

微量有機物と無機物の ピペットチップにおける検出と分析

微量金属や微量有機化合物のコンタミネーションは、実験の最終結果に悪影響をもたらす場合があることが多くの研究で示されています。レイニンでは、自社製のチップが汚染物質を提供しないことを確認するために、独立した外部分析による多くの実験を行っています。以下にその結果を示します。

材料と方法

微量金属分析: 新しく製造され梱包されたチップが在庫の中からテストのために無作為に取り出されます。これには、10、250、300、1000 μ L容量のものが含まれます。すべての実験は、HEPAフィルタークリーンフードの下で行われます。

実験で使用されたすべての容器は、いかなる二次汚染も発生しないように硝酸で洗浄されます。チップの洗浄には、100ppt以下の微量金属とオプティマグレードの硝酸 (Fisher Scientific) が使用されます。

テスト用のチップは、以下のように濃硝酸で循環されます。各チップの最大容量を、適切なピペットで吸引し、チップ内に5分間保持します。硝酸を保持容器に分注し、新しいチップをピペットに装着します。次に同じ硝酸を吸引し、テスト用の新しい各チップのために5分間保持し、チップから流れ出る微量金属の量を定量的に測定するために最終生成物、浸出液が使用されます。各容量のテストには、合計10個の異なるチップが使用されます。業務用高純度標準液を希釈した直線性標準液がICP-MS校正のために使用され、器具は5点曲線 (0、2、5、10、20ppb) を用いて校正されます。

チップからの浸出液は、超高純度の脱イオン化された水で酸性度3%に希釈され、その後VG Axiom高分解能ICP-MSシステムに注入されます。

微量有機物の測定: 新しく製造梱包された1000 μ Lの容量のチップが在庫の中からテストのために無作為に取り出され、以下の2つの方法でテストされました。

1) GC-MS: サンプルを、サンプル毎に15個のピペットチップを1.5mLのそれぞれ3:1のメタノールとトルエンの溶液で洗浄して準備しました。溶液にオレアミドの量を濃縮させるために、複数のサンプルチップを同量の溶液 (0.75mL) で洗浄しました。

GC-MS実験条件: サンプル洗浄のアリコートは、5973質量選択検出器 (MSD) を用いて、Agilent 6890 GC-MSの選択イオンモニタリング (SIM) モードで分析されました。SIMは、59、72、281のイオンを用いて行われました。必要なクロマトグラフ分離を得るために、5mのガーディアンカラム (30m x 0.25mm x 0.25 μ mフィルム) A ZB-5 MSが使用されました。

2) LC-MS: GC-MSと同様に、サンプル毎に15個のピペットチップを洗浄するという同様の方法で準備しますが、抽出溶媒として、1.5mLの50% HPLC用水/50%アセトニトリル (0.2%のギ酸) 溶液が使用されました。

LC-MS実験条件: サンプルとブランクは、LC/MSDトランプ質量分析計 (イオントラップ) に搭載されているAgilent 1100シリーズHPLCシステムに注入されました。質量分析計は、サンプル注入のためのイオン化源としてエレクトロスプレーイオン化 (ESI) が使用されました。溶離剤として水とアセトニトリルを使用し、3- μ m粒子の30 x 4.6mm Cadenza CD-C18カラムにより分離されました。分析は、イオン化と50 μ L注入の肯定モードで実施されました。

結果

微量金属分析

本チップテストのng/μLの代表結果は以下の通りです。

成分	Al	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Zn	Cd	Hg	Pb
代表値 (ng/μL)	<0.003	<0.00005	<0.00005	<0.0007	<0.0002	<0.00015	<0.001	<0.00002	<0.00004	<0.000025

これらの結果は、実験上の厳しい条件下であっても、チップから浸出する微量金属の量は、実験結果を全く阻害および影響しないことを示しています。

微量有機物分析

オリアミド剤を放出することにより汚染の可能性を検知するためのGC-MS実験の結果は、図1に示され、レイニンチップのwashateの基準を比較しています。

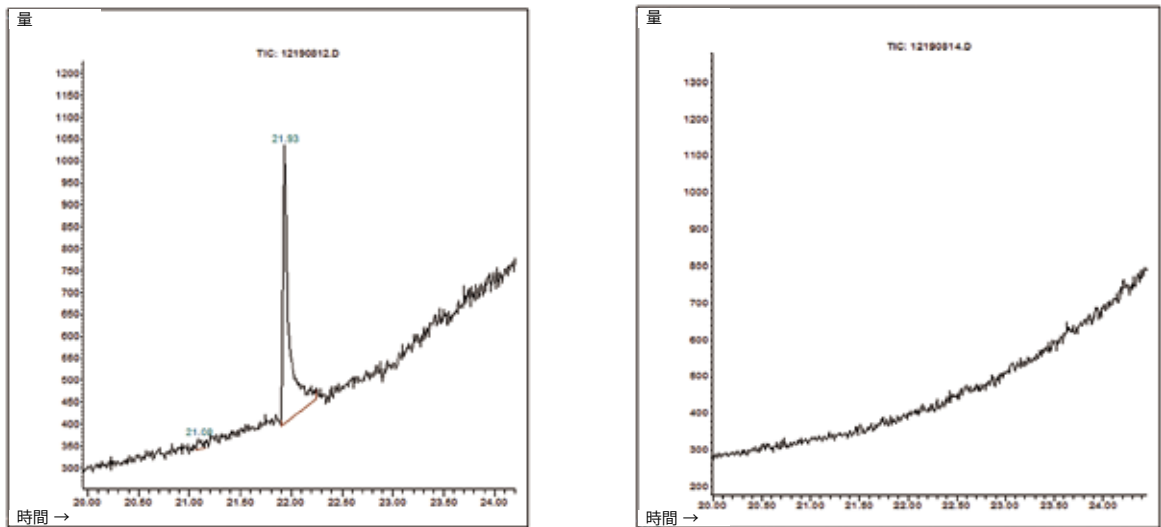


図1: 10.8μg/mLのオリアミド標準 (GC-MS, SIMモード) を用いた検出限界 (LOD) 計算、3:1のメタノール/トルエン混合 (左)。右のサンプルのRT-L1000LRピペットチップのGC-MSクロマトグラム (SIMモード) は、試薬を放出するオリアミドの汚染レベルがゼロであることを示しています。LC-MSの実験結果は、GC-MSの結果と類似しており、洗浄剤DiHEMDAからの汚染レベルがゼロであることを示しています。

まとめ

独立した外部分析によって行われた実験は、レイニン製のチップが、オレミアドやDiHEMDAなどの微量物質が阻害物質として作用するのに十分な量を含まないことを示しています。また別の微量金属分析では、阻害要素となる可能性がある物質は、実験結果に影響を与えるほどの容量はないことが示されました。