

JASIS2026 出展社セミナー
2026年9月2日（水） 15:00-15:30
TKP（旧アパ）会場 No.7

**におい・味分析、新技術！
前処理は自動or手動の選択が可能に。
SPE＋誘導体化＋GCMSを組合せた新手法で
新たな情報を獲得ください！**



株式会社アイスティサイエンス
新川 翔也

Beyond your Imagination

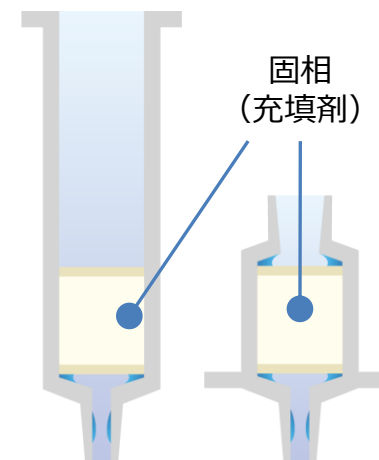
AiSTI SCIENCE

本日の内容

- 固相抽出と自動前処理システムについて
- アプリケーション
 - 固相脱水誘導体化法による代謝物分析
 - 貯蔵温度の異なるハッサク果実のメタボローム分析
 - 安定同位体希釈法によるアミノ酸定量分析
 - 固相捕集-溶媒溶出法による揮発性成分分析
 - 気相サンプリングの直線性および回収率評価
 - カビ汚染みかんの揮発性成分分析
 - 大気中悪臭成分分析

固相抽出の概要

- 固相抽出（Solid Phase Extraction: SPE）
 - 固相と分析対象成分（または試料マトリクス）の物理的・化学的相互作用を利用して試料中から分離・濃縮・精製する操作
 - 利点
 - 液液抽出に比べて高い濃縮倍率
 - 有機溶媒の使用量削減
 - 固相の選択性、カラムによる多段分離
 - 多検体処理と自動化の容易性
- ⇒ **分析業務の効率化・省力化**



一般的な固相カートリッジの形状

小型固相カートリッジ ラインナップ

Presh-SPE

手動前処理用カートリッジ



Smash-SPE

連結用カートリッジ



Flash-SPE

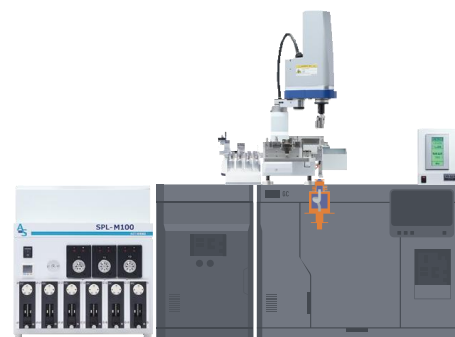
自動前処理用カートリッジ



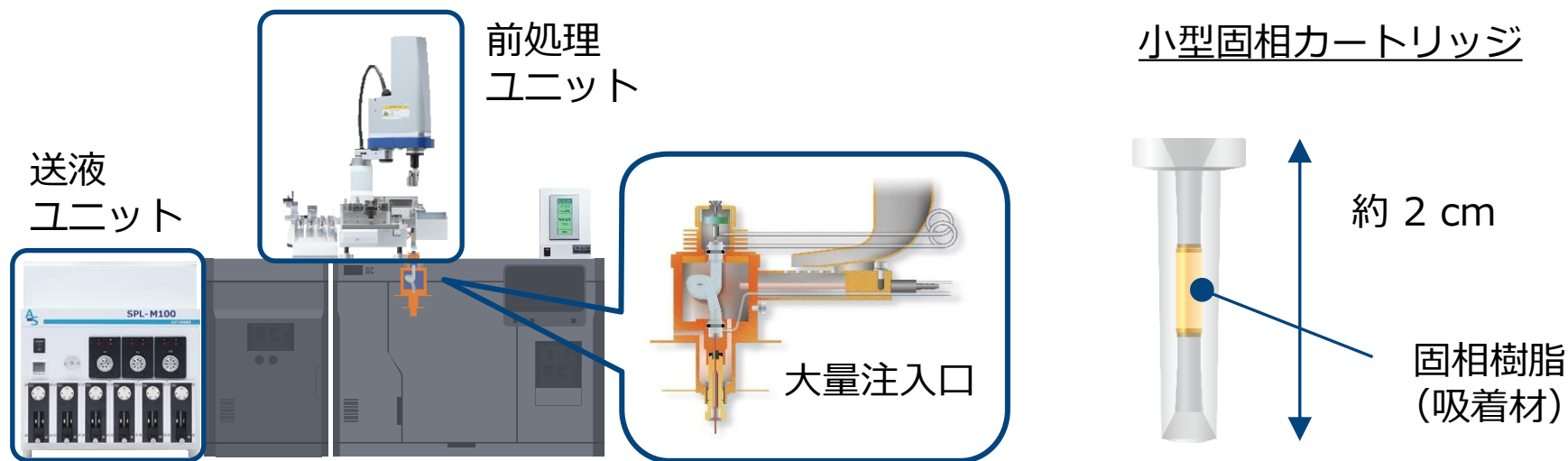
各種お試しキット



オンラインSPE-GC/MSシステム



オンラインSPE-GC/MSシステム



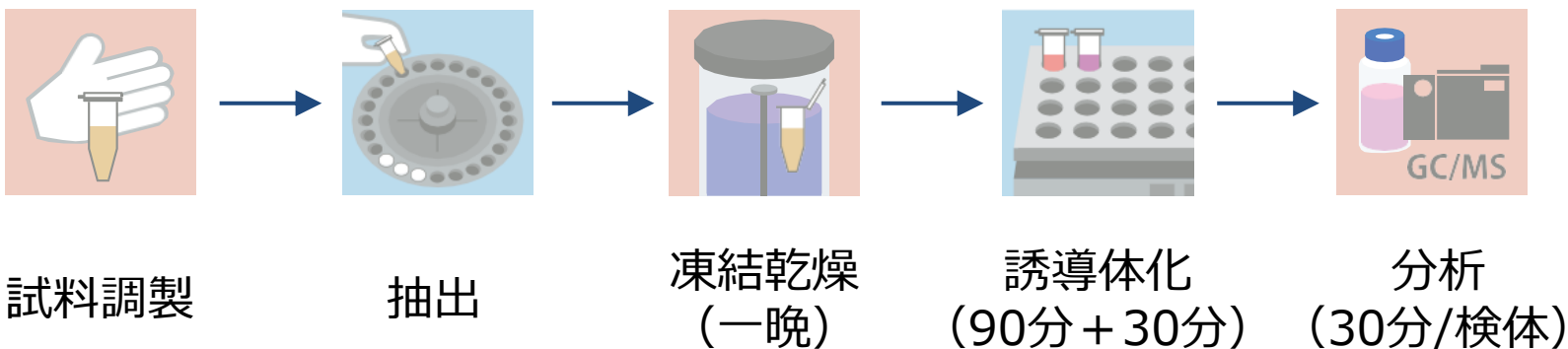
本システム（SPL-M100FE）および小型固相カートリッジの特徴

- カートリッジのストレート構造により配管接続・通液・通気が容易
- 胃袋型インサートで溶出液の全量をGC注入口に導入可能

固相脱水誘導体化法による代謝物分析

- ① 貯蔵温度の異なるハッサク果実のメタボローム分析
- ② 安定同位体希釈法によるアミノ酸定量

GC/MSによるメタボローム解析

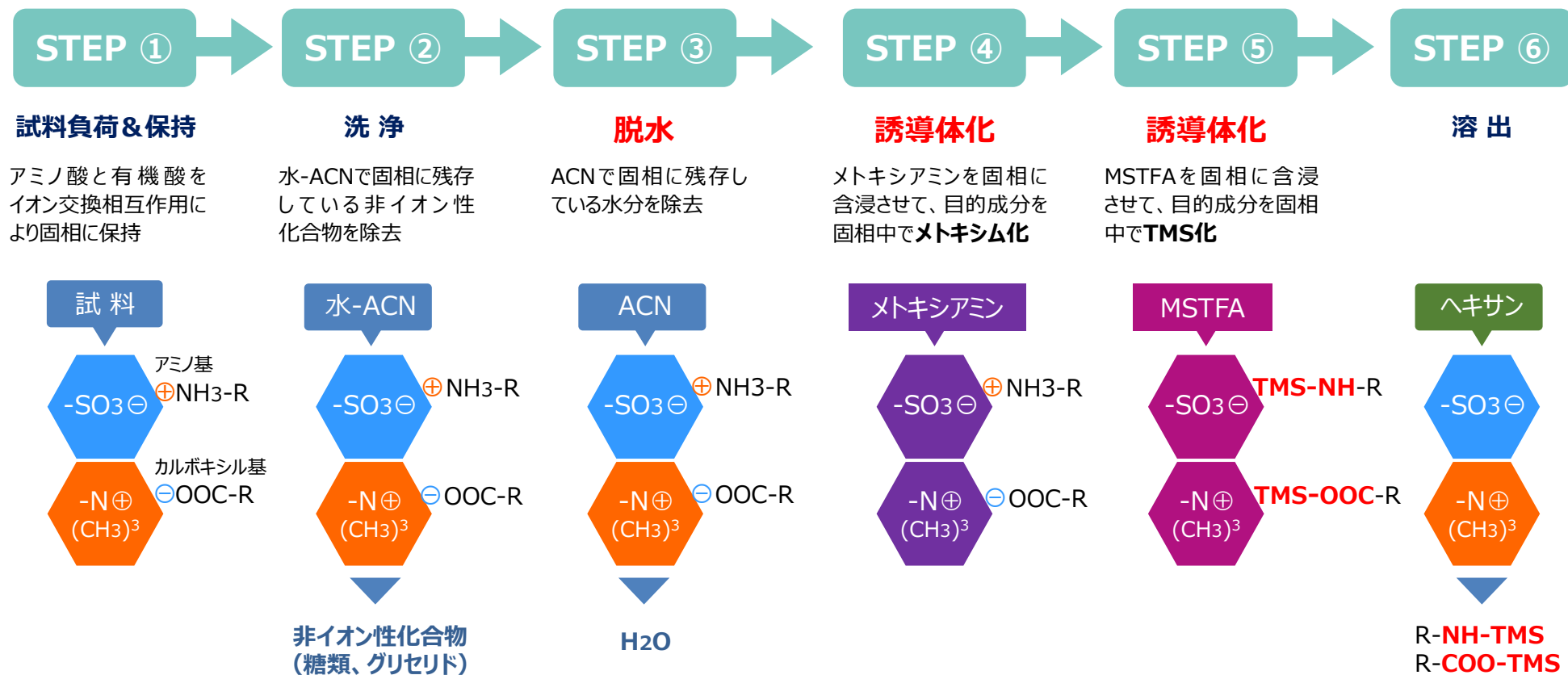


**課題①：前処理が煩雑で
時間がかかる**

**課題②：分析待ち中に
誘導体化物に変化する**

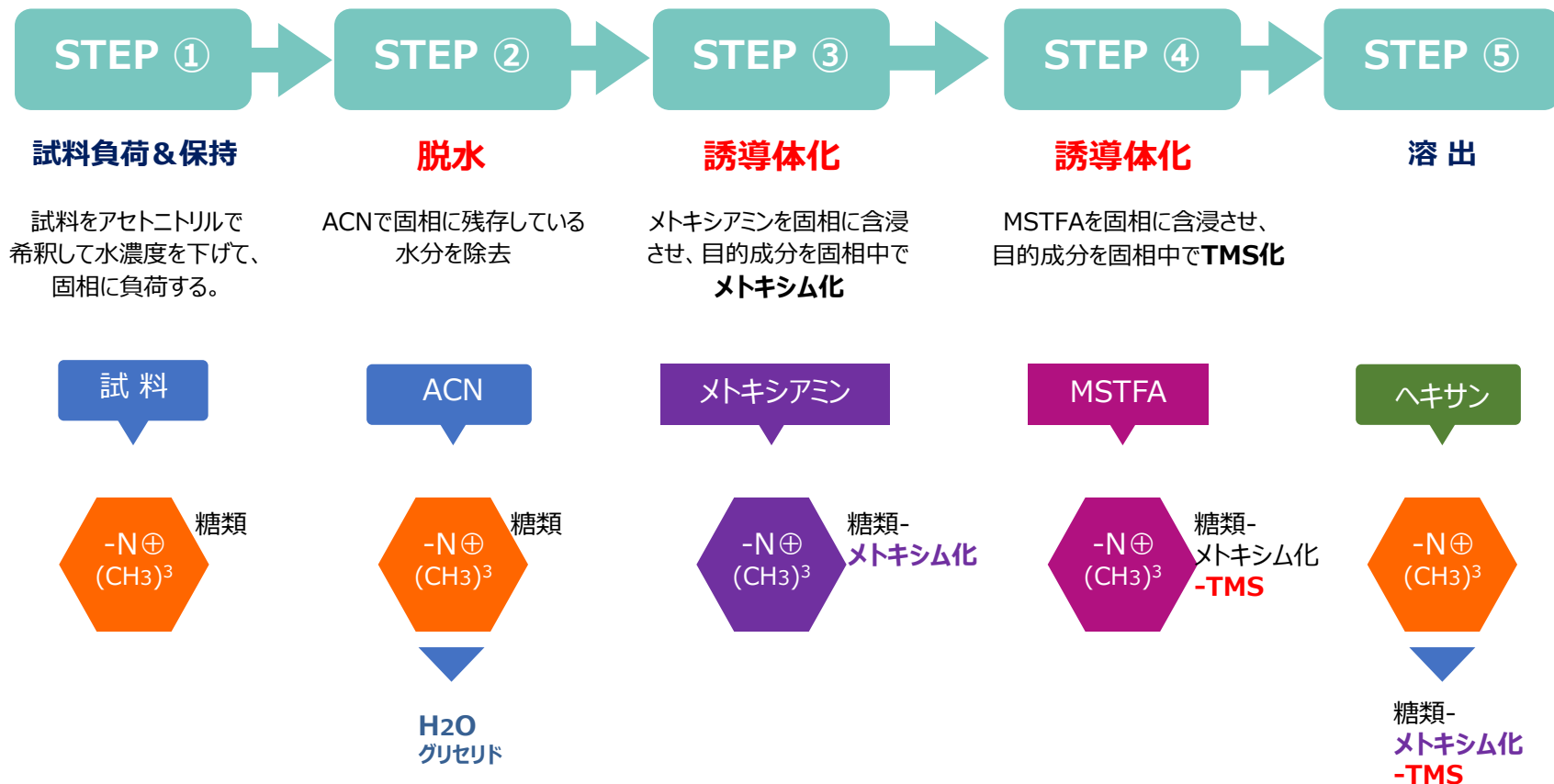
**オンラインSPE-GC/MSシステム
および固相脱水誘導体化法による分析**

固相脱水誘導体化法：アミノ酸有機酸



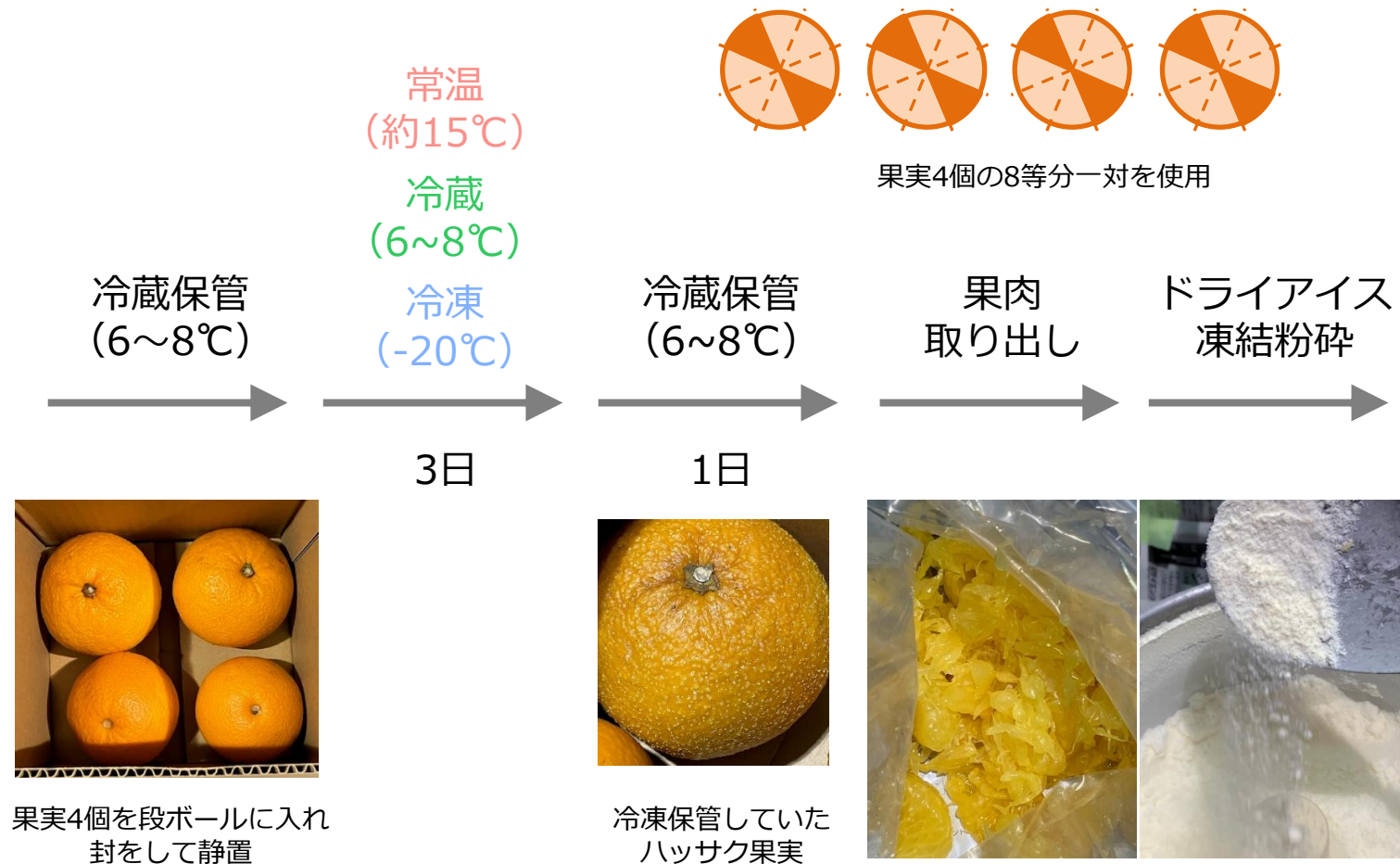
特許登録：(株)アイスティサイエンス

固相脱水誘導体化法：糖類



特許登録：（株）アイスティサイエンス

サンプル処理



前処理手順（アミノ酸・有機酸・糖類）

凍結粉碎試料 0.2~0.3 g

添加：IS-水 試料当量

分取：50 μ L

添加：ACN 200 μ L

振盪（37℃, 1000 rpm, 10 min）

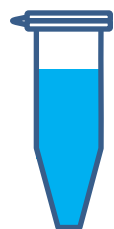
遠心分離（14000 rpm, 3 min）

試料抽出液

試料抽出液 100 μ L

希釈：ACN-水(4/1) 900 μ L

pH調整：0.2M NaOH 20 μ L



希釈倍率：100倍
pH：8~9

検液 50 μ L

Presh-SPE ACXs（保持）

コンディショニング
水
ACN-水(1/1)

洗浄：ACN-水(1/1)

脱水：ACN

検液 3 μ L（ACNと固相上部で混合）

脱水：ACN 100 μ L

乾燥：窒素パージ

誘導体化試薬を含浸（固相誘導体化反応）
20 mg/mL メトキシアミン-ピリジン溶液 4 μ L, 15分

誘導体化試薬を含浸（固相誘導体化反応）
MSTFA/ヘキサン(1/1) 10 μ L, 1 min

溶出：ヘキサン（全量注入）

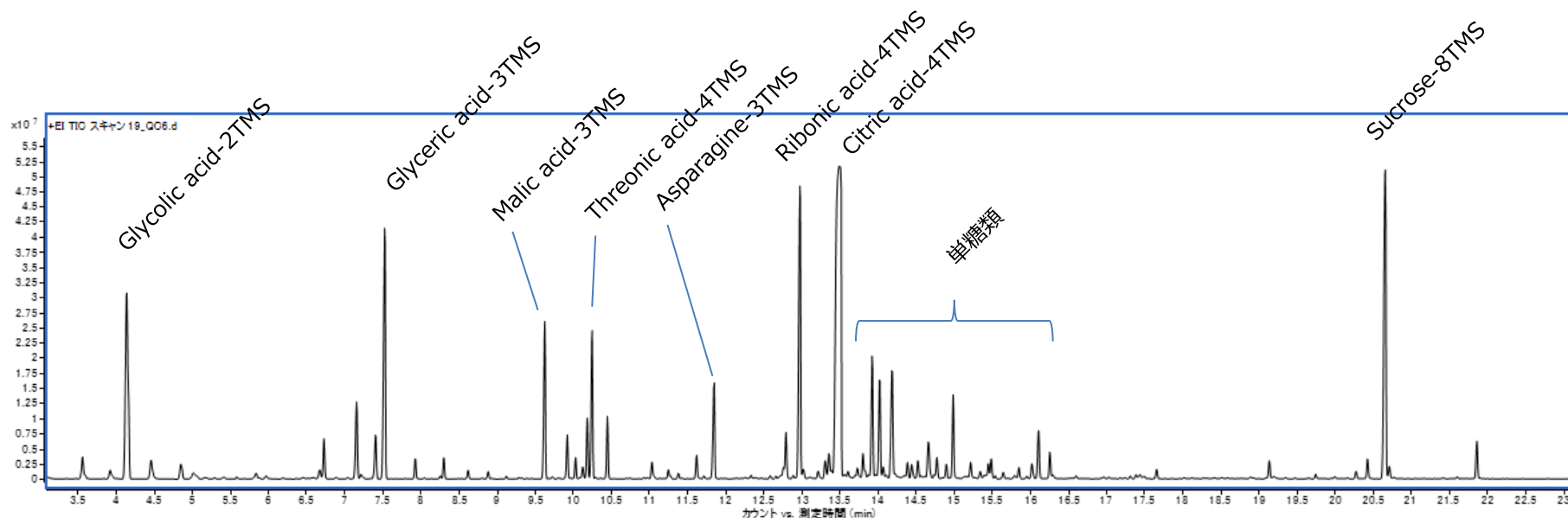
測定：GC/MS スプリット注入 50:1

**全自動前処理
約25分/検体**

トータルイオンクロマトグラム

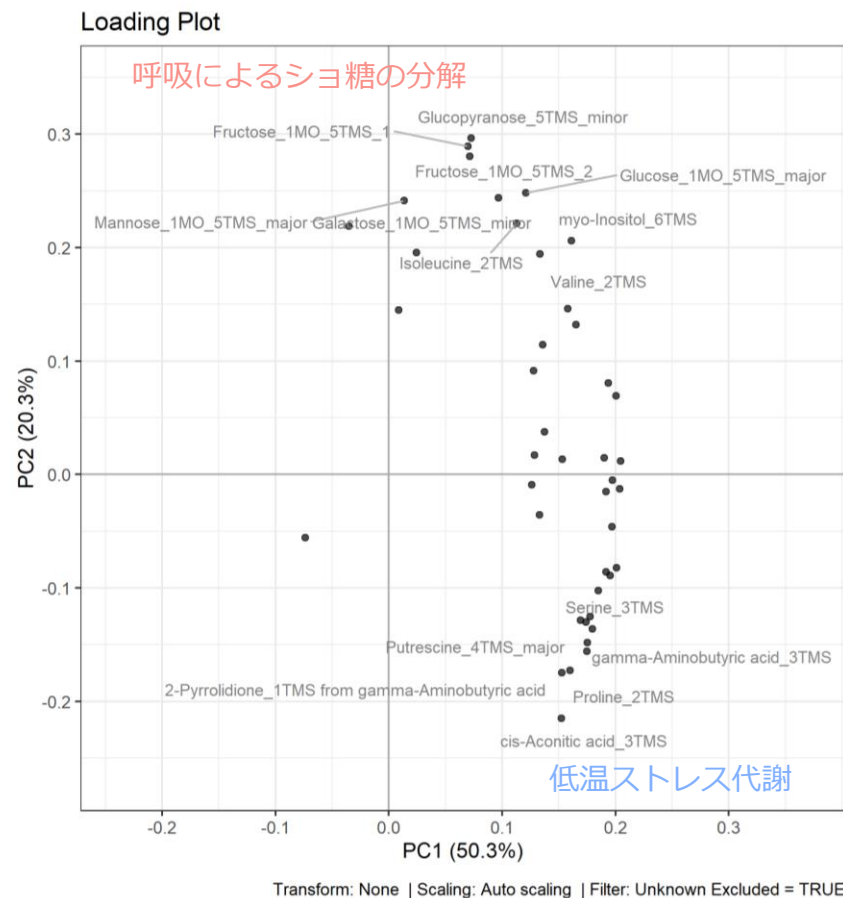
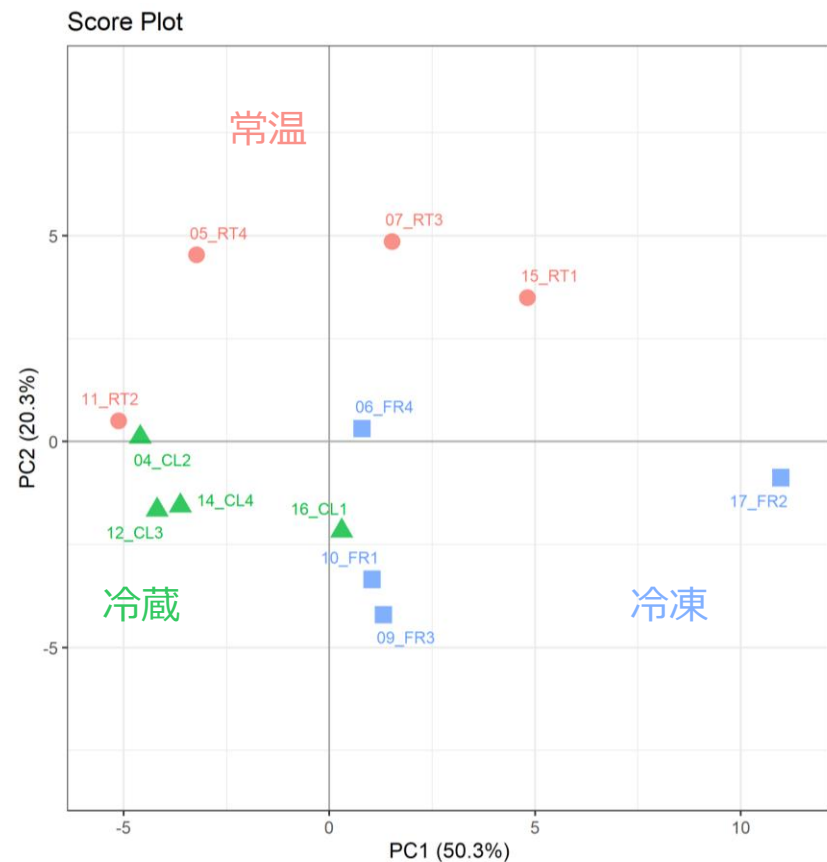
Pooled Quality Control 試料

… すべての抽出液を混合し、分析バッチ内で一定時間ごとに測定される試料



試料負荷を2回（53 μ L : アミノ酸・有機酸、3 μ L : 糖類）に分けることで
糖類の多い果実試料でもアミノ酸・有機酸・糖類を一斉分析可能

主成分分析結果



保蔵温度に応じたクラスターが確認 → 異なる代謝反応が観察された

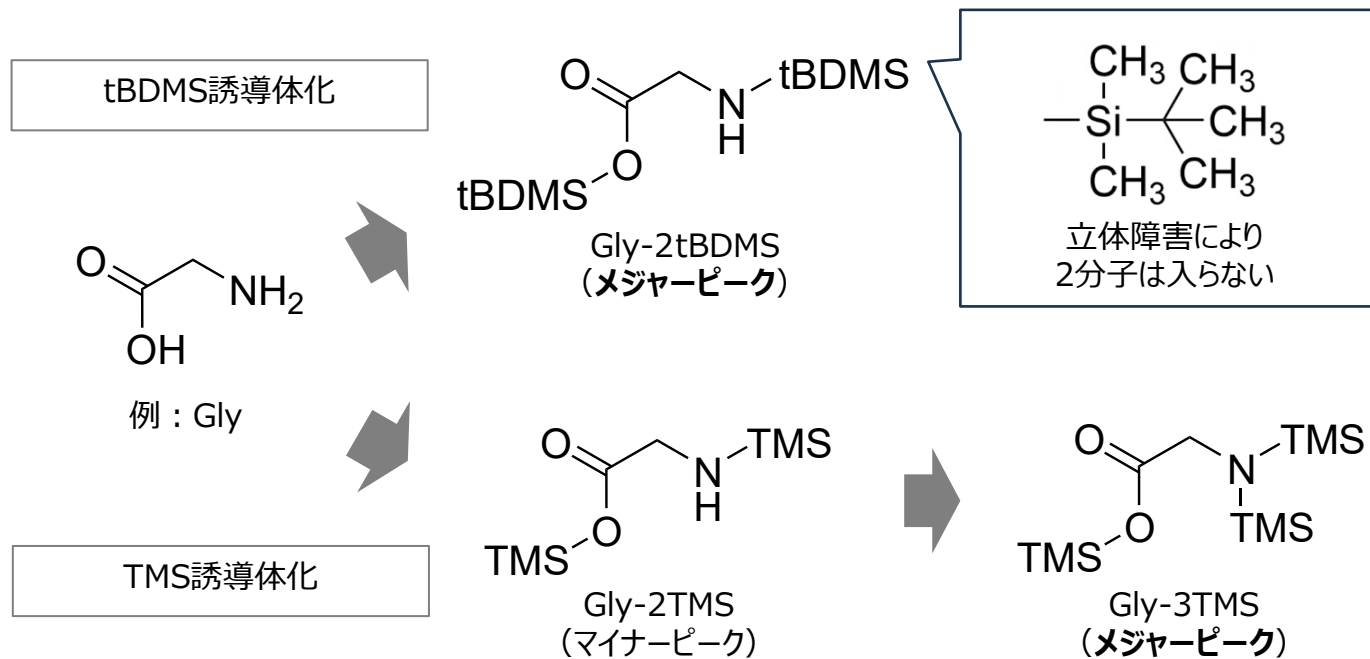
固相脱水誘導体化法による代謝物分析

- ① 貯蔵温度の異なるハッサク果実のメタボローム分析
- ② 安定同位体希釈法によるアミノ酸定量分析

安定同位体希釈法によるアミノ酸分析

オンラインSPE-GC/MSシステムとtBDMS誘導体化の特徴

- 有機酸や非イオン成分（糖類）の除去が可能
- TMS誘導体化と比較して**加水分解に強い**
- アミノ基に対し1つの置換基が結合し**単一ピークで検出しやすい**
- フラグメントイオンが大きい



前処理手順（アミノ酸）

血漿（または標準溶液） 50 μ L
 — 添加：安定同位体IS*-水 50 μ L
 — 添加：超純水 100 μ L
 — 添加：ACN 800 μ L

遠心分離（14000 rpm, 3 min）

上清回収 900 μ L

1.5mL バイアル

pH調整：0.2M NaOH 20 μ L



サンプルトレイにセット

検液 50 μ L

Flash-SPE CXs : 保持

コンディショニング
水
ACN-水(1/1)

— 洗浄：ACN-水(1/1) … 糖類・有機酸の除去

— 脱水：ACN

— 乾燥：窒素パージ

— 誘導体化試薬を含浸（固相誘導体化反応）

20 mg/mL メトキシアミン-ピリジン溶液 4 μ L, 3分

— 誘導体化試薬を含浸（固相誘導体化反応）

MTBSTFA/ヘキサン(1/1) 7 μ L, 1分

溶出：ヘキサン（全量注入）

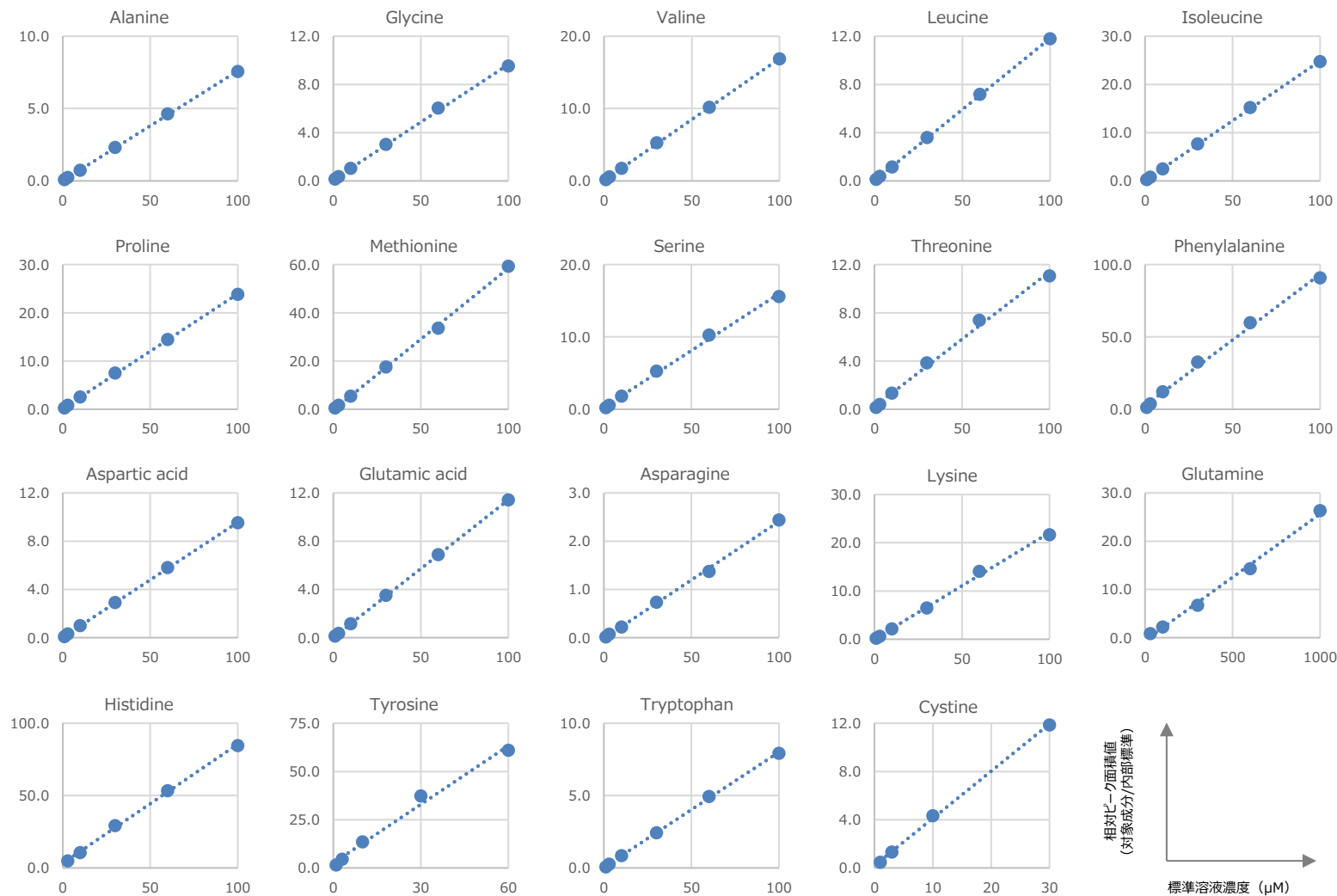
測定：GC/MS スプリット注入 50:1

全自動前処理

約20分/検体

* 内部標準溶液として、HPLC法により各安定同位体標識アミノ酸濃度を値付け（鹿児島大学共同獣医学部にて実施）した無細胞くん用アミノ酸混合物水溶液-UL- ^{13}C , ^{15}N （日本酸素株式会社）の超純水500倍希釈液を用いました。

安定同位体補正後の検量線直線性



再現性および添加回収率（ヒト血漿）

	定量イオン(m/z)		検量線範囲 (μM)	決定係数 R^2	血漿							血漿 + 40 μM 添加試料					回収率 (%)
	対象成分	内部標準			1	2	3	4	5	平均	RSD (%)	1	2	3	平均	RSD (%)	
Ala-2tBDMS	260	264	1-100	0.9998	32.5	33.0	32.0	32.1	32.3	32.4	1.3	70.3	71.1	70.6	70.7	0.6	96
Gly-2tBDMS	246	249	1-100	0.9991	23.0	22.7	23.2	23.2	22.7	23.0	1.2	62.9	62.9	63.0	62.9	0.1	100
Val-2tBDMS	186	191	1-100	0.9999	18.9	18.7	18.9	18.7	18.9	18.8	0.5	59.1	59.3	59.6	59.4	0.4	101
Leu-2tBDMS	200	206	1-100	0.9999	10.4	10.1	10.2	10.3	10.4	10.3	1.3	51.4	50.7	50.3	50.8	1.0	101
Ile-2tBDMS	200	206	1-100	0.9997	5.8	5.6	5.7	5.9	5.8	5.8	1.9	47.4	46.1	46.7	46.7	1.4	102
Pro-2tBDMS	184	189	1-100	0.9998	19.7	19.3	19.8	19.4	19.2	19.5	1.3	59.5	60.0	60.3	59.9	0.7	101
Met-2tBDMS	292	297	1-100	0.9990	1.6	1.6	1.5	1.6	1.6	1.6	2.3	42.1	40.6	41.2	41.3	1.8	99
Ser-3tBDMS	390	394	1-100	0.9967	6.6	6.8	6.4	7.1	7.0	6.8	4.3	52.2	48.6	51.3	50.7	3.8	110
Thr-3tBDMS	303	306	1-100	0.9952	12.1	12.0	11.5	11.4	12.4	11.9	3.5	54.7	55.6	55.7	55.3	1.0	109
Phe-2tBDMS	302	306	1-100	0.9952	5.0	4.1	4.5	4.1	4.8	4.5	8.9	50.9	49.0	53.1	51.0	4.0	116
Asp-3tBDMS	418	423	1-100	0.9999	1.2	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	10.7	40.9	41.9	40.2	41.0	2.1	100
Glu-3tBDMS	432	438	1-100	1.0000	19.5	19.6	19.8	19.5	19.1	19.5	1.3	58.4	59.8	59.8	59.3	1.3	100
Asn-3tBDMS	417	423	1-100	0.9986	31.5	29.3	30.2	30.6	31.5	30.6	3.1	70.9	72.0	73.7	72.2	1.9	104
Lys-3tBDMS	300	307	1-100	0.9975	14.8	14.2	13.9	13.3	14.5	14.1	3.9	52.4	52.7	54.9	53.4	2.6	98
Gln-3tBDMS	431	438	30-1000	0.9955	372.4	378.3	397.8	360.2	357.2	373.2	4.4	404.0	387.7	424.8	405.5	4.6	81
His-3tBDMS	196	202	3-100	0.9989	4.3	3.9	5.3	5.5	5.6	4.9	15.4	49.8	50.4	50.0	50.1	0.6	113
Tyr-3tBDMS	302	306	1-60	0.9877	8.3	7.3	7.7	7.7	7.2	7.6	5.6	46.8	47.6	47.3	47.3	0.8	99
Trp-2tBDMS	302	306	1-100	0.9995	47.6	49.3	47.7	47.6	48.4	48.1	1.6	88.8	88.6	86.7	88.1	1.3	100
Cystine-4tBDMS	348	352	1-30	0.9992	1.5	1.8	1.8	1.4	1.4	1.6	12.8	35.8	35.7	34.6	35.4	1.8	84

※ 対象成分と内部標準の定量イオン差が小さい成分については、試料中濃度や内部標準濃度に応じて他の安定同位体で補正することにより良好な結果が得られる場合がございます。

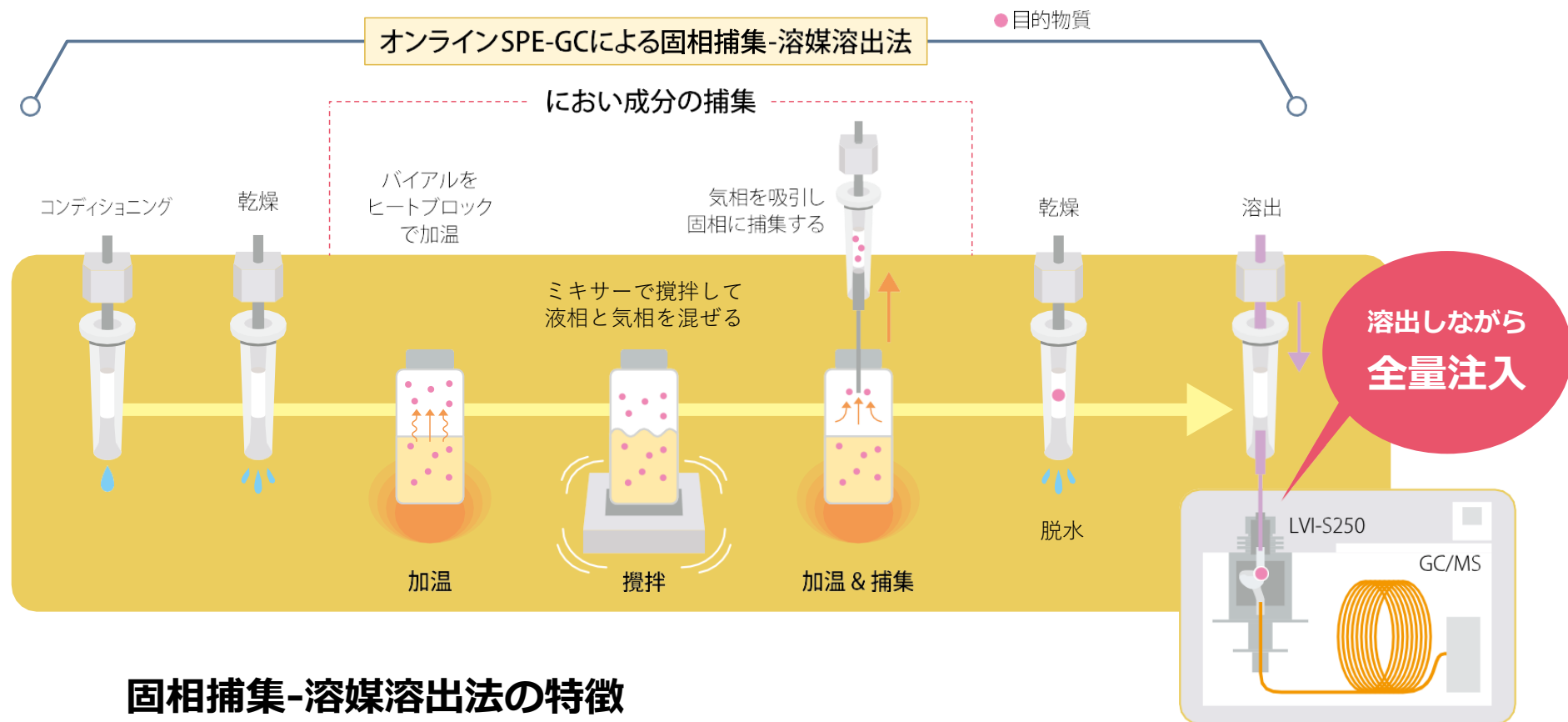
固相捕集-溶媒溶出法による香気成分分析

① 気相サンプリングの直線性および回収率評価

② カビ汚染みかんの揮発性成分分析

③ 大気中悪臭成分の分析

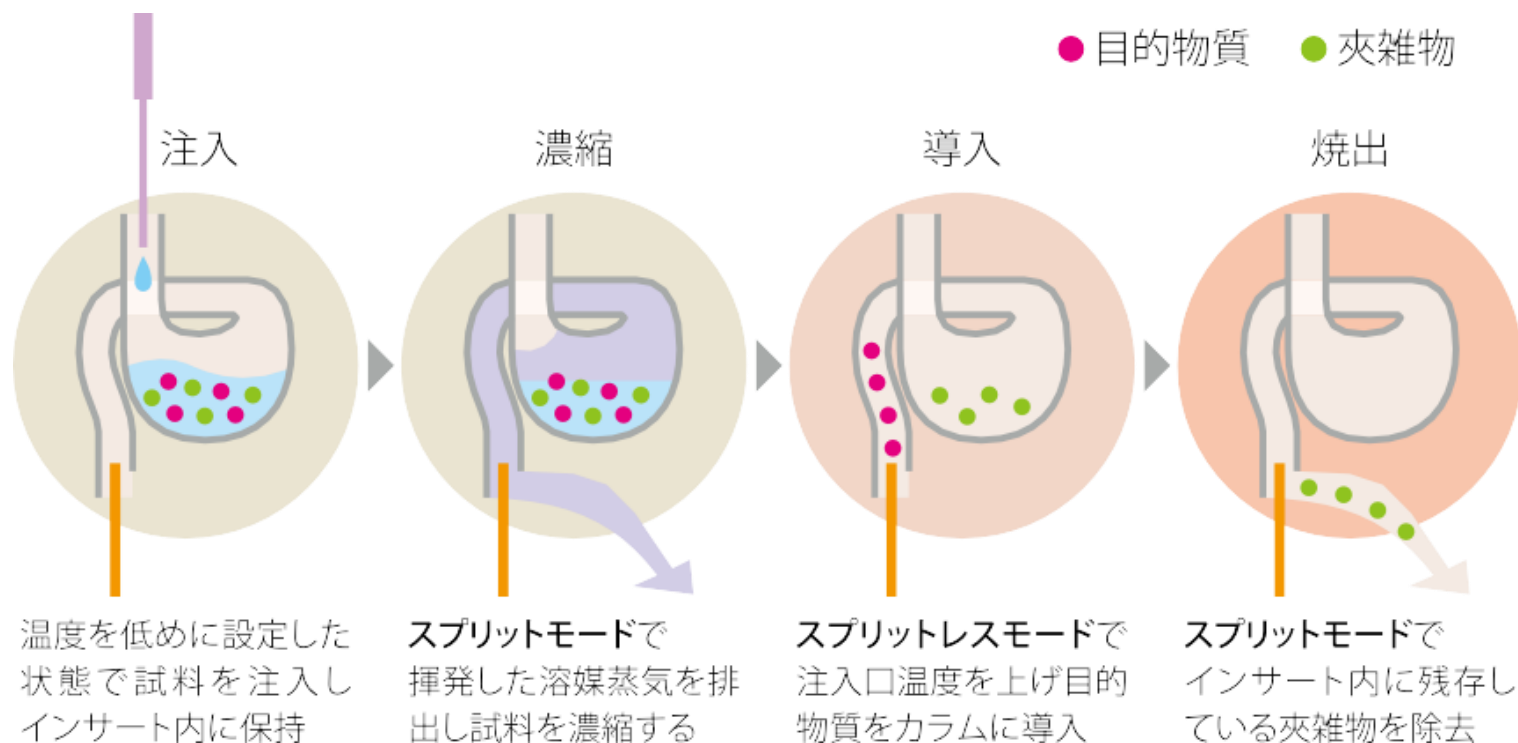
固相捕集-溶媒溶出法



固相捕集-溶媒溶出法の特徴

- ヘッドスペース気相を吸引し固相に捕集
- 誘導体化（シリル化）も可能

大量注入口内での溶出液の濃縮



注入口温度	70℃	昇温中	250℃
スプリット比	20:1	スプリットレス	約35:1

標準ガス捕集と直接注入の比較

真空採取瓶 (1L)

ガス採取器 (100mL)



加温：マントルヒーター
80℃設定

Flash-SPE
(固相カートリッジ)

一定時間減圧し標準溶液 5 μ L (メタノール) を注入
→ 1時間静置 → 大気開放 → サンプルング

対象成分

- 1-Octen-3-ol
- 3-Octanone
- 3-Octanol

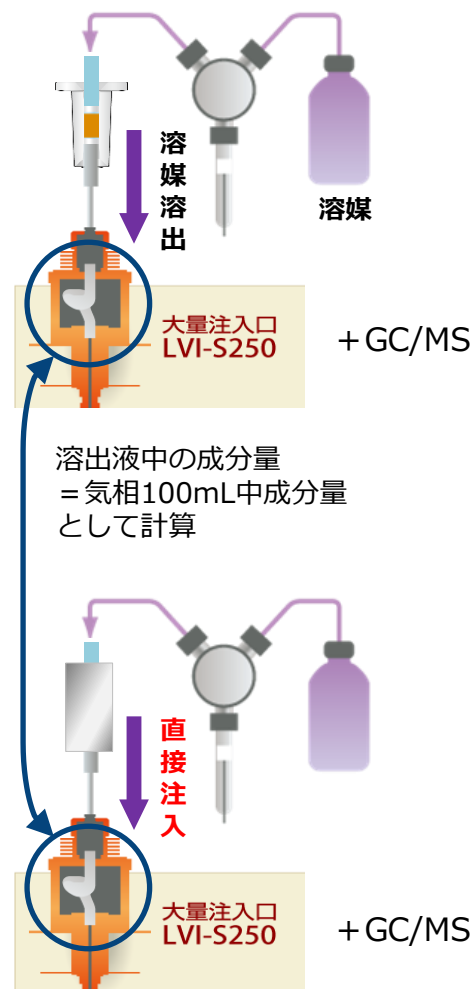


検量線作成用標準溶液
(アセトン/ヘキサン (1/3))

前処理装置に
バイアルをセット



前処理装置に
固相をセット



GC/MS分析条件

PTV Injector

Instrument	LVI-S250 (AiSTI Science)
Insert type	Spiral insert
Injector temp.	70°C(0.25 min)-100°C/min-290°C

GC

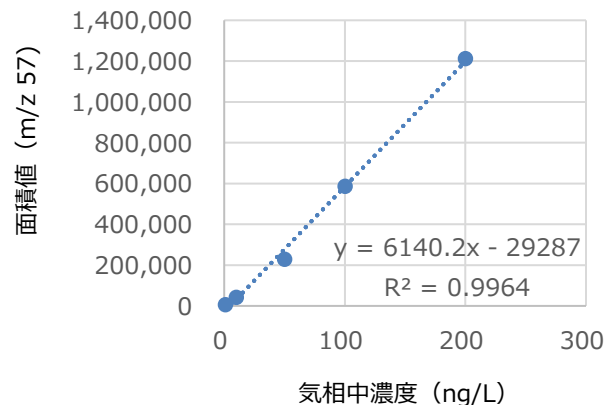
Instrument	7890B (Agilent)
Split	28 mL/min (0.25 min)-splitless (2.75 min)-50 mL/min (1 min)-15 mL/min
Flow mode	Constant flow, 1.4 mL/min
Column	VF-5ms, 0.25 mm i.d. × 30 m, df=0.50 μm
Oven temp.	40°C (4 min) -5°C/min-160°C-30°C/min-310°C (2 min) , Total 35.0 min
Transferline temp.	290°C

MS

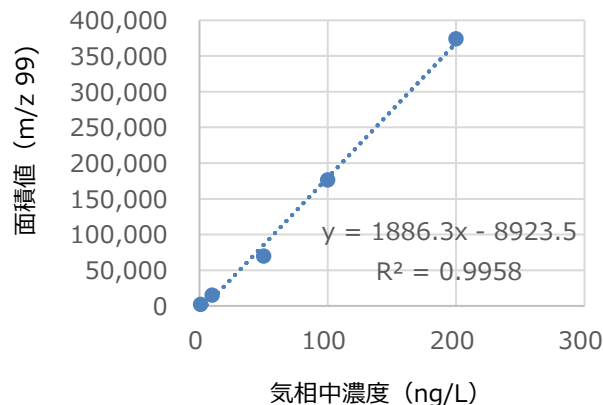
Instrument	5977B (Agilent)
Ion source temp.	260°C
Acquisition mode	Scan (m/z 33-350), gain 5.0

標準ガス捕集と直接注入の比較

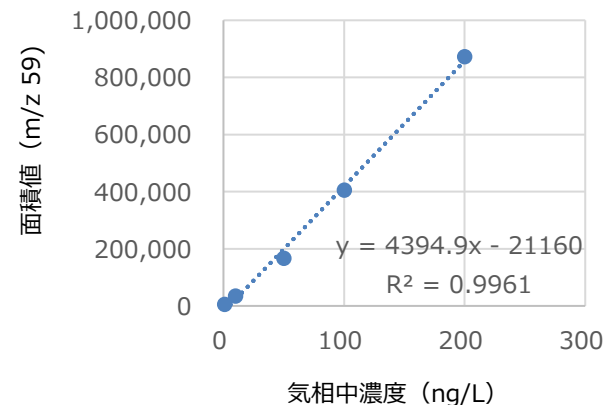
1-Octen-3-ol 気相捕集



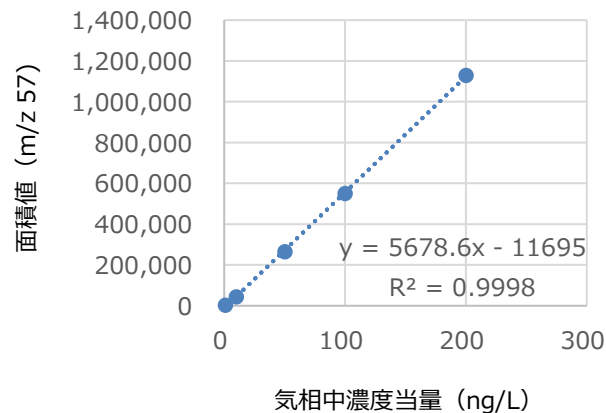
3-Octanone 気相捕集



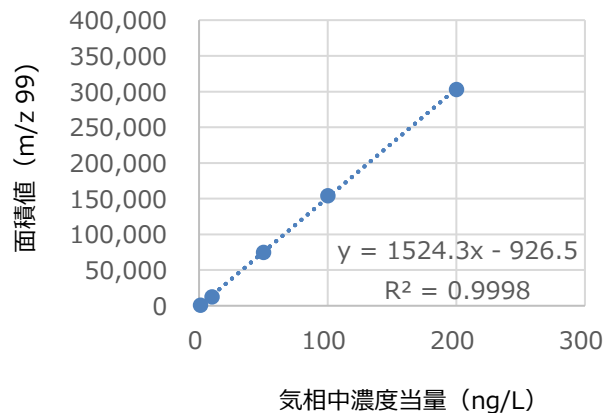
3-Octanol 気相捕集



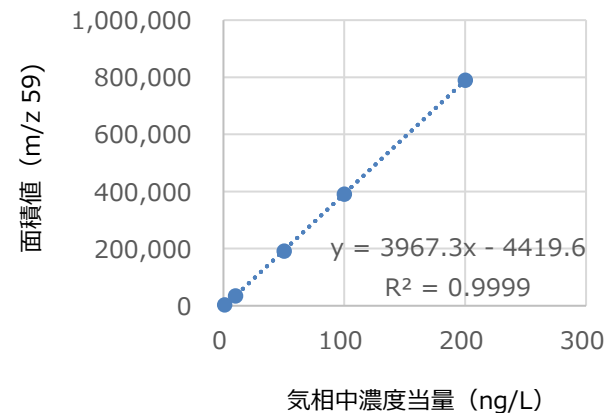
1-Octen-3-ol 直接注入



3-Octanone 直接注入



3-Octanol 直接注入



標準ガス捕集と直接注入の比較

表：ピーク面積値および回収率

気相中濃度 (ng/L)	1-Octen-3-ol			3-Octanone			3-Octanol		
	直接注入	気相捕集	回収率(%)	直接注入	気相捕集	回収率(%)	直接注入	気相捕集	回収率(%)
1	3,588	5,306	148	1,031	1,783	173	2,955	4,447	150
10	43,312	41,834	97	12,724	15,004	118	34,288	33,312	97
50	265,274	227,507	86	74,918	69,539	93	191,298	166,036	87
100	550,887	584,978	106	154,226	176,303	114	391,344	404,959	103
200	1,128,458	1,210,566	107	302,747	373,694	123	790,228	872,022	110

回収率 (%) = (気相捕集時のピーク面積値 / 直接注入時のピーク面積値) × 100

**固相カートリッジを用いた気相捕集・濃縮手法は
気相中濃度 10～200 ng/Lで良好な回収率を示した**

固相捕集-溶媒溶出法による香気成分分析

① 気相サンプリングの直線性および回収率評価

② カビ汚染みかんの揮発性成分分析

③ 大気中悪臭成分の分析

カビ汚染みかんの揮発性成分分析

京都で試料作成・サンプリング
(カビの単離・培養・播種)

和歌山本社で分析



✓ 真空キャニスターやテドラーバッグを使用せず
捕集サンプルを持ち運び可能

栓を取り外し固相トレイにセット

Flash-SPE PBX

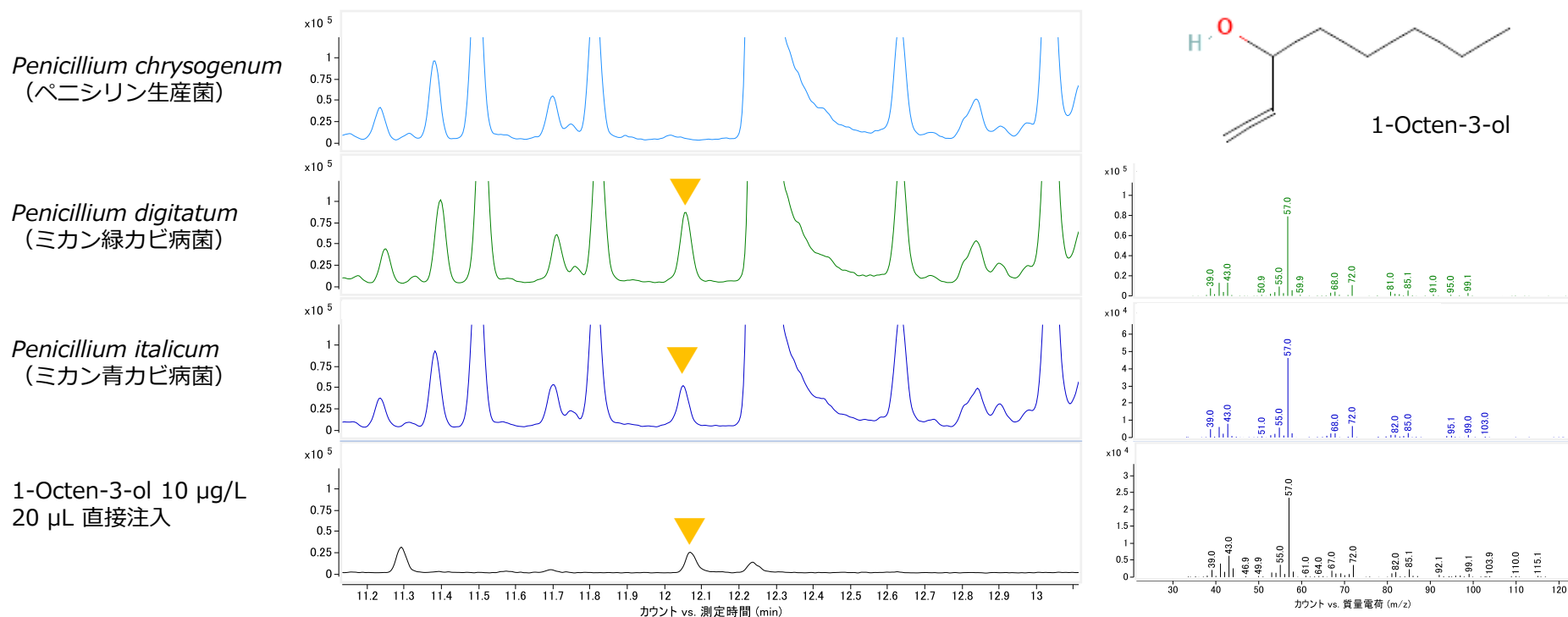
窒素パージ

溶出: アセトン/ヘキサン (1/3)

GC/MS分析

全自動前処理

カビ汚染みかん気相成分の分析結果



図：各カビ播種みかん試料の抽出イオンクロマトグラム (m/z 57) および検出されたカビ臭成分ピーク (左 ▼) とマススペクトル (右)

文献からカビが産生すると推察された揮発性成分の検出に成功

カビ汚染みかんの検出成分リスト

表：カビ播種みかん試料で検出されたピークの化合物推定結果およびピーク面積値

RT (min)	m/z	化合物推定結果	ミカン 無傷	ミカン 有傷	ミカン A.o接種	ミカン P.ch接種1	ミカン P.ch接種2	ミカン P.ch接種3	ミカン P.dig接種1	ミカン P.dig接種2	ミカン P.dig接種3	ミカン P.ita接種1	ミカン P.ita接種2	ミカン P.ita接種3
5.37	55	3-methyl-1-Butanol	4,945	14,112	35,279	4,491	37,709	36,275	7,254	684,045	2,025,966	38,603	122,775	63,473
6.76	75	Hexanal	317	641	16,703	14,424	16,042	16,840	6,626	8,433	10,008	10,323	13,115	13,499
7.27	71	1-Ethoxy-3-methyl-2-butene	2,562	3,223	3,563	3,911	2,689	1,904	2,693	299,345	11,150	2,426	3,178	2,850
10.32	93	3-Thujene	1,069	23,309	6,320	4,104	2,730	3,910	10,842	241,801	440,296	710,640	182,537	99,899
10.54	93	alpha-Pinene	19,107	115,066	52,444	37,462	25,782	35,375	68,013	1,512,608	2,258,921	3,335,142	1,020,178	496,669
11.07	93	Camphene	5,233	5,674	5,476	5,738	5,484	5,502	7,172	16,587	20,239	23,041	10,615	9,217
11.95	93	beta-Pinene	9,421	60,982	25,978	20,590	13,108	18,370	43,184	660,743	888,051	1,277,348	299,914	236,585
12.05	72	1-Octen-3-ol	5,445	1,040	1,790	2,088	1,029	1,469	1,035	8,911	25,943	7,353	17,415	3,489
12.87	93	alpha-phellandrene	709	2,250	1,137	632	833	1,501	1,728	15,984	18,453	23,850	14,529	8,188
13.62	68	Limonene	327,713	2,096,835	1,086,360	914,203	599,707	702,788	2,193,686	24,158,660	20,865,160	25,753,130	24,828,110	10,848,130
14.86	105	Acetophenone	53,495	41,477	29,771	28,962	27,274	32,261	33,703	39,541	37,828	29,594	29,257	30,871
14.99	56	1-Octanol	21,503	30,167	29,129	34,322	17,412	33,231	44,002	74,326	174,907	53,132	55,557	46,972
18.87	59	alpha-Terpineol	13,396	45,254	23,881	31,415	23,640	29,656	108,132	309,001	292,932	49,839	109,256	100,655
25.07	91	Isocaryophyllene	7,010	11,109	13,665	14,888	13,062	17,867	12,481	23,870	18,533	15,504	13,495	17,411
26.71	189	gamma-Selinene	2,105	8,268	8,266	14,494	8,865	11,807	6,357	14,040	14,315	9,351	9,161	12,515

試料の外観



固相捕集-溶媒溶出法による香気成分分析

① 気相サンプリングの直線性および回収率評価

② カビ汚染みかんの揮発性成分分析

③ 大気中悪臭成分の分析

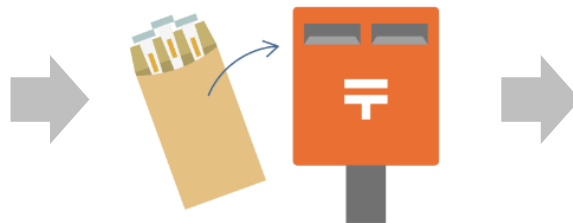
大気分析への応用

固相カートリッジで
大気サンプリング



地点：畜舎、市街地
約80 mL/min、1時間

サンプリング済み
固相を送付



オンラインSPE-GCシステムによる分析

誘導体化 + 溶媒溶出の前処理フロー

栓を取り外し固相トレイにセット

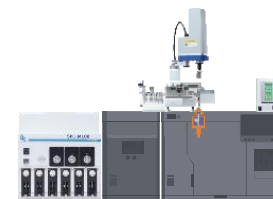
Flash-SPE AXs

窒素パージ 40秒

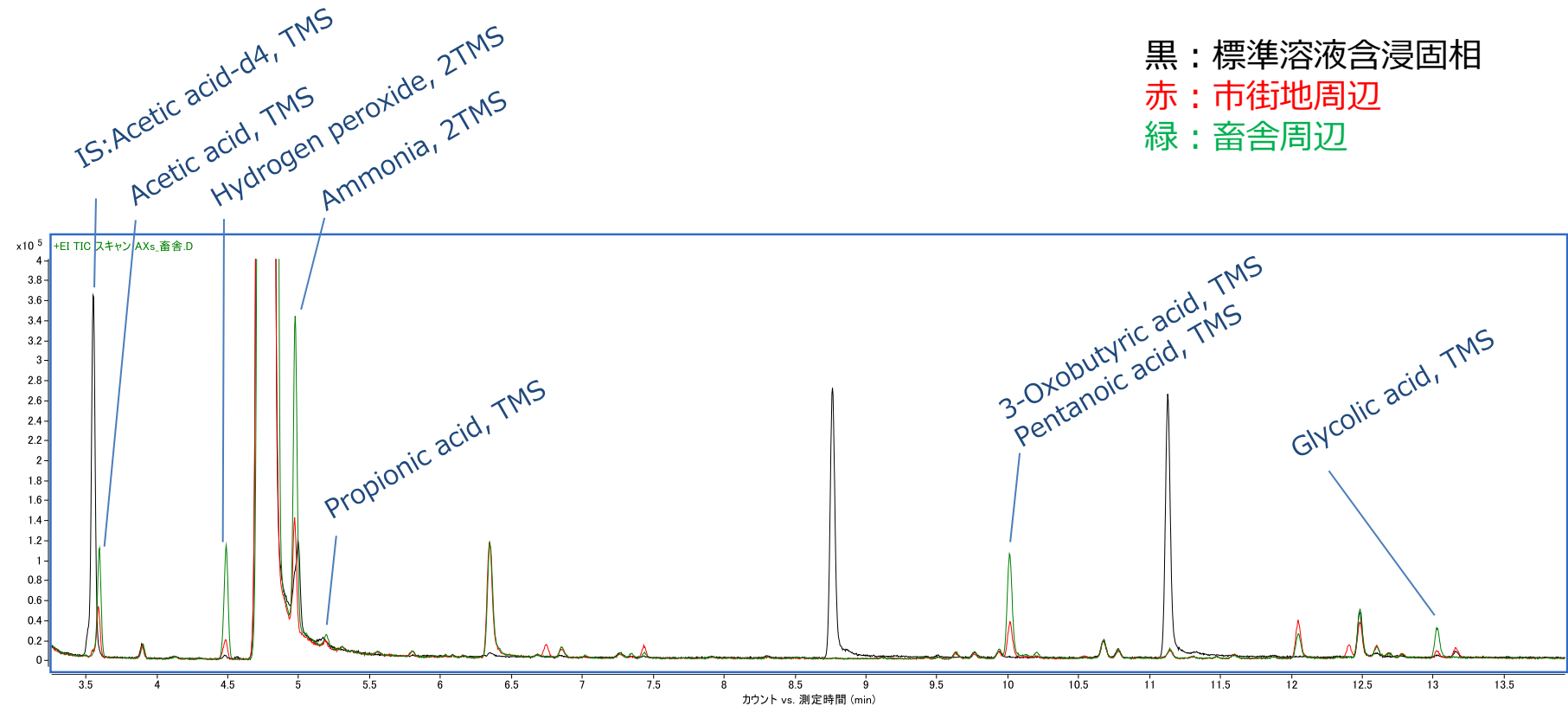
誘導体化：5%MSTFA/ヘキサン, 1分

溶出：ヘキサン

GC/MS分析



大気分析結果：クロマトグラム



畜舎（緑）で高い強度を示すピークが確認された。

大気分析結果：検出成分リスト

表：AXs固相+誘導体化分析における特徴ピークの面積値

保持時間 (min)	m/z	化合物推定結果	測定1回目			測定2回目	
			AXs_標準	AXs_市街地	AXs_畜舎	AXs	AXs_畜舎
3.59	75	Acetic acid, TMS	18,110	43,537	89,127	115,880	259,860
4.49	163	Hydroxy peroxide, 2TMS	2,755	15,364	79,367	9,545	19,610
4.97	146	Ammonia, 2TMS	26,599	91,409	262,286	31,672	605,343
5.20	75	Propanoic acid, TMS	3,041	7,479	10,152	7,012	31,694
6.03	73	2-Methylpropanoic acid, TMS	1,104	2,004	2,635	1,294	5,570
7.35	145	Butyric acid, TMS	270	352	1,081	342	6,127
8.78	159	3-Methylbutanoic acid, TMS	86	86	86	86	855
10.02	115	3-oxobutanoic acid, TMS	178	23,383	26,993	437	25,002
12.49	147	Lactic Acid, 2TMS	27,847	22,981	30,676	27,569	47,467
13.03	147	Glycolic acid, 2TMS	3,274	6,470	26,292	6,163	32,232

畜舎で発生した短鎖脂肪酸が市街地に流入していると推測された

- 固相脱水誘導体化による代謝物分析
 - メタボローム分析における煩雑な前処理工程を大幅に短縮
 - 固相の精製効果を活かしたアミノ酸定量分析系を構築
- 固相捕集-（誘導体化）-溶媒溶出法による揮発性成分分析
 - ガス採取器を用いた手動サンプリングの直線性と回収率は良好
 - オンサイトサンプリング試料の分析も可能であることを確認
 - ガス採取器による大型試料の気相分析
 - 電動ポンプによる大気分析

サンプルや対象成分に応じた前処理の実施が可能！

ご清聴ありがとうございました

ホームページにて製品情報・技術情報を多数公開中！！
詳細はHPの下記フォームよりお問い合わせください



株式会社
アイスティサイエンス

Tel. 073-475-0033 E-mail. as@aisti.co.jp

English

お問い合わせ

[Metabolomics](#) [PFAS](#) [ソリューション](#) ▾ [製品情報](#) [分析方法](#) [技術資料](#) [サポート](#) ▾ [お知らせ](#) [会社概要](#)