

# オンライン固相誘導体化-GC-MSシステムによる 尿中メタボローム分析

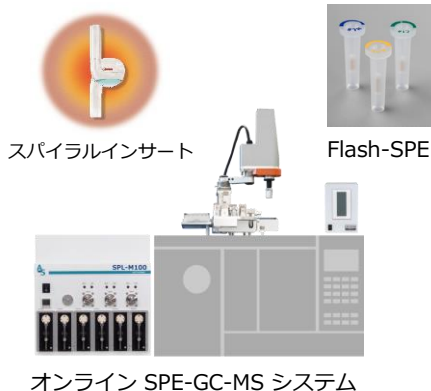


**SPL-M100**  
for SPE-GC system

## 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尿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。

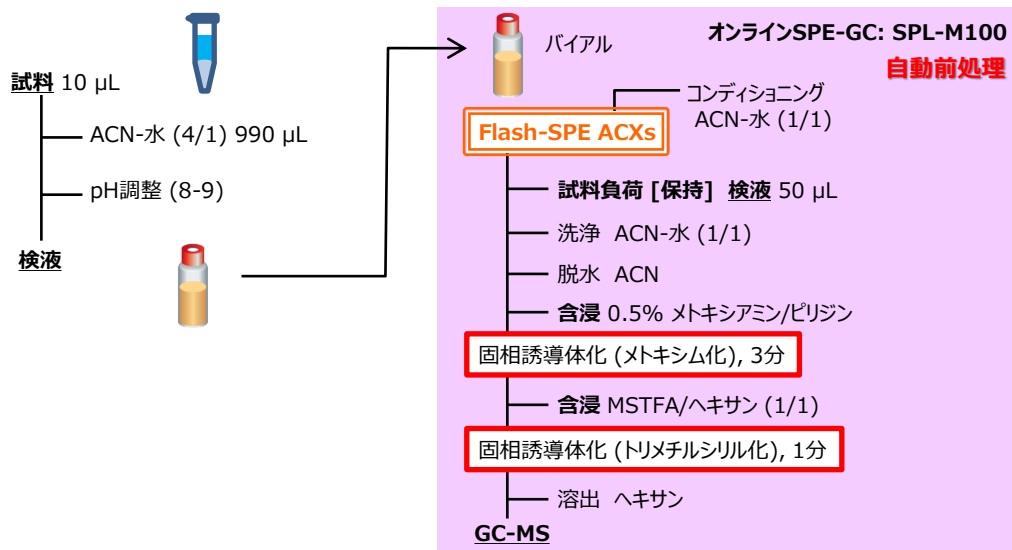


## Sample



## Information

## 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°C(0.5 min)-50°C/min-290°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°C(2 min)-10°C/min-320°C(2min)</b> 290°C
<b>質量分析計</b> データ取得モード データ取得時間	Scan ( <i>m/z</i> 70-600) <b>3.0-26 min</b>

**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**

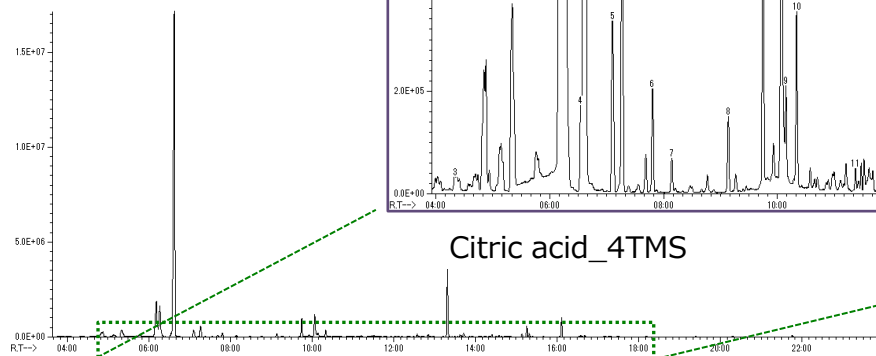


**AiSTI SCIENCE CO.,Ltd.**

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

## Phosphoric acid\_3TMS



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	1,284,451	84,108	尿10 $\mu$ L	尿-K1	1,400,444	99,683
STD	S2	1,243,248	77,955	100D	尿-K2	1,415,794	98,689
バイアル中20 $\mu$ M	S3	1,169,708	73,754		尿-K3	1,395,904	99,474
	S4	1,183,814	73,368	内標	尿-K4	1,415,822	98,843
	S5	1,131,803	73,641	抽出後添加	尿-K5	1,391,498	96,746
	Ave.	1,202,605	76,565	バイアル中20 $\mu$ M	Ave.	1,403,892	98,687
	RSD, %	5.1	6.0		RSD, %	0.8	1.2
				(K/Sx100)	REC, %	117	129
				尿10 $\mu$ L	尿_A1	1,451,203	106,679
				100D	尿_A2	1,521,654	103,472
				内標	尿_A3	1,477,161	99,614
				尿に添加	尿_A4	1,434,121	100,407
				試料中2mM	尿_A5	1,533,918	98,048
				(バイアル中20 $\mu$ M)	Ave.	1,483,611	101,644
					RSD, %	2.9	3.4
				(A/Sx100)	回収率, %	123	133
				(A/Kx100)	回収率, %	106	103

表 2: 再現性試験結果 (RSD%, n=5)

No.	化合物名	尿-1	尿-2	尿-3	尿-4	尿-5	Ave.	RSD, %
1	Alanine_2TMS	180,899	188,241	182,938	187,713	183,349	184,628	1.7
2	Ethanolamine_3TMS	486,231	499,319	511,776	491,099	499,867	497,658	2.0
3	Glycine_3TMS	113,691	111,586	113,681	113,461	115,306	113,545	1.2
4	Serine_3TMS	137,104	142,004	135,803	142,205	140,908	139,605	2.1
5	Threonine_3TMS	12,057	13,193	12,294	12,865	12,957	12,673	3.8
6	3-Aminoisobutyric acid_3	35,108	34,875	34,061	39,025	35,149	35,644	5.4
7	Threonic acid_4TMS	46,558	43,938	43,553	46,164	45,096	45,062	2.9
8	Creatine_3TMS	71,004	68,064	69,480	69,156	73,464	70,234	3.0
9	p-Hydroxyphenylactic aci	7,510	7,593	7,418	7,995	8,074	7,718	3.8
10	Aconitic acid_3TMS	18,060	17,740	18,623	18,335	17,708	18,093	2.2
11	Citric acid_4TMS	319,248	313,843	321,899	328,974	324,604	321,714	1.8
12	L-Lysine_4TMS	26,531	26,314	27,691	25,908	27,728	26,834	3.1
13	Tyrosine_3TMS	67,041	67,289	65,806	67,529	66,123	66,758	1.1
14	Gluconic acid_6TMS	23,901	21,094	22,881	23,351	20,520	22,349	6.6
15	Glucopyranuronic acid_5	90,468	97,764	91,691	99,144	93,550	94,523	4.0
16	Uric acid-4TMS	358,265	365,984	362,302	356,388	382,576	365,103	2.9