

Ⅱ 他誌掲載・学会発表

1 他誌掲載論文

Determination of Butoxydim in Agricultural Products by LC-MS

Tomiaki Minatani^{*}, Hiroyuki Nagai^{*}, Hiroyuki Tada^{*}, Kotaro Goto^{*} and Satoru Nemoto^{**}

^{*}*Gifu Prefectural Research Institute for Health and Environmental Sciences*

^{**}*National Institute of Health Sciences*

Food Hygiene and Safety Science, 56, 233-239(2015)

An analytical method for the determination of butoxydim in agricultural products by LC-MS was developed. Butoxydim was extracted with acetonitrile and an aliquot of the crude extract was cleaned up on an octadecyl silanized silica gel (C₁₈) cartridge column (1,000 mg), followed by a salting-out step to remove water. Before purification on a silica gel (SI) cartridge column (690 mg), polar matrices were precipitated by adding ethyl acetate, *n*-hexane and anhydrous sodium sulfate successively. This process effectively removed caffeine and catechins and improved recovery when analyzing residual butoxydim in tea leaves. Recovery and repeatability were good; the relative standard deviations were less than 5% for all 12 tested agricultural products (brown rice, soybean, potato, spinach, cabbage, apple, orange, grapefruit, lemon, tomato, peas with pods, and tea). Average recoveries for 11 agricultural products, except for lemon, were 74-92%.

Isolation and structure elucidation of a novel resveratrol tetramer, vaticanol K, with a fused 2,7-dihydrooxepine-quinone methide from *Vatica chinensis*

Tetsuro Ito^{***} and Munekazu Iinuma^{*}

^{*}*Gifu Pharmaceutical University*

^{**}*Gifu Prefectural Research Institute for Health and Environmental Sciences*

Tetrahedron Lett., 56, 5020-5023 (2015)

A new resveratrol tetramer, vaticanol K was isolated from the stem of *Vatica chinensis*. On the basis of combined spectroscopic analyses, the compound was structurally elucidated. Vaticanol K possesses an unprecedented fused 2,7-dihydrooxepine-quinone methide skeleton presumably derived from the concerted intramolecular cyclization of two resveratrol dimers followed by desaturation extending conjugation. *V. chinensis* produces optically pure vaticanol K together with (–)-antipodes of ε-viniferin and ampelopsin F. Thus, vaticanol K was elucidated as (1*R*,2*R*,5*aS*,9*R*,10*R*,11*S*)-2,9-bis(3,5-dihydroxyphenyl)-3,5-dihydroxy-11-(4-hydroxybenzyl)-1,10,12-tris(4-hydroxyphenyl)-5*a*,9,10,11-tetrahydro-1*H*-diindeno[7,1-*bc*:4',5'-*f*]oxepin-8(2*H*)-one.

Occurrence of non-heterocyclic resveratrol tetramer in *Vatica chinensis*

Tetsuro Ito^{***} and Munekazu Iinuma^{*}

^{*} *Gifu Pharmaceutical University*

^{**} *Gifu Prefectural Research Institute for Health and Environmental Sciences*

Phytochemistry Lett., 15, 37-41 (2016)

A resveratrol tetramer, vaticanol L, was isolated from the stem of *Vatica chinensis* (Dipterocarpaceae). The structure was identified on the basis of spectroscopic evidence including correlations in 2D-NMR (DQF-COSY, HMQC, HMBC, and NOESY) and absolute configuration elucidated from circular dichroism data. This is the first report on oligostilbenoids that shows the occurrence of a resveratrol tetramer without a heterocyclic ring. Vaticanol L is a dimeric dimer that does not undergo a loss of hydroxy group during coupling. A biogenetic pathway to vaticanol L is proposed.

Absolute structure of resveratrol hexamers in Dipterocarpaceaeous plants

Tetsuro Ito^{***}, Yasumasa Hara^{*}, Yumiko Kubota^{***}, Ryuichi Sawa^{***}, and Munekazu Iinuma^{*}

^{*} *Gifu Pharmaceutical University*

^{**} *Gifu Prefectural Research Institute for Health and Environmental Sciences*

^{***} *Institute of Microbial Chemistry (BIKAKEN), Tokyo*

Tetrahedron, 72, 891-899 (2016)

A resveratrol hexamer (vaticanol M) and two *O*-glucosides of vaticanol M (vaticasides E and F) and an epimer of vaticaside E (vaticaside G) were isolated from three *Vatica* species—*V. bantamensis*, *V. chinensis*, and *V. albiramis*. We found similar NMR features and property from the spectra of vaticasides E and F isolated from the two species *V. bantamensis* and *V. chinensis*, which enabled the structural elucidation of vaticanol M after complete assignment and hydrolysis. Relative configuration determination of highly condensed oligostilbenoid (HCS) bearing C–C bonds between oligostilbenoid-building blocks requires an exact understanding of conformation, which can be examined by ROESY experiments and supported by VT-NMR, with a conformational search performed by a MacroModel module and anisotropy. The absolute configurations were conclusively determined based on circular dichroism data. The isolation of vaticanol M and vaticasides E-G is the first instance of HCSs bearing a 3-(3,5-dihydroxyphenyl)-4,6-dihydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-2,3-dihydro-1*H*-inden-1-yl(4-hydroxyphenyl) methyl group.

Burst suppression electroencephalogram with mushroom poisoning, *Amanita pantherina*

Yuka Ogawa^{*}, Hiromasa Sato^{*}, Motoyoshi Yamamoto^{**}, Hiroyuki Tada^{***}, and Takao Hashimoto^{*}

^{*}Department of Neurology, Aizawa Hospital

^{**}Department of Emergency Medicine, Aizawa Hospital

^{***}Gifu Prefectural Research Institute for Health and Environmental Sciences

Epilepsy & Behavior Case Reports, 4, 82-83 (2015)

We report on a patient with *Amanita pantherina* poisoning who showed a burst suppression pattern on electroencephalography during a comatose state. The patient recovered without sequelae a week after ingestion. Burst suppression pattern is defined as alternating bursts and periods of electrical silence, and it is associated with comatose states of various causes. The major toxins contained in *A. pantherina* are ibotenic acid, an excitatory amino acid at the glutamate receptors, and muscimol, an agonist of the gamma-aminobutyric acid receptors. Alteration of the synaptic transmission in the central nervous system by these toxins may lead to a burst suppression pattern.

Escherichia coli O-Genotyping PCR: a Comprehensive and Practical Platform for Molecular O Serogrouping

Atsushi Iguchi^{*}, Sunao Iyoda^{**}, Kazuko Seto^{***}, Tomoko Morita-Ishihara^{**}, Flemming Scheutz^{****},
Makoto Ohnishi^{**}, Pathogenic *E. coli* Working Group in Japan^{*****}

^{*}Faculty of Agriculture, University of Miyazaki, Miyazaki, Japan

^{**}National Institute of Infectious Diseases, Tokyo, Japan

^{***}Osaka Prefectural Institute of Public Health, Osaka, Japan

^{****}Statens Serum Institut, Copenhagen, Denmark

^{*****}Members of Pathogenic *E. coli* Working Group in Japan include

Gifu Prefectural Research Institute for Health and Environmental Science, Kakamigahara, Japan

J. Clin. Microbiol. 53 (8), 2427-2432(2015)

The O serogrouping of pathogenic *Escherichia coli* is a standard method for subtyping strains for epidemiological studies and enhancing phylogenetic studies. In particular, the identification of strains of the same O serogroup is essential in outbreak investigations and surveillance. In a previous study, we analyzed the O-antigen biosynthesis gene cluster in all known *E. coli* O serogroups. Based on those results, we have arranged 162 PCR primer pairs for the identification or classification of O serogroups. Of these, 147 pairs were used to identify 147 individual O serogroups with unique O-antigen biosynthesis genes, and the other 15 pairs were used to identify 15 groups of strains (Gp1 to Gp15). Each of these groups consisted of strains with identical or very similar O-antigen biosynthesis genes, and the groups represented a total of 35 individual O serogroups. We then used the 162 primer pairs to create 20 multiplex PCR sets. Each set contained six to nine primer pairs that amplify products of markedly different sizes. This genetic methodology (*E. coli* O-genotyping PCR) allowed for comprehensive, rapid, and low-cost typing. Validation of the PCR system using O-serogroup references and wild strains showed that the correct O serogroups were specifically and accurately identified for 100% (182/182) and 90.8% (522/575) of references and wild strains, respectively. The PCR-based system reported here might be a promising tool for the subtyping of *E. coli* strains for epidemiological studies as well as for the surveillance of pathogenic *E. coli* during outbreaks.

2 学会等発表

【寄稿(解説)】ポドフィルム根に秘められたアポルフィンアルカイドの産生能

伊藤哲朗 (岐阜県保健環境研究所)
ファルマシア, 51, 890(2015)

○危険ドラッグおよびその代謝産物解析技術の確立ー危険ドラッグ蔓延防止に向けた岐阜県における試みー

北市清幸¹, 高橋ひかり^{1, 2}, 古川諒一^{1, 2}, 曾田翠¹, 神山恵理奈², 多田裕之², 筑本貴郎², 伊藤哲朗² (¹岐阜薬科大学, ²岐阜県保健環境研究所)
第19回活性アミンに関するワークショップ, 2015年8月, いわき市

○ Structure elucidation of resveratrol octamers: chiroptical properties and absolute configuration

Tetsuro Ito^{1,2}, Hiromi Ito², Tatsuo Nehira³, Ryuichi Sawa⁴, Munekazu Iinuma² (¹Gifu Prefectural Research Institute for Health and Environmental Sciences, ²Gifu Pharmaceutical University, ³Hiroshima University, ⁴Institute of Microbial Chemistry (BIKAKEN), Tokyo)
Inaugural Symposium of the Phytochemical Society of Asia 2015, Aug., Tokushima.

○浴槽水のレジオネラ属菌迅速検査法に関する検討について

酢谷奈津 (岐阜県保健環境研究所)
平成27年度全国公衆衛生獣医師協議会調査研究発表会, 2015年9月, 東京都

○岐阜県内入浴施設におけるレジオネラ属菌検出状況

酢谷奈津 (岐阜県保健環境研究所)
平成27年度地方衛生研究所全国協議会東海北陸支部環境保健部会, 2014年9月, 富山市

○ LC-MS/MS を用いた農産物中残留農薬の一斉試験法の開発: 酸性農薬を含む一斉試験法

南谷臣昭, 永井宏幸, 坂本友佳, 後藤黄太郎 (岐阜県保健環境研究所)
第110回日本食品衛生学会学術講演会, 2015年10月, 京都市

○黄色ブドウ球菌食中毒事例における分子疫学解析の検討

水野卓也, 小山由美子, 奥田智子, 後藤黄太郎 (岐阜県保健環境研究所)
第36回日本食品微生物学会学術総会, 2015年11月, 川崎市

○岐阜県における危険ドラッグ対策について

筑本貴郎¹, 神山恵理奈¹, 多田裕之¹, 堀内正², 伏屋明彦³, 居波慶春⁴, 有川幸孝⁴, 伊藤哲朗¹ (¹岐阜県保健環境研究所, ²岐阜県立多治見病院, ³岐阜保健所, ⁴岐阜県薬務水道課)
第48回東海薬剤師学術大会, 2015年11月, 四日市市

○ LC-MS/MS によるキノコ中のイボテン酸及び魚類中のテトロドトキシン迅速分析法

多田裕之, 筑本貴郎, 神山恵理奈, 永井宏幸, 伊藤哲朗 (岐阜県保健環境研究所)
第52回全国衛生化学技術協議会年会, 2015年12月, 静岡市

○岐阜県における異物検査体制の構築

丸山友美, 林典子, 遠藤利加, 平岡久子, 後藤黄太郎 (岐阜県保健環境研究所), 大川香織 (岐阜県工業技術研究所)
第52回全国衛生化学技術協議会年会, 2015年12月, 静岡市

○ LC-MS/MS を用いた黄色ブドウ球菌エンテロトキシン類の分析法開発

永井 宏幸, 小山 由美子, 水野 卓也, 奥田 智子, 南谷 臣昭, 坂本 友佳, 後藤 黄太郎 (岐阜県保健環境研究所), 第52回全国衛生化学技術協議会年会, 2015年12月, 静岡市

○ LC-MS/MS による健康食品中の医薬品成分分析法

多田裕之, 筑本貴郎, 神山恵理奈, 伊藤哲朗 (岐阜県保健環境研究所)
平成27年度地方衛生研究所全国協議会東海・北陸支部衛生化学部会, 2016年2月, 岐阜市

○危険ドラッグからの麻薬5-fluoro PB-22の検出とその異性体分析

神山恵理奈, 多田裕之, 筑本貴郎, 伊藤哲朗 (岐阜県保健環境研究所)
平成27年度地方衛生研究所全国協議会東海・北陸支部衛生化学部会, 2016年2月, 岐阜市

○**地衛研、大学、ナショナルセンターの連携による合成カンナビノイド代謝物の同定と活性の解析**

古川諒一^{1, 2}, 高橋ひかり^{1, 2}, 神山恵理奈¹, 多田裕之¹, 曾田翠², 筑本貴郎¹, 北市清幸², 舩田正彦³, 伊藤哲朗¹ (¹岐阜県保健環境研究所, ²岐阜薬科大学, ³国立精神・神経医療研究センター 精神保健研究所)

平成 27 年度地方衛生研究所全国協議会東海・北陸支部衛生化学部会, 2016 年 2 月, 岐阜市

○**岐阜県東濃地区で発生したキノコ中毒事例への対応について**

永井宏幸, 多田裕之, 坂本友佳, 南谷臣昭, 後藤黄太郎 (岐阜県保健環境研究所) 平成 27 年度地方衛生研究所全国協議会東海・北陸支部衛生化学部会, 2016 年 2 月, 岐阜市

○**浴槽水のレジオネラ属菌迅速検査法に関する検討について**

酢谷奈津 (岐阜県保健環境研究所)
平成 27 年度日本獣医師会獣医学術大会年次大会 (日本獣医公衆衛生学会), 2016 年 2 月, 秋田市

○**岐阜県におけるカルバペネム耐性菌腸内細菌科細菌検出状況について**

野田万希子 (岐阜県保健環境研究所)
平成 27 年度地方衛生研究所全国協議会東海・北陸支部微生物部会, 2016 年 3 月, 名古屋市

○**岐阜県における平成 27 年食中毒発生状況及び腸管系病原細菌検出状況**

小山由美子 (岐阜県保健環境研究所)
平成 27 年度地方衛生研究所全国協議会東海・北陸支部微生物部会, 2016 年 3 月, 名古屋市

○**岐阜県におけるノロウイルスの検出状況**

水野卓也 (岐阜県保健環境研究所)
平成 27 年度地方衛生研究所全国協議会東海・北陸支部微生物部会, 2016 年 3 月, 名古屋市

○**岐阜県におけるインフルエンザの流行 (2015/2016 シーズン)**

西岡真弘 (岐阜県保健環境研究所)
平成 27 年度地方衛生研究所全国協議会東海・北陸支部微生物部会, 2016 年 3 月, 名古屋市

○**危険ドラッグに含まれるカチノン系化合物の識別**

神山恵理奈¹, 筑本貴郎¹, 多田裕之¹, 北市清幸², 堀内正³, 伊藤哲朗¹ (¹岐阜県保健環境研究所, ²岐阜薬科大学, ³岐阜県立多治見病院)
日本薬学会第 136 年会, 2016 年 3 月, 横浜市

○**LCMS-IT-TOF を用いた危険ドラッグ成分 AMB における代謝物の同定**

古川諒一^{1, 2}, 高橋ひかり^{1, 2}, 神山恵理奈², 多田裕之², 伊藤哲朗², 曾田翠¹, 北市清幸¹ (¹岐阜薬科大学, ²岐阜県保健環境研究所)
日本薬学会第 136 年会, 2016 年 3 月, 横浜市

3 受賞・表彰

○野田万希子

平成 27 年度地方衛生研究所全国協議会東海・北陸支部長表彰 (2015 年 6 月)

○酢谷奈津

平成 27 年度全国公衆衛生獣医師協議会調査研究発表会最優秀課題 (2015 年 9 月)