

# 複数機関によるGC/MS トリプルデータベース相対定量法の評価 ～装置状態の比較及び残留農薬一斉分析への適用～

新川電機 (株) ○中聡子, 東房健一  
 西川計測 (株) 山上仰, 小川義謙, 中島晋也  
 横河アナリティカルシステムズ (株) 中村貞夫, 佐久井徳広, 瀧川義澄  
 北九州市環境科学研究所 陣矢大助, 門上希和夫  
 神戸市環境保健研究所 伊藤光男, 上田泰人, 小島信彰, 田中敏嗣

## 【目的】

来年度のポジティブリスト制の施行に伴い、より迅速かつ正確な測定が求められており、多成分を同時分析する手法が盛んに開発・検討されている。

そこで今回、複数機関においてトリプルデータベース相対定量法を用いて、同一の標準液を測定して定量値を比較し、本手法の有効性を確認した。その結果、今後の残留農薬一斉分析への適応に向けて若干の知見が得られたので、ここに報告する。

## 【方法】

内部標準溶液を添加した 0.2ppm 濃度の 47 農薬混合標準溶液試料を 5 機関に配布し、測定を行った。各機関では、試料測定前に GC/MS のチューニング、リテンションタイムロッキング (RTL), クライテリアサンプルによる装置診断を行い、測定システムの標準化を行った。試料の測定に供した各機関のシステム及び GC/MS 測定条件を Table.1 に示す。

Table.1 各機関で使用した装置及び測定条件

ラボ名	A	B	C	D	E	
装置	型式	5973N	5973N	5973i	5973A	5973i
測定条件						
GC: 6890 (Agilent)						
カラム: HP-5MS 30m×0.25mm×0.25um						
オープン温度: 70°C(2分)~20°C/分~150°C(0分)~3°C/分~200°C(0分)~8°C/分~280°C(10分)~10°C/分~300°C						
注入口温度: 250°C インターフェース温度: 280°C						
キャリアーガス: ヘリウム						
カラムヘッド圧: クロルピリホスメチルの保持時間を16.593分に設定						
注入法: スプリットレス(パージオフ時間 2分)						
MS: 5973 (Agilent)						
イオン化法 EI イオン源温度 230°C 四重極温度 150°C						
DFTPPターゲットチューニング (EPAメソッド625準拠)						
SCAN範囲 35~550 amu SCAN速度 2.86 SCAN/秒						

## 【結果と考察】

参加 5 機関ともに規定のクライテリアをパスするように測定システムを標準化し、トリプルデータベース相対定量法を用いて測定した。その結果を Fig.1 に示す。大部分の農薬の測定値は 0.1~0.3ppm の範囲内であり、調製濃度の 0.2ppm 付近に集中する良好な結果が得られた。一部、GC や GC/MS での測定が比較的難しいとされるアセタミプリドや、異性体を有する等の感度が乏しい農薬については、調製濃度の 1/2 以下の定量値や、5 機関の最小値と最大値の差が大きいといった結果が確認された。なお、検出量の全平均値は 0.204ppm (標準偏差: 0.049ppm, 変動係数: 24.2%) であった。

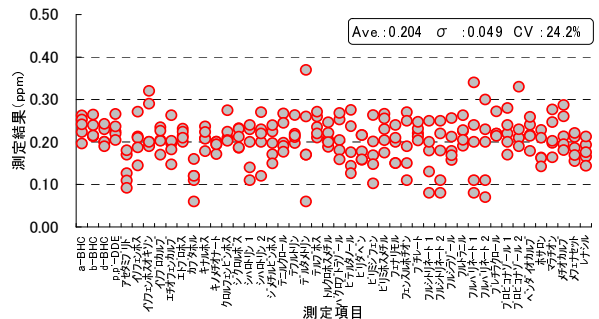


Fig.1 複数機関での測定結果

以上の結果から、異なる機関であっても共通のクライテリアでシステム状態を標準化することは、農薬分析に対して信頼性の高い測定結果の提供に役立つものと考えられる。さらに、トリプルデータベース相対定量法は、残留農薬一斉分析や一次スクリーニングという迅速性においても特に有用であると考えられる。今後は、GC測定が難しい物質及び実試料での定量精度の向上と確認を行い、多成分農薬一斉迅速分析へのさらなる実用性に関して検討していく予定である。