# 調査資料

# 2 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)

山本 謙吾\*1、山多 利秋\*2、小野 雄造\*3

Monitoring Results of PCDDs, PCDFs and Co-PCBs in Feeds (in the fiscal 2006~2010)

Kengo YAMAMOTO\*1, Toshiaki YAMATA\*2 and Yuzo ONO\*3

(\*1 Food and Agricultural Materials Inspection Center, Fertilizer and Feed Inspection Department, \*2 Food and Agricultural Materials Inspection Center, Fertilizer and Feed Inspection Department (Now Kobe Regional Center),

\*3 Food and Agricultural Materials Inspection Center, Fertilizer and Feed Inspection Department (Now Fukuoka Regional Center))

The contamination of dioxins (polychlorinated dibenzo-para-dioxins (PCDDs), polychlorinated dibenzofurans (PCDFs) and coplanar polychlorinated biphenyls (Co-PCBs)) in feedstuffs of animal by-product was investigated. From fiscal year 2006 to 2010, 54 fish meal samples, 41 fish oil samples, 54 animal fats and oils samples, and 9 meat-and-bone meal samples were collected from the Japanese feed production industry. These samples were digested with 2 mol/L potassium hydroxide ethanol solution, and dioxins were extracted with These extracts were purified with multi-layered silica gel column. were purified and separated into mono-ortho Co-PCBs fraction and PCDDs + PCDFs + non-ortho Co-PCBs fraction with active carbon-dispersed silica gel reversible column. Dioxins in each fraction were analyzed by a high resolution GC-MS, and then toxic equivalent quantities (TEQ) of PCDDs + PCDFs, Co-PCBs and the total value were calculated. The TEQ levels of dioxins in feedstuff samples were in the range of  $0.0006 \sim 2.4$  ng-TEQ/kg for fish meal,  $0.82 \sim 22$  ng-TEQ/kg for fish oil,  $0.004 \sim 5.2$  ng-TEQ/kg for animal fats and oils,  $0.0006 \sim 0.06$  ng-TEQ/kg for meat-and-bone meal, respectively. The congener profile in samples of fish meal, fish oil, animal fats and oils, meat-and-bone meal suggested that the total TEQ was derived mainly from Co-PCBs, which accounted for  $80 \sim 93$  % of the total TEQ value. Especially, the sum of non-ortho Co-PCBs represented  $75 \sim 83\%$  of the total TEQ.

Key words: dioxin; polychlorinated dibenzo-para-dioxin (PCDD); polychlorinated dibenzofuran (PCDF); coplanar polychlorinated biphenyl (Co-PCB); feedstuff; fish meal; fish oil; animal fats and oils; meat-and-bone meal; TEQ (2,3,7,8-TeCDD Toxicity Equivalent Quantity)

<sup>\*1</sup> 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

<sup>\*2</sup> 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 同神戸センター

<sup>\*3</sup> 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 同福岡センター

キーワード:ダイオキシン;ポリ塩化ジベンゾ-パラ-ジオキシン;ポリ塩化ジベンゾフラン;コプラナーポリ塩化ビフェニル;飼料原料;魚粉;魚油;動物性油脂;肉骨粉; 毒性当量

### 1 緒 言

農林水産消費安全技術センターは、「ダイオキシン対策推進基本指針」(平成 11 年 3 月ダイオキシン対策関係閣僚会議決定)及び「食品の安全性に関する有害化学物質サーベイランス・モニタリング中期計画」(平成 18 年 4 月 20 日農林水産省公表. 以下「中期計画」という.)に基づき、飼料中のダイオキシン類(ポリ塩化ジベンゾ・パラ・ジオキシン(以下「PCDDs」という.)、ポリ塩化ジベンゾフラン(以下「PCDFs」という.)及びコプラナーポリ塩化ビフェニル(以下「Co-PCBs」という.))のモニタリング調査を平成 12 年度から実施し、各飼料の毒性当量(TEQ)について順次報告してきた1).

今回,中期計画期間(平成18~22年度)のモニタリング結果について,飼料の種類別に取りまとめたので概要を報告する.

# 2 実験方法

#### 2.1 試 料

平成 18 年度は(旧) 肥飼料検査所本部,札幌事務所,仙台事務所,名古屋事務所,大阪事務所及び福岡事務所において,平成 19~22 年度は農林水産消費安全技術センター肥飼料安全検査部,札幌センター,仙台センター,名古屋センター,神戸センター((旧)神戸センター大阪事務所を含む),福岡センターにおいて飼料原料工場,配合飼料工場,港湾倉庫等から採取した魚粉(54 検体),魚油(41 検体),動物性油脂(54 検体)及び肉骨粉(9 検体)を供試試料とした.試料の採取方法は,飼料等検査実施要領<sup>2)</sup>に準拠した.

分析用試料の調製及び保管方法は、飼料分析基準<sup>3)</sup>第2章の規定に準拠した.

なお、魚油及び動物性油脂については 70 °C に加温して融解し、よく混合して採取したものを供試試料とした.

#### 2.2 方 法

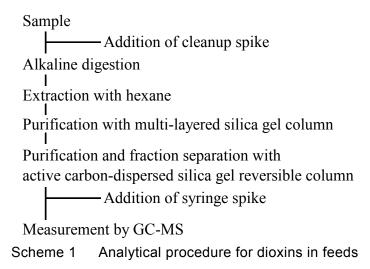
ダイオキシン類の測定方法並びに各異性体の定量及び毒性当量への換算は、飼料中のダイオキシン類の定量法暫定ガイドライン<sup>4)</sup>に準拠した.

また、分析法の概要を Scheme 1 に示した.

なお、定量下限値については Table 1 のとおりであり、飼料中の異性体の濃度が定量下限値未満の場合、その異性体の毒性当量を 0 として扱った.

F	PCDDs and PCDF	s	Co-	PCBs
Tetra- and	Hexa- and	Octachlorides	Non-ortho	Mono-ortho
pentachlorides	heptachlorides	Octacinoriues	Non-ortho	Mono-or tho
0.05 ng/kg	0.1 ng/kg	0.2 ng/kg	0.5 ng/kg	1 ng/kg

Table 1 Target lower limit of quantification of dioxins in feeds



#### 3 結 果

## 3.1 飼料の総毒性当量

平成 18~22 年度の飼料原料の種類別の毒性当量を Table 2 に示した.

魚粉 54 検体中のダイオキシン類の総毒性当量は、平均値が 0.68 ng-TEQ/kg(最小 0.0006~最大 2.4 ng-TEQ/kg)であった.

魚油 41 検体中のダイオキシン類の総毒性当量は、平均値が 10 ng-TEQ/kg (最小 0.82~最大 22 ng-TEQ/kg) であった.

動物性油脂 54 検体中のダイオキシン類の総毒性当量は、平均値が 0.27 ng-TEQ/kg (最小 0.004~最大 5.2 ng-TEQ/kg) であった. なお、最大値を示した 1 検体は、魚油を含有する混合油脂であり、これを除いた 53 検体中のダイオキシン類の総毒性当量は、平均値が 0.18 ng-TEQ/kg (最小 0.004~最大 0.62 ng-TEQ/kg) であった.

肉骨粉 9 検体中のダイオキシン類の総毒性当量は、平均値が 0.02~ng-TEQ/kg(最小 0.0006~最大 0.06~ng-TEQ/kg)であった.

当センターにおいて、平成 18~22 年度にモニタリング調査を行ったすべての飼料の総毒性当量は、EU が定めるダイオキシン類の最大基準値未満であった.参考として、EU におけるダイオキシン類の基準値を Table 3 に示した.

# 3.2 総毒性当量における PCDDs, PCDFs 及び Co-PCBs の占める割合

モニタリングした魚粉 (54 検体), 魚油 (41 検体), 動物性油脂 (54 検体) 及び肉骨粉 (9 検体) について, 各総毒性当量における PCDDs, PCDFs 及び Co-PCBs の毒性当量の占める割合を算出した.

飼料の種類別に PCDDs, PCDFs 及び Co-PCBs の平均毒性当量を求め、これらの平均毒性当量が総平均毒性当量に占める割合を算出した.

その結果、Fig. 1 のとおり、魚粉、魚油、動物性油脂及び肉骨粉中の Co-PCBs の毒性当量は、各総毒性当量の 80~93 %と最も大きな割合を占め、更にそのうちノンオルト体の Co-PCBs の毒性当量の占める割合は総毒性当量の 75~83 %であった.

n feedstuffs
of dioxins i
Contaminations
Table 2

				lable z con	taminations of d	lable 2 Contaminations of dioxins in reedsturis	IS				
			TEQ va	TEQ value of PCDDs+PCDFs	CDFs	TEC	TEQ value of Co-PCBs	Bs		Total TEQ value	
Kind of feedstuffs	Year	$N^{-1}$	Max. <sup>2)</sup>	Min. <sup>2)</sup>	Mean 2)	Max. <sup>2)</sup>	Min. <sup>2)</sup>	Mean 2)	Max. <sup>2)</sup>	Min. <sup>2)</sup>	Mean 2)
Fish meal	2006	14	0.43	0.004	0.17	2.0	0.04	0.85	2.4	90.0	1.0
	2007	10	0.42	0.004	0.11	1.2	0.05	0.52	1.6	90.0	0.63
	2008	10	0.41	0.009	0.13	1.1	0.07	0.52	1.5	0.08	0.65
	2009	10	60.0	0	0.04	0.72	0.0006	0.30	0.80	0.0006	0.33
	2010	10	0.10	0	0.04	1.1	0.13	0.56	1.2	0.13	09.0
Fish oil	2006	9	3.2	0.03	1.7	15	0.79	6.8	18	0.82	11
	2007	10	4.5	0.73	2.3	17	6.2	10	22	6.9	12
	2008	10	5.9	0.54	2.2	15	5.0	9.5	19	5.5	12
	2009	10	1.5	90.0	0.67	11	0.81	7.8	12	0.87	8.3
	2010	5	1.1	80.0	09.0	8.8	0.79	5.5	8.6	0.87	6.1
Animal fats and oils	2006	12	0.14	0.003	0.05	0.52	0.05	0.21	0.62	80.0	0.26
	2007	12	0.18	0.007	0.07	0.41	0.0003	0.12	0.52	0.01	0.19
	2008	$10^{3}$	0.29	0.007	0.07	4.9	0.0004	09.0	5.2	0.008	0.67
	2009	10	0.07	0.001	0.03	0.15	90.0	0.10	0.20	0.07	0.12
	2010	10	0.15	0.002	0.04	0.14	0.001	0.08	0.25	0.004	0.13
Meat-and-bone meal, poultry by-product	2006	4	0.003	0.0001	0.001	90.0	0.0007	0.04	90.0	0.004	0.04
	2007	5	900.0	0.0002	0.001	0.004	0.0005	0.002	0.008	0.0006	0.004

1) Number of samples

<sup>3)</sup> One sample was a mixed oil of animal- and fish-origin and highly contaminated by Co-PCBs. The alternative values calculated with another nine samples are shown below.

			TEQ ve	TEQ value of PCDDs+PCDFs	PCDFs	TEC	TEQ value of Co-PCBs	Bs		Total TEQ value	
Kind of feedstuffs	Year	$N^{-1}$	Max. <sup>2)</sup>	Min. <sup>2)</sup>	Mean 2)	Max. <sup>2)</sup>	Min. <sup>2)</sup>	Mean 2)	Max. <sup>2)</sup>	Min. <sup>2)</sup>	Mean 2)
Animal fats and oils	2008	6	0.14	0.007	0.05	0.32	0.0004	0.12	0.33	0.008	0.17

<sup>2)</sup> Max.; Maximum TEQ value, Min.; Minimum TEQ value, Mean; Mean TEQ value

	Maxir	num limits *
	PCDDs+PCDFs	PCDDs+PCDFs+Co-PCBs
Animal fats and oils	2.0 ng-TEQ/kg	3.0 ng-TEQ/kg
Meat-and-bone meal	0.75 ng-TEQ/kg	1.25 ng-TEQ/kg
Fish oil	6.0 ng-TEQ/kg	24.0 ng-TEQ/kg
Fish meal	1.25 ng-TEQ/kg	4.5 ng-TEQ/kg

Table 3 Maximum levels for dioxins and coplanar PCBs in feedstuffs applied in the European Union

(\*) WHO-TEFs for human risk assessment based on the conclusions of the World Health Organisation meeting in Stockholm, Sweden, 15-18 June 1997 (Van den Berg et al., (1998) Toxic Equivalency Factors (TEFs) for PCBs, PCDDs, and PCDFs for Humans and for Wildlife. Environmental Health Perspectives, 106(12), 775).

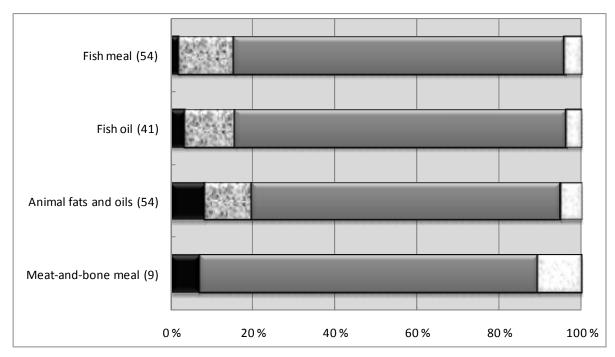


Fig. 1 Contributions of PCDDs, PCDFs and Co-PCBs to the total TEQ in feedstuffs of animal by-product

	PCDDs		Non-ortho Co-PCBs
0.3	PCDFs	4	Mono-ortho Co-PCBs

Contribution percentages are calculated with averaged TEQ values for each feedstuff type. Numbers of each feed sample are shown in the parenthesis.

<sup>\*</sup> To be exact, these values stand for maximum content relative to a feedstuff with a moisture content of 12 %, and are expressed in World Health Organisation (WHO) toxic equivalents, using the WHO-TEFs (toxic equivalency factors), 1997 (\*)

# 4 まとめ

平成 18~22 年度の飼料中のダイオキシン類のモニタリング結果は、次のとおりであった.

- 1) 魚粉の毒性当量は 0.0006~2.4 ng-TEQ/kg であった.
- 2) 魚油の毒性当量は 0.82~22 ng-TEQ/kg であった.
- 3) 動物性油脂の毒性当量は 0.004~5.2 ng-TEQ/kg であった. なお,最大値を示した 1 検体は,魚油を含有する混合油脂であり、これを除いた 53 検体中のダイオキシン類の総毒性当量は、平均値が 0.18 ng-TEQ/kg(最小 0.004~最大 0.62 ng-TEQ/kg)であった.
- 4) 肉骨粉の毒性当量は 0.0006~0.06 ng-TEQ/kg であった.
- 5) 魚粉,魚油,動物性油脂及び肉骨粉中のCo-PCBsの毒性当量は、各総毒性当量の80~93%と最も大きな割合を占め、更にそのうちノンオルト体のCo-PCBsの毒性当量の占める割合は各総毒性当量の75~83%であった.
- 6) 平成 18~22 年度にモニタリング調査を行ったすべての飼料の総毒性当量は, EU が定めるダイオキシン類の最大基準値未満であった.

# 文 献

- 1) 農林水産消費安全技術センター: http://www.famic.go.jp/ffis/feed/sub4\_monitoring.html (2011.5 現在)
- 2) 農林水産省畜産局長通知: 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).
- 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, 平成 20 年 4 月 1 日, 19 消安 第 14729 号 (2009).
- 4) 農林水産省生産局畜産部飼料課長通知:飼料中のダイオキシン類の定量法暫定ガイドライン, 15 生畜第 1725 号, 平成 15 年 6 月 26 日 (2003).