

つ、十分に分解と抽出ができる方法の開発を試みた。すなわち、魚を KOH エタノール溶液で分解後、分液ロートでヘキサン抽出する方法として、①環境省報告³⁾に記載されている方法(A法)と②その改良法、③「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⁴⁾に一例として記載されている方法(B法)と④その改良法、および⑤エタノール・ヘキサンで抽出後、KOH を加えて分解・精製する”抽出分解法”の5つの方法を比較検討した。これらの方法の基本フローを図1に示す。

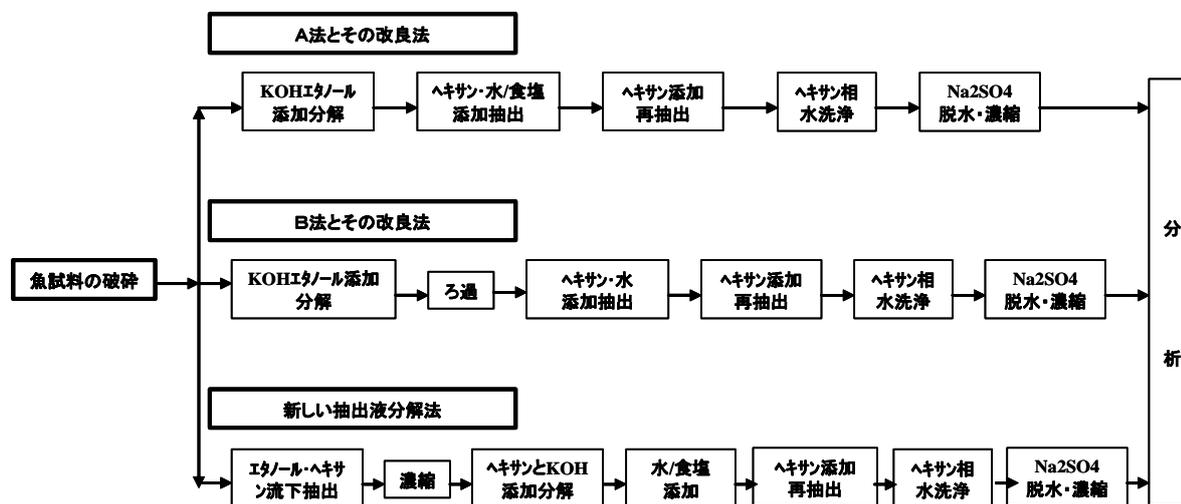


図1 アルカリ分解・抽出法を検討した基本操作フロー

直接分解法のうち A 法とその改良法では、フードプロセッサで細かく砕いて均一化した魚試料に、1mol/L の KOH エタノール溶液を単位試料重量あたり 5mL/g-wet を加えた。その後、90℃で還流しながら2時間分解したのち、A 法については KOH エタノール液量の 8/5 倍量のヘキサンと 10 倍量の 10%食塩水を、A 法改良法については KOH エタノール液量の 2/5 倍量のヘキサンと等倍量の水を加えて、振とう抽出後にヘキサン相の分離状態を観察、評価した。ヘキサンが分離できた場合には水・エタノール相にヘキサンを再度添加して抽出後、A 法改良法については合わせたヘキサンを同量の精製水で 2 回洗浄し、無水硫酸ナトリウム(Na₂SO₄)で脱水後にヘキサンを蒸発させ、残さの状態を観察し、重量を測定した。

B 法とその改良法では、フードプロセッサで細かく砕いて均一化した魚試料に、1mol/L の KOH エタノール溶液を単位試料重量あたり 3mL/g-wet または 5mL/g-wet 加えて、さらに

ホモジナイザーで混合した(ただし、クロマグロは、ホモジナイザーに組織が挟まり操作不能であった)。20℃または 40℃で 2 時間攪拌、あるいは 20℃で 15 時間静置して分解後、ろ過した液について、ヘキサン(KOH エタノール液量の 2/5 倍量)と水(KOH エタノール液量と同量)を加えて振とう抽出した。その後、ヘキサン相の分離状態を観察し、ヘキサン相が分離できた場合は、水・エタノール相にヘキサンを再度添加して抽出後、合わせたヘキサンを 2/3 倍量の精製水で 2 回洗浄し、無水 Na₂SO₄ で脱水後、ヘキサンを蒸発させ、残さの観察と重量測定を行った。

抽出液分解法では、4 試料が同時に抽出できる加熱流下式高速抽出装置 SE-100 型(ダイアインスツルメンツ社製)を用いて抽出を行った。抽出条件は、平成 16 年度厚生労働科学研究補助金による研究成果「高速加熱流下抽出装置による市販魚中ダイオキシン類の抽出法の検討」⁵⁾ でダイオキシン類が十分抽出