

高速GC/MS【Intuvo9000GC-5977MSD】と オンライン固相誘導体化を用いたメタボローム分析の最適化 (4)アミノ酸・有機酸・糖



SPL-M100
for SPE-GC system

はじめに

従来GC/MSにおけるメタボローム分析は、サンプルの抽出後、乾固に4時間～1晩、誘導体化に2時間を要していましたが、オンライン固相誘導体化を使うことで前処理時間が飛躍的に短縮でき、誘導体化からGC/MSの分析までの時間が一定化され、安定したデータ取得が期待されます。

また、GC/MSにおいては、前処理の高速化に合わせ、高速分析が可能かつ初心者でも扱いやすい装置が望まれます。今回、オンライン固相誘導体化装置SPL-M100と高速分析が可能なIntuvo 9000GCとシングル四重極5977B MSDを接続したシステムでアミノ酸、有機酸、糖の分析条件の最適化を行いました。

分析装置

高速GC/MS・
オンライン固相誘導体化システム



Intuvo 9000GCと5977B MS
およびSPL-M100

メリット

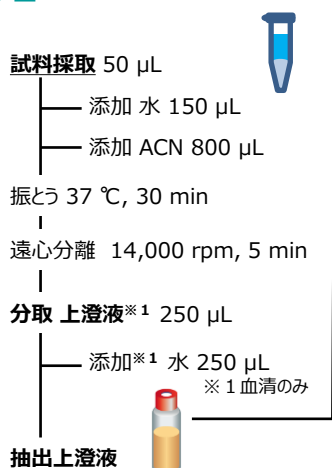
【Intuvo9000GC】

- ・高速分析可能
- ・取扱が容易

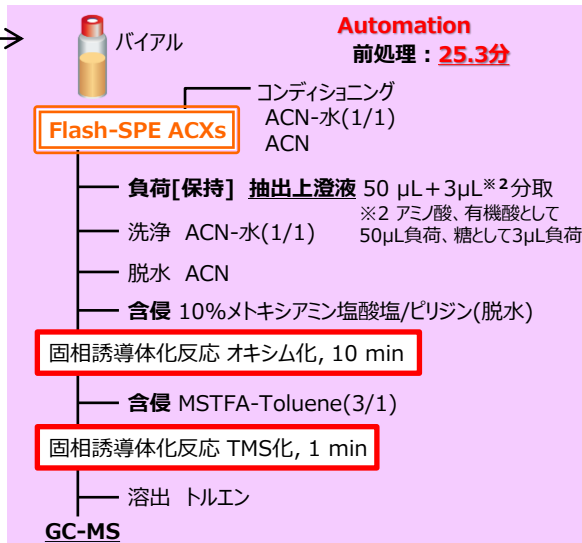
【SPL-M100】

- ・前処理時間は飛躍的に短縮
- ・誘導体化から分析までの時間が一定化

前処理フロー



オンライン固相誘導体化SPE-GC : SPL-M100



測定条件

GC Intuvo9000C

カラム	DB-5MS, 15m×0.25mm I.D., 膜厚0.25 μ m
オープン温度	80 $^{\circ}$ C(1 min)-20 $^{\circ}$ C /min-160 $^{\circ}$ C -10 $^{\circ}$ C /min-220 $^{\circ}$ C -20 $^{\circ}$ C /min-310 $^{\circ}$ C (3 min) (total 18.5min)
注入口(MMI)温度	220 $^{\circ}$ C(0.5min)-70 $^{\circ}$ C/min-290 $^{\circ}$ C
ライナー	ウルトライナーライナー、シングルテーパー、低圧力損失、ガラスウール入り
注入方法	スプリット (50:1)
ガードチップ温度	220 $^{\circ}$ C(0.5 min)-70 $^{\circ}$ C /min-290 $^{\circ}$ C
キャリアガス流量	1.0 mL/min (コンスタントフロー)
トランスファーライン温度	290 $^{\circ}$ C

MS 5977B

測定モード	スキャン (m/z 70-470)
イオン源温度	250 $^{\circ}$ C
四重極温度	150 $^{\circ}$ C

Sample



Information

第15回 メタボロームシンポジウム
「高速GC/MSとオンライン固相誘導体化を用いたメタボローム分析の最適化」

杉立久仁代¹, 佐々野僚一², 佐久井徳広¹, 大塚剛史¹, 中村貞夫¹
¹アジレント・テクノロジー株式会社, ²株式会社アイステイサイエンス

AiSTI SCIENCE

Product

オンラインSPE-GC
SPL-M100

固相カートリッジ
Flash-SPE

GC大量注入装置
LVI-S250

株式会社アイステイサイエンス

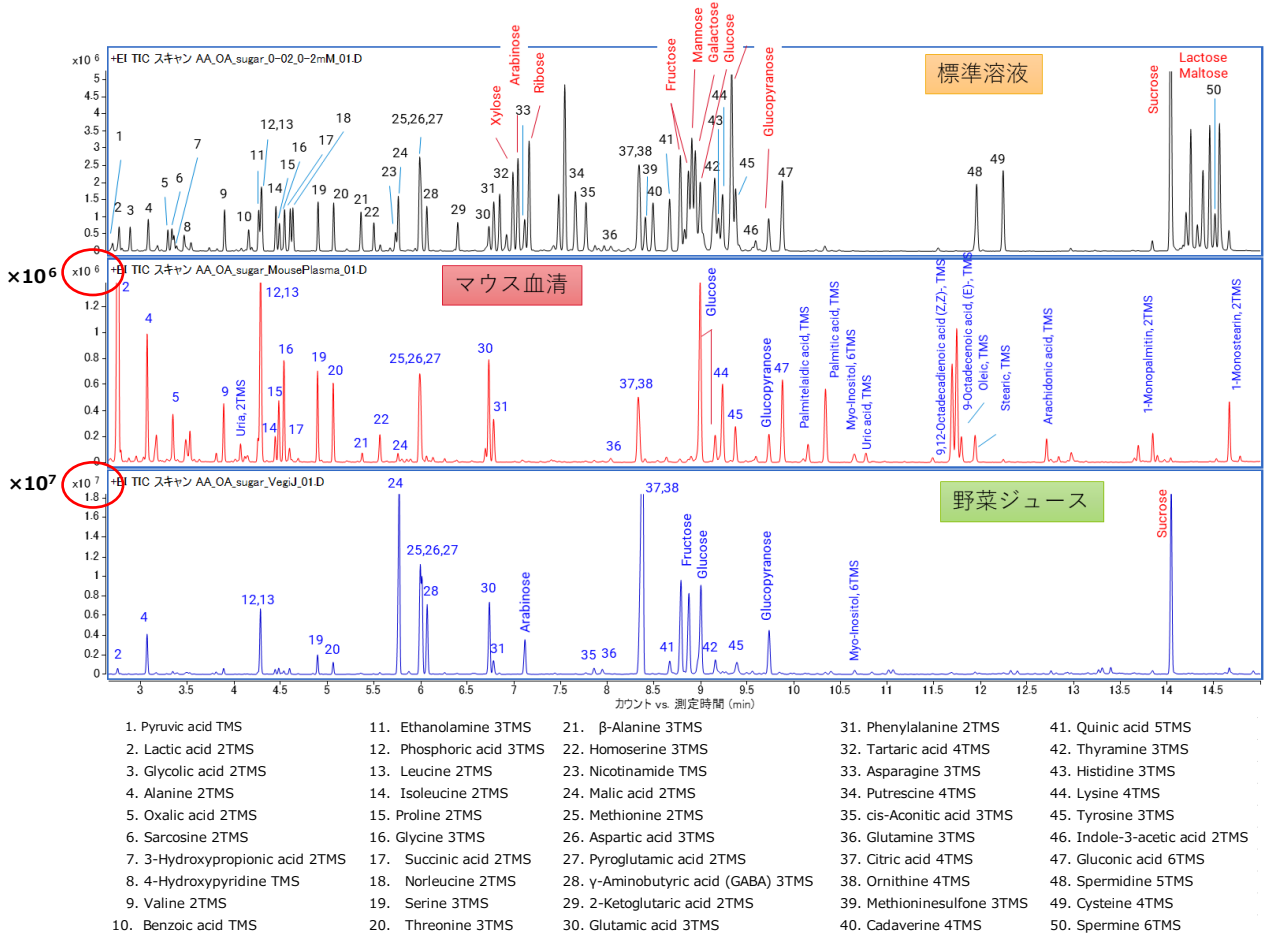
TEL: 073-475-0033

E-mail : as@aisti.co.jp

www.aisti.co.jp

結果と考察

アミノ酸、有機酸、糖の標準溶液とマウス血清及び野菜ジュースを本システムで分析を行ったTICクロマトグラムを下記に示します。糖の固相への負荷量は3μLですが野菜ジュースでは高い強度で検出されていることがわかります。

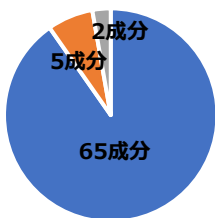


アミノ酸、有機酸、糖の標準溶液とマウス血清及び野菜ジュースのTICクロマトグラム

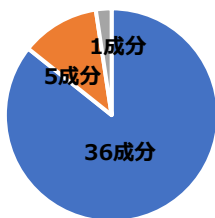
アミノ酸、有機酸、糖の標準溶液とマウス血清及び野菜ジュースのn=4の再現性(RSD)を下記に示します。標準溶液、マウス血清、野菜ジュースともにほとんどの成分でRSD10%未満の良好な再現性が得られ、高速分析の実用が可能と考えます。

標準溶液とマウス血清の再現性(RSD) 分布

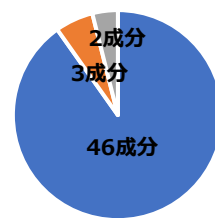
標準溶液0.02mM
(糖 : 0.2mM)



マウス血清



野菜ジュース



■ 10%未満
■ 10-15%
■ 15%以上