

○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 通 則	第 1 章 通 則
<u>1 適用範囲</u>	[新設]
2~14 [略]	<u>1~13</u> [略]
第 2 章～第 9 章 [略]	第 2 章～第 9 章 [略]
第 10 章 その他	[新設]
<u>1 過酸化物質</u>	
<u>2 酸価</u>	
第 11 章 試験法の妥当性確認法	第 10 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]
第 1 章 通 則	第 1 章 通 則
<u>1 適用範囲</u>	[新設]
<u>本検査法は、次の(1)～(8)に分類される犬及び猫用の愛玩動物用飼料を対象とする。</u>	
<u>(1) 総合栄養食ドライ製品（水分 10 %程度。以下「ドライ製品」という。）</u>	
<u>(2) 総合栄養食セミドライ製品（水分 25~35 %程度。以下「セミドライ製品」という。）</u>	
<u>(3) 総合栄養食ウェット製品（水分 70 %以上。以下「ウェット製品」という。）</u>	
<u>(4) 成型ジャーキー（水分 20~35 %程度。）</u>	

改正後	現 行
<p>(5) <u>素材乾燥ジャーキー（ハードタイプ。水分 10~15 %程度。）</u></p> <p>(6) <u>素材乾燥ジャーキー（ソフトタイプ。水分 25 %程度。）</u></p> <p>(7) <u>菓子類（ビスケット及びクッキー等の焼き菓子類。）</u></p> <p>(8) <u>粉ミルク</u></p> <p>2~13 〔略〕</p> <p>14 分析方法</p> <p>第 11 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;"><b>第 2 章 分析用試料の調製法等</b></p> <p>1 〔略〕</p> <p>2 分析用試料の調製</p> <p style="text-align: center;">〔中略〕</p> <p>(1) <u>試料が乾燥している場合（ドライ製品、セミドライ製品、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）、菓子類及び顆粒状の粉ミルクが該当する。）</u>には、試料を粉砕し、1 mm の網ふるいを通してよく混合する。<u>ただし、ジャーキー等の有姿のままでは粉砕が困難な場合には、事前にはさみ等を用いて 10~20 mm に細断する。</u></p> <p>(2) <u>試料が湿潤な場合（ウェット製品が該当する。）</u>には、試料をフードプロセッサー等で破碎・混合する。</p> <p style="text-align: center;"><b>第 3 章 水分及び生菌数</b></p> <p>1 水分</p> <p>1.1 常圧加熱乾燥法</p> <p>(適用範囲：<u>ドライ製品、セミドライ製品、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</u></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;"><b>第 2 章 分析用試料の調製法等</b></p> <p>1 〔略〕</p> <p>2 分析用試料の調製</p> <p style="text-align: center;">〔中略〕</p> <p>(1) <u>試料が乾燥している場合（水分 10 %程度のもの（以下「ドライ製品」という。）及び水分 25~35 %程度のもの（以下「セミドライ製品」という。）が該当する。）</u>には、試料を粉砕し、1 mm の網ふるいを通してよく混合する。</p> <p>(2) <u>試料が湿潤な場合（水分 70 %以上のもの（以下「ウェット製品」という。）が該当する。）</u>には、試料をフードプロセッサー等で破碎・混合する。</p> <p style="text-align: center;"><b>第 3 章 水分及び生菌数</b></p> <p>1 水分</p> <p>1.1 常圧加熱乾燥法</p> <p>(適用範囲：<u>ドライ製品及びセミドライ製品</u>)</p>

改正後	現行
<p>及び粉ミルク) 〔以下略〕</p> <p>第4章～第8章 〔略〕</p> <p>第9章 有害物質</p> <p>1 メラミン</p> <p>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、<u>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>〔中略〕</p> <p>(参考) 分析法バリデーション</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・添加回収率及び繰返し精度 別表3の23のとおり</li> <li>・共同試験 別表3の23のとおり</li> <li>・定量限界(下限) <u>ドライ製品、セミドライ製品、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>：試料中 0.5 mg/kg、<u>ウェット製品</u>：試料(原物)中 0.2 mg/kg</li> <li>・検出下限 <u>ドライ製品、セミドライ製品、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>：試料中 0.2 mg/kg、<u>ウェット製品</u>：試料(原物)中 0.1 mg/kg</li> </ul> <p>第10章 その他</p> <p>1 過酸化物質価</p> <p>適用範囲：ドライ製品及びセミドライ製品</p> <p>A 試薬の調製</p>	<p>〔以下略〕</p> <p>第4章～第8章 〔略〕</p> <p>第9章 有害物質</p> <p>1 メラミン</p> <p>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<u>及び</u>ウェット製品)</p> <p>〔中略〕</p> <p>(参考) 分析法バリデーション</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・添加回収率及び繰返し精度 別表3の23のとおり</li> <li>・共同試験 別表3の23のとおり</li> <li>・定量限界(下限) <u>ドライ製品及びセミドライ製品</u>：試料中 0.5 mg/kg、<u>ウェット製品</u>：試料(原物)中 0.2 mg/kg</li> <li>・検出下限 <u>ドライ製品及びセミドライ製品</u>：試料中 0.2 mg/kg、<u>ウェット製品</u>：試料(原物)中 0.1 mg/kg</li> </ul> <p>〔新設〕</p> <p>〔新設〕</p>

改正後	現 行
<p>1) <u>ヨウ化カリウム飽和溶液</u> ヨウ化カリウムを新たに煮沸して冷却した水に飽和させて調製する<sup>注1</sup>。</p> <p>2) <u>0.0167 mol/L 二クロム酸カリウム標準液<sup>注2</sup></u> 二クロム酸カリウム (標準試薬) (メノウ乳ばちを用いて粉末とし、100~110 °C で3~4 時間乾燥したもの) 4.903 g を量って、1,000 mL の全量フラスコに入れ、水を加えて溶かし、更に標線まで水を加えて 0.0167 mol/L 二クロム酸カリウム標準液を調製する。</p> <p>3) <u>デンプン試液</u> デンプン (溶性) 1 g を少量の水で均一なペースト状にしたものを、熱水 100 mL にかき混ぜながら加え、更に穏やかに煮沸しながら透明になるまでかき混ぜた後放冷し、上澄み液を使用する。</p> <p>4) <u>0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム標準液<sup>注2</sup></u> チオ硫酸ナトリウム五水和物 25.0 g を量って、1,000 mL の全量フラスコに入れ、新たに煮沸して冷却した水を加えて溶かし、更に標線まで新たに煮沸して冷却した水を加えて 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム標準原液を調製し、密栓して 5~6 日間静置した後、次により濃度を標定する。</p> <p><u>ヨウ化カリウム溶液 (10 w/v%) 10 mL を 200 mL の共栓三角フラスコに入れ、塩酸 5 mL を加えて軽く振り混ぜ、更に 0.0167 mol/L 二クロム酸カリウム標準液 25 mL を正確に加えて激しく振り混ぜた後 5 分間静置する。</u></p> <p><u>新たに煮沸して冷却した水 100 mL で先の三角フラスコの器壁を洗淨し、軽く振り混ぜ、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム標準原液で滴定する (溶液の黄色がほとんど消失するまで滴定し、デンプン試液数滴を加えて徐々に滴定を続け、デンプンの青色が消えて溶液が緑色になったときを終点とする。)</u></p> <p><u>同時に、0.0167 mol/L 二クロム酸カリウム標準液を加えない液について空試験を行い、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム標準原液の</u></p>	

改正後	現行
<p>係数を算出する。</p> <p>使用に際して、標準原液の一定量を新たに煮沸して冷却した水で正確に 10 倍希釈し、0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム標準液を調製する。</p> <p style="text-align: center;"><b>B 油脂試料の調製<sup>注3</sup></b></p> <p>分析試料の一定量<sup>注4</sup>を量って 500 mL の共栓三角フラスコに入れ、分析試料の採取量に対し 1.5 倍容量の石油エーテルを加え、軽く振り混ぜた後、更に 2 時間振り混ぜて抽出する。</p> <p>500 mL の三角フラスコをブフナー漏斗の下に置き、抽出液をガラス繊維ろ紙<sup>注5</sup>で吸引ろ過した後、抽出液の入っていた共栓三角フラスコ及び残さを一定量の石油エーテル<sup>注6</sup>で洗浄し、同様に吸引ろ過する。ろ液を 500 mL の分液漏斗に入れ、ろ液の 1/2 容量の水を加え、1 分間激しく振り混ぜた後静置し、水層（下層）を捨てる<sup>注7</sup>。更にろ液の 1/2 容量の水を分液漏斗に加え、同様に 2 回操作する。石油エーテル層をあらかじめ脱脂綿を詰め硫酸ナトリウム（無水）40 g 以上の適量を入れた漏斗で 500 mL のなす形フラスコにろ過する。ろ液を 40 °C 以下の水浴で減圧濃縮した後、窒素ガスを送って石油エーテルを完全に除去し、油脂試料を得る。</p> <p style="text-align: center;"><b>C 定 量</b></p> <p>油脂試料の一定量<sup>注8,9</sup>を 200 mL の共栓三角フラスコに正確に入れ、酢酸-2,2,4-トリメチルペンタン（3+2）35 mL を加えて油脂試料を溶かした<sup>注10</sup>後、窒素ガスを送って共栓三角フラスコ内の空気を十分に置換する。更にこの三角フラスコに窒素ガスを送りながらヨウ化カリウム飽和溶液 1 mL を正確に加え、直ちに栓をし 1 分間振り混ぜた後、暗所に 5 分間静置する。次に、先の三角フラスコに水 75 mL を加え、再び栓をして激しく振り混ぜた後、デンプン試液 1 mL を加え、0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム標準液により滴定する（デンプンによる青色が消失したときを終点とする。）。同時に、</p>	

改正後	現 行
<p><u>空試験を行い、デンプン試液で発色しないことを確認する。次式により過酸化物価を算出する。</u></p> $\text{過酸化物価 (meq/kg)} = \frac{10 \times V \times f}{W}$ <p><u>V : 滴定に要した 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム標準液の量 (mL)</u>  <u>f : 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム標準液の係数</u>  <u>W : 油脂試料量 (g)</u></p> <p>注 1 <u>使用の都度調製する。</u></p> <p>2 <u>計量法に基づき値付けされた市販の容量分析用標準試薬を用いてもよい。</u></p> <p>3 <u>油脂試料の調製操作は遮光した状態で行う。</u></p> <p>4 <u>製品の粗脂肪の表示割合から推定し、得られる油脂試料量が 5 g (同時に酸価の測定を行う場合は 10 g) 以上になるように分析試料を採取する。</u></p> <p>5 <u>GFP-95 (桐山製作所製) 又はこれと同等のもの。なお、セミドライ製品はろ紙 (5 種 B) を使用することもできる。</u></p> <p>6 <u>最初の抽出時に分析試料に加えた量の 1/2 容量。</u></p> <p>7 <u>エマルジョンが発生した場合は、エマルジョンを含む水層部分を共栓遠心沈殿管に分取し、1,650×g で 5 分間遠心分離を行い、分離した石油エーテル層を分液漏斗に残った石油エーテル層に合わせる。</u></p> <p>8 <u>推定される過酸化物価に応じて以下の量を採取する。</u></p>	

改正後	現行								
<table border="1" data-bbox="398 231 987 459"> <thead> <tr> <th>推定過酸化物価 (meq/kg)</th> <th>油脂試料採取量 (g)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>10以下</td> <td>5</td> </tr> <tr> <td>10～50</td> <td>5～1</td> </tr> <tr> <td>50以上</td> <td>1～0.5</td> </tr> </tbody> </table> <p data-bbox="250 483 999 512">9 油脂試料が固化した場合、軽く加温して溶かす。</p> <p data-bbox="250 525 1043 553">10 油脂試料が溶けにくい場合、軽く加温して溶かす。</p> <p data-bbox="197 566 607 595">(参考) 分析法バリデーション</p> <ul data-bbox="215 608 734 683" style="list-style-type: none"> <li>・繰返し精度 別表3の24のとおり</li> <li>・共同試験 別表3の24のとおり</li> </ul> <p data-bbox="147 740 286 769">2 酸 価</p> <p data-bbox="176 782 754 810">適用範囲：ドライ製品及びセミドライ製品</p> <p data-bbox="510 823 741 852">A 試薬の調製</p> <p data-bbox="206 865 1106 1070">1) 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム標準液 水酸化ナトリウムの飽和溶液を調製し、栓をして 10 日間以上静置した後、上澄み液 50 mL に新たに煮沸して冷却した水を加えて 10 L とし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム標準液を調製する。更に、次によりその濃度を標定する。</p> <p data-bbox="235 1083 1106 1374">アミド硫酸（標準試薬）（デシケーター（減圧）中で 48 時間乾燥したもの）2~2.5 g を正確に量って 250 mL の全量フラスコに入れ、水を加えて溶かし、更に標線まで水を加えてアミド硫酸標準液を調製する。アミド硫酸標準液 25 mL を 200 mL の三角フラスコに正確に入れ、プロモチモールブルー試液数滴を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム標準液で滴定し、次式により 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム標準液の係数 (<math>f_1</math>) を算出する。</p>	推定過酸化物価 (meq/kg)	油脂試料採取量 (g)	10以下	5	10～50	5～1	50以上	1～0.5	<p data-bbox="1144 740 1238 769">〔新設〕</p>
推定過酸化物価 (meq/kg)	油脂試料採取量 (g)								
10以下	5								
10～50	5～1								
50以上	1～0.5								

改正後	現 行
$f_1 = \frac{W \times 10^4}{V \times 97.10}$ <p><u>W</u> : 標定に用いたアミド硫酸標準液 (25 mL) 中のアミド硫酸の重量 (g)</p> <p><u>V</u> : 滴定に要した 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム標準液の量 (mL)</p> <p>2) 0.05 mol/L 硫酸標準液 硫酸 28 mL を水 1 L にかき混ぜながら徐々に加え、放冷後、水を加えて 10 L として 0.05 mol/L 硫酸標準液を調製する。更に、次によりその濃度を標定する。</p> <p>0.05 mol/L 硫酸標準液 25 mL を 200 mL の三角フラスコに正確に入れ、メチルレッド試液数滴を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム標準液で滴定し、次式により 0.05 mol/L 硫酸標準液の係数 (<math>f_2</math>) を算出する。</p> $f_2 = \frac{V \times f_1}{25}$ <p><u><math>f_1</math></u> : 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム標準液の係数</p> <p><u>V</u> : 滴定に要した 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム標準液の量 (mL)</p> <p>3) 0.1 mol/L 水酸化カリウム標準液<sup>注1</sup> 水酸化カリウム 7 g を量って 1,000 mL の全量フラスコに入れ、適量の水を加えて溶かし、更に標線までエタノールを加え、密栓して 5~6 日間静置する。この液の上澄みをろ紙 (5 種 A) でろ過して 0.1 mol/L 水酸化カリウム標準液を調製し、次により濃度を標定する。</p> <p>0.05 mol/L 硫酸標準液 25 mL を 200 mL の三角フラスコに正確に入れ、フェノールフタレイン試液数滴を加え、0.1 mol/L 水酸化カリウム標準液で滴定して係数を算出する。</p>	

改正後

現行

B 油脂試料の調製

1のBによる。

C 定 量

油脂試料の一定量<sup>注 2,3</sup>を 200 mL の共栓三角フラスコに正確に入れ、ジエチルエーテル-エタノール (2+1) 100 mL を加えて油脂試料を溶かした<sup>注 4</sup>後、フェノールフタレイン試液数滴を加え、0.1 mol/L 水酸化カリウム標準液で滴定する（溶液が微紅色となったとき（着色して 30 秒以内に消失するものであってはならない。）を終点とする。）。

同時に、空試験を行い、先の滴定結果を補正し、次式により酸価を算出する。

$$\text{酸価} = \frac{5.611 \times V \times f}{W}$$

V : 滴定に要した 0.1 mol/L 水酸化カリウム標準液の量 (mL)

f : 0.1 mol/L 水酸化カリウム標準液の係数

W : 油脂試料量 (g)

注 1 計量法に基づき値付けされた市販の容量分析用標準試薬を用いてもよい。なお、その場合は 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム標準液及び 0.05 mol/L 硫酸標準液の調製は不要である。

2 推定される酸価に応じて以下の量を採取する。

推定酸価	油脂試料採取量 (g)
1以下	20
1~4	10
4~15	2.5
15~75	0.5
75以上	0.1

改正後	現 行
<p>3 油脂試料が固化した場合、軽く加温して溶かす。</p> <p>4 油脂試料が溶けにくい場合、軽く加温して溶かす。</p> <p><u>(参考) 分析法バリデーション</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・繰返し精度 別表3の25のとおり</li> <li>・共同試験 別表3の25のとおり</li> </ul> <p style="text-align: center;">第11章 試験法の妥当性確認法</p> <p>1・2 〔略〕</p> <p>3 確認の方法</p> <p>〔中略〕</p> <p>(1)～(3) 〔略〕</p> <p>(4) 定量限界及び検出限界（不検出であることが基準とされる物質を除く。）</p> <p>〔略〕</p>	<p style="text-align: center;">第10章 試験法の妥当性確認法</p> <p>1・2 〔略〕</p> <p>3 確認の方法</p> <p>〔中略〕</p> <p>(1)～(3) 〔略〕</p> <p>(4) 定量限界及び検出限界（不検出であることが基準とされる物質を除く。）</p> <p>〔略〕</p>

改正後

表3 基準値に対する定量限界及び検出限界の目標値

基準値	定量限界の目標値	検出限界の目標値
0.1 mg/kg 以上	(ドライ製品、 <u>セミドライ製品、成型ジャーキー、素材乾燥ジャーキー</u> (ハードタイプ及びソフトタイプ)、 <u>菓子類及び粉ミルク</u> に対して)	(ドライ製品、 <u>セミドライ製品、成型ジャーキー、素材乾燥ジャーキー</u> (ハードタイプ及びソフトタイプ)、 <u>菓子類及び粉ミルク</u> に対して)
	基準値の 1/5 以下	基準値の 1/10 以下
0.1 mg/kg 未満	(ウェット製品 (水分含有量 10 % に換算したもの) に対して)	(ウェット製品 (水分含有量 10 % に換算したもの) に対して)
	基準値の 1/2 以下	基準値の 1/3 以下
0.1 mg/kg 未満	(ドライ製品、 <u>セミドライ製品、成型ジャーキー、素材乾燥ジャーキー</u> (ハードタイプ及びソフトタイプ)、 <u>菓子類及び粉ミルク</u> に対して)	(ドライ製品、 <u>セミドライ製品、成型ジャーキー、素材乾燥ジャーキー</u> (ハードタイプ及びソフトタイプ)、 <u>菓子類及び粉ミルク</u> に対して)
	基準値の 2/5 以下	基準値の 1/5 以下
0.1 mg/kg 未満	(ウェット製品 (水分含有量 10 % に換算したもの) に対して)	(ウェット製品 (水分含有量 10 % に換算したもの) に対して)
	基準値以下	基準値の 1/2 以下

現行

表3 基準値に対する定量限界及び検出限界の目標値

基準値	定量限界の目標値	検出限界の目標値
0.1 mg/kg 以上	(ドライ製品及び <u>セミドライ製品</u> に対して)	(ドライ製品及び <u>セミドライ製品</u> に対して)
	基準値の 1/5 以下	基準値の 1/10 以下
0.1 mg/kg 未満	(ウェット製品 (水分含有量 10 % に換算したもの) に対して)	(ウェット製品 (水分含有量 10 % に換算したもの) に対して)
	基準値の 1/2 以下	基準値の 1/3 以下
0.1 mg/kg 未満	(ドライ製品及び <u>セミドライ製品</u> に対して)	(ドライ製品及び <u>セミドライ製品</u> に対して)
	基準値の 2/5 以下	基準値の 1/5 以下
0.1 mg/kg 未満	(ウェット製品 (水分含有量 10 % に換算したもの) に対して)	(ウェット製品 (水分含有量 10 % に換算したもの) に対して)
	基準値以下	基準値の 1/2 以下

改正後	現 行
<p>4 添加を行う愛玩動物用飼料の種類及び添加濃度</p> <p>(1) 添加を行う愛玩動物用飼料の種類</p> <p>添加を行う愛玩動物用飼料は、原則試験法を適用しようとする愛玩動物用飼料から選択する。複数の原料の混合物である愛玩動物用飼料について、あらゆるマトリックスを対象として評価するのは不可能であるので、<u>第1章の1で定めた愛玩動物用飼料の分類ごとに代表的なマトリックスからなるものを選択する。</u></p> <p>(2) 添加濃度に関する留意事項（表4参照）</p> <p>i 農薬等の添加濃度は分析試料原物中濃度で設計することとし、原則として2種類の濃度とする。</p> <p><u>ドライ製品、セミドライ製品、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>にあっては、一方を「基準値又は基準値の1/2の濃度」とし、他方を「定量限界濃度（又はその2倍）」とする。</p> <p>ウェット製品にあっては、一方を「基準値の1/3～1/5の濃度」とし、他方を「定量限界濃度（又はその2倍）」とする。ただし、定量限界濃度とは、表3と同様、当該試料について水分含有量10%に換算した濃度である。</p> <p>基準値と定量限界が等しい場合には、添加濃度は「定量限界</p>	<p>4 添加を行う愛玩動物用飼料の種類及び添加濃度</p> <p>(1) 添加を行う愛玩動物用飼料の種類</p> <p>添加を行う愛玩動物用飼料は、原則試験法を適用しようとする愛玩動物用飼料から選択する。複数の原料の混合物である愛玩動物用飼料について、あらゆるマトリックスを対象として評価するのは不可能であるので、<u>愛玩動物用飼料の分類ごとに代表的なマトリックスからなるものを選択する。下記に分類を示す。</u></p> <p>i <u>犬用総合栄養食</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・<u>ドライ製品（水分10%程度）</u></li> <li>・<u>セミドライ製品（水分25~35%）</u></li> <li>・<u>ウェット製品（水分70%以上）</u></li> </ul> <p>ii <u>猫用総合栄養食</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・<u>ドライ製品（水分10%程度）</u></li> <li>・<u>ウェット製品（水分70%以上）</u></li> </ul> <p>(2) 添加濃度に関する留意事項（表4参照）</p> <p>i 農薬等の添加濃度は分析試料原物中濃度で設計することとし、原則として2種類の濃度とする。</p> <p>ドライ製品及びセミドライ製品にあっては、一方を「基準値又は基準値の1/2の濃度」とし、他方を「定量限界濃度（又はその2倍）」とする。</p> <p>ウェット製品にあっては、一方を「基準値の1/3～1/5の濃度」とし、他方を「定量限界濃度（又はその2倍）」とする。ただし、定量限界濃度とは、表3と同様、当該試料について水分含有量10%に換算した濃度である。</p> <p>基準値と定量限界が等しい場合には、添加濃度は「定量限界濃度」の1種類の濃度とする。</p>

改正後

濃度」の1種類の濃度とする。

ii 〔略〕

表4 定量限界及び基準値の関係比と添加濃度

定量限界と基準値の関係	添加濃度
	(ドライ製品、 <u>セミドライ製品</u> 、 <u>成型ジャーキー</u> 、 <u>素材乾燥ジャーキー</u> (ハードタイプ及びソフトタイプ)、 <u>菓子類及び粉ミルク</u> に対して)
定量限界<基準値	「基準値又は基準値の1/2の濃度」及び「定量限界濃度(又はその2倍)」 (ウェット製品に対して) 「基準値の1/3~1/5の濃度」及び「定量限界濃度(又はその2倍)」
定量限界=基準値	定量限界

(3) 〔略〕

別表1

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。

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。

〔中略〕

シリカゲル 無定形の一部水加性のケイ酸で、不定形ガラス状顆粒である。乾燥剤用として水分吸着によって変色する変色料を含ませ

現行

ii 〔略〕

表4 定量限界及び基準値の関係比と添加濃度

定量限界と基準値の関係	添加濃度
	(ドライ製品及び <u>セミドライ製品</u> に対して)
定量限界<基準値	「基準値又は基準値の1/2の濃度」及び「定量限界濃度(又はその2倍)」 (ウェット製品に対して) 「基準値の1/3~1/5の濃度」及び「定量限界濃度(又はその2倍)」
定量限界=基準値	定量限界

(3) 〔略〕

別表1

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。

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。

〔中略〕

シリカゲル 無定形の一部水加性のケイ酸で、不定形ガラス状顆粒である。乾燥剤用として水分吸着によって変色する変色料を含ませ

改正後	現行
<p>たものもある。110℃で乾燥して元の色に戻す。</p> <p><u>水酸化カリウム 特級 KOH (CAS : 1310-58-3)</u></p> <p>水酸化ナトリウム 特級 NaOH (CAS : 1310-73-2)</p> <p>〔中略〕</p> <p>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。</p> <p><u>石油エーテル 特級 (CAS : 8032-32-4)</u></p> <p>ソルビン酸 C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub> (CAS : 110-44-1) 純度が明らかなもの</p> <p>〔中略〕</p> <p>チオ硫酸ナトリウム (無水) 特級 Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (CAS : 7772-98-7)</p> <p><u>チオ硫酸ナトリウム五水和物 特級 Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·5H<sub>2</sub>O (CAS : 10102-17-7)</u></p> <p><u>窒素ガス N<sub>2</sub> (CAS : 7727-37-9) 圧縮窒素</u></p> <p>ディルドリン C<sub>12</sub>H<sub>8</sub>Cl<sub>6</sub>O (CAS : 60-57-1) 純度が明らかなもの</p> <p>〔中略〕</p> <p>テルブホス C<sub>9</sub>H<sub>21</sub>O<sub>2</sub>PS<sub>3</sub> (CAS : 13071-79-9) 純度が明らかなもの</p> <p><u>デンプン (溶性) (C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub>)<sub>n</sub> (CAS : 9005-84-9)</u></p> <p>トリフルオロ酢酸 CF<sub>3</sub>COOH (CAS : 76-05-1)</p> <p>〔中略〕</p> <p>3-メチルホスフィニコプロピオン酸 C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>O<sub>4</sub>P (CAS : 15090-23-0) 純度が明らかなもの</p> <p><u>メチルレッド 特級 C<sub>15</sub>H<sub>15</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub> (CAS : 493-52-7)</u></p> <p><u>メチルレッド試液 100 mLとする。必要があれば、ろ過する。</u></p> <p>メトキシクロール C<sub>16</sub>H<sub>15</sub>Cl<sub>3</sub>O<sub>2</sub> (CAS : 72-43-5)</p> <p>〔略〕</p>	<p>たものもある。110℃で乾燥して元の色に戻す。</p> <p>〔新設〕</p> <p>水酸化ナトリウム 特級 NaOH (CAS : 1310-73-2)</p> <p>〔中略〕</p> <p>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。</p> <p>〔新設〕</p> <p>ソルビン酸 C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub> (CAS : 110-44-1) 純度が明らかなもの</p> <p>〔中略〕</p> <p>チオ硫酸ナトリウム (無水) 特級 Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (CAS : 7772-98-7)</p> <p>〔新設〕</p> <p>〔新設〕</p> <p>ディルドリン C<sub>12</sub>H<sub>8</sub>Cl<sub>6</sub>O (CAS : 60-57-1) 純度が明らかなもの</p> <p>〔中略〕</p> <p>テルブホス C<sub>9</sub>H<sub>21</sub>O<sub>2</sub>PS<sub>3</sub> (CAS : 13071-79-9) 純度が明らかなもの</p> <p>〔新設〕</p> <p>トリフルオロ酢酸 CF<sub>3</sub>COOH (CAS : 76-05-1)</p> <p>〔中略〕</p> <p>3-メチルホスフィニコプロピオン酸 C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>O<sub>4</sub>P (CAS : 15090-23-0) 純度が明らかなもの</p> <p>〔新設〕</p> <p>〔新設〕</p> <p>メトキシクロール C<sub>16</sub>H<sub>15</sub>Cl<sub>3</sub>O<sub>2</sub> (CAS : 72-43-5)</p> <p>〔略〕</p>

改正後

現行

別表2 〔略〕

別表3

分析法バリデーション結果

1~22 〔略〕

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 <sub>r</sub> (%)
2.5	成型ジャーキー(猫用)	5	98.6	1.6
	素材乾燥ジャーキー(ハードタイプ)(犬用)	5	98.7	0.8
	素材乾燥ジャーキー(ソフトタイプ)(犬用)	5	98.6	1.3
	菓子類(犬用)	5	97.9	0.8
	粉ミルク(犬用)	5	84.6	6.4
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
	ドライ(犬用)1	5	101	1.9
0.5	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
	成型ジャーキー(猫用)	5	99.1	1.4
0.2	素材乾燥ジャーキー(ハードタイプ)(犬用)	5	106	2.1
	素材乾燥ジャーキー(ソフトタイプ)(犬用)	5	99.5	1.1
	菓子類(犬用)	5	98.0	2.2
	粉ミルク(犬用)	5	93.8	1.4
	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

別表2 〔略〕

別表3

分析法バリデーション結果

1~22 〔略〕

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 <sub>r</sub> (%)
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
0.2	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
	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

改 正 後	現 行																																											
24 過酸化物価（第 10 章 1） ・繰返し精度 <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="text-align: center;">試料</th> <th style="text-align: center;">繰返し数</th> <th style="text-align: center;">測定値 (meq/kg)</th> <th style="text-align: center;">繰返し精度 RSD<sub>r</sub> (%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>犬用ドライ製品1</td> <td style="text-align: center;">5</td> <td style="text-align: center;">12.61</td> <td style="text-align: center;">4.0</td> </tr> <tr> <td>犬用ドライ製品2</td> <td style="text-align: center;">5</td> <td style="text-align: center;">19.79</td> <td style="text-align: center;">6.1</td> </tr> <tr> <td>猫用ドライ製品1</td> <td style="text-align: center;">5</td> <td style="text-align: center;">6.58</td> <td style="text-align: center;">5.4</td> </tr> <tr> <td>猫用ドライ製品2</td> <td style="text-align: center;">5</td> <td style="text-align: center;">15.53</td> <td style="text-align: center;">2.0</td> </tr> <tr> <td>セミドライ製品1</td> <td style="text-align: center;">5</td> <td style="text-align: center;">2.14</td> <td style="text-align: center;">10</td> </tr> <tr> <td>セミドライ製品2</td> <td style="text-align: center;">5</td> <td style="text-align: center;">3.26</td> <td style="text-align: center;">5.6</td> </tr> </tbody> </table> ・共同試験 <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="text-align: center;">試料の種類</th> <th style="text-align: center;">試験室数</th> <th style="text-align: center;">測定値 (meq/kg)</th> <th style="text-align: center;">繰返し精度 RSD<sub>r</sub> (%)</th> <th style="text-align: center;">室間再現精度 RSD<sub>R</sub> (%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>ドライ製品</td> <td style="text-align: center;">12</td> <td style="text-align: center;">34.0</td> <td style="text-align: center;">4.1</td> <td style="text-align: center;">12</td> </tr> <tr> <td>セミドライ製品</td> <td style="text-align: center;">10</td> <td style="text-align: center;">3.91</td> <td style="text-align: center;">3.0</td> <td style="text-align: center;">18</td> </tr> </tbody> </table>	試料	繰返し数	測定値 (meq/kg)	繰返し精度 RSD <sub>r</sub> (%)	犬用ドライ製品1	5	12.61	4.0	犬用ドライ製品2	5	19.79	6.1	猫用ドライ製品1	5	6.58	5.4	猫用ドライ製品2	5	15.53	2.0	セミドライ製品1	5	2.14	10	セミドライ製品2	5	3.26	5.6	試料の種類	試験室数	測定値 (meq/kg)	繰返し精度 RSD <sub>r</sub> (%)	室間再現精度 RSD <sub>R</sub> (%)	ドライ製品	12	34.0	4.1	12	セミドライ製品	10	3.91	3.0	18	[新設]
試料	繰返し数	測定値 (meq/kg)	繰返し精度 RSD <sub>r</sub> (%)																																									
犬用ドライ製品1	5	12.61	4.0																																									
犬用ドライ製品2	5	19.79	6.1																																									
猫用ドライ製品1	5	6.58	5.4																																									
猫用ドライ製品2	5	15.53	2.0																																									
セミドライ製品1	5	2.14	10																																									
セミドライ製品2	5	3.26	5.6																																									
試料の種類	試験室数	測定値 (meq/kg)	繰返し精度 RSD <sub>r</sub> (%)	室間再現精度 RSD <sub>R</sub> (%)																																								
ドライ製品	12	34.0	4.1	12																																								
セミドライ製品	10	3.91	3.0	18																																								
25 酸価（第 10 章 2） ・繰返し精度 <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="text-align: center;">試料</th> <th style="text-align: center;">繰返し数</th> <th style="text-align: center;">測定値</th> <th style="text-align: center;">繰返し精度 RSD<sub>r</sub> (%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>犬用ドライ製品1</td> <td style="text-align: center;">5</td> <td style="text-align: center;">7.43</td> <td style="text-align: center;">4.6</td> </tr> <tr> <td>犬用ドライ製品2</td> <td style="text-align: center;">5</td> <td style="text-align: center;">5.91</td> <td style="text-align: center;">3.9</td> </tr> <tr> <td>猫用ドライ製品1</td> <td style="text-align: center;">5</td> <td style="text-align: center;">7.35</td> <td style="text-align: center;">3.4</td> </tr> <tr> <td>猫用ドライ製品2</td> <td style="text-align: center;">5</td> <td style="text-align: center;">4.59</td> <td style="text-align: center;">1.4</td> </tr> <tr> <td>セミドライ製品1</td> <td style="text-align: center;">5</td> <td style="text-align: center;">8.80</td> <td style="text-align: center;">3.3</td> </tr> <tr> <td>セミドライ製品2</td> <td style="text-align: center;">5</td> <td style="text-align: center;">5.57</td> <td style="text-align: center;">1.8</td> </tr> </tbody> </table>	試料	繰返し数	測定値	繰返し精度 RSD <sub>r</sub> (%)	犬用ドライ製品1	5	7.43	4.6	犬用ドライ製品2	5	5.91	3.9	猫用ドライ製品1	5	7.35	3.4	猫用ドライ製品2	5	4.59	1.4	セミドライ製品1	5	8.80	3.3	セミドライ製品2	5	5.57	1.8	[新設]															
試料	繰返し数	測定値	繰返し精度 RSD <sub>r</sub> (%)																																									
犬用ドライ製品1	5	7.43	4.6																																									
犬用ドライ製品2	5	5.91	3.9																																									
猫用ドライ製品1	5	7.35	3.4																																									
猫用ドライ製品2	5	4.59	1.4																																									
セミドライ製品1	5	8.80	3.3																																									
セミドライ製品2	5	5.57	1.8																																									

改正後						現行	
・共同試験							
試料の種類	試験室数	測定値	繰返し精度 RSD <sub>f</sub> (%)	室間再現精度 RSD <sub>R</sub> (%)	HorRat <sup>注1</sup>		
ドライ製品	12	6.88	1.2	2.9	0.64		
セミドライ製品	12	6.61	2.4	6.7	1.4		
<p>注 1 HorRat は、酸価の測定値及び油脂試料の抽出率から愛玩動物用飼料中の遊離脂肪酸（オレイン酸相当）量を求め、修正 Horwitz 式を用いて予測室間再現精度（PRSD<sub>R</sub>）を算出した後、共同試験で得られた室間再現精度（RSD<sub>R</sub>）から求めた。</p>							