

Title	多孔性ガラスを用いたパラベン類のクロマトグラフィー
Sub Title	
Author	小股, 泰子(Komata, Yasuko) 金子, 明子(Kaneko, Akiko) 藤江, 忠雄(Fujie, Tadao) 高井, 信治(Takai, Nobuharu)
Publisher	共立薬科大学
Publication year	1987
Jtitle	共立薬科大学研究年報 (The annual report of the Kyoritsu College of Pharmacy). No.32 (1987.) ,p.150- 151
JaLC DOI	
Abstract	
Notes	学会講演要旨
Genre	Technical Report
URL	https://koara.lib.keio.ac.jp/xoonips/modules/xoonips/detail.php?koara_id=AN00062898-00000032-0171

慶應義塾大学学術情報リポジトリ(KOARA)に掲載されているコンテンツの著作権は、それぞれの著作者、学会または出版社/発行者に帰属し、その権利は著作権法によって保護されています。引用にあたっては、著作権法を遵守してご利用ください。

The copyrights of content available on the KeiO Associated Repository of Academic resources (KOARA) belong to the respective authors, academic societies, or publishers/issuers, and these rights are protected by the Japanese Copyright Act. When quoting the content, please follow the Japanese copyright act.

〔結果と考察〕

投与薬物のクロマトグラムへの影響：感染予防の目的で使用したアンピシリンナトリウム，ヘタシリンカリウムおよび免疫抑制剤として用いたアザチオプリン，プレドニゾロンをそれぞれ正常動物に投与し，1時間ごとに5時間後まで採血し，HPLCで分析した。上記5種の薬物やその代謝物によるピークは血清成分分析に影響を与へずおそれのないことを確認した。

血清成分ピークのナンバリング：得られたクロマトグラムのピークの中で，再現性良く現れるピーク13個を決定し，ピークに番号を付けた。

ピーク高さの補正：血清成分の各ピーク高さは血清の濃縮度に影響されるのでT.P.と各ピークの高さについて検討した結果，その変動に相関性が認められた。全ての測定ピーク高さを各動物の正常日のT.P.を1とした値に補正しこの補正值について比較，分析を行った。なお，BUN値，クレアチニン値も同様に補正した。

自己腎移植群の血清分析：各動物の血清クロマトグラムの各ピーク高さは手術後3～4日に少し増加したが，7～8日後には正常値に戻った。BUN値，クレアチニン値も同様であり，b)，c)群におけるピークの変動と比較すると無視し得るものであった。

同種腎移植群および同種腎移植免疫抑制剤投与群の血清分析：腎移植後の腎機能低下，拒絶反応の影響は血清クロマトグラム中に出現していることが確かめられた。ピークNo.5, 6, 7, 8および10の高さの増大傾向はBUN値が60 mg/dl以上になる以前に現れていた。

腎移植群(7例)および腎移植免疫抑制剤投与群(4例)のピーク対相関：拒絶反応が原因で死亡したと考えられた11例の13個のピークについてピーク間の相関係数を求め，相関性の変化とBUN値の関係を検討した。危険率1%で相関が認められたピーク対のクロス相関表を作成したところ，BUN値が60 mg/dl以上となる前日にピークNo. 7～10の相関性が多く現れたことより，これらのピークは腎機能低下の診断の際に注目すべきであると考えられた。

* 麻布大・獣医

** 東大・生産研

多孔性ガラスを用いたパラベン類のクロマトグラフィー

小股泰子，金子明子，藤江忠雄，高井信治*

〔第7回 液体クロマトグラフィー討論会(1986年10月，東京)で発表〕

〔目的〕 高速液体クロマトグラフィーは，過去十数年の間に大きく発展してきた。近年その応用範囲が広がるに従って，幾つかの新しい要求も出てきた。その中のひとつに工程管理や生体内の薬剤の動向を把握する目的で，現在より短時間で分離分析をすることが望まれている。この問題を少しでも解決する目的で，現在のHPLCの装置をあまり変えることなくより高速化できる充填剤としてガラスODSを試作し，パラオキシ安息香酸エステル(パラベン)類をサンプルに用いて，その溶離挙動を調べた。

〔方法〕 (ガラスODSの製作) ポアサイズ約550 Å，比表面積85 mm²の多孔性ガラスを常

法により表面処理を行い、イオン交換水で洗浄し、トルエン中で5時間オクタデシルトリクロロシランと反応させ、ODS化を行った。このようにして得られた粒子径約 $10 \mu\text{m}$ のガラス ODS を、 $150 \times 4.0 \text{ mm}$ 内径のステンレスカラムに、スラリー法で充填した。

(試薬および装置) 特級メチルパラベン、エチルパラベン、プロピルパラベン、ブチルパラベン(東京化成工業)、HPLC用アセトニトリル(和光純薬)を用いた。水はイオン交換水。他の試薬は試薬一級を使用した。HPLCは、東洋曹達工業 model CCPD-8000、インジェクターはレオダイン model 7125、UV検出器は東洋曹達工業 model UV-8000を用い、検出波長は 254 nm とした。サンプルは、溶離液に溶かした。溶離液は使用直前に減圧下超音波により脱気した。

[結果および考察] サンプルとして用いたパラベン類の至適分離条件を決定するために流速 1.0 ml/min で、溶離液(アセトニトリル-水)の組成比を検討した。アセトニトリル-水(20/80)の時、最も良い分離が得られた。流速が分離に及ぼす影響について、アセトニトリル-水(20/80)を溶離液に用いて検討したところ、流速 $0.5 \sim 3.0 \text{ ml/min}$ の範囲で良好な分離を示した。

これらの結果より、試作されたガラス ODS による HPLC 高速化の可能性が示唆された。この新しい充填剤の応用範囲を製剤および生体試料の分析に広げるべく現在試行中である。

* 東京大学生産技術研究所

Thiamine Disulfide の脂肪酸との複合体形成について

小股泰子, 中村典子, 宮崎早苗, 金子明子, 藤江忠雄, 上田文雄*, 浦野四郎**

[第39回 日本ビタミン学会大会 (1987年5月, 久留米) で発表]

Thiamine disulfide (TDS) が飽和脂肪酸 (FA) とジクロロエタン中の加熱により1対6のモル比で複合体を形成し、それが物理化学的な相互作用によるものであることを前回報告した。今回、この生成メカニズムを明らかにする目的で、複合体形成における会合定数 (K 値) を決定し、両者の会合に関与する部位を検索した。TDS はメタノール中で FA 添加により蛍光消光 (Ex. 368 nm , Em. 430 nm) を起こし、TDS-FA 複合体のメタノール溶液では蛍光が観察されなかったことから、メタノール中での両者の会合が明らかになった。また、FA の添加量に比例して TDS のジクロロエタン中での UV 吸収が増加した。これは添加した FA の影響ではなく複合体形成による白濁と考えられた。蛍光強度変化の Stern-Volmer プロットにおいて直線関係が得られたことから、K 値を求めたところ、炭素数 18 の不飽和 FA (18:1~18:3)、ならびに炭素数の異なる飽和 FA (11:0~18:0) でも約 8 M^{-1} であった。会合に関与する部位の検討では、FA メチルエステル、TDS アセテートを用いて、同様の測定を行ったところ、それぞれ K 値は大きく減少し、TDS の OH 基、FA の COOH 基が作用部位であることが示唆され、これをさらに詳細に検討するため両者混合物の C^{13} -NMR による緩和時間 (T_1) を測定したところ、これらの官能基近辺に変化を認め、上記結果を支持した。

* 河合製薬(株)研究所

** 東京都老人総合研究所