

被験物質ブチルアミンの確認結果

今般、ブチルアミンについての食品健康影響評価を依頼するにあたり提出された、厚生労働省の委託による 90 日間反復経口投与毒性試験、染色体異常試験および小核試験に使用された被験物質（シグマ アルドリッチ社製、製品番号：W313009）につきましては、当該試験に使用された被験物質（ロット番号：12322BD および 08410CD）が保存されていないことから、当時用いた被験物質がブチルアミンであるかどうかの直接の確認はできませんでした。

しかしながら、化学品メーカーとして確たる地位を築いているシグマ アルドリッチ社の製品であり、同社の分析報告書によれば、ガスクロマトグラフィー（GC）による純度の確認と赤外吸収スペクトル測定法（IR）による同定確認を行っていることから、毒性試験に用いた 2 ロットのうちの一方のロット番号 08410CD の製品を新たに購入し直し、これについて質量分析（MS）、IR および $^1\text{H-NMR}$ スペクトルを測定しました。得られたデータを独立行政法人産業技術総合研究所（産総研）により公開されているスペクトル¹との比較を行った結果、MS スペクトルおよび IR スペクトルのパターンが一致し、また $^1\text{H-NMR}$ の化学シフトについてもほぼ一致しました（ただし、装置の磁場強度が異なるため、ピークの分離が異なっています。また、測定に用いた重水素溶媒が異なるため、溶媒中の水の化学シフト値も異なっております）。また、このロット番号の製品の $^1\text{H-NMR}$ スペクトルは、各種 NMR データより各シグナルの完全な帰属を行いました同社製のブチルアミンの別製品（製品番号：471305）のスペクトルと一致しております。なお、シグマ アルドリッチ社よりロット番号 08410CD の品質管理の際に測定したデータの提供を受け、産総研のデータと比較したところ、両者のパターンは一致していたことも確認しております（ただし、提供を受けたデータについては非公開となっております）。

以上のことから、使用された被験物質がブチルアミンであると考えられることを報告いたします。

国立医薬品食品衛生研究所
食品添加物部第一室

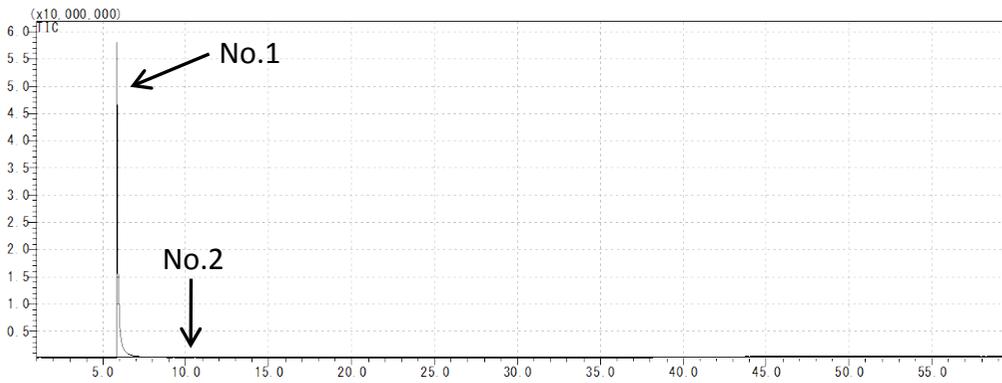
平成 21 年 10 月 19 日

¹ http://riodb01.ibase.aist.go.jp/sdbs/cgi-bin/direct_frame_top.cgi、SDBS No. 1901

(ロット番号08410CDのMSスペクトル)

butylamine(ALD) W313009 Lot.0810CD

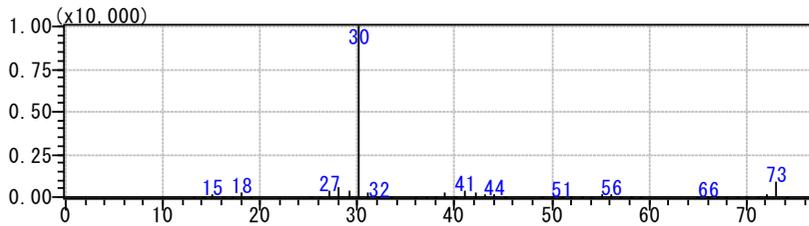
(GC)



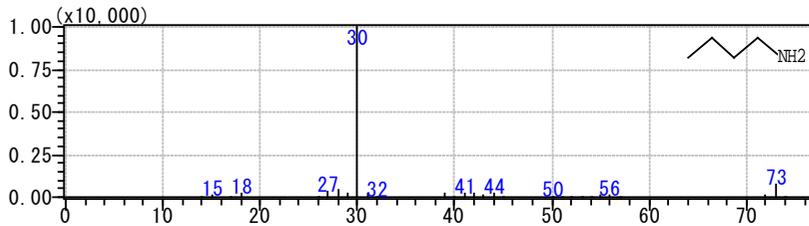
No.	保持時間	開始時間	終了時間	質量	面積	面積%	化合物名
1	5.837	5.804	6.525	TIC	3.29E+08	99.8	1-Butanamine
2	10.552	10.496	10.638	TIC	647705	0.2	1-Butanamine, N-butylidene-

(MS)

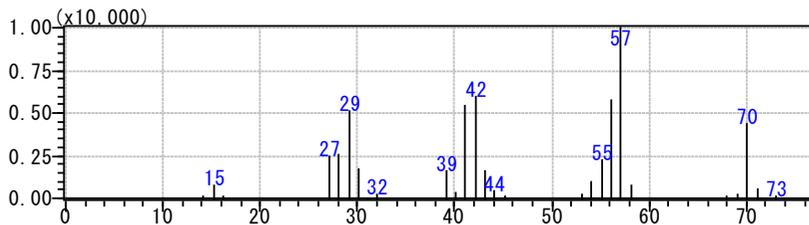
No.1



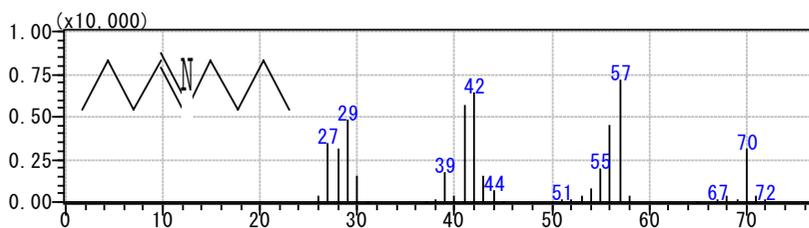
Ref.(1-Butanamine)



No.2



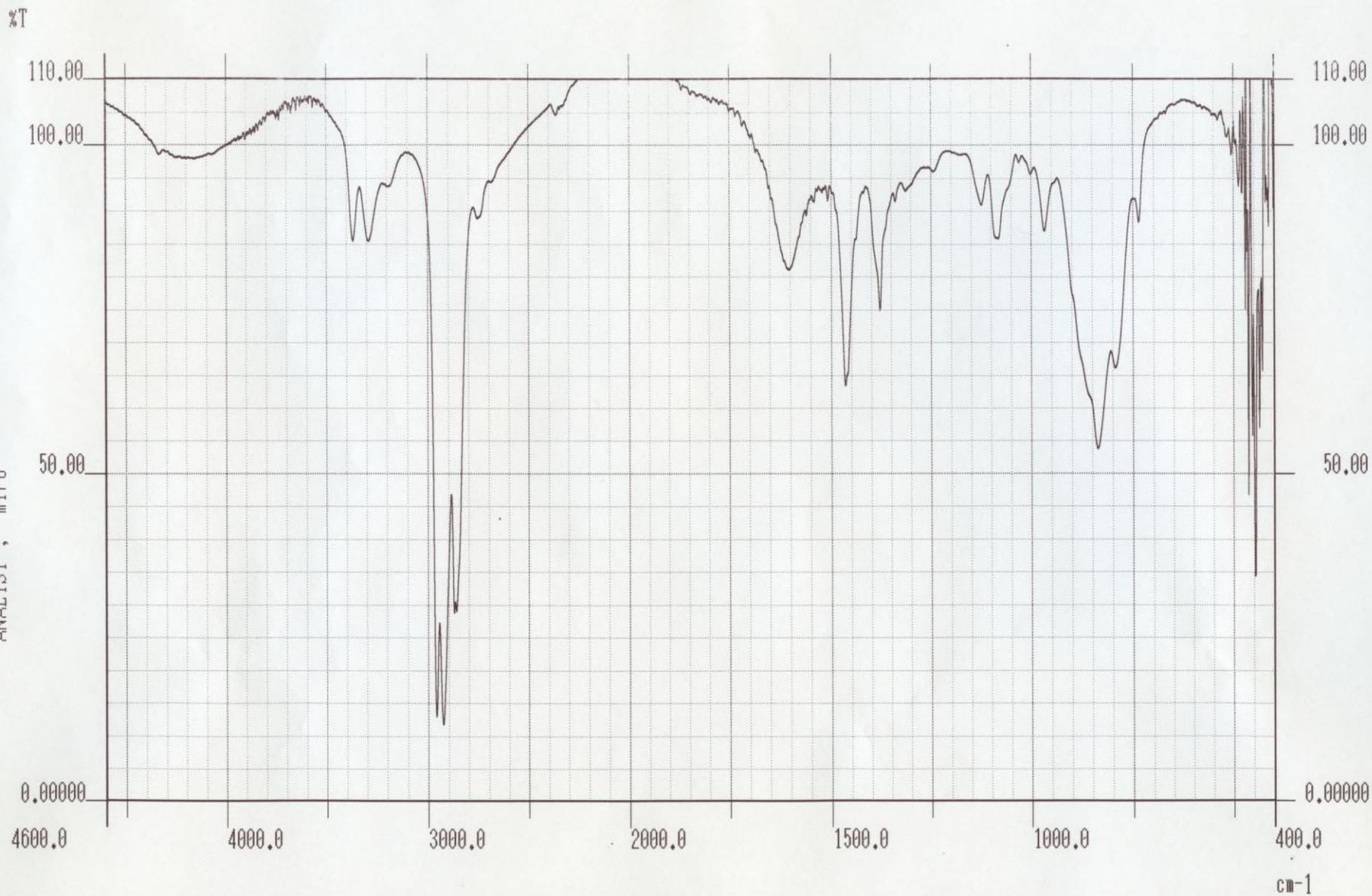
Ref.(1-Butanamine, N-butylidene-)

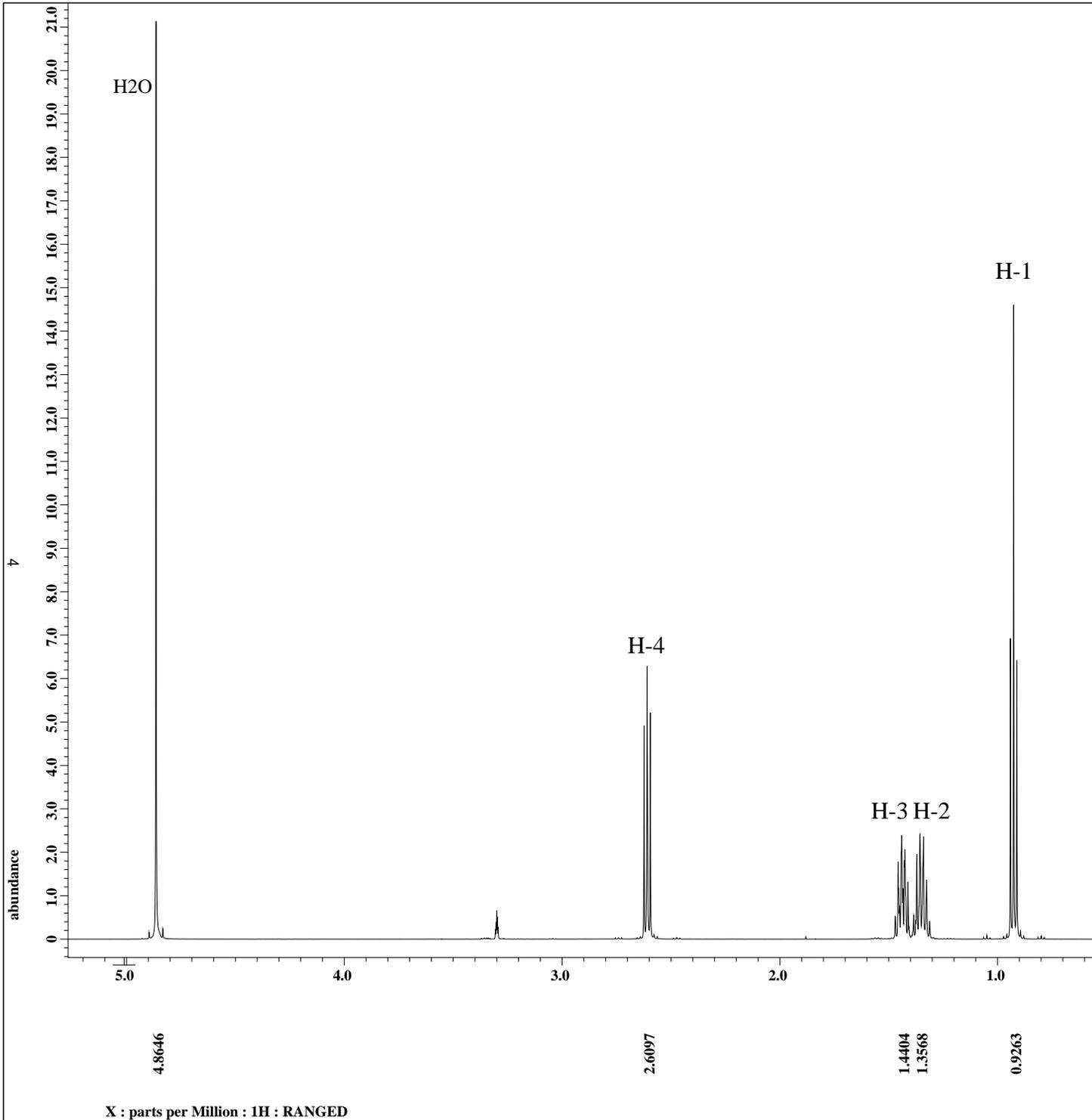


(ロット番号08410CDの赤外吸収スペクトル)

PARAMETERS OF SPECTRUM -- 2007/08/05 14:18:41

MEASURING MODE : %T
 RESOLUTION : 4.0 cm⁻¹
 NO. OF SCAN : 40
 GAIN : AUTO
 DETECTOR : DETECTOR 1 (2.8 mm/sec)
 APODIZATION : HANN-GENZEL
 REMARKS : butylamine
 ANALYST : miro





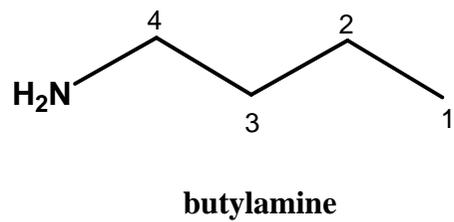
Filename = ohtsuki-Butylamine-NO
 Author = delta
 Experiment = single_pulse.ex2
 Sample_id = SIGMA-ALDRICH Lot_08
 Solvent = METHANOL-D3
 Creation_time = 19-OCT-2009 16:17:28
 Revision_time = 19-OCT-2009 16:52:08
 Current_time = 19-OCT-2009 16:53:17

Comment = single_pulse
 Data_format = 1D_COMPLEX
 Dim_size = 13107
 Dim_title = 1H
 Dim_units = [ppm]
 Dimensions = X
 Site = ECA500
 Spectrometer = DELTA2_NMR

Field_strength = 11.7473579[T] (500[MH
 X_acq_duration = 1.74587904[s]
 X_domain = 1H
 X_freq = 500.15991521[MHz]
 X_offset = 5.0[ppm]
 X_points = 16384
 X_prescans = 1
 X_resolution = 0.57277737[Hz]
 X_sweep = 9.38438438[kHz]
 Irr_domain = 1H
 Irr_freq = 500.15991521[MHz]
 Irr_offset = 5.0[ppm]
 Tri_domain = 1H
 Tri_freq = 500.15991521[MHz]
 Tri_offset = 5.0[ppm]
 Clipped = FALSE
 Mod_return = 1
 Scans = 16
 Total_scans = 16

X_90_width = 13.25[us]
 X_acq_time = 1.74587904[s]
 X_angle = 45[deg]
 X_atn = 4.5[dB]
 X_pulse = 6.625[us]
 Irr_mode = Off
 Tri_mode = Off
 Dante_presat = FALSE
 Initial_wait = 1[s]
 Recvr_gain = 48
 Relaxation_delay = 5[s]
 Repetition_time = 6.74587904[s]
 Temp_get = 21.8[dc]

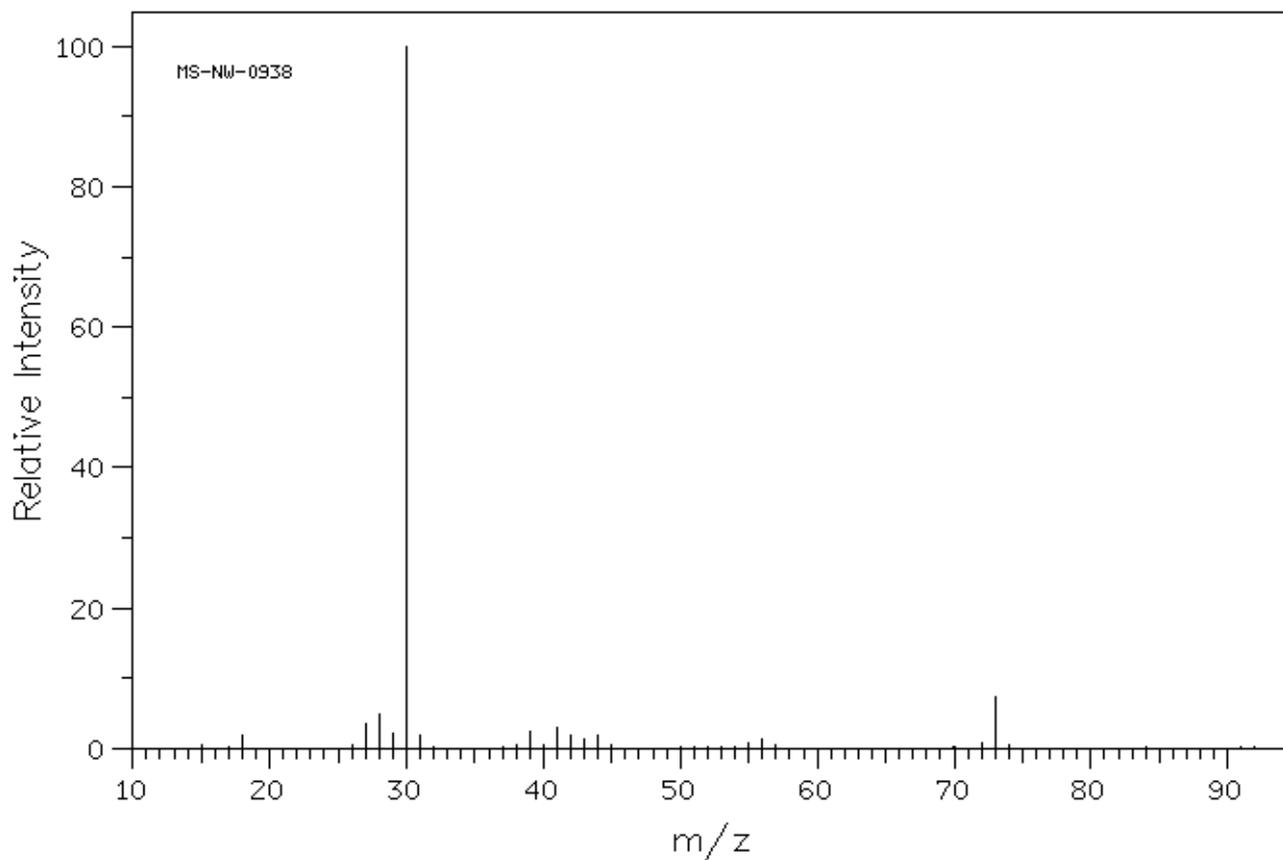
(ロット番号08410CDの1H-NMRスペクトル)



NMR data of butylamine in CD₃OD

	δ_{H}
1	0.93
2	1.35
3	1.44
4	2.61

(産総研標準質量分析スペクトル)

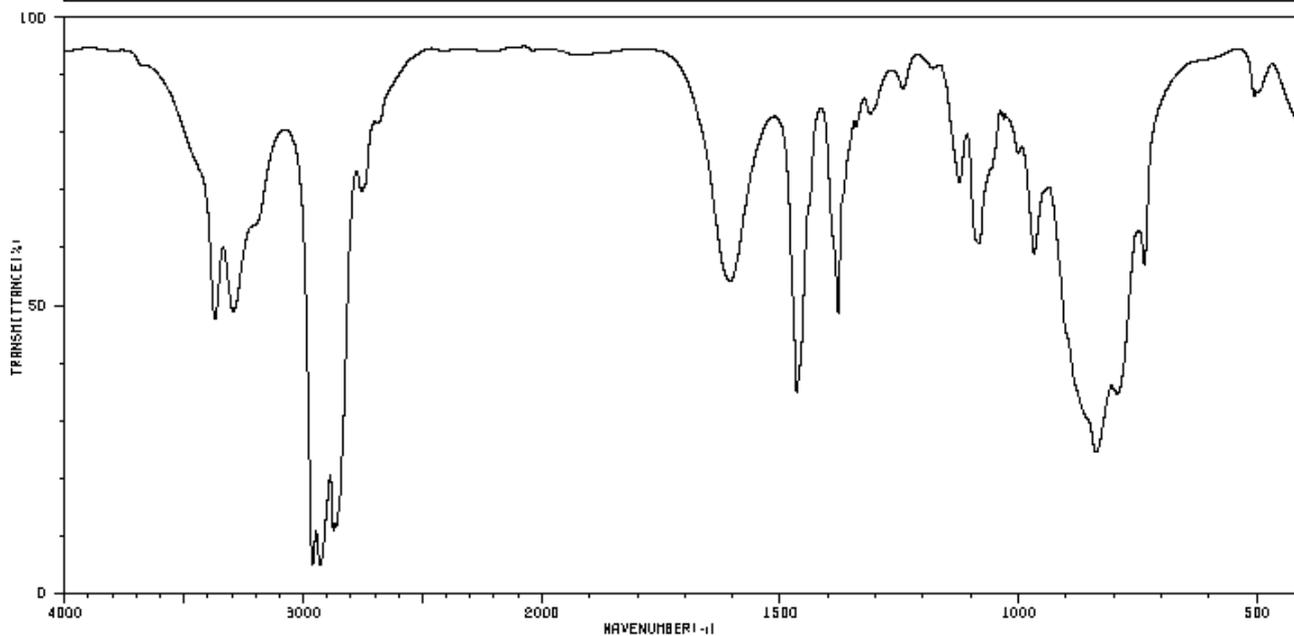
SDBS-MassMS-NW-0938
butylamine
C₄H₁₁NSDBS NO. 1901
(Mass of molecular ion: 73)Source Temperature: 280 °C
Sample Temperature: 150 °C
RESERVOIR, 75 eV

MS-NW-0938 SDBS NO. 1901

[National Metrology Institute of Japan\(NMIJ\)](#)[\(c\) National Institute of Advanced Industrial Science and Technology \(AIST\)](#)

(産総研標準赤外吸収スペクトル)

HIT-NO=1637	SCORE= ()	SDBS-NO=1901	IR-NIDA-04706 : LIQUID FILM
BUTYLAMINE			
C ₄ H ₁₁ N			

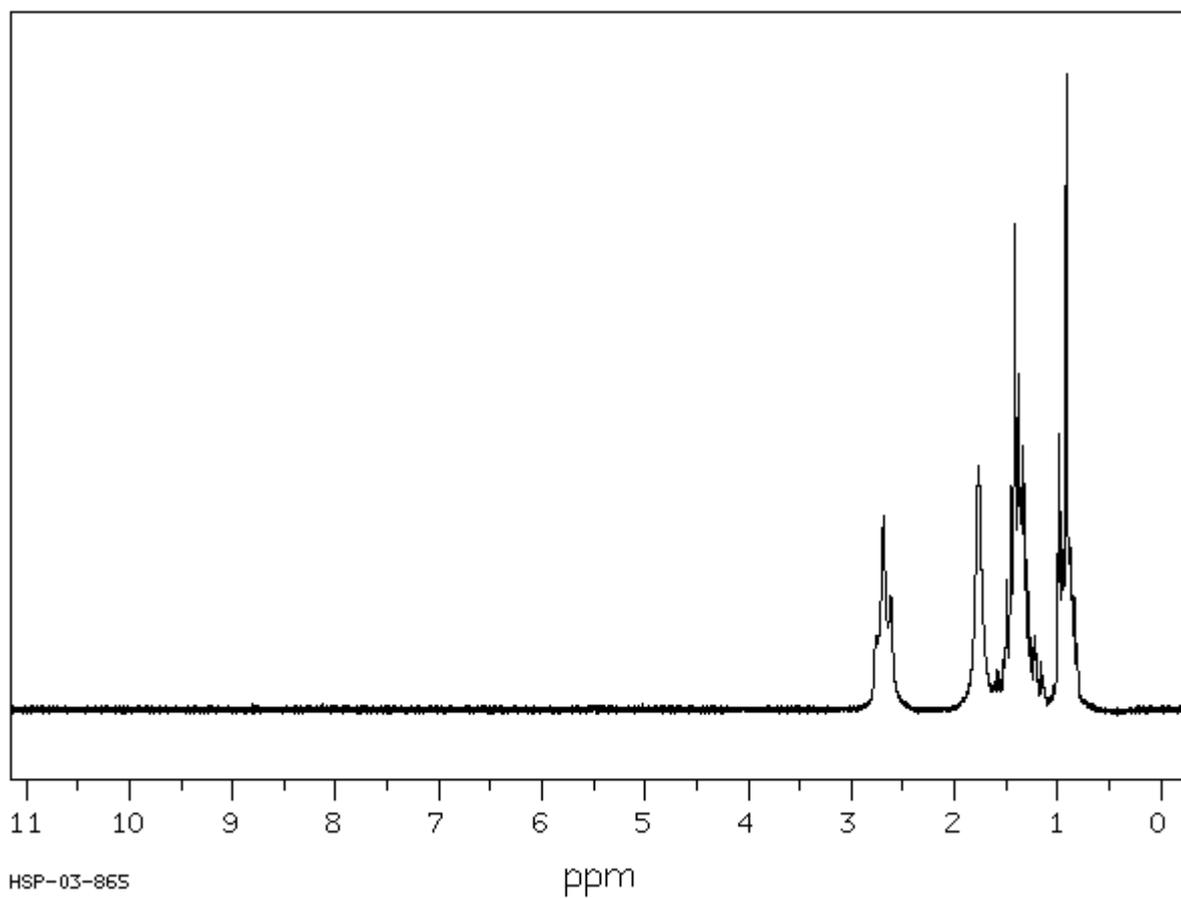


3369	46	1606	62	1083	68	498	84
3293	47	1465	33	1001	74		
2960	4	1379	46	967	57		
2926	4	1340	77	837	23		
2874	10	1312	79	792	33		
2862	10	1243	84	736	55		
2757	66	1124	68	606	84		

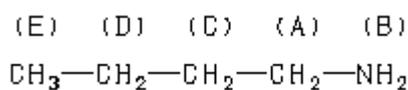


(産総研標準¹H-NMRスペクトル)SDBS-¹H NMR SDBS No. 1901HSP-03-865

89.56 MHz

C₄H₁₁N0.04 ml : 0.5 ml CDCl₃**butylamine**

HSP-03-865



Assign.	Shift (ppm)
A	2.680
B	1.77
C	1.43
D	1.33
E	0.92

SDBS No. 1901HSP-03-865

[\(c\) National Institute of Advanced Industrial Science and Technology \(AIST\)](#)