

# 25P-am04

## カラムスイッチング HPLC-ECD によるヒト尿中 3-HPMA の高感度分析

○柴崎 麻奈<sup>1</sup>, 東 恭平<sup>1</sup>, 國 恭司郎<sup>1</sup>, 植村 武史<sup>1,2</sup>, 五十嵐 一衛<sup>1,2</sup>, 戸井田 敏彦<sup>1</sup> (千葉大院薬,<sup>2</sup>アミンファーマ研)

【目的】私達は既に,アクロレインの尿中代謝産物である 3-ヒドロキシプロピルメルカプトツール酸 (3-HPMA) が脳梗塞やアルツハイマー病のバイオマーカーとして有用であることをトリプル四重極質量分析計を用いて明らかにした. しかしながら質量分析計の感度は装置性能に依存し, 測定には熟練を要する. そこで, 簡便且つ精度よく分析するための新しい分析法を確立すべく, ダイヤモンド電極を搭載した電気化学検出器 (ECD: Electrochemical Detector)による検出を軸に HPLC 法の開発を試みた.

【方法】尿中 3-HPMA を固相抽出カラムを用いて抽出し, 強塩基性陰イオン交換 (SAX) カラムおよび逆相 C8 カラム及び ODS カラムを 6 方バルブによりカラムスイッチングし ECD で検出・定量した.

【結果・考察】ECD による 3-HPMA の検出感度を調べた結果, 2 pmol~3 nmol の範囲で良好な直線性が得られ, 検出下限は 0.2 pmol であった. そこで, 固相抽出で前処理した尿中 3-HPMA を C18 カラムを用いて検討した結果, 夾雑物質による影響が大きく分析は困難であった. さらに ECD による検出は溶離液の種類が限られるため, カラムスイッチング HPLC 法による検討を試みた. 3-HPMA を SAX, C8 および ODS カラムで順次単離し ECD により検出した結果, 10 pmol~2 nmol の範囲で定量的に測定することができた. カラムスイッチング HPLC による 3-HPMA の回収率は 93.5 % であった. また固相抽出して得た尿中 3-HPMA を本法に供したところ, 多数の夾雑ピークから分離・検出することに成功した. 本法と LC/MS 法の相関性を 27 の尿検体を用いて調べた結果, 高い相関性が認められたことから, 脳梗塞やアルツハイマー病への応用が期待される.