

技術レポート

2 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法の妥当性確認 ～デルタメトリン異性体への適用～

松尾 信吾^{*1}, 榊原 良成^{*2}Validation Study on Analyte Expansion to the Simultaneous Determination Method of Pesticides
in Feed by GC-MS for α -R-Deltamethrin and *trans*-DeltamethrininShingo MATSUO^{*1} and Yoshinari SAKAKIBARA^{*2}^{*1} Food and Agricultural Materials Inspection Center, Kobe Regional Center,^{*2} Food and Agricultural Materials Inspection Center, Kobe Regional Center
(Now Fukuoka Regional Center))

1 緒 言

デルタメトリンは、ピレスロイド系殺虫剤であり、神経膜のイオン透過性を阻害し、殺虫効果を示すと考えられており、また、同様のピレスロイド系殺虫剤トラロメトリンの代謝物でもある¹⁾。日本国内では農薬登録されていないが、海外では穀類、果樹、野菜等に広く使用されている。飼料中のデルタメトリンの基準値は、トラロメトリンとの総和として、穀類（えん麦、大麦、小麦、とうもろこし、マイロ及びライ麦）中で 1 mg/kg、牧草中で 5 mg/kg と規定されている²⁾。

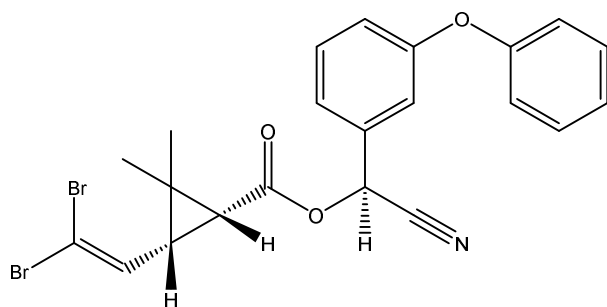
一方、食品安全委員会が平成 27 年に実施したデルタメトリン及びトラロメトリンに係る食品健康影響評価¹⁾では、デルタメトリンの暴露評価対象物質の設定を代謝物として生じるデルタメトリン異性体の含量としている。このため、将来的に飼料中のデルタメトリン異性体の定量法が必要となる可能性がある。

飼料中のデルタメトリン及びトラロメトリンの定量法として、飼料分析基準³⁾に農薬のガスクロマトグラフ質量分析計（以下「GC-MS」という。）による一斉分析法（以下「本法」という。）が規定されている。今回、本法の分析対象化合物に α -R-デルタメトリン及び *trans*-デルタメトリン（以下「デルタメトリン異性体」という。）を追加するための妥当性確認を行ったのでその概要を報告する。

参考にデルタメトリンの化学構造式等を Fig. 1 に示した。

^{*1} 独立行政法人農林水産消費安全技術センター神戸センター

^{*2} 独立行政法人農林水産消費安全技術センター神戸センター，現 福岡センター



Deltamethrin

(*S*)- α -cyano-3-phenoxybenzyl (1*R*,3*R*)-3-(2,2-dibromovinyl)-2,2-dimethylcyclopropanecarboxylate
C₂₂H₁₉Br₂NO₃ MW: 505.2 CAS No.: 52918-63-5

 α -*R*-Deltamethrin

(*R*)- α -cyano-3-phenoxybenzyl (1*R*,3*R*)-3-(2,2-dibromovinyl)-2,2-dimethylcyclopropanecarboxylate
CAS No.: 55700-99-7

trans-Deltamethrin

(*S*)- α -cyano-3-phenoxybenzyl (1*R*,3*S*)-3-(2,2-dibromovinyl)-2,2-dimethylcyclopropanecarboxylate
CAS No.: 64363-96-8

Fig. 1 Chemical structure of deltamethrin

2 実験方法

2.1 試料

配合飼料（ブロイラー肥育後期用，肉豚肥育用及び肉用牛肥育用），とうもろこし，大麦，小麦，マイロ，大豆及び乾牧草（チモシー乾草及びアルファルファ乾草）をそれぞれ 1 mm のスクリーンを装着した粉碎機で粉碎した。

なお，検討に用いた配合飼料の配合割合を Table 1 に示した。

Table 1 Compositions of the formula feeds

Formula feed types	Ingredient types	Proportion (%)	Ingredients
For finishing period broiler	Grains	64	Corn, polished rice, milo
	Oil seed meal	21	Soybean meal, rapeseed meal
	Animal by-products	5	Fish meal, poultry by-product meal
	Brans	1	Rice bran
	Others	9	Animal fat, calcium carbonate, salt, plum vinegar, betaine, calcium phosphate, food-processing by-product, feed additives
For growing pig	Grains	80	Corn, milo
	Oil seed meal	15	Rapeseed meal, soybean meal
	Brans	2	Rice bran
	Others	3	Animal fat, calcium carbonate, salt, calcium phosphate, silica, feed yeast, dried yeast cell wall, zeolite, Actinomycetes, humic acid, yucca powder, feed additives
For finishing beef cattle	Grains	88	Corn, barley
	Brans	11	Wheat bran
	Oil seed meal	1	Rapeseed meal
	Others		Calcium propionate

2.2 試薬

- 1) アセトニトリル, 酢酸エチル, ヘキサン, アセトン, シクロヘキサンは残留農薬・PCB 試験用を用いた. 2,2,4-トリメチルペンタンは液体クロマトグラフ用を用いた. ジエチレングリコールは鹿 1 級 (99.0 %以上のもの, 関東化学製) を用いた. 水は超純水 (JIS K0211 の 5218 に定義された超純水) を用いた.
- 2) α -R-デルタメトリン標準原液
 α -R-デルタメトリン標準品 (純度 98.0 %, Toronto Research Chemicals Inc.製) 25 mg を正確に量って 50 mL の全量フラスコに入れ, アセトンを加えて溶かし, 更に標線まで同溶媒を加えて α -R-デルタメトリン標準原液を調製した (この液 1 mL は, α -R-デルタメトリンとして 0.5 mg を含有する.) .
- 3) *trans*-デルタメトリン標準原液
trans-デルタメトリン標準品 (純度 98.2 %, Clearsynth Labs Limited 製) 25 mg を正確に量って 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 *trans*-デルタメトリン標準原液を調製した (この液 1 mL は, *trans*-デルタメトリンとして 0.5 mg を含有する.) .
- 4) デルタメトリン標準原液
デルタメトリン標準品 (純度 99.0 %, 和光純薬工業製) 25 mg を正確に量って 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デルタメトリン標準原液を調製した (この液 1 mL は, デルタメトリンとして 0.5 mg を含有する.) .
- 5) デルタメトリン異性体混合標準液
 α -R-デルタメトリン及び *trans*-デルタメトリン各標準原液 2.5 mL を 50 mL 全量フラスコに入れて混合し, 更に標線まで 2,2,4-トリメチルペンタン-アセトン (4+1) を加えてデルタメトリン異性体混合標準原液を調製した (この液 1 mL は, α -R-デルタメトリン及び *trans*-デルタメトリンとして各 20 μ g を含有する.) . この液の一定量を, 2,2,4-トリメチルペンタン-アセトン (4+1) で正確に希釈し, 1 mL 中に α -R-デルタメトリン及び *trans*-デルタメトリンとして 0.02, 0.03, 0.04, 0.05, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4 及び 0.5 μ g を含有するデルタメトリン異性体混合標準液を調製した.
- 6) デルタメトリン標準液
デルタメトリン標準原液 2.5 mL を 50 mL の全量フラスコに正確に入れ, 更に標線まで 2,2,4-トリメチルペンタン-アセトン (4+1) を加えて, 1 mL 中にデルタメトリンとして 20 μ g を含有する液を調製した. この液の一定量を, 2,2,4-トリメチルペンタン-アセトン (4+1) で正確に希釈し, 1 mL 中にデルタメトリンとしてそれぞれ 0.02, 0.05, 0.2, 及び 0.5 μ g を含有するデルタメトリン標準液を調製した.

2.3 装置及び器具

- 1) 粉碎機 : ZM-200 Retsch 製 (1 mm スクリーン, 使用時回転数 14000 rpm)
- 2) 乾牧草用粉碎機 : SM-2000 Retsch 製 (1 mm スクリーン, 回転数 (仕様) 835 rpm)
- 3) 振とう機 : 理研式シェーカー MW-DRV 宮本理研工業製 (使用時振動数 300 rpm)
- 4) 多孔性ケイソウ土カラム (20 mL 保持用) : Chem Elut, 20 mL Agilent Technologies 製
- 5) グラファイトカーボン / アミノプロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム : ENVI-

Carb/LC-NH2 (500 mg/500 mg) Sigma-Aldrich 製

- 6) 合成ケイ酸マグネシウムミニカラム : Sep-Pak Plus Florisil cartridge (充てん剤量 910 mg) Waters 製に 10 mL のリザーバーを連結したもの
- 7) メンブランフィルター : DISMIC-25HP (孔径 0.45 μm , 直径 25 mm, PTFE) 東洋濾紙製
- 8) ゲル浸透クロマトグラフ : GPC システム ジーエルサイエンス製
- 9) GC-MS :
 - GC 部 : 7890A Agilent Technologies 製
 - MS 部 : 5975C Agilent Technologies 製

2.4 定量方法

飼料分析基準第 6 章第 3 節 1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法に従って定量した。GC-MS におけるモニターイオンは、一斉分析法におけるデルタメトリンと同じく m/z 181 (定量イオン), 253 (確認イオン) とした。なお, *trans*-デルタメトリンのピークは、デルタメトリンのピークと分離することは出来なかったため, *trans*-デルタメトリンの定量は, *trans*-デルタメトリンの標準液及びデルタメトリン標準液で検量線を作成し定量した。

ゲル浸透クロマトグラフ及び GC-MS 測定条件を Table 2 及び Table 3 に、定量の概要を Scheme 1 にそれぞれ示した。

Table 2 Operating conditions of GPC

Column	Shodex CLNpak EV-2000 AC (20 mm i.d. \times 300 mm, 15 μm), Showa Denko
Guard column	Shodex CLNpak EV-G AC (20 mm i.d. \times 100 mm, 15 μm), Showa Denko
Eluent	Cyclohexane-acetone (4:1)
Flow rate	5 mL/min
Fraction volume	60~150 mL

Table 3 Operating conditions of GC-MS

Column	DB-5MS+DG (0.25 mm i.d. \times 30 m+10 m guard column, 0.25 μm film thickness), Agilent Technologies
Column temperature	70 $^{\circ}\text{C}$ (hold for 1 min) \rightarrow ramp 25 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \rightarrow 150 $^{\circ}\text{C}$ \rightarrow ramp 3 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \rightarrow 200 $^{\circ}\text{C}$ \rightarrow ramp 8 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \rightarrow 280 $^{\circ}\text{C}$ (hold for 10 min)
Injection mode	Splitless (60 s)
Injection port temperature	280 $^{\circ}\text{C}$
Carrier gas	He 1.0 mL/min
Transferline temperature	250 $^{\circ}\text{C}$
Ion source temperature	230 $^{\circ}\text{C}$
Ionization	Electron ionization (EI)
Ionization energy	70 eV
Monitor ion	m/z 181 (for quantification), 253 (for confirmation)

Sample (grass hay 5.0 g, others 10.0 g)

- add 15 mL of water and allow to stand for 30 min
- add 100 mL acetonitrile and shake for 30 min
- filtrate under suction filter (No. 5B)
- wash with 50 mL of acetonitrile
- evaporate to the volume of 15 mL under 40 °C

Chem Elut cartridge

- apply sample solution and allow to stand for 5 min
- wash with 100 mL of hexane-ethyl acetate (1:1)

Hexane-ethyl acetate solution

- add 1 mL of acetone-diethylene glycol (49:1)
- evaporate to dryness under 40 °C
- dissolve in 10 mL of cyclohexane-acetone (4:1)
- filtrate with membrane filter (< 0.5 μm)

Gel permeation chromatography

- apply 5 mL of sample solution
- collect 60~150 mL fraction
- add a drop of acetone-diethylene glycol (49:1)
- evaporate to dryness under 40 °C
- dissolve in 2 mL of ethyl acetate

ENVI-Carb/NH₂ cartridge (prewashed with 10 mL of ethyl acetate)

- apply sample solution
- elute with 8 mL of ethyl acetate
- add a drop of acetone-diethylene glycol (49:1)
- evaporate to dryness under 40 °C
- dissolve in hexane-acetone (7:3) (grass hay 5.0 mL, others 10.0 mL)

Sep-Pak Plus Florisil cartridge (prewashed with 5 mL of acetone and 5 mL of hexane)

- apply 4.0 mL of sample solution
- elute with 6 mL of hexane-acetone (7:3)
- add a drop of acetone-diethylene glycol (49:1)
- evaporate to dryness under 40 °C
- dissolve in 2.0 mL of 2,2,4-trimethylpentane-acetone (4:1)

GC-MS

**Scheme 1 Analytical procedure for simultaneous determination of pesticides
in feeds by GC-MS**

3 結果及び考察

3.1 検量線

2.2 の 5) に従って調製したデルタメトリン異性体混合標準液各 1 μL を GC-MS に注入し、得られた選択イオン検出 (以下「SIM」という.) クロマトグラムからピーク高さをを用いて検量線を作成した。得られた検量線の一例は、Fig. 2 のとおりであり、各デルタメトリン異性体は各

0.02~0.5 $\mu\text{g/mL}$ (注入量として 0.02~0.5 ng 相当量) の範囲で直線性を示した.

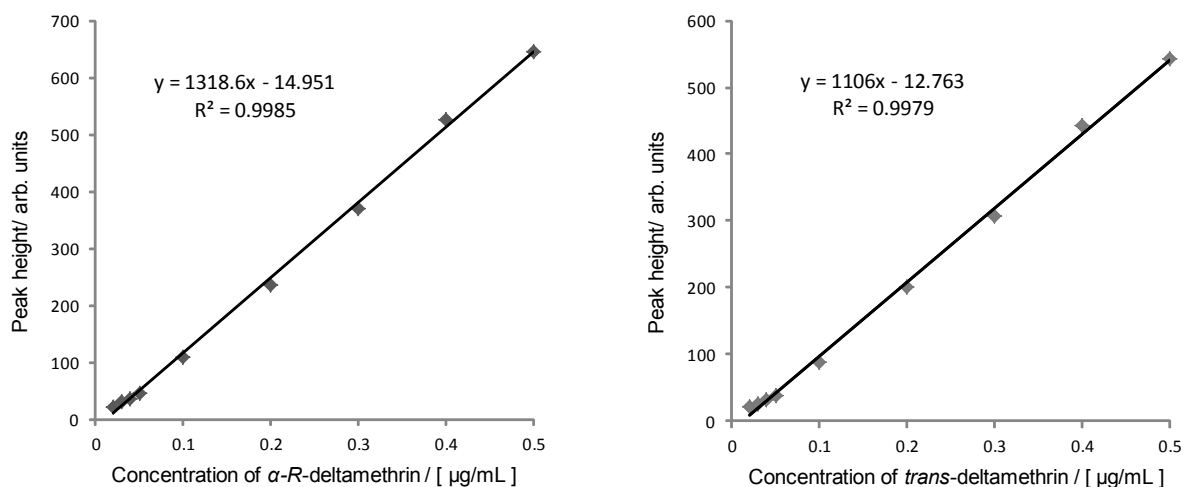


Fig. 2 Calibration curves of α -R-deltamethrin (left) and *trans*-deltamethrin (right) by peak height

3.2 妨害物質の検討

配合飼料3種(ブロイラー肥育後期用, 肉豚肥育用及び肉用牛肥育用), とうもろこし, 大麦, 小麦, マイロ, 大豆及び乾牧草(チモシー乾草及びアルファルファ乾草)について, 本法により調製した試料溶液をGC-MSに注入し, 得られたSIMクロマトグラムを確認したところ, 定量を妨げるピークは認められなかった.

なお, 妨害物質の検討で得られたSIMクロマトグラムの一例をFig.3に示した.

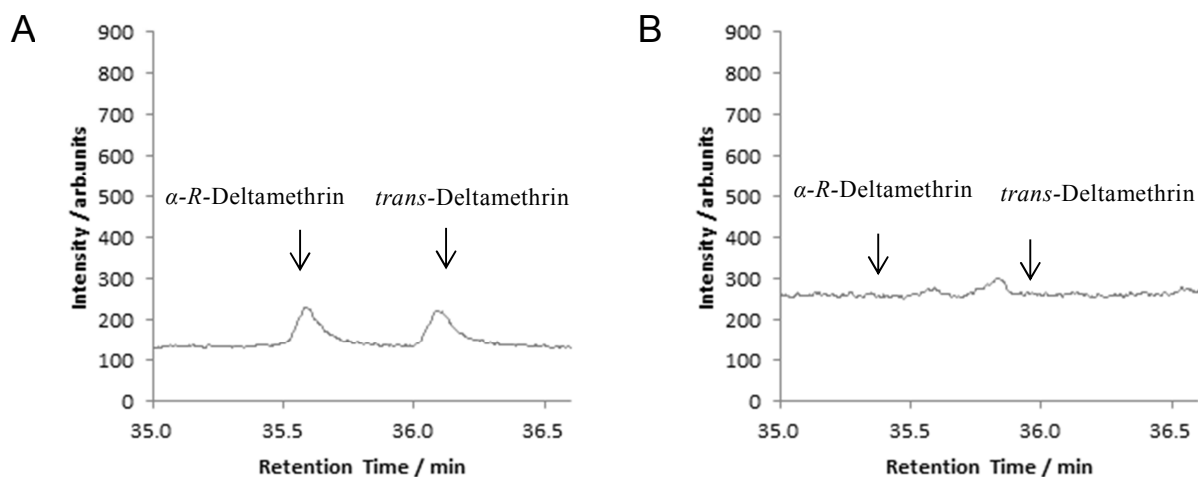


Fig. 3 Selected ion monitoring chromatograms of blank corn and standard solution (Scales of vertical-axis are the same between left and right chromatograms for each pesticide. Arrows indicate the retention time of pesticides.)

A: Standard solution (0.02 $\mu\text{g/mL}$: 0.02 ng as each pesticide)

B: Corn (blank)

3.3 添加回収試験

デルタメトリン異性体について、肉用牛肥育用配合飼料及びとうもろこしにそれぞれ 0.2 及び 1 mg/kg 相当量（最終試料溶液中で 0.1 µg/mL になるよう正確に希釈），チモシー乾草に 0.5 及び 5 mg/kg 相当量（最終試料溶液中で 0.1 µg/mL になるよう正確に希釈）を添加し，本法により 3 点併行分析を実施して回収率及び繰返し精度を求めた。

その結果は，Table 4 のとおり， α -R-デルタメトリンについては平均回収率 101~201 %，その繰返し精度は相対標準偏差（RSD_r）として 11.1 %以下，*trans*-デルタメトリンについては平均回収率 106~205 %，その繰返し精度は RSD_rとして 13.9 %以下であった。また，*trans*-デルタメトリンをデルタメトリン標準液で検量線を作成し，定量した結果については，平均回収率 131~241 %，その繰返し精度は RSD_rとして 14.3 %以下であった。

なお，得られた SIM クロマトグラムの一例を Fig. 4 に示した。

Table 4 Recoveries for α -R-deltamethrin and *trans*-deltamethrin

Pesticides	Spiked level (mg/kg)	Feed types					
		Formule feed for finishing beef cattle		Corn		Timothy	
		Recovery ^{a)} (%)	RSD _r ^{b)} (%)	Recovery ^{a)} (%)	RSD _r ^{b)} (%)	Recovery ^{a)} (%)	RSD _r ^{b)} (%)
α -R- Deltamethrin	0.2	201	8.9	176	9.9	—	—
	0.5	—	—	—	—	196	6.9
	1	109	11.1	110	5.5	—	—
	5	—	—	—	—	101	6.7
<i>trans</i> - Deltamethrin ^{c)}	0.2	205	9.5	176	9.9	—	—
	0.5	—	—	—	—	203	9.2
	1	110	13.9	113	3.9	—	—
	5	—	—	—	—	106	5.8
<i>trans</i> - Deltamethrin ^{d)}	0.2	241	9.3	208	9.8	—	—
	0.5	—	—	—	—	239	8.8
	1	140	14.3	144	3.6	—	—
	5	—	—	—	—	131	9.5

—: Not tested

Colored cells stand for recoveries of more than 200 %

a) Mean ($n=3$)

b) Relative standard deviation of repeatability

c) Calculated with a calibration curve prepared by standard solution of *trans*-deltamethrin

d) Calculated with a calibration curve prepared by standard solution of deltamethrin

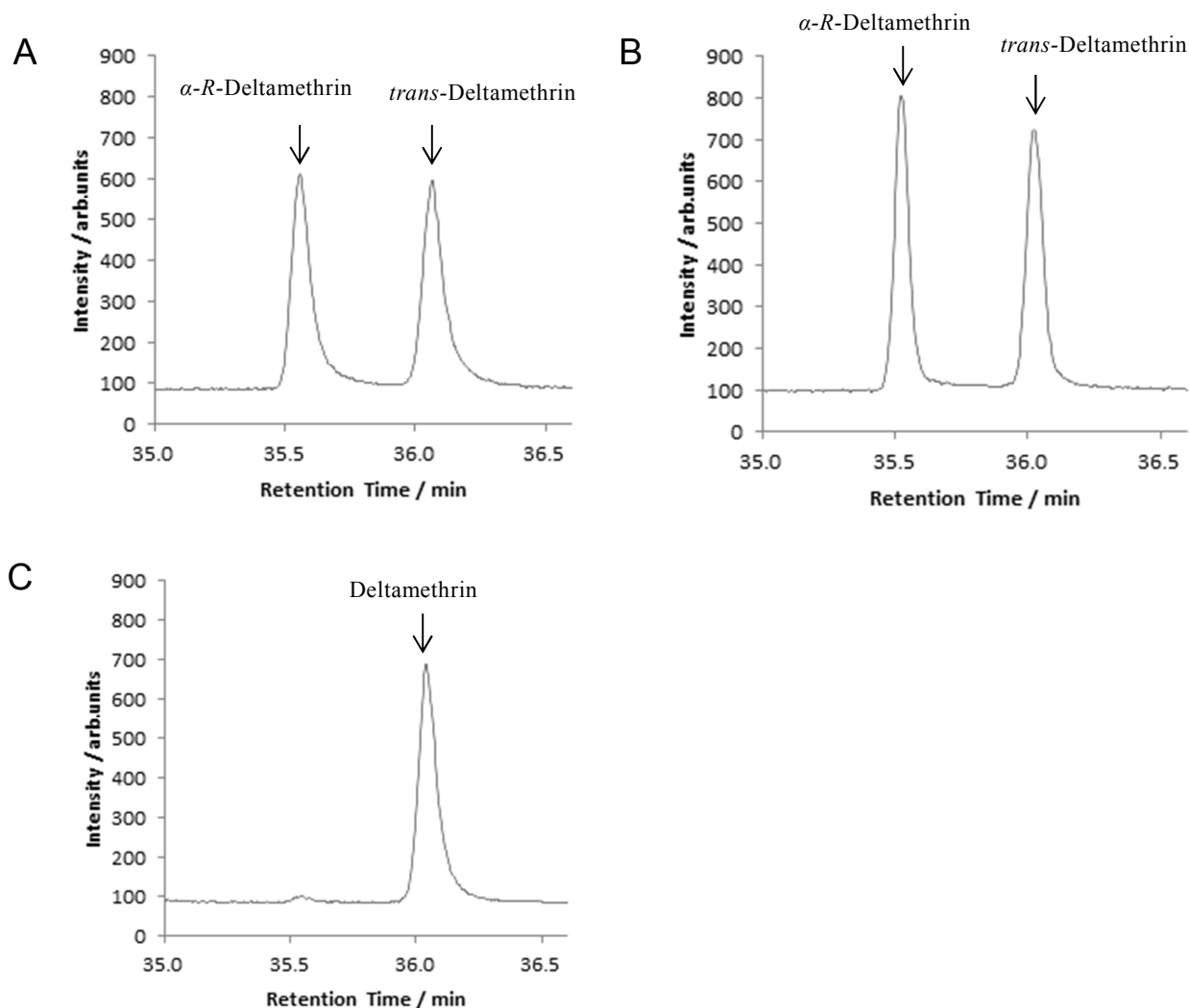


Fig. 4 Selected ion monitoring chromatograms

(Arrows indicate the peaks of α -R-deltamethrin and *trans*-deltamethrin or deltamethrin)

A: Mixed standard solution of α -R-deltamethrin and *trans*-deltamethrin (0.1 μ g/mL: 0.1 ng as each pesticide)

B: Sample solution of corn

Spiked at 1 mg/kg of α -R-deltamethrin and *trans*-deltamethrin (0.1 μ g/mL as each pesticide: diluted sample solution 10-fold with 2,2,4-trimethylpentane-acetone (4:1))

C: Standard solution of deltamethrin (0.1 μ g/mL: 0.1 ng as deltamethrin)

3.4 共同試験

本法の室間再現精度を確認するため、濃度非通知、かつ非明示の2点反復で共通試料による共同試験を実施した。

共通試料としては、肉用牛肥育用配合飼料及びとうもろこしにデルタメトリン異性体として 1 mg/kg 相当量（分析用試料 10 g に対して 1 mL 中に 10 μ g を含有する標準液 1 mL 添加）、チモシー乾草には 5 mg/kg 相当量（分析用試料 5 g に対して 1 mL 中に 25 μ g を含有する標準液 1 mL 添加）を、各試験室にて分析開始の前日に添加して調製した試料を用いた。参加試験室は、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、同札幌センター、同名古屋センター

及び同福岡センター（計4試験室）であった。結果の解析については、国際的にハーモナイズされた共同試験に関する手順^{4), 5)}を参考に、Cochran検定、外れ値1個のGrubbs検定及び外れ値2個のGrubbs検定を行い、外れ値の有無を確認した上で平均回収率、繰返し精度（RSD_r）及び室間再現精度（RSD_R）を算出し、得られたRSD_Rから、修正Horwitz式⁶⁾を用いてHorRatを求めた。

結果はTable 5, Table 6及びTable 7のとおりであった。*α-R*-デルタメトリンについて、肉用牛肥育用配合飼料は、平均回収率107%, RSD_r19%, RSD_R14%, HorRat0.88, とうもろこしは、平均回収率103%, RSD_r14%, RSD_R11%, HorRat0.66, チモシー乾草は、平均回収率89.5%, RSD_r11%, RSD_R9.0%, HorRat0.72であった。*trans*-デルタメトリンについて、肉用牛肥育用配合飼料は、平均回収率106%, RSD_r19%, RSD_R14%, HorRat0.87, とうもろこしは、平均回収率101%, RSD_r11%, RSD_R8.3%, HorRat0.52, チモシー乾草は、平均回収率86.4%, RSD_r10%, RSD_R7.6%, HorRat0.59であった。また、*trans*-デルタメトリンをデルタメトリン標準液で検量線を作成し、定量した結果については、肉用牛肥育用配合飼料は、平均回収率109%, RSD_r13%, RSD_R10%, HorRat0.60, とうもろこしは、平均回収率102%, RSD_r7.7%, RSD_R6.3%, HorRat0.40, チモシー乾草は、平均回収率88.9%, RSD_r15%, RSD_R11%, HorRat0.89であった。

参考のため、各試験室で使用したGC-MSの機種等をTable 8に示した。

Table 5 Collaborative study for of *α-R*-deltamethrin

Lab. No.	Feed types					
	Formula feed for finishing beef cattle		Corn		Timothy hay	
	(mg/kg)		(mg/kg)		(mg/kg)	
1	1.19	1.19	1.17	1.17	4.68	5.06
2	1.05	0.928	0.969	1.03	4.42	4.91
3	1.20	1.19	1.04	0.977	4.39	4.20
4	0.854	0.972	1.00	0.868	3.85	4.29
Spiked level (mg/kg)	1		1		5	
Mean value ^{a)} (mg/kg)	1.07		1.03		4.48	
Mean recovery ^{a)} (%)	107		103		89.5	
RSD _r ^{b)} (%)	19		14		11	
RSD _R ^{c)} (%)	14		11		9	
PRSD _R ^{d)} (%)	16		16		13	
HorRat	0.88		0.66		0.72	

a) $n=8$

b) Relative standard deviation of repeatability within laboratory

c) Relative standard deviation of reproducibility between laboratories

d) Predicted relative standard deviation of reproducibility between laboratories calculated from the modified Horwitz equation

Table 6 Collaborative study for *trans*-deltamethrin

Lab. No.	Feed types					
	Formula feed for finishing beef cattle		Corn		Timothy hay	
	(mg/kg)		(mg/kg)		(mg/kg)	
1	1.18	1.19	1.09	1.12	4.76	4.65
2	1.02	0.954	0.977	1.06	4.12	4.55
3	1.20	1.17	1.01	0.906	4.06	3.87
4	0.861	0.933	0.974	0.905	4.19	4.34
Spiked level (mg/kg)	1		1		5	
Mean value ^{a)} (mg/kg)	1.06		1.01		4.32	
Mean recovery ^{a)} (%)	106		101		86.4	
RSD _r ^{b)} (%)	19		11		10	
RSD _R ^{c)} (%)	14		8.3		7.6	
PRSD _R ^{d)} (%)	16		16		13	
HorRat	0.87		0.52		0.59	

a) $n=8$

b) Relative standard deviation of repeatability within laboratory

c) Relative standard deviation of reproducibility between laboratories

d) Predicted relative standard deviation of reproducibility between laboratories calculated from the modified Horwitz equation

Table 7 Collaborative study for *trans*-deltamethrin
(Calculated with a calibration curve prepared by standard solution of deltamethrin)

Lab. No.	Feed types					
	Formula feed for finishing beef cattle		Corn		Timothy hay	
	(mg/kg)		(mg/kg)		(mg/kg)	
1	1.07	1.19	0.989	1.01	4.32	4.21
2	1.01	0.944	0.977	1.06	4.12	4.55
3	1.22	1.19	1.02	0.921	4.13	3.94
4	1.08	1.04	1.11	1.09	5.34	4.94
Spiked level (mg/kg)	1		1		5	
Mean value ^{a),b)} (mg/kg)	1.09		1.02		4.44	
Mean recovery ^{a),b)} (%)	109		102		88.9	
RSD _r ^{c)} (%)	13		7.7		15	
RSD _R ^{d)} (%)	10		6.3		11	
PRSD _R ^{e)} (%)	16		16		13	
HorRat	0.60		0.40		0.89	

a) Calculated as the amount of deltamethrin

b) $n=8$

c) Relative standard deviation of repeatability within laboratory

d) Relative standard deviation of reproducibility between laboratories

e) Predicted relative standard deviation of reproducibility between laboratories calculated from the modified Horwitz equation

Table 8 Instruments used in the collaborative study

Lab. No.	GC-MS	GC columnm
		(i.d×length, film thickness)
1	GCMS-QP2010 Plus, Shimadzu	Rtx-5MS, Restek (0.25 mm i.d.×30 m, 0.25 μm)
2	GCMS-QP2010, Shimadzu	Rtx-5MS, Restek (0.25 mm i.d.×30 m, 0.25 μm)
3	GCMS-QP2010 Plus, Shimadzu	Rtx-5MS, Restek (0.25 mm i.d.×30 m, 0.25 μm)
4	GC: 7890A, Agilent Technologies MS: 5975C, Agilent Technologies	DB-5MS+DG, Agilent Technologies (0.25 mm i.d.×30 m, 0.25 μm, Duraguard 10 m)

4 まとめ

飼料中のデルタメトリン異性体について、飼料分析基準に収載の農薬の GC-MS による一斉分析法を基に、妥当性を確認したところ、以下の結果が得られ、適用が可能であると考えられた。

1) 検量線は、0.02~0.5 μg/mL (注入量として 0.02~0.5 ng 相当量) の範囲で直線性を示した。

- 2) とうもろこしについて、本法に従って得られたクロマトグラムには、定量を妨げるピークは認められなかった。
- 3) 添加回収試験として、本法により 3 点併行分析を実施して回収率及び繰返し精度を求めたところ、その添加濃度及び結果は以下のとおりであった。

肉用牛肥育用配合飼料及びとうもろこしにそれぞれ 1 mg/kg 相当量、チモシー乾草に 5 mg/kg 相当量を添加した添加回収試験では、良好な結果を得ることができた。一方、肉用牛肥育用配合飼料及びとうもろこしに 0.2 mg/kg 相当量、チモシー乾草に 0.5 mg/kg 相当量を添加したところ、回収率は 200 %を超える結果となった。なお、その繰返し精度は 9.9 %以下であった。
- 4) 肉用牛肥育用配合飼料及びとうもろこしにデルタメトリン異性体として 1 mg/kg 相当量、チモシー乾草 5 mg/kg 相当量を添加した試料を用いて 4 試験室において本法に従い共同試験を実施したところ、良好な結果が得られた。

文 献

- 1) 食品安全委員会：食品健康影響評価の結果の通知について，平成 27 年 1 月 13 日，府食第 25 号 (2015).
- 2) 農林省令：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 7 月 24 日，農林省令第 35 号 (1976).
- 3) 農林水産省消費・安全局長通知：飼料分析基準の制定について，平成 20 年 4 月 1 日，19 消安第 14729 号 (2006).
- 4) William Horwitz: Protocol for the design, conduct and interpretation of method-performance studies, *Pure & Appl. Chem.*, **67**(2), 331-343 (1995).
- 5) AOAC Int. (2012). Appendix D: Guidelines for collaborative study procedures to validate characteristics of a method of analysis. In *official methods of analysis of AOAC Int.* 19 ed., Gaithersburg, MD, USA.
- 6) Michael Thompson: Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria proficiency testing, *Analyst*, **125**, 385-386 (2000).