

ダイオキシン類等の有害化学物質による食品汚染実態の把握に関する研究

(2)食品中ダイオキシン類等の有害化学物質に対する迅速測定法の開発

(2-4)食品中ベンゾトリアゾール類の迅速測定法の開発

分担研究者 堤 智昭 国立医薬品食品衛生研究所

研究要旨

プラスチック用の紫外線吸収剤であるベンゾトリアゾール類は、難分解性、蓄積性を有し毒性が懸念されている。最近、ベンゾトリアゾール類の1種が化審法の第1種指定化学物質に指定され、その類縁化合物も含め食品汚染の把握が急務である。そこで本研究では、食品中のベンゾトリアゾール類の迅速測定法を開発することを目的とし、平成18年度には、測定対象とするベンゾトリアゾール類の測定のための基本物性を明らかにするとともに、HPLC分析とLC/MS/MS分析での当面の条件を決定し、高感度分析の可能性を示した。また、脂肪分の大きく異なる3種類の魚を用いて、5種類の方法で脂肪のアルカリ分解条件を検討し、従来法の問題点を明らかにし、新しい抽出液分解法を提案した。

研究協力者

横浜国立大学環境情報研究院
浦野紘平、清水優子

ゾール類の迅速測定法を開発し、食品汚染の実態調査に役立てることを目的とした。

A.研究目的

プラスチック用の紫外線吸収剤として長年わたって使用されてきたベンゾトリアゾール類の1種である 2-(2H-1,2,3-ベンゾトリアゾール-2-イル)-4,6-ジ-tert-ブチルフェノール:(DBHP)BT:[CAS 3846-71-7]が、環境中での残留性と生物への濃縮性および毒性があることが判明し、平成19年11月に、化学物質の審査および規制に関する法律(化審法)で第1種指定化学物質に指定され、日本での製造・使用が禁止された^{1),2)}。

しかし、ベンゾトリアゾール類には指定された化合物と類似な物質もあり、また、世界的には使用が続いており、これらによる地球レベルの食品汚染が懸念されている。

そこで、本研究では食品中のベンゾトリア

B.研究方法

1.試料

1.1 測定対象化合物の選定

ベンゾトリアゾール類には、化審法で第1種指定化学物質に指定された(DBHP)BT以外にも、ベンゼン環の置換基の炭素数や側鎖の形が異なるだけの 2-(2H-1,2,3-ベンゾトリアゾール-2-イル)-4,6-ジ-tert-アミルフェノール:(DAHP)BT:[CAS 25973-55-1]、2-(2H-1,2,3-ベンゾトリアゾール-2-イル)-4,6-メチルフェノール:(MHP)BT:[CAS 2440-22-4]、2-(2H-1,2,3-ベンゾトリアゾール-2-イル)-4,6-オクチルフェノール:(OHP)BT:[CAS 3147-75-9]、およびトリアゾール環に塩素が付加した 2,4-ジ-tert-ブチル-6-(5-クロロ2H-1,2,3-ベンゾトリアゾール-2-イル)フェノール:(DBHP)CBT:[CAS 3864-99-1]や 2-tert-

ブチル-4-メチル-6-(5 クロロ 2H-1,2,3 ベンゾ
トリアゾール-2-イル)フェノール：
(BMHP)CBT:[CAS 3896-11-5]など、類似の
化合物が利用されている。これら(DBHP)BT以
外のベンゾトリアゾール類のうち(DAHP)BT、
(DBHP)CBT、(BMHP)CBT は難分解性であり、
とくに(DBHP)CBT は生物濃縮性も高いため、
化審法の第1種監視化学物質に指定されて
いるほか、(DAHP)BTや(BMHP)CBTも濃縮性
がやや高いことが分かっている。また、(MH
P)BT と(OHP)BT は、分解性が比較的高いこ
とが分かっているが、生産量が多いことから、
食品汚染が懸念されている。そこで本研究で
は、これら 6 種類のベンゾトリアゾール類を研
究対象とした。

1.2 試薬

ベンゾトリアゾール類の試薬は、(DBHP)BT、
(DAHP)BT、(OHP)BTは東京化成社製、
(DBHP)CBT、(BMHP)CBT、(MHP)BT は和
光純薬社製を用いた。また、メタノールは
LC/MS 用、アセトン、ヘキサンは残留農薬試
験用、水酸化カリウム(KOH)や食塩(NaCl)など
は特級の和光純薬製試薬を用いた。

1.3 魚試料

魚試料は、神奈川県内で購入した脂肪分
の異なるマサバ 2 種類と脂肪分が非常に多い
クロマグロの大トロ部分 1 種類をフードプロセッ
サで細かく砕いて均一化して使用した。ただし、
食品中ダイオキシン類(DXN)分析法とその改
良法では、KOH エタノール溶液を添加後、ホ
モジナイザーでさらに混合、破碎した。

2.装置と方法

2.1 分析機器と分析条件

各ベンゾトリアゾール類の紫外線吸収スペク
トルの測定には、島津製作所社製の分光光度
計 UV-1200 型を用いた。また、高速液体クロ
マトグラフ(HPLC)は、Waters 2695 Separation

Module の HPLC に、UV 検出器 Waters 2487
Dual λ Absorbance Detector を接続したもの
を用いた。また、LC/MS/MS には、上記の
HPLC と Micromass Quattro Micro を用いた。
これらの分析条件を表1、表2に示す。

表1 HPLCの分析条件

カラム	3.5 μ m の SunFireC18 (2.1 \times 150mm)
温度	40 $^{\circ}$ C
移動相組成	メタノール/水=99/1~97/3
移動相流量	0.3mL/min
試料注入量	5~50 μ L
検出波長	305nmと 340nm

表2 LC/MS/MSの分析条件

カラム	3.5 μ m の SunFireC18 (2.1 \times 150mm)
温度	40 $^{\circ}$ C
移動相組成	メタノール/水=99/1
移動相流量	0.3mL/min
試料注入量	5~50 μ L
ネブライザーガス	N ₂
コリジョンガス	Ar
イオン化法	APCI(+)
モニタリング方法	MRM
イオン源温度	120 $^{\circ}$ C

2.2 アルカリ分解・抽出方法

一般的に魚介類中の有機汚染物質分析で
の脂肪等のアルカリ分解は、KOH エタノ
ール溶液で行われている。これは、KOH が水
やエタノールには溶けるが、ヘキサンやアセ
トンには溶けないため、およびエタノールが
分解生成物も溶かしやすいためと考えられる。
また、NaOH でなく KOH が使用されている
のは、KOH の方がアルカリ強度が大きく、
エタノールにも溶けやすいために反応速度が
速くなり、反応生成物の溶解度も大きくなる
ためと考えられている。このため、本研究で
も KOH エタノール溶液を用いた各種のアル
カリ分解法を検討し、できるだけ容易に、か

つ、十分に分解と抽出ができる方法の開発を試みた。すなわち、魚を KOH エタノール溶液で分解後、分液ロートでヘキサン抽出する方法として、①環境省報告³⁾に記載されている方法(A法)と②その改良法、③「食品中のダイオキシン類及びコプラナーPCB の測定方法

暫定ガイドライン⁴⁾」に一例として記載されている方法(B法)と④その改良法、および⑤エタノール・ヘキサンで抽出後、KOH を加えて分解・精製する”抽出分解法”の5つの方法を比較検討した。これらの方法の基本フローを図1に示す。

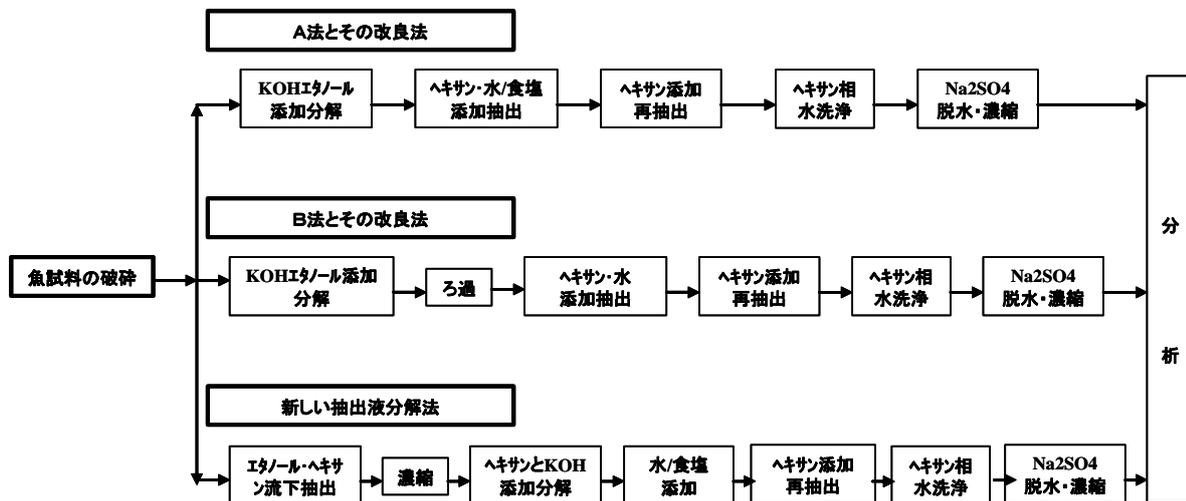


図1 アルカリ分解・抽出法を検討した基本操作フロー

直接分解法のうち A 法とその改良法では、フードプロセッサで細かく砕いて均一化した魚試料に、1mol/L の KOH エタノール溶液を単位試料重量あたり 5mL/g-wet を加えた。その後、90℃で還流しながら2時間分解したのち、A 法については KOH エタノール液量の 8/5 倍量のヘキサンと 10 倍量の 10%食塩水を、A 法改良法については KOH エタノール液量の 2/5 倍量のヘキサンと等倍量の水を加えて、振とう抽出後にヘキサン相の分離状態を観察、評価した。ヘキサンが分離できた場合には水・エタノール相にヘキサンを再度添加して抽出後、A 法改良法については合わせたヘキサンを同量の精製水で 2 回洗浄し、無水硫酸ナトリウム(Na₂SO₄)で脱水後にヘキサンを蒸発させ、残さの状態を観察し、重量を測定した。

B 法とその改良法では、フードプロセッサで細かく砕いて均一化した魚試料に、1mol/L の KOH エタノール溶液を単位試料重量あたり 3mL/g-wet または 5mL/g-wet 加えて、さらに

ホモジナイザーで混合した(ただし、クロマグロは、ホモジナイザーに組織が挟まり操作不能であった)。20℃または 40℃で 2 時間攪拌、あるいは 20℃で 15 時間静置して分解後、ろ過した液について、ヘキサン(KOH エタノール液量の 2/5 倍量)と水(KOH エタノール液量と同量)を加えて振とう抽出した。その後、ヘキサン相の分離状態を観察し、ヘキサン相が分離できた場合は、水・エタノール相にヘキサンを再度添加して抽出後、合わせたヘキサンを 2/3 倍量の精製水で 2 回洗浄し、無水 Na₂SO₄ で脱水後、ヘキサンを蒸発させ、残さの観察と重量測定を行った。

抽出液分解法では、4 試料が同時に抽出できる加熱流下式高速抽出装置 SE-100 型(ダイアインスツルメンツ社製)を用いて抽出を行った。抽出条件は、平成 16 年度厚生労働科学研究補助金による研究成果「高速加熱流下抽出装置による市販魚中ダイオキシン類の抽出法の検討」⁵⁾ でダイオキシン類が十分抽出

された条件を参考にした。操作簡略化のため、抽出溶媒をエタノール・ヘキサン混合液に変更した。すなわち、細かく砕いた魚試料と4倍量の無水 Na_2SO_4 を混合してすりつぶし、抽出管に充填する。本装置に装着し、 30°C で15min 静置後、エタノール・ヘキサン混合液 (1:1) を 6mL/min で 75min 間通液して抽出液を得た。抽出液を所定量まで濃縮 (残液がほとんどエタノールになるまで) し、固体の KOH を所定量加えて 20°C または 40°C で所定時間振とう攪拌して分解した後、KOH エタノール液量の 2/5 倍量のヘキサンと、KOH エタノール量と同量の水を加えて振とう抽出した。ヘキサン相の分離状態を観察し、分離できた場合には水・エタノール相にヘキサンを再度添加して抽出後、合わせたヘキサンを同量の精製水で2回洗浄し、無水 Na_2SO_4 で脱水後、ヘキサンを除去し、残さの観察と重量測定を行った。なお、いずれの抽出法の場合も、残さが固体状のさらさらしたものになり、重量が試料 25g-wet あたり、20mg(0.08%)以下になれば脂肪等の分解がほぼ十分にできたと判定した。

C. 研究結果及び考察

1. ベンゾトリアゾール類の基本物性

ベンゾトリアゾール類の紫外線吸収スペクトルの例を図2、図3に示した。

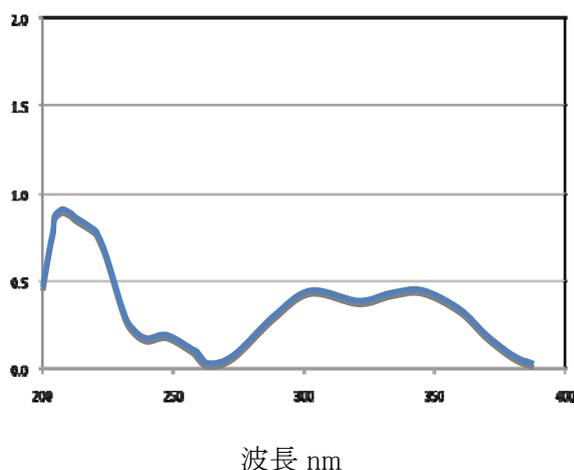


図2 (DBHP)BT の紫外吸収スペクトル

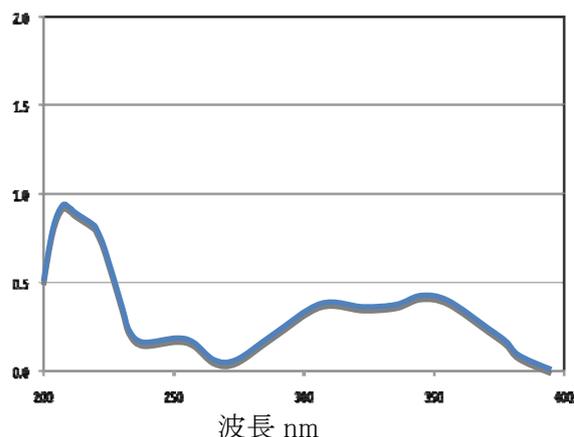


図3 (DBHP)CBT の紫外吸光スペクトル

また、対象とする6種類のベンゾトリアゾール類の最大吸収波長 λ_{max} と、その波長での 1mol/L あたりの吸光度 (分子吸光係数) ϵ を表3に示す。

表3 各ベンゾトリアゾールの紫外吸光特性

化合物	λ_{max} (nm)	ϵ (L/mol)
(DBHP)BT	302.5, 342.5	15,500, 14,800
(DAHP)BT	305.5, 342.0	15,700, 15,000
(MHP)BT	297.5, 334.0	13,900, 15,200
(OHP)BT	299.0, 334.5	14,500, 14,800
(DBHP)CBT	313.5, 344.0	15,500, 17,000
(BMHP)CBT	312.0, 349.5	14,500, 16,200

これらの λ_{max} は、いずれも 305nm 付近と 340nm 付近であったことから、ベンゾトリアゾール類の HPLC 分析では、305nm または 340nm を測定波長に用いた。

また、分子吸光係数 ϵ は、いずれも 15,000 程度で著しく大きかった。そこで6成分混合標準液 (各約 $100 \mu\text{g/L}$) について、表1に示した条件 (メタノール:水 = 99:1, $10 \mu\text{L}$ 注入) で HPLC 分析したクロマトグラフの例を図4に示す。

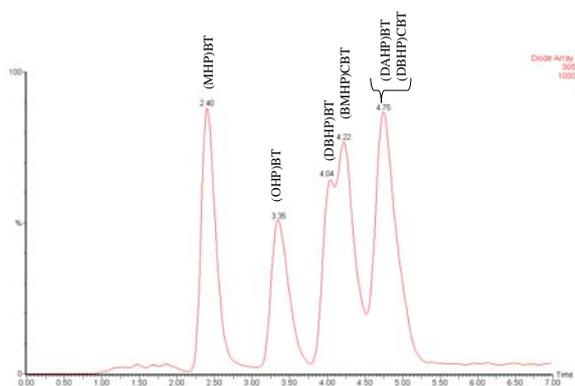


図4 HPLC 分析でのクロマトグラフの例

各ピークの面積と S/N 比とから、100~200pg 注入量まで高感度に定量可能と推算されたが、(DBHP)BT と(BMHP)CBT、および(DAHP)BT と(DBHP)CBT の分離が不十分であった。そこで、移動相のメタノールと水の混合比を 98:2 および 97:3 に変えてみたが、分離状態は改善されなかった。魚介類中にこれらが共存するか否かは現時点では不明であるが、HPLC で分析する場合には、さらに分離条件や妨害物質の除去方法を検討する必要があると考えられた。

次に、LC/MS/MS 分析を検討するため、6 種類のベンゾトリアゾール類の Parent イオンと Daughter イオンを調べた結果を表4に示す。ただし、LC/MS/MS の分析条件については今後さらに最適化する予定である。

表4 ベンゾトリアゾールの定性・定量用イオン

化合物	Parentイオン	Daughterイオン
(DBHP)BT	324.2	212.2 と 268.3
(DAHP)BT	352.2	282.3 と 212.2
(MHP)BT	226.1	119.8 と 106.8
(OHP)BT	324.2	212.2
(DBHP)CBT	358.2	302.2 と 246.2
(BMHP)CBT	316.1	260.3 と 106.9

また、表 2 に示した条件(メタノール:水=99:1、10 μ L 注入)で LC/MS/MS 分析した (DBHP)BT と(DBHP)CBT のクロマトグラフを図

5に示す。0.01ng/ μ L のメタノール溶液を 5 μ L 注入して分析した際の S/N 比が 5~10 であったことから、50~100pg 程度までは定量可能と推算され、10g 程度の試料を用いれば、魚介類中濃度で 0.1ng/g-wet 程度までの分析が可能になると推算された。

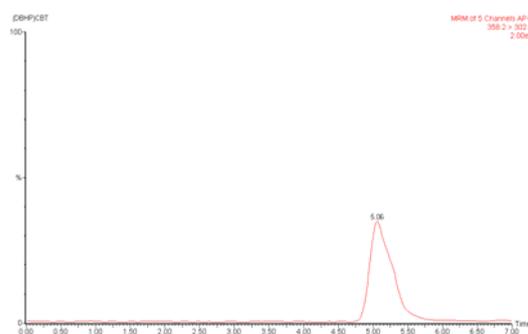
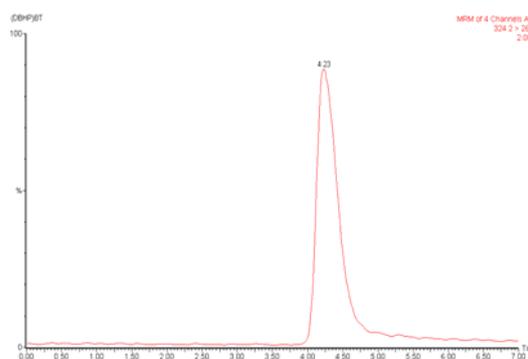


図5 LC/MS/MS でのクロマトグラフの例
上:(DBHP)BT、下:(DBHP)CBT

2. 魚試料の脂肪含有量とアルカリ分解法の比較

(1)魚試料の脂肪含有量(ヘキササン抽出物量)

実験に用いた市販魚の脂肪含有量を、ヘキササン抽出し残さ重量から求めた結果、マサバ ① は 1.64g/100g-wet、マサバ ② は 11.1g/100g-wet、クロマグロは 49.8g/100g-wet であり、約 30 倍の差があった。多くの市販魚の脂肪含有量は、この範囲内に入ると考えられる。

(2)A 法とその改良法

まとめた結果を表 5 に示した。A 法によりマサバ②10g-wet を 1mol/L-KOH エタノール溶液で加熱還流分解後、ヘキサン抽出した。しかし、ヘキサン層に安定なエマルジョンが生成し、1 時間以上静置してもエマルジョンはなくならなかった(写真 1 参照)。



写真 1 A 法でのヘキサン抽出時のエマルジョン生成

そこで改良法として、抽出時のヘキサン/エタノール/水の体積比を 8/5/50 からエタノールを増やして水を減らした 2/5/5 に変更し、脂肪分の多いクロマグロに適用した。その結果、分離が大幅に改善されて適用可能であることが分かった。ただし本法は、90°C で反応させる加熱環流装置が必要であり、多数の試料を同時に処理しにくいこと、及び危険も伴うことなどの欠点がある。そこで、B 法とその改良法を次に検討した。

(3)B 法とその改良法

まとめた結果を表 5 に示した。B 法として、20°C で 2 時間攪拌する方法をマサバ②とクロマグロに適用し、20°C で 12 時間以上(15 時間)静置する方法をクロマグロに適用した。なお、クロマグロではフードプロセッサで細かくした試料に KOH エタノール溶液を加えた後、ホモジナイザーをかける際に、組織が挟まり動作しない上に試料量もロスしたため、ホモジナイザーによる処理は行わなかった。また、

いずれの試料でも KOH 分解後に、分解試料がゼリー状となり、ろ過が非常に困難であった(写真 2 参照)。



写真 2 (20°C、マサバ②分解後のろ過残さ)

ヘキサン抽出後の残さは、マサバ②の攪拌法では、固体で 25g-wet 試料あたり 20mg となり、十分な分解ができると考えられたが、後述する抽出液分解法に比べると、ろ過時にろ紙上に大量に残ったゲル状の残さ中にベンゾトリアゾール類が残っている可能性があると考えられた。一方、クロマグロでは、いずれの方法でもヘキサン抽出後の残さが液体状で、残さの重量も 25g-wet 試料あたり、2 時間攪拌法で 550mg、15 時間静置法で 1000mg となり、脂肪の分解が不十分であった。

そこで、クロマグロについて、反応温度を 40°C にした攪拌法で、KOH エタノール溶液 (1mol/L) の添加量を単位試料重量あたり 3mL/g-wet または 5mL/g-wet で分解する改良法を検討した。その結果、3mL/g-wet では、ヘキサン抽出後のヘキサン蒸発残分が液体状で分解不十分であったが、5mL/g-wet では固体となり、分解処理が可能であると考えられた。しかし、依然として KOH 分解液をろ過したろ紙上に、脂肪を含むと思われる固体が多く残っている状態であった(写真 3、4)。従って、改良法でもベンゾトリアゾール類がろ過時に損失する可能性があると考えられた。そこで、夾雑物を減らし、固液分離操作が不要な“抽出液分解法”を新規に検討した。



写真3 40℃、KOH エタノール溶液/クロマグロ
3mL/g-wet の場合のろ過残さ

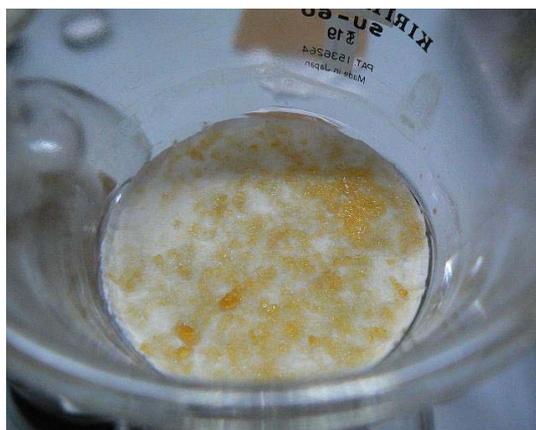


写真4 40℃、KOH エタノール溶液/クロマグロ
5mL/g-wet の場合のろ過残さ

表5 各種アルカリ分解法の条件と分解結果のまとめ(1)

	A法	A法改良法	B法		B法改良法	
反応温度(℃)	90	90	20		40	
KOHエタノール溶液濃度(mol/L)	1	1	1		1	
KOH溶液/魚(mL/g-wet)	5	5	3		3	5
反応時間(h)	2	2	2	15	2	
分解時の状態	加熱環流		攪拌	静置	攪拌	
ヘキサン/エタノール/水又は食塩水抽出混合比	8/5/50	2/5/5	2/5/5		2/5/5	
食塩水添加の有無	有	無	無		無	
マサバ①脂肪分1.64%	—	(○)	(△)	—	—	(△)
マサバ②脂肪分11.1%	分離できず×	(○)	△	—	—	(△)
クロマグロ脂肪分49.8%	(分離できず×)	○	×	×	×	△

注1) ○:十分に分解可、(○):未実験だが他の条件結果から十分に分解可。

×:分解不十分、(X):未実験だが他の条件結果から分解不十分。

△:ろ過時に残さが認められるため、分析対象物が損失する可能性あり。

—:分解できる可能性があるが優先度が低いので未実験。

注2)A法とその改良法では、夾雑物が多くなり、90℃還流反応装置が必要であるため、やや危険。

(4)抽出液分解法

まとめた結果を表 6 に示した。

(a)抽出液の性状観察

エタノール-ヘキサン混液で抽出した抽出液は、抽出直後はうっすらと 2 層になっているように見え、その境界に白い固体が浮遊しているような状態であった。これを振り混ぜてみると、1 層となり全体に白濁した。さらにアルカリ分解するためにエバポレータで 25mL (1mL/g-wet 試料) まで濃縮すると固体が多量に析出し、とくに脂肪分の多いマサバ②とクロマグロでは油粒のようなものが観察された。しかし、KOH 処理後に固体が残らなければ支障がないと考え、この抽出液に KOH を加えて振とう攪拌して分解した。なお、KOH 溶解には 20°C で 25min 程度、40°C で 10min 程度かかった。また、振とう中に固体の塊が生じることがあったが、この塊は水に良く溶け、抽出操作時の水・エタノール相に除去された。25g-wet の魚からの抽出液を各種の条件でアルカリ分解した場合の残さ重量測定を行い、20mg 以下のさらさらした固体になるか否かで脂肪の分解程度を判定した結果、以下の通りとなった。

(b)20°Cでの分解

脂肪分の少ないマサバ①では、抽出液を 1mL/g-wet まで濃縮後、KOH を濃度が 1mol/L 相当となるように添加した。1 時間反応では残分が液体状で 31mg あり、分解不十分であった。一方、2 時間反応では固体状で 17mg となり、分解できた。また、抽出液を同様に濃縮後、KOH 濃度を 3mol/L 相当とした場合は、0.5 時間反応でも残さが固体状で 20mg となり、分解は十分であった。

脂肪分の多いクロマグロの抽出液では、3mol/L 分の KOH が溶解せず、1mol/L の場合には、KOH 不足で分解不十分になると考えられたため実験を行わなかった。

マサバ②の抽出液は、マサバ①の抽出液で

分解に 2 時間要したことから、実験を行わず、40°C の分解実験を行うこととした。

(c)40°Cでの分解

脂肪分の少ないマサバ①では、抽出液を 1mL/g-wet まで濃縮後、KOH を濃度が 0.3mol/L 相当となるように添加した。1 時間反応では残さが液体状で 47mg あり、分解不十分であったが、2 時間反応では残さは固体状で 19mg となり分解できた。また抽出液を同様に濃縮後、KOH 濃度を 1mol/L 相当とした場合は、0.5 時間反応でも残さが固体状で 16mg となり分解できた。

やや脂肪分の多いマサバ②では、抽出液を同様に濃縮後、KOH 濃度を 1mol/L 相当とし分解した。その結果、0.5 時間反応でも残さが固体状で 10mg となり、十分に分解できた。従って、KOH 濃度をより増加させた実験は行わなかった。

脂肪分の多いクロマグロでは、抽出液を同様に濃縮後、KOH 濃度を 1mol/L 相当となるように添加を試みたが、KOH が完全に溶解せず、2 時間反応での残さも液体状で分解不十分であった。そこで、抽出液の濃縮倍率を 3mL/g-wet まで下げ、KOH 濃度を 1mol/L 相当で分解を試みたが、2 時間反応での残さが液体状で 76mg あり、分解不十分であった。さらに、抽出液の濃縮倍率を 5mL/g-wet まで下げ、KOH 濃度を 1mol/L 相当で分解したところ、1 時間反応では液体状で残さが 43mg であったが、2 時間反応では固体状で残さが 14mg となり十分に分解できた。

(d)アルカリ分解液のヘキサン抽出

アルカリ分解後のヘキサン抽出条件については、ヘキサン/エタノール/水の体積比を水が多い 2/5/25 にして抽出を検討した。最初にマサバ①のアルカリ分解液（抽出液を 1mL/g-wet まで濃縮後、KOH 濃度を 1mol/L 相当にした分解液）について検討したところ、

エマルジョンが形成しヘキサン層の分離が不可能であった。そこで、水の代わりに10%NaCl水溶液を使用することで、エマルジョンの形成を抑え良好にヘキサン層を分離することが可能であった。しかし、マサバ②の同一条件のアルカリ分解液に適用したところ、ヘキサン層がゼリー状になり、分離が不可能であった。KOH量が不足かと考え、4mol/L相当になるようにKOHを添加したが、結果は同じであった。このことから、脂肪分解物が水相に溶解しきれなくなった可能性が考えられた。このゼリー状の固体は、水には溶けず、エタノールには溶けた。

以上の結果から、脂肪分解物はエタノールには溶けやすいが、水やヘキサンには溶けにくいと考えられたため、水に対するエタノールの割合を増やし、ヘキサン/エタノール/水の比を2/5/5にして抽出を検討した。その結果、マサバ②やクロマグロの分解液でも全く泡立たず、静置後も水・エタノール相は少し白濁しているものの、ヘキサン相は透明で2層の分離は良好であった。従って抽出液分解法では、分解後のエタノール液に0.4倍量のヘキサンと、等量の水を加えて抽出する方法が適当であると考えられた。

表6 各種アルカリ分解法の条件と分解結果のまとめ(2)

反応温度(°C)	抽出液分解法										
	20				40						
加熱流下抽出液の濃縮液(エタノール)量/魚(mL/g-wet)	1				1	1	3	5			
KOH添加量/魚(mmol/g-wet)	1	3			0.3	1	3	5			
KOHエタノール溶液相当濃度(mol/L)	1	3			0.3	1					
反応時間(h)	1	2	0.5	1	1	2	0.5	1	2	1	2
分解時の状態	攪拌										
ヘキサン/エタノール/水抽出混合比	2/5/5 (2/5/25ではヘキサン分離不良)										
食塩添加の有無	無										
マサバ①脂肪分1.64%	×	○	○	○	×	○	○	○	(○)	(○)	(○)
マサバ②脂肪分11.1%	(×)	—	—	—	(×)	—	○	○	(○)	(○)	(○)
クロマグロ脂肪分49.8%	(KOH不溶×)				(×)	(×)	KOH不溶×	×	×	○	

注1) ○:十分に分解可、(○):未実験だが他の条件結果から十分に分解可。

×:分解不十分、(×):未実験だが他の条件結果から分解不十分。

—:分解できる可能性があるが優先度が低いので未実験。

D.結論

- 1) 6種類の本ゾトリアゾール類の基本物性およびHPLCとLC/MS/MS分析の例から、魚介類試料中の本ゾトリアゾール類を高感度で迅速測定できる可能性を示した。
- 2) 従来のアルカリ分解・抽出法の問題点を改善し、新規の抽出液分解法を提案して分解条件と分解後の抽出条件を決定した。
- 3) 今後は、HPLC および LC/MS/MS での分離定量の最適条件と適用範囲を明らかにし、精製方法等の前処理条件を決定し、代表的な魚介類への適用性を確認する予定である。

E.参考文献

- 1) 経済産業省「化学物質の審査および製造等の規制に関する法律」第一種特定化学物質 関係 http://www.meti.go.jp/policy/chemical_management/03kanri/a11.htm
- 2) 環境省、中央環境審議会環境保険部会、第 58 回化学物質審査小委員会資料「2-(2H-1,2,3-ベンゾトリアゾール-2-イル)-4,6-ジ-tert-ブチルフェノールについて」「2-(2H-1,2,3-ベンゾトリアゾール-2-イル)-4,6-ジ-tert-ブチルフェノールの分解性、蓄積性及び人への長期毒性について」、「今後の対策について」など、<http://www.env.go.jp/council/05hoken/yoshi05.html>
- 3) 環境省環境保険部環境安全課、化学物質と環境、平成 17 年度化学物質分析法開発調査報告書、生物中 2-(2H-1,2,3-ベンゾトリアゾール-2-イル)-4,6-ジ-tert-ブチルフェノール及び 2,4-ジ-tert-ブチル-6-(5-クロ-2H-1,2,3-ベンゾトリアゾール-2-イル)-フェノールの分析法、Ⅲ-438~453(平成18年7月)
- 4) 厚生労働省「食品中のダイオキシン類及びコプラナーPCB 測定方法暫定ガイドライン」、http://www1.mhlw.go.jp/topics/dioxin_13/so_kutei.html
- 5) 堤 智昭、天倉吉章、松本輝樹、伊藤日本

男、栗原 浩、佐々木久美子、米谷民雄、加熱流下抽出装置による市販魚中ダイオキシン類抽出法の検討、第 14 回環境化学討論会要旨集、p.332-333(2005) :平成 16 年度厚生労働科学研究補助金(食品の安全性高度化推進研究事業)「ダイオキシン類による食品汚染実態の把握に関する研究」報告書(2005)

F.研究業績

1. 論文発表
なし
2. 学会発表
なし