

技術事例紹介

SCAS NEWSは、1995年に創刊しました。以降、お客様や関係する研究機関の皆様のお手元に冊子のお届けを続けるほか、バックナンバーと共にWEBサイトで公開しております。

また、これまでに蓄積した知見や最先端の各種分析装置を用いた評価・解析例などを分析技術事例として約350件紹介しております。ここでは、最近注目されている事例の一部を紹介します。詳細は、当社WEBサイトにてご覧ください。

TN476 ICHQ3D（元素不純物）対応の医薬品中元素不純物分析

2015年9月30日に薬食審査発0930第4号が発出され、ICHQ3Dガイドライン（元素不純物）がSTEP5となりました。日米欧3極においても本ガイドラインの適用時期が確定し、医薬品中の元素不純物評価は、総量評価から個別定量へ移行します。

当社では、常に最新のガイドライン・規制に適合した試験法による医薬品中の元素不純物分析を実施すべく体制を整えており、PDE値より算出した管理閾値（許容限度値の30%）を十分に満たす感度での定量分析及びバリデーションデータの取得（複数台装置による室内再現精度を含む）を実現しています。また、当社は各国QP及び規制当局（FDA、PMDA、都道府県）によるPIC/S GMP査察にも対応し、高い評価を得ています。

TN475 自動車用燃料・オイル・デポジットの評価技術

自動車等の化石燃料を使用した内燃機関は、将来に亘り自動車の動力源の主力であると予測されており、更なる燃費向上や排出ガス低減が求められています。これらの開発において、燃料やオイル、或いはそれらの不完全燃焼による精製物（デポジット）等の構成成分を正しく把握することは基礎情報として重要であり、この評価には分離に優れたGC-MSが第一選択となります。

しかし、このような類似の構造・物性を有する混合成分や微量成分含有の試料では、GC-MSにおいても十分な分離を達成することは困難です。この課題に対し当社では、これまで蓄積してきたノウハウに加え、超高分離が可能なGC×GC-TOFMSにより、このような有機混合試料の網羅解析評価が可能となりました。

TN474 銅イオン交換ゼオライトの酸点評価

ゼオライトなどに代表される固体酸触媒は工業的に広く用いられており、その表面酸性質は触媒としての性能に大きく寄与するため、詳細に理解することが重要です。固体酸性質の評価法としては、塩基性分子であるアンモニアの昇温脱離挙動を測定するNH₃-TPD法や、酸点に吸着したピリジンの赤外吸収波数から酸点を定性するピリジン吸着赤外分光（IR）法などがあります。NH₃-TPD法は酸の強度と酸量（酸性の活性点量）を評価できますが、酸の種類（Brønsted酸/Lewis酸）の区別はできません。対して、ピリジン吸着赤外分光法は酸の種類を識別することができます。両方法の分析結果を相補的に考察することにより、固体酸性質を詳細に解析することが可能となります。

TN472 Li イオン二次電池評価（SPMによる電極内導電パス評価法）

リチウムイオン電池の電極における活物質間の導電ネットワークは非常に重要であり、下記理由で活物質が電氣的に絶縁した状態になると、電池性能が低下します。

- ・活物質間のバインダーによる絶縁
- ・充放電時の活物質膨張収縮による導電パスの切断

走査型プローブ顕微鏡は、ナノスケールの観察・評価に有用です。当社所有のSPMは光学・レーザー顕微鏡も搭載しており、さらに指定の活物質を個別評価し、絶縁原因を特定することが可能です。SPMを用いて正極（材料：LiCoO₂）の導電パスを評価した事例を紹介します。

TN469 Li イオン二次電池 内部ガスのオンライン分析

リチウムイオン二次電池（LIB）の性能劣化の1つに内部ガスの発生があります。内部ガスは充放電時の電解液や電極の酸化還元反応により発生するため、その組成を明らかにすることは劣化原因を解明する上で非常に重要です。当社ではこの度、充放電させながら内部発生ガスを高感度に分析できる手法を開発しました。

TN455 毛髪構造の断面SEM観察

毛髪構造の観察には、分解能に優れたTEM（透過型電子顕微鏡）法が用いられてきました。しかし、TEM法の試料前処理工程は煩雑で、薄片化時に構造の脱落が起こる懸念もあります。近年のSEM（走査型電子顕微鏡）装置の性能向上により、TEM法で観察していた微細領域の評価が可能となってきました。SEM法では試料の薄片化が不要で、広い視野で観察できる利点があります。毛髪の断面作製に、生物試料の化学固定法とクライオ Ar イオンミリング法を組み合わせることで、ダメージの少ない平滑な断面が得られます。得られた毛髪断面を高分解能SEMで観察することにより、微細構造の評価が可能となりました。

TN449 Caco-2細胞を用いたP-gp・BCRPトランスポーター評価

P-gp及びBCRPはいずれも消化管、肝臓、腎臓及び脳に発現し、組織からの薬物の排泄に関わり、経口吸収性や組織、中枢への薬物の移行性に影響しうる重要なトランスポーターです。そのため、P-gp・BCRPの基質となる可能性を*in vitro*にて評価することが必要となります。

*in vitro*の評価法としては、P-gp・BCRPが発現しているCaco-2細胞あるいは特定のトランスポーターの過剰発現細胞を用いた、双方向性の経細胞輸送能試験が推奨されています。当社では、Caco-2細胞を用いた双方向性の経細胞輸送能試験によるFlux Ratioの算出と典型阻害剤を用いた阻害試験により、被験物質がP-gpあるいはBCRPトランスポーターの基質となる可能性を評価しております。

今号掲載記事に関連する技術事例の紹介

今号掲載記事の技術・分野に関する事例のタイトルを紹介します。

★は特に関係の深い内容です。是非当社 WEB サイトをご訪問ください。

NMR	
TN468	定量 NMR 法による有機化合物の絶対量測定
TN459	500 MHz クライオプローブ NMR による微量試料の測定
TN445	界面活性剤成分の構造解析
TN319	固体 NMR によるシリカの化学結合状態解析
TN311	燃料電池用・炭化水素系高分子電解質膜の劣化解析
TN291	Li イオン二次電池 (分析法概要)
TN090	医薬品の構造解析 (位置異性体)
TN070	液晶組成物の構造解析
TN069	印刷インキ類の組成物解析
TN068	高分子材料の組成解析
TN057	フーリエ変換 NMR 法 [二次元 NMR 法]
TN017	天然物の構造解析

精密質量分析	
TN478	LC-FTMS を用いた精密質量分析による未知化合物の構造解析
TN431	MALDI-SpiralTOF/MS による高分解能質量分析
TN389	イオン成分の IC-TOFMS による定性分析
TN331	GC/TOF-MS を用いた液晶の構造解析
TN244	不揮発性塩を含む移動相条件下での LC-MS 精密質量分析

燃料・オイル	
TN479	液化石油ガス (LPG) の成分試験
TN477	潤滑油の組成分析
TN475	自動車用燃料・オイル・デポジットの評価技術★
TN058	燃焼生成ガスの分析

X線と医薬品	
TN369	X線 CT 及び TOF-SIMS による錠剤内部イメージング
TN014	単結晶 X線構造解析の医薬品分析への応用 [絶対配置の決定]

空間評価・アウトガス	
TN430	真空環境下で発生する部材からのアウトガス評価
TN425	密閉空間内のガス分析
TN408	TOF-SIMS によるアウトガス汚染評価
TN341	アウトガス評価 - 放散試験チャンバー法及び加熱加速試験法 -
TN340	複写機・プリンターなどの画像機器から放散される化学物質の評価★
TN386	ナノ材料取り扱い作業場の環境評価
TN357	製薬機器の粒子封じ込め (コンテインメント) 性能評価
TN254	室内空気中化学物質の測定
TN200	クリーンルーム空気中の全りん (P) 定量
TN095	半導体材料のアウトガス分析
TN063	クリーンルーム空気中の清浄度評価
TN045	クリーンルーム空気中の微量物質の分析

バイオマーカー	
TN401	リアルタイム PCR によるラット血漿中 microRNA の発現解析
TN392	カスタマイズアッセイ法による生体試料中のバイオマーカー濃度測定 - ビーズアレイ法・ECL イムノアッセイ法 -
TN391	Bioplex200 を用いた蛍光マイクロビーズ法による mRNA 発現解析
TN383	イムノアッセイ法を用いた腎障害バイオマーカーの生体試料中濃度測定
TN377	イムノアッセイ法による生体試料中インクレチン (GLP-1) の定量

医療機器・医療材料評価	
医薬品医療機器等法 - 医療機器の製造販売に係る法規制の動向 (SCAS NEWS 2016- I 規制&標準化の潮流) ★ <small>※「分析技術広報誌」のページからご覧ください。</small>	
細胞培養シートの表面改質状態評価 (XPS) <small>※「サービス」のページからご覧ください。</small>	
材料表面濡れ性評価 (接触角) ※「サービス」のページからご覧ください。	
表面単分子膜の配向状況 (PAR-XPS) <small>※「サービス」のページからご覧ください。</small>	
化学的性質 (溶出試験) ※「サービス」のページからご覧ください。	

この他にも、多数の技術事例を WEB で公開しております 

▶ 当社 WEB サイトは「住化分析センター」で検索ください。