一分子のキャラクタリゼーションを目指すLC/MS用 第2世代誘導体化試薬の開発

著者	三田村 邦子
著者別表示	Mitamura Kuniko
雑誌名	平成13(2001)年度 科学研究費補助金 奨励研究(A)
	研究概要
巻	2000 2001
ページ	2p.
発行年	2016-04-21
URL	http://doi.org/10.24517/00064420

Search Research Projects How to Use

一分子のキャラクタリゼーションを目指すLC/MS用第2世代誘導体化試薬の開発

Research Project

	All	~
Project/Area Number		
12771377		
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)		
2000 – 2001		
Project Status		
Completed (Fiscal Year 2001)		
Budget Amount *help		
¥2,000,000 (Direct Cost: ¥2,000,000) Fiscal Year 2001: ¥900,000 (Direct Cost: ¥900,000) Fiscal Year 2000: ¥1,100,000 (Direct Cost: ¥1,100,000)		
Keywords		
LC-MS / 誘導体化 / 前立腺癌 / アンドロステンジオール硫酸抱合体 / メチルピリジニウム化 / カテコールエストロゲン / 重水素標識アセチル化 / 同定 / LC / MS / ラ酸	ット脳 / カルボン	,

Research Abstract

本年度は昨年度の研究を踏まえ,誘導体化LC/MSを各種生体内ステロイドの分析に導入し,以下の成果を得た.

1.アンドロステンジオール(A-diol)は主に3位硫酸抱合体として血中に存在しているが,近年,前立腺癌との関連が注目されている.硫酸抱合型A-diolには3位のほか,17位抱合体の存在も考えられるが,脱抱合を伴う従来の同定法では抱合位置が不明確であった.そこで血中から抽出した本アンドロゲンを直接,あるいは無水酢酸-ピリジンを用いてアセテートへ誘導体化後,LC/ESI-MSにより分析し,誘導体化前後でのクロマトグラフ的挙動及びマススペクトルを標品のそれと比較した.その結果,大量の3位抱合体のほか,17位抱合体も微量ながら存在することを確認した。

2.遊離型A-diolのLC/ESI-MSによる高感度分析を目的としてメチルピリジニウム誘導体化し,正イオンモードでの検出を試みた.その結果,必ずしも高感度化は達せられなかったが,これは誘導体化率にも起因すると考えられることから今後に期待される.

3.先に著者は,ラット脳内にカテコールエストロゲンが存在することを,無水酢酸-ピリジンによりアセテートへ誘導体化後LC/MSを用いて同定した.しかし生体内にエストロゲンがエステル

体として存在することが報告されている.そこでラット脳よりエストロゲンを抽出後,重水素標識無水酢酸-ピリジンを用いて誘導体化しLC/MSで分析したところ,カテコールエストロゲンアセテートは検出されなかった.以上のようにして同定したカテコールエストロゲンが内因性のアセテートではなく,カテコール体として脳内に存在していることを確認した.

Report (2 results)

2001 Annual Research Report

Annual Research Report

Research Products (8 results)

All Other
All Publications

[Publications] Kuniko Mitamura: "Identification of dehydroepiandrosterone metabolites formed with human prostate homogenate using liquid chromatography-mass spectrometry and gas chromatography-mass spectrometry". Chromatogr. A. (in press).

[Publications] Kuniko Mitamura: "Determination of estrogens in rat brains using gas chromatography/mass spectrometry/"Chromatography. (in press).

 $[Publications] \ Kazutake \ Shimada: "Gas \ chromatography \ and \ high-performance \ liquid \ chromatography \ of \ natural \ steroids" J. \ Chromatography \ A. \ 935 \cdot 1-2. \ 141-172 \ (2001)$

[Publications] 本間誠次郎: "アンドロゲンの生合成と代謝"Horm. Front. Gynecol.. 8・2. 115-126 (2001)

[Publications] Kuniko Mitamura: "Derivatization in liquid chromatography/mass spectrometric analysis of neurosteroids"Chromatography. 22 · 1. 11-15 (2001)

[Publications] Kuniko Mitamura: "Studies on neurosteroids Part XIII.Characterization of catechol estrogens in rat brains using liquid chromatography-mass spectrometry-mass spectrometry-Analyst. 125 · 5. 811-814 (2000)

[Publications] Kuniko Mitamura: "Studies on neurosteroids XII.Determination of enzymatically formed catechol and guaiacol estrogens by rat brain using liquid chromatography-mass spectrometry-mass spectrometry-j.Chromatogr.B. 748 · 2. 89-96 (2000)

[Publications] Kazutake Shimada: "Determination of vitamin D_3 metabolites using high-performance liquid chromatography or immunoaffinity chromatography"J.Chin.Chem.Soc.. 47 · 2. 285-289 (2000)

URL: https://kaken.nii.ac.jp/grant/KAKENHI-PROJECT-12771377/

Published: 2000-03-31 Modified: 2016-04-21