

[J. Chromatogr., 310, 450 (1984)]

Improved Procedure for the High-performance Liquid Chromatographic Determination of Valproic Acid in Serum as Its Phenacyl Ester

MIKIO NAKAMURA*, KAZUKO KONDO**, RYOTA NISHIOKA,
SATOSHI KAWAI

フェナシルエステルとしての血清中バルプロ酸の高速液体クロマトグラフィー
による測定のための改良法

中村幹雄*, 近藤和子**, 西岡亮太, 河合 聡

抗てんかん薬バルプロ酸ナトリウムは治療上血中濃度の測定が不可欠とされているが、本報では、高速液体クロマトグラフィー (HPLC) を用いたバルプロ酸の血中濃度測定法を検討した。

血清試料50 μ lに内部標準を含む acetonitrile 1mlを加え遠心分離する。上清の800 μ lを別の容器に移し、phenacyl bromide 及び触媒の triethylamine を加え、容器を開口したまま80 $^{\circ}$ Cで30分間反応させる。反応液を HPLC で分析する。測定条件は、カラム ODS-5, 移動相 acetonitrile : water (6 : 4), 検出器 UV 254nmである。

本法は紫外吸収の小さいバルプロ酸をフェナシルエステルとして、測定感度の飛躍的増大を達成したものである。ここでは従来法を改良し、遠心分離した上清を直接反応させて、操作を極めて簡便なものとした。また測定上問題となる種々の条件を詳細に検討し、最適の条件で測定できるようにした。検出限界は血清中0.5 μ g/ml, 40 μ g/mlにおける変動係数は2.7% (n=5) と感度・精度共良好で、十分に臨床分析に利用できるものであった。

* 三栄化学工業㈱ **京都市児童福祉センター

[Bull. Chem. Soc. Jpn., 57, 648 (1984)]

Effect of Temperature on the Polarographic Catalytic Current Produced by Proteins in the Presence of Cobalt Salts

KENJI KANO, ICHIRO TOKIMITSU*, TOKUJI IKEDA*,
MITSUGI SENDA*

コバルト塩共存下で蛋白質が与えるポーラログラフ接触電流の温度効果

加納健司, 時光一朗*, 池田篤治*, 千田 貢*

コバルト塩を含むアンモニア緩衝液中で蛋白質が与える接触水素発生電流 (Brdička 電流) の温度効果については、これまで多くの報告があるが、いずれも定性的段階に留まっている。そこでここでは、先に我々が導いた理論式を用いて、リボヌクレアーゼ-A の Brdička 電流の温度効果を検討した。

-1.3Vにおける電流値は10~30 $^{\circ}$ Cの間で、温度と共に増加するが、30 $^{\circ}$ C以上では減少した。一方、-1.4および-1.5Vにおける電流値は、温度と共に連続的に減少した。理論式に基づいて解析した結果、-1.3Vにおける電流値の温度上昇による増加は、単に見かけのものであり、蛋白質の接触能を表わす Brdička 電流定数 $k_B (=n_c k_c \cdot k_f / k_d)$ は、-1.3~-1.5Vの電位領域で常に、温度上昇と共に減少することがわかった。更に、電極表面に一時的に形成され、かつ水素発生を触媒する蛋白-コバルト (0) 錯体の個有な触媒活性 ($n_c k_c$) は、温度上昇と共に増加するが、一方、この錯体の寿命 (k_f / k_d) は、温度上昇と共に減少し、後者の減少の度合いは、前者の増加の度合いを上回り、結果として、温度と共に k_B 値は減少することがわかった。

* 京都大学農学部