

7000A トリプル四重極GC/MS ミルク中のメラミン分析



Cao Zhe

GC-MS Applications Chemist

Agilent Technologies, China

December 2008

ミルクおよび乳製品メラミン分析 中国政府からの提案メソッド

Column : VF-5 30m x 0.25 mm x 0.25 um

Helium column flow: 1.3 ml/min

Oven : 75 C for 1 minute, 30 C /min to 220 C, 5 C/min to 270 C for 2 minutes.

Peak elutes at 7.25 minutes

Injector: 250 C

GC Interface: 250 C

Injection mode: splitless 1ul

Ion Source: Electron Impact (EI) at 70 eV

Source : 220 C

Quadrupole: 150 C

Collision Cell : Argon at 1.8 mTorr

Detection limits : 2mg/kg or 2ppm

Collision Energy: 15V

Solvent delay: 5 Minutes

MRM: Precursor 342 to 327 product ion for quantitation

Precursor 342 to 171 product ion for qualifier

中国政府の GC/MS/MS 提案メソッドによるメラミン分析例 Document GB/T 22388-2008

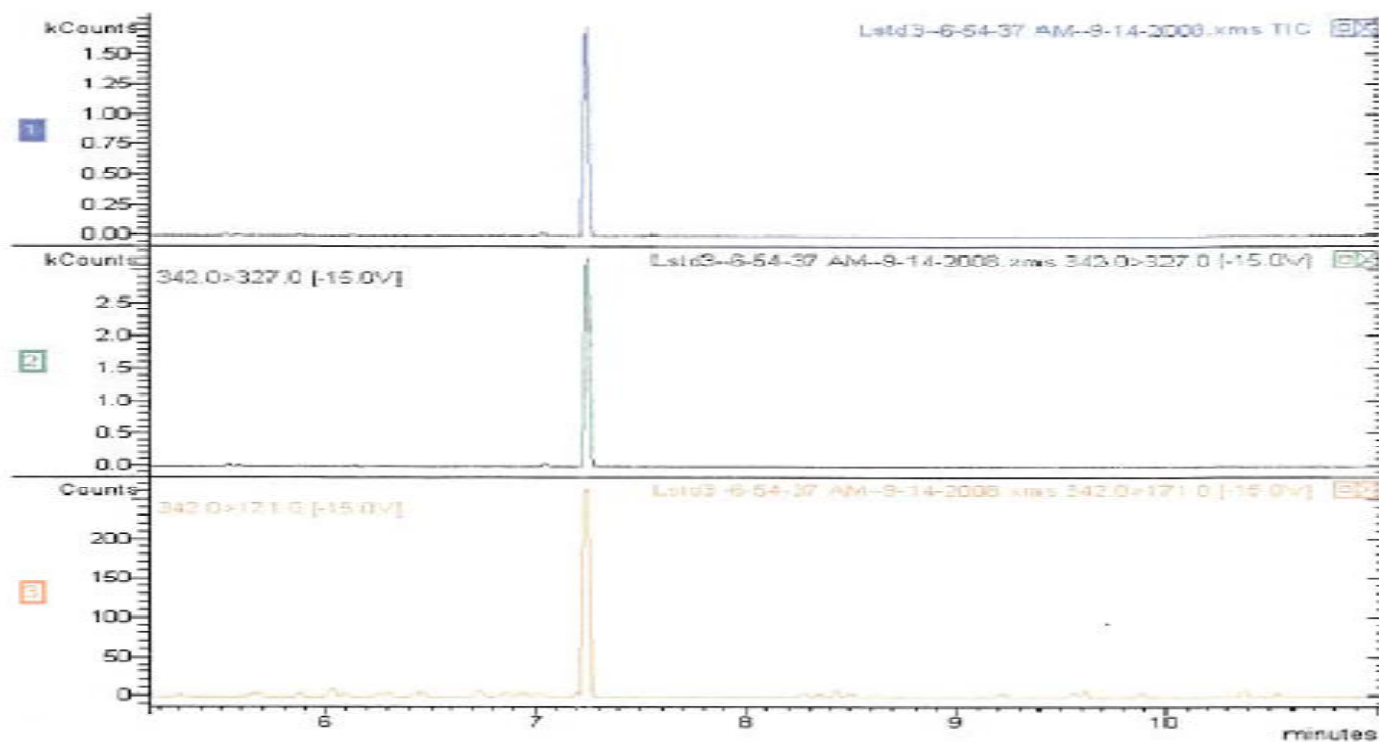
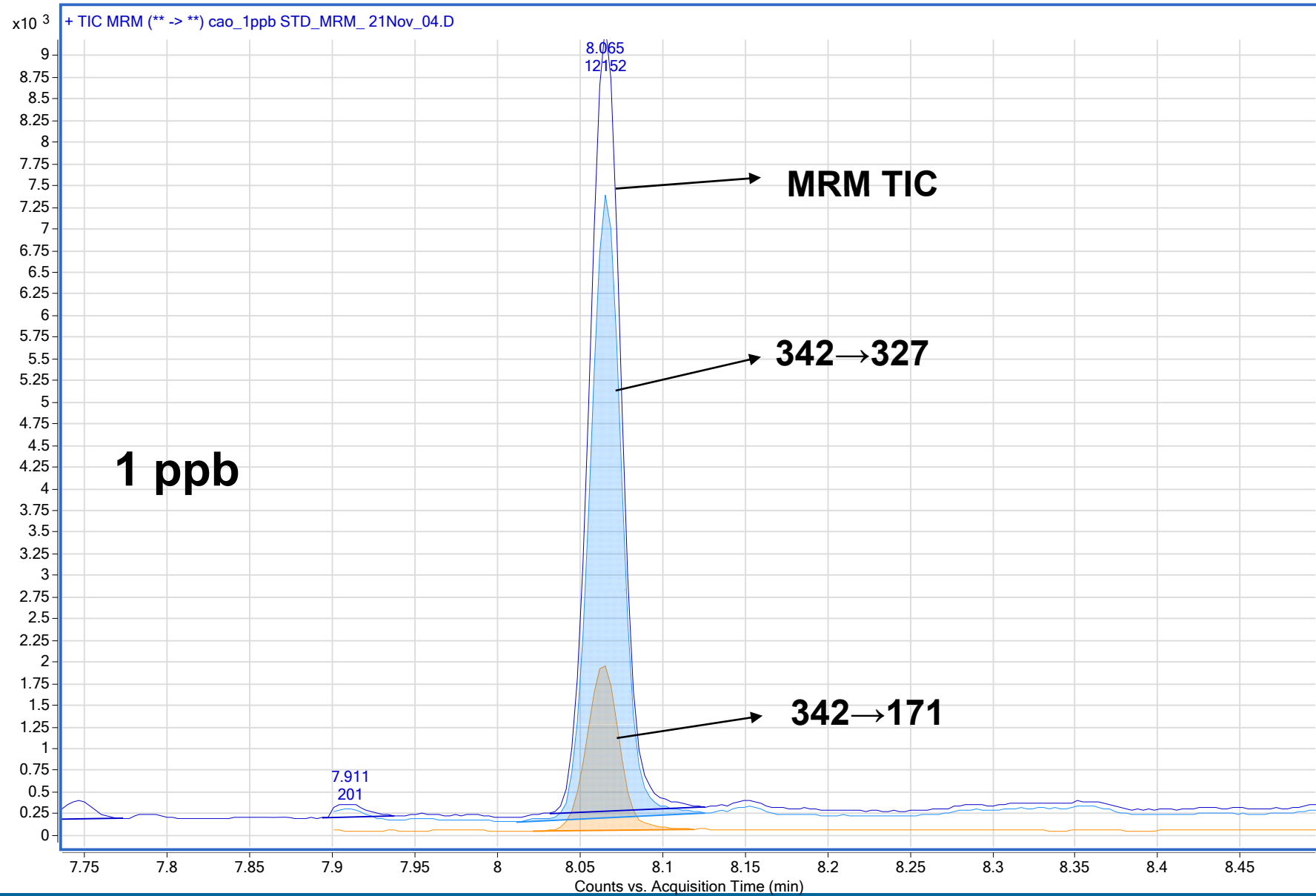
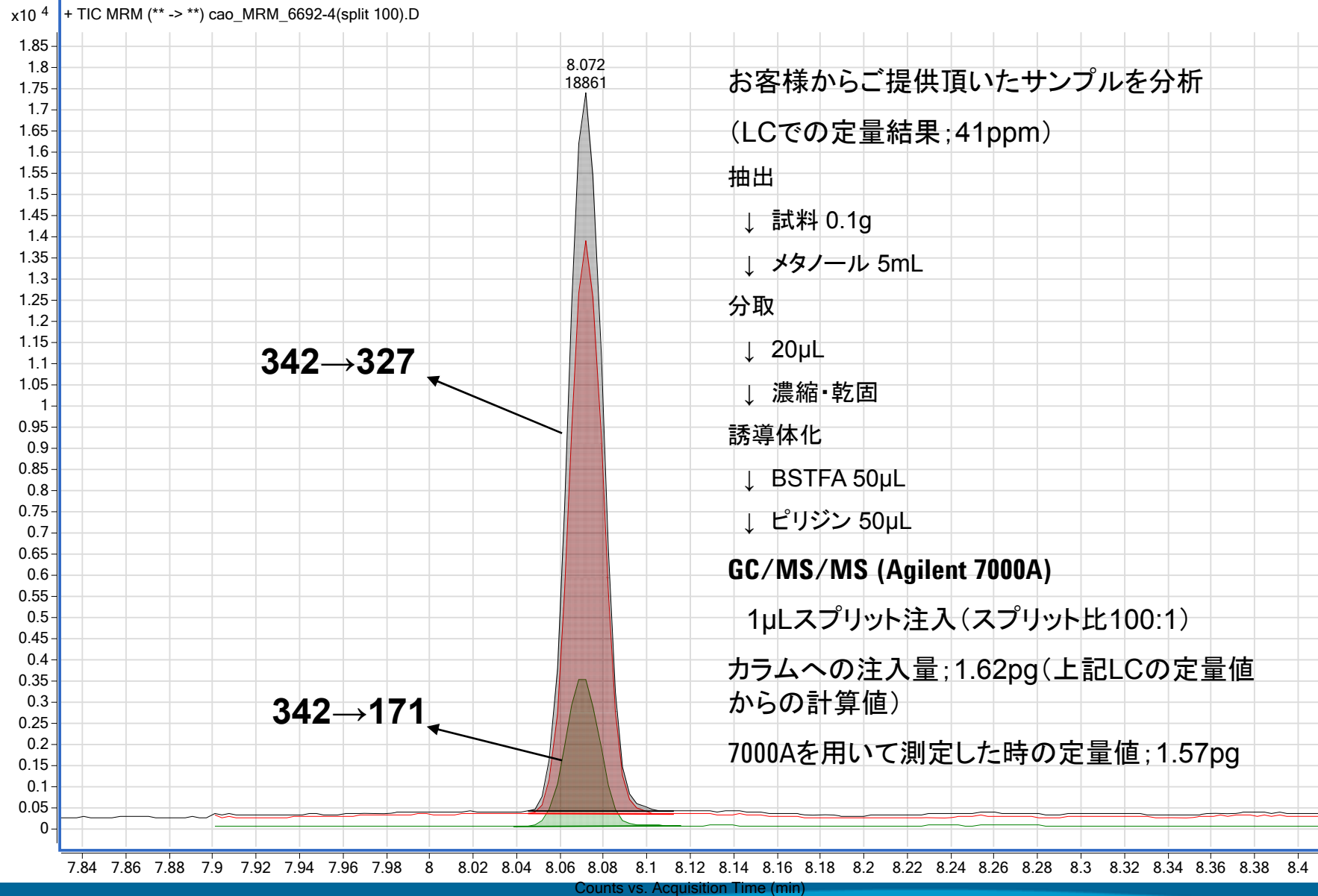


图 A.5 三聚氰胺衍生物 GC-MS/MS 多反应监测质量色谱图
(保留时间 7.25 min, 定性离子 m/z 342>171 和 m/z 342>327)

Agilent 7000 トリプル四重極GC/MS: メラミンSTDの MRM 分析結果



Agilent 7000A トリプル四重極GC/MS: ミルクパウダーの分析



お客様からご提供頂いたサンプルを分析
(LCでの定量結果; 41ppm)

抽出

- ↓ 試料 0.1g
- ↓ メタノール 5mL

分取

- ↓ 20 μ L
- ↓ 濃縮・乾固

誘導体化

- ↓ BSTFA 50 μ L
- ↓ ピリジン 50 μ L

GC/MS/MS (Agilent 7000A)

1 μ Lスプリット注入(スプリット比100:1)

カラムへの注入量; 1.62pg(上記LCの定量値
からの計算値)

7000Aを用いて測定した時の定量値; 1.57pg