

| |
|------|
| 精度管理 |
|------|

1 平成18年度飼料の共通試料による分析鑑定について

堀米 明日香^{*1}, 白澤 優子^{*2}, 森 有希子^{*3}, 出納 小枝^{*4},
林 美紀子^{*5}, 永原 貴子^{*6}, 小野 雄造^{*7}

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，併せて分析誤差を推定し，飼料の製造及び品質管理の適正な実施に資する。

2 共通試料の内容

| | |
|------|----------------|
| A 試料 | ブロイラー肥育前期用配合飼料 |
| B 試料 | 魚 粉 |
| C 試料 | 飼料原料鑑定用調製試料 |
| 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18年7月7日

3.2 調製場所 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

(1) A 試料

粉碎した後，1 mm の網ふるいを通過させたブロイラー肥育前期用配合飼料 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180g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 |

^{*1} 独立行政法人肥飼料検査所本部，現 農林水産省消費・安全局畜水産安全管理課，

^{*2} （独）農林水産消費安全技術センター札幌センター，^{*3} 同仙台センター，

^{*4} 同名古屋センター，^{*5} 同神戸センター大阪事務所，^{*6} 同福岡センター，^{*7} 同肥飼料安全検査部

(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、粉碎した後 3 mm の網ふるいを通させた表 2 に掲げる 10 種類の原料（総量 100 kg）のうち配合割合が 5%未満の原料を V 型混合機を用いて予備配合した。次に予備配合した原料と全ての原料を表 2 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 | 25 | 大豆油かす | 8 |
| マイロ | 18 | 魚粉 | 8 |
| ライ麦 | 18 | アルファルファミール | 3 |
| 米ぬか油かす | 8 | 炭酸カルシウム | 2 |
| ふすま | 8 | 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，りん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・・・原料の検出と配合割合の推定

D 試料・・・銅，亜鉛及びクエン酸モランテル

(2) 実施要領

「第 31 回飼料の共通試料による分析鑑定実施要領」(p.185) による。

5 試料袋間のバラツキ調査

A 試料，B 試料及び D 試料についてそれぞれ 2 成分を分析して Thompson らの harmonized protocol ¹⁾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 粗たんぱく質 (%) | | A試料 粗灰分 (%) | | B試料 粗たんぱく質 (%) | | 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 | 23.57 | 23.64 | 4.95 | 4.98 | 63.78 | 64.08 | 16.83 | 16.49 | 23.97 | 23.95 | 26.87 | 27.14 |
| 2 | 24.36 | 24.07 | 4.94 | 4.65 | 63.98 | 64.45 | 16.75 | 16.85 | 25.00 | 24.13 | 27.32 | 27.67 |
| 3 | 24.98 | 24.22 | 4.95 | 4.81 | 63.63 | 64.10 | 16.77 | 16.77 | 24.49 | 23.91 | 27.46 | 27.58 |
| 4 | 24.73 | 24.35 | 4.93 | 4.97 | 64.50 | 63.99 | 16.73 | 16.75 | 25.19 | 24.12 | 27.81 | 27.31 |
| 5 | 23.98 | 24.52 | 4.86 | 5.04 | 63.57 | 63.41 | 16.67 | 16.67 | 24.62 | 23.64 | 26.22 | 27.46 |
| 6 | 24.16 | 23.98 | 4.82 | 4.85 | 64.11 | 64.35 | 16.80 | 16.82 | 25.09 | 24.55 | 27.53 | 27.39 |
| 7 | 24.66 | 24.34 | 4.96 | 4.87 | 63.84 | 64.06 | 16.84 | 16.75 | 25.43 | 24.00 | 28.82 | 27.33 |
| 8 | 24.35 | 23.84 | 4.99 | 5.26 | 64.00 | 63.19 | 16.64 | 16.72 | 24.95 | 24.19 | 26.86 | 27.72 |
| 9 | 24.37 | 24.70 | 4.98 | 4.90 | 63.70 | 64.08 | 16.67 | 16.55 | 24.38 | 23.87 | 28.36 | 26.87 |
| 10 | 24.14 | 23.99 | 4.90 | 5.19 | 63.79 | 63.85 | 16.82 | 17.03 | 24.22 | 23.96 | 27.59 | 27.13 |

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/σ^a | |
|-----|--------|-------|--------|--------|--------|----------------|-----------------|
| | | S | ϕ | V | F_0 | | |
| A試料 | 試料間 | A | 1.7124 | 9 | 0.1903 | 2.32 | |
| | 粗たんぱく質 | 分析誤差 | E | 0.8200 | 10 | 0.0820 | — ^{b)} |
| | | 総計 | T | 2.5323 | 19 | | |
| | 粗灰分 | A | 0.1653 | 9 | 0.0184 | 1.17 | |
| | | E | 0.1572 | 10 | 0.0157 | | — |
| | | T | 0.3225 | 19 | | | |
| B試料 | 粗たんぱく質 | A | 1.1905 | 9 | 0.1323 | 1.52 | |
| | | E | 0.8680 | 10 | 0.0868 | | — |
| | | T | 2.0586 | 19 | | | |
| | 粗灰分 | A | 0.1533 | 9 | 0.0170 | 1.74 | |
| | | E | 0.0981 | 10 | 0.0098 | | — |
| | | T | 0.2514 | 19 | | | |
| D試料 | 銅 | A | 1.7351 | 9 | 0.1928 | 0.60 | |
| | | E | 3.2220 | 10 | 0.3222 | | — |
| | | T | 4.9571 | 19 | | | |
| | 亜鉛 | A | 2.0621 | 9 | 0.2291 | 0.62 | |
| | | E | 3.7066 | 10 | 0.3707 | | — |
| | | T | 5.7687 | 19 | | | |

a) σ 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 参加実験室

- (1) 総数 281
 うち 飼料関係…181
 飼料添加物関係…22
 団体等…30
 検査指導機関…42
- (2) 試料別参加実験室数
 A 試料…280
 B 試料…276
 C 試料…113
 D 試料…159

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 : 各実験室の分析成績

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(6)

| 試料 番号 | B試料 | | | D試料 | | | | |
|----------|---------------------------|------------------------------|----------------------------|---------------------------------|----------------------------------|-----------------------------|------------------------------|-------------------------------------|
| | B水分 分析値(%) No. z-score | B粗たん白質 分析値(%) No. z-score | B粗灰分 分析値(%) No. z-score | Bカドミウム 分析値(g/トン) No. z-score | Bエトキシキン 分析値(g/トン) No. z-score | D銅 分析値(g/kg) No. z-score | D亜鉛 分析値(g/kg) No. z-score | Dクエン酸モランデル 分析値(g/kg) No. z-score |
| 123 | 9.72 1 0.09 | 63.31 1 -0.09 | 16.88 1 -1.01 | | | 23.43 1 -0.34 | 26.48 1 -0.35 | |
| 124 | 9.65 1 -0.24 | 62.42 4 -1.71 | 17.09 1 0.40 | | | 23.92 1 0.28 | | |
| 125 | 9.82 1 0.59 | 63.27 4 -0.16 | 17.21 1 1.21 | | | | | |
| 126 | 9.45 1 -1.24 | 63.34 4 -0.03 | 17.08 1 0.33 | 1.17 2 -0.67 | | 23.22 1 -0.61 | 27.58 1 0.51 | 15.60 1 0.48 |
| 127 | | 64.56 3 2.18 | | | | | | |
| 128 | | 63.90 3 0.98 | | | | | | |
| 129 | 9.34 1 -1.79 | 63.29 4 -0.12 | 17.20 1 1.14 | 1.17 2 -0.67 | 124.50 1 3.25 | 24.31 1 0.78 | 26.94 1 0.00 | |
| 130 | | | | | | | | |
| 131 | 9.79 1 0.44 | 63.72 4 0.65 | 16.95 1 -0.53 | 1.23 1 -0.09 | | | | |
| 132 | 9.66 1 -0.19 | 62.68 2 -1.23 | 17.10 1 0.47 | | | | | |
| 133 | 9.93 1 1.14 | 63.30 4 -0.10 | 16.99 1 -0.26 | 1.15 2 -0.86 | | 24.45 1 0.96 | 27.34 1 0.32 | |
| 134 | 9.89 1 0.94 | 63.99 4 1.14 | 16.85 1 -1.21 | 1.24 3 0.00 | | 23.27 1 -0.55 | 28.23 1 1.03 | |
| 135 | 9.75 1 0.24 | 64.32 1 1.75 | 16.64 1 -2.63 | 1.23 2 -0.09 | | 23.73 1 0.03 | 27.18 1 0.19 | |
| 135 | | 64.71 3 2.46 | | | | | | |
| 136 | 9.60 1 -0.49 | 62.70 4 -1.20 | 17.00 1 -0.20 | 1.20 2 -0.38 | | 23.00 1 -0.89 | 25.90 1 -0.82 | |
| 137 | 9.72 1 0.09 | 63.78 4 0.76 | 16.91 1 -0.80 | 1.12 2 -1.15 | | | | |
| 138 | 8.75 1 -4.74 | 62.97 2 -0.71 | 17.21 1 1.21 | 1.29 2 0.48 | | | | |
| 139 | | | | | | | | |
| 140 | 9.83 1 0.64 | 63.50 4 0.25 | 17.22 1 1.28 | | | | | |
| 141 | 9.77 1 0.34 | | | 1.16 2 -0.77 | 80.06 1 -0.87 | 22.87 1 -1.06 | 27.01 1 0.06 | 14.60 1 -1.44 |
| 142 | 9.74 1 0.19 | 63.82 2 0.83 | 16.82 1 -1.41 | 1.35 1 1.05 | 96.00 1 0.60 | 24.38 1 0.87 | 27.42 1 0.39 | 14.64 1 -1.36 |
| 142 | | 64.01 3 1.18 | | 1.22 2 -0.19 | | | | |
| 143 | 9.83 1 0.64 | 63.30 4 -0.10 | 16.96 1 -0.47 | | | | | |
| 144 | 9.50 1 -0.99 | 63.85 4 0.89 | | | | | | |
| 144 | 9.82 2 0.59 | | | | | | | |
| 145 | 9.80 1 0.49 | 62.39 1 -1.76 | 17.19 1 1.07 | 1.28 2 0.38 | | 23.70 1 0.00 | 26.12 1 -0.64 | 16.00 1 1.25 |
| 146 | 9.73 1 0.14 | 63.67 1 0.56 | 17.13 1 0.67 | 1.23 1 -0.09 | | 22.37 1 -1.70 | 24.94 1 -1.58 | |
| 147 | 9.68 1 -0.09 | 63.29 4 -0.12 | 16.99 1 -0.26 | 1.25 1 0.09 | | 23.24 1 -0.59 | 26.63 1 -0.23 | 14.20 1 -2.21 |
| 148 | 9.57 1 -0.64 | 63.10 4 -0.47 | 17.09 1 0.40 | 1.29 3 0.48 | 91.30 1 0.16 | 24.00 2 0.38 | 27.21 2 0.22 | 15.60 1 0.48 |
| 149 | 9.52 1 -0.89 | 63.70 4 0.61 | 16.92 1 -0.74 | | | | | |
| 150 | 9.97 1 1.34 | 65.02 4 3.02 | 16.72 1 -2.09 | 1.23 3 -0.09 | 79.70 1 -0.91 | 21.87 1 -2.35 | 23.47 1 -2.76 | 15.20 1 -0.28 |
| 151 | | | | 1.91 1 6.45 | | | | |
| 151 | 9.79 1 0.44 | 62.81 4 -1.00 | 17.14 1 0.74 | 1.23 2 -0.09 | 93.60 1 0.38 | 22.73 1 -1.24 | 25.58 1 -1.07 | 16.60 1 2.40 |
| 152 | 9.67 1 -0.14 | 63.36 2 0.00 | 17.06 1 0.20 | | | | | 14.67 1 -1.31 |
| 153 | 9.62 1 -0.39 | 63.35 4 -0.01 | 16.87 1 -1.07 | 1.30 2 0.57 | 88.30 1 -0.11 | 24.00 1 0.38 | 26.67 1 -0.20 | 15.70 1 0.67 |
| 155 | 9.75 1 0.24 | 63.06 4 -0.54 | 16.88 1 -1.01 | | | | | |
| 156 | 9.89 1 0.94 | 64.08 4 1.31 | 17.34 1 2.09 | | | | | |
| 157 | 9.85 1 0.74 | 63.54 2 0.32 | 16.98 1 -0.33 | 1.30 1 0.57 | 87.90 1 -0.14 | | | |
| 158 | 9.91 1 1.04 | 63.30 4 -0.10 | 16.96 1 -0.47 | | 72.50 1 -1.57 | | | |
| 160 | 10.02 1 1.59 | 64.30 1 1.71 | 16.78 1 -1.68 | | | | | |
| 161 | | 64.32 1 1.75 | 16.95 1 -0.53 | | | | | |
| 162 | 9.75 1 0.24 | 63.58 4 0.40 | 17.09 1 0.40 | 1.31 1 0.67 | 80.40 1 -0.84 | 22.32 2 -1.77 | 26.97 2 0.03 | 15.00 1 -0.67 |
| 163 | 9.62 1 -0.39 | 63.14 2 -0.40 | 16.86 1 -1.14 | | | 23.78 1 0.10 | 25.98 1 -0.75 | |
| 165 | 9.67 1 -0.14 | 61.21 2 -3.91 | 16.89 1 -0.94 | 1.16 2 -0.77 | | 23.87 1 0.21 | 27.01 1 0.06 | |
| 166 | | | | | | 23.50 1 -0.25 | 25.00 1 -1.54 | 15.00 1 -0.67 |
| 167 | 9.53 1 -0.84 | 63.40 4 0.07 | 17.17 1 0.94 | | | | | |
| 169 | 9.27 1 -2.14 | 63.50 4 0.25 | 16.71 1 -2.15 | | | | | |
| 170 | 9.88 1 0.89 | 64.06 4 1.27 | 17.08 1 0.33 | | | | | |
| 171 | 10.04 1 1.69 | 64.07 4 1.29 | 17.96 1 6.27 | 1.27 2 0.28 | | 23.60 1 -0.12 | 27.11 1 0.14 | |
| 173 | 9.40 1 -1.49 | 63.19 4 -0.30 | 17.05 1 0.13 | | | 26.13 1 3.12 | 28.80 1 1.49 | |
| 174 | 9.90 1 0.99 | 50.90 4 -22.71 | 17.00 1 -0.20 | | | | | |
| 178 | 9.93 1 1.14 | 63.29 2 -0.12 | 17.00 1 -0.20 | | | | | |
| 179 | 9.59 1 -0.54 | 64.65 4 2.35 | 16.85 1 -1.21 | | | | | |
| 181 | 9.91 1 1.04 | 63.10 4 -0.47 | 16.95 1 -0.53 | 1.15 2 -0.86 | | 23.70 1 0.00 | 26.40 1 -0.42 | 15.80 1 0.86 |
| 182 | | 64.14 3 1.42 | | | | | | |
| 183 | 9.78 1 0.39 | 63.90 2 0.98 | 17.13 1 0.67 | 1.30 1 0.57 | 80.00 1 -0.88 | 24.52 1 1.05 | 26.57 1 -0.28 | 15.40 1 0.09 |
| 183 | | 63.79 4 0.78 | | | | | | |
| 183 | | 64.78 3 2.58 | | | | | | |
| 185 | 9.74 1 0.19 | 63.88 4 0.94 | 17.22 1 1.28 | 1.24 1 0.00 | 84.00 1 -0.51 | | | |
| 186 | 8.86 1 -4.19 | | 18.78 1 11.80 | | | 23.54 1 -0.20 | 26.21 1 -0.57 | |
| 187 | 9.86 1 0.79 | 63.17 4 -0.34 | 17.05 1 0.13 | | | 22.67 1 -1.32 | 28.68 1 1.39 | |
| 189 | | | | | | 22.98 1 -0.92 | 25.03 1 -1.51 | 14.70 1 -1.25 |
| 191 | 9.59 1 -0.54 | 63.29 1 -0.12 | 16.94 1 -0.60 | | | | | |
| 192 | 9.69 1 -0.04 | 63.68 2 0.58 | 17.40 1 2.49 | | | | | |
| 193 | 9.91 1 1.04 | 63.05 2 -0.56 | 17.04 1 0.06 | 1.04 1 -1.92 | 83.90 1 -0.52 | 22.34 1 -1.74 | 24.63 1 -1.83 | 15.40 1 0.09 |
| 194 | | | | | | | | |
| 195 | 9.86 1 0.79 | 63.45 2 0.16 | 17.21 1 1.21 | | | | | |
| 196 | 9.78 1 0.39 | 63.22 2 -0.25 | 17.14 1 0.74 | | | | | 16.00 1 1.25 |
| 197 | 9.38 1 -1.59 | 63.83 4 0.85 | 17.12 1 0.60 | | | | | 15.00 1 -0.67 |
| 198 | 9.81 1 0.54 | 61.71 4 -3.00 | 16.77 1 -1.75 | | | 22.22 1 -1.90 | 29.49 1 2.04 | |
| 200 | 9.58 1 -0.59 | 62.87 4 -0.89 | 17.24 1 1.41 | | | | | |
| 202 | 9.92 1 1.09 | 62.57 4 -1.44 | | 0.68 2 -5.39 | | | | |
| 203 | 9.68 1 -0.09 | 63.40 1 0.07 | 16.75 1 -1.88 | 1.17 2 -0.67 | 93.60 1 0.38 | 23.44 1 -0.33 | 26.34 1 -0.47 | 16.20 1 1.63 |
| 204 | 9.78 1 0.39 | 63.89 4 0.96 | 16.84 1 -1.28 | | | | | |
| 205 | | | | | | | | |
| 206 | 9.47 1 -1.14 | 62.07 4 -2.35 | 17.04 1 0.06 | | | | | |
| 225 | 9.78 2 0.39 | 63.35 4 -0.01 | 17.28 1 1.68 | | | | | |
| 226 | 9.97 1 1.34 | 63.57 4 0.38 | 16.89 1 -0.94 | | | | | |
| 226 | | | | | | | | |
| 227 | 9.70 1 0.00 | 62.05 4 -2.38 | 16.73 1 -2.02 | | | | | |
| 228 | 9.46 1 -1.19 | | 17.31 2 1.88 | | | | | |
| 229 | 9.90 1 0.99 | 63.53 4 0.30 | 16.97 1 -0.40 | | | | | |
| 230 | 9.79 1 0.44 | 63.35 4 -0.01 | 16.93 1 -0.67 | | | | | |
| 231 | | | | | | | | |
| 232 | 9.80 1 0.49 | 63.88 4 0.94 | 16.83 1 -1.34 | | | | | |

表5 分析成績 (8)

| 試料 番号 | B試料 | | | | | | D試料 | | | | | | | | | |
|----------|--------|-------------|--------|-------------|--------|-------------|-----------|-------------|-----------|-------------|-----------|-------------|-----------|-------------|------------|-------------|
| | B水分 | | B粗たん白質 | | B粗灰分 | | Bカドミウム | | Bエトキシキン | | D銅 | | D亜鉛 | | Dクエン酸モランテル | |
| | 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 |
| 353 | 9.50 | 1 -0.99 | 63.70 | 4 0.61 | 17.20 | 1 1.14 | | | | | | | | | | |
| 354 | 9.90 | 1 0.99 | 63.90 | 4 0.98 | 17.35 | 1 2.15 | | | | | | | | | | |
| 355 | 8.66 | -5.19 | 63.91 | 4 1.00 | 17.43 | 2 2.69 | | | 107.00 | 1 1.62 | | | | | | |
| 356 | 9.84 | 1 0.69 | 64.00 | 2 1.16 | 16.80 | 1 -1.55 | 1.14 | -0.96 | 89.50 | 1 0.00 | 20.95 | 1 -3.53 | 24.00 | 1 -2.33 | 16.30 | 1 1.83 |
| 357 | 9.32 | 1 -1.89 | 62.06 | 2 -2.36 | 17.05 | 1 0.13 | | | | | 24.13 | 1 0.55 | 27.13 | 1 0.15 | | |
| 358 | 9.71 | 1 0.04 | 62.85 | 4 -0.92 | 17.04 | 1 0.06 | | | | | 19.50 | 1 -5.39 | 22.40 | 1 -3.61 | | |
| 359 | 9.26 | 1 -2.19 | 63.77 | 4 0.74 | 16.97 | 1 -0.40 | | | 93.30 | 1 0.35 | 25.18 | 1 1.90 | 28.45 | 1 1.21 | | |
| 360 | 9.57 | 1 -0.64 | 63.99 | 4 1.14 | 17.34 | 1 2.09 | | | | | 23.88 | 1 0.23 | 28.51 | 1 1.26 | | |
| 361 | 9.88 | 1 0.89 | 63.43 | 4 0.12 | 17.10 | 1 0.47 | | | | | | | | | | |
| 362 | 9.82 | 1 0.59 | 63.20 | 4 -0.29 | 17.13 | 1 0.67 | | | | | 24.30 | 1 0.77 | 28.40 | 1 1.17 | 14.80 | 1 -1.05 |
| 363 | 9.97 | 1 1.34 | 63.23 | 4 -0.23 | 16.98 | 1 -0.33 | | | | | | | | | | |
| 364 | 9.89 | 1 0.94 | 63.04 | 4 -0.58 | 17.02 | 1 -0.06 | | | | | | | | | | |
| 365 | 9.20 | 1 -2.49 | 63.62 | 2 0.47 | 16.93 | 1 -0.67 | | | | | | | | | | |
| 366 | 9.92 | 1 1.09 | 63.96 | 4 1.09 | 16.89 | 1 -0.94 | | | | | 24.45 | 1 0.96 | 30.00 | 1 2.45 | | |
| 367 | 10.15 | 1 2.24 | 62.86 | 4 -0.91 | 17.12 | 1 0.60 | | | | | | | | | | |
| 368 | 9.91 | 1 1.04 | | | 16.86 | 1 -1.14 | | | | | | | | | | |
| 369 | 9.42 | 1 -1.39 | 62.93 | 4 -0.78 | 17.08 | 1 0.33 | 1.00 | -2.31 | | | 25.08 | 1 1.77 | 28.13 | 1 0.95 | | |
| 370 | 9.71 | 1 0.04 | 63.25 | 4 -0.20 | 16.97 | 1 -0.40 | | | | | | | | | 14.30 | 1 -2.02 |
| 371 | 9.33 | 1 -1.84 | 63.51 | 2 0.27 | 16.62 | 1 -2.76 | | | | | | | | | | |
| 372 | 9.85 | 1 0.74 | 62.73 | 4 -1.14 | 16.94 | -0.60 | | | | | | | | | | |
| 373 | 9.71 | 1 0.04 | 63.97 | 4 1.11 | 17.11 | 1 0.53 | | | 77.90 | 1 -1.07 | 23.25 | 1 -0.57 | 26.29 | 1 -0.51 | | |
| 374 | 9.46 | 1 -1.19 | 63.33 | 4 -0.05 | 17.11 | 1 0.53 | 1.80 | 5.39 | 78.60 | 1 -1.01 | 25.30 | 1 2.05 | 27.40 | 1 0.37 | 15.40 | 1 0.09 |
| 375 | 9.77 | 1 0.34 | 64.34 | 4 1.78 | 16.98 | 1 -0.33 | 1.34 | 0.96 | 89.00 | 1 -0.04 | 24.63 | 1 1.19 | 27.92 | 1 0.79 | | |
| 376 | | | | | | | | | 94.70 | 1 0.48 | | | | | | |
| 377 | 10.07 | 1 1.84 | 63.43 | 4 0.12 | 17.28 | 1 1.68 | | | 80.10 | 1 -0.87 | 24.96 | 1 1.61 | 28.77 | 1 1.46 | | |
| 378 | 9.66 | 1 -0.19 | 63.47 | 4 0.20 | 17.01 | 1 -0.13 | | | | | | | | | | |
| 379 | 9.69 | 1 -0.04 | 63.52 | 4 0.29 | 17.25 | 1 1.48 | | | 97.30 | 1 0.72 | | | | | | |
| 380 | 9.71 | 1 0.04 | 63.56 | 2 0.36 | 17.29 | 1 1.75 | | | | | | | | | | |
| 381 | 9.29 | 1 -2.04 | 63.04 | 4 -0.58 | 16.93 | 1 -0.67 | 1.37 | 2 1.25 | | | 23.88 | 1 0.23 | 24.91 | 1 -1.61 | | |
| 382 | 9.31 | 1 -1.94 | 63.36 | 1 0.00 | 17.09 | 1 0.40 | | | | | | | | | | |
| 383 | 9.59 | 1 -0.54 | 63.37 | 4 0.01 | 17.23 | 1 1.34 | 1.37 | 1 1.25 | | | 23.40 | 1 -0.38 | | | | |
| 384 | 9.63 | 1 -0.34 | 61.33 | 2 -3.70 | 16.82 | 1 -1.41 | | | | | | | | | | |
| 434 | | | 63.20 | 4 -0.29 | | | | | | | | | | | | |
| 435 | 9.54 | 1 -0.79 | 63.83 | 4 0.85 | 16.88 | 1 -1.01 | | | | | | | | | | |
| 436 | 9.30 | 1 -1.99 | 63.10 | 4 -0.47 | 16.91 | 1 -0.80 | | | | | | | | | | |

| | | | | | |
|--------------------|----------|----------|----------|----------|-----------|
| サリノマイシンナ トリウム | カドミウム | エトキシキン | 銅 | 亜鉛 | クエン酸モランテル |
| 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 管理分析法 | 1 溶媒抽出法 | 1 HPLC法 | 1 飼料分析基準 | 1 飼料分析基準 | 1 HPLC法 |
| 2 フローインジェク ション法 | 2 簡易法 | 2 その他 | 2 その他 | 2 その他 | 2 その他 |
| 3 HPLC法 | 3 不明 | | | | |
| 4 バイオアッセイ | | | | | |

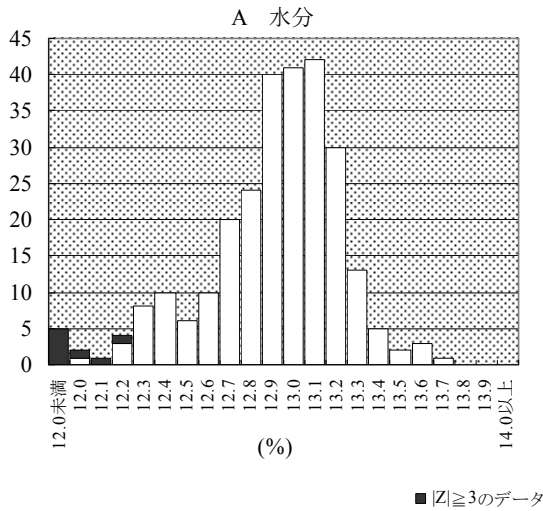


図1 水分の分析成績 (A 試料)

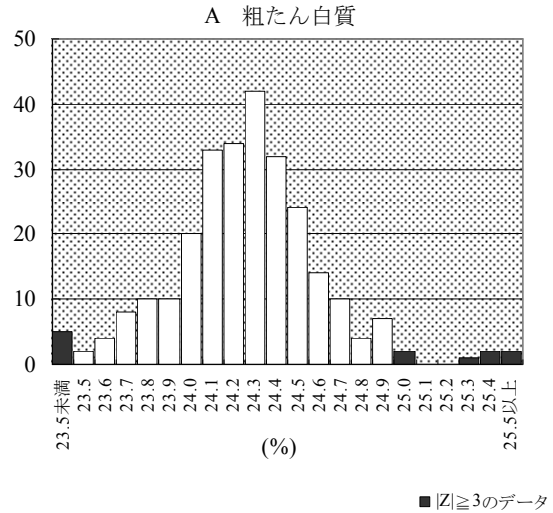


図2 粗たん白質の分析成績 (A 試料)

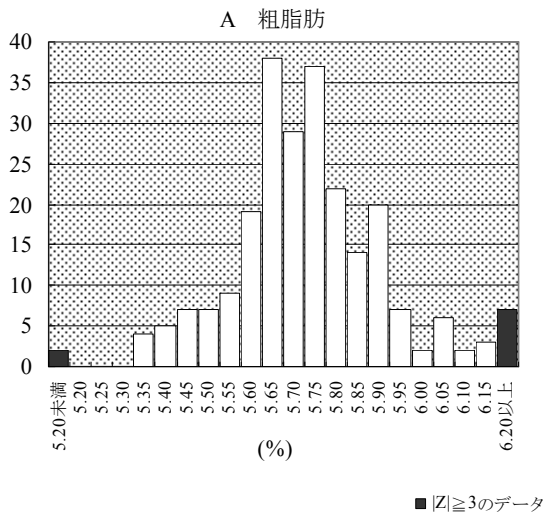


図3 粗脂肪の分析成績 (A 試料)

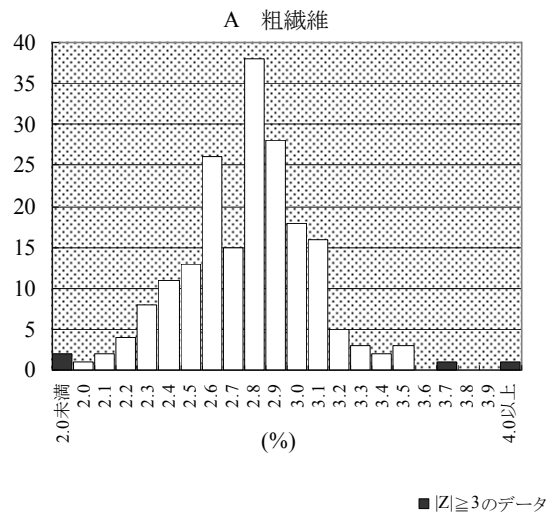


図4 粗繊維の分析成績 (A 試料)

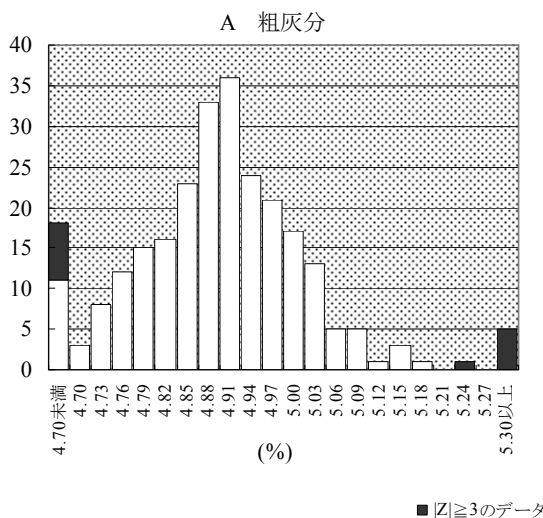


図5 粗灰分の分析成績 (A 試料)

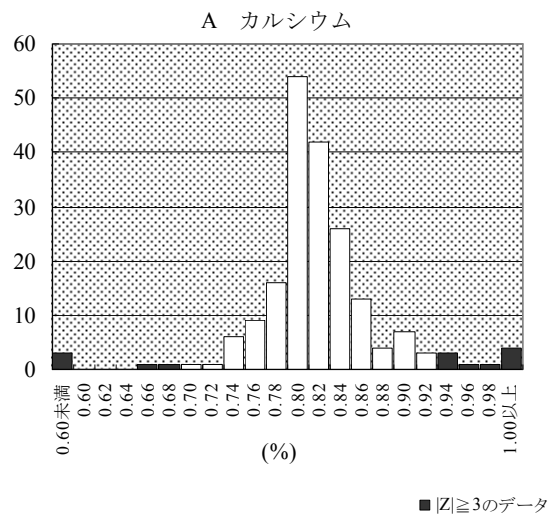


図6 カルシウムの分析成績 (A 試料)

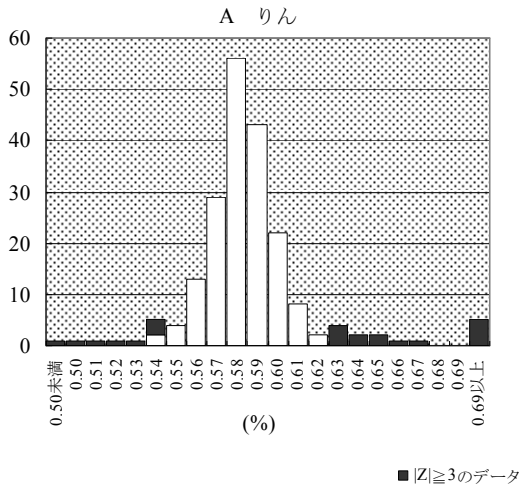


図7 りんの分析成績 (A 試料)

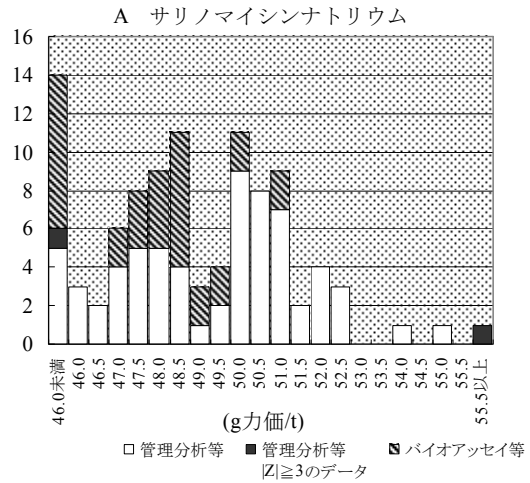


図8 サリノマイシンナトリウムの分析成績 (A 試料)

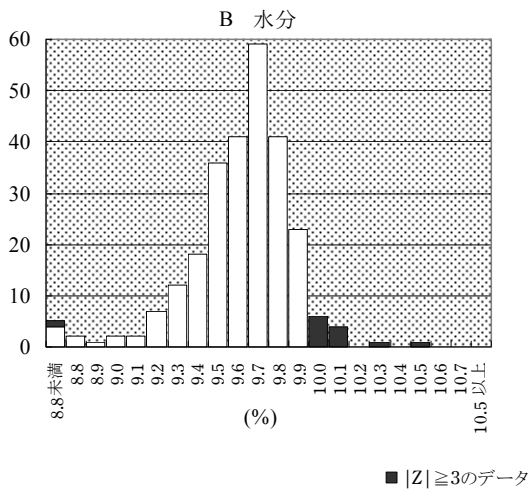


図9 水分の分析成績 (B 試料)

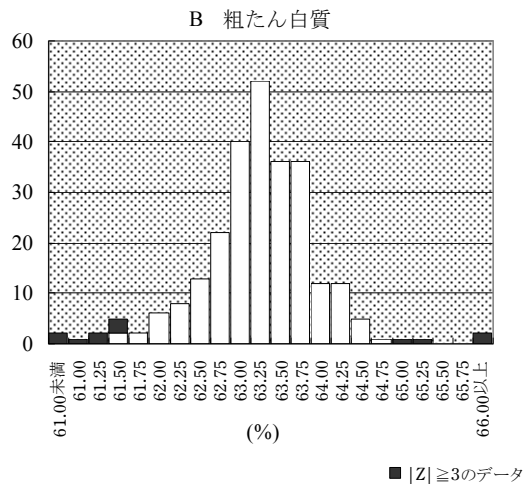


図10 粗たん白質の分析成績 (B 試料)

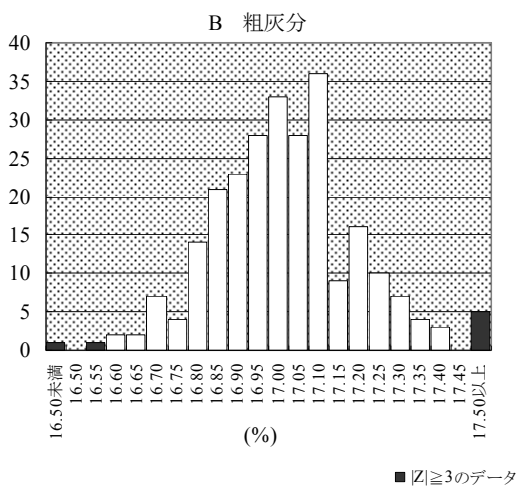


図11 粗灰分の分析成績 (B 試料)

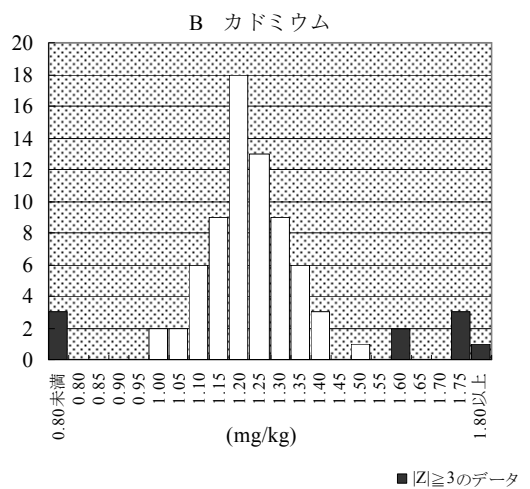
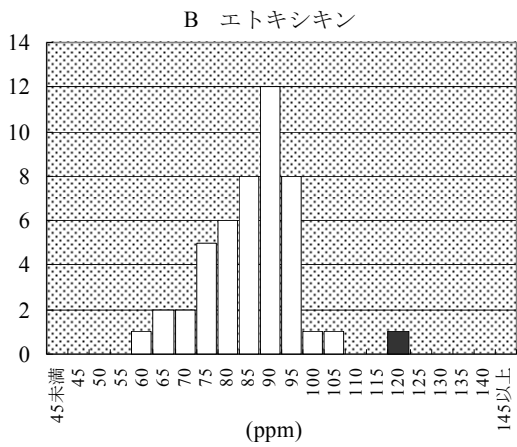
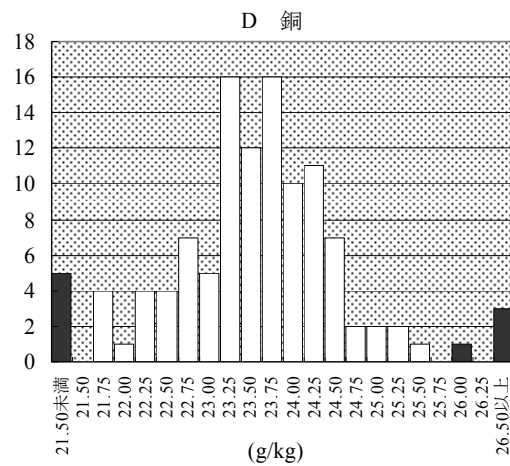


図12 カドミウムの分析成績 (B 試料)



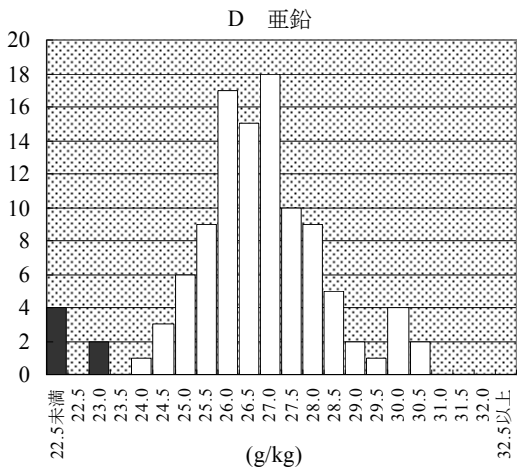
■ |Z| ≥ 3のデータ



■ |Z| ≥ 3のデータ

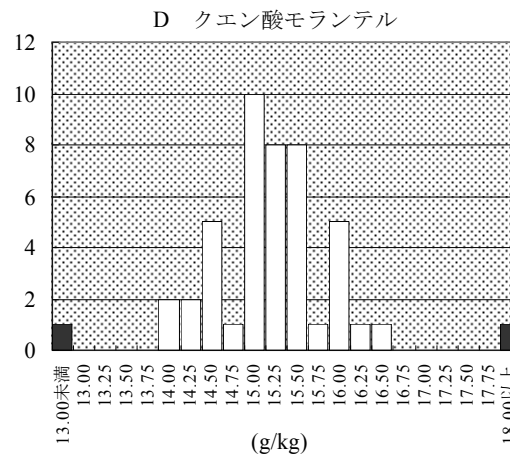
図 13 エトキシキンの分析成績 (B 試料)

図 14 銅の分析成績 (D 試料)



■ |Z| ≥ 3のデータ

図 15 亜鉛の分析成績 (D 試料)



■ |Z| ≥ 3のデータ

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 ^{注1} | 水分 | 粗たん白質 | 粗脂肪 | 粗繊維 | 粗灰分 |
|-----------------------|-------------|-------------|-----------|-----------|-----------|
| データ数 | 267 | 266 | 240 | 197 | 260 |
| 1 中央値 | 13.00 | 24.30 | 5.75 | 2.84 | 4.91 |
| 1 下限境界値 ^{注2} | 12.22 | 23.48 | 5.29 | 2.02 | 4.59 |
| 1 上限境界値 | 13.78 | 25.12 | 6.20 | 3.66 | 5.23 |
| 2 平均值 | 12.98 | 24.30 | 5.74 | 2.82 | 4.90 |
| 2 95%信頼区間 | 12.94~13.01 | 24.26~24.34 | 5.72~5.76 | 2.78~2.85 | 4.89~4.91 |

| 区 分 | カルシウム | りん | SL (管理分析等) ^{注3} | SL (HPLC等) ^{注4} |
|-----------------------|-----------|-----------|--------------------------|--------------------------|
| データ数 | 196 | 202 | 68 | 32 |
| 1 中央値 | 0.82 | 0.58 | 50.00 | 48.30 |
| 1 下限境界値 ^{注2} | 0.71 | 0.54 | 42.85 | 43.57 |
| 1 上限境界値 | 0.93 | 0.62 | 57.22 | 53.03 |
| 2 平均值 | 0.82 | 0.58 | 49.60 | 47.80 |
| 2 95%信頼区間 | 0.82~0.83 | 0.58~0.58 | 49.1~50.1 | 47.1~48.5 |

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 ^{注1} | 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 | 261 | 259 | 254 | 78 | 47 |
| 1 中央値 | 9.70 | 63.36 | 17.03 | 1.24 | 89.50 |
| 1 下限境界値 ^{注2} | 9.10 | 61.71 | 16.59 | 0.93 | 57.21 |
| 1 上限境界値 | 10.30 | 65.01 | 17.47 | 1.55 | 121.79 |
| 2 平均值 | 9.69 | 63.38 | 17.03 | 1.24 | 87.30 |
| 2 95%信頼区間 | 9.67~9.71 | 63.31~63.45 | 17.01~17.05 | 1.22~1.27 | 84.5~90.2 |

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 8 D 試料の解析結果

| 区 分 ^{注1} | 銅 | 亜鉛 | クエン酸モランテル |
|-----------------------|-------------|-------------|-----------|
| データ数 | 113 | 108 | 46 |
| 1 中央値 | 23.70 | 26.93 | 15.40 |
| 1 下限境界値 ^{注2} | 21.36 | 23.17 | 13.79 |
| 1 上限境界値 | 26.04 | 30.69 | 16.91 |
| 2 平均値 | 23.68 | 27.08 | 15.30 |
| 2 95%信頼区間 | 23.53~23.83 | 26.81~27.35 | 15.1~15.5 |

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 (%) | 実 験 室 数 | | | | 不検出 | 検出率 (%) |
|------------|-------------|---------|-----|-----|-----|-----|------------|
| | | 検 出 | | | | | |
| | | 多量 | 中量 | 少量 | 計 | | |
| とうもろこし | 25 | 156 | 2 | 0 | 158 | 1 | 99 |
| マ イ ロ | 18 | 64 | 86 | 9 | 159 | 0 | 100 |
| ラ イ 麦 | 18 | 89 | 58 | 5 | 152 | 7 | 96 |
| 米ぬか油かす | 8 | 0 | 55 | 36 | 91 | 68 | 57 |
| ふ す ま | 8 | 13 | 100 | 17 | 130 | 29 | 82 |
| 大 豆 油 か す | 8 | 10 | 129 | 12 | 151 | 8 | 95 |
| 魚 粉 | 8 | 1 | 30 | 122 | 153 | 6 | 96 |
| アルファルファミール | 3 | 0 | 11 | 118 | 129 | 30 | 81 |
| 炭酸カルシウム | 2 | 0 | 4 | 120 | 124 | 35 | 78 |
| 食 塩 | 2 | 0 | 0 | 138 | 138 | 21 | 87 |

注) 欄中の多量, 中量, 少量及び検出のみは, 検出の内数である。

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 | 計 |
|-------------|----|----|----|----|
| あまに油かす | 0 | 1 | 0 | 1 |
| えん麦 | 0 | 4 | 1 | 5 |
| 大麦 | 0 | 1 | 4 | 5 |
| かき殻 | 0 | 1 | 2 | 3 |
| かに殻粉末 | 0 | 0 | 2 | 2 |
| キャッサバ | 0 | 1 | 0 | 1 |
| 玄米 | 0 | 2 | 4 | 6 |
| コーングルテンフィード | 0 | 1 | 2 | 3 |
| ごま油かす | 0 | 0 | 5 | 5 |
| 小麦 | 13 | 2 | 5 | 20 |
| サフラワー油かす | 0 | 2 | 1 | 3 |
| スクリーニングペレット | 0 | 0 | 1 | 1 |
| チキンミール | 0 | 0 | 1 | 1 |
| なたね油かす | 0 | 5 | 4 | 9 |
| 肉骨粉 | 0 | 0 | 1 | 1 |
| ビートパルプ | 0 | 0 | 9 | 9 |
| ビールかす | 0 | 0 | 1 | 1 |
| フェザーミール | 0 | 0 | 1 | 1 |
| ホミニーフード | 0 | 1 | 0 | 1 |
| やし油かす | 0 | 1 | 2 | 3 |
| りん酸カルシウム | 0 | 0 | 9 | 9 |

8 まとめ

(1) A 試料 (ブロイラー肥育前期用配合飼料)

1) 水分

267 実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 12.98%、95%信頼区間が 12.94~13.01%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 262 件、平均値が 12.94%、標準偏差が 0.36%及び相対標準偏差が 2.8%であった。

水分測定器を使用した試験では、データ数が 4 件、平均値が 13.18%、標準偏差が 0.31%及び相対標準偏差が 2.3%であった。

その他に、近赤外分析法によるデータ数が 1 件あった。

2) 粗たん白質

266 実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 24.30%、95%信頼区間が 24.26~24.34%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 24.23%、標準偏差が 0.40%及び相対標準偏差が 1.7%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 24.24%、標準偏差が 0.47%及び相対標準偏差が 1.9%であった。

自動分析機を使用した試験では、データ数が 171 件、平均値が 24.32%、標準偏差が 0.33%及び相対標準偏差が 1.4%であった。

燃焼法による試験では、データ数が 7 件、平均値が 24.62%、標準偏差が 0.48%及び相対標準偏差が 1.9%であった。

その他に、近赤外分析法によるデータ数が 1 件あった。

3) 粗脂肪

240 実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 9 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 5.74%、95%信頼区間が 5.72~5.76%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 180 件、平均値が 5.82%、標準偏差が 0.33%及び相対標準偏差が 5.7%であった。

自動分析機を使用した試験では、データ数が 59 件、平均値が 5.62%、標準偏差が 0.24%及び相対標準偏差が 4.3%であった。

その他に、近赤外分析法によるデータ数が 1 件あった。

4) 粗繊維

197 実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 2.82%、95%信頼区間が 2.78~2.85%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 30 件、平均値が 2.79%、標準偏差が 0.22%及び相対標準偏差が 8.1%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 120 件、平均値が 2.73%、標準偏差が 0.32%及び相対標準偏差が 12%であった。

自動分析機を使用した試験では、データ数が 46 件、平均値が 3.04%、標準偏差が 0.26%及び相対標準偏差が 8.6%であった。

その他に、近赤外分析法によるデータ数が 1 件あった。

5) 粗灰分

260 実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 4.90%、95%信頼区間が 4.89~4.91%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 256 件、平均値が 4.90%、標準偏差が 0.14%及び相対標準偏差が 2.9%であった。

その他に、近赤外分析法や実施要領とは異なる灰化方法で分析したデータ等が 4 件あった。

6) カルシウム

196 実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 14 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 0.82%、95%信頼区間が 0.82~0.83%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。

しゅう酸アンモニウム法による分析では、データ数が 39 件、平均値が 0.82%、標準偏差が 0.08%及び相対標準偏差が 9.2%であった。

原子吸光光度法による分析では、データ数が 148 件、平均値が 0.82%、標準偏差が 0.06%及び相対標準偏差が 7.3%であった。

その他に、近赤外分析法や ICP 法等によるデータ数が 9 件あった。

7) りん

202 実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 0.58%、95%信頼区間が 0.58~0.58%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 194 件、平均値が 0.59%、標準偏差が 0.04%及び相対標準偏差が 7.2%であった。

その他に、近赤外分析法や ICP 法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、68 実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 49.6 g(力価)/トン、95%信頼区間が 49.1~50.1 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、32 実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 47.8 g(力価)/トン、95%信頼区間が 47.1~48.5 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 59 件、平均値が 49.3 g(力価)/トン、標準偏差が 3.4 g(力価)/トン及び相対標準偏差が 6.9%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 9 件、平均値が 49.6 g(力価)/トン、標準偏差が 1.9 g(力価)/トン及び相対標準偏差が 3.9%であった。

HPLC 法による試験では、データ数が 25 件、平均値が 47.6 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 4.6%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 48.5 g(力価)/トン、標準偏差が 0.9 g(力価)/トン及び相対標準偏差が 1.9%であった。

(2) B 試料 (魚粉)

1) 水分

261 実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 9.69%、95%信頼区間が 9.67~9.71%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 256 件、平均値が 9.65%、標準偏差が 0.29%及び相対標準偏差が 3.1%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 9.92%、標準偏差が 0.25%及び相対標準偏差が 2.6%であった。

その他に、近赤外分析法によるデータ数が 1 件あった。

2) 粗たん白質

259 実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 63.38%、95%信頼区間が 63.31~63.45%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 28 件、平均値が 63.14%、標準偏差が 1.70%及び相対標準偏差が 2.7%であった。

飼料分析基準・ほう酸溶液吸収法による試験では、データ数が 55 件、平均値が 63.23%、標準偏差が 0.80%及び相対標準偏差が 1.3%であった。

自動分析機を用いた試験では、データ数が 168 件、平均値が 63.28%、標準偏差が 1.15%及び相対標準偏差が 1.8%であった。

燃焼法による試験では、データ数が 8 件、平均値が 64.77%、標準偏差が 1.66%及び相対標準偏差が 2.6%であった。

3) 粗灰分

254 実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 17.03%、95%信頼区間が 17.01~17.05%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 252 件、平均値が 17.06%、標準偏差が 0.31%及び相対標準偏差が 1.8%であった。

その他に、近赤外分析法等によるデータ数が 2 件あった。

4) カドミウム

78 実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 9 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 1.24 mg/kg、95%信頼区間が 1.22~1.27 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 36 件、平均値が 1.29 mg/kg、標準偏差が 0.22 mg/kg 及び相対標準偏差が 17%であった。

簡易法による試験では、データ数が 36 件、平均値が 1.24 mg/kg、標準偏差が 0.16 mg/kg 及び相対標準偏差が 13%であった。

その他に、ICP 等によるデータ数が 6 件あった。

5) エトキシキン

47 実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 1 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 87.3 mg/kg、95%信頼区間が 84.5~90.2 mg/kg であった。

なお、分析方法は全て飼料分析基準（HPLC 法）による試験であり、標準偏差が 11.1 mg/kg 及び相対標準偏差が 13%であった。

(3) D 試料（プレミックス）

1) 銅

113 実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 9 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 23.68 g/kg、

95%信頼区間が 23.53~23.83 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 23.68 g/kg、標準偏差が 1.18 g/kg 及び相対標準偏差が 5.0%であった。

その他に、ICP 法等によるデータ数が 4 件あった。

2) 亜鉛

108 実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 5 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 27.08 g/kg、95%信頼区間が 26.81~27.35 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 104 件、平均値が 26.86 g/kg、標準偏差が 1.70 g/kg 及び相対標準偏差が 6.3%であった。

その他に、ICP 法等によるデータ数が 4 件あった。

3) クエン酸モランテル

46 実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 15.3 g/kg、95%信頼区間が 15.1~15.5 g/kg であった。

なお、分析方法は全て飼料分析基準（HPLC 法）による試験であり、標準偏差が 1.0 g/kg 及び相対標準偏差が 6.6%であった。

(4) C 試料（鑑定用試料）

鑑定

配合された原料（10 種類）の検出とその配合割合の推定を行うこととした。159 実験室より報告があり、配合した 10 種類の他に 21 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 25%）では、158 実験室（検出率 99%）から報告があり、その内訳は多量（15%以上、以下同じ）と報告した実験室が 156、中量（5~15%、以下同じ）と報告した実験室が 2 であった。

マイロ（配合率 18%）では、159 実験室（検出率 100%）から報告があり、その内訳は多量と報告した実験室が 64、中量と報告した実験室が 86、少量と報告した実験室が 9 であった。

ライ麦（配合率 18%）では、152 実験室（検出率 96%）から報告があり、その内訳は多量と報告した実験室が 89、中量と報告した実験室が 58、少量と報告した実験室が 5 であった。

米ぬか油かす（配合率 8%）では、91 実験室（検出率 57%）から報告があり、その内訳は、中量と報告した実験室が 55、少量と報告した実験室が 36 であった。

ふすま（配合率 8%）では、130 実験室（検出率 82%）から報告があり、その内訳は多量と報告した実験室が 13、中量と報告した実験室が 100、少量と報告した実験室が 17 であった。

大豆油かす（配合率 8%）では、151 実験室（検出率 95%）から報告があり、その内訳は

多量と報告した実験室が 10, 中量と報告した実験室が 129, 少量と報告した実験室が 12 であった。

魚粉（配合率 8%）では, 153 実験室（検出率 96%）から報告があり, その内訳は多量と報告した実験室が 1, 中量と報告した実験室が 30, 少量と報告した実験室が 122 であった。

アルファルファ（配合率 3%）では, 129 実験室（検出率 81%）から報告があり, その内訳は中量と報告した実験室が 11, 少量と報告した実験室が 118 であった。

炭酸カルシウム（配合率 2%）では, 124 実験室（検出率 78%）から報告があり, その内訳は中量と報告した実験室が 4, 少量と報告した実験室が 120 であった。

食塩（配合率 2%）では, 138 実験室（検出率 87%）から報告があり, 全ての実験室がは少量と報告した。

誤って検出したものについては, 小麦が最も多く, 20 実験室から報告があった。次いで, なたね油かす, ビートパルプ及びりん酸カルシウムが多く, 9 実験室から報告された。

文 献

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

(参考)

第31回飼料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、併せて分析誤差を推定し、飼料等の製造及び品質管理の適正な実施に資する。

2 共通試料の内容

A 試料…ブロイラー肥育前期用配合飼料

B 試料…魚粉

C 試料…飼料原料鑑定用調製試料

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、りん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7年11月15日付け7畜B第1660号畜産局長通知）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、各実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実験室は、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。（標準品は冷蔵庫で保管してください。）

(5) 試料は冷蔵庫で保管して、常温に戻してから使用してください。

(6) 複数の方法（例えば粗たん白質のケルダール法及び燃焼法）で分析を実施した場合は複数のデータの報告をお願いします。

5 分析鑑定成績の報告

(1) 報告は「第 31 回飼料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入し、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、カルシウム及びりんについては%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、カルシウム、りん、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 位まで記入、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 部添付してください。

(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、配合割合を推定し、多量(15%以上)、中量(5~15%)及び少量(5%以下)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 種類の原料を配合しています。

検出方法を検出方法欄の該当する番号に○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 18 年 10 月 6 日(金)

【以下略】

第31回飼料の共通試料による分析鑑定成績報告書(様式)

実験室名 _____

TEL _____

担当者 _____

(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(ほう酸溶液吸収法) 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(しゅう酸アンモニウム法) 2.飼料分析基準(原子吸光光度法) 3.その他の方法() |
| りん | (%) | 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) 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 (ほう酸溶液吸収法) 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 () |
| 粗灰分 | (%) | 1.飼料分析基準 2.その他の方法 () |
| カドミウム | (ppm) | 1.飼料分析基準 2.その他の方法 () |
| エトキシキン | (ppm) | 1.飼料分析基準 測定条件 HPLC (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) 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 HPLC (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) 2.その他の方法 () |

(4) C試料 鑑定成績

試料番号

| 検出物 (語群から選択して下さい) | 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() |

注) 10種類の原料が配合されています。 多量…15%以上、中量…5～15%、少量…1～5%

検出物の語群

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

(5) 来年度の実施項目等「飼料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。