

○飼料分析基準（平成 20 年 4 月 1 日付け 19 消安第 14729 号農林水産省消費・安全局長通知）一部改正案 新旧対照表

（下線部は改正箇所）

改 正 後	現 行
目 次 第 1 章～第 5 章 〔略〕 第 6 章 農 薬	目 次 第 1 章～第 5 章 〔略〕 第 6 章 農 薬
第 1 節 各条	第 1 節 各条
1～243 〔略〕	1～243 〔略〕
<u>244 エチプロール</u>	〔新設〕
<u>245 オキサジクロメホン</u>	〔新設〕
<u>246 オキシリニック酸</u>	〔新設〕
<u>247 カルプロパミド</u>	〔新設〕
<u>248 クロマフェノジド</u>	〔新設〕
<u>249 クロラントラニリプロール</u>	〔新設〕
<u>250 クロロタロニル</u>	〔新設〕
<u>251 ジメタメトリン</u>	〔新設〕
<u>252 チフルザミド</u>	〔新設〕
<u>253 ピリブチカルブ</u>	〔新設〕
<u>254 ピロキロン</u>	〔新設〕
第 2 節 〔略〕	第 2 節 〔略〕
第 3 節 多成分同時分析法	第 3 節 多成分同時分析法
1～24 〔略〕	1～24 〔略〕
<u>25 エチプロールその他の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>	〔新設〕
<u>26 オキサジクロメホンその他の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>	〔新設〕
<u>27 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>	〔新設〕

改正後	現 行
<p>第7章～第20章 〔略〕</p> <p>別表1～3 〔略〕</p> <p>第1章～第5章 〔略〕</p> <p>第6章 農 薬</p> <p>第1節 各条</p> <p>1 〔略〕</p> <p>2 2,4-D</p> <p>2.1 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 (その1) ^{注1} 〔略〕</p> <p>2.2 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 (その2) ^{注1} (適用範囲：乾牧草)</p> <p style="text-align: center;">A 試薬の調製</p> <p><u>2,4-D 標準液 2,4-D [C₈H₆Cl₂O₃] 25 mg を正確に量って 50 mL の全量フラスコに入れ、アセトンを加えて溶かし、更に標線まで同溶媒を加えて 2,4-D 標準原液を調製する (この液 1 mL は、2,4-D として 0.5 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ーギ酸 (1,000+1) で正確に希釈し、1 mL 中に 2,4-D として 0.004~0.4 µg を含有する数点の 2,4-D 標準液を調製する。</u></p> <p style="text-align: center;">B 定 量</p> <p><u>抽 出 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、水 30 mL を加え、30 分間静置後、更に塩酸 (4 mol/L) 5 mL 及びアセトン 120 mL を加え、30 分間振り混ぜて</u></p>	<p>第7章～第20章 〔略〕</p> <p>別表1～3 〔略〕</p> <p>第1章～第5章 〔略〕</p> <p>第6章 農 薬</p> <p>第1節 各条</p> <p>1 〔略〕</p> <p>2 2,4-D</p> <p>2.1 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 ^{注1} 〔略〕</p> <p>〔新設〕</p>

改正後	現 行
<p><u>抽出する。200 mL の全量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ン 50 mL で洗浄し、同様に吸引ろ過する。更に全量フラスコの標線までアセトンを加える。この液をアセトンで正確に 500 倍希釈した後、希釈液 8 mL を 100 mL のなす形フラスコに正確に入れ、40 °C 以下の水浴で約 1 mL まで減圧濃縮し、窒素ガスを送って乾固する。メタノール 2 mL を加えて残留物を溶かし、加水分解に供する試料溶液とする。</u></p> <p><u>加水分解 試料溶液の入った 100 mL のなす形フラスコに水酸化ナトリウム溶液（1.5 mol/L）1 mL を加え、冷却管を付けて 80 °C の水浴で 30 分間加熱した後放冷する。この液を液液分配に供する試料溶液とする。</u></p> <p><u>液液分配 試料溶液をあらかじめ塩酸（4 mol/L）5 mL 及び塩化ナトリウム溶液（10 w/v%）100 mL を入れた 300 mL の分液漏斗 A に加える。試料溶液の入っていたなす形フラスコをジエチルエーテル 50 mL で洗浄し、洗液を分液漏斗 A に加え、5 分間振り混ぜた後静置する。水層（下層）を 300 mL の分液漏斗 B に入れ、ジエチルエーテル層（上層）を 200 mL の三角フラスコに入れる。分液漏斗 A をジエチルエーテル 50 mL で洗浄し、洗液を分液漏斗 B に加え、5 分間振り混ぜた後静置し、水層を捨て、ジエチルエーテル層を先の三角フラスコに合わせる。ジエチルエーテル層を適量の硫酸ナトリウム（無水）で脱水し、200 mL のなす形フラスコにろ紙（5種 A）でろ過する。分液漏斗 B 及び先の三角フラスコを少量のジエチルエーテルで洗浄し、洗液を先のろ紙を通してろ液を合わせる。ろ液を 40 °C 以下の水浴で約 1 mL まで減圧濃縮し、窒素ガスを送って乾固する。メタノールーギ酸</u></p>	

改正後	現 行
<p><u>(1,000+1) 1 mL を正確に加えて残留物を溶かし、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 2,4-D 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 3 µm) 注²</u></p> <p><u>溶 離 液 : 5 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液 - 5 mmol/L 酢酸アンモニウムメタノール溶液 (7+3) → 10 min → (0+10) (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³)</u></p> <p><u>イ オ ン 化 法 : エレクトロスプレーイオン化 (ESI) 法 (負イオンモード)</u></p> <p><u>イ オ ン 源 温 度 : 150 °C</u></p> <p><u>デゾルベーション温度 : 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> <p><u>表 モニターイオン条件</u></p>	

改正後

現 行

測定対象物質	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>)	コーン 電圧 (V)	コリジョン エネルギー (eV)
2,4-D	219	161	—	28	12
	221	—	163	28	12

計 算 得られた選択反応検出クロマトグラムから 2,4-D 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 2,4-D 量を算出する。

注 1 本法では、試料中に 2,4-D ナトリウム塩、2,4-D ジメチルアミン塩、2,4-D エチル、2,4-D イソプロピル、2,4-D ブトキシエチル及び 2,4-D アルカノールアミン塩が含まれている場合には、試料中の 2,4-D 量に含まれる。

2 Atlantis T3 (Waters 製、本測定条件による 2,4-D の保持時間は約 6.5 分) 又はこれと同等のもの

3 Xevo TQD (Waters 製) による条件例

(参考) 分析法バリデーション

・ 添加回収率及び繰返し精度

添加成分名	試料の種類	添加濃度 (mg/kg)	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%)
2,4-D	チモシー乾草	260	3	105	4.2
		10	3	98.2	0.4
	ライグラス乾草	260	3	93.1	1.9
		10	3	91.7	4.0
2,4-Dエチル	チモシー乾草	5	3	98.6	4.8
		260	3	94.9	2.6
	ライグラス乾草	10	3	96.2	5.0
		260	3	90.0	5.7
	ライグラス乾草	10	3	94.7	5.0
		260	3	94.7	5.0

・ 共同試験

成分名	試料の種類	有効試 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
-----	-------	------------	-----------------	--------------	-------------------------------	--------------------------------	--------

改正後								現 行	
2,4-D	チモシー乾草	9	260	94.2	3.4	11	1.5		
	オーツ乾草	9	52	93.5	2.7	15	1.7		
2,4-Dエチル	チモシー乾草	9	260	84.8	6.9	11	1.5		
	オーツ乾草	9	52	82.4	3.2	8.0	0.86		
・定量下限	試料中	<u>5 mg/kg</u>							
・検出下限	試料中	<u>2 mg/kg</u>							
2.3 [略]								2.2 [略]	
3~56 [略]								3~56 [略]	
57 グリホサート								57 グリホサート	
<u>57.1 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> 第3節27による。								[新設]	
<u>57.2 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</u> ^{注1} (適用範囲：乾牧草)								<u>57.1 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</u> ^{注1} (適用範囲：穀類、稲わら及び稲発酵粗飼料)	
A 試薬の調製 [略]								A 試薬の調製 [略]	
B 定 量								B 定 量	
抽 出 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、水 200 mL を加え、30 分間振り混ぜて抽出する。抽出液を共栓遠心沈殿管に入れ、1,500×g で 10 分間遠心分離し、上澄み液の一定量を水で正確に <u>1,250</u> 倍に希釈し、カラム処理 I に供する試料溶液とする。								抽 出 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、水 200 mL を加え、30 分間振り混ぜて抽出する。抽出液を共栓遠心沈殿管に入れ、1,500×g で 10 分間遠心分離し、上澄み液の一定量を水で正確に <u>2.5</u> 倍に希釈し、カラム処理 I に供する試料溶液とする。	
カラム処理 I ～ 計 算 [略]								カラム処理 I ～ 計 算 [略]	
注 1~9 [略]								注 1~9 [略]	
(参考) 分析法バリデーション								(参考) 分析法バリデーション	

改正後

・添加回収率及び繰返し精度

試料の種類	添加濃度 (mg/kg)	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%)
アルファルファ乾草	120	3	78.2	8.3
	20	3	81.4	9.4

・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
アルファルファ乾草	8	2	120	77.9	10	12	1.5

- ・定量下限 試料中 20 mg/kg
- ・検出下限 試料中 6 mg/kg

57.3 [略]

58 グルホシネート (3-メチルホスフィニコプロピオン酸及び N-アセチルグルホシネートを含む。)

58.1 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
第3節 27による。

58.2 [略]

現 行

・添加回収率及び繰返し精度

試料の種類	添加濃度 (mg/kg)	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%)
大麦	20	3	74.2	6.8
	2	3	77.5	1.1
	0.04	3	99.0	7.1
小麦	5	3	80.9	7.7
	0.5	3	92.8	8.0
とうもろこし	1	3	79.1	7.6
	0.1	3	102	9.7
稲わら	0.2	3	98.7	11
	0.04	3	89.0	13
稲発酵粗飼料	0.2	3	93.3	8.2
	0.04	3	88.2	10

・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
とうもろこし	10	0	1	98.1	9.2	13	0.79
稲わら	8	2	0.2	92.5	7.5	13	0.61

- ・定量下限 試料中 0.04 mg/kg
- ・検出下限 試料中 0.01 mg/kg

57.2 [略]

58 グルホシネート (3-メチルホスフィニコプロピオン酸及び N-アセチルグルホシネートを含む。)

[新設]

58.1 [略]

改正後	現 行
<p>58.3 [略]</p> <p>59~72 [略]</p> <p>73 ジカンバ</p> <p>73.1 ガスクロマトグラフ質量分析計による単成分分析法^{註1}</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 20.0 g (乾牧草 10.0 g) を量って 200 mL の褐色共栓三角フラスコに入れ、水 30 mL 及び塩酸 (6 mol/L) 1 mL を加えて潤し、30 分間静置後、更にアセトン 70 mL を加え、30 分間振り混ぜて抽出する^{註2}。200 mL の全量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ン 50 mL で洗浄し、同様に吸引ろ過する。更に全量フラスコの標線までアセトンを加え、加水分解に供する試料溶液とする。</p> <p>加水分解 ~ トリフルオロエチルエステル化 [略]</p> <p>ヘキサン転溶 試料溶液に塩化ナトリウム溶液 (5 w/v%) 10 mL 及びヘキサン 5 mL を加え、5 分間振り混ぜた後静置し、ヘキサン層 (上層) をパスツールピペットで 50 mL の三角フラスコに分取する。更にヘキサン 5 mL を試験管に加えて同様に操作し、ヘキサン層を先の三角フラスコに加え、カラム処理 II に供する試料溶液とする。</p> <p>同時に、標準液を試料溶液と同様に操作した後、ヘキサン層を 50 mL のなし形フラスコにあらかじめ脱脂綿を詰め、硫酸ナトリウム (無水) 5 g を入れた漏斗でろ過する。標準液の入っていた三角フラスコをヘキサン 2 mL ずつで 2 回洗浄し、</p>	<p>58.2 [略]</p> <p>59~72 [略]</p> <p>73 ジカンバ</p> <p>73.1 ガスクロマトグラフ質量分析計による単成分分析法</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 20.0 g (乾牧草 10.0 g) を量って 200 mL の褐色共栓三角フラスコに入れ、水 30 mL 及び塩酸 (6 mol/L) 1 mL を加えて潤し、30 分間静置後、更にアセトン 70 mL を加え、30 分間振り混ぜて抽出する^{註1}。200 mL の全量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ン 50 mL で洗浄し、同様に吸引ろ過する。更に全量フラスコの標線までアセトンを加え、加水分解に供する試料溶液とする。</p> <p>加水分解 ~ トリフルオロエチルエステル化 [略]</p> <p>ヘキサン転溶 試料溶液に塩化ナトリウム溶液 (5 w/v%) 10 mL 及びヘキサン 5 mL を加え 5 分間振り混ぜた後静置し、ヘキサン層 (上層) をパスツールピペットで 50 mL の三角フラスコに分取する。更にヘキサン 5 mL を試験管に加えて同様に操作し、ヘキサン層を先の三角フラスコに加え、カラム処理 II に供する試料溶液とする。</p> <p>同時に、標準液を試料溶液と同様に操作した後、ヘキサン層を 50 mL のなし形フラスコにあらかじめ脱脂綿を詰め、硫酸ナトリウム (無水) 5 g を入れた漏斗でろ過する。標準液の入っていた試験管をヘキサン 2 mL ずつで 2 回洗浄し、洗液を</p>

改正後	現 行
<p>洗液を先の漏斗を通してろ液を合わせた後、先の硫酸ナトリウムをヘキサン 2 mL ずつで 2 回洗浄し、洗液をろ液に合わせる。ろ液を 40 °C 以下の水浴で約 1 mL まで減圧濃縮した後、残留物を 5 mL の全量フラスコに移し、残留物の入っていたなし形フラスコをヘキサン 1 mL ずつで 3 回洗浄し、洗液を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ヘキサンを加え、1 mL 中にジカンバとして 1.0 µg 相当量を含む標準原液を調製する。この標準原液をヘキサンで正確に希釈し、1 mL 中にジカンバとして 0.002~0.5 µg 相当量を含む数点の標準液を調製する。</p> <p>カラム処理 II 【略】</p> <p>ガスクロマトグラフ質量分析計による測定 試料溶液及び各標準液各 2 µL をガス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。</p> <p>測定条件 例</p> <p>カ ラ ム：溶融石英製キャピラリーカラム (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)</p> <p>キャリヤーガス：He (1.0 mL/min)</p> <p>試料導入法：スプリットレス (60 s)</p> <p>試料導部温度：250 °C</p> <p>カラム槽温度：初期温度 80 °C (2 min 保持) → 昇温 15 °C/min → 280 °C (5 min 保持)</p> <p>検 出 器：四重極型質量分析計^{注3}</p> <p>インターフェース温度：280 °C</p>	<p>先の漏斗を通してろ液を合わせた後、先の硫酸ナトリウムをヘキサン 2 mL ずつで 2 回洗浄し、洗液をろ液に合わせる。ろ液を 40 °C 以下の水浴で約 1 mL まで減圧濃縮した後、残留物を 5 mL の全量フラスコに移し、残留物の入っていたなし形フラスコをヘキサン 1 mL ずつで 3 回洗浄し、洗液を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ヘキサンを加え、1 mL 中にジカンバとして 1.0 µg 相当量を含む標準原液を調製する。この標準原液をヘキサンで正確に希釈し 1 mL 中にジカンバとして 0.01~0.5 µg 相当量を含む数点の標準液を調製する。</p> <p>カラム処理 II 【略】</p> <p>ガスクロマトグラフ質量分析計による測定 試料溶液及び各標準液各 2 µL をガス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。</p> <p>測定条件 例</p> <p>カ ラ ム：溶融石英製キャピラリーカラム (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)</p> <p>キャリヤーガス：He (1.0 mL/min)</p> <p>試料導入法：スプリットレス (60 s)</p> <p>試料導部温度：250 °C</p> <p>カラム槽温度：初期温度 80 °C (2 min 保持) → 昇温 15 °C/min → 280 °C (5 min 保持)</p> <p>検 出 器：四重極型質量分析計^{注2}</p> <p>インターフェース：280 °C</p>

改正後

イオン源温度：200 °C
 イオン化電圧：70 eV
 イオン化法：電子衝撃イオン化 (EI) 法
 モニターイオン： m/z 302

計算 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、試料中のジカンバ量を算出する。

注 1 本法では、試料中にジカンバイソプロピルアミン塩、ジカンバジメチルアミン塩、ジカンバカリウム塩及びジカンバナトリウム塩が含まれている場合には、試料中のジカンバ量に含まれる。

2 [略]

3 [略]

(参考) 分析法バリデーション

・添加回収率及び繰返し精度

試料の種類	添加濃度 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD_z (%以下)
<u>とうもろこし</u>	<u>10</u>	<u>3</u>	<u>93.8</u>	<u>10</u>
<u>ライ麦</u>	<u>10</u>	<u>3</u>	<u>98.7</u>	<u>6.5</u>
鶏用配合飼料	10~500	3	88.8~97.5	10.6
牛用配合飼料	50~500	3	98.5~100.2	12.5
チモシー	50~500	3	85.7~101.3	9.0
稲わら	50~500	3	92.3~104.3	8.6
<u>小麦</u>	<u>200~2,000</u>	<u>3</u>	<u>92.2~93.5</u>	<u>11</u>
<u>大麦</u>	<u>700~7,000</u>	<u>3</u>	<u>87.3~94.5</u>	<u>11</u>
フェスク	200 mg/kg	3	87.8	3.5
ライグラス	200 mg/kg	3	82.8	4.1

・共同試験

現 行

イオン源温度：200 °C
 イオン化電圧：70 eV
 イオン化法：電子衝撃イオン化 (EI) 法
 モニターイオン： m/z 302

計算 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、試料中のジカンバ量を算出する。

[新設]

注 1 [略]

2 [略]

(参考) 分析法バリデーション

・添加回収率及び繰返し精度

試料の種類	添加濃度 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD_z (%以下)
鶏用配合飼料	50~500	3	88.8~89.3	10.6
牛用配合飼料	50~500	3	98.5~100.2	12.5
チモシー	50~500	3	85.7~101.3	9.0
稲わら	50~500	3	92.3~104.3	8.6
フェスク	200 mg/kg	3	87.8	3.5
ライグラス	200 mg/kg	3	82.8	4.1

・共同試験

改正後							現 行						
試料の種類	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	試料の種類	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
フェスク	6	0.1	84.6	7.5	13.6	1.85	フェスク	6	0.1	84.6	7.5	13.6	1.85
とうもろこし	6	3	88.7	4.2	8.5	0.47	とうもろこし	6	3	88.7	4.2	8.5	0.47
・ 定量下限	試料中	10 µg/kg					・ 定量下限	試料中	10 µg/kg				
・ 検出下限	試料中	3 µg/kg					・ 検出下限	試料中	3 µg/kg				
74~243 〔略〕							74~243 〔略〕						
244 エチプロール							〔新設〕						
244.1 エチプロールその他の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 第3節25による。													
245 オキサジクロメホン							〔新設〕						
245.1 オキサジクロメホンその他の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 第3節26による。													
246 オキシロニック酸							〔新設〕						
246.1 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 ^{注1} (適用範囲：稲発酵粗飼料及び粃米)													
A 試薬の調製													
オキシロニック酸標準液 オキシロニック酸 [C ₁₃ H ₁₁ NO ₅] 10 mg を正確に量って 100 mL の褐色全量フラスコに入れ、水酸化ナトリウム溶液 (0.1 mol/L) 1 mL 及び水-メタノール (1+1) 約 50 mL を加える。超音波処理してオキシロニック酸を溶かし、更に標線まで水-メタノール (1+1) を加えてオキ													

改正後	現 行
<p><u>ソリニック酸標準原液を調製する（この液 1 mL は、オキシソリニック酸として 0.1 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水-メタノール（7+3）で正確に希釈し、1 mL 中にオキシソリニック酸として 0.1~50 ng を含有する数点のオキシソリニック酸標準液を調製する。</u></p> <p style="text-align: center;">B 定 量</p> <p><u>抽出 分析試料 10.0 g を量って 300 mL の褐色共栓三角フラスコに入れ、水 30 mL（粃米は 20 mL）を加え 30 分間静置後、更に 0.2 w/v%メタリン酸溶液-アセトニトリル（3+2）120 mL（粃米は 100 mL）を加え、30 分間振り混ぜて抽出する。200 mL の褐色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^{註2}で吸引ろ過した後、先の三角フラスコ及び残さを順次 0.2 w/v%メタリン酸溶液-アセトニトリル（3+2）50 mL で洗浄し、同様に吸引ろ過する。更に全量フラスコの標線まで 0.2 w/v%メタリン酸溶液-アセトニトリル（3+2）を加える。この液の一定量を 0.2 w/v%メタリン酸溶液-アセトニトリル（3+2）で正確に 10 倍希釈した後、希釈液 4 mL を 50 mL のなす形フラスコに正確に入れ、水 10 mL を加えて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^{註3} 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（200 mg）^{註4}をアセトニトリル 10 mL 及び水 10 mL で順次洗浄する。試料溶液をミニカラムに入れ、液面が充てん剤の上端に達するまで流出させる。試料溶液の入っていたなす形フラスコを水-アセトニトリル（9+1）5 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流出させる。50 mL のなす形フラスコをミニカラムの下に置き、水-アセトニトリル（4+1）20 mL をミニカラムに加えてオキシソリニック酸を溶出させる。溶</u></p>	

改正後	現 行
<p><u>出液を 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。水-メタノール (7+3) 2 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</u> 試料溶液及び各オキシリニック酸標準液各 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。</p> <p><u>測定条件 例</u> <u>(液体クロマトグラフ部)</u> <u>カ ラ ム : オクタデシルシリル化シリカゲルカラム (内径 3.0 mm、長さ 150 mm、粒径 3 µm) 注5</u> <u>溶 離 液 : 0.1 v/v%ギ酸溶液-アセトニトリル (7+3) (19 min 保持) → 1 min → (5+95) (5 min 保持)</u> <u>流 速 : 0.2 mL/min</u> <u>カ ラ ム 槽 温 度 : 40 °C</u> <u>(タンデム型質量分析計部注6)</u> <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> <u>イ オ ン 源 温 度 : 120 °C</u> <u>デゾルベーション温度 : 350 °C</u> <u>キャピラリー電圧 : 2 kV</u> <u>コ ー ン 電 圧 : 下表のとおり</u> <u>コリジョンエネルギー : 下表のとおり</u> <u>モニターイオン : 下表のとおり</u></p>	

改正後

現 行

表 モニターイオン条件

測定対象物質	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>)	コーン 電圧 (V)	コリジョン エネルギー (eV)
オキシリニック酸	262	244	-	30	15
		-	216	30	25

計 算 得られた選択反応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、試料中のオキシリニック酸量を算出する。

注 1 定量操作は遮光した状態で行う。

2 GFP-95 (桐山製作所製) 又はこれと同等のもの

3 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。

4 Oasis HLB (Waters 製、リザーバー容量 6 mL) 又はこれと同等のもの

5 Inertsil ODS-4 (ジーエルサイエンス製、本測定条件によるオキシリニック酸の保持時間は約 13.3 分) 又はこれと同等のもの

6 ACQUITY TQD (Waters 製) による条件例

(参考) 分析法バリデーション

・ 添加回収率及び繰返し精度

試料の種類	添加濃度 (mg/kg)	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%)
稲発酵粗飼料1	0.1	3	90.1	1.1
	0.01	3	95.5	3.4
稲発酵粗飼料2	0.1	3	92.7	0.8
	0.01	3	101	4.8
粳米1	3	3	90.6	2.8
	0.3	3	92.4	4.2
	0.01	3	83.9	6.4

改正後					現行		
粳米2	3	3	95.5	0.4			
	0.3	3	93.5	3.0			
	0.01	3	93.7	5.6			
・ 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
稲発酵粗飼料	8	1	0.1	89.4	2.9	9.2	0.42
粳米	9	0	3	92.6	4.8	6.3	0.46
・ 定量下限 稲発酵粗飼料：試料（風乾物）中 0.02 mg/kg、 粳米：試料中 0.01 mg/kg							
・ 検出下限 稲発酵粗飼料：試料（風乾物）中 0.007 mg/kg、 粳米：試料中 0.003 mg/kg							
247 カルプロパミド					〔新設〕		
247.1 エチプロールその他の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 第3節25による。							
248 クロマフェノジド					〔新設〕		
248.1 エチプロールその他の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 第3節25による。							
249 クロラントラニリプロール					〔新設〕		
249.1 エチプロールその他の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 第3節25による。							
250 クロロタロニル					〔新設〕		

改正後	現 行
<p>250.1 <u>ガスクロマトグラフ質量分析計による単成分分析法</u> (適用範囲：稲発酵粗飼料及び粃米)</p> <p style="text-align: center;">A 試薬の調製</p> <p>1) <u>クロロタロニル標準液</u> <u>クロロタロニル [C₈Cl₄N₂] 25 mg</u> <u>を正確に量って 50 mL の全量フラスコに入れ、アセトンを加</u> <u>えて溶かし、更に標線まで同溶媒を加えてクロロタロニル標</u> <u>準原液を調製する (この液 1 mL は、クロロタロニルとして</u> <u>0.5 mg を含有する。)</u>。 <u>使用に際して、標準原液の一定量を希釈溶媒で正確に希釈</u> <u>し、1 mL 中にクロロタロニルとして 0.002~0.2 µg を含有する</u> <u>数点のクロロタロニル標準液を調製する。</u></p> <p>2) <u>希釈溶媒</u> <u>ポリエチレングリコール (平均分子量 300) 1</u> <u>mL にアセトンを加えて 100 mL の溶液を調製する。更にこの</u> <u>溶液 1 mL にヘキサンを加えて 200 mL の希釈溶媒を調製す</u> <u>る。</u></p> <p style="text-align: center;">B 定 量</p> <p><u>抽 出</u> <u>分析試料 10.0 g を量って 300 mL の共栓三角フラス</u> <u>コに入れ、リン酸 (1+11) 30 mL (粃米は 20 mL) を加え、30</u> <u>分間静置後、更にアセトン 120 mL (粃米は 100 mL) を加</u> <u>え、30 分間振り混ぜて抽出する。200 mL の全量フラスコをブ</u> <u>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</u> <u>た後、先の三角フラスコ及び残さを順次アセトン 50 mL で洗</u> <u>浄し、同様に吸引ろ過する。更に全量フラスコの標線までア</u> <u>セトンを加える。この液 40 mL を 200 mL のなす形フラスコ</u> <u>に正確に入れ、40 °C 以下の水浴で約 5 mL まで減圧濃縮し、</u> <u>カラム処理 I に供する試料溶液とする。</u></p> <p><u>カラム処理 I</u> <u>試料溶液にリン酸 (1+11) 5 mL を加えた後、</u> <u>多孔性ケイソウ土カラム (10 mL 保持用) ^{注 1} に入れ、10 分間</u></p>	

改正後	現 行
<p><u>静置する。200 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 5 mL ずつで 2 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流下させてクロロタロニルを溶出させる。更にヘキサン 70 mL をカラムに加えて同様に溶出させ、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>シクロヘキサン-アセトン (4+1) 10 mL を正確に加えて残留物を溶かし、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、クロロタロニルが溶出する画分を 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。試料が稲発酵粗飼料の場合は、ヘキサノージエチルエーテル (4+1) 6 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。粳米の場合は、希釈溶媒 2 mL を正確に加えて残留物を溶かし、ガス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>ゲル浸透クロマトグラフィー 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</u></p>	

改正後	現 行
<p style="text-align: center;"><u>(4+1)</u></p> <p style="text-align: center;"><u>流 速 : 5 mL/min</u></p> <p style="text-align: center;"><u>分 取 画 分 : 100~130 mL</u></p> <p><u>カラム処理 II 注² 合成ケイ酸マグネシウムミニカラム (910 mg) をヘキサン 5 mL で洗淨する。</u></p> <p><u>試料溶液をミニカラムに入れ、液面が充てん剤の上端に達するまで流出させる。試料溶液の入っていたなす形フラスコをヘキサン-ジエチルエーテル (4+1) 2 mL ずつで 2 回洗淨し、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流出させる。50 mL のなす形フラスコをミニカラムの下に置き、ヘキサン-酢酸エチル (9+1) 20 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クロタロニルを溶出させる。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>希釈溶媒 2 mL を正確に加えて残留物を溶かし、ガス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>ガスクロマトグラフ質量分析計による測定 試料溶液及び各クロタロニル標準液各 2 µL をガス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 style="text-align: center;"><u>カ ラ ム : 熔融石英製キャピラリーカラム</u> <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>キャリヤーガス : He (1.0 mL/min)</u></p> <p><u>試料導入法 : スプリットレス (60 s)</u></p>	

改正後	現 行																							
<p> <u>試料導入部温度：250 °C</u> <u>カラム槽温度：初期温度 80 °C (1 min 保持) →</u> <u>昇温 20 °C/min→280 °C (10 min</u> <u>保持)</u> <u>検 出 器：四重極型質量分析計^{注3}</u> <u>インターフェース温度：280 °C</u> <u>イオン源温度：230 °C</u> <u>イオン化電圧：70 eV</u> <u>イオン化法：電子衝撃イオン化 (EI) 法</u> <u>モニターイオン：m/z 264 (定量用)、266 (確認</u> <u>用)</u> <u>計 算 得られた選択イオン検出クロマトグラムからピー</u> <u>ク面積又は高さを求めて検量線を作成し、試料中のクロロタ</u> <u>ロニル量を算出する。</u> <u>注 1 InertSep K-solute (ジーエルサイエンス製) 又はこれと</u> <u>同等のもの</u> <u>2 流速は 1~2 mL/min 程度とする。必要に応じて吸引マ</u> <u>ニホールドを使用する。</u> <u>3 GC7890A/5973C (Agilent Technologies 製) による条件</u> <u>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</u> <table border="1" data-bbox="257 1165 985 1364"> <thead> <tr> <th>試料の種類</th> <th>添加濃度 (mg/kg)</th> <th>繰返し</th> <th>添加回収率 (%)</th> <th>繰返し精度 RSD_r (%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td rowspan="2">稲発酵粗飼料</td> <td>0.089</td> <td>3</td> <td>110</td> <td>6.5</td> </tr> <tr> <td>0.0044</td> <td>3</td> <td>103</td> <td>8.0</td> </tr> <tr> <td rowspan="2">粳米</td> <td>0.2</td> <td>3</td> <td>104</td> <td>4.3</td> </tr> <tr> <td>0.01</td> <td>3</td> <td>88.5</td> <td>4.0</td> </tr> </tbody> </table> <u>・共同試験</u> </p>	試料の種類	添加濃度 (mg/kg)	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%)	稲発酵粗飼料	0.089	3	110	6.5	0.0044	3	103	8.0	粳米	0.2	3	104	4.3	0.01	3	88.5	4.0	
試料の種類	添加濃度 (mg/kg)	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%)																				
稲発酵粗飼料	0.089	3	110	6.5																				
	0.0044	3	103	8.0																				
粳米	0.2	3	104	4.3																				
	0.01	3	88.5	4.0																				

改正後								現	行
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		
稲発酵粗飼料	9	0	0.089	85.3	4.9	8.7	0.40		
籾米	9	0	0.1	93.0	8.6	8.5	0.39		
・ 定量下限	試料（稲発酵粗飼料は風乾物）中						0.01 mg/kg		
・ 検出下限	試料（稲発酵粗飼料は風乾物）中						0.003 mg/kg		
<u>251 ジメタメトリン</u>								〔新設〕	
<u>251.1 オキサジクロメホンその他の農薬の液体クロマトグラフトンデム型質量分析計による同時分析法</u>									
第3節 26 による。									
<u>252 チフルザミド</u>								〔新設〕	
<u>252.1 エチプロールその他の農薬の液体クロマトグラフトンデム型質量分析計による同時分析法</u>									
第3節 25 による。									
<u>253 ピリブチカルブ</u>								〔新設〕	
<u>253.1 オキサジクロメホンその他の農薬の液体クロマトグラフトンデム型質量分析計による同時分析法</u>									
第3節 26 による。									
<u>254 ピロキロン</u>								〔新設〕	
<u>254.1 エチプロールその他の農薬の液体クロマトグラフトンデム型質量分析計による同時分析法</u>									
第3節 25 による。									
第2節 〔略〕								第2節 〔略〕	

改正後	現 行
<p>第3節 多成分同時分析法 1~24 〔略〕</p> <p>25 <u>エチプロールその他の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^{註1} エチプロール、カルプロパミド、クロマフェノジド、クロラントラニリプロール、チフルザミド、ピロキロン (6成分)</u></p> <p>(2) <u>適用範囲 稲わら、稲発酵粗飼料及び粃米</u></p> <p>(3) <u>分析法</u></p> <p style="text-align: center;">A 試薬の調製</p> <p><u>農薬混合標準液 エチプロール [C₁₃H₉Cl₂F₃N₄O₈]、カルプロパミド [C₁₅H₁₈Cl₃NO]、クロマフェノジド [C₂₄H₃₀N₂O₃]、クロラントラニリプロール [C₁₈H₁₄BrCl₂N₅O₂]、チフルザミド [C₁₃H₆Br₂F₆N₂O₂S] 及びピロキロン [C₁₁H₁₁NO] 各 50 mg を正確に量ってそれぞれ 100 mL の全量フラスコに入れ、アセトンを加えて溶かし、更に標線まで同溶媒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 0.5 mg を含有する。)</u></p> <p><u>各農薬標準原液各 2 mL を 100 mL の全量フラスコに入れて混合し、更に標線までアセトンを加えて 1 mL 中に各農薬としてそれぞれ 10 µg を含有する農薬混合標準原液を調製する。</u></p> <p><u>使用に際して、農薬混合標準原液の一定量をアセトニトリル-水 (3+2) で正確に希釈し、1 mL 中に各農薬として 0.0005~0.05 µg を含有する数点の農薬混合標準液を調製する。</u></p> <p style="text-align: center;">B 定 量</p> <p><u>抽 出 分析試料 10.0 g を量って 300 mL の共栓三角フラ</u></p>	<p>第3節 多成分同時分析法 1~24 〔略〕</p> <p>〔新設〕</p>

改正後	現 行
<p>スコに入れ、水 30 mL (粃米は 20 mL) を加えて、30 分間静置後、更にアセトン 120 mL (粃米は 100 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ン 50 mL で洗浄し、同様に吸引ろ過する。更に全量フラスコの標線までアセトンを加える。この液 2 mL を 50 mL のなす形フラスコに正確に入れ、水 20 mL を加えて、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 ^{注1} オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (500 mg) ^{注2} をアセトニトリル 5 mL 及び水 5 mL で順次洗浄する。試料溶液をミニカラムに入れ、液面が充てん剤の上端に達するまで流下させる。更に試料溶液の入っていたなす形フラスコを水-アセトニトリル (9+1) 5 mL ずつで 2 回洗浄し、洗液を順次ミニカラムに加え、同様に流出させる。10 mL の全量フラスコをミニカラムの下に置き、アセトニトリル-水 (3+2) 9 mL をミニカラムに加え、各農薬を溶出させる。更に全量フラスコの標線まで同溶媒を加える。この液 5 mL を 50 mL のなす形フラスコに正確に入れ、40 °C 以下の水浴で約 2 mL まで減圧濃縮した後、水 2 mL を加えてカラム処理 II に供する試料溶液とする。</p> <p>カラム処理 II ^{注1} 試料溶液を多孔性ケイソウ土カラム (5 mL 保持用) ^{注3} に入れ、10 分間静置する。100 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酢酸エチル 5 mL ずつで 4 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流下して各農薬を溶出させる。更に同溶媒 10 mL をカラムに加えて同様に溶出させ、溶出液を 40 °C 以下の水浴で約 1 mL まで減圧濃縮</p>	

改正後	現 行
<p>し、窒素ガスを送って乾固する。アセトニトリル-トルエン (3+1) 5 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。</p> <p>カラム処理 III ^{注1} 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4} をアセトニトリル-トルエン (3+1) 10 mL で洗浄する。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、液面が充てん剤の上端に達するまで流下して各農薬を流出させる。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-トルエン (3+1) 5 mL ずつで 3 回洗浄し、洗液を順次ミニカラムに加え、同様に流出させる。更にアセトニトリル-トルエン (3+1) 5 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 以下の水浴で約 1 mL まで減圧濃縮し、窒素ガスを送って乾固する。アセトニトリル-水 (3+2) 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、上澄み液の一定量を同溶媒で正確に 10 倍希釈して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。また、試料が稲わらである場合は、先の遠心分離した後の上澄み液をクロラントラニリプロールの定量に用いるための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。</p> <p>液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による測定 試料溶液及び各農薬混合標準液各 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。</p> <p>測定条件 例 (液体クロマトグラフ部) カ ラ ム : オクタデシルシリル化シリカゲ</p>	

改正後

現 行

ルカラム（内径 2.1 mm、長さ
150 mm、粒径 5 μm）^{注5}

溶 離 液：2 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液
－アセトニトリル（4+1）→15
min→（1+9）（5 min 保持）

流 速：0.2 mL/min

カラム槽温度：40 °C
（タンデム型質量分析計部^{注6}）

イオン化法：エレクトロスプレーイオン化
（ESI）法

イオン源温度：120 °C

デソルベーション温度：450 °C

キャピラリー電圧：正イオン 2.0 kV、負イオン 1.0
kV

コーン電圧：下表のとおり

コリジョンエネルギー：下表のとおり

モニターイオン：下表のとおり

表 モニターイオン条件

測定対象物質	測定 モード	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>)	コーン 電圧 (V)	コリジョン エネルギー (eV)
エチプロール	－	395	330	－	20	15
			－	250	20	25
カルプロバミド	＋	334	139	－	30	20
			－	103	30	40
クロマフェノジド	＋	395	175	－	15	15
			－	91	15	50
クロラントラニプロール	＋	482	284	－	25	15
			－	112	25	50
チフルザミド	－	527	125	－	25	45
			－	166	25	30
ピロキロン	＋	174	132	－	45	20
			－	117	45	25

計 算 得られた選択反応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、試料中の各農薬量を算出す

改正後

現行

る。

注 1 流速は 1 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。

2 InertSep Slim-J C18-B (ジーエルサイエンス製) 又はこれと同等のもの

3 Chem Elut (Agilent Technologies 製) 又はこれと同等のもの

4 ENVI-Carb/LC-NH₂ (Supelco 製) 又はこれと同等のもの

5 Inertsil ODS-SP (ジーエルサイエンス製) 又はこれと同等のもの

6 Quattro Premier XE (Waters 製) による条件例

(参考) 分析法バリデーション

・添加回収率及び繰返し精度

添加成分名	試料の種類	添加濃度 (mg/kg)	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD.(%)
エチプロール	稲わら	3	3	90.4	5.0
		0.1	3	83.5	16
	稲発酵粗飼料	1.3	3	86.5	2.2
		0.044	3	88.8	12
	籾米	1	3	94.6	4.3
		0.1	3	86.7	10
カルプロバミド	稲わら	3	3	83.3	3.7
		0.1	3	100	12
	稲発酵粗飼料	0.89	3	89.9	4.3
		0.044	3	105	3.5
	籾米	1	3	91.8	6.6
		0.1	3	102	9.2
クロマフェノジド	稲わら	5	3	85.9	1.5
		0.1	3	105	11
	稲発酵粗飼料	1.3	3	97.4	2.7
		0.044	3	99.9	2.8
	籾米	3	3	92.7	1.1
		0.1	3	101	1.6
クロラントラニリプロール	稲わら	0.1	3	95.5	2.8
		0.01	3	96.8	10
	稲発酵粗飼料	1.3	3	93.5	5.6
		0.044	3	98.3	4.2
	籾米	1	3	103	2.9
		0.1	3	103	10
チフルザミド	稲わら	1	3	85.2	6.7
		0.1	3	87.8	20
	稲発酵粗飼料	1.3	3	119	6.6
		0.044	3	98.2	3.6

改正後

現 行

ピロキロン	籾米	1	3	92.3	4.6
		0.1	3	90.8	11
	稲わら	3	3	79.4	13
		0.1	3	103	9.9
	稲発酵粗飼料	0.89	3	97.4	3.7
		0.044	3	103	3.8
	籾米	1	3	88.7	12
		0.1	3	102	5.5

・ 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
エチプロール	稲わら	8	0	1	92.5	5.0	6.0	0.37
	籾米	8	0	1	98.5	4.8	8.0	0.50
カルプロバミド	稲わら	8	0	1	91.7	3.5	4.6	0.28
	籾米	8	0	1	97.0	4.0	4.3	0.27
クロマフェノジド	稲わら	8	0	1	94.8	8.1	8.1	0.50
	籾米	8	0	1	101	1.9	4.3	0.27
クロラントラニ リプロール	稲わら	8	0	0.1	75.8	11	25	1.2
	籾米	8	0	1	95.6	7.3	9.4	0.58
チフルザミド	稲わら	8	0	1	92.6	5.4	6.4	0.40
	籾米	8	0	1	99.2	3.5	5.1	0.32
ピロキロン	稲わら	8	0	1	90.8	4.4	6.3	0.39
	籾米	8	0	1	94.2	3.8	5.8	0.36

- ・ 定量下限 クロラントラニリプロール：試料（稲発酵粗飼料は風乾物）中 0.1 mg/kg（稲わら 0.01 mg/kg）、その他の農薬：試料（稲発酵粗飼料は風乾物）中 各 0.1 mg/kg
- ・ 検出下限 クロラントラニリプロール：試料（稲発酵粗飼料は風乾物）中 0.03 mg/kg（稲わら 0.003 mg/kg）、その他の農薬：試料（稲発酵粗飼料は風乾物）中 各 0.03 mg/kg

26 オキサジクロメホンその他の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

- (1) 分析対象化合物 オキサジクロメホン、ジメタメトリン及びピリブチカルブ（3成分）
- (2) 適用範囲 稲わら、稲発酵粗飼料及び籾米
- (3) 分析法

A 試薬の調製

- 1) オキサジクロメホン標準原液 オキサジクロメホン

〔新設〕

改正後	現 行
<p><u>〔C₂₀H₁₉Cl₂NO₂〕 25 mg を正確に量って 50 mL の全量フラスコに入れ、アセトンを加えて溶かし、更に標線まで同溶媒を加えてオキサジクロメホン標準原液を調製する（この液 1 mL は、オキサジクロメホンとして 0.5 mg を含有する。）。</u></p> <p>2) <u>ジメタメトリン標準原液</u> <u>ジメタメトリン〔C₁₁H₂₁N₅S〕 25 mg を正確に量って 50 mL の全量フラスコに入れ、アセトンを加えて溶かし、更に標線まで同溶媒を加えてジメタメトリン標準原液を調製する（この液 1 mL は、ジメタメトリンとして 0.5 mg を含有する。）。</u></p> <p>3) <u>ピリブチカルブ標準原液</u> <u>ピリブチカルブ〔C₁₈H₂₂N₂O₂S〕 25 mg を正確に量って 50 mL の全量フラスコに入れ、アセトンを加えて溶かし、更に標線まで同溶媒を加えてピリブチカルブ標準原液を調製する（この液 1 mL は、ピリブチカルブとして 0.5 mg を含有する。）。</u></p> <p>4) <u>農薬混合標準液</u> <u>使用に際して、オキサジクロメホン標準原液、ジメタメトリン標準原液及びピリブチカルブ標準原液の一定量を混合し、アセトニトリル-水（4+1）で正確に希釈し、1 mL 中にオキサジクロメホン、ジメタメトリン及びピリブチカルブとしてそれぞれ 0.1~10 ng を含有する数点の農薬混合標準液を調製する。</u></p> <p style="text-align: center;">B 定 量</p> <p><u>抽 出</u> <u>分析試料 10.0 g を量って 300 mL の共栓三角フラスコに入れ、水 30 mL（粃米は 20 mL）を加え、30 分間静置後、更にアセトン 120 mL（粃米は 100 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ン 50 mL で洗浄し、同様に吸引ろ過する。更に全量フラスコの標線までアセトンを加</u></p>	

改正後	現 行
<p>える。この液 2 mL を 50 mL のなす形フラスコに正確に入れ、水 20 mL を加えて、カラム処理に供する試料溶液とする。</p> <p><u>カラム処理^{注1}</u> オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (500 mg)^{注2} をアセトニトリル 5 mL 及び水 5 mL で順次洗浄する。試料溶液をミニカラムに入れ、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なす形フラスコを水-アセトニトリル (3+2) 5 mL ずつで 2 回洗浄し、洗液を順次ミニカラムに加え、同様に流出させる。10 mL の全量フラスコをミニカラムの下に置き、アセトニトリル-水 (4+1) 9 mL をミニカラムに加え、各農薬を溶出させる^{注3}。更に全量フラスコの標線まで同溶媒を加え、その液の一定量を 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。</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</u> 試料溶液及び各農薬混合標準液各 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。</p> <p><u>測定条件 例</u> <u>(液体クロマトグラフ部)</u> <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 2.1 mm、長さ 150 mm、粒径 5 µm)^{注4} <u>溶 離 液</u> : 2 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液-アセトニトリル (4+1) → 15 min → (1+9) (5 min 保持) <u>流 速</u> : 0.2 mL/min</p>	

改正後

現 行

カラム槽温度：40℃

(タンデム型質量分析計部^{注5})

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）

イオン源温度：120℃

デソルベーション温度：350℃

キャピラリー電圧：3.5 kV

コーン電圧：下表のとおり

コリジョンエネルギー：下表のとおり

モニターイオン：下表のとおり

表 モニターイオン条件

測定対象物質	プリカーサー イオン (m/z)	プロダクト イオン (m/z)	確認 イオン (m/z)	コーン 電圧 (V)	コリジョン エネルギー (eV)
オキサジクロメホン	376	190	162	21	23
ジメタメトリン	256	186	69	31	27
ピリプチカルブ	331	181	109	16	23

計算 得られた選択反応検出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、試料中の各農薬量を算出する得る。

注 1 流速は 1~2 mL/min とする。必要に応じて吸引マニホールドを使用する。

2 InertSep Slim-J C18-B（ジーエルサイエンス製）に適切な容量のリザーバーを連結したもの又はこれと同等のもの

3 流速が維持できない場合は、必要に応じて二連球等により圧注する。

4 ZORBAX Eclipse XDB-C18（Agilent Technologies 製、本

改正後

現 行

測定条件によるオキサジクロメホン、ジメタメトリン
及びピリブチカルブの保持時間はそれぞれ約 15.4、
12.2 及び 16.0 分) 又はこれと同等のもの

5 ACQUITY TQD (Waters 製) による条件例

(参考) 分析法バリデーション

・ 添加回収率及び繰返し精度

添加成分名	試料の種類	添加濃度 (mg/kg)	繰返し	平均回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%)
オキサジク ロメホン	稲わら	0.3	3	99.0	2.5
		0.01	3	95.5	3.1
	稲発酵粗飼料	0.1	3	94.2	2.6
		0.01	3	100	4.5
	粳米	0.1	3	99.5	7.1
		0.01	3	91.7	4.9
ジメタメ トリン	稲わら	0.2	3	92.8	3.4
		0.01	3	91.0	3.5
	稲発酵粗飼料	0.1	3	90.8	1.8
		0.01	3	105	4.7
	粳米	0.1	3	98.6	0.6
		0.01	3	88.3	2.2
ピリブチ カルブ	稲わら	0.1	3	84.1	3.9
		0.01	3	93.1	1.1
	稲発酵粗飼料	0.1	3	90.3	5.3
		0.01	3	95.5	3.6
	粳米	0.1	3	91.2	7.8
		0.01	3	104	4.9

・ 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 _r (%)	室間再 現精度 RSD _R (%)	HorRat
オキサジクロ メホン	稲わら	8	0	0.1	94.6	4.1	4.1	0.19
	稲発酵粗飼料	8	0	0.04	94.1	7.4	7.4	0.33
	粳米	8	0	0.05	96.8	3.1	3.3	0.15
ジメタメトリン	稲わら	8	0	0.1	94.1	2.1	3.2	0.15
	稲発酵粗飼料	8	0	0.04	95.3	3.8	4.0	0.18
	粳米	8	0	0.05	96.4	2.3	3.2	0.14
ピリブチカルブ	稲わら	8	0	0.1	81.4	5.0	5.2	0.23
	稲発酵粗飼料	8	0	0.04	83.1	6.6	7.0	0.32
	粳米	8	0	0.05	88.0	6.1	6.5	0.30

・ 定量下限 試料 (稲発酵粗飼料は風乾物) 中 各 0.01 mg/

改正後	現 行
<p><u>kg</u> ・ 検出下限 <u>試料（稲発酵粗飼料は風乾物）中 各 0.003 mg/</u> <u>kg</u></p> <p>27 <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</u> <u>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^{注1}、グルホシネート（N-ア</u> <u>セチルグルホシネート^{注2}を含む。）及び 3-メチルホスフィニコ</u> <u>プロピオン酸（3成分）</u></p> <p>(2) <u>適用範囲</u> <u>穀類、稲わら及び稲発酵粗飼料</u></p> <p>(3) <u>分析法</u></p> <p style="text-align: center;">A 試薬の調製</p> <p>1) <u>グリホサート標準原液</u> <u>グリホサート [C₃H₈NO₅P] 25 mg</u> <u>を正確に量って 25 mL の全量フラスコに入れ、水を加えて溶</u> <u>かし、更に標線まで水を加えてグリホサート標準原液を調製</u> <u>する（この液 1 mL は、グリホサートとして 1 mg を含有す</u> <u>る。）。</u></p> <p>2) <u>グルホシネート標準原液</u> <u>グルホシネート</u> <u>[C₃H₁₅N₂O₄P] 25 mg を正確に量って 25 mL の全量フラスコ</u> <u>に入れ、水を加えて溶かし、更に標線まで水を加えてグルホ</u> <u>シネート標準原液を調製する（この液 1 mL は、グルホシネー</u> <u>トとして 1 mg を含有する。）。</u></p> <p>3) <u>3-メチルホスフィニコプロピオン酸標準原液</u> <u>3-メチルホ</u> <u>スフィニコプロピオン酸 [C₄H₉O₄P] 25 mg を正確に量って 25</u> <u>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</u> <u>水を加えて 3-メチルホスフィニコプロピオン酸標準原液を調</u> <u>製する（この液 1 mL は、3-メチルホスフィニコプロピオン酸</u> <u>として 1 mg を含有する。）。</u></p>	<p>[新設]</p>

改正後	現 行
<p>4) <u>農薬混合標準液</u> 使用に際して、<u>グリホサート標準原液、グルホシネート標準原液及び 3-メチルホスフィニコプロピオン酸標準原液の一定量を混合し、更に水で正確に希釈し、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。</u></p> <p style="text-align: center;">B 定 量</p> <p><u>抽出</u> 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、水 200 mL を加え、30 分間振り混ぜて抽出する。<u>抽出液を共栓遠心沈殿管に入れ、1,500×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。</u></p> <p><u>カラム処理 I</u> ^{注 3} <u>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) ^{注 4} 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) ^{注 5} を連結し、メタノール 6 mL 及び水 12 mL で順次洗浄する。200 mL のなす形フラスコ^{注 6}をミニカラムの下に置き、試料溶液 1 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、誘導体化に供する試料溶液とする。</u></p> <p><u>誘導体化</u> <u>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^{注 7}、この容器を密栓して 100 °C で 2 時間加熱^{注 8}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。酢酸エチル 4 mL を正確に加えて残留物を溶かし^{注 7}、カラム処理 II に供する試料溶液とする。</u></p> <p><u>カラム処理 II</u> ^{注 3} <u>アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカ</u></p>	

改正後	現 行
<p><u>ラム (360 mg) の下にシリカゲルミニカラム (690 mg) を連結し、酢酸エチル 10 mL で洗浄する。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。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。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グリホサート誘導体、3-メチルホスフィニコプロピオン酸誘導体及びグルホシネート誘導体を溶出させる。溶出液を 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。0.01 v/v%ギ酸溶液 1 mL を正確に加えて残留物を溶かし^{注7}、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 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減圧濃縮した後、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^{注7}、なす形フラスコを密栓して 100 °C で 2 時間加熱^{注8}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。0.01 v/v%ギ酸溶液 10 mL を正確に加えて残留物を溶かし^{注7}、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それぞれ 0.3~300 ng 相当量を含む数点の標準液を調製する。</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</u></p>	

改正後

現 行

溶液及び各標準液各 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。

測定条件 例

(液体クロマトグラフ部)

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⁹

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)

流速 : 0.2 mL/min

カラム槽温度 : 40 °C

(タンデム型質量分析計部注¹⁰)

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)

イオン源温度 : 120 °C

デソルベーション温度 : 400 °C

キャピラリー電圧 : 3 kV

コーン電圧 : 下表のとおり

コリジョンエネルギー : 下表のとおり

モニターイオン : 下表のとおり

表 モニターイオン条件

測定対象物質	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
グルホシネート誘導体	252	210	150	26	14

改正後	現 行
<p>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> <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、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を求めて検量線を作成し、試料中のグリホサート量、グルホシネート（<i>N</i>-アセチルグルホシネートを含む）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) = $A + B \times 1.3$</p> <p>A : 検量線から求めた試料中のグルホシネート（<i>N</i>-アセチルグルホシネートを含む）の濃度 (mg/kg)</p> <p>B : 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 本法では、試料中のグリホサート、グリホサートアンモニウム塩、グリホサートイソプロピルアミン塩、グリホサートトリメシウム塩及びグリホサートナトリウム塩をグリホサート誘導体に誘導体化し、グリホサートとして定量する。</p> <p>2 グルホシネート及び <i>N</i>-アセチルグルホシネートの誘導体は同一であることから、<i>N</i>-アセチルグルホシネートはグルホシネートとの含量として定量する。</p> <p>3 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。</p> <p>4 Oasis HLB（Waters 製、リザーバー容量 6 mL）又はこれと同等のもの</p> <p>5 Oasis Plus MCX（Waters 製）又はこれと同等のもの</p> <p>6 50 mL のなす形フラスコを用いる場合には、同様に操</p>	

改正後

現 行

作した後、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。

7 必要に応じて超音波処理し、十分に拡散させる。

8 乾燥器等に入れる。乾燥器を用いる場合は十分に庫内及び実験室内を換気すること。

9 ZORBAX Eclipse XDB-C18 (Agilent Technologies 製、本測定条件によるグリホサート誘導体の保持時間は約 7.2 分、グルホシネート誘導体の保持時間は約 4.4 分、3-メチルホスフィニコプロピオン酸誘導体の保持時間は約 5.8 分) 又はこれと同等のもの

10 ACQUITY TQD (Waters 製) による条件例

(参考) 分析法バリデーション

・添加回収率及び繰返し精度

添加成分名	試料の種類	添加濃度 (mg/kg)	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%)
グリホサート	大麦	20	3	82.8	6.5
		0.04	3	117	17
	小麦	5	3	86.4	6.1
		0.5	3	85.0	7.0
	とうもろこし	1	3	80.1	7.6
		0.1	3	85.4	13
	稲わら	0.2	3	97.3	4.2
		0.04	3	100	14
	稲発酵粗飼料	0.2	3	88.6	8.8
		0.04	3	83.0	7.2
グルホシネート	大麦	0.5	3	100	6.5
		0.05	3	88.0	14
	小麦	0.2	3	93.1	6.2
		0.05	3	102	16
	とうもろこし	0.1	3	112	2.6
		0.05	3	103	14
	稲わら	0.5	3	94.2	5.4
		0.05	3	103	16
	稲発酵粗飼料	0.5	3	84.6	2.2
		0.05	3	92.7	11
	大麦	0.5	3	89.9	5.3
		0.05	3	81.2	17
	小麦	0.2	3	80.0	8.9
		0.05	3	98.0	7.2

改正後

現行

3-メチル ホスフィニコ プロピオン酸	とうもろこし	0.1	3	85.7	7.0
	稲わら	0.05	3	108	5.5
	稲発酵粗飼料	0.5	3	92.4	7.2
		0.05	3	117	3.3
	稲発酵粗飼料	0.5	3	76.9	10
		0.05	3	91.1	4.1
大麦		0.5	3	89.0	7.0
		0.05	3	101	19
小麦		0.2	3	82.2	7.4
		0.05	3	74.1	11
N-アセチル グルホシネート	とうもろこし	0.1	3	88.0	5.3
	稲わら	0.05	3	85.4	11
	稲わら	0.5	3	82.4	13
	稲発酵粗飼料	0.05	3	84.4	16
	稲発酵粗飼料	0.5	3	73.0	8.3
		0.05	3	82.3	10

・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 _r (%)	室間再現精度 RSD _g (%)	HorRat
グリホサート	とうもろこし	9	1	1	79.7	5.1	20	1.2
	大麦	10	0	20	75.4	10	22	2.0
	稲わら	10	0	0.2	88.7	18	32	1.6
	稲発酵粗飼料	10	0	0.2	81.7	12	23	1.1
グルホシネート	とうもろこし	10	0	0.1	98.3	8.1	21	0.96
	大麦	10	0	0.5	99.3	11	15	0.84
	稲わら	10	0	0.5	96.8	6.5	17	0.93
	稲発酵粗飼料	10	0	0.5	89.1	8.0	15	0.85
3-メチルホス フィニコプロ ピオン酸	とうもろこし	7	3	0.1	90.5	13	33	1.5
	大麦	9	1	0.5	91.1	10	14	0.77
	稲わら	9	1	0.5	91.1	6.3	13	0.71
	稲発酵粗飼料	9	1	0.5	86.2	5.7	17	0.93

- ・定量下限 グリホサート：試料（稲発酵粗飼料は風乾物）
中 0.04 mg/kg、その他の農薬：試料（稲発酵粗飼料は風乾物）中 各 0.05 mg/kg
- ・検出下限 グリホサート：試料（稲発酵粗飼料は風乾物）
中 0.01 mg/kg、その他の農薬：試料（稲発酵粗飼料は風乾物）中 各 0.02 mg/kg

第7章～第17章 [略]

第18章 病原微生物

第7章～第17章 [略]

第18章 病原微生物

改正後	現 行
<p>1 サルモネラ</p> <p>1.1 培養法 〔略〕</p> <p style="padding-left: 40px;">A 試薬等の調整〔略〕</p> <p style="padding-left: 40px;">B 培 養〔略〕</p> <p style="padding-left: 40px;">C 同 定</p> <p>確認同定 〔略〕</p> <p>血清型別^{注 9、10} スライドグラス上に生理食塩液及びサルモネラ O 群多価血清をそれぞれ 1 滴滴下し、サルモネラの性状を示した菌を TSI 寒天培地斜面上から少量かき取り、生理食塩液と混和した後、続いて O 群多価血清と混和し、スライドグラスを前後に傾けながら凝集の有無を確認する。</p> <p>O 群多価血清で凝集した菌について、同様に各 O 群血清との凝集の有無を確認し、O 群を決定する。</p> <p>O 群の決定した菌について、試験管法により H 血清との凝集の有無を確認し、H 抗原を決定する。</p> <p>O 群及び H 抗原が決定した菌について、Kauffmann-White の抗原表に照合し、サルモネラの血清型を確認する。</p> <p>注 1～8 〔略〕</p> <p>9 <u>Salmonella enterica subsp. enterica serovar Gallinarum、</u> <u>Salmonella enterica subsp. enterica serovar Dublin、</u> <u>Salmonella enterica subsp. enterica serovar Enteritidis、</u> <u>Salmonella enterica subsp. enterica serovar Typhimurium</u> 及び <u>Salmonella enterica subsp. enterica serovar Choleraesuis</u> の各 血清型については、サルモネラの性状を示した菌又は前 増菌培養後の培養液を試料とし、1.2 に規定する方法によ り、迅速な同定が可能である。</p> <p>10 〔略〕</p>	<p>1 サルモネラ</p> <p>〔略〕</p> <p style="padding-left: 40px;">A 試薬等の調整〔略〕</p> <p style="padding-left: 40px;">B 培 養〔略〕</p> <p style="padding-left: 40px;">C 同 定</p> <p>確認同定 〔略〕</p> <p>血清型別^{注 9} スライドグラス上に生理食塩液及びサルモネラ O 群多価血清をそれぞれ 1 滴滴下し、サルモネラの性状を示した菌を TSI 寒天培地斜面上から少量かき取り、生理食塩液と混和した後、続いて O 群多価血清と混和し、スライドグラスを前後に傾けながら凝集の有無を確認する。</p> <p>O 群多価血清で凝集した菌について、同様に各 O 群血清との凝集の有無を確認し、O 群を決定する。</p> <p>O 群の決定した菌について、試験管法により H 血清との凝集の有無を確認し、H 抗原を決定する。</p> <p>O 群及び H 抗原が決定した菌について、Kauffmann-White の抗原表に照合し、サルモネラの血清型を確認する。</p> <p>注 1～8 〔略〕</p> <p>〔新設〕</p> <p>9 〔略〕</p>

改正後	現 行
<p>1.2 <u>マルチプレックス PCR 法による特定血清型^{注1}の迅速同定法</u> <u>本項において、bp (base pair) とあるのは、DNA の塩基対数を表す。</u> <u>水、試薬及び器具類は、必要に応じて滅菌したものをを用いる。また、超純水とは、水を更に電気伝導率 5.6 $\mu\text{S}/\text{m}$ 以下 (比抵抗 18 $\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ 以上) に精製したものとする。なお、滅菌する場合は高压蒸気滅菌 (121 $^{\circ}\text{C}$、15 min 以上) 又は同等と認められる方法で処理する。</u></p> <p style="text-align: center;">A 試薬等の調製</p> <p>1) <u>25 mmol/L 水酸化ナトリウム溶液</u> <u>水酸化ナトリウム 0.1 g に超純水 100 mL を加えて溶かし、121 $^{\circ}\text{C}$ で 15 分間高压蒸気滅菌する。</u></p> <p>2) <u>1 mol/L トリス塩酸緩衝液</u> <u>トリスヒドロキシメチルアミノメタン 12.1 g に超純水 60 mL を加え、更に塩酸 4.2 mL を加えて溶かし、塩酸で pH を 7.9~8.1 に調整した後、更に超純水を加えて 100 mL とし、121 $^{\circ}\text{C}$ で 15 分間高压蒸気滅菌する。</u></p> <p>3) <u>0.5 mol/L EDTA 溶液</u> <u>エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム二水和物 18.6 g 及び水酸化ナトリウム 2 g を超純水 60 mL に溶かし、水酸化ナトリウム溶液 (5 mol/L) で pH を 7.9~8.1 に調整した後、更に超純水を加えて 100 mL とし、121 $^{\circ}\text{C}$ で 15 分間高压蒸気滅菌する。</u></p> <p>4) <u>Tris-acetate, EDTA (TAE) 緩衝液</u> <u>トリスヒドロキシメチルアミノメタン 10.8 g、ホウ酸 5.5 g 及び 0.5 mol/L EDTA 溶液 4 mL を水に溶かして 1,000 mL とする。</u></p> <p>5) <u>Tris-borate, EDTA (TBE) 緩衝液</u> <u>トリスヒドロキシメチルアミノメタン 10.8 g、ホウ酸 5.5 g 及び 0.5 mol/L EDTA 溶液 4 mL を水に溶かして 1,000 mL とする。</u></p> <p>6) <u>アガロースゲル</u> <u>電気泳動用アガロース 2.5 g に TAE 緩</u></p>	<p>〔新設〕</p>

改正後	現 行
<p><u>衝液又は TBE 緩衝液 100 mL を加え、沸騰水浴中で加熱して溶かし、50~60 °C に冷却した後、ゲルの厚さが 3~4 mm になるようゲル形成型に流し込み、コームを差し込み、水平に静置する。十分にゲルが固化した後コームを抜く。</u></p> <p>7) <u>電気泳動用色素溶液</u> <u>DNA 分子量マーカー^{注2}に添付されているもの又は以下により調製したものをを用いる。</u> <u>プロモフェノールブルー25 mg、キシレンシアノール FF 25 mg 及びグリセリン 3 g を水に溶かして 10 mL とし、121 °C で 15 分高压蒸気滅菌する。</u></p> <p>8) <u>ゲル染色液</u> <u>臭化エチジウム 10 mg を滅菌した水 1,000 µL に溶かして臭化エチジウム原液を調製し、使用時にこの原液 50 µL に TAE 緩衝液又は TBE 緩衝液 1,000 mL を加えてゲル染色液とする。</u></p> <p>9) <u>陽性対照</u> <u><i>Salmonella enterica</i> subsp. <i>enterica</i> serovar <i>Gallinarum</i>、<i>Salmonella enterica</i> subsp. <i>enterica</i> serovar <i>Dublin</i>、<i>Salmonella enterica</i> subsp. <i>enterica</i> serovar <i>Enteritidis</i>、<i>Salmonella enterica</i> subsp. <i>enterica</i> serovar <i>Typhimurium</i> 及び <i>Salmonella enterica</i> subsp. <i>enterica</i> serovar <i>Choleraesuis</i> の標準菌株から DNA を抽出^{注3}し、滅菌した超純水を加えて、1 mL 中に DNA としてそれぞれ 10 µg 以上を含有する各血清型の陽性対照を調製する。</u></p> <p>10) <u>プライマー混合溶液</u> <u>各血清型につき、対応する 4 組のプライマー対^{注4}を滅菌した超純水に加えて、それぞれ 10 µmol/L の各プライマー混合溶液を調製する。</u></p> <p>11) <u>PCR 反応液</u> <u>各血清型につき、滅菌した超純水 1 µL、PCR 緩衝液^{注5} 25 µL、2 mmol/L デオキシヌクレオシド三リン酸混合液^{注6} 10 µL、10 µmol/L プライマー混合溶液 12 µL 及び DNA ポリメラーゼ液^{注7} 1 µL (1 単位相当量) を PCR チュー</u></p>	

改正後	現 行
<p><u>ブ 1 本あたりの必要量とする。これらの試薬について、必要本数分の量をそれぞれマイクロチューブ（容量 1.5 mL）に加えて PCR 反応液を調製する。更に、滅菌した超純水 1 μL の代わりに陽性対照 1 μL を添加した PCR 反応液（阻害確認用）を調製する。</u></p> <p style="text-align: center;">B 同 定</p> <p>1) <u>前増菌培養液を用いた同定方法</u></p> <p><u>DNA の抽出 1.1 の B の前増菌培養液 200 μL をマイクロチューブ（容量 1.5 mL）に入れ、13,000\timesg で 1 分間遠心分離した後、上澄みを除去する。更に、生理食塩液 1 mL を加えて懸濁させ、13,000\timesg で 1 分間遠心分離した後、上澄みを除去する。この残留物から得られた DNA 抽出液^{注 8}100 μL を新しいマイクロチューブ（容量 1.5 mL）に入れ、抽出した DNA を精製^{注 9}し、減圧乾燥する。滅菌した超純水 20 μL を加えて残留物を溶かし、試料溶液等の調製に供する DNA 試料液とする。</u></p> <p><u>試料溶液等の調製 各血清型につき、PCR 反応液 49 μL を PCR チューブ（容量 200 μL）に入れ、DNA 試料液 1.0 μL を加えて振り混ぜ、PCR 反応に供する試料溶液とする。また、PCR 反応液（阻害確認用）49 μL を別の PCR チューブに入れ、DNA 試料液 1.0 μL を加えて同様に操作し、阻害確認用試料溶液を調製する。</u></p> <p><u>同時に、陽性対照 1.0 μL 及び滅菌した超純水 1.0 μL をあらかじめ PCR 反応液 49 μL を入れたそれぞれ別の PCR チューブに加えて同様に操作し、陽性対照液及び陰性対照液を調製する。</u></p> <p><u>PCR 反応 各試料溶液、阻害確認用試料溶液、陽性対照液及び陰性対照液の入った PCR チューブを DNA 増幅装置に</u></p>	

改正後	現 行
<p><u>入れ、PCR 反応を行う。</u></p> <p><u>PCR 反応条件 例</u></p> <p><u>DNA 増幅装置: Gene Amp System 9700 (Applied Biosystems 製)</u></p> <p><u>プライマー: 血清型検出用プライマー対^{注4}</u></p> <p><u>反応温度条件: 94°C (2 min 保持) → [98°C (10 s 保持) →60°C (30 s 保持) →68°C (30 s 保持)] (35 サイクル)</u></p> <p><u>温度制御条件: 9600 モード</u></p> <p><u>電気泳動 TAE 緩衝液又は TBE 緩衝液を入れた泳動槽にアガロースゲルを入れ、100 V の定電圧で 10 分間予備泳動を行う。PCR 反応の終了した試料溶液、阻害確認用試料溶液、陽性対照液及び陰性対照液及び DNA 分子量マーカー^{注2} 各 5 µL に電気泳動用色素溶液 1 µL をそれぞれ加えて混合し、各液の全量を先のアガロースゲルのそれぞれ別のウェルに注入し、100 V の定電圧でプロモフェノールブルーがウェルから 4~5 cm 移動するまで電気泳動を行う。</u></p> <p><u>電気泳動の終了したアガロースゲルをゲル染色液に入れ、約 30 分間浸した後、UV トランスイルミネーターに載せ、365 nm 又は 312 nm の紫外線を照射し、PCR 増幅産物の有無を確認する。</u></p> <p><u>判 定 陽性対照液において各血清型検出用プライマーセット^{注4}に対応する 4 つの検出サイズの PCR 増幅産物がすべて検出され、陰性対照液において PCR 増幅産物が検出されない場合で、かつ、試料溶液において各血清型検出用プライマーセットに対応する 4 つの検出サイズの PCR 増幅産物がすべて検出された場合に、当該血清型検出用プライマーに対応するサルモネラに陽性の疑い有り と判定する^{注10}。</u></p>	

改正後	現 行
<p><u>ただし、阻害確認用試料溶液で PCR 増幅産物が検出されない場合は、PCR 反応を阻害する成分が含まれている疑いがあることから、当該試料溶液についての判定は行わない。</u></p> <p><u>陽性対照液で PCR 増幅産物が検出されない場合及び陰性対照液で PCR 増幅産物が検出された場合には、PCR 反応が正常に行われていない可能性があるため、PCR 反応以降の再試験を行う。</u></p> <p>2) <u>純粋分離培養で得られたサルモネラと疑われる集落を用いた同定方法</u></p> <p><u>DNA の抽出 1.1 の B の純粋分離培養で得られたサルモネラと疑われる集落を 1 個釣菌し、あらかじめ 25 mmol/L 水酸化ナトリウム溶液 50 μL を入れたマイクロチューブ（容量 1.5 mL）中で懸濁させる。この懸濁液を 95 °C で 5 分間加熱した後放冷し、1 mol/L トリス塩酸緩衝液 4 μL を加え、10,000×g で 5 分間遠心分離し、得られた上澄み液を DNA 試料液とする。</u></p> <p><u>以下、1)による。</u></p> <p><u>注 1 家畜伝染病予防法（昭和 26 年法律第 166 号）における監視伝染病として、家畜伝染病に定められた家きんサルモネラ感染症の原因菌である <i>Salmonella enterica</i> subsp. <i>enterica</i> serovar <i>Gallinarum</i> biovar <i>Gallinarum</i> 及び biovar <i>Pullorum</i> 並びに届出伝染病に定められた家畜のサルモネラ症の原因菌である <i>Salmonella enterica</i> subsp. <i>enterica</i> serovar <i>Dublin</i>、<i>Salmonella enterica</i> subsp. <i>enterica</i> serovar <i>Enteritidis</i>、<i>Salmonella enterica</i> subsp. <i>enterica</i> serovar <i>Typhimurium</i> 及び <i>Salmonella enterica</i> subsp. <i>enterica</i> serovar <i>Choleraesuis</i> をいう。</u></p> <p>2 <u>市販の 100 bp ラダーマーカーを用いるとよい。</u></p>	

改正後	現 行
<p>3 <u>ブレインハートインフュージョン寒天培地に培養した各陽性対照菌の集落を1個釣菌し、あらかじめ25 mmol/L 水酸化ナトリウム溶液 50 μL を入れたマイクロチューブ（容量 1.5 mL）中で懸濁させる。この懸濁液を95 °C で5分間加熱した後放冷し、1 mol/L トリス塩酸緩衝液 4 μL を加え、10,000×g で5分間遠心分離し、得られた上澄み液をDNA抽出液とする。</u></p> <p><u>ブレインハートインフュージョン寒天培地 ペプトン</u> <u>10 g、牛心臓浸出液 250 mL、子牛脳浸出液 200 mL、ブドウ糖 2 g、塩化ナトリウム 5 g、リン酸二水素ナトリウム・12水 2.5 g 及びカンテン 15 g を水に加えて 1,000 mL とし、沸騰水浴中で加熱して溶かし、pH を 7.3~7.5 に調整する。以下 1.1 の A の 7)による。</u></p> <p><u>これと同等の組成を有する市販の乾燥粉末培地（Brain Heart Infusion Agar（Difco 製））を用いてもよい。pH の調整を要する場合は、塩酸（1 mol/L）又は水酸化ナトリウム溶液（1 mol/L）を用いる。</u></p> <p>4 <u>次の文献に記載された塩基配列となるよう合成したものの。</u></p> <p><u>Masato Akiba, Masahiro Kusumoto and Taketoshi Iwata: Rapid identification of <i>Salmonella enterica</i> serovars, Typhimurium, Choleraesuis, Infantis, Hadar, Enteritidis, Dublin and Gallinarum, by multiplex PCR, <i>Journal of Microbiological Methods</i>, 85, 9-15 (2011)</u></p> <p><u>各血清型検出用プライマーセットに対応する検出サイズは次のとおり。なお、すべてのセットに共通の 605 bp の増幅産物は、サルモネラが共通して保有する遺伝子（<i>invA</i>）に由来するものである。</u></p>	

改正後	現 行
<p><u>Salmonella enterica subsp. enterica serovar Gallinarum 検出用</u> 増幅産物サイズ：97 bp, 206 bp, 301 bp, 605 bp</p> <p><u>Salmonella enterica subsp. enterica serovar Dublin 検出用</u> 増幅産物サイズ：105 bp, 203 bp, 296 bp, 605 bp</p> <p><u>Salmonella enterica subsp. enterica serovar Enteritidis 検出用</u> 増幅産物サイズ：101 bp, 203 bp, 299 bp, 605 bp</p> <p><u>Salmonella enterica subsp. enterica serovar Typhimurium 検出用</u> 増幅産物サイズ：94 bp, 196 bp, 303 bp, 605 bp</p> <p><u>Salmonella enterica subsp. enterica serovar Choleraesuis 検出用</u> 増幅産物サイズ：100 bp, 198 bp, 305 bp, 605 bp</p> <p>5 <u>2×PCR Buffer for KOD FX（東洋紡製）又はこれと同等のもの</u></p> <p>6 <u>2 mmol/L dNTPs（東洋紡製）又はこれと同等のもの</u></p> <p>7 <u>KOD FX（1.0 U/μL）（東洋紡製）又はこれと同等のもの</u></p> <p>8 <u>InstaGene Matrix（Bio-Rad Laboratories 製）による方法又はこれと同等の結果が得られる方法</u></p> <p>9 <u>Ethachinmate（ニッポンジーン製）による方法又はこれと同等の結果が得られる方法</u></p> <p>10 <u>血清型の確定は 1.1 の C の血清型別による。</u></p> <p>2 〔略〕</p> <p style="text-align: center;">第 19 章・第 20 章 〔略〕</p>	<p>2 〔略〕</p> <p style="text-align: center;">第 19 章・第 20 章 〔略〕</p>
<p>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</p>	<p>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</p>

改正後	現 行
<p>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>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>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>〔中略〕</p>
<p>エチオン $C_9H_{22}O_4P_2S_4$ (CAS : 563-12-2)</p>	<p>エチオン $C_9H_{22}O_4P_2S_4$ (CAS : 563-12-2)</p>
<p><u>エチプロール $C_{13}H_9Cl_2F_3N_4OS$ (CAS : 181587-01-9)</u></p>	<p>〔新設〕</p>
<p>エチルマグネシウムブロミド C_2H_5MgBr (CAS : 925-90-6)</p>	<p>エチルマグネシウムブロミド C_2H_5MgBr (CAS : 925-90-6)</p>
<p>3 mol/L エチルマグネシウムブロミドジエチルエーテル溶液</p>	<p>3 mol/L エチルマグネシウムブロミドジエチルエーテル溶液</p>
<p>〔中略〕</p>	<p>〔中略〕</p>
<p>オキサジアゾン $C_{15}H_{18}Cl_2N_2O_3$ (CAS : 19666-30-9)</p>	<p>オキサジアゾン $C_{15}H_{18}Cl_2N_2O_3$ (CAS : 19666-30-9)</p>
<p><u>オキサジクロメホン $C_{20}H_{19}Cl_2NO_2$ (CAS : 153197-14-9)</u></p>	<p>〔新設〕</p>
<p>オキシクロルデン $C_{10}H_4Cl_8O$ (CAS : 27304-13-8)</p>	<p>オキシクロルデン $C_{10}H_4Cl_8O$ (CAS : 27304-13-8)</p>
<p><u>オキシロニック酸 $C_{13}H_{11}NO_5$ (CAS : 14698-29-4)</u></p>	<p>〔新設〕</p>
<p>オキシリン酸 $C_{13}H_{11}NO_5$ (CAS : 14698-29-4)</p>	<p>オキシリン酸 $C_{13}H_{11}NO_5$ (CAS : 14698-29-4)</p>
<p>〔中略〕</p>	<p>〔中略〕</p>
<p>カルフェントラゾンエチル $C_{15}H_{14}Cl_2F_3N_3O_3$ (CAS : 128639-02-1)</p>	<p>カルフェントラゾンエチル $C_{15}H_{14}Cl_2F_3N_3O_3$ (CAS : 128639-02-1)</p>
<p><u>カルプロパミド $C_{15}H_{18}Cl_3NO$ (CAS : 104030-54-8)</u></p>	<p>〔新設〕</p>
<p>カルベンダジム $C_9H_9N_3O_2$ (CAS : 10605-21-7)</p>	<p>カルベンダジム $C_9H_9N_3O_2$ (CAS : 10605-21-7)</p>
<p>〔中略〕</p>	<p>〔中略〕</p>
<p>クリスタルバイオレット $C_{25}H_{30}ClN_3$ (CAS : 548-62-9)</p>	<p>クリスタルバイオレット $C_{25}H_{30}ClN_3$ (CAS : 548-62-9)</p>
<p>〔削る〕</p>	<p><u>クロチアニジン $C_6H_8ClN_5O_2S$ (CAS : 210880-92-5)</u></p>
<p>グリセリン 特級 $C_3H_8O_3$ (CAS : 56-81-5)</p>	<p>グリセリン 特級 $C_3H_8O_3$ (CAS : 56-81-5)</p>
<p>〔中略〕</p>	<p>〔中略〕</p>
<p>クレソキシムメチル $C_{18}H_{19}NO_4$ (CAS : 143390-89-0)</p>	<p>クレソキシムメチル $C_{18}H_{19}NO_4$ (CAS : 143390-89-0)</p>
<p><u>クロチアニジン $C_6H_8ClN_5O_2S$ (CAS : 210880-92-5)</u></p>	<p>〔新設〕</p>

改正後				現行			
クロトン酸	C ₄ H ₆ O ₂ (CAS : 3724-65-0)	白色斜状結晶	融点	クロトン酸	C ₄ H ₆ O ₂ (CAS : 3724-65-0)	白色斜状結晶	融点
	72 °C				72 °C		
[中略]				[中略]			
クロフェンテジン	C ₁₄ H ₈ Cl ₂ N ₄ (CAS : 74115-24-5)			クロフェンテジン	C ₁₄ H ₈ Cl ₂ N ₄ (CAS : 74115-24-5)		
クロマフェノジド	<u>C₂₄H₃₀N₂O₃ (CAS : 143807-66-3)</u>			[新設]			
クロモトローブ酸二ナトリウム二水和物	特級			クロモトローブ酸二ナトリウム二水和物	特級		
	C ₁₀ H ₆ Na ₂ O ₈ S·2H ₂ O (CAS : 5808-22-0)				C ₁₀ H ₆ Na ₂ O ₈ S·2H ₂ O (CAS : 5808-22-0)		
クロラムフェニコール	C ₁₁ H ₁₂ Cl ₂ N ₂ O ₅ (CAS : 56-75-7)			クロラムフェニコール	C ₁₁ H ₁₂ Cl ₂ N ₂ O ₅ (CAS : 56-75-7)		
クロラントラニリプロール	<u>C₁₈H₁₄BrCl₂N₅O₂ (CAS : 500008-45-7)</u>			[新設]			
クロルタールジメチル	C ₁₀ H ₆ Cl ₄ O ₄ (CAS : 1861-32-1)			クロルタールジメチル	C ₁₀ H ₆ Cl ₄ O ₄ (CAS : 1861-32-1)		
[中略]				[中略]			
クロルベンジレート	C ₁₆ H ₁₄ Cl ₂ O ₃ (CAS : 510-15-6)			クロルベンジレート	C ₁₆ H ₁₄ Cl ₂ O ₃ (CAS : 510-15-6)		
クロロタロニル	<u>C₈Cl₄N₂ (CAS : 1897-45-6)</u>			[新設]			
クロロホルム	特級 CHCl ₃ (CAS : 67-66-3)			クロロホルム	特級 CHCl ₃ (CAS : 67-66-3)		
[中略]				[中略]			
シメコナゾール	C ₁₄ H ₂₀ FN ₃ OSi (CAS : 149508-90-7)			シメコナゾール	C ₁₄ H ₂₀ FN ₃ OSi (CAS : 149508-90-7)		
ジメタメトリン	<u>C₁₁H₂₁N₅S (CAS : 22936-75-0)</u>			[新設]			
ジメチピン	C ₆ H ₁₀ O ₄ S ₂ (CAS : 55290-64-7)			ジメチピン	C ₆ H ₁₀ O ₄ S ₂ (CAS : 55290-64-7)		
[中略]				[中略]			
窒素ガス	N ₂ (CAS : 7727-37-9)	圧縮窒素		窒素ガス	N ₂ (CAS : 7727-37-9)	圧縮窒素	
チフルザミド	<u>C₁₃H₆Br₂F₆N₂O₂S (CAS : 130000-40-7)</u>			[新設]			
チモールブルー	特級 C ₂₇ H ₃₀ O ₅ S (CAS : 76-61-9)			チモールブルー	特級 C ₂₇ H ₃₀ O ₅ S (CAS : 76-61-9)		
[中略]				[中略]			
ピリダベン	C ₁₉ H ₂₅ ClN ₂ OS (CAS : 96489-71-3)			ピリダベン	C ₁₉ H ₂₅ ClN ₂ OS (CAS : 96489-71-3)		
ピリブチカルブ	<u>C₁₈H₂₂N₂O₂S (CAS : 88678-67-5)</u>			[新設]			
ピリプロキシフェン	C ₂₀ H ₁₉ NO ₃ (CAS : 95737-68-1)			ピリプロキシフェン	C ₂₀ H ₁₉ NO ₃ (CAS : 95737-68-1)		
[中略]				[中略]			

改正後	現 行
ピロガロール 特級 $C_6H_6O_3$ (CAS : 87-66-1) ピロキロン <u>$C_{11}H_{11}NO$</u> (CAS : 57369-32-1) ビンクロゾリン $C_{12}H_9Cl_2NO_3$ (CAS : 50471-44-8) 〔略〕 別表 2 〔略〕 別表 3 〔略〕	ピロガロール 特級 $C_6H_6O_3$ (CAS : 87-66-1) 〔新設〕 ビンクロゾリン $C_{12}H_9Cl_2NO_3$ (CAS : 50471-44-8) 〔略〕 別表 2 〔略〕 別表 3 〔略〕