

食品中の多環芳香族炭化水素類の分析値の誤差範囲について

館野 つや子

(平成13年10月4日受理)

The Range of Error in Determining of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons of Foods

Tsuyako TATENO

(Received on October 4, 2001)

キーワード：誤差，多環芳香族炭化水素，食品，測定

Key words : error, polycyclic aromatic hydrocarbon, food, determination

まえがき

著者らは、30年来、多種類かつ多数の食品を試料として多環芳香族炭化水素（以下PAHと略す）の分析を行ってきた。分析値は、試料調整法にもよるが、一般に検出限界以下の1.0 ppbの範囲が大部分^{1)~4)}で、特に0.1ppb前後の場合が多かった。

そこで、今回はPAH含有量が比較的小さいと思われる試料として、ヨーグルトを選び、同一分析者が同一試料について、同一分析方法により9回の分析を繰り返し実施し、PAH含有量の小さい試料についての分析誤差範囲を推定した。その結果を報告する。

分析方法

1. 試料

試料は平成11年4月東京都内で市販されていたヨーグルトを用いた。

2. 試薬

n-ヘキサン：液体クロマト用和光純薬工業その他の試薬は前報⁴⁾に従った。

3. 装置及び器具

液体抽出器⁵⁾：抽出管部分約4×25 cm，受器容量200 mL，その他は前報⁴⁾及び牛乳の分析方法³⁾に従った。

4. 実験操作

1) 試料

市販のヨーグルト100 g入り2個分をよく混合し、20.0 gずつを秤量管9個にそれぞれ分取した。

2) 試料の液体抽出器による抽出及びカラムクロマトグラフィー

それぞれの試料にジメチルスルホキシド25 mLを加えてよく混合し、液体抽出管に移し、さらにn-ヘキサン50 mLを用いて試料を抽出管に洗い込む。

受器にn-ヘキサン50 mLを入れる。80~90°Cの湯浴で6~8時間抽出を行う。抽出液(n-ヘキサン)1~2 mLに濃縮し、シリカゲルカラムクロマトグラフィー及び1%含水アルミナカラムクロマトグラフィーは前報⁴⁾に従った。各フラクションの溶出液は濃縮し、小試験管に移し、n-ヘキサンで洗い4 mLにし、測定を行った。

結果及び考察

1. 試料について9回の分析結果を表1に示した。

Benz(a)anthracene, Benzo(a)pyrene等15種類のPAHを分析した結果、検出したPAHは、Benzo(a)-anthracene, Benzo(a)pyrene, Benzo(e)pyrene, Fluoranthene, Anthracene及びCoroneneの6種類であった。

9回の分析すべてより検出したPHAは、Benzo(a)-pyrene及びFluorantheneの2種類であった。

Benzo(a)pyreneの検出範囲は0.01~0.10 ppb(平均値0.03 ppb, 標準偏差0.027), Fluorantheneの検出範囲は0.04~0.11 ppb(平均値0.07 ppb, 標準偏差0.021)であった。

2. 分析誤差範囲を95%信頼限界($M \pm 2\sigma$)として表わすと、表2のようになる。

すなわち、今回のヨーグルト試料(採取量20.0 g)に対する実験結果から、たとえば1回の分析で得られる分

表1 ヨーグルトの Polycyclic Aromatic Hydrocarbons の含有量

PHA											(ppb)	
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	平均	標準偏差	
Benz (a) anthracene	ND*	ND	0.01	ND	ND	0.23	ND	ND	ND	0.03	0.072	
Benzo (a) pyrene	0.01	0.02	0.01	0.03	0.01	0.01	0.03	0.01	0.03	0.03	0.027	
Dibenz (ah) anthracene	ND											
3-Methylcholanthrene	ND											
Benzo (e) pyrene	ND	ND	0.10	ND	ND	ND	0.14	ND	ND	0.02	0.087	
Fluoranthene	0.11	0.06	0.06	0.09	0.08	0.05	0.04	0.06	0.05	0.07	0.021	
Anthracene	ND	ND	0.01	ND	ND	ND	0.05	0.01	0.01	0.01	0.015	
Phenanthrene	ND											
Coronene	ND	ND	ND	0.03	ND	0.07	ND	ND	ND	0.01	0.023	
1-Methylphnanthrene	ND											
Perylene	ND											
Dibenz (ac) anthracene	ND											
9, 10-Dimethybenz (a)- anthracene	ND											
9-Methylanthracene	ND											
5,12-Dihydronaphthacene	ND											

* ND : Not detected < 0.01 ppb

析値が 0.1 ppb 以下の場合、2 回目の分析結果が検出限界以下 (ND) として分析されることも十分あり得ると考えられる。

文 献

- 1) 館野つや子：東京家政大紀要. 37, 63~65 (1997)
- 2) 館野つや子：食衛誌, 39, 159~164 (1998)
- 3) 館野つや子, 影山百合子：食衛誌, 40, 90~97 (1999)
- 4) 館野つや子, 南雲葉子：東京家政大紀要. 30, 21~25 (1990)
- 5) 日本薬学会編：“衛生試験法・注解”. p. 323 (1995) 金原出版.

表 2 分析誤差範囲

PAH	平均値(M)	M ± 2δ
Benzo (a) anthracene	0.03	0.03 ± 0.144
Benzo (a) pyrene	0.03	0.03 ± 0.054
Benzo (e) pyrene	0.02	0.02 ± 0.174
Fluoranthene	0.07	0.07 ± 0.042
Anthracene	0.01	0.01 ± 0.030
Coronene	0.01	0.01 ± 0.046

Abstract

I have assumed error of determination of low polycyclic aromatic hydrocarbons food. On the experiments for the assumption, same person held 9 trials same food (yogurt) by same method. As a result, I conclude, in the case of 95% reliable limit ($M \pm 2\delta$) of PAH detection, if PAH on first trial detects less than 0.1ppb, PAH on second trial may be "not detected".