ionKey/MS システムを用いたクロマトグラフィーの再現性

Paul D. Rainville, Peter Bastek, Jay Johnson, and James P. Murphy

目的

ionKey/MS™ システムを用いた、クロマトグラフィーの保持時間およびシステム再現性の検証

背景

クロマトグラフィーの再現性は、試験室環境によらず必要不可欠です。どのような LC システムでも、事前に適格性評価試験を行うことで、保持時間 (RT)、ピーク幅 (PW)、ピークテーリングおよび面積値等のパラメーターをモニターし、試験が開始できることを確認します。再現性の高い LC/MS の結果を得るために重要な点は、分離デバイスを用いた時のパフォーマンスに依存します。クロマトグラフィーの保持時間の再現性は、分離デバイスを製造する際の品質や一貫性だけでなく、グラジエントやシステム圧、流速や温調の影響を受けます。歴史的に、後者のばらつきはシステムハードウェアの影響を受け、nL ～ µL/min の低い流速範囲で LC/MS システムを用いることが原因で、パフォーマンス不足とシステム再現性不足が認識されていました。

ソリューション

ionKey/MS システムは、図 1 に示すように、UPLC® のセパレーションを直接質量分析計のイオン源に統合したものです。システムは、

ionKey/MS: キーをセットするだけで、質量分析計のパフォーマンスが向上。高感度化、同じ量のサンプルでより多くの情報、そしてより堅牢性の高い分析。溶媒消費量を削減し、ユーザーの煩雑さを低減しながら、これら全てを実現。

図 1. ionKey/MS システム : Xevo® TQ-S、ACQUITY UPLC® M-Class、ionKey™ イオン源および iKey™ 分離デバイスから構成

ACQUITY UPLC M-Class、および iKey 分離デバイスがセットされた Xevo TQ-S タンデム四重極型質量分析計が組み合わされたものです。iKey は、セラミックの分離チャンネルに UPLC グレードの粒子を充填したものがベースになっており、エミッターを統合、さらに流路接続部、エレクトロニクス、ESI インターフェース、ヒーターおよび eCord™ で構成されています。イオン源にセットすると、つまみを回転させるだけで流路接続が完了し、まさに「プラグ・アンド・プレイ」のキャピラリー LC/MS となります。

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.®

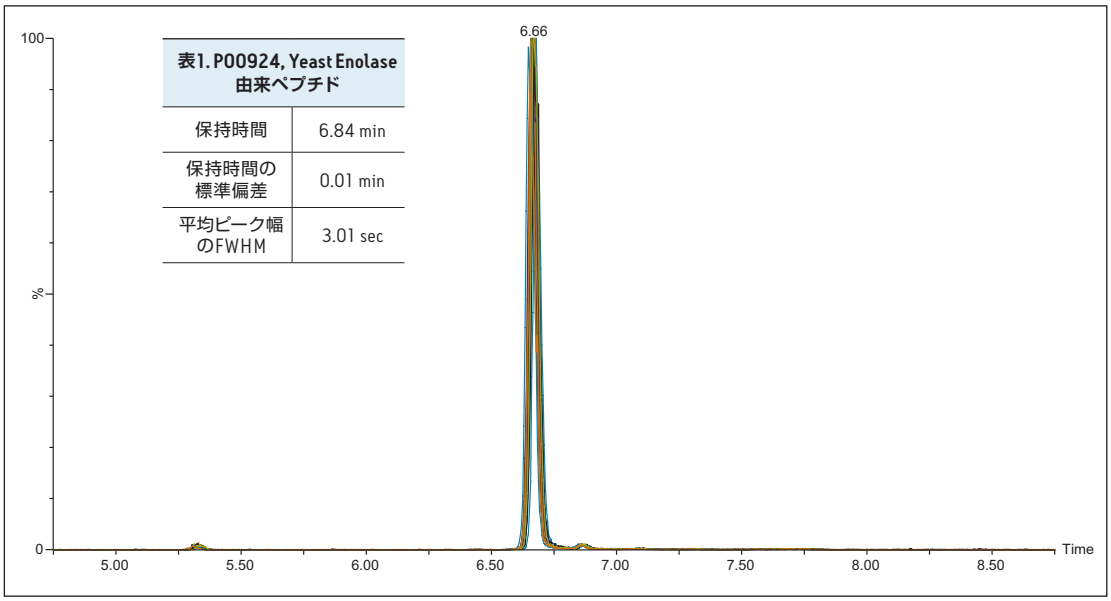

図 2. ionKey/MS システムを用いたペプチド標準溶液 15 回繰り返し注入試験データの重ね描き。この 15 回注入は、タンパク沈殿除去したラット血漿サンプル 500 回注入の間に実施

図 2 は、システムの評価のためにペプチドの標準溶液を用いて分離を行ったものです。ペプチド標準溶液 15 回注入の結果を重ね描きしたクロマトグラムを示しましたが、ionKey の優れた再現性を示す結果となっています。表 1 にも、この評価で得られたデータを示しました。ペプチド標準溶液の保持時間の平均は 6.84 分、% RSD は 0.1 でした。この評価は、15 分のグラジエント分析を 5 日間連続で行っており、タンパク沈殿除去済みのラット血漿サンプル 500 回の間に注入したペプチド標準溶液のデータをモニターしています。同じペプチド標準溶液と同じ分析条件を用いて、さらに 18 個体の iKey と、5 台の ionKey/MS システムで、5 人の研究員が分析を行いました。 評価の結果は表 2 に示した通り、18 個体の iKey で、保持時間の平均は 6.69 分、%RSD は 1.6 でした。この結果から、個体が異なる各 iKey 分離デバイスの再現性は良好であり、評価に用いた各 ionKey システムによる影響はなく、システム圧、流速、グラジエントおよび温調の再現性が良好であることが確認されました。

表2. P00924, Yeast Enolase 由来ペプチド

保持時間	6.69 min
保持時間の標準偏差	0.11 min
平均ピーク幅のFWHM	2.72 sec

まとめ

タンパク沈殿除去済みのラット血漿を用いた堅牢性の試験において、複数個体の iKey に注入したペプチド標準溶液のクロマトグラフィーでの保持時間再現性が、非常に優れたものであることが確認されました。さらに、5 人の研究員で複数台の ionKey/MS を用いた場合でも、非常に優れた再現性評価結果が得られました。

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.®

日本ウォーターズ株式会社 www.waters.com
東京本社 〒140-0001 東京都品川区北品川1-3-12第 5 小池ビル TEL 03-3471-7191 FAX 03-3471-7118
大阪支社 〒532-0011 大阪市淀川区西中島5-14-10 サムティ新大阪フロントビル11F TEL 06-6304-8888 FAX 06-6300-1734
ショールーム 東京 大阪
テクニカルセンター 東京 大阪 名古屋 福岡 札幌 富山

Waters、ACQUITY UPLC、UPLC、Xevo および The Science of What's Possible は Waters Corporation の登録商標です。
ionKey/MS、ionKey、eCord および iKey は Waters Corporation の商標です。その他すべての登録商標はそれぞれの所有者に帰属します。

©2014 Waters Corporation. Printed in Japan. 2014年4月 720004951JA PDF