

開催報告令和4年度設備ネット 機器分析における試料前処理講習会 (令和4年度 質量分析講習会 5)

【開催日時】 2022年10月13日(木) 13:30～15:30 (途中参加・途中退室可)

【場所】 WEB ミーティング(ZOOM)

【世話人】 大阪大学 三宅里佳、奈良先端科学技術大学院大学 西川嘉子、
鳥取大学 横野瑞希、北海道大学 岡征子、名古屋大学 瀧健太郎

【講師】 鈴木 健一 氏 (ジーエルサイエンス株式会社)

【参加対象者】 MS測定経験者および今後、測定する予定のある方。

【参加者】 47人

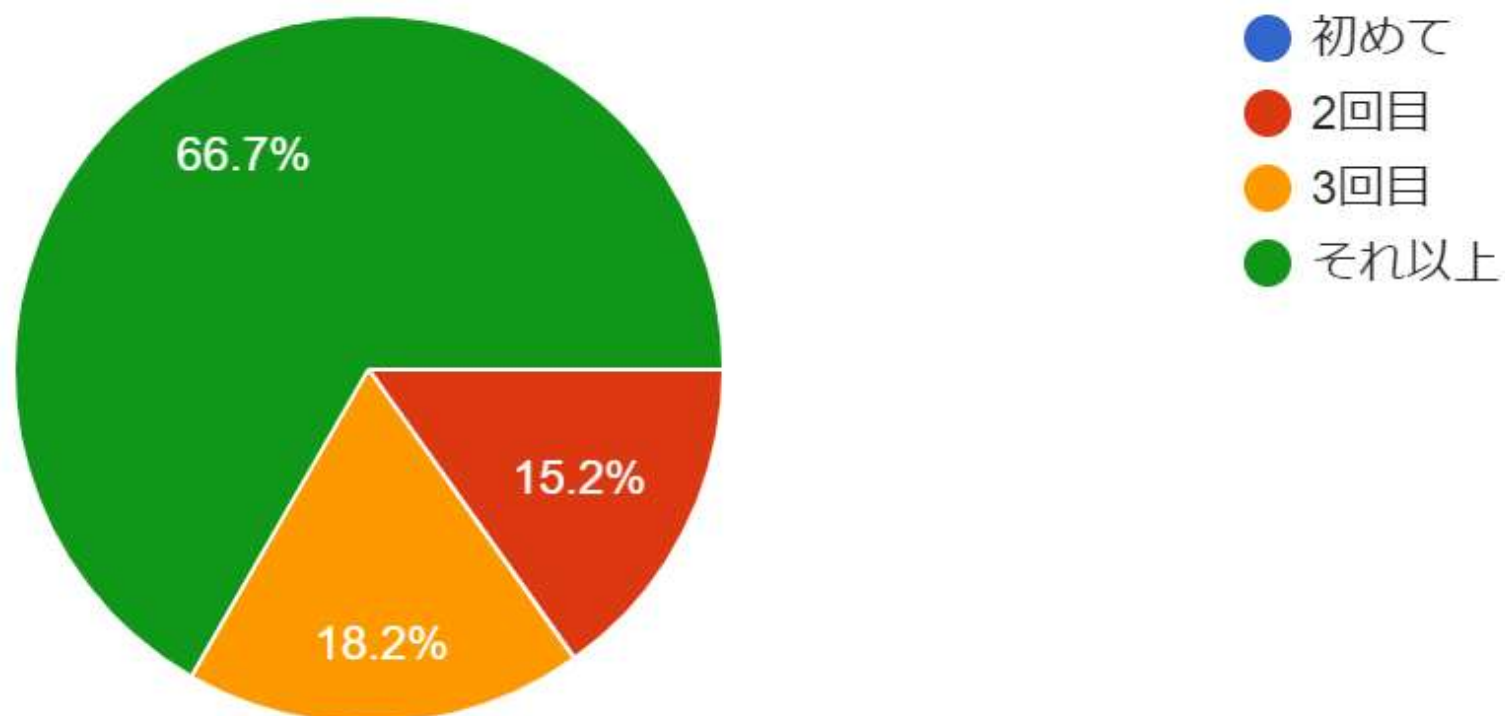
【プログラム】

13:30-15:30

1. 試料前処理の総論
 - 1-1. 試料前処理とは
 - 1-2. 代表的な試料前処理
2. 分野別試料前処理
 - 2-1. ケミカル・合成分野
 - 2-2. 生体試料前処理（低分子化合物）
 - 2-3. 生体試料前処理（生体高分子）
 - 2-4. 食品試料前処理
3. まとめ
4. Q&A

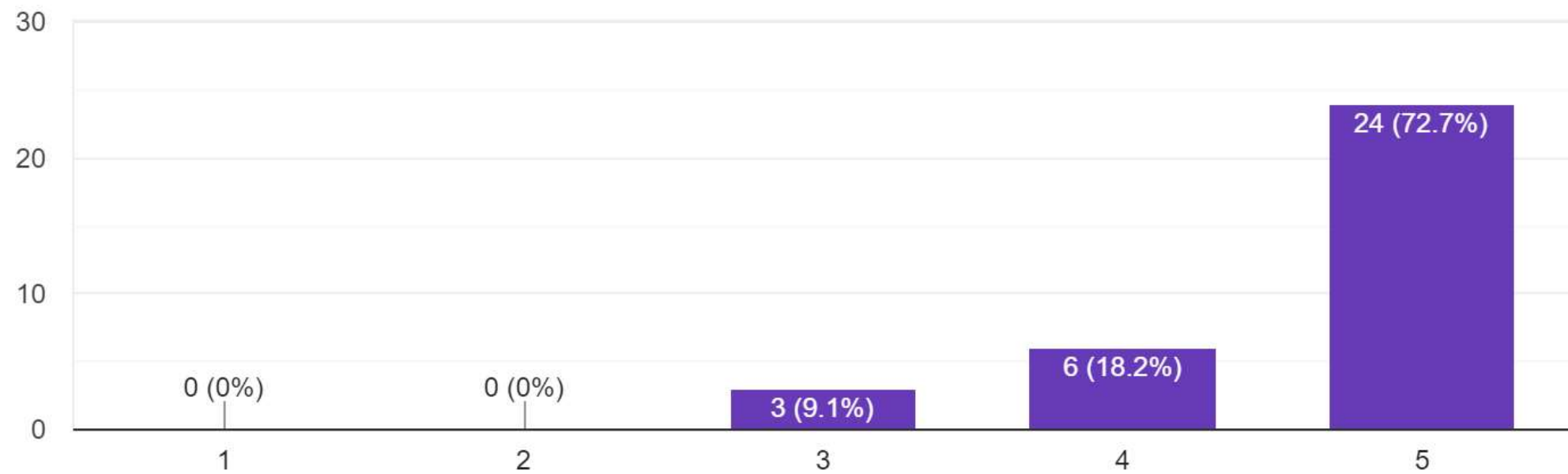
設備ネット 質量分析初步講習会への参加は初めてですか？

33 件の回答



セミナーにはどのくらい満足されましたか。

33 件の回答

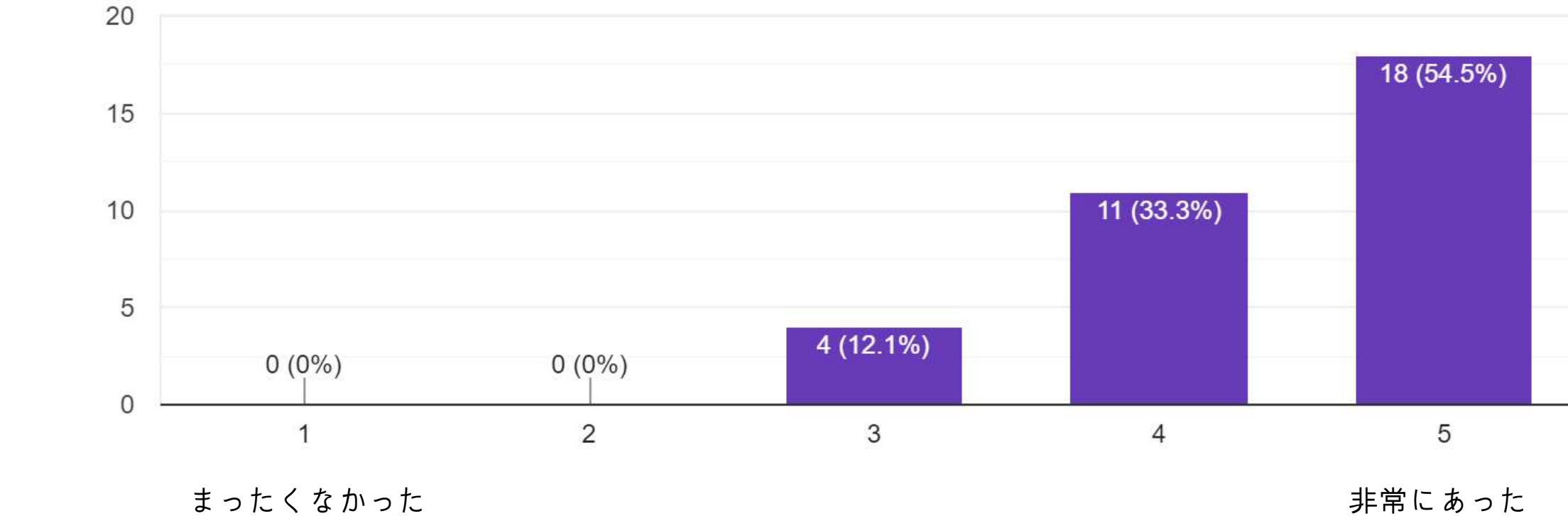


まったく満足しなかった

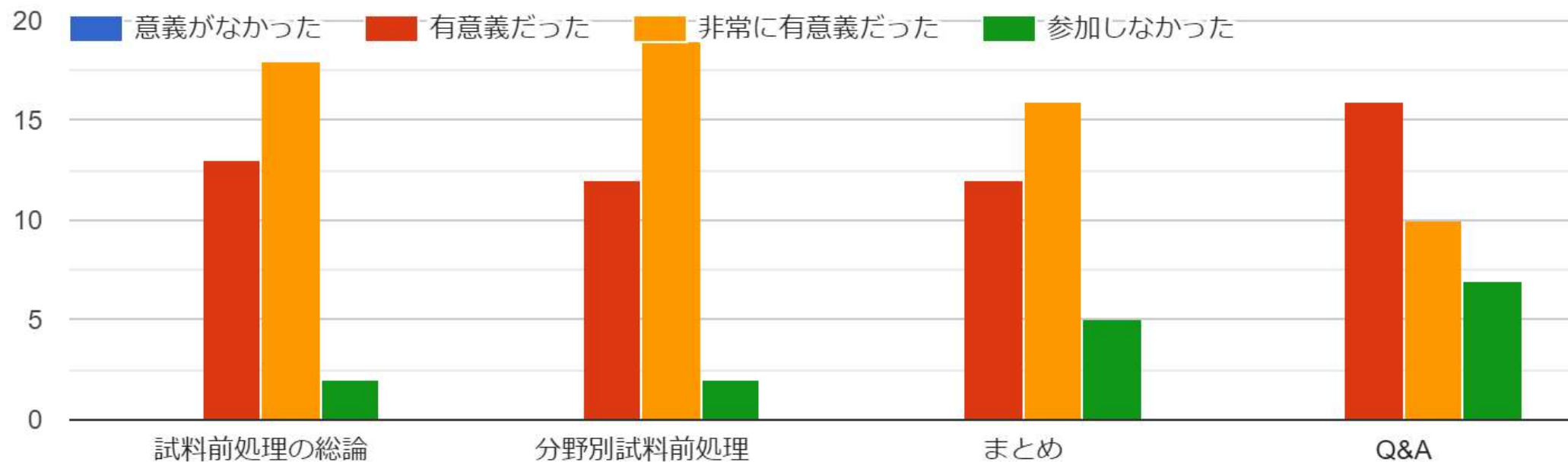
非常に満足した

ご自分の仕事との関連性や、仕事に役立つ部分がありましたか。

33 件の回答



セミナーの各セッションは、どのくらい有意義だと感じましたか。



質問があればご記入ください。可能な限りフィードバックします。

- 植物プランクトンから脂肪酸を抽出し脂肪酸メチルエチル化し、精製する最も適当なプロトコールについて知りたいです。問題点は、細胞壁の破碎、色素の除去、蛋白質の除去、塩類の除去だと考えています。

植物プランクトンからの抽出はあまり聞いたことがありませんが、植物からの抽出の応用で行けると思います。

まず細胞壁の破碎ですが、遠心分離などで、プランクトンのペレットを作っただき、液体窒素などを用いて、凍結粉碎が植物細胞からの抽出では一般的です。（乳鉢などにプランクトンペレットと液体窒素を入れて、凍結させたのち、ゴリゴリと物理的に粉碎）

そこにアセトニトリルで溶解・攪拌し、遠心分離をかけてその上清を回収（タンパク質、セルロースなどの繊維分との分離）

その溶液をグラファイトカーボンカラムに通液、通過液を溶媒留去（色素除去）

乾固した試料を水で再溶解。塩酸などで酸性（pH=2程度）にした上で、C18などの逆相固相抽出カラムで固相抽出し、メタノールで回収

この溶液をメチルエステル化の誘導体化をすれば大丈夫だと思います。

質問があればご記入ください。可能な限りフィードバックします。

- メイン成分の酸化体(酸素が一つ付加)のような、そもそもメイン成分と性質がに似ているものを抽出するのに適している方法はあるでしょうか。

抽出の場合は、どのような方法においても、2つ（それ以上）の分子間での違いが無いと分けて抽出するのは難しいです。

酸化体との事です。代謝物のように-H部が酸化された-OH（CYPでの酸化代謝のような）であれば、疎水性の違いがありますので、条件をうまく設定すれば、固相抽出で分離が可能です。

そのため、ある程度、酸化体の推定がされないと前処理での分離は難しいかと思います。未変化体と酸化体を分離しなければならない理由など、もう少し背景が知りたいです。

質問があればご記入ください。可能な限りフィードバックします。

- InertSep HLBを使用して、食品エキスのメタボローム解析を実施されている研究室があるのですが、内部標準物質としてMES、メチルスルホンを入れていて、その物質の保持があまり出来ていません。一次代謝物の方は、ちゃんと保持されているようです。固相カラムを小サイズのものを使用したことで、吸着可能な親水性化合物の量が限られ、内部標準物質と試料中の成分との競合が生じているのでしょうか。
セミナーの中では、網羅的解析に不向きという話がありましたので、メタボロームの網羅的解析の場合は、こういった前処理方法がよいのでしょうか。

メチルスルホンということですが、メタンスルホン酸でしょうか？それともジメチルスルホンでしょうか？

メタンスルホン酸は、 pK_a ：-2.6で、疎水性官能基もメチル基ですので、保持できません。

ジメチルスルホンであれば、保持はできそうですが、水にも可溶ですので、保持は強くはないかもしれません。InertSep HLBは極性官能基も入れてあるコンビネーションポリマーですので、試料に入れても良い塩などがあれば、塩濃度を少し濃くすると保持が良くなるかもしれません。

元試料の量とか使用している固相のサイズなど判らない点が多いので、何とも言えませんので、詳細が知りたいところです。キャパシティに関して疑念を抱かれているようですが、InertSep HLBは逆相カラムですので、キャパシティは充填量の1/20程度です。これ以内であればキャパシティの問題ではないと思います。

また、このカラムでは化合物同士での競合は基本的に考えなくても大丈夫です。

先日の説明で固相抽出は網羅的測定に向かないとお話しましたが、網羅的測定においても塩がたくさん入っている試料など除タンパク処理などだけでは測定試料とならず固相抽出を掛けなければならないケースがあった場合は、今回選択しているようなハイブリッドポリマーを利用して、洗浄も水のみで行い、溶出は有機溶媒100%（メタノールやアセトニトリル）で行えば、網羅的測定にも利用できると考えています。（この場合、極端に親水性の高い化合物や極端に疎水性の高い脂質のようなものは回収率が悪くなりますので、それらまでターゲットにしたいということであれば、少し考えないといけません）もう少し、詳細を聞ければソリューションも出せるかもしれませんので、必要であれば直接ご連絡いただければと思います。

質問があればご記入ください。可能な限りフィードバックします。

- 不揮発性塩を含んだサンプルを前処理する方法があれば知りたいです。

元試料がどのようなものかによっても処理の方法が異なりますが、固相抽出は有効な方法だと思います。逆相であれば簡単だと思います。もしくは時間は少しかかりますが、透析も有効です。

質問があればご記入ください。可能な限りフィードバックします。

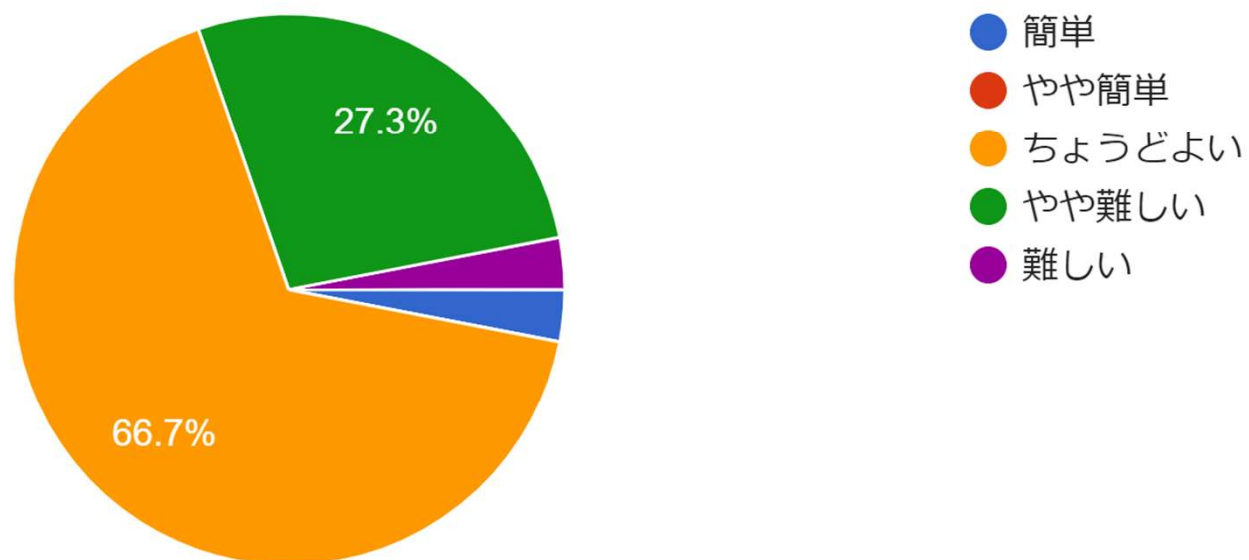
- 受講途中で学生が訪ねてきてしまい対応するため所々（分野別試料前処理の途中からはすべて）聞き逃してしまったのですが、録画データを拝見させていただくことは可能でしょうか？

申し訳ありません。こちらの手違いで前半10分ほどのデータがないのですが、録画したものは編集後公開予定です。

今しばらくお時間をいただき恐れ入りますが何卒よろしくお願いいたします。

今年度より、講習会参加習熟度をご自身で把握していただくために問題を作成いたしました。
問題は難しかったでしょうか。

33 件の回答



習熟度テスト

機器分析において前処理を行う必要性で正しくないものはどれでしょう

- Q1
- (1)測定プロセスの短縮化
 - (2)夾雑物を除くため
 - (3)測定感度を満たすため

機器分析において前処理を行う際に気を付けなければならない点はどれでしょう

- Q2
- (1)最先端のツールを使用する
 - (2)常に冷却する
 - (3)試料のロスを低減する

固相抽出カラムにおける相互作用で一般的ではないものはどれでしょう

- Q3
- (1)疎水性相互作用
 - (2)サイズ排除作用
 - (3)イオン交換作用

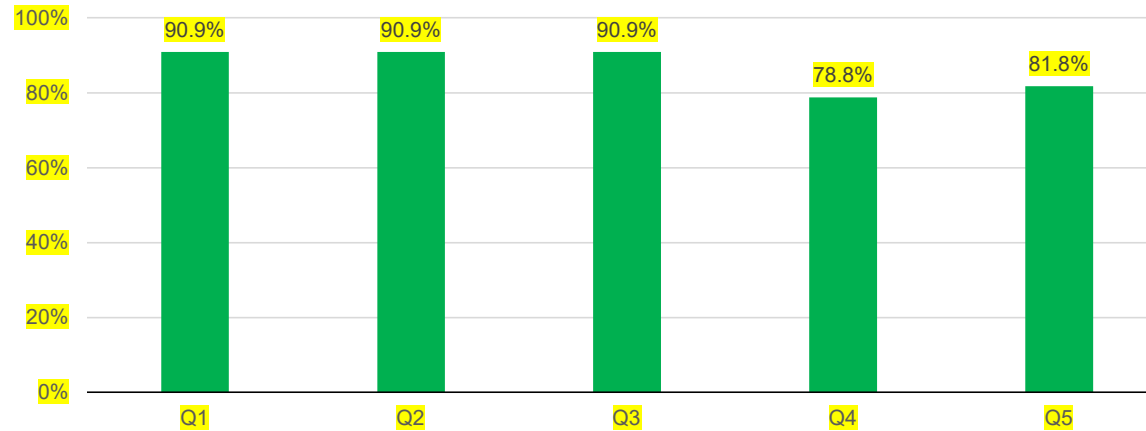
生体試料の前処理において一般的に固相抽出が向いている試料の条件で正しくないのはどれでしょう。

- Q4
- (1)同一ターゲットで検体数が多い場合
 - (2)網羅的に化合物を測定する場合
 - (3)複雑なマトリクスの場合

吸着による試料ロスが懸念される場合、原因として正しくないものはどれでしょうか？

- Q5
- (1)金属表面との相互作用
 - (2)ポリマー含有している可塑剤
 - (3)溶媒との溶解性

習熟度テスト正答率



(回答数：33件)

- Q1 機器分析において前処理を行う必要性で正しくないものはどれでしょう
(1)測定プロセスの短縮化
- Q2 機器分析において前処理を行う際に気を付けなければならない点はどれでしょう
(3)試料のロスを低減する
- Q3 固相抽出カラムにおける相互作用で一般的ではないものはどれでしょう
(2)サイズ排除作用
- Q4 生体試料の前処理において一般的に固相抽出が向いている試料の条件で正しくないのはどれでしょう。
(2)網羅的に化合物を測定する場合
- Q5 吸着による試料ロスが懸念される場合、原因として正しくないものはどれでしょうか？
(3)溶媒との溶解性

このセミナーの感想をご自由にお書きください。

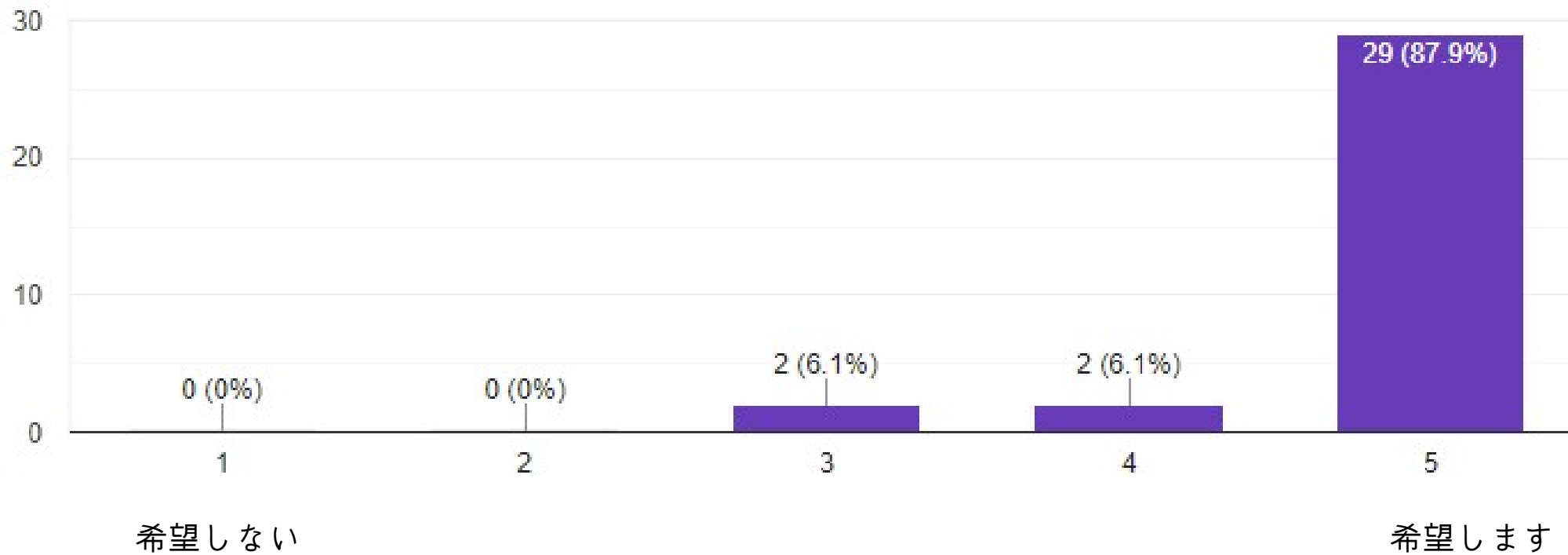
- ある程度知っていると思っていましたが、忘れていたり、抜けていたりする部分もあって定期的な知識の点検のようなことができて、とてもよかったと思います。
- また講師の先生の声が聞き取りやすく集中して講習に参加できました。
- 今後の前処理の参考になりました。
- 前処理は、大体いつも同じような手順でしか行っていないのですが、より良い方法を検討する余地があると思いました。とても有意義な時間でした。
- 最近ウェットやってないので実感に乏しい。
- 半分ほどしか聴講できませんでしたが、前処理の総論や具体的な手法を理解することができました。普段有機合成系のユーザーとやり取りすることが多いので、合成分野に関する具体的な前処理方法は大変参考になりました。
- 前処理の知識がほぼなかったので、網羅的に学ぶことができて良かった。
- LC-MSで一次代謝物の分析依頼を受けているので、大変参考になりました。
- 興味深い内容で、2時間が短く感じられました。より具体的な前処理例について、もっとお聞きしたいです。
- 開始早々急な案件が入り、殆ど参加できませんでした。すみませんでした。
- GLから販売していたバリアンの教科書が秀逸だった。学生に貸したら返ってこなくなった…。

このセミナーの感想をご自由にお書きください。

- 前処理については、まだまだ奥が深いと感じています。今後も様々な前処理方法について、講義して頂ければと思います。ご検討よろしく願いいたします。
- 大変参考になりました。BMSコンファレンスで会えましたら、またお知恵を賜りたく存じます。
- 非常に有意義な会でした。ありがとうございました。
- ちょうど知りたかったところに差し掛かったところで学生対応に追われてしまい、聞き逃してしまって残念でした…また基礎から学べる今回のような講習会を企画していただけることを期待しています。
- 分析技術を基本から勉強中であり、大変参考になりました。誠にありがとうございました。
- 前処理方法はさまざまな種類を知っていると選択肢が増えるためお教えいただけて良かったです。
- 自分の仕事は限定されたサンプルとMS測定なので、セミナーの内容についていけないことも多いですが、知っていて損はないと思い参加させてもらっています。
- 固相抽出についての知識がありませんでしたが、目的に応じて様々なカラムがあることが分かりました。また、普段扱っている試料と異なる試料についての話も聞くことができ、勉強になりました。

今後もこのようなセミナーの開催を希望されますか。

33 件の回答



今後企画してほしいセミナー内容やご意見ございましたらご記入ください。

- 検出器MSの種類と原理及び最新のMSについて
- 生成物の定性分析についてのセミナーを希望します。
- X線を用いた分析機器

