

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 (3)糖

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

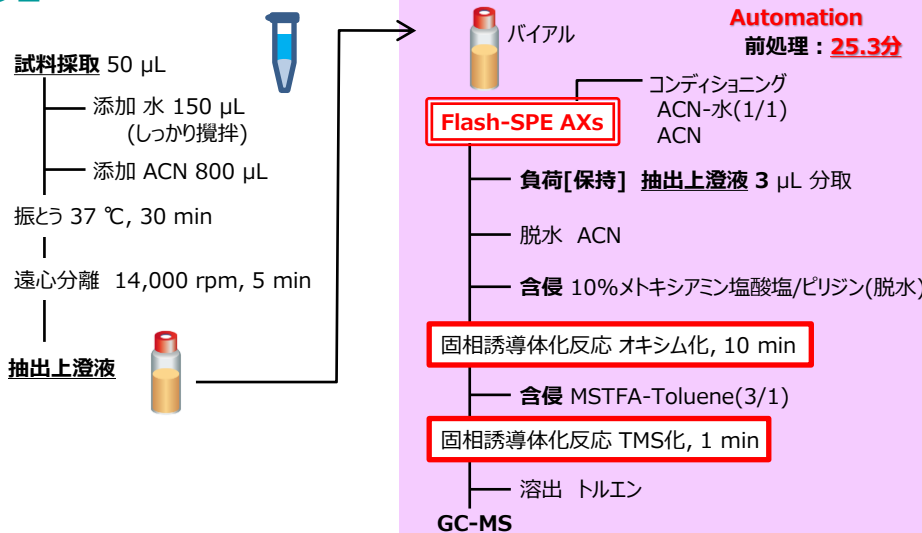
【Intuvo9000GC】

- ・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



測定条件

GC Intuvo9000C

カラム	DB-5MS, 15m $\times$ 0.25mm I.D., 膜厚0.25 μ m
オープン温度	80 $^{\circ}$ C(1min)-20 $^{\circ}$ C/min-160 $^{\circ}$ C-10 $^{\circ}$ C/min-220 $^{\circ}$ C-20 $^{\circ}$ Cmin/310 $^{\circ}$ C(3min)(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	ウルトライナートライナー、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

※ガードチップ温度の検討を行ったところ条件による差は見られなかったためMMIの条件を採用しました。

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



SPL-M100
for SPE-GC system

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株式会社アイスティサイエンス

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

株式会社アイスティサイエンス

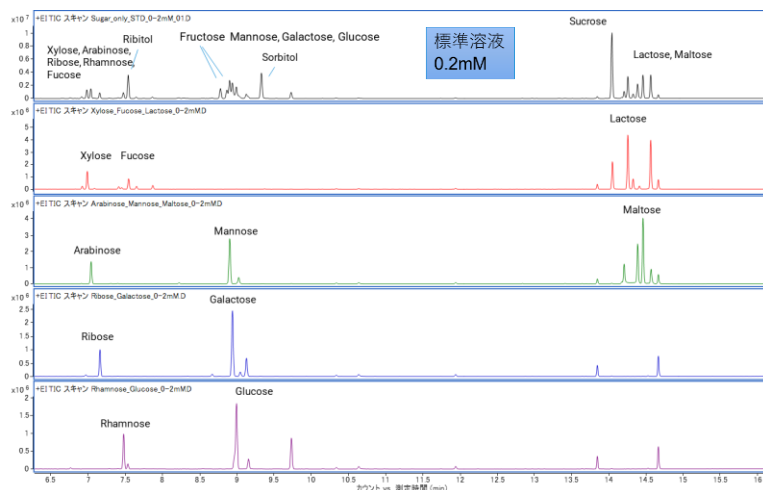
TEL: 073-475-0033

E-mail : as@aisti.co.jp

www.aisti.co.jp

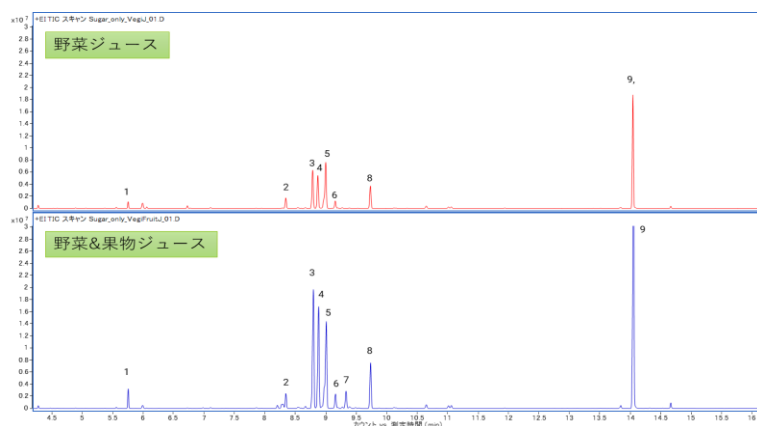
結果と考察

糖(単糖、二糖、糖アルコール)の標準溶液と2種類のジュースを本システムで分析を行ったTICクロマトグラムとn=5の再現性を下記に示します。標準溶液、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。



糖標準溶液のTICクロマトグラム

※糖は複数成分ピークが検出するものがあります。



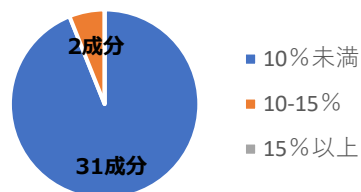
ジュースのTICクロマトグラム

1. Malic acid 2TMS
2. Citric acid 4TMS
3. Fructose-MO-5TMS-1
4. Fructose-MO-5TMS-2
5. Glucose-MO-5TMS
6. Glucose-MO-5TMS(minor)
7. Sorbitol-6TMS
8. Glucopyranose-5TMS
9. Sucrose-8TMS

標準溶液とジュースの再現性

標準溶液の再現性の分布を右に、ジュースの再現性を下表に示します(ともにn=5)。いずれもほとんどの成分でRSD10%未満の良好な再現性が得られています。

標準溶液0.2mMRSD分布



野菜ジュース再現性

化合物名	%RSD
Mannose-MO-5TMS (minor)	1.8
Glucose-MO-5TMS	1.9
Fructose-MO-5TMS-2	2.3
Galactose-MO-5TMS (minor)	2.3
Glucose-MO-5TMS (minor)	2.3
Fructose-MO-5TMS-1	2.5
Sucrose-8TMS	3.3
Glucopyranose-5TMS	5.2

野菜&果物ジュース再現性

化合物名	%RSD	化合物名	%RSD
Xylose-MO-4TMS (minor)	8	Fructose-MO-5TMS-2	4
Xylose-MO-4TMS	3.6	Glucose-MO-5TMS	3.8
Arabinose-MO-4TMS	8.7	Galactose-MO-5TMS (minor)	2.6
Ribose-MO-4TMS (minor)	15.5	Glucose-MO-5TMS (minor)	2.6
Xylopyranose-4TMS (minor)	20.5	Glucopyranose-5TMS	5.6
Mannose-MO-5TMS (minor)	3.8	Sorbitol-6TMS	3.4
Fructose-MO-5TMS-1	5	Sucrose-8TMS	2.7

ハイライト：複数のピークが検出される糖のメインピーク