

厚生労働科学研究費補助金（食品の安心・安全確保推進研究事業）  
分担研究報告書

(3) 食品中ダイオキシン類分析の迅速化・信頼性向上に関する研究  
(3-2) 食品中ダイオキシン類分析における高速溶媒抽出法の応用に関する研究  
－動物性食品の迅速抽出への応用－

分担研究者 堤 智昭 国立医薬品食品衛生研究所

**研究要旨**

食品中のダイオキシン類分析方法の迅速化を主たる目的として、高速溶媒抽出法（以下 ASE）について検討を行った。平成 17 年度は動物性食品試料（主に乳製品試料）を対象に検討した。粉末ミルク試料を用いて ASE の使用条件を検討したところ、抽出溶媒をアセトン-*n*-ヘキサン（1：1）混液とし、抽出温度を 150℃に設定したときに高い抽出効率が得られた。マグロ可食部の均一試料を ASE と従来法（アルカリ分解・溶媒抽出法）を用いてダイオキシン類を抽出し、定量値を比較した。その結果、ASE におけるダイオキシン類の定量値の再現性は良好で、各異性体の定量値は ASE と従来法とでほぼ同等であった。さらに動物性食品（18 試料）における ASE 使用時のクリーンアップスパイク（29 異性体）の回収率は 41～108%であり、「食品中のダイオキシン類及びコプラナー PCB 測定方法暫定ガイドライン」の要求事項（40～120%）に適合していた。ASE を使用した場合、短時間（約 30 分）でダイオキシン類を抽出でき、抽出に用いる溶媒量を少量化（約 120 mL）できた。以上の結果から、ASE は動物性食品試料におけるダイオキシン類の迅速かつ精密な抽出方法として使用することが可能と考えられた。

**研究協力者**

福岡県保健環境研究所

堀 就英、安武大輔、飛石和大、中川礼子、  
飯田隆雄

**A. 研究目的**

ダイオキシン類の耐容一日摂取量、すなわちヒトに対する長期間曝露の許容量は、体重 1 kg あたり 4 pg（pg（ピコグラム）は一兆分の一グラム）まで、という非常に僅かな量である。食品汚染に関する分析調査においては、この「超微量」を高い精度で計測することが要求される。

現在の食品中ダイオキシン類分析の問題点のひとつとして、分析結果を得るまでに長時間を要することが挙げられる。とりわけ抽出操作は煩雑で一度に処理できる試料の数は極めて限られたものとなっている。食品中のダイオキシン類分析が迅速に行えるようになれ

ば、人体曝露に関する研究の進展に大きく寄与すると考えられる。

迅速な分析方法の開発は、近年重要性を増している「健康危機管理」の観点からも非常に重要である。食品の汚染問題が発生した場合、行政対応には迅速性が求められ、農水産物の安全性を速やかに確認することが必要である。したがって高精度かつ短期間に食品中のダイオキシン類を分析できる方法を確立することが強く望まれる。

我が国における食品中ダイオキシン類分析方法の標準は「食品中のダイオキシン類及びコプラナー PCB 測定方法暫定ガイドライン」<sup>1)</sup>（以下ガイドライン）である。ガイドラインでは、魚介類や肉類等の試験方法として「アルカリ分解・溶媒抽出」（以下アルカリ分解）や「脂肪抽出・アルカリ分解」が記載されている。ガイドラインは試験法を限定しておらず、ガイドラインの要件を満たすことが実証

され分析精度が十分に確保されれば、記載の手法に代わるものを使用することができる。従来法のアルカリ分解の難点として、①分解操作に長時間を要する（1 検体あたり 2 時間～一夜）、②振とう抽出に使用するガラス器具の容量が大きく取り扱いが不便である、③強アルカリ性溶液を取り扱うため操作に危険を伴う、ことが挙げられる。また、アルカリ分解の過程でダイオキシン類の一部が分解することが指摘されている<sup>2)</sup>。

本分担研究では、食品中ダイオキシン類の分析操作、特に抽出操作に着目し、ダイオキシン類の分析方法の効率化・迅速化について検討した。今回、新規抽出方法として採り上げた「高速溶媒抽出法」（以下 ASE）は既に米国公定法 EPA メソッド 3545 に PFE（Pressurized Fluid Extraction）として環境中の多環芳香族化合物等の抽出方法に採用されている。主に土壌、底質等の迅速抽出方法として応用が試みられている<sup>3,4)</sup>。本抽出法の利点はアルカリ分解と比較して短時間で溶媒使用量も少なく、自動化が出来るという効率性にある。ASE の食品中ダイオキシン類分析への適用例は国内外で僅かであり<sup>5,6)</sup>、その適用性を精査した例は殆ど見当たらない。平成 16 年度に実施した本研究において、ASE を使用すると植物性食品に含まれるダイオキシン類を迅速かつ高効率に抽出できることを示した。そこで今年度は動物性食品を対象に、ダイオキシン類の抽出方法として ASE が使用できるか検討した。

## B. 研究方法

### 1. 試料

抽出条件の検討に用いた粉末ミルクは市販品を購入して使用した。従来法との比較試験に用いた魚（マグロ）は可食部約 330 g を切身で購入した。フードプロセッサーで均一化した後、凍結乾燥処理を行い、乾燥した試料を再度均一化して分析試料とした。また、クリーンアップスパイクの添加回収率（以下 CS 回収率）の測定に用いた種々の動物性食品は福岡県内の小売店で購入し、必要に応じてフ

ードプロセッサーで均一化して試料とした。なお CS 回収率の測定では試料の凍結乾燥処理を行わなかった。

### 2. 試薬及び測定装置

水酸化カリウム、ジエチルエーテルは和光純薬（株）製の特級を、石油エーテルは和光純薬製の残留農薬試験用を、エタノールは関東化学（株）製ダイオキシン類分析用を用いた。その他の試薬、測定装置については平成 16 年度の本分担研究報告書<sup>7)</sup>と同様のものを使用した。

### 3. 抽出及び精製操作

ASE には DIONEX 社製の高速溶媒抽出装置 ASE-300 を用いた。抽出操作は平成 16 年度の本分担研究報告書<sup>7)</sup>と同様に行った。アルカリ分解はガイドラインに従った。試料の抽出及び精製操作を図 1 に示した。

粉末ミルクを用いた ASE 抽出条件の検討においては、ASE で得られた抽出液を無水硫酸ナトリウムで脱水した後、溶媒を留去して乾燥させ、残留物の重量を測定した。得られた残留物を約 10 mL のエタノールに溶解し、残留物重量 2 g に対して 40 mL の割合で 1 N 水酸化カリウム-エタノール溶液を加えて混和し、一夜放置した。得られた溶液を *n*-ヘキサンで振とう抽出し、以降の精製操作に供した。

マグロ試料を用いた比較試験及び種々の動物性食品の分析では、ASE 後のアルカリ分解操作を省略し、抽出液を濃縮乾固後、残留物を *n*-ヘキサンに溶解して硫酸処理し、以降の精製操作に供した。

### 4. ダイオキシン類測定

ダイオキシン類の測定は既報に従った<sup>7)</sup>。

## C. 研究結果及び考察

### 1. ASE における抽出条件の検討

ASE における抽出温度と抽出溶媒について検討を行った。試料は粉末ミルク 20 g を対象とし、抽出温度は 100 °C と 150 °C、抽出溶媒は *n*-ヘキサン及びアセトンと *n*-ヘキサンを等

量混合したもの（以下アセトン・ヘキサン）で抽出効率を比較した。

動物性食品中のダイオキシン類は主に脂肪成分に含まれ、脂肪抽出量の多少は抽出効率の目安となると考えられた。表 1 は各条件で調製した抽出液を乾燥、濃縮乾固して得た残留物の量を比較したものである（残留物はその大半が脂肪成分から成る「粗脂肪」である）。抽出される粗脂肪量は抽出温度が高くなるほど（100 → 150 °C）、また抽出溶媒にアセトン含有したほうが多くなる傾向がみとめられた。また抽出条件「150 °C、アセトン・ヘキサン」における粗脂肪含量の平均値は 26 % であり、常法の振とう抽出で求めた脂肪含量（平均で 24 %）とよく一致していた。

表 2 は粉末ミルク中のダイオキシン類濃度を全重量あたり（pg/g whole basis）で算出して比較したものである。表中カッコ内に示した数値は、検出限界未満でありながら当該ピークを認めた異性体について、濃度を暫定的に算出した。粗脂肪量の結果と同様、抽出温度が高かつ抽出溶媒にアセトン含有させるほうが検出率が高くなり、定量値の高い傾向がみとめられた。一方、各抽出条件における CS 回収率はいずれも良好で、条件間で顕著な差はみとめられなかった（データ未掲載）。以上のことから、抽出条件間の定量値の差異は試料中のダイオキシン類異性体に対する抽出効率の違いに基づくものと考えられた。

表 3 は表 2 の定量結果を抽出物の重量あたり（粗脂肪重量あたり、pg/g lipid basis）に換算した結果である。抽出温度を 150 °C とした場合の条件間（*n*-ヘキサン及びアセトン・ヘキサン）で比較すると、粗脂肪重量あたりに換算することで PCDD/Fs はほぼ同様の定量値となったが、Co-PCBs においては抽出溶媒に *n*-ヘキサンを用いたほうが定量値が若干、高くなる傾向があった。これは、抽出溶媒に *n*-ヘキサンを用いたとき、脂肪成分の抽出が不十分であったため定量値が高めになったものと考えられる。また、この結果は抽出時の Co-PCBs と脂肪成分の挙動が必ずしも完全には一致しない可能性を示唆している。

以上の結果から、粗脂肪の抽出率が高く、その含量（%）が従来法と良く一致し、かつ試料中のダイオキシン類に対して高い抽出効率を示した「抽出温度：150 °C、抽出溶媒：アセトン・ヘキサン」の条件を用い、以後の検討を行うこととした。

現在のところ、我が国において公表されている動物性食品中のダイオキシン類濃度は、全重量あたりで表示されているものが殆どである。今後はダイオキシン類汚染度の相互比較のために脂肪重量あたりの濃度表示を用いることも予想される。ガイドラインは魚介類や肉類、乳類のダイオキシン類分析時に試料中の脂肪含量を併せて測定することとしている。また EU で乳類等に設定されているダイオキシン類の残留基準値には脂肪重量あたりの濃度が適用されている。

我が国では魚介類や肉類等の動物性食品の分析に「アルカリ分解・溶媒抽出」または「脂肪抽出・アルカリ分解」が用いられる。前者では脂肪含量を測定するためにダイオキシン類分析とは別に試料を量り取って調べる必要がある。表 1 の結果から、ASE を使用した場合の粗脂肪量は従来の脂肪抽出法によるものと良く一致した。したがって ASE では、ガイドライン記載の「脂肪抽出・アルカリ分解」と同様に、得られた抽出物の重量をそのまま脂肪重量として濃度換算に用いることができるので、効率的に分析を実施することができる。

## 2. ASE とアルカリ分解の比較—バリデーション—

均一マグロ試料を用いた ASE と従来法（アルカリ分解）の比較試験結果を表 4 に示す。

ダイオキシン類定量値の相対標準偏差（RSD）は ASE で 4 ~ 19 % の範囲であり、アルカリ分解では 1 ~ 27 % とほぼ同等であった。ASE に対するアルカリ分解の平均濃度（pg/g whole basis）の比は OCDD の 2.0 を除いて 0.92 ~ 1.4 の範囲であり、よく一致していた。OCDD の定量値が従来法に対して特に高値を示したのは、平成 16 年度の本分担研究

において乾海苔試料を用いて行った ASE のバリデーション試験結果と同様、ASE の抽出効率の高さが反映されたものと考えられる。

ASE を使用すると従来法に比べて抽出時間が著しく短縮（長い場合で約 20 時間を要していたものが約 30 分に）され、抽出に用いる溶媒量を少量化できる（約 300 mL → 約 120 mL）ため、分析操作の迅速性が向上し、分析経費の削減、試験廃液量の削減に効果的である。また、ASE ではアルカリ分解操作を省略して抽出を行うことが可能であった。従って、本法ではアルカリによるダイオキシン類の分解を懸念する必要がなく、抽出時の危険性が軽減され有害なアルカリ廃液が生じない。ただしアルカリ分解を行う場合に比べ、精製過程の硫酸処理時に硫酸層の着色度が増大し、精製操作がやや煩雑になる一面もあった。

### 3. 種々の動物性食品における CS 回収率

乳製品を中心とした動物性食品（6 種 18 試料）を ASE を用いて抽出し、CS 回収率（29 異性体）を求めた。その結果、回収率は 41 ~ 108% であり、いずれもガイドラインの要求事項である 40 ~ 120 % の範囲内であった（表 5）。

食品試料は多種多様であり、成分や組成も試料毎に異なる。今後様々な動物性食品について実証例を重ねる余地が残されているが、ASE は様々な食品試料に対してフレキシブルに使用できる抽出方法として有望である。我が国において食事経由のダイオキシン類の主たる曝露源は魚及び肉類等の動物性食品であり、モニタリング調査で最も重点がおかれる食品種である。ASE を使用すると短期間に多くの試料を抽出することができる。このことは調査例数の拡大に繋がり、動物性食品の汚染実態調査の進展に寄与するものと考えられる。本報告における抽出の最適条件は平成 16 年度の本研究報告書<sup>7)</sup>で示した植物性食品の抽出条件と同一である。ガイドラインでは食品試料の性状・性質に応じて複数の抽出方法が提示されているが、ASE を使用し、分析対象試料が植物性・動物性の種別に関わらず同

じ抽出条件を適用すれば、実験室における作業効率性の著しい向上が見込まれる。さらに、ガイドラインに牛乳の分析法として記載されている「脂肪抽出・アルカリ分解法」では、分液漏斗を使用する抽出操作中にエマルジョンが生成しやすく、エマルジョンを解消するために煩雑な操作を余儀なくされ、定量データの再現性と回収率を悪化させる要因となっていた。ASE では抽出過程でエマルジョンは殆ど生成しないため、作業効率や再現性の向上に有利である。

### D. 結論

市販の粉末ミルクを用いて ASE の抽出条件を検討したところ、抽出温度を 150 °C、抽出溶媒をアセトン・ヘキサンに設定したとき、高い抽出効率を得られた。

本抽出条件を用いてマグロ試料を抽出し、従来法（アルカリ分解）と比較したところ、両者のダイオキシン類定量値はよく一致した。

さらに乳製品を中心とした動物性食品に対して ASE を使用した結果、良好な CS 回収率が得られ、ガイドラインの要求事項（40 ~ 120 %）の範囲内であった。以上の結果から、ASE は動物性食品に含まれるダイオキシン類を抽出する方法として使用可能であると考えられた。

### E. 参考文献

- 1) 厚生省生活衛生局”食品中のダイオキシン類及びコプラナー PCB の測定方法暫定ガイドライン”平成 11 年 10 月
- 2) 高管卓三、青野さや香、秋月哲也、中川貴之、渡邊清彦、井上毅：アルカリ分解法を用いた PCB、ダイオキシン分析の課題。第 10 回環境化学討論会講演要旨集（2001）28-29.
- 3) Richter, B.E., Ezzell, J.L., Knowles, D.E., Hoefler, F., Mattulat, A.K.R., Scheutwinkel, M., Waddell, D.S., Gobran, T., Khurana, V.: Extraction of polychlorinated-*p*-dioxins and polychlorinated dibenzofurans from environmental samples using accelerated solvent extraction (ASE). *Chemosphere*, **34** (1997) 975-987.

4) 岸田真男、山本仁史、服部幸和：高速溶媒抽出装置を用いた底質中のダイオキシン類の分析. 第 12 回環境化学討論会講演要旨集 (2003) 602-603.

5) Hashimoto, S., Shibata, Y., Tanaka, H., Yatsu, A., Morita, M.: PCDDs and PCDFs contamination in the northern Pacific area reflected on squid liver tissues. *Organohalogen compounds*, **41** (1999) 413-416.

6) 氏家愛子、長船達也、佐藤信俊：高速溶媒抽出装置を用いた PCB 抽出法の検討. 第 41 回全国衛生化学技術協議会年会講演集 (2004) 74-75.

7) 平成 16 年度厚生労働科学研究補助金研究報告書：「ダイオキシン類による食品汚染実態の把握に関する研究 (3) 食品中ダイオキシン類分析の迅速化・信頼性向上に関する研究 (3-2) 食品中ダイオキシン類分析における高速溶媒抽出法の応用に関する研究」

## F. 研究業績

### 1. 論文発表

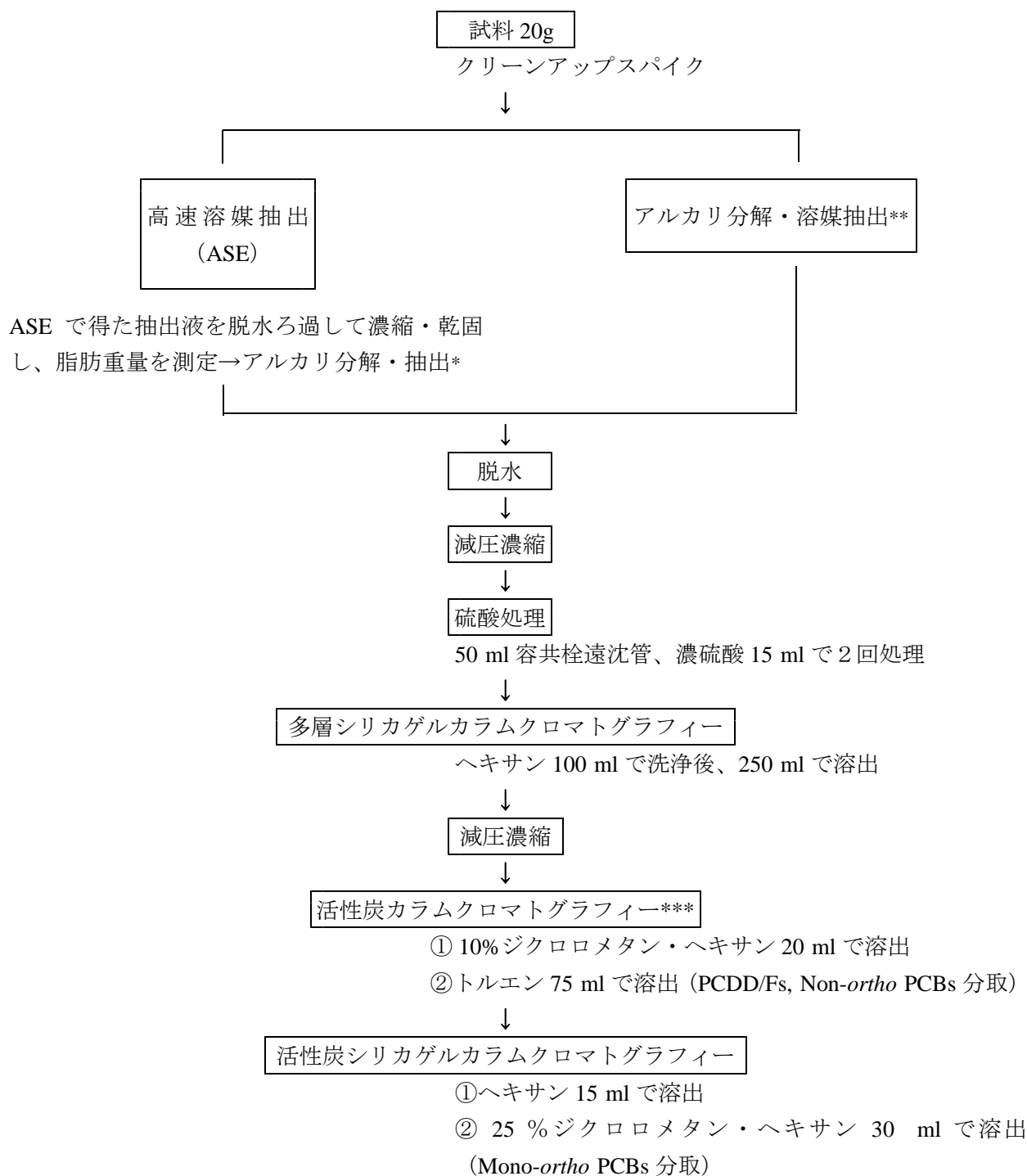
なし

### 2. 学会発表

堀 就英<sup>\*1</sup>、飯田隆雄<sup>\*1</sup>、中川礼子<sup>\*1</sup>、芦塚由紀<sup>\*1</sup>、飛石和大<sup>\*1</sup>、堤 智昭<sup>\*2</sup>、佐々木久美子<sup>\*2</sup>：食品中ダイオキシン類分析における高速溶媒抽出の適用について. 第 42 回全国衛生化学技術協議会年会 (2005. 11)

<sup>\*1</sup> 福岡県保健環境研究所

<sup>\*2</sup> 国立医薬品食品衛生研究所



\*マグロ試料を用いたバリデーション試験及び種々の動物性食品の分析では、ASE 抽出液に対するアルカリ分解操作を省略した。

\*\*アルカリ分解・溶媒抽出では 2%塩化ナトリウム溶液による抽出液の洗浄操作を行う。

\*\*\*活性炭を無水硫酸ナトリウムに対して 0.1% (w/w) になるよう混合・均一化したものを用いる。

図1 ダイオキシン類の抽出及び精製フロー

表1 各種抽出条件における粉末ミルクからの抽出脂肪量の比較

	抽出温度 (°C)	抽出溶媒	試行	粉末ミルク 秤取量(g)	抽出脂肪 重量(g)	抽出脂肪 含量(%)
高速溶媒抽出	100	ヘキサン	1	20.01	0.20	1.0
			2	20.34	0.31	1.5
			3	20.00	0.30	1.5
		アセトン・ヘキサン	1	20.21	0.69	3.4
			2	20.08	0.93	4.7
			3	20.01	1.12	5.6
	150	ヘキサン	1	20.16	3.02	15.0
			2	20.33	3.22	15.8
			3	20.27	3.13	15.5
		アセトン・ヘキサン	1	20.24	5.30	26.2
			2	20.27	5.24	25.8
			3	20.26	5.30	26.1
振とう抽出*	ジエチルエーテル・石油エーテル	1	5.06	1.24	24.4	
		2	4.96	1.19	23.9	
		3	4.96	1.16	23.3	

\*ガイドラインに記載されている脂肪抽出操作に従って脂肪成分の抽出を行った。

表2 粉末ミルク試料を用いた高速溶媒抽出の抽出条件の検討結果\*(単位 : pg/g whole basis)

抽出温度(°C)		100°C			100°C			150°C			150°C		
抽出溶媒		ヘキサン			アセトン・ヘキサン			ヘキサン			アセトン・ヘキサン		
化合物	検出限界 (pg/g)	1回目	2回目	3回目	1回目	2回目	3回目	1回目	2回目	3回目	1回目	2回目	3回目
2,3,7,8-TeCDD	0.01	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
1,2,3,7,8-PeCDD	0.01	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.02	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.021	ND	0.020	(0.011)
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.02	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.026	0.034	0.035	0.046	0.035	0.026
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.02	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.013	(0.018)	(0.018)	0.020
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.02	ND	ND	ND	(0.064)	(0.061)	0.13	0.25	0.19	0.21	0.34	0.38	0.31
OCDD	0.05	0.19	0.25	0.22	0.51	0.62	0.99	2.1	2.2	2.2	3.3	3.6	2.9
2,3,7,8-TeCDF	0.01	ND	ND	ND	0.019	0.016	0.017	0.055	0.055	0.049	0.082	0.080	0.067
1,2,3,7,8-PeCDF	0.01	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.037	0.021	0.030	ND	ND	ND
2,3,4,7,8-PeCDF	0.01	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.043	0.035	0.036	ND	ND	0.024
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.02	ND	ND	ND	ND	(0.0091)	(0.019)	0.031	0.026	0.029	0.051	0.064	0.036
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.02	ND	ND	ND	ND	ND	(0.012)	0.021	ND	(0.012)	0.029	0.030	0.027
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.02	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.014
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.02	ND	ND	ND	ND	ND	(0.0080)	0.022	(0.013)	(0.016)	0.028	0.032	0.020
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.02	ND	ND	ND	0.024	0.020	(0.019)	0.056	0.054	0.085	0.10	0.10	0.11
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.02	ND	ND	ND	ND	ND	(0.010)	ND	ND	ND	ND	ND	ND
OCDF	0.05	ND	ND	ND	(0.024)	(0.014)	0.056	0.14	0.15	0.16	0.25	0.19	0.20
3,3',4,4'-TeCB(#77)	0.1	(0.075)	(0.096)	(0.087)	(0.099)	(0.064)	0.10	0.13	0.11	0.15	0.14	0.15	0.22
3,4,4',5'-TeCB(#81)	0.1	ND	ND	ND	(0.015)	ND	ND	(0.012)	ND	(0.011)	(0.013)	ND	(0.019)
3,3',4,4',5'-PeCB(#126)	0.1	ND	ND	ND	(0.031)	(0.022)	ND	(0.082)	(0.099)	0.11	0.13	0.11	0.11
3,3',4,4',5,5'-HxCB(#169)	0.1	ND	ND	ND	ND	(0.0083)	ND	(0.057)	(0.048)	(0.052)	(0.061)	(0.074)	(0.063)
2,3,3',4,4'-PeCB(#105)	1	(0.23)	(0.31)	(0.32)	(0.53)	(0.55)	(0.88)	1.7	1.6	1.8	2.1	2.1	2.2
2,3,4,4',5'-PeCB(#114)	1	(0.028)	(0.029)	(0.031)	(0.046)	(0.044)	(0.075)	(0.18)	(0.18)	(0.18)	(0.22)	(0.26)	(0.23)
2,3',4,4',5'-PeCB(#118)	1	(0.81)	1.1	1.2	1.8	2.0	3.1	6.9	6.5	7.1	8.9	9.9	9.3
2',3,4,4',5'-PeCB(#123)	1	(0.019)	(0.032)	(0.025)	(0.042)	(0.039)	(0.066)	(0.12)	(0.087)	(0.092)	(0.13)	(0.13)	(0.17)
2,3,3',4,4',5'-HxCB(#156)	1	(0.12)	(0.11)	(0.16)	(0.33)	(0.38)	(0.56)	1.4	1.4	1.4	2.0	2.2	1.9
2,3,3',4,4',5'-HxCB(#157)	1	(0.033)	(0.045)	(0.036)	(0.095)	(0.11)	(0.16)	(0.39)	(0.36)	(0.40)	(0.50)	(0.51)	(0.47)
2,3',4,4',5,5'-HxCB(#167)	1	(0.054)	(0.070)	(0.064)	(0.12)	(0.14)	(0.21)	(0.50)	(0.48)	(0.47)	(0.72)	(0.75)	(0.73)
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB(#189)	1	(0.022)	(0.030)	(0.027)	(0.050)	(0.056)	(0.11)	(0.22)	(0.20)	(0.20)	(0.26)	(0.37)	(0.28)

\*カッコ内の数値は検出限界未満の濃度を暫定値として示した。

表3 粉末ミルク試料を用いた高速溶媒抽出の抽出条件の検討結果 (単位 : pg/g lipid basis)

抽出温度(°C)	100°C			100°C			150°C			150°C		
	ヘキサン			アセトン・ヘキサン			ヘキサン			アセトン・ヘキサン		
抽出溶媒	1回目	2回目	3回目	1回目	2回目	3回目	1回目	2回目	3回目	1回目	2回目	3回目
化合物	1回目	2回目	3回目	1回目	2回目	3回目	1回目	2回目	3回目	1回目	2回目	3回目
2,3,7,8-TeCDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
1,2,3,7,8-PeCDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
1,2,3,4,7,8-HxCDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.13	ND	0.076	0.042
1,2,3,6,7,8-HxCDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.17	0.22	0.22	0.18	0.13	0.10
1,2,3,7,8,9-HxCDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.085	0.064	0.071	0.076
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	ND	ND	ND	1.9	1.3	2.2	1.7	1.2	1.4	1.3	1.5	1.2
OCDD	19	16	14	15	13	18	14	14	14	13	14	11
2,3,7,8-TeCDF	ND	ND	ND	0.54	0.34	0.31	0.36	0.35	0.32	0.31	0.31	0.26
1,2,3,7,8-PeCDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.24	0.13	0.19	ND	ND	ND
2,3,4,7,8-PeCDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.29	0.22	0.23	ND	ND	0.093
1,2,3,4,7,8-HxCDF	ND	ND	ND	ND	0.20	0.33	0.20	0.17	0.19	0.20	0.25	0.14
1,2,3,6,7,8-HxCDF	ND	ND	ND	ND	ND	0.22	0.14	ND	0.079	0.11	0.12	0.10
1,2,3,7,8,9-HxCDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.052
2,3,4,6,7,8-HxCDF	ND	ND	ND	ND	ND	0.14	0.15	0.085	0.10	0.11	0.12	0.078
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	ND	ND	ND	0.70	0.43	0.34	0.37	0.34	0.55	0.40	0.39	0.41
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	ND	ND	ND	ND	ND	0.19	ND	ND	ND	ND	ND	ND
OCDF	ND	ND	ND	0.69	0.29	1.0	0.96	0.98	1.1	0.95	0.75	0.75
3,3',4,4'-TeCB(#77)	7.7	6.4	5.7	2.9	1.4	1.8	0.88	0.67	0.97	0.53	0.58	0.83
3,4,4',5'-TeCB(#81)	ND	ND	ND	0.43	ND	ND	0.079	ND	0.072	0.049	ND	0.071
3,3',4,4',5'-PeCB(#126)	ND	ND	ND	0.92	0.46	ND	0.54	0.63	0.69	0.49	0.42	0.41
3,3',4,4',5,5'-HxCB(#169)	ND	ND	ND	ND	0.18	ND	0.38	0.31	0.34	0.23	0.29	0.24
2,3,3',4,4'-PeCB(#105)	23	21	21	16	12	16	11	10	11	8.2	8.1	8.6
2,3,4,4',5'-PeCB(#114)	2.8	1.9	2.1	1.3	0.94	1.3	1.2	1.1	1.2	0.83	1.0	0.89
2,3',4,4',5'-PeCB(#118)	82	71	76	53	43	55	46	41	46	34	39	36
2',3,4,4',5'-PeCB(#123)	2.0	2.1	1.6	1.2	0.85	1.2	0.79	0.55	0.60	0.51	0.51	0.63
2,3,3',4,4',5'-HxCB(#156)	12	7.6	10	9.7	8.2	9.9	9.6	8.7	8.9	7.8	8.5	7.1
2,3,3',4,4',5'-HxCB(#157)	3.3	3.0	2.3	2.8	2.3	2.8	2.6	2.3	2.6	1.9	2.0	1.8
2,3',4,4',5,5'-HxCB(#167)	5.5	4.7	4.2	3.6	3.0	3.7	3.3	3.1	3.1	2.7	2.9	2.8
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB(#189)	2.2	2.0	1.8	1.5	1.2	1.9	1.4	1.2	1.3	1.0	1.4	1.1



表4 マグロ試料を用いた高速溶媒抽出とアルカリ分解・溶媒抽出のダイオキシン類定量値の比較 (単位: pg/g whole basis)

化合物	ASE (n=4)			アルカリ分解・溶媒抽出 (n=4)			a / b
	範囲	平均 <sup>a</sup>	RSD(%)	範囲	平均 <sup>b</sup>	RSD(%)	
2,3,7,8-TeCDD	0.61 - 0.67	0.64	4	0.60 - 0.72	0.67	7	0.96
1,2,3,7,8-PeCDD	0.75 - 0.83	0.80	5	0.76 - 0.80	0.77	3	1.0
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.023 - 0.035	0.028	19	0.020 - 0.030	0.024	16	1.2
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.20 - 0.22	0.21	5	0.20 - 0.22	0.21	4	0.99
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.026 - 0.037	0.032	17	0.022 - 0.028	0.025	12	1.2
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.058 - 0.067	0.065	7	0.055 - 0.058	0.057	2	1.1
OCDD	0.15 - 0.17	0.16	6	0.070 - 0.094	0.081	13	2.0
2,3,7,8-TeCDF	4.4 - 5.5	5.0	9	4.8 - 5.3	5.1	5	0.98
1,2,3,7,8-PeCDF	0.92 - 1.1	0.99	6	0.94 - 1.0	0.96	3	1.0
2,3,4,7,8-PeCDF	2.7 - 3.1	2.9	5	2.7 - 2.8	2.7	2	1.1
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.15 - 0.21	0.19	14	0.15 - 0.25	0.18	26	1.1
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.14 - 0.21	0.18	19	0.17 - 0.21	0.18	11	1.0
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.11 - 0.15	0.13	14	0.12 - 0.14	0.13	7	1.0
2,3,4,6,7,8-HxCDF	ND	ND	-	ND	ND	-	-
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.067 - 0.079	0.072	7	0.050 - 0.063	0.055	11	1.3
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	ND	ND	-	ND	ND	-	-
OCDF	ND	ND	-	ND	ND	-	-
3,3',4,4'-TeCB(#77)	218 - 271	244	9	259 - 278	267	3	0.91
3,3',4,5'-TeCB(#81)	17 - 21	19	9	20 - 21	20	1	0.94
3,3',4,4',5'-PeCB(#126)	214 - 247	230	6	229 - 237	233	1	0.99
3,3',4,4',5,5'-HxCB(#169)	26 - 29	27	5	28 - 28	28	1	0.97
2,3,3',4,4'-PeCB(#105)	60000 - 72000	64000	9	50000 - 68000	61000	14	1.1
2,3,4,4',5'-PeCB(#114)	2700 - 3400	3100	10	2700 - 2900	2800	4	1.1
2,3',4,4',5'-PeCB(#118)	100000 - 12000	110000	6	110000 - 130000	120000	8	0.96
2',3,4,4',5'-PeCB(#123)	2600 - 4100	3600	19	1900 - 3700	2700	27	1.4
2,3,3',4,4',5'-HxCB(#156)	31000 - 37000	36000	9	32000 - 42000	39000	12	0.92
2,3,3',4,4',5'-HxCB(#157)	8500 - 10000	9400	8	8000 - 11000	9700	13	0.97
2,3',4,4',5,5'-HxCB(#167)	20000 - 23000	22000	7	20000 - 25000	23000	11	0.96
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB(#189)	4900 - 5900	5600	8	4400 - 5300	5000	9	1.1

表5 高速溶媒抽出による動物性食品中ダイオキシン類のクリーンアップスパイク回収率 (%)

	1	2	3	4	5	6	7	8	9
	アイスクリーム	アイスクリーム	牛乳	ヨーグルト (はっ酵乳)	チーズ	クッキー	クッキー	ビスケット	ビスケット
2, 3, 7, 8-TeCDD	82	70	87	80	57	84	76	62	82
1, 2, 3, 7, 8-PeCDD	72	61	73	81	52	72	67	55	67
1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDD	85	74	80	90	65	80	83	66	75
1, 2, 3, 6, 7, 8-HxCDD	78	64	72	81	60	74	77	60	67
1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDD	86	54	81	89	62	84	87	63	75
1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-HpCDD	76	55	71	86	81	72	68	68	70
OCDD	86	53	83	96	102	80	78	71	75
2, 3, 7, 8-TeCDF	94	80	87	86	71	88	82	79	87
1, 2, 3, 7, 8-PeCDF	78	64	72	82	78	69	72	69	71
2, 3, 4, 7, 8-PeCDF	80	64	73	80	69	69	67	63	69
1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDF	79	68	75	86	86	71	80	69	70
1, 2, 3, 6, 7, 8-HxCDF	74	62	69	79	82	69	74	64	65
2, 3, 4, 6, 7, 8-HxCDF	97	69	87	94	97	83	89	81	84
1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDF	92	48	88	92	94	88	91	78	76
1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-HpCDF	81	68	78	89	95	79	75	76	77
1, 2, 3, 4, 7, 8, 9-HpCDF	78	51	77	94	92	75	72	70	73
OCDF	86	59	82	102	101	78	75	67	75
3, 3', 4, 4'-TeCB (#77)	73	73	60	61	48	60	48	54	67
3, 3', 4, 5'-TeCB (#81)	69	60	53	51	51	51	45	51	60
3, 3', 4, 4', 5-PeCB (#126)	78	78	70	72	77	70	54	63	72
3, 3', 4, 4', 5, 5'-HxCB (#169)	89	85	81	91	94	73	60	70	79
2, 3, 3', 4, 4'-PeCB (#105)	70	67	69	71	75	67	71	64	62
2, 3, 4, 4', 5-PeCB (#114)	71	62	68	79	79	66	71	67	67
2, 3', 4, 4', 5-PeCB (#118)	74	65	70	72	78	68	70	62	56
2', 3, 4, 4', 5-PeCB (#123)	70	64	68	72	80	69	68	63	59
2, 3, 3', 4, 4', 5-HxCB (#156)	67	58	64	65	72	67	70	69	62
2, 3, 3', 4, 4', 5'-HxCB (#157)	71	62	64	68	77	62	66	65	57
2, 3', 4, 4', 5, 5'-HxCB (#167)	70	66	65	70	77	71	66	65	62
2, 3, 3', 4, 4', 5, 5'-HpCB (#189)	77	72	74	76	86	78	84	82	71

	10	11	12	13	14	15	16	17	18
	クッキー	牛乳	ヨーグルト (はっ酵乳)	ヨーグルト (はっ酵乳)	アイスクリーム	チーズ	チーズ	アイスクリーム	アイスクリーム
2, 3, 7, 8-TeCDD	96	89	89	83	84	64	77	79	85
1, 2, 3, 7, 8-PeCDD	78	74	71	82	81	62	66	78	83
1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDD	85	80	80	86	94	74	84	89	95
1, 2, 3, 6, 7, 8-HxCDD	76	75	72	83	87	73	82	83	91
1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDD	86	82	80	88	95	78	89	91	101
1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-HpCDD	78	72	72	76	83	80	80	81	87
OCDD	84	80	84	83	95	97	100	82	94
2, 3, 7, 8-TeCDF	96	86	91	94	88	78	95	85	96
1, 2, 3, 7, 8-PeCDF	80	74	75	82	85	82	84	80	82
2, 3, 4, 7, 8-PeCDF	75	74	72	78	77	72	73	76	80
1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDF	78	74	80	74	82	89	91	78	88
1, 2, 3, 6, 7, 8-HxCDF	73	70	75	75	79	80	87	78	85
2, 3, 4, 6, 7, 8-HxCDF	94	90	86	90	93	94	97	88	104
1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDF	88	84	90	89	97	99	99	92	100
1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-HpCDF	84	75	74	77	86	92	94	85	90
1, 2, 3, 4, 7, 8, 9-HpCDF	81	72	79	80	92	100	95	88	89
OCDF	85	82	84	82	95	108	102	92	102
3, 3', 4, 4'-TeCB (#77)	76	71	66	66	60	50	66	59	64
3, 3', 4, 5'-TeCB (#81)	69	61	55	55	49	41	64	50	53
3, 3', 4, 4', 5-PeCB (#126)	79	76	74	77	76	68	69	74	77
3, 3', 4, 4', 5, 5'-HxCB (#169)	84	81	79	86	86	85	79	84	89
2, 3, 3', 4, 4'-PeCB (#105)	78	77	73	72	81	69	77	74	72
2, 3, 4, 4', 5-PeCB (#114)	81	75	77	77	80	68	78	72	76
2, 3', 4, 4', 5-PeCB (#118)	69	71	69	71	75	73	78	69	67
2', 3, 4, 4', 5-PeCB (#123)	73	76	71	74	79	71	79	71	70
2, 3, 3', 4, 4', 5-HxCB (#156)	79	81	69	68	84	73	86	71	68
2, 3, 3', 4, 4', 5'-HxCB (#157)	78	76	67	63	80	66	81	65	61
2, 3', 4, 4', 5, 5'-HxCB (#167)	75	74	73	64	80	72	85	81	65
2, 3, 3', 4, 4', 5, 5'-HpCB (#189)	87	95	82	74	96	81	108	78	80