

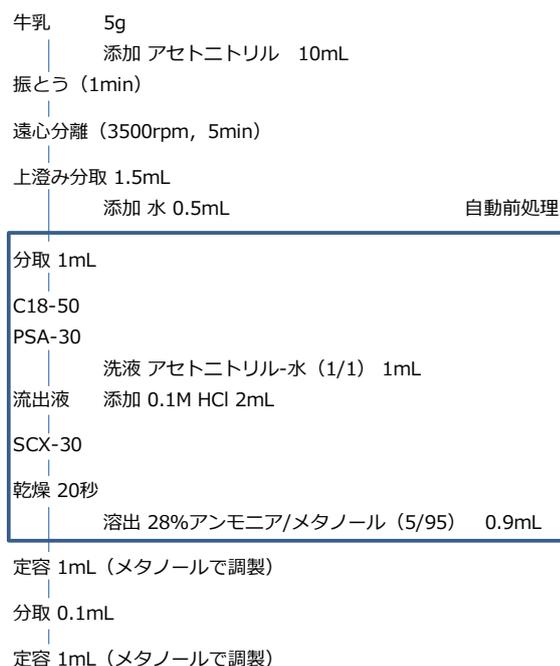
メラミン分析法の自動化の検討

○小西賢治、佐々野僚一
株式会社アイスティサイエンス

【目的】メラミンは、主にメラミン樹脂の原料として使用されるほか、ラミネート、接着剤など様々な工業製品に利用されているが、食品には使用されない。しかし、2007年に中国製ペットフード、2008年に中国製乳幼児用調製粉乳にメラミンが不正に混入され、メラミンが原因と思われる健康被害が多数報告された¹⁾。このような健康被害に素早く対応するため、簡便かつ迅速な前処理を目的として、自動前処理装置を使用した分析法の開発を試みた。

【方法】試料：牛乳(市販品)、標準試薬：メラミン標準品(関東化学)、固相カートリッジ：Smart-SPEシリーズ(アイスティサイエンス)、自動前処理装置：全自動固相抽出装置ST-L300(アイスティサイエンス)、超純水製造装置：PURELAB Ultra(オルガノ)

前処理フロー



測定条件

分析カラム	TSK-GEL AMIDE-80 2.0×150mm (東ソー)		
装置	LC : Prominence(島津製作所)		
	MS/MS : API3200 system(エービー・サイエックス)		
移動相	A : 2mMギ酸アンモニウム+0.1%ギ酸		
	B : アセトニトリル		
流速	0.3ml/min		
注入量	5μL		
イオン化モード	ESI Positive		
測定モード	MRM(Multiple Reaction Monitoring)		
イオン化条件	Q1	Q3	
メラミン (定量)	127	85	
メラミン (確認)	127	68	

【結果と考察】

1. 抽出および除タンパク操作

液体試料(牛乳)からの抽出溶媒にアセトニトリルを選択した。試料にアセトニトリルを加えることでタンパク質が凝固し遠心分離による簡便な除タンパク操作が可能であった。

2. 固相抽出操作

厚生労働省通知²⁾に記されている試験法を参考に、固相ミニカラムPSAによる夾雑物の除去、およびSCXによるメラミンの保持、溶出を行った。抽出溶媒にアセトニトリルを使用したため、脂溶性の夾雑物も同時に抽出されると考えられた。そこで脂溶性夾雑物の除去を目的として、C18ミニカラムによる精製を追加した。

3. 添加回収試験

0.5mg/kgとなるように牛乳に標準溶液を添加し、添加回収試験を行った。5併行の平均回収率は90%、RSD=3.0%と厚生労働省通知に記された要件を充分満たしている。

1) 食安委、『メラミン等による健康影響について』,(2009年)

2) 厚生労働省通知食安監発第1002003号(平成20年)