

精度管理
------

# 1 平成 20 年度飼料の共通試料による分析鑑定について

高橋 亜紀子<sup>\*1</sup>, 矢本 亮介<sup>\*2</sup>, 青山 幸二<sup>\*3</sup>, 大島 慎司<sup>\*3</sup>,  
八木 寿治<sup>\*4</sup>, 橋本 仁康<sup>\*5</sup>, 野村 昌代<sup>\*6</sup>

## 1 目 的

飼料検査指導機関, 飼料・飼料添加物業者, 民間分析機関等を対象に飼料等の共通試料による分析鑑定を行い, 分析及び鑑定技術の維持向上を図り, 併せて分析誤差を把握し, 飼料等の適正な製造及び品質管理の実施に資する。

## 2 共通試料の内容

A 試料	幼すう育成用配合飼料
B 試料	魚 粉
C 試料	鑑定用飼料原料調製試料
D 試料	子豚育成用プレミックス

## 3 試料の調製

- 3.1 試料の調製年月日 平成 20 年 7 月 4 日  
3.2 調製場所 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  
(1) A 試料

粉碎した後, 1 mm の網ふるいを通過させた幼すう育成用配合飼料 100 kg を用いて, 以下の手順により試料を調製した。

試料をよく混合した後 9 等分し, その中から 4 区画を取って混合し 4 等分して元に戻す。この操作を表 1 の混合区画表により 7 回繰り返した後, 各区画より一定量ずつとり, 1 袋当たり約 180 g 入りの試料 450 個を調製した。

表 1 混合区画表

回数	I	II	III	IV	V	VI	VII
	5	5	9	1	5	8	2
区画番号	6	1	7	2	8	3	6
	4	8	3	5	4	7	4
	9	3	1	6	9	2	7

<sup>\*1</sup> 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,

<sup>\*2</sup> (独) 農林水産消費安全技術センター札幌センター,

<sup>\*3</sup> (独) 農林水産消費安全技術センター仙台センター,

<sup>\*4</sup> (独) 農林水産消費安全技術センター名古屋センター, 現 同肥飼料安全検査部,

<sup>\*5</sup> (独) 農林水産消費安全技術センター神戸センター大阪事務所, 現 同神戸センター,

<sup>\*6</sup> (独) 農林水産消費安全技術センター福岡センター

## (2) B 試料

粉碎した後、1 mm の網ふるいを通させた魚粉 100 kg を用いて、A 試料と同様の操作を行い、1 袋当たり約 180 g 入りの試料 450 個を調製した。

## (3) C 試料

各原料中の夾雑物を除去し、必要に応じ粉碎した後、表 2 に掲げる 10 種類の原料を同表の配合割合でよく混合した後、A 試料と同様の操作を行い、1 袋当たり約 180 g 入りの試料 450 個を調製した。

## (4) D 試料

子豚育成用プレミックス 100 kg をよく混合した後、A 試料と同様の操作を行い、1 袋当たり約 180 g 入りの試料 450 個を調製した。

表 2 C 試料の原料及び配合割合

原 料 名	配合割合 (%)	原 料 名	配合割合 (%)
とうもろこし	30	魚粉	9
ふすま	10	大豆油かす	8
米ぬか	10	コーングルテンミール	8
ごま油かす	10	りん酸カルシウム	3
ビートパルプ	10	食塩	2

## 4 分析鑑定項目及び実施要領

## (1) 分析鑑定項目

A 試料・・・水分，粗たん白質，粗脂肪，粗繊維，粗灰分，カルシウム，リン及びサリノマイシンナトリウム

B 試料・・・水分，粗たん白質，粗灰分，カドミウム及びエトキシキン

C 試料・・・10 種類の原料の配合割合の推定

D 試料・・・銅，亜鉛及びクエン酸モランテル

## (2) 実施要領

「第 33 回飼料の共通試料による分析鑑定実施要領」(97 ページ)による。

## 5 試料袋間のバラツキ調査

A 試料，B 試料及び D 試料それぞれの 2 分析項目について Thompson らの harmonized protocol<sup>1)</sup>に基づき均質性確認テストを行った。ランダムに抜き取った 10 袋の併行分析の結果は表 3 のとおりであり，その結果から一元配置の分散分析，均質性確認のための計算を行った結果は表 4 のとおりであり，いずれも試料袋間のバラツキは問題なかった。

表 3 A, B 及び D 試料の分析成績

	A 試料 粗たん白質 (%)		A 試料 粗灰分 (%)		B 試料 粗たん白質 (%)		B 試料 粗灰分 (%)		D 試料 銅 (g/kg)		D 試料 亜鉛 (g/kg)	
	run1	run2	run1	run2	run1	run2	run1	run2	run1	run2	run1	run2
1	22.45	22.41	5.95	6.13	68.68	68.26	13.01	13.27	25.57	26.21	31.62	31.57
2	22.53	22.59	5.86	5.96	68.69	68.80	13.48	13.45	25.95	25.78	32.47	32.74
3	22.20	22.53	5.90	5.99	68.88	68.80	13.29	13.01	26.25	26.76	32.35	31.65
4	22.47	22.62	5.97	5.98	68.63	69.13	13.27	13.10	26.41	26.80	32.45	32.71
5	22.67	22.56	5.91	5.96	68.34	68.91	13.45	13.00	25.69	26.09	32.20	32.59
6	22.56	22.61	5.93	6.05	68.50	68.71	13.34	13.29	25.96	26.41	32.57	31.89
7	22.54	22.59	5.94	5.97	69.12	69.07	13.13	12.96	25.90	26.45	32.66	32.45
8	22.59	22.52	5.90	5.99	68.28	68.91	13.37	13.15	26.39	26.14	32.36	32.20
9	22.42	22.37	5.87	5.92	68.78	68.65	13.07	12.89	26.15	26.67	32.24	31.64
10	22.30	22.40	6.06	5.99	68.84	68.74	13.05	13.09	26.55	25.72	31.82	32.80

表 4 A, B 及び D 試料のバラツキ調査

成分名	要因	偏差平方和	自由度	不偏分散	分散比	$S_s/\sigma$ <sup>a)</sup>	
		$S$	$\phi$	$V$	$F_0$		
A 試料	粗たん白質	試料間 $A$	0.1797	9	0.0200	2.33	
		分析誤差 $E$	0.0856	10	0.0086		— <sup>b)</sup>
		総計 $T$	0.2653	19			
	粗灰分	$A$	0.0391	9	0.0043	1.04	
		$E$	0.0419	10	0.0042		—
		$T$	0.0811	19			
B 試料	粗たん白質	$A$	0.5680	9	0.0631	1.02	
		$E$	0.6201	10	0.0620		—
		$T$	1.1881	19			
	粗灰分	$A$	0.3612	9	0.0401	1.63	
		$E$	0.2460	10	0.0246		—
		$T$	0.6073	19			
D 試料	銅	$A$	1.2286	9	0.1365	1.08	
		$E$	1.2688	10	0.1269		—
		$T$	2.4974	19			
	亜鉛	$A$	1.8830	9	0.2092	1.59	
		$E$	1.3188	10	0.1319		—
		$T$	3.2018	19			

a)  $\sigma$  の値は Horwitz の式から求めた標準偏差であり,  $S_s = \sqrt{(A-E)/2}$  である.

b) 一元配置の分散分析で分散比  $F_0 < F(9,10;0.05) = 3.02$  の場合はそれ以降の計算は行わなかった.

## 6 参加試験室

- (1) 総数 276  
 うち 飼料関係…178  
       飼料添加物関係…20  
       団体等…29  
       検査指導機関…49
- (2) 試料別参加試験室数  
 A 試料…271  
 B 試料…260  
 C 試料…150  
 D 試料…122

## 7 分析鑑定成績及び解析結果

### (1) 分 析

各試料の分析成績は表 5 のとおりであり、ヒストグラムは図 1~16 のとおりである。その解析結果は表 6~8 のとおりである。なお、解析は次のとおり行った。

分析成績の解析は、次のとおりロバスト法により行った。式 1 により NIQR（標準四分位範囲—normalised inter quartile range—頑健な標準偏差）を求めた後、式 2 により、各分析成績の  $z$ -スコアを求めた。

$$\text{NIQR} = \frac{(c-a)}{1.349} \dots\dots\dots \text{式 1}$$

$a$  : 上四分位の値

$c$  : 下四分位の値

$$z\text{-スコア} = \frac{(x-b)}{\text{NIQR}} \dots\dots\dots \text{式 2}$$

$x$  : 各試験室の分析成績

$b$  : 中央値

また、異常値と考えられる  $z$ -スコアの絶対値が 3 以上の分析値を棄却した後、平均値の 95 %信頼区間を求めた。

### (2) 鑑 定

今回は、10 種類の原料を混合調製した試料について、使用した原料の検出と配合割合の推定を実施した。その成績は表 9 及び 10 のとおりであった。







表5 分析成績(4)

試料番号	水分		粗たん白質		粗脂肪		粗繊維		粗灰分		カルシウム		リン		SL(管理分析・7年以内・29/23) 分析値 No. z-score	SL(HPLC・ハイイロアセイ) 分析値 No. z-score
	分析値 (%)	No. z-score	分析値 (%)	No. z-score	分析値 (%)	No. z-score	分析値 (%)	No. z-score	分析値 (%)	No. z-score	分析値 (%)	No. z-score	分析値 (g/力価)	No. z-score		
338	12.07	1 1.14	22.46	4 0.67	5.12	2 0.00	3.35	3 0.71	5.78	1 -1.25	1.006	2 0.16	0.697	1 -0.87		
339	11.95	1 0.65	22.39	4 0.31	5.05	1 -0.47	2.83	2 -0.77	6.04	1 1.07	1.020	2 0.52	0.730	1 1.34		
340	11.80	1 0.04	22.21	4 -0.62	5.02	2 -0.67	2.67	2 -1.23	5.96	1 0.35	0.970	2 -0.75	0.710	1 0.00		
341	11.66	1 -0.53	22.37	4 0.20	5.21	2 0.60	3.05	1 -0.14	6.00	1 0.71	1.090	2 2.31	0.720	1 0.67		
342	11.51	1 -1.14	22.47	2 0.72	5.07	1 -0.33	2.83	2 -0.77	5.89	1 -0.26	1.210	2 5.38	0.710	1 0.00	50.1	1 -1.37
343	11.80	1 0.04	22.13	4 -1.03	4.89	2 -1.55	3.38	3 0.80	5.96	1 0.35	1.001	2 0.03	0.716	1 0.40		
344	11.29	1 -2.04	22.15	2 -0.93	5.23	1 0.74	3.69	2 1.69	5.83	1 -0.80						
345	11.98	1 0.77	22.27	4 -0.31	5.19	2 0.47	2.67	2 -1.23	6.05	1 1.16	0.980	2 -0.49	0.700	1 -0.67	56.3	1 0.33
346	11.77	1 -0.08	22.47	4 0.72	5.16	1 0.26			6.03	1 0.98	0.986	2 -0.34	0.697	1 -0.87	53.2	1 -0.52
347	11.35	1 -1.79	22.28	2 -0.25	5.10	1 -0.13			5.92	1 0.00						
348	12.09	1 1.22	22.37	2 0.20	5.35	1 1.55	3.22	2 0.34	5.87	1 -0.44	0.952	2 -1.21	0.727	1 1.14		
349	11.75	1 -0.16	22.36	4 0.15	5.15	1 0.20			6.07	1 1.34	1.000	1 0.01				
350	12.40	1 2.49	22.47	4 0.72	4.87	1 -1.68	3.34	3 0.68	5.88	1 -0.35	1.020	2 0.52	0.700	1 -0.67		53.3 3 0.05
351	11.88	1 0.36							5.88	1 -0.35						
352	12.16	1 1.51	22.02	4 -1.60	5.08	1 -0.26			5.82	1 -0.89						
353	11.69	1 -0.40							5.85	1 -0.62	1.238	2 6.09	0.721	1 0.74		
354	11.87	1 0.32	22.39	2 0.31	5.25	1 0.87			5.86	1 -0.53						
355	11.87	1 0.32	22.43	4 0.51	5.26	1 0.94	2.92	3 -0.51	6.01	1 0.80	1.011	2 0.29	0.709	1 -0.06		
356	12.14	1 1.43	22.39	4 0.31	5.17	1 0.33	2.61	2 -1.40	5.92	1 0.00	1.325	2 8.32	0.707	1 -0.20	54.0	1 -0.30
357	11.93	1 0.57	22.86	3 2.74	4.90	2 -1.48	3.47	3 1.06	5.88	1 -0.35	1.080	2 2.05	0.710	1 0.00		
358	12.08	1 1.18	22.29	4 -0.20	5.01	1 -0.74	2.68	2 -1.20	6.15	1 2.06	0.930	2 -1.77	0.700	1 -0.67	58.5	1 0.93
359	11.87	1 0.32	22.33	4 0.00	5.05	2 -0.47	3.25	2 0.43	6.00	1 0.71	1.056	2 1.44	0.707	1 -0.20	53.1	2 -0.55
360	11.36	1 -1.75	22.29	4 -0.20	5.41	1 1.95	3.00	2 -0.28	5.98	1 0.53	1.016	2 0.42	0.788	1 5.26		52.7 3 -0.29
361	11.88	1 0.36	22.86	2 2.74	5.25	1 0.87	3.10	2 0.00	5.90	1 -0.17	1.002	1 0.06	0.703	1 -0.47		
362	11.71	1 -0.32	22.21	3 -0.62	5.36	2 1.61	3.54	2 1.26	5.70	1 -1.97	0.762	1 -6.07	0.737	1 1.82		
363	11.93	1 0.57	22.68	2 1.81											52.6	1 -0.68
376	12.15	1 1.47	22.33	4 0.00	5.02	2 -0.67			5.63	1 -2.60	1.044	1 1.13	1.768	1 71.36		
377	10.82	1 -3.96	19.21	1 -16.18	4.53	1 -3.97			5.63	1 -2.60			1.720	1 68.12		
378	12.26	1 1.92	22.12	4 -1.08	5.13	2 0.06	3.64	3 1.54	5.79	1 -1.16	1.082	2 2.10	0.693	1 -1.14		
379	11.68	1 -0.44	22.16	1 -0.88	5.17	1 0.33	3.59	2 1.40	5.84	1 -0.71	0.997	2 -0.06	0.717	1 0.47		
380	12.05	1 1.06	22.25	4 -0.41	4.98	2 -0.94	3.32	3 0.63	5.89	1 -0.26	0.983	2 -0.42	0.724	1 0.94		
381			22.22	2 -0.57	5.12	1 0.00	3.33	2 0.66	5.93	1 0.08	1.062	2 1.59	0.696	1 -0.94		
383	12.00	1 0.85	23.08	2 3.89	4.72	1 -2.69	2.45	2 -1.86	6.01	1 0.80						

注1: z-scoreの欄に下線を付したものは、絶対値が3以上のものである。  
 注2: 各試料のNo欄は、分析法を示す。対応は以下のとおりである。

水分	粗たん白質	粗脂肪	粗繊維	粗灰分	カルシウム	リン
No. 分析方法	No. 分析方法	No. 分析方法	No. 分析方法	No. 分析方法	No. 分析方法	No. 分析方法
1 飼料分析基準	1 硫酸標準液吸収法	1 飼料分析基準	1 静置法	1 飼料分析基準	1 シュウ酸アンモニウム法	1 飼料分析基準
2 水分測定器	2 ホウ酸溶液吸収法	2 自動分析機	2 ろ過法	2 その他	2 原子吸光光度法	2 その他
3 その他	3 燃焼法	3 その他	3 自動分析機	5 不明	3 その他	5 不明
5 不明	4 自動分析機	5 不明	4 その他		5 不明	
	5 その他		5 不明			
	6 不明					

サリノマイシンナトリウム

No. 分析方法
1 迅速定量法
2 フローインジェクション法
3 HPLC法
4 バイオアッセイ
5 不明



表 5 分析成績(5)

試料 番号	B試料				D試料				銅		亜鉛		クエン酸モランデル								
	水分 分析値 (%)	No. z-score	粗たん白質 分析値 (%)	No. z-score	粗灰分 分析値 (%)	No. z-score	カドミウム 分析値 (g/トン)	No. z-score	エトキシキン 分析値 (g/トン)	分析値 (g/kg)	No. z-score	分析値 (g/kg)	No. z-score	分析値 (g/kg)	No. z-score						
1	8.21	1	-0.37	67.76	4	-0.81	13.06	1	-0.53												
2	8.08	1	-1.07	68.67	4	0.74	13.14	1	0.17												
3	8.22	1	-0.32	68.34	4	0.17	13.18	1	0.53												
4	8.26	1	-0.10	68.21	4	-0.04	13.12	1	0.00												
5	8.31	1	0.16	68.87	4	1.08	13.09	1	-0.26												
6	7.91	1	-1.99	69.26	2	1.75	13.20	1	0.71												
7	8.13	5	-0.80	67.48	6	-1.28	13.10	5	-0.17	26.23	5	2.68									
8	8.25	1	-0.16	68.36	4	0.21	13.05	1	-0.62												
9	8.44	5	0.86	67.80	6	-0.74	13.05	5	-0.62												
10	8.20	1	-0.43	67.80	4	-0.74	13.71	1	5.30	24.10	1	0.07	29.21	1	-0.78						
11	8.28	1	0.00	68.26	3	0.04	13.22	1	0.89	23.96	1	-0.09	30.31	1	0.01						
12	8.19	1	-0.48	67.97	4	-0.45	13.15	1	0.26	23.94	1	-0.12	29.48	1	-0.58						
13	8.33	1	0.26	68.19	4	-0.07	12.94	1	-1.61	23.94	1	-0.12	28.99	1	-0.94						
14	8.21	1	-0.37	68.51	4	0.46	13.07	1	-0.44	24.78	1	0.90	30.61	1	0.23						
15	8.24	1	-0.21	68.22	6	-0.02	13.19	5	0.62												
16	8.23	1	-0.26	68.70	4	0.79	13.24	1	1.07												
17	8.19	1	-0.48	68.04	1	-0.33	13.17	2	0.44												
18	8.30	3	0.10	67.60	5	-1.08	12.30	2	-7.37												
19	7.70	5	-3.12	68.04	6	-0.33															
20	7.98	1	-1.61	68.59	1	0.60	13.07	1	-0.44												
21	8.04	1	-1.29	68.62	1	0.65	13.23	1	0.98												
22	8.20	1	-0.43	68.51	1	0.46	12.86	1	-2.33												
23	8.09	1	-1.02	68.50	4	0.45	13.22	1	0.89												
24	7.76	5	-2.80	66.95	6	-2.19	13.18	5	0.53												
25	8.10	1	-0.97	68.45	4	0.36	13.10	1	-0.17												
26	8.41	1	0.70	68.35	4	0.19	13.12	1	0.00												
27	8.30	1	0.10	69.86	3	2.77	14.19	1	9.62	22.34	2	-2.08	27.05	2	-2.34						
27				68.68	4	0.75															
28	8.15	1	-0.70	68.87	2	1.08	13.15	1	0.26	0.63	1	-0.29	101.1	1	-2.20						
29	7.65	1	-3.39	68.22	2	-0.02	14.30	1	10.61	0.67	1	0.29	27.17	1	3.83						
30	8.40	1	0.64	67.88	4	-0.60	13.24	1	1.07	23.40	1	-0.78	32.07	1	1.29						
32	7.83	1	-2.42	67.64	2	-1.01	13.26	1	1.25	23.40	1	-0.78	29.57	1	-0.52						
33	8.55	1	1.45				14.19	1	9.62												
34	8.23	1	-0.26	67.37	1	-1.47	13.16	1	0.35	24.60	1	0.68	30.80	1	0.36						
41	8.35	1	0.37	67.83	4	-0.69	13.27	1	1.34	0.54	1	-1.60									
42	8.47	1	1.02	68.59	4	0.60	13.11	1	-0.08	0.67	2	0.29	123.7	1	-0.41						
43	8.69	1	2.21	67.80	2	-0.74	13.05	1	-0.62	0.65	2	0.00	150.4	1	1.69						
44	8.24	1	-0.21	67.75	4	-0.82	13.20	1	0.71	24.75	1	-0.15	23.91	1	-0.15						
45	8.23	1	-0.26	68.55	4	0.53	12.99	1	-1.16	24.04	1	0.00	29.16	1	-0.81						
46	7.78	1	-2.69	67.03	2	-2.05				22.44	1	-1.96	27.92	1	-1.71						
47	8.11	1	-0.91	67.26	4	-1.66	13.25	1	1.16												
48	7.63	1	-3.50	68.43	4	0.33	13.05	1	-0.62												
50	8.62	1	1.83	67.68	4	-0.94	13.10	1	-0.17	24.87	1	1.01	32.88	1	1.87						
52	8.51	1	1.24	68.56	4	0.55	12.94	1	-1.61												
53	8.37	1	0.48	67.83	4	-0.69	13.17	1	0.44												
54	8.11	1	-0.91	69.33	4	1.86	12.98	1	-1.25												
56	8.45	1	0.91	68.26	1	0.04	13.08	1	-0.35												
57	8.41	1	0.70	68.47	1	0.40	13.01	1	-0.98	0.55	3	-1.45	22.75	2	-1.58						
58	7.85	1	-2.32	67.20	4	-1.76	13.11	1	-0.08				30.01	2	-0.20						
59	8.41	1	0.70	68.05	4	-0.31	13.05	1	-0.62												
60	8.38	1	0.53	68.17	4	-0.11	12.78	1	-3.05	24.33	1	0.35	29.39	1	-0.65						
62	8.34	1	0.32	68.69	4	0.77	13.20	1	0.71						15.9	1	0.00				
63	8.28	1	0.00	68.27	4	0.05	13.22	1	0.89												
64	8.24	1	-0.21				13.12	1	0.00												
65	7.53	1	-4.04	67.32	1	-1.56	12.93	1	-1.70												
66	8.22	1	-0.32	68.47	4	0.40	13.00	1	-1.07	24.02	1	-0.02									
68																					
69	8.42	1	0.75	68.47	4	0.40	13.15	1	0.26												
70	8.40	1	0.64	69.20	4	1.64	13.21	1	0.80												
71	8.38	1	0.53	68.87	4	1.08	13.24	1	1.07												
72	8.74	1	2.48	68.94	2	1.20	13.14	1	0.17												
73	7.97	1	-1.67	68.13	4	-0.17	13.24	1	1.07												
75	8.35	1	0.37	67.95	4	-0.48	13.18	1	0.53												
78	8.40	1	0.64	67.79	4	-0.75															
79	8.44	1	0.86				13.17	1	0.44	0.90	2	3.64	24.32	1	0.34	30.08	1	-0.15			
80	8.24	1	-0.21	68.87	4	1.08	13.17	1	0.44												
81	8.51	1	1.24	68.61	4	0.64	13.02	1	-0.89												
86	8.50	1	1.18	68.27	4	0.05	13.20	1	0.71	0.56	1	-1.31	23.74	1	-0.36	31.38	1	0.79			
88	8.30	1	0.10	68.63	1	0.67	13.07	1	-0.44	0.63	2	-0.29	23.70	1	-0.41	30.36	1	0.05			
89	8.17	1	-0.59	66.83	2	-2.39	13.17	1	0.44	125.1	1	-0.30				15.0	1	-0.93			
90	7.92	1	-1.94	69.09	4	1.45	13.20	1	0.71												
91	8.08	1	-1.07	68.29	4	0.09	13.31	1	1.70				24.28	1	0.29	30.59	1	0.21			
92	8.38	1	0.53	67.58	4	-1.11	13.17	1	0.44	0.75	1	1.45	24.10	1	0.07	30.66	1	0.26			
93	8.45	1	0.91	68.41	1	0.29	13.09	1	-0.26	0.67	1	0.29	23.84	1	-0.24	30.35	1	0.04			
94	7.76	1	-2.80	68.05	4	-0.31	13.11	1	-0.08	0.67	2	0.29	23.82	1	-0.26	28.60	1	-1.22			
95	7.96	1	-1.72	68.65	2	0.70	13.11	1	-0.08	0.83	2	2.62	23.55	1	-0.60			16.0	1	0.10	
106	8.40	1	0.64	69.34	3	1.88	12.91	1	-1.88												
107	8.44	1	0.86	67.77	2	-0.79	13.15	1	0.26												
108	8.43	1	0.80	68.21	4	-0.04	13.07	1	-0.44	0.56	2	-1.31	134.6	1	0.44	23.45	1	-0.72	30.02	1	-0.19
109	8.43	1	0.80	67.71	4	-0.89	13.24	1	1.07	24.60	1	0.68									
110	8.15	1	-0.70							24.61	1	0.69	31.29	1	0.72	16.6	1	0.72			
112	8.05	1	-1.24	67.83	4	-0.69	13.03	1	-0.80	24.13	1	0.11	32.06	1	1.28						
114	8.53	1	1.34	67.94	4	-0.50	13.11	1	-0.08							16.0	1	0.10			
115	8.21	1	-0.37	68.22	4	-0.02	13.17	1	0.44												
116	10.00	2	9.28							128.1	1	-0.07	25.41	1	1.68	28.08	1	-1.60	15.3	1	-0.62



表 5 分析成績(7)

試料 番号	水分		粗たん白質		粗灰分		カドミウム		エトキシキン		銅		亜鉛		クエン酸モナシアル	
	分析値 (%)	No. z-score	分析値 (%)	No. z-score	分析値 (%)	No. z-score	分析値 (g/トン)	No. z-score	分析値 (g/トン)	No. z-score	分析値 (g/kg)	No. z-score	分析値 (g/kg)	No. z-score	分析値 (g/kg)	No. z-score
223	7.45	3 <u>-4.42</u>	68.36	4 0.21	13.07	1 -0.44									15.5	1 -0.41
223			68.64	5 0.69												
224	8.56	1 1.51	67.30	4 -1.59	12.97	1 -1.34										
225	7.77	1 -2.75	68.09	1 -0.24	13.08	1 -0.35										
226	8.17	1 -0.59	70.18	1 <u>3.22</u>	13.17	1 0.44										
227	8.27	1 -0.05			12.83	2 -2.60										
236	8.32	1 0.21	78.36	3 <u>17.28</u>	12.99	1 -1.16										
245	7.36	1 <u>-4.26</u>	67.00	1 -2.10	13.21	1 0.80										
246	8.08	1 -1.07	68.73	4 0.84	13.22	1 0.89					24.15	1 0.13	27.28	1 -2.18		
248	7.69	1 <u>-3.18</u>	68.85	4 1.05	13.25	1 1.16										
249	8.40	1 0.64	67.50	2 -1.25	13.10	1 -0.17										
250	7.99	1 -1.56	67.64	2 -1.01	13.14	1 0.17	0.67	2 0.29								
251	8.33	1 0.26	68.09	1 -0.24	13.16	1 0.35										
252	7.72	1 <u>-3.02</u>	69.22	4 1.68	13.19	1 0.62										
253	7.53	1 <u>-4.04</u>	67.23	4 -1.71												
254	8.30	1 0.10	68.53	4 0.50	13.05	1 -0.62										
255	8.20	1 -0.43	67.57	2 -1.13	13.05	1 -0.62	0.65	2 0.00								
256	8.19	1 -0.48	67.82	4 -0.70	13.02	1 -0.89					24.45	1 0.50	27.85	1 -1.76	16.1	1 0.20
257	8.02	1 -1.40	69.06	4 1.40	13.31	1 1.70					23.34	1 -0.85	30.84	1 0.39		
258	8.29	1 0.05	68.56	2 0.55	13.03	1 -0.80	0.73	1 1.16			24.90	1 1.05	30.62	1 0.23		
259	8.17	1 -0.59	68.17	1 -0.11	13.12	1 0.00					23.92	1 -0.14	30.53	1 0.17	15.5	1 -0.41
260	8.36	1 0.43	67.73	2 -0.86	13.39	1 2.42	0.78	1 1.89	129.0	1 0.00						
261	8.20	1 -0.43	67.04	2 -2.04	13.09	1 -0.26	0.71	3 0.87			23.36	1 -0.83	26.21	1 -2.95		
262	8.42	1 0.75			13.17	1 0.44					24.05	1 0.01	30.07	1 -0.15	15.5	1 -0.41
263	8.29	1 0.05	68.25	1 0.02	13.35	1 2.06									27.4	1 <u>11.93</u>
264											143.8	1 1.17	24.62	1 0.71	16.2	1 0.31
265	8.21	1 -0.37	67.22	4 -1.73	13.05	1 -0.62										
266	8.06	1 -1.18	67.17	2 -1.81	13.14	1 0.17	0.61	2 -0.58	132.9	1 0.30	24.92	1 1.07	30.31	1 0.01	16.4	1 0.51
267	8.25	1 -0.16	68.10	1 -0.23	13.06	1 -0.53										
268	8.32	1 0.21	69.19	4 1.63	13.22	1 0.89										
269	8.28	1 0.00	68.22	1 -0.02	13.41	1 2.60										
270	8.16	1 -0.64	68.05	2 -0.31	13.12	1 0.00										
271	8.15	1 -0.70	68.74	4 0.86	13.10	1 -0.17	0.33	2 <u>-4.66</u>	94.4	1 -2.73	23.16	1 -1.07	31.80	1 1.09		
272	8.15	1 -0.70	67.83	4 -0.69	13.05	1 -0.62									15.1	1 -0.83
273	8.37	1 0.48	67.74	4 -0.84	13.19	1 0.62										
274	8.10	1 -0.97	69.18	1 1.61	13.11	1 -0.08	0.81	1 2.33			23.45	1 -0.72	31.60	1 0.95		
275	7.98	1 -1.61	67.61	4 -1.06	13.10	1 -0.17										
276	8.35	1 0.37	67.95	4 -0.48	13.18	1 0.53										
277	7.92	1 -1.94	68.09	4 -0.24	13.19	1 0.62										
278	8.13	1 -0.80	68.82	4 0.99	13.21	1 0.80	0.91	2 <u>3.79</u>			24.02	1 -0.02	31.68	1 1.00		
279	7.92	1 -1.94	68.18	2 -0.09	13.05	1 -0.62										
280											28.14	1 <u>5.02</u>	29.57	1 -0.52		
286	8.09	1 -1.02	67.47	4 -1.30	13.12	1 0.00										
295	8.11	1 -0.91	68.08	2 -0.26	12.97	1 -1.34										
296	8.14	1 -0.75	68.50	4 0.45	13.23	1 0.98										
297																
298	8.30	1 0.10	68.71	2 0.81	13.34	1 1.97	0.67	2 0.29			23.50	1 -0.66	29.72	1 -0.41	16.4	1 0.51
299											16.10	1 <u>-9.73</u>	34.80	1 <u>3.22</u>		
300	8.34	1 0.32	68.30	4 0.11	13.09	1 -0.26			140.7	1 0.92						
301																
302	7.92	1 -1.94	68.34	2 0.17	13.10	1 -0.17										
303																
304	8.41	1 0.70	66.80	4 -2.45	13.04	1 -0.71	0.64	1 -0.14	117.7	1 -0.89	23.85	1 -0.23	30.05	1 -0.17		
305											26.56	1 <u>3.09</u>	31.28	1 0.71	17.9	1 2.07
306	8.36	1 0.43	68.11	4 -0.21	13.27	1 1.34	0.60	2 -0.72	102.6	1 -2.08	24.26	1 0.26	34.32	1 2.92		
307	7.84	1 -2.37	68.39	4 0.26	13.27	1 1.34										
308										136.7	1 0.60					
309	8.29	1 0.05	68.47	4 0.40	13.07	1 -0.44	0.67	1 0.29			24.26	1 0.26	30.29	1 0.00		
310	8.20	1 -0.43	68.51	4 0.46	13.04	1 -0.71	0.65	1 0.00	120.4	1 -0.68	21.94	1 -2.57	27.79	1 -1.81	18.1	1 2.28
311	8.34	1 0.32	67.89	2 -0.58	13.13	1 0.08					25.06	1 1.25	31.08	1 0.57	15.1	1 -0.83
312	8.36	1 0.43	68.21	4 -0.04	13.08	1 -0.35										
313	8.29	1 0.05	68.38	4 0.24	13.09	1 -0.26										
314	8.51	1 1.24	67.58	4 -1.11	13.06	1 -0.53										
315					13.05	1 -0.62			130.8	1 0.14	24.24	1 0.24	30.87	1 0.42	16.7	1 0.83
316	8.21	1 -0.37	67.22	2 -1.73	13.07	1 -0.44										
317	8.34	1 0.32	69.03	2 1.35	13.03	1 -0.80	0.61	2 -0.58	119.0	1 -0.79	23.63	1 -0.50	29.18	1 -0.80	17.3	1 1.45
318	8.20	1 -0.43	66.96	4 -2.17	13.10	1 -0.17					17.63	1 <u>-7.86</u>	18.62	1 <u>-8.46</u>		
320	8.14	1 -0.75	68.60	4 0.62	13.06	1 -0.53					23.02	1 -1.25	28.82	1 -1.06	14.5	1 -1.45
321	8.44	1 0.86	67.97	4 -0.45	13.24	1 1.07										
322	8.21	1 -0.37	66.92	4 -2.24	13.18	1 0.53										
323	8.27	2 -0.05	68.22	4 -0.02	13.21	1 0.80										
324	6.60	1 <u>-9.06</u>	67.80	2 -0.74	13.10	1 -0.17										
325	8.12	1 -0.86	68.15	4 -0.14	13.29	1 1.52										
326	8.37	1 0.48	67.95	4 -0.48	13.03	1 -0.80					24.60	1 0.68				
327	8.28	1 0.00	66.83	4 -2.39	13.07	1 -0.44	1.23	1 <u>8.45</u>	120.0	1 -0.71	22.27	1 -2.17	26.52	1 -2.73		
328	7.97	1 -1.67	68.47	1 0.40	12.99	1 -1.16										
329	7.78	1 -2.69	67.84	3 -0.67	13.25	1 1.16										
330	8.19	1 -0.48	68.33	4 0.16	13.09	1 -0.26										
331	8.48	1 1.07	67.98	4 -0.43	13.14	1 0.17									15.7	1 -0.20
332	8.47	1 1.02	67.84	2 -0.67	13.08	1 -0.35					24.28	1 0.29	28.55	1 -1.26		
333	8.12	1 -0.86	68.18	4 -0.09	13.16	1 0.35					23.22	1 -1.00	29.19	1 -0.79	16.6	1 0.72
334	8.23	1 -0.26	68.52	4 0.48	13.02	1 -0.89	0.79	3 2.04	130.7	1 0.13	23.80	1 -0.29	28.60	1 -1.22	15.2	1 -0.72
335	8.26	1 -0.10	69.21	2 1.66	13.07	1 -0.44	0.64	2 -0.14	123.1	1 -0.46	25.22	1 1.44	33.91	1 2.62	18.0	1 2.17
336	8.37	1 0.48	68.18	4 -0.09	13.20	1 0.71										
337	8.30	1 0.10	68.25	2 0.02	13.13	1 0.08					22.80	1 -1.52				

表5 分析成績(8)

試料 番号	B試料				D試料				銅	亜鉛	クエン酸モランテル					
	水分		粗たん白質		粗灰分		カドミウム					エトキシキン				
	分析値 (%)	No. z-score	分析値 (%)	No. z-score	分析値 (%)	No. z-score	分析値 (g/トン)	No. z-score	分析値 (g/トン)	No. z-score	分析値 (g/kg)	No. z-score	分析値 (g/kg)	No. z-score	分析値 (g/kg)	No. z-score
338	8.43	1 0.80	67.99	4 -0.41	13.02	1 -0.89										
339	8.29	1 0.05	68.71	4 0.81	13.06	1 -0.53					26.35	1 2.83	30.90	1 0.44		
340	8.19	1 -0.48	67.50	4 -1.25	13.21	1 0.80					26.00	1 2.40	31.53	1 0.89	15.6	1 -0.31
341	8.26	1 -0.10	67.55	4 -1.16	13.11	1 -0.08	0.92	2 3.93			22.44	1 -1.96	30.37	1 0.05		
342	8.17	1 -0.59	68.66	2 0.72	13.08	1 -0.35					21.44	1 -3.18	29.86	1 -0.31	15.3	1 -0.62
343	8.26	1 -0.10	67.42	4 -1.39	13.09	1 -0.26	0.71	2 0.87			23.88	1 -0.19	30.69	1 0.29		
344	8.09	1 -1.02	67.08	2 -1.97	13.14	1 0.17										
345	8.03	1 -1.34	67.45	4 -1.34	13.35	1 2.06					26.07	1 2.48	29.38	1 -0.65		
346	8.38	1 0.53	68.62	4 0.65	13.28	1 1.43					24.13	2 0.11	30.53	2 0.17		
347	8.15	1 -0.70	67.06	2 -2.00	13.12	1 0.00										
348	8.35	1 0.37	68.01	2 -0.38	13.02	1 -0.89										
349	8.27	1 -0.05	68.48	4 0.41	13.15	1 0.26										
350	8.80	1 2.80	68.41	4 0.29	12.90	1 -1.97										
351	8.45	1 0.91			13.03	1 -0.80										
352	8.68	1 2.15	68.42	4 0.31	13.10	1 -0.17										
353	8.26	1 -0.10			12.91	1 -1.88	0.59	2 -0.87			23.25	1 -0.96	28.00	1 -1.66		
354	8.46	1 0.97	67.61	2 -1.06	13.07	1 -0.44			110.0	1 -1.50						
355	8.33	1 0.26	68.41	4 0.29	13.25	1 1.16										
356	8.68	1 2.15	68.42	4 0.31	13.05	1 -0.63			97.3	1 -2.50						
357	8.28	1 0.00	68.59	3 0.60	13.13	1 0.08	0.93	1 4.08	128.8	1 -0.01	25.70	1 2.03	30.40	1 0.07		
358	8.28	1 0.00	69.00	4 1.30	13.49	1 3.32					24.78	1 0.90	31.17	1 0.63	16.9	1 1.03
359	8.47	1 1.02	67.53	4 -1.20	13.18	1 0.53					23.27	1 -0.94	28.35	1 -1.40		
360	7.97	1 -1.67	68.53	4 0.50	13.05	1 -0.63										
361	8.34	1 0.32	68.95	2 1.22	13.07	1 -0.44										
362	8.28	1 0.00	68.28	3 0.07	13.14	1 0.17			143.1	1 1.11						
363	8.07	1 -1.13	68.96	2 1.23	13.13	1 0.08										
376	8.50	1 1.18	68.23	4 0.00	13.05	1 -0.63			133.6	1 0.36						
377	9.00	1 3.88	65.42	1 -4.80	12.98	1 -1.25										
378	8.59	1 1.67	68.14	4 -0.16	13.12	1 0.00	0.58	3 -1.02			19.20	1 -5.93	24.99	1 -3.84		
379	8.35	1 0.37	67.52	1 -1.22	13.15	1 0.26	0.69	1 0.58			24.44	1 0.49	31.37	1 0.78		
380	8.45	1 0.91	68.12	4 -0.19	13.20	1 0.71	0.63	2 -0.29								
381																
383																

注1: z-scoreの欄に下線を付したものは、絶対値が3以上のものである。

注2: 各試料のNo.欄は、分析法を示す。対応は以下のとおりである。

水分	粗たん白質	粗灰分	カドミウム	エトキシキン	銅	亜鉛
No. 分析方法	No. 分析方法	No. 分析方法	No. 分析方法	No. 分析方法	No. 分析方法	No. 分析方法
1 飼料分析基準	1 硫酸標準液 吸収法	1 飼料分析基準	1 溶媒抽出法	1 HPLC法	1 飼料分析基準	1 飼料分析基準
2 水分測定器	2 ホウ酸溶液 吸収法	2 その他	2 簡易法	2 その他	2 その他	2 その他
3 その他	3 燃焼法	5 不明	3 その他	5 不明	5 不明	5 不明
5 不明	4 自動分析機		5 不明			
	5 その他					
	6 不明					

クエン酸モランテル

No. 分析方法

1 HPLC法

2 その他

5 不明

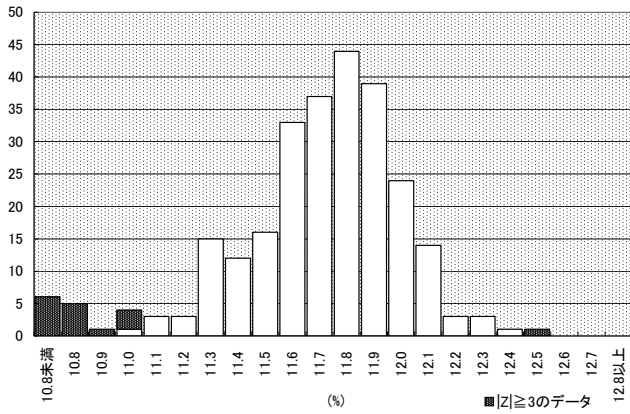


図 1 水分の分析成績 (A 試料)

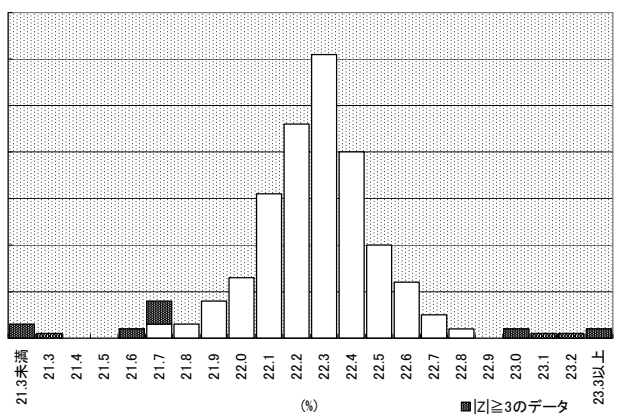


図 2 粗たん白質の分析成績 (A 試料)

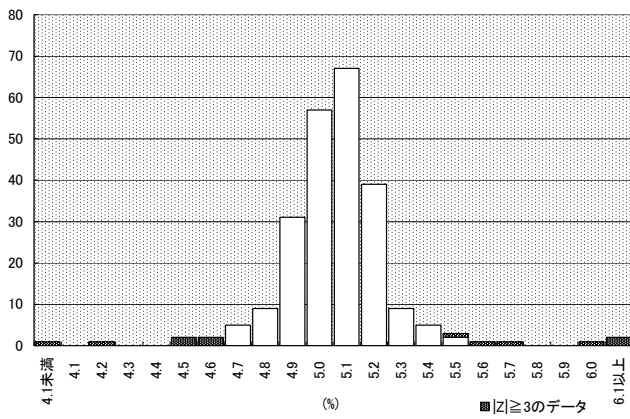


図 3 粗脂肪の分析成績 (A 試料)

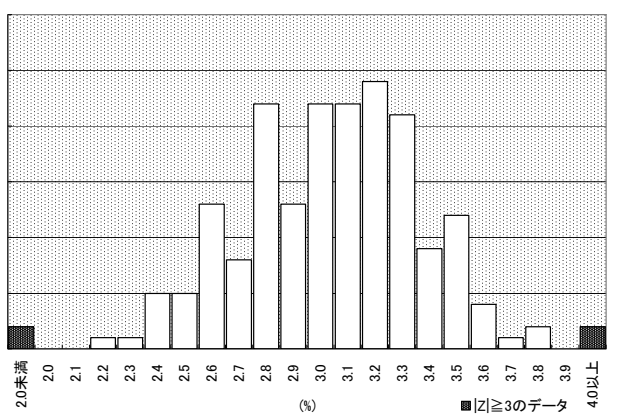


図 4 粗繊維の分析成績 (A 試料)

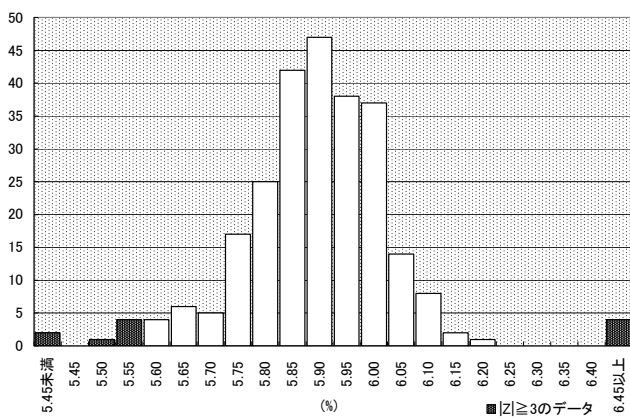


図 5 粗灰分の分析成績 (A 試料)

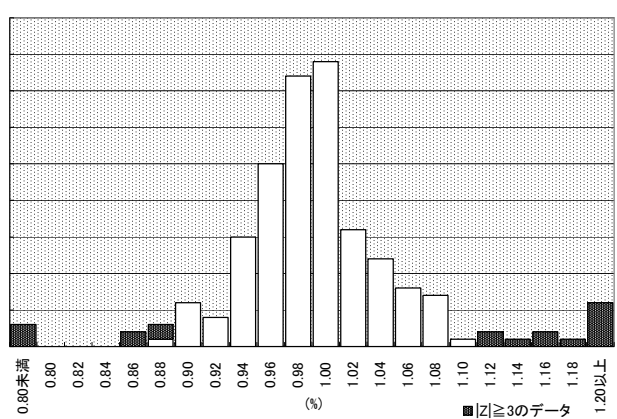


図 6 カルシウムの分析成績 (A 試料)

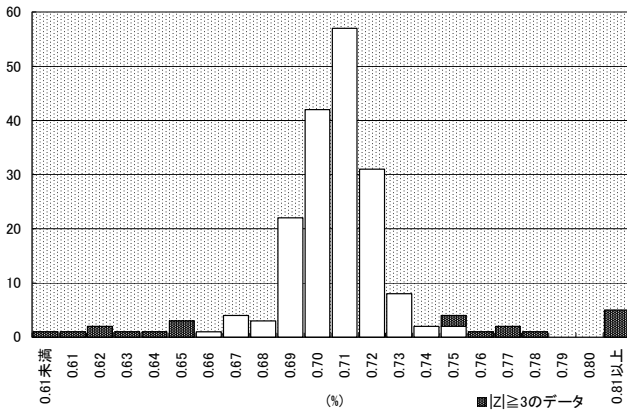


図7 リンの分析成績 (A 試料)

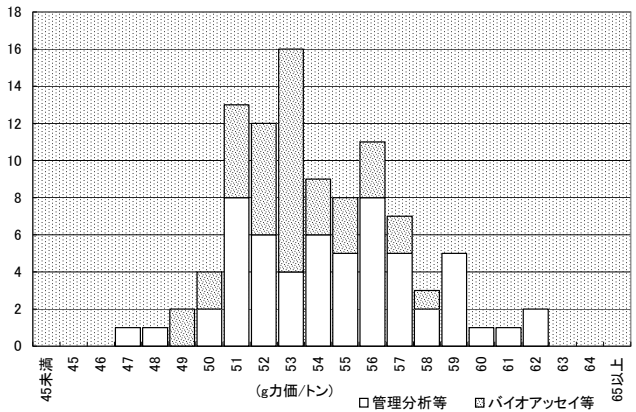


図8 サリノマイシンナトリウムの分析成績 (A 試料)

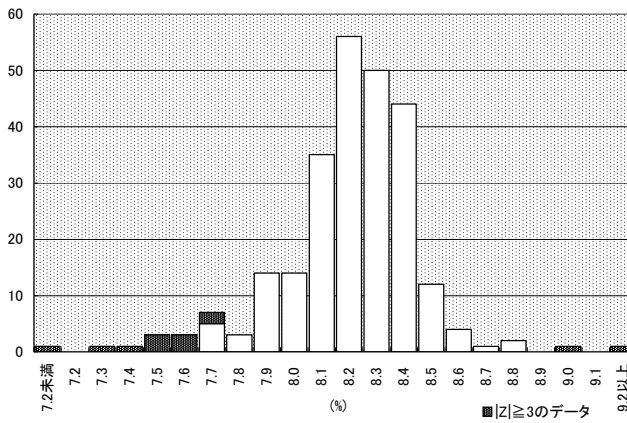


図9 水分の分析成績 (B 試料)

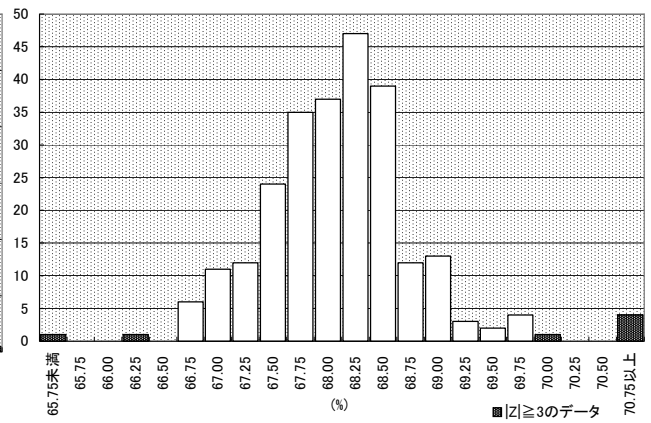


図10 粗たん白質の分析成績 (B 試料)

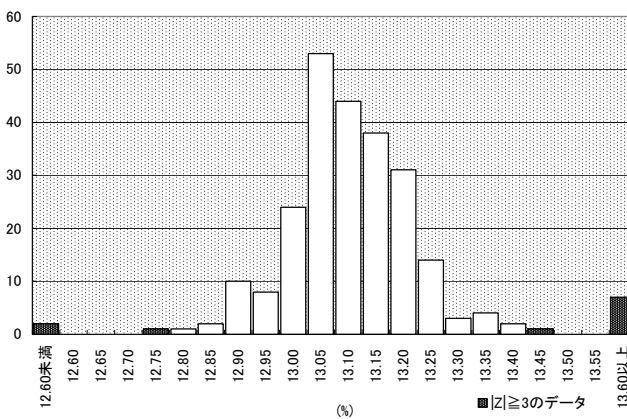


図11 粗灰分の分析成績 (B 試料)

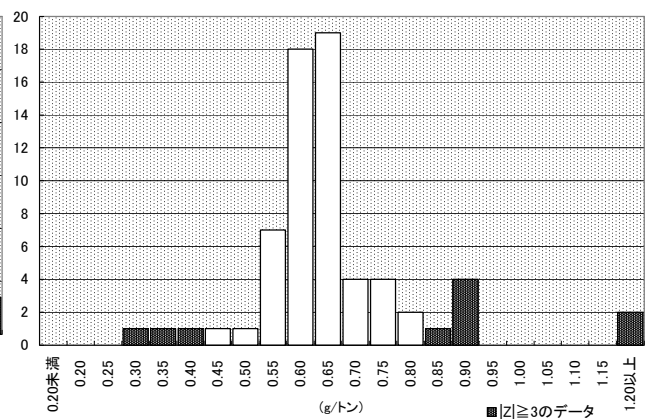


図12 カドミウムの分析成績 (B 試料)

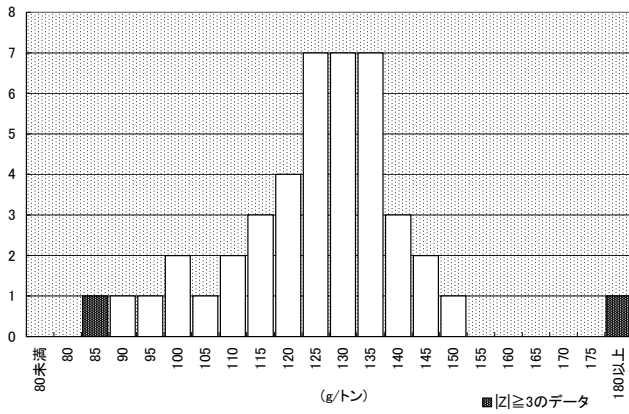


図 13 エトキシキンの分析成績 (B 試料)

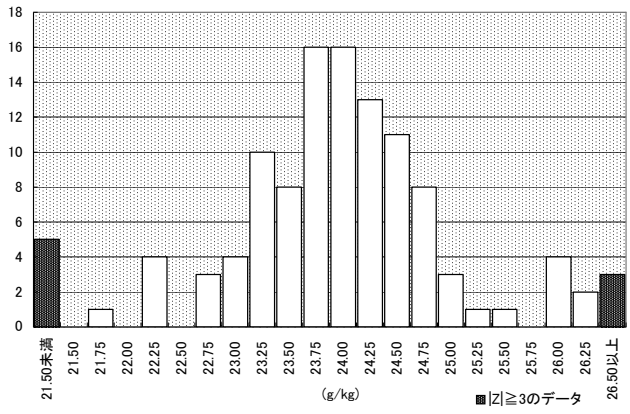


図 14 銅の分析成績 (D 試料)

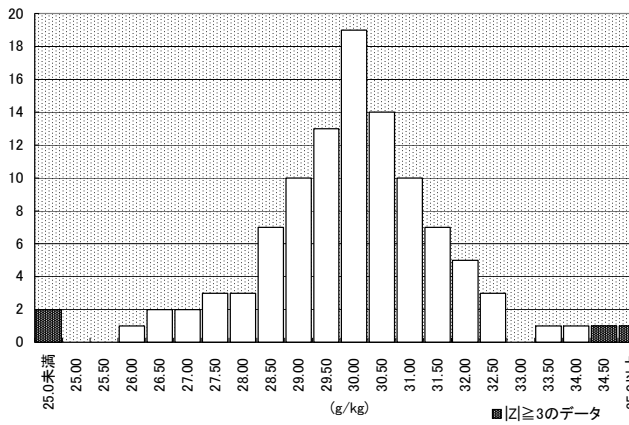


図 15 亜鉛の分析成績 (D 試料)

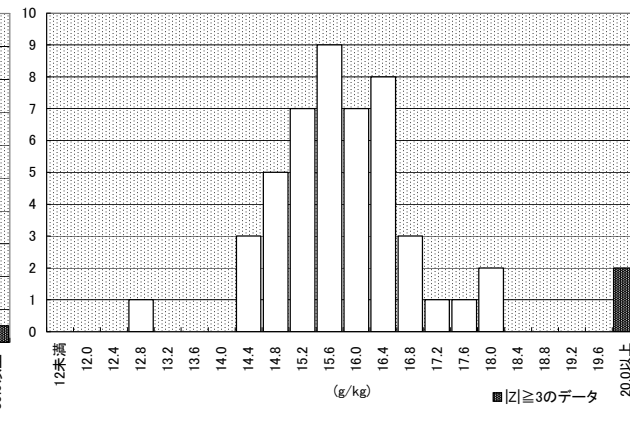


図 16 クエン酸モランテルの分析成績 (D 試料)

表 6 A 試料の解析結果

区分 <sup>注1</sup>	水分	粗たん白質	粗脂肪	粗繊維	粗灰分
データ数	264	261	236	189	257
1 中央値	11.79	22.33	5.12	3.10	5.92
1 下限境界値 <sup>注2</sup>	11.06	21.75	4.68	2.05	5.59
1 上限境界値	12.52	22.91	5.56	4.15	6.25
2 平均值	11.78	22.32	5.11	3.08	5.92
2 95%信頼区間	11.75~11.81	22.30~22.35	5.09~5.12	3.04~3.13	5.90~5.93

区分	カルシウム	リン	SL (管理分析等) <sup>注3</sup>	SL (HPLC等) <sup>注4</sup>
データ数	190	192	57	39
1 中央値	1.000	0.710	55.1	53.2
1 下限境界値 <sup>注2</sup>	0.882	0.666	44.2	48.2
1 上限境界値	1.117	0.754	66.0	58.2
2 平均值	0.999	0.710	55.0	53.4
2 95%信頼区間	0.993~1.005	0.708~0.712	54.1~55.9	52.7~54.0

注 1 区分 1 の数値は報告のあったデータから算出した結果であり、区分 2 は区分 1 で算出した  $z$ -スコアの絶対値が 3 以上のデータを除外して算出した結果である。

2  $z$ -スコアの絶対値が 3 の境界値である。

3 SL (管理分析等) は、サリノマイシンナトリウムの管理分析及びフローインジェクション法を集計した結果である。

4 SL (HPLC 等) は、サリノマイシンナトリウムの HPLC 法及びバイオアッセイを集計した結果である。

表 7 B 試料の解析結果

区分 <sup>注1</sup>	水分	粗たん白質	粗灰分	カドミウム	エトキシキン
データ数	253	252	245	66	43
1 中央値	8.28	68.24	13.12	0.65	129.0
1 下限境界値 <sup>注2</sup>	7.72	66.48	12.79	0.44	91.1
1 上限境界値	8.84	69.99	13.45	0.86	166.9
2 平均值	8.27	68.20	13.12	0.65	127.2
2 95%信頼区間	8.25~8.30	68.12~68.28	13.11~13.13	0.63~0.67	123.1~131.3

注 1 区分 1 の数値は報告のあったデータから算出した結果であり、区分 2 は区分 1 で算出した  $z$ -スコアの絶対値が 3 以上のデータを除外して算出した結果である。

2  $z$ -スコアの絶対値が 3 の境界値である。



表 8 D 試料の解析結果

区 分 <sup>注1</sup>	銅	亜鉛	クエン酸モランテル
データ数	113	105	49
1 中央値	24.04	30.29	15.9
1 下限境界値 <sup>注2</sup>	21.59	26.15	13.0
1 上限境界値	26.49	34.43	18.8
2 平均値	24.11	30.18	15.9
2 95%信頼区間	23.95~24.27	29.90~30.47	15.7~16.2

注 1 区分 1 の数値は報告のあったデータから算出した結果であり，区分 2 は区分 1 で算出した z-スコアの絶対値が 3 以上のデータを除外して算出した結果である。

2 z-スコアの絶対値が 3 の境界値である。

表 9 原料別検出状況

原料名	配合割合 (%)	試験室数					不検出	検出率 (%)
		検出						
		多量	中量	少量	検出のみ	計		
とうもろこし	30	150	0	0	0	150	0	100
ふすま	10	30	95	9	0	134	16	89
米ぬか	10	1	51	40	0	92	58	61
ごま油かす	10	7	63	18	0	88	62	59
ビートパルプ	10	11	71	25	0	107	43	71
魚粉	9	3	84	52	0	139	11	93
大豆油かす	8	17	86	34	0	137	13	91
コーングルテンミール	8	12	98	26	0	136	14	91
りん酸カルシウム	3	0	0	98	0	98	52	65
食塩	2	1	2	138	1	142	8	95

表 10 配合したもの以外に検出と報告された原料

検出物名	多量	中量	少量	検出のみ	計
あまに油かす	0	8	2	0	10
アルファルファミール	0	1	3	0	4
えん麦	0	1	2	0	3
大麦	1	6	3	0	10
かき殻	0	0	1	0	1
かに殻粉末	0	0	4	1	5
カポック油かす	1	8	0	0	9
キャッサバ	0	2	1	0	3
玄米	0	0	2	0	2
コーングルテンフィード	0	3	4	0	7
小麦	8	16	19	0	43
小麦粉	0	0	2	0	2
サフラワー油かす	0	1	3	0	4
スクリーニングペレット	0	0	1	0	1
精白米	0	2	1	0	3
ゼオライト	0	0	2	0	2
炭酸カルシウム	0	1	25	0	26
チキンミール	1	6	5	0	12
なたね油かす	4	20	17	0	41
肉骨粉	0	4	6	0	10
ビールかす	0	2	1	0	3
フェザーミール	0	1	3	0	4
ホミニーフード	1	0	1	0	2
マイロ	1	11	10	0	22
麦ぬか	0	0	1	0	1
綿実油かす	0	2	5	0	7
やし油かす	2	13	5	0	20
ライ麦	2	9	4	0	15

## 8 ま と め

### (1) A 試料 (幼すう育成用配合飼料)

#### 1) 水 分

264 試験室から分析値の報告があり、ロバスト法による  $z$ -スコアの絶対値が 3 以上になったデータは 16 件であった。  $z$ -スコアの絶対値が 3 以上のデータを除いた平均値が 11.78 %、95 %信頼区間が 11.75~11.81 %であった。

なお、集計されたデータの中の各分析方法による解析結果は以下のとおりであった。

飼料分析基準による試験では、データ数が 253 件、平均値が 11.72 %、標準偏差が 0.37 % 及び相対標準偏差が 3.2 %であった。

水分測定器を使用した試験では、データ数が 5 件、平均値が 11.84 %、標準偏差が 0.16 % 及び相対標準偏差が 1.4 %であった。

その他の方法 (近赤外分析法等) によるデータ数が 4 件あった。

#### 2) 粗たん白質

261 試験室から分析値の報告があり、ロバスト法による  $z$ -スコアの絶対値が 3 以上になったデータは 17 件であった。  $z$ -スコアの絶対値が 3 以上のデータを除いた平均値が 22.32 %、95 %信頼区間が 22.30~22.35 %であった。

なお、集計されたデータの中の各分析方法による解析結果は以下のとおりであった。

硫酸標準液吸収法による試験では、データ数が 31 件、平均値が 22.02 %、標準偏差が 1.42 % 及び相対標準偏差が 6.4 %であった。

ほう酸溶液吸収法による試験では、データ数が 56 件、平均値が 22.32 %、標準偏差が 0.28 % 及び相対標準偏差が 1.2 %であった。

燃焼法による試験では、データ数が 21 件、平均値が 24.32 %、標準偏差が 8.59 % 及び相対標準偏差が 35.3 %であった。

自動分析機を使用した試験では、データ数が 149 件、平均値が 22.29 %、標準偏差が 0.26 % 及び相対標準偏差が 1.2 %であった。

その他の方法 (近赤外分析法等) によるデータ数が 3 件あった。

#### 3) 粗脂肪

236 試験室から分析値の報告があり、ロバスト法による  $z$ -スコアの絶対値が 3 以上になったデータは 12 件であった。  $z$ -スコアの絶対値が 3 以上のデータを除いた平均値が 5.11 %、95 %信頼区間が 5.09~5.12 %であった。

なお、集計されたデータの中の各分析方法による解析結果は以下のとおりであった。

飼料分析基準による試験では、データ数が 166 件、平均値が 5.14 %、標準偏差が 0.22 % 及び相対標準偏差が 4.3 %であった。

自動分析機を使用した試験では、データ数が 65 件、平均値が 5.04 %、標準偏差が 0.23 % 及び相対標準偏差が 4.5 %であった。

その他の方法 (近赤外分析法等) によるデータ数が 3 件あった。

## 4) 粗繊維

189 試験室から分析値の報告があり、ロバスト法による  $z$ -スコアの絶対値が 3 以上になったデータは 4 件であった。  $z$ -スコアの絶対値が 3 以上のデータを除いた平均値が 3.08 %、95 %信頼区間が 3.04~3.13 %であった。

なお、集計されたデータの中の各分析方法による解析結果は以下のとおりであった。

飼料分析基準・静置法による試験では、データ数が 28 件、平均値が 2.97 %、標準偏差が 0.43 %及び相対標準偏差が 14.6 %であった。

飼料分析基準・ろ過法による試験では、データ数が 112 件、平均値が 3.02 %、標準偏差が 0.39 %及び相対標準偏差が 12.8 %であった。

自動分析機を使用した試験では、データ数が 45 件、平均値が 3.32 %、標準偏差が 0.24 %及び相対標準偏差が 7.2 %であった。

その他の方法(近赤外分析法等)によるデータ数が 3 件あった。

## 5) 粗灰分

257 試験室から分析値の報告があり、ロバスト法による  $z$ -スコアの絶対値が 3 以上になったデータは 11 件であった。  $z$ -スコアの絶対値が 3 以上のデータを除いた平均値が 5.92 %、95 %信頼区間が 5.90~5.93 %であった。

なお、集計されたデータの中の各分析方法による解析結果は以下のとおりであった。

飼料分析基準による分析では、データ数が 249 件、平均値が 5.92 %、標準偏差が 0.15 %及び相対標準偏差が 2.5 %であった。

その他の方法（近赤外分析法等）によるデータ数が 6 件あった。

## 6) カルシウム

190 試験室から分析値の報告があり、ロバスト法による  $z$ -スコアの絶対値が 3 以上になったデータは 19 件であった。  $z$ -スコアの絶対値が 3 以上のデータを除いた平均値が 0.999 %、95 %信頼区間が 0.993~1.005 %であった。

なお、集計されたデータの中の各分析方法による解析結果は以下のとおりであった。

シュウ酸アンモニウム法による分析では、データ数が 36 件、平均値が 1.005 %、標準偏差が 0.11 %及び相対標準偏差が 10.5 %であった。

原子吸光光度法による分析では、データ数が 145 件、平均値が 1.010 %、標準偏差が 0.08 %及び相対標準偏差が 7.9 %であった。

その他の方法（キレート滴定法等）によるデータ数が 8 件あった。

## 7) リン

192 試験室から分析値の報告があり、ロバスト法による  $z$ -スコアの絶対値が 3 以上になったデータは 20 件であった。  $z$ -スコアの絶対値が 3 以上のデータを除いた平均値が 0.710 %、95 %信頼区間が 0.708~0.712 %であった。

なお、集計されたデータの中の各分析方法による解析結果は以下のとおりであった。

飼料分析基準による試験では、データ数が 183 件、平均値が 0.724 %、標準偏差が 0.12 %及び相対標準偏差が 16.9 %であった。

その他の方法（ICP 等）によるデータ数が 8 件あった。

#### 8) サリノマイシンナトリウム

今回の試験ではサリノマイシンナトリウム無添加試料の配布がなく、その差を差し引くことになっていないため、管理分析及びフローインジェクションによる試験と HPLC 及びバイオアッセイによる試験とで差が生じることが考えられ、両者を分けて集計した。

管理分析及びフローインジェクションによる試験では、57 試験室から分析値の報告があり、ロバスト法による  $z$ -スコアの絶対値が 3 以上になったデータはなかった。平均値が 55.0g(力価)/トン、95 %信頼区間が 54.1~55.9 g(力価)/トンであった。

HPLC 及びバイオアッセイによる試験では、39 試験室から分析値の報告があり、ロバスト法による  $z$ -スコアの絶対値が 3 以上のデータはなかった。 $z$ -スコアの絶対値が 3 以上のデータを除いた平均値が 53.8 g(力価)/トン、95 %信頼区間が 52.7~54.0 g(力価)/トンであった。

なお、集計されたデータの中の各分析方法による解析結果は以下のとおりであった。

管理分析法による試験では、データ数が 46 件、平均値が 55.1 g(力価)/トン、標準偏差が 3.68 g(力価)/トン及び相対標準偏差が 6.7 %であった。

フローインジェクション法による試験では、データ数が 10 件、平均値が 54.8 g(力価)/トン、標準偏差が 2.2 g(力価)/トン及び相対標準偏差が 4.0 %であった。

HPLC 法による試験では、データ数が 32 件、平均値が 53.5 g(力価)/トン、標準偏差が 2.1 g(力価)/トン及び相対標準偏差が 3.9 %であった。

バイオアッセイによる試験では、データ数が 7 件、平均値が 52.6g(力価)/トン、標準偏差が 2.0g(力価)/トン及び相対標準偏差が 3.8 %であった。

### (2) B 試料（魚粉）

#### 1) 水分

253 試験室から分析値の報告があり、ロバスト法による  $z$ -スコアの絶対値が 3 以上になったデータは 13 件であった。 $z$ -スコアの絶対値が 3 以上のデータを除いた平均値が 8.27 %、95 %信頼区間が 8.25~8.30 %であった。

なお、集計されたデータの中の各分析方法による解析結果は以下のとおりであった。

飼料分析基準による試験では、データ数が 242 件、平均値が 8.25 %、標準偏差が 0.25 %及び相対標準偏差が 3.0 %であった。

水分測定器を用いた試験では、データ数が 4 件、平均値が 8.79 %、標準偏差が 0.81 %及び相対標準偏差が 9.2 %であった。

その他の方法（近赤外分析法）によるデータ数が 3 件あった。

#### 2) 粗たん白質

252 試験室から分析値の報告があり、ロバスト法による  $z$ -スコアの絶対値が 3 以上になったデータは 7 件であった。 $z$ -スコアの絶対値が 3 以上のデータを除いた平均値が 68.20 %、95 %信頼区間が 68.12~68.28 %であった。

なお、集計されたデータの中の各分析方法による解析結果は以下のとおりであった。

飼料分析基準・硫酸標準液吸収法による試験では、データ数が 29 件、平均値が 68.13 %、

標準偏差が 0.80 % 及び相対標準偏差が 1.2 % であった。

飼料分析基準・ホウ酸溶液吸収法による試験では、データ数が 49 件、平均値が 68.04 %、標準偏差が 0.65 % 及び相対標準偏差が 1.0 % であった。

飼料分析基準・燃焼法による試験では、データ数が 21 件、平均値が 68.84 %、標準偏差が 2.28 % 及び相対標準偏差が 3.3 % であった。

自動分析機を用いた試験では、データ数が 145 件、平均値が 68.18 %、標準偏差が 0.55 % 及び相対標準偏差が 0.8 % であった。

その他の方法（近赤外分析法）によるデータ数が 3 件あった。

### 3) 粗灰分

245 試験室から分析値の報告があり、ロバスト法による  $z$ -スコアの絶対値が 3 以上になったデータは 11 件であった。 $z$ -スコアの絶対値が 3 以上のデータを除いた平均値が 13.12 %、95 % 信頼区間が 13.11~13.13 % であった。

なお、集計されたデータの中の各分析方法による解析結果は以下のとおりであった。

飼料分析基準による試験では、データ数が 237 件、平均値が 13.17 %、標準偏差が 0.48 % 及び相対標準偏差が 3.7 % であった。

その他の方法（実施要領とは異なる灰化方法等）によるデータ数が 4 件あった。

### 4) カドミウム

66 試験室から分析値の報告があり、ロバスト法による  $z$ -スコアの絶対値が 3 以上になったデータは 10 件であった。 $z$ -スコアの絶対値が 3 以上のデータを除いた平均値が 0.65 mg/kg、95 % 信頼区間が 0.63~0.67 mg/kg であった。

なお、集計されたデータの中の各分析方法による解析結果は以下のとおりであった。

溶媒抽出法による試験では、データ数が 26 件、平均値が 0.70 mg/kg、標準偏差が 0.15 mg/kg 及び相対標準偏差が 21.3 % であった。

簡易法による試験では、データ数が 35 件、平均値が 0.66 mg/kg、標準偏差が 0.16 mg/kg 及び相対標準偏差が 23.9 % であった。

その他の方法(ICP 法等)によるデータ数が 5 件あった。

### 5) エトキシキン

43 試験室から分析値の報告があり、ロバスト法による  $z$ -スコアの絶対値が 3 以上になったデータは 2 件であった。 $z$ -スコアの絶対値が 3 以上のデータを除いた平均値が 127.2 mg/kg、95 % 信頼区間が 123.1~131.3 mg/kg であった。

なお、分析方法はすべて飼料分析基準（HPLC 法）による試験であった。

## (3) D 試料（プレミックス）

### 1) 銅

113 試験室から分析値の報告があり、ロバスト法による  $z$ -スコアの絶対値が 3 以上になったデータは 8 件であった。 $z$ -スコアの絶対値が 3 以上のデータを除いた平均値が 24.11 g/kg、95 % 信頼区間が 23.95~24.27 g/kg であった。

なお、集計されたデータの中の各分析方法による解析結果は以下のとおりであった。

飼料分析基準による試験では、データ数が 109 件、平均値が 23.98 g/kg、標準偏差が 1.50 g/kg 及び相対標準偏差が 6.3 %であった。

その他の方法（ICP 法等）によるデータ数が 3 件あった。

## 2) 亜鉛

105 試験室から分析値の報告があり、ロバスト法による  $z$ -スコアの絶対値が 3 以上になったデータは 4 件であった。 $z$ -スコアの絶対値が 3 以上のデータを除いた平均値が 30.18 g/kg、95 %信頼区間が 29.90~30.47 g/kg であった。

なお、集計されたデータの中の各分析方法による解析結果は以下のとおりであった。

飼料分析基準による試験では、データ数が 102 件、平均値が 30.15 g/kg、標準偏差が 2.03g/kg 及び相対標準偏差が 6.7 %であった。

その他の方法（ICP 法等）によるデータ数が 3 件あった。

## 3) クエン酸モランテル

49 試験室から分析値の報告があり、ロバスト法による  $z$ -スコアの絶対値が 3 以上になったデータは 2 件であった。 $z$ -スコアの絶対値が 3 以上のデータを除いた平均値が 15.9g/kg、95 %信頼区間が 15.7~16.2 g/kg であった。

なお、分析方法はすべて飼料分析基準（HPLC 法）による試験であった。

## (4) C 試料（鑑定用試料）

### 鑑 定

10 種類の配合された原料の検出とその配合割合の推定を行うこととした。150 試験室より報告があり、配合した 10 種類の他に 28 種類の原料が報告された。

配合した原料について、とうもろこし（配合率 30 %）では、150 試験室（検出率 100 %）から報告があり、そのすべてが多量（15 %以上，以下同じ）との報告であった。

ふすま（配合率 10 %）では、134 試験室（検出率 89 %）から報告があり、その内訳は多量と報告した試験室が 30，中量（5 %以上~15 %未満，以下同じ。）と報告した試験室が 95，少量（1 %以上~5 %未満，以下同じ。）と報告した試験室が 9 であった。

米ぬか（配合率 10 %）では、92 試験室（検出率 61 %）から報告があり、その内訳は多量と報告した試験室が 1，中量と報告した試験室が 51，少量と報告した試験室が 40 であった。

ごま油かす（配合率 10 %）では、88 試験室（検出率 59 %）から報告があり、その内訳は多量と報告した試験室が 7，中量と報告した試験室が 63，少量と報告した試験室が 18 であった。

ビートパルプ（配合率 10 %）では、107 試験室（検出率 71 %）から報告があり、その内訳は多量と報告した試験室が 11，中量と報告した試験室が 71，少量と報告した試験室が 25 であった。

魚粉（配合率 9 %）では、139 試験室（検出率 93 %）から報告があり、その内訳は多量と報告した試験室が 3，中量と報告した試験室が 84，少量と報告した試験室が 52 であった。

大豆油かす（配合率 8 %）では、137 試験室（検出率 91 %）から報告があり、その内訳は

多量と報告した試験室が 17, 中量と報告した試験室が 86, 少量と報告した試験室が 34 であった。

コーングルテンミール (配合率 8 %) では, 136 試験室 (検出率 91 %) から報告があり, その内訳は多量と報告した試験室が 12, 中量と報告した試験室が 98, 少量と報告した試験室が 26 であった。

りん酸カルシウム (配合率 3 %) では, 98 試験室 (検出率 65 %) から報告があり, そのすべてが少量との報告であった。

食塩 (配合率 2 %) では, 142 試験室 (検出率 95 %) から報告があり, その内訳は多量と報告した試験室が 1, 中量と報告した試験室が 2, 少量と報告した試験室が 138, 検出したものの量の報告がなかった試験室が 1 であった。

誤って検出したものについては, 小麦が最も多く, 43 試験室から報告があった。次いで, なたね油かすが 41 試験室, 炭酸カルシウム 26 試験室, マイロが 22 試験室の順で多く報告された。

## 文 献

- 1) Michael Thompson, Roger Wood: Pure Appl. Chem., 65, 2123 (1993).



(参考)

## 第 33 回飼料等の共通試料による分析鑑定実施要領

### 1. 目的

飼料検査指導機関，飼料・飼料添加物業者，民間分析機関等を対象に飼料等の共通試料による分析鑑定を行い，分析及び鑑定技術の維持向上を図り，併せて分析誤差を把握し，飼料等の適正な製造及び品質管理の実施に資する。

### 2. 共通試料の内容

- A 試料…幼すう育成用配合飼料
- B 試料…魚 粉
- C 試料…鑑定用飼料原料調製試料
- D 試料…子豚育成用プレミックス

### 3. 分析・鑑定項目

- A 試料・・・水分，粗たん白質，粗脂肪，粗繊維，粗灰分，カルシウム，リン及びサリノマイシンナトリウム
- B 試料・・・水分，粗たん白質，粗灰分，カドミウム及びエトキシキン
- C 試料・・・10 種類の原料の配合割合の推定
- D 試料・・・銅，亜鉛及びクエン酸モランテル

### 4. 分析・鑑定要領

- (1) 試料の分析・鑑定方法は，「飼料分析基準」（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）に定める方法及び「サリノマイシンナトリウム又はモネンシンナトリウムを含む飼料の管理方法」（飼料及び飼料添加物の成分規格等に関する省令の一部を改正する省令等の施行について（昭和 53 年 9 月 5 日付け 53 畜 B 第 2173 号農林水産省畜産局長通知）の別記）に準拠してください。  
なお，参考までに分析法を添付します。  
また，各分析方法の末尾に，分析試料採取量等の一例を記載しました。
- (2) 上記 3. に示した分析・鑑定項目のうち，各試験室において実施可能な項目（1 項目でも可）について分析・鑑定を行い，報告してください。
- (3) サリノマイシンナトリウムについて，微生物学的定量法による分析が可能な試験室は，参考までに，微生物学的定量法により分析を実施するようお願いします。
- (4) B 試料のエトキシキンの分析における標準品は，今回配布されたものを使用してください。（当該標準品は冷蔵庫に保管してください。）
- (5) 分析試料は冷蔵庫に保管し，使用する際には常温に戻してから供試してください。
- (6) 複数の方法（例えば粗たん白質におけるケルダール法及び燃焼法）で分析した場合は各々のデータを報告してください。

## 5. 分析鑑定成績の報告

(1) 報告は、別添の「第 33 回飼料等の共通試料による分析鑑定成績報告書」の様式により、分析又は鑑定を実施した項目について記載し、報告してください。

(2) 分析値は、水分、粗たん白質、粗脂肪、粗繊維、粗灰分、カルシウム及びリンについては%で、サリノマイシンナトリウムについては g(力価)/トンで、銅、亜鉛及びクエン酸モランテルについては g/kg で、カドミウム、エトキシキンについては g/トンで表してください。

水分、粗たん白質、粗脂肪、粗繊維、粗灰分、カドミウム、銅及び亜鉛の分析値は小数点以下第 3 位を四捨五入して同第 2 位まで、カルシウム及びリンの分析値は小数点以下第 4 位を四捨五入して同第 3 位まで、サリノマイシンナトリウム、エトキシキン及びクエン酸モランテルの分析値は小数点以下第 2 位を四捨五入して同第 1 位まで記入してください。

分析方法及び使用した分析機器等を備考欄の該当する番号に○印を付し、その詳細を様式に従って記載してください。

また、分析上の特記事項があれば、その旨も記載してください。

なお、参考のため、クエン酸モランテル及びエトキシキンについては、標準液及び試料溶液のクロマトグラムを各 1 葉添付してください。

(3) 鑑定成績は、検出物欄に検出した原料名を分析鑑定成績報告書 (4) の語群から選んで記入し、推定される配合割合は、多量 (15 %以上)、中量 (5 %以上~15 %未満) 及び少量 (1 %以上~5 %未満) 欄に○印を付してください。1 %未満と推定される検出物は、検出物欄に記入しないでください。なお、C 試料には 10 種類の原料が配合されています。

検出方法は、該当する番号に○印を付してください。(複数可)

(4) 一部の成分を別の事業所(研究所等)で実施した場合は、その事業所名を備考欄に記入してください。

(5) 報告書の提出期限及び送付先

平成 20 年 10 月 10 日 (金)

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 飼料鑑定第一課 (担当: 高橋亜紀子)

〒330-9731 埼玉県さいたま市中央区新都心 2-1 さいたま新都心合同庁舎検査棟

TEL: 048-601-1177

FAX: 048-601-1179

e-mail: akiko\_takahashi@nm.famic.go.jp

### 第 33 回飼料等の共通試料による分析鑑定成績報告書 (様式)

試験室名 \_\_\_\_\_

担当者 \_\_\_\_\_

TEL \_\_\_\_\_

(1) A 試料 分析成績

試料番号 \_\_\_\_\_

分析成分名	分析値	備 考
水分	(%)	1.飼料分析基準 2.水分測定器 (メーカー) (型式) 3.その他の方法 ( )
粗たん白質	(%)	1.飼料分析基準 (硫酸標準液吸収法) 2.飼料分析基準 (ホウ酸溶液吸収法) 3.飼料分析基準 (燃焼法) (メーカー) (型式) 4.自動分析機 (メーカー) (型式) 5.その他の方法 ( )
粗脂肪	(%)	1.飼料分析基準 2.自動分析機 (メーカー) (型式) 3.その他の方法 ( )
粗繊維	(%)	1.飼料分析基準 (静置法) 2.飼料分析基準 (ろ過法) 3.自動分析機 (メーカー) (型式) 4.その他の方法 ( )
粗灰分	(%)	1.飼料分析基準 2.その他の方法 ( )
カルシウム	(%)	1.飼料分析基準 (シュウ酸アンモニウム法) 2.飼料分析基準 (原子吸光光度法) 3.その他の方法 ( )
リン	(%)	1.飼料分析基準 2.その他の方法 ( )
サリノマイ シンナトリ ウム	(g(カ匁)/トン)	1.迅速定量法 2.迅速定量法 (フローインジェクション法) 3.HPLC法 (参考) (g(カ匁)/トン) H P L C (メーカー名) (型式) 検出器 (メーカー名) (型式) カラム (メーカー名) (型式) (内径 mm, 長さ mm, 粒度 μm) 4.微生物学的定量法 (参考) (g(カ匁)/トン)

## (2) B 試料 分析成績

試料番号 \_\_\_\_\_

分析成分名	分析値	備 考
水分	(%)	1.飼料分析基準 2.水分測定機 (メーカー) (型式) 3.その他の方法 ( )
粗たん白質	(%)	1.飼料分析基準 (硫酸標準液吸収法) 2.飼料分析基準 (ホウ酸溶液吸収法) 3.飼料分析基準 (燃焼法) (メーカー) (型式) 4.自動分析装置 (メーカー) (型式) 5.その他の方法 ( )
粗灰分	(%)	1.飼料分析基準 2.その他の方法 ( )
カドミウム	(g/ト)	1.飼料分析基準 (溶媒抽出法) 2.飼料分析基準 (簡易法) 3.その他の方法 ( )
エトキシキン	(g/ト)	1.飼料分析基準 測定条件 H P L C (メーカー名) (型式) 検出器 (メーカー名) (型式) カラム (メーカー名) (型式) (内径 mm, 長さ mm, 粒度 $\mu\text{m}$ ) 2.その他の方法 ( )

## (3) D 試料 分析成績

試料番号 \_\_\_\_\_

分析成分名	分析値	備 考
銅	(g/kg)	1.飼料分析基準 2.その他の方法 ( )
亜鉛	(g/kg)	1.飼料分析基準 2.その他の方法 ( )
クエン酸 モランテル	(g/kg)	1.飼料分析基準 測定条件 H P L C (メーカー名) (型式) 検出器 (メーカー名) (型式) カラム (メーカー名) (型式) (内径 mm, 長さ mm, 粒度 $\mu\text{m}$ ) 2.その他の方法 ( )

(4) C 試料 鑑定成績

試料番号 \_\_\_\_\_

検出物 <small>(語群から選択してください)</small>	配合割合	検出方法
	多量 中量 少量	1:肉眼 2:酸処理 3:アルカリ処理 4:その他 ( )
	多量 中量 少量	1:肉眼 2:酸処理 3:アルカリ処理 4:その他 ( )
	多量 中量 少量	1:肉眼 2:酸処理 3:アルカリ処理 4:その他 ( )
	多量 中量 少量	1:肉眼 2:酸処理 3:アルカリ処理 4:その他 ( )
	多量 中量 少量	1:肉眼 2:酸処理 3:アルカリ処理 4:その他 ( )
	多量 中量 少量	1:肉眼 2:酸処理 3:アルカリ処理 4:その他 ( )
	多量 中量 少量	1:肉眼 2:酸処理 3:アルカリ処理 4:その他 ( )
	多量 中量 少量	1:肉眼 2:酸処理 3:アルカリ処理 4:その他 ( )
	多量 中量 少量	1:肉眼 2:酸処理 3:アルカリ処理 4:その他 ( )
	多量 中量 少量	1:肉眼 2:酸処理 3:アルカリ処理 4:その他 ( )

多量…15%以上, 中量…5%以上~15%未満, 少量…1%以上~5%未満

注) 10 種類の原料が配合されています。

-----  
**検出物の語群**

大麦	えん麦	ライ麦	小麦	小麦粉
とうもろこし	マイロ	玄米	精白米	キャッサバ
ふすま	麦ぬか	米ぬか	ビールかす	コーングルテンフィード
スクリーニングペレット	ホミニーフード	コーングルテンミール	あまに油かす	サフラワー油かす
なたね油かす	綿実油かす	やし油かす	ごま油かす	大豆油かす
カポック油かす	肉骨粉	フェザーミール	チキンミール	魚粉
アルファルファミール	ビートパルプ	かに殻粉末	かき殻	ゼオライト
食塩	炭酸カルシウム	リン酸カルシウム		

-----

(5) 来年度の実施項目等「飼料等の共通試料による分析鑑定」に関して、意見、質問、要望等があれば記入してください。(別紙でも可)