

○愛玩動物用飼料等の検査法（平成 21 年 9 月 1 日付け 21 消技第 1764 号）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	目 次
第 1 章～第 3 章 〔略〕	第 1 章～第 3 章 〔略〕
第 4 章 重金属等	第 4 章 重金属等
1 カドミウム	1 カドミウム
2 水銀	2 水銀
3 鉛	3 鉛
4 <u>砒素</u>	4 <u>ヒ素</u>
第 5 章～第 8 章 〔略〕	第 1 章～第 8 章 〔略〕
第 9 章 有害物質	第 9 章 有害物質
1 メラミン	1 メラミン
2 <u>ヒスタミン</u>	〔新設〕
第 10 章 〔略〕	第 10 章 〔略〕
第 11 章 〔略〕	第 11 章 〔略〕
別表 1	別表 1
別表 2	別表 2
別表 3	別表 3
第 1 章～第 3 章 〔略〕	第 1 章～第 3 章 〔略〕
第 4 章 重金属等	第 4 章 重金属等
1～3 〔略〕	1～3 〔略〕

改正後	改正前
<p>4 <u>砒素</u></p> <p>4.1 <u>無機砒素の液体クロマトグラフ-誘導結合プラズマ質量分析計による分析法^{注1}</u></p> <p>(1) <u>分析対象化合物 無機砒素 (III) 及び無機砒素 (V) (2成分)</u></p> <p>(2) <u>適用範囲 ドライ製品、セミドライ製品、ウェット製品、成型ジャーキー、素材乾燥ジャーキー (ハードタイプ及びソフトタイプ)、菓子類及び粉ミルク</u></p> <p>(3) <u>分析法^{注2,3}</u></p> <p style="text-align: center;">A 試薬の調製</p> <p>1) <u>溶離液 1-ブタンスルホン酸ナトリウム 1.602 g、マロン酸 0.416 g 及び 25 w/v%水酸化テトラメチルアンモニウム (以下「TMAH」という。) 溶液^{注4} 1.458 g を水に溶かし、メタノール 0.5 mL を加え、硝酸で pH を 3.0 に調整した後、更に水を加えて 1 L とする。</u></p> <p>2) <u>2 w/v% TMAH 溶液 25 w/v% TMAH 溶液 4 mL に水を加えて 50 mL とする。</u></p> <p>3) <u>無機砒素 (III) 標準液 砒素 (III) 標準液 (濃度 1,000 mg/L) ^{注5} を標準原液とする。</u> <u>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 中に無機砒素 (III) [As(III)] として 100 µg を含有する無機砒素 (III) 標準液を調製する。</u></p> <p>4) <u>無機砒素 (V) 標準液 砒酸標準液 (濃度 1,000 mg/L) ^{注5} を標準原液とする。</u> <u>使用に際して、標準原液の一定量を水で正確に希釈し、1</u></p>	<p>4 <u>ヒ素^{注1}</u></p> <p>[新設]</p>

改正後	改正前
<p><u>mL 中に無機砒素 (V) [As(V)] として 100 μg を含有する無機砒素 (V) 標準液を調製する。</u></p> <p>5) <u>無機砒素混合標準液 使用に際して、無機砒素 (III) 標準液及び無機砒素 (V) 標準液の一定量を混合し、水で正確に希釈し、1 mL 中に各砒素 [As] としてそれぞれ 1 μg を含有する混合標準原液を調製する。</u></p> <p><u>混合標準原液 50~1,250 μL の間の数点をそれぞれあらかじめ溶離液 25 mL を入れた 50 mL の全量フラスコに加える。各全量フラスコに 0.1 w/v%メチルオレンジ溶液数滴及び 2 w/v% TMAH 溶液 5 mL を加え、0.3 mol/L 硝酸で pH を約 3 (オレンジ色) に調整した後、更に標線まで水を加え、1 mL 中に各砒素として 1~25 ng を含有する各無機砒素混合標準液を調製する。</u></p> <p><u>同時に混合標準液を加えずに同様に操作し、濃度 0 ng/mL の無機砒素混合標準液を調製する。</u></p> <p style="text-align: center;">B 定 量</p> <p><u>抽 出 分析試料 0.5 g を正確に量って 15 mL の遠心沈殿管^{注6}に入れ、2 w/v% TMAH 溶液 5 mL を加えて振り混ぜる。これにゆるくふたをして 100 $^{\circ}$C で 2 時間加熱して抽出した後放冷する。</u></p> <p><u>抽出液に水 5 mL を加えて振り混ぜた後、2,000\timesg で 10 分間遠心分離し、上澄み液を 50 mL の全量フラスコに入れる。遠心沈殿管内の残さに水 12.5 mL を加えて振り混ぜた後、2,000\timesg で 10 分間遠心分離し、上澄み液を先の全量フラスコに加える操作を 2 回繰り返す。先の全量フラスコに 0.1 w/v% メチルオレンジ溶液数滴を加え、0.3 mol/L 硝酸で pH を約 3</u></p>	

改正後	改正前
<p><u>(オレンジ色)に調整した後、標線まで水を加える。この液の一定量を 7,000×g で 5 分間遠心分離し、上澄み液をメンブランフィルター (孔径 0.45 μm 以下) 注⁵ でろ過し、液体クロマトグラフ-誘導結合プラズマ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>同時に、試料を用いないで同一操作を行い、空試験溶液を調製する。</u></p> <p><u>液体クロマトグラフ-誘導結合プラズマ質量分析計による測定試料溶液、各無機砒素混合標準液及び空試験溶液各 20 μL を液体クロマトグラフ-誘導結合プラズマ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>(液体クロマトグラフ部)</u></p> <p><u>カラム：オクタデシルシリル化シリカゲルカラム (内径 4.6 mm、長さ 250 mm、粒径 5 μm) 注⁸</u></p> <p><u>溶離液：10 mmol/L 1-ブタンスルホン酸ナトリウム・4 mmol/L マロン酸・4 mmol/L TMAH・0.05 %メタノール溶液 (pH 3.0)</u></p> <p><u>流速：0.75 mL/min</u></p> <p><u>カラム槽温度：30 °C</u></p> <p><u>(誘導結合プラズマ質量分析計部注⁹)</u></p> <p><u>ネブライザーガス：Ar (1.12 L/min)</u></p> <p><u>プラズマガス：Ar (14.0 L/min)</u></p> <p><u>補助ガス：Ar (0.80 L/min)</u></p>	

改正後	改正前
<p><u>コリジョンガス：He (4.5 mL/min)</u></p> <p><u>高周波出力：1,550 W</u></p> <p><u>モニターイオン：m/z 75</u></p> <p>計算 <u>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、試料中の無機砒素(III)量及び無機砒素(V)量を算出し、その含量を無機砒素量とする。</u></p> <p>注 1 <u>本法では、無機砒素(III)の多くが無機砒素(V)に酸化されるため、試料中の無機砒素量は、無機砒素(III)量及び無機砒素(V)量の含量として定量する。</u></p> <p>2 <u>使用する水は、電気伝導率 5.6 µS/m 以下 (比抵抗 18 MΩ·cm 以上) に精製したものとする。使用する酸は、ICP 分析用の超高純度試薬とする。</u></p> <p>3 <u>器具は可能な限りポリプロピレン等の樹脂製を使用することとし、使用する樹脂製器具は、使用前に硝酸(1+3)に12時間以上浸した後、水で十分すすいでから用いる。全量フラスコ等でガラス器具を用いる場合は、無砒素のホウケイ酸ガラス製のものとし、使用前に硝酸(1+1)に1日間以上浸した後、水で十分すすいでから用いる。</u></p> <p>4 <u>TMAH 25% (多摩化学工業製) 又はこれと同等のもの</u></p> <p>5 <u>原液の濃度は一例である。計量法に基づき値付けされたもの又は認証標準物質を用いる。</u></p> <p>6 <u>100 °C の加熱に耐えるもの</u></p> <p>7 <u>親水性ポリエーテルスルホン製、セルロース混合エス</u></p>	

改正後	改正前
<p><u>テル製等の無機砒素が吸着されないもの</u></p> <p><u>8 CAPCELL PAK C18 MG (大阪ソーダ製)、L-column2 ODS (化学物質評価研究機構製) 又はこれらと同等のもの</u></p> <p><u>9 iCAP RQ ICP-MS (Thermo Fisher Scientific 製) による条件例。ガス条件は、チューニング時の一例である。</u></p> <p><u>(参考) 分析法バリデーション</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <u>・添加回収率及び繰返し精度 別表3の27のとおり</u> <u>・共同試験 別表3の27のとおり</u> <u>・定量限界(下限) 試料中 各 0.1 mg/kg (添加回収率及び相対標準偏差並びに SN 比)</u> <u>・検出限界 試料中 各 0.03 mg/kg (SN 比)</u> <p><u>4.2 総砒素^{注1}</u> (適用範囲：ドライ製品、セミドライ製品、ウェット製品、成型ジャーキー、素材乾燥ジャーキー(ハードタイプ及びソフトタイプ)、菓子類及び粉ミルク) 〔以下略〕</p> <p style="text-align: center;">第5章～第8章 〔略〕</p> <p style="text-align: center;">第9章 有害物質</p> <p>1 〔略〕</p> <p>2 <u>ヒスタミン</u></p>	<p><u>4.1 ヒ素^{注1}</u> (適用範囲：ドライ製品、セミドライ製品、ウェット製品、成型ジャーキー、素材乾燥ジャーキー(ハードタイプ及びソフトタイプ)、菓子類及び粉ミルク) 〔以下略〕</p> <p style="text-align: center;">第5章～第8章 〔略〕</p> <p style="text-align: center;">第9章 有害物質</p> <p>1 〔略〕</p> <p>〔新規〕</p>

改正後	改正前
<p>2.1 液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による分析法 <u>(適用範囲：ドライ製品、セミドライ製品、ウェット製品、成型 ジャージャーキー、素材乾燥ジャージャーキー（ハードタイプ及びソフトタイプ）、菓子類及び粉ミルク)</u></p> <p style="text-align: center;">A 試薬の調製</p> <p>1) <u>溶出溶媒</u> <u>ギ酸 2 mL に水-メタノール (1+1) を加えて 100 mL とする。</u></p> <p>2) <u>希釈溶媒</u> <u>溶出溶媒 10 mL に水-メタノール (1+1) を加えて 100 mL とする。</u></p> <p>3) <u>ヒスタミン標準液</u> <u>ヒスタミン二塩酸塩 [C₅H₉N₃·2HCl]</u> <u>82.8 mg を正確に量って 50 mL の全量フラスコに入れ、水-メ タノール (1+1) を加えて溶かし、更に標線まで同溶媒を加えて ヒスタミン標準原液を調製する (この液 1 mL は、ヒスタミン として 1 mg 含有する。)</u> <u>使用に際して、標準原液の一定量を希釈溶媒で正確に希釈し て、1 mL 中にヒスタミンとして 2~400 ng を含有する数点のヒ スタミン標準液を調製する。</u></p> <p style="text-align: center;">B 定 量</p> <p><u>抽 出</u> <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、5 w/v%トリクロロ酢酸溶液 100 mL を加え、30 分間 振り混ぜてヒスタミンを抽出する。抽出液を 50 mL の共栓遠心 沈殿管に入れ、2,000×g で 5 分間遠心分離する。上澄み液 5 mL を 50 mL の共栓遠心沈殿管に正確に入れ、水 20 mL を加える。 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で pH を 6.9~7.1 に調整した後、 2,000×g で 10 分間遠心分離し、上澄み液を 50 mL の全量フラス コに入れる。試料溶液の入っていた共栓遠心沈殿管を少量の水</u></p>	

改正後	改正前
<p>で数回洗浄し、洗液を順次先の全量フラスコに加えた後、更に標線まで水を加えてカラム処理に供する試料溶液とする。</p> <p><u>カラム処理</u> 弱酸性陽イオン交換体ミニカラム (500 mg) ^{注1} をメタノール 10 mL 及び水 10 mL で順次洗浄する。試料溶液 5 mL をミニカラムに正確に入れ、液面が充てん剤の上端に達するまで自然流下させる。更に水 10 mL 及びメタノール 10 mL をミニカラムに加え、同様に流出させる。100 mL の全量フラスコをミニカラムの下に置き、溶出溶媒 10 mL をミニカラムに加えてヒスタミンを溶出させる。更に全量フラスコの標線まで水-メタノール (1+1) を加え、その液の一定量を 5,000×g で 5 分間遠心分離した後、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。</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</u>^{注2} 試料溶液及び各ヒスタミン標準液各 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><u>測定条件 例</u> (液体クロマトグラフ部)</p> <p><u>カ ラ ム</u> : 親水性相互作用クロマトグラフィ ーカラム (内径 2.1 mm、長さ 150 mm、粒径 3 µm) ^{注3}</p> <p><u>溶 離 液</u> : 0.1 v/v% ギ酸溶液-アセトニトリ ル (1+9) (1 min 保持) → 6 min → (9+1) (8 min 保持)</p> <p><u>流 速</u> : 0.2 mL/min</p> <p><u>カ ラ ム 槽 温 度</u> : 40 °C</p>	

改正後

改正前

(タンデム型質量分析計部^{注4)})

イオン化法：エレクトロスプレーイオン化
(ESI)法(正イオンモード)

イオン源温度：120℃

デソルベーションガス：N₂(800 L/h、350℃)

キャピラリー電圧：2.0 kV

コーンガス：N₂(50 L/h)

コーン電圧：下表のとおり

コリジョンガス：Ar(0.2 mL/min)

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 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	コリジョン
	イオン (m/z)	定量用 (m/z)	確認用 (m/z)	電圧 (V)	エネルギー (eV)
ヒスタミン	112	95	—	20	15
		—	68	20	20

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、試料中のヒスタミン量を算出する。

注 1 Oasis WCX (Waters 製、リザーバー容量 6 mL) 又はこれと同等のもの

2 試料溶液及び各ヒスタミン標準液を入れる液体クロマトグラフ用バイアルは、ヒスタミンが吸着されないポリプロピレン製等のものを用いる。

3 Triart Diol-HILIC (ワイエムシィ製、充てん剤は有機シリカハイブリッド基剤にジヒドロキシプロピル基を化学結合したもの。本測定条件例によるヒスタミンの保持時間は約

改正後	改正前
<p>7.6分) 又はこれと同等のもの</p> <p>4 ACQUITY TQD (Waters 製) による条件例</p> <p>(参考) 分析法バリデーション</p> <ul style="list-style-type: none"> ・添加回収率及び繰返し精度 別表 3 の 28 のとおり ・共同試験 別表 3 の 28 のとおり ・定量限界 (下限) 試料中 10 mg/kg (添加回収率及び相対標準偏差並びに SN 比) ・検出限界 試料中 3 mg/kg (相対標準偏差及び SN 比) <p>第 10 章～第 11 章 [略]</p> <p>別表 1</p> <p>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>〔中略〕</p> <p>オクラトキシン A $C_{20}H_{18}NO_6Cl$ (CAS : 303-47-9) <u>純度が明らかかなもの</u></p> <p>〔中略〕</p> <p>デンプン (溶性) $(C_6H_{10}O_5)_n$ (CAS : 9005-84-9)</p> <p>トリクロロ酢酸 特級 $C_2HCl_3O_2$ (CAS : 76-03-9)</p>	<p>第 10 章～第 11 章 [略]</p> <p>別表 1</p> <p>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>〔中略〕</p> <p>オクラトキシン A $C_{20}H_{18}NO_6Cl$ (CAS : 303-47-9)</p> <p>〔中略〕</p> <p>デンプン (溶性) $(C_6H_{10}O_5)_n$ (CAS : 9005-84-9)</p> <p>〔新設〕</p>

改正後		改正前	
トリフルオロ酢酸	CF ₃ COOH (CAS : 76-05-1)	トリフルオロ酢酸	CF ₃ COOH (CAS : 76-05-1)
[中略]		[中略]	
パラチオンメチル	C ₈ H ₁₀ NO ₅ PS (CAS : 298-00-0) 純度が明らかかなもの	パラチオンメチル	C ₈ H ₁₀ NO ₅ PS (CAS : 298-00-0) 純度が明らかかなもの
<u>ヒスタミン二塩酸塩</u>	<u>C₅H₉N₃·2HCl (CAS : 56-92-8)</u> 純度が明らかかなもの	[新設]	
ピリミホスメチル	C ₁₁ H ₂₀ N ₃ O ₃ PS (CAS : 29232-93-7) 純度が明らかかなもの	ピリミホスメチル	C ₁₁ H ₂₀ N ₃ O ₃ PS (CAS : 29232-93-7) 純度が明らかかなもの
[中略]		[中略]	
フェンチオン	C ₁₀ H ₁₅ O ₃ PS ₂ (CAS : 55-38-9) 純度が明らかかなもの	フェンチオン	C ₁₀ H ₁₅ O ₃ PS ₂ (CAS : 55-38-9) 純度が明らかかなもの
<u>1-ブタンスルホン酸ナトリウム</u>	<u>C₄H₉NaO₃S (CAS : 2386-54-1)</u>	[新設]	
ブチルヒドロキシアニソール	C ₁₁ H ₁₆ O ₂ (CAS : 25013-16-5) 純度が明らかかなもの。白色又はわずかに黄褐色を帯びた顆粒、塊もしくは粉末で、わずかに特異なおいを有する。	ブチルヒドロキシアニソール	C ₁₁ H ₁₆ O ₂ (CAS : 25013-16-5) 純度が明らかかなもの。白色又はわずかに黄褐色を帯びた顆粒、塊もしくは粉末で、わずかに特異なおいを有する。
[中略]		[中略]	
マラチオン	C ₁₀ H ₁₉ O ₆ PS ₂ (CAS : 121-75-5) 純度が明らかかなもの	マラチオン	C ₁₀ H ₁₉ O ₆ PS ₂ (CAS : 121-75-5) 純度が明らかかなもの
<u>マロン酸</u>	<u>C₃H₄O₄ (CAS : 2386-54-1)</u>	[新設]	
マンニトール	特級 C ₆ H ₁₄ O ₆ (CAS : 69-65-8)	マンニトール	特級 C ₆ H ₁₄ O ₆ (CAS : 69-65-8)
[中略]		[中略]	
メチダチオン	C ₆ H ₁₁ N ₂ O ₄ PS ₃ (CAS : 950-37-8) 純度が明らかかなもの	メチダチオン	C ₆ H ₁₁ N ₂ O ₄ PS ₃ (CAS : 950-37-8) 純度が明らかかなもの
<u>メチルオレンジ</u>	<u>C₁₄H₁₄N₃NaO₃S (CAS : 547-58-0)</u>	[新設]	
4-メチル-2-ペンタノン	特級 C ₆ H ₁₂ O (CAS : 108-10-1)	4-メチル-2-ペンタノン	特級 C ₆ H ₁₂ O (CAS : 108-10-1)
[以下略]		[以下略]	

改正後

改正前

別表2 〔略〕

別表2 〔略〕

別表3

別表3

1～3 〔略〕

1～3 〔略〕

4 総砒素（第4章4.2）
〔以下略〕4 ヒ素（第4章4）
〔以下略〕

5～26 〔略〕

5～26 〔略〕

27 無機砒素（第4章4.1）

〔新設〕

・添加回収率及び繰返し精度

添加成分名	添加濃度 (mg/kg)	試料の種類	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%)
無機砒素(III)	0.1	ドライ製品(猫用)	5	106	4.3
		セミドライ製品(犬用)	5	93.8	2.1
		ウェット製品(犬用)	5	92.8	1.1
		成型ジャーキー(猫用)	5	93.3	3.7
		素材乾燥ジャーキー(ハードタイプ)(犬用)	5	88.7	1.8
		素材乾燥ジャーキー(ソフトタイプ)(犬用)	5	107	1.2
		菓子類(犬用ビスケット)	5	94.4	2.6
		粉ミルク(猫用)	5	101	3.6
	0.5	セミドライ製品(犬用)	5	99.9	2.9
		ウェット製品(犬用)	5	105	1.5
	2	ドライ製品(猫用)	5	95.9	1.1
		セミドライ製品(犬用)	5	95.3	1.9
		成型ジャーキー(猫用)	5	96.2	7.8
		素材乾燥ジャーキー(ハードタイプ)(犬用)	5	94.9	1.1
素材乾燥ジャーキー(ソフトタイプ)(犬用)		5	93.5	1.6	
菓子類(犬用ビスケット)		5	89.0	6.1	
粉ミルク(猫用)	5	101	2.5		

改正後

改正前

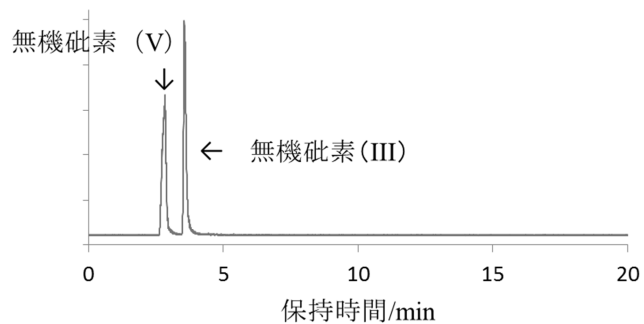
無機砒素 (V)	ドライ製品 (猫用)	5	95.0	3.4	
	セミドライ製品 (犬用)	5	94.5	1.6	
	ウェット製品 (犬用)	5	99.5	1.9	
	成型ジャーキー (猫用)	5	83.4	4.2	
	0.1	素材乾燥ジャーキー(ハードタイプ)(犬用)	5	83.7	3.7
	素材乾燥ジャーキー(ソフトタイプ)(犬用)	5	108	2.0	
	菓子類 (犬用ビスケット)	5	94.4	2.6	
	粉ミルク (猫用)	5	101	3.6	
	0.5	セミドライ製品 (犬用)	5	101	1.8
	ウェット製品 (犬用)	5	99.3	2.8	
	2	ドライ製品 (猫用)	5	93.1	2.6
	セミドライ製品 (犬用)	5	95.6	1.3	
	成型ジャーキー (猫用)	5	84.1	2.8	
	素材乾燥ジャーキー (ハードタイプ)(犬用)	5	96.5	1.5	
素材乾燥ジャーキー(ソフトタイプ)(犬用)	5	97.8	1.8		
菓子類 (犬用ビスケット)	5	89.0	6.1		
粉ミルク (猫用)	5	101	2.5		

・共同試験

添加成分名	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 _r (%)	室間再現精度 RSD _R (%)	HorRat
無機砒素(III)	ドライ製品 (猫用)	9	0	2	98.3	3.0	4.2	0.29
	ウェット製品 (犬用)	9	0	0.5	95.5	2.9	3.9	0.22
	成型ジャーキー (猫用)	9	0	1	97.3	2.5	8.2	0.51
	素材乾燥ジャーキー (ハードタイプ)(犬用)	9	0	2	96.7	1.7	6.3	0.43
	菓子類 (犬用ビスケット)	9	0	0.2	94.7	2.1	9.1	0.44

・クロマトグラム例 (カラム CAPCELL PAK C18 MG、資生堂製)

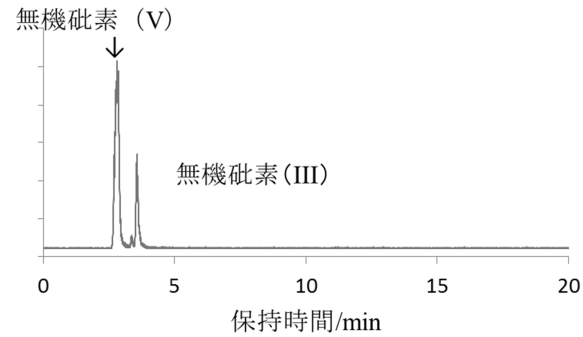
標準液 各 20 ng/mL



改正後

改正前

添加試料 (ドライ製品(犬用)、各 2 mg/kg 相当量)



28 ヒスタミン (第9章2)

・添加回収率及び繰返し精度

添加濃度 (mg/kg)	試料の種類	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%)
10	ドライ製品(犬用)	5	74.9	1.5
	セミドライ製品(犬用)	5	75.6	5.5
	ウェット製品(猫用)	5	78.1	2.4
	素材乾燥ジャーキー(ソフトタイプ)(猫用)	5	92.3	1.0
	素材乾燥ジャーキー(ハードタイプ)(猫用)	5	93.6	2.1
	菓子類(犬用)	5	83.8	2.2
	粉ミルク(猫用)	5	89.2	1.4
20	ドライ製品(猫用)	5	78.9	4.0
	成型ジャーキー(猫用)	5	77.3	4.0
30	ウェット製品(猫用)	5	85.2	3.2
	ドライ製品(猫用)	5	84.8	1.6
	セミドライ製品(犬用)	5	86.4	3.6
	ウェット製品(猫用)	5	94.5	1.4
	成型ジャーキー(猫用)	5	90.4	2.9
	素材乾燥ジャーキー(ソフトタイプ)(猫用)	5	92.4	2.7
	素材乾燥ジャーキー(ハードタイプ)(猫用)	5	99.2	1.0
	菓子類(犬用)	5	87.8	1.2
	粉ミルク(猫用)	5	80.0	9.0

〔新設〕

改正後

改正前

250	セミドライ製品 (犬用)	5	96.1	1.5
	ドライ製品 (猫用)	5	97.0	0.6
500	ウェット製品 (猫用)	5	93.3	1.9
	成型ジャーキー (猫用)	5	93.9	1.0

※ ヒスタミンは分子量が小さく、夾雑成分や測定機器の感度変動等の影響を受けやすいため、注意が必要である。

・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 _r (%)	室間再現精度 RSD _R (%)	HorRat
ドライ製品 (猫用)	11	0	100 ブランク値5.55	94.1	4.2	7.3	0.91
ウェット製品 (犬用)	10	1	100 ブランク値1.01	90.7	1.9	7.9	0.97
素材乾燥ジャーキー (ハードタイプ) (猫用)	11	0	20 ブランク値0.721	92.2	4.6	12	1.2

・クロマトグラム例 (カラム Triart Diol-HILIC、ワイエムシィ製)

標準液 50 ng/mL

添加試料 (ドライ (猫用) 100 mg/kg 相当量添加)

