

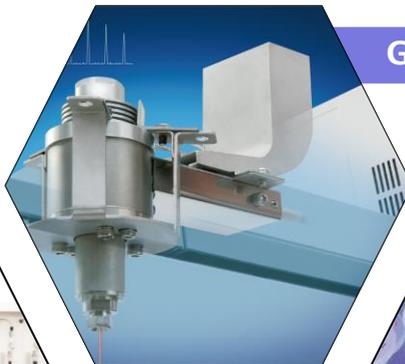


アイスティサイエンス社 製品のご紹介

AiSTI SCIENCE



アイスティサイエンス社 製品群



GC大量注入口装置



全自動固相抽出装置



ミニ固相カートリッジ

STQ法



多成分解析ソフトCOSMO

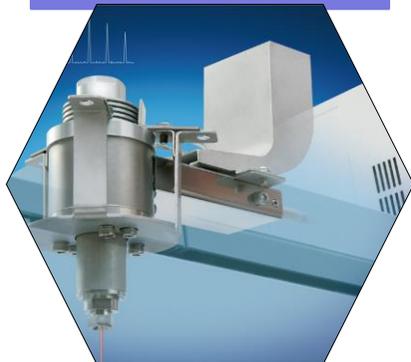


STQ法 前処理キット



LC-GCインターフェース

GC大量注入口装置



- 前処理操作の迅速化・簡易化
 - ・ 試料量の少量化
 - ・ 濃縮操作の省略

ミニ固相カートリッジ



- 少量化に対応したSPE
 - ・ ストレート構造
 - ・ 連結機能

LC-GCインターフェース



- 大量注入によるハイフネーション技術
 - ・ 個別分析に最適
 - ・ 夾雑が多くても平気

全自動固相抽出装置



- 少量化で自動化が可能に
 - ・ ボタンを押すだけ
 - ・ 別の作業に従事

STQ法 前処理キット



- 前処理の迅速処理
 - ・ 試験管ラック
 - ・ 押しポンプ

多成分解析ソフトCOSMO



- 一括積分で解析が楽に

STQ法は . . .

こんなところで使われております。

ホクレン農業総合研究所 様

迅速法の導入 (多成分一斉：227項目)

ホクレン従来法 (通知法準拠)

- 抽出
- ろ過
- 定容
- 精製
- 塩析
- 脱水
- 精製
- 濃縮・窒素乾固
- 溶解・定容
- 分取・濃縮・窒素乾固
- 溶解・定容

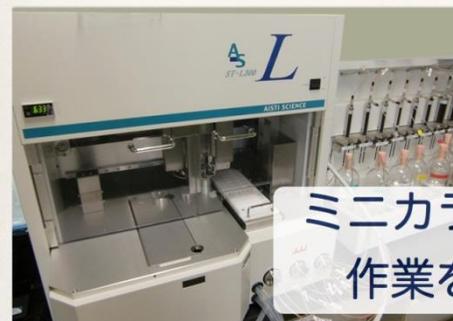
STQ法 (アイスティサイエンス社)

- 抽出
- 塩析・脱水
- 遠心分離
- 精製
- 定容

STQ法 = QuEChERS抽出 + ミニカラム精製

機器類の導入

★ 自動前処理装置 ST-L300(アイスティサイエンス社)



処理時間
GC-MS/MS測定用
18分/1検体
LC-MS/MS測定用
10分/1検体

ミニカラム精製の
作業を自動化

ホクレン従来法の流れ



国際交流会セミナー発表資料
演者ご承認

JA鹿児島経済連 食品総合研究所 様

2012年(平成24年)3月23日(金曜日)



残留農薬検査
【鹿児島】JA鹿児島経済連は、JAグループ鹿児島の「食の安心・安全システム」を一段と推進するため、残留農薬分析装置を新たに導入した。検査成分数を現行の139成分から260成分に拡大するなど、検査

新分析装置を導入
鹿児島県経済連 精度上がり活用期待
精度の向上を図った。事故防止に加えて、従来以上に安全な県産農産物の出荷につながる。今後、既存の機器より処理速度が速まった。

新装置は、ガスクロマトグラフ質量分析機・大量注入・全自動抽出装置の一式。鹿児島市にある経済連の食品総合研究所に設置された。検査の前処理として、抽出装置では農作物を農薬成分だけのはたき液にする。これを、大量注入から、分析機にかける。いずれも、既存の機器より処理速度が速まった。

分析機では、欧米で最近開発されたクイックチェック法と固相カートリッジ法を組み合わせた固相抽出検査法（STQ法）で農薬成分を分析する。一連の作業で、処理で

ある月の検体数（担当者：1～2名）

	12月
1	0
2	0
3	8
4	14
5	17
6	17
7	2
8	0
9	0
10	8
旬計	66
11	20
12	13
13	10
14	9
15	0
16	0
17	23
18	13
19	6
20	13
旬計	112
21	10
22	0
23	0
24	0
25	13
26	4
27	0
28	0
29	
30	
31	
旬計	33
月計	211

日本農業新聞

通知法とのコスト比較（10検体あたり）

通知法とのコスト比較 -GC-A法-

◎溶媒使用量が約1/10！ ◎消耗品費用が約1/2！ ◎前処理時間が約1/4！

残留農薬分析前処理コスト(STQ-GC A法)

n=10 試験を行う場合

項目	メーカー	使用量および時間	費用(円)
アセトニトリル5000	関東	120mL	400
アセトン5000	関東	240mL	528
アセトン1級(洗浄)	関東	200mL	257
トルエン5000	関東	10mL	37
C18(50mg)	AISTI	10本	3,980
GCS(20mg)	AISTI	10本	4,500
PSA(30mg)	AISTI	10本	3,980
塩化ナトリウム	関東	10g	143
無水硫酸マグネシウム	関東	40g	211
クエン酸3Na2水和物	関東	10g	44
クエン酸水素2Na1.5水和物	関東	5g	47
PP製遠沈管50mL用	TPP	10本	600
合計金額(円)			14,727
前処理時間(器具洗浄含む)		1時間45分 ^{*1}	3,150
合計金額(円):人件費含む			17,877

*1 内訳:抽出60分、分取後の前処理30分、洗い物15分

残留農薬分析前処理コスト(通知法)

n=10 試験を行う場合

項目	メーカー	使用量および時間	費用(円)
アセトニトリル5000	関東	1260mL	4,200
アセトン5000	関東	2155mL	4,741
アセトン1級(洗浄)	関東	2000mL	2,567
トルエン5000	関東	80mL	299
ヘキサン5000	関東	200mL	484
塩化ナトリウム	関東	100g	1,430
リン酸水素ニカリウム	関東	21g	92
リン酸二水素カリウム	関東	12g	37
硫酸ナトリウム	関東	50g	198
C18(1000mg)	Varian	10本	7,300
Envi-carb/NH2(500mg/500mg)	スペルコ	10本	10,000
合計金額(円)			31,348
前処理時間(器具洗浄含む)		7時間00分 ^{*2}	12,600
合計金額(円):人件費含む			43,948

*2 内訳:抽出1時間30分、分取後の前処理4時間、洗い物1時間30分

通知法とのコスト比較 -GC-B法-

◎溶媒使用量が約1/10！ ◎消耗品費用が約1/2！ ◎前処理時間が約1/4！

残留農薬分析前処理コスト(STQ-GC B法)

n=10 試験を行う場合

項目	メーカー	使用量および時間	費用(円)
アセトニトリル5000	関東	120mL	400
アセトン5000	関東	240mL	528
アセトン1級(洗浄)	関東	200mL	257
ヘキサン5000	関東	30mL	73
C18(50mg)	AISTI	10本	3,980
PLS3(20mg)	AISTI	10本	3,980
PSA(30mg)	AISTI	10本	3,980
塩化ナトリウム	関東	50g	715
無水硫酸マグネシウム	関東	40g	211
クエン酸3Na2水和物	関東	10g	44
クエン酸水素2Na1.5水和物	関東	5g	47
PP製遠沈管50mL用	TPP	10本	600
合計金額(円)			14,815
前処理時間(器具洗浄含む)		2時間 ^{*1}	3,600
合計金額(円):人件費含む			18,415

*1 内訳:抽出60分、分取後の前処理45分、洗い物15分

残留農薬分析前処理コスト(通知法)

n=10 試験を行う場合

項目	メーカー	使用量および時間	費用(円)
アセトニトリル5000	関東	1260mL	4,200
アセトン5000	関東	2155mL	4,741
アセトン1級(洗浄)	関東	2000mL	2,567
トルエン5000	関東	80mL	299
ヘキサン5000	関東	200mL	484
塩化ナトリウム	関東	100g	1,430
リン酸水素ナトリウム	関東	21g	92
リン酸二水素ナトリウム	関東	12g	37
硫酸ナトリウム	関東	50g	198
C18(1000mg)	Varian	10本	7,300
Envi-carb/NH2(500mg/500mg)	スペルコ	10本	10,000
合計金額(円)			31,348
前処理時間(器具洗浄含む)		7時間00分 ^{*2}	12,600
合計金額(円):人件費含む			43,948

*2 内訳:抽出1時間30分、分取後の前処理4時間、洗い物1時間30分

通知法とのコスト比較 -LC法-

◎溶媒使用量が約1/10！ ◎消耗品費用が約1/2！ ◎前処理時間が約1/4！

残留農薬分析前処理コスト(AISTI LC法)

n=10 試験を行う場合

項目	メーカー	使用量および時間	費用(円)
アセトニトリル5000	関東	120mL	400
アセトン5000	関東	240mL	528
アセトン1級(洗浄)	関東	200mL	257
メタノールLC/MS用	関東	30mL	39
C18(30mg)	AISTI	10本	3,900
C18(50mg)	AISTI	10本	3,980
PSA(30mg)	AISTI	10本	3,980
塩化ナトリウム	関東	10g	143
無水硫酸マグネシウム	関東	40g	211
クエン酸3Na2水和物	関東	10g	44
クエン酸水素2Na1.5水和物	関東	5g	47
PP製遠沈管50mL用	TPP	10本	600
合計金額(円)			14,129
前処理時間(器具洗浄含む)		1時間45分*1	3,150
合計金額(円):人件費含む			17,279

*1 内訳:抽出60分、分取後の前処理30分、洗い物15分

残留農薬分析前処理コスト(通知法1法・2法)

n=10 試験を行う場合

項目	メーカー	使用量および時間	費用(円)
アセトニトリル5000	関東	1100mL	3,667
アセトン5000	関東	2350mL	5,170
アセトン1級(洗浄)	関東	2000mL	2,567
トルエン5000	関東	100mL	374
ヘキサン5000	関東	200mL	484
メタノールLC/MS用	関東	240mL	308
塩化ナトリウム	関東	200g	2,860
リン酸水素ナトリウム	関東	21g	92
リン酸二水素カリウム	関東	12g	37
硫酸ナトリウム	関東	100g	396
C18(1000mg)	Varian	20本	7,300
Envi-carb/NH2(500mg/500mg)	スペルコ	10本	10,000
SI(500mg)	Varian	10本	4,400
合計金額(円)			37,655
前処理時間(器具洗浄含む)		9時間00分*2	16,200
合計金額(円):人件費含む			53,855

*2 内訳:抽出1時間30分、分取後の前処理6時間(1法・2法)、洗い物1時間30分

STQ法で洗浄する使用器具

■ 抽出工程（QuEChERS法）

- フードプロセッサー
- ジェネレーター
- 計量スプーン

■ 精製工程（自動前処理装置）

- メス試験管（2本/1検体：GC用とLC用）

STQ法で使用する消耗品

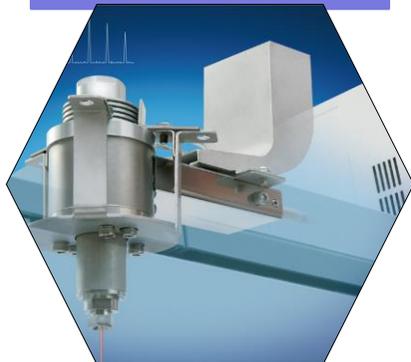
■ 抽出工程（QuEChERS法）

- 遠沈管 50mL
- 試薬類（塩、クエン酸類、硫酸Mg）

■ 精製工程（自動前処理装置）

- 試料瓶
- 溶媒
- 固相カートリッジ

GC大量注入口装置



- 前処理操作の迅速化・簡易化
 - ・ 試料量の少量化
 - ・ 濃縮操作の省略

ミニ固相カートリッジ



- 少量化に対応したSPE
 - ・ ストレート構造
 - ・ 連結機能

LC-GCインターフェース



- 大量注入によるハイフネーション技術
 - ・ 個別分析に最適
 - ・ 夾雑が多くても平気

全自動固相抽出装置



- 少量化で自動化が可能に
 - ・ ボタンを押すだけ
 - ・ 別の作業に従事

STQ法 前処理キット



- 前処理の迅速処理
 - ・ 試験管ラック
 - ・ 押しポンプ

多成分解析ソフトCOSMO



- 一括積分で解析が楽に



胃袋型インサートを備えた
GC大量注入口装置
LVI-S200



GC用大量注入装置LVI-S200はこんな方向け

①微量分析

- ・今使っているGCでもっと感度が欲しい。
- ・信頼性向上のため、スキャン測定・定量をしたい。
- ・GC-MS/MSで再現性を向上させたい。

②前処理で濃縮操作

- ・濃縮操作を省略したい。濃縮倍率を軽減したい。
- ・測定感度が上がれば、サンプル量を減らせるのに…

③誘導体化測定

- ・測定最初と最後の感度の変化に困っている。

LVI-S200の主な性能

- ①各メーカーのGCに搭載可能
- ②注入最大量**200uL**
- ③胃袋型インサート（ライナー）使用
- ④アセトニトリル（高膨張率）やトルエン（比較的高沸点）
など様々溶媒の注入
- ⑤インサート内で誘導体化が可能
- ⑥昇温可能（定温注入、低温注入、PTV）
- ⑦オンカラム注入

胃袋型インサート

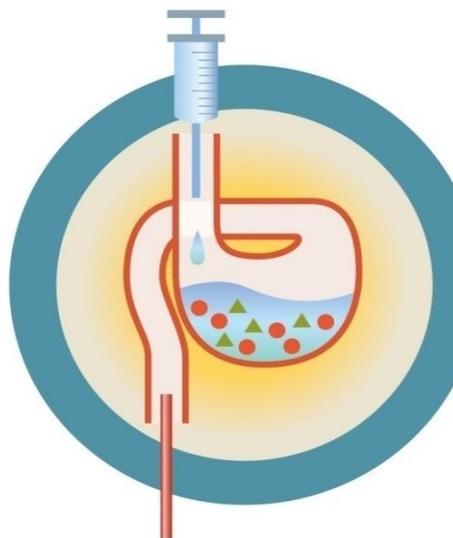


インサートが胃袋型になっているため、試料を液体状態で保持することが可能。

胃袋型インサートを用いた大量注入工程

1st Stage

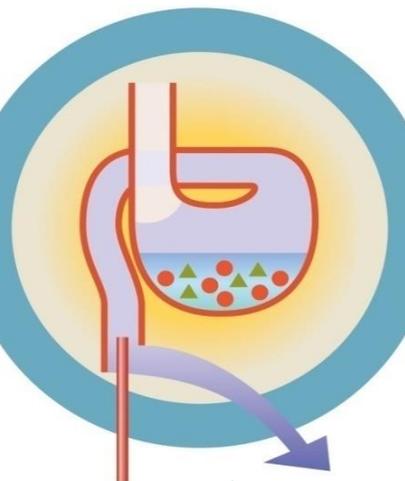
注入



1st 注入口温度を溶媒沸点よりも低めに設定した状態で試料を注入し、液体状態でインサート内に保持。

2nd Stage

濃縮

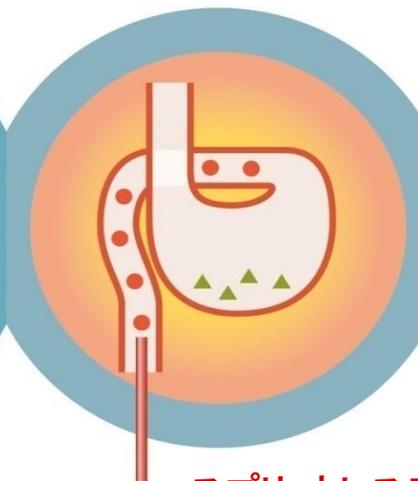


スプリットモード

2nd スプリットモードで揮発してくる溶媒蒸気を排出し、インサート内で試料を濃縮する。

3rd Stage

導入

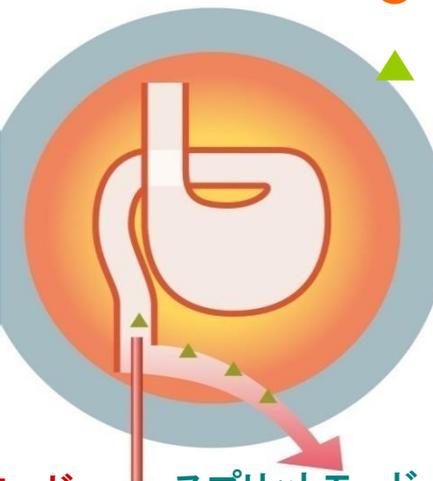


スプリットレスモード

3rd スプリットレスモードで注入口温度を上げ、目的物質を分離カラムに導入し、分析を行う。

4th Stage

除去



スプリットモード

4th スプリットモードにし、インサート内に残存している高沸点夾雑物を除去。

● 目的物質
▲ 夾雑物

お客様からの良くあるご質問

- ① インサートはどのくらいで交換しますか？
(汚れませんか？)
- ② 高感度のGC/MSMSでも大量注入は必要
ですか？
- ③ GC大量注入法は残留農薬分析に
使用してメリットがあるのですか？

食品中残留農薬分析の場合

	通知法	STQ-GC-B法
試料採取量	20g	10g
抽出液量	100mL	10mL
分取量	4g/20mL	0.5g/0.5mL
最終検液	4g/1mL	0.5g/1mL
最終検液(濃度)	4(g/mL)	0.5(g/mL)
注入量	2uL	25uL
GC注入絶対量	8mg	12.5mg

インサートの交換頻度について

- STQ-GC-B法による前処理を行った場合
 - ・ 通常と同じぐらいの交換頻度となります。
 - ・ ほうれん草などで試料検体200本以上
- 前処理を迅速化することが目的で、絶対量が同じになる場合
 - ・ 通常と同じぐらいの交換頻度となります。
- 感度を上げることが目的で、前処理は従来通りで、注入量を増やした場合
 - ・ 交換頻度が高まります。

《参考》 分離カラムへの影響

一度インサート内で濃縮してからカラムへ目的対象物質を導入するため、高沸点の夾雑物がカラムに入らない。それに対し、一般のSplitless注入法は高沸点の夾雑物も瞬間に気化させるためそのままカラムへ入り、カラムの劣化が進む。

GC大量注入とGC-MS/MS

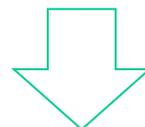
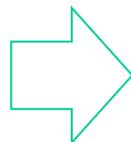
GC-MS/MS

高感度

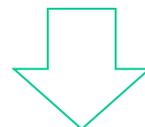
高選択性

■ 測定対象成分の絶対量が少ない場合

- ・再現性が損なわれやすい。
- ・マトリックス効果の影響（異常回収率）を受けやすい。
- ・検量線の直線性が損なわれやすい。



どんなに感度が良くてもある程度の絶対量が必要



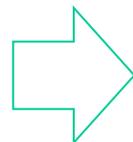
GC大量注入 + GC/MSMS

GC大量注入とGC-MS/MS

GC-MS/MS

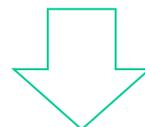
高感度

高選択性

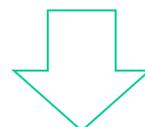


■ でも実際は・・・？

- ・結局、解析に時間がかかる。
- ・検出された場合に視認性を良くしたい。
- ・そのために、前処理の濃縮倍率を上げると手間！



解析効率アップには、精製の高い前処理法と、GC-MS/MSの選択性を活かすためにもある程度の**絶対量**が必要



GC大量注入 + GC/MSMS

GC大量注入について

大量注入の利点

➤ 前処理操作の迅速化および簡易化

- ・ 試料量の少量化
- ・ 濃縮操作の省略



□ 前処理の自動化

➤ ハイフネーション技術のインターフェース

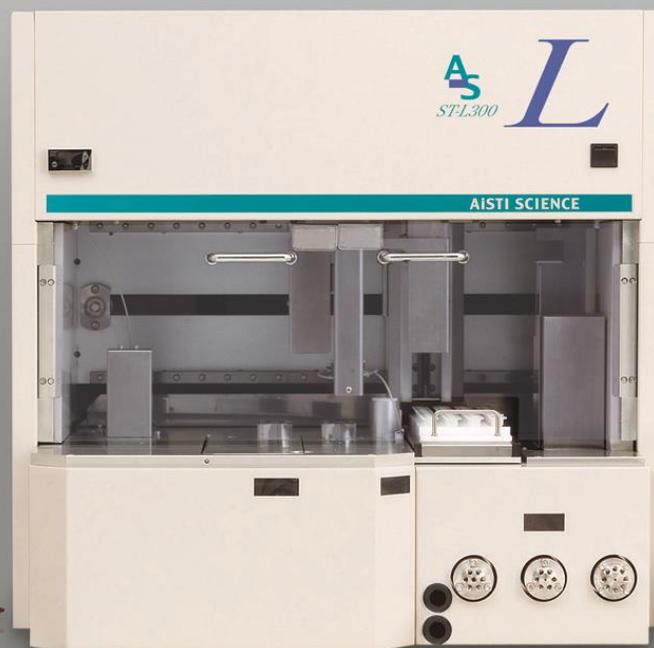
- ・ 前処理装置との連結、オンラインGC/MS分析システム
(SPE-GC、LC-GC、GPC-GC等)

➤ 高感度分析が可能

- ・ 感度向上 (10倍から100倍の感度向上が期待できる)
- ・ SCAN分析 (一斉分析、データ信頼性の向上)
- ・ 解析効率アップ



全自動固相抽出装置 ST-L300のご紹介



なぜ、いま自動化なのか

- ① オートサンプラが無い分析は考えられますか？
(でも昔はなかったんです。)
- ② 現在の測定は、どこに時間がかかっていますか？
前処理？ 測定？ 解析？ 洗い物？
- ③ 前処理はノウハウの塊です。しかし、ルーチンから解放されたら、別の仕事ができますか？



□前処理も自動化の時代です。

自動前処理装置を使うと・・・

- 抽出液をセットしてボタンを押すだけ！
- コンディショニングから精製まで全自動
- GC対象農薬とLC対象農薬の両方の前処理に対応
- 洗浄器具は試験管のみ
- 使用溶媒が少量のため、ランニングコストが低減
- 熟練度による個人差がない

全自動固相抽出装置の活用



- **メソッド開発**
 - ・ 確実な再現
 - ・ メソッドの記録、保存
 - ・ スピーディーな開発

- **バリデーション**
 - ・ 良好な再現性
 - ・ 人的要因の低減

- **ルーチン分析**
 - ・ 時間の有効活用

- **前処理技術の管理**
 - ・ 教育、訓練、引き継ぎの効率化
 - ・ 前処理技術の流出防止

メソッド作成画面

自由なメソッド作成



□ プルダウンメニューからコマンドを選択

No	コマンド名	試料		
		時間	N	P1 P2 3
			0	
60	シリンジ▲でノズルとWから出す			
61	ノズルをPOS△へ移動する			
62	WをPOS△へ移動する			
63	[プルダウンメニュー]			
64	固相トレー△からPOS▽へ移動する 固相をPOS△位置□からPOS▽位置◇へ移動する			
65	ノズルSをPOS△へ移動する			
66	ノズルSを取り、POS△で押す ノズルLをPOS△へ移動する			
67	ノズルLを取り、POS△で押す			
68	WをPOS△へ移動する 試料●mLを流速◆mL/sで吸う			
69	シリンジ▲で●mLを流速◆mL/sで吸う			
70	シリンジ▲で●mLを流速◆mL/sでノズルSから出す シリンジ▲で●mLを流速◆mL/sでノズルLから出す			
71	試験官を移動させる			
72	シリンジ▲で●mLを流速◆mL/sでWから出す シリンジ▲でノズルSとWから出す シリンジ▲でノズルLとWから出す			
	T秒待つ			
	T秒乾燥させる(並行処理開始)			
	乾燥待ち(並行処理終了)			
	バルブ切替			

シーケンス作成画面

作成したメソッドを読み込ませる。

適切なサンプル名（コメント）を入力する。

STEP	実行	検体 No	メソッド名 ファイル名 (読み込)	サンプル名 (書込)	エア 抜き	ライン 洗浄	溶出			個相カートリッジ				使用溶媒					
							音数	試験管 No.	mL	A	B	C	D		1-1 5mL	1-2 5mL	2 5mL	3 5mL	4 2.5mL
													下	上					
1	<input checked="" type="checkbox"/>	1	GC-B1_1-01	111201-01-01 ほうれん草	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	1	1	1.0	C18-30	C18-50	PSA-30			ACN	ACN-水(4/		アセトン	アセトン-8mL
2	<input checked="" type="checkbox"/>	2	GC-B1_1-01	111201-01-02 ほうれん草	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	1	2	1.0	C18-30	C18-50	PSA-30			ACN	ACN-水(4/		アセトン	アセトン-8mL
3	<input checked="" type="checkbox"/>	3	GC-B1_1-01	111201-01-03 ほうれん草	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	1	3	1.0	C18-30	C18-50	PSA-30			ACN	ACN-水(4/		アセトン	アセトン-8mL
4	<input checked="" type="checkbox"/>	4	GC-B1_1-02	111201-02-01 お茶	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	1	4	1.0	C18-30	C18-50		PSA-30	SI-30	ACN	ACN-水(4/		アセトン	アセトン-8mL
5	<input checked="" type="checkbox"/>	5	GC-B1_1-02	111201-02-02 お茶	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	1	5	1.0	C18-30	C18-50		PSA-30	SI-30	ACN	ACN-水(4/		アセトン	アセトン-8mL
6	<input checked="" type="checkbox"/>	6	GC-B1_1-02	111201-02-03 お茶	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	1	6	1.0	C18-30	C18-50		PSA-30	SI-30	ACN	ACN-水(4/		アセトン	アセトン-8mL
7	<input checked="" type="checkbox"/>	7	GC-B1_1-01	111201-03-01 玄米	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	1	7	1.0	C18-30	C18-50	PSA-30			ACN	ACN-水(4/		アセトン	アセトン-8mL
8	<input checked="" type="checkbox"/>	8	GC-B1_1-01	111201-03-02 玄米	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	1	8	1.0	C18-30	C18-50	PSA-30			ACN	ACN-水(4/		アセトン	アセトン-8mL
9	<input checked="" type="checkbox"/>	9	GC-B1_1-01	111201-03-03 玄米	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	1	9	1.0	C18-30	C18-50	PSA-30			ACN	ACN-水(4/		アセトン	アセトン-8mL
10	<input checked="" type="checkbox"/>	10	GC-B1_1-01	111201-03-04 玄米	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	1	10	1.0	C18-30	C18-50	PSA-30			ACN	ACN-水(4/		アセトン	アセトン-8mL

★異なるメソッドの連続運転が可能。

必要な固相カートリッジおよび溶媒を自動表示

人員構成

■ 人員 2~3名

- GC-MS担当者： 1名
- LC-MS/MS担当者： 1名
- 前処理担当者： 0~1名

組み立てやすい作業工程（例）

■ 担当者2名 6検体の場合

	時間									
担当者	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17
担当者		抽出作業	洗浄			解析	報告	準備		
自動前処理装置				GC対象			LC対象			

■ 担当者3名 12検体の場合

	時間										
担当者	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	
前処理担当者		抽出作業			洗浄			準備			
自動前処理装置				GC対象				LC対象			
GC担当者		解析作業				報告書作成				測定	
LC担当者									準備		

GC大量注入について

大量注入の利点

➤ **前処理操作の迅速化および簡易化**

- ・ 試料量の少量化
- ・ 濃縮操作の省略



□ 前処理の自動化

➤ **ハイフネーション技術のインターフェース**

- ・ 前処理装置との連結、オンラインGC/MS分析システム
(SPE-GC、LC-GC、GPC-GC等)

➤ **高感度分析が可能**

- ・ 感度向上 (10倍から100倍の感度向上が期待できる)
- ・ SCAN分析 (一斉分析、データ信頼性の向上)
- ・ 解析効率アップ

オンラインLC-GCシステムのご紹介

～加工食品中の個別分析も自動化！～



LGI-S110 LC-GCインターフェース

検体から検出された場合 . . .

個別分析はどうやって対応していますか？

HPLC分取によるクリーンアップ効果

逆相HPLC-GCシステムのメリット

□ 逆相HPLC (前処理装置)

□ GC (測定装置)

極性

分取

熱分離

極性

無極性

Low Temp.

High Temp.

溶解度、極性、Log Pow

温度、沸点

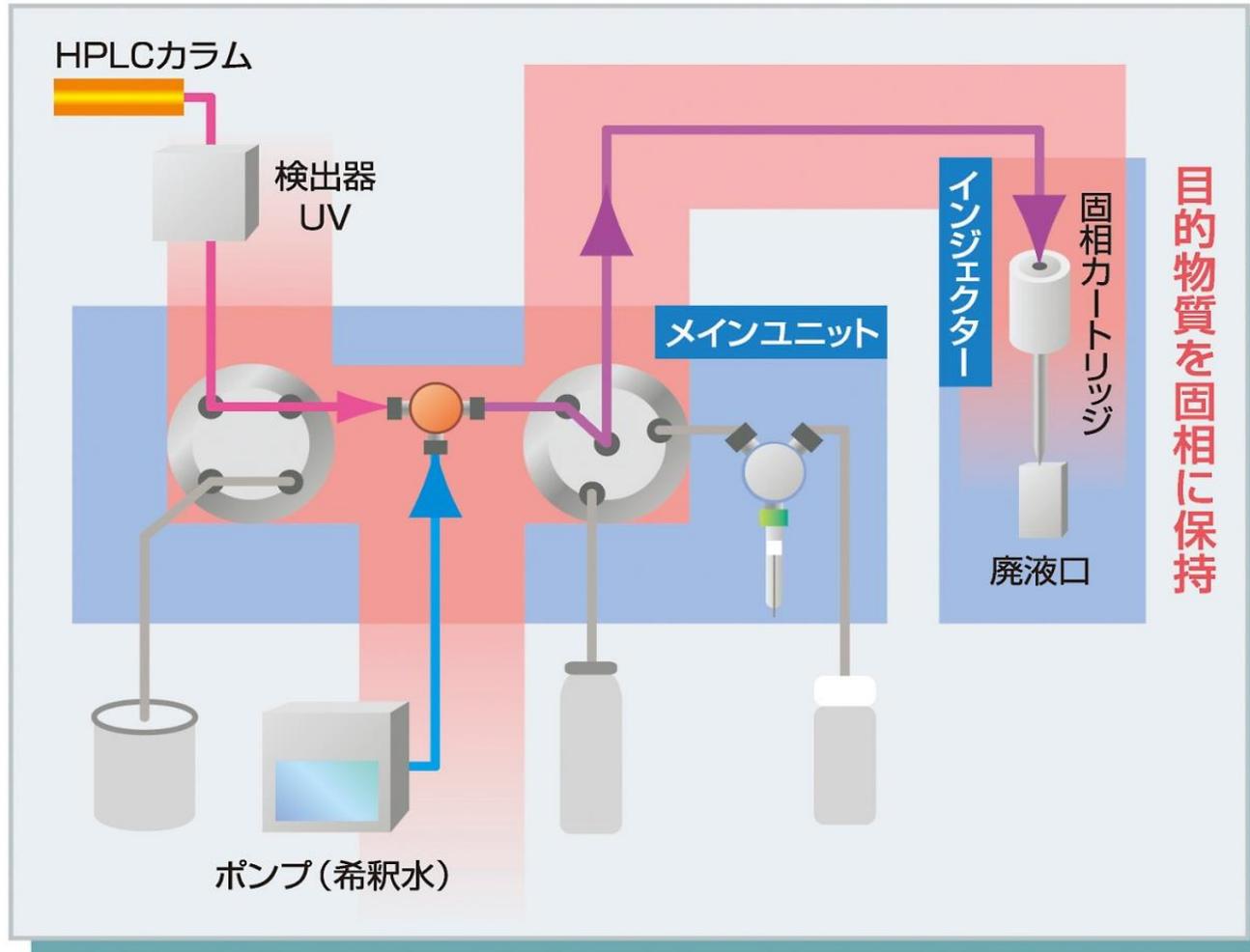
逆相HPLCによるクリーンアップ効果

GCによる高い分離機能

逆相HPLCを前処理として使用することで、大きな試料許容量と幅広い範囲の分離機能により、選択性の高いクリーンアップを行い、GCでさらに効率的に分離します。

1

分取 & 濃縮



HPLCから分取しながら水を加えて溶媒濃度を下げ、そのまま固相カートリッジに通し、目的物質を固相に保持させます。

加工食品中マラチオン分析への応用

■抽出操作

試料 5g + 水 8mL

※添加水量は試料含水量によって調節する。

— アセトン 10mL

ホモジナイズ

— NaCl (食塩) 1g

クエン酸3Na2水和物 1g

クエン酸水素2Na1.5水和物 0.5g

MgSO₄ (無水硫酸マグネシウム) 4g

— 攪拌 (手で振とう 1分間)

— 遠心分離 (3500rpm 5分間)

— 冷凍 : 60分

— アセトン層



クリームコロッケ



からあげ



ピザ

■精製操作

分取 抽出液 0.5 mL (試料0.25g相当)

— 添加 水 0.1mL

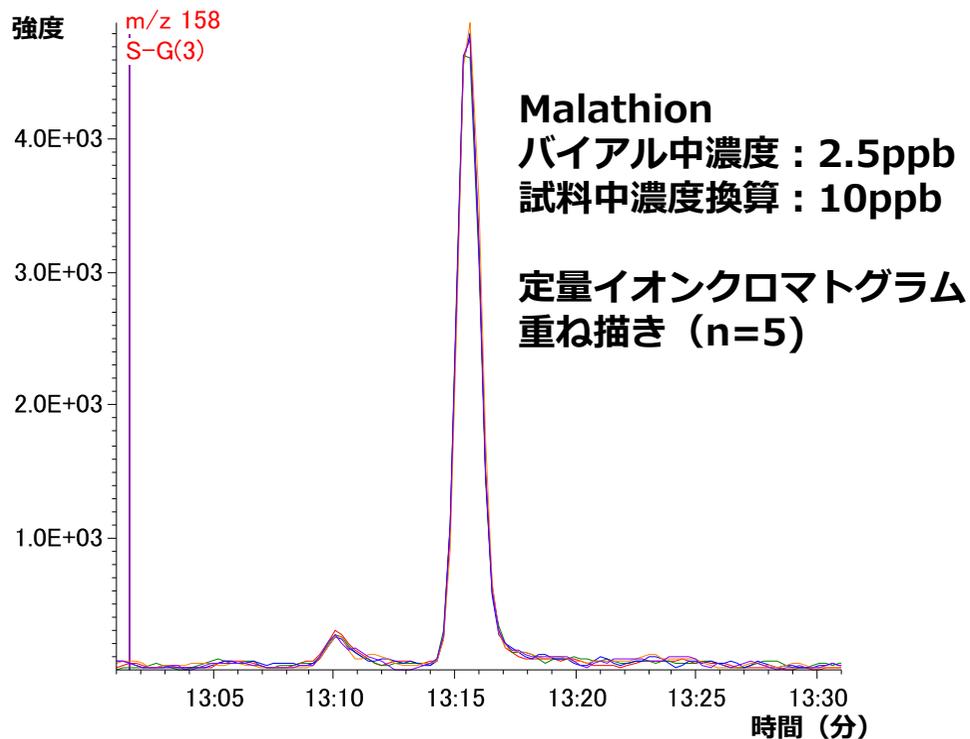
C18-50 mg : 精製

— 洗液 アセトリル-水(4/1) 0.35mL

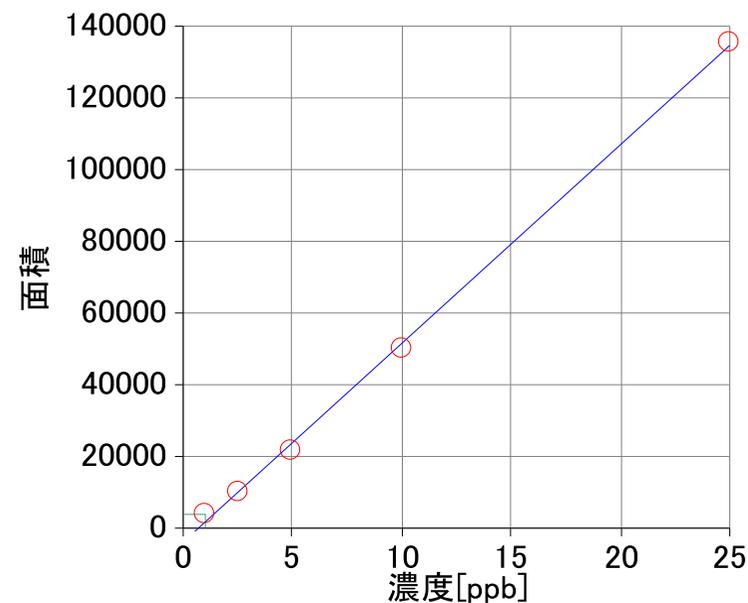
定容 (1 mL, アセトリル-水で調製)

HPLC-GC/MS (注入量100 uL : 試料25mg相当)

再現性および検量線



検量線:直線
面積(比率)=5551.63536*Q-4111.82213
相関係数=0.9994790



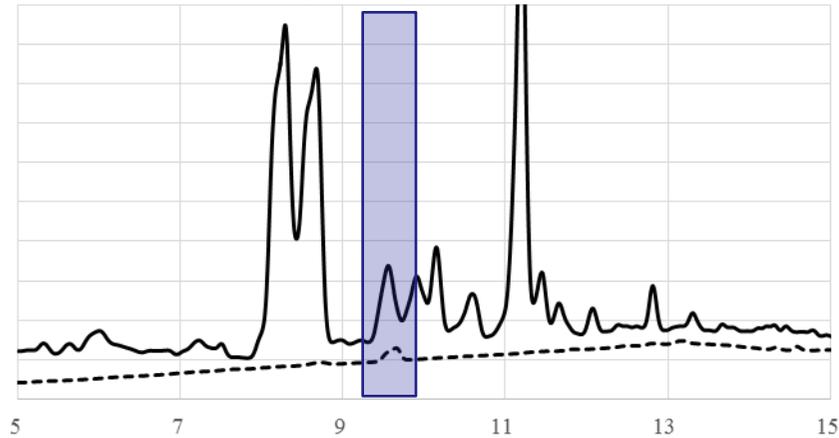
検量線 (5点)

HPLC-GC/MSによる繰り返し測定 (再現性)

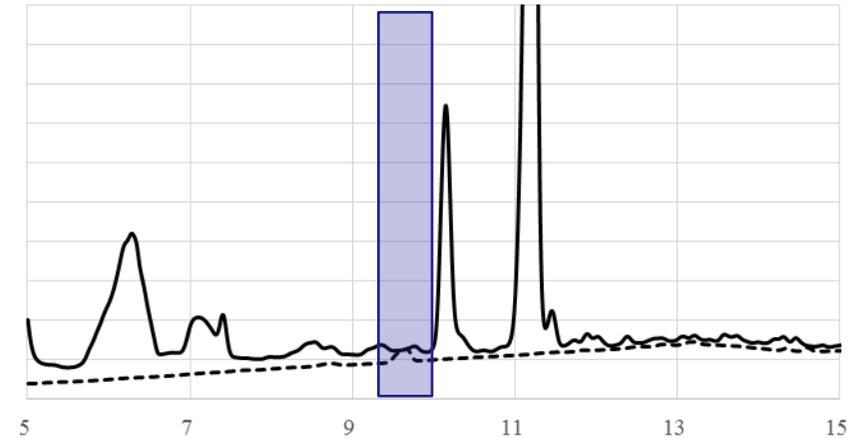
No.	1	2	3	4	5	Ave.	RSD(%)
ピーク面積値	10582	10707	10615	10800	10778	10696	0.90

HPLCによるクリーンアップ効果

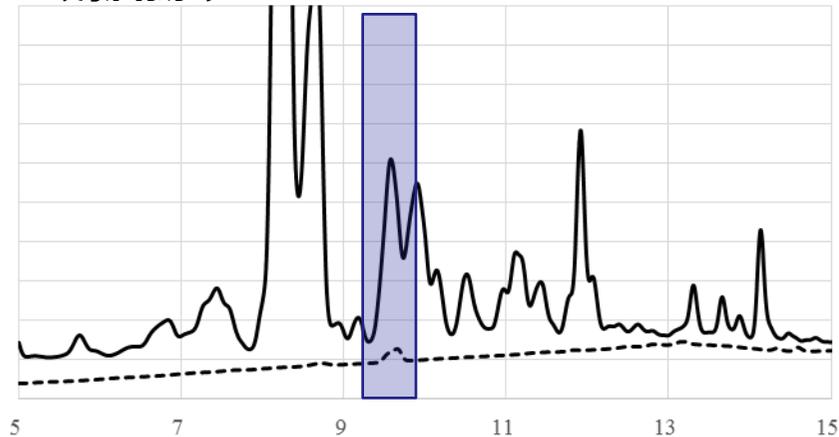
■ カニクリームコロッケ



■ 冷凍ピザ



■ 鶏唐揚げ

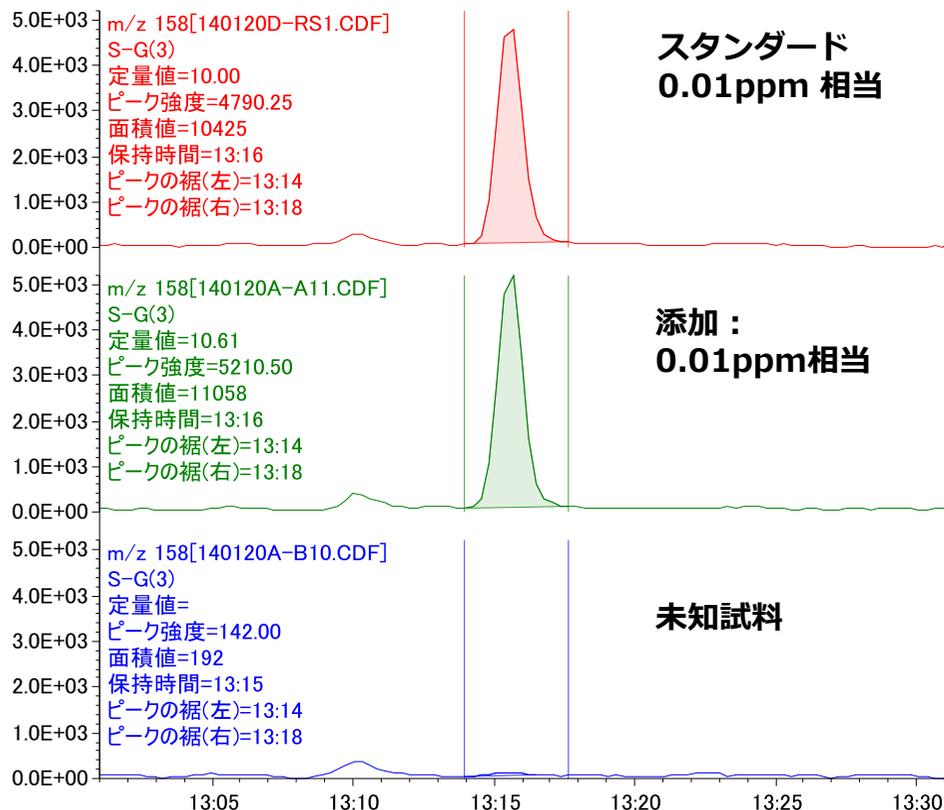


実線：試料測定 of UVクロマトグラム
 点線：スタンダード測定 of UVクロマトグラム

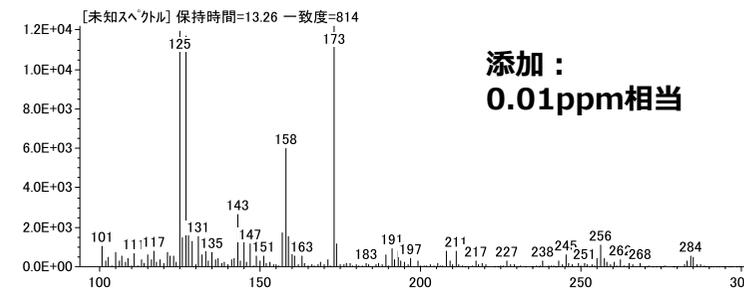
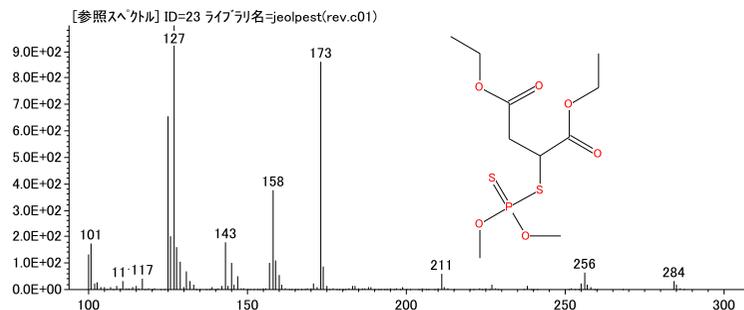
測定波長：UV 235nm

分画部分：9.3 -10.0 min

カニクリームコロッケ（冷凍品）



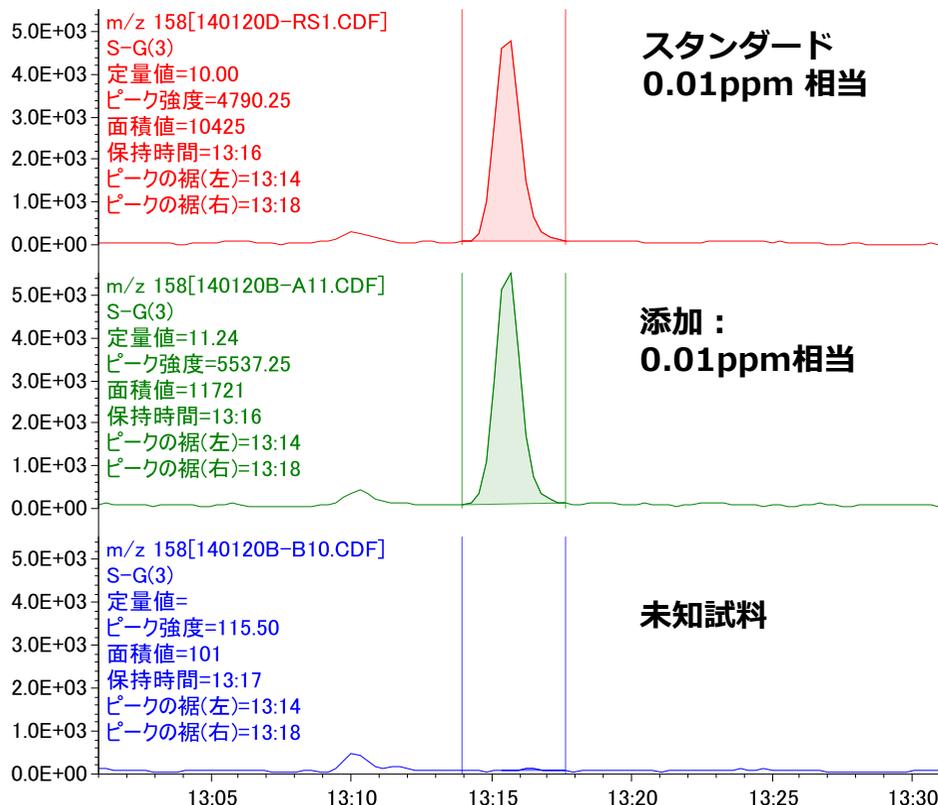
定量イオンクロマトグラム比較



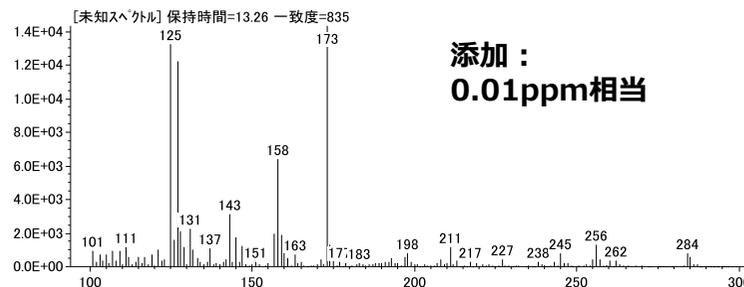
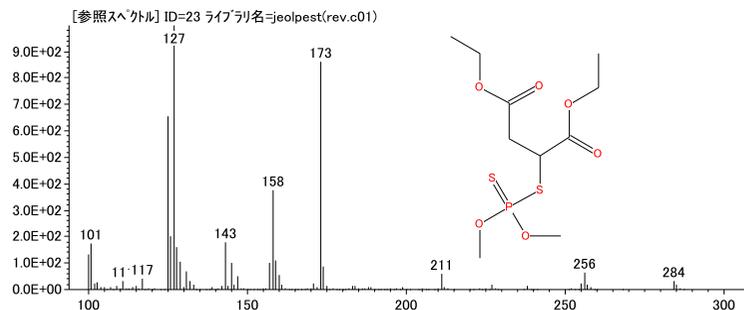
ライブラリと定量ピークのスペクトル比較

添加回収試験
回収率：106%

鶏唐揚げ（冷凍品）



定量イオンクロマトグラム比較

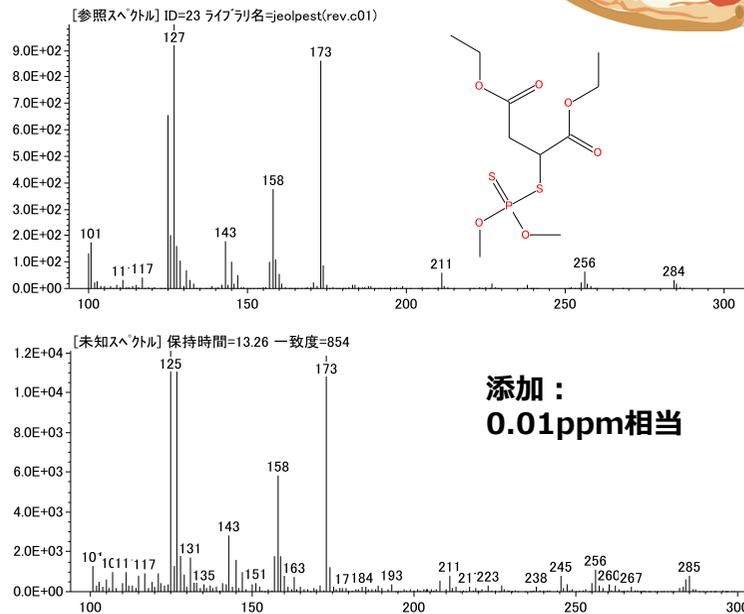
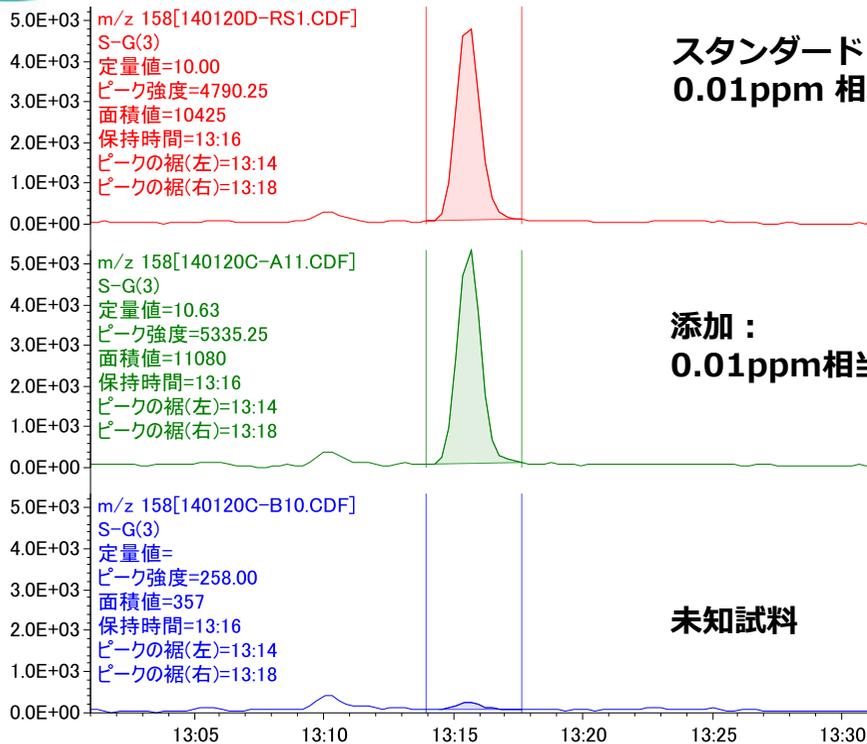


ライブラリと定量ピークのスペクトル比較

添加回収試験

回収率：112%

冷凍ピザ



添加回収試験 回収率 : 106%

- ◇ 全量注入による高感度分析が可能に !
- ◇ SCAN分析が可能になるため、定性分析も同時に !
- ◇ 個別分析の完全自動化により、検出時の確認分析にも有効 !

□まとめ

- ◆ LC-GCのインターフェースに固相抽出法（SPE）を取り入れることで、逆相HPLCからの分取液を、GCへ注入可能な少量の溶媒へ転溶することが可能
- ◆ 逆相HPLCを前処理に用いることで、汚い試料でも非常に優れたクリーンアップ効果を発揮
- ◆ HPLCの前に固相でクリーンアップすることでLCの負担を軽減することが可能
- ◆ 前処理の自動化・簡易化・省略化が図れ、迅速な分析法として有効
- ◆ メインでないGC-MSの有効活用
- ◆ 個別分析を自動化するために最適なシステム



GC大量注入について

大量注入の利点

- 前処理操作の迅速化および簡易化
 - 試料量の少量化
 - 濃縮操作の省略
- ハイフネーション技術のインターフェース
 - 前処理装置との連結、オンラインGC/MS分析システム
(SPE-GC、LC-GC、GPC-GC等)
- 高感度分析が可能
 - 感度向上（10倍から100倍の感度向上が期待できる）
 - SCAN分析（一斉分析、データ信頼性の向上）
 - 解析効率アップ

GC大量注入について

大量注入の利点

➤ 前処理操作の迅速化および簡易化

- ・ 試料量の少量化
- ・ 濃縮操作の省略



□ 前処理の自動化

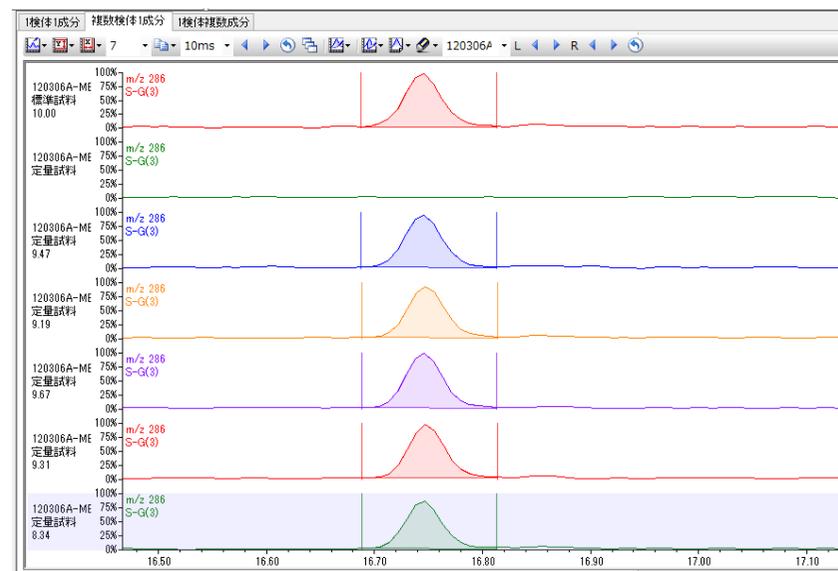
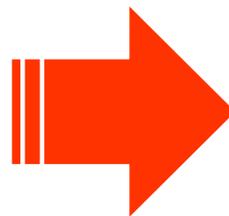
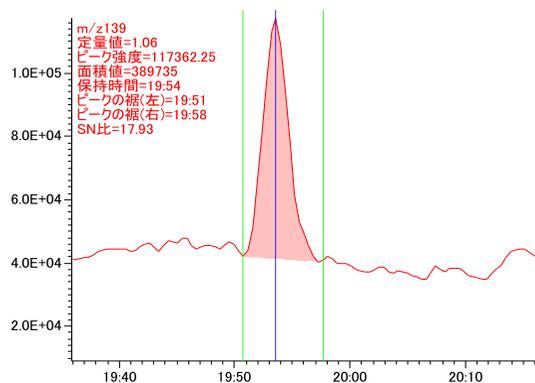
➤ ハイフネーション技術のインターフェース

- ・ 前処理装置との連結、オンラインGC/MS分析システム
(SPE-GC、LC-GC、GPC-GC等)

➤ 高感度分析が可能

- ・ 感度向上 (10倍から100倍の感度向上が期待できる)
- ・ SCAN分析 (一斉分析、データ信頼性の向上)
- ・ 解析効率アップ

多検体一斉分析用GC-MS新定量ソフト 「COSMO」のご紹介



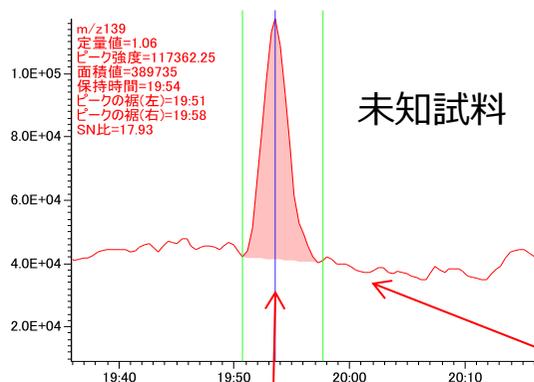
□ 解析ソフトにおけるお客様の声

- 多検体、多成分の解析を行っており、解析が大変。
- 複数メーカーのGC-MSを使用しており、それぞれのメーカーの使い方の違いに苦労している。
- 解析ソフトが英語版でわかりにくい。
- 高頻度の引継研修で装置を覚えることで必死。

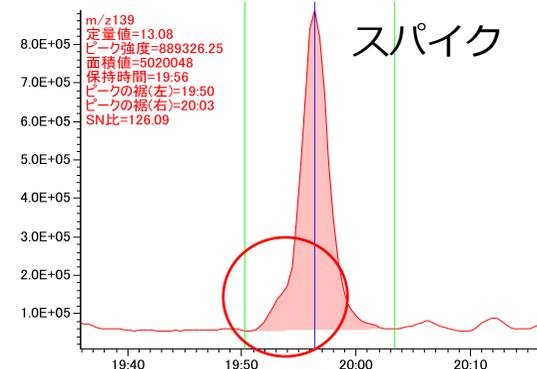
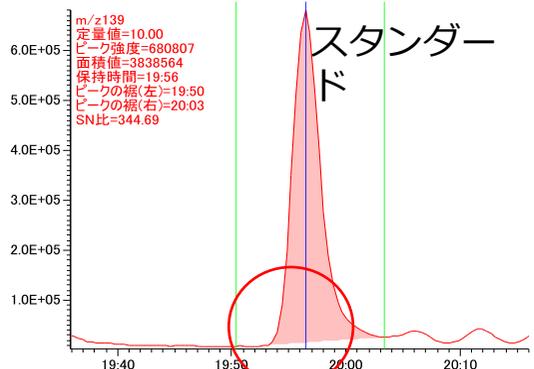


各データファイルを並べて定量解析

● 未知試料でピークを検出した時の従来の場合



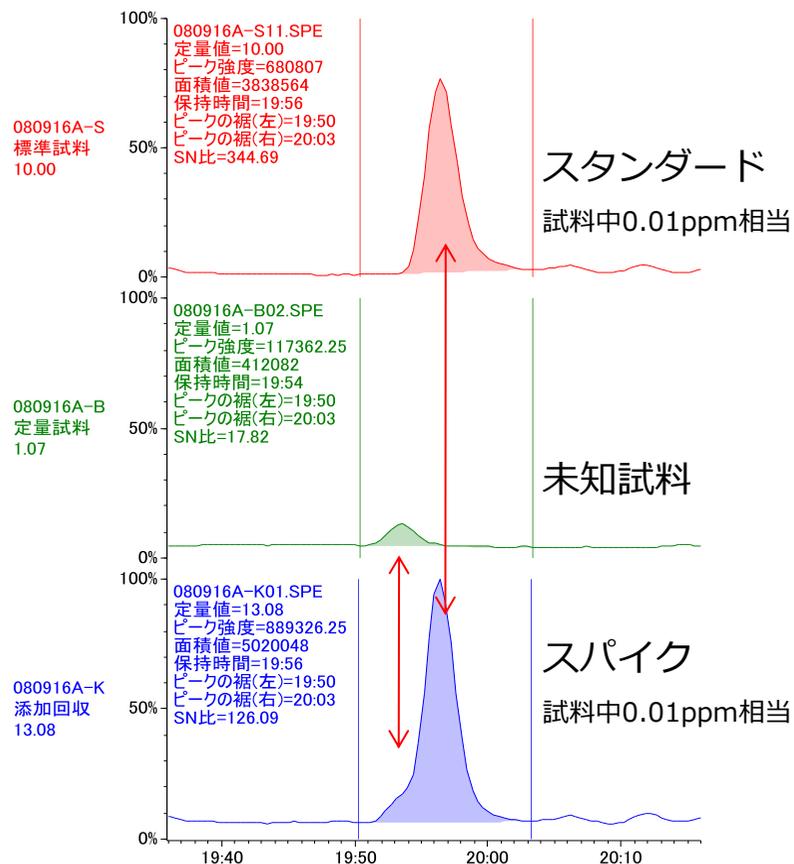
- ✓ 農薬なの？
- ✓ リテンションタイムは？
- ✓ ピーク形状は？
- ✓ 濃度は？



* 「スタンダードの定量ファイル」と「スパイクの定量ファイル」を開いて確認。。。。。(面倒・・・)

☆ 新定量解析ソフトの場合

▶ スタンダード、未知試料、スパイクをまとめて定量しているため一目瞭然！



各データファイルを並べて定量解析

試料選択: 080916A-A02.SPE

化合物一覧

No.	化合物名	保持時間 (補正後)	保持時間 (実測)	保持時間差	定量値
164	Metolachlor	0:19:05	0:19:05	0:00:00	
21	Chlorpyrifos	0:19:09	0:19:09	0:00:00	
90	Fenpropemorph	0:19:13	0:19:12	0:00:01	
165	Diethofencarb	0:19:17	0:19:17	0:00:00	
166	Dimethylvinphos	0:19:20	0:19:20	0:00:00	
91	DCPA	0:19:20	0:19:20	0:00:00	
22	Thiobencarb	0:19:21	0:19:20	0:00:01	
23	Fenthion	0:19:26	0:19:26	0:00:00	
167	Isofenphos-oxon	0:19:28	0:19:28	0:00:00	
99	Quinclorax	0:19:30	0:19:30	0:00:00	

プロファイル

化合物の識別

定量化合物: 内標化合物: R.T補正化合物: システム適合性化合物:

化合物名: Chlorpyrifos グループ名: Chlorpyrifos

種別: MDX22-19 定量値補正係数: 1

保持時間: 0:19:09 時分秒

NISTライブラリ

ライブラリ名: kanto_mix22

ID:

CAS番号:

分子量: 349

定量イオン

質量数(m/z)	I/Q比
314	
197	2.200
199	2.500
316	0.760

確定 キャンセル

化合物選択: Chlorpyrifos

1検体1成分 複数検体1成分 1検体複数成分

5 10sec

080916A-S11.SPE
定量値=10.00
ピーク強度=131730.5
面積値=633824
保持時間=19:09
ピークの総(左)=19:05
ピークの総(右)=19:13
SN比=139.10

スタンダード
試料中0.01ppm相当

080916A-B02.SPE
定量値=0.00
ピーク強度=
面積値=
保持時間=
ピークの総(左)=
ピークの総(右)=
SN比=

未知試料

080916A-K01.SPE
定量値=12.80
ピーク強度=164337
面積値=811194
保持時間=19:09
ピークの総(左)=19:05
ピークの総(右)=19:13
SN比=182.95

スパイク
試料中0.01ppm相当

080916A-A01.SPE
定量値=10.94
ピーク強度=137807.5
面積値=693332
保持時間=19:09
ピークの総(左)=19:05
ピークの総(右)=19:13
SN比=128.43

添加①
試料中0.01ppm添加

080916A-A02.SPE
定量値=11.80
ピーク強度=153074.75
面積値=748189
保持時間=19:09
ピークの総(左)=19:05
ピークの総(右)=19:13
SN比=165.67

添加②
試料中0.01ppm添加

各データファイルを並べて定量解析

● 多検体の定量解析の場合

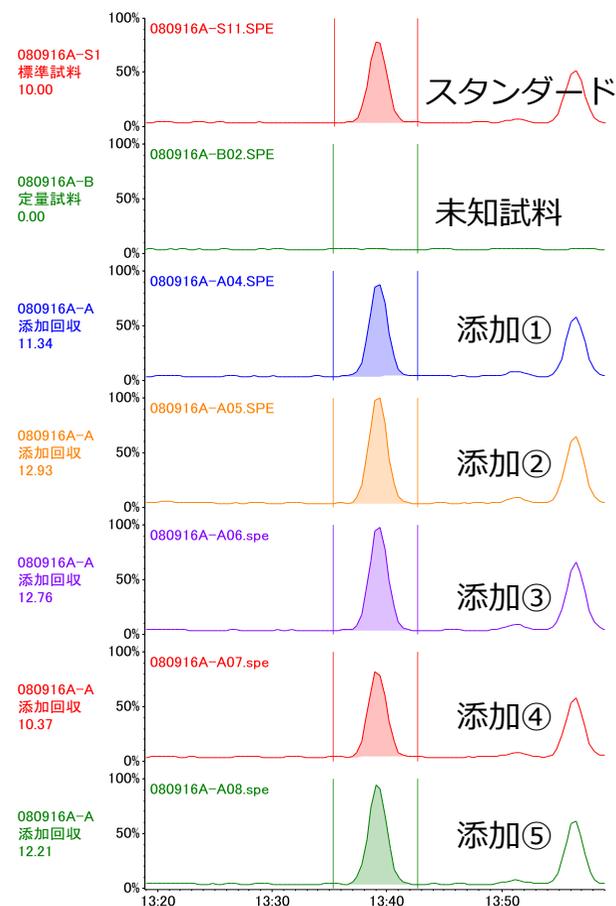
✓ 「農薬数」×「検体数」をクリックして確認。。。。

例えば.....

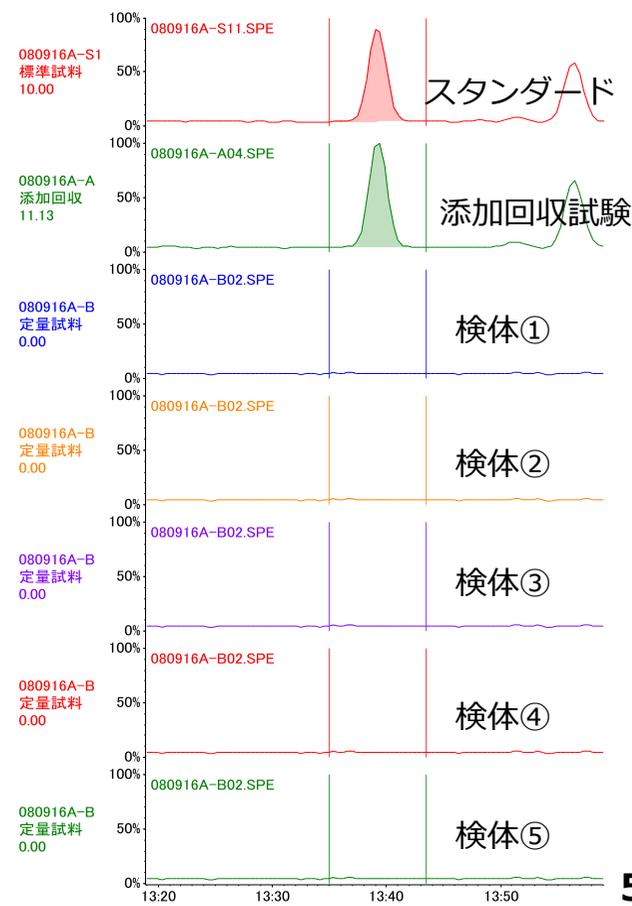
農薬数：300成分×検体数7
= 2100回クリック!

☆ 新定量解析ソフトの場合 ▶ 農薬数の分だけクリックして確認!

○ 添加回収試験 (再現性 n=5)



○ 5検体分析



□ 定量イオンと参照イオンの入れ替え機能

- 定量イオンと確認イオンを入れ替えたい時の従来の場合
 - ✓ 定量イオンと参照イオンをメモ
 - ✓ 定量条件ファイルに定量イオンと参照イオンを入れ替えて入力
 - ✓ 定量画面にて自動定量解析し、確認。。。。。。

☆ 新定量解析ソフトの場合

▶ 定量イオンと参照イオンのボタンをクリックするだけで自動的に入れ替えて自動定量解析！

プロファイル ピーク同定 N.D.判定 システム適性

補正化合物: システム適合性化合物:

グループ名: Mepronil

定量値補正係数: 1

定量イオン	質量数(m/z)	I/Q比
定量イオン:	269	
参照イオン1:	91	1.000
参照イオン2:	210	0.200
参照イオン3:		
参照イオン4:		

080916A-S 標準試料 10.00 定量イオン: 269

080916A-B 定量試料 4.69

080916A-A 添加回収 15.46

プロファイル ピーク同定

補正化合物: システム適合性化合物:

グループ名: Mepronil

定量値補正係数: 1

定量イオン	質量数(m/z)
定量イオン:	210
参照イオン1:	91
参照イオン2:	269
参照イオン3:	
参照イオン4:	

080916A-S 標準試料 10.00 定量イオン: 210

080916A-B 定量試料 0.00

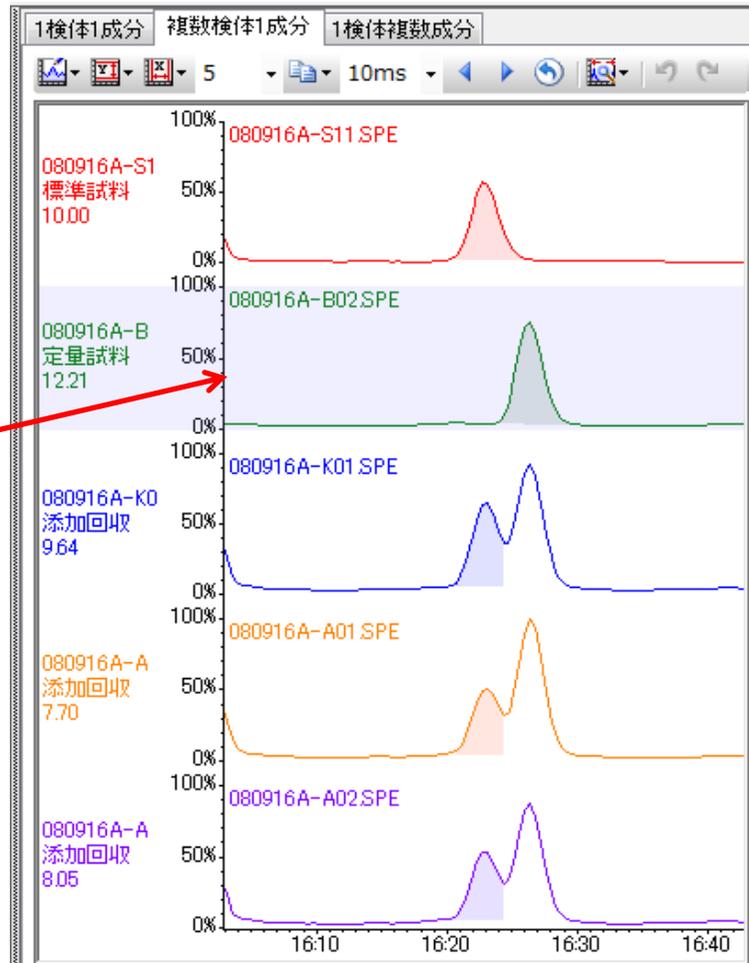
080916A-A 添加回収 10.98

52

□ 定量結果から解析画面へ

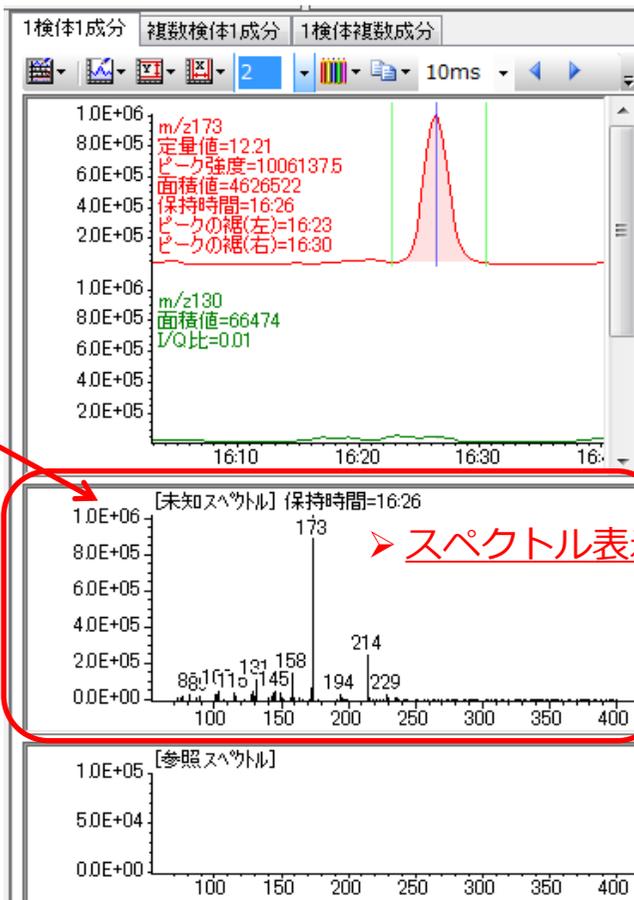
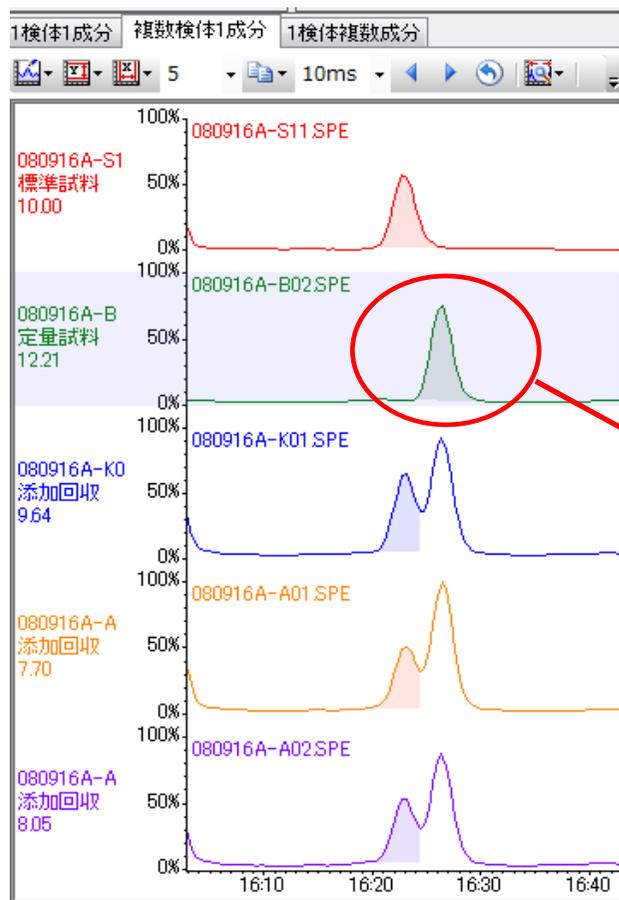
▶ 定量結果において確認したい数値をクリックすれば、自動的にその数値の解析画面へ

化合物名	080916A-S	080916A-B	080916A-I	080916A-A	080916A-O
Chlorbufam	10.00	0.00	0.00	0.00	
Propazine	10.00	0.00	13.24	11.99	
Clomazone	10.00	0.00	11.63	10.58	
Quintozen	10.00	0.00	11.50	9.85	
Terbufos	10.00	0.00	12.76	9.07	
BHC-beta	10.00	0.00	9.64	8.91	
Dimethipin	10.00	0.00	11.35	9.52	
Diazinon	10.00	0.00	10.80	9.29	
BHC-gamma	10.00	0.00	11.26	10.08	
Propyzamide	10.00	0.00	11.52	10.55	
Cyanophos	10.00	0.00	10.89	10.07	
Tefluthrine	10.00	0.00	10.51	9.45	
Prohydrojasmon-1	9.60	3.72	17.81	15.55	
Pyrimethanil	10.00	0.00	10.82	9.50	
Pyroquilon	10.00	12.21	9.64	7.70	
Isazophos	10.00	0.00	11.12	10.17	
Etrimphos	10.00	0.00	11.34	10.33	
Triallate	10.00	0.00	11.44	9.58	
Terbacil	10.00	1.36	12.64	10.49	
Prohydrojasmon-2	0.00	0.00	0.00	0.11	
Pirimicarb	10.00	0.42	11.51	9.73	
Iprobenfos	10.00	0.00	11.47	10.42	
BHC-delta	10.00	0.00	13.87	12.78	
Benoxacor	10.00	0.00	11.92	10.86	
Ethiofencarb	10.00	0.00	13.63	3.20	
Phosphamidon	10.00	0.00	12.47	10.49	
Dichlofenthion	10.00	0.00	11.32	10.11	
Dimethenamid	10.00	0.00	11.78	10.63	
Benfuresate	10.00	0.00	11.16	10.42	

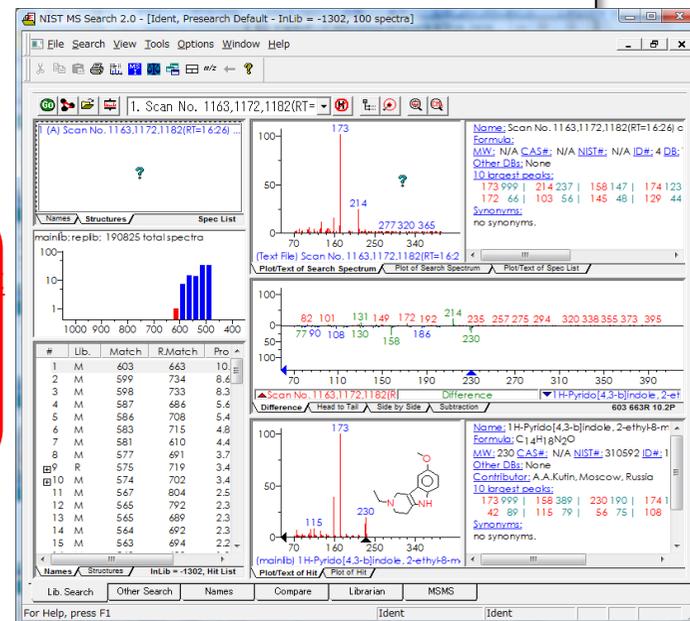


定量解析画面から定性解析画面へ

➤ 定量解析画面にて定性したいピークをクリックすると定性画面でそのピークのスペクトルを自動表示

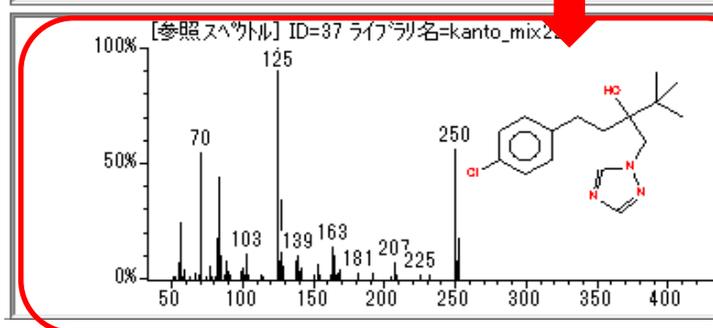
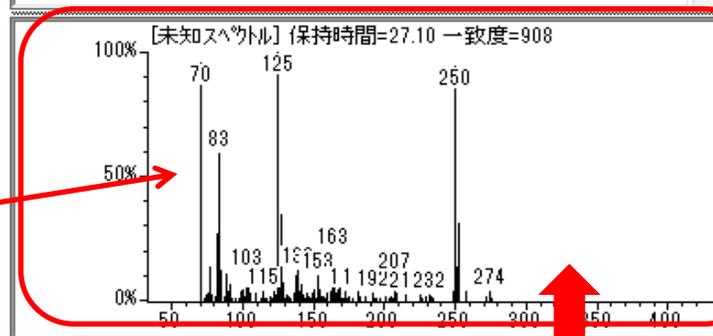
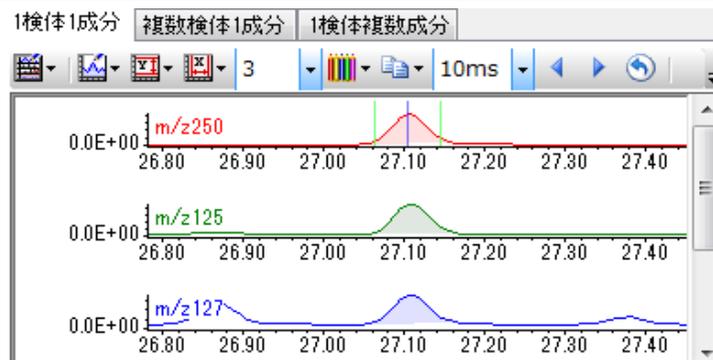
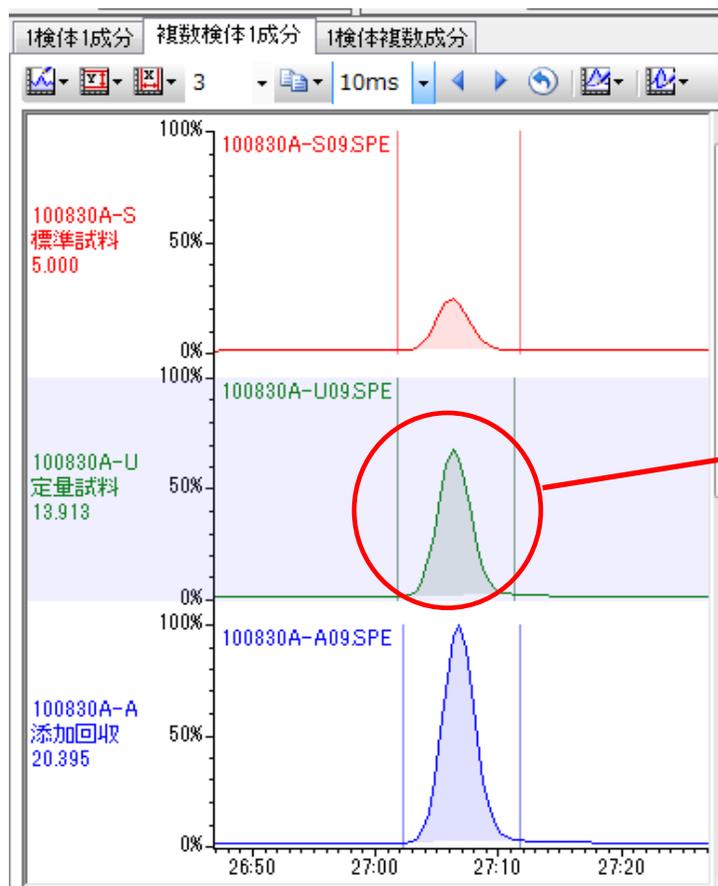


➤ ライブラリ検索



□ スペクトルの比較表示

▶ 定量解析画面にて定性したいピークをクリックすると定性画面でそのピークのスペクトルを自動表示



▶ スペクトル表示

一目瞭然

▶ NISTライブラリ
のスペクトルが自動
表示

□ 各社のMSデータに対応

● 従来の場合

- ✓ 各社GC-MSは専用の解析ソフトに限定されている場合が多いため、数種のGC/MSを持っている場合それぞれの解析ソフトの取り扱いを習得しなければならない。
- ✓ 解析条件の作成もそれぞれの解析ソフト毎に作成しなければならない。
- ✓ 解析条件を共有しにくい。

☆ 新定量解析ソフトの場合

- 各社のMSデータに対応しているため、本ソフトを覚えれば他社GC導入時もすぐに対応できる。
- 解析条件を統一できる。
- 解析条件を共有しやすくなる。（一元管理）