

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。

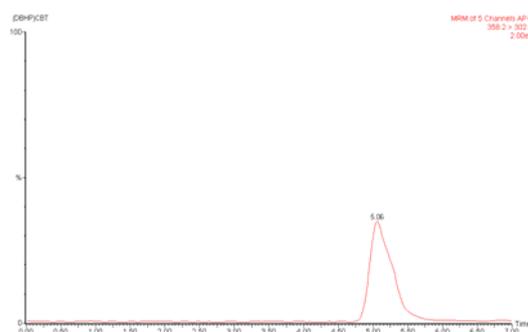
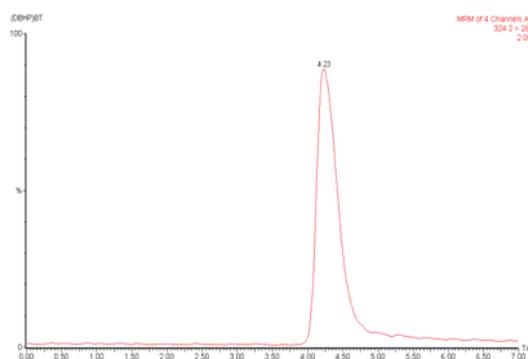


図5 LC/MS/MS でのクロマトグラフの例
上:(DBHP)BT、下:(DBHP)CBT

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