

表1 本抽出法と従来法のダイオキシン類異性体定量値の比較

Dioxins	高速度加熱流下抽出 (A)				アルカリ分解・溶媒抽出 (B)				高速加熱流下抽出 (A)				アルカリ分解・溶媒抽出 (B)			
	定量下限値 pg/g	Mean ± SD	RSD, %	比率 (A/B)	Mean ± SD	RSD, %	比率 (A/B)	Mean ± SD	RSD, %	Mean ± SD	RSD, %	比率 (A/B)	Mean ± SD	RSD, %	比率 (A/B)	
PCDDs	2378-TCDD	0.014	0.13 ± 0.010	7.7	0.13 ± 0.010	7.7	1.0	0.11 ± 0.012	10.5	0.12 ± 0.020	16.7	0.9				
	12378-PeCDD	0.022	0.27 ± 0.010	3.7	0.27 ± 0.020	7.4	1.0	0.19 ± 0.021	11.0	0.19 ± 0.025	13.2	1.0				
	123478-HxCDD	0.038	tr <sup>1)</sup>	-	tr	-	-	nd	-	nd	-	-				
	123678-HxCDD	0.035	0.11 ± 0.0058	5.2	0.12 ± 0.010	8.3	0.9	0.14 ± 0.021	14.9	0.13 ± 0.015	11.8	1.1				
	123789-HxCDD	0.034	tr	-	tr	-	-	nd	-	nd	-	-				
	1234678-HpCDD	0.030	0.079 ± 0.0031	3.9	0.077 ± 0.0066	8.5	1.0	0.046 ± 0.0081	17.6	0.049 ± 0.013	26.2	0.9				
	OCDD	0.11	0.15 ± 0.023	15.4	0.14 ± 0	0.0	1.1	tr	-	tr	-	-				
	2378-TCDF	0.0059	2.1 ± 0.12	5.5	1.9 ± 0	0.0	1.1	0.6 ± 0.057	10.2	0.6 ± 0.030	5.2	1.0				
	12378-PeCDF	0.010	0.28 ± 0.010	3.6	0.27 ± 0.012	4.3	1.0	0.11 ± 0.017	15.7	0.11 ± 0	0.0	1.0				
	23478-PeCDF	0.0069	0.91 ± 0.035	3.9	0.96 ± 0.010	1.0	0.9	0.48 ± 0.035	7.3	0.49 ± 0.020	4.1	1.0				
PCDFs	123478-HxCDF	0.014	0.052 ± 0.0091	17.4	0.050 ± 0.012	24.2	1.0	0.034 ± 0.0055	16.2	0.032 ± 0.0021	6.5	1.1				
	123678-HxCDF	0.017	0.058 ± 0.0035	6.0	0.057 ± 0.0081	14.2	1.0	0.034 ± 0.0058	17.0	0.034 ± 0.0030	8.8	1.0				
	123789-HxCDF	0.025	nd <sup>2)</sup>	-	nd	-	-	nd	-	nd	-	-				
	234678-HxCDF	0.019	0.060 ± 0.0012	1.9	0.055 ± 0.0070	12.7	1.1	0.044 ± 0.0060	13.6	0.044 ± 0.0070	15.9	1.0				
	1234678-HpCDF	0.040	tr	-	tr	-	-	tr	-	tr	-	-				
	1234789-HpCDF	0.031	nd	-	nd	-	-	nd	-	nd	-	-				
	OCDF	0.044	nd	-	nd	-	-	nd	-	nd	-	-				
	3344'-TCB (#77)	0.18	84 ± 2.1	2.5	83 ± 2.1	2.5	1.0	120 ± 10	8.3	130 ± 5.8	4.4	0.9				
	344'5'-TCB (#81)	0.045	4.5 ± 0.058	1.3	4.4 ± 0.20	4.5	1.0	4.8 ± 0.46	9.5	4.8 ± 0.40	8.4	1.0				
	3344'5'-PeCB (#126)	0.018	22 ± 0.58	2.6	21 ± 0.58	2.7	1.0	19 ± 1.2	6.0	21 ± 1.5	7.3	0.9				
3344'55'-HxCB (#169)	0.033	3.0 ± 0.058	1.9	3.0 ± 0.058	1.9	1.0	1.9 ± 0.15	8.2	1.9 ± 0.20	10.5	1.0					
23344'-PeCB (#105)	1.4	910 ± 25	2.8	920 ± 12	1.3	1.0	3200 ± 210	6.5	3000 ± 170	5.8	1.1					
2344'5'-PeCB (#114)	0.51	62 ± 4.7	7.6	61 ± 2.6	4.3	1.0	230 ± 21	9.1	230 ± 10	4.3	1.0					
2344'5'-PeCB (#118)	2.9	2800 ± 0	0.0	2800 ± 58	2.1	1.0	11000 ± 580	5.2	11000 ± 580	5.2	1.0					
2'344'5'-PeCB (#123)	0.52	45 ± 0.58	1.3	44 ± 2.1	4.7	1.0	190 ± 12	6.1	180 ± 25	14.0	1.1					
23344'5'-HxCB (#156)	0.85	290 ± 5.8	2.0	290 ± 5.8	2.0	1.0	820 ± 64	7.8	810 ± 64	7.8	1.0					
23344'5'-HxCB (#157)	0.76	84 ± 1.7	2.1	84 ± 2.0	2.4	1.0	200 ± 15	7.6	190 ± 15	8.0	1.1					
2344'55'-HxCB (#167)	0.70	190 ± 0	0.0	180 ± 5.8	3.2	1.1	410 ± 50	12.2	400 ± 25	6.3	1.0					
23344'55'-HpCB (#189)	2.2	31 ± 1.2	3.7	29 ± 1.5	5.3	1.1	45 ± 5.6	12.4	47 ± 4.0	8.6	1.0					

1) tr: trace (検出下限 tr < 定量下限)

2) nd: not detected

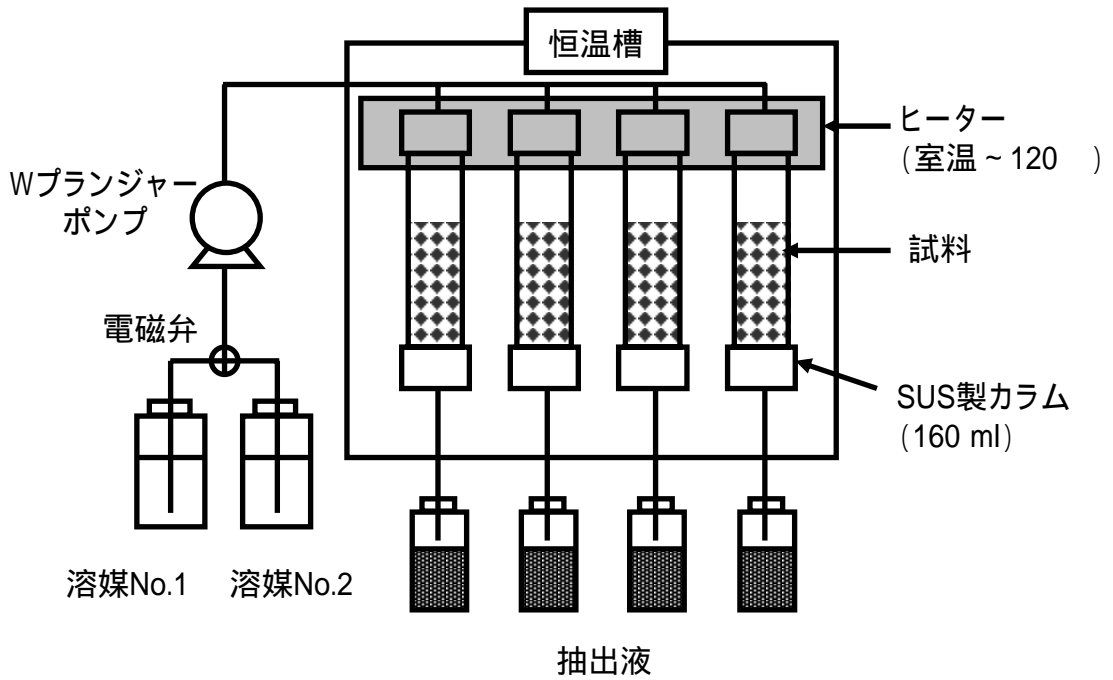


図1 高速加熱流下抽出装置(SE-100型)の概要



魚試料  
(湿重量で20 g)



無水硫酸ナトリウム  
(80 g)とよく混合する。



抽出管(160 ml)につめ、  
クリーンアップスパイクを添加する。



高速加熱流下抽出装置による抽出

抽出条件(最終条件)

溶媒; アセトン - ヘキサン(1:1)混液

カラムオープン; 30

昇温後の静置時間; 15 min

流量; 6 ml/min

抽出時間; 60 min



定法により精製(硫酸処理、多層シリカゲルカラム、アルミナカラム及び活性炭カラム)を行う。

図2 高速加熱流下抽出装置による魚試料からのダイオキシン類抽出フロー

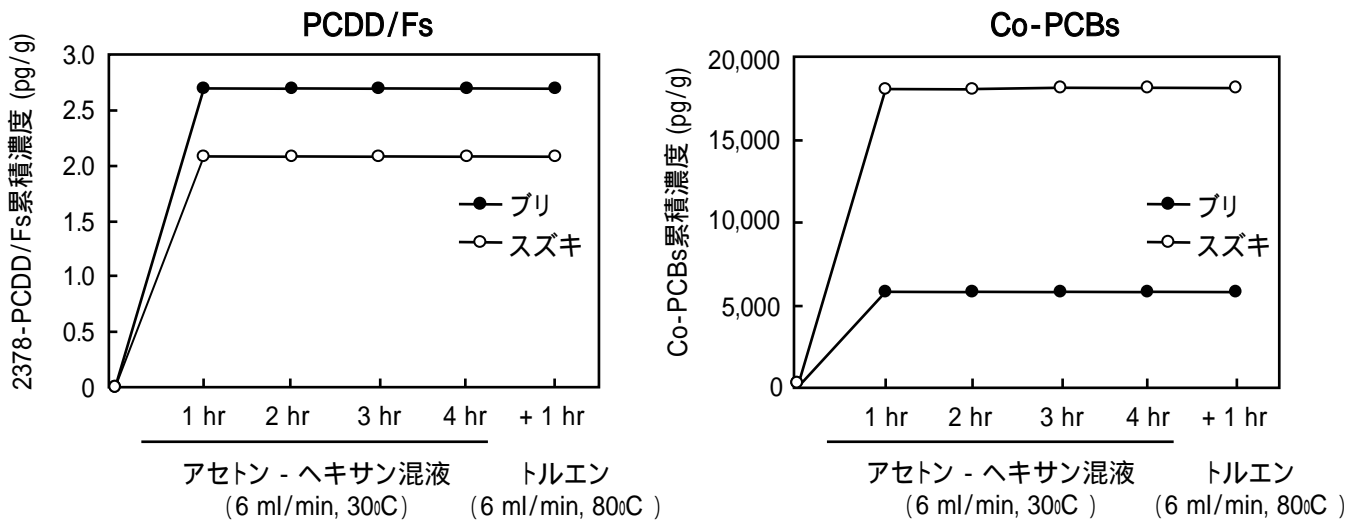


図3 種々の抽出条件におけるダイオキシン類濃度

高速加熱流下抽出

アルカリ分解・溶媒抽出

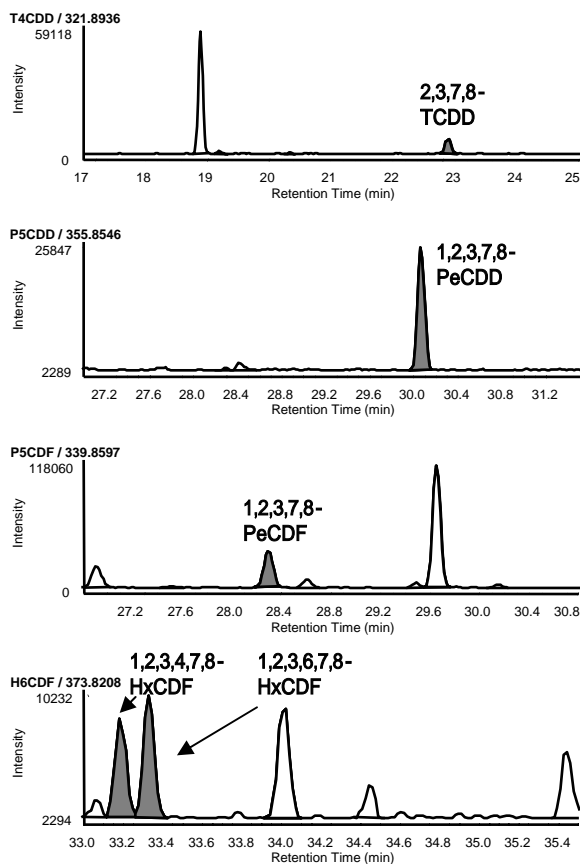
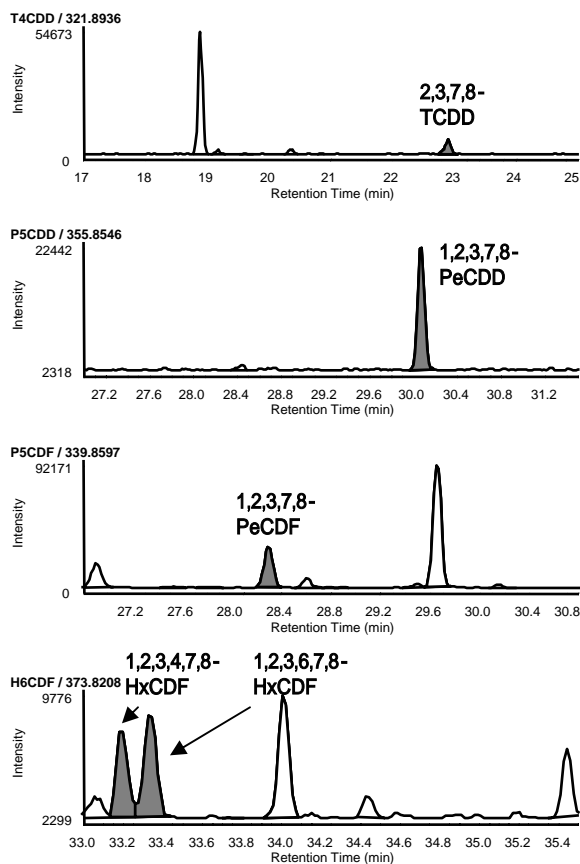


図4-1 プリ試料における本抽出法と従来法のSIMクロマトグラム(DB-5MSカラム対象異性体)

### 高速加熱流下抽出

### アルカリ分解・溶媒抽出

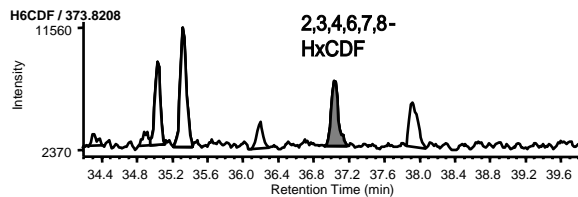
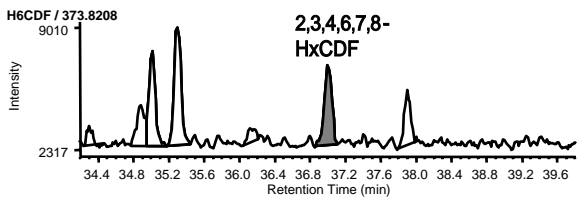
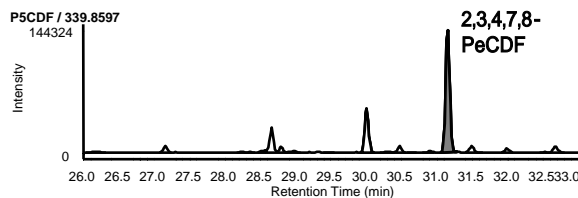
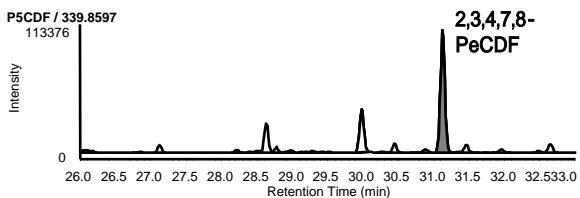
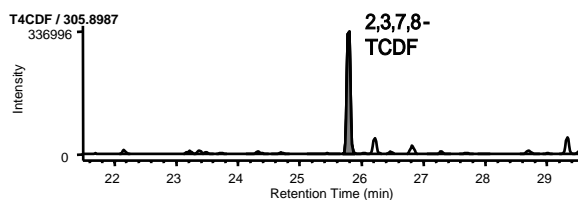
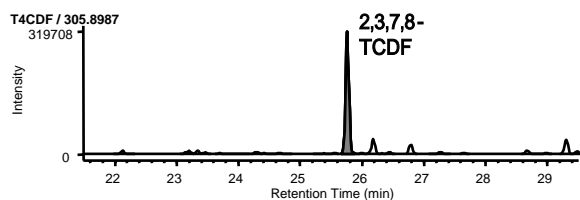
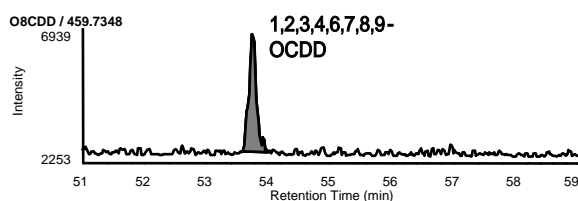
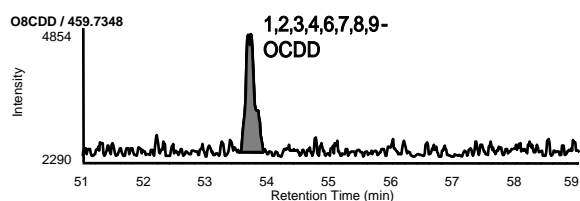
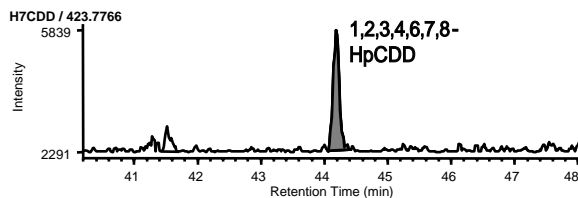
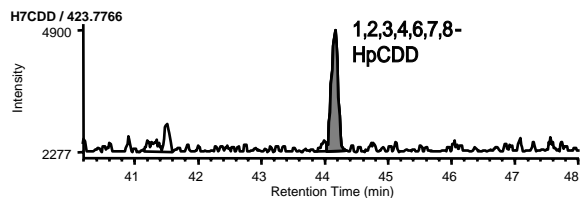
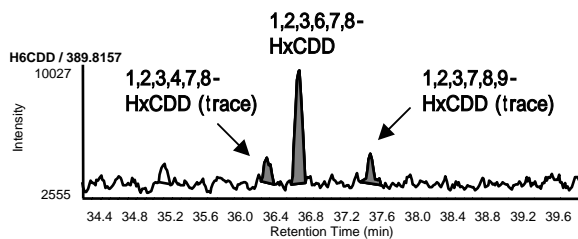
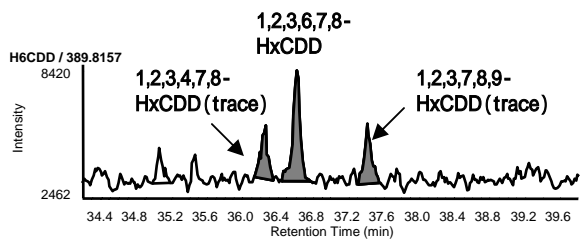


図4-2 プリ試料における本抽出法と従来法のSIMクロマトグラム(DB-17カラム対象異性体)

### 高速加熱流下抽出

### アルカリ分解・溶媒抽出

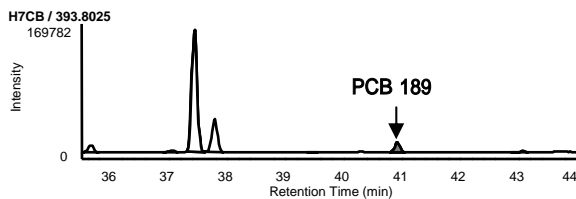
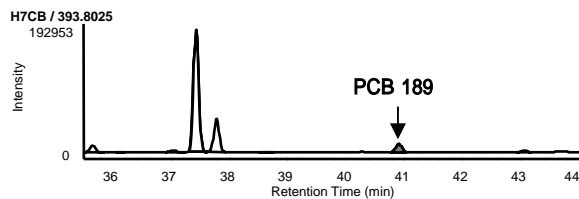
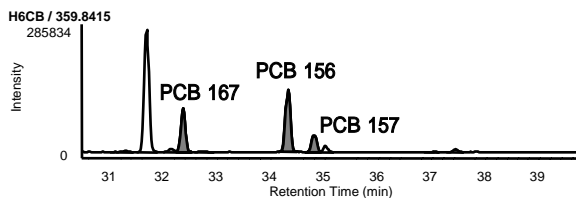
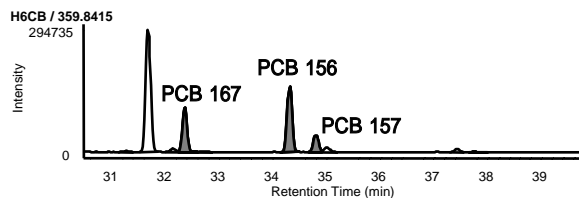
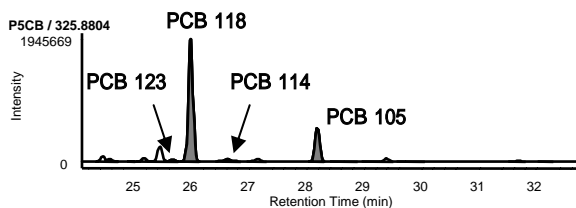
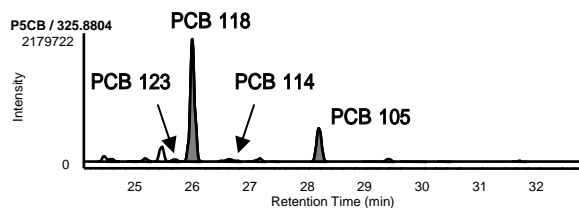
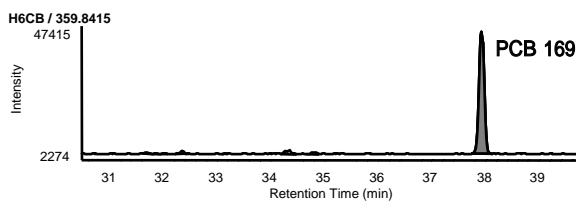
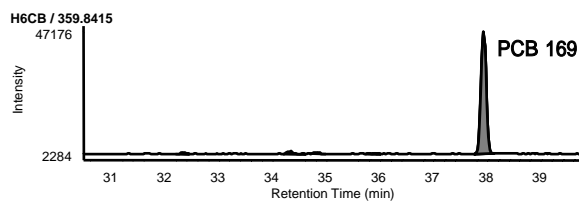
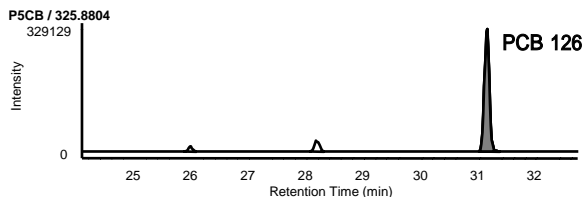
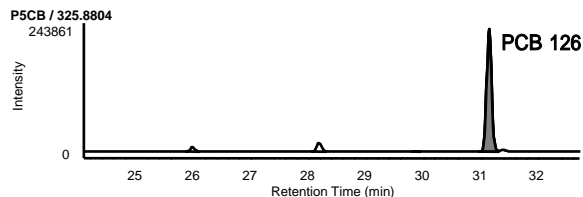
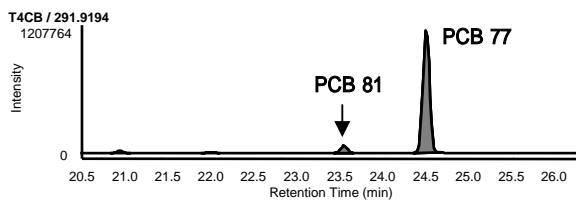
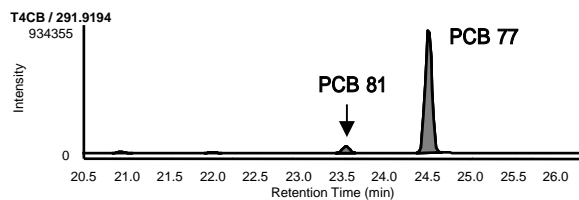


図4-3 プリ試料における本抽出法と従来法のSIMクロマトグラム(HT-8カラム対象異性体)

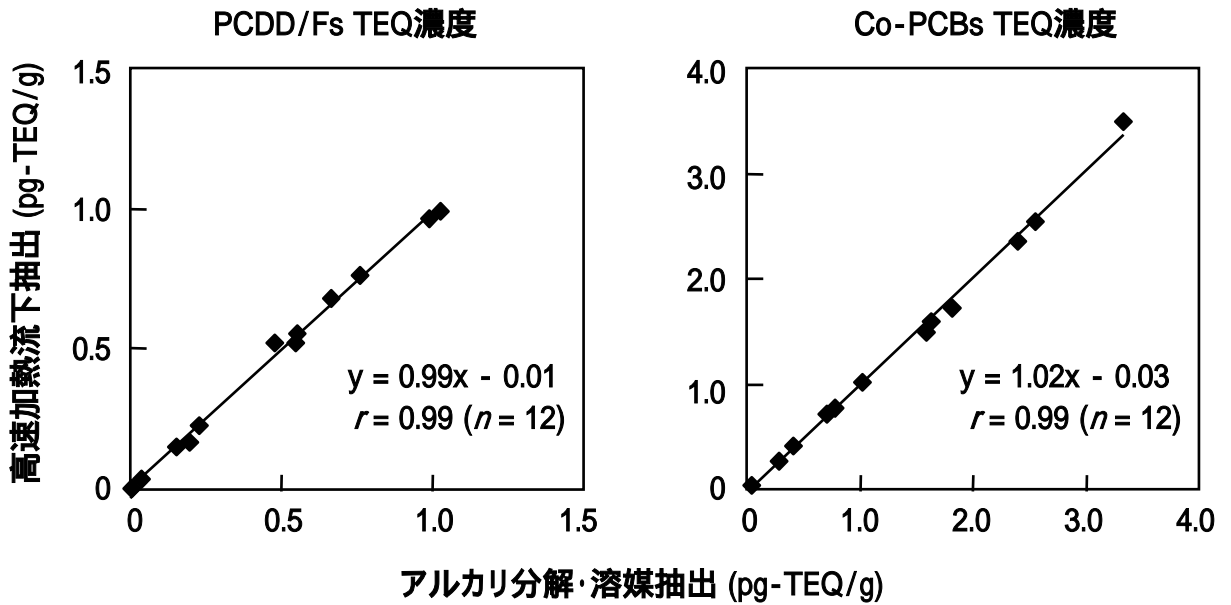


図5 種々の魚試料における毒性等量濃度の比較

12試料(アジ1試料、アナゴ1試料、イワシ1試料、カジキ1試料、カツオ1試料、サケ2試料、ブリ4試料、マグロ1試料)に両抽出法を適用した。

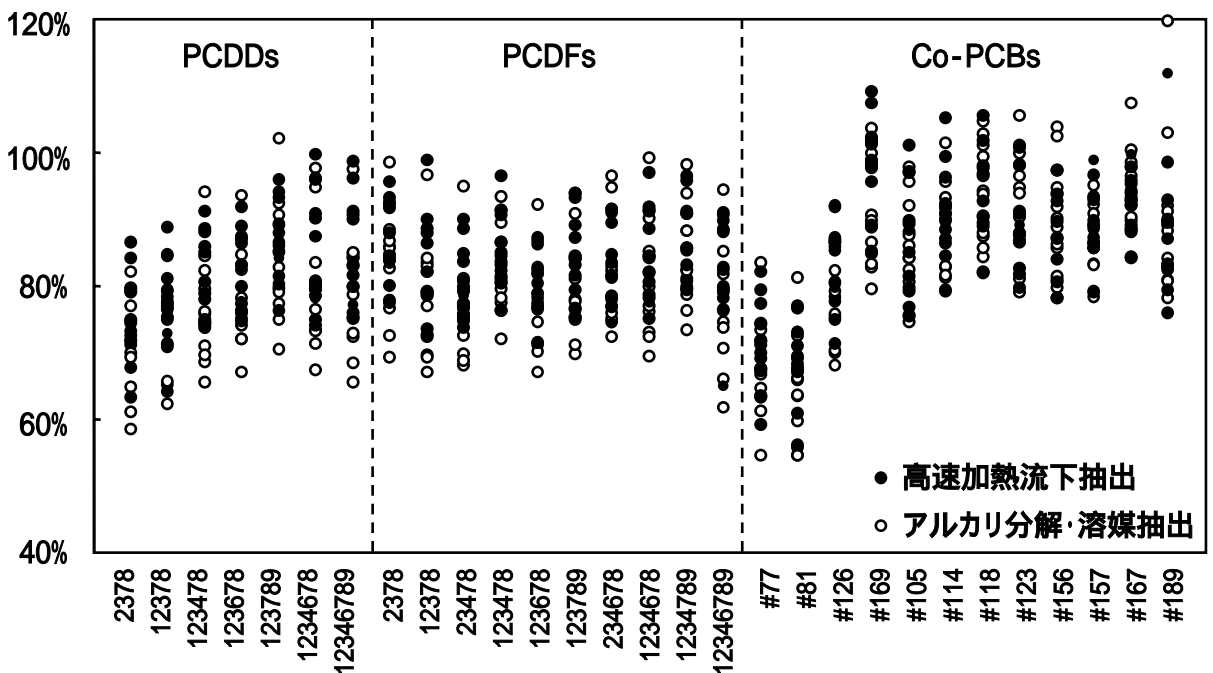


図6 クリーンアップスパイク回収率の比較

図5で分析した12試料のクリーンアップスパイク回収率を示す。