



Japan
Food
Research
Laboratories

試験報告書

第 199071313-001 号

依頼者 株式会社 ニッショー

検体 aPIZAS (DS・OJ・ON・7・OK・W)

試験項目 ダイオキシン類の定量

平成 11 年 07 月 13 日 当センターに提出された
上記検体について試験した結果は次のとおりです。

平成 11 年 08 月 23 日

財団法人

日本食品分析センター

東京本部 〒151-0062 東京都渋谷区元代々木町52番1号
大阪支所 〒564-0051 大阪府吹田市豊津町3番1号
名古屋支所 〒460-0011 名古屋市中区大須4丁目5番13号
九州支所 〒812-9834 福岡市博多区下呉服町1番12号
多摩研究所 〒206-0025 東京都多摩市永山6丁目11番10号

ダイオキシン類の定量

1 依頼者

株式会社 ニッショー

2 検 体

aPIZAS (DS・OJ・ON・7・OK・W)

3 試験概要

検体中のダイオキシン類(ポリ塩素化ジベンゾ-*p*-ジオキシン「PCDDs」及びポリ塩素化ジベンゾフラン「PCDFs」)の濃度をガスクロマトグラフ-高分解能質量分析計を用いたマスフラグメントグラフィーで定量した。ダイオキシン類の分析対象項目を表-1に示した。

4 試験結果

試験結果を表-2に示した。

表-1 ダイオキシン類の分析対象項目

	塩素数	分析対象項目	略号
ダイオキシン	4	2, 3, 7, 8-tetrachlorodibenzo- <i>p</i> -dioxin	2, 3, 7, 8-T ₄ CDD
		1, 3, 6, 8-tetrachlorodibenzo- <i>p</i> -dioxin	1, 3, 6, 8-T ₄ CDD
		1, 3, 7, 9-tetrachlorodibenzo- <i>p</i> -dioxin	1, 3, 7, 9-T ₄ CDD
		その他のtetrachlorodibenzo- <i>p</i> -dioxins	その他のT ₄ CDDs
	5	1, 2, 3, 7, 8-pentachlorodibenzo- <i>p</i> -dioxin	1, 2, 3, 7, 8-P ₅ CDD
		その他のpentachlorodibenzo- <i>p</i> -dioxins	その他のP ₅ CDDs
	6	1, 2, 3, 4, 7, 8-hexachlorodibenzo- <i>p</i> -dioxin	1, 2, 3, 4, 7, 8-H ₆ CDD
		1, 2, 3, 6, 7, 8-hexachlorodibenzo- <i>p</i> -dioxin	1, 2, 3, 6, 7, 8-H ₆ CDD
		1, 2, 3, 7, 8, 9-hexachlorodibenzo- <i>p</i> -dioxin	1, 2, 3, 7, 8, 9-H ₆ CDD
		その他のhexachlorodibenzo- <i>p</i> -dioxins	その他のH ₆ CDDs
	7	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-heptachlorodibenzo- <i>p</i> -dioxin	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-H ₇ CDD
		その他のheptachlorodibenzo- <i>p</i> -dioxin	その他のH ₇ CDD
	8	Octachlorodibenzo- <i>p</i> -dioxin	O ₈ CDD
ジベンゾフラン	4	2, 3, 7, 8-tetrachlorodibenzofuran	2, 3, 7, 8-T ₄ CDF
		1, 3, 6, 8-tetrachlorodibenzofuran	1, 3, 6, 8-T ₄ CDF
		その他のtetrachlorodibenzofurans	その他のT ₄ CDFs
	5	1, 2, 3, 7, 8-pentachlorodibenzofuran	1, 2, 3, 7, 8-P ₅ CDF
		2, 3, 4, 7, 8-pentachlorodibenzofuran	2, 3, 4, 7, 8-P ₅ CDF
		その他のpentachlorodibenzofurans	その他のP ₅ CDFs
	6	1, 2, 3, 4, 7, 8-hexachlorodibenzofuran	1, 2, 3, 4, 7, 8-H ₆ CDF
		1, 2, 3, 6, 7, 8-hexachlorodibenzofuran	1, 2, 3, 6, 7, 8-H ₆ CDF
		1, 2, 3, 7, 8, 9-hexachlorodibenzofuran	1, 2, 3, 7, 8, 9-H ₆ CDF
		2, 3, 4, 6, 7, 8-hexachlorodibenzofuran	2, 3, 4, 6, 7, 8-H ₆ CDF
		その他のhexachlorodibenzofurans	その他のH ₆ CDFs
	7	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-heptachlorodibenzofuran	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-H ₇ CDF
		1, 2, 3, 4, 7, 8, 9-heptachlorodibenzofuran	1, 2, 3, 4, 7, 8, 9-H ₇ CDF
		その他のheptachlorodibenzofurans	その他のH ₇ CDFs
	8	Octachlorodibenzofuran	O ₈ CDF

表-2 検体のダイオキシン類分析結果

分析項目		実測濃度	毒性等量 (TEQ)
ダイオキシン	2, 3, 7, 8-T ₄ CDD	N. D.	×1 0
	1, 3, 6, 8-T ₄ CDD	N. D.	×0 0
	1, 3, 7, 9-T ₄ CDD	N. D.	×0 0
	その他のT ₄ CDDs	N. D.	×0 0
	1, 2, 3, 7, 8-P ₅ CDD	N. D.	×0.5 0
	その他のP ₅ CDDs	N. D.	×0 0
	1, 2, 3, 4, 7, 8-H ₆ CDD	N. D.	×0.1 0
	1, 2, 3, 6, 7, 8-H ₆ CDD	N. D.	×0.1 0
	1, 2, 3, 7, 8, 9-H ₆ CDD	N. D.	×0.1 0
	その他のH ₆ CDDs	N. D.	×0 0
	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-H ₇ CDD	N. D.	×0.01 0
	その他のH ₇ CDD	N. D.	×0 0
	O ₈ CDD	N. D.	×0.001 0
	PCDDs総和	0	0
ジベネンゾフラン	2, 3, 7, 8-T ₄ CDF	N. D.	×0.1 0
	1, 3, 6, 8-T ₄ CDF	N. D.	×0 0
	その他のT ₄ CDFs	N. D.	×0 0
	1, 2, 3, 7, 8-P ₅ CDF	N. D.	×0.05 0
	2, 3, 4, 7, 8-P ₅ CDF	N. D.	×0.5 0
	その他のP ₅ CDFs	N. D.	×0 0
	1, 2, 3, 4, 7, 8-H ₆ CDF	N. D.	×0.1 0
	1, 2, 3, 6, 7, 8-H ₆ CDF	N. D.	×0.1 0
	1, 2, 3, 7, 8, 9-H ₆ CDF	N. D.	×0.1 0
	2, 3, 4, 6, 7, 8-H ₆ CDF	N. D.	×0.1 0
	その他のH ₆ CDFs	N. D.	×0 0
	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-H ₇ CDF	N. D.	×0.01 0
	1, 2, 3, 4, 7, 8, 9-H ₇ CDF	N. D.	×0.01 0
	その他のH ₇ CDFs	N. D.	×0 0
	O ₈ CDF	N. D.	×0.001 0
PCDFs総和		0	0
(PCDDs+PCDFs)総和		0	0

注1. 実測濃度：ダイオキシン類濃度 (ng/g)

2. 毒性等量：2, 3, 7, 8-T₄CDD毒性等量 (ng-TEQ/g)

3. 毒性等価係数はInternational-TEFを使用

4. N. D. : 検出せず, 検出限界 4及び5塩素化物 ; 0.1 ng/g,
6及び7塩素化物 ; 0.2 ng/g, 8塩素化物 ; 0.5 ng/g

5 ガスクロマトグラフ-高分解能質量分析装置操作条件

機種：Autospec ULTIMA [Micromass Ltd.]

カラム：(a) Fused Silica SP-2331 $\phi 0.32 \text{ mm} \times 60 \text{ m}$ (膜厚 $0.2 \text{ }\mu\text{m}$)

(b) Fused Silica DB-17 $\phi 0.25 \text{ mm} \times 30 \text{ m}$ (膜厚 $0.15 \text{ }\mu\text{m}$)

試料導入系：スプリットレス

温度：試料注入口 260°C

カラム

(a) 150°C (1 min 保持) $\rightarrow$ ($15^\circ\text{C}/\text{min}$ 昇温) $\rightarrow 200^\circ\text{C}$ (5 min 保持)

$\rightarrow$ ($2^\circ\text{C}/\text{min}$ 昇温) $\rightarrow 250^\circ\text{C}$ (30 min 保持)

(b) 150°C (1 min 保持) $\rightarrow$ ($15^\circ\text{C}/\text{min}$ 昇温) $\rightarrow 270^\circ\text{C}$ (20 min 保持)

イオン源温度： 260°C

イオン化法：EI

イオン化電圧：30 eV

イオン化電流：500 μA

分解能：10,000

設定質量数：T ₄ CDF	m/z 303.9016, 305.8987
[¹³ C ₁₂]T ₄ CDF	m/z 317.9389
T ₄ CDD	m/z 319.8965, 321.8936
[¹³ C ₁₂]T ₄ CDD	m/z 333.9338
P ₅ CDF	m/z 339.8597, 341.8568
[¹³ C ₁₂]P ₅ CDF	m/z 351.9000
P ₅ CDD	m/z 355.8546, 357.8517
[¹³ C ₁₂]P ₅ CDD	m/z 367.8949
H ₆ CDF	m/z 373.8207, 375.8178
[¹³ C ₁₂]H ₆ CDF	m/z 385.8610
H ₆ CDD	m/z 389.8156, 391.8127
[¹³ C ₁₂]H ₆ CDD	m/z 401.8559
* H ₇ CDF	m/z 407.7818, 409.7788
* [¹³ C ₁₂]H ₇ CDF	m/z 419.8220
* H ₇ CDD	m/z 423.7767, 425.7737
* [¹³ C ₁₂]H ₇ CDD	m/z 435.8169
* O ₈ CDF	m/z 441.7428, 443.7398
* [¹³ C ₁₂]O ₈ CDF	m/z 455.7801
* O ₈ CDD	m/z 457.7377, 459.7348
* [¹³ C ₁₂]O ₈ CDD	m/z 471.7750

* DB-17カラムを使用し測定した。

以 上