

Application Data Sheet

No.77

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

大量注入ヘッドスペース-GC/MSを用いた全血中の揮発性有機化合物の分析

Analysis of volatile organic compounds in whole blood using HS-GC/MS with large volume injection of headspace vapor

溶液試料中の揮発性有機化合物(Volatile Organic Compounds; VOCs)をGC-MSで高感度に測定するために、パージ・トラップなどのダイナミックヘッドスペースとクライオフォーカスを組み合わせた前処理装置が用いられます。しかし、血液などの生体試料中では試料に含まれるタンパク質などにより、試料が泡立ち、サンプルガス流路を閉塞してしまうことがあります。そのために、生体試料のVOCsの測定にはパージ・トラップは適していません。

そこで生体試料中におけるVOCsを測定する際には、ヘッドスペース-GC/MS (Head Space-GC/MS; HS-GC/MS)が主に使用されます。但し、通常の手法ではGC-MSに注入されるサンプル量は1 mL以下となり、感度が不十分な場合があります。

本データシートでは注入時間の調整等の分析条件の最適化による、大量注入法を用いたHS-GC/MS分析法の検討結果について紹介します。



Fig. 1 HS-GC/MSシステム

実験

ヒトの全血と蒸留水を1:1で混合した2mLのマトリックスにナフタレン、1,4-ジクロロベンゼンとそれぞれの内部標準物質としてナフタレン-d8と1,4-ジクロロベンゼン-d4を添加し、下記の条件で分析しました。

Table 1 分析条件

HS	:TurboMatrix HS(PPC付)		
GC-MS	:GCMS-QP2010 Ultra		
[HS]		[GC]	
ヘッドスペースモード	:コンスタント	気化室温度	:240°C
注入時間	:0.1 ~ 1.9 分	カラム	:Rtx®-BAC2 (長さ30m, 0.32mm I.D., df=1.2 μm)
ゾーン温度設定	:(O/N/T)	カラムオープン温度	:45°C(1分)→(20°C/分)→120°C→(30°C/分)→ 240°C(1.25分)
オープン温度	:80 °C	キャリアガス	:ヘリウム
ニードル温度	:100 °C		
トランスファ温度	:150 °C	[MS]	
サンプルシャーカ	:OFF	インターフェース温度	:230°C
高圧サンプリング	:ON (200 kPa)	イオン源温度	:200°C
GCサイクル時間	:20 分	測定モード	:SIM
加圧時間	:3 分	1,4-ジクロロベンゼン	: m/z 146
引き上げ時間	:0.5 分	1,4-ジクロロベンゼン-d4	: m/z 152
保温時間	:30 分	ナフタレン	: m/z 128
HSキャリアガス	:100 kPa	ナフタレン-d8	: m/z 136
		イベント時間	:0.2秒

注入量とピーク面積の関係

注入時間(0.1~1.9分)とピーク面積の関係を示したグラフをFig. 2に示します。注入時間を増やしていくことで、ピーク面積が増加していくことが確認できました。このように圧カバランス方式のヘッドスペースでは、注入時間の変更により感度調整が可能であり、試料濃度にあわせた条件設定が容易である事がわかります。

(注:クロマトグラムの形状を維持するため低沸点の成分には適用できない場合があります)

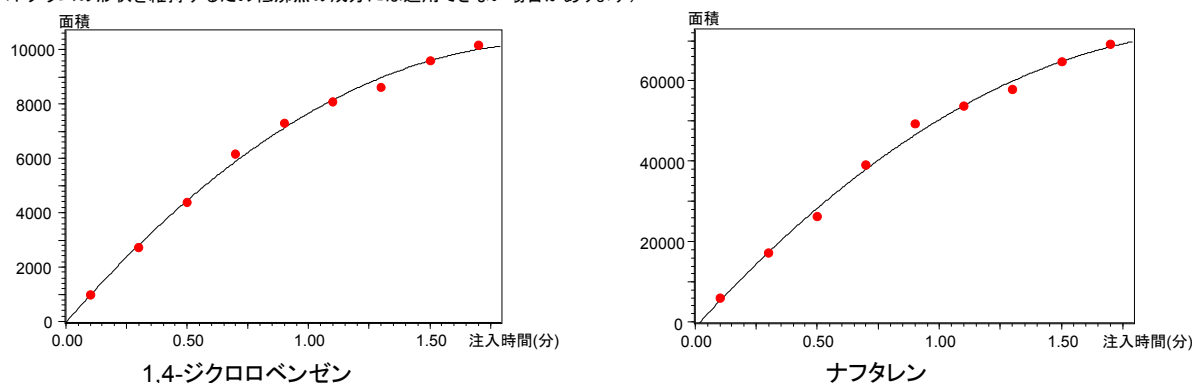


Fig. 2 注入時間とピーク面積の関係

大量注入時の分析結果

5 pg/mL (10 pg 添加)の添加試料の注入時間1.9分における各クロマトグラムをFig. 3に示します。大量注入においてもピーク形状を損ねることなく、高感度で分析することが可能でした。

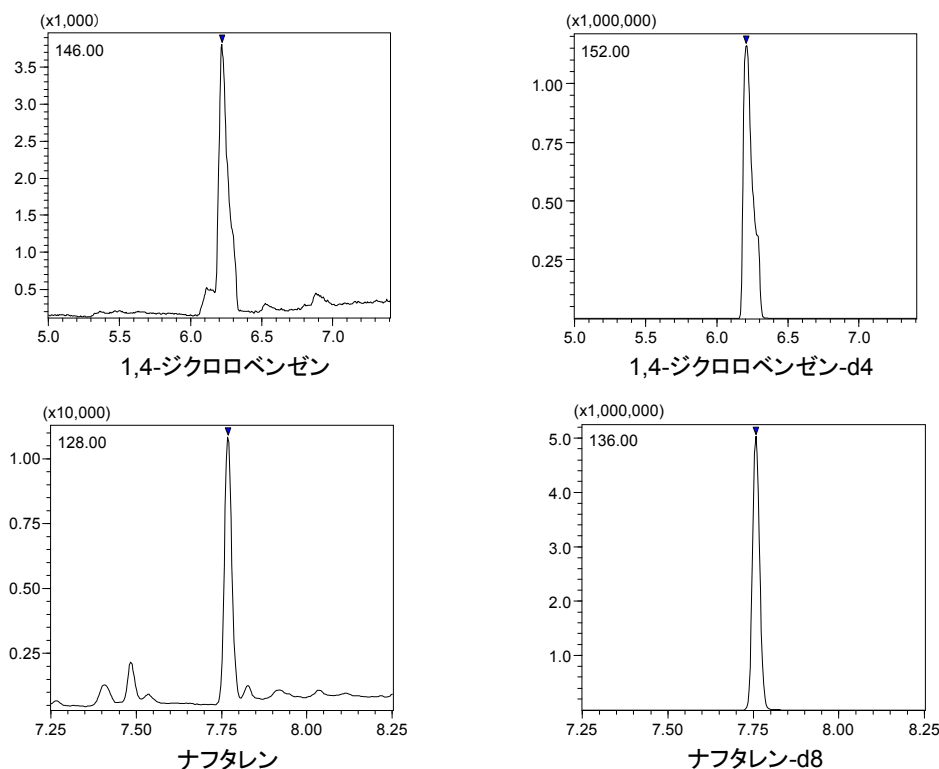


Fig. 3 5 pg/mL (10 pg 添加)添加試料のクロマトグラム

謝辞

本データシート作成には、国立大学法人浜松医科大学法医学講座のご協力を頂きました。この場を借りて感謝申し上げます。

株式会社 島津製作所

分析計測事業部 <http://www.an.shimadzu.co.jp/>

本資料の掲載情報に関する著作権は当社または原作者に帰属しており、権利者の事前の書面による許可なく、本資料を複製、転用、改ざん、販売等することはできません。掲載情報については十分検討を行っていますが、当社はその正確性や完全性を保証するものではありません。また、本資料の使用により生じたいかなる損害に対しても当社は一切責任を負いません。本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。