

分析用語の表記ゆれ

日本語で論文を執筆している時、“pH メータ”と“pH メーター”を混同して書いてしまい、青色の二重線を引かれた経験のある方は多いのではないのでしょうか。

同じ文書の中で、同音・同義で使われるべき用語が異なって表記されることを“表記ゆれ”と言います。ただ、このような表記ゆれは、論文の内容にかかわるようなものではありませんし、校正の段階でチェックもしてくれるので、表記ゆれで非常に困ったことになったという方は少ないかと思います。一方、これまで論文で使っていた分析用語の定義や意味が変わってしまった場合、いわゆる“分析用語の表記ゆれ”が起きた場合は、単純な表記ゆれとはちょっと意味合いが変わってくると思います。

用語の定義や意味を変える理由は様々ですが、大まかには、国際的な基準に合わせた時、業界内での申し送りがあった時、お上からの通達があった時、時代の変化や情勢に合わせた時、単語の発音の仕方を変えた時、などが挙げられるでしょうか。例えば、野球のボールカウントを“ワンストライク、ツーボール”と言っていたのを“ツーボール、ワンストライク”に変えたのは、国際的な基準に合わせたものです（私はいまだにこの言い方にしっかりきていませんが）。また、宝飾ブランドの *Cartier* の呼称は“カルティエ”ですが、80年代まではフランス語の発音に近い“カルチェ”が一般的でした。これは、*Cartier* が日本法人を設立した際に“カルティエ”と呼称するようになり、宝飾業界もそれに倣ったためと言われています。宝飾や時計ブランドでは、このような呼称の変更がしばしばあります。

話題があちこちに逸れてしまいました。閑話休題、本題の分析用語の表記ゆれに話を戻します。

機器分析の名称は、英語の略称で表されることが多いですが、この際、略称の表記ゆれがしばしば起こります。例えば、エネルギー分散型蛍光 X 線分析は、Energy Dispersive X-Ray Fluorescence Spectrometry ですが、略称の表記ゆれとしては、EDX、EDS、EDXRF などがあり、論文によっては EDXRFs と表すこともあります。誘導結合プラズマ発光分光法の略称に ICP-AES (ICP-Atomic Emission Spectroscopy) と ICP-OES (ICP-Optical Emission Spectroscopy) があるのも同様の例かと思えます。

このような表記ゆれは、冒頭の“pH メータ”と“pH メーター”の表記ゆれとほぼ同じと言ってよいと思います。研究を始めて間もない頃は、こういった表記ゆれに混乱するかもしれませんが、あくまで名称の問題なので、慣れてしまえば自然と対応できるようになっていきます。一方、これからお話するような、年代の違いで用語が変わってしまった表記ゆれの場合、少し注意が必要になります。

同じサンプルを分析した時、他の値から著しくかけ離れた（と判定された）分析値を皆さんは何とよんでいるのでしょうか。私が学生の頃は、「そのような値は“異常値”である」と教えられ、当時の参考書にも“異常値”と明記されていました。一方、ここ数年で出版された参考書では、異常値ではなく“外れ値”と記載されています。JIS Z 8103「計測用語」でも、以前は異常値と外れ値の両方を併記していましたが、現在は“外れ値”のみが明記されています。英語では、著しくかけ離れたと判定された分析値は“outlier”なので、感覚的にも“外れ値”の方が適当なように思います。では、“異常値”という用語が全く使われなくなったかということそんなことはなく、実験者の測定ミスや記録ミス、サンプルの取り違いなど、明らかな誤りが確認された値を“異常値”とよぶようにしています。（ただし、JIS Z 8103「計測用語」及び JIS K 0211「分析化学用語（基礎部門）」の改訂版には、いずれも“異常値”という用語はありません）。

外れ値に関連した表記ゆれとして、分析値の信頼性に関する用語の変化をお話したいと思います。

分析値の信頼性を評価するための尺度は、大まかには 2 種類あります。一つは分析値の平均値と真値との差（かたより）、もう一つは分析値のばらつきです。分析値のばらつきは、今も昔も“精度（精密さ、precision）”という用語で表します。一方、分析値と真値とのかたよりを表す用語は、以前は“正確さ（accuracy）”でしたが、90年代後半から、正確さの代わりに“真度（trueness）”が用いられるようになりました。これだけなら、単に用語が変わっただけです。私も学生時代は、正確さと精度の区別がつきにくかったので、正確さを真度に代えることは、すんなりと受け入れることができました。ただここに、真度と精度の両者の総合概念を表すものとして、新たに“精確さ”という用語が定義されるようになりました。“正確さ”という用語が消え、読み方が同じで意味が違う“精確さ”という用語が新たに追加される…これだけでもちょっと混乱してしまいます。しかも、この“精確さ”に対応する英語に accuracy を使うようになったため、さらに混乱が生じるようになりました。

分析用語の表記ゆれで問題となるのは、書き手と読み手の間に認識のずれが生じることです。今後も、規格や公定法の改訂に伴って、今回のような分析用語の表記ゆれは起こりえます。規格や公定法の改訂頻度は異なりますが、自身の研究分野に関しては、定期的な情報のアップデートが必要になると思います。

最後に、表記ゆれでも何でもない話の一つ。分析化学の国際誌 *Analytica Chimica Acta* の“chimica”は、化学のイタリア語なので“キミカ”と読むのが正しいのですが、私はいまだに学生時代に誤読していた“シミカ”と言ってしまいます。もし、

私が学会等で“シミカ”と言っていたら、遠慮なく、読み方のゆれ（誤読）をご指摘ください。

〔麻布大学生命・環境科学部 中野和彦〕

インフォメーション

中国四国支部だより

日本分析化学会中国四国支部では、分析化学分野の学術交流や会員間の親睦を促進することを目的に、年中行事として以下の主催事業を実施しています。中国四国の各地区で定期的に講演会を行うとともに、支部全体の会員が交流する催しとして「中国四国支部分析化学若手セミナー」を持ち回りで開催しています。「中国四国支部分析化学若手セミナー」は、他の地区とは異なり、教授クラスの先生方も参加し、若手研究者や学生とともに大変活発な交流が行われております。

2020年からのコロナ感染防止対策により、様々なイベントが中止・延期になり、本地区でも若手セミナーだけでなく各種講習会も中止や延期が相次ぎ少し元気がなくなっている状況でした。しかし、先生方の熱意により2021年からリモートでの開催ではありますが、2021年3月に2021年度広島地区講演会・中国四国支部講演会（広島大院理学・石坂昌司先生）、同年6月に第27回中国四国支部分析化学若手セミナー（高知大理工・小崎大輔先生）が執り行われ、分析化学に関する先生や学生の発表をオンタイムで拝見することができました。

今年に入って、第28回中国四国支部分析化学若手セミナーを島根大自然科学・Edward G. Nagato先生と管原の2名を実行責任者として、リモートではありますが開催することができました。参加者は、学生37名、教員12名、一般2名となり、午前、ケンブリッジアイソトープ研究所のパリス・ニン博士（Cambridge Isotope Laboratories, Dr. Paris Ning）によるNMRを使った環境試料の分析に関する研究、島根大学のヘナンスヌータラパティ博士（Dr. Hemanth Noothalapati）によるラマン分光法等による生細胞イメージング解析に関する研究、島根大学の朴紫暎博士（Dr. Park Jayeong）による環境水中ケイ素の循環に関する研究について講演がありました。午後からは学生の発表が13件あり、A会場とB会場に分かれて講演が行われました。この学生講演では各会場から1名ずつ支部長賞が選出されました。A会場では次田宗平さん（徳島大院理工）が、B会場では藤田航さん（山口大院創成科学）が受賞されました。本賞の受賞を機に今後の活躍に期待します。おめでとうございます。

さらに、本年度、中国四国支部の大きなイベントとして岡山大学・金田隆先生が実行委員長として、日本分析化学会第71年会が2022年9月14日（水）～9月16日（金）の3日間、すべて対面で開催されました。コロナウィルスの感染者数が減少傾向であったとはいえ、その感染防止対策が続く中1000名以上の参加者があり盛況に終了しました。また、実行委員長の金田先生は今年度の日本分析化学会賞を受賞され、学会運営と学会受賞と大車輪のご活躍でした。改めましてお祝いの詞を送

ると共に大変お疲れ様でした。年会の模様につきましては、改めて本誌にてご報告する予定です。

来年度は、コロナ感染防止対策がさらに緩和され、地区講演会や若手セミナーでの対面開催を復活させ、持続的な交流ができるような場を再構築できればと、支部会員一同願っております。

〔島根大学 管原庄吾、高知大学 森 勝伸〕

2022年液体クロマトグラフィー科学遺産認定

（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（LC懇）は、2018年度より「液体クロマトグラフィー科学遺産」の認定事業を開始し、5年目の本年は8月末日を期限として推薦公募を行った。期日までに提出された複数の推薦書につき、2022年液体クロマトグラフィー科学遺産認定委員会（9月12日）で審議した結果、寺田明孝氏（日本分光株）推薦の「高速液体クロマトグラフ TRI ROTAR シリーズ」（所有者：日本分光株）を液体クロマトグラフィー科学遺産第5号候補として選出した。2022年度LC懇第6回拡大運営委員会（9月29日）において、認定委員会委員長より上申された上記結果を審議し、これを承認した。

「液体クロマトグラフィー科学遺産」とは、その認定に関する規定第2条に、「日本における液体クロマトグラフィーの発展にとって、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」と定義されている。認定第5号となった「高速液体クロマトグラフ TRI ROTAR シリーズ」の認定理由の概要を以下に示す。

高速液体クロマトグラフ TRI ROTAR シリーズは、1976年に日本分光工業株（現 日本分光株）が上市した、世界初のトリプルヘッドレシプロ型的高速液体クロマトグラフィー（HPLC）用ポンプである。すなわち、小容量（50 μ L）の3つのポンプヘッドを120度角に配置することによって、斜板カムの回転を利用した一駆動系というシンプルな作動による送液を可能にした特徴をもつ（図1参照）。しかも、吸引と吐出を三相交流のように常時かつ同時に行うことができるため、常に途切れることなく吸引と吐出が行えることから、高い精度の送液を可能とした。当時はシリンジ型ポンプからレシプロ型ポンプに移行し始める潮流の中にあり、上記 TRI ROTAR はトリプルヘッドという画期的でユニークな発想と高い技術レベルによって開発されたものである。その性能は、高い定流量性能と低脈流及び最大の特長である、連続吸引、連続吐出を同じ波形で行える

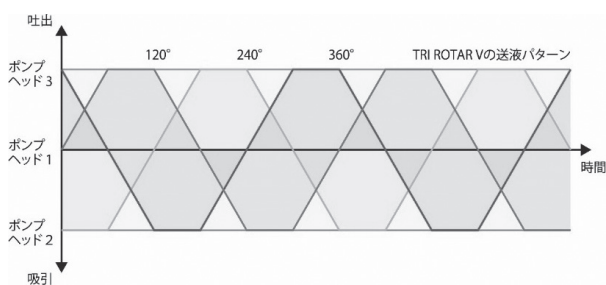


図1 TRI ROTAR Vの送液、吸引パターン

無限送液を可能としており、世界的な分析機器メーカー・デュポン社へ OEM 供給するなど、世界に日本の HPLC 用ポンプの技術の高さを示した。その後、TRI ROTAR-II (1979 年)、コンピューター制御の TRI ROTAR-III (1980 年)、これらのポンプを組み込んだシステムである TRI ROTAR SR-1 (1982 年) 及び TRI ROTAR SR-2 (1982 年) を経て、さらに小型化・省スペースを図った TRI ROTAR-V (1983 年)、TRI ROTAR-VI (1984 年) の上市へと続き、その技術を継承・発展させた。1982 年には、セミマイクロ HPLC 用として、TRI ROTAR と同じ 3 ヘッドを装備した FAMILIC-300 が上市されたが、本製品は米国工業技術専門紙のインダストリアル・リサーチ・アンド・デベロップメント誌が最先端技術と製品を表彰する技術賞の一つである I・R 100 の受賞に輝いた。

この種の動作原理を利用したポンプとしては TRI ROTAR が世界初であり、レシプロ型ポンプとしても従来のものより性能が格段に優れていた。シリーズ最終機である TRI ROTAR-VI においては、流量正確さとして、0.5 mL/min 以上では設定値の±1%，0.5 mL/min 以下では±0.008 mL/min、流量精密さとして、±0.5% または±0.003 mL/min のうち大きい方、という性能をもち、高速液体クロマトグラフの発展に大きく貢献した。さらに、シンプルな駆動系による高圧送液を実現させたことから、粒子径の小さな充填剤カラム、内径の細かいカラムを使用したセミマイクロ高速液体クロマトグラフへ発展させていく技術にも貢献した。

以上、概説したユニークな駆動原理とその歴史的な価値は、正しく液体クロマトグラフィー科学遺産に値するものと認定された。

なお、認定作業に当たったのは、以下の 10 名である (◎印：委員長)：伊藤誠治 (東ソー)、榎本幹司 (栗田工業)、大塚克弘 (ムラタ計測器サービス)、橋田 規 (日本食品検査)、熊谷浩樹 (アジレント・テクノロジー)、小林宏資 (信和化工)、竹澤正明 (東レリサーチセンター)、◎中村 洋 (東京理科大学)、西岡亮太 (住化分析センター)、三上博久 (島津総合サービス)。

[液体クロマトグラフィー研究懇談会・委員長 中村 洋]



2022 年度 CERI クロマトグラフィー分析賞

本賞は、(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 (LC 懇) が「液体クロマトグラフィーを利用した研究分野で優秀な研究成果を挙げた者に授与する」と規定する褒賞であり、(一財)化学物質評価研究機構 (Chemicals Evaluation and Research Institute, Japan, CERI) の協力を得て 2018 年度より運用を開始している。2022 年度は、本年 8 月末日を期限として候補者の推薦公募を行った。期日までに提出された候補者の推薦理由書、研究業績等を基に、選考委員会 (2022 年 9 月 10 日) で審議した結果、特定非営利活動法人病態解析研究所所属の岡橋美貴子氏 (推薦者：特定非営利活動法人病態解析研究所・星野忠夫氏) を授賞候補者として選出した。2022 年度液体クロマトグラフィー研究懇談会第 6 回拡大運営委員会 (9 月 29 日) において、選考委員長より上申された上記結果を協

議した結果、岡橋氏への授賞が正式に承認された。岡橋氏の研究業績名は、「糖尿病管理指標の測定法開発と維持管理に関わる研究」である。以下、授賞の対象となった研究業績等の概要を紹介する。

1. HbA1c 測定法の開発と標準化への活用

1.1 安定型 HbA1c 日常測定法 (KO40 法) の開発

HbA1c は、糖尿病の診断や治療における指標で、1980 年代に HPLC による専用装置が発売されたことにより臨床で広く使われるようになったが、測定値の装置間差が大きいという問題があった。その原因の一つとして、専用装置では安定型 HbA1c と不安定型 HbA1c の分離が不十分であることが指摘されていた。KO40 法では、スルホプロピル基を有する非多孔性陽イオン交換カラム TSKgel SP-NPR (内径 4.6 mm、長さ 35 mm、東ソー) を用い、4 分で安定型 HbA1c と不安定型 HbA1c を良好に分離することに成功した。分析時間の短縮により、多検体の信頼性ある安定型 HbA1c の測定が可能となり、臨床現場における装置間差の評価、糖尿病スクリーニング法の検討など臨床研究において多くの成果を挙げることができた。

1.2 安定型 HbA1c 基準測定法の維持管理

所属研究室において、安定型 HbA1c の更なる良好分離を目的として、KO40 法と同じ充填剤で長さを 100 mm としたカラムを用い、50 分で安定型 HbA1c を単離測定する KO500 法が開発された。岡橋氏は、KO500 法の性能評価、実用化への検討を行い、その結果 KO500 法は、日本臨床化学会および日本糖尿病学会の議を経て、本邦の HbA1c 標準化における実用基準測定法として活用されるに至った。現在、KO500 法は 7 つの基準測定施設で運用されており、岡橋氏は、その維持管理に携わり、整合性の確認、各施設測定者への教育等を行っている。

1.3 HbA1c の標準化活動

岡橋氏は、「日本臨床化学会糖尿病関連指標専門委員会」、「日本糖尿病学会糖尿病関連検査の標準化に関する委員会」、「臨床検査基準測定機構 (JRMJ)」の委員として HbA1c の標準化活動に携っている。現在、測定法間差および施設間差のない標準化された HbA1c 値が得られるようになったが、その標準化に分離分析分野から貢献した。

2. LC/MS を用いたグリコアルブミン (GA) 測定法の開発と標準化活動

LC/MS を用いた GA 測定法の開発を行った。GA は糖尿病関連指標であり、日常測定法としてポロン酸アフィニティーによる HPLC 法や酵素法が提供されているが、いずれも化学量に裏付けられた標準物質による校正がなされていなかった。そこで、基準測定法として対応できるような測定値に化学量論的裏付けを持つ測定法の開発を行った。GA の主たる糖結合部位がアルブミンの 525 位の Lys であることを確認し、525 位を含む合成ペプチド (糖化ペプチド、非糖化ペプチド) を校正物質とし、LC/MS を用いるペプチドマッピング法を測定手技とし、測定値を SI 単位系で表示する GA 測定を可能とした。また、「日本臨床化学会糖尿病関連指標専門委員会」の「GA の標準化プロジェクト」に参加し、分離分析分野から標準化に貢

献している。

3. 液体クロマトグラフィー研究懇談会への貢献

岡橋氏は、1993年に本研究懇談会の運営委員長に就任し、会計、監査、褒章小委員会の小委員長、分析士筆耕部会長を務め、会の運営円滑化業務支援を行ってきた。また、LC- & LC/MS-DAYs、LC & LC/MSテクノプラザ、書籍出版などを通して、会の活動に長年に渡り貢献してきた。

以上、岡橋美貴子氏の業績は、学術的貢献；糖尿病管理指標グリコヘモグロビン（HbA1c）の分析法・維持管理・実用標準化、及び、生体成分の試料前処理と分離分析法の開発など、②教育的貢献；書籍・研修会などの当該懇談会事業を通じての解説など、③社会的貢献；当該懇談会の運営円滑化業務支援、及び、臨床検査基準測定機構（JRMJ）での糖尿病血糖管理事業支援などと多岐に渡っている。このように、岡橋美貴子氏は分離分析の実用標準化の先導的先駆者で、本研究懇談会に長年に渡る貢献者でもあり、CERIクロマトグラフィー分析賞授賞に誠に相応しい人物と評価された。

〔液体クロマトグラフィー研究懇談会・委員長 中村 洋〕



2023年液体クロマトグラフィー努力賞

標記努力賞は1995年、液体クロマトグラフィー研究懇談会に制定された若手・中堅会員に対する褒賞制度であり、「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」とされている。今回は2022年9月末日を期日として推薦を募った。2022年10月1日より開催された標記授賞候補者選考委員会において協議した結果、三菱ケミカル(株)所属の前中佑太氏（推薦者：三上博久氏、(株)島津総合サービス）を授賞候補者に決定した。この結果を運営委員会（10月3日）に上申・協議した結果、前中氏への授賞を正式に決定した。研究業績名は「架橋高分子のグラフト鎖解析技術の開発」である。前中氏への授賞対象となった研究業績の概要を、以下に紹介する。

1. 架橋高分子グラフト鎖の可溶化手法及びGPECによる組成成分の評価手法の開発

合成高分子のうち架橋高分子のグラフト鎖は、その長さや樹脂組成によって製品物性に影響を及ぼすことから、詳細なグラフト鎖解析は非常に重要である。一方で、架橋高分子は溶剤に不溶であることから、サイズ排除クロマトグラフィー（SEC）を用いた分子量分布測定やNMRを用いた組成分析が難しい。

前中氏は、グラフト鎖を評価する手法として、機械的な破碎による分解に着目し、可溶化技術について種々検討を行った。その結果、高分子を破碎することにより可溶化した成分は、グラフト鎖を反映した分子量、組成を有することが分かり、前処理方法に一定の効果があることを明らかにした。

次に、可溶化した成分の評価手法として、グラジエントポリマー溶出クロマトグラフィー（gradient polymer elution chromatography, GPEC）を取り入れた分析方法について検討を行った。その結果、GPECによる分析方法を用いることにより、

従来NMRでは確認できなかった組成分布を評価することが可能となった。本手法は、化学結合に依らない前処理方法であることから、種々の架橋高分子分析に広く応用できる可能性があることを明らかにした。

以上、前中氏は架橋高分子を可溶化させる有効な手法の開発に成功したが、さらにGPECを取り入れた分析方法を開発することにより、LC分析の可能性を大きく広げる成果を挙げた。この業績は、高分子解析手法として高く評価できるものである。

2. 液体クロマトグラフィー研究懇談会への貢献

前中氏は2020年4月、運営委員心得として本研究懇談会の役員に就任し、1年間の運営実務を経験した後、現在も事業委員として他学協会との窓口として精力的な活動を行っている。また、前中氏は合成高分子化学の専門家であり、LCはもちろんのこと、GC、MS、さらにはNMR、ESR、FT-IRなどを用いた分析法、解析技術に広く通じているため、本研究懇談会においては貴重な存在であり、今後一層の活躍が期待できる逸材としての評価が高い。

前中佑太氏のこのような研究業績と誠実な活動内容は、液体クロマトグラフィー努力賞授賞に誠に相応しく、今後の関連技術発展への貢献にも大いに期待が持てる。以上、同氏の実績とポテンシャルは、2023年液体クロマトグラフィー努力賞授賞に値するものと高く評価された。

〔液体クロマトグラフィー研究懇談会・委員長 中村 洋〕



第375回液体クロマトグラフィー研究懇談会

2022年9月29日（木）13時より「タンパク質同定のための質量分析」（オーガナイザー：筆者）を講演主題としZoomウェビナー形式にて開催。ワクチン開発をはじめプロテオミクス分野は年々活発化してきている。例会主題では久しい「質量分析を用いたタンパク質同定」にフォーカスをあてることで、手法を身近に感じ、研究の導入ハードルを越えてもらいたい思いがあり今回の主題を設定した。講演は総括含め6題。前半はプロテオミクスの基礎とカラムカスタマイズを、後半はアカデミック分野でのクロスリンクMS研究例や今後期待されるメガダルトンクラスのNative MS分析についてご講演いただいた。計31名のご参加があった。

1. プロテオーム解析の基礎と新技術による発展

（Thermo Fisher Scientific (株) 渡邊史生氏）

ペプチドを分離しながら連続的に検出・同定を行うショットガンプロテオミクスが一般的だが、昨今では質量分析装置の発展により、1時間程度の分析データから数千を超えるタンパク質を一度に同定することが可能となった。タンパク質同定の原理と基礎手技のお話を導入に、定量プロテオミクス分野を加速させる、パワフルかつ取りこぼし低減、最新ディープレーニング技術を搭載した質量分析装置・解析アプリケーションのご紹介があった。質量分析法はここまで進歩したか、と感銘を受けると講演をいただいた。

2. メタルフリーカラムを用いたタンパク質分析

(一財)化学物質評価研究機構 坂牧 寛氏)

タンパク質の翻訳後修飾の中でもリン酸化は調節機能に大きく関与するが、質量分析でのリン酸化部位同定を行う際、リン酸化ペプチドの金属配位によるカラム吸着が起り、分析操作に工夫が要求されることがある。その問題点を解決すべく開発されたメタルフリーカラムのご紹介とシステム最適化についてご講演いただいた。テーリング及びキャリーオーバーの低減、ピーク形状改善、アルカリ性溶離液（アンモニア）との相性も良好でリン酸化ペプチドの好感度検出に有効であるとのこと。ステンレスカラムのセカンドオピニオンとして頼りになるご講演をいただいた。

3. タンパク質分析におけるモノリスシリカキャピラリーカラムの利用

(信和化工㈱ 小林宏資氏)

モノリスシリカキャピラリーカラム開発を進める該社は、タンパク質医薬品分析分野で利用されるトップダウン法に取り組んでいる。対する、タンパク質の構造解析の主流であるボトムアップ法と合わせて解説いただいた。高分解能モノリスシリカキャピラリーカラムを用いた細胞内全タンパク質一斉分析及び自動化については、高塩濃度及び界面活性剤含有サンプルに対しオンライン精製を可能にする「トラップ&エリユートシステム」を開発し現在最適化プロトコル策定を進めているとのこと発表があった。斬新なアイデアで、試してみたくなるご講演をいただいた。

4. クロスリンク MS 法を利用したタンパク質複合体の相互作用領域マッピング

(東京大学定量生命科学研究所 根岸瑠美氏)

クロスリンク質量分析法は、タンパク質に化学的架橋を施しタンパク質複合体の相互作用部位のアミノ酸配列を LC-MS/MS によって同定する手法である。架橋剤、分画、前処理、トラップカラム、分離カラム、解析アプリケーション、と、すべてのステップにおいて選択・最適化が要求される。綿密な研究により進められた、ヌクレオソーム内ヒストンにおける相互作用部位同定の研究成果をご発表いただいた。タンパク質複合体は分子量サイズや極性が多様であり、目的産物を捉える分離カラムとの相性についてのお話もあった。また、質量分析が主役となるには架橋剤進歩も欠かせないという示唆もあった。

5. タンパク質複合体の質量分析：Native MS

(日本ウォーターズ㈱ 寺崎真樹氏)

溶液中の生理学的またはネイティブな状態でのインタクト質量分析が必要となる場合がある。一般的な LC-MS の条件では、ほとんどのタンパク質が変性し非共有結合が解離する。Native MS では溶液から気相まで非共有結合性相互作用を保持することができ、タンパク質は変性状態よりも電荷が少なく、高い m/z でスペクトルが得られるため、スペクトル干渉が大幅に減少するという利点がある。今後期待される Native MS 手法とそのアプリケーション例をご紹介いただいた。従来の質量分析では分析が困難であった細胞および遺伝子治療で使用されるよう

な非常に大きな (10^6 Da オーバー) タンパク質およびタンパク質複合体の分析を可能にする電荷検出質量分析法 (CDMS) についても解説があり、将来性を感じるご講演をいただいた。

6. 総括：タンパク質同定のための質量分析

(東京理科大学 中村 洋委員長)

各講演者に対して質疑やアドバイスをされた。さらに、今年発足の LC シニアクラブや、発行図書、開催イベント等の紹介があった。

今回は序盤でネットワーク不具合が発生し、講師順繰り上げ・休憩短縮等対応を行った。関係者のご協力によりスムーズな進行ができ、無事に例会を終える事ができた。講演終了後には、講師を囲み計 9 名の参加にてリモート情報交換会が行われた。例会初参加者を歓迎し、実験相談やアイデアを交わし、終始和やかな懇親が行われた。

最後に、本研究懇談会で講師を引き受けてくださいました皆様に深く感謝申し上げます。

[オーガナイザー：農研機構 高橋亜紀子]



高分子分析研究懇談会第 411 回例会

高分子分析研究懇談会第 411 回例会が 2022 年 9 月 1 日に Web 形式で開催された。プログラムは 2 件の講演と 1 件の職場紹介及び、演者 3 名の部屋に別れて参加者同士の交流と意見交換を目的としたブレイクアウトセッションの構成で、50 名の参加があった。

最初に、菅沼こと運営委員長 (帝人㈱) より開会の挨拶があり、本懇談会の今後の予定も紹介された。引き続き、細谷 肇先生 (群馬県立群馬産業技術センター) による招待講演が行われた。演題は「いろいろ使える、AI 検査と現場への導入方法について」で、最初に AI (人工知能) のソフトを導入し、企業で要望のあった目視検査への有効性、実用化に向けてロボットとの連携の検討を経て製造現場で使用可能と判断した経緯について紹介があった。AI の歴史と Deep Learning の基礎と最近の進歩に関して概説された後に、具体的な事例として、OCR によるラベル印字の検査や X 線検査など種々の検査方法、導入効果と食品業界の動向、さらに導入する際の検討項目の詳細について動画を交えて紹介があった。全職員 AI 人材化として AI を知ってもらう教育の必要性にもついて説明があり、いかに AI 検査を現場へ導入するのか、その手法についての分かりやすい有意義な講演内容であった。

次に、受賞講演として第 26 回高分子分析討論会ポスター賞を受賞された若手の前山未来様 (㈱豊田中央研究所) に演題「カーボン材料によるラマンスペクトルの蛍光低減」で講演があり、ラマン分光の歴史と基礎的な原理の説明に続いて代表的な解析事例として概説があり、引き続きラマン分光の課題として蛍光成分が存在する場合の蛍光発光によるスペクトル妨害について、従来の解決法と合わせて紹介された。本題であるカーボン材料による蛍光低減については、カーボン材料の比較検討により、ケッチェンブラックが蛍光を 10 分の 1 にする低減効果が高いことが紹介された。そのメカニズムとしては、吸光係

数が高く試料に混ぜ込むことによりレーザー光を吸収し、ブリーチングされる部分より深部の蛍光を吸収することで蛍光強度が減少するとの説明があった。最後に応用例としてエポキシ樹脂の劣化由来の蛍光の低減によりエポキシ樹脂の硬化度解析が可能になった事例の紹介があり、質疑応答も活発に行われた。

職場紹介は小林奈津美（㈱ ENEOS マテリアル）から、㈱ ENEOS マテリアルは2022年4月にJSR ㈱からエラストマー部門が事業分割されて発足した会社で、合成ゴム、熱可塑性エラストマー、ラテックスなどの研究開発、製造を行っている。概要の紹介があった。さらに、タイヤに利用される溶液重合ポリスチレンブタジエンゴム（SSBR）を中心に乳化重合ポリスチレンブタジエンゴム（ESBR）などとの製品の特徴を比較して分かりやすく紹介された。

最後のブレイクアウトセッションでは、講演者3名の部屋に別れて、質疑応答、意見交換など会員間の積極的な交流の機会として活用され、有意義な時間になった。

〔理化学研究所 越野広雪〕

第26回液体クロマトグラフィー研究懇談会 特別講演会・見学会

液体クロマトグラフィー研究懇談会では、2022年9月30日（金）、㈱日立ハイテクサイエンス サイエンスソリューションラボ東京（中央区新富町）において、第26回特別講演会・見学会を開催した。本見学会は、液体クロマトグラフィー研究懇談会会員が企業や大学、官公庁を見学することにより、液体クロマトグラフィーの将来像を模索していくこと、特に見学先との情報交換などを通じて液体クロマトグラフィーに限らず幅広い分野の知見を得ることを目的としている。なお、本見学会は当初、2020年5月に開催予定であったが、新型コロナウイルス感染症の拡大により延期されていた。今回、感染者数が減少傾向であること、並びに感染防止対策を徹底することにより、約2年越しに開催されることとなった。参加者は14名であった。

中村 洋委員長（東京理科大学）の挨拶の後、岩佐真行氏（㈱日立ハイテクサイエンス アプリケーション開発センタ センタ長）より、日立ハイテクサイエンスの紹介があった。日

立ハイテクサイエンスは日立ハイテクグループの分析計測装置メーカーとして、表面分析、元素/物性分析、分光/分離分析の分野で様々な製品をラインアップしており、『加工して、「見る・測る・分析する』を可能にし、科学と社会の発展に貢献できるよう努めているとの紹介があった。製造拠点の富士小山事業所（静岡県）と那珂事業所（茨城県）の概要や、各製品のアプリケーションの紹介があり、日立ハイテクサイエンスのことがよく分かる講演であった。

その後、サイエンスソリューションラボ東京のデモルームの見学会を実施した。デモルームでは製品ごとに分かれて複数の装置が設置されている。液体クロマトグラフィーをはじめ、原子吸光度計、分光光度計、熱分析装置などについて、各装置担当者がそれぞれの装置を説明した。装置によっては具体的にサンプルを測定しながら説明を行うことで、各装置の特徴について理解を深めていただくことができたと思われる。

見学会の後、特別講演として、伊藤正人氏（㈱日立ハイテクサイエンス FS 第二設計部）より「UHPLCに関する感度性能の可視化」と題した講演がなされた。UHPLCの感度性能に関する因子は2種類あり、一方はカラム断面積を縮小するセミマイクロ化と、他方、新たに感度指標として高長積 Σ を紹介した。高長積 Σ は分離特性の理論段数と相反関係にあり、高長積 Σ を改良するために充填剤の微細化とそれに伴う圧力の印加が不可欠である。

次に筆者より、「日立ハイテクサイエンスの横断アプリケーション」と題した講演がなされた。横断アプリケーションとはある産業分野において、各種分析装置を用いた横断的なアプリケーションを紹介するものである。今回はプラスチック資源循環における課題と分析事例として、液体クロマトグラフや示差走査熱量計、加熱脱離質量分析計などを用いてリサイクルポリプロピレンの評価や、プラスチックの劣化解析などの事例を紹介した。分析装置や分析法を提案することにより資源循環に関する課題を共有し、新たなソリューションの協創に取り組んでいくという説明があった。

次に中山 聡氏（味の素㈱バイオ・ファイン研究所）より「アミノ酸分析における誘導体化法の使い分け」と題して講演がなされた。アミノ酸分析には誘導体化法としてプレカラム法とポストカラム法がある。プレカラム法はシステム構成が単純で、比較的解析時間が短い分析法であるが、夾雑物の影響を受けやすい。一方、ポストカラム法は反応ポンプなどが必要になるなどシステム構成は複雑だが、夾雑物の影響を受けにくく、なおかつ再現性に非常に優れているといった説明があった。一つ難点は分析条件の設定が複雑で、条件検討にはかなりのノウハウが必要であるということであった。

見学会終了後、場所を変更して情報交換会を開催した。液体クロマトグラフィーに加え、さまざまな分野の話題で、活況な情報交換が行われた。

最後になりましたが、今回の見学会の準備、運営をご支援いただいた皆様に深く感謝いたします。

〔㈱日立ハイテクサイエンス
アプリケーション開発センタ 清水克敏〕



写真 見学会の集合写真

第 374 回液体クロマトグラフィー研究懇談会

2022 年 9 月 14 日 (水)~16 日 (金) に日本分析化学会第 71 年会が岡山大学津島キャンパスで開催され、標記懇談会が 15 日の 10.15~10.45 に液体クロマトグラフィー研究懇談会特別講演として開催された。座長は筆者が務め、伊藤誠治氏 (東ソー株) が「液体クロマトグラフィーによる核酸医薬品の分離技術の進歩」のタイトルで講演された。

核酸医薬品の原料となるオリゴヌクレオチドは化学合成によって得られるが、その収量確認や純度確認、不純物同定等の品質管理において、HPLC は不可欠な手法の一つである。さらに、精製段階においても、条件設定の容易さと処理量の多さから分取 LC が多用されている。本講演では、HPLC の種々の分離モードを用いたオリゴヌクレオチド分析の検討事例と分取 LC を用いた精製法について発表が行われた。

まず、精密分離を目的とした各分離モードによる分離例が紹介された。検出器として MS が多用されており、その場合、分離モードとして、IP-RPC (イオン対逆相クロマトグラフィー) が最も広く用いられるとの説明があった。検出感度及び回収率の点で優れている HFIP 及び TEA を添加剤とした移動相を用いる分析条件 (通称 Golden method) が主流であるが、コスト面や分離選択性において課題があり、それらの課題の解決を目的として、最近では、低コストのフッ素系溶媒や鎖長の異なるアルキルアミンを用いた分析条件も提案されているとのことであった。さらに、イオン対試薬を使用しない分離モードとして、RPC とは異なる分離機構である HILIC (親水性相互作用クロマトグラフィー) も注目されているとの説明があった。移動相組成に起因する ESI でのイオン化効率の高さに加え、RPC とは異なる選択性が得られることから、RPC の補完的な分析条件として用途が拡大しているとのことであった。一方、異性体や同族体の分離能に優れる IEC (イオン交換クロマトグラフィー) は、高塩濃度の移動相を使用することから、MS への直接導入は困難であるが、脱塩を兼ねる RPC と組み合わせた 2D-LC システムにより、オンラインでの MS 検出も可能になるとの説明があった。最近では、非多孔性充填剤の使用や微粒化、及び官能基の導入法の変更 (グラフト型、表面修飾型) により、高理論段で高回収率、高分離の条件が確立されているとのことであった。また、SEC (サイズ排除クロマトグラフィー) は、分子サイズを反映したプロファイルが得られる利点を有しており、細孔分布の最適化と微粒化により分離能の向上が図られているとのことであった。

次に、分取 LC に関する説明が行われ、オリゴヌクレオチドが変性を受け難く回収率が高い特長を有する IEC や HIC (疎水クロマトグラフィー) が多用されているとの説明があった。特に、HIC は、有機溶媒を使用せずに RPC と同様の疎水性に基づく分離が可能であることから、精製段階において広く用いられているとのことである。また、HIC と IEC を組み合わせることで、高純度かつ高回収率の精製プロセスが実現され、多用されているとも報告された。

このように、液体クロマトグラフィーは、オリゴヌクレオチドの精密分離から分取精製において不可欠な手段となっていることが示され、今後も、さらなる用途拡大と発展が期待される

とのことであった。

第 68 年会 (2019 年、千葉大学) 以降、各研究懇談会主催の講演の時間は、1 時間から 30 分間に短縮されている。毎月の例会における講演時間とほぼ同じ時間ではあるが、通常の例会とは異なる詳細な発表や白熱した質疑応答を行う上では、多少短すぎるとの印象を受けた。今年の年会は、3 年ぶりに現地開催によって実施され、金田 隆実行委員長の頑張りにより約 1,200 名の参加登録があり、各会場ともに、コロナ禍以前を彷彿とされるような熱気に包まれていた。来年以降も、同等以上の規模で開催され、学会のさらなる発展に繋がることを祈念する。

[LC 研究懇談会委員長 東京理科大学 中村 洋]



第 376 回液体クロマトグラフィー研究懇談会

標記研究懇談会例会が、2022 年 10 月 20 日 (木) にオンラインで開催された。「食品分析における LC、LC/MS の基礎から最新技術まで」が講演主題とされた。食品の機能性・安全衛生を担保するには LC、LC/MS が重要な役割を果たしている。今回は、簡便・迅速に定量するための技術の開発に焦点を置き、現状の進展を講演いただいた。6 題の講演が行われ、参加者は 34 名であった。以下に講演内容を概説する。

1 題目は、日本ウォーターズの島崎裕紀氏から「食品に含まれる農薬・医薬品の前処理および分析法の検討」の講演が行われた。食品中の残留農薬・動物用医薬品の分析には、多種のマトリックスの除去が不可欠であり、しかも簡便化が求められている。固相抽出法の原理を分かりやすく解説後、疎水性の分析種の前処理である QuEChERS 法、高極性の分析種の前処理である QuPPe 法の説明があった。後者の LC 分離では、HILIC カラムの使用が有効であるとのことであった。

2 題目は、アジレント・テクノロジーの城代 航氏から「食品中の PFASs 分析に適したサンプル前処理と LC/MS システムのご紹介」の講演が行われた。前処理の基本は QuEChERS 法であるが、脂質の除去には、疎水性相互作用とサイズ排除の両方を期待できる新たな固相抽出剤の紹介があった。PFASs は実験環境中にも微量に存在するため、実験器具の取扱や、フッ素剤フリーの LC/MS システムの説明があった。

3 題目は、日本食品検査の橘田 規氏から「LC-MS/MS を用いた対 EU 輸出二枚貝の麻痺性貝毒分析」の講演が行われた。二枚貝に毒素が蓄積される経緯、標準物質の管理の難しさについて紹介があった。麻痺性貝毒従来の生物試験法から、プレカラム誘導体化 HPLC 法、今回の LC-MS/MS 法に移行する経緯についての説明があった。

4 題目は、分析化学会関東支部参与の望月直樹氏から「ビフェニルカラムを用いた紅茶機能性成分の LC-MS/MS 分析」の講演が行われた。茶類のカテキン類と、発酵工程で生じるテアフラビン類の経路の紹介があった。多種のカテキン類、テアフラビン類を高感度に一斉分析するため、従来の C18 カラムではなく、ビフェニルカラムを用いた LC-MS/MS 分析法の説明があった。市販製品の分析例の紹介もあり、大変興味深い講演であった。

5 題目は、筆者から「相対モル感度法を用いたウコン中の機能性成分の分析」の講演が行われた。NMR と LC を用いて、内標準物質と分析種の相対モル感度を導出しておくと、未知試料の分析では、内標準物質の添加により分析種の定量が可能であるとの説明があった。ウコン含有の市販製品について、相対モル法と絶対検量線法の比較の説明があった。

最後に、東京理科大学の中村 洋委員長から「食品分析における LC、LC/MS の基礎から最新技術まで」の総括が行われた。各講演のポイントを整理され、要点や疑問点などを各演者に順次質問する Q&A 形式で進められた。この総括により、

参加者は各講演に対して復習ができ、理解が一層深まったものと思われた。

講演終了後、講師を囲んでの情報交換会がオンラインで開催され、参加者は 9 名であった。参加者の近況報告や対面開催の見込みなど、和やかな雰囲気では話が進み、深く親睦が図れた。

最後に、本例会での講演を快くお引き受けいただいた講師の皆様、オンライン開催の準備・運営にご尽力いただいた Web 対応小委員会の皆様に深く感謝申し上げます。

〔ハウス食品グループ本社㈱〕 神山和夫

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)

菅沼こと (Koto SUGANUMA)

帝人株式会社 (〒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工学専攻博士後期課程修了. 博士 (工学). 《現在の研究テーマ》NMR を用いた高分子材料の構造解析. 《趣味》旅行.

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

(ミニファイル)

川上貴教 (Takanori KAWAKAMI)

北海道大学安全衛生本部 (〒060-0808 北海道札幌市北区北 8 条西 5 丁目). 茨城大学大学院理工学研究科博士後期課程修了. 博士 (工学). 公害防止管理者 (水質 1 種, 大気 1 種, ダイオキシン, 騒音・振動), 特別管理産業廃棄物管理責任者 (一般特管, 医療特管), 労働衛生コンサルタント (労働衛生工学). 《現在の研究テーマ》大学等における安全衛生管理と化学物質管理. 《主な著書》“食品衛生検査指針化学編 2015 (分担: 第 14 章 実験室廃棄物の取扱い)”, (日本食品衛生

協会), (2015). 《趣味》40 代半ばから始めたスキー, 住まいのカビ退治, 地方ニュース動画のチェック.

E-mail : anzen-sc@general.hokudai.ac.jp

(トビックス)

濱崎保則 (Yasunori HAMAZAKI)

株式会社太田胃散筑波研究所 (〒300-1231 茨城県牛久市猪子町 957 番地). 昭和大学大学院薬学研究科生体分析化学部門. 昭和大学大学院薬学研究科博士前期課程修了, 昭和大学大学院薬学研究科博士後期課程在学. 薬学修士, 薬剤師. 《現在の研究テーマ》蛍光指紋分析法及び DART-MS を用いた生薬の分析. 《趣味》読書, スノーボード, 旅行.

水野佑紀 (Yuki MIZUNO)

東京大学大学院医学系研究科国際保健学専攻人類生態学教室 (〒113-0033 東京都文京区本郷 7-3-1 東京大学医学部 3 号館別棟). 東京大学大学院医学系研究科国際保健学専攻博士後期課程修了. 博士 (保健学). 《現在の研究テーマ》ヒト生体試料中化学物質のノンターゲット分析法の確立. 《趣味》テレビド

ラマ鑑賞.

E-mail : mizuno@humeco.m.u-tokyo.ac.jp

(リレーエッセイ)

大坂一生 (Issey OSAKA)

富山県立大学工学部医薬品工学科 (〒939-0398 富山県射水市黒河 5180). 関西大学大学院博士後期課程. 博士 (工学).

E-mail : o-issey@pu-toyama.ac.jp

(ロータリー・談話室)

中野和彦 (Kazuhiko NAKANO)

麻布大学生命・環境科学部環境科学科 (〒252-5201 神奈川県相模原市中央区淵野辺 1-17-71). 明治大学大学院理工学研究科工業化学専攻博士後期課程修了. 博士 (工学). 《現在の研究テーマ》蛍光 X 線分析法による環境試料の新規分析手法の開発. 《主な著書》“蛍光 X 線分析の実践 (第 2 版)”, 「第 7 章 標準物質」, (分担執筆), pp120-128, (中井泉編), (朝倉書店), (2016)). 《趣味》時計, 献血.

E-mail : k-nakano@azabu-u.ac.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。