

GC・LC(MS)ユーザー必見！ 前処理装置ALL紹介

前処理の自動化で省力化と精度UPを、測定まで全自動も、
試料凍結粉碎も



株式会社アイスティサイエンス
島三記絵

Beyond your Imagination

AiSTI SCIENCE

本日の内容

1. はじめに
2. オンライン固相抽出(SPE)システム
3. オフライン装置
4. その他の装置

本日の内容

1. はじめに
2. オンライン固相抽出(SPE)システム
3. オフライン装置
4. その他の装置

本日はご紹介するのは こんな方向けの「製品・技術」です！

- 食品中の特定の成分を分析したい
- 水質分析を省力化したい
- 試料中の夾雑物を精製除去したい
- メタボローム（代謝物）分析をしたい
- アミノ酸、有機酸、脂肪酸、糖類などのイオン性成分をGC/MSで一斉分析したい
- におい分析をSPME以外で分析してみたい
- 食品中の残留農薬分析を立ち上げたい
- 食品試料を凍結粉砕でパウダー状まで均質化したい
- これら上記の前処理工程を自動化したい

自動化のメリット

- ルーチン分析 : 時間の有効活用
- 前処理技術の運用 :
 - ・ 異動による引き継ぎや新人教育などの効率化
 - ・ 人的ばらつきの縮小
 - ・ 熟練度に左右されない結果
 - ・ メソッドやシーケンスなど実施記録の保存
- バリデーション : 再現性の向上、反復数増加による負担軽減
- 分析法の共有 : 複数のラボで同じ分析結果
- 労働衛生環境改善 : 溶媒使用時間の短縮

本日より紹介する自動前処理装置



SPL-P100/FE



SPL-W100



ST-L400

食品、環境、メタボロミクス
医薬、バイオ、香り、法医学
など



SPL-M100/FE



SPL-X100



ST-R100

本日より紹介する自動前処理装置

システム	装置名称	測定装置	内容・特長	主な実績
オンライン固相抽出(SPE)システム	SPL-P100	GC/MS	固相抽出→GCMS	水質分析 残留農薬(液体試料)
	SPL-M100	GC/MS	固相抽出(固相誘導体化含む) →GCMS	メタボロミクス 食品
	SPL-P/M100FE *オプション	GC/MS	固相捕集・溶出→GCMS	揮発成分
	SPL-X100	GC/MS	固相抽出→HPLC分画→固相抽出→GCMS	残留農薬 その他
	SPL-W100	LC(/MS)	固相抽出→LCMS	水質分析 医薬

システム	装置名称	測定装置	内容・特長	主な実績
オフライン	全自動固相抽出装置 ST-L400	—	固相抽出	食品(残留農薬・唐 物用医薬品・カビ 毒)
	多検体自動固相抽出 装置 ST-R100	—	固相抽出	食品添加物

本日の内容

1. はじめに
2. **オンライン固相抽出(SPE)システム**
3. オフライン装置
4. その他の装置

オンライン固相抽出(SPE)システムとは？

前処理（固相抽出）から測定までを

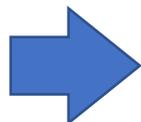
完全自動化

したシステムです。

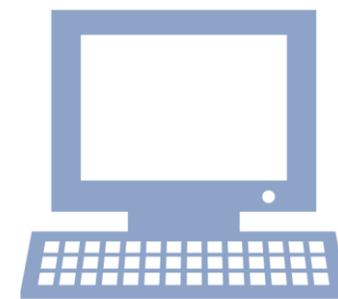
オペレーターの作業はたったこれだけ！！



①溶媒と固相カートリッジをセット



②サンプルの入ったバイアルをセット



③測定装置のシーケンスをスタート

(1)オンラインSPE-GCシステム SPL-P100

SPL-P100の構成

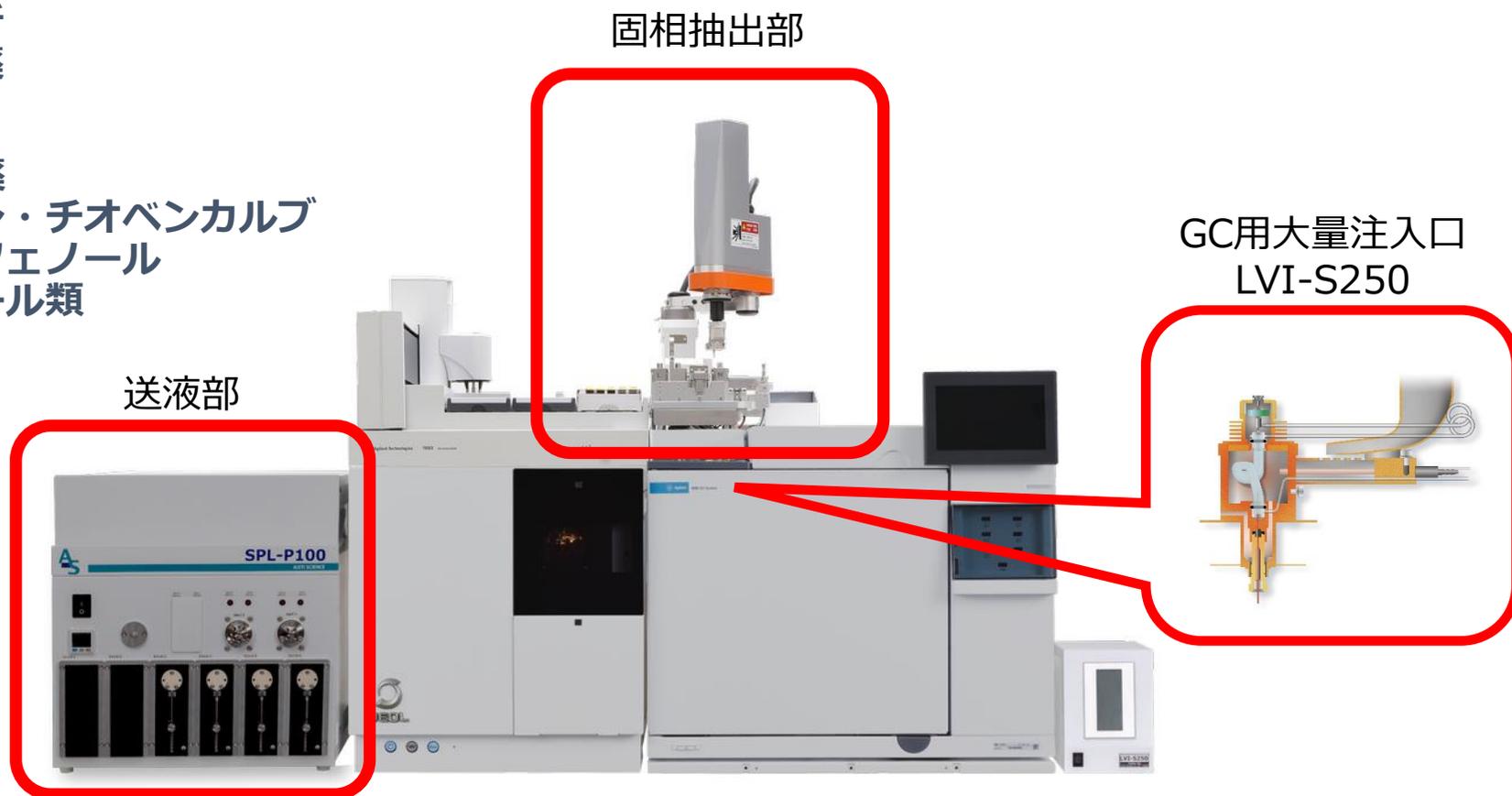
GC/MSの注入口上部に固相抽出装置を搭載し、固相抽出からGC/MS測定までをオンラインで分析できるシステムです。

【実績】

- ・ 水質分析
- ・ 残留農薬

【分析例】

- ・ 水中農薬
- ・ シマジン・チオベンカルブ
- ・ ノニルフェノール
- ・ フェノール類

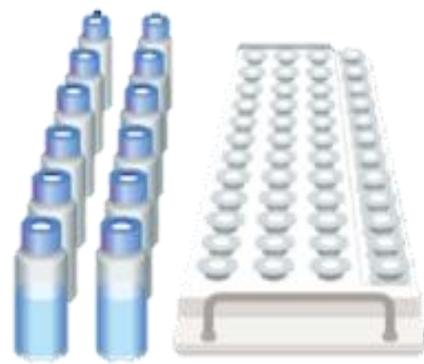


SPL-P100の概要

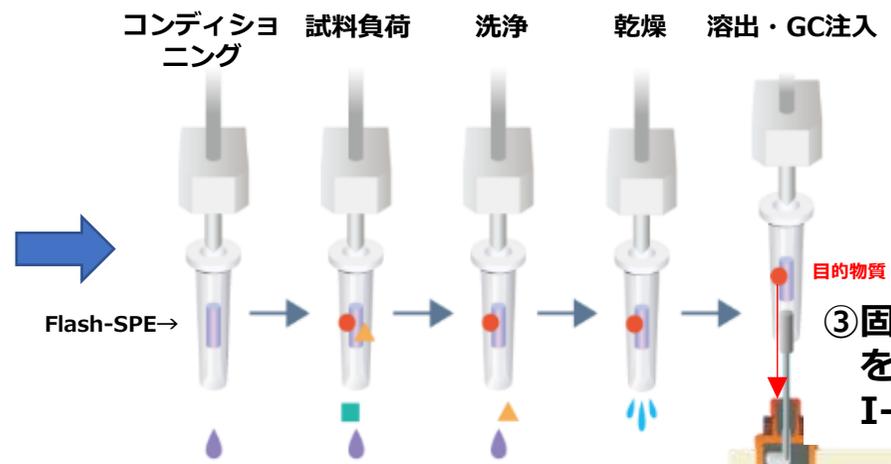


前処理時間 約10分

① 試料をバイアルに分注、SPL-P100FEにセット

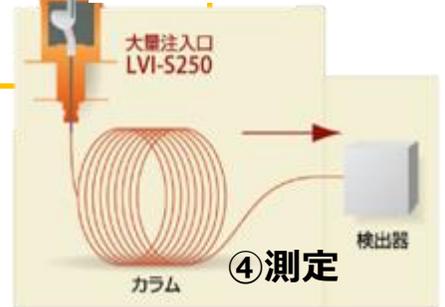


② 固相カートリッジFlash-SPEを用いて固相抽出



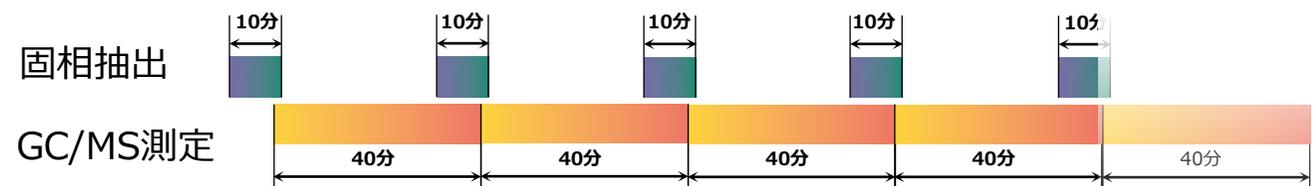
オンラインSPEシステム専用固相Flash-SPE

③ 固相からの溶出液を大量注入装置LV I-S250に全量注入



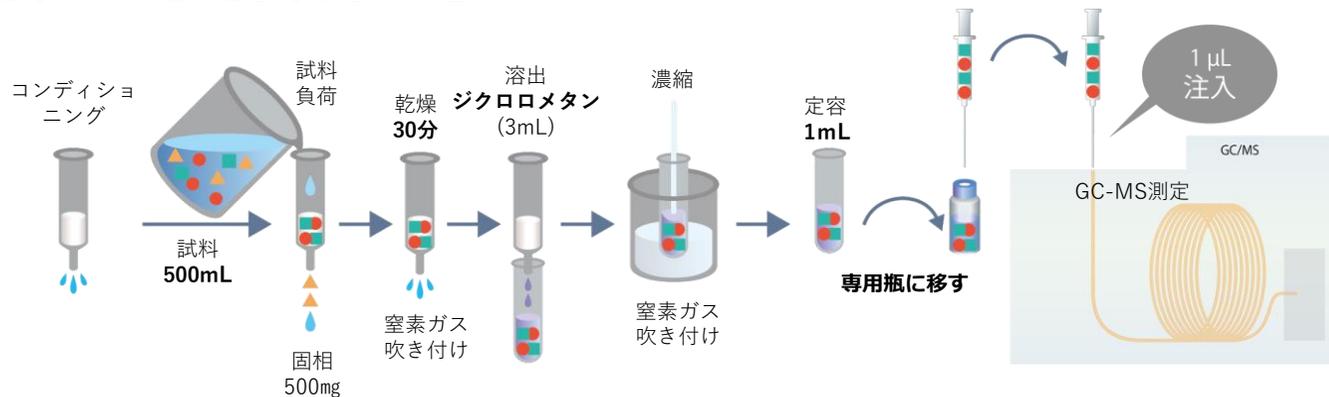
オンラインSPEシステム共通

固相抽出とGC/MS測定をオーバーラップさせることでさらに効率化!



従来法との比較 例)水中農薬分析

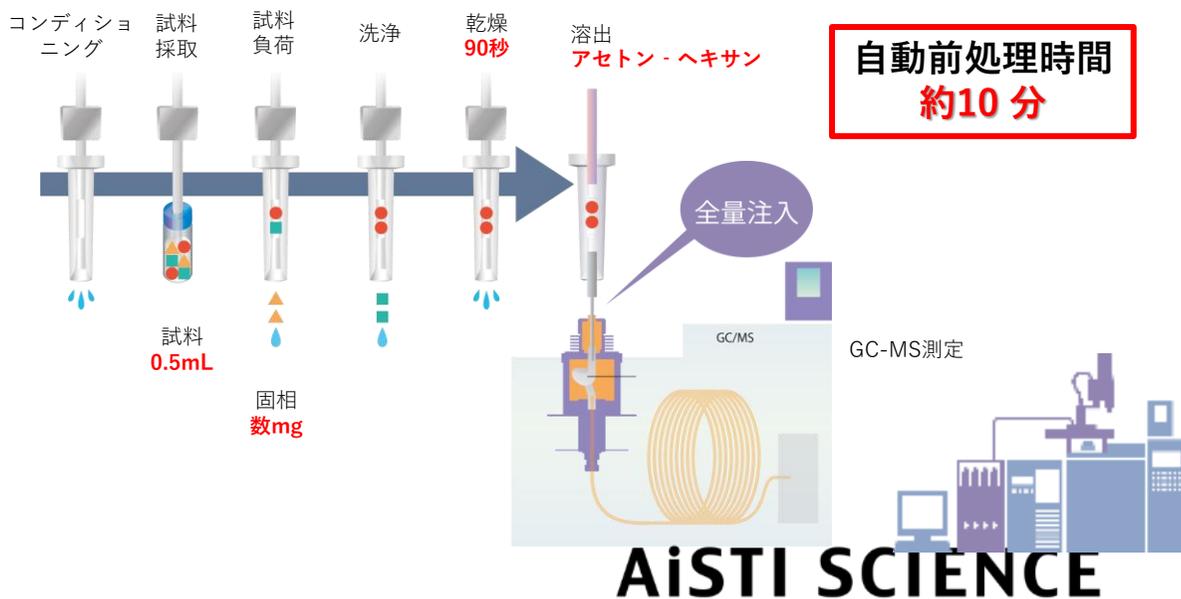
【従来法による固相抽出】



前処理時間
約120分

試料(500 mL)を
500倍濃縮(1 mL)
そのうち1 μLを注入
試料量: 0.5 mL相当

【オンラインSPE-GC SPL-P100による固相抽出】



自動前処理時間
約10分

500mLの1/1000しか
注入しない!

同じ感度

試料(0.5 mL)を全量注入
試料量: 0.5 mL相当

SPL-P100のメリット

- 試料の少量採取が可能
- 分析時間の大幅短縮 (例)約120分→約10分
- 溶媒使用量の低減
- 固相抽出から測定までを自動化
- 検体数が多くても負担が少ない
- 誘導体化が可能 (例：フェノール類)

(2)オンラインSPE-GCシステム SPL-M100

SPL-M100の構成

基本構成はSPL-P100と同じです。固相抽出部で「固相誘導体化」を行いGCMSで測定します。

【実績】

- ・メタボロミクス
- ・食品

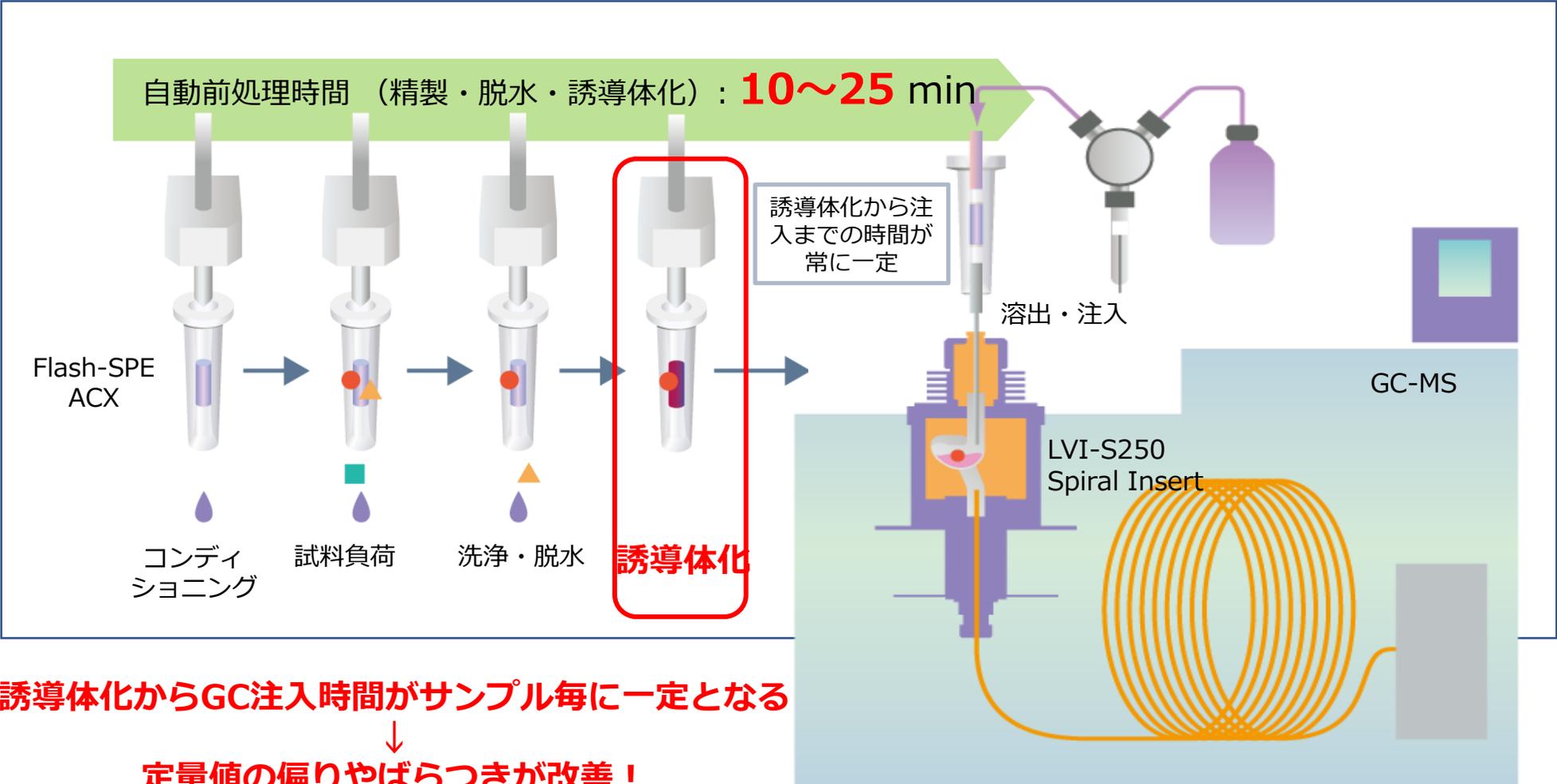
【分析例】

- ・アミノ酸・有機酸・糖(一斉分析も可)
- ・短鎖脂肪酸



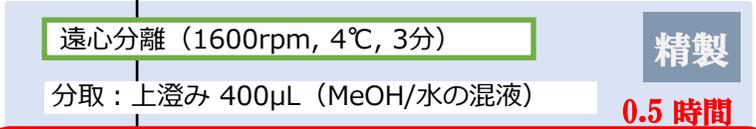
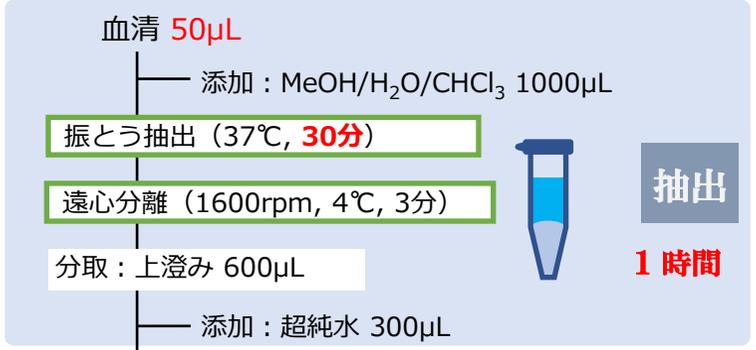
SPL-M100の概要

固相コンディショニング→試料負荷→**固相誘導体化**→溶出液をGCに注入



従来法と本法の前処理比較

■ 従来法



分取 : 上澄み 100 μ L → バイアル

MS導入量
試料 4 μ g相当

測定 : GC/MS : 注入1 μ L (スプリット 25:1)

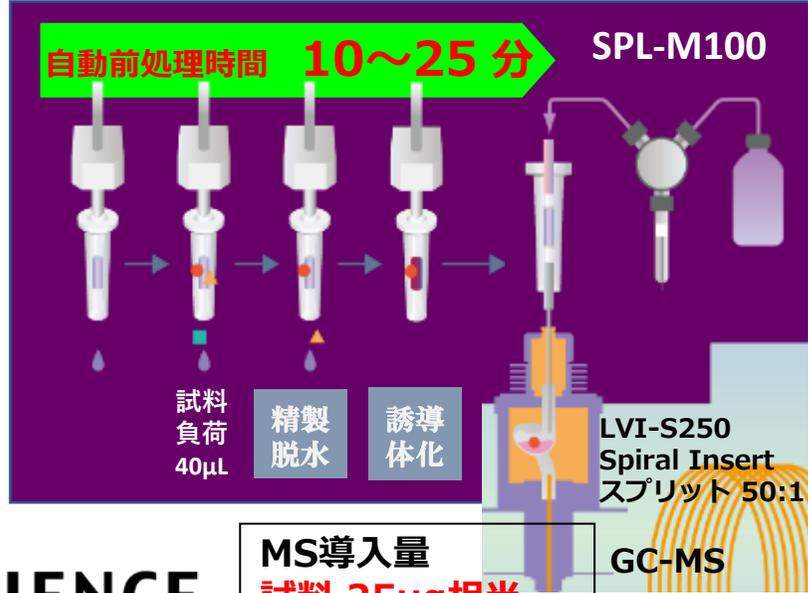
■ 本法



 **バイアル**
装置にセットしてスタートボタンを押すだけ!

20 時間

オンライン固相誘導体化SPE-GC-MS



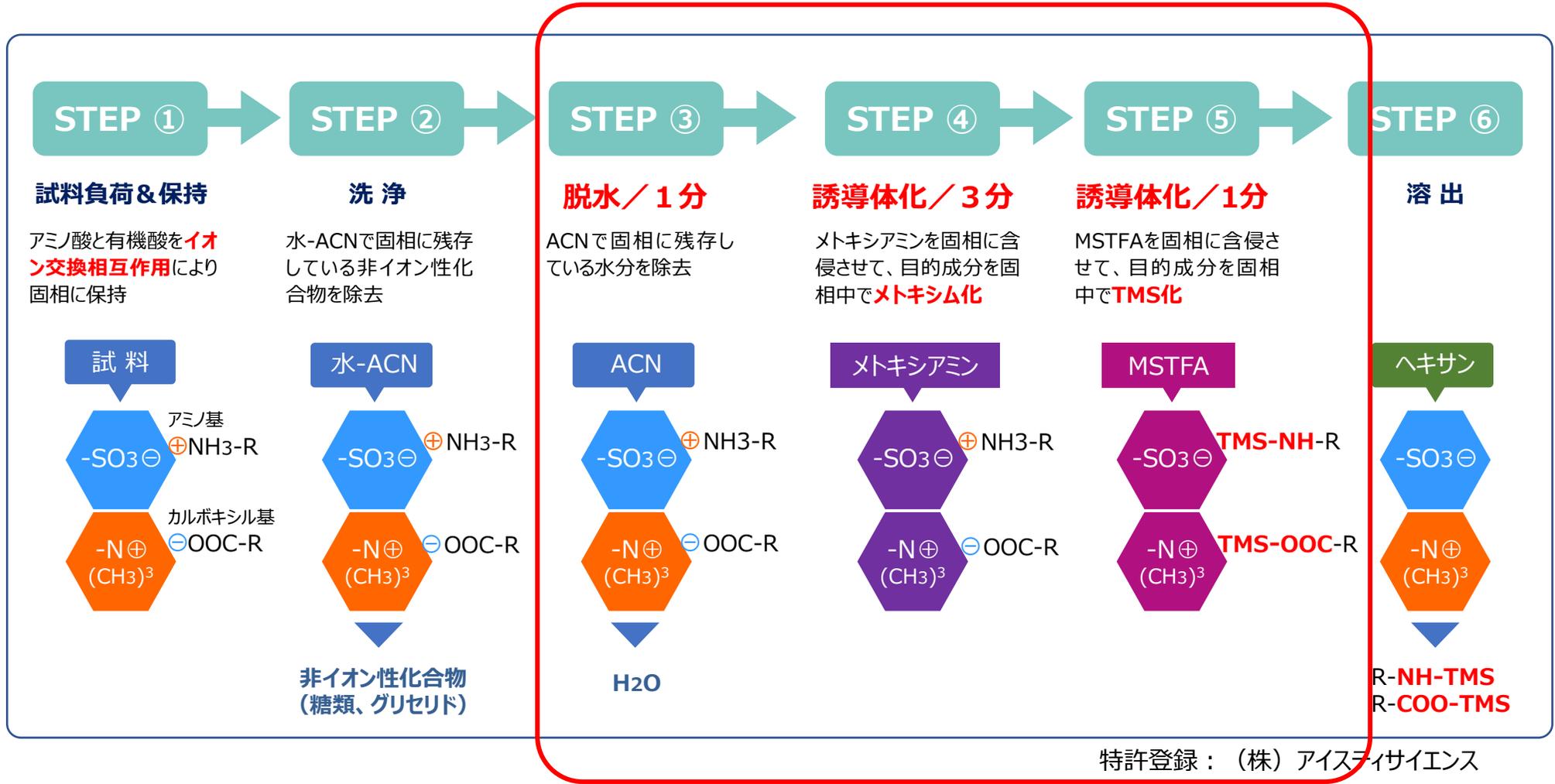
MS導入量
試料 25 μ g相当

大幅時間短縮



固相誘導体化法：アミノ酸/有機酸

脱水と誘導体化の時間短縮



SPL-M100のメリット

■ 固相誘導体化による分析時間の大幅短縮

例)約20時間→約10分

■ 溶媒使用量の低減、抽出時のクロロホルム不使用

■ 固相抽出による精製効果UP

■ GC/MS測定によるメリットの活用

- ・ アミノ酸、有機酸、糖の一斉分析可
- ・ 高分離
- ・ ライブラリの活用

(3)オンラインSPE-GCシステム SPL-P100FE/M100FE

SPL-P100FE/M100FEの構成

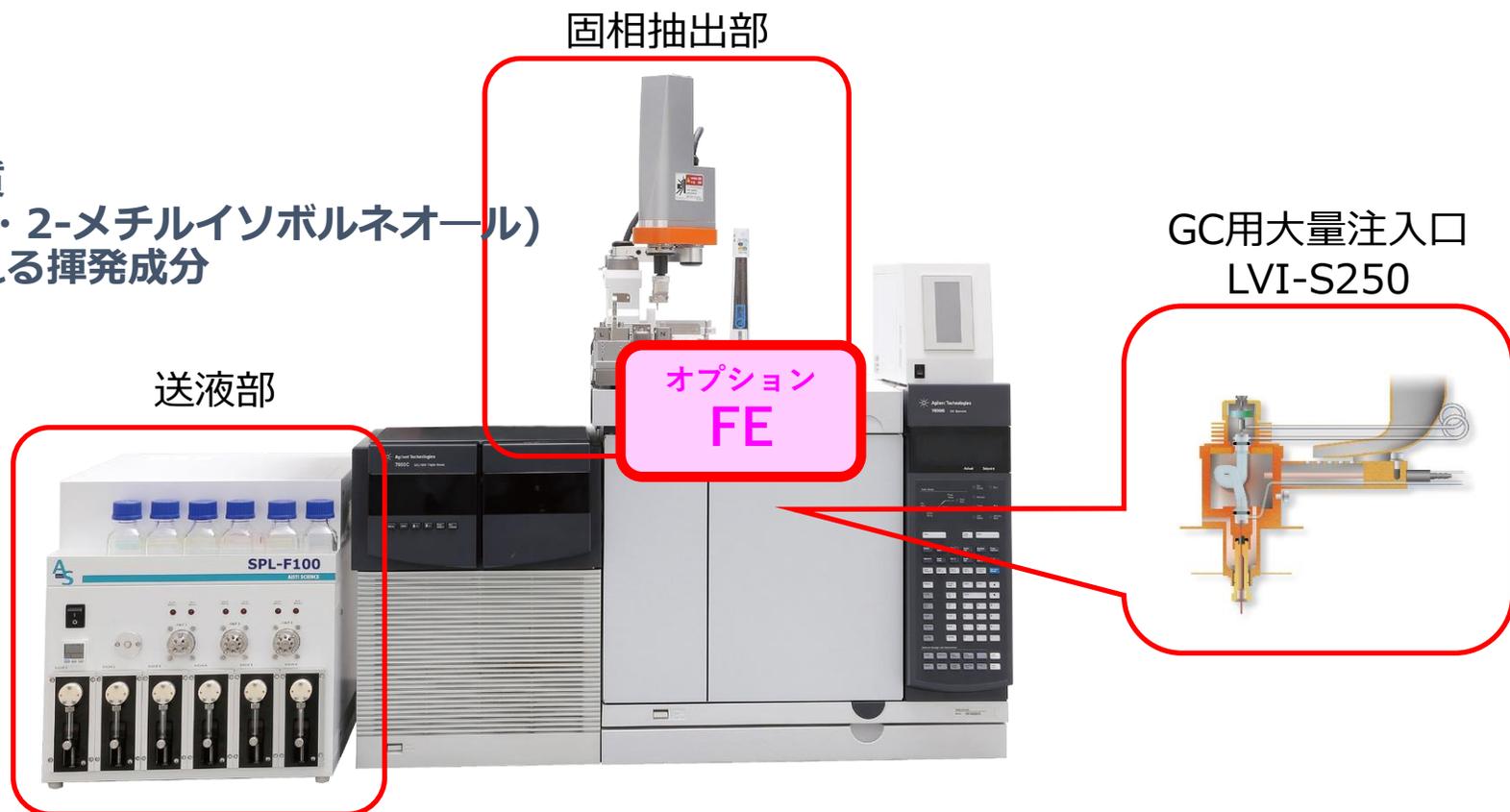
基本構成はSPL-P100と同じです。固相抽出部にオプション「FE」を追加します。このオプションはSPL-P100とSPL-M100のどちらにも設置可能です。

【実績】

- ・ 水質分析
- ・ 食品

【分析例】

- ・ カビ臭原因物質
(ジェオスミン・2-メチルイソボルネオール)
- ・ 食品中に含まれる揮発成分

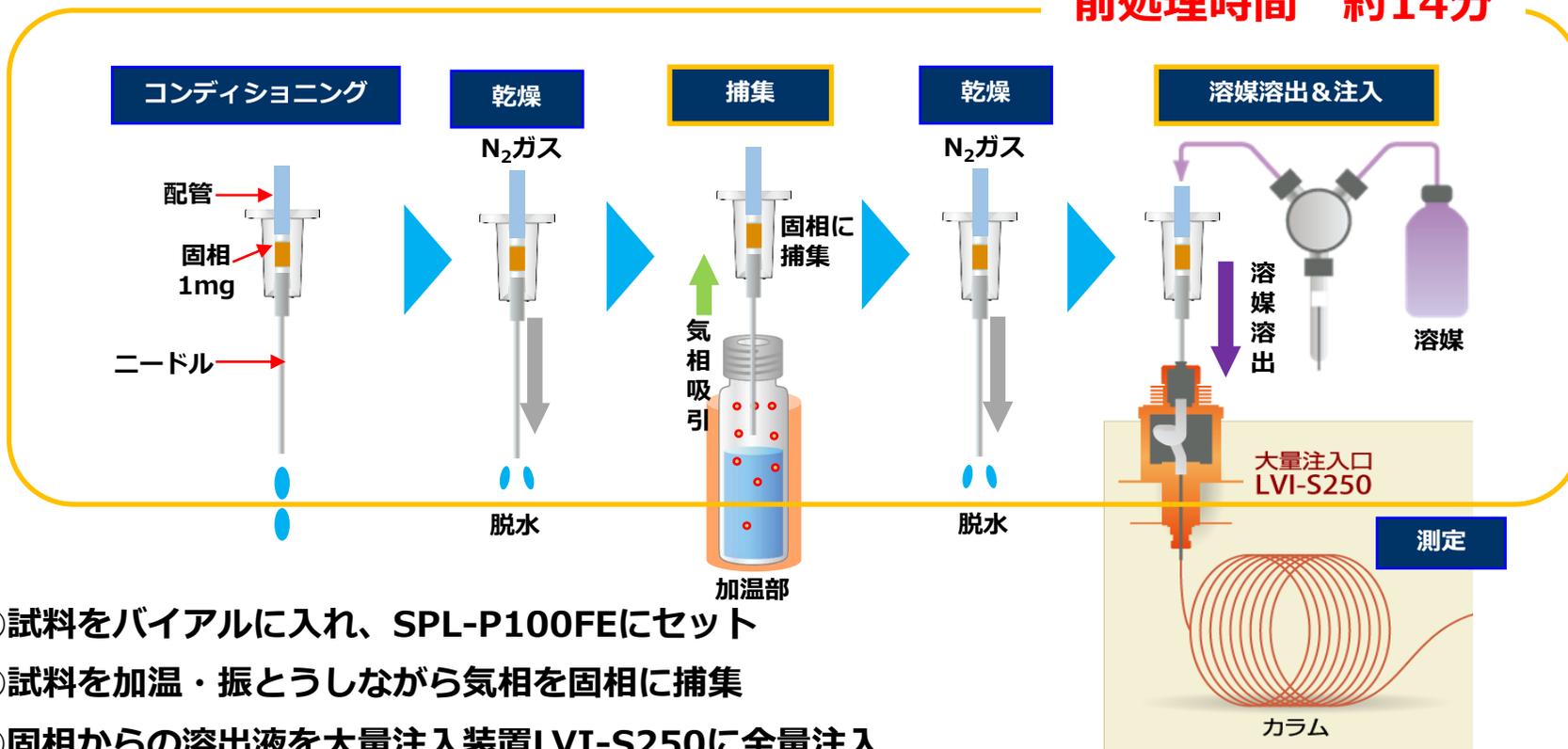


SPL-P100FE/M100FEの概要

固相捕集-溶媒溶出法 (FE法)

バイアル中の気相を固相カートリッジに吸引し目的物質を固相に吸着させ、その後溶媒で溶出し、溶出液を直接GCへ注入する方法です。

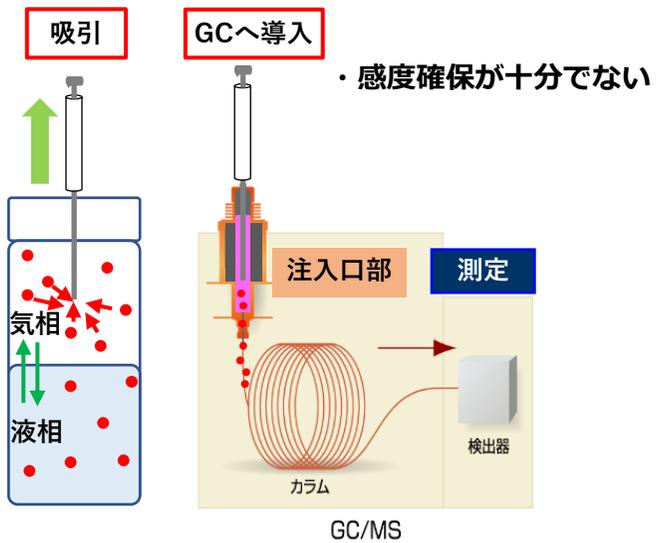
前処理時間 約14分



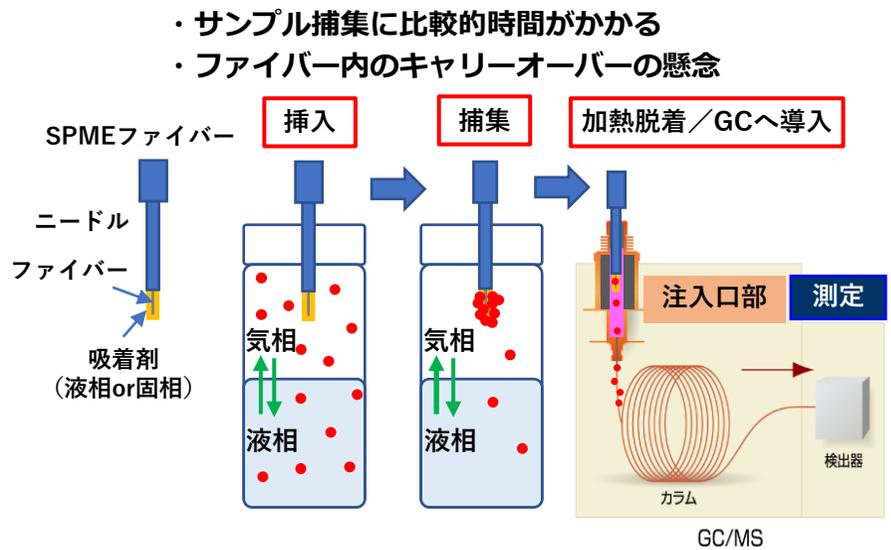
- ① 試料をバイアルに入れ、SPL-P100FEにセット
- ② 試料を加温・振とうしながら気相を固相に捕集
- ③ 固相からの溶出液を大量注入装置LVI-S250に全量注入

SPL-P100FE/M100FE 他法との比較

【静的ヘッドスペース】

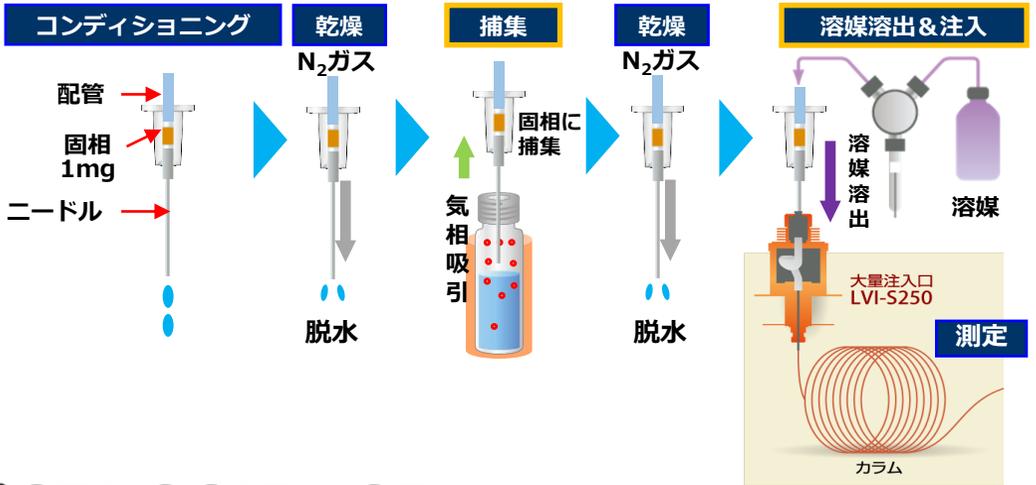


【SPME】



【固相捕集・溶媒溶出法 (FE法)】

- ・固相カートリッジの通気時間が短い
- ・固相に複数回吸着が可能
- ・固相カートリッジは使い捨て



SPL-P100FE/M100FEのメリット

- 固相カートリッジへの気相通気による素早い吸着
- 固相カートリッジはサンプル毎に使い捨て
→ キャリーオーバーや加熱脱着不足の回避
- 固相乾燥工程による気相中の水分の影響を抑制
- 溶媒溶出により固相から確実に目的物質を溶出
→ 熱分解の成分にも対応可
- 溶出液全量注入による高感度分析
- 誘導体化が可能

(4)オンラインSPE-LCシステム SPL-W100

SPL-W100の構成

固相抽出からLC(/MS)測定までをオンラインで分析できるシステムです。

【実績】

- ・ 水質分析
- ・ 医薬
- ・ その他

【分析例】

- ・ 河川水中ネオニコチノイド農薬
- ・ 河川水中PFOA
- ・ 尿中のカフェイン

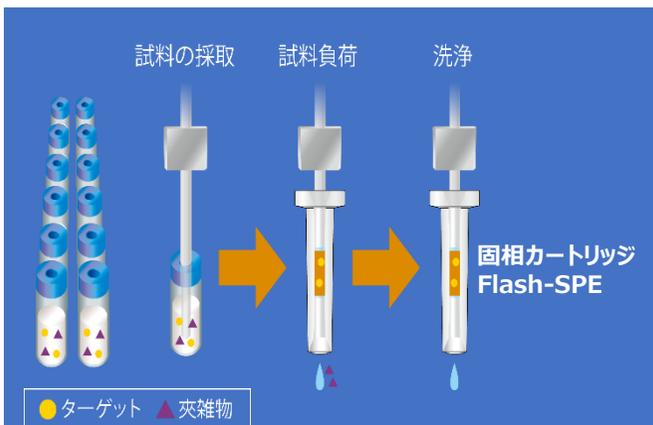


SPL-W100の概要

前処理時間 約6分

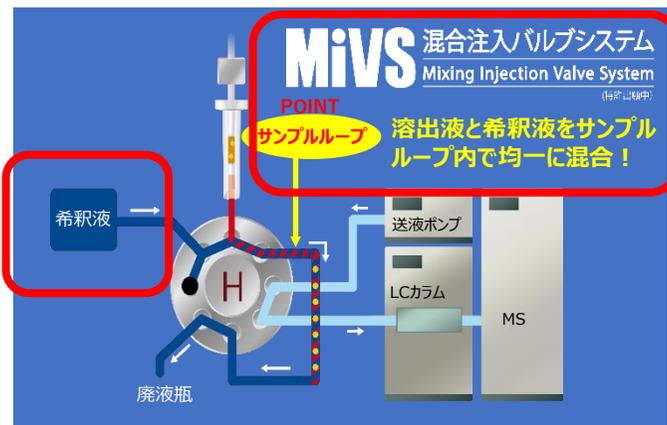
STEP 1
試料採取・負荷

固相抽出（精製）



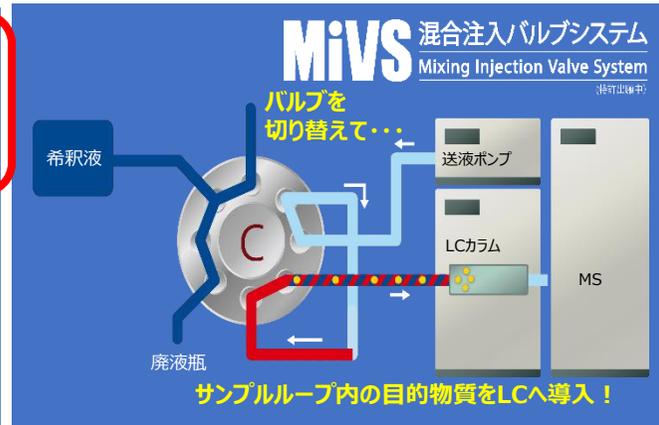
STEP 2
溶出 & 希釈

溶出液をバルブ内で水と混合し希釈



STEP 3
LCへ導入

バルブを切替えLCカラムへ導入



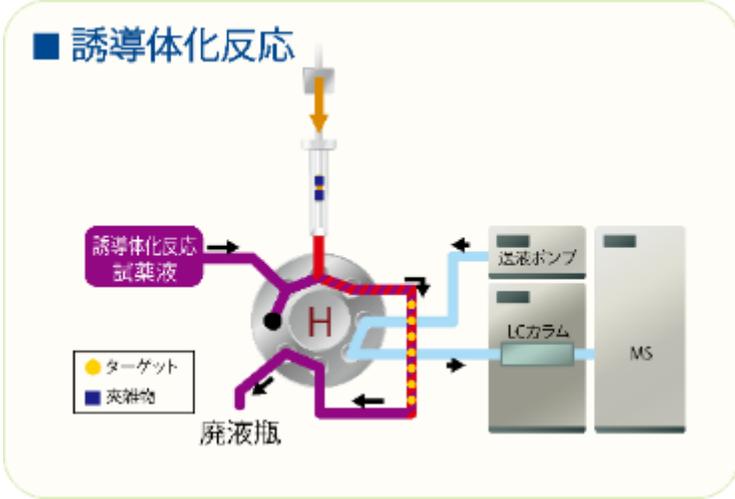
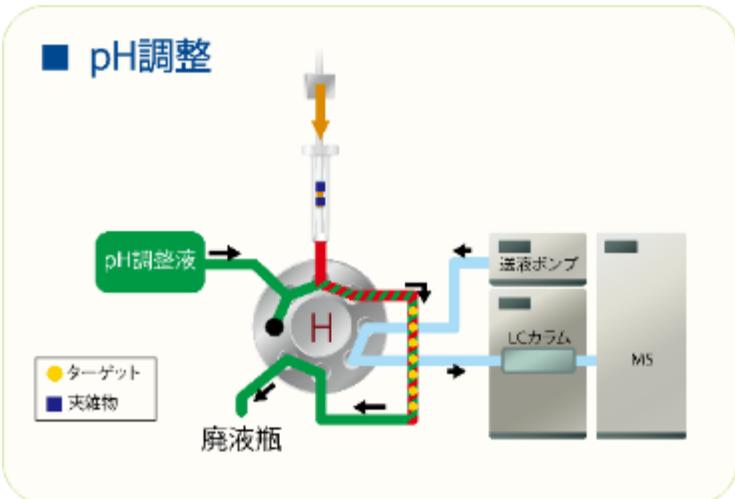
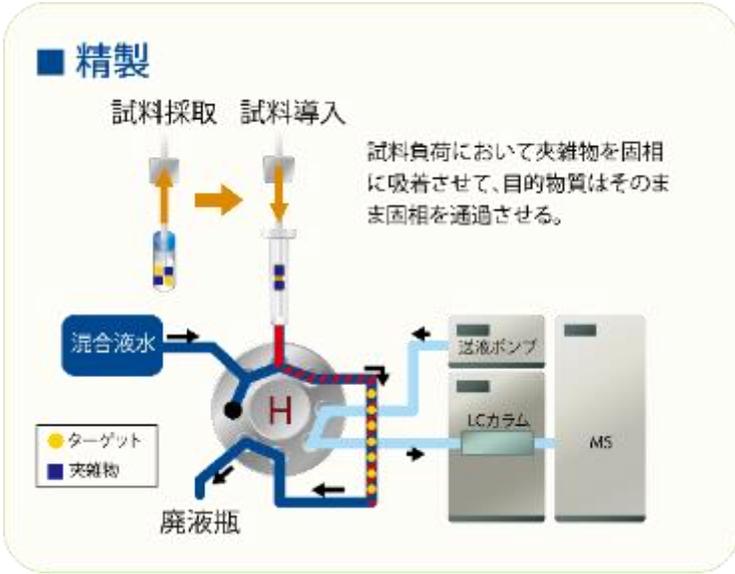
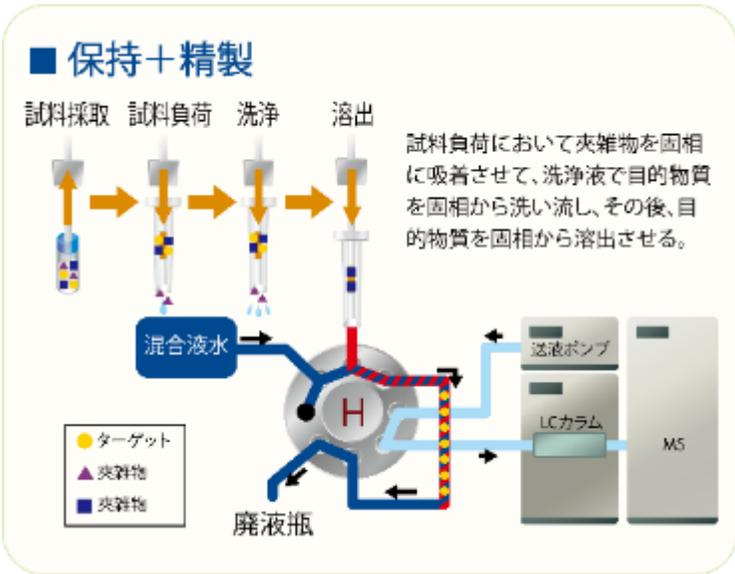
■ 固相カートリッジはインジェクションの都度使い捨て

- ・オンラインでの固相リサイクル分析の課題だったキャリーオーバーを回避
- ・都度洗浄も不要

■ 混合注入バルブシステム【MiVS】の使用

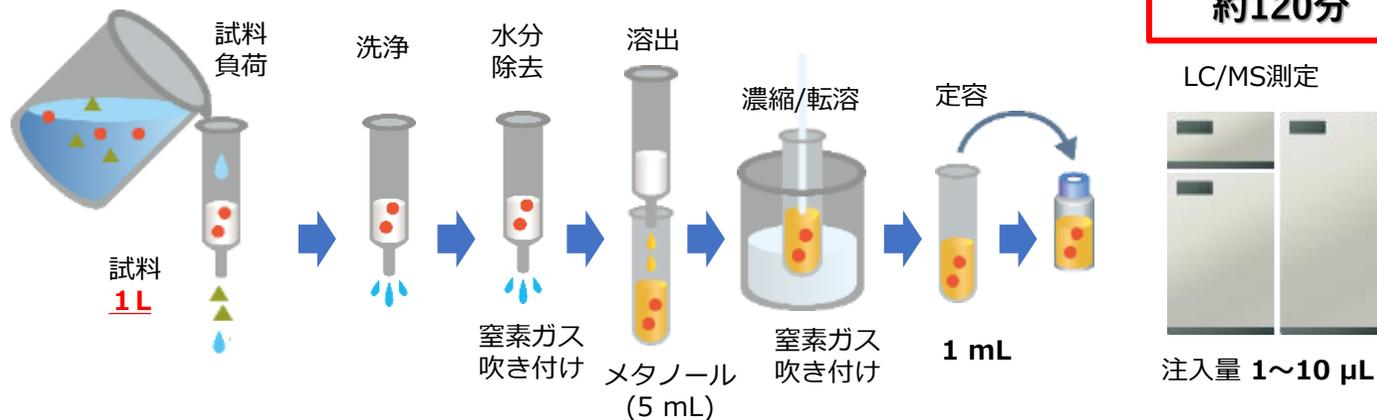
- ・溶出液の溶媒比を下げピーク形状をシャープに
- ・使用する溶液により多様な分析に活用

MiVSの活用方法



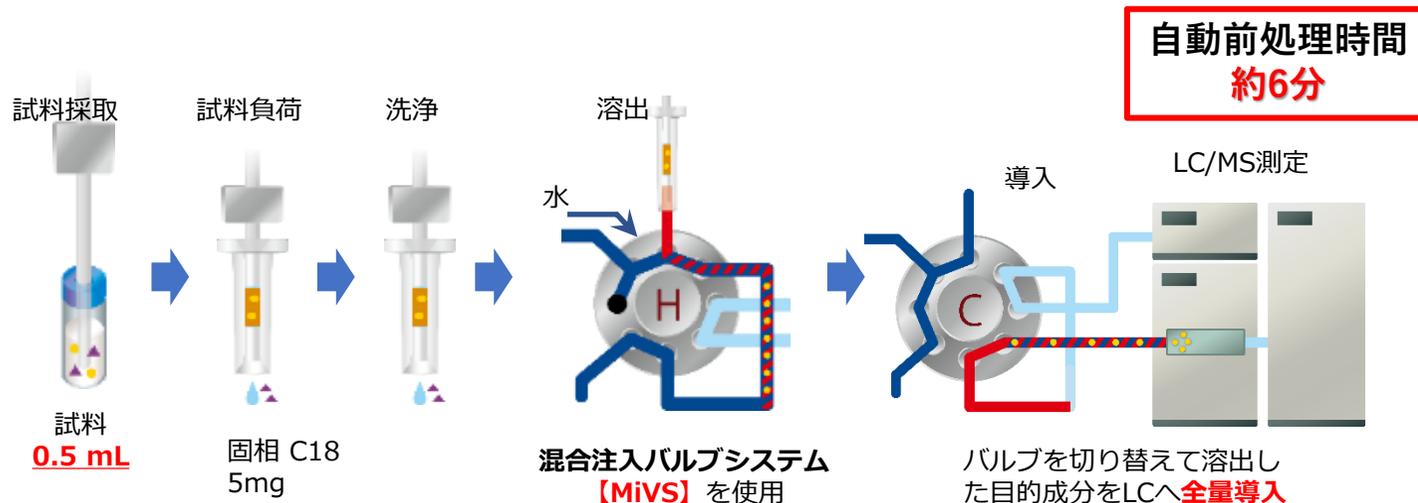
従来法との比較 例)PFOA分析

【従来法による固相抽出】



【オンラインSPE-LC SPL-W100による固相抽出】

前処理から測定まで全自動



SPL-W100のメリット

- 試料の少量採取が可能
- 分析時間の大幅短縮 例)約120分→約6分
- 溶媒使用量の低減
- 固相抽出から測定までを自動化
- 検体数が多くても負担が少ない
- 混合注入バルブシステム【MiVS】の活用による分析法の拡大
- 従来のオンライン分析の弱点を克服

(5)オンラインSPE-GCシステム SPL-X100

SPL-X100の構成

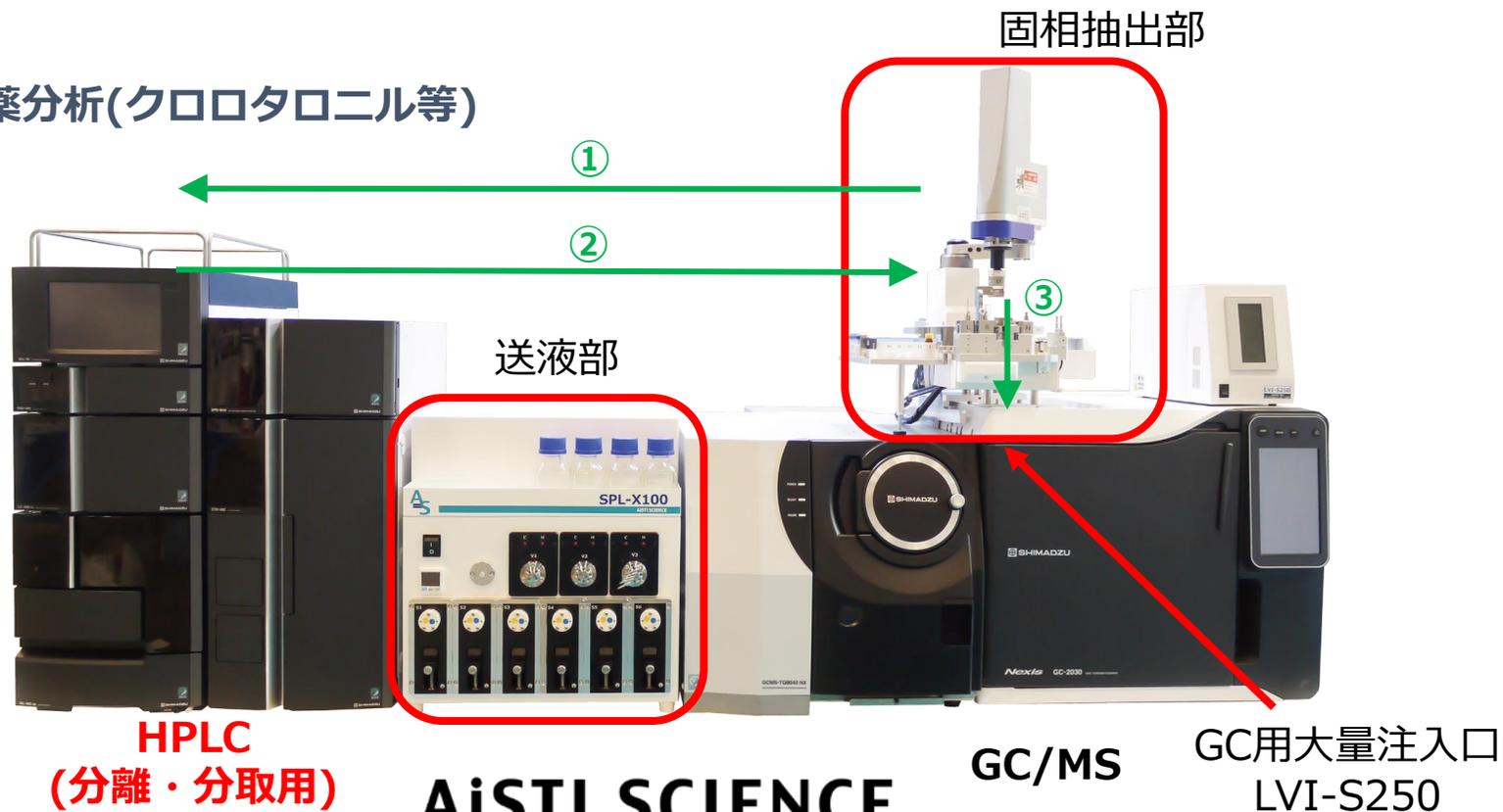
構成にHPLCを加えることで**分離・分取**を行うことができます。
固相抽出→HPLCによる分離・分取→固相抽出(水分除去)→GCMS測定という流れになります。

【用途】

- ・夾雑物が多い試料中の単成分または数成分のターゲット分析

【分析例】

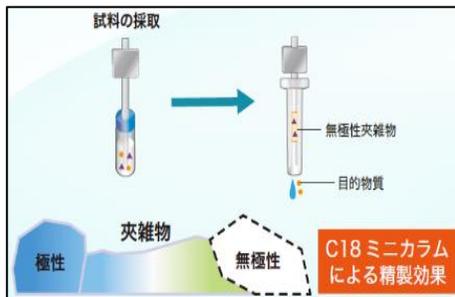
- ・青果物中の農薬分析(クロロタロニル等)



SPL-X100の概要

固相抽出による精製

1st step SPE

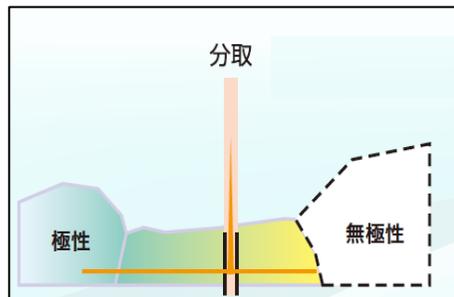


固相カートリッジによる精製
(LCカラムに吸着する低極性成分の除去)

LCカラムにダメージを与えるような夾雑物を予め固相で除去します。また固相で濃縮することで高感度分析が可能になります。

LCによる分離・分取

2nd step LC

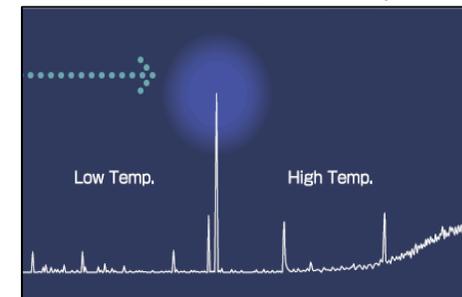


逆相HPLCで目的物質の極性付近の画分を分取
(LCカラムによる精製)

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。

GC/MS測定

4th step GC/MS



固相溶出液をGC注入、目的物質の定性、定量
(GCカラムでの沸点差による分離)

SPE精製、LC分離、熱分離の組合せにより、
クロマトによる選択性が格段に向上

SPL-X100のメリット

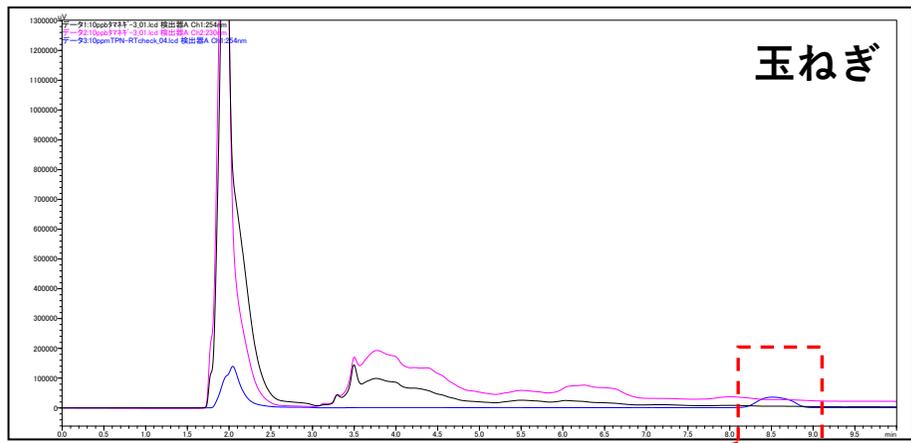
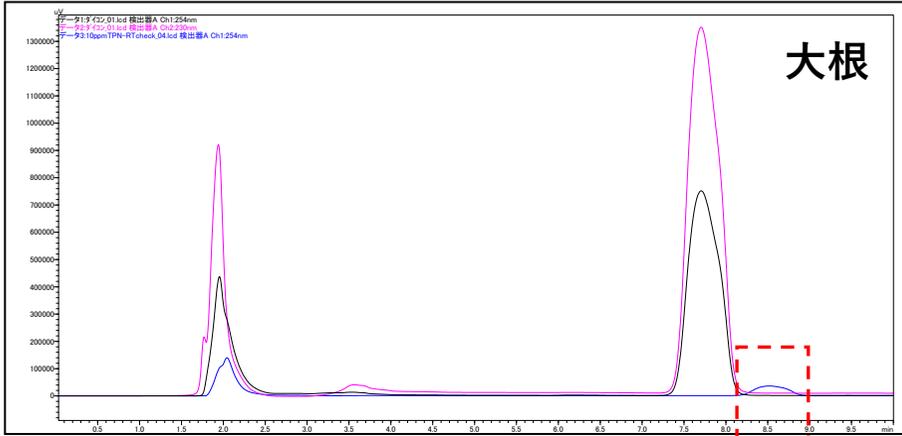
- 試料の少量採取が可能
- 分析時間の大幅短縮
- 溶媒使用量の低減
- 固相抽出から測定までを自動化
- 検体数が多くても負担が少ない
- 固相精製・LC分離・熱分離の組合せによる選択性向上

LC分画による精製効果の例

青果物におけるクロロタロニル(TPN)の分析

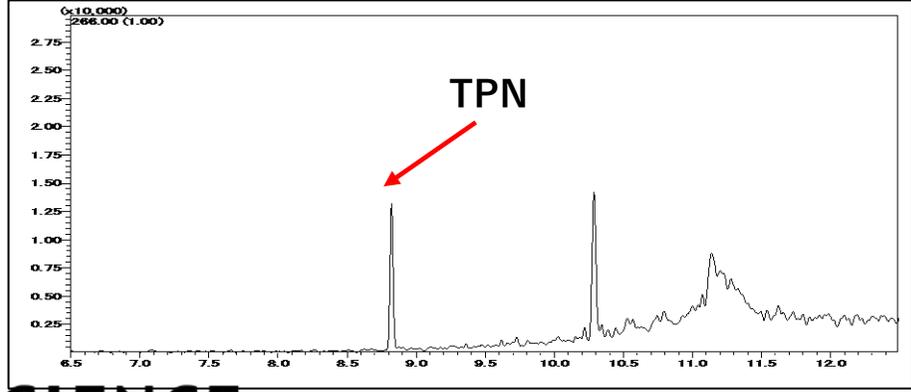
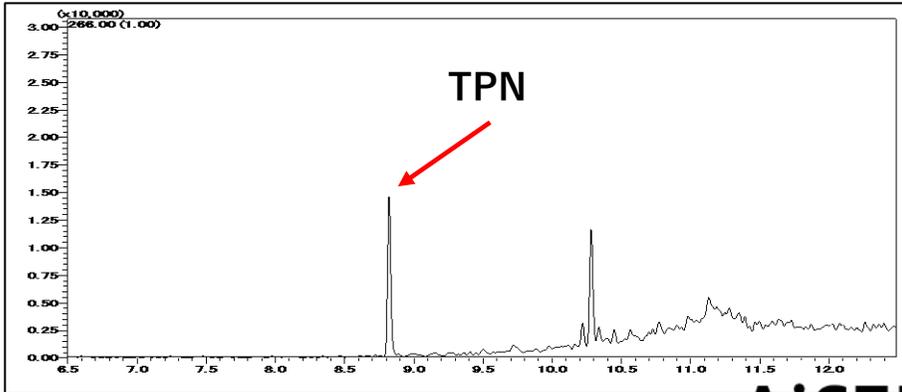
LCクロマトグラム

黒線 サンプル:254nm 青線 ACN添加(10ppm): 254nm
 赤線 サンプル:230nm



GCクロマトグラム (m/z 266)

分画部分(RT 8.1-9.1min)



本日の内容

1. はじめに
2. オンライン固相抽出(SPE)システム
- 3. オフライン装置**
4. その他の装置

(1)全自動固相抽出装置

ST-L400

全自動固相抽出装置 【ST-L400】

固相のコンディショニング、試料負荷、洗浄、溶出、分析後のライン洗浄まで自動で行います。

【実績】

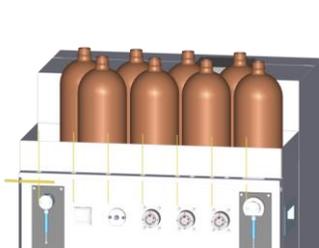
- ・ 食品分析
- ・ その他：固相抽出

【分析例】

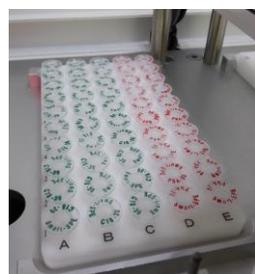
- ・ 残留農薬 一斉分析(STQ法)
- ・ 残留農薬 個別分析
- ・ 動物用医薬品
- ・ カビ毒 など



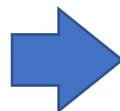
オペレーターの作業はたったこれだけ！！



①溶媒をセット



②固相をセット



③サンプルの入ったバイアルと試験管をセット

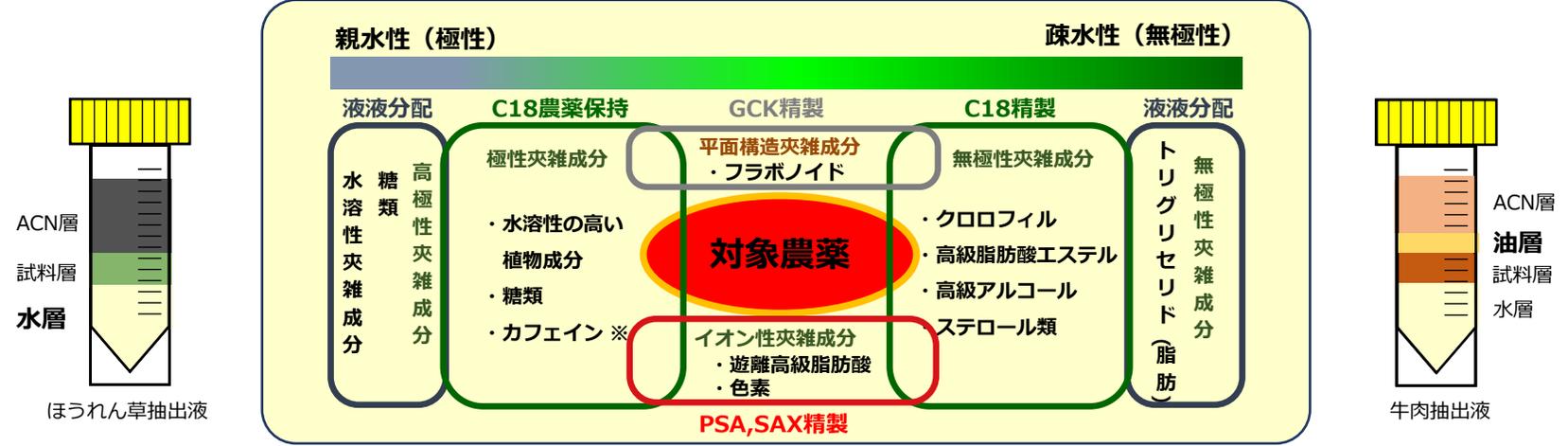


④ソフトからシーケンスをスタート

ST-L400のメリット

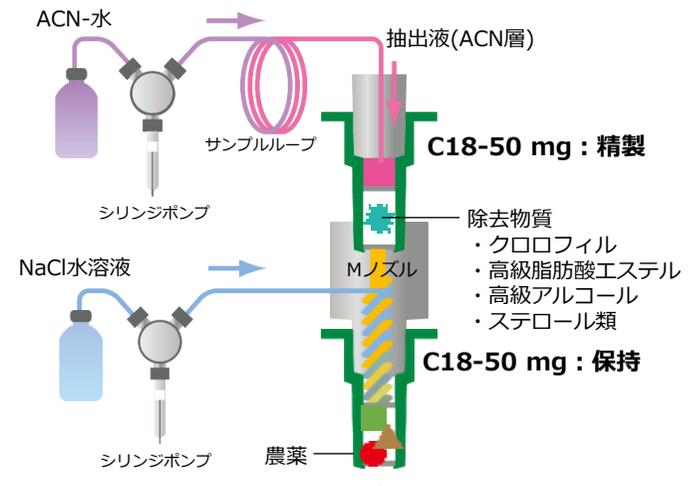
- タッチパネルによる直感的な簡単操作
- 20検体連続自動処理(異なるメソッドも自動切り替え)
- 複数の固相を用いた多段精製の自動処理
- シーケンスやログをファイルとして保管
- 器具洗浄の労力削減(試験管1本/検体)
- STQ法各種搭載
- オリジナルメソッドも作成可
- 簡単な日常メンテナンス

STQ-GCB法における夾雑物除去のイメージ

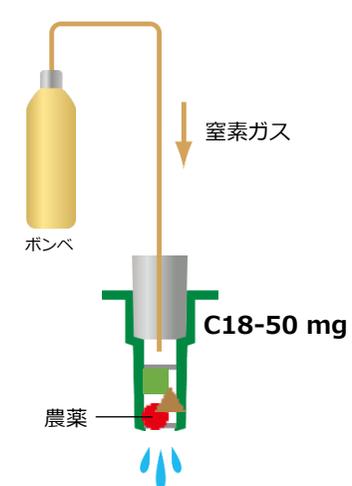


※自動化ではC18にほとんど保持されず流出して除去されます。

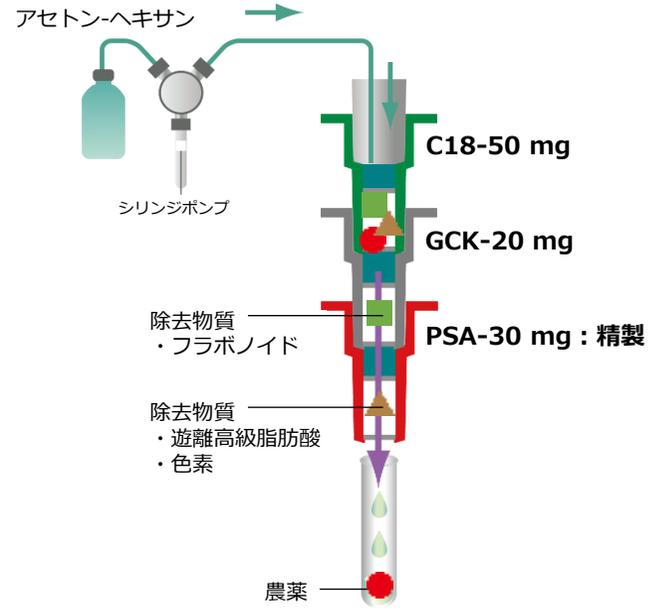
(1) 試料負荷



(2) 固相乾燥



(3) 溶出

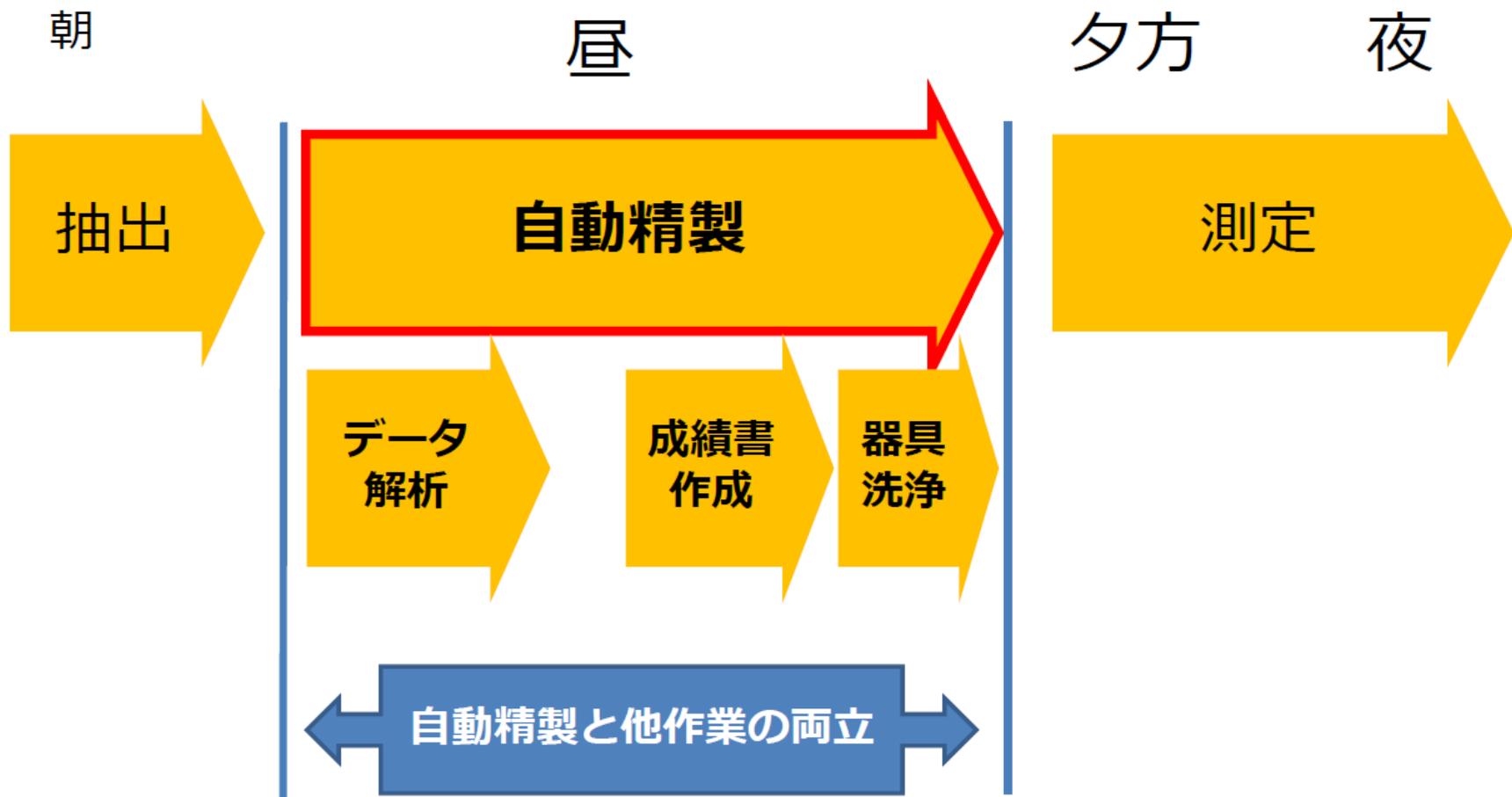


目的物質(農薬など) ●

夾雑成分 ● ● ● ●

除去物質
● 水溶性の高い植物成分
● 糖類
● カフェイン

自動精製による作業時間の効率化



- ・ 少人数でも当日のスケジュールを組み立てやすい！
- ・ 洗浄器具は試験管のみ！

(2)多検体自動固相抽出装置 ST-R100

多検体自動固相抽出装置 【ST-R100】

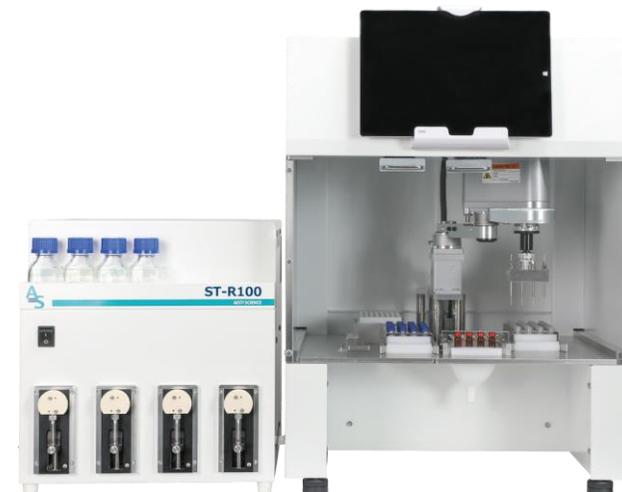
4 検体同時処理を行います。多検体を効率よく処理することができます。

【実績】

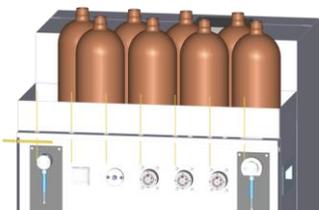
- ・食品

【分析例】

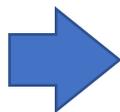
- ・コーヒー中のカフェイン
- ・食品中の保存料(第118回食品衛生学会にて発表予定！)



オペレーターの作業はたったこれだけ！！



①溶媒、固相、チップをセット



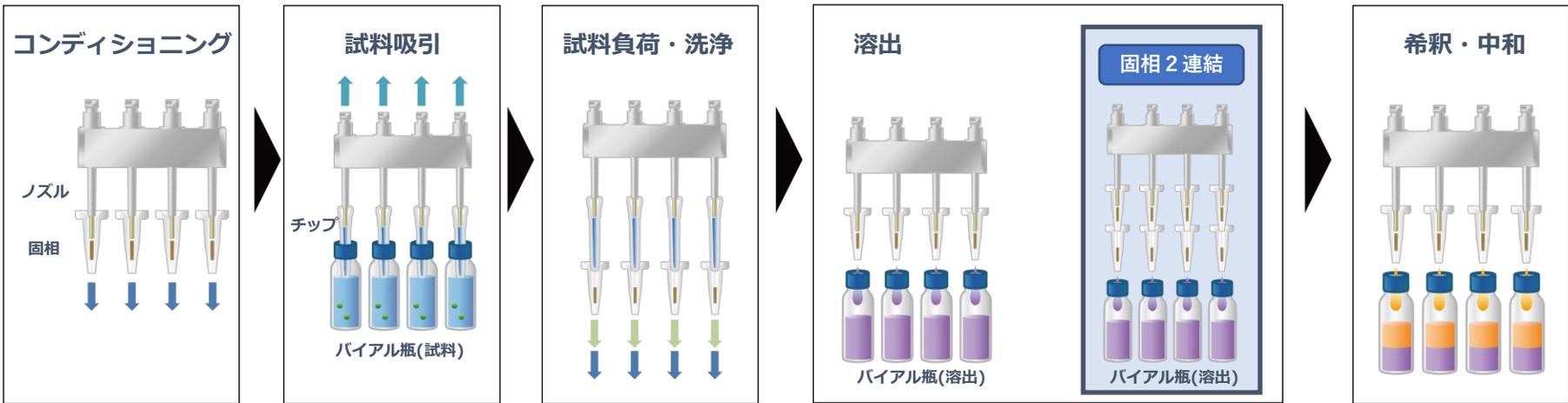
②固相、チップ、バイアル瓶(試料・溶出)をセット



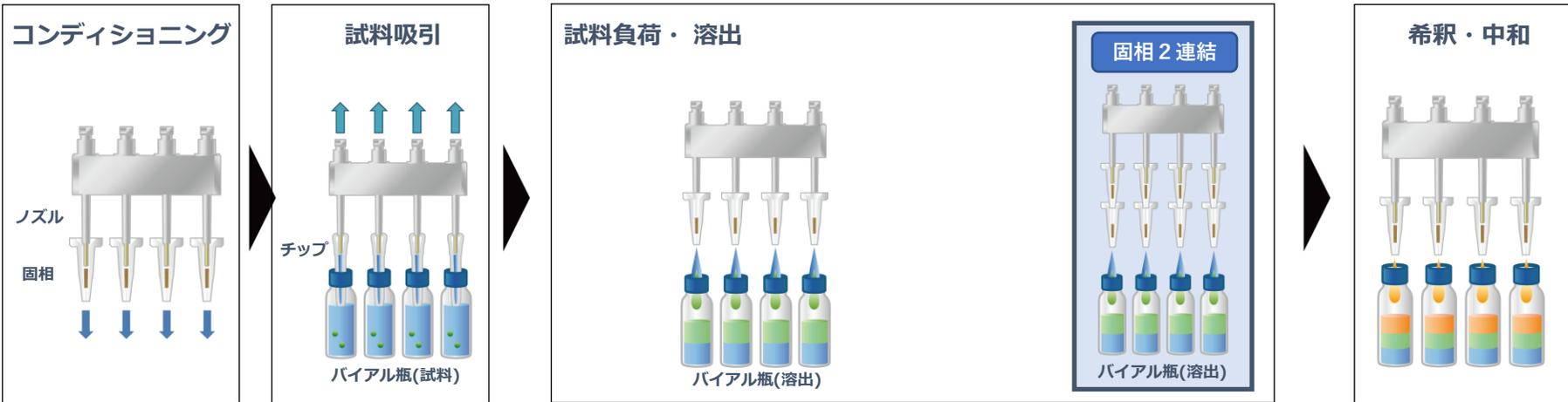
④ソフトからシーケンスをスタート

ST-R100の概要

【保持モード】 目的成分を固相に保持、夾雑成分を除去



【スルーモード】 夾雑成分を保持、目的成分をスルー



ST-R100のメリット

- タッチパネルによる直感的な簡単操作
- 4検体同時処理によるハイスループット処理
- 試料分取チップはサンプル毎に使い捨て
- 分析内容に応じて保持モード、スルーモードの簡単設定
- 溶出液は直接バイアルへ(移し替え不要)
- カスタムモードによる動作設定
- 簡単な日常メンテナンス

本日の内容

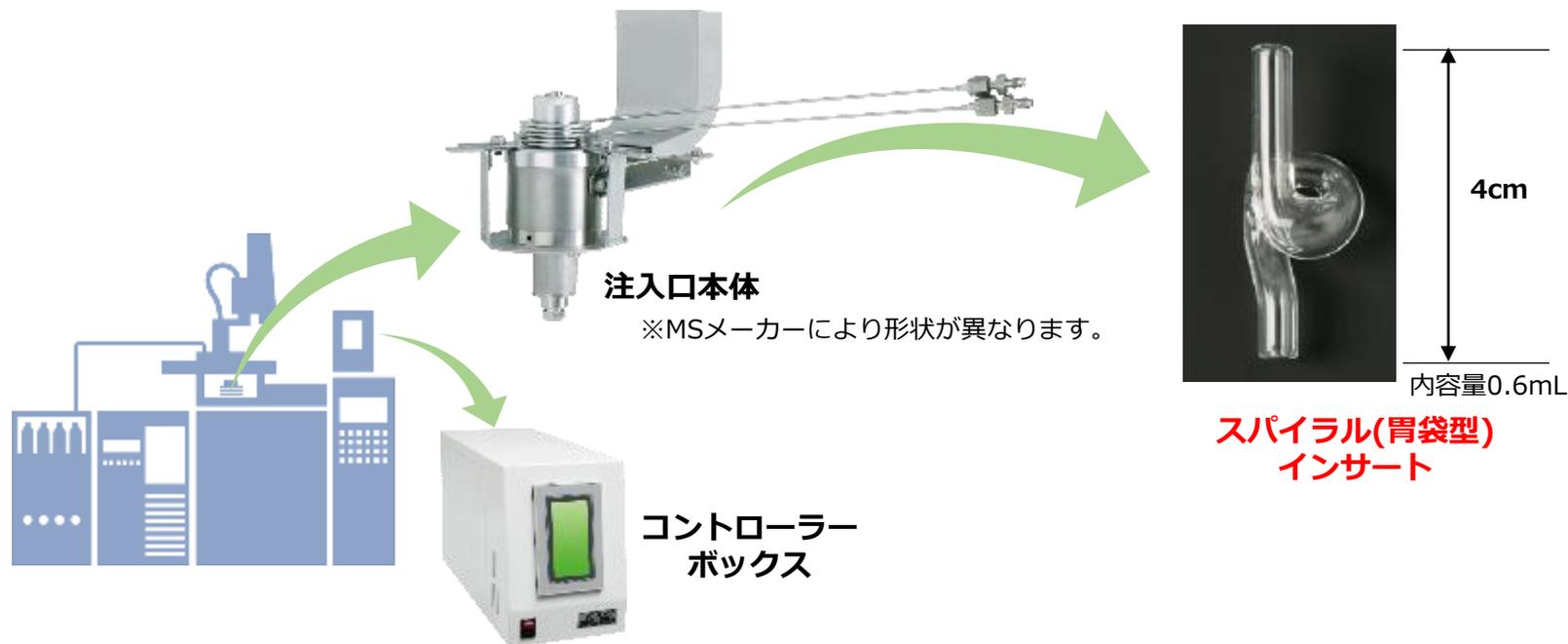
1. はじめに
2. オンライン固相抽出(SPE)システム
3. オフライン装置
4. **その他の装置**

前処理装置ではありませんが・・・

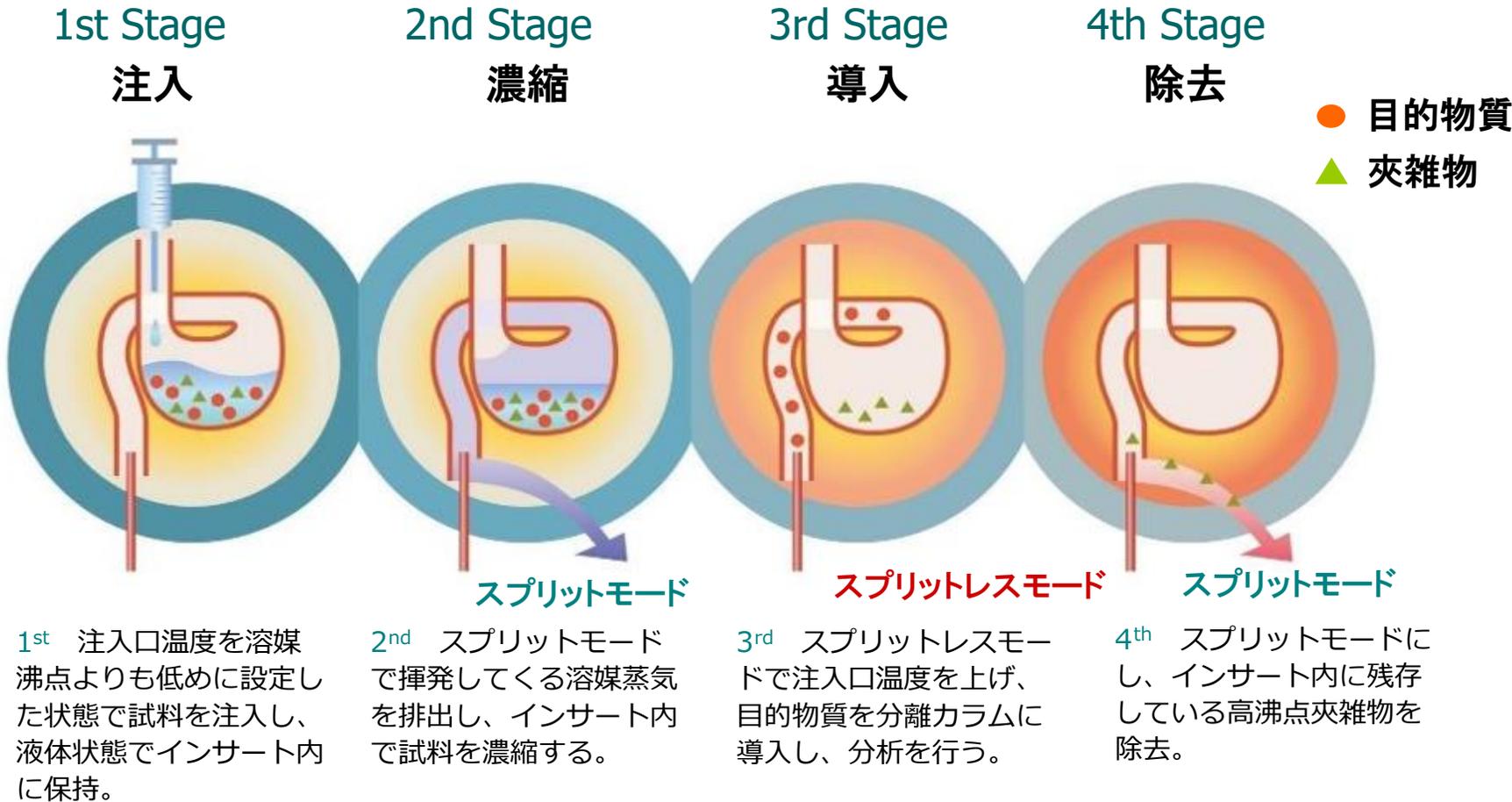
(1)GC用大量注入口装置 LVI-S250

GC用大量注入口装置LVI-S250とは

スパイラル(胃袋)インサートを用いて
試料をGCに**大量に注入**することができる
装置です。



大量注入法の原理

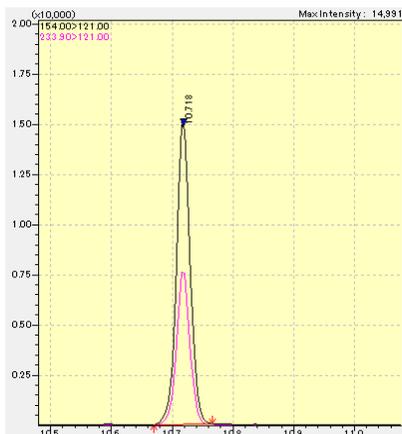


LVI-S250のメリット

- 大幅な感度向上による低濃度試料の高感度分析
 - 微量サンプル対応可
 - ヘリウム代替ガス使用に伴う感度低下などに対応可
- 前処理における試料の少量化や濃縮操作の省略による迅速化
- 注入時の温度コントロールが可能
 - 低温度でカラムに導入できるため熱に弱い物質にも対応可
- 胃袋型インサートによる注入口内部の汚染防止

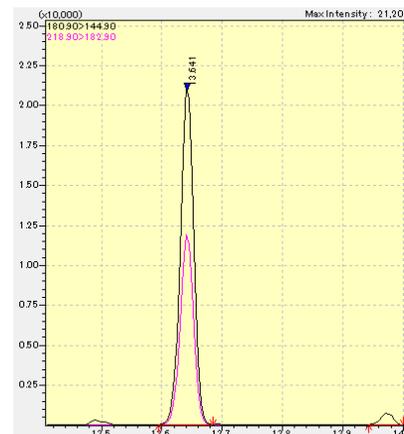
ヘリウム代替ガス(水素)使用に伴う 感度低下への対応

クロルメホス



平均面積値(n=3)
24,216

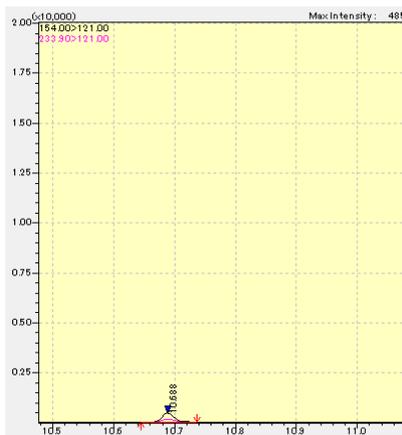
alpha-BHC



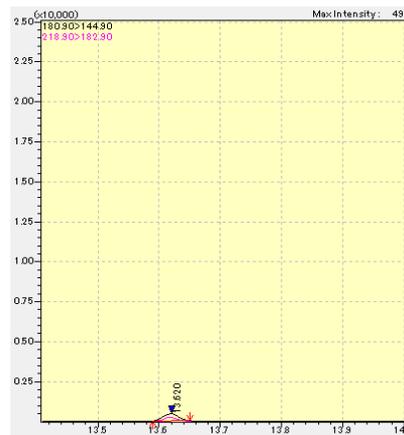
平均面積値(n=3)
33,294

測定濃度：10ppb
大量注入
(25 μ L注入)

測定濃度：10ppb
スプリットレス注入
(1 μ L注入)

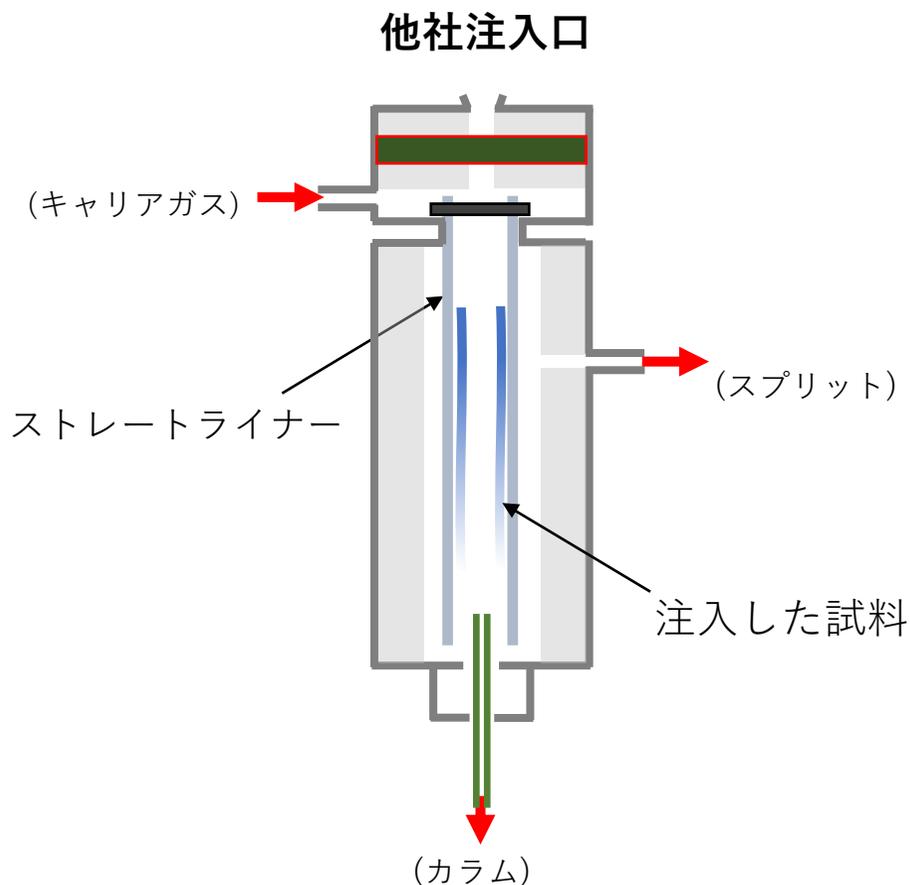


平均面積値(n=3)
617



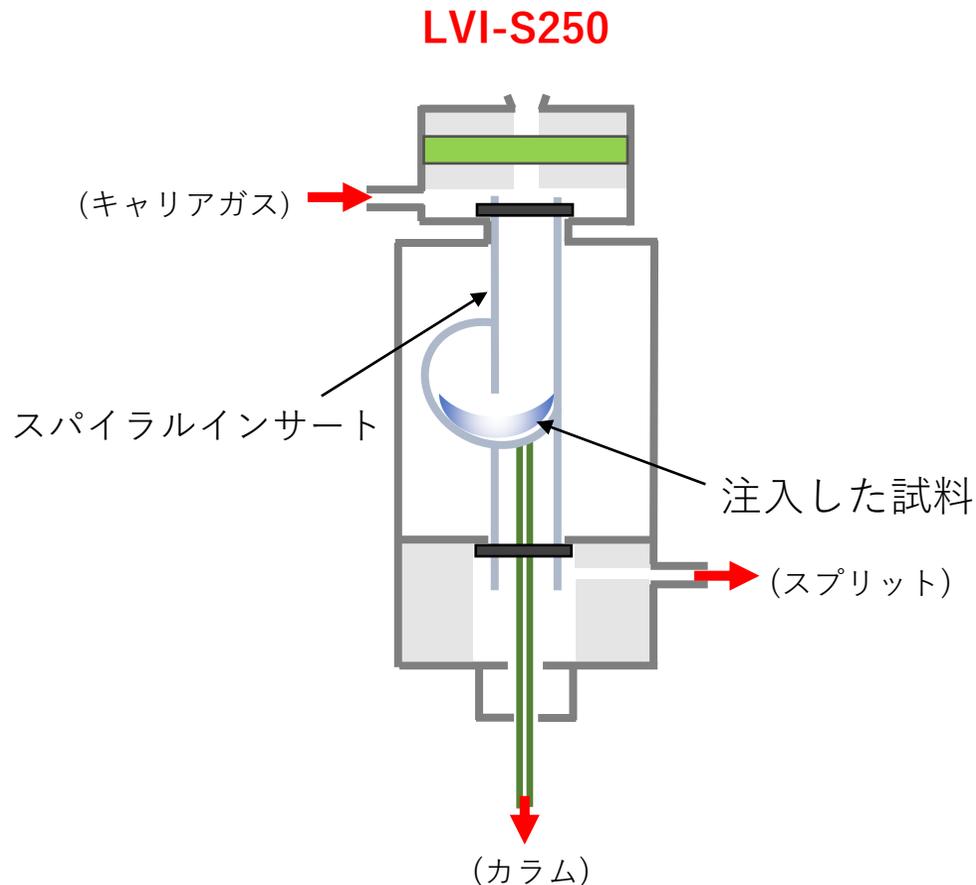
平均面積値(n=3)
623

胃袋型インサートによる注入口内部の汚染防止



- 注入した試料はライナー壁面に付着し、注入速度に合わせて溶媒をスプリットパーズ

↳ 注入口内部が汚染されるリスクがある



- 注入した試料はスパイラルインサートで受け止められ、インサート内に溜まった状態で溶媒をスプリットパーズ

↳ 注入口の汚染リスクが少ない

(2)凍結粉碎機

フレステント FST-4000

試料の粉碎でお困りのことはありませんか？

- ・ 試料をもっと細かくしたい
- ・ 粉碎中に試料が団子状になったりペースト状になる
- ・ 凍結粉碎したいが粉碎機の価格が高い



フレステント FST-4000

アイスティサイエンスの
「フレステント」
で凍結粉碎を試してみませんか？



凍結粉砕とは？

凍結粉砕と凍結乾燥は違います！
凍結粉砕は水分量は変わりません！

アイスティサイエンスでは「予冷式ドライアイス凍結粉砕法」をご紹介します。

試料をドライアイスとともに粉砕することによりパウダー状にまで細かく粉砕します。

メリット：

- 試料の組成そのままに均一化
- 常温粉砕で難しい試料も可
- 粉砕時の酵素活性の抑制→分析への影響低減



試料がパウダー状に

プレスメント FST-4000

- 内釜方式による二層式断熱構造
- 逆回転の「みね打ち」効果により強力に粉砕
- インターロックによる安全設計
- カッターの位置が低いため少量でも粉砕可



粉碎例

鶏もも肉



お弁当



ぶどう



ペットフード



- ◆ フレストメントのお貸出し
- ◆ 試料をお預かりしての粉碎も行ってまいります。

お気軽にお問合せください！



株式会社アイスティサイエンス

TEL : 073-475-0033

E-mail : as@aisti.co.jp

このあと13:00、15:00から弊社ブースにて実演予定！！

アイスティサイエンスのブース

■ Hall6 6A-603 (島津製作所様の横)



「百聞は一見に如かず」です。
皆様、是非お立ち寄りください！

ご清聴ありがとうございました！

分析立ち上げ、導入のお手伝いもしています！ お気軽にご相談ください。

当社Webサイトにて技術情報を多数公開中



株式会社アイスティサイエンス

TEL : 073-475-0033

E-mail : as@aisti.co.jp

ホームページ : <http://www.aisti.co.jp/>