

# オンライン固相誘導体化-GC-MSシステムによる 血清中メタボローム分析



**SPL-M100**  
for SPE-GC system

## はじめに

固相誘導体化法（Solid-phase derivatization: SPD）は、分析対象成分を固相に保持し溶媒通液によって脱水処理を行うことで時間のかかる遠心乾固や凍結乾燥をすることなく誘導体化反応を行う手法です。

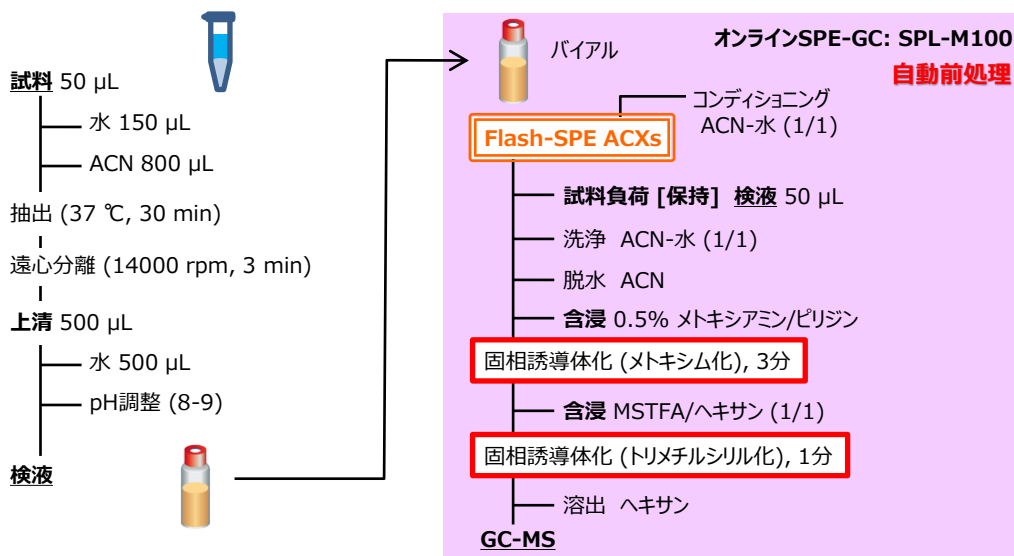
本アプリケーションでは血清中メタボローム分析における前処理方法および分析条件を紹介します。



## Sample



## 前処理フロー



## 分析条件

<b>SPE-GCインターフェース</b> 固相カートリッジ	<b>SPL-M100 (AiSTI SCIENCE)</b> Flash-SPE
<b>PTV注入口</b> インサート 注入口温度	<b>LVI-S250 (AiSTI SCIENCE)</b> スパイラルインサート 220 $^{\circ}$ C(0.5 min)-50 $^{\circ}$ C/min-290 $^{\circ}$ C(23 min)
<b>ガスクロマトグラフ</b> 注入条件 制御モード プレカラム 分析カラム オープン温度 トランスファーライン	スプリット(1:50) 流量一定 (コンスタントフロー) , 1.0 mL/min 0.25 mm i.d. x 0.5 m Vf-5ms, 0.25 mm i.d. x 30 m, df=0.25 $\mu$ m <b>100<math>^{\circ}</math>C(2 min)-10<math>^{\circ}</math>C/min-320<math>^{\circ}</math>C(2min)</b> 290 $^{\circ}$ C
<b>質量分析計</b> データ取得モード データ取得時間	Scan (m/z 70-600) <b>3.0-26 min</b>

## Information

## AiSTI SCIENCE

**Product**  
オンライン SPE-GC  
**SPL-M100**  
固相カートリッジ  
**Flash-SPE**  
大量注入口装置  
**LVI-S250**



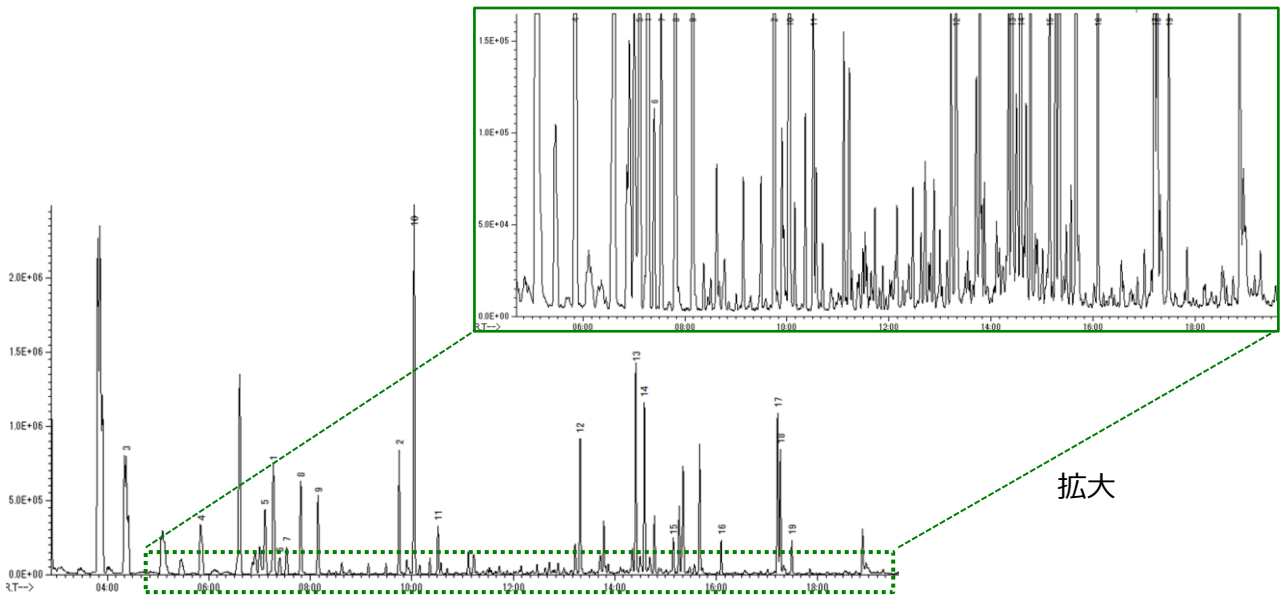
AiSTI SCIENCE CO.,Ltd.

Tel : +81-73-475-0033

E-mail : [as@aisti.co.jp](mailto:as@aisti.co.jp)

HP : [www.aisti.co.jp](http://www.aisti.co.jp)

## 結果



図：トータルイオンクロマトグラム

表 1：添加回収試験結果 (n=5)

サンプル	No.	Norleucine_2TMS	Adipic acid_2TMS	サンプル	No.	Norleucine_2TMS	Adipic acid_2TMS
内標	S1	1,309,000	76,220	血清50μL	血清-K1	1,158,000	86,250
バイアル中20μM	S2	1,315,000	76,540	20D x 2D =40 D	血清-K2	1,220,000	85,480
	S3	1,331,000	75,590		血清-K3	1,229,000	84,950
	S4	1,264,000	75,570	内標	血清-K4	1,204,000	89,980
	S5	1,305,000	73,340	除タンパク後添加	血清-K5	1,186,000	91,570
	Ave.	1,304,800	75,452	バイアル中20μM	Ave.	1,199,400	87,646
	RSD, %	1.9	1.7		RSD, %	2.4	3.4
				(K/Sx100)	REC, %	92	116
				血清50μL	血清_A1	1,064,000	66,510
				20D x 2D =40 D	血清_A2	1,010,000	66,890
				内標	血清_A3	1,023,000	63,600
				血清に添加	血清_A4	974,600	64,240
				試料中800μM	血清_A5	1,028,000	62,160
				(バイアル中20μM)	Ave.	1,019,920	64,680
					RSD, %	3.2	3.1
				(A/Sx100)	回収率, %	78	86
				(A/Kx100)	回収率, %	85	74

表 2：再現性試験結果 (RSD%, n=5)

No.	化合物名	血清-1	血清-2	血清-3	血清-4	血清-5	Ave.	RSD, %
1	Alanine_2TMS	334,600	350,200	355,900	354,900	346,900	348,500	2.5
2	Valine_2TMS	243,400	249,100	252,400	250,000	240,600	247,100	2.0
3	Glycine_3TMS	41,200	45,320	44,200	41,390	41,800	42,782	4.4
4	Serine_3TMS	43,120	45,950	45,350	42,740	44,340	44,300	3.1
5	Aspartic acid_3TMS	20,790	20,680	18,860	21,390	25,040	21,352	10.6
6	Threonic acid_4TMS	16,010	17,030	16,220	19,310	20,380	17,790	11.0
7	Glutamic acid_3TMS	56,340	51,980	52,690	51,270	54,720	53,400	3.9
8	L-Glutamine_3TMS	61,450	60,640	62,000	65,270	66,760	63,224	4.2
9	Myristic acid_TMS	25,350	25,520	25,690	25,130	25,660	25,470	0.9
10	L-Lysine_4TMS	19,610	22,540	21,750	21,620	22,150	21,534	5.3
11	Tyrosine_3TMS	73,360	72,320	75,530	71,580	78,300	74,218	3.7
12	Palmitate_TMS	653,500	659,600	653,400	639,400	647,500	650,680	1.2
13	Linoleic acid_TMS	103,700	107,100	107,000	108,100	101,300	105,440	2.7
14	Oleic acid_TMS	109,200	117,900	116,900	114,200	111,500	113,940	3.2
15	Stearic acid_TMS	308,600	310,500	307,700	305,100	312,100	308,800	0.9
16	Arachidonic acid_TMS	18,280	17,290	17,470	17,450	17,750	17,648	2.2