

【目的】近年、液体クロマトグラフィー/質量分析法 (LC/MS) を用いた生体試料の微量分析が広く行われている。特にペプチドや低分子のリン酸化化合物の分析では、カラムや配管、バルブなどの金属材料と相互作用し、リン酸化化合物が吸着するなどの問題がある。これを解決するために、HPLC の流路において比表面積が大きなカラムのメタルフリー化が有効と考え、カラムを構成するクロマトグラフィー管やフィルターの評価を行った。

【方法】内面がガラスのガラスライニングステンレス管に PE (ポリエチレン) 製フィルター及び PEEK (ポリエーテルエーテルケトン) 製フィルターを装着した 2 種と一般的なステンレス製の空カラムに、金属活性が低く、低吸着な L-column2 ODS を高圧充填した。これらのカラムを用いてリン酸化化合物を LC/MS/MS で分析し、そのピーク強度、S/N 比、定量範囲、直線性及びキャリーオーバーを比較した。

【結果及び考察】PE 製フィルターのカラムは検討した全てのリン酸化化合物において最も高い S/N 比及びピーク強度を示した。また、PEEK 製フィルターのカラムより、わずかであるが保持時間も短く、定量範囲や直線性も改善された。PE は無極性であるので極性化合物の吸着が低く、クロマトグラフィー管及びフィルターの内面に金属を使用していないため、リン酸化化合物と相互作用が起こらなかったと考えられる。また、ステンレス製と PEEK 製フィルターのカラムは高濃度の試料を注入したときにリン酸化化合物のキャリーオーバーが生じた。不活性なカラム材料と低吸着な充填剤で作製したカラムの使用により、これまで検出できなかった化合物が検出できる可能性が示された。