

オンライン固相誘導体化SPE-GC/MSによる 農作物の成分比較

はじめに

従来のメタボロームにおけるGC/MS分析において、抽出・凍結乾燥・誘導体化に煩雑かつ長時間を要し得られるデータのばらつきも大きい傾向があった。そこで当社は独自技術「**固相誘導体化**」により劇的に時短・簡易・高精度を実現した。アミノ酸や有機酸をイオン交換相互作用で固相に保持し、アセトニトリルで通液することで脱水・洗浄効果が得られ、その後、**固相に保持状態で誘導体化試薬を含ませ**ることによって誘導体化し溶出液をGC/MSで測定する。今回はこれらの工程を完全自動化したシステムSGI-M100を用い野菜・果実の成分比較を試みた。

サンプル

A. ほうれん草

ホウレンソウには**シュウ酸**が多く含まれており、体内でカルシウムと結合し腎臓や尿路に結石を引き起こすことがある。

B. トマト

グルタミン酸の濃度が非常に高いためうま味があること、**酸味**・水分があることから、ケチャップ、トマトソース、ピザソースなどに用いられる。

C. うめ

強い酸味が特徴であり、**クエン酸**をはじめとする**有機酸**などを多く含む。

前処理フロー

ドライアイス凍結粉砕

農作物の可食部100~200gにドライアイスを加えて凍結粉砕した。

試料採取 10g 凍結粉砕した試料

— 添加 水 10 mL

手振とう

— 添加 ACN 20 mL

振とう抽出 10 min

遠心分離 3500 rpm, 5 min

分取 抽出上澄液 500 μ L

— 添加 ACN 500 μ L

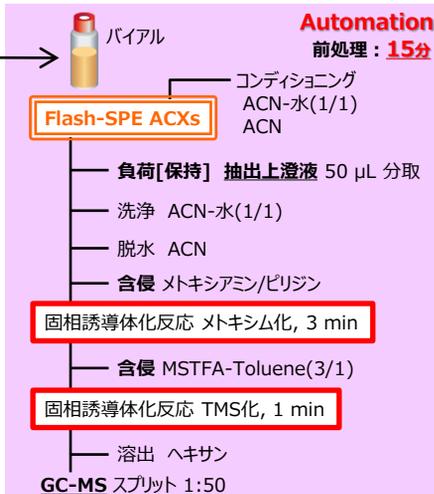
振とう 37 $^{\circ}$ C, 5 min

遠心分離 14000 rpm, 3 min

— 添加 0.1N NaOH

抽出上澄液

オンライン固相誘導体化SPE-GC : SGI-M100



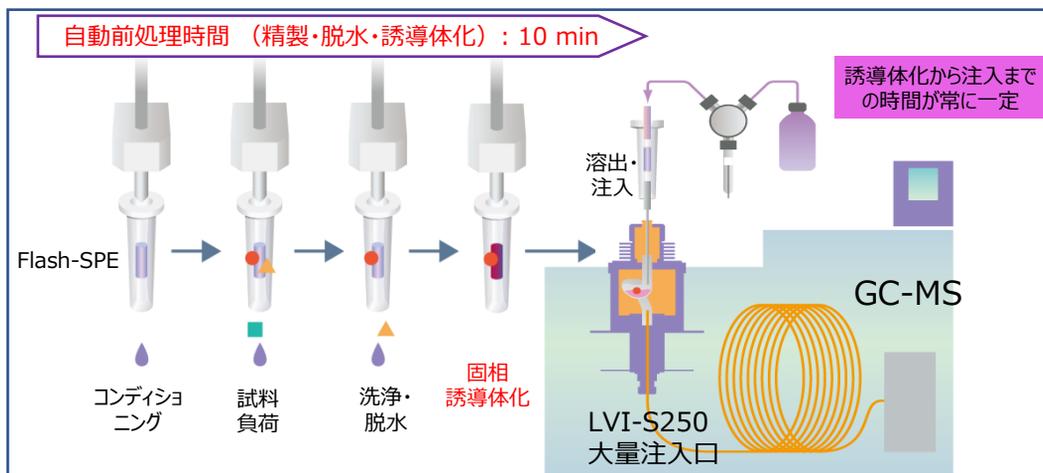
測定条件

PTV Injector	LVI-S250 (AiSTI Science)
Insert Type	Spiral Insert
Injector Temp.	220 $^{\circ}$ C(0.5min)-50 $^{\circ}$ C/min-290 $^{\circ}$ C(16min)
GC-MS	
Inlet Mode	Split 1:50
Flow Mode	Constant Flow, 1 ml/min
Pre-Column	0.25mm i.d. x 1m
Column	Vf-5ms, 0.25mm i.d. x 30m, df;0.25 μ m
Oven Temp.	100 $^{\circ}$ C(2min)-10 $^{\circ}$ C/min-220 $^{\circ}$ C-30 $^{\circ}$ C/min-320 $^{\circ}$ C
Trans. Temp.	290 $^{\circ}$ C
MS Method	SCAN, m/z;70-470



メタボローム分析用SPE-GC-MSシステム
SGI-M100 / GCMS-TQ8040NX

固相抽出からGC-MS注入工程 (全自動処理)



SGI-M100
for SPE-GC system

Sample



野菜・果実

Information

【試料】

- ・ほうれん草
- ・トマト
- ・うめ

【対象成分】

- ・アミノ酸
- ・アミン
- ・核酸塩基
- ・有機酸

Product

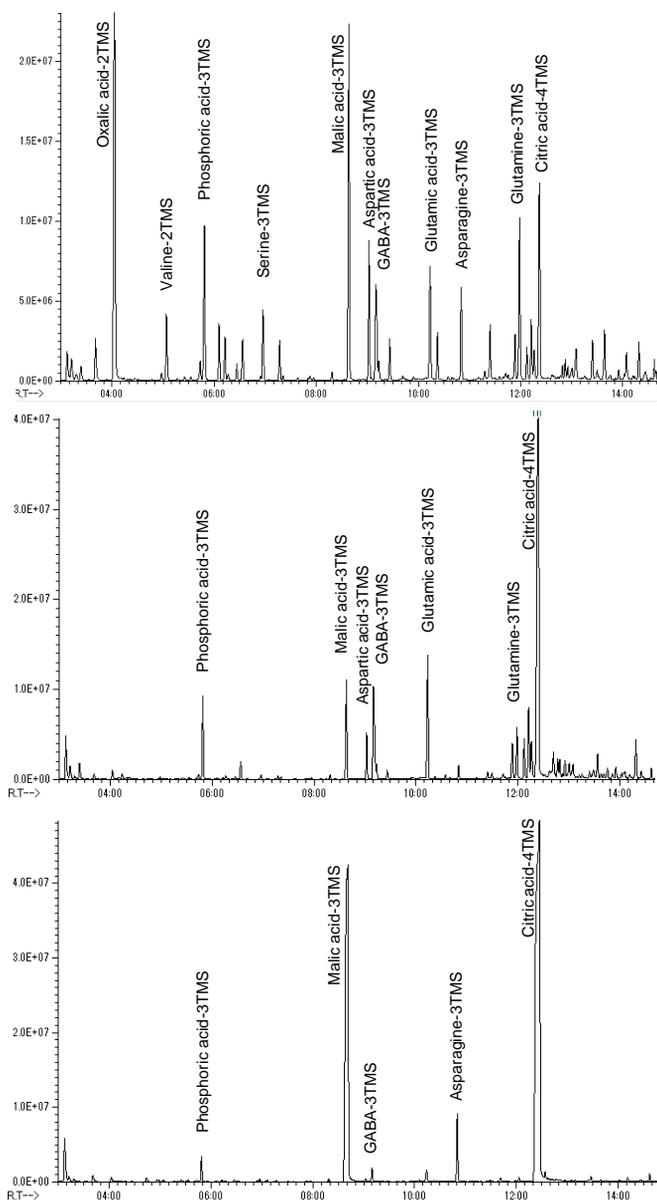
オンラインSPE-GC
SGI-M100

固相カートリッジ
Flash-SPE

GC大量注入装置
LVI-S250

AiSTI Application Note

■ 本法による各農作物のSCANトータルイオンクロマトグラム



【結果と考察】

TICでは3種類のサンプルすべてにおいて、ピーク形状および分離も良好であった。固相による洗浄・脱水・誘導体化が効率的に行われていることが推察できる。当分析法は固相誘導体化により精度の向上や時間短縮という効果が得られ、自動化による効率化も見込める。弱点だった前処理の煩雑・長時間を克服したことでGC/MSのメリットである高分離・高い定性能力・データベースの充実などを最大限に活かせる手法となると考えられる。

また、各サンプルの成分面積比較を行ったところ違いが明確に判定できた。精度の高い分析法から得られるデータは、信頼性の高い解析結果に寄与できると思われ、今後の農作物の品種改良や栽培方法の開発に生かせると考えられる。

■ 各農作物の成分量比較

