

改正後	現 行
目 次〔略〕	目 次〔略〕
第 1 章～第 2 章〔略〕	第 1 章～第 2 章〔略〕
第 3 章 水分及び生菌数	第 3 章 水分及び生菌数
1 水分	1 水分
1.1 常圧加熱乾燥法	
（適用範囲：ドライ製品及びセミドライ製品）	適用範囲：ドライ製品及びセミドライ製品
定 量	定 量
<p>分析試料 2~5 g を正確に量ってアルミニウム製ひょう量皿（あらかじめ乾燥して重さを正確に量っておいたもの）に入れ、135±2 °C で 2 時間乾燥し、デシケーター中で放冷後、重さを正確に量り、試料中の水分量を算出する。</p>	<p>分析試料 2~5 g を正確に量ってアルミニウム製ひょう量皿（あらかじめ乾燥して重さを正確に量っておいたもの）に入れ、135±2 °C で 2 時間乾燥し、デシケーター中で放冷後、重さを正確に量り、試料中の水分量を算出する。</p>
〔新設〕	
1.2 ケイソウ土添加フィルム法	
（適用範囲：ウェット製品）	
定 量	
<p><u>ケイソウ土<sup>注1</sup> 2~3 g をポリエチレンフィルム製袋<sup>注2</sup>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<sup>注3</sup>。</u></p>	
<p>分析試料約 10 g を正確に量って<sup>注3</sup>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</p>	

改正後	現 行
<p><u>んで試料とケイソウ土を混和させる<sup>注4</sup>。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。</u></p> <p><u>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<sup>注5</sup>。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<sup>注3</sup>、試料中の水分量を算出する。</u></p> <p><u>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</u></p> <p><u>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の低圧~中圧重合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。</u></p> <p><u>3 ひょう量の際には、精密天びんの風防内を除電器（マスコット除電器（理研精工製。アズワン販売1-8912-01）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。</u></p> <p><u>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。</u></p> <p><u>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。</u></p> <p><u>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。</u></p> <p><u>（参考）分析法バリデーション</u></p> <p><u>・繰返し精度 別表3の17のとおり。</u></p>	

改正後	現 行
<p>・中間精度 別表3の17のとおり。</p> <p>2 〔略〕</p> <p>第4章～第5章 〔略〕</p> <p>第6章 農 薬</p> <p>第1節 〔略〕</p> <p>第2節 多成分分析法</p> <p>1 〔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="padding-left: 40px;">A 試薬の調製</p> <p>〔略〕</p> <p style="padding-left: 40px;">B 定 量</p> <p>抽 出 〔略〕</p> <p>ゲル浸透クロマトグラフィー 〔中略〕</p> <p style="padding-left: 20px;">ゲル浸透クロマトグラフ条件 例</p> <p style="padding-left: 40px;">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 style="padding-left: 40px;">溶 離 液：シクロヘキサン - アセトン（7+3）</p> <p style="padding-left: 40px;">流 速：5 mL/min</p> <p style="padding-left: 40px;">分 取 画 分：50~90 mL<sup>注1</sup></p>	<p>2 〔略〕</p> <p>第4章～第5章 〔略〕</p> <p>第6章 農 薬</p> <p>第1節 〔略〕</p> <p>第2節 多成分分析法</p> <p>1 〔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="padding-left: 40px;">A 試薬の調製</p> <p>〔略〕</p> <p style="padding-left: 40px;">B 定 量</p> <p>抽 出 〔略〕</p> <p>ゲル浸透クロマトグラフィー 〔中略〕</p> <p style="padding-left: 20px;">ゲル浸透クロマトグラフ条件 例</p> <p style="padding-left: 40px;">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 style="padding-left: 40px;"><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 style="padding-left: 40px;">溶 離 液：シクロヘキサン - アセトン（7+3）</p> <p style="padding-left: 40px;">流 速：5 mL/min</p> <p style="padding-left: 40px;">分 取 画 分：50~90 mL</p>

改正後	現 行
<p>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) <sup>注2</sup>に入れ、初めの流出液 1 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 (A) 及びガスクロマトグラフィー (B) にそれぞれ供する試料溶液とする。</p> <p>ガスクロマトグラフィー (A) 〔略〕</p> <p>ガスクロマトグラフィー (B) 〔略〕</p> <p>計 算 得られたクロマトグラムから各ピーク高さ又は面積を求めて検量線を作成し、試料中の各農薬量を算出する。</p> <p><u>注 1 当該分取画分はガードカラムなしの条件である。ガードカラムを使用する場合は、分取画分を確認すること。</u></p> <p>注 2 AccuBOND<sup>II</sup> Florisil (リザーバー容量 3 mL、Agilent Technologies 製。現在、同社から供給されている同等品は、SampliQ Florisil PR に替わっており、これを使用する場合は溶出画分を確認すること。) と同等のもの</p> <p>〔以下略〕</p>	<p>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) <sup>注1</sup>に入れ、初めの流出液 1 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 (A) 及びガスクロマトグラフィー (B) にそれぞれ供する試料溶液とする。</p> <p>ガスクロマトグラフィー (A) 〔略〕</p> <p>ガスクロマトグラフィー (B <u>グループ</u>) 〔略〕</p> <p>計 算 得られたクロマトグラムから各ピーク高さ又は面積を求めて検量線を作成し、試料中の各農薬量を算出する。</p> <p>注 1 AccuBOND<sup>II</sup> Florisil (リザーバー容量 3 mL、Agilent Technologies 製。現在、同社から供給されている同等品は、SampliQ Florisil PR に替わっており、これを使用する場合は溶出画分を確認すること。) と同等のもの</p> <p>〔以下略〕</p>

改正後

現 行

別表 3

分析法バリデーション結果

1~16 〔略〕

〔新設〕

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 (%)
ウェット(犬用) 1	95.0	5	91.73	0.03
ウェット(犬用) 2	89.0	5	89.25	0.02
ウェット(犬用) 3	89.0	5	86.34	0.07
ウェット(犬用) 4	85.0	5	79.69	0.02
ウェット(犬用) 5	85.0	5	81.67	0.13
ウェット(犬用) 6	85.0	5	82.78	0.12
ウェット(犬用) 7	85.0	5	80.74	0.06
ウェット(犬用) 8	85.0	5	82.17	0.05
ウェット(犬用) 9	84.0	5	78.21	0.04
ウェット(犬用) 10	77.0	5	74.11	0.05
ウェット(猫用) 1	95.0	5	89.28	0.03
ウェット(猫用) 2	92.0	5	88.17	0.03
ウェット(猫用) 3	85.0	5	84.48	0.08
ウェット(猫用) 4	85.0	5	84.95	0.12
ウェット(猫用) 5	84.0	5	84.47	0.02
ウェット(猫用) 6	80.0	5	78.79	0.03
ウェット(猫用) 7	78.0	5	76.86	0.04
ウェット(猫用) 8	77.0	5	72.54	0.03
ウェット(猫用) 9	75.0	5	71.28	0.03
ウェット(猫用) 10	75.0	5	72.53	0.06

別表 3

分析法バリデーション結果

1~16 〔略〕

改正後							現 行	
<u>・ 中間精度</u>								
試料の種類	併行点 数	繰返し日	水分表示量 (%以下)	測定値 (%)	繰返し精度 RSD <sub>r</sub> (%)	中間精度 RSD <sub>I</sub> (%)		
ウェット(犬用)	3	5	89.5	86.14	0.0698	0.0702		
ウェット(猫用)	3	5	84.0	83.39	0.0854	0.0969		
<u>附則(平成23年7月1日付け23消技第947号)</u>								
<u>この検査法は平成23年7月1日から施行する。</u>								