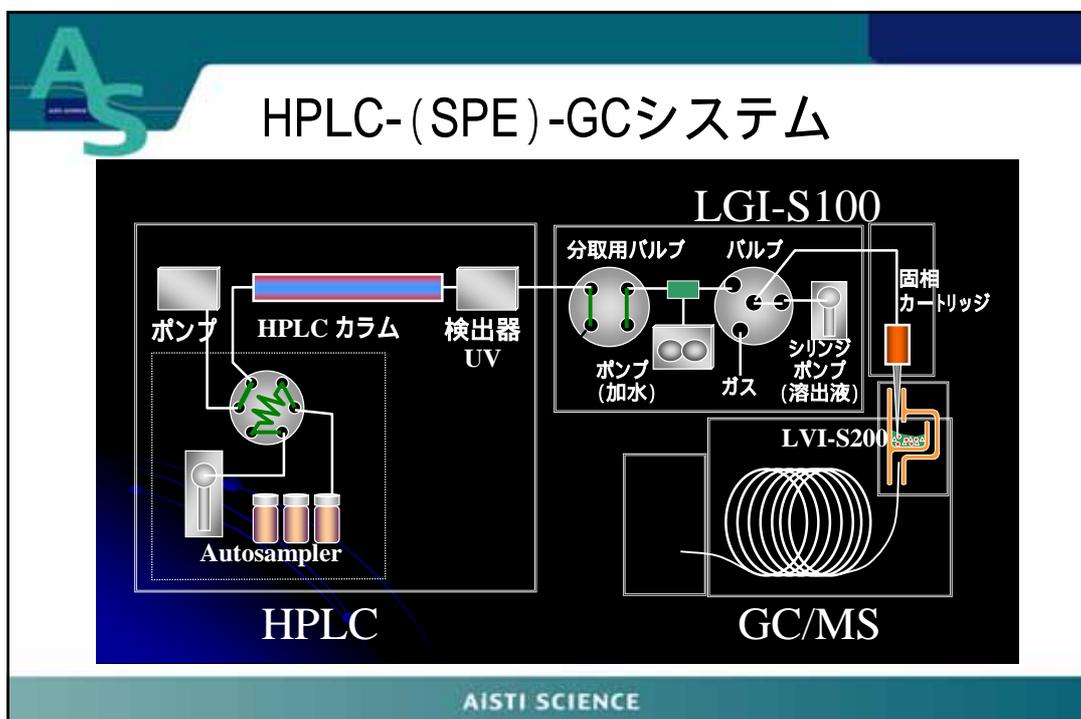




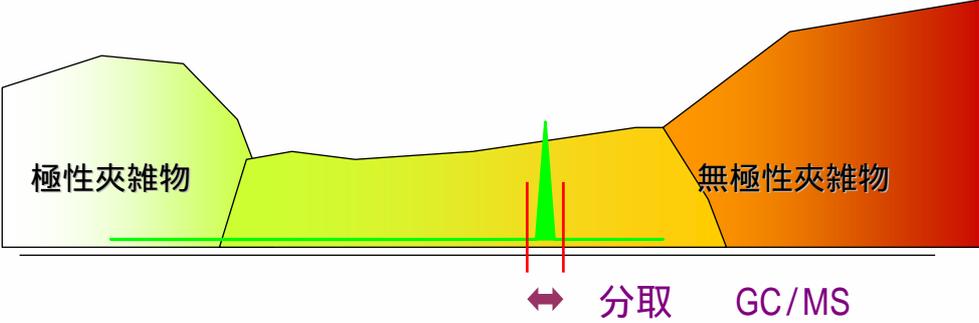
逆相系HPLCによる分取とGCによる測定を連結させた
LC-GCシステムによるオンラインモニタリング分析装置の開発

株式会社 アイスティサイエンス
佐々野僚一 谷澤春奈

AISTI SCIENCE



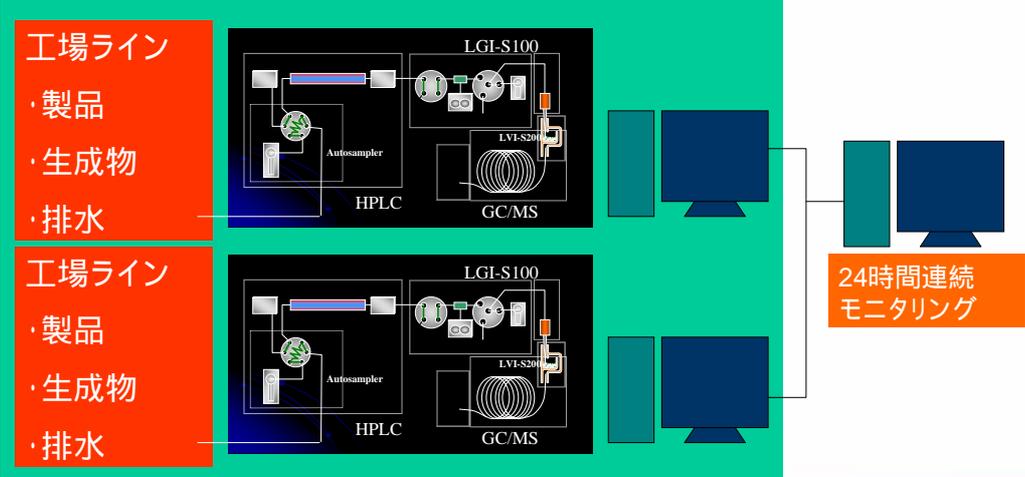
AS HPLC分取によるクリーンアップ効果



- HPLCを前処理として使用することで、クリーンアップを効率良く、効果的に行うことができる。

AISTI SCIENCE

AS オンラインモニタリング分析装置



工場ライン
・製品
・生成物
・排水

工場ライン
・製品
・生成物
・排水

24時間連続モニタリング

AISTI SCIENCE

Step-1 分取 & 濃縮

HPLC カラム

ポンプ (水)

固相カートリッジ

ニードル

廃液口

LCから分取しながら水を加えて、そのまま固相カートリッジに通し、目的物質を固相に吸着させる。

AISTI SCIENCE

Step-2 乾燥

窒素ガスポンペ

廃液

窒素ガスで配管および固相中に残存しているLCの溶離液および水を除去する。

AISTI SCIENCE

Step-3 溶出 & 注入

シリンジポンプ (溶出液)

GC大量注入口 (LVI-S200)

固相に溶出液を流し、そのままGCへ導入する。

AISTI SCIENCE

Step-4 洗浄

シリンジポンプ (溶出液)

廃液

廃液口

溶出溶媒で配管および固相を洗浄する。

AISTI SCIENCE

大量注入法

特徴
固相からの溶出液を液体状態でインサート内に保持できるため、
条件設定が容易でかつ安定した結果をえることができる。

The diagram illustrates the four stages of the large injection method using a '胃袋型インサート' (sac-type insert):

- 1st Stage 注入 (Injection):** A sample is injected into the insert, which is partially submerged in a solvent. The sample is held in a liquid state within the insert.
- 2nd Stage 濃縮 (Concentration):** The solvent level is lowered, causing the sample to adsorb onto the stationary phase, concentrating it.
- 3rd Stage 導入 (Introduction):** The solvent level is raised again, and the concentrated sample is washed into the column.
- 4th Stage 除去 (Removal):** The solvent level is lowered, and the sample is removed from the insert.

AISTI SCIENCE

LC-GC/MS条件

<p>HPLC (MIDAS;Spark, Agilent 1100)</p> <p>Injection: 5 or 100 μL, Sample loop</p> <p>Column: 3.0 mm i.d. \times 100 mm Inertsil ODS-3</p> <p>Solvents: A: Water B: Acetonitrile Flow rate 0.5 mL/min</p> <p>Detector: UV 210 nm</p>	<p>Interface Injector (LVI-S200; AiSTI Science)</p> <p>Insert: Spiral Type Insert</p> <p>Solvent Vent: 0.5min, Purge flow 150mL/min</p> <p>Splitless: 4 min</p> <p>Inj. Temp.: 70°C(3min)-120°C/min-240°C/min (0.5min)-50°C/min-270°C(15min)</p>
<p>Interface SPE (LGI-S100; AiSTI Science)</p> <p>SPE: 2 mm i.d. \times 10 mm C18</p> <p>Diluting: Water 1 mL/min</p> <p>Purge: N_2 gas, 1 min</p> <p>Elution: Acetone/Hexane(1/3), 50μL</p>	<p>GC/MS (Jms-Q1000GC; JEOL)</p> <p>Column: ENV-5MS 0.25 mm i.d. \times 30 m, 0.25 mm</p> <p>Oven: 60°C(4min)-15°C/min-300°C(3min)</p> <p>Carr. gas: He, 1 mL/min</p> <p>MS: SCAN;50-300 mz</p>

AISTI SCIENCE



クロルピリホス (Chlorpyrifos)

物性

Mol. wt. 350.6

Chemical Formula
C₉H₁₁Cl₃NO₃PS

Chemical Group 有機リン系農薬

Pesticide Type 殺虫剤

B.p. 198 °C/0.5 mmHg

V.p. 2.7 mPa (25 °C)

Log Pow = 4.7

Solubility In water 1.4 mg/l (20 °C).

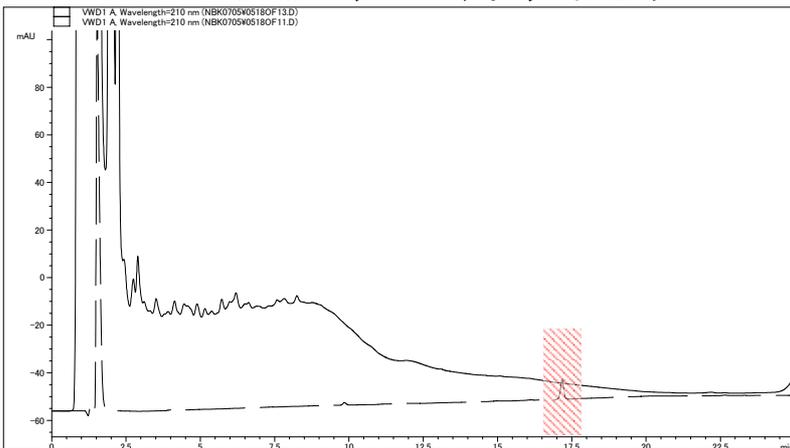
構造式



AISTI SCIENCE



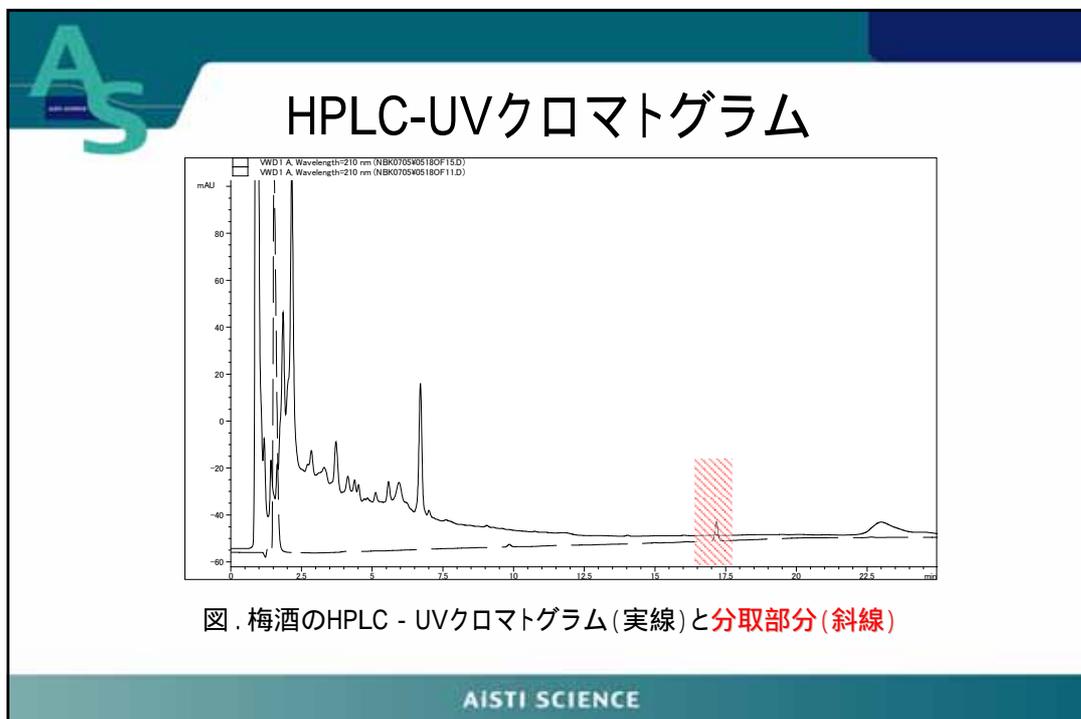
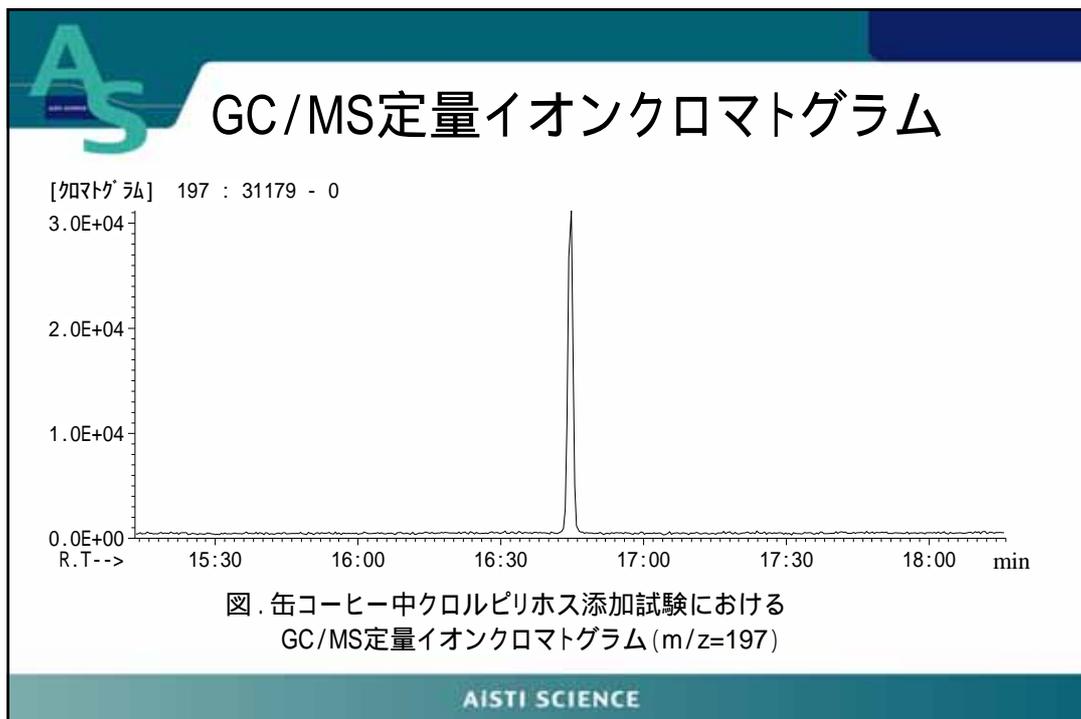
HPLC-UVクロマトグラム

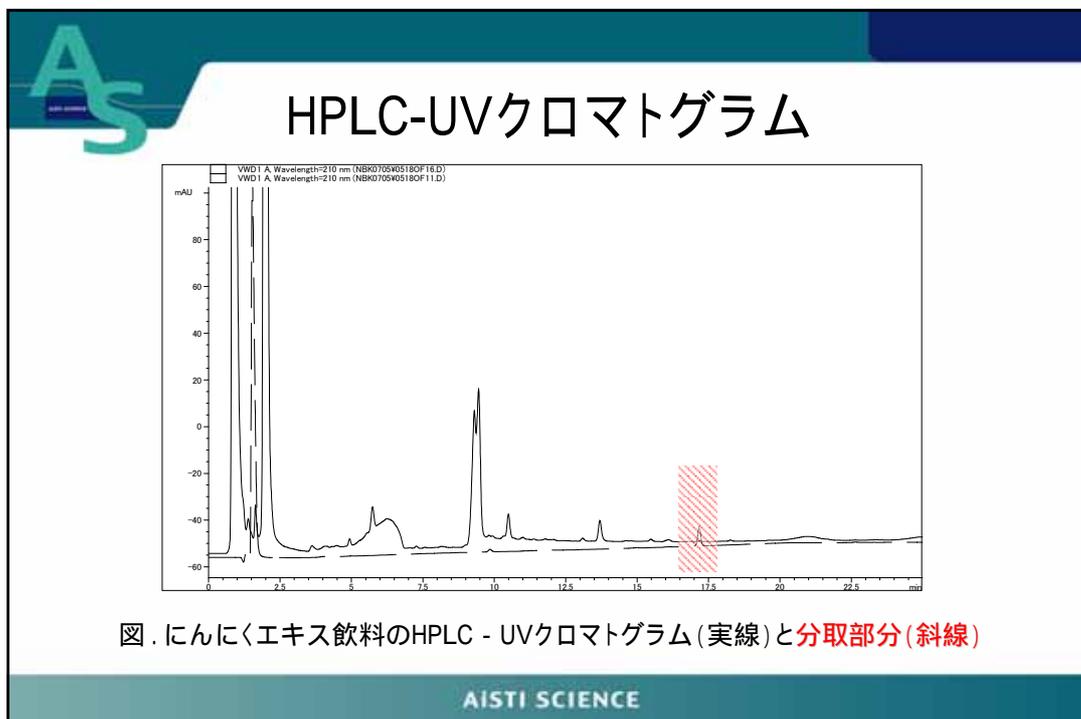
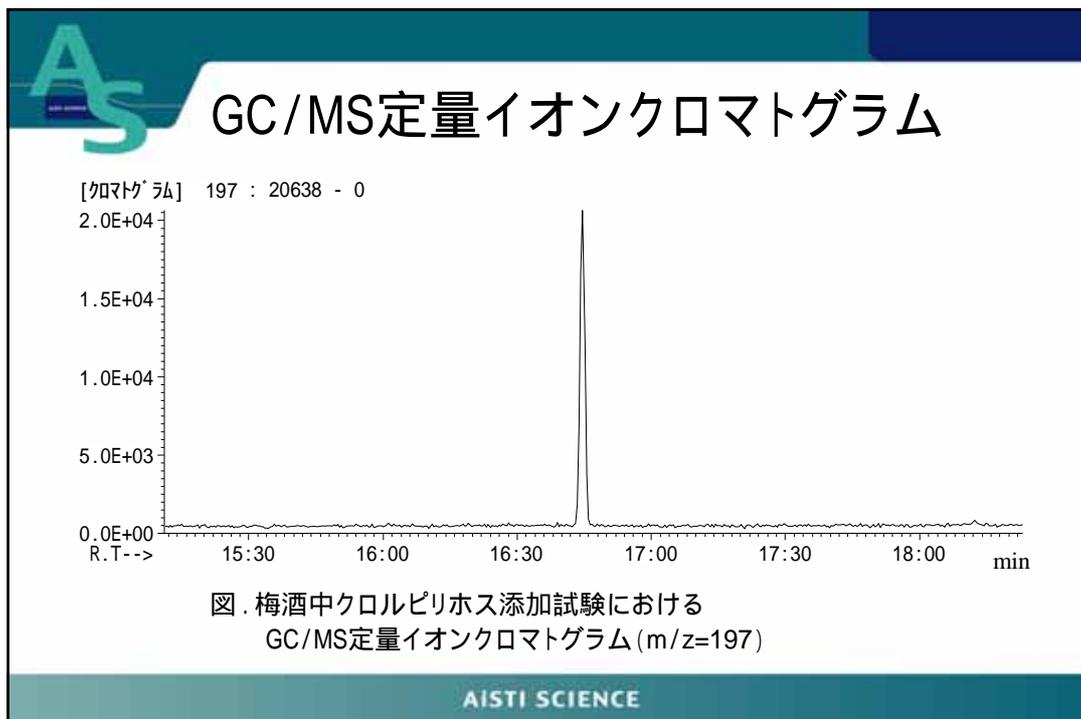


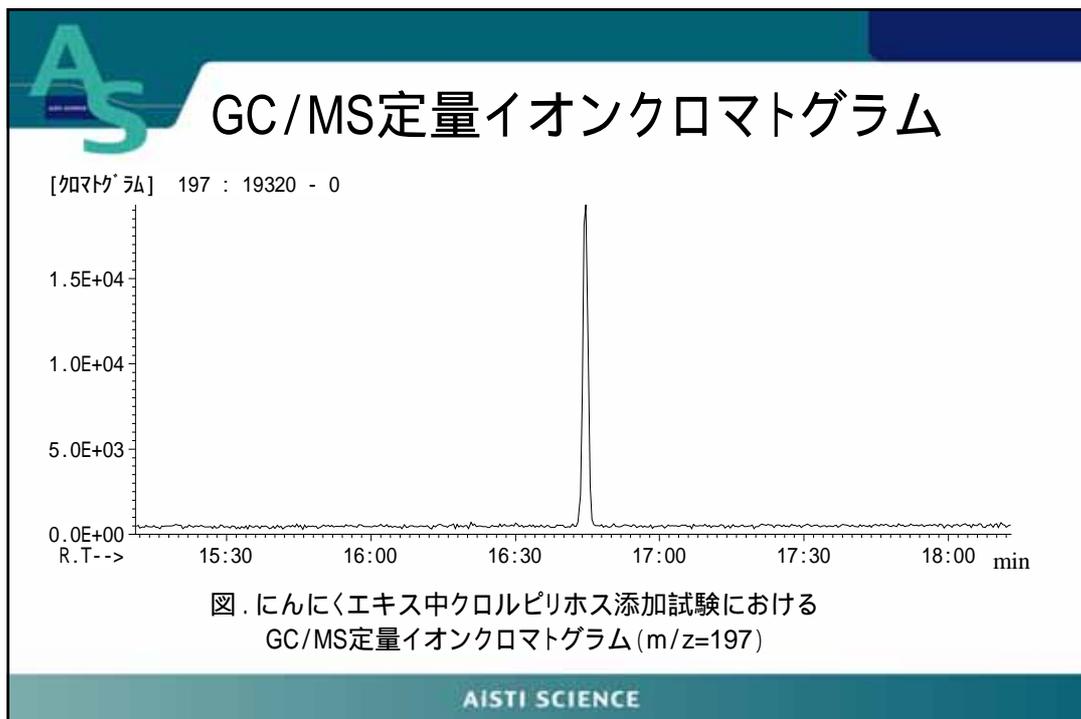
WVD1 A, Wavelength=210 nm (NBK0705K05180F13.D)
WVD1 A, Wavelength=210 nm (NBK0705K05180F11.D)

図. 缶コーヒーのHPLC - UVクロマトグラム (実線) と分取部分 (斜線)

AISTI SCIENCE







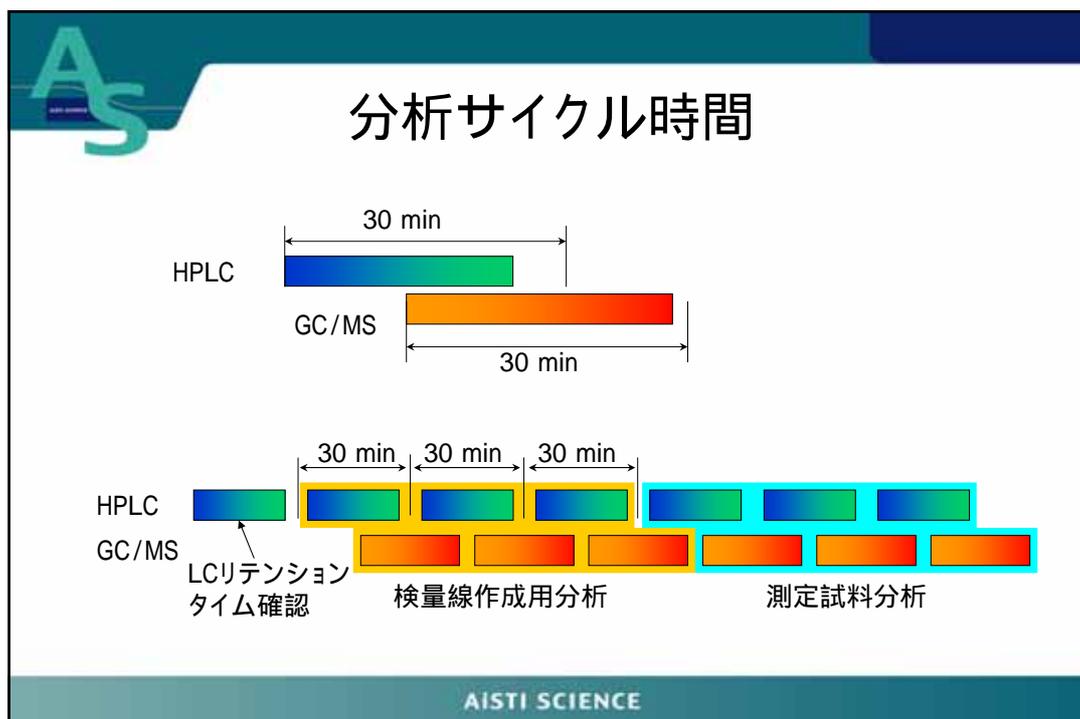
再現性

表. 添加回収試験 (試料中50 ppb) 繰り返し分析の再現性 (n=6)

農作物	No.1 (ppb)	No.2 (ppb)	No.3 (ppb)	No.4 (ppb)	No.5 (ppb)	No.6 (ppb)	Ave. (ppb)	REC (%)	R.S.D. (%)
ミズナ	53.3	52.7	56.5	56.6	50.8	51.0	53.5	107.0	4.82
イチゴ	46.0	45.7	51.0	43.9	44.5	45.6	46.1	92.2	5.46

* ホモジナイズ抽出後にFosthiazateを試料中0.05ppmになるように添加

AISTI SCIENCE



まとめ

逆相系HPLCによる分取とGCによる測定を連結させた
LC-GCシステムによるオンラインモニタリング分析装置の開発

HPLCを前処理装置として用いているため、効率の良いクリーンアップ効果を得ることができた。

分取した全量をGCへ導入できるため、高感度な分析が可能となった。

迅速な自動分析法として有効であることがわかった。

24時間連続モニタリング分析が可能であることがわかった。

AISTI SCIENCE



今後の課題

オンラインモニタリング分析へ向けて

試料によってはLCカラムの劣化が起こるため、ガードカラムの使用やLCの前に固相などを用いた自動前処理装置追加の検討

粘性の高い試料への対応

AISTI SCIENCE