

○飼料分析基準（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）一部改正 新旧対照表

（下線部は改正箇所）

改正後	現 行
目 次	目 次
第 1 章～第 5 章 〔略〕	第 1 章～第 5 章 〔略〕
第 6 章 農 薬	第 6 章 農 薬
第 1 節 各条	第 1 節 各条
1~214 〔略〕 〔新設〕	1~214 〔略〕
215 <u>クロチアニジン</u>	
216 <u>ジノテフラン</u>	
217 <u>チアメトキサム</u>	
218 <u>チアクロプリド</u>	
219 <u>テブフェノジド</u>	
220 <u>フラメトピル（フラメトピルヒドロキシ体を含む）</u>	
221 <u>フルジオキサニル</u>	
222 <u>メトキシフェノジド</u>	
第 2 節 多成分系統的分析法	第 2 節 多成分系統的分析法
1~6 〔略〕 〔新設〕	1~6 〔略〕
7 <u>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系統的分析法</u>	
第 3 節 多成分同時分析法	第 3 節 多成分同時分析法
1~17 〔略〕 〔新設〕	1~17 〔略〕
18 <u>クロチアニジン、ジノテフラン及びチアメトキサム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>	
〔以下略〕	〔以下略〕

改正後	現 行
<p data-bbox="490 225 808 256">第1章～第5章 〔略〕</p> <p data-bbox="551 312 763 344">第6章 農 薬</p> <p data-bbox="147 355 344 427">第1節 各条 1～45 〔略〕</p> <p data-bbox="176 485 439 558">46 カルバリル 46.1～46.2 〔略〕</p> <p data-bbox="224 614 315 646">〔新設〕</p> <p data-bbox="210 655 1102 774"><u>46.3 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 系統的分析法 第2節7による。</u></p> <p data-bbox="176 829 360 861">47～49 〔略〕</p> <p data-bbox="176 916 969 989">50 カルボフラン（カルボフラン及び3-OHカルボフラン） 50.1 〔略〕</p> <p data-bbox="224 1045 315 1077">〔新設〕</p> <p data-bbox="210 1086 1102 1204"><u>50.2 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 系統的分析法 第2節7による。</u></p>	<p data-bbox="1471 225 1792 256">第1章～第5章 〔略〕</p> <p data-bbox="1532 312 1744 344">第6章 農 薬</p> <p data-bbox="1133 355 1330 427">第1節 各条 1～45 〔略〕</p> <p data-bbox="1162 485 1424 558">46 カルバリル 46.1～46.2 〔略〕</p> <p data-bbox="1162 829 1346 861">47～49 〔略〕</p> <p data-bbox="1162 916 1955 989">50 カルボフラン（カルボフラン及び3-OHカルボフラン） 50.1 〔略〕</p>

改正後	現 行
<p>51~144 〔略〕</p> <p>145 フェノブカルブ 145.1 〔略〕</p> <p>〔新設〕 145.2 <u>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系統的分析法</u> <u>第2節7による。</u></p> <p>146~214 〔略〕</p> <p>〔新設〕 215 <u>クロチアニジン</u> 215.1 <u>クロチアニジン、ジノテフラン及びチアメトキサム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>第3節18による。</u></p> <p>216 <u>ジノテフラン</u> 216.1 <u>クロチアニジン、ジノテフラン及びチアメトキサム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>第3節18による。</u></p> <p>217 <u>チアメトキサム</u> 217.1 <u>クロチアニジン、ジノテフラン及びチアメトキサム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>第3節18による。</u></p>	<p>51~144 〔略〕</p> <p>145 フェノブカルブ 145.1 〔略〕</p> <p>146~214 〔略〕</p>

改正後	現 行
<p><u>218</u> <u>チアクロプリド</u></p> <p><u>218.1</u> <u>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系統的分析法</u> <u>第2節7による。</u></p> <p><u>219</u> <u>テブフェノジド</u></p> <p><u>219.1</u> <u>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系統的分析法</u> <u>第2節7による。</u></p> <p><u>220</u> <u>フラメトピル（フラメトピルヒドロキシ体を含む）</u></p> <p><u>220.1</u> <u>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系統的分析法</u> <u>第2節7による。</u></p> <p><u>221</u> <u>フルジオキシニル</u></p> <p><u>221.1</u> <u>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系統的分析法</u> <u>第2節7による。</u></p> <p><u>222</u> <u>メトキシフェノジド</u></p> <p><u>222.1</u> <u>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系統的分析法</u> <u>第2節7による。</u></p>	

改正後	現 行
<p>第2節 多成分系統的分析法 1~6 [略]</p> <p>[新設]</p> <p>7 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系統的分析法</p> <p>(1) 分析対象化合物</p> <p>A グループ <u>カルバリル、カルボフラン、チアクロプリド、テブフェノジド、フェノブカルブ、フラメトピル、フラメトピルヒドロキシ体、フルジオキシニル及びメトキシフェノジド (9成分)</u></p> <p>(2) 適用範囲 <u>稲わら、稲発酵粗飼料及び籾米</u></p> <p>(3) 分析法</p> <p style="text-align: center;"><b>A 試薬の調製</b></p> <p>1) <u>A グループ農薬混合標準液</u> <u>カルバリル [C<sub>12</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>2</sub>]、カルボフラン [C<sub>12</sub>H<sub>15</sub>NO<sub>3</sub>]、チアクロプリド [C<sub>10</sub>H<sub>9</sub>ClN<sub>4</sub>S]、テブフェノジド [C<sub>22</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>]、フェノブカルブ [C<sub>12</sub>H<sub>17</sub>NO<sub>2</sub>]、フラメトピル [C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>2</sub>]、フラメトピルヒドロキシ体 [C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>]、フルジオキシニル [C<sub>12</sub>H<sub>6</sub>F<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>] 及びメトキシフェノジド [C<sub>22</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>] 各 25 mg を正確に量ってそれぞれ 50 mL の全量フラスコに入れ、アセトンを加えて溶かし、さらに標線まで同溶媒を加えて各 A グループ農薬標準原液を調製する (これらの液各 1 mL は、各 A グループ農薬としてそれぞれ 0.5 mg を含有する。)</u></p> <p><u>各 A グループ農薬標準原液各 2 mL (フルジオキシニルについては 10 mL) を 100 mL の全量フラスコに入れて混合し、さらに標線までアセトンを加えて A グループ農薬混合標準原液を調製する (この液 1 mL は、各 A グループ農薬としてそれ</u></p>	<p>第2節 多成分系統的分析法 1~6 [略]</p>

改正後	現 行
<p> <u>ぞれ 10 µg (フルジオキシニルについては 50 µg) を含有する。)</u>。  <u>使用に際して、A グループ農薬混合標準原液の一定量を、アセトニトリル-水 (3+2) で正確に希釈し、1 mL 中に各 A グループ農薬としてそれぞれ 0.1~2 ng (フルジオキシニルについては 0.5~10 ng) を含有する数点の A グループ農薬混合標準液を調製する。</u> </p> <p style="text-align: center;"><b>B 定 量</b></p> <p> <u>抽出 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、水 30 mL (籾米は 20 mL) を加え、30 分間静置後、さらにアセトン 120 mL (籾米は 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 2 mL (フルジオキシニル以外のその他 8 成分の農薬を測定する場合にあっては、さらにアセトンで正確に 10 倍希釈した後、その液 2 mL) を 50 mL のなす形フラスコに正確に入れ、水 20 mL 加えて混合した後、カラム処理に供する試料溶液とする。</u> </p> <p> <u>カラム処理<sup>注1</sup> オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (500 mg) <sup>注2</sup> をアセトニトリル 5 mL 及び水 5 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出させる。さらに試料溶液の入っていたなす形フラスコを水-アセトニトリル (9+1) 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。10 mL の全量フラスコをミニカラムの下に置き、アセトニトリル-水 (3+2) 10 mL をミニカラムに加え、各農薬を溶出さ</u> </p>	

改正後	現 行
<p>せる<sup>注3</sup>。さらに全量フラスコの標線まで同溶媒を加え、その液の一定量を 5,000 ×g で 5 分間遠心分離し、上澄み液を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。</p> <p>液体クロマトグラフ質量分析計による測定 試料溶液及び各 A グループ農薬混合標準液各 5 μL を液体クロマトグラフ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>測定条件 例 (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 2.1 mm、長さ 150 mm、粒径 5 μm) <sup>注4</sup></p> <p>溶離液：2 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液－アセトニトリル (4+1) →15 min→(1+9) (5 min 保持)</p> <p>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5</sup>)</p> <p>イオン化法：エレクトロスプレーイオン化 (ESI) 法</p> <p>イオン源温度：120 °C デソルベーション温度：350 °C キャピラリー電圧：正イオン 3.5 kV、負イオン 1.0 kV コーン電圧：下表のとおり 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</p>	

## 改正後

## 現 行

表 各農薬のモニターイオン条件

農薬名	測定 モード	プリカーサー イオン ( <i>m/z</i> )	プロダクト イオン ( <i>m/z</i> )	確認 イオン ( <i>m/z</i> )	コーン 電圧 (V)	コリジョン エネルギー (eV)
チアクロプリド	+	253	126 -	- 90	36 36	20 36
テブフェノジド	+	353	133 -	- 105	18 18	20 42
フラメトピル	+	334	157 -	- 290	36 36	32 16
フラメトピル ヒドロキシ体	+	332	157 -	- 76	38 38	22 56
フルジオキシニル	-	247	180 -	- 126	48 48	28 28
メトキシフェノジド	+	369	149 -	- 133	18 18	18 28
カルバリル	+	202	145 -	- 127	24 24	11 25
カルボフラン	+	222	165 -	- 123	32 32	11 23
フェノブカルブ	+	208	95 -	- 77	28 28	13 35

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、試料中の各農薬量（フラメトピルを除く）を算出する。

同様に、フラメトピル及びフラメトピルヒドロキシ体のピーク面積又は高さを求めてそれぞれの検量線を作成し、フラメトピル及びフラメトピルヒドロキシ体のそれぞれの量を算出した後、次式により試料中のフラメトピル量を算出する。

試料中のフラメトピル量 (mg/kg) =  $A+B \times 0.9543$

A: 検量線から求めた試料中のフラメトピルの濃度 (mg/kg)

改正後	現 行
<p><u>B：検量線から求めた試料中のフラメトピルヒドロキシ体の濃度 (mg/kg)</u></p> <p><u>注 1 流速は 1 mL/min 程度とする。必要に応じて吸引マニホールドを使用する。</u></p> <p><u>2 InertSep Slim-J C18-B (ジーエルサイエンス製) 又はこれと同等のもの</u></p> <p><u>3 全量フラスコの標線を超えるおそれがあるときは、標線まで溶出液を加えた時点で溶出は終了させる。</u></p> <p><u>4 ZORBAX Eclipse XDB-C18 (Agilent Technologies 製) 又はこれと同等のもの</u></p> <p><u>5 AQUITY TQD (Waters 製) による条件例</u></p>	

## 改正後

## 現 行

## (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	平均回収率 (%)	繰返し精度 RSD(%)
チアクロプリド	稲わら	1.0	3	88.0	1.7
		0.2	3	89.9	2.9
		0.1	3	107	11
	稲発酵粗飼料	1.0	3	94.2	0.4
		0.2	3	89.3	3.4
		0.1	3	99.1	6.9
	籾米	1.0	3	91.7	2.6
		0.2	3	89.5	4.0
		0.1	3	97.0	11
テブフェノジド	稲わら	1.0	3	89.2	1.0
		0.2	3	92.7	2.6
		0.1	3	102	12
	稲発酵粗飼料	1.0	3	94.2	1.9
		0.2	3	92.7	3.7
		0.1	3	97.3	1.6
	籾米	1.0	3	92.9	2.8
		0.2	3	88.8	2.4
		0.1	3	93.0	7.3
フラメトピル	稲わら	1.0	3	87.0	4.1
		0.2	3	104	9.8
		0.1	3	103	12
	稲発酵粗飼料	1.0	3	93.8	3.7
		0.2	3	103	11
		0.1	3	104	12
	籾米	1.0	3	93.7	3.0
		0.2	3	87.8	7.4
		0.1	3	111	5.7
フラメトピル ヒドロキシン体	稲わら	1.0	3	89.6	3.7
		0.2	3	85.5	7.1
		0.1	3	102	5.7
	稲発酵粗飼料	1.0	3	90.4	4.9
		0.2	3	82	6.5
		0.1	3	96.4	9.9
	籾米	1.0	3	90.0	3.5
		0.2	3	78.5	1.4
		0.1	3	89.1	9.8

改正後

現行

添加成分名	試料の種類	添加濃度 (mg/kg)	繰返し	平均回収率 (%)	繰返し精度 RSD <sub>t</sub> (%)	
フルジオキシソニル	稲わら	0.1	3	92.9	2.6	
		0.05	3	104	7.6	
	稲発酵粗飼料	0.1	3	92.0	1.7	
		0.05	3	99.3	6.8	
	籾米	0.1	3	95.9	2.7	
		0.05	3	98.9	1.7	
メトキシフェノジド	稲わら	1.0	3	91.6	3.7	
		0.2	3	92.5	6.3	
		0.1	3	95.3	6.7	
	稲発酵粗飼料	1.0	3	92.9	1.1	
		0.2	3	77.1	7.7	
		0.1	3	96.7	9.6	
	籾米	1.0	3	93.2	0.4	
		0.2	3	90.7	5.1	
		0.1	3	89.8	0.7	
1.0		3	96.0	4.0		
0.2		3	101	0.8		
カルバリル	稲わら	0.1	3	103	6.7	
		1.0	3	99.4	1.6	
		0.2	3	97.7	8.2	
	稲発酵粗飼料	0.1	3	115	11	
		1.0	3	99.0	0.7	
		0.2	3	90.1	6.2	
	籾米	0.1	3	106	9.3	
		1.0	3	89.0	2.5	
		0.2	3	101	8.6	
0.1		3	89.4	11		
1.0		3	96.7	1.8		
カルボフラン	稲わら	0.2	3	96.6	3.0	
		0.1	3	92.1	16	
		1.0	3	96.3	7.1	
	稲発酵粗飼料	0.2	3	82.5	9.1	
		0.1	3	94.4	8.0	
		1.0	3	94.4	7.1	
	フェノブカルブ	稲わら	0.2	3	86.1	1.7
			0.1	3	103	6.4
			0.1	3	99.1	9.3
稲発酵粗飼料		1.0	3	94.3	6.9	
		0.2	3	96.3	6.9	
		0.1	3	101	2.8	
籾米		1.0	3	94.4	3.6	
		0.2	3	91.4	7.9	
		0.1	3	92.3	13	
	0.1	3	92.3	13		

## 改正後

## 現 行

## ・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>D</sub> (%)	室間再現精度 RSD <sub>R</sub> (%)	HorRat
チアクロプリド	稲わら	12	0	1.0	99.0	4.5	8.6	0.53
	籾米	11	1	1.0	103	2.8	5.2	0.33
テブフェノジド	稲わら	11	1	1.0	95.2	5.1	4.7	0.29
	籾米	12	0	1.0	102	5.1	6.1	0.39
フラメトピル	稲わら	12	0	1.0	98.2	7.6	7.9	0.50
	籾米	12	0	1.0	100	4.5	9.5	0.60
フラメトピル ヒドロキシ体	稲わら	12	0	1.0	94.0	5.5	7.3	0.45
	籾米	12	0	1.0	92.5	3.7	8.0	0.49
フルジ オキシニル	稲わら	12	0	0.1	100	9.8	12	0.55
	籾米	12	0	0.1	107	3.8	12	0.53
メトキシ フェノジド	稲わら	12	0	1.0	97.3	5.0	7.8	0.49
	籾米	12	0	1.0	103	5.0	5.9	0.37
カルバリル	稲わら	12	0	1.0	97.6	4.4	7.7	0.48
	籾米	12	0	1.0	101	4.3	11	0.69
カルボフラン	稲わら	12	0	1.0	99.2	4.6	6.1	0.38
	籾米	12	0	1.0	102	3.8	7.8	0.49
フェノブカル ブ	稲わら	12	0	1.0	99.3	5.5	10	0.65
	籾米	11	1	1.0	105	5.0	6.2	0.39

・定量下限 フルジオキシニル：試料中 0.05 mg/kg、そ  
の他の農薬：試料中 各 0.1 mg/kg

・検出下限 フルジオキシニル：試料中 0.02 mg/kg、そ  
の他の農薬：試料中 各 0.03 mg/kg

## 第3節 多成分同時分析法

1~17 【略】

## 〔新設〕

18 クロチアニジン、ジノテフラン及びチアメトキサムの液体ク  
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 クロチアニジン、ジノテフラン及び  
チアメトキサム (3成分)

(2) 適用範囲 稲わら、稲発酵粗飼料及び籾米

(3) 分析法

## 第3節 多成分同時分析法

1~17 【略】

改正後	現 行
<p style="text-align: center;"><b>A 試薬の調製</b></p> <p>1) <u>クロチアニジン標準原液</u>      <u>クロチアニジン</u>  <u>〔C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>ClN<sub>5</sub>O<sub>2</sub>S〕 25 mg を正確に量って 50 mL の全量フラスコ</u>  <u>に入れ、アセトンを加えて溶かし、さらに標線まで同溶媒を</u>  <u>加えてクロチアニジン標準原液を調製する（この液 1 mL</u>  <u>は、クロチアニジンとして 0.5 mg を含有する。）。</u></p> <p>2) <u>ジノテフラン標準原液</u>      <u>ジノテフラン〔C<sub>7</sub>H<sub>14</sub>N<sub>4</sub>O<sub>3</sub>〕 25</u>  <u>mg を正確に量って 50 mL の全量フラスコに入れ、メタノール</u>  <u>を加えて溶かし、さらに標線まで同溶媒を加えてジノテフ</u>  <u>ラン標準原液を調製する（この液 1 mL は、ジノテフランと</u>  <u>して 0.5 mg を含有する。）。</u></p> <p>3) <u>チアメトキサム標準原液</u>      <u>チアメトキサム</u>  <u>〔C<sub>8</sub>H<sub>10</sub>ClN<sub>5</sub>O<sub>3</sub>S〕 25 mg を正確に量って 50 mL の全量フラスコ</u>  <u>に入れ、アセトンを加えて溶かし、さらに標線まで同溶媒</u>  <u>を加えてチアメトキサム標準原液を調製する（この液 1 mL</u>  <u>は、チアメトキサムとして 0.5 mg を含有する。）。</u></p> <p>4) <u>農薬混合標準液</u>      <u>使用に際して、クロチアニジン標準原</u>  <u>液、ジノテフラン標準原液及びチアメトキサム標準原液の一</u>  <u>定量を混合し、水-メタノール（9+1）で正確に希釈し、1</u>  <u>mL 中に各農薬としてそれぞれ 0.25~100 ng を含有する数点の</u>  <u>農薬混合標準液を調製する。</u></p> <p style="text-align: center;"><b>B 定 量</b></p> <p><u>抽 出</u>      <u>分析試料 10.0 g を量って 300 mL の共栓三角フラ</u>  <u>スコに入れ、水 30 mL（籾米は 20 mL）を加え、30 分間静置</u>  <u>後、さらにアセトン 120 mL（籾米は 100 mL）を加え、30 分</u>  <u>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</u>  <u>斗の下に置き、抽出液をろ紙（5 種 B）で吸引ろ過した後、</u>  <u>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、</u></p>	

改正後	現 行
<p>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 100 mL のなす形フラスコに正確に入れ、40 °C 以下の水浴で約 2 mL まで減圧濃縮し、カラム処理 I に供する試料溶液とする。</p> <p><u>カラム処理 I</u> 試料溶液を多孔性ケイソウ土カラム (5 mL 保持用) <sup>注1</sup> に入れ、試料溶液の入っていたなす形フラスコを水 2 mL で洗浄し、洗液をカラムに加えた後、10 分間静置する。先のなす形フラスコをヘキサン 25 mL ずつで 2 回洗浄し、洗液を順次カラムに加え、液面が充てん剤の上端に達するまで流出させる。200 mL のなす形フラスコをカラムの下に置き、先のなす形フラスコを酢酸エチル 20 mL ずつで 2 回洗浄し、洗液を順次カラムに加え、各農薬を溶出させる。</p> <p>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。アセトニトリル 5 mL を加えて残留物を溶かし、カラム処理 II に供する試料溶液とする。</p> <p><u>カラム処理 II</u> グラファイトカーボン/アミノ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2</sup> をアセトニトリル 10 mL で洗浄する。</p> <p>100 mL のなす形フラスコをミニカラムの下に置き、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し、各農薬を流出させる。さらに、試料溶液の入っていたなす形フラスコをアセトニトリル 10 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。</p> <p>流出液を 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。水-メタノール (9+1) 20 mL を正確に加えて残留物を溶かし、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</p>	

改正後	現 行
<p><u>する。</u></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> 試料  <u>溶液及び各農薬混合標準液各 5 μL を液体クロマトグラフタン</u>  <u>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</u>  <u>得る。</u></p> <p><u>測定条件 例</u>  <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</u>  <u>カラム (内径 2.0 mm、長さ 150</u>  <u>mm、粒径 3 μm) 注3</u></p> <p><u>溶 離 液 : 5 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液-</u>  <u>アセトニトリル</u>  <u>(9+1) → 15 min → アセトニトリル</u>  <u>(2 min 保持) → 0.1 min → (9+1)</u>  <u>(5 min 保持)</u></p> <p><u>流 速 : 0.2 mL/min</u></p> <p><u>カ ラ ム 槽 温 度 : 40 °C</u>  <u>(タンデム型質量分析計部注4)</u></p> <p><u>イ オ ン 化 法 : エレクトロスプレーイオン化</u>  <u>(ESI) 法 (正イオンモード)</u></p> <p><u>イ オ ン 源 温 度 : 110 °C</u></p> <p><u>デソルベーション温度 : 400 °C</u></p> <p><u>キャピラリー電圧 : 1 kV</u></p> <p><u>コ ー ン 電 圧 : 下表のとおり</u></p> <p><u>コリジョンエネルギー : 下表のとおり</u></p> <p><u>モニターイオン : 下表のとおり</u></p>	

## 改正後

## 現 行

表 各農薬のモニターイオン条件

農薬名	プリカーサー イオン ( <i>m/z</i> )	プロダクト イオン ( <i>m/z</i> )	確認イオン ( <i>m/z</i> )	コーン電圧 (V)	コリジョン エネルギー (eV)
ジノテフラン	203	129	157	10	10
クロチアニジン	250	132	169	15	15
チアメトキサム	292	211	132	15	15

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、試料中の各農薬量を算出する。

注 1 Chem Elut、5 mL (Agilent Technologies 製) 又はこれと同等のもの

2 InertSep GC/NH<sub>2</sub> (ジーエルサイエンス製) 又はこれと同等のもの

3 Mightysil RP-18 GP (関東化学製、本測定条件によるクロチアニジン、ジノテフラン及びチアメトキサムの保持時間はそれぞれ約 3.5、4.5 及び 5 分) 又はこれと同等のもの

4 ACQUITY TQD (Waters 製) による条件例

改正後

現行

(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 (µg/kg)	繰返し	平均回収率 (%)	繰返し精度 RSD,(%)	
	稲わら1	5,000	3	88.0	3.6	
		2,000	3	99.5	2.4	
		200	3	91.0	3.5	
		20	3	81.6	3.7	
		10	3	77.5	7.3	
	稲わら2	5,000	3	90.0	3.7	
		2,000	3	86.5	0.7	
		200	3	91.4	2.6	
クロチアニジン	稲発酵粗飼料	5,000	3	83.1	2.7	
		2,000	3	101	2.7	
		200	3	98.0	3.1	
		籾米	5,000	3	87.5	4.5
			2,000	3	94.0	1.9
200	3		91.6	7.0		
	稲わら1	20	3	93.0	2.3	
		10	3	80.2	16	
		稲わら2	5,000	3	87.0	4.9
			2,000	3	99.0	2.8
			200	3	95.2	9.1
20	3		89.1	5.4		
10	3		82.8	4.8		
ジノテフラン	稲発酵粗飼料	5,000	3	88.0	4.8	
		2,000	3	85.0	1.4	
		200	3	106	8.9	
		籾米	5,000	3	84.0	6.6
			2,000	3	100	2.2
200	3		96.0	3.3		
5,000	3		89.0	5.7		
2,000	3		85.7	2.7		
	稲わら1	200	3	81.5	3.4	
		20	3	86.8	2.1	
		10	3	76.9	13	
		稲わら2	5,000	3	95.0	3.0
			2,000	3	105	8.0
200	3		102	6.5		
20	3		79.8	5.9		
10	3		96.1	4.6		
チアメトキサム	稲発酵粗飼料	5,000	3	93.0	2.0	
		2,000	3	96.8	2.3	
		200	3	92.0	8.2	
		籾米	5,000	3	96.0	2.7
			2,000	3	101	2.7
200	3		87.9	8.7		
5,000	3		91.0	2.1		
2,000	3		95.7	1.4		
	稲わら1	200	3	98.8	5.7	
		20	3	89.0	2.1	
		10	3	95.6	6.5	

## 改正後

## 現 行

## ・ 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
クロチアニジン	稲わら	9	0	0.2	90.4	8.3	14	0.68
	稲発酵粗飼料	8	1	5	94.5	4.2	5.9	0.46
	籾米	8	1	3	92.3	1.8	4.4	0.32
ジノテフラン	稲わら	8	1	0.2	89.3	3.4	15	0.71
	稲発酵粗飼料	8	1	5	94.4	4.0	6.7	0.53
	籾米	8	1	3	92.3	3.5	8.9	0.65
チアメトキサム	稲わら	9	0	0.2	92.1	9.5	11	0.52
	稲発酵粗飼料	9	0	5	98.6	3.8	9.0	0.72
	籾米	9	0	3	93.7	3.5	5.8	0.43

・ 定量下限 試料中 各 10 µg/kg

・ 検出下限 試料中 各 3 µg/kg

〔以下略〕

第 7 章～第 8 章 〔略〕

第 9 章 抗生物質

第 1 節 〔略〕

第 2 節 各条

1~9 〔略〕

10 クロラムフェニコール

10.1 微量定量試験法

10.1.1 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 (その 1) 〔略〕

〔以下略〕

第 7 章～第 8 章 〔略〕

第 9 章 抗生物質

第 1 節 〔略〕

第 2 節 各条

1~9 〔略〕

10 クロラムフェニコール

10.1 微量定量試験法

10.1.1 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 〔略〕

改正後	現 行
<p>〔新設〕</p> <p>10.1.2 <u>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（その2）</u>  <u>（適用範囲：脱脂粉乳）</u></p> <p style="text-align: center;"><b>A 試薬の調製</b></p> <p>1) <u>クロラムフェニコール標準液</u>    <u>クロラムフェニコール</u>  <u>〔C<sub>11</sub>H<sub>12</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>〕 10 mg を正確に量って 100 mL の全量フラスコに入れ、アセトニトリルを加えて溶かし、さらに標線まで同溶媒を加えてクロラムフェニコール標準原液を調製する（この液 1 mL は、クロラムフェニコールとして 0.1 mg を含有する。）。</u>  <u>さらに、標準原液の一定量をアセトニトリルで正確に希釈し、1 mL 中にクロラムフェニコールとして 1 μg を含有するクロラムフェニコール標準液を調製する。</u></p> <p>2) <u>内標準原液</u>    <u>安定同位体元素標識クロラムフェニコール（CP-d<sub>5</sub>）標準原液（濃度 100 μg/mL）<sup>注1</sup> 1 mL を 100 mL の全量フラスコに正確に入れ、標線までアセトニトリルを加えて 1 mL 中に CP-d<sub>5</sub> として 1 μg を含有する内標準原液を調製する。</u></p> <p>3) <u>検量線作成用標準液</u>    <u>内標準原液の一定量をアセトニトリルで正確に希釈し、1 mL 中に CP-d<sub>5</sub> として 250 ng を含有する内標準液を調製する。さらに、クロラムフェニコール標準液及び先の内標準液の一定量を水-アセトニトリル（7+3）で正確に希釈し、1 mL 中にクロラムフェニコールとして 0.1~20 ng を含有し、かつ CP-d<sub>5</sub> として 2.5 ng を含有する数点の検量線作成用標準液を調製する。</u></p> <p>4) <u>添加用内標準液</u>    <u>使用に際して内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 CP-d<sub>5</sub> として 25 ng</u></p>	

改正後	現 行
<p>を含有する添加用内標準液を調製する。</p> <p><b>B 定 量</b></p> <p>抽出 分析試料 5 g を正確に量って 100 mL の共栓遠心沈殿管に入れ、添加用内標準液 1 mL を正確に加える。さらにメタノール-1 w/v%メタリン酸溶液 (3+2) 100 mL を加え<sup>注2</sup>、ホモジナイザー<sup>注3</sup>で 1 分間かき混ぜて抽出する。200 mL の全量フラスコをブフナー漏斗の下に置き、抽出液をあらかじめケイソウ土を 2 mm の厚さにのせたろ紙 (5 種 B) で吸引ろ過する。先の共栓遠心沈殿管及び残さを順次水 50 mL で洗浄し、同様に吸引ろ過し、さらに全量フラスコの標線まで水を加える。この液 20 mL を 100 mL のなす形フラスコに正確に入れ、40 °C 以下の水浴で約 10 mL まで減圧濃縮し、カラム処理に供する試料溶液とする。</p> <p>カラム処理<sup>注4</sup> ジビニルベンゼン-N-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム (60 mg) <sup>注5</sup> をメタノール 5 mL 及び水 5 mL で洗浄する。試料溶液をミニカラムに入れ、試料溶液の入っていたなす形フラスコを水 5 mL ずつで 2 回洗浄し、洗液を順次ミニカラムに加え、液面が充てん剤の上端に達するまで流出させる。さらに水 10 mL をミニカラムに加え同様に流出させる。</p> <p>50 mL のなす形フラスコをミニカラムの下に置き、メタノール 10 mL をミニカラムに加えてクロラムフェニコールを溶出させる。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。</p> <p>水-アセトニトリル (7+3) 1 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 0.45 μm 以下) <sup>注6</sup> 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。</p>	



## 改正後

## 現 行

表 各物質のモニターイオン条件

物質名	プリカーサー イオン (m/z)	プロダクト イオン (m/z)	確認 イオン (m/z)	フラグメンター 電圧 (V)	コリジョン エネルギー (eV)
クロラムフェニコール	321	152	—	100	10
		—	257	100	5
クロラムフェニコール-d5	326	157	—	100	15

計 算 得られた選択反応検出クロマトグラムからクロラムフェニコール及び CP-d<sub>5</sub> のピーク面積を求めて内標準法により検量線を作成し、試料中のクロラムフェニコール量を算出する。

注 1 Cambridge Isotope Laboratories Inc.製アセトニトリル溶液又はこれと同等のもの

2 メタノール-1 w/v%メタリン酸溶液 (3+2) 100 mL を加える際に、脱脂粉乳が固まる場合は、まず同溶液 50 mL を加え、ガラス棒等で脱脂粉乳の固まりを砕いた後、残りの 50 mL をガラス棒等を洗浄しながら加える。

3 HG-200 (Hsiangtai 製) 又はこれと同等のもの

4 流速は 1 mL/min 程度とする。必要に応じて吸引マニホールドを使用する。

5 Oasis HLB (Waters 製、リザーバー容量 3 mL) 又はこれと同等のもの

6 クロラムフェニコールの吸着性のないもの

7 ZORBAX Eclipse XDB-C18 (Agilent Technologies 製、本測定条件によるクロラムフェニコールの保持時間は約 5.5 分) 又はこれと同等のもの

8 Agilent 6410 Triple Quad LC/MS (Agilent Technologies

改正後

現行

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 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 $\text{RSD}_r$ (%)
脱脂粉乳1	25	3	95.4	2.7
	1	3	94.2	6.2
	0.5	3	99.3	7.3
脱脂粉乳2	25	3	96.4	1.2
	1	3	102	1.0
	0.5	3	93.8	12
脱脂粉乳3	25	3	95.2	3.4
	1	3	98.7	3.7
脱脂粉乳4	25	3	99.4	5.8
	1	3	99.6	3.1

・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 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	添加回収率 (%)	繰返し精度 $\text{RSD}_r$ (%)	室間再現精度 $\text{RSD}_R$ (%)	HorRat
脱脂粉乳1	11	0	5	106	4.3	7.2	0.58
脱脂粉乳2	11	0	5	105	4.9	9.9	0.79

・検出下限 試料中  $0.5 \mu\text{g}/\text{kg}$

10.1.3 液体クロマトグラフ法 [略]

[以下略]

第10章～第20章 [略]

10.1.2 液体クロマトグラフ法 [略]

[以下略]

第10章～第20章 [略]

改正後	現 行
<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、薬事法（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>クリスタルバイオレット <math>C_{25}H_{30}ClN_3</math> (CAS : 548-62-9)</p> <p><u>クロチアニジン</u> <u><math>C_6H_8ClN_5O_2S</math> (CAS : 210880-92-5)</u></p> <p>グリセリン 特級 <math>C_3H_8O_3</math> (CAS : 56-81-5)</p> <p>〔中略〕</p> <p>ジネブ <math>(C_4H_6ZnN_2S_4)_n</math> (CAS : 12122-67-7) 黄色又は白色の粉末</p> <p><u>ジノテフラン</u> <u><math>C_7H_{14}N_4O_3</math> (CAS : 165252-70-0)</u></p> <p>シハロトリン <math>C_{23}H_{19}ClF_3NO_3</math> (CAS : 91465-08-6)</p> <p>〔中略〕</p> <p>炭酸ナトリウム十水和物 特級 <math>Na_2CO_3 \cdot 10H_2O</math> (CAS : 6132-02-1)</p> <p><u>チアクロプリド</u> <u><math>C_{10}H_9ClN_4S</math> (CAS : 111988-49-9)</u></p> <p>チアベンタゾール <math>C_{10}H_7N_3S</math> (CAS : 148-79-8) 白色粉末 融点 304~305 °C</p> <p><u>チアメトキサム</u> <u><math>C_8H_{10}ClN_5O_3S</math> (CAS : 153719-23-4)</u></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、薬事法（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>クリスタルバイオレット <math>C_{25}H_{30}ClN_3</math> (CAS : 548-62-9)</p> <p>グリセリン 特級 <math>C_3H_8O_3</math> (CAS : 56-81-5)</p> <p>〔中略〕</p> <p>ジネブ <math>(C_4H_6ZnN_2S_4)_n</math> (CAS : 12122-67-7) 黄色又は白色の粉末</p> <p>シハロトリン <math>C_{23}H_{19}ClF_3NO_3</math> (CAS : 91465-08-6)</p> <p>〔中略〕</p> <p>炭酸ナトリウム十水和物 特級 <math>Na_2CO_3 \cdot 10H_2O</math> (CAS : 6132-02-1)</p> <p>チアベンタゾール <math>C_{10}H_7N_3S</math> (CAS : 148-79-8) 白色粉末 融点 304~305 °C</p>

改正後	現 行
<p><math>\beta</math>-チオジグリコール</p> <p>〔中略〕</p> <p>テブコナゾール <math>C_{16}H_{22}ClN_3O</math> (CAS : 107534-96-3)</p> <p>テブフェノジド <u><math>C_{22}H_{28}N_2O_2</math> (CAS : 112410-23-8)</u></p> <p>テブフェンピラド <math>C_{18}H_{24}ClN_3O</math> (CAS : 119168-77-3)</p> <p>〔中略〕</p> <p>フラムプロップメチル <math>C_{17}H_{15}ClFNO_3</math> (CAS : 52756-25-9)</p> <p>フラメトピル <u><math>C_{17}H_{20}ClN_3O_2</math> (CAS : 123572-88-3)</u></p> <p>フラメトピルヒドロキシ体 <u><math>C_{17}H_{20}ClN_3O_3</math></u></p> <p>ブリリアントグリーン <math>C_{27}H_{34}N_2O_4S</math> (CAS : 633-03-4) 光沢のある黄銅色結晶</p> <p>〔中略〕</p> <p>フルシトリネート <math>C_{26}H_{23}F_2NO_4</math> (CAS : 70124-77-5)</p> <p>フルジオキソニル <u><math>C_{12}H_6F_2N_2O_2</math> (CAS : 131341-86-1)</u></p> <p>フルトラニル <math>C_{17}H_{16}F_3NO_2</math> (CAS : 66332-96-5)</p> <p>〔中略〕</p> <p>メトキシクロール <math>C_{16}H_{15}Cl_3O_2</math> (CAS : 72-43-5) 無色結晶 融点 89 °C 芳香族系溶媒に易溶</p> <p>メトキシフェノジド <u><math>C_{22}H_{28}N_2O_3</math> (CAS : 161050-58-4)</u></p> <p>メトプレン <math>C_{19}H_{34}O_3</math> (CAS : 40596-69-8)</p> <p>〔以下略〕</p>	<p><math>\beta</math>-チオジグリコール</p> <p>〔中略〕</p> <p>テブコナゾール <math>C_{16}H_{22}ClN_3O</math> (CAS : 107534-96-3)</p> <p>テブフェンピラド <math>C_{18}H_{24}ClN_3O</math> (CAS : 119168-77-3)</p> <p>〔中略〕</p> <p>フラムプロップメチル <math>C_{17}H_{15}ClFNO_3</math> (CAS : 52756-25-9)</p> <p>ブリリアントグリーン <math>C_{27}H_{34}N_2O_4S</math> (CAS : 633-03-4) 光沢のある黄銅色結晶</p> <p>〔中略〕</p> <p>フルシトリネート <math>C_{26}H_{23}F_2NO_4</math> (CAS : 70124-77-5)</p> <p>フルトラニル <math>C_{17}H_{16}F_3NO_2</math> (CAS : 66332-96-5)</p> <p>〔中略〕</p> <p>メトキシクロール <math>C_{16}H_{15}Cl_3O_2</math> (CAS : 72-43-5) 無色結晶 融点 89 °C 芳香族系溶媒に易溶</p> <p>メトプレン <math>C_{19}H_{34}O_3</math> (CAS : 40596-69-8)</p> <p>〔以下略〕</p>