

○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 2 章（略）</p> | <p style="text-align: center;">目次</p> <p style="text-align: center;">第 1 章~第 2 章（略）</p> |
| <p style="text-align: center;">第 3 章 水分及び生菌数</p> | <p style="text-align: center;">第 3 章 水分及び生菌数</p> |
| <p>1 水分</p> <p>1.1 常圧加熱乾燥法（略）</p> <p>1.2 ケイソウ土添加フィルム法 （適用範囲：ウェット製品）</p> | <p>1 水分</p> <p>1.1 常圧加熱乾燥法（略）</p> <p>1.2 ケイソウ土添加フィルム法 （適用範囲：ウェット製品）</p> |
| <p style="text-align: center;">定 量</p> <p>ケイソウ土^{注1} 2~3 g をポリエチレンフィルム製袋^{注2}に入れ、袋の口を開いて袋を膨らませた後、105±2 °C で 2 時間乾燥する^{注3}。乾燥後、袋の口を三つ折りにして閉じ、ゼムクリップで止めてデシケーター中で 15 分間放冷後、ゼムクリップをはずして重さを正確に量る^{注4}。</p> <p>分析試料約 10 g を正確に量って^{注4}先のポリエチレンフィルム製袋に入れ、袋の口を三つ折りにした後、袋の外側から手で揉んで試料とケイソウ土を混和させる^{注5}。混和物を袋の外側から押し伸ばして袋の中に均一に薄く広げる。</p> <p>次に、袋の口を開いて袋を膨らませ、105±2 °C で 3 時間乾燥する^{注3,6}。乾燥後、袋の口を三つ折りにして閉じ、ゼムクリップで止めてデシケーター中で 15 分間放冷後、ゼムクリップをはずして重さを正確に量り^{注4}、試料中の水分量を算出する。</p> | <p style="text-align: center;">定 量</p> <p>ケイソウ土^{注1} 2~3 g をポリエチレンフィルム製袋^{注2}に入れ、袋の口を開いて袋を膨らませた後、105±2 °C で 2 時間乾燥する。乾燥後、袋の口を三つ折りにして閉じ、ゼムクリップで止めてデシケーター中で 15 分間放冷後、ゼムクリップをはずして重さを正確に量る^{注3}。</p> <p>分析試料約 10 g を正確に量って^{注3}先のポリエチレンフィルム製袋に入れ、袋の口を三つ折りにした後、袋の外側から手で揉んで試料とケイソウ土を混和させる^{注4}。混和物を袋の外側から押し伸ばして袋の中に均一に薄く広げる。</p> <p>次に、袋の口を開いて袋を膨らませ、105±2 °C で 3 時間乾燥する^{注5}。乾燥後、袋の口を三つ折りにして閉じ、ゼムクリップで止めてデシケーター中で 15 分間放冷後、ゼムクリップをはずして重さを正確に量り^{注3}、試料中の水分量を算出する。</p> |

| 改正後 | 改正前 |
|--|--|
| <p>注 1 ハイフロスーパーセル（富士フィルム和光純薬製）又はこれと同等のもの</p> <p>2 <u>高密度ポリエチレンフィルム製で幅 50~110 mm、長さ 120~150 mm、厚さ 0.028~0.06 mm のものであればよい。検討時にはハイゼックス HD ボトムシール平袋（幅 80 mm、長さ 130 mm、厚さ 0.05 mm）、ハイゼックス写真袋（幅 100 mm、長さ 150 mm、厚さ 0.03 mm、浅沼商会販売）及びビョーレックス写真袋（幅 110 mm、長さ 150 mm、厚さ 0.028 mm、ハクバ写真産業販売）を使用した。</u></p> <p>3 <u>必要に応じ、袋の口を外側に折り返し、スタンドに立てかける等して乾燥中に袋の口が閉じない状態を保つ。</u></p> <p>4 ひょう量の際には、精密天びんの風防内を除電器（<u>STABLO-AP（島津製作所製）</u>又はこれと同等のもの）で天びんのひょう量値が安定するまで除電した後、数値を読み取ること。</p> <p>5 この時点で混和物が、粘着性がなく水が浮いた状態の場合は、以下の予備乾燥操作を行った後、次の操作に進む。 袋の口を開いて袋を膨らませ、105±2 °C で加熱しながら、ときどき袋の外側から手で揉んで試料とケイソウ土を混和させ、粘着性が出るまで予備乾燥を行う。</p> <p>6 乾燥途中にときどき袋を取り出し、袋の口の開きを整えるとともに、乾燥が進んで固着して塊状になった混和物を袋の外側から押しつぶしてできるだけ粉末状にする。</p> <p>（参考）分析法バリデーション</p> <ul style="list-style-type: none"> ・繰返し精度 別表 3 の 17 のとおり。 ・中間精度 別表 3 の 17 のとおり。 | <p>注 1 ハイフロスーパーセル（和光純薬工業製）又はこれと同等のもの</p> <p>2 ポリエチレンフィルム製で幅 50~80 mm、長さ 120~140 mm、厚さ 0.04~0.06 mm の<u>低圧~中圧重合</u>のものであればよい。検討時にはハイゼックス HD ボトムシール平袋（幅 80 mm、長さ 130 mm、厚さ 0.05 mm）を使用した。</p> <p>（新設）</p> <p>3 ひょう量の際には、精密天びんの風防内を除電器（<u>マスコット除電器（理研精工製。アズワン販売 1-8912-01）</u>又はこれと同等のもの）で天びんのひょう量値が安定するまで除電した後、数値を読み取ること。</p> <p>4 この時点で混和物が、粘着性がなく水が浮いた状態の場合は、以下の予備乾燥操作を行った後、次の操作に進む。 袋の口を開いて袋を膨らませ、105±2 °C で加熱しながら、ときどき袋の外側から手で揉んで試料とケイソウ土を混和させ、粘着性が出るまで予備乾燥を行う。</p> <p>5 乾燥途中にときどき袋を取り出し、袋の口の開きを整えるとともに、乾燥が進んで固着して塊状になった混和物を袋の外側から押しつぶしてできるだけ粉末状にする。</p> <p>（参考）分析法バリデーション</p> <ul style="list-style-type: none"> ・繰返し精度 別表 3 の 17 のとおり。 ・中間精度 別表 3 の 17 のとおり。 |

| 改正後 | 改正前 |
|--|---|
| <p style="text-align: center;">第4章 重金属等</p> <p>1~3 (略)</p> <p>4 ^ひ砒素</p> <p>4.1 無機砒素の液体クロマトグラフィー誘導結合プラズマ質量分析計による分析法^{注1}</p> <p>(1)~(3) (略)</p> <p style="text-align: center;">A 試薬の調製 (略)</p> <p style="text-align: center;">B 定 量</p> <p>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 °C で 2 時間加熱して抽出した後放冷する。</p> <p>抽出液に水 5 mL を加えて振り混ぜた後、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。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×g 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 (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7}でろ過し、液体クロマトグラフィー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^{注8}。</p> | <p style="text-align: center;">第4章 重金属等</p> <p>1~3 (略)</p> <p>4 ^ひ砒素</p> <p>4.1 無機砒素の液体クロマトグラフィー誘導結合プラズマ質量分析計による分析法^{注1}</p> <p>(1)~(3) (略)</p> <p style="text-align: center;">A 試薬の調製 (略)</p> <p style="text-align: center;">B 定 量</p> <p>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 °C で 2 時間加熱して抽出した後放冷する。</p> <p>抽出液に水 5 mL を加えて振り混ぜた後、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。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×g 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 (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ィー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。</p> |

| 改正後 | 改正前 |
|--|---|
| <p>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。</p> <p>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(略)</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 4.6 mm、長さ 250 mm、粒径 5 μm）^{注9}</p> <p>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）</p> <p>流速：0.75 mL/min</p> <p>カラム槽温度：30 °C</p> <p>(誘導結合プラズマ質量分析計部^{注10})</p> <p>ネブライザーガス：Ar（1.12 L/min）</p> <p>プラズマガス：Ar（14.0 L/min）</p> <p>補助ガス：Ar（0.80 L/min）</p> <p>コリジョンガス^{注11}：He（4.5 mL/min）</p> <p>高周波出力：1,550 W</p> <p>モニターイオン：<i>m/z</i> 75</p> <p>計算（略）</p> <p>注 1~7（略）</p> | <p>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。</p> <p>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(略)</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 4.6 mm、長さ 250 mm、粒径 5 μm）^{注8}</p> <p>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）</p> <p>流速：0.75 mL/min</p> <p>カラム槽温度：30 °C</p> <p>(誘導結合プラズマ質量分析計部^{注9})</p> <p>ネブライザーガス：Ar（1.12 L/min）</p> <p>プラズマガス：Ar（14.0 L/min）</p> <p>補助ガス：Ar（0.80 L/min）</p> <p>コリジョンガス：He（4.5 mL/min）</p> <p>高周波出力：1,550 W</p> <p>モニターイオン：<i>m/z</i> 75</p> <p>計算（略）</p> <p>注 1~7（略）</p> |

| 改正後 | 改正前 |
|--|---|
| <p>8 <u>素材乾燥ジャーキーにおいて、無機砒素（III）のイオン化を抑制するイオン化干渉等により測定に影響を及ぼす場合があるが、試料溶液を水で2倍希釈することで低減される。</u></p> <p>9 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</p> <p>10 <u>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>11 <u>iCAP RQ ICP-MS において、コリジョンガスを使用しない場合でも検量線の直線性、選択性、マトリックス効果に問題がないことを確認している。</u></p> <p>（参考）分析法バリデーション（略）</p> | <p>（新設）</p> <p>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</p> <p>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。</p> <p>（新設）</p> <p>（参考）分析法バリデーション（略）</p> |
| <p>4.2（略）</p> | <p>4.2（略）</p> |
| <p>第5章~第6章（略）</p> | <p>第5章~第6章（略）</p> |
| <p>第7章 添加物</p> | <p>第7章 添加物</p> |
| <p>1（略）</p> <p>2 ジブチルヒドロキシトルエン（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）</p> | <p>1（略）</p> <p>2 ジブチルヒドロキシトルエン（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）</p> |

| 改正後 | 改正前 |
|--|---|
| <p style="text-align: center;">A 試薬の調製 (略)</p> <p style="text-align: center;">B 定 量</p> <p>抽 出 (略)</p> <p>液体クロマトグラフィー 試料溶液及び各ジブチルヒドロキシトルエン標準液各 <u>20 μL</u> を液体クロマトグラフに注入しクロマトグラムを得る。</p> <p>測定条件 例 (略)</p> <p>計 算 (略)</p> <p>(参考) 分析法バリデーション (略)</p> <p>3~6 (略)</p> <p style="text-align: center;">第 8 章~第 11 章 (略)</p> <p>別表 1・別表 2 (略)</p> <p>別表 3</p> <p style="text-align: center;">分析法バリデーション結果</p> <p>1~16 (略)</p> | <p style="text-align: center;">A 試薬の調製 (略)</p> <p style="text-align: center;">B 定 量</p> <p>抽 出 (略)</p> <p>液体クロマトグラフィー 試料溶液及び各ジブチルヒドロキシトルエン標準液各 <u>20 mL</u> を液体クロマトグラフに注入しクロマトグラムを得る。</p> <p>測定条件 例 (略)</p> <p>計 算 (略)</p> <p>(参考) 分析法バリデーション (略)</p> <p>3~6 (略)</p> <p style="text-align: center;">第 8 章~第 11 章 (略)</p> <p>別表 1・別表 2 (略)</p> <p>別表 3</p> <p style="text-align: center;">分析法バリデーション結果</p> <p>1~16 (略)</p> |

改正後

17 水分（第3章 1.2）

・繰返し精度

| 試料の種類 | 水分表示量 (%以下) | 繰返し | 測定値 (%) | 繰返し精度 RSD _r (%) |
|---------------------|----------------|----------|--------------|-------------------------------|
| ウェット製品（犬用）1 | 95.0 | 5 | 91.73 | 0.03 |
| ウェット製品（犬用）2 | 89.0 | 5 | 89.25 | 0.02 |
| ウェット製品（犬用）3 | 89.0 | 5 | 86.34 | 0.07 |
| ウェット製品（犬用）4 | 85.0 | 5 | 79.69 | 0.02 |
| ウェット製品（犬用）5 | 85.0 | 5 | 81.67 | 0.13 |
| ウェット製品（犬用）6 | 85.0 | 5 | 82.78 | 0.12 |
| ウェット製品（犬用）7 | 85.0 | 5 | 80.74 | 0.06 |
| ウェット製品（犬用）8 | 85.0 | 5 | 82.17 | 0.05 |
| ウェット製品（犬用）9 | 84.0 | 5 | 78.21 | 0.04 |
| ウェット製品（犬用）10 | 77.0 | 5 | 74.11 | 0.05 |
| ウェット製品（猫用）1 | 95.0 | 5 | 89.28 | 0.03 |
| ウェット製品（猫用）2 | 92.0 | 5 | 88.17 | 0.03 |
| ウェット製品（猫用）3 | 85.0 | 5 | 84.48 | 0.08 |
| ウェット製品（猫用）4 | 85.0 | 5 | 84.95 | 0.12 |
| ウェット製品（猫用）5 | 84.0 | 5 | 84.47 | 0.02 |
| ウェット製品（猫用）6 | 80.0 | 5 | 78.79 | 0.03 |
| ウェット製品（猫用）7 | 78.0 | 5 | 76.86 | 0.04 |
| ウェット製品（猫用）8 | 77.0 | 5 | 72.54 | 0.03 |
| ウェット製品（猫用）9 | 75.0 | 5 | 71.28 | 0.03 |
| ウェット製品（猫用）10 | 75.0 | 5 | 72.53 | 0.06 |
| <u>ウェット製品（犬用）11</u> | <u>85.0</u> | <u>5</u> | <u>78.28</u> | <u>0.05</u> |
| <u>ウェット製品（犬用）12</u> | <u>85.0</u> | <u>5</u> | <u>82.16</u> | <u>0.20</u> |
| <u>ウェット製品（犬用）13</u> | <u>90.0</u> | <u>5</u> | <u>86.23</u> | <u>0.25</u> |
| <u>ウェット製品（犬用）14</u> | <u>78.0</u> | <u>5</u> | <u>76.41</u> | <u>0.13</u> |
| <u>ウェット製品（猫用）11</u> | <u>88.0</u> | <u>5</u> | <u>84.18</u> | <u>0.27</u> |
| <u>ウェット製品（犬用）11</u> | <u>85.0</u> | <u>5</u> | <u>78.37</u> | <u>0.15</u> |
| <u>ウェット製品（犬用）12</u> | <u>85.0</u> | <u>5</u> | <u>82.14</u> | <u>0.07</u> |
| <u>ウェット製品（犬用）13</u> | <u>90.0</u> | <u>5</u> | <u>86.21</u> | <u>0.06</u> |
| <u>ウェット製品（犬用）14</u> | <u>78.0</u> | <u>5</u> | <u>76.46</u> | <u>0.14</u> |
| <u>ウェット製品（猫用）11</u> | <u>88.0</u> | <u>5</u> | <u>84.31</u> | <u>0.10</u> |

改正前

17 水分（第3章 1.2）

・繰返し精度

| 試料の種類 | 水分表示量 (%以下) | 繰返し | 測定値 (%) | 繰返し精度 RSD _r (%) |
|--------------|----------------|-----|------------|-------------------------------|
| ウェット製品（犬用）1 | 95.0 | 5 | 91.73 | 0.03 |
| ウェット製品（犬用）2 | 89.0 | 5 | 89.25 | 0.02 |
| ウェット製品（犬用）3 | 89.0 | 5 | 86.34 | 0.07 |
| ウェット製品（犬用）4 | 85.0 | 5 | 79.69 | 0.02 |
| ウェット製品（犬用）5 | 85.0 | 5 | 81.67 | 0.13 |
| ウェット製品（犬用）6 | 85.0 | 5 | 82.78 | 0.12 |
| ウェット製品（犬用）7 | 85.0 | 5 | 80.74 | 0.06 |
| ウェット製品（犬用）8 | 85.0 | 5 | 82.17 | 0.05 |
| ウェット製品（犬用）9 | 84.0 | 5 | 78.21 | 0.04 |
| ウェット製品（犬用）10 | 77.0 | 5 | 74.11 | 0.05 |
| ウェット製品（猫用）1 | 95.0 | 5 | 89.28 | 0.03 |
| ウェット製品（猫用）2 | 92.0 | 5 | 88.17 | 0.03 |
| ウェット製品（猫用）3 | 85.0 | 5 | 84.48 | 0.08 |
| ウェット製品（猫用）4 | 85.0 | 5 | 84.95 | 0.12 |
| ウェット製品（猫用）5 | 84.0 | 5 | 84.47 | 0.02 |
| ウェット製品（猫用）6 | 80.0 | 5 | 78.79 | 0.03 |
| ウェット製品（猫用）7 | 78.0 | 5 | 76.86 | 0.04 |
| ウェット製品（猫用）8 | 77.0 | 5 | 72.54 | 0.03 |
| ウェット製品（猫用）9 | 75.0 | 5 | 71.28 | 0.03 |
| ウェット製品（猫用）10 | 75.0 | 5 | 72.53 | 0.06 |

| 改正後 | 改正前 |
|---|------------------------------------|
| <p><u>上段：ハイゼックス HD ボトムシール平袋、中段：ハイゼックス 写真袋、下段：ショーレックス写真袋を用いた測定値</u></p> <p>・ 中間精度 (略)</p> <p>18~30 (略)</p> | <p>・ 中間精度 (略)</p> <p>18~30 (略)</p> |