



MEPS™ - Micro Extraction by Packed Sorbent

Online SPE for GC and LC sample preparation - Extraction to injection in a single process

MEPS™: シリンジニードル一体型固相カートリッジ

- サンプルの取扱時間の短縮化
- 大幅なサンプル処理量の増加 (SPME の 20 倍、SPE の 40 倍、SBSE の 100 倍の処理量)
- オートサンプラーの使用によるオートメーションでの抽出および注入
- サンプル量および溶媒使用量の少量化
- 一般的な SPE のバリエーション
- 一つのカートリッジで 40 ~ 100 検体の処理が可能

PATENT PENDING



What is MEPS™ ?

MEPS™とはシリンジニードルと一体型の固相カートリッジ(特許出願中)で、試料の前処理方法に新しい道を開くツールです。

MEPS™は固相の充填量を従来の mL サイズから μL サイズへと小量化しています。

MEPS™は前処理にあわせて順相-逆相分配からイオン交換モードまでの固相をご選択いただけます。

MEPS™の固相カートリッジは全て共通で使用できます。

MEPS™ BIN (Barrel Insert and Needle Assembly) は図1に示したように固相カートリッジとシリンジニードルが一体型になっています。

Why use MEPS™ ?

従来の液-液抽出法 (LLE) を用いた前処理方法では多量の試料および溶媒を使用して、なおかつ複雑な操作を行うために大幅な時間が掛っていました。

固相抽出法 (SPE) は液-液抽出法 (LLE) と比較すると分析対象成分の選択性があり、溶媒の消費量も少なく検体をより短時間で処理することが可能です。

また自動固相抽出装置も容易に開発しやすい前処理法です。

MEPS は固相抽出法 (SPE) と同じ機能(妨害物除去、選択性、濃縮など)をもっています。

- ◆ 試料の前処理から測定までに費やす時間の大幅な削減が可能です。
- ◆ LC & GC オートサンプラーでの使用が可能です。同一シリンジでのオンラインの抽出及び注入操作が可能です。
- ◆ 溶媒使用量の大幅な削減が可能です。
- ◆ 使用試料量は一般的な固相抽出法の数百 μL に対して最小で $10\mu\text{L}$ で可能です。

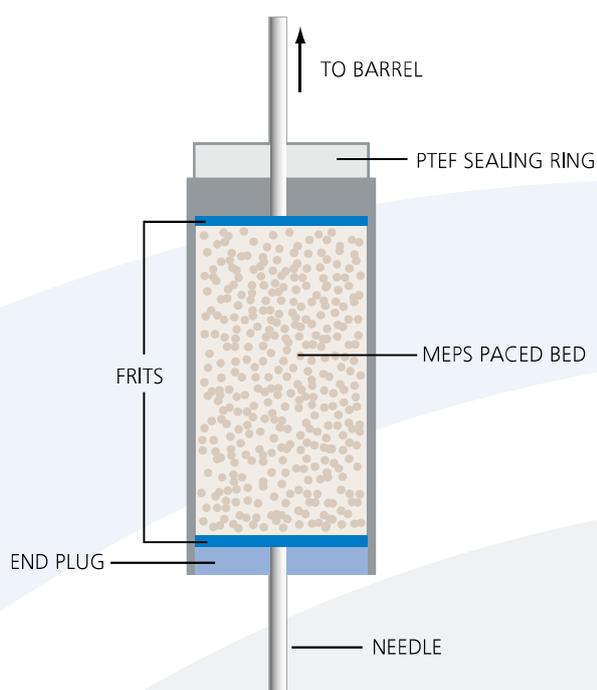


図1. MEPS™ BIN の概略図
(シリンジニードル一体型固相カートリッジ)

Sample Size and Sensitivity

試料量は $10\mu\text{L}$ 程度から、 $100\mu\text{L}$ もしくは $250\mu\text{L}$ を複数回採取することにより合計で 1mL を超える試料の濃縮が出来ます。

Automation Sorbent Life

LC&GC オートサンプラーの使用で試料抽出から試料導入までがオンラインでの操作を可能にし、オペレーターの分析操作への負担を軽減します。

Sorbent Life

固相カートリッジの寿命に関して例えば、血漿試料の抽出においては $40 \sim 100$ 検体の抽出が一つのカートリッジで行う事が可能です。またクリーンアップ操作のみの場合は試料のマトリックスにも関係しますがそれらより多くの検体での使用が可能です。

Carry Over

MEPS™ カートリッジおよびシリンジは容易にそして効果的な洗浄が行え、コンタミネーション、キャリーオーバーを無くす事が可能です。オートサンプラーの使用時には前のサンプルを分析している間に洗浄ができます。

Flexible and easy to use

MEPS™ は試料の抽出操作等は一般的な固相抽出法 (SPE) と同じ手法で使用できます。最終試料液量が極少量にする事が可能なので LC-MS へのオンラインでの使用が可能です。

How to use MEPS™

STEP1 : SAMPLING

ポンピングして試料をカートリッジに通します。分析対象成分によって1回から複数回行います。

STEP2 : WASHING

夾雑成分を除くためにカートリッジに洗浄溶媒 20 ~ 50 μ L をポンピングを行って通します。

STEP3 : ELUTION

溶出溶媒を引くことでカートリッジを通して分析対象成分をシリンジの中へ入れます。

STEP4 : INJECTION

分析対象成分を LC や GC 等の分析機器に導入します。

次の試料のために 50 μ L 程の洗浄溶液でポンピングしてカートリッジを洗浄します。



図 2. MEPS™ BIN の取り付け部

MEPS™ BIN

MEPS™専用シリンジはフロントフランジ部分に特殊ハウジング加工を施しており、MEPS™ BIN(シリンジニードル一体型固相カートリッジ)の取り付けをロッキングナットでの締め付けるだけの簡単な作業で行える構造になっています。

また MEPS™ BIN(シリンジニードル一体型固相カートリッジ)には固相の種類が容易に判別できるようにラベル付けをしています。

MEPS™ Can Be Semi or Fully Automated

MEPS™のセミオートメーション化が、SGE デジタルシリンジ eVol® と MEPS™ を組み合わせる事で可能になります。

繰り返しの固相抽出操作の効率向上や、固相抽出メソッドの迅速な開発に有効です。

MEPS™ は同様に完全にオンラインでの固相抽出や試料注入が CTC-PAL のようなオートサンプラーで自動化することができます。

How Does MEPS™ Perform ?

MEPS™ は複雑な生体試料の前処理においても使用が可能です。また一般的な固相抽出と比較して使用する溶媒量を減らし、かつ抽出操作のステップの効率化を可能にします。

図3はヒト尿中のキサンチン代謝物質を C18 - MEPS™- BIN カートリッジを用い抽出を行い、GC-MS で分析した例です。

図4はラット血漿中に添加した麻酔薬を C2 - MEPS™- BIN カートリッジで抽出し、LC-MS で測定した例です。

このように MEPS™ はヒト尿やラット血漿など生体試料のような扱いにくいマトリクスにおも容易な前処理を行うことが可能です。

EXTRACTION FROM RAW URINE

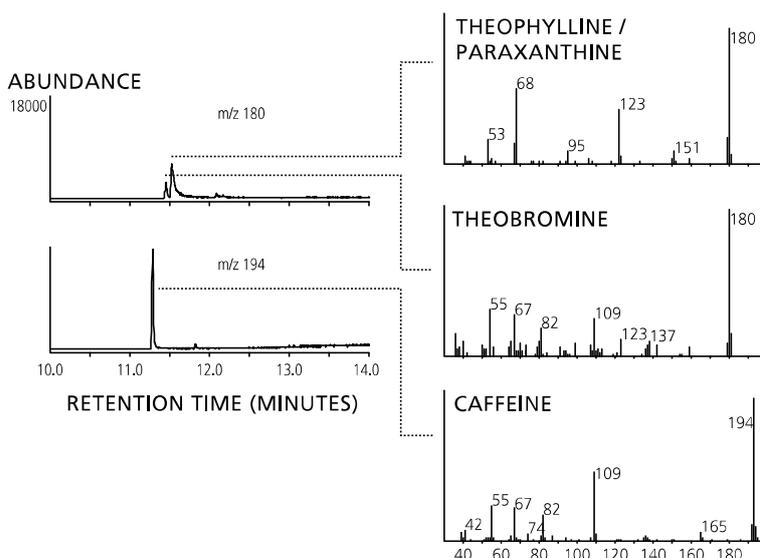


図3 MEPS™ を用いたヒト尿中キサンチン代謝物質の GC-MS 分析例

- 1) ヒト尿 100 μ L を吸い上げて C18 カートリッジに通過
- 2) 水/メタノールと水で夾雑物を除去
- 3) メタノール 30 μ L で目的成分を抽出・回収
- 4) GC-MS に 3) の試料液 2 μ L を注入し GC カラム BPX5 を用いて測定

EXTRACTION FROM PLASMA

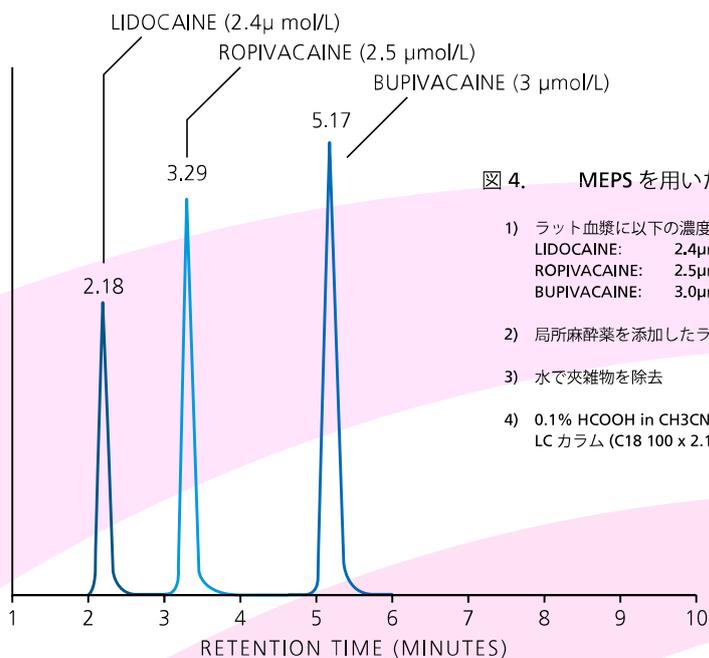


図4. MEPS を用いたラット血漿中局所麻酔薬の LC-MS 分析例

- 1) ラット血漿に以下の濃度の局所麻酔薬を添加
LIDOCAINE: 2.4 μ mol/L
ROPIVACAINE: 2.5 μ mol/L
BUPIVACAINE: 3.0 μ mol/L
- 2) 局所麻酔薬を添加したラット血漿を C2 カートリッジに通過
- 3) 水で夾雑物を除去
- 4) 0.1% HCOOH in CH₃CN/H₂O(1/3) で目的成分を抽出・回収して、LC カラム (C18 100 x 2.1mm) を用いて LC-MS で測定

Is there significant carry over using MEPS™ ?

一般的な固相抽出 (SPE) の固相カートリッジは一回限りの使用を前提で Disposable になっています。MEPS™- BIN カートリッジは精密な工学技術で設計製造されており、簡単な方法での洗浄が可能のため一つのカートリッジで複数回繰り返して使う事ができます。

これについて排水中のフェノールの抽出における分析間のキャリーオーバーを測定して評価を行いました。

図 5 に各溶出液中のフェノール類の GC-MS クロマトグラムを示します。この結果からフェノール類のほぼ全量が 1 回目のメタノール 10 μ L で溶出され、2 回目、3 回目では溶出されないことがわかります。このように MEPS™- BIN カートリッジが簡単な操作での洗浄でキャリーオーバーを無くす事が可能です。

表 1 は 5 種類の分析での MEPS™- BIN カートリッジのキャリーオーバーと洗浄方法の検討結果です。MEPS™- BIN カートリッジはに溶出溶媒と洗浄溶媒を用いることで簡単にキャリーオーバーを減らせます。一般的な固相抽出 (SPE) の固相カートリッジでは同じ効果をだすのに 1 時間もしくはそれ以上の時間と大量の溶媒が必要となります。

Summary

表 2 は MEPS™、SPME、及び一般的な固相抽出 (SPE) の比較です。MEPS™ は SPE や SPME より試料前処理に掛かる時間が短く、そして SPME より良い回収率と感度が得られます。MEPS™ は試料前処理後から GC または LC へ導入までの試料液調整などの手間も大幅に減らせます。

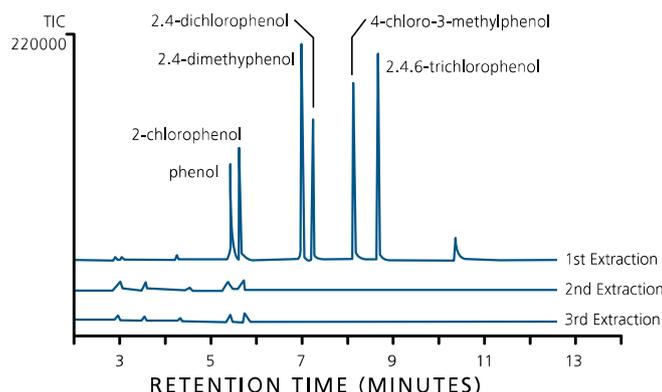


図 5. 各溶出液中のフェノール類のクロマトグラム

試験方法はフェノール類濃度 25ppb の排水を C18 MEPS™ BIN カートリッジに 100 μ L x 10 回 (計 1mL) 通過させサンプリングを行い、次にメタノール 10 μ L で 3 回の溶出を行いました。そして 3 回の各溶出液を GC カラム BPX5 を用いて GC-MS で測定を行った。

表 1. MEPS™ カートリッジのキャリーオーバーと洗浄

	Wash volume	# of washes and wash solution	Carry-over	Source
水中 PAH's	50 μ L	4x メタノール, 5x 水	0.2% ~ 1%	M. Abdel-Rehim / J. Chromatog. A 1114 (2006) 234-238
人血清中の麻酔薬	50 μ L	4x メタノール, 5x 水	~ 0.2% (I.S.)	M. Abdel-Rehim / J. of Chromatography B, 801 (2004) 317-321
血漿と尿中のロスコピチン	50 μ L	5x メタノール / 水 (95:5, v/v), 4x 水 / メタノール (90:10, v/v)	<0.1%	M. Abdel-Rehim / J. of Chromatography B, 817 (2005) 303-307
人血漿中のロスコピチン	50 μ L	4x メタノール, 4x 水	<0.01%	M. Abdel-Rehim / J. Mass Spectrom. 204;39:1488-1493
人血漿中のオロモウシン	50 μ L	5x メタノール / 水 (95:5, v/v), 4x 水 / メタノール (90:10, v/v)	<0.1%	M. Abdel-Rehim et al. / Analytica Chimica Acta 2005

表 2. MEPS™・SPME・SPE の比較表

Factor	MEPS™	SPE	SPME
充填材量	0.5-2 mg	50-2000 mg	thickness 150 mm
試料処理時間	1-2 min	10-15 min	10-40 min
使用回数	40 to 100 extractions	once	50-70 extractions
回収率	good	good	low
検出下限	good	good	low

M. Abdel-Rehim / J. of Chromatography B, 801 (2004) 317-321

How Does MEPS™ Compare ?

Accuracy and Precision

表 3 は局所麻酔薬 Ropivacaine(ロピバカイン)を用いて4つの手法 MEPS™、液-液抽出 (LLE)、固相抽出 (SPE)、固相マイクロ抽出 (SPME) で試料処理した際の各手法の精度の比較を行った結果です。

MEPS™ は他の手法に比べてハンドリング時間を大幅に短縮しながら、精度を実現していることが確認できます。

表 3. MEPS™ と他の手法との局所麻酔薬 (Ropivacaine) 分析での比較

Method	Ropivacaine LOD(nM)	Accuracy (%)	Precision (RSD%) (Inter-assay)	Handling time
MEPS™ / GC-MS	2	105	5.0	1 min
LLE / GC-MS	2	101	3.8	20 min
SPE / LC-UV	100	101	3.0	20 min
SPME/GC-MS	2	101	3.8	20 min

M. Abdel-Rehim / J. of Chromatography B, 801 (2004) 317-321

表 4 は水中の PAH's(5 成分)について MEPS™ と μ -SPE の 2 種類の SPME、SBSE(Stirring Bar Sorbent Extraction) のを用いて分析した際の精度、検出下限及び抽出時間について比較を行った結果です。

検出下限においては MEPS™ と SBSE は SPME と比べ良い結果になっています。また抽出時間においては MEPS™ が他の手法に比べ非常に短い時間での抽出が可能であり、SBSE に比べて 1/100 の時間で試料を抽出できます。

表 4. MEPS™ と μ -SPE(SPME,SBSE) との水中の PAH's(5 成分) 分析での比較

Compound	Accuracy (%)			Precision RSD (%)			Limit of detection (ng/L)			Extraction time (min)		
	MEPS	SPME	SBSE	MEPS	SPME	SBSE	MEPS	SPME	SBSE	MEPS	SPME	SBSE
Anthracene	84	81	99	12	3	6	5	100	1.2	2	30	200
Chrysene	107	81	100	1	4	5	5	90	0.2	2	30	200
Fluoranthene	100	84	100	9	4	4	5	100	1.2	2	30	200
Fluorene	103	96	97	5	5	4	1	40	0.7	2	30	200
Pyrene	115	86	100	7	3	3	1	40	0.7	2	30	200

M. Abdel-Rehim / J. Chromatog. A 1114 (2006) 234-238



MEPST™ BIN (シリンジニードルー一体型固相カートリッジ)



GC アプリケーション用 MEPST™ BIN (針仕様：23 ゲージ, 0.63mmOD, コーンチップ)

詳細 (固相)	対応 MEPST™ シリンジ P/N	入数	Part No.	定価
CTC PAL オートサンプラー, HTA 300A Plus & Varian 8400 用 MEPST™ BIN				
C18	005291 and 006291	5	2900101	
Silica	005291 and 006291	5	2900102	
C8+SCX*	005291 and 006291	5	2900103	
C2	005291 and 006291	5	2900104	
C8	005291 and 006291	5	2900106	
メソッド開発キット (C18, C8, C2, SILICA, C8+SCX 各 1 個入)	005291 and 006291	各 1	2900105	
CTC PAL オートサンプラー用 250µL MEPST™ シリンジ用 MEPST™ BIN				
C18	006292	5	2900301	
Silica	006292	5	2900302	
C8+SCX*	006292	5	2900303	
C2	006292	5	2900304	
C8	006292	5	2900306	
メソッド開発キット (C18, C8, C2, SILICA, C8+SCX 各 1 個入)	006292	各 1	2900305	
アジレントオートサンプラー用 MEPST™ BIN				
C18	005292 and 006293	5	2900601	
Silica	005292 and 006293	5	2900602	
C8+SCX*	005292 and 006293	5	2900603	
C2	005292 and 006293	5	2900604	
C8	005292 and 006293	5	2900606	
メソッド開発キット (C18, C8, C2, SILICA, C8+SCX 各 1 個入)	005292 and 006293	各 1	2900605	

LC アプリケーション用 MEPST™ BIN (針仕様：22 ゲージ, 0.72mmOD, LC チップ)

詳細 (固相)	対応 MEPST™ シリンジ P/N	入数	Part No.	定価
CTC PAL オートサンプラー, HTA 300A Plus & Varian 8400 用 MEPST™ BIN				
C18	005291 and 006291	5	2900401	
Silica	005291 and 006291	5	2900402	
C8+SCX*	005291 and 006291	5	2900403	
C2	005291 and 006291	5	2900404	
C8	005291 and 006291	5	2900406	
SCX	005291 and 006291	5	2900408	
SAX	005291 and 006291	5	2900409	
メソッド開発キット (C18, C8, C2, SILICA, C8+SCX 各 1 個入)	005291 and 006291	各 1	2900105	
CTC PAL オートサンプラー用 250µL MEPST™ シリンジ用 MEPST™ BIN				
C18	006292	5	2900501	
Silica	006292	5	2900502	
C8+SCX*	006292	5	2900503	
C2	006292	5	2900504	
C8	006292	5	2900506	
SCX	006292	5	2900508	
SAX	006292	5	2900509	
メソッド開発キット (C18, C8, C2, SILICA, C8+SCX 各 1 個入)	006292	各 1	2900505	

基材のシリカは粒子径 45µm、ポアサイズ 60Å です。*C8+SCX は BINS の表面に M1 と表示されています。

MEPST™ シリンジ



容量	詳細	目盛長さ (mm)	バレル外径 (mm)	Part No.	定価
100μL	アジレント 7693A	54.1	6.5	005292	
100μL	CTC PAL, HTA 300APlus, サーマサイエンティフィック、バリアン 8400 シリーズ	60	6.7	005291	
250μL	アジレント 7693A	54.1	6.5	006293	
250μL	HTA 300APlus、サーモサイエンティフィック、バリアン 8400 シリーズ	60	6.7	006291	
250μL	CTC PAL オートサンプラー	60	7.8	006292	

上記の MEPST™ シリンジは、マニュアルもしくは該当するオートサンプラーで使用できます。

eVol®-MEPST™ シリンジ



容量	詳細	Part No.	定価
50μL	50μL eVol®- MEPST™ シリンジ *	2910027	
100μL	100μL eVol®- MEPST™ シリンジ *	2910028	
500μL	500μL eVol®- MEPST™ シリンジ *	2910026	

* eVol®- MEPST™ シリンジはデジタルシリンジ eVol® との組み合わせで使用下さい。eVol®- MEPST™ シリンジは全ての MEPST™ BIN が使えます。デジタルシリンジ eVol® については総合カタログまたはホームページ (www.sge.com) をご参照下さい。



エス・ジー・イー・ジャパン株式会社
 〒231-0011 横浜市中区太田町6-85 RK CUBE 3F
 TEL : 045 222 2885 / FAX : 045 222 2887
 e-mail : japan@sge.com

