

Agilent 食品分析 solution

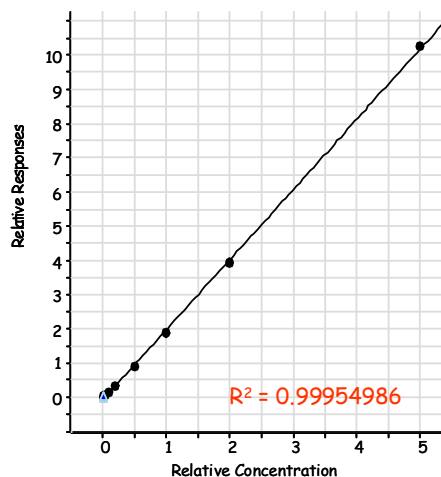
LCMSMSを使った食品中のメラミン分析

Agilent Triple Quadrupole LC/MSを用いたメラミンの超高感度分析

分析条件

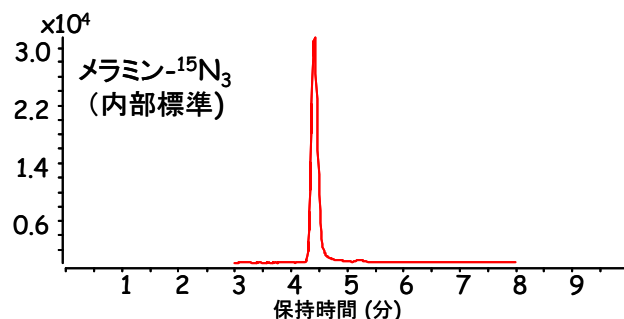
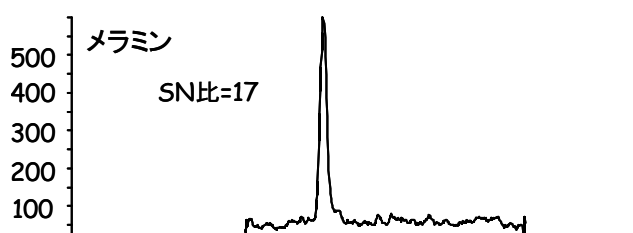
LC	: 1200LC
Column	: ZORBAX Rx-Sil(150mm, 2.1mm, 5µm)
Mobile phase	: A: 20mMCH ₃ COONH ₄ , B: ACN 85%B
Column temp	: 40°C
Sample volume	: 5µL
Flow rate	: 0.2mL/min
MS	: Agilent 6410 LC-MS
Ionization	: ESI (Positive)
MRM transition	: Melamine: 127>85, 43 Melamine- ¹⁵ N ₃ : 130>87, 44
Collision voltage	: Melamine: 25, 40V Melamine- ¹⁵ N ₃ : 25V
Drying gas	: 10L/min at 350C
Nebulizer gas	: 345kPa
Fragmentor	: 100V

検量線



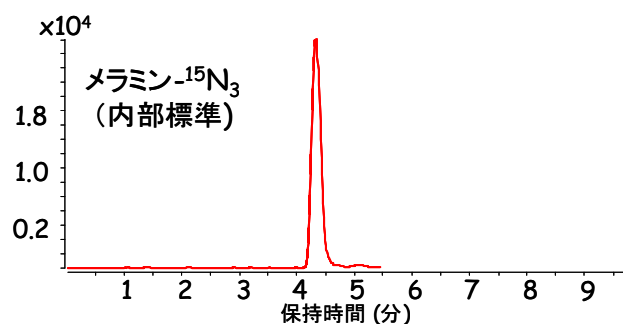
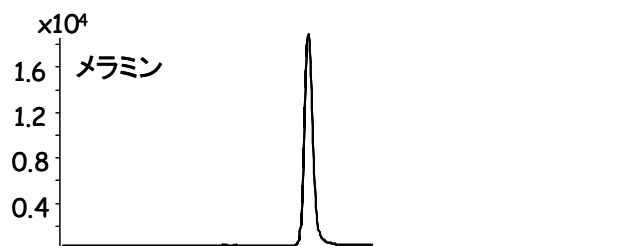
メラミン標準液のMRMクロマトグラム

(メラミン: 0.1ng/g, メラミン-¹⁵N₃: 50ng/g)



標準添加粉ミルク中メラミンのMRMクロマトグラム

(メラミン: 50ng/g, メラミン-¹⁵N₃: 50ng/g)



サンプルの前処理につきましては、裏面をご覧ください。

メラミン:LCMSMS分析でのサンプル前処理について

前処理に必要な試薬など

- ・水
- ・メタノール (残留農薬分析用)
- ・アセトニトリル (残留農薬分析用)
- ・50%アセトニトリル (アセトニトリルと水を等量で混合する)
- ・アンモニア水 (25%)
- ・5%アンモニア-メタノール溶液 (アンモニア水 (25%)とメタノールを1:19の比で混合する)
- ・0.1及び1mol/L塩酸
- ・順相系固相抽出カラム (例: Sampliq NH₂, 部品番号 5982-1865)
- ・強カチオン交換固相抽出カラム (例: Sampliq Si-SCX, 部品番号 5982-2165)
- ・0.2 μm-PTFEフィルター
- ・メラミン内標準品 (メラミン-¹⁵N₃又はメラミン-¹³C₃-¹⁵N₃) * *:内標準を用いない場合は、不要



STEP1: 食品サンプルからメラミンを抽出

均一化した試料5.0gをはかり
50mLの遠心チューブに入れる。

メラミン内標準品の50%アセトニトリル溶液
(10 μg/mL) を0.5mL加える。*

*:内標準を用いない場合は、このステップを省く

50%アセトニトリル溶液を25mL加える。

ホモジナイズ後、3000rpmで5分間遠心分離する。

STEP2: 脂溶性成分を除去

順相系固相抽出カラム (例: Sampliq NH₂) に
メタノール5mLを流す。溶出液は捨てる。

50%アセトニトリル5mLを流す。溶出液は捨てる。

STEP1の上清5mLを注入する。溶出液を採る。

次いで、50%アセトニトリル1mLを注入する。溶出液を採る。

溶出液を合わせる。

合わせた溶出液に1mol/L塩酸130 μLを加える。

STEP3: イオン交換カラムで精製

強カチオン固相抽出カラム (例: Sampliq Si-SCX) に
メタノール5mL、水5mLの順で流す。溶出液は捨てる。

STEP2の溶出液全量を注入する。溶出液は捨てる。

0.1mol/L塩酸5mLを注入する。溶出液は捨てる。
次いで、メタノール1mLを注入する。溶出液は捨てる。

5%アンモニア-メタノール溶液5mLを注入。
溶出液を採る。

溶出液を蒸発乾固し、
50%アセトニトリル10mLを加え、5分間超音波処理。

得られた溶液1mLと50%アセトニトリル1mLを合わせ、
0.2 μmPTFEフィルターでろ過。→LCMSMS分析へ

只今、

固相抽出カラム Sampliq と

LCカラム ZORBAX のデモキャンペーン実施中。

詳しくは、アジレント・テクノロジー株式会社

または、弊社製品取扱店までお問い合わせ下さい。

(デモキャンペーンは、予告無く終了することがございます)

消耗品オーダーガイド

部品番号	品名	価格 (税別) ※
5982-1865	Sampliq NH ₂ 500mg,6mL 30ヶ入り	¥ 12,000
5982-2165	Sampliq Si-SCX 500mg,6mL 30ヶ入り	¥ 13,000
883700-901	ZORBAX Rx-SIL 2.1×150mm 5 μm	¥ 58,000

※2008年10月現在価格。価格は予告なく変更されることがあります。