

○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	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
1~6 〔略〕	1~6 〔略〕
〔新設〕	
<u>7 ゼアラレノン</u>	
<u>8 フモニシン B₁</u>	
<u>9 フモニシン B₂</u>	
<u>10 フモニシン B₃</u>	
第 2 節 多成分分析法	第 2 節 多成分分析法
1~2 〔略〕	1~2 〔略〕
〔新設〕	
<u>3 フモニシンの液体クロマトグラフ質量分析計による同時分析法</u>	
第 3 節 〔略〕	第 3 節 〔略〕
第 6 章～第 8 章 〔略〕	第 6 章～第 8 章 〔略〕
〔新設〕	
<u>第 9 章 有害物質</u>	
<u>1 メラミン</u>	
第 10 章 試験法の妥当性確認法	第 9 章 試験法の妥当性確認法
1~4 〔略〕	1~4 〔略〕
別表 1～別表 3 〔略〕	別表 1～別表 3 〔略〕

改正後	現 行
<p style="text-align: center;">第 1 章 通則</p> <p>1~12 〔略〕</p> <p>13 分析方法</p> <p>第 10 章に定める妥当性確認の結果、本検査法以上の真度及び精度があると認められた方法を本検査法に代えて用いることができるものとする。</p> <p style="text-align: center;">第 2 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>1~6 〔略〕</p> <p>〔新設〕</p> <p>7 <u>ゼアラレノン</u></p> <p>7.1 <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：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;">A 試薬の調製</p> <p><u>ゼアラレノン標準液</u> <u>ゼアラレノン [C₁₈H₂₂O₅] 10 mg を正確に量って 50 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、更に標線までアセトニトリルを加えてゼアラレノン標準原液を調製する (この液 1 mL は、ゼアラレノンとして 0.2 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アセトニトリル-水 (1+1) で正確に希釈し、1 mL 中にゼアラレノンとしてそれぞれ 0.01~1 µg を含有する数点のゼアラレノ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 25.0 g を量って 300 mL の共栓三角フラスコに入れ、アセトニトリル-水 (21+4) 75 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</u></p>	<p style="text-align: center;">第 1 章 通則</p> <p>1~12 〔略〕</p> <p>13 分析方法</p> <p>第 9 章に定める妥当性確認の結果、本検査法以上の真度及び精度があると認められた方法を本検査法に代えて用いることができるものとする。</p> <p style="text-align: center;">第 2 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>1~6 〔略〕</p>

改正後	現 行
<p> <u>カラム槽温度：40℃</u> <u>検出器：四重極型質量分析計^{注4}</u> <u>イオン化法：大気圧化学イオン化（APCI）法</u> <u>（負イオンモード）</u> <u>ネブライザーガス流量：N₂（2.5 L/min）</u> <u>インターフェース温度：400℃</u> <u>ヒートブロック温度：200℃</u> <u>C D L 温度：200℃</u> <u>モニターイオン：m/z 317</u> <u>計算 得られた選択イオン検出クロマトグラムからゼアラレノンのピーク面積又は高さを求めて検量線を作成し、試料中のゼアラレノン量を算出する。</u> <u>注 1 GFP-60（桐山製作所製）又はこれと同等のもの</u> <u>2 MultiSep 226 AflaZon+（Romer Labs 製）又はこれと同等のもの</u> <u>3 L-column2 ODS（化学物質評価研究機構製）又はこれと同等のもの</u> <u>4 LCMS-2010EV（島津製作所製）による条件例</u> <u>（参考）分析法バリデーション</u> <u>・添加回収率及び繰返し精度 別表3の21のとおり</u> <u>・共同試験 別表3の21のとおり</u> <u>・定量限界（下限） ドライ製品及びセミドライ製品：試料中 0.2 mg/kg、ウェット製品：試料（原物）中 0.1 mg/kg</u> <u>（平均回収率及び繰返し精度並びに SN 比）</u> <u>・検出限界 ドライ製品及びセミドライ製品：試料中 0.1 mg/kg、ウェット製品：試料（原物）中 0.06 mg/kg（SN 比）</u> </p>	

改正後	現 行
<p>〔新設〕</p> <p>8 <u>フモニシン B₁</u></p> <p>8.1 <u>フモニシンの液体クロマトグラフ質量分析計による同時分析法</u> <u>第2節3による。</u></p> <p>〔新設〕</p> <p>9 <u>フモニシン B₂</u></p> <p>9.1 <u>フモニシンの液体クロマトグラフ質量分析計による同時分析法</u> <u>第2節3による。</u></p> <p>〔新設〕</p> <p>10 <u>フモニシン B₃</u></p> <p>10.1 <u>フモニシンの液体クロマトグラフ質量分析計による同時分析法</u> <u>第2節3による。</u></p> <p>第2節 多成分分析法</p> <p>1~2 〔略〕</p> <p>〔新設〕</p> <p>3 <u>フモニシンの液体クロマトグラフ質量分析計による同時分析法</u></p> <p>(1) <u>分析対象化合物</u> <u>フモニシン B₁、B₂及びB₃ (3成分)</u></p> <p>(2) <u>適用範囲</u> <u>ドライ製品、セミドライ製品及びウェット製品</u></p> <p>(3) <u>分析法</u></p> <p style="text-align: center;"><u>A 試薬の調製</u></p> <p>1) <u>フモニシン混合標準液</u> <u>フモニシン B₁ [C₃₄H₅₉NO₁₅]、</u> <u>フモニシン B₂ [C₃₄H₅₉NO₁₄] 及びフモニシン B₃</u> <u>[C₃₄H₅₉NO₁₄] 各 1 mg を正確に量ってそれぞれ 20 mL の全量</u> <u>フラスコに入れ、アセトニトリル-水 (1+1) を加えて溶か</u></p>	<p>第2節 多成分分析法</p> <p>1~2 〔略〕</p>

改正後	現 行
<p>し、更に各全量フラスコの標線まで同溶媒を加えて各フモニシン標準原液を調製する（これらの液各 1 mL は、各フモニシンとしてそれぞれ 0.05 mg を含有する。）。</p> <p>使用に際して、各フモニシン標準原液の一定量を混合し、アセトニトリル-水 (1+1) で正確に希釈し、1 mL 中にフモニシン B₁、B₂ 及び B₃ としてそれぞれ 0.01~1 µg を含有する数点のフモニシン混合標準液を調製する。</p> <p>2) 0.1 v/v%ギ酸溶液 ギ酸 1 mL に水を加えて 1 L とする。</p> <p>3) 0.1 v/v%ギ酸アセトニトリル溶液 ギ酸 1 mL にアセトニトリルを加えて 1 L とする。</p> <p style="text-align: center;">B 定 量</p> <p>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、アセトニトリル-水 (1+1) 100 mL を加え、30 分間振り混ぜて抽出する。200 mL のビーカーをブフナー漏斗の下に置き、抽出液をガラス繊維ろ紙^{注1}で吸引ろ過した後、ろ紙上の残さを先の三角フラスコに戻し、アセトニトリル-水 (1+1) 50 mL を加え、30 分間振り混ぜて抽出する。抽出液を先のガラス繊維ろ紙で吸引ろ過した後、三角フラスコ及び残さをアセトニトリル-水 (1+1) 10 mL で洗浄し、同様に吸引ろ過して、先のビーカーに合わせる。アンモニア水 (1+5) でろ液の pH を 6~9 に調整した後、200 mL の全量フラスコに移す。ろ液の入っていたビーカーをアセトニトリル-水 (1+1) 10 mL で洗浄し、先の全量フラスコに合わせる。更に全量フラスコの標線までアセトニトリル-水 (1+1) を加え、カラム処理に供する試料溶液とする。</p> <p>カラム処理^{注2} 多機能カラム (かび毒前処理用)^{注3} をメタノール 5 mL 及びメタノール-水 (3+1) 5 mL で洗浄する。試料溶液 3 mL を 20 mL の試験管に正確に入れ、メタノール-水</p>	

改正後	現 行
<p><u>(3+1) 8 mL を加えて振り混ぜた後、全量をカラムに入れ、液面が充てん剤の上端に達するまで流出させる。更に試料溶液の入っていた試験管をメタノール-水 (3+1) 8 mL で洗浄し、洗液をカラムに加え、同様に流出させた後、メタノール 3 mL をカラムに加え、吸引マニホールドを用いて減圧しカラム内の液体を除去する。</u></p> <p><u>50 mL のなす形フラスコをカラムの下に置き、メタノール-酢酸 (99+1) 20 mL をカラムに加えて各フモニシンを溶出させる。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。</u></p> <p><u>アセトニトリル-水 (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 試料溶液及び各フモニシン混合標準液各 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>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）^{注4}</u></p> <p><u>溶 離 液：0.1 v/v% ギ酸溶液-0.1 v/v% ギ酸アセトニトリル溶液 (3+1) → 5 min → (1+1) (3 min 保持) → 2 min → (3+1)</u></p> <p><u>流 速：0.2 mL/min</u></p> <p><u>カ ラ ム 槽 温 度：40 °C</u></p> <p><u>検 出 器：四重極型質量分析計^{注5}</u></p> <p><u>イ オ ン 化 法：エレクトロスプレーイオン化</u></p>	

改正後	現 行
<p style="text-align: center;"><u>(ESI) 法 (正イオンモード)</u></p> <p><u>ネブライザーガス流量: N₂ (1.5 L/min)</u></p> <p><u>ヒートブロック温度: 200 °C</u></p> <p><u>C D L 温 度: 250 °C</u></p> <p><u>モニターイオン: m/z 722 (フモニシン B₁)、 m/z</u> <u>706 (フモニシン B₂ 及び B₃)</u></p> <p><u>計 算 得られた選択イオン検出クロマトグラムから各フ</u> <u>モニシンのピーク面積又は高さを求めて検量線を作成し、試</u> <u>料中の各フモニシン量を算出する。</u></p> <p><u>注 1 GFP- 60 (桐山製作所製) 又はこれと同等のもの</u></p> <p><u>2 流速は 1 滴/s 程度とする。必要に応じて吸引マニ</u> <u>ホールドを使用する。</u></p> <p><u>3 MultiSep 211 Fum (Romer Labs 製) 又はこれと同等</u> <u>のものに 20 mL のリザーバーを連結したもの</u></p> <p><u>4 ZORBAX Eclipse XDB-C18 (Agilent Technologies</u> <u>製) 又はこれと同等のもの</u></p> <p><u>5 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 22 のとおり</u> <u>・ 共同試験 別表 3 の 22 のとおり</u> <u>・ 定量限界 (下限) ドライ製品及びセミドライ製品: 試料</u> <u>中 0.2 mg/kg、ウェット製品: 試料 (原物) 中 0.1 mg/kg</u> <u>(平均回収率及び繰返し精度並びに SN 比)</u> <u>・ 検出限界 ドライ製品及びセミドライ製品: 試料中 0.1</u> <u>mg/kg、ウェット製品: 試料 (原物) 中 0.06 mg/kg (SN 比)</u> <p>第 3 節 [略]</p>	<p>第 3 節 [略]</p>

改正後	現 行
<p data-bbox="488 225 808 252">第 6 章～第 8 章 [略]</p> <p data-bbox="163 352 255 379">〔新設〕</p> <p data-bbox="535 395 779 422">第 9 章 有害物質</p> <p data-bbox="147 483 315 510">1 メラミン</p> <p data-bbox="181 526 1093 596">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 (適用範囲：ドライ製品、セミドライ製品及びウェット製品)</p> <p data-bbox="495 611 757 638">A 試薬の調製^{注1}</p> <p data-bbox="210 654 1106 858">1) <u>メラミン標準原液</u> <u>メラミン [C₃H₆N₆] 10 mg を正確に量</u> <u>って 100 mL の全量フラスコに入れ、アセトニトリル-水</u> <u>(1+1) を加えて溶かし、更に標線まで同溶媒を加えてメラミン</u> <u>標準原液を調製する (この液 1 mL は、メラミンとして 100 μg</u> <u>を含有する。)</u></p> <p data-bbox="210 869 1106 1074">2) <u>内標準液</u> <u>安定同位体元素標識メラミン (メラミン-</u> <u>¹³C₃¹⁵N₃) 標準原液 (濃度 100 μg/mL) ^{注2} 1 mL を 100 mL の全量</u> <u>フラスコに正確に入れ、標線までアセトニトリル-水 (1+1) を</u> <u>加えて 1 mL 中にメラミン-¹³C₃¹⁵N₃ として 1 μg を含有する内標</u> <u>準液を調製する。</u></p> <p data-bbox="210 1085 1106 1246">3) <u>検量線作成用標準液</u> <u>使用に際して、メラミン標準原液及</u> <u>び内標準液の一定量をアセトニトリルで正確に希釈し、1 mL 中</u> <u>にメラミンとして 0.5~200 ng を含有し、かつメラミン-¹³C₃¹⁵N₃</u> <u>として 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 data-bbox="210 1257 1106 1374">4) <u>0.1 mol/L 水酸化ナトリウムメタノール溶液</u> <u>水酸化ナトリ</u> <u>ウム 8 g を水 100 mL に溶かし、更にこの液 5 mL にメタノール</u> <u>95 mL を加えて調製する^{注3}。</u></p> <p data-bbox="210 1385 1106 1412">5) <u>0.1 mol/L 塩酸メタノール溶液</u> <u>塩酸 8.5 mL に水を加えて</u></p>	<p data-bbox="1473 225 1794 252">第 6 章～第 8 章 [略]</p>

改正後	現 行
<p>50 mL とし、更にこの液 5 mL にメタノール 95 mL を加えて調製する^{注3}。</p> <p style="text-align: center;">B 定 量</p> <p>抽出 分析試料 1 g を正確に量って 50 mL の共栓遠心沈殿管^{注4}に入れ、アセトニトリル-水 (1+1) 20 mL を加える。更にこの共栓遠心沈殿管に内標準液 0.5 mL を正確に加えた後、ホモジナイザーで 1 分間かき混ぜて抽出する。50 mL の首太全量フラスコ^{注4}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^{注5}をのせたろ紙 (5 種 B)^{注6}で吸引ろ過する。ケイソウ土上の残さを先の共栓遠心沈殿管に戻し、アセトニトリル-水 (1+1) 10 mL を加え、ホモジナイザーで 1 分間かき混ぜて抽出する。抽出液を同様に吸引ろ過して、先の首太全量フラスコに加えた後、首太全量フラスコの標線までアセトニトリル-水 (1+1) を加え、カラム処理に供する試料溶液とする。</p> <p>カラム処理^{注7} 強酸性陽イオン交換体ミニカラム (500 mg)^{注8} を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウムメタノール溶液 5 mL、0.1 mol/L 塩酸メタノール溶液 5 mL、アセトニトリル 5 mL 及びギ酸 (1+24) 5 mL で順次洗浄する。試料溶液 2 mL をあらかじめギ酸 (1+24) 3 mL を入れたミニカラムに加えて混和し、液面が充てん剤の上端に達するまで流出させる。更にアセトニトリル 5 mL 及びアセトニトリル-ジエチルアミン (499+1) 5 mL を順次ミニカラムに加えて洗浄した後、圧注して全量を流出させる。100 mL のなす形フラスコをミニカラム^{注9}の下に置き、アセトニトリル-ジエチルアミン (49+1) 15 mL をミニカラムに加えてメラミンを溶出させた後、圧注して全量を溶出させる。</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 4 mL を正確に加え、5 分間超音波処理して残留物を溶かした後、メン</p>	

改正後	現 行
<p><u>ブランフィルター（孔径 0.2 μm 以下）^{注 10} 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。</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 試料溶液及び各検量線作成用標準液各 2 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。</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 : 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 5 μm）^{注 11}</u></p> <p><u>溶 離 液 : アセトニトリル-10 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液（17+3）（7 min 保持）→8 min→（2+3）（20 min 保持）→8 min→（17+3）（7 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></p> <p><u>（タンデム型質量分析計部^{注 12}）</u></p> <p><u>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）</u></p> <p><u>イ オ ン 源 温 度 : 150 °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 : 0.6 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 メラミンのモニターイオン条件

物質名	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>)	コロン電圧 (V)	コリジョン エネルギー (eV)
メラミン	127	85	68	46	16
メラミン- ¹³ C ₃ ¹⁵ N ₃	133	89		46	22
				50	18

計 算 得られた選択反応検出クロマトグラムからメラミン及びメラミン-¹³C₃¹⁵N₃のピーク面積を求めて内標準法により検量線を作成し、試料中のメラミン量を算出する。

注 1 調製した試薬は、ガラス製容器に保存する。

- 2 Cambrige Isotope Laboratories Inc.製又はこれと同等のもの
- 3 メタノールによる希釈は用事に行う。
- 4 ガラス製の器具を使用する。使用にあたっては、あらかじめ超音波洗浄した後、水道水、超純水、アセトニトリルで順次洗浄したものを使用する。
- 5 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
- 6 ケイソウ土をアセトニトリルー水（1+1）に懸濁させ、吸引しながらろ紙上に約 5 mm の厚さになる量を流し込み、更にアセトニトリルー水（1+1）を加えて洗浄した後の状態のもの。
- 7 流速は 1~2 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。
- 8 Oasis MCX（Waters 製、リザーバー容量 6 mL）又はこれと同等のもの
- 9 ミニカラムにリザーバーを連結して使用する場合、リザーバーはガラス製のシリンジを用いる。このガラス製のシリンジについても注 4 と同様の洗浄をする。

改正後	現 行
<p>10 <u>HLC-DISK 13 溶媒系（関東化学製、孔径 0.2 μm、直径 13 mm、PTFE）又はこれと同等のもの</u></p> <p>11 <u>SeQuant ZIC-HILIC（MERCK 製、充てん剤はシリカゲル基材にスルホベタイン基（両性イオン型官能基）を化学結合したもの。本測定条件によるメラミンの保持時間は約 4 分）又はこれと同等のもの</u></p> <p>12 <u>Xevo TQD（Waters 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 23 のとおり</u> ・ <u>共同試験 別表 3 の 23 のとおり</u> ・ <u>定量限界（下限） ドライ製品及びセミドライ製品：試料中 0.5 mg/kg、ウェット製品：試料（原物）中 0.2 mg/kg</u> ・ <u>検出下限 ドライ製品及びセミドライ製品：試料中 0.2 mg/kg、ウェット製品：試料（原物）中 0.1 mg/kg</u> <p style="text-align: center;">第 10 章 試験法の妥当性確認法 〔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>酢酸エチル 特級 C₃H₆O₂ (CAS : 141-78-6)</p> <p>ジエチルアミン (C₂H₅)₂NH (CAS : 109-89-7)</p>	<p style="text-align: center;">第 9 章 試験法の妥当性確認法 〔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>酢酸エチル 特級 C₃H₆O₂ (CAS : 141-78-6)</p>

改正後	現 行
ジエチルエーテル 特級 $C_4H_{10}O$ (CAS : 60-29-7)	ジエチレングリコール $C_4H_{10}O_3$ (CAS : 111-46-6) 無色液体
ジエチレングリコール $C_4H_{10}O_3$ (CAS : 111-46-6) 無色液体	ジエチルエーテル 特級 $C_4H_{10}O$ (CAS : 60-29-7)
シクロヘキサン 特級 C_6H_{12} (CAS : 110-82-7)	シクロヘキサン 特級 C_6H_{12} (CAS : 110-82-7)
〔中略〕	〔中略〕
スルファニルアミド 特級 $C_6H_8N_2O_2S$ (CAS : 63-74-1)	スルファニルアミド 特級 $C_6H_8N_2O_2S$ (CAS : 63-74-1)
ゼアラレノン $C_{18}H_{22}O_5$ (CAS : 17924-92-4) 純度が明らかなもの	
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。
〔中略〕	〔中略〕
ブドウ糖 日局 $C_6H_{12}O_6$ (CAS : 50-99-7)	ブドウ糖 日局 $C_6H_{12}O_6$ (CAS : 50-99-7)
フモニシン B ₁ $C_{34}H_{59}NO_{15}$ (CAS : 116355-83-0) 純度が明らかなもの	
フモニシン B ₂ $C_{34}H_{59}NO_{14}$ (CAS : 116355-84-1) 純度が明らかなもの	
フモニシン B ₃ $C_{34}H_{59}NO_{14}$ (CAS : 116379-59-4) 純度が明らかなもの	
ブリリアントグリーン $C_{27}H_{34}N_2O_4S$ (CAS : 633-03-4) 光沢のある黄銅色結晶	ブリリアントグリーン $C_{27}H_{34}N_2O_4S$ (CAS : 633-03-4) 光沢のある黄銅色結晶
〔中略〕	〔中略〕
メトキシクロール $C_{16}H_{15}Cl_3O_2$ (CAS : 72-43-5) 純度が明らかなもの	メトキシクロール $C_{16}H_{15}Cl_3O_2$ (CAS : 72-43-5) 純度が明らかなもの
メラミン $C_3H_6N_6$ (CAS : 108-78-1) 純度が明らかなもの	
ヨウ化カリウム 特級 KI (CAS : 7681-11-0)	ヨウ化カリウム 特級 KI (CAS : 7681-11-0)
〔以下略〕	〔以下略〕
別表2 〔略〕	別表2 〔略〕

改正後

現行

別表 3

分析法バリデーション結果

1~20 [略]

[新設]

21 ゼアラレノン (第 5 章第 1 節 7)

・添加回収率及び繰返し精度

添加濃度 (mg/kg)	試料	繰返し数	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%)
1	ドライ(犬用)1	5	102	1.4
	ドライ(犬用)2	5	108	0.9
	ドライ(猫用)1	5	106	2.3
	ドライ(猫用)2	5	104	1.9
	セミドライ(犬用)1	5	102	3.2
	セミドライ(犬用)2	5	95.3	1.0
0.2	ドライ(犬用)1	5	103	1.6
	ドライ(犬用)2	5	103	4.3
	ドライ(猫用)1	5	100	3.5
	ドライ(猫用)2	5	106	2.3
	セミドライ(犬用)1	5	98.7	1.5
	セミドライ(犬用)2	5	104	1.2
	ウェット(犬用)1	5	105	0.9
	ウェット(犬用)2	5	106	2.6
	ウェット(猫用)1	5	96.8	2.5
	ウェット(猫用)2	5	96.7	8.0
0.1	ウェット(犬用)1	5	100	1.9
	ウェット(犬用)2	5	104	2.9
	ウェット(猫用)1	5	90.8	7.2
	ウェット(猫用)2	5	100	3.7

別表 3

分析法バリデーション結果

1~20 [略]

改正後

現 行

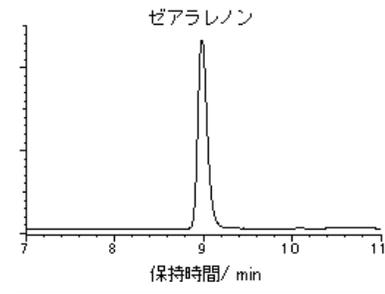
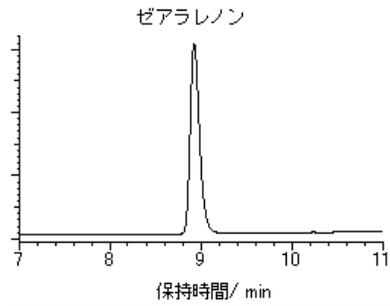
・ 共同試験

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 _F (%)	室間再現精度 RSD _R (%)	HorRat
犬用ドライ製品	11	0	1.0	99.0	3.0	5.6	0.35
犬用セミドライ製品	11	0	0.8	101	2.2	5.9	0.36
猫用ウェット製品	11	0	0.2	102	2.7	6.6	0.33

・ クロマトグラム例 (カラム: 化学物質評価研究機構製 L-column2

ODS)

標準液 0.25 µg/mL

添加試料 (ドライ (犬用) 1
mg/kg 相当量添加)

改正後

現 行

〔新設〕

22 フモニシン（第5章第2節3）

・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	繰返し数	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%)
フモニシンB ₁	1	ドライ(犬用)	5	93.3	6.3
		ドライ(猫用)	5	102	5.8
		セミドライ(犬用)	5	103	3.9
	0.2	ドライ(犬用)	5	98.7	5.0
		ドライ(猫用)	5	107	7.9
		セミドライ(犬用)	5	101	4.2
		ウェット(犬用)	5	103	1.3
		ウェット(猫用)	5	98.4	4.4
		0.1	ウェット(犬用)	5	103
	ウェット(猫用)	5	107	6.1	
フモニシンB ₂	1	ドライ(犬用)	5	91.9	4.9
		ドライ(猫用)	5	87.3	5.5
		セミドライ(犬用)	5	98.0	3.8
	0.2	ドライ(犬用)	5	99.8	6.1
		ドライ(猫用)	5	96.0	8.6
		セミドライ(犬用)	5	97.8	4.0
		ウェット(犬用)	5	102	1.8
		ウェット(猫用)	5	96.8	1.8
		0.1	ウェット(犬用)	5	101
	ウェット(猫用)	5	102	3.0	
フモニシンB ₃	1	ドライ(犬用)	5	90.8	6.1
		ドライ(猫用)	5	90.9	6.4
		セミドライ(犬用)	5	101	5.0
	0.2	ドライ(犬用)	5	97.3	5.8
		ドライ(猫用)	5	97.9	8.6
		セミドライ(犬用)	5	101	2.7
		ウェット(犬用)	5	102	1.4
		ウェット(猫用)	5	101	1.6
		0.1	ウェット(犬用)	5	101
	ウェット(猫用)	5	101	2.1	

改正後

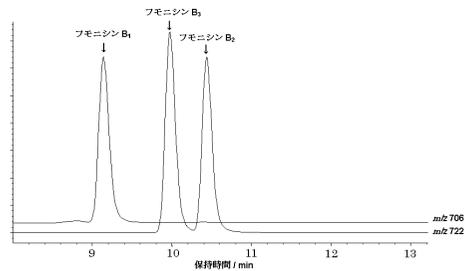
現行

・共同試験

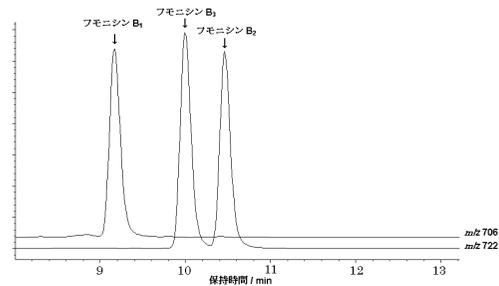
成分名	試料の種類	有効試験室数	棄却試験室数	添加濃度 (mg/kg)	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _t (%)	室間再現精度 RSD _R (%)	HorRat
フモニシンB ₁	犬用ドライ製品	10	1	1.0	95.0	3.5	8.8	0.54
	犬用セミドライ製品	11	0	0.8	98.9	2.6	6.8	0.41
	猫用ウェット製品	10	1	0.2	92.9	4.6	10	0.49
フモニシンB ₂	犬用ドライ製品	11	0	1.0	91.5	5.9	8.9	0.55
	犬用セミドライ製品	11	0	0.8	94.7	2.7	7.6	0.45
	猫用ウェット製品	10	1	0.2	92.2	5.5	6.7	0.33
フモニシンB ₃	犬用ドライ製品	11	0	1.0	91.2	5.9	9.3	0.57
	犬用セミドライ製品	11	0	0.8	94.3	3.3	7.3	0.44
	猫用ウェット製品	11	0	0.2	90.1	5.3	9.5	0.46

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

標準液 0.5 µg/mL



添加試料 (ドライ (犬用)、1 mg/kg 相当量)



改正後

現行

〔新設〕

23 メラミン（第9章1）

・添加回収率及び繰返し精度

添加濃度 (mg/kg)	試料	繰返し数	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%)
1	ドライ(犬用)1	5	100	0.9
	ドライ(犬用)2	5	98.0	1.9
	セミドライ(犬用)1	5	103	1.2
	セミドライ(犬用)2	5	97.1	3.9
	ドライ(猫用)1	5	97.8	1.7
	ドライ(猫用)2	5	100	2.2
0.5	ドライ(犬用)1	5	101	1.9
	ドライ(犬用)2	5	98.7	1.1
	セミドライ(犬用)1	5	102	2.6
	セミドライ(犬用)2	5	100	3.9
	ドライ(猫用)1	5	100	1.0
	ドライ(猫用)2	5	104	2.6
	ウェット(犬用)1	5	100	1.4
	ウェット(犬用)2	5	102	1.0
	ウェット(猫用)1	5	98.5	2.2
	ウェット(猫用)2	5	95.9	3.0
0.2	ウェット(犬用)1	5	107	1.4
	ウェット(犬用)2	5	106	2.5
	ウェット(猫用)1	5	101	2.6
	ウェット(猫用)2	5	97.9	3.6

・共同試験

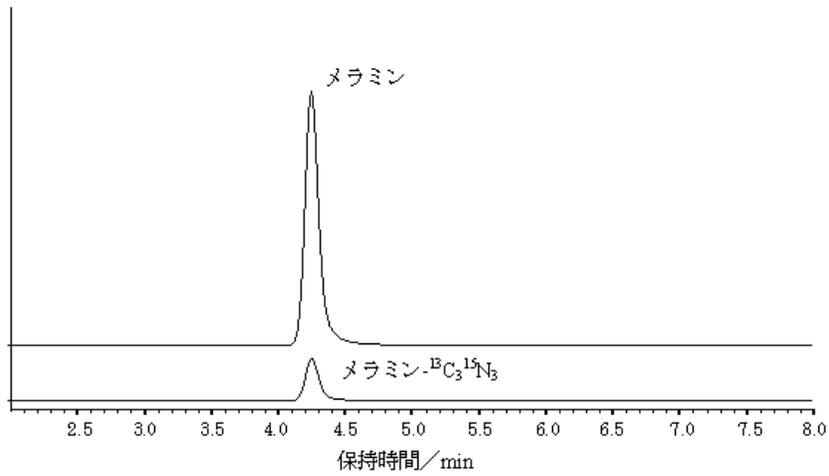
試料の種類	有効試験室数	棄却試験室数	添加濃度 (mg/kg)	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%)	室間再現精度 RSD _R (%)	HorRat
ドライ(猫用)	9	0	2.5	93.8	3.3	12	0.85
セミドライ(犬用)	9	0	1	94.9	2.1	7.0	0.44
ウェット(犬用)	9	0	0.25	107	3.5	12	0.62

改正後

現行

・クロマトグラム例 (カラム: MERCK 製 SeQuant ZIC-HILIC)

標準液 20 ng/mL (メラミン- $^{13}\text{C}_3^{15}\text{N}_3$ は 5 ng/mL)



添加試料 (ドライ (猫用) 2.5 mg/kg 相当量添加) (メラミン- $^{13}\text{C}_3^{15}\text{N}_3$ は 5 ng/mL)

