

[J. Chromatogr., 277, 356 (1983)]

### New Method for the Gas Chromatographic Determination of Valproic Acid in Serum

RYOTA NISHIOKA, SATOSHI KAWAI, SHIGERU TOYODA\*

#### 血清バルプロ酸のガスクロマトグラフィーによる新しい測定法

西岡亮太, 河合 聡, 豊田 滋\*

抗てんかん薬として広く用いられるバルプロ酸ナトリウムは治療上血中濃度の測定が必要であり、従来ガスクロマトグラフィー (GC) を用いた種々の方法が報告されているが、本報では含フッ素アルキル誘導体化を用いた GC による新しい分析法を検討した。

血清試料 0.1ml を水で希釈し、内部標準物質としてカプリル酸を含むヘキサンで抽出し、濃縮乾固する。残渣にヘキサフルオロイソプロパノール 0.1ml と触媒としてトリフルオロ無水酢酸 0.02ml を加え、室温で30分反応させた後 GC で分析する。分離条件は 3%OV-1, 2m ガラスカラム, カラム温度 80°C, 検出器 FID である。

本誘導体化反応は室温で速やかに進行し、生成したヘキサフルオロイソプロピルエステルは揮発性が高く、80°C という低温でクロマトグラム上鋭いピークを与えた。抽出溶媒は種々のものを検討したがヘキサンが最も適当であった。検量線は血清中 2-100 $\mu$ g/ml の濃度範囲において、相関係数 0.9996 と良好な直線性を示した。くり返し実験の結果、50 $\mu$ g/ml の濃度において変動係数 3.0%と良好な結果が得られた。検出限界は 2 $\mu$ g/ml であった。本法は高い感度と精度を有し、操作も簡便であることから、実際の臨床分野での応用が期待される。

\* 国立療養所東尾張病院

[Clin. Chim. Acta, 133, 223 (1983)]

### A Gas Chromatographic Method for the Determination of Acetone and Acetoacetic Acid in Urine

KEIKO KOBAYASHI, MASAYUKI OKADA, YUKIHIKO YASUDA,  
SATOSHI KAWAI

#### ガスクロマトグラフィーによる尿中アセトンとアセト酢酸の定量

小林恵子, 岡田昌之, 安田幸彦, 河合 聡

測定法：アセトン 尿 1 ml に水 1 ml を加えて希釈し、ペンタフルオロベンジルオキシルアミン(PFBOA)の 20 mM 水溶液 0.5ml を加え、室温で60分間放置する。内部標準物質として、p-クロロベンジルクロライド 180 $\mu$ g を含むヘキサン 0.3ml で抽出し、GC で測定する。分離条件は、3%XE-60, 2.0m, 120°C, FID である。アセト酢酸 尿 1 ml を水で適当に希釈し、20mM の PFBOA 水溶液の 0.5ml を加えて室温で60分間放置する。内部標準物質としてヘキサクロロベンゼン 250 $\mu$ g を含むヘキサン 1 ml で抽出する。抽出液を一旦蒸発乾固後、ジアゾメタンでメチルエステルに変え GC で測定する。分離条件は 3%XE-60, 2.0m, 180°C, FID である。

考察：アセトン、アセト酢酸に代表される尿中ケトン体は現在 Ketostix test で測定されているが、その感度はきわめて低い。本法は含フッ素カルボニル試薬である PFBOA をアセトン、アセト酢酸と縮合させ、アセト酢酸はさらにメチルエステルとして GC 測定を行うものであるが、それぞれのケトン体に 特異的であると共に測定感度は高く、尿中濃度としてアセトンは 0.2 $\mu$ g/ml、アセト酢酸は 1.0 $\mu$ g/ml まで測定可能であった。検出器に ECD を利用すれば、感度は更に上昇する。