

26W-pm04S

新規エキシマー蛍光誘導体化試薬による醤油中ヒスタミンの高感度・高選択的分析法の開発

○中野 達基¹, 石井 裕大¹, 轟木 堅一郎¹, 関 俊哲¹, 井之上 浩一¹, 豊岡 利正¹ (静岡県大塚)

【目的】食品の腐敗や発酵により生成されるヒスタミン (Him) の過剰摂取は、アレルギー様中毒の原因となる。そのため、発酵食品である醤油中の製造過程や品質管理現場において、簡便かつ高感度な Him 分析法が要求されている。Him の高感度分析法として、ピレン試薬を用いるエキシマー蛍光誘導体化-HPLC 法が報告されているが、試薬の吸湿性が高いためロット間差が大きく、汎用分析への利用に課題を残していた。そこで今回、試薬の反応性と長期保存に優れた新規ピレン試薬 2-chloro-4-methoxy-6-(4-(pyren-1-yl)butoxy)-1,3,5-triazine (CMPT) を新たに開発し、醤油中 Him 分析用試薬としての有用性について評価した。

【方法】CMPT の合成 : 2,4-Dichloro-6-methoxy-1,3,5-triazine と 1-pyrenebutanol の縮合により 1 段階で合成。試料の前処理 : 醤油試料に内標準物質である 1,8-octanediamine を添加後、NaOH 条件下 MeCN 抽出。抽出液を減圧乾固後、MeCN に再溶解。蛍光誘導体化 : 試料溶液に CMPT (DMF 溶液)、ピリジンを加え、50°C で 20 分加熱。反応液の一部を HPLC に注入。HPLC 条件 : カラム ; L-column2 ODS (5 μm, 150×2.1 mm; CERI)、移動相 ; MeCN-H₂O-formic acid の混液、流速 ; 0.2 mL/min、カラム温度 ; 50°C、蛍光検出 ; 励起 325 nm、蛍光 475 nm。

【結果・考察】合成した CMPT は吸湿性が認められず、長期保存が可能であった。本試薬により誘導体化後、HPLC-エキシマー蛍光検出することで、試薬やモノアミン誘導体由来のピークの影響を受けることなく Him を高感度に分析できた。また、醤油試料からの前処理操作を液-液抽出のみとすることで、手順を大幅に簡素化することができ、かつ回収率も十分であった。構築した分析法は、醤油製造現場や品質管理現場における簡易分析法として有用であると考えられる。