

ぶんせき ⑤

Bunseki 2021

The Japan Society for Analytical Chemistry



日本分析化学会

<http://www.jsac.jp>

LC-CollectIR

LC-CollectIRは、高い効率でHPLCやGPCで分離された成分から移動相溶媒を蒸発させ溶質成分のみをFTIR用の「Geディスク」またはPyroGC/MS用の「熱分解試料カップ」へ捕集するシステムです。

クロマトグラフィーにより分離された混合物の各成分についてオフラインでの測定が可能になります。FT-IR分光測定により簡単に迅速な分子量分布における共重合体の組成変化解析や、PGC/MSによる構造解析の研究に最適です。

従来の分取法と比べ、大幅な時間短縮とコストの削減が可能になります。



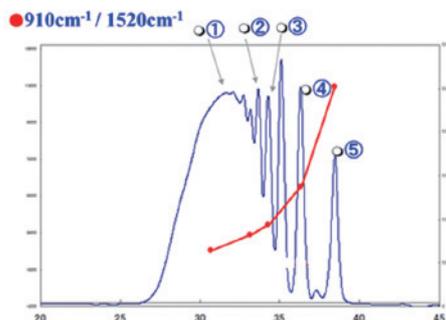
応用例

- 混合物の分離と各成分の簡単に迅速な構造解析
- 樹脂の末端や内部構造の推定
- 分子量分布における、共重合体の組成変化
- 分子量が近似した物質の分子構造の区別
- 微細構造解析および樹脂の混合系の判別
- 簡易分取装置としての利用

GPC-IR測定

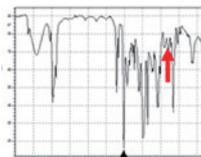
BPA型エポキシ樹脂のFTIRによる組成分析

本システムでは、GPCフラクション毎の赤外スペクトルを測定可能です。得られたスペクトルから官能基の比等をクロマトグラムにオーバーラップさせた解析も可能です。

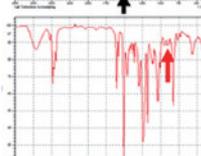


各ピークのFT-IRスペクトル

○ピーク①

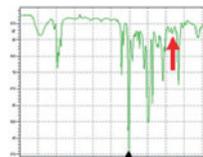


○ピーク②

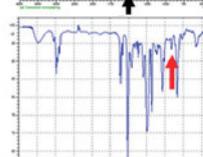


→ ○ 芳香環
→ ○ エポキシ基

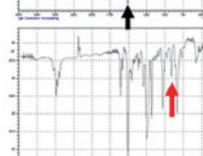
○ピーク③



○ピーク④



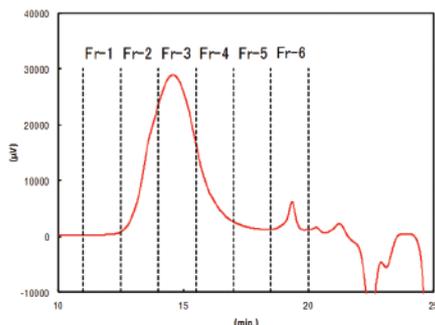
○ピーク⑤



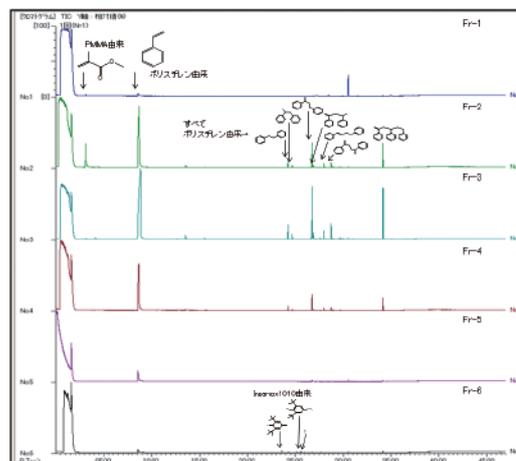
GPC-PyroGC/MS測定

ポリマーブレンドと添加剤の測定

GPCからのフラクションを熱分解装置用試料カップにトラップする事で、GPCの溶出時間ゾーン毎にPyroGC/MS測定が可能となります。得られたスペクトルの解析により、使用されているポリマーの種類や割合が解ります。また、数%程しか使用されていない添加剤の特定も可能です。



RIのクロマトグラムとフラクションゾーン



各分取フラクションの熱分解GC/MS結果

走査型プローブ顕微鏡/原子間力顕微鏡
Scanning Probe Microscope/Atomic Force Microscope

SPM-Nanoa™

あなたの「観たい」を叶えます



STANDBY

PROBE

SAMPLE



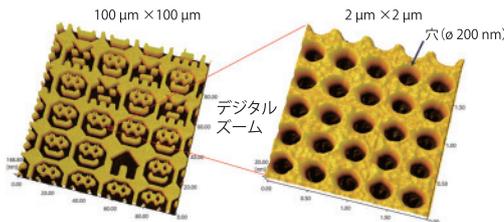
1| 自動観察 レーザーの光軸調整と観察中の条件設定、画像処理を自動化



従来のSPMでは慣れが必要だった光軸調整と観察中の条件設定、画像処理を自動化することで、ストレスフリーな観察をサポートします。

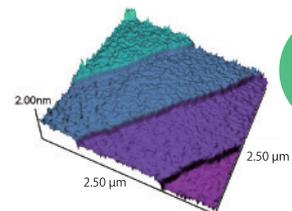
操作の流れを動画で体験 ▲

2| 高機能 8K画像で高解像度広域観察



3| 時間短縮 ハイスループット観察

TiO₂の原子ステップ観察



観察時間
約25秒*

* 観察時間は観察条件によって異なります。

新発売!

ELGA  VEOLIA

水道直結型超純水装置

PURELAB Quest

- 1日 10 ℓ 程度の超純水ユーザーに最適
- タンク水循環で常に水質を維持
- 便利な採水量設定機能付

イオンクロマト、ICP などの分析に最適

PURELAB Quest 1 (RO/DI)
¥585,000

さらに HPLC などの微量有機物分析にも最適

PURELAB Quest 2 (RO/DI/UV)
¥610,000

水道につなぐだけで
超純水が採水可能 (JIS K0557 A4 グレード)

低ランニングコスト

- 年間のコストは 10 万円程度 (Quest 1、1日 5 ℓ 使用時)
- RO カートリッジは 3 年ごとの交換で OK
- 超純水カートリッジは使用量に応じて交換 (1日 5 ℓ 使用で 1 年が交換目安)*
※ 供給水の水质により変わります

性能は最高グレード

- 1.2 ℓ / 分の高流量で超純水が採水できます
- タンク内の水を定期的に循環させて水質を維持します
- 185 nm UV ランプにより残存有機物を TOC 5 ppb 以下まで低減 (Quest 2)



1.2 ℓ / 分の高流量で
採水できます

操作も簡単

- ディスプレイ上部のボタンを押すだけで超純水が採水可能
- 100 ml ~ 7 ℓ (タンク水残量まで) の採水量設定機能付き
- 超純水カートリッジはワンタッチで交換
- UV ランプの交換もネジを 2 つ外して差し替えるだけ

省スペース

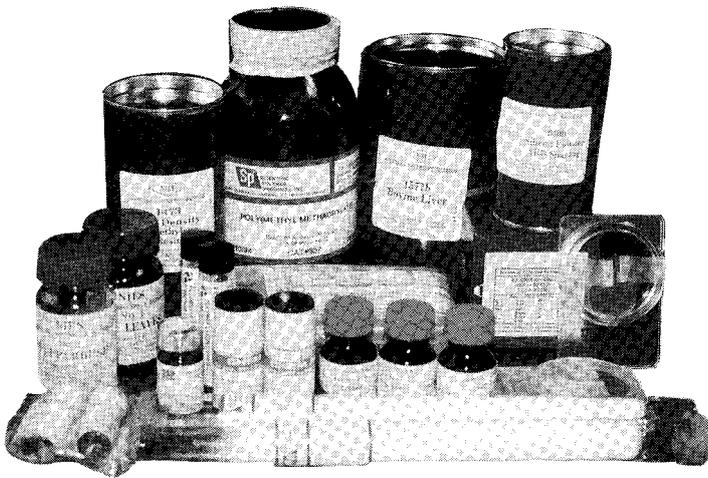
- B4 サイズの設置スペースで OK
- コンパクトなボディに 7 ℓ タンクと RO 膜、超純水カートリッジを収納
- TOC 低減 UV ランプを内蔵 (Quest 2)

ヴェオリア・ジェネッツ株式会社 エルガ・ラボウォーター事業部

お問い合わせ 〒108-0022 東京都港区海岸 3-20-20 ヨコソーレインボータワー
e-mail : jp.elga.all.groups@veolia.com http://www.elgalabwater.com

ELGA は Veolia Water の実験室用水の国際ブランド名です。PURELAB は ELGA LabWater の商標および技術です。記載の価格には消費税は含まれておりません。

標準物質



標準物質とは

分析機器の校正、性能向上
分析技術の進歩、確立
分析対象物の値づけ

に用いられます。

より正確な分析データを求めるには、高い信頼性のある標準物質を御使用下さい。

標準物質は以下の分野に数多くあります。

- | | | |
|------------|-------------|----------|
| ・環境、生体、食物 | ・ガラス、セラミックス | ・粘度、密度 |
| ・石炭、石油(燃料) | ・有機、無機分析 | ・比表面積、粒径 |
| ・残留農薬 | ・薬局方試料、臨床化学 | ・X線分析各種 |
| ・金属、鉱石、鉱物 | ・抗血清 | ・放射能、核物質 |
| ・ガス分析 | ・高分子(ポリマー) | ・光学分析各種 |
| ・安定同位体 | ・熱分析各種 | ・度量衡 |

☆世界の代表的な標準物質製造・作成者一覧☆

NIST(NBS)/NATIONAL INSTITUTE OF STD. & TEC.	標準物質一般
LGC/LABORATORY OF THE GOVERNMENT CHEMIST.	標準物質一般
BCR/COMMUNITY BUREAU OF REFERENCE	標準物質一般
BAS/BUREAU OF ANALYSED SAMPLES LTD.	金属
SP ² /SCIENTIFIC POLYMER PRODUCTS INC.	ポリマー
PL/POLYMER LABORATORIES LTD.	ポリマー
μM/MICRO MATTER CO.	けい光X線用薄膜
IAEA/INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY	生体・環境
NANOGEN/NANOGENS INTERNATIONAL	農薬(溶液、原体)
CANMET/CANADA CENTRE FOR MINERAL & ENERGY TEC.	鉱石・鉱物
NRCC/NATIONAL RESEARCH COUNCIL CANADA	水質環境用標準物質
ONL/OAK RIDGE NATIONAL LABORATORY	安定同位体
KENT/KENT LABORATORYS	抗血清
DSC/DUKE SCIENTIFIC CORPORATION	球型、表面積
EP/EUROPEAN PHARMACOPOEIA	医薬品
USP/U.S.P. REFERENCE STANDARDS	医薬品
BP/BRITISH PHARMACOPOEIA	医薬品
NIES/国立環境研究所	環境・生体

ここに記載されている他にも、多数の標準物質を取り扱っております。
カタログ及び資料希望、お問い合わせについて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

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、分析者の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が出来ます。

年々、化学物質の通関は非常に厳しくなっており、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ます。また、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、ノウハウを活かし、輸入の代行をいたします。

〈当社取り扱い技能試験提供機関〉

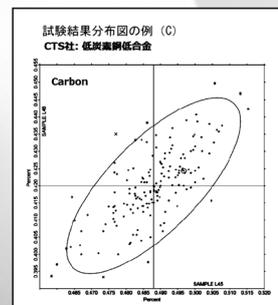
- ・CTS(アメリカ)
- ・NIL(中国)
- ・LGC(イギリス)
- ・iis(オランダ)
- ・PTP(フランス)

〈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

〈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



LGC製

New 新型コロナウイルス (COVID-19、SARS-CoV-2) 技能試験代行サービス

核酸増幅検査のSARS-CoV-2 (COVID-19) 検出で使用する技能試験サンプルをLGCにて提供いたします。

サンプルは非感染性で、オープンリーディングフレーム (ORF1a)、RNA依存性RNAポリメラーゼ (RdRp)、E (エンベロープ)、N (ヌクレオカプシド) またはS (スパイク) などのコンセンサス遺伝子配列領域を対象とした分子アッセイに適しています。世界中でCOVID-19 の検査方法が急増する中、技法試験を含む外部の品質保証ツールを用いて、研究室で行われる検査方法および検査結果の信頼性や正確性を確立する必要があります。

■測定項目	■サンプル供給	■日程(2021年)
SARS-CoV-2 分子PCR	2本 × 1.5ml 溶液	1/25、3/29、5/24、7/26、9/27、11/29
SARS-CoV-2 抗原	3本 × スワブ容器	1/25、3/29、5/24、7/26、9/27、11/29
抗 SARS-CoV-2 抗体	2本 × 0.75ml 血漿溶液	7/26、9/29、11/29

※詳しい詳細などは随時お問合せ下さい

米国SPEX製

New VOCs揮発性有機化合物76混合溶液

米国認証標準物質生産者であるSPEX製の汎用76種VOC混合溶液です。

2021/4/1開始の中国VOCs (インク中の揮発性有機化合物) 規制にも対応しております。

- 型番: 8260-BIG-MIX
- 濃度: 2,000 PPM
- 容量: 1MLアンプル マトリクス: メタノール-P&T
- 種類: お問い合わせ下さい



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

Muromac[®]

イオン交換・吸着・濾過

MUROMACHI CHEMICAL

column

ムロマック[®]ミニカラム

ムロマック[®]ミニカラムはカラムと液溜槽がポリプロピレンにより一体成型されていて、丈夫で耐薬品性に優れています。小さなカラムながら濾槽が効率良く試料中の物質を吸着できるように設計されており、リークやテーリングの少ない精度の高いクロマトグラフィーが可能です。

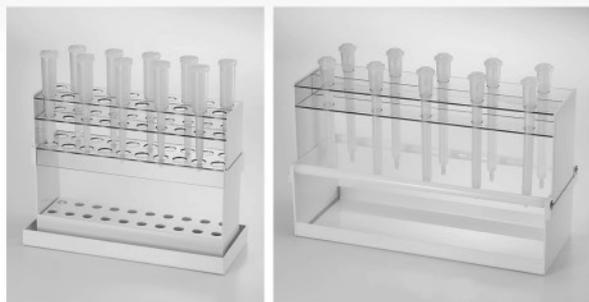


種類	内径(mm)	長さ(mm)	容量(mL)	液溜槽容量(mL)
S	5.0~5.5	50	1.0	8.0
M	6.5~8.5	58	2.5	10.0
L	10.0~11.0	118	10.0	5.0*1

*1. 連結キャップを使って50mL注射器を接続すると便利です。

ムロマック[®]ミニカラムスタンド

カラムSまたはM用のスタンドは、直径15~16.5mm、長さ100~165mmの試験管を20本立てることができます。カラムL用スタンドのトレイには100mLのビーカー又は三角フラスコを10個並べることができます。



種類	横(cm)	縦(cm)	高さ(cm)	立数
S・M共用	26.5	7.0	20.5	20本
L用	36.5	14.5	22.5	10本

ムロマック[®]ガラスカラム

ムロマック[®]ガラスカラムはガラス製で耐薬品性に優れ、鮮明にイオン交換反応を可視化します。イオン交換樹脂の初期検討後、樹脂量を多くして使用することでより正確なデータを取ることが可能です。枝管付きタイプはムロマック分液ロートを使用することで液枯れしません。また、ライフ試験など樹脂層高を上げて試験を行う場合は細長カラムを使用することで正確なデータを取得できます。



種類	横(cm)	縦(cm)	容量(mL)
S	8	28	30.0
M	8.5	32.5	100.0
ロング	5	43	40.0

ムロマック[®]分液ロート

【各ガラスカラム対応】



種類	容量(mL)
S	500
M	1000

お問合せ先

室町ケミカル株式会社 <http://www.muro-chem.co.jp>

【東京】TEL. 03-3525-4792 【大阪】TEL. 06-6393-0007 【本社】TEL. 0944-41-2131


MUROMACHI CHEMICALS INC.
室町ケミカル株式会社

New

高いパフォーマンスと使いやすさの両立

Spectrofluorometer/分光蛍光光度計

FP-8050 series



感度 Supreme

- クラス最高レベルの感度
- 自動高次光カットフィルター
- 正確で簡単なスペクトル補正
- 検出感度の自動調整

簡単 Smart

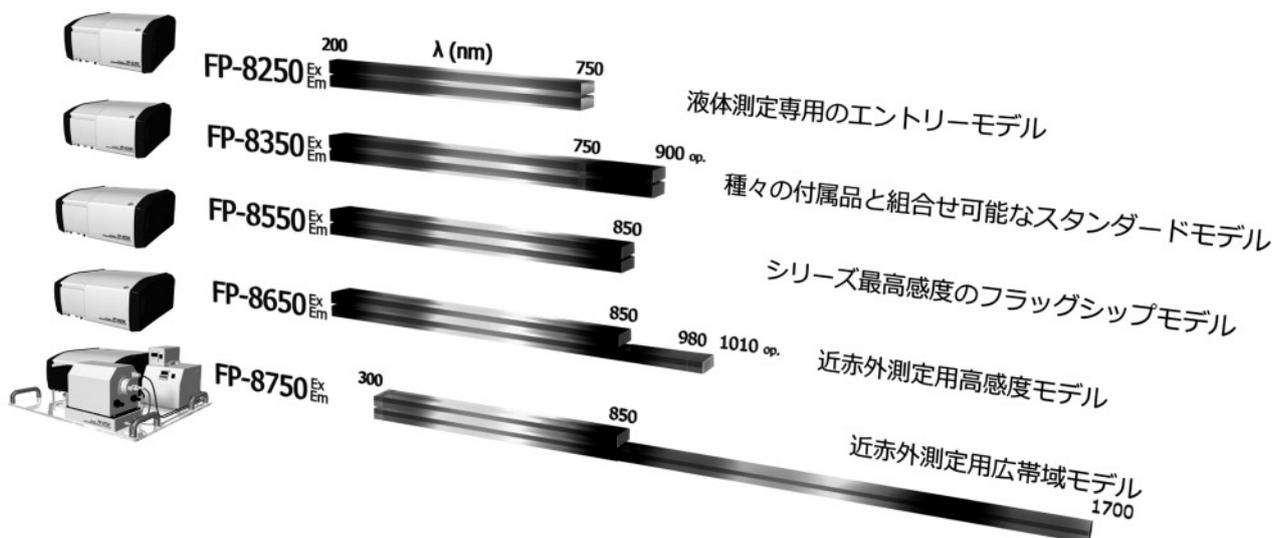
- シンプルなユーザーインターフェース
- 簡単・便利な付属品自動認識機構
- 充実した測定支援機能

管理 Support

- 装置の状態を日常的に管理
- 装置使用状況を自動で記録
- 新規採用の長寿命 Xe ランプ



FP-8050シリーズは用途に応じて5機種からお選びいただけます。



光と技術で未来を見つめる

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

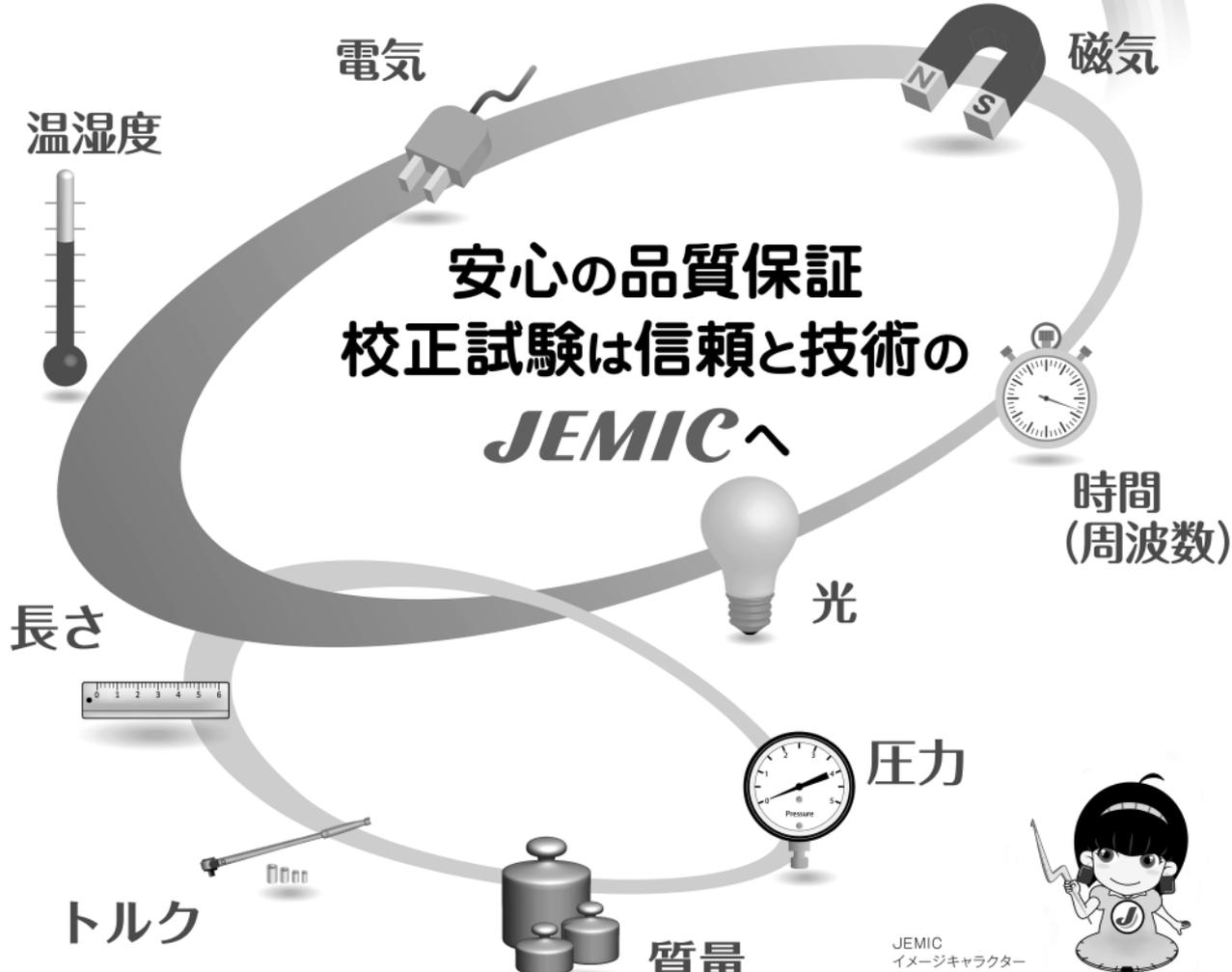
<https://www.jasco.co.jp>

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仕様は、
改善のため予告なく変更することがあります。



JEMIC
イメージキャラクター
「ミクちゃん」

企業ニーズに応えるネットワークと、
永年にわたる研究を基盤とする実績。
校正試験のことなら、
JEMICにご相談ください。

不確かさセミナー

分析化学における不確かさ研修プログラム

“楽しく簡単に解りやすく” 解説！
豊富な演習問題で理解度アップ！
複数の講師が受講者をサポート！
“不確かさ” 小冊子も謹呈中！



- ▶ **JEMIC** では、「知っておきたい不確かさの評価法 応用編」、「不確かさ評価に必要な統計的手法」、「質量計の校正と不確かさ評価」、「ISO/IEC 17025:2017内部監査員研修」など、多彩なセミナーを開催しています。
- ▶ 受講された方には、受講証明書を発行しますので、是非、初任者研修など、社員教育にご利用ください。

標準器・計測器の校正試験については下記へお問い合わせください

日本電気計器検定所 <https://www.jemic.go.jp/>

■校正試験実施・窓口

本 社	〒108-0023 東京都港区芝浦4-15-7	Tel.(03)3451-6760	Fax.(03)3451-6910
中 部 支 社	〒487-0014 愛知県春日井市気噴町3-5-7	Tel.(0568)53-6336	Fax.(0568)53-6337
関 西 支 社	〒531-0077 大阪市北区大淀北1-6-110	Tel.(06)6451-2356	Fax.(06)6451-2360
九 州 支 社	〒815-0032 福岡市南区塩原2-1-40	Tel.(092)541-3033	Fax.(092)541-3036

■JEMIC のネットワーク・代表電話

本 社 (03)3451-1181 中 部 支 社 (0568)53-6331 関西支社京都事業所 (075)681-1701 九 州 支 社 (092)541-3031
 北海道支社 (011)668-2437 北 陸 支 社 (076)248-1257 中 国 支 社 (082)503-1251 沖 縄 支 社 (098)934-1491
 東 北 支 社 (022)786-5031 関 西 支 社 (06)6451-2355 四 国 支 社 (0877)33-4040

こんなカラムの差について ご存知ですか？

カラムサイズ選びのご提案

HPLCカラムには2φ、3φ、4.6φ、6φ、8φ、10φ、20φと内径に種類があります。カラム内径による使い分け方について、さまざまな選び方・活用法をご紹介します。

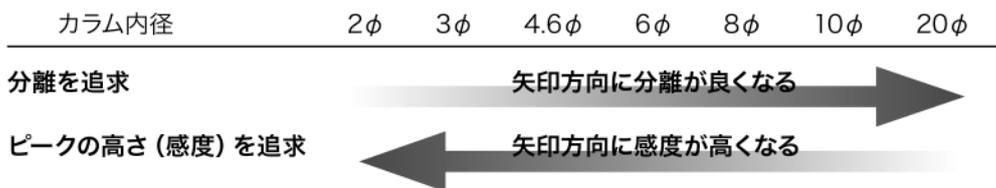
カラムの長さは、150mmより250mmの方が分離が良いのは当然です。内径4.6φと6φのカラムを体積比較すると、4.6φに比べて6φの体積は1.7倍になります。それは長さで表すと4.6φ×250mmに対して、**6φのカラムは4.6φ×425mm相当の体積**になりますので分離が優れていることが想像できます。

サンプルの分離を良くするには、カラム内径の大きさ4.6φより6φを選ぶ方が、またその上の8φを選ぶ方が良いです。

感度を良くするには、内径の小さい2φを選ぶとピークの高さ（感度）が上がります。

「えっ!？」カラムで感度が良くなるの?と思われるかもしれませんが、「分離を良くするか」「感度を良くするか」はカラム内径で選べます。弊社では30年前からさまざまなカラム内径の種類をそろえております。

■カラム内径と体積の比較（充填剤の粒径は同じ5μm）

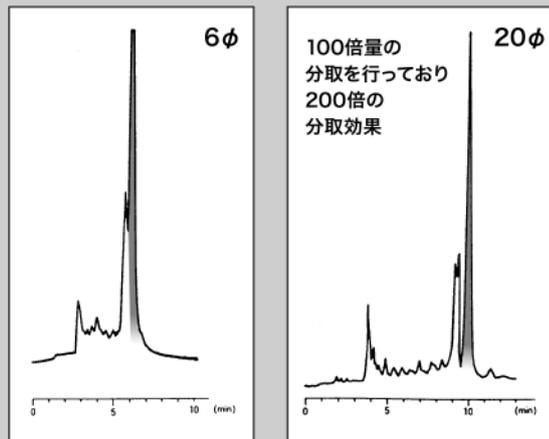


4.6φカラムの体積を「標準1」とした場合、2φは0.189、3φは0.425、6φは1.7、8φは3、10φは4.7倍となります。

あなたの仕事は、感度を優先しますか?分離を優先しますか?

・・・再現性を優先するならカラム恒温槽とオートサンプラーの使用がおすすめです。

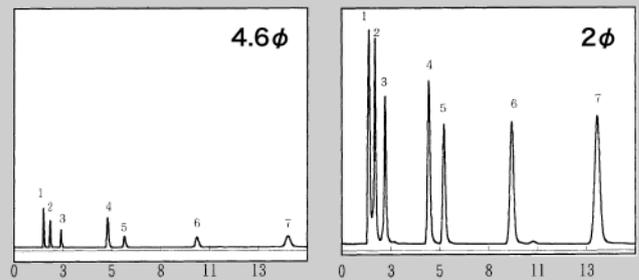
■6φと20φの分離と分取量比較



カラム：6φ×250mm
サンプル：抗生物質0.2mg

カラム：20φ×250mm
サンプル：抗生物質20mg

■4.6φと2φのピーク高さ（感度）比較



カラム：4.6φ×150mm
サンプルサイズ：1μl

カラム：2φ×150mm
サンプルサイズ：1μl

※ポンプ流速は、カラム内径倍率と比較し、ピークの溶出時間も同じになります。

くわしくは、弊社ホームページまたは下記までお問い合わせください。

センシュ科学

検索

をクリック。

一歩進んだ仕事がしたい

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

【ア行】

(株)アmenaテック…………… A5
 (株)エス・ティ・ジャパン…………… 表紙4
 エルガ・ラボウォーター…………… 表紙3

【サ行】

(株)島津製作所…………… 表紙2
 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…………… 目次裏

(株)センシュエ科学…………… A4

【ナ行】

日本電気計器検定所…………… A3
 日本分光(株)…………… A2
 日本分析工業(株)…………… A12

【ハ行】

ピー・エー・エス(株)…………… A9
 (株)日立ハイテク…………… A8
 フロンティア・ラボ(株)…………… A11

【マ行】

室町ケミカル(株)…………… A1
 製品紹介ガイド…………… A6~7

高周波溶融装置

ビード&フューズサンプラ



オートサンプラ機能搭載
TK-4500

高周波誘導加熱方式による
 蛍光 X 線分析用ガラスビードの作成や
 ICP や AA 分析用アルカリ融解処理を行う
 無機材料の前処理装置です。

- ・温度コントロールが容易で
 軽元素の飛散を抑え、難溶解物を溶融させます。
- ・卓上タイプとオートサンプラ機能を搭載した 2 機種
 のラインナップで研究開発部門から品質管理部門まで
 幅広くサポートします。



卓上タイプ TK-4100

* 白金ルツボ等の化学分析用白金製品の改鑄も承ります。

株式会社アmenaテック

〒224-0003 神奈川県横浜市都筑区中川中央 2-5-13 メルヴューサガノ 401
 TEL : 045-548-6049 / FAX : 0445-548-6179
 e-mail : info@amena.co.jp URL : http://www.amena.co.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」

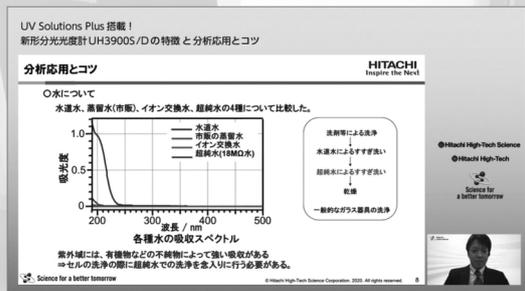


卓上顕微鏡の基本操作

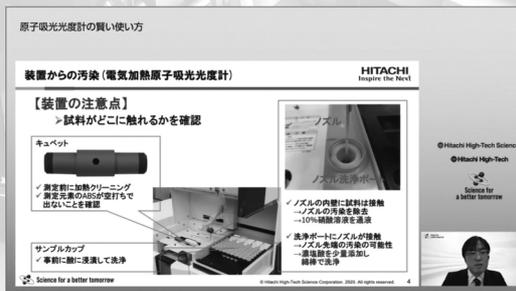


ICP発光分光分析装置の集光系メンテナンス

分析・観察のコツや製品の使い方などを解説「プレゼンテーション動画」



分光光度計の分析応用とコツ



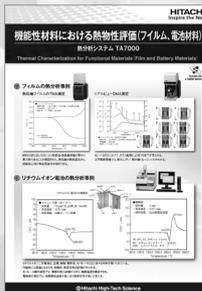
原子吸光度計の賢い使い方

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

BAS

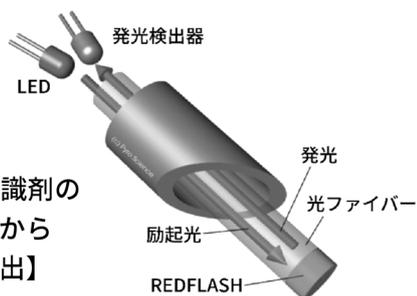
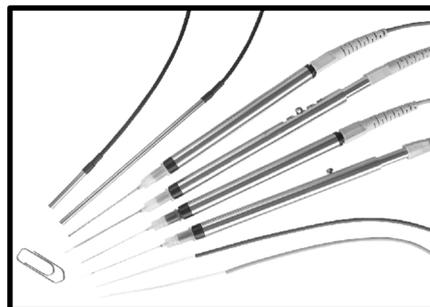
FireSting 酸素モニター

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



- 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
- チップ径：50 μm～3 mmのセンサーをラインナップ
- 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】



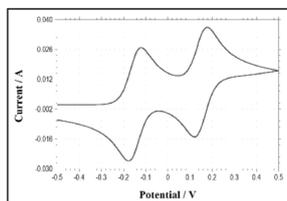
【センサー付きバイアル内部の酸素濃度を外側から測定可能】

分光電気化学測定

BAS SEC2020

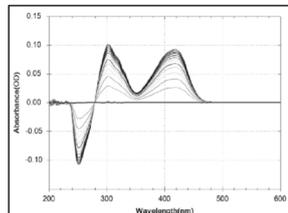


CV測定



※測定データはイメージです。

吸光度測定



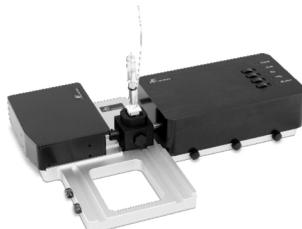
分光電気化学測定とは「分光法」と「電気化学的手法」を組み合わせた測定方法です。

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い合わせ下さい ⇒ E-mail: sp2@bas.co.jp

強極性 マジックケミソーパーPEG

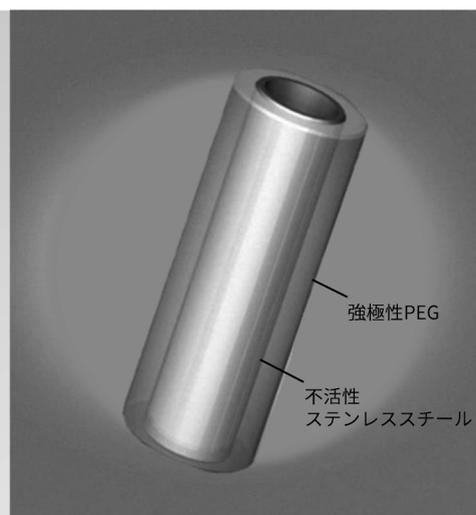
強極性のPEG（ポリエチレングリコール）を固定相とした熱脱着分析用の画期的な固相抽出素子です。アルコールやカルボキシル基を有する極性化合物に対して高い選択性を有します。

各社加熱脱着装置のサンプルチューブに対応する小型のマジックケミソーパーPEG（MC-PEG-S）を新たにご用意しました。

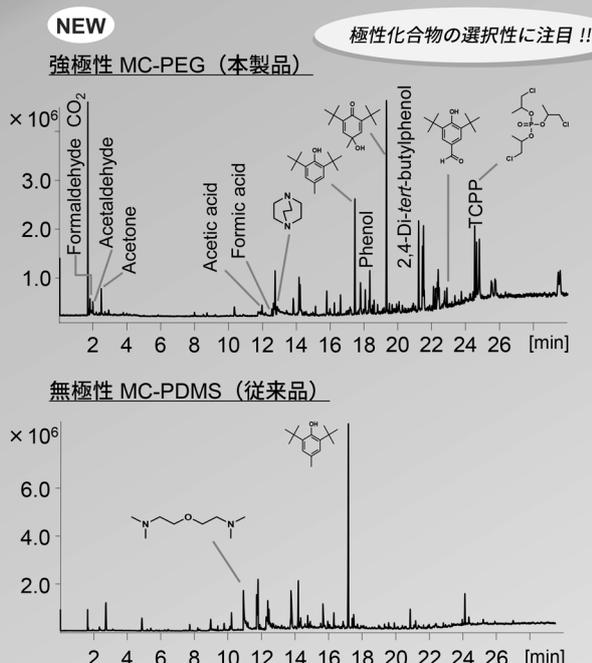
- 大容量の固相抽出素子
- 極性化合物への高い選択性
- 繰り返し使用可能
- 分析に応じた2種類のサイズ

【応用分野】

環境分析、食品分析、ポリマーの発生ガス分析 など



● 新車のおい分析例



仕様

	NEW MC-PEG-S	MC-PEG-L
長さ	10 mm	12.5 mm
外径	2.0 mm	3.2 mm
内径	1.4 mm	1.9 mm
膜厚	30 μm	
固定相	ポリエチレングリコール	
材質（芯）	不活性ステンレススチール	
最高使用温度	250 °C（He中）	

詳細情報はウェブサイトへ

- カタログ ●
- アプリケーション ●



フロンティア・ラボ 株式会社 www.frontier-lab.com/jp e-mail: info@frontier-lab.com

高性能の熱分解装置と金属キャピラリーカラムの開発・製品化に専念して、洗練された製品をお届けしています

キューリーポイントインジェクター JCI-77 **NEW**

GC/GCMS用 ポータブル熱分解/VOC導入装置

据付いらずで、GC/GCMSを選ばない。

ご好評のポータブルパイロライザーにNEWモデル登場!!
国内外どんなGC/GCMSでも、据付不要でご使用いただけます。



シリンジ感覚でGCに導入できます。

■ 熱分解導入

合成高分子や加硫ゴムなどを瞬間加熱し、GC/GCMSに分解生成物を導入。

Feature 1 ポータブル

シリンジと同じ動作で熱分解などの試料導入が可能。

Feature 2 定量性・再現性UP (熱分解試料導入時)

試料室温度を250℃にUPし、定量性・再現性がUP。(従来モデルは150℃max)

試料加熱温度:160~1,040℃(パイロホイル) の選択式。

■ 匂い・作業環境などのVOC導入(*2)

匂い・作業環境などのVOC分析が簡便。エアースンプラーJAS-50MPでmini-PAT(*1)に捕集し、JCI-77でGC/GCMSに導入するだけです。

Feature 3 定量性・再現性UP (VOC試料導入時)

試料加熱時間30秒maxとなり、脱着効率・導入効率がさらにUP。

(従来モデルは15秒max)

■ 発生ガスの導入(*3)

任意のサンプル等からの発生ガス分析に! 部品からの発生ガスにも

Feature 4 PFA捕集チャンバーも準備

任意のサンプルからの発生ガスも、PFA容器とフローコントローラ(流量調整器)を使って簡単捕集導入。



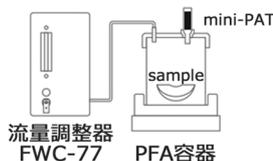
mini-PAT(*1)

Tenax GRを充填した試料管です。
大気捕集や発生ガス捕集に用います。



mini-PAT エアースンプラ JAS-50MP

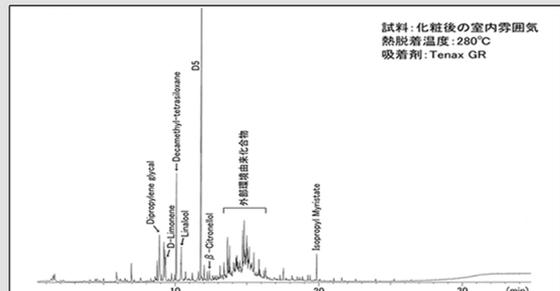
エアースンプラによる
大気捕集(*2)



流量調整器 FWC-77 PFA容器

PFA捕集チャンバーによる
発生ガス捕集(*3)

【室内雰囲気分析例】



試料:化粧後の室内雰囲気
熱脱着温度:280℃
吸着剤:Tenax GR

室内大気をエアースンプラーJAS-50MPを用いて、mini-PATに捕集し、GCMSで測定しました。化粧品やヘアコロン、制汗スプレー由来成分が検出されています。

実機でのデモンストレーションさせていただきます。お持ちのGC/GCMSでご評価ください。デモのご希望は下記までお願いします。なるべく早く対応させていただきます。

JAI 日本分析工業株式会社

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

ISO9001/14001

- 本社・工場 〒190-1213
- 大阪営業所 〒532-0002
- 名古屋営業所 〒465-0025

- 東京都西多摩郡瑞穂町武蔵208
- 大阪市淀川区東三国5-13-8-303
- 名古屋市名東区上社3-609-3D

- TEL 042-557-2331
- TEL 06-6393-8511
- TEL 052-709-5400

- FAX 042-557-1892
- FAX 06-6393-8525
- FAX 052-709-5403

JAI Japan Analytical Industry Co., Ltd.

高分子材料

佐藤 信之

1 はじめに

高分子材料はその機能に応じて主成分のポリマーの他に可塑剤、酸化防止剤などの様々な添加剤やフィラー、補強材などの無機化合物が配合され、複雑な組成となっていることが多い。そのため入手した高分子材料の組成把握のためには、図1に示すように、粗分離とクロマト分離による前処理（赤枠破線部分）により各構成成分に分離し、分離された成分を定性、定量する必要がある¹⁾。続いて機能発現に寄与していると推定される成分について分子量や反応性などの化学的特徴を調べることになる。構成成分への分離のための前処理には様々な方法があり、実際に作業を進めるうえで迷うことも多いかと思われるので、本稿では特に知っておくべき要素技術およびそれらの組合せ方を中心に概説する。

2 前処理を始める前に

当然のことながら、前処理の途中で試料が反応や変性してしまわないように、熱硬化性や光硬化性材料などの比較的不安定な試料については、前者は加熱を避ける、後者はUVカットライト下で作業するなど注意を払う必要がある。また、各種溶媒への溶解性確認、蛍光X線分析による構成元素の確認、赤外分光分析（IR）や核磁気共鳴スペクトル分析（NMR、溶解分のみで可）などによる化学構造および官能基の概要把握を行い、分

離手順を検討する。

3 粗分離について

目的に応じて様々な粗分離が必要であり、表1に粗分離を含む主な前処理操作について分類して示した。以下に詳細を述べる。

3.1 粉碎

添加剤を効率的に抽出したり、試料を分析装置に導入するためには試料を細かく粉碎する必要があるが、一般に高分子材料は弾性がありそのままでは粉碎は困難である。そこで液体窒素中（-195.8℃）で冷却しながら衝撃を加えて粉碎する凍結粉碎が有効である。図2に市販されている凍結粉碎機（一例）の写真と原理図を示す。試料はエンドプラグで両端を塞がれた筒の中にインパクター（棒磁石）とともに挿入され、凍結粉碎機内で筒ごと液体窒素で冷却される。冷却による凍結後、ACコイルを流れる電流の反転とともにインパクターが左右に動き、試料はインパクターとエンドプラグの間で何度も衝撃を受けながら粉碎される。ゴムのような粉碎されにくい試料も含めて数分間のうちにほぼ200メッシュ（1インチ当りの網目数）以下まで細かくすることができる²⁾。

3.2 溶解

高分子材料の主成分であるポリマーの溶解はノウハウが必要なことが少なくない。NMRによる化学構造の確

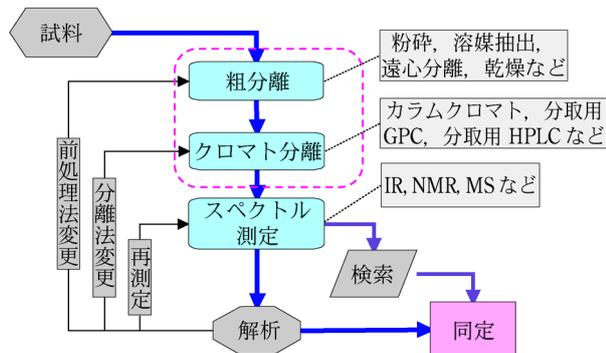


図1 高分子材料の組成分析の手順

表1 主な前処理操作

分類	具体的な操作
粉碎	乳鉢, ボールミル, 凍結粉碎
溶解	加温, 超音波照射
抽出	リフラックス, ソックスレー, 溶解再沈
濃縮・乾燥	風乾, 熱風乾燥, ガス吹付, 真空乾燥, 凍結乾燥, ロータリーエバポレーター
分離	液液分配 遠心分離, 超遠心分離 ろ紙, メンブレンフィルター, ガラスフィルター 限外ろ過, 透析, 分取 GPC (SEC) カラムクロマト, 分取 HPLC

Proper Pretreatment for Polymer Materials.

(a)



(b)

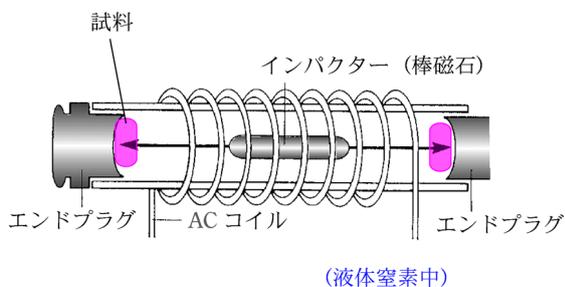


図2 凍結粉砕機による試料粉砕

(a) 市販の凍結粉砕機 (b) 粉砕原理図

表2 溶解のために特殊な溶媒を必要とするポリマーとその溶媒

ポリマー	溶 媒
ポリオレフィン	<i>o</i> -ジクロロベンゼン (要加熱)
ポリ塩化ビニル	テトラヒドロフラン (THF)
PET	トリフルオロ酢酸, ヘキサフルオロイソプロパノール (HFIP)
ナイロン	ギ酸, HFIP
ポリフッ化ビニリデン	<i>N</i> -メチルピロリドン (NMP), <i>N,N</i> -ジメチルホルムアミド (DMF)
ニトロセルロース	アセトン, 酢酸エチル

認のため、通常は重溶媒の安価なクロロホルム、メタノール、水のいずれかで溶解を試みるが、ポリマーはこれらの溶媒に溶解しないものも多く、その場合はポリマーごとに特殊な溶媒が必要である。特殊な溶媒例を表2に示すが、ポリマーごとの良溶媒を調べるには成書を参考にするるとよい³⁾⁴⁾。また、溶解時には加熱が必要な場合も多く、完全に溶解させるのに長時間を要する場合も少なくない。

3・3 抽出

3・3・1 抽出溶媒の選択

抽出溶媒は抽出しようとする化合物とそれを含むポリマーの両方に適した溶媒を選択する必要がある、目的成分を溶解し、ポリマーを溶解しないが、ポリマー中に浸透できる溶媒でなければならない。たとえばポリプロピレン (PP) 中の添加剤の抽出にメタノールを用いてもメタノールはPPと極性が大きく異なるためPPへの浸透は難しく抽出効率は低くなってしまふ。そこでメタノールにより低極性なクロロホルムを添加するとPPへ浸透しやすくなり抽出効率が向上する。このように抽出溶媒とポリマーの極性が大きく異なる場合は混合溶媒を用いると有効であることが多い。また、抽出は高温で行うほど抽出効率が向上するが、一般的に高沸点溶媒を用いると抽出溶液の濃縮が困難となるので注意が必要である。さらに、溶媒には不揮発性の不純物が存在するので、できるだけ不純物の少ない溶媒を用いて抽出を行うことが重要である。特に、微量成分を分析するときには残留農薬分析用などの高純度溶媒を使用する。不純物ではないが安定剤が入っている溶媒も少なくない。たとえばクロロホルムには通常エタノールが安定剤として0.5%ほど含まれているため、抽出時に抽出物の一部が反応してしまうことがある。そのため蒸留して用いるか、安定剤を確認したうえで安定剤入りの溶媒を用いるようにしたい。なお、抽出に用いる溶媒が選択可能な場合は、その後のIRやNMRのスペクトル測定において目的成分と吸収が重ならない溶媒を用いることも大切である。

3・3・2 抽出方法の選択

抽出は試料を溶媒に浸漬して行うが、室温では抽出効率が低く、抽出平衡まで時間がかかる。そのため一般的には抽出効率を向上させるため溶媒に超音波を照射したり、溶媒を加熱して抽出を行う。超音波照射による抽出は未硬化エポキシなどの熱で反応してしまう試料の場合には有効な方法である。一方、加熱による抽出はリフラックス抽出とソックスレー抽出が汎用されている。リフラックス抽出は還流冷却管を接続したフラスコ中で直接煮沸抽出する方法で、迅速・簡便だが抽出平衡に達してしまうと、それ以上は抽出されなくなるため抽出効率に限界があり注意が必要である。これに対して、ソックスレー抽出は図3に示すような専用のガラス製器具を用いて抽出する方法で、円筒濾紙に挿入された試料は冷却管で凝集して滴下してくるフレッシュな溶媒で抽出され、溶媒が円筒濾紙の上端に達すると、サイホンの原理により抽出液が下部のフラスコへと移動する。これが繰返されることで溶解度の低い成分も効率よく抽出される。ソックスレー抽出器は低温型と高温型があり、低温型は溶媒蒸気が側管から上昇し、高温型は抽出部の周辺から上昇する。高温型は抽出部を溶媒の沸点に保つこと

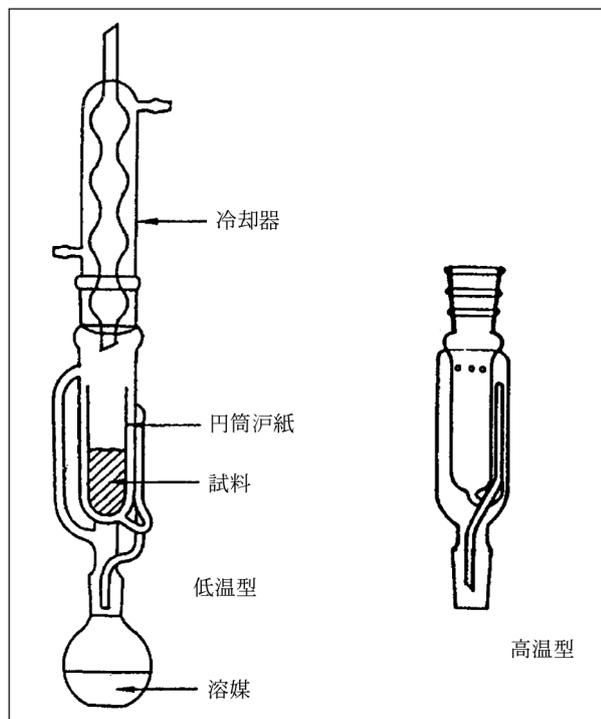


図3 ソックスレー抽出器

ができるため、より高温での抽出が可能である。ソックスレー抽出の注意点としては湯浴温度、溶媒量を適切に設定し、抽出部に溜まった溶媒が適当な時間間隔でサイホン管を通して還流されていることを確認すること、および抽出液に不溶物が生成してもそれを濾過しないことの2点があげられる。後者は抽出液中に生成した不溶物成分の溶解度が元来低く、過飽和になったために析出したのであり、溶解している成分と同じ化合物であるからである。

3.3.3 溶解再沈法

溶解再沈法はポリマーを溶解できる溶媒で試料全体を溶解させた後、貧溶媒を加えてポリマーだけを析出させて添加剤などの目的成分を回収する方法であり、一旦試料を溶解して均一にするので高い回収率が得られる。また、ソックスレー抽出のように長時間を要せず、特殊なガラス器具も不要である。溶解再沈法では貧溶媒に目的成分が溶解することが必要であり、できるだけ少量の溶媒に試料を溶かして、10倍量以上の貧溶媒でポリマーを析出させる。この際、目的成分を巻込まないよう注意する必要があり、ポリマー溶液を超音波照射しながら貧溶媒を滴下するなどの工夫が必要である。また、貧溶媒を加えても、良溶媒が少量存在しているので、ポリマーの一部は必ず溶解したままになっていることにも気をつける必要がある。添加剤成分の回収の他、各種ポリエステルなどのオリゴマー定量分析の前処理としても有効である。

3.4 濃縮・乾燥

抽出液から溶媒を除去する濃縮作業は、風乾や窒素ガスによるパージのほか、ロータリーエバポレーター、真空乾燥、凍結乾燥などにより効率的に進めることができる。

ロータリーエバポレーターは取扱いが容易で、比較的低温で多量の溶液を迅速に濃縮することができる。フラスコ内の試料溶液は湯浴で加熱されフラスコの回転により内壁一面に広がり表面積が大きくなる。さらに吸引ポンプにより減圧状態とすることで溶媒が気化して迅速に濃縮される。乾燥物には少量の溶媒が残るため、できるだけ完全に溶媒を除去するためには濃縮後、乾燥物に貧溶媒を加えて再濃縮する必要がある。なお、ポリマー溶液の場合は濃縮とともに粘稠になるため突沸に注意する必要がある。突沸を避けるには溶液量をフラスコの1/3以下にするのが望ましい。

凍結乾燥は水溶液をフラスコごと凍結浴に浸漬して凍らせた後、フラスコを真空ポンプに接続して氷を昇華させることにより濃縮する方法で、界面活性剤を含むためロータリーエバポレーターでは泡立ってしまう水溶性試料や吸湿性の高い試料の濃縮に有効である。乾燥に時間を要するが、乾燥物は綿のようにかさ高くなるので微量であっても回収が容易である。また、水分は試料から完全に除去されるため、得られた乾固物は再吸湿しにくくなる。なお、水溶液の濃度が高すぎて試料が凍結しない場合があるが、その場合は水を加えて濃度を下げた後、凍結を行うとよい。

4 分離

溶媒に試料全体を溶解した試料溶液や溶媒抽出液には、複数の成分が含有されているため分離が必要である。低分子量の揮発性成分は、ガスクロマトグラフィー質量分析 (GC/MS) 測定によりおおむね沸点順に分離でき、オンラインでの分離物の質量分析によりマススペクトルから定性が可能である。一方、中・高分子量成分は、難揮発性のため一般的に溶媒溶解性、分子サイズ、分子特性のいずれかで分離し、分離手順としては試料負荷量の大きな分離法から小さな分離法への順でこれらの分離法を組合わせて進めることが多い。なお、分離が何段階にも及ぶ場合は、各分離後に、分離物の IR 測定や $^1\text{H-NMR}$ 測定などにより分離が意図したように行われたかを確かめながら分析を進めると失敗が少ない。例として図4に一般的なプラスチック製品の分析手順を示す。

4.1 溶媒溶解性の差による分離

溶媒への溶解性の差を利用した分離は、図4に示した異なる極性の溶媒による逐次抽出の他、分液ロートを用いた液-液分配および単一溶媒で温度を変化させて溶

解性の差により分離を行う方法などがある。可溶物と不溶物を分離するためには一般に汙過などのフィルターを用いた分離を行うが、より正確に分離するためには遠心分離を併用することが望ましい。たとえばカーボンブラックを含む樹脂を塩素系の比重の大きな溶媒に溶解させた場合などは、カーボンブラックの除去は困難であるが、3万rpm以上で超遠心分離を行えばカーボンブラックを沈降させることができる。

4.2 分子サイズによる分離

分子サイズによる分離には、分取GPC (size exclusion chromatography)、限外汙過がよく利用される。

分取GPCは試料負荷量の大きい内径の大きなGPCカラムを用いて溶出ピークごとに分取を行う方法である。内径2cmのカラムで15000段程度の理論段数が得られ、3本連結により分子量で20%程度の差があれば分離可能である。注入した試料溶液中の各成分は原理的には分子サイズのみで分離され、排除限界から溶媒の溶出時間までの間に必ず溶出するので、未知成分の分離には有効な方法である。ただし、実際には高極性で固定相への吸着により溶出が遅れる化合物もあるので、このような成分を含む試料の場合には注意が必要である。

一方、限外汙過は、固定相への吸着などにより分取GPCが適用困難なイオン性ポリマーなどを含む水溶液

の分離に有効な方法である。図5に原理図を示すが、膜の材質と分画分子量を適切に選択することにより、低分子量成分と高分子量成分の分離が可能である。ポリエチレングリコール (PEG) に対して分画分子量10000の膜を用いて限外汙過を行った時のクロマトグラムを図6に示す。限外汙過後はPEG1000、PEG3000が大きく減少して高分子量PEGのみが回収されていることがわかる。

4.3 分子特性による分離

カラムを用いて固定相への吸着性の差など各成分と固定相の相互作用により分離を行う方法である。カラムクロマトグラフィー (以下、カラムクロマト)、分取

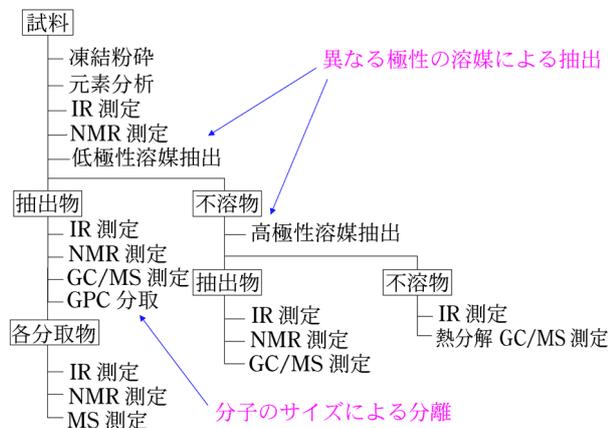


図4 一般的なプラスチック製品の分析手順

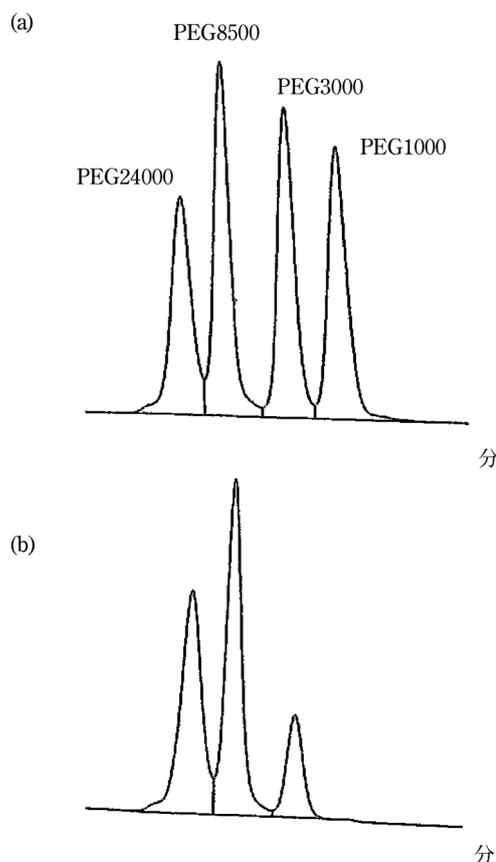


図6 PEG混合水溶液の限外汙過前後のGPCクロマトグラム (a) 汙過前, (b) 汙過後, 限外汙過膜の分画分子量は1万

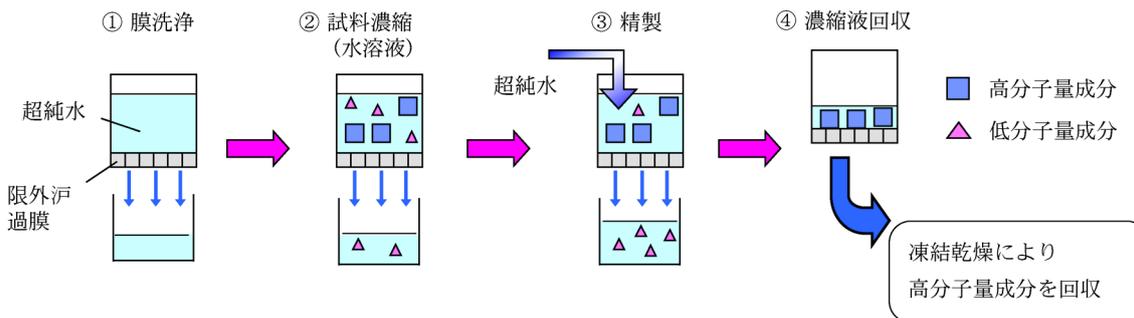
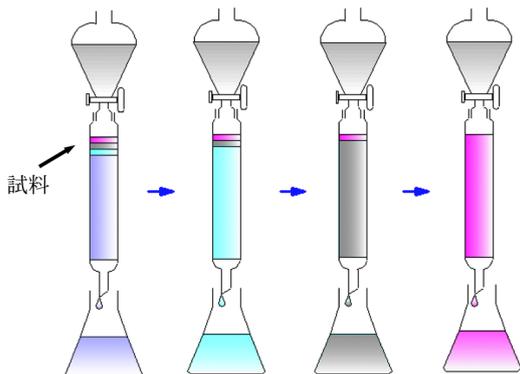


図5 限外汙過の原理

展開溶媒：ヘキサン クロロホルム アセトン メタノール



溶出物：炭化水素類 エステル類 アルコール類グリコール類

図7 シリカゲルカラムクロマトグラフィーによる分離

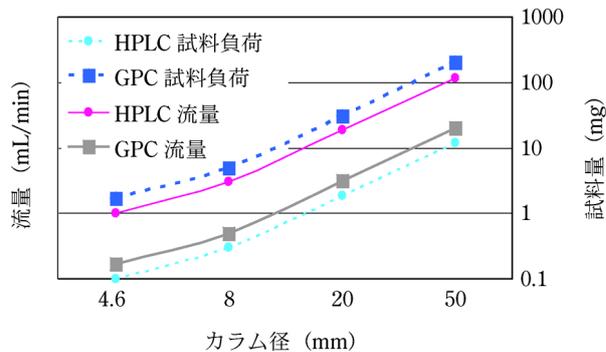


図8 HPLCとGPCにおけるカラム径と試料注入量の関係

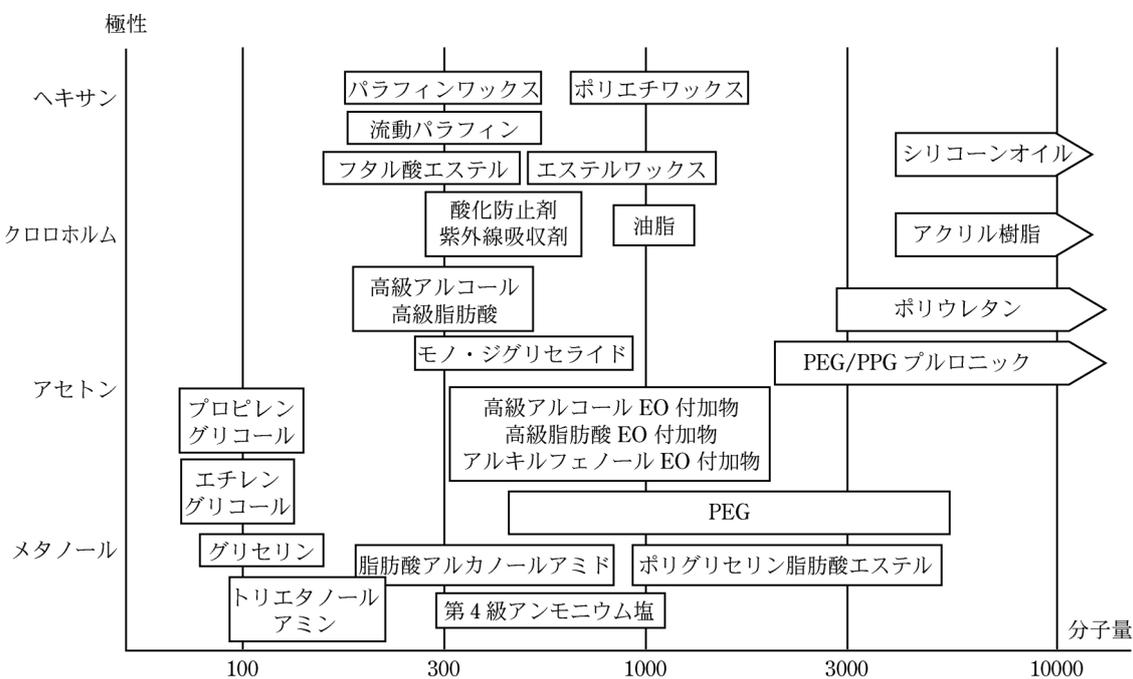


図9 シリカゲルカラムクロマトグラフィーと分取GPCによる2段階分離 (試料：繊維処理剤)

HPLC (high performance liquid chromatography) などがよく用いられている。

カラムクロマトは、図7に示すような内径10 mm×30 cm程度の中空カラムにシリカゲルやアルミナなどの粒子を充填し、その上に試料約1 gを注入した後、低極性溶媒から高極性溶媒へと順次、展開溶媒を変えながら一定量の溶媒を滴下し、各溶出液を回収する方法である。一般的にシリカゲルカラムクロマトが用いられることが多く、極性による構成成分の分離に有効である。展開溶媒としては、ヘキサン、クロロホルム、アセトン、メタノールなどが用いられ、それぞれ炭化水素、エステル、アルコール、グリコールなどがカラムから溶出する。なお、よく間違える点であるが試料を挿入する場合

は、固体のまま挿入するか、溶解しなくとも最初の展開溶媒に分散させて挿入する必要がある、決して最初の展開溶媒より高極性な溶媒に溶解して注入してはいけない。

分取HPLCは、前述の分取GPCと同様に内径2 cm程度のカラムを用いたHPLCにより溶出ピークに分取を行う方法である。分子量がほとんど同じ添加剤どうしの分離などに特に有効である。分取HPLCは移動相、固定相に様々な分離条件を設定できるのが特徴であるが、図8に示すように同じ内径のカラムを使用した分取GPCより移動相流量は多く試料負荷量が少ないため、目的成分の分離を損なわない範囲においてカラムに対してオーバーロードとなる試料量を注入し、さらに多数回の繰返し分取を行うことが多い。

表3 各種分離法とその特徴

種類	分離原理	分離段数	試料負荷量
液液分配	分配	1	10 g
カラムクロマト	吸着	50	1 g
中圧クロマト	吸着・分配	500	1 g
分取 GPC	分子サイズ	15000	0.3 g
分取 HPLC	吸着・分配	15000	0.01 g

4.4 異なる原理の分離法の組合せ

成分数の非常に多い混合物の分離にはシリカゲルカラムクロマトと分取 GPC による 2 段階分離が効果的である。図 9 に繊維処理剤に 2 段階分離を適用した事例を示すが、おおむね構成成分ごとに分離されていることがわかる⁵⁾。上述の分離方法の特徴を表 3 に示す。各種分離法のうち異なる原理に基づく分離法を選択して、使用負荷量の多い分離法から少ない分離法へと順に適用し、各成分の分離を行うことで、ほぼ構成成分を単離することができ、単離物を定性のため IR, NMR, MS 測定に供することができる。

5 おわりに

前処理の主な方法について述べたが、実際には特に未知試料の場合において試行錯誤となり長時間を要することも少なくない。分析装置の進歩で測定自動化、AI による検索を含むデータ解析などが進みつつあるが、組成

の複雑な高分子材料においては、まだまだ前処理に分析者の技術・経験と労力が必要と思われる。

分析の現場で世代交代、少人数化が進みつつある中で、新しい分析装置は導入されるものの前処理技術の継承に苦慮されている担当者は少なくないと思われる。本稿が少しでも高分子材料の前処理を進めるうえで、お役に立てば幸いである。

文 献

- 1) 八嶋 博: *THE TRC NEWS*, **60**, 44 (1997).
- 2) 八嶋 博: *ぶんせき*, **11**, 852 (1993).
- 3) D. R. Block: "*Solvents and Non solvents for polymers*", *Polymer Handbook 4th Ed.*, Vol. 2, p. 497, (1999), (John Wiley & Sons, New York).
- 4) 日本分析化学会高分子分析研究懇談会編: "高分子分析ハンドブック", (2008), (朝倉書店).
- 5) 大谷 肇, 佐藤信之, 高山 森, 松田裕生, 後藤幸孝: "高分子分析 (分析化学実技シリーズ・応用分析編 4)", 日本分析化学会編, p47 (2013), (共立出版).



佐藤信之 (Nobuyuki SATO)

株式会社東レリサーチセンター品質保証部 (〒520-8567 滋賀県大津市園山3-3-7)。名古屋大学大学院工学研究科合成化学専攻修士課程修了。修士 (工学)。《現在の研究テーマ》PEFC 劣化機構解明および LA-ICP-MS 定量イメージング。《主な著書》“高分子鎖1本のサイエンス「みる・はかる」”(分担執筆) (NTS 出版)。《趣味》旅行。
E-mail: Nobuyuki_Sato@trc.toray.co.jp

原 稿 募 集

トピックス欄の原稿を募集しています

内容: 読者の関心をひくような新しい分析化学・分析技術の研究を短くまとめたもの。

執筆上の注意: 1) 1000 字以内 (図は 1 枚 500 字に換算) とする。2) 新分析法の説明には簡単な原理図などを積極的に採り入れる。3) 中心となる文献は原則として 2 年以内のものとし、出所を明記する。

なお、執筆者自身の文献を主として紹介する

ことは御遠慮ください。又、二重投稿は避けてください。

◇採用の可否は編集委員会にご一任ください。原稿の送付および問い合わせは下記へお願いします。

〒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「ぶんせき」編集委員会

[E-mail: bunseki@jsac.or.jp]