

LC/MS/MSの生体内超微量ステロイド分析への応用

著者	三田村 邦子
著者別表示	Mitamura Kuniko
雑誌名	平成10(1998)年度 科学研究費補助金 奨励研究(A) 研究概要
巻	1997 1998
ページ	2p.
発行年	2016-04-21
URL	http://doi.org/10.24517/00060868



LC/MS/MSの生体内超微量ステロイド分析への応用

Research Project

All

Project/Area Number

09771943

Research Category

Grant-in-Aid for Encouragement of Young Scientists (A)

Allocation Type

Single-year Grants

Research Field

Physical pharmacy

Research Institution

Kanazawa University

Principal Investigator

三田村 邦子 金沢大学, 薬学部, 助手 (70242526)

Project Period (FY)

1997 - 1998

Project Status

Completed (Fiscal Year 1998)

Budget Amount *help

¥1,900,000 (Direct Cost: ¥1,900,000)

Fiscal Year 1998: ¥800,000 (Direct Cost: ¥800,000)

Fiscal Year 1997: ¥1,100,000 (Direct Cost: ¥1,100,000)

Keywords

LC / MS / 抱合型ビタミンD代謝物 / 脳内ステロイドホルモン / プレグネロン3-サルフェート / 重水素化内標準物質 / 誘導体化 / ビタミンD / モノグルクロニド / ラット胆汁 / in vitro / プレカーサーイオン

Research Abstract

本年度は昨年度の研究を踏まえ、LC/MSにおける誘導体化の有用性をさらに明らかにすると共に、生体試料中微量ステロイド分析に応用した。

- ビタミンD骨格と選択的に反応するCookson型試薬(4-phenyl-1,2,4-triazoline-3,5-dione等)を用いてビタミンD脂肪酸エステルを誘導体化し、LC/APCI-MSに付したところ、正負両イオンモードで分子量関連イオン([M+H]⁺又は[M-H]⁻)のみならず特徴的なフラグメントイオンが生成し、抱合位置に関する情報も得られた。これは生体試料中ビタミンD代謝物の同定上有用な知見となり得るものであった。
- 脳内ステロイドホルモンの一種であるプレグネロン 3-サルフェート(PS)に着目し、まず標品PSをO-methylhydroxylamine,O-pentafluorobenzylhydroxylamine又は4-(N,N-dimethylaminosulfonyl)-7-hydrazino-2,1,3-benzoxadiazole(DBD-H)で誘導体化後、負イオン検出LC-ESI-MSに付し、その諸性質を精査した。その結果、いずれも[M-H]⁻が基準イオンとして観察される上に、本イオンを用いる選択イオン検出において、誘導体化前に比し約10倍の高感度な応答を示し、誘導体化の有用性が明らかとなった。また、誘導体化率、後処理の簡便性、実試料に適用した際のクロマトグラフ的挙動を考慮した結果、上記の誘導体化の中でDBD化が最も優れていた。
- 上記2の誘導体化法及び重水素化内標準物質[²H₄]PSを用い、LC/MS(/MS)によるラット脳内PS定量法を開発し、実試料へ適用した。その結果、従来法(RIA等)による文献値(21±5 ng/g tissue)に比し、はるかに低値を示すなど、興味ある知見が得られた。

Report (2 results)

1998 Annual Research Report

1997 Annual Research Report

Research Products (7 results)

All	Other
All	Publications

- [Publications] 三田村 邦子: "ステロイドの高速液体クロマトグラフィー/質量分析" 分析化学. 48・4(印刷中). (1999) ▼
- [Publications] Tatsuya Higashi: "Levels of 24, 25-Dihydroxyvitamin D₃, 25-Hydroxyvitamin D₃ and 25-Hydroxyvitamin D₃ 3-Sulphate in Human Plasma." Ann.Clin.Biochem.36・1. 43-47 (1999) ▼
- [Publications] Kuniko Mitamura: "High-performance Liquid Chromatographic Separation of Vitamin D₃ 3-Fatty Acid Esters and Their Liquid Chromatography/Mass Spectrometry" J.Liq.Chromatogr.Relat.Technol.22・3. 367-377 (1999) ▼
- [Publications] 三田村 邦子: "LC/MSにおける誘導体化" 薬学雑誌. 118・6. 206-215 (1998) ▼
- [Publications] Kazutake Shimada: "Enzymatic hydrolysis of the conjugate of vitamin D and related compounds." J.Pharm.Biomed.Anal.15・9,10. 1207-1214 (1997) ▼
- [Publications] Kazutake Shimada: "Characterization of monoglucuronides of vitamin D₂ and 25-hydroxyvitamin D₂ in rat bile using highperformance liquid chromatography-atmospheric pressure chemical ionization mass spectrometry." J.Chromatogr.B. 690・1-2. 348-354 (1997) ▼
- [Publications] Kazutake Shimada: "In vitro glucuronidation of 25-hydroxyvitamin D₃ and its pro-form." Biol.Pharm.Bull.20・6. 596-600 (1997) ▼

URL:

Published: 1997-03-31 Modified: 2016-04-21