

# バックフラッシュを用いるGC/MSによる食品中メラミン分析

5975Cトリプルアクシスディテクター  
(SIM/Scan同時取り込みモード)



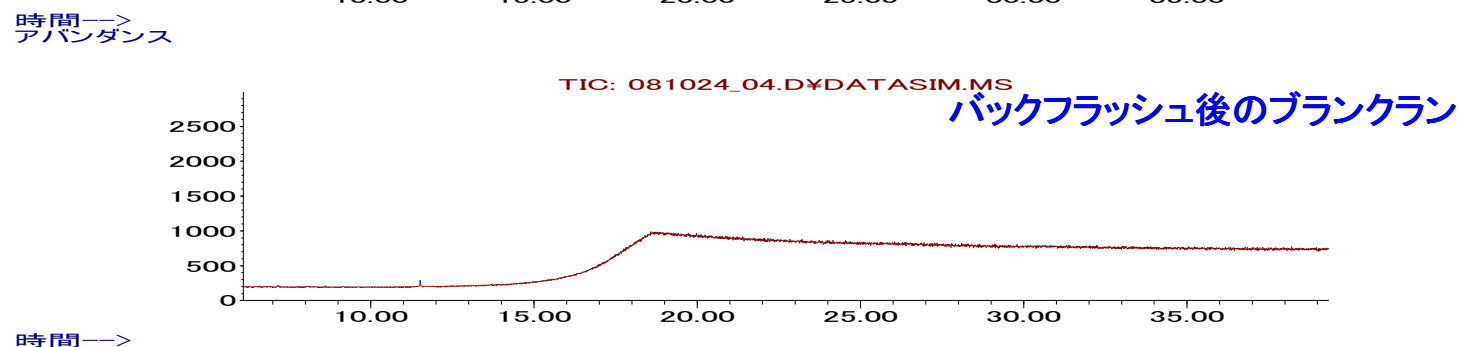
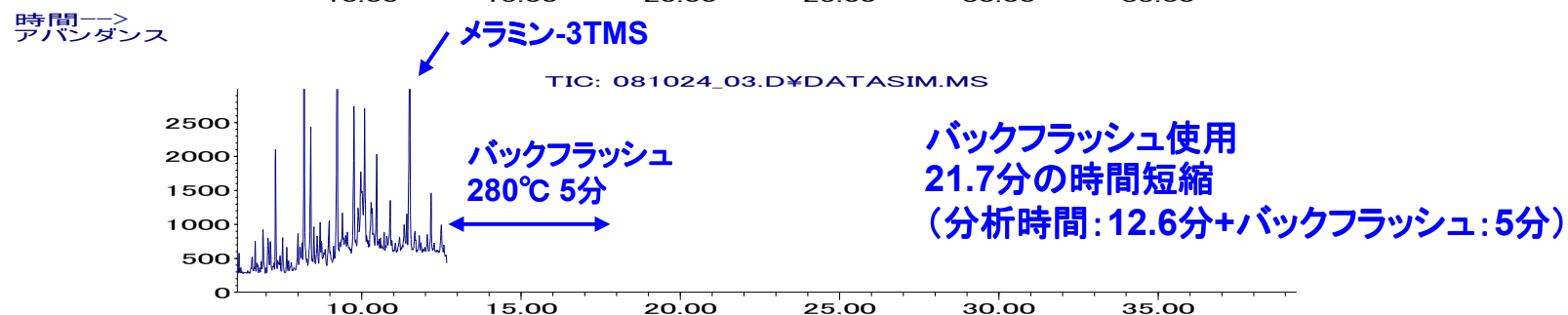
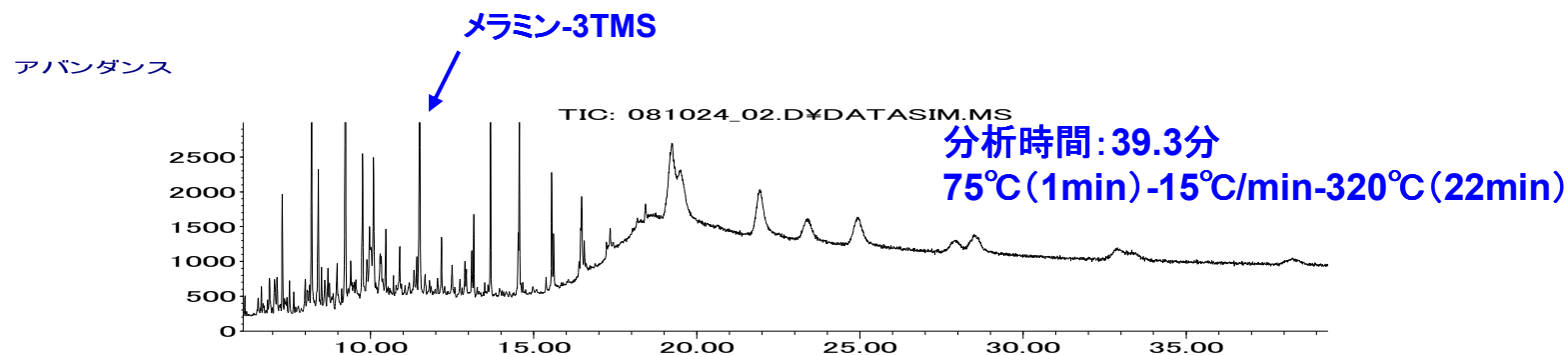
**QuickSwap**



Agilent Technologies

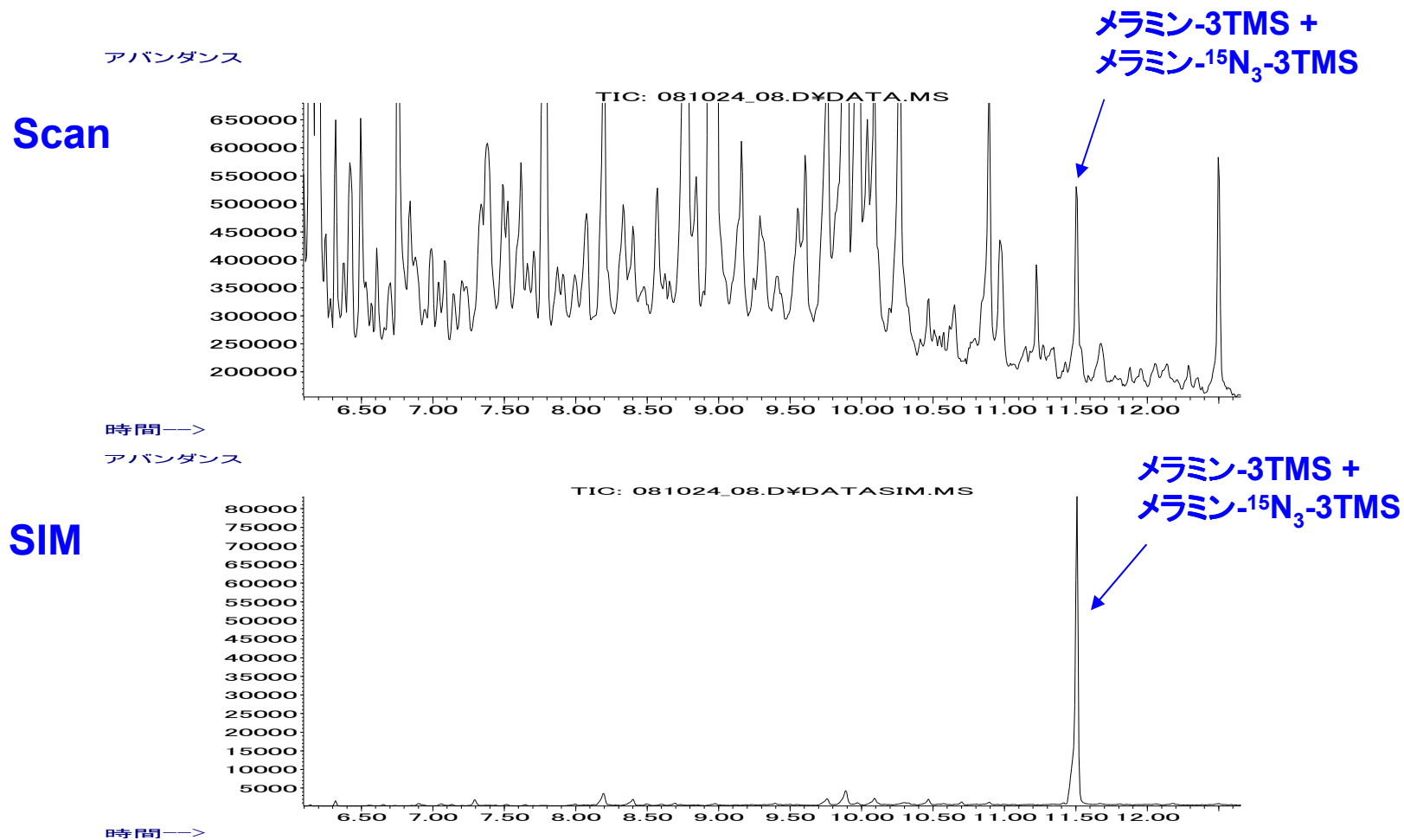
# バックフラッシュによる時間短縮(QuickSwap使用)

## サンプル:牛乳

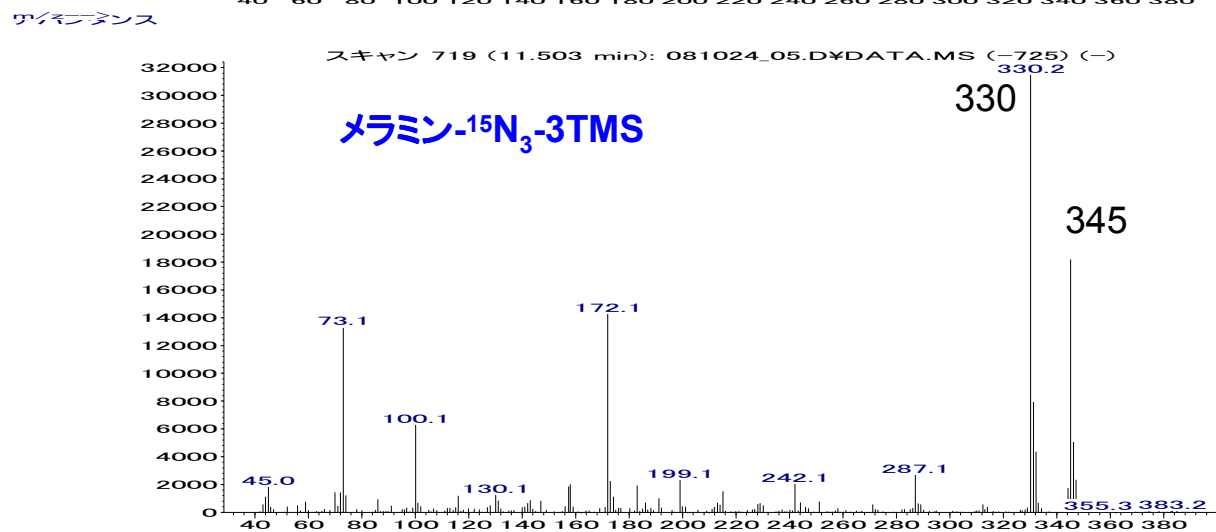
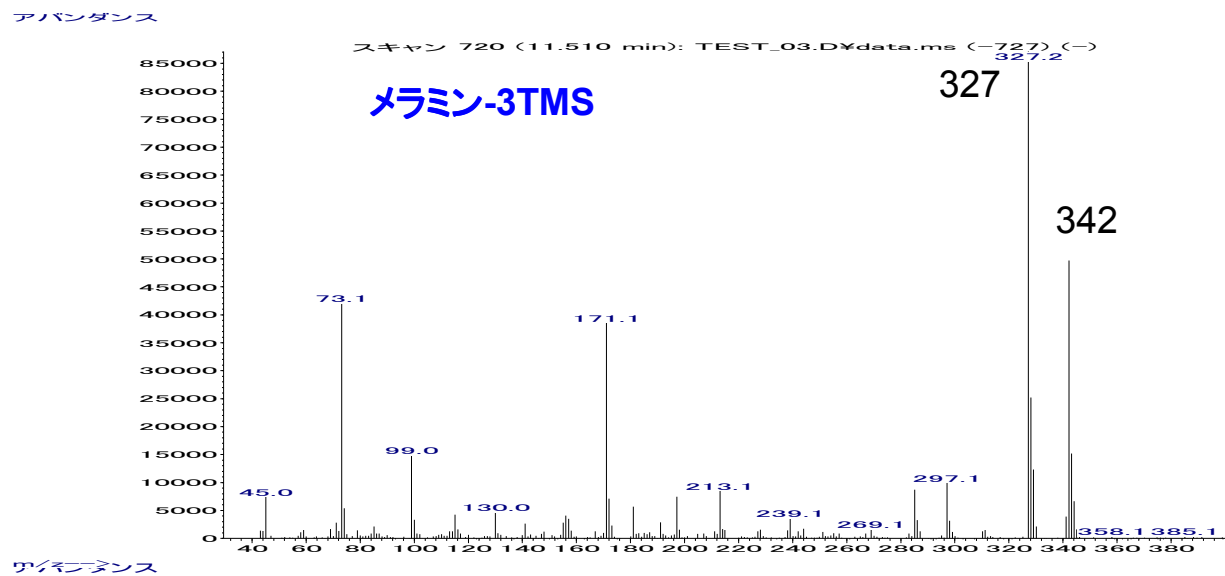


# SIM/Scanクロマトグラム

## 標準溶液 100ppb



# メラミン-3TMSおよびメラミン- $^{15}\text{N}_3$ -3TMSの質量スペクトル



m/z

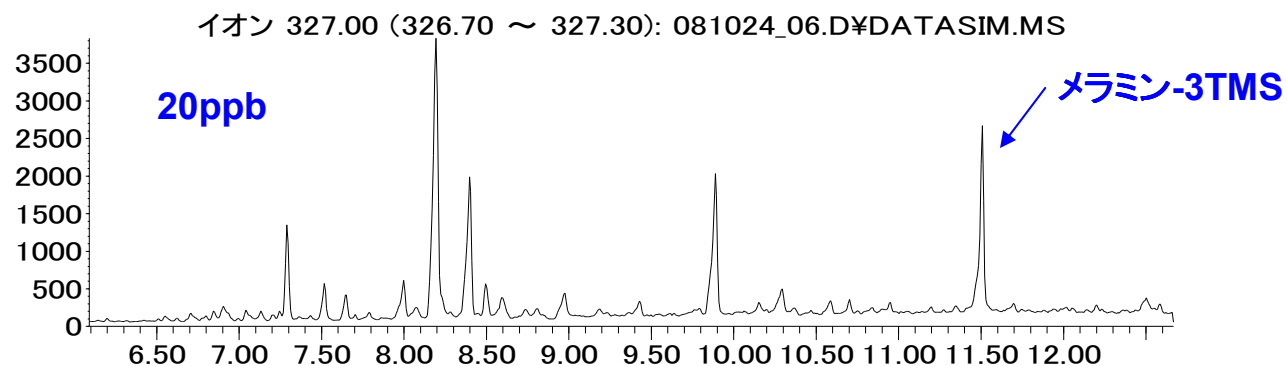


Agilent Technologies

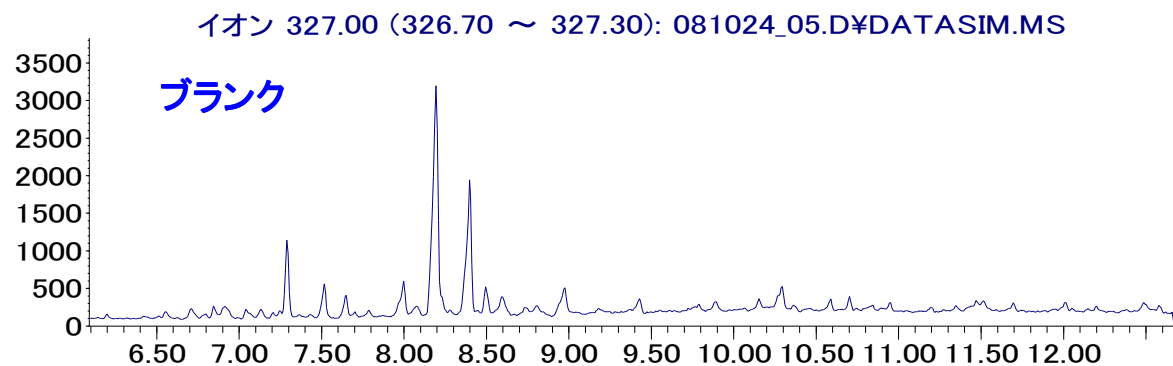
# メラミン-3TMSのSIMクロマトグラム

## 標準溶液 20ppb (試料換算: $0.2 \mu\text{g/g}$ )

アバダンス



アバダンス

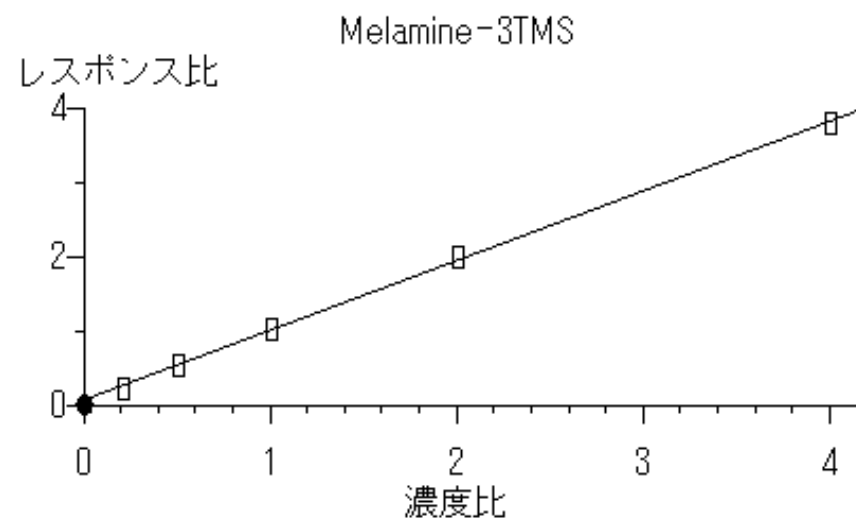


時間→

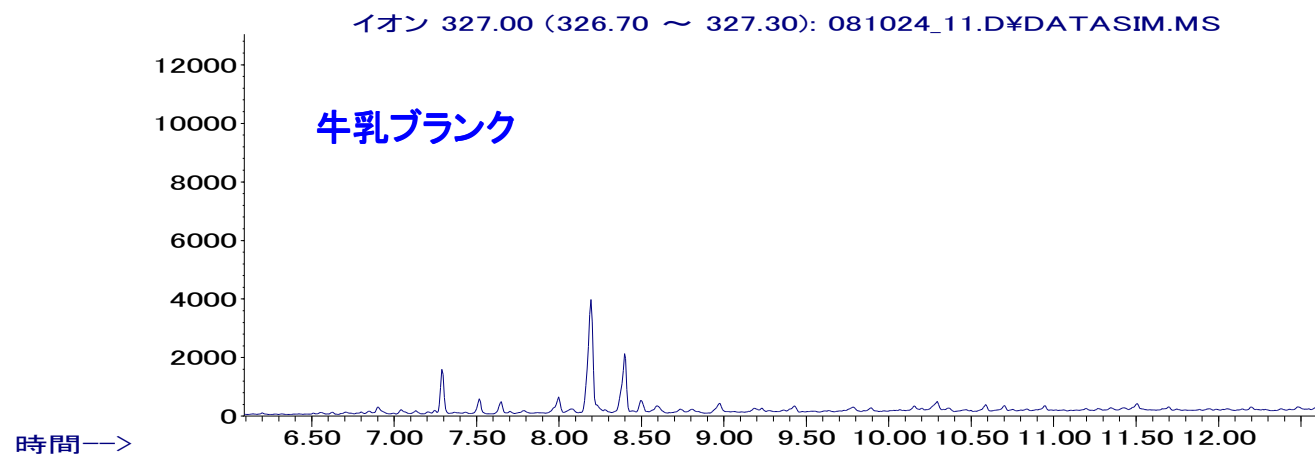
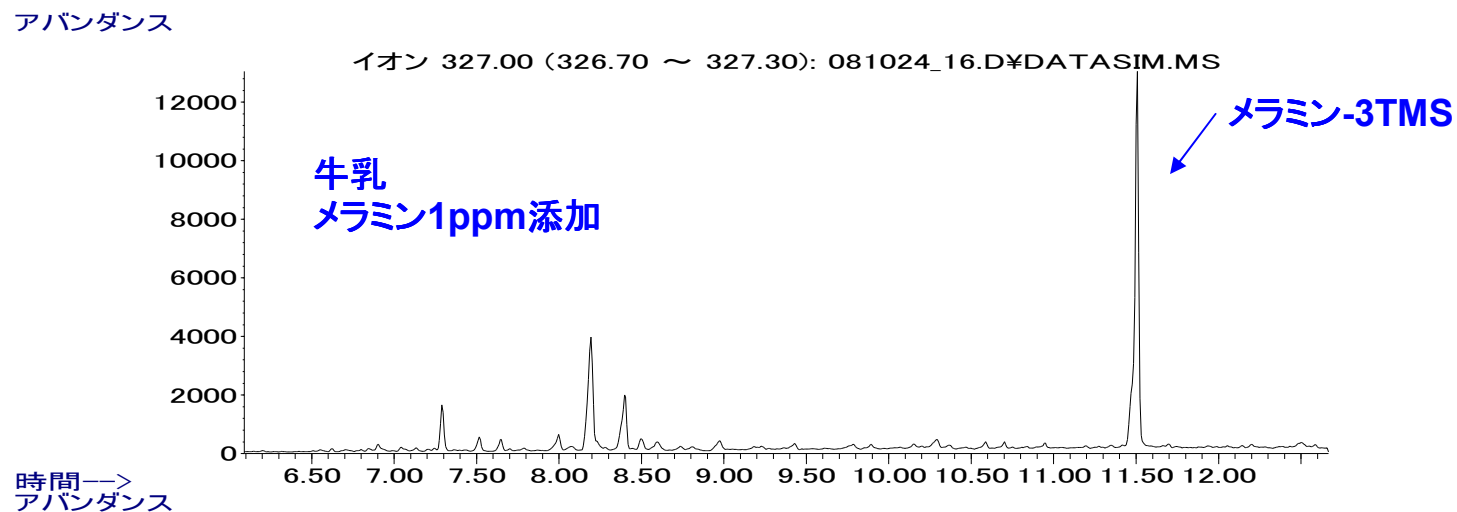
検量線 (20, 50, 100, 200, 400ppb)

決定係数 ( $r^2$ ) = 0.99942

内標準品: メラミン- $^{15}\text{N}_3$  (100ppb)



# 牛乳抽出物中メラミン-3TMSのSIMクロマトグラム メラミン1 $\mu$ g/g (ppm) 添加



# 牛乳回収率(メラミン1 $\mu$ g/g添加, n=6)

## 内標準品:メラミン- $^{15}\text{N}_3$ (1 $\mu$ g/g)

|      | 1     | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     | Average | SD  | RSD(%) |
|------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|---------|-----|--------|
| メラミン | 105.7 | 106.1 | 104.3 | 102.9 | 104.4 | 104.6 | 104.7   | 1.2 | 1.1    |

(前処理)  
厚生労働省メラミン試験法(LC-MS/MS)

(誘導体化)  
上記前処理の最終試験溶液2mlのうち200  $\mu$  lをバイアルに移す。  
蒸発乾固後ピリジン50  $\mu$  l、BSTFA(1%TMCS)50  $\mu$  lを加える。  
70°Cで30分加熱後、1  $\mu$  lをGC/MSへ注入する。



# 測定条件(7890 GC/5975C TAD MSD with QuickSwap)

(GC)

カラム: HP-5msi 30m, 0.25mm, 0.25 $\mu$ m

注入量: 1 $\mu$ l

注入法: スプリットレス

パージオフ時間: 1.5min

注入口温度: 250 $^{\circ}$ C

オープン: 75 $^{\circ}$ C(1min)-15 $^{\circ}$ C/min-250 $^{\circ}$ C(0min)

バックフラッシュ: 280 $^{\circ}$ C(5min)

カラム流量: 1.3ml/min (コンスタントフローモード)

インターフェース温度: 280 $^{\circ}$ C

(QuickSwap)

リストリクタ: 0.17m, 0.1mm i.d.

AUX圧力: 4.7666psi

バックフラッシュ時: AUX圧力: 60psi, 注入口圧力: 2psi

(MSD)

溶媒待ち時間: 6min

イオン源温度: 230 $^{\circ}$ C

ゲイン係数: 2

SIM/Scan同時取り込み: 質量範囲, m/z 40-450 (サンプリングレート 2<sup>2</sup>);

SIMイオン, メラミン-3TMS: m/z 327, 342, メラミン-<sup>15</sup>N<sub>3</sub>-3TMS: m/z 330, 345 (ドゥエルタイム: 40msec)

