

○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
<p style="text-align: center;">目 次</p> <p style="text-align: center;">第 1 章~第 4 章 （略）</p> <p style="text-align: center;">第 5 章 かび毒</p> <p>第 1 節 各条</p> <p style="padding-left: 2em;">1~10 （略）</p> <p style="padding-left: 2em;"><u>11 ニバレノール</u></p> <p>第 2 節・第 3 節 （略）</p> <p style="text-align: center;">第 6 章~第 11 章 （略）</p> <p>別表 1~別表 3 （略）</p> <p style="text-align: center;">第 1 章~第 4 章 （略）</p> <p style="text-align: center;">第 5 章 かび毒</p>	<p style="text-align: center;">目 次</p> <p style="text-align: center;">第 1 章~第 4 章 （略）</p> <p style="text-align: center;">第 5 章 かび毒</p> <p>第 1 節 各条</p> <p style="padding-left: 2em;">1~10 （略）</p> <p style="padding-left: 2em;">（新設）</p> <p>第 2 節・第 3 節 （略）</p> <p style="text-align: center;">第 6 章~第 11 章 （略）</p> <p>別表 1~別表 3 （略）</p> <p style="text-align: center;">第 1 章~第 4 章 （略）</p> <p style="text-align: center;">第 5 章 かび毒</p>

改正後	改正前
<p>第1節 各条</p> <p>1~4 (略)</p> <p>5 デオキシニバレノール</p> <p>5.1 (略)</p> <p>5.2 <u>デオキシニバレノール及びニバレノール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：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> <u>第2節4による。</u></p> <p>6~10 (略)</p> <p>11 <u>ニバレノール</u></p> <p>11.1 <u>デオキシニバレノール及びニバレノール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：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> <u>第2節4による。</u></p> <p>第2節 多成分分析法</p> <p>1~3 (略)</p> <p>4 デオキシニバレノール及びニバレノール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>(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 style="text-align: center;">A 試薬等の調製</p>	<p>第1節 各条</p> <p>1~4 (略)</p> <p>5 デオキシニバレノール</p> <p>5.1 (略) (新設)</p> <p>6~10 (略) (新設)</p> <p>第2節 多成分分析法</p> <p>1~3 (略) (新設)</p>

改正後	改正前
<p><u>かび毒混合標準液</u> <u>デオキシニバレノール [C₁₅H₂₀O₆] 及びニバレノール [C₁₅H₂₀O₇] 各 1 mg を正確に量り、アセトニトリル 10 mL を正確に加えて溶かし、各かび毒標準原液を調製する^{注1} (この液 1 mL は、各かび毒としてそれぞれ 0.1 mg を含有する。)</u>。更に各標準原液の一定量を混合し、アセトニトリルで正確に希釈し、1 mL 中に各かび毒として 10 µg を含有するかび毒混合標準原液を調製する。</p> <p><u>使用に際して、標準原液の一定量を水-メタノール-アセトニトリル (18+1+1) で正確に希釈し、1 mL 中にデオキシニバレノール及びニバレノールとしてそれぞれ 0.5~1,000 ng を含有する数点のかび毒混合標準液を調製する。</u></p> <p style="text-align: center;"><u>B 定 量</u></p>	

改正後	改正前
<p><u>抽出</u></p> <p>1) <u>ウェット製品以外の試料</u> 分析試料 25.0 g を量って 500 mL の共栓三角フラスコに入れ、アセトニトリルー水 (21+4) 200 mL を加え、密栓して 60 °C で 60 分間静置した後、60 分間振り混ぜて抽出する。抽出液を 50 mL の共栓遠心沈殿管に入れ、1,000×g で 5 分間遠心分離し、上澄み液をカラム処理に供する試料溶液とする。</p> <p>2) <u>ウェット製品</u> 分析試料 25.0 g を量って 200 mL の共栓三角フラスコに入れ、アセトニトリルー水 (21+4) 70 mL を加え、30 分間振り混ぜて抽出した後、10 分間静置する。抽出液を 100 mL の共栓遠心沈殿管に入れ、1,600×g で 5 分間遠心分離し、上澄み液を 200 mL の全量フラスコに入れる。共栓遠心沈殿管をアセトニトリルー水 (21+4) 70 mL で洗浄し、洗液を順次先の共栓三角フラスコに移し、同様に 30 分間振り混ぜて抽出する。内容物を先の共栓遠心沈殿管に入れ、1,600×g で 5 分間遠心分離し、上澄み液を先の全量フラスコに加え、更に全量フラスコの標線までアセトニトリルー水 (21+4) を加え、カラム処理に供する試料溶液とする。</p>	

改正後		改正前		
<u>(タンデム型質量分析計部^{注6})</u>				
<u>イオン化法：エレクトロスプレーイオン化法</u>				
<u>(負イオンモード)</u>				
<u>イオン源温度：120 °C</u>				
<u>デソルベーションガス：N₂ (800 L/h、400 °C)</u>				
<u>キャピラリー電圧：1.5 kV</u>				
<u>コーン電圧：10 V</u>				
<u>コーンガス：N₂ (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 各物質のモニターイオン条件</u>				
		プロダクトイオン		コリジョン
測定対象物質	プリカー サーイオン (<i>m/z</i>)	定量用 (<i>m/z</i>)	定性用 (<i>m/z</i>)	エネルギー (eV)
デオキシニバレノール	355	265	—	10
		—	295	10
ニバレノール	371	281	—	15
		—	311	10
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を求めて検量線を作成し、試料中のデオキシニバレノール及びニバレノール量を算出する。				
注 1 市販の標準品 (Trilogy 製 (アヅマックス販売) 等) を用いてもよい。				
2 MultiSep 227 Trich+ (Romer Labs 製) 又はこれと同等				

改正後	改正前
<p><u>のもの</u></p> <p>3 <u>DISMIC-13HP（東洋濾紙製）又はこれと同等のもの</u></p> <p>4 <u>粉ミルクでは試料溶液の一定量を水-メタノール-アセトニトリル（18+1+1）で正確に5倍希釈し、ニバレノール測定用に供する。</u></p> <p>5 <u>ZORBAX Eclipse XDB-C18（Agilent Technologies 製）又はこれと同等のもの</u></p> <p>6 <u>ACQUITY TQ Detector（Waters 製）による条件例</u></p>	

改正後	改正前
<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 <u>別表 3 の 30 のとおり</u> ・ 共同試験 <u>別表 3 の 30 のとおり</u> ・ 定量限界 (下限) _____ <p><u>デオキシニバレノール ウェット製品以外の試料：試料中</u> <u>0.1 mg/kg (繰返し精度及び SN 比)、ウェット製品：試料</u> <u>(原物) 中 0.02 mg/kg (繰返し精度及び SN 比)</u></p> <p><u>ニバレノール 粉ミルク及びウェット製品以外の試料：試料</u> <u>中 0.1 mg/kg (繰返し精度及び SN 比)、ウェット製品：試料</u> <u>(原物) 中 0.02 mg/kg (繰返し精度及び SN 比)、粉ミ</u> <u>ルク：試料中 0.5 mg/kg (繰返し精度及び SN 比)</u></p> <ul style="list-style-type: none"> ・ 検出限界 _____ <p><u>デオキシニバレノール ウェット製品以外の試料：試料中</u> <u>0.03 mg/kg (繰返し精度及び SN 比)、ウェット製品：試料</u> <u>(原物) 中 0.01 mg/kg (繰返し精度及び SN 比)</u></p> <p><u>ニバレノール 粉ミルク及びウェット製品以外の試料：試料</u> <u>中 0.05 mg/kg (繰返し精度及び SN 比)、ウェット製品：</u> <u>試料 (原物) 中 0.008 mg/kg (繰返し精度及び SN 比)、</u> <u>粉ミルク：0.2 mg/kg (繰返し精度及び SN 比)</u></p> <p style="text-align: center;">第 6 章~第 11 章 (略)</p> <p>別表 1</p> <p>試薬で特級とあるのは、産業標準化法 (昭和 24 年法律第 185 号) に基づく日本産業規格の一般試薬の特級の規格に該当するものを、ま</p>	<p style="text-align: center;">第 6 章~第 11 章 (略)</p> <p>別表 1</p> <p>試薬で特級とあるのは、産業標準化法 (昭和 24 年法律第 185 号) に基づく日本産業規格の一般試薬の特級の規格に該当するものを、ま</p>

改正後	改正前
<p>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 Chemical Abstracts 誌で使用される化合物登録番号を示す。</p> <p>（中略）</p> <p><u>ニバレノール</u> <u>C₁₅H₂₀O₇ (CAS : 23282-20-4)</u> <u>純度が明らかなもの</u></p> <p><u>の</u></p> <p>（以下略）</p> <p>別表 2 （略）</p> <p>別表 3</p>	<p>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 Chemical Abstracts 誌で使用される化合物登録番号を示す。</p> <p>（中略）</p> <p>（新設）</p> <p>（以下略）</p> <p>別表 2 （略）</p> <p>別表 3</p> <p>1~29 （略）</p> <p>（新設）</p>

1~29 (略)

30 デオキシニバレノール及びニバレノール (第5章第2節4)

・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 _t (%)		
デオキシ ニバレノール	0.02	ウェット製品 (犬用)	5	89.8	14		
		ドライ製品 (猫用)	5	106	6.2		
		セミドライ製品 (犬用)	5	106	4.2		
		ウェット製品 (犬用)	5	101	1.5		
		成型ジャーキー (犬用)	5	108	5.0		
		素材乾燥ジャーキー (ハードタイプ) (犬用)	5	83.7	4.7		
		素材乾燥ジャーキー (ソフトタイプ) (犬用)	5	82.1	2.2		
		菓子類 (犬用)	5	88.4	5.5		
		粉ミルク (猫用)	5	104	3.4		
	0.1	ドライ製品 (猫用)	5	89.2	2.2		
		セミドライ製品 (犬用)	5	100	15		
		成型ジャーキー (犬用)	5	80.2	8.7		
		素材乾燥ジャーキー (ハードタイプ) (犬用)	5	100	1.9		
		素材乾燥ジャーキー (ソフトタイプ) (犬用)	5	98.0	1.2		
		菓子類 (犬用)	5	102	0.4		
		粉ミルク (猫用)	5	89.3	2.8		
		ニバレノール	0.02	ウェット製品 (犬用)	5	85.5	11
				0.05	ウェット製品 (犬用)	5	87.9
0.1	ドライ製品 (猫用)			5	97.1	11	
	セミドライ製品 (犬用)		5	102	3.0		
	成型ジャーキー (犬用)		5	92.7	1.1		
	素材乾燥ジャーキー (ハードタイプ) (犬用)		5	90.9	11		
	素材乾燥ジャーキー (ソフトタイプ) (犬用)		5	91.9	3.2		
	菓子類 (犬用)		5	85.9	14		
0.5	ドライ製品 (猫用)		5	90.7	3.7		
	セミドライ製品 (犬用)		5	89.1	17		
	成型ジャーキー (犬用)		5	94.9	13		
	素材乾燥ジャーキー (ハードタイプ) (犬用)		5	99.4	1.6		
	素材乾燥ジャーキー (ソフトタイプ) (犬用)		5	92.3	2.7		
	菓子類 (犬用)		5	95.8	2.3		
	粉ミルク (猫用)		5	88.6	9.1		
	1		粉ミルク (猫用)	5	89.9	2.6	

改正後

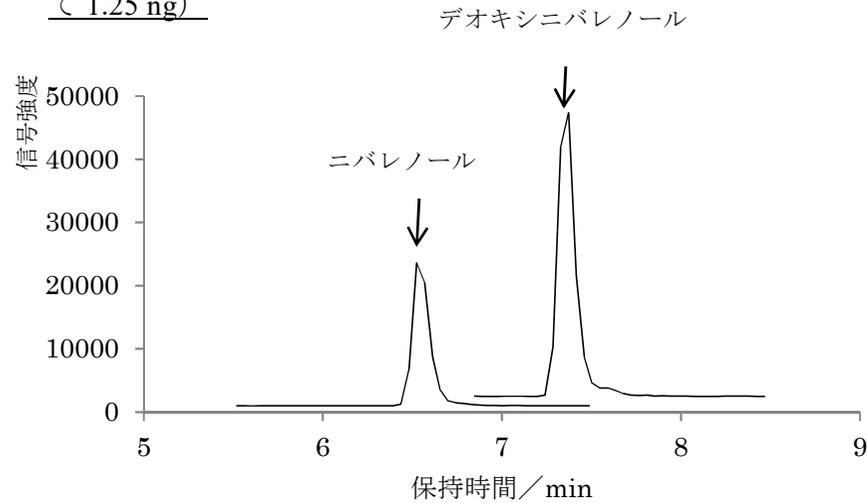
改正前

・共同試験

添加成分	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
デオキシニバレノール	ドライ製品 (猫用)	11	0	2	104	2.7	4.7	0.33
	セミドライ製品 (犬用)	11	0	0.5	105	4.8	6.1	0.35
	ウェット製品 (犬用)	10	1	0.2	94.2	3.1	8.6	0.42
	素材乾燥ジャーキー (ソフトタイプ) (猫用)	11	0	1	94.7	3.6	4.9	0.31
	菓子類 (犬用ビスケット)	11	0	2.4	102	4.4	5.6	0.40
	粉ミルク (猫用)	10	0	1.4	103	5.7	7.4	0.49
ニバレノール	ドライ製品 (猫用)	11	0	1	86.9	3.7	7.7	0.47
	セミドライ製品 (犬用)	11	0	0.25	87.4	2.7	10	0.50
	ウェット製品 (犬用)	10	1	0.1	90.5	3.4	15	0.70
	素材乾燥ジャーキー (ソフトタイプ) (猫用)	11	0	0.5	85.0	4.7	8.8	0.48
	菓子類 (犬用ビスケット)	11	0	1.2	77.1	5.5	10	0.63
	粉ミルク (猫用)	11	0	0.7	85.4	7.3	16	0.90

・クロマトグラム例 (カラム ZORBAX Eclipse XDB-C18、Agilent Technologies 製)

標準溶液 (デオキシニバレノールとして 2.5 ng、ニバレノールとして 1.25 ng)



添加試料 (ドライ製品 (猫用)、デオキシニバレノールとして 1 mg/kg、ニバレノールとして 0.5 mg/kg 添加相当量)

