

オンラインSPE-LCインターフェース **SLI-W100**

**固相抽出革命！
新概念のオンライン自動固相抽出-LCシステム**



2020年11月11日
株式会社アイスティサイエンス
佐々野僚一

Beyond your Imagination

AiSTI SCIENCE

オンラインSPE-LC
インターフェース

LGI-W100

AS
AISTI SCIENCE
Beyond your Imagination





AiSTI SCIENCE

オンラインSPE-LC/MSシステムとは？

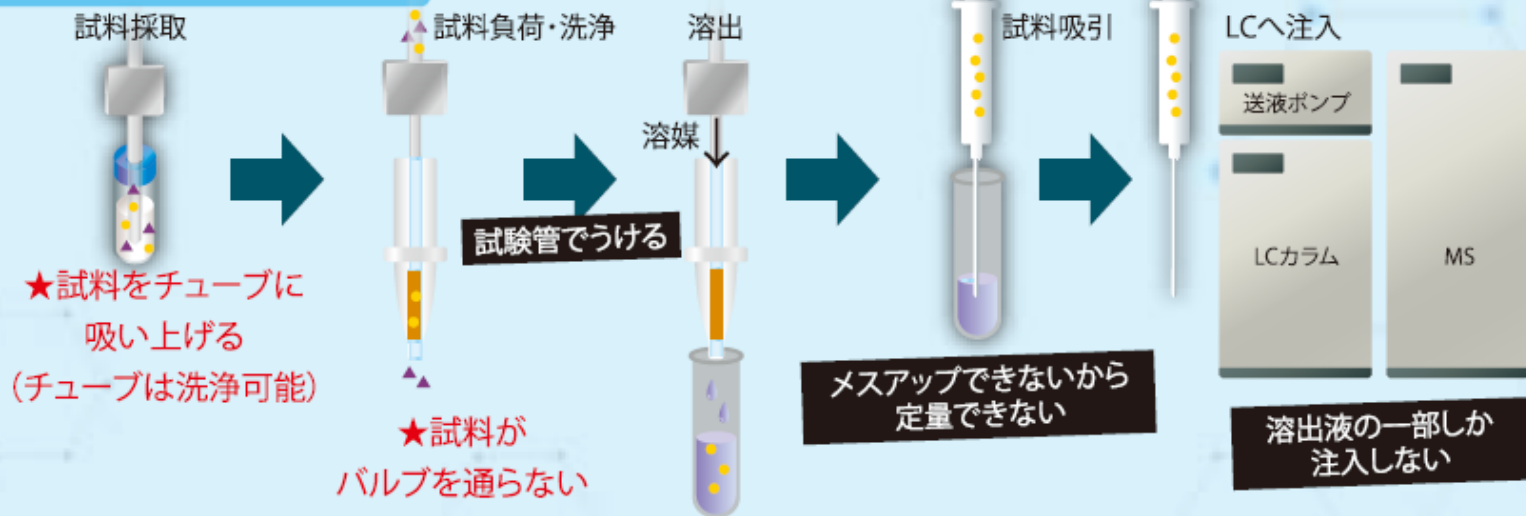


「試料」を本システムにセットするだけ。

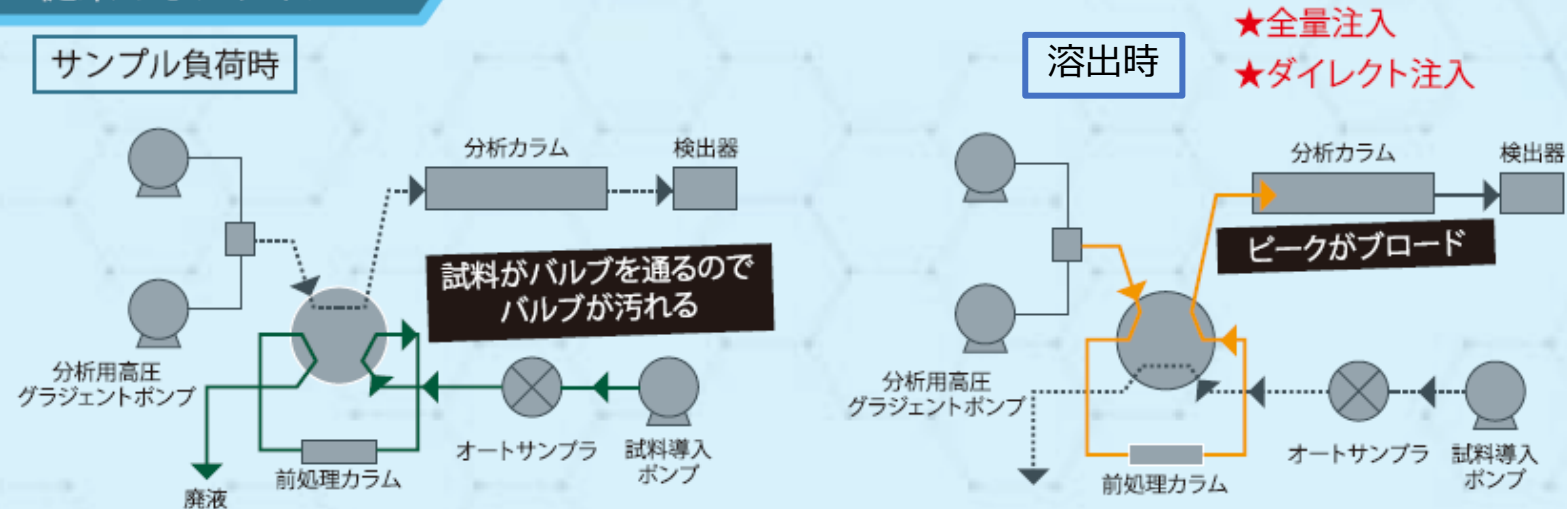
前処理（固相抽出）からLC/MS測定まで

完全自動化！

従来のオフライン



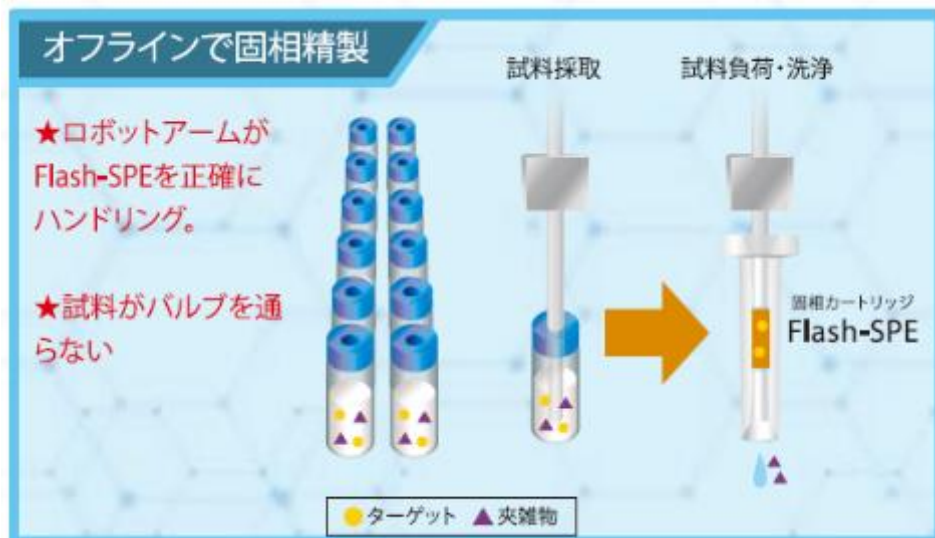
従来のオンライン





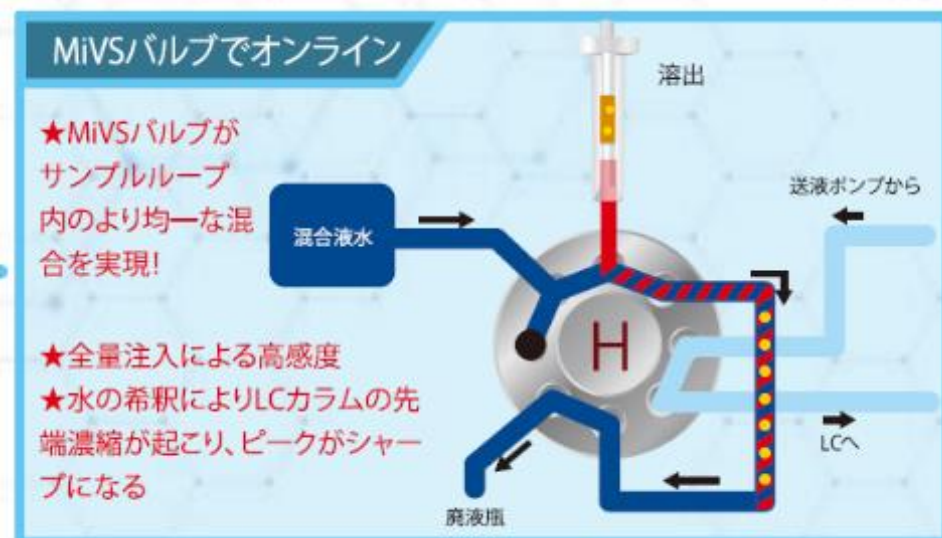
ハイブリッドオンラインSPE-LC

従来のオフライン/オンラインのメリットを融合



オフラインのメリット

- ・ 試料を固相に負荷する時にバルブを汚さない
- ・ 自由に精製を行うことが可能



オンラインのメリット

- ・ 固相からの溶出液をLCへ全量導入することが可能
- ・ 試料を少量化することができ、装置のスモール化
- ・ 溶出液を受けるバイアルや注入するためのシリンジを削減

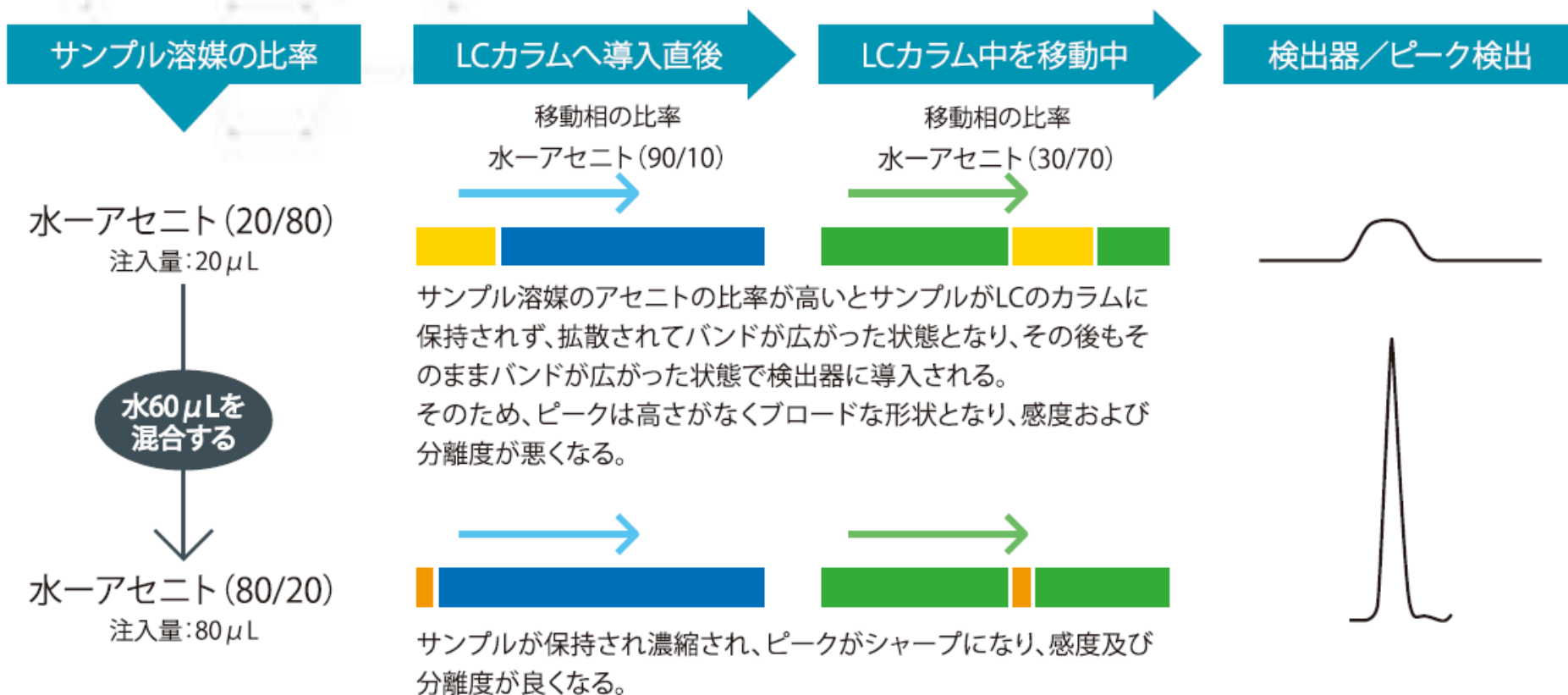
MiVS 混合注入バルブシステム

Mixing Injection Valve System

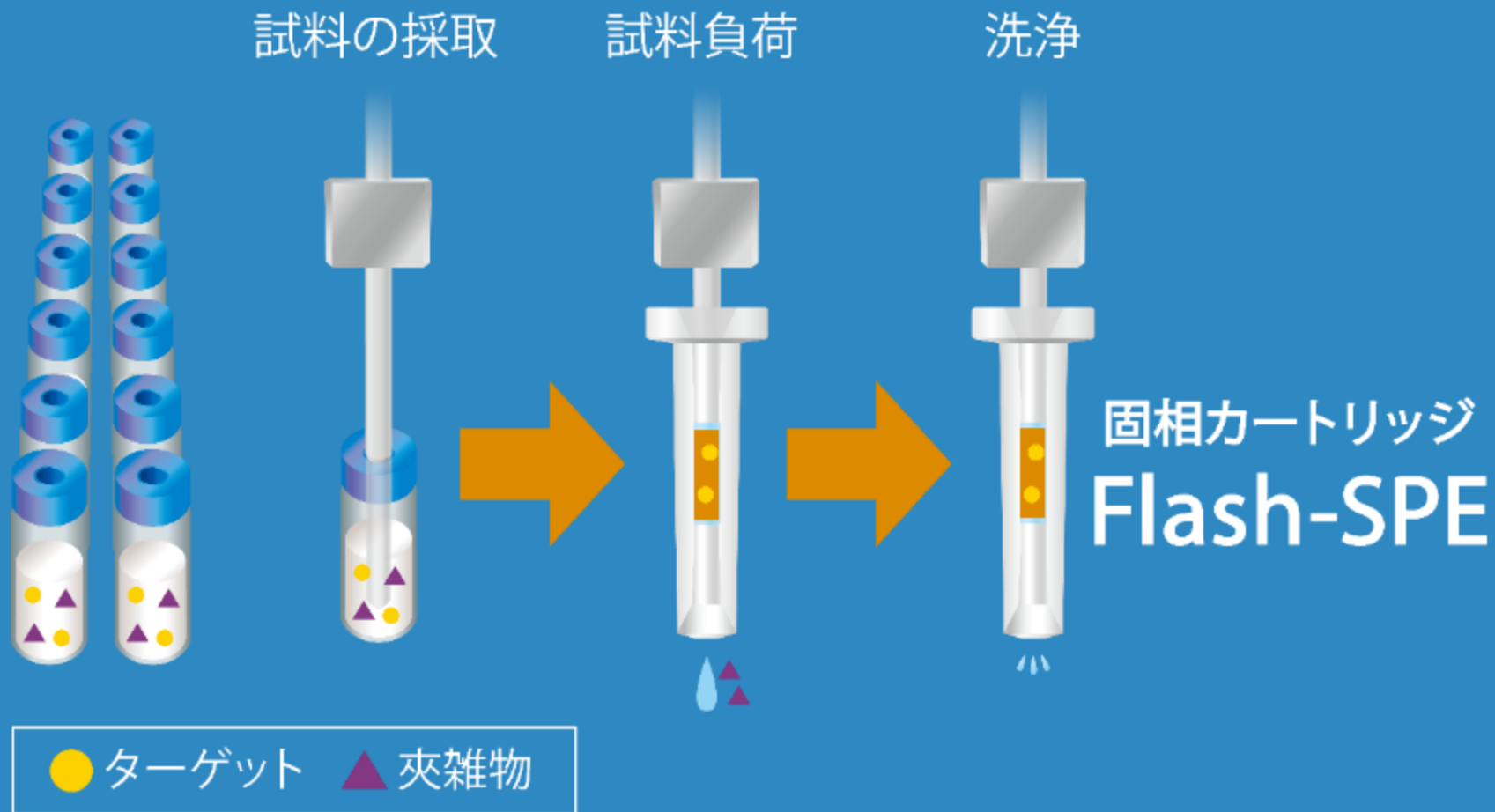
(特許出願中)



LCカラムの先端濃縮によるシャープなピーク形状

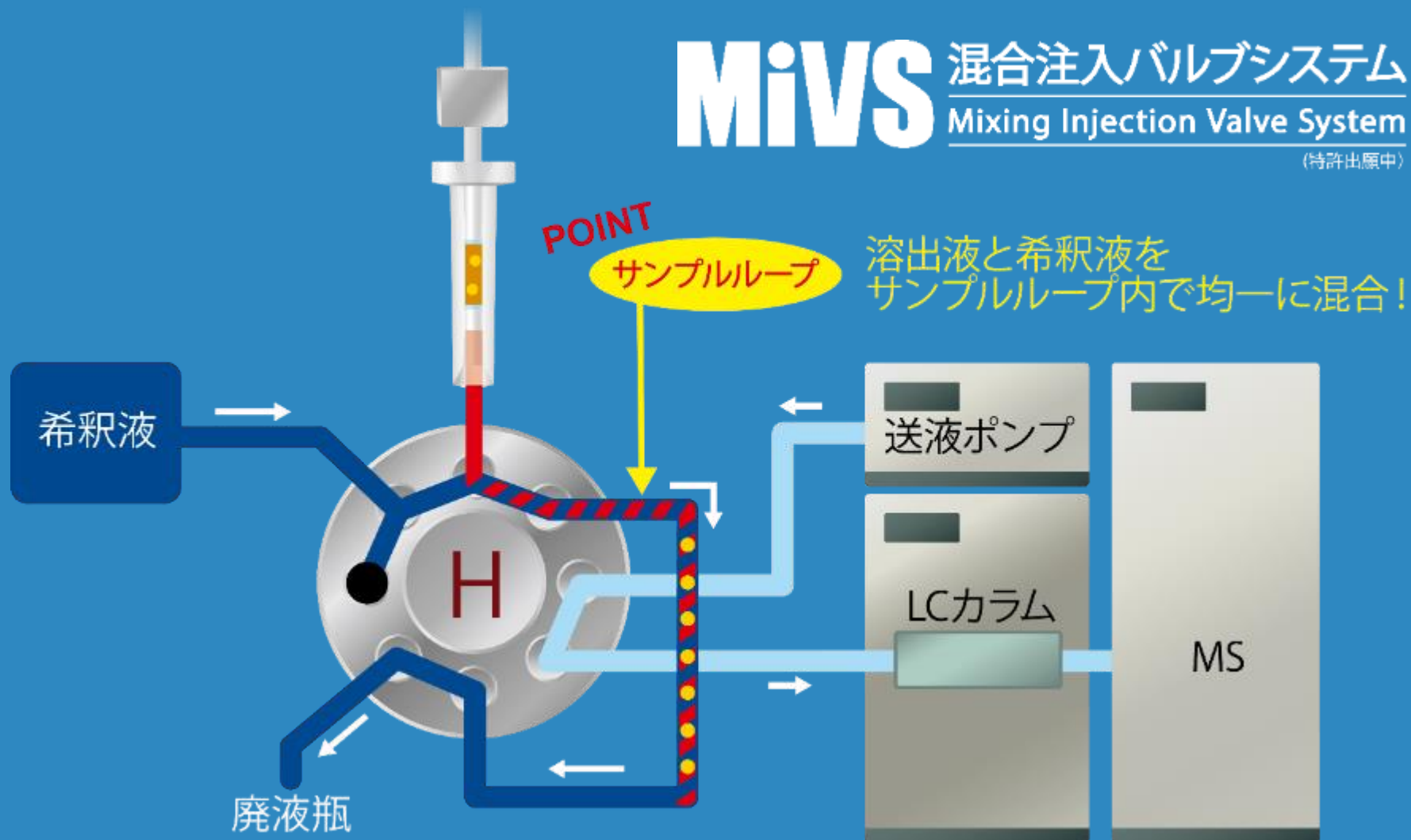


STEP 1 試料採取・負荷



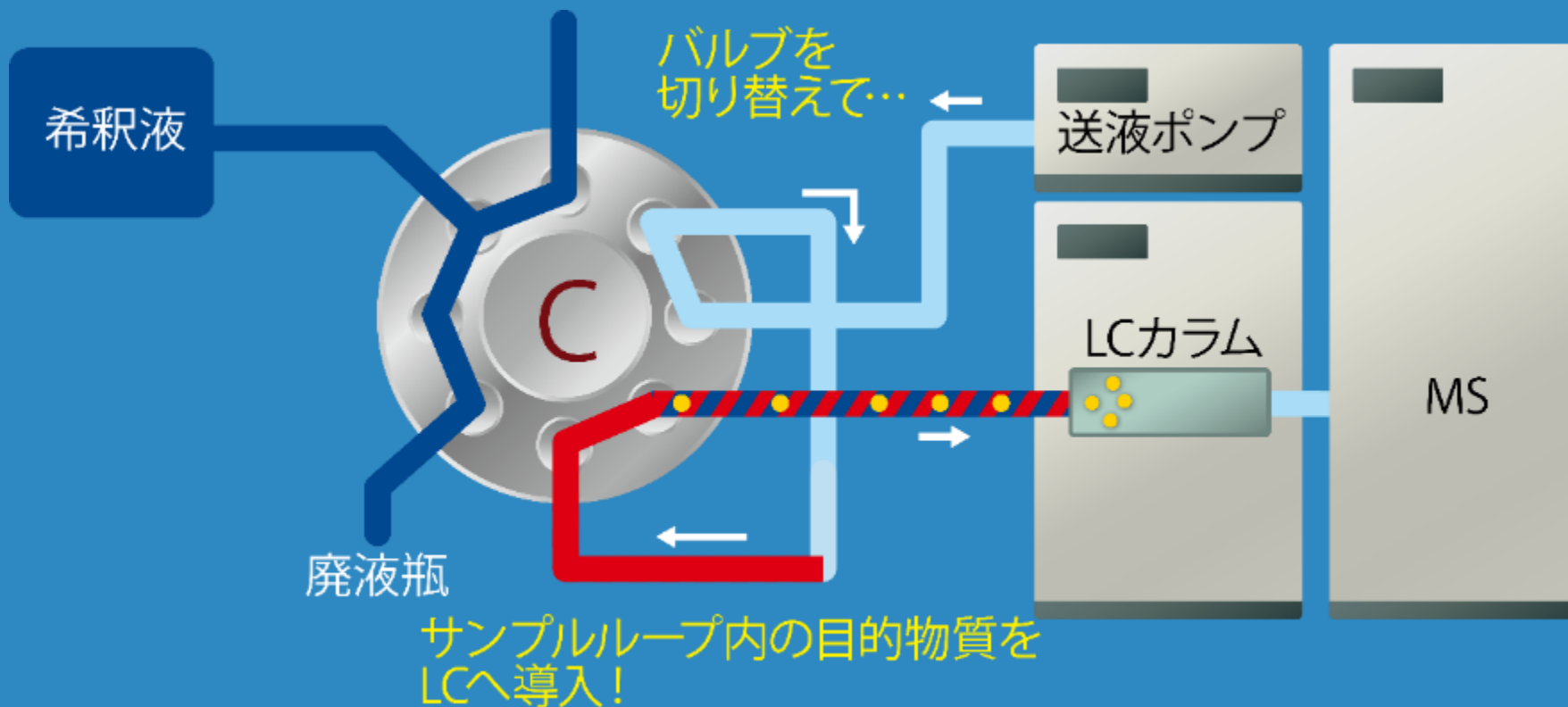
STEP 2 溶出 & 希釈

MiVS 混合注入バルブシステム
Mixing Injection Valve System
(特許出願中)



STEP 3 LCへ導入

MiVS 混合注入バルブシステム Mixing Injection Valve System (特許出願中)



固相抽出によるメリット

C18精製によるLC分析カラムの負担軽減

固相C18を用いない場合



固相C18による精製の場合



ACN:水
(4:1)



無極性
夾雑物

LCで使用されている分離カラムは「ODS」で、固相C18と同じ充填剤。
予め固相C18で精製することでLCカラムの負荷を防ぐ。

メリット

- HPLCカラムの劣化を防ぐ
- ピーク形状の維持
- 分析時間の短縮

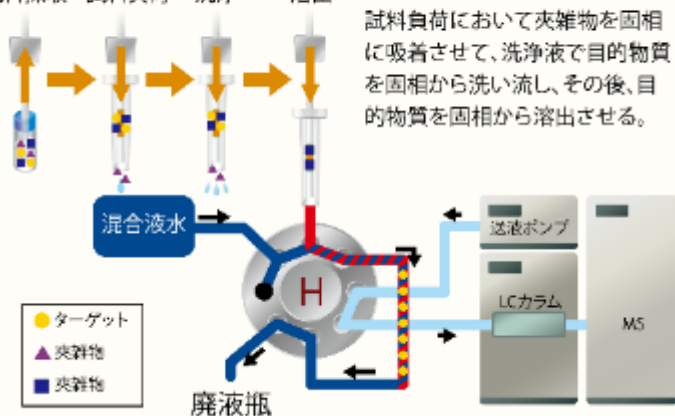
固相抽出によるメリット

- LC-MSMSのメンテナンス頻度が下がる。
- 夾雑物を少なくすることで、LC-MSMSに与える影響を軽減し分析精度を維持する。
 - HPLCカラムの劣化を抑えられ、ピーク形状を維持することができる。
 - MSの劣化を抑えられる。
 - イオン化阻害やイオン化促進などの影響を軽減。
- 微量分析においては固相での濃縮量（負荷量）を増加することで、高感度な分析が可能となる。
- 固相の濃縮に伴い増加した夾雑物は固相抽出の精製により除去することが可能。
- HPLCにおいて夾雑物を追い出す時間を短縮することが可能となり、測定時間を短縮できる。
- 夾雑物の影響がなくなることで、解析時間が短縮できる。
- 夾雑物を少なくすることで、誤って同定してしまうことを防ぐことができる。

活用方法

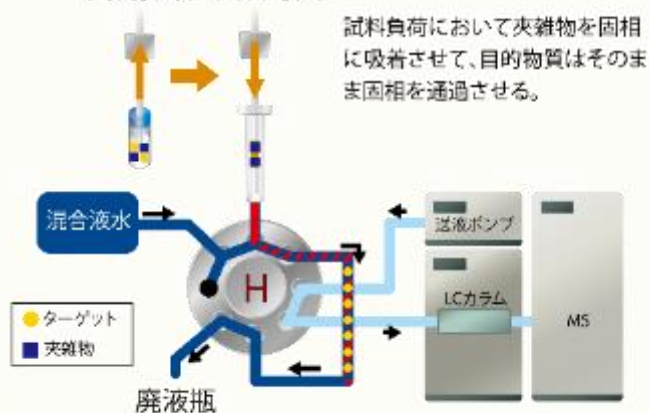
■ 保持+精製

試料採取 試料負荷 洗浄 溶出

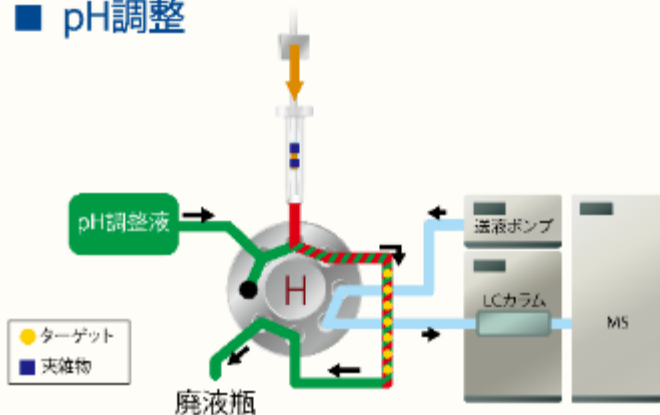


■ 精製

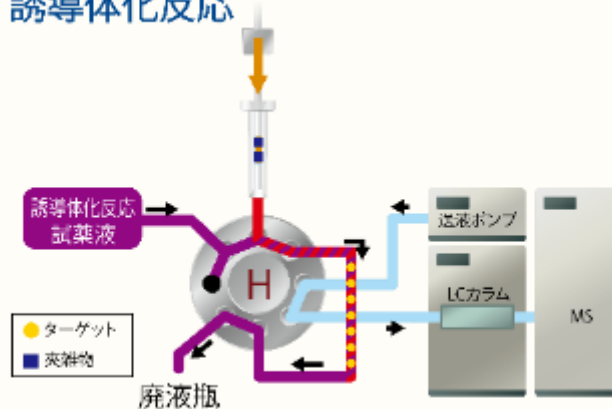
試料採取 試料導入



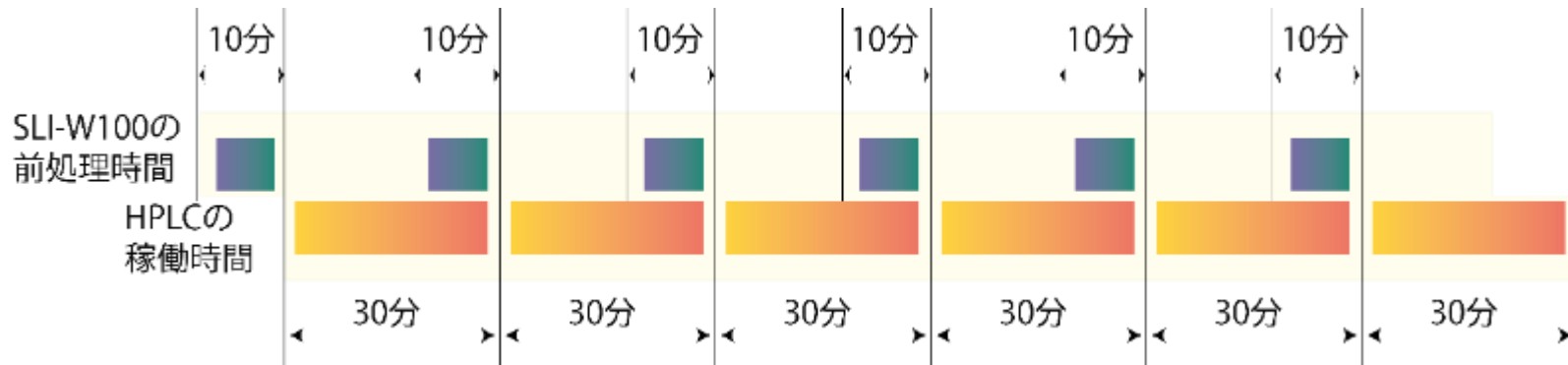
■ pH調整



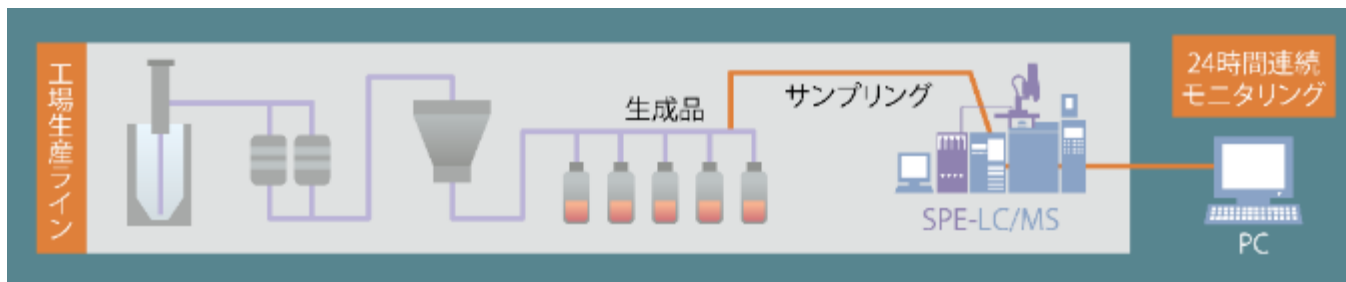
■ 誘導体化反応



分析サイクル時間



工場生産ラインなど24時間体制でオンラインモニタリング



工場の各生産ラインや各工程における製品・生成物のチェックや品質管理、排水チェックなど危機管理としても有効です。

特許登録

Flash-SPE

For Online SPE-GC

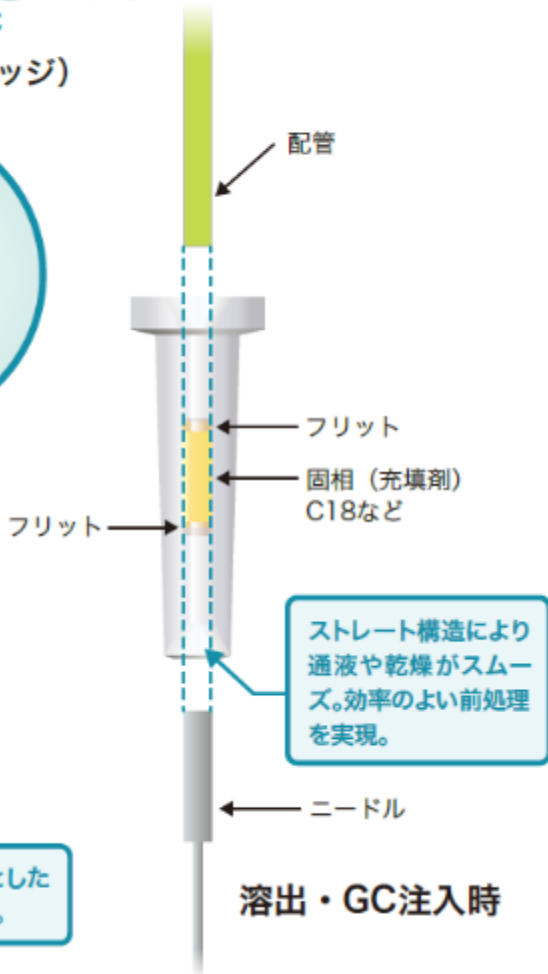
(固相ミニカートリッジ)



連結機能



両端がプレスフィット。しっかりとした連結が可能で、自由度のある設計。



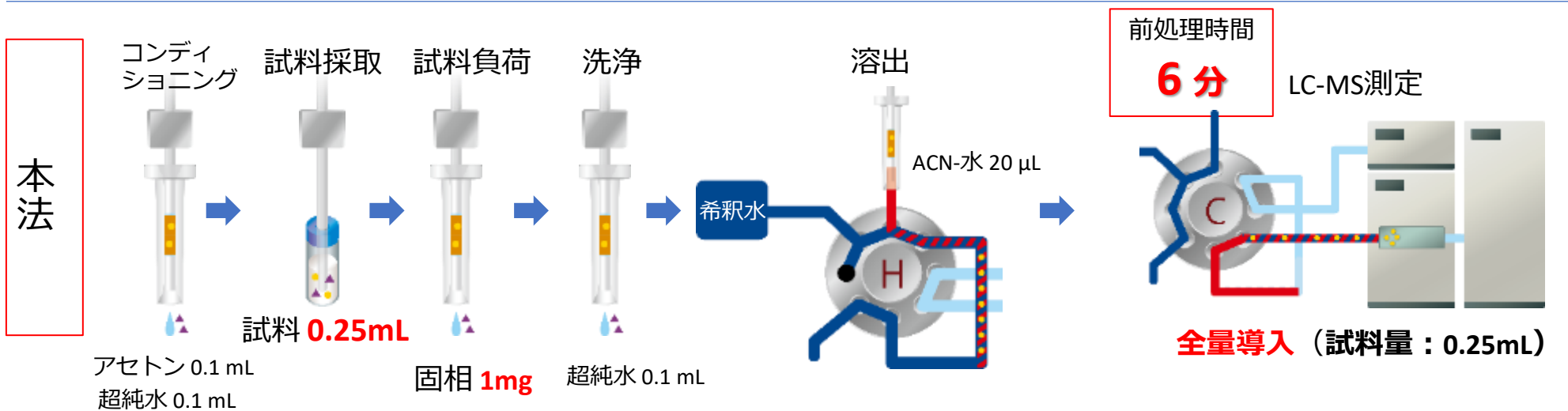
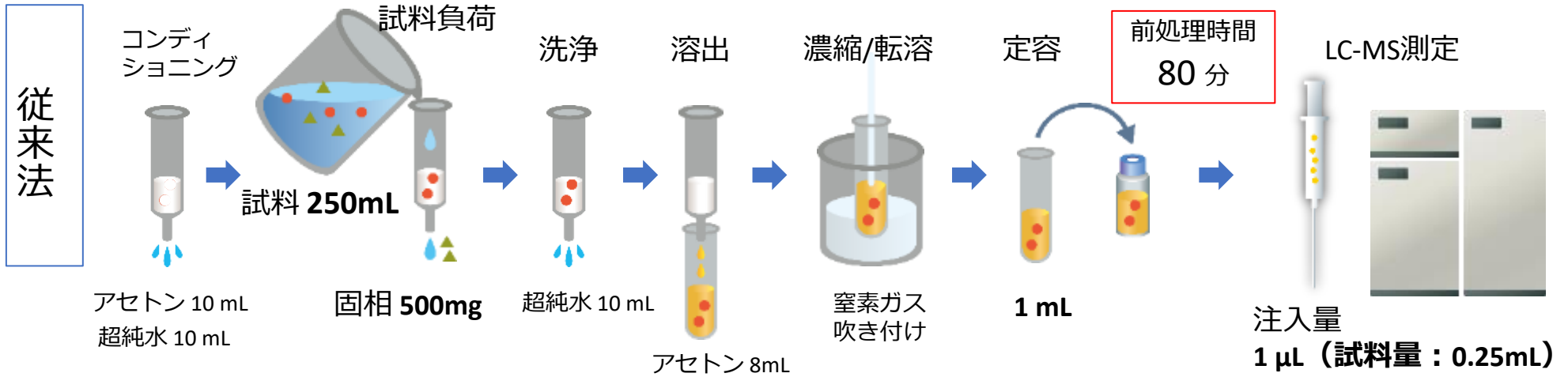
オンラインSPE-GC用 固相カートリッジ

充填量が少なく無駄のない分析が可能

- 試料や溶液がスムーズに流れる直線的構造
- 通気乾燥が早い (30秒)
- 自動化に最適化されたシンプルな構造
- 2~5mgという少量の固相充填量
- 上下両端から配管やニードルの連結が可能



河川水中のネオニコチノイド分析



添加回収試験：回収率と再現性

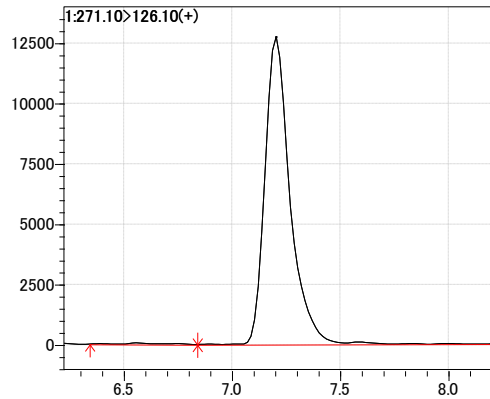
河川水に各農薬を10pptになるように添加して、本システムで添加回収試験を行った。

NO.	成分名	河川水, 10ppt 添加, ピーク面積値							RSD %	回収率 %
		1	2	3	4	5	6	Ave.		
1	Nitenpyram	114,371	108,447	100,857	102,730	109,253	105,747	106,901	4.6	91
2	Thiamethoxan	15,295	15,282	11,831	14,101	15,157	16,181	14,641	10.4	116
3	Imidacloprid	24,911	22,741	22,148	22,380	23,060	23,131	23,062	4.3	108
4	Clothianidin	33,644	36,114	33,552	33,385	35,224	32,348	34,045	4.0	124
5	Acetamiprid	109,719	99,658	104,738	107,115	105,946	102,750	104,988	3.3	96
6	Thiacloprid	128,199	133,633	133,158	130,063	131,737	125,731	130,420	2.3	98

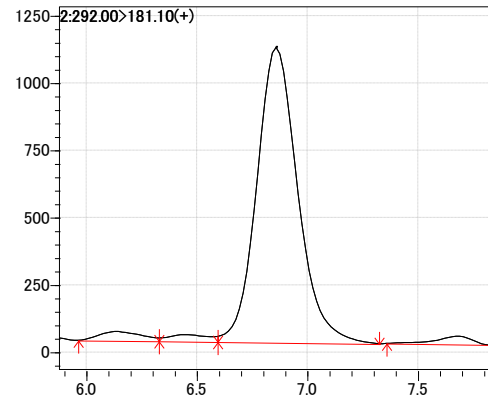
※内標による補正は行っていません。

※ClothianidinとAcetamipridが河川水から検出されたため、回収率は差し引いて算出しています。

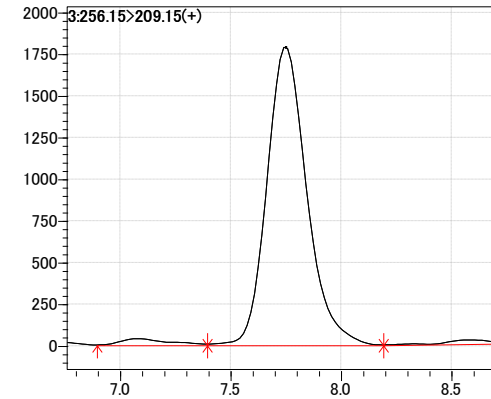
河川水添加10pptの定量イオンクロマトグラム



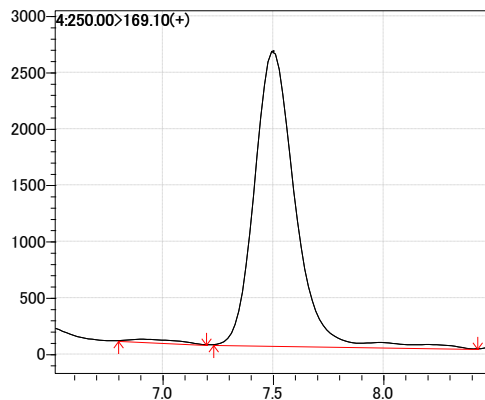
Nitenpyram



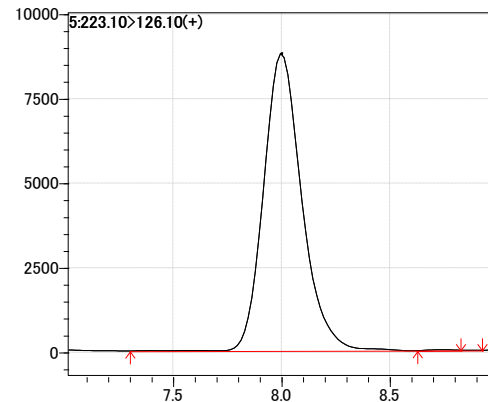
Thiamethoxam



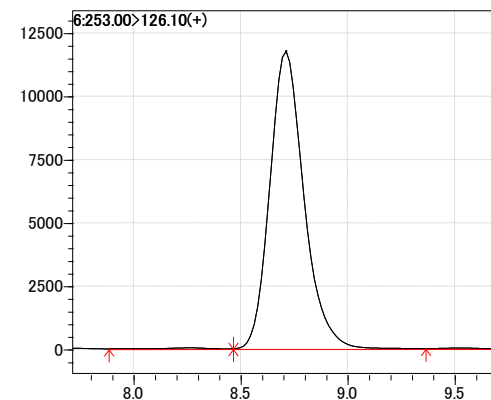
Imidacloprid



Clothianidin

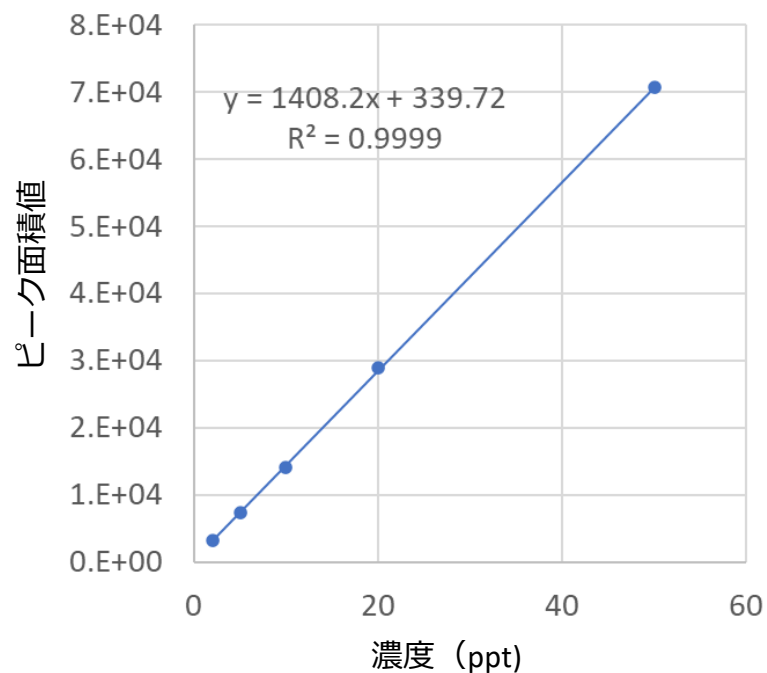


Acetamiprid

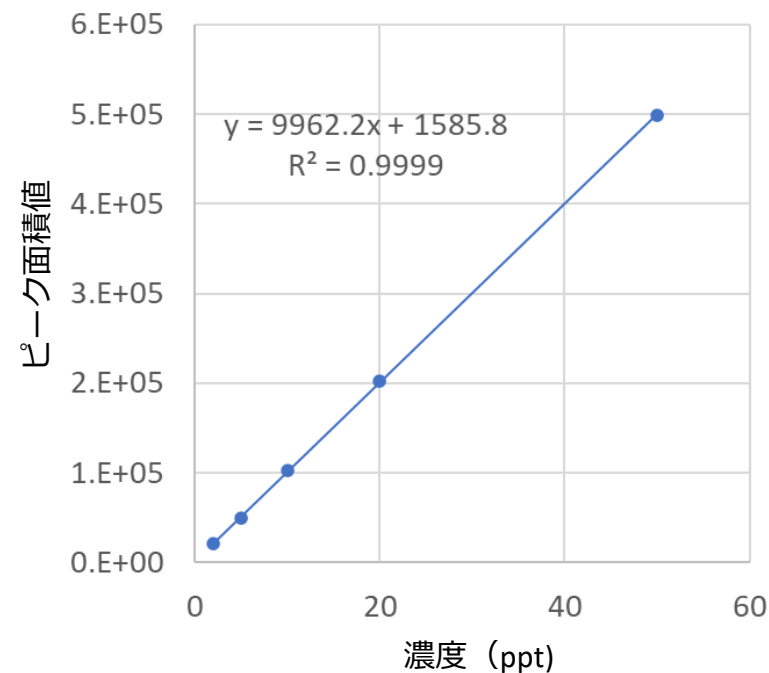


Thiacloprid

精製水添加による検量線



Clothianidin

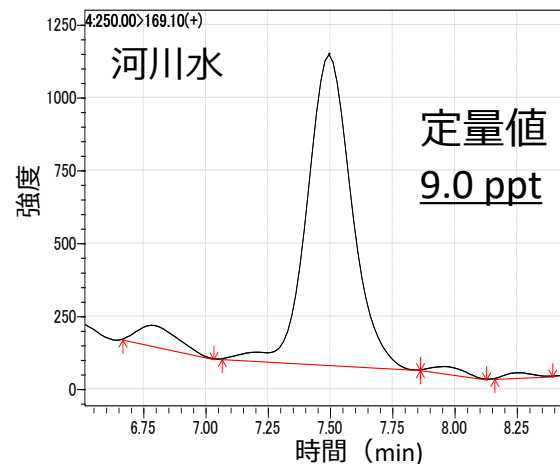
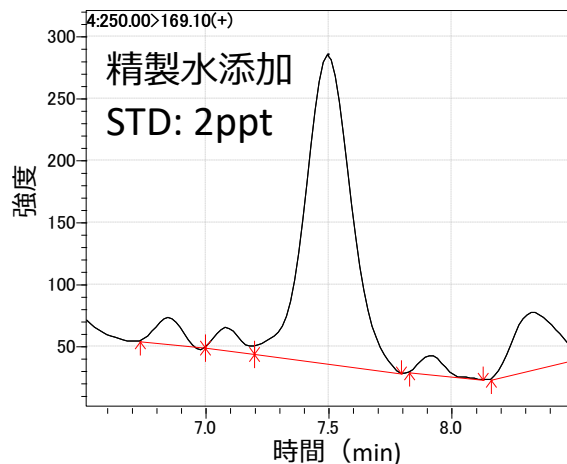


Acetamiprid

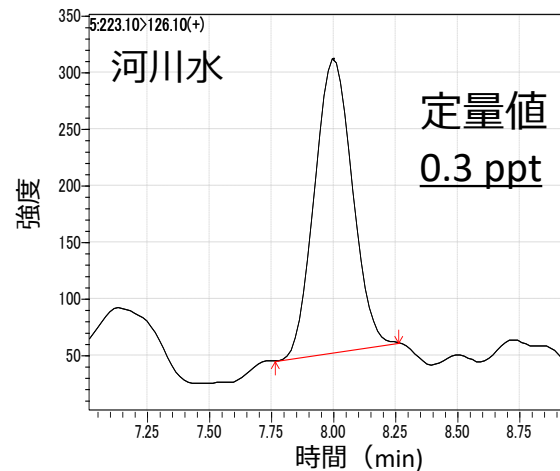
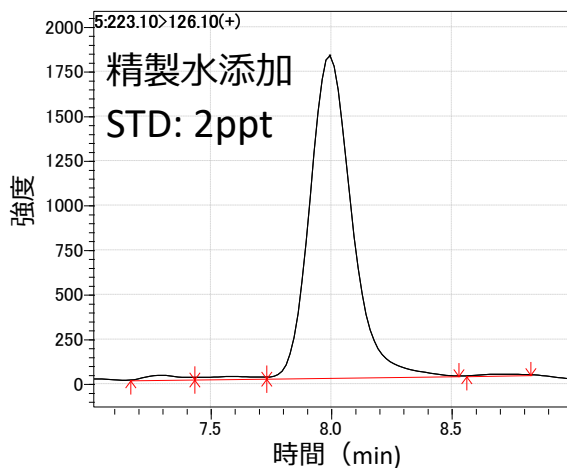
精製水に農薬を2, 5, 10, 20, 50 pptとなるように添加して得られた検量線
 ※内標による補正は行っていません。

検出した農薬の定量イオンクロマトグラムと定量値

Clothianidin



Acetamiprid



尿中のカフェイン分析

本システムを用いてコーヒーを飲んだ後の尿中のカフェイン濃度を分析した。

採取した尿50 μ Lを水950 μ L入れているバイアルに加え、本システムにセットして、測定した。

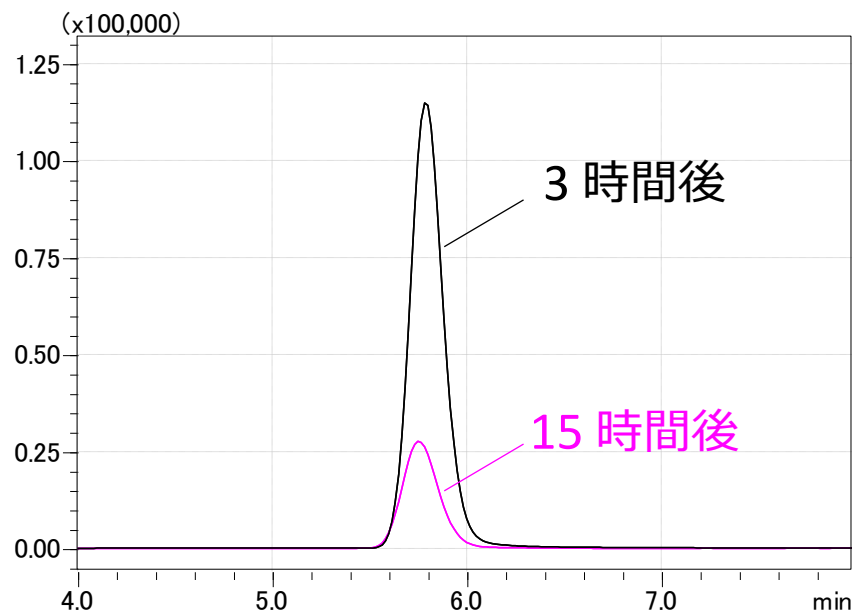
固相：C18

洗浄液：2%ACN-水

溶出液：ACN-水 (1/1)

負荷量：25 μ L

測定装置：LC-MSMS



本システムで得られた尿中カフェインのMRM定量イオンクロマトグラム