LC-MS/MS による牛乳中のメラミン、シアヌル酸の分析

Analysis of Melamine and Cyanuric acid in Milk by LC-MS/MS

メラミンは、その構造にトリアジン環を持ち、ホルムアルデヒドとともにメラミン樹脂の主原料とされる物質です。メラミン自体は人体に対する有害性は低いのですが、他の物質と反応することにより、腎不全障害を引き起こす可能性があることが指摘されています。

最近では、ペットフードへの混入によるペットへの被害や、メラミンが意図的に混入された粉ミルクの摂取による乳幼児への健康被害等が報告されています。日本においても、中国からの輸入加工食品が、メラミンが混入された牛乳を原料として製造されたことが確認され、実際に、加工食品からメラミンが検出される等、その監視体制が強化されつつあります。

今回、メラミンとその関連物質であるシアヌル酸の同時分析を行った例を紹介します。牛乳中に標準物質を添加した(最終濃度が10ppbになるように添加)模擬試料の分析を行った結果、簡単な除タンパク前処理のみで、メラミンとシアヌル酸を回収率良く(ともに70%以上)定量することが可能でした。いずれの物質も0.5~50ppbの濃度範囲において良好な直線性が認められました。

図1 構造式

表 1 分析条件

Column: TSKgel Amide-80 3µm (2.0mml.D. x 15cmL)

Eluent: A; 0.05% formic acid in water

B; 0.05% formic acid in acetonitrile

A/B=25/75

Flow rate: 0.2mL/min Injection vol.: 5μ L Column temp.: 40° C

Instrumet: QTRAP (MDS SCIEX)

Ion source: ESI

127/85+ (Melamine), 128/42- (Cyanuric acid)

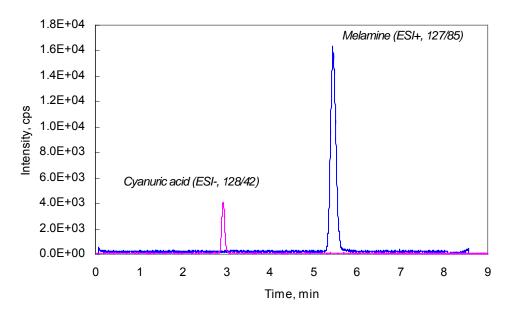


図2 メラミン、シアヌル酸(10ppb)のクロマトグラム

```
Milk + (water / acetonitrile =20/80) = 10+ 90 (v + v)

↓
Mixture, Ultracentrifugation (5,000rpm, 5min)

↓
Filtration (pore size ; 0.5um)
```

図3 試料の前処理

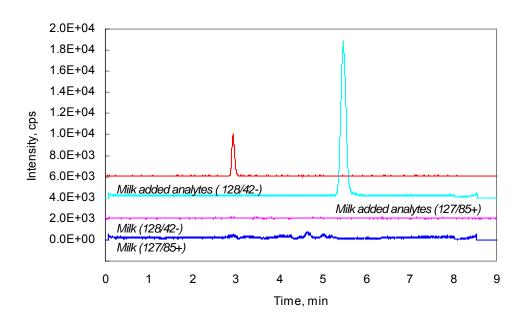


図4 牛乳、及び、模擬添加試料(10ppb)のクロマトグラム