

○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
<p>「<u>愛玩</u>動物用飼料等の検査法」の制定について</p> <p>「愛がん動物用飼料の安全性の確保に関する法律の施行について」（平成 21 年 5 月 29 日付け 21 消安第 2236 号・環自総発第 090529009 号農林水産省消費・安全局長・環境省自然環境局長連名通知）の記の第 4 の 3 の（4）の②の規定に基づき、愛がん動物用飼料の安全性の確保に関する法律（平成 20 年法律第 83 号）第 12 条第 1 項及び第 13 条第 1 項の規定に基づく愛玩動物用飼料又はその原材料の検査の方法を別添のとおり定める。</p> <p>なお、今後、科学的知見の集積等によって、本法の改訂があり得るものである。</p> <p style="text-align: center;"><b>愛玩動物用飼料等の検査法</b></p> <p style="text-align: center;">目 次</p> <p style="text-align: center;">第 1 章～第 4 章 〔略〕</p> <p style="text-align: center;">第 5 章 かび毒</p> <p>第 1 節 各条 1～5 〔略〕</p> <p>〔新設〕</p> <p><u>6 オクラトキシン A</u></p> <p>第 2 節 〔略〕</p> <p>第 3 節 〔略〕</p>	<p>「<u>愛がん</u>動物用飼料等の検査法」の制定について</p> <p>「愛がん動物用飼料の安全性の確保に関する法律の施行について」（平成 21 年 5 月 29 日付け 21 消安第 2236 号・環自総発第 090529009 号農林水産省消費・安全局長・環境省自然環境局長連名通知）の記の第 4 の 3 の（4）の②の規定に基づき、愛がん動物用飼料の安全性の確保に関する法律（平成 20 年法律第 83 号）第 12 条第 1 項及び第 13 条第 1 項の規定に基づく愛がん動物用飼料又はその原材料の検査の方法を別添のとおり定める。</p> <p>なお、今後、科学的知見の集積等によって、本法の改訂があり得るものである。</p> <p style="text-align: center;"><b>愛がん動物用飼料等の検査法</b></p> <p style="text-align: center;">目 次</p> <p style="text-align: center;">第 1 章～第 4 章 〔略〕</p> <p style="text-align: center;">第 5 章 かび毒</p> <p>第 1 節 各条 1～5 〔略〕</p> <p>第 2 節 〔略〕</p> <p>第 3 節 〔略〕</p>

改正後	現 行
<p style="text-align: center;">第 6 章 農 薬</p> <p>第 1 節 各条 1~38 〔略〕 〔新設〕 39 <u>グリホサート</u> 40 <u>グルホシネート (3-メチルホスフィニコプロピオン酸を含む)</u></p> <p>第 2 節 多成分分析法 1 <u>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 (その 1)</u> 2 〔略〕 3 〔略〕 〔新設〕 4 <u>含リンアミノ酸系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同時分析法</u> 5 <u>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 (その 2)</u></p> <p style="text-align: center;">第 7 章～第 8 章 〔略〕</p> <p style="text-align: center;">第 9 章 試験法の妥当性確認法</p> <p>1~3 〔略〕 4 添加を行う愛玩動物用飼料の種類及び添加濃度 〔以下略〕</p> <p style="text-align: center;">第 1 章～第 4 章 〔略〕</p> <p style="text-align: center;">第 5 章 かび毒</p>	<p style="text-align: center;">第 6 章 農 薬</p> <p>第 1 節 各条 1~38 〔略〕</p> <p>第 2 節 多成分分析法 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 2 〔略〕 3 〔略〕</p> <p style="text-align: center;">第 7 章～第 8 章 〔略〕</p> <p style="text-align: center;">第 9 章 試験法の妥当性確認法</p> <p>1~3 〔略〕 4 添加を行う愛がん動物用飼料の種類及び添加濃度 〔以下略〕</p> <p style="text-align: center;">第 1 章～第 4 章 〔略〕</p> <p style="text-align: center;">第 5 章 かび毒</p>

改正後	現 行
<p>第1節 各条 1~4 〔略〕</p> <p>5 デオキシニバレノール</p> <p>5.1 液体クロマトグラフ質量分析計による単成分分析法 (適用範囲：<u>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 〔略〕</p> <p style="text-align: center;">B 定 量</p> <p>抽 出</p> <p>1) <u>ドライ製品及びセミドライ製品</u> 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) 100 mL を加え、60 °C で 60 分間静置した後、<u>60 分間振り混ぜて抽出する。抽出液を 50 mL の共栓遠心沈殿管に入れ、1,000×g で 5 分間遠心分離し、上澄み液の一定量をアセトニトリル-水 (21+4) で正確に 2 倍希釈し、カラム処理に供する試料溶液とする。</u></p> <p>2) <u>ウェット製品</u> 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。 〔以下略〕</p> <p>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) <sup>注1</sup> に入れ、初めの流出液 3 mL を捨て、その後の流出液 <u>3 mL (ウェット製品では 5 mL)</u> を 10 mL の試験管に受ける。流出液 <u>2 mL (ウェット製品では 4 mL)</u> 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。</p>	<p>第1節 各条 1~4 〔略〕</p> <p>5 デオキシニバレノール</p> <p>5.1 液体クロマトグラフ質量分析計による単成分分析法 (適用範囲：<u>ウェット製品</u>)</p> <p style="text-align: center;">A 試薬の調製 〔略〕</p> <p style="text-align: center;">B 定 量</p> <p>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。</p> <p>〔以下略〕</p> <p>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) <sup>注1</sup> に入れ、初めの流出液 3 mL を捨て、その後の流出液 <u>5 mL</u> を 10 mL の試験管に受ける。流出液 <u>4 mL</u> 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。</p>

改正後	現 行
<p>〔以下略〕</p> <p>液体クロマトグラフ質量分析計による測定 〔略〕 測定条件 例 〔略〕 計 算 〔略〕 注 1~3 〔略〕 (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12のとおり</li> <li>・共同試験 別表3の12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：試料中 0.1 mg/kg (平均回収率及び SN 比)、ウェット製品：試料(原物)中 0.02 mg/kg (繰返し精度及び SN 比)</u></li> <li>・検出限界 <u>ドライ製品及びセミドライ製品：試料中 0.03 mg/kg (SN 比)、ウェット製品：試料(原物)中 0.01 mg/kg (繰返し精度及び SN 比)</u></li> </ul> <p>〔新設〕</p> <p><u>6 オクラトキシン A</u></p> <p><u>6.1 液体クロマトグラフによる単成分分析法</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)</p> <p><u>A 試薬の調製</u></p> <p>1) <u>オクラトキシン A 標準液 オクラトキシン A</u> <u>[C<sub>20</sub>H<sub>18</sub>NO<sub>6</sub>Cl] 5 mg を正確に量って 25 mL の褐色全量フラスコに入れ、トルエン-酢酸 (99+1) を加えて溶かし、更に標線まで同溶媒を加えてオクラトキシン A 標準原液を調製する (この液 1 mL はオクラトキシン A 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乾固し、アセトニト</u></p>	<p>〔以下略〕</p> <p>液体クロマトグラフ質量分析計による測定 〔略〕 測定条件 例 〔略〕 計 算 〔略〕 注 1~3 〔略〕 (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12のとおり</li> <li>・共同試験 別表3の12のとおり</li> <li>・定量限界(下限) 試料(原物)中 0.02 mg/kg (繰返し精度及び SN 比)</li> <li>・検出限界 試料(原物)中 0.01 mg/kg (繰返し精度及び SN 比)</li> </ul>

改正後	現 行
<p><u>リルー水 (1+1) を正確に加えて溶かす。更にこの液の一定量を同溶媒で正確に希釈し、1 mL 中にオクラトキシン A として 0.25~50 ng を含有する数点のオクラトキシン A 標準液を調製する。</u></p> <p>2) <u>リン酸緩衝生理食塩液<sup>注1</sup> (以下「PBS」という。)</u>  <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。</u></p> <p style="text-align: center;"><b>B 定 量</b></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、アセトニトリルー水 (3+2) 100 mL を加えた後 5 分間静置し、更に 30 分間振り混ぜて抽出する。250 mL の全量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2</sup> で吸引ろ過した後、先の三角フラスコ及び残さを順次 PBS 30 mL で洗浄し、同様に吸引ろ過する。全量フラスコの標線まで PBS を加えた後、メンブランフィルター (孔径 0.45 μm 以下) でろ過し、ろ液を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 イムノアフィニティーカラム<sup>注3</sup> 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 3 mL を加え、同様に流出させる。更に PBS 3 mL を加え、1~2 mL を流出させた後、カラムにリザーバーを連結する。試料溶液 10 mL を正確にカラムに加え、液面が充てん剤の上端に達するまで流出させる<sup>注4</sup>。PBS 3 mL ずつを 3 回加え、順次同様に流出させる。更に 10 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液 3 mL ずつを 3 回加え、順次同様に流出させた後、圧注<sup>注5</sup> して全量を流出させる。4 mL のバイアル<sup>注6</sup> を</u></p>	

改正後	現 行
<p><u>カラムの下に置き、メタノール-酢酸 (49+1) 1 mL をカラムに加えてオクラトキシン A を溶出させる。5 分間静置した後、更にメタノール-酢酸 (49+1) 1 mL ずつで 2 回加え、同様に溶出させた後、圧注<sup>注 5</sup>して全量を溶出させる。溶出液を 45 °C 以下で加温しながら、窒素ガスを送り濃縮及び乾固する<sup>注 7</sup>。アセトニトリル-水 (1+1) 2 mL を正確に加えて残留物を溶かし、液体クロマトグラフィーに供する試料溶液とする。</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 50 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 335 nm、 蛍光波長 480 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）<sup>注 8</sup></u></p> <p><u>溶 離 液：アセトニトリル-水-1 v/v%リン 酸 (230+230+1)</u></p> <p><u>流 速：1.0 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面積を求め て検量線を作成し、試料中のオクラトキシン A 量を算出 する。</u></p> <p><u>注 1 同等の市販品を用い調製してもよい。</u></p> <p><u>2 GFP-60（Whatman 製）又はこれと同等のもの</u></p> <p><u>3 OCHRAKING（堀場製作所製）又はこれと同等の もの</u></p> <p><u>4 流速は 1 滴/秒程度とする。必要に応じてストッ</u></p>	

改正後	現 行
<p><u>プラグを使用する。</u></p> <p><u>5 カラムに注射筒を連結した後、シリンジで加圧する等により、充てん剤中の液体を十分に除去すること。</u></p> <p><u>6 濃縮及び乾固操作に合わせて 10 mL の試験管又は 50 mL のナスフラスコ等を使用してもよい。</u></p> <p><u>7 濃縮及び乾固操作は 45 °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ことにより実施してもよい。</u></p> <p><u>8 L-column2 ODS（化学物質評価研究機構製）、Shodex C18M4E（昭和電工製）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"> <li><u>・ 添加回収率及び繰返し精度 別表 3 の 18 のとおり</u></li> <li><u>・ 共同試験 別表 3 の 18 のとおり</u></li> <li><u>・ 定量限界（下限） ドライ製品及びセミドライ製品：試料中 2 µg/kg、ウェット製品：試料（原物）中 1 µg/kg（繰返し精度及び SN 比）</u></li> <li><u>・ 検出限界 ドライ製品及びセミドライ製品：試料中 1 µg/kg、ウェット製品：試料（原物）中 0.5 µg/kg（繰返し精度及び SN 比）</u></li> </ul> <p>第 2 節 [略]</p> <p>第 3 節 [略]</p> <p style="text-align: center;">第 6 章 農 薬</p>	<p>第 2 節 [略]</p> <p>第 3 節 [略]</p> <p style="text-align: center;">第 6 章 農 薬</p>

改正後	現 行
<p>第1節 各 条</p> <p>1 BHC (<math>\alpha</math>-BHC、<math>\beta</math>-BHC、<math>\gamma</math>-BHC 及び <math>\delta</math>-BHC)</p> <p>1.1 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 <u>(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>〔新設〕</p> <p>1.2 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 <u>(その2)</u> (適用範囲：ウェット製品) 第2節5による。</p> <p>2 DDD (<math>o,p'</math>-DDD 及び <math>p,p'</math>-DDD)</p> <p>2.1 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 <u>(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>〔新設〕</p> <p>2.2 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 <u>(その2)</u> (適用範囲：ウェット製品) 第2節5による。</p> <p>3 DDE (<math>o,p'</math>-DDE 及び <math>p,p'</math>-DDE)</p> <p>3.1 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 <u>(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>第1節 各 条</p> <p>1 BHC (<math>\alpha</math>-BHC、<math>\beta</math>-BHC、<math>\gamma</math>-BHC 及び <math>\delta</math>-BHC)</p> <p>1.1 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</p> <p>第2節1による。</p> <p>2 DDD (<math>o,p'</math>-DDD 及び <math>p,p'</math>-DDD)</p> <p>2.1 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</p> <p>第2節1による。</p> <p>3 DDE (<math>o,p'</math>-DDE 及び <math>p,p'</math>-DDE)</p> <p>3.1 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</p> <p>第2節1による。</p>



改正後	現 行
<p>〔新設〕</p> <p>3.2 <u>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（その2）</u>  <u>（適用範囲：ウェット製品）</u>  <u>第2節5による。</u></p> <p>4 DDT（<i>o,p'</i>-DDT 及び <i>p,p'</i>-DDT）</p> <p>4.1 <u>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（その1）</u>  <u>（適用範囲：ドライ製品及びセミドライ製品）</u>  第2節1による。</p> <p>〔新設〕</p> <p>4.2 <u>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（その2）</u>  <u>（適用範囲：ウェット製品）</u>  <u>第2節5による。</u></p> <p>5 〔略〕</p> <p>6 アルドリン（アルドリン及びディルドリン）</p> <p>6.1 <u>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（その1）</u>  <u>（適用範囲：ドライ製品及びセミドライ製品）</u>  第2節1による。</p> <p>〔新設〕</p> <p>6.2 <u>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（その2）</u>  <u>（適用範囲：ウェット製品）</u></p>	<p>4 DDT（<i>o,p'</i>-DDT 及び <i>p,p'</i>-DDT）</p> <p>4.1 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    第2節1による。</p> <p>5 〔略〕</p> <p>6 アルドリン（アルドリン及びディルドリン）</p> <p>6.1 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    第2節1による。</p>

改正後	現 行
<p><u>第2節5</u>による。</p> <p>7~11 〔略〕</p> <p>12 エンドリン  12.1 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  <u>(その1)</u>  <u>(適用範囲：ドライ製品及びセミドライ製品)</u>  第2節1による。</p> <p>〔新設〕  <u>12.2 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</u>  <u>(その2)</u>  <u>(適用範囲：ウェット製品)</u>  <u>第2節5</u>による。</p> <p>13~17 〔略〕</p> <p>18 デイルドリン  18.1 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  <u>(その1)</u>  <u>(適用範囲：ドライ製品及びセミドライ製品)</u>  第2節1による。</p> <p>〔新設〕  <u>18.2 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</u>  <u>(その2)</u>  <u>(適用範囲：ウェット製品)</u>  <u>第2節5</u>による。</p> <p>19~28 〔略〕</p>	<p>7~11 〔略〕</p> <p>12 エンドリン  12.1 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    第2節1による。</p> <p>13~17 〔略〕</p> <p>18 デイルドリン  18.1 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    第2節1による。</p> <p>19~28 〔略〕</p>

改正後	現 行
<p>29 ヘプタクロル（ヘプタクロル及びヘプタクロルエポキシド）  29.1 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  <u>（その1）</u>  <u>（適用範囲：ドライ製品及びセミドライ製品）</u>  第2節1による。</p> <p>〔新設〕</p> <p>29.2 <u>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</u>  <u>（その2）</u>  <u>（適用範囲：ウェット製品）</u>  第2節5による。</p> <p>30 <u>ヘプタクロルエポキシド（ヘプタクロルエポキシド及び <i>trans</i>-</u>  <u>ヘプタクロルエポキシド）</u>  30.1 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  <u>（その1）</u>  <u>（適用範囲：ドライ製品及びセミドライ製品）</u>  第2節1による。</p> <p>〔新設〕</p> <p>30.2 <u>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</u>  <u>（その2）</u>  <u>（適用範囲：ウェット製品）</u>  第2節5による。</p> <p>31~38 〔略〕</p> <p>〔新設〕</p> <p>39 <u>グリホサート</u>  39.1 <u>含リンアミノ酸系農薬の液体クロマトグラフタンデム型質</u></p>	<p>29 ヘプタクロル（ヘプタクロル及びヘプタクロルエポキシド）  29.1 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</p> <p>第2節1による。</p> <p>30 ヘプタクロルエポキシド</p> <p>30.1 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</p> <p>第2節1による。</p> <p>31~38 〔略〕</p>

改正後	現 行
<p><u>量分析計による同時分析法</u> <u>第2節4による。</u></p> <p>40 <u>グルホシネート（3-メチルホスフィニコプロピオン酸を含む）</u> 40.1 <u>含リンアミノ酸系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同時分析法</u> <u>第2節4による。</u></p> <p>第2節 多成分分析法</p> <p>1 <u>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（その1）</u></p> <p>2 [略]</p> <p>3 [略]</p> <p>〔新設〕</p> <p>4 <u>含リンアミノ酸系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同時分析法</u></p> <p>(1) <u>分析対象化合物</u> <u>グリホサート、グルホシネート及び3-メチルホスフィニコプロピオン酸（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;"><b>A 試薬の調製</b></p> <p>1) <u>農薬混合標準原液</u> <u>グリホサート〔C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>NO<sub>5</sub>P〕、グルホシネート〔C<sub>5</sub>H<sub>15</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>P〕及び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〕各0.1gを正確に量ってそれぞれ100mLの全量フラスコに入れ、水を加えて溶かし、更に各全量フラスコの標線まで水を加える（これらの液各1mLは、グリホサート、グルホシネート及び3-メチルホスフィニコプロピオン</u></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</p> <p>2 [略]</p> <p>3 [略]</p>

改正後	現 行
<p>酸としてそれぞれ 1 mg を含有する。)。更にこれらの液の一定量を混合し、水で正確に希釈し、1 mL 中にグリホサート、グルホシネート及び 3-メチルホスフィニコプロピオン酸としてそれぞれ 100 µg を含有する農薬混合標準原液を調製する。</p> <p>2) 内標準液 安定同位体標識グリホサート<sup>注1</sup> 2 mg を正確に量って 20 mL の全量フラスコに入れ、水を加えて溶かし、更に各全量フラスコの標線まで水を加える（この液 1 mL は、安定同位体標識グリホサートとして 0.1 mg を含有する。)。更にこの液の一定量を水で正確に希釈し、1 mL 中に安定同位体標識グリホサートとして 10 µg を含有する内標準液を調製する。</p> <p>3) 0.01 v/v%ギ酸溶液 ギ酸 1 mL に水を加えて 1 L とし、更にこの液 100 mL に水を加えて 1 L とする。</p> <p style="text-align: center;"><b>B 定 量</b></p> <p>抽 出</p> <p>i) ドライ製品及びセミドライ製品 分析試料 10.0 g を量って 300 mL の共栓三角フラスコに入れ、内標準液 0.50 mL を正確に加える。更に水 200 mL を加え、60 °C で 2 時間静置後、30 分間振り混ぜて抽出する。</p> <p style="padding-left: 2em;">抽出液の一定量を 1,600×g で 10 分間遠心分離し、上澄み液の一定量を水で正確に 2.5 倍に希釈し、カラム処理 I に供する試料溶液とする。</p> <p>ii) ウェット製品 分析試料 10.0 g を量って 100 mL の遠心沈殿管に入れ、内標準液 0.25 mL を正確に加える。更に水 50 mL を加え、30 分間振り混ぜて抽出した後、1,600×g で 10 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。</p> <p style="padding-left: 2em;">遠心沈殿管内の残さに水 40 mL を加え、更に 30 分間振</p>	

改正後	現 行
<p>り混ぜて抽出した後、1,600×g で 10 分間遠心分離し、上澄み液を先の全量フラスコに加える。更にこの操作を 1 回繰り返す。</p> <p>全量フラスコの標線まで水を加え、この液の一定量を 5,000×g で 5 分間遠心分離した後、上澄み液を水で正確に 2.5 倍に希釈し、カラム処理 I に供する試料溶液とする。</p> <p>カラム処理 I <sup>注2</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 (500 mg) <sup>注3</sup> の下にスルホン酸修飾ジビニルベンゼン-N-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム (225 mg) <sup>注4</sup> を連結し、メタノール 6 mL 及び水 12 mL で順次洗浄する。</p> <p>50 mL のなす形フラスコをミニカラムの下に置き、ドライ製品及びセミドライ製品では試料溶液 1 mL を、ウェット製品では試料溶液 2 mL をミニカラムに正確に入れ、液面が充てん剤の上端に達するまで流出させる。更に水 18 mL をミニカラムに加え、同様に流出させる。</p> <p>流出液を少量の水で 200 mL のなす形フラスコに移し、誘導体化に供する試料溶液とする。</p> <p>誘導体化 試料溶液を 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。酢酸 1 mL 及びオルト酢酸トリメチル 4 mL を加えて残留物を溶かし<sup>注5</sup>、この容器を密栓して 100 °C で 2 時間加熱<sup>注6</sup>した後放冷し、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。</p> <p>酢酸エチル 4 mL を正確に加えて残留物を溶かし<sup>注5</sup>、カラム処理 II に供する試料溶液とする。</p> <p>カラム処理 II <sup>注7</sup> アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (360 mg) <sup>注8</sup> の下にシリカゲルミニカラム (690 mg) を</p>	

改正後	現 行
<p><u>連結し、酢酸エチル 10 mL で洗浄する。</u></p> <p><u>試料溶液 2 mL をミニカラムに正確に入れ、液面が充てん剤の上端に達するまで流出させる。更に酢酸エチル 18 mL をミニカラムに加え、同様に流出させる。</u></p> <p><u>50 mL のなす形フラスコをミニカラムの下に置き、アセトン 10 mL をミニカラムに加え、液面が充てん剤の上端に達するまで流下してグリホサート誘導体及び 3-メチルホスフィニコプロピオン酸誘導体を溶出させる。</u></p> <p><u>次に、アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラムをはずし、アセトン-水 (19+1) 10 mL をシリカゲルミニカラムに加えて 3-メチルホスフィニコプロピオン酸誘導体及びグルホシネート誘導体を溶出させる。</u></p> <p><u>溶出液を 50 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。0.01 v/v%ギ酸溶液 2 mL を正確に加えて残留物を溶かし<sup>注5</sup>、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>標準液の誘導体化 農薬混合標準原液 1 mL 及び内標準液 1 mL を 200 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濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。</u></p> <p><u>酢酸 1 mL 及びオルト酢酸トリメチル 4 mL を加えて残留物を溶かし<sup>注5</sup>、なす形フラスコを密栓して 100 °C で 2 時間加熱<sup>注6</sup>した後放冷する。この液を 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> <p><u>0.01 v/v%ギ酸溶液 10 mL を正確に加えて残留物を溶かし<sup>注5</sup>、更に同溶媒で正確に希釈し、1 mL 中にグリホサート、グルホシネート及び 3-メチルホスフィニコプロピオン酸として</u></p>	

改正後	現 行
<p><u>それぞれ 1 ~ 100 ng 相当量並びに安定同位体標識グリホサートとして 0.1 ~ 10 ng 相当量を含む数点の検量線作成用標準液を調製する。</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 5 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>  <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カラム (内径 2.1 mm、長さ 150 mm、粒径 5 µm) 注<sup>9</sup></u></p> <p><u>溶 離 液 : 0.01 v/v%ギ酸溶液-アセトニトリル (93+7) (12 min 保持) → 3 min → (5+95) (10 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<sup>10</sup>)</u></p> <p><u>イ オ ン 化 法 : エレクトロスプレーイオン化法 (正イオンモード)</u></p> <p><u>イ オ ン 源 温 度 : 120 °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 : 3 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> <p><u>表 各物質のモニターイオン条件</u></p>	



改正後						現 行
物質名	ブリーカーサー 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)	
グリホサート誘導体	254	102	152	22	17	
グリホサート- <sup>13</sup> C <sub>2</sub> , <sup>15</sup> N誘導体	257	105	154	22	17	
グルホシネート誘導体	252	210	150	26	14	
3-メチルホスフィニコプロピオン酸誘導体	181	149	93	21	14	
<p>計 算 得られた選択反応検出クロマトグラムからグリホサート誘導体及び安定同位体標識グリホサート誘導体のピーク面積又は高さを求めてそれぞれ検量線を作成し、グリホサート及び安定同位体標識グリホサートのそれぞれの量を求めた後、次式により試料中のグリホサート量を算出する。</p> <p>試料中のグリホサート量 (mg/kg) = <math>A \times 2.5^{\text{注}11} / B</math></p> <p><math>A</math> : 検量線から求めた試料中のグリホサートの濃度 (mg/kg)</p> <p><math>B</math> : 検量線から求めた試料溶液中の安定同位体標識グリホサートの濃度 (ng/mL)</p> <p>同様に、グルホシネート誘導体及び 3-メチルホスフィニコプロピオン酸誘導体のピーク面積又は高さを求めてそれぞれ検量線を作成し、グルホシネート及び 3-メチルホスフィニコプロピオン酸のそれぞれの量を求めた後、次式により試料中のグルホシネート量を算出する。</p> <p>試料中のグルホシネート量 (mg/kg) = <math>C + D \times 1.3</math></p> <p><math>C</math> : 検量線から求めた試料中のグルホシネートの濃度 (mg/kg)</p> <p><math>D</math> : 検量線から求めた試料中の 3-メチルホスフィニコプロピオン酸の濃度 (mg/kg)</p> <p>注 1 グリホサート-<sup>13</sup>C<sub>2</sub>,<sup>15</sup>N 標準品 (Medical Isotopes 製) 等</p>						

改正後	現 行
<p><u>がある。</u></p> <p><u>2 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。</u></p> <p><u>3 Oasis HLB (Waters 製、リザーバー容量 6 mL) 又はこれと同等のもの</u></p> <p><u>4 Oasis Plus MCX (Waters 製) 又はこれと同等のもの</u></p> <p><u>5 必要に応じて超音波処理し、十分に拡散させる。</u></p> <p><u>6 乾燥器等に入れる。乾燥器を用いる場合は、十分にファンを回す。</u></p> <p><u>7 流速は 2~3 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>8 Sep-Pak Plus NH<sub>2</sub> (Waters 製) 又はこれと同等のものに 10 mL のリザーバーを連結したもの</u></p> <p><u>9 ZORBAX Eclipse XDB-C18 (Agilent Technologies 製、本測定条件によるグルホシネート誘導体、3-メチルホスフィニコプロピオン酸誘導体及びグリホサート誘導体の保持時間はそれぞれ約 4 分、約 6 分、約 7 分) 又はこれと同等のもの</u></p> <p><u>10 ACQUITY TQD (Waters 製) による条件例</u></p> <p><u>11 安定同位体標識グリホサートの添加量、試料溶液の希釈倍率等を変更した場合は、係数 2.5 (ng/mL) を適宜修正すること。</u></p> <p><u>(参考) 分析法バリデーション</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li><u>・添加回収率及び繰返し精度 別表 3 の 19 のとおり</u></li> <li><u>・共同試験 別表 3 の 19 のとおり</u></li> <li><u>・定量限界 (下限) ドライ製品及びセミドライ製品：試料中 各 1 mg/kg、ウェット製品：試料 (原物) 中 各 0.5 mg/kg (平均回収率及び繰返し精度並びに SN 比)</u></li> </ul>	

改正後	現 行
<p>・検出限界 <u>ドライ製品及びセミドライ製品：試料中 各 0.4 mg/kg、ウェット製品：試料（原物）中 各 0.2 mg/kg（繰返し精度及び SN 比）</u></p> <p>〔新設〕</p> <p>5 <u>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（その 2）</u></p> <p>(1) <u>分析対象化合物 <math>\alpha</math>-BHC、<math>\beta</math>-BHC、<math>\gamma</math>-BHC、<math>\delta</math>-BHC、<math>o,p'</math>-DDD、<math>p,p'</math>-DDD、<math>o,p'</math>-DDE、<math>p,p'</math>-DDE、<math>o,p'</math>-DDT、<math>p,p'</math>-DDT、アルドリン、エンドリン、ディルドリン、ヘプタクロル、ヘプタクロルエポキシド及び <i>trans</i>-ヘプタクロルエポキシド（16 成分）</u></p> <p>(2) <u>適用範囲 ウェット製品</u></p> <p>(3) <u>分析法</u></p> <p style="text-align: center;"><b>A 試薬の調製</b></p> <p><u>農薬混合標準液 <math>\alpha</math>-BHC [C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>Cl<sub>6</sub>]、<math>\beta</math>-BHC [C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>Cl<sub>6</sub>]、<math>\gamma</math>-BHC [ C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>Cl<sub>6</sub> ]、<math>\delta</math>-BHC [ C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>Cl<sub>6</sub> ]、<math>o,p'</math>-DDD [ C<sub>14</sub>H<sub>10</sub>Cl<sub>4</sub> ]、<math>p,p'</math>-DDD [ C<sub>14</sub>H<sub>10</sub>Cl<sub>4</sub> ]、<math>o,p'</math>-DDE [C<sub>14</sub>H<sub>8</sub>Cl<sub>4</sub>]、<math>p,p'</math>-DDE [C<sub>14</sub>H<sub>8</sub>Cl<sub>4</sub>]、<math>o,p'</math>-DDT [C<sub>14</sub>H<sub>9</sub>Cl<sub>5</sub>]、<math>p,p'</math>-DDT [C<sub>14</sub>H<sub>9</sub>Cl<sub>5</sub>]、アルドリン [C<sub>12</sub>H<sub>8</sub>Cl<sub>6</sub>]、エンドリン [C<sub>12</sub>H<sub>8</sub>Cl<sub>6</sub>O]、ディルドリン [C<sub>12</sub>H<sub>8</sub>Cl<sub>6</sub>O]、ヘプタクロル [C<sub>10</sub>H<sub>5</sub>Cl<sub>7</sub>]、ヘプタクロルエポキシド [C<sub>10</sub>H<sub>5</sub>Cl<sub>7</sub>O]、<i>trans</i>-ヘプタクロルエポキシド [C<sub>10</sub>H<sub>5</sub>Cl<sub>7</sub>O] 各 10 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 10 mL を加えて溶かす。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。）。</u></p>	

改正後	現 行
<p>使用に際して、各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 0.005~0.5 µg を含有する数点の農薬混合標準液を調製する。</p> <p style="text-align: center;"><b>B 定 量</b></p> <p><b>抽 出</b> 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 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 50 mL 以下になるまで減圧濃縮した後、精製に供する試料溶液とする。</p> <p><b>精 製</b> 試料溶液を 200 mL の分液漏斗に移し、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 4 mL で洗浄し、洗液を分液漏斗に合わせる。ヘキサン-酢酸エチル（1+1）100 mL を分析漏斗に加えて 3 秒間振り混ぜた後、液層が 3 層に分離するまで 15 分間静置する。水層（最下層）を捨て、残った 2 層を 300 mL のなす形フラスコに移し、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。飽和食塩水 20 mL を加えて残留物を溶かし、カラム処理 I に供する試料溶液とする。</p> <p><b>カラム処理 I</b> 試料溶液を多孔性ケイソウ土カラム（20 mL 保持用）に入れ、5 分間静置する。300 mL のなす形フラスコをカラムの下に置き、試料溶液の入っていたなす形フラスコをヘキサン 20 mL ずつで 3 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自然流下させて各農薬を溶出させる。更に同溶媒 40 mL をカラムに加えて同様に溶出させる。溶出液を 40 °C 以下の水浴でほとんど乾固する</p>	

改正後	現 行
<p>まで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。シクロヘキサナーアセトン (4+1) 10 mL を正確に加えて残留物を溶かし、この液を 10 mL の遠心沈殿管に入れ、1,000×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>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。酢酸エチル 4 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>ゲル浸透クロマトグラフィー 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>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)</p> <p>溶離液：シクロヘキサナーアセトン (4+1)</p> <p>流速：5 mL/min</p> <p>分取画分：70~105 mL</p> <p>カラム処理 II 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) 注<sup>1</sup> を酢酸エチル 10 mL で洗浄する。50 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、試料溶液の入っていたなす形フラスコを酢酸エチル 2 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</p>	

改正後	現 行
<p><u>達するまで自然流下させて各農薬を流出させる。更に酢酸エチル 4 mL をミニカラムに加え同様に流出させる。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。ヘキサン 2 mL を加えて残留物を溶かし、カラム処理 III に供する試料溶液とする。</u></p> <p><u>カラム処理 III 合成ケイ酸マグネシウムミニカラム (5 g) 注<sup>2</sup> をジエチルエーテル 20 mL 及びヘキサン 20 mL で順次洗浄する。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、試料溶液の入っていたなす形フラスコをヘキサン 2 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自然流下させて各農薬を流出させる。更にヘキサノージエチルエーテル (9+1) 40 mL をミニカラムに加えて同様に流出させる。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。2,2,4-トリメチルペンタノーアセトン (4+1) 1 mL を正確に加えて残留物を溶かし、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：電子捕獲検出器</u></p> <p><u>カ ラ ム：溶融石英製キャピラリーカラム</u>  <u>(14%シアノプロピルフェニルー</u>  <u>86%ジメチルポリシロキサンコーテ</u>  <u>ィング、内径 0.25 mm、長さ 30 m、</u>  <u>膜厚 0.25 µm)</u></p> <p><u>キャリヤーガス：He (1.0 mL/min)</u></p>	

改正後	現 行
<p><u>メイクアップガス：N<sub>2</sub> (60 mL/min)</u></p> <p><u>試料導入法：パルスドスプリットレス (30 psi、60 s)</u></p> <p><u>試料導入部温度：250 °C</u></p> <p><u>カラム槽温度：初期温度 60 °C (1 min 保持) →昇温 20 °C/min→195 °C→昇温 2 °C/min→240 °C→昇温 20 °C/min→280 °C (7 min 保持)</u></p> <p><u>検出器温度：280 °C</u></p> <p><u>計算 得られたクロマトグラムから各ピーク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。</u></p> <p><u>注 1 ENVI-Carb/LC-NH<sub>2</sub> (リザーバー容量 5 mL、Supelco 製) 又はこれと同等のもの</u></p> <p><u>2 Sep-pak Vac Florisil Cartridge (リザーバー容量 20 mL、Waters 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"> <li><u>・添加回収率及び繰返し精度 別表 3 の 20 のとおり</u></li> <li><u>・共同試験 別表 3 の 20 のとおり</u></li> <li><u>・定量限界 (下限) 試料 (原物) 中 各 1 µg/kg (平均回収率及び相対標準偏差並びに SN 比)</u></li> <li><u>・検出限界 試料 (原物) 中 各 0.3 µg/kg (SN 比)</u></li> </ul> <p>第 7 章～第 8 章 [略]</p> <p>第 9 章 試験法の妥当性確認法</p> <p>1 [略]</p> <p>2 [略]</p>	<p>第 7 章～第 8 章 [略]</p> <p>第 9 章 試験法の妥当性確認法</p> <p>1 [略]</p> <p>2 [略]</p>

改正後	現 行
<p>3 確認の方法</p> <p>本章 4 に規定する愛玩動物用飼料の種類及び濃度ごとに、妥当性を確認する試験法の分析対象である農薬等を添加し、測定結果から以下のパラメータを求め、それぞれの目標値等に適合していることを確認する。</p> <p>(1) 〔略〕</p> <p>(2) 真度</p> <p>以下のいずれかにより真度を確認する。</p> <p>i 愛玩動物用飼料に似たマトリックスを持つ認証標準物質が利用できる成分及び認証標準物質は利用できないが標準物質が利用できる成分においては、その認証標準物質又は標準物質を試験法に従って繰り返し定量し、測定値の平均値と認証値（特性値）との差の絶対値が、測定の結果と認証値（特性値）との差の合成不確かさの2倍を超えないこと。</p> <p>〔以下略〕</p> <p>(3) 精度</p> <p>〔中略〕</p> <p>式1 併行精度、中間精度及び室間再現精度の目標値</p> <p>併行精度 <math>(RSD_r\%) \leq PRSD_R</math></p> <p>中間精度 <math>(RSD_I\%) \leq \frac{5}{4} PRSD_R</math></p> <p>室間再現精度 <math>(RSD_R\%) \leq 2PRSD_R</math></p> $\left( C : \text{分析対象物質の質量分率} \right) PRSD_R(\%) = \begin{cases} C^{-0.5} & C > 0.138 \\ 2C^{-0.1505} & 1.2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0.138 \\ 22 & C < 1.2 \times 10^{-7} \end{cases}$	<p>3 確認の方法</p> <p>本章 4 に規定する愛がん動物用飼料の種類及び濃度ごとに、妥当性を確認する試験法の分析対象である農薬等を添加し、測定結果から以下のパラメータを求め、それぞれの目標値等に適合していることを確認する。</p> <p>(1) 〔略〕</p> <p>(2) 真度</p> <p>以下のいずれかにより真度を確認する。</p> <p>i 愛がん動物用飼料に似たマトリックスを持つ認証標準物質が利用できる成分及び認証標準物質は利用できないが標準物質が利用できる成分においては、その認証標準物質又は標準物質を試験法に従って繰り返し定量し、測定値の平均値と認証値（特性値）との差の絶対値が、測定の結果と認証値（特性値）との差の合成不確かさの2倍を超えないこと。</p> <p>〔以下略〕</p> <p>(3) 精度</p> <p>〔中略〕</p> <p>式1 併行精度、中間精度及び室間再現精度の目標値</p> <p>併行精度 <math>(RSD_r\%) \leq PRSD</math></p> <p>中間精度 <math>(RSD_I\%) \leq \frac{5}{4} PRSD</math></p> <p>室間再現精度 <math>(RSD_R\%) \leq 2PRSD</math></p> $\left( C : \text{分析対象物質の質量分率} \right) PRSD(\%) = \begin{cases} C^{-0.5} & C > 0.138 \\ 2C^{-0.1505} & 1.2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0.138 \\ 22 & C < 1.2 \times 10^{-7} \end{cases}$



改正後	現行
<p>(4) 〔略〕</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、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。下記にその分類を示す。</p> <p>〔以下略〕</p> <p>(2) 〔略〕</p> <p>(3) 添加試料の作製等に当たっての留意事項</p> <p>i 添加試料の作製に当たっては変敗のない試料を使用し、均質化してひょう量した後に農薬等を添加する。</p> <p>〔以下略〕</p> <p>ii 枝分かれ実験等、数日間にわたり試験を行う場合にあっては、均質化した試料を冷凍保存し、凍結及び融解を繰り返すことを避け、試験を実施する日毎に添加試料を作成すること。</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>(4) 〔略〕</p> <p>4 添加を行う愛がん動物用飼料の種類及び添加濃度</p> <p>(1) 添加を行う愛がん動物用飼料の種類</p> <p>添加を行う愛がん動物用飼料は、原則試験法を適用しようとする愛がん動物用飼料から選択する。複数の原料の混合物である愛がん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、愛がん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。下記にその分類を示す。</p> <p>〔以下略〕</p> <p>(2) 〔略〕</p> <p>(3) 添加試料の作成等に当たっての留意事項</p> <p>i 添加試料の作成に当たっては変敗のない試料を使用し、均一化してひょう量した後に農薬等を添加する。</p> <p>〔以下略〕</p> <p>ii 枝分かれ実験等、数日間にわたり試験を行う場合にあっては、均一化した試料を冷凍保存し、凍結及び融解を繰り返すことを避け、試験を実施する日毎に添加試料を作成すること。</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>

改正後	現 行
<p>〔中略〕</p> <p>エンドリン <math>C_{12}H_8Cl_6O</math> (CAS : 72-20-8) 純度が明らかなもの  <u>オクラトキシン A</u> <math>C_{20}H_{18}NO_6Cl</math> (CAS : 303-47-9)  <u>オルト酢酸トリメチル</u> <math>C_5H_{12}O_3</math> (CAS : 1445-45-0) <u>98.0%以上</u>  過塩素酸 特級 <math>HClO_4</math> (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。</p> <p>〔中略〕</p> <p>カンテン 日局  <u>ギ酸 特級</u> <math>CH_2O_2</math> (CAS : 64-18-6) <u>98.0%以上</u>  キナルホス <math>C_{12}H_{15}N_2O_3PS</math> (CAS : 13593-03-8) 純度が明らかな  もの</p> <p>〔中略〕</p> <p>クエン酸鉄 (III) アンモニウム <math>Fe_2(NH_4)_3(C_6H_5O_7)_3</math> (CAS : 1185-  57-5) 赤褐色りん片状結晶でにおいはないか、又はかすかにア  ンモニア臭を有する。  <u>グリホサート</u> <math>C_3H_8NO_5P</math> (CAS : 1071-83-6) 純度が明らかなも  <u>の</u>  <u>グルホシネート</u> <math>C_5H_{15}N_2O_4P</math> (CAS : 77182-82-2) <u>アンモニウム</u>  <u>塩を指す。純度が明らかなもの</u>  クロルピリホス <math>C_9H_{11}Cl_3NO_3PS</math> (CAS : 2921-88-2) 純度が明ら  かなもの</p> <p>〔中略〕</p> <p>五酸化バナジウム <math>V_2O_5</math> (CAS : 1314-62-1) 橙褐色粉末  <u>酢酸 特級</u> <math>C_2H_4O_2</math> (CAS : 64-19-7)</p>	<p>〔中略〕</p> <p>エンドリン <math>C_{12}H_8Cl_6O</math> (CAS : 72-20-8) 純度が明らかなもの</p> <p>過塩素酸 特級 <math>HClO_4</math> (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。</p> <p>〔中略〕</p> <p>カンテン 日局</p> <p>キナルホス <math>C_{12}H_{15}N_2O_3PS</math> (CAS : 13593-03-8) 純度が明らかな  もの</p> <p>〔中略〕</p> <p>クエン酸鉄 (III) アンモニウム <math>Fe_2(NH_4)_3(C_6H_5O_7)_3</math> (CAS : 1185-  57-5) 赤褐色りん片状結晶でにおいはないか、又はかすかにア  ンモニア臭を有する。</p> <p>クロルピリホス <math>C_9H_{11}Cl_3NO_3PS</math> (CAS : 2921-88-2) 純度が明ら  かなもの</p> <p>〔中略〕</p> <p>五酸化バナジウム <math>V_2O_5</math> (CAS : 1314-62-1) 橙褐色粉末</p>

改正後	現 行
酢酸アンモニウム 特級 $C_2H_7NO_2$ (CAS : 631-61-8) 酢酸エチル 特級 <u><math>C_3H_6O_2</math> (CAS : 141-78-6)</u> ジエチレングリコール $C_4H_{10}O_3$ (CAS : 111-46-6) 無色液体	酢酸アンモニウム 特級 $C_2H_7NO_2$ (CAS : 631-61-8) ジエチレングリコール $C_4H_{10}O_3$ (CAS : 111-46-6) 無色液体
〔中略〕	〔中略〕
ヘプタクロルエポキシド $C_{10}H_5Cl_7O$ (CAS : 1024-57-3) 純度が 明らかなもの	ヘプタクロルエポキシド $C_{10}H_5Cl_7O$ (CAS : 1024-57-3) 純度が 明らかなもの
<u>trans-ヘプタクロルエポキシド <math>C_{10}H_5Cl_7O</math> (CAS : 28044-83-9)</u> 純度が明らかなもの	
ペプトン (CAS : 73049-73-7) 灰黄色の粉末で特異なおいがあるが腐敗臭はない。水に溶けるが、エタノール及びエーテルに溶けない。	ペプトン (CAS : 73049-73-7) 灰黄色の粉末で特異なおいがあるが腐敗臭はない。水に溶けるが、エタノール及びエーテルに溶けない。
〔中略〕	〔中略〕
4-メチル-2-ペンタノン 特級 $C_6H_{12}O$ (CAS : 108-10-1) <u>3-メチルホスフィニコプロピオン酸 <math>C_4H_9O_4P</math> (CAS : 15090-23-0)</u> 純度が明らかなもの	4-メチル-2-ペンタノン 特級 $C_6H_{12}O$ (CAS : 108-10-1)
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 〔以下略〕	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 〔以下略〕
別表2 〔略〕	別表2 〔略〕
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〕

改正後					現行									
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					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									
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 <sub>r</sub> (%)	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 (%)					
2.0	ドライ (犬用)	5	92.6	2.5	0.2	ウェット (犬用) 1	5	90.9	5.1					
1.4	セミドライ (犬用)	5	96.5	1.8		ウェット (犬用) 2	5	98.8	2.6					
1.0	ドライ (猫用) 1	5	97.0	2.5		ウェット (猫用) 1	5	93.0	2.5					
	ドライ (猫用) 2	5	93.8	4.0		ウェット (猫用) 2	5	98.1	4.1					
0.2	ウェット (犬用) 1	5	90.9	5.1	0.02	ウェット (犬用) 1	5	106	5.7					
	ウェット (犬用) 2	5	98.8	2.6		ウェット (犬用) 2	5	92.4	1.8					
	ウェット (猫用) 1	5	93.0	2.5		ウェット (猫用) 1	5	90.7	4.4					
	ウェット (猫用) 2	5	98.1	4.1		ウェット (猫用) 2	5	90.0	3.5					
0.1	ドライ (犬用)	5	108	6.8										
	セミドライ (犬用)	5	90.0	3.7										
	ドライ (猫用) 1	5	92.4	2.5										
	ドライ (猫用) 2	5	88.2	2.5										
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					・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(%) (測定値(mg/kg))	繰返し精度 RSD <sub>r</sub> (%)	室間再現精度 RSD <sub>R</sub> (%)	HorRat	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 <sub>r</sub> (%)	室間再現精度 RSD <sub>R</sub> (%)	HorRat
ドライ(犬用)	8	0	2.0	97.3	6.5	6.5	0.45	ウェット(犬用)	6	0.04	105	11	12	0.53
セミドライ(犬用)	8	0	0.2	97.6	2.8	6.3	0.31	ウェット(猫用)	6	0.4	103	2.5	12	0.69
ウェット(犬用)	6	0	0.04	105	11	12	0.53							
ドライ(猫用)1	8	0	1.0	97.1	5.7	7.2	0.45							
ドライ(猫用)2	8	0	自然汚染	(0.225)	6.6	9.4	0.47							
ウェット(猫用)	6	0	0.4	103	2.5	12	0.69							

改正後	現行
13~17 〔略〕	13~17 〔略〕

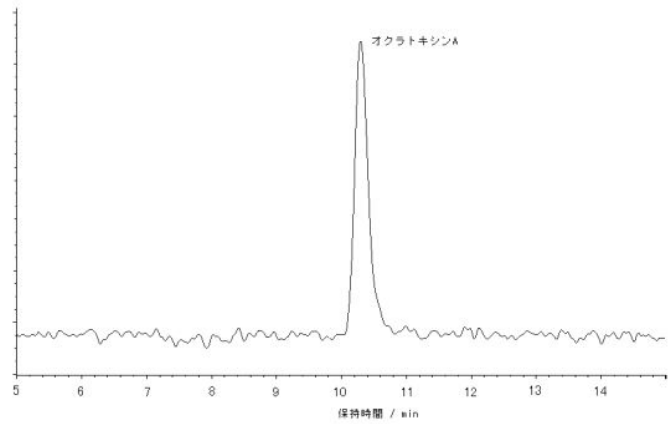
改正後		現 行					
〔新設〕							
18 オクラトキシシン A (第 5 章第 1 節 6)							
・ 添加回収率及び繰返し精度							
添加濃度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	試 料	繰返し数	平均回収率 (%)	繰返し精度 $\text{RSD}_r(\%)$			
5	ドライ(犬用)1	5	92.3	5.0			
	ドライ(犬用)2	5	91.3	4.3			
	セミドライ(犬用)1	5	106	2.8			
	セミドライ(犬用)2	5	92.6	6.8			
	ドライ(猫用)1	5	83.0	2.0			
	ドライ(猫用)2	5	85.2	4.0			
	2	ドライ(犬用)1	5	84.5	5.7		
ドライ(犬用)2		5	94.0	2.6			
セミドライ(犬用)1		5	81.5	1.4			
セミドライ(犬用)2		5	88.5	5.3			
ドライ(猫用)1		5	93.0	5.3			
ドライ(猫用)2		5	88.0	3.6			
1		ウェット(犬用)1	5	95.1	3.7		
	ウェット(犬用)2	5	103	5.3			
	ウェット(猫用)1	5	99.2	4.4			
	ウェット(猫用)2	5	94.1	2.6			
・ 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 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	添加回収率 (%)	繰返し精度 $\text{RSD}_r(\%)$	室間再現精度 $\text{RSD}_R(\%)$	HorRat
ドライ (犬用)	12	1	5	75.6	6.1	8.4	0.38
セミドライ (犬用)	13	0	2	79.5	5.8	15	0.68
ウェット (猫用)	11	2	1	83.1	3.5	5.0	0.23

改正後

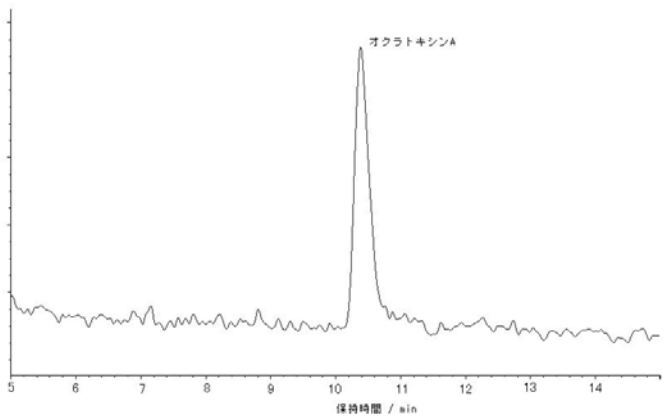
現行

・クロマトグラム例（カラム：昭和電工製 Shodex C18M 4E）

標準液 1 ng/mL



添加試料（ドライ（犬用）、2 μg/kg 相当量）



## 改正後

## 現 行

〔新設〕

## 19 含リンアミノ酸系農薬（第6章第2節4）

・添加回収率及び繰返し精度

農薬成分名	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 <sub>r</sub> (%)
グリホサート	15	ドライ（犬用）	5	95.3	5.3
		セミドライ（犬用）	5	101	2.9
		ドライ（猫用）	5	101	2.1
	3.5	ウェット（猫用） （水分表示量：80%以下）	5	98.3	2.6
	2.5	ウェット（犬用） （水分表示量：86%以下）	5	89.8	8.9
	1.0	ドライ（犬用）	5	101	6.4
		セミドライ（犬用）	5	101	8.1
		ドライ（猫用）	5	102	2.9
	0.50	ウェット（犬用） （水分表示量：86%以下）	5	88.2	7.3
		ウェット（猫用） （水分表示量：80%以下）	5	90.8	3.9
グルホシネート	15	ドライ（犬用）	5	96.4	10
		セミドライ（犬用）	5	100	2.4
		ドライ（猫用）	5	92.2	2.4
	3.5	ウェット（猫用） （水分表示量：80%以下）	5	106	3.6
	2.5	ウェット（犬用） （水分表示量：86%以下）	5	102	5.5
	1.0	ドライ（犬用）	5	96.5	5.5
		セミドライ（犬用）	5	102	7.5
		ドライ（猫用）	5	88.3	2.3
	0.50	ウェット（犬用） （水分表示量：86%以下）	5	102	5.9
		ウェット（猫用） （水分表示量：80%以下）	5	101	4.5
3-メチルホス フィニコプロピ オン酸	15	ドライ（犬用）	5	95.4	1.9
		セミドライ（犬用）	5	91.8	5.8
		ドライ（猫用）	5	88.6	1.1
	3.5	ウェット（猫用） （水分表示量：80%以下）	5	91.6	3.9
	2.5	ウェット（犬用） （水分表示量：86%以下）	5	88.1	11
	1.0	ドライ（犬用）	5	84.0	7.3
		セミドライ（犬用）	5	98.2	9.3
		ドライ（猫用）	5	84.8	5.8
	0.50	ウェット（犬用） （水分表示量：86%以下）	5	81.9	3.7
		ウェット（猫用） （水分表示量：80%以下）	5	85.0	8.5



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>f</sub> (%)	室間再現精度 RSD <sub>R</sub> (%)	HorRat
グリホサート	ドライ (犬用)	9	0	2.0	95.5	5.4	8.7	0.60
	セミドライ (犬用)	10	0	7.0	94.9	5.3	6.9	0.58
	ウエット (犬用)	10	0	1.0	99.7	5.8	8.4	0.53
	ドライ (猫用)	9	1	15	90.6	7.0	7.0	0.65
	ウエット (猫用)	10	0	3.5	99.8	4.3	5.5	0.42
グルホシネート	ドライ (犬用)	9	0	5.0	98.6	11	15	1.2
	セミドライ (犬用)	9	1	2.0	112	6.4	9.4	0.66
	ウエット (犬用)	10	0	2.5	93.2	7.5	23	1.6
	ドライ (猫用)	9	1	2.0	104	10	13	0.94
	ウエット (猫用)	10	0	1.0	101	15	21	1.3
3-メチルホスフィニコプロピオン酸	ドライ (犬用)	9	0	5.0	90.3	7.8	11	0.83
	セミドライ (犬用)	9	0	2.0	98.3	6.9	6.9	0.48
	ウエット (犬用)	9	0	2.5	94.1	7.2	9.4	0.67
	ドライ (猫用)	9	0	2.0	97.2	6.2	8.6	0.59
	ウエット (猫用)	9	0	1.0	96.4	6.2	9.0	0.56

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

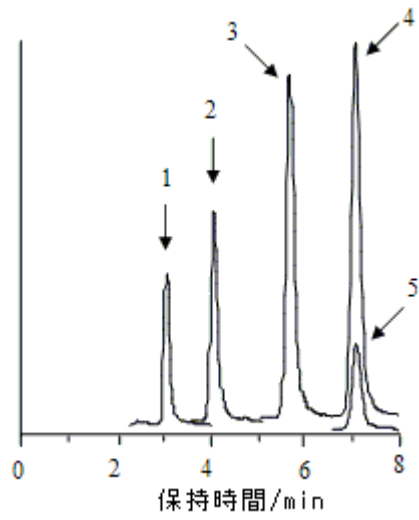
Eclipse XDB-C18)

標準液 5 ng/mL (GLYP-<sup>13</sup>C<sub>2</sub>, <sup>15</sup>N は 2.5 ng/mL)

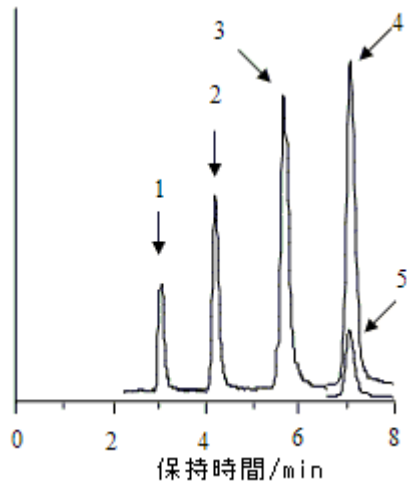
- |  |
|--|
| <ol style="list-style-type: none"> <li>1 アミノメチルホスホン酸誘導体 (参考)</li> <li>2 グルホシネート誘導体</li> <li>3 3-メチルホスフィニコプロピオン酸誘導体</li> <li>4 グリホサート (GLYP) 誘導体</li> <li>5 GLYP-<sup>13</sup>C<sub>2</sub>, <sup>15</sup>N誘導体</li> </ol> |
|--|

改正後

現行



添加試料 (ドライ (犬用)、1 mg/kg 相当量)



改正後

現 行

〔新設〕

20 有機塩素系農薬（第6章第2節5）

・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 <sub>t</sub> (%)
$\alpha$ -BHC	2	ウエット(成犬用)1	5	86.8	3.9
		ウエット(成犬用)2	5	80.8	4.8
		ウエット(成猫用)1	5	91.4	3.0
		ウエット(成猫用)2	5	87.1	2.9
	1	ウエット(成犬用)1	5	88.3	3.6
		ウエット(成猫用)2	5	88.5	3.1
$\beta$ -BHC	2	ウエット(成犬用)1	5	88.3	4.0
		ウエット(成犬用)2	5	91.3	3.6
		ウエット(成猫用)1	5	94.7	4.8
		ウエット(成猫用)2	5	88.3	3.9
	1	ウエット(成犬用)1	5	94.9	6.1
		ウエット(成猫用)2	5	99.5	2.9
$\gamma$ -BHC	2	ウエット(成犬用)1	5	85.7	3.6
		ウエット(成犬用)2	5	82.6	2.5
		ウエット(成猫用)1	5	98.7	5.3
		ウエット(成猫用)2	5	92.4	3.1
	1	ウエット(成犬用)1	5	90.9	5.0
		ウエット(成猫用)2	5	88.6	4.2
$\delta$ -BHC	2	ウエット(成犬用)1	5	91.0	4.1
		ウエット(成犬用)2	5	91.5	3.7
		ウエット(成猫用)1	5	94.3	6.2
		ウエット(成猫用)2	5	92.5	3.9
	1	ウエット(成犬用)1	5	82.4	8.4
		ウエット(成猫用)2	5	90.9	5.5
ヘプタクロル	2	ウエット(成犬用)1	5	82.5	4.5
		ウエット(成犬用)2	5	87.0	2.9
		ウエット(成猫用)1	5	87.7	3.2
		ウエット(成猫用)2	5	80.6	3.5
	1	ウエット(成犬用)1	5	96.5	6.4
		ウエット(成猫用)2	5	71.6	11
ヘプタクロルエポキシド	2	ウエット(成犬用)1	5	90.6	3.2
		ウエット(成犬用)2	5	88.1	1.6
		ウエット(成猫用)1	5	93.8	5.0
		ウエット(成猫用)2	5	77.3	4.5
	1	ウエット(成犬用)1	5	86.9	8.9
		ウエット(成猫用)2	5	73.0	11
trans-ヘプタクロルエポキシド	2	ウエット(成犬用)1	5	88.6	3.6
		ウエット(成犬用)2	5	85.9	1.8
		ウエット(成猫用)1	5	95.8	3.2
		ウエット(成猫用)2	5	84.1	4.0
	1	ウエット(成犬用)1	5	93.4	5.5
		ウエット(成猫用)2	5	70.7	8.9
アルドリソ	2	ウエット(成犬用)1	5	78.1	7.6
		ウエット(成犬用)2	5	71.7	5.6
		ウエット(成猫用)1	5	84.9	5.9
		ウエット(成猫用)2	5	75.4	3.9
	1	ウエット(成犬用)1	5	58.2	17
		ウエット(成猫用)2	5	76.6	16

## 改正後

## 現 行

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 <sub>t</sub> (%)
エンドリン	2	ウエット(成犬用)1	5	84.5	5.1
		ウエット(成犬用)2	5	89.9	4.5
		ウエット(成猫用)1	5	73.0	6.1
		ウエット(成猫用)2	5	73.8	5.9
	1	ウエット(成犬用)1	5	91.4	10
		ウエット(成猫用)2	5	81.9	7.2
デイルドリン	2	ウエット(成犬用)1	5	86.1	4.3
		ウエット(成犬用)2	5	83.6	5.6
		ウエット(成猫用)1	5	79.9	5.9
		ウエット(成猫用)2	5	74.2	4.1
	1	ウエット(成犬用)1	5	92.2	4.1
		ウエット(成猫用)2	5	90.6	3.8
<i>o,p'</i> -DDD	20	ウエット(成犬用)1	5	89.5	3.1
		ウエット(成犬用)2	5	90.9	3.6
		ウエット(成猫用)1	5	94.2	2.7
		ウエット(成猫用)2	5	87.1	3.3
	1	ウエット(成犬用)1	5	106	12
		ウエット(成猫用)2	5	95.4	9.8
<i>p,p'</i> -DDD	20	ウエット(成犬用)1	5	89.8	2.1
		ウエット(成犬用)2	5	93.6	3.5
		ウエット(成猫用)1	5	96.8	2.2
		ウエット(成猫用)2	5	89.1	3.2
	1	ウエット(成犬用)1	5	92.6	5.9
		ウエット(成猫用)2	5	94.7	5.7
<i>o,p'</i> -DDE	20	ウエット(成犬用)1	5	91.0	2.6
		ウエット(成犬用)2	5	91.1	4.4
		ウエット(成猫用)1	5	89.7	2.1
		ウエット(成猫用)2	5	83.5	2.2
	1	ウエット(成犬用)1	5	98.4	3.9
		ウエット(成猫用)2	5	95.4	1.5
<i>p,p'</i> -DDE	20	ウエット(成犬用)1	5	94.4	3.3
		ウエット(成犬用)2	5	94.6	4.0
		ウエット(成猫用)1	5	89.1	3.3
		ウエット(成猫用)2	5	81.6	2.8
	1	ウエット(成犬用)1	5	98.8	5.3
		ウエット(成猫用)2	5	83.9	12
<i>o,p'</i> -DDT	20	ウエット(成犬用)1	5	93.8	2.5
		ウエット(成犬用)2	5	97.1	2.1
		ウエット(成猫用)1	5	89.5	3.0
		ウエット(成猫用)2	5	88.1	2.8
	1	ウエット(成犬用)1	5	97.1	1.4
		ウエット(成猫用)2	5	97.5	1.0
<i>p,p'</i> -DDT	20	ウエット(成犬用)1	5	93.7	2.8
		ウエット(成犬用)2	5	94.9	3.5
		ウエット(成猫用)1	5	95.5	3.4
		ウエット(成猫用)2	5	95.5	3.2
	1	ウエット(成犬用)1	5	99.0	8.2
		ウエット(成猫用)2	5	104	2.2

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 ( $\mu$ g/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
$\alpha$ -BHC	ウェット(成犬用)	12	2	73.4	5.4	13	0.58
	ウェット(成犬用)	12	1	71.3	2.6	12	0.55
	ウェット(成猫用)	12	2	72.7	5.4	12	0.53
$\beta$ -BHC	ドライ(犬用)	12	2	94.8	2.7	8.5	0.39
	セミドライ(犬用)	12	1	101	4.4	9.1	0.41
	ウェット(犬用)	12	2	95.4	2.4	8.3	0.38
$\gamma$ -BHC	ドライ(犬用)	12	2	79.8	4.3	11	0.51
	セミドライ(犬用)	12	1	81.7	3.8	9.8	0.44
	ウェット(犬用)	12	2	81.6	4.2	7.8	0.36
$\delta$ -BHC	ウェット(成犬用)	12	2	83.8	2.4	7.5	0.34
	ウェット(成犬用)	12	1	79.8	3.9	16	0.75
	ウェット(成猫用)	12	2	83.5	3.5	12	0.54
o,p' - DDD	ドライ(犬用)	12	20	103	3.6	7.7	0.35
	セミドライ(犬用)	12	1	110	5.8	6.9	0.31
	ウェット(犬用)	12	2	98.1	5.3	8.8	0.40
p,p' - DDD	ドライ(犬用)	12	20	102	3.2	7.6	0.34
	セミドライ(犬用)	12	1	102	6.1	11	0.50
	ウェット(犬用)	12	2	96.4	4.8	8.7	0.40
o,p' - DDE	ウェット(成犬用)	12	20	97.0	2.9	8.9	0.40
	ウェット(成犬用)	12	1	99.1	5.9	11	0.50
	ウェット(成猫用)	12	2	91.3	4.5	8.4	0.38
p,p' - DDE	ドライ(犬用)	12	20	97.5	3.8	8.2	0.37
	セミドライ(犬用)	12	1	103	6.2	12	0.53
	ウェット(犬用)	12	2	94.7	4.7	6.5	0.29
o,p' - DDT	ドライ(犬用)	12	20	99.4	3.8	11	0.48
	セミドライ(犬用)	12	1	102	6.7	15	0.67
	ウェット(犬用)	12	2	97.9	5.1	8.9	0.40
p,p' - DDT	ウェット(成犬用)	12	20	100	4.2	11	0.48
	ウェット(成犬用)	12	1	101	3.8	19	0.85
	ウェット(成猫用)	12	2	97.8	6.8	13	0.59
アルドリン	ドライ(犬用)	12	2	62.3	7.2	8.7	0.39
	セミドライ(犬用)	12	1	78.1	3.5	12	0.53
	ウェット(犬用)	12	2	75.1	4.2	9.5	0.43
エンドリン	ドライ(犬用)	12	2	100	3.5	11	0.51
	セミドライ(犬用)	12	1	110	7.5	10	0.46
	ウェット(犬用)	12	2	100	2.6	5.6	0.25

## 改正後

## 現 行

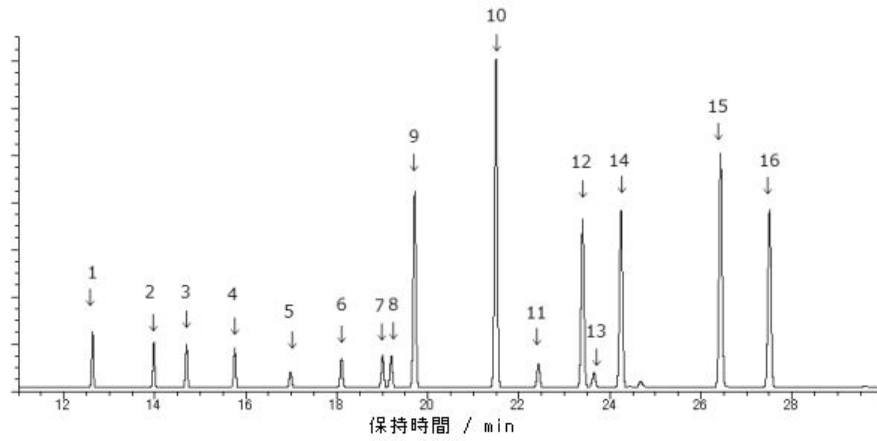
成分名	試料の種類	試験室数	添加濃度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	添加回収率 (%)	繰返し精度 $\text{RSD}_r$ (%)	室間再現精度 $\text{RSD}_R$ (%)	HorRat
デイルドリン	ドライ(犬用)	12	2	94.7	4.5	12	0.54
	セミドライ(犬用)	12	1	99.5	4.7	11	0.51
	ウェット(犬用)	12	2	95.6	3.0	7.7	0.35
ヘプタクロル	ウェット(成犬用)	12	2	88.1	3.6	11	0.49
	ウェット(成犬用)	12	1	89.8	4.1	13	0.61
	ウェット(成猫用)	12	2	85.3	2.8	6.3	0.28
ヘプタクロルエポキシド	ドライ(犬用)	12	2	89.4	2.6	8.3	0.38
	セミドライ(犬用)	12	1	96.7	4.8	13	0.61
	ウェット(犬用)	12	2	85.2	3.4	12	0.55
trans-ヘプタクロルエポキシド	ドライ(犬用)	12	2	90.5	2.1	7.6	0.35
	セミドライ(犬用)	12	1	98.5	5.1	14	0.65
	ウェット(犬用)	12	2	88.9	3.2	7.8	0.36

・クロマトグラム例 (カラム : Agilent Technologies 製 DB-1701)  
 標準液 (9、10、12、14、15 及び 16 : 各 0.2  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、その他 : 各 0.02  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )

1 $\alpha$ -BHC	5 $\beta$ -BHC	9 <i>o,p'</i> -DDE	13 エンドリン
2 $\gamma$ -BHC	6 $\delta$ -BHC	10 <i>p,p'</i> -DDE	14 <i>o,p'</i> -DDT
3 ヘプタクロル	7 ヘプタクロルエポキシド	11 デイルドリン	15 <i>p,p'</i> -DDD
4 アルドリン	8 <i>trans</i> -ヘプタクロルエポキシド	12 <i>o,p'</i> -DDD	16 <i>p,p'</i> -DDT

改正後

現行



添加試料 (ウェット (犬用)、9、10、12、14、15 及び 16 : 各 20  $\mu\text{g}/\text{kg}$  相当量、その他 : 各 2  $\mu\text{g}/\text{kg}$  相当量添加)

