

飼料研究報告

第50号

令和7年

Research Report of Animal Feed

Vol. 50
2025



**Food and Agricultural
Materials Inspection Center**

WOAH Collaborating Centre
for Animal Feed Safety and Analysis

Reference Centre  World Organisation
for Animal Health
Founded as OIE

独立行政法人 農林水産消費安全技術センター

Food and Agricultural Materials Inspection Center
(Incorporated Administrative Agency)

WOAH Collaborating Centre for Animal Feed Safety and Analysis
Saitama, Japan

はしがき

独立行政法人農林水産消費安全技術センター（FAMIC）は、農林水産行政と密接に連携しつつ、農業生産資材（肥料、農薬、飼料及び飼料添加物並びに土壤改良資材）や食品を対象として科学的な検査・分析を行い、農業生産資材の安全の確保、食品等の品質や表示の適正化等に取り組んでいます。

飼料及びペットフードについては、農林水産省等の関係府省が「飼料安全法」及び「ペットフード安全法」に基づく基準規格（残留農薬、有害物質、添加物など）を設定し、飼料等の関係事業者がこの基準規格を遵守することにより、飼料等の安全確保が図られています。これらの法律に基づく基準規格の設定に当たっては、先ずはその目的に応じた性能（選択性、検量線の直線性、真度、精度、検出限界と定量限界など）を有する試験法により、科学的に信頼できるデータを得ることが重要です。

このため、FAMIC では飼料等の分析法の開発、改良等を行うとともに、分析法の妥当性確認を行い、公定分析法を確立しています。また、確立した公定分析法を用いて飼料等のサーベイランス・モニタリングを行い、有害物質による汚染実態の把握や基準規格の遵守状況の確認を行うことを通じて、飼料等の安全確保に貢献しています。さらに、FAMIC の飼料部門は、国際獣疫事務局（WOAH）の「飼料の安全と分析」分野のコラボレーティング・センターとして、飼料の安全と分析に関する技術情報の発信や研修等の実施などを通じて、安全な畜産物の国際取引の確保等に寄与しています。

『飼料研究報告』は、FAMIC の飼料部門における飼料及び飼料添加物並びにペットフードの分析及び鑑定技術の改善、検査手法・試験法の開発又は改良等を目指して実施した調査・研究成果や学術雑誌等に投稿等して公表した研究成果を取りまとめたものです。これらの研究成果は「飼料分析基準」（令和 5 年 12 月 1 日付け 5 消安第 4714 号。農林水産省消費・安全局長通知）又は「愛玩動物用飼料等の検査法」（平成 21 年 9 月 1 日付け 21 消技第 1764 号。FAMIC 理事長制定）に記載されています。

今号は、昭和 41 年度創刊以来、50 号目の節目を迎えるに至りました。半世紀以上に渡り継続して発刊してこられたことは、ひとえに関係者の皆様方の御指導、御鞭撻の賜物であり、心から感謝申し上げます。巻末には、第 50 号の記念といたしまして第 1 号からの目録を掲載しました。書き並べられた調査・研究成果からは、飼料等の安全確保の課題や分析手法の移り変わりを窺い知ることができ、FAMIC の飼料部門が取り組んできた調査・研究の歴史が感じられる内容となっております。

最後に、本研究報告が飼料及び飼料添加物並びにペットフードの安全の確保の一助となることを期待するとともに、関係各位におかれては、FAMIC の技術レベルの更なる向上のために、引き続き、御指導、御鞭撻を賜りますよう、お願い申し上げます。

令和 7 年 9 月

理事長 木内 岳志

謝 辞

本報告に掲載した分析法の開発及び報告書の作成に当たり、助言賜りました下記の飼料分析基準検討会の各委員に感謝申し上げます。

令和6年度飼料分析基準検討会委員
(敬称略。五十音順。役職は令和7年3月現在。)

永西 修	国立研究開発法人農業・食品産業技術総合研究機構 畜産研究部門 研究推進部 研究推進室
久城 真代	国立研究開発法人農業・食品産業技術総合研究機構 食品研究部門 食品流通・安全研究領域 食品安全・信頼グループ長補佐
小池 良治	農林水産省動物医薬品検査所 検査第二部 総括上席研究官
後藤 哲久	AOAC インターナショナルフェロー
坂 真智子	株式会社エスコ 代表取締役社長
永山 敏廣	元明治薬科大学 特任教授
堀江 正一	大妻女子大学 名誉教授
松井 徹	国立大学法人京都大学 名誉教授
松井 利郎	国立大学法人九州大学 農学研究院 教授
安井 明美	元国立研究開発法人農業・食品産業技術総合研究機構 食品研究部門 アドバイザー

目 次

1 愛玩動物用飼料中の糞便系大腸菌群の検出法の開発	
近藤 勝, 齊木 雅一, 井上 直, 大島 慎司, 野村 昌代, 時田 佳奈	1
2 牛用配合飼料中の 3-ニトロオキシプロパノールの液体クロマトグラフによる分析法の開発	
横田 典明, 長久保 眞平, 山下 奈々, 菊田 千乃, 若宮 洋市	11
3 豚用配合飼料中のシスチン, リジン, メチオニン及びトレオニンのアミノ酸自動分析装置による同時分析法の検討	
船木 紀夫, 野村 哲也, 仲谷 琢実	21
4 穀類及び乾牧草中のグリホサートの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による分析法の改正基準値相当濃度における妥当性確認	
高橋 雄一	32

精度管理

1 令和 6 年度飼料等の共通試料による分析鑑定について	
門屋 日菜, 船水 悦子, 佐藤 憲大, 小堀 拓也, 安藤 千咲, 菊田 千乃	41

調査資料

1 飼料中の有害物質等のモニタリング等の結果について (令和 6 年度)	
肥飼料安全検査部 飼料鑑定第一課, 飼料鑑定第二課	65
2 特定添加物検定結果等について (令和 6 年度)	
肥飼料安全検査部 飼料鑑定第二課	84

他誌掲載論文 (抄録)

1 YES-DC-CP medium facilitates the isolation of <i>Aspergillus</i> section <i>Flavi</i> from acidic field soils	
KANAZASHI Yuhei, YAMAGAMI Yohei, FURUKAWA Tomohiro, TSUKADA Yuko, HIRONO Yuhei, OGINO Akiko, YABE Kimiko and KUSHIRO Masayo (JSM Mycotoxins, 75(1), 7-10 (2025).)	93

付 録

飼料研究報告総目録（第1号～第50号） 95

CONTENTS

1	Development of Fecal Coliform Detection Method for Pet Food	
	KONDO Masaru, SAIKI Masakazu, INOUE Tadashi, OSHIMA Shinji, NOMURA Masayo and TOKITA Kana	1
2	Development of 3-Nitrooxypropanol Determination Method in Formula Feed for Cattle by LC	
	YOKOTA Tenmei, NAGAKUBO Shinpei, YAMASHITA Nana, KIKUTA Yukino and WAKAMIYA Yoichi	11
3	Study of Simultaneous Determination Method of Cystine, Lysine, Methionine and Threonine by Amino Acid Analysis System	
	FUNAKI Norio, NOMURA Tetsuya and NAKATANI Takumi ..	21
4	Validation Study of Glyphosate Determination Method in Grains and Grass Hay by LC-MS/MS at Concentration Equivalent to the Revised Regulation Value	
	TAKAHASHI Yuichi	32
§ Proficiency test		
1	Proficiency Test (in the Fiscal Year 2024)	
	KADOYA Hina, FUNAMIZU Etsuko, SATO Norihiro, KOBORI Takuya, ANDOU Chisaki and KIKUTA Yukino	41
§ Investigative report		
1	Monitoring Results of Undesirable Substances in Feeds (in the Fiscal Year 2024)	
	Feed Analysis 1st Division and 2nd Division, Fertilizer and Feed Inspection Department	65
2	Results of Official Testing of Specified Feed Additives (in the Fiscal Year 2024)	
	Feed Analysis 2nd Division, Fertilizer and Feed Inspection Department	84
§ Papers accepted in other journals (abstract)		
1	YES-DC-CP medium facilitates the isolation of <i>Aspergillus</i> section <i>Flavi</i> from acidic field soils	
	KANAZASHI Yuhei, YAMAGAMI Yohei, FURUKAWA Tomohiro, TSUKADA Yuko, HIRONO Yuhei, OGINO Akiko, YABE Kimiko and KUSHIRO Masayo (JSM Mycotoxins, 75(1), 7-10 (2025).)	93

§ Appendix

General list of 'Reseach Report of Animal Feeds' (Vol. 1 to 50) 95

1 愛玩動物用飼料中の糞便系大腸菌群の検出法の開発

近藤 勝^{*1}, 齊木 雅一^{*1}, 井上 直^{*1}, 大島 慎司^{*2}, 野村 昌代^{*2}, 時田 佳奈^{*2}

Development of Fecal Coliform Detection Method for Pet Food

KONDO Masaru^{*1}, SAIKI Masakazu^{*1}, INOUE Tadashi^{*1}, OSHIMA Shinji^{*2},
NOMURA Masayo^{*2} and TOKITA Kana^{*2}

(^{*1} Sapporo Regional Center, Food and Agricultural Materials Inspection Center (FAMIC),
^{*2} Fertilizer and Feed Inspection Department, FAMIC)

We have developed a detection method of fecal coliforms in pet food.

Having added 0.1 % (w/v) peptone salt solution to a sample, it was left at rest for 30 minutes. After the stomaching treatment for 5 minutes, 1 mL of the diluted solution was inoculated into five EC fermentation tubes respectively and cultured at 44.5 °C for 22 to 26 hours. One loop of the EC fermentation tube that produced gas was inoculated onto an EMB agar plate and cultured at a temperature range of 34 to 36 °C for 22 to 26 hours. One typical colony on the EMB agar plate was inoculated into a lactose fermentation tube, and cultured at the same temperature range for 24 to 48 hours. Similarly, the colony was also inoculated into a standard agar slant and cultured at the same temperature range for 22 to 26 hours. If the lactose fermentation tube exhibited yellowing and gas production, and the colonies on the standard agar slant were identified as gram-negative and non-spore-forming bacilli through gram staining, fecal coliforms were determined positive.

A bacterial inoculation test was conducted using *Escherichia coli* NCTC 9001. The *E. coli* was added at levels of 0.5 to 8 CFU/g (0.25 to 4 CFU/test portion) to six types of pet food, and three types of heated-processed meat products (packaged after heating) and three types of dry-processed meat products. Heated and dry-processed products are required to meet fecal coliform requirements specified in the Food Sanitation Law. The result of the bacterial inoculation test showed that the LOD₅₀ (level of detection at 50 % probability of detection) was calculated to be 0.41 to 0.54 CFU/test portion for pet foods and 0.45 to 0.90 CFU/test portion for meat products according to ISO 16140-2:2016. Thus both results are at comparable levels. The matrix effect of each sample was evaluated using the POD (possibility of detection) curve, which is indicated by the correlation between bacterial concentration *d* and POD, and no significant matrix effect on detection sensitivity was observed.

Key words: fecal coliform; pet food; LOD₅₀; ISO 16140-2:2016

キーワード：糞便系大腸菌群；愛玩動物用飼料；LOD₅₀；ISO 16140-2:2016

1 緒 言

愛玩動物用飼料の不十分な加熱乾燥及び衛生管理に起因すると考えられるサルモネラ汚染事例が報告されており、病原微生物による汚染防止のため愛玩動物用飼料の製造及び取扱いにおける衛生管理の徹底が求められている¹⁾。現在、微生物に関して愛玩動物用飼料等の検査法²⁾に記載されているのは、生菌数及び病原微生物のサルモネラの検出法のみであり、日常の衛生管理の指標に用いることができるような衛生指標菌の検出法の確立が求められている。

^{*1} 独立行政法人農林水産消費安全技術センター札幌センター

^{*2} 独立行政法人農林水産消費安全技術センター肥飼料安全検査部

日本国内の食品分野では、食品衛生法に基づく「食品、添加物等の規格基準」³⁾において、食肉製品、冷凍食品等に糞便系大腸菌群の成分規格が定められている。食品衛生法上の糞便系大腸菌群は、グラム陰性の無芽胞桿菌で 48 時間以内に乳糖を分解して酸とガスを産生する好気性又は通性嫌気性の一類（大腸菌群）のうち、44.5℃で発育する菌群とされている⁴⁾。大腸菌の多くが44.5℃で発育して乳糖を分解することから、煩雑な試験を行わずに大腸菌の存在を推定しようとする意図で考えられた菌群であり⁴⁾、環境衛生管理に有用な衛生指標菌として食品分野で広く用いられている。そこで、愛玩動物用飼料中の衛生指標菌の検出法を確立するため、一般財団法人東京顕微鏡院が実施した令和4年度生産資材安全確保対策委託事業（愛玩動物用飼料の分析法検討等委託事業）において報告⁵⁾された内容を参考に、食品衛生法に基づく加熱食肉製品（加熱後包装）及び乾燥食肉製品（以下「食肉製品」という。）の糞便系大腸菌群の試験法⁶⁾（以下「糞便系大腸菌群試験法」という。）が愛玩動物用飼料に適用できるか検討を行うこととした。

令和5年度は予備検討として、愛玩動物用飼料を用いて大腸菌添加試験を実施し、ISO 16140-3:2021⁸⁾に基づき、LOD₅₀（実施試験の50%が陽性となる菌量）を推定する estimated LOD₅₀（eLOD₅₀）を算出して評価した⁷⁾。その結果、eLOD₅₀はISO 16140-3:2021で規定する許容限界を満たしており、試験法に改良が必要な点は認められなかった。

今回、妥当性確認として、ISO 16140-2:2016⁹⁾に基づき愛玩動物用飼料及び食肉製品を用いた大腸菌添加試験を実施し、その結果から算出した愛玩動物用飼料及び食肉製品のLOD₅₀及びマトリックス効果を比較することにより、糞便系大腸菌群試験法の愛玩動物用飼料への適用及び愛玩動物用飼料等の検査法への収載の可否を検討したので、その概要を報告する。

2 実験方法

2.1 試料

市販の愛玩動物用飼料（ドライ製品、セミドライ製品、ウェット製品、成型ジャーキー及び素材乾燥ジャーキー（ハードタイプ及びソフトタイプ））及び比較対象として市販の食肉製品を用いた。なお、成型ジャーキー、素材乾燥ジャーキー及び食肉製品については、あらかじめ滅菌済みのはさみを用いて無菌的に切断し、長さを20 mm以下としたものを分析用試料とした。その他の試料については、そのまま分析用試料として用いた。

なお、検討に用いた愛玩動物用飼料をTable 1に、食肉製品をTable 2に示した。

Table 1 Ingredients list of pet food used in the present study

Pet food types	Ingredients
Dry food for cats	Grains (corn, sweet flour, corn gluten meal, etc.), meats (meat meal, chicken liver powder, beef powder, etc.), beans (soy pulp, defatted soybeans, etc.), seafood (fish meal, fish extract, white fish extract, etc.), oils and fats (animal fats, etc.), beer yeast, eggs (egg powder), vitamins (A, D ₃ , E, K ₃ , B ₁ , B ₂ , pantothenic acid, niacin, B ₆ , folic acid, biotin, B ₁₂ , choline, inositol), minerals (Ca, P, Na, K, Cl, Fe, Co, Cu, Mn, Zn, I), amino acids (methionine, taurine), food color (food red no.102), antioxidants (rosemary extract, mixed tocopherols)
Semi dry food for dogs	Grains (wheat flour, etc.), meats (chicken meal, chicken extract, beef meal, etc.), sugars, potatoes (sweet potato, etc.), vegetables (carrot, pumpkin, spinach, etc.), propylene glycol, minerals (calcium phosphate, calcium carbonate, potassium chloride, magnesium sulfate, sodium chloride, iron sulfate, zinc carbonate, copper sulfate, manganese carbonate, calcium iodate), thickening stabilizer (glycerin), preservative (potassium sorbate), vitamins (choline, C, E, nicotinic acid, pantothenic acid, A, B ₆ , B ₁ , B ₂ , folic acid, B ₁₂ , D), pH adjuster, amino acids (L-lysine hydrochloride), antioxidants (sodium erythorbate, mixed tocopherols, rosemary extract), food colors (titanium dioxide, food yellow no.5, food red no.106, food yellow no.4, food blue no.1)
Wet food for cats	Fish (bonito, etc.), beef, vegetable oil, vitamins (A, B ₁ , B ₂ , B ₆ , B ₁₂ , E, K, choline, niacin, pantothenic acid, biotin, folic acid), minerals (Ca, Cu, Fe, I, Mg, Mn, P, Zn), taurine, polysaccharide thickener, seasoning, EDTA-Na, color former (sodium nitrite)
Formed jerky for dogs	Meats (chicken, beef), rice bran, modified starch, wheat flour, propylene glycol, sorbitol, sucrose, salt, preservatives (potassium sorbate, sodium dehydroacetate), pH adjuster (sodium polyphosphate, citric acid), antioxidant (sodium erythorbate), color former (sodium nitrite), food colors (titanium dioxide, food red no.106)
Dried jerky for dogs (hard type)	Beef
Dried jerky for dogs (soft type)	Chicken, glycerin, humectant (propylene glycol), sodium hexametaphosphate, salt, preservatives (potassium sorbate, sodium dehydroacetate, sodium nitrite), antioxidant (sodium erythorbate), binding agent (sodium polyphosphate)

Table 2 Ingredients list of processed meat products used in the present study

Processed meat product types	Ingredients
Ham (heated processed meat product (packaged after heating))	Pork, starch syrup, soy protein, salt, milk protein, protein hydrolysate, seasoning extract, casein sodium, polysaccharide thickener, phosphate, seasoning (amino acids, etc.), antioxidant (vitamin C), liquid smoke, color former (sodium nitrite), cochineal dye
Sausage (heated processed meat product (packaged after heating))	Pork, chicken, pork fat, binding materials (starch, soy protein), sugars (candy powder, sugar), salt, chicken extract, spices, modified starch, seasoning (amino acids, etc.), phosphate, preservative (sorbic acid), pH adjuster, antioxidant (vitamin C), color former (sodium sulfite), spice extract, cochineal dye, enzymes
Steamed chicken breast (heated processed meat product (packaged after heating))	Chicken, salt, seasoning (amino acids, etc.), pH adjuster, antioxidant (vitamin C), color former (sodium nitrite)
Hamburger steak (heated processed meat product (packaged after heating))	Meats, etc. (pork, pork tongue, beef heart, beef fat, beef, pork fat), onion, binder (breadcrumbs, powdered vegetable protein, egg, powdered egg white), granulated vegetable protein, sugar, onion extract, beef seasoning, spices, salt, vegetable oil, starch syrup, reduced starch syrup, kelp extract, soy sauce, fermented seasoning, protein decomposition product, modified starch, seasoning (organic acids, etc.), pH adjuster, phosphate (Na), caramel color, casein sodium, antioxidant (vitamin C), polysaccharide thickener, flavor, spice extract
Dried sausage (dried processed meat product)	Chicken, sugar (starch syrup, sugar), meats (pork, beef), pork fat, gelatin, soy protein, salt, spices, starch, collagen, yeast extract, seasoning (amino acids, etc.), liquid smoke, phosphate, antioxidant (vitamin C), monascus color, preservative (potassium sorbate), color former (sodium nitrite)
Beef jerky (dried processed meat product)	Beef, sugar, beef extract, salt, powdered soy sauce, yeast extract, protein hydrolysate, sorbitol, seasoning, antioxidant (vitamin C), polysaccharide thickener, caramel color, spice extract, color former (sodium nitrite), acidulant

2.2 試 薬

- 1) 水は Milli-Q IX 7005 (メルク製) により精製した精製水又は AQUARIUS RFD240RA (東洋製作所製) により蒸留した蒸留水 (JIS K 0211 の 5213 に定義された蒸留水) を用い, 必要に応じて 121 °C で 15 分間高圧蒸気滅菌し, 滅菌水として用いた. なお, 調製に用いた試薬は, 等級があるものは特級を用いた.
- 2) 0.1 % (w/v) ペプトン加生理食塩水 (以下「希釈液」という.) ペプトン 1 g 及び塩化ナトリウム 8.5 g を量って水 1000 mL に溶かし, 塩酸 (1 mol/L) 又は水酸化ナトリウム溶液 (1 mol/L) で pH を 6.9~7.1 に調整した後, 121 °C で 15 分間高圧蒸気滅菌した.
- 3) EC 発酵管 EC 培地 (パールコア EC 培地 “栄研”, 栄研化学製) 37 g を水 1000 mL に加え, 沸騰水浴中で加熱して溶かし, ダーラム管 (胴径 φ6 mm) を入れた中試験管に 10 mL ずつ分注した後, 121 °C で 15 分間高圧蒸気滅菌した. 滅菌後, 直ちに流水で急冷し, ダーラム管に気泡が入っていないことを確認した.
- 4) EMB 寒天培地 EMB 培地 (パールコア EMB 培地 “栄研”, 栄研化学製) 40 g を水 1000

mLに加え、沸騰水浴中で加熱して溶かし、121°Cで15分間高圧蒸気滅菌した。これをプラスチック製滅菌シャーレに一様に広がるように20 mL分注し、水平に静置して凝固させた後、倒置してふたをわずかにずらし、35~37°Cで1時間静置して培地表面を乾燥させた。

- 5) 乳糖ブイヨン発酵管 乳糖ブイヨン培地（パールコア乳糖ブイヨン培地“栄研”，栄研化学製）18 gを水1000 mLに加え、沸騰水浴中で加熱して溶かし、ダーラム管を入れた中試験管に10 mLずつ分注した後、121°Cで15分間高圧蒸気滅菌した。滅菌後、直ちに流水で急冷し、ダーラム管に気泡が入っていないことを確認した。
- 6) リン酸緩衝生理食塩水（以下「PBS」という。） PBS 粉末（アキュディア™ D-PBS（-）粉末，島津ダイアグノスティクス製）9.6 gを水1000 mLに溶かし、121°Cで15分間高圧蒸気滅菌した。
- 7) 標準寒天斜面培地 標準寒天培地（パールコア標準寒天培地“栄研”，栄研化学製）23.5 gを水1000 mLに加え、沸騰水浴中で加熱して溶かした。これを中試験管に10 mLずつ分注した後、121°Cで15分間高圧蒸気滅菌し、斜面に凝固させた。
- 8) グラム染色液 フェイバーG（島津ダイアグノスティクス製）の染色液 A（ビクトリアブルー），脱色液（ピクリン酸・エタノール液）及び染色液 B（サフラニン）。
- 9) 大腸菌添加液 BIOBALL HIGHDOSE 10K *Escherichia coli* NCTC 9001 株（ビオメリュー製，10320.0 CFU 及び 10004.0 CFU）1 個を菌濃度が 1000~1200 CFU/mL 程度となるよう PBS で溶解し、大腸菌添加原液とした。大腸菌添加原液を PBS でさらに希釈し、菌濃度が 200 CFU/mL，100 CFU/mL，50 CFU/mL，25 CFU/mL 及び 12.5 CFU/mL 程度となるよう大腸菌添加液を調製した。

2.3 装置及び器具

- 1) ストマッカー：EXNIZER400 オルガノ製
- 2) ストマッカー袋：細菌検査用ポリ袋（400 mL） オルガノ製
- 3) 恒温水槽：NTT-2200 東京理化学器械製又は TRW-42TP アズワン製
- 4) インキュベーター：LTI-700E 又は LTI-1001ED 東京理化学器械製
- 5) その他：試験に用いた器具のうち、試料、培地及び菌液に接触するものは、それぞれ適切な方法で滅菌したものをを用いた。

2.4 試験方法

1) 試料液の調製

分析試料 25 g を量ってストマッカー袋に入れ、希釈液 225 mL を加えた後 30 分間静置した。これをストマッカー処理（200 rpm，5 分間）し、試料液とした。

2) EC 発酵管による培養

試料液 1 mL をメスピペットで 5 本の EC 発酵管にそれぞれ加え、恒温水槽中で 44.5°C (± 0.2 °C) で 22~26 時間培養した。培養後、5 本すべてにガス発生を認めない場合、糞便系大腸菌群陰性と判定した。

3) EMB 寒天培地による培養

EC 発酵管による培養後、ガス発生が認められた EC 発酵管から、その培養液を 1 白金耳量採取して EMB 寒天培地に画線塗抹し、倒置して 34~36°C で 22~26 時間培養した。

4) 乳糖ブイヨン発酵管及び標準寒天斜面培地による培養

EMB 寒天培地で培養後、糞便系大腸菌群の定型的集落（黒色の金属光沢または暗紫赤色）を釣菌し、乳糖ブイヨン発酵管に接種及び標準寒天斜面培地に塗抹し、それぞれ 34~36 °C で 24~48 時間及び 34~36 °C で 22~26 時間培養した。

5) グラム染色

4)の標準寒天斜面培地上で発育した菌を釣菌し、スライドガラス上に滴下した滅菌水 10 µL と混和した。乾燥後、火炎固定した塗抹面に染色液 A を十分な量滴下し、1 分間静置した。染色液を流水で塗抹面に直接かからないように穏やかに水洗後、脱色液で染色液 A の青色が溶け出さなくなるまで脱色した。脱色液を同様に水洗後、塗抹面に染色液 B を十分な量滴下し、1 分間静置した。染色液を同様に水洗後、ろ紙で水気をふき取り、光学顕微鏡で観察した。なお、スライドガラスは、エタノールに一晩以上浸漬し、火炎で軽くあぶり、冷ましたものを用いた。

6) 糞便系大腸菌群の判定

乳糖ブイヨン発酵管による培養後、ガス発生が認められ、これに対応する標準寒天斜面培地上的の菌がグラム陰性の無芽胞桿菌であった場合、糞便系大腸菌群陽性とし、その他の場合は陰性と判定した。

なお、試験方法の概要を Scheme 1 に示した。

Sample solution preparation

- weighed 25 g sample in bag for stomacher
- added 225 mL of 0.1 % (w/v) peptone salt solution and left at rest for 30 min
- shook for 5 min using stomacher (200 rpm)

EC fermentation tube

- inoculated each 1 mL of sample solution for 5 tubes of EC medium containing a Durham tube
- incubated for 22~26 h at 44.5 °C

EMB agar

- inoculated with a loop to a plate of EMB agar from EC fermentation tubes observed gas production
- incubated for 22~26 h at 34~36 °C

Standard agar slant

- inoculated a typical colonies with a wire to a plate of standard agar slant
- incubated for 22~26 h at 34~36 °C

Lactose fermentation tube

- inoculated a typical colonies with a wire to lactose fermentation tube
- incubated for 24~48 h at 34~36 °C

Gram staining

- performed gram staining and observed under a microscope

Gas production

Detection of fecal coliforms

Scheme 1 Analytical procedure of fecal coliforms in pet food inspection method

2.5 大腸菌添加試験

1) 試料液の調製

2.1 の分析試料 25 g を量ってストマッカー袋に入れ、試料中の菌濃度が 8, 4, 2, 1 及び 0.5 CFU/g (以下、菌濃度の高い方から d_1 ~ d_5 とする。) となるように 2.2 の 9) で調製した大腸菌添

加液をそれぞれ 1 mL 添加し、希釈液 225 mL を加えた後、30 分間静置した。これをストマック処理 (200 rpm, 5 分間) し、EC 発酵管に接種する大腸菌添加試料液とした。併せて、大腸菌を添加しないブランク試料液も調製した。

なお、試料は希釈液で 10 倍に希釈されており、その 10 倍希釈した試料液 1 mL を 5 本の EC 発酵管に接種することから、培地に接種される試料 (以下「試験部位」という。) 中の菌濃度に換算 (試料中菌濃度 ÷ 10 × 5) すると、 $d_1 \sim d_5$ はそれぞれ 4, 2, 1, 0.5 及び 0.25 CFU/試験部位となる。

2) EC 発酵管による培養から糞便系大腸菌群の判定

大腸菌添加試料液及びブランク試料液は、 $n = 6$ で試験を実施した。

なお、ブランク試料液を用いた EC 発酵管による培養において、ガスが産生しないことを確認できたため、大腸菌添加試料液は 2.4 の 2) まで実施し、EC 発酵管でのガス産生の有無により陰性及び陽性を判定した。また、念のため EC 発酵管でガスの産生が認められたものから各濃度 1 本を無作為に選び、2.4 の 3)~5) を実施し、糞便系大腸菌群の性状を示すことを確認した。

3) LOD₅₀ の算出

2) で陽性と判定された試料数から、ISO 16140-2:2016 における評価法により LOD₅₀ を算出した。具体的には、ISO 16140-2:2016 で示されているウェブサイト (<http://standards.iso.org/iso/16140>) よりダウンロードした LOD₅₀ 算出用のエクセルファイルに、大腸菌添加菌量、陽性数等を入力し算出した。

なお、LOD₅₀ の計算式は a) 式が用いられている。これは、ポアソン分布の公式から導かれた陽性となる確率 (probability of detection, POD) を求める b) 式に POD = 0.5 を代入し、菌濃度 d を求める式に変形したものである。また、a) 及び b) 式中には、検出感度に影響を与える試料固有の値、すなわちマトリックス効果を現す値 F が導入されており、 $F = 1$ の時、検出感度へのマトリックスの影響はないということになる。 F は、菌添加試験における菌添加濃度 d_i での陽性数 y_i を c) の方程式に代入して求められる。

$$\text{a) } \text{LOD}_{50} = -\frac{\ln 0.5}{A_0 F}$$

$$\text{b) } \text{POD} = 1 - \exp(-A_0 F d)$$

$$\text{c) } \sum_{i=1}^5 \left(\frac{y_i d_i}{\exp(A_0 F d_i) - 1} - (6 - y_i) d_i \right) = 0$$

A_0 : 試料量, d : 菌濃度, y : 陽性試料数

4) マトリックス効果の評価

Wilrich らが報告¹⁰⁾している方法を参照し、3) の b) 式で表される POD と菌濃度 d との相関から示される相関曲線 (以下「POD 曲線」という。) を用いて、次のとおり、糞便系大腸菌群試験法における各試料のマトリックス効果の評価した。

3) の b) 式を用いて、菌濃度 d に対して $1 - \exp(-A_0 F d)$ をプロットすることにより、各試料の POD 曲線を作成した。このときの F は、3) で得られたマトリックス効果 F を用いた。更に、

POD がマトリックスの影響を受けない理想的な状態 ($F = 1$) を仮定し、その場合の POD 曲線 (以下「理想的な POD 曲線」という。) の 95 %信頼区間を d)及び e)式を用いて算出した後、各試料の POD 曲線が当該 95 %信頼区間の範囲内かを確認した。なお、d)及び e)式における、マトリックス効果 F の対数変換値 f ($f = 0$) の標準偏差 SD の算出にあたっては、f)式を用いた。

$$d) \quad p(d)_{Lower} = 1 - \exp(-A_0 d \exp(f + 2SD))$$

$$e) \quad p(d)_{Upper} = 1 - \exp(-A_0 d \exp(f - 2SD))$$

$$f) \quad SD = \frac{1}{\sqrt{\sum_{i=1}^5 \frac{6(A_0 F d_i)^2}{\exp(A_0 F d_i) - 1}}}$$

f : マトリックス効果 F の対数変換値

$p(d)_{Lower}$: 理想的な状態における 95 %信頼区間の下限の POD

$p(d)_{Upper}$: 理想的な状態における 95 %信頼区間の上限の POD

3 結果及び考察

3.1 LOD₅₀による検討

2.5 の 1)及び 2)により大腸菌添加試験を実施し、2.5 の 3)により LOD₅₀ を算出した結果は Table 3 及び Table 4 のとおりであり、愛玩動物用飼料の LOD₅₀ は 0.41~0.54 CFU/試験部位、食肉製品の LOD₅₀ は 0.45~0.90 CFU/試験部位であった。

他の食品の事例として、千葉ら¹¹⁾は、冷凍食品の LOD₅₀ を 0.42~0.81 CFU/試験部位と報告している。本試験で得られた愛玩動物用飼料の LOD₅₀ は、食肉製品の LOD₅₀ 及び千葉らの報告と同程度の結果であった。

また、菌濃度 $d_1 = 4$ CFU/試験部位 (8 CFU/g) の時、全ての試料及び全ての反復で陽性 (陽性率 100 %) となり、これは愛玩動物用飼料及び食肉製品で同様の結果であった。

Table 3 Number of positive results and LOD₅₀ of the spiked test for the detection of fecal coliforms (pet food)

Pet food types	Positive rate per each inoculation level ^{a)}					Blank level	Matrix effect F	LOD ₅₀ (CFU/test portion)
	d_1	d_2	d_3	d_4	d_5			
Dry food for cats	6/6 ^{b)}	6/6	6/6	3/6	0/6	0/6	1.65	0.42
Semi dry food for dogs	6/6	5/6	4/6	4/6	4/6	0/6	1.52	0.46
Wet food for cats	6/6	6/6	4/6	3/6	2/6	0/6	1.46	0.48
Formed jerky for dogs	6/6	6/6	3/6	4/6	1/6	0/6	1.27	0.54
Dried jerky for dogs (hard type)	6/6	5/6	6/6	4/6	1/6	0/6	1.57	0.44
Dried jerky for dogs (soft type)	6/6	6/6	4/6	5/6	1/6	0/6	1.68	0.41

a) $d_1 = 4, d_2 = 2, d_3 = 1, d_4 = 0.5, d_5 = 0.25$ CFU/test portion

b) Number of positive results/Number of measurements at level d_i

Table 4 Number of positive results and LOD₅₀ of the spiked test for the detection of fecal coliforms (processed meat products)

Processed meat product types	Positive rate per each inoculation level ^{c)}					Blank level	Matrix effect <i>F</i>	LOD ₅₀ (CFU/test portion)
	<i>d</i> ₁	<i>d</i> ₂	<i>d</i> ₃	<i>d</i> ₄	<i>d</i> ₅			
Ham ^{a)}	6/6 ^{d)}	6/6	5/6	3/6	1/6	0/6	1.54	0.45
Sausage ^{a)}	6/6	5/6	3/6	2/6	0/6	0/6	0.77	0.90
Steamed chicken breast ^{a)}	6/6	6/6	4/6	4/6	0/6	0/6	1.33	0.52
Hamburger steak ^{a)}	6/6	6/6	3/6	3/6	1/6	0/6	1.13	0.62
Dried sausage ^{b)}	6/6	5/6	4/6	2/6	2/6	0/6	1.04	0.67
Beef jerky ^{b)}	6/6	6/6	3/6	2/6	1/6	0/6	1.01	0.69

a) Heated processed meat product (packaged after heating)

b) Dried processed meat product

c) $d_1 = 4, d_2 = 2, d_3 = 1, d_4 = 0.5, d_5 = 0.25$ CFU/test portion

d) Number of positive results/Number of measurements at level d_i

3.2 マトリックス効果の評価

2.5の4)により作成したPOD曲線はFig. 1のとおりであった。全てのPOD曲線が理想的なPOD曲線の95%信頼区間の範囲内であったことから、理想的な状態 ($F = 1$) の仮説は棄却されず、愛玩動物用飼料及び食肉製品の全試料において、検出感度への有意なマトリックスの影響はないと考えられた。

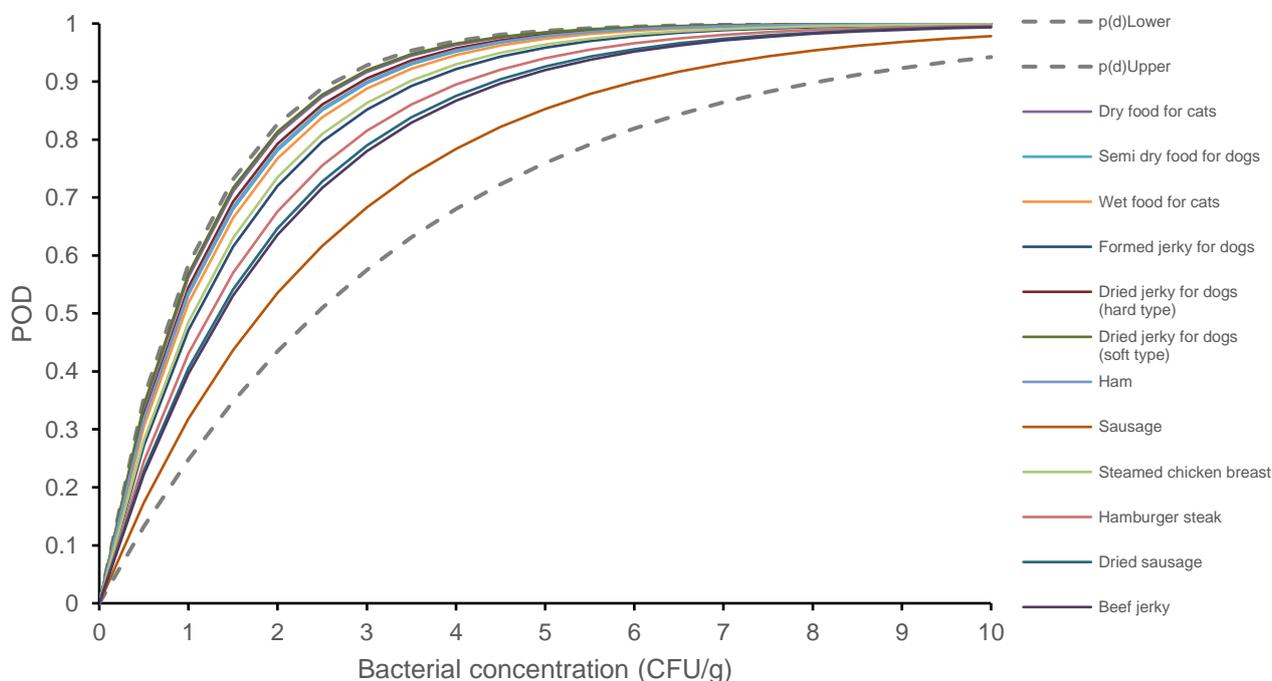


Fig. 1 Correlation between bacterial concentration and probability of detection for ideal condition and each matrix

4 まとめ

糞便系大腸菌群試験法により愛玩動物用飼料及び比較対象として食肉製品を用いて大腸菌添加試験を実施したところ、以下の結果が得られ、愛玩動物用飼料と食肉製品で異なる傾向はなく、検出感度への有意なマトリックスの影響も認められなかったことから、糞便系大腸菌群試験法の愛玩動物用飼料への適用及び愛玩動物用飼料等の検査法への収載が可能であると考えられた。

- 1) 愛玩動物用飼料及び食肉製品に、大腸菌を 0.25, 0.5, 1, 2 及び 4 CFU/試験部位となるように添加し試験した結果、愛玩動物用飼料の LOD₅₀ は 0.41~0.54 CFU/試験部位、食肉製品の LOD₅₀ は 0.45~0.90 CFU/試験部位であり、同程度であった。また、他の食品の報告例とも同程度であった。
- 2) 大腸菌添加試験の結果から得られた各試料の POD 曲線と理想的な POD 曲線を比較した結果、全ての POD 曲線が理想的な POD 曲線の 95 %信頼区間の範囲内であったことから、検出感度への有意なマトリックスの影響はないと考えられた。

文 献

- 1) 農林水産省消費・安全局畜水産安全管理課長通知：ペットフードの病原微生物防止対策の徹底について、令和元年7月12日、元消安第1178号(2019)。
- 2) 独立行政法人農林水産消費安全技術センター理事長通知：「愛玩動物用飼料等の検査法」の制定について、平成21年9月1日(2009)。
- 3) 厚生省告示：食品、添加物等の規格基準、昭和34年12月28日、厚生省告示第370号(1959)。
- 4) 公益社団法人日本食品衛生協会：食品衛生検査指針 微生物編 改訂第2版 2018, 174-175 (2018) (ISBN 978-4-889250-98-5)。
- 5) 一般財団法人東京顕微鏡院：令和4年度生産資材安全確保対策委託事業（愛玩動物用飼料の分析法検討等委託事業）調査報告書(2022)。
- 6) 厚生省生活衛生局長通知：食品衛生法施行規則及び食品、添加物等の規格基準の一部改正について、平成5年3月17日、衛乳第54号(1993)。
- 7) 近藤 勝, 齊木 雅一, 平田 絵理香, 大島 慎司, 野崎 友春, 久保田 恵理：愛玩動物用飼料中の糞便系大腸菌群の検出法の検討, 飼料研究報告, 49, 28-37 (2024)
- 8) International Organization for Standardization : ISO 16140-3. Microbiology of the food chain - Method validation - Part 3: Protocol for the verification of reference methods and validated alternative methods in a single laboratory. Geneva, Switzerland (2021).
- 9) International Organization for Standardization : ISO 16140-2. Microbiology of the food chain - Method validation - Part 2: Protocol for the validation of alternative (proprietary) methods against a reference method. Geneva, Switzerland (2016).
- 10) Wilrich, C. Wilrich, P-T.: Estimation of the POD function and the LOD of a qualitative microbiological measurement method. J. AOAC Int., 92, 1763-1772 (2009).
- 11) 千葉 雄介, 金井 美樹, 藤原 茜, 高瀬 冴子, 荒島 麻実, 土井 りえ, 島田 真一, 石井 里枝 : E. coli および黄色ブドウ球菌定性試験法における検出下限値の推定, 日本食品微生物学会雑誌, 39(4), 132-140 (2022).

2 牛用配合飼料中の 3-ニトロオキシプロパノールの液体クロマトグラフによる分析法の開発

横田 典明^{*1}, 長久保 眞平^{*2}, 山下 奈々^{*3}, 菊田 千乃^{*2}, 若宮 洋市^{*2}

Development of 3-Nitrooxypropanol Determination Method in Formula Feed for Cattle by LC

YOKOTA Tenmei^{*1}, NAGAKUBO Shinpei^{*2}, YAMASHITA Nana^{*3},

KIKUTA Yukino^{*2} and WAKAMIYA Yoichi^{*2}

(*¹ Fukuoka Regional Center, Food and Agricultural Materials Inspection Center (FAMIC)
(Now Animal Quarantine Service, Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries of Japan),

^{*2} Fukuoka Regional Center, FAMIC,

^{*3} Fukuoka Regional Center, FAMIC (Now Nagoya Regional Center, FAMIC))

We have developed a quantitative determination method for 3-nitrooxypropanol (3-NOP) concentration in formula feed for cattle using a liquid chromatograph with an ultraviolet detector (LC-UV).

3-NOP in a sample was extracted with acetonitrile-water-formic acid (180:20:1), and the extracted solution was centrifuged. The supernatant was injected into an LC with a UV detector at 210 nm to determine the 3-NOP concentration. LC separation was then carried out on an ODS column (InertSustain C18, 3 mm i.d. × 150 mm, 3 μm, GL Sciences Inc.; Tokyo, Japan) with a gradient of 0.1 % (v/v) methanesulfonic acid aqueous solution and 0.1 % (v/v) methanesulfonic acid methanol solution as a mobile phase.

Recovery tests were conducted using three types of formula feed for cattle. Those materials were added with 75, 150 and 300 mg/kg of 3-NOP. The resulting mean recoveries ranged from 100 % to 105 %, and the repeatability in the form of the relative standard deviation (RSD_r) was less than 1.2 %.

Key words: 3-nitrooxypropanol; feed additives; liquid chromatograph with ultraviolet detector (LC-UV); formula feed for cattle

キーワード : 3-ニトロオキシプロパノール ; 飼料添加物 ; 液体クロマトグラフ ; 牛用配合飼料

1 緒 言

温室効果ガスである二酸化炭素やメタンの排出削減が各国で求められている。農林水産省が令和3年に策定した「みどりの食料システム戦略」¹⁾において、温室効果ガスの排出を削減する地球にやさしい飼料の開発・普及が期待されている。

3-ニトロオキシプロパノール（以下「3-NOP」という。）は、牛の曖気により排出されるメタンを削減することを目的として開発された。メタン生成経路の最終段階において、メチル補酵素 M は、メチル補酵素 M 還元酵素を触媒として補酵素 B と反応し、メタンを放出する。3-NOP は、メ

^{*1} 独立行政法人農林水産消費安全技術センター福岡センター，現 農林水産省動物検疫所

^{*2} 独立行政法人農林水産消費安全技術センター福岡センター

^{*3} 独立行政法人農林水産消費安全技術センター福岡センター，現 名古屋センター

チル補酵素 M に構造が類似していることから、メチル補酵素 M 還元酵素に結合し、その活性を阻害することによりメタンの生成を削減する²⁾。

3-NOP は、我が国において令和 6 年に「飼料の栄養成分その他の有効成分の補給」用途の飼料添加物に指定され³⁾、牛を対象とする飼料に 3-NOP として 0.015 % (150 mg/kg) 以下の添加が認められている⁴⁾。しかしながら、飼料分析基準⁵⁾に 3-NOP の分析法は記載されていないことから、畜産物中の基準値を超過した際の原因究明等のため、牛用配合飼料中の 3-NOP の分析法の確立が急務となっている。今回、3-NOP の定量法として、飼料添加物の指定のために申請業者である DSM 株式会社から提出された資料に掲載されている液体クロマトグラフ (以下「LC」という。) による定量法⁶⁾ (以下「DSM 法」という。) を基に飼料分析基準への記載の可否を検討したので、その概要を報告する。

参考に 3-NOP の構造式等を Fig. 1 に示した。

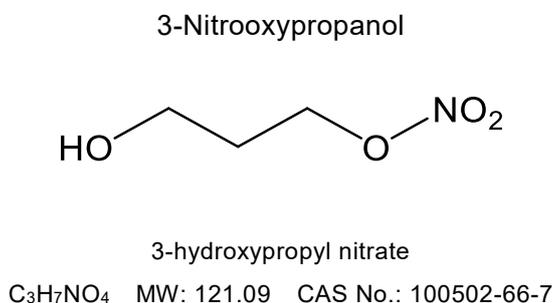


Fig. 1 Chemical structure of 3-nitrooxypropanol (3-NOP)

2 実験方法

2.1 試料

1) 牛用配合飼料

3-NOP を含まない牛用配合飼料をそれぞれ目開き 1 mm のスクリーンを装着した粉碎機で粉碎した。なお、検討に用いた牛用配合飼料を Table 1 に示した。

2) 分析用試料

3-NOP 製剤 (dsm-firmenich 製, 3-NOP を 10 %含有) を、1) で調製した各牛用配合飼料 (ただし、ほ乳期子牛育成用 1 を除く) と 10 倍希釈を目処に V 型混合機を用いて段階的に混合 (30 rpm, 30 分間) し、3-NOP として 300 mg/kg (成分規格の上限値の 2 倍) を含有する分析用試料をそれぞれ調製した。更に、300 mg/kg を含有する分析用試料と各牛用配合飼料を混合し、3-NOP として 75 mg/kg (成分規格の上限値の 1/2) 及び 150 mg/kg (成分規格の上限値) を含有する分析用試料をそれぞれ調製した。

Table 1 Compositions of the formula feed

Formula feed types	Ingredient types	Proportion (%)	Ingredients
For suckling calves 1	Grains	60	Corn, wheat, roasted soybean flour
	Oil seed meal	35	Soybean meal
	Others	5	Molasses, calcium carbonate, salt, medium-chain fatty acid calcium, licorice extract, stevia, calcium phosphate, feed additives
For suckling calves 2	Grains	68	Corn, heat-treated corn, wheat, roasted soybean flour
	Oil seed meal	28	Soybean meal
	Others	4	Molasses, calcium carbonate, salt, calcium phosphate, medium-chain fatty acid calcium, licorice extract, stevia, feed additives
For dairy cattle and young cattle	Grains	57	Corn, heat-treated corn, heat-treated soybean
	Oil seed meal	26	Rapeseed meal, soybean meal
	Brans	16	Corn gluten feed
	Others	1	Calcium carbonate, molasses, salt, feed additives
For young beef cattle and beef cattle 1	Grains	75	Heat-treated corn, corn, heat-treated barley, barley
	Brans	24	Hominy feed, bran, corn gluten feed, barley bran
	Others	1	Calcium carbonate, salt
For young beef cattle and beef cattle 2	Grains	48	Corn, wheat
	Brans	30	Wheat bran, corn gluten feed
	Oil seed meal	19	Soybean meal, rapeseed meal, sweetened heat-treated soybean meal
	Others	3	Calcium carbonate, molasses, salt, <i>Saccharomyces cerevisiae</i> , feed additives
For beef cattle 1	Grains	65	Heat-treated barley, heat-treated corn, corn
	Brans	22	Wheat bran, barley bran, corn gluten feed
	Oil seed meal	11	Rapeseed meal, soybean meal
	Others	2	Molasses, calcium carbonate, salt, soybean curd residue, lactobacillus, bacillus, yeast, feed additives
For beef cattle 2	Grains	56	Heat-treated corn, corn, heat-treated barley, barley
	Brans	32	Wheat bran, rice bran, soybean hulls, hominy feed
	Oil seed meal	10	Soybean meal, rapeseed meal
	Others	2	Molasses, calcium carbonate, lactobacillus, butyrate-producing bacteria, glycolating bacteria, natural aluminum silicate, <i>Saccharomyces cerevisiae</i> , feed additives

2.2 試薬

- 1) メタノール及びアセトニトリルは液体クロマトグラフ用（富士フィルム和光純薬製）を用いた。ギ酸は試薬特級（質量分率 98 %）を用いた。メタンサルホン酸は和光特級（富士フィルム和光純薬製）を用いた。水は純水製造装置ピュアライン WL220（ヤマト科学製）により精

製した水 (JIS K 0557 に定義された A3 相当) を用いた。

2) アセトニトリル-水-ギ酸 (180+20+1)

900 mL のアセトニトリルに, 100 mL の水と 5 mL のギ酸を加えた。

3) 3-NOP 標準液

3-NOP 標準品 (dsm-firmenich 製, 純度 98.3 %) 50 mg を量って 100 mL の全量フラスコに入れ, アセトニトリル-水-ギ酸 (180+20+1) を加えて溶かし, 更に標線までアセトニトリル-水-ギ酸 (180+20+1) を加えて 3-NOP 標準原液を調製した (この液 1 mL は, 3-NOP として 0.5 mg を含有)。

使用に際して, 3-NOP 標準原液の一部をアセトニトリル-水-ギ酸 (180+20+1) で正確に希釈し, 1 mL 中に 3-NOP として 2, 4, 6, 8, 10, 20, 30, 40 及び 50 μ g を含有する標準液を調製した。

2.3 装置及び器具

- 1) 粉碎機: ZM 200 Retsch 製 (目開き 1 mm スクリーン, 使用時回転数 14000 rpm)
- 2) V 型混合機: III 形 筒井理化学器械製 (缶体容量 2 L, 使用時回転数 30 rpm)
- 3) 超音波洗浄機: MCD-2 アズワン製 (周波数 (仕様) 40 kHz)
- 4) マグネチックスターラー: RS-4AN アズワン製
- 5) LC: Prominence 島津製作所製

2.4 定量方法 (本法)

1) 抽出

分析試料 10 g を量って 300 mL の共栓三角フラスコに入れ, アセトニトリル-水-ギ酸 (180+20+1) 100 mL を加え, 30 分間スターラーでかき混ぜて抽出した。抽出した液をプラスチック製遠心沈殿管に入れ, 16200 \times g で 3 分間遠心分離し, 上澄み液を液体クロマトグラフィーに供する試料溶液とした。

3) 液体クロマトグラフィー

試料溶液及び各標準液 5 μ L を LC に注入し, クロマトグラムを得た。測定条件を Table 2 に示した。

Table 2 Operating conditions of LC

Detector	UV detector (Wavelength: 210 nm)
Column	InertSustain C18 (3 mm i.d. \times 150 mm, 3 μ m), GL Sciences
Mobile phase	0.1 % (v/v) methanesulfonic acid aqueous solution – 0.1 % (v/v) methanesulfonic acid methanol solution (23:2) (hold for 9 min) \rightarrow 0.1 min \rightarrow (1:4) (hold for 6 min) \rightarrow 0.1 min \rightarrow (23:2) (hold for 5 min)
Flow rate	0.4 mL/min
Column temperature	40 $^{\circ}$ C

4) 計算

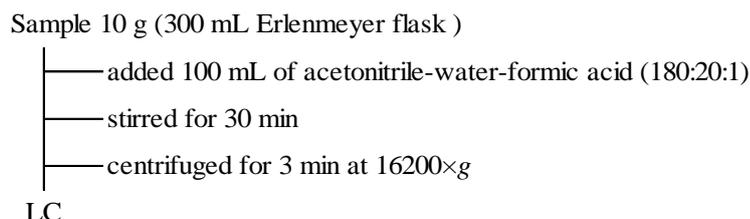
得られたクロマトグラムからピーク面積及び高さを求めて検量線を作成し, 試料中の 3-NOP 量を算出した。なお, 3.2 以降はピーク面積での結果を記載した。

なお, 定量法の概要を Scheme 1 に示した。

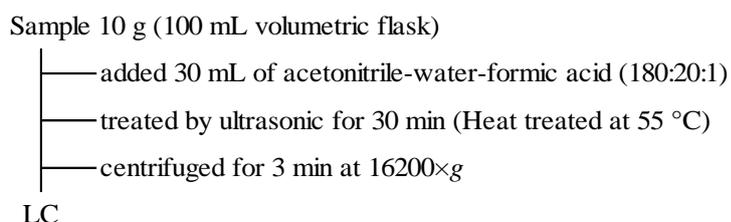
2.5 DSM 法

分析試料 10 g を量って 100 mL の全量フラスコに入れ、アセトニトリル-水-ギ酸 (180+20+1) 30 mL を加え、55 °C の水浴中で 30 分間超音波抽出した。なお、超音波抽出時には 10 分間隔で水平方向に穏やかに数回全量フラスコを振り混ぜた。抽出した液をプラスチック製遠心沈殿管に入れ、16200×g で 3 分間遠心分離し、上澄み液を液体クロマトグラフィーに供する試料溶液とし、本法と同様の方法で測定した。

なお、定量法の概要を Scheme 2 に示した。



Scheme 1 Analytical procedure for 3-NOP (this method)



Scheme 2 Analytical procedure for 3-NOP (DSM method)

3 結果及び考察

3.1 検量線

LC の測定条件は、DSM から提出された資料を参考に設定した。2.2 の 3)により調製した各 3-NOP 標準液各 5 µL を LC に注入し、得られたクロマトグラムからピーク面積及び高さ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、2~50 µg/mL (注入量として 10~250 ng 相当量) の範囲で直線性を示した。なお、当該検量線の濃度範囲は、3-NOP を 20~500 mg/kg 含有する分析用試料を本法に従い調製した最終試料溶液中の濃度範囲に相当する。

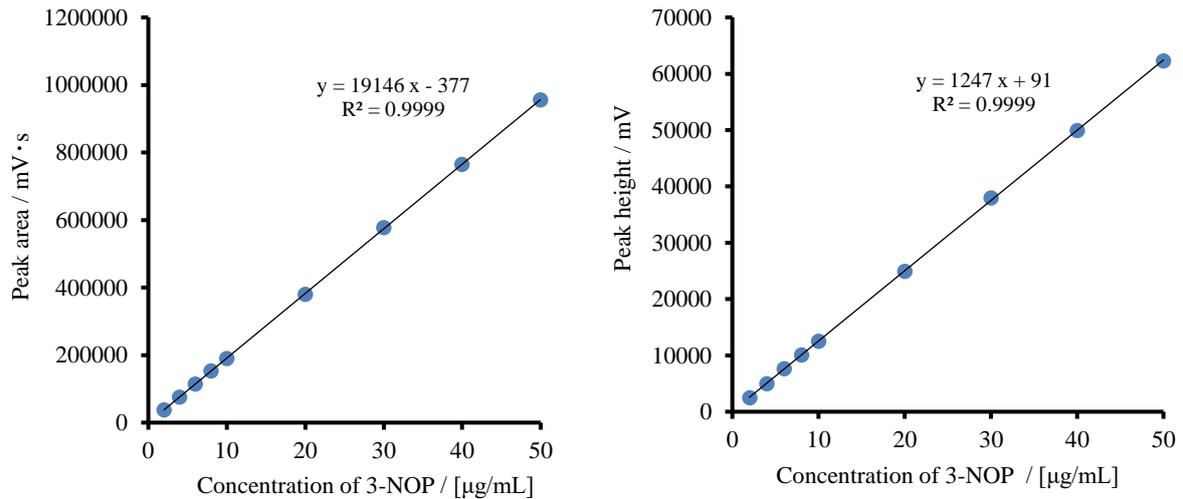


Fig. 2 Calibration curves of 3-NOP by peak area (left) and peak height (right)

3.2 抽出法の検討

飼料分析基準に記載されている飼料添加物の抽出方法の多くが、共栓三角フラスコを用いたかき混ぜ抽出である。また、DSM法で用いる100 mL全量フラスコは開口部が小さく、試料を容器に入れる作業が複雑であった。そこで本法では、試料採取量に合わせて抽出容器を300 mLの共栓三角フラスコとし、抽出容器の容量に合わせて抽出液量も100 mLに変更した。更に、抽出方法も加温しないかき混ぜ抽出とした。

本法とDSM法の定量値を比較するため、2.1の2)により調製した3-NOPとして150 mg/kgを含有する試料5種類（ほ乳期子牛育成用2，幼令肉用牛育成用・肉用牛肥育用1，同2，肉用牛肥育用1及び同2）を用いて、2.4及び2.5に従って添加回収率を求めた。結果はTable 3のとおりであり、本法の回収率は94.3~106%，DSM法の回収率は86.1~104%となり、本法は飼料分析基準別紙2の試験法の妥当性確認ガイドライン（以下「妥当性確認ガイドライン」という。）に定められた真度の目標値（90%以上110%以下）をすべて満たしていたが、DSM法では一部の試料において目標値を満たしていなかった。

このことから、本法を採用することに問題はないと考えられた。

Table 3 Comparison of recovery between this method and DSM method

Extraction method	Recovery (%)	
	This method	DSM method
	Stirring extraction	Ultrasonic extraction
Formula feed types		
For suckling calves	104	95.4
For young beef cattle and beef cattle 1	94.3	86.1
For young beef cattle and beef cattle 2	106	104
For beef cattle 1	97.1	87.8
For beef cattle 2	101	92.5

$n = 1$

3.3 妨害物質の検討

2.1 の 1)の牛用配合飼料各 1 検体を用い、本法により調製した試料溶液を LC に注入し、得られたクロマトグラムを確認したところ、いずれの試料においても 3-NOP の定量を妨げるピークは認められなかった。

なお、得られたクロマトグラムの一例を Fig. 3 に示した。

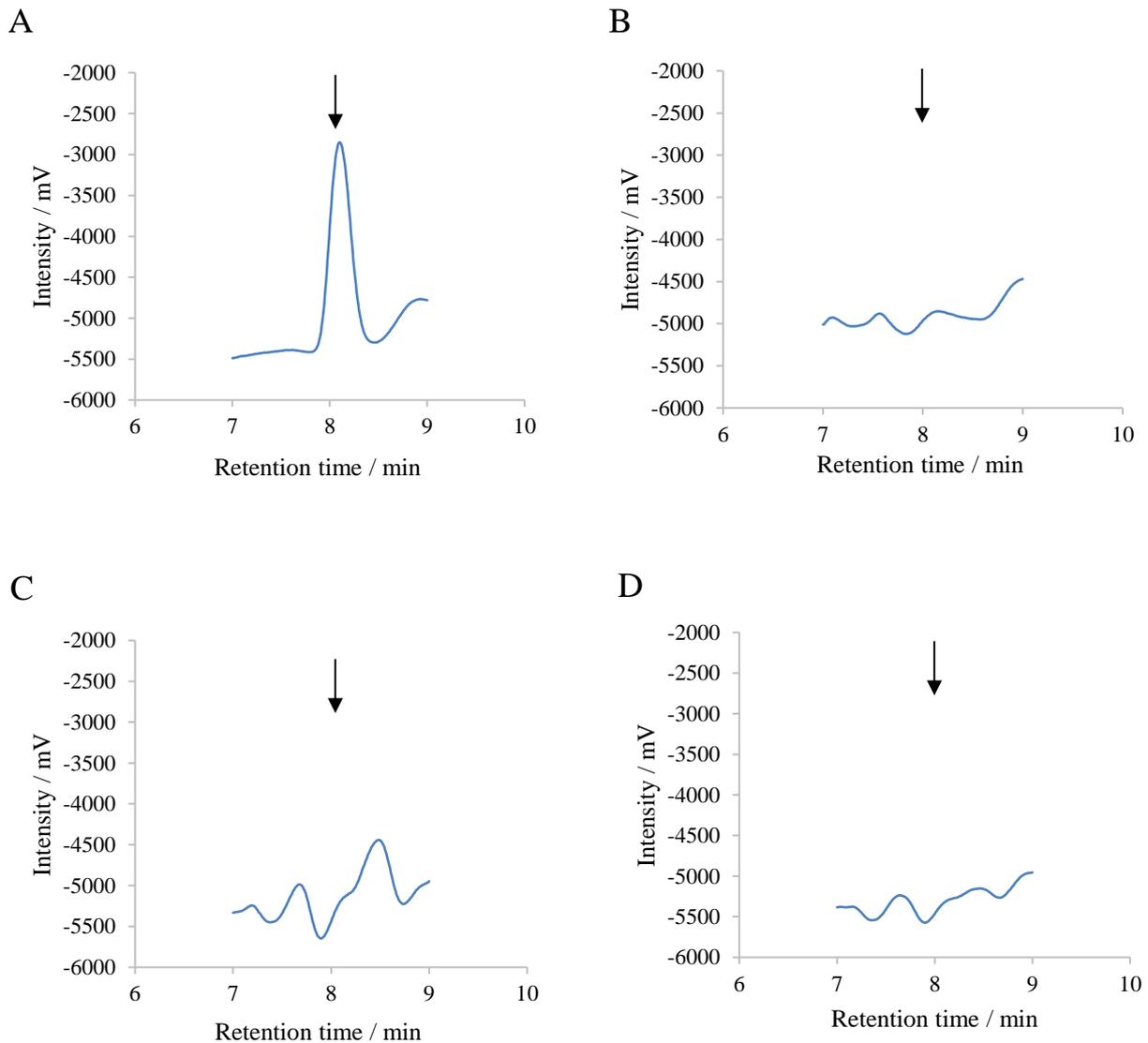


Fig. 3 Typical chromatograms of 3-NOP in standard and blank sample solutions (Arrows indicate the retention time of 3-NOP.)

A: Standard solution (2 $\mu\text{g}/\text{mL}$: 10 ng as 3-NOP)

B~D: Blank sample solution (B: formula feed for suckling calves 2, C: formula feed for dairy cattle and beef cattle 2, D: formula feed for young beef cattle and beef cattle 2)

3.4 添加回収試験

2.1 の 2)により調製した 3-NOP として 75, 150 及び 300 mg/kg (最終試料溶液として 7.5, 15 及

び 30 µg/mL) を含有する試料 3 種類 (ほ乳期子牛育成用 2, 乳用牛飼育用・若令牛育成用及び幼令肉用牛育成用・肉用牛肥育用 2) について, 2.4 に従って定量し, 平均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, 3-NOP の平均回収率は 100~105 %, その繰返し精度は相対標準偏差 (RSD_r) として 1.2 %以下の成績が得られ, 妥当性確認ガイドラインに定められた目標値 (真度: 90 %以上 110 %以下, 精度: 75 mg/kg では 8.3 %以下, 150 mg/kg では 7.5 %以下, 300 mg/kg では 6.7 %以下) を満たす結果であった. なお, 得られたクロマトグラムの一例を Fig. 4 に示した.

Table 4 Recoveries for 3-NOP

Spiked level (mg/kg)	For suckling calves 2		For dairy cattle and young beef cattle		For young beef cattle and beef cattle 2	
	Recovery ^{a)} (%)	RSD_r ^{b)} (%)	Recovery ^{a)} (%)	RSD_r ^{b)} (%)	Recovery ^{a)} (%)	RSD_r ^{b)} (%)
75	102	0.7	103	1.0	103	0.8
150	100	0.4	105	0.7	102	0.2
300	101	1.2	104	0.3	101	0.3

a) Mean ($n = 5$)

b) Relative standard deviation of repeatability

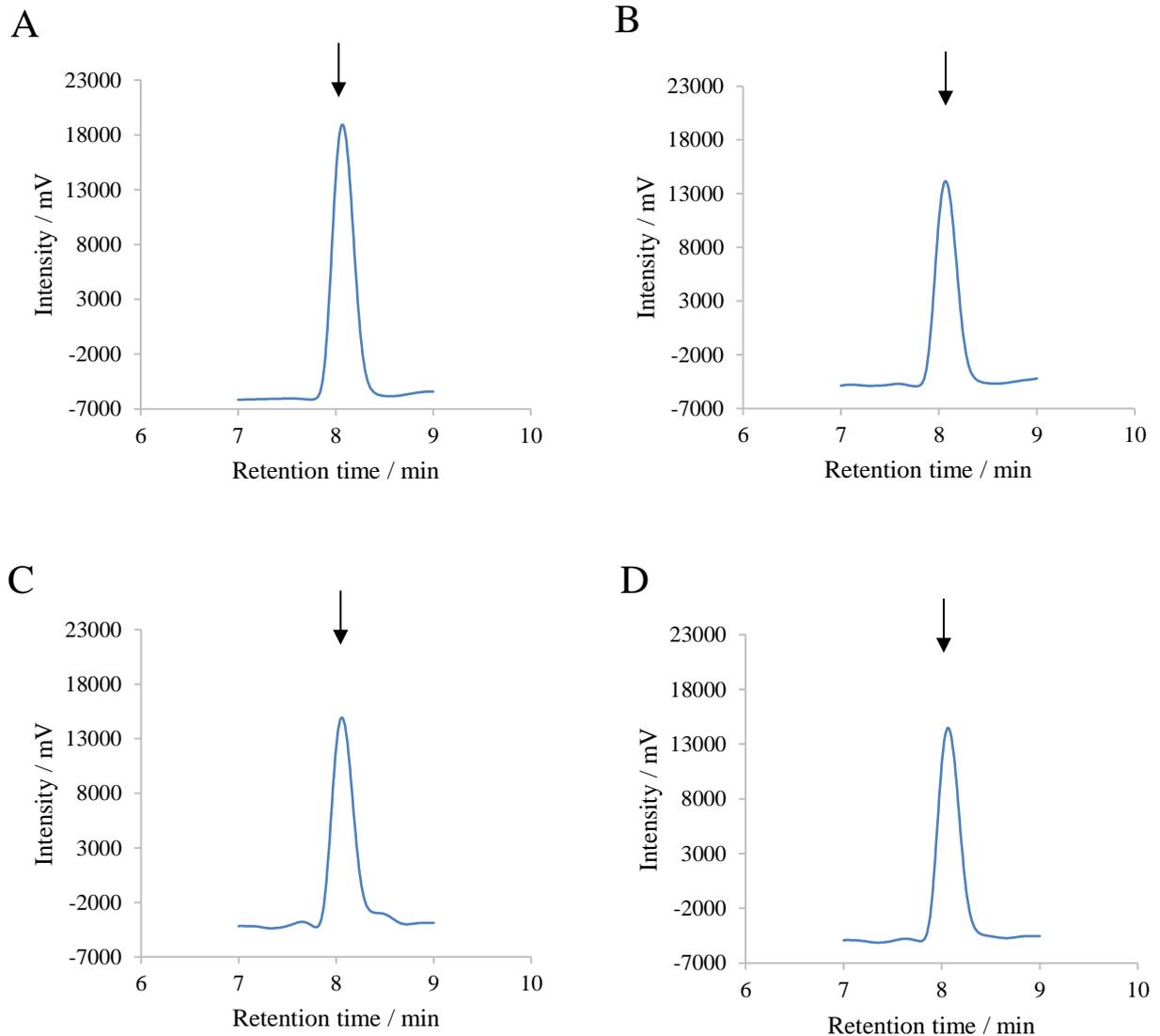


Fig. 4 Typical chromatograms of 3-NOP in standard and spiked sample solutions (Arrows indicate the retention time of 3-NOP.)

A: Standard solution (20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ of 3-NOP (100 ng as injection amount))

B~D: Spiked sample solution (B: formula feed for suckling calves 2, C: formula feed for dairy cattle and young beef cattle, D: formula feed for young beef cattle and beef cattle 2, each spiked at 150 mg/kg of 3-NOP (75 ng as injection amount))

4 まとめ

牛用配合飼料中の3-NOPについて、DSM法を基に、LCを用いた定量法の飼料分析基準への収載の可否について検討したところ、抽出容器、抽出液量及び抽出方法を変更することで以下の結果が得られた。

1) 検量線は2~50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 相当量 (注入量として10~250 ng 相当量) の範囲で直線性を示した。

なお、当該検量線の濃度範囲は、3-NOPを20~500 mg/kg含有する分析用試料を本法に従い調製した最終試料溶液中の濃度範囲に相当する。

- 2) 牛用配合飼料について、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) 3-NOP として 75, 150 及び 300 mg/kg となるように調製した試料について、本法に従って 5 点併行分析を実施し、回収率及び繰返し精度を求めたところ、妥当性確認ガイドラインに定められた真度及び併行精度の目標値を満たす結果が得られた。

文 献

- 1) 農林水産省：みどりの食料システム戦略, <https://www.maff.go.jp/j/kanbo/kankyo/seisaku/midori/attach/pdf/index-10.pdf>, 令和 3 年 5 月 12 日 (2021).
- 2) 農林水産省農業資材審議会（第 63 回）：飼料添加物の新規指定等（案）（3-ニトロオキシプロパノール）に関する資料, 令和 6 年 3 月 12 日 (2024).
- 3) 農林省告示：飼料の安全性の確保及び品質の改善に関する法律の規定に基づく飼料添加物を定める件, 昭和 51 年 7 月 24 日, 告示第 750 号 (1976).
- 4) 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, 省令第 35 号 (1976).
- 5) 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, 令和 5 年 12 月 1 日, 5 消安第 4714 号 (2023).
- 6) DSM 株式会社：DSM 社社内資料（非公表）：飼料中の 3-ニトロオキシプロパノール定量法, 令和 5 年 11 月 9 日 (2023).

3 豚用配合飼料中のシスチン，リジン，メチオニン及びトレオニンのアミノ酸自動分析装置による同時分析法の検討

船木 紀夫*，野村 哲也*，仲谷 琢実*

Study of Simultaneous Determination Method of Cystine, Lysine, Methionine and Threonine by Amino Acid Analysis System

FUNAKI Norio*, NOMURA Tetsuya* and NAKATANI Takumi*

(* Kobe Regional Center, Food and Agricultural Materials Inspection Center)

We have studied a simultaneous quantitative determination method of the concentration of amino acids (cystine, lysine, methionine and threonine) in formula feed for pigs using an amino acid analysis system.

Cystine and methionine in a sample were oxidized to cysteic acid and methionine sulfone, respectively, with performic acid solution. The Amino acids were then hydrolyzed with hydrochloric acid. Then, the hydrolyzed solution was dried under reduced pressure, and dissolved in prepared eluent. The amino acids in the sample solution were quantified using an automated analysis system with post-column fluorescence detection. The columns used for separation and ammonia removal were Shim-pack Amino-Na (6.0 mm i.d. × 100 mm, 5 μm, Shimadzu Co. Inc.; Kyoto, Japan) and Shim-pack ISC-30/S0504Na (4.0 mm i.d. × 50 mm, Shimadzu Co. Inc.). The solutions used for mobile phase were AA-MC (Amino Acid Mobile Phase Kits (Na type), Shimadzu Co. Inc.) and prepared solution containing trisodium citrate, ethanol and perchloric acid. The solution used for post-column reaction was AA-RB (Amino Acid Reagent Kits, OPA Reagent, Shimadzu Co. Inc.).

In this study, a discrepancy between the retention times of the standard solution and the sample solution was observed. The reason for this was thought to be the presence of residual formic acid in the final sample solution. This residual formic acid might have resulted from omitting the drying step of the sample solution after hydrolysis during the study. Therefore, the hydrolyzed sample solution was dried, and then dissolved in the eluent that corresponded to the initial conditions of the gradient, and the measurement was performed. Consequently, the retention times were consistent, and we were able to quantify cystine and methionine. However, the lower limit of quantification did not reach the target level, and further studied were considered necessary.

Key words: amino acid; cystine; cysteic acid; lysine; methionine; methionine sulfone; threonine; amino acid analysis system; formula feed for pigs.

キーワード：アミノ酸；シスチン；システイン酸；リジン；メチオニン；メチオニンスルホン；トレオニン；アミノ酸自動分析装置；豚用配合飼料

1 緒 言

家畜排せつ物に含まれる窒素及びリンは，地球温暖化ガスや悪臭の発生，湖沼等の富栄養化などの畜産環境問題の原因として問題となっている。このうち排せつ物中の窒素については，アミノ酸バランスの適正化により低減できることが報告されている¹⁾。この知見に基づき，飼料の公定規

* 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

格²⁾には環境負荷低減型配合飼料（子豚育成用及び肉豚肥育用）の規格が設けられ、アミノ酸（シスチン、リジン、メチオニン及びトレオニン）の最小量が規定された³⁾。また、農林水産省が令和3年に策定した「みどりの食料システム戦略」に掲げている畜産分野における温室効果ガス排出量の削減に向けても⁴⁾、環境負荷低減型配合飼料の普及が期待されている。

現在、飼料中のシスチン、リジン、メチオニン及びトレオニンの分析法については、イオン交換樹脂カラム、ニンヒドリン試薬及び可視光検出器を用いるアミノ酸分析計による同時分析法（以下「同時分析法」という。）が飼料分析基準⁵⁾に記載されている。同時分析法では、メチオニンが低回収であり、環境負荷低減型配合飼料普及のためには新たな分析法の開発が必要である。

令和4年度から5年度にかけて土井ら^{6),7)}は、過ギ酸処理を行うことにより、同時分析法に比べてメチオニンの定量値が増加し、またシスチン、リジン及びトレオニンとの同時定量が可能であることを確認した。しかし、メチオニン由来のピークについて、近傍のピークとの分離が不十分であった。今年度はアミノ酸自動分析装置のメーカー変更に伴い、メチオニンの前処理方法及び測定方法を見直し、その方法についてシスチン、リジン及びトレオニンの同時定量が可能かどうかについて検討したので、その概要を報告する。

参考にシスチン、システイン酸（シスチンの過ギ酸処理生成物）、リジン、メチオニン、メチオニンスルホン（メチオニンの過ギ酸処理生成物）及びトレオニンの構造式等を Fig. 1 に示した。

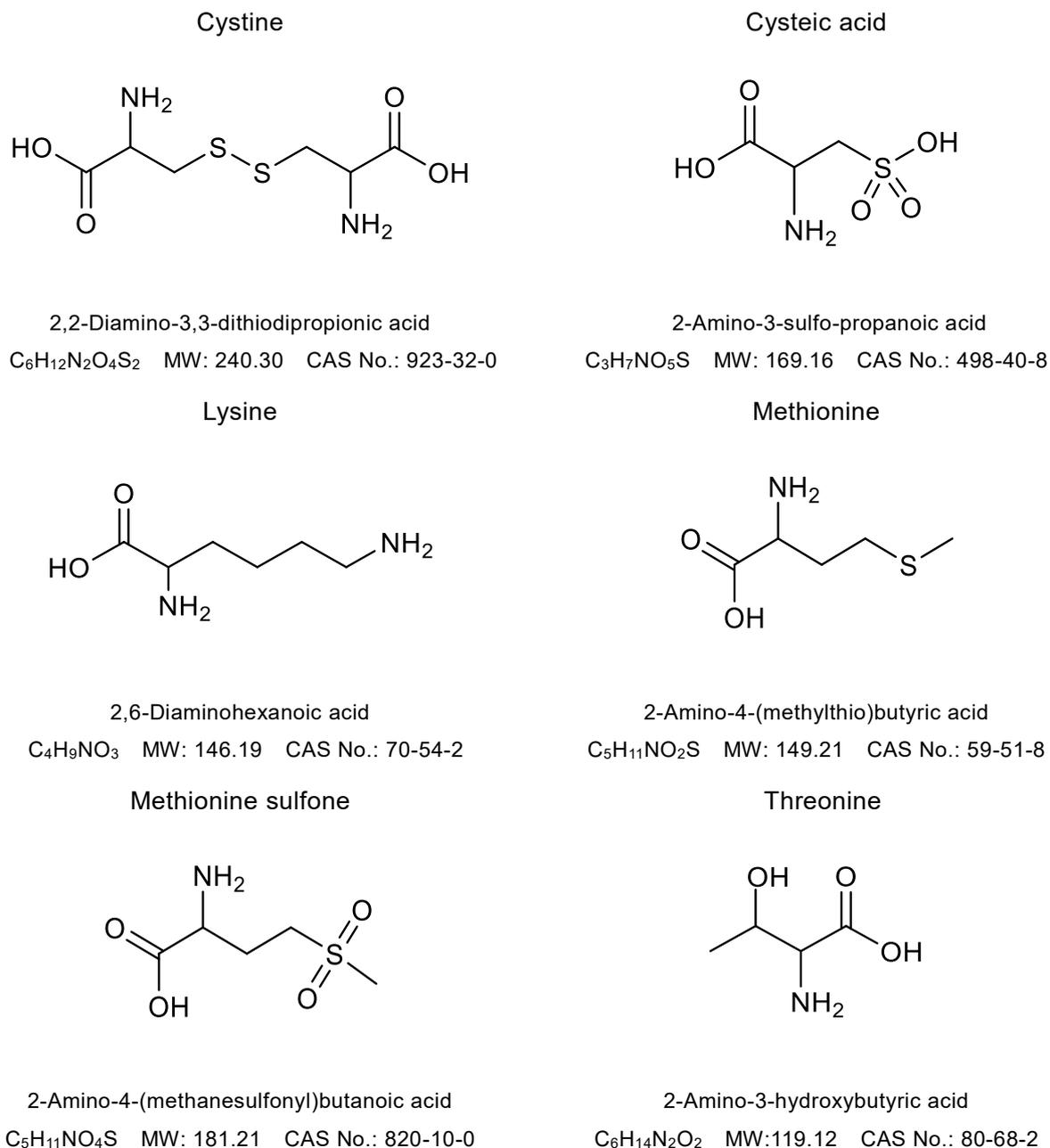


Fig. 1 Chemical structures of cysteine, cysteic acid, lysine, methionine, methionine sulfone and threonine

2 実験方法

2.1 試料

配合飼料はそれぞれ目開き 0.5 mm のスクリーンを装着した粉碎機で粉碎し、分析用試料とした。

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 feed

Formula feed types	Ingredient types	Proportion (%)	Ingredients
For piglets	Grains	74	Corn, rice
	Oil seed meal	20	Rapeseed meal, soybean meal, corn jerm meal
	Others	6	Confection, calcium carbonate, animal fat, salt, calcium phosphate, vegetable oil, feed additives
For fatteing pigs	Grains	72	Corn, milo, wheat
	Oil seed meal	21	Rapeseed meal, soybean meal, corn jerm meal
	Chaff and bran	4	Corn gluten feed, distiller's dried grains with solubles
	Others	3	Animal fat, calcium carbonate, salt, confection, vegetable oil, silicic acid, calcium phosphate, molasses, feed additives

2.2 試薬

- 水酸化ナトリウム、過酸化水素水及びエタノール (99.5) は試薬特級を用いた。ギ酸は試薬特級 (質量分率 98 %) を用いた。二亜硫酸ナトリウムは和光特級 (富士フィルム和光純薬製) を用いた。塩酸 (質量分率 35 %) 及び過塩素酸 (質量分率 60 %) は精密分析用 (富士フィルム和光純薬製) を用いた。フェノール及びクエン酸三ナトリウム二水和物はアミノ酸自動分析用 (富士フィルム和光純薬製) を用いた。水は Milli-Q Integral 5 (Merck Millipore 製) により精製した超純水 (JIS K 0211 の 5218 に定義された超純水) を用いた。
- 各アミノ酸標準品
 アスパラギン酸, シスチン, システイン酸, リジン, メチオニン, メチオニンスルホン及びトレオニンの各標準品は, Table 2 に示した供給業者, 純度のものを用いた。

Table 2 Amino acid standards used in the present study

Amino acids	Manufacturer	Purity (%)
L-Aspartic acid	FUJIFILM Wako Pure Chemical	99.0
L-Cystine	FUJIFILM Wako Pure Chemical	99.4
L-Cysteic acid	FUJIFILM Wako Pure Chemical	99.8
L-Lysine monohydrochloride	FUJIFILM Wako Pure Chemical	99.8
L-Methionine	FUJIFILM Wako Pure Chemical	100.0
L-Methionine sulfone	Thermo Fisher Scientific	99.0
L-Threonine	FUJIFILM Wako Pure Chemical	99.9

3) アミノ酸標準原液

L-アスパラギン酸, L-システイン酸, L-メチオニン, L-メチオニンスルホン及び L-トレオニン標準品各 50 mg 並びに L-リシンー塩酸塩標準品 62.5 mg を量ってそれぞれ 5 mL の全量フラスコに入れ, 6) で調製した溶離液 (以下「調製 A 液」という。) を加えて超音波処理して溶かし, 更に標線まで調製 A 液を加えてアスパラギン酸, システイン酸, リジン, メチオニン, メチオニンスルホン及びトレオニン標準原液を調製した (これらの液各 1 mL は, 各アミノ酸として 10 mg を含有) .

また, L-シスチン標準品 50 mg を量って 5 mL の全量フラスコに入れ, 1 mol/L 水酸化ナトリ

ウム溶液を加えて溶かし，更に標線まで 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液を加えてシスチン標準原液を調製した（この液 1 mL は，シスチンとして 10 mg を含有）。

4) アスパラギン酸標準液

使用に際して，アスパラギン酸標準原液を調製 A 液で正確に希釈し，1 mL 中に各アミノ酸として 0.5 μ g を含有するアスパラギン酸標準液を調製した。

5) アミノ酸混合標準液

システイン酸，リジン，メチオニンスルホン及びトレオニンの標準原液各 1 mL を 100 mL の全量フラスコに正確に入れて混合し，更に標線まで調製 A 液を加えてアミノ酸混合標準原液を調製した（この液 1 mL は，各アミノ酸として 100 μ g を含有）。

使用に際して，アミノ酸混合標準原液を調製 A 液で正確に希釈し，1 mL 中に各アミノ酸として 0.5, 1, 2, 4, 6, 8 及び 10 μ g を含有するアミノ酸混合標準液（以下「標準液」という。）を調製した。

6) 過酸化水素水ーギ酸溶液

過酸化水素水 10 mL にギ酸 90 mL を加え，密栓して 30 分間静置した後，30 分間冷所（0~4 $^{\circ}$ C）に静置して調製した。当該溶液は使用前に調製し，冷えた状態のまま分析試料に加えた。

7) 溶離液及びポストカラムアミノ酸分析の反応液

アミノ酸自動分析装置で用いる溶離液はアミノ酸移動相キット Na 型 AA-MC（島津製作所製，以下「AA-MC」という。）及び調製 A 液を用いた。調製 A 液は，クエン酸三ナトリウム二水和物 5.0 g，60%過塩素酸 4 mL 及びエタノール 17.5 mL を水 400 mL に溶かし，500 mL 全量フラスコに移して水で定容して調製した。反応液はアミノ酸分析キット OPA 試薬 AA-RB（OPA（オルトフタルアルデヒド）を含み，一級アミノ基と反応し蛍光を発する誘導体を生成させる反応液，島津製作所製）を用いた。溶離液の組成については Table 3 に，反応液の組成については Table 4 にそれぞれ示した。

Table 3 Compositions of the mobile phase

Mobile phase name	Substance name	Proportion (%)
AA-MC	Ultrapure water	> 99
	Sodium hydroxide	< 1
Prepared A-solution	Ultrapure water	> 91.5
	Trisodium citrate dihydrate	< 4
	Ethanol	< 3
	Perchloric acid (60 %)	< 1.5

Table 4 Compositions of the reaction reagent

Reaction reagent name	Substance name	Proportion (%)
AA-RB	AA-RA*	> 98
	Methanol	< 2
	<i>N</i> -Acetyl-L-cysteine	< 0.1
	<i>o</i> -Phthalaldehyde	< 0.1
*AA-RA	Ultrapure water	> 93
	Sodium hydroxide	< 4
	Potassium sulfite	< 2
	Boric acid	< 1.5

2.3 装置及び器具

- 1) 粉砕機：ZM 200 Retsch 製（目開き 0.5 mm スクリーン，使用時回転数 14000 rpm）
- 2) 超音波洗浄機：W-212 本多電子製
- 3) ミニバキュームチューブ：RT-20（容量 20 mL）アズワン製
- 4) ヒートブロック：ドライブロックバス THB-2 アズワン製
- 5) 定容用チューブ：DigiTUBE® 50 mL ポリプロピレン AnalytiChem Canada 製
- 6) メンブランフィルター：Millex-LH（孔径 0.45 μm ，直径 25 mm，親水性 PTFE）Merck Millipore 製
- 7) アミノ酸自動分析装置：Nexera 島津製作所製

2.4 定量方法

1) 過酸化

分析試料の一定量（粗たん白質として 5 mg 相当量）を 0.01 mg の桁まで量ってミニバキュームチューブに入れ，過酸化水素水ーギ酸溶液 2 mL を加えた．これを超音波処理により混合後，軽く蓋をして冷所（0~4 $^{\circ}\text{C}$ ）に一夜静置した．これに二亜硫酸ナトリウム 0.34 g を水 2.5 mL に溶解したものを氷冷しながら加え，5 分間軽く振り混ぜた．

2) 塩酸加水分解

先のミニバキュームチューブに 35 %塩酸 2.5 mL を加え，氷冷しながら水流ポンプで脱気を行った後密栓し，120 $^{\circ}\text{C}$ のヒートブロック中で 24 時間加熱して分解した後放冷した．分解液を 50 mL 定容用チューブに入れ，試料溶液が入っていたミニバキュームチューブを水 20 mL で洗浄し，洗液を先の定容用チューブに入れ，更に標線まで水を加え，ろ紙（5 種 A）でろ過した．このろ液 2 mL を 50 mL のなす形フラスコに正確に入れ，50 $^{\circ}\text{C}$ の水浴で減圧濃縮後，50 $^{\circ}\text{C}$ の水浴下で窒素ガスを送って乾固した．調製 A 液 4 mL を正確に加えて残留物を溶かした後，メンブランフィルターでろ過し，アミノ酸自動分析装置による測定に供する試料溶液とした．

3) アミノ酸自動分析装置による測定

試料溶液及び各アミノ酸標準液各 2 μL をアミノ酸自動分析装置に注入しクロマトグラムを得た．測定条件を Table 5 に示した．

Table 5 Operating conditions of amino acid analysis system

Detector	Fluorescent detector (Excitation wavelength: 345 nm, fluorescent wavelength: 455 nm)
Separation column	Shim-pack Amino-Na (6.0 mm i.d. × 100 mm, 5 μm), Shimadzu
Ammonia removal column	Shim-pack ISC-30/S0504Na (4.0 mm i.d. × 50 mm), Shimadzu
Mobile phase	Prepared A-solution → (hold for 5 min) → AA-MC → (hold for 7 min) → prepared A-solution → (hold for 10 min)
Flow rate	Mobile phase: 0.6 mL/min, reagent: 0.2 mL/min
Column temperature	60 °C

4) 計 算

得られたクロマトグラムからピーク面積を求めて検量線を作成し、試料中の各アミノ酸量を算出した。本法では、シスチン及びメチオニンはそれぞれ操作中にシステイン酸及びメチオニンスルホンに変換されるためシステイン酸及びメチオニンスルホンとして定量し、それぞれ 0.7103, 0.8234 を乗じてシスチン及びメチオニン量に換算した。

なお、定量法の概要を Scheme 1 に示した。

Sample (Equivalent to 5 mg of crude protein, 20 mL hydrolysis tube)

- added 2 mL of hydrogen peroxide-formic acid (1:9), plugged 20 mL hydrolysis tube
- stirred by using ultrasonic generator and left overnight (0~4 °C) in refrigerator
- while cooling on ice, added 0.34 g of sodium disulfite dissolved in 2.5 mL of water, and stirred for 5 min
- added 2.5 mL of 35 % hydrochloric acid, while cooling on ice and degassing by water flow pump, and plugged air-tightly
- heated for 24 hours in drying incubator (120 °C)

50 mL volumetric tube

- transferred sample solution to 50 mL volumetric tube after cooling
- washed the 20 mL hydrolysis tube with 20 mL of water and transferred the solution to 50 mL volumetric tube
- filled up with water
- filtrated through a filter paper (No.5A of JIS P 3801)

50 mL evaporator flask

- transferred 2 mL of sample solution to 50 mL evaporator flask
- evaporated to dryness under 50 °C
- dried using nitrogen gas in water bath (50 °C)
- dissolved in 4 mL of prepared A-solution (mobile phase with initial conditions)
- filtrated through a membrane filter (PTFE 0.45 μm)

Amino acid analysis system

Scheme 1 Analytical procedure for amino acid analysis system

3 結果及び考察

3.1 分析法の変更点

土井ら^{6,7)}が検討した方法から以下の点を変更した。

- 1) 土井らの検討とアミノ酸自動分析装置のメーカーが異なることから、測定条件を検討し、Table 5 に示した測定条件とした。当該条件で標準液を測定した結果は Fig. 2 のとおりであり、

リジンを妨害ピークと分離することができなかつたため、この後の検討ではリジンを除外することとし、土井らの検討では近傍のピークと十分に分離できなかったメチオニンについて良好な分離を得ることを目指す方向で検討した。

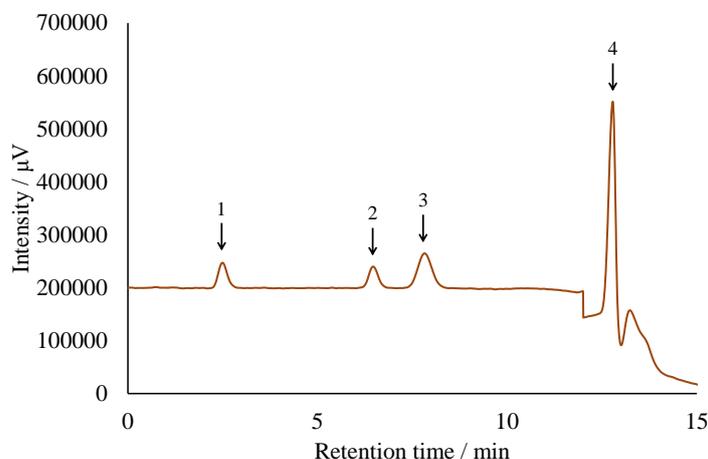


Fig. 2 Typical chromatogram of amino acids in standard solutions
(Conditions of amino acid analysis system are shown in Table 5. Arrows indicate the peak of 1: cysteic acid, 2: methionine sulfone, 3: threonine and 4: lysine and so forth.)

- 2) 飼料関係業者の要望を受け、前処理の容器を 200 mL のなす形フラスコから 20 mL のミニバキュームチューブに変更し、併せて試料採取量及び塩酸量を変更した。
- 3) 過ギ酸酸化後に添加されていた二亜硫酸ナトリウムについて、粉末の場合は突沸の危険があったことから、水に溶解したものを添加することとした。
- 4) 塩酸に添加されていたフェノールはチロシンの分析時に必要なものであり、本法では添加しないこととした。
- 5) 加水分解後の乾固に多くの時間を要したことから、今年度の検討では当初、乾固させずに検討を進めた。
- 6) アミノ酸自動分析装置への注入量は 10 μL であったが、2 μL まで減らすことでメチオニンスルホンのピークと、試料由来のアスパラギン酸と考えられた妨害ピークを分離できたことから、本法では 2 μL とした。なお、当該妨害ピークについて、念のためアスパラギン酸標準液を用いて定性確認を行った。その結果、Fig. 3 のとおりメチオニンスルホンの前に分離されたピークは、アスパラギン酸標準液のピークと保持時間が同じであったため、アスパラギン酸であると考えられた。

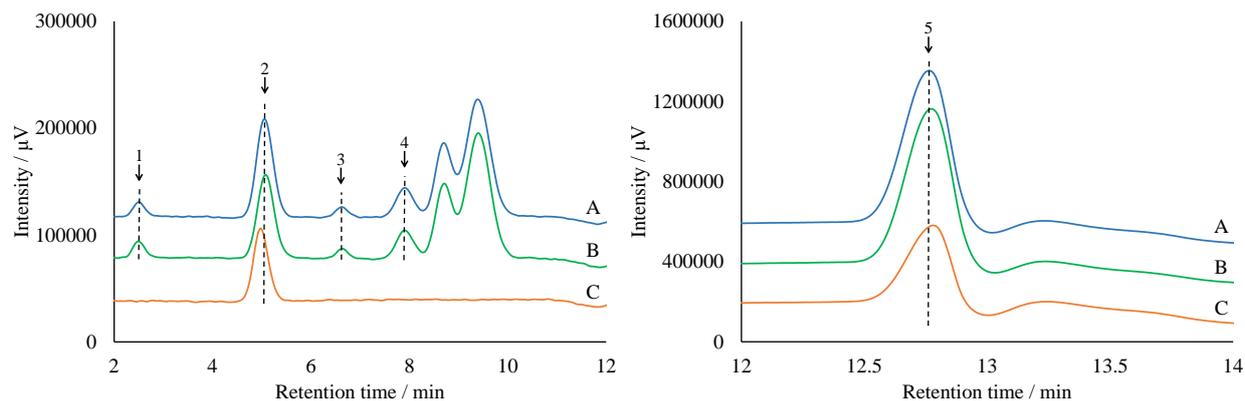


Fig. 3 Typical chromatograms of amino acid in samples and standard solution of aspartic acid (Conditions of automated amino acid analysis system are shown in Table 5. Arrows indicate the peak of 1: cysteic acid, 2: aspartic acid, 3: methionine sulfone, 4: threonine and 5: lysine and so forth. The baselines are shifted for display.)

A: Sample solution of formula feed of piglets

B: Sample solution of formula feed of fattening pigs

C: Standard solution of aspartic acid (0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$)

3.2 保持時間に影響を及ぼす物質の検討

3.1 を変更した上で分析を行ったところ、標準液と試料溶液の保持時間が一致しない現象が見られた。そこで、標準液の希釈溶媒及び最終試料溶液の溶媒を、クエン酸緩衝液から調製 A 液に変更したが改善されなかった。更に検討したところ、pH の影響ではなく、最終試料溶液へのギ酸の残留の影響が疑われた。土井らの検討^{6,7)}では加水分解後に乾固していたが、3.1 の 4) のとおり乾固を省略したことがその原因と考えられた。

そこで、加水分解後の試料溶液を乾固させてから調製 A 液で溶解したところ、Fig. 4 のとおり、標準液と試料溶液の保持時間が一致した。トレオニンについては、同様に保持時間は一致したものの、試料由来のピークと分離できなかったため、定量はできなかった。

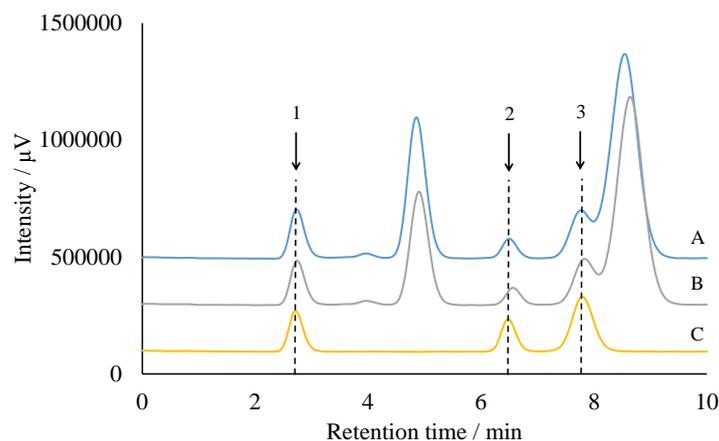


Fig. 4 Chromatograms of standard solution and sample solutions prepared by drying formic acid with nitrogen
(Conditions of automated amino acid analyzer are shown in Table 5. Arrows indicate the peak of 1: cysteic acid, 2: methionine sulfone and 3: threonine. The baselines are shifted for display.)
A: Sample solution of formula feed of growing pigs
B: Sample solution of formula feed of pork pigs
C: Standard solution (2 $\mu\text{g}/\text{mL}$)

3.4 定量下限の検討

2.4 により調製した子豚育成用配合飼料 1 点及び肉豚肥育用配合飼料 1 点の試料溶液を測定して得られたクロマトグラムから、メチオニンスルホンのピークの SN 比が 10 となる濃度（定量下限）を算出し、飼料中のメチオン含有率に換算したところ、それぞれ 0.14 % 及び 0.10 % であった。環境負荷低減型配合飼料の公定規格は、メチオンについて、子豚育成用配合飼料で 0.22 %、肉豚肥育用配合飼料で 0.17 % であり、飼料分析基準別紙 2 の試験法の妥当性確認ガイドラインに定められた目標値（基準値 0.1 mg/kg 以上：1/5 以下）は子豚育成用配合飼料で 0.044 % 以下、肉豚肥育用配合飼料で 0.034 % 以下であることから、本法はそれを満たさない結果であり、更なる分析法の検討が必要であると考えられた。

4 まとめ

豚用配合飼料中のシスチン、リジン、メチオニン及びトレオニンについて、アミノ酸自動分析装置を用いた同時定量法の飼料分析基準への収載の可否について検討したところ、以下の結果が得られた。

- 1) 土井らが検討した方法から、前処理容器、試料採取量、塩酸の添加量、フェノールの使用の有無、二亜硫酸ナトリウムの添加方法、加水分解後の試料溶液の乾固の有無及び測定条件を変更したところ、標準液と試料溶液の保持時間が一致しない現象がみられた。その原因として、試料溶液の乾固をしなかったことによるギ酸残留の影響が疑われたため、加水分解後の試料溶液を乾固してから調製 A 液で溶解して測定したことで、各々の保持時間が一致し、メチオニンの定量が可能となった。

- 2) 今回検討した測定方法では，対象 4 成分のうちシスチン及びメチオニンの定量が可能であった。
- 3) メチオニンの定量下限は，子豚育成用配合飼料で 0.14 % 及び肉豚育成用配合飼料で 0.10 % となり，妥当性確認ガイドラインに定められた目標値を満たさなかったことから，更なる分析法の検討が必要であると考えられた。

文 献

- 1) 独立行政法人農業・生物系特定産業技術研究機構：日本飼養標準 豚 (2013).
- 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：飼料の安全性の確保及び品質の改善に関する法律施行規則の一部を改正する省令等の施行について，平成 25 年 6 月 20 日，25 消安第 1583 号 (2013).
- 4) みどりの食料システム戦略：<https://www.maff.go.jp/j/kanbo/kankyo/seisaku/midori/attach/pdf/index-10.pdf>, cited 8 May 2025.
- 5) 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，令和 5 年 12 月 1 日，5 消安第 4714 号 (2023).
- 6) 土井 雄悟，山上 陽平：豚用配合飼料中のシスチン，リジン，メチオニン及びトレオニンのアミノ酸自動分析装置による分析法の検討，飼料研究報告，48，40-49 (2023).
- 7) 土井 雄悟，山上 陽平，塩津 萌々子：豚用配合飼料中のシスチン，リジン，メチオニン及びトレオニンの液体クロマトグラフによる同時分析法の開発，飼料研究報告，49，14-27 (2024).

4 穀類及び乾牧草中のグリホサートの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による分析法の改正基準値相当濃度における妥当性確認

高橋 雄一*

Validation Study of Glyphosate Determination Method in Grains and Grass Hay by LC-MS/MS at Concentration Equivalent to the Revised Regulation Value

TAKAHASHI Yuichi*

(* Nagoya Regional Center, Food and Agricultural Materials Inspection Center)

We have made a validation study of glyphosate determination method in grains and grass hay at concentration equivalent to the revised regulation value. The method, which uses a liquid-chromatograph electrospray-ionization tandem mass spectrometer (LC-ESI-MS/MS), has been listed in the Feed Analysis Standard of Japan.

Glyphosate in grains and grass hay was extracted with water, and the extracted solution was purified with two types of solid phase extraction (SPE) columns (Oasis HLB and Oasis Plus MCX, Waters Co.; Milford, MA, USA). Having derivatized the compound with trimethyl orthoacetate, the sample solution was purified with two types of SPE columns (Sep-Pak Plus NH2 and Silica, Waters Co.), and injected into an LC-MS/MS to determine the concentration of Glyphosate. LC separation was then carried out on an ODS column (ZORBAX Eclipse XDB-C18, 2.1 mm i.d. × 150 mm, 5 μm, Agilent Technologies Inc.; Santa Clara, CA, USA) with a gradient of 0.01 % (v/v) formic acid solution and acetonitrile as a mobile phase. In the MS/MS analysis, the positive mode electrospray ionization (ESI+) was used.

Recovery tests were conducted on oats, barley, wheat, corn, milo, rye and klein grass hay. Glyphosate was added at the following levels: 30 mg/kg for oats, barley, wheat, milo and rye; 5 mg/kg for corn; and 500 mg/kg for klein grass hay. The resulting mean recoveries ranged from 77.5 % to 98.2 %. The repeatability in the form of the relative standard deviation (RSD_r) was less than 6.0 %.

This method was thus validated as useful for inspections of glyphosate in grains and grass hay.

Key words: glyphosate; liquid-chromatograph tandem mass spectrometer (LC-MS/MS); electrospray ionization (ESI); grains; oats; barley; wheat; corn; milo; rye; klein grass hay

キーワード: グリホサート; 液体クロマトグラフタンデム型質量分析計; エレクトロスプレーイオン化法; 穀類; えん麦; 大麦; 小麦; とうもろこし; マイロ; ライ麦; クレイングラスヘイ

1 緒 言

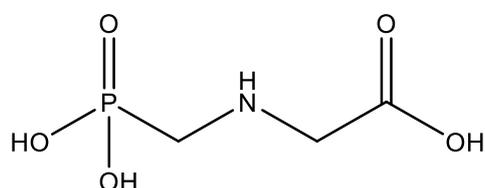
グリホサートは Monsanto Company (米国) が開発した非選択性茎葉処理型のアミノ酸系除草剤であり、植物体内の芳香族アミノ酸の合成を阻害することにより除草効果を示す。また、グリホサート耐性遺伝子組換え植物中ではN-アセチルグリホサートに代謝されることが知られている¹⁾。参考にグリホサートの構造式等を Fig. 1 に示した。

* 独立行政法人農林水産消費安全技術センター名古屋センター

令和 5 年 4 月 28 日付けでグリホサートの飼料中の残留基準値²⁾の改正があり、えん麦、大麦及びマイロは 20 mg/kg から、小麦は 5 mg/kg から、ライ麦は 0.2 mg/kg からいずれも 30 mg/kg に、とうもろこしは 1 mg/kg から 5 mg/kg に、牧草は 120 mg/kg から 500 mg/kg に引き上げられた。しかし、これら飼料中のグリホサートの分析法で改正された基準値相当濃度の妥当性は確認されていないことから、妥当性確認が急務になっている。

飼料分析基準³⁾には飼料中のグリホサートの分析法として液体クロマトグラフタンデム型質量分析計（以下「LC-MS/MS」という。）を用いた方法が収載されている。穀類である、えん麦、大麦、小麦、とうもろこし、マイロ及びライ麦を対象とした方法は、含リンアミノ酸系農薬の多成分同時分析法が、乾牧草を対象とした方法は、グリホサート単成分の分析法がある。両者の違いは振り混ぜ抽出後の抽出液の希釈倍率にある。前者は抽出液を 2.5 倍希釈してからカラム処理を行うが、後者は乾牧草の夾雑物による影響を避けるため更に 500 倍希釈（抽出液を 1250 倍希釈）してからカラム処理を行う⁴⁾。また、両者とも Fig. 2 に示すとおり、酢酸とオルト酢酸トリメチルを加えて加温する誘導体化を行う。これによりグリホサートの 2 つの水酸基及びカルボキシル基がメチル化され、イミノ基がアセチル化される。

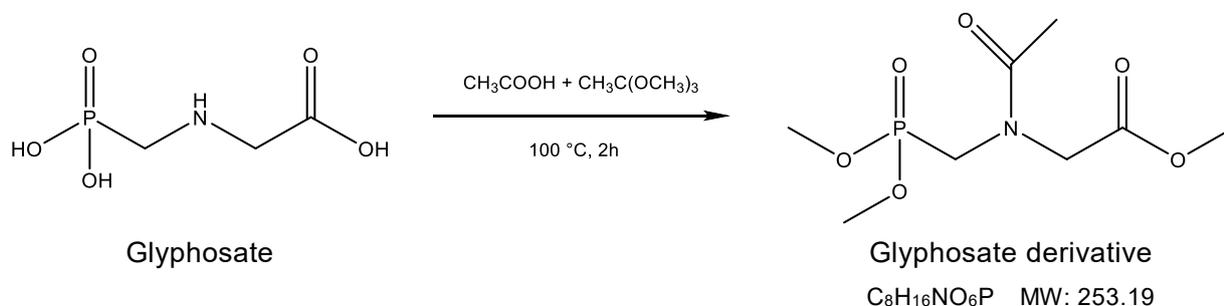
今回、農林水産省からの要請により、LC-MS/MS を用いた穀類及び乾牧草中のグリホサートの改正基準値相当濃度における妥当性確認を実施したので、その概要を報告する。なお、とうもろこしについては、代謝物である *N*-アセチルグリホサートも規制の対象とされたが、*N*-アセチルグリホサートについては齊木ら⁵⁾により妥当性が確認されていることから、グリホサートのみ妥当性確認を実施した。



Glyphosate

N-(phosphonomethyl)glycine $C_3H_8NO_5P$ MW: 169.07 CAS No.: 1071-83-6

Fig. 1 Chemical structure of glyphosate



Glyphosate

Glyphosate derivative

 $C_8H_{16}NO_6P$ MW: 253.19

Fig. 2 Derivatization reaction of glyphosate

2 実験方法

2.1 試料

えん麦，大麦，小麦，とうもろこし，マイロ，ライ麦及びクレイグラスヘイはそれぞれ目開き 1 mm のスクリーンを装着した粉碎機で粉碎し，分析用試料とした。

2.2 試薬

1) メタノール，アセトン及び酢酸エチルは残留農薬・PCB 試験用を用いた。オルト酢酸トリメチルは東京化成工業製（純度 98.0 % 以上）を用いた。酢酸は試薬特級を用いた。アセトニトリル及びギ酸は LC-MS 用（富士フイルム和光純薬製）を用いた。水は Milli-Q Advantage（Merck Millipore 製）により精製した超純水（JIS K 0211 の 5218 に定義された超純水）を用いた。

2) グリホサート標準原液

グリホサート標準品（富士フイルム和光純薬製，純度 99.0 %）25 mg を量って 25 mL の全量フラスコに入れ，水を加えて溶かし，更に標線まで水を加えてグリホサート標準原液を調製した（この液 1 mL は，グリホサートとして 1 mg を含有）。

3) 検量線作成用グリホサート標準液

グリホサート標準原液 1 mL を 10 mL の全量フラスコに入れ，標線まで水を加えて検量線作成用標準液を調製した（この液 1 mL は，グリホサートとして 100 μ g を含有）。

4) えん麦，大麦，マイロ及びライ麦添加用標準液

グリホサート標準原液の一部を水で正確に希釈し，1 mL 中にグリホサートとして 300 μ g を含有するえん麦，大麦，マイロ及びライ麦添加用標準液を調製した。

5) とうもろこし添加用標準液

グリホサート標準原液の一部を水で正確に希釈し，1 mL 中にグリホサートとして 50 μ g を含有するとうもろこし添加用標準液を調製した。

6) クレイグラスヘイ添加用標準液

グリホサート標準品（富士フイルム和光純薬製，純度 99.0 %）100 mg を量って 20 mL の全量フラスコに入れ，水を加えて溶かし，更に標線まで水を加えてクレイグラスヘイ添加用標準液を調製した（この液 1 mL は，グリホサートとして 5 mg を含有）。

7) 小麦添加用標準液

クレイグラスヘイ添加用標準液の一部を，牧野ら⁶⁾の報告に従いメタノール-水（19+1）で正確に希釈し，1 mL 中にグリホサートとして 300 μ g を含有する小麦添加用標準液を調製した。

8) 0.01 % (v/v) ギ酸溶液

ギ酸 1 mL に水を加えて 100 mL とし，更にこの液 10 mL に水を加えて 1 L とした。

2.3 装置及び器具

1) 粉碎機：

粉碎機 1（えん麦，大麦，小麦，とうもろこし，マイロ及びライ麦用）：

ZM 200 Retsch 製（1 mm スクリーン，使用時回転数 14000 rpm）

粉碎機 2（クレイグラスヘイ用）：

SM 100 Retsch 製（1 mm スクリーン，回転数（仕様）1430 rpm）

2) 振り混ぜ機：レシプロシェーカー SR-2DW タイテック製（使用時振動数 300 rpm）

- 3) ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム : Oasis HLB カートリッジ (充てん剤量 500 mg) Waters 製にリザーバー (容量 6 mL) を連結したもの
- 4) スルホン酸修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム : Oasis Plus MCX カートリッジ (充てん剤量 225 mg) Waters 製
- 5) アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム : Sep-Pak Plus NH2 カートリッジ (充てん剤量 360 mg) Waters 製にリザーバー (容量 10 mL) を連結したもの
- 6) シリカゲルミニカラム : Sep-Pak Plus Silica カートリッジ (充てん剤量 690 mg) Waters 製
- 7) LC-MS/MS :

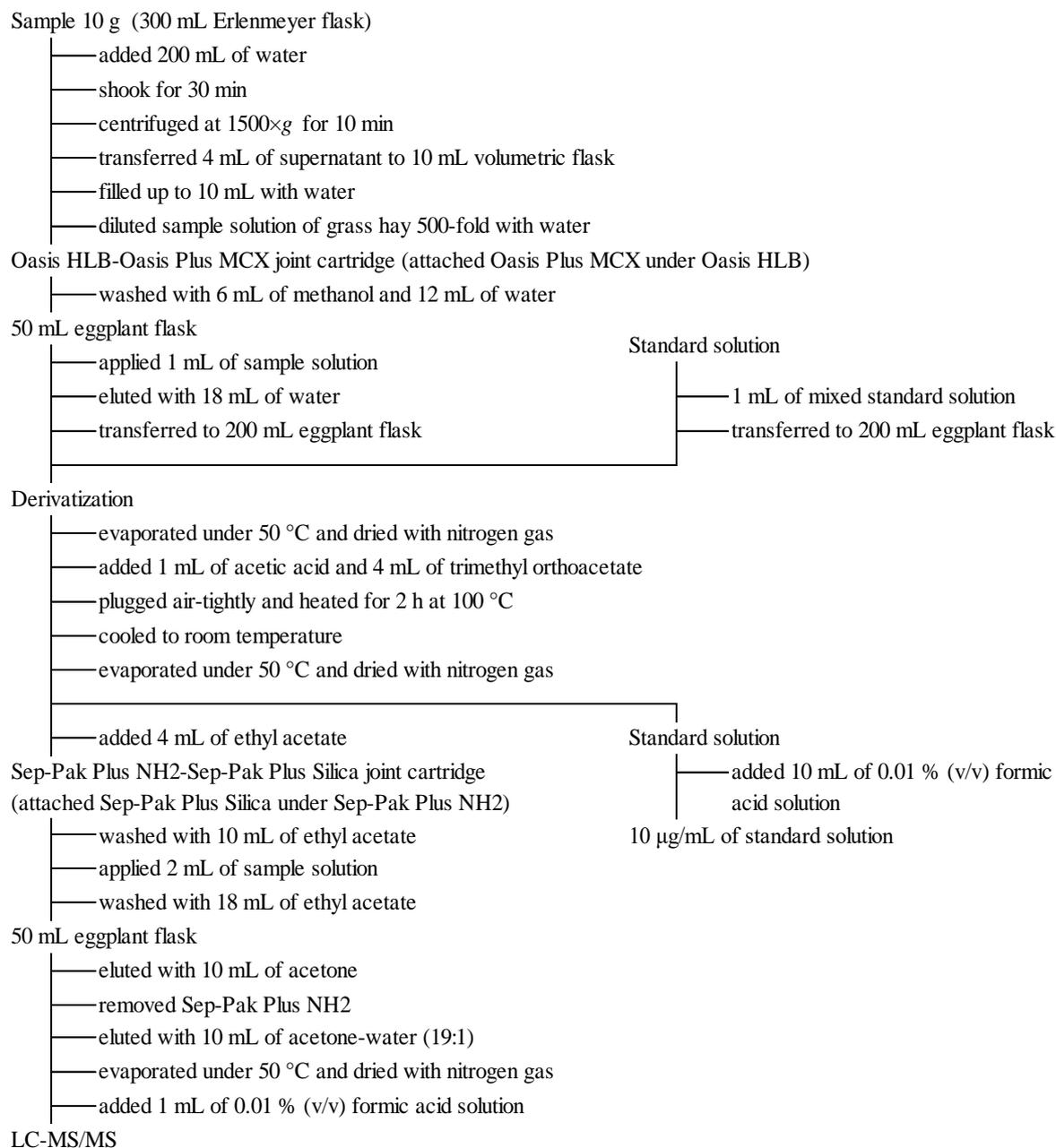
LC 部 : ACQUITY UPLC System Waters 製

MS/MS 部 : ACQUITY TQ Detector Waters 製

2.4 定量方法

えん麦, 大麦, 小麦, とうもろこし, マイロ及びライ麦は飼料分析基準第 6 章第 3 節 5 に従い操作した. また, クレイングラスヘイは飼料分析基準第 6 章第 1 節 73.2 に従い操作した.

定量法の概要を Scheme 1 に, LC-MS/MS の測定条件を Table 1 及び 2 に示した.



Scheme 1 Analytical procedure for glyphosate

Table 1 Operating conditions of LC-MS/MS

Column	ZORBAX Eclipse XDB-C18 (2.1 mm i.d. × 150 mm, 5 μm), Agilent Technologies
Mobile phase	0.01 % (v/v) formic acid aqueous solution – acetonitrile (93:7) (hold for 12 min) → 3 min → (5:95) (hold for 10 min) → 6 min → (93:7) (hold for 8 min)
Flow rate	0.2 mL/min
Column temperature	40 °C
Ionization	Electrospray ionization (ESI)
Mode	Positive
Source temperature	120 °C
Desolvation gas	N ₂ (800 L/h, 400 °C)
Cone gas	N ₂ (50 L/h)
Capillary voltage	3.0 kV
Collision gas	Ar (0.20 mL/min)

Table 2 MS/MS parameters

Target	Precursor ion (<i>m/z</i>)	Product ion		Cone voltage (eV)	Collision energy (eV)
		Quantifier (<i>m/z</i>)	Qualifier (<i>m/z</i>)		
Glyphosate derivative	254	102	-	22	17
		-	152	22	17

2.5 添加回収試験

2.2 の 4)~7) のグリホサート標準液を添加に用いた。

えん麦，大麦，小麦，マイロ及びライ麦にグリホサートとして 30 mg/kg 相当量（最終試料溶液中でグリホサートとして 300 ng/mL 相当量），とうもろこしにグリホサートとして 5 mg/kg 相当量（最終試料溶液中でグリホサートとして 50 ng/mL 相当量），クレイングラスヘイにグリホサートとして 500 mg/kg 相当量（最終試料溶液中でグリホサートとして 10 ng/mL 相当量）になるようにそれぞれグリホサート標準液を添加後よく混合し，一夜静置した後に 2.4 に従って添加回収試験を実施し，平均回収率及び繰返し精度を求めた。

3 結果及び考察

3.1 添加回収試験

2.5 により添加回収試験を実施した。添加回収試験の結果は Table 3 のとおり，平均回収率は 77.5~98.2 %，その繰返し精度は相対標準偏差 (RSD_r) として 6.0 % 以下の成績が得られ，飼料分析基準別紙 2 の試験法の妥当性確認ガイドライン（以下「妥当性確認ガイドライン」という。）に定められた目標値（真度：70 % 以上 120 % 以下，精度：500 mg/kg では 6.2 % 以下，30 mg/kg では 9.5 % 以下，5 mg/kg では 12.5 % 以下）を満たす結果であった。

なお，得られた選択反応検出クロマトグラムの一例を Fig. 3 に示した。

Table 3 Recoveries for glyphosate in feeds

Spiked level (mg/kg)	Oats		Barley		Wheat		Corn	
	Recovery ^{a)} (%)	RSD _r ^{b)} (%)	Recovery ^{a)} (%)	RSD _r ^{b)} (%)	Recovery ^{a)} (%)	RSD _r ^{b)} (%)	Recovery ^{a)} (%)	RSD _r ^{b)} (%)
5	—	—	—	—	—	—	81.3	3.0
30	94.8	2.0	90.8	1.6	98.2	0.6	—	—
500	—	—	—	—	—	—	—	—

Spiked level (mg/kg)	Milo		Rye		Grass hay	
	Recovery ^{a)} (%)	RSD _r ^{b)} (%)	Recovery ^{a)} (%)	RSD _r ^{b)} (%)	Recovery ^{a)} (%)	RSD _r ^{b)} (%)
5	—	—	—	—	—	—
30	85.6	1.7	77.5	4.7	—	—
500	—	—	—	—	91.5	6.0

— : Not tested

a) Mean ($n = 5$)

b) Relative standard deviation of repeatability

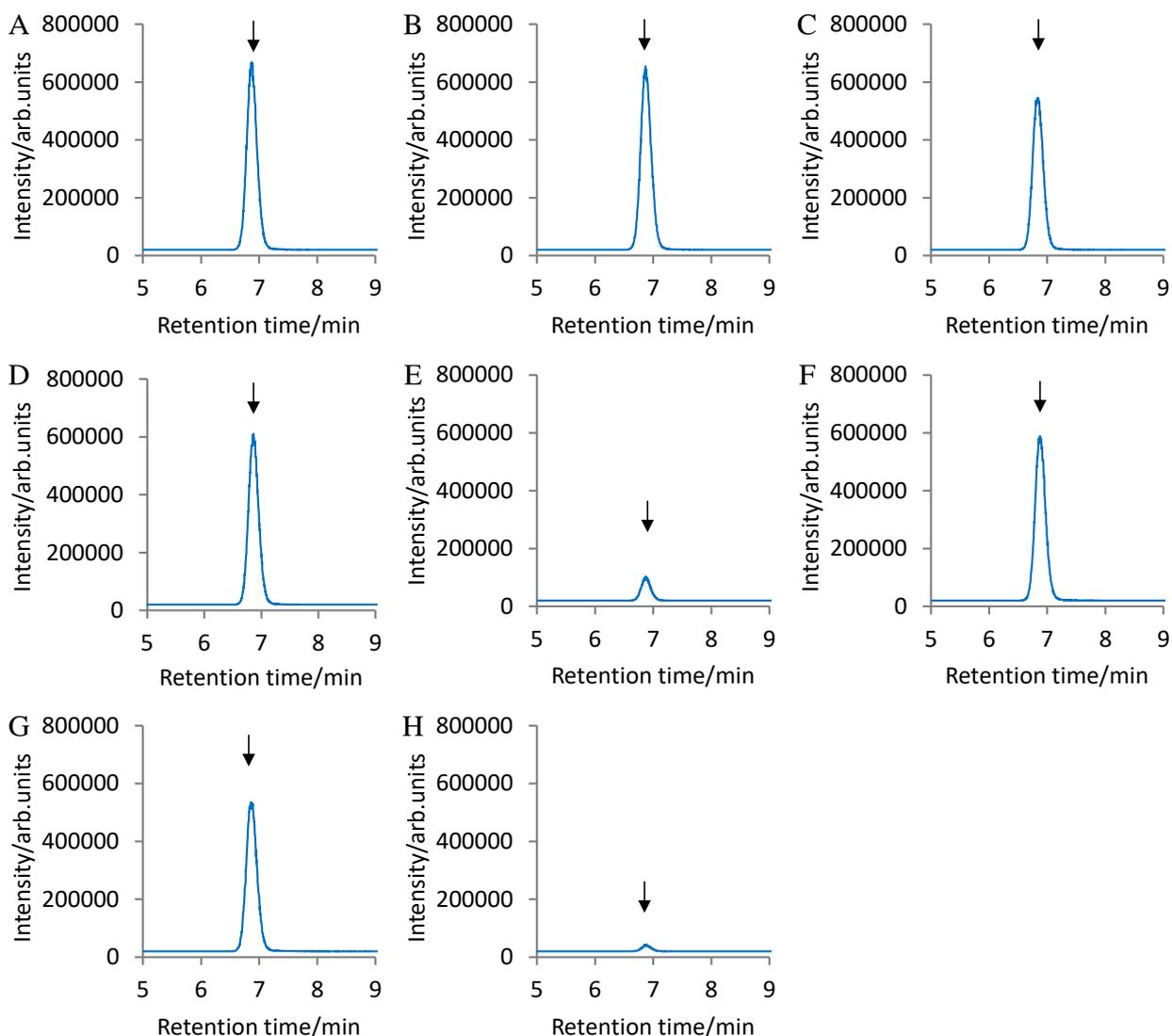


Fig. 3 Typical selected reaction monitoring chromatograms of glyphosate derivative in standard and spiked sample solutions

(LC-MS/MS conditions are shown in Tables 1 and 2. Arrows indicate the peaks of glyphosate derivative.)

A: Standard solution (300 ng/mL: 1.5 ng as injection amount)

B: Spiked sample solution of oats (spiked at 30 mg/kg of glyphosate (1.5 ng as injection amount))

C: Spiked sample solution of barley (spiked at 30 mg/kg of glyphosate (1.5 ng as injection amount))

D: Spiked sample solution of wheat (spiked at 30 mg/kg of glyphosate (1.5 ng as injection amount))

E: Spiked sample solution of corn (spiked at 5 mg/kg of glyphosate (0.25 ng as injection amount))

F: Spiked sample solution of milo (spiked at 30 mg/kg of glyphosate (1.5 ng as injection amount))

G: Spiked sample solution of rye (spiked at 30 mg/kg of glyphosate (1.5 ng as injection amount))

H: Spiked sample solution of klein grass hay (spiked at 500 mg/kg of glyphosate (0.05 ng as injection amount))

4 まとめ

穀類及び乾牧草中に残留するグリホサートについて、添加回収試験を実施したところ以下の結果が得られ、飼料分析基準に記載されている分析法の基準値相当濃度における妥当性を確認することができた。

- 1) グリホサートとして、えん麦、大麦、小麦、マイロ及びライ麦に 30 mg/kg 相当量、とうもろこしに 5 mg/kg 相当量、クレイングラスヘイに 500 mg/kg 相当量を添加し、本法に従って 5 点併行分析を実施し、回収率及び繰返し精度を求めたところ、妥当性確認ガイドラインに定められた真度及び併行精度の目標値を満たす結果が得られた。

文 献

- 1) 食品安全委員会：グリホサート農薬評価書，平成 28 年 7 月 (2016).
- 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，令和 5 年 12 月 1 日，5 消安第 4714 号 (2023).
- 4) 杉本 泰俊，船木 紀夫，榊原 良成：穀類，乾牧草，稲わら及び稲発酵粗飼料中の含リンアミノ酸系農薬の液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時定量法，飼料研究報告，40，71-90 (2015).
- 5) 齊木 雅一，廣井 利明：含リンアミノ酸系農薬の液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時分析法の妥当性確認～*N*-アセチルグリホサートの追加並びに大豆及び大豆油かすへの適用拡大～，飼料研究報告，44，136-150 (2019).
- 6) 牧野 大作，若宮 洋市，榊原 良成，船木 紀夫：穀類，稲わら及び稲発酵粗飼料中のグリホサートの液体クロマトグラフ質量分析計による定量法，飼料研究報告，39，30-43 (2014).

精度管理**1 令和6年度飼料等の共通試料による分析鑑定について****Proficiency Test (in the Fiscal Year 2024)**

門屋 日菜^{*1}, 船水 悦子^{*2}, 佐藤 憲大^{*3},
小堀 拓也^{*4}, 安藤 千咲^{*5}, 菊田 千乃^{*6}

1 目 的

飼料・飼料添加物製造等業者, 飼料検査指導機関, 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うことにより, 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・・・肉用牛肥育用配合飼料

C 試料・・・鑑定用飼料原料混合試料

D 試料・・・試験用プレミックス

※ B 試料 (魚粉) の分析については, 令和6年度は実施していない。

3 共通試料の調製**3.1 調製年月日**

令和6年6月13日及び6月14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

3.3 調製方法**1) A 試料**

目開き 1 mm のスクリーンを装着した粉砕機で粉砕した肉用牛肥育用配合飼料約 80 kg を用い, 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 等分した。その中の 4 区画を一つに合わせてよく混合した後, 4 等分して元に戻した。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 (約 20 g) ずつとり別の袋に入れ, 1 袋当たり約 180 g 入りの試料 310 個を調製した。

^{*1} 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, 現 農林水産省消費・安全局

^{*2} 独立行政法人農林水産消費安全技術センター札幌センター

^{*3} 独立行政法人農林水産消費安全技術センター仙台センター

^{*4} 独立行政法人農林水産消費安全技術センター名古屋センター

^{*5} 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

^{*6} 独立行政法人農林水産消費安全技術センター福岡センター

表 1 混合区画表

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

2) C 試料

各原料中の夾雑物を除去した後、必要に応じて粉碎し、表 2 に示した 10 種類の原料（総量約 70 kg）を同表の混合割合で混ぜ合わせた試料を用い、A 試料と同様に 1 袋当たり約 180 g 入りの試料 310 個を調製した。

表 2 C 試料の原料及びその混合割合

原料名	混合割合 (%)	原料名	混合割合 (%)
とうもろこし	22	ふすま	11
大麦	22	アルファルファミール	3
なたね油かす	11	魚粉	3
米ぬか油かす	11	食塩	3
コーングルテンミール	11	リン酸カルシウム	3

3) D 試料

試験用プレミックス 80 kg を用い、A 試料と同様に 1 袋当たり約 180 g 入りの試料 310 個を調製した（混合については表 1 の混合区画表 IV~VII の 4 回繰り返した.）。

4 分析鑑定項目及び実施要領

4.1 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，リン及びモネンシナトリウム

C 試料・・・飼料原料の検出及びその混合割合の推定

D 試料・・・銅，亜鉛及びクエン酸モランテル

4.2 実施要領

「令和 6 年度 飼料等の共通試料による分析鑑定実施要領」（60 ページ）による。

5 共通試料の均質性確認

A 試料では粗たん白質及び粗灰分，D 試料では銅及び亜鉛を分析し，Thompson らの harmonized protocol¹⁾に基づき，各試料の均質性を確認した。

ランダムに抜き取った 10 袋で各 2 点併行分析した結果を表 3 に，また，その結果に基づく一元配置の分散分析結果を表 4 に示した。

いずれの試料においても，分散比 F_0 は F 境界値を下回り，有意水準 5 %において試料間に有意な差は認められず，試料の均質性に問題はないと判断した。

表3 A及びD試料の分析結果

試料 No.	A試料				D試料			
	粗たん白質 (%)		粗灰分 (%)		銅 (g/kg)		亜鉛 (g/kg)	
	run1	run2	run1	run2	run1	run2	run1	run2
1	12.54	12.65	3.71	3.72	28.32	28.43	34.74	34.51
2	12.65	12.61	3.70	3.71	28.57	29.04	34.95	35.57
3	12.59	12.52	3.75	3.66	28.39	28.60	34.46	34.88
4	12.79	12.62	3.69	3.70	28.65	28.29	35.07	34.44
5	12.83	12.73	3.73	3.73	28.98	28.74	34.82	35.19
6	12.85	12.88	3.70	3.68	28.46	27.79	35.01	35.00
7	12.54	12.81	3.73	3.72	28.13	28.53	35.39	35.70
8	12.74	12.79	3.75	3.65	28.44	28.92	35.39	35.44
9	12.81	12.58	3.74	3.71	29.10	28.91	34.70	35.59
10	12.63	12.62	3.72	3.75	28.98	28.52	34.55	34.37

表4 A及びD試料の分散分析結果

成分名	要因	偏差平方和 S	自由度 φ	不偏分散 $V=S/\varphi$	分散比 $F_0=V_A/V_E$	F境界値 $F(\alpha=0.05)$	
A試料	試料間 A	0.1546	9	0.0172	1.85	3.02	
	粗たん白質 分析誤差 E	0.0926	10	0.0093			
	総計 T	0.2472	19				
	粗灰分	A	0.0044	9	0.0005	0.48	3.02
		E	0.0104	10	0.0010		
		T	0.0148	19			
D試料	銅	A	1.3560	9	0.1507	1.94	3.02
		E	0.7753	10	0.0775		
		T	2.1313	19			
	亜鉛	A	2.3180	9	0.2576	2.50	3.02
		E	1.0319	10	0.1032		
		T	3.3499	19			

6 参加試験室

6.1 総数 206

- うち 飼料製造業者関係…137
- 飼料添加物製造業者関係…12
- 民間分析機関等…17
- 飼料検査指導機関…40

6.2 試料別参加試験室数

- A 試料…204
- C 試料…109
- D 試料…81

7 分析成績及び解析結果並びに鑑定成績

7.1 分析成績及び解析結果

A 及び D 試料について、その分析成績を表 5 に、ヒストグラムを図 1 に、また、解析結果を表 6 及び 7 に示した。

分析値の解析は、ロバスト法に基づき以下の手順により行った。

式 1 により頑健な標準偏差の推定量として NIQR (Normalised inter quartile range; 標準四分位範囲) を求めた後、式 2 により各分析値の z -スコアを求めた。なお、各四分位数は、表計算ソフトウェア Microsoft Excel の関数 QUARTILE.INC を用いて求めた。

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

a : 第 1 四分位数

c : 第 3 四分位数

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

x : 各試験室の分析値

b : 中央値

また、 z -スコアの絶対値が 3 以上の分析値を異常値と判断し、これを棄却した後、平均値の 95 %信頼区間を求めた。

7.2 鑑定成績

C 試料について、その鑑定成績を表 8 及び 9 に示した。

表5 A及びD試料の分析成績 (2)

試験番号	水分		粗たん白質		粗脂肪		粗繊維		粗灰分		カルシウム		リン		MN(管理分析法)		MN(飼料分析基準)		銅		亜鉛		クエン酸セレン				
	分析値 (%)	No. z-score	分析値 (g/kg)	No. z-score																							
91	11.15	1	-5.22	12.46	2	-1.34	2.73	2	-0.67	3.75	2	-0.22	3.79	1	1.34	0.224	2	0.24	0.545	1	-0.71	28.38	1	-0.16	35.44	1	0.10
93	12.45	1	0.43	12.63	3	-0.25	2.94	1	0.67	4.13	4	0.72	3.71	1	-0.80	0.207	2	-0.79	0.555	1	0.03	28.32	1	-0.24	34.68	1	-0.55
94	12.36	1	0.04	12.43	2	-1.54	3.20	2	2.34	3.71	3	-0.32	3.65	1	-2.42	0.257	1	2.26	0.546	1	-0.63						
98	12.06	1	-1.26	12.71	3	0.25	2.83	1	-0.03	3.85	3	0.02	3.72	1	-0.53	0.283	2	3.86	0.626	1	5.35	30.1	1	-0.91	35.49	1	0.14
100	12.59	1	1.04	15.16	4	15.99	3.05	2	1.38	4.29	1	14.83	4.29	1	14.83												
101	11.85	1	-2.17	13.10	4	2.76	3.10	1	1.70	3.13	1	-1.76	3.76	1	0.53	0.200	2	-1.22	0.500	1	-4.08						
103	12.37	1	0.08	12.58	3	-0.57	2.86	2	0.16	3.86	2	0.04	3.75	1	0.26	0.213	2	-0.42	0.521	1	-2.51						
105	12.24	1	-0.47	12.74	3	0.44	2.75	2	-0.54	3.91	3	0.17	5.14	1	37.77	0.210	3	-0.61	0.550	1	-0.33	29.8	2	-1.05			
107	12.41	1	0.26	12.62	3	-0.32	2.99	1	0.99	3.88	3	0.09	3.72	1	-0.53	0.210	2	-0.61	0.557	1	0.18	27.39	1	-1.48	32.81	1	-2.18
113	10.10	1	-9.79	12.65	4	-0.12	2.69	2	-0.93	3.99	3	0.37	3.95	1	5.66				0.549	1	-0.41						
116	12.34	1	-0.04	12.63	3	-0.25	2.99	1	0.99	3.53	2	-0.77	3.73	1	-0.26	0.191	2	-1.77	0.563	1	0.63	27.52	1	-1.30	35.69	1	0.32
117	12.54	1	0.82	12.63	4	-0.25	3.07	1	1.50	3.97	3	0.32	3.71	1	-0.80	0.245	2	1.53	0.563	1	0.63						
118	12.18	1	-0.73	12.63	4	-0.25	3.07	1	1.50	3.69	1	-1.34	3.69	1	-1.34							27.5	3	-1.98	36.17	1	0.73
119	12.47	1	0.52	12.46	3	-1.34	3.04	1	1.31	4.15	2	0.77	3.73	1	-0.26	0.204	2	-0.98	0.557	1	0.18	28.95	1	0.60	35.98	1	0.57
120	12.63	1	1.21	12.67	3	0.00	2.81	1	-0.16	3.37	2	-1.16	3.72	1	-0.53							27.5	3	-1.98	36.17	1	0.73
122	11.98	1	-1.61	12.02	3	-4.17	2.77	1	-0.41	3.70	1	-1.07	3.70	1	-1.07							29.3	3	0.56	35.98	1	0.57
124	12.15	1	-0.87	12.30	3	-2.37	2.27	1	-3.62	3.82	1	2.15	3.82	1	2.15	31.7	1	-0.14	0.557	1	0.18						
126	12.35	2	0.00	12.63	3	-0.25				3.79	2	1.34	3.79	2	1.34							32.1	4				
129																31.2	2	-0.38									
130	12.21	1	-0.60	12.83	3	1.02	2.68	2	-0.99	3.74	1	0.00	3.74	1	0.00				0.557	1	0.18						
131	12.39	1	0.17	12.58	4	-0.57	3.21	1	2.40	3.74	1	0.00	3.74	1	0.00				0.550	1	-0.33						
133	12.30	1	-0.21	12.52	2	-0.96	3.21	1	2.40	3.87	2	0.07	3.74	1	0.00	0.223	2	0.18	0.550	1	-0.33						
134	12.34	1	-0.04	12.69	3	0.12	2.77	1	-0.41	3.79	1	1.34	3.79	1	1.34	0.220	2	0.00	0.570	1	1.16						
137	13.00	2	2.82	12.52	4	-0.96	2.77	1	-0.41	6.73	1	7.18	3.67	1	-1.88												
138	12.23	1	-0.52	12.75	3	0.51	2.95	2	0.73	3.90	2	0.14	3.75	1	0.26	0.220	2	0.00	0.550	1	-0.33	29.71	1	1.61	35.47	1	0.13
139	11.04	1	-5.70				2.69	2	-0.93	3.23	2	-1.51	3.74	1	0.00	0.217	2	-0.18	0.557	1	-1.31	27.66	1	-1.12	31.55	1	-3.28
143	12.38	1	0.13	12.60	3	-0.44	3.18	1	2.21	3.49	2	-0.87	3.74	1	0.00	0.216	2	-0.24	0.579	1	1.83	27.35	1	-1.53	35.12	1	-0.17
144	12.61	1	1.13	12.52	3	-0.96				3.74	1	0.00	3.74	1	0.00												
144				12.77	4	0.64																					
145	12.43	1	0.34	12.69	3	0.12	2.84	1	0.03	3.59	1	-0.62	3.73	1	-0.26	0.220	2	0.00	0.550	1	-0.33	28.16	1	-0.45	36.92	1	1.39
147	12.39	1	0.17	12.55	3	-0.77	2.93	1	0.61	3.60	2	-0.59	3.73	1	-0.26	0.227	2	0.42	0.552	1	-0.18	28.21	1	-0.38	35.08	1	-0.20
148	11.58	1	-3.35	12.82	3	0.96	2.73	2	-0.67	3.66	1	-2.15	3.66	1	-2.15												
150	12.63	1	1.21	12.22	3	-2.89	2.94	2	0.67	3.73	1	-0.26	3.73	1	-0.26	0.170	2	-3.06	0.546	2	-0.63						
152	12.05	1	-1.30	14.75	3	13.36	2.66	1	-1.12	3.29	2	-1.36	3.72	1	-0.53				0.523	1	-2.36	27.35	1	-1.53	34.44	1	-0.76
154	12.30	1	-0.21	13.55	4	5.65	2.90	1	0.41	3.78	1	0.07	3.78	1	0.07				0.555	1	0.03						
157	12.40	1	0.21	12.72	3	0.32	2.77	1	-0.41	3.42	2	-1.04	3.76	1	0.53	0.208	2	-0.73	0.555	1	0.03						
158	12.25	1	-0.43	12.52	3	-0.96	2.85	2	0.09	3.82	1	2.15	3.82	1	2.15	0.239	2	1.16	0.570	1	1.16	29.44	1	1.25	32.38	1	-2.55
160	12.41	1	0.26	12.70	3	0.19	2.75	2	-0.54	3.76	1	0.53	3.76	1	0.53	0.156	2	-3.92	0.567	1	0.93	27.32	1	-1.57			
161	12.82	1	2.04	12.51	3	-1.02	2.78	2	-0.35	4.37	3	1.31	3.74	1	0.00	0.189	2	-1.90	0.554	1	-0.03	28.72	1	0.29	35.69	1	0.32

表5 A及JD試料の分析成績 (4)

試験 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		MN(管理分析法)		MN(飼料分析基準)		銅		重鉛		クエン酸セレン	
	分析値 (%)	No. z-score	分析値 (g/kg)	No. z-score																				
215	12.24	1 -0.47	12.65	3 -0.12	2.67	2 -1.05	4.26	2 1.04	3.82	1 2.15	0.208	2 -0.73	0.618	2 4.75			28.0	3 -1.27	28.05	1 0.20	37.75	1 2.11		
216	11.91	1 -1.91	12.95	3 1.79	2.89	2 0.35	3.76	1 0.53	3.76	1 0.53	0.230	2 0.61	0.526	1 -2.13			29.49	1 1.32	29.49	1 1.32	35.68	1 0.31	25.3	1 1.75
217	12.17	1 -0.78	12.80	3 0.83	2.96	2 0.80	3.70	2 -0.34	3.77	1 0.80	0.214	2 -0.36	0.553	1 -0.11			28.6	3 -0.42	29.01	1 0.68	34.73	1 -0.51	23.1	1 -0.82
218	12.46	1 0.47	12.80	3 0.83	2.74	2 -0.61	3.64	2 -0.49	3.72	1 -0.53	0.226	1 0.36	0.553	1 -0.11			28.08	1 -0.56	28.08	1 -0.56	34.73	1 -0.51	24.3	1 0.58
219	12.28	2 -0.30	12.64	3 -0.19	3.05	1 1.38	3.80	2 1.61	3.74	1 0.00	0.205	2 -0.91	0.553	1 -0.11										
220	12.46	1 0.47	12.69	3 0.12	2.70	2 -0.86	3.31	2 -1.31	3.71	1 -0.80	0.209	2 -0.67	0.559	1 0.33										
221	12.27	1 -0.34	12.69	3 0.12	2.85	1 0.09	3.16	1 -1.69	3.69	1 -1.34	0.209	2 -0.67	0.559	1 0.33										
222	12.37	1 0.08	12.79	3 0.77	2.85	1 0.09	3.16	1 -1.69	3.69	1 -1.34	0.209	2 -0.67	0.559	1 0.33										
223			12.43	4 -1.54																				
224	12.20	1 -0.65			3.00	1 1.05	3.41	2 -1.06	3.76	1 0.53	0.620	1 24.52	0.554	1 -0.03									25.4	1 1.87
225	12.29	1 -0.26	12.54	3 -0.83	2.73	2 -0.67	4.10	1 0.64	3.60	1 -3.77	0.230	2 0.61	0.540	1 -1.08			32.0	3 4.40	29.03	1 0.70	31.70	1 -3.15	20.8	1 -3.51
226	12.50	1 0.65	12.62	3 -0.32	2.85	2 0.09	3.70	1 -1.07	3.70	1 -1.07	0.219	2 -0.06	0.513	1 -3.11										
227	12.27	1 -0.34	12.23	3 -2.82	3.13	1 1.89	3.55	2 -0.72	3.74	1 0.00	0.221	2 0.06	0.555	1 0.03					29.02	1 0.69	35.77	1 0.39		
228	10.91	1 -6.26	12.66	3 -0.06	3.04	2 1.31	3.74	1 0.00	3.74	1 0.00	0.260	1 2.45	0.466	1 -6.63										
229	12.45	1 0.43	12.61	4 -0.38	2.80	2 -0.22	4.16	3 0.79	3.72	1 -0.53	0.228	1 0.49	0.554	1 -1.53			29.9	3 1.42	27.14	1 -1.81	33.40	1 -1.67	24.2	1 0.46
230			12.94	3 1.73	2.87	2 0.22	3.84	4 0.00	3.74	1 0.00	0.267	1 2.88	0.578	1 1.76										
232	11.19	1 -5.04	12.60	2 -0.44	3.00	1 1.05	3.77	2 -0.17	3.79	1 1.34	0.171	2 -3.00	0.551	1 -0.26										
233	12.44	1 0.39	12.47	3 -1.28	2.67	1 -1.05	4.46	3 1.54	3.71	1 -0.80	0.221	2 0.06	0.534	1 -1.53										
234	12.03	1 -1.39	12.69	3 0.12	3.10	2 1.70	3.61	3 -0.57	3.76	1 0.53	0.230	2 0.61	0.570	1 1.16			30.1	3 1.70	29.41	1 1.21	36.10	1 0.67	25.6	1 2.11
235	12.44	1 0.39	12.78	3 0.70	3.10	2 1.70	3.61	3 -0.57	3.73	1 -0.26	0.230	2 0.61	0.570	1 1.16										
236	12.22	1 -0.56	12.82	3 0.96	3.46	1 4.01	5.41	2 3.90	3.66	1 -2.15	0.241	2 1.28	0.576	1 1.61										
237	12.45	1 0.43	12.50	2 -1.09	3.46	1 4.01	5.41	2 3.90	3.77	1 0.80	0.204	2 -0.98	0.531	1 -1.76										
238	12.28	1 -0.30	12.79	2 0.77	3.18	1 2.21	3.67	1 -1.88	3.67	1 -1.88	0.207	2 -0.79	0.556	1 0.11										
239	12.05	1 -1.30	12.79	2 0.77	3.18	1 2.21	3.67	1 -1.88	3.72	1 -0.53	0.207	2 -0.79	0.556	1 0.11										
240	12.48	1 0.56	12.54	3 -0.83	2.88	1 0.28	3.33	2 -1.26	3.71	1 -0.80	0.207	2 -0.79	0.556	1 0.11										
241	12.70	1 1.52	12.60	1 -0.44	3.20	1 2.34	2.60	2 -3.08	3.80	1 1.61	0.200	2 -1.22	0.550	1 -0.33										
242	11.99	1 -1.56	12.79	3 0.77	2.95	2 -2.21	3.73	1 -0.26	3.73	1 -0.26	0.200	2 -1.22	0.550	1 -0.33										
243	12.02	1 -1.43	14.01	3 8.60	2.93	1 0.61	3.69	1 -0.37	3.76	1 0.53	0.200	2 -1.22	0.557	1 0.18										
244	12.23	1 -0.52	12.81	3 0.89	3.72	1 -0.53	3.72	1 -0.53	3.72	1 -0.53	0.236	3 0.98	0.550	2 -0.33										
245	12.52	1 0.73	12.78	3 0.70	2.66	2 -1.12	3.79	1 1.34	3.79	1 1.34	0.230	2 0.61	0.557	1 0.18										
246	12.70	1 1.52	12.34	2 -2.11	2.82	1 -0.09	3.85	3 0.02	3.78	1 1.07	0.230	2 0.61	0.557	1 0.18										
247	12.18	1 -0.73	12.52	3 -0.96	2.91	1 0.48	3.55	2 -0.72	3.76	1 0.53	0.210	2 -0.61	0.554	1 -0.03										
249	11.69	1 -2.87	12.91	3 1.54	2.91	1 0.48	3.55	2 -0.72	3.76	1 0.53	0.210	2 -0.61	0.554	1 -0.03										
249	12.40	1 0.21	12.55	3 -0.77	2.52	2 -2.02	3.81	2 -0.07	3.72	1 -0.53	0.291	1 4.35	0.549	1 -0.41			29.4	1 -1.25	29.92	1 1.89	36.43	1 0.96	24.2	1 0.46
251	12.05	1 -1.30	12.75	3 0.51	2.75	2 -0.54	4.49	3 1.61	3.78	1 1.07	0.220	2 0.00	0.555	1 0.03										
253	12.29	1 -0.26	12.79	3 0.77	2.97	1 0.86	3.47	4 -0.92	3.68	1 -1.61	0.195	2 -1.53	0.530	1 -1.83										
254	12.66	1 1.34	12.33	4 -2.18	2.86	1 0.16	3.83	2 -0.02	3.74	1 0.00	0.195	2 -1.53	0.530	1 -1.83										
256	12.59	1 1.04	12.92	3 1.60	3.70	1 -1.07	3.70	1 -1.07	3.70	1 -1.07	0.195	2 -1.53	0.530	1 -1.83			31.0	1 -0.48						

表5 A及びD試料の分析成績 (5)

試験番号	水分		粗たん白質		粗脂肪		粗繊維		粗灰分		カルシウム		リン		MN(管理分析法)		MN(飼料分析基準)		銅		亜鉛		クエン酸セレン		
	分析値 (%)	No. z-score	分析値 (g/kg)	No. z-score																					
257	12.09	1 -1.13	12.96	3 1.86	2.77	2 -0.41	4.31	3 1.16	3.83	1 2.42	0.218	2 -0.12	0.550	1 -0.33			30.16	1 2.21	30.16	1 2.21	35.88	1 0.48	23.8	1 0.00	
258	12.58	1 1.00	12.58	3 -0.57	2.86	2 0.16	4.48	3 1.59	3.72	1 -0.53	0.190	2 -1.83	0.550	1 -0.33			28.36	1 -0.18	28.36	1 -0.18	37.16	1 1.60	19.3	1 -5.27	
260	12.18	1 -0.73	12.91	3 1.54	3.37	1 3.43	4.53	2 1.71	4.44	1 18.88	0.210	2 -0.61	0.559	1 0.33	30.1	1 -0.91							29.3	1 6.45	
261	12.21	1 -0.60	12.72	3 0.32	2.69	2 -0.93	4.53	2 1.71	3.78	1 1.07	0.376	2 9.56	0.575	1 1.53			28.12	1 -0.50	28.12	1 -0.50	34.37	1 -0.82	25.3	1 1.75	
262	12.51	1 0.69	12.68	3 0.06	2.99	1 0.99	3.04	2 -1.98	3.74	1 0.00	0.214	2 -0.36	0.545	1 -0.71			28.53	1 0.04	28.53	1 0.04	33.21	1 -1.83			
264	12.06	1 -1.26	12.52	3 -0.96	2.83	1 -0.03	3.75	2 -0.22	3.77	1 0.80	0.221	2 0.06	0.535	1 -1.46									24.5	1 0.82	
265	12.95	1 2.61	12.93	3 1.67	2.75	1 -0.54	3.65	1 -2.42	3.72	1 -0.53	0.293	2 4.47	0.581	1 1.98											
266	12.26	1 -0.39	12.48	3 -1.22	2.82	2 -0.09	4.05	3 0.52	3.68	1 -1.61	0.209	2 -0.67	0.564	1 0.71											
267	12.76	1 1.78	12.67	3 0.00					3.73	1 -0.26															
268	12.37	1 0.08	13.33	3 4.23					3.71	1 -0.80															
269	12.11	1 -1.04							3.71	1 -0.80															
270	12.20	1 -0.65	12.65	4 -0.12	2.73	2 -0.67	4.23	3 0.96	3.71	1 -0.80															
271	12.35	1 0.00	12.99	3 2.05	2.79	1 -0.28	3.75	1 0.26	3.75	1 0.26															
272	12.66	1 1.34	12.46	3 -1.34	2.97	1 0.86	3.77	2 -0.17	3.74	1 0.00	0.284	2 3.92	0.566	1 0.86									23.2	1 -0.70	
274	12.42	1 0.30	12.68	3 0.06	2.66	2 -1.12	3.66	3 -0.44	3.73	1 -0.26	0.262	1 2.57	0.559	1 0.33	34.0	1 0.96									
275	12.65	1 1.30	12.61	3 -0.38	2.68	2 -0.99	3.71	1 -0.80	3.71	1 -0.80	0.208	2 -0.73	0.541	1 -1.01			28.0	3 -1.27	28.0	3 -1.27	34.61	1 -0.61	23.4	1 -0.46	
276	12.29	1 -0.26	12.38	4 -1.86	3.32	1 3.11	3.87	4 0.07	3.84	1 2.69	0.211	2 -0.55	0.556	1 0.11			29.3	3 0.56	29.3	3 0.56	38.94	1 3.15			
277	12.09	1 -1.13	12.98	3 1.99	2.80	2 -0.22	3.91	1 0.17	3.74	1 0.00	0.261	2 2.51	0.531	1 -1.76											
278	12.11	1 -1.04	12.49	3 -1.15	2.95	1 0.73	3.47	2 -0.92	3.74	1 0.00	0.288	1 4.16	0.537	1 -1.31											
279	12.57	1 0.95	12.62	2 -0.32					3.79	1 1.34															
280	12.49	1 0.60			2.80	1 -0.22	3.37	2 -1.16	3.75	1 0.26	0.276	1 3.43	0.557	1 0.18			28.2	3 -0.99	28.2	3 -0.99	34.35	1 -0.84	22.6	1 -1.40	
281	12.45	1 0.43	12.67	3 0.00	2.34	1 -3.17	3.80	2 -0.09	3.79	1 1.34															
282	11.49	1 -3.74	12.59	1 -0.51	2.71	1 -0.41	3.79	1 1.34	3.79	1 1.34															
283	12.70	1 1.52	12.50	3 -1.09	2.77	1 -0.41	3.69	1 -1.34	3.69	1 -1.34															
284	12.54	1 0.82	12.80	3 0.83	2.71	2 -0.80	3.71	1 -0.80	3.71	1 -0.80	0.264	2 2.69	0.562	1 0.56											
285	12.69	1 1.47	12.55	3 -0.77	2.80	1 -0.22	3.72	1 -0.53	3.72	1 -0.53															
287	12.75	1 1.74	12.74	3 0.44	2.66	2 -1.12	3.71	1 -0.80	3.71	1 -0.80	0.211	2 -0.55	0.593	1 2.88			28.5	3 -0.56	28.5	3 -0.56	36.86	1 1.34			
288	12.20	1 -0.65	12.69	3 0.12	2.78	2 -0.35	4.16	2 0.79	3.83	1 2.42	0.218	2 -0.12	0.544	1 -0.78											
289	12.56	1 0.91	12.64	3 -0.19	3.01	1 1.12	4.13	3 0.72	3.85	1 2.96															
291	11.80	1 -2.39																							
292	12.42	1 0.30	12.47	3 -1.28	2.88	1 0.28																			
293	9.91	1 -10.61	11.93	4 -4.75	2.80	1 -0.22	3.77	2 -0.17	3.73	1 -0.26	0.226	1 0.36	0.555	1 0.03									23.3	1 -0.58	
295	12.44	1 0.39	12.75	3 0.51	2.71	2 -0.80	4.07	3 0.57	3.77	1 0.80	0.205	2 -0.91	0.546	1 -0.63			29.4	3 0.71	29.4	3 0.71	35.53	1 0.18	24.2	1 0.46	
296	12.36	1 0.04	12.65	3 -0.12	2.96	1 0.80	3.68	1 -1.61	3.77	1 0.80															
297	12.28	1 -0.30	12.78	3 0.70	2.89	1 0.35	3.86	1 3.23	3.68	1 -1.61															
298	12.42	1 0.30	12.61	1 -0.38	2.89	1 0.35	3.64	1 -2.69	3.64	1 -2.69															
299	12.55	1 0.87							3.72	1 -0.53														23.9	1 0.11
300	12.86	1 2.21	12.82	2 0.96	3.04	1 1.31	3.64	1 -2.69	3.72	1 -0.53	0.220	2 0.00	0.530	1 -1.83			28.9	3 0.00	28.9	3 0.00	32.90	1 -2.10	24.3	1 0.58	
301	12.40	1 0.21	12.73	3 0.38	2.80	2 -0.22	3.98	3 0.34	3.75	1 0.26	0.280	2 3.67	0.570	1 1.16											
302	12.50	1 0.65	12.77	3 0.64	2.78	2 -0.35	4.27	2 1.06	3.74	1 0.00														24.3	1 0.58

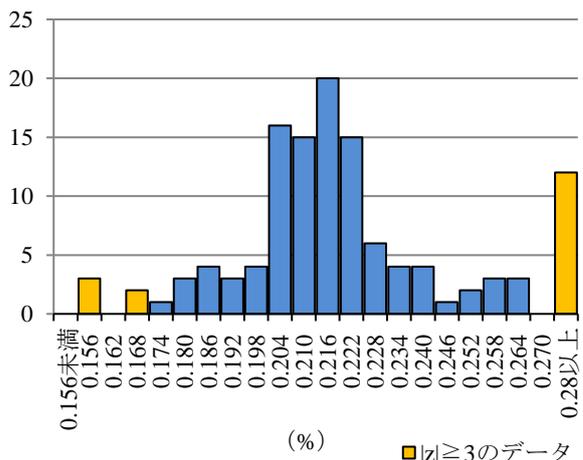
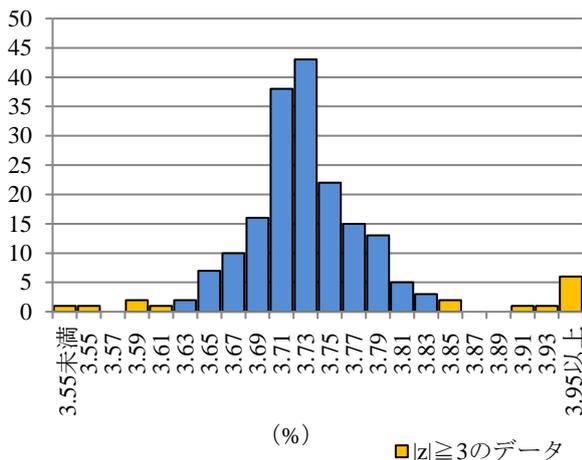
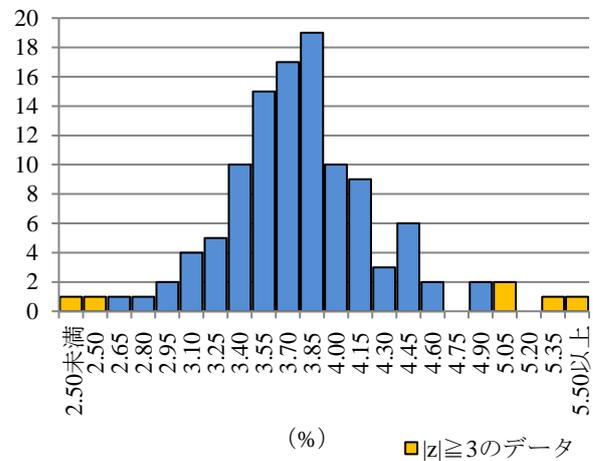
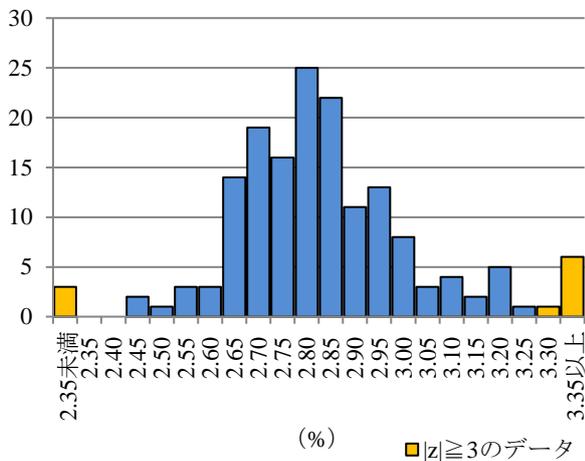
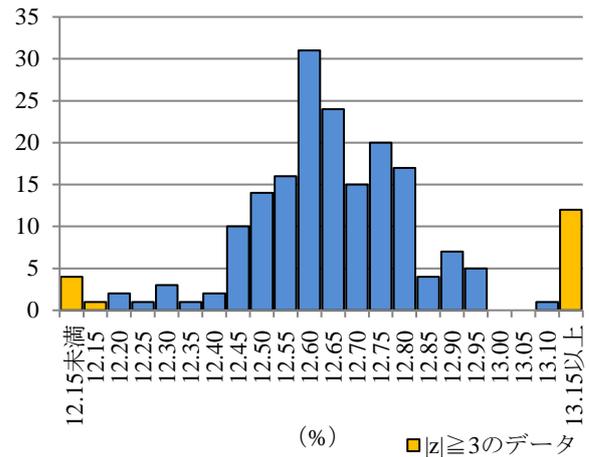
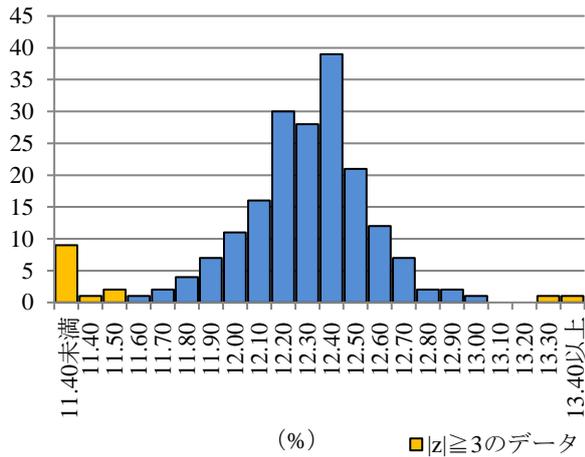
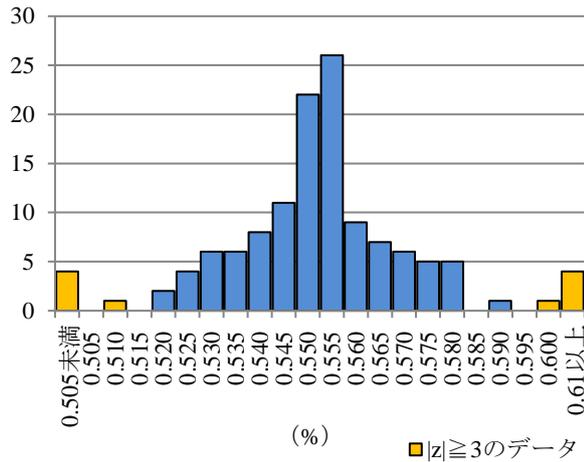
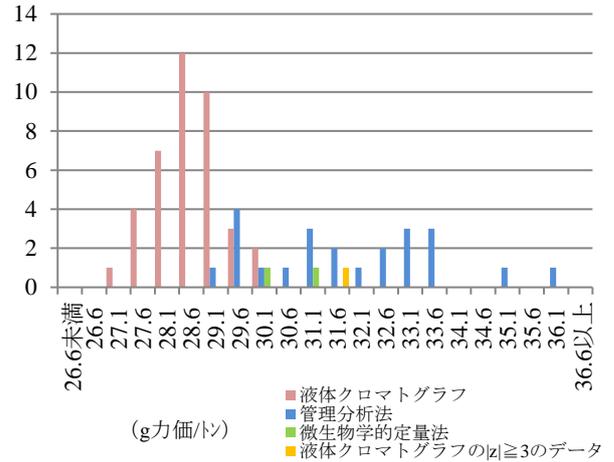


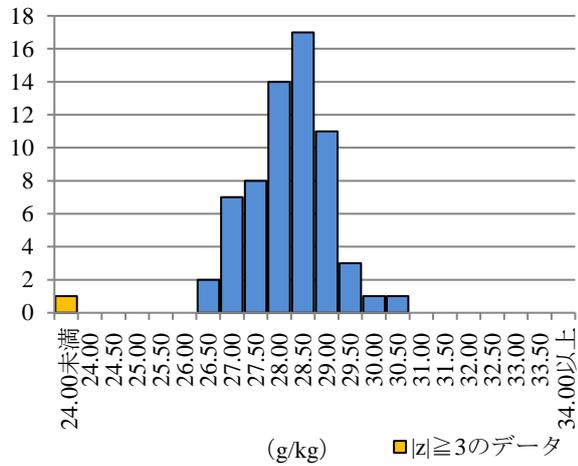
図1 分析成績のヒストグラム (1)



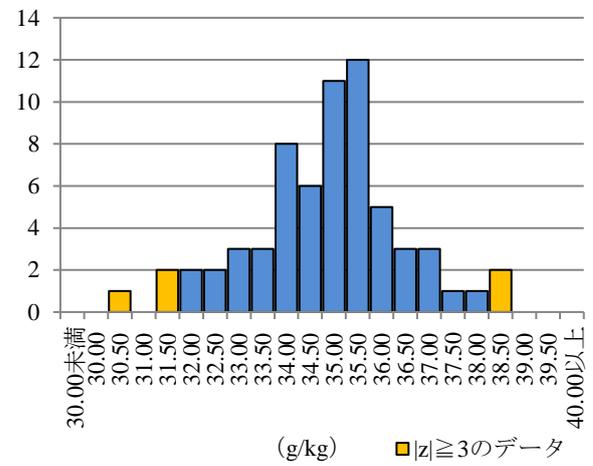
リン (A 試料)



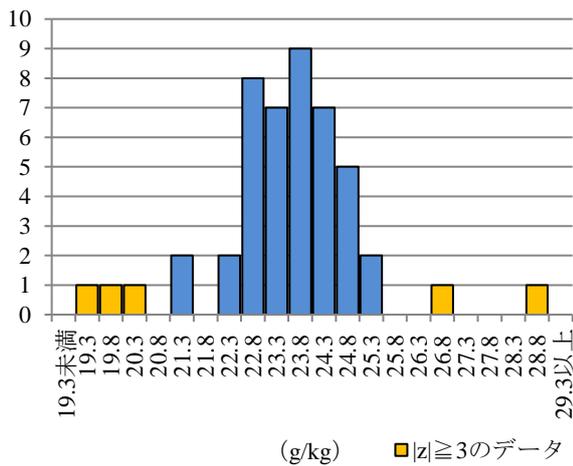
モネンシナトリウム (A 試料)



銅 (D 試料)



亜鉛 (D 試料)



クエン酸モランテル (D 試料)

図1 分析成績のヒストグラム (2)

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	197	190	162	112	189
1 中央値	12.35	12.67	2.84	3.84	3.74
下限境界値 ^{注2}	11.66	12.20	2.37	2.63	3.63
上限境界値	13.04	13.14	3.30	5.05	3.85
2 平均値	12.35	12.67	2.84	3.84	3.74
標準偏差	0.24	0.15	0.15	0.41	0.04
変動係数 (%)	1.9	1.2	5.4	10.8	1.1
95%信頼区間	12.32~12.38	12.65~12.69	2.82~2.87	3.76~3.91	3.73~3.74

区分	カルシウム (%)	リン (%)	MN (管理分析法) ^{注3} (g(力価)/トン)	MN (飼料分析基準) ^{注4} (g(力価)/トン)
データ数	121	128	23	40
1 中央値	0.220	0.555	32.0	28.9
下限境界値 ^{注2}	0.171	0.514	25.8	26.8
上限境界値	0.269	0.595	38.2	31.0
2 平均値	0.219	0.554	32.2	28.9
標準偏差	0.019	0.014	1.9	0.7
変動係数 (%)	8.5	2.6	5.8	2.3
95%信頼区間	0.215~0.222	0.551~0.557	31.4~32.9	28.7~29.1

注1 区分1の数値は報告された分析値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以上の異常値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 MN (管理分析法) は、モネンシンナトリウムの迅速定量法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 MN (飼料分析基準) は、モネンシンナトリウムの液体クロマトグラフ法を集計した結果である。

表7 D 試料の解析結果

区分 ^{注1}	銅 (g/kg)	亜鉛 (g/kg)	クエン酸モランテル (g/kg)
データ数	65	65	47
1 中央値	28.50	35.32	23.8
下限境界値 ^{注2}	26.25	31.87	21.2
上限境界値	30.75	38.77	26.4
2 平均値	28.48	35.17	23.8
標準偏差	0.82	1.29	0.9
変動係数 (%)	2.9	3.7	3.9
95%信頼区間	28.28~28.68	34.84~35.50	23.5~24.1

注1 区分1の数値は報告された分析値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以上の異常値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 混合した原料の鑑定成績

原料名	混合割合 (%)	試験室数				検出率 (%)	
		検出					不検出
		多量 ^{注1}	中量 ^{注2}	少量 ^{注3}	計		
とうもろこし	22	89	20	0	109	0	100
大麦	22	60	27	5	92	17	84
なたね油かす	11	3	78	24	105	4	96
米ぬか油かす	11	1	33	17	51	58	47
コーングルテンミール	11	49	57	2	108	1	99
ふすま	11	14	63	15	92	17	84
アルファルファミール	3	3	36	46	85	24	78
魚粉	3	0	7	53	60	49	55
食塩	3	0	0	102	102	7	94
りん酸カルシウム	3	0	0	92	92	17	84

注1 検出した原料の推定される混合割合が15%以上と報告されたもの。

2 検出した原料の推定される混合割合が5%以上~15%未満と報告されたもの。

3 検出した原料の推定される混合割合が1%以上~5%未満と報告されたもの。

表9 混合した原料以外に検出と報告されたもの

検出原料名	多量 ^{注1}	中量 ^{注2}	少量 ^{注3}	計
大豆油かす	1	29	14	44
小麦	12	16	1	29
炭酸カルシウム	0	1	15	16
玄米	1	4	10	15
ビートパルプ	0	5	7	12
精白米	0	4	6	10
チキンミール	0	1	8	9
肉骨粉	0	0	8	8
マイロ	0	3	4	7
尿素	0	1	6	7
麦ぬか	0	3	2	5
ごま油かす	0	3	2	5
DDGS	0	2	1	3
ライ麦	2	0	1	3
コーングルテンフィード	0	1	2	3
綿実油かす	0	0	3	3
えん麦	0	2	1	3
やし油かす	0	0	2	2
サフラワー油かす	0	1	1	2
あまに油かす	0	2	0	2
パイナップルかす	0	0	1	1
スクリーニングペレット	0	1	0	1
ビールかす	0	1	0	1
小麦粉	0	0	1	1

注1 検出した原料の推定される混合割合が15%以上と報告されたもの。

注2 検出した原料の推定される混合割合が5%以上~15%未満と報告されたもの。

注3 検出した原料の推定される混合割合が1%以上~5%未満と報告されたもの。

8 各試料の解析結果及び鑑定成績

以下、分析法別の解析結果では、分析法別に分けたデータでロバスト法に基づく z -スコアを求め、その絶対値が3以上の分析値を異常値として棄却し、平均値、標準偏差及び変動係数を求めた。なお、分析法ごとに示している z -スコアの絶対値が3以上の数については、各分析項目の全データの解析から算出した数である。

8.1 A 試料（肉用牛肥育用配合飼料）の解析結果

1) 水分

分析値は197件の報告があり、ロバスト法による z -スコアの絶対値が3以上のものは14件であった。これらを除いた平均値は12.35%で、この95%信頼区間は12.32~12.38%であった。

分析法別の解析結果は、以下のとおりであった。

飼料分析基準²⁾では、194件（うち z -スコアの絶対値が3以上のものは14件）の報告があり、その平均値、標準偏差及び変動係数はそれぞれ12.35%、0.23%及び1.9%であった。

その他の方法では3件（うち z -スコアの絶対値が3以上のものは0件）の報告があった。

2) 粗たん白質

分析値は190件の報告があり、ロバスト法による z -スコアの絶対値が3以上のものは17件であった。これらを除いた平均値は12.67%で、この95%信頼区間は12.65~12.69%であった。

分析法別の解析結果は、以下のとおりであった。

飼料分析基準・硫酸標準液吸収法では、5件（うち z -スコアの絶対値が3以上のものは0件）の報告があり、その平均値、標準偏差及び変動係数はそれぞれ12.60%、0.01%及び0.1%であった。

飼料分析基準・ホウ酸溶液吸収法では、23件（うち z -スコアの絶対値が3以上のものは3件）の報告があり、その平均値、標準偏差及び変動係数はそれぞれ12.59%、0.17%及び1.4%であった。

飼料分析基準・燃焼法では、133件（うち z -スコアの絶対値が3以上のものは7件）の報告があり、その平均値、標準偏差及び変動係数はそれぞれ12.70%、0.13%及び1.0%であった。

自動分析機による方法では、28件（うち z -スコアの絶対値が3以上のものは7件）の報告があり、その平均値、標準偏差及び変動係数はそれぞれ12.61%、0.18%及び1.4%であった。

その他の方法では1件（うち z -スコアの絶対値が3以上のものは0件）の報告があった。

3) 粗脂肪

分析値は162件の報告があり、ロバスト法による z -スコアの絶対値が3以上のものは10件であった。これらを除いた平均値は2.84%で、この95%信頼区間は2.82~2.87%であった。

分析法別の解析結果は、以下のとおりであった。

飼料分析基準では、91件（うち z -スコアの絶対値が3以上のものは9件）の報告があり、その平均値、標準偏差及び変動係数はそれぞれ2.89%、0.16%及び5.5%であった。

自動分析機による方法では、69件（うち z -スコアの絶対値が3以上のものは1件）の報告があり、その平均値、標準偏差及び変動係数はそれぞれ2.77%、0.11%及び4.1%であった。

その他の方法では2件（うち z -スコアの絶対値が3以上のものは0件）の報告があった。

4) 粗繊維

分析値は112件の報告があり、ロバスト法による z -スコアの絶対値が3以上のものは6件であった。これらを除いた平均値は3.84%で、この95%信頼区間は3.76~3.91%であった。

分析法別の解析結果は、以下のとおりであった。

飼料分析基準・静置法では、10件（うち z -スコアの絶対値が3以上のものは1件）の報告があり、その平均値、標準偏差及び変動係数はそれぞれ3.67%、0.36%及び9.8%であった。

飼料分析基準・ろ過法では、58件（うち z -スコアの絶対値が3以上のものは3件）の報告があり、その平均値、標準偏差及び変動係数はそれぞれ3.67%、0.35%及び9.6%であった。

自動分析機による方法では、38件（うち z -スコアの絶対値が3以上のものは2件）の報告があり、その平均値、標準偏差及び変動係数はそれぞれ4.06%、0.27%及び6.6%であった。

その他の方法では6件（うち z -スコアの絶対値が3以上のものは0件）の報告があった。

5) 粗灰分

分析値は189件の報告があり、ロバスト法による z -スコアの絶対値が3以上のものは14件であった。これらを除いた平均値は3.74%で、この95%信頼区間は3.73~3.74%であった。

分析法別の解析結果は、以下のとおりであった。

飼料分析基準では、187件（うち z -スコアの絶対値が3以上のものは14件）の報告があり、その平均値、標準偏差及び変動係数はそれぞれ3.73%、0.04%及び1.1%であった。

その他の方法では2件（うち z -スコアの絶対値が3以上のものは0件）の報告があった。

6) カルシウム

分析値は121件の報告があり、ロバスト法による z -スコアの絶対値が3以上のものは17件であった。これらを除いた平均値は0.219%で、この95%信頼区間は0.215~0.222%であった。

分析法別の解析結果は、以下のとおりであった。

飼料分析基準・シュウ酸アンモニウム法では、17件（うち z -スコアの絶対値が3以上のものは5件）の報告があり、その平均値、標準偏差及び変動係数はそれぞれ0.246%、0.032%及び13.1%であった。

飼料分析基準・原子吸光光度法では、101件（うち z -スコアの絶対値が3以上のものは12件）の報告があり、その平均値、標準偏差及び変動係数はそれぞれ0.216%、0.016%及び7.2%であった。

その他の方法では3件（うち z -スコアの絶対値が3以上のものは0件）の報告があった。

7) リン

分析値は128件の報告があり、ロバスト法による z -スコアの絶対値が3以上のものは10件であった。これらを除いた平均値は0.554%で、この95%信頼区間は0.551~0.557%であった。

分析法別の解析結果は、以下のとおりであった。

飼料分析基準では、122件（うち z -スコアの絶対値が3以上のものは9件）の報告があり、その平均値、標準偏差及び変動係数はそれぞれ0.554%、0.014%及び2.6%であった。

その他の方法では6件（うち z -スコアの絶対値が3以上のものは1件）の報告があった。

8) モネンシナトリウム

管理分析法では、分析値はモネンシナトリウム無添加試料（未配布）のブランク値による補正が必要であるが、今回は補正されない分析値の報告であるため、飼料分析基準による分析値との間に差が生じる可能性があったことから、これらを分離して集計した。

また本年度は、飼料分析基準の微生物学的定量法による定量値と、飼料分析基準の液体クロマトグラフ法による定量値との差が大きかったことから、これらを別々に集計した。液体クロマトグラフ法においてはモネンシンA量をモネンシナトリウム量としているが、今年度のA試料については、モネンシナトリウム中のモネンシンAの割合がやや低いことが示唆された。

管理分析法（迅速定量法及びフローインジェクション法）では、分析値は23件の報告があり、ロバスト法による z -スコアの絶対値が3以上のものは0件であった。その平均値は32.2g(力価)/トンで、この95%信頼区間が31.4~32.9g(力価)/トンであった。

飼料分析基準（液体クロマトグラフ法）では、分析値は40件の報告があり、ロバスト法による z -スコアの絶対値が3以上のものは1件であった。

分析法別の解析結果は、以下のとおりであった。

管理分析法・迅速定量法では、18件の報告があり、その平均値、標準偏差及び変動係数はそれぞれ32.0g(力価)/トン、1.7g(力価)/トン及び5.4%であった。

管理分析法・フローインジェクション法では、5件の報告があり、その平均値、標準偏差及び変動係数はそれぞれ32.6 g(力価)/トン、2.5 g(力価)/トン及び7.7%であった。

飼料分析基準・液体クロマトグラフ法では、40件の報告があり、その平均値、標準偏差及び変動係数はそれぞれ28.9 g(力価)/トン、0.7 g(力価)/トン及び2.3%であった。

飼料分析基準・微生物学的定量法では、2件の報告があり、報告数が少ないためロバスト法による解析はせず、参考値として平均値を算出した結果、31.2 g(力価)/トンであった。

8.2 D 試料（試験用プレミックス）の解析結果

1) 銅

分析値は65件の報告があり、ロバスト法による z -スコアの絶対値が3以上のものは1件であった。これらを除いた平均値は28.48 g/kgで、この95%信頼区間は28.28~28.68 g/kgであった。

分析法別の解析結果は、以下のとおりであった。

飼料分析基準では、64件（うち z -スコアの絶対値が3以上のものは1件）の報告があり、その平均値、標準偏差及び変動係数はそれぞれ28.51 g/kg、0.80 g/kg及び2.8%であった。

その他の方法では1件（うち z -スコアの絶対値が3以上のものは0件）の報告があった。

2) 亜鉛

分析値は65件の報告があり、ロバスト法による z -スコアの絶対値が3以上のものは5件であった。これらを除いた平均値は35.17 g/kgで、この95%信頼区間は34.84~35.50 g/kgであった。

分析法別の解析結果は、以下のとおりであった。

飼料分析基準では、64件（うち z -スコアの絶対値が3以上のものは5件）の報告があり、その平均値、標準偏差及び変動係数はそれぞれ35.14 g/kg、1.28 g/kg及び3.6%であった。

その他の方法では1件（うち z -スコアの絶対値が3以上のものは0件）の報告があった。

3) クエン酸モランテル

分析値は47件の報告（いずれも飼料分析基準による分析法）があり、ロバスト法による z -スコアの絶対値が3以上のものは5件であった。これらを除いた平均値、標準偏差及び変動係数はそれぞれ23.8 g/kg、0.9 g/kg及び3.9%であった。この95%信頼区間は23.5~24.1 g/kgであった。

8.5 C 試料（鑑定用飼料原料混合試料）の鑑定成績

混合した10種類の原料の検出とその混合割合の推定を行った。原料混合割合の推定は、15%以上を多量、5%以上15%未満を中量、1%以上5%未満を少量として報告を求めた。

109件の報告があり、混合した原料以外に検出と報告があった原料は24種類であった。

混合した原料について、とうもろこし（混合割合22%）は、109件（検出率100%）の報告があり、原料混合割合の推定の内訳は多量が89件、中量が20件、少量が0件であった。

大麦（混合割合22%）は、92件（検出率84%）の報告があり、その内訳は多量が60件、中量が27件、少量が5件であった。

なたね油かす（混合割合11%）は、105件（検出率96%）の報告があり、その内訳は多量が3件、中量が78件、少量が24件であった。

米ぬか油かす（混合割合11%）は、51件（検出率47%）の報告があり、その内訳は多量が1

件、中量が33件、少量が17件であった。

コーングルテンミール（混合割合11%）は、108件（検出率99%）の報告があり、その内訳は多量が49件、中量が57件、少量が2件であった。

ふすま（混合割合11%）は、92件（検出率84%）の報告があり、その内訳は多量が14件、中量が63件、少量が15件であった。

アルファルファミール（混合割合3%）は、85件（検出率78%）の報告があり、その内訳は多量が3件、中量が36件、少量が46件であった。

魚粉（混合割合3%）は、49件（検出率55%）の報告があり、その内訳は多量が0件、中量が7件、少量が53件であった。

食塩（混合割合3%）は、102件（検出率94%）の報告があり、その内訳は多量が0件、中量が0件、少量が102件であった。

りん酸カルシウム（混合割合3%）は、92件（検出率84%）の報告があり、その内訳は多量が0件、中量が0件、少量が92件であった。

誤って検出された原料としては、大豆油かすが最も多く、44件の報告があった。次いで、小麦が29件、炭酸カルシウムが16件と続いた。

文 献

- 1) Michael Thompson, Stephen L.R.Ellison, Roger Wood: The international harmonized protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories, *Pure Appl. Chem.*, **78**(1), 145-196 (2006).
- 2) 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 (2008).

(参考)

令和6年度飼料等の共通試料による分析鑑定実施要領

1. 目的

飼料・飼料添加物製造等業者，飼料検査指導機関，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うことにより，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…肉用牛肥育用配合飼料

C試料…鑑定用飼料原料混合試料

D試料…試験用プレミックス

※ 今年度，B試料（魚粉）は実施しません。

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，リン及びモネンシンナトリウム

C試料・・・飼料原料の検出及び混合割合の推定

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」（令和5年12月1日付け5消安第4714号農林水産省消費・安全局長通知）に定める方法及び「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60年10月15日付け60畜B第2928号，農林水産省畜産局長・水産庁長官連名通知）の別記にある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牛用飼料の管理方法に準拠してください。

なお，参考までにこれらの分析法の抜粋（飼料分析基準等（抜粋））を添付します。

また，各分析法の末尾に，試料採取量等の一例を記載しましたので，参考として下さい。

- (2) 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（全項目でなくても可）について分析及び鑑定を行い，必ず今年度の報告書様式（Microsoft Excel形式，入手方法は5（1）参照．）にて，報告してください。
- (3) 共通試料は冷蔵庫に保管し，使用する際には，常温に戻してください。
- (4) 複数の分析法（例えば，粗たん白質におけるケルダール法及び燃焼法）によって分析した場合，該当部分のみ記入した報告書を別途作成していただき，ご報告ください。

5. 分析鑑定成績の報告

- (1) 各分析値及び鑑定結果については，独立行政法人農林水産消費安全技術センターホームページ（http://www.famic.go.jp/ffis/feed/sub2_teawase.html）より「令和6年度飼料等の共通

試料による分析鑑定結果報告書」をダウンロードしてMicrosoft Excel上で記入し、報告してください。

報告書（様式）をダウンロードする際、FAMIC ホームページが暗号化に対応していないことにより、エラーが出ることがあります。エラーが出た際は、別添「FAMIC ホームページのファイル保存方法」を参照して保存してください。

- (2) 試料番号はA、C及びD試料でそれぞれ異なりますので、分析結果を報告する試料についてそれぞれ記入してください。（結果とりまとめ時はA試料の試料番号を試験室番号としますので、A試料の試料番号については分析を行わない場合も必ず記入してください。）

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、モネンシ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の単位で表記してください。

水分、粗たん白質、粗脂肪、粗繊維、粗灰分、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、モネンシナトリウム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。

分析法及び用いた分析機器等は、備考欄に該当番号を記入し、その詳細を報告書様式に従い、記入してください。

また、分析上の特記事項等があれば、その旨も記入してください。

水分について、定温乾燥機を用いて飼料分析基準の条件により測定した場合には、「1. 飼料分析基準」を選択してください。定温乾燥機以外の機器を用いた場合や、定温乾燥機を用いたが、加熱温度、時間が飼料分析基準の条件と異なる場合は、「2. その他の方法」を選択し、用いた機器のメーカー、測定条件等の詳細を記入してください。

粗たん白質について、ガラス器具製の蒸留装置を用いて蒸留し、ビュレット等を用いて滴定した場合には「1. 飼料分析基準（ケルダール法（硫酸標準液吸収法））」または「2. 飼料分析基準（ケルダール法（ホウ酸溶液吸収法））」を選択してください。自動蒸留装置等で蒸留後、滴定した場合は「4. 自動分析機」を選択してください。

粗灰分について、灰化温度を記入してください。

- (3) 鑑定結果は、検出した原料名を報告書（3）の下欄の検出原料名の選択肢から選んで検出原料名欄に記入し、推定される混合割合は、多量（15％以上）、中量（5％以上 15％未満）及び少量（1％以上 5％未満）から選択してください。1％未満と推定される検出物は、検出原料名欄には記入しないでください。なお、C試料には10種類の原料を混合しています。

検出方法は、該当する番号を選択してください。（複数回答される場合やその他を選択された場合、番号欄右枠（補足欄）に記入してください。）

- (4) 分析の一部を別の試験室等で実施した場合は、実施した試験室名と分析項目を報告書の（4）の欄もしくは報告時のメール本文に記載してください。
- (5) 令和6年9月30日（月）までに報告してください。
- (6) 報告書は、所属する飼料品質改善協議会等により下表に従った報告先メールアドレスに送付してください。報告書のファイル名は「試験室番号（A試料の番号）__試験室名」としてください。（例：試験室番号1番FAMIC本部の場合：「1__FAMIC本部」）

複数の報告書を提出される場合は、ファイル名の末尾に全体数がかかるように番号を付けてください。（例：計2つの報告書を提出する場合、1-2と2-2など）

報告メールの件名は「令和6年度手合わせ分析結果報告_試験室名」としてください。

提出済みの報告書に訂正等がある場合は件名に【再提出】と入れたメールもしくは電話で確実に担当者へご連絡ください。

正しく受信できた場合、10月1日までに受信確認メールを返信いたします。（締切日直前に提出された場合、多少返信が遅れる可能性もございますがご了承ください。）

提出した報告書ファイルは受信確認メールが届くまで破棄しないでください。

メールでの報告書提出が難しい場合は担当者までご連絡ください。

表省略

令和6年度飼料等の共通試料による分析鑑定結果報告書 (様式)

試験室名 担当者
 MAIL
 TEL

(1) A試料 分析結果

試料番号

分析成分名	分析値	備考	
水分	 %	分析法	1 飼料分析基準 2 その他の方法
粗たん白質	 %	分析法	1 飼料分析基準 (ケルダール法 (硫酸標準液吸収法)) 2 飼料分析基準 (ケルダール法 (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	 %	分析法	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	 %	分析法	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	 %	分析法	1 飼料分析基準 灰化温度 °C 2 その他の方法
カルシウム	 %	分析法	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	 %	分析法	1 飼料分析基準 2 その他の方法
モネンシン ナトリウム	 g(力価)/ト	分析法	1 迅速定量法 2 迅速定量法 (フローインジェクション装置使用) 3 飼料分析基準 (液体クロマトグラフ法) LC メーカー/型式 検出器 メーカー/型式 カラム メーカー/型式 内径(mm) 長さ(mm) 粒径(μm) 4 飼料分析基準 (微生物学的定量法)

(2) D試料 分析結果

試料番号

分析成分名	分析値	備考	
銅	g/kg	分析法	1 飼料分析基準 2 その他の方法
亜鉛	g/kg	分析法	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	分析法	1 飼料分析基準 測定条件 LC メーカー/型式 検出器 メーカー/型式 カラム メーカー/型式 内径(mm) 粒径(μm) 2 その他の方法

(3) C試料 鑑定結果

試料番号

検出原料名	混合割合	検出方法	補足

混合割合
下から選択
多量 (15%以上)
中量 (5%以上15%未満)
少量 (1%以上5%未満)

検出方法
下から番号を選択
その他の場合補足を記入
1 肉眼
2 酸処理
3 アルカリ処理
4 その他

注) 10種類の原料を混合しています。各セルの検出原料名のリストから選択してください。

検出原料名

下表から選択

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
米ぬか油かす	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	DDGS	肉骨粉	チキンミール
魚粉	アルファルファミール	ビートパルプ	パイナップルかす
尿素	食塩	炭酸カルシウム	りん酸カルシウム

(4) 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。(メール本文でも可)

調査資料**1 飼料中の有害物質等のモニタリング等の結果について（令和 6 年度）****Monitoring Results of Undesirable Substances in Feeds (in the Fiscal Year 2024)**肥飼料安全検査部 飼料鑑定第一課
飼料鑑定第二課**1 目 的**

独立行政法人農林水産消費安全技術センター（以下「FAMIC」という。）では、飼料等の使用が原因となつて、有害畜産物（家畜等の肉、乳、その他の食用に供される生産物で人の健康をそこなうおそれがあるもの）が生産され、又は家畜等に被害が生じることにより畜産物の生産が阻害されることを防止する見地から、農林水産省が毎年定めている「食品の安全性に関する有害化学物質のサーベイランス・モニタリング年次計画」等に基づき、法令等で定められている基準値等の適合状況のモニタリング及び基準値等が設定されていない有害物質等の含有実態を把握するためのサーベイランス（以下「モニタリング等」という。）を実施している。今回、令和 6 年度のモニタリング等の結果を取りまとめたので報告する。

2 方 法**2.1 モニタリング等の対象試料**

令和 6 年 4 月から令和 7 年 3 月までの間に、農林水産省（地方農政局等）が飼料の安全性の確保及び品質の改善に関する法律¹⁾（以下「飼料安全法」という。）第 56 条の規定に基づき、港湾サイロに対して立入検査を実施した際に収去した飼料、FAMIC が飼料安全法第 57 条の規定に基づき、単体飼料工場、配混合飼料工場等に対して立入検査を実施した際に採取した飼料等並びにサーベイランスに協力いただいた飼料製造事業場において採取した飼料を対象とした。モニタリング等の対象とした試料及び点数を表 1 に示した。

2.2 モニタリング等の対象成分

飼料安全法第 3 条第 1 項の規定に基づき、飼料及び飼料添加物の成分規格等に関する省令²⁾（以下「成分規格等省令」という。）において、飼料中の有害物質等の成分規格（以下「省令基準値」という。）が定められている。また、飼料の有害物質の指導基準及び管理基準³⁾において、飼料中の有害物質等の指導基準値及び管理基準値（以下「指導基準値等」という。）が定められている。各試料に対するモニタリング等実施成分は、これらの基準値の他、飼料の原産国、過去の検出実態等を勘案するとともに、配混合飼料の対象家畜等、使用されている原料等にも留意して以下のとおり選定した。

1) 有害物質**i かび毒（24 成分）****ア 指導基準値等が定められているもの（4 成分）**

とうもろこし又は配混合飼料に指導基準値又は管理基準値が定められているアフラトキシン B₁、ゼアラレノン、デオキシニバレノール及びフモニシン（B₁、B₂ 及び B₃ の総和。

以下同じ。)を対象とした。

イ ア以外のかび毒等 (20 成分)

飼料分析基準⁴⁾に方法が規定されている以下のかび毒 20 成分を対象とした。

かび毒：アフラトキシン B₂, G₁, G₂, ステリグマトシスチン, HT-2 トキシシン, T-2 トキシシン, ネオソラニオール, フザレノン-X, 3-アセチルデオキシニバレノール, 15-アセチルデオキシニバレノール, ニバレノール, ジアセトキシスシルペノール, デオキシニバレノール-3-グルコシド, オクラトキシン A, シトリニン, α -ゼアララノール, β -ゼアララノール, ゼアララノン, α -ゼアラレノール及び β -ゼアラレノール

ii 重金属等 (4 成分)

管理基準値が定められているカドミウム, 水銀, 鉛及びヒ素を対象とした。

iii 農薬 (57 成分)

ア 省令基準値が定められているもの

成分規格等省令別表第 1 の 1 の(1)に省令基準値が定められている農薬 60 成分のうちの 33 成分を対象とした。

イ ア以外農薬

飼料分析基準に方法が規定されている農薬のうちの 24 成分を対象とした。

2) BSE 発生防止に係る成分

i 動物由来たん白質

成分規格等省令別表第 1 の 2 に規定された牛等を対象とする飼料, 動物由来たん白質又は動物由来たん白質を原料とする飼料中のほ乳動物等由来たん白質を対象とした。

ii 不溶性不純物

成分規格等省令別表第 1 の 5 の(1)に規定された動物性油脂を対象とした。

3) 病原微生物 (サルモネラ)

配混合飼料及び単体飼料を対象とした。

表1 モニタリング等を実施した試料及び点数

モニタリング等の対象試料		項目別の試料点数							
		有害物質			BSE発生防止に係る試験			病原微生物	
		かび毒	重金属	農薬	動物由来たん白質			不溶性不純物	サルモネラ
顕微鏡鑑定	ELISA試験				PCR試験				
種類	試料点数								
成鶏飼育用配合飼料	19	18	5	3					4
ブロイラー肥育前期用配合飼料	1		1	1					
ブロイラー肥育後期用配合飼料	3	3	1						
肉用種鶏飼育用配合飼料	1	1							
ほ乳期子豚育成用配合飼料	1	1							
子豚育成用配合飼料	2	2							
肉豚肥育用配合飼料	13	13	2						
種豚飼育用配合飼料	5	5	1	1					2
配混合飼料									
ほ乳期子牛育成用配合飼料	2	1	2	2	2	2	2		1
若令牛育成用配合飼料	2	1			1	1	1		
乳用牛飼育用配合飼料	6	5	1	1	3	3	3		1
肉用牛肥育用配合飼料	14	10	3	4	7	7	7		2
肉牛繁殖用配合飼料	5	3	1	1	3	3	3		1
牛数種用飼料（ほ乳期子牛用及び乳用牛用を含むもの）	1				1	1	1		
牛数種用飼料（乳用牛用を含み、ほ乳期子牛用を含まないもの）	5	2			3	3	3		
牛数種用飼料（ほ乳期子牛用、乳用牛用を含まないもの）	2	1			1	1	1		
とうもろこし、ふすま二種混合飼料	1	1	1	1	1	1	1		1
動物性たん白質混合飼料	5				2	2	2		3
上記以外の混合飼料	9				9	9	9		1
小計	97	67	18	14	33	33	33		16
穀類									
大麦	11	11							
グレインソルガム（マイロ）	1	1		1					
小麦	7	7							
とうもろこし	40	40		40					
小計	59	59		41					
そうこう類									
米ぬか（米ぬか油かす）	7	6							1
コーングルテンフィード	28	28							
とうもろこしジスチラーズグレインソリュブル（DDGS）	6	6							
ふすま	50	50							
ビールかす	3	3							
麦ぬか	4	4							
小計	98	97	0	0	0	0	0	0	1
植物性油かす類									
コーングルテンミール	28	28							
大豆油かす	18	18							
なたね油かす	6	6							
小計	52	52	0	0	0	0	0	0	0

表 1 モニタリング等を実施した試料及び点数（続き）

モニタリング等の対象試料		項目別の試料点数							
		有害物質			BSE発生防止に係る試験			病原微生物	
		かび毒	重金属	農薬	動物由来たん白質			不溶性不純物	サルモネラ
顕微鏡鑑定	ELISA試験				PCR試験				
種類	試料点数								
チキンミール	12				10	10	10		9
フェザーミール	7				5	5	5		2
動物 物質 性 飼 料	原料混合肉骨粉	14		1			12	12	9
	肉骨粉（ポークミール）	2					2	2	1
	血粉	1				1	1	1	
	魚粉	23				4	4	4	20
	魚介類すり身	1		4		1	1	1	
酵素処理魚抽出物	1								1
小 計	61	0	5	0	21	35	35	0	42
乾 牧 草	アルファルファ	20	19	1	1				
	オーツヘイ	1		1	1				
	スーダングラス	2		2	2				
	チモシー	3		3	3				
小 計	26	19	7	7					
そ の 他	動物性油脂	42							42
	綿実	6	6						
	小 計	48	6			0	0	0	42
合 計	441	300	30	62	54	68	68	42	59

2.3 サンプルング方法等

1) 有害物質及び病原微生物の分析用試料

試料は、飼料等検査実施要領⁵⁾により採取，保管した。とうもろこし，グレインソルガム（マイロ）及び牧草は，飼料中の農薬の検査に係る通知⁶⁾により採取した。

分析用試料は，飼料分析基準第2章の規定により調製した。

2) 動物由来たん白質等の分析用試料

試料は，飼料分析基準第16章第1節の規定により採取，保管及び調製した。

3) 不溶性不純物の分析用試料

基準油脂分析試験法⁷⁾の試料採取方法に準拠した次の方法⁸⁾により採取した。

動物性油脂を積み込んだタンクローリー車の上部のふたを開け，ポンプサンプラー（容量約300 mL）を用いてハッチの上部，中部及び下部の3箇所から動物性油脂を採取し，これらを混合して試料とした。

2.4 試験方法

1) 有害物質

i かび毒

飼料分析基準第5章に規定された方法により実施した。

ii 重金属等

飼料分析基準第4章第1節に規定された方法により実施した。

iii 農 薬

飼料分析基準第 6 章に規定された方法により実施した。

i~iii の試験方法の定量下限，検出下限及び回収率は飼料分析基準に記載されている。

2) 飼料への動物由来たん白質等の混入確認

以下の 3 法を併用して実施した。なお，混入確認の結果は，牛を対象とする飼料の抽出検査の取扱いに係る事務連絡⁹⁾の判定手順（例）（以下「混入確認判定手順」という。）に基づき，総合的に判定した。

i 顕微鏡鑑定

飼料分析基準第 19 章 1.1 比重選別及び 1.2 顕微鏡検査を応用した鑑定方法¹⁰⁾により，獣骨（肉骨粉由来組織）の有無を確認した。鑑定方法の概要を図 1 に示した。

ii ELISA 試験

飼料分析基準第 17 章第 2 節 1.1 の(3)に規定された方法により実施した。

iii PCR 試験

牛用配混合飼料は，飼料分析基準第 16 章第 2 節 1.1 に規定された方法により，ほ乳動物由来 DNA を対象に混入の有無を確認した。魚粉等，チキンミール等，肉骨粉等及び輸入飼料は，飼料分析基準第 16 章第 2 節 1.2 に規定された方法により，反すう動物由来 DNA を対象に混入の有無を確認した。なお，乳製品等が原料として使用又は混入の可能性のある試料は，飼料分析基準第 16 章第 2 節 1.1 付記に規定された方法により，乳製品等除去処理を行った後，上記試験を実施した。

3) 不溶性不純物

成分規格等省令別表第 1 の 5 の (1) のアに規定された方法により実施した。

4) サルモネラ

飼料分析基準第 18 章 1 に規定された方法により実施した。

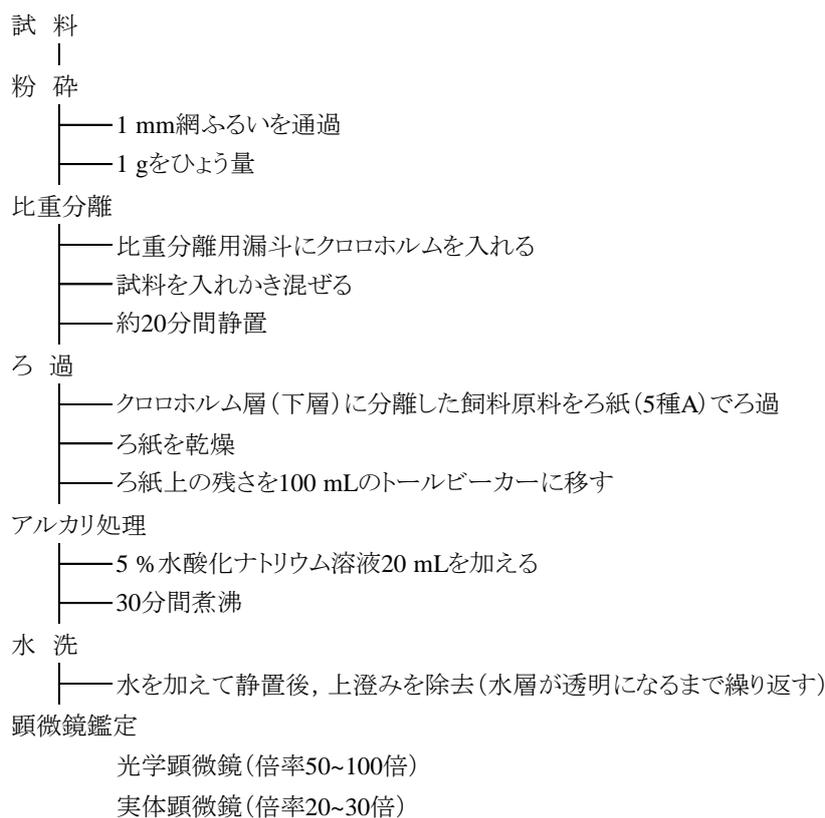


図1 試料中の肉骨粉等の顕微鏡鑑定方法

3 結 果

3.1 有害物質

有害物質のモニタリング等の結果について、省令基準値及び指導基準値等の有無によりそれぞれ取りまとめた。

1) かび毒

配混合飼料 97 点，単体飼料 203 点について，指導基準値等が定められているアフラトキシン B₁，ゼアラレノン，デオキシニバレノール及びフモニシンの 4 成分のモニタリング及びサーベイランス，並びに指導基準値等が定められていないかび毒 20 成分のサーベイランスを実施した。指導基準値等が定められている 4 成分の結果を表 2-1 に，指導基準値等が定められていない 20 成分の結果を表 2-2 に示した。主なかび毒についての結果は，以下のとおりであった。

i アフラトキシン B₁

配混合飼料 53 点中 5 点から検出され（検出率 9 %），最大値は 0.003 mg/kg，検出されたものの平均値（以下同様）は 0.001 mg/kg であり，指導基準値（乳用牛用 0.01 mg/kg）及び管理基準値（幼すう用，ブロイラー前期用，ほ乳期子豚用及びほ乳期子牛用は 0.01 mg/kg，それ以外の配混合飼料は 0.02 mg/kg. ）を超えるものはなかった。

とうもろこし 40 点中 7 点から検出され（検出率 18 %），最大値は 0.008 mg/kg，平均値は 0.002 mg/kg であり，管理基準値（0.02 mg/kg）を超えるものはなかった。

ii ゼアラレノン

配混合飼料 53 点全てから検出され、最大値は 0.28 mg/kg、平均値は 0.031 mg/kg であり、管理基準値（家畜及び家きんに給与される配合飼料で 0.5 mg/kg）を超えるものはなかった。

単体飼料の指導基準値等は定められていないが、とうもろこし 40 点中 32 点から検出され（検出率 80%）、最大値は 0.074 mg/kg、平均値は 0.016 mg/kg であった。とうもろこしの加工副産物について、コーングルテンフィードの平均値は 0.23 mg/kg（最大値 1.6 mg/kg）、DDGS の平均値は 0.31 mg/kg（最大値 0.41 mg/kg）及びコーングルテンミールの平均値は 0.35 mg/kg（最大値 0.86 mg/kg）であり、一部で配合飼料の管理基準値を超えるものが見られた。

iii デオキシニバレノール

配混合飼料 53 点中 51 点から検出され（検出率 96%）、最大値は 1.7 mg/kg、平均値は 0.23 mg/kg であり、管理基準値（反すう動物（ほ乳期のものを除く）に給与される配合飼料は 3 mg/kg、家畜（反すう動物（ほ乳期のものを除く）を除く）及び家きんに給与される飼料は 1 mg/kg）を超えるものはなかった。

単体飼料の指導基準値等は定められていないが、とうもろこし 40 点中 33 点から検出され（検出率 83%）、最大値は 0.68 mg/kg、平均値は 0.16 mg/kg であった。とうもろこしの加工副産物の測定値が高く、コーングルテンフィードの平均値は 2.9 mg/kg（最大値 7.1 mg/kg）、DDGS の平均値は 3.4 mg/kg（最大値 4.3 mg/kg）及びコーングルテンミールの平均値は 0.13 mg/kg（最大値 0.86 mg/kg）であった。

iv フモニシン

配混合飼料 53 点全てから検出され、最大値は 3.7 mg/kg、平均値は 0.43 mg/kg であり、管理基準値（家畜及び家きんに給与される配合飼料は 4 mg/kg）を超えるものはなかった。

単体飼料の指導基準値等は定められていないが、とうもろこしは 40 点全てから検出され、最大値は 2.0 mg/kg、平均値は 0.79 mg/kg であった。とうもろこしの加工副産物について、コーングルテンフィードの平均値は 0.79 mg/kg（最大値 2.0 mg/kg）及びコーングルテンミールの平均値は 0.94 mg/kg（最大値 3.5 mg/kg）であった。

表 2-1 指導基準値等が定められているかび毒のモニタリング及びサーベイランスの結果

モニタリング等の 対象試料	アフラトキシン B_1 (検出下限 ²⁾ 0.0003 mg/kg)						ゼアラレノン (検出下限 ²⁾ 0.0003 mg/kg)					
	指導/管理 基準値 (mg/kg)	試料 点数	うち検出されたもの				管理 基準値 (mg/kg)	試料 点数	うち検出されたもの			
			点数	検出率 (%)	最大値 (mg/kg)	平均値 (mg/kg)			点数	検出率 (%)	最大値 (mg/kg)	平均値 (mg/kg)
(アフラトキシン B_1 のみ) 配合飼料 (乳用牛用)	指 0.01	6	2	33	0.002	0.001						
配混合飼料 (表外 ¹⁾ に示す飼料)	管 0.01	2	0	0			0.5	53	53	100	0.28	0.031
配混合飼料 (上記以外の配合飼料)	管 0.02	45	3	7	0.003	0.002						
全配混合飼料		53	5	9	0.003	0.001		53	53	100	0.28	0.031
大麦	—	11	0	0			—	11	5	45	0.045	0.010
グレイソルガム (マイロ)	—	1	0	0			—	1	0	0		
小麦	—	7	0	0			—	7	4	57	0.015	0.004
とうもろこし	管 0.02	40	7	18	0.008	0.002	—	40	32	80	0.074	0.016
米ぬか (米ぬか油かす)	—	6	0	0			—	6	3	50	0.011	0.007
コーングルテンフィード	—	—	—	—	—	—	—	28	28	100	1.6	0.23
どもろこしジスチラーズグレイソルグレブ(DDGS)	—	6	0	0			—	6	6	100	0.41	0.31
ふすま	—	50	0	0			—	50	28	56	0.15	0.007
ビールかす	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
麦ぬか	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
コーングルテンミール	—	—	—	—	—	—	—	28	28	100	0.86	0.35
大豆油かす	—	18	2	11	0.0004	0.0004	—	18	14	78	0.048	0.007
なたね油かす	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
アルファルファ	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
綿実	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
計		192	14	7				248	201	81		

表 2-1 指導基準値等が定められているかび毒のモニタリング及びサーベイランスの結果 (続き)

モニタリング等の 対象試料	デオキシニバレノール (検出下限 ²⁾ 0.003 mg/kg)						フモニシン ($B_1+B_2+B_3$) (検出下限 0.0006 mg/kg)					
	管理 基準値 (mg/kg)	試料 点数	うち検出されたもの				管理 基準値 (mg/kg)	試料 点数	うち検出されたもの			
			点数	検出率 (%)	最大値 (mg/kg)	平均値 (mg/kg)			点数	検出率 (%)	最大値 (mg/kg)	平均値 (mg/kg)
(アフラトキシン B_1 のみ) 配合飼料 (乳用牛用)												
配混合飼料 (表外 ¹⁾ に示す飼料)	3	19	19	100	1.7	0.37	4	53	53	100	3.7	0.43
配混合飼料 (上記以外の配合飼料)	1	34	32	94	0.4	0.14						
全配混合飼料		53	51	96	1.7	0.23		53	53	100	3.7	0.43
大麦	—	11	5	45	0.23	0.073	—	—	—	—	—	—
グレイソルガム (マイロ)	—	1	0	0			—	—	—	—	—	—
小麦	—	7	3	43	0.17	0.074	—	—	—	—	—	—
とうもろこし	—	40	33	83	0.68	0.16	—	40	40	100	2.2	0.49
米ぬか (米ぬか油かす)	—	6	4	67	0.29	0.084	—	—	—	—	—	—
コーングルテンフィード	—	28	28	100	7.1	2.9	—	28	28	100	2.0	0.79
どもろこしジスチラーズグレイソルグレブ(DDGS)	—	6	6	100	4.3	3.4	—	—	—	—	—	—
ふすま	—	50	41	82	0.26	0.066	—	—	—	—	—	—
ビールかす	—	3	1	33	0.016	0.016	—	—	—	—	—	—
麦ぬか	—	4	4	100	0.29	0.13	—	—	—	—	—	—
コーングルテンミール	—	28	28	100	0.86	0.13	—	28	28	100	3.5	0.94
大豆油かす	—	18	2	11	0.018	0.017	—	—	—	—	—	—
なたね油かす	—	6	0	0			—	—	—	—	—	—
アルファルファ	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
綿実	—	6	6	100	0.360	0.17	—	—	—	—	—	—
計		267	212	79				96	96	100		

1) 該当する配混合飼料の種類は以下のとおり。

アフラトキシン B_1 : 幼すう用, ブロイラー肥育前期用, ほ乳期子豚用及びほ乳期子牛用

ゼアラレノン : 家畜及び家きん用

デオキシニバレノール : 反すう動物 (ほ乳期のものを除く.) 用

フモニシン : 家畜及び家きん用

2) 複数の試験法がある成分については, 低い方の検出下限を記載した。

表 2-2 指導基準値等が定められていないかび毒のサーベイランスの結果

サーベイランスの対象成分	検出下限* (mg/kg)	試料 点数	うち検出されたもの			
			点数	検出率 (%)	最大値 (mg/kg)	平均値 (mg/kg)
アフラトキシンB ₂	0.0003	192	4	2	0.002	0.0014
アフラトキシンG ₁	0.0003	192	1	1	0.0005	0.0005
アフラトキシンG ₂	0.0003	192	0	0		
ステリグマトシスチン	0.0003	208	83	40	0.006	0.0011
HT-2トキシン	0.002	267	65	24	0.26	0.026
T-2トキシン	0.003	267	92	34	0.43	0.023
ネオソラニオール	0.002	267	17	5	0.008	0.004
フザレノン-X	0.003	267	0	0		
3-アセチルデオキシニバレノール	0.006	267	8	3	0.14	0.076
15-アセチルデオキシニバレノール	0.006	267	92	34	1.4	0.22
ニバレノール	0.002	267	151	57	0.31	0.021
ジアセトキシスシルペノール	0.002	267	9	3	0.005	0.003
デオキシニバレノール-3-グルコシド	0.002	267	203	76	0.61	0.062
オクラトキシンA	0.0003	294	82	28	0.071	0.0031
シトリニン	0.002	275	73	27	0.17	0.008
α -ゼアララノール	0.002	214	0	0		
β -ゼアララノール	0.002	214	1	0.5	0.003	0.003
ゼアララノン	0.002	214	19	9	0.019	0.008
α -ゼアラレノール	0.003	214	11	5	0.008	0.005
β -ゼアラレノール	0.003	214	32	15	0.016	0.007

*複数の試験法がある成分については、低い方の検出下限を記載した。

2) 重金属等

配混合飼料（養殖水産動物用を除く）18点、乾牧草等7点及び魚粉等（魚粉及び原料混合肉骨粉）5点について、管理基準値が定められている重金属等4成分のモニタリング及びサーベイランスを実施した。その結果を表3に示した。結果の概要は、以下のとおりであった。

i カドミウム

配混合飼料18点中6点から検出され（検出率33%）、最大値は0.18 mg/kg、平均値は0.10 mg/kgであり、管理基準値（0.8 mg/kg）を超えるものはなかった。

乾牧草等7点中3点から検出され（検出率43%）、最大値は0.61 mg/kg、平均値は0.37 mg/kgであり、管理基準値（1 mg/kg）を超えるものはなかった。

動物質性飼料では、魚粉では4点全てから検出され、最大値は1.1 mg/kg、平均値は0.72 mg/kgであり、管理基準値（3 mg/kg）を超えるものはなかった。原料混合肉骨粉1点からは検出されなかった。

ii 水銀

配混合飼料18点中11点から検出され（検出率61%）、最大値は0.08 mg/kg、平均値は0.03 mg/kgであり、管理基準値（0.2 mg/kg）を超えるものはなかった。

乾牧草等7点中3点から検出され（検出率43%）、最大値は0.08 mg/kg、平均値は0.06

mg/kg であり、管理基準値 (0.4 mg/kg) を超えるものはなかった。

動物質性飼料では、魚粉では 4 点全てから検出され、最大値は 1.2 mg/kg、平均値は 0.52 mg/kg であった。原料混合肉骨粉 1 点の測定値は 0.05 mg/kg であった。いずれも管理基準値 (1 mg/kg) を超えるものはなかった。

iii 鉛

配混合飼料 18 点中 2 点から検出され (検出率 11 %)、最大値は 0.8 mg/kg、平均値は 0.8 mg/kg であり、管理基準値 (2 mg/kg) を超えるものはなかった。

乾牧草等 7 点中 1 点から検出され (検出率 14 %)、その測定値は 0.2 mg/kg であり、管理基準 (3 mg/kg) を超えるものはなかった。

動物質性飼料では、魚粉 4 点中 3 点から検出され (検出率 75 %)、最大値は 1.6 mg/kg、平均値は 1.0 mg/kg であった。原料混合肉骨粉 1 点の測定値は 0.3 mg/kg であった。いずれも、管理基準値 (7 mg/kg) を超えるものはなかった。

iv ひ素

配混合飼料 18 点中 6 点から検出され (検出率 33 %)、最大値は 1.3 mg/kg、平均値は 0.38 mg/kg であった。稲わらを除く乾牧草等 7 点中 3 点から検出され (検出率 43 %)、最大値は 0.32 mg/kg、平均値は 0.20 mg/kg であった。いずれも管理基準値 (2 mg/kg) を超えるものはなかった。

動物質性飼料では、魚粉では 4 点全てから検出され、最大値は 6.4 mg/kg、平均値は 4.6 mg/kg であり、管理基準値 (15 mg/kg) を超えるものはなかった。原料混合肉骨粉 1 点からは検出されなかった。

表3 重金属等のモニタリング及びサーベイランスの結果

モニタリング等の対象成分	管理基準値 (mg/kg)	モニタリング等の対象試料	試料点数	うち検出されたもの				検出下限 (mg/kg)
				点数	検出率 (%)	最大値 (mg/kg)	平均値 (mg/kg)	
カドミウム	0.8	配混合飼料（養殖水産動物用を除く）	18	6	33	0.18	0.10	0.03
	1	乾牧草等	7	3	43	0.61	0.37	
	3	魚粉	4	4	100	1.1	0.72	
		原料混合肉骨粉	1	0	0			
		総計	30	13	43	1.1	0.35	
水銀	0.2	配混合飼料（養殖水産動物用を除く）	18	11	61	0.08	0.03	0.01
	0.4	乾牧草等	7	3	43	0.08	0.06	
	1	魚粉	4	4	100	1.2	0.52	
		原料混合肉骨粉	1	1	100	0.05	0.05	
		総計	30	19	63	1.2	0.14	
鉛	2	配混合飼料（養殖水産動物用を除く）	18	2	11	0.8	0.8	0.2
	3	乾牧草等	7	1	14	0.2	0.2	
	7	魚粉	4	3	75	1.6	1.0	
		原料混合肉骨粉	1	1	100	0.3	0.3	
		総計	30	7	23	1.6	0.7	
ひ素	2	配混合飼料（養殖水産動物用を除く）	18	6	33	1.3	0.38	0.05
		乾牧草等（稲わらを除く）	7	3	43	0.32	0.20	
	15	魚粉	4	4	100	6.4	4.6	
	7	原料混合肉骨粉	1	0	0			
		総計	30	13	43	6.4	1.6	

3) 農薬

配混合飼料 14 点，穀類（とうもろこし及びマイロ）41 点及び乾牧草 7 点について，省令基準値が定められている農薬 33 成分及び省令基準値が定められていない農薬 24 成分の計 57 成分についてモニタリング等を実施した。省令基準値が定められている 33 成分の結果を表 4 に，省令基準値が定められていない 24 成分の結果を表 5 に示した。なお，省令基準値を超過したものはなかった。結果の概要は，以下のとおりであった。

i 有機リン系農薬

省令基準値が定められているクロルピリホス，ピリミホスメチル及びマラチオンが検出された。検出率が最も高かったのはピリミホスメチルで 8 %であった。

ii 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸

省令基準値が定められているとうもろこし 11 点中 1 点から検出され（検出率 9 %），その測定値は 0.005 mg/kg であった。

iii その他の検出された農薬

省令基準値が定められていない農薬について，ビフェントリンが牧草 1 点から及びプロパルギットがとうもろこし 1 点から検出された。

表4 農薬のモニタリング及びサーベイランスの結果（省令基準値が定められている成分）

モニタリング等の対象成分	モニタリング等の対象試料	省令基準値 (mg/kg)	試料点数	うち検出されたもの				検出下限 (mg/kg)
				点数	検出率 (%)	最大値 (mg/kg)	平均値 (mg/kg)	
2,4-ジクロロフェノキシ酢酸	とうもろこし	0.05	11	1	9	0.005	0.005	0.003
γ-BHC (リンデン)	配混合飼料 (鶏・うずら, 豚用)	0.05	5	0	0			
	配混合飼料 (牛等用)	0.4	9	0	0			
	牧草	0.4	7	0	0			0.005
	基準値のない飼料	—	—	0	0			
	計	—	51	0	0			
BHC	配混合飼料	0.005	14	0	0			
	牧草	0.02	7	0	0			
	基準値のない飼料	—	30	0	0			0.005
	計	—	51	0	0			
DDT	配混合飼料	0.1	14	0	0			
	牧草	0.1	7	0	0			
	基準値のない飼料	—	30	0	0			0.02
	計	—	51	0	0			
アトラジン	とうもろこし	0.2	29	0	0			
	マイロ	0.02	1	0	0			
	牧草	15	7	0	0			0.02
	基準値のない飼料	—	14	0	0			
	計	—	51	0	0			
アラクロール	とうもろこし	0.02	29	0	0			
	マイロ	0.05	1	0	0			
	牧草	0.05	7	0	0			0.02
	基準値のない飼料	—	14	0	0			
	計	—	51	0	0			
アルドリン及び ディルドリン	配混合飼料	0.02	14	0	0			
	牧草	0.02	7	0	0			
	基準値のない飼料	—	30	0	0			0.02
	計	—	51	0	0			
イソフェンホス	とうもろこし	0.02	29	0	0			
	基準値のない飼料	—	22	0	0			0.02
	計	—	51	0	0			
エチオン	牧草	20	7	0	0			
	基準値のない飼料	—	44	0	0			0.02
	計	—	51	0	0			
エンドリン	配混合飼料	0.01	14	0	0			
	牧草	0.01	7	0	0			
	基準値のない飼料	—	30	0	0			0.01
	計	—	0	0	0			
クロルピリホス	とうもろこし	0.1	29	2	7	0.097	0.071	
	マイロ	0.75	1	0	0			
	牧草	13	7	0	0			0.01
	基準値のない飼料	—	14	0	0			
	計	—	51	2	4	0.097	0.071	
クロルピリホスメチル	とうもろこし	7	29	0	0			
	マイロ	10	1	0	0			
	基準値のない飼料	—	21	0	0			0.02
	計	—	51	0	0			

表4 農薬のモニタリング及びサーベイランスの結果（省令基準値が定められている成分，続き）

モニタリング等の対象成分	モニタリング等の対象試料	省令基準値(mg/kg)	試料点数	うち検出されたもの				検出下限(mg/kg)
				点数	検出率(%)	最大値(mg/kg)	平均値(mg/kg)	
クロルフェンビンホス	とうもろこし	0.05	29	0	0			0.02
	基準値のない飼料	—	22	0	0			
	計	—	51	0	0			
クロルプロファム	とうもろこし	0.05	29	0	0			0.02
	基準値のない飼料	—	22	0	0			
	計	—	51	0	0			
クロルベンジレート	とうもろこし	0.02	29	0	0			0.02
	基準値のない飼料	—	22	0	0			
	計	—	51	0	0			
ジメトエート	とうもろこし	1	29	0	0			0.02
	マイロ	0.2	1	0	0			
	牧草	2	7	0	0			
	基準値のない飼料	—	14	0	0			
	計	—	51	0	0			
ダイアジノン	とうもろこし	0.02	29	0	0			0.02
	マイロ	0.1	1	0	0			
	牧草	10	7	0	0			
	基準値のない飼料	—	14	0	0			
	計	—	51	0	0			
デルタメトリン及びトラロメトリン	とうもろこし	1	29	0	0			0.03
	マイロ	1	1	0	0			0.03
	牧草	5	7	0	0			0.045
	基準値のない飼料	—	14	0	0			0.03
	計	—	51	0	0			
テルブホス	とうもろこし	0.01	29	0	0			0.005
	マイロ	0.05	1	0	0			
	牧草	1	7	0	0			
	基準値のない飼料	—	14	0	0			
	計	—	51	0	0			
ピリミホスメチル	とうもろこし	1	29	3	10	0.35	0.20	0.02
	マイロ	1	1	0	0			
	基準値のない飼料	—	21	1	5	0.36	0.36	
	計	—	51	4	8	0.36	0.24	
フィプロニル	とうもろこし	0.02	29	0	0			0.003
	マイロ	0.01	1	0	0			
	基準値のない飼料	—	21	0	0			
	計	—	51	0	0			
フェニトロチオン	とうもろこし	1	29	0	0			0.02
	マイロ	1	1	0	0			
	牧草	10	7	0	0			
	基準値のない飼料	—	14	0	0			
	計	—	51	0	0			
フェントエート	とうもろこし	0.4	29	0	0			0.02
	マイロ	0.4	1	0	0			
	基準値のない飼料	—	21	0	0			
	計	—	51	0	0			

表4 農薬のモニタリング及びサーベイランスの結果（省令基準値が定められている成分，続き）

モニタリング等の対象成分	モニタリング等の対象試料	省令基準値 (mg/kg)	試料点数	うち検出されたもの				検出下限 (mg/kg)
				点数	検出率 (%)	最大値 (mg/kg)	平均値 (mg/kg)	
フェンバレレート	配混合飼料（鶏・うずら用）	0.5	4	0	0			0.02
	配混合飼料（豚用）	4	1	0	0			
	配混合飼料（牛等用）	8	9	0	0			
	牧草	13	7	0	0			
	基準値のない飼料	—	30	0	0			
	計	—	51	0	0			
フェンプロパトリン	牧草	20	7	0	0			0.02
	基準値のない飼料	—	44	0	0			
	計	—	51	0	0			
ヘプタクロル	配混合飼料	0.02	14	0	0			0.02
	牧草	0.02	7	0	0			
	基準値のない飼料	—	30	0	0			
	計	—	51	0	0			
ペルメトリン	とうもろこし	2	29	0	0			0.02
	マイロ	2	1	0	0			
	牧草	55	7	0	0			
	基準値のない飼料	—	14	0	0			
	計	—	51	0	0			
ペンディメタリン	とうもろこし	0.2	29	0	0			0.02
	マイロ	0.1	1	0	0			
	牧草（アルファルファに限る）	150	1	0	0			
	牧草（アルファルファを除く）	2000	6	0	0			
	基準値のない飼料	—	14	0	0			
	計	—	51	0	0			
ホスメット	とうもろこし	0.05	29	0	0			0.02
	マイロ	0.05	1	0	0			
	牧草	40	7	0	0			
	基準値のない飼料	—	14	0	0			
	計	—	51	0	0			
ホレート	とうもろこし	0.05	29	0	0			0.02
	マイロ	0.05	1	0	0			
	牧草	1.5	7	0	0			
	基準値のない飼料	—	14	0	0			
	計	—	51	0	0			
マラチオン	とうもろこし	2	29	0	0			0.02
	マイロ	6	1	0	0			
	牧草	135	7	0	0			
	基準値のない飼料	—	14	1	7	0.05	0.05	
	計	—	51	1	2	0.05	0.05	
メチダチオン	とうもろこし	0.1	29	0	0			0.02
	マイロ	0.2	1	0	0			
	牧草	12	7	0	0			
	基準値のない飼料	—	14	0	0			
	計	—	51	0	0			

表5 農薬のサーベイランスの結果（省令基準値が定められていない成分）

モニタリング等の 対象成分	試料 点数	うち検出されたもの			検出 下限 (mg/kg)
		点数	検出率 (%)	最大値 (mg/kg)	
EPN	51	0	0		0.02
イソプロチオラン	51	0	0		0.02
イプロベンホス	51	0	0		0.02
エディフェンホス	51	0	0		0.02
エトフェンプロックス	51	0	0		0.02
カズサホス	51	0	0		0.02
クロルタールジメチル	51	0	0		0.02
クロルデン	51	0	0		0.02
ジフェノコナゾール	51	0	0		0.02
シラフルオフエン	51	0	0		0.02
テブコナゾール	51	0	0		0.02
トリフルラリン	51	0	0		0.02
ビフェントリン	51	1	2	0.78	0.78
フェントリン	51	0	0		0.02
フェンチオン	51	0	0		0.02
フェンブコナゾール	51	0	0		0.02
フルシトリネート	51	0	0		0.02
フルトラニル	51	0	0		0.02
プロシミドン	51	0	0		0.02
プロパニル	51	0	0		0.02
プロパルギッド	51	1	2	0.039	0.039
プロピコナゾール	51	0	0		0.02
ブロモブチド	51	0	0		0.02
メトミノストロビン	51	0	0		0.02

3.2 飼料への動物由来たん白質等の混入確認

国内で製造された魚粉4点、その他の魚介類由来たん白質1点、チキンミール10点、フェザーミール5点及び血粉1点について、顕微鏡鑑定、ELISA試験及びPCR試験を実施した結果、牛由来たん白質の混入は認められなかった。肉骨粉（ポークミール）2点及び原料混合肉骨粉12点について、ELISA試験及びPCR試験を実施した結果、牛由来たん白質の混入は認められなかった。これらの結果を表7及び表8に示した。

なお、令和6年10月より、大臣確認を受けた牛肉骨粉等の飼料への使用が解禁されたことから、動物質性飼料中の動物由来たん白質等の混入確認は解禁以前に収集したものを対象にした。

表7 動物由来たん白質のモニタリングの結果（魚粉等）

	顕微鏡鑑定			ELISA試験			PCR試験			総合判定 検出 点数
	獣骨，獣毛			牛由来たん白質			反すう動物由来DNA			
	試験 点数	検出 点数	検出率 (%)	試験 点数	検出 点数	検出率 (%)	試験 点数	検出 点数	検出率 (%)	
魚粉	4	0	0	4	0	0	4	0	0	0
魚介類すり身	1	0	0	1	0	0	1	0	0	0
計	5	0	0	5	0	0	5	0	0	0

表8 動物由来たん白質のモニタリングの結果（チキンミール，肉骨粉等）

	顕微鏡鑑定			ELISA試験			PCR試験			総合判定 検出 点数
	獣骨，獣毛			牛由来たん白質			反すう動物由来DNA			
	試験 点数	検出 点数	検出率 (%)	試験 点数	検出 点数	検出率 (%)	試験 点数	検出 点数	検出率 (%)	
チキンミール	10	0	0	10	0	0	10	0	0	0
フェザーミール	5	0	0	5	0	0	5	0	0	0
肉骨粉（ポークミール）				2	0	0	2	0	0	0
原料混合肉骨粉				12	0	0	12	0	0	0
血粉	1	0	0	1	0	0	1	0	0	0
計	15	0	0	30	0	0	30	0	0	0

国内で製造されたほ乳期子牛育成用配合飼料 2 点，若令牛育成用配合飼料 2 点，乳用牛飼育用配合飼料 3 点，肉用牛肥育用配合飼料 7 点，肉牛繁殖用配合飼料 3 点，牛複数ステージ用配合飼料 5 点，その他の牛用混合飼料 5 点及びその他の畜種向けの混合飼料（動物質原料を含むもの）2 点について，顕微鏡鑑定，ELISA 試験及び PCR 試験を実施した結果，牛由来たん白質の混入は認められなかった．これらの結果を表 9 に示した．

輸入された牛用混合飼料等 5 点について，顕微鏡鑑定，ELISA 試験及び PCR 試験による牛由来たん白質の混入確認を実施した結果，いずれの飼料からも混入は認められなかった．これらの結果を表 10 に示した．

表9 動物由来たん白質のモニタリングの結果（国内製造牛用飼料等）

	顕微鏡鑑定			ELISA試験			PCR試験			総合判定 検出 点数			
	獣骨，獣毛			牛由来たん白質			ほ乳動物由来DNA				反すう動物由来DNA		
	試験 点数	検出 点数	検出率 (%)	試験 点数	検出 点数	検出率 (%)	試験 点数	検出 点数	検出率 (%)		試験 点数	検出 点数	検出率 (%)
牛用飼料等													
ほ乳期子牛育成用配合飼料	2	0	0	2	0	0	2	0	0				
若令牛育成用配合飼料	1	0	0	1	0	0	1	0	0			0	
乳用牛飼育用配合飼料	3	0	0	3	0	0	3	0	0			0	
肉用牛肥育用配合飼料	7	0	0	7	0	0	7	0	0			0	
肉牛繁殖用配合飼料	3	0	0	3	0	0	3	0	0			0	
牛数種用飼料（ほ乳期子牛用及び乳用牛用を含むもの）	1	0	0	1	0	0	1	0	0				
牛数種用飼料（乳用牛用を含み，ほ乳期子牛用を含まないもの）	3	0	0	3	0	0	3	0	0				
牛数種用飼料（ほ乳期子牛用，乳用牛用を含まないもの）	1	0	0	1	0	0	1	0	0				
とうもろこし，ふすま二種混合飼料	1	0	0	1	0	0	1	0	0			0	
上記以外の混合飼料	4	0	0	4	0	0	4	0	0			0	
小計	26	0	0	26	0	0	26	0	0	0	0	0	
その他の畜種向け飼料 （動物質原料を含むもの）													
その他の混合飼料	2	0	0	2	0	0				2	0	0	
小計	2	0	0	2	0	0				2	0	0	
合計	28	0	0	28	0	0	26	0	0	2	0	0	

表10 動物由来たん白質のモニタリングの結果（輸入飼料等）

	顕微鏡鑑定			ELISA試験			PCR試験			総合判定 検出 点数
	獣骨，獣毛			牛由来たん白質			反すう動物由来DNA			
	試験 点数	検出 点数	検出率 (%)	試験 点数	検出 点数	検出率 (%)	試験 点数	検出 点数	検出率 (%)	
牛用混合飼料										
アメリカ合衆国	3	0	0	3	0	0	3	0	0	0
中国	1	0	0	1	0	0	1	0	0	0
フランス	1	0	0	1	0	0	1	0	0	0
合計	5	0	0	5	0	0	5	0	0	0

3.3 不溶性不純物

飼料用として出荷，流通している動物性油脂（確認済動物性油脂，回収食用油，混合油脂等）42点について，不溶性不純物の含有量を測定した結果，不溶性不純物の成分規格を超えるものはなかった．その結果を表11に示した．

表11 不溶性不純物のモニタリングの結果

モニタリングの 対象試料	成分規格	試料点数	最大値 (%)	平均値 (%)
動物性油脂	0.15%以下	42	0.075	0.023

3.4 サルモネラ

国内で製造された単体飼料43点及び配混合飼料16点についてモニタリングを実施した結果，単体飼料では1点（魚粉）からサルモネラが検出された（検出率2%）．なお，単体飼料の検出率は，前年度は2%，前々年度は3%であった．また，配混合飼料ではサルモネラは検出されなかった．なお，配混合飼料では，前年度及び前々年度ともにサルモネラは検出されていない．こ

これらの結果を表 12 及び表 13 に示した。

検出されたサルモネラの血清型は *S.Monteideo* であり，過去 5 年以内に飼料から分離された事例はなかった。なお，病原微生物検出情報¹¹⁾によると，*S.Monteideo* は国内で発生したサルモネラ食中毒の原因菌として過去にヒトからも分離されているが，ここ数年の上位 10 血清型には含まれていなかった。

表 12 サルモネラのモニタリングの結果（単体飼料の種類別）

モニタリング等の対象試料	試験点数	検出点数	検出率 (%)
そうこう類			
米ぬか油かす	1	0	0
動物質性飼料			
チキンミール	9	0	0
フェザーミール	2	0	0
原料混合肉骨粉	9	0	0
豚肉骨粉	1	0	0
魚粉	20	1	5
酵素処理魚抽出物	1	0	0
計	42	1	2

表 13 サルモネラのモニタリングの結果（配混合飼料の種類別）

モニタリング等の対象試料	試験点数	検出点数	検出率 (%)
鶏用配合飼料	4	0	0
豚用配合飼料	2	0	0
牛用配合飼料	5	0	0
とうもろこし, ふすま二種混合飼料	1	0	0
動物性たん白質混合飼料	3	0	0
その他の混合飼料	1	0	0
計	10	0	0

文 献

- 1) 法律：飼料の安全性の確保及び品質の改善に関する法律，昭和 28 年 4 月 11 日，法律第 35 号 (1953).
- 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，省令第 35 号 (1976).
- 3) 農林水産省畜産局長通知：飼料の有害物質の指導基準及び管理基準について，昭和 63 年 10 月 14 日，63 畜 B 第 2050 号 (1988).
- 4) 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，令和 5 年 12 月 1 日，5 消安第 4714 号 (2023).
- 5) 農林省畜産局長通知：飼料等検査実施要領の制定について，昭和 52 年 5 月 10 日，52 畜 B 第 793 号 (1977).

- 6) 農林水産省消費・安全局畜水産安全管理課長通知：飼料中の農薬の検査について，平成18年5月26日，18消安第2322号(2006).
- 7) 日本油化学会規格試験法委員会編：2.1.1 試料採取方法，基準油脂分析試験法 2013年版，日本油化学会(2013)(ISBN: 9784931249066).
- 8) 泉 和夫，石橋 隆幸，青山 幸二，石黒 瑛一：飼料研究報告，27，233(2002).
- 9) 農林水産省生産局畜産部飼料課課長補佐（検査指導班担当）事務連絡：牛を対象とする飼料の抽出検査の取扱いについて，平成14年11月8日(2002).
- 10) 農林水産省生産局長通知：反すう動物用飼料への反すう動物等由来たん白質の混入防止に関するガイドラインの制定について，平成13年6月1日，13生畜第1366号(2001).
- 11) 国立感染症研究所：IASR 速報集計表 細菌 チフス菌・パラチフス A 菌フェージ型，<https://id-info.jihs.go.jp/surveillance/iasr/graphdata/120/index.html>, cited 18 Jul. 2025.

調査資料

特定添加物検定結果等について（令和 6 年度）

肥飼料安全検査部 飼料鑑定第二課

Results of Official Testing of Specified Feed Additives (in the Fiscal Year 2024)

特定添加物とは、飼料の安全性の確保及び品質の改善に関する法律（昭和 28 年法律第 35 号．以下「飼料安全法」という．）第 3 条第 1 項の規定に基づき規格が定められた飼料添加物のうち、飼料の安全性の確保及び品質の改善に関する法律施行令（昭和 51 年政令第 198 号）第 2 条第 2 号に定められた抗菌性物質製剤をいう．特定添加物は、飼料安全法第 5 条第 1 項の規定により、独立行政法人農林水産消費安全技術センター（以下「FAMIC」という．）が行う検定を受け、検定合格証紙が付されたものでなければ販売してはならないこととされている．ただし、飼料安全法第 7 条第 1 項の登録を受けた特定飼料等製造業者（以下「登録特定飼料等製造業者」という．）が製造し、同法第 16 条第 1 項の表示が付されたもの及び同法第 21 条第 1 項の登録を受けた外国特定飼料等製造業者が製造し、同条第 2 項の表示が付されたものについては、この限りではない．

令和 6 年度に FAMIC に対して検定の申請があり、これに合格した特定添加物について、結果をとりまとめたのでその概要を報告する．また、令和 6 年度の登録特定飼料等製造業者による特定添加物の製造数量等についても併せて報告する．なお、令和 6 年度末の時点で、外国特定飼料等製造業者の登録はない．

1 特定添加物の検定申請業者及び品名等

令和 6 年度に検定に合格した特定添加物について、その種類及び品名等を申請業者別に表 1 に示した．

申請は 4 業者からあり、前年度からの増減はなかった．申請のあった 4 業者のそれぞれの製造形態等は、①製剤の製造のみを行っているのが 2 業者、②製剤の輸入のみを行っているのが 2 業者であった．なお、国内製造の製剤に用いられている製造用原体は輸入品であった．

令和 6 年度に検定に合格した特定添加物は 5 種類、7 銘柄（前年度 5 種類、8 銘柄）であった．

また、輸入先国について、製剤の輸入先国は、アピラマイシンが英国、ナラシンが米国、フラボフォスフォリポール及びサリノマイシンナトリウムがブルガリア、製造用原体の輸入先国は、サリノマイシンナトリウム及びエンラマイシンが中国で、4 カ国（前年度 4 カ国）であった．

表 1 検定申請業者及び品名等一覧
（令和 6 年度）

管区※1	申請業者名	製造事業場名	特定添加物の種類	飼料級に 該当	申請品名	含有力価 (mg(力価)/g)
本部	エランコジャパン株式会社※2		アピラマイシン	○	サーマックス200	200
			ナラシン	○	モンデバン100	100
	日本ニュートリション株式会社	鹿島工場	サリノマイシンナトリウム	○	サリノマイシン 10%製剤 K-J	100
	ロック化学製品株式会社	御殿場工場	エンラマイシン	○	エンラマイシン8%R	80
神戸	Huvepharma Japan株式会社※2		サリノマイシンナトリウム	○	サコックス100	100
				○	サコックス200	200
			フラボフォスフォリポール	○	フラボマイシン80	80
計	4業者	2事業場	5種類		7銘柄	

※1 本部管区：関東・甲信越・静岡，神戸管区：近畿・中国（山口除く）・四国

※2 輸入業者に該当

2 特定添加物の種類別の検定合格件数等

令和 6 年度の特定添加物の種類別の検定合格件数，合格数量及び実量力価換算量を令和 4 年度及び令和 5 年度の結果とともに表 2 に示した。

令和 6 年度の検定合格件数は 90 件，合格数量は 502 トンで実量力価換算量は 63 トン(力価)であった。件数，数量及び実量力価換算量の対前年度比は，それぞれ 89.1 %，79.3 %，77.0 %となり，件数，数量及び実量力価換算量ともに減少した。これはナラシンの件数，数量及び実量力価換算量が大きく減少していることが要因の一つと考えられる。

令和 6 年度の検定合格数量を種類別にみると，サリノマイシンナトリウムが全体の 50.3 %（前年度 40.8 %）で最も多く，次いでナラシン 26.3 %（前年度 39.5 %），アピラマイシン 13.1 %（前年度 13.4 %），フラボフォスフォリポール 9.5 %（前年度 5.7 %），エンラマイシン 0.8 %（前年度 0.6 %）となった。また，実量力価換算量については，令和 6 年度はサリノマイシンナトリウムが全体の 51.5 %（前年度 44.8 %）で最も多く，次いでナラシン 21.0 %（前年度 30.6 %），アピラマイシン 20.9 %（前年度 20.7 %），フラボフォスフォリポール 6.1 %（前年度 3.5 %），エンラマイシン 0.5 %（前年度実績 0.4 %）となった。

検定合格数量を類別にみると，ポリエーテル系が 76.6 %（前年度 80.3 %），オルトソマイシン系が 13.1 %（前年度 13.4 %），ホスホグリコリピッド系が 9.5 %（前年度 5.7 %），ポリペプチド系が 0.8 %（前年度 0.6 %）であった。

令和 6 年度の検定合格数量及び実量力価換算量を前年度と比較すると，フラボフォスフォリポールは増加し，エンラマイシン及びサリノマイシンナトリウムは前年度並み，アピラマイシン及びナラシンは減少した。

同様に類別に前年度と比較すると，検定合格数量及び実量力価換算量ともにホスホグリコリピッド系は増加したものの，オルトソマイシン系及びポリエーテル系は減少した。ポリペプチド系は前年並みであった。

亜鉛バシトラシンは平成 28 年度から，ノシヘプタイドは令和元年度から，モネンシンナトリウムは令和 5 年度から，ラサロシドナトリウムは平成 22 年度から，センデュラマイシンナトリウムは平成 19 年度から，ビコザマイシンは平成 11 年度から検定の申請がなく，これらは令和 6 年度も申請がなかった。なお，ノシヘプタイド，モネンシンナトリウム及びラサロシドナトリウムは，後述の表 4 に示したとおり，登録特定飼料等製造業者による製造実績があった。

表2 検定合格件数、合格数量及び実量力価換算量（種類別）
（令和4年度～令和6年度）

類 別	特定添加物の種類	令和4年度				令和5年度				令和6年度			
		合格 件数 (件)	合格数量 (kg)	実量力価 換算量		合格 件数 (件)	合格数量 (kg)	実量力価 換算量		合格 件数 (件)	合格数量 (kg)	実量力価 換算量	
				構成比 (%)	(kg(力価))			構成比 (%)	(kg(力価))			構成比 (%)	(kg(力価))
ポリペプチド系	亜鉛バシトリン	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	エンラマイシン	2	4,120	0.7	330	3	3,960	0.6	317	3	3,920	0.8	314
	ノシヘブタイド	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
ホスホグリン リピッド系	小	2	4,120	0.7	330	3	3,960	0.6	317	3	3,920	0.8	314
	フラボフォスオリポール	8	46,000	7.3	3,680	6	36,000	5.7	2,880	8	48,000	9.5	3,840
	小	8	46,000	7.3	3,680	6	36,000	5.7	2,880	8	48,000	9.5	3,840
ポリエーテル系	カリノマイシンナトリウム	48	304,685	48.3	44,841	45	259,020	40.8	36,702	49	252,900	50.3	32,490
	センデュラマイシンナトリウム	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	ナラシン	20	208,625	33.0	20,863	23	250,425	39.5	25,043	12	132,275	26.3	13,228
オルトソマイシ ン系	モネンナトリウム	2	8,000	1.3	1,600	—	—	—	—	—	—	—	—
	ラサロシドナトリウム	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	小	70	521,310	82.6	67,304	68	509,445	80.3	61,745	61	385,175	76.6	45,718
その他	アピラマイシン	17	59,950	9.5	11,990	24	84,925	13.4	16,985	18	65,900	13.1	13,180
	小	17	59,950	9.5	11,990	24	84,925	13.4	16,985	18	65,900	13.1	13,180
	ピコザマイシン	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
総 計	小	0	0	0.0	0	0	0	0.0	0	0	0	0.0	0
	計	97	631,380	100.0	83,303	101	634,330	100.0	81,926	90	502,995	100.0	63,052
	対前年度比 (%)	142.6	116.5	—	117.7	104.1	100.5	—	98.3	89.1	79.3	—	77.0

—：実績なし

3 特定添加物の精製級及び飼料級別の検定合格件数等

特定添加物は、培養後の製造方法の違いにより、精製級と飼料級に区分される。前者は、抗生物質の有効成分のみを培養液から抽出及び精製した高純度の製造用原体に由来するもので、後者は、抗生物質の有効成分、製造に用いた培地成分及び菌体成分を含む培養液を乾燥した製造用原体に由来するものである。

令和 6 年度の特定添加物の精製級及び飼料級別の検定合格件数、合格数量及び実量力価換算量を表 3 に示した。

精製級の実績はなく、すべて飼料級のみであった。

ノシヘプタイド及びサリノマイシンナトリウムは、精製級と飼料級の両規格が設定されているが、令和 6 年度は、ノシヘプタイドは精製級と飼料級のどちらも検定の実績がなく、サリノマイシンナトリウムは飼料級のみ検定の実績があった。

表 3 検定合格件数、合格数量及び実量力価換算量（精製級・飼料級別）
（令和 6 年度）

類 別	特 定 添 加 物 の 種 類	精 製 級*			飼 料 級*		
		合格件数 (件)	合格数量 (kg)	実量力価換算量 (kg(力価))	合格件数 (件)	合格数量 (kg)	実量力価換算量 (kg(力価))
ポリペプチド系	亜鉛バシトラシン	/	/	/	—	—	—
	エンラマイシン	—	—	—	3	3,920	314
	ノシヘプタイド	—	—	—	—	—	—
ホスホグリコリピッド系	フラボフォスフォリポール	—	—	—	8	48,000	3,840
ポリエーテル系	サリノマイシンナトリウム	—	—	—	49	252,900	32,490
	センデュラマイシンナトリウム	—	—	—	/	/	/
	ナラシン	/	/	/	12	132,275	13,228
	モネンシンナトリウム	—	—	—	/	/	/
	ラサロシドナトリウム	—	—	—	/	/	/
オルトソマイシン系	アピラマイシン	/	/	/	18	65,900	13,180
その他	ビコザマイシン	—	—	—	/	/	/
合 計		0	0	0	90	502,995	63,052
割 合 (%)		0.0	0.0	0.0	100.0	100.0	100.0

—：実績なし

※斜線は、当該区分の規格がないことを示す。

4 登録特定飼料等製造業者による特定添加物の製造数量等

令和 6 年度初めの時点で、株式会社科学飼料研究所龍野工場がエンラマイシン、サリノマイシンナトリウム、ノシヘプタイド、モネンシンナトリウム及びラサロシドナトリウムに係る登録特定飼料等製造業者の事業場として登録されている。

令和 6 年度の登録特定飼料等製造業者による特定添加物の製造数量及び実量力価換算量を表 4 に示した。なお、ノシヘプタイド、モネンシンナトリウム及びラサロシドナトリウムは、表 2 で示したとおり検定実績はなかったが、登録特定飼料等製造業者による製造実績があった。

令和 6 年度の登録特定飼料等製造業者による特定添加物の製造数量は 820 トン（対前年度比 108.7%）、実量力価換算量は 129 トン(力価)（対前年度比 96.1%）であった。

令和 6 年度の製造数量及び実量力価換算量は、モネンシンナトリウム、サリノマイシンナトリウム、ラサロシドナトリウム、ノシヘプタイド、エンラマイシンの順に多かった。

表 4 登録特定飼料等製造業者による特定添加物の製造数量等
(令和5・6年度)

類 別	特定添加物の種類	令和5年度		令和6年度	
		製造数量※ (kg)	実量力価 換算量 (kg(力価))	製造数量※ (kg)	実量力価 換算量 (kg(力価))
ポリペプチド系	エンラマイシン	81,840	6,547	20,400	1,632
	ノシヘプタイド	61,620	2,465	40,740	1,630
	小 計	143,460	9,012	61,140	3,262
ポリエーテル系	サリノマイシンナトリウム	110,500	11,050	184,720	18,472
	モネンシンナトリウム	378,360	75,672	432,260	86,452
	ラサロシドナトリウム	121,840	18,276	141,920	21,288
	小 計	610,700	104,998	758,900	126,212
総 計		754,160	114,010	820,040	129,474
対前年度比 (%)		95.1	96.1	108.7	113.6

※各登録特定飼料等製造業者より聞き取り

5 特定添加物の総数量等

令和6年度の特定添加物の検定合格数量（製造及び輸入）と登録特定飼料等製造業者による製造数量の総計（以下「総数量」という。）及びその実量力価換算量を表5に示した。

令和6年度に製造及び輸入された特定添加物は8種類あり、総数量を種類別にみると、サリノマイシンナトリウム（33.1%）、モネンシンナトリウム（32.7%）、ラサロシドナトリウム（10.7%）の順に多く、類別ではポリエーテル系が最も多く、1,144トン（検定：385トン、登録：759トン）と全体の86.5%を占めた。また、実量力価換算量を種類別にみると、モネンシンナトリウム（44.9%）、サリノマイシンナトリウム（26.5%）、ラサロシドナトリウム（11.1%）の順に多く、類別でもポリエーテル系が最も多く、172トン(力価)（検定：46トン(力価)、登録：126トン(力価)）と全体の89.3%を占めた。

次に、平成27年度から令和6年度までの過去10年間における特定添加物の総数量及び実量力価換算量の類別の推移をそれぞれ図1及び図2に示した。

総数量は増減があるものの、減少傾向で推移した。また、その実量力価換算量はおおよそ変わらず推移した。

検定合格数量については増減があるものの、減少傾向で推移した。また、実量力価換算量も同様に減少傾向で推移した。

登録特定飼料等製造業者による製造は平成19年度から開始されており、平成29年度から令和元年度までの3年間及び令和3年度以降、検定合格数量を上回っている。令和6年度は、特定添加物の総数量全体の62.0%（前年度54.3%）、実量力価換算量全体の67.3%（前年度58.2%）を登録特定飼料等製造業者による製造が占めた。

表5 特定添加物の総数量等
（令和6年度）

類別	特定添加物の種類	総数量※1		実量力価換算量※2	
		(kg)	構成比 (%)	(kg(力価))	構成比 (%)
ポリペプチド系	亜鉛バシトラシン	—	—	—	—
	エンラマイシン	24,320	1.8	1,946	1.0
	ノシヘプタイド	40,740	3.1	1,630	0.8
	小計	65,060	4.9	3,576	1.9
ホスホグリコリピッド系	フラボフォスフォルポール	48,000	3.6	3,840	2.0
	小計	48,000	3.6	3,840	2.0
ポリエーテル系	サリノマイシンナトリウム	437,620	33.1	50,962	26.5
	センデュラマイシンナトリウム	—	—	—	—
	ナラシン	132,275	10.0	13,228	6.9
	モネンシンナトリウム	432,260	32.7	86,452	44.9
	ラサロシドナトリウム	141,920	10.7	21,288	11.1
	小計	1,144,075	86.5	171,930	89.3
オルトソマイシン系	アビラマイシン	65,900	5.0	13,180	6.8
	小計	65,900	5.0	13,180	6.8
その他	ビコザマイシン	—	—	—	—
	小計	0	0.0	0	0.0
総計		1,323,035	100.0	192,526	100.0

—：実績なし

※1 検定合格数量と登録特定飼料等製造業者による製造数量の総計

※2 検定合格数量と登録特定飼料等製造業者による製造の実量力価換算量の総計

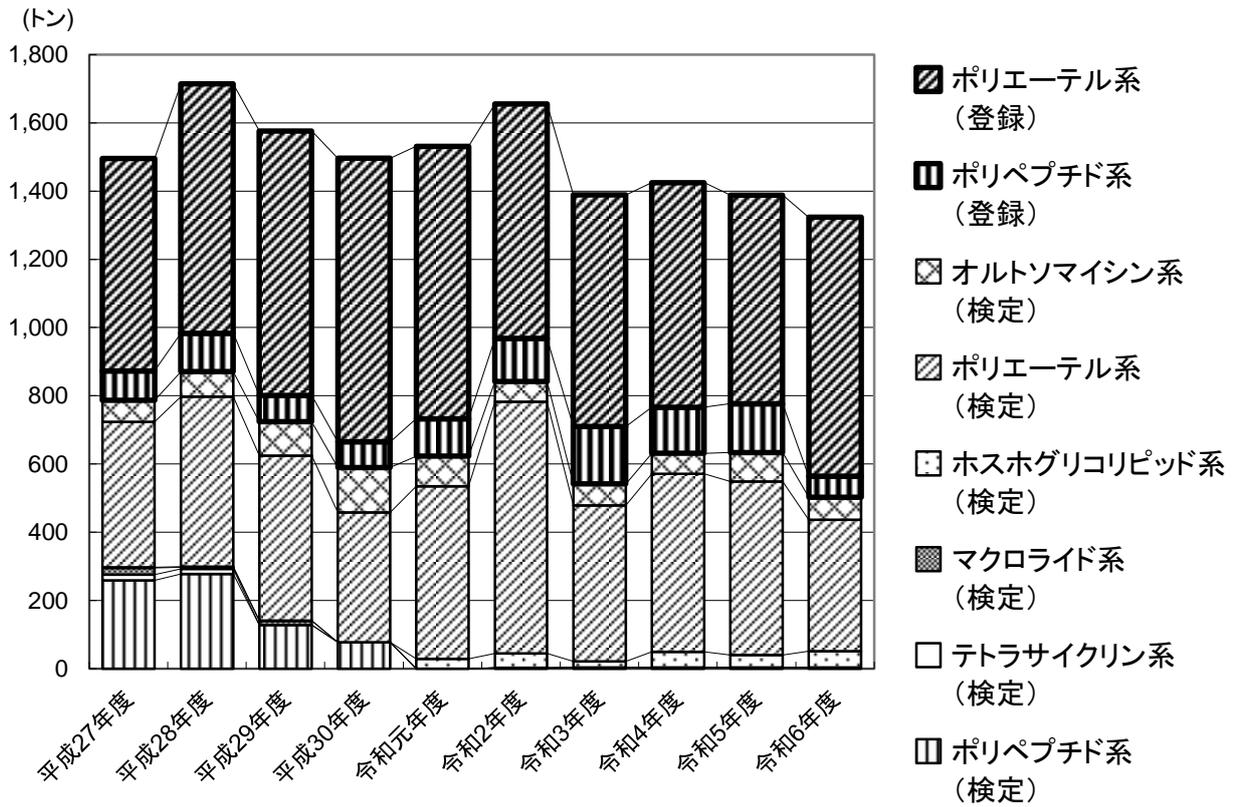


図1 特定添加物の総数量の推移 (類別)

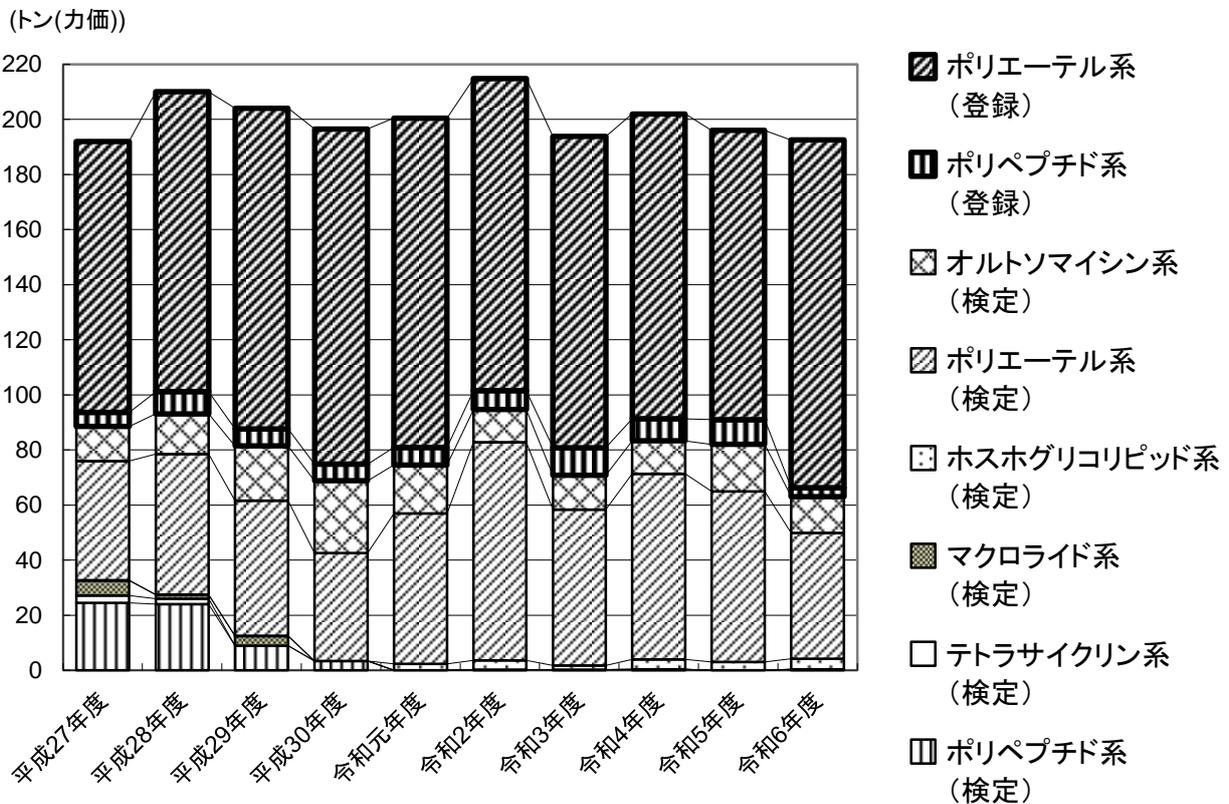


図2 特定添加物の総数の実量力価換算量の推移 (類別)

6 要 約

- 1) 令和 6 年度の特特定添加物の検定の結果は、以下のとおりである。
 - i 検定に合格した特定添加物は、4 業者から申請された、5 種類、7 銘柄であった。
 - ii 検定合格件数は 90 件、合格数量は 503 トン、実量力価換算量は 63 トン(力価)で、前年度に比べて件数、数量及び実量力価換算量ともに減少した。
 - iii 検定に合格した特定添加物はすべて飼料級であり、精製級の実績はなかった。
 - iv 検定合格数量を種類別にみると、サリノマイシンナトリウム、ナラシン、アビラマイシンの順に多かった。また、実量力価換算量も同様の結果であった。
 - v 検定合格数量を類別にみると、ポリエーテル系及びオルトソマイシン系は前年度に比べて減少したが、ホスホグリコリピッド系は増加し、ポリペプチド系は前年度並みであった。また、実量力価換算量も同様の結果であった。
- 2) 令和 6 年度の登録特定飼料等製造業者による製造の結果は、以下のとおりである。
 - i 登録特定飼料等製造業者に登録されているのは 1 業者 1 工場であり、5 種類製造し、製造数量は 820 トン、実量力価換算量は 129 トン(力価)で、前年度に比べて、製造数量及び実量力価換算量ともに増加した。
 - ii 種類別にみると、製造数量はモネンシンナトリウム、サリノマイシンナトリウム、ラサロシドナトリウムの順に多かった。また、実量力価換算量はモネンシンナトリウム、ラサロシドナトリウム、サリノマイシンナトリウムの順に多かった。
- 3) 令和 6 年度の特特定添加物の総数量等の結果は、以下のとおりである。

特定添加物の検定合格数量と登録特定飼料等製造業者による製造数量とを合計した総数量を種類別にみると、サリノマイシンナトリウム、モネンシンナトリウム、ラサロシドナトリウムの順に多かった。また、実量力価換算量においては、モネンシンナトリウム、サリノマイシンナトリウム、ラサロシドナトリウムの順に多かった。

他誌掲載論文

(抄録)

1 YES-DC-CP medium facilitates the isolation of *Aspergillus* section *Flavi* from acidic field soils

KANAZASHI Yuhei, YAMAGAMI Yohei,
FURUKAWA Tomohiro, TSUKADA Yuko, HIRONO Yuhei,
OGINO Akiko, YABE Kimiko and KUSHIRO Masayo

JSM Mycotoxins, 75(1), 7-10 (2025).

DOI: 10.2520/myco.75-1-3

1 YES-DC-CP medium facilitates the isolation of *Aspergillus* section *Flavi* from acidic field soils
KANAZASHI Yuhei, YAMAGAMI Yohei,
FURUKAWA Tomohiro, TSUKADA Yuko,
HIRONO Yuhei, OGINO Akiko, YABE Kimiko and
KUSHIRO Masayo

Aspergillus flavus and *parasiticus* agar (AFPA) medium is the most prevalent medium for the isolation of fungal strains of *Aspergillus* section *Flavi*. AFPA medium has been mainly used for the selection of the aflatoxin (AF) – producing strains of *Aspergillus flavus* and *A. parasiticus*. Recently we have developed an improved agar medium, named YES-DC-CP, for the isolation of *Aspergillus* section *Flavi*, regardless of the production of AF. In this study we adopted YES-DC-CP medium for the isolation of *Aspergillus* section *Flavi* strains from acidic tea field soils and compared the isolation efficacy with AFPA. As a result, YES-DC-CP medium was more suitable for the isolation. The isolated strains were chemically and genetically analyzed for the species identification. *A. caelatus*, one of the minor species of this section, was found in rather high frequencies.

JSM Mycotoxins, 75(1), 7-10 (2025).

DOI: 10.2520/myco.75-1-3

飼料研究報告

総目録

第1号～第50号

(昭和41年～令和7年)

飼料研究報告総目録

1 分析法の検討

1.1 一般成分

- 2号 窒素自動定量装置による飼料の粗たん白質の定量について
- 5号 飼料の粗繊維定量法（ろ過法）におけるステンレス金網の検討
 - 〃 ゴールドフィッシュ（Gold fisch）脂肪抽出装置による粗脂肪定量法の検討
- 9号 FGIS が穀物格付検査に採用しているとうもろこしの水分定量法について
- 14号 脂肪酸カルシウムを含む配合飼料中の粗脂肪定量の検討（第一報）
- 30号 飼料中の酸性デタージェント繊維（ADF）定量法の分析精度の検討
- 31号 粗脂肪の酸分解ジエチルエーテル抽出法の適用範囲拡大の検討
- 32号 粗脂肪の酸分解ジエチルエーテル抽出法の改良
- 33号 飼料中の粗たん白質の燃焼法による定量法の妥当性確認
 - 〃 とうもろこしジスチラーズグレインソリュブル中の水分の測定
- 36号 愛がん動物用飼料（ウェット製品）中の水分の測定法
- 37号 愛玩動物用飼料（ウェット製品）中の水分の測定法の中間精度評価のための枝分かれ実験
- 38号 酸分解ジエチルエーテル抽出法による粗脂肪定量法の油さいへの適用
- 39号 飼料中の粗たん白質，カルシウム及びりんの分析値に係る不確かさについて
- 43号 全脂粉乳及びこれを原料とする配合飼料中の粗脂肪の測定法の開発
- 44号 全脂粉乳及びこれを原料とする配合飼料中の粗脂肪の測定法の開発
- 45号 全脂粉乳及びこれを原料とする配合飼料中の粗脂肪の測定法の追加検討及び共同試験
- 49号 愛玩動物用飼料のウェット製品の水分測定に使用可能なフィルムの規格の検討

1.2 無機成分

- 1号 飼料微量元素の定量法に関する研究
 - 〃 I ポーラログラフ分析法による配合飼料の亜鉛定量法
 - 〃 II 配合飼料のモリブデン定量法
 - 〃 III 配合飼料の銅定量法
 - 〃 IV 発光分光分析法による定量法
- 5号 原子吸光法による飼料中のひ素の定量について
 - 〃 還元気化—気液平衡法による飼料中の総水銀の定量法（第1報）
 - 〃 Zn, Cu の乾式灰化法における温度の検討

- 5号 試料液調製方法の差がりん定量値に及ぼす影響について
- 7号 原子吸光測光法によるCaの定量法について —試料液の調製法及び測光条件の違いがCa定量値に及ぼす影響—
- 〃 原子吸光測光法による市販プレミックス中のCu, Zn, Fe及びMn定量上の一知見について
- 10号 試料液調製方法の相違に基づくりん定量値の変動について
- 〃 プレミックス中の鉄, 銅, マンガン, 亜鉛及びマグネシウムの定量法
- 12号 原子吸光光度法によるプレミックス中のコバルトの定量法
- 〃 共通試料によるコバルトの共同分析試験成績
- 15号 蛍光光度法による飼料中のセレンの定量法
- 〃 共通試料によるセレンの共同分析試験成績
- 16号 イオンクロマトグラフィーによる飼料中の臭素の定量法
- 〃 共通試料による臭素の共同分析試験成績
- 20号 高速液体クロマトグラフィーによる牧草中の亜硝酸態窒素及び硝酸態窒素の同時定量法
- 24号 原子吸光光度法による飼料中のクロムの定量
- 27号 イオンクロマトグラフィーによる肉骨粉中の塩素の定量法
- 28号 キャピラリー電気泳動法による飼料中の塩素の定量
- 29号 ひ素定量時における分解方法の検討について
- 31号 還元気化—超低温捕集—原子吸光光度計による魚粉中のひ素の形態別定量
- 〃 乾式(灰化—塩酸抽出)法による第一リン酸カルシウムのりんの不溶化試験
- 32号 飼料中のカドミウムの定量法の簡素化
- 〃 鉛の分析法の標準添加回収率及び定量下限等の確認
- 〃 無機ヒ素の分析法の定量下限及び検出下限の確認
- 33号 共通試料による飼料中の鉛の共同試験について
- 36号 共通試料による飼料中の水銀の共同試験
- 39号 飼料中の粗たん白質, カルシウム及びりんの分析値に係る不確かさについて
- 40号 愛玩動物用飼料等の検査法収載法のスナック製品等への適用のための妥当性確認〜カドミウム, 水銀, 鉛, ヒ素, エトキシキン, ジブチルヒドロキシトルエン, ブチルヒドロキシアニソール及び亜硝酸ナトリウムについて〜
- 44号 飼料及び愛玩動物用飼料中の砒素, カドミウム, 鉛及び水銀の迅速・多元素同時定量法の開発
- 45号 飼料及び愛玩動物用飼料中の砒素, カドミウム, 鉛及び水銀の迅速・多元素同時定量法の開発

- 46号 飼料及び愛玩動物用飼料中の砒素，カドミウム，鉛及び水銀の誘導結合プラズマ質量分析計による迅速・多元素同時分析法の開発
- 47号 飼料及び愛玩動物用飼料中の砒素，カドミウム，鉛及び水銀の誘導結合プラズマ質量分析計による迅速・多元素同時分析法の開発
- 48号 乾牧草及び稲わら中のカドミウムの原子吸光光度計による定量法への湿式分解追加に係る妥当性確認
- 49号 ヘリウムを使用しない代替法の検討
(2) 愛玩動物用飼料中の無機砒素のヘリウムを使用しない代替法の検討

1.3 かび毒

- 5号 飼料穀物中のオクラトキシン A の定量法について
- 6号 共通試料によるカルバドックス，ナイカルバジン，アンプロリウム及びオクラトキシン A の共同分析試験成績
〃 薄層クロマトグラフィーによる配合飼料中のアフラトキシンのスクリーニング法について
- 8号 高速液体クロマトグラフィーによるとうもろこし中のアフラトキシン B₁ の定量法の精度の検討
- 9号 ボミトキシン（デオキシニバレノール）及びニバレノールの定量法の検討
〃 共通試料によるアフラトキシン B₁ の分析成績
- 10号 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中のアフラトキシン B₁ の定量法
〃 共通試料によるアフラトキシン B₁ の共同分析試験
〃 共通試料によるニバレノールの共同分析試験
〃 共通試料によるデオキシニバレノールの共同分析試験
- 13号 ガスクロマトグラフィーによる穀類中の T-2 トキシンの定量法
〃 共通試料による T-2 トキシンの共同分析試験成績
- 14号 高速液体クロマトグラフィーによる穀類及び配合飼料中のオクラトキシン A の定量法
〃 共通試料によるオクラトキシン A の共同分析試験成績
〃 共通試料（天然汚染ライ麦）によるオクラトキシン A の共同分析試験成績
- 15号 高速液体クロマトグラフィーによる穀類中のゼアラレノンの定量法
〃 共通試料によるゼアラレノンの共同分析試験成績
- 17号 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中のゼアラレノンの定量法
〃 共通試料によるゼアラレノンの共同分析試験成績
- 19号 セップパックフロリジルカートリッジを用いた配合飼料中のアフラトキシン B₁ の定量法

- 19号 共通試料による配合飼料中のアフラトキシン B₁ の共同分析試験成績
- 22号 高速液体クロマトグラフィーによるとうもろこし中のフモニシン B₁ 及び B₂ の定量
- 24号 多機能クリーンアップカラム法/高速液体クロマトグラフィーによる飼料中のアフラトキシン B₁, B₂, G₁ 及び G₂ の同時定量
- 〃 高速液体クロマトグラフィーによる飼料中のフモニシン B₁ 及び B₂ の定量
- 26号 多機能クリーンアップカラム法/高速液体クロマトグラフィーによる飼料穀物中のデオキシニバレノール及びニバレノールの同時定量
- 27号 多機能クリーンアップカラム法/高速液体クロマトグラフィーによる飼料中のゼアラレノン及びステリグマトシスチンの系統的定量
- 28号 ガスクロマトグラフィーによる飼料中のトリコテセン系マイコトキシン (タイプ B) の同時定量
- 〃 高速液体クロマトグラフ質量分析計による飼料中のデオキシニバレノール及びニバレノールの同時定量
- 29号 高速液体クロマトグラフ質量分析計による飼料中の T-2 トキシンの定量法
- 〃 高速液体クロマトグラフィーによる穀類及び配合飼料中のシトリニン及びオクラトキシン A の同時定量
- 30号 高速液体クロマトグラフィーによる穀類中のデオキシニバレノール及びニバレノールの同時定量法の追加検討
- 31号 高速液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による飼料中の 11 種類のかび毒の一斉分析法
- 〃 液体クロマトグラフ質量分析計による飼料中のゼアラレノンの定量
- 〃 多機能クリーンアップカラムを用いた穀類中のオクラトキシン A の定量
- 〃 液体クロマトグラフ質量分析計による飼料中のフモニシン B₁, B₂ 及び B₃ の同時定量
- 〃 アフラトキシンの分析基準収載法の特定試料の検定方法 (成分規格等省令法) への適用に関する調査
- 32号 飼料中の HT-2 トキシンの液体クロマトグラフ質量分析計による定量法
- 〃 イムノアフィニティーカラムを用いた飼料中のアフラトキシンの定量
- 〃 イムノアフィニティーカラムを用いた飼料中のオクラトキシン A の定量
- 〃 イムノアフィニティーカラムを用いた飼料中のゼアラレノン類の定量
- 36号 愛がん動物用飼料 (ウェット製品) 中のアフラトキシン B₁, B₂, G₁ 及び G₂ の液体クロマトグラフによる同時定量法の共同試験
- 〃 愛がん動物用飼料 (ウェット製品) 中のデオキシニバレノールの液体クロマトグラフ質量分析計による定量法の共同試験

- 37号 愛玩動物用飼料（ドライ製品及びセミドライ製品）中のデオキシニバレノールの液体クロマトグラフ質量分析計による定量法
- 39号 アフラトキシン定性用キットについて
- 41号 かび毒の液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による一斉分析法の植物性油かす類に対する妥当性確認
- 〃 愛玩動物用飼料等の検査法収載法のスナック製品等への適用のための妥当性確認～ゼアラレノン，フモニシン B₁，B₂及びB₃並びにプロピレングリコール～
- 42号 とうもろこしサイレージ中のかび毒の定量法に関する検討～アフラトキシン B₁，ゼアラレノン及びデオキシニバレノール～
- 44号 愛玩動物用飼料中のデオキシニバレノール，ニバレノール，HT-2 トキシン及び T-2 トキシンの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時定量法の開発
- 〃 アフラトキシンの液体クロマトグラフによる同時分析法の適用範囲をとうもろこしサイレージに拡大するための妥当性確認
- 45号 とうもろこしサイレージ中のデオキシニバレノール及びゼアラレノンの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による定量法の開発
- 〃 愛玩動物用飼料中のデオキシニバレノール，ニバレノール，HT-2 トキシン及び T-2 トキシンの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時定量法の開発
- 46号 稲発酵粗飼料中のデオキシニバレノール及びゼアラレノンの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による分析法の開発
- 48号 とうもろこしジスチラーズグレインソリュブル中のアフラトキシン，ステリグマトシチン及びゼアラレノンの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による分析法の検討
- 49号 とうもろこしサイレージ及び稲発酵粗飼料中のフモニシンの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による分析法の開発
- 〃 アフラトキシンの液体クロマトグラフによる同時分析法の妥当性確認～稲発酵粗飼料及びイアコーンサイレージへの適用～

1.4 エンドファイト及びその産生毒素

- 24号 エンドファイト菌糸の染色方法の検討
- 25号 高速液体クロマトグラフィーによるトールフェスク及びライグラス中のエルゴバリンの定量
- 〃 高速液体クロマトグラフィーによるライグラス中のロリトレム B の定量
- 36号 ライグラス中のロリトレム B の液体クロマトグラフによる定量法の改良

1.5 農薬

- 11号 飼料原料及び配合飼料中のエチレンジブロマイド（EDB）の定量法

- 12号 キャピラリーガスクロマトグラフによる穀類中の有機りん系農薬同時分析法の検討（第1報）
- 〃 キャピラリーガスクロマトグラフによる穀類中の有機りん系農薬同時分析法の検討（第2報）
 - 〃 共通試料によるダイアジノンの共同分析試験成績
 - 〃 共通試料によるフェニトロチオンの共同分析試験成績
 - 〃 共通試料によるマラチオンの共同分析試験成績
 - 〃 共通試料によるパラチオンの共同分析試験成績
- 13号 ECD-キャピラリーガスクロマトグラフ法による穀類及び配合飼料中の有機塩素系農薬の同時定量法
- 〃 共通試料による有機塩素系農薬の共同分析試験成績
- 16号 キャピラリーカラムガスクロマトグラフィーによる穀類及び配合飼料中のカーバメイト系農薬（殺虫剤）の同時定量法
- 〃 共通試料によるカーバメイト系農薬の共同分析試験成績
 - 〃 高速液体クロマトグラフィーによる飼料中のピペロニルブトキシドの定量法
 - 〃 共通試料によるピペロニルブトキシドの共同分析試験成績
 - 〃 キャピラリーカラムガスクロマトグラフィーによる飼料中のピリミホスメチルの定量法
 - 〃 共通試料によるピリミホスメチルの共同分析試験成績
- 17号 キャピラリーカラムガスクロマトグラフィーによる飼料中の有機りん系農薬（クロルピリホスメチル及びピリミホスメチル）の同時定量法
- 〃 共通試料による有機りん系農薬（クロルピリホスメチル及びピリミホスメチル）の共同分析試験成績
 - 〃 キャピラリーカラムガスクロマトグラフィーによる飼料中の有機りん系農薬（ダイアジノン、フェニトロチオン、マラチオン、MPP、パラチオン、PAP、EPN 及び DDVP）の系統分析法
 - 〃 共通試料による有機りん系農薬（タイアジノン、フェニトロチオン、マラチオン、MPP、パラチオン、PAP、EPN 及び DDVP）の共同分析試験成績
 - 〃 高速液体クロマトグラフィーによる飼料中のチアベンダゾールの定量法
 - 〃 共通試料によるチアベンダゾールの共同分析試験成績
- 18号 キャピラリーカラムガスクロマトグラフィーによる飼料中のホサロンの定量法
- 〃 共通試料によるホサロンの共同分析試験成績
 - 〃 キャピラリーカラムガスクロマトグラフィーによる飼料中の臭化メチルの定量法
 - 〃 共通試料による臭化メチルの共同分析試験成績

- 18号 キャピラリーカラムガスクロマトグラフィーによる飼料中の農薬（CNA，アラクロール，アレスリン，メトキシクロール及びクロルプロファム）の定量法
- // 共通試料による農薬（CNA，アラクロール，アレスリン，メトキシクロール及びクロルプロファム）の共同分析試験成績
- 19号 ゲル浸透クロマトグラフィーを用いたキャピラリーカラムガスクロマトグラフィーによる飼料中の有機りん系農薬（ダイアジノン，クロルピリホスメチル，フェニトロチオン，ピリミホスメチル，マラチオン，フェンチオン，パラチオン，フェントエート，EPN 及びホサロン）の同時定量法
- // 共通試料による飼料中の有機りん系農薬（ダイアジノン，クロルピリホスメチル，フェニトロチオン，ピリミホスメチル，マラチオン，フェンチオン，パラチオン，フェントエート，EPN 及びホサロン）の共同分析試験成績
- // 高速液体クロマトグラフィーによる飼料中のベノミルの定量法
- // 共通試料による飼料中のベノミルの共同分析試験成績
- // 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中のジネブ及びマンゼブの定量法
- // 共通試料による配合飼料中のジネブ及びマンゼブの共同分析試験成績
- 20号 ゲル浸透クロマトグラフィーを用いた高速液体クロマトグラフィーによる飼料中のクロルフルアズロンの定量法
- // キャピラリーカラムガスクロマトグラフィーによる飼料中のフェンバレレート及びペルメトリンの同時定量法
- 21号 ガスクロマトグラフィーによる飼料中のキャプタンの定量
- // ガスクロマトグラフィーによる飼料中のクロルピクリンの定量
- // 高速液体クロマトグラフィーによる飼料中のクロルフルアズロンの定量
- // 飼料中のクロルベンジレートの定量法の分析精度の検討
- // ガスクロマトグラフィーによる飼料中の 35 種類の有機りん系農薬の系統的定量
- // 飼料中の 2,4-D 及び 2,4,5-T の定量法の分析精度の検討
- 22号 高速液体クロマトグラフィーによる飼料中の *N*-メチルカーバメート系農薬（エチオフェンカルブ，ベンダイオカルブ，メチオカルブ）の同時定量
- // キャピラリーガスクロマトグラフィーによる飼料中のシペルメトリンの定量
- // ゲル浸透クロマトグラフィーを用いたキャピラリーガスクロマトグラフィーによる飼料中のジメチピンの定量
- // キャピラリーガスクロマトグラフィーによる飼料中の 32 種類の有機塩素系農薬の系統的定量
- 23号 高速液体クロマトグラフィーによる飼料中の 10 種類の *N*-メチルカーバメート系農薬の同時定量

- 23号 高速液体クロマトグラフィーによる飼料中のクロフェンテジンの定量
- 〃 キャピラリーガスクロマトグラフィーによる飼料中の水酸化トリフェニルスズの定量
 - 〃 高速液体クロマトグラフィーによる飼料中のパラコート
 - 〃 キャピラリーガスクロマトグラフィーによる飼料中のビシクロゾリン
 - 〃 高速液体クロマトグラフィーによる飼料中のメトプレンの定量
 - 〃 キャピラリーガスクロマトグラフィーによる飼料中の13種類のピレスロイド系農薬の系統的定量
- 24号 ガスクロマトグラフィーによる飼料中の酸化フェンブタスズ及びシヘキサチンの同時定量
- 〃 高速液体クロマトグラフィーによる飼料中のジフルベンズロン
 - 〃 高速液体クロマトグラフィーによる飼料中の3-ヒドロキシカルボフラン
- 26号 キャピラリーカラムガスクロマトグラフィーによる飼料中のキノメチオネートの定量
- 〃 高速液体クロマトグラフィーによる飼料中のジクワット
 - 〃 キャピラリーカラムガスクロマトグラフィーによる飼料中のトリアジメホン、トリアジメノール及びプロピコナゾールの同時定量
 - 〃 高速液体クロマトグラフィーによる飼料中のホキシムの定量
- 27号 ガスクロマトグラフィーによる飼料中のグリホサート、グルホシネート及び3-メチルホスフィニコプロピオン酸の系統的定量
- 〃 ガスクロマトグラフィーによる飼料中のトリクロルホンの定量
 - 〃 高速液体クロマトグラフィーによる飼料中のリニューロンの定量
- 28号 ガスクロマトグラフィーによる飼料中のアトラジン及びシマジンの系統的定量
- 〃 ガスクロマトグラフィーによる飼料中のイプロジオンの定量
 - 〃 ガスクロマトグラフ質量分析計による飼料中のグリホサート、グルホシネート及び3-メチルホスフィニコプロピオン酸の定量法
- 29号 ガスクロマトグラフィーによる飼料中のシアナジン及びミクロブタニルの定量
- 〃 ガスクロマトグラフィーによる飼料中のジコホール及びトリフルラリン
- 30号 ガスクロマトグラフ質量分析計による飼料中のテブコナゾール及びフェナリモルの定量
- 〃 ガスクロマトグラフィーによる飼料中のニトロフェンの定量
 - 〃 ガスクロマトグラフィーによる飼料中のベンタゾンの定量
- 31号 ガスクロマトグラフ質量分析計による飼料中の農薬の一斉定量法
- 〃 ガスクロマトグラフ質量分析計による飼料中のジカンバ
 - 〃 ガスクロマトグラフィーによる飼料中のプロモキシニルの定量

- 32号 飼料中のイミダクロプリドの液体クロマトグラフ質量分析計による定量法
- 〃 飼料中のカルベンダジム，チオファネート，チオファネートメチル及びベノミルの液体クロマトグラフ質量分析計による定量法
 - 〃 飼料中のトリシクラゾールのガスクロマトグラフ質量分析計による定量法
 - 〃 共通試料による飼料中の農薬の一斉分析法の共同試験
 - 〃 飼料中のカルタップ，チオシクラム及びベンスルタップの液体クロマトグラフ質量分析計による定量法の添加回収試験
 - 〃 共通試料による飼料中のカルタップの共同試験
 - 〃 飼料中のトラロメトリンのガスクロマトグラフ質量分析計による定量法の添加回収試験
 - 〃 共通試料による飼料中のトラロメトリンの共同試験
 - 〃 ベンタゾンの分析法の定量下限及び検出下限の確認
- 33号 飼料中の EPTC 及び二臭化エチレンのガスクロマトグラフ質量分析計による定量法
- 〃 飼料中のアジンホスメチル及びプロフェノホスのガスクロマトグラフ (FPD) による定量法
 - 〃 飼料中のアメトリン，シアナジン及びプロメトリンの液体クロマトグラフ質量分析計による定量法
 - 〃 飼料中のジクロロボス及びナレドのガスクロマトグラフ質量分析計による定量法
 - 〃 乾牧草中のテブコナゾールのガスクロマトグラフ質量分析計による簡易定量法
- 34号 飼料中のインドキサカルブの液体クロマトグラフ質量分析計による定量法
- 〃 飼料中のピコリナフェンのガスクロマトグラフ質量分析計による定量法
- 35号 飼料中のジウロンの液体クロマトグラフ質量分析計による定量法
- 〃 飼料中のスピノサドの液体クロマトグラフ質量分析計による定量法
 - 〃 飼料中のイソフェンホスオキシソンのガスクロマトグラフ質量分析計による定量法
 - 〃 飼料中のジスルホトン及びジスルホトンスルホンのガスクロマトグラフによる定量法
- 36号 愛がん動物用飼料（ウェット製品）中のクロルピリホスメチル，ピリミホスメチル及びマラチオンのガスクロマトグラフによる同時定量法
- 37号 飼料用イネ中のクロチアニジン，ジノテフラン及びチアメトキサムの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時定量法
- 〃 飼料用イネ中のカルバリル他 8 成分の農薬の液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時定量法
 - 〃 愛玩動物用飼料（ドライ製品及びセミドライ製品）中のメタミドホスの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による定量法

- 37号 愛玩動物用飼料（ウェット製品）中の有機塩素系農薬のガスクロマトグラフ（ECD）による同時定量法
- // 愛玩動物用飼料中の含リンアミノ酸系農薬の液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時定量法
- 38号 飼料用イネ中のアゾキシストロビン他 6 成分の農薬の液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時定量法
- // 穀類及び乾牧草中のアルジカルブ，アルジカルブスルホン及びアルジカルブスルホキシドの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時定量法
 - // 飼料用イネ中のオリサストロビン他 13 成分の農薬の液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時定量法
 - // 穀類，乾牧草及び稲わら中のグルホシネート，3-メチルホスフィニコプロピオン酸及びN-アセチルグルホシネートの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時分析法
 - // 稲わら及び粃米中のベンフレセート及びシハロホップブチルのガスクロマトグラフ質量分析計による同時定量法
 - // 飼料中のモリネートのガスクロマトグラフ質量分析計による定量法
- 39号 穀類中の2,4-D及びその関連物質の液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による定量法
- // 飼料中のキャプタンのガスクロマトグラフによる定量法
 - // 穀類，稲わら及び稲発酵粗飼料中のグリホサートの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による定量法
 - // 飼料用イネ中のピメトロジンの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による定量法
 - // 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～乾牧草及び稲わら中のペンディメタリンについて～
- 40号 乾牧草中の2,4-D及びその関連物質の液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による定量法
- // 飼料用イネ中のエチプロール他 5 成分の液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時定量法
 - // 飼料用イネ中のオキサジクロメホン，ジメタメトリン及びピリブチカルブの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時定量法
 - // 稲発酵粗飼料及び粃米中のオキシロニック酸の液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による定量法
 - // 穀類，乾牧草，稲わら及び稲発酵粗飼料中の含リンアミノ酸系農薬の液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時定量法

- 40号 稲発酵粗飼料及び粳米中のクロロタロニルのガスクロマトグラフ質量分析計による定量法
- 〃 飼料中のジカンバのガスクロマトグラフ質量分析計による定量法の妥当性確認
- 41号 飼料中のアセフェート及びメタミドホスの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時定量法
- 〃 飼料中のイマザピック及びイマザピルの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時定量法
 - 〃 飼料用イネ中のエスプロカルブ他 4 成分の液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時定量法
 - 〃 稲わら中のオキシリニック酸の液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による定量法
 - 〃 大豆及び大豆油かす中のジカンバ及び DCSA の液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による定量法
 - 〃 飼料用イネ中のフサライドのガスクロマトグラフ質量分析計による定量法
 - 〃 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～
- 42号 稲発酵粗飼料中のベンフレセート及びシハロホップブチルの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時定量法の確立
- 〃 飼料中のカルバリル，カルボフラン及びフェノブカルブの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時定量法の開発
 - 〃 飼料中の 3-OH カルボフランの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による定量法の開発
 - 〃 飼料中のイミダクロプリドの液体クロマトグラフ質量分析計による定量法の妥当性確認
 - 〃 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～ブロモブチド代謝物への適用～
 - 〃 愛玩動物用飼料等の検査法収載法のスナック製品への適用のための妥当性確認～有機塩素系農薬のガスクロマトグラフによる同時分析法～
- 43号 飼料用イネ中のフェリムゾンの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による定量法の開発
- 〃 稲わら及び粳米中のヒドロキシイソキサゾールの液体クロマトグラフ質量分析計による定量法の開発
 - 〃 飼料中のカルバリル，カルボフラン及びフェノブカルブの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時定量法の共同試験
 - 〃 飼料中の 3-OH カルボフランの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による定量法の共同試験

- 43号 飼料用イネ中のイミダクロプリドを飼料分析基準既収載法『クロチアニジン，ジノテフラン及びチアメトキサムの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時分析法』の分析対象化合物に追加するための妥当性確認
- 44号 飼料中のクロルプロファム及びフィプロニルの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による定量法の開発
- 〃 飼料用稲中のフェリムゾンの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による定量法の追加検討及び共同試験
 - 〃 含リンアミノ酸系農薬の液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時分析法の妥当性確認～N-アセチルグリホサートの追加並びに大豆及び大豆油かすへの適用拡大～
- 45号 飼料用稲中のプロクロラズのカスクロマトグラフ質量分析計による定量法の開発及び共同試験
- 〃 飼料中のフィプロニルの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による定量法の開発
 - 〃 含リンアミノ酸系農薬の液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時分析法の妥当性確認～N-アセチルグリホサートの穀類，稲わら及び稲発酵粗飼料への適用～
- 46号 大豆及び大豆油かす中の含リンアミノ酸系農薬の液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時分析法の開発及び共同試験
- 〃 飼料中のフィプロニルの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による分析法の追加検討及び共同試験
 - 〃 稲わら及び粳米中のヒドロキシイソキサゾールの液体クロマトグラフ質量分析計による分析法の共同試験
 - 〃 カルタップの液体クロマトグラフ質量分析計による分析法の適用範囲をイアコーンサイレージに拡大するための妥当性確認
- 47号 飼料中のチオフアネートの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による分析法の開発
- 〃 飼料中のジクワット及びパラコートの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時分析法の開発
 - 〃 飼料用稲中のベンスルフロメチルの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による分析法の開発
 - 〃 稲わら中のベンフラカルブ及びカルボスルファンの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時分析法の開発
 - 〃 カルタップの液体クロマトグラフ質量分析計による分析法の妥当性確認～イアコーンサイレージへの適用～
- 48号 稲わら及び稲発酵粗飼料中のベンスルフロメチル及びその他の農薬 6 成分の液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時分析法の開発

- 48号 稲わら及び稲発酵粗飼料中のベンフラカルブ及びカルボスルファンの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時分析法の開発
- 〃 飼料中のジクワット及びパラコートの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時分析法の開発
- 49号 ヘリウムを使用しない代替法の検討
- (1) 液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による農薬一斉分析法の検討
- 50号 穀類及び乾牧草中のグリホサートの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による分析法の改正基準値相当濃度における妥当性確認

1.6 有害物質

- 5号 飼料用酵母中の3,4-ベンツピレン定量
- 〃 魚粉中のヒスタミン定量法について（第2報）
- 〃 共通試料によるビタミン B₂、クロピドール、エトパベート及びヒスタミンの共同分析試験成績
- 7号 魚粉中のヒスタミン定量法について（第1報）
- 20号 キャピラリーカラムガスクロマトグラフィーによる魚粉中のトリブチルスズ化合物の定量法
- 28号 キャピラリー電気泳動による魚粉中のヒスタミンの定量
- 〃 キャピラリーカラムガスクロマトグラフィーによる配合飼料中のトリブチルスズ化合物の定量
- 29号 高分解能ガスクロマトグラフ/高分解能質量分析計による飼料中のダイオキシン類の定量
- 〃 (1) 飼料中のダイオキシン類の定量法ガイドラインの確立のための研究
- 〃 (2) 共同試験成績
- 〃 (3) 活性炭シリカゲルリバーカラムによる精製
- 〃 (4) 養殖水産動物用配合飼料等への適用
- 32号 キャッサバ中のシアン化水素の吸光光度計（ピリジン・ピラゾロン法）による定量法
- 36号 飼料中のメラミンの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による定量法
- 37号 飼料中のメラミンの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による定量法の共同試験
- 44号 飼料中のシアヌル酸の液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による分析法の検討
- 45号 脱脂粉乳中のシアヌル酸の液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による定量法の開発
- 46号 脱脂粉乳中のシアヌル酸の液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による分析法の開発

- 47号 愛玩動物用飼料中のメラミンの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による分析法の開発
- 〃 (1) 総合栄養食（ドライ、セミドライ及びウェット製品）を対象とした分析法の検討
- 〃 (2) スナック製品への適用のための妥当性確認

1.7 合成抗菌剤

- 3,4号 配合飼料中のフラゾリドンの定量法に関する研究
- 〃 配合飼料に添加されたアンプロリウムの定量法について
- 5号 配合飼料に添加されたデコキネートの定量法について
- 〃 配合飼料中の塩酸ロベニディンの定量法の検討
- 〃 配合飼料中のゾーリンの定量法の検討
- 〃 飼料中の合成抗菌剤（塩酸ロベニジン、デコキネート及びゾーリン）の共通試料による分析成績について
- 〃 配合飼料中のナイカルバジンの定量法について
- 〃 配合飼料中のカルバドックスの定量法の検討
- 6号 配合飼料中のクロピドールの定量法の検討
- 〃 共通試料によるカルバドックス、ナイカルバジン、アンプロリウム及びオクラトキシンAの共同分析試験成績
- 〃 共通試料によるビタミンB₂、クロピドール、エトパペート及びヒスタミンの共同分析試験成績
- 〃 配合飼料中のアンプロリウムの定量法の追加検討
- 7号 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中のオラキンドックスの定量法について
- 〃 共通試料によるオラキンドックスの共同分析試験
- 〃 吸光光度法によるスルファキノキサリンの定量法について（第1報）
- 〃 吸光光度法によるスルファキノキサリンの定量法について（第2報）
- 〃 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中のスルファキノキサリンの定量法について（第3報）
- 〃 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中のエトパペートの定量法の検討
- 10号 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中のスルファキノキサリンの定量法
- 〃 共通試料によるスルファキノキサリンの共同分析試験
- 〃 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中のアープリノシッドの定量法
- 〃 配合飼料中のアープリノシッドの迅速定量法
- 11号 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中のクエン酸モランテルの定量法

-
- 11号 共通試料によるクエン酸モランテルの共同試験成績
// 高速液体クロマトグラフィーによるナイカルバジンの定量法
// 共通試料によるナイカルバジンの共同分析試験成績
- 12号 高速液体クロマトグラフィーによるアンプロリウムの定量法
// 共通試料によるアンプロリウムの共同分析試験成績
// 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中のハロフジノンポリスチレンスルホン酸カルシウムの定量法（第1報）
// 共通試料によるハロフジノンポリスチレンスルホン酸カルシウムの共同分析試験成績
- 13号 ハロフジノンポリスチレンスルホン酸カルシウムの迅速定量法
// 共通試料によるハロフジノンポリスチレンスルホン酸カルシウム迅速定量法による共同分析試験成績
- 14号 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料及びプレミックス中のデコキネートの定量法
// 共通試料によるデコキネートの共同分析試験成績
- 15号 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中の低濃度オラキンドックスの定量
// 共通試料によるオラキンドックスの共同分析試験成績
// 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中のハロフジノンポリスチレンスルホン酸カルシウムの定量法
// 共通試料によるハロフジノンポリスチレンスルホン酸カルシウムの共同分析試験成績
- 16号 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中の低濃度アンプロリウムの定量法
// 共通試料によるアンプロリウムの共同分析試験成績
// 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中の低濃度オラキンドックスの定量法
// 共通試料による低濃度オラキンドックスの共同分析試験成績
// 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中の低濃度スルファキノキサリンの定量法
// 共通試料による低濃度スルファキノキサリンの共同分析試験成績
// 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中の低濃度デコキネートの定量法
// 共通試料による低濃度デコキネートの共同分析試験成績
// 高速液体クロマトグラフィーによるエトパベート，ナイカルバジン，ラサロシドナトリウム及びデコキネートの同時定量法
- 17号 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中の低濃度スルファキノキサリンの定量法
// 共通試料によるプレミックス中の低濃度スルファキノキサリンの共同分析試験成績

- 17号 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中の低濃度ハロフジノンポリスチレンスルホン酸カルシウムの定量法
// 共通試料による低濃度ハロフジノンポリスチレンスルホン酸カルシウムの共同分析試験成績
- 18号 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中の低濃度デコキネートの定量法
// 共通試料によるプレミックス中の低濃度デコキネートの共同分析試験成績
// 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中の低濃度エトパベートの定量法
// 共通試料による配合飼料中の低濃度エトパベートの共同分析試験成績
// 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中の低濃度クエン酸モランテルの定量法
// 共通試料による配合飼料中の低濃度クエン酸モランテルの共同分析試験成績
- 19号 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中のクエン酸モランテルの定量法
// 共通試料による配合飼料中のクエン酸モランテルの共同分析試験成績
// 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中のクエン酸モランテルの定量法
// 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中の低濃度ナイカルバジンの定量法
// 共通試料による配合飼料中の低濃度ナイカルバジンの共同分析試験成績
- 20号 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中のエトパベートの定量法
// 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中のエトパベートの定量法
- 21号 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中のアンプロリウムの定量
// 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中のアンプロリウムの定量
// 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中の低濃度アンプロリウムの定量
- 22号 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中のクエン酸モランテルの定量
- 23号 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中のスルファキノキサリンの定量
- 24号 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中のスルファキノキサリンの定量
- 25号 蛍光検出高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中のエトパベートの定量
- 27号 脱脂粉乳中のクロラムフェニコールの定量
- 29号 高速液体クロマトグラフィーによる脱脂粉乳中のクロラムフェニコールの定量
- 31号 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中のアンプロリウムの定量法の改良の検討
// 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中のクエン酸モランテルの定量法の改良
- 33号 飼料中のマラカイトグリーン及びロイコマラカイトグリーンの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時定量法に係る添加回収率等の確認及び共通試料による共同試験の結果について
- 34号 飼料中のオキシリン酸及びフルメキンの液体クロマトグラフによる同時定量法

- 34号 魚油中のマラカイトグリーン及びロイコマラカイトグリーンの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時定量法
- 〃 飼料中のフロルフェニコールの液体クロマトグラフによる定量法（中間報告）
- 35号 飼料中のクリスタルバイオレット及びメチレンブルーの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時定量法
- 36号 配合飼料中のクエン酸モランテルの液体クロマトグラフによる定量法の改良

1.8 抗生物質

- 5号 配合飼料に添加した抗生物質の迅速定量法について
- 6号 抗生物質製剤中の菌体鑑定法について
- 〃 配合飼料中の塩酸オキシテトラサイクリンの定量法の検討
- 〃 配合飼料中の硫酸コリスチンの定量法の検討
- 〃 配合飼料中の塩酸クロルテトラサイクリンの定量法の検討
- 〃 配合飼料中のモネンシナトリウムの定量法の検討
- 〃 配合飼料中のサリノマイシンナトリウムの定量法の検討
- 〃 プレミックス中の抗生物質の定量法の検討
- 7号 共通試料による配合飼料中の5種の抗生物質の共同分析試験について
- 〃 配合飼料中のチオペプチンの定量法の検討（第1報）
- 〃 配合飼料中のりん酸タイロシンの定量法の検討
- 〃 配合飼料中のエンラマイシンの定量法について（第1報）
- 8号 配合飼料中のバシトラシンの定量法について（第1報）
- 〃 配合飼料中のキサマイシンの定量法の検討
- 〃 共通試料による配合飼料中の5種の抗生物質の共同分析試験成績について
- 〃 保存温度の違いが配合飼料中の抗生物質の定量に及ぼす影響
- 9号 配合飼料中のマカルボマイシンの定量法の検討
- 〃 配合飼料中のラサロシドナトリウムの定量法の検討
- 〃 配合飼料中のピコザマイシンの定量法の検討
- 〃 配合飼料中のスピラマイシンの定量法
- 〃 配合飼料中のオレアンドマイシンの定量法の検討
- 〃 配合飼料中のバージニアマイシンの定量法の検討
- 〃 共通飼料による配合飼料中の6種類の抗生物質の共同分析試験
- 〃 ラサロシドナトリウムの迅速定量法の分析誤差に関する共同試験について

- 10号 配合飼料中のアボパルシンの定量法
- 〃 共通試料によるアボパルシンの共同分析試験
 - 〃 プレミックス中のラサロシドナトリウムの定量法
 - 〃 プレミックス中のラサロシドナトリウムの定量法の共同分析試験
- 11号 牛用配合飼料中のモネンシンナトリウムの定量法
- 〃 牛用配合飼料中のサリノマイシンナトリウムの定量法の検討
 - 〃 配合飼料中のハイグロマイシン B の定量法
 - 〃 共通試料によるハイグロマイシン B の共同分析試験成績
 - 〃 プレミックス中のバージニアマイシンの定量法の再検討
 - 〃 共通試料によるバージニアマイシンの共同分析試験成績
 - 〃 プレミックス中の硫酸コリスチンの定量法の改良について
 - 〃 共通試料による硫酸コリスチンの共同分析試験成績
 - 〃 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中のリン酸タイロシンの定量法の検討
 - 〃 肉用牛肥育用配合飼料中のモネンシンナトリウムの迅速定量法
 - 〃 肉用牛肥育用配合飼料中のサリノマイシンナトリウムの迅速定量法
- 12号 プレミックス中のビコザマイシンの定量法
- 〃 共通試料によるビコザマイシンの共同分析試験成績
 - 〃 配合飼料中のノシヘプタイトの定量法の検討
 - 〃 共通試料によるノシヘプタイトの共同分析試験成績
 - 〃 高速液体クロマトグラフィーによるクロルテトラサイクリンの定量結果について－微生物学的定量法との比較－
- 13号 プレミックス中のアボパルシンの定量法
- 〃 共通試料によるアボパルシンの共同分析試験成績
- 14号 プレミックス中のクロルテトラサイクリンの定量法の改良について
- 〃 共通試料によるクロルテトラサイクリンの共同分析試験成績
 - 〃 配合飼料中のポリナクチンの定量法
 - 〃 共通試料によるポリナクチンの共同分析試験成績
 - 〃 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中のラサロシドナトリウムの定量法
- 15号 高速液体クロマトグラフィーによるノシヘプタイトの定量について（第 1 報）－微生物学的定量法との比較－

- 16号 配合飼料中の低濃度抗菌性物質の同時分析について（サリノマイシンナトリウム，モネンシンナトリウム，ラサロシドナトリウム及びリン酸タイロシンのバイオオートグラフィー）
- 〃 共通試料による配合飼料中の低濃度抗菌性物質同時分析の共同分析試験成績
 - 〃 牛用配合飼料中のラサロシドナトリウムの定量法
 - 〃 共通試料による配合飼料中のラサロシドナトリウムの共同分析試験成績
 - 〃 配合飼料中のエフロトマイシンの定量法
 - 〃 共通試料による配合飼料中のエフロトマイシンの共同分析試験成績
- 17号 プレミックス中のノシヘプタイドの定量法
- 〃 共通試料によるプレミックス中のノシヘプタイドの共同分析試験成績
 - 〃 配合飼料中のアビラマイシンの定量法（第1報）
 - 〃 共通試料による配合飼料中のアビラマイシンの共同分析試験成績
 - 〃 配合飼料中の残留抗菌性物質の同時分析について（サリノマイシンナトリウム，モネンシンナトリウム，ラサロシドナトリウム，リン酸タイロシン，キタサマイシン，バージニアマイシン及びノシヘプタイドのバイオオートグラフィー）
 - 〃 共通試料による配合飼料中の残留抗菌性物質同時分析の共同分析試験成績
- 18号 配合飼料中のセデカマイシンの定量法
- 〃 共通試料による配合飼料中のセデカマイシンの共同分析試験成績
- 19号 配合飼料中のオリエンチシンの定量法
- 〃 共通試料による配合飼料中のオリエンチシンの共同分析試験成績
 - 〃 プレミックス中のセデカマイシンの定量法
 - 〃 共通試料によるプレミックス中のセデカマイシンの共同分析試験成績
 - 〃 ペレット状配合飼料中のビコザマイシンの改良定量法の確認について
 - 〃 配合飼料中のセンデュラマイシンナトリウムの定量法
 - 〃 共通試料による配合飼料中のセンデュラマイシンナトリウムの共同分析試験成績
- 20号 ペレット状の配合飼料中のセンデュラマイシンナトリウムの定量法
- 〃 配合飼料中の飼料級ノシヘプタイドの定量法
 - 〃 鶏用配合飼料中のセンデュラマイシンナトリウムの迅速定量法（分光光度法）
 - 〃 牛用配合飼料中のラサロシドナトリウムの迅速定量法（分光光度法）
- 21号 プレミックス中のセンデュラマイシンナトリウムの定量法
- 〃 配合飼料中及びプレミックス中のセンデュラマイシンナトリウムの確認試験法

- 21号 配合飼料中及びプレミックス中のサリノマイシンナトリウム、モネンシンナトリウム及びラサロシドナトリウムの確認試験法
- 22号 プレミックス中のアビラマイシンの定量法
- 〃 サリノマイシンナトリウム又はラサロシドナトリウムが併用されたプレミックス中のアビラマイシンの定量法
- 〃 配合飼料中及びプレミックス中の飼料級センデュラマイシンナトリウムの定量法
- 〃 プレミックス中の飼料級ノシヘプタイドの定量法
- 〃 配合飼料中及びプレミックス中のリン酸タイロシンの確認試験法
- 23号 プレミックス中のアビラマイシンの定量における抽出液の pH の影響
- 〃 ペレット状配合飼料中のセデカマイシンの定量法
- 24号 高速液体クロマトグラフィーによる鶏用配合飼料中のラサロシドナトリウムの定量
- 〃 配合飼料中のエフロトマイシンの改良定量法の確認について
- 25号 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中のラサロシドナトリウムの定量
- 26号 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中のサリノマイシンナトリウムの定量
- 〃 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中のモネンシンナトリウムの定量
- 27号 プレミックス中のエンラマイシンの微生物学的定量法の改良
- 〃 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中のサリノマイシンナトリウムの定量
- 〃 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中のモネンシンナトリウムの定量
- 〃 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中のセンデュラマイシンナトリウムの定量
- 〃 微生物学的定量法による配合飼料中のナラシンの定量
- 〃 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中のナラシンの定量
- 〃 バイオオートグラフィーによるプレミックス中のキサマイシンの確認試験法
- 〃 配合飼料中のDESTマイシン A の定量法の改良
- 28号 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中のセンデュラマイシンナトリウムの定量
- 〃 微生物学的定量法によるプレミックス中のナラシンの定量
- 〃 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中のナラシンの定量
- 29号 プレミックス中のエフロトマイシンの定量
- 〃 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中のアルキルトリメチルアンモニウムカルシウムオキシテトラサイクリンの定量
- 30号 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中のクロルテトラサイクリンの定量
- 32号 豚用配合飼料中のアビラマイシンの微生物学的定量法の改良

- 32号 ポリエーテル系抗生物質の定量に用いる塩基性アルミナの検討
- 33号 配合飼料中のサリノマイシンナトリウム，センデュラマイシンナトリウム，ナラシン，モネンシンナトリウム及びラサロシドナトリウムの液体クロマトグラフ質量分析計による一斉微量定量法
- 〃 飼料中のクロラムフェニコールの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による定量法（中間報告）
- 34号 飼料中のクロラムフェニコールの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による定量法
- 35号 鶏用配合飼料中のアピラマイシンの微生物学的定量法の改良法について
- 37号 脱脂粉乳中のクロラムフェニコールの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による定量法
- 40号 ポリエーテル系抗生物質の定量に用いる塩基性アルミナについて
- 41号 モネンシンナトリウムの微生物学的試験法，液体クロマトグラフ法及び吸光光度法による定量法のほ乳期子牛育成用配合飼料に対する妥当性確認
- 49号 ヘイ及びストローキューブ配合の牛用配合飼料中のモネンシンナトリウムに係る飼料分析基準の妥当性確認

1.9 ビタミン

- 6号 配合飼料中のビタミン B₂ 定量法について
- 〃 共通試料によるビタミン B₂，クロピドール，エトパベート及びヒスタミンの共同分析試験成績
- 7号 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中の酢酸 *dl*- α -トコフェロール（ビタミン E）の定量法の検討
- 8号 プレミックス中のビオチンの定量法について
- 〃 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中の水溶性ビタミンの定量法の検討
- 〃 共通試料によるプレミックス中の硝酸チアミン，リボフラビン及び塩酸ピリドキシンの共同分析試験成績
- 〃 共通試料による酢酸 *dl*- α -トコフェロールの共同分析試験成績
- 9号 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中のビタミン C の定量法の検討
- 〃 共通試料によるプレミックス中の *d*-ビオチンの共同分析試験について
- 10号 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中のシアノコバラミン（ビタミン B₁₂）の定量法
- 〃 比色法によるプレミックス中のニコチン酸の定量法
- 〃 共通試料によるニコチン酸の共同分析試験

- 10号 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中のニコチン酸アミドの定量法
 - 〃 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中のパラアミノ安息香酸の定量法
 - 〃 共通試料によるパラアミノ安息香酸の共同分析試験
 - 〃 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中の葉酸の定量法
 - 〃 共通試料による葉酸の共同分析試験
 - 〃 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中のビタミン B₂の定量法
 - 〃 共通試料によるシアノコバラミン (B₁₂) の共同分析試験
 - 〃 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中のビタミン K₃の定量法
 - 〃 共通試料によるメナジオン亜硫酸水素ジメチルピリミジノールの共同分析試験
 - 〃 共通試料によるメナジオン亜硫酸水素ナトリウムの共同分析試験
- 11号 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中のビタミン A の定量法について
 - 〃 共通試料によるビタミン A の共同分析試験成績
 - 〃 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中のビタミン D₃ (コレカルシフェロール) の分析法について
 - 〃 共通試料によるビタミン D₃ の共同分析試験成績
 - 〃 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中のリボフラビン酪酸エステル₂の定量法の検討
 - 〃 共通試料によるリボフラビン酪酸エステル₂の共同分析試験成績
 - 〃 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中のアセトメナフトン (ビタミン K₄) の定量法の検討
 - 〃 共通試料によるアセトメナフトンの共同分析試験成績
 - 〃 プレミックス中の酢酸 *dl*- α -トコフェロール (ビタミン E) 定量法の追加検討
- 12号 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中のパントテン酸カルシウムの定量法
 - 〃 共通試料によるパントテン酸カルシウムの共同分析試験成績
- 13号 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中の塩酸ジベンゾイルチアミンの定量法
 - 〃 共通試料による塩酸ジベンゾイルチアミンの共同分析試験成績

1.10 アミノ酸

- 6号 飼料中のアミノ酸分析法について (第1報)
 - 〃 飼料中のアミノ酸分析法について (第2報)
- 12号 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中の塩酸 L-リジンの定量法
 - 〃 共通試料による塩酸 L-リジンの共同分析試験成績

- 12号 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中のL-グルタミン酸ナトリウム及びDL-メチオニンの定量法
// 共通試料によるL-グルタミン酸ナトリウム及びDL-メチオニンの共同分析試験成績
- 13号 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中のL-トレオニン, DL-アラニン及びアミノ酢酸の定量法
// 共通試料によるL-トレオニンの共同分析試験成績
// 共通試料によるDL-アラニンの共同分析試験成績
// 共通試料によるアミノ酢酸の共同分析試験成績
- 48号 豚用配合飼料中のシスチン, リジン, メチオニン及びトレオニンのアミノ酸自動分析装置による分析法の検討
- 49号 豚用配合飼料中のシスチン, リジン, メチオニン及びトレオニンの液体クロマトグラフによる同時分析法の開発
- 50号 豚用配合飼料中のシスチン, リジン, メチオニン及びトレオニンのアミノ酸自動分析装置による同時分析法の検討

1.11 防かび剤

- 7号 配合飼料中のプロピオン酸の定量法について
- 24号 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中のプロピオン酸, プロピオン酸カルシウム及びプロピオン酸ナトリウムの定量

1.12 抗酸化剤

- 7号 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中のBHTの定量法について
// 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中のBHAの定量法の検討
// 高速液体クロマトグラフィーによる魚粉中のBHA及びBHTの定量法の検討
// 共通試料によるプロピオン酸, BHA及びBHTの共同分析試験
// けい光光度法による配合飼料中のエトキシキンの定量法の検討
// 共通試料によるエトキシキンの共同分析試験
- 8号 高速液体クロマトグラフィーによる魚粉中のエトキシキンの定量法について
// 高速液体クロマトグラフィーによる動物油脂中のエトキシキンの定量法について
- 20号 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料及び魚粉中のエトキシキンの定量法
- 29号 高速液体クロマトグラフィーによる油脂中のエトキシキンの定量
- 30号 エトキシキン標準原液の調製に用いる溶媒の検討
- 31号 HPLCによるエトキシキン定量時の感度低下の原因について

1.13 色素

- 28号 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中のカンタキサンチン及び β -アポ^{8'}-カロチン酸エチルエステルの同時定量

1.14 有機酸

- 20号 高速液体クロマトグラフィーによる配合飼料中のフマル酸の定量法

1.15 動物由来 DNA

- 28号 PCRによる飼料中の動物由来 DNA の検出法
- 29号 PCRによる魚粉中の魚由来 DNA の検出法
- 30号 PCRによる飼料中の鶏由来 DNA の検出法
- 〃 PCRによる飼料中の動物由来 DNA の検出法の共同試験成績
- 〃 PCRによる乳製品を含む飼料中の肉骨粉の検出法
- 31号 PCRによる飼料中の家きん由来 DNA の検出法—乳製品除去処理法の卵製品等除去への適用について—
- 33号 コンピューター・プログラムを利用した、複数の動物を検出するプライマーの開発
- 36号 飼料中の動物由来 DNA 検出法における RFLP を用いた確認試験法
- 43号 肉骨粉中のシカ由来 DNA の PCR による検出法の確立

1.16 動物由来たん白質

- 29号 「モリナガ加熱処理牛由来タンパク質検出キット」を用いた飼料中の牛由来たん白質の検出法
- 30号 飼料中の鶏由来たん白質の検出を目的とする「モリナガ加熱処理鶏由来タンパク質検出キット」の実用化試験
- 31号 「モリナガ加熱処理鶏由来タンパク質検出キット」による飼料中の鶏由来たん白質の検出法
- 33号 メライザキットによる飼料中の反すう動物由来たん白質の検出法
- 36号 飼料中の牛由来たん白質検出法における「モリナガ加熱処理牛由来タンパク質検出キット Ver.2」の検討
- 39号 共通試料による飼料中の動物由来たん白質（牛）の検出法の共同試験
- 40号 加工食品残さを含む動物質性飼料中の牛由来たん白質の検出法の検討
- 43号 肉骨粉中のシカ由来たん白質の ELISA キットによる検出法の確立

1.17 サルモネラ

- 25号 「核さんテストサルモネラ」による飼料中のサルモネラの迅速検出法

- 25号 「1-2テスト」による飼料中のサルモネラの迅速検出法
- 26号 「オクソイド サルモネラ迅速キット」による飼料中のサルモネラの迅速検出法
- 〃 「サンコリサルモネラ」による飼料中のサルモネラの迅速検出法
- 〃 「パススティック」による飼料中のサルモネラの迅速検出法
- 27号 「サルモチェック」による飼料中のサルモネラの迅速検出法
- 〃 「ロケート」による飼料中のサルモネラの迅速検出法
- 〃 「スペクテイト」による飼料中のサルモネラの迅速検出法
- 〃 「サルモネラチェック (MB)」による飼料中のサルモネラの迅速検出法
- 28号 「リヴェール」による飼料中のサルモネラの迅速検出法
- 29号 パルスフィールドゲル電気泳動法による飼料由来サルモネラの遺伝子型の解析
- 31号 PCRによる飼料中のサルモネラの検出
- 〃 PCR法によるサルモネラ特定6血清型の迅速鑑別法の検討
- 42号 飼料を対象とするサルモネラ試験法の選択増菌培地液量の減量化に関する検討
- 44号 飼料中のサルモネラ7血清型のマルチプレックスPCR法による迅速同定法の開発及び共同試験
- 45号 愛玩動物用飼料中のサルモネラ検査法の適用範囲を成型ジャーキー及び素材乾燥ジャーキー (ハードタイプ及びソフトタイプ) に拡大するための妥当性確認

1.18 大腸菌

- 23号 飼料中の大腸菌 O-157 の検出方法の検討

1.19 糞便系大腸菌群

- 49号 愛玩動物用飼料中の糞便系大腸菌群の検出法の検討
- 50号 愛玩動物用飼料中の糞便系大腸菌群の検出法の開発

1.20 鑑定

- 1号 二種混合飼料の鑑定方法に関する研究
- 6号 配合飼料及びプレミックス中のミネラルの鑑定法
- 27号 鑑定の比重分離操作に用いる比重液について
- 28号 近赤外顕微鏡による肉骨粉の判別法
- 29号 X線回折装置及び蛍光X線装置を用いた動物由来りん酸カルシウムの判別法の検討

1.21 遺伝子組換え体

- 28号 ELISA による畜産物中の Cry9C たん白質の定量
- 29号 定量 PCR 法による遺伝子組換え体の検知
- 32号 稲ワラからのゲノム DNA 抽出法の検討
- 33号 DDGS からの DNA 抽出について
- 39号 遺伝子組換え小麦 (MON71800) の 1%混入判定試験法の検討

1.22 成分規格の定められた飼料及び飼料添加物

- 5号 コンウェイ微量拡散法による配合飼料中の尿素の定量法の検討 (第1報)
- 〃 コンウェイ微量拡散法による配合飼料中の尿素の定量法の検討 (第2報)
- 12号 ガスクロマトグラフィーによる配合飼料中のプロピレングリコールの定量法
- 〃 共通試料によるプロピレングリコールの共同分析試験成績

1.23 添加物 (愛玩動物用飼料)

- 36号 愛がん動物用飼料中のソルビン酸の液体クロマトグラフによる定量法
- 〃 愛がん動物用飼料中の亜硝酸ナトリウムの分光光度計による定量法の共同試験
- 40号 愛玩動物用飼料等の検査法収載法のスナック製品等への適用のための妥当性確認～カドミウム, 水銀, 鉛, ヒ素, エトキシキン, ジブチルヒドロキシトルエン, ブチルヒドロキシアニソール及び亜硝酸ナトリウムについて～
- 41号 愛玩動物用飼料 (ドライ製品及びセミドライ製品) 中のプロピレングリコールのガスクロマトグラフ質量分析計による定量法
- 〃 愛玩動物用飼料等の検査法収載法のスナック製品等への適用のための妥当性確認～ゼアラレノン, フモニシン B₁, B₂ 及び B₃ 並びにプロピレングリコール～
- 44号 愛玩動物用飼料中の亜硝酸ナトリウムの液体クロマトグラフによる定量法の開発及び共同試験

1.24 油脂の品質規格成分

- 27号 Lowry 法によるたん白質の定量法
- 30号 Lowry 法による動物性油脂中のたん白質の定量法
- 40号 愛玩動物用飼料 (ドライ製品及びセミドライ製品) 中の油脂の酸価及び過酸化物価の測定法

1.25 その他

- 1号 ホルマリン処理物質の検出方法に関する研究

- 2号 飼料に混入されたホルマリン系樹脂の定量法に関する研究
- 3,4号 飼料に混入されたトリアジン化合物の定性法
- 10号 輸入米麦等の事故品の真菌検査法
- 14号 高速液体クロマトグラフィーによるプレミックス中の塩酸ベタインの定量法
 // 共通試料による塩酸ベタインの共同分析試験成績
- 20号 飼料用 *Bacillus* 属生菌剤（製剤）及び飼料用 *Clostridium* 属生菌剤（製剤）の定量法及び簡易同定法
 // 飼料用 *Enterococcus* 属生菌剤（製剤）の定量法及び簡易同定法
 // 飼料用 *Lactobacillus* 属生菌剤（製剤）の定量法及び簡易同定法
 // 飼料用 *Bifidobacterium* 属生菌剤（製剤）の定量法及び簡易同定法
- 27号 Lowry 法によるたん白質の定量法
- 29号 ガスクロマトグラフィーによる飼料中のコレステロールの定量
- 32号 飼料用圧ぺんとうもろこし中の糊化度の吸光光度法による測定
- 39号 NaI (TI) シンチレーションスペクトロメータによる飼料中の放射性セシウムのスクリーニング法例—平成 24 年 3 月の暫定許容値見直しを受けた再検証—
- 50号 牛用配合飼料中の 3-ニトロオキシプロパノールの液体クロマトグラフによる分析法の開発

2 精度管理

2.1 共通試料による分析鑑定

- 27号 第 26 回 飼料の共通試料による分析鑑定成績（本部）
 // 第 38 回 飼料の共通試料による分析鑑定成績（札幌事務所）
 // 第 38 回 飼料の共通試料による分析鑑定成績（仙台事務所）
 // 第 41 回 飼料の共通試料による分析鑑定成績（名古屋事務所）
 // 第 38 回 飼料の共通試料による分析鑑定成績（大阪事務所）
 // 第 39 回 飼料の共通試料による分析鑑定成績（福岡事務所）
- 28号 第 27 回 飼料の共通試料による分析鑑定成績（本部）
 // 第 39 回 飼料の共通試料による分析鑑定成績（札幌事務所）
 // 第 39 回 飼料の共通試料による分析鑑定成績（仙台事務所）
 // 第 42 回 飼料の共通試料による分析鑑定成績（名古屋事務所）
 // 第 39 回 飼料の共通試料による分析鑑定成績（大阪事務所）
 // 第 40 回 飼料の共通試料による分析鑑定成績（福岡事務所）
- 29号 平成 15 年度飼料の共通試料による分析鑑定について

- 30号 平成16年度飼料の共通試料による分析鑑定について
- 31号 平成17年度飼料の共通試料による分析鑑定について
- 32号 平成18年度飼料の共通試料による分析鑑定について
- 33号 平成19年度飼料の共通試料による分析鑑定について
- 34号 平成20年度飼料の共通試料による分析鑑定について
- 35号 平成21年度飼料の共通試料による分析鑑定について
- 36号 平成22年度飼料の共通試料による分析鑑定について
- 37号 平成23年度飼料の共通試料による分析鑑定について
- 38号 平成24年度飼料の共通試料による分析鑑定について
- 39号 平成25年度飼料等の共通試料による分析鑑定について
- 40号 平成26年度飼料等の共通試料による分析鑑定について
- 41号 平成27年度飼料等の共通試料による分析鑑定について
- 42号 平成28年度飼料等の共通試料による分析鑑定について
- 43号 平成29年度飼料等の共通試料による分析鑑定について
- 44号 平成30年度飼料等の共通試料による分析鑑定について
- 45号 令和元年度飼料等の共通試料による分析鑑定について
- 47号 令和3年度飼料等の共通試料による分析鑑定について
- 48号 令和4年度飼料等の共通試料による分析鑑定について
- 49号 令和5年度飼料等の共通試料による分析鑑定について
- 50号 令和6年度飼料等の共通試料による分析鑑定について

2.2 その他

- 27号 共通試料によるフモニシン B₁ 及び B₂ 並びにオクラトキシン A の共同試験
- 28号 共通試料によるマイロのゼアラレノンの共同試験
 - 〃 共通試料によるエンドファイト（エルゴバリン及びロリトレム B）の共同試験
- 30号 共通試料による遺伝子組換えとうもろこし（CBH351）の共同試験
- 31号 共通試料による水銀の手合わせ分析結果

3 調査資料

3.1 モニタリング等結果

1) サルモネラ

- 5号 動物性飼料原料からのサルモネラ分離成績
- 6号 動物性飼料原料のサルモネラ検査成績

-
- 7号 動物性飼料原料のサルモネラ検査成績（第3報）
〃 レンダリング工場におけるサルモネラの汚染実態調査（第1報）
- 8号 動物飼料原料のサルモネラ検査成績（第4報）
〃 レンダリング工場におけるサルモネラ汚染実態調査（第2報）
- 9号 動物性飼料原料のサルモネラ検査成績（第5報）
- 10号 動物性飼料原料のサルモネラ汚染の状況（昭和58年度）（動物性飼料原料のサルモネラ検査成績：第6報）
- 11号 動物性飼料原料のサルモネラ汚染状況（昭和59年度）（動物性飼料原料のサルモネラ検査成績：第7報）
- 12号 動物性飼料原料のサルモネラ汚染の状況（昭和60年度）（動物性飼料原料のサルモネラ検査成績：第8報）
- 13号 動物性飼料原料のサルモネラ汚染の状況（昭和61年度）動物性飼料原料のサルモネラ検査成績（第9報）
〃 植物性油かす類のサルモネラ汚染の状況（第1報）
- 14号 配混合飼料のサルモネラ汚染状況（第1報）
〃 飼料原料のサルモネラ汚染の状況（昭和62年度）
- 15号 飼料原料のサルモネラ汚染状況（昭和63年度）
- 16号 飼料のサルモネラ汚染の状況（平成元年度）
- 17号 飼料のサルモネラ汚染状況（平成2年度）
- 18号 飼料のサルモネラ汚染状況（平成3年度）
- 23号 飼料のサルモネラ汚染状況（昭和54年～平成9年度）
- 24号 飼料のサルモネラ汚染状況（平成10年度）
- 25号 飼料のサルモネラ汚染状況（平成11年度）
- 26号 飼料のサルモネラ汚染状況（平成12年度）
- 27号 飼料のサルモネラ汚染状況（平成13年度）
- 28号 飼料のサルモネラ汚染状況（平成14年度）
- 29号 飼料のサルモネラ汚染状況（平成15年度）
〃 飼料中のサルモネラに関するモニタリング結果の概要－飼料の安全性確保調査指導事業における調査結果－
- 30号 飼料のサルモネラ汚染状況（平成16年度）
- 31号 飼料のサルモネラ汚染状況（平成17年度）
- 32号 飼料のサルモネラ汚染状況（平成18年度）

33号 飼料のサルモネラ汚染状況（平成19年度）

34号 飼料のサルモネラ汚染状況（平成20年度）

2) 大腸菌 O-157

22号 飼料の大腸菌 O-157 汚染状況調査

23号 飼料の大腸菌 O-157 汚染状況調査（平成9年度）

24号 飼料の大腸菌 O157 汚染状況調査（平成10年度）

3) かび毒及びエンドファイト産生毒素

27号 配合飼料及び飼料原料中のフモニシン B₁ 及び B₂ の汚染状況（1998年）

29号 輸入乾牧草中のエルゴバリン及びロリトレム B のモニタリング等の結果について

30号 輸入乾牧草中のエルゴバリン及びロリトレム B のモニタリング等の結果について（平成16年度）

31号 輸入乾牧草中のエルゴバリン及びロリトレム B のモニタリング等の結果について（平成17年度）

32号 輸入乾牧草中のエルゴバリン及びロリトレム B のモニタリング等の結果について（平成18年度）

4) 農薬

29号 輸入飼料への無登録農薬等の混入実態調査について

30号 輸入飼料への無登録農薬等の混入実態調査（平成16年度）

31号 輸入飼料への無登録農薬等の混入実態調査（平成17年度）

5) 動物由来たん白質

29号 牛海綿状脳症の発生防止対策等における飼料の動物由来たん白質等のモニタリングー魚粉等のモニタリング結果（平成13年度）ー

〃 牛海綿状脳症の発生防止対策等における飼料の動物由来たん白質等のモニタリングー飼料原料及び牛用配混合飼料のモニタリング結果（平成14年度）ー

30号 牛海綿状脳症の発生防止対策等における飼料の動物由来たん白質等のモニタリングー飼料原料及び牛用配混合飼料のモニタリング結果（平成15年度）ー

31号 牛海綿状脳症の発生防止対策等における飼料の動物由来たん白質等のモニタリングー飼料原料及び牛用配混合飼料のモニタリング結果（平成16年度）ー

32号 牛海綿状脳症の発生防止対策等における飼料の動物由来たん白質等のモニタリング結果（平成17年度）

- 33号 牛海綿状脳症の発生防止対策における飼料の動物由来たん白質等のモニタリング結果
(平成18年度)
- 34号 牛海綿状脳症の発生防止対策における飼料の動物由来たん白質等のモニタリング結果
(平成19年度)

6) 有害物質

- 35号 飼料中の有害物質等のモニタリング結果について (平成20年度)
- 〃 飼料中の有害物質等のモニタリング結果について (平成21年度)
- 36号 飼料中の有害物質等のモニタリング結果について (平成22年度)
- 37号 飼料中の有害物質等のモニタリング結果について (平成23年度)
- 38号 飼料中の有害物質等のモニタリング等の結果について (平成24年度)
- 39号 飼料中の有害物質等のモニタリング等の結果について (平成25年度)
- 40号 飼料中の有害物質等のモニタリング等の結果について (平成26年度)
- 41号 飼料中の有害物質等のモニタリング等の結果について (平成27年度)
- 42号 飼料中の有害物質等のモニタリング等の結果について (平成28年度)
- 43号 飼料中の有害物質等のモニタリング等の結果について (平成29年度)
- 44号 飼料中の有害物質等のモニタリング等の結果について (平成30年度)
- 45号 飼料中の有害物質等のモニタリング等の結果について (令和元年度)
- 46号 飼料中の有害物質等のモニタリング等の結果について (令和2年度)
- 47号 飼料中の有害物質等のモニタリング等の結果について (令和3年度)
- 48号 飼料中の有害物質等のモニタリング等の結果について (令和4年度)
- 49号 飼料中の有害物質等のモニタリング等の結果について (令和5年度)
- 50号 飼料中の有害物質等のモニタリング等の結果について (令和6年度)

7) ダイオキシン

- 29号 飼料中のダイオキシン類汚染状況 (平成12~15年度)
- 36号 飼料中のダイオキシン類のモニタリング結果について (平成18~22年度)
- 41号 飼料中のダイオキシン類のモニタリング結果について (平成23~27年度)

8) 遺伝子組換え体

- 31号 遺伝子組換えトウモロコシ (CBH-351: スターリンク) のモニタリング検査結果

3.2 特定添加物検定結果等

- 36号 特定飼料添加物国家検定結果（平成22年度）
- 37号 特定飼料添加物国家検定結果（平成23年度）
- 38号 特定添加物検定結果について（平成24年度）
- 39号 特定添加物検定結果等について（平成25年度）
- 40号 特定添加物検定結果等について（平成26年度）
- 41号 特定添加物検定結果等について（平成27年度）
- 42号 特定添加物検定結果等について（平成28年度）
- 43号 特定添加物検定結果等について（平成29年度）
- 44号 特定添加物検定結果等について（平成30年度）
- 45号 特定添加物検定結果等について（令和元年度）
- 46号 特定添加物検定結果等について（令和2年度）
- 47号 特定添加物検定結果等について（令和3年度）
- 48号 特定添加物検定結果等について（令和4年度）
- 49号 特定添加物検定結果等について（令和5年度）
- 50号 特定添加物検定結果等について（令和6年度）

3.3 薬剤耐性菌

- 23号 アボパルシン添加飼料を給与した採卵鶏雛の耐性菌出現調査
- 24号 鶏糞便由来腸球菌のグリコペプチド系抗生物質に対する薬剤感受性試験
- 26号 バージニアマイシン添加飼料を給与した採卵鶏雛の耐性菌出現調査
 - 〃 抗菌性飼料添加物の給与による鶏糞便由来腸球菌の薬剤感受性に及ぼす影響に関する試験
- 30号 抗菌性飼料添加物の薬剤耐性菌実態調査結果について
- 44号 動物質性飼料原料等の腸球菌の薬剤耐性モニタリング調査（平成30年度）
- 45号 飼料原料及び配合飼料中の腸球菌の薬剤耐性モニタリング調査（令和元年度）
- 49号 飼料中の腸球菌の薬剤耐性モニタリング調査（令和5年度）

3.4 飼養試験

- 3,4号 異常卵の生成について
 - 〃 草炭から分離した繊維に吸着させたフィッシュソリュブル吸着飼料の飼養効果について
- 5号 飼料用酵母の安全性に関する飼養試験 (1)
 - 〃 飼料用酵母の安全性に関する飼養試験 (2)

3.5 組織内残留試験

- 5号 フラゾリドン添加飼料給与豚における筋肉, 肝臓中の当該物質の残留調査
- 15号 合成抗菌剤ナイカルバジンの鶏組織中への残留について
 - 〃 ラサロシドナトリウムの鶏組織への残留について
- 16号 ハロフジノンポリスチレンスルホン酸カルシウムの鶏組織内への残留について
- 17号 デコキネートの鶏組織内への残留について
- 18号 配合飼料に微量添加したデコキネートの鶏組織内への残留について
- 19号 配合飼料に過剰添加したラサロシドナトリウムの鶏組織内への残留について
 - 〃 配合飼料に過剰添加したサリノマイシンナトリウムの鶏組織内への残留について
- 21号 配合飼料に過剰添加したハロフジノンポリスチレンスルホン酸カルシウムのブロイラー組織内への残留
 - 〃 配合飼料に過剰添加したアンプロロリウム・エトパペート・スルファキノキサリンのブロイラー組織内への残留
- 22号 配合飼料中に過剰添加したオキシテトラサイクリンを給与したブロイラー雛組織内への残留
 - 〃 配合飼料中に過剰添加したバージニアマイシンを給与したブロイラー雛組織内への残留
- 23号 配合飼料に過剰添加したアビラマイシンを給与したブロイラー雛組織内への残留
- 25号 配合飼料に過剰添加したセンデュラマイシンナトリウムを給与したブロイラー雛組織内への残留

3.6 サンプルング方法

- 5号 バラ積配送飼料のサンプルング法の検討
- 27号 飼料用動物性油脂のサンプルング方法に関する調査
- 29号 大型容器からの調製魚粉のサンプルング方法の調査について

3.7 その他

- 1号 アミノ酸組成よりみた魚粉の品質
 - 〃 末端消費者の入手配合飼料の成分変動について
 - 〃 高速度粉碎機による試料調製に関する検討
- 2号 輸入アルファルファミールの品質について
 - 〃 バイカチンの成分量
- 3,4号 日本における飼料用としてのメイズの需要と品質について

- 3,4号 最近の配合飼料の重量検査結果から
// 輸入落花生油かす中のアフラトキシンの分析に関する研究
// 飼料中の重金属元素の分析に関する研究
- 5号 配合飼料の品質について
// 配合飼料の袋間の成分量バラツキ調査
// 基準分析法原案作成のための共通試料分析試験成績について
- 6号 りん化アルミニウム剤によるくん蒸後の牧草中のりん化水素残留量について
// 輸入牧草中のりん化水素の残留量調査
// ふすま歩留まりの推定法について
// 魚粉に関する調査について
- 8号 くず大豆に混在するチョウセンアサガオ種子について
- 13号 ポリエーテル系抗生物質を含むバルキータイプ牛用飼料の管理方法の簡略化の可否を検討する実験結果
- 18号 配合飼料におけるペレット加工の殺菌効果について
- 27号 セレン酵母中の有機態セレン（セレノメチオニン）の定量について
- 28号 飼料用動物性油脂の配合飼料工場における工程内残留調査
// ドイツ産麦類中のニトロフェンの分析
- 29号 平成14年度食品循環資源利用飼料の安全性及び品質に関する調査結果概要
- 30号 平成15年度食品循環資源利用飼料の安全性及び品質に関する調査結果の概要について

4 解説

- 2号 微量元素と家畜の栄養障害
// 配合飼料の取扱い方とその品質の見分け方

5 他誌掲載論文（抄録）

- 19号 Simple and rapid cleanup method for determination of aflatoxin B₁ in mixed feed by Sep-Pak Florisil cartridge (マイコトキシシン Vol. 37, 1993)
- 26号 キャピラリー電気泳動法による配合飼料中の8種類の有機酸の同時定量（食品衛生学雑誌 第41巻）
- 27号 遺伝子組換えトウモロコシ CBH351 系統からの組換え遺伝子の検知法（食品衛生学雑誌 第42巻第3号）
// 飼料中のサルモネラ検査法（日本獣医学会家禽疾病学分科会報 No.5）

- 28号 遺伝子組換えトウモロコシ event CBH351 (スターリンク) のブロイラー雛における評価 (Animal Science Journal 第73巻第3号 221-228 ページより転載)
- // 遺伝子組換えトウモロコシ (event CBH351 (スターリンク)) 給与による泌乳牛の健康状態への影響および Cry9C 蛋白質および cry9C 遺伝子の乳汁, 血液, 肝臓および筋肉への移行 (Animal Science Journal 第74巻第2号 81-88 ページより転載)
- // かび毒分析の精度管理—当所の試み— (マイコトキシン 第53巻第1号 63-68 ページより転載)
- // 吸光度法による鶏用飼料中のナラシンの定量法 (畜産の研究 第57巻第3号 373-378 ページより転載)
- 29号 飼料等を対象としたサルモネラ検査における選択分離培地の性能比較 (「畜産の研究」第57巻第7号 780-784 ページより転載)
- 30号 Natural occurrence of type B trichothecenes in formula feeds and feedstuffs in Japan (「Mycotoxins」 Vol.54, No.2, 89-94 ページより転載)
- // Development of Primers for Detection of Meat and Bone Meal in Ruminant Feed and Identification of the Animal of Origin (「Journal of Food Protection」 Vol.67, No.6, 1289-1292 ページより転載)
- // Comparative Studies of the Quantification of Genetically Modified Organisms in Foods Processed from Maize and Soy Using Trial Producing (「Journal of Agricultural and Food Chemistry」 Vol.53, No.6, 2060-2069 ページより転載)
- 31号 Validation of an HPLC analytical method coupled to a multifunctional clean-up column for the determination of deoxynivalenol (「Mycopathologia」 Vol. 161, 239~243 ページより転載)
- 32号 PCR 法を用いた飼料中の魚由来 DNA の検出法の検討 (食品衛生学雑誌第47巻第5号より転載)
- 34号 Zearalenone Contamination and the Causative Fungi in Sorghum (食品衛生学雑誌第50巻第2号より転載)
- // HPLC による飼料中のゴシポールの分析 (食品衛生学雑誌第49巻第4号より転載)
- // Developing PCR Primers Using a New Computer Program for Detection of Multiple Animal-Derived Materials in Feed (Journal of Food Protection, Vol. 71 より転載)
- // Development of PCR Primers for the Detection of Porcine DNA in Feed Using mtATP6 as the Target Sequence (食品衛生学雑誌第50巻第2号より転載)
- // クオリバックス™システムによる飼料中のサルモネラの迅速検出法の検討 (日本食品微生物学会雑誌第25巻第3号より転載)
- // 超微細高密度オゾン水の Salmonella Enteritidis に対する殺菌効果と応用 (鶏病研究会報第44巻第4号より転載)

- 34号 超微細高密度オゾン水の *Campylobacter jejuni* に対する殺菌効果の検討 (鶏病研究会報第44巻第4号より転載)
- 35号 Development of Primers for Detection of Heat-Treated Cetacean Materials in Porcine Meat and Bone Meal (Journal of Food Protection, Vol. 72 より転載)
- 36号 Four-Year Surveillance for Ochratoxin A and Fumonisin in Retail Foods in Japan (Journal of Food Protection, 73(2), 344–352 (2010).)
- // Simultaneous analysis of organic acids and inorganic anions in silage by capillary electrophoresis (Animal Feed Science and Technology, 161, 58–66 (2010).)
- // PCR-RFLP Identification of Prohibited Animal Derived DNA in Animal Feed (Food Hygiene and Safety Science, 52(1), 24–27 (2011).)
- // Guidelines used in Japan to prevent the contamination of feed products with undesirable substances (Veterinaria Italiana, 47(1), 49–52 (2011).)
- 37号 飼料中のサルモネラ検査に用いる選択増菌培地の検討 (日本食品微生物学会雑誌, 28(3), 175–185 (2011).)
- // GC-FPD による飼料中のエテホン分析法の開発と性能評価 (食品衛生学雑誌, 53(1), 45–51 (2012).)
- 38号 Interlaboratory Study of LC-UV and LC-MS Methods for the Simultaneous Determination of Deoxynivalenol and Nivalenol in Wheat (食品衛生学雑誌, 53(3), 152–156 (2012))
- // 腸球菌の微量液体希釈法を用いた薬剤感受性試験の検討 (食品衛生学雑誌, 53(5), 225–232 (2012))
- // Improvement and validation of the method to determine neutral detergent fiber in feed (Anim Sci J, 83(10), 690–695 (2012))
- // Modified use of a commercial ELISA kit for deoxynivalenol determination in rice and corn silage (Mycotoxin Research, DOI number: 10.1007/s12550-012-0155-6 Published online: 30 December 2012)
- 39号 口蹄疫等の防疫における移動式レンダリング装置活用のための技術開発 (家畜衛生学雑誌, 39(4), 149–156 (2014))
- 40号 Occurrence of Four Fusarium Mycotoxins, Deoxynivalenol, Zearalenone, T-2 Toxin, and HT-2 Toxin, in Wheat, Barley, and Japanese Retail Food. (Journal of Food Protection, 77(11), 1940–1946 (2014), doi: 10.4315/0362-028X.JFP-14-185.)
- // Development and inter-laboratory study of a method for quantification of fumonisin B₁, B₂ and B₃ in pet foods (World Mycotoxin Journal, 8(1), 55–61 (2015).)
- // 口蹄疫等の防疫用移動式レンダリング装置から排出される過熱破砕物の充填・運搬手法の検討 (家畜衛生学雑誌, 40(4), 203–213 (2015).)

- 41号 HPLC-FL による配合飼料中ノシヘプタイド定量法の妥当性評価 (食品衛生学雑誌, 56(4), 173-177 (2015).)
- // Formation Ratios of Zearalanone, Zearalenols, and Zearalanols *versus* Zearalenone during Incubation of *Fusarium semitectum* on Sorghum and Ratios in Naturally Contaminated Sorghum (食品衛生学雑誌, 56(6), 247-251 (2015).)
- 42号 Development and inter-laboratory study of a method for quantifying zearalenone in pet foods (World Mycotoxin Journal, 9(4), 497-503 (2016).)
- 43号 Development and inter-laboratory study of a method for quantifying ochratoxin A in pet foods (World Mycotoxin Journal, 10(1), 53-61 (2017).)
- // Sterigmatocystin and aflatoxin B₁ contamination of corn, soybeanmeal, and formula feed in Japan (Mycotoxin Research, 34(1), 21-27 (2018).)
- 46号 Development of a simultaneous quantification method for ten trichothecenes including deoxynivalenol-3-glucoside in feed (Mycotoxin Research, 36(4), 353-360 (2020).)
- 47号 愛玩動物用飼料中の無機ヒ素の液体クロマトグラフー誘導結合プラズマ質量分析計による定量法 (食品衛生学雑誌, 62(5), 139-147 (2021).)
- // 飼料中のゼアラレノン, ゼアララノン, ゼアラレノールおよびゼアララノールの分析法妥当性確認および日本における汚染実態 (JSM Mycotoxins, 72(1), 15-22 (2022).)
- // LC-MS/MS による飼料中のクロルプロファミン定量法の試験室間共同試験 (食品衛生学雑誌, 63(3), 122-127 (2022).)
- 48号 Extraction efficiency of kojic acid from ammonia-treated or non-treated agar medium with various methanol aqueous solvents (JSM Mycotoxins, 72(2), 85-87 (2022).)
- // Whole agar dish culture extraction method to assess the survival of aflatoxigenic fungi in soil samples (JSM Mycotoxins, 73(1), 1-5 (2023).)
- // Inter-laboratory study on simultaneous quantification of ten trichothecenes in feed (Mycotoxin Research, 39(2), 95-108 (2023).)
- 49号 Prevalence and antimicrobial resistance of *Enterococcus* spp. isolated from animal feed in Japan (Frontiers in Veterinary Science, 10 (2023).)
- // Occurrence Evaluation of Aflatoxigenic *Aspergilli* in Thai Corn Using Dichlorvos-ammonia and Whole-agar Extraction Methods (Japan Agricultural Research Quarterly, 58(2), 83-91 (2024).)
- 50号 YES-DC-CP medium facilitates the isolation of *Aspergillus* section *Flavi* from acidic field soils (JSM Mycotoxins, 75(1), 7-10 (2025).)

[閲覧を希望される方へ]

第 32 号から最新号までホームページで公開しています。第 31 号以前の閲覧を希望する方はホームページのお問い合わせフォームよりご連絡願います。

飼料研究報告 (第 32 号～) : <http://www.famic.go.jp/ffis/feed/sub12.html>

お問い合わせフォーム : <https://www.famic.go.jp/famic1412/sub8/form.cgi>

飼料研究報告編集委員

委員長	橋本 陽子	副委員長	古川 明
	青山 幸二		西村 真由美
	石橋 隆幸		野崎 友春
	大島 慎司		橋本 仁康
	黒崎 和美		山多 晴子
	小塚 健志		山多 利秋
	高橋 亜紀子		吉永 晋
	中村 信仁		

飼料研究報告 第50号

発行 独立行政法人農林水産消費安全技術センター
埼玉県さいたま市中央区新都心2番地1
さいたま新都心合同庁舎検査棟
TEL 050-3797-1858
FAX 048-601-1179
<http://www.famic.go.jp/>

令和7年9月

編集 飼料研究報告編集委員会