

Metal Free 컬럼을 이용한 스프링고인지질의 LC-MS/MS분석

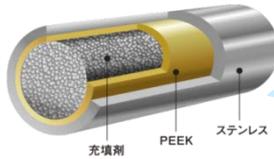
U181204A

스프링고인지질은 생체막을 형성하는 주요 성분으로 세포내 시그널 전달분자로도 중요한 기능을 담당하고 있습니다. 당뇨병이나 알츠하이머병 등 여러가지 질환에 대해서, 그 함량이 크게 관련되어 있기 때문에, 생체시료중에 포함되어 있는 양을 측정하는 과정이 중요합니다. 스프링고신 1-인산(S1P)과 세라마이드 1-인산(C1P) 같은 스프링고인지질의 LC분석에서는 기존 금속 배위성을 가진 인산기가 존재함으로써 peak tailing이 생기기 쉽고 분석 감도 및 재현성에 문제가 있었습니다. YMC-Triart C18 Metal Free 컬럼을 이용함으로써, 양호한 피크 형상을 얻을 수 있음을 보고¹⁾하고 있으므로 소개합니다.

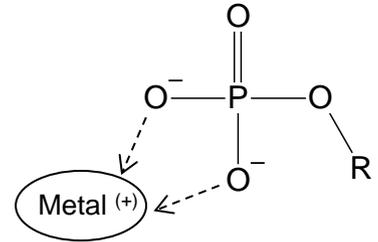
인산기를 가진 화합물의 흡착에 대해

인산기를 가진 화합물을 HPLC에서 분석할 때, 분석 환경 중 금속 이온의 흡착에 의한 피크 형상이나 재현성, 정량성의 불량이 문제가 되는 경우가 있습니다. 대응방법으로서 금속불순물이 적은 충전제를 충전한 컬럼을 사용하는 것이 중요합니다. 특히 배위성이 강한 화합물의 분석이나, LC/MS등에 의한 고감도 분석에 있어서는, 컬럼하드웨어의 소재도 중요하며 스테인리스제 컬럼에서 Metal Free 컬럼으로의 변경도 분리개선에 효과적입니다.

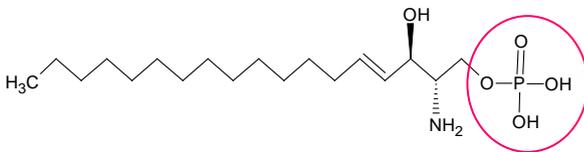
YMC-Triart C18 Metal Free 컬럼은 컬럼 하드웨어의 안쪽(접속 액체부)가 PEEK제의 컬럼으로, 배위성 화합물의 고감도 분석에 유효합니다.



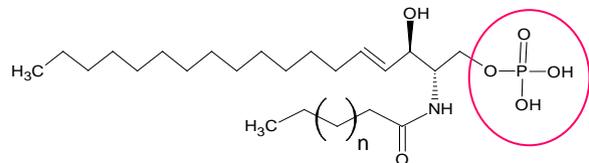
컬럼 하드웨어 내측 : PEEK
컬럼 하드웨어 외측 : Stainless Steel
Frit 소재 : PEEK



스프링고인지질 분석

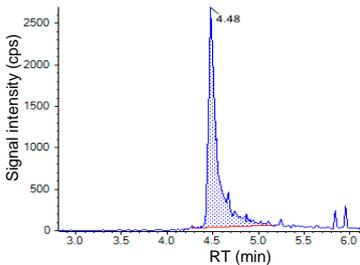


Sphingosine-1-phosphate (S1P)

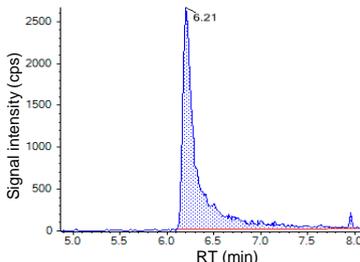


Ceramide-1-phosphate (C1P)

스테인리스 시판 C18컬럼
(1.8 μm, 50 X 2.1 mmI.D.)

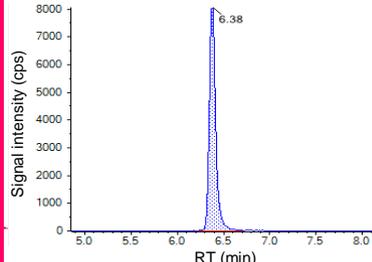
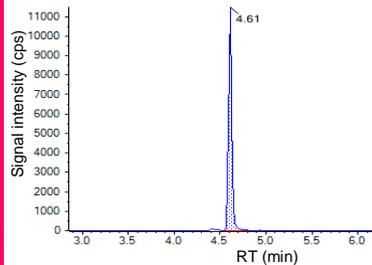


S1P(d17:1)



C1P(d18:1/12:0)

Triart C18 Metal Free 컬럼
(1.9 μm, 50 X 2.1 mmI.D.)



스테인리스컬럼에서는 피크에 큰 Tailing이 생기고 있지만, Triart C18Metal Free 컬럼에서는 피크 형상이 많이 개선되고 있습니다.

Eluent : A) methanol/acetonitrile/water (1/1/3) containing X
B) 2-propanol containing X
X ; 5 mM ammonium acetate, 500 nM EDTA, and 0.025% NH₃ water
Gradient : 0%B (0-1 min), 0-50%B (1-5 min), 50-64%B (5-11 min), 64-95%B (11-13 min), 95%B (13-15 min), 0%B (15-20 min)
Flow rate : 0.25 mL/min
Temperature : 40°C
Detection : ESI, positive
Injection : 1 μL
Instrument : LC) Waters ACQUITY UPLC H-class system
MS) AB Sciex QTRAP 6500

Reference 1)
Siddabasave Gowda B. Gowda, Kazutaka Ikeda, Makoto Arita,
Facile determination of sphingolipids under alkali condition using metal-free column by LC-MS/MS,
Analytical and Bioanalytical Chemistry, 410 (20): 4793-4803 AUG 2018