

～ JMS - T100LP Application Data ～

AccuTOF LP による粉ミルク中メラミンの分析 (1)

メラミン樹脂の原料として用いられるメラミンが食品中に添加され、健康被害をおよぼした事例がFDA (アメリカ食品医薬品局) より報告されている。

これを受け、厚生労働省は輸入された乳製品・加工食品の自主検査を輸入者に対して指示している。

今回、FDA 通知の前処理法を参考として、Accu-TOF LPによる粉ミルク中メラミンのLC/MS分析を行った結果を紹介する。

【実験】

－ サンプルの前処理 －

- 1) 1g の粉ミルクに 4mL の抽出溶媒を添加する (アセトニトリル : 水 = 1 : 1)
 - 2) 15 分間の超音波処理を行う
 - 3) 遠心分離を行う (10000 rpm, 60 min)
 - 4) 上清液を 0.45 μ m メンブランフィルターでろ過し、分析試料とする
- * モデルサンプルとして、最終濃度 0.1mg/L になるようメラミンを添加

－ 測定条件 －

使用装置 : JMS - T100LP (AccuTOF LP), Agilent 1200 LC

使用カラム : Imtakt Unison UK-Amino (2.0mm I.D. x 150mm, 3 μ m)

移動相 A : 50mM ギ酸アンモニウム

移動相 B : アセトニトリル

グラジエント条件 : 95%B (0-3min) - 85%B (3-5min) - 30%B (5-6min) - 30%B (6-10min)

流量 : 0.2 mL / min

導入量 : 2 μ L

イオン化モード : ES I+

ニードル電圧 : 3500 V

O1 電圧 : 30 V

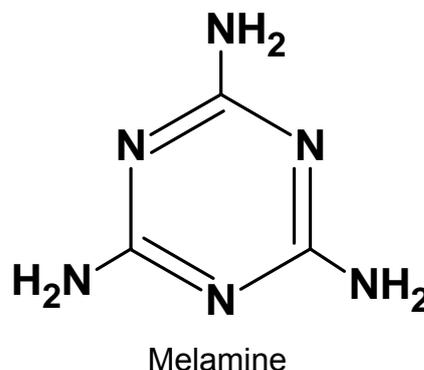
O2 電圧 : 10 V

リングレンズ電圧 : 15 V

イオンガイド電圧 : 500 V

検出器電圧 : 2200 V

測定質量範囲 : m/z 60~400



【結果】

10~1000 $\mu\text{g/L}$ の範囲で作成した検量線を、Fig. 1 に示す。相関係数 0.999 以上の良好な直線性が得られた。

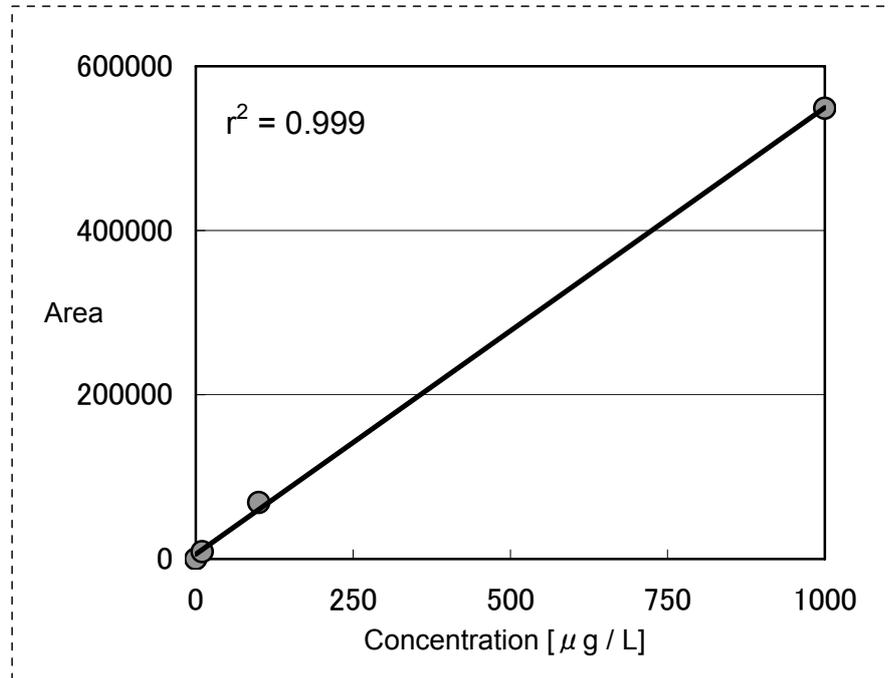


Fig.1 Calibration curve of melamine

次に、0.1mg/L メラミン標準試料と、最終濃度 0.1mg/L になるよう調製した粉ミルク抽出試料2種(A社、B社)のマスキンググラム(m/z 127)の比較を Fig. 2 に示す。

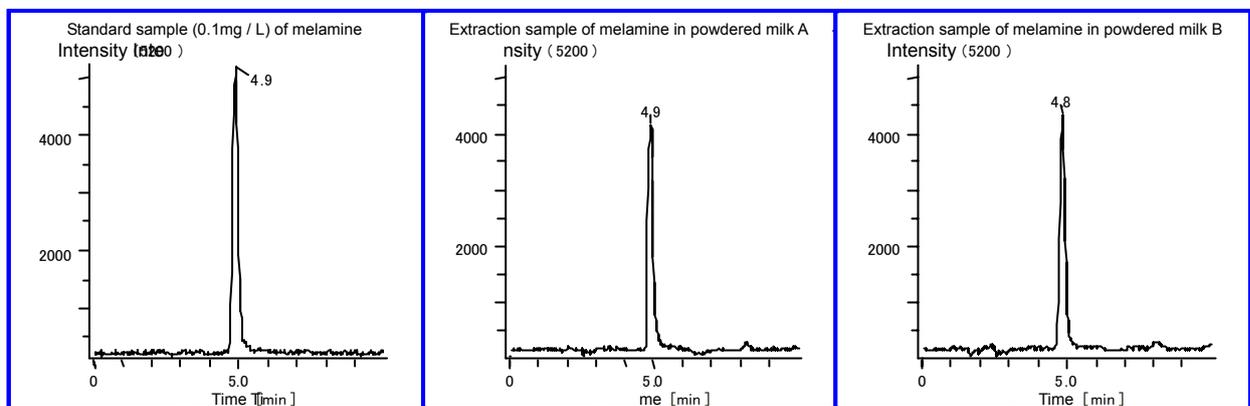


Fig.2 Mass chromatograms (m/z 127) of melamine

前処理(液-液抽出)を行うことで、1割程度の検出感度の低下(試料損失)が確認されたが、回収率としては十分であると考えられる。また、ラベル化体(メラミン- $^{15}\text{N}_3$)を内部標準物質(I.S.)として使用し、相対検量線法による精密な定量操作を行うことにより、試料損失の影響を低減することが可能であると考えられる。

【まとめ】

AccuTOF LP を用いた LC/MS 分析を行うことで、PPB レベルの微量メラミンの分析が可能である。また、ラベル化体を用いた相対検量線法の適用により、さらに精密な定量分析が可能であると考えられる。詳細は、「AccuTOF LP による粉ミルク中メラミンの分析(2)」に記す。