

アイスティサイエンスセミナー

日時: 2023/6/15-16 会場: つくば国際会議場、TKPスター会議室川崎駅前

オンライン固相抽出システムのご紹介



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. 各装置のご紹介

本日の内容

1. はじめに
2. 各装置のご紹介

オンライン固相抽出(SPE)システムシリーズ

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 <div style="border: 1px solid blue; border-radius: 10px; padding: 5px; display: inline-block; margin-top: 10px;">前処理から測定まで</div>	(1)SPL-P100	GC/MS	固相抽出→GC/MS	水質 残留農薬(液体試料)
	(2)SPL-M100	GC/MS	固相抽出(固相誘導体を含む) →GC/MS	メタボロミクス (食品・医薬)
	(3)SPL-P100/M100FE *オプション	GC/MS	固相捕集・溶出→GC/MS	水質 食品 (揮発成分)
	(4)SPL-W100	LC(/MS)	固相抽出→LC(/MS)	水質、医薬、食品
	(5)オンラインSPE-LC-LCシステム	LC(/MS)	固相抽出→LC→LC(/MS)	医薬、食品
	(6)SPL-X100	GC/MS	固相抽出→LC→固相抽出→GC/MS	残留農薬

**私達は前処理の自動化技術で
ローテーション勤務や働き方改革に貢献します！**

オンライン固相抽出(SPE)システムシリーズ

これ1台で
前処理と測定機器が
つながる！！



+ GC



SPE-GC SPL-P100/M100(+FE)

+ LC



SPE-LC SPL-W100

+ LC-LC



SPE-LC-LC/MS SPL-W100(LC-LC/MS)

+ LC-GC



SPE-LC-GC/MS SPL-X100

自動化の一般的なメリット

- 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

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

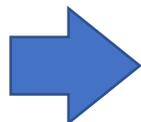
完全自動化

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

オンラインSPEシステムに共通するメリット

■ 固相抽出から測定までを自動化

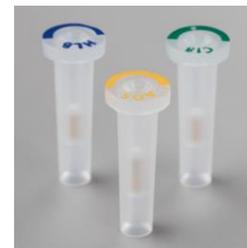
■ 試料の少量採取が可能

■ 溶媒使用量の低減

■ 分析時間の大幅短縮

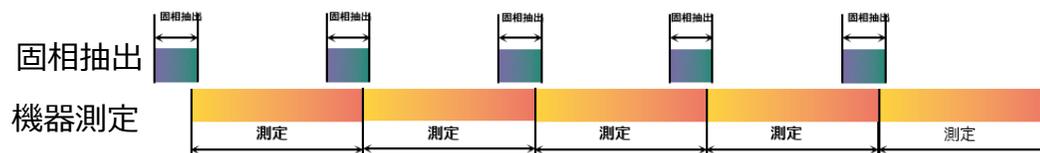
■ 検体数が多くても負担が少ない

充填量の少ない専用固相を使用



オンラインSPEシステム専用固相
Flash-SPE

固相抽出と機器測定をオーバーラップさせることでさらに効率化！



本日の内容

1. はじめに
2. 各装置のご紹介

(1)オンラインSPE-GCシステム SPL-P100

SPL-P100の構成

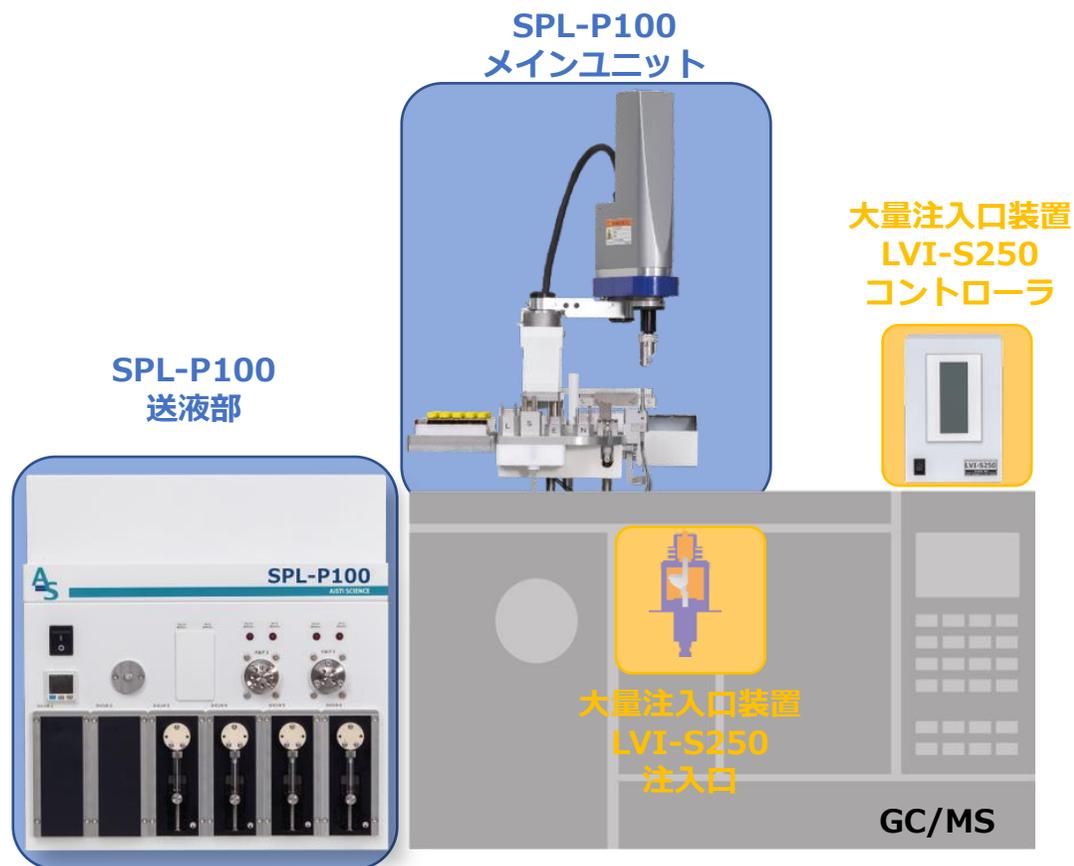
GC/MSの注入口上部に固相抽出装置を搭載し、固相抽出からGC/MS測定までをオンラインで分析できるシステムです。

【対象分野】

- ・ 水質
- ・ 残留農薬(液体試料)

【分析例】

- ・ 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 など

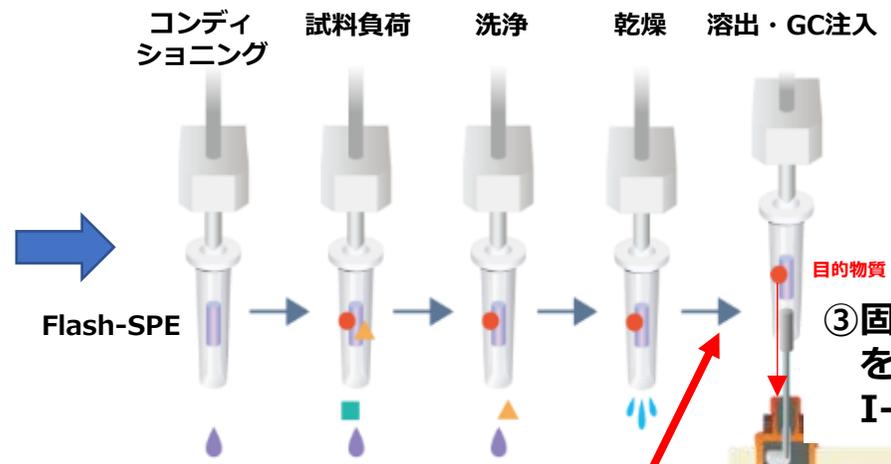
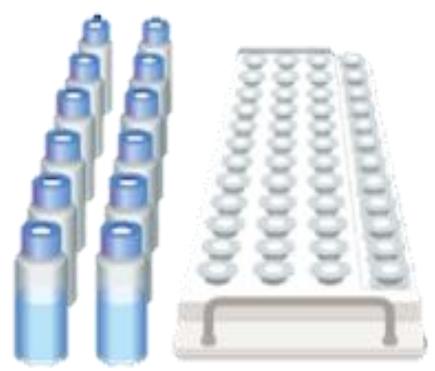


SPL-P100の概要



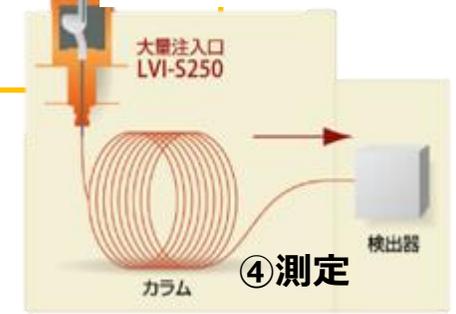
前処理時間 約10分

- 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



目的物質

- ③ 固相からの溶出液を大量注入装置LV I-S250に全量注入



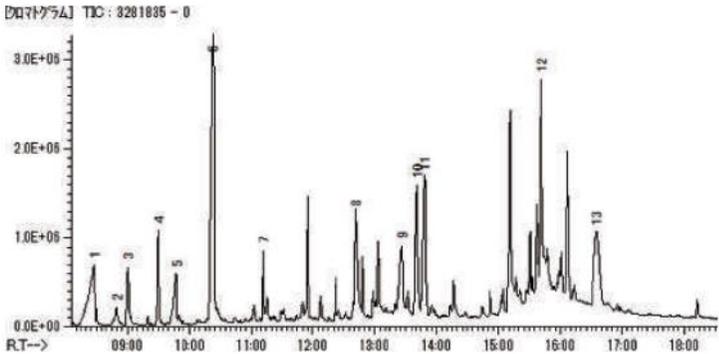
SPL-P100のメリット

- 誘導体化が可能
- 分析例：フェノール類

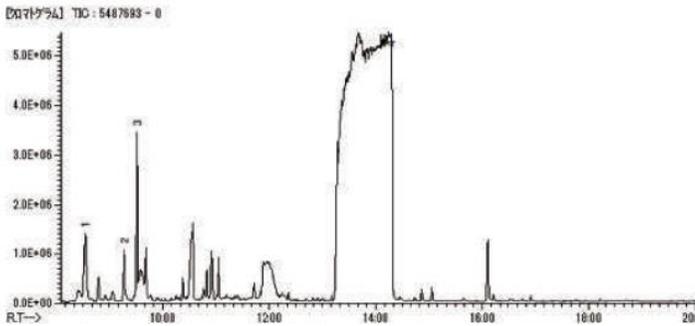
SPL-P100の分析例

各種飲料の成分分析

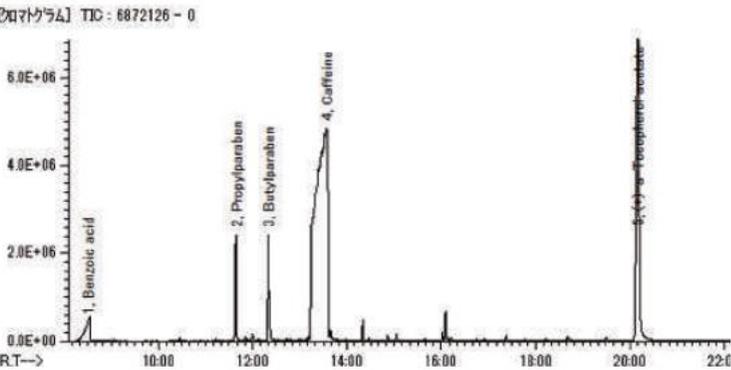
ビール



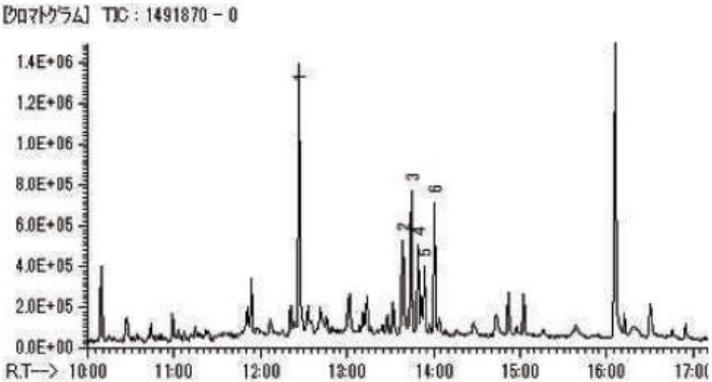
炭酸飲料水



栄養ドリンク



麦茶



(2)オンラインSPE-GCシステム SPL-M100 (省略)

(3)オンラインSPE-GCシステム SPL-P100FE/M100FE

SPL-P100FE/M100FEの構成

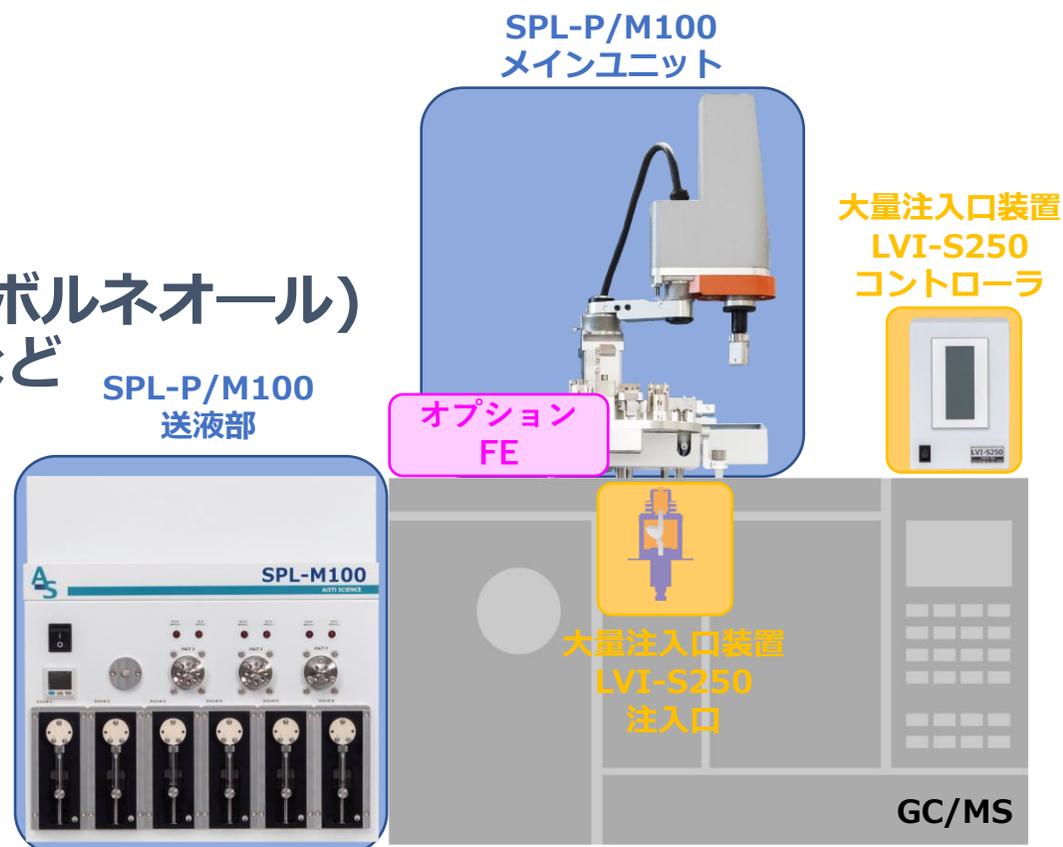
基本構成はSPL-P100と同じです。固相抽出部にオプション「FE」を追加します。このオプションはSPL-P100とSPL-M100のどちらにも設置可能です。

【対象分野】

- ・ 水質
- ・ 食品

【分析例】

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



SPL-M100のオプションFEとは？

気相を測定するための
SPL-P100/M100のオプション装置です。

におい分析の新手法

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

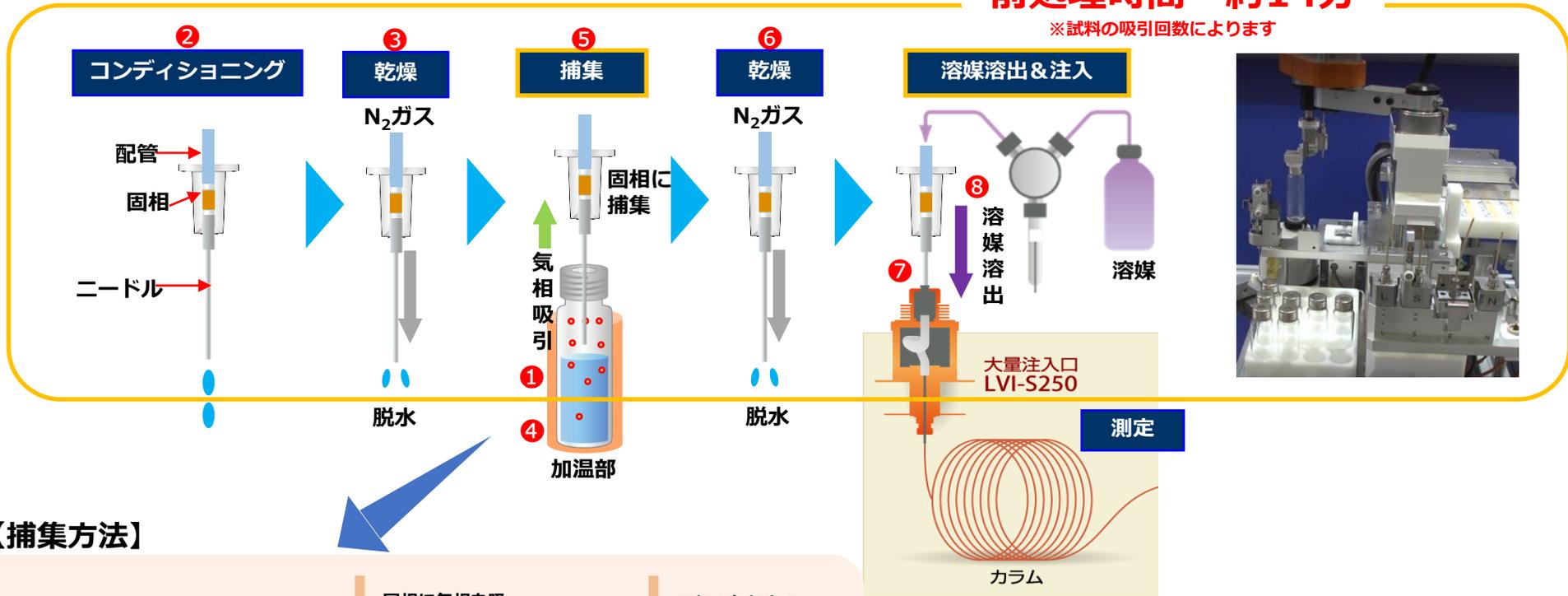
目的物質を**固相に吸着させ溶媒で溶出し**

溶出液を直接GCへ注入する方法です。

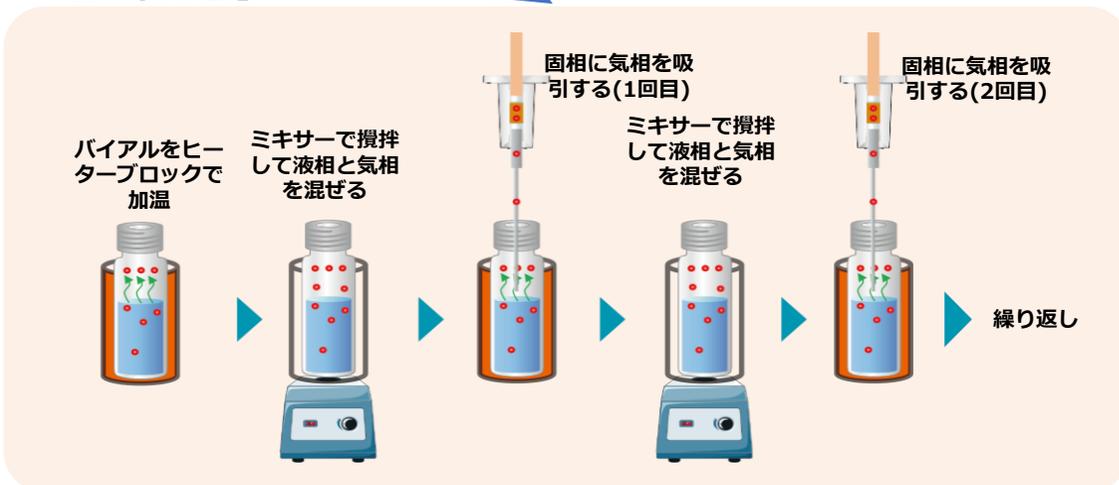
SPL-P100FE/M100FEの概要

前処理時間 約14分

※試料の吸引回数によります



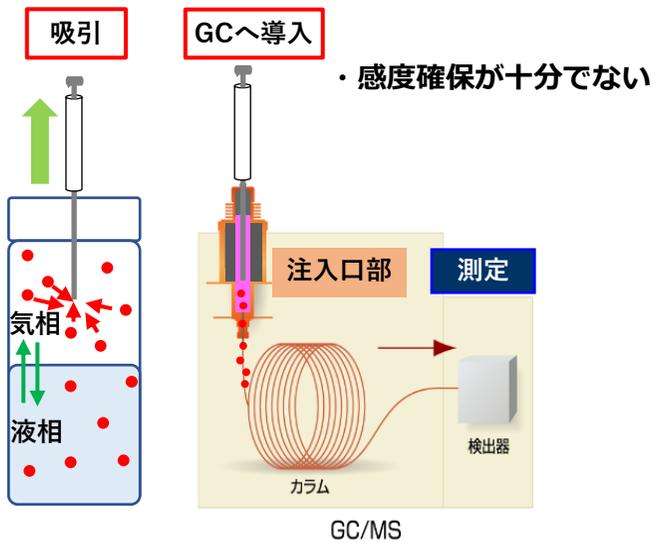
【捕集方法】



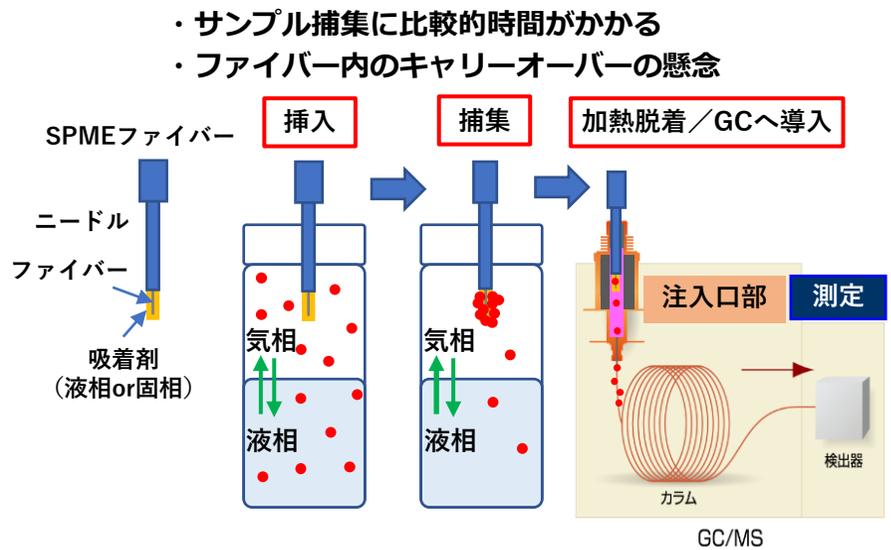
- ① 試料を一定時間加温 (50℃)
- ② 固相を溶媒でコンディショニング
- ③ 窒素ガスで固相を乾燥
- ④ 試料を一定時間攪拌
- ⑤ 試料の気相を固相に一定量吸引
- ⑥ 窒素ガスで固相を乾燥
- ⑦ 注入口へニードルを挿入
- ⑧ 目的物質を溶媒で固相から溶出させながらGCへ全量注入

SPL-P100FE/M100FE 他法との比較

【静的ヘッドスペース】

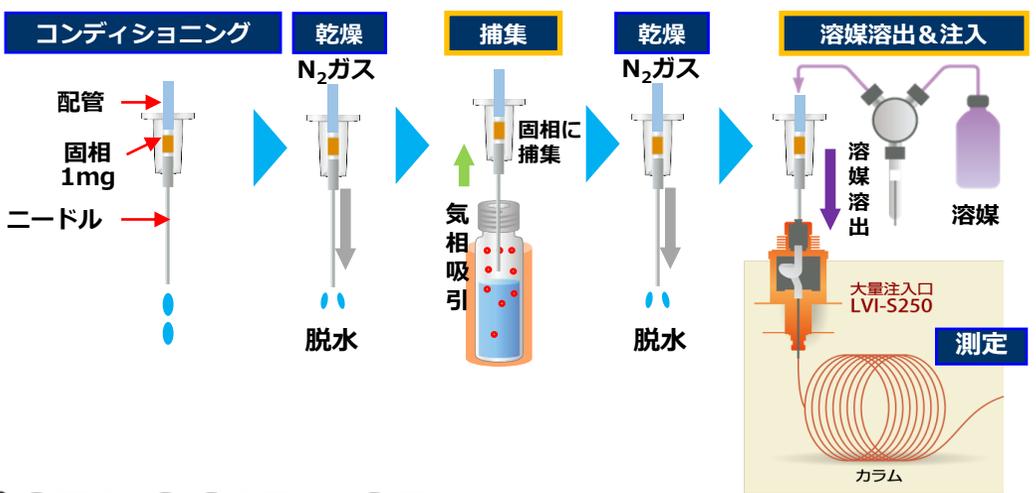


【SPME】



【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
→複数回の吸着が可能
- 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(異臭など)

(4)オンラインSPE-LCシステム SPL-W100

SPL-W100の構成

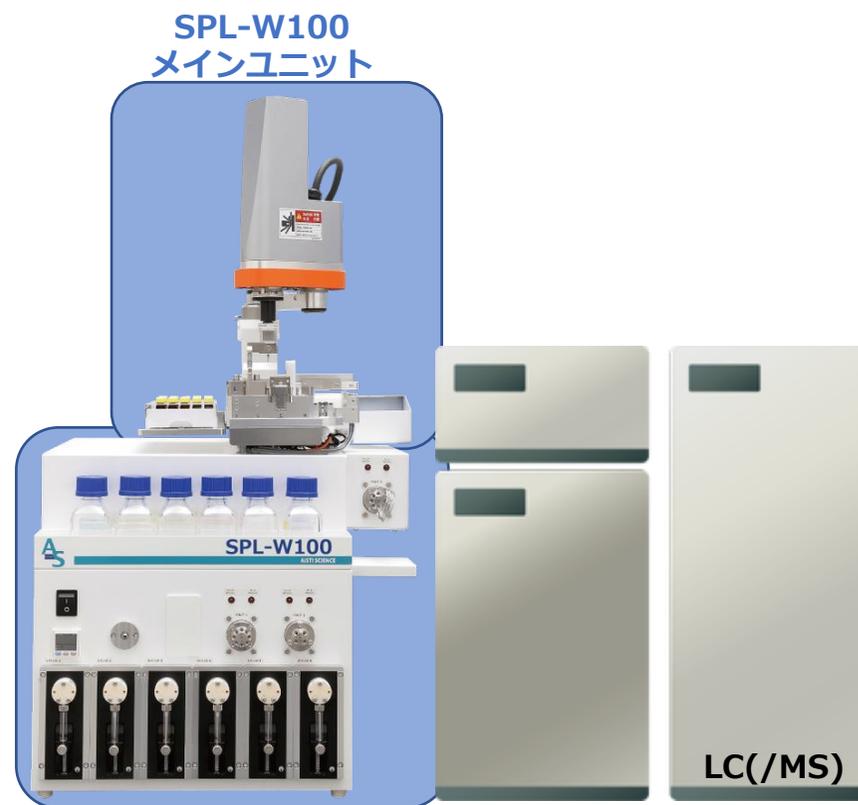
固相抽出からLC(/MS)測定までをオンラインで分析できるシステムです。

【対象分野】

- ・ 水質
- ・ 医薬
- ・ 食品

【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
- ・ 食品中農薬 など

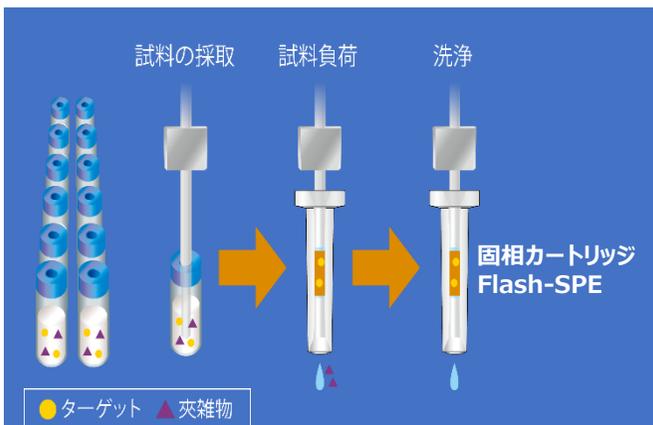


SPL-W100の概要

前処理時間 約6分

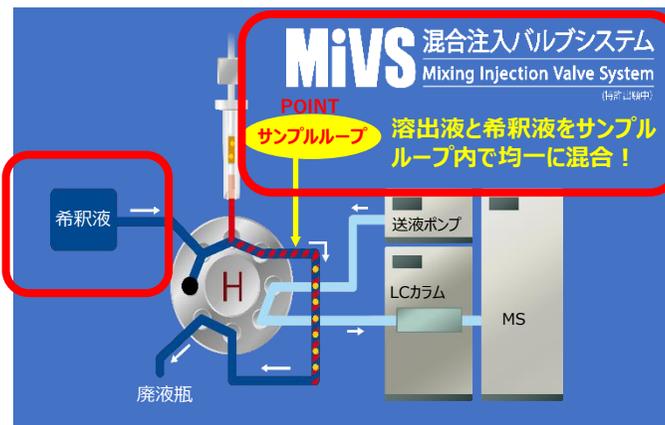
STEP 1
試料採取・負荷

固相抽出（精製）



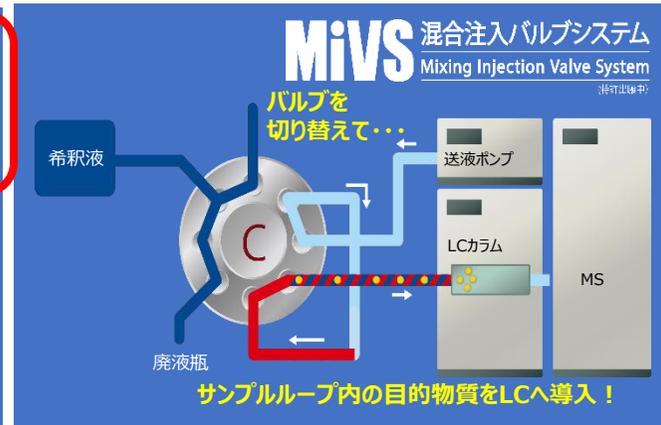
STEP 2
溶出 & 希釈

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



SPL-W100メリット

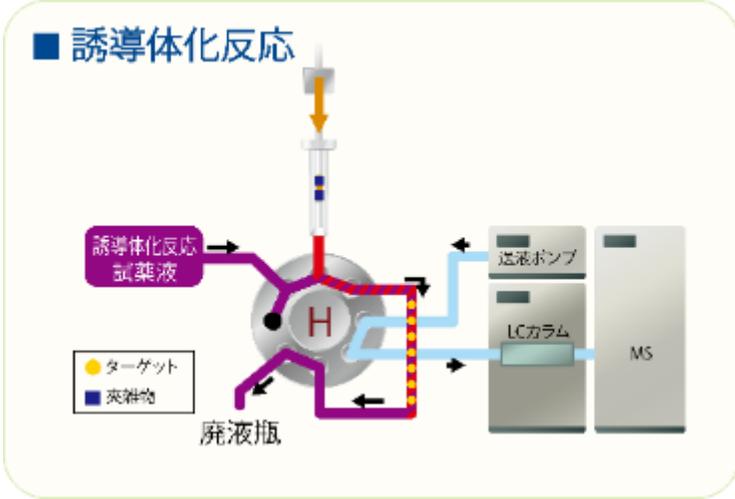
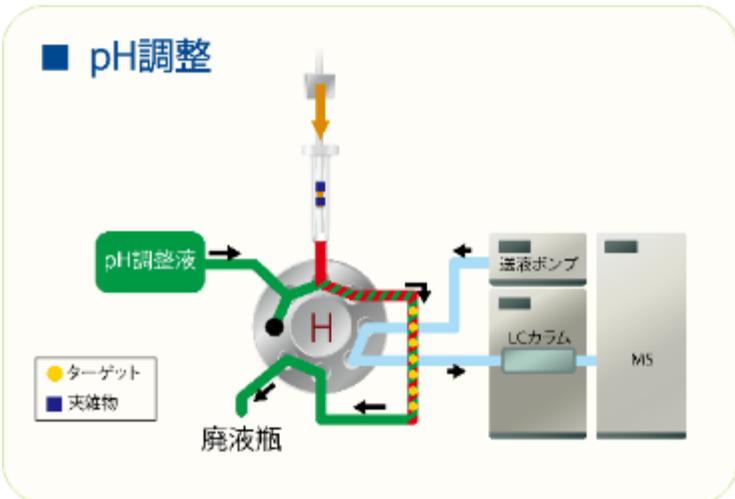
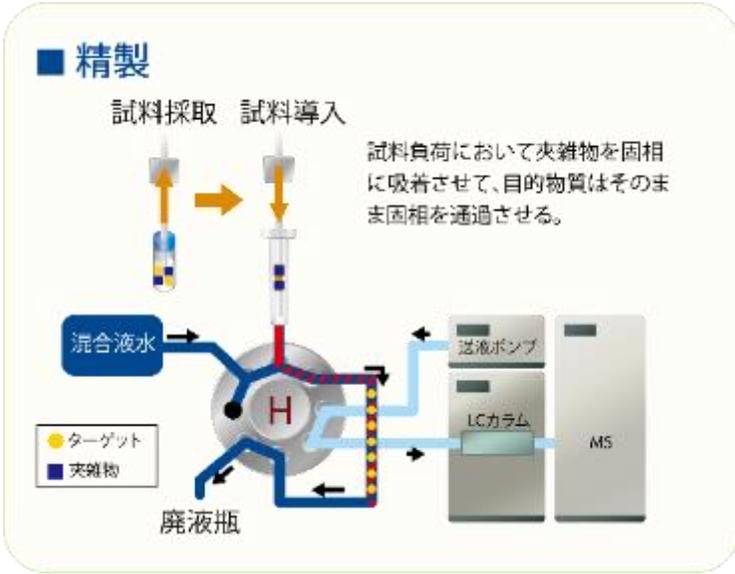
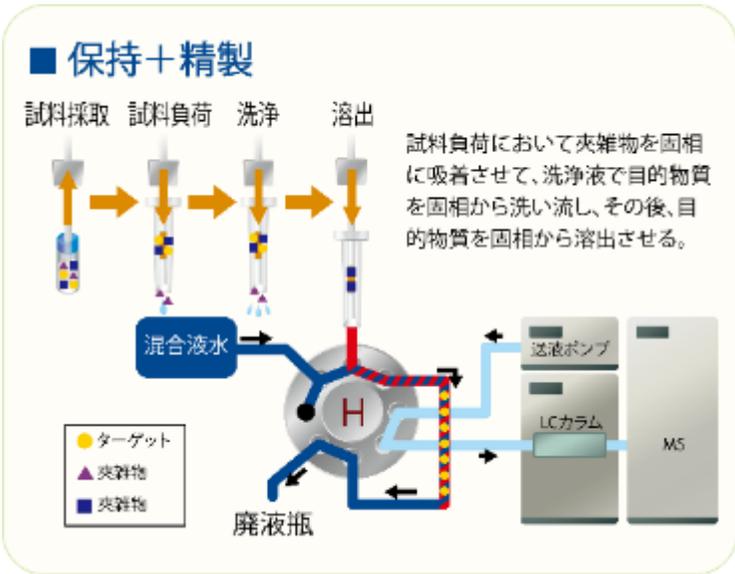
■ 混合注入バルブシステム【MiVS】の使用

- ・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多様な分析に活用

■ 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

MiVSの活用方法



(5)オンラインSPE-LC-LCシステム (次の演題で)

(6)オンラインSPE-GCシステム SPL-X100

SPL-X100の構成

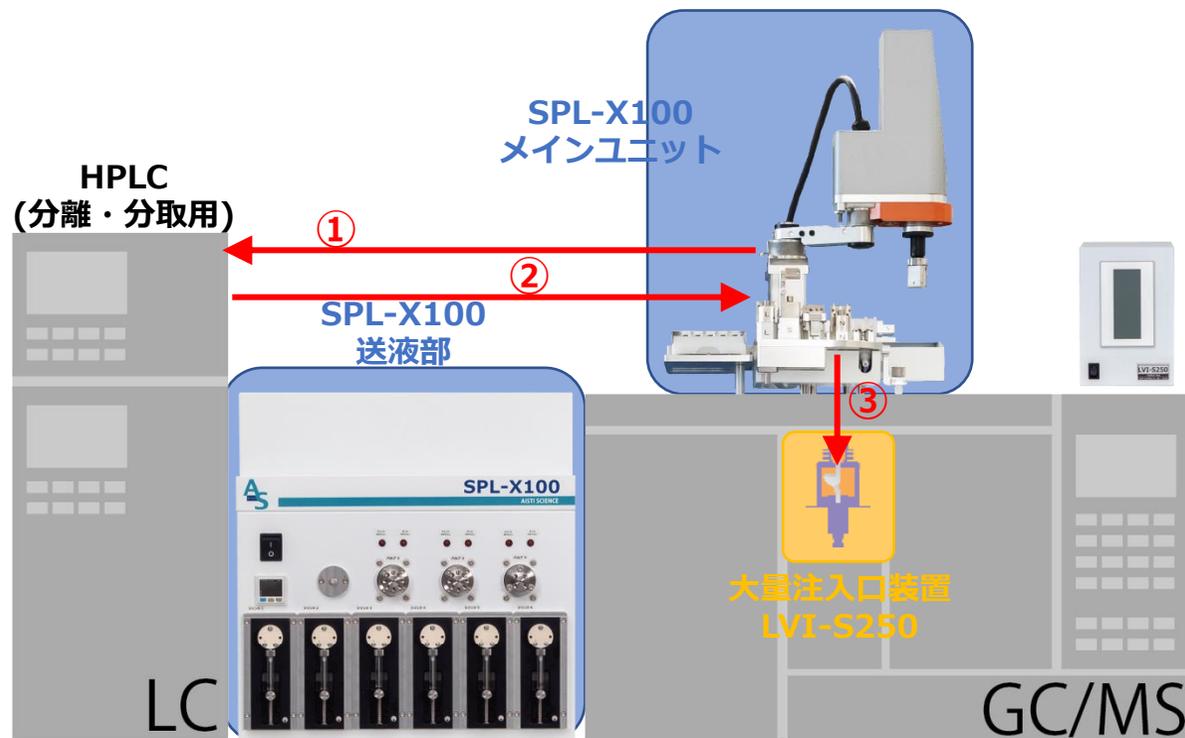
構成にHPLCを加えることで**分離・分取**を行うことができます。
 固相抽出→HPLCによる分離・分取→固相抽出(水分除去)→GCMS測定という
 流れになります。

【対象分野】

- ・ 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】

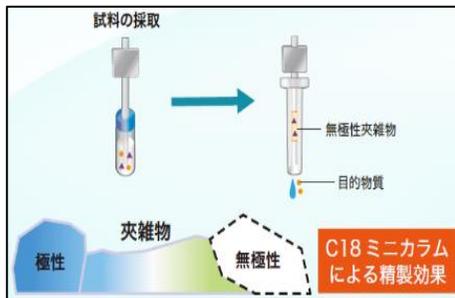
- ・ 青果物中の農薬分析



SPL-X100の概要

固相抽出による精製

1st step SPE

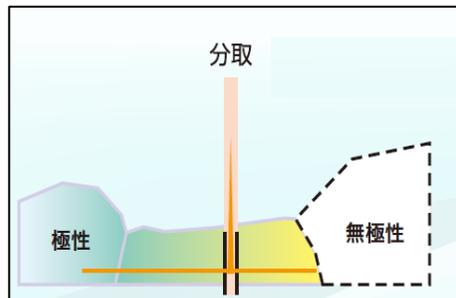


固相カートリッジによる精製 (LCカラムに吸着する低極性成分の除去)

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。

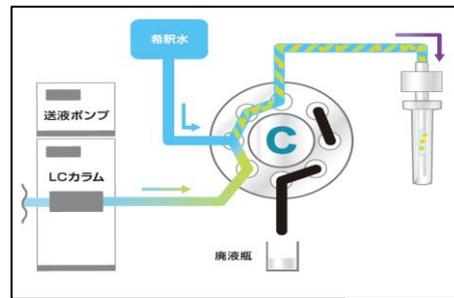
LCによる分離・分取

2nd step LC



逆相HPLCで目的物質の極性付近の画分を分取 (LCでの極性・無極性による分離)

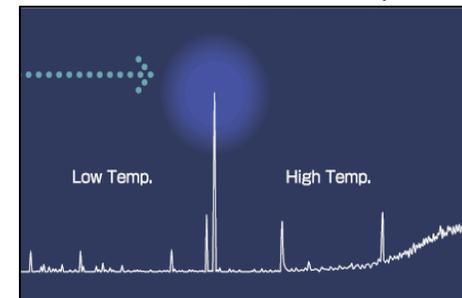
3rd step SPE



LCで精製した試料を固相へ保持し、乾燥させる (水を除去する)

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での沸点差による分離)

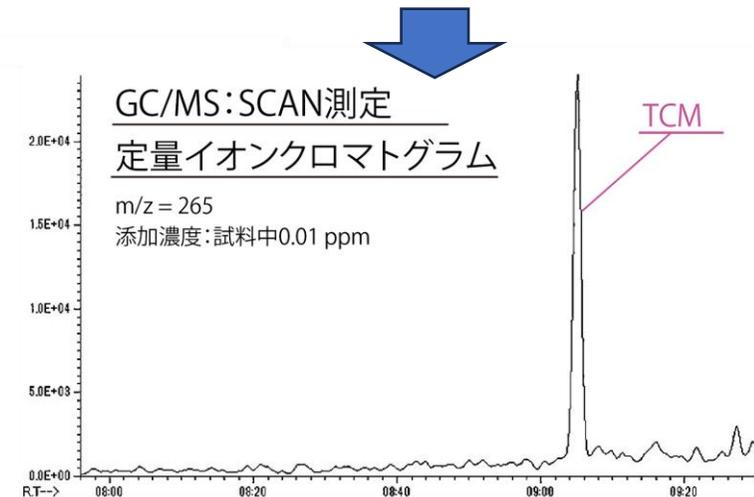
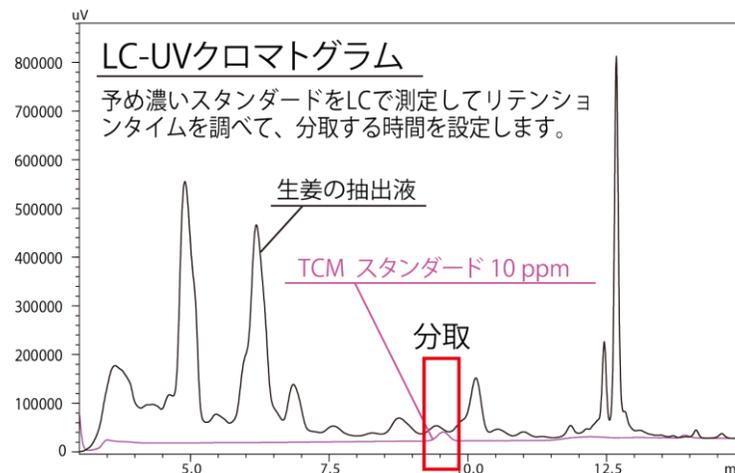
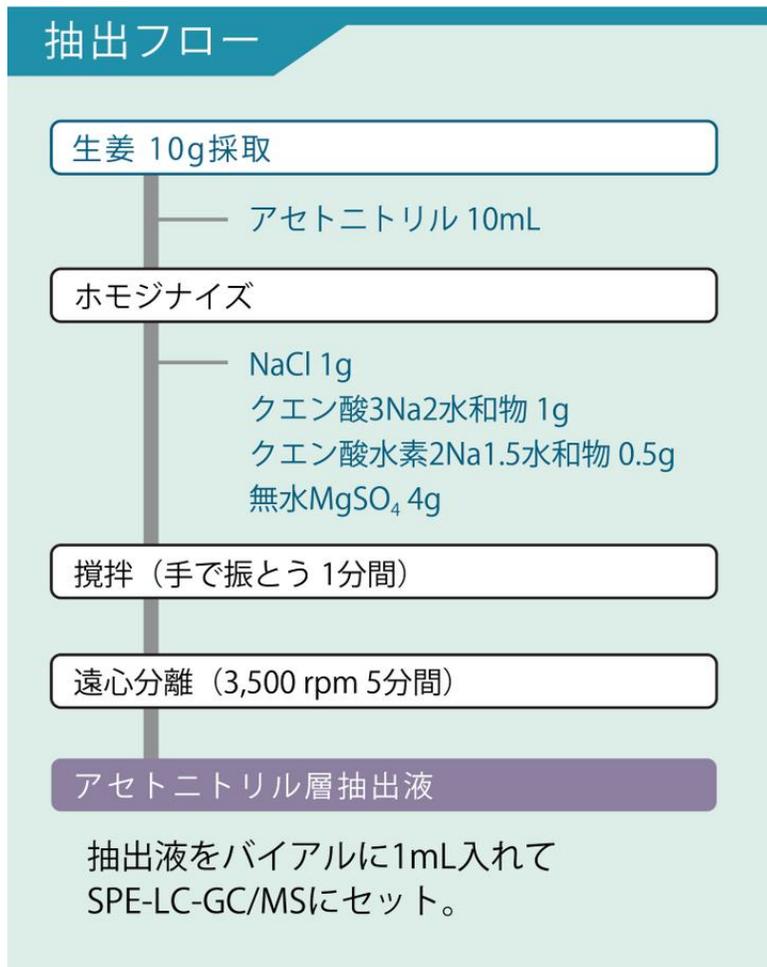
逆相HPLCを前処理として使用することで、大きな試料許容量と幅広い範囲の分離機能により選択性の高いクリーンアップを行い、GCでさらに効率的に分離します。

SPL-X100のメリット

■ 固相精製・LC分離・熱分離の組合せによる選択性向上

SPL-X100による精製効果の例

生姜抽出液におけるトルクロホスメチル(TCM)の分析



自動化装置ではありませんが・・・

その他の製品のご紹介

(1) 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 検体同時処理により多検体を効率よく処理することができます。

【対象分野】

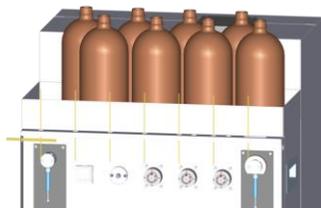
- ・ 食品
- ・ その他

【分析例】

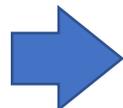
- ・ コーヒー中のカフェイン
- ・ 食品中の保存料 など



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



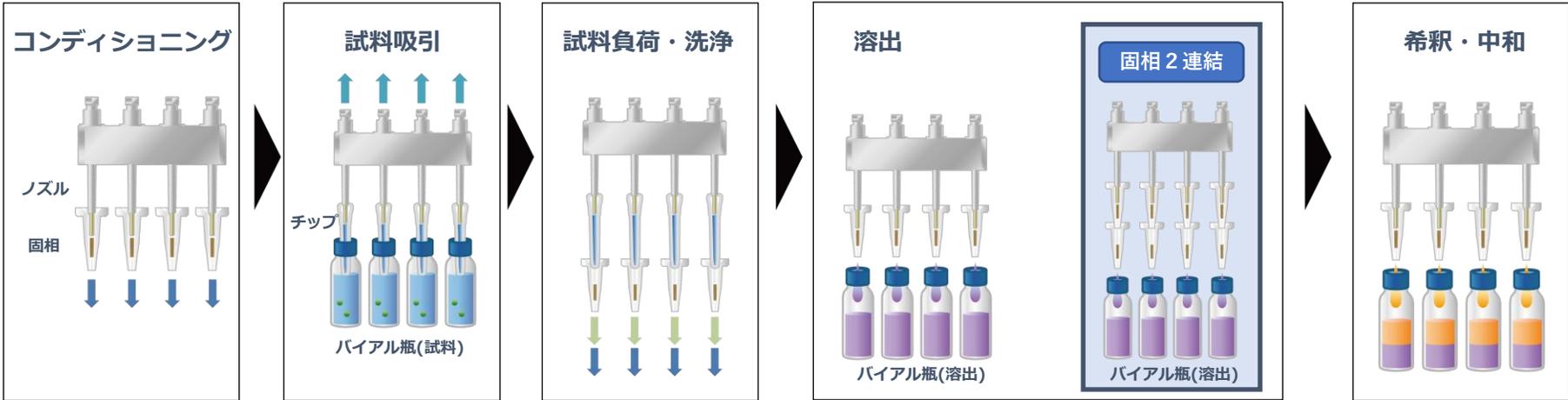
②固相、チップ、バイアル瓶(試料・溶出)をセット



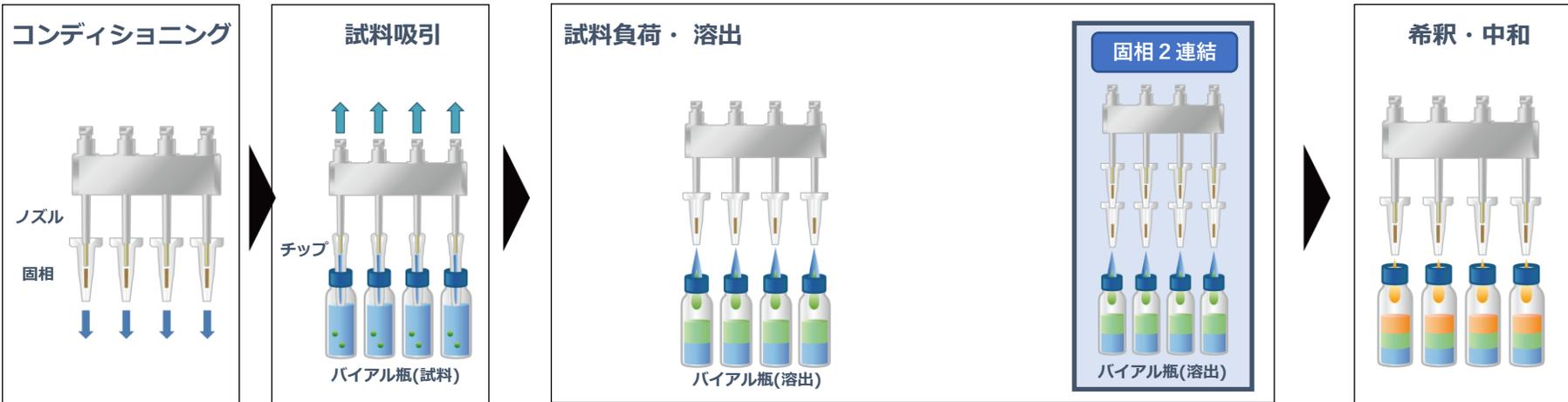
④ソフトからシーケンスをスタート

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



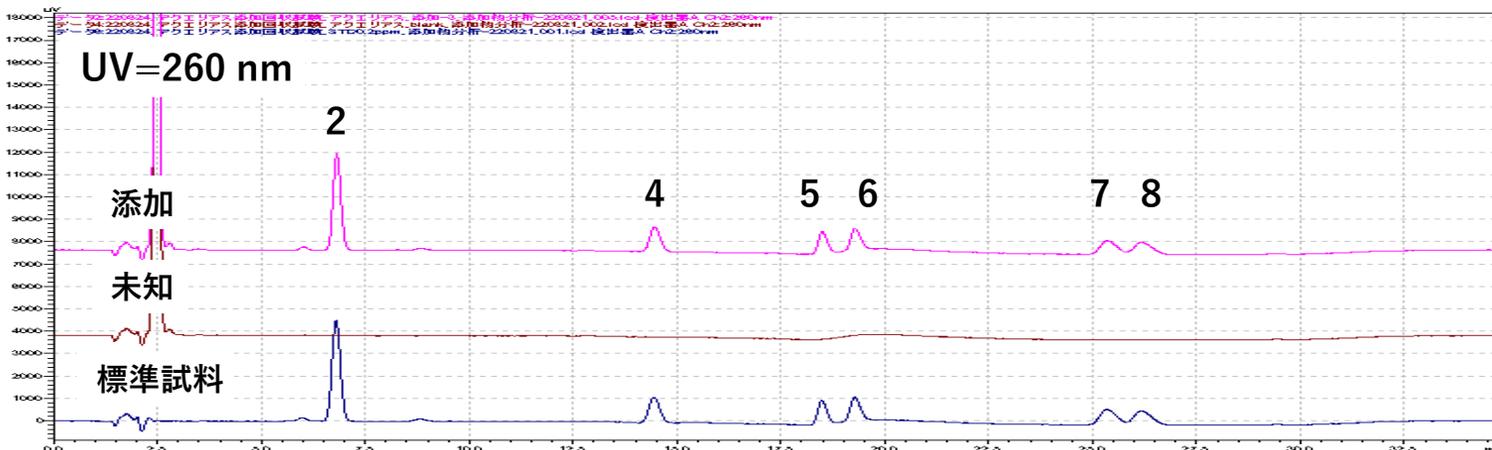
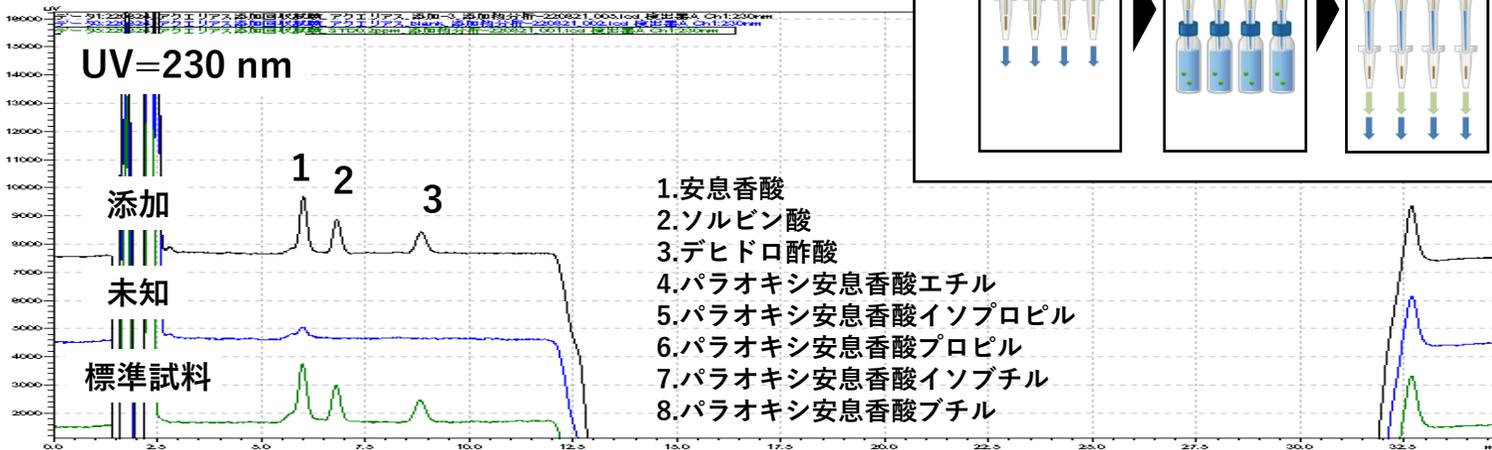
【スルーモード】 夾雑成分を保持、目的成分をスルー



保持モードでの分析例

スポーツドリンクにおける食品添加物(保存料)のHPLCクロマトグラム

ST-R100 約20分/8検体



小西ら, 「多検体自動固相抽出装置による食品中の保存料の分析法の開発」 第118回日本食品衛生学会学術講演会 講演要旨集p.54

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

(2)凍結粉碎機 フレストント FST-4000



凍結粉碎機 フ레스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

予冷式ドライアイス凍結粉碎法

試料を**ドライアイスとともに**粉碎することによりパウダー状にまで細かく粉碎します。
※凍結粉碎と凍結乾燥は違います。凍結粉碎では乾燥しないので試料水分量は基本的に変わりません。

凍結粉碎のメリット

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

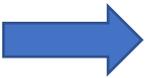


フレステントはテスト粉碎・お貸出しも可能です！

お弁当



鶏もも肉



◆アイスティサイエンスHP

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



◆製品情報 <http://www.aisti.co.jp/product/>

・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-M100

<http://www.aisti.co.jp/product/sgi-m100/>

・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/sli-w100/>

・オンラインSPE-LC-GCシステム SPL-X100

<http://www.aisti.co.jp/product/lgi-x100/>

・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セミナーオンデマンド配信

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

ご清聴ありがとうございました！



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/>

