

## 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適用事例 (その1) ～夾雑物存在下のシステムチェックサンプルの有効性について～

新川電機 (株) ○中聡子, 横河アナリティカルシステムズ (株) 佐久井徳広, 瀧川義澄  
北九州市環境科学研究所 門上希和夫, 棚田京子, 樋口雅之  
西川計測 (株) 山上仰, 小川義謙, 中島晋也

【目的】近年、輸入食品中の残留農薬及び未登録農薬問題等により、消費者の“食の安全”への関心が高まる中、残留農薬の基準も『残留基準が設定されていない農薬でも残留してはならない』というポジティブリスト方式への移行が実施される。これらの要因から、より迅速に、正確な測定の必要性が求められ、多成分を同時に分析する手法も盛んに検討・実施されている。

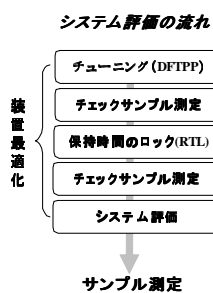
また、精度管理についても年々重要視され、測定機器の保守はもとより、測定結果の有効性についても問われるようになってきている。

そこで今回、GC/MSに夾雑物を含む試料が注入された場合、その装置状態がどのようになっているのかをシステムチェックサンプルを用い、評価した。その結果、チェックサンプルの有効性及びその利用方法に若干の知見が得られたので、ここに報告する。

【方法】GC/MS を大別すると、注入口・分離カラム・質量検出器 (MS) になる。これらのいずれかに劣化があると、正確な結果が得られない。そこで、システムチェックサンプルには各部位の劣化の指標となる化合物が含有されている。

使用した GC/MS は、チューニングも含め、予め設定されたクライテリアをパスすることで、装置状態の最適化を図った。

この状態で SFE (超臨界流体抽出法) で前処理した大葉の試料とチェックサンプルを注入し、チェックサンプルの変化を比較評価した。評価については、



保持時間・マス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・エリア絶対値から定量を自動的に行う“NAGINATA”ソフトウェアにて行った。

【結果】比較的夾雑物の影響が懸念される大葉試料の注入後、チェックサンプルで装置性能評価を行った。その結果、分離カラム及び検出器に影響は認められなかった。注入口については、注入口評価用化合物であるイソキサチオンの変動は認められなかったが、カプタホルの感度低下が認められた。この感度低下は、わずかな着色試料で発生し、以後、着色のない試料 (大葉サンプルの希釈溶液) を注入しても、装置改善は若干しか認められなかった。これらの状況から、このチェックサンプルはわずかな注入口の劣化にも敏感に、且つ、有効に機能していることが判明した。

Table.1 注入口評価化合物の変動

<i>Isosathion(m/z:105)</i>				
	ライナー	定量結果 (ppm)	判定下限値 (ppm)	判定
注入前	PASS	0.98	0.7	○
大葉INJ後	PASS	1.00	0.7	○
大葉 (×10) INJ後	PASS	0.92	0.7	○

<i>Captafol(m/z:79)</i>				
	ライナー	定量結果 (ppm)	判定下限値 (ppm)	判定
注入前	PASS	1.19	0.7	○
大葉INJ後	RF	0.51	0.7	×
大葉 (×10) INJ後	RF	0.67	0.7	×

以上の結果から、このチェックサンプルは装置セットアップ時の使用のみならず、試料測定時にある一定の間隔で使用する測定方法を採用することにより、装置有効性の確認が可能となり、今後益々、重要視される精度管理の一助になるものと考えられる。