

STQ -QuEChERS抽出後の最適な精製とは- “操作性と精製のバランス, そして自動化へ”



株式会社アイスティサイエンス

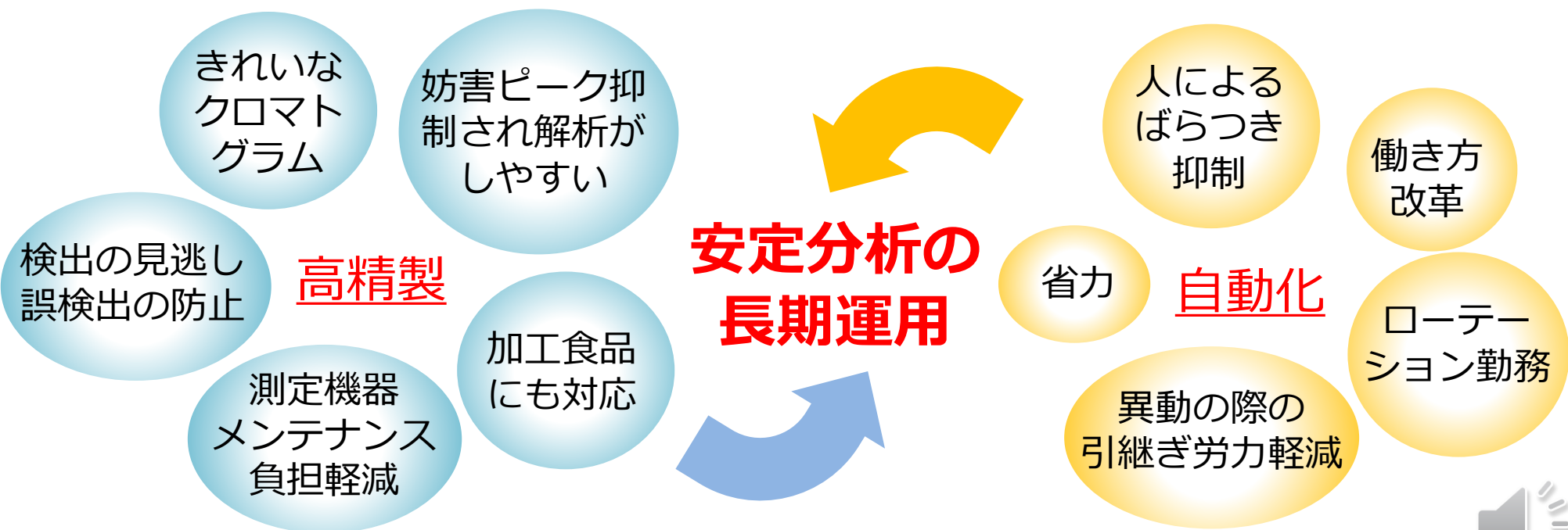
Beyond your Imagination

AiSTI SCIENCE



アイスティサイエンスのテーマ

アイスティサイエンスは、残留農薬分析において「簡単・はやい・安い」だけではなく、「**高精製・自動化**」と「**安定分析の持続**」をテーマにご提案しています。



QuEChERS「改良法」のパイオニア



アイスティサイエンスは、ポジティブリスト施行以前から残農一斉分析の省力化に取り組み、いち早くQuEChERS抽出の取り入れと改良に着手。

2003年： M. Anastassiades 氏、 QuEChERS発表

M. Anastassiades, et al, J.AOAC Int. 86(2) 412-31.(2003)

2004年： Smart-SPEを用いた精製法発表（溶媒抽出工程は通知法を参考）

2006年： ポジティブリスト制度施行

2007年： Masahiro Okihashi, Food 1 (2007) 101-110 Global Science Books

2008年： STQ法（GC、LC法）確立（溶媒抽出工程はQuEChERSを参考）

2009年： 残農分析用自動前処理装置【STQ-L200】発表

2022年現在： ST-L400と測定までのオンライン分析を提案

以降、公的研究機関をはじめ多くのユーザーを意見を取り入れ改良を続けている。



**長年の経験と実績で残農分析の変更や立上げをサポート
ご導入の後も安心して長期運用を！**



STQ法の概要



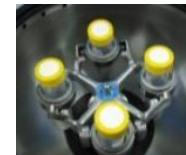
抽出 (QuEChERS参考)



①検体細切、凍結粉碎



②抽出、振とう塩析



③遠心分離

STQマニュアル精製キット



精製



固相ミニカートリッジ
Smart-SPE
Solid Phase Extraction

測定

全自動固相抽出装置

全自動固相抽出装置

ST-L400

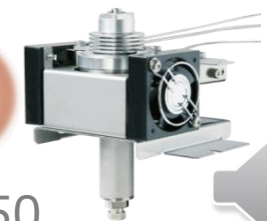
For Smart-SPE AUTOMATION



GC-MS(/MS) + 大量注入
LC-MS/MS測定
AISTI SCIENCE



LVI-S250



STQ法が選ばれる理由

従来または他試験法の課題

- ・ 使用機器が多い
- ・ 試験器具が多い
- ・ 操作が煩雑
- ・ 溶媒量（廃液）が多い
- ・ 精製が不十分
- ・ 間違いやすい操作
- ・ 新人への技術継承
- ・ 測定法がわからない
- ・ メーカーのフォローが手薄

STQ法
なら

前処理キット

- ・ 試験管ラックで操作性UPと誤操作防止
- ・ 小さなSmart-SPEで溶媒少量
- ・ 多段精製で精製度が高い
- ・ 洗浄器具は試験管のみ



自動前処理装置

- ・ 精製工程を完全自動処理
- ・ 妥当性評価も自動
- ・ 引継ぎ労力軽減



その他（アイスティサイエンス）

- ・ 学会発表、技術資料多数
- ・ 導入前の訪問実演
- ・ 導入後のフォロー、相談受付
- ・ 元機器メーカーや受託機関など経験者複数在籍
- ・ ユーザー参加の研究会の定期開催
- ・ 測定機器メーカー各社とコラボ
- ・ ISO17025認定実績多数



STQ法ランニングコスト



対象成分や測定機器により

1,400円～2,500円/検体（税抜定価）
（抽出工程から精製までの全工程、試薬や消耗品含む）
（難試料は精製追加をご提案する場合あり）

充実精製なのに意外と安いSTQ♪

- 精製を充実させることで、測定装置へ汚染負担を軽減しが長持ち。
- メンテナンス頻度も減りオペレーターの負担も抑制。
- 精製に少しコストをかけるだけでトータルで考えるとメリット大♪



精製法の違い（例：積層カラム精製との比較/玄米）



積層カラム精製

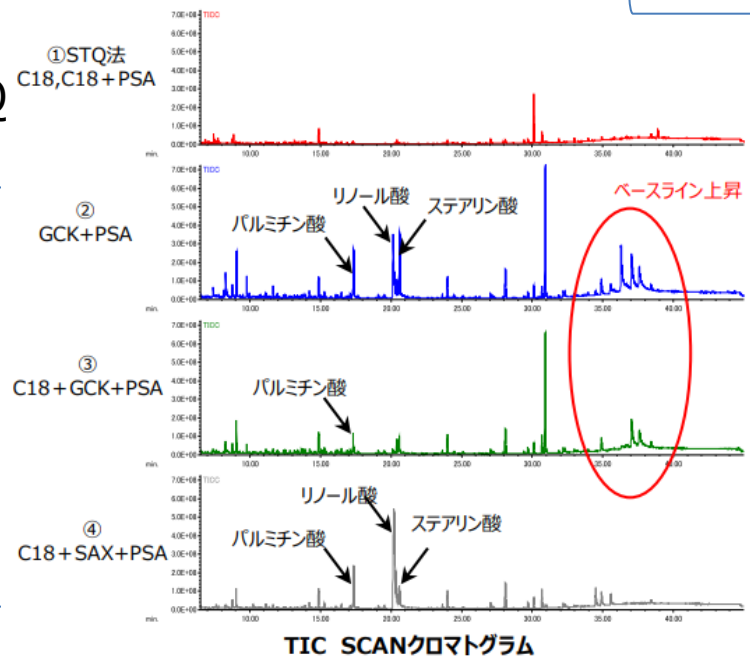
公定法などに採用されている積層カラムを通過させるだけでは、精製後の溶媒を乾固させると析出物が出現。

また、測定結果でも各種脂肪酸の検出を確認。有色成分だけが夾雑物ではない。

STQ-GC-B法ではいずれも出現していない。

STQ

積層カラム精製



加工食品中の残留農薬分析



加工食品中の残留農薬分析の難しさ

ポジティブリスト制度について Q&A (抜粋)

Q：非常に高度に加工され、農薬等の残留がないことが明らかな食品も本制度の対象になりますか

A：本制度では、加工の程度に関係なく全ての食品が規制の対象となります。

(参考：厚生労働省Webサイト)

https://www.mhlw.go.jp/stf/seisakunitsuite/bunya/kenkou_iryuu/shokuhin/zanryu/index.html

加工食品には、野菜以外にも肉、魚、油、調味料、香辛料などが含まれている場合が多く、これらが試験工程や機器に悪影響を及ぼします。ただ、一斉分析におけるこれらの除去は容易ではありませんが、アイスティサイエンスが提案する「STQ法」は精製を重視しているため、加工食品にも対応可能です。



スパイスや生薬などへの対応相談が増加



最近の相談例

- ・ スパイス・・・コショウ、カレールウ、コリアンダー
- ・ 生薬・・・ショウガ、カンゾウ
- ・ 蜜蝋



いずれも、ご導入前に当社にて実験を行い高評価を得ました。
また、各試料と各農薬の特性についても報告をしご満足いただきました。



個別試験法へ応用



グリホサート、グルホシネートと代謝物



グリホサート分析用お試しキット



前処理フロー

抽出

試料採取 1~10g(野菜・果物 10g、大豆 2g、小麦粉 1g) ※1

添加水 (25-(試料の含水量) mL)

振とう抽出 10分

添加アセトニトリル約 25mL
★全量が 50mL になるように調整

振とう 1分

静置 5分 ★タンパク質を変性させる

遠心分離 3,500rpm, 5分

抽出上澄液

抽出上澄液 0.5mL 分取

添加水 1.5mL

試験溶液① 2mL(抽出上澄液:水=1:3)

精製

コンディショニング
アセトン 2mL
メタノール-水 (1/9) 2mL

PBX-10mg: 精製
SCX-30mg: 精製
PSA-50mg: 保持

負荷【保持】試験溶液① 1mL 分取
洗浄 メタノール-水 (1/9) 1mL

PSA-50mg (PBX と SCX を取り外す)

溶出液 溶出 0.14% アンモニア水 0.9mL

添加 10% 酢酸-水 20μL

定容 1mL 水で調整

LC-MS/MS

※1: 小麦粉/食パン/小豆などのデンプンを多く含む試料の場合はお問合せください。

キット内容

グリホサート分析用お試しキット (SS-5030-003) 20,900 円

■ 1 キットで 10 検体分がお試しいただけます。

参考製品名 (※単体購入時の製品名)	入数 (※キットでの入数)	参考型番 (※単体購入時の型番)
① Smart-SPE PBX-10	10個	SA-1260-010
② Smart-SPE PSA-50	10個	SA-1120-050
③ Smart-SPE SCX-30	10個	SA-1123-030
④ Smart-SPE用アダプタ6個入	2個	SA-2020-003
⑤ ディスポーザブルPPリザーバー(小セット)505本入	20本	SB-6011-005
⑥ 押し出しポンプ 中 4本入	1本	SB-4010-004
⑦ メス試験管 18.2mL 共栓付 10本入	2本	SB-3011-021
⑧ 遠沈管 PP製 15mL 100本入	10本	SB-3010-022
⑨ 遠沈管 PP製 50mL 100本入	10本	SB-3010-009
⑩ 試験管小 100本入	2本	SB-3010-001



【お出し品】

固相の保持・溶出しに便利な「固相カートリッジ」が標準で付いており、試料の抽出・洗浄・溶出に便利です。「残留農薬分析用試験管パック」はお試しキットご購入時にお試しいただけます。



株式会社 アイスティサイエンス

【本社】
和歌山県和歌山市有本18-3
TEL 073-475-0033
www.aisti.co.jp Mail: as@aisti.co.jp

【東京支店】
埼玉県東武市浦和1丁目11アドヴィス610
TEL 048-424-8384

価格は全て税込み表示です
2021年12月9日版

精製

固相を連結する...①

コンディショニング...②
アセトン 2 mL
メタノール-水 (1/9) 2 mL

PBX-10mg: 精製
SCX-30mg: 精製
PSA-50mg: 保持

負荷【保持】試験溶液① 1 mL 分取...③

洗浄 メタノール-水 (1/9) 1 mL...④

PSA-50mg (PBX と SCX を取り外す)...⑤

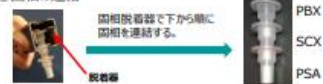
溶出液 溶出 0.14% アンモニア水 0.9 mL...⑥

添加 10% 酢酸-水 20 μL...⑦

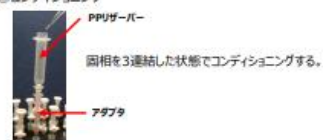
定容: 1 mL 水で調整

精製のポイント

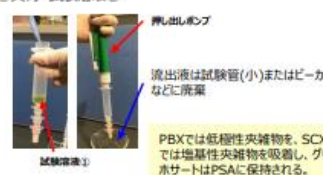
①固相の連結



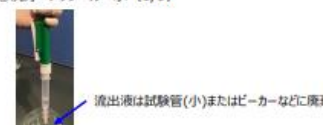
②コンディショニング



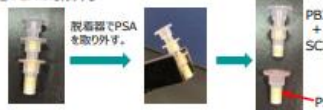
③負荷 試験溶液①



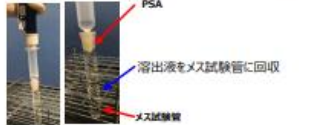
④洗浄 メタノール-水 (1/9)



⑤PSAの取り外し



⑥溶出



⑦添加 5%酢酸水

試料のpHを中性〜酸性にすることで測定時に移動相との中和反応を防ぐ。

測定条件

LC: UHPLC(Nexera X2) (島津製作所)

分析カラム TSKgel SuperIC-AP,

4.6 mm I.D. x 7.5 cm

移動相 A液: 1% 酢酸-アセトニトリル

B液: 1% 酢酸-水

流速 0.8 mL/min

グラジエント B Conc. 5%(1 min)-95%(3-19 min)
-5%(20-24 min)

カラム温度 40℃

注入量 2~20 μL(試料の基準値に応じて変更)

MS: LCMS-8045 (島津製作所)

イオン化モード ESI positive/negative



サルファ剤・キノロン剤分析用お試しキット



前処理フロー

抽出

- 試料採取 5g**
- 添加水 (5-(試料の含水量)) mL
 - 添加 アセトニトリル 10 mL
- ホモジナイズ 13,000rpm, 1分
- 添加 NaCl 0.5g
- 振とう溶解 10秒
- 添加 無水硫酸マグネシウム 2g
- 振とう 1分
- 遠心分離 3,500rpm, 5分
- アセトニトリル層 (1)
- 残渣 (試料層・水層)
 - 添加 5% 硝酸含有アセトニトリル 10 mL
- ホモジナイズ 13,000rpm, 1分
- 遠心分離 3,500rpm, 5分
- 5% 硝酸含有アセトニトリル層 (2)
- (1) と (2) 合算
- 定容: 20 mL アセトニトリルで調整
- アセトニトリル層抽出液**

精製

- C18-50mg: 精製**
- コンディショニング
アセトニトリル・水 (8/2) 2 mL
アセトニトリル 2 mL
 - PSA-30mg: 精製**
 - 負荷 [通液] アセトニトリル層抽出液 1 mL 分取
 - 通液 2% 硝酸含有アセトニトリル・水 (8/2) 0.3 mL
 - 流出液
 - 添加水 0.5 mL
 - 試験溶液①**
- C18-30mg: 精製**
- コンディショニング
アセトニトリル 2 mL
アセトニトリル・水 (8/2) 2 mL
 - 負荷 [通液] 試験溶液①
 - 通液 2% 硝酸含有アセトニトリル・水 (8/2) 0.2 mL
 - 定容: 2 mL 水で調整
 - ↓
 - LC-MS/MS

キット内容 サルファ剤・キノロン剤分析用お試しキット (SS-5030-009) 20,900 円

■ 1 キットで 10 検体分がお試しいただけます。

参考製品名 (単体購入時の製品名)	入数 (キットでの入数)	参考型番 (単体購入時の型番)
① Smart-SPE C18-30	10個	SA-1110-030
② Smart-SPE C18-50	10個	SA-1110-050
③ Smart-SPE PSA-30	10個	SA-1120-030
④ Smart-SPE用アダプタ6個入	2個	SA-2020-003
⑤ ディスポーザブルPPリザーバー小セット 500本入	20本	SB-6011-005
⑥ 押し出しポンプ中継 4本入	1本	SB-4010-004
⑦ メス試験管 1&2mL 共検付 10本入	2本	SB-3011-021
⑧ 洗浄管 PP製 50mL 100本入	10本	SB-3010-009
⑨ 試験管小 100本入	2本	SB-3010-001
⑩ 試験管大 10本入	2本	SB-3010-003
⑪ 無水硫酸マグネシウム	30g	和光純薬137-1235



※ 試薬 (11) は写真がありませんが、キットと同梱されております。

【お出し品】
固相の連結・取外しに便利な「固相カートリッジ装着器」及び前処理作業に便利な「残留薬量分析用試験管テイク」はお試しキットご購入時にお出し可能です。



株式会社アイスティサイエンス
[本社] 和歌山県和歌山市有本18-3
TEL 073-475-0033
www.aisti.co.jp Mail: as@aisti.co.jp
[東日本営業所] 埼玉県朝霞市浜崎1丁目1-31アド/ンス610
TEL 048-424-8384

価格全て税込み表示です
2021年04月01日現在

精製

- 固相を連結する...①
- C18-50mg: 精製**
- コンディショニング...②
アセトニトリル・水 (8/2) 2 mL
アセトニトリル 2 mL
 - PSA-30mg: 精製**
 - 負荷 [通液]
アセトニトリル層抽出液 1 mL 分取...③
 - 通液
2% 硝酸含有アセトニトリル・水 (8/2) 0.3 mL...④
 - 流出液
 - 添加水 0.5 mL
 - 試験溶液①**
 - コンディショニング
アセトニトリル 2 mL
アセトニトリル・水 (8/2) 2 mL
 - C18-30mg: 精製**
 - 負荷 [通液] 試験溶液①...⑤
 - 通液 洗液
2% 硝酸含有アセトニトリル・水 (8/2) 0.2 mL...⑥
 - 定容: 2 mL 水で調整

精製のポイント

- ①固相の連結
- 装着器がある場合 or 装着器がない場合
- 固相を平面上に押し付け奥までしっかりと押し込む。
- ②コンディショニング
- PPリザーバー アダプタ
- ③負荷 アセトニトリル層抽出液
- アセトニトリル層抽出液 押し出しポンプ
- 流出液は試験管 (小) に回収
- ④通液 2% 硝酸含有アセトニトリル・水 (8/2)
- 流出液は③と同じ試験管 (小) に回収
ここに水 0.5 mL を添加して試験溶液①とする。
- ⑤負荷 試験溶液①
- メス試験管 C18-30
- 流出液はメス試験管に回収
- ⑥通液 洗液 2% 硝酸含有アセトニトリル・水 (8/2)
- 試験管 (小) 洗浄
- 試験溶液①の入っていた試験管 (小) に 2% 硝酸含有アセトニトリル・水 (8/2) を入れ、その洗液を通液する。
流出液は⑤と同じメス試験管に回収

測定条件

- LC: UHPLC (Nexera X2) (島津製作所)
- 分析カラム YMC-Triart C18,
2.1 mm I.D. x 150 mm L, S-3 μm
- 移動相 A液: 0.1% 硝酸水溶液
B液: 0.1% 硝酸アセトニトリル溶液
- 流速 0.2 mL/min
- グラジエント B Conc. 1% (0 min) - 15% (1 min) - 40% (6 min) - 100% (10-15 min) - 1% (15.01-18 min)
- カラム温度 40 °C
- 注入量 5 μL (+10 μL 水 共注入)
- MS: LCMS-8045 (島津製作所)
- イオン化モード ESI positive and negative



その他対応個別法など

- ジチオカルバメート系
- ネオニコチノイド系
- マラカイトグリーン
- カビ毒
- など



STQ法関連・装置



凍結粉碎機

フレステント

NEW!



アイスティサイエンス考案(斎藤勲先生共同開発)・製造・販売

AiSTI SCIENCE



凍結粉碎機 フレストント

凍結粉碎機 フレストント

凍結粉碎機 フレストント
FST-4000



内鍋方式

インターロックによる
安全設計

固い試料を木っ端みじん！逆回転による
リバースクラッシュ機能

3500rpm の高速回転
シンプルな
ワンスイッチ設計

順回転で粉碎
逆回転で峰打ちリバースクラッシュ



回転数の見える穴付き



容量: 4.0 L
容器材質: ステンレス
回転数: 3,500rpm

冷気を逃がさない
二層式断熱構造

断熱層①

断熱層②



食品試料がパウダー状に

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碎！
試料のパウダーまで粉碎しばらつきや偏りをより小さく



残留農薬分析用前処理装置 ST-L400

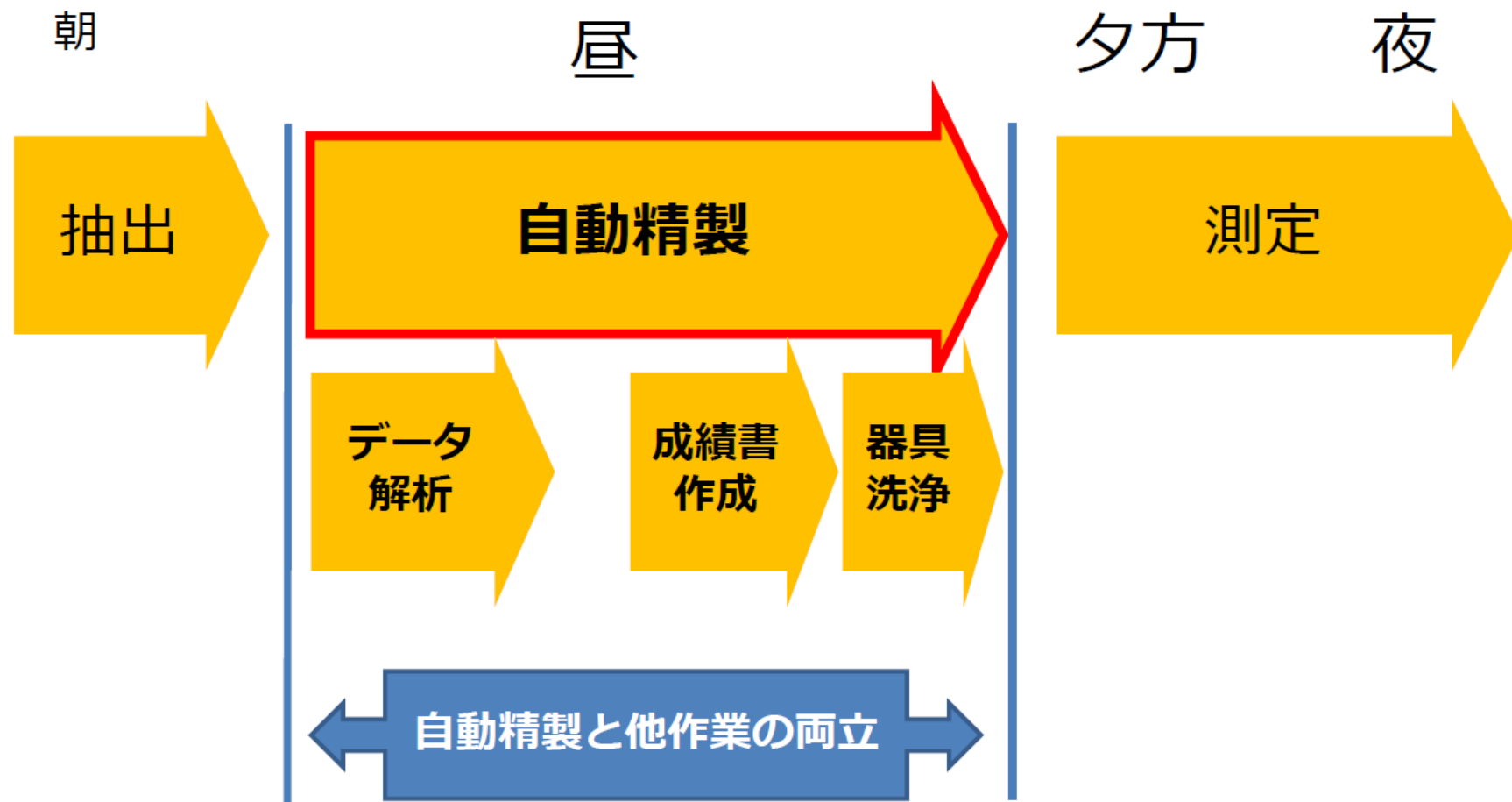


- タッチパネルによる直感的な簡単操作
- 20検体連続自動処理
(異なるメソッドも自動切り替え)
- 多段精製の自動処理
(固相コンデショニング、夾雑精製、農薬保持、固相乾燥、固相脱着、溶出)
- 迅速農薬分析法【STQ法】各手法搭載
(GC法3種、LC法、グリホサート類など)
- メソッドを作成可能
- シーケンスやログをファイルとして保管

反復数の多いバリデーションも自動前処理で楽々！
担当者の異動の際も新任当日から平常運転！



自動前処理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



GC用大量注入口 LVI-S250

最大**200 μ L**注入可能（通常 \sim 50 μ L）

～作業メリット～

前処理で濃縮省略

試料少量化

エバポレーター不要

過剰乾固体の心配不要

ガラス器具減少

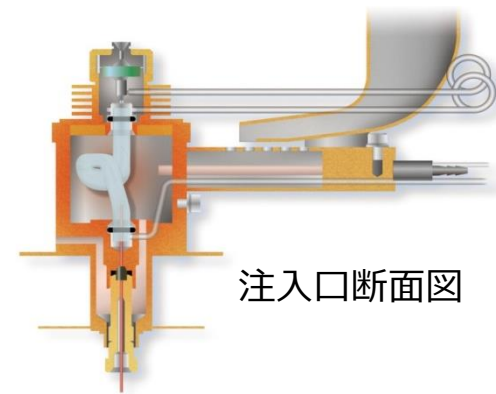
～測定装置メリット～

感度上昇（数十 \sim 百倍）

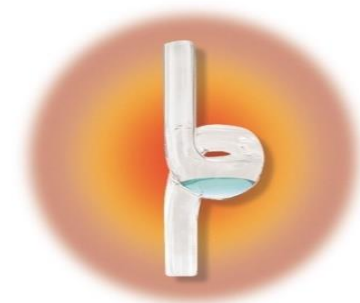
スキャン分析

スペクトル確認で信頼性向上

マトリクス成分把握



注入口断面図



スパイラルインサート
（胃袋型インサート）

ヘリウム代替ガスの感度低下対策にいかがですか？

各社GCメーカーに対応（要相談）



残農分析以外にも様々ご提案

- 水質分析用 オンラインSPE-GCシステム 【SPL-P100】
→水質分析の固相抽出からGC/MS測定まで完全自動
- メタボローム分析用 オンラインSPE-GCシステム 【SPL-M100】
→固相誘導体化技術で脱水・誘導体化・GC/MS測定完全自動
- オンラインSPE-LCシステム 【SPL-W100】 **NEW!**
→固相抽出からLC・LC/MS測定まで完全自動
- オンラインSPE-LC-GCシステム 【SPL-X100】 **NEW!**
→固相抽出とLC+GC/MSを直列接続オンライン分析装置
- におい分析用 固相捕集-溶媒溶出オンラインGCシステム **NEW!**
→揮発性成分を固相に保持、溶出、GC/MS測定装置
- 多検体同時処理型固相抽出装置 【ST-R100】 **NEW!**
→シンプルな固相抽出を複数検体同時処理可能



HPにWebセミナー情報や技術資料多数掲載



STQ法ガイドブック



残留農薬分析
動物用医薬品分析
カビ毒分析

STQ法ガイドブック2021

Solid Phase Extraction Technique with QuEChERS method



株式会社 アイスティサイエンス

【5月のWeb技術セミナー】

開催形式：オンライン（ZOOM）

ZOOMアプリケーションをインストール頂くか、WEBブラウザからも参加いただけます。

参加費：無料

[弊社Webサイト](#) [イベント案内](#)

■5月16日（月）13:30-14:30

STQ法ガイドブック徹底解説！第8回

「応用例Part2」個別分析法-1

①グリホサート・グルホシネート、②TPN・キャプタン・カプタホール・ホルペット

[お申込みはこちら](#)

■5月23日（月）13:30-14:15

オンライン固相抽出-GC/Sシステム -水質分析編- 第4回

分析例のご紹介③-ジェオスミン・2-メチルイソボルネオール-

[お申込みはこちら](#)

○お申し込み後の流れ

お申込み後、自動返信にて受付完了メールをお送りいたします。

開催前日に参加URLをメールでお送りいたしますので、当日アクセスください。

※同業他社やフリーメールでのご参加はご遠慮いただいております。

【過去の開催をオンデマンド公開】

ご視聴をご希望の方は、パスワードを発行いたします。下記リンクよりアクセスください。

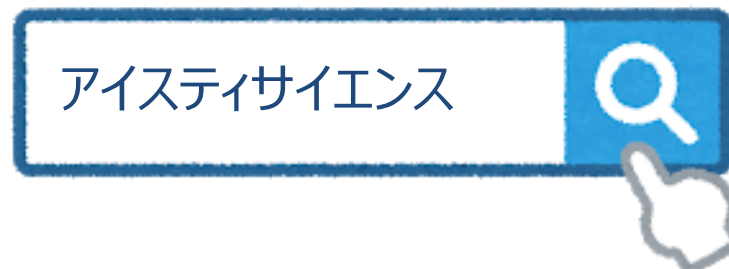
[視聴ページはこちら](#)

[視聴パスワードのご請求はこちら](#)



分析立ち上げ、導入のお手伝いもしています！
残農分析について、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/>

