

GC/MS を用いた食品中残留農薬におけるトリプルデータベース分析法の構築（その 1）

～相対定量データベースによる網羅的検出と標準物質を使用しない定量の試み～

やあみ たかし おおむしのり なかしましや なか さとこ たかかわ よしゆみ かおみ けいお ただき けいこ ひち まさゆき
○山上 仰*1, 小川 義謙*1, 中島 晋也*1, 中 聡子*2, 瀧川 義登*3, 門上 希和夫*4, 棚田 京子*4, 樋口 雅之*4

*1 西川計測 (株) , *2 新川電機 (株) , *3 横河リテイクシステムズ (株) , *4 北九州市環境科学研究所

【目的】近年では、測定を要する化学物質は増加の一途を辿っている。このような背景を受けて多成分同時分析への要求が高まりつつあるが、多成分同時分析では測定あるいはデータ解析が困難になることはもとより、標準物質の入手および維持管理も煩わしいものとなっている。

そこで今回、GC/MSによる測定において必要とする化合物情報である保持時間、マススペクトルおよび内部標準物質との相対感度（Relative Response Factor：RRF）をデータベース化することにより、データベースに収録されていれば特に測定対象成分を定めていなくても検出可能な方法（網羅的検出：スクリーニング）ならびに内部標準物質以外標準物質を用いずにおおよその定量を行える手法を検討したので報告する。さらに、本法による測定を担保できるように測定装置を一定の水準に保つための精度管理方法も策定したが、こちらについては（その2）で報告する。

【方法】保持時間データベースは、数年前より実用化されつつある、リテンションタイムロッキング（Retention Time Locking：RTL）技術を利用して作成した。RTL は任意に定めた基準化合物の保持時間とカラムヘッド圧の関係からその化合物の保持時間を固定した条件下で、他の化合物の保持時間も固定化できる技法である。本法ではクロロピリホスメチルの保持時間を 16.593 分になるように設定した。

マススペクトルおよび RRF については、装置もしくは装置の状態が変化してもスペクトルパターンを極力一定に保てるように、MS を EPA625 に準じた DFTPP チューンで調整したうえでデータベースを作成した。なお、RRF は内部標準法による「検量線」として登録した。

【結果】本法では測定は TIM モードで行う。解析は基本的にソフトウェアが自動処理する。本法の流れを Fig.1 に示す。マスクロマトグラム抽出はデータベースに従って各化合物のターゲットイオン

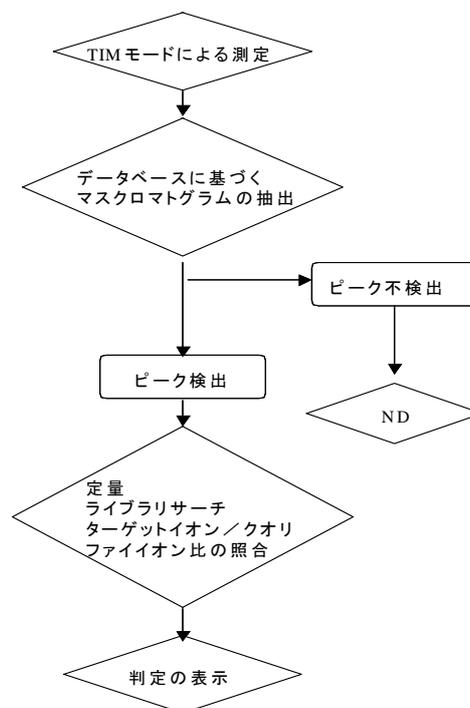


Fig.1 Flowchart of method

を順次処理していく。この際、各化合物の保持時間が固定されているので抽出時間を極めて狭い時間に絞れるため、短時間でしかも高い確度でスクリーニングを行うことができる。ターゲットイオンのピークが検出された場合には、やはりデータベース化された RRF を用いて定量を行う。定量した化合物に関しては、いくつかの観点から定性確認を行い「確実度」の判定結果を表示する。さらにこの自動処理の結果を受けたうえで、マニュアルでの確認操作を支援するためのブラウザー機能、ソート機能などを設けた。

上記アルゴリズムは測定システムが一定レベルで管理されていれば、ほぼ問題無く機能すると思われる。少なくとも仮想試料に見立てた標準溶液では大半の化合物で良好な結果が得られている。現在、試料夾雑物の影響を確認するためにいくつかの作物試料で検討を進めているので、この結果も合わせて本会で発表する予定である。