

## 演題 GC/MS 基盤メタボローム分析に資する誘導体化法の検討

大崎秀介 1\* 松本明弘 1 佐々野僚一 2 馬場健史 3 山下俊幸 4 福崎英一郎 4

1. 和歌山県工技セ 2.(株)アイスティサイエンス 3.九大・生医研 4.阪大・工

セッション/計測技術・融合領域 ポスター発表

[緒言] 一般的なGC-MS基盤メタボローム分析では、GC/MS注入に先立ち、溶媒抽出、遠心濃縮、凍結乾燥、誘導体化等の多段階の前処理が必要であり、長時間にわたる煩雑な操作を伴うため、時として除去不能の系統誤差が含まれる。当該問題解決のために、我々は、固相カートリッジ中の充填剤に検体を濃縮・保持した状態で行う誘導体化反応を検討した。結果として、従来のメタボローム分析における煩雑な操作を必要としないGC/MS分析を開発した<sup>1)</sup>。本発表では、従来までの溶液での誘導体化法と本法を比較することで、その有用性を検証したので報告する。

[実験] 測定装置として、大量注入口装置 (LVI-S200, (株)アイスティサイエンス製) を備えたGC/MS (GC: 6890N, Agilent製、MS: K-9, JEOL製) を用いた。また、種々のアミノ酸と有機酸を任意濃度の水溶液に調製し、測定試料とした。固相カートリッジには、(株)アイスティサイエンス製の強イオン交換作用の固相抽出カートリッジ(アミノ酸: CXi3, 有機酸: AXi) を用いた。誘導体化法の手順は、固相カートリッジに水、アセトニトリルの順にコンディショニングした後に、試料溶液とアセトニトリルの混合溶液を通液した。その後、脱水のためにアセトニトリルを流し、*N*-Methyl-*N*-(trimethylsilyl) trifluoroacetamide (MSTFA)を固相上に直接添加することで誘導体化を行い、アセトン/ヘキサン混合溶液で溶出し測定溶液とした。

[結果] アミノ酸、有機酸に対し固相抽出用担体を用いた誘導体化法による GC/MS 測定を行った。その結果、トリメチルシリル(TMS)化された各化合物に由来するピークが再現性良く検出され、種々のアミノ酸、有機酸に対し従来の誘導体化法と同等のデータが取得可能であることが確認された。また、本法での誘導体化に必要な操作は約6分で完了するため、前処理に要する時間の大幅な効率化が可能となった。

1) R. Sasano et al., "Development of in-SPE derivatization Method for GC-MS Metabolome Analysis", *Metabolomics 2015 11th International Conference of the Metabolomics Society*, P-408, California, USA, 2015.