

Agilent GC/MSシステムによる食品中メラミンのスクリーニング分析



2007年に北米のペットフード、2008年に中国の粉ミルクに混入して問題になっているメラミン。日本国内でも原料に混入した可能性のある製品の自主回収が開始され、厚生労働省よりメラミン混入事件への対応について順次、通知が出されており、新規輸入の乳製品等だけでなく、以前に輸入した乳製品や加工品についても自主検査の指示が出されています。アジレントではU.S FDA (U.S Food and Drug Administration) にて既に実績のある、GC/MSを使用したメラミンのスクリーニング分析についてご紹介いたします。

<サンプル前処理と分析条件>

粉ミルクの実サンプルを使用し、その前処理はU.S FDAによる方法に順じて行いました。その後DB-5ms (部品番号: 122-5532 30m × 0.25mm × 0.25μm) を使用し、GC/MSにて分析を行いました。前処理手順及び分析条件は以下の通りです。

Table 1. サンプル前処理手順

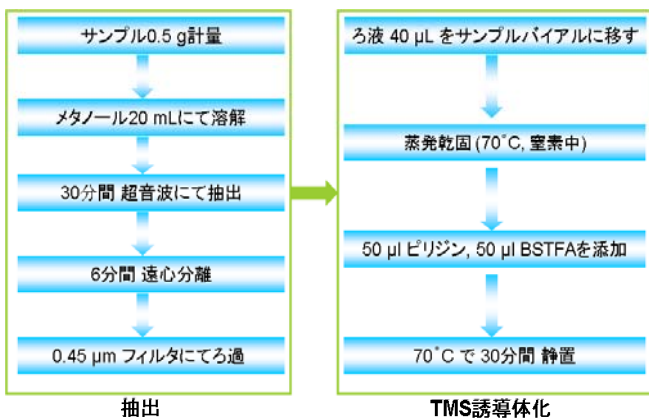


Table 2. GC/MS分析条件

GC 条件	
使用カラム	DB-5ms (部品番号: 122-5532) 30m × 0.25mm × 0.25μm
注入口条件	EPC付スプリット/スプリットレス 250 °C
注入量	1 μL, スプリット比 3:1
キャリアガス	ヘリウム, コンスタントフローモード使用, 1.3 mL/min
オープン条件	75 °C (1 min) - 30 °C / min to 300 °C - (1 min)
ポストラン	300 °C で 5 min ホールド
トランスファーライン温度	280 °C
MS 条件	
MS測定モード	EI, SIM/Scan
溶媒待ち時間	4.2 min
MS温度	230 °C (イオン源), 150 °C (四重極)
スキャンレンジ	40-450 amu
SIM モニターイオン	メラミン: 342, 327, 171, 99; シアヌル酸: 345, 330, 188

<分析結果>

上記前処理方法、および、分析条件にてメラミンとその関連物質であるシアヌル酸が検出できることが確認できました。また、SIM/スキャンモードによる測定によって、より物質の定性がしやすくなっています。

Fig 1. クロマトグラム (TIC)

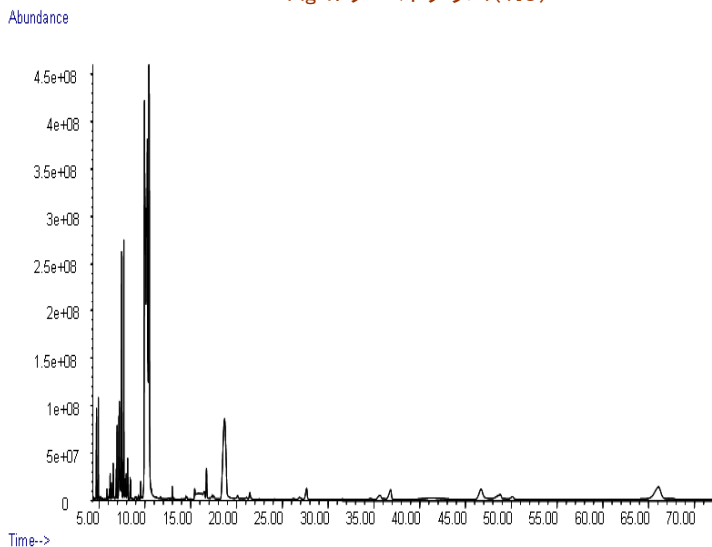
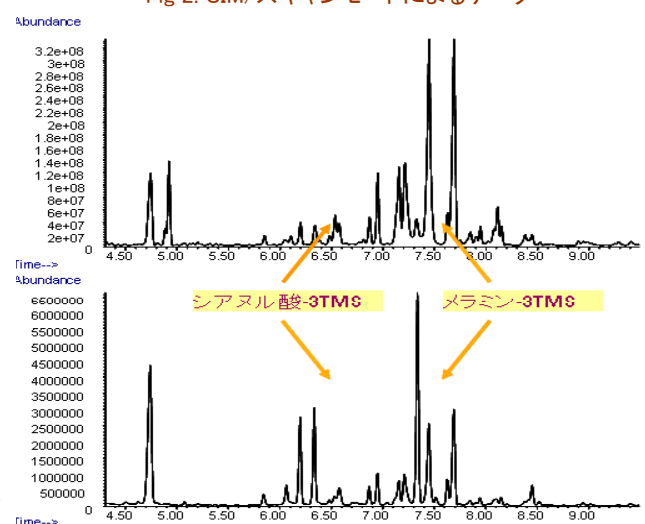


Fig 2. SIM/スキャンモードによるデータ



Our measure is your success.



Agilent Technologies

＜更なる検討—分析時間短縮＞

キャピラリー・フロー・デバイスを使用(今回は3-Way流路スプリッタ)してバックフラッシュを行うことにより、分析時間の短縮を図ることができ、ランニングコストの節約が可能となります。また、カラムの焼きだしを行うことなく高沸点成分の除去を行うことができるため、カラムやMSDイオン源の汚染を大幅に削減できることが期待できます。

Fig 3. には、使用したGC/MSシステムの構成を、Table 3. には、その際の分析条件を示しました。また、その結果、得られたクロマトグラムをFig 4. に示しました。オリジナルの分析条件に対して、バックフラッシュ技術を使用すると、1分析あたり約55分もの分析時間短縮が可能となりました。また、その後のブランクランでも、カラムの浄化に成功していることが確認できました。

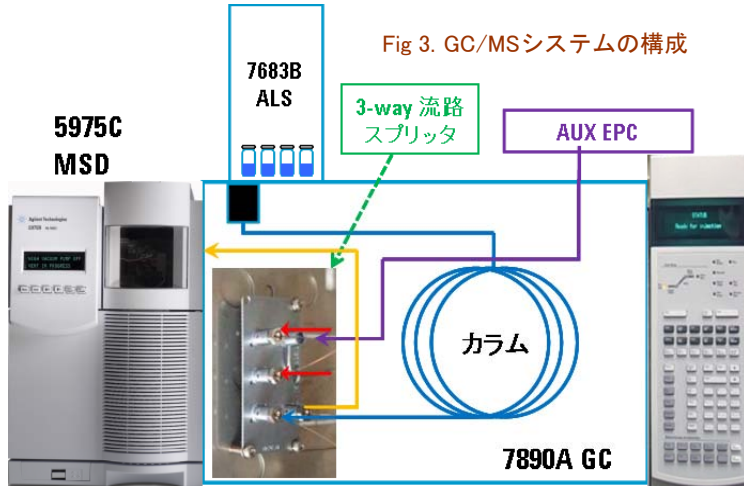


Table 3. 分析条件(バックフラッシュ用)

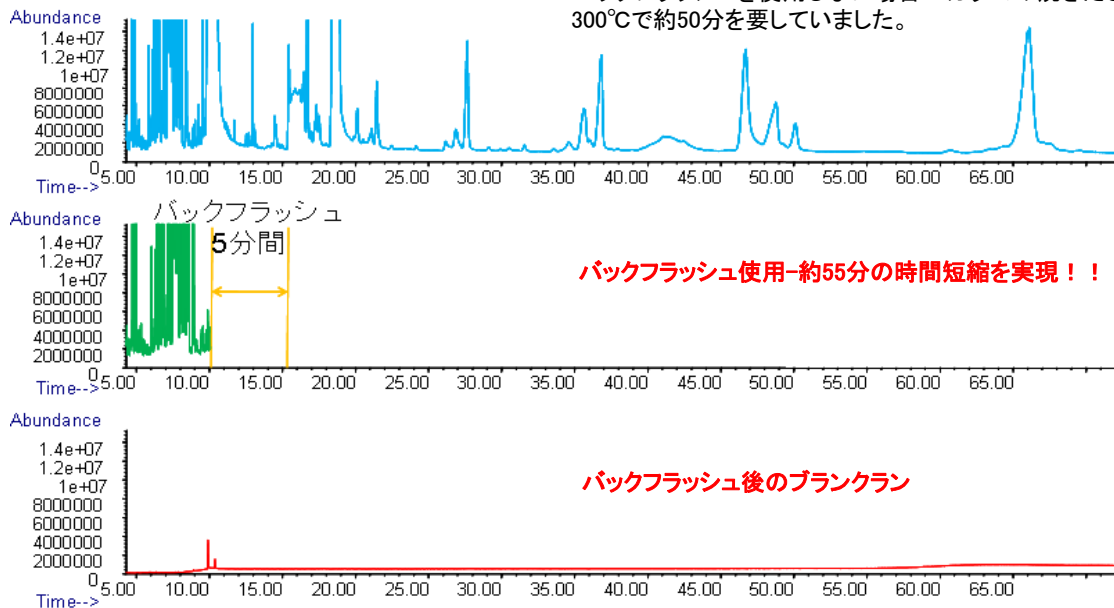
GC, MS 分析条件:

Table 2.と同様

バックフラッシュ条件

リストリクタ 長さ: 0.71m、内径: 180 μ m
 注入口圧力 2 psi (バックフラッシュ時圧力: 60 psi)
 バックフラッシュ時間 5 min

Fig 4. 分析結果—クロマトグラム(TIC)



その他、詳細情報は弊社Webサイト <http://www.chem-agilent.com> にてご確認ください。

オーダー情報: キャピリカラム DB-5ms (部品番号: 122-5532 30m \times 0.25mm \times 0.25 μ m)
 GC/MSDシステム (GC 7890A、MSD 5975C、GC/MSDケミステーション、7683ALS等)

お見積、お問い合わせは弊社代理店 または
 弊社フリーダイヤル 0.120-477-111 へご連絡ください。

アジレント・テクノロジー株式会社

〒192-8510 東京都八王子市高倉町9-1

カスタムコンタクトセンター

フリーダイヤル 0120-477-111

記載の情報、内容、仕様は 予告なく変更する場合があります。

www.agilent.com/chem.jp