

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2)

～相対定量データベースの機器精度管理ツールとしての活用～

やまがみたかし おがわよしのり なめしましんや なめさとこ たがひよしあき かどみきおお たがだきょうこ ひぐちまさ晴
山上仰*1, 小川義兼*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 横河アナリティカルシステムズ (株) , *4 北九州市環境科学研究所

【目的】近年、機器分析に関してGLPに代表されるように精度管理の概念が重要視されている。本法では測定原理上、装置の精度管理が特に重要である。(その1)で報告した「トリプルマスデータベース分析法」は、標準物質を使用せずにGC/MSでの定性・定量を行おうと試みたものである。この方法での測定結果を担保する為には、GC/MSが一定の水準に保たれていなければならない。

そこで、本法開発と同時にGC/MSの精度管理法も策定したので報告する。

【方法】GC/MS測定で得られるデータの信頼性に関わる要因として、注入口・分離カラム・質量検出器(MS)が挙げられる。化合物によっては、上記いずれかの劣化により正確な結果が得られない。そこでまず、MSが問題ないか自動チューニングを実行させる。次にチェックサンプルによる測定を行い、予め設定したクライテリアをパスするか否かでGC/MSの状態を把握する事が可能となり、測定結果の信頼性を確保出来るものとした。

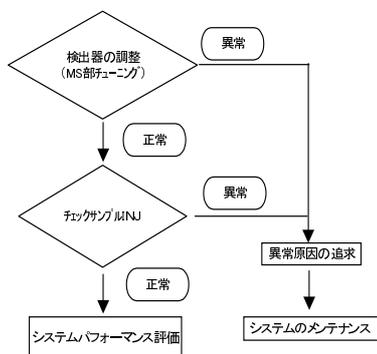
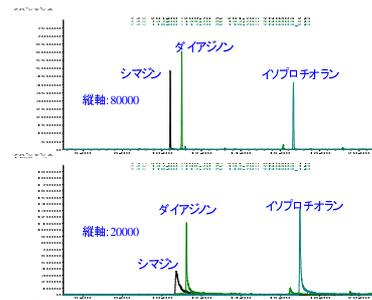


図1 システムパフォーマンスチェックの流れ

チェックサンプルは、筆者らの経験に基づき化合物を選択した。また評価については、マス

ペクトルパターン・テーリングファクターあるいは強度比・エリア絶対値を用い、自動で行うソフトウェアにて行った。

【結果】選択したチェックサンプルに関して、各化合物の挙動の確認が得られた。カラムのコンディション不良の場合には、ペンタクロロフェノールや2,4-ジニトロアニリン等のピーク形状、分離の悪化を招く。分離カラムの状態評価の一例を図2に示す。



上:メンテナンス後、下:注入口側が劣化した状態。
シマジンのテーリングが顕著で、ダイジンおよびイプロチオランにもテーリングが認められる。
カラム:HP-5MS 30m×0.25mm×0.25um

図2 カラムの劣化と改善例(注入口側)

また、MSのチューニングが不十分な場合、DFTPPや t -ノナクロルのマススペクトルがクライテリアから外れる。しかしながら、上記の3ヶ所において各々特異的な挙動を示す化合物が設定したクライテリアをパスする事で、他化合物も問題なく測定出来るものと考えられ、その際に望まれるものは、システムパフォーマンスチェックの簡便化である。本法の使用により、ルーチン分析中でのチェックが可能となり、得られた測定結果は信頼性があるものと思われる。このソフトウェアを用いたシステムパフォーマンスチェックの詳細および有用性については本会で発表する予定である。