

オンラインSPE-LCシステムを用いた尿中のカフェインの全自動分析

はじめに

オンラインSPE-LC「SPL-W100」は、固相抽出-LC/MSの全工程を自動化したシステムです。固相カートリッジからの溶出液と水等を混合しLCに注入する混合注入バルブシステム「MiVS」を開発することでLCとのオンライン接続を実現しました。また固相抽出では充填量数mgのカートリッジを使用し分析の小スケール化を図っています。本システムは試料をセットするだけで固相抽出での夾雑物との分離からLC測定まで自動で行われます。固相精製によるLC分析時間の短縮や分析中に人の手を介さなことで多検体処理の場合の試料の取り間違いを防止することが可能です。今回は生体試料の例として尿中のカフェインの分析についてご紹介します。

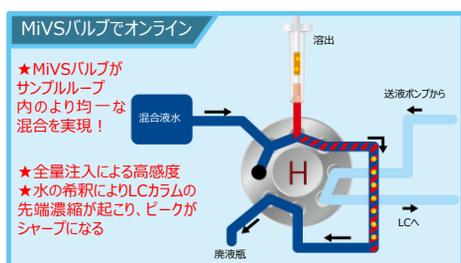
システムの概要



システムのポイント

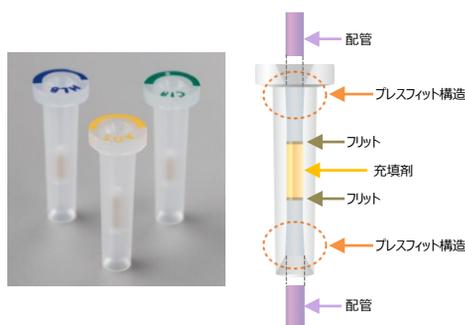
1. 混合注入バルブシステム【MiVS】(特許出願中)

八方バルブの流路を工夫したバルブです。固相からの溶出液をバルブ内で希釈液(水等)と混合し、その後バルブを切替えへLCカラムへ導入します。例えば逆相モード分析では、溶出液を水で希釈してLCに導入することで注入量が多くて良好なピーク形状が得られます。バルブ内での混合機能は、試料のpH調整や誘導体化への応用も可能です。



2. Flash-SPE(特許取得)

充填量が数mgとごく少量なので固相抽出の小スケール化が実現し、溶媒削減にも効果があります。



3. 固相カートリッジによる精製のメリット

逆相モードでは、LCカラムはC18を使用する機会が多いため、前処理で予めC18固相カートリッジを用いて精製することでLCカラムの汚染を軽減できます。また、このようにC18で無極性の夾雑物を予め除去することで、インジェクションの都度行っているカラム洗浄を省略でき、測定時間の短縮が可能となります。

固相C18を用いない場合



固相C18による精製の場合



ACN : 水 (8:2)



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



SPL-W100
for SPE-LC system

Sample



Information

JASIS 2020
新技術説明会
「オンラインSPE-LC
インターフェース
SPL-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」

Key Word

固相抽出
オンライン SPE-LC
インターフェース

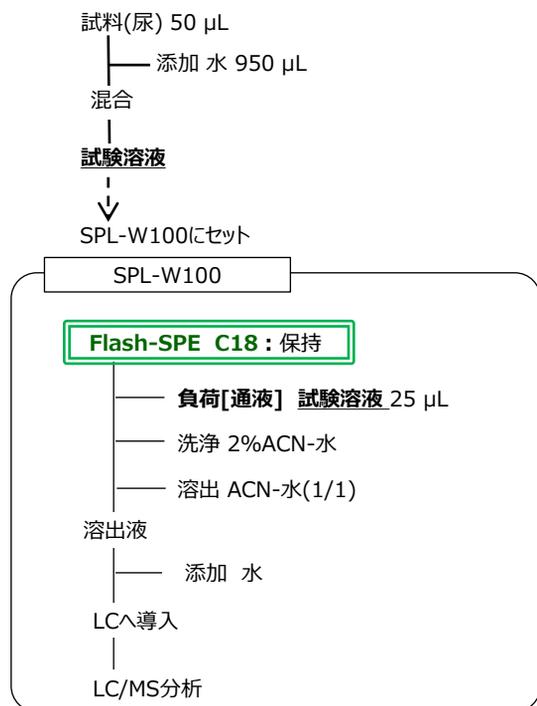
AiSTI SCIENCE

Product

SPL-W100
Flash-SPE

株式会社アイスティサイエンス
www.aisti.co.jp
お問い合わせ先
TEL. 073-475-0033
E-Mail; as@aisti.co.jp

実験方法



測定条件

【装置】

SPL-W100(アイステイサイエンス)
 LCMS-8045(島津製作所)



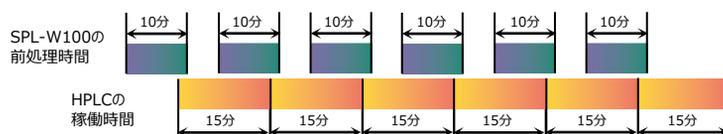
【LC条件】

分析カラム : Shim-pack FC-ODS 2mmI.D. \times 150 mm, 3 μ m
 (島津製作所)
 移動相 A液 : 0.1 % ギ酸-水
 B液 : 0.1 % ギ酸-ACN
 流速 : 0.2 mL/min
 グラジエント : B.Conc 10%(0-1 min) \rightarrow 70%(9 min) \rightarrow
 90%(9.5-11.5 min) \rightarrow 10%(12-14.5 min)
 カラム温度 : 40 $^{\circ}$ C

【MS条件】

イオン化モード : ESI positive
 ネブライザーガス流量 : 2 L/min
 ヒーティングガス流量 : 10 L/min
 インターフェース温度 : 200 $^{\circ}$ C
 DL温度 : 250 $^{\circ}$ C
 ヒートブロック温度 : 400 $^{\circ}$ C
 ドライングガス流量 : 10 L/min
 測定モード : MRM

精製と測定を効率的に処理できるシステム

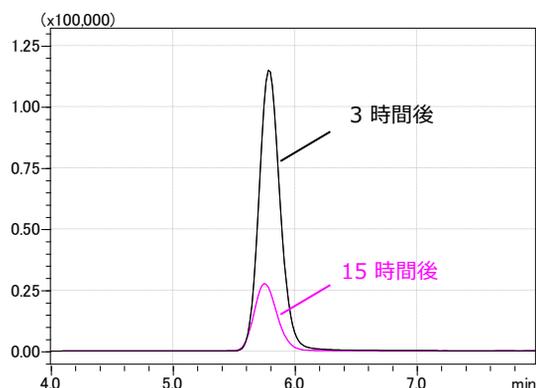


SPE-LCシステムは、前処理とLC測定をオーバーラップさせることで効率的に処理サイクルを回すことが可能です。1検体の処理時間を15分以内に収めることができました。

結果

本システムを用いコーヒーを摂取後3および15時間後の尿中カフェインの全自動分析を行ったところ、妨害ピークの影響を受けずにカフェインのピークが検出されました。

生体試料のモニタリング分析では時間経過とともに多くの検体を測定する必要があることから、試料を装置にセットするだけで固相抽出から測定までの全自動分析が可能な本システムは有用と考えられます。



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