

(別紙)

○ 飼料分析基準の制定について（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（新旧対照表）

(傍線部分は改正部分)

改正後	改正前
<p data-bbox="555 440 712 472">目次</p> <p data-bbox="465 485 786 517">第 1 章～第 5 章 (略)</p> <p data-bbox="465 584 683 616">第 6 章 農 薬</p> <p data-bbox="159 635 342 667">第 1 節 各条</p> <p data-bbox="188 686 387 718">1～139 (略)</p> <p data-bbox="188 727 450 759">140 フィプロニル</p> <p data-bbox="219 769 1111 845"><u>140.1 フィプロニル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></p> <p data-bbox="219 855 1075 887"><u>140.2 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</u></p> <p data-bbox="188 896 416 928">141～267 (略)</p> <p data-bbox="188 938 629 970"><u>268 ヒドロキシイソキサゾール</u></p> <p data-bbox="219 979 1111 1056"><u>268.1 ヒドロキシイソキサゾールの液体クロマトグラフ質量分析計による単成分分析法</u></p> <p data-bbox="159 1066 472 1098">第 2 節・第 3 節 (略)</p> <p data-bbox="465 1161 799 1193">第 7 章～第 20 章 (略)</p> <p data-bbox="159 1209 461 1241">別表 1～別表 4 (略)</p>	<p data-bbox="1532 440 1688 472">目次</p> <p data-bbox="1442 485 1762 517">第 1 章～第 5 章 (略)</p> <p data-bbox="1442 584 1659 616">第 6 章 農 薬</p> <p data-bbox="1135 635 1319 667">第 1 節 各条</p> <p data-bbox="1164 686 1364 718">1～139 (略)</p> <p data-bbox="1164 727 1426 759">140 フィプロニル</p> <p data-bbox="1158 769 1249 801">(新設)</p> <p data-bbox="1164 855 2024 887"><u>140.1 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</u></p> <p data-bbox="1164 896 1393 928">141～267 (略)</p> <p data-bbox="1158 938 1249 970">(新設)</p> <p data-bbox="1135 1066 1453 1098">第 2 節・第 3 節 (略)</p> <p data-bbox="1442 1161 1785 1193">第 7 章～第 20 章 (略)</p> <p data-bbox="1135 1209 1440 1241">別表 1～別表 4 (略)</p>

## 第1章～第5章 (略)

## 第6章 農 薬

## 第1節 各条

1～139 (略)

140 フィプロニル

140.1 フィプロニル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  
(適用範囲：飼料)

## A 試薬の調製

1) フィプロニル標準液 フィプロニル [C<sub>12</sub>H<sub>4</sub>Cl<sub>2</sub>F<sub>6</sub>N<sub>4</sub>OS]  
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フィプロニル標準原液を調製する（この液 1 mL は、フィプロニルとして 0.2 mg を含有する。）。

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 中にフィプロニルとして 1～100 ng を含有する数点のフィプロニル標準液を調製する。

2) 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、リン酸 (1+10) 又は 水酸化カリウム溶液 (1 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。

## 第1章～第5章 (略)

## 第6章 農 薬

## 第1節 各条

1～139 (略)

140 フィプロニル

(新設)

## B 定 量

抽出 分析試料 10.0 g (乾牧草、稲わら及び稲発酵粗飼料は 5.0 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。

液液分配 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 (試料が稲わらである場合は 0.5 w/v% 水酸化ナトリウム溶液 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綿栓でろ過する。先の三角フラスコを少量のアセトニトリルで洗浄し、洗液を先の綿栓を通してろ液を合わせる。ろ液を 40 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮し、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。

カラム処理 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) <sup>注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、ヘキサン-アセトン (4+1) 15 mL をミニカラムに加え、フィプロニルを溶出させる。

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 (試料が乾牧草、稲わら及び稲発酵粗飼料である場合は 10 mL) を正確に加えて残留物を溶かし、メンブランフィルター (孔径 0.20 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。

液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による測定 試料溶液及び各フィプロニル標準液各 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。

測定条件 例

(液体クロマトグラフ部)

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>

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)

流速 : 0.2 mL/min

カラム槽温度 : 40 °C

(タンデム型質量分析計部 <sup>注3</sup>)

イオン化法 : エレクトロスプレーイオン化法 (負イオンモード)

イオン源温度 : 120 °C

デソルベーションガス：N<sub>2</sub> (700 L/h、350 °C)

キャピラリー電圧：2.5 kV

コーン電圧：下表のとおり

コーンガス：N<sub>2</sub> (50 L/h)

コリジョンエネルギー：下表のとおり

コリジョンガス：Ar (0.25 mL/min)

モニターイオン：下表のとおり

表 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		コーン電圧 (V)	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)
フィプロニル	435	330	二	25	15
		二	250		30

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、試料中のフィプロニル量を算出する。

注 1 InertSep GC/PSA (ジーエルサイエンス製) 又はこれと同等のもの

2 Capcell Pak C18 MG II (大阪ソーダ製) 又はこれと同等のもの

3 ACQUITY TQD (Waters 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

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> (%)
鶏用配合飼料	0.0008	5	102	3.9
	0.01	5	83.2	7.1
	0.02	5	81.3	7.0
とうもろこし	0.0008	5	91.1	12
	0.008	5	85.8	6.6
	0.02	5	90.0	1.8
小麦	0.0008	5	81.3	8.9
	0.002	5	86.2	6.7
アルファルファ乾草	0.01	5	81.6	5.5
	0.04	5	86.7	4.1
	0.2	5	85.8	6.7
稲わら	0.01	5	84.8	9.0
	0.2	5	76.7	2.6
稲発酵粗飼料	0.004	5	102	7.0
	0.018	5	87.5	7.2
	0.11	5	85.6	5.2

・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> (%)	室内再現精度 RSD <sub>R</sub> (%)	HorRat
鶏用配合飼料	10	0	0.01	82.4	6.2	9.0	0.41
牛用配合飼料	10	0	0.0016	75.0	8.2	9.9	0.45
小麦	10	0	0.002	77.6	7.0	8.3	0.38
アルファルファ乾草	8	2	0.18	71.3	3.5	4.1	0.19
稲わら	10	0	0.25	69.6	3.0	9.3	0.44
稲発酵粗飼料	10	0	0.11	68.8	5.5	8.0	0.38

- ・定量下限 試料中 0.0008 mg/kg (乾牧草、稲わら及び稲発酵粗飼料 (風乾物) 0.01 mg/kg)
- ・検出下限 試料中 0.0002 mg/kg (乾牧草、稲わら及び稲発酵粗飼料 (風乾物) 0.004 mg/kg)

140.2 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)

141~267 (略)

268 ヒドロキシイソキサゾール

268.1 ヒドロキシイソキサゾールの液体クロマトグラフ質量分析計による単成分分析法

(適用範囲：稲わら及び籾米)

A 試薬の調製

ヒドロキシイソキサゾール標準液 ヒドロキシイソキサゾール [C<sub>4</sub>H<sub>5</sub>NO<sub>2</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ヒドロキシイソキサゾール標準原液を調製する (この液 1 mL は、ヒドロキシイソキサゾールとして 0.5 mg を含有する。)

使用に際して、標準原液の一定量を水で正確に希釈し、1 mL 中にヒドロキシイソキサゾールとして 5~400 ng を含有する数点のヒドロキシイソキサゾール標準液を調製する。

140.1 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)

141~267 (略)

(新設)

## B 定 量

抽 出 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、抽出液をガラス繊維ろ紙<sup>注1</sup>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。さらに、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 50 mL のなす形フラスコに正確に入れ、40 °C 以下の水浴で 3 mL（試料が粃米である場合は 2 mL）以下まで減圧濃縮し、液液分配に供する試料溶液とする。

液液分配 試料溶液を、あらかじめ塩化ナトリウム 5 g を入れた 300 mL の分液漏斗 A に加える。試料溶液の入っていたなす形フラスコを 2%炭酸水素ナトリウム溶液 40 mL で洗浄し、洗液を分液漏斗 A に合わせる。さらに、ヘキサン 40 mL で洗浄し、同様に洗液を分液漏斗 A に合わせる。分液漏斗 A を 5 分間振り混ぜた後静置し、水層（下層）を 300 mL の分液漏斗 B に入れる。6 mol/L 塩酸適量を分析漏斗 B に加え、pH を 2 以下とした後、更にジエチルエーテル 100 mL を加え、5 分間振り混ぜた後静置し、水層（下層）を 300 mL の分液漏斗 C に、ジエチルエーテル層（上層）を 300 mL の三角フラスコに入れる。ジエチルエーテル 50 mL を分液漏斗 C に入れ、5 分間振り混ぜた後静置し、水層を捨てジエチルエーテル層を先の三角フラスコに合わせる。ジエチルエーテル層を適量の硫酸ナトリウム（無水）で脱水し、15 分静置した後、300 mL のなす形フラスコにろ紙（5 種 A）でろ過する。先の三角フラスコを少量のジエチルエーテルで洗浄し、洗液を先のろ紙（5 種 A）を通してろ液を合わせる。ろ液に水 2 mL を加え、40 °C



以下の水浴で約 2 mL まで減圧濃縮し、窒素ガスを送ってジエチルエーテルを除去した後、少量の水で 5 mL の全量フラスコに移す。先のなす形フラスコを少量の水で洗浄し、洗液を合わせた後、更に標線まで水を加える。この液の一定量をメンブランフィルター（孔径 0.45  $\mu\text{m}$  以下）でろ過し、液体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。

液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による測定 試料溶液及び各ヒドロキシイソキサゾール標準液各 5  $\mu\text{L}$  を液体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。

測定条件 例

(液体クロマトグラフ部)

カラム：ポリビニルアルコールカラム  
(内径 4.6 mm、長さ 150 mm、  
粒径 5  $\mu\text{m}$ )<sup>注2</sup>

溶離液：0.1 v/v%ギ酸-メタノール  
(3+2)

流速：0.2 mL/min

カラム槽温度：40 °C

(質量分析計部<sup>注3</sup>)

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)

ネブライザーガス：窒素 (1.5 L/min)

乾燥ガス：窒素 (10 L/min)

ヒートブロック温度：200 °C

C D L 温度：250 °C

モニターイオン： $m/z$  100

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、試料中のヒドロキ

シイソキサゾール量を算出する。

注 1 GFP-95 (桐山製作所製) 又はこれと同等のもの

2 MSpak GF-310 4D (昭和電工製) 又はこれと同等のもの

3 LCMS-2010EV (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

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> (%)
稲わら1	0.05	5	89.7	4.7
	1	5	71.4	9.9
稲わら2	0.05	5	78.7	9.6
	1	5	80.0	11
粃米1	0.05	5	86.9	2.9
	0.5	5	95.5	9.8
粃米2	0.05	5	94.1	7.2
	0.5	5	82.2	7.6

・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> (%)	室内再現精度 RSD <sub>R</sub> (%)	HorRat
稲わら1	8	0	0.5	69.9	4.4	9.6	0.51
稲わら1	8	0	1	68.8	3.9	7.9	0.47
稲わら2	8	0	1.5	69.2	4.0	9.6	0.60
粳米1	8	0	0.1	78.5	6.1	13	0.60
粳米2	8	0	0.25	78.3	5.2	9.0	0.44
粳米3	8	0	1	77.9	6.3	9.9	0.60

・定量下限 試料中 0.05 mg/kg

・検出下限 試料中 0.02 mg/kg

第2節 (略)

第3節 多成分同時分析法

1~26 (略)

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

- (1) 分析対象化合物 グリホサート<sup>注1</sup> (*N*-アセチルグリホサート<sup>注2</sup>を含む。)、グルホシネート (*N*-アセチルグルホシネート<sup>注3</sup>を含む。)及び3-メチルホスフィニコプロピオン酸 (3成分)
- (2) 適用範囲 穀類、大豆油かす、稲わら及び稲発酵粗飼料
- (3) 分析法

A 試薬の調製 (略)

B 定 量

抽出 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 200 mL を加え、30 分間振り混ぜて抽出する。抽出液を共栓遠心沈殿管に入れ、1,500×g で 10 分間遠心分離し、上澄み液の一定量を水で正確に 2.5 倍に希釈し、カラム処理 I に供する試料溶液とする。また、試料が大豆及び大豆油かすである場合は、上澄み液の一定量をアセトンで正確に 2.5 倍に希釈した後、15 mL の共栓遠心沈殿管に入れ、1,500×g

第2節 (略)

第3節 多成分同時分析法

1~26 (略)

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

- (1) 分析対象化合物 グリホサート<sup>注1</sup> (*N*-アセチルグリホサート<sup>注2</sup>を含む。)、グルホシネート (*N*-アセチルグルホシネート<sup>注3</sup>を含む。)及び3-メチルホスフィニコプロピオン酸 (3成分)
- (2) 適用範囲 穀類、稲わら及び稲発酵粗飼料
- (3) 分析法

A 試薬の調製 (略)

B 定 量

抽出 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 200 mL を加え、30 分間振り混ぜて抽出する。抽出液を共栓遠心沈殿管に入れ、1,500×g で 10 分間遠心分離し、上澄み液の一定量を水で正確に 2.5 倍に希釈し、カラム処理 I に供する試料溶液とする。

で 5 分間遠心分離し、上澄み液をカラム処理 I に供する試料溶液とする。

カラム処理 I<sup>注4</sup> (略)

誘導体化 (略)

カラム処理 II<sup>注4</sup> (略)

標準液の誘導体化 (略)

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)

計 算 (略)

注 1~11 (略)

(参考) 分析法バリデーション

・添加回収率及び繰返し精度

カラム処理 I<sup>注4</sup> (略)

誘導体化 (略)

カラム処理 II<sup>注4</sup> (略)

標準液の誘導体化 (略)

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)

計 算 (略)

注 1~11 (略)

(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> (%)
グリホサート	大麦	0.04	3	117	17
		20	3	82.8	6.5
	きな粉	0.04	5	85.6	18
		20	5	82.3	4.1
	小麦	0.5	3	85.0	7.0
		5	3	86.4	6.1
	大豆	0.04	5	115	12
		20	5	109	4.1
	とうもろこし	0.1	3	85.4	13
		1	3	80.1	7.6
		0.04	5	95.7	13
		20	5	104	4.6
	稲わら	0.04	3	100	14
		0.2	3	97.3	4.2
稲発酵粗飼料	0.04	3	83.0	7.2	
	0.2	3	88.6	8.8	
N-アセチル グリホサート	えん麦	0.04	5	104	11
		20	5	107	6.1
	大麦	0.04	5	101	4.7
		20	5	111	5.3
	きな粉	0.04	5	89.0	6.9
		20	5	84.5	5.4
	大豆	0.04	5	110	15
		20	5	92.6	4.9
	とうもろこし	0.04	5	102	7.1
		1	5	118	6.8
		5	5	96.0	7.0
		0.04	5	93.9	11
	大豆油かす	0.04	5	104	4.4
		20	5	104	4.4
稲わら	0.04	5	104	10	
	0.2	5	114	5.0	
稲発酵粗飼料	0.02	5	105	10	
	0.04	5	101	14	
	0.2	5	107	9.3	
	0.04	5	101	14	
グルホシネート	大麦	0.05	3	88.0	14
		0.5	3	100	6.5
	きな粉	0.05	5	102	12
		2	5	80.9	11
	小麦	0.05	5	102	16
		0.2	5	93.1	6.2
	大豆	0.05	5	102	12
		2	5	111	9.4
	とうもろこし	0.05	3	103	14
		0.1	3	112	2.6
		0.05	5	84.8	3.7
		2	5	111	8.2
	稲わら	0.05	3	103	16
		0.5	3	94.2	5.4
稲発酵粗飼料	0.05	3	92.7	11	
	0.5	3	84.6	2.2	

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> (%)	
グリホサート	大麦	0.04	3	117	17	
		20	3	82.8	6.5	
	(新設)					
	小麦	0.5	3	85.0	7.0	
		5	3	86.4	6.1	
	(新設)					
	とうもろこし	0.1	3	85.4	13	
		1	3	80.1	7.6	
		(新設)				
	稲わら	0.04	3	100	14	
		0.2	3	97.3	4.2	
稲発酵粗飼料	0.04	3	83.0	7.2		
	0.2	3	88.6	8.8		
N-アセチル グリホサート	えん麦	0.04	5	104	11	
		20	5	107	6.1	
	大麦	0.04	5	101	4.7	
		20	5	111	5.3	
	(新設)					
	(新設)					
	とうもろこし	0.04	5	102	7.1	
		1	5	118	6.8	
		5	5	96.0	7.0	
		(新設)				
	稲わら	0.04	5	104	10	
		0.2	5	114	5.0	
稲発酵粗飼料	0.02	5	105	10		
	0.04	5	101	14		
	0.2	5	107	9.3		
	0.04	5	101	14		
グルホシネート	大麦	0.05	3	88.0	14	
		0.5	3	100	6.5	
	(新設)					
	小麦	0.05	3	102	16	
		0.2	3	93.1	6.2	
	(新設)					
	とうもろこし	0.05	3	103	14	
		0.1	3	112	2.6	
		(新設)				
	稲わら	0.05	3	103	16	
		0.5	3	94.2	5.4	
稲発酵粗飼料	0.05	3	92.7	11		
	0.5	3	84.6	2.2		

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> (%)
3-メチル ホスフィニコ プロピオン酸	大麦	0.05	3	81.2	17
		0.5	3	89.9	5.3
	きな粉	0.05	5	94.4	10
		2	5	90.0	3.7
	小麦	0.05	3	98.0	7.2
		0.2	3	80.0	8.9
	大豆	0.05	5	107	3.7
		2	5	111	3.1
	とうもろこし	0.05	3	108	5.5
		0.1	3	85.7	7.0
	大豆油かす	0.05	5	79.1	11
		2	5	113	6.0
	稲わら	0.05	3	117	3.3
		0.5	3	92.4	7.2
稲発酵粗飼料	0.05	3	91.1	4.1	
	0.5	3	76.9	10	
N-アセチル グルホシネート	大麦	0.05	3	101	19
		0.5	3	89.0	7.0
	きな粉	0.05	5	107	17
		2	5	88.4	8.1
	小麦	0.05	3	74.1	11
		0.2	3	82.2	7.4
	大豆	0.05	5	92.1	9.0
		2	5	111	5.7
	とうもろこし	0.05	3	85.4	11
		0.1	3	88.0	5.3
	大豆油かす	0.05	5	86.0	18
		2	5	117	3.3
	稲わら	0.05	3	84.4	16
		0.5	3	82.4	13
稲発酵粗飼料	0.05	3	82.3	10	
	0.5	3	73.0	8.3	

  

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> (%)
3-メチル ホスフィニコ プロピオン酸	大麦	0.05	3	81.2	17
		0.5	3	89.9	5.3
	(新設)				
	小麦	0.05	3	98.0	7.2
		0.2	3	80.0	8.9
	(新設)				
	とうもろこし	0.05	3	108	5.5
		0.1	3	85.7	7.0
	(新設)				
	稲わら	0.05	3	117	3.3
		0.5	3	92.4	7.2
	稲発酵粗飼料	0.05	3	91.1	4.1
		0.5	3	76.9	10
	N-アセチル グルホシネート	大麦	0.05	3	101
0.5			3	89.0	7.0
(新設)					
小麦		0.05	3	74.1	11
		0.2	3	82.2	7.4
(新設)					
とうもろこし		0.05	3	85.4	11
		0.1	3	88.0	5.3
(新設)					
稲わら		0.05	3	84.4	16
		0.5	3	82.4	13
稲発酵粗飼料		0.05	3	82.3	10
		0.5	3	73.0	8.3

・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 (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
グリホサート	とうもろこし	9	1	1	79.7	5.1	20	1.2
	大麦	10	0	20	75.4	10	22	2.0
	大豆1	8	8	20	84.9	8.7	15	1.4
	大豆2	8	8	0.2	91.6	13	16	0.76
	大豆油かす1	8	8	24	92.1	9.0	16	1.6
	大豆油かす2	8	8	12	92.3	11	14	1.3
	大豆油かす3	8	8	1	98.3	13	17	1.1
	きなこ	8	8	5	94.4	11	15	1.2
	稲わら	10	0	0.2	88.7	18	32	1.6
	稲発酵粗飼料	10	0	0.2	81.7	12	23	1.1
	グルホシネート	とうもろこし	10	0	0.1	98.3	8.1	21
大麦		10	0	0.5	99.3	11	15	0.84
大豆1		8	8	2	94.7	11	16	1.1
大豆2		8	8	0.1	94.3	13	23	1.0
大豆油かす1		8	8	2.5	102	6.8	18	1.3
大豆油かす2		8	8	1.5	103	10	15	1.0
大豆油かす3		8	8	0.2	101	12	16	0.77
きなこ		8	8	0.5	105	11	17	0.97
稲わら		10	0	0.5	96.8	6.5	17	0.93
稲発酵粗飼料		10	0	0.5	89.1	8.0	15	0.85
3-メチルホス フィニコプロ ピオン酸		とうもろこし	7	3	0.1	90.5	13	33
	大麦	9	1	0.5	91.1	10	14	0.77
	大豆1	8	8	2	102	8.2	19	1.3
	大豆2	8	8	0.1	116	15	25	1.1
	大豆油かす1	8	8	2.5	112	7.4	22	1.6
	大豆油かす2	8	8	1.5	117	6.2	16	1.1
	大豆油かす3	8	8	0.2	106	8.2	26	1.3
	きなこ	8	8	0.5	106	20	26	1.5
	稲わら	9	1	0.5	91.1	6.3	13	0.71
	稲発酵粗飼料	9	1	0.5	86.2	5.7	17	0.93

- ・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（稲発酵粗飼料は風乾物）中 各 0.04 mg/kg、その他：試料（稲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（稲発酵粗飼料は風乾物）中 各 0.01 mg/kg、その他：試料（稲発酵粗飼料は風乾物）中 各 0.02 mg/kg

28~32 (略)

第7章~第16章 (略)

・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 (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
グリホサート	とうもろこし	9	1	1	79.7	5.1	20	1.2
	大麦	10	0	20	75.4	10	22	2.0
	(新設)							
	(新設)							
	(新設)							
	(新設)							
	(新設)							
	(新設)							
	稲わら	10	0	0.2	88.7	18	32	1.6
	稲発酵粗飼料	10	0	0.2	81.7	12	23	1.1
	グルホシネート	とうもろこし	10	0	0.1	98.3	8.1	21
大麦		10	0	0.5	99.3	11	15	0.84
(新設)								
(新設)								
(新設)								
(新設)								
(新設)								
(新設)								
稲わら		10	0	0.5	96.8	6.5	17	0.93
稲発酵粗飼料		10	0	0.5	89.1	8.0	15	0.85
3-メチルホス フィニコプロ ピオン酸		とうもろこし	7	3	0.1	90.5	13	33
	大麦	9	1	0.5	91.1	10	14	0.77
	(新設)							
	(新設)							
	(新設)							
	(新設)							
	(新設)							
	(新設)							
	稲わら	9	1	0.5	91.1	6.3	13	0.71
	稲発酵粗飼料	9	1	0.5	86.2	5.7	17	0.93

- ・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（稲発酵粗飼料は風乾物）中 0.04 mg/kg、その他：試料（稲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（稲発酵粗飼料は風乾物）中 0.01 mg/kg、その他：試料（稲発酵粗飼料は風乾物）中 各 0.02 mg/kg

28~32 (略)

第7章~第16章 (略)

## 第17章 動物由来たん白質

第1節 (略)

第2節 各条

1 ほ乳動物由来たん白質 (略)

1.1 牛由来たん白質

(1)・(2) (略)

(3) ELISAによる方法 (その3) 注1

(適用範囲：配合飼料及び動物質性飼料)

A 試薬等の調製 (略)

B 検 出

(参考) 検出下限及び特異性

・検出下限 (略)

・特異性

検出することを確認済みの動物種：ウシ、シカ

検出しないことを確認済みの動物種：ブタ、ニワトリ、イ  
ノシシ、クマ、ウマ

第18章～第20章 (略)

別表1

(略)

*N,O*-ビス (トリメチルシリル) トリフルオロアセトアミド $C_8H_{18}F_3NOSi_2$  (CAS : 25561-30-2)ヒドロキシイソキサゾール  $C_4H_5NO_2$  (CAS : 10004-44-1)

(略)

別表2～別表4 (略)

## 第17章 動物由来たん白質

第1節 (略)

第2節 各条

1 ほ乳動物由来たん白質 (略)

1.1 牛由来たん白質

(1)・(2) (略)

(3) ELISAによる方法 (その3) 注1

(適用範囲：配合飼料及び動物質性飼料)

A 試薬等の調製 (略)

B 検 出

(参考) 検出下限及び特異性

・検出下限 (略)

・特異性

検出することを確認済みの動物種：ウシ、シカ

検出しないことを確認済みの動物種：ブタ、ニワトリ、イ  
ノシシ、クマ

第18章～第20章 (略)

別表1

(略)

*N,O*-ビス (トリメチルシリル) トリフルオロアセトアミド $C_8H_{18}F_3NOSi_2$  (CAS : 25561-30-2)

(新設)

(略)

別表2～別表4 (略)