

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 23~27 年度）

加藤 耕一^{*1}, 山本 謙吾^{*2}, 青山 幸二^{*3}

Monitoring Results of PCDDs, PCDFs and Co-PCBs in Feeds (in the fiscal 2011~2015)

Koichi KATO^{*1}, Kengo YAMAMOTO^{*2} and Koji AOYAMA^{*3}

(^{*1} Food and Agricultural Materials Inspection Center, Fertilizer and Feed Inspection Department,
(Now Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries of Japan),

^{*2}Food and Agricultural Materials Inspection Center, Fertilizer and Feed Inspection Department
(Now Food Labeling Monitoring Department),

^{*3}Food and Agricultural Materials Inspection Center, Fertilizer and Feed Inspection Department)

The contamination of dioxins (polychlorinated dibenzo-*para*-dioxins (PCDDs), polychlorinated dibenzofurans (PCDFs) and coplanar polychlorinated biphenyls (Co-PCBs)) in feeds of animal by-product was investigated. From fiscal year 2011 to 2015, 50 fish meal samples, 25 fish oil samples, and 50 animal fats and oils 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 hexane. These extracts were purified with Multi-Layered Dioxin Tube (Sigma-Aldrich Co. LLC.; St. Louis, MO, USA). The effluents 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 (Kanto Chemical, Tokyo, JAPAN). 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 feed samples were in the range of 0.009~2.7 ng-TEQ/kg for fish meal, 0.74~23 ng-TEQ/kg for fish oil, 0.004~0.47 ng-TEQ/kg for animal fats and oils, respectively. The congener profile in samples of fish meal, fish oil, animal fats and oils suggested that the total TEQ was derived mainly from non-*ortho* Co-PCBs, which accounted for 75~100 % of the total TEQ.

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

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；魚粉；魚油；動物性油脂；毒性当量

*1 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 農林水産省消費・安全局 畜水産安全管理課

*2 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 表示監視部

*3 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

1 緒 言

独立行政法人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 22 年 12 月 22 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（以下「TEQ」という．）について順次報告してきた¹⁾。

今回、中期計画期間（平成 23~27 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

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、札幌センター、仙台センター、名古屋センター、神戸センター及び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（50 検体）、魚油（25 検体）及び動物性油脂（50 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²⁾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³⁾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

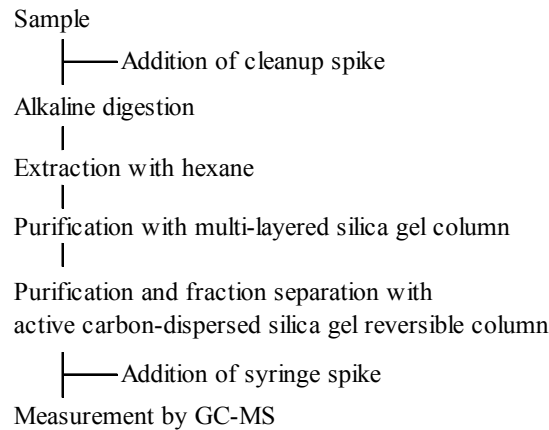
ダイオキシン類の測定方法並びに各異性体の定量及び毒性当量への換算は、飼料中のダイオキシン類の定量法暫定ガイドライン⁴⁾に準拠した。

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。

Table 1 Target lower limit of quantification of dioxins in feeds

PCDDs and PCDFs			Co-PCBs	
Tetra- and pentachlorides	Hexa- and heptachlorides	Octachlorides	Non-ortho	Mono-ortho
0.05 ng/kg	0.1 ng/kg	0.2 ng/kg	0.5 ng/kg	1 ng/kg



Scheme 1 Analytical procedure for dioxins in feed

3 結果

3.1 飼料の総毒性当量

平成 23~27 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 50 検体中のダイオキシン類の総毒性当量は，平均値が 0.91 ng-TEQ/kg（最小 0.009~最大 2.7 ng-TEQ/kg）であった。

魚油 25 検体中のダイオキシン類の総毒性当量は，平均値が 9.9 ng-TEQ/kg（最小 0.74~最大 23 ng-TEQ/kg）であった。

動物性油脂 50 検体中のダイオキシン類の総毒性当量は，平均値が 0.09 ng-TEQ/kg（最小 0.004~最大 0.47 ng-TEQ/kg）であった。

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（50 検体），魚油（25 検体）及び動物性油脂（50 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，魚油及び動物性油脂のノンオルト体 Co-PCBs の毒性当量は，各総毒性当量の 75~100 % と最も大きな割合を占めた。

Table 2 Contaminations of dioxins in feeds

Feed types	Year	n ^{a)}	TEQ value of PCDDs+PCDFs (ng-TEQ/kg)			TEQ value of Co-PCBs (ng-TEQ/kg)			Total TEQ value (ng-TEQ/kg)		
			Max. ^{b)}	Min. ^{b)}	Mean ^{b)}	Max. ^{b)}	Min. ^{b)}	Mean ^{b)}	Max. ^{b)}	Min. ^{b)}	Mean ^{b)}
			Fish meal	2011	10	0.33	0	0.15	1.2	0.009	0.37
	2012	10	0.69	0.007	0.20	2.0	0.12	0.87	2.7	0.13	1.1
	2013	10	0.68	0	0.21	1.8	0.07	0.69	2.5	0.07	0.89
	2014	10	0.72	0.03	0.27	2.0	0.10	0.92	2.6	0.16	1.2
	2015	10	0.44	0.01	0.20	1.5	0.14	0.66	1.9	0.15	0.86
Fish oil	2011	5	5.7	0.13	3.2	9.0	0.62	6.5	14	0.74	9.7
	2012	5	4.9	0.81	1.9	12	5.1	8.3	17	6.6	10
	2013	5	4.7	1.1	2.8	12	4.5	8.1	17	5.6	11
	2014	5	4.1	1.0	2.3	19	4.2	9.0	23	5.2	12
	2015	5	4.2	0.32	1.4	9.3	2.8	5.7	14	3.1	7.2
Animal fats and oils	2011	10	0.34	0.005	0.10	0.10	0.0004	0.04	0.43	0.005	0.14
	2012	10	0.17	0.005	0.06	0.11	0.0004	0.03	0.21	0.006	0.09
	2013	10	0.14	0.004	0.06	0.003	0.00008	0.0008	0.14	0.004	0.06
	2014	10	0.37	0.005	0.07	0.16	0	0.03	0.47	0.005	0.10
	2015	10	0.16	0.007	0.07	0.07	0.0002	0.01	0.16	0.007	0.08

a) Number of samples

b) Max.; Maximum TEQ value, Min.; Minimum TEQ value, Mean; Mean TEQ value

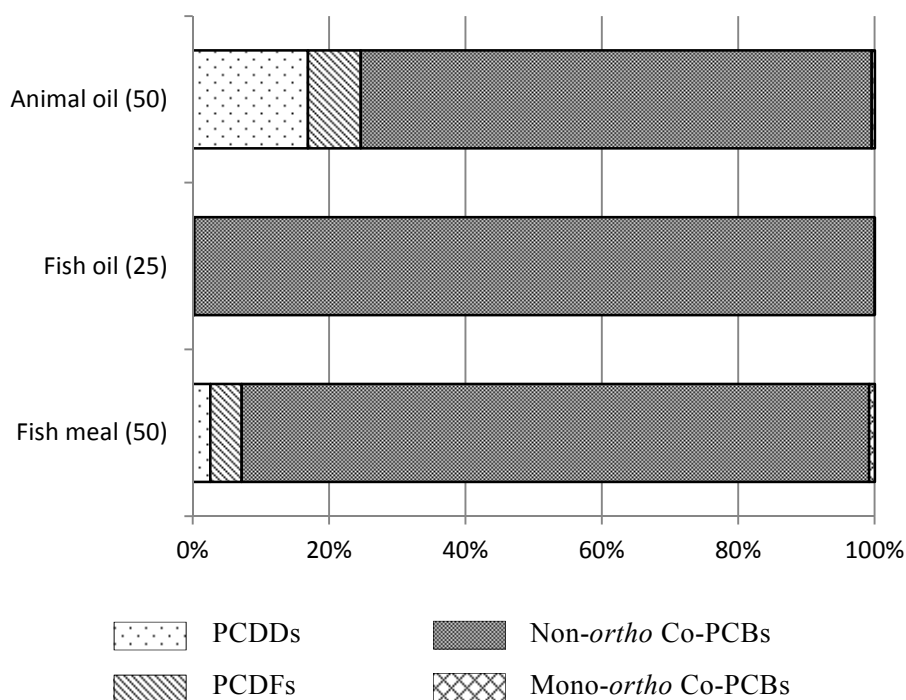


Fig. 1 Contributions of PCDDs, PCDFs and Co-PCBs to the total TEQ in feeds of animal by-product

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

4 まとめ

平成 23~27 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 0.009~2.7 ng-TEQ/kg であった。
- 2) 魚油の毒性当量は 0.74~23 ng-TEQ/kg であった。
- 3) 動物性油脂の毒性当量は 0.004~0.47 ng-TEQ/kg であった。
- 4) 魚粉，魚油及び動物性油脂のノンオルト体 Co-PCBs の毒性当量は，各総毒性当量の 75~100 % と最も大きな割合を占めた。

文 献

- 1) 独立行政法人農林水産消費安全技術センター：モニタリング試験結果の公表，http://www.famic.go.jp/ffis/feed/sub4_monitoring.html, cited 22 Apr. 2016.
- 2) 農林省畜産局長通知：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) 農林水産省消費・安全局衛生管理課長通知：飼料中のダイオキシン類の定量法暫定ガイドラインの全面改訂について，16 消安第 5299 号，平成 16 年 11 月 24 日 (2004).