

7 資 審 第 3 3 号
令和 7 年10月22日

農林水産大臣 鈴木 憲和 殿

農業資材審議会長 小川 久美子

飼料添加物の製造の方法等の基準及び成分の規格等に係る諮問について（答申）

令和 7 年 3 月 28 日 付け 6 消安第 7404 号をもって諮問のあった標記の件について、
下記のとおり答申する。

記

たん白質の加水分解により製造される塩酸 L－ヒスチジンを飼料添加物として製造等することができるよう、飼料の安全性の確保及び品質の改善に関する法律（昭和 28 年法律第 35 号）第 3 条第 1 項の規定に基づき定められた塩酸 L－ヒスチジンの製造の方法等の基準及び成分の規格について、当該塩酸 L－ヒスチジンの基準及び規格を追加する別紙の改正を行うことは、適当と認める。

塩酸Ｌ－ヒスチジンについて、飼料及び飼料添加物の成分規格等に関する省令（昭和51年農林省令第35号）において次の事項を成分の規格及び製造の方法等の基準として定めること（下線部が改正部分）。

※既指定の「塩酸Ｌ－ヒスチジン」については「塩酸Ｌ－ヒスチジン（その１）」と名称を改める。

各飼料添加物の成分規格及び製造の方法等の基準の案

塩酸Ｌ－ヒスチジン

塩酸Ｌ－ヒスチジン （その１）

イ 製剤

（ア） 成分規格

塩酸Ｌ－ヒスチジン （その１） 製造用原体の成分規格を準用する。

（イ） 保存の方法の基準

塩酸Ｌ－ヒスチジン （その１） 製造用原体の保存の方法の基準を準用する。

塩酸Ｌ－ヒスチジン（その２）

ア 製造用原体

（ア） 成分規格

含量 本品は、105℃で3時間乾燥した後、定量するとき、塩酸Ｌ－ヒスチジン一水和物（ $C_6H_9N_3O_2 \cdot HCl \cdot H_2O$ ）98.0 %以上を含む。

物理的・化学的性質 塩酸Ｌ－ヒスチジン（その１）の物理的・化学的性質と同じ。

確認試験

① 本品の水溶液(1→1,000) 5 mL にニンヒドリン溶液(1→1,000) 1 mL を加え、3分間加熱するとき、その溶液は、紫色を呈する。

② 本品の水溶液(1→10)は、塩化物の定性反応を呈する。

③ 本品の水溶液（1→100） 5 mL に臭素試液 2 mL を加えるとき、液は、黄色を呈し、穏やかに加熱するとき、無色となり、次に赤褐色を経て類黒色の沈殿を生じる。

純度試験 塩酸Ｌ－ヒスチジン（その１）製造用原体の純度試験を準用する。

乾燥減量 0.3 %以下(3 g, 105℃, 3時間)

強熱残分 0.1 %以下 (1 g)

定量法 本品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.1 g を有効数字 3 桁まで量り、その数値を記録し、ギ酸 2 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸 15 mL を正確に量って加え、水浴上で 30 分間加熱する。放冷後、非水滴定用氷酢酸を加えて 60 mL とし、過量の過塩素酸を 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム溶液で滴定する（電位差滴定法）。指示薬（クリスタルバイオレット・氷酢酸試液 1 mL）を用いる場合の終点は、溶液の黄色が黄緑色を経て、青緑色に変わる時とする。別に、同様の方法で空試験を行い補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 10.48 mg $C_6H_9N_3O_2 \cdot HCl \cdot H_2O$

(イ) 製造の方法の基準

羽毛又は羊毛を加水分解した後、粗結晶を精製し、得られた固形物を乾燥して製造すること。

(ウ) 保存の方法の基準

塩酸 L-ヒスチジン（その 1）製造用原体の保存の方法の基準を準用する。

イ 製剤

(ア) 成分規格

塩酸 L-ヒスチジン（その 2）製造用原体の成分規格を準用する。

(イ) 保存の方法の基準

塩酸 L-ヒスチジン（その 2）製造用原体の保存の方法の基準を準用する。

試薬・試液の案（飼料添加物一般の試験法並びに各飼料添加物の成分規格及び製造方法等の基準に用いる標準品、試薬・試液、容量分析用標準液、標準液、色の比較液、計量器・用器、ろ紙、滅菌法及びベルトラン糖類定量表の規定）

0.1 mol/L 酢酸ナトリウム溶液

1,000 mL 中酢酸ナトリウム (CH_3COONa : 82.03) 8.20 g を含む。密栓して保存する。

調製 無水酢酸ナトリウム 8.2 g (8.15~8.24 g) に非水滴定用氷酢酸を加えて溶かし 1,000 mL とし、次の標定を行う。

標定 調製した酢酸ナトリウム溶液 25 mL を全量ピペットを用いて量り、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定し、モル濃度係数を計算する（電位差滴定法）。なお、指示電極としてはガラス電極を、参照電極としては銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極には複合型のものを用いることができる。

7 資 審 第 3 4 号
令和 7 年10月22日

農林水産大臣 鈴木 憲和 殿

農業資材審議会長 小川 久美子

飼料添加物の成分の規格等に係る諮問について（答申）

令和 7 年 9 月11日付け 7 消安第3459号をもって諮問のあった標記の件について、
下記のとおり答申する。

記

飼料の安全性の確保及び品質の改善に関する法律（昭和28年法律第35号）第 3
条第 1 項の規定に基づき定められたアルギン酸ナトリウムの成分の規格について、
別紙の改正を行うことは、適当と認める。

アルギン酸ナトリウムについて、飼料及び飼料添加物の成分規格等に関する省令（昭和 51 年農林省令第 35 号）における成分の規格を次のとおり改正すること（下線部が改正部分）。

各飼料添加物の成分規格及び製造の方法等の基準

アルギン酸ナトリウム

ア 製造用原体

（ア）成分規格

物理的・化学的性質～乾燥減量 （略）

強熱残分 33～37 % (1 g、乾燥物換算)

（イ） （略）

イ・ウ （略）

飼料添加物一般の試験法

（9） 強熱残分試験法

強熱残分試験法は、試料を次の操作法により強熱するとき、揮発せずに残留する物質の量を測定する方法である。この方法は、通例、有機物中に不純物として含まれる無機物の含量を知るために用いるが、場合によっては、有機物中に構成成分として含まれる無機物又は熱時揮発する無機物中に含まれる不純物の量を測定するために用いる。

各条に、例えば、「0.1 %以下(1 g)」と規定するものは、本品約 1 g を 0.1 mg の桁まで量り、その数値を記録し、次の操作法により強熱するとき、その残分が本品 1 g につき、1 mg 以下であることを示す。「0.1 %以下(1 g、乾燥物換算)」と規定するものは、本品約 1 g を 0.1 mg の桁まで量り、その数値を記録し、次の操作法により強熱するとき、その残分が乾燥物換算した本品 1 g につき、1 mg 以下であることを示す。また、乾燥した後とあるときは、乾燥減量の項の条件で乾燥した後、測定する。

操作法

あらかじめ白金製、石英製又は磁製のるつぼを 450～550 ℃で恒量になるまで強熱し、放冷した後、その質量を 0.1 mg の桁まで量り、その数値を記録する。

試料は、各条に規定する量の±10 %の範囲内で採取し、前記の容器に入れ、その質量を 0.1 mg の桁まで量り、その数値を記録する。これに硫酸少量を加えて試

料を潤し、徐々に加熱して、できる限り低温でほとんど灰化し、又は揮散した後、いったん放冷し、更に硫酸少量で潤して徐々に加熱し、白煙が生じなくなった後、450～550℃で強熱して残留物を完全に灰化する。放冷した後、その質量を 0.1 mg の桁まで量り、その数値を記録する。放冷は、デシケーター(シリカゲル)で行う。

各条における強熱残分の規定が%以下又は mg 以下で示されている場合において、上記の操作により得た値がこの値より大きいとき又は強熱残分の規定が一定の範囲をもって示されているときは、恒量になるまで強熱を行う。

7 資 審 第 3 5 号
令和 7 年10月22日

農林水産大臣 鈴木 憲和 殿

農業資材審議会長 小川 久美子

飼料添加物の成分の規格の改正に係る諮問について（答申）

令和 7 年 9 月11日付け 7 消安第3461号をもって諮問のあった標記の件について、
下記のとおり答申する。

記

- 1 飼料及び飼料添加物の成分規格等に関する省令（昭和 51 年農林省令第 35 号）別表第 2 の 8 に規定する塩酸チアミン及び硝酸チアミンについて、有害な試薬を用いず適用できる試験法を別紙のとおり新たに定めることは、適当と認める。
- 2 その他所要の改正を行うことは、適当と認める。

塩酸チアミン及び硝酸チアミンについて、飼料及び飼料添加物の成分規格等に関する省令（昭和51年農林省令第35号）において次の事項を成分の規格等として定めること。（下線部が改正部分。）

(35) 塩酸チアミン

ア 製造用原体

(ア) 成分規格

含量 本品は、105℃で2時間乾燥した後、定量するとき、塩酸チアミン($C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$)98.0～102.0%を含む。

物理的・化学的性質

- ① 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、臭いはない、又は僅かに特異な臭いを有する。
- ② 本品は、水に溶けやすく、エタノール又はグリセリンに溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。
- ③ 融点 約245℃(分解)

確認試験

- ① 本品の水溶液(1→500)1 mLに酢酸鉛試液1 mL及び水酸化ナトリウム溶液(1→10)1 mLを加え、加温するとき、溶液は、黄色を経て褐色に変わり、放置するとき、黒褐色の沈殿を生じる。
- ② 本品の水溶液(1→500)5 mLに1 mol/L水酸化ナトリウム試液2.5 mL及びフェリシアン化カリウム試液0.5 mLを加え、次に、イソブタノール5 mLを加え、2分間激しく振り混ぜ、放置し、紫外線下で観察するとき、イソブタノール層は青紫色の蛍光を発する。この蛍光は、酸性にすると消え、アルカリ性に戻すと再び現れる。
- ③ 本品の水溶液(1→500)は、塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

- ① pH 本品1.0 g(0.95～1.04 g)に水を加えて溶かし、100 mLとした溶液のpHは、2.7～3.4でなければならない。
- ② 溶状 本品1.0 g(0.95～1.04 g)に水を加えて溶かし、10 mLとするとき、その溶液の色は、0.017 mol/L重クロム酸カリウム液1.5 mLに水を加えて1,000 mLとした溶液の色より濃くてはならない。
- ③ 硫酸塩 本品1.5 g(1.45～1.54 g)を量り、硫酸塩試験法により試料溶液を調製し、0.005 mol/L硫酸0.35 mLを用いて比較液を調製して硫

酸塩の試験を行うとき、試料溶液の呈する混濁は、比較液の呈する混濁より濃くてはならない(0.011%以下)。

- ④ 硝酸塩 本品0.5 g(0.45～0.54 g)に水25 mLを加えて溶かし、この溶液2 mLに硫酸2 mLを加え、振り混ぜ、放冷した後、硫酸第一鉄試液を層積するとき、接界面に暗褐色の輪帯を生じてはならない。
- ⑤ 重金属 本品1.0 g(0.95～1.04 g)を量り、重金属試験法第1法により試料溶液を調製し、鉛標準液2.0 mLを用いて比較液を調製して重金属の試験を行うとき、試料溶液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くてはならない(20 µg/g以下)。

乾燥減量 5.0%以下(0.5 g, 105 °C, 2時間)

強熱残分 0.20%以下(1 g)

定量法 本品及び塩酸チアミン標準品をそれぞれ105 °Cで2時間乾燥し、それぞれの約0.1 gを0.001 gの桁まで量り、その数値を記録し、それぞれに移動相を加えて溶かし、これらを50 mLの全量フラスコにそれぞれ入れ、更に移動相を標線まで加えてそれぞれ50 mLとする。これらの溶液10 mLを全量ピペットを用いて量り、50 mLの全量フラスコにそれぞれ入れ、全量ピペットを用いて内部標準液5 mLをそれぞれ加え、移動相を標線まで加えて50 mLとし、試料溶液及び標準液とする。試料溶液及び標準液20 µLにつき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。得られたクロマトグラムから、チアミン及び安息香酸メチルのピーク面積及びその面積比を求め、次式により含量を求める。

塩酸チアミン($C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$)の含量(%) = $M_s/M_T \times Q_T/Q_s \times 100$

M_s : 塩酸チアミン標準品の採取量(g)

M_T : 試料採取量(g)

Q_s : 標準液の安息香酸メチルのピーク面積に対するチアミンのピーク面積の比

Q_T : 試料溶液の安息香酸メチルのピーク面積に対するチアミンのピーク面積の比

操作条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 254 nm)

カラム : 内径約4 mm、長さ150～300 mmのステンレス管に粒径5～10 µmの液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填

する。

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：1-オクタンスルホン酸ナトリウム1.1 gを氷酢酸（1→100）

1,000 mLに溶かし、この液600 mLに液体クロマトグラフ用メタノール・液体クロマトグラフ用アセトニトリル混液（3：2）400 mLを加え、混和する。

流量：チアミンの保持時間が約12分となるように調整する。

カラムの選定：試料溶液20 µLにつき、上記の条件で操作するとき、チアミン及び安息香酸メチルが完全に分離するものを使用する。

内部標準液の調製 安息香酸メチル1 mLを全量ピペットを用いて量り、50 mL全量フラスコに入れ、メタノールを標線まで加えて50 mLとし、内部標準液とする。

（イ） 保存の方法の基準

遮光した気密容器に保存すること。

イ 製剤 （略）

（51） 硝酸チアミン

ア 製造用原体

（ア） 成分規格

含量 本品は、105℃で2時間乾燥した後、定量するとき、硝酸チアミン（ $C_{12}H_{17}N_5O_4S$ ）98.0～102.0%を含む。

物理的・化学的性質

- ① 本品は、白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、臭いはない、又は僅かに特異な臭いを有する。
- ② 本品は、水にやや溶けにくく、エタノールに極めて溶けにくい。
- ③ 融点 約193℃(分解)

確認試験

- ① 塩酸チアミン製造用原体の確認試験①及び②を準用する。
- ② 本品の水溶液(1→50)は、硝酸塩の定性反応①及び②を呈する。

純度試験

- ① pH 本品1.0 g(0.95～1.04 g)に水を加えて溶かし、100 mLとした溶液のpHは、6.5～8.0でなければならない。
- ② 塩化物 本品0.20 g(0.195～0.204 g)を量り、塩化物試験法により試

料溶液を調製し、0.01 mol/L塩酸0.3 mLを用いて比較液を調製して塩化物の試験を行うとき、試料溶液の呈する混濁は、比較液の呈する混濁より濃くてはならない(0.053%以下)。

- ③ 硫酸塩 本品1.5 g(1.45～1.54 g)に水30 mL及び希塩酸2 mLを加えて溶かし、これに水を加えて50 mLとし、これを試料溶液とする。

0.005 mol/L硫酸0.35 mLに希塩酸2 mL及び水を加えて50 mLとし、これを比較液として硫酸塩の試験を行うとき、試料溶液の呈する混濁は、比較液の呈する混濁より濃くてはならない(0.011%以下)。

- ④ 重金属 本品1.0 g(0.95～1.04 g)を量り、重金属試験法第1法により試料溶液を調製し、鉛標準液2.0 mLを用いて比較液を調製して重金属の試験を行うとき、試料溶液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くてはならない。ただし、試料は、加温して溶かす(20 µg/g以下)。

乾燥減量 1.0%以下(0.5 g, 105 °C, 2時間)

強熱残分 0.20%以下(1 g)

定量法 本品及び塩酸チアミン標準品をそれぞれ105 °Cで2時間乾燥し、以下塩酸チアミン製造用原体の定量法を準用する。

硝酸チアミン(C₁₂H₁₇N₅O₄S)の含量(%) = $M_s/M_T \times Q_T/Q_s \times 0.9706 \times 100$

M_s : 塩酸チアミン標準品の採取量(g)

M_T : 試料採取量(g)

Q_s : 標準液の安息香酸メチルのピーク面積に対するチアミンのピーク面積の比

Q_T : 試料溶液の安息香酸メチルのピーク面積に対するチアミンのピーク面積の比

(イ) (略)

イ 製剤(その1)

(ア) 成分規格

硝酸チアミン製造用原体の成分規格を準用する。

(イ) 保存の方法の基準

硝酸チアミン製造用原体の保存の方法の基準を準用する。

ウ 製剤(その2)

(ア) 成分規格

本品は、硝酸チアミン製造用原体に、賦形物質を混和した粉末又は粒子である。

含量 本品は、定量するとき、表示量の90～110%に相当する硝酸チアミン($C_{12}H_{17}N_5O_4S$)を含む。

確認試験

- ① 本品の表示量に従い、硝酸チアミン製造用原体0.02 gを含む量を量り、水50 mL及び希酢酸10 mL、並びに硬化油、高級飽和脂肪酸、脂肪酸、植物性油脂又は動物性油脂を含む製剤にあっては、*n*-ヘキサン20 mLを加え、振り混ぜた後、静置し、水層をろ過する。初めのろ液10 mLを除き、次のろ液1 mLを量り、水を加えて20 mLとし、その溶液5 mLを量り、以下塩酸チアミン製造用原体の確認試験②を準用する。

定量法 硬化油、高級飽和脂肪酸、脂肪酸、植物性油脂又は動物性油脂を含むものにあつては第1法を、その他のものにあつては第2法を用いる。

第1法 硝酸チアミン($C_{12}H_{17}N_5O_4S$)約0.02 gを含む量の本品を有効数字3桁まで量り、その数値を記録し、0.1 mol/L塩酸試液100 mLを全量ピペットを用いて加えた後、*n*-ヘキサン20 mLを加え、ときどき振り混ぜながら50 °Cの水浴中で30分間加温する。放冷した後、1,500×gで5分間遠心分離し、水層20 mLを全量ピペットを用いて量り、100 mL褐色全量フラスコに入れ、更に水を標線まで加えて100 mLとし、メンブランフィルター(0.45 μm)を用いてろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に、塩酸チアミン標準品を105°Cで2時間乾燥し、その約0.1gを0.001gの桁まで量り、その数値を記録し、0.02 mol/L塩酸試液を加えて溶かし、100 mL全量フラスコに入れ、更に0.02 mol/L塩酸試液を標線まで加えて100 mLとし、標準液とする。試料溶液及び標準液20 μLにつき、塩酸チアミン製造用原体の定量法の操作条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。得られたクロマトグラムから、チアミンのピーク面積を求め、次式により含量を求める。

硝酸チアミン($C_{12}H_{17}N_5O_4S$)の含量(%) = $M_s/M_T \times A_T/A_s \times 1/5 \times 0.9706 \times 100$

M_s : 塩酸チアミン標準品の採取量(g)

M_T : 試料採取量(g)

A_s : 標準液のチアミンのピーク面積

A_T : 試料溶液のチアミンのピーク面積

第2法 硝酸チアミン($C_{12}H_{17}N_5O_4S$)約0.02gを含む量の本品を有効数字3桁まで量り、その数値を記録し、0.1 mol/L塩酸試液100 mLを全量ピペットを用いて加え、ときどき振り混ぜながら50 °Cの水浴中で30分間加温し、以下第1法を準用する。

(イ) 保存の方法の基準

硝酸チアミン製造用原体の保存の方法の基準を準用する。

[同時改正箇所]

7 飼料添加物一般の試験法並びに各飼料添加物の成分規格及び製造方法等の基準に用いる標準品、試薬・試液、容量分析用標準液、標準液、色の比較液、計量器・用器、ろ紙、滅菌法及びベルトラン糖類定量表の規定

(2) 試薬・試液

安息香酸メチル $C_6H_5COOCH_3$ 本品は、無色で透明の液体である。

屈折率 $n_D^{20}=1.515\sim1.520$

比重 $d_{20}^{20}=1.085\sim1.093$

純度試験 本品0.1 mLを「塩酸チアミン」の定量法の移動相に溶かし、50 mLとする。この液10 μ Lにつき、「塩酸チアミン」の定量法の操作条件に従い、液体クロマトグラフィーにより試験を行う。

主ピークの保持時間の2倍の範囲について、各々のピーク面積を測定し、安息香酸メチルの量を求めるとき、99.0%以上である。

塩酸試液、0.02 mol/L 0.2 mol/L塩酸試液100 mLに水を加えて1,000 mLとする。

1-ヘキサンスルホン酸ナトリウム $C_6H_{13}Na_3S$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。 [日局]

7 資 審 第 3 6 号
令和 7 年10月22日

農林水産大臣 鈴木 憲和 殿

農業資材審議会長 小川 久美子

飼料添加物の成分の規格の改正に係る諮問について（答申）

令和 7 年 9 月11日付け 7 消安第3462号をもって諮問のあった標記の件について、
下記のとおり答申する。

記

- 1 飼料及び飼料添加物の成分規格等に関する省令（昭和 51 年農林省令第 35 号）別表第 2 の 8 に規定する塩酸ピリドキシンについて、有害な試薬を用いず適用できる試験法を別紙のとおり新たに定めることは、適当と認める。
- 2 その他所要の改正を行うことは、適当と認める。

塩酸ピリドキシンについて、飼料及び飼料添加物の成分規格等に関する省令（昭和51年農林省令第35号）において次の事項を成分の規格等として定めること。（下線部が改正部分。）

(37) 塩酸ピリドキシン

ア 製造用原体

(ア) 成分規格

含量 本品は、デシケーター(減圧，シリカゲル)で4時間乾燥した後、定量するとき、塩酸ピリドキシン($C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$)98.0%以上を含む。

物理的・化学的性質

- ① 本品は、白色～微黄色の結晶性の粉末で、臭いはなく、苦味及び酸味を有する。
- ② 本品は、水に溶けやすく、エタノールに溶けにくく、アセトン又はエーテルにほとんど溶けない。
- ③ 本品の水溶液(1→50)のpHは、2.5～3.5である。
- ④ 本品は、光により徐々に変化する。
- ⑤ 融点 約206 °C(分解)

確認試験

- ① 本品の水溶液(1→10,000)1 mLに新たに調製した2,6-ジブロムキノンクロロイミドのエタノール溶液(1→4,000)2 mL及びアンモニア試液1滴を加えるとき、溶液は、青色を呈する。また、本品の水溶液(1→10,000)1 mLにホウ酸の飽和溶液1 mLを加えた後、同様の操作を行うとき、溶液は、青色を呈しない。
- ② 本品の水溶液(1→10)は、塩化物の定性反応を呈する。

純度試験 重金属 本品1.0 g(0.95～1.04 g)を量り、重金属試験法第1法により試料溶液を調製し、鉛標準液3.0 mLを用いて比較液を調製して重金属の試験を行うとき、試料溶液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くてはならない(30 µg/g以下)。

乾燥減量 0.30%以下(1 g、減圧、シリカゲル、4時間)

強熱残分 0.10%以下(1 g)

定量法 本品を乾燥し、その約0.2 gを0.001 gの桁まで量り、その数値を記

録し、氷酢酸5 mL及び無水酢酸5 mLを加え、穏やかに煮沸して溶かす。
放冷後、無水酢酸30 mLを加え、0.1 mol/L過塩素酸で滴定する（電位
差測定法）。指示薬（クリスタルバイオレット・氷酢酸試液1 mL）を用
いる場合の終点は、溶液の紫色が青色を経て緑色に変わるときとする。
別に、同様の方法で空試験を行い補正する。

0.1 mol/L過塩素酸1 mL=20.56 mgC₈H₁₁NO₃・HCl

(イ) 保存の方法の基準

遮光した気密容器に保存すること。

イ 製剤(その1)

(ア) 成分規格

塩酸ピリドキシン製造用原体の成分規格を準用する。

(イ) 保存の方法の基準

塩酸ピリドキシン製造用原体の保存の方法の基準を準用する。

ウ 製剤(その2)

(ア) 成分規格

本品は、塩酸ピリドキシン製造用原体に、賦形物質を混和した粉末又は粒子である。

含量 本品は、定量するとき、表示量の90～110%に相当する塩酸ピリドキシン(C₈H₁₁NO₃・HCl)を含む。

確認試験

- ① 本品の表示量に従い、塩酸ピリドキシン製造用原体0.01 gを含む量を量り、水10 mL、及び硬化油、高級飽和脂肪酸、脂肪酸、植物性油脂又は動物性油脂を含む製剤にあっては、*n*-ヘキサン3 mLを加え、50 °Cの水浴中でときどき振り混ぜながら30分間加温した後、静置し、水層をろ過し、試料溶液とする。

この試料溶液1 mLを量り、水を加えて10 mLとし、この溶液1 mLを量り、以下塩酸ピリドキシン製造用原体の確認試験①を準用する。

- ② ①の試料溶液1 mLを量り、リントングステン酸試液0.5 mLを加える

とき、溶液は、白濁する。

定量法 硬化油、高級飽和脂肪酸、脂肪酸、植物性油脂又は動物性油脂を含むものにあつては第1法、その他のものにあつては第2法を用いる。

第1法 塩酸ピリドキシン($C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$)約0.02 gを含む量の本品を有効数字3桁まで量り、その数値を記録し、0.1 mol/L塩酸試液100 mLを全量ピペットを用いて加え、*n*-ヘキサン20 mLを加えた後、ときどき振り混ぜながら50 °Cの水浴中で30分間加温する。放冷後、1,500×gで5分間遠心分離を行い、水層20 mLを全量ピペットを用いて量り、100 mLの褐色全量フラスコに入れ、更に水を標線まで加えて100 mLとする。この液をメンブランフィルター(0.45 μm)でろ過し、試料溶液とする。別に、塩酸ピリドキシン標準品をデシケーター(減圧、シリカゲル)で4時間乾燥し、その約0.1 gを0.001 gの桁まで量り、その数値を記録し、0.02 mol/L塩酸試液を加えて溶かし、100 mL全量フラスコに入れ、更に0.02 mol/L塩酸試液を標線まで加えて100 mLとする。この溶液4 mLを全量ピペットを用いて量り、100 mL全量フラスコに入れ、0.02 mol/L塩酸試液を標線まで加えて100 mLとし、標準液とする。試料溶液及び標準液20 μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。得られたクロマトグラムから試料溶液及び標準液のピリドキシンのピーク面積 A_T 及び A_S を求め、次式により含量を求める。

塩酸ピリドキシン($C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$)の含量(%)= $M_S/M_T \times A_T/A_S \times 1/5 \times 100$

M_S ：塩酸ピリドキシン標準品の採取量(g)

M_T ：本品の採取量(g)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：290 nm)

カラム：内径4.6 mm、長さ150 mmのステンレス管に粒径5 μmの液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する。

カラム温度：25 °C付近の一定温度

移動相：1-ヘキサンスルホン酸ナトリウム0.94 gを水・液体クロマトグラフ用メタノール混液(13：7)に溶かし1 Lとし、氷酢酸でpHを3.0～3.5に調整する。

流速：毎分0.8 mL

第2法 塩酸ピリドキシン($C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$)約0.02 gを含む量の本品を有効

数字3桁まで量り、その数値を記録し、0.1 mol/L塩酸試液100 mLを全量ピペットを用いて加え、ときどき振り混ぜながら50 °Cの水浴中で30分間加温する。放冷後、1,500×gで5分間遠心分離し、水層20 mLを全量ピペットを用いて量り、100 mLの褐色全量フラスコに入れ、更に水を標線まで加えて100 mLとする。この液をメンブランフィルター(0.45 μm)を用いてろ過し、試料溶液とし、以下第1法を準用する。

(イ) 保存の方法の基準

遮光した密閉容器に保存すること。

同時改正箇所

1 飼料添加物一般の通則

(1)～(13) (略)

(14) 1 mol/L塩酸、硫酸 (1→10)、50vol%エタノール等液状の試薬名に単に濃度を表示したものは、別に規定するもののほか、水を用いて希釈したものを示す。

(15)～(33) (略)

2～5 (略)

6 飼料添加物一般の試験法

(1) 液体クロマトグラフ法

液体クロマトグラフ法は、固定相として適当な充填剤を詰めたカラム中に、移動相として液体をポンプ等で加圧して流すことにより、カラムに注入された混合物を固定相に対する保持力の差を利用してそれぞれの成分に分離し、分析する方法であって、液体試料又は溶液にできる試料に適用でき、物質の確認、純度の試験又は定量等に用いる。

カラムに注入された混合物は、各成分に固有の比率で、移動相と固定相とに分布する。この比を質量分布比 k' という。

$k' = \text{固定相に存在する量} / \text{移動相に存在する量}$

質量分布比と保持時間 t_R (試料注入時からピークの頂点が溶出されるまでの時間)との間には、次の関係があるので、同一カラムについては、温度と移動相の組成及び流量が一定の場合、保持時間は物質に固有の値となる。

$$t_R = (1 + k') t_0$$

$t_0 : k' = 0$ の物質の試料注入時からピークの頂点までの時間

装置

通例、移動相送液用ポンプ、試料導入部、カラム、検出器及び記録装置からなり、必要に応じてカラムは、恒温槽により恒温に保たれる。ポンプは、カラム及び連結チューブの中を一定量で移動相を送液できるものとする。カラムは、一定の大きさに揃えた液体クロマトグラフィー用充填剤を内面が平滑で不活性な金属等の管に均一に充填したものである。なお、別に規定するものを除き、次式で定義される分離度 R_s を必要に応じて各条に規定する。

$$R_s = \frac{2(t_{R1} - t_{R2})}{1.67(Wh_1 + Wh_2)}$$

t_{R1} , t_{R2} : 分離度測定を用いる2つの物質の保持時間

Wh_1 , Wh_2 : 各ピークのピーク高さの midpoint におけるピーク幅

検出器は、通例、紫外及び可視の吸光光度計、示差屈折計、蛍光光度計等移動相とは異なる試料の性質を検出するものであり、数 μg 以下の試料に対して濃度に比例した信号を出すものとする。検出器により得られる信号の強さは記録装置により記録される。

操作法

装置をあらかじめ調整した後、各条に規定する条件で検出器、カラム及び移動相を用い、移動相を一定流量で流してカラムを規定の温度で平衡にした後、各条に規定する方法で調製した試料溶液をマイクロシリンジ又は試料バルブを用いて試料注入部から注入する。分離された成分を検出器により検出し、記録装置を用いてクロマトグラムとして記録する。試料の確認は、保持時間が一致すること又は標準試料を添加してピークの幅が広がらないことにより行う。定量は、通例、内部標準法によるが、適当な内部標準物質が得られない場合は、絶対検量線法によるものとする。

①内部標準法・②絶対検量線法 (略)

ピーク測定は、通例、次のいずれかの方法によるものとする。

①ピーク高さ法・②ピーク面積法 (略)

7 飼料添加物一般の試験法並びに各飼料添加物の成分規格及び製造方法等の基準に用いる標準品、試薬・試液、容量分析法標準液、標準液、色の比較液、計量器・用器、ろ紙、滅菌法及びベルトラン糖類定量表の規定

(1) (略)

(2) 試薬・試液

(略)

亜鉛 (標準試薬) Zn [容量分析用標準試薬] ～炭酸カリウム K_2CO_3 [炭酸カリウム (無水)、特級] (略)

炭酸水素ナトリウム NaHCO_3 [炭酸水素ナトリウム (重炭酸ナトリウム)、特級]

(3) 容量分析用標準液

容量分析用標準液は、濃度が精密に知られた試薬溶液で、主として容量分析に用いるものである。

容量分析用標準液には、モル液を用いる。溶液1,000mL中に有効物質1グラム分子量を含む溶液を1モル液とし、1mol/Lで表す。また、必要に応じて、それらを一定の割合に薄めた溶液を用いる。

容量分析用標準液は、別に規定する場合を除き、無色又は遮光した共栓瓶に入れ保存する。

調製 (略)

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム溶液～0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液 (略)

0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液

1,000mL中水酸化カリウム(KOH : 56.11)5.611gを含む。

調製 (略)

標定 0.05mol/L硫酸25mLを全量ピペットを用いて量り、水50mL及びフェノールフタレイン試液2滴を加え、調製した水酸化カリウム・エタノール溶液で淡赤色を呈するまで滴定し、モル濃度係数を計算する。

注意：遮光した瓶に密栓して保存する。標定は、用時行う。

1mol/L水酸化ナトリウム溶液～0.01mol/L硫酸第二セリウムアンモニウム溶液 (略)

(4)～(9) (略)

8 各飼料添加物の成分規格及び製造の方法等の基準

(1) エトキシキン

ア 製造用原体

(ア) 成分規格

含量～確認試験 (略)

純度試験

①・② (略)

③ 重金属 本品 $2.0\text{ g}(1.95\sim 2.04\text{ g})$ を量り、重金属試験法第2法により試料溶液を調製し、鉛標準液 2.0 mL を用いて比較液を調製して重金属の試験を行うとき、試料溶液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くてはならない($10\text{ }\mu\text{g/g}$ 以下)。

④ (略)

(イ) 保存の方法の基準 (略)

イ・ウ (略)

(2)～(10) (略)

(11) プロピオン酸

ア 製造用原体

(ア) 成分規格

含量 本品は、定量するとき、プロピオン酸($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_2$) 99.0% 以上を含む。

物理的・化学的性質・確認試験 (略)

純度試験

① 蒸発残留物 本品 50 mL を水浴上で蒸発させた後、 $105\sim 110^\circ\text{C}$ で恒量にするとき、その残留物は、 5 mg 以下でなければならない(0.01% 以下)。

② ヒ素 本品 $1.0\text{ g}(0.95\sim 1.04\text{ g})$ を量り、ヒ素試験法第2法により試料溶液を調製し、装置Aを用いる方法によりヒ素の試験を行うとき、吸収液の色は、標準色より濃くてはならない($2\mu\text{g/g}$ 以下)。

③ 重金属 本品 $2.0\text{ g}(1.95\sim 2.04\text{ g})$ を量り、重金属試験法第1法により試料溶液を調製し、鉛標準液 2.0 mL を用いて比較液を調製して重金属の試験を行うとき、試料溶液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くてはならない($10\mu\text{g/g}$ 以下)。

定量法 (略)

(イ) (略)

イ・ウ (略)

(12)～(17) (略)

(18) L-アスコルビン酸

ア 製造用原体

(ア) 成分規格

含量 (略)

物理的・化学的性質

① (略)

② 本品は、水に溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、エーテル、クロロホルム又は石油エーテルにほとんど溶けない。

③・④ (略)

確認試験～定量法 (略)

(イ) (略)

イ・ウ (略)

(19)～(32) (略)

(33) 塩化コリン

ア 製造用原体

(ア) 成分規格

含量 (略)

物理的・化学的性質

① (略)

② 本品は、エタノールと混和し、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

③・④ (略)

確認試験～定量法 (略)

(イ) (略)

イ・ウ (略)

(34)～(87) (略)

(88) メナジオン亜硫酸水素ナトリウム

ア 製造用原体

(ア) 成分規格

含量 (略)

物理的・化学的性質

① (略)

② 本品は、水に溶けやすく、エタノールに溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

確認試験～定量法 (略)

(イ) (略)

イ・ウ (略)

(89)～(125) (略)

(126) クエン酸モランテル

ア 製造用原体

(ア) 成分規格

含量 (略)

物理的・化学的性質

① (略)

② 本品は、メタノールにやや溶けやすく、水及びエタノールに溶けにくく、酢酸エチルにほとんど溶けない。

③・④ (略)

確認試験～定量法 (略)

(イ) (略)

イ (略)

(127)～(162) (略)