

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ー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。