

# 27PB-am003S

## 金属固定化フルオラス試薬を用いたリン脂質の選択的抽出法の開発

○清川 恵奈<sup>1</sup>, 巴山 忠<sup>1</sup>, 川見 祐介<sup>1</sup>, 吉田 秀幸<sup>1</sup>, 山口 政俊<sup>1</sup>, 能田 均<sup>1</sup>(<sup>1</sup>福岡大薬)

【目的】近年、リポドミクスに代表されるように、脂質分析への注目が集められている。本研究では、脂質の中でもリン脂質を対象とした選択的な分析を行うべく、パーフルオロアルキル基同士の特異的な親和性（フルオラス）を利用した新規抽出法の開発を試みた。本法の原理は、パーフルオロポリエーテル構造をもつフルオラスカルボン酸KrytoxにZn(II)を固定化し、さらにそのZn(II)にリン酸基を配位させることで、リン脂質をフルオラス溶媒中に選択的に抽出することに基づく。今回、モデル化合物としてスフィンゴシルホスホコリン（SPC）及びスフィンゴシン-1-リン酸（S1P）を用いて基礎検討を行った。

【実験】抽出操作：試料溶液に、CHCl<sub>3</sub>、0.2% TFA（CH<sub>3</sub>OH溶液）、H<sub>2</sub>O及びZn(II)-Krytox溶液（tetradecafluorohexane溶液）を加え、室温で振とう。遠心分離後、上層を除去し、下層（フルオラス層）を洗浄後、2% TFA（80% CH<sub>3</sub>OH溶液）を加えて逆抽出。遠心分離後、上層の一部（5 μL）をLC-MS/MSに注入。LC条件：カラムにはChromolith RP-18e（100×4.6 mm id, Merck）を、移動相にはNH<sub>4</sub>COOHを含むCH<sub>3</sub>CN、H<sub>2</sub>O及びisopropanolの混液を使用し、流速1.0 mL/minでグラジエント分離。MS/MS条件：LCMS-8050（島津製作所）を使用し、ESI positiveモードで測定。

【結果】本法により、SPC及びS1Pを定量的に抽出することが可能であった。また、本法において、脂肪酸（パルミチン酸及びステアリン酸）は抽出されなかったことから、リン酸基を有するリン脂質への選択性を確認することができた。本法におけるSPC及びS1Pの回収率は85%～92%の範囲であり、再現性についても良好な結果を得ることができた（RSD<9.0%）。今後、本法の有用性をさらに検証しつつ、実試料への適用を検討していく。