

(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)

改正後	改正前
<p data-bbox="562 440 712 472">目次</p> <p data-bbox="468 528 786 560">第1章～第5章 (略)</p> <p data-bbox="528 612 741 644">第6章 農薬</p> <p data-bbox="159 663 342 695">第1節 各条</p> <p data-bbox="188 707 309 738">1 (略)</p> <p data-bbox="188 750 618 782">2 <u>2,4-ジクロロフェノキシ酢酸</u></p> <p data-bbox="188 793 371 825">3~276 (略)</p> <p data-bbox="159 836 353 868">第2節 (略)</p> <p data-bbox="159 879 521 911">第3節 多成分同時分析法</p> <p data-bbox="188 922 342 954">1~7 (略)</p> <p data-bbox="188 965 1081 1045">8 <u>2,4-ジクロロフェノキシ酢酸</u>及び2,4,5-Tのガスクロマトグラフによる同時分析法</p> <p data-bbox="188 1056 353 1088">9~35 (略)</p> <p data-bbox="477 1141 808 1173">第7章～第20章 (略)</p> <p data-bbox="159 1193 376 1225">別紙1~3 (略)</p> <p data-bbox="315 1289 936 1321">第4章 無機成分（有機態金属化合物を含む）</p> <p data-bbox="159 1342 342 1374">第1節 各条</p> <p data-bbox="188 1385 371 1417">1~11 (略)</p>	<p data-bbox="1541 440 1691 472">目次</p> <p data-bbox="1447 528 1765 560">第1章～第5章 (略)</p> <p data-bbox="1507 612 1720 644">第6章 農薬</p> <p data-bbox="1140 663 1323 695">第1節 各条</p> <p data-bbox="1169 707 1290 738">1 (略)</p> <p data-bbox="1169 750 1290 782">2 <u>2,4-D</u></p> <p data-bbox="1169 793 1352 825">3~276 (略)</p> <p data-bbox="1140 836 1335 868">第2節 (略)</p> <p data-bbox="1140 879 1503 911">第3節 多成分同時分析法</p> <p data-bbox="1169 922 1323 954">1~7 (略)</p> <p data-bbox="1169 965 2002 997">8 <u>2,4-D</u>及び2,4,5-Tのガスクロマトグラフによる同時分析法</p> <p data-bbox="1169 1056 1335 1088">9~35 (略)</p> <p data-bbox="1453 1141 1785 1173">第7章～第20章 (略)</p> <p data-bbox="1140 1193 1357 1225">別紙1~3 (略)</p> <p data-bbox="1294 1289 1915 1321">第4章 無機成分（有機態金属化合物を含む）</p> <p data-bbox="1140 1342 1323 1374">第1節 各条</p> <p data-bbox="1169 1385 1352 1417">1~11 (略)</p>

12 カドミウム

12.1 (略)

12.2 簡易法^{注1}

A~C (略)

注1 (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) (略)

2) バックグラウンド補正法：ゼーマン方式

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 (%)
鶏用配合飼料	0.5	3	101	2.3
	1	3	102	1.5
牛用配合飼料	0.5	3	101	3.0
	1	3	102	1.0
チキンミール	0.5	3	101	1.1
	1	3	101	3.0
フェザーミール	0.5	3	103	1.1
	1	3	103	1.1
魚粉	0.5	3	104	5.8
	1	3	101	2.1
チモシーヘイ	0.1	3	84.6	7.0
	1	3	101	5.2
稲わら	0.2	3	112	1.8
	1	3	86.2	4.0

- ・共同試験 (略)
- ・定量下限 (略)
- ・検出下限 (略)

13~20 (略)

12 カドミウム

12.1 (略)

12.2 簡易法^{注1}

A~C (略)

注1 (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) (略)

2) バックグラウンド補正法：ゼーマン方式

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 (%)
鶏用配合飼料	0.5	3	101	2.3
	1	3	102	1.5
牛用配合飼料	0.5	3	101	3.0
	1	3	102	1.0
チキンミール	0.5	3	101	1.1
	1	3	101	3.0
フェザーミール	0.5	3	103	1.1
	1	3	103	1.1
魚粉	0.5	3	104	5.8
	1	3	101	2.1
チモシー乾草	0.1	3	84.6	7.0
	1	3	101	5.2
稲わら	0.2	3	112	1.8
	1	3	86.2	4.0

- ・共同試験 (略)
- ・定量下限 (略)
- ・検出下限 (略)

13~20 (略)

第6章 農 薬

第1節 各条

1 (略)

2 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸

2.1 液体クロマトグラフタンデム型質量分析計法 (その1) ^{注1}
(適用範囲：穀類)

A 試薬の調製

2,4-ジクロロフェノキシ酢酸標準液 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸 [C₈H₆Cl₂O₃] 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、アセトンを加えて溶かし、更に標線までアセトンを加えて 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸標準原液を調製する (この液 1 mL は、2,4-ジクロロフェノキシ酢酸として 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ーギ酸 (1,000+1) で正確に希釈し、1 mL 中に 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸として 0.004~0.4 µg を含有する数点の 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸標準液を調製する。

B 定 量

抽 出～加水分解 (略)

カラム処理 I ^{注3} オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (1 g) ^{注4}をメタノール 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。50 mL のなす形フラスコをミニカラムの下に置き、試料溶液の入っていたなす形フラスコを炭酸水素ナトリウム溶液 (0.1 w/v%) -メタノール (1+1) 5 mL で洗浄し、洗液をミニカラムに加えて 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸を溶出させ、更に炭酸水素ナトリウム溶液 (0.1 w/v%) -メタノール (1+1) 15 mL をミニカラムに加えて同様に溶出させる。この溶出液を液液分配 II に供する試料溶液

第6章 農 薬

第1節 各条

1 (略)

2 2,4-D

2.1 液体クロマトグラフタンデム型質量分析計法 (その1) ^{注1}
(適用範囲：穀類)

A 試薬の調製

2,4-D 標準液 2,4-D [C₈H₆Cl₂O₃] 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、アセトンを加えて溶かし、更に標線までアセトンを加えて 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。)

使用に際して、標準原液の一部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。

B 定 量

抽 出～加水分解 (略)

カラム処理 I ^{注3} オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (1 g) ^{注4}をメタノール 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。50 mL のなす形フラスコをミニカラムの下に置き、試料溶液の入っていたなす形フラスコを炭酸水素ナトリウム溶液 (0.1 w/v%) -メタノール (1+1) 5 mL で洗浄し、洗液をミニカラムに加えて 2,4-Dを溶出させ、更に炭酸水素ナトリウム溶液 (0.1 w/v%) -メタノール (1+1) 15 mL をミニカラムに加えて同様に溶出させる。この溶出液を液液分配 II に供する試料溶液とする。

とする。

液液分配 II (略)

カラム処理 II グラファイトカーボン/エチレンジアミン-*N*-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5} をアセトニトリル-トルエン (3+1) 10 mL で洗浄する。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アセトニトリル-トルエン (3+1) 5 mL で洗浄し、洗液をミニカラムに入れ、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、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-ギ酸 (75+25+1) 5 mL で洗浄し、洗液をミニカラムに加えて 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸 を溶出させ、更にアセトニトリル-トルエン-ギ酸 (75+25+1) 25 mL をミニ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-ギ酸 (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。

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-ジクロロフェノキシ酢酸 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。

測定条件 例

(液体クロマトグラフ部) (略)

(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 (負イオンモード)

液液分配 II (略)

カラム処理 II グラファイトカーボン/エチレンジアミン-*N*-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5} をアセトニトリル-トルエン (3+1) 10 mL で洗浄する。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アセトニトリル-トルエン (3+1) 5 mL で洗浄し、洗液をミニカラムに入れ、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、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-ギ酸 (75+25+1) 5 mL で洗浄し、洗液をミニカラムに加えて 2,4-D を溶出させ、更にアセトニトリル-トルエン-ギ酸 (75+25+1) 25 mL をミニ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-ギ酸 (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。

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。

測定条件 例

(液体クロマトグラフ部) (略)

(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 (負イオンモード)

イオン源温度：150 °C
 デソルベーションガス：N₂ (800 L/h、400 °C)
 キャピラリー電圧：0.6 kV
 コーンガス：N₂ (50 L/h)
 コーン電圧：下表のとおり
 コリジョンガス：Ar (0.4 Pa)
 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 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸の測定条件

測定対象物質	プリカーサー	プロダクトイオン		コーン 電圧 (V)	コリジョン エネルギー (eV)
	イオン (m/z)	定量用 (m/z)	確認用 (m/z)		
<u>2,4-ジクロロフェノキシ酢酸</u>	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-ジクロロフェノキシ酢酸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-ジクロロフェノキシ酢酸量を算出する。

注 1 本法では、試料中に 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸ナトリウム塩、2,4-ジクロロフェノキシ酢酸ジメチルアミン塩、2,4-ジクロロフェノキシ酢酸エチル、2,4-ジクロロフェノキシ酢酸イソプロピル、2,4-ジクロロフェノキシ酢酸ブトキシエチル及び 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸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-ジクロロフェノキシ酢酸量に含まれる。

2～7 (略)

イオン源温度：150 °C
 デソルベーションガス：N₂ (800 L/h、400 °C)
 キャピラリー電圧：0.6 kV
 コーンガス：N₂ (50 L/h)
 コーン電圧：下表のとおり
 コリジョンガス：Ar (0.4 Pa)
 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 2,4-D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		コーン 電圧 (V)	コリジョン エネルギー (eV)
	イオン (m/z)	定量用 (m/z)	確認用 (m/z)		
<u>2,4-D</u>	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。

2～7 (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 _r (%)
2,4-ジクロロフェノキシ酢酸	小麦	0.05	3	90.2	1.7
		0.5	3	86.0	5.0
	とうもろこし	0.01	3	91.3	5.7
		0.05	3	78.7	2.9
	ライ麦	0.05	3	84.8	4.7
		0.5	3	93.6	1.9
2,4-ジクロロフェノキシ酢酸エチル	小麦	0.05	3	94.7	1.9
		0.5	3	91.3	1.8
	とうもろこし	0.01	3	103	2.7
		0.05	3	84.0	2.4
	ライ麦	0.05	3	96.2	1.7
		0.5	3	92.1	6.8

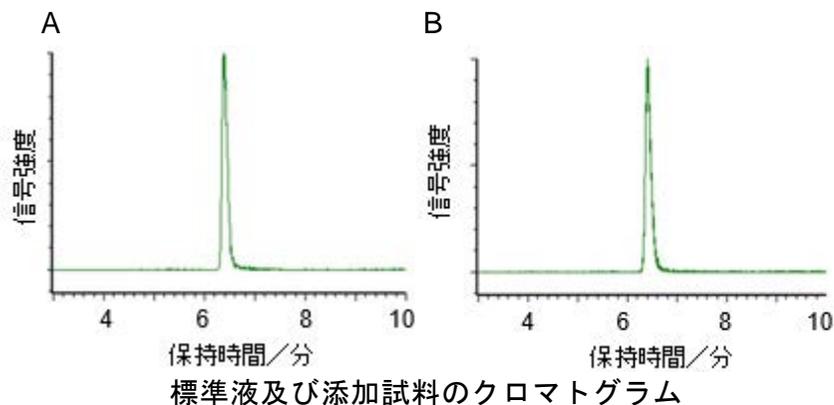
・共同試験

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 (%)	室間再現精度 RSD _R (%)	HorRat
2,4-ジクロロフェノキシ酢酸	小麦	9	0	0.5	84.5	7.1	12	0.63
2,4-ジクロロフェノキシ酢酸エチル	小麦	8	1	0.5	95.5	6.5	8.7	0.48

・定量下限 (略)

・検出下限 (略)

(参考) クロマトグラム例



(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	小麦	0.05	3	90.2	1.7
		0.5	3	86.0	5.0
	とうもろこし	0.01	3	91.3	5.7
		0.05	3	78.7	2.9
	ライ麦	0.05	3	84.8	4.7
		0.5	3	93.6	1.9
2,4-Dエチル	小麦	0.05	3	94.7	1.9
		0.5	3	91.3	1.8
	とうもろこし	0.01	3	103	2.7
		0.05	3	84.0	2.4
	ライ麦	0.05	3	96.2	1.7
		0.5	3	92.1	6.8

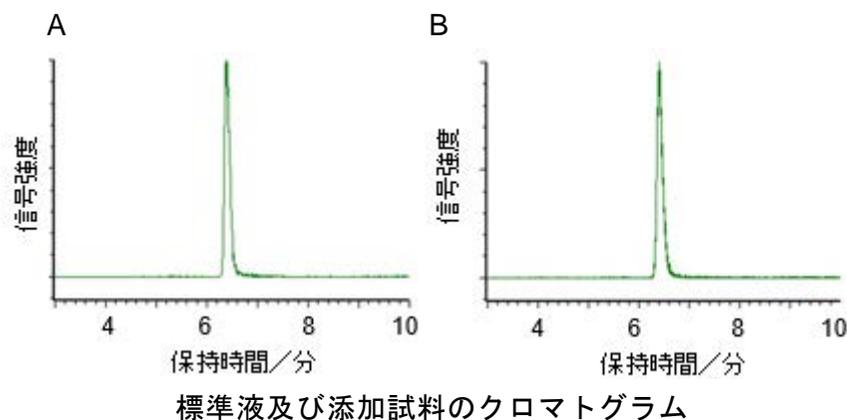
・共同試験

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 (%)	室間再現精度 RSD _R (%)	HorRat
2,4-D	小麦	9	0	0.5	84.5	7.1	12	0.63
2,4-Dエチル	小麦	8	1	0.5	95.5	6.5	8.7	0.48

・定量下限 (略)

・検出下限 (略)

(参考) クロマトグラム例



A : 標準液 (2,4-ジクロロフェノキシ酢酸として 1 ng 注入)
B : 添加試料 (小麦に 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸として 0.5 mg/kg 相当量添加)

2.2 液体クロマトグラフタンデム型質量分析計法 (その2) 注1
(適用範囲: 乾牧草)

A 試薬の調製

2,4-ジクロロフェノキシ酢酸標準液 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸 [C₈H₆Cl₂O₃] 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、アセトンを加えて溶かし、更に標線までアセトンを加えて 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸標準原液を調製する (この液 1 mL は、2,4-ジクロロフェノキシ酢酸として 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ーギ酸 (1,000+1) で正確に希釈し、1 mL 中に 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸として 0.004~0.4 µg を含有する数点の 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸標準液を調製する。

B 定 量

抽 出～液液分配 (略)

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-ジクロロフェノキシ酢酸標準液各 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。

測定条件 例

(液体クロマトグラフ部) (略)

(タンデム型質量分析計部^{注3})

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 (負イオンモード)

A : 標準液 (2,4-Dとして 1 ng 注入)
B : 添加試料 (小麦に 2,4-Dとして 0.5 mg/kg 相当量添加)

2.2 液体クロマトグラフタンデム型質量分析計法 (その2) 注1
(適用範囲: 乾牧草)

A 試薬の調製

2,4-D標準液 2,4-D [C₈H₆Cl₂O₃] 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、アセトンを加えて溶かし、更に標線までアセトンを加えて 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。)

使用に際して、標準原液の一部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。

B 定 量

抽 出～液液分配 (略)

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。

測定条件 例

(液体クロマトグラフ部) (略)

(タンデム型質量分析計部^{注3})

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 (負イオンモード)

イオン源温度：150 °C
 デソルベーションガス：N₂ (800 L/h、400 °C)
 キャピラリー電圧：0.6 kV
 コーンガス：N₂ (50 L/h)
 コーン電圧：下表のとおり
 コリジョンガス：Ar (0.4 Pa)
 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 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸の測定条件

測定対象物質	プリカーサー	プロダクトイオン		コーン電圧 (V)	コリジョンエネルギー (eV)
	イオン (m/z)	定量用 (m/z)	確認用 (m/z)		
<u>2,4-ジクロロフェノキシ酢酸</u>	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-ジクロロフェノキシ酢酸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-ジクロロフェノキシ酢酸量を算出する。

注 1 本法では、試料中に 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸ナトリウム塩、2,4-ジクロロフェノキシ酢酸ジメチルアミン塩、2,4-ジクロロフェノキシ酢酸エチル、2,4-ジクロロフェノキシ酢酸イソプロピル、2,4-ジクロロフェノキシ酢酸ブトキシエチル及び 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸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-ジクロロフェノキシ酢酸量に含まれる。

2・3 (略)

イオン源温度：150 °C
 デソルベーションガス：N₂ (800 L/h、400 °C)
 キャピラリー電圧：0.6 kV
 コーンガス：N₂ (50 L/h)
 コーン電圧：下表のとおり
 コリジョンガス：Ar (0.4 Pa)
 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 2,4-D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		コーン電圧 (V)	コリジョンエネルギー (eV)
	イオン (m/z)	定量用 (m/z)	確認用 (m/z)		
<u>2,4-D</u>	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・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

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-ジクロロフェノキシ酢酸	チモシーヘイ	10	3	98.2	0.4
		260	3	105	4.2
	ライグラスヘイ	5	3	98.6	4.8
		10	3	91.7	4.0
		260	3	93.1	1.9
2,4-ジクロロフェノキシ酢酸	チモシーヘイ	10	3	96.2	5.0
		260	3	94.9	2.6
エチル	ライグラスヘイ	10	3	94.7	5.0
		260	3	90.0	5.7

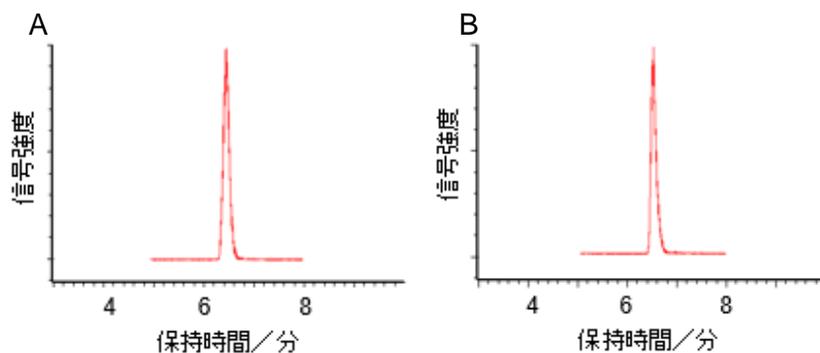
・共同試験

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
2,4-ジクロロフェノキシ酢酸	オーツヘイ	9	0	52	93.5	2.7	15	1.7
	チモシーヘイ	9	0	260	94.2	3.4	11	1.5
2,4-ジクロロフェノキシ酢酸エチル	オーツヘイ	9	0	52	82.4	3.2	8.0	0.86
	チモシーヘイ	9	0	260	84.8	6.9	11	1.5

・定量下限 (略)

・検出下限 (略)

(参考) クロマトグラム例



標準液及び添加試料のクロマトグラム

A : 標準液 (2,4-ジクロロフェノキシ酢酸として 200 ng/mL)

B : 添加試料 (チモシーヘイに 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸と

(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	チモシーヘイ	10	3	98.2	0.4
		260	3	105	4.2
	ライグラスヘイ	5	3	98.6	4.8
		10	3	91.7	4.0
		260	3	93.1	1.9
2,4-Dエチル	チモシーヘイ	10	3	96.2	5.0
		260	3	94.9	2.6
	ライグラスヘイ	10	3	94.7	5.0
		260	3	90.0	5.7

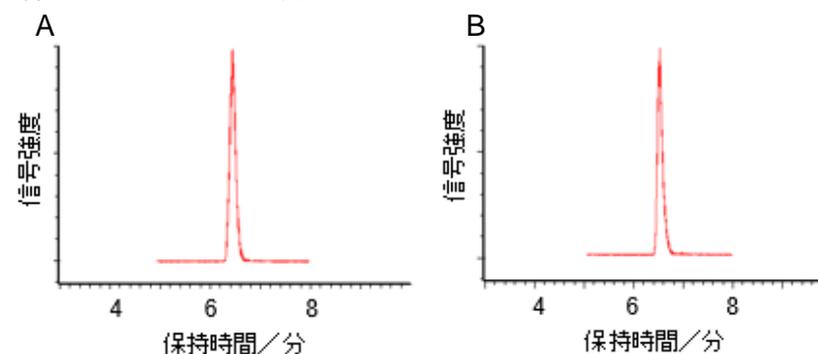
・共同試験

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
2,4-D	オーツヘイ	9	0	52	93.5	2.7	15	1.7
	チモシーヘイ	9	0	260	94.2	3.4	11	1.5
2,4-Dエチル	オーツヘイ	9	0	52	82.4	3.2	8.0	0.86
	チモシーヘイ	9	0	260	84.8	6.9	11	1.5

・定量下限 (略)

・検出下限 (略)

(参考) クロマトグラム例



標準液及び添加試料のクロマトグラム

A : 標準液 (2,4-Dとして 200 ng/mL)

B : 添加試料 (チモシーヘイに 2,4-Dとして 260 mg/kg 相当量

<p>して 260 mg/kg 相当量添加)</p> <p>2.3 <u>2,4-ジクロロフェノキシ酢酸</u>及び 2,4,5-T のガスクロマトグラフによる同時分析法 第 3 節 8 による。</p> <p>3~7 (略)</p>	<p>添加)</p> <p>2.3 <u>2,4-D</u> 及び 2,4,5-T のガスクロマトグラフによる同時分析法 第 3 節 8 による。</p> <p>3~7 (略)</p>
---	--

8 2,4,5-T

8.1 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸及び 2,4,5-T のガスクロマトグラフによる同時分析法
第3節8による。

9~72 (略)

73 グリホサート

73.1 (略)

73.2 液体クロマトグラフタンデム型質量分析計法^{注1}
(適用範囲：乾牧草)

A・B (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 (mg/kg)	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%)
アルファルファヘイ	20	3	81.4	9.4
	120	3	78.2	8.3
<u>クレイングラスヘイ</u>	<u>500</u>	<u>5</u>	<u>91.5</u>	<u>6.0</u>

- ・共同試験 (略)
- ・定量下限 (略)
- ・検出下限 (略)

(参考) クロマトグラム例 (略)

73.3 (略)

8 2,4,5-T

8.1 2,4-D及び 2,4,5-T のガスクロマトグラフによる同時分析法
第3節8による。

9~72 (略)

73 グリホサート

73.1 (略)

73.2 液体クロマトグラフタンデム型質量分析計法^{注1}
(適用範囲：乾牧草)

A・B (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 (mg/kg)	繰返し	添加回収率 RSD _r (%)	繰返し精度 RSD _r (%)
アルファルファヘイ	20	3	81.4	9.4
	120	3	78.2	8.3
(新設)	(新設)	(新設)	(新設)	(新設)

- ・共同試験 (略)
- ・定量下限 (略)
- ・検出下限 (略)

(参考) クロマトグラム例 (略)

73.3 (略)

<p>74~276 (略)</p> <p>第2節 (略)</p> <p>第3節 多成分同時分析法</p> <p>1~4 (略)</p> <p>5 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</p> <p>(1)~(3) (略)</p> <p style="text-align: right;">A・B (略)</p> <p>注 (略)</p> <p>(参考) 分析法バリデーション</p> <p>・添加回収率及び繰返し精度</p>	<p>74~276 (略)</p> <p>第2節 (略)</p> <p>第3節 多成分同時分析法</p> <p>1~4 (略)</p> <p>5 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</p> <p>(1)~(3) (略)</p> <p style="text-align: right;">A・B (略)</p> <p>注 (略)</p> <p>(参考) 分析法バリデーション</p> <p>・添加回収率及び繰返し精度</p>
---	---

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	えん麦	30	5	94.8	2.0	
		0.04	3	117	17	
		20	3	82.8	6.5	
		30	5	90.8	1.6	
	きな粉	0.04	5	85.6	18	
		20	5	82.3	4.1	
	小麦	0.5	3	85.0	7.0	
		5	3	86.4	6.1	
		30	5	98.2	0.6	
	大豆	0.04	5	115	12	
		20	5	109	4.1	
	とうもろこし	0.1	3	85.4	13	
		1	3	80.1	7.6	
		5	5	81.3	3.0	
	マイロ	30	5	85.6	1.7	
	ライ麦	30	5	77.5	4.7	
	大豆油かす	0.04	5	95.7	13	
		20	5	104	4.6	
	稲わら	0.04	3	100	14	
		0.2	3	97.3	4.2	
稲発酵粗飼料	0.04	3	83.0	7.2		
	0.2	3	88.6	8.8		
N-アセチル グリホサート	えん麦	0.04	5	104	11	
		20	5	107	6.1	
	大麦	0.04	5	101	4.7	
		20	5	111	5.3	
	きな粉	0.04	5	89.0	6.9	
		20	5	84.5	5.4	
	大豆	0.04	5	110	15	
		20	5	92.6	4.9	
	とうもろこし	0.04	5	102	7.1	
		1	5	118	6.8	
		5	5	96.0	7.0	
	大豆油かす	0.04	5	93.9	11	
		20	5	104	4.4	
	稲わら	0.04	5	104	10	
		0.2	5	114	5.0	
	稲発酵粗飼料	0.02	5	105	10	
		0.04	5	101	14	
		0.2	5	107	9.3	
	グルホシネート	大麦	0.05	3	88.0	14
			0.5	3	100	6.5
きな粉		0.05	5	102	12	
		2	5	80.9	11	
小麦		0.1	3	102	16	
		0.2	3	93.1	6.2	
大豆		0.05	5	102	12	
		2	5	111	9.4	
とうもろこし		0.05	3	103	14	
		0.1	3	112	2.6	
大豆油かす		0.05	5	84.8	3.7	
		2	5	111	8.2	
稲わら		0.05	3	103	16	
		0.5	3	94.2	5.4	
稲発酵粗飼料		0.05	3	92.7	11	
		0.5	3	84.6	2.2	

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	(新設)	(新設)	(新設)	(新設)	(新設)	
		0.04	3	117	17	
		20	3	82.8	6.5	
		(新設)	(新設)	(新設)	(新設)	
	きな粉	0.04	5	85.6	18	
		20	5	82.3	4.1	
	小麦	0.5	3	85.0	7.0	
		5	3	86.4	6.1	
		(新設)	(新設)	(新設)	(新設)	
	大豆	0.04	5	115	12	
		20	5	109	4.1	
	とうもろこし	0.1	3	85.4	13	
		1	3	80.1	7.6	
		(新設)	(新設)	(新設)	(新設)	
	(新設)	(新設)	(新設)	(新設)	(新設)	
		(新設)	(新設)	(新設)	(新設)	
	大豆油かす	0.04	5	95.7	13	
		20	5	104	4.6	
	稲わら	0.04	3	100	14	
		0.2	3	97.3	4.2	
稲発酵粗飼料	0.04	3	83.0	7.2		
	0.2	3	88.6	8.8		
N-アセチル グリホサート	えん麦	0.04	5	104	11	
		20	5	107	6.1	
	大麦	0.04	5	101	4.7	
		20	5	111	5.3	
	きな粉	0.04	5	89.0	6.9	
		20	5	84.5	5.4	
	大豆	0.04	5	110	15	
		20	5	92.6	4.9	
	とうもろこし	0.04	5	102	7.1	
		1	5	118	6.8	
		5	5	96.0	7.0	
	大豆油かす	0.04	5	93.9	11	
		20	5	104	4.4	
	稲わら	0.04	5	104	10	
		0.2	5	114	5.0	
	稲発酵粗飼料	0.02	5	105	10	
		0.04	5	101	14	
		0.2	5	107	9.3	
	グルホシネート	大麦	0.05	3	88.0	14
			0.5	3	100	6.5
きな粉		0.05	5	102	12	
		2	5	80.9	11	
小麦		0.1	3	102	16	
		0.2	3	93.1	6.2	
大豆		0.05	5	102	12	
		2	5	111	9.4	
とうもろこし		0.05	3	103	14	
		0.1	3	112	2.6	
大豆油かす		0.05	5	84.8	3.7	
		2	5	111	8.2	
稲わら		0.05	3	103	16	
		0.5	3	94.2	5.4	
稲発酵粗飼料		0.05	3	92.7	11	
		0.5	3	84.6	2.2	

- ・添加回収率及び繰返し精度〔続き〕 (略)
- ・共同試験 (略)
- ・定量下限 (略)
- ・検出下限 (略)

(参考) クロマトグラム例 (略)

6・7 (略)

8 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸及び2,4,5-Tのガスクロマトグラフによる同時分析法

(1) 分析対象化合物 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸及び2,4,5-T (2成分)

(2) 分析法^{注1}

A 試薬の調製

1) 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸標準原液 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸 [C₈H₆Cl₂O₃] 25 mg を 0.01 mg の桁まで量り、その数値を記録し、50 mL の褐色全量フラスコに入れ、アセトンを加えて溶かし、更に標線までアセトンを加えて 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸標準原液を調製する (この液 1 mL は、2,4-ジクロロフェノキシ酢酸として 0.5 mg を含有する。)

2) (略)

3) メチルエステル化農薬混合標準液 使用に際して、2,4-ジクロロフェノキシ酢酸及び2,4,5-T各標準原液各 1 mL を 50 mL のなす形フラスコに正確に入れ、窒素ガスを送って乾固した後、メタノール 1 mL 及びトリメチルシリルジアゾメタン液 0.5 mL を加え 30 分間静置する。この反応液に窒素ガスを送って乾固した後、ヘキサンを加えて残留物を溶かし、更にヘキサンで正確に希釈し、1 mL 中に 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸及び2,4,5-Tとしてそれぞれ 0.002~0.1 µg 相当量を含む数点のメチルエステル化農薬混合標準液を調製する。

- ・添加回収率及び繰返し精度〔続き〕 (略)
- ・共同試験 (略)
- ・定量下限 (略)
- ・検出下限 (略)

(参考) クロマトグラム例 (略)

6・7 (略)

8 2,4-D及び2,4,5-Tのガスクロマトグラフによる同時分析法

(1) 分析対象化合物 2,4-D及び2,4,5-T (2成分)

(2) 分析法^{注1}

A 試薬の調製

1) 2,4-D標準原液 2,4-D [C₈H₆Cl₂O₃] 25 mg を 0.01 mg の桁まで量り、その数値を記録し、50 mL の褐色全量フラスコに入れ、アセトンを加えて溶かし、更に標線までアセトンを加えて 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。)

2) (略)

3) メチルエステル化農薬混合標準液 使用に際して、2,4-D及び2,4,5-T各標準原液各 1 mL を 50 mL のなす形フラスコに正確に入れ、窒素ガスを送って乾固した後、メタノール 1 mL 及びトリメチルシリルジアゾメタン液 0.5 mL を加え 30 分間静置する。この反応液に窒素ガスを送って乾固した後、ヘキサンを加えて残留物を溶かし、更にヘキサンで正確に希釈し、1 mL 中に 2,4-D及び2,4,5-Tとしてそれぞれ 0.002~0.1 µg 相当量を含む数点のメチルエステル化農薬混合標準液を調製する。

製する。

4) (略)

B 定 量

抽 出～メチルエステル化 (略)

カラム処理 ケイ酸マグネシウム 5 g (4.5~5.5 g) 及び硫酸ナトリウム (無水) 2 g (1.8~2.2 g) をそれぞれヘキサンに懸濁させてカラム管 (内径 10 mm) に順次流し込み、液面が充てん剤の上端から 3 mm の高さに達するまで流出させ、カラムを調製する。

試料溶液をカラムに入れ、試料溶液の入っていたなす形フラスコをヘキサン 5 mL で洗浄して洗液をカラムに加え、液面が充てん剤の上端から 3 mm の高さに達するまで流出させる。ヘキサノージエチルエーテル (19+1) 50 mL をカラムに加え、同様に流出させる。300 mL のなす形フラスコをカラムの下に置き、ヘキサノージエチルエーテル (4+1) 100 mL をカラムに加えて 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸メチル 及び 2,4,5-T メチル 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。

ヘキサン 5 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。

ガスクロマトグラフィー (略)

計 算 得られたクロマトグラムからピーク高さ又は面積を求めて検量線を作成し、試料中の 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸 量及び 2,4,5-T 量を算出する。

注 (略)

4) (略)

B 定 量

抽 出～メチルエステル化 (略)

カラム処理 ケイ酸マグネシウム 5 g (4.5~5.5 g) 及び硫酸ナトリウム (無水) 2 g (1.8~2.2 g) をそれぞれヘキサンに懸濁させてカラム管 (内径 10 mm) に順次流し込み、液面が充てん剤の上端から 3 mm の高さに達するまで流出させ、カラムを調製する。

試料溶液をカラムに入れ、試料溶液の入っていたなす形フラスコをヘキサン 5 mL で洗浄して洗液をカラムに加え、液面が充てん剤の上端から 3 mm の高さに達するまで流出させる。ヘキサノージエチルエーテル (19+1) 50 mL をカラムに加え、同様に流出させる。300 mL のなす形フラスコをカラムの下に置き、ヘキサノージエチルエーテル (4+1) 100 mL をカラムに加えて 2,4-D メチルエステル 及び 2,4,5-T メチルエステル 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。

ヘキサン 5 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。

ガスクロマトグラフィー (略)

計 算 得られたクロマトグラムからピーク高さ又は面積を求めて検量線を作成し、試料中の 2,4-D 量及び 2,4,5-T 量を算出する。

注 (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 _r (%)
2,4-ジクロロフェノキシ酢酸	ブイラー肥育後期用配合飼料	0.05	3	76.7	6.7
		0.25	3	88.3	17
		0.5	3	89.3	13
	肉豚肥育用配合飼料	0.05	3	73.7	2.1
		0.25	3	95.3	14
		0.5	3	82.0	15
	イタリアンライグラス	0.05	3	105	15
		0.25	3	94.7	9.6
		0.5	3	86.7	11
2,4,5-T	ブイラー肥育後期用配合飼料	0.05	3	73.0	6.3
		0.25	3	72.7	3.5
		0.5	3	73.7	18
	肉豚肥育用配合飼料	0.05	3	82.7	21
		0.25	3	72.7	18
		0.5	3	73.3	21
	イタリアンライグラス	0.05	3	67.3	11
		0.25	3	73.7	8.7
		0.5	3	76.3	18

・ 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 (%)	室間再現精度 RSD _R (%)	HorRat
2,4-ジクロロフェノキシ酢酸	中さう育成用配合飼料	6	0	0.25	81.4	5.2	8.5	0.42
2,4,5-T	中さう育成用配合飼料	6	0	0.25	89.4	5.6	11	0.54

(参考) クロマトグラム例

(参考) 分析法バリデーション

・ 添加回収率及び繰返し精度

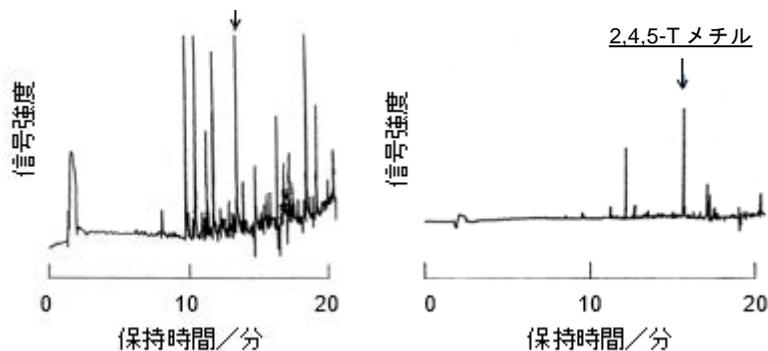
添加成分名	試料の種類	添加濃度 (mg/kg)	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%)
2,4-D	ブイラー肥育後期用配合飼料	0.05	3	76.7	6.7
		0.25	3	88.3	17
		0.5	3	89.3	13
	肉豚肥育用配合飼料	0.05	3	73.7	2.1
		0.25	3	95.3	14
		0.5	3	82.0	15
	イタリアンライグラス	0.05	3	105	15
		0.25	3	94.7	9.6
		0.5	3	86.7	11
2,4,5-T	ブイラー肥育後期用配合飼料	0.05	3	73.0	6.3
		0.25	3	72.7	3.5
		0.5	3	73.7	18
	肉豚肥育用配合飼料	0.05	3	82.7	21
		0.25	3	72.7	18
		0.5	3	73.3	21
	イタリアンライグラス	0.05	3	67.3	11
		0.25	3	73.7	8.7
		0.5	3	76.3	18

・ 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 (%)	室間再現精度 RSD _R (%)	HorRat
2,4-D	中さう育成用配合飼料	6	0	0.25	81.4	5.2	8.5	0.42
2,4,5-T	中さう育成用配合飼料	6	0	0.25	89.4	5.6	11	0.54

(参考) クロマトグラム例

2,4-ジクロロフェノキシ酢酸メチル



添加試料（配合飼料に 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸及び 2,4,5-T として 0.25 mg/kg 相当量添加）のクロマトグラム

9~34 （略）

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}

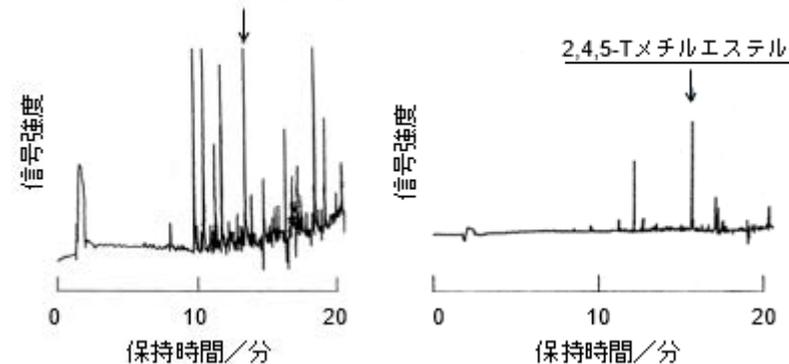
(1)~(3) （略）

A・B （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（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

2,4-Dメチルエステル



添加試料（配合飼料に 2,4-D 及び 2,4,5-T として 0.25 mg/kg 相当量添加）のクロマトグラム

9~34 （略）

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}

(1)~(3) （略）

A・B （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（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
	チモシーヘイ	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
	粃米	1	5	99.7	10
		10	5	94.5	1.1
ペノミル	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
	チモシーヘイ	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
	粃米	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
	チモシーヘイ	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
	粃米	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)

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
	粃米	1	5	99.7	10
		10	5	94.5	1.1
ペノミル	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
	粃米	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
	粃米	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	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%)
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
	チモシーハイ	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
	チモシーハイ	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
	チモシーハイ	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

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 (%)
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
チオファネー ト	採卵鶏用配合飼料	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
	チモシーヘイ	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 トメチル	採卵鶏用配合飼料	9	1	0.2	102	5.1	9.2	0.45
	チモシーヘイ	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 (略)

・定量下限 (略)

・検出下限 (略)

(参考) クロマトグラム例 (略)

第7章 有害物質

1・2 (略)

3 シアヌル酸

3.1 液体クロマトグラフタンデム型質量分析計法

(適用範囲：飼料)

A (略)

B 定 量

抽 出 (略)

カラム処理 強塩基性陰イオン交換体ミニカラム^{注4} をアセトニトリル 5 mL 及びアンモニア水 (5+23) 5 mL で順次洗浄する。試料溶液 2 mL をあらかじめアンモニア水 (5+23) 3 mL を入れたミニカラムに加え混和し、液面が充てん剤の上端に

・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
チオファネー ト	採卵鶏用配合飼料	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 トメチル	採卵鶏用配合飼料	9	1	0.2	102	5.1	9.2	0.45
	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 (略)

・定量下限 (略)

・検出下限 (略)

(参考) クロマトグラム例 (略)

第7章 有害物質

1・2 (略)

3 シアヌル酸

3.1 液体クロマトグラフタンデム型質量分析計法

(適用範囲：飼料)

A (略)

B 定 量

抽 出 (略)

カラム処理 強塩基性陰イオン交換体ミニカラム^{注4} をアセトニトリル 5 mL 及びアンモニア水 (5+23) 5 mL で順次洗浄する。試料溶液 2 mL をあらかじめアンモニア水 (5+23) 3 mL を入れたミニカラムに加え混和し、液面が充てん剤の上端に

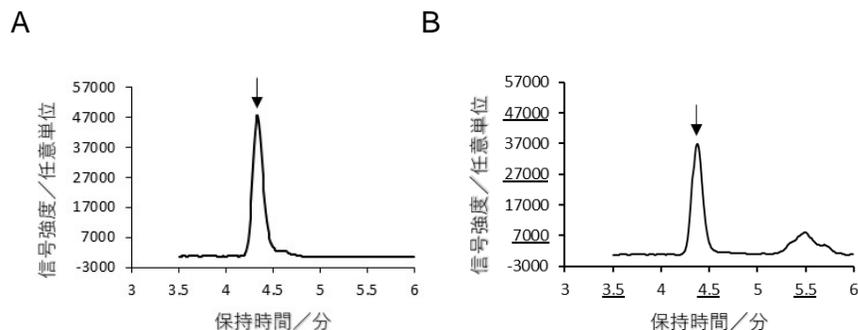
達するまで流出させる。更にアンモニア水 (5+23) 5 mL 及びアセトニトリル 5 mL を順次ミニカラムに加えて洗浄した後、全量を流出^{注5}させる。10 mL の共栓試験管をミニカラムの下に置き、ギ酸-アセトニトリル (1+24) 2 mL をミニカラムに加えてシアヌル酸を溶出させた後、全量を溶出^{注5}させ混合する。

溶出液を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。

液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による測定 (略)

(参考) 分析法バリデーション (略)

(参考) クロマトグラム例



標準液及び添加試料のクロマトグラム

A : 標準液 (シアヌル酸として 25 ng/mL)

B : 添加試料 (魚粉にシアヌル酸として 2.5 mg/kg 相当量添加)

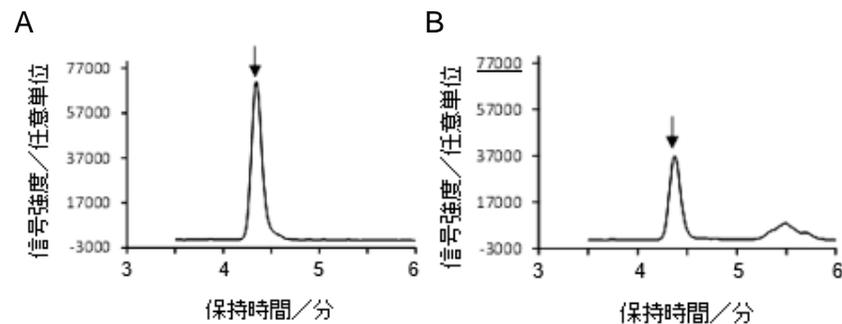
に達するまで流出させる。更にアンモニア水-水 (5+23) 5 mL 及びアセトニトリル 5 mL を順次ミニカラムに加えて洗浄した後、全量を流出^{注5}させる。10 mL の共栓試験管をミニカラムの下に置き、ギ酸-アセトニトリル (1+24) 2 mL をミニカラムに加えてシアヌル酸を溶出させた後、全量を溶出^{注5}させ混合する。

溶出液を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。

液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による測定 (略)

(参考) 分析法バリデーション (略)

(参考) クロマトグラム例



標準液及び添加試料のクロマトグラム

A : 標準液 (シアヌル酸として 25 ng/mL)

B : 添加試料 (魚粉にシアヌル酸として 2.5 mg/kg 相当量添加)

4~8 (略)

第9章 抗生物質

第1節 (略)

第2節 各条

1 亜鉛バシトラシン又はマンガンバシトラシン

1.1 定量試験法 (プレミックス)

1.1.1 平板法

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

添加成分名	試料の種類	添加濃度 (万単位/kg)	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%)
亜鉛バシトラシン	ビタミンプレミックス	24	3	101	1.4
		84	3	100	0.8
		168	3	99.6	2.8
	ビタミン・ミネラル プレミックス	24	3	99.3	3.4
		84	3	101	1.6
		168	3	100	0.8

1.2 定量試験法 (飼料)

1.2.1 平板法

A~C (略)

4~8 (略)

第9章 抗生物質

第1節 (略)

第2節 各条

1 亜鉛バシトラシン又はマンガンバシトラシン

1.1 定量試験法 (プレミックス)

1.1.1 平板法

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

添加成分名	試料の種類	添加濃度 (万単位/kg)	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%)
亜鉛バシトラシン	ビタミンプレミックス	24	3	101	1.4
		84	3	100	0.8
		168	3	99.6	2.8
	ビタミン・ミネラル プレミックス	24	3	99.3	3.4
		84	3	101	1.6
		168	3	100	0.8

1.2 定量試験法 (飼料)

1.2.1 平板法

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

添加成分名	試料の種類	添加濃度 (万単位/t)	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%)
亜鉛バシトラシン	幼すう用配合飼料	84	6	96.0	6.1
		168	6	99.6	1.1
		420	6	97.9	3.1
	ほ乳期子豚用配合飼料	84	6	98.0	3.3
		168	6	96.6	5.1
		420	6	97.9	5.9
	ほ乳期子牛用配合飼料	84	6	95.0	5.0
		168	6	94.6	3.9
		420	6	96.2	4.8

・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 (万単位/t)	添加回収率 (%)	室内繰返し精度 RSD _r (%)	室間再現精度 RSD _R (%)
幼すう用配合飼料	5	0	168	102	2.0	2.2

(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 (万単位/t)	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%)
亜鉛バシトラシン	幼すう用配合飼料	84	6	96.0	6.1
		168	6	99.6	1.1
		420	6	97.9	3.1
	ほ乳期子豚用配合飼料	84	6	98.0	3.3
		168	6	96.6	5.1
		420	6	97.9	5.9
	ほ乳期子牛用配合飼料	84	6	95.0	5.0
		168	6	94.6	3.9
		420	6	96.2	4.8

・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 (万単位/t)	添加回収率 (%)	室内繰返し精度 RSD _r (%)	室間再現精度 RSD _R (%)
配合飼料	5	0	168	102	2.0	2.2

2 アビラマイシン

2.1 定量試験法（プレミックス）

2.1.1 平板法（その1）

（適用範囲：SL、MN 又は LS を含まないプレミックス）

A～C （略）

注 （略）

（付記）抽出液の pH が 4.5 以下となるプレミックスは、次の方法により、抽出液を調製する。

分析試料^{注1}3~5 g を有効数字 3 桁まで量り、その数値を記録し、50 mL のビーカーに入れ、7 号緩衝液 20 mL を加え、5 分間かき混ぜる。更に、この液の pH が 4.5~5.0 となるまで水酸化ナトリウム溶液（10 mol/L）を加え、その必要量を確認する。

別に、分析試料^{注1}3~5 g を有効数字 3 桁まで量り、その数値を記録し、200 mL の共栓三角フラスコに入れ、7 号緩衝液 20 mL を加え、更に、先に確認した必要量の水酸化ナトリウム溶液（10 mol/L）を加えて 5 分間かき混ぜる。次に、先に加えた水酸化ナトリウム溶液（10 mol/L）の量を 80 mL から差し引いた量のアセトンを加え、20 分間かき混ぜて抽出液とする。

（参考） （略）

2.1.2 平板法（その2）

（適用範囲：SL 又は LS を含むプレミックス）

A （略）

B 試料溶液の調製

抽出 （略）

カラム処理 オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム（360 mg）^{注2}をアセトン 10 mL 及び 7 号緩衝液－アセトン（11+9）10 mL で順次洗浄する。

2 アビラマイシン

2.1 定量試験法（プレミックス）

2.1.1 平板法（その1）

（適用範囲：SL、MN 又は LS を含まないプレミックス）

A～C （略）

注 （略）

（付記）抽出液の pH が 4.5 以下となるプレミックスは、次の方法により、抽出液を調製する。

分析試料 3~5 g を有効数字 3 桁まで量り、その数値を記録し、50 mL のビーカーに入れ、7 号緩衝液 20 mL を加え、5 分間かき混ぜる。更に、この液の pH が 4.5~5.0 となるまで水酸化ナトリウム溶液（10 mol/L）を加え、その必要量を確認する。

別に、分析試料 3~5 g を有効数字 3 桁まで量り、その数値を記録し、200 mL の共栓三角フラスコに入れ、7 号緩衝液 20 mL を加え、更に、先に確認した必要量の水酸化ナトリウム溶液（10 mol/L）を加えて 5 分間かき混ぜる。次に、先に加えた水酸化ナトリウム溶液（10 mol/L）の量を 80 mL から差し引いた量のアセトンを加え、20 分間かき混ぜて抽出液とする。

（参考） （略）

2.1.2 平板法（その2）

（適用範囲：SL 又は LS を含むプレミックス）

A （略）

B 試料溶液の調製

抽出 （略）

カラム処理 オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム（360 mg）^{注2}をアセトン 10 mL 及び 7 号緩衝液－アセトン（11+9）10 mL で順次洗浄する。

50 mL の全量フラスコをミニカラムの下に置き、試料溶液 10 mL をミニカラムに正確に入れ、圧注^{注3}して AVM を流出させる。7 号緩衝液－アセトン (11+9) 5 mL をミニカラムに加えて圧注^{注3}し同様に流出させ、同様に 2 回操作する。全量フラスコの標線まで 7 号緩衝液－アセトン (11+9) を加え、この液の一部をアセトン濃度が 20 v/v% となるように 7 号緩衝液で希釈し、更に 7 号緩衝液－アセトン (4+1) で希釈し、0.4 µg(力価)/mL の高濃度試料溶液及び 0.1 µg(力価)/mL の低濃度試料溶液を調製する。

C (略)

注 (略)

(付記) 抽出液の pH が 4.5 以下となるプレミックスは、次の方法により、抽出液を調製する。

分析試料^{注13}3~5 g を有効数字 3 桁まで量り、その数値を記録し、50 mL のビーカーに入れ、7 号緩衝液 20 mL を加え、5 分間かき混ぜる。更に、この液の pH が 4.5~5.0 となるまで水酸化ナトリウム溶液 (10 mol/L) を加え、その必要量を確認する。

別に、分析試料^{注13}3~5 g を有効数字 3 桁まで量り、その数値を記録し、200 mL の共栓三角フラスコに入れ、7 号緩衝液 20 mL を加え、更に、先に確認した必要量の水酸化ナトリウム溶液 (10 mol/L) を加えて 5 分間かき混ぜる。次に、先に加えた水酸化ナトリウム溶液 (10 mol/L) の量を 80 mL から差し引いた量のアセトンを加え、20 分間かき混ぜて抽出液とする。

(参考) (略)

50 mL の全量フラスコをミニカラムの下に置き、試料溶液 10 mL をミニカラムに正確に入れ、圧注^{注3}して AVM を流出させる。7 号緩衝液－アセトン (11+9) 5 mL をミニカラムに加えて圧注^{注2}し同様に流出させ、同様に 2 回操作する。全量フラスコの標線まで 7 号緩衝液－アセトン (11+9) を加え、この液の一部をアセトン濃度が 20 v/v% となるように 7 号緩衝液で希釈し、更に 7 号緩衝液－アセトン (4+1) で希釈し、0.4 µg(力価)/mL の高濃度試料溶液及び 0.1 µg(力価)/mL の低濃度試料溶液を調製する。

C (略)

注 (略)

(付記) 抽出液の pH が 4.5 以下となるプレミックスは、次の方法により、抽出液を調製する。

分析試料 3~5 g を有効数字 3 桁まで量り、その数値を記録し、50 mL のビーカーに入れ、7 号緩衝液 20 mL を加え、5 分間かき混ぜる。更に、この液の pH が 4.5~5.0 となるまで水酸化ナトリウム溶液 (10 mol/L) を加え、その必要量を確認する。

別に、分析試料 3~5 g を有効数字 3 桁まで量り、その数値を記録し、200 mL の共栓三角フラスコに入れ、7 号緩衝液 20 mL を加え、更に、先に確認した必要量の水酸化ナトリウム溶液 (10 mol/L) を加えて 5 分間かき混ぜる。次に、先に加えた水酸化ナトリウム溶液 (10 mol/L) の量を 80 mL から差し引いた量のアセトンを加え、20 分間かき混ぜて抽出液とする。

(参考) (略)

2.2 定量試験法（飼料）

2.2.1 （略）

2.2.2 平板法（その2）

（適用範囲：SL 又は LS を含まない飼料）

A～C （略）

注 （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 (%)
幼すう用配合飼料	2.5	3	106	4.8
	10	3	98.3	6.5
	40	3	99.2	3.0
ブロイラー前期用配合飼料	2.5	3	107	5.3
	10	3	102	6.9
	40	3	103	2.9
ほ乳期子豚用配合飼料	2.5	3	107	2.0
	10	3	93.7	1.9
	40	3	103	9.0

・共同試験 （略）

3~32 （略）

第3節 （略）

第18章 病原微生物

（略）

2.2 定量試験法（飼料）

2.2.1 （略）

2.2.2 平板法（その2）

（適用範囲：SL 又は LS を含まない飼料）

A～C （略）

注 （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 (%)
幼すう用配合飼料	2.5	3	106	4.8
	10	3	98.3	6.5
	40	3	99.2	3.0
ブロイラー後期用配合飼料	2.5	3	107	5.3
	10	3	102	6.9
	40	3	103	2.9
ほ乳期子豚用配合飼料	2.5	3	107	2.0
	10	3	93.7	1.9
	40	3	103	9.0

・共同試験 （略）

3~32 （略）

第3節 （略）

第18章 病原微生物

（略）

1 サルモネラ

1.1 培養法

A (略)

B 培 養

前増菌培養 (略)

選択増菌培養 前増菌培養液 1 mL 及び 0.1 mL をそれぞれハー
ナ・テトラチオン酸塩培地及びラパポート・バシリアディス培
地に加え、振り混ぜた後、41~43 °C で 18~24 時間培養する。

選択分離培養～確認培養 (略)

C (略)

1.2 (略)

1 サルモネラ

1.1 培養法

A (略)

B 培 養

前増菌培養 (略)

選択増菌培養 前増菌培養液 1 mL 及び 0.1 mL をそれぞれハー
ナ・テトラチオン酸塩培地及びラパポート・バシリアディス培
地にそれぞれに加え、振り混ぜた後、41~43 °C で 18~24 時間培養
する。

選択分離培養～確認培養 (略)

C (略)

1.2 (略)

2 大腸菌

2.1 腸管出血性大腸菌 O157

A (略)

B 培 養

前増菌培養 (略)

選択増菌培養^{注4} 前増菌培養液 10 mL を mEC 培地 に加え、振り混ぜた後、41~43 °C で 18~24 時間培養する。

免疫磁気ビーズ^{注5} による集菌～確認培養 (略)

C (略)

注 (略)

2.2・2.3 (略)

別紙 1

(略)

α -BHC～ δ -BHC (略)

2,4-ジクロロフェノキシ酢酸 C₈H₆Cl₂O₃ (CAS : 94-75-7)

o,p'-DDD～ロリトレム B (略)

2 大腸菌

2.1 腸管出血性大腸菌 O157

A (略)

B 培 養

前増菌培養 (略)

選択増菌培養^{注4} 前増菌培養液 10 mL を ノボビオシン加 mEC 培地 に加え、振り混ぜた後、41~43 °C で 18~24 時間培養する。

免疫磁気ビーズ^{注5} による集菌～確認培養 (略)

C (略)

注 (略)

2.2・2.3 (略)

別紙 1

(略)

α -BHC～ δ -BHC (略)

2,4-D C₈H₆Cl₂O₃ (CAS : 94-75-7)

o,p'-DDD～ロリトレム B (略)