

## ルテニウム錯体電解化学発光法を用いた 1-デオキシノジリマイシンの定量法の開発と応用

助教 野伏 康仁

平成 24 年国民健康・栄養調査の推計によると糖尿病が強く疑われる者は約 950 万人、糖尿病が否定できない者を合わせると約 2050 万人とされ、糖尿病の発症予防は重要な健康課題である。その多くは 2 型糖尿病であるとされ、発症予防及び進展遅延のために食後の血糖値上昇をコントロールすることが重要だと考えられている。桑葉は 1-デオキシノジリマイシン (DNJ) が豊富に含まれ、食後の血糖値上昇を抑制する働きがあることから健康食品として人気が高い。桑葉は健康食品であるため DNJ 含有量を記載する義務はないが、糖尿病の発症予防には DNJ 含有量が重要であり、桑葉食品の品質を保証するために簡便な DNJ の定量法が求められる。

DNJ は親水性極性物質であること、分子内に検出に有利な特徴的官能基を有していないことから、定量が困難とされている。トリスビピリジンルテニウム錯体 ( $\text{Ru}(\text{bpy})_3^{2+}$ ) 電解化学発光(ECL)法は、高感度でダイナミックレンジが広いことから、アミン類などの定量に用いられている。そこで DNJ が第 2 級アミンであることから、 $\text{Ru}(\text{bpy})_3^{2+}$ ECL 法が有効であると考え、簡便かつ選択的に桑葉に含まれる DNJ の新規定量法に関する検討を行った。

DNJ は親水性極性物質であることから、分離カラムには親水性相互作用クロマトグラフィー(HILIC)用カラムを選択した。 $\text{Ru}(\text{bpy})_3^{2+}$ ECL 法において、ECL 強度は移動相と検出試薬が混ざり合う pH に大きく依存することが知られており、移動相 pH と検出試薬に加える  $\text{H}_2\text{SO}_4$  濃度について検討した。移動相 pH の上昇に伴って ECL 強度は増大したが、分離カラムの至適 pH を考慮し pH7.0 を選択した。そこで、ECL 強度を増大させるために、検出試薬に加える  $\text{H}_2\text{SO}_4$  濃度を検討した結果、1.5 mM とした。ピーク面積値を基に作成した検量線は 0.1  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~10  $\mu\text{g}/\text{mL}$  の濃度範囲で相関係数( $r^2$ )は 1 と良好な値を示した。ピーク面積値の日内及び日間再現性はそれぞれ 1.10%~8.09% ( $n=5$ )および 1.82%~8.92% ( $n=3$ )と良好な値を示した。 $\text{Ru}(\text{bpy})_3^{2+}$ ECL 法の応用により、一般的な UV または蛍光などの光学検出では測定が困難な DNJ について、簡便な操作で高感度かつ高い再現性の下での定量が可能となった。本法は DNJ の検出・定量に有用であり、桑葉などの実試料中の DNJ 含有量の測定にも応用可能であることが示唆された。