

技術レポート**11 共通試料による飼料中のトラロメトリンの共同試験**

山多 利秋*

1 目的

飼料中のトラロメトリンを分析し、分析法の再現精度を調査する。

2 試料

市販の穀類（とうもろこし）及び乾牧草（アルファルファ）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¹⁾ 6.202 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

分析値は、トラロメトリンを変換して得られたデルタメトリンとしての含有量を $\mu\text{g}/\text{kg}$ で表し、小数点以下第二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 4 日

4 分析実施試験室

株式会社島津総合分析試験センター，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，同大阪事務所（現 同神戸センター大阪事務所）及び同福岡事務所（現 同福岡センター）

5 分析成績

穀類（とうもろこし）及び乾牧草（アルファルファ）にトラロメトリンとして $100 \mu\text{g}/\text{kg}$ （デルタメトリンとして $76 \mu\text{g}/\text{kg}$ ）相当量を添加した試料を用いて，8 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，穀類の分析値については，平均回収率は 117.2%，その室内繰返し精度及び室間再現精度は相対標準偏差（ RSD_f 及び RSD_R ）として 19%及び 31%であり，HorRat は 1.4 であった。また，乾牧草の分析値については，平均回収率は 156.9%，その室内繰返し精度及び室間再現精度は相対標準偏差（ RSD_f 及び RSD_R ）として 6.8%及び 38%であり，HorRat は 1.7 であった。乾牧草の回収率が高くなったことについては，妨害ピークが近接していることが原因として考えられた。なお，野崎らが本法（農薬の GC-MS による一斉分析法）の検討の際実施した乾牧草へのデルタメトリンの添加回収試験（50~500 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 相当量）において，そ

* 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

の平均回収率は 111.6~142.4%であった²⁾。

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

Table 1 Result of collaborative study

| Lab. | (µg/kg as deltamethrin) | | | |
|-------------------------------------|-------------------------|-------|---------|-------|
| | Sample | | | |
| | Maize | | Timothy | |
| 1 | 46.2 | 46.7 | 64.3 | 68.6 |
| 2 | 57.5 | 58.0 | 58.9 | 55.6 |
| 3 | 105.2 | 139.8 | 185.6 | 177.3 |
| 4 | 101.0 | 112.7 | 151.2 | 162.8 |
| 5 | 90.8 | 98.7 | 113.5 | 111.3 |
| 6 | 74.1 | 126.0 | 133.9 | 160.2 |
| 7 | 98.0 | 84.6 | 85.6 | 91.4 |
| 8 | 87.0 | 98.6 | 139.4 | 148.9 |
| Spiked value (µg/kg) | 76.0 | | 76.0 | |
| Mean value ^{a)} (µg/kg) | 89.1 | | 119.3 | |
| Recovery (%) | 117.2 | | 156.9 | |
| RSD _r ^{b)} (%) | 19 | | 6.8 | |
| RSD _R ^{c)} (%) | 31 | | 38 | |
| PRSD _R ^{d)} (%) | 22 | | 22 | |
| HorRat | 1.4 | | 1.7 | |

a) $n=16$

b) Relative standard deviation of repeatability

c) Relative standard deviation of reproducibility

d) Predicted RSD_R calculated from the modified Horwitz equation

Table 2 Instruments used in the collaborative study

| Lab. | GC-MS | GC column (i.d.×length, film thickness) |
|------|---|--|
| 1 | GC: Agilent 5890 seriesII plus MS: Agilent 5972 series | J&W DB-5ms (0.25 mm×30 m, 0.25 μm) |
| 2 | Shimadzu GCMS-QP2010 | Agilent HP-5ms (0.25 mm×30 m, 0.25 μm) |
| 3 | Shimadzu GCMS-QP2010 | Agilent HP-5ms (0.25 mm×30 m, 0.25 μm) |
| 4 | Shimadzu GCMS-QP-2010 | Agilent HP-5ms (0.25 mm×30 m, 0.25 μm) |
| 5 | GC: Agilent 6890 MS: Agilent 5973 | Agilent HP-5ms (0.25 mm×30 m, 0.25 μm) |
| 6 | Shimadzu GCMS-QP2010 | Agilent HP-5ms (0.25 mm×30 m, 0.25 μm) |
| 7 | Agilent 6890N-5973 | Agilent HP-5MSi (0.25 mm×30 m, 0.25 μm) |
| 8 | Shimadzu GCMS-QP2010 | Phenomenex ZB-1 (0.32 mm×30 m, 0.25 μm) |

謝 辞

共同試験に参加して頂いた株式会社島津総合分析試験センター，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).
- 2) 野崎友春，堀米明日香，渡部千会：飼料研究報告，31，39(2006).