

一斉分析データベースソフトウェアを用いた 食品中残留農薬の測定

Simultaneous Analysis of Residual Pesticides in Food using
Compound Composer Software

はじめに

Introduction

GC/MSはGCに比べ分離能力も優れ信頼性の高い同定が可能のため、環境分野や食品分野などを中心に多成分を一斉に分析するために用いられています。しかしながら、測定には標準試料を用いた保持時間の確認や検量線の作成が必要です。標準試料の調製には多くの時間を要し、標準試料が入手困難な場合は測定できないなどの問題がありました。一方、様々な環境物質による汚染の度合いを確認したり、化学物質関連の事故や事件で原因を調べるには、できるだけ多くの成分を簡便かつ迅速に測定することが重要になっています。

このような要望にこたえるために弊社と北九州市環境科学研究所の研究グループは共同で環境分析向け一斉分析用データベースを開発いたしました。データベースには、Table 1に示しますように農薬をはじめとする有害物質583種について化合物名、マススペクトル、ターゲットマス、検量線（マルチ内標法）や保持時間（n-アルカン補正）など定量分析に必要なパラメータ類が登録されています。データベースから分析したい化合物を選択し、定量のためのメソッドファイル（GCMS-QP2010用）を作成する

ことができます。標準溶液の調製が不要になり、また入手困難なターゲット化合物でもその濃度のおおよその値を得ることができます。

K.Tanaka

Table 1 データベース登録化合物
Compounds Registered in the Database

カテゴリー I	数	カテゴリー II	数
炭化水素	160	PAHs	49
		PCBs	62
		その他	49
含酸素化合物	81	フェノール類	48
		その他	33
含窒素化合物	75	芳香族アミン	36
		ニトロ化合物	26
		その他	13
含硫黄化合物	8		
含リン化合物	6		
農 薬	253	殺虫剤	111
		除草剤	68
		殺菌剤	58
		その他	16
総 数	583		
内標準	8		

使用方法および測定条件

Procedure and Analytical Conditions

分析の手順をFig.1に示します。分析結果の信頼性を高めるために、まず、装置評価用物質とn-アルカン類の混合標準試料（チェックサンプル）を測定します。n-アルカン類の測定結果からデータベースに登録された化合物の保持時間を自動修正します。その結果をもとにデータベースからメソッドファイルを作成します。メソッドファイルには、定量のための修正された保持時間、マススペクトル、検量線などが登録されます。一方、装置評価物質の分析結果から装置が正常に稼動状況しているかをあらかじめ確認します。その後内部標準物質を添加した未知試料を測定します。得られた結果をデータベースから作成したメソッドファイルを使って解析します。また、保持時間の予測精度を高め同定を確実なものとするために、カラムと分析条件はTable 2のように固定されています。

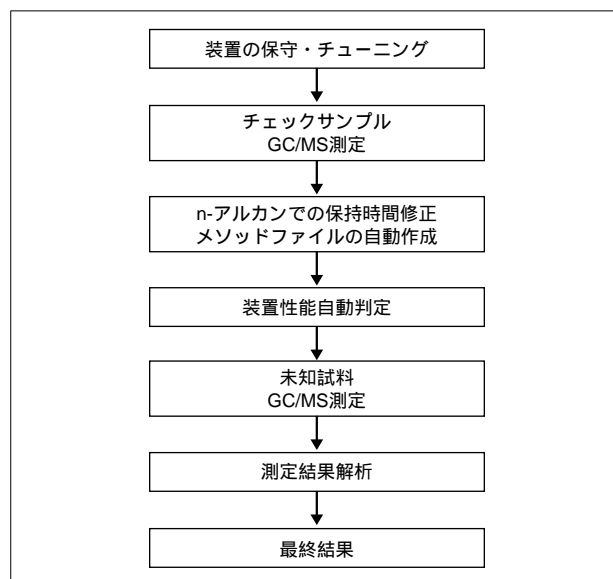


Fig.1 分析の手順
Analysis Procedure

結果

Results

食品中残留農薬分析に適用しその有効性を検討しました。サンプルとしては、にんじんを固相抽出法によって前処理し得られた抽出液に農薬 (Table 3) と内標準物質を添加したものを用いました。n-アルカンを用いた保持時間の推測値はTable 3に示しますように、0.037min以内のズレに収まりました。また、登録されているマススペクトルとの比較では類似度が85から95の範囲でした。これらのことから明らかなように今回検討した農薬に関してはすべて自動で同定することができました。また、定量結果に関しては、EPNのようにマトリックス効果により添加量の1.5倍の値を示すものもありましたが、平均では添加量と同一の0.1mg/Lという良好な結果が得られました。

Table 2 装置と分析条件
Analytical Conditions

Model	: GCMS-QP2010
Software	: Compound Composer and it's Database
-GC-	
Column	: DB-5ms 30m × 0.25mm I.D. df=0.25µm
Column Temp.	: 40°C(2min) - 8°C/min - 310°C(5min)
Carrier Gas	: He (Constant Linear Velocity Mode)
Linear Velocity	: 40cm/s
Injector Temp.	: 250°C
Injection Method	: Splitless (1min)
Injection Volume	: 1µL
-MS-	
Interface temp.	: 300°C
Ion box Temp.	: 200°C
Ionization Mode	: EI
Scan Mode	: 33amu-600amu
Scan Interval	: 0.3sec

Table 3 分析結果
Determination Results

化合物名	m/z	RT (推定)	RT (実測)	RT ズレ	類似度	添加濃度 (mg/L)	検出濃度 (mg/L)
6;1;;a-HCH	219	20.948	20.985	-0.037	85	0.1	0.08
6;1;;Chlorpyrifos	314	24.583	24.588	-0.005	91	0.1	0.08
6;1;;DDVP	185	13.665	13.674	-0.009	92	0.1	0.08
6;1;;EPN	157	30.071	30.086	-0.015	85	0.1	0.15
6;1;;Fenitrothion (MEP)	277	24.181	24.194	-0.013	87	0.1	0.09
6;1;;Fenobucarb	150	19.607	19.615	-0.008	92	0.1	0.08
6;1;;Isophenphos	213	25.623	25.643	-0.02	95	0.1	0.11
6;1;;Isoprocarb	121	18.563	18.568	-0.005	92	0.1	0.09
6;1;;Malathion	173	24.426	24.436	-0.01	84	0.1	0.08
6;1;;Methyl parathion	263	23.543	23.558	-0.015	88	0.1	0.13
6;3;;Flutolanil	173	26.739	26.751	-0.012	92	0.1	0.13
6;3;;Mepronil	119	28.358	28.377	-0.019	97	0.1	0.11

結論

Conclusion

今回対象とした農薬に関しては良好な結果が得られデータベースの有効性が明らかとなりました。

初版発行：2005年9月

 **島津製作所** 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691(携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。