

Application News

No. L514

高速液体クロマトグラフィー
High Performance Liquid Chromatography

肥料中のメラミン及びその関連物質の一斉分析

Analysis of Melamine and Its Related Substances in Fertilizers

肥料、農薬、土づくりなど多くの効果がある石灰窒素は、品質の良い野菜の生産する上で必要不可欠です。昨今、石灰窒素に水を加えて造粒する石灰窒素水和造粒品の中に、メラミンが副次的に生成され、含有量が高い製品があることが確認されました。農作物が土壌からメラミンを吸収する可能性があり、健康被害を引き起こす可能性が示唆されつつあります。例えば、メラミンとその関連物質であるシアヌル酸が同時に生体内に取り込まれることで結晶が生じ、腎臓の機能に障害を受けることが推定されています。¹⁾

このことから、石灰窒素中のメラミン濃度の暫定許容値を0.4%と設定する旨が、農林水産省消費・安全局より、通知されています。²⁾

ここでは、独立行政法人農林水産消費安全技術センター (FAMIC) 監修の肥料等試験法 (2016, 8.1.c)³⁾ に準拠し、肥料中のメラミン及びその関連物質であるアンメルリン、アンメリド、シアヌル酸の前処理及び分析例をご紹介します。^{4) 5)}

A. Uchida

標準試料の分析

Analysis of Standard Solution

メラミン及びその関連物質の構造を Fig. 1 に示します。分析条件を Table 1 に示します。また、メラミン及びその関連物質の混合標準溶液 (各 1 mg/L) のクロマトグラムを Fig. 2 に示します。標準溶液と移動相の調製方法の詳細については、試験法をご参照ください。Fig. 3 にメラミン及び関連物質の検量線を示します。検量線の範囲は 0.05 – 5 mg/L です。寄与率 (R²) は 0.9999 以上と良好な直線性が得られました。

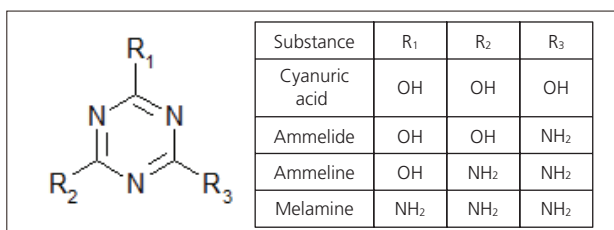


Fig. 1 メラミン及びその関連物質の構造
Chemical Structure of Melamine and Its Related Substances

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

System	: Prominence
Column	: TOSOH, TSKgel Amide-80 (250 mm L. × 4.6 mm I.D., 5 μm)
Guard Column	: TOSOH, TSKgel guardgel Amide-80 (15 mm L. × 3.2 mm I.D.)
Mobile Phase	: (Sodium) phosphate buffer pH 6.7±0.2 / Acetonitrile = 1/4 (v/v)
Flow Rate	: 1.0 mL/min
Column Temp.	: 40 °C
Injection Vol.	: 10 μL
Detection	: UV-VIS detector (SPD-20A) at 214 nm

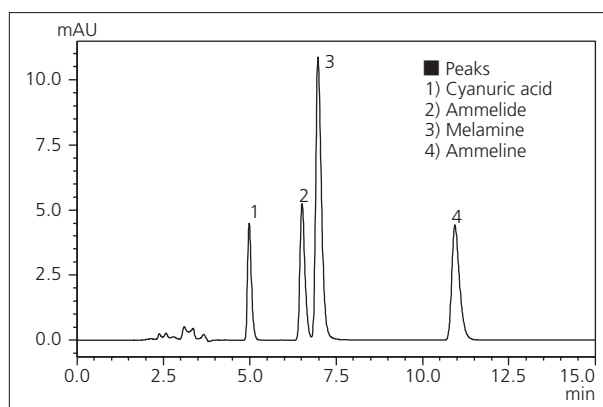


Fig. 2 標準溶液 (各 1 mg/L) のクロマトグラム
Chromatogram of Standard Mixture (each 1 mg/L)

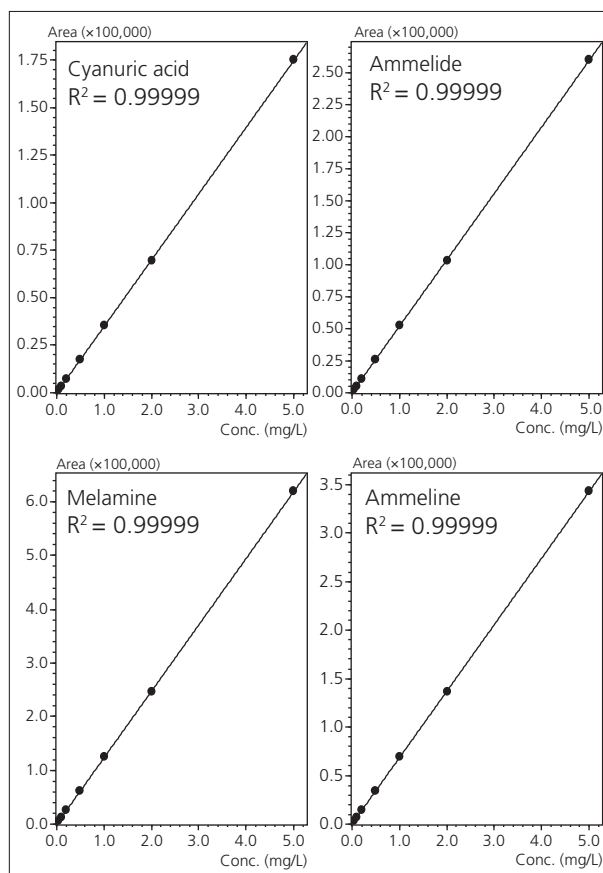


Fig. 3 直線性
Linearity (0.05 – 5 mg/L)

■再現性

Repeatability

標準溶液 (0.1 mg/L) での6回繰り返し分析した際の面積の相対標準偏差 (%RSD) は、シアヌル酸が0.41%, アンメリドが0.42%, メラミンが0.52%, アンメリンが0.56%と良好な結果でした。なお、標準溶液0.1 mg/Lは、Fig. 4に従って前処理した場合、肥料中のメラミン等の濃度に換算すると0.02%に相当します。

■肥料中のメラミン及び関連物質の分析

Analysis of Melamine and Its Related Substances in Fertilizers

分析試料 (肥料) に、メラミンおよびその関連物質を標準添加して試験法に従って前処理しました。前処理手順を Fig. 4 に、分析した結果を Fig. 5 に示します。今回は、流通している石灰窒素2種、石灰窒素入り化成肥料、化成肥料、硫酸アンモニウムの5種を試験用試料として採用しました。今回添加したメラミンは質量分率 (分析試料中のメラミンの量) に換算すると約0.035~2.8%, アンメリンは約0.035~1.6%, アンメリドは約0.035~1.1%, シアヌル酸は約0.037~1.2%に相当します。農林水産消費・安全局より通知されている石灰窒素及び石灰窒素を原料とする肥料中のメラミンの暫定基準値である0.4%の測定は十分に可能であることが分かります。

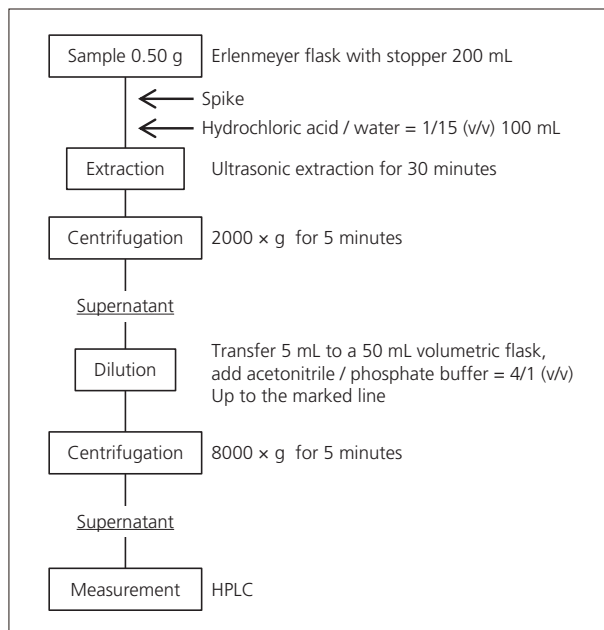


Fig. 4 前処理方法
Pretreatment

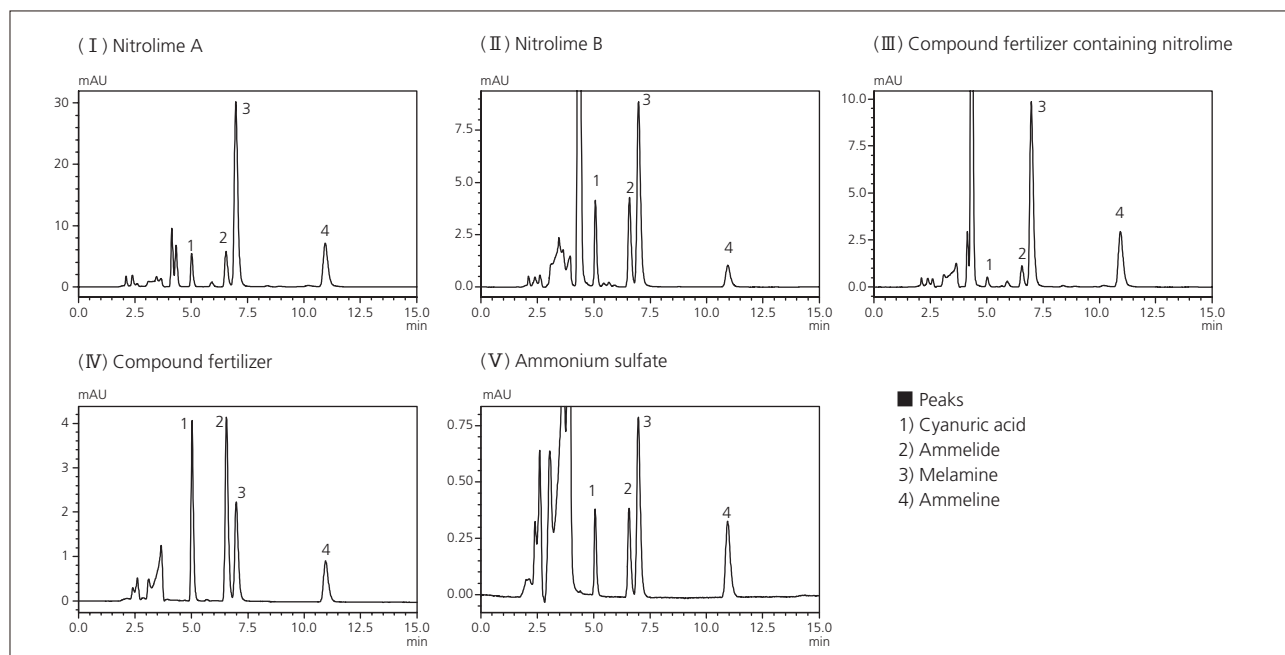


Fig. 5 試料溶液のクロマトグラム

(I) 石灰窒素 A (II) 石灰窒素 B (III) 石灰窒素入り化成肥料 (IV) 化成肥料 (V) 硫酸アンモニウム

Chromatograms of fertilizers

(I) Nitrolime A (II) Nitrolime B (III) Compound fertilizer containing nitrolime (IV) Compound fertilizer (V) Ammonium sulfate

参考文献

- メラミン等による健康影響について：食品安全委員会，2008年10月9日作成，2009年4月30日更新
- 石灰窒素中のメラミンの暫定許容値の設定について，農林水産消費・安全局；24消安第6116号 平成25年3月25日制定，平成25年5月30日一部改訂
- 肥料等試験法 (2016)，独立行政法人農林水産消費安全技術センター (FAMIC)：< http://www.famic.go.jp/ffis/fert/obj/shikhenho_2016.pdf >
- 坂東悦子，白井裕治：高速液体クロマトグラフ (HPLC) 法による肥料中のメラミン及びその関連物質の同時測定，肥料研究報告，6，27-35 (2013)
- 坂東悦子，甲斐茂彦：高速液体クロマトグラフ (HPLC) 法による肥料中のメラミン及びその関連物質の同時測定 - 共同試験 -，肥料研究報告，7，10-21 (2014)

株式会社 島津製作所

分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行：2016年9月

島津コールセンター ☎ 0120-131691
(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。