

食品中メラミンの迅速分析法

Rapid Determination of Melamine in Food

メラミンはメラミン樹脂の主原料として用いられている物質ですが、最近食品への混入事件が発生しており、着目されています。

食品中メラミンの分析には、目的に応じてHPLC、LC-MS(/MS)、GC/MSなどが用いられますが、この内HPLC

では、簡便に多検体のスクリーニング分析を行うことができます。

ここでは、超高速LC “Prominence UFLC” と簡便な前処理法と組み合わせた食品中メラミンの迅速分析法についてご紹介します。

A. Yamamoto

標準溶液の分析

Analysis of Standard Solution

メラミン (Fig.1) はトリアジン環をもつ高極性物質であり、通常の逆相モードでは十分に保持させることができないため、ここでは逆相イオンペアモードを用いました。分析カラムには、高速高分離用カラム “Shim-pack XR-ODS” (粒子径 2.2 μm) を用い、検出はフォトダイオードアレ

イ検出器により行いました。

Fig.2に、メラミンのUVスペクトルを示します。定量は極大吸収波長の235 nmで行いました。

Fig.3に、メラミン標準液 (1000 μg/L) のクロマトグラムを、その分析条件をTable 1に示します。

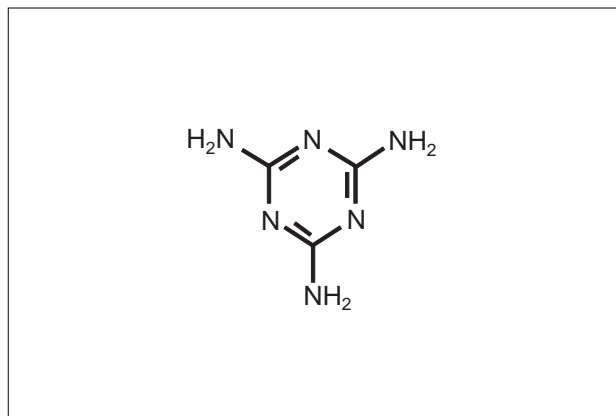


Fig.1 メラミンの構造式
Structure of Melamine

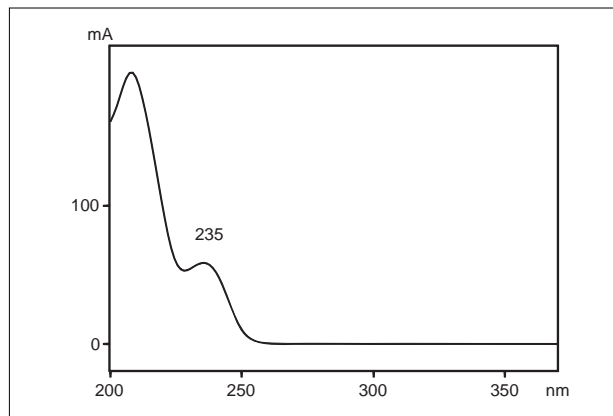


Fig.2 メラミンのUVスペクトル
UV Spectrum of Melamine

Table 1 分析条件 Analytical Conditions	
Column	: Shim-pack XR-ODS (75 mm L. × 3.0 mm I.D., 2.2 μm)
Mobile Phase	: A; 10 mmol/L (Sodium) phosphate buffer (pH2.6) containing 10 mmol/L Sodium 1-octanesulfonate B; Acetonitrile A / B = 92 / 8 (v / v)
Flow Rate	: 1.2 mL/min
Column Temp.	: 40 °C
Injection Vol.	: 10 μL
Detection	: SPD-M20A at 235 nm
Flow Cell	: Conventional Cell

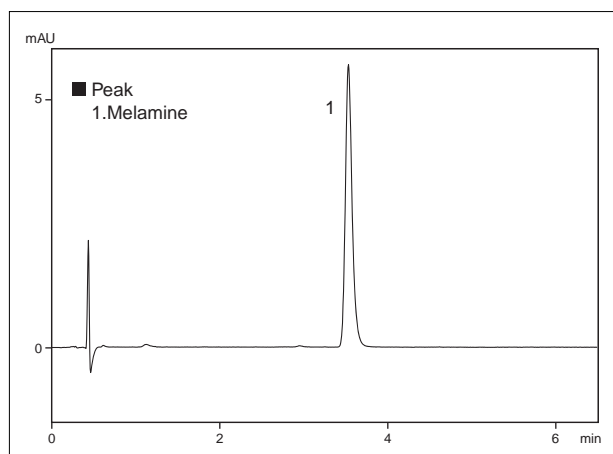


Fig.3 メラミン標準液のクロマトグラム (1000 μg/L)
Chromatogram of Melamine Standard (1000 μg/L)

直線性と感度

Linearity and Sensitivity

メラミンの標準液10 µg/Lから100 µg/Lまでの直線性をFig.4に示します。寄与率 (R^2) 0.9999以上の良好な直線性が得られました。

なお、メラミンの定量限界 ($S/N=10$) および検出限界 ($S/N=3.3$) は、10 µL注入時それぞれ16 µg/L, 5 µg/Lでした。

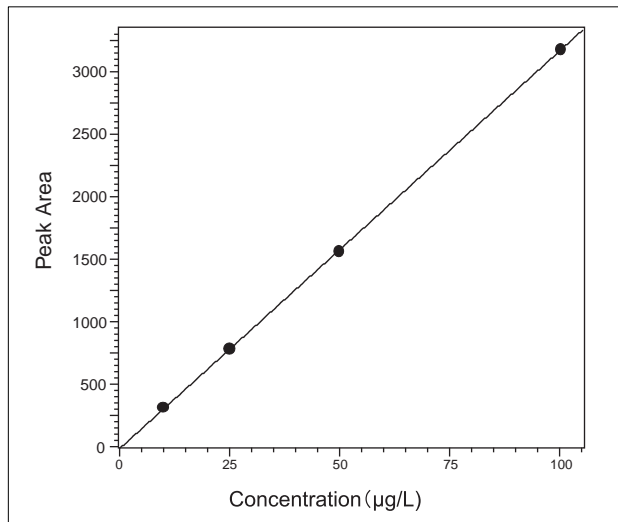


Fig.4 直線性(10 µg/L~100 µg/L)
Linearity (10 µg/L~100 µg/L)

食品中メラミンの分析

Analysis of Melamine in Food

食品の前処理については、迅速スクリーニング分析を目的に、メタノール除たんぱくを基本とした簡便な方法を検討しました。Fig.5に、牛乳および小麦粉の前処理手順を示します。

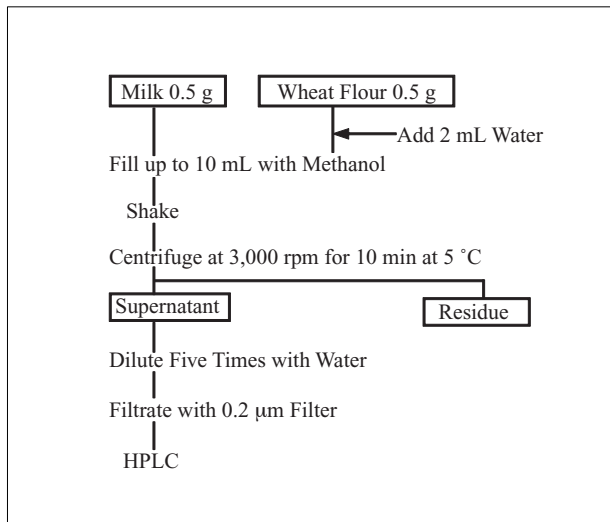


Fig.5 試料前処理
Sample Preparation

食品中メラミンの分析

Analysis of Melamine in Food

市販の牛乳および小麦粉にメラミンを各々2 mg/kg相当添加し、Fig.5の手順に従い前処理後(最終前処理液中メラミン濃度20 µg/L)、分析を行った結果をFig.6および

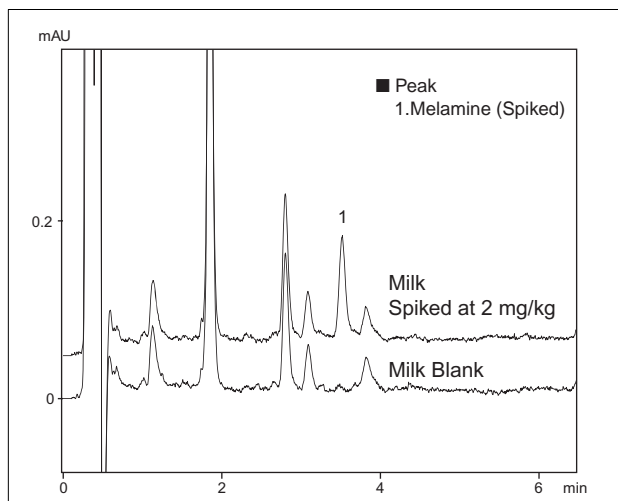


Fig.6 牛乳のクロマトグラム
Chromatograms of Milk

Fig.7に示します。

今回の検討における添加回収率は、牛乳97%、小麦粉73%でした。

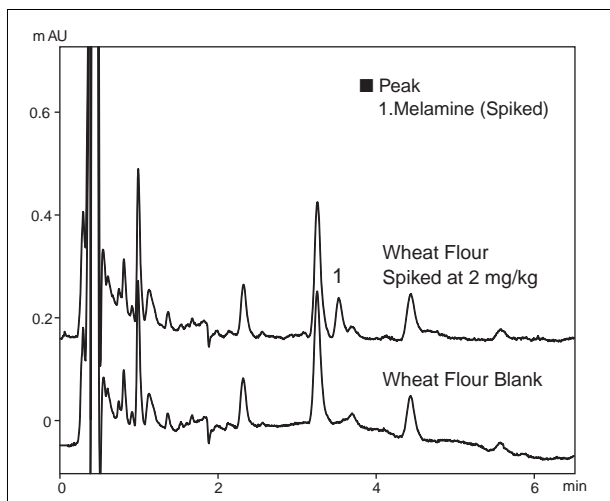


Fig.7 小麦粉のクロマトグラム
Chromatograms of Wheat Flour

一連の分析終了後、カラム洗浄(例えば、移動相:A/B=1/1)をお勧めします。

初版発行: 2009年3月

 **島津製作所** 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691(携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。