

技術レポート**2 共通試料による飼料中の鉛の共同試験について**

森 有希子*

1 目 的

農林水産省の定めた有害化学物質のサーベイランス・モニタリングに関するガイドライン¹⁾の中で、当該サーベイランス・モニタリングの結果を評価・公表するに当たっては、個々の分析法について、妥当性確認結果、定量限界、検出限界、標準添加回収率等の技術的情報を明らかにすることが求められている。

飼料分析基準²⁾に記載されている鉛の分析法については、共同試験による妥当性確認が行われていなかった。そのため、今般、改めて実施したのでその結果を報告する。

2 分析試料

市販の鶏用配合飼料及び飼料原料（魚粉）をそれぞれ 1 mm の網ふるいを通過するまで粉碎し、供試試料とした。

3 分析実施要領**3.1 分析方法**

分析法は飼料分析基準第 4 章第 1 節 17 によった。ただし、標準液及び試料溶液の酸濃度を合わせるため、標準液の希釈には、水ではなく 1 mol/L 塩酸を用いた。

3.2 分析点数

各試験室において、濃度を示さずに配布した鉛標準液を試料に添加し、それぞれ 2 点併行分析を実施した。更に、魚粉については自然汚染が認められた（約 0.6 mg/kg）ため、鉛標準液を添加しない試料についても同様に 2 点併行分析を実施した。なお、鶏用配合飼料については自然汚染が認められなかった（検出下限（0.2 mg/kg）未満）。

3.3 分析実施期間

平成 19 年 4 月 9 日～平成 19 年 5 月 18 日

3.4 分析実施試験室

独立行政法人農林水産消費安全技術センター肥飼料安全検査部、同札幌センター、同仙台センター、同名古屋センター、同神戸センター大阪事務所及び同福岡センター（計 6 試験室）

4 分析成績

鶏用配合飼料に鉛として 3.0 mg/kg 相当量を添加した試料並びに魚粉及び当該魚粉に鉛として 3.0 mg/kg 相当量を添加した試料を用いて、6 試験室において共同試験を実施した。

その結果は表 1 のとおりで、鶏用配合飼料の添加試料の測定値（全試験室の平均値、以下同じ。）は 3.02 mg/kg（添加回収率として 101%）、その繰返し精度及び室間再現精度は相対標準偏差（RSD_r

* 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、現 同札幌センター小樽事務所

及び RSD_R) としてそれぞれ 2.7%及び 3.4%, HorRat は 0.25 であった. また, 魚粉の無添加試料の測定値は 0.607 mg/kg, その RSD_r 及び RSD_R はそれぞれ 18%及び 29%, HorRat は 1.7 であり, 魚粉の添加試料の測定値は 3.47 mg/kg (添加回収率として 95.4%), その RSD_r 及び RSD_R はそれぞれ 3.1% 及び 5.5%, HorRat は 0.41 であった.

鉛を添加した試料においては, いずれも HorRat が 0.5 を下回っていたが, この原因として, 当センターの各試験室が本分析法に熟練していることが考えられた.

参考のため, 各試験室で使用した原子吸光光度計の機種及びそのバックグラウンド補正方法を表 2 に示した.

表 1 共同試験結果

試験室番号	鶏用配合飼料		(単位 : mg/kg)			
			魚粉 (無添加)		魚粉 (添加)	
1	3.01	3.14	0.641	0.496	3.39	3.44
2	3.09	2.97	0.612	0.559	3.56	3.68
3	3.11	2.94	0.474	0.501	3.56	3.47
4	2.99	3.04	0.525	0.476	3.22	3.14
5	3.06	3.18	0.540	0.632	3.50	3.83
6	2.87	2.87	1.07	0.753	3.42	3.42
測定値 ^{a)}	3.02		0.607		3.47	
添加回収率 ^{a)} (%)	101		---		95.4	
RSD _r ^{b)} (%)	2.7		18		3.1	
RSD _R ^{c)} (%)	3.4		29		5.5	
HorRat	0.25		1.7		0.41	

a) 平均値 (n=12)

b) 室内繰返し精度 (相対標準偏差)

c) 室間再現精度 (相対標準偏差)

表 2 共同試験に使用した原子吸光光度計及び補正方法

試験室番号	原子吸光光度計の機種名		補正方法
1	Thermo Elemental製	SOLAAR M5	D ₂ ランプ補正
2	日立製作所製	Z-5010	偏光ゼーマン補正
3	島津製作所製	AA-6800	D ₂ ランプ補正
4	日立製作所製	Z-5310	偏光ゼーマン補正
5	Thermo Elemental製	SOLAAR AA	D ₂ ランプ補正
6	Thermo Elemental製	SOLAAR 969 AA	D ₂ ランプ補正

文 献

- 1) 農林水産省消費・安全局長通知：“「サーベイランス・モニタリングの計画・実施及び結果の評価・公表に関するガイドライン」の制定について”，平成 17 年 6 月 7 日，17 消安第 2330 号 (2005).
- 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).