

氯化胆碱和维生素 K₃ 饲料添加剂中二噁英类化合物浓度及其单体分布特征

刘志斌^{1,2} 张建清^{2*} 蒋友胜² 周健² 李胜浓²

(1. 中山大学公共卫生学院, 广东 510080; 2. 深圳市疾病预防控制中心, 深圳 518055)

摘要: 本试验旨在调查 2 种常用饲料添加剂氯化胆碱和维生素 K₃ 中二噁英类化合物浓度及其单体分布特征。共检测 17 个氯化胆碱和 29 个维生素 K₃ 样品, 二噁英化合物分别采用加速溶剂萃取仪和自动纯化系统进行提取和净化, 并采用同位素稀释-高分辨气相色谱/高分辨双聚焦磁式质谱联用技术 (HRGC/HRMS) 进行准确定量分析检测。结果表明: 氯化胆碱与维生素 K₃ 中二噁英类化合物浓度分别为 4.370 和 13.871 pg/g, 它们的毒性当量平均浓度分别是 0.184 和 0.379 pg WHO-TEQ/g, 其中有 1 个氯化胆碱样品和 5 个维生素 K₃ 样品中毒性当量浓度超过欧盟限量标准值 (0.75 pg WHO-TEQ/g)。2 种饲料添加剂均以八氯二苯并呋喃 (OCDF) 为最主要的污染同系物, 毒性当量的主要贡献均以 2,3,4,7,8-五氯二苯并呋喃 (2,3,4,7,8-PeCDF) 和 1,2,3,4,7,8-六氯二苯并呋喃 (1,2,3,4,7,8-HxCDF) 为主, 分别为 42% 和 55%。污染同系物分布特征以氯化二苯并呋喃 (PCDFs) 为主要优势污染物。PCDFs 在氯化胆碱和维生素 K₃ 中的贡献率分别占总浓度的 88% 和 97%。

关键词: 饲料添加剂; 二噁英; 同位素稀释; 高分辨气相色谱/高分辨双聚焦磁式质谱联用技术; 氯化胆碱; 维生素 K₃

中图分类号: S816.7

文献标识码: A

文章编号: 1006-267X(2012)10-2006-07

二噁英 (dioxins) 类物质被称为“世纪之毒”, 包括氯化二苯并对二噁英 (PCDDs) 和氯化二苯并呋喃 (PCDFs) 2 大类, 主要产生于垃圾焚烧和其他工业加工过程, 具有强烈的致癌性、致畸性和免疫毒性。其在环境中难以降解, 具有高残留性、高生物富集性和高生物毒性等特点^[1]。近年来, 国际上相继发生了多起食品中二噁英污染的重大事件 (表 1), 最后追溯到污染源, 很多是由于饲料和饲料添加剂污染造成的, 引起了各国政府的高度重视和社会的持续关注。在家禽、家畜和水产动物的饲养过程中, 为了预防动物营养素缺乏, 促进动物的正常生长和发育, 需要添加饲料添加剂。氯化胆碱对促进畜禽的生长发育、提高肉蛋质量和

降低饲料消耗有显著效果^[2]。维生素 K₃ 在动物肝脏内参与凝血酶的合成, 促进凝血酶原的形成, 加速凝血, 维持正常的凝血时间。这 2 种饲料添加剂较常用于动物饲养过程中, 也是动物生长发育不可缺少的营养性添加剂^[3]。1999 年 3 月, 比利时当地供应商提供给饲料厂的“废植物油”中混有废机油, 致使多个国家的饲料厂受到严重的污染, 调查发现当地鸡肉、鸡蛋中所含的二噁英成分超过允许限量值的 200 倍左右, 部分样本甚至高于正常限值的 1 000 倍^[4]。2011 年 1 月, 德国供应商涉嫌将工业用脂肪酸当作饲料用脂肪提供给饲料厂, 导致喂食过“毒饲料”的母鸡产下的鸡蛋二噁英浓度严重超标, 给当地带来了巨大的经济

收稿日期: 2012-04-16

基金项目: 国家科技部卫生公益性科研项目 (200902009); 深圳市科技局重点资助项目 (200701012)

作者简介: 刘志斌 (1985—), 男, 硕士研究生, 从事食品及饲料添加剂中持久性有机污染物分析。E-mail: kyfkz@163.com

* 通讯作者: 张建清, 主任医师, 硕士生导师, E-mail: zhjianqing95@gmail.com

损失^[5]。上述食品安全事件说明,食物链中任何一个环节的二噁英污染,都可能导致食品污染事件的发生,从而影响人类的健康。据调查显示,暴露至人类的二噁英 95% 来源于动物性食品^[6],所以欧盟各国均对动物饲料添加剂进行了严格的二噁英污染监控,以防止动物源性二噁英污染威胁

人类食品安全。近年来,欧盟、美国、日本等发达地区和国家均对从我国进口饲料添加剂进行了严格的监控,因此,对猪、牛、羊、家禽等开展饲养过程中所使用的饲料添加剂的二噁英污染水平检测,对于严格控制人类食品污染的源头是非常有意义和必要的。

表 1 近年来发生的几起饲料添加剂二噁英污染事件

Table 1 Several events of dioxins pollution in feed additives in recent years

年份 Year	污染源 Pollution sources	国家 Country
1996	黏土抗凝结剂	美国
1998	饲料橘柑泥	巴西
1999	废弃油	比利时
2000	氯化胆碱	德国、比利时和西班牙
2002	多糖铜复合物	英国、美国
2003	氧化锌、氧化铜	美国、加拿大
2004	马铃薯分选中黏土污染	荷兰、比利时和德国
2005	明胶、盐酸	比利时和荷兰
2007	瓜尔多胶	印度
2010	工业用混合脂肪酸	德国

1 材料与方 法

1.1 标准品

碳 13 (¹³C) 标记的二噁英类化合物的校正标准溶液、定量内标溶液、窗口定义标准品、分离度检测标准溶液、净化内标溶液、回收率内标溶液均购自美国剑桥同位素实验室公司 (Cambridge Isotope Laboratories, Inc.), 纯度 ≥ 98%, 常温下保存。

1.2 试剂和仪器

正己烷、二氯甲烷、丙酮、乙酸乙酯、甲苯和甲醇均属农残级试剂,均购自德国 Merck 公司。硅藻土和硅胶 (70 ~ 230 目) 购自德国 Fluka 公司,氧化铝粉 (70 ~ 230 目) 购自德国 Merck 公司。

高分辨气相色谱/高分辨质谱仪 (TaceGC2000/MAT95XL, 美国 Thermo 公司)、自动纯化装置 (Fluid Management System, 美国)、加速溶剂萃取仪 (ASE)、恒温振荡水浴锅、吹氮浓缩仪、商品化的硅胶柱、铝柱、碳柱等。

1.3 样品采集

于 2006 年 3 月至 2010 年 7 月期间采集饲料添加剂氯化胆碱和维生素 K₃ 样品共计 46 份,其中氯化胆碱 17 份,维生素 K₃ 29 份,分别对每个样品二噁英类化合物浓度进行检测。

1.4 样品前处理

称取一定量的样品置于萃取池中,加入 ¹³C 标记的提取内标溶液,以体积比 1:1 的二氯甲烷、正己烷混合液为溶剂,采用加速溶剂萃取仪进行提取,提取液浓缩至 1 mL 左右。加入 120 mL 正己烷和 50 g 30% 酸性硅胶,在 70 °C 水浴中振摇 1 h。过滤,将滤液浓缩至近干,加入 1 mL 正己烷溶解,加入 ¹³C 标记的净化内标溶液,依次经过 FMS 自动纯化系统碳吸附柱净化、酸性硅胶柱和氧化铝柱净化,最后采用二氯甲烷对目标化合物进行洗脱并收集。洗脱液氮吹浓缩至 10 μL 左右,加入 10 μL ¹³C 标记的进样内标,待上机检测。

1.5 仪器分析

气相色谱条件:DB-5MS (60 m × 0.25 mm × 0.25 μm) 毛细管柱,进样口温度 280 °C,传输线温度 280 °C,不分流进样,载气流量 1.0 mL/min。升温程序:120 °C 保持 1 min,以 43 °C/min 速度升至 220 °C,再以 2.3 °C/min 的速度升至 310 °C,并保持 10 min。

质谱分析条件:电离方式为电子轰击 (EI) 源,电子能量 60 eV,离子源温度 260 °C,加速电压 5 000 V,分辨率 10 000,以选择性离子检测 (SIM) 模式检测目标化合物及其同位素内标化合物离

子。多离子检测 (MID) 程序分为 6 个窗口, 同时检测目标化合物及其同位素内标化合物离子的精确质荷比下的面积。

1.6 计算

采用同位素稀释技术和专用分析统计软件 Xcalibur 对样品中 17 个二噁英类化合物单体进行定量, 采用毒性当量因子 (WHO-TEF) 计算毒性当量浓度, 结果以总毒性当量 (TEQ) 浓度表达。当样品中某一个同系物浓度低于方法的最低检出限值 (MDL) 时, 结果以 1/2MDL 表示。

1.7 质量保证

严格按照同位素稀释的气相色谱高分辨双聚焦磁式质谱联用方法 (美国国家环保局 EPA1613)^[7] 对样品分析过程进行质量控制, 确保数据的准确性。通过设空白、平行样品及检测加标回收率对系统的稳定性进行评价。定期参加全球著名机构 (挪威公共卫生研究所) 组织的二噁英食品盲样比对, 确保了在长期样品检测研究中的有效性和数据的准确性。

2 结果

2.1 氯化胆碱和维生素 K₃ 饲料添加剂中二噁英类化合物浓度

由表 2 可见, 氯化胆碱样品中二噁英类化合物的平均浓度是 4.370 pg/g, 中位数浓度是 1.573 pg/g, 浓度范围为 0.065 ~ 26.250 pg/g; 毒性当量平均浓度是 0.184 pg WHO-TEQ/g, 中位数浓度是 0.135 pg WHO-TEQ/g, 范围为 0.015 ~ 0.908 pg WHO-TEQ/g。维生素 K₃ 样品中二噁英类化合物的平均浓度是 13.871 pg/g, 中位数浓度是 5.186 pg/g, 范围为未检出至 84.062 pg/g, 毒性当量平均浓度是 0.379 pg WHO-TEQ/g, 中位数浓度是 0.127 WHO-TEQ/g, 范围为 0.003 ~ 2.093 pg WHO-TEQ/g。

本研究发现, 2 种饲料添加剂的二噁英浓度相差甚远, 但是平均水平均低于欧盟规定的限量标准 (0.75 pg WHO-TEQ/g), 其中有 1 个氯化胆碱样品和 5 个维生素 K₃ 样品超过欧盟规定的限量标准, 结果为 0.908 ~ 2.093 pg WHO-TEQ/g。不同维生素 K₃ 样品污染水平差别很大, 最低为未检出, 最高检出达到 84.062 pg/g。

表 2 氯化胆碱和维生素 K₃ 中二噁英类化合物浓度

Table 2 Concentrations of dioxin compounds in choline chloride and vitamin K₃

同系物名称 Name of homologen	氯化胆碱 Choline chloride (n=17)		维生素 K ₃ Vitamin K ₃ (n=29)	
	平均浓度 Average concentration/ (pg/g)	毒性当量浓度 Toxic equivalent concentration/ (pg WHO-TEQ/g)	平均浓度 Average concentration/ (pg/g)	毒性当量浓度 Toxic equivalent concentration/ (pg WHO-TEQ/g)
2,3,7,8-四氯二苯并呋喃 2,3,7,8-TCDF	0.077	0.008	0.092	0.009
1,2,3,7,8-五氯二苯并呋喃 1,2,3,7,8-PeCDF	0.059	0.003	0.221	0.011
2,3,4,7,8-五氯二苯并呋喃 2,3,4,7,8-PeCDF	0.090	0.046	0.218	0.109
1,2,3,4,7,8-六氯二苯并呋喃 1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.312	0.032	1.007	0.101
1,2,3,6,7,8-六氯二苯并呋喃 1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.129	0.014	0.331	0.033
2,3,4,6,7,8-六氯二苯并呋喃 2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.123	0.013	0.268	0.028
1,2,3,7,8,9-六氯二苯并呋喃 1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.064	0.007	0.379	0.038

续表 2

同系物名称 Name of homologen	氯化胆碱 Choline chloride (<i>n</i> = 17)		维生素 K ₃ Vitamin K ₃ (<i>n</i> = 29)	
	平均浓度 Average concentration/ (pg/g)	毒性当量浓度 Toxic equivalent concentration/ (pg WHO-TEQ/g)	平均浓度 Average concentration/ (pg/g)	毒性当量浓度 Toxic equivalent concentration/ (pg WHO-TEQ/g)
1,2,3,4,6,7,8-七氯二苯并呋喃 1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.807	0.008	2.285	0.023
1,2,3,4,7,8,9-七氯二苯并呋喃 1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.319	0.003	1.219	0.012
八氯二苯并呋喃 OCDF	1.863	0.000	7.488	0.001
2,3,7,8-四氯二苯并对二噁英 2,3,7,8-TCDD	ND	0.003	ND	0.002
1,2,3,7,8-五氯二苯并对二噁英 1,2,3,7,8-PeCDD	ND	0.026	0.001	0.005
1,2,3,4,7,8-六氯二苯并对二噁英 1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.074	0.008	0.004	0.001
1,2,3,6,7,8-六氯二苯并对二噁英 1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.057	0.006	0.012	0.002
1,2,3,7,8,9-六氯二苯并对二噁英 1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.047	0.006	0.006	0.002
1,2,3,4,6,7,8-七氯二苯并对二噁英 1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.116	0.001	0.136	0.001
八氯二苯并对二噁英 OCDD	0.234	0.000	0.204	0.000
氯化二苯并呋喃 PCDFs	3.842	0.134	13.506	0.370
氯化二苯并对二噁英 PCDDs	0.527	0.050	0.364	0.010
二噁英类化合物 Dioxin compounds				
平均值 Average	4.370	0.184	13.871	0.379
中位数 Mean	1.573	0.135	5.186	0.127
范围 Range	0.065 ~ 26.250	0.015 ~ 0.908	ND ~ 84.062	0.003 ~ 2.093

ND 表示未检出。ND means no detect.

2.2 二噁英类化合物污染特征分析

由表 2 和图 1 可见,单体 2,3,7,8-四氯二苯并对二噁英(2,3,7,8-TCDD)和在氯化胆碱和维生素 K₃ 所有样品中均未检出,单体 1,2,3,7,8-五氯二苯并对二噁英(1,2,3,7,8-PeCDD)仅在 1 个维生素 K₃ 样品中有检出。氯化胆碱和维生素 K₃ 样品中二噁英类化合物均以八氯二苯并呋喃(OCDF)为最主要的污染同系物,分别占总浓度的 42% 和 53%;其次是 1,2,3,4,6,7,8-七氯二苯并呋喃(1,2,3,4,6,7,8-HpCDF),分别占总浓度的 18% 和 24%;PCDFs 在氯化胆碱和维生素 K₃ 中的贡献率分别占总浓度的 88% 和 97%。这说明 2 种饲料添加剂均以 PCDFs 为主要污染物,具有高度的一致性。

由图 2 可见,氯化胆碱和维生素 K₃ 中 TEQ 浓

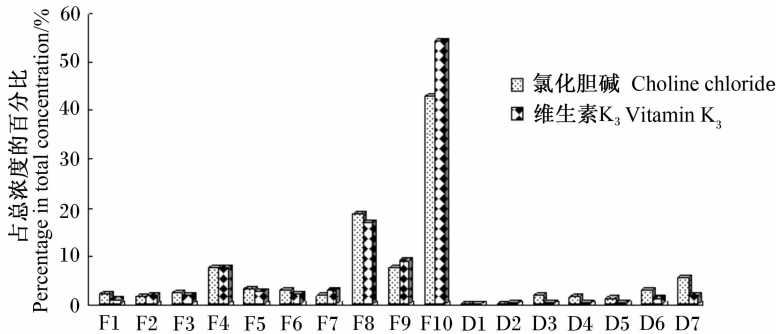
度贡献率最大的是 2,3,4,7,8-五氯二苯并呋喃(2,3,4,7,8-PeCDF)、1,2,3,4,7,8-六氯二苯并呋喃(1,2,3,4,7,8-HxCDF),分别占 TEQ 浓度的 41% 和 55%。氯化胆碱中单体 1,2,3,7,8-PeCDD、1,2,3,4,7,8-六氯二苯并对二噁英(1,2,3,4,7,8-HxCDD)、1,2,3,6,7,8-六氯二苯并对二噁英(1,2,3,6,7,8-HxCDD)和 1,2,3,7,8,9-六氯二苯并对二噁英(1,2,3,7,8,9-HxCDD)浓度均高于维生素 K₃。

3 讨论

本研究发现,2 种饲料添加剂中单体污染特征主要是 OCDF 和 1,2,3,4,6,7,8-HpCDF,毒性当量浓度的主要贡献者是 2,3,4,7,8-PeCDF、1,2,3,4,7,8-HxCDF。与本研究室前期针对水产动物

性食品中二噁英污染特征相比^[8-9],有较大差异。前期研究发现,猪肉、鱼肉、鸭肉、鸡肉、禽蛋中均以八氯二苯并对二噁英(OCDD)和2,3,7,8-四氯二苯并呋喃(2,3,7,8-TCDF)为主要的污染物;而牛肉样品中以2,3,4,7,8-PeCDF、1,2,3,4,7,8-HxCDF和1,2,3,6,7,8-六氯二苯并呋喃(1,2,3,6,7,8-HxCDF)为主要的污染物,分别占28%、14%和13%;毒性当量浓度在所有样品中则以2,3,4,7,8-PeCDF和1,2,3,7,8-PeCDD为主,合计超过50%。比较发现,牛肉样品的二噁英单体污染特征与此次饲料添加剂的特征有较高一致性。而毒性当量浓度的主要贡献者2,3,4,7,8-PeCDF则在2种饲料添加剂中均是优势贡献单

体,这与作者前期研究的动物性食品样品中其为主要优势贡献单体的结果相一致^[8-9]。由于动物饲料中二噁英的高污染,会通过食物链带给人类食品的污染,最终使食物链高端的人类可能摄入被二噁英污染的食物,威胁到人类的健康。但是,在饲养过程中,动物会摄入各种不同来源的其他饲料或饲料添加剂,摄入量的差别也很大,加之二噁英单体在动物体内代谢本身是一个十分复杂的过程,形式和产物难以明确,因此,饲料和饲料添加剂中二噁英污染水平和特征对畜禽和水产动物的影响还需要开展更加深入和广泛的研究。



F1:2,3,7,8-四氯二苯并呋喃 2,3,7,8-TCDF, F2:1,2,3,7,8-五氯二苯并呋喃 1,2,3,7,8-PeCDF, F3:2,3,4,7,8-五氯二苯并呋喃 2,3,4,7,8-PeCDF, F4:1,2,3,4,7,8-六氯二苯并呋喃 1,2,3,4,7,8-HxCDF, F5:1,2,3,6,7,8-六氯二苯并呋喃 1,2,3,6,7,8-HxCDF, F6:2,3,4,6,7,8-六氯二苯并呋喃 2,3,4,6,7,8-HxCDF, F7:1,2,3,7,8,9-六氯二苯并呋喃 1,2,3,7,8,9-HxCDF, F8:1,2,3,4,6,7,8-七氯二苯并呋喃 1,2,3,4,6,7,8-HpCDF, F9:1,2,3,4,7,8,9-七氯二苯并呋喃 1,2,3,4,7,8,9-HpCDF, F10:八氯二苯并呋喃 OCDF, D1:2,3,7,8-四氯二苯并对二噁英 2,3,7,8-TCDD, D2:1,2,3,7,8-五氯二苯并对二噁英 1,2,3,7,8-PeCDD, D3:1,2,3,4,7,8-六氯二苯并对二噁英 1,2,3,4,7,8-HxCDD, D4:1,2,3,6,7,8-六氯二苯并对二噁英 1,2,3,6,7,8-HxCDD, D5:1,2,3,7,8,9-六氯二苯并对二噁英 1,2,3,7,8,9-HxCDD, D6:1,2,3,4,6,7,8-七氯二苯并对二噁英 1,2,3,4,6,7,8-HpCDD, D7:八氯二苯并对二噁英 OCDD。下同。The same as below.

图1 氯化胆碱和维生素K₃二噁英类化合物浓度的分布特征

Fig. 1 Distribution characteristics of concentrations of dioxin compounds in choline chloride and vitamin K₃

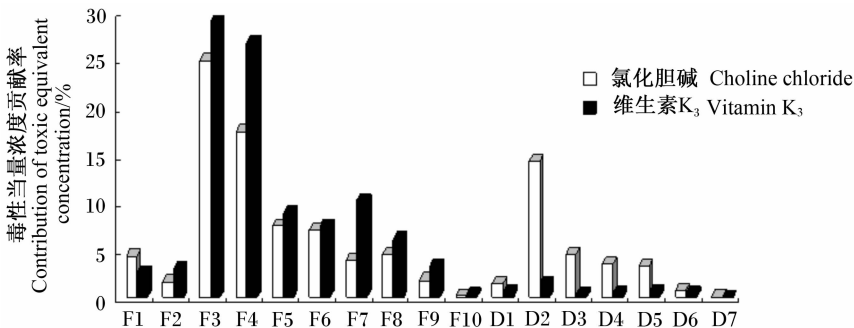


图2 氯化胆碱和维生素K₃二噁英类化合物毒性当量浓度分布特点

Fig. 2 Distribution characteristics of toxic equivalent concentrations of dioxin compounds in choline chloride and vitamin K₃

通过本研究初步揭示 2 种常用饲料添加剂氯化胆碱和维生素 K₃ 的二噁英污染水平,以毒性当量因子计算所得氯化胆碱和维生素 K₃ 的毒性当量平均浓度分别是 0.184 和 0.379 pg WHO-TEQ/g,均低于欧盟限量标准,但是仍有 6 个样品超过限量值,极有可能是在生产过程或者原料供给环节受到了污染,需要进一步进行溯源调查分析,果断做出相应决策才能保障当地居民的食品安全。

随着生活水平的提高,人们越来越关注食品安全,由于食品安全直接受畜禽产品的影响,而畜禽产品又直接受制于饲料的影响,饲料的安全也就间接地决定了人类食品的安全。因此,食品的安全必须从生产的源头——饲料产品的安全抓起^[10]。长期、持续开展大范围的饲料和饲料添加剂中二噁英污染现状检测,对于发现可疑污染源、预防食品二噁英污染、更加全面保护食品安全以及保障人类健康都具有十分重要意义。

4 结 论

经本研究的严格检测,检出 1 个氯化胆碱样品和 5 个维生素 K₃ 样品毒性当量浓度超过欧盟限量标准。

参考文献:

[1] FDA. Information for manufacturers of animal feed mineral mixes[EB/OL]. (2009-03-31)[2003-03-12]. <http://www.fda.gov/AnimalVeterinary/NewsEvents/CVMUpdates/ucm124065.htm>.

- [2] 常碧影,宋荣,丁永胜,等.《饲料添加剂氯化胆碱中氯化胆碱的测定》新国家标准的研制[J].中国饲料,2002(9):23-25.
- [3] 诸爱士,孙军.维生素 K₃ 合成工艺研究[J].科技通报,2001(3):37-41.
- [4] BERNARD A, BROECKAERT F, DE POOTER G, et al. The Belgian PCB/dioxin incident: analysis of the food chain contamination and health risk evaluation [J]. *Environmental Research*, 2002, 88: 1-18.
- [5] 杨科杰. 德国二噁英污染事件持续升级[N]. 光明日报, 2011-01-01(8).
- [6] Commission Regulation (EU). No. 199/2006 of 3 February 2006; amending regulation (EC) No. 466/2001 setting maximum levels for certain contaminants in foodstuffs as regards dioxins and dioxin-like PCBs [J]. *Official Journal of the European Communities*, 2006, L32: 34-38.
- [7] US EPA. Tetra- through octa-chlorinated dioxins and furans by isotope dilution HRGC/HRMS (Method 1613) [S]. Washington, D. C. : [s. n.], 1994.
- [8] ZHANG J, JIANG Y, ZHOU J, et al. Concentrations of PCDD/PCDFs and PCBs in retail foods and an assessment of dietary intake for local population of Shenzhen in China [J]. *Environment International*, 2008, 34(6): 799-803.
- [9] 张建清, 蒋友胜, 周健, 等. 深圳市市售食品中二噁英、多氯联苯污染现状研究[J]. *华南预防医学*, 2009, 35(6): 4-8.
- [10] 胡奇伟, 刘立鹤. 食品的安全必须从生产的源头抓起[J]. *中国动物保健*, 2008(7): 63-64.

Feed Additives of Choline Chloride and Vitamin K₃ : Dioxin Compound Concentrations and the Distribution Characteristics of Monomers

LIU Zhibin^{1,2} ZHANG Jianqing^{2*} JIANG Yousheng² ZHOU Jian² LI Shengnong²

(1. School of Public Health, Sun Yat-Sen University, Guangdong 510080, China;

2. Shenzhen Center for Disease Control and Prevention, Shenzhen 518055, China)

Abstract: This study was conducted to investigate dioxin compound concentrations and the distribution characteristics of monomers in two kinds of common feed additives (choline chloride and vitamin K₃). Seventeen samples of choline chloride and 29 samples of vitamin K₃ were detected. Dioxin compounds were extracted by accelerated solvent extraction system (ASE), purified by fluid management system (FMS), and quantitative analyzed by isotope dilution high resolution gas chromatography/high resolution mass spectrometry (HRGC/HRMS). The results showed as follows: the concentrations of dioxin compounds in choline chloride and vitamin K₃ were 4.370 and 13.871 pg/g, respectively. The average concentration of toxic equivalent was 0.184 and 0.379 pg WHO-TEQ/g, respectively. The toxic equivalent concentration in 1 choline chloride sample and 5 vitamin K₃ samples exceeded the executive standard of European Union (0.75 pg WHO-TEQ/g). OCDF was the dominant contributory congener both in the samples of choline chloride and vitamin K₃, and the main contributors of toxic equivalent were 2,3,4,7,8-PeCDF and 1,2,3,4,7,8-HxCDF. Furthermore, PCDFs accounted for 88% and 97% of total toxic equivalent in choline chloride and vitamin K₃, respectively, and was the main pollutant in the distribution characteristic of pollutional congeners. [*Chinese Journal of Animal Nutrition*, 2012, 24(10):2006-2012]

Key words: feed additive; dioxin; isotope dilution; HRGC-HRMS; choline chloride; vitamin K₃