

愛がん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	現 行
目 次	目 次
第 1 章～第 4 章 〔略〕	第 1 章～第 4 章 〔略〕
第 5 章 かび毒	第 5 章 かび毒
第 1 節 各条	第 1 節 各条
1~4 〔略〕	1~4 〔略〕
<u>5 デオキシニバレノール</u>	
第 2 節 多成分分析法	第 2 節 多成分分析法
1 アフラトキシンの液体クロマトグラフによる同時分析法 <u>（その</u>	1 アフラトキシンの液体クロマトグラフによる同時分析法
1）	
2 アフラトキシンの液体クロマトグラフによる同時分析法（ <u>その</u>	
2）	
第 3 節 〔略〕	第 3 節 〔略〕
第 6 章 農薬	第 6 章 農薬
第 1 節 〔略〕	第 1 節 〔略〕
第 2 節 多成分分析法	第 2 節 多成分分析法
1~2 〔略〕	1~2 〔略〕
3 <u>有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる同時分析法</u>	

改正後	現 行
<p data-bbox="539 233 745 264">第7章 <u>添加物</u></p> <p data-bbox="185 296 338 328">1~3 〔略〕</p> <p data-bbox="185 355 465 387">4 <u>亜硝酸ナトリウム</u></p> <p data-bbox="185 414 380 446">5 <u>ソルビン酸</u></p> <p data-bbox="197 474 322 505">〔以下略〕</p>	<p data-bbox="1451 233 1715 264">第7章 <u>酸化防止剤</u></p> <p data-bbox="1126 296 1279 328">1~3 〔略〕</p> <p data-bbox="1137 474 1263 505">〔以下略〕</p>

改正後	現 行
<p data-bbox="481 231 795 263">第1章～第2章〔略〕</p> <p data-bbox="481 287 806 319">第3章 水分及び生菌数</p> <p data-bbox="190 351 324 383">1 水分</p> <p data-bbox="190 406 268 438">〔略〕</p> <p data-bbox="190 462 324 494">2 生菌数</p> <p data-bbox="246 518 1019 550">試薬等並びに器具類は必要に応じ、滅菌したものをを用いる。</p> <p data-bbox="515 582 795 614">A 試薬等の調製^{注1}</p> <p data-bbox="212 646 392 678">1)~3) 〔略〕</p> <p data-bbox="548 702 772 734">B 培 養</p> <p data-bbox="246 758 1097 965">分析試料 25 g を量って滅菌済みストマッカー袋に入れ、<u>希釈液</u> 225 mL を加えた後 30 分間静置する。これをストマッカーにより 200 rpm で 5 分間かくはん混合した後、上澄み液を<u>希釈液</u>で正確に 10 倍段階希釈して試料溶液を調製する。</p> <p data-bbox="190 997 324 1029">〔以下略〕</p> <p data-bbox="526 1109 761 1141">第4章 重金属等</p> <p data-bbox="190 1173 268 1204">〔略〕</p>	<p data-bbox="1422 231 1736 263">第1章～第2章〔略〕</p> <p data-bbox="1422 287 1747 319">第3章 水分及び生菌数</p> <p data-bbox="1131 351 1265 383">1 水分</p> <p data-bbox="1131 406 1209 438">〔略〕</p> <p data-bbox="1131 462 1265 494">2 生菌数</p> <p data-bbox="1187 518 1960 550">試薬等並びに器具類は必要に応じ、滅菌したものをを用いる。</p> <p data-bbox="1456 582 1736 614">A 試薬等の調製^{注1}</p> <p data-bbox="1153 646 1332 678">1)~3) 〔略〕</p> <p data-bbox="1489 702 1713 734">B 培 養</p> <p data-bbox="1187 758 2038 965">分析試料 25 g を量って滅菌済みストマッカー袋に入れ、<u>水</u> 225 mL を加えた後 30 分間静置する。これをストマッカーにより 200 rpm で 5 分間かくはん混合した後、上澄み液を<u>水</u>で正確に 10 倍段階希釈して試料溶液を調製する。</p> <p data-bbox="1131 997 1265 1029">〔以下略〕</p> <p data-bbox="1467 1109 1702 1141">第4章 重金属等</p> <p data-bbox="1131 1173 1209 1204">〔略〕</p>

改正後	現 行
<p style="text-align: center;">第5章 かび毒</p> <p>第1節 各 条</p> <p>1 アフラトキシン B₁</p> <p>1.1 <u>アフラトキシンの液体クロマトグラフによる同時分析法(その1)</u> (適用範囲：ドライ製品及びセミドライ製品) 第2節1による。</p> <p>1.2 <u>アフラトキシンの液体クロマトグラフによる同時分析法(その2)</u> (適用範囲：ウェット製品) <u>第2節2による。</u></p> <p>2 アフラトキシン B₂</p> <p>2.1 <u>アフラトキシンの液体クロマトグラフによる同時分析法(その1)</u> (適用範囲：ドライ製品及びセミドライ製品) 第2節1による。</p>	<p style="text-align: center;">第5章 かび毒</p> <p>第1節 各 条</p> <p>1 アフラトキシン B₁</p> <p>1.1 アフラトキシンの液体クロマトグラフによる同時分析法 (適用範囲：ドライ製品及びセミドライ製品) 第2節1による。</p> <p>2 アフラトキシン B₂</p> <p>2.1 アフラトキシンの液体クロマトグラフによる同時分析法 (適用範囲：ドライ製品及びセミドライ製品) 第2節1による。</p>

改正後	現 行
<p>2.2 <u>アフラトキシンの液体クロマトグラフによる同時分析法（その2）</u> <u>（適用範囲：ウェット製品）</u> <u>第2節2による。</u></p> <p>3 アフラトキシン G₁</p> <p>3.1 <u>アフラトキシンの液体クロマトグラフによる同時分析法（その1）</u> （適用範囲：ドライ製品及びセミドライ製品） 第2節1による。</p> <p>3.2 <u>アフラトキシンの液体クロマトグラフによる同時分析法（その2）</u> <u>（適用範囲：ウェット製品）</u> <u>第2節2による。</u></p> <p>4 アフラトキシン G₂</p> <p>4.1 <u>アフラトキシンの液体クロマトグラフによる同時分析法（その1）</u> （適用範囲：ドライ製品及びセミドライ製品） 第2節1による。</p>	<p>3 アフラトキシン G₁</p> <p>3.1 アフラトキシンの液体クロマトグラフによる同時分析法 （適用範囲：ドライ製品及びセミドライ製品） 第2節1による。</p> <p>4 アフラトキシン G₂</p> <p>4.1 アフラトキシンの液体クロマトグラフによる同時分析法 （適用範囲：ドライ製品及びセミドライ製品） 第2節1による。</p>

改正後	現 行
<p>4.2 <u>アフラトキシンの液体クロマトグラフによる同時分析法（その2）</u> <u>（適用範囲：ウェット製品）</u> <u>第2節2による。</u></p> <p>5 <u>デオキシニバレノール</u></p> <p>5.1 <u>液体クロマトグラフ質量分析計による単成分分析法</u> <u>（適用範囲：ウェット製品）</u></p> <p style="text-align: center;">A <u>試薬の調製</u></p> <p><u>デオキシニバレノール標準液</u> <u>デオキシニバレノール</u> <u>〔C₁₅H₂₀O₆〕 10 mg を正確に量って 50 mL の褐色全量フラスコに入れ、アセトニトリルを加えて溶かし、更に標線まで同溶媒を加える（この液 1 mL は、デオキシニバレノールとして 0.2 mg を含有する。）。更にこの液の一定量をアセトニトリルで正確に希釈し、1 mL 中にデオキシニバレノールとして 25 μg を含有するデオキシニバレノール標準原液を調製する。</u></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として 0.01~1 μg を含有する数点のデオキシニバレノール標準液を調製する。</u></p>	

改正後	現 行
<p style="text-align: center;"><u>B 定 量</u></p> <p><u>抽 出 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 - 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 - 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 - 水 (21+4) を加え、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 試料溶液を多機能カラム (トリコテセン系かび毒前処理用)^{注1} に入れ、初めの流出液 3 mL を捨て、その後の流出液 5 mL を 10 mL の試験管に受ける。流出液 4 mL を 50 mL のなす形フラスコに正確に入れ、50 °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。</u></p>	

改正後	現 行
<p><u>水 - メタノール - アセトニトリル (18+1+1) 1 mL を正確に加えて残留物を溶かし、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。</u></p> <p><u>液体クロマトグラフ質量分析計による測定 試料溶液及び各デオキシニバレノール標準液各 5 μL を液体クロマトグラフ質量分析計に注入し、選択イオン検出クロマトグラムを得る。</u></p>	

改正後	現 行
<p>測定条件 例</p> <p><u>カ</u> <u>ラ</u> <u>ム</u> : オクタデシルシリル化シリカ <u>ゲルカラム (内径 3.0 mm、 長さ 250 mm、粒径 5 μm)</u> ^{注2}</p> <p><u>溶</u> <u>離</u> <u>液</u> : 10 mmol/L 酢酸アンモニウム <u>溶液 - アセトニトリル</u> <u>(19+1) (1 min 保持) 10</u> <u>min (1+1) 4 min</u> <u>(1+19) (15 min 保持)</u></p> <p><u>流</u> <u>速</u> : 0.5 mL/min</p> <p><u>カ</u> <u>ラ</u> <u>ム</u> <u>槽</u> <u>温</u> <u>度</u> : 40 °C</p> <p><u>検</u> <u>出</u> <u>器</u> : 四重極型質量分析計 ^{注3}</p> <p><u>イ</u> <u>オ</u> <u>ン</u> <u>化</u> <u>法</u> : 大気圧化学イオン化 <u>(APCI) 法 (負イオンモー</u> <u>ド)</u></p> <p><u>ネ</u><u>ブ</u><u>ラ</u><u>イ</u><u>ザ</u><u>ー</u><u>ガ</u><u>ス</u><u>流</u><u>量</u> : N₂ (2.5 L/min)</p> <p><u>イ</u><u>ン</u><u>タ</u><u>ー</u><u>フ</u><u>ェ</u><u>ー</u><u>ス</u><u>温</u><u>度</u> : 400 °C</p> <p><u>ヒ</u><u>ー</u><u>ト</u><u>ブ</u><u>ロ</u><u>ク</u><u>温</u><u>度</u> : 200 °C</p> <p><u>C</u> <u>D</u> <u>L</u> <u>温</u> <u>度</u> : 250 °C</p> <p><u>モ</u> <u>ニ</u> <u>タ</u> <u>ー</u> <u>イ</u> <u>オ</u> <u>ン</u> : m/z 355</p>	

改正後	現 行
<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量を算出する。</u></p> <p>注 1 <u>MultiSep 227 Trich+ (Romer Labs 製) 又はこれと同等のもの</u></p> <p>2 <u>ZORBAX Eclipse XDB-C18 (Agilent Technologies 製) 又はこれと同等のもの</u></p> <p>3 <u>LCMS-2010EV (島津製作所製) による条件例</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 12 のとおり</u> <u>・共同試験 別表 3 の 12 のとおり</u> <u>・定量限界 (下限) 試料 (原物) 中 0.02 mg/kg (繰返し精度及び SN 比)</u> <u>・検出限界 試料 (原物) 中 0.01 mg/kg (繰返し精度及び SN 比)</u> 	

改正後	現 行
<p>第2節 多成分分析法</p> <p>1 アフラトキシンの液体クロマトグラフによる同時分析法（その1）</p> <p>〔略〕</p> <p>2 アフラトキシンの液体クロマトグラフによる同時分析法（その2）</p> <p>(1) 分析対象化合物 アフラトキシン B₁、B₂、G₁ 及び G₂（4成分）</p> <p>(2) 適用範囲 ウェット製品</p> <p>(3) 分析法^{注1}</p> <p style="text-align: center;">A 試薬の調製</p> <p>1) アフラトキシン B₁ 標準原液 1の(3)のAの1)による。</p> <p>2) アフラトキシン B₂ 標準原液 1の(3)のAの2)による。</p> <p>3) アフラトキシン G₁ 標準原液 1の(3)のAの3)による。</p> <p>4) アフラトキシン G₂ 標準原液 1の(3)のAの4)による。</p> <p>5) アフラトキシン混合標準原液 1の(3)のAの5)による。</p> <p>6) アフラトキシン混合標準液 アフラトキシン混合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 中にアフラトキシン B₁、B₂、G₁ 及び G₂ としてそれぞれ 0.05 µg ずつを含有するアフラトキシン混合標準液を調製する。</p>	<p>第2節 多成分分析法</p> <p>1 アフラトキシンの液体クロマトグラフによる同時分析法</p> <p>〔略〕</p>

改正後	現 行
<p>7) <u>リン酸緩衝生理食塩液^{注2} (以下「PBS」という。)</u> リン酸水素二ナトリウム 1.15 g、リン酸二水素カリウム 0.2 g、塩化ナトリウム 8 g 及び塩化カリウム 0.2 g を量って水 750 mL に溶かし、pH を 7.4 に調整した後、更に水を加えて 1,000 mL とする。</p> <p style="text-align: center;"><u>B 定 量</u></p> <p><u>抽 出</u> 分析試料 50.0 g^{注3} を量って 300 mL の褐色共栓三角フラスコに入れ、アセトニトリル - 水 (9+1) 70 mL を加え、15 分間振り混ぜて抽出した後 5 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 - 水 (9+1) 35 mL ずつで 2 回洗浄し、洗液を順次先の褐色共栓三角フラスコに移し、同様に 15 分間振り混ぜて抽出する。抽出液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、更に標線までアセトニトリル - 水 (9+1) を加える。この液 5 mL を 25 mL の全量フラスコに正確に入れ、標線まで PBS を加えた後、ガラス繊維ろ紙でろ過し、ろ液をカラム処理に供する試料溶液とする。</p>	

改正後	現 行
<p><u>カラム処理</u> イムノアフィニティーカラム^{注4}内の保存液を液面が充てん剤の上端に達するまで流出させた後、PBS 6 mL を加え、同様に流出させる。カラムにリザーバーを連結し、試料溶液 10 mL を正確に加え、液面が充てん剤の上端に達するまで流出させる。PBS 10 mL を加え、同様に流出させる。更に水 10 mL を加え、同様に流出させた後、圧注^{注5}して全量を流出させる。50 mL のなし形フラスコをカラムの下に置き、アセトニトリル 1 mL をカラムに加えて各アフラトキシンを溶出させた後、5 分間静置する。更にアセトニトリル 2 mL を加え、アフラトキシンを溶出させた後、圧注^{注5}して全量を溶出させ、誘導体化反応に供する試料液とする。</p> <p><u>誘導体化反応</u> 試料溶液を 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。残留物にトリフルオロ酢酸^{注6} 0.1 mL を正確に加え、なし形フラスコを密栓し、振り混ぜた後 15 分間静置し、更に水 - アセトニトリル (9+1) 0.9 mL を先のなし形フラスコに正確に加えて振り混ぜる。この液を 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ィーに供する試料溶液とする。</p>	

改 正 後	現 行
<p><u>同時に、アフラトキシン混合標準液 10~400 μL の間の数点をそれぞれ 50 mL のなし形フラスコに正確に入れ、窒素ガスを送って乾固した後、トリフルオロ酢酸 0.1 mL を正確に加える。以下、試料溶液と同様に操作し、1 mL 中にアフラトキシン B₁、B₂、G₁ 及び G₂ としてそれぞれ 0.5~20 ng 相当量を含有する各標準液を調製する。</u></p> <p><u>液体クロマトグラフィー 試料溶液及び各標準液各 20 μL を液体クロマトグラフに注入し、クロマトグラムを得る。</u></p> <p><u>測定条件 例</u></p> <p><u>検 出 器：蛍光検出器（励起波長 365 nm、 蛍光波長 450 nm）</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7}</u></p> <p><u>溶 離 液：水 - メタノール（3+2）</u></p> <p><u>流 速：0.8 mL/min</u></p> <p><u>カ ラ ム 槽 温 度：40 °C</u></p> <p><u>計 算 得られたクロマトグラムからピーク高さ又は面積を求めて検量線を作成し、試料中のアフラトキシン B₁、B₂、G₁ 及び G₂ 量を算出する。</u></p>	

改正後	現 行
<p>注 1 <u>定量操作は遮光した状態で行う。</u></p> <p>2 <u>同等の市販品を用い調製してもよい。</u></p> <p>3 <u>振り混ぜることが困難な飼料については 25.0 g とする。</u></p> <p>4 <u>AFLAKING (堀場製作所製) 又はこれと同等のもの</u></p> <p>5 <u>流速は 1~2 mL/min とする。</u></p> <p>6 <u>トリフルオロ酢酸 ReagentPlus (Sigma-Aldrich 製) 又はこれと同等のもの</u></p> <p>7 <u>Mightysil RP-18 GP (関東化学製) 又はこれと同等のもの</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 13 のとおり</u> ・ <u>共同試験 別表 3 の 13 のとおり</u> ・ <u>定量限界 (下限) 試料 (原物) 中 各 2 µg/kg (繰返し精度及び SN 比)</u> ・ <u>検出限界 試料 (原物) 中 各 0.6 µg/kg (繰返し精度及び SN 比)</u> <p>第 3 節 標準品の標定法〔略〕</p>	<p>第 3 節 標準品の標定法〔略〕</p>

改正後	現 行
<p style="text-align: center;">第 6 章 農薬</p> <p>第 1 節 各 条</p> <p>1~15 〔略〕</p> <p>16 クロルピリホスメチル</p> <p>16.1 有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法 <u>(適用範囲：ドライ製品及びセミドライ製品)</u></p> <p>第 2 節 2 による。</p> <p>16.2 <u>有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる同時分析法</u> <u>(適用範囲：ウェット製品)</u></p> <p>第 2 節 3 による。</p> <p>17~23 〔略〕</p> <p>24 ピリミホスメチル</p> <p>24.1 有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法 <u>(適用範囲：ドライ製品及びセミドライ製品)</u></p> <p>第 2 節 2 による。</p> <p>24.2 <u>有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる同時分析法</u> <u>(適用範囲：ウェット製品)</u></p> <p>第 2 節 3 による。</p> <p>25~33 〔略〕</p>	<p style="text-align: center;">第 6 章 農薬</p> <p>第 1 節 各 条</p> <p>1~15 〔略〕</p> <p>16 クロルピリホスメチル</p> <p>16.1 有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法</p> <p>第 2 節 2 による。</p> <p>17~23 〔略〕</p> <p>24 ピリミホスメチル</p> <p>24.1 有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法</p> <p>第 2 節 2 による。</p> <p>25~33 〔略〕</p>

改正後	現 行
<p>34 マラチオン</p> <p>34.1 有機リン系農薬のガスクログラフによる系統的分析法 <u>(適用範囲：ドライ製品及びセミドライ製品)</u> 第2節2による。</p> <p>34.2 有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる同時分析法 <u>(適用範囲：ウェット製品)</u> 第2節3による。</p> <p>35~38 〔略〕</p> <p>第2節 多成分分析法</p> <p>1 有機塩素系農薬のガスクロマトグラフによる同時分析法〔略〕</p> <p>2 有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法 (1)~(3) 〔略〕</p> <p style="text-align: center;">A 試薬の調製</p> <p>〔略〕</p>	<p>34 マラチオン</p> <p>34.1 有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法 第2節2による。</p> <p>35~38 〔略〕</p> <p>第2節 多成分分析法</p> <p>1 有機塩素系農薬のガスクロマトグラフによる同時分析法〔略〕</p> <p>2 有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法 (1)~(3) 〔略〕</p> <p style="text-align: center;">A 試薬の調製</p> <p>〔略〕</p>

改正後	現 行
<p style="text-align: center;">B 定 量</p> <p>抽 出 分析試料 5 g を正確に量って 200 mL の共栓三角フラスコに入れ、水 5 mL を加え、30 分間静置後、更にアセトニトリル 50 mL を加え、30 分間振り混ぜて抽出する。300 mL のなす形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ニトリル 50 mL で洗浄し、同様に吸引ろ過する。ろ液を 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>シクロヘキサン - アセトン（7+3）10 mL を正確に加えて残留物を溶かし、10 mL の共栓遠心沈殿管に入れ、1,500×g で 5 分間遠心分離する。上澄み液をメンブランフィルター（孔径 0.5 μm 以下）でろ過し、ゲル浸透クロマトグラフィーに供する試料溶液とする。</p>	<p style="text-align: center;">B 定 量</p> <p>抽 出 分析試料 5 g を正確に量って 200 mL の共栓三角フラスコに入れ、水 5 mL を加え、30 分間静置後、更にアセトニトリル 50 mL を加え、30 分間振り混ぜて抽出する。300 mL のなす形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ニトリル 50 mL で洗浄し、同様に吸引ろ過する。ろ液を 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>シクロヘキサン - アセトン（7+3）10 mL を正確に加えて残留物を溶かし、10 mL の共栓遠心沈殿管に入れ、1,500×g で 5 分間遠心分離する。上澄み液をメンブランフィルター（孔径 5 μm 以下）でろ過し、ゲル浸透クロマトグラフィーに供する試料溶液とする。</p>

改正後	現 行
<p>ゲル浸透クロマトグラフィー 試料溶液 5.0 mL をゲル浸透クロマトグラフに注入し、定量する各 A グループ及び B グループ農薬が溶出する画分を 200 mL のなす形フラスコに分取し、アセトン - ジエチレングリコール (100+1) 1 滴を加え、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>2,2,4-トリメチルペンタン - アセトン (4+1) 5 mL を正確に加えて残留物を溶かし、カラム処理に供する試料溶液とする。</p> <p>ゲル浸透クロマトグラフ条件 例</p> <p>カ ラ ム：スチレンジビニルベンゼン共重合体カラム (内径 20 mm、長さ 300 mm、粒径 15 μm)</p> <p><u>ガードカラム：スチレンジビニルベンゼン共重合体カラム (内径 20 mm、長さ 100 mm、粒径 15 μm)</u></p> <p>溶 離 液：シクロヘキサン - アセトン (7+3)</p> <p>流 速：5 mL/min</p> <p>分 取 画 分：50~90 mL</p> <p>〔以下略〕</p>	<p>ゲル浸透クロマトグラフィー 試料溶液 5.0 mL をゲル浸透クロマトグラフに注入し、定量する各 A グループ及び B グループ農薬が溶出する画分を 200 mL のなす形フラスコに分取し、アセトン - ジエチレングリコール (100+1) 1 滴を加え、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>2,2,4-トリメチルペンタン - アセトン (4+1) 5 mL を正確に加えて残留物を溶かし、カラム処理に供する試料溶液とする。</p> <p>ゲル浸透クロマトグラフ条件 例</p> <p>カ ラ ム：スチレンジビニルベンゼン共重合体カラム (内径 20 mm、長さ 300 mm、粒径 15 μm)</p> <p>溶 離 液：シクロヘキサン - アセトン (7+3)</p> <p>流 速：5 mL/min</p> <p>分 取 画 分：50~90 mL</p> <p>〔以下略〕</p>

改正後	現 行
<p>3 有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる同時分析法</p> <p>(1) <u>分析対象化合物</u> クロルピリホスメチル、ピリミホスメチル、マラチオン(3成分)</p> <p>(2) <u>適用範囲</u> ウェット製品</p> <p>(3) <u>分析法</u></p> <p style="text-align: center;">A <u>試薬の調製</u></p> <p><u>農薬混合標準液</u> クロルピリホスメチル〔$C_7H_7Cl_3NO_3PS$〕、ピリミホスメチル〔$C_{11}H_{20}N_3O_3PS$〕及びマラチオン〔$C_{10}H_{19}O_6PS_2$〕各 20 mg を正確に量ってそれぞれ 100 mL の全量フラスコに入れ、アセトン 20 mL を加えて溶かし、更に各全量フラスコの標線まで 2,2,4-トリメチルペンタンを加えて各農薬標準原液を調製する(これらの液各 1 mL は、各農薬としてそれぞれ 0.2 mg を含有する。)</p> <p><u>使用に際して、各農薬標準原液の一定量を混合し、2,2,4-トリメチルペンタン - アセトン(4+1)で正確に希釈し、1 mL 中に各農薬としてそれぞれ 0.05~5 μg を含有する数点の農薬混合標準液を調製する。</u></p>	

改正後	現 行
<p style="text-align: center;"><u>B 定 量</u></p> <p><u>抽出 分析試料 20.0 g を量って 200 mL の共栓三角フラスコに入れ、酢酸エチル 100 mL を加え、30 分間振り混ぜて抽出する。300 mL のなす形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酢酸エチル 50 mL で洗浄し、同様に吸引ろ過する。ろ液を 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。</u></p> <p><u>シクロヘキサン - アセトン（7+3）10 mL を正確に加えて残留物を溶かし、10 mL の共栓遠心沈殿管に入れ、1,800×g で 5 分間遠心分離した後、上澄み液をメンブランフィルター（孔径 0.5 μm 以下）でろ過し、ゲル浸透クロマトグラフィーに供する試料溶液とする。</u></p> <p><u>ゲル浸透クロマトグラフィー 試料溶液 5.0 mL をゲル浸透クロマトグラフに注入し、各農薬が溶出する画分を 100 mL のなす形フラスコに分取し、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。</u></p> <p><u>2,2,4-トリメチルペンタン - アセトン（4+1）5 mL を正確に加えて残留物を溶かし、カラム処理に供する試料溶液とする。</u></p>	

改正後	現 行
<p><u>ゲル浸透クロマトグラフ条件 例</u></p> <p><u>カラム：スチレンジビニルベンゼン共重合体カラム（内径 20 mm、長さ 300 mm、粒径 15 μm）</u></p> <p><u>ガードカラム：スチレンジビニルベンゼン共重合体カラム（内径 20 mm、長さ 100 mm、粒径 15 μm）</u></p> <p><u>溶 離 液：シクロヘキサン - アセトン（7+3）</u></p> <p><u>流 速：5 mL/min</u></p> <p><u>分 取 画 分：70~100 mL</u></p> <p><u>カラム処理 試料溶液を合成ケイ酸マグネシウムミニカラム（500 mg）^{注1}に入れ、初めの流出液 2 mL を捨て、その後の流出液 1~2 mL をガスクロマトグラフィーに供する試料溶液とする。</u></p> <p><u>ガスクロマトグラフィー 試料溶液及び各農薬混合標準液各 1 μL をガスクロマトグラフに注入し、クロマトグラムを得る。</u></p> <p><u>測定条件 例</u></p> <p><u>検 出 器：炎光光度検出器（リン検出用フィルター）</u></p>	

改正後	現 行
<p><u>カ ラ ム</u>：溶融石英製キャピラリーカラム <u>(5 %ジフェニル - 95 %ジメチルポ リシロキサンコーティング、内径 0.25 mm、長さ 30 m、膜厚 0.25 μm)</u></p> <p><u>キャリアーガス</u>：He (1.5 mL/min)</p> <p><u>メイクアップガス</u>：He (30 mL/min)</p> <p><u>水 素</u>：75 mL/min</p> <p><u>乾 燥 空 気</u>：100 mL/min</p> <p><u>試 料 導 入 法</u>：スプリットレス (60 s)</p> <p><u>試料導入部温度</u>：240 °C</p> <p><u>カ ラ ム 槽 温 度</u>：初期温度 60 °C (1 min 保持) 昇 <u>温 20 °C/min 170 °C 昇温</u> <u>2 °C/min 210 °C 昇温</u> <u>20 °C/min 250 °C (3 min 保持)</u></p> <p><u>検 出 器 温 度</u>：250 °C</p> <p><u>計 算</u> 得られたクロマトグラムから各ピーク面積又は高 <u>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。</u></p>	

改正後	現 行
<p>注 1 <u>SampliQ Florisil PR (リザーバー容量 3 mL、Agilent Technologies 製) 又はこれと同等のもの</u> <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 14 のとおり</u> ・ <u>共同試験 別表 3 の 14 のとおり</u> ・ <u>定量限界 (下限) 試料 (原物) 中 0.05 mg/kg (平均回収率及び相対標準偏差並びに SN 比)</u> ・ <u>検出限界 試料 (原物) 中 0.02 mg/kg (SN 比)</u> <p>第 7 章 <u>添加物</u></p> <p>1~3 〔略〕</p> <p>4 <u>亜硝酸ナトリウム</u></p> <p><u>適用範囲：ドライ製品、セミドライ製品及びウェット製品</u></p> <p>A <u>試薬の調製</u></p> <p>1) <u>酢酸アンモニウム緩衝液 酢酸アンモニウム 80 g を水に溶かして 1 L とし、アンモニア水 (1+4) で pH を 9.0 に調整する。使用に際してこの液の一定量を水で 10 倍に希釈する。</u></p>	<p>第 7 章 <u>酸化防止剤</u></p> <p>1~3 〔略〕</p>

改正後	現 行
<p>2) <u>亜硝酸ナトリウム標準液</u> <u>亜硝酸ナトリウム〔NaNO₂〕</u> <u>(105℃で4時間乾燥したもの)50mgを正確に量って500mL</u> <u>の全量フラスコに入れ、水を加えて溶かし、更に標線まで水を</u> <u>加えて亜硝酸ナトリウム標準原液を調製する(この液1mL</u> <u>は、亜硝酸ナトリウムとして0.1mgを含有する。)</u>。</p> <p><u>使用に際して、標準原液の一定量を酢酸アンモニウム緩衝液</u> <u>で正確に希釈し、1mL中に亜硝酸ナトリウムとして0.05~1μg</u> <u>を含有する数点の亜硝酸ナトリウム標準液を調製する。</u></p> <p>3) <u>硫酸亜鉛溶液</u> <u>硫酸亜鉛七水和物178gを水に溶かして1L</u> <u>とする。</u></p> <p>4) <u>スルファニルアミド溶液</u> <u>スルファニルアミド1gを塩酸</u> <u>(10w/v%)に溶かして100mLとする(使用時に調製し褐色瓶</u> <u>に貯蔵する。)</u>。</p> <p>5) <u>ナフチルエチレンジアミン溶液</u> <u>N-(1-ナフチル)エチレ</u> <u>ンジアミン二塩酸塩0.5gを水に溶かして100mLとする(使用</u> <u>時に調製し褐色瓶に貯蔵する。)</u>。</p> <p>6) <u>活性炭素</u> <u>活性炭素を水で洗浄した後、風乾する。</u></p>	

改正後	現 行
<p style="text-align: center;"><u>B 試料溶液の調製</u></p> <p><u>分析試料 5 g を正確に量って 200 mL の首太全量フラスコに入れ、酢酸アンモニウム緩衝液 150 mL を加え、密栓して振り混ぜた後、80 °C で 10 分間静置する^{注1}。続いて硫酸亜鉛溶液（10 w/v%）20 mL を加え、密栓して振り混ぜた後、80 °C で 5 分間静置する^{注1}。更に氷中で 5 分間静置した後、水酸化ナトリウム溶液（30 w/v%）2 mL を加え、10 分間静置する。首太全量フラスコの標線まで酢酸アンモニウム緩衝液を加え、ろ紙（5 種 C）でろ過し、初めのろ液約 20 mL を捨て、その後のろ液を試料溶液とする。</u></p> <p><u>ろ液が着色していた場合は、更に先のろ液に活性炭素約 0.5 g を加え、ろ紙（5 種 C）でろ過し、初めのろ液約 20 mL を捨て、その後のろ液を試料溶液とする。</u></p> <p><u>同時に、水 5 mL を用いて同一操作を行い、空試験溶液を調製する。</u></p> <p style="text-align: center;"><u>C 定 量</u></p> <p><u>試料溶液及び空試験溶液 10 mL を共栓試験管に正確に入れ、スルファニルアミド溶液 1 mL を正確に加え、密栓して混和する。続いてナフチルエチレンジアミン溶液 1 mL を正確に加え、密栓して混和した後、15 分間静置して試料溶液（A）を得る。</u></p>	

改 正 後	現 行
<p><u>活性炭素による処理を行った場合は、別に試料溶液 10 mL を共栓試験管に正確に入れ、塩酸 (10 w/v%) 1 mL を正確に加えた後、密栓して混和し、更にナフチルエチレンジアミン溶液 1 mL を正確に加えて以下同様に操作を行い試料溶液 (B) を得る。</u></p> <p><u>各亜硝酸ナトリウム標準液及び酢酸アンモニウム緩衝液について、同様の操作を行う。</u></p> <p><u>酢酸アンモニウム緩衝液を対照液として試料溶液 (A) 及び空試験溶液について、波長 540 nm で吸光度を測定する。試料溶液 (A) の吸光度から空試験溶液の吸光度 (活性炭素処理を行った場合は空試験溶液の吸光度と試料溶液 (B) の吸光度を足した吸光度) を差し引いて吸光度を得る。</u></p> <p><u>同時に酢酸アンモニウム緩衝液及び各亜硝酸ナトリウム標準液について、試料溶液 (A) の場合と同一条件で吸光度を測定する。得られた各亜硝酸ナトリウム標準液の吸光度から酢酸アンモニウム緩衝液の吸光度を差し引いて吸光度を得る。得られた吸光度から検量線を作成して、試料中の亜硝酸ナトリウム量を算出する。</u></p> <p><u>注 1 恒温槽等を使用し、温度が一定に保たれるようにする。</u></p>	

改正後	現 行
<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15のとおり</u> ・ <u>共同試験 別表3の15のとおり</u> ・ <u>定量限界(下限) 試料(原物)中 2 mg/kg (標準偏差)</u> ・ <u>検出限界 試料(原物)中 1 mg/kg (標準偏差)</u> <p><u>5 ソルビン酸</u></p> <p><u>適用範囲：ドライ製品、セミドライ製品及びウェット製品</u></p> <p style="text-align: center;"><u>A 試薬の調製</u></p> <p>1) <u>ソルビン酸標準液 ソルビン酸〔C₆H₈O₂〕100 mg を正確に量って100 mLの全量フラスコに入れ、メタノールを加えて溶かし、更に標線まで同溶媒を加えてソルビン酸標準原液を調製する(この液1 mLは、ソルビン酸として1 mgを含有する。)</u></p> <p><u>使用に際して、標準原液の一定量をメタノールで正確に希釈し、1 mL中にソルビン酸として0.05~100 µgを含有する数点のソルビン酸標準液を調製する。</u></p> <p>2) <u>5 mmol/Lクエン酸溶液 クエン酸一水和物0.7 g及びクエン酸三ナトリウム二水和物0.6 gを水に溶かして1,000 mLとする。</u></p>	

改正後	現 行
<p style="text-align: center;"><u>B 定 量</u></p> <p><u>抽 出</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、メタノール 100 mL を加え、15 分間振り混ぜて抽出する。抽出液を 10 mL の共栓遠心沈殿管に入れ、2,000 × g で 10 分間遠心分離する。上澄み液の一定量をメタノールで正確に 10 倍希釈し、メンブランフィルター（孔径 0.45 μm 以下）でろ過し、液体クロマトグラフィーに供する試料溶液とする。</p> <p><u>液体クロマトグラフィー</u> 試料溶液及び各ソルビン酸標準液各 10 μL 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><u>測定条件 例</u></p> <p><u>検 出 器</u>：紫外吸光光度検出器（測定波長： 260 nm）</p> <p><u>カ ラ ム</u>：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 150 mm、粒径 5 μm）^{注1}</p> <p><u>溶 離 液</u>：5 mmol/L クエン酸溶液 - アセトニ トリル - メタノール（7+2+1）</p> <p><u>流 速</u>：1.0 mL/min</p> <p><u>カ ラ ム 槽 温 度</u>：40 °C</p>	

改正後	現 行
<p><u>計 算 得られた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、試料中のソルビン酸量を算出する。</u></p> <p><u>注 1 L-column L-C18 (一般財団法人化学物質評価研究機構 製)又はこれと同等のもの</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16のとおり</u><u>・共同試験 別表3の16のとおり</u><u>・定量限界(下限) 試料(原物)中 10 mg/kg (平均回収 率及び相対標準偏差並びにSN比)</u><u>・検出限界 試料(原物)中 3 mg/kg (SN比)</u>	

改正後	現 行
<p style="text-align: center;">第 8 章 病原微生物</p> <p>1 サルモネラ 〔略〕</p> <p style="text-align: center;">A 試薬等の調製</p> <p>1)~5) 〔略〕</p> <p>6) ラパポート・バシリアディス培地^{注3} パパイン消化大豆 5 g、塩化ナトリウム 8 g、リン酸二水素カリウム 1.6 g、塩化マグ ネシウム六水和物 40 g 及びマラカイトグリーンシュウ酸塩 40 mg を水 1,000 mL に加え、沸騰水浴中で加熱して溶かし、pH を 5.1~5.3 に調製する。<u>これを 200 mL の培養瓶に 100 mL 分注す る。</u></p> <p>〔以下略〕</p> <p style="text-align: center;">第 9 章 試験法の妥当性確認法 〔略〕</p>	<p style="text-align: center;">第 8 章 病原微生物</p> <p>1 サルモネラ 〔略〕</p> <p style="text-align: center;">A 試薬等の調製</p> <p>1)~5) 〔略〕</p> <p>6) ラパポート・バシリアディス培地^{注3} パパイン消化大豆 5 g、塩化ナトリウム 8 g、リン酸二水素カリウム 1.6 g、塩化マグ ネシウム六水和物 40 g 及びマラカイトグリーンシュウ酸塩 40 mg を水 1,000 mL に加え、沸騰水浴中で加熱して溶かし、pH を 5.1~5.3 に調製する。</p> <p>〔以下略〕</p> <p style="text-align: center;">第 9 章 試験法の妥当性確認法 〔略〕</p>

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>○ 群多価血清 無色ないし淡黄色の液体でわずかに粘性がある。</p> <p><u>亜硝酸ナトリウム</u> NaNO_2 (CAS : 7632-00-0)</p> <p>アセトニトリル 特級 CH_3CN (CAS : 75-05-8)</p> <p>〔中略〕</p> <p>アルドリン $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{Cl}_6$ (CAS : 309-00-2) 純度が明らかなもの</p> <p><u>アンモニア水</u> 特級 NH_4OH (CAS : 1336-21-6) 28.0~30.0 %</p> <p>イプロベンホス $\text{C}_{13}\text{H}_{21}\text{O}_3\text{PS}$ (CAS : 26087-47-8) 純度が明らかなもの</p> <p>〔中略〕</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、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>○ 群多価血清 無色ないし淡黄色の液体でわずかに粘性がある。</p> <p>アセトニトリル 特級 CH_3CN (CAS : 75-05-8)</p> <p>〔中略〕</p> <p>アルドリン $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{Cl}_6$ (CAS : 309-00-2) 純度が明らかなもの</p> <p>イプロベンホス $\text{C}_{13}\text{H}_{21}\text{O}_3\text{PS}$ (CAS : 26087-47-8) 純度が明らかなもの</p> <p>〔中略〕</p>

改正後			現 行		
エトリムホス	$C_{10}H_{17}N_2O_4PS$ (CAS : 38260-54-7)	純度が明らか かなもの	エトリムホス	$C_{10}H_{17}N_2O_4PS$ (CAS : 38260-54-7)	純度が明らか かなもの
塩化カリウム	特級 KCl (CAS : 7447-40-7)				
塩化水銀 (II)	特級 $HgCl_2$ (CAS : 7487-94-7)	純度が明らか かなもの	塩化水銀 (II)	特級 $HgCl_2$ (CAS : 7487-94-7)	純度が明らか かなもの
		[中略]			[中略]
過塩素酸	特級 $HClO_4$ (CAS : 7601-90-3)	重金属の分析に 用いる場合は、精密分析用を用いる。	過塩素酸	特級 $HClO_4$ (CAS : 7601-90-3)	重金属の分析に 用いる場合は、精密分析用を用いる。
活性炭素	C (CAS : 7440-44-0)	黒色粉末又は粒状			
カドミウム	Cd (CAS : 7440-43-9)	純度が明らか かなもの。青 味を帯びた銀白色の柔らかい金属であり、ナイフで容易にけずれ る。	カドミウム	Cd (CAS : 7440-43-9)	純度が明らか かなもの。青 味を帯びた銀白色の柔らかい金属であり、ナイフで容易にけずれ る。
		[中略]			[中略]
キナルホス	$C_{12}H_{15}N_2O_3PS$ (CAS : 13593-03-8)	純度が明らか かなもの	キナルホス	$C_{12}H_{15}N_2O_3PS$ (CAS : 13593-03-8)	純度が明らか かなもの
クエン酸一水和物	特級 $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ (CAS : 5949-29-1)				
クエン酸三ナトリウム二水和物	特級 $Na_3C_6H_5O_7 \cdot 2H_2O$ (CAS : 6132-04-3)		クエン酸三ナトリウム二水和物	特級 $Na_3C_6H_5O_7 \cdot 2H_2O$ (CAS : 6132-04-3)	
		[中略]			[中略]

改正後	現 行
スクロース 特級 $C_{12}H_{22}O_{11}$ (CAS : 57-50-1)	スクロース 特級 $C_{12}H_{22}O_{11}$ (CAS : 57-50-1)
<u>スルファニルアミド 特級 $C_6H_8N_2O_2S$ (CAS : 63-74-1)</u>	
生理食塩液 無色透明な液体で、弱い塩味がある。塩化ナトリウム 〔NaCl〕 0.85~0.95 w/v% を含む。	生理食塩液 無色透明な液体で、弱い塩味がある。塩化ナトリウム 〔NaCl〕 0.85~0.95 w/v% を含む。
<u>ソルビン酸 $C_6H_8O_2$ (CAS : 110-44-1) 純度が明らかなもの</u>	
ダイアジノン $C_{12}H_{21}N_2O_3PS$ (CAS : 333-41-5) 純度が明らかなもの 〔中略〕	ダイアジノン $C_{12}H_{21}N_2O_3PS$ (CAS : 333-41-5) 純度が明らかなもの 〔中略〕
デオキシコール酸ナトリウム $C_{24}H_{39}NaO_4$ (CAS : 302-95-4) 白色粉末	デオキシコール酸ナトリウム $C_{24}H_{39}NaO_4$ (CAS : 302-95-4) 白色粉末
<u>デオキシニバレノール $C_{15}H_{20}O$ (CAS : 51481-10-8) 純度が明らかなもの</u>	
テルブホス $C_9H_{21}O_2PS_3$ (CAS : 13071-79-9) 純度が明らかなもの 〔中略〕	テルブホス $C_9H_{21}O_2PS_3$ (CAS : 13071-79-9) 純度が明らかなもの 〔中略〕
トルクロホスメチル $C_9H_{11}Cl_2O_3PS$ (CAS : 57018-04-9) 純度が明らかなもの	トルクロホスメチル $C_9H_{11}Cl_2O_3PS$ (CAS : 57018-04-9) 純度が明らかなもの
<u>N- (1- ナフチル) エチレンジアミン二塩酸塩 特級 $C_{12}H_{14}N_2 \cdot 2HCl$ (CAS : 1465-25-4)</u>	
鉛 特級 Pb (CAS : 7439-92-1) 純度が明らかなもの 〔中略〕	鉛 特級 Pb (CAS : 7439-92-1) 純度が明らかなもの 〔中略〕

改正後	現 行
硫酸 特級 H_2SO_4 (CAS : 7664-93-9) 重金属の分析に用いる場合は、精密分析用を用いる。	硫酸 特級 H_2SO_4 (CAS : 7664-93-9) 重金属の分析に用いる場合は、精密分析用を用いる。
<u>硫酸亜鉛七水和物 特級 $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (CAS : 7446-20-0)</u>	
硫酸鉄(Ⅱ)七水和物 特級 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (CAS : 7782-63-0) 〔以下略〕	硫酸鉄(Ⅱ)七水和物 特級 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (CAS : 7782-63-0) 〔以下略〕
別表2 〔略〕	別表2 〔略〕

改 正 後	現 行																																							
別表 3	別表 3																																							
分析法バリデーション結果	分析法バリデーション結果																																							
1~11 [略]	1~11 [略]																																							
12 デオキシニバレノール(第5章第1節5)																																								
・添加回収率及び繰返し精度																																								
<table border="1"> <thead> <tr> <th>添加濃度 (mg/kg)</th> <th>試料の種類</th> <th>繰返し</th> <th>添加回収率 (%)</th> <th>繰返し精度 RSD (%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td rowspan="4">0.2</td> <td>ウェット(犬用)1</td> <td>5</td> <td>90.9</td> <td>5.1</td> </tr> <tr> <td>ウェット(犬用)2</td> <td>5</td> <td>98.8</td> <td>2.6</td> </tr> <tr> <td>ウェット(猫用)1</td> <td>5</td> <td>93.0</td> <td>2.5</td> </tr> <tr> <td>ウェット(猫用)2</td> <td>5</td> <td>98.1</td> <td>4.1</td> </tr> <tr> <td rowspan="4">0.02</td> <td>ウェット(犬用)1</td> <td>5</td> <td>106</td> <td>5.7</td> </tr> <tr> <td>ウェット(犬用)2</td> <td>5</td> <td>92.4</td> <td>1.8</td> </tr> <tr> <td>ウェット(猫用)1</td> <td>5</td> <td>90.7</td> <td>4.4</td> </tr> <tr> <td>ウェット(猫用)2</td> <td>5</td> <td>90.0</td> <td>3.5</td> </tr> </tbody> </table>	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 (%)	0.2	ウェット(犬用)1	5	90.9	5.1	ウェット(犬用)2	5	98.8	2.6	ウェット(猫用)1	5	93.0	2.5	ウェット(猫用)2	5	98.1	4.1	0.02	ウェット(犬用)1	5	106	5.7	ウェット(犬用)2	5	92.4	1.8	ウェット(猫用)1	5	90.7	4.4	ウェット(猫用)2	5	90.0	3.5	
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 (%)																																				
0.2	ウェット(犬用)1	5	90.9	5.1																																				
	ウェット(犬用)2	5	98.8	2.6																																				
	ウェット(猫用)1	5	93.0	2.5																																				
	ウェット(猫用)2	5	98.1	4.1																																				
0.02	ウェット(犬用)1	5	106	5.7																																				
	ウェット(犬用)2	5	92.4	1.8																																				
	ウェット(猫用)1	5	90.7	4.4																																				
	ウェット(猫用)2	5	90.0	3.5																																				
・共同試験																																								
<table border="1"> <thead> <tr> <th>試料の種類</th> <th>試験室 数</th> <th>添加濃度 (mg/kg)</th> <th>添加回収率 (%)</th> <th>室内繰返し精度 RSD_r(%)</th> <th>室間再現精度 RSD_R(%)</th> <th>HorRat</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>ウェット(犬用)</td> <td>6</td> <td>0.04</td> <td>105</td> <td>11</td> <td>12</td> <td>0.53</td> </tr> <tr> <td>ウェット(猫用)</td> <td>6</td> <td>0.4</td> <td>103</td> <td>2.5</td> <td>12</td> <td>0.69</td> </tr> </tbody> </table>	試料の種類	試験室 数	添加濃度 (mg/kg)	添加回収率 (%)	室内繰返し精度 RSD _r (%)	室間再現精度 RSD _R (%)	HorRat	ウェット(犬用)	6	0.04	105	11	12	0.53	ウェット(猫用)	6	0.4	103	2.5	12	0.69																			
試料の種類	試験室 数	添加濃度 (mg/kg)	添加回収率 (%)	室内繰返し精度 RSD _r (%)	室間再現精度 RSD _R (%)	HorRat																																		
ウェット(犬用)	6	0.04	105	11	12	0.53																																		
ウェット(猫用)	6	0.4	103	2.5	12	0.69																																		

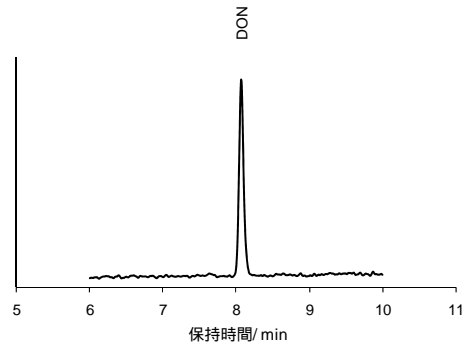
改正後

現行

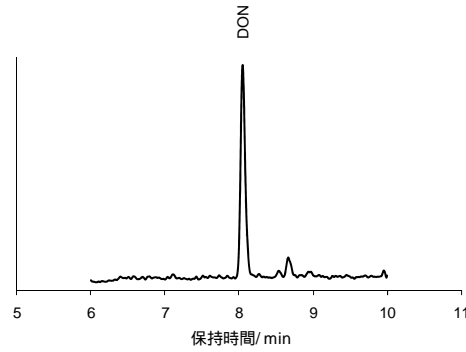
・クロマトグラム例（カラム：Agilent Technologies 製 ZORBAX

Eclipse XDB-C18）

標準液 0.2 μg/mL



添加試料（ウェット（猫用）、0.4 mg/kg 相当量）



改正後						現 行	
13 アフラトキシン (第5章第2節2)							
・添加回収率及び繰返し精度							
成分名	添加濃度 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	試 料	繰返し数	平均回収率 (%)	繰返し精度 RSD(%)		
アフラトキシン B ₁	5	ウェット(犬用)1	5	91.0	0.8		
		ウェット(犬用)2	5	85.2	2.8		
		ウェット(猫用)1	5	79.4	4.8		
		ウェット(猫用)2	5	84.2	3.4		
	2	ウェット(犬用)1	5	94.0	2.3		
		ウェット(犬用)2	5	85.8	3.6		
		ウェット(猫用)1	5	76.4	3.8		
		ウェット(猫用)2	5	84.2	4.1		
アフラトキシン B ₂	5	ウェット(犬用)1	5	92.8	0.6		
		ウェット(犬用)2	5	90.3	2.1		
		ウェット(猫用)1	5	83.6	5.2		
		ウェット(猫用)2	5	86.9	2.7		
	2	ウェット(犬用)1	5	96.9	1.8		
		ウェット(犬用)2	5	91.1	4.9		
		ウェット(猫用)1	5	81.5	3.3		
		ウェット(猫用)2	5	89.8	3.4		
アフラトキシン G ₁	5	ウェット(犬用)1	5	90.0	1.0		
		ウェット(犬用)2	5	89.1	2.3		
		ウェット(猫用)1	5	84.7	5.1		
		ウェット(猫用)2	5	87.5	5.0		
	2	ウェット(犬用)1	5	94.3	1.0		
		ウェット(犬用)2	5	90.8	4.4		
		ウェット(猫用)1	5	83.3	3.3		
		ウェット(猫用)2	5	88.0	4.9		
アフラトキシン G ₂	5	ウェット(犬用)1	5	92.5	1.0		
		ウェット(犬用)2	5	92.2	2.8		
		ウェット(猫用)1	5	86.1	3.8		
		ウェット(猫用)2	5	88.2	4.5		
	2	ウェット(犬用)1	5	97.7	0.8		
		ウェット(犬用)2	5	94.1	4.1		
		ウェット(猫用)1	5	84.1	2.6		
		ウェット(猫用)2	5	88.5	5.4		

改正後

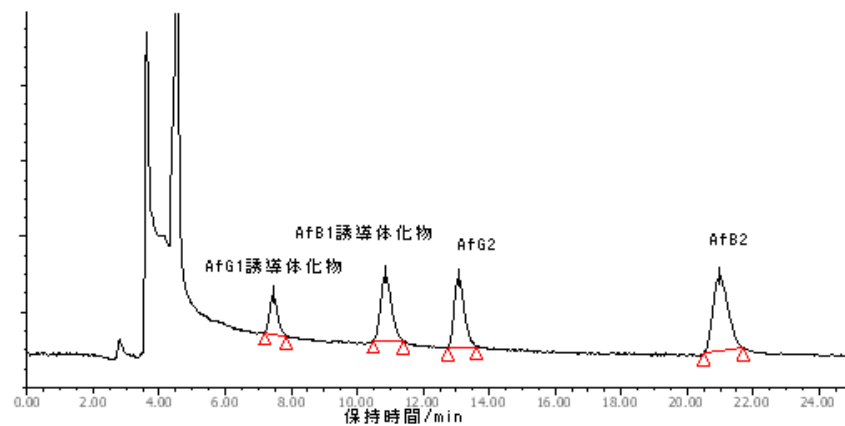
現行

・共同試験

成分名	試料の種類	試験室数	添加濃度 (μg/kg)	添加回収率 (%)	室内繰返し精度 RSD _r (%)	室内再現精度 RSD _R (%)	HorRat
アフラトキシン B ₁	ウェット(幼犬・母犬用) ウェット(成猫用)	10	2	84.0	4.8	13	0.60
アフラトキシン B ₂	ウェット(幼犬・母犬用) ウェット(成猫用)	10	2	84.0	1.9	12	0.54
アフラトキシン G ₁	ウェット(幼犬・母犬用) ウェット(成猫用)	10	2	84.3	4.9	10	0.47
アフラトキシン G ₂	ウェット(幼犬・母犬用) ウェット(成猫用)	10	2	84.3	2.3	8.2	0.37
				85.2	1.5	8.8	0.40

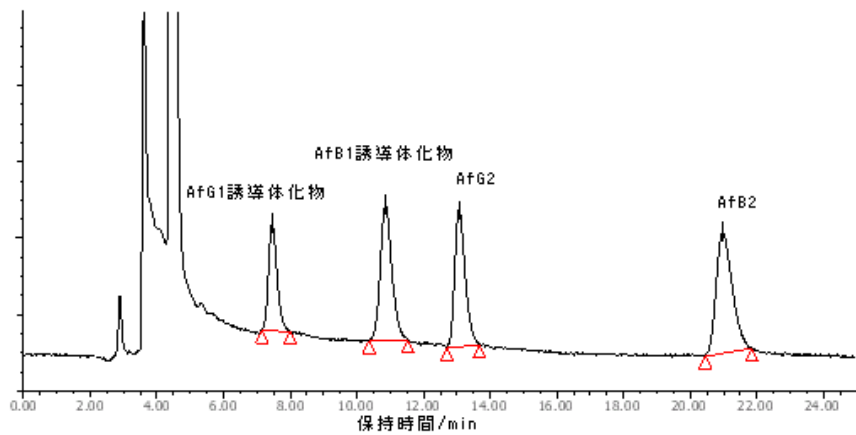
・クロマトグラム例(カラム: 関東化学製 Mightysil RP-18 GP)

標準液 0.5 ng/mL



改正後

現行

添加試料(ウェット(犬用)、2 μ g/kg相当量)

改正後

現 行

14 有機リン系農薬同時分析法（第6章第2節3）

・添加回収率及び繰返し精度

農薬成分名	添加濃度 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	試料	繰返し数	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD(%)	
クロルピリホスメチル	2,000	ウェット(成犬用)1	5	89.9	3.9	
		ウェット(成犬用)2	5	93.8	1.8	
		ウェット(成猫用)1	5	89.7	2.5	
		ウェット(成猫用)2	5	91.5	1.9	
	1,000	ウェット(成犬用)1	3	85.3	1.8	
		ウェット(成猫用)2	3	86.7	5.2	
	50	ウェット(成犬用)1	3	75.7	3.5	
		ウェット(成犬用)2	3	87.9	1.9	
		ウェット(成猫用)1	3	74.1	4.6	
		ウェット(成猫用)2	3	83.9	9.5	
	ピリミホスメチル	1,000	ウェット(成犬用)1	3	94.0	3.2
			ウェット(成猫用)2	3	94.0	1.1
500		ウェット(成犬用)1	5	82.9	4.0	
		ウェット(成犬用)2	5	80.8	5.1	
		ウェット(成猫用)1	5	84.4	2.8	
		ウェット(成猫用)2	5	88.5	1.4	
50		ウェット(成犬用)1	3	76.3	4.9	
		ウェット(成犬用)2	3	83.4	6.7	
		ウェット(成猫用)1	3	73.9	4.8	
		ウェット(成猫用)2	3	78.5	8.4	
マラチオン	2,000	ウェット(成犬用)1	5	93.6	3.6	
		ウェット(成犬用)2	5	94.5	2.1	
		ウェット(成猫用)1	5	92.1	2.7	
		ウェット(成猫用)2	5	92.8	2.9	
	1,000	ウェット(成犬用)1	3	83.7	5.4	
		ウェット(成猫用)2	3	85.0	4.7	
	50	ウェット(成犬用)1	3	71.8	2.1	
		ウェット(成犬用)2	3	81.5	11	
		ウェット(成猫用)1	3	70.5	1.4	
		ウェット(成猫用)2	3	91.5	13	

改正後

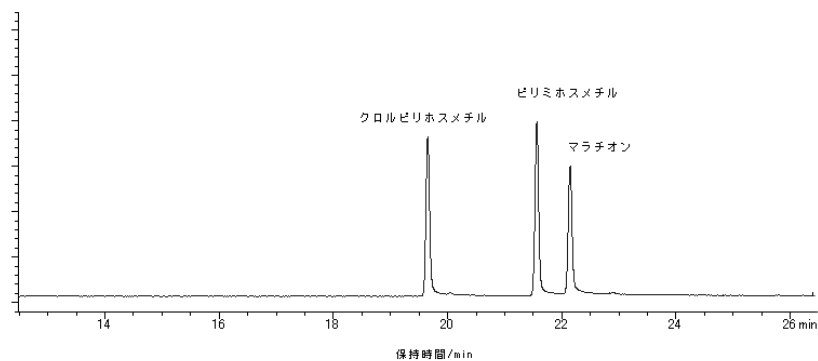
現 行

・ 共同試験

成分名	試料の種類	試験室 数	添加濃度 (mg/kg)	添加回収率 (%)	室内繰返し精度 RSD _r (%)	室間再現精度 RSD _R (%)	HorRat
クロルピリホス メチル	ウェット(成犬用)1	7	2	93.5	2.3	7.0	0.50
	ウェット(成犬用)2	7	0.05	103	6.4	16	0.73
	ウェット(成猫用)	7	2	93.7	4.9	10	0.68
ピリミホスメチ ル	ウェット(成犬用)1	7	0.5	95.3	2.7	9.3	0.52
	ウェット(成犬用)2	7	0.05	94.6	3.6	14	0.62
	ウェット(成猫用)	7	0.5	94.9	4.7	10	0.57
マラチオン	ウェット(成犬用)1	7	2	93.4	2.1	7.8	0.54
	ウェット(成犬用)2	7	0.05	102	7.1	18	0.84
	ウェット(成猫用)	7	2	94.9	4.9	11	0.74

・ クロマトグラム例 (カラム: Agilent Technologies 製 DB-5)

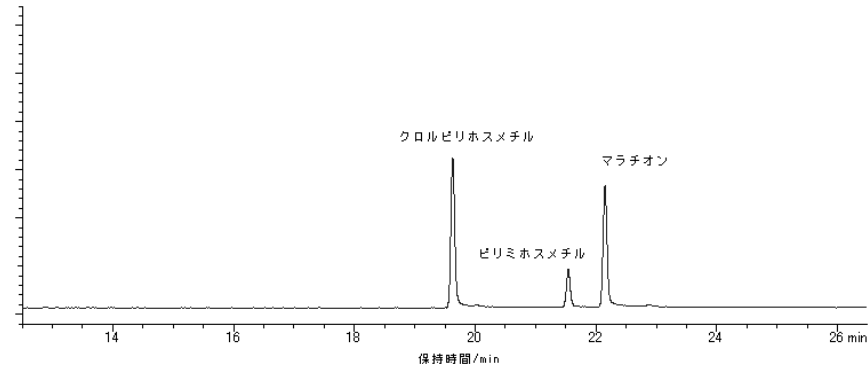
標準液 各 4 µg/mL



改正後

現行

添加試料(ウェット(猫用)、クロルピリホスメチル及び馬拉チオン 2 mg/kg 相当量、ピリミホスメチル 0.5 mg/kg 相当量)



改正後					現 行	
15 亜硝酸ナトリウム(第7章4)						
・添加回収率及び繰返し精度						
添加濃度 (mg/kg)	試 料	繰返し数	平均回収率 (%)	繰返し精度 RSD(%)		
15	ドライ(犬用)1	5	90.0	0.9		
	ドライ(犬用)2	5	98.1	2.6		
	セミドライ(犬用)1	5	98.4	1.2		
	セミドライ(犬用)2	5	98.4	1.2		
	ドライ(猫用)1	5	96.3	0.5		
	ドライ(猫用)2	5	97.5	1.0		
6	ウェット(犬用)1	5	96.7	1.2		
	ウェット(犬用)2	5	95.7	0.6		
	ウェット(猫用)1	5	95.1	1.6		
	ウェット(猫用)2	5	102	3.3		
4	ウェット(犬用)1	5	99.8	1.3		
	ウェット(犬用)2	5	93.3	2.0		
	ウェット(猫用)1	5	97.3	0.5		
	ウェット(猫用)2	5	102	3.7		
3	ドライ(犬用)1	5	83.7	7.7		
	ドライ(犬用)2	5	97.3	2.9		
	セミドライ(犬用)1	5	92.7	2.4		
	セミドライ(犬用)2	5	94.0	1.3		
	ドライ(猫用)1	5	97.7	2.0		
	ドライ(猫用)2	5	96.0	3.0		
・共同試験						
試料の種類	試験室 数	添加濃度 (mg/kg)	添加回収率 (%)	室内繰返し精度 RSD _r (%)	室間再現精度 RSD _R (%)	HorRat
ドライ(成猫用)	9	4.0	95.0	2.4	4.6	0.36
セミドライ(全成長段階犬用)	9	100	102	1.6	2.0	0.26
ウェット(成犬用)	8	20	97.2	1.1	1.9	0.19

改正後

現 行

16 ソルビン酸 (第7章5)

・添加回収率及び繰返し精度

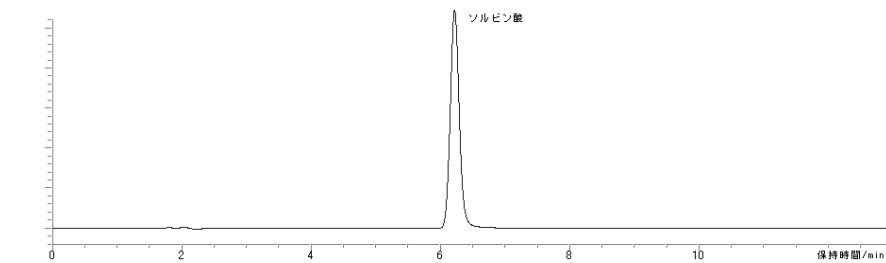
添加濃度 (mg/kg)	試料の種類	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD(%)
2,000	ドライ(成犬用)	5	97.1	1.1
	セミドライ(成犬用)	5	97.8	2.1
	ドライ(成猫用)	5	98.7	2.6
500	ウェット(成犬用)	5	92.6	1.6
	ウェット(成猫用)	5	94.8	0.7
10	ドライ(成犬用)	5	99.4	3.0
	ウェット(成犬用)	5	95.3	1.3
	ドライ(成猫用)	5	97.5	1.3
	ウェット(成猫用)	5	96.8	0.9

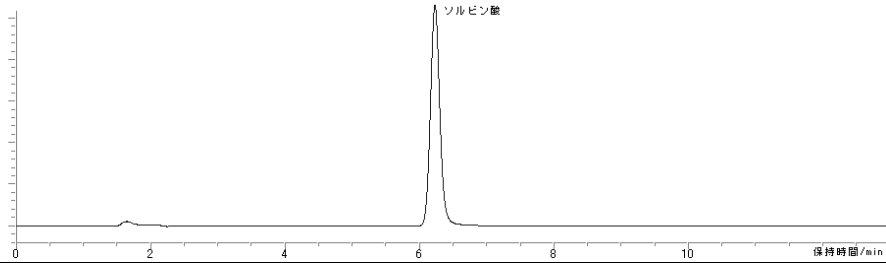
・共同試験

試料の種類	試験室 数	添加濃度 (mg/kg)	添加回収率 (%)	室内繰返し精度 RSD _r (%)	室間再現精度 RSD _R (%)	HorRat
ドライ(成犬用)	8	20	99.1	0.8	4.3	0.42
セミドライ(全成長段階犬用)	9	1,000	94.9	2.6	4.6	0.80
ウェット(成猫用)	8	400	92.5	1.4	2.7	0.41

・クロマトグラム例(カラム:化学物質評価研究機構製 L-column L-C18)

標準液 20 µg/mL



改正後	現 行
<p data-bbox="212 225 860 260"><u>添加試料（ドライ（犬用）、2000 mg/kg 相当量）</u></p>  <p data-bbox="183 576 918 611"><u>附則（平成23年5月23日付け23消技第541号）</u></p> <p data-bbox="212 635 887 670"><u>この検査法は平成23年5月23日から施行する。</u></p>	