SHIMADZU
Excellence in Science

Application News

サーマルディソープションシステム
ガスクロマトグラフ質量分析計

GC-MSを用いた呼気中VOCs分析における MonoTrap捕集法の有用性評価

海野 結実[1]、坂本 雄紀[1]、河野 緑[2]、根本 昌実[2]、佐々木敬[3]
1 島津製作所、2 東京慈恵会医科大学、3 佐々木研究所

ユーザーベネフィット

- ◆ 非侵襲サンプルを用いた呼気中VOCsを網羅的に測定・解析できます。
- ◆ サンプリングポンプなどの装置は必要なく、遠隔地での呼気採取ができます。
- ◆ 内部標準を用いることで、試料群間における分析結果の比較が容易です。

■はじめに

呼気は、採取が容易で被験者への負担が極めて少ない非侵襲性サンプルであり、体内の代謝状態や病態を反映する揮発性有機化合物（VOCs）を含むことが知られています。呼気中には1,000種類以上のVOCsが存在し、炎症性疾患[1)]、がん[2)]、代謝異常[3)]など、さまざまな疾患領域において呼気のマーカー探索が多数報告されており、呼気オミクス（ブレスオミクス）として多くの研究が行われています。

呼気中の微量成分を網羅的かつ高感度に解析する手法としてGC-MSが広く用いられていますが、呼気分析では検体捕集などの前処理の違いが測定結果に影響します。そのため、再現性や整合性を高める分析プロトコルの最適化が重要です。

本アプリケーションニュースでは、加熱脱離–GC-MSシステム（図1）を用い、Tenax捕集管およびMonoTrapによる呼気捕集方法を比較し、最適な捕集方法を検討しました。あわせて、本分析系を用いて健常者および炎症性疾患を有する被験者の呼気を測定し、本分析系によるVOCsプロファイルの測定および比較の有用性を検討しました。

図1　GCMS-QP™2020 NXとTD-30

■MonoTrap

MonoTrap（図2）は、シリカモノリス構造を基材とした吸着デバイスであり、VOCsを効率よく捕集できる点が特長です。比表面積が大きく、低分子から中高沸点成分まで幅広い化合物の吸着が可能で、溶媒抽出や加熱脱離など多様な分析手法に対応します。小型かつ軽量で取り扱いが容易なため、生体ガスや環境ガスなどのガスサンプリングに適しており、簡便かつ再現性の高い前処理を実現します。

図2　MonoTrap入りアンプル（左）とMonoTrap（右）

■呼気採取および前処理

捕集方法の比較は、健常者の呼気を用いて実施しました。呼気試料は2種類の方法で採取しました。

Tenax法では、2 Lサンプリングバッグ（A031-G2H24、GL Sciences）に呼気を回収後、毎分100 mLの流量でTenax捕集管（1/4″×3.5″Glass ATD Tube、Tenax TA 35/60、CAMSCO）に呼気成分を捕集しました。

MonoTrap法では、2 Lサンプリングバッグ内にMonoTrap（RGC 18TD、GL Sciences）を入れて被験者に呼気を吹き込んでもらい、室温下で3時間または24時間静置することで、呼気中のVOCsをMonoTrapに吸着させました。捕集後はMonoTrapを回収し、GCバイアルに入れて搬送しました。

健常者と炎症性疾患を有する被験者の比較試験では、東京慈恵会医科大学において健常者および炎症性疾患を有する被験者から呼気を採取し、MonoTrap1個・24時間静置条件で捕集しました。なお、本研究において当社は検体採取には関与しておらず、個人情報も受領していません。

■測定条件

捕集後のMonoTrapおよびTenax捕集管は、加熱脱離装置TD-30Rを用いて加熱脱離し、GC-MS（GCMS-QP2020 NX）により分析しました。分析安定性の確認には内部標準物質としてトルエン-d8を添加しました。分析条件の詳細は表1に示しました。

表1　装置構成および分析条件

<加熱脱離>：	TD-30R
<GC-MS>：	GCMS-QP2020 NX
<TD>	
捕集管加熱温度 ：	250 ˚C / 350 ℃
捕集管脱着流量 ：	60 mL/min
サンプリング時間 ：	7 min
トラップ冷却温度 ：	-20 ℃
トラップ加熱温度 ：	250 ℃
トラップ管加熱時間 ：	5 min
トラップ管 ：	TENAX-TA
ジョイント温度 ：	250 ℃
バルブ温度 ：	250 ℃
トランスファライン温度：	250 ℃
内部標準：	Toluene-d8 流量20 mL/min にて 0.30 min添加
<GC>	
カラム ：	SH-Rxi-5Sil MS (長さ 30.0 m, 0.25 mmI.D., df = 0.1 µm)
オーブン温度 ：	60℃(1min)→(5℃/min)→200℃ →(30℃/min)→320℃(2 min)
注入モード ：	スプリット
スプリット比 ：	10
キャリアガス ：	ヘリウム
キャリアガス制御 ：	線速度一定 (36.5 cm/sec)
パージ流量 ：	5 mL/min
<MS>	
イオン源温度 ：	230 ℃
インターフェイス温度 ：	280 ℃
測定モード ：	Scan
イベント時間 ：	0.30 sec
検出器電圧：	オートチューニング+0.2kV
スキャン測定範囲 ：	*m/z* 35 - 600

■結果

1. 捕集方法の違いによる検出ピーク数の比較

Tenax捕集管およびMonoTrapを用いて同一の健常者呼気を分析した結果、両手法で得られたクロマトグラムには明確な差異が認められました（図3）。

Tenax捕集管を用いた場合、検出されたピーク数は58本でした。一方、MonoTrapを用いた場合、静置時間3時間ではTenax法と同程度のピーク数が検出されましたが、24時間静置条件では検出ピーク数が152本まで増加しました。

Tenax捕集管では、サンプリングバッグで採取後の呼気を捕集管に通気させる必要があるため、感度を向上させるには、捕集量を増やす必要があります。一方、MonoTrapを用いた捕集方法は、サンプリングバッグに静置するだけで長時間の捕集も可能であり、感度の向上が期待できます。また、MonoTrapはGCバイアルに封入して輸送できるため、採取と分析の場所が異なる場合にも有用です。

2. MonoTrap捕集条件最適化

MonoTrapを用いた呼気捕集条件の最適化を目的として、実際の分析運用を想定し、MonoTrapの個数および静置時間の違いによる影響を評価しました。

静置時間3時間では、MonoTrapを2個使用した場合、ピーク種数に大きな差は認められなかったものの、ピーク強度の増加傾向が確認されました（データ省略）。

一方、静置時間24時間では、MonoTrapの個数を変化させた場合でも、ピーク強度および検出ピーク種数に顕著な違いは認められませんでした（図4）。この結果から、24時間静置条件では、MonoTrap 1個で呼気中成分の吸着が一定レベルに達していると言えます。

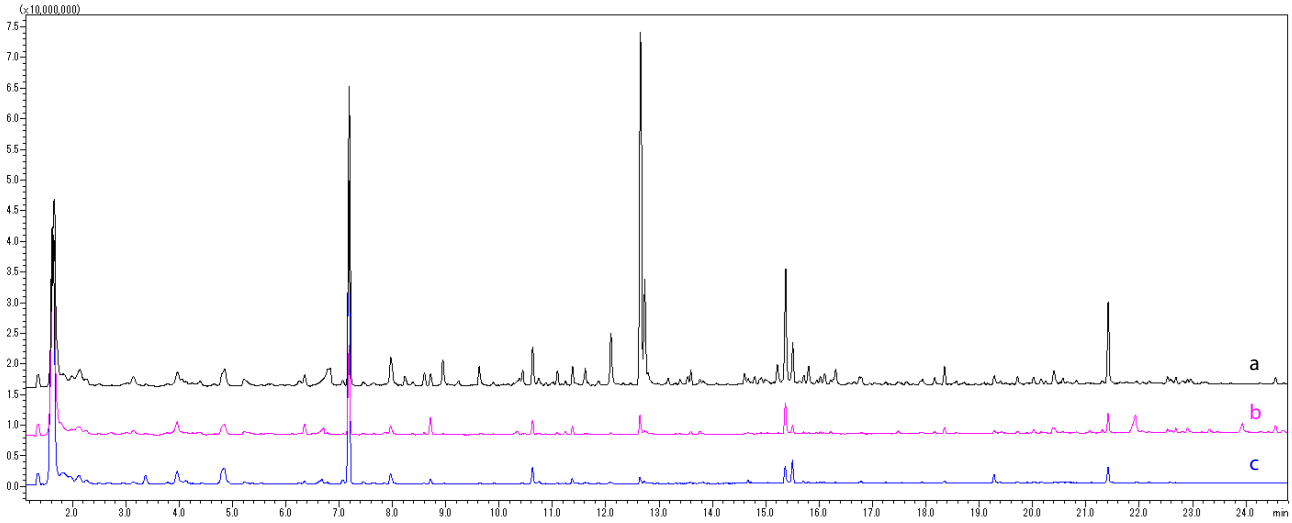

図3　Tenax法およびMonoTrap法による健常者呼気のクロマトグラム比較
a：MonoTrap（24時間静置）、b：MonoTrap（3時間静置）、c：Tenax捕集管

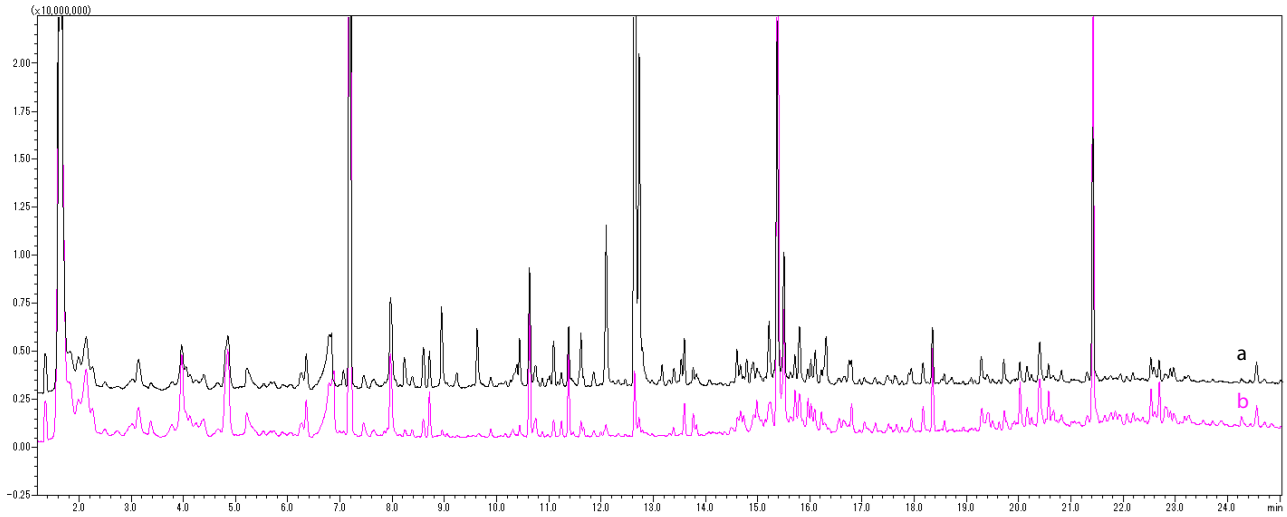

図4　MonoTrap個数の違いによるクロマトグラム比較（24時間静置）
a：MonoTrap 1個、b：MonoTrap 2個

3. 健常者および炎症性疾患を有する被験者の呼気比較

MonoTrap 1個・24時間捕集条件を用いて、健常者および炎症性疾患を有する被験者の呼気を分析しました。その結果、複数の揮発性成分において、ピーク強度や検出に違いが認められました。これらの違いは特定の単一成分に限定されるものではなく、呼気中VOCs全体のプロファイルに差異が観察されました。代表例として健常者呼気および炎症性疾患を有する被験者の呼気中Dimethyl dodecaneおよびMethyl propyl nonaneのクロマトグラムを示しました（図5）。本分析系により、呼気成分プロファイルの違いを測定結果として可視化できることが確認されました。なお、本結果は特定の疾患の診断、判別、重症度評価等を目的としたものではありません。

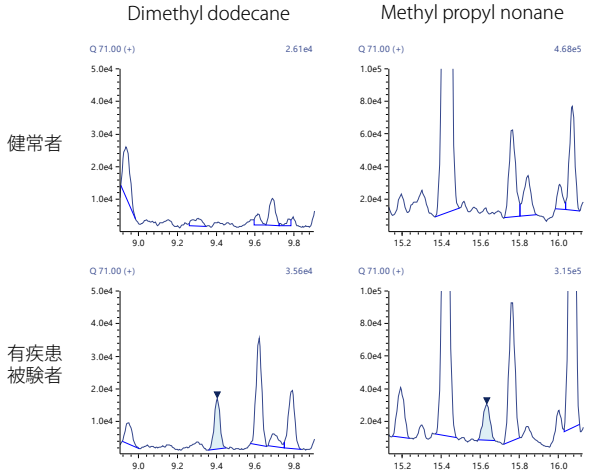

図 5　健常者および有疾患被験者の対応成分の比較例

■ まとめ

本アプリケーションニュースでは、MonoTrapを用いた加熱脱離–GC-MSによる呼気中VOCs分析系を評価しました。その結果、MonoTrapを用いることで、従来のTenax捕集管法と比較して、健常者呼気においてより多くのVOCs成分が検出されました。

また、捕集条件の検討から、MonoTrap1個・24時間静置が実用的かつ効率的な条件であることが明らかとなりました。さらに、本条件下で測定を行った結果、健常者および炎症性疾患を有する被験者由来の呼気試料においてVOCsプロファイルに差異が認められました。

MonoTrapは、サンプリングポンプなどの装置を使用することなく呼気中成分を捕集でき、捕集後の試料を簡便に保管・搬送できることから、遠隔地で採取した呼気試料への適用も可能です。

以上より、本分析系は、呼気中VOCsを網羅的に評価可能な測定系であり、呼気中成分の測定および解析を目的とした分析手法として有用であることが示されました。

＜参考文献＞

1) Kensuke Tsutsui, Masami Nemoto, Midori Kono, Takako Sato, Yukio Yoshizawa, Yoko Yumoto, Ryo Nakagawa, Takeo Iwamoto, Hiroshi Wada, Takashi Sasaki, “GC-MS analysis of exhaled gas for fine detection of inflammatory diseases”, Analytical Biochemistry, June 2023.
2) Elina Gashimova, Anna Osipova, Azamat Temerdashev, Vladimir Porkhanov, Igor Polyakov, Dmitry Perunov, Ekaterina Dmitrieva, "Exhaled breath analysis using GC-MS and an electronic nose for lung cancer diagnostics", Anal Methods, Oct. 2021.
3) Alessia Di Gilio, Jolanda Palmisani, Marirosa Nisi, Valentina Pizzillo, Marco Fiorentino, Stefania Rotella, Nicola Mastrofilippo, Loreto Gesualdo, Gianluigi de Gennaro, "Breath Analysis: Identification of Potential Volatile Biomarkers for Non-Invasive Diagnosis of Chronic Kidney Disease (CKD)", Molecules, Oct. 2024.

GCMS-QPは、株式会社島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
https://www.an.shimadzu.co.jp/
初版発行：2026年 2月
01-01140A-JP　A改訂版発行：2026年 3月

本文書に記載されている製品は、医薬品医療機器等法に基づく医療機器・体外診断用医薬品ではありません。本文書に記載されている分析手法を、疾病の診断、治療、予防の目的およびその手続き上で使用することはできません。

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。
本文中に記載されている会社名、製品名、サービスマークおよびロゴは、各社の商標および登録商標です。
本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

© Shimadzu Corporation, 2026