

**技術レポート****9 共通試料による飼料中のカルタップの共同試験**

山多 利秋\*

**1 目的**

飼料中のカルタップを分析し、分析法の再現精度を調査すること。

**2 試料**

市販の穀類（とうもろこし）及び乾牧草（チモシー）をそれぞれ 1 mm の網ふるいを通過するまで粉碎し、供試試料とした。

**3 分析実施要領****3.1 分析方法**

飼料分析基準<sup>1)</sup> 6.200 によることとした。

**3.2 分析点数**

2 点併行分析を実施した。

**3.3 分析値の取扱い**

カルタップを変換して得られたネライストキシンとしての分析値に 1.83 を乗じてカルタップとしての分析値とし、これを  $\mu\text{g}/\text{kg}$  で表し、小数点以下第一位を四捨五入して記入することとした。

**3.4 分析実施期間**

平成 18 年 6 月 26 日～平成 18 年 8 月 25 日

**4 分析実施試験室**

社団法人日本科学飼料協会科学飼料研究センター、財団法人日本穀物検定協会中央研究所、財団法人日本食品分析センター多摩研究所、全国酪農業協同組合連合会分析センター、独立行政法人肥飼料検査所（現（独）農林水産消費安全技術センター）本部、同仙台事務所（現同仙台センター）及び同大阪事務所（現同神戸センター大阪事務所）

**5 分析成績**

穀類（とうもろこし）にカルタップとして 200  $\mu\text{g}/\text{kg}$  相当量を添加した試料及び乾牧草（チモシー）にカルタップとして 700  $\mu\text{g}/\text{kg}$  相当量を添加した試料を用いて、7 試験室において、本法に従って共同試験を実施した。

その結果は Table 1 のとおりであり、とうもろこしの分析値については、平均回収率は 74.3%、その室内繰返し精度及び室間再現精度は相対標準偏差（ $\text{RSD}_f$  及び  $\text{RSD}_R$ ）として 8.1%及び 26% であり、HorRat は 1.3 であった。また、チモシーの分析値については、平均回収率は 72.3%、その室内繰返し精度及び室間再現精度は相対標準偏差（ $\text{RSD}_f$  及び  $\text{RSD}_R$ ）として 3.7%及び 21% であり、HorRat は 1.2 であった。

参考のため、各試験室で使用した液体クロマトグラフ質量分析計の機種等を Table 2 に示した。

\* 独立行政法人農林水産消費安全技術センター肥飼料安全検査部

**Table 1 Result of collaborative study**

Lab.	(µg/kg as cartap)			
	Sample			
	Maize		Timothy	
1	179	157	490	481
2	125	131	392	381
3	185	167	677	649
4	122	120	465	473
5	184	168	495	520
6	171	201	657	601
7	89	83	396	407
Spiked value (µg/kg)	200		700	
Mean value <sup>a)</sup> (µg/kg)	149		506	
Recovery (%)	74.3		72.3	
RSD <sub>r</sub> <sup>b)</sup> (%)	8.1		3.7	
RSD <sub>R</sub> <sup>c)</sup> (%)	26		21	
PRSD <sub>R</sub> <sup>d)</sup> (%)	20		17	
HorRat	1.3		1.2	

a)  $n=14$ 

b) Relative standard deviation of repeatability

c) Relative standard deviation of reproducibility

d) Predicted RSD<sub>R</sub> calculated from the modified Horwitz equation**Table 2 Instruments used in the collaborative study**

Lab.	LC-MS	LC column (i.d.×length, particle size)
1	Shimadzu LCMS-2010EV	Agilent ZORBAX XDB-C18 (2.1 mm×150 mm, 3.5 µm)
2	LC: Agilent 1100 series MS: Agilent G1956B	Kanto chemical Mightysil RP-18GP (2.0 mm×150 mm)
3	Shimadzu LCMS-2010EV	Shimadzu VP-ODS (2.0 mm×150 mm, 5 µm)
4	Shimadzu LCMS-2010EV	Agilent ZORBAX XDB-C18 (2.1 mm×150 mm, 3.5 µm)
5	Shimadzu LCMS-2010EV	Agilent ZORBAX XDB-C18 (2.1 mm×150 mm, 3.5 µm)
6	Waters Micromass Quattro micro	Agilent ZORBAX XDB-C18 (2.1 mm×150 mm, 3.5 µm)
7	LC: Waters alliance2695 MS: Waters Micromass Quattro micro	GL Science Inertsil ODS-3 (2.1 mm×150 mm, 5 µm)

## 謝 辞

共同試験に参加して頂いた社団法人日本科学飼料協会，財団法人日本穀物検定協会，財団法人日本食品分析センター及び全国酪農業協同組合連合会の試験室の各位に感謝の意を表します。

## 文 献

- 1) 農林水産省畜産局長通知：“飼料分析基準の制定について”，平成7年11月15日，7畜B第1660号 (1995).