

# ぶんせき ③

Bunseki 2022

The Japan Society for Analytical Chemistry



2022年3号から電子版に移行します(団体会員除く)

詳細は2021年第7号挟み込み頁および  
ぶんせきホームページをご確認ください

日本分析化学会

<https://www.jsac.jp>

マトリックス支援レーザー脱離イオン化飛行時間型質量分析計  
Matrix Assisted Laser Desorption / Ionization Time-of-Flight Mass Spectrometer

# MALDI-8030

コンパクトなフットプリントと、ネガティブモードにも対応した高い汎用性

MALDI-8030は、コンパクトな設置面積と優れたパフォーマンス、ネガティブモードにも対応した高い汎用性により、品質管理(QC)から臨床研究分野まで、幅広いユーザーニーズを満たすデュアルモードの卓上型MALDI-TOF質量分析計です。



創薬研究 ▶ 核酸医薬検査、抗体医薬測定

ライフサイエンス研究 ▶ プロファイル解析、モニタリング測定

化学・食品検査 ▶ ポリマー/オリゴマー解析、添加物解析

※なおポジティブモードのみを搭載し、よりリーズナブルなMALDI-8020も併売しております。

MALDI-8030  
製品ページはこちら



MALDI-8020  
製品ページはこちら



# ぶんせき Bunseki 2022 Contents 3

## 目次

とびら	COVID-19が「どこでもドア」を開いた？／坂入正敏 97
入門講座	レーザーを用いる分析技術 レーザーアブレーション ICP-MS／林 英男 98
講義	法医学領域における法中毒学及び薬毒物検査の現状 ／山岸由和・永澤明佳・小椋康光・岩瀬博太郎 103
ミニファイル	衛生と安全 マスクのサイズや装着方法による捕集性能への検証／岩井若菜 110
話題	食品中のグリホサート，グリホシネート及び その代謝物の残留分析法／穂山 浩 112
技術紹介	溶媒抽出-非分散赤外吸収法による油分分析／高坂亮太 114  LC/MS/MS を用いた抗体医薬品の 新しい品質管理指標を確立する研究／松原稔哉，中西 豪，渡邊 淳 118
トピックス	粘土鉱物内の鉄が関与する酸化還元反応／西本 潤 124  オンライン紫外線照射法を利用した 不飽和リン脂質異性体の LC-MS/MS 分析／児玉谷 仁 124
こんにちは	愛媛大学大学院理工学研究科 物質生命工学専攻 分析化学研究室を訪ねて／座古 保 125
リレーエッセイ	研究者としてのオリジナリティを探す／佐藤雄介 127
ロータリー	128 談話室：分析イノベーション交流会の発足と活動の報告／インフォメーション：理事 会だより（2021年度第5回）；九州支部だより；2021年 POTY 賞；高分子分析研究懇談会 第407回例会；第367回液体クロマトグラフィー研究懇談会／執筆者のプロフィール

〔論文誌目次〕	134
〔お知らせ〕	M1
〔カレンダー〕	iii

〔広告索引〕	A5
〔ガイド〕	A6

## Peak Spectroscopy (Essential FTIR)



FT-IR、Raman、NIR、UV-vis データ処理、ライブラリー検索、回帰分析

### データ処理

- ATR/Advanced ATR ●KK変換 ●Ramanシフト ●Xシフト ●X Unit変換 ●Y Unit変換
- Zap ●インターフェログラムからFTIRスペクトルへの変換 ●スムージング ●積算 ●デコンボリューション
- トランケート ●ノーマライズ ●ピークピック ●微分 ●ベースライン補正 ●補間

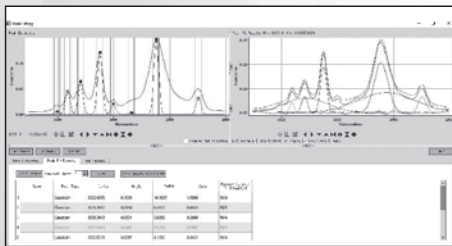
### データの解析

- ・ピークフィッティング(ピーク分離)
- ・PLS (Partial Least Squares)、PCA (Principle Component Analysis)、CLS (Classical Least Squares)
- ・スペクトラルライブラリー検索

#### ピークフィッティング(ピーク分離)の例

##### ピーク形状

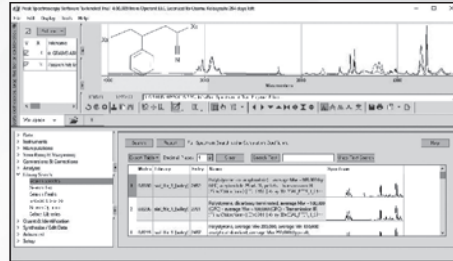
- ・ガウス
- ・ローレンツ
- ・フォークト
- ・ガウス/ローレンツ混合(任意の比率)



#### ライブラリー検索例

##### 使用できるライブラリーフォーマット

- ・Spectral ID (Thermo)
- ・Win First (Mattson) 他



ライブラリー：(eFTIRライブラリーの他にSpectral ID、Win First(Mattson)ライブラリーも検索可能)

- ・Sigma-Aldrich Library of FT-IR Spectra, 11,000 spectra
- ・Sigma-Aldrich Library of ATR-IR Spectra, 18,500 spectra
- ・Sigma-Aldrich Library of Raman Spectra, 6,300 spectra

検索アルゴリズム：相関係数、ユークリッド距離、絶対差、一次微分、テキスト検索

#### サポートするファイル

##### Read(Import)

- A2/Agilent (\*.a2r)
- Andor Raman (\*.sif)
- ASCII Text (\*.txt, \*.csv)
- Bruker Opus (\*.0, \*.1, ....., \*.9)
- BWTech Raman (\*.txt)
- Foss (\*.nir)
- J-camp DX (\*.dx)
- Perkin Elmer Spectrum One/Two (\*.sp)
- Sadtler Wiley KnowItAll (\*.irf)
- Shimadzu IRsolution (\*.smf)
- Thermo Fisher OMNIC (\*.spa)
- Thermo Galactic GRAMS (\*.spc)

##### Write(Export)

- ASCII Text (\*.csv)
- Bruker OPUS (\*.0)
- Excel (\*.xls)
- J-camp DX (\*.dx)
- MATLAB (\*.mat)
- Perkin-Elmer (\*.sp)
- Thermo Galactic GRAMS (\*.spc)

制作：Operant (U.S.A)

株式会社 デジタルデータマネジメント

〒103-0025 東京都中央区日本橋茅場町1-11-8 紅萌ビル  
TEL.03-5641-1771 FAX.03-5641-1772  
E-mail:tech@ddmcorp.com URL:http://www.ddmcorp.com

# カレンダー

2022 年

3 月	10 日	表示・起源分析技術研究懇談会第 26 回講演会 〔フクラシア東京ステーション (ハイブリッド形式)〕……………(2 号 M1)
	10・11 日	表面科学セミナー 2022 (実践編) 「実践! マテリアルズインフォマティクス 実例を通じて学ぶマテリアルズインフォマティクス」 〔オンライン開催〕……………(1 号 M6)
	11 日	プラズマ分光分析研究会第 114 回講演会 —北海道の環境保全, 健康科学におけるプラズマ分光分析の役割— 〔東京工業大学田町 CIC 国際会議室および Zoom によるオンライン〕……………(2 号 M2)
	29 日	第 369 回液体クロマトグラフィー研究懇談会 [Zoom オンライン]……………(M 2)
4 月	8 日	2022 年度第 1 回近畿支部講演会 [大阪科学技術センター 7 階 700 号室]……………(M 3)
	27 日	第 370 回液体クロマトグラフィー研究懇談会 [Zoom オンライン]……………(M 3)
5 月	11 日	日本分析化学会第 11 回定時総会 [Web 会議]……………(M 2)
	11・12 日	第 38 回希土類討論会 [熊本市国際交流会館]……………(12 号 M3)
	11~13 日	日本顕微鏡学会第 78 回学術講演会 [ビックバレットふくしま]……………(2 号 M2)
	13 日	2022 年度「ぶんせき講習会」(基礎編その 1) 「分析における統計手法~統計の基礎と統計手法の実際について~」 〔Webex によるオンライン開催 (CiscoWebex)〕……………(M 4)
	14・15 日	第 82 回分析化学討論会 [茨城大学水戸キャンパス]……………(M 2)
6 月	2~4 日	みる・はかる・未来へつなぐ科学機器展 東海サイエンスパーク 2022 [名古屋国際会議場]……………(9 号 M6)
	4・5 日	第 19 回ホスト・ゲスト・超分子化学シンポジウム 〔岡山大学創立五十周年記念館 (またはオンライン)〕……………(1 号 M6)
	23・24 日	第 89 回日本分析化学会有機微量分析研究懇談会・第 119 回計測自動制御学会力学量計部会・ 第 39 回合同シンポジウム [北海道大学学術交流会館他]……………(12 号 M2)
7 月	2 日	第 59 回化学関連支部合同九州大会参加及び研究発表募集 [北九州国際会議場]……………(2 号 M1)
	7 日	第 32 回環境工学総合シンポジウム 2022 [レクザムホーム]……………(M 6)
	23 日	日本化学会北海道支部 2022 年夏季研究発表会 [室蘭工業大学]……………(M 6)
9 月	11~16 日	第 22 回真空に関する国際会議 (IVC22) [札幌コンベンションセンター]……………(M 6)
	14~16 日	日本分析化学会第 71 年会 [岡山大学津島キャンパス]……………(M 2)

## 海外技能試験代行サービス

## 技能試験とは・・・

技能試験提供機関が提供する未知のサンプルを分析することによって分析技能を測るテストです。分析能力に関して中立的な評価が得られ、国内外の参加試験所と分析能力の比較（外部精度管理）が出来ます。年々、化学物質の通関は非常に厳しくなっています。技能試験のサンプルは「未知」の物質であるため輸入が難しいものもあり、国内では毒物劇物取締法など特殊な法令に沿った通関手続きが必要です。当社はコンプライアンスを遵守し輸入の代行をいたしております。

## 〈当社取り扱い技能試験提供機関〉

- ・ LGC(イギリス)
- ・ CTS(アメリカ)
- ・ NIL(中国)
- ・ iis(オランダ)
- ・ PTP(フランス)

## 〈代行内容〉

- ・ 法令確認・通関の代行
- ・ 海外試験提供機関への登録、送金の代行

ISO17043(技能試験提供者の認定)を取得した機関が開催する試験も多数取り扱っております。

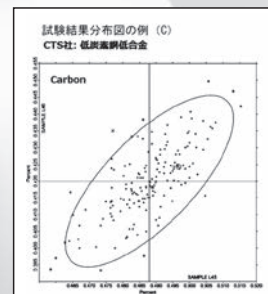
## 〈種類〉

金属材料中元素分析、フタル酸エステル類、物性試験(引張・曲げ・硬さ)、ニッケル溶出試験、医薬品、化粧品、環境分野、オイル、食品、玩具規制専用試験など

日本分析化学会で試験が中止されている「河川水中の無機多元素分析」の取り扱いもごさい。

〈ex〉浄水中の金属元素分析	
サンプル	浄水
元素	Cd, Cu, Cr, Pb, Ni, Zn, V, Hg
ラウンド	5月, 7月, 9月, 11月

※一例です。詳細や他試験についてはお問い合わせ下さい。



New

## イオンクロマトグラフィー用標準液

## 環境水分析 精度管理用標準液

ILAC/MRA(国際試験所認定協力機構相互認証協定)に署名している認証機関A2LAより認証を取得しており、精度管理、検量線の作成用途にご使用いただけます。

VSTC-3942A(陽イオン)		VSTC-4059(陰イオン)	
Matrix	H2O	Matrix	H2O
イオン種/濃度	500µg/ml Ca <sup>2+</sup> , K <sup>+</sup> , Na <sup>+</sup> 50µg/ml NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	イオン種/濃度	300µg/ml Cl <sup>-</sup> 200µg/ml SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> 100µg/ml NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> 30µg/ml F <sup>-</sup> , NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> 20µg/ml Br <sup>-</sup> , PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>
容量	50ml	容量	50ml

※その他、保証期限など詳細はお問い合わせ下さい。

New

## RoHS3 規制関連標準物質

RoHS3 規制候補となっている以下の物質について取り扱いを行っております。

## 塩素化パラフィン分析用標準物質

短鎖塩素化パラフィン・中鎖塩素化パラフィン・長鎖塩素化パラフィン：1-10ml溶液

## TBBPA (テトラブロモビスフェノールA) 標準物質

3,3',5,5'-Tetrabromobisphenol A-：250mg粉末及び1ml溶液 (50µg/mL in Methanol)

▶ YouTubeチャンネル【西進商事公式】

弊社取り扱い製品の情報を公開中です。(順次アップロード予定)



SEISHIN

標準物質専門商社

西進商事株式会社

http://www.seishin-syoji.co.jp/

— 西進商事は日本分析化学会の販売総代理店です —

本社 〒650-0047 神戸市中央区港島南町1丁目4番地4号  
TEL.(078)303-3810 FAX.(078)303-3822  
東京支店 〒105-0012 東京都港区芝大門2丁目12番地7号(RBM芝パークビル)  
TEL.(03)3459-7491 FAX.(03)3459-7499  
名古屋営業所 〒450-0003 名古屋市中村区名駅南1丁目24番地30(名古屋三井ビル本館)  
TEL.(052)586-4741 FAX.(052)586-4796  
北海道営業所 〒060-0002 札幌市中央区北二条西1丁目10番地(ピア2・1ビル)  
TEL.(011)221-2171 FAX.(011)221-2010

# 材料劣化診断・油残渣定量・異物分析を 現場で可能にします!

## ハンドヘルド 4300FT-IR



日本語測定ソフトウェア



測定波数範囲	4,500~650cm <sup>-1</sup> (DTGS)
波数分解能	4, 8, 16cm <sup>-1</sup>
測定モード	Diamond ATR, Ge ATR, 正反射、 グレージング反射、拡散反射
重量	2.2Kg (バッテリー込)
バッテリー駆動	3-4時間
使用温度範囲	0~50°C
オプション	非接触反射プローブ、顕微拡張アクセサリ



飛行機、自動車の塗膜劣化、CFRPの分析、樹脂劣化分析、絵画や岩石の分析、コーティング分析、  
金属表面の油残渣分析、ロール表面の有機物分析 etc...

**株式会社 エス・ティ・ジャパン**  
URL: <http://www.stjapan.co.jp>

本社 /  
〒103-0014 東京都中央区日本橋蛸殻町1-14-10  
TEL: 03-3666-2561 FAX: 03-3666-2658

大阪支店 /  
〒573-0094 大阪府枚方市南中振1-16-27  
TEL: 072-835-1881 FAX: 072-835-1880

 ST.JAPAN INC.

# ポリマー分析用試料キット

## ポリマーサンプルキット205

<1セット 100本入・10-20g/1本>

100本の構成ポリマーは汎用性ポリマー試料だけでなくエンブラ試料も含まれておりますのでIR分析等のライブラリーへの収録にご利用いただけるポリマー分析試料キットです。

スペックとして：引火点・平均分子量・屈折率・ガラス転移点・融解温度等の情報がございます。

100種類の試料の一部試料については入れ替えも可能です。

詳しくはお問い合わせ下さい。



Cap No.	Cat No.	Polymer	Cap No.	Cat No.	Polymer
1	032	Alginate acid, sodium salt	51	184	Polyethylene, chlorinated, 25% chlorine
2	209	Butyl methacrylate/isobutyl methacrylate copolymer	52	185	Polyethylene, chlorinated, 36% chlorine
3	660	Cellulose	53	186	Polyethylene, 42% chlorine
4	083	Cellulose acetate	54	107	Polyethylene, chlorosulfonated
5	077	Cellulose acetate butyrate	55	041	Polyethylene, high density
6	321	Cellulose propionate	56	042	Polyethylene, low density
7	031	Cellulose triacetate	57	405	Polyethylene, oxidized, Acid number 16 mg KOH/g
8	142	Ethyl cellulose	58	136A	Poly(ethylene oxide)
9	534	Ethylene/acrylic acid copolymer, 15% acrylic acid	59	138	Poly(ethylene terephthalate)
10	454	Ethylene/ethyl acrylate copolymer, 18% ethyl acrylate	60	414	Poly(2-hydroxyethyl methacrylate)
11	939	Ethylene/methacrylic acid copolymer, 12% methacrylic acid	61	112	Poly(isobutyl methacrylate)
12	358	Ethylene/propylene copolymer, 60% ethylene	62	106	Polyisoprene, chlorinated
13	506	Ethylene/vinyl acetate copolymer, 9% vinyl acetate	63	037A	Poly(methyl methacrylate)
14	243	Ethylene/vinyl acetate copolymer, 14% vinyl acetate	64	382	Poly(4-methyl-1-pentene)
15	244	Ethylene/vinyl acetate copolymer, 18% vinyl acetate	65	391	Poly(p-phenylene ether-sulphone)
16	316	Ethylene/vinyl acetate copolymer, 28% vinyl acetate	66	090	Poly(phenylene sulfide)
17	246	Ethylene/vinyl acetate copolymer, 33% vinyl acetate	67	130	Polypropylene, isotactic
18	326	Ethylene/vinyl acetate copolymer, 40% vinyl acetate	68	1024	Polystyrene, Mw 1,200
19	959	Ethylene/vinyl alcohol copolymer, 38% ethylene	69	400	Polystyrene, Mw 45,000
20	143	Hydroxyethyl cellulose	70	039A	Polystyrene, Mw 260,000
21	401	Hydroxypropyl cellulose	71	046	Polysulfone
22	423	Hydroxypropyl methyl cellulose, 10% hydroxypropyl, 30% methoxyl	72	203	Poly(tetrafluoroethylene)
23	144	Methyl cellulose	73	166	Poly(2,4,6-tribromostyrene)
24	374	Methyl vinyl ether/maleic acid copolymer, 50/50 copolymer	74	1019	Poly(vinyl acetate)
25	317	Methyl vinyl ether/maleic anhydride, 50/50 copolymer	75	002	Poly(vinyl alcohol), 99.7% hydrolyzed
26	034	Nylon 6 [Poly(caprolactam)]	76	352	Poly(vinyl alcohol), 98% hydrolyzed
27	331	Nylon 6(3)T [Poly(trimethylhexamethylene terephthalamide)]	77	043	Poly(vinyl butyral)
28	033	Nylon 6/6 [Poly(hexamethylene adipamide)]	78	038	Poly(vinyl chloride)
29	156	Nylon 6/9 [Poly(hexamethylene azelamide)]	79	353	Poly(vinyl chloride), carboxylated, 1.8% carboxyl
30	139	Nylon 6/10 [Poly(hexamethylene sebacamide)]	80	012	Poly(vinyl formal)
31	313	Nylon 6/12 [Poly(hexamethylene dodecanediamide)]	81	102	Poly(vinylidene fluoride)
32	006	Nylon 11 [Poly(undecanoamide)]	82	132	Polyvinylpyrrolidone
33	045A	Phenoxy resin	83	103	Poly(vinyl stearate)
34	009	Polyacetal	84	494	Styrene/acrylonitrile copolymer, 25% acrylonitrile
35	001	Polyacrylamide	85	495	Styrene/acrylonitrile copolymer, 32% acrylonitrile
36	376	Polyacrylamide, carboxyl modified, low carboxyl modified	86	393	Styrene/allyl alcohol copolymer, 5.4-6.0% hydroxyl
37	1036	Polyacrylamide, carboxyl modified, high carboxyl modified	87	057	Styrene/butadiene copolymer, ABA block copolymer, 30% styrene
38	026	Poly(acrylic acid)	88	595	Styrene/butyl methacrylate copolymer
39	385	Polyamide resin	89	452	Styrene/ethylene-butylene copolymer, ABA block, 29% styrene
40	688	1,2-Polybutadiene	90	178	Styrene/isoprene copolymer, ABA block
41	128	Poly(1-butene), isotactic	91	049	Styrene/maleic anhydride copolymer, 50/50 copolymer
42	961	Poly(butylene terephthalate)	92	068	Vinyl chloride/vinyl acetate copolymer, 10% vinyl acetate
43	111	Poly(n-butyl methacrylate)	93	063	Vinyl chloride/vinyl acetate copolymer, 12% vinyl acetate
44	1031	Polycaprolactone	94	070	Vinyl chloride/vinyl acetate copolymer, 17% vinyl acetate
45	035	Polycarbonate	95	422	Vinyl chloride/vinyl acetate/maleic acid terpolymer
46	196	Polychloroprene	96	911	Vinyl chloride/vinyl acetate/hydroxypropyl acrylate, 80% vinyl chloride, 5% vinyl acetate
47	010	Poly(diallyl phthalate)	97	395	Vinylidene chloride/acrylonitrile copolymer, 20% acrylonitrile
48	126	Poly(2,6-dimethyl-p-phenylene oxide)	98	058	Vinylidene chloride/vinyl chloride copolymer, 5% vinylidene chloride
49	324	Poly(4,4'-dipropoxy-2,2'-diphenyl propane fumarate)	99	369	n-Vinylpyrrolidone/vinyl acetate copolymer, 60/40 copolymer
50	113	Poly(ethyl methacrylate)	100	021	Zein, purified

ここに記されている他にも数千種類のポリマー試料を取り揃えております。 カタログ・資料ご希望およびお問い合わせ等は下記へご連絡下さい。

**GSC** 株式会社 ゼネラルサイエンスコーポレーション

〒170-0005 東京都豊島区南大塚3丁目11番地8号 TEL.03-5927-8356 (代) FAX.03-5927-8357

ホームページアドレス <http://www.shibayama.co.jp> e-mail アドレス [gsc@shibayama.co.jp](mailto:gsc@shibayama.co.jp)



JASCO

# リサーチグレードでありながら、 ダウンサイジングを追求

*Debut*

FT/IR-4Xは、高い拡張性とS/N比・分解能を保持したまま、従来比40%のサイズダウンを実現したリサーチグレードの赤外分光光度計です。大型機同等の20cm幅の試料室は、サードパーティ製を含む各種大型付属品を使用することが可能で、赤外顕微鏡接続、検出器拡張、近中赤外・中遠赤外への波数拡張にも対応可能です。モノコック構造の干渉計は高い密閉性と堅牢性を誇り、NISTトレーサブルフィルムによる自動バリデーション機構内蔵により、永きに渡る信頼性を担保いたします。

Fourier Transform Infrared Spectrometer  
フーリエ変換赤外分光光度計

## FT/IR-4X



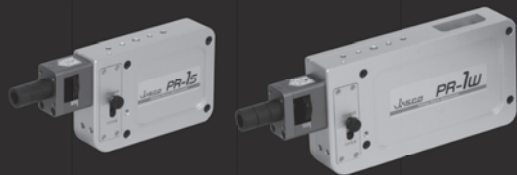
*New*

# ラマン測定を、手の中に。

PR-1s/PR-1wは、手のひらに収まる超小型ラマン分光光度計です。測定波数範囲とレーザー出力の異なる2つのモデルをラインアップしています。測定対象の自由度が高く、専用試料室やバイアルホルダーも用意しており、シンプルで手軽なラマン測定を実現します。



Palmtop Raman Spectrometer  
パームトップラマン分光光度計



## PR-1s/PR-1w

光と技術で未来を見つける

# 日本分光

日本分光株式会社

〒192-8537 東京都八王子市石川町2967-5  
TEL 042(646)4111(代)  
FAX 042(646)4120

日本分光の最新情報はこちらから

<https://www.jasco.co.jp>

日本分光HP

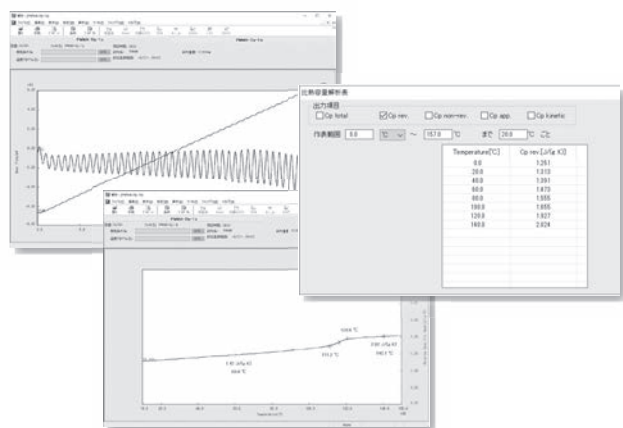


# JASCO

JASCOは日本分光株式会社の登録商標です。  
本広告に記載されている装置の外観および各仕様は、  
改訂のため予告なく変更することがあります。

# ダイナミック DSC

## 温度変調DSC法



DSCvesta

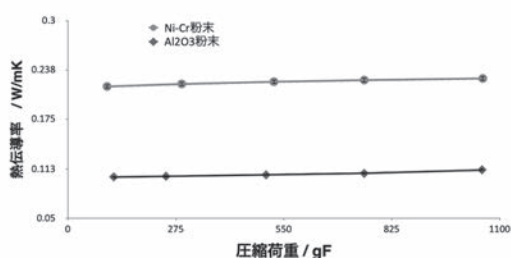
- 分離観察が可能 >>>> エンタルピー緩和、ガラス転移、再結晶化が重なっていても分離可能。
- アップグレード可能 >>>> お使いのDSCvesta、DSC8231もアップグレード可能です。
- 変調周期5秒～ >>>> 周期5秒から200秒の幅広い周波数域で測定可能です。
- 比熱容量測定が簡単 >>>> 従来のDSC測定より簡単に比熱容量が測定できます。
- データが見やすい >>>> 不可逆DSCゼロセット機能を使うと解析後のデータを見やすく分離できます。

# TRIDENT

## 熱伝導率測定装置 製造元 C-THERM

粉末試料を再現性良く測定、原料粉末の種類による差を評価

- 粉末**
- α-アルミナ粉末  
Ni-Cr金属粉末
- 分野**
- セラミックス  
金属成形



- 迅速な測定 >>>> 測定時間は3秒以内。煩雑な試料調整は不要。
- 多様性 >>>> 研究室から製造現場など様々な場所で使用可能。
- 試料の取り扱いやすさ >>>> 個体・粉末・液体・ゲルを非破壊で測定可能。
- 操作性の向上 >>>> 一画面のみの専用ソフトによりすばやい操作性を実現。

株式会社 **リガク**

- 東京支店 ● 大阪支店 ● 東北営業所 ● 名古屋営業所 ● 九州営業所
- X線回折・蛍光X線分析・熱分析・発生ガス分析・分光分析・X線イメージング  
非破壊検査・半導体関連

URL <https://www.rigaku.com>



# COVID-19が「どこでもドア」を開いた？



坂 入 正 敏

日本分析化学会の皆様は、北海道と聞いて何を思い浮かべられるでしょうか。都道府県魅力度ランキング 13 年連続 1 位や美味しい食材にあふれている、白銀の世界、屯田兵、広大な自然などでしょうか。さすがに、外地と思われた方はいないと思います。昨今は、インターネットに情報があふれているため、北海道について調べて見ると「北海道は、日本列島の最北で、面積 83424 km<sup>2</sup> (国土の約 22 %，東京都の約 40 倍) であり、本島と 508 の島で構成されている。」という情報が簡単に得られます。著者が学生のころは、インターネットはまだ黎明期 (パソコン通信でした) で、コンピュータ (PC) もほとんど普及していませんでした。これだけの情報を得るには、図書館か書店に行って、まず関連の本を捜すことから始まり、とても時間がかかりました。研究に必要な論文を得るのも同様で、まずは移動して関係の雑誌をさがしてコピーしていました。このようにインターネットと PC は、我々の生活だけでなく研究に大きな影響、変革を及ぼしたと言えます。

さて、学会活動に話題を戻します。ほとんどの学協会の北海道支部は、広大な土地 (札幌市と函館市の距離は約 310 km ほど) に反して会員数が少ない、零細支部です。そのため支部活動を行うには、長距離の移動と時間が必要です。人間とは不思議なもので、このように不利な条件のためか、本学会を含めた多くの学協会の北海道支部では昔から支部活動が活発です。本会北海道支部が中心になって実施している活動として、札幌雪まつり前に実施している冬季研究発表会 (雪まつり学会)、泊まりがけで 1 月に実施してきた氷雪セミナー、新緑の季節に実施してきた若手中心の緑陰セミナー等があります。2020 年 2 月までは、先人の始められたこれらの活動を従前に従って実施していましたが、新型コロナウイルスの影響でほとんどの活動が休止になりました。ナノサイズのウイルスの力に驚かされるばかりです。もし、コロナ禍が 30 年前に起こったら感染が終息するまで、数年間はなすすべが無かったと思います。しかし、21 世紀の現代は、幸いにもインターネットや PC が要求に耐える水準に達していたため、WEB 会議ソフト (アプリ) を用いることで会議や研究発表などの活動がこれまでとほぼ同様にできています。WEB 会議なら 5 分あれば主催者が遠方の会議にも参加できるので、誰もが「ドラえものどこでもドア」を手に入れた状況です。移動に多くの時間と費用を費やしていた北海道の研究者にとっては、時間と場所の制限がなくなったので、禍転じて福となつたとも言えます。当然、WEB による欠点もあり、この 1 年で急速に変化した支部活動の利点と欠点を適切に評価し、ポストコロナの支部活動を準備しておく必要があると感じています。

まとまりのない内容になりましたが、バーチャルではなく北海道にお越し頂いて、懇親できる日が来ることを祈念して、本稿を終わりにさせていただきます。

[Masatoshi SAKAIRI, 北海道大学大学院工学研究院, 日本分析化学会北海道支部副支部長]

# レーザーアブレーション ICP-MS

林 英 男

## 1 はじめに

固体試料の表面にパルスレーザー光を照射し、生じた固体試料由来の微粒子を ICP-MS で測定する分析法は、レーザーアブレーション-誘導結合プラズマ質量分析法 (laser ablation - inductively coupled plasma mass spectrometry, LA-ICP-MS) と呼ばれる。LA-ICP-MS では、酸分解等の試料前処理が不要で、固体試料の直接分析ができる。そのため、岩石やガラス試料等の難分解性試料を含む固体試料の迅速・高感度分析が可能である。本記事では LA-ICP-MS の測定原理に加え、定性分析、定量分析や実試料分析への応用例について紹介する。

## 2 測定原理

### 2.1 ICP-MS の装置構成と測定原理

LA-ICP-MS は、LA が試料の導入、ICP-MS が元素の分析を担っている分析法である。そのため、LA-ICP-MS の測定原理を理解するには、まず ICP-MS の測定原理を知る必要がある。図 1 に四重極型 ICP-MS (ICP-QMS) の装置構成図を示す。質量分析計に四重極型質

量分析計を用いる ICP-QMS は、ICP-MS の中で最も数多く利用されている。なお、四重極型質量分析計のほかに、二重収束型質量分析計や飛行時間型質量分析計を用いた ICP-MS も市販されている。

ICP-MS による測定は、まず水溶液試料をネブライザーで微細な液滴に変換することから始まる。生じた微細液滴試料は、アルゴンガスによって運ばれ ICP に導入される。ICP は、アルゴンガス流に高周波を印加して点灯・維持したプラズマであり、その温度は 6000~10000 K に達する。ICP に導入された微細液滴試料は、乾燥・気化・原子化の過程を経て、最終的にイオン化される。ICP 中でイオン化した試料は、サンプリングコーンとスキマーコーンを経て真空状態にある質量分析計内部に引き込まれる。質量分離部は、特定の質量電荷比を持ったイオンのみが通過でき、検出器にて電気信号に変換される。なお、質量分離部を通過可能な質量電荷比を変えることによって、複数の元素を逐次測定することができる。また、測定可能な濃度域は、極低濃度 (ng/L レベル) から % レベルまで非常に幅広い。なお、イオンレンズはイオンビームの収束や ICP の光が検出器に

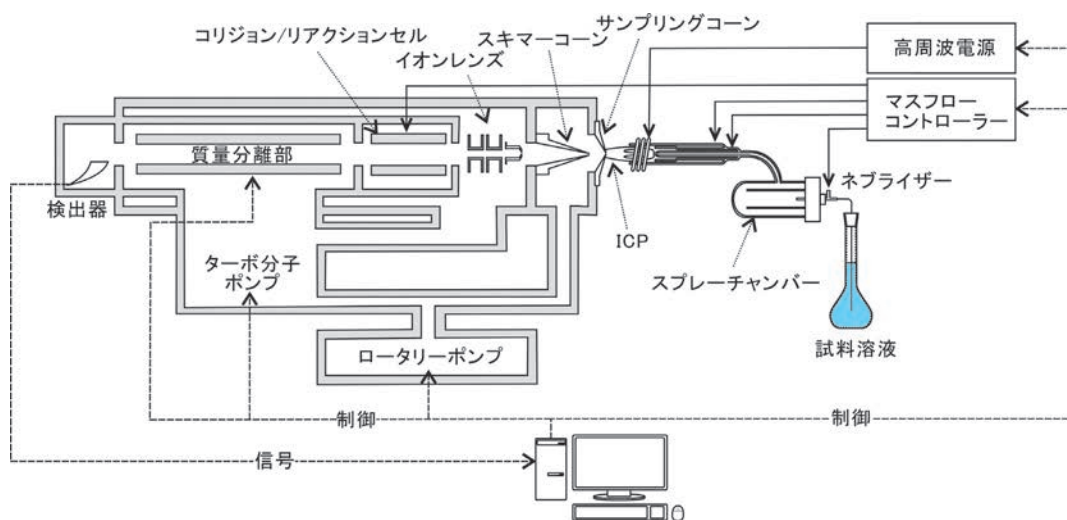


図 1 ICP-MS (四重極型) の装置概要

届かないように遮蔽する役目を持ち、コリジョン/リアクションセルは、ICP-MS で問題となる分子イオン干渉を抑制するために用いられる<sup>1)</sup>。

## 2・2 LA-ICP-MS の装置構成と測定原理

前節で述べたように、通常の ICP-MS で測定対象とする試料は水溶液試料である。そのため、固体試料に含まれる元素を測定する場合、酸分解等の前処理により試料を水溶液化する必要がある。しかし、試料によっては酸分解が困難であったり、可能であっても非常に手間と時間を要したりするケースがある。そこで固体試料の直接分析を可能とするための手法として「LA-ICP-MS」が考案された<sup>2)</sup>。

図 2 に LA 装置の概略を示す。LA-ICP-MS では、通常の ICP-MS の試料導入部（ネブライザーやスプレーチャンバー）の代わりに LA 装置を用いる。LA 装置は主にレーザー光源、試料観察用カメラ、試料セルや試料ステージで構成されている。レーザー光の光源としては、主に Nd:YAG レーザーやエキシマレーザーが利用されている。なお Nd:YAG レーザーを採用する装置では、連続発振に比べ高いピーク出力が得られる Q スイッチモードでパルス発振した第 5 高調波（波長 213 nm）が用いられることが多い。上記以外のレーザー光源として、チタンサファイヤ等の超短パルスレーザー光源を用いる装置も市販されている。試料観察用カメラは、ハーフミラーを利用してレーザー光と同軸化されている。試料セルには、使用するレーザー光を透過する材質で作られた窓があり、その窓を介して試料の観察とレーザー光の照射が可能である。一例として、筆者が使用している

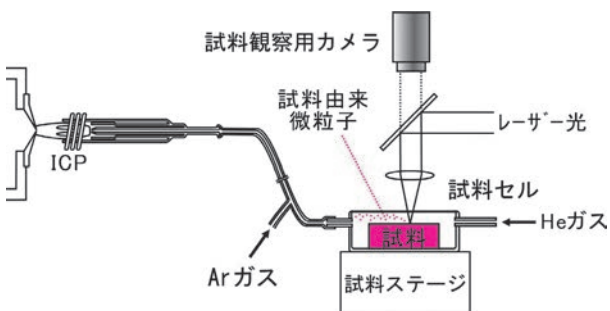


図 2 LA 装置部概要

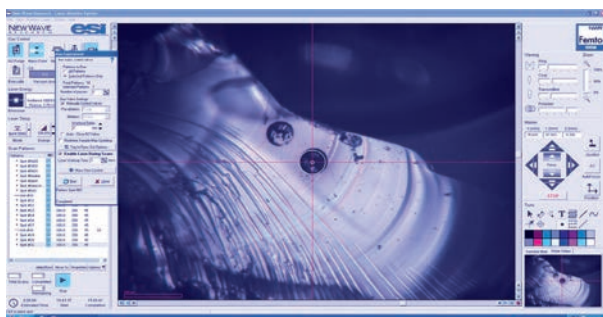


図 3 LA 操作画面の一例

LA 装置の操作画面を図 3 に示す。図の中心部の円の直径が 45  $\mu\text{m}$  であり、小さな試料（図中はガラスの破片）でも試料観察用カメラで拡大観察しながら狙った場所にレーザー光を照射できる。レーザー光の照射によって生じた試料由来の微粒子は、セルガス（通常ヘリウムガス）によって搬送され、ICP に導入される。ICP 中に導入された試料微粒子は、プラズマの熱によって気化・原子化・イオン化し、構成元素が質量分析計で測定される。このように LA-ICP-MS は、一般的な ICP-MS による固体試料分析とは異なり、試料を酸分解等で水溶液化する前処理が不要である。さらに、元素の検出に ICP-MS を用いるため、非常に高感度な元素分析が可能であることが利点である。

## 3 測定

### 3・1 定性分析

定性分析を行う場合、使用する装置の質量分離部の種類が重要な要素となる。特に未知試料の定性分析では、ICP-MS で検出可能な全元素の情報を取得したい場合、質量分離部の違いによる影響は無視できない要素となる。二重収束型や四重極型の質量分離部を備えた装置では、質量分離部が特定の質量電荷比のイオン以外を通過させないフィルターのような働きをする（図 4）。そのため、複数の元素について情報を得るには、通過可能なイオンの質量電荷比を変更する必要がある。なお、測定可能な元素すべての質量スペクトルを得ようとした場合、その取得するに要する時間は一般的に二重収束型 > 四重極型の関係となる。質量スペクトルの測定中は、LA で発生する試料微粒子を ICP-MS に供給し続ける必

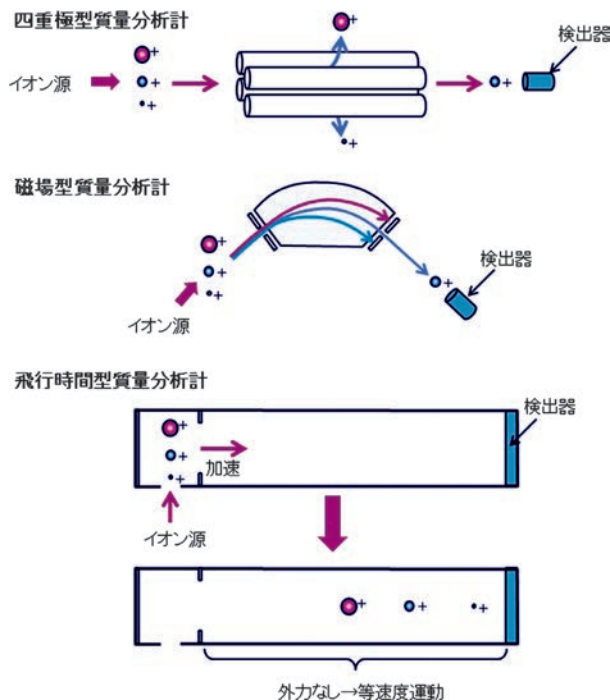


図 4 各種質量分析計の概要

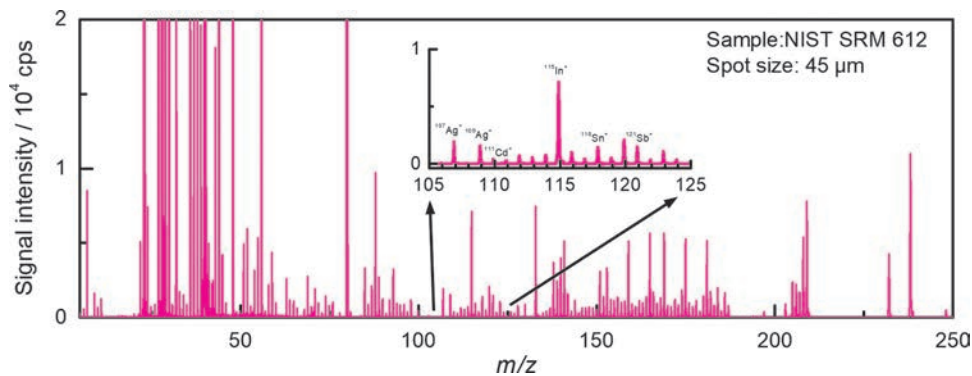


図5 1秒のレーザー光照射によって得られた質量スペクトルの例

要があるため、測定する元素数が多いほど、試料に長時間レーザー光を照射し続けることになる。例えば、筆者が所有する ICP-QMS で、全質量スペクトルを取得しようとすると、1回の測定に40秒程度の時間が必要である。レーザー光照射によって生じた試料微粒子が ICP に搬送されるのに要する時間等も考慮すると、定性的な情報を得るには少なくとも50秒程度のレーザー光照射が必要となる。なお、一般的な LA 装置では、レーザー光を1点に照射し続けると、徐々に穴が深くなることでレーザー光のフォーカスがずれ、試料微粒子の発生量が変動する。そのため、安定した信号を得るためには、レーザー光を照射する場所を変えながら測定することになる。例えば、レーザー光照射径（スポットサイズともいう）20 μm で、試料を毎秒 10 μm の速度で移動させながら測定する場合、試料は平滑面として長さ 520 μm、幅 20 μm 以上の領域が必要となる。また、レーザー光のスポットサイズは感度に直結するため、大きなスポットサイズを用いれば感度は向上する。しかし、測定に要するレーザー光照射領域も広がるので、測定する試料の形状や達成したい空間分解能に応じてスポットサイズを選ぶ必要がある。スポットサイズの最大サイズは装置によって異なるが、一般的に 100~300 μm 程度である。近年では、円形ではなく矩形のスポット形状を選択可能な装置や、感度を重視するため 1 mm 径のスポットサイズを利用可能な機器も市販されている。また、質量分析計に飛行時間型を採用した ICP-TOFMS は、真の多元素同時測定が可能の特徴を持つ（図4）。そのため、LA-ICP-TOFMS は、試料に1秒でもレーザー光照射が可能であれば、試料に含まれる元素の情報を得ることが可能である（図5）。

LA-ICP-MS による定性分析で検出可能な元素濃度については、使用する装置に大きく依存する。一般的な傾向として、感度は二重収束型 > 四重極型 > 飛行時間型の順であり、最も感度が得にくい飛行時間型の装置でも ppm レベルで存在する元素の情報が得られる。LA-ICP-TOFMS による ppm レベルの測定例として、筆者がガラス標準物質（NIST SRM 614）を測定した際に得られ

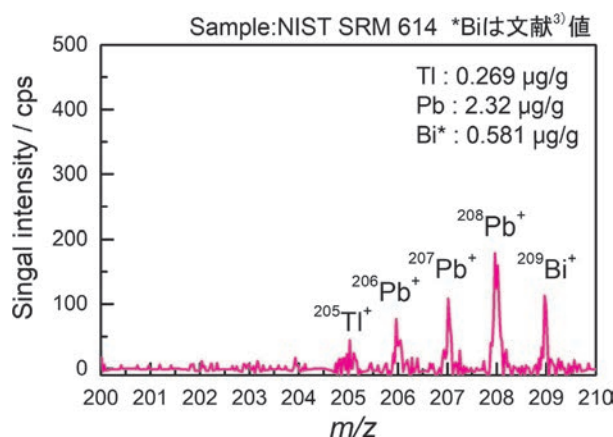


図6 ppm レベルで含まれる元素の検出例

た質量スペクトルの一例を図6に示す。

### 3.2 定量分析

LA-ICP-MS による定量分析は、通常濃度が既知の固体標準物質を用いて検量線を作成することで行う。なお、正確な定量値を求めようとする場合、レーザー光照射によって生じる試料微粒子の元素組成が元の固体試料から変化する現象について考慮する必要がある。この現象は元素分別効果と呼ばれ、測定試料に含まれる元素の沸点や融点の違いなどによって生じる。さらに、元素分別効果の程度は、試料微粒子の粒子径等にも依存して変動する。そのため、LA-ICP-MS による定量を行うには、測定対象となる試料と化学組成や密度、含水率等が良く一致した固体標準物質を用いて検量線を作成し、元素分別効果による影響を避ける必要がある。良く用いられる標準物質として、NIST のガラス標準物質（NIST SRM610~614等）があり、岩石やガラス試料の定量に用いられる。特に、NIST SRM610 から 617 については、認証値の他に多種類の金属元素について、濃度を共同分析によって求めた文献<sup>3)</sup>がある。そのため、様々な元素の濃度が既知であり、標準物質として非常に使い勝手が良い。鉄鋼や銅合金のような金属試料については、様々な合金種の標準試料が市販されており、測定したい試料に適した標準が手に入りやすい。また、プラス

チック中に含有される Cr, Cd, Hg, Pb の測定には, 分析化学会が頒布している有害金属成分蛍光 X 線分析用プラスチック認証標準物質が利用できる. なお固体の標準試料は, 「固体」ゆえに偏析による影響が避けられない. そのため, 検量線を作成する際には, レーザー光の照射領域を広めにする等, 測定条件の最適化を行い, 偏析の影響を最小限にする必要がある.

### 3.3 元素イメージング

近年, LA-ICP-MS は, 元素イメージングの分野においても活用され始めている. LA-ICP-MS による元素イメージング測定の概略図を図 7 に示す. 元素イメージングは, レーザー光を走査して得られたデータを解析し, 信号強度や濃度の違いを「画像」として視覚的に明らかにする手法である. データの取得法には, 図 7 に示す線分析を積層して画像化する方法と, 点分析を繰り返して画像化する方法の 2 種類に分けられる. 等間隔に点分析を繰り返してデータ取得を行う場合, 得られる画像の分解能は縦と横で同じになるが, 線分析を積層して画像化を行う場合, レーザー光の走査方向と積層方向で画像の分解能が異なる. これは, 積層方向については, レーザー光の照射径や照射間隔によって分解能が決まるが, 走査方向についてはレーザー光の移動速度や ICP-MS への試料微粒子搬送に要する時間, 搬送における各試料微粒子の移動速度分布等, 様々な要因が分解能に影響を与えるためである. なお, 点分析の繰り返しによる手法は, 各点間の信号の重複を避けるため, 各点の分析には時間的な間隔を空けて測定する. そのため, 線分析の積層に比べ測定に要する時間が長くなる傾向があるが, 各点に由来する信号をそれぞれデータ解析することができるため定量性に優れている.

### 3.4 実試料分析への応用例

LA-ICP-MS による実試料分析の一例として, ガラスの変色部の分析を紹介する. 本試料については, 最初に

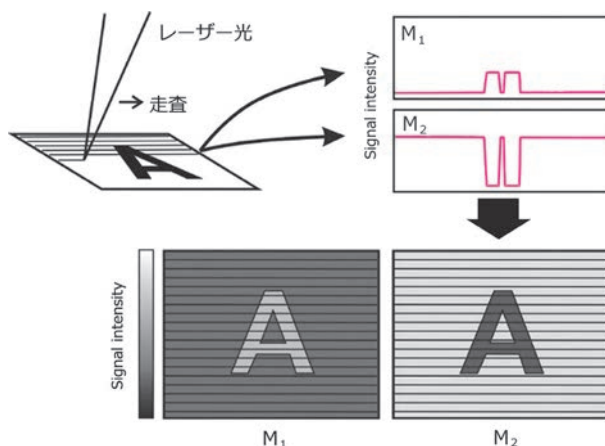


図 7 LA-ICP-MS による元素イメージングの概略図

微小部の元素分析法として代表的な手法であるエネルギー分散型分光器を備えた走査電子顕微鏡 (scanning electron microscopy - energy dispersive X-ray spectroscopy : SEM-EDS) による元素分析を行った. しかし, 正常部と変色部で明確な違いを見つけることができなかった. そこで, LA-ICP-MS による線分析を試みた. その結果, 図 8 に示すように正常部と変色部で Al と Pb の濃度に違いがあることが判明した. SEM-EDS は, 測定対象物質の形状と元素の情報が同時に得られる優れた元素分析手法であるが, 軽元素の検出感度が非常に低い. また, ppm レベルで存在する元素の情報を得るには感度が不足している. そのため, Al や Pb の濃度変化を検出することができなかったと考えられる.

続いてガラス破片の分析例を紹介する. このガラス破片は, 異物として製品に混入していたものであり, 混入の経路を明らかにするために組成情報が必要であった. この試料についても, まずは SEM-EDS による観察・分析を行った. その結果を図 9 に示す. 測定対象のガラス破片は, 約  $1.5 \times 0.5$  mm 程度のサイズで, 特性 X 線スペクトルから Si を主体とし Na と Al を含む通常のガラスであることを示唆する結果が得られた. 一方, LA-ICP-MS による測定結果と測定後の試料 SEM 像を図 10 に示す. 測定後の試料に残る照射痕は直径  $45 \mu\text{m}$  であり, この微小領域の測定で得られた結果からは, SEM-EDS では検出できなかったホウ素を含むガラスで

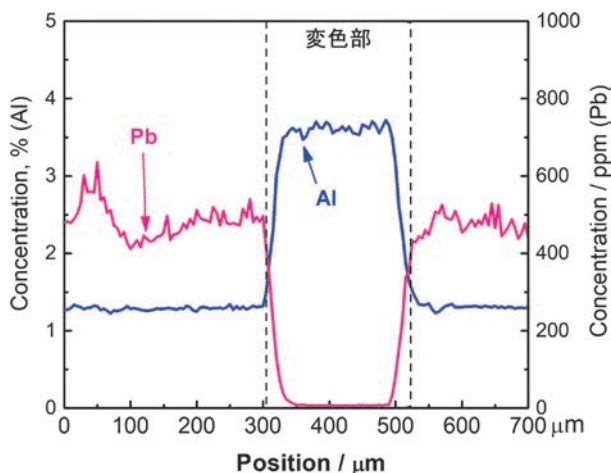


図 8 ガラス変色部の線分析結果

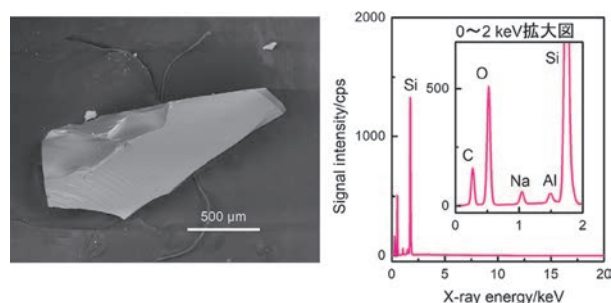


図 9 ガラス破片の SEM-EDS 分析結果

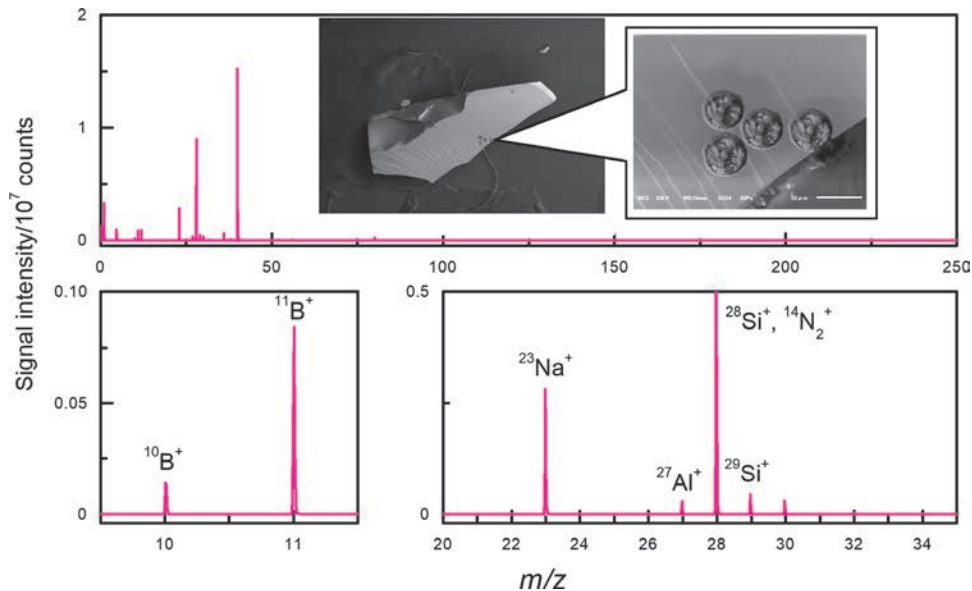


図 10 LA-ICP-MS によるガラス破片の分析結果

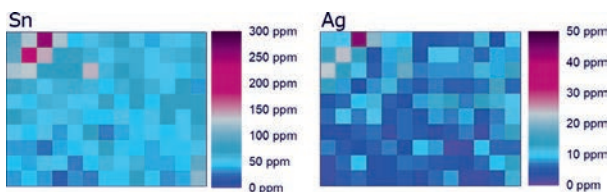


図 11 LA-ICP-MS による元素イメージングの一例

あることを示唆する情報が得られた。そこで標準物質を用いて定量値を求めたところ、ガラス破片は酸化物換算値で約 13% の  $B_2O_3$  を含むホウケイ酸ガラスであることが判明した。

最後に LA-ICP-MS による元素イメージングの一例を図 11 に示す。この図は、鉄鋼試料を  $50 \mu m$  間隔で点分析して得られたデータを解析し、各点の定量値を視覚化したものである。13×10 点と画像としては粗いが、鉄鋼中に微量に存在する Sn や Ag の分布状況を明らかにすることができた。このように LA-ICP-MS による元素イメージングによれば、他の手法では検出が難しい低濃度域に存在する元素の分布を視覚的に明らかにできる。

今回紹介した測定例が示すように、LA-ICP-MS は、固体試料の高感度分析が可能であることに加え、他の固体試料分析手法が苦手とする軽元素 (B や Li 等) についても高感度検出が可能な点が利点といえる。また、今回は触れなかったが、試料を大気圧条件下で測定可能な点も利点の一つである。

#### 4 おわりに

本記事では、LA-ICP-MS の原理から実試料分析への

応用例について解説した。本記事が LA-ICP-MS による分析に興味がある方々の一助になれば幸いである。なお、定量分析における LA-ICP-MS の問題点である「未知試料と組成が類似した固体標準試料が必須」については、現在様々な研究が行われているが、今回は割愛した。今後、研究が進展することによって、定量分析におけるこの問題が解決すれば、LA-ICP-MS の有用性は高まり、さらに幅広い分野での活用が進むと思われる。

#### 文 献

- 1) 山田憲幸, 高橋純一: 分析化学 (*Bunseki Kagaku*), **67**, 249 (2018).
- 2) A. L. Gray: *Analyst*, **110**, 551 (1985).
- 3) K. P. Jochum, U. Weis, B. Stoll, D. Kuzmin, Q. Yang, I. Raczek, D. E. Jacob, A. Stracke, K. Birbaum, D. A. Frick, D. Günther, J. Enzweiler: *Geostand. Geoanal. Res.*, **35**, 397 (2011).



林 英男 (Hideo HAYASHI)

地方独立行政法人 東京都立産業技術研究センター 計測分析技術グループ (〒135-0064 東京都江東区青海 2-4-10)。名古屋大学大学院工学研究科物質制御工学専攻博士後期課程修了。博士 (工学)。《現在の研究テーマ》材料分析に関する技術開発。《主な著書と出版社名》“これからの環境分析化学入門” (分担執筆) (講談社サイエンティフィク)。《趣味》スキー、釣り等。

E-mail : hayashi.hideo@iri-tokyo.jp



## 法医学領域における法中毒学及び薬毒物検査の現状

日本の法医学領域における法中毒学及び薬毒物検査の現状に加えて、千葉大学法医学教育研究センター法中毒部門及び千葉大学大学院薬学研究院法中毒学研究室で実施している薬毒物検査を紹介する。加えて、死後に薬毒物の血中濃度を変化させる代表的な濃度変化メカニズム並びに最近の研究で見いだした新規の濃度変化メカニズムについて解説する。

山岸 由和, 永澤 明佳, 小椋 康光, 岩瀬 博太郎

### 1 はじめに

最近では法医学を題材にしたドラマが増えてきており、法医学が世間一般に知られてきている。ドラマ中では様々な死因でヒトが死亡している場面があり、薬毒物中毒が死因となる場面も描かれる。比較的速やかに薬毒物が特定されるが、実場面では捜査情報が乏しいなどで死因に関与したと考えられる薬毒物に関する情報がない場合、薬毒物を特定することは難しい。薬毒物の検査は法中毒学者によって実施される。法中毒学は薬学的、医学的、法的な立場で人々のあらゆる権利を守るために必要な研究分野である。本講義では日本の法医学領域における法中毒学及び薬毒物検査の現状に加えて千葉大学法医学教育研究センター法中毒部門及び薬学研究院法中毒学研究室で実施している薬毒物検査について紹介する。

### 2 法中毒学の歴史と最近の動き

明治 26 年 (1893 年) に東京帝国大学医科大学薬学科に生薬学、衛生裁判化学、薬化学の 3 講座が設置された。衛生裁判化学講座は東京帝国大学医科大学薬学科教授の丹波敬三が開講し、この衛生裁判化学講座が現在の法中毒学の基になっている。また、裁判医学講座は同時期に東京帝国大学医科大学法医学教室教授の片山國嘉が開講し、この裁判医学講座が改称され法医学講座となる。この当時は衛生裁判化学講座と法医学講座が連携して、薬物検査結果と解剖結果に基づく鑑定がなされ、死因の判定は大学内における医薬の分業・連携の上で実施されていた。しかしながら、現在では衛生裁判化学は衛生化学となり、公衆衛生学領域を含めて衛生薬学となったため、薬学部が鑑定に携わることは無くなり、法医学領域の一部として法中毒学部門が薬毒物検査を実施している。

近年、法中毒学に関連した二つの大きな動きがあった。一つ目の動きとして、2020 年 4 月に死因究明等推進基本法が施行された。厚生労働省に設置された死因究明等推進本部で法医学における薬毒物検査の在り方を含めた今後の日本の死因究明の在り方が議論されている。二つ目の動きとして 2021 年 4 月に千葉大学大学院薬学研究院・薬学部において法中毒学研究室が新規に設置された。これにより、法医学における死因判定は大学内における医薬の分業・連携の上で再び実施でき、加えて法中毒学の後継者育成の推進が期待される。

### 3 法医学領域における薬毒物検査の現状

日本では警察が取り扱った死体の死因判定において、TriageDOA<sup>®</sup>、DRIVEN-FLOW<sup>®</sup> など簡易な薬物スクリーニング検査キットが頻繁に使用される。覚醒剤、麻薬、大麻、睡眠薬等の薬物は、これらのキットを使うことによりどこでも誰でも簡便に判定できる。一方で、治療域を超える摂取による医療用医薬品や OTC 医薬品 (大衆薬) の検出や定量、テトロドトキシンやトリカブトを含む自然毒等毒物の検出はできず、死因判定を目的とする検査としては不十分である。正確に死因を判定し、薬毒物がかかわる犯罪等の見逃しを防止するためには、定性及び定量可能な質量分析装置を用いた薬毒物検査を実施する必要がある。各大学の法医学教室は質量分析装置付きのガスクロマトグラフ装置あるいは液体クロマトグラフ装置を 1, 2 台有し、技術職員 1 名程度が薬毒物検査を実施しているところもあるが、薬物検査を実施していないところも多い。また東京都監察医務院は、質量分析装置を数台保有し、技術職員数名が薬物検査を担当している。各機関ともに死因判定のための薬毒物検査を実施するには人材及び機器が乏しい状況にあるが、残念ながらそれぞれの機関は相互に連携なく薬毒物検査を行っている現状である。一方で、法中毒学が進んでいるスウェーデンやオーストラリア等の法医学施設は多数の分析機器と人材を集約することで多数の試料及び多種

類の薬物に対応している。日本の薬毒物検査は諸外国に比べ未発達であり、諸外国の法医学施設を参考にしながら今後発展させる必要がある。

#### 4 薬毒物検査について

医師・錬金術師で「毒性学の父」と呼ばれるパラケルスス (Philippus Aureolus Theophrastus Bombastus von Hohenheim-Paracelsus, 1493-1541) が「物質にはすべて毒性がある：毒性のないものはない。物質を毒にするのは量である」と提唱している。このことからわかるように特定の薬毒物を検出するだけでは中毒死の判断をすることはできず、薬毒物を特定しその薬毒物を定量することが重要である。千葉大学法医学教育研究センター法中毒部門及び薬学研究院法中毒学研究室 (以下、本学法中毒部門) では薬毒物検査、VOC (volatile organic compounds) 検査、アルコール検査、シアン検査を担っている。薬毒物検査には簡易な薬物スクリーニング検査キットを用いた薬毒物検査、質量分析装置を用いた薬物スクリーニング検査及び定量検査が含まれる。

##### 4.1 簡易薬物スクリーニング検査キット

簡易薬物スクリーニング検査キットは、救命救急の現場において意識障害のある患者に対し覚醒剤や大麻、睡眠薬などのいわゆる乱用薬物使用の有無を短時間で判定するために開発されたものである。検体として尿 (なければ代用検体として胸腔内液等) を用いる。代表的なものとして TriageDOA<sup>®</sup> (2020年12月販売中止)、DRIVEN-FLOW<sup>®</sup>などが用いられる。これらのキットはフェンシクリジン類、ベンゾジアゼピン類、コカイン系麻薬、覚醒剤、大麻、モルヒネ系麻薬、バルビツール

酸類、三環系抗うつ剤などを特別な技術がなくとも検出することができる。しかしながら、偽陽性や定量性がないなど死因究明には得られる情報が足りない。代表的な偽陽性として腐敗アミンによる覚醒剤陽性が挙げられる。加えて、薬毒物が代謝物になると感度が低下することもあるため、解釈には注意が必要である。

##### 4.2 分析装置選択

薬毒物検査において特定の薬毒物を検出及び定量する場合、薬毒物の性質に合わせた適当な機器を選択することが重要である (図1)。本学法中毒部門では薬毒物検査には主に液体クロマトグラフ-タンデム質量分析装置 (LC-MS/MS) を用いる。加えて近年、分析対象が不明でも精密質量から薬毒物を判断できる液体クロマトグラフ-四重極飛行時間型質量分析装置 (LC-QTOF-MS)、液体クロマトグラフ Orbitrap 質量分析装置 (LC-Orbitrap-MS) で検査している。しかしながら、各薬毒物の性質はさまざまであり、薬毒物検査には一つの液体クロマトグラフ質量分析装置だけでなく検査原理が異なる多種類の質量分析装置も必要であると考えられる。例えば、シナーの成分であるキシレンなどの揮発性化合物を検査したい場合、揮発成分の検査が得意なガスクロマトグラフ-質量分析装置 (GC-MS) やガスクロマトグラフ-水素炎イオン化検出器 (GC-FID) を用いる。エチレングリコールや重合剤のモノマーなどの工業製品を検査したい場合、LC-QTOF-MS が苦手としている  $m/z$  200 以下の化合物が対象となることが多く、 $m/z$  200 以下の化合物に関しては  $m/z$  が小さいほど分解能が上がる LC-Orbitrap-MS が適している。



図1 本学法中毒部門で使用している機器  
\* : 主に定性分析に使用, \*\* : 主に定量分析に使用

### 4・3 液体クロマトグラフ質量分析装置を用いた薬毒物スクリーニング検査

本学法中毒部門では捜査情報や解剖結果などを考慮にいたした上で、対象薬毒物のスクリーニングを2段階で実施している。1次スクリーニングはLC-MS/MSを用いた約270種類の医薬品や違法薬物、2次スクリーニングはLC-QTOF-MSを用いた約3000成分の乱用薬物、医薬品、農薬、代謝物及び自然毒のライブラリーを用いた non-target スクリーニングをしている。最近では自殺や犯罪に使用される薬毒物が多様化しているのを踏まえ、LC-Orbitrap-MSを用いた約19000成分を対象とした non-target スクリーニングも検討し始めている(表1)。

LC-MS/MSを用いた薬毒物検査ではターゲットの薬物を定めた multiple reaction monitoring (MRM) 測定を、LC-QTOF-MS及びLC-Orbitrap-MSを用いた薬毒物検査ではターゲットを決めず、すべてのデータを取得し化合物ライブラリーと照合する non-target スクリーニングを実施している。本学法中毒部門では絶えず分析法の開

発・改良を実施している。薬毒物に対応した分析条件や化合物ライブラリーはメーカーで法中毒学によく検出される化合物にフォーカスしたものが提供されているかもしくは購入することが可能である。装置の状態によって得られる情報が異なるため、MS条件(コリジョンエネルギー等)を変化させるなどさまざまな分析条件で測定された化合物ライブラリーであると望ましい。化合物ライブラリーは各社で薬毒物の数および種類が異なる場合があるので注意が必要である。

#### 4・3・1 検体の種類とLC-MS用前処理

薬毒物スクリーニング検体の種類としては心臓血及び尿をルーティン分析の検体として、採取困難であれば胸腔内液、脂肪、胆汁、<sup>だいたい</sup>大腿筋、肝臓、大腿骨や頭蓋骨から薬毒物を抽出し、薬毒物スクリーニング検査を実施する。捜査情報を考慮し解剖医と連携して必要な検体を採取することが重要であり、基本的に検体があれば全例薬毒物スクリーニング検査を実施する。血液以外の検体を検査したほうがよい例として、プロポフォール等の脂溶性の高い薬物は血液中より脂肪中に多く存在していることがあるため、脂肪を採取しておくことが望ましい。

解剖検体は何の薬毒物が含まれているか、濃度がどの程度か不明な場合がほとんどである。そのため前処理はできる限り簡便で、多くの薬毒物が抽出される方法が望ましい。本学法中毒部門では血液及び尿などの液体検体に対しては主に検体量に4倍量のアセトニトリルでタンパク質を除去するアセトニトリル抽出をしている。この方法ではほとんどの薬毒物が抽出されると予想されるが、検体が精製されていないため機器を汚染するなど負担をかけることがある。一方、QuEChERS (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe) 法は脂質成分等を除去でき、薬毒物を精製もできるため使用している機関が

表1 本学法中毒部門における分析装置別薬毒物分析対象

機種	分析対象	化合物数
LC-MS/MS	主に乱用薬物・医薬品	270
LC-QTOF-MS	乱用薬物・医薬品・農薬・代謝物・自然毒	約3000
LC-Orbitrap-MS	乱用薬物・医薬品・農薬・代謝物・自然毒・工業製品	約19000
GC-MS	揮発性化合物	約20
GC-FID	エタノール、アセトン、 <i>n</i> -プロパノール、 <i>tert</i> -ブタノール	4
HPLC-FLD	シアン、チオシアン酸	2

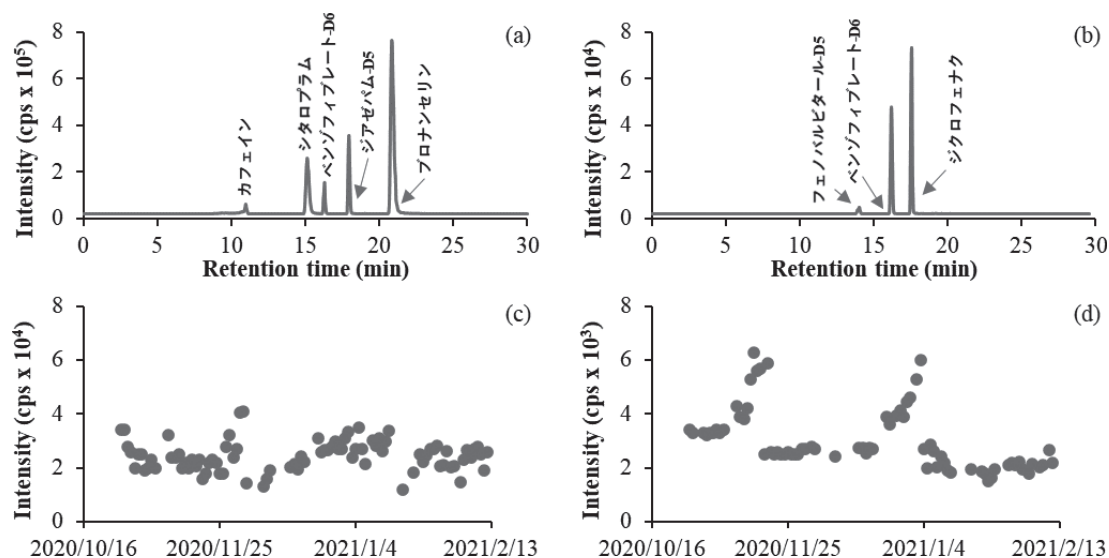


図2 SST溶液による機器コンディション確認と感度の日間変動。

(a) Positive modeにおける機器コンディション確認、(b) Negative modeにおける機器コンディション確認、(c) カフェインの感度の日間変動、(d) フェノバルピターール-D5の感度の日間変動。

多いが、担体によっては特定の薬毒物を強く吸着してしまうため、使用する前に検査したい薬物に合わせて QuEChERS 法の前処理条件を検討する必要がある。

#### 4・3・2 LC-MS/MS のバリデーション

本学法中毒部門では、事前に測定したデータを用いて薬毒物ごとに検量線を作成しておき、当日測定で得られたデータから簡易的に薬毒物の定量値を出している。事前に作成した検量線を用いるため、装置のコンディションが常に一定であることが必要である。しかしながら、質量分析装置での測定は日々測定感度等のコンディションが大きく変化しており、検出下限や MS/MS のフラグメントパターン等が変わることがある。そのため、複数の標準品を用いて日々機器の状態を把握する system suitability test (SST) を実施している (図 2)。本学法中毒部門では、SST にジアゼパム-D5、カフェイン、シタロプラム、ベンゾフィブレート-D6、プロナンセリン、フェノバルビタール-D5、ジクロフェナクの溶液を用いている。確認する装置コンディションの内容としては各標準品の感度、保持時間 (retention time, RT)、ピーク形状、MS/MS スペクトラム等である。この確認内容で前日から二割程度の変化がみられた場合、MS の洗浄、カラム、ガードカラム及び消耗品の交換、さらに MS の装置パラメーターの変更等を実施し、基準としているコンディションに戻している。

#### 4・3・3 LC-MS/MS 及び LC-TOF-MS, LC-Orbitrap-MS の解析

MRM 測定した場合、特定の RT にピークがあるかどうかで薬毒物があるか判断する。ソフトウェアにてオートでピークをピッキングするとわずかな RT のずれやピーク形状の違いによって拾われないことがあるため、必ず目視にて検査結果を確認することが推奨される。加えて、MRM 条件を二つ以上でデータを取得し、ピークの有無のみで薬毒物を判断する場合、死後変化している検体では偽陽性となる可能性がある。そのため、MS/MS スペクトラムを MRM と同時に取得し、MS/MS スペクトラムも考慮した上で判断することが望ましい。MS/MS スペクトラムは化合物ライブラリーに登録されているデータを参考にすることが多いが、取得される MS/MS スペクトラムは同じ測定条件でも装置間で微妙に異なるため、必要に応じて目的の薬毒物標品を購入し、事前に測定しておく と解析の精度は上がる。

ライブラリー検索を実施する場合は、特定のしきい値を決めてすべてのデータとライブラリーを比較し薬毒物を検出する。この際、精密質量にズレがあると薬毒物候補がはじかれてしまうため、事前に必ずキャリブレーションを行い、出力される  $m/z$  値を補正する。加えて、安定したデータを取得するために装置に風が当たらないようにすることや部屋の温度を一定とするなど実験環境を一定にする対応が必要である。

#### 4・4 アルコール分析

検体として血液あるいは尿を用い、ヘッドスペースバイアルに一定量封入する。測定はヘッドスペースオートサンプラーの付いたガスクロマトグラフ-水素炎イオン化検出器 (gas chromatograph-flame ionization detector, GC-FID) を用いる。測定対象として、エタノールに加えて、アセトン、*n*-プロパノール、*tert*-ブタノール (内部標準) を測定する。エタノールを摂取していなくても、エタノールは死後にバクテリア等により *n*-プロパノールとともに産生されることが知られているので、エタノールの死後産生を裏付けるため *n*-プロパノールの測定が行われる。しかし、エタノールとともに *n*-プロパノールを産生しないバクテリアも存在しているためエタノールの死後産生の解釈には注意が必要である。また、近年ではエタノールのグルクロン酸抱合体や硫酸抱合体が生前のアルコール摂取のバイオマーカーとして利用されている。

#### 4・5 シアン化物分析

検体として血液を用いる。シアン対応の北川式検知管は簡便ではあるが、感度が機器分析に比べて悪く、また、偽陽性を呈する可能性がある。本学法中毒部門では、血液を酸性にしてシアン化水素として揮発させた後、水酸化ナトリウム水溶液にシアン化物イオンとしてトラップし、その溶液を測定サンプルとする。測定には液体クロマトグラフ-蛍光検出器 (HPLC-FLD) を用いる。シアン化物イオンを HPLC カラムで分離後、ポストカラム法で誘導体化し、蛍光検出器で検出する。検出感度は 1 ng/mL 以上となっており、シアン化物イオンに対応した北川式検知管に比べて高い感度及び選択性を有する。シアン化物イオンは健康人の血液中に一定濃度存在しており、一般的に血中シアン化物イオン濃度は喫煙者に高い。シアン化物イオンが検出されたからといって必ずしも事件性があるとは限らない。火災の事例の場合、壁材等が燃焼されることによってシアン化合物が発生し、シアン中毒になることがある。

## 5 薬物検査結果データベース及び統計

本学法中毒部門では薬物検査結果のデータベースを作っている。表 2 に過去 4 年間の解剖で得られた心臓血より検出された薬物 Top10 を示す。これらの情報は千葉大学法医学教育研究センターの HP に公開している。どのような薬物が検出されたか公開している機関は少なく、解剖に付されるご遺体に都道府県ごとの差があるためバイアスがかかっている可能性はあるが、投薬または薬物乱用の流行を反映していると考えている。

検出された薬物として高血圧症治療薬のアムロジピン、解熱鎮痛薬のアセトアミノフェンが毎年のように最上位にくる。メタンフェタミンやアンフェタミンは千葉

表 2 解剖で得られた心臓血より検出された薬毒物 Top10 (年別)

2017	2018	2019	2020
1. アムロジピン	1. アセトアミノフェン	1. アセトアミノフェン	1. アセトアミノフェン
2. アセトアミノフェン	2. アムロジピン	1. アムロジピン	2. 7-アミノフルニトラゼパム
3. エフェドリン	3. ジフェンヒドラミン	3. クロルフェニラミン	3. アンフェタミン
4. メチルエフェドリン	4. クロルフェニラミン	4. 7-アミノフルニトラゼパム	3. ジフェンヒドラミン
4. サリチル酸	5. メタンフェタミン	4. エフェドリン	3. メタンフェタミン
4. クロルフェニラミン	6. エフェドリン	4. メチルエフェドリン	6. アムロジピン
4. アンフェタミン	7. 7-アミノフルニトラゼパム	4. サリチル酸	7. ケトプロフェン
4. メタンフェタミン	7. アンフェタミン	8. ジフェンヒドラミン	8. 7-アミノニトラゼパム
9. 7-アミノフルニトラゼパム	7. サリチル酸	8. ケトプロフェン	8. サリチル酸
9. ジフェンヒドラミン	10. ケトプロフェン	8. メトホルミン	8. ゴルピデム

県において警察が簡易薬毒物キットにおける覚醒剤陽性反応を解剖実施の決定材料にしているため、解剖にくる頻度が高く、このようなバイアスのために上位に来ていると考えられる。2020年に10位にランクインしたゾルピデムは非ベンゾジアゼピンの睡眠薬であり、最近処方されることが増えてきており、解剖検体で検出される薬物も流行を反映していると考えられる。ジフェンヒドラミンは睡眠改善薬で、簡単にドラッグストアで購入でき、睡眠薬と思い込んで服用することから練炭自殺した事例から検出されることが多い。薬物検査結果の統計を解析することでジフェンヒドラミンのように自殺で使用する薬物を明らかにでき、購入制限などで薬による自殺を予防できる可能性がある。

## 6 法中毒学の課題と最新の研究

### 6・1 法中毒学の課題

法中毒学における最も重要な検体は血液であり、中毒死の判断には薬毒物の血中濃度が重要となってくる。しかしながら、生前の薬物動態は停止しているものの、死後時間が経過した血液では生前では考えられないような濃度変化が起こっていることがある。図3に示すように代表的な濃度変化として死後の再分布があげられる。死後の再分布は薬物を高濃度含有した胃などの臓器から薬物がしみだして血液に流入することで起こる。他の死後変化として、バクテリアや血液中のエステラーゼによる死後分解があげられる。生前と違い血液中でバクテリ

### 死後濃度変化メカニズム

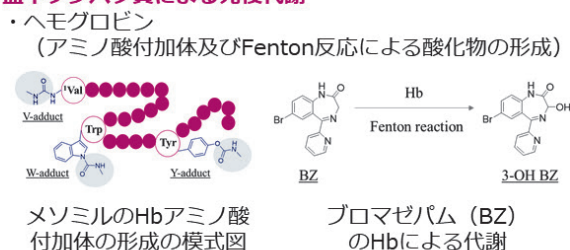
#### 今まで

- ✓ 死後の再分布
- ✓ 死後分解
  - ・血中エステラーゼ
  - ・バクテリア

#### 最近の研究成果を踏まえて

- ✓ 死後の再分布
- ✓ 死後分解
  - ・血中エステラーゼ
  - ・バクテリア

#### ✓ 血中タンパク質による死後代謝



#### ・ヒト血清アルブミン (アミノ酸付加体の形成)

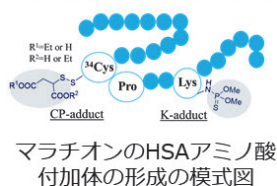


図 3 死後濃度変化メカニズムの今までと最近の研究成果を踏まえて

アが繁殖し、薬毒物を分解する。生前より残存していた血液中のエステラーゼが死後に薬毒物と反応する。このように死後にはさまざまな要因によって濃度変化がおり、死後直後の薬毒物の血中濃度がわからなくなることが一番の課題である。

## 6・2 代表的な濃度変化メカニズムに関する研究

### 6・2・1 薬毒物の死後再分布のメカニズム解析

LC-MS/MS を用いた死後検体の薬毒物スクリーニング検査にて、アルツハイマー治療薬であるドネペジル及びメマンチンが過量服用の形跡がない多くの事例から致死域の血中濃度で検出されることを見いだした<sup>1)2)</sup>。ドネペジルに関しては、ラットにドネペジルを投与、死後に経時的に各臓器の薬毒物濃度を測定し、死後にドネペジルの血中濃度が上昇するメカニズムを解析した。結果、死後変化により pH が下がることで生前に肺に蓄積していたドネペジルが結合していたタンパク質より解離し、血液中に拡散することで、死後のドネペジルの血中濃度を大きく上昇させることを明らかにした<sup>3)</sup>。

## 6・3 最近の研究成果

上述の死後の再分布やエステラーゼ、バクテリアによる死後分解が死後の薬毒物の血中濃度を変化させる要因と考えられてきた。近年、本学法中毒部門ではヘモグロビンとアルブミンが死後の薬毒物の血中濃度低下に寄与していることを見いだした。これらのタンパク質は血中に豊富に存在しており、誰しもが保有しているため死後直後の薬毒物濃度変化の主たる原因と考えられる。

### 6・3・1 ヘモグロビン (Hb)

Hb は赤血球中に豊富に含まれるタンパク質で酸素の輸送を行う。生前では赤血球内部に Hb は存在しているが、死後では溶血に伴い赤血球から Hb が放出される。生前では Hb と相互作用しない薬毒物も死後では相互作用する可能性があり、死後特有の反応が起こる。Hb とメソミルの相互作用及び Hb とプロマゼパムの相互作用の二つを紹介する。

#### 6・3・1・1 アミノ酸付加体形成

カーバメート農薬であるメソミルは世界中で販売されている殺虫剤である。日本において農薬自殺や偶発的な曝露の死において 3 番目に頻繁に用いられる農薬で、死体血においてメソミルの血中濃度が予想された濃度より低いもしくは検出できないことが報告されている。血液を血漿、血球、血球成分、赤血球膜、アルブミン、Hb、その他の成分に分画し、各画分にメソミルを添加したときのその濃度変化を検討することで、Hb によって特異的に濃度減少することを見いだした。その濃度変化メカニズムはアミノ酸付加体の形成であり、Hb 中のトリプトファン (W)、チロシン (Y)、バリン (V) にメソミルのカルバモイル基が結合する<sup>4)</sup>。また、メソミ

ル濃度依存的に Hb 中にアミノ酸付加体を生成することから、このアミノ酸付加体生成量からメソミルの血中濃度を算出する方法を見いだした。上で述べたようにメソミル中毒死の事例では血中においてメソミルが検出されないことが多々ある。アミノ酸付加体生成量からメソミルの血中濃度を算出する方法を用いると死後直後のメソミルの血中濃度が算出でき、メソミル中毒死を判断できる。また、メソミルと Hb の相互作用は生前では報告されなく、死後に溶血することで赤血球から Hb が放出されることにより起こる死後特有の反応であると考えられる。

#### 6・3・1・2 Fenton 反応による死後薬毒物代謝

Hb は分子内に二価の鉄を四つ保有している。この二価の鉄が死後に Fenton 反応を介して、活性酸素種を発生させることを見いだした。生前の血漿中では、鉄はトランスフェリンに結合しているため、三価が主であり Fenton 反応は起こらないが、死後では溶血することで赤血球から Hb が放出され、それに含まれる二価の鉄が血漿中に供給されることで Fenton 反応が起こることが明らかになった。この反応で生成した活性酸素種により、大半のベンゾジアゼピン系睡眠薬が酸化されることを見いだした。ベンゾジアゼピン系睡眠薬は共通の構造を持っているが、特にプロマゼパムの酸化は早く、酸化体である 3-水酸化プロマゼパムに変換された。プロマゼパム中毒検体を用いた検討では死後経過時間と 3-水酸化プロマゼパムの生成量には正の相関がみられ、死後経過時間とともに 3-水酸化プロマゼパムが生成されることが明らかとなった<sup>5)</sup>。このことから 3-水酸化プロマゼパムは死後直後のプロマゼパムの血中濃度を推定するバイオマーカーとして使用できる可能性を見いだした。法中毒学では薬毒物そのものの濃度で中毒死かどうかを判断することが多く、死後に産生される代謝物まで加味した判断はできておらず、本研究は死後に産生される代謝物も定量して、中毒死を判断する材料に加えた方がよいことを示している。

#### 6・3・2 ヒト血清アルブミン (HSA)

アルブミンは血液中に豊富に含まれる輸送タンパク質で、エステラーゼ活性を持つ。また、化学兵器や農薬の有機リン化合物とアミノ酸付加体を形成することが知られている。マラチオンと HSA のアミノ酸付加体形成を紹介する。

##### 6・3・2・1 アミノ酸付加体形成

有機リン農薬であるマラチオンは世界中で販売されている殺虫剤である。日本において農薬自殺や偶発的な曝露の死において 5 番目に頻繁に用いられる農薬である。事例によっては死体血においてマラチオンを検出できないことが報告されている。近年、HSA によってマラチオン濃度が減少することを見いだした。その濃度減少メカニズムは HSA 中にアミノ酸付加体が形成されること

であり、リシン (K) にマラチオンのリン酸部位が、システイン (C) にマラチオンのエステル部位が結合するということが、質量分析法により確かめられた<sup>6)</sup>。また、マラチオン濃度依存的に HSA 中にアミノ酸付加体を生成することから、このアミノ酸付加体生成量からマラチオンの血中濃度を算出する評価法を見いだした。上で述べたようにマラチオン中毒死の事例では血中においてマラチオンが検出されないことが多々ある。アミノ酸付加体生成量からマラチオンの血中濃度を算出する方法を用いると死後直後のマラチオンの血中濃度が算出でき、マラチオン中毒死を見逃さずにすむ。また、生前のマラチオンの分解は肝臓中でのカルボキシエステラーゼによる分解が主で、HSA 中のアミノ酸との付加体形成は報告がないことから、後者は生前ではマイナーな反応であると考えられた。HSA 中のアミノ酸との付加体形成は、死後に血流がないため薬毒物が移送されず、血液中に豊富に存在している HSA と反応する死後特有の反応であると考えられた。

## 7 おわりに

日本の法医学領域における法中毒学及び薬毒物検査の現状に加えて、千葉大学法医学教育研究センター法中毒部門及び千葉大学大学院薬学研究院法中毒学研究室で実施している薬毒物検査を紹介した。ドラマでは薬毒物検査は一日もかからず結果がでてくるイメージがあり、死因に関与した薬毒物を速やかに明らかにしているが、人材不足もあり紹介したさまざまな機器を用いても現実的には難しい。また、死因に関与している薬毒物そのものが検出できればよいが死後に薬毒物の血中濃度が変化している場合もあるため、さらなる研究が必要な場合が多い。研究、後継者育成等の課題が山積な法中毒学であるが、本講義で法中毒学に興味を持っていただけた方がいたら幸いである。

## 文 献

- 1) S. Nagasawa, S. Torimitsu, F. Chiba, Y. Kubo, D. Yajima, H. Iwase : *Forensic Sci. Int.*, **251**, 132 (2015).
- 2) S. Nagasawa, D. Yajima, S. Torimitsu, F. Chiba, H. Iwase : *Forensic Sci. Int.*, **257**, 12 (2015).
- 3) S. Nagasawa, N. Katagiri, A. Nara, F. Chiba, Y. Kubo, S.

Torimitsu, D. Yajima, M. Akutsu, H. Iwase : *Forensic Sci. Int.*, **266**, 1 (2016).

- 4) Y. Yamagishi, H. Iwase, Y. Ogra : *Chem. Res. Toxicol.*, **34**, 161 (2021).
- 5) Y. Yamagishi, H. Iwase, Y. Ogra : *Fundam. Toxicol. Sci.*, **8**, 61 (2021).
- 6) Y. Yamagishi, H. Iwase, Y. Ogra : *Sci. Rep.*, **11**, 11573 (2021).



山岸由和 (Yoshikazu YAMAGISHI)

千葉大学大学院医学研究院附属法医学教育研究センター (〒260-8670 千葉県千葉市中央区亥鼻 1-8-1)。千葉大学大学院医学薬学府博士課程修了。博士 (薬科学)。第一種放射線取扱主任者。《現在の研究テーマ》薬毒物中毒マーカーの探索及び同位体を用いた薬物分析法の開発。《趣味》漫画収集。

E-mail : yamagishiyo@chiba-u.jp



永澤明佳 (Sayaka NAGASAWA)

千葉大学大学院医学研究院。千葉大学大学院薬学研究院 (〒260-8670 千葉県千葉市中央区亥鼻 1-8-1)。千葉大学大学院医学薬学府博士課程修了。博士 (医学)。薬剤師。《現在の研究テーマ》薬物死後再分布のメカニズム解析。《主な著書》“隠された真相を暴け クイズなるほど the 法医学”。(金芳堂)。《趣味》映画鑑賞。

E-mail : nagasawa.s@chiba-u.jp



小椋康光 (Yasumitsu OGRA)

千葉大学大学院薬学研究院 (〒260-8675 千葉県中央区亥鼻 1-8-1)。千葉大学大学院薬学研究院科博士後期課程修了。博士 (薬学)。薬剤師。《現在の研究テーマ》メタロキス解析及び災害関連死メタボロミクス解析。《主な著書》“衛生試験法・注解 2020”。(金原出版株式会社)。《趣味》バイク。

E-mail : ogra@chiba-u.jp



岩瀬博太郎 (Hirotarō IWASE)

千葉大学大学院医学研究院 (〒260-8670 千葉県中央区亥鼻 1-8-1)。東京大学大学院医学系研究科博士課程修了。博士 (医学)。医師。法医学会法医指導医。《現在の研究テーマ》法医病理学。法医学画像診断学。《主な著書》“死体は今日も泣いている” (光文社)。《趣味》野球観戦。

E-mail : iwase@faculty.chiba-u.jp

## マスクのサイズや装着方法による捕集性能への検証

### 1 はじめに

近年、咳エチケットとして感染症の原因となる病原性微生物を人にうつすリスクを軽減する目的<sup>1)</sup>や清潔志向の高まりによって、マスクの装着が長期間・長時間化する傾向にある。またここ数年の間で、直径  $2.5 \mu\text{m}$  以下の浮遊微粒子 PM2.5 による大気汚染が、問題視されるようになった。PM2.5 には有害な物質が多く含まれ、その粒子径も非常に小さいことから、ヒトが吸い込むと気管支や肺に到達し、人体に悪影響を及ぼす危険性が指摘されている。一般用 Mask (JIS T 9001) の微小粒子捕集効率 (PFE) では  $0.1 \mu\text{m}$  のポリスチレンラテックス粒子を捕集する試験を行っており、実測平均値で 95 % 以上の捕集効率がある場合は PFE 試験に適合した Mask となる。そのため PM2.5 の曝露<sup>ばくろ</sup>リスク低減の手段としても、マスクを装着する人は多い。

そこで本稿では PM2.5 相当の大きさの粒子を対象とし、マスクの装着方法およびサイズの違いによる捕集性能を評価した結果を紹介する。

### 2 検証の概要

検証対象：塩化ナトリウム  $0.1 \mu\text{m}$  (粒子径発生装置を用いての試験で  $0.06 \sim 0.1 \mu\text{m}$  が中央値)。

検証マスク：ユニ・チャームの『超快適<sup>®</sup>ふつうサイズ (以下、超快適)』(図 1 左)と『超立体<sup>®</sup>ふつうサイズ (以下、超立体)』(図 1 中央)。

検証方法：マスクを装着した時の、鼻や口への物質の透過量を擬似的に測定できる「マスク性能検査装置」の人頭模型にマスクを装着し PM2.5 相当の大きさの塩化ナトリウムをボックス内に散布した (図 2)。マスクのサイズや装着方法の違いから散布した塩化ナトリウム粒子のうち、どのくらいの粒子をマスク内に侵入させずに防げたかを捕集性能とし評価し、マスクのサイズや装着方法による違いを検証した。なお、ここではノーズフィットを使い鼻まで完全に覆い、ブリーツを広げて



図 1 超快適 (左), 超立体 (中央), ゴム耳タイプ (右)



図 2 マスク性能検査装置

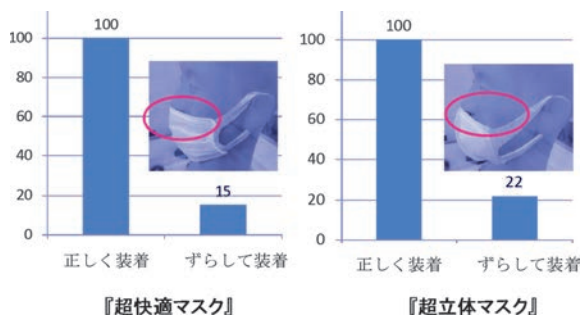
(超快適の場合のみ) 着用することを「正しい装着」とした。

### 3 結果

#### 3.1 装着方法の違いによる捕集性能

##### 3.1.1 鼻を出してマスクを装着した時

正しく装着した場合と鼻を出して装着した時の捕集性能を比較したところ、図 3 に示すように『超快適』、『超立体』ともに鼻を出して使用すると、捕集性能が約 2 割まで下がることわかった。



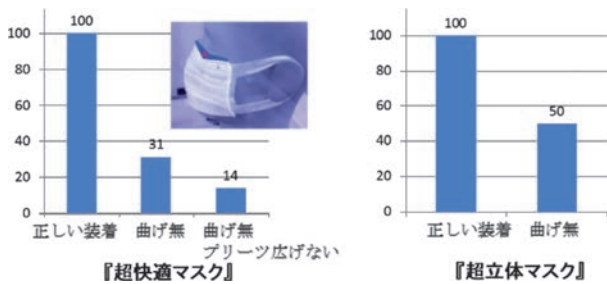
(正しくマスクを装着した時を 100 とした)

図 3 鼻を出して装着した時の捕集性能の違い

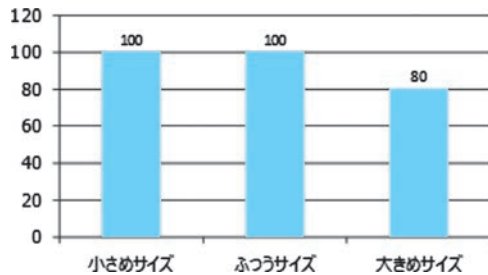
##### 3.1.2 ノーズフィットの曲げ方、ブリーツの広げ方の違い

それぞれ正しく装着した時と比較するとノーズフィットを曲げない場合、『超快適』、『超立体』いずれも捕集性能がそれぞれ 31 %、50 % に下がること確認された (図 4)。また『超快適』のブリーツを広げずにノーズフィットを曲げない場合は、捕集性能が約 1 割まで下がることわかった。





(ノーズフィットを曲げ、プリーツを広げた状態を100とした)  
 図4 ノーズフィットの曲げ方、プリーツの広げ方による捕集性能の違い

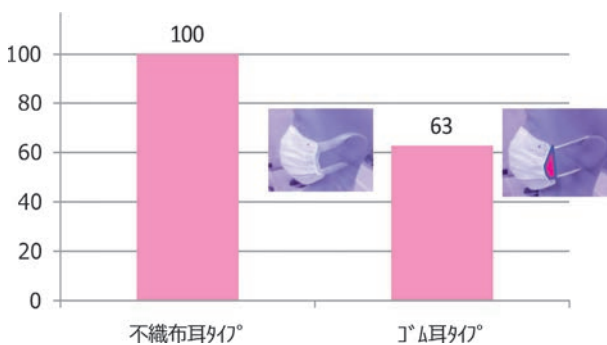


(ふつうサイズを装着した時の捕集性能を100とした)  
 図6 『超立体』サイズによる捕集性能の違い

### 3.2 素材・サイズの違いによる捕集性能

#### 3.2.1 耳部素材の違い

従来の「不織布耳タイプ」に対し、耳部素材を「ゴム耳タイプ（図1右）」に変更した『超快適』で、捕集性能に違いがあるかを検証した。検証の結果、「ゴム耳タイプ」は顔のサイドの頬部に隙間ができやすいことから、約6割まで捕集性能が下がることがわかった（図5）。



(不織布耳タイプ装着時の捕集性能を100とした)  
 図5 耳部素材の違いによる捕集性能

#### 3.2.2 マスクサイズの違い

『超立体』の各サイズを装着し、捕集性能を評価した。その結果、顔に対して大きすぎるマスク（大きめサイズ）は顔とマスクの間に隙間ができることから、顔のサ

イズに合っているマスク（ふつうサイズ）を装着した時と比べ、捕集性能が8割まで低下することがわかった。また、小さすぎるマスク（小さめマスク）を装着した時は、顔との間にできる隙間の大きさに違いがないことから捕集性能に差はないものの、締めつけなど負荷が加わることから、実際に人が使用する場合には耳を痛めてしまう場合がある。

### 4 考察

PM2.5の防護対策の一つに「マスクの装着」が有効であるとされているが、今回の検証で、単にマスクを装着するだけでなく、正しいサイズ選びや装着方法が重要であることが実証された。隙間を作らないマスクのつけ方<sup>3)</sup>およびマスクの選び方<sup>4)</sup>については、今後も啓蒙が必要である。

#### 文献

- 1) T. Mitze, R. Kosfeld, J. Rode, K. Wälde: Face masks considerably reduce COVID-19 Cases in Germany (2020).
- 2) N. C. Brienen, A. Timen, J. Wallinga, J. E. van Steenberghe, P. F. Teunis: *Risk Anal.* **30**: 1210-8 (2010).
- 3) マスクの効果を発揮！すき間をつくらないマスクのつけ方, ユニ・チャーム株式会社, <https://jp.unicharm-ask.com/ja/wear-no-space.html> (2021年9月14日, 最終確認).
- 4) あなたにぴったりのマスクは?, ユニ・チャーム株式会社, <https://jp.unicharm-mask.com/ja/how-to-choose.html> (2021年9月14日, 最終確認).

[ユニ・チャーム株式会社 岩井若菜]

# 食品中のグリホサート, グリホシネート及びその代謝物の残留分析法



穂 山 浩

## 1 はじめに

農業は、国内外のリスク評価機関により安全性の閾値が決まっており、その閾値を基に環境及び食品安全で規制対象と基準値が定められている。グリホサートやグリホシネートとよばれる除草剤は、作物栽培や芝生管理を目的に世界中で広く使われている。グリホサートやグリホシネートの安全に関する紹介は省略するが、基準値の監視は非常に重要であり、そのための分析法が多く報告されてきた。北米を中心にグリホサートやグリホシネートをアセチル体にする酵素を組みこんだ除草剤耐性の遺伝子組換えの大豆、トウモロコシ、ナタネの栽培面積が増えていることから、親化合物だけでなくその代謝物についても規制対象になっている(図1)。すなわち、グリホサートはグリホサート及びN-アセチルグリホサートの合計量、グリホシネートは、グリホシネート、3-メチルホスフィニコプロピオン酸(MPPA)、N-アセチルグリホシネートの合計量が定量する必要がある。果実、野菜、大豆、牛乳等の多くの食品試料中の残留を測定する分析法は、主として液体クロマトグラフィー/質量分析法(LC/MS)やガスクロマトグラフィー/質量分析法(GC/MS)により開発されている。グリホサート

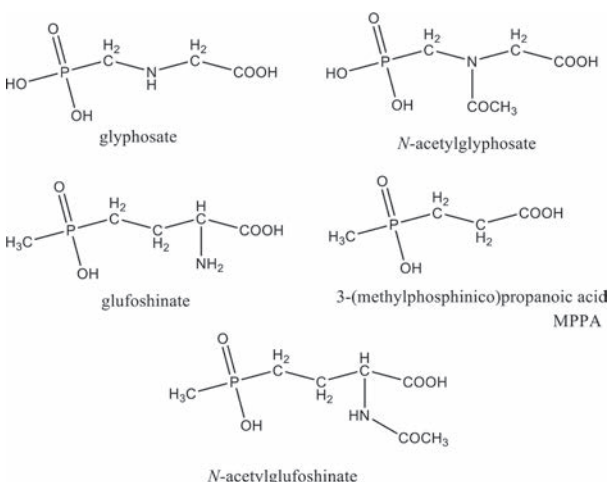


図1 食品中のグリホサート及びグリホシネートの残留規制対象物質

Residue Analytical Method for Glyphosate, Glufosinate, and Their Metabolites in Foods.

やグリホシネートは高極性のイオン化合物であることから、質量分析法で測定する際は、極性を低くして逆相HPLCで分析することとイオン化効率の向上を目的に第一級アミン、第二級アミンに反応する9-fluorenylmethoxycarbonyl chloride (FMOC-Cl), dansyl chloride, および第一級アミンと反応するo-phthalaldehyde (OPA)を用いた誘導体化が必要である。しかしながら、代謝物であるN-アセチルグリホサートやMPPAは第一級および第二級アミンを含まないため誘導体化が難しく、親化合物と同時に微量分析することが困難を極めている。本話題では食品試料中のグリホサートあるいはグリホシネートの分析とその問題点を紹介する。

## 2 Online-SPE-LC-MS/MSのグリホサートの分析

Thompsonらは蜂蜜中のグリホサート、その分解物であるアミノメチルホスフォニック酸(AMPA)、及びグリホシネートの同時分析法を報告している<sup>1)</sup>。具体的には、蜂蜜溶液をFMOC-Clでプレカラム誘導体化し、オートサンプラーとカラムの間に固相抽出カートリッジを導入したonline-SPE-LC-MS/MSで分析する方法である。5 mg/kg, 50 mg/kg, 150 mg/kgの添加ですべての分析対象物を95.2~105.3%で回収できている。室間精度も1.6~7.2%の範囲であった。定量限界は1 mg/kgであった。しかしながら、誘導体化や安定同位体標準物質による補正が必要であり、N-アセチル体は分析していない。Jansonsらは、ダンシルクロライドでプレカラム誘導体化後に、前処理を行い、逆相HPLCで分離してQ-Exactive Orbitrapで精密質量を検出する分析法を確立し、牛乳、きゅうり、お粥、蜂蜜、牛腎臓、牛肝臓に適用している<sup>2)</sup>。FMOC-CLやダンシルクロライドはN-アセチル体の代謝物を誘導体化できないことから、食品中の規制対象物質を測定できない欠点がある。

## 3 IC-MS/MSを用いたグリホサート, グリホシネート及びそれらの代謝物の分析

Rajskiら、極性を下げる誘導体化の欠点を解決するためにイオンクロマトグラフィー(IC)とポストカラムサプレッサーを用いて溶離液の塩を酸に変換し、さらに高感度質量分析機種種の5500QTRAP(AB Sciex)と連結し、シリアル、果実及び野菜中の代謝物を含めた高極性農薬8化合物の分析法を報告している<sup>3)</sup>。メタノールで抽出後、水で5倍希釈するだけの前処理で、誘導体化の必要がなく、検出限界が0.01 mg/kgである。Meltonらも同様の高感度質量分析機種種6500QTRAP(AB Sciex)とICを連結したIC-MS/MSを使用して適用する高極性農薬の範囲を広げ報告している<sup>4)</sup>。ICとMS/MSを連結することが必要なこと、アミノ基がないためICに保持できないことからMPPAが測定できていないこと、食品の種類の間でリテンションタイムが異なるという欠点を有している。

Nagatomiらは陰イオン交換カラムを用いたLC-MS/MSにより、ビール及び麦茶中のグリホサート、AMPA、グリホシネート、MPPA、N-アセチルグリホシネートの5成分の一斉分析を報告している<sup>5)</sup>。この方法はマトリックスが簡単な食品のみの適用やN-アセチルグリホサートが分析できない欠点はあるが、安定同位体の標準品を用いない定量が可能となっている。

表 1 Quppe 法における HPLC 分離カラムと高極性農薬の分析適用性

separation principle	Ion Chromatography	Anion Ex.	Anion Ex	Carbon	HILIC	HILIC	HILIC	HILIC
column type	AS19	AS 11	AS 11-HC	Hypercarb	Trinity Q1	a: Torus DEA/ b: APPC	Raptor PolarX	ObeliscN
ethephon	○	○	○	○	○	○	○	○
HEPA	○	○	○	○	○	○	○	○
glufosinate	○	○	○	○	○	○	○	○
N-acetyl-glufosinate	○	○	○	○	○	○	○	○
MPPA	○	○	○	○	○	○	○	○
glyphosate	○	○	○	○	○	○	○	○
AMPA	○	○	○	○	○	○	○	○
phosphonic acid	○	(○)	○	○	○	○	○	○
N-acetyl-AMPA	○	NT	○	○	○	○	NT	○
fosetyl-Al	○	—	○	○	○	○	○	(○)
maleic hydrazide	○	—	—	○	—	○	(○)	(○)
perchlorate	○	NT	—	○	○	○	○	○
chlorate	○	NT	—	○	○	○	(○)	○
bialaphos	○	NT	NT	○	○	○	○	NT
cyanuric acid	○	NT	NT	—	—	—	(○)	(○)
bromide	○	NT	NT	○	○	○	○	○
bromate	NT	NT	NT	○	NT	NT	NT	NT
N-acetyl-glyphosate	○	NT	NT	NT	(○)	○	—	○
difluoroacetic acid	○	NT	NT	NT	NT	NT	○	NT
trifluoroacetic acid	○	NT	NT	(○)	NT	NT	○	○
thiocyanate	○	NT	NT	○	NT	NT	○	NT
desmethyl-dimethoate	—	NT	NT	—	NT	NT	NT	NT

○=要件を満たした分離と感度が達成できている。NT=各条件では試験されていない。(○)=マトリックスの影響、分離不足、感度不足等の課題があるが可能と判断される。

#### 4 HILIC カラムを用いた LC-MS/MS の分析

Lopez らは、シリアル、果実及び野菜中のグリホサート及びグリホシネートとその代謝物も含めた 14 高極性農薬の高感度質量分析による LC-MS/MS による分析法を報告している<sup>6)7)</sup>。水やメタノールで抽出・希釈することにより、マトリックス効果を最小化し、HILIC カラムである Obelisc N HILIC column で分離して LC-ESI-QTRAP-MS で高感度検出する。この分析法は、果実、野菜、シリアルの広範囲の食品で適用し、誘導体化操作が必要なく、食品毎でリテンションタイムが安定である分析を可能にしている。安定同位体を用いた内標準法を採用しているため、14 農薬において、併行精度 20 % 以下、70~120 % の回収率を有している。定量限界は 0.02~0.05 mg/kg であった。Nørskov らも生物学的試料中のグリホサート、AMPA、N-acetyl AMPA、N-アセチルグリホサートの同時分析法を報告している<sup>8)</sup>。この方法では、hypercarb カラムと低流速に特徴付けされた高感度化の microLC-MS/MS により、血液と尿試料のほか、食品試料でもアイソクラティック溶出で数分の間で、誘導体化を必要とせず農薬の分析が可能と報告されている。定量限界は血液と尿試料で 0.005 mg/kg としている。

EU では試験室の簡易方法 (EU reference laboratories single residue methods : EURL-SRM) として Quick Polar Pesticide (QuPpe) 法が報告している<sup>9)</sup>。本方法は、加工標準物質としてグリホサート安定同位体を用い、ギ酸の酸性条件メタノールで抽出後、固定相において精製し、LC-MS/MS 分析する方法である。HPLC 分離カラムと高極性農薬の分析適用性の一部を表 1 に示す。

#### 5 結 論

食品中のグリホサート及びグリホシネートの分析法の最新の動向を中心に紹介した。依然として論文には、高価な安定同位体の標準品を用いた内標準法で測定したり、高感度質量分析機種や精密質量分析機種の LC-MS/MS を用いて簡易に測定することを主流になっている。

試験室における食品中のグリホサート及びグリホシネートのモニタリングの分析法としては、規制対象物質のすべてを誘導体化せず、簡易な前処理で、安定同位体の標準品を用いた内標準法やマトリックス検量線を用いず、高感度な機種でなく標準的機種の LC-MS/MS を用いた分析法が望まれる。

#### 文 献

- 1) T. S. Thompson, J. P. van den Heever, R. E. Limanowk : *Food Addit Contam Part A Chem Anal Control Expo Risk Assess.*, **36**, 434 (2019)
- 2) M. Jansons, I. Pugajeva, V. Bartkevics, H. B. Karkee : *J Chromatogr B Analyt Technol Biomed Life Sci.*, **1177**, 122779 (2021).
- 3) L. Rajski, F. J. Diaz Galindo, V. Cutillas, A. R. Fernandez-Alba : *J. AOAC Int.*, **101**, 352 (2018).
- 4) L. M. Melton, M. J. Taylor, E. E. Flynn : *Food Chem.*, **298**, 125028 (2019).
- 5) Y. Nagatomi, T. Yoshioka, M. Yanagisawa, A. Uyama, N. Mochizuki : *Biosci Biotechnol Biochem.*, **77**, 2218 (2013).
- 6) S. H. Lopez, J. Dias, H. Mol, A. de Kok : *J. Chromatogr. A.*, **1625**, 461226 (2020).
- 7) S. H. López, J. Scholten, B. Kiedrowska, A. de Kok : *J Chromatogr A.*, **1594**, 93 (2019).
- 8) N. P. Nørskov, S. K. Jensen, M. T. Sørensen : *J Chromatogr A.*, **605**, 360343 (2019).
- 9) Quick Method for the Analysis of Highly Polar Pesticides in Food Involving Extraction with Acidified Methanol and LC- or IC-MS/MS Measurement, version 12, 07.23. 2021, [https://www.eurl-pesticides.eu/docs/public/tmpl\\_article.asp?CntID=887&LabID=200&Lang=EN](https://www.eurl-pesticides.eu/docs/public/tmpl_article.asp?CntID=887&LabID=200&Lang=EN).



穠山 浩 (Hiroshi AKIYAMA)

星薬科大学薬学部薬品分析化学研究室 (〒142-8501 東京都品川区荏原 2-4-41)。千葉大学大学院薬学研究所博士課程修了。博士(薬学)、薬剤師免許。《現在の研究テーマ》食品中の有害物質の分析法の開発と標準化に関する研究。《主な著書》“Regulation of Food Additives in Japan” Regulation of Food Additives in Japan ACS books, Chapter 2, pp11-25 (2014)。《趣味》散歩、神社仏閣巡り、プロレス鑑賞。E-mail : h-akiyama@hoshi.ac.jp

# 溶媒抽出-非分散赤外吸収法による油分分析

高坂 亮太

## 1 はじめに

油は、食用、生活用品、燃料としても使用されている我々の生活に欠かせない物質である。一方、多岐にわたる用途・場所で使用するので、それぞれの用途に応じて油分を適切に管理する必要がある。工場排水のような水中の油分分析には、水と油が混ざりにくい性質を利用した溶媒抽出法が適している。溶媒抽出法は、対象物質を溶解する有機溶媒に溶かして抽出する手法である。本稿では、工業の製造現場や品質管理に採用しやすい溶媒抽出-非分散赤外吸収法を用いた油分分析について述べる。

## 2 溶媒抽出法を用いた油分分析

溶媒抽出法を用いた主な油分分析手法の例を表1に示す。

ノルマルヘキサン抽出物質は日本産業規格（日本工業規格）JIS K 0102 工場排水試験法や国際標準化機構の規格である ISO 11349 に記載されている手法である。工場排水のようなサンプル中の油分をノルマルヘキサン（*n*-ヘキサン）と混合することで *n*-ヘキサン層に油分を抽出し、その後蒸発乾固させた残留物の重量を油分とし

表1 油分分析手法の例

測定原理		測定対象	強み
重量計測	ノルマルヘキサン抽出物質	ヘキサンで抽出される不揮発性油分	日本工業規格の公定法である
	溶媒抽出-赤外吸収法 (波長：3.4 ~ 3.5 μm)	フーリエ変換赤外分光分析 (FTIR)	C-H 結合を持つ油分 油分の定性分析、油分量の数値化が可能
		非分散赤外吸収法 (NDIR)	C-H 結合を持つ油分 油分量の数値化が可能 機器の操作が簡便
吸光度分析	溶媒抽出-紫外吸収法 (波長：200 ~ 400nm)	紫外吸収を持つ油分	抽出溶媒として炭化水素溶媒が使用可能。機器の操作が簡便。

て定義する。日本国内での排水基準値<sup>1)</sup>としてノルマルヘキサン抽出物質質量が 30 mg/L 未満であること（動植物油脂含有量として）が求められている。しかし、この手法は *n*-ヘキサンと共沸しやすい油分や、ガソリンのような低沸点油分を検出することができず、また分液漏斗を用いた抽出操作に技術と時間を要するため、工業の現場ではなく社内の分析室や外部の分析業者への委託によって分析されることが多い。

溶媒抽出-赤外吸収法は、油分が有機溶媒に溶けやすく、また油分の持つ官能基の構造に応じて赤外線が吸収されることを利用した手法である。フーリエ変換赤外分光分析 (FTIR) は、4000~500 cm<sup>-1</sup> における赤外吸収スペクトルによって有機物を定性・数値化できる手法であり、油分を四塩化炭素などの有機溶媒で抽出後、油分分子の C-H 伸縮振動に帰属される 3000~2850 cm<sup>-1</sup> 付近の吸光度<sup>2)</sup>から油分の濃度を計算する。赤外吸収スペクトルを解析する知識が必要である点と、湿気に弱いセル窓や精密な干渉計を持つ FTIR を使用するので、専門性の高い作業者が空調完備の分析室で分析を行うことが多い。溶媒抽出-紫外吸収法では油分が持つ共役系の不飽和結合に由来する 200~400 nm の紫外吸光度を用いた分析手法である。紫外吸収を持たない抽出溶媒で油分を抽出し、紫外線分光光度計を用いて紫外吸光度を測定後、濃度換算を行う。すべての油分が紫外吸収を持つわけではなく、また抽出溶媒が可燃性の炭化水素系の有機溶媒であるので、使用量によっては消防法に基づいた管理と安全対策が必要である。

一方、溶媒抽出-赤外吸収法の 1 種である非分散赤外吸収法 (NDIR) 法は、光学フィルタによって特定の波長 (C-H 伸縮振動) の吸光度を測定する手法である。FTIR のようなスペクトル解析が不要であり、管理や頻繁なメンテナンスが必要な精密部品も使用していない。よって、部品の洗浄室や、屋内の排水サンプリング地点のような工業現場でも使用しやすい。

いずれの分析手法も油分の分析法として広く用いられている手法であるが、工業の現場では定期的・日常的に分析を行うので、以下の点が重視される。①特別なスキルがなくても実施できること、②試薬への暴露が少なく

安全に分析作業が行えること、③品質管理に必要な分析精度が達成できること。溶媒抽出法による油分の抽出は、サンプルが液体、固体の両方の場合に適用でき、油を溶かして分析するという直感的な操作ができる点で、工業の現場からも受け入れられやすい。分析の専門家ばかりではない製造現場、環境管理部門や品質管理部門では溶媒抽出-赤外吸収 (NDIR) 法が採用されやすい。


### 3 油分抽出溶媒に求められる特性

溶媒抽出-赤外吸収法で油分の分析を行う場合、抽出溶媒には以下のような性質が要求される。

- (1) 油分を溶解し、かつ油分の吸収帯である 3000～2800  $\text{cm}^{-1}$  付近の吸収量が少ないこと。
- (2) 使用環境温度での蒸気圧が十分低く、揮発しにくいこと。
- (3) 化学的に安定な液体であり、人体に対して低毒性であり、理想的には不燃性であること。

過去、溶媒抽出-赤外吸収法で使用するために四塩化炭素や CFC-113 (トリクロロトリフルオロエタン) が抽出溶媒として用いられてきた。これらの物質は、のちに発がん性やオゾン層破壊物質であることが判明したため、現在はモントリオール議定書<sup>3)</sup>に基づく各種法律で製造や使用が規制されている。(1)～(3)の性質を満たす物質を、化学物質の分子構造の面から説明する。(1)の油分を溶解する性質を満たす物質は、油分と同じ疎水性のアルキル基または炭素-塩素 (C-Cl) 結合をもつ物質が多い。しかし、アルキル基を持つ物質は *n*-ヘキサンやオクタンといった炭化水素かメタノールやエタノールのようなアルコール類といった、いわゆる 3000～2800  $\text{cm}^{-1}$  の吸収帯で赤外吸収を持つ物質であり、分析したい油分との区別が困難であるため油分の分析には適さない。一方、C-Cl 結合をもつ物質は油分を良く溶かす化学物質である四塩化炭素やトリクロロエチレン、テトラクロロエチレンのような有機塩素系化合物であり、3000～2800  $\text{cm}^{-1}$  に特有の吸収は持たない。しかし、常温での蒸気圧が高く揮発しやすいことに加え、人体に対する毒性や地下水汚染の原因物質となっており(2)、(3)の性質を満たさない。(2)については、一般的に沸点が高い物質が常温での蒸気圧も低い傾向があり、有機物の中でも炭素骨格が長く分子量が大きい化合物や、塩素やフッ素といったハロゲンに分類される元素を含むものが多い。(3)については、化学的に安定な物質は 2 重結合や 3 重結合のような不飽和結合を持たず単結合やベンゼン環のように反応性が低く、安定性の高い結合を持つ物質が適している。ヒドロキシル基やカルボキシル基があると酸やアルカリと反応しやすくなってしまふ。特に安定な化学結合の例としては炭素-フッ素 (C-F) の結合があり、結合エネルギー 484  $\text{kJ/mol}$ <sup>4)</sup>と大きく化学的に安定であり、さらには C-F 結合によつ

表 2 油分抽出溶媒の物性比較

	四塩化炭素	H-519
化学名	テトラクロロメタン	クロロトリフルオロエチレン (3 量体)
C A S N o.	507-55-1 42-56-0	9002-83-9
沸点 (°C)	76.8	135
蒸気圧 (kPa)@ 25°C	15.2	1.2
密度 (g/cm <sup>3</sup> )	1.59	1.8
GHS		—
モントリオール規制	規制対象	規制対象外

てその物質自体は不燃化しやすい。一方、C-F 結合を持つ物質はフッ素樹脂であるポリテトラフルオロエチレンに代表されるように水、油をはじく撥水、撥油の性質をもつため、C-F 結合を多く持つ化合物は油を溶解しにくく、(1)の油分を溶解する特性とのバランスが難しい。以上のように、(1)～(3)すべての性質を満たす化学物質の探索は困難であるが、長年の取り組みを経て当社では(1)～(3)の性質を持つ油分抽出溶媒 H-519 と専用の油分濃度計 OCMA-500 シリーズを開発した。H-519 の主成分はクロロトリフルオロエチレン (CClF=CF<sub>2</sub>) が重合した物質であり、主成分の重合度は 3 である。H-519 の物性を表 2 に示す。

四塩化炭素と比較し、常温での蒸気圧が低いので、取り扱い中に揮発しにくい液体である。安全性の面でも GHS (globally harmonized system of classification and labelling of chemicals)<sup>5)</sup>で表示が義務付けられている人体への影響、発がん性や生殖毒性といった特性は現在の化学的知見では見つかっていない。さらに、オゾン層破壊の懸念物質や温室効果ガスの製造と使用を制限したモントリオール議定書においても、規制対象物質になっていない。また、分子構造内に C-H 結合も持たないので、3000～2800  $\text{cm}^{-1}$  付近の吸収は小さい。FTIR で取得した H-519 の赤外吸収スペクトルを図 1 に示す。

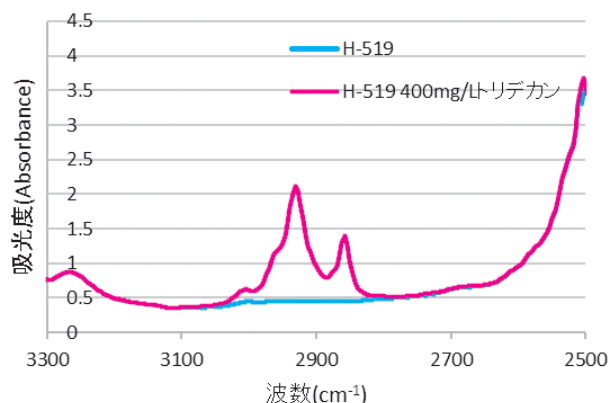


図 1 H-519 の赤外吸収スペクトル

表 3 油水サンプルの分析結果

油水サンプルの実濃度 (m g/L)	ノルマルヘキサン抽出物質での測定結果 (m g/L)	溶媒抽出-赤外吸収法での測定結果 (m g/L)
10	1.6	6.8
30	5.2	21.5
50	8.2	37.2
100	24	74.9

3000~2800 cm<sup>-1</sup> 付近の赤外吸収を識別し油分を検出することが可能である。油分の溶解性については、直鎖の炭化水素であるヘキサデカン、側鎖を持つトリメチルペンタンのような油分を溶解することができる。油分を含む模擬サンプルを用い溶媒抽出-赤外吸収法で分析した結果を表 3 に記す。40 秒間という短時間の抽出であるが、ノルマルヘキサン抽出物質での測定結果と比較して油水サンプルの実濃度により近い測定結果を得ることができた。

#### 4 抽出における注意事項

溶媒抽出法で排水サンプルや部品サンプルから油分を抽出する際、いくつか留意する点がある。排水サンプルであれば塩酸を加え pH 2~3 の酸性にすることで、塩析効果によって油分の抽出率を向上させることを推奨する。界面活性剤を含む場合にも塩酸の添加は効果的である。部品サンプルであれば、部品を容器にいれ、振とうや超音波洗浄機といった物理力を併用して抽出することで、部品の微細な構造からも油分を抽出しやすくなる。

#### 5 非分散赤外吸収法を用いた油分濃度計

弊社の油分濃度計は非分散赤外吸収法を測定原理として用いている。自動抽出器が搭載されている OCMA-505-H と、測定セルを設置できる OCMA-555-H の 2 機種をラインナップしている<sup>6)</sup>。前者は主に排水測定、後者は部品の残留油分分析に適した機種である。

図 2 に油分濃度計の外観を示す。カラー LCD 画面から校正や測定の操作をすることができ、スペクトル解析



図 2 左：OCMA-555-H、右：OCMA-505-H

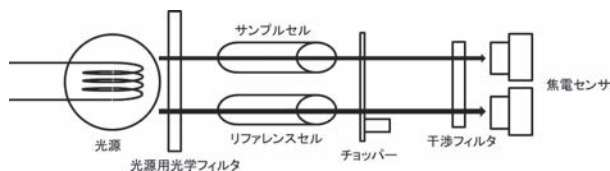


図 3 非分散赤外吸収法の分析部の模式図

といった技能を必要としない分析装置である。OCMA-505-H では液体サンプル、塩酸、H-519 を装置に注入し、ボタンを押すだけで測定ができる。OCMA-555-H であれば、油分が溶解した H-519 を専用の測定セルに導入・装置にセットし、測定が開始できる。

非分散赤外吸収法の“非分散”とは、分光をしないという意味があり、赤外吸収法では回折格子（グレーティング）や干渉計を用いずに、光学フィルタによって特定の波長の赤外線のみを取り出し分析に利用したものである。非分散赤外吸収法の分析部の模式図を図 3 に示す。

光源から赤外線が照射され、光源用光学フィルタで一部の波長の赤外線のみを透過後、サンプルセルまたはリファレンスセルを透過する。光源用光学フィルタは、サンプルセル内の液体が赤外線によって温度上昇し密度変化することを軽減する役割がある。サンプルセルには油分が溶解した抽出溶媒が入っているので、油分濃度に応じて赤外線が減衰する。セルを透過した赤外線のうち、干渉フィルタによって油分特有の吸収帯である 3000~2800 cm<sup>-1</sup> 周辺の赤外線のみが透過し、焦電センサに入射する。焦電センサは、センサ表面の温度変化を信号に変換するセンサであり、FTIR でよく用いられる TGS 検出器や MCT 検出器と比較して安価であるので、装置価格を下げることもできる。しかし焦電センサは温度変化を検知するセンサであるので、赤外線を断続的に照射する必要がある。そこでセルと干渉フィルタの間のチョッパーと呼ばれる遮光板を一定周期で回転させ、焦電センサに断続的に赤外線を入射させる。そうすることで、サンプル信号とリファレンス信号を交互に繰り返し取得することができる。そして、サンプルセル側の焦電センサで得られた信号と、リファレンスセル側の焦電センサから得られた信号との差から、吸光度を求めることができる。

吸光度  $A$  は次式で求められる。

$$吸光度 A = -\log_{10} (I_d/I_0)^{7)}$$

ここで

$I_d$  : サンプル信号,  $I_0$  : リファレンス信号,  
また、ランベルト・ベールの法則から

$$A = \varepsilon \cdot c \cdot l$$

$\varepsilon$  : モル吸光係数,  $c$  : モル濃度,  $l$  : セル長と表すこともできる。

油分濃度計では、セル長が一定であり、モル吸光係数は物質ごとに固有であるため、吸光度は濃度に比例することになる。よって、あらかじめ基準物質で調製した既知の濃度の溶液を用いれば、吸光度と油分濃度の関係を検量線として記録させることができ、測定したサンプルの赤外吸光度から基準物質の油分濃度を求めることができる。OCMA シリーズではトリデカンを基準物質として採用し、ゼロ点とスパン点（例えば 200 mg/L）による 2 点校正を推奨している。より精度の高い校正を行うため、ゼロ点と最大 5 濃度のスパン点による校正を行うことも可能である。

## 6 実サンプルの測定事例

油分濃度計 OCMA を使用したサンプル測定事例を紹介する。工業部品の切削加工では、工具と切削対象物の摩擦の軽減や、摩擦熱の冷却のために切削油が使われている<sup>8)</sup>。加工した部品の表面に残留した切削油は品質に悪影響を与えることがあり、異臭や変色、別の部品に対する油汚染、接着強度不足といった不良の原因となる。そういった不具合を避けるため、洗浄工程にて部品の洗浄を行うことが一般的である。洗浄後の部品表面に残った油分（残留油分）を分析するために、溶媒抽出法によって油分を抽出し、その後非分散赤外吸収法を用いて部品に残留している油分量を求めることができる。一例として、ある分析装置に用いている小型のアルミニウム製部品（図 4）の事例を紹介する。この部品は切削加工後に光学部品を接着して使用されるが、特定の製造ロットにて接着剥がれが起る不具合が発生したため、原因の究明のために部品の残留油分を測定した。

正常品と不具合品をそれぞれ複数個用意し、油分抽出溶媒 H-519 を 30 mL 入れた容器に浸漬（図 4）した。超音波洗浄機にて油分を H-519 に抽出したのち油分濃度計 OCMA-555-H で測定した。測定結果は油分の濃度として得られるので、使用した抽出溶媒量と部品の個数から、部品 1 個当たりの油分量に換算した。不具合品では部品 1 個あたり 0.007 mg の油分が検出された一方、正常品では油分が検出されず、不具合品でのみ油分が検出されたことから、接着不良の原因は部品の残留油分であることが示唆された。そこで対策として、部品の洗浄回数の変更、洗浄後の部品の取り扱い手順を変更したところ、接着剥がれの不具合発生率が下がり、加工後の接着強度の向上も確認できた。



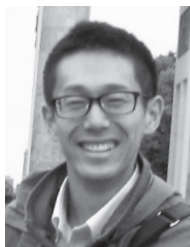
図 4 アルミニウム製部品の例

## 7 まとめ

溶媒抽出-非分散赤外吸収法は工業の現場でも使いやすい油分濃度測定手法である。油分抽出溶媒 H-519 と油分濃度計 OCMA の特徴と、それらを用いた分析事例を本稿で紹介した。これらの事例以外にも、土壌中の油分や食品に含まれる油分の分析例もあり、新たな応用例の探索も継続している。もし油分濃度計や油分抽出溶媒に興味を持った方がおられたら連絡をいただければ幸いです。

### 文 献

- 1) 一般排水基準（2021 年 11 月時点）  
<https://www.env.go.jp/water/impure/haisui.html>
- 2) 7) 錦田晃一，岩本令吉著：“赤外法による材料分析 基礎と応用”，p.50, p.66（1993），（講談社サイエンティフィック）。
- 3) モントリオール議定書（2021 年 11 月時点），  
[https://www.env.go.jp/earth/ozone/montreal\\_protocol.html](https://www.env.go.jp/earth/ozone/montreal_protocol.html)
- 4) 千原秀昭，稲葉章，鈴木晴訳：“アトキンス物理化学要論”第 7 版，p70（2020），（東京化学同人）。
- 5) 2017 年洗浄技術検定 事前講習会テキスト p.229.
- 6) 山本麻由佳：*Readout*, 2019, 52.
- 8) 高坂亮太：“赤外線を用いた油分分析装置”，産業洗浄 No.23.



高坂亮太 (Ryota Kosaka)  
株式会社堀場アドバンスドテクノ新製品  
開発 3 部 (〒601-8551 京都市南区吉祥  
院宮の東町 2 番地)。  
京都大学大学院農学研究科修士課程修了。  
修士 (農学)。《現在の研究テーマ》NDIR  
を用いた有機物分析装置の開発。《趣味》  
息子 2 人と遊ぶこと、英語とドイツ語の  
学習。  
E-mail: ryota.kosaka@horiba.com

会社ホームページ URL :

<https://www.horiba.com/jpn/water-liquid/>

関連製品ページ URL :

<https://www.horiba.com/jpn/water-liquid/products/measurement-parameters-analyzers/oil-content-analyzers/>

# LC/MS/MSを用いた抗体医薬品の 新しい品質管理指標を確立する研究

松原 稔哉, 中西 豪, 渡邊 淳

## 1 はじめに

一般的な生物は、タンパク質合成時に材料としてL型とD型アミノ酸分子のうちL型のアミノ酸のみを選択する。それに準じ、生体を構成するタンパク質はL型のアミノ酸が鎖状に連結されたものとなる。その一方で、一旦合成されたタンパク質中のアスパラギン酸残基（以下、Asp）が、加齢に応じてD型のAspへと変化する（この際にβ結合型への変化も伴う）ことが報告されている。これら『Asp異性化』は非酵素的、部位特異的および時間依存的に進行する、いわばタンパク質内部特有の加齢現象と言える。Asp異性化によりタンパク質構造が変化するため、それに応じた機能の変化や安定性の低下などが予想される。すなわち、時間軸に沿ったAsp異性化の定量的評価は、それを含むタンパク質の新しい品質管理指標として利用できる可能性がある。

このAsp異性化反応はAsp特有の環状スクシニイミド中間体を經由して自発的に進行する（図1）。その結果として、タンパク質中のAsp残基は部位特異的にL-α-Asp、L-β-Asp、D-α-Asp、D-β-Aspの4種類の異性化Aspへと変化して存在することになる。その反応速度は、ヒト寿命の範囲内で十分に生じるほど速い<sup>1)</sup>。かつ、本反応はAsp残基の隣接残基が小さいアミノ酸の時、およびAsp残基がタンパク質の表面に位置しているときに生じやすい。実際、ヒト眼内の水晶体組織では、生涯を通じて透明性を維持するタンパク質であるク

リスタリンタンパク質中での異性化Asp蓄積部位の隣接残基は小さいアミノ酸であることが多い<sup>2)</sup>。

Asp異性化は自発的な化学反応により生じて時間経過に沿って蓄積するため、生体内多数のタンパク質のみならず、長期保存時食品や薬品など種々の機能性ペプチド内にも普遍に存在すると予測される。近年では、さまざまなタンパク質が『薬品』として用いられるが、それらの品質管理指標としてもタンパク質中にて迅速かつ自発的に蓄積するAsp異性化の定量解析は有望であると考えられる。

抗体医薬品分野はその特異性と、少ない副作用を長所として近年、国内外の各製薬企業の競争が非常に激しい分野である。

抗体医薬品自身もタンパク質であることから、長期にわたる保存の際には一般的なタンパク質同様に、その内部に構成アミノ酸の自発的な翻訳後修飾が形成し、蓄積することで徐々に医薬品としての有効性が低下してゆく可能性がある。これまでに抗体医薬品中において報告されている翻訳後修飾に関しては、脱アミド化や酸化などが数多く報告されている一方、内部アミノ酸の異性化Aspに関する報告例は少ない。その原因は、現在の異性化Asp検出法の検出限界にある。逆に、高分離能かつ高分解能の質量分析装置を用いることで、この問題はクリアできる可能性が高い。

本稿では、抗体医薬品を標的タンパク質とし、その内部で時間依存的に蓄積するAsp異性化率を高精度のトリプル四重極型質量分析計（LCMS™-8060）にて定量し、他の修飾と比較した結果を報告する。本研究の最終目的は抗体医薬品の製造過程や保存期間中に内部に生じるAsp異性化を定量的に捉え、それを抗体医薬品の新規品質管理指標として確立することである。

## 2 測定の結果

### 2.1 抗体医薬品のAsp残基異性化とMet残基酸化修飾の誘導

本研究では、抗体医薬品のなか分子標的薬の一つとして使用されているリツキシマブを対象として選択し、その内部Asp中の異性化同定および定量に取り組んだ。

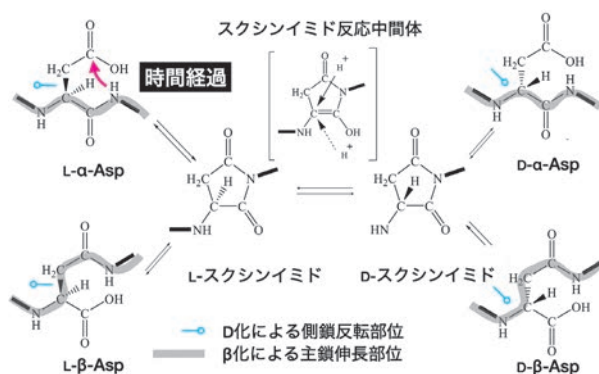


図1 タンパク質中のAsp異性化反応機構



QVQLQQPGAELVKPGASVKMSCKASGYTFTSYNMHWVKQTPGRGLEW  
 IGAIYPNGDTSYNQKFKGKATLTADKSSSTAYMQLSSLTSEDSAVY  
 YCARSTYYGGDWYFNVWGAGTTVTVAASSTKGPSVFLAPSSKSTSG  
 GTAALGCLVKDYFPEPVTVSWNSGALTSGVHTFPAVLQSSGLYSLSS  
 VVTVPSSSLGTQTYICNVNHKPSNTKVDKKAEPKSCDKTHTCPPCPA  
 PELLGGPSVFLFPPKPKDTLMISRTPPEVTCVVVDVSHEDPEVKFNWY  
 VDGVEVHNAKTKPREEQYNSTYRVVSVLTVLHQDWLNGKEYKCKVSN  
 KALPAPIEKTISKAKGQPREPQVYTLPPSRDELTKNQVSLTCLVKGF  
 YPSDIAVEWESNGQPENNYKTPPVLDSDGSFFLYSKLTVDKSRWQQ  
 GNVFSCSVMHEALHNHYTQKLSLSLSPGK

図2 抗CD20抗体重鎖中アミノ酸配列および本研究の標的部

リツキシマブはヒト・マウスキメラ抗体からなるモノクローナル抗体である。リンパ球B細胞の細胞膜上に発現するCD20を抗原として結合したのち細胞を破壊する。

まず、最初にリツキシマブのバイオシミラー（中外製薬より許可を得て購入，以下，抗CD20抗体と記す）をpH8，50℃の条件下で加温することでAsp異性化と酸化修飾を同時に誘導した。次に，加温後の抗CD20抗体に対して6Mグアニジン塩酸とトリス（2-カルボキシエチル）ホスフィン塩酸塩（TCEP）を加え，変性および還元後，ヨードアセトアミドを加えてアルキル化したのちに希釈しながらトリプシンを作用させた。最後に，ペプチド断片化した全ペプチドを逆相クロマトグラフィーへと導入して分離し，連結した質量分析装置でAsp異性化部位と酸化修飾部位を網羅的に同定した。その結果，全配列の中から，およそ40%のペプチドが同定された。得られた結果を参考にし，異性化修飾と酸化修飾を同時に生じる可能性のある標的アミノ酸配列を(DTLMISR)へと絞り，該当部位のアミノ酸配列を有する標品となるペプチドを化学合成して準備した(図2)。

### 2.2 LC/MS/MSによる標的ペプチド断片の定量分析メソッドの作成

合成したペプチド(DTLMISR)を用い，LabSolutions™ LCMSとMRM(multiple reaction monitoring)メソッド作成支援ソフトウェア「Skyline」を使用して，標的ペプチドを定量するためのMRMメソッドの作成と最適化を行った(図3左)。他方，同ペプチドをpH8，50℃の条件下で一週間加温し，酸化修飾誘導後のものを酸化修飾ペプチド用のMRMトランジション条件設定用に使用し，同様に分析メソッド作成と最適化を行った(図3右)。いずれの条件においても，ペプチド定量

Met酸化なし				Met酸化あり			
Precursor m/z	Product m/z	CE	Ion type	Precursor m/z	Product m/z	CE	Ion type
418.22	506.28	-17.0	y4	426.22	522.17	-18.0	y4
418.22	375.24	-18.0	y3	426.22	375.24	-19.0	y3
418.22	330.27	-15.0	b3	426.22	330.07	-18.0	b3
418.22	461.11	-14.0	b4	426.22	477.00	-16.0	b4

図3 各ペプチドのMRMトランジション条件

表1 分析条件

【LC condition】	
移動相 A	: 0.1% ギ酸/水
移動相 B	: 0.1% ギ酸/アセトニトリル
分析カラム	: L-column 2, ODS, 2 μm 2.1 mm × 150 mm (CERI)
オープン温度	: 35℃
グラジエント モード	: バイナリーグラジエント
【MS condition】	
装置	: LCMS-8060
イオン化法	: ESI
分析モード	: MRM (+)
分解能	: Unit/Unit (Q1 分解能/Q3 分解能)
ネプライザーガス流量	: 3 L/min
ヒーティングガス流量	: 10 L/min
ドライイングガス流量	: 10 L/min
DL 温度	: 250℃
ヒートブロック温度	: 400℃



LCMS™-8060

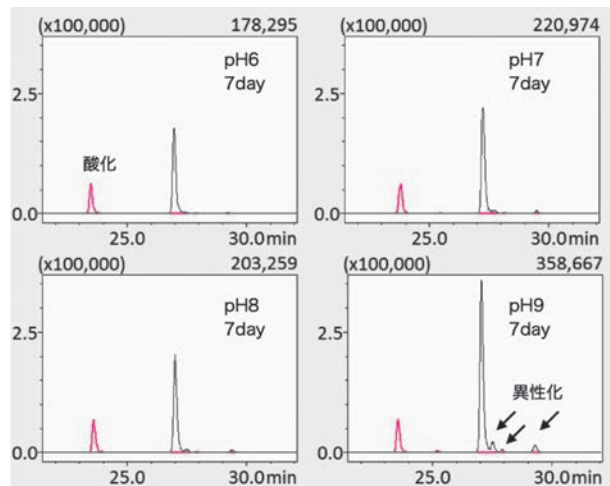


図4 塩基性条件下での異性化修飾および酸化修飾の増加

に適したMRM条件として，選択されるプロダクトイオン種が同一であることから，酸化修飾に応じてペプチドの構造が大きく変化することはないと予想される。

作製したメソッドを用い，合成ペプチドをpH6~9，50℃の条件下で7日間加温して分析(表1に分析条件を示す)して修飾の有無を比較した(図4)。その結果，中性~塩基性条件下において複数の異性化Asp由来のピークが生じており，酸化修飾に関しては異性化修飾と比較してやや大きい1本のピークが全条件下で生じた(図4)。

これらのピークは，それぞれが配列内部1番目のAsp

異性化修飾または4番目のMet酸化修飾に由来するものと予想された。特にpH9の条件下では異性化Aspを含むピーク強度が高く見られている。通常、Asp異性化修飾では通常のL- $\alpha$ -AspからL- $\beta$ -Asp、D- $\alpha$ -Asp、D- $\beta$ -Aspの3種類Aspが形成され、同一分子量でのピーク抽出によりピークが3本生じるため、各ピークの帰属が必須となる。そのために、Asp異性体認識酵素を用いたピーク同定法が考案されている<sup>3)</sup>。しかしながら、pH9にて加温後の本試料に対してAsp異性化認識酵素を用いた際、各ピーク面積の変化が生じなかった。この原因としては、異性化Asp部位が標的ペプチド配列中のN末端に位置しており、各種酵素が異性化Aspを認識することができない可能性を考えた。そこで、ピーク同定用に同配列かつ内部Asp残基を他の3種のAsp異性体に置換したペプチドを標品として準備し、同条件での分離分析に用いることでピークを帰属した。その結果、最初のピークはL- $\alpha$ -Aspを含むもの、2番目に溶出するピークがD- $\alpha$ -Aspを含むものであることが判明した。また、 $\beta$ -結合を有する2種類のペプチド由来のピークに関しては、本条件下では同時に溶出するため分離が不可能であることが示された。

### 2.3 合成ペプチドを使用したAsp残基異性化、Met残基酸化修飾の定量的解析

以上のようにして作成したメソッドと、ピーク帰属法を用いて、さまざまな条件下における加温後のモデルペプチド内部異性化Asp残基形成量を比較した。そのうち、pH9、50~80℃の条件下で1週間加温後、分析したものの溶出ピークを下記に示す(図5)。温度依存性の著しい異性化Asp含有ピークの増加に加えて、高温環境下ではAsp異性化以外にも由来する微弱なピークを多数確認した。

各異性化Asp含有ペプチド由来のピークに着目する

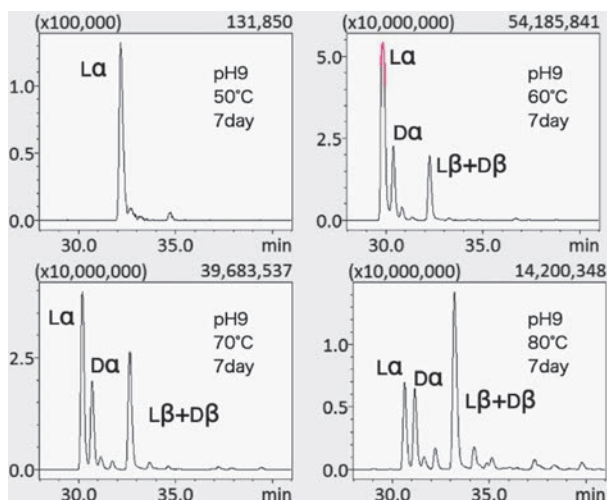


図5 pH9, 50~90℃加温後のモデルペプチド溶出クロマトグラム

と、D- $\alpha$ -Asp含有ピークの強度が高い。通常、図1に示した機構で異性化が進行した場合、スクシンイミド加水分解時に1:3の割合で $\beta$ -Asp形成される。その結果、 $\beta$ -Asp由来のものが蓄積するはずだが、本結果は、その予測と矛盾する。その原因としては、一部Aspが図1に示した機構を経由せず、Asp残基内 $\alpha$ -水素の直接的な脱離と再結合によりD- $\alpha$ -Asp化した可能性があげられる。一方、L- $\beta$ -Asp含有ペプチドのピークとD- $\beta$ -Asp含有ペプチドが重複したピークは、ともにL-スクシンイミド中間体とD-スクシンイミド中間体の形成を示すものであり、図1に示した異性化機構を基本とした反応が進行したことも確かである。以上より、本結果は、本条件下において双方の異性化機構が合わさった結果であると言える。

続けて、pH6~9、50~80℃の各pH、各温度、各期間加温した試料より得られたクロマトグラムのピーク面積から、それぞれの場合におけるAsp異性化率を算出して推移を比較した(図6)。

本分析条件ではL- $\beta$ -Asp含有ペプチド由来ピークと、D- $\beta$ -Asp含有ペプチド由来ピークの区別が不可能であったため、通常体であるL- $\alpha$ -Asp含有ペプチド由来のピーク面積に対する、それ以外の全Asp異性体含有ペプチド合計ピーク面積とを比較している。図6に示したように、得られた結果からは、いずれの温度においてもグラフの直線性が得られずアレニウスプロットを用いた低温環境下における異性化率の予想が不可能であった。直線からの外れ方が大きい原因としては、1) 上述の直接的な水素の脱離および再結合による異性化の進行、2) 目的部位以外のアミノ酸残基の他修飾によるピーク消失、3) L- $\alpha$ -Aspから開始される異性体への変化に加えて、それぞれの異性体から開始される他異性体への競争的な異性化の進行、4) スクシンイミド中間体の存在率を考慮していない点(分子量で抽出したクロマトグラム上には見られない)などが挙げられた。

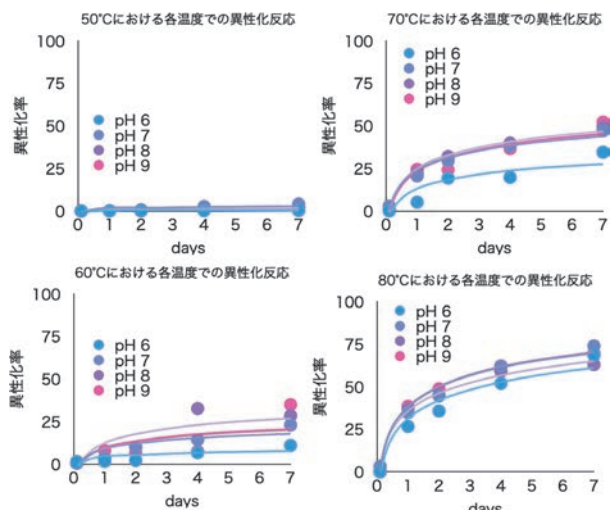


図6 加齢後DTLMISRペプチド中Asp異性化修飾の定量比較

それぞれの環境下における異性化傾向を考察すると、塩基性環境下では、L- $\alpha$ -Asp から開始される初期の反応 (C 末端側のアミド結合上のロンペア形成に依存する求核攻撃やスクシンイミド上での  $\alpha$  水素の引き抜きなど) が生じやすく、スクシンイミドが形成しやすい。したがって、異性化率は上昇するものと思われるが同時に、すべてのアミノ酸において  $\alpha$  水素の引き抜きにより、異性化が起こりやすくなっているため、先に述べた理由により、Asp 異性化以外の異性化修飾に由来すると思われるピークも出現する。例えば、標的ペプチド配列内部 Ser が存在するため D-Ser 残基の形成などが予想される。実際に、タンパク質中 Ser についても加温に応じた D-Ser 残基の増加が報告されている<sup>4)</sup>。

これらの Asp 以外の D-アミノ酸の存在により、Asp 含有ペプチドピーク量が減少すると、異性化率を正確に定量比較することは困難となる。一方、本結果では、弱酸性の環境下で異性化修飾量の減少が見られた。酸性の場合、溶媒内にプロトンが豊富に存在するため、L- $\alpha$ -Asp から開始される初期の反応が生じにくく、異性化率が減少するものと思われる。

また、予備検討段階において、図 4 に示したように多量の酸化修飾もみられていたことより酸化修飾の定量比較を行った。pH6~9 の範囲にて 50~80 °C 各温度、各期間加温した試料を用い、酸化修飾含有ピークと、酸化修飾を含まないピークのクロマトグラム上ピーク面積から、それぞれの場合における Met 酸化率を算出し推移を比較した (図 7)。

異性化修飾と逆の pH 依存性が見られているが、この塩基性環境下における酸化修飾率の低下に関しては、過酸化されることでのメチオニンスルホン化に応じた分子量変化や、Met 酸化に応じた塩基性環境下でのペプチド自体の可溶性変化などが影響した可能性がある。メチオニン残基のメチオエーテル基はアミノ酸残基の中でも、

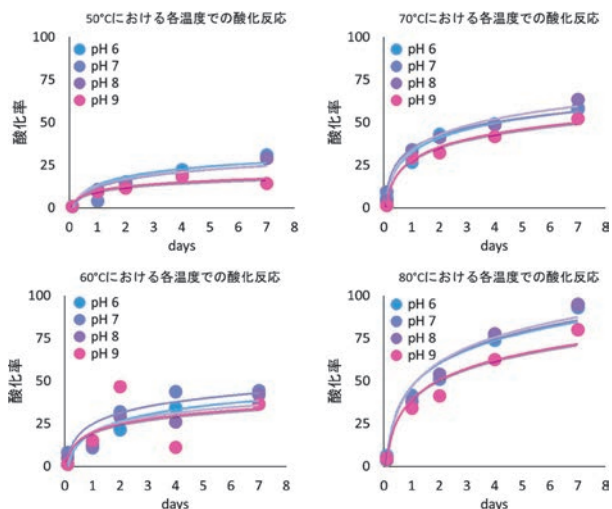


図 7 加齢後 DTLMISR ペプチド中 Met 酸化修飾の定量比較

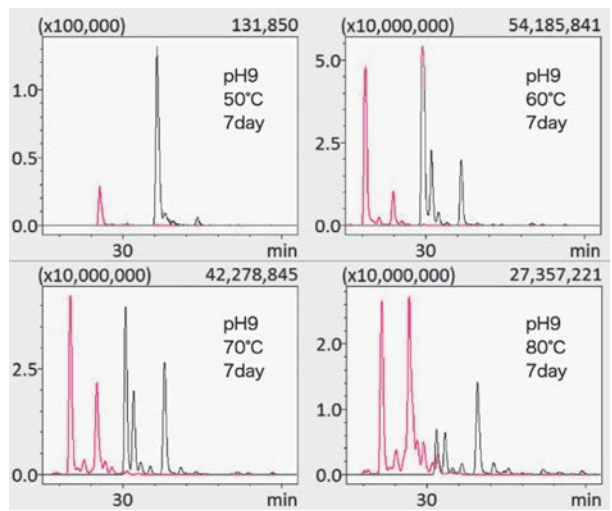


図 8 加温後抗 CD20 抗体中の DTLMISR ペプチド中 Met 酸化修飾と Asp 異性化修飾の同時増加

特に酸化修飾を受けやすく、各条件においても多くの酸化修飾が確認された。興味深いことに、今回見られた酸化 Met 含有ピーク中、各条件下で同時に異性化修飾も並行して生じていた (図 8)。

これらの Met 酸化修飾ペプチド内部における Asp 異性化修飾の比率は、通常のものとは異なり、D- $\alpha$ -Asp 含有ペプチドの形成が少ない。内部 Met の酸化に応じてペプチドの物性に变化が生じ、Asp 内部の  $\alpha$ -水素の脱離が困難になったと考えられる。一方、 $\beta$ -Asp 含有ペプチドのピークに関しては D- $\alpha$ -Asp 含有ペプチドに由来するピークほどの変化は生じておらず、スクシンイミドを経由した異性化機構への寄与は少ないと考えられる。以上のように、本ペプチド中においては、酸化修飾と異性化修飾の間に相関性がある可能性が示された。

#### 2.4 抗体医薬品中の Asp 残基異性化, Met 残基酸化修飾の定量的解析

最後に、抗 CD20 抗体を各温度、pH 条件下で同実験に用いた結果を示す。抗 CD20 抗体は 4.0  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$  に調整し、50 °C にて pH6~9 環境下で 21 日間加温した。それぞれのタイムポイントでの回収後溶液を、4 M グアニジン塩酸 + 10 mM TCEP, pH 8.5 (50 mM Tris-HCl) へと調整して抗 CD20 抗体最終濃度を 0.8  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$  として 30 分間、55 °C で加温し変性および還元した。変性後の溶液に対して終濃度 20 mM となるようにヨードアセトアミドを加え、室温暗所で 30 分アルキル化後、溶液溶液に 50 mM Tris (pH 7.8) を 210  $\mu\text{L}$  加え希釈した。この溶液に対して 1/25 量 (w/w) の Trypsin を加え、15 時間 37 °C で震とうし消化を行った。トリプシン消化液に対して 1  $\mu\text{L}$  のギ酸を加えて反応停止後、フィルターして LCMS-8060 へ 1  $\mu\text{L}$  打ち込んだ。条件は、A 液 0.1 % ギ酸/水、B 液 0.1 % ギ酸/アセニトリルであり、打ち込み後 3 分間の A 液による洗浄後、60 分で 45 %

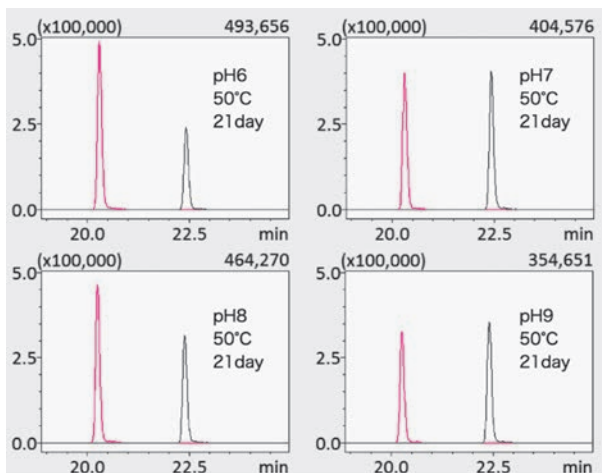


図9 加温後抗 CD20 抗体中の DTLMISR ペプチド中 Asp 異性化修飾の定量比較

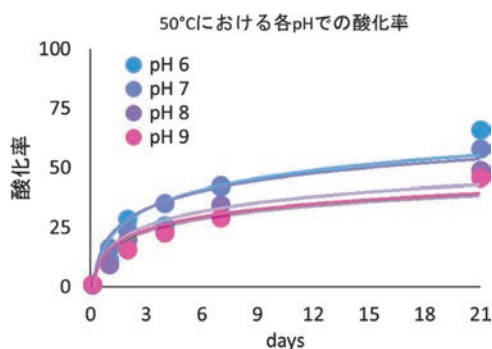


図10 加温後、抗 CD20 抗体中の DTLMISR ペプチド中 Met 酸化修飾の定量比較

B 液となるように設定した。RP-HPLC 部分以外の検出条件 (MRM 条件) はペプチドのものと同ーである。

図9にトリプシン消化後の抗 CD20 抗体中 DTLMISR 由来のピーク (図9中黒), および酸化修飾含有ピーク (図9中桃色) の両方を示す。本分析では21日間、加温後の異性化 Asp 含有ペプチド由来のピークが確認できず、Asp 異性化に関してペプチド中 Asp 異性化とタンパク質中 Asp 異性化間に明確な差があることが明らかとなった (図9)。他方、加温時 pH に応じて、酸化修飾ピークの割合が顕著に増加していたため、温度一定 (50 °C) のもと、各 pH 各時間に応じた酸化修飾量の増減を比較した (図10)。その結果、Met256 酸化修飾に関してはペプチド中のものよりも迅速に進行していた。

同一配列上に存在するにもかかわらず、ペプチド中で進行した Asp 異性化修飾がタンパク質中見られなかった原因としては、抗 CD20 抗体自体の高次構造による影響が挙げられる。例えば、生体内で確認された任意の Asp 異性化部位を含むペプチドに着目し、異性化経路上に存在するすべての Asp 置換体 (スクシンイミド中間体も含む) を加温した場合、そのキネティクスは必ずとも生体内 Asp の異性化率一致しないことが報告されている<sup>1)</sup>。

一般にスクシンイミド中間体を經由する Asp の異性化修飾は末端構造に近い部分や、ループ構造内部など構造的にフレキシブルな位置に見られやすく、 $\alpha$ ヘリックス構造や $\beta$ シート構造を形成する部位には見られない。異性化自体は確認できたことから、抗 CD20 抗体内部で、Asp200 は比較的構造に自由度のある領域に含まれると考える。しかしながら、おそらくペプチドほどの自由領域はないものと予想される。逆に、Met 酸化修飾に関してはタンパク質中における増加傾向が得られた。この原因については不明であるが、まずは酸化物と過酸化物を含む全修飾候補物質の正確な定量比較が必要であると考えている。

### 3 まとめと展望

タンパク質中のアミノ酸修飾は時間経過に応じて変遷し、総合的な影響を当該タンパク質に及ぼす。その中で、標準となるアミノ酸修飾を決め、定量評価することは容易ではない。例えば本研究では、複数の高温環境下において短時間で Asp 異性化修飾を誘導して活性化エネルギーを求め、それをもとに低温環境での反応速度および時間を求めようとした。しかしながら、厳しい温度や pH 環境に置かれたペプチドでは、競争的に生じる他の修飾はもちろん、複数の異性化経路の出現がデータを複雑にし、結果として反応速度定数の予想が困難となった。よりマイルドな環境下で長期間の Asp 異性化誘導により、計算的に異性化の反応速度を求めることができると期待されるが、そのためには長期間の実験検討を要すると予想する。

また、ペプチド領域の物性に影響を及ぼす部位などの修飾をマーカーとする際、修飾が生じることでペプチド物性に大きな変化をもたらす、分析遂行に予せぬ結果を及ぼす可能性がある。そのため、構造的に重要な部位を候補から外す必要が生じる場合もあると予想される。分子マーカーとなりえる修飾部位の決定には、より大きな変化を捉える手法と、より小さな変化を高精度で捉える手法が考えられる。前者の方が有効であるように見えるが、薬剤の物性と修飾率との相関係数の範囲内に収まりつつ、定量することが可能であれば後者であっても有効となるだろう。

逆相分離部分の溶出時間から推測すると、Met 酸化などは可溶性が大きく増加するため前者となるかもしれない。その一方で、Asp 異性化は電荷の変化は生じないため大きな変化は生じ難く、後者へと分類されるかもしれない。特に、Asp 異性化に関しては評価困難であるスクシンイミド中間体も存在するため、これらを協奏的に評価に組み込めるような新規の分析手法の開発が望まれる。

本研究の最終目的は抗体医薬品を保存期間中に内部に生じる Asp 異性化を定量的に捉え、それを抗体医薬品の新規品質管理指標として確立することであった。類似

の先行研究例としては、40 °C、pH 6.0 条件下でのモノクローナル抗体内部における Asp 異性化やアスパラギン残基の Asp への脱アミド化を介した異性化に関する報告などがある<sup>5)</sup>。しかしながら、これらの多くはフレキシブルな可変領域部位に存在するものであり、定常領域に関する報告は少ない。定常領域では、構造的な安定性が異性化に寄与し、検出を困難にすることが考えられる。しかしながら、分子間に高い構造類似性を有する上、アミノ酸配列相同性も高いことから、当部位の翻訳後修飾部位は、試薬間で共通した指標になりうる可能性がある<sup>6)</sup>。

今回、標的とした DTLMISR 領域は抗体分子内部の CH 領域と CH<sub>2</sub> 領域間に存在し、各種抗体や分子標的薬に共通する部位である。ペプチド前後には、抗体分子に共通して見られる分子内および分子間ジスルフィド結合が存在する。加えて、当部位の下流には抗体医薬品において見られる糖鎖修飾部位（アスパラギン残基）および酸化修飾部位（Met 残基）が見られており、今回注目した部位における修飾も同様に質的指標となり得る可能性がある。しかしながら、その確立には、当初の予測よりも長期間にわたる試験が必要になると考えられる。

加えて、それぞれの翻訳後修飾が抗体試薬の生物学的性質（結合活性など）へと及ぼす影響の評価も課題として残る。各修飾を模したアミノ酸置換体の作製し、それを用いたフィードバック実験も検討してゆく必要がある。

Asp 異性化の定量評価のための検出感度に関しては、今回用いた LCMS-8060 は十分な感度を有していると思われる。しかしながら、手法に関しては改良の余地がある。分子標的薬は酵素消化し難いタンパク質でもあるため、分析前の準備段階において変性・可溶化操作、還元操作などを必要とする。これら各段階を改良することで、より高効率のペプチド検出手法や分解能の高い解析手法の構築へとつながると考えられる。

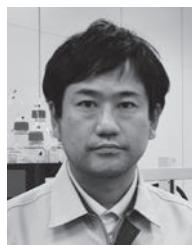
バイオ医薬品はその製造工程に多くの段階を必要とするため、製造工程の管理と製品の品質管理の両方が必要となる。将来的に内部 Asp の異性化定量手法の確率と、その意義を解明することで、製造工程の最適化や新しい品質管理指標を作成でき、その指標に沿った低コストでの抗体医薬品製造手法や、抗体医薬品の低価格化につながることを期待される。

## 4 謝 辞

本研究は京都大学と島津製作所の共同研究です。実験データの取得、共同研究の推進、ならびに本稿の執筆に、多大なるご尽力とご協力を賜りました京都大学複合原子力科学研究所の高田 匠 准教授に心から感謝申し上げます。

### 文 献

- 1) K. Aki, N. Fujii, N. Fujii : *PLoS One*, **8**, e58515 (2013).
- 2) N. Fujii, H. Sakaue, H. Sasaki, N. Fujii : *J. Biol Chem.*, **287**, 39992 (2012).
- 3) H. Maeda, T. Takata, N. Fujii, H. Sakaue, S. Nirasawa, S. Takahashi *et al.* : *Anal. Chem.*, **87**, 561 (2015).
- 4) M. Yamasaki, N. Takahashi, M. Hirose : *J. Biol Chem.*, **278**, 35524 (2003).
- 5) J. Sydow, F. Lipsmeirer, V. Larraillet, M. Hilger, B. Mautz, M. Mølhøj *et al.* : *PLoS One*, **9**, e0100736 (2014).
- 6) Y. D. Liu, J. Z. van Enk, G. C. Flynn : *Biologicals.*, **37**, 313 (2009).



松原稔哉 (Toshiya MATSUBARA)

株式会社島津製作所分析計測事業部ライフサイエンス事業統括部 MS ビジネスユニット。(〒604-8511 京都府京都市中京区西ノ京桑原町 1)。大阪大学大学院理学研究科博士後期課程修了。博士 (理学)。《現在の研究テーマ》LC/MS, LC/MS/MS を用いたアプリケーション開発。《趣味》水泳, ランニング, ハイキング (登山), テニス。  
E-mail : toshiyam@shimadzu.co.jp



中西 豪 (Tsuyoshi NAKANISHI)

株式会社島津製作所分析計測事業部ライフサイエンス事業統括部 MS ビジネスユニット。(〒604-8511 京都府京都市中京区西ノ京桑原町 1)。大阪大学大学院理学研究科博士後期課程中途退学。博士 (農学)。《現在の研究テーマ》LC/MS, LC/MS/MS を用いたアプリケーション開発。《趣味》音楽, 旅行。



渡邊 淳 (Jun WATANABE)

株式会社島津製作所分析計測事業部ライフサイエンス事業統括部 MS ビジネスユニット。(〒604-8511 京都府京都市中京区西ノ京桑原町 1)。京都大学大学院農学研究科修士課程修了。農学修士。《現在の研究テーマ》LC/MS, LC/MS/MS を用いたアプリケーション開発など。《趣味》競馬鑑賞, ラーメン, お酒。  
E-mail : jun\_wtnb@shimadzu.co.jp

会社ホームページ URL :

<https://www.shimadzu.co.jp/>

関連製品ページ URL :

<https://www.an.shimadzu.co.jp/lcms/lcms.htm>

## ●——粘土鉱物内の鉄が関与する酸化還元反応

Fe (II) と Fe (III) の酸化還元対は酸化還元反応を起こすことにより、他の物質の移動性、生物利用性、毒性に影響を与える。結果として、重要な様々な元素と環境汚染物質の挙動に影響を与える。地圏に存在する鉄の多くは粘土鉱物の中に存在しており、その鉄は酸化還元反応に関与することができることから、粘土鉱物内の鉄の特性について知ることは重要なことである。

粘土鉱物内の鉄の酸化還元電位等は、最近使われるようになったメディエーター型電気化学分析法によって調べられた<sup>1)2)</sup>。粘土鉱物の酸化還元特性は、鉄の含有量、鉄の配位環境、粘土鉱物の層内の電荷、粘土鉱物の組成などに依存することから酸化還元電位と、すべてではないが、それらとの関係について検討が行われた<sup>3)</sup>。この分析法を用いた応用例も示す。黄鉄鉱、菱鉄鉱等が共存しても電子受容容量や電子供与容量が評価でき<sup>4)</sup>、核廃棄物の貯蔵所の場所の選定および運用時の指標に使える可能性があることが示された<sup>5)</sup>。

粘土鉱物内の鉄がすべて Fe (III) では亜ヒ酸を酸化できないが Fe (II) が共存すると酸化できる事例があり、その反応機構に注目が集まった。酸素がある条件下では Fe (II) が触媒となり OH ラジカル等が生成し酸化を起こし<sup>6)</sup>、酸素がない条件下ではエッジ面に Fe (II) が存在すると Fe (III) による酸化反応のスイッチが入ることが明らかとなった<sup>7)</sup>。

粘土鉱物に含まれる鉄は酸化還元反応を起こし、膨潤性や陽イオン交換能も含めて粘土鉱物の物性が変わる。その結果、環境中における栄養塩や汚染物質の挙動および生物への影響が変わる。微生物<sup>8)</sup>も含めて研究がさらに進むことが期待される。

- 1) C. A. Gorski, M. Aeschbacher, D. Soltermann, A. Voegelin, B. Baeyens, M. M. Fernandes, T. B. Hofstetter, M. Sander : *Environ. Sci. Tech.*, **46**, 9360 (2012).
- 2) M. Sander, T. B. Hofstetter, C. A. Gorski : *Environ. Sci. Tech.*, **49**, 5862 (2015).
- 3) C. A. Gorski, L. E. Klüpfel, A. Voegelin, M. Sander, T. B. Hofstetter : *Environ. Sci. Tech.*, **47**, 13477 (2013). およびその参考文献。
- 4) A. L. Hoving, M. Sander, C. Bruggeman, T. Behrends : *Chem. Geol.*, **457**, 149 (2017).
- 5) A. L. Hoving, M. Sander, L. Fredericks, A. I. Dugulan, C. Bruggeman, T. Behrends : *Appl. Geochem.*, **120**, 104681 (2020).
- 6) S. Yuan, X. Liu, W. Liao, P. Zhang, X. Wang, M. Tong : *Geochim. Cosmochim. Acta*, **223**, 422 (2018).

7) A. G. Ilgen, R. K. Kukkadapu, K. Leung, R. E. Washington : *Environ. Sci. : Nano*, **6**, 1704 (2019).

8) G. L. Li, C. H. Zhou, S. Fiore, W. H. Yu : *Appl. Clay Sci.*, **177**, 91 (2019).

〔県立広島大学生物資源科学部 西本 潤〕

## ●——オンライン紫外線照射法を利用した不飽和リン脂質異性体の LC-MS/MS 分析

細胞を構成する脂質を網羅的に解析するリポミクス研究は、高い分離能と詳細な構造情報が得られる LC-MS/MS により研究が発展してきている。しかし、不飽和脂肪酸の二重結合位置異性体まで分別定量することは困難であるのが現状である。Zhang らは、この二重結合位置異性体を識別するためにオンライン紫外線照射法を利用した LC-MS/MS 法を確立した<sup>1)</sup>。カラム分離後の溶離液に流路（テフロンチューブ）越しに紫外線を照射可能とした LC-MS/MS 装置により、まず紫外線照射を OFF のまま測定を行う。その後、紫外線照射を ON にして再度測定を行うと、溶離液中のアセトンと脂質の二重結合部位がパターン・ビューチ反応を起こし、脂質内にオキシセタン構造が生成する。この結果、二重結合部位をもつ脂質のみが、アセトン付加分の質量増で観測されることになる。さらにオキシセタン構造部位から特異的に生成するフラグメントイオンから、二重結合の位置情報が得られる<sup>2)</sup>。このようにして新たに得られた情報により、より多くの二重結合位置異性体の同定と、その存在比を高精度でモニターでき、この手法が新たな脂質バイオマーカーを発見するためのスクリーニングツールとなる可能性を示した。

オンライン紫外線照射法は、LC の様々な検出系において測定対象物を検出するのに適した化学種に変換する手法として利用されてきた。一方、Zhang らの研究は、オンライン紫外線照射法が LC-MS/MS 測定において、新たな構造情報を得るための手段にもなることを示した。LC による測定対象物オリジナルの保持時間を変化させず、紫外線の ON・OFF のみで、測定対象物や夾雑物の構造を変えることができる点を上手く活かしたものと言える。オンライン紫外線照射法では、紫外線光源として、現在は安価な低圧水銀灯（主波長 254 nm）が多用されているが、エキシマー光源や UV-LED などの選択肢も増えつつあり、波長による反応の選択や制御も可能であろう。よって今後も LC など流れを利用した分析法において、オンライン紫外線照射法の様々な応用が期待される。

1) W. Zhang, D. Zhang, Q. Chen, J. Wu, Z. Ouyang, Y. Xia : *Nat. Commun.*, **10**, 79 (2019).

2) X. Ma, Y. Xia : *Angew. Chem. Int. Ed.*, **53**, 2592 (2014).

〔鹿児島大学大学院理工学研究科 児玉谷 仁〕

こんにちは



## 愛媛大学大学院理工学研究科 物質生命工学専攻 分析化学 研究室を訪ねて

〈はじめに〉

2021年10月11日、新型コロナウイルスの感染状況も落ち着き、著者は松山市にある愛媛大学城北キャンパス内にある、朝日先生の分析化学研究室を訪れた(写真1)。城北キャンパスは、その名の通り松山城の北に位置しており、街の中心に近く便利な場所にある。城は標高132mの城山山頂にあり、街中からその雄姿を見ることができる。朝日先生は、理工学研究科物質生命工学専攻(工学部応用化学コース)の教授のほか、先端研究・学術推進機構副センター長を併任されておられる。本日はご多忙のなか、「こんにちは」の取材のために貴重な時間を割いて頂いた。



写真1 愛媛大城北キャンパス正門(左)と松山城(右)

〈分析化学研究室における研究〉

朝日先生の研究室は、先述の朝日先生に加えて、准教授の山下浩先生、講師の石橋千英先生のスタッフ3人体制で運営されている(写真2)。今年度は、大学院生4名、学部生10名の総勢14名の学生が、有機ナノ材料や希土類元素を観測対象として、新しい分光分析や分離手法の開発・新規ナノ材料の創製に取り組んでいる。研究室セミナーとして、毎週火曜日に、論文紹介や、研究発表が行われている。とくに大学院生は、前期・後期にそれぞれ2回ずつの中間報告会を行うことで、研究

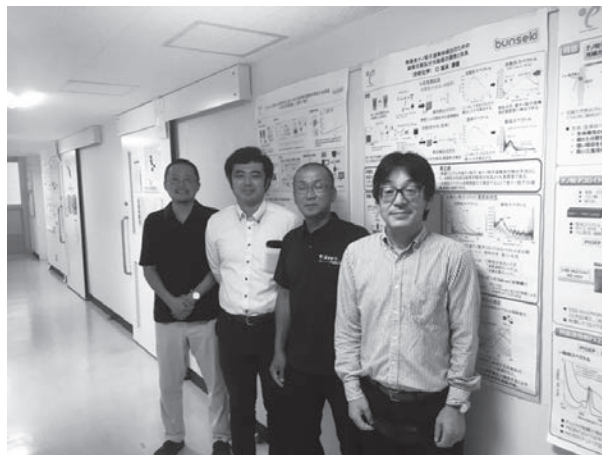


写真2 右から朝日剛先生、山下浩先生、石橋千英先生、筆者

を効率的に進めている。また学生は隔週で進捗レポートを提出し、それに基づいてディスカッションを行うなど、活発な研究活動が行われている。

分析化学研究室における研究テーマは、1)液中レーザーアブレーションによる有機ナノ粒子作製および分光特性分析、2)時空間分解分光計測によるナノ材料の光物性評価、3)希土類金属の高純度・分離抽出装置の開発である。

1)においては、強いレーザー光を固体材料に照射し粉砕することで、ナノ粒子コロイドを簡便に作製する手法を開発し、これをバイオ応用やガスセンサー応用に展開している(写真3左上)。2)においては、超短パルスレーザー分光測定により、マイクロメートルの空間領域で、かつピコ秒の時間領域でおこる光化学反応を観察可能にする計測装置を開発している(写真3左下)。3)においては、水溶液中の希少イオン(コバルトやニッケルなど)を選択的に液液抽出分離するために、静的攪拌による効率的抽出を可能としたHIMEカラム(HIME=High-throughput rare Metals static Extraction)を開発している(写真3右上)。これまでに、廃家電や燃焼灰からのレアメタルの回収に成功した。

その他、単一金ナノ粒子のプラズモン分光研究にも取り組んでいる。金ナノ粒子は、そのサイズや形によって色や光吸収・散乱スペクトルが大きく変化する。朝日グループでは、顕微鏡とレーザー技術を駆使して、ナノ粒子ひと粒ひと粒の性質を明らかにし、化学・バイオ応用や新規光反応研究を進めている(写真3右下)。

お話のなかで、朝日先生は、人とは異なる装置を開発し、人がやらないことをやるのがモットーだと言っていたのが印象に残っている。とくに、時間分解分光を顕微鏡でやるのは難しいと思われていたが、それを可能にした装置開発に成功した(写真3左下)。朝日先生にアイデアの元は?とお聞きしたら、科学研究費(科研費)の新学術領域「高次複合光応答分子システムの開拓と学理の構築」の領域会議などでの、仲間との議論が重要

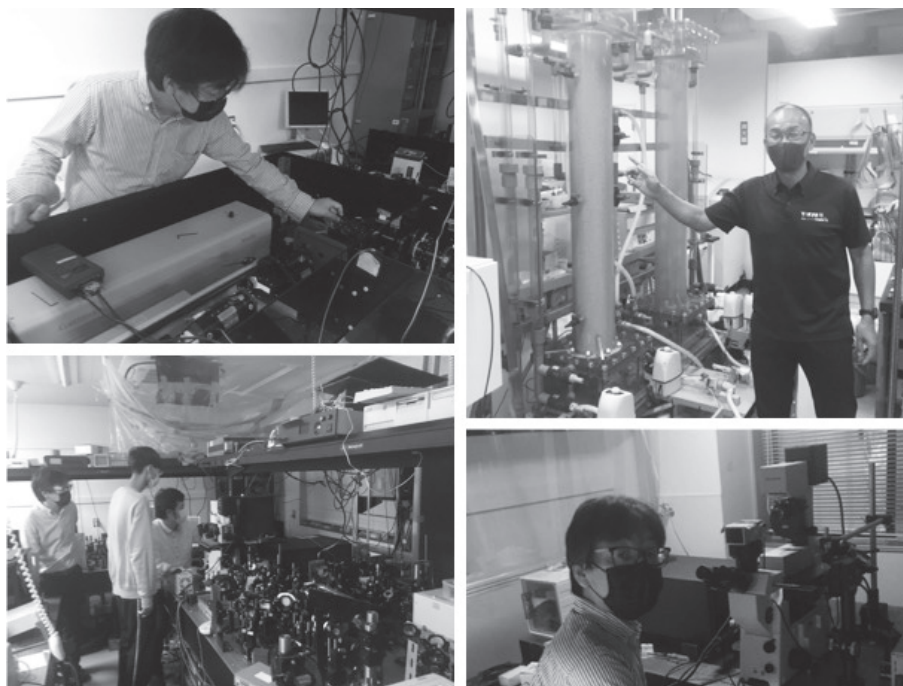


写真3 左上：レーザーアブレーション装置，左下：時間分解分光装置，右上：HIME カラム，右下：単一金ナノ粒子分光装置

だったとのことであった。新型コロナ感染下で、リモートでの学会や打ち合わせが行われるようになった。とても便利になった反面、やはり対面で時間と空間を共有しての議論には格別なものがある。来年以降はきっと可能になることを期待したい。

#### 〈おわりに〉

朝日先生は、2015年に筆者が愛媛大学に着任した際から、親しくさせて頂いている。とくに、単一金ナノ粒

子のプラズモン分光研究において共同研究をさせて頂いており、そのおかげで研究も発展させることができ、大変感謝している。今回、改めて研究室を見せて頂き、研究全体のお話を伺うことができ、個人的にも興味深い取材となった。お忙しいところ、貴重な時間を割いて研究室の案内、説明をしてくださった、朝日先生、山下先生、石橋先生、および研究室の学生の皆さんに感謝いたします。

〔愛媛大学大学院理工学研究科(理) 座古 保〕

### 会員の拡充に御協力を !!

本会では、個人（正会員：会費年額 9,000 円＋入会金 1,000 円，学生会員：年額 4,500 円）及び団体会員（維持会員：年額 1 口 79,800 円，特別会員：年額 30,000 円，公益会員：年額 28,800 円）の拡充を行っております。分析化学を業務としている会社や分析化学関係の仕事に従事している人などがお知り合いにおられましたら、ぜひ本会への入会を御勧誘くださるようお願い致します。

入会の手続きなどの詳細につきまして、本会ホームページ (<http://www.jsac.jp>) の入会案内をご覧ください。下記会員係までお問い合わせください。

◇〒141-0031 東京都品川区西五反田 1-26-2 五反田サンハイツ 304 号 (公社)日本分析化学会会員係

〔電話：03-3490-3351, FAX：03-3490-3572, E-mail：memb@jsac.or.jp〕





## 研究者としてのオリジナリティを探す

弘前大学川上先生からバトンを受けました、東北大学理学研究科の佐藤雄介と申します。このようなエッセイを書く機会は初めてなので、自己紹介がこれまででの研究生活で考えてきたことをいくつか話していきたいと思えます。

私は徳島県の高校を出た後に、東北大学に入学し、大学3年生の秋に寺前紀夫教授の研究室に配属されました。配属したタイミングで核酸塩基と結合する蛍光プローブを用いたDNA一塩基多型解析法の開発研究がCRESTに採用されたこともあり、私は小分子プローブの置換基効果に関する研究をスタートさせました。おそらく研究室配属直後の寺前先生とのインタビューで有機合成が苦手と伝えたこともあり、相互作用解析・測定をメインテーマにしてくれたのだと思います。その後、ちょうど博士号を取る年度に助教のポストが空いたため、そのまま助教で採用していただいて現在に至ります。

この間に研究対象がDNAからRNAにシフトし、最近では細胞内RNAやRNAを内包する小胞（細胞外小胞）の分析をメインテーマで研究を進めています。私が博士課程のころに、ある先輩から「オリジナルの研究をするためには研究環境（研究室）を変えて幅広い視点を持つべき」と言われたことがありました。ポストクを経験せずにそのまま同じ研究室で助教になった自分にとって、この言葉は常にひっかかっており、助教になって数年間も「どうやったらオリジナルの研究ができるのか？」と悶々と考えていました。私は自分なりの答えを得るために、今進めている研究プロジェクトに限らず、常にアンテナを張って情報収集することをしてきました。具体的には分析化学会だけでなく他の分野の学術会議への参加や、意図的に様々な論文・文献を検索し読む時間を設けて、得られた情報や知識をPowerpointにまとめてネタ帳（ネタファイル？）を作っていました。そうすると、それぞれの研究課題に共通する問題点が見えてきたり、自分の進めているプロジェクトから問題解決の糸口が見つかったりしました。自分で考え抜いて思いついた研究テーマはやはり思い入れが違います。やりたいことが明確になると、学生時代苦手だった有機合成にもやる気が出てきて、手を動かさせられます。少しずつですが最近はいろいろな分子が合成できた時、合成した分子が機能した時の喜びを楽しめるようになってきました。この

ように進めた結果、私の場合は研究対象が広がっていくとともに、研究手法が変わっていくことになりました。ただすべての研究テーマの中で、「面白い結合機能・検出機能を持つ分子プローブを創出する」ことは共通しています。その折々で考え続けて動いてきた上で、共通したこのことこそが私の研究者としてのオリジナリティにあたると思います。研究者のキャリアは様々でどれが良いと判断することは難しいし、思い通りにならないことばかりですが、縁があって与えられた環境で精一杯もがきチャレンジすることが結局は大事、という当たり前のことを改めて実感しました。ネタ帳の中ではいまだに眠っている研究テーマの種がまだまだあり、これらすべてが日の目を見ることになるとは思いませんが、できるだけ頭の中をフレッシュにして、ネタ帳をアップデートし続けていくことが大事だと思っています。最近では「こんなプローブ作れる？」とお誘いを受けて、自分では思いもよらない研究分野に参画することも増えてきました。こうしたチャンスを逃さずに、分析化学に軸足を置き新しい分野を学べることを楽しんでいければと思っています。

これまでの研究生活を振り返ると、やはり学会に参加して発表を聞いたり、お酒を飲みながら情報交換することは本当に重要だと改めて感じています。特に同世代の研究者との交流は私のモチベーションアップにつながるため、分析討論会・分析年会の参加は毎回楽しみにしています。コロナ禍のためオンライン学会に参加できない状況はとても辛く、できるだけ早くコロナが収束し研究者との交流を通じた刺激が得られる機会が来ることを願っています。

次の執筆者は熊本大学先端科学研究部の北村裕介先生です。北村先生とはバイオ分析の中でも核酸を対象にした研究という共通点もあり、学生の時から仲良きさせてもらっております。北村先生はとても情報通で、学会でお会いするたびに国内外の色々なラボや先生方の新しい情報を知れるので、毎回楽しくお話をさせていただいています。北村先生はいつもニコニコされて社交性も高く、私が懂れている先生のお一人です。今回の寄稿について打診した際にも、大変ご多忙中、快くお引き受けいただきました。どうもありがとうございます。北村先生のエッセイを楽しみにしております。

〔東北大学大学院理学研究科 佐藤雄介〕



## 談 話 室

### 分析イノベーション交流会の発足と活動の報告

分析化学の第一線で活躍する研究者・開発者にとって、自分たちの仕事の可能性を広げるために、企業がもつ“ものづくり技術”や生み出された独創的で先進的な製品を活用できたいのに、と思ったことはありませんか？例えば、大学では通常、産学連携部門が窓口となって、問い合わせしてきた企業側にシーズ技術をもつ研究室を紹介してマッチングさせることがあります。しかし、企業のもつ“ものづくり技術”をシーズとして活用することで、研究開発を進める上で困難な課題を解決できる場合もあります。そのようなニーズとシーズが出合える場を提供できればと私たちは考え、分析イノベーション交流会を発足いたしました。

このために、年1回の交流会を主催するだけでなく、「ものづくり技術交流会～分析に役立つ基礎技術～」を開催し、“ものづくり技術”をもつ企業にご登壇いただいております。これは日本分析化学会年会や分析化学討論会の実行委員会にお願いしてジョイント開催させていただいております。日本分析化学会の会員相互の交流だけでなく、これまで分析化学とは縁のなかったような分野の企業との新たなつながりをつくる機会を常に模索しています。

この交流会が発足したきっかけは、2019年に開催された日本分析化学会第68年会で、年会実行委員長の藤浪真紀先生のご助言のもと、関東支部若手の会が主催した「分析化学のプレゼンスを拡大するキャリアビルディング」というシンポジウムでした。このときに、関東支部長（当時）の早下隆士先生のご配慮により、関東支部若手の会幹事と産業界シンポジウム実行委員会の若手メンバーとが接点を持ち、また「分析化学」誌の編集委員会のご承諾もいただいて、企業会員様に本シンポジウムへご協力ご参加いただきました。

このときの連携のネットワークを活かして、関東支部の常任幹事会より、①分析技術に関する情報収集と情報交換、②オープンイノベーションおよびソーシャルイノベーションの推進、③若手技術者および若手研究者の交流及び育成、④分析技術部門のステータス向上、を目的とした交流会を発足することをご承認いただき、さらに全国へ活動の輪を広げることを理事会にてお認めいただきました。

私たち実行委員会は、産官学の垣根を越えたコミュニケー

ション組織です。主なメンバーは30代、40代です。産業シンポジウムの実行委員会とも連携しています。公私ともに充実して業務にあたっている傍らで、今後の分析化学の進む方向と果たすべき個々の役割に強く関心をもって活動しております。また、新型コロナウイルス禍をきっかけに、断片的になりがちなコミュニケーションを新しい形で実践することに挑戦しています。これまでの活動は以下の通りです。

#### 2020年1月23日（木）、24日（金）

令和元年度分析イノベーション交流会キックオフミーティング  
場所：オルガノ株式会社（東京都）。主題討論テーマ：「リチウムイオン電池」「マイクロプラスチック」。企業94名、公設試5名、国研8名、大学13名、学生23名（合計143名、企業53社、のべ数）。

#### 2020年9月18日（金）

ものづくり技術交流会2020～分析に役立つ基礎技術～  
日本分析化学会第69年会とのジョイント開催（特別実行委員長：手嶋紀雄先生（愛知工業大学））。共催：名古屋商工会議所、名古屋工業大学産官学金連携機構。場所：オンライン開催（パネルディスカッションのみ名古屋商工会議所会議室で実施）。企業76名、公設試2名、国研4名、大学22名、学生16名（合計120名（最高視聴者数76名）、企業43社、のべ数）。

#### 2021年2月25日（木）、26日（金）

令和2年度分析イノベーション交流会  
場所：オンライン開催。主題討論テーマ：「現場分析」「極微量分析」。企業102名、公設試2名、国研5名、大学28名、学生25名（合計162名（最高視聴者数89名）、企業54社、のべ数）。

#### 2021年5月21日（金）

ものづくり技術交流会2021 in 東北～分析に役立つ基礎技術～  
場所：オンライン開催。第81回分析化学討論会とのジョイント開催（特別実行委員長：高貝慶隆先生（福島大学））。企業46名、国研6名、大学36名、学生12名（合計100名（最高視聴者数68名）、企業26社、のべ数）。

#### 2021年9月21日（火）

ものづくり技術交流会2021 in 関西～分析に役立つ基礎技術～  
日本分析化学会第70年会とのジョイント開催（特別実行委員長：久本秀明先生（大阪府立大学））。場所：オンライン開催。企業85名、国研9名、大学53名、学生19名（合計166名（最高視聴者数105名）、企業40社、のべ数）

#### 【今後のイベントの告知】

2022年1月予定 令和3年度分析イノベーション交流会  
2022年5月13日（金）ものづくり技術交流会2022 in 関東  
2022年9月予定 ものづくり技術交流会2022 in 中国四国

本交流会の参加者からは、「(対面で行ったキックオフミー

ティングにて) 展示のみの時間があることにより、多数の方にブースへお越しいただいた。「休みなくポスター内容の説明ができ、分析相談も3件あった。意外なところが解決のヒントになることに興味を持っていただいた。」「求めている技術をもった企業の方と知り合えた。」「気構えなく、多くの方々と具体的な話ができて、期待以上だった。」「(オンライン開催)とでもアットホームな感じの交流会で、楽しい時間を過ごすことができました。」と励みになるメッセージを寄せていただきました。また、アナログ・デバイス株式会社様と味の素株式会社様との共同開発(プレスリリース2021年3月)にも貢献できたことを大変光栄に存じます。

日本分析化学会会員の皆様、本交流会にご支援ご参加くださった皆様にはこの場を借りて、あらためて御礼を申し上げます。今後とも何卒よろしくお願ひ申し上げます。

東京大学 豊田 太郎  
東京薬科大学 東海林 敦  
帝人株式会社 菅沼 こと

## インフォメーション

### 理事会だより (2021年度第5回)

2020年度から北海道支部長を拝命し、庶務担当理事として本部理事会に出席して2年目になります。昨年度の「第4回理事会だより」にも書かせていただきましたが、2020年5月の第80回分析化学討論会(開催予定地:北教大札幌キャンパス)は未曾有の現地開催中止を余儀なくされ、実行委員長として心が痛みました。以後の各研究発表会にはそれぞれ工夫を凝らしたWeb会議形式が定着しましたので、新型コロナウイルス感染症拡大への対応の過渡期に身を置いたことになるでしょう。昨年度(2020年)の理事会は感染症拡大の影響や内山一美先生(元会長)の惜しまれるご逝去などで定例理事会6回に加えて臨時4回でしたが、2021年度は定例6回と臨時1回の例年通りの開催が見込まれております。2020年度から全面的にWeb会議形式での開催で、本部へのアクセスは必要なく欠席者はほとんどおりません。討議や投票は円滑に行われておりますが、理事就任後すべてWeb理事会ですので会議後に意見交換をする機会に全く恵まれなく、とても残念な気持ちもあります。

第5回理事会での内容のいくつかについてお話いたします。【本部活動】について、日本分析化学会は公益社団法人ですが、2020年度において学会の保有する遊休財産額が認定法の上限を超えてしまった(認定法第十六条)ことについての内閣府に対する説明を話し合いました。コロナ禍のため学会の大きなイベントである討論会・年会ほかセミナー・講演会の多くがオンライン開催になりましたので2020年度の事業費総額は2019年度に比べて大幅に減少したため、保有している遊休財産額が相対的に超過しました。公益のために会費などによって集められた財産は速やかに公益目的に使用され、公益事業とは直接関係の無い財産を過大に内部留保することは適当ではないという

ことです。今後、新型コロナウイルス感染症が終息に向かい、事業活動が正常化すれば遊休財産額の保有制限超過は解消に向かうと思います。しかし、早期に戻すことは困難であるので、バランスを取りながら事業運営を行うよう努力すると致しました。【学会会合事業】については、2021年9月にオンライン開催された第70年会の会計報告が提出され、818名の参加によって無事に終了したことが報告されました。第82回分析化学討論会(茨城大学)の準備状況については、現時点で実行委員会は「対面」での開催を原則として準備を進めていますが、最終的な判断は今後の新型コロナ感染症の状況如何です。開催方式の変更に2か月程度の準備期間を要するので、予断を許さない状況にあります。【出版事業】については、論文誌「X-ray Structure Analysis Online」を2022年3月で休刊にするが既刊分のWeb掲載を継続すること、機関誌「ぶんせき」を全会員(ジュニア会員を除く)に「電子媒体により無料配信」するが、維持会員、特別会員、公益会員には冊子体で無料配布することの細則の改定がされました。また、「分析化学」編集委員会運営に関する規定の改定では、約10名の「アドバイザー」が新たに任命されることになりました。このアドバイザーは、編集委員会の諮問に基づき特定の事項に対して検討し、委員会に対して答申を行います。【会員現況】については、2021年12月の公益会員を含めた全会員数は5135名ですが、ここ4年間で600名以上減少しております。正会員(2021.12)は3367名ですが、昨年同期から205名減少しています。学生会員の皆様には正会員への移行をなんとしてもお願ひ致します。

以上、私の理解の不充分な点も多くあると思いますが、理事会での内容をいくつか紹介いたしました。今後も本会がいつそう発展するように務める所存です。

〔庶務担当理事 嶋崎悌司〕

### 九州支部だより

#### —九州支部各賞受賞者の報告—

日本分析化学会九州支部では、九州における分析化学の発展に多大な貢献をされた方に対して、2005年度より九州分析化学会賞を授与しています。また、若手研究者の育成を目的として九州分析化学奨励賞、九州分析化学ポスター賞を授与しています。このほか、例年ですと九州分析化学若手賞を授与しているのですが、選考会となる九州分析化学若手の会若手研究講演会・夏季セミナーが新型コロナウイルス感染症の影響によりオンライン開催でポスター発表を実施できなかったため、今年度は受賞者なしということとなりました。2021年度の各賞受賞者は以下のとおりです(敬称略)。

#### 1. 2021年度九州分析化学会賞

2021年5月29日に行われた選考委員会及び6月4日の第1回常任幹事会を経て受賞が決定しました。

能田均(福岡大学薬学部):高選択的な蛍光誘導体化法の開発とその分析化学的利用

なお、九州支部においては、例年、11月に行っている幹事

会に合わせて受賞講演を行っております。前年度は実施できませんでしたので、前年度の受賞者である高椋利幸先生（佐賀大学理工学部）と併せてお二人の受賞者による講演会を実施しました。

## 2. 2021年度九州分析化学奨励賞

2021年5月29日に行われた選考委員会及び6月4日の第1回常任幹事会を経て、下記3名の受賞が決定しました。

川末慎葉（福岡大学大学院薬学研究科博士課程2年）：誘導体化LC-MS法によるタンパク質微小変化分析

嘉村匠人（熊本大学大学院自然科学教育部博士後期課程2年）：RNA高次構造の形成誘導を利用した細胞内短鎖ncRNA検出法の開発

河野雅大（佐賀大学大学院工学系研究科博士後期課程3年）：イオン液体と分子性液体の混合状態および相分離に関する研究

## 3. 第58回化学関連支部合同九州大会 九州分析化学ポスター賞

2021年7月3日オンライン開催された第58回化学関連支部合同九州大会において、下記5名の受賞が決定しました。

林榛菜（熊本大学大学院先端科学研究部）：抗E<sub>p</sub>CAMアプタマー修飾フィルターによる血中循環腫瘍細胞の特異的捕捉

嘉陽奈々（九州大学大学院工学府）：吸着等温測定による電極触媒への高分子電解質吸着挙動の解明

江口奈央（九州工業大学大学院工学府）：電気化学的テロメラーゼ検出法への新しいフェロセン化ナフタレンジイミドの応用

立石宙也（九州大学大学院工学府）：細胞上の複数種タンパク質の同時多色蛍光検出を可能にする酵素増感法

佐々木隆（佐賀大学大学院先進健康科学研究科）：アルコール-水混合溶液中におけるLysozymeおよびβ-Lactoglobulinの構造変化

〔九州支部支部長 熊本大学大学院先端科学研究部 井原敏博〕

## 2021年 POTY 賞

現在、(公社)日本分析化学会(JSAC)・液体クロマトグラフィー(LC)研究懇談会には、様々な褒章制度が設けられている。たとえば、CERIクロマトグラフィー分析賞、LC努力賞、LC科学遺産認定、優良企業認定、ベストオーガナイザー賞、最優秀一般会員賞、等々である。これらは、例会への参加回数を競う最優秀一般会員賞を除けば、すべてLC、LC/MSなどの研究発表に対する褒賞である。ところが、LC研究懇談会の多彩な事業を維持して行くためには、研究面における貢献に加え、運営そのものを支える貢献が不可欠である。したがって、LC研究懇談会のさらなる発展を目指すには、研究面に加え、非研究面からLC研究懇談会の運営に大きな貢献があった場合にも、その労苦に報いる褒賞を用意しておく必要がある。POTY (Person Of The Year) 賞は、このような考えから生まれた褒章制度であり、2021年度第6回運営委員会(2021年9

月28日)でその創設が承認された。本賞の授賞精神は、以下の規定に表現されている。

1. POTY賞はLC研究懇談会の発展に大きく貢献した者に授与する。
2. CERIクロマトグラフィー分析賞並びにLC努力賞の受賞者を授与の対象としない。

さて、第1回目のPOTY賞受賞候補者の推薦に関する会告は、JSACの機関誌「ぶんせき」誌とLC研究懇談会のホームページに掲載され(推薦締め切り12月5日)、12月7日に選考委員会がZoomウェビナーにより開催された。その結果、三上博久氏(榊島津総合サービス)により推薦された小林宣章氏(東洋合成工業株)が、9名の参加選考委員により満場一致で受賞候補者として選考された。この選考結果は12月14日に開催された2021年度第9回運営委員会で協議され、小林氏への授賞が正式に承認された。授賞題目は「LC研究懇談会各種事業のリモート開催への貢献」である。以下、授賞対象となった小林氏の業績紹介に先立ち、POTY賞創設の背景を概説しておく。

2019年の12月、武漢で第1報が報告された新型コロナウイルス感染症(COVID-19)の影響で、2020年度(3月1日~2021年2月28日)のすべての例会(第345回~第351回)が見学会などと共に中止に追い込まれた。LC研究懇談会の個人会員・団体会員から会費をいただいている以上、無策は許されない。会員諸氏へ少しでも情報をお伝えする手段として、2020年の6月6日に電子ジャーナル「LCとLC/MSの知恵」の創刊を機関決定し、一気呵成に12月15日に創刊号を発行することができた。本電子ジャーナルは12月15日と6月15日に定期発行することとしたが、8月を除いて月ごとに開催していた年12回の例会(9月はJSAC年会開催時のLC研究懇談会講演会を例会扱いとしているので、9月の例会は2回)分の情報量には及ぶべくもない。

そのため、コロナ禍の影響が甚大となった頃、オンラインで例会を開催する可能性を内々に検討していた。この方面の情報に明るい、JSAC事務局の職員に相談したところ、Googleを利用する参加申込方法を紹介された。しかし、当時の私はGoogleを使用した経験がなかったため、アカウントを取るところから始めなければならず、時間をかけられないことも手伝い、ちょっと試しては頓挫することを数日に渡って繰り返し、結局そのままにしてしまう体たらくであった。そこで、最年少の運営委員でWebツールに長けていそうに思えた小林宣章氏にすべてを託した。すなわち、リモート例会に適したツールの選別(Zoomウェビナー)を手始めに、講演者用SOP、オーガナイザー用SOP、一般視聴者用SOPの作成を依頼し、それらを整備してもらった。この見事な実績に基づき、小林氏を小委員長とするWeb対応小委員会の創設が2020年度第3回運営委員会(5月28日)で承認された。

このような経緯を経て、小林宣章氏の絶大な尽力で2021年度の運営委員会、例会、査読会、さらにはJSAC関東支部主催機器分析講習会第2コース「HPLCとLC/MSの基礎」(リモート講習会)が滞りなく開催できた。以上述べた、Webツールを活用した諸々の事業展開は、ひとえに小林氏の尽力なくしては果たせなかったものであり、50年に垂んとするLC研究懇

談会の歴史において特筆すべき軌跡となった。小林氏は有機合成化学分野で博士号を取得した身でありながら、分離科学に比重を置く LC 研究懇談会の発展に大きな貢献を果たした。この特異な業績は、創設された POTY 賞の趣旨に副う顕著な内容であり、選考委員会及び運営委員会の双方において、その最初の授賞者として誠に相応しい人物と判断された。

[LC 研究懇談会・委員長 中村 洋]



## 高分子分析研究懇談会第 407 回例会報告

高分子分析研究懇談会第 407 回例会が 2022 年 1 月 19 日(水)に Web 形式で開催され、参加者は 54 名であった。また、本例会では講演いただいた 2 名の先生方と個別にディスカッションする時間を設定し、より詳細な議論、並びに技術交流をいただく場を設けた。

まず、運営委員長の香川信之氏(榊東ソー分析センター)による開会の挨拶に続き、2 件の招待講演を執り行った。

1 件目のご講演は中村吉伸先生(大阪工業大学)による「シランカップリング剤で強化した高分子複合材料界面の Pulsed NMR による解析」であった。ご講演では、IC チップの封止材料に代表されるシリカ充填樹脂コンポジット材料の力学特性に関して、シランカップリング剤(以下、SCA 剤)の種類、あるいは添加方法が重要な因子であることをご報告いただいた。シランカップリング剤のアルコキシ基の数の違いにより、シリカ表面の SCA 剤分子構造に差が生じ、樹脂との絡み合い具合が異なることで、コンポジット材料の力学特性に大きく影響することを Pulsed NMR による緩和時間分析を主軸とした各種分析法により示された。また、過度な SCA 剤の表面被覆は SCA 剤同士の凝集を誘起し、物性の低下を招くため、樹脂と SCA 剤の SP 値を近づけることが重要である。さらに、SCA 剤のコンポジット材料への添加処方の仕方による物性発現差異について言及され、工業的プロセスで一般的であるインテグラル法は、より分子同士の絡まりを起こし、力学特性に優位であることを示された。

2 件目のご講演は中谷久之先生(長崎大学)による「海洋ナノプラスチックの形態と新規 PP 系生分解プラスチックの創製」であった。世の中のマイクロプラスチック(以下、MP)、並びにナノプラスチック(以下、NP)の現状や将来想定についてご説明され、主に海中に高濃度で NP は存在するとのご報告をいただいた。また、海洋と陸地(河川)の MP は劣化機構が異なることを SEM-EDS による観察画像解析により明らかにされ、海中での劣化・細分化は界面活性剤などによる剥がれが主要因であることが示された。さらに、細分化形状を劣化メカニズムから紐解くことで、ポリプロピレン、ポリエチレン、ポリスチレンなどの樹脂種が判別可能であることを実際の SEM 観察画像と共に分かりやすくご説明いただき、特定海域で採取した海水中の NP の大部分は船底の塗料、あるいはシーラント由来であることを示された。人工的に作成した NP の海水中での劣化挙動から、存在する微生物種が水深で異なり、さらには PP を捕食する微生物の存在を突き止め、生分解性 PP 材への開発に展開できる可能性についてご説明いただいた。

最後に、各先生方との交流のセッションでは、各セッションともに 12 名程度の参加者にて実施され、講演内ではできなかった詳細な質疑、技術議論や参加者が日ごろ抱える分析課題を相談でき、非常に活発に議論された。

新型コロナウイルスの影響も収束しないままであるが、可能な限り会員様の技術交流が円滑になるような様々な施策を実行していきたい。

[出光興産(株) 長町俊希]



## 第 367 回液体クロマトグラフィー研究懇談会

2022 年 1 月 21 日に表記研究懇談会が Zoom オンラインにて開催された。今回は「意外と知らない HPLC, LC/MS 分析の効率化・デジタル化の手法」を講演主題として行われた。

HPLC や LC/MS 分析をはじめとした分析業務において、分析精度はもちろん、効率化も求められている。また、2020 年にはコロナウイルス感染拡大防止のためにリモートワークも行われるようになり、分析をリモートで行うなど、デジタル化を含め分析業務の手法も変わりつつある。本研究懇談会では、効率化・デジタル化をサポートする HPLC, LC/MS およびこれらの周辺技術・機器について、講演総括を含め 5 演題の講演が行われた。

1 題目は、アジレント・テクノロジー(株)の熊谷浩樹氏より「デジタルラボの現在と未来～スマートネットワークで実現するテレワーク、データ管理の進化形～」の講演が行われた。スマートネットワーク化によるテレワークの実現方法やデジタルツールを活用した新しいサポートの紹介、さらには将来的なデジタルラボに関する考え方が提示された。

2 題目は、日本分光(株)の寺田明孝氏より「アフターコロナでも役立つ HPLC, LC/MS のリモート化・効率化」の講演が行われた。リモート化に関しては具体的な手法と実際について紹介があった。効率化については、効率化を行うための 4 つのキーワード「変える」「減らす」「統一する」「俯瞰する」とともに効率化の探し方から具体的な方法について紹介があった。

3 題目は、日本ウォーターズ(株)の島崎裕紀氏より「バイオセパレーションを効率化するための LC ソリューション」の講演が行われた。バイオセパレーションにおける効率化方法として低吸着 LC システムとカラムについて紹介があった。また、サンプル前処理におけるリキッドハンドリングの自動化による効率化についても紹介があった。

4 題目は、メルク(株)の石井直恵が「超純水の取扱いからできるラボの効率化」の講演を行った。ラボを効率的に運用するための超純水水質管理の手法、超純水使用時・採水時の効率化、水質管理・装置管理のデジタル化およびダウンタイムの最小化の方法について紹介した。

5 題目は、中村 洋委員長(東京理科大学)が「総括 意外と知らない HPLC, LC/MS 分析の効率化・デジタル化の手法」という演題で、各講演者に対して質疑やアドバイスが行われた。また、2022 年 1 月 28 日・29 日に開催される第 27 回 LC & LC/MS テクノプラザと今後の研究懇談会の紹介がされた。

研究懇談会終了後には、講師を囲んでの情報交換会が Zoon オンラインにて行われた。コロナ禍において交流の機会が減っている中、交流を深めることができた有益な機会であった。

最後に、本研究懇談会での講師を快くお受けいただきました講師の皆様、また運営にご協力いただきました榎本幹司委員（栗田工業㈱）、小林宣章委員（東洋合成工業㈱をはじめ、役員の方々に深く感謝申し上げます。

〔メルク㈱ 石井直恵〕

## 原 稿 募 集

「技術紹介」の原稿を募集しています

対象：以下のような分析機器、分析手法に関する紹介・解説記事

- 1) 分析機器の特徴や性能および機器開発に関わる技術、
- 2) 分析手法の特徴および手法開発に関わる技術、
- 3) 分析機器および分析手法の応用例、
- 4) 分析に必要な試薬や水および雰囲気などに関する情報・解説、
- 5) 前処理や試料の取扱い等に関する情報・解説・注意事項、
- 6) その他、分析機器の性能を十分に引き出すために有用な情報など

報など

新規性：本記事の内容に関しては、新規性は一切問いません。新規の装置や技術である必要はなく、既存の装置や技術に関わるもので構いません。また、社会的要求が高いテーマや関連技術については、データや知見の追加などにより繰り返し紹介していただいても構いません。

お問い合わせ先：

日本分析化学会『ぶんせき』編集委員会

〔E-mail : bunseki@jsac.or.jp〕

## 執筆者のプロフィール

(とびら)

坂入正敏 (Masatoshi SAKAIRI)

北海道大学大学院工学研究院 (〒060-8628 札幌市北区北13条西8丁目). 東京工業大学. 工学博士. 《現在の研究テーマ》腐食・防食, 局部電気化学, 表面処理. 《主な著書》“*Electrochemistry for Corrosion Fundamentals*” Springer Nature Singapore Pte Ltd., (分担執筆:—Chapter 5 Hydrogen embrittlement and hydrogen absorption—).

(ミニファイル)

岩井若菜 (Wakana IWAI)

ユニ・チャーム株式会社 Global WellnessCare Marketing 本部 JapanBrandManagement 部 ResearchG (〒108-8575 東京都港区三田3-5-27 住友不動産三田ツインビル西館). 東京農工大学大学院工学府生命科学専攻. 《現在の仕事内容》市場, 消費者, 環境やトレンド変化など幅広く情報収集し分析する. 《趣味》映画鑑賞, グルメ巡り.

E-mail: wakana-iwai@unicharm.com

(トピックス)

西本 潤 (Jun NISHIMOTO)

県立広島大学生物資源科学部生命環境学科

(〒727-0023 広島県庄原市七塚町 5562). 広島大学大学院理学研究科化学専攻. 博士 (理学).

児玉谷 仁 (Hitoshi KODAMATANI)

鹿児島大学大学院理工学研究科 (〒890-0065 鹿児島県鹿児島市郡元1-21-35). 神戸大学大学院総合人間科学研究科修了. 博士 (学術). 《現在の研究テーマ》環境中における水銀の挙動解明と化学発光を利用した分析法の開発. 《主な著書》“水銀に関する水俣条約と最新対策・技術”, (シーエムシー出版). 《趣味》家庭菜園.

E-mail: kodama@sci.kagoshima-u.ac.jp

(リレーエッセイ)

佐藤雄介 (Yusuke SATO)

東北大学大学院理学研究科化学専攻 (〒980-8578 宮城県仙台市青葉区荒巻字青葉6-3). 《現在の研究テーマ》細胞外小胞・核酸の機能解析を目指した分子プローブの創製. 《趣味》子供と遊ぶ.

(ロータリー・談話室)

豊田太郎 (Taro TOYOTA)

東京大学大学院総合文化研究科 (〒153-8902 東京都目黒区駒場3-8-1). 東京大学大学院総合文化研究科広域科学専攻. 博士 (学術). 《現在の研究テーマ》細胞模倣反応

場の構築と分析化学的展開. 《主な著書》“基礎から理解する化学3分析化学”, TECOM 出版 (分担執筆). 《趣味》動画鑑賞, 動画制作.

E-mail: cttoyota@mail.ecc.u-tokyo.ac.jp

東海林 敦 (Atsushi SHOJI)

東京薬科大学薬学部 (〒192-0392 東京都八王子市堀之内1432-1). 東京薬科大学大学院薬学研究科薬学専攻. 博士 (薬学). 《現在の研究テーマ》微小センサー, 生体膜デザイン. 《主な著書》“薬学生のための分析化学問題集”, 廣川書店 (分担執筆); “薬学生のための分析化学 (第4版)”, 廣川書店 (分担執筆). 《趣味》フットサル, 食べること.

E-mail: ashoji@toyaku.ac.jp

菅沼こと (Koto SUGANUMA)

帝人株式会社構造解析センター (〒191-8512 東京都日野市旭が丘4-3-2). 東京農工大学大学院工学府生命科学学科. 博士 (工学). 《趣味》旅行.

E-mail: ko.suganuma@teijin.co.jp

## 『ぶんせき』再録集 vol. 1 出版のお知らせ

ぶんせき誌の過去記事の有効利用の一環として、『ぶんせき』再録集 vol. 1 が出版されました。2011年から2020年まで、10年間分の〈ミニファイル〉の記事が詰まっています。

下記10章からなり、それぞれ12から14の話題が集められています。

1. 実験器具に用いられる素材の特徴, 2. 分析がかかわる資格, 3. 顕微鏡と画像データ処理, 4. 最新のweb文献検索データベース, 5. ポータブル型分析装置, 6. 分析化学と材料物性, 7. 分析化学者のための多変量解析入門, 8. 土壌分析, 9. サンプルング, 10. 前処理に必要な器具や装置の正しい使用方法。

本書はアマゾンオンデマンド出版サービスを利用して出版した書籍ですので、書店には並びません。アマゾンサイトからのネット注文のみとなりますので、ご注意ください。詳しくは「ぶんせき」誌ホームページをご確認ください。

## 特集：分析試薬の可能性を探る

### 目 次

特集号「分析試薬の可能性を探る」の刊行にあたって……………	壹岐伸彦	99
<b>分析化学総説</b>		
細胞・組織のバイオ分析における増感酵素……………	金子諒右・森 健・片山佳樹	101
<b>総合論文</b>		
酵素活性を利用するバイオ計測に向けた電気化学基質とシステム ……………	宇田川喜信・伊藤健太郎・井上(安田)久美・梨本裕司・伊野浩介・珠玖 仁	109
プッシュプル型アミノナフチリジン及びアミノキノリン誘導体を基盤とした 可逆的酸塩基検出試薬の開発……………	松本祥汰・梅野智大・臼井一晃・唐澤 悟	119
シアニン色素擬塩基を有する三重鎖形成ペプチド核酸プローブによる RNA 二重鎖構造蛍光検出 ……………	西澤精一・佐藤貴哉・LEE En Ting Tabitha・坂本直柔・ 千葉年輝・田邊貴昭・芳野幸奈・高橋勇樹・佐藤雄介	133
<b>報 文</b>		
異核ランタニドーチアカリックスアレーン錯体の選択的合成法の開発と 発光特性の評価……………	唐島田龍之介・武者洸貴・壹岐伸彦	145
ナノ材料の体内動態を明らかにする金ナノロッドマスプローブ……………	祝迫健人・新留康郎	153
酵素と無機ナノシート並びに磁気ビーズから成る共役酵素反応を行う 複合体材料の開発とグルコース検出への応用 ……………	鹿狹美春・南川朋花・上田敏久・鎌田 海・宗 伸明	159
ジピコリルアミン配位子を修飾したポリアミドアミン dendrimer 試薬による リン酸誘導体認識……………	橋本 剛・田淵直人・早下隆士	167
<b>技術論文</b>		
古くても今なお有用な $[\gamma\text{-}^{32}\text{P}]\text{ATP} : ^{32}\text{P}$ を用いる酵素活性測定法による タンパク質リン酸化酵素に対するペプチド性基質の開発 ……………	浅井大輔・姜 貞勲・片山佳樹	179
<b>ノ ー ト</b>		
ヒドロキシプロピルメチルセルロースを用いる非水系キャピラリーゲル電気泳動による 金属錯体の高性能分離……………	北川文彦・佐藤李香・奈良岡礼朗・糠塚いそし	187
フェノール側鎖を有するニトロキシラジカル前駆体の水溶液中での 電気化学的重合とその電気化学的分析への応用 ……………	佐藤勝彦・熊野征行・杉山恭子・小松祥子・渡邊一弘・今橋良太・ 小野哲也・吉田健太郎・大樂武範・藤村 務・柏木良友	191
オリゴ乳酸の逆相 HPLC 分析に対するトリフルオロ酢酸添加の影響 ……………	園田達彦・吉田雄治・前田憲成・水野康平	197



アナリティカルレポート

嫌気消化試料からの核酸抽出におけるタングステン酸ナトリウムの影響

— リボ核酸の定量における蛍光度法の有効性 —

..... 遠矢将太郎・園田達彦・前田憲成	201
Analytical Sciences 注目論文: 2021 年 37 卷 11 号, 2021 年 37 卷 12 号	207
「分析化学」特集 “高分子分析—この 10 年の進歩” の論文募集	209
「分析化学」年間特集 “省” の論文募集	210
“第 21 回若手研究者の初論文特集” 募集のお知らせ	212
テンプレートによる投稿要領	213
「分析化学」に投稿される皆様へ	214
X-ray Structure Analysis Online (第 38 卷第 1 号, 第 2 号) 目次	

# X-ray Structure Analysis Online

Vol. 38 Part 2  
February 2022

## — CONTENTS —

<b>Synthesis and Crystal Structure of a Dinuclear Cu(II) Complex with <i>N,N,N',N'</i>-Tetrakis(2-pyridylmethyl)-1,4-xylenediamine</b>	
Junya SUGIYAMA, Ko YONEDA, Yasunori YAMADA, and Masayuki KOIKAWA	19
<b>Polynuclear Chain Compound of Tetrakis(<math>\mu</math>-<i>n</i>-butyrato-<i>O,O'</i>)diruthenium Bromide</b>	
Makoto HANDA, Haruki YAIRI, Yoshiki KOYAMA, Ryoji MITSUHASHI, and Masahiro MIKURIYA	21
<b>Crystal Structure of Platinum and Rhodium Discrete Hexanuclear Complex with Polyethylene Glycol</b>	Kazuhiro UEMURA 25
<b>Crystal Structure of a 1,3-Diyne Iron Complex, [(<math>\eta^5</math>-Cp)<sub>2</sub>Fe<sub>2</sub>(<math>\mu</math>-CO)(CO) {<math>\mu</math>, <math>\eta^1</math>: <math>\eta^1</math>: <math>\eta^2</math>-(C=O) C (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)=C-C<math>\equiv</math>CC<sub>6</sub>H<sub>5</sub>}]·0.5 (C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>Cl<sub>2</sub>), Formed by C-C Bond Coupling with Carbon Monoxide</b>	Shinsaku YAMAZAKI, Yukinari SUNATSUKI, Tsutomu MIZUTA, and Toshiaki YONEMURA 27
<b>Crystal Structure of 1,1'-(1,7-Heptanediy)bis(pyridinium) Bis(2-thioxo-1,3-dithiole- 4,5-dithiolato)nickelate Double Salt</b>	Hiroto MACHIDA, Akinori HONDA, Kazuaki TOMONO, Yuto YOSHIGUCHI, and Kazuo MIYAMURA 29
<b>Mixed-valent Manganese Complex with a Schiff-base Having a Di-<math>\mu_4</math>-oxido-di-<math>\mu_3</math>-oxido- di-<math>\mu_3</math>-carboxylato-hexa-<math>\mu</math>-carboxylato-bridged Mn<sup>II</sup><sub>2</sub>Mn<sup>III</sup><sub>6</sub> Core</b>	Masahiro MIKURIYA, Yoshiki KOYAMA, Chinatsu KAMIOKA, Ryoji MITSUHASHI, and Motohiro Tsuboi 33

- ◇北京 2022 オリンピック冬季大会が終了し、気が付くと三月です。本 3 号より、冊子ではなく電子版「ぶんせき」による配信がスタートし、情報配信のスタイルが時代の流れに合わせて変化しています。
- ◇新型コロナ感染症拡大防止のため、機関誌「ぶんせき」編集委員会の開催スタイルも、オンライン開催がスタンダードになり 2 年が経過します。WEB 会議は誰もが「ドラえものどこでもドア」を手に入れた状況、という名言をおっしゃるのは、北海道支部副支部長 坂入正敏先生で、今号の「とびら」の中で執筆なさっています。「どこでもドア」を手に入れた、という憧れを持ったことがある人は多いのではないのでしょうか。
- ◇2022 年 5 月 14 日（土）、15 日（日）開催の第 82 回分析化学討論会のオンラインによる事前参加登録は始まっていて締切は 4 月 13 日（水）です。お早目の登録をお待ちしております。
- ◇今号の「リレーエッセイ」の中で佐藤雄介先生（東北大院理）がおっしゃる「コロナ禍のためオンサイト学会に参加できない状況はとても辛く」と共感する読者は多いのではないかと思います。
- ◇新型コロナワクチン接種 3 回目も始まり 5 月の討論会の頃は感染者数のピークを脱していることを願ってやみません。開催予定地である茨城大学水戸キャンパスでお会いしたいですね。 [A. T.]

- 〈とびら〉  
研究開発の道のり……………村松康司
- 〈入門講座〉 レーザーを用いる分析技術  
レーザー誘起ブレイクダウン分光法の基礎と  
産業プロセスへの応用……………出口祥啓
- 〈解 説〉  
食品産業における MALDI-MS 微生物同定の展開……宮下 隆
- 〈ミニファイル〉 衛生と安全  
安全な水の供給と浄水処理……………川崎直人
- 〈話 題〉  
シングルセルでどこまで分かる？  
～1 細胞質量分析の現状と展望～ ……………水野 初

◇ 編 集 委 員 ◇

〈委員長〉 勝 田 正 一 (千葉大院理)		
〈副委員長〉 菅 寿 美 (海洋研究開発機構)		
〈理 事〉 津 越 敬 寿 (産業技術総合研究所)		
〈幹 事〉 加 藤 大 (昭 和 大 薬)	東海林 敦 (東京薬大薬)	菅 沼 こと (帝 人 (株))
	富岡 賢一 (三菱マテリアル(株))	
〈委 員〉 井 倉 則 之 (九 大 院 農)	上原 伸 夫 (宇都宮大工)	江坂 幸 宏 (岐阜薬科大学)
	岡村 浩 之 (日本原子力研究開発機構)	齊藤 和 憲 (日本大学生産工)
	坂 牧 寛 (化学物質評価研究機構)	高橋あかね (オルガノ(株))
	田中 佑 樹 (千葉大院薬)	照井 教 文 (一 関 高 専)
	中原 佳 夫 (和歌山大システム工)	東 恭 平 (東 理 大 薬)
	藤 森 英 治 (環境調査研修所)	松 神 秀 徳 (国立環境研究所)
	宮 下 振 一 (産業技術総合研究所)	村 上 良 子 (山口大院創成)
	森 山 孝 男 (株)リガク)	

☑ 複写される方へ

日本分析化学会は学術著作権協会（学著協）に複写に関する権利委託をしていますので、本誌に掲載された著作物を複写する場合は、学著協より許諾を受けて複写してください。

〒107-0052 東京都港区赤坂 9-6-41 乃木坂ビル 3 階  
一般社団法人 学術著作権協会

FAX : 03-3475-5619 E-mail : info@jaacc.jp

なお、複写以外の許諾（著作物の転載願い等）は、学著協では扱っていませんので、直接日本分析化学会へお尋ねください。

ぶんせき 2022 年 第 3 号 (通巻 567)

2022 年 3 月 1 日印刷 定価 1,000 円  
2022 年 3 月 5 日発行 送料 87 円

編集兼発行人 公益社団法人 日本分析化学会

印刷所 〒173-0025 東京都板橋区熊野町 13-11

株式会社 双文社印刷

発行所 〒141-0031 東京都品川区西五反田 1-26-2  
五反田サンハイツ 304 号

公益社団法人 日本分析化学会

電 話 総務・会員・会計： 03-3490-3351

編集： 03-3490-3537

FAX : 03-3490-3572 振替口座：00110-8-180512

© 2022, The Japan Society for Analytical Chemistry

購読料は会費に含まれています。

## お知らせ

### 会員各位

会員各位からの投票に基づき、下記の方々を2022年・2023年度代議員として選任いたしました。「公益社団法人日本分析化学会 代議員選挙規則」第12条に基づき公告します（代議員選挙規則 第12条 会長は、選任した代議員を、すみやかに本会会誌に公告しなければならない）。

会長 早下隆士

会田 秀樹 (都農林総合研究センター)	相本 道宏 (日本製鉄)	赤坂 和昭 (尚綱学院大総合人間科学)
浅岡 聡 (広島大院統合生命科学)	五十嵐 真人 (日立ハイテク)	石川 隆一 (アジレント)
石坂 昌司 (広島大院工)	石田 晃彦 (北大院工学研究院)	石田 智治 (JFEスチール)
一色 健司 (高知県立大地域教育センター)	伊藤 徹二 (産業技術総合研究所)	稲川 有徳 (宇都宮大工)
井原 敏博 (熊本大院先端)	岩瀬 和哉 (JFEテクノリサーチ)	岩田 吉弘 (秋田大教育文化)
植田 郁生 (山梨大工)	上田 忠治 (高知大教育)	上田 博史 (住友化学)
上野 祐子 (中央大理工)	上原 伸夫 (宇都宮大工)	植松 宏平 (福井県立大生物資源)
内嶋 茂 (三菱ケミカル)	梅林 泰宏 (新潟大自然科学)	江坂 文孝 (原子力機構)
江坂 幸宏 (岐阜薬科大機能分子学)	遠藤 昌敏 (山形大院理工)	大塚 利行 (神戸大院理)
大橋 朗 (茨城大理)	岡村 浩之 (原子力機構)	小川 数馬 (金沢大薬)
奥山 修司 (愛知県警察本部科捜研)	蠣崎 悌司 (北海道教育大教育札幌校)	片山 佳樹 (九大院工)
勝又 啓一 (高千穂化学工業)	加藤 亮 (豊橋技術科学大教育研究基盤センター)	金橋 康二 (日鉄テクノロジー)
加納 健司 (京大産官学連携本部)	川上 智彦 (化研)	川田 哲 (物質・材料研究機構)
川邊 武史 (第一三共)	菅 正彦 (北海道教育大教育札幌校)	北川 慎也 (名古屋工業大院工)
北川 文彦 (弘前大院理工)	葛尾 竜一 (住友金属鉱山)	工藤 英博 (北海道三井化学)
熊澤 茂則 (静岡県立大食品栄養科学)	桑原 哲夫 (山梨大工)	小池 亮 (花王)
小園 修治 (UBE科学分析センター)	齋藤 伸吾 (埼玉大理工)	坂入 正敏 (北大院工)
坂元 秀之 (日立ハイテクサイエンス)	座古 保 (愛媛大院理工)	佐澤 和人 (富山大学術研究部理)
佐藤 香枝 (日本女子大理)	佐藤 博 (長崎国際大薬)	鹿籠 康行 (アジレント)
敷野 修 (パーキンエルマー・ジャパン)	四宮 一総 (日本大薬)	島田 亜佐子 (原子力機構)
白井 理 (京大院農)	末吉 健志 (大阪府立大院工)	菅沼 こと (帝人)
菅原 一晴 (前橋工科大工)	鈴木 彌栄子 (農研機構)	鈴木 康志 (島津製作所)
宗林 由樹 (京大化学研究所)	高橋 あかね (オルガノ)	高橋 透 (福井大学術研究院工)
高原 晃里 (リガク)	高橋 利幸 (佐賀大理工)	竹澤 正明 (東レリサーチセンター)
竹下 聡一郎 (昭和電工)	巽 広輔 (信州大理)	谷合 哲行 (千葉工大)
茶山 健二 (甲南大理工)	辻 幸一 (大阪市大院工)	富永 昌人 (佐賀大理工)
豊田 太郎 (東大院総合文化)	永井 秀典 (産業技術総合研究所)	中尾 慎治 (富士フィルム和光純薬)
並木 健二 (日立ハイテクサイエンス)	西 直哉 (京大院工)	野呂 純二 (日産アーケ)
萩中 淳 (群馬女子大バイオサイエンス研究所)	萩森 政頼 (武庫川女子大薬)	橋本 康博 (旭化成)
浜瀬 健司 (九大院薬)	早川 慎二郎 (広島大院工)	林 英男 (都産業技術研究センター)
久本 秀明 (大阪府立大院工)	火原 彰秀 (東北大多元物質科学研究所)	平野 愛弓 (東北大)
平山 直紀 (東邦大理)	蛭田 勇樹 (慶應大理工)	藤村 務 (東北医科薬科大)
藤原 薫 (E N E O S)	本田 俊哉 (日立製作所)	前田 耕治 (京都工芸繊維大院工芸科学)
牧 秀志 (神戸大院工)	松井 利郎 (九大院農)	松森 信明 (九大院理)
三浦 篤志 (北大院理)	水野 初 (静岡県立大薬)	光井 康浩 (京都電子工業)
宮下 隆 (キューピー)	森内 隆代 (大阪工業大工)	森岡 和大 (東薬大薬)
森田 成昭 (大阪電気通信大工)	森本 稔 (鳥取大研究推進機構)	安川 智之 (兵庫県立大院物質理学)
安田 純子 (コーセー)	山口 央 (茨城大理)	山崎 真吾 (日本製鉄)
山下 智富 (富山県衛生研究所)	若林 清史 (日立ハイテクフィールドイソグ)	和田 豊仁 (島津製作所)

## 公益社団法人日本分析化学会 第11回定時総会開催のお知らせ

公益社団法人日本分析化学会  
会長 早下隆士

公益社団法人日本分析化学会定款第17条に基づき、第11回定時総会を下記のとおり開催いたします。本会は代議員制を採用し、代議員をもって法律上の社員としていますので、代議員以外の会員の方々には議決権はありませんが、定時総会に出席して意見を述べることができます。会員の皆様にはお祝い合わせのうえご出席くださいますようお願い申し上げます。

なお、ご出席の場合は、書面にて、会員氏名、会員番号、連絡先（住所、電話番号）を明記のうえ、来る4月27日（火）までに下記問合先にお送りください。

### 第11回定時総会

期日 2022年5月11日（火）14:00～16:00  
会場 Web会議（事務局：公益社団法人日本分析化学会）  
議案

- 2021年度事業報告及び決算報告承認の件
- 役員の一部辞任及び2022・2023年度役員選任承認の件
- 永年会員推薦承認の件
- 2022年度事業計画及び収支予算報告の件

問合先 〒141-0031 東京都品川区西五反田1-26-2 五反田サンハイツ304号（公社）日本分析化学会定時総会係  
[E-mail: shomu@jsac.or.jp]

## 第82回分析化学討論会 参加予約登録

第82回分析化学討論会は下記のように開催します。参加予約登録を分析化学討論会ホームページ（以下、討論会HPと略）のオンライン登録で受け付けています。本討論会の参加予約登録はすべてオンライン（Web）上から参加申込者が行う形式です。詳細は本誌2月号または下記の討論会HPを参照ください。

期日 2022年5月14日（土）・15日（日）

会場 茨城大学水戸キャンパス

参加登録申込締切日（事前・通常）

事前：4月13日（水）厳守（いずれのお支払方法でも同じです。）

通常：事前登録締切日までに参加登録が完了していない場合は、すべて通常登録扱いになります。

※会期中でも参加登録は可能ですが、必ずご自身のパソコンから登録をお願いします。

討論会HP

<https://confit.atlas.jp/jsac82touron>

## 日本分析化学会第71年会 オンライン講演申込スケジュール

日本分析化学会第71年会は下記のように開催します。講演申込にはオンライン登録システム（Web）を使用します。講演募集の要項は本誌5月号の「お知らせ」欄に掲載の予定です。

本年会の講演申込及び講演要旨入力についてはすべてオンライン（Web）上から申込者が行う形式です。講演申込のスケジュール

は下記を予定しております。尚、開催形式につきましては、決定次第、年会のホームページ、並びに本誌「お知らせ」欄にてお知らせします。

講演要旨集はWeb上での電子配布といたします。詳細は本誌5月号及び年会ホームページでお知らせいたします。

期日 2022年9月14日（水）～16日（金）

会場 岡山大学津島キャンパス〔岡山市北区津島中1-1-1〕

講演申込開始 4月27日（水）予定

講演申込締切 6月9日（木）

要旨本文締切 7月6日（水）

参加登録費 現地開催の場合 予約：会員12,000円、学生会員4,000円、会員外21,000円、会員外学生7,000円〔当日：会員15,000円、学生会員6,000円、会員外24,000円、会員外学生8,000円〕 オンライン開催の場合 予約：会員9,000円、学生会員4,000円、会員外18,000円、会員外学生8,000円〔当日：会員12,000円、学生会員5,000円、会員外21,000円、会員外学生9,000円〕

懇親会参加費（現地開催の場合のみ） 予約：一般10,000円、学生4,000円〔当日：一般12,000円、学生5,000円〕

日本分析化学会ホームページ <https://www.jsac.jp>

日本分析化学会第71年会ホームページ

<https://conference.jsac.jp/71nenkai/>

## 第369回液体クロマトグラフィー研究懇談会

主催（公社）日本分析化学会液体クロマトグラフィー（LC）研究懇談会

2022年度最初の例会ですので、LC研究懇談会が主力を注いでいるHPLC分析とLC/MS分析の基本と応用を盛り込み、それらの全体像がイメージ出来る包括的なプログラムを編成しました。講演者は全員がLC研究懇談会のコアを構成する運営委員です。この分野の現状把握に有益な情報をわかりやすく解説していただけると期待しています。

期日 2022年3月29日（火）

会場 Zoom オンライン会場

講演主題 HPLCとLC/MS～基礎と応用～

講演

講演主題概説（オーガナイザー）（13:00～13:05）

（東京理科大学）中村 洋

1. 試料前処理の基礎（13:05～13:35）

（病態解析研）岡橋美貴子（LC分析士三段）

2. HPLC分析の留意点（13:35～14:25）

（島津総合サービス）三上博久

（LC分析士五段、LC/MS分析士初段）

3. HPLC装置、LC/MS装置のメンテナンス（14:25～15:15）

（アジレント・テクノロジー）熊谷浩樹

（LC分析士四段、LC/MS分析士二段）

休憩（15:15～15:25）

4. 高分子分析のコツ（15:25～16:10）

（東ソー）伊藤誠治

（LC分析士五段、LC/MS分析士二段）

5. PFOS、PFOA分析の実際（16:20～16:40）

（栗田工業）榎本幹司

（LC分析士三段、LC/MS分析士三段）

6. 分離科学に用いる統計手法（16:40～17:20）

（ムラタ計測器サービス）大塚克弘

（LC分析士二段、LC/MS分析士三段）

7. 総括「HPLCとLC/MS～基礎と応用～」（17:20～17:50）

（東京理科大学）中村 洋

（LC分析士五段、LC/MS分析士五段）

参加費 LC研究懇談会個人会員：1,000円、協賛学会（日本分析化学会、日本薬学会、日本化学会）及び後援学会（日本農

芸化学会) 会員: 3,000 円, その他: 4,000 円, 学生: 1,000 円。参加申込締切日後の受付はできませんので、ご了承ください。

**情報交換会** 講演終了後、講師を交えて情報交換会を開催します(会費 1,000 円)。締切日後のご参加はできませんので、参加希望者は必ず事前にお申込みください。

**参加申込及び参加費等納入締切日** 2022 年 3 月 22 日(火)(入金締切時刻: 15 時まで)

**申込方法** 参加希望者は、下記申込先にアクセスし、氏名、勤務先(電話番号)、LC 会員・協賛学会会員・その他の別及び情報交換会参加の有無を明記のうえ、お申込みください。お申込みが完了した場合には、登録されたアドレス宛に「第 369 回液体クロマトグラフィー研究懇談会申込み受付(自動返信)」のメールが届きます。メールが届かない場合は、世話人までお問い合わせください。

参加費の納入が確認できた方には、3 月 23 日以降に①例会サイト入場 URL と②「視聴者用操作マニュアル」をお送りします。また、情報交換会参加費納入者には、③情報交換会サイト入場 URL をお知らせいたします。なお、請求書と領収書の発行はいたしていません。領収書は、振込時に金融機関が発行する振込票等をもって替えさせていただきます。

**申込先** <https://forms.gle/fXcHe6pMb3hrciTD6>

**銀行送金先** りそな銀行 五反田支店(普通) 0802349 口座名(シャ)ニホンブンセキカガクカイ〔公益社団法人 日本分析化学会・液体クロマトグラフィー研究懇談会〕

**問合せ先** (公社) 日本分析化学会液体クロマトグラフィー研究懇談会 世話人 中村 洋 [E-mail: nakamura@jsac.or.jp]

## 2022 年度第 1 回近畿支部講演会

主催 (公社) 日本分析化学会近畿支部、近畿分析技術研究懇談会

**期日** 2022 年 4 月 8 日(金) 15:00~17:00

**会場** 大阪科学技術センター 7 階 700 号室〔大阪市西区靱本町 1-8-4、電話: 06-6443-5324、交通: 地下鉄四つ橋線「本町」駅下車、北へ徒歩約 7 分。うつほ公園北詰〕

**講演**

1. ナノ流体デバイスが拓く新しい化学 (15:00~16:00)  
(大阪府立大学工学研究科) 許 岩
2. 糖鎖解析における分離分析の役割 (16:00~17:00)  
(近畿大学薬学部) 鈴木 茂

**参加費** 無料

**参加申込** 標記行事名を題記し、(1) 氏名、(2) 勤務先(所属)、(3) 連絡先を記入の上、下記申込先へ FAX または E-mail にてお申し込みください。なお、参加証は発行いたしませんので、当日は直接会場にお越しください。

**申込先** 〒550-0004 大阪市西区靱本町 1-8-4 (公社) 日本分析化学会近畿支部〔電話: 06-6441-5531, FAX: 06-6443-6685, E-mail: mail@bunkin.org〕

※新型コロナウイルスの影響により、延期やオンライン開催等に変更する可能性があります。変更などの詳細は、近畿支部ホームページ (<http://www.bunkin.org/>) にてご確認ください。

## 第 370 回液体クロマトグラフィー研究懇談会

主催 (公社) 日本分析化学会液体クロマトグラフィー (LC) 研究懇談会

HPLC, LC/MS では広範囲に渡る分野の試料を扱いますが、

これら試料のマトリックスは単純なものから極めて複雑なものまで、千差万別であり、また分析種も多岐に及びます。HPLC 分析を成功させるためには、試料マトリックス及び分析種の情報に基づき、前処理、分離、検出を最適化することが必要です。本例会では、これら最適化における基本的な考え方、実践的なコツやポイントについてご講演いただきます。

**期日** 2022 年 4 月 27 日(水) 13:00~17:15

**会場** Zoom オンライン会場

**講演主題** HPLC と LC/MS における最適化の基礎と実際  
**講演**

講演主題概説 (オーガナイザー) (13:00~13:05)  
(株)島津総合サービス 三上博久

1. 基本パラメーターと分離最適化の基礎 (13:05~13:30)  
(株)島津総合サービス 三上博久  
(LC 分析士五段, LC/MS 分析士初段)

2. サンプル前処理における最適化 (13:30~14:05)  
(日本ウォーターズ(株)) 島崎裕紀  
(LC 分析士三段, LC/MS 分析士二段)

3. 逆相クロマトグラフィーにおける最適化 (14:05~14:40)  
(ジーエルサイエンス(株)) 鈴木幸治  
(LC 分析士四段, LC/MS 分析士四段)

4. HILIC モードの分離について~逆相モードとの相違など (14:40~15:15)  
(株)クロマニックテクノロジーズ 長江徳和  
(LC 分析士二段)

休憩 (15:15~15:30)

5. 検出の最適化におけるポイント (15:30~16:05)  
(アジレント・テクノロジー(株)) 熊谷浩樹  
(LC 分析士四段, LC/MS 分析士二段)

6. LC/MS における最適化のポイント (16:05~16:40)  
(エムエス・ソリューションズ(株)) 高橋 豊  
(LC 分析士二段, LC/MS 分析士五段)

7. 総括「HPLC と LC/MS における最適化の基礎と実際」 (16:40~17:15)  
(東京理科大学) 中村 洋  
(LC 分析士五段, LC/MS 分析士五段)

**参加費** LC 研究懇談会個人会員: 1,000 円, 協賛学会 (日本分析化学会, 日本薬学会, 日本化学会) 及び後援学会 (日本農芸化学会) 会員: 3,000 円, その他: 4,000 円, 学生: 1,000 円。参加申込締切日後の受付はできませんので、ご了承ください。

**情報交換会** 講演終了後、講師を交えて情報交換会を開催します(会費 1,000 円)。締切日後のご参加はできませんので、参加希望者は必ず事前にお申込みください。

**参加申込及び参加費等納入締切日** 2022 年 4 月 20 日(水)(入金締切時刻: 15 時まで)

**申込方法** 参加希望者は、下記申込先にアクセスし、氏名、勤務先(電話番号)、LC 会員・協賛学会会員・その他の別及び情報交換会参加の有無を明記のうえ、お申込みください。お申込みが完了した場合には、登録されたアドレス宛に「第 370 回液体クロマトグラフィー研究懇談会申込み受付(自動返信)」のメールが届きます。メールが届かない場合は、世話人までお問い合わせください。

参加費の納入が確認できた方には、4 月 21 日以降に①例会サイト入場 URL と②「視聴者用操作マニュアル」をお送りします。また、情報交換会参加費納入者には、③情報交換会サイト入場 URL をお知らせいたします。なお、請求書と領収書の発行はいたしていません。領収書は、振込時に金融機関が発行する振込票等をもって替えさせていただきます。

**申込先** <https://forms.gle/D11z8vf2raKmYsP8A>

**銀行送金先** りそな銀行 五反田支店(普通) 0802349 口座名(シャ)ニホンブンセキカガクカイ〔公益社団法人 日本分析化学会・液体クロマトグラフィー研究懇談会〕

**問合せ先** (公社) 日本分析化学会液体クロマトグラフィー研究

懇談会 世話人 (株)島津総合サービス 三上博久 [E-mail : mikamil@sgs.shimadzu.co.jp]

## 2022年度「ぶんせき講習会」(基礎編その1)

「分析における統計手法～統計の基礎と  
統計手法の実際について～」

主催 (公社)日本分析化学会近畿支部, 近畿分析技術研究懇談会

協賛 (公社)化学工学会関西支部, (一社)近畿化学協会, (公社)日本化学会近畿支部, (公社)有機合成化学協会関西支部, (公社)高分子学会関西支部, (一社)日本鉄鋼協会関西支部, (公社)日本金属学会関西支部, 関西分析研究会, 関西分析研究会

分析機器の近年の進歩はめざましく高性能化が進み, さらにはその操作も簡便化しています。このため初心者でも測定データをたやすく得ることができるようになった反面, ブラックボックス化した分析機器からコンピュータ処理された測定データが「そのまま使える」数値として出力されるため, その値が「意味のある値」であるかどうかを吟味することや有効数字を意識するケースが少なくなったといえます。

そこで本講習会では, 主に分析初心者および統計に関して再度学習したい方を対象に, 分析化学における基礎である「有効数字, 測定データの統計処理」を学ぶ, あるいは学び直すための演習と講義を企画しました。これにより統計に関する基礎を習得できます。

期日 2022年5月13日(金) 9:45～16:30

会場 Webexによるオンライン開催(CiscoWebex)

\*近畿圏内に限らず全国からのご参加をお待ちしております。

講習内容 統計に関する基礎的な演習と講義

対象者 これから分析化学に携わる初心者(新入社員あるいは研究室配属直後の学生)や「有効数字, 測定データの統計処理」を学び直したい方

講習プログラム

本講習会の開催にあたって(9:45～10:00)

1. データ取扱いの初歩—計測と有効数字—(10:00～10:50)  
(府大高専)野田達夫
2. 繰り返しデータの統計の基礎—誤差と信頼区間—(11:10～12:10)  
(阪大院基工)田邊一郎
3. 各種検定の考え方と実際(13:30～15:00)  
(京大院薬)金尾英佑
4. 最小二乗法によるデータ解析(15:20～16:30)  
(京大化研)下赤卓史

\*参加者には事前に電子メールにてPDF資料(演習問題も含む)のダウンロード方法に関する案内および受講方法の詳細を記したメールを送付します。

\*上記のメールに従い, 各自でご用意いただくPCにウェブミーティングソフトのCiscoWebexをダウンロードの上, インストールください。

\*当日のテキストは, 各自でPDFを事前にダウンロードし, お使いください。

\*演習問題は, 当日に講師がオンライン講習にて解答を解説します。

\*お申込みいただいたメールアドレスに, Webexミーティング招待状を送付します。

\*当日, Webexの招待メールからミーティングルームにログインしてください。

\*講習会の1週間前に接続テストを実施します。ご自身のパソコンでWebexを利用可能かご確認ください。

\*演習問題では, 関数電卓を使用いたしますので, 各自でご用

意ください。なお, 書籍「実験データを正しく扱うために」(化学同人)を参考図書としています。

申込締切 4月22日(金), 定員(100名)。お申込受付は先着順とし, 定員になり次第, 締め切ります。4月23日以降のキャンセルは不可。

参加費 主催・協賛団体所属会員6,000円, 学生2,500円, 会員外10,000円

申込方法 参加を希望される方は, 近畿支部HP(<http://www.bunkin.org/>)から本講習会のページに入ってください, 【参加申込フォーム】にてWebからお申し込みください。

\*お申込み後, 自動返信メールが届きましたら, 開催日までに参加費のお支払いをお願いいたします。参加費は銀行口座(りそな銀行御堂筋支店 普通預金No.2340726, 名義:公益社団法人日本分析化学会近畿支部)にお振り込みください。

申込先 〒550-0004 大阪市西区靱本町1-8-4 大阪科学技術センター6階 (公社)日本分析化学会近畿支部 [電話: 06-6441-5531, FAX: 06-6443-6685, E-mail: mail@bunkin.org, 近畿支部HP: <http://www.bunkin.org/>]

問合せ先 北隅優希(京都大) kitazumi.yuki.7u@kyoto-u.ac.jp

## 2022年度液体クロマトグラフィー 科学遺産候補の推薦

LC研究懇談会会員で, LC科学遺産候補の推薦を希望される方は, 下記の規程(抜粋)及びLC研究懇談会ホームページを参照のうえ, 8月末日までに推薦書類を提出先にお送りください。なお, 認定が決定されたLC科学遺産については, 第28回LC & LC/MSテクノプラザ(2023年1月を予定)において, 当事者から申請内容の概要を発表もしくは展示していただくと同時に, LC懇の電子ジャーナル「LCとLC/MSの知恵」への投稿を行っていただきます。

- 第2条 「液体クロマトグラフィー科学遺産」とは, 日本における液体クロマトグラフィー(LC)の発展にとって, 歴史的な観点から顕著な貢献があったと認められるものを指す。
- 2 「液体クロマトグラフィー科学遺産」は, 年度ごとに1件以内を認定する。
  - 3 装置・器具類においては, その動作原理が日本初若しくはそれに準じたものである事, 又はその性能が従来のものより格段に優れている事を要する。
  - 4 技術・方法においては, 従来のものより効率, 再現性, 操作性などが格段に優れている事を要する。

推薦書類 A4判スペースに横書きで記入した以下の書類(各1通)。①推薦理由書(会員番号明記), ②LC科学遺産候補の名称(40字以内)とその概要, ③LC科学遺産所有者名, ④その他, 適当と思われる資料(1件)を提出してもよい。

提出先 LC科学遺産認定委員会 [E-mail: nakamura@jsac.or.jp]

## 2022年度CERIクロマトグラフィー分析賞 受賞候補者の推薦

液体クロマトグラフィー(LC)研究懇談会は, 2022年度のCERIクロマトグラフィー分析賞受賞候補者の推薦を受け付けております。LC研究懇談会会員で, 標記候補者の推薦を希望される方は, 下記の規程(抜粋)を参照のうえ, 推薦書類提出先にお申し出ください。受賞者には, LC懇の電子ジャーナル

「LC と LC/MS の知恵」への業績投稿を行っていただきます。

- 第1条 本賞は、LC を利用した研究分野で優秀な研究成果を挙げた者を対象に、年1件以内に授与する。
- 第3条 受賞者の資格に年齢は問わないが、LC 研究懇談会の会員である事が望ましい。又、受賞者の研究成果は、既印刷のもので、少なくともその一部が公益社団法人日本分析化学会の機関誌若しくは学術刊行物に掲載されたものである事を要する。
- 第7条 賞の授与は、LC & LC/MS テクノプラザにおいて行う。受賞者には、賞牌及び賞金（10万円）を授与する。

**提出書類** 推薦者（会員番号明記）は、A4判サイズに横書きで記入した以下の4種類の書類（各1通）を8月末日までに下記提出先に電子メールで送付する。

- ①候補者の生年月日及び高校卒業以後の履歴書、②推薦理由書、③研究業績名（40字以内）及びその概要、④研究業績リスト：表題、全著者名（受賞候補者にアンダーライン）、雑誌名、巻数、掲載ページ数、掲載年をこの順に記載したもの、⑤その他、適当と思われる資料（1件）を提出してもよい。

**推薦書類提出先** CERi クロマトグラフィー分析賞係 [E-mail: nakamura@jsac.or.jp]

### 2023年液体クロマトグラフィー努力賞 候補者推薦について

本賞は液体クロマトグラフィーに関する研究・技術が独創的であり、将来を期待される研究者・技術者が受賞の対象となります。適当な候補者がおられましたら、下記要領にてご推薦またはご応募ください。受賞者には第28回 LC & LC/MS テクノプラザ（2023年1月を予定）における受賞講演、並びに LC 懇の電子ジャーナル「LC と LC/MS の知恵」への業績投稿を行っていただきます。不明な点は下記にお問い合わせください。

**受賞資格** 液体クロマトグラフィー研究懇談会の個人会員（会員番号明記）で、2023年4月1日現在で満50歳程度まで。

**提出資料** ①推薦書又は自薦書（A4判スペース1枚に生年月日、簡単な履歴、受賞の対象となる研究題目）、②推薦または応募理由書（A4判を縦に使用し、1行45字、40行程度で業績説明と主要論文リストを合わせて3枚以内）、③説明資料1件（任意。特に重要な論文の別刷PDF、その他審査の参考となる資料等）を下記応募先に電子メールで添付。

**推薦・応募締切** 9月末日

**応募・問合せ先**（公社）日本分析化学会・LC 懇 [E-mail: nakamura@jsac.or.jp]

### 2022年 POTY 賞受賞候補者の推薦

液体クロマトグラフィー（LC）研究懇談会は、2022年 POTY（Person of The Year）賞受賞候補者の推薦を受け付けております。POTY 賞は LC 研究懇談会の発展に大きく貢献した者に授与しますが（副賞1万円、年度1件以内）、CERi クロマトグラフィー分析賞並びに液体クロマトグラフィー努力賞の受賞者を授与の対象としません。推薦を希望される方は、下記2点に留意され、資料を電子ファイル（1ファイル）で提出してください。

1. 受賞者の年齢は問わないが、LC 研究懇談会の会員である事が望ましい。
2. 推薦者（または自薦者）は、LC 研究懇談会の個人会員とする。

**提出資料** 推薦者は、A4判サイズに横書きで記入した以下の①～③の資料を、10月31日までに下記提出先に電子メールで送付してください。①履歴書（生年月日、現住所、勤務先と連絡先、高校卒業以後の履歴を含む）、②推薦理由書、③貢献業績名（40字以内）及びその概要。

**資料提出先** POTY 賞係 [E-mail: nakamura@jsac.or.jp]

## ——以下の各件は本会が共催・協賛・後援等をする行事です——

◎詳細は主催者のホームページ等でご確認ください。

### 第32回環境工学総合シンポジウム2022

主催 (一社) 日本機械学会  
期日 2022年7月7日(木)・8日(金)  
会場 レクザムホール(香川県高松市)  
ホームページ <https://www.jsme.or.jp/event/22-14/>  
連絡先 (一社) 日本機械学会 環境工学部門〔電話: 03-4335-7615, E-mail: kankyosympo2022@jsme.or.jp〕

### 日本化学会北海道支部2022年夏季研究発表会

主催 (公社) 日本化学会北海道支部  
期日 2022年7月23日(土)  
会場 室蘭工業大学〔北海道室蘭市水元町27-1〕  
※オンライン開催となる可能性があります。  
ウェブシステム <https://touche-np.org/kakiken> (3月下旬公開予定)  
連絡先 北海道大学大学院工学研究院応用化学部門内 日本化学会北海道支部2022年夏季研究発表会実行委員会〔電話: 080-2862-6084, E-mail: kakiken@touche-np.org〕

### 第22回真空に関する国際会議(IVC22)

The 22nd International Vacuum Congress (IVC-22)

主催 (公社) 日本表面真空学会, 日本学術会議  
期日 2022年9月11日(日)~16日(金)  
会場 札幌コンベンションセンター  
ホームページ <https://ivc22.org/>  
連絡先 (公社) 日本表面真空学会事務局〔E-mail: ivc22@jvss.jp〕

### 「分析化学」年間特集“省”の論文募集

「分析化学」編集委員会

「分析化学」では2010年より「年間特集」を企画しており、2022年度は「省」をテーマとすることと致しました。

世界の総人口は現在約78億人となり、人々が健康で豊かに暮らしていくためには、限られた資源を有効に活用することが不可欠です。また、誰もが高度な科学技術や医療技術の恩恵を受けられるよう工夫することは、持続可能な開発の理念に資する。転じて我が国の近現代史を顧みますと、少ない資源の元での効率の良い技術開発はお家芸と表現しても過言ではなく、分析化学の分野においても、新しい分析方法・技術の開発や改良を通して、複雑化・多様化した現代社会に大きく貢献しているところではあります。

こうした背景から、本特集では「省」をキーワードとして分析化学における基礎・応用を含めて幅広い観点で見渡し、分析化学が担う役割を社会に向けて発信することを目的としています。国内外、産学官を問わず、「省」に関わる分析化学の研究・開発に従事されている多くの皆様方からの投稿をお待ちしてお

りますので、是非この機会をご活用ください。なお、詳細は「分析化学」誌の12号及びホームページをご参照ください。  
特集論文原稿締切: 2022年4月22日(金) (第3期)

### 初めて書く論文は母語の日本語で！ “第21回若手研究者の初論文特集”募集のお知らせ

「分析化学」編集委員会

「分析化学」編集委員会では、2022年(第71巻)に第21回「若手研究者の初論文特集」を企画します。卒研究生、修士・博士課程院生並びに若手研究者の方々にとって、ご自分の研究成果を日本語で投稿できるよい機会です。なお、2019年より本特集を年間特集とし、都合の良いときに執筆して投稿できるようにしました。年間を通して論文原稿を受け付け、審査を経て掲載可になり次第随時掲載いたしますので、奮ってご投稿ください。

なお、詳細は「分析化学」誌HPをご参照ください。

### 「分析化学」の掲載料についてのお知らせ

「分析化学」誌では、2020年4月より論文掲載料を以下の計算式にしたがってお支払いいただき、pdfファイルを進呈することになりました。なお、論文の別刷を希望される場合は、別途別刷頒布料金をお支払いいただくことにより購入することができます。

掲載料金計算式 ( $P$ : 印刷ページ数) (単位: 円)

会員の場合:  $30,000 + 5,000 \times (P - 4)$  (印刷ページ数が14ページ以上は一律80,000円)

会員外の場合:  $40,000 + 5,000 \times (P - 4)$  (印刷ページ数が14ページ以上は一律90,000円)

\*上記に消費税がかかります。



# ぶんせき 3月号 掲載会社 索引

## 【ア行】

アジレント・テクノロジー(株) 表紙3  
(株)エス・ティ・ジャパン……………A1

## 【サ行】

(株)島津製作所……………表紙2  
ジャパンハイテック(株)……………表紙4  
西進商事(株)……………カレンダー裏  
(株)ゼネラルサイエンス  
コーポレーション……………A2

(株)センシユウ科学……………A9

## 【タ行】

(株)デジタルデータ  
マネジメント……………目次裏

## 【ナ行】

日本分光(株)……………A3

## 【ハ行】

ビー・エー・エス(株)……………A8  
(株)日立ハイテック……………A11

フロンティア・ラボ(株)……………A12  
(株)リガク……………A4

製品紹介ガイド……………A6～7

## 第82回分析化学討論会のお知らせ



**第82回分析化学討論会**  
**2022年5月14日(土)・15日(日)**  
**茨城大学 水戸キャンパス**

※会期・会場・開催方式は変更する場合がございます。

上記討論会では、  
講演プログラム集広告、大会ホームページバナー広告、付設展示会、ランチョンセミナー  
を募集しております。下記までお問い合わせください。

## 株式会社 明報社

〒104-0061 東京都中央区銀座7-12-4 友野本社ビル  
TEL (03) 3546-1337 FAX (03) 3546-6306  
E-mail [info@meihosha.co.jp](mailto:info@meihosha.co.jp) ホームページ <http://www.meihosha.co.jp>

<h2 style="text-align: center;">原子スペクトル分析</h2>	<p>UV吸収のない化合物までしっかりフラクション UVとELSDを内蔵した一体型ダブルトリガー分取装置 日本ビュッヒ(株) 電話 03-3821-4777 <a href="https://www.buchi.com/ja">https://www.buchi.com/ja</a></p>
<p>各種水銀測定装置 日本インスツルメンツ(株) 電話072-694-5195 営業グループ <a href="https://www.hg-nic.co.jp">https://www.hg-nic.co.jp</a></p>	<p>高速液体クロマトグラフ Chromaster 5610 質量検出器 (MS Detector) (株)日立ハイテクサイエンス <a href="https://www.hitachi-hightech.com/hhs/">https://www.hitachi-hightech.com/hhs/</a> E-mail: <a href="mailto:hhs-info.fy.ml@hitachi-hightech.com">hhs-info.fy.ml@hitachi-hightech.com</a></p>
<h2 style="text-align: center;">分子スペクトル分析</h2>	<p>ムロマックミニカラム 精度の高いクロマトグラフィ ムロマックガラスカラム イオン交換反応を可視化 室町ケミカル(株) 電話 03-3525-4792 <a href="https://www.muro-chem.co.jp/">https://www.muro-chem.co.jp/</a></p>
<p>FTIR 用アクセサリーの輸入・製造の総合会社 市販品から特注まであらゆるニーズに対応 (株)システムズエンジニアリング <a href="https://www.systems-eng.co.jp/">https://www.systems-eng.co.jp/</a> E-mail: <a href="mailto:info@systems-eng.co.jp">info@systems-eng.co.jp</a></p>	<p>長期保証のイオンクロマトグラフ 装置3年保証 &amp; 陰イオンサブレッサは10年保証 メトロームジャパン(株) 電話 03-4571-1744 <a href="https://www.metrohm.jp">https://www.metrohm.jp</a> IC コラム「ご隠居達の IC 四方山話」掲載中!</p>
<p>紫外可視近赤外分光光度計 UH4150 AD+ 高感度分光蛍光光度計 F-7100 (株)日立ハイテクサイエンス <a href="https://www.hitachi-hightech.com/hhs/">https://www.hitachi-hightech.com/hhs/</a> E-mail: <a href="mailto:hhs-info.fy.ml@hitachi-hightech.com">hhs-info.fy.ml@hitachi-hightech.com</a></p>	<h2 style="text-align: center;">電気化学分析</h2>
<p>リサーチグレードでありながら、ダウンサイジングを追求 フーリエ変換赤外分光光度計 FT/IR-4X 日本分光(株) 電話 042-646-4111(代) <a href="https://www.jasco.co.jp">https://www.jasco.co.jp</a></p>	<p>電位差自動滴定装置 カールフィッシャー水分計 最大5検体同時測定, FDA Par11対応, DI 対策も安心 メトロームジャパン(株) 電話 03-4571-1743 <a href="https://www.metrohm.jp">https://www.metrohm.jp</a></p>
<h2 style="text-align: center;">レーザー分光分析</h2>	<h2 style="text-align: center;">質量分析</h2>
<p>レーザーアブレーション LIBS 装置 J200 伯東(株)システムプロダクツカンパニー 電話03-3355-7645 <a href="http://www.g5-hakuto.jp">http://www.g5-hakuto.jp</a> E-mail: <a href="mailto:info@g5-hakuto.jp">info@g5-hakuto.jp</a></p>	<p>MALDI-TOF(/TOF), ESI-QTOF, FT-ICR, LC-MS/MS, GC-MS/MS ブルカージャパン(株) ダルトニクス事業部 電話 045-440-0471 E-mail: <a href="mailto:info.BDAL.JP@bruker.com">info.BDAL.JP@bruker.com</a></p>
<h2 style="text-align: center;">NMR・ESR・磁気分析</h2>	<h2 style="text-align: center;">熱分析</h2>
<p>NMR スペクトル解析ソフトウェア Mnova (株)リアクト 担当: 化学事業部 梅本 電話 045-567-6633 E-mail: <a href="mailto:umemoto@react-corp.com">umemoto@react-corp.com</a> <a href="https://www.react-corp.com/">https://www.react-corp.com/</a></p>	<p>小型反応熱量計 SuperCRC 少量で高感度・高精度な反応熱量測定を実現 最適化・スケールアップ・安全性評価 (株)東京インスツルメンツ 電話03-3686-4711 <a href="https://www.tokyoinst.co.jp">https://www.tokyoinst.co.jp</a></p>
<h2 style="text-align: center;">クロマトグラフィー</h2>	<h2 style="text-align: center;">分析装置・関連機器</h2>
<p>ナノカラムからセミ分取カラムまで、豊富なサイズ 逆相 HPLC 用カラム L-column シリーズ GC 用大口径中空カラム G-column 一般財団法人化学物質評価研究機構 クロマト技術部 <a href="http://www.cerij.or.jp">www.cerij.or.jp</a> E-mail: <a href="mailto:chromato@ceri.jp">chromato@ceri.jp</a></p>	<p>ユニット機器型フローインジェクション分析システム AQLA-700 測定項目やご使用環境にあわせて機器の組合せが可能 (株)アクアラボ 電話 042-548-2878 <a href="http://www.aqualab.co.jp">http://www.aqualab.co.jp</a></p>
<p>ポータブルガス分析装置 XG-100 シリーズ 新コスモス電機(株) 電話06-6308-2111 インダストリ営業本部 <a href="http://www.new-cosmos.co.jp">www.new-cosmos.co.jp</a></p>	<p>TD-NMR (-100℃~200℃) ペプチド合成装置 (UV モニタ, IH ヒーティング) マイクロウェーブ・ダイジェスター アステック(株) 東京 03-3366-0811 大阪 06-6375-5852 <a href="https://www.astechcorp.co.jp/">https://www.astechcorp.co.jp/</a></p>

<p>XRF分析用ガラスビードの作製及びICP分析のアルカリ融解処理には、高周波溶融装置ビード&amp;フューズサンブラ (株)アmenaテック <a href="http://www.amena.co.jp">http://www.amena.co.jp</a></p>
<p>英国エレメンタルマイクロアナリシス社製 CHNOS 有機・無機・同位体微量分析用 消耗品・標準物質等 アルファサイエンス(株) <a href="http://www.alphascience.jp/">http://www.alphascience.jp/</a> 電話 03-3814-1374 FAX 03-3814-2357 E-mail: alpha@m2.pbc.ne.jp</p>
<p>モジュール式ラマンシステム RAMAN-QE 高感度の小型ファイバ分光器、励起用レーザ、各種ラマンプローブを組み合わせたコンパクトなシステムです。励起レーザ選択や光学系のカスタマイズもご相談ください。オーシャンフォトニクス(株) <a href="http://www.oceanphotonics.com">http://www.oceanphotonics.com</a></p>
<p>電位差自動滴定装置・カールフィッシャー水分計・密度比重計・屈折計・粘度計・水銀測定装置・熱計測機器・大気分析装置・水質分析装置・排ガス分析装置 京都電子工業(株) 東京支店 03-5227-3151 <a href="https://www.kem.kyoto/">https://www.kem.kyoto/</a></p>
<p>秒速粉碎機 マルチピースショッカー ディスク容器で岩石・樹脂・生体等の凍結粉碎も可能。分析感度UP、時間短縮、経費節減に貢献。 安井器械(株) 商品開発部 <a href="http://www.yasuikikai.co.jp/">http://www.yasuikikai.co.jp/</a></p>
<h2>研究室用設備機器</h2>
<p>グローブボックスシステム MBRAUN 社製 有機溶媒精製装置 MBRAUN 社製 (株)ブライト 本社 048-450-5770 大阪 072-861-0881 <a href="http://www.bright-jp.com">http://www.bright-jp.com</a> E-mail: info@bright-jp.com</p>
<h2>試薬・標準試料</h2>
<p>認証標準物質 (CRM), HPLC・LC/MS 関連 超高純度試薬 (Ultrapur, Primepure®) 関東化学(株) 電話 03-6214-1090 <a href="https://www.kanto.co.jp">https://www.kanto.co.jp</a></p>
<p>研究・産業用の金属/合金/ポリマー/ガラス等 8 万点 取扱サプライヤー GOODFELLOW CAMBRIDGE LTD 日本代表事務所 電話 03-5579-9285 E-mail: info-jp@goodfellow.com <a href="https://www.goodfellow-japan.jp">https://www.goodfellow-japan.jp</a></p>
<p>X 線回折実験等に使える『高度精製タンパク質試料』 グルコースイソメラーゼ, αアミラーゼほか (株)コンフォーカルサイエンス 電話 03-3864-6606 <a href="http://www.confsci.co.jp">http://www.confsci.co.jp</a></p>
<p>信頼性確保に重要な認証標準物質 (CRM) 標準物質のご用命は シグマアルドリッチジャパン(同) テクニカルサービス 電話03-4531-1140 E-mail: jpts@merckgroup.com</p>
<p>標準物質は当社にお任せください! 海外 (NIST, IRMM, BAS, MBH, Brammer, Alcoa 等) 国内 (日本分析化学会, 産総研, 日環協等) 各種標準物質を幅広く、また、分析関連消耗品も各種取り扱っております。是非、ご相談ください! 西進商事(株) <a href="https://www.seishin-syoji.co.jp">https://www.seishin-syoji.co.jp</a></p>

<p>RESEARCH POLYMERS (株)ゼネラルサイエンスコーポレーション 電話03-5927-8356(代) FAX 03-5927-8357 <a href="https://www.shibayama.co.jp">https://www.shibayama.co.jp</a> E-mail: gsc@shibayama.co.jp</p>
<p>お求めの混合標準液をサクサク検索! 農薬・動物用医薬品 混合標準液検索システム WEBページで「和光 農薬」で検索! 試薬でお困りの際は当社HPをご覧ください。 富士フィルム和光純薬(株)</p>
<p>薄層クロマトグラフィー (TLC) のリーディングカンパニーとして最高レベルの品質と豊富な担体・サイズ・支持体のプレートをご用意しています。 メルク(株) テクニカルサービス 電話03-4531-1140 E-mail: jpts@merckgroup.com</p>
<h2>書籍</h2>
<p>DNA origami入門 一基礎から学ぶDNAナノ構造体の設計技法— 川又生吹・鈴木勇輝・村田智 共著 B5変判 264頁 定価4,730円 (税込) (株)オーム社 <a href="https://www.ohmsha.co.jp">https://www.ohmsha.co.jp</a></p>
<p>基本分析化学 —イオン平衡から機器分析法まで— 北条正司, 一色健司 編著 B5判 260頁 定価3,520円 (税込) 三共出版(株) 電話03-3264-5711 <a href="https://www.sankyoshuppan.co.jp/">https://www.sankyoshuppan.co.jp/</a></p>
<p>専門基礎ライブラリー 新編基礎化学 第2版 藤野竜也・相沢宏明・石井茂・田代基慶 著 B5判 264頁 本文2色 定価2,530円 (税込) 高校レベルの化学から大学の基礎まで無理なく学習できる。 実教出版(株) 電話 03-3238-7766 <a href="https://www.jikkyo.co.jp/">https://www.jikkyo.co.jp/</a></p>
<p>Pyrolysis-GC/MS Data Book of Synthetic Polymers 合成高分子の熱分解 GC/MS ハンドブック Tsuge, Ohtani, Watanabe 著 定価31,900円 (税込) 163種の合成高分子の熱分解 GC/MS, また33種の縮合系高分子には反応熱分解 GC/MS も測定したデータ集。 (株)デジタルデータマネジメント 電話03-5641-1771</p>
<p>TOF-SIMS: Surface Analysis by Mass Spectrometry John C. Vickerman and David Briggs 著 B5・定価51,700円 (税込) 二次イオン質量分析法の装置と試料の取扱い, 二次イオン形成のメカニズム, データ解析アプリケーション例など (株)デジタルデータマネジメント 電話 03-5641-1771</p>
<p>Surface Analysis by Auger and X Ray Photoelectron Spectroscopy David Briggs and John T. Grant 著 B5・定価51,700円 (税込) 表面分析に欠かせない AES と XPS 法の原理, 装置, 試料の扱い, 電子移動と表面感度, 数量化, イメージング, スペクトルの解釈など。(SurfaceSpectra, Ltd.) (株)デジタルデータマネジメント 電話 03-5641-1771</p>
<p>改訂6版 分析化学データブック 日本分析化学会編 ポケット判 260頁 定価1,980円(税込) 丸善出版(株) 電話 03-3512-3256 <a href="https://www.maruzen-publishing.co.jp">https://www.maruzen-publishing.co.jp</a></p>
<h2>不確かさセミナー</h2>
<p>不確かさセミナーは、講義と演習を繰り返し全員の解答を確認しつつ進めるので、安心してご受講頂けます。 不確かさ小冊子も無料謹呈中! 日本電気計器検定所 電話03-3451-1205 <a href="https://www.jemic.go.jp">https://www.jemic.go.jp</a> E-mail: kosyukai-ky@jemic.go.jp</p>

BAS

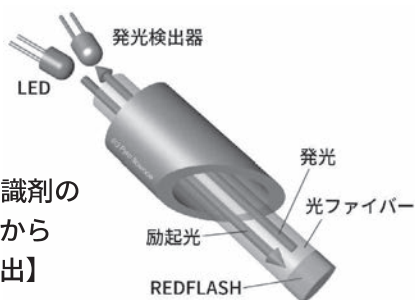
# FireSting 酸素モニター

気相・液相で安定した酸素濃度測定が可能なコンパクトで高精度な光学式酸素モニター

BAS FireSting



- デザインをリニューアル pH測定可能なモデルも追加
- 低濃度から高濃度までの測定が可能
- 長時間のモニタリングに最適
- 非接触型など様々なタイプのセンサーをラインナップ



【REDFLASH標識剤の発光寿命検出から酸素濃度を算出】



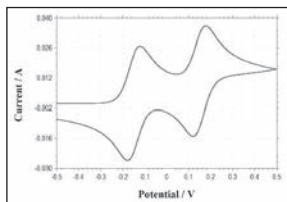
【センサー付きバイアル内部の酸素濃度を外側から測定可能】

## 分光電気化学測定

BAS SEC2020

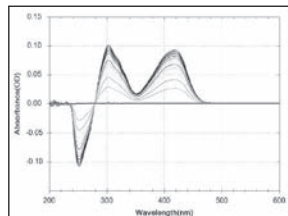


CV測定



※測定データはイメージです。

吸光度測定



+

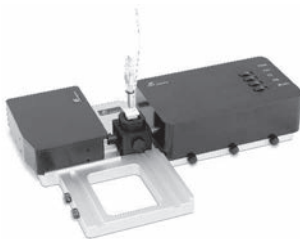
分光電気化学測定とは「分光法」と「電気化学的手法」を組み合わせた測定方法です。

同時に測定を行うことで、より正確な実験データが得られます。

測定装置からセルなどの消耗品まで、すべてBASの開発品のため初めてのお客様でも簡単に測定が行えます。



ALS600Eシリーズ



SEC2020スペクトロメーターシステム

● 製品の外観、仕様は改良のため予告なく変更される場合があります。

### 予算申請などですぐ見積書が必要なときに!

インターネット環境があればいつでもご自身でご確認いただける

## WEB見積書サービスが便利です!!



BAS

ビー・エー・エス株式会社

本社 〒131-0033 東京都墨田区向島 1-28-12

東京営業所 TEL: 03-3624-0331 FAX: 03-3624-3387

大阪営業所 TEL: 06-6308-1867 FAX: 06-6308-6890

実験用途に適したサンプリングアクセサリも豊富にラインアップしています。詳しくはホームページまで!!

BAS 光ファイバー



製品情報・技術情報などBASの最新情報はメールニュースで

随時配信しております。配信ご希望の方はお気軽にお問合せ下さい ⇒ E-mail: sp2@bas.co.jp

# 低コストと高いパフォーマンスの両立

## HPLC/高速液体クロマトグラフィー Schambeck SFD GmbH HPLC SYSTEM

### ●デュアル波長検出可能

2つの異なる波長での同時測定を可能にします。

### ●PDA検出器対応

多波長で同時に測定。分析する物質ごとに最適な波長を選択できます。

### ●オートサンプラー デュアルニードルデザイン

ガイドニードルがセプタムを貫通し、注射針の汚染を防ぎます。

### ●多彩なインターフェイスで幅広いデータ収集・解析



ドイツ製

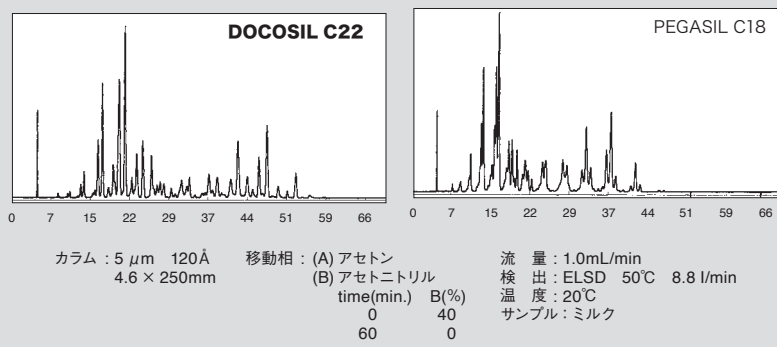
## グラジエント分析に最適!

### Senshu Pak DOCOSIL HPLC column C22カラム

#### DOCOSIL C22

ODSに比べてアルキル鎖が4つ長いC22カラムです。高極性から微極性まで保持力を強化しました。脂溶性サンプルでも有機溶媒が多く使用できます。グラジエント分析で活躍します。

逆相カラムC22とC18の同一条件下によるグラジエント分析比較



DOCOSIL SP100 PEGASIL SP100/SP300 (99.99%高純度シリカ使用)

モード	官能基	充填剤	孔径 (Å)	粒径 (μm)	比表面積 (m <sup>2</sup> /g)	内径×長さ (mm)	価格 (税別)
逆相	C22	DOCOSIL SP100	100	5	320	4.6φ×250	61,000円
		DOCOSIL SP100-3	100	3	320	4.6φ×250	66,000円
	C18	PEGASIL ODS SP100	100	5	330	4.6φ×250	53,000円
		PEGASIL ODS SP300	300	5	100	4.6φ×250	86,000円
		PEGASIL ODS SP100AQ	100	5	310	4.6φ×250	53,000円

くわしくは、弊社ホームページまたは下記までお問合せください。 [センシュ科学](#)  をクリック。

一歩進んだ仕事をしたい

**SSC 株式会社 センシュ科学**  
<http://www.ssc-jp.com>

東京本社 TEL(03)3395-3251(代) FAX(03)3395-3268  
E-mail: tokyo@ssc-jp.com  
埼玉営業所 TEL(049)297-9807 FAX(049)297-9803  
E-mail: saitama@ssc-jp.com

# 分析化学DVDシリーズ

- 最新技術と装置による映像と解説書を収録
- 日本語版 / English Version 収録



好評  
発売中

## 1～3巻

監修：公益社団法人日本分析化学会

定価 (各巻)  
 [一般] 35,000 円 (税別)  
 [(公社)日本分析化学会会員] 30,000 円 (税別)

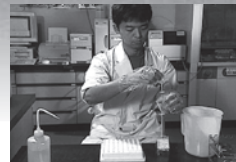
1巻  
30分

### 分析および分析値の信頼性 —信頼性保証の確立に向けて—

- |                        |                  |
|------------------------|------------------|
| 1. 分析値の信頼性を確保するには      | 5. トレーサビリティと標準物質 |
| 2. GLP での品質保証をえるためには   | 6. 外部査察          |
| 3. 分析機器 / 分析法のバリデーション  |                  |
| 4. コンピュータ システム バリデーション |                  |



[1巻] 分析機器 / 分析法のバリデーション

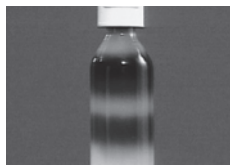


[1巻] トレーサビリティと標準物質

2巻  
30分

### 高速液体クロマトグラフィー HPLC

- |                     |             |
|---------------------|-------------|
| 1. 高速液体クロマトグラフィーとは？ | 5. 試料溶液の調製  |
| 2. クロマトグラフィーの原理     | 6. 操作法      |
| 3. カラム              | 7. データ解析    |
| 4. HPLC 装置          | 8. 定性と定量の方法 |



[2巻] 高速液体クロマトグラフィーとは？

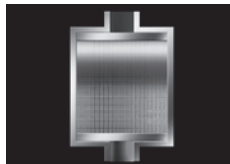


[2巻] HPLC装置

3巻  
34分

### 高速液体クロマトグラフィー質量分析法 LC-MS

- |                |           |
|----------------|-----------|
| 1. LC-MS の原理   | 5. メンテナンス |
| 2. LC-MS 装置の構成 | 6. 試料の前処理 |
| 3. LC-MS 装置の各部 | 7. データ解析  |
| 4. 測定時の注意事項    | 8. 応用編    |



[3巻] LC-MSの原理



[3巻] 応用編

お問い合わせ・ご注文は

(公社)日本分析化学会 DVD 係

〒141-0031  
東京都品川区西五反田1-26-2五反田サンハイツ304号

Tel 03-3490-3351

Fax 03-3490-3572

Mail dvds@jsac.or.jp

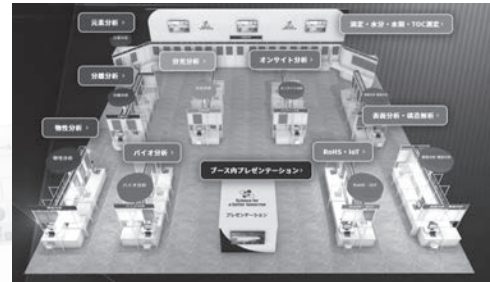
Webで行く展示会

# ハイテクEXPO

# HITACHI

Inspire the Next

日立ハイテクのオンライン展示会サイト「ハイテクEXPO」がリニューアルオープン！製品やプレゼンテーション、導入事例インタビューなど約250本の動画を掲載。展示会で掲示したパネルも100種類以上とオンラインでの情報発信力を大幅に強化しました。日立ハイテク製品の導入検討、情報収集の際には、ぜひ、アクセスください。  
※ご覧いただくためには、簡易登録が必要です。

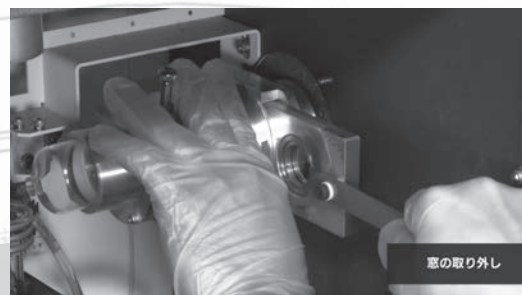


圧倒的な製品情報量を誇るハイテクEXPOの各コンテンツ紹介。

### 操作性やメンテナンス方法がひと目でわかる「実感動画」

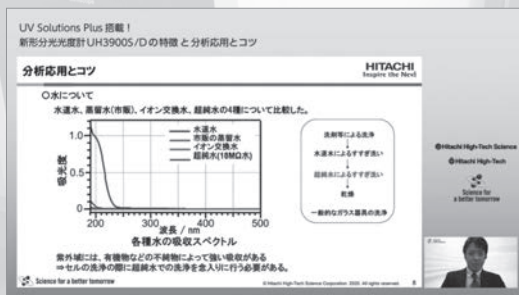


卓上顕微鏡の基本操作

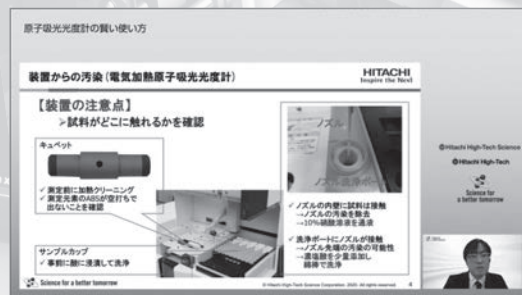


ICP発光分光分析装置の集光系メンテナンス

### 分析・観察のコツや製品の使いなどを解説「プレゼンテーション動画」

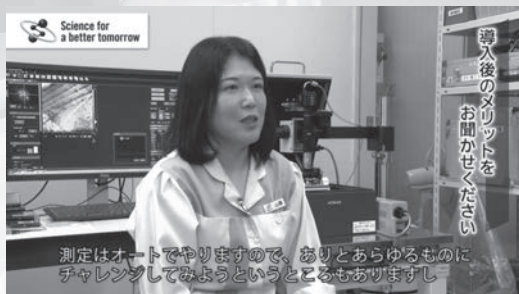


分光光度計の分析応用とコツ



原子吸光度計の賢い使い方

### 導入メリットを知りたい方は「製品導入事例」



走査型プローブ顕微鏡導入事例

### JASIS2020で掲示した製品パネルもご覧いただけます



機能性材料における熱物性評価  
(フィルム、電池材料)

オンライン打ち合わせも随時受付中！  
お気軽にハイテクEXPOにアクセスし  
お申し込みください。

オンライン打ち合わせは簡易登録  
不要ですが、所定のフォームより  
お申し込みいただけます。



ハイテク EXPO 検索



# 迅速凍結粉砕装置 IQ MILL-2070

機器分析の試料前処理に最適 ~ 高分子材料などの粉砕・攪拌・分散に特化 ~

## IQ MILL-2070 の特長

### ● 使いやすいシンプル操作

- ✓ 簡単な操作でサンプルの粉砕が可能

設定項目は、粉砕速度、粉砕時間、サイクル数、待ち時間のみです。回転ノブとタッチパネルで簡単に設定が可能です。

### ● 短時間で効率的な粉砕

- ✓ 同一プログラムで最大3サンプルの同時粉砕が可能

最大3本の試料容器が収納可能なホルダーを搭載しており、より効率的な粉砕が可能です。

- ✓ パワフルな衝撃と剪断の粉砕力で粉砕時間を大幅短縮

高速立体 8の字運動による粉砕方式を採用しており、短時間の試料粉砕が可能です。

### ● 液体窒素での予冷用キットが付属

- ✓ 粉砕前に冷媒（液体窒素等）を用いる試料容器の予冷方式

液体窒素の消費量は500 mL程度と省エネです。

- ✓ 冷媒を使わずに室温でも粉砕可能



IQ MILL-2070

## 主な仕様

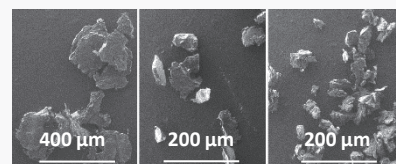
粉砕温度	室温あるいは冷媒（液体窒素等）を用いる試料冷却	
粉砕設定	回転数 (rpm)	50 から 最大 3000（無段階設定）
	回転時間 (sec)	1 から 60（1 sec毎）
	回転サイクル間の待ち時間 (sec)	10 から 600（10 sec毎）
	回転サイクル数	1 から 10（1サイクル毎）
安全装置	2つのマイクロスイッチと手動ロックの組合せ	
本体寸法、重量	幅 270 x 奥行 350 x 高さ 300 (mm)、約 12 kg	
電源 (50/60 Hz)	AC 100/120 V あるいは 200/240 V (400 VA)	

ポリスチレン (20 ペレット, 約 500 mg)

2000 rpm x 60 sec x 1 サイクル

前処理温度

25 °C      0 °C      -196 °C



粉砕温度 25 °C



フロンティア・ラボ 株式会社 [www.frontier-lab.com/jp](http://www.frontier-lab.com/jp) [info@frontier-lab.com](mailto:info@frontier-lab.com)



# Agilent Cary 3500 UV-Vis

優れた測光性能と独自の測定能力を  
実現する紫外可視分光光度計

## Cary 3500 UV-Vis

- 同時分析 – 最大 8 セルの同時分析でルーチンの定量分析を短時間で
- 可動部なし、長寿命ランプ – ランプ交換頻度メンテナンス頻度を最少に
- 空冷式ペルチェ対応 – 温調測定を最小スペースでラボを有効活用
- 高速スキャン – 毎秒 250 ポイントのデータ取得により、最速 150,000 nm/min のスキャン測定が可能

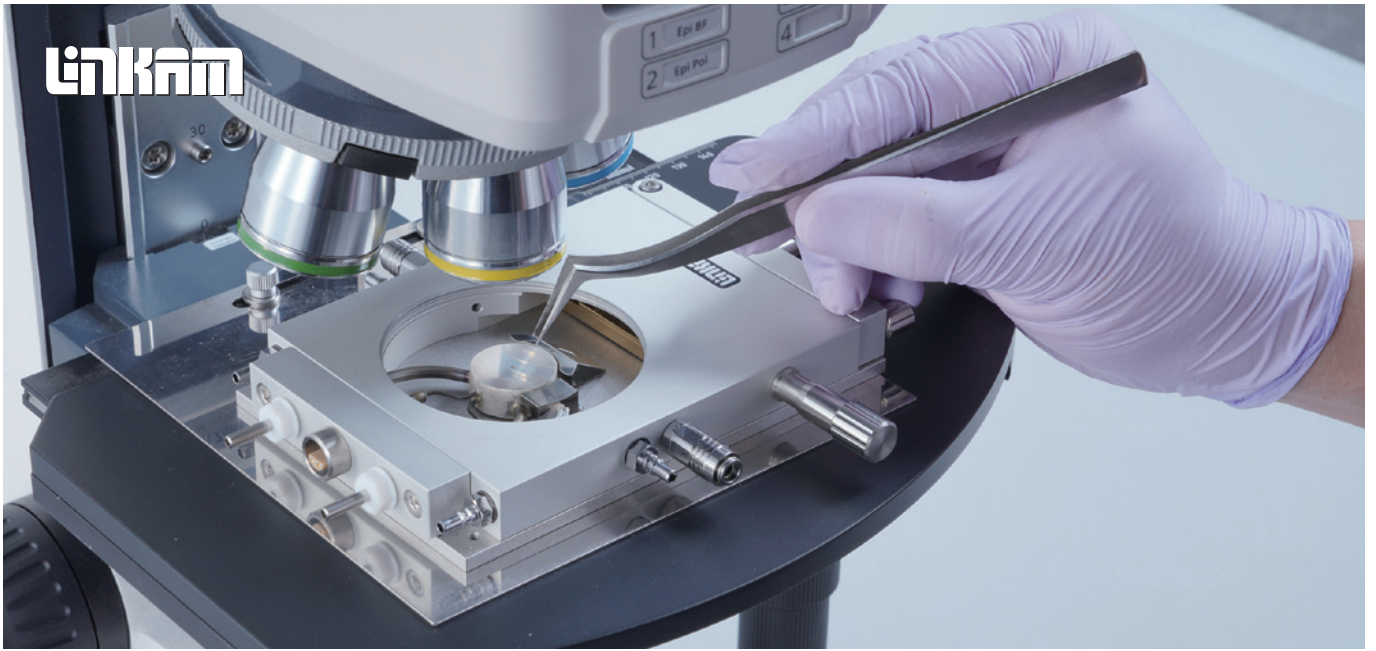


- 直感的なソフトウェア – 簡単操作と充実のヘルプ機能で引き継ぎも楽に
- データインテグリティ対応 – Agilent OpenLab との組み合わせでよりセキュアなデータ管理を
- シッパ対応 – 最大 3 個のフローセルを同時に充填・洗浄
- 核酸医薬等様々な研究にも対応



### UV-Vis 基礎ウェビナー **オンデマンド 62 分**

この基礎ウェビナーは、1つまたは複数の波長での吸光度および吸収スペクトルの測定の基本についてご紹介するオンデマンドウェビナーです。プレゼンテーションには、分光光度計の構成、測定パラメータの設定、キュベットや溶媒の選択、キュベットに代わる光ファイバー、および最新の温調測定に関するセクションが含まれます。



# 顕微鏡用冷却加熱ステージ

プログラマー 1 台で  $-190 \sim 600$  °C の温度範囲をカバーできます。

昇降温速度も  $0.01 \sim 150$  °C/min の間で自在に温度コントロールを実現。

試料室を大気中・不活性ガス雰囲気はもちろん、真空対応の製品もあります。

冷却加熱に加えて、延伸やせん断ができる製品も取り揃えています。

『光学顕微鏡以外の用途でお使いですか？』

ラマン顕微鏡・赤外顕微鏡や光干渉、小角散乱、垂直設置に対応できる製品もあります。

抜群の温度安定性と操作性のリンクカム顕微鏡用冷却加熱ステージをご体験ください。



$-190 \sim 600$  °C



冷却加熱ステージ

10002L

昇降温速度： $0.01 \sim 150$  °C/min  
試料サイズ： $\phi 16\text{mm} \times t 1.5\text{mm}$

$-100 \sim 420$  °C



大型試料冷却加熱ステージ

10083L

昇降温速度： $0.01 \sim 30$  °C/min  
試料サイズ： $42 \times 53 \times t 3\text{mm}$

$-100 \sim 350$  °C



延伸ステージ

10073L

ロードセル：200N  
試料サイズ： $7 \times 26 \times t 2\text{mm}$

$-50 \sim 450$  °C



せん断流動観察ステージ

CSS450WC

せん断速度： $0.003 \sim 15000\text{s}^{-1}$   
試料サイズ： $\phi 30\text{mm} \times t 2.5\text{mm}$

 **ジャパンハイテック株式会社®**

■本 社 〒813-0001 福岡市東区唐原7-15-81 TEL(092)674-3088 FAX(092)674-3089  
■新東京営業所(ショールーム) 〒260-0001 千葉市中央区都町3-14-2-405 TEL(043)226-3012 FAX(043)226-3013

HPにて観察例公開中!

ジャパンハイテック

検索

URL <https://www.jht.co.jp>  
E-mail [sales@jht.co.jp](mailto:sales@jht.co.jp)

