作する。ジエチルエーテル層をあらかじめ脱脂綿を詰め硫酸ナトリウム（無水）10 g 以上の適量を入れた漏斗で脂肪ひょう量瓶又は 300 mL</p>

改 正 後							改 正 前								
<p>g 以上の適量を入れた漏斗で脂肪ひょう量瓶又は 300 mL のなす形フラスコ（あらかじめ 95~100 °C で乾燥し、デシケーター中で放冷後、重さを正確に量っておいたもの）にろ過する。</p> <p>次に、ソックスレー抽出器で先の脂肪ひょう量瓶内の、又はロータリーエバポレーターで先のなす形フラスコ内のジエチルエーテルを回収する。脂肪ひょう量瓶又はなす形フラスコをはずしてジエチルエーテルを揮散させ、95~100 °C で 3 時間乾燥し、デシケーター中で放冷後、重さを正確に量り、試料中の粗脂肪量を算出する。</p>							<p>のなす形フラスコ（あらかじめ 95~100 °C で乾燥し、デシケーター中で放冷後、重さを正確に量っておいたもの）にろ過する。</p> <p>次に、ソックスレー抽出器で先の脂肪ひょう量瓶内の、又はロータリーエバポレーターで先のなす形フラスコ内のジエチルエーテルを回収する。脂肪ひょう量瓶又はなす形フラスコをはずしてジエチルエーテルを揮散させ、95~100 °C で 3 時間乾燥し、デシケーター中で放冷後、重さを正確に量り、試料中の粗脂肪量を算出する。</p>								
注 1 (略)							注 1 (略)								
2 ピーカー及び分液漏斗 A の代わりにマジョニア管を用いてよい。ただし、抽出に必要なジエチルエーテル量を事前に確認すること。							2 マジョニア管がある場合は、ピーカー及び分液漏斗 A の代わりにこれを用いる。ただし、抽出に必要なジエチルエーテル量を事前に確認すること。								
3 試料が全脂粉乳及びこれを原料とする配合飼料である場合は、あらかじめ水 60 mL を入れた 500 mL の分液漏斗とする。							(新設)								
(参考) 分析法バリデーション							(参考) 分析法バリデーション								
・共同試験							・共同試験								
(削る)	試料の種類	有効試験室数	重複試験室数	測定値 (%)	繰返し精度 RSD <sub>F</sub> (%)	室間再現精度 RSD <sub>R</sub> (%)	HorRat	成分名	試料の種類	試験室数	(新設)	測定値 (%)	繰返し精度 RSD <sub>F</sub> (%)	室間再現精度 RSD <sub>R</sub> (%)	HorRat
(削る)	ほ乳期子豚育成用配合飼料	11	1	10.18	0.94	4.1	1.5	粗脂肪	(新設)						
	ほ乳期子牛育成用代用乳用配合飼料 1	12	0	19.68	1.2	2.7	1.2		(新設)						
	ほ乳期子牛育成用代用乳用配合飼料 2	12	0	30.55	1.1	3.1	1.7		(新設)						
	ほ乳期子牛育成用代用乳用・ほ乳期子豚育成用配合飼料	11	1	17.86	1.7	3.0	1.3		(新設)						
	全脂粉乳 1	12	0	26.37	2.0	3.8	2.0		(新設)						
	全脂粉乳 2	11	1	25.72	0.73	1.2	0.62		(新設)						
	大豆油さい	11	0	66.12	0.52	1.1	0.85	大豆油さい	(新設)	11		66.12	0.52	1.1	0.85
	なたね油さい	11	0	63.88	0.62	1.1	0.84	なたね油さい	(新設)	11		63.88	0.62	1.1	0.84

4~8 (略)

4~8 (略)

改 正 後	改 正 前
<p style="text-align: center;">第 4 章 (略)</p> <p style="text-align: center;">第 5 章 かび毒</p> <p>第 1 節</p> <p>1~17 (略)</p> <p>18 オクラトキシン</p> <p><u>18.1 オクラトキシン A 及びシトリニン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 (適用範囲: 飼料) 第 3 節 11 による。</u></p> <p><u>18.2 液体クロマトグラフ法 (その 1) (略)</u></p> <p><u>18.3 液体クロマトグラフによるオクラトキシン A 及びシトリニンの同時分析法 (略)</u></p> <p><u>18.4 液体クロマトグラフ法 (その 2) (略)</u></p> <p>19 シトリニン</p> <p><u>19.1 オクラトキシン A 及びシトリニン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 (適用範囲: 飼料) 第 3 節 11 による。</u></p>	<p style="text-align: center;">第 4 章 (略)</p> <p style="text-align: center;">第 5 章 かび毒</p> <p>第 1 節</p> <p>1~17 (略)</p> <p>18 オクラトキシン</p> <p>(新設)</p> <p><u>18.1 液体クロマトグラフ法 (その 1) (略)</u></p> <p><u>18.2 液体クロマトグラフによるオクラトキシン A 及びシトリニンの同時分析法 (略)</u></p> <p><u>18.3 液体クロマトグラフ法 (その 2) (略)</u></p> <p>19 シトリニン</p> <p>(新設)</p>

改 正 後	改 正 前
<u>19.2 オクラトキシン A 及びシトリニンの液体クロマトグラフによる同時分析法</u> (略)	<u>19.1 オクラトキシン A 及びシトリニンの液体クロマトグラフによる同時分析法</u> (略)
第 2 節 (略)	第 2 節 (略)
第 3 節 (略)	第 3 節 (略)
<b>第 6 章 農 薬</b>	<b>第 6 章 農 薬</b>
第 1 節 各条 1~68 (略) 69 クロルプロファム <u>69.1 クロルプロファムの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による単成分分析法</u> (適用範囲：飼料)	第 1 節 各条 1~68 (略) 69 クロルプロファム (新設)
<b>A 試薬の調製</b>	
1) <u>クロルプロファム標準液 クロルプロファム</u> <u>[C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>ClNO<sub>2</sub>] 20 mg を正確に量って 100 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クロルプロファム標準原液を調製する（この液 1 mL は、クロルプロファムとして 0.2 mg を含有する。）。</u> <u>使用に際して、標準原液の一定量をメタノールで正確に希釈し、1 mL 中にクロルプロファムとして 1~100 ng を含有する数点のクロルプロファム標準液を調製する。</u>	
2) <u>0.5 mol/L リン酸緩衝液 リン酸水素二カリウム 52.7 g 及びリン酸二水素カリウム 30.2 g を量って水 500 mL に溶かし、水酸化ナトリウム溶液 (6 mol/L) 又は塩酸 (6 mol/L) を用いて pH を 7.0 に調整した後、更に水を加えて 1 L とする。</u>	

改 正 後	改 正 前
<u>B 定 量</u>	
<u>抽出</u> 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 15 mL を加え、30 分間静置後、更にアセトニトリル 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ニトリル 50 mL で洗浄し、同様に吸引ろ過する。さらに、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。	
<u>液液分配</u> 試料溶液 20 mL を、あらかじめ塩化ナトリウム 10 g 及び 0.5 mol/L リン酸緩衝液 20 mL を入れた 100 mL の分液漏斗に正確に加え、10 分間振り混ぜた後静置する。水層（下層）を捨て、アセトニトリル層（上層）を 100 mL の三角フラスコに入れ、適量の硫酸ナトリウム（無水）で脱水し、100 mL のなす形フラスコにろ紙（5 種 B）でろ過する。先の三角フラスコを少量のアセトニトリルで洗浄し、洗液を先のろ紙を通してろ液を合わせる。ろ液を 40 °C 以下の水浴でほどんど乾固するまで減圧濃縮し、窒素ガスを送って乾固する。ヘキサン 2 mL を加えて残留物を溶かし、カラム処理に供する試料溶液とする。	
<u>カラム処理</u> グラファイトカーボン／エチレンジアミン-N-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム（500 mg/500 mg） 注 <sup>1</sup> をアセトン 10 mL 及びヘキサン 10 mL で順次洗浄する。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させる。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、洗液を順次ミニカラムに加え、同様に流出させる。	
50 mL のなす形フラスコをミニカラムの下に置き、ヘキサ	

改 正 後	改 正 前
<p>シーアセトン (4+1) 15 mL をミニカラムに加え、クロルプロファムを溶出させる。</p> <p>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。メタノール 1 mL を正確に加えて残留物を溶かし、メンプランフィルター（孔径 0.45 μm 以下）でろ過し、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。</p> <p>液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による測定 試料溶液及び各クロルプロファム標準液各 5 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。</p> <p>測定条件 例</p> <p>(液体クロマトグラフ部)</p> <p>カラム：オクタデシルシリル化シリカゲルカラム（内径 2.0 mm、長さ 150 mm、粒径 3 μm）<sup>注2</sup></p> <p>溶離液：2 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液 —2 mmol/L 酢酸アンモニウム含有メタノール溶液 (7+3) (0.2 min 保持) → 12.5 min → (1+19) (2.5 min 保持) → 2 min → (7+3) (12 min 保持)</p> <p>流速：0.2 mL/min</p> <p>カラム槽温度：40 °C</p> <p>(タンデム型質量分析計部<sup>注3</sup>)</p> <p>イオン化法：エレクトロスプレーイオン化法 (正イオンモード)</p> <p>イオン源温度：120 °C</p>	

改 正 後	改 正 前																				
<u>デソルベーションガス : N<sub>2</sub> (700 L/h, 350 °C)</u>																					
<u>キャピラリー電圧 : 3.0 kV</u>																					
<u>コーン電圧 : 下表のとおり</u>																					
<u>コーンガス : N<sub>2</sub> (50 L/h)</u>																					
<u>コリジョンエネルギー : 下表のとおり</u>																					
<u>コリジョンガス : Ar (0.25 mL/min)</u>																					
<u>モニターイオン : 下表のとおり</u>																					
<u>表 モニターイオン条件</u>																					
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th rowspan="3">測定対象物質</th> <th colspan="2">プリカーサー</th> <th colspan="2">プロダクトイオン</th> <th rowspan="3">コリジョン エネルギー (eV)</th> </tr> <tr> <th>イオン</th> <th>定量用</th> <th>確認用</th> <th>コーン電圧 (V)</th> </tr> <tr> <th>(m/z)</th> <th>(m/z)</th> <th>(m/z)</th> <th>(eV)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>クロルプロファム</td> <td>214</td> <td>172 =</td> <td>— 154</td> <td>20</td> <td>10 20</td> </tr> </tbody> </table>	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 エネルギー (eV)	イオン	定量用	確認用	コーン電圧 (V)	(m/z)	(m/z)	(m/z)	(eV)	クロルプロファム	214	172 =	— 154	20	10 20	
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 エネルギー (eV)														
		イオン	定量用	確認用	コーン電圧 (V)																
	(m/z)	(m/z)	(m/z)	(eV)																	
クロルプロファム	214	172 =	— 154	20	10 20																
<u>計 算</u> 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、試料中のクロルプロファム量を算出する。																					
<u>注 1</u> InertSep GC/PSA (ジーエルサイエンス製) 又はこれと同等のもの <u>2</u> Capcell Pak C18 MG II (大阪ソーダ製) 又はこれと同等のもの <u>3</u> ACQUITY TQD (Waters 製) による条件例																					

改 正 後					改 正 前																																																										
<u>(参考) 分析法バリデーション</u>																																																															
・添加回収率及び繰返し精度																																																															
<table border="1"> <thead> <tr> <th>試料の種類</th><th>添加濃度 (mg/kg)</th><th>繰返し</th><th>添加回収率 (%)</th><th>繰返し精度 RSD<sub>r</sub>(%)</th><th> </th><th> </th><th> </th></tr> </thead> <tbody> <tr> <td>成鶏飼育用配合飼料</td><td>0.008 0.4</td><td>5 5</td><td>94.2 94.7</td><td>1.4 4.7</td><td> </td><td> </td><td> </td></tr> <tr> <td>ほ乳期仔豚育成用配合飼料</td><td>0.008 0.2</td><td>5 5</td><td>104 93.0</td><td>4.9 5.3</td><td> </td><td> </td><td> </td></tr> <tr> <td>大麦</td><td>0.008 0.04</td><td>5 5</td><td>95.4 95.6</td><td>4.4 3.3</td><td> </td><td> </td><td> </td></tr> <tr> <td>小麦</td><td>0.008 0.02</td><td>5 5</td><td>85.2 96.0</td><td>8.5 2.9</td><td> </td><td> </td><td> </td></tr> <tr> <td>とうもろこし</td><td>0.008 0.05</td><td>5 5</td><td>91.8 95.7</td><td>8.0 0.7</td><td> </td><td> </td><td> </td></tr> </tbody> </table>								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> (%)				成鶏飼育用配合飼料	0.008 0.4	5 5	94.2 94.7	1.4 4.7				ほ乳期仔豚育成用配合飼料	0.008 0.2	5 5	104 93.0	4.9 5.3				大麦	0.008 0.04	5 5	95.4 95.6	4.4 3.3				小麦	0.008 0.02	5 5	85.2 96.0	8.5 2.9				とうもろこし	0.008 0.05	5 5	91.8 95.7	8.0 0.7											
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> (%)																																																											
成鶏飼育用配合飼料	0.008 0.4	5 5	94.2 94.7	1.4 4.7																																																											
ほ乳期仔豚育成用配合飼料	0.008 0.2	5 5	104 93.0	4.9 5.3																																																											
大麦	0.008 0.04	5 5	95.4 95.6	4.4 3.3																																																											
小麦	0.008 0.02	5 5	85.2 96.0	8.5 2.9																																																											
とうもろこし	0.008 0.05	5 5	91.8 95.7	8.0 0.7																																																											
・共同試験																																																															
<table border="1"> <thead> <tr> <th>試料の種類</th><th>有効試 験室数</th><th>棄却試 験室数</th><th>添加濃度 (mg/kg)</th><th>添加回収率 (%)</th><th>繰返し精度 RSD<sub>r</sub> (%)</th><th>室間再現精度 RSD<sub>R</sub> (%)</th><th>Hor Rat</th></tr> </thead> <tbody> <tr> <td>子豚育成用配合飼料</td><td>12</td><td>1</td><td>0.06</td><td>84.3</td><td>4.1</td><td>16</td><td>0.73</td></tr> <tr> <td>乳用牛飼育用配合飼料</td><td>12</td><td>1</td><td>0.02</td><td>75.3</td><td>7.3</td><td>33</td><td>1.5</td></tr> <tr> <td>えん麦</td><td>11</td><td>2</td><td>0.15</td><td>83.1</td><td>7.2</td><td>8.7</td><td>0.39</td></tr> <tr> <td>大麦</td><td>13</td><td>0</td><td>0.008</td><td>87.0</td><td>6.4</td><td>33</td><td>1.5</td></tr> <tr> <td>小麦</td><td>12</td><td>1</td><td>0.04</td><td>78.5</td><td>5.0</td><td>13</td><td>0.57</td></tr> <tr> <td>とうもろこし</td><td>13</td><td>0</td><td>0.08</td><td>85.3</td><td>5.5</td><td>23</td><td>1.0</td></tr> </tbody> </table>								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> (%)	Hor Rat	子豚育成用配合飼料	12	1	0.06	84.3	4.1	16	0.73	乳用牛飼育用配合飼料	12	1	0.02	75.3	7.3	33	1.5	えん麦	11	2	0.15	83.1	7.2	8.7	0.39	大麦	13	0	0.008	87.0	6.4	33	1.5	小麦	12	1	0.04	78.5	5.0	13	0.57	とうもろこし	13	0	0.08	85.3	5.5	23	1.0
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> (%)	Hor Rat																																																								
子豚育成用配合飼料	12	1	0.06	84.3	4.1	16	0.73																																																								
乳用牛飼育用配合飼料	12	1	0.02	75.3	7.3	33	1.5																																																								
えん麦	11	2	0.15	83.1	7.2	8.7	0.39																																																								
大麦	13	0	0.008	87.0	6.4	33	1.5																																																								
小麦	12	1	0.04	78.5	5.0	13	0.57																																																								
とうもろこし	13	0	0.08	85.3	5.5	23	1.0																																																								
・定量下限 試料中 0.008 mg/kg																																																															
・検出下限 試料中 0.003 mg/kg																																																															
69.2 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 (略)				69.1 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 (略)																																																											
69.3 アラクロール、アレスリン、クロルプロファム、ジクロラン 及びメトキシクロールのガスクロマトグラフによる系統的分析法				69.2 アラクロール、アレスリン、クロルプロファム、ジクロラン 及びメトキシクロールのガスクロマトグラフによる系統的分析法																																																											



改 正 後	改 正 前
<p>第2節 (略)</p> <p>第3節 多成分同時分析法</p> <p>1~26 (略)</p> <p>27 含リンアミノ酸系農薬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</p> <p>(1) 分析対象化合物 (略)</p> <p>(2) 適用範囲 (略)</p> <p>(3) 分析法</p> <p style="text-align: center;">A 試薬の調製 (略) B 定 量</p> <p>抽出 (略)</p> <p>カラム処理 I<sup>注4</sup> (略)</p> <p>誘導体化 (略)</p> <p>カラム処理 II<sup>注4</sup> (略)</p> <p>標準液の誘導体化 (略)</p> <p>液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による測定 (略)</p> <p>計算 (略)</p> <p>注 1 (略)</p> <p>2 グリホサート及びN-アセチルグリホサートの誘導体は同一であることから、N-アセチルグリホサートはグリホサートとの合量として定量する。</p> <p>3~11 (略)</p>	<p>第2節 (略)</p> <p>第3節 多成分同時分析法</p> <p>1~26 (略)</p> <p>27 含リンアミノ酸系農薬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</p> <p>(1) 分析対象化合物 (略)</p> <p>(2) 適用範囲 (略)</p> <p>(3) 分析法</p> <p style="text-align: center;">A 試薬の調製 (略) B 定 量</p> <p>抽出 (略)</p> <p>カラム処理 I<sup>注4</sup> (略)</p> <p>誘導体化 (略)</p> <p>カラム処理 II<sup>注4</sup> (略)</p> <p>標準液の誘導体化 (略)</p> <p>液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による測定 (略)</p> <p>計算 (略)</p> <p>注 1 (略)</p> <p>2 グリホサート及びN-アセチルグリホサートの誘導体は同一であることから、N-アセチルグリホサートはグリホサートとの合量として定量する。<u>N-アセチルグリホサートの分析法の妥当性はとうもろこしのみで確認している。その他の試料に適用する場合は、必要に応じて別表3に定めるところにより妥当性を確認すること。</u></p> <p>3~11 (略)</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> (%)
(略)					
えん麦		0.04 20	5 5	104 107	11 6.1
大麦		0.04 20	5 5	101 111	4.7 5.3
N-アセチル グリホサート	とうもろこし	0.04 1 5	5 5 5	102 118 96.0	7.1 6.8 7.0
福ねら		0.04 0.2	5 5	104 114	10 5.0
福発酵粗飼料		0.02 0.04 0.2	5 5 5	105 101 107	10 14 9.3
(略)					

## ・共同試験 (略)

・定量下限 グリホサート及びN-アセチルグリホサート：試料（稻発酵粗飼料は風乾物）中 0.04 mg/kg、その他：試料（稻発酵粗飼料は風乾物）中 各 0.05 mg/kg

・検出下限 グリホサート及びN-アセチルグリホサート：試料（稻発酵粗飼料は風乾物）中 0.01 mg/kg、その他：試料（稻発酵粗飼料は風乾物）中 各 0.02 mg/kg

28~32 (略)

第7章・第8章 (略)

## 改 正 前

## (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> (%)
(略)					
(新設)					
(新設)					
N-アセチル グリホサート	とうもろこし	0.04 1 5	5 5 5	102 118 96.0	7.1 6.8 7.0
(新設)					
(略)					

## ・共同試験 (略)

・定量下限 グリホサート：試料（稻発酵粗飼料は風乾物）中 0.04 mg/kg、その他の農薬：試料（稻発酵粗飼料は風乾物）中 各 0.05 mg/kg

・検出下限 グリホサート：試料（稻発酵粗飼料は風乾物）中 0.01 mg/kg、その他の農薬：試料（稻発酵粗飼料は風乾物）中 各 0.02 mg/kg

28~32 (略)

第7章・第8章 (略)

改 正 後	改 正 前
<p style="text-align: center;"><b>第 9 章 抗生物質</b></p> <p>第 1 節 (略)</p> <p>第 2 節 各条</p> <p>1~3 (略)</p> <p>4 アルキルトリメチルアンモニウムカルシウムオキシテトラサイクリン又は塩酸オキシテトラサイクリン</p> <p>4.1 定量試験法 (プレミックス)</p> <p>4.1.1 平板法</p> <p style="text-align: center;"><b>A 試薬等の調製</b></p> <p>1) 緩衝液 1号緩衝液</p> <p>2) オキシテトラサイクリン標準液 常用標準オキシテトラサイクリン又はこれと同等のもの 40 mg 以上を正確に量り、塩酸 (0.01 mol/L) を正確に加えて溶かし、1 mg(力価)/mL のオキシテトラサイクリン標準原液を調製する。</p> <p>3)~6) (略)</p> <p>4.2 (略)</p> <p>5~10 (略)</p> <p>11 クロルテトラサイクリン</p> <p>11.1 定量試験法 (プレミックス)</p> <p>11.1.1 平板法 (その 1)</p> <p style="text-align: center;"><b>A 試薬等の調製</b></p> <p>1) 緩衝液 1号緩衝液</p> <p>2) クロルテトラサイクリン標準液 常用標準クロルテトラサイクリン又はこれと同等のもの適量を減圧下 (0.67 kPa 以下)、60 °C で 3 時間乾燥した後、40 mg 以上を正確に量り、水を正確に加えて溶かし、1 mg(力価)/mL のクロルテトラサイクリン標準原液を調製する。</p> <p>12~31 (略)</p>	<p style="text-align: center;"><b>第 9 章 抗生物質</b></p> <p>第 1 節 (略)</p> <p>第 2 節 各条</p> <p>1~3 (略)</p> <p>4 アルキルトリメチルアンモニウムカルシウムオキシテトラサイクリン又は塩酸オキシテトラサイクリン</p> <p>4.1 定量試験法 (プレミックス)</p> <p>4.1.1 平板法</p> <p style="text-align: center;"><b>A 試薬等の調製</b></p> <p>1) 緩衝液 1号緩衝液</p> <p>2) オキシテトラサイクリン標準液 常用標準オキシテトラサイクリン 40 mg 以上を正確に量り、塩酸 (0.01 mol/L) を正確に加えて溶かし、1 mg(力価)/mL のオキシテトラサイクリン標準原液を調製する。</p> <p>3)~6) (略)</p> <p>4.2 (略)</p> <p>5~10 (略)</p> <p>11 クロルテトラサイクリン</p> <p>11.1 定量試験法 (プレミックス)</p> <p>11.1.1 平板法 (その 1)</p> <p style="text-align: center;"><b>A 試薬等の調製</b></p> <p>1) 緩衝液 1号緩衝液</p> <p>2) クロルテトラサイクリン標準液 常用標準クロルテトラサイクリン適量を減圧下 (0.67 kPa 以下)、60 °C で 3 時間乾燥した後、40 mg 以上を正確に量り、水を正確に加えて溶かし、1 mg(力価)/mL のクロルテトラサイクリン標準原液を調製する。</p> <p>12~31 (略)</p>

改 正 後	改 正 前
<p>32 リン酸タイロシン</p> <p>32.1 定量試験法（プレミックス）</p> <p>32.1.1 平板法</p> <p style="text-align: center;"><b>A 試薬等の調製</b></p> <p>1) 緩衝液 4号緩衝液</p> <p>2) タイロシン標準液 常用標準タイロシン又はこれと同 等のもの適量を減圧下（0.67 kPa 以下）、60 °C で 3 時間乾 燥した後、40 mg 以上を正確に量り、メタノール少量を正 確に加えて溶かし、更に 4 号緩衝液を正確に加えて 1 mg(力価)/mL のタイロシン標準原液を調製する。</p> <p>3)~5) (略)</p> <p>32.2~32.5 (略)</p> <p>第 3 節 (略)</p>	<p>32 リン酸タイロシン</p> <p>32.1 定量試験法（プレミックス）</p> <p>32.1.1 平板法</p> <p style="text-align: center;"><b>A 試薬等の調製</b></p> <p>1) 緩衝液 4号緩衝液</p> <p>2) タイロシン標準液 常用標準タイロシン適量を減圧下 (0.67 kPa 以下)、60 °C で 3 時間乾燥した後、40 mg 以上 を正確に量り、メタノール少量を正確に加えて溶かし、更 に 4 号緩衝液を正確に加えて 1 mg(力価)/mL のタイロシン 標準原液を調製する。</p> <p>3)~5) (略)</p> <p>32.2~32.5 (略)</p> <p>第 3 節 (略)</p>
第 10 章~第 20 章 (略)	第 10 章~第 20 章 (略)
別表 1	別表 1
<p>試薬で特級とあるのは、<u>産業標準化法</u>（昭和 24 年法律第 185 号）に 基づく<u>日本産業規格</u>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>(略)</p>	<p>試薬で特級とあるのは、<u>工業標準化法</u>（昭和 24 年法律第 185 号）に 基づく<u>日本工業規格</u>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>(略)</p>
別表 2~別表 4 (略)	別表 2~別表 4 (略)

(参考：通知先一覧)

各都道府県知事

独立行政法人農林水産消費安全技術センター理事長

各地方農政局長

北海道農政事務所長

内閣府沖縄総合事務局長

動物医薬品検査所長

国立研究開発法人農業・食品産業技術総合研究機構理事長

公益財団法人日本肥料検定協会理事長

一般財団法人日本食品分析センター理事長

一般財団法人食品環境検査協会理事長

一般財団法人日本食品検査理事長

一般財団法人東京顕微鏡院理事長

一般社団法人全日検会長

一般社団法人日本科学飼料協会理事長

一般財団法人家畜生物科学安全研究所理事長