

残留農薬/水質分析の自動化

分析立ち上げ相談もお気軽に！
野菜～加工食品まで実績多数、水質分析は測定まで全自動、
He不足提案も



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. 分析の効率化を考えてみませんか？
2. 残留農薬分析の自動化
3. 水質分析の自動化
4. お役立ち情報サイトのご紹介

本日の内容

1. **分析の効率化を考えてみませんか？**
2. 残留農薬分析の自動化
3. 水質分析の自動化
4. お役立ち情報サイトのご紹介

働き方が多様化する中、 分析も効率化しませんか？



本日は「残留農薬分析」・「水質分析」の自動化
を中心にご紹介します。

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

本日の内容

1. 分析の効率化を考えてみませんか？
- 2. 残留農薬分析の自動化**
3. 水質分析の自動化
4. お役立ち情報サイトのご紹介

残留農薬分析の労力を前処理だけで 考えていませんか？

重要なのは

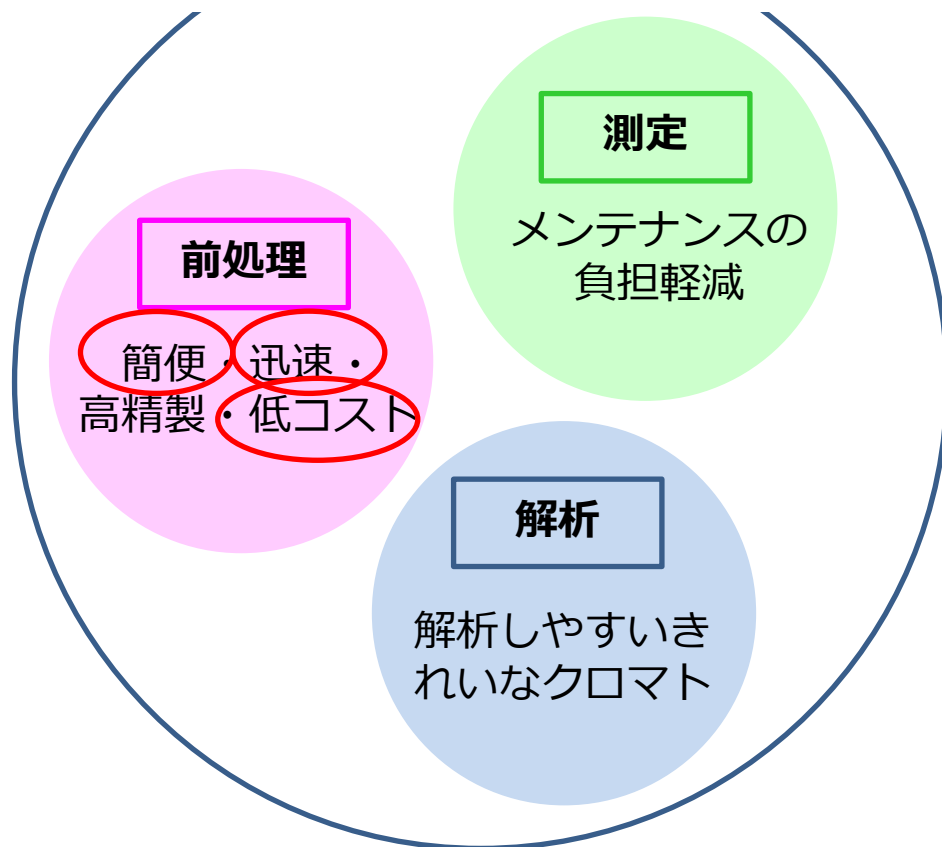
- ・ 前処理
- ・ 測定
- ・ 解析

と**トータル**で運用したときに
に効率的であることです。



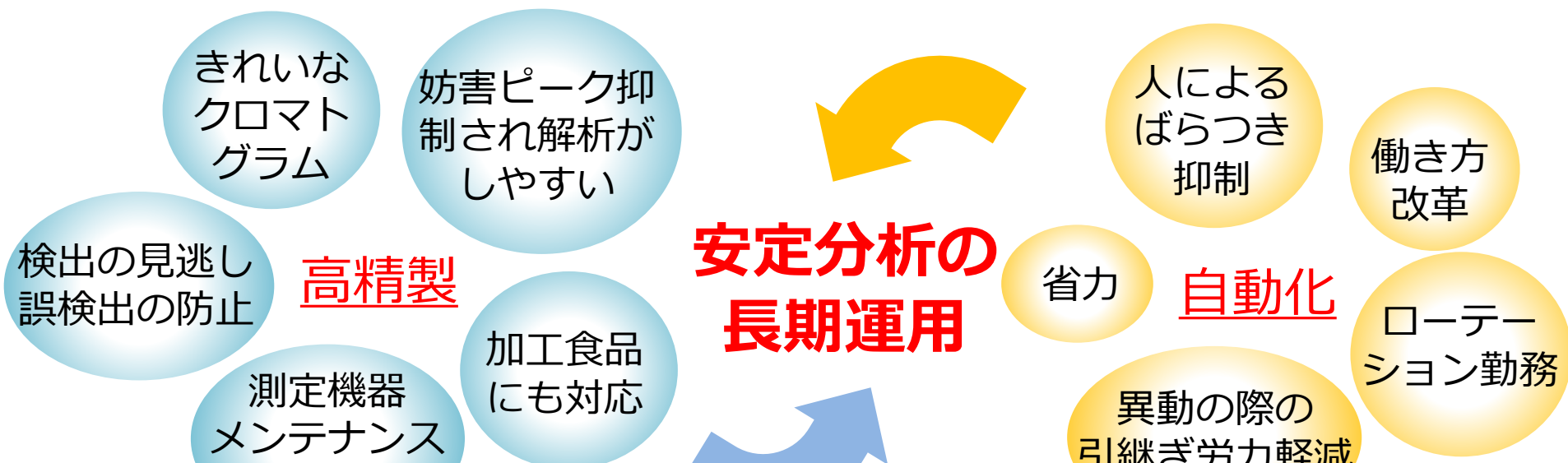
アイスティサイエンスの
コンセプト

バランスのとれた運用



アイスティサイエンスのコンセプト

「簡便・迅速・低コスト」
 だけでなく
「高精製・自動化」と「安定性の持続」を！！



そこでご提案するのがSTQ法です

STQ法の概要



QuEChERS法と固相カートリッジ精製を組み合わせることで**操作性**と**高精製**の両立を可能にした方法

STQ法 : **S**olid Phase Extraction **T**echnique with **Q**uEChERS method



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



全自動固相抽出装置 ST-L400の特長

固相のコンディショニングから分析後のライン洗浄まで自動処理！

- 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

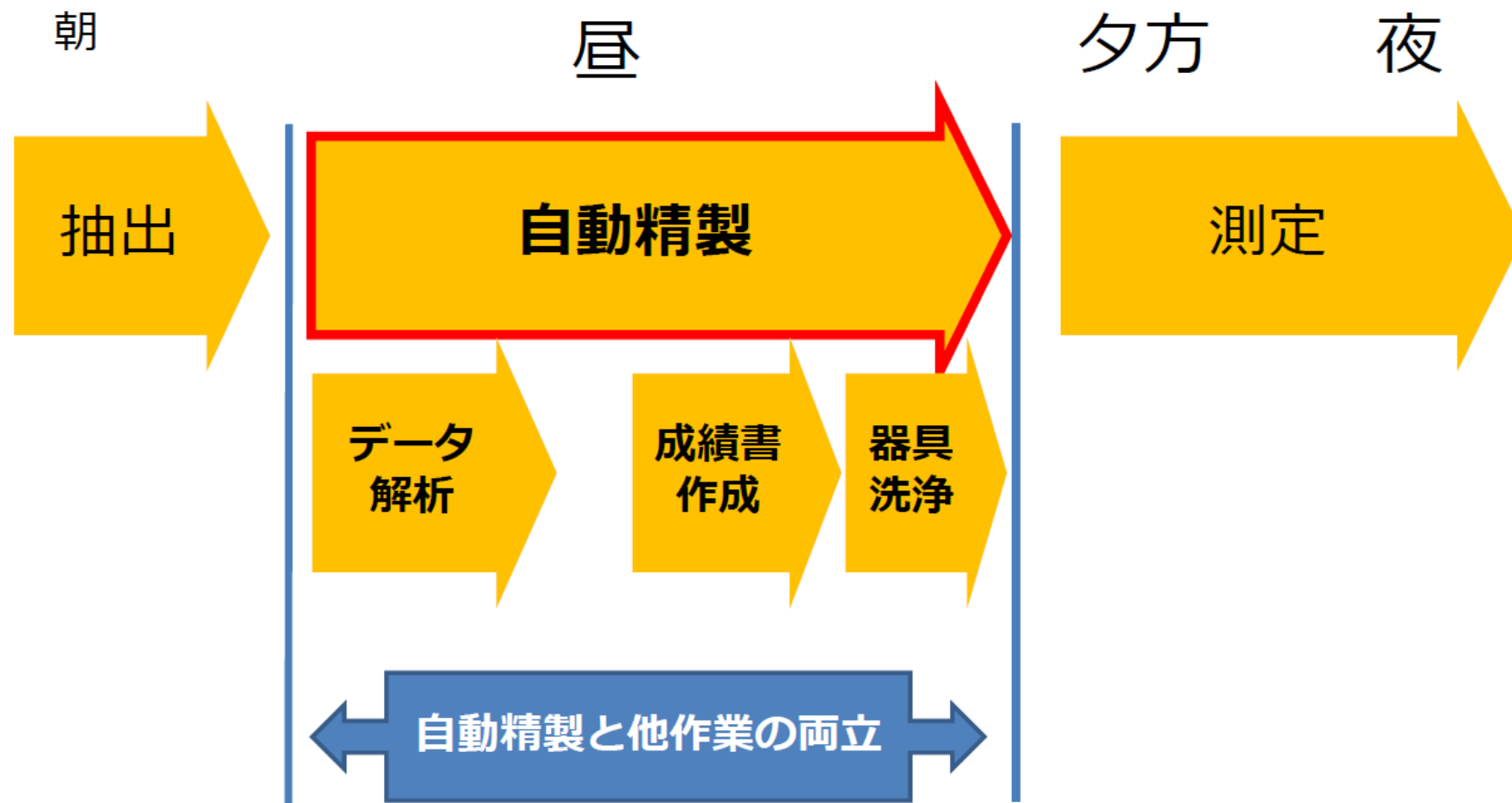


全自動固相抽出装置
ST-L400



固相抽出なら残農以外もOK

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！

残留農薬分析での最近のトレンド

このようなご相談が増えてます。

- **通知法から他試験法への移行**
- **手操作から自動化**
- **分析の立ち上げ**

アイスティサイエンスは、これまでの経験をもとにコンサルに近いサポートも行っています。



アイスティサイエンスのSTQ法が選ばれる理由

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

- ・ 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法はこんな内容にも対応しています！

■加工食品中の残留農薬分析

精製重視なので
加工食品にも対応可能です！

【アプリケーションノート】

冷凍餃子、冷凍あんかけ焼きそば、冷凍お好み焼き、エビフライ弁当、
冷凍から揚げ、サンドイッチ、さくらんぼシロップ漬け、青汁、日本酒、
赤ワインなど



【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

■個別試験法へ応用

一斉分析ではありません！
農薬だけでもありません！

- ・ グリホサート・グルホシネート
- ・ 動物用医薬品
- ・ 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

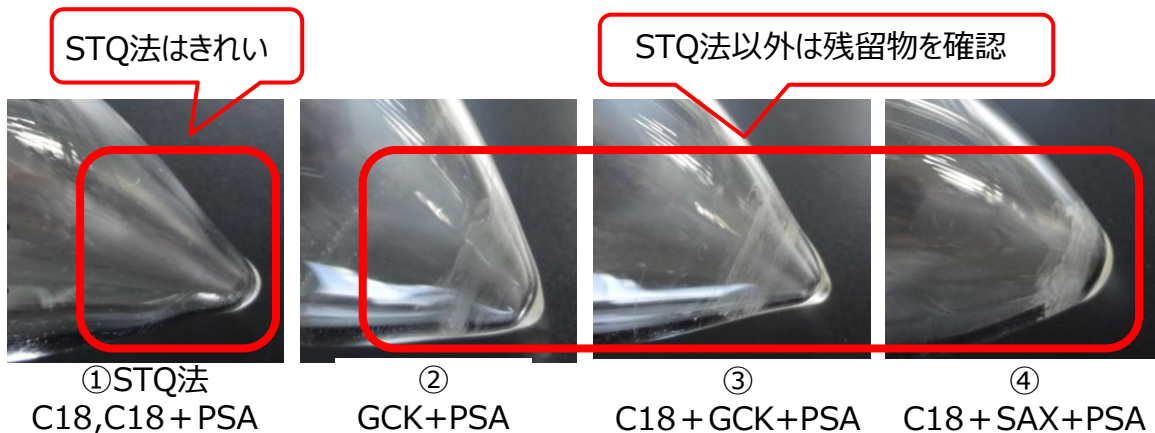
お試しキットも好評発売中！



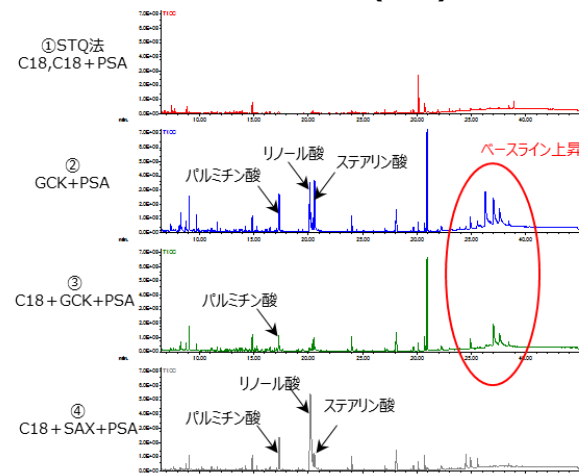
STQ法の精製効果

溶出液濃縮乾固後の残留物（玄米）

<http://www.aisti.co.jp/common/pdf/as210205.pdf>

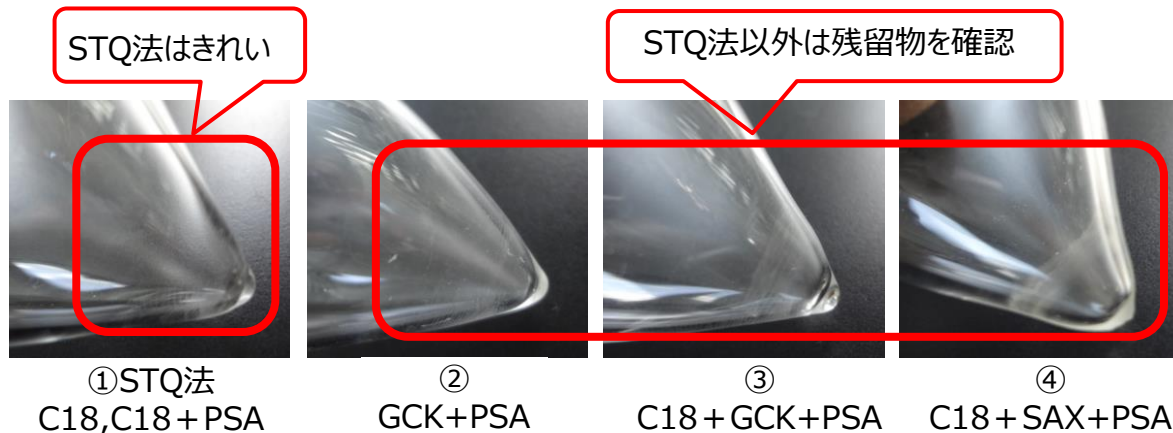


GC/MS TIC SCANクロマトグラム
(玄米)

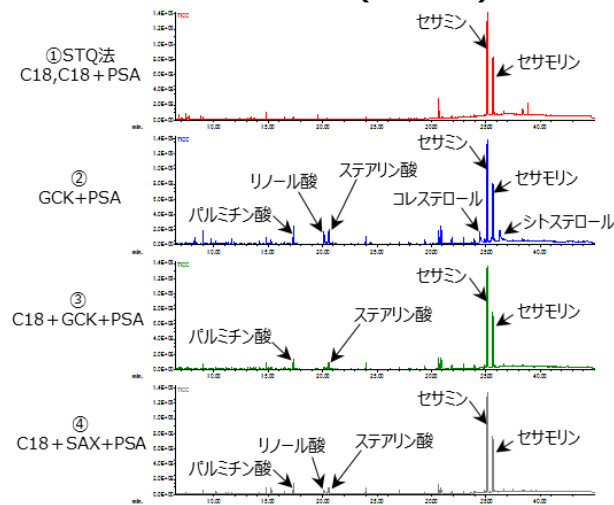


溶出液濃縮乾固後の残留物（冷凍餃子）

<http://www.aisti.co.jp/common/pdf/as210206.pdf>



GC/MS TIC SCANクロマトグラム
(冷凍餃子)



自動化ではありませんがSTQ法には欠かせません！

予冷式ドライアイス凍結粉碎法

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」をご提案しています。

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

凍結粉碎機 フレステント 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碎
- 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碎可



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おります。

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

JASIS開催期間中 弊社ブースにて実演！！

本日の内容

1. 分析の効率化を考えてみませんか？
2. 残留農薬分析の自動化
- 3. 水質分析の自動化**
4. お役立ち情報サイトのご紹介

オンライン固相抽出(SPE)システムとは

試料をセットするだけで
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。

【本日より紹介する装置】

- **SPL-P100** : 固相抽出してGC-MSで測定
- **SPL-W100** : 固相抽出してLC-MSで測定

オンラインSPE-GCシステム SPL-P100

オンラインSPE-GC 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。
オプション(FE)を装着することにより(気相)分析も可能になります。



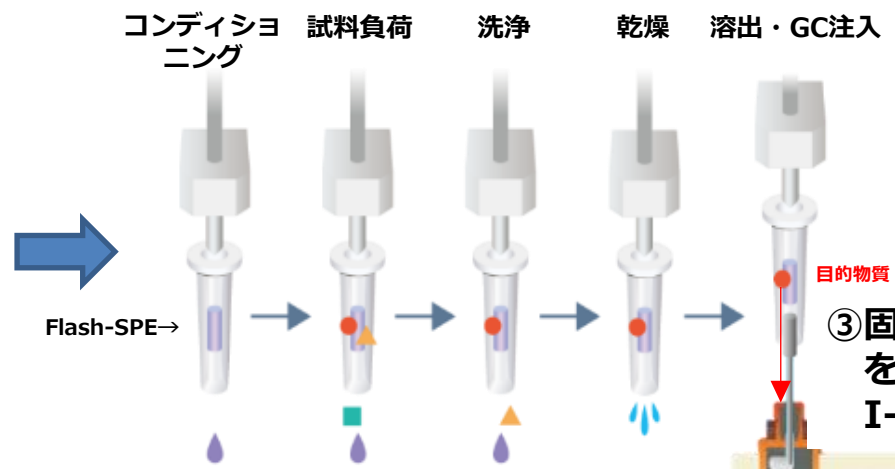
SPL-P100の概要



① 試料をバイアルに分注、SPL-P100FEにセット

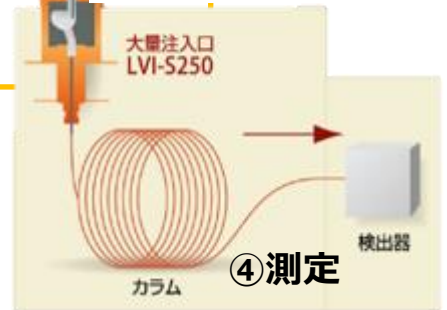


② 固相カートリッジFlash-SPEを用いて固相抽出

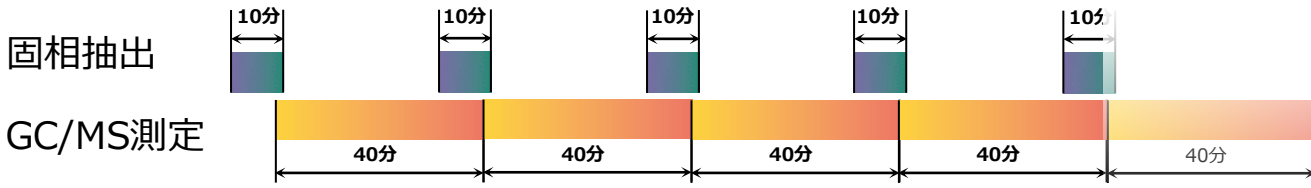


オンラインSPEシステム専用固相Flash-SPE

③ 固相からの溶出液を大量注入装置LV I-S250に全量注入

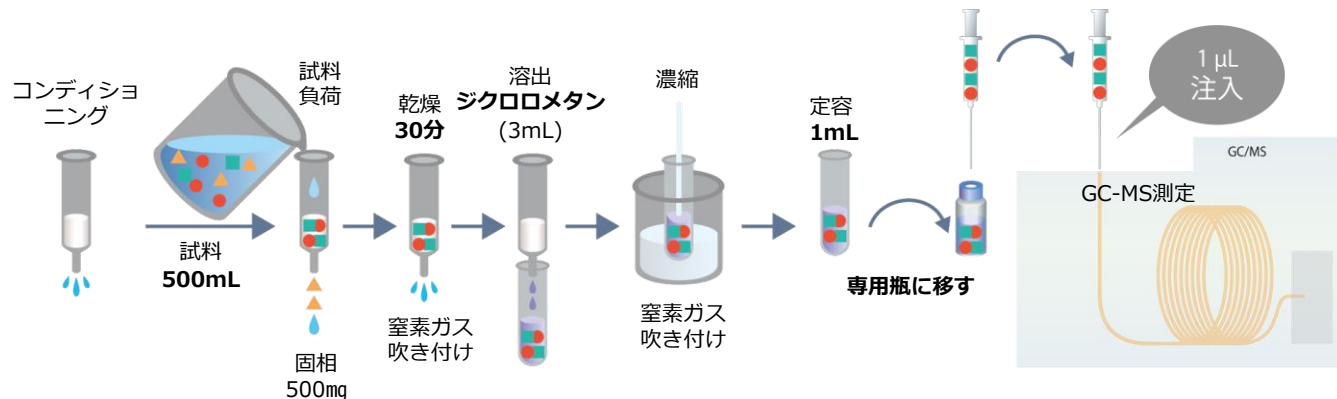


固相抽出とGC/MS測定をオーバーラップさせることでさらに効率化！



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**

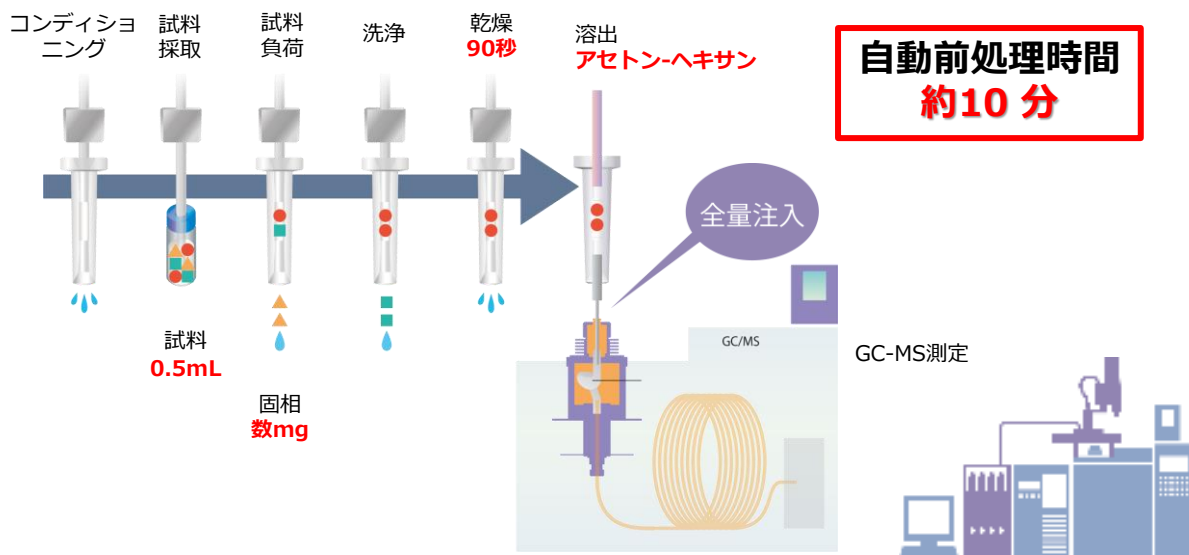
試料(500 mL)を
 500倍濃縮(1 mL)
 そのうち1 μ Lを注入
 試料量：0.5 mL相当

**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

【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**

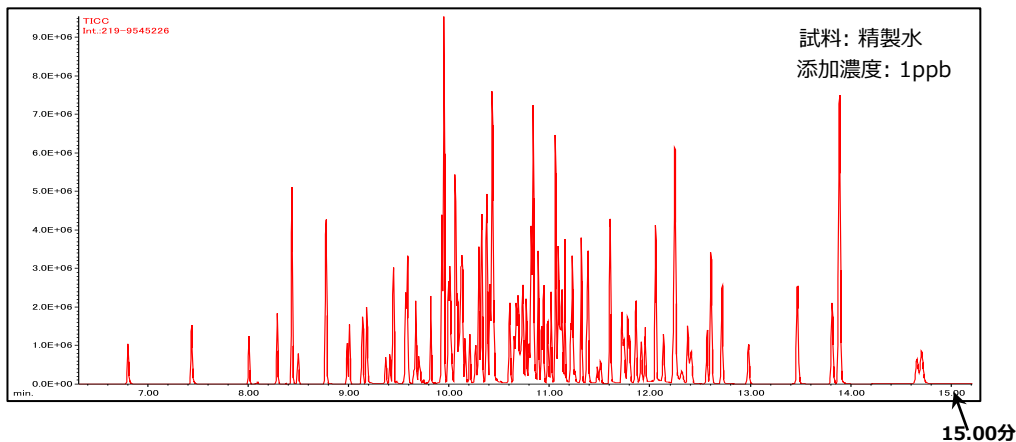
SPL-P100のメリット

- 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

分析例 - 1 : 農薬

農薬成分のSRMクロマトグラム

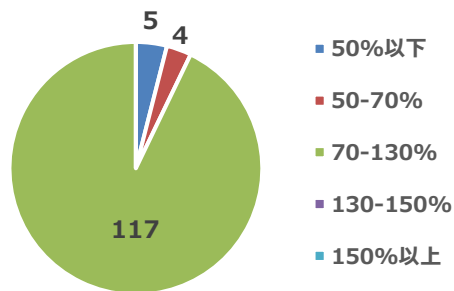
※本データは20 mカラムを使用した
高速分離測定で行っています。



添加回収試験結果

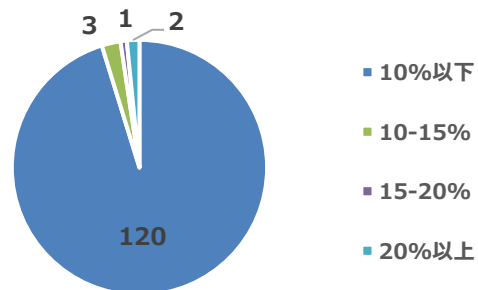
評価対象126成分

回収率

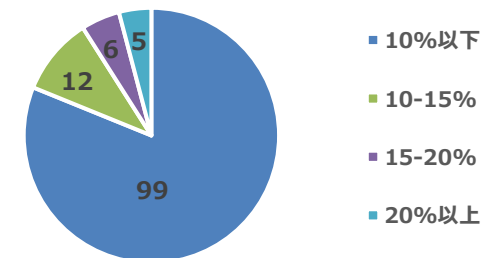
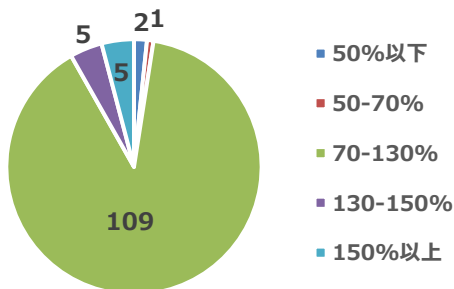


試料中添加濃度
100 ppt

RSD(n=7)



試料中添加濃度
10 ppt



分析例－2：シマジン・チオベンカルブ

添加回収試験結果

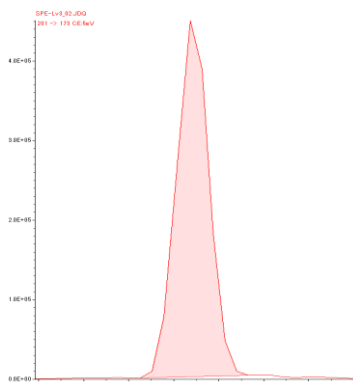
化合物名	(n=7)			
	試料中添加濃度 0.01ppb		試料中添加濃度 0.1ppb	
	回収率(%)	RSD(%)	回収率(%)	RSD(%)
シマジン	93	4.8	96	0.7
チオベンカルブ	86	3.8	93	2.0

* 各ピークの面積値はブランクの値を減算しています。

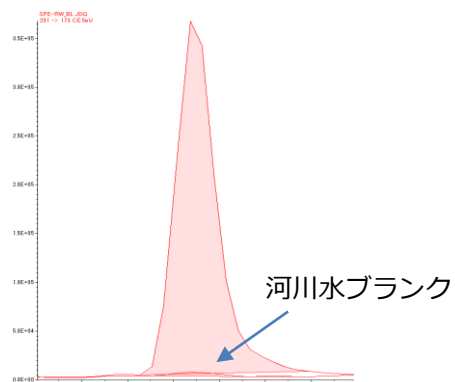
クロマトグラム

シマジン

標準試料0.1ppb
(精製水添加)

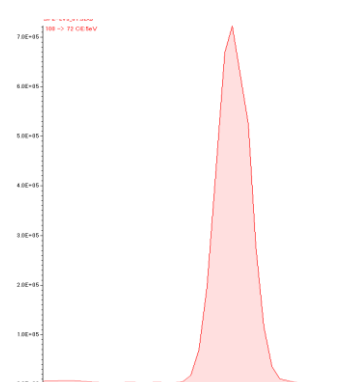


河川水添加試料
(試料中0.1ppb)

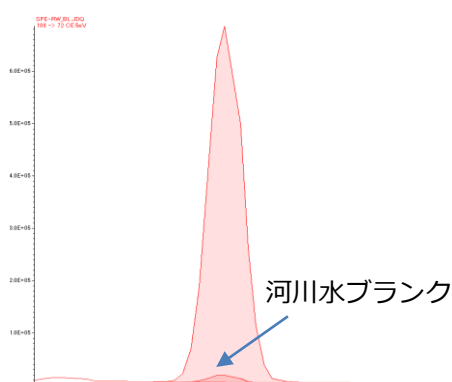


チオベンカルブ

標準試料0.1ppb
(精製水添加)



河川水添加試料
(試料中0.1ppb)

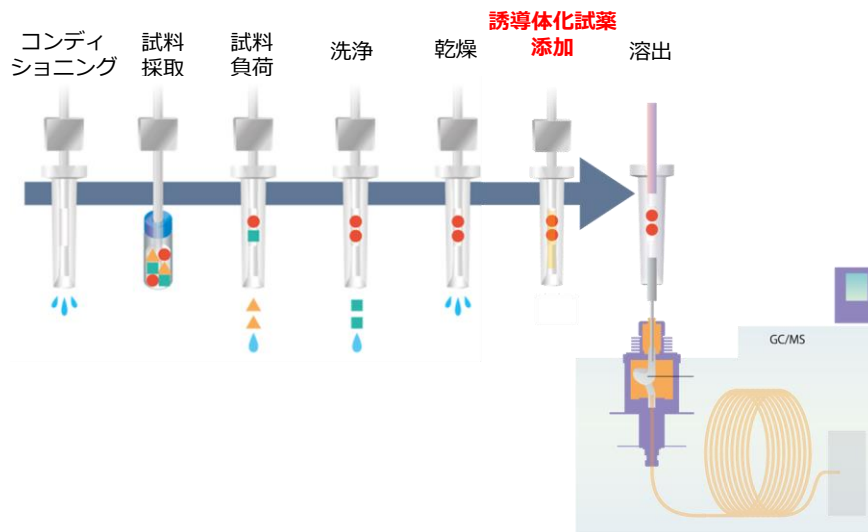


分析例 - 3 : フェノール類

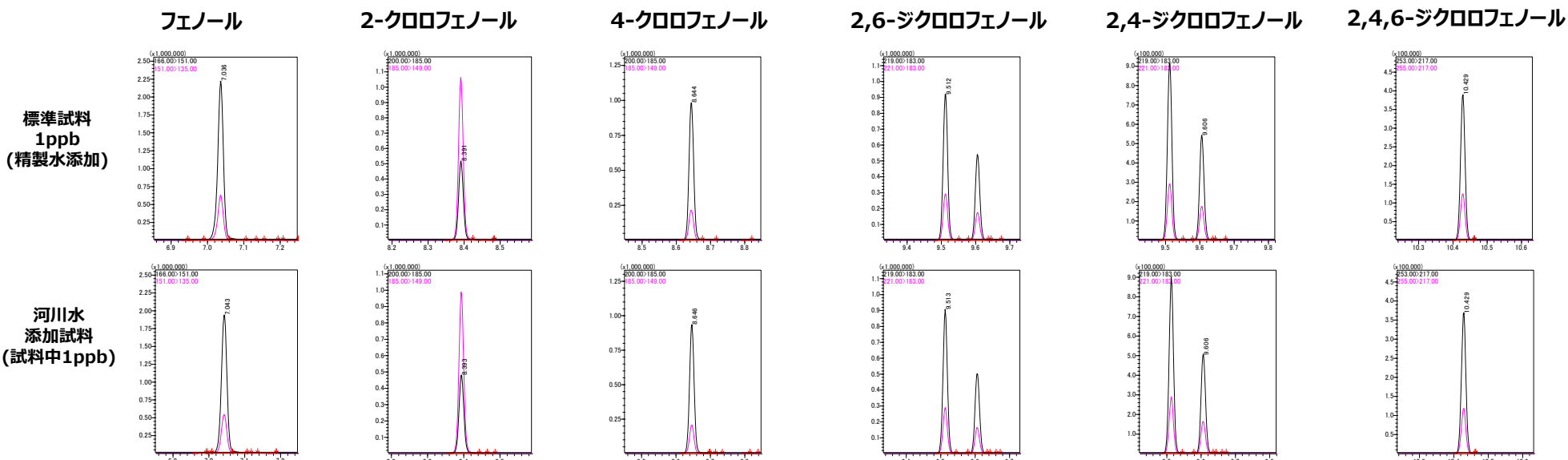
添加回収試験結果

誘導体化法を使用

化合物名	試料中濃度	
	1ppb	
	回収率(%)	RSD(%)
フェノール	91	1.1
2-クロロフェノール	95	2.0
4-クロロフェノール	94	1.9
2,6-ジクロロフェノール	97	2.4
2,4-ジクロロフェノール	95	2.2
2,4,6-トリクロロフェノール	95	1.7



クロマトグラム



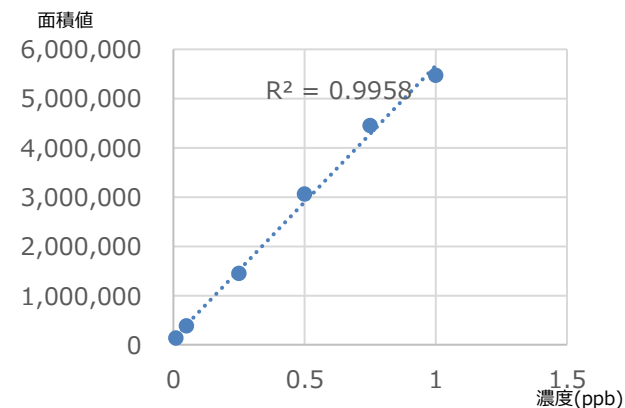
分析例－4：ノニルフェノール

添加回収試験結果

化合物名	(n=5)					
	試料中添加濃度 0.1ppb		試料中添加濃度 0.5ppb		試料中添加濃度 1ppb	
	回収率(%)	RSD(%)	回収率(%)	RSD(%)	回収率(%)	RSD(%)
NP1	116	1.5	115	2.7	104	1.3
NP2	112	1.8	119	2.0	111	0.9
NP3	107	2.2	117	1.4	107	1.2
NP4	118	2.0	118	2.4	112	2.6
NP5	114	2.3	117	1.7	109	1.1
NP6	125	1.7	122	2.4	111	1.1
NP7	121	2.7	123	2.3	112	1.3
NP8	117	1.6	119	2.8	108	1.3
NP9	105	1.6	117	2.4	110	1.6
NP10	130	4.6	117	2.9	110	1.1
NP11	86	1.6	111	2.1	106	1.6
NP12	102	2.0	113	3.2	105	2.1
NP13	114	1.7	113	2.0	110	0.9

* 回収率はブランクの値を減算して算出しています。
* 内部標準物質による補正は行っていません。

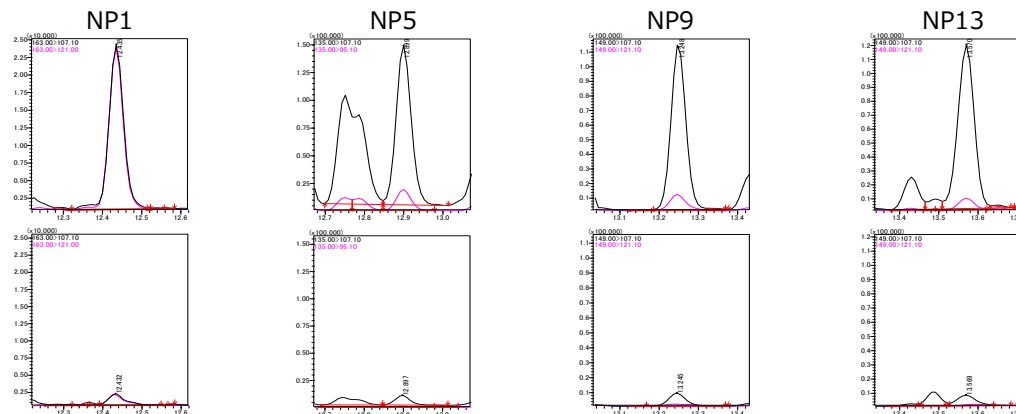
検量線



クロマトグラム

標準試料
0.5ppb
(ミネラルウォーター添加)

ミネラルウォーター
ブランク試料



ミネラルウォーターにおける標準試料(0.5ppb)とブランク試料のMRMクロマトグラムの例

オプション

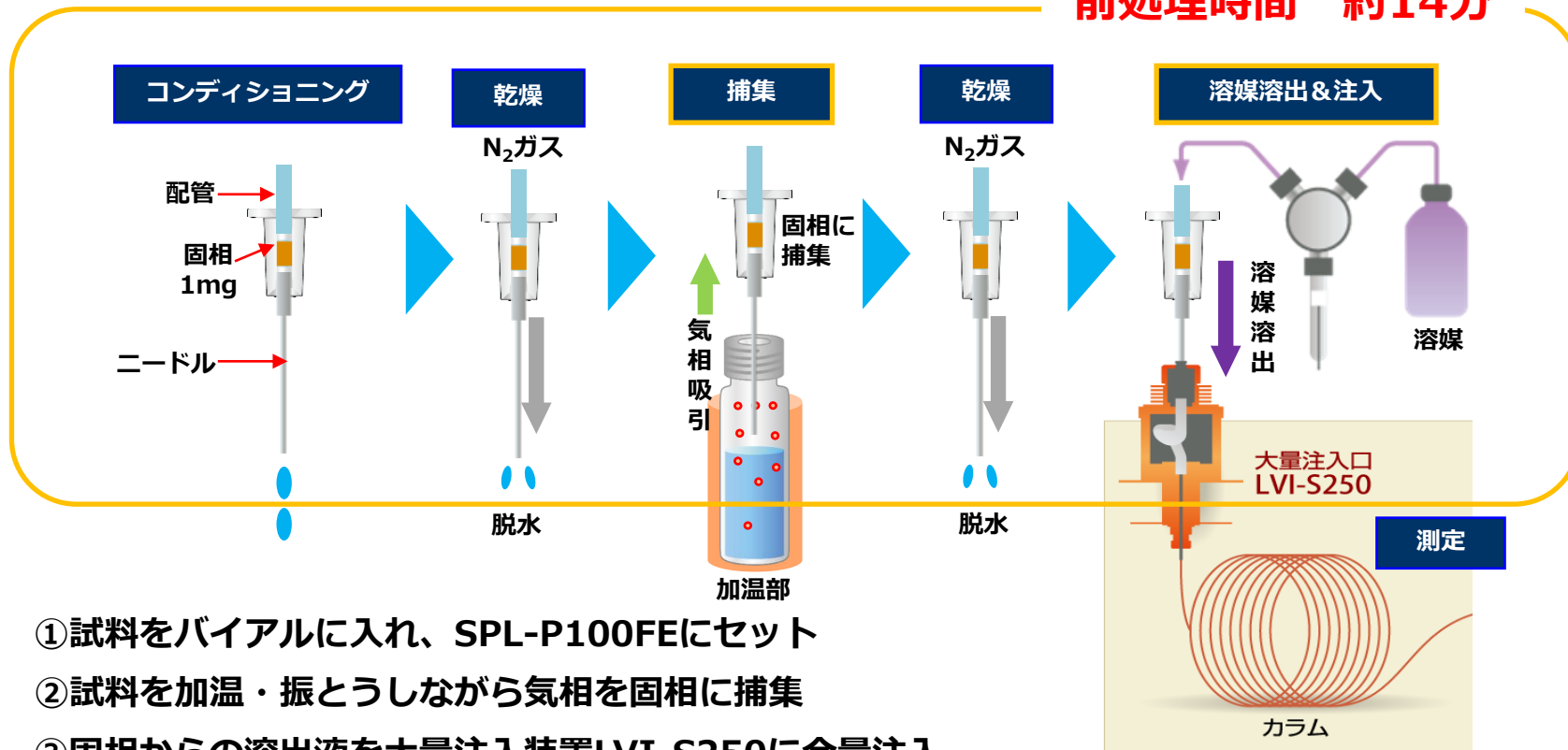
オンラインSPE-GCシステム SPL-P100FE

SPL-P100のオプション：FE

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。

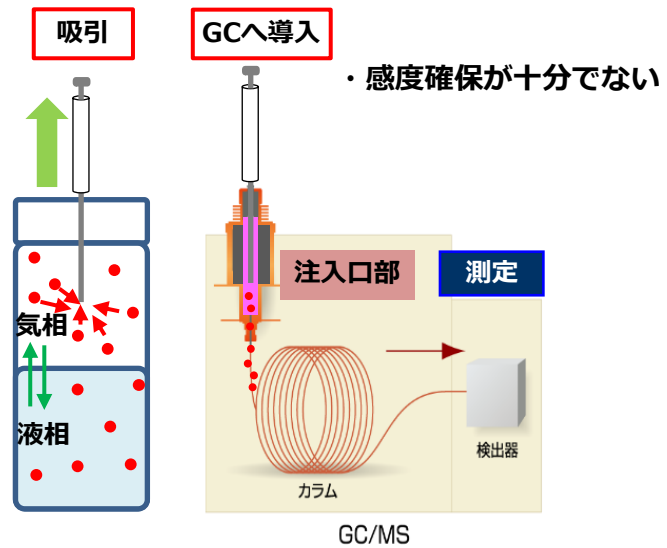
前処理時間 約14分



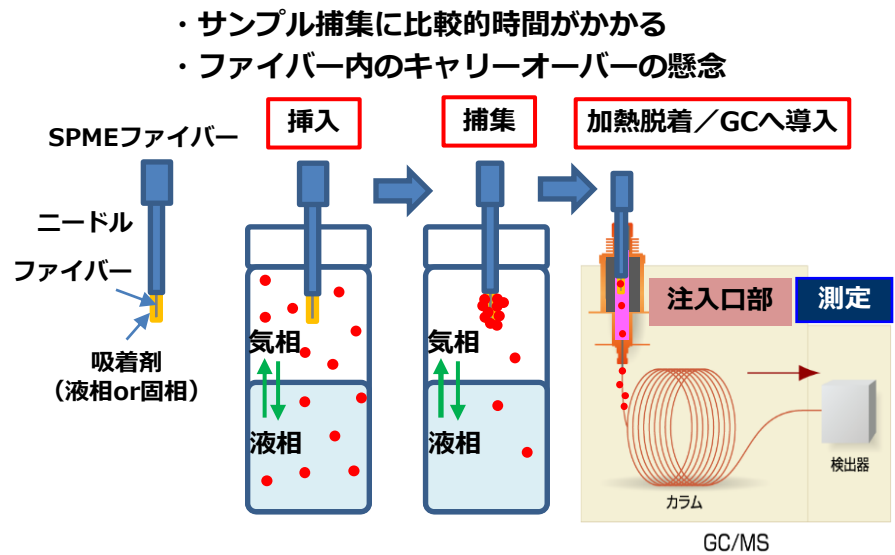
- ① 試料をバイアルに入れ、SPL-P100FEにセット
- ② 試料を加温・振とうしながら気相を固相に捕集
- ③ 固相からの溶出液を大量注入装置LVI-S250に全量注入

SPL-P100FEのメリット 他法との比較

【静的ヘッドスペース】

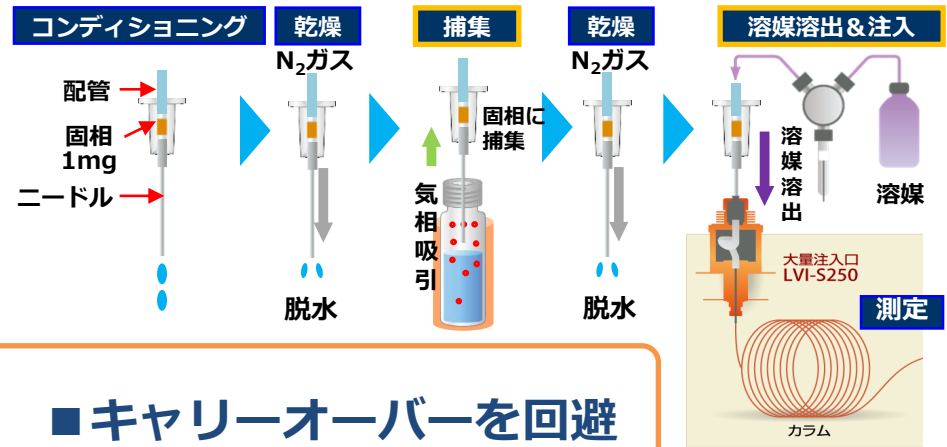


【SPME】



【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



メリット

- 分析時間の短縮
- 感度向上
- キャリーオーバーを回避

SPL-P100FEのメリット

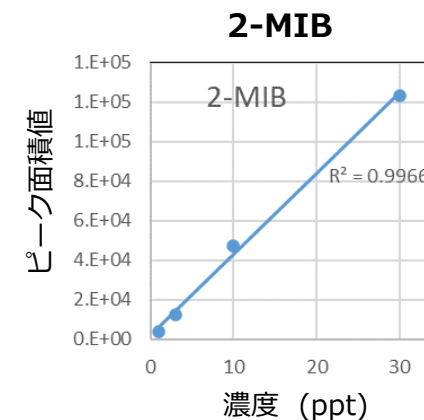
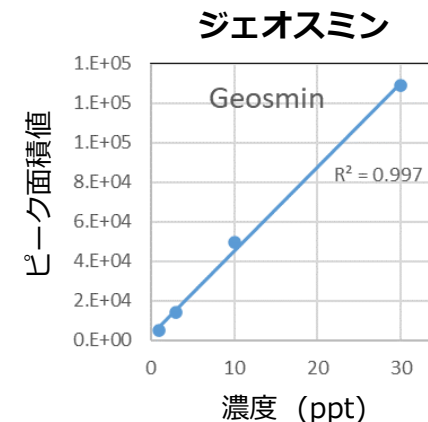
- 固相カートリッジへの気相通気による素早い吸着
- 固相カートリッジはサンプル毎に使い捨て
→ キャリーオーバーや加熱脱着不足の回避
- 固相乾燥工程による気相中の水分の影響を抑制
- 溶媒溶出により固相から確実に目的物質を溶出
→ 熱分解の成分にも対応可
- 溶出液全量注入による高感度分析
- 誘導体化が可能

分析例 - 5 : SPL-P100FEによるカビ臭物質

再現性

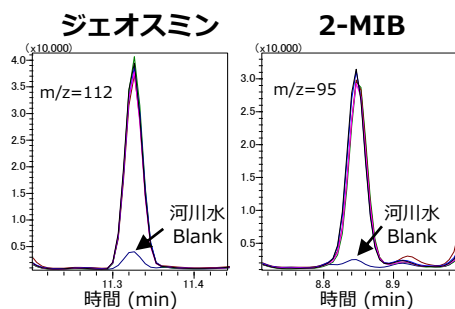
No.	精製水				河川水	
	10ppt添加		1ppt添加		10ppt添加	
	ジオスミン	2-MIB	ジオスミン	2-MIB	ジオスミン	2-MIB
1	60,804	53,040	4,745	3,886	59,470	57,689
2	55,131	51,746	4,367	3,718	56,392	53,566
3	56,763	51,775	4,260	3,259	58,675	56,997
4	58,263	52,973	4,736	3,883	55,197	54,269
5	58,312	54,340	4,292	3,473	60,921	54,815
Ave.	57,855	52,775	4,480	3,644	58,131	55,467
RSD,%	3.6	2.0	5.4	7.5	4.0	3.2

検量線

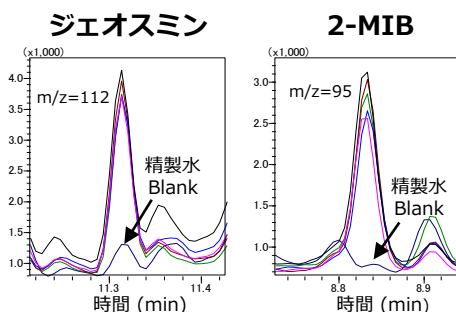


クロマトグラム

河川水中 10 ppt 添加



精製水中 1 ppt 添加

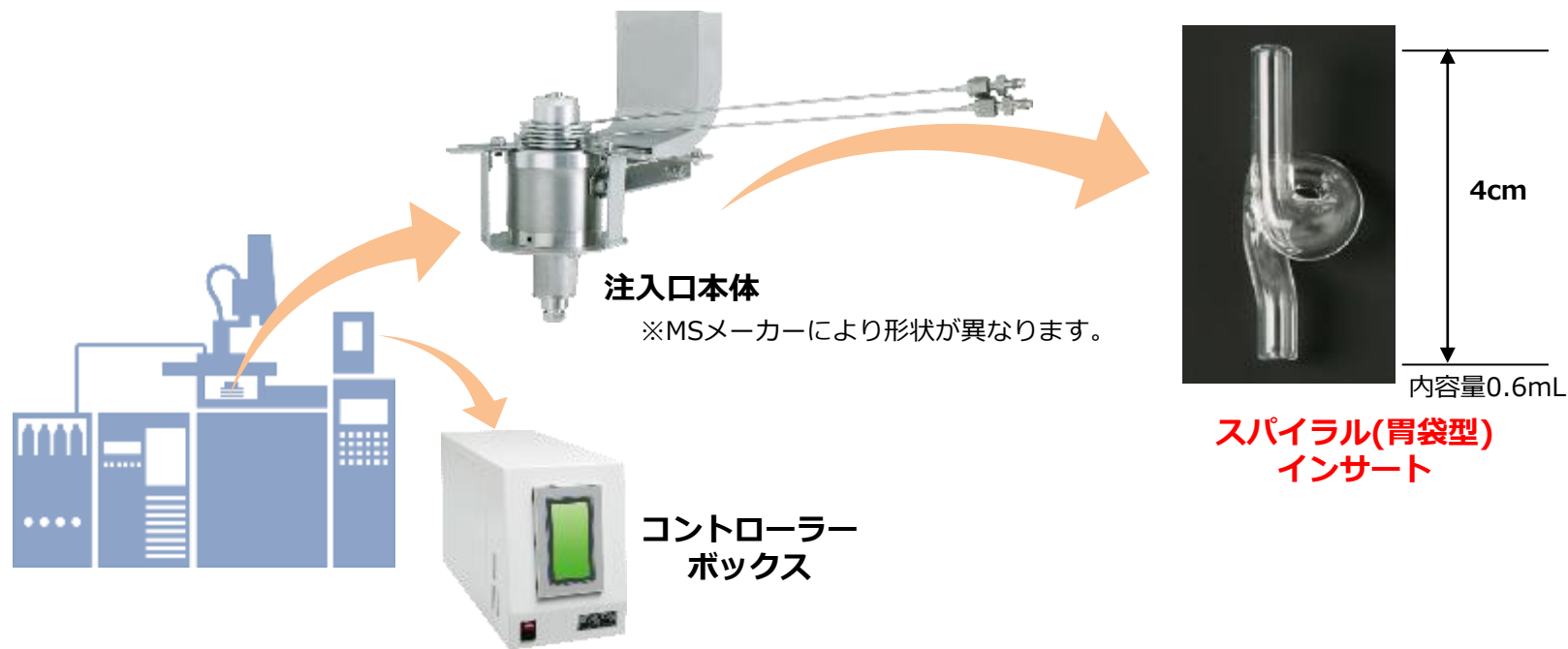


自動化装置ではありませんがオンラインSPE-GC/MSシステムの構成要素です！

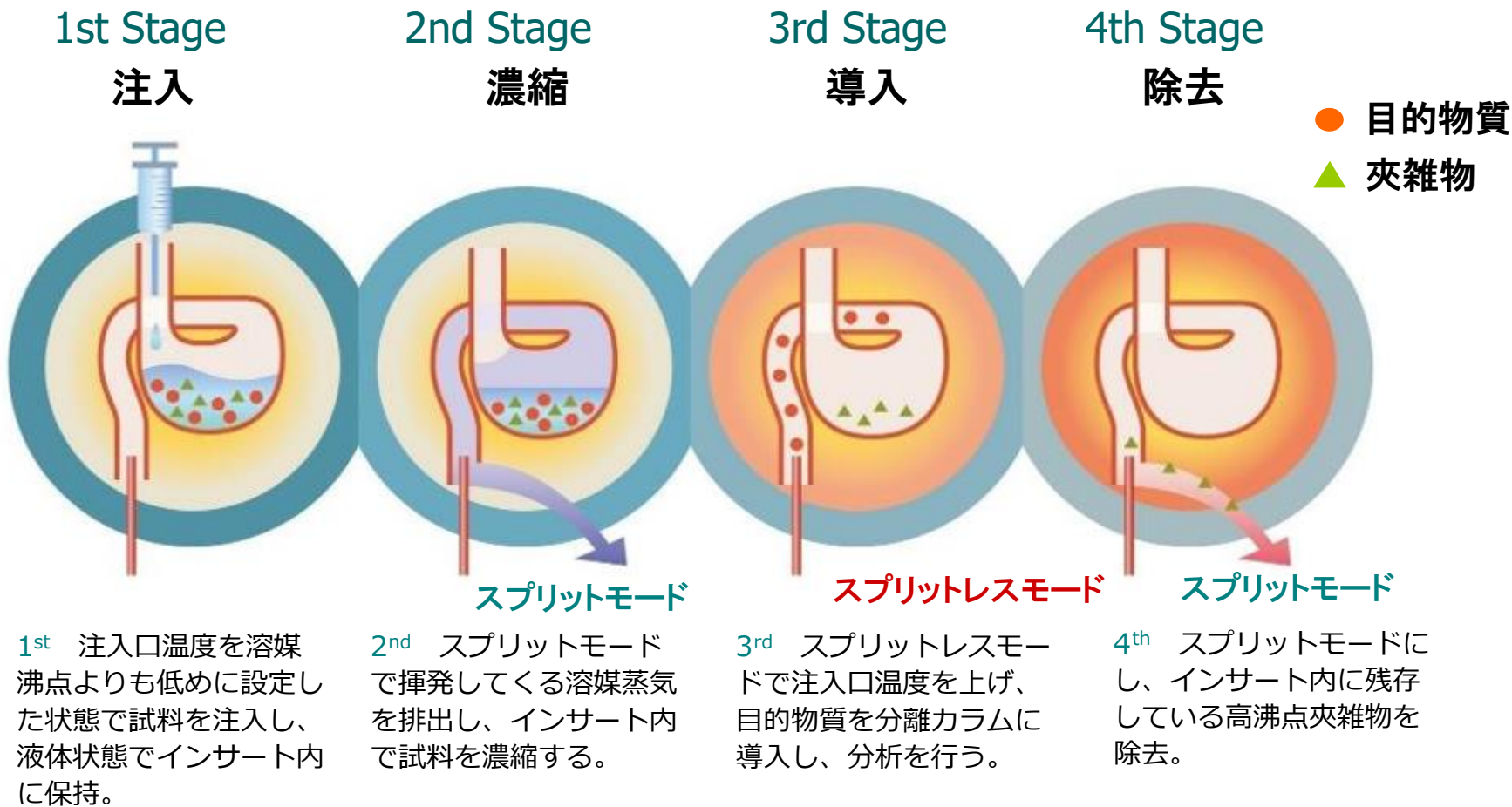
GC用大量注入口装置LVI-S250

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



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 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 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。

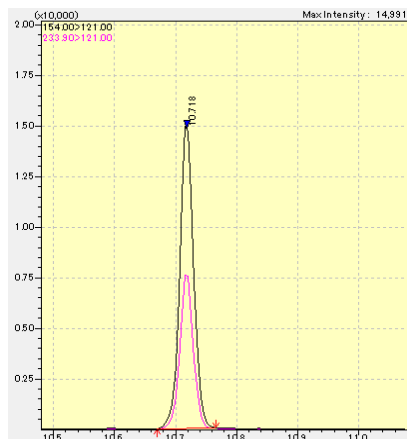
4th スプリットモードにし、インサート内に残存している高沸点夾雑物を除去。

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

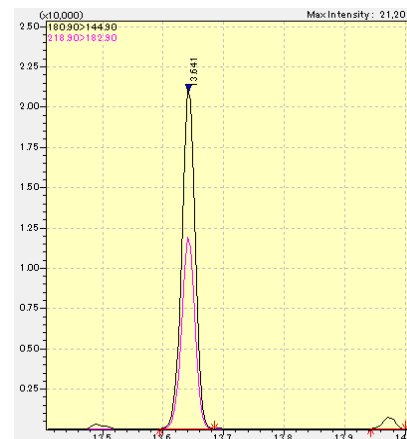
水素ガスにおける 大量注入とスプリットレス注入の比較

クロルメホス



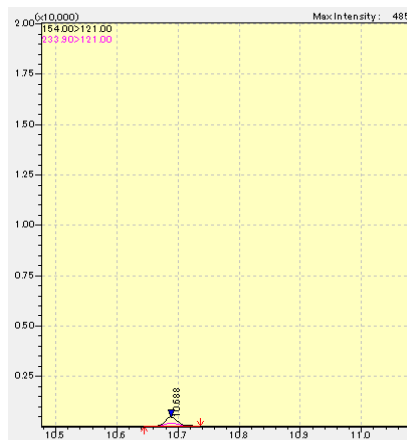
平均面積値(n=3)
24,216

alpha-BHC

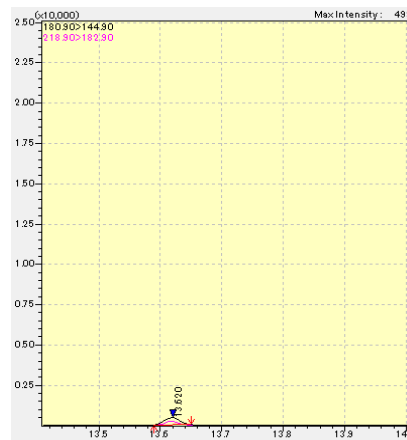


平均面積値(n=3)
33,294

測定濃度 : 10ppb
大量注入
(25 μ L注入)



平均面積値(n=3)
617

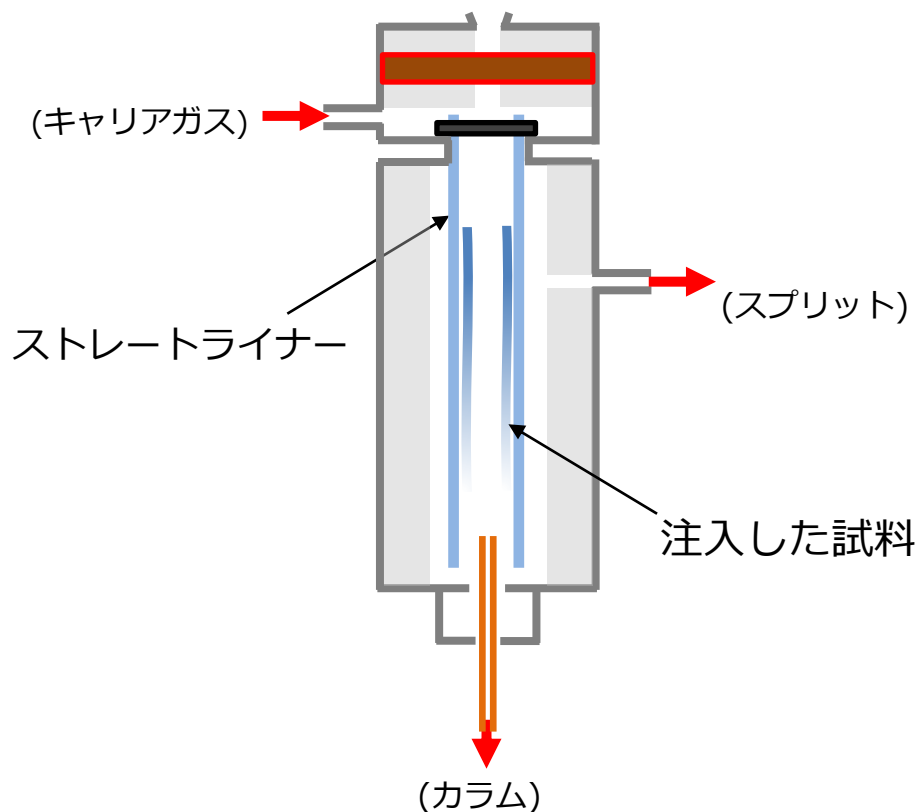


平均面積値(n=3)
623

測定濃度 : 10ppb
スプリットレス注入
(1 μ L注入)

他社注入口による大量注入法との比較

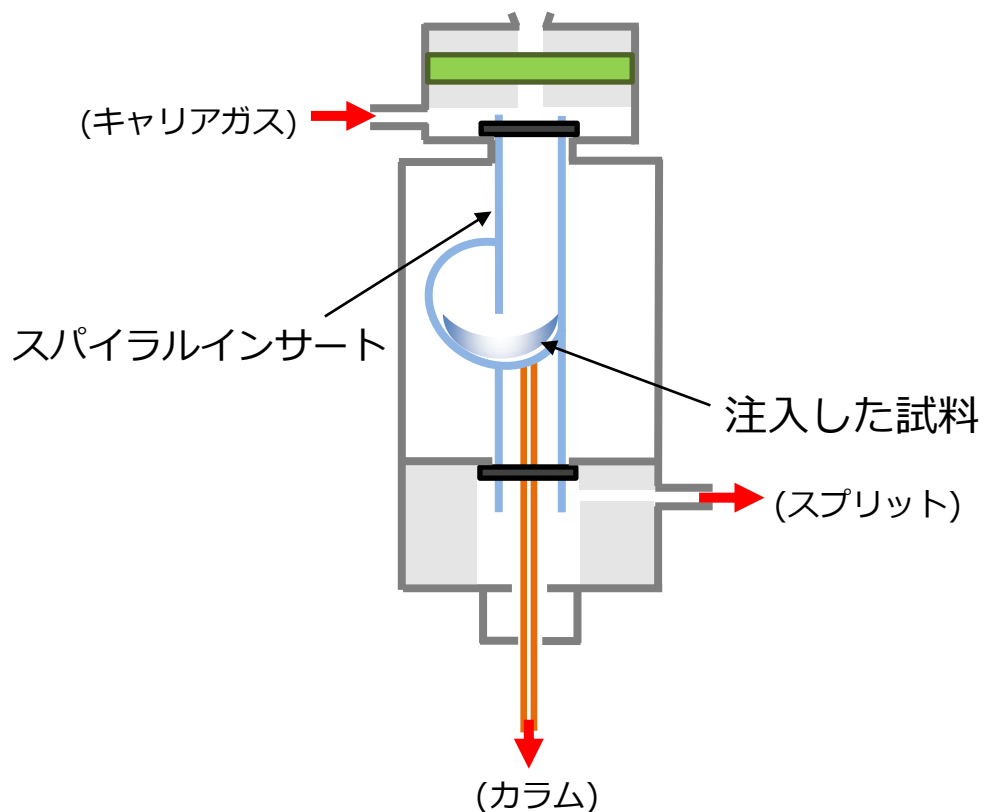
他社注入口



- 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

LVI-S250



- 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

オンラインSPE-LCシステム SPL-W100

オンラインSPE-LC SPL-W100の概要



■ 固相カートリッジはインジェクションの都度使い捨て

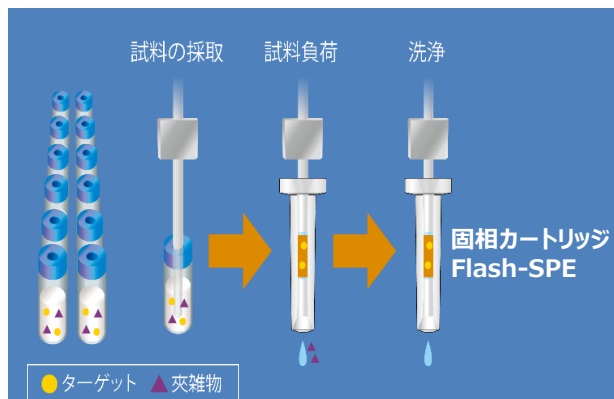
- ・ オンラインでの固相リサイクル分析の課題だったキャリーオーバーを回避
- ・ 都度洗浄も不要

■ 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てピーク形状をシャープに
- ・ 使用する溶液により様々な分析に活用

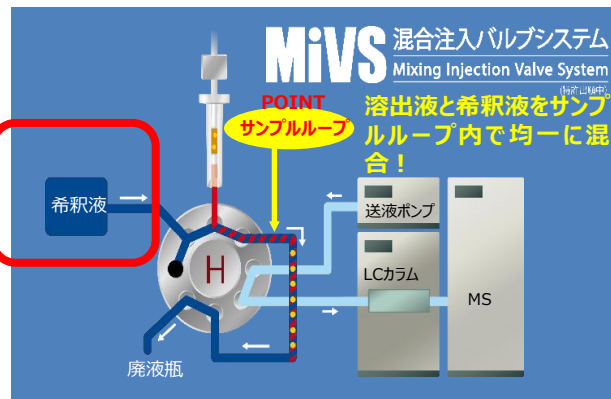
STEP 1 試料採取・負荷

固相抽出（精製）



STEP 2 溶出 & 希釈

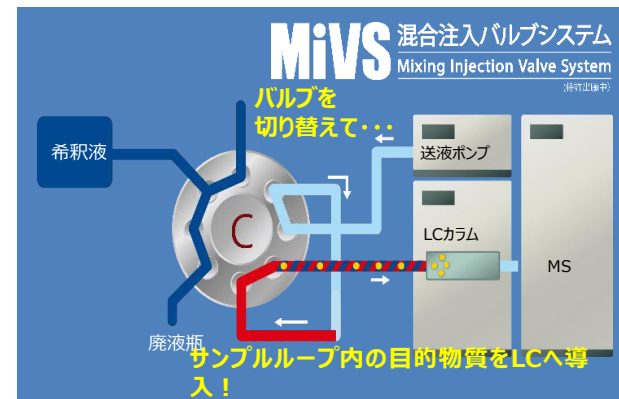
溶出液をバルブ内で水と混合し希釈



前処理時間 約6分

STEP 3 LCへ導入

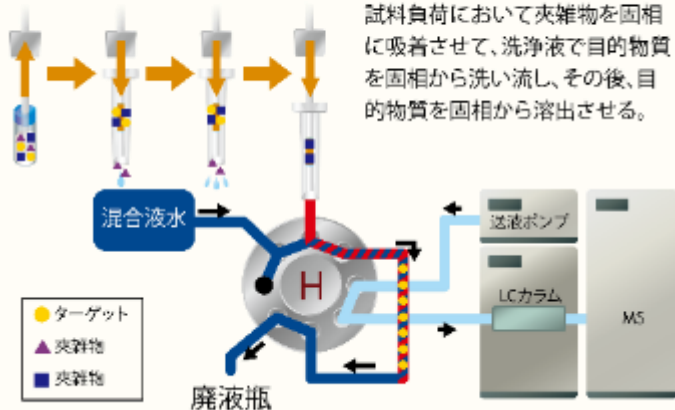
バルブを切替えLCカラムへ導入



活用方法

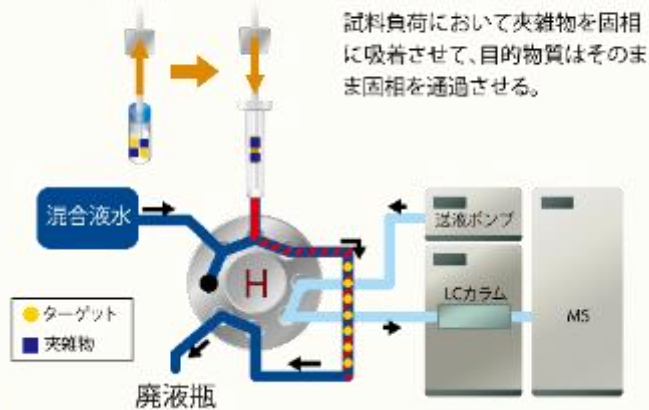
■ 保持+精製

試料採取 試料負荷 洗浄 溶出

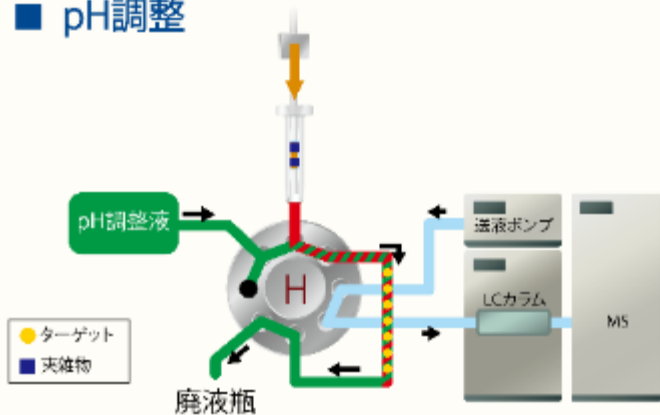


■ 精製

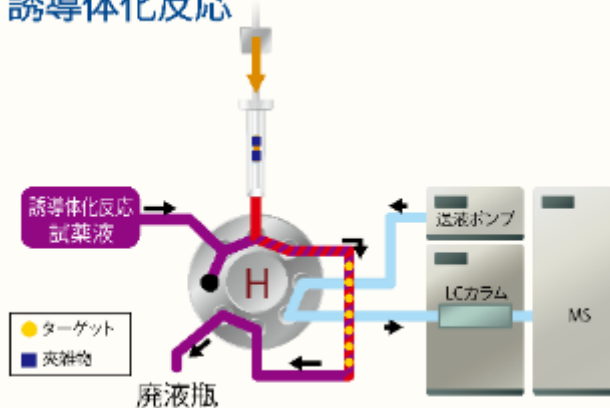
試料採取 試料導入



■ pH調整

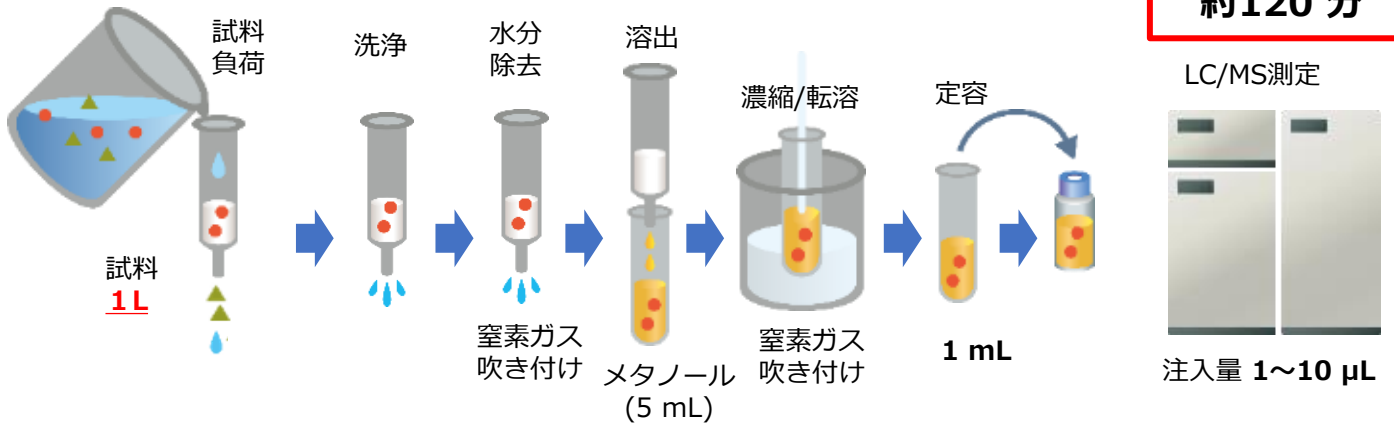


■ 誘導体化反応



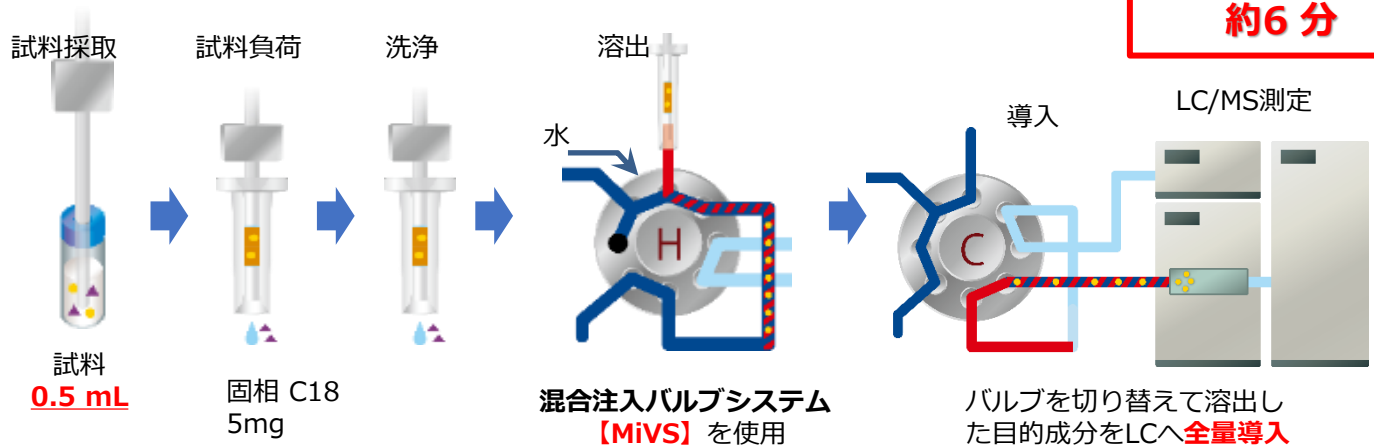
従来法との比較 例)PFOA分析

【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
- 誘導体化を含む多彩な活用方法
- 従来のオンライン分析の弱点を克服

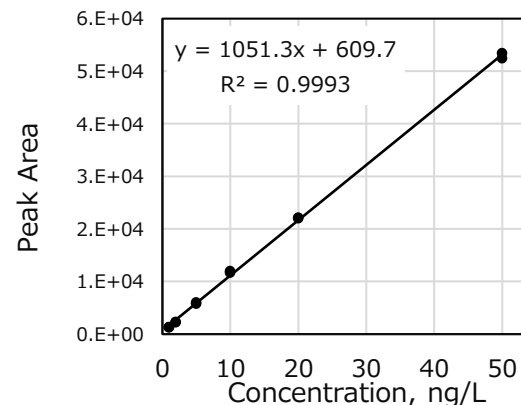
分析例 - 1 : PFOA

添加回収試験結果

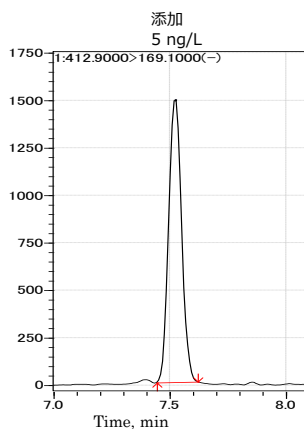
添加濃度 : 5ng/L (n=6)		
	添加回収率	RSD
	(%)	(%)
PFOA	81	3.9

※回収率は試料ブランクの値を減算して算出

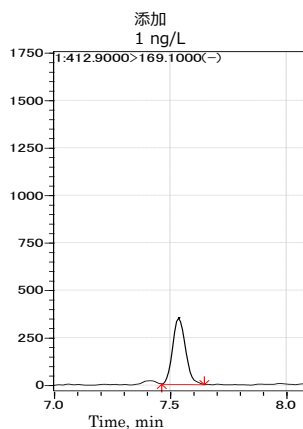
検量線



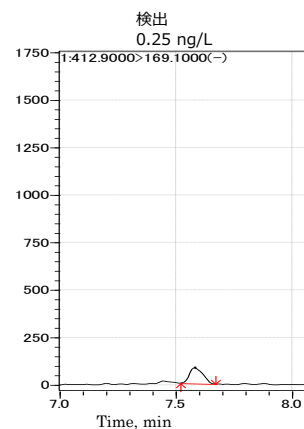
クロマトグラム



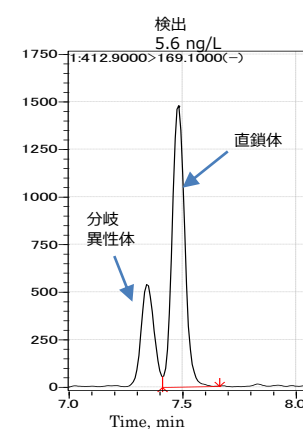
A: 精製水添加



B: 精製水添加



C: 操作 Blank



D: 河川水

図2 本システムで得られた各MRMイオンクロマトグラム

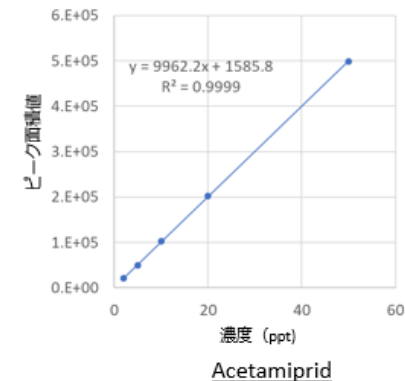
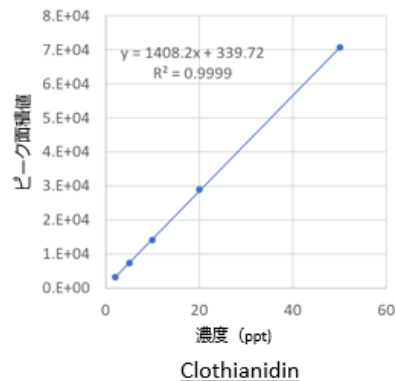
分析例－2：ネオニコチノイド系農薬

添加回収試験結果

試料：河川水 添加濃度添加10ppt

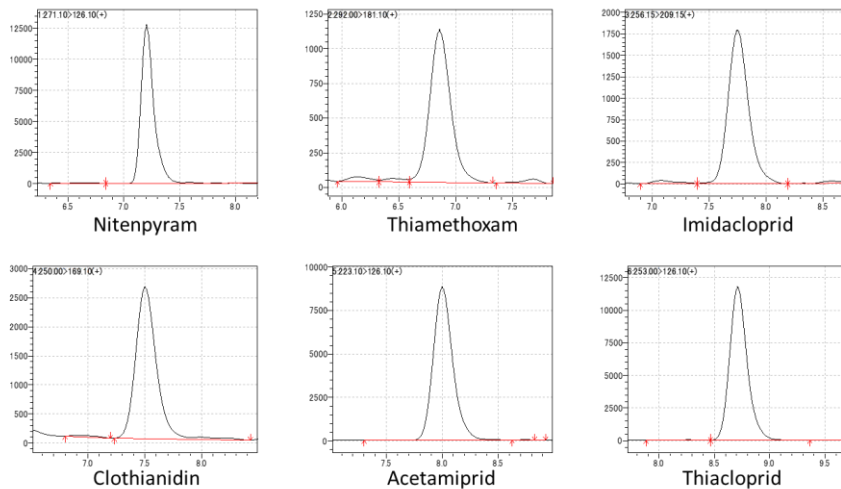
成分名	回収率 %	RSD %
Nitenpyram	91	4.6
Thiamethoxam	116	10.4
Imidacloprid	108	4.3
Clothianidin	124	4.0
Acetamiprid	96	3.3
Thiacloprid	98	2.3

検量線



精製水に農薬を2, 5, 10, 20, 50 pptとなるように添加して得られた検量線
※内標による補正は行っていません。

クロマトグラム



河川水添加10pptの定量イオンクロマトグラム

本日の内容

1. 分析の効率化を考えてみませんか？
2. 残留農薬分析の自動化
3. 水質分析の自動化
4. **お役立ち情報サイトのご紹介**

◆アイスティサイエンスHP

<http://www.aisti.co.jp/>

◆残留農薬

- ・凍結粉碎機 フレステント

http://www.aisti.co.jp/product/dryice_set/

- ・全自動固相抽出装置 ST-L400

<http://www.aisti.co.jp/product/st-l400/>

- ・STQ法ガイドブック2021

<http://www.aisti.co.jp/wp/wp-content/uploads/2021/07/stqguidebook2021.pdf>

◆水質分析

- ・オンラインSPE-GCシステム SPL-P100

<http://www.aisti.co.jp/product/spe-gc/>

- ・オンラインSPE-GCシステム SPL-P100FE

<http://www.aisti.co.jp/product/spl-fe100/>

- ・オンラインSPE-LCシステム SPL-W100

<http://www.aisti.co.jp/product/spl-fe100/>

- ・GC用大量注入口装置LVI-S250

<http://www.aisti.co.jp/product/lvi-s200/>

◆アイスティサイエンスの技術情報

<http://www.aisti.co.jp/appli/#gsc.tab=0>

Webセミナーを開催しています

【残留農薬分析】 STQ法ガイドブック徹底解説！

【環境(水質)分析】 オンライン水質分析シリーズ

【製品紹介】 各種製品のご紹介

【特別編】 ヘリウムガス不足対策など



過去の開催もオンデマンドで公開中！

詳細、お申込みはこちら

<http://www.aisti.co.jp/event/>

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)



**凍結粉碎の実演も行っております！
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/>