

(別紙)

○ 飼料分析基準（令和5年12月1日付け5消安第4714号農林水産省消費・安全局長通知）一部改正 新旧対照表

(下線部は改正箇所)

改正案	改正前
<p data-bbox="577 440 728 475">目次</p> <p data-bbox="488 528 801 563">第1章～第5章 (略)</p> <p data-bbox="546 627 757 662">第6章 農薬</p> <p data-bbox="159 678 248 713">第1節</p> <p data-bbox="192 721 371 756">1～275 (略)</p> <p data-bbox="181 764 472 799"><u>276 チオファネート</u></p> <p data-bbox="159 807 353 842">第2節 (略)</p> <p data-bbox="159 850 465 885">第3節 多成分分析法</p> <p data-bbox="192 893 353 928">1～33 (略)</p> <p data-bbox="192 936 1144 1019"><u>34 ジクワット及びパラコート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 data-bbox="192 1027 1144 1110"><u>35 チオファネート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 data-bbox="479 1166 808 1201">第7章～第20章 (略)</p> <p data-bbox="367 1265 943 1300">第3章 一般成分及びデタージェント繊維</p> <p data-bbox="159 1348 277 1383">1 (略)</p>	<p data-bbox="1574 387 1724 422">目次</p> <p data-bbox="1485 528 1798 563">第1章～第5章 (略)</p> <p data-bbox="1543 627 1753 662">第6章 農薬</p> <p data-bbox="1176 678 1265 713">第1節</p> <p data-bbox="1209 721 1388 756">1～275 (略)</p> <p data-bbox="1220 764 1310 799">(新設)</p> <p data-bbox="1176 807 1370 842">第2節 (略)</p> <p data-bbox="1176 850 1487 885">第3節 多成分分析法</p> <p data-bbox="1209 893 1370 928">1～33 (略)</p> <p data-bbox="1220 936 1310 971">(新設)</p> <p data-bbox="1220 1027 1310 1062">(新設)</p> <p data-bbox="1476 1166 1805 1201">第7章～第20章 (略)</p> <p data-bbox="1364 1265 1939 1300">第3章 一般成分及びデタージェント繊維</p> <p data-bbox="1176 1348 1294 1383">1 (略)</p>

2 粗たん白質

2.1 (略)

2.2 燃焼法^{注 1,2}

定 量

分析試料^{注3} 0.1~0.5 g を 0.1 mg の桁まで量り、その数値を記録し、窒素（たん白質）分析装置^{注 4} に入れ、分析装置を作動させ窒素ガスの検出器応答ピークを得る。

(略)

3~8 (略)

第 5 章 かび毒

第 1 節 かび毒各条

1 アフラトキシン B₁

1.1 (略)

1.2 アフラトキシンの液体クロマトグラフによる同時分析法

(適用範囲：配合飼料、とうもろこし、イアコーンサイレージ、
稲発酵粗飼料及びとうもろこしサイレージ)

第 3 節 3 による。

1.3・1.4 (略)

2 アフラトキシン B₂

2.1 (略)

2.2 アフラトキシンの液体クロマトグラフによる同時分析法

(適用範囲：配合飼料、とうもろこし、イアコーンサイレージ、

2 粗たん白質

2.1 (略)

2.2 燃焼法^{注 1,2}

定 量

分析試料^{注3} 0.1~0.5 mg を 0.1 mg の桁まで量り、その数値を記録し、窒素（たん白質）分析装置^{注 4} に入れ、分析装置を作動させ窒素ガスの検出器応答ピークを得る。

(略)

3~8 (略)

第 5 章 かび毒

第 1 節 かび毒各条

1 アフラトキシン B₁

1.1 (略)

1.2 アフラトキシンの液体クロマトグラフによる同時分析法

(適用範囲：配合飼料及びとうもろこし)

第 3 節 3 による。

1.3・1.4 (略)

2 アフラトキシン B₂

2.1 (略)

2.2 アフラトキシンの液体クロマトグラフによる同時分析法

(適用範囲：配合飼料及びとうもろこし)

稲発酵粗飼料及びとうもろこしサイレージ)

第3節3による。

2.3 (略)

3 アフラトキシン G₁

3.1 (略)

3.2 アフラトキシンの液体クロマトグラフによる同時分析法
(適用範囲：配合飼料、とうもろこし、イアコーンサイレージ、
稲発酵粗飼料及びとうもろこしサイレージ)

第3節3による。

3.3 (略)

4 アフラトキシン G₂

4.1 (略)

4.2 アフラトキシンの液体クロマトグラフによる同時分析法
(適用範囲：配合飼料、とうもろこし、イアコーンサイレージ、
稲発酵粗飼料及びとうもろこしサイレージ)

第3節3による。

4.3 (略)

5~26 (略)

第2節 (略)

第3節3による。

2.3 (略)

3 アフラトキシン G₁

3.1 (略)

3.2 アフラトキシンの液体クロマトグラフによる同時分析法
(適用範囲：配合飼料及びとうもろこし)

第3節3による。

3.3 (略)

4 アフラトキシン G₂

4.1 (略)

4.2 アフラトキシンの液体クロマトグラフによる同時分析法
(適用範囲：配合飼料及びとうもろこし)

第3節3による。

4.3 (略)

5~26 (略)

第2節 (略)

第3節

1・2 (略)

3 アフラトキシンの液体クロマトグラフによる同時分析法

(1) (略)

(2) 適用範囲 配合飼料、とうもろこし、イアコーンサイレー
ジ、稲発酵粗飼料及びとうもろこしサイレージ

(3) 分析法^{注1}

A (略)

B 定 量

抽 出 分析試料 50 g^{注2} (イアコーンサイレージ、稲発酵粗
飼料及びとうもろこしサイレージは 25 g) を 0.01 g の桁まで量
り、その数値を記録し、300 mL (イアコーンサイレージ及び稲
発酵粗飼料は 500 mL) の褐色共栓三角フラスコに入れ、アセト
ニトリル水 (9+1) 100 mL (イアコーンサイレージ及びとう
もろこしサイレージは 150 mL、稲発酵粗飼料は 200 mL) を加
え、30 分間振り混ぜて抽出する。抽出液を褐色共栓遠心沈殿管
に入れ、650×g で5分間遠心分離し、上澄み液をカラム処理に供
する試料溶液とする。

(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

1)~3) (略)

第3節

1・2 (略)

3 アフラトキシンの液体クロマトグラフによる同時分析法

(1) (略)

(2) 適用範囲 配合飼料、とうもろこし及びとうもろこしサイ
レージ

(3) 分析法^{注1}

A (略)

B 定 量

抽 出 分析試料 50 g^{注2} (とうもろこしサイレー)ジは 25
g) を 0.01 g の桁まで量り、その数値を記録し、300 mL の褐
色共栓三角フラスコに入れ、アセトニトリル水 (9+1) 100
mL (とうもろこしサイレー)ジは 150 mL) を加え、30 分間振
り混ぜて抽出する。抽出液を褐色共栓遠心沈殿管に入れ、
650×g で 5 分間遠心分離し、上澄み液をカラム処理に供する
試料溶液とする。

(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

1)~3) (略)

4) イアコーンサイレージ及び稲発酵粗飼料

(新設)

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, (%)
アフラトキシンB ₁	イアコーンサイレージ1	0.0026	5	91.6	1.6
		0.022	5	78.6	1.7
		0.044	5	81.7	1.0
	イアコーンサイレージ2	0.0026	5	92.2	1.4
		0.011	5	100	7.6
		0.044	5	91.0	1.0
	稲発酵粗飼料1	0.0013	5	79.8	0.8
		0.022	5	86.7	2.3
		0.044	5	91.0	1.0
稲発酵粗飼料2	0.0013	5	84.8	2.5	
	0.011	5	85.0	2.8	
	0.044	5	91.0	1.0	
アフラトキシンB ₂	イアコーンサイレージ1	0.00044	5	100	4.2
		0.022	5	78.1	1.4
		0.044	5	79.4	1.1
	イアコーンサイレージ2	0.00044	5	86.4	2.2
		0.011	5	93.0	3.7
		0.044	5	87.6	0.7
	稲発酵粗飼料1	0.00022	5	91.3	8.7
		0.022	5	86.9	2.2
		0.044	5	87.6	0.7
	稲発酵粗飼料2	0.00022	5	98.2	7.4
		0.011	5	86.9	1.3
		0.044	5	87.6	0.7
アフラトキシンG ₁	イアコーンサイレージ1	0.0026	5	97.8	1.4
		0.022	5	76.3	1.8
		0.044	5	86.1	1.3
	イアコーンサイレージ2	0.0026	5	101	0.5
		0.011	5	108	6.5
		0.044	5	99.7	1.9
	稲発酵粗飼料1	0.0013	5	93.6	1.0
		0.022	5	87.2	3.5
		0.044	5	99.7	1.9
	稲発酵粗飼料2	0.0013	5	112	6.7
		0.011	5	88.1	3.6
		0.044	5	99.7	1.9
アフラトキシンG ₂	イアコーンサイレージ1	0.0052	5	95.0	0.4
		0.022	5	82.3	1.2
		0.044	5	86.3	1.4
	イアコーンサイレージ2	0.0026	5	101	1.4
		0.011	5	108	5.1
		0.044	5	99.7	1.9
	稲発酵粗飼料1	0.0013	5	95.8	1.5
		0.022	5	93.8	2.0
		0.044	5	96.5	1.5
	稲発酵粗飼料2	0.0013	5	107	2.5
		0.011	5	94.9	2.3
		0.044	5	99.7	1.9

- 共同試験 (略)
- 定量下限 (単一試験室による確認) 配合飼料及びとうもろこし 各 0.0005 mg/kg、 稲発酵粗飼料及びイアコーンサイレー
ージ (風乾物) 中 アフラトキシン B₂ : 0.0005 mg/kg、その他
のアフラトキシン : 0.003 mg/kg (イアコーンサイレー
ージ中 ア
フラトキシン G₂ : 0.006 mg/kg) 、 とうもろこしサイレー
ージ
(風乾物) 中 アフラトキシン G₂ 0.0005 mg/kg、その他のア
フラトキシン 各 0.003 mg/kg
- 検出下限 (単一試験室による確認) 配合飼料及びとうもろ
こし 各 0.0001 mg/kg、 稲発酵粗飼料及びイアコーンサイ
レー
ージ (風乾物) 中 アフラトキシン B₂ : 0.0002 mg/kg、その他
のアフラトキシン : 0.001 mg/kg、 とうもろこしサイレー
ージ
(風乾物) 中 アフラトキシン G₂ 0.0002 mg/kg、その他のア
フラトキシン 各 0.001 mg/kg
(参考) クロマトグラム例 (略)

4~12 (略)

第4節 (略)

第6章 農薬

第1節 各条

1~62 (略)

63 カルベンダジム (カルベンダジム、チオファネートメチル及びベノミル)

63.1 チオファネートその他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 35 による。

- 共同試験 (略)
- 定量下限 (単一試験室による確認) 試料中 (とうもろこ
しサイレー
ージを除く) 各 0.0005 mg/kg、 とうもろこしサ
イレー
ージ (風乾物) 中 アフラトキシン G₂ 0.0005 mg/kg
その他のアフラトキシン 各 0.003 mg/kg
- 検出下限 (単一試験室による確認) 試料中 (とうもろこ
しサイレー
ージを除く) 各 0.0001 mg/kg、 とうもろこしサ
イレー
ージ (風乾物) 中 アフラトキシン G₂ 0.0002 mg/kg そ
他のアフラトキシン 各 0.001 mg/kg

(参考) クロマトグラム例 (略)

4~12 (略)

第4節 (略)

第6章 農薬

第1節 各条

1~62 (略)

63 カルベンダジム (カルベンダジム、チオファネートメチル及びベノミル)

(新設)

<p><u>63.2</u> 液体クロマトグラフ質量分析計法^{注 1,2} (略)</p> <p>64～99 (略)</p> <p>100 ジクワット</p> <p><u>100.1</u> <u>ジクワット及びパラコート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3節 34</u>による。</p> <p><u>100.2</u> 液体クロマトグラフ法 (略)</p> <p>101～130 (略)</p> <p>131 チオファネートメチル (カルベンダジム、チオファネートメチル及びベノミル)</p> <p><u>131.1</u> <u>チオファネートその他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3節 35</u>による。</p> <p><u>131.2</u> 液体クロマトグラフ質量分析計法^{注 1} <u>63.2</u>による。 注 1 (略)</p> <p>132～163 (略)</p>	<p><u>63.1</u> 液体クロマトグラフ質量分析計法^{注 1,2} (略)</p> <p>64～99 (略)</p> <p>100 ジクワット (新設)</p> <p><u>100.1</u> 液体クロマトグラフ法 (略)</p> <p>101～130 (略)</p> <p>131 チオファネートメチル (カルベンダジム、チオファネートメチル及びベノミル) (新設)</p> <p><u>131.1</u> 液体クロマトグラフ質量分析計法^{注 1} <u>63.1</u>による。 注 1 (略)</p> <p>132～163 (略)</p>
--	--

<p>164 パラコート</p> <p><u>164.1</u> ジクワット及びパラコート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34による。</p> <p><u>164.2</u> (略)</p> <p>165～235 (略)</p> <p>236 ベノミル (カルベンダジム、チオファネートメチル及びベノミル)</p> <p><u>236.1</u> チオファネートその他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35による。</p> <p><u>236.2</u> 液体クロマトグラフ質量分析計法^{注1} <u>63.2</u> による。 注1 (略)</p> <p><u>236.3</u> (略)</p> <p>237～275 (略)</p> <p><u>276</u> チオファネート</p> <p><u>276.1</u> チオファネートその他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35による。</p> <p>第2節 (略)</p>	<p>164 パラコート (新設)</p> <p><u>164.1</u> (略)</p> <p>165～235 (略)</p> <p>236 ベノミル (カルベンダジム、チオファネートメチル及びベノミル) (新設)</p> <p><u>236.1</u> 液体クロマトグラフ質量分析計法^{注1} <u>63.1</u> による。 注1 (略)</p> <p><u>236.2</u> (略)</p> <p>237～275 (略)</p> <p>(新設)</p> <p>第2節 (略)</p>
--	---

第3節 多成分同時分析法

1～33 (略)

34 ジクワット及びパラコート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 ジクワット及びパラコート (2成分)
- (2) 適用範囲 配合飼料及び穀類
- (3) 分析法^{注1}

A 試薬の調製

- 1) ジクワット標準原液 ジクワット [C₁₂H₁₂N₂Br₂] 25 mg を 0.01 mg の桁まで量り、その数値を記録し、50 mL のポリプロピレン製全量フラスコに入れ、塩酸 (0.01 mol/L) を加えて溶かし、更に標線まで塩酸 (0.01 mol/L) を加えてジクワット標準原液を調製する (この液 1 mL は、ジクワットして 0.5 mg を含有する。)
- 2) パラコート標準原液 パラコート [C₁₂H₁₄N₂Cl₂] 25 mg を 0.01 mg の桁まで量り、その数値を記録し、50 mL のポリプロピレン製全量フラスコに入れ、塩酸 (0.01 mol/L) を加えて溶かし、更に標線まで塩酸 (0.01 mol/L) を加えてパラコート標準原液を調製する (この液 1 mL は、パラコートとして 0.5 mg を含有する。)
- 3) 混合標準原液 ジクワット標準原液及びパラコート標準原液各 1 mL を 25 mL のポリプロピレン製全量フラスコに正確に入れて混合し、更に標線まで塩酸 (0.01 mol/L) を加えて混合標準原液を調製する (この液 1 mL は、ジクワット及びパラコートとしてそれぞれ 20 µg を含有する。)

B 定 量

抽 出 分析試料 10 g を 0.01 g の桁まで量り、その数値を記録し、300 mL のなす形フラスコに入れ、水 60 mL 及び硫酸 30

第3節 多成分同時分析法

1～33 (略)

(新設)

mL を加え、空冷管を付け 120 °C の油浴で 60 分間加熱還流して抽出する。200 mL の全量フラスコをブフナー漏斗の下に置き、放冷後の抽出液をろ紙 (5 種 B) で吸引ろ過した後、先のなす形フラスコ及び残さを順次水 100 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水を加える。この液 2 mL をポリプロピレン製ビーカーに正確に入れ、水 30 mL を加え、水酸化ナトリウム溶液 (12 mol/L) で pH 5.5~6.5 に調整した後、50 mL 程度となるように水を加え、カラム処理 I に供する試料溶液とする。

カラム処理 I ^{注2} 4 級アンモニウム塩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^{注3} 及びスルホン酸塩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^{注4} をそれぞれメタノール 5 mL 及び水 5 mL で順次洗浄する。4 級アンモニウム塩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の下にスルホン酸塩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を連結し、試料溶液を連結ミニカラムに入れ、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ポリプロピレン製ビーカーを水 5 mL ずつで 2 回洗浄し、洗液を順次連結ミニカラムに加え、同様に流出させる。4 級アンモニウム塩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をはずし、10 mL ポリプロピレン製全量フラスコをスルホン酸塩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の下に置き、塩化アンモニウム溶液 (25 w/v%) 9 mL をスルホン酸塩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に加え、ジクワット及びパラコート^{注5}を溶出させる。更に標線まで塩化アンモニウム溶液 (25 w/v%) を加え、酸化処理に供する試料溶液とする。

酸化処理 試料溶液 2 mL をあらかじめ水酸化ナトリウム溶液

(12 mol/L) 10 mL 及びフェリシアン化カリウム溶液 (1 w/v%) 1 mL を入れ混合したポリプロピレン製ビーカーに正確に加えて均一になるよう振り混ぜ、カラム処理 II に供する試料溶液とする。

カラム処理 II ^{注2} 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を^{注5}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。試料溶液の入っていたポリプロピレン製ビーカーを水 10 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。50 mL のなす形フラスコをミニカラムの下に置き、アセトニトリル 5 mL をミニカラムに加えてジクワット及びパラコート^{注5}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。水-メタノール (4+1) 1 mL (麦類を除く穀類は 2 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 0.45 µm 以下) を用いてろ過し、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。

標準液の酸化処理及びカラム処理 II 混合標準原液 1 mL を 20 mL のポリプロピレン製全量フラスコに正確に入れ、更に標線まで塩酸 (0.01 mol/L) を加えて酸化用混合標準液を調製する (この液 1 mL は、ジクワット及びパラコートとしてそれぞれ 1 µg を含有する。)。塩化アンモニウム溶液 (25 w/v%) 2 mL に酸化用混合標準液 0.1 mL を正確に加えたものを、あらかじめ水酸化ナトリウム溶液 (12 mol/L) 10 mL 及びフェリシアン化カリウム溶液 (1 w/v%) 1 mL を入れ混合したポリプロピレン製ビーカーに加える。以下、試料溶液の場合と同様に酸化処理及びカラム処理 II を行い、水-メタノール (4+1) で正確に希釈し、1 mL 中にジクワット及びパラコートとして 0.1~20 ng 相当量の間の数

点を含有する混合標準液を調製する。

液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による測定 試料溶液及び混合標準液各 10 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 4 µm) ^{注6}

溶離液 : 0.1 v/v%ギ酸溶液-メタノール
(4+1) → 10 min → (3+7) (2
min 保持) → 5 min → (4+1)

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7})

検出器 : 四重極型質量分析計

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)

ネブライザーガス : 空気 (3 L/min)

乾燥ガス : N₂ (15 L/min)

ヒートブロック温度 : 500 °C

D L 温度 : 100 °C

コリジョンガス : Ar (230 kPa)

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 各物質の測定条件

測定対象物質	プリカーサー	プロダクトイオン		コリジョン
	イオン (<i>m/z</i>)	定量用 (<i>m/z</i>)	確認用 (<i>m/z</i>)	エネルギー (eV)
ジクワット酸化体	215	171	—	25
		—	153	35
パラコート酸化体	217	174	—	31
		—	104	53

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、試料中のジクワット及びパラコート量を算出する。

注 1 ジクワット及びパラコートはガラス器具に強く吸着するため、使用後のガラス器具を硝酸（1+10）等に一晩漬けた後、流水で濯ぎ、更に流水により水を入れ替えながら水に 1 時間程度漬けた後、流水で濯ぐことによってガラス器具への残留を防ぐことができる。

2 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。

3 Oasis MAX（充てん剤量 500 mg、リザーバー容量 6 mL、Waters 製）又はこれと同等のもの

4 Oasis MCX（充てん剤量 500 mg、リザーバー容量 6 mL、Waters 製）又はこれと同等のもの

5 Oasis HLB（充てん剤量 60 mg、リザーバー容量 20 mL、Waters 製）又はこれと同等のもの

6 Inertsil ODS-3（ジーエルサイエンス製）又はこれと同等のもの

7 LCMS-8040（島津製作所製）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 (%)
ジクワット	成鶏飼育用配合飼料	0.02	6	106	17
		0.15	6	94.7	4.4
	とうもろこし	0.02	5	79.4	4.4
		0.1	5	87.4	4.5
	ライ麦	0.01	6	81.8	12
		0.06	6	81.3	6.2
パラコート	成鶏飼育用配合飼料	0.02	6	88.5	9.7
		0.15	6	92.3	4.1
	とうもろこし	0.02	5	74.7	15
		0.2	5	88.4	6.8
	ライ麦	0.01	6	85.5	17
		0.1	6	90.1	5.2

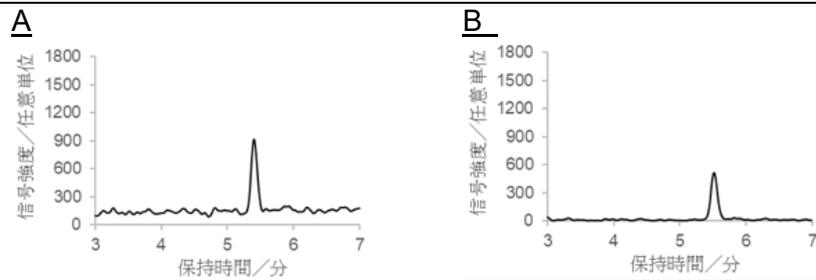
・共同試験

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 (%)	室内繰返し精度 RSD _r (%)	室内再現精度 RSD _R (%)	HorRat
ジクワット	成鶏飼育用配合飼料	10	0	0.3	77.4	13	30	1.5
	とうもろこし	10	0	0.05	83.2	12	24	1.1
	ライ麦	8	2	0.01	88.3	4.3	18	0.80
パラコート	成鶏飼育用配合飼料	8	2	0.2	73.9	4.0	8.8	0.41
	とうもろこし	9	1	0.1	77.1	5.3	21	0.97
	ライ麦	9	1	0.01	83.4	9.4	23	1.0

・定量下限 (共同試験による確認) 試料 (麦類を除く) 中
各 0.02 mg/kg、麦類中 0.01 mg/kg

・検出下限 (単一試験室による確認) 試料 (麦類を除く) 中
各 0.006 mg/kg、麦類中 0.003 mg/kg

(参考) クロマトグラム例



標準液のクロマトグラム

A : ジクワット標準液 (ジクワットとして 0.2 ng/mL)

B : パラコート標準液 (パラコートとして 0.2 ng/mL)

35 チオファネート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^{注1}

(新設)

- (1) 分析対象化合物 カルベンダジム^{注2} (カルベンダジム、チオファネートメチル及びペノミル) 及びチオファネート (2成分)
- (2) 適用範囲 配合飼料、穀類、乾牧草、稲わら、稲発酵粗飼料及び粃米
- (3) 分析法

A 試薬の調製

1) カルベンダジム標準液 カルベンダジム [C₉H₉N₃O₂] 10 mg を 0.01 mg の桁まで量り、その数値を記録し、100 mL の全量フラスコに入れ、メタノールを加えて溶かし、更に標線までメタノールを加えてカルベンダジム標準原液を調製する (この液 1 mL は、カルベンダジムとして 0.1 mg を含有する。)

使用に際して、標準原液の一部をメタノールで正確に希釈し、1 mL 中にカルベンダジムとして 0.1~20 ng を含有する数点のカルベンダジム標準液を調製する。

2) チオファネート標準原液 チオファネート [C₁₄H₁₈N₄O₄S₂] 25 mg を 0.01 mg の桁まで量り、その数値を記録し、50 mL の全

量フラスコに入れ、メタノールを加えて溶かし、更に標線までメタノールを加えてチオファネート標準原液を調製する（この液 1 mL は、チオファネートとして 0.5 mg を含有する。）。

使用に際して、標準原液の一部をメタノールで正確に希釈し、1 mL 中にチオファネートとして 0.4 µg を含有するチオファネート標準液を調製し、閉環反応に供する。

- 3) チオファネートメチル標準原液（分析試料にチオファネートメチルの残留が疑われる場合に使用する） チオファネートメチル [C₁₂H₁₄N₄O₄S₂] 25 mg を 0.01 mg の桁まで量り、その数値を記録し、50 mL の全量フラスコに入れ、メタノールを加えて溶かし、更に標線までメタノールを加えてチオファネートメチル標準原液を調製する（この液 1 mL は、チオファネートメチルとして 0.5 mg を含有する。）。

使用に際して、標準原液の一部をメタノールで正確に希釈し、1 mL 中にチオファネートメチルとして 0.4 µg を含有するチオファネートメチル標準液を調製し、閉環反応に供する。

- 4) ベノミル標準原液（分析試料にベノミルの残留が疑われる場合に使用する） ベノミル [C₁₂H₁₈N₄O₃] 10 mg を 0.01 mg の桁まで量り、その数値を記録し、100 mL の全量フラスコに入れ、メタノールを加えて溶かし、更に標線までメタノールを加えてベノミル標準原液を調製する（この液 1 mL は、ベノミルとして 0.1 mg を含有する。）。

使用に際して、標準原液の一部をメタノールで正確に希釈し、1 mL 中にベノミルとして 0.4 µg を含有するベノミル標準液を調製し、閉環反応に供する。

B 定 量^{注3}

抽出 分析試料 10 g を 0.01 g の桁まで量り、その数値を記録し、300 mL の共栓三角フラスコに入れ、L-アスコルビン酸ナトリウム約 1 g、水 20 mL（乾牧草、稲わら及び稲発酵粗飼料は 30 mL）を加え、30 分間静置後、更にメタノール 100 mL（乾牧草、稲わら及び稲発酵粗飼料は 120 mL）を加え、30 分間振り混ぜて抽出する^{注4}。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メタノール 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メタノールを加え（乾牧草、稲わら、稲発酵粗飼料及び粃米は、この液 2 mL を 20 mL の全量フラスコに正確に入れ、標線までメタノールを加えた液を）、閉環反応に供する試料溶液とする。

閉環反応^{注5} 試料溶液 1 mL を 50 mL のなす形フラスコに正確に入れ、これに酢酸（1+1）10 mL、酢酸銅（II）一水和物約 0.2 g 及び沸騰石数個を加え、空冷管を接続した後、120 °C の油浴上で 30 分間加熱する。放冷後、1 mol/L 塩酸 10 mL を空冷管の上部から加えて管壁を洗浄し、試料溶液に合わせる。試料溶液を 100 mL のトールビーカーに移し、先のなす形フラスコ及び残さを 1 mol/L 塩酸 20 mL で洗浄し、洗液を試料溶液に合わせる。1 mol/L 又は 10 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で試料溶液を pH 6.8~6.9 に調整し、全量を 100 mL の全量フラスコに移し、更に全量フラスコの標線まで水を加え、カラム処理に供する試料溶液とする。

カラム処理 試料溶液 10 mL を多孔性ケイソウ土カラム（20 mL 保持用）^{注6}に負荷し、5 分間静置する。200 mL のなす形フラスコをカラムの下に置き、酢酸エチル 100 mL を加え、液面が充てん剤の上端に達するまで流下し、EBC 及びカルベンダジムを溶出させた後、圧注して全量を溶出させる。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。メタノール 2 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 0.45 μm 以下）でろ過し、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。

標準液の閉環反応及びカラム処理 チオファネート標準液、チオファネートメチル標準液又はベノミル標準液 1 mL を 50 mL のなす形フラスコに正確に入れる。以下、試料溶液の場合と同様に閉環反応及びカラム処理を行い、メタノールで正確に希釈し、1 mL 中にチオファネート又はチオファネートメチル若しくはベノミルとして 0.2~20 ng 相当量の間の数点を含有する標準液^{注7}を調製する。

液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による測定 試料溶液及び標準液各 2 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8}

溶離液 : 2 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液-
メタノール (3+2) (5 min 保持)
→ 5 min → (5+95) (5 min 保
持) → 0.1 min → (3+2) (8
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9})

検出器 : 四重極型質量分析計

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)

ネブライザーガス : N₂ (3 L/min)

乾燥ガス : N₂ (10 L/min)

ヒーティングガス : 空気 (10 L/min)

インターフェイス温度 : 350 °C

ヒートブロック温度 : 500 °C

D L 温度 : 120 °C

コリジョンガス : Ar (230 kPa)

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 各物質の測定条件

測定対象物質	プリカーサー	プロダクトイオン		コリジョン
	イオン	定量用	確認用	エネルギー
	(<i>m/z</i>)	(<i>m/z</i>)	(<i>m/z</i>)	(eV)
EBC	206	160	—	15
		—	134	30
カルベンダジム	192	160	—	16
		—	132	30

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 EBC 及びカルベンダジム量を算出^{注10}し、EBC 量に 1.806 を乗じてチオファネート量に換算する。

注 1 分析試料にカルベンダジム、チオファネートメチル及びベノミルのうち複数の残留が疑われる場合、カルベンダジム標準液を用いてチオファネートメチル及びベノミルを定量することも可能だが、定量値が低くなる場合があるため、必要に応じて妥当性を確認すること。

2 本法では、試料中のチオファネートメチル及びベノミルをカルベンダジムに変換し、試料中のカルベンダジム、カルベンダジムに換算したチオファネートメチル及びカルベンダジムに換算したベノミルの総和として定量する。

3 分析過程で各成分の消失が生じやすいため、抽出からカラム処理までの操作は 1 日で終了させる。

4 この際抽出されたベノミルは、カルベンダジムに変換される。

5 チオファネートはエチルベンズイミダゾール-2-イルカルバメート (EBC) に、チオファネートメチルはカルベンダジムに変換される。

6 Chem Elut (20 mL 保持用) (Agilent Technologies 製) 又はこれと同等のもの

7 各チオファネート標準液の濃度 (ng/mL) × 0.5540、各チ

オファネートメチル標準液の濃度 (ng/mL) × 0.5584、各ベ
ノミル標準液の濃度 (ng/mL) × 0.6585 が変換後の EBC 又
はカルベンダジムの濃度 (各成分が全て変換された場合の
理論値) となる。

8 ZORBAX Eclipse XDB-C18 (Agilent Technologies 製) 又は
これと同等のもの

9 LCMS-8045 (島津製作所製) による条件例

10 チオファネートメチル及びベノミルはカルベンダジムに
変換されるため、カルベンダジムとして定量し、カルベン
ダジム量に、1.791 を乗じてチオファネートメチル量に、
1.519 を乗じてベノミル量に換算する。なお、EBC 量をカ
ルベンダジム量へ換算する場合、0.9316 を乗じる。

(参考) 分析法バリデーション

・添加回収率及び繰返し精度 (チオファネートメチル標準液、ベノミル標準液又はチオファネート標準液を閉環反応して得られたカルベンダジム又はEBCで定量)

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 (%)
チオファネートメチル	成鶏飼育用配合飼料	0.2	5	105	3.4
		1.5	5	106	1.0
	大麦	0.2	5	110	3.4
		1.2	5	111	3.1
	とうもろこし	0.2	5	95.6	7.6
		1.5	5	92.8	4.2
	チモシー乾草	3	5	89.9	2.5
		20	5	88.8	3.7
	稲わら	1	5	91.4	4.5
		40	5	89.9	1.5
	稲発酵粗飼料	1.8	5	99.8	4.8
		11.1	5	96.4	5.1
	粳米	1	5	99.7	10
		10	5	94.5	1.1
ベノミル	成鶏飼育用配合飼料	0.1	5	101	5.4
		1.5	5	92.1	1.4
	大麦	0.1	5	95.2	4.0
		1	5	93.4	2.3
	とうもろこし	0.2	5	90.0	4.8
		1.5	5	94.1	3.5
	チモシー乾草	3	5	84.5	2.2
		20	5	79.3	2.8
	稲わら	6	5	97.8	2.8
		40	5	85.1	5.0
	稲発酵粗飼料	1.3	5	103	3.3
		8.9	5	92.2	3.2
	粳米	1	5	94.7	3.2
		10	5	98.0	11
チオファネート	成鶏飼育用配合飼料	0.2	5	82.5	6.6
		1.5	5	98.2	1.6
	大麦	0.2	5	109	4.0
		1.2	5	110	4.7
	とうもろこし	0.2	5	92.5	2.5
		1.5	5	89.3	0.9
	チモシー乾草	3	5	83.9	1.5
		20	5	90.7	2.5
	稲わら	1	5	81.3	4.3
		40	5	94.0	4.0
	稲発酵粗飼料	1.8	5	93.1	3.2
		11.1	5	96.6	5.4
	粳米	1	5	112	9.0
		10	5	94.2	1.3

・添加回収率及び繰返し精度（カルベンダジム標準液で定量）

添加成分名	試料の種類	添加濃度 (mg/kg)	繰返し 繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD, (%)
カルベンダジム	成鶏飼育用配合飼料	0.1	5	93.4	3.7
		1	5	94.0	6.8
	大麦	0.1	5	96.5	14
		1	5	91.4	3.6
	とうもろこし	0.1	5	87.4	3.3
		1	5	85.7	1.4
	チモシー乾草	2	5	73.7	3.9
		10	5	75.7	4.3
	稲わら	4	5	87.3	5.3
		20	5	82.8	1.1
	稲発酵粗飼料	0.9	5	100	3.7
		6.7	5	84.4	4.6
	粳米	1	5	87.5	11
		5	5	81.0	1.9
チオファネートメチル	成鶏飼育用配合飼料	0.2	5	84.8	3.0
		1.5	5	78.6	1.0
	大麦	0.2	5	71.8	3.4
		1.2	5	72.3	3.1
	とうもろこし	0.2	5	78.4	7.8
		1.5	5	76.2	4.2
	チモシー乾草	3	5	70.6	2.5
		20	5	79.4	3.7
	稲わら	1	5	77.2	4.5
		40	5	81.8	1.5
	稲発酵粗飼料	1.8	5	79.0	5.1
		11.1	5	84.6	5.4
	粳米	1	5	86.8	9.2
		10	5	76.8	1.1
ベノミル	成鶏飼育用配合飼料	0.1	5	85.6	5.9
		1.5	5	78.5	1.4
	大麦	0.1	5	90.3	3.5
		1	5	87.5	2.5
	とうもろこし	0.2	5	73.2	4.4
		1.5	5	70.5	3.4
	チモシー乾草	3	5	72.9	2.3
		20	5	76.9	3.0
	稲わら	6	5	82.5	2.9
		40	5	79.4	5.0
	稲発酵粗飼料	1.3	5	86.7	3.3
		8.9	5	81.8	3.3
	粳米	1	5	95.3	2.6
		10	5	94.2	11

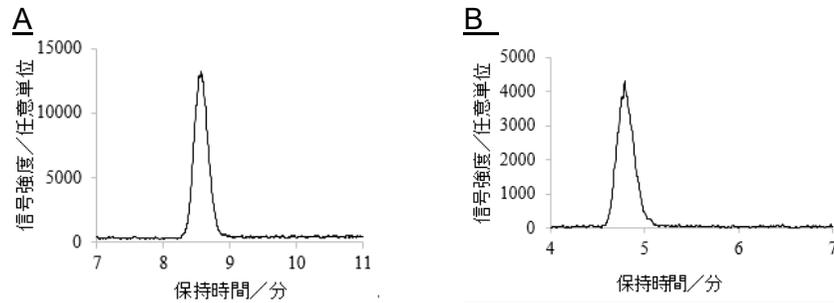
・共同試験

成分名	試料の種類	有効試	棄却試	添加濃度	添加回収率	測定精度	実測再現精度	HorRat
		験室数	験室数	(mg/kg)	(%)	RSD _r (%)	RSD _R (%)	
チオファネー ト	経飼用配合飼料	10	0	0.2	92.9	5.4	17	0.81
	とうもろこし	10	0	0.2	94.0	7.0	19	0.94
	チモシー乾草	10	0	12	87.1	6.9	13	1.2
	稲わら	9	1	50	98.3	4.0	12	1.3
	稲発酵粗飼料	10	0	20 ^注	95.8	13	14	1.4
	粳米	10	0	6	87.1	7.5	15	1.2
チオファネー	経飼用配合飼料	9	1	0.2	102	5.1	9.2	0.45
トメチル	チモシー乾草	10	0	10	92.6	6.5	11	1.2
	粳米	9	1	4	95.3	8.9	16	1.2
ベノミル	とうもろこし	10	0	0.2	100	7.5	21	1.0
	稲わら	8	2	45	68.6	2.8	3.9	0.41
	稲発酵粗飼料	9	1	15 ^注	89.2	3.5	5.1	0.47

注 分析試料（風乾物）に対する添加濃度

- ・定量下限（共同試験による確認） カルベンダジム：配合飼料及び穀物中 各 0.1 mg/kg、乾牧草及び稲発酵粗飼料（風乾物。以下本項において同じ。）中 各 2 mg/kg、稲わら中 4 mg/kg、粳米中 1 mg/kg、チオファネート：配合飼料及び穀物中 各 0.2 mg/kg、乾牧草中 3 mg/kg、稲わら及び粳米中 各 1 mg/kg、稲発酵粗飼料中 4 mg/kg
- ・検出下限（単一試験室による確認） カルベンダジム：配合飼料及び穀物中 各 0.03 mg/kg、乾牧草及び稲発酵粗飼料中 各 0.6 mg/kg、稲わら中 1.2 mg/kg、粳米中 0.3 mg/kg、チオファネート：配合飼料及び穀物中 各 0.06 mg/kg、乾牧草中 0.9 mg/kg、稲わら及び粳米中 各 0.3 mg/kg、稲発酵粗飼料中 1.2 mg/kg

(参考) クロマトグラム例



標準液のクロマトグラム

A: チオファネート標準液 (EBCとして 0.89 ng/mL、チオファネートとして 1.6 ng/mL)

B: カルベンダジム標準液 (カルベンダジムとして 1 ng/mL)

第9章 抗生物質

第1節 (略)

第2節 各条

1 (略)

2 アビラマイシン

2.1 (略)

第9章 抗生物質

第1節 (略)

第2節 各条

1 (略)

2 アビラマイシン

2.1 (略)

2.2 定量試験法（飼料）

2.2.1 平板法（その1）

（適用範囲：豚用飼料）

A～C（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 (g(力価)/t)	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%)
豚用配合飼料1	10	3	95.6	7.8
	20	3	108	6.1
	40	3	107	1.6
豚用配合飼料2	10	3	111	4.4
	20	3	97.6	0.5
	40	3	100	1.1
豚用配合飼料3	10	3	113	5.6
	20	3	94.1	3.2
	40	3	106	4.4

・共同試験（略）

2.2.2（略）

3~26（略）

27 モネンシンナトリウム

27.1（略）

27.2 定量試験法（飼料）

27.2.1（略）

2.2 定量試験法（飼料）

2.2.1 平板法（その1）

（適用範囲：豚用飼料）

A～C（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 (g(力価)/t)	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%)
鶏用配合飼料1	10	3	95.6	7.8
	20	3	108	6.1
	40	3	107	1.6
鶏用配合飼料2	10	3	111	4.4
	20	3	97.6	0.5
	40	3	100	1.1
鶏用配合飼料3	10	3	113	5.6
	20	3	94.1	3.2
	40	3	106	4.4

・共同試験（略）

2.2.2（略）

3~26（略）

27 モネンシンナトリウム

27.1（略）

27.2 定量試験法（飼料）

27.2.1（略）

27.2.2 平板法（その2）

（適用範囲：牛用飼料^{注1}）

A 試薬等の調製

1)~5) （略）

6) 塩基性アルミナ カラムクロマトグラフ用塩基性アルミナ（粒径 63~200 μm（230~70 メッシュ））^{注2}を 130 °C で 2 時間乾燥し、6 v/w %相当量の水を加えて混和し、一夜静置する。

B 試料溶液の調製

分析試料の一部（MN として 300 μg(力価)相当量^{注3}）を有効数字 3 桁まで量り、その数値を記録し、100 mL の共栓三角フラスコに入れ、抽出溶媒 50 mL を加え、20 分間かき混ぜて抽出した後、抽出液をろ紙（5 種 A）でろ過する。

（略）

C 定 量

2-2 用量法による。

注 1 夾雑物の影響により回収率が高くなる場合があるため、必要に応じて妥当性を確認すること。

2 Aluminium oxide 90 active basic Art.1076（Merck 製）又はこれと同等のもの

3 分析試料の採取量が多くなることにより、抽出溶媒を加えた際に膨潤等によりかき混ぜ抽出が困難な場合、第 9 章第 3 節 1 の 1.2 の方法を用いる。

27.2.2 平板法（その2）

（適用範囲：牛用飼料）

A 試薬等の調製

1)~5) （略）

6) 塩基性アルミナ カラムクロマトグラフ用塩基性アルミナ（粒径 63~200 μm（230~70 メッシュ））^{注1}を 130 °C で 2 時間乾燥し、6 v/w %相当量の水を加えて混和し、一夜静置する。

B 試料溶液の調製

分析試料の一部（MN として 300 μg(力価)相当量）を有効数字 3 桁まで量り、その数値を記録し、100 mL の共栓三角フラスコに入れ、抽出溶媒 50 mL を加え、20 分間かき混ぜて抽出した後、抽出液をろ紙（5 種 A）でろ過する。

（略）

C 定 量

2-2 用量法による。

（新設）

注 1 Aluminium oxide 90 active basic Art.1076（Merck 製）又はこれと同等のもの
（新設）

(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 (g(力価)/t)	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%)
ほ乳期子牛育成用配合飼料 1	15	3	99.1	5.9
	30	3	98.6	2.3
	45	3	105	5.7
ほ乳期子牛育成用配合飼料 2	15	3	104	3.2
	30	3	102	1.9
	45	3	102	2.3
ほ乳期子牛育成用配合飼料 3	15	3	105	2.8
	30	3	103	5.3
	45	3	102	5.2
ほ乳期子牛育成用配合飼料 4	15	3	106	8.3
	30	3	106	6.4
	45	3	104	0.8
ほ乳期子牛育成用配合飼料 5	15	3	91.7	1.8
	30	3	96.4	2.0
	45	3	99.6	4.3
肉用牛肥育用配合飼料1	15	3	109	3.8
	30	3	106	3.0
	45	3	102	4.5
肉用牛肥育用配合飼料2	15	3	108	10
	30	3	111	1.3
	45	3	102	4.1
肉用牛肥育用配合飼料3	15	3	111	4.8
	30	3	110	1.2
	45	3	106	5.5
牛用配合飼料 1	22.5	5	109	3.0
(小麦ストローキューブ12%配合)	30	5	107	1.7
	45	5	104	2.9
牛用配合飼料 2	15	5	102	2.9
(チモシー・ヘイ・アルファルファ・ヘイミックスキューブ18%配合)	22.5	5	109	1.1
	30	5	104	4.5
	45	5	105	1.1
牛用配合飼料 3	15	5	114	3.1
(アルファルファ・ヘイキューブ4%配合)	22.5	5	108	2.4
	30	5	107	1.8
	45	5	107	1.9
牛用配合飼料 4	15	5	118	2.1
(アルファルファ・ヘイキューブ14%配合)	22.5	5	103	2.4
	30	5	108	3.7
	45	5	104	0.7

27.2.3 (略)

27.3~27.5 (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

試料の種類	添加濃度 (g(力価)/t)	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%)
ほ乳期子牛育成用配合飼料 1	15	3	99.1	5.9
	30	3	98.6	2.3
	45	3	105	5.7
ほ乳期子牛育成用配合飼料 2	15	3	104	3.2
	30	3	102	1.9
	45	3	102	2.3
ほ乳期子牛育成用配合飼料 3	15	3	105	2.8
	30	3	103	5.3
	45	3	102	5.2
ほ乳期子牛育成用配合飼料 4	15	3	106	8.3
	30	3	106	6.4
	45	3	104	0.8
ほ乳期子牛育成用配合飼料 5	15	3	91.7	1.8
	30	3	96.4	2.0
	45	3	99.6	4.3
肉用牛肥育用配合飼料1	15	3	109	3.8
	30	3	106	3.0
	45	3	102	4.5
肉用牛肥育用配合飼料2	15	3	108	10
	30	3	111	1.3
	45	3	102	4.1
肉用牛肥育用配合飼料3	15	3	111	4.8
	30	3	110	1.2
	45	3	106	5.5

27.2.3 (略)

27.3~27.5 (略)

28~32 (略)

第3節 多成分分析法

1 ポリエーテル系抗生物質の液体クロマトグラフによる定量試験法

1.1 プレミックス (略)

28~32 (略)

第3節 多成分分析法

1 ポリエーテル系抗生物質の液体クロマトグラフによる定量試験法

1.1 プレミックス (略)

1.2 飼料

(1)・(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

添加成分名	試料の種類	添加濃度 (g(カ値)/t)	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%)
サリノマイシン ナトリウム	幼すう育成用配合飼料	25	3	96.7	4.6
		50	3	102	2.1
		75	3	99.7	3.8
	ブロイラー肥育前期用 配合飼料	25	3	96.0	1.7
		50	3	98.7	2.1
		75	3	98.7	1.5
	ブロイラー肥育後期用 配合飼料	25	3	101	1.5
		50	3	97.7	4.0
		75	3	98.7	1.2
	幼令牛育成用配合飼料	7.5	3	99.7	2.3
		15	3	101	1.5
		22.5	3	97.0	4.6
肉用牛肥育前期用配合 飼料	7.5	3	103	2.5	
	15	3	98.3	4.6	
	22.5	3	101	4.0	
肉用牛肥育後期用配合 飼料	7.5	3	103	4.0	
	15	3	97.7	3.5	
	22.5	3	99.3	3.2	
センデュラマイ シンナトリウム	幼すう育成用配合飼料	12.5	3	97.8	0.8
		25	3	97.8	0.9
		37.5	3	95.6	1.3
	ブロイラー肥育前期用 配合飼料	12.5	3	98.1	1.9
		25	3	98.7	1.6
		37.5	3	97.5	0.9
	ブロイラー肥育後期用 配合飼料	12.5	3	98.3	1.3
		25	3	98.3	1.5
		37.5	3	97.7	0.3
ナラシン	幼すう育成用配合飼料	40	3	99.0	2.7
		80	3	97.8	2.1
		120	3	102	1.3
	ブロイラー肥育前期用 配合飼料1	40	3	99.4	1.7
		80	3	103	2.7
		120	3	102	1.3
	ブロイラー肥育後期用 配合飼料1	40	3	96.3	0.6
		80	3	99.8	0.3
		120	3	97.5	1.9
	ブロイラー肥育前期用 配合飼料2	25	5	98.1	7.0
		50	5	96.9	6.5
		75	5	98.3	2.1
	ブロイラー肥育前期用 配合飼料3	25	5	107	3.7
		50	5	96.1	4.9
		75	5	95.0	3.6
	ブロイラー肥育後期用 配合飼料2	25	5	93.9	5.3
		50	5	102	2.8
		75	5	96.5	5.9

1.2 飼料

(1)・(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

添加成分名	試料の種類	添加濃度 (g(カ値)/t)	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%)
サリノマイシン ナトリウム	幼すう育成用配合飼料	25	3	96.7	4.6
		50	3	102	2.1
		75	3	99.7	3.8
	ブロイラー肥育前期用 配合飼料	25	3	96.0	1.7
		50	3	98.7	2.1
		75	3	98.7	1.5
	ブロイラー肥育後期用 配合飼料	25	3	101	1.5
		50	3	97.7	4.0
		75	3	98.7	1.2
	幼令牛育成用配合飼料	7.5	3	99.7	2.3
		15	3	101	1.5
		22.5	3	97.0	4.6
肉用牛肥育前期用配合 飼料	7.5	3	103	2.5	
	15	3	98.3	4.6	
	22.5	3	101	4.0	
肉用牛肥育後期用配合 飼料	7.5	3	103	4.0	
	15	3	97.7	3.5	
	22.5	3	99.3	3.2	
センデュラマイ シンナトリウム	幼すう育成用配合飼料	12.5	3	97.8	0.8
		25	3	97.8	0.9
		37.5	3	95.6	1.3
	ブロイラー肥育前期用 配合飼料	12.5	3	98.1	1.9
		25	3	98.7	1.6
		37.5	3	97.5	0.9
	ブロイラー肥育後期用 配合飼料	12.5	3	98.3	1.3
		25	3	98.3	1.5
		37.5	3	97.7	0.3
ナラシン	幼すう育成用配合飼料	40	3	99.0	2.7
		80	3	97.8	2.1
		120	3	102	1.3
	ブロイラー肥育前期用 配合飼料1	40	3	99.4	1.7
		80	3	103	2.7
		120	3	102	1.3
	ブロイラー肥育後期用 配合飼料1	40	3	96.3	0.6
		80	3	99.8	0.3
		120	3	97.5	1.9
	ブロイラー肥育前期用 配合飼料2	25	5	98.1	7.0
		50	5	96.9	6.5
		75	5	98.3	2.1
	ブロイラー肥育前期用 配合飼料3	25	5	107	3.7
		50	5	96.1	4.9
		75	5	95.0	3.6
	ブロイラー肥育後期用 配合飼料2	25	5	93.9	5.3
		50	5	102	2.8
		75	5	96.5	5.9

・添加回収率及び繰返し精度〔続き〕

添加成分名	試料の種類	添加濃度 (g(力価)t)	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _x (%)
モネンシンナト リウム	幼すう育成用配合飼料	40	3	100	0.6
		80	3	99.0	1.0
		120	3	99.7	0.6
ブロイラー肥育前期用 配合飼料	ブロイラー肥育前期用 配合飼料	40	3	99.3	1.2
		80	3	99.7	0.6
		120	3	99.3	0.6
ブロイラー肥育後期用 配合飼料	ブロイラー肥育後期用 配合飼料	40	3	99.3	0.6
		80	3	98.7	0.6
		120	3	100	1.0
ほ乳期子牛育成用配合 飼料1	ほ乳期子牛育成用配合 飼料1	15	3	97.4	2.2
		30	3	98.2	1.2
		45	3	96.0	1.0
ほ乳期子牛育成用配合 飼料2	ほ乳期子牛育成用配合 飼料2	15	3	94.9	1.8
		30	3	97.7	2.3
		45	3	95.3	1.0
ほ乳期子牛育成用配合 飼料3	ほ乳期子牛育成用配合 飼料3	15	3	93.3	0.9
		30	3	95.4	0.9
		45	3	96.5	2.7
ほ乳期子牛育成用配合 飼料4	ほ乳期子牛育成用配合 飼料4	15	3	94.9	1.0
		30	3	96.9	1.4
		45	3	96.9	0.5
ほ乳期子牛育成用配合 飼料5	ほ乳期子牛育成用配合 飼料5	15	3	95.1	1.9
		30	3	93.8	1.3
		45	3	96.1	1.2
幼令牛育成用配合飼料	幼令牛育成用配合飼料	15	3	102	1.0
		30	3	100	1.2
		45	3	100	0.6
肉用牛肥育前期用配合 飼料	肉用牛肥育前期用配合 飼料	15	3	99.3	1.5
		30	3	98.0	1.7
		45	3	99.7	1.2
肉用牛肥育後期用配合 飼料	肉用牛肥育後期用配合 飼料	15	3	101	1.5
		30	3	101	1.7
		45	3	102	1.0
生用配合飼料 1 (小麦ストローキューブ12 %配合)	生用配合飼料 1 (小麦ストローキューブ12 %配合)	15	5	103	3.0
		30	5	102	2.0
		45	5	105	1.2
生用配合飼料 2 (チモシー・ハイ・アルファ ルファ・ハイミックスキュー ブ18%配合)	生用配合飼料 2 (チモシー・ハイ・アルファ ルファ・ハイミックスキュー ブ18%配合)	15	5	106	2.1
		30	5	101	1.0
		45	5	106	2.0
生用配合飼料 3 (アルファルファ・ハイ キューブ4%配合)	生用配合飼料 3 (アルファルファ・ハイ キューブ4%配合)	15	5	105	0.8
		30	5	103	0.7
		45	5	103	2.0
生用配合飼料 4 (アルファルファ・ハイ キューブ14%配合)	生用配合飼料 4 (アルファルファ・ハイ キューブ14%配合)	15	5	98.6	2.1
		30	5	99.1	2.1
		45	5	102	1.4

・共同試験 (略)

(参考) クロマトグラム例 (略)

・添加回収率及び繰返し精度〔続き〕

添加成分名	試料の種類	添加濃度 (g(力価)t)	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _x (%)
モネンシンナト リウム	幼すう育成用配合飼料	40	3	100	0.6
		80	3	99.0	1.0
		120	3	99.7	0.6
ブロイラー肥育前期用 配合飼料	ブロイラー肥育前期用 配合飼料	40	3	99.3	1.2
		80	3	99.7	0.6
		120	3	99.3	0.6
ブロイラー肥育後期用 配合飼料	ブロイラー肥育後期用 配合飼料	40	3	99.3	0.6
		80	3	98.7	0.6
		120	3	100	1.0
ほ乳期子牛育成用配合 飼料1	ほ乳期子牛育成用配合 飼料1	15	3	97.4	2.2
		30	3	98.2	1.2
		45	3	96.0	1.0
ほ乳期子牛育成用配合 飼料2	ほ乳期子牛育成用配合 飼料2	15	3	94.9	1.8
		30	3	97.7	2.3
		45	3	95.3	1.0
ほ乳期子牛育成用配合 飼料3	ほ乳期子牛育成用配合 飼料3	15	3	93.3	0.9
		30	3	95.4	0.9
		45	3	96.5	2.7
ほ乳期子牛育成用配合 飼料4	ほ乳期子牛育成用配合 飼料4	15	3	94.9	1.0
		30	3	96.9	1.4
		45	3	96.9	0.5
ほ乳期子牛育成用配合 飼料5	ほ乳期子牛育成用配合 飼料5	15	3	95.1	1.9
		30	3	93.8	1.3
		45	3	96.1	1.2
幼令牛育成用配合飼料	幼令牛育成用配合飼料	15	3	102	1.0
		30	3	100	1.2
		45	3	100	0.6
肉用牛肥育前期用配合 飼料	肉用牛肥育前期用配合 飼料	15	3	99.3	1.5
		30	3	98.0	1.7
		45	3	99.7	1.2
肉用牛肥育後期用配合 飼料	肉用牛肥育後期用配合 飼料	15	3	101	1.5
		30	3	101	1.7
		45	3	102	1.0

・共同試験 (略)

(参考) クロマトグラム例 (略)

2~5 (略)

第 18 章 病原微生物
(略)

1 サルモネラ
1.1 培養法

A 試薬等の調製

1)~4) (略)

5) ハーナ・テトラチオン酸塩培地^{注2} ペプトン 18.0 g、酵母エキス 2.0 g、ブドウ糖 0.5 g、D(-)-マンニトール 2.5 g、塩化ナトリウム 5.0 g、チオ硫酸ナトリウム (無水) 26.0 g、デオキシコール酸ナトリウム 0.5 g、炭酸カルシウム 25.0 g 及びブリリアントグリーン 10 mg を水 1,000 mL に加え、沸騰水浴中で加熱して溶かし、pH を 7.3~7.5 に調整する。

これを 45 °C 以下に冷却した後、ヨウ素・ヨウ化カリウム溶液 40 mL を加え、かき混ぜながら 25 mL の培養瓶に 10 mL 分注する。

6)~12) (略)

B・C (略)

2~5 (略)

第 18 章 病原微生物
(略)

1 サルモネラ
1.1 培養法

A 試薬等の調製

1)~4) (略)

5) ハーナ・テトラチオン酸塩培地^{注2} ペプトン 18.0 g、酵母エキス 2.0 g、ブドウ糖 0.5 g、マンニトール 2.5 g、塩化ナトリウム 5.0 g、チオ硫酸ナトリウム (無水) 26.0 g、デオキシコール酸ナトリウム 0.5 g、炭酸カルシウム 25.0 g 及びブリリアントグリーン 10 mg を水 1,000 mL に加え、沸騰水浴中で加熱して溶かし、pH を 7.3~7.5 に調整する。

これを 45 °C 以下に冷却した後、ヨウ素・ヨウ化カリウム溶液 40 mL を加え、かき混ぜながら 25 mL の培養瓶に 10 mL 分注する。

6)~12) (略)

B・C (略)

<p>1.2 (略)</p> <p>2 大腸菌</p> <p>2.1 (略)</p> <p>2.2 ペロ毒素産生性大腸菌</p> <p style="text-align: center;">A 試薬等の調製</p> <p>1)~3) (略)</p> <p>4) <u>mEC 培地</u> 2.1 の A の 5)による。</p> <p>5)~8) (略)</p> <p style="text-align: center;">B・C (略)</p> <p>2.3 その他の大腸菌</p> <p style="text-align: center;">A 試薬等の調製</p> <p>1)~3) (略)</p> <p>4) <u>mEC 培地</u> 2.1 の A の 5)による。</p> <p>5)~10) (略)</p> <p style="text-align: center;">B・C (略)</p> <p>別紙 1 (略)</p> <p>マンゼブ (C₄H₆MNN₂S₄)_x(Zn)_y (CAS : 8018-01-7) 黄色粉末 <u>D(-)-マンニトール</u> 特級 C₆H₁₄O₆ (CAS : 69-65-8) (略)</p> <p>別紙 2 試験法の<u>妥当性確認</u>ガイドライン</p>	<p>1.2 (略)</p> <p>2 大腸菌</p> <p>2.1 (略)</p> <p>2.2 ペロ毒素産生性大腸菌</p> <p style="text-align: center;">A 試薬等の調製</p> <p>1)~3) (略)</p> <p>4) <u>ノボビオシン加 mEC 培地</u> 2.1 の A の 5)による。</p> <p>5)~8) (略)</p> <p style="text-align: center;">B・C (略)</p> <p>2.3 その他の大腸菌</p> <p style="text-align: center;">A 試薬等の調製</p> <p>1)~3) (略)</p> <p>4) <u>ノボビオシン加 mEC 培地</u> 2.1 の A の 5)による。</p> <p>5)~10) (略)</p> <p style="text-align: center;">B・C (略)</p> <p>別紙 1 (略)</p> <p>マンゼブ (C₄H₆MNN₂S₄)_x(Zn)_y (CAS : 8018-01-7) 黄色粉末 <u>マンニトール</u> 特級 C₆H₁₄O₆ (CAS : 69-65-8) (略)</p> <p>別紙 2 試験法の<u>妥当性確認法</u>ガイドライン</p>
--	--

(略)

(略)