

○「飼料分析基準の制定について」(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)の一部改正(案)新旧対照表

(傍線の部分は改正部分)

改正後	改正前
<p style="text-align: center;">目次</p> <p>第1章～第5章 (略) 第6章 農薬</p> <p>第1節 各条</p> <p>1～219 (略)</p> <p>220 フラメトピル</p> <p>221～264 (略)</p> <p>第2節・第3節 (略)</p> <p>第7章～第20章 (略)</p> <p>別表1～4 (略)</p> <p>第1章～第5章 (略)</p>	<p style="text-align: center;">目次</p> <p>第1章～第5章 (略) 第6章 農薬</p> <p>第1節 各条</p> <p>1～219 (略)</p> <p>220 フラメトピル <u>(フラメトピルヒドロキシ体を含む)</u></p> <p>221～264 (略)</p> <p>第2節・第3節 (略)</p> <p>第7章～第20章 (略)</p> <p>別表1～4 (略)</p> <p>第1章～第5章 (略)</p>

## 第6章 農薬

### 第1節 各条

1～219 (略)

#### 220 フラメトピル

220.1 カルバリ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19による。

221～264 (略)

### 第2節 (略)

### 第3節 多成分同時分析法

1～18 (略)

19 カルバリ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

(1) 分析対象化合物 カルバリル、カルフラン、チアクロプリド、テブフェノジド、フェノブカルブ、フラメトピル、フルジオキソニル及びメトキシフェノジド(8成分)

(2)・(3) (略)

#### A 試薬の調製

農薬混合標準液 カルバリル [C<sub>12</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>2</sub>]、カルボフラン [C<sub>12</sub>H<sub>15</sub>NO<sub>3</sub>]、チアクロプリド [C<sub>10</sub>H<sub>9</sub>CIN<sub>4</sub>S]、テブフェノジド [C<sub>22</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>]、フェノブカルブ [C<sub>12</sub>H<sub>17</sub>NO<sub>2</sub>]、フラメトピル [C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>CIN<sub>3</sub>O<sub>2</sub>]、フルジオキソニル [C<sub>12</sub>H<sub>6</sub>F<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>] 及びメトキシフェノジド [C<sub>22</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>] 各 25 mg を正確に量ってそれぞ

## 第6章 農薬

### 第1節 各条

1～219 (略)

#### 220 フラメトピル (フラメトピルヒドロキシ体を含む)

220.1 カルバリ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19による。

221～264 (略)

### 第2節 (略)

### 第3節 多成分同時分析法

1～18 (略)

19 カルバリ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

(1) 分析対象化合物 カルバリル、カルフラン、チアクロプリド、テブフェノジド、フェノブカルブ、フラメトピル、フラメトピルヒドロキシ体、フルジオキソニル及びメトキシフェノジド(9成分)

(2)・(3) (略)

#### A 試薬の調製

農薬混合標準液 カルバリル [C<sub>12</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>2</sub>]、カルボフラン [C<sub>12</sub>H<sub>15</sub>NO<sub>3</sub>]、チアクロプリド [C<sub>10</sub>H<sub>9</sub>CIN<sub>4</sub>S]、テブフェノジド [C<sub>22</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>]、フェノブカルブ [C<sub>12</sub>H<sub>17</sub>NO<sub>2</sub>]、フラメトピル [C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>CIN<sub>3</sub>O<sub>2</sub>]、フラメトピルヒドロキシ体 [C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>CIN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>]、フルジオキソニル [C<sub>12</sub>H<sub>6</sub>F<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>] 及びメトキシフェノジド

れ 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。）。

各農薬標準原液各 2 mL（フルジオキシニルは 10 mL）を 100 mL の全量フラスコに正確に入れ、更に標線までアセトンを加えて農薬混合標準原液を調製する（この液 1 mL は、各農薬としてそれぞれ 10 µg（フルジオキシニルは 50 µg）を含有する。）。

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 中に各農薬としてそれぞれ 0.1~2 ng（フルジオキシニルは 0.5~10 ng）を含有する数点の農薬混合標準液を調製する。

### B 定 量

(略)

表 各農薬のモニターイオン条件

農薬名	測定 モード	プリカーサー イオン	プロダクト イオン	確認 イオン	コーン 電圧	コリジョン エネルギー
		(m/z)	(m/z)	(m/z)	(V)	(eV)
(略)						
(削る。)						
(略)						

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。

〔C<sub>22</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>〕各 25 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。）。

各農薬標準原液各 2 mL（フルジオキシニルは 10 mL）を 100 mL の全量フラスコに正確に入れ、更に標線までアセトンを加えて農薬混合標準原液を調製する（この液 1 mL は、各農薬としてそれぞれ 10 µg（フルジオキシニルについては 50 µg）を含有する。）。

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 中に各農薬としてそれぞれ 0.1~2 ng（フルジオキシニルは 0.5~10 ng）を含有する数点の農薬混合標準液を調製する。

### B 定 量

(略)

表 各農薬のモニターイオン条件

農薬名	測定 モード	プリカーサー イオン	プロダクト イオン	確認 イオン	コーン 電圧	コリジョン エネルギー
		(m/z)	(m/z)	(m/z)	(V)	(eV)
(略)						
フラメトピル ヒドロキシ体	±	332	157	二 76	38 38	22 56
(略)						

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（フラメトピルを除く）を算出する。

注 1～5 (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

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 <sub>r</sub> (%)
(略)					
(削る。)					

(略)

同様に、フラメトピル及びフラメトピルヒドロキシ体のピーク面積又は高さを求めてそれぞれの検量線を作成し、フラメトピル及びフラメトピルヒドロキシ体のそれぞれの量を算出した後、次式により試料中のフラメトピル量を算出する。

$$\text{試料中のフラメトピル量 (mg/kg)} = A + B \times 0.9543$$

A : 検量線から求めた試料中のフラメトピルの濃度 (mg/kg)

B : 検量線から求めた試料中のフラメトピルヒドロキシ体の濃度 (mg/kg)

注 1～5 (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

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 <sub>r</sub> (%)
(略)					
フラメトピル ヒドロキシ体	稲わら	1.0	3	89.6	3.7
		0.2	3	85.5	7.1
		0.1	3	102	5.7
	稲発酵粗飼料	1.0	3	90.4	4.9
		0.2	3	82.0	6.5
		0.1	3	96.4	9.9
	粳米	1.0	3	90.0	3.5
		0.2	3	78.5	1.4
		0.1	3	89.1	9.8

(略)

・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
(略)								
(削る。)								
(略)								

- ・定量下限 フルジオキソニル：試料中 0.05 mg/kg、その他の農薬：試料中 各 0.1 mg/kg
- ・検出下限 フルジオキソニル：試料中 0.02 mg/kg、その他の農薬：試料中 各 0.03 mg/kg

20 ～ 30 (略)

第7章～第20章 (略)

別表 1

(略)

フラメトピル C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>2</sub> (CAS : 123572-88-3)

(削る。)

ブリリアントグリーン C<sub>27</sub>H<sub>34</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S (CAS : 633-03-4) 光沢のある黄銅色結晶

(略)

別表 2 ～別表 4 (略)

・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
(略)								
フラメトピル	稲わら	12	0	1.0	94.0	5.5	7.3	0.45
ヒドロキシ体	粳米	12	0	1.0	92.5	3.7	8.0	0.49
(略)								

- ・定量下限 フルジオキソニル：試料中 0.05 mg/kg、その他の農薬：試料中 各 0.1 mg/kg
- ・検出下限 フルジオキソニル：試料中 0.02 mg/kg、その他の農薬：試料中 各 0.03 mg/kg

20 ～ 30 (略)

第7章～第20章 (略)

別表 1

(略)

フラメトピル C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>2</sub> (CAS : 123572-88-3)

フラメトピルヒドロキシ体 C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>

ブリリアントグリーン C<sub>27</sub>H<sub>34</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S (CAS : 633-03-4) 光沢のある黄銅色結晶

(略)

別表 2 ～別表 4 (略)