

Chem Growing

Analytical & Organic

2019.3 vol.8

特別講座

鉄触媒クロスカップリング反応を進化させるホスフィン配位子—
SciPROPの開発と応用
京都大学化学研究所・京都大学大学院工学研究科物質
エネルギー化学専攻（*現 AGC株式会社商品開発研究所）
仲嶋翔*, 縣亮介, 陸思鳴, 松田博, 中村正治 P2

分析・クロマト

定量NMR用標準液 P23

環境

RoHS II 対応用試薬 P28
HM1000A用 校正試料 DOTP Fragment P28
Wakopak® Wakosil-DNPH,
6種アルデヒド-DNPH混合標準液 II P30

食品

ChromaDex カロテノイド P24
キッコーマン
ルミテスターSmart、ルシパックA3 Surface/Water P26

合成材料

DPP-NNC Pd P7
核酸合成試薬 小包装 (100mL) P8
架橋型人工核酸 P10
日本テクノサービス
DNA/RNA合成機用 ボトルキャップ P10
機能性材料用重水素(D)化試薬 P15
色素内包カーボンナノチューブ用 有機色素 P16
STREM/Lumtec/富士フイルム和光純薬 炭素材料 P17
有機EL関連製品 P20
トリフルオロメタンスルホン酸誘導体 P22

その他

ドラム缶スパナ P11
北海道システム・サイエンス ストックミニ P11
特注品受託サービス P12

お知らせ

2019年 学会インフォメーション P21
ホームページリニューアル P32

鉄触媒クロスカップリング反応を進化させるホスフィン配位子-SciPROPの開発と応用

京都大学化学研究所・京都大学大学院工学研究科物質エネルギー化学専攻（*現 AGC株式会社商品開発研究所）

仲嶋翔*, 縣亮介, 陸思鳴, 松田博, 中村正治

1. はじめに

～鉄触媒クロスカップリング反応の重要性～

遷移金属錯体触媒は古典的な有機合成反応では困難な変換反応を可能とすることから、これまでに数多くの反応開発ならびに機能性有機分子の合成に活用されてきた。とりわけ、パラジウムやルテニウム、ロジウム等の高周期遷移金属錯体触媒は高反応性、高選択性を実現し、広く利用されている¹。近年では、より安全かつ持続可能な新しい触媒の開発が求められており、鉄やマンガン、銅などの普遍性の高い3d遷移金属錯体触媒の利用研究が盛んに行われている²。中でも、鉄は低毒性かつ環境調和性が高く、安価であることから工業触媒として魅力的である³⁻⁸。

遷移金属錯体触媒を用いるクロスカップリング反応は、今や有機合成において欠かせない反応である^{9,10}。本反応は有機ハロゲン化物と有機金属反応剤とから遷移金属触媒を用いて新たな炭素-炭素結合や炭素-窒素結合を構築する反応であり、医薬品や電子材料等の機能性化合物の合成に幅広く使われている実用的な反応の一つである(図1)。従来、パラジウムやニッケルが触媒として広く使われてきたが、上記で述べたように、近年では環境調和性や低毒性の観点から鉄触媒の利用が注目を集めている^{3-6,11,12}。

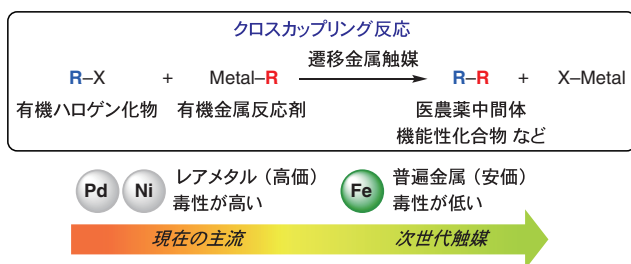


図1. クロスカップリング反応

2. 鉄触媒クロスカップリング反応

鉄触媒クロスカップリング反応について、新規反応開発、メカニズム解明、実用化が盛んに研究されている。新規反応開発は、基質のバリエーションを増やすために膨大な試行錯誤が行われてきた。その結果、各基質の炭素源としては第一級、二級および三級炭素、(擬)ハロゲン源としてはヨウ素、臭素、塩素およびトシラートなど、有機金属反応剤としてはマグネシウム、亜鉛、アルミニウムおよびホウ素などでの反応が達成されている¹²。更には、不斉カップリングや、炭素-窒素結合の構築なども近年達成されつつある¹³⁻¹⁷。鉄触媒の有する特徴的な反応性も注目に値する。例えば、第二級ハロゲン化アルキルを基質とする反応では、パラジウム触媒を用いるとβ水素脱離が容易に進行し目的物が得られないのに対し、鉄触媒の反応では目的物が良好に得られることが知られている。鉄触媒特有の反応メカニズムがこのような反応性と選択性の発現に寄与していると考えられている。実際に、ラジカルプロブ基質を用いた実験により、鉄触媒が独自のラジカル反応性を示すことが確認されている。このような鉄独自の反応メカニズムを解明しようと理論計算、分光測定

(NMR, ESR, メスバウアー, XAFS, MCDなど)、量論反応、速度論的実験などによる反応機構研究が行われてきた¹⁸⁻²²。しかしながら、ラジカル反応性という特徴が共通見解として認識されている一方で、触媒活性種や触媒サイクルについての価数や構造などについては議論が分かれており、共通見解は得られていないのが現状である。実用化研究としては、天然物合成での鉄触媒クロスカップリング反応の利用や、固定化触媒の開発、産業での利用などが挙げられる^{23,24}。これら実用化研究の例は少なからずあるものの、触媒活性の不十分さや触媒寿命の短さなどから汎用性に乏しく、課題が多いといえる。

当研究グループでは、特に反応開発を中心に研究を進めてきた。新たな反応系が広がるブレイクスルーには新しい鉄触媒の発見や開発がきっかけとなることが多い。はじめは塩化鉄-ジアミン配位子系によるハロゲン化アルキルとアリール金属反応剤とのクロスカップリング反応が見つかった²⁵⁻²⁸。有機反応剤としては有機マグネシウム反応剤や有機亜鉛反応剤を用いることができ、特に温和な反応性を示す有機亜鉛反応剤を用いた場合には、官能基許容性は高くなり、ハロゲン化アルキルの適用範囲は広がりを見せた。しかしながら、化学量論量のジアミン配位子の添加が必要であるという制約があった。次のブレイクスルーは、アミン配位子より配位能に優れるビスホスフィン配位子が適用可能であることを見出したときである²⁹。ビスホスフィン配位子を用いると触媒量の添加で十分であることが分かり、新規反応開発は波に乗った。例えばアリールやアルケニル金属反応剤に加えてアルキニルやアルキル金属反応剤の利用が可能となり、基質適用範囲は拡張された。さらに、有機アルミニウムや有機ホウ素反応剤を用いた独自の反応開発にもつながった^{30,31}。ここ最近では、不斉ビスホスフィン配位子を用いることで、不斉カップリング反応も達成するに至っている¹³。ここまでジアミン配位子やビスホスフィン配位子がハロゲン化アルキルを基質とする反応に有用であることを示したが、フツ化鉄とNHC (N-ヘテロサイクリックカルベン) 配位子を組み合わせることで、芳香族ハロゲン化物を基質とする反応も達成されている³²。これらのように、鉄と配位子からなる触媒系の開発は反応のバリエーションを増やす上で欠かせない。

3. SciOPP配位子

当研究グループではこれまでに、ハロゲン化アルキルを基質とする鉄触媒カップリングにおける有用な配位子としてSciOPP (Spin-control-intended ortho-phenylenebisphosphine) を開発した(図2)³³。鉄中心の配位数や配位構造、スピン状態の制御を目的として設計されたこの嵩高い配位子を用いると、鉄錯体が配位不飽和な4配位構造を形成するという特徴がある。鉄-SciOPP触媒を用いることで触媒活性の向上ならびに長寿命化が実現し、鉄触媒クロスカップリング反応の基質適用範囲拡大につながった³⁴⁻³⁸。しかしながら、まだ活用しきれていない基質ももちろん存在する。塩化アルキルは、対応する臭化物やヨウ化

物に比べて化合物安定性や合成コストの面で魅力がある一方、炭素-塩素結合の開裂に必要なエネルギーが大きく、活用が難しい基質の一つである。とりわけ、第一級塩化アルキルは反応性が乏しく、SciOPPを含め他の触媒系を用いても、反応例は限られている。このような背景のもと、特に第一級塩化アルキルを活用できる高活性な鉄触媒を開発したいと思ひ至り、新たな配位子SciPROPを開発した。

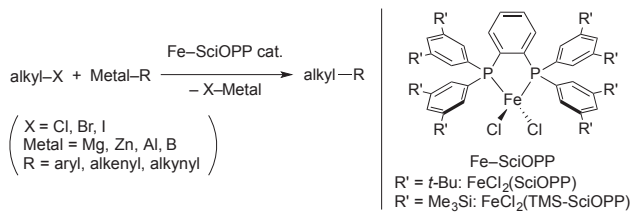


図2. 鉄-SciOPP触媒クロスカップリング反応

4. SciPROP配位子の開発

4-1. 配位子設計

新規配位子SciPROP (Spin-control-intended propylenebisphosphine) の設計は次のとおりである(図3)。
①SciOPPと同様、リン上に嵩高い3,5-ジ*tert*-ブチルフェニル置換基を導入する。これにより、配位子や求核剤の過剰な配位を抑制でき、配位不飽和な4配位鉄錯体を形成することができる。結果、14電子系の4配位鉄錯体はS=1または2のスピンの状態を有するため、炭素-ハロゲン結合のラジカル的な開裂を引き起こすことができる。
②SciOPPではトリアリールホスフィンであったが、モノアルキルジアリールホスフィンを用いることにより、電子供与能が向上し、炭素-ハロゲン結合のラジカル的な開裂能がより向上すると期待できる。
③アリール架橋からアルキル架橋への変更により、配位能が低下すると考えられた。配位能が低下すると、触媒反応中に配位子の解離による触媒失活へと繋がりがかねない。そこで、プロピレン架橋の2位に置換基を導入することとした。これにより、キレート配位構造を安定化させられると考えた。

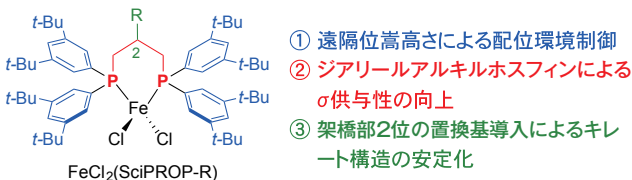


図3. 鉄-SciPROP錯体の設計

4-2. SciPROP配位子および鉄-SciPROP錯体の合成

以上の設計指針のもと、配位子合成に取り組み、プロピレン骨格2位のRがH、Me、*t*-Buの計3種類の配位子ならびにそれらの塩化鉄錯体を合成した。図4には、今回発売されることとなったSciPROP-*t*-Bu配位子を用いた鉄錯体合成を示した。合成方法はシンプルで、アルゴンまたは窒素雰囲気下、配位子と小過剰の塩化鉄四水和物を脱気エタノール中で数時間加熱還流するだけである。室温まで冷却すると鉄錯体が沈殿するので、それを不活性ガス下でろ過する。その後、脱気エタノールで洗浄することで余剰の鉄塩を除去

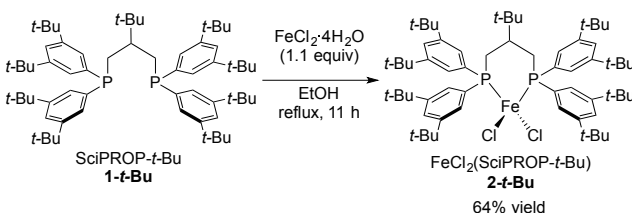


図4. 鉄-SciPROP-*t*-Bu錯体合成

し、乾燥すれば白色固体として鉄錯体が得られる。

X線結晶構造解析により、鉄-SciPROP-*t*-Bu錯体は鉄-SciOPP錯体と同様に4配位四面体構造を有していることを明らかにした(図5)。

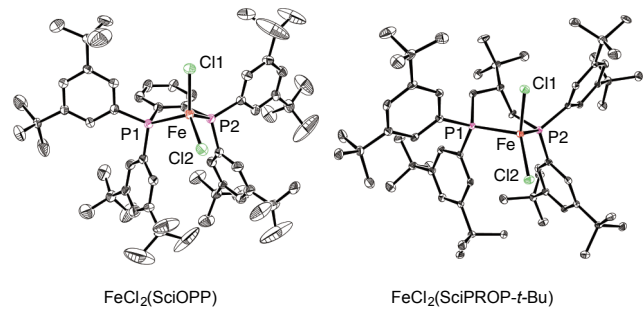


図5. X線結晶構造解析

4-3. 配位能評価

配位能の低下は、触媒反応中における配位子の脱離による触媒失活へとつながる。FeCl₂(SciPROP-*t*-Bu)のプロピレン骨格2位に導入した置換基による配位能への寄与をNMRにより検証した。その結果、2位の置換基を嵩高くするほど配位能が高くなることが示唆された。以下に実験の方法と結果を簡単にまとめる。

鉄-SciOPP錯体と等モル量のSciPROP-R配位子を重THFに溶解し、³¹P NMRを測定した。このとき、鉄-SciOPP錯体とSciPROP配位子間で配位子交換が起これば、溶液中には鉄-SciOPP錯体、鉄-SciPROP-R錯体、SciOPP配位子、SciPROP-R配位子が存在することになると考えられる。鉄錯体は常磁性であり³¹P NMRでは検出されなかったが、配位子交換により生じたSciOPP配位子とSciPROP-R配位子が一定の割合で検出された。等量のPPh₃·BH₃を内部標準として別途加え定量したところ、SciOPPとSciPROP-Rとの存在比率は、図6に示すようになった。SciPROP-*t*-Bu配位子での検討では、SciOPP配位子が0.66、SciPROP-*t*-Bu配位子が0.31の割合で存在することから、鉄錯体の約3割が鉄-SciOPP錯体、約7割が鉄-SciPROP-*t*-Bu錯体であることを意味している。他のSciPROP-MeやSciPROP-Hについても見てみると、架橋部2位の置換基が嵩高いほど、配位子交換が起こりやすく、SciPROP-Rの配位能は高くなることが示唆された。以上より、合成したSciPROP-R配位子の中で、SciPROP-*t*-Buが最も高い配位能を有することが明らかとなった。

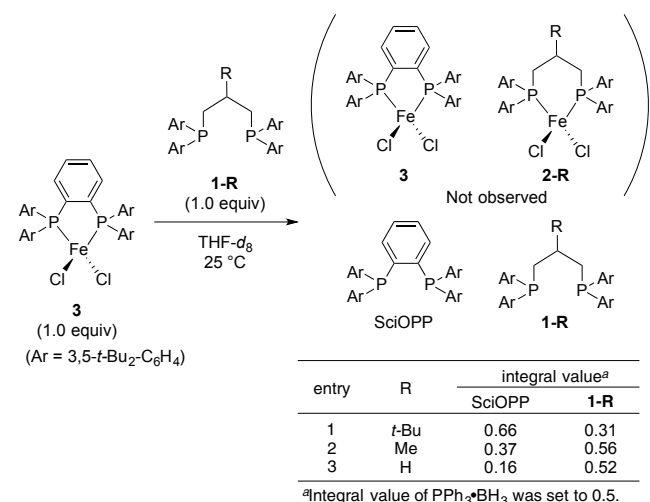


図6. NMR実験による配位能検出

4-4. 鈴木宮浦カップリングにおける触媒性能

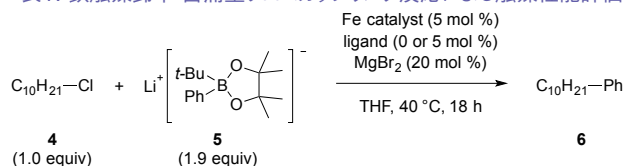
合成した鉄-SciPROP錯体を触媒として用い、ハロゲン化アルキルを求電子剤とする鈴木-宮浦カップリング反応を検討した。その結果、望み通り第一級塩化アルキルを基質とするクロスカップリング反応に有用であることが明らかとなるとともに、最も配位能の高いSciPROP-*t*-Buが最も良好に目的のクロスカップリング生成物を与えることを見出した。以下、評価方法とその結果をまとめる。

表1に示すように、合成した鉄-SciPROP触媒の触媒反応性能を、第一級塩化アルキルとアリールホウ素反応剤との鉄触媒鈴木-宮浦型クロスカップリング反応により評価した。

塩化鉄(II)とSciPROP-*t*-Bu配位子を触媒量用いた際、望みのカップリング体が59%収率で得られた(entry 1)。各種鉄-SciPROP錯体を触媒として用いた際にも、望みの生成物が選択的に得られた(entries 2-4)。一方で、これまで鉄触媒クロスカップリング反応に有効であった鉄-SciOPP触媒やプロピレン骨格を有するジフェニルホスフィンプロパン(DPPP)配位子を有する鉄-dppp触媒では、目的物はほぼ得られなかった(entries 5-6)。さらに、鉄錯体触媒に加え、別途配位子を追加すると、収率は向上し(entries 7-11)、FeCl₂(SciPROP-*t*-Bu)錯体と追加のSciPROP-*t*-Bu配位子を用いた系では目的物が定量的に得られる結果となった(entry 7)。

SciOPP配位子を用いた際は、炭素-塩素結合切断能が足りなく、目的物が得られなかったものと考えられる。また、SciPROP配位子を用いた反応系では、触媒失活による反応停止が確認されたことから、触媒寿命が収率に顕著に影響を与えていると考えられる。配位能が高いほど、また、別途配位子を添加して配位子の解離状態を抑えることで、触媒寿命が延び収率が向上したと考えられる。

表1. 鉄触媒鈴木-宮浦型クロスカップリング反応による触媒性能評価



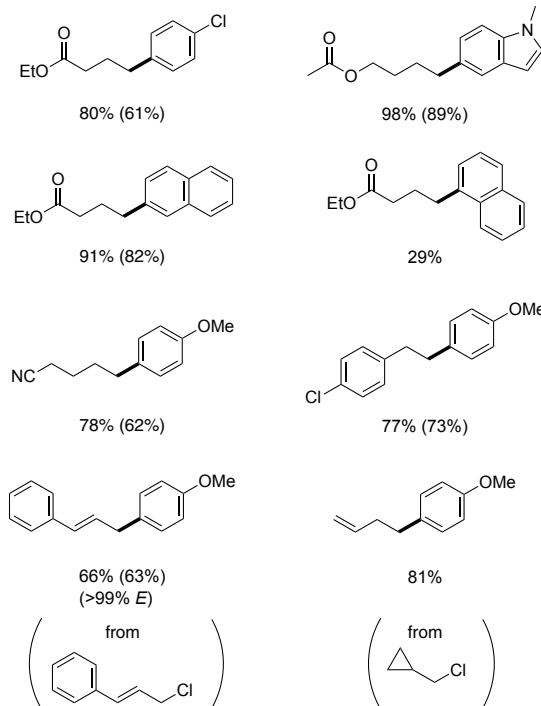
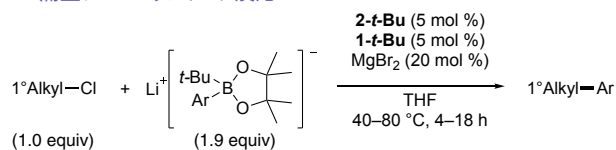
entry	Fe catalyst	ligand	GC yield (%) ^a of 6	recovery (%) ^a of 4
1	FeCl ₂ (thf) _{1.5}	1- <i>t</i> -Bu	59	41
2	2- <i>t</i> -Bu	-	67	33
3	2-Me	-	25	70
4	2-H	-	22	72
5	3	-	2	90
6	FeCl ₂ (dppp)	-	1	85
7	2- <i>t</i> -Bu	1- <i>t</i> -Bu	>99	0
8	2-Me	1-Me	56	42
9	2-H	1-H	31	65
10	3	SciOPP	6	86
11	FeCl ₂ (dppp)	dppp	3	82

^aThe yield of 6 and the recovery of 4 were determined by calibrated GC analysis using undecane as the internal standard.

4-5. 基質適用範囲

最も性能の良かった鉄-SciPROP-*t*-Bu触媒系を用いて、基質の適用範囲を検討した(表2)。求電子基質としては、エステルやニトリル、Csp²炭素-塩素結合は損なわれることなく望みのカップリング体が得られた。求核剤としては、芳香環上の電子の押し引きにはさほど左右されないことがわかった。一方で、立体障害の大きい求核基質では低収率に留まった。また、(クロロメチル)シクロプロパンをラジカルブ

ローブ基質として用いた際、開環してカップリングした生成物が得られたことから、これまでの類似の鉄触媒クロスカップリング反応と同様、本反応系もアルキルラジカル中間体を経て反応が進行していることが示唆された。

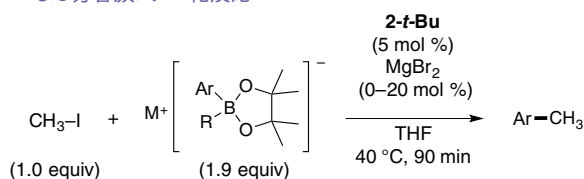
表2. 第一級塩化アルキルを基質とする鉄-SciPROP-*t*-Bu触媒鈴木-宮浦型クロスカップリング反応

NMR yield was calculated using 1,1,2,2-tetrachloroethane as the internal standard. Isolated yield was shown in the parenthesis.

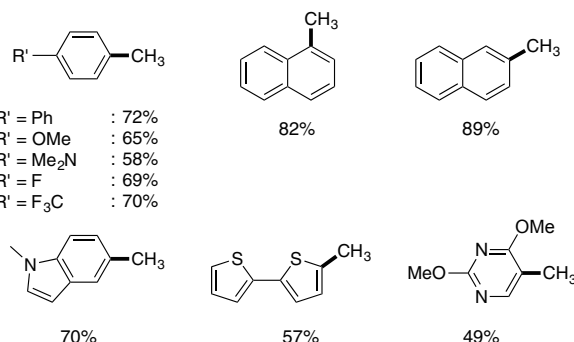
4-6. 鉄触媒芳香族メチル化反応への展開

上記で開発した鉄-SciPROP-*t*-Bu触媒を用い、ヨウ化メ

表3. ヨウ化メチルと芳香族ホウ素化合物との鉄触媒クロスカップリングによる芳香族メチル化反応



R = Bu, Et; Ar = aromatic group; M = Li or MgBr



Yields were determined by ¹H NMR analysis using 1,1,2,2-tetrachloroethane as the internal standard.

チルを基質とする官能基許容性の高い鉄触媒鈴木-宮浦型クロスカップリング反応を実現した(表3)³⁹。鉄触媒クロスカップリング反応において、ヨウ化メチルを基質として達成された前例はない。メチル基導入反応は医薬品や陽電子断層撮影法(PET)診断薬合成で重要視されており、特に、複雑分子の多段階合成における終盤段階での利用が望まれる。鈴木-宮浦型クロスカップリング反応を利用することで芳香環上へのメチル基導入に成功し、高効率にインドール環やピリジン環などへのメチル基導入を達成した。今後、医薬品および診断薬分子合成への応用展開への一助となることが期待される。

5. 機能性分子合成への応用

触媒量の鉄-SciPROP-*t*-Bu触媒と臭化マグネシウム存在下、種々のプロパルギル求電子剤とE体およびZ体のアルケニルホウ素反応剤とのクロスカップリング反応がS_N2型で選択的に進行し、対応する1,4-エンイン類を与えることが見出されている(図7a)。本反応は高い立体特異性、化学選択性、および官能基許容性を示した。1,4-エンイン類は天然物や生理活性物質の鍵中間体であり、天然型ウルシオール合成にも利用されている(図7b)。さらに、モデル基質を用いた検討において、鉄-SciPROP-*t*-Bu触媒を用いたところ、側鎖の二重結合の位置および立体化学を損なうことなくカテコール骨格への側鎖導入が可能であることが明らかとなった(図7c)。これにより同反応は、天然型ウルシオールやその類縁体の合成に対して実効性を有していることが示された。また同反応形式は液晶分子として有名な5CBの合成中間体にも活用できることから多様な機能性化合物の合成に貢献すると期待される(図8)。

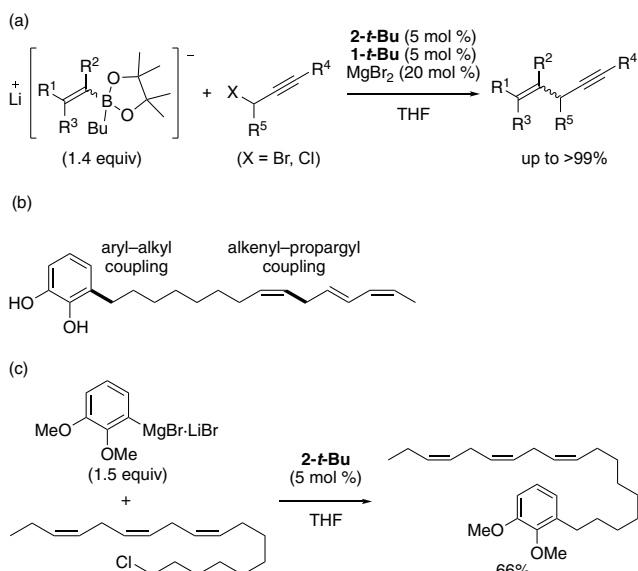


図7. 鉄触媒クロスカップリング反応を鍵反応とする天然型ウルシオールの合成研究

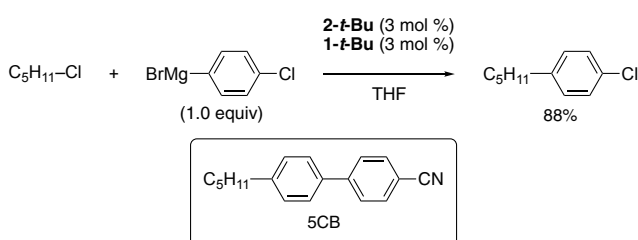


図8. 5CBの中間体合成への応用

6. さいごに

鉄触媒クロスカップリング用の新規ビスホスフィン配位子としてSciPROPを開発した。同配位子は2010年に我々が開発し、富士フィルム和光純薬から販売されているSciOPPに比べて、鉄への配位能が高く、かつ、広範なハロゲン化アルキルを求電子剤とするクロスカップリング反応を可能とする事が明らかとなった。すなわち、低活性な塩化アルキル類を求電子剤とした鈴木-宮浦型クロスカップリング反応や、また、高活性のため制御の難しかったヨウ化メチルを求電子剤として用いた芳香族メチル化反応が良好な収率で進行する。さらには位置および立体選択的なオレフィン骨格の導入と効率的なカテコール骨格の導入が求められる天然型ウルシオール合成や5CBの中間体の簡便合成にも応用が検討されている。本配位子の応用検討は端緒についたばかりであり、まだまだ未知の可能性を秘めている。鉄触媒クロスカップリングに限らず、様々な遷移金属触媒反応において、ぜひ、お話し頂きたい。

7. 文献

- (1) Hegedus, L. S. and Söderberg, B. C. G. : "Transition Metals in the Synthesis of Complex Organic Molecules", 3rd ed., Sausalito (2009).
- (2) "Transition Metal-Catalyzed Couplings in Process Chemistry" ed. by Magano, J. and Dunetz, J. R., WILEY-VCH Verlag, Weinheim (2013).
- (3) Bolm, C., Legros, J., Le Pailh, J. and Zani, L. : *Chem. Rev.*, **104**, 6217 (2004).
- (4) Sherry, B. D. and Fürstner, A. : *Acc. Chem. Res.*, **41**, 1500 (2008).
- (5) Leitner A. : "Iron Catalysis in Organic Chemistry: Reaction and Applications" ed. by Plietker B., WILEY-VCH, Weinheim (2008).
- (6) Maximilian Czaplík, W., Mayer, M., Cvengros, J. and von Wangelin, A. J. : *ChemSusChem*, **2**, 396 (2009).
- (7) Fürstner, A. : *ACS Cent. Sci.*, **2** (11), 778 (2016).
- (8) Nakamura, E. and Sato, K. : *Nat. Publ. Gr.*, **10**, 158 (2011).
- (9) "Metal-Catalyzed Cross-Coupling Reactions" 2nd ed., ed. by de Meijere, A. and Diederich, F., WILEY-VCH, Weinheim, (2004).
- (10) Miyaura, N. : *Topics in Current Chemistry*, **219**, Springer-Verlag, Heidelberg (2002).
- (11) Jana, R., Pathak, T. P. and Sigman, M. S. : *Chem. Rev.*, **111**, 1417 (2011).
- (12) Nakamura, E., Hatakeyama, T., Ito, S., Ishizuka, K., Laurean, I. and Nakamura, M. : *Org. React.*, **83**, 1 (2014).
- (13) Jin, M., Adak, L. and Nakamura, M. : *J. Am. Chem. Soc.*, **137**, 7128 (2015).
- (14) Hatakeyama, T., Imayoshi, R., Yoshimoto, Y., Ghorai, S. K., Jin, M., Takaya, H., Norisuye, K., Sohrin, Y. and Nakamura, M. : *J. Am. Chem. Soc.*, **134** (50), 20262 (2012).
- (15) Aoki, Y., Imayoshi, R., Hatakeyama, T., Takaya, H. and Nakamura, M. : *Heterocycles*, **90**, 893 (2015).
- (16) Ilies, L., Matsubara, T. and E. N. : *Org. Lett.*, **14** (21), 5570 (2012).
- (17) Matsubara, T., Asako, S., Ilies, L. and E. N. : *J. Am. Chem. Soc.*, **136**, 646 (2014).
- (18) Smith, R. S. and Kochi, J. K. : *J. Org. Chem.*, **41** (3), 502 (1976).
- (19) Mako, T. L. and Byers, J. A. : *Inorg. Chem. Front.*, **3**, 766 (2016).
- (20) Neidig, M. L., Carpenter, S. H., Curran, D. J., DeMuth, J. C., Fleischauer, V. E., Iannuzzi, T. E., Neate, P. G. N., Sears, J. D., W. N. J., *Acc. Chem. Res.*, ASAP, (2018).

- (21)Bedford, R. B. : *Acc. Chem. Res.*, **48** (5), 1485 (2015).
- (22)Takaya, H., Nakajima, S., Nakagawa, N., Isozaki, K., Iwamoto, T., Imayoshi, R., Gower, N. J., Adak, L., Hatakeyama, T., Honma, T., Takagaki, M., Sunada, Y., Nagashima, H., Hashizume, D., Takahashi, O. and Nakamura, M. : *Bulle. Chem. Soc. Jpn.*, **88**, 410 (2015).
- (23)Legros, J. and Figadère, B. : *Nat. Prod. Rep.*, 1541 (2015).
- (24)Piontek, A., Bisz, E. and Szostak, M. : *Angew. Chem. Int. Ed.*, **57**, 11116 (2018).
- (25)Nakamura, M., Matsuo, K., Ito, S. and Nakamura, E. : *J. Am. Chem. Soc.*, **126**, 3686 (2004).
- (26)Nakamura, M., Ito, S., Matsuo, K. and Nakamura, E. : *Synlett*, **11**, 1794 (2005).
- (27)Ito, S., Fujiwara, Y., Nakamura, E. and Nakamura, M. : *Org. Lett.*, **11** (19), 4306 (2009).
- (28)Hatakeyama, T., Nakagawa, N. and Nakamura, M. : *Org. Lett.*, **11** (20), 4496 (2009).
- (29)Hatakeyama, T., Kondo, Y., Fujiwara, Y., Takaya, H., Ito, S., Nakamura, E. and Nakamura, M. : *Chem. Commun.*, **126**, 1216 (2009).
- (30)Kawamura, S., Ishizuka, K., Takaya, H. and Nakamura, M. : *Chem. Commun. (Camb.)*, **46** (33), 6054 (2010).

- (31)Hatakeyama, T., Hashimoto, T., Kathriarachchi, K. K. A. D. S., Zenmyo, T., Seike, H. and Nakamura, M. : *Angew. Chem. Int. Ed.*, **51** (35), 8834 (2012).
- (32)Agata, R., Iwamoto, T., Nakagawa, N., Isozaki, K., Hatakeyama, T., Takaya, H. and Nakamura, M. : *Synth.*, **47** (12), 1733 (2015).
- (33)Hatakeyama, T., Fujiwara, Y., Okada, Y., Itoh, T., Hashimoto, T., Kawamura, S., Ogata, K., Takaya, H. and Nakamura, M. : *Chem. Lett.*, **40**, 1030 (2011).
- (34)Kawamura, S., Kawabata, T., Ishizuka, K. and Nakamura, M. : *Chem. Commun.*, **48**, 9376 (2012).
- (35)Kawamura, S., Agata, R. and Nakamura, M. : *Org. Chem. Front.*, **2**, 1053 (2015).
- (36)Hatakeyama, T., Hashimoto, T., Kondo, Y., Fujiwara, Y., Seike, H., Takaya, H., Tamada, Y., Ono, T. and Nakamura, M. : *J. Am. Chem. Soc.*, **132**, 10674 (2010).
- (37)Hashimoto, T., Hatakeyama, T. and Nakamura, M. : *J. Org. Chem.*, **77**, 1168 (2012).
- (38)Hatakeyama, T., Okada, Y., Yoshimoto, Y. and Nakamura, M. : *Angew. Chem. Int. Ed.*, **50**, 10973 (2011).
- (39)Nakajima, S., Takaya, H. and Nakamura, M. : *Chem. Lett.*, **2**, 711 (2011).

特別講座 講師 中村 正治 先生に伺いました!



中村先生が「有機」の道を選んだのはどうしてですか。

中学の時に周期表を教わって、「化学」が面白くなり、高校・予備校で、炭素の混成軌道を教わって、「有機化学」が面白くなり、大学で、故向山光昭先生の講義に出て、「有機合成化学」に興味を持ちました。大学院で、中村栄一先生に師事し、研究を一生の仕事と決めました。



研究テーマを教えてください。

新しい反応で社会を変える、「社会革新触媒」を創り出したんです。現在の化学産業をアップデートするべく、「鉄」触媒の開発と「木」から有用分子を合成する木質分子変換反応の開発に取り組んでいます。



先生のやりがいは何ですか。

新しい発想が閃き、自分の考え方がアップデートされる瞬間がわくわく、ぞくぞくします。



最後に、若手研究者に向けてメッセージをお願いします。



先生の好きな言葉、または座右の銘を教えてください。

融通無碍、脱力、実践、率先躬行
マハトマ・ガンジーの言葉とされる(真偽不明)
You should be the change that you want to see in the world.
Live as if you were to die tomorrow. Learn as if you were to live forever.
も嬉しい言葉だと思っています。



大学、または大学界隈のおすすめは何ですか。

日本の四大禅宗の一つ黄檗(おうぼく)宗本山、萬福寺があります。本堂の「真空」は、まさにこの世の大本、根源を示しているかと。
萬福寺ヨコの京楽鱈「萬」は、好い感じの料理屋さんです。酔鯨(冷や、超熱燗)で、締めは雲海井(メニューには無し)です。
大学側のハンバーガー(かず)も、なかなか美味しいです。すね肉煮込みシチューとワインで

楽しみましょう!

コードNo.	品名【別名】	規格	容量	希望納入価格(円)
029-19301	2- <i>t</i> -Butyl-1,3-bis[bis(3',5'-di- <i>t</i> -butylphenyl)phosphino]propane 【SciPROP-TB】	有機合成用	500mg	35,000

【関連製品】

コードNo.	品名【別名】	規格	容量	希望納入価格(円)
029-17081	1,2-Bis[bis[3,5-di(<i>t</i> -butyl)phenyl]phosphino]benzene 【SciOPP】	有機合成用	250mg	10,000
025-17083			1g	30,000
023-17084			5g	照会

超高活性 カップリング触媒

DPP-NNC Pd

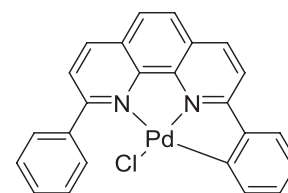
Wako

貴金属を用いる炭素-炭素結合形成反応は、医薬品や機能性材料の合成に欠かせない反応の一つです。一方これらの反応では、標的分子を高収率で得るためにパーセントオーダーのパラジウムが一般に必要とされる事から、しばしば生成物中へのパラジウムの混入が問題となります。

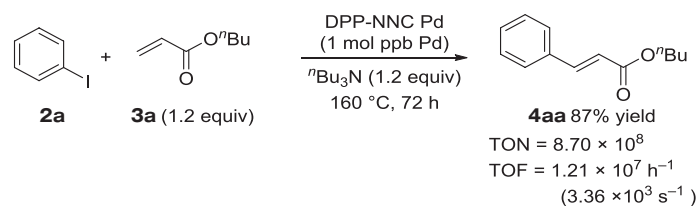
このたび極微量でカップリング反応が進行する超高活性触媒をラインアップしました。

特長

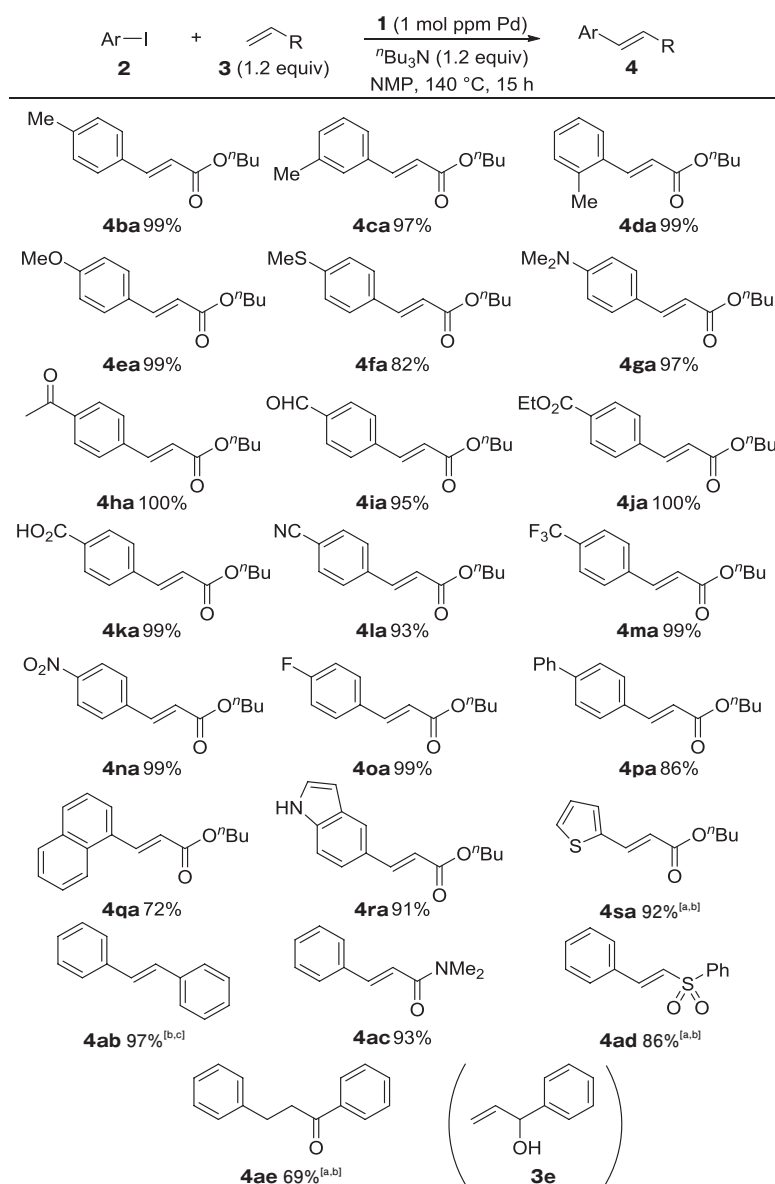
- ppmオーダーの触媒使用量で反応が進行する
- 触媒回転率 (TON) は最大で5億回以上



DPP-NNC Pd (1)

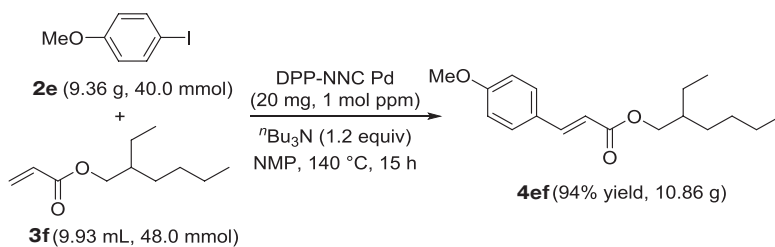


Scheme 1. 触媒量1mol ppbオーダーの反応



Scheme2. よう化アリールを基質としたMizoriki-Heck 反応

反応条件: 1 (1 mol ppm, 1.0×10^{-6} mmol), 2 (1.0 mmol), 3 (1.2 mmol), $n\text{Bu}_3\text{N}$ (1.2 mmol), NMP (1.0 mL), 140 °C, 15 h. The yields refer to isolated products. [a] 1 (10 mol ppm, 1.0×10^{-5} mmol). [b] NaOAc (1.5 mmol) was used instead of $n\text{Bu}_3\text{N}$. [c] Containing 9% of the α -arylated product.



Scheme3. 10gスケールの合成反応

●参考文献

- Hamasaka, G., Sakurai, F. and Uozumi, Y. : *Chem. Commun.*, **51**, 3886 (2015).
- 浜坂剛 : 和光純薬時報, **85**(4), 2(2017).
- Hamasaka, G., Ichii, S. and Uozumi, Y. : *Adv. Synth. Catal.*, **360**, 1833 (2018).

コードNo.	品名	容量	希望納入価格(円)
044-34351	Diphenyl Phenanthroline NNC Palladium 【DPP-NNC Pd】	100mg	10,000
040-34353		500mg	30,000

核酸合成試薬 小包装(100mL)

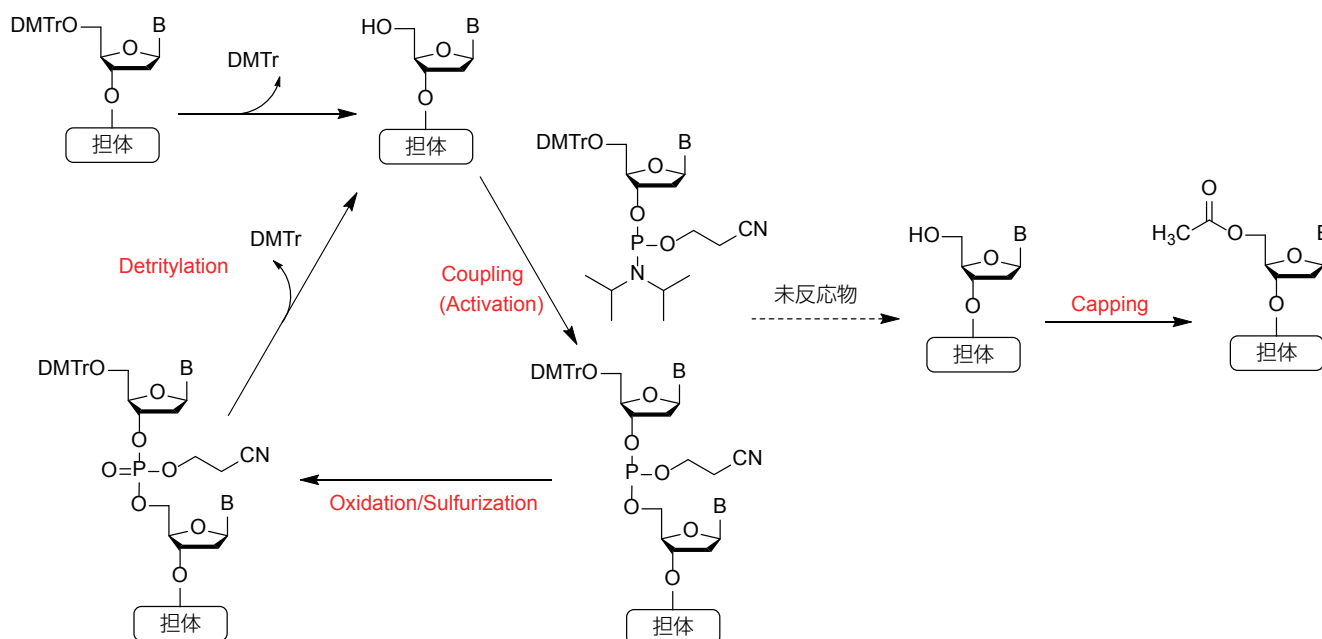
Wako

当社では、核酸の合成手法であるホスホロアミダイト法に使用する反応補助試薬を販売しています。この度、少・中量合成機での合成にお薦めする100mL包装の販売を開始しました。開封後の品質劣化を避けるため1回で使い切りたい場合に便利です。水分値を保証しているため、低水分が求められる核酸の合成に最適です。

特長

- ホスホロアミダイト法で使用する反応補助試薬をフルラインアップ
- 高い脱水技術を活かした低水分保証 (一部製品非該当)
- 試薬の取り違いを防ぐため、種類別に試薬ラベルを色分け

オリゴヌクレオチドの合成



デブロッキング試薬

●ジクロロメタン溶媒

コードNo.	品名	水分値	規格	容量	希望納入価格(円)
046-28924	Deblocking Solution-1 (3w/v% Trichloroacetic Acid, Dichloromethane Solution)	≤40ppm	核酸合成用	100mL	4,000

●トルエン溶媒

コードNo.	品名	水分値	規格	容量	希望納入価格(円)
049-34443	Deblocking Solution [Dichloroacetic Acid-Toluene (3:97)]	危 ≤40ppm	核酸合成用	100mL	6,000

アクチベーター試薬

コードNo.	品名	水分値	規格	容量	希望納入価格(円)
017-20014	Activator Solution-3 (0.25mol/L 5-Benzylthio-1H-tetrazole, Acetonitrile Solution)	劇-II 危 ≤30ppm	核酸合成用	100mL	7,500
014-19693	Activator Solution-4 (0.25mol/L 5-Ethylthio-1H-tetrazole, Acetonitrile Solution)	劇-II 危 ≤30ppm	核酸合成用	100mL	6,000

キャッピング試薬

●THF溶媒

コードNo.	品名	水分値	規格	容量	希望納入価格(円)
036-19013	Cap A Solution-2 [Tetrahydrofuran/Acetic Anhydride/Pyridine (8:1:1) Solution]	劇-III 危 ≤100ppm	核酸合成用	100mL	5,000
033-19023	Cap B Solution-2 (10vol% 1-Methylimidazole/Tetrahydrofuran Solution)	危 ≤100ppm	核酸合成用	100mL	5,000

●アセトニトリル溶媒

コードNo.	品名	水分値	規格	容量	希望納入価格(円)
037-25393	Cap A Solution [1-Methylimidazole-Acetonitrile (2:8)]	劇-II 危 ≤100ppm	核酸合成用	100mL	6,000
030-25383	Cap B1 Solution [Acetic Anhydride-Acetonitrile (4:6)]	劇-II 危 -	核酸合成用	100mL	6,000
033-25373	Cap B2 Solution [2,6-Lutidine-Acetonitrile (6:4)]	危 ≤100ppm	核酸合成用	100mL	7,000
030-25403	Cap B Solution [Acetic Anhydride-2,6-Lutidine-Acetonitrile (2:3:5)]	劇-II 危 -	核酸合成用	100mL	8,000

酸化試薬

コードNo.	品名	水分値	規格	容量	希望納入価格(円)
154-03513	Oxidizing Solution [Iodine Solution (abt. 0.05mol/L)][Pyridine:Water(9:1)]	危	核酸合成用	100mL	6,000

※3L包装のラインアップは当社ホームページをご参照下さい。

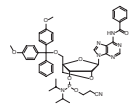
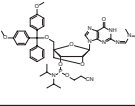
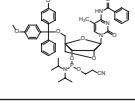
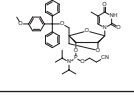
https://labchem-wako.fujifilm.com/jp/category/synthesis/nucleic_acid_synthesis/index.html

特殊アミダイト

架橋型人工核酸

Wako

リボース環の2' と4' が架橋した構造を持つ、架橋型人工核酸(Locked Nucleic Acid)です。この架橋型人工核酸を含むオリゴヌクレオチドはヌクレアーゼ(核酸分解酵素)耐性を示すため、核酸医薬品への応用が期待されます。核酸医薬合成にご検討ください。

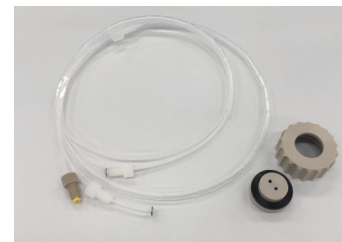
コードNo.	品名	構造	規格 CAS RN®	容量	希望納入 価格(円)
NEW 128-06771	F ^o Locked Nucleic Acid-A(Bz) Cyanoethyl Phosphoramidite (mixture of isomers)		核酸合成用 206055-79-0	1g	30,000
NEW 125-06781	F ^o Locked Nucleic Acid-G(DMF) Cyanoethyl Phosphoramidite (mixture of isomers)		核酸合成用 709641-79-2	1g	30,000
NEW 122-06791	F ^o Locked Nucleic Acid-mC(Bz) Cyanoethyl Phosphoramidite (mixture of isomers)		核酸合成用 206055-82-5	1g	30,000
NEW 125-06801	F ^o Locked Nucleic Acid-T Cyanoethyl Phosphoramidite (mixture of isomers)		核酸合成用 206055-75-6	1g	30,000

日本テクノサービス社

DNA/RNA合成機用 ボトルキャップ

 日本テクノサービス株式会社
NIHON TECHNO SERVICE CO.,LTD

当社の核酸合成用反応補助試薬に採用している100mLガラス瓶・3Lガロン瓶専用のボトルキャップです。日本テクノサービス製のDNA/RNA合成機と直結できる仕様です。試薬とセットでご使用ください。



コードNo.	メーカーコード	品名	用途	容量	希望納入 価格(円)
632-44521	M2P-RCFSET	反応試薬用ボトルキャップセット F-Wakoボトル*1 (アウター、インナー、O-リング、ガス・試薬ラインのセット)	100mL用	1セット	32,000
638-44501	M2P-RCFIN	反応試薬用インナー側 F-Wakoボトル*1	100mL用	1個	12,000
635-44511	M2P-RCFOUT	反応試薬用アウター側 F-Wakoボトル*1	100mL用	1個	7,000
635-44491	M2P-RCF-OL	反応試薬用O-リング F-Wakoボトル	100mL用	1個	3,500
630-44561	M2P-RCGIN	反応試薬用 インナー側 ガロンボトル 3L-4L*1	3L用	1個	20,000
637-44571	M2P-RGFOUT	反応試薬用 アウター側 F-Wako 3Lガロンボトル*1	3L用	1個	7,500
633-44551	M2P-RCG-OL	反応試薬用 O-リング ガロンボトル 3L-4L 長寿命	3L用	1個	9,800
636-44541	M2P-RCG-O	反応試薬用 O-リング ガロンボトル 3L-4L 通常	3L用	1個	1,300
639-44531	M2P-RPLSET	試薬ポートラインセット(反応試薬用)*2 (試薬、ガスラインのセット)	共通部材	1セット	10,000

*1) インナー・アウターの材質はPEEKです。

*2) 100mLガラス瓶と3Lガロン瓶で共通して使用できます。

ペール缶などのキャップ開閉に

ドラム缶スパナ

ドラム缶やペール缶などのキャップの開閉に使用可能です。
当社のジエチルエーテルなどのペール缶キャップのサイズにぴったりです。



下記のような形状の
キャップに使用できます。



コードNo.	品名	容量	希望納入価格(円)
633-44671	ドラム缶スパナ	1本	4,500

●ドラム缶スパナ使用可能製品例

コードNo.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
057-01154	ジエチルエーテル 危	試薬特級	10 L	照会
051-01157			20 L	照会
050-01161		和光一級	10 L	照会
058-01167			20 L	照会

サンプル保存用ボックス(1.5 mLチューブ用)

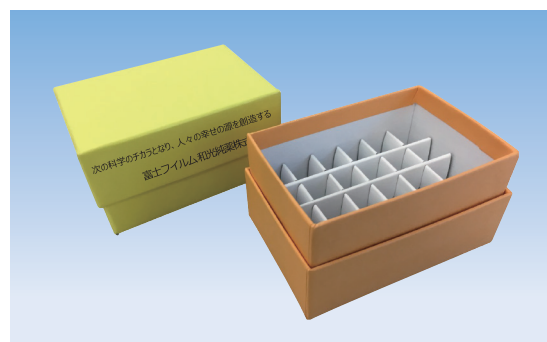
ストックミニ

北海道システム・サイエンス株式会社
Hokkaido System Science Co., Ltd.

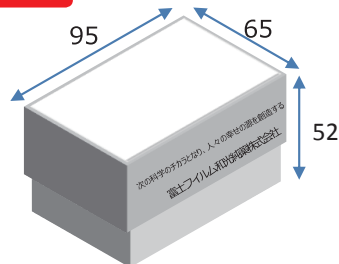
サンプルチューブ等の保管に便利な24本立ての保存用ボックスです。

特長

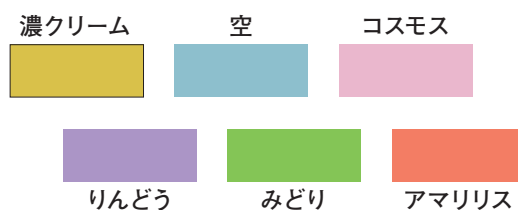
- 耐水紙を使用しているため、ディープフリーザーや極低温の試料保存も可能
- カラーバリエーションが豊富(全6色、各8箱)
- 1.5mL容チューブを24本/箱収納可能



寸法(mm)



カラーバリエーション(各8箱)



コードNo.	品名	容量	希望納入価格(円)
632-44641	ストックミニ (24本立て)	48個	14,400

当社は、研究用試薬のリーディングカンパニーとして、各種用途に応じた高品位の試薬の開発・製造に努めてまいりました。そして、これまでの広範な化合物の取扱いを通じて蓄積したノウハウを活用し、皆様から寄せられましたご要望にきめ細かくお応えする体制を整え、各種サービスを行っています。

●基本サービス

- 合成：医薬品関連、電子工業用材料、生化学材料、樹脂材料、標準品等
- 調液：緩衝液・規定液・HPLC用緩衝液等カスタムメイドの調製液
- 精製：試薬、お客様サンプル等の各種精製

●研究開発体制

- グリーンケミストリーを志向した研究開発
- 実験と試作データを重視する研究開発
- 最新鋭の分析・評価機器を利用した信頼性の高い研究開発
- 試薬化成品事業で培った合成、精製、分析技術の積極活用
- 独自エッセンスの注入と継続的な改良
- 迅速で再現性の高い工業化検討

●品質保証

全工場でISO9001の認証を取得しており、最新の分析機器と分析技術を擁して、医薬品原薬・中間体大量生産、微量金属やパーティクル管理などあらゆる要望にお応えする品質保証体制を整えております。

●環境保全

全工場でISO14001の認証を取得しており、環境法令・基準を厳密に遵守し、環境負荷物質の排出削減、廃棄物の削減、省エネ活動などに積極的に取り組んでいます。

合成

当社製品のスケールアップ、類似化合物や当社カタログにない化合物の製造にも対応します。

分野：医薬品関連、電子工業用材料、生化学材料、樹脂材料、標準品 など

開発から工業化検討、継続生産まで、すべてのステージをサポートします。

基本技術

●対応可能な反応

- 各種人名反応（Friedel-Crafts, Grignard, Wittig, Sharpless, Suzuki, 他）
- ラジカル反応（付加反応、環化反応、重合反応）
- 触媒反応（オスmium酸化、接触還元、他）
- 不斉合成（不斉アルドール、不斉ジヒドロキシル化、他）

●対応可能な反応操作

- 禁水反応（Grignard反応、DIBAL還元、他）
- 対応可能な反応温度：-80～200℃
- 対応可能圧力：<1MPa

●取扱い可能な特殊試薬

シアン化物、アジ化物、塩化チオニル、スルホン化剤、ハロゲン化剤、ニトロ化剤
アルキル金属、アルカリ金属

特色技術

●鈴木-宮浦カップリング反応

当社で取扱っている各種ボロン酸を使用したカップリング反応です。
不安定なボロン酸合成からカップリング反応まで一括受託も可能です。

●官能基選択的還元反応

従来のパラジウム触媒とは異なる選択性を示す官能基選択的還元触媒を開発、
各種触媒を利用して、選択的還元反応が可能です。

(例) オレフィン類より芳香族ニトロ基を優先して還元するオスmium-活性炭素

●固定化触媒

バッチ反応またはフロー反応で使用可能な固定化触媒を供給可能です。

●重水素化合物受託合成

市販されている化合物の重水素体合成またはお客様がお手持ちの化合物を重水素化して供給可能です。

調液

当社では、規定液・緩衝液・HPLC用溶離液など各種調製液をご用意しています。
カタログ掲載品以外に、お客様のご要望に応じた調製液にも対応しています。

■ Ready to use

■ 希望濃度・必要量を調液

■ 用途に応じた容器を採用 (アンプル包装からドラムまで対応します。)

主な調液例

●総アフラトキシン試験法対応 アフラトキシン混合標準液

当社では、自社の精製技術により得られた高純度アフラトキシン標準品に、従来のHPLC含量保証に加え定量NMRによる含量保証を追加した単品標準品を販売しています。また単品標準品に加え、総アフラトキシン試験法に使用いただけるアフラトキシン混合標準液についても販売を行っています。

●残留農薬試験用 混合標準液

●HPLC用 溶離液

アセトニトリル-メタノール 混合液など

●酸及びアルカリ液

塩酸、硫酸、水酸化ナトリウムなど各種酸・アルカリ混合液に対応します。
mLスケールから大量バルクまで対応可能です。

その他調液例

検査機器装置用試薬	水質分析、大気分析、食品分析、臨床検査
医薬品関係	製剤原料、医薬品試験用
生化学関係	培養液、核酸合成試薬
生産機器用	洗浄剤、中和剤、廃液処理剤
電池材料用	電解液、混合溶液

精製

- 試薬のグレードアップ（含量アップ、水分低減、金属低減、不純物低減、着色物除去）

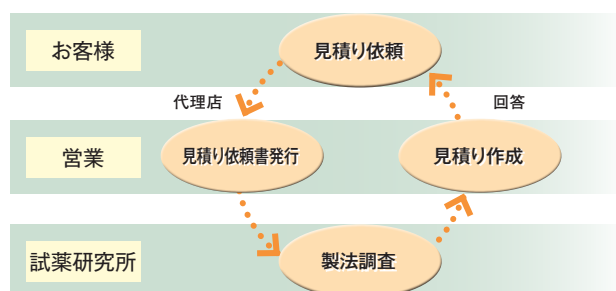
● 昇華精製

昇華精製とは、不純物が混入している原料を、物質の昇華・堆積温度の差異を利用して精製する手法です。有機溶媒に不溶な化合物、再結晶・カラム精製などによる高純度化が困難な有機化合物の精製に最適です。有機半導体、有機ELなどに使用される有機電子材料を、昇華精製により高純度化します。

● 天然物の抽出分離・精製

医薬品をはじめ化粧品・健康食品・食品添加物の分野で利用されている、天然物由来の有効成分について抽出・精製を行います。

お見積りの流れ



研究開発・製造体制

愛知工場

- 大規模生産に適した化成製品製造設備
- 高度な汚染防止管理



播磨工場

- 中規模生産の化成製品製造工場
- 光反応装置、大型カラム、RO濃縮機等特殊装置を保有



大分工場

- 電子工業用薬品の製造工場
- ppbオーダーの金属管理、調液に対応



富士フイルムワコーケミカル(株) 宮崎工場

- 医薬品原料・機能性ポリマーの製造工場



研究開発体制

機能性材料研究

- 自社独自の研究開発を行い新しい可能性へ積極的にチャレンジ

プロセス開発

- トレースからプロセス改良に対応可能な研究体制

広野工場

- カテゴリー5の高薬理活性原薬製造工場
- cGMP対応の超低温度、水素添加釜、耐フッ素釜、各種粉碎機を保有



東京工場

- 少量多品種の化成製品製造工場
- 併設する研究所からのタイムリーな試作が可能



平塚工場

- マルチパーパス設備
- 少量多品種の化成製品製造工場



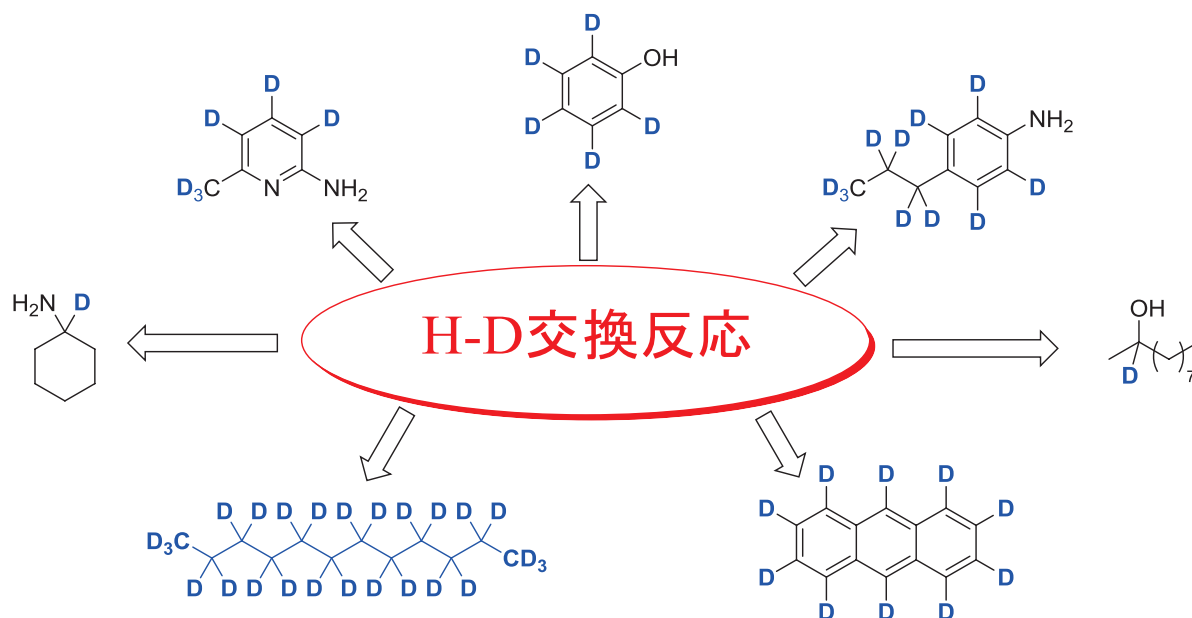
詳細は当社ホームページをご覧ください。

<https://labchem.wako-chem.co.jp/siyaku/jutaku/>

機能性材料用重水素(D)化試薬

Wako

重水素化合物は、反応メカニズムの解析、薬物動態、有機ELや光ファイバーなどの電子工業材料など様々な用途で利用されています。最近では重水素化医薬品（ヘヴィードラッグ）や有機EL用途で重水素（同位体）効果を利用した開発例も報告されています。当社では、化合物の軽水素を重水素に変換する「重水素(H-D)交換反応」を岐阜薬科大学佐治木教授らと共同開発し、これを利用し重水素化試薬を商品化しています。下記のラインアップは**有機EL**や**リチウムイオン2次電池**に使用されるビルディングブロックの重水素体です。この他にお客様の要望される重水素化受託合成も実施しています。



品名			Phenyl-d ₅ -boronic acid			Bromobenzene-d ₅			Carbazole-1,2,3,4,5,6,7,8-d ₈			2-Naphthalene-d ₇ -boronic acid pinacol ester		
構造式														
コードNo.	容量	希望納入価格(円)	167-24521	1g	22,000円	025-17941	10g	13,000円	033-20971	1g	80,000円	142-09331	1g	45,000円
			163-24523	5g	60,000円	021-17943	50g	48,000円						
1-Naphthalene-d ₇ -boronic acid pinacol ester			Diethyl carbonate-d ₁₀			Ethylene-d ₄ -carbonate			Propylene-d ₆ -carbonate					
145-09321	1g	45,000円	044-32293	5g	80,000円	051-08911	250mg	14,000円	041-33141	250mg	11,000円			
						057-08913	1g	41,000円	047-33143	1g	30,000円			

※重水素化受託合成にご興味のある方は、当社担当営業または代理店までお問い合わせ下さい。

特別講座

分析・クロマト

環境

食品

合成材料

その他

お知らせ

高効率水素発生

色素内包カーボンナノチューブ用 有機色素

Wako

新エネルギーの候補として水素が注目されておりますが、水素エネルギーを使うにあたり二酸化炭素フリーの水素製造法の開発が課題となっています。しかし、現在までに水素製造の実用化が検討されている光触媒は、太陽光スペクトルのごく一部（紫外領域）しか利用できないため十分なエネルギー活用ができていない、光触媒の一部に希少元素が利用されている、などの課題がありました。

山口大学 三宅助教、岡山大学 高口准教授らの共同研究グループは、カーボンナノチューブの内部空間に有機色素を封じ込めることで、光照射下において色素増感水分解反応により水素製造が可能になることを、世界で初めて確認しました。

また、赤色光（波長650nm）照射下で水分解水素生成反応の活性を比較したところ、染色したカーボンナノチューブ光触媒の量子収率（1.4%）は、色素分子をもたないカーボンナノチューブ光触媒の量子収率（0.011%）に比べて、活性が120倍になることも確認されました。

この度、有機色素として2製品、中間体として1製品をラインアップしました。

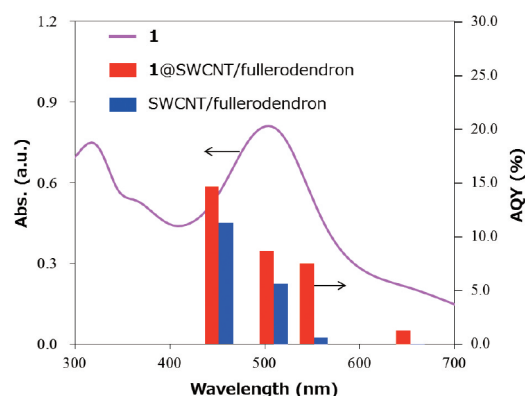
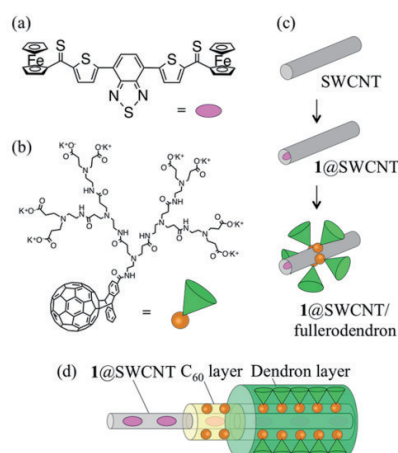


図 色素内包カーボンナノチューブ光触媒(赤)、および色素分子をもたないカーボンナノチューブ光触媒(青)の量子収率

- 図 (a) チオカルボニル色素1
(b) fullerodendronの分子構造
(c) 1@Single-Walled Carbon NanoTubes (SWCNTs) / fullerodendronの段階的製造の概略図
(d) 1@SWCNT/fullerodendronの構造図

●参考文献

・Murakami, N., Miyake, H., Tajima, T., Nishikawa, K., Hirayama, R. and Takaguchi, Y. : *J. Am. Chem. Soc.*, **140**, 3821 (2018).

●有機色素

コードNo.	品名	構造	規格	容量	希望納入価格(円)
NEW 025-19261	4,7-Bis (5-ferrocenylcarbonyl-2-thienyl)-2,1,3-benzothiadiazole		機能性有機材料用	100mg	20,000
NEW 022-19271	4,7-Bis (5-ferrocenylthiocarbonyl-2-thienyl)-2,1,3-benzothiadiazole		機能性有機材料用	100mg	25,000

●中間体

コードNo.	品名	構造	規格	容量	希望納入価格(円)
NEW 202-20841	(2-Thiophenecarbonyl)ferrocene		機能性有機材料用	500mg	15,000

炭素材料

STREM
CHEMICALS, INC.
ESTABLISHED 1964

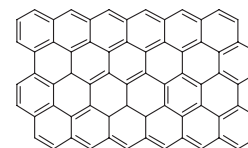
Lumtec

Wako

グラフェン

グラフェンは、 π 電子系を有する炭素同素体、炭素系物質の出発物質です。半導体材料や電池材料などの開発に検討されています。

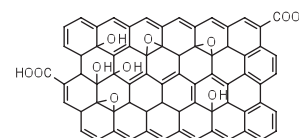
一般的な粉末から微小板まで、様々な形状、サイズの製品をラインアップしています。



メーカー	コードNo./ メーカーコード	品名	形状	規格値	容量	希望納入 価格(円)
Strem	06-0313	Graphene powder	黒色粉末	比表面積: 400-1000 m ² /g	50mg	27,400
Strem	06-0318	Graphene powder	黒色粉末	厚さ: 1-5層、幅: 0.5-5 μ m、 比表面積: 650-750 m ² /g	250mg	31,300
	06-0318				1g	94,000
Strem	515-99072	Graphene	微小板	厚さ: 6-8 nm、幅: 15 μ m	25g	16,400
	517-99071				100g	46,600
Strem	512-99082	Graphene	微小板	厚さ: 6-8 nm、幅: 25 μ m	25g	16,400
	514-99081				100g	46,600
Strem	518-99062	Graphene	微小板	厚さ: 6-8 nm、幅: 5 μ m	25g	16,400
	510-99061				100g	46,600
Strem	512-97262	Graphene	積層微小板	サブミクロン片 比表面積: 300 m ² /g	25g	11,600
	514-97261				100g	32,400
Strem	519-97272	Graphene	積層微小板	サブミクロン片 比表面積: 500 m ² /g	25g	11,600
	511-97271				100g	32,400
Strem	516-97282	Graphene	積層微小板	サブミクロン片 比表面積: 750 m ² /g	25g	11,600
	518-97281				100g	32,400
Strem	558-05051	Graphene film	単層フィルム (銅箔上)	1 cm \times 1 cm	2pcs	45,400
Strem	06-0310	Graphene film	単層フィルム (SiO ₂ /Si ウェハ上)	1 cm \times 1 cm	1pc	37,800
Strem	06-2510	Monolayer Graphene	ウェハ	10 mm \times 10 mm	4pcs	77,800
Strem	06-2518	Monolayer Graphene	ウェハ	60 mm \times 40 mm	1pc	照会
Strem	06-2523	Monolayer Graphene	ウェハ (PMMAコーティング)	60 mm \times 40 mm	1pc	照会
Strem	06-2534	Monolayer Graphene	ウェハ (SiO ₂ /Si)	10 mm \times 10 mm	4pcs	照会
Strem	06-0222	Graphene Nanoplatelets	黒色固体	厚さ: 2-10 nm、幅: \sim 5 μ m	5g	19,800
					25g	79,200

酸化グラフェン

酸化グラフェンは、様々な酸素官能基を有していることから、水分散性、高比表面積、酸化活性などの特性を示します。また還元することで還元型の酸化グラフェンに変換することが可能です。



メーカー	メーカーコード	品名	形状	規格値	容量	希望納入 価格(円)
Strem	06-2550	Graphene oxide, reduced	黒色粉末	BET比表面積: 422.69-499.85 m ² /g	250mg	40,700
					1g	照会
Strem	06-2545	Graphene oxide (water dispersion)	黄褐色液体	4 mg/mL、pH 2.2-2.5	50mL	23,800
					250mL	95,000

特別講座

分析・クロマト

環境

食品

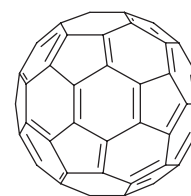
合成材料

その他

お知らせ

フラーレン

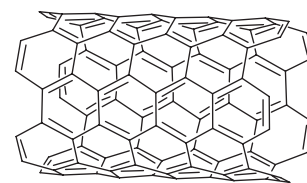
フラーレンは、炭素原子からなる球状の分子です。建築家のバックミンスター・フラー氏が設計したドーム建設に似た形であることから、「バッキーボール」とも呼ばれています。スポーツ用品の原料、有機半導体、有機太陽電池など様々な用途で用いられています。



品名			Fullerene C ₆₀ , 99.95%			Fullerene C ₆₀ , 99.5%			Fullerene C ₇₀ , 95%		
メーカー			富士フィルム和光純薬			富士フィルム和光純薬			American Dye Source		
構造式											
コードNo. (メーカーコード)	容量	希望納入 価格(円)	061-06751 067-06753	250mg 1g	14,000円 35,000円	064-06741	1g	19,000円	ADS70BFB	250mg	40,600円
Fullerene C ₇₀ , 99.0%			Methyl Phenyl-C ₆₁ -butyrate, 99.5%			Methyl Phenyl-C ₇₁ -butyrate, 99.0% (mixture of isomers)			PC ₆₁ HM		
富士フィルム和光純薬			富士フィルム和光純薬			富士フィルム和光純薬			Luminescence Technology		
062-06781	250mg	33,000円	134-18761	500mg	48,000円	167-28281	250mg	40,000円	LT-S946	500mg	照会
3-Ethylthiophene Phenyl-C ₆₁ -butyrate, 99%			C ₆₀ -COOH-SAM (>99%)			PrC ₆₀ MA (>99%)			PrC ₆₀ MA Iodide salt		
富士フィルム和光純薬			Luminescence Technology			Luminescence Technology			Luminescence Technology		
164-28291	250mg	36,000円	LT-S9161	250mg	96,000円	LT-S9071	500mg	照会	LT-S9079	500mg	照会
C ₇₀ -COOH (>99%)			ICBA (>99%)			IC ₇₀ BA (>99%)			ICMA (>99%)		
Luminescence Technology			Luminescence Technology			Luminescence Technology			Luminescence Technology		
LT-S9157	1g	照会	LT-S9030	500mg	照会	LT-S9078	500mg	照会	LT-S9029	1g	照会

カーボンナノチューブ

カーボンナノチューブは、炭素原子のみでできた蜂の巣のような構造のグラフェンシートを筒状に丸めて形成される物質です。一層から形成される単層カーボンナノチューブや、それらが入れ子状に積層した二層、三層、多層などの構造を形成します。また、それ以外にもチューブの表面や内面に炭素六員環エッジ面が露出した切頭円錐形炭素網積層構造のヘリンボーン型(カップ積層型)カーボンナノチューブなど様々な構造が報告されています。



●単層

メーカー	コードNo.	品名	形状	規格値	容量	希望納入価格(円)
富士フィルム ワコーケミカル	328-94001	Carbon Nanotube	黒色粉末	含量：50%、 外径：2 nm以下、長さ：5-15 μm	500mg	20,000

●二層

メーカー	コードNo.	品名	形状	規格値	容量	希望納入価格(円)
富士フィルム ワコーケミカル	325-94011	Carbon Nanotube	黒色粉末	含量：50%、 外径：5 nm以下、長さ：5-15 μm	500mg	20,000

●ヘリンボーン

メーカー	コードNo.	品名	形状	規格値	容量	希望納入価格(円)
富士フィルム ワコーケミカル	326-94041	Carbon Nanotube	黒色粉末	含量：95.0+%、 外径：10-20 nm、長さ：5-15 μm	1g	9,100
	322-94043				5g	32,100

●多層

メーカー	コードNo./ メーカーコード	品名	形状	規格値	容量	希望納入価格(円)
富士フィルム ワコーケミカル	329-94031	Carbon Nanotube, Aligned Multi-walled	黒色粉末	含量：95.0+%、 外径：10-20 nm、内径：5-15 nm	1g	9,100
	325-94033				5g	32,100
富士フィルム ワコーケミカル	320-43391	Carbon Nanotube, Multi-walled	黒色粉末	含量：80+%、外径：10-30 nm、 内径：3-10 nm、長さ：1-10 μm	1g	9,100
	326-43393				5g	32,100
富士フィルム ワコーケミカル	323-43401	Carbon Nanotube, Multi-walled	黒色粉末	含量：95+%、外径：20-30 nm、 内径：1-2 nm、長さ：0.5-2 μm	1g	9,100
	329-43403				5g	32,100
富士フィルム ワコーケミカル	320-43411	Carbon Nanotube, Multi-walled	黒色粉末	含量：95+%、外径：20-50 nm、 内径：1-2 nm、長さ：0.5-2 μm	1g	9,100
	326-43413				5g	32,100
Strem	573-42221	Carbon Nanotubes, Multi-walled	黒色粉末	-270 mesh, 20-40% nanotubes	250mg	17,900
	06-0506				1g	57,600
					5g	照会
Strem	576-42211	Carbon Nanotubes, Multi-walled	黒色塊	20-40% nanotubes	1g	43,500
	06-0505				5g	照会
Strem	579-42201	Carbon Nanotubes, Multi-walled, as produced cathode deposit	黒色塊	20-40% nanotubes	1g	17,900
	06-0504				5g	55,100
Strem	06-0720	Carbon Nanotubes, Multi-walled, arc-produced	黒色粉末	外径：2-50 nm、長さ：>2 μm 55-65 wt% nanotubes	250mg	13,700
					1g	41,000
Strem	06-0475	Carbon Nanotubes, Multi-walled	黒色粉末	外径：~20-25 nm、長さ：~1-5 μm 85% nanotubes	250mg	44,300
					1g	照会
Strem	06-0470	Carbon Nanotubes, Multi-walled	黒色粉末	外径：~140 nm、長さ：~7 μm >90% nanotubes	1g	38,900
					5g	照会
Strem	06-0440	Carbon Nanotube array, Multi-walled on quartz	黒色アレイ	外径：100 nm、長さ：30 μm	1pc	照会

グラファイト

グラファイトは、その潤滑性、耐薬品性、耐熱性、耐熱衝撃性、熱伝導性、電気伝導性、小熱膨張性という黒鉛の特性を生かした超伝導から核融合、宇宙産業までの新加工剤の開発研究や触媒の保持担体としての有用性が注目されています。

メーカー	コードNo.	品名	等級・規格	純度	粒度	容量	希望納入価格(円)
富士フィルム 和光純薬	072-03845	Graphite, Powder	和光特級	98.0+%	95+% (45 μ m通過分)	500g	4,700
富士フィルム 和光純薬	070-01325	Graphite, Powder	強熱残分: 20.0%以下	98.0+%	95+% (45 μ m通過分)	500g	2,900

その他に、Graphite flake, Graphite plate, Graphite foil, Graphite rodなどの製品も取り扱っています。

和光 炭素材料

検索

高純度発光材料のラインアップ追加 有機EL関連製品

Wako

有機EL (OLED: Organic Light-Emitting Diode) は発光層が有機化合物から構成される発光ダイオードで、電子と正孔の再結合によって生じた励起子によって発光します。これまで発光層には蛍光材料、燐光材料が使用されていましたが、蛍光材料は電気エネルギーの最大25%しか使用する事ができず、燐光材料は希少な貴金属を含むため、コスト、資源の両面から課題が残ります。

最新の研究では第3の発光材料として熱活性化遅延蛍光材料 (TADF: Thermally Activated Delayed Fluorescence) が報告され、新規材料の研究が盛んに行なわれています。

この度、有機EL材料向けの高純度材料をラインアップしました。

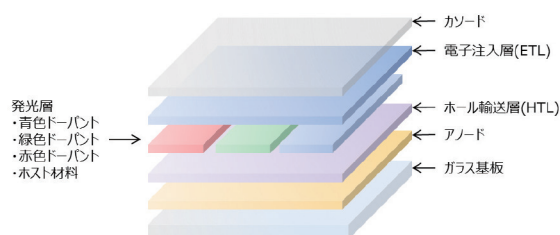


図. 有機ELの概略図

蛍光青色ドーパント

コードNo.	品名【別名】	構造式	規格	容量	希望納入価格(円)
NEW 200-20881	TBPe [2,5,8,11-Tetra- <i>t</i> -butylperylene] CAS RN [®] : 80663-92-9		機能性有機材料用	250mg	近日発売
NEW 200-20901	TPPy [1,3,6,8-Tetraphenylpyrene] CAS RN [®] : 13638-82-9		機能性有機材料用	250mg	近日発売

蛍光緑色ドーパント

コードNo.	品名【別名】	構造式	規格	容量	希望納入価格(円)
NEW 037-25511	Coumarin 545T [10-(2-Benzothiazolyl)-2,3,6,7-tetrahydro-1,1,7,7-tetramethyl-1 <i>H</i> ,5 <i>H</i> ,11 <i>H</i> -[1]benzopyrano[6,7,8-ij]quinolizin-11-one] CAS RN [®] : 155306-71-1		機能性有機材料用	250mg	15,000
NEW 039-25571	Coumarin 481 [7-(Diethylamino)-4-(trifluoromethyl) coumarin] CAS RN [®] : 41934-47-8		機能性有機材料用	250mg	近日発売

蛍光赤色ドーパント

コードNo.	品名【別名】	構造式	規格	容量	希望納入価格(円)
NEW 203-20871	TBADN [4-(Dicyanomethylene)-2-methyl-6-[2-(2,3,6,7-tetrahydro-1 <i>H</i> ,5 <i>H</i> -benzo[<i>ij</i>]quinolizin-9-yl)vinyl]-4 <i>H</i> -pyran] CAS RN [®] : 274905-73-6		機能性有機材料用	250mg	25,000
NEW 047-34461	DCJTB [2- <i>t</i> -Butyl-4-(dicyanomethylene)-6-[2-(1,1,7,7-tetramethyljulolidin-9-yl)vinyl]-4 <i>H</i> -pyran] CAS RN [®] : 200052-70-6		機能性有機材料用	250mg	20,000

ホスト材料

コードNo.	品名【別名】	構造式	規格	容量	希望納入価格(円)
NEW 041-34481	DPVBi [4,4'-Bis(2,2-diphenylvinyl) biphenyl] CAS RN [®] : 142289-08-5		機能性有機材料用	500mg	15,000
NEW 131-18891	mCP [1,3-Bis(<i>N</i> -carbazolyl) benzene] CAS RN [®] : 550378-78-4		機能性有機材料用	1g	16,000

当社の展示ブースへ、ぜひお立ち寄りください！！

2019年 学会インフォメーション

Wako

会期	学会名	会場
2019/3/20(水)~23(土) (展示は21日~23日)	日本薬学会第139年会	幕張メッセ(千葉県千葉市)
2019/3/24(日)~27(水) (展示は25日~27日)	日本農芸化学会2019年度大会	東京農業大学 世田谷キャンパス(東京都世田谷区)

最新情報は、当社ホームページをご覧ください。(<https://labchem-wako.fujifilm.com/jp/seminar/index.html>)

機能性材料

トリフルオロメタンスルホン酸誘導体

Wako

有機ふっ素化合物は、電子吸引性を有し、イオン伝導性を示すことから、帯電防止剤や、リチウムイオン二次電池の電解質として利用されます。この度、新たにトリフルオロメタンスルホン酸誘導体をラインアップに追加しました。

用途

- 帯電防止剤
- イオン液体の前駆体
- リチウムイオン二次電池材料

コードNo.	品名	構造式	融点 (文献値)	規格 CAS RN [®]	容量	希望納入 価格(円)
121-06761	Lithium Tris(trifluoromethanesulfonyl)methide 【通称：LiTFSM】		267-269°C	機能性 有機材料用 132404-42-3	1g	32,000
164-28311	Potassium Tris(trifluoromethanesulfonyl)methide 【通称：KTFSM】		225-232°C	有機合成用 114395-69-6	5g	28,000

【関連製品】

コードNo.	品名	構造式	融点 (文献値)	規格 CAS RN [®]	容量	希望納入 価格(円)
122-06632	Lithium Bis(fluorosulfonyl)imide 【通称：LiFSI】		140°C	有機合成用	25g	14,000
124-06631				171611-11-3	100g	41,000
129-06642	Lithium Bis(trifluoromethanesulfonyl)imide 【通称：LiTFSI】		234-238°C	有機合成用	25g	6,900
121-06641				90076-65-6	100g	17,500
167-28002	Potassium Bis(trifluoromethanesulfonyl)imide 【通称：KTFSI】		200°C	有機合成用	25g	5,900
169-28001				90076-67-8	100g	18,000



二次電池試薬カタログ

配布中!

- リチウムイオン二次電池
 - マグネシウムイオン二次電池
 - ナトリウムイオン二次電池
 - イオン液体
- 等

カタログをご希望の方は当社担当営業または代理店までお問い合わせ下さい。

quantitative NMR用標準液

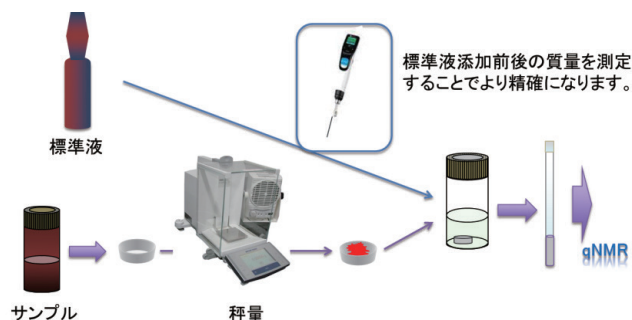
定量NMR用標準液

Wako

定量NMR法は、定量NMR用基準物質と測定対象物質の¹H NMRスペクトルを測定することによって、シグナル面積値の関係から測定対象物質の濃度または純度を測定する方法です。これまでに販売している定量NMR用標準物質及び標準液に加えて、新たに1,4-BTMSB-d₄標準液 (500mg/L DMSO-d₆溶液)を追加しました。

特長

- 定量NMR法によって決定した特性値 (濃度) を付与
- 信頼性の証である不確かさを付与
- 標準物質の精密な秤量が不要

標準液を用いた内標準法概略¹⁾

● 参考文献

1) 山崎太一 他：分析化学, 63, 323 (2014).

コードNo.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
041-33641	Ref DSS-d ₆ Standard Solution (500mg/L Deuterium Oxide Solution)	定量NMR用	1mL×5A	18,000
NEW 020-19211	1,4-BTMSB-d ₄ Standard Solution (500mg/L DMSO-d ₆ Solution)	危 定量NMR用	1mL×5A	22,000

【関連製品】

標準物質国際単位系 (SI) にトレーサブルな測定方法で値付けした純度 (不確かさを含む) が付与された認証標準物質です。

コードNo.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
024-17031	Ref 1,4-BTMSB-d ₄ Reference Material	TraceSure®	50mg	30,000
020-17033			50mg×4	75,000
044-31671	Ref DSS-d ₆ Reference Material	TraceSure®	50mg	30,000
040-31673			50mg×4	75,000
048-33271	Ref Dimethyl Sulfone Reference Material	TraceSure®	100mg	15,000
135-17951	Ref Maleic Acid Reference Material	TraceSure®	100mg	15,000
093-06731	Ref 4 Internal Standard Set for Quantitative NMR	定量NMR用	1セット	55,000

NMIJ CRM (国研) 産業技術総合研究所計量標準総合センター認証標準物質)

コードNo.	品名	メーカー	容量	希望納入価格(円)
634-29181	3,5-Bis(trifluoromethyl)benzoic Acid for Quantitative NMR (1H, 19F)	産業技術総合研究所	200mg	18,750
639-44151	Ref 1,4-Bis(trimethylsilyl)-2,3,5,6-tetrafluorobenzene for Quantitative NMR(1H,19F)	産業技術総合研究所	100mg	16,870

特別講座

分析・クロマト

環境

食品

合成材料

その他

お知らせ

カロテノイドは動植物に含まれる赤色や黄色の色素であり、自然界ではおよそ700種類以上が確認されています。カロテノイドの代表例として、ニンジンに含まれるβ-カロテンやトマトのリコピン、鮭のアスタキサンチンが挙げられます。近年では、カロテノイドの生体内における役割に関する研究も活発になされており、抗酸化作用や抗腫瘍作用などが報告されています。



ChromaDex社は植物由来の生理活性物質を取り扱う米国のメーカーで、様々なカロテノイドを取り扱っています。ここでは、食品分析などの定量分析にお使いいただけるグレードの製品を紹介します。

試験成績書の例 (例: メーカーコード: ASB-00012453 品名: Lutein)

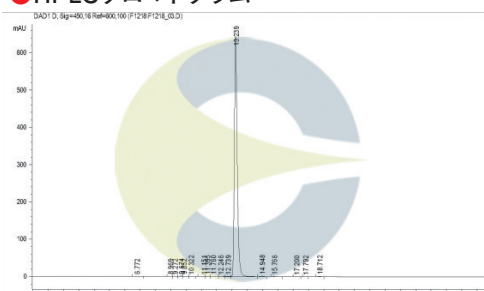
今回ご紹介しているグレードの内“Pグレード”は、NMR・MS・HPLC (もしくはGC) ・カールフィッシャー滴定などにより、化学構造・純度・水分/残存溶媒含量等を試験し純度補正を行ったグレードで、定量試験に適しています。製品の試験成績書には、下記に示すデータが記載されています。

●分析値 (ANALYTICAL RESULTS)

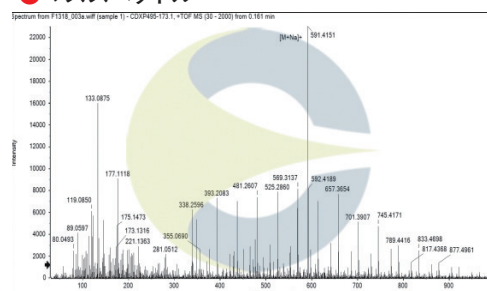
TEST	RESULT
Adjusted Purity	97.6%
HPLC	98.4%
NMR	Conforms to structure
Mass Spectrum	Conforms
Residual Solvent	DCM<0.2%;MeOH<0.1%; Acetone<0.1%;Toluene<0.1%
Water	0.6%
Appearance	Purple Powder

ADJUSTED PURITY: 97.6% IS BASED ON (100-0.6 WATER-0.2 SOLVENTS) × 98.4% HPLC

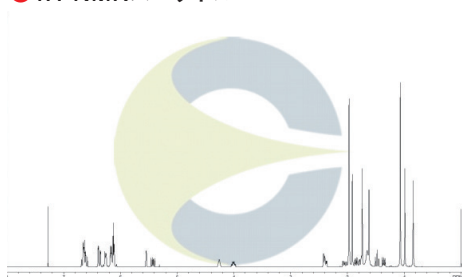
●HPLCクロマトグラム



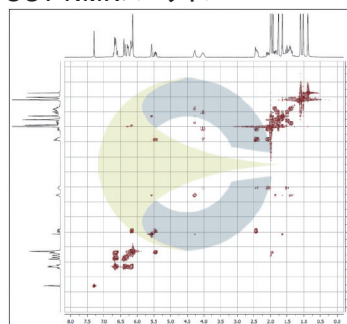
●マスマスペクトル



●1H-NMRスペクトル



●COSY-NMRスペクトル



コードNo.	メーカーコード	品名	グレード	容量	CAS RN®	分子式	希望納入価格(円)
-	ASB-00001695-001	ASTAXANTHIN	P	1mg	472-61-7	C ₄₀ H ₅₂ O ₄	52,100
-	ASB-00001695-005			5mg			照会
-	ASB-00001695-010			10mg			照会
-	ASB-00001696-001	ASTAXANTHIN [~1.0mg/mL] (In Solution)	P	1mL	472-61-7	C ₄₀ H ₅₂ O ₄	41,400
-	ASB-00001696-005			5mL			176,700
-	ASB-00001696-010	ASTAXANTHIN [~1.0mg/mL] (In Solution)(2-Pack)	P	2× 5mL	472-61-7	C ₄₀ H ₅₂ O ₄	照会
-	ASB-00001698-001	ASTAXANTHIN [~1.0mg/mL] (In Solution)	AS	1mL	472-61-7	C ₄₀ H ₅₂ O ₄	28,800
-	ASB-00001698-005			5mL			117,300

コードNo.	メーカーコード	品名	グレード	容量	CAS RN [®]	分子式	希望納入価格(円)
—	ASB-00002320-005	F [°] BIXIN	P	5mg	6983-79-5	C ₂₅ H ₃₀ O ₄	33,600
—	ASB-00002320-010			10mg			49,000
—	ASB-00002320-050			50mg			114,200
—	ASB-00002320-250			250mg			照会
—	ASB-00002320-001			1g			照会
—	ASB-00003120-001	☐ ^{80°} CANTHAXANTHIN (In Solution)	AS	1mg	514-78-3	C ₄₀ H ₅₂ O ₂	45,400
—	ASB-00003120-005	☐ ^{80°} CANTHAXANTHIN, trans- (In Solution)	AS	5mg	514-78-3	C ₄₀ H ₅₂ O ₂	150,600
—	ASB-00003202-010	☐ ^{80°} TRANS-BETA-APO-8'-CAROTENAL	P	10mg	1107-26-2	C ₃₀ H ₄₀ O	30,200
—	ASB-00003211-005	☐ ^{80°} CAROTENE, B-	P	5mg	7235-40-7	C ₄₀ H ₅₆	20,200
—	ASB-00003211-010			10mg			33,300
—	ASB-00003211-025			25mg			65,500
—	ASB-00003211-100			100mg			199,600
—	ASB-00003887-005	☐ ^{Ref} CROCETIN DIALDEHYDE	AS	5mg	502-70-5	C ₂₀ H ₂₄ O ₂	132,200
—	ASB-00003889-005	☐ ^{Ref} CROCIN	AS	5mg	42553-65-1	C ₄₄ H ₆₄ O ₂₄	47,900
—	ASB-00006294-025	☐ ^{80°} FUCOXANTHIN(0.25mg/mL) (ACETONE)	AS	0.25mg	3351-86-8	C ₄₂ H ₅₈ O ₆	52,100
—	ASB-00006294-005			0.5mg			84,600
—	ASB-00006294-001			1mg			166,300
—	ASB-00006296-005	☐ ^{80°} FUCOXANTHIN	P	5mg	3351-86-8	C ₄₂ H ₅₈ O ₆	43,100
—	ASB-00006296-010			10mg			72,800
—	ASB-00006296-050			50mg			照会
519-82561	ASB-00012453-005	☐ ^{80°} LUTEIN	P	5mg	127-40-2	C ₄₀ H ₅₆ O ₂	45,100
515-82563	ASB-00012453-010			10mg			58,600
513-82564	ASB-00012453-025			25mg			117,400
519-82566	ASB-00012453-100			100mg			照会
—	ASB-00012453-001			1g			照会
—	ASB-00012454-001	☐ ^{80°} LUTEIN [~0.5mg/mL] (In Solution)	P	1mL	127-40-2	C ₄₀ H ₅₆ O ₂	44,200
—	ASB-00012454-002			2mL			71,100
—	ASB-00012550-005	☐ ^{80°} LYCOPENE	P	5mg	502-65-8	C ₄₀ H ₅₆	107,800
—	ASB-00012550-010			10mg			154,000
—	ASB-00012550-025			25mg			照会
—	ASB-00012550-100			100mg			照会
—	ASB-00012554-001	☐ ^{80°} LYCOPENE [~0.5mg/mL] (In Solution)	P	1mL	502-65-8	C ₄₀ H ₅₆	44,200
—	ASB-00012554-002			2mL			71,100
—	ASB-00026502-001	☐ ^{80°} ZEAXANTHIN [~0.5mg/mL] (In Solution)	P	1mL	144-68-3	C ₄₀ H ₅₆ O ₂	53,200
—	ASB-00026502-002			2mL			86,000
—	ASB-00026503-001	☐ ^{80°} ZEAXANTHIN [~0.5mg/mL] (In Solution)	AS	1mL	144-68-3	C ₄₀ H ₅₆ O ₂	37,200
—	ASB-00026503-002			2mL			59,400
—	ASB-00026504-005	☐ ^{80°} ZEAXANTHIN	P	5mg	144-68-3	C ₄₀ H ₅₆ O ₂	37,200
—	ASB-00026504-010			10mg			59,100
—	ASB-00026504-025			25mg			114,200
—	ASB-00026504-100			100mg			295,400

●ChromaDex 社 表記グレードについて

P	NMR・MS・HPLC(もしくはGC)・カールフィッシャー滴定などにより、化学構造・純度・水分/残存溶媒含量等を試験し純度補正を行ったグレードで、定量試験に適しています。	AS	NMR・MS・HPLC(もしくはGC)などのうちのいくつかの試験を行って化学構造・純度を確認していますが、水分及び溶媒含量を測定していないため、純度補正の算出を行っていません。
---	---	----	--

注：ChromaDex社では、品質検査結果によりロット毎に規格変更が行われる事も有ります。この為ロットによっては定量分析には適さない場合があります。現在の規格についてはChromaDex社ウェブサイト(<https://www.chromadex.com/>)でご確認ください。

特別講座

分析・クロマト

環境

食品

合成材料

その他

お知らせ

ATPふきとり検査

ルミテスターSmart、ルシパックA3 Surface/Water



ATPふき取り検査は、「食品衛生検査指針」微生物編2018に掲載されており、食品・医療・環境衛生分野等で広く活用されております。



原理

ホタルルシフェラーゼの発光反応とPPDK、PKを組み合わせた酵素サイクリング法を利用しています。本法により、ATPとADPとAMPの総量に比例した発光量が得られます。

特長

従来ATPふき取り検査は清浄度判定に広く利用されてきましたが、ATPがADPやAMPに分解された汚れは検出されず見落とされてきました。キッコーマンバイオケミファはATPに加えてADP、AMPを測定することで、より幅広い種類の汚れを高感度に検出する“ATP+ADP+AMPふき取り検査 (A3法)”を可能にしました。

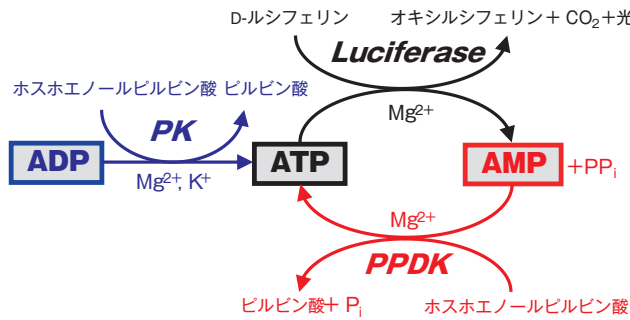


図1 発光サイクリング反応

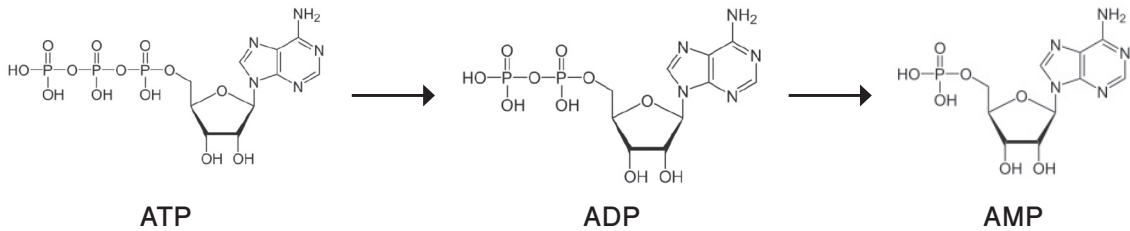


図2 ATPのADP,AMPへの脱リン酸反応

ATPのリン酸結合が外れてADP、更にAMPに変化する脱リン酸化反応を表します

測定事例

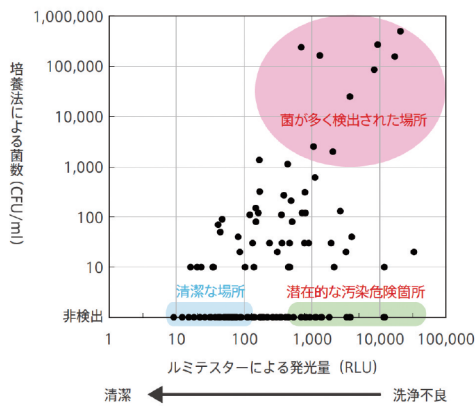


図3 一般生菌数とATP+ADP+AMP量の関係

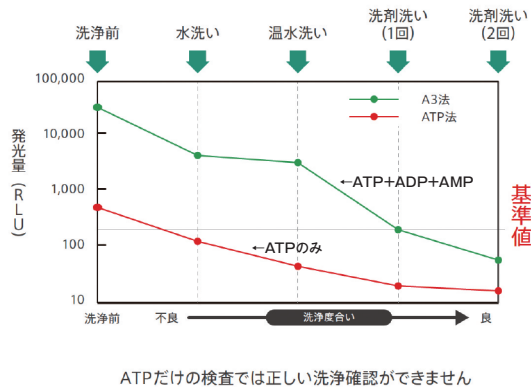


図4 汚れの洗浄評価 (ステンレス表面)

特別講座

分析・クロマト

環境

食品

合成材料

その他

お知らせ

新型ルミテスターSmart **NEW**

ATPふき取り検査用測定器が新しくなりました(2019年1月23日新発売)。専用アプリとの連動で、誰でも簡単に"キレイ"をチェックいただけます。また、測定データをクラウドで管理できるため、"誰でもどこでも何時でも"蓄積されたデータを確認いただけます。



ルミテスターSmartの特長

測る | かんたん操作、10秒で結果を表示



分かる | アプリで複数の検査ポイントを継続ウォッチ

専用アプリとの連動で測定結果を自動で分析します。測定データのグラフ化や合格率の計算も自動で行います。また、継続的な分析も可能です。



図5 アプリ表示イメージ (iPad、PC利用時)



図6 アプリ表示イメージ (スマートフォン利用時)

繋がる | クラウド連携で、多拠点データを一括管理

データはクラウド上に保存され、どこからでもアクセスが可能です。問題の迅速な把握・対応が可能になります。



コードNo.	メーカーコード	品名	容量	希望納入価格(円)
NEW 380-14521	61234	ルミテスター Smart	1台	99,800
389-13011	60361	Ref. ルシパックA3 Surface	100本	24,000
386-13021	60362	Ref. ルシパックA3 Surface 40	40本	12,000
383-13031	60365	Ref. ルシパックA3 Water	100本	24,000

フタル酸エステル類4種を追加保証

RoHSII対応用試薬

Wako

2019年7月よりRoHS指令が改正されます。改正RoHS指令 (RoHS II) では、従来の禁止物質6物質 (カドミウム、クロム、水銀、鉛、PBB (ポリブロモビフェニル)、PBDE (ポリブロモジフェニルエーテル)) にフタル酸エステル類4種 (DEHP、DBP、BBP、DIBP) が追加されます。

RoHSII対応用試薬は改正RoHS指令に対応し、禁止物質10物質の含量を保証した試薬です。

	コードNo.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
NEW	014-27805	アセトン 危	RoHS II 対応用	500mL	近日発売
NEW	023-19365	2-ブタノン 劇-III 危		500mL	
NEW	051-09295	エタノール (99.5) 危		500mL	
NEW	204-20965	トルエン 劇-III 危		500mL	
NEW	240-00985	キシレン 劇-III 危		500mL	1,900
NEW	141-09845	硝酸 劇-II		500mL	近日発売
NEW	086-10515	塩酸 劇-II		500mL	
NEW	092-07345	硫酸鉄 (II) 七水和物		500g	
NEW	144-09835	塩化ニッケル (II) 六水和物		500g	
NEW	148-09855	硫酸ニッケル (II) 六水和物		500g	

HM1000A用 校正試料 DOTP Fragment

Wako

可塑剤として広く使用されているフタル酸エステル類4種 (DEHP、DBP、BBP、DIBP) が 2019年7月より新たに改正RoHS指令の規制対象品目に追加されます。規制対象となるフタル酸エステルの4種のうち、DEHPは代表的な可塑剤として多く使われています。DEHPには不純物として非規制物質であるDOTP、DnOTPを含む為、測定時にDOTP、DnOTP量を補正する必要があります。

本品は、(株)日立ハイテクサイエンス社の「加熱脱離質量分析計 HM1000A」用の校正試薬です。

DOTP フラグメント補正

DOTP、DnOTPはフラグメントイオンを生成するため、このフラグメントイオンを測定することで定量が可能です。DEHPの定量結果からDOTP、DnOTPの量を差し引くことにより補正結果が得られます。

**物性情報**

	DEHP 改正RoHS規制物質	DOTP 非規制物質	DnOTP 非規制物質
名称	フタル酸ビス(2-エチルヘキシル)	テレフタル酸ビス(2-エチルヘキシル)	テレフタル酸ジ-n-オクチル
構造式			
分子量	390.56	390.56	390.56
分子式	C ₂₄ H ₃₈ O ₄	C ₂₄ H ₃₈ O ₄	C ₂₄ H ₃₈ O ₄
沸点	386°C (文献値)	400°C (文献値)	437°C (文献値)

コードNo.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
030-25481	HM1000A用 校正試料 DOTP Fragment	フタル酸エステル試験用	1g	28,000
NEW 036-25601	HM1000A用 校正試料 DnOTP Fragment		1g	28,000

※本品の製法上、製品の一部分が変色している場合があります。ご使用の際は変色部分を取り除いてからご使用下さい。
 ※本品はHM1000にもお使いいただけます。

【関連製品】

フタル酸エステル試験用各種標準品を取り揃えています。

●フタル酸エステル安定同位体

コードNo.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
021-13761	フタル酸ベンジルブチル-d ₄ 標準品	環境分析用	50mg	25,000
025-13801	フタル酸ビス(2-エチルヘキシル)-d ₄ 標準品	環境分析用	50mg	23,000
047-26911	フタル酸ジブチル-d ₄ 標準品	環境分析用	50mg	23,000
041-26931	フタル酸ジエチル-d ₄ 標準品	環境分析用	50mg	23,000
048-26941	フタル酸ジイソブチル-d ₄ 標準品	環境分析用	50mg	20,000
045-26951	フタル酸ジメチル-d ₄ 標準品	環境分析用	50mg	24,000
042-26961	フタル酸ジ-n-オクチル-d ₄ 標準品	環境分析用	50mg	23,000
049-26971	フタル酸ジ-n-ペンチル-d ₄ 標準品	環境分析用	50mg	33,000
040-32491	フタル酸ジシクロヘキシル-d ₄ 標準品	フタル酸エステル試験用	50mg	18,000
043-32481	フタル酸ジ-n-ヘキシル-d ₄ 標準品	フタル酸エステル試験用	50mg	25,000
040-32511	フタル酸ジイソオクチル-d ₄ 標準品	フタル酸エステル試験用	50mg	30,000
046-32471	フタル酸ジブピル-d ₄ 標準品	フタル酸エステル試験用	50mg	20,000

●アジピン酸エステル安定同位体

コードNo.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
026-14171	アジピン酸ビス(2-エチルヘキシル)-d ₆ 標準品	環境分析用	50mg	32,000

●フタル酸エステル標準品

コードNo.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
023-06371	BBP標準品 (化学名：フタル酸ブチルベンジル)	フタル酸エステル試験用	1g	4,600
026-06361	BPBG標準品 (化学名：n-ブチルフタルリグリコール酸n-ブチル)	フタル酸エステル試験用	1g	7,700
047-16521	DBP標準品 (化学名：フタル酸ジ-n-ブチル)	フタル酸エステル試験用	1g	2,600
042-17051	DEP標準品 (化学名：フタル酸ジエチル)	フタル酸エステル試験用	1g	2,600
048-17031	DIBP標準品 (化学名：フタル酸ジイソブチル)	フタル酸エステル試験用	1g	3,400
046-26621	フタル酸ジシクロヘキシル標準品	フタル酸エステル試験用	1g	3,000
048-31691	フタル酸ジイソデシル標準品	フタル酸エステル試験用	1g	10,000
042-28801	フタル酸ジイソノニル標準品	フタル酸エステル試験用	1g	4,500
047-27631	フタル酸ジ-n-ヘプチル標準品	フタル酸エステル試験用	1g	11,500
048-26701	フタル酸ジ-n-ヘキシル標準品	フタル酸エステル試験用	1g	10,000
044-28361	フタル酸ジ-n-オクチル標準品	フタル酸エステル試験用	1g	12,000
047-26651	フタル酸ジベンチル標準品	フタル酸エステル試験用	1g	6,700
045-26571	フタル酸ジブピル標準品	フタル酸エステル試験用	1g	8,000
045-17041	DMP標準品 (化学名：フタル酸ジメチル)	フタル酸エステル試験用	1g	3,300
041-16541	DOP標準品 (化学名：フタル酸ビス-2-エチルヘキシル)	フタル酸エステル試験用	1g	2,650

●アジピン酸エステル標準品

コードNo.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
047-24191	DOA標準品 (化学名：アジピン酸ジ(2-エチルヘキシル))	可塑剤試験用	1g	2,600

「特定悪臭物質アルデヒド類」の測定に対応

Wakopak® Wakosil-DNPH、6種アルデヒド-DNPH混合標準液II

Wako

アルデヒド類は私達の日常生活環境中に存在する化学物質です。大気、室内大気や飲料水、食品等あらゆるところに存在し、アレルギー症状やシックハウス症候群などの健康被害を引き起こす原因物質とされています。これらアルデヒド類のうちアセトアルデヒド、プロピオンアルデヒド、イソブチルアルデヒド、*n*-ブチルアルデヒド、イソバレルアルデヒド、*n*-バレルアルデヒドは悪臭防止法で「特定悪臭物質」とされ、基準値が設けられています。

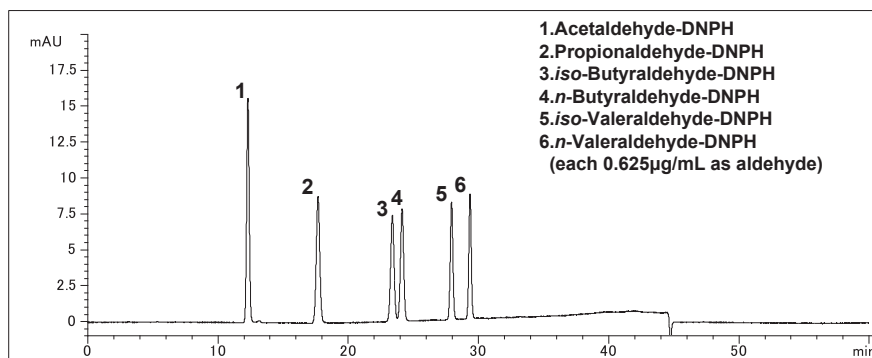
特定悪臭物質とされるアルデヒド類6物質は、悪臭防止法施行規則第5条の特定悪臭物質の測定の方法に関する告示(昭和47年5月環境庁告示9号)により、ガスクロマトグラフ(GC)法およびガスクロマトグラフィー質量分析(GC-MS)法が定められていますが、2018年9月に新たに「高速液体クロマトグラフ法」が追加されました。(環境省告示78号,平成30年9月21日付)

GC法は、異性体である「*iso*-ブチルアルデヒド」と「*n*-ブチルアルデヒド」を分離しやすいという利点があります。一方で、サンプル中のアルデヒド類をDNPH(2,4-ジニトロフェニルヒドラジン)誘導体化した後、強カチオン交換樹脂を用いて未反応のDNPH試薬を除去する必要があります。また、GCへ注入前にアセトニトリルから酢酸エチルに転溶する作業も必要です。

HPLC法では未反応のDNPH試薬の除去や転溶作業は不要とされていますが、「*iso*-ブチルアルデヒド」と「*n*-ブチルアルデヒド」の分離が難しいのが難点とされています。

当社の分析用カラム[Wakopak® Wakosil-DNPH]はアルデヒド類の分析に特化しており、「*iso*-ブチルアルデヒド」と「*n*-ブチルアルデヒド」の分離に最適です。更に、専用溶離液をご使用いただくことで、ベースラインの変動や不明ピークの溶出を抑える効果があります。これら専用カラム・溶離液に加え、DNPH誘導体化済み6種アルデヒド類混合標準液、Presep®-C DNPH(前処理カラム)を用いることにより、HPLC法によるアルデヒド類分析を簡便に行うことができます。ご活用下さい。

分析例



[HPLC Conditions]

Column : Wakosil-DNPH
Column size : 4.6mmφ×250mm
Instruments : Agilent 1100
Eluent : A; Wakosil-DNPH Eluent A
B; Wakosil-DNPH Eluent B
Gradient : High Press. gradient mode
0-16min. B 10%
16-35min. B 10-90%
35-40min. B 90%
Flow Rate : 0.8 mL/min at 35 °C
Detector : UV 360 nm
Inj. Vol. : 10 µL
Sample :
Code No.:019-27811
6 Aldehydes-DNPH Mixture Standard
Solution II (each 0.1mg Aldehyde/mL
Acetonitrile Solution)

●分析用カラム

コードNo.	品名	サイズ	容量	カラムタイプ	希望納入価格(円)
238-59411	Wakopak® Wakosil-DNPH	4.6mmI.D.×250mm	1本	D	65,000
234-59413				W	65,000

●専用溶離液

コードNo.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
233-01611	ワコーシル® DNPH溶離液A 危	高速液体クロマトグラフ用	1L	5,000
230-01621	ワコーシル® DNPH溶離液B 劇-III 危	高速液体クロマトグラフ用	1L	1,500

●標準液 悪臭防止法(HPLC法)対応の混合標準液

コードNo.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
NEW 019-27811	6種アルデヒド-DNPH混合標準液II Ref (各0.1mgアルデヒド/mL アセトニトリル溶液) 劇-II 危	悪臭物質試験(HPLC)用	2mL×5A	16,000

●溶媒

コードNo.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
011-17741	アセトニトリル 劇-II 危	アルデヒド分析用	200mL	4,800

●前処理カラム

コードNo.	品名	充てん量(g/個)	規格	容量	希望納入価格(円)
290-34251	Ref Presep®-C DNPH	0.8	試料前処理用	20個	29,000
291-43951	Ref Presep®-C DNPH (Short)	0.4	試料前処理用	20個	27,000
293-40351	Presep®-C オゾンスクラバー	1.3	試料前処理用	20個	13,500

【関連製品】

●分析カラム

コードNo.	品名	サイズ	容量	カラムタイプ	希望納入価格(円)
231-61731	Wakopak® Wakosil-DNPH-II	4.6mmI.D. × 150mm	1本	D	60,000
237-61733				W	60,000

●専用溶離液

コードNo.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
236-02181	ワコーシル® DNPH-II 溶離液A 危	高速液体クロマトグラフ用	1L	6,400
233-02191	ワコーシル® DNPH-II 溶離液B 危	高速液体クロマトグラフ用	1L	6,400

●標準液

コードNo.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
012-17391	2種アルデヒド-DNPH混合標準液 (各0.1 μgアルデヒド/μLアセトニトリル) 劇-II 危 組成:ホルムアルデヒド、アセトアルデヒド	大気汚染物質測定(HPLC)用	2mL × 5A	12,300
018-17491	2種アルデヒド-DNPH混合標準液 (各0.1 μgアルデヒド/μL酢酸エチル溶液) 危 組成:ホルムアルデヒド、アセトアルデヒド	大気汚染物質測定(GC)用	2mL × 5A	18,500
012-14851	6種アルデヒド化合物混合標準液 (各0.1 μgアルデヒド/μL酢酸エチル溶液) 危 組成:アセトアルデヒド、プロピオンアルデヒド、 イソブチルアルデヒド、 <i>n</i> -ブチルアルデヒド、 イソバレールアルデヒド、 <i>n</i> -バレールアルデヒド	悪臭物質試験(GC)用	2mL × 5A	15,000
012-15451	6種アルデヒド-DNPH混合標準液 (各0.1 μgアルデヒド/μLアセトニトリル溶液) 劇-II 危 組成:ホルムアルデヒド、アセトアルデヒド、 プロピオンアルデヒド、イソブチルアルデヒド、 <i>n</i> -バレールアルデヒド、イソバレールアルデヒド	悪臭物質試験(HPLC)用	2mL × 5A	15,700
018-18231	16種アルデヒド-DNPH混合標準液 (各10 μgアルデヒド/mLアセトニトリル溶液) 劇-II 危 組成:ホルムアルデヒド、アセトアルデヒド、 プロピオンアルデヒド、アクロレイン、アセトン、 イソブチルアルデヒド、 <i>n</i> -ブチルアルデヒド、 クロトンアルデヒド、イソ吉草酸アルデヒド、 <i>n</i> -吉草酸アルデヒド、ベンズアルデヒド、 <i>n</i> -ヘキサナール、 <i>o</i> -トルアルデヒド、 <i>m</i> -トルアルデヒド、 <i>p</i> -トルアルデヒド、 2,5-ジメチルベンズアルデヒド	高速液体クロマトグラフ用	1mL × 5A	30,000

