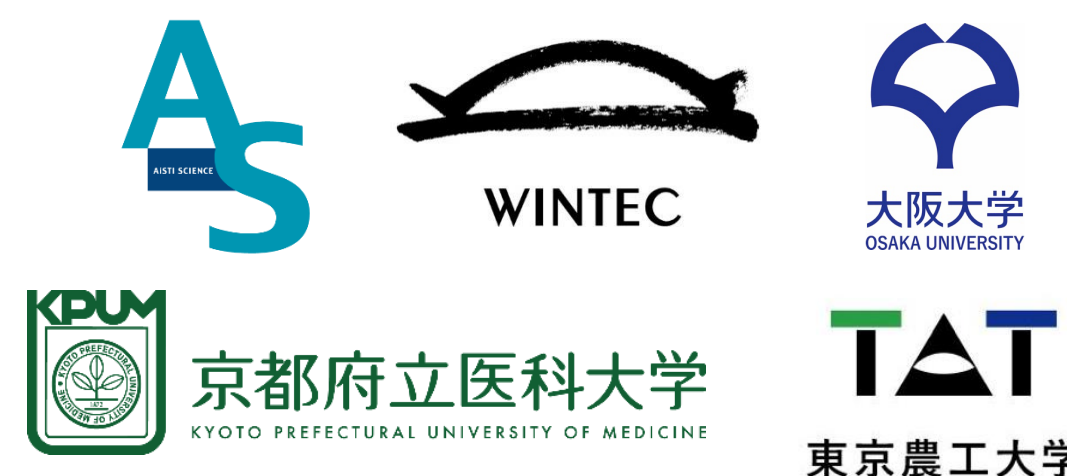


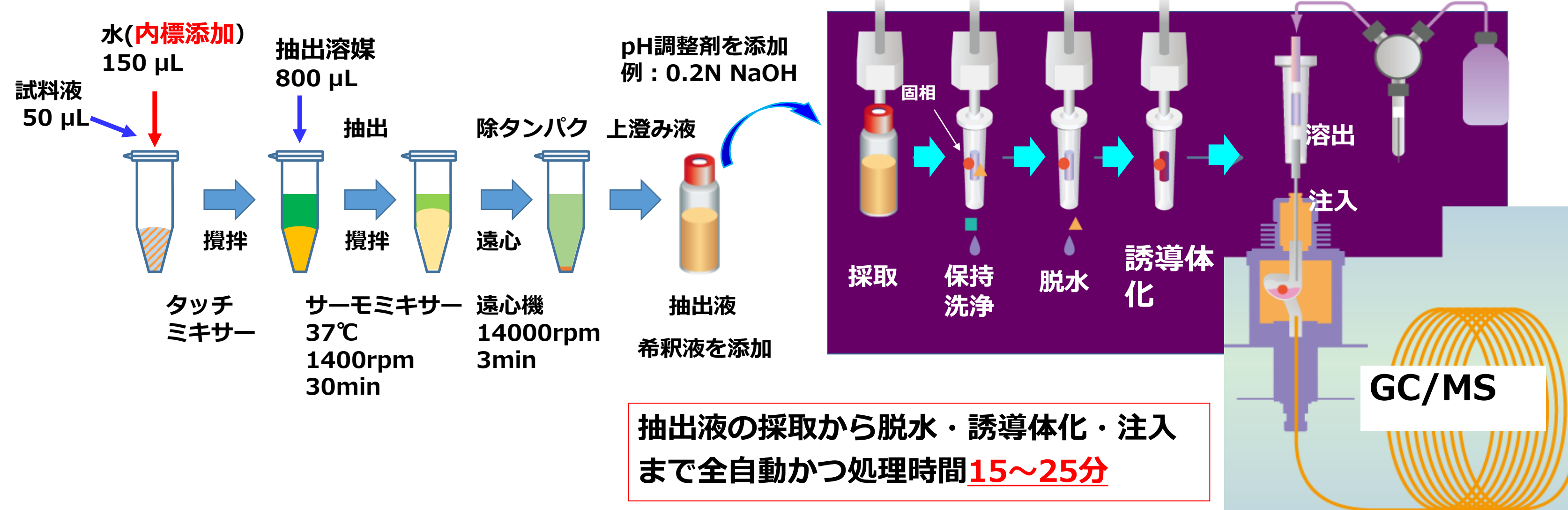
オンライン固相誘導体化SPE-GC/MSシステムを用いた メタボローム分析法における分析対象拡大

○佐々野僚一¹、新川翔也¹、浅井智紀¹、丸山千明¹、横山彰乃¹、増田剛²、大崎秀介²、宿里ひとみ³、古野正浩³、
三好友樹⁴、濱口真英⁴、西田孝三⁵、津川裕司⁵、福崎英一郎³

1:株式会社アイスティサイエンス、2:和歌山県工業技術センター、3:大阪大学大学院 工学研究科、
4:京都府立医科大学大学 医学研究科、5:東京農工大学工学研究院



1. オンライン固相誘導体化SPE-GC/MSシステム



本システムのメリット

- 前処理から測定まで**完全自動化**
- 自動化による**分析精度の向上**
- 溶出液の全量注入による**高感度化**
- 固相による**精製効果**
- 誘導体化してから注入するまでの
時間が一定: **安定性**
- 多検体の**ハイスループット**

2. 目的

1 オンライン固相誘導体化SPE-GC/MSを用いた
対象成分の拡大

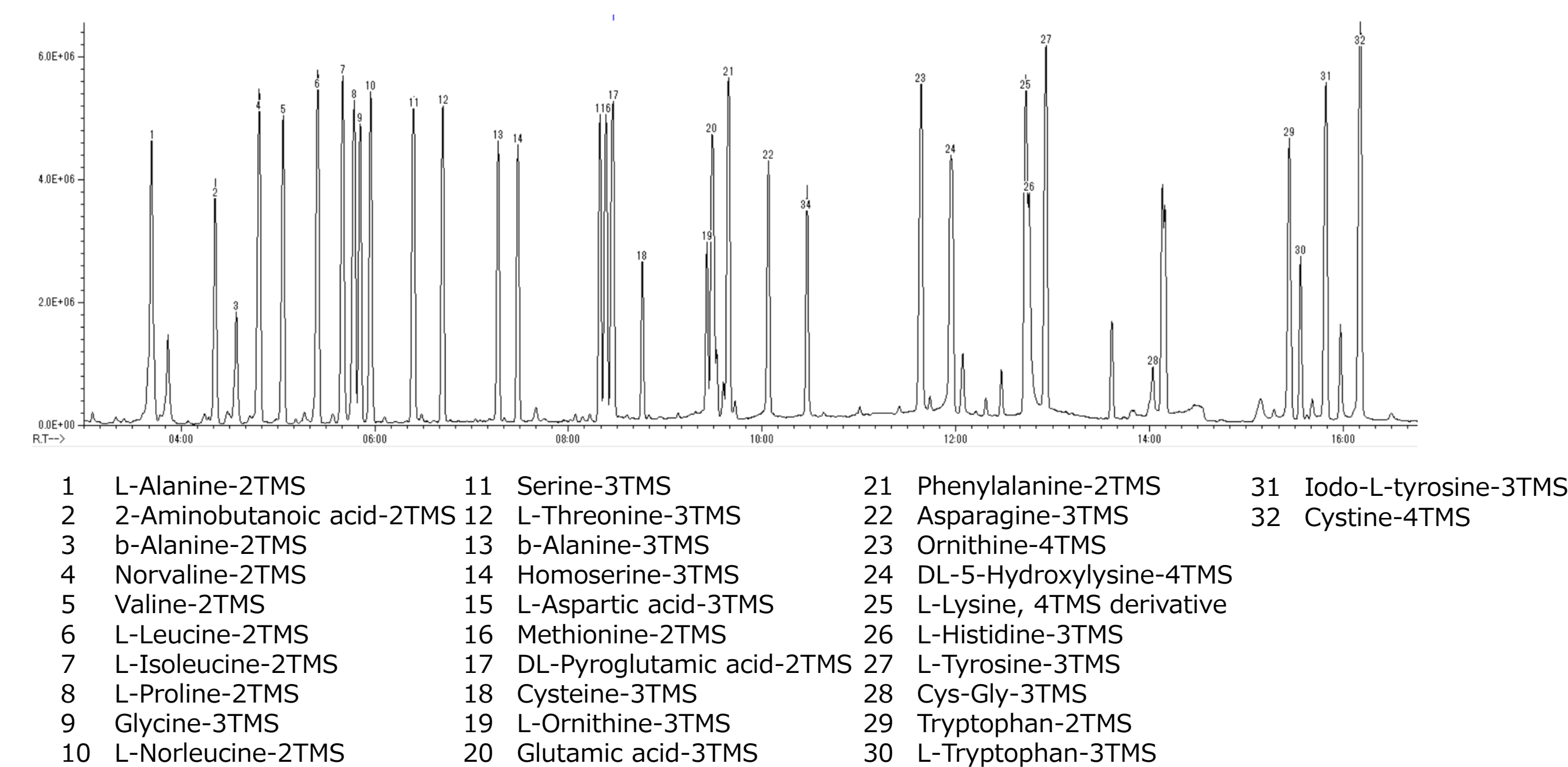
測定条件

SPE-GC Interface	SPL-M100 (AiSTI Science)
SPE Cartridge	Flash-ACxs or AXs
Sampling Volume	50 µL
PTV Injector	LVI-S250 (AiSTI Science)
Insert Type	Spiral Insert
Injector Temp.	220℃ (0.5min)-25℃/min-290℃(26min)
GC/MS	
Inlet Mode	Split 1:50
Flow Mode	Constant Flow, 1.0 ml/min
Pre-Column	0.25mm i.d. x 1m
Column	Vf-5ms, 0.25mm i.d. x 30m, df:0.25µm
Oven Temp.	100℃(2min) -10℃/min-320℃(4min)
Trans. Line Temp.	290℃
MS Method	SCAN, m/z:70-550

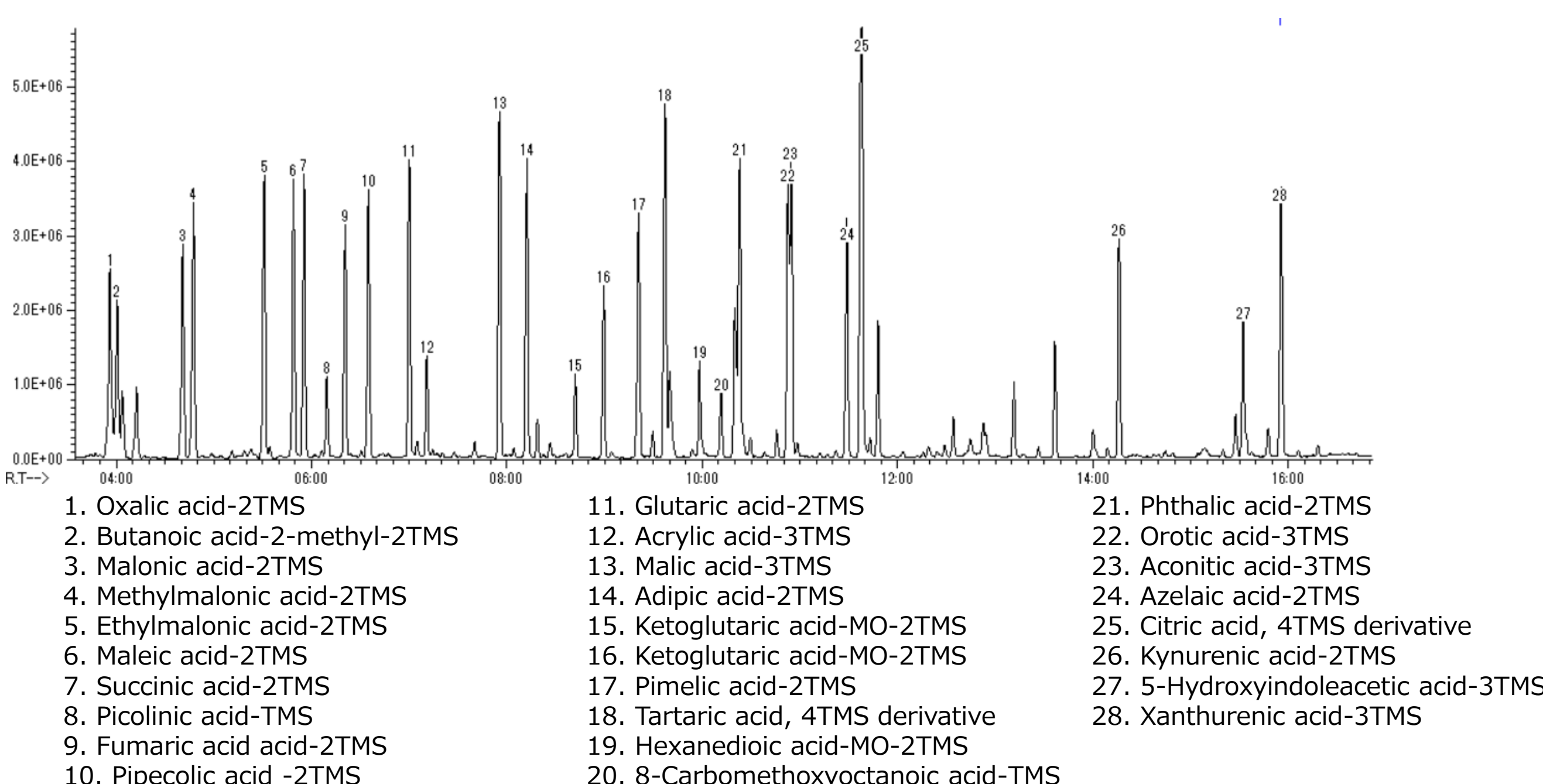
3. 結果

各種類の**混合標準溶液**を本システムで測定したときのSCAN-トータルイオンクロマトグラムを示す。

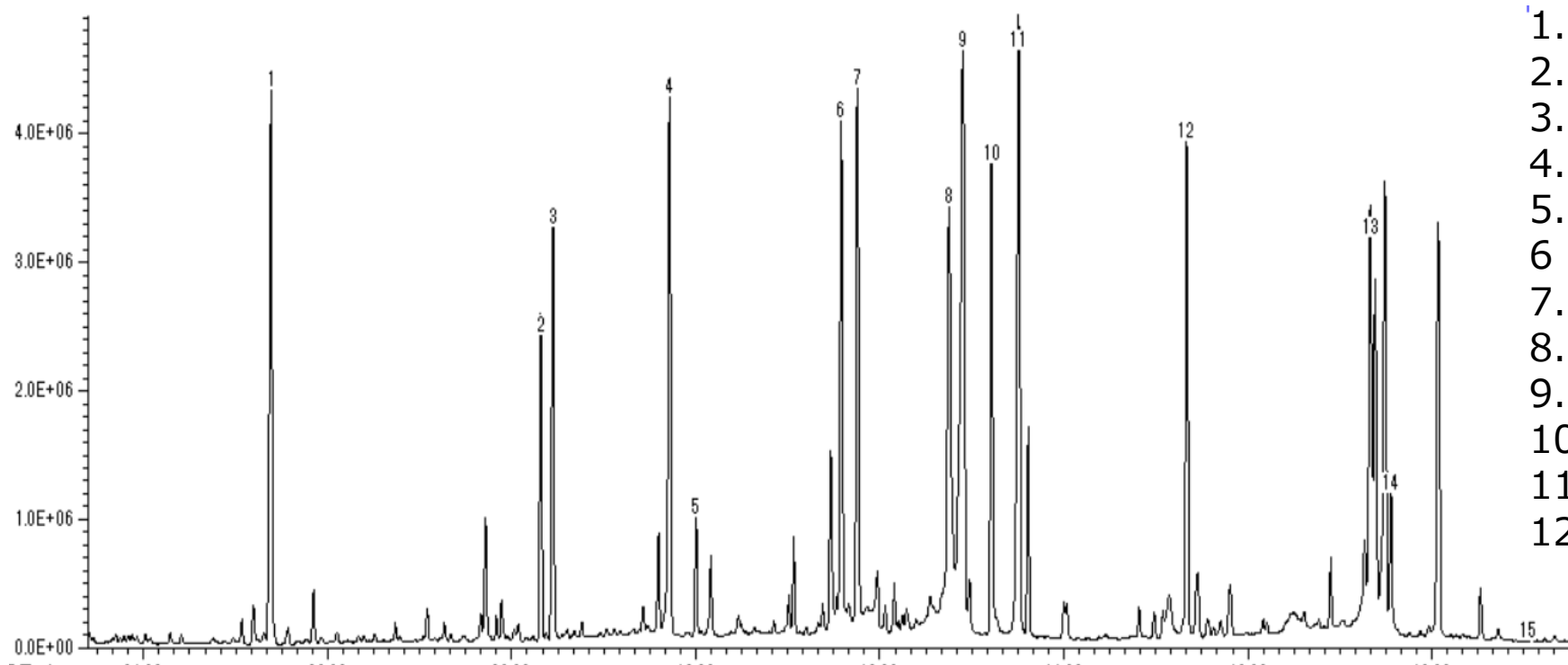
アミノ酸-①



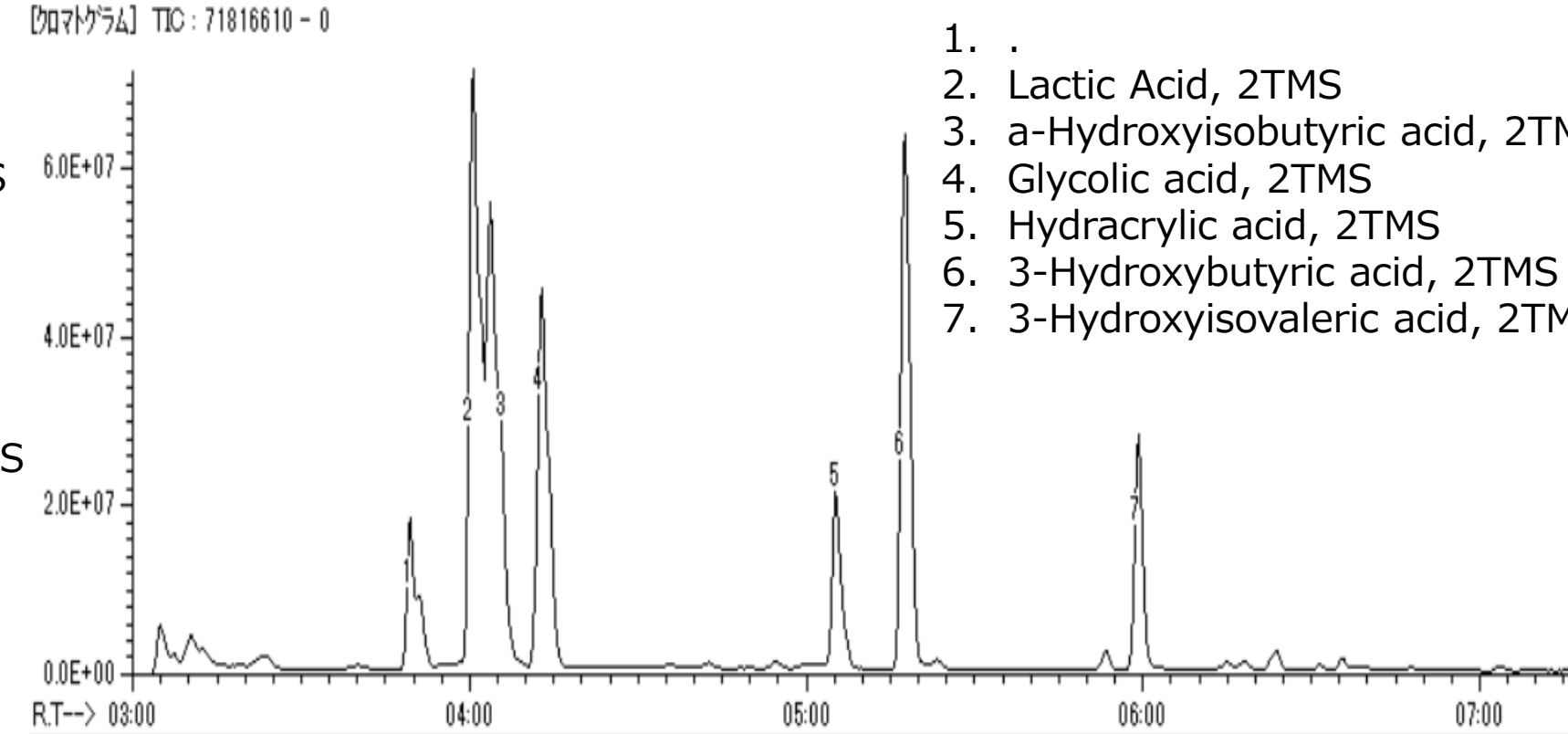
有機酸



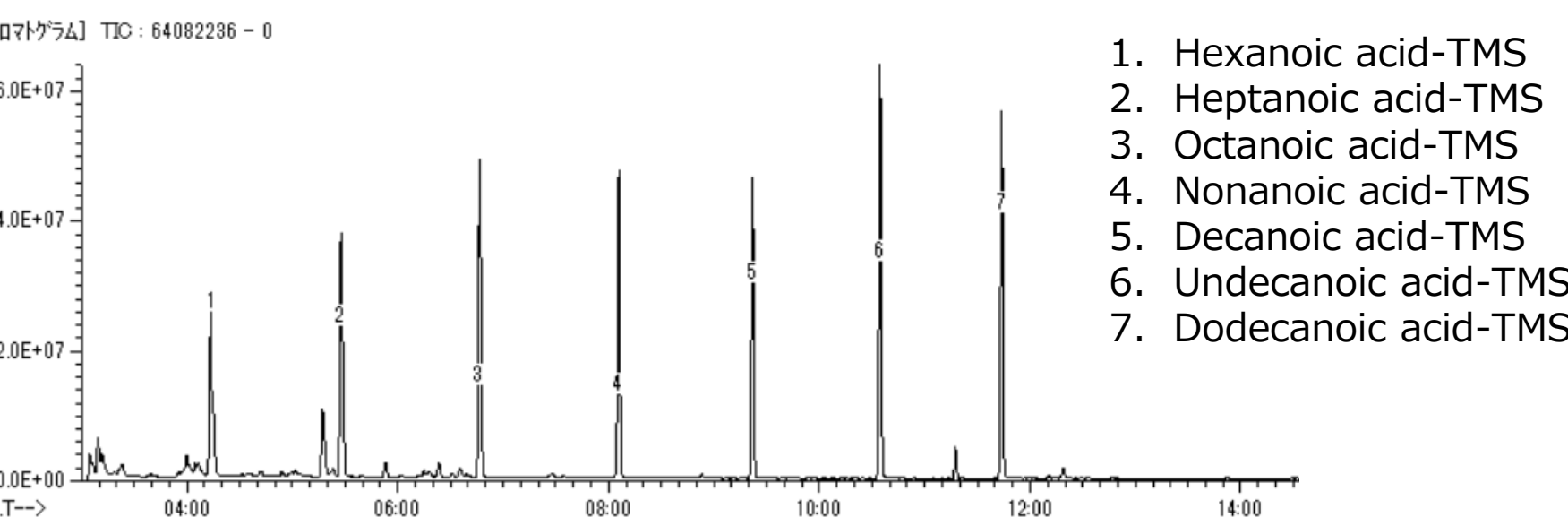
アミノ酸-②



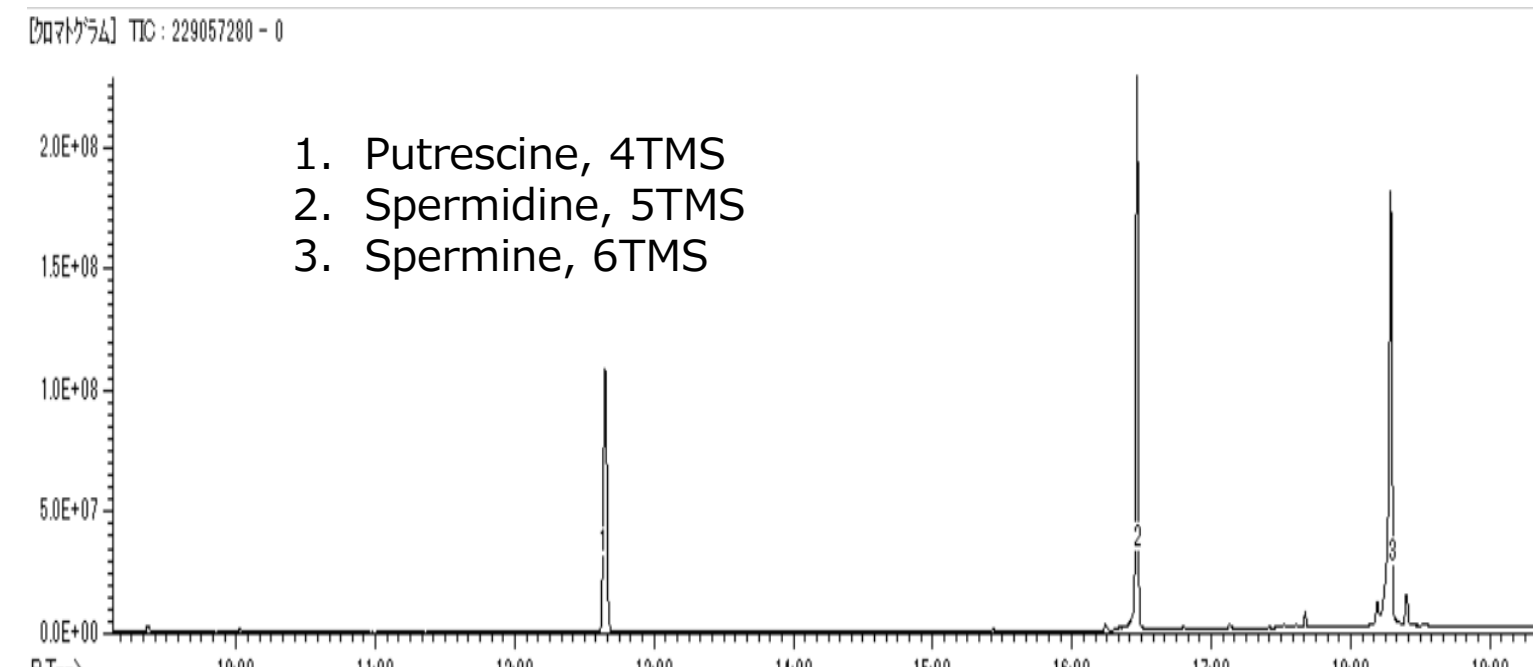
ヒドロキシカルボン酸



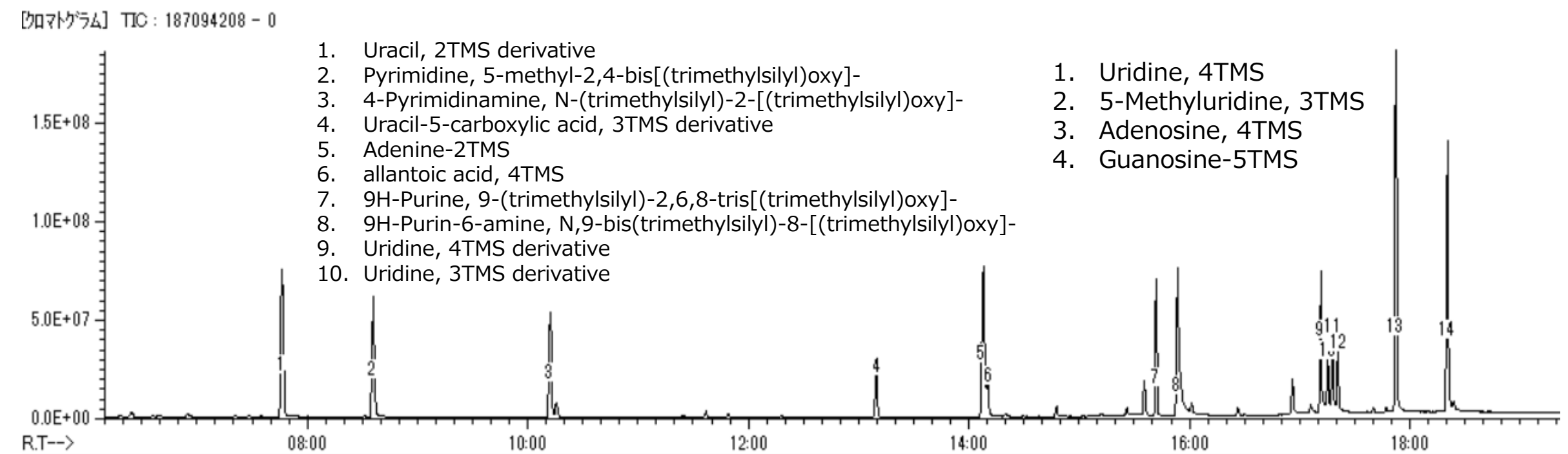
短鎖脂肪酸



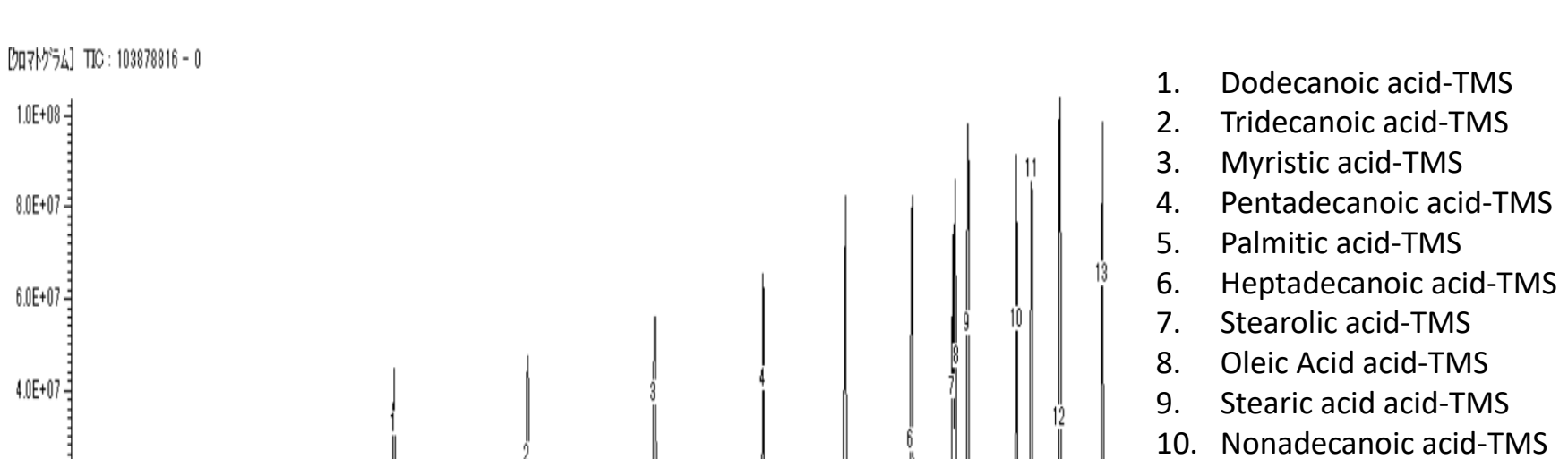
ポリアミン



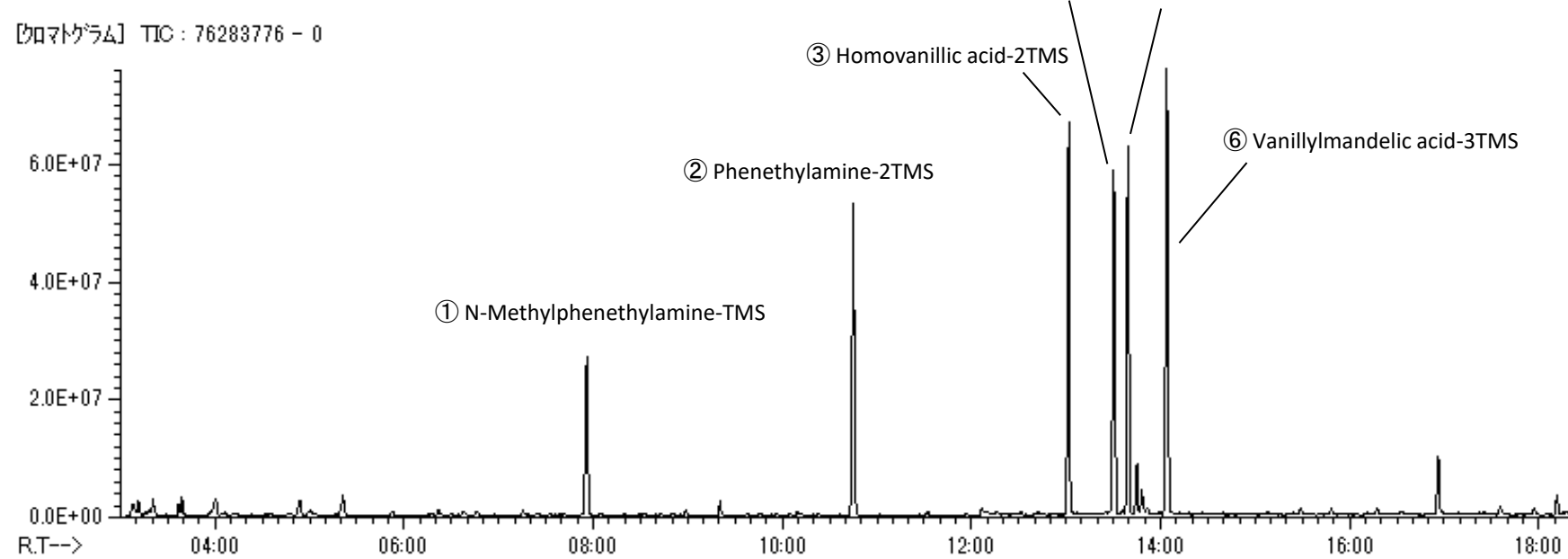
核酸塩基とヌクレオシド



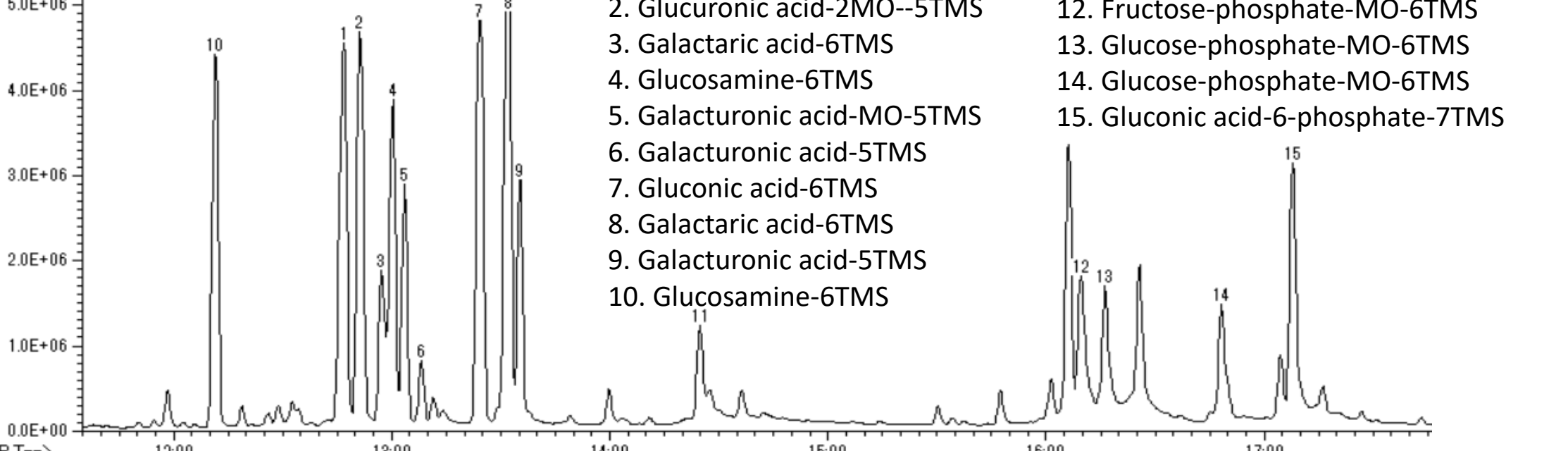
長鎖脂肪酸



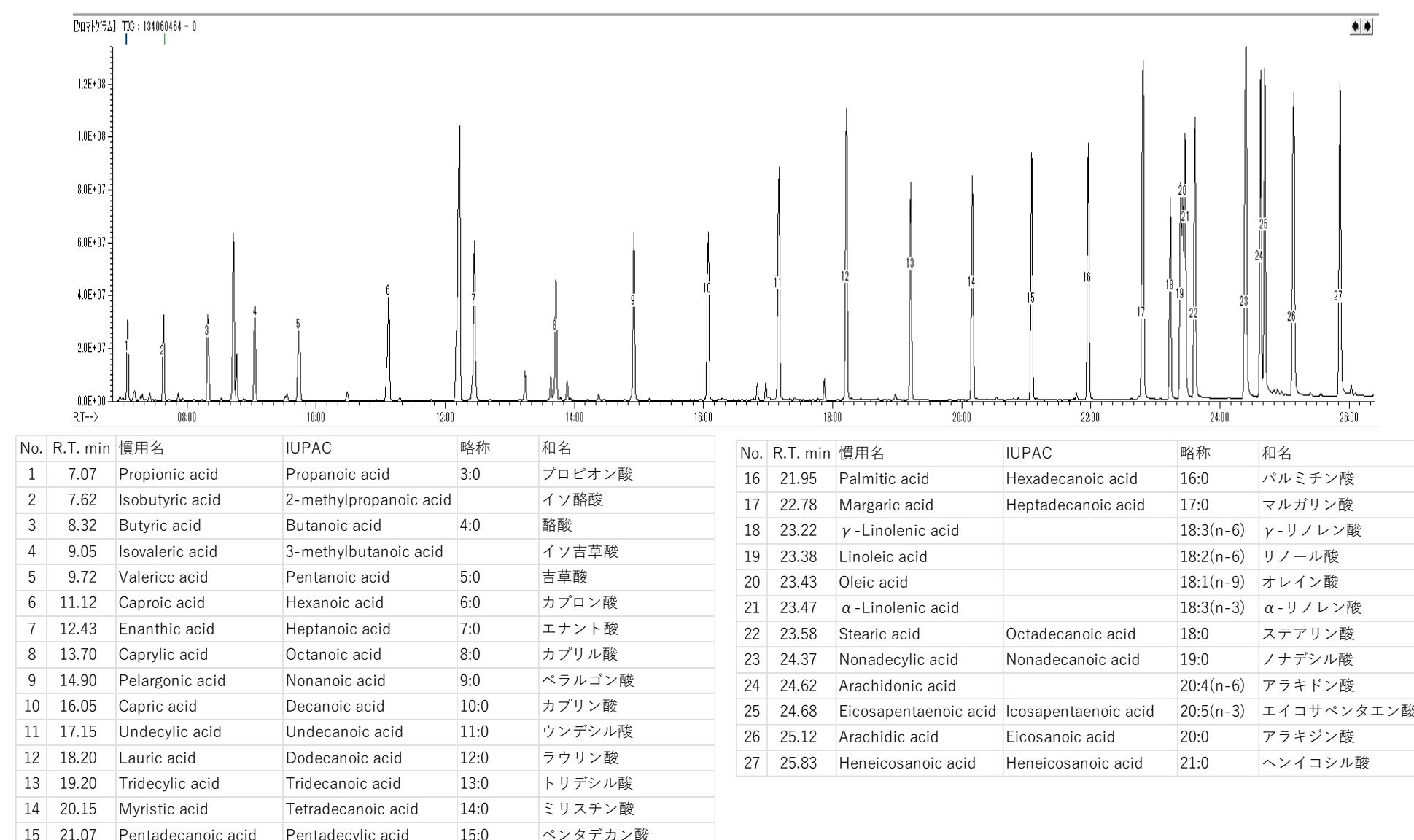
フェネチル



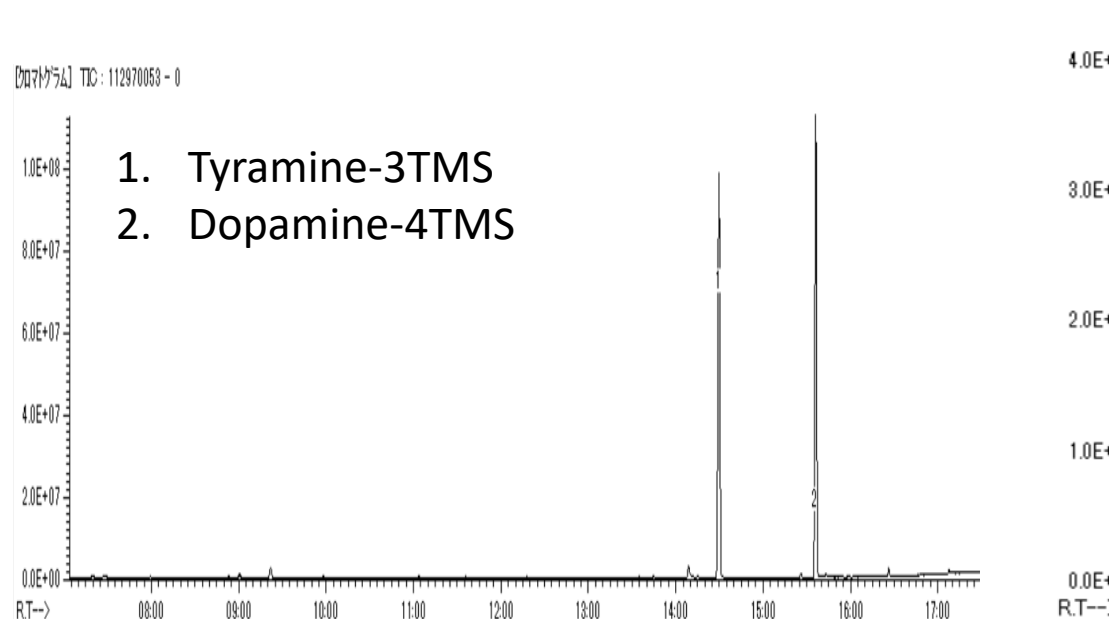
糖リン酸_糖酸_アミノ糖



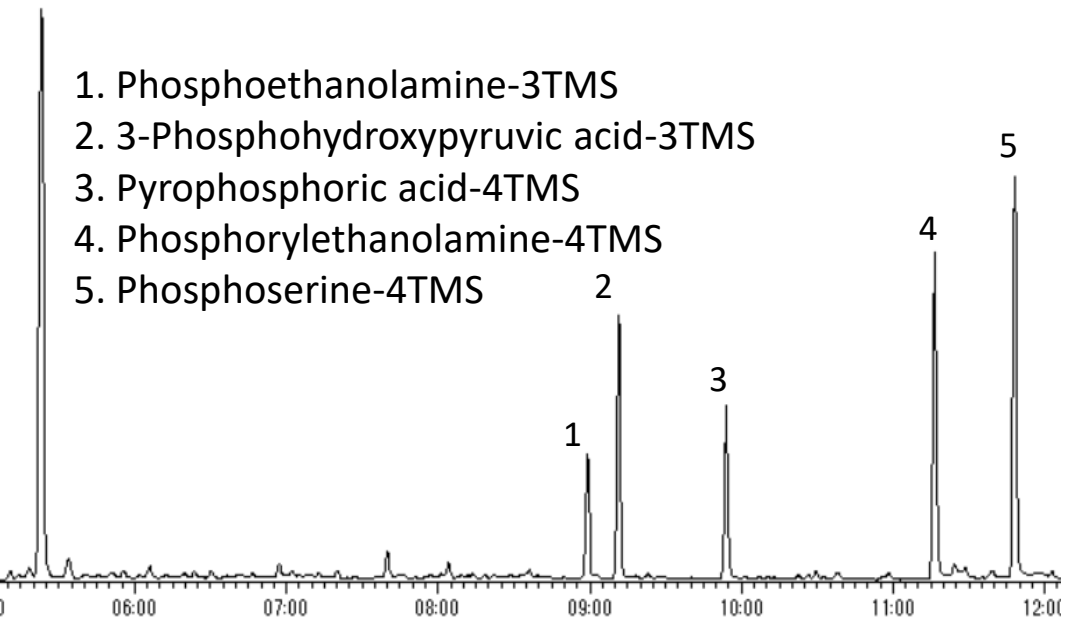
脂肪酸のtBDSMs化



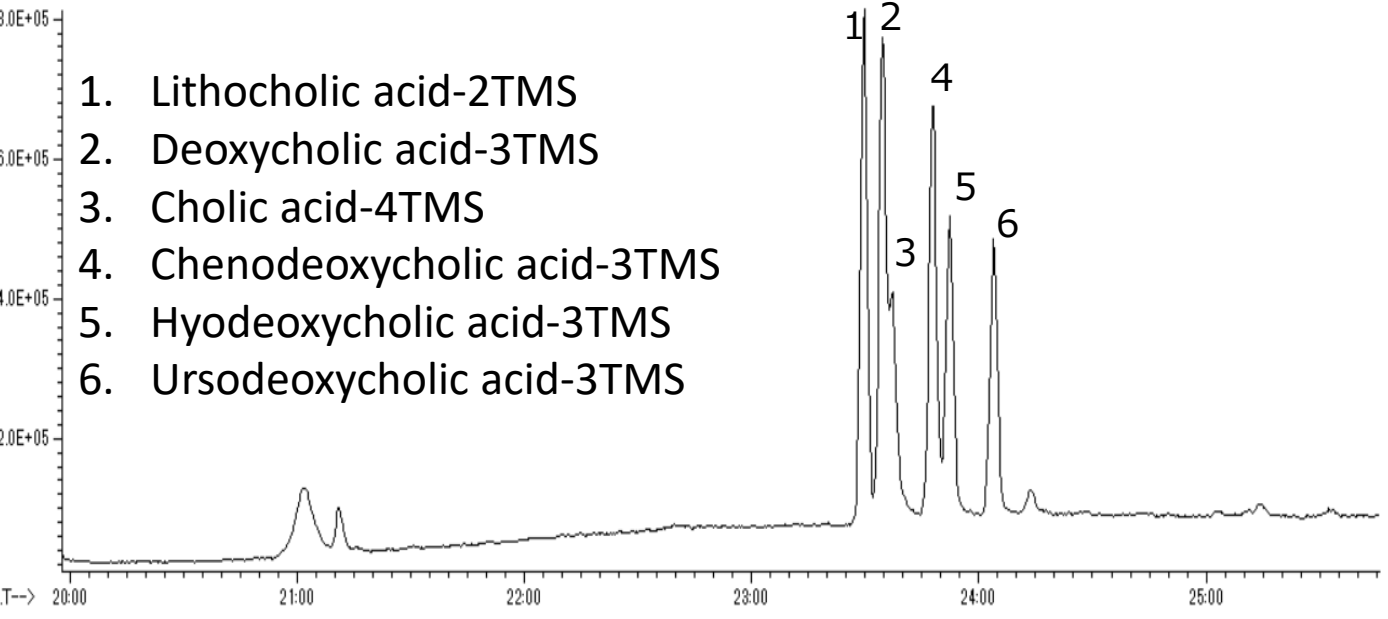
カテコールアミン



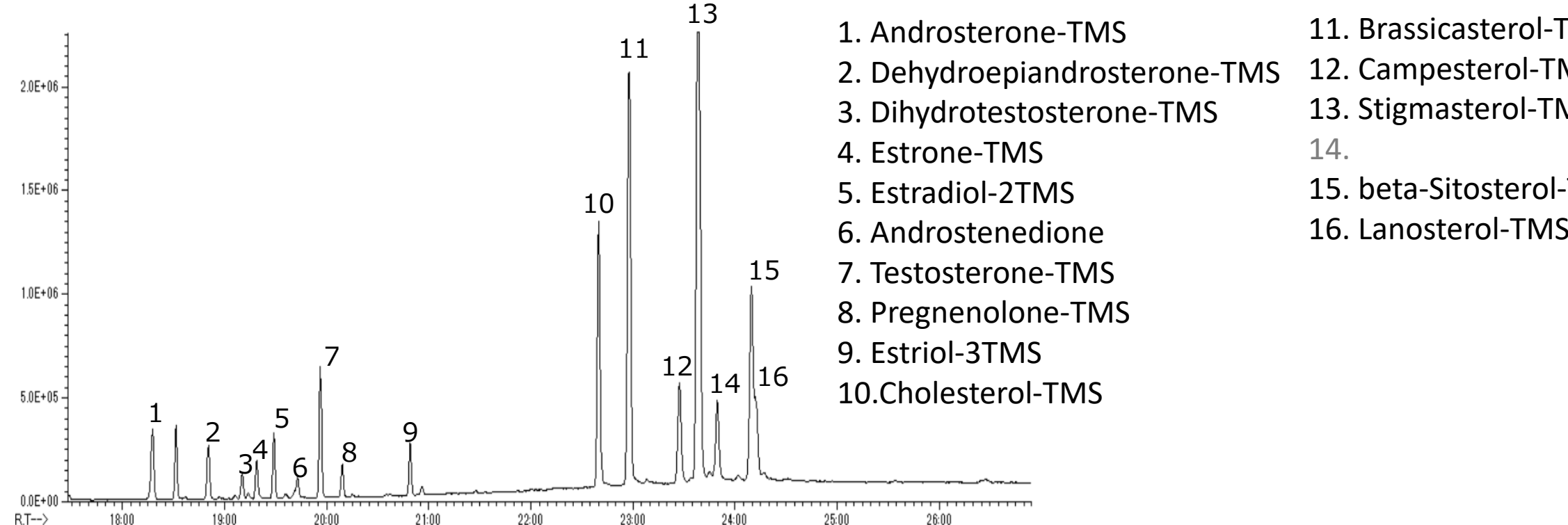
リン酸エステル



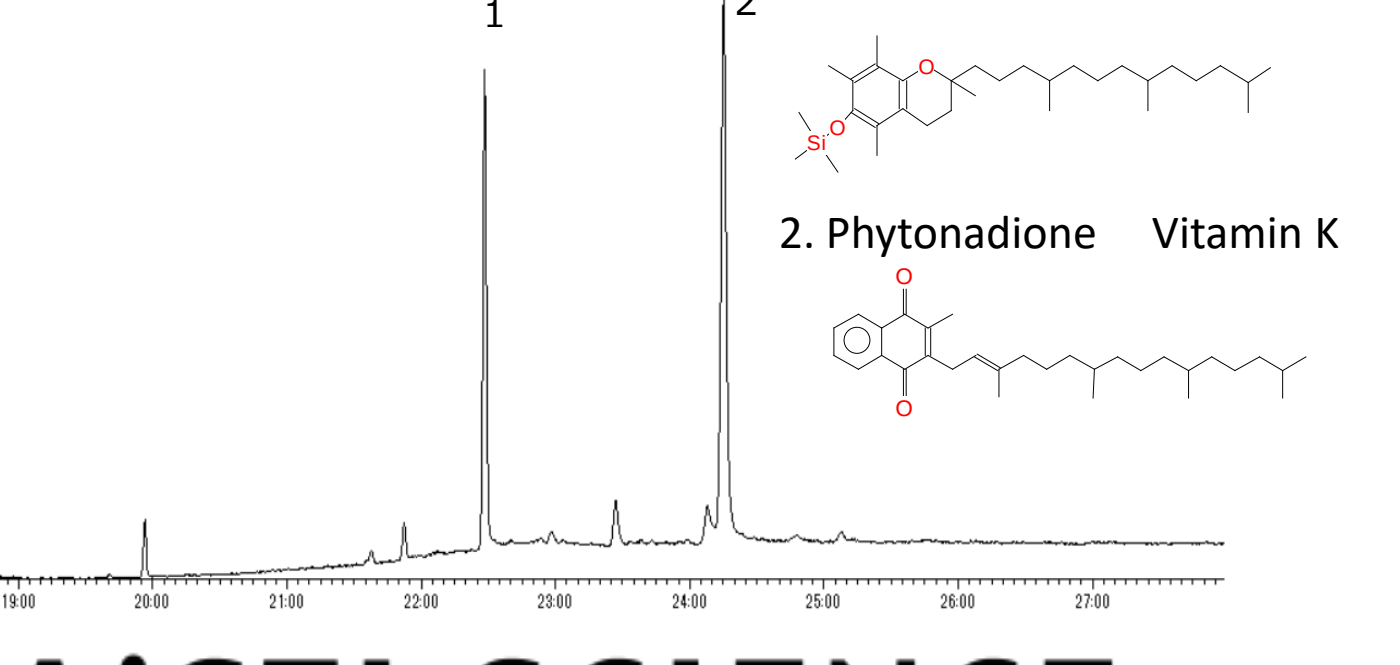
胆汁酸



ステロイド



ビタミン (疎水性)



- TMS化およびtBDSMs化で測定した結果、180成分以上の誘導体化を確認できた。
- 種類別にグループ化し、固相の種類、誘導体化試薬の添加量、溶出量および溶出速度、等の各工程の最適化を図り、良好な再現性を得ることを確認した。
- 内部標準物質はアミノ酸の代表としてノルロイシン、有機酸はアジピン酸、糖類はリビトールを選定した。それらの選定した内部標準物質を血漿に添加し、本システムで連続測定を行い、その安定性を確認した。
- メトキシアミン/ピリジン溶液にn-C20、MSTFA-トルエン(3/1)にn-C24、トルエン(溶出液)にn-C22を含有して、誘導体化試薬の添加量や溶出溶媒量の確認のための指標とした。