

改 正 後	各 出 温
<p>別表第1（第1条関係）</p> <p>1 飼料一般の成分規格並びに製造、使用及び保存の方法及び表示の基準</p> <p>(1) 飼料一般の成分規格 ア～ト （略）</p> <p><u>ナ 3-ニトロオキシプロパノールの飼料（飼料を製造するための原料又は材料を除く。）中の含有量は、3-ニトロオキシプロパノールとして0.015%以下でなければならない。</u></p> <p>(2) 飼料一般の製造の方法の基準 ア～ネ （略）</p> <p><u>ノ 3-ニトロオキシプロパノールは、牛を対象とする飼料（飼料を製造するための原料又は材料を含む。）以外の飼料に用いてはならない。</u></p> <p>(3)・(4) （略）</p> <p>(5) 飼料一般の表示の基準 ア （略）</p> <p>イ 飼料（飼料添加物を含むものに限る。）には、次に掲げる事項を表示しなければならない。</p> <p>(7)～(エ) （略）</p> <p>(カ) (1)のウに掲げる表、(1)のキの(7)、ケの(7)及びコの(7)、(2)のエからカまで、(2)のキに掲げる表並びに(2)のケ及びサからノまでに対象とする家畜等が定められている飼料にあつては、対象家畜等</p> <p>(カ)～(サ) （略）</p> <p>(注) （略）</p> <p>ウ （略）</p> <p>2～6 （略）</p>	<p>別表第1（第1条関係）</p> <p>1 飼料一般の成分規格並びに製造、使用及び保存の方法及び表示の基準</p> <p>(1) 飼料一般の成分規格 ア～ト （略） （新設）</p> <p>(2) 飼料一般の製造の方法の基準 ア～ネ （略） （新設）</p> <p>(3)・(4) （略）</p> <p>(5) 飼料一般の表示の基準 ア （略）</p> <p>イ 飼料（飼料添加物を含むものに限る。）には、次に掲げる事項を表示しなければならない。</p> <p>(7)～(エ) （略）</p> <p>(カ) (1)のウに掲げる表、(1)のキの(7)、ケの(7)及びコの(7)、(2)のエからカまで、(2)のキに掲げる表並びに(2)のケ及びサからネまでに対象とする家畜等が定められている飼料にあつては、対象家畜等</p> <p>(カ)～(サ) （略）</p> <p>(注) （略）</p> <p>ウ （略）</p> <p>2～6 （略）</p>

別表第2（第2条関係）

1～5（略）

6 飼料添加物一般の試験法

一般試験法は、共通の試験法及びこれに関連する事項をまとめたものである。別に規定する場合を除き、液体クロマトグラフ法、塩化物試験法、炎色反応試験法、ガスクロマトグラフ法、乾燥減量試験法、吸光度測定法、凝固点測定法、強熱減量試験法、強熱残分試験法、屈折率測定法、原子吸光光度法、抗菌活性試験法、抗生物質の力価試験法、酵素力試験法、1, 4-ジオキサン試験法、重金属試験法、水分定量法、生菌剤試験法、生菌剤定量法、赤外吸収スペクトル測定法、旋光度測定法、粗脂肪定量法、粗繊維定量法、窒素定量法、定性反応、鉛試験法、バイオオートグラフ法、薄層クロマトグラフ法、pH測定法、比重測定法、ヒ素試験法、ビタミンA定量法、ビタミンD定量法、沸点測定法及び蒸留試験法、融点測定法、誘導結合プラズマ発光分光分析法及び誘導結合プラズマ質量分析法、硫酸塩試験法、硫酸呈色物試験法並びにろ紙クロマトグラフ法は、それぞれ規定するところにより行う。

(1)～(35)（略）

(36) 誘導結合プラズマ発光分光分析法及び誘導結合プラズマ質量分析法

誘導結合プラズマ発光分光分析法（以下「ICP発光分光分析法」という。）及び誘導結合プラズマ質量分析法（以下「ICP質量分析法」という。）は、誘導結合プラズマ（Inductively Coupled Plasma）（以下「ICP」という。）を励起源又はイオン源として利用する元素分析法である。ICP発光分光分析法は、ICPにより励起された原子の原子発光スペクトル線の波長及び強度を測定する。ICP質量分析法は、検出器として質量分析計を用い、ICPによりイオン化された元素を m/z 値ごとに分離してイオンのピーク強度を測定する。

装置

① ICP発光分光分析計の装置構成

ICP発光分光分析計は、励起源部、試料導入部、発光部

別表第2（第2条関係）

1～5（略）

6 飼料添加物一般の試験法

一般試験法は、共通の試験法及びこれに関連する事項をまとめたものである。別に規定する場合を除き、液体クロマトグラフ法、塩化物試験法、炎色反応試験法、ガスクロマトグラフ法、乾燥減量試験法、吸光度測定法、凝固点測定法、強熱減量試験法、強熱残分試験法、屈折率測定法、原子吸光光度法、抗菌活性試験法、抗生物質の力価試験法、酵素力試験法、1, 4-ジオキサン試験法、重金属試験法、水分定量法、生菌剤試験法、生菌剤定量法、赤外吸収スペクトル測定法、旋光度測定法、粗脂肪定量法、粗繊維定量法、窒素定量法、定性反応、鉛試験法、バイオオートグラフ法、薄層クロマトグラフ法、pH測定法、比重測定法、ヒ素試験法、ビタミンA定量法、ビタミンD定量法、沸点測定法及び蒸留試験法、融点測定法、硫酸塩試験法、硫酸呈色物試験法並びにろ紙クロマトグラフ法は、それぞれ規定するところにより行う。

(1)～(35)（略）

(新設)

、分光部、測光部及びデータ処理部で構成される。

励起源部は、発光部に電気エネルギーを供給・制御するための高周波電源、制御回路及びガス供給部からなる。

試料導入部は、試料溶液を発光部に導入する部分で、試料溶液を霧化するネブライザー及び噴霧室（スプレーチャンバー）等から構成される。

発光部は、試料溶液中の元素を原子化・励起・発光させるための部分で、トーチ及び高周波誘導コイル等からなる。トーチは、三重管構造をしており、中心の管から試料溶液が導入される。プラズマの生成及び試料溶液を搬送するためのガスとしてアルゴンガスを用いる。発光部から放射される光の観測方式には、プラズマの側面の光を観測する横方向観測方式及びプラズマの中心の光を観測する軸方向観測方式がある。

分光部は、発光部から放射された光をスペクトル線に分離するための部分で、集光系及び回折格子等の光学素子からなる。分光器には、波長走査形分光器（モノクロメーター）と波長固定型の同時測定形分光器（ポリクロメーター）がある。なお、190nm以下の真空紫外領域のスペクトル線を測定する場合、分光器内は、真空排気を行うか、アルゴンガス又は窒素ガスにより、空気を置換する必要がある。

測光部は、入射した光をその強度に応じた電気信号に変換する部分で、検出器及び信号処理系からなる。検出器としては、光電子増倍管又は半導体検出器が用いられる。

データ処理部は、データ処理を行い、検量線及び測定結果等を表示する。

② ICP質量分析計の装置構成

ICP質量分析計は、励起源部、試料導入部、イオン化部、インターフェース部、イオンレンズ部、質量分離部、イオン検出部及びデータ処理部で構成される。

励起源部、試料導入部及びイオン化部は、それぞれICP

発光分光分析計における励起源部、試料導入部及び発光部と同一の構造である。

インターフェース部は、大気圧下でプラズマにより生成されたイオンを高真空の質量分離部に導入するための境界部分でサンプリングコーン及びスキマーコーンより構成される。

イオンレンズ部は、インターフェース部を介して導入されたイオンを収束させ、効率良く質量分離部に導くための部分である。

質量分離部は、多くの装置で四重極型の質量分析計が採用されている。なお、コリジョン・リアクションセルと呼ばれる室（セル）を真空内の質量分離部の前に配置し、水素、ヘリウム、アンモニア又はメタン等のガスを導入することにより、後述の多原子イオン類による干渉を抑制できる。

イオン検出部は、検出器内に到達したイオンを、増倍管により増幅した後、電気信号に変換し、データ処理部で、得られた電気信号をデータとして処理し、検量線及び測定結果等を表示する。

操作法

アルゴン又は窒素を所定の流量に設定し、高周波電源を入れ、プラズマを生成する。装置に指示された方法を用いて機器の校正を行う。別に規定する方法で調製した試料溶液、標準液又は比較液を導入し、ICP発光分光分析計の場合は適当な発光スペクトル線の発光強度を、ICP質量分析計の場合は定められた m/z 値における信号強度を測定する。なお、定量に際しては、次の干渉及びバックグラウンドを考慮する必要がある。

① 操作条件の最適化

純度試験又は定量法を行うときは、あらかじめ次に規定する感度、バックグラウンド並びに酸化物イオン及び二価イオンの生成比の最適化を行い、装置の稼働性能が適切であることを確認しておく。操作条件の最適化の実施に際し

ては、通常、適切な濃度に調整した、 ${}^7\text{Li}$ 、 ${}^9\text{Be}$ 、 ${}^{59}\text{Co}$ 、 ${}^{89}\text{Y}$ 、 ${}^{115}\text{In}$ 、 ${}^{140}\text{Ce}$ 、 ${}^{205}\text{Tl}$ 、 ${}^{209}\text{Bi}$ 等の環境中から汚染し難い、低質量数、中質量数及び高質量数を代表する元素の標準液を用いる。感度は、積分時間1秒当たりのイオンカウント数（以下「cps」という。）で判定する。純度試験又は定量法を行うときは、低質量数、中質量数及び高質量数において、各元素濃度1 $\mu\text{g/L}$ (ppb) 当たり数万 cps 程度あることが望ましい。

バックグラウンドは、天然には存在しない元素の m/z 値、例えば m/z が 4、8 又は 220 等で測定した場合、10cps 以下であることが望ましい。酸化物イオン及び二価イオンの生成比は、 ${}^{140}\text{Ce}$ 等の溶液を用い、それぞれの酸化物イオン (${}^{140}\text{Ce}$ の場合 ${}^{140}\text{Ce}^{16}\text{O}^+$ 、 m/z 156)、二価イオン (${}^{140}\text{Ce}^{2+}$ 、 m/z 70) 及び一価イオン (${}^{140}\text{Ce}^+$ 、 m/z 140) のカウント数を測定し、酸化物イオン及び二価イオンのカウント数を一価イオンのカウント数で除して求める。酸化イオン生成比、すなわち ${}^{140}\text{Ce}^{16\text{O}^+}/{}^{140}\text{Ce}^+$ が 0.03 以下及び二価イオン生成比、すなわち ${}^{140}\text{Ce}^{2+}/{}^{140}\text{Ce}^+$ が 0.05 以下となることが望ましい。

② 干渉とその抑制又は補正

スペクトル干渉には、同重体干渉並びに多原子イオン及び二価イオンのマスペクトルの重なりによる干渉がある。同重体干渉とは、測定対象元素と原子量が近接している同重体イオンによる干渉をいう。例として、 ${}^{40}\text{Ca}$ に対する ${}^{40}\text{Ar}$ 、 ${}^{204}\text{Pb}$ に対する ${}^{204}\text{Hg}$ の重なりがある。多原子イオンは、イオン化源としてアルゴンガスを使用しているため、例えば、 Ar に起因する ${}^{40}\text{Ar}^{16}\text{O}$ 、 ${}^{40}\text{Ar}^{16}\text{O}^1\text{H}$ 、 ${}^{40}\text{Ar}_2$ 等の多原子イオンが形成され、それぞれ ${}^{56}\text{Fe}$ 、 ${}^{57}\text{Fe}$ 、 ${}^{80}\text{Se}$ の測定に干渉を生じる。コリジョン・リアクションセルが付属している装置では、セル内でこれらの多原子イオンを減少させることができる。二価イオンとは、その一価イオンの $1/2$ の m/z 値にピークを持つイオン

のことで、検液中に測定対象元素の2倍の質量数の同位体を持つ元素が共存する場合に干渉を生じる。非スペクトル干渉には、物理干渉及びイオン化干渉のほか、ICP質量分析法特有のものとしてマトリックス干渉がある。マトリックス干渉は多量の共存元素が存在すると測定対象元素のイオンカウント数が一般的に減少する現象である。この傾向は、共存元素の質量数が大きく、その濃度が高いほど、また、測定元素の質量数が小さいほど顕著に表れる。非スペクトル干渉は、未知試料に対して既知量の測定対象元素を添加することで、その回収率から干渉の程度を確認できる。回収率が低く、分析の信頼性が確保されないと判断される場合には、内標準法又は標準添加法によって補正を行う。

○
③ システムの再現性

各装置により最適化された試験条件の下、最低濃度の検量線用標準液を用いて、試験を6回繰り返すとき、別に規定するもののほか、分析対象元素のスペクトル強度の相対標準偏差は一定値以下（10%以下）であることを確認する。

○
定量は、通例、次のいずれかの方法による。

① 検量線法

3種以上の濃度の異なる標準液を調製し、それぞれの標準液につき、その強度を測定し、得られた値から検量線を作成する。次に測定可能な濃度範囲に調製した試料溶液の強度を測定した後、検量線から被検元素量（濃度）を求める。

② 標準添加法

同量の検液3個以上を量り、それぞれに被検元素が段階的に含まれるように標準液を添加し、更に溶媒を加えて一定容量とする。それぞれの溶液につき、強度を測定し、横軸に添加した標準被検元素量（濃度）、縦軸に強度をとり、グラフにそれぞれの値をプロットする。プロットから得

られた回帰線を延長し、横軸との交点と原点との距離から被検元素量（濃度）を求める。ただし、この方法は、①による検量線が原点を通る直線の場合のみに適用できる。

③ 内標準法

内標準元素の一定量に対して標準被検元素を段階的に加えた標準液を数種類調製する。それぞれの液につき、各元素の分析線波長で標準被検元素による強度及び内標準元素による強度を同一条件で測定し、標準被検元素による強度と内標準元素による強度の比を求める。横軸に標準被検元素量（濃度）、縦軸に強度の比をとり、検量線を作成する。次に、標準液の場合と同量の内標準元素を加えた検液を調製し、検量線を作成したときと同一条件で得た被検元素による強度と内標準元素による強度の比を求め、検量線から被検元素量（濃度）を求める。なお、本法の適用に当たっては、添加する内標準元素が検液中に含まれないこと、又は含まれていたとしても添加濃度に対して無視できる程度であることを確認しておく必要がある。また、内標準元素としては、測定対象元素と、スペクトル干渉を起こさず、同程度のイオン化効率及び質量数を有する元素が望ましい。

注意

① アルゴンガスは、液化アルゴン又は圧縮アルゴンのいずれを用いても良いが、純度99.99vol%以上のものを用いる。

② 標準液の液性は検液と合わせることが望ましい。

③ 複数元素を含む標準液を調製する場合は、沈殿及び互いに干渉を生じないように試液並びに元素の組合せを選択する。

(37)～(39) (略)

7 飼料添加物一般の試験法並びに各飼料添加物の成分規格及び製造方法等の基準に用いる標準品、試薬・試液、容量分析用標準液、標準液、色の比較液、計量器・用器、ろ紙、滅菌法及びベルト

(36)～(38) (略)

7 飼料添加物一般の試験法並びに各飼料添加物の成分規格及び製造方法等の基準に用いる標準品、試薬・試液、容量分析用標準液、標準液、色の比較液、計量器・用器、ろ紙、滅菌法及びベルト

ラン糖類定量表の規定

(1) (略)

(2) 試薬・試液
(略)

亜鉛（標準試薬）～エタノール (略)

エタノール (99.5) エタノール、無水の項に定める。

エタノール、希～0.01mol/L塩酸・メタノール試液 (略)

塩酸、誘導結合プラズマ分析用 HC 1 [微量金属分析用、
35.0～37.0%]

塩酸リジン～硝酸 (略)

硝酸・塩酸試液、誘導結合プラズマ分析用 誘導結合プラズマ
分析用硝酸18mL及び誘導結合プラズマ分析用塩酸 2mLを量り
、500mLの全量フラスコに入れ、誘導結合プラズマ分析用水
を標線まで加え、蓋をし、よく振り混ぜる。

硝酸、希～硝酸マグネシウム試液 (略)

硝酸、誘導結合プラズマ分析用 HNO₃ [微量金属測定用、
69～70%]

食塩～p-ニトロアニリン (略)

3-ニトロオキシプロパノール

含量 98.0%以上

定量法 本品約100mgを有効数字 3桁まで量り、10mLの褐色
全量フラスコに入れ、内標準溶液 5mLを全量ピペットを用
いて量り、加え、よく振り混ぜ、バイアルに移し、試料溶
液とする。この溶液につき、3-ニトロオキシプロパノール
製造用原体の定量法に定める測定条件でガスクロマトグ
ラフ法により試験を行う。試料溶液注入後、測定時間に現
れる、エタノール由来のピーク及びノナン酸メチルのピー
クを除いた、全ての成分のピーク面積の総和を100とし、
それに対する 3-ニトロオキシプロパノールのピーク面積
百分率を求める。

5-ニトロソ-8-オキシキノリン～濃ヨウ化カリウム試液
(略)

ラン糖類定量表の規定

(1) (略)

(2) 試薬・試液
(略)

亜鉛（標準試薬）～エタノール (略)
(新設)

エタノール、希～0.01mol/L塩酸・メタノール試液 (略)
(新設)

塩酸リジン～硝酸 (略)
(新設)

硝酸、希～硝酸マグネシウム試液 (略)
(新設)

食塩～p-ニトロアニリン (略)
(新設)

5-ニトロソ-8-オキシキノリン～濃ヨウ化カリウム試液
(略)

ノナン酸メチル $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{COOCH}_3$ 99.8%以上
L-ノルロイシン～プロピオン酸ナトリウム、定量用 (略)
プロピレングリコール $\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{OH}$ [特級]
ブロムクレゾールグリーン～マレイン酸 (略)
水、誘導結合プラズマ分析用 H_2O [日局]
無アルデヒドエタノール～レゾルシン (略)

(3) (略)

(4) 標準液
(略)

亜鉛標準液～水・メタノール標準液 (略)

誘導結合プラズマ質量分析用ゲルマニウム標準液 計量法で規定される標準液。この液 1 mLはゲルマニウム (Ge) 1 mgを含む。

誘導結合プラズマ質量分析用鉛標準液 計量法で規定される標準液。この液 1 mLは鉛 (Pb) 1 mgを含む。

誘導結合プラズマ質量分析用ビスマス標準液 計量法で規定される標準液。この液 1 mLはビスマス (Bi) 1 mgを含む。

誘導結合プラズマ質量分析用ヒ素標準液 計量法で規定される標準液。この液 1 mLはヒ素 (As_2O_3) 1.3mgを含む。

リン酸塩pH標準液～リン標準液 (略)

(5)～(9) (略)

8 各飼料添加物の成分規格及び製造の方法等の基準

(1)～(68) (略)

(69) 3-ニトロオキシプロパノール

ア 製造用原体

(7) 成分規格

含量 本品は、定量するとき、3-ニトロオキシプロパノール ($\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}_4$) 98.0%以上を含む。

物理的・化学的性質

① 本品は、無色～淡黄色の透明な液体である。

② 本品は、エタノール又はアセトニトリルに溶けやすく、水にやや溶けにくい。

(新設)

L-ノルロイシン～プロピオン酸ナトリウム、定量用 (略)

(新設)

ブロムクレゾールグリーン～マレイン酸 (略)

(新設)

無アルデヒドエタノール～レゾルシン (略)

(3) (略)

(4) 標準液
(略)

亜鉛標準液～水・メタノール標準液 (略)

(新設)

(新設)

(新設)

(新設)

リン酸塩pH標準液～リン標準液 (略)

(5)～(9) (略)

8 各飼料添加物の成分規格及び製造の方法等の基準

(1)～(68) (略)

(新設)

確認試験

- ① 本品及び3-ニトロオキシプロパノール標準品につき、それぞれ同一の条件で赤外吸収スペクトル測定法のATR法により測定し、スペクトルを比較するとき、両者の吸収は、同一波数のところに認められ、これらの吸収の相対強度は等しい。
- ② 本品のエタノール溶液（1→50,000）につき、吸収スペクトルを測定するとき、波長200～205nmに吸収の極大を示す。

純度試験

- ① 鉛 本品25mg（24.5～25.4mg）を量り、高温高压下での分解に適した石英又はテフロンバイアルに入れ、誘導結合プラズマ分析用硝酸3 mL及び誘導結合プラズマ分析用塩酸2 mLを静かに加える。バイアルに蓋をして、60℃の水浴中で30分間超音波処理する。その後、マイクロ波を照射して試料を分解する装置を用い、70℃で10分間保持し、さらに180℃で15分間、250℃で8分間、最後に260℃で30分間保持する。反応中の圧力は13,000kPa未満にする。放冷後、分解された溶液を25mLの全量フラスコに入れ、バイアルを誘導結合プラズマ分析用水で洗い、洗液を先の溶液と合わせ、誘導結合プラズマ分析用水を標線まで加え、試料原液とする。

別に誘導結合プラズマ分析用鉛標準液適量を正確に量り、誘導結合プラズマ分析用硝酸・塩酸試液を加えて、1 mL中に鉛を2 ng含む濃度の液を調製し、標準原液とする。

各原液それぞれ1 mL当たり、内標準溶液を20µLの割合で正確に加え、試料溶液及び標準溶液とする。

ビスマスを内標準とした誘導結合プラズマ質量分析法の内標準法により試験を行うとき、試料溶液におけるビスマスの強度に対する鉛の強度の比は標準溶液に

おける強度の比以下でなければならない。(2 µg/g 以下)。

操作条件

装置：コリジョン・リアクションセルが配置されたものを用いる。

設定質量数： m/z 208 (内標準： m/z 209)

内標準溶液の調製 誘導結合プラズマ分析用ビスマス標準液に誘導結合プラズマ分析用硝酸・塩酸試液を加えて1 mL中にビスマスが400ngになるよう調製する。

② ヒ素 3-ニトロオキシプロパノール製造用原体の純度試験①を準用する。この場合において、「鉛」とあるのは「ヒ素」と、「ビスマス」とあるのは「ゲルマニウム」と、「1 mL中に鉛を2 ng含む」とあるのは「1 mL中にヒ素 (As_2O_3 として)を2.6ng含む」と、「設定質量数： m/z 208 (内標準： m/z 209)」とあるのは「設定質量数： m/z 75 (内標準： m/z 72)」と読み替えるものとする(2.6 µg/g 以下)。

③ 類縁物質 定量法で得たクロマトグラムより、保持時間2.5～25分間に確認された3-ニトロオキシプロパノール及び内部標準物質ノナン酸メチルを除く全てのピークの合計面積の割合は、総ピーク面積の2.0%以下でなければならない。

水分 1.5%以下(直接滴定)

定量法 本品約100mgを有効数字3桁まで量り、10mLの褐色全量フラスコに入れ、内標準溶液5 mLを全量ピペットを用いて量り、加え、よく振り混ぜ、バイアルに移し、試料溶液とする。別に3-ニトロオキシプロパノール標準品約100mgを有効数字3桁まで量り、試料溶液の調製と同様に操作し標準液とする。試料溶液及び標準液につ

き、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。
得られたクロマトグラムから3-ニトロオキシプロパノールのピーク面積を測定し、次式により含量を算出する。

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径0.32mm、長さ30mのフューズドシリカ管の内面に、非極性固定相を5.0μmの厚さで被覆したもの。

カラム温度：80℃で2分間保持した後、毎分5℃で120℃まで昇温し、10分間保持する。さらに毎分10℃で180℃まで昇温し、6分間保持し、最後に毎分30℃で250℃まで昇温し、2分間保持する。

注入口温度：200℃

検出器温度：265℃

キャリアーガス：ヘリウム

流量：毎分3.5mL

注入方式：スプリット

スプリット比：1：50

注入量：1.0μL

面積測定範囲：3-ニトロオキシプロパノールの保持時間の2.5倍

内標準液の調製：正確に4570μLのノナン酸メチルを量り、200mLの褐色全量フラスコに入れ、140mLのエタノール(99.5)と混合し、さらにエタノール(99.5)を正確に標線まで加え、内標準液とする

3-ニトロオキシプロパノール

$$= \frac{P \times A_{NOPSp} \times A_{NMSd} \times W_{NOPSd}}{A_{NMSp} \times A_{NOPSd} \times W_{Sp}}$$

P：3-ニトロオキシプロパノール標準品の純

度 (%)

A_{NOPSP} : 試料溶液中の3-ニトロオキシプロパノール面積

A_{NMSd} : 標準液中のノナン酸メチル面積

W_{NOPSD} : 3-ニトロオキシプロパノール標準品の採取量 (mg)

A_{NMSp} : 試料溶液中のノナン酸メチル面積

A_{NOPSD} : 標準液中の3-ニトロオキシプロパノール面積

W_{Sp} : 試料採取量 (mg)

(4) 保存の方法の基準

密閉し、火気を避けて冷所に保存する。

イ 製剤 (その1)

(7) 成分規格

本品は、3-ニトロオキシプロパノール製造用原体をプロピレングリコールに混合し、賦形物質を混和した小片又は粉末である。

含量 本品は、定量するとき、表示量の90~110%に相当する3-ニトロオキシプロパノールを含む。

確認試験 定量法により調整した試料溶液及び標準液1 μL につき、定量法の操作条件でガスクロマトグラフ法により試験を行うとき、試料溶液及び標準液から得た3-ニトロオキシプロパノールのピークに係る保持時間は一致する。

定量法 本品約200mgを2mLのプラスチック製遠沈管に入れ、1.0mLの内標準液を加え、蓋をし、よく振る。その後室温の水浴中で5分間超音波処理を行う。次に遠沈管を振り混ぜた後、2,000 \times gで2分間遠心分離し、上澄み液を試料溶液とする。別に約350mgのプロピレングリコールと約105mgの3-ニトロオキシプロパノール標準品を量り、10mLの褐色全量フラスコに入れ、内標準液5mLを全量ピペットを用いて量り、加え、よく振り混ぜ、バ

イアルに移し、標準液とする。試料溶液及び標準液につき、製造用原体の定量法の操作条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。得られたクロマトグラムから3-ニトロオキシプロパノールのピーク面積を測定し、次式により含量を算出する。

3-ニトロオキシプロパノール

$$= \frac{P \times A_{NOPS_p} \times W_{NOPS_d} \times A_{NMS_d}}{5 \times W_{S_p} \times A_{NMS_p} \times A_{NMS_d}}$$

P : 3-ニトロオキシプロパノール標準品の純度 (%)

A_{NOPS_p} : 試料溶液中の3-ニトロオキシプロパノール面積

W_{NOPS_d} : 3-ニトロオキシプロパノール標準品の採取量 (mg)

A_{NMS_d} : 標準液中のノナン酸メチル面積

W_{S_p} : 試料採取量 (mg)

A_{NMS_p} : 試料溶液中のノナン酸メチル面積

A_{NMS_d} : 標準液中の3-ニトロオキシプロパノール面積

5 : 内標準液と標準液中のノナン酸メチルの希釈比率

(1) 保存の方法の基準

遮光した密閉容器に保存すること。

(160) ~ (164) (略)

(160) ~ (163) (略)