

ぶんせき ①

Bunseki 2022

The Japan Society for Analytical Chemistry



2022年3号から電子版に移行します(団体会員除く)

詳細は2021年第7号挟み込み頁および
ぶんせきホームページをご確認ください

日本分析化学会

<https://www.jsac.jp>

「わかる」と「みえる」

— 分離 × 定性の新提案 —

LC-Raman システム 専用ソフトウェア LiChRa™



2つの技術の融合で、混合試料の成分分析をより容易かつ詳細に

「くっきり」判別
混合試料の構成成分を明確化

HPLCによる分離能力とラマンによる識別能力を兼ね備え、
混合試料を分離して測定し、精度高く判別

「すっきり」整理
データ管理を一元化

注入した試料、LCデータ、分画、プレートやウェル番号などの情報を
ラマンスペクトルデータに紐付け、一元管理

「かんたん」操作
直感的操作を実現

シンプルかつ直感的な画面構成で、初心者でもストレスフリーな操作が可能
各装置の操作だけでなく、ステータス・データの閲覧や検索も容易に実行

 **SHIMADZU**
Excellence in Science

HORIBA
Explore the future

お問い合わせは
こちらから



ぶんせき Bunseki 2022 Contents

1

目次

とびら	パンデミックの終息の後に／早下隆士 1
入門講座	レーザーを用いる分析技術 レーザー技術の粒子分析への応用／笹倉大督 2
展望	高感度分析に忍び寄る水の脅威／新田篤志, 志摩典明, 片木宗弘 9
講義	単独イオン活量は分析化学の対象たりえるか／垣内 隆 14
ミニファイル	衛生と安全 感染症対策 (総論)／三隅将吾 20
話題	色彩情報が拓く比色分析の多様化／稲川有徳 22
技術紹介	スピンカラムを用いた簡便迅速試料前処理 — MonoSpin のアプリケーションと使用方法のコツのご紹介— ／太田茂徳, 古庄義明 24 高エネルギー分解能 1 次元検出器を備えた最新卓上型 XRD 装置 — いつでも, どこでも, どなたにも使える XRD —／岡崎壮平, 森岡 仁 28 高速・高分解能なレーザー走査ラマン顕微鏡 — 高精細なラマンイメージングを, 素速く簡単に— ／齋藤広大, 青木克仁, 足立真理子 35
トピックス	「引っかけ」力を検出して光る薄膜の開発／吉田将己 42 電極近傍での溶媒和構造の分光分析／田邊一郎 42
リレーエッセイ	学び直し／姉崎克典 44
ロータリー	45 談話室：コロナ禍における支部運営／インフォメーション：近畿支部だより；第 373 回ガスクロマトグラフィー研究懇談会研究会；2022 年液体クロマトグラフィー努力賞；第 26 回高分子分析討論会；第 57 回 X 線分析討論会；第 365 回液体クロマトグラフィー研究懇談会；2022 年の表紙デザインについて／ 執筆者のプロフィール

〔新刊紹介〕	8	〔論文誌目次〕	51
〔お知らせ〕	M1	〔広告索引〕	A5
〔カレンダー〕	iii	〔ガイド〕	A6

＜マグネシウム認証標準物質 7 種類の頒布開始＞

日本分析化学会は、実試料の分析時への妥当性確認などのために高純度マグネシウム認証標準物質として JAC 0141, JSAC 0142 及び JAC 0143 を開発し、汎用マグネシウム合金認証標準物質として JAC 0151, JSAC 0152, JSAC 0153 及び JAC 0154 を開発した。マグネシウム中の成分分析における機器の校正及び分析結果のバリデーションに使用することを目的としたものである。

◇微量元素分析用 高純度マグネシウム認証標準物質◇

[JAC 0141～JAC 0143 (ディスク状 3種類)]

JIS H 2150 に準拠したインゴットからビレットを作製し、押し出し加工により丸棒にし、ディスク状に切り出した標準物質で 3～6 元素を認証した。

直径 50 mm 厚さ 20 mm のディスク状：表面を平滑に研磨仕上げ

単位 (µg/g)

	Mg 純度(%)	Al, Si, Mn	Ca, Zn, Fe	Cu, Ni, Pb	Li, Ga, Ce
JSAC 0141	99.9	100 ~ 200	10 ~ 100	1 ~ 10	0.1 ~ 1
JSAC 0142	99.95	50 ~ 100	10 ~ 50	0.5 ~ 5	0.1 ~ 1
JSAC 0143	99.99	5 ~ 20	5 ~ 20	0.5 ~ 5	0.1 ~ 1

◇汎用マグネシウム合金認証標準物質◇

[JAC 0151～JAC 0154 (ディスク状 4種類)]

JIS H 4203 に準拠したマグネシウム合金を連続鋳造で作製したビレットを押し出し加工により丸棒にし、ディスク状に切り出した標準物質で Al, Mn, Zn を主成分に他 3～7 元素を認証した。

直径 50 mm 厚さ 20 mm のディスク状：表面を平滑に研磨仕上げ

	Al (質量分率%)	Mn (質量分率%)	Zn (質量分率%)	Si, Fe, Cu, Ni (µg/g)	Ca, Ga, Pb, La, Ce (µg/g)
JSAC 0151	3	0.5	1	10 ~ 100	1 ~ 10
JSAC 0152	6	0.5	1	10 ~ 100	1 ~ 10
JSAC 0153	9	0.3	1	10 ~ 100	1 ~ 10
JSAC 0154	6	0.3	0.05	10 ~ 100	1 ~ 10

◇ 頒布方法：真空パックした標準物質(a)をプラスチックケースに入れて頒布します(b)



(a)



(b)

◇ 頒布価格：試料 1 ディスクにつき

本会団体会員：40,000 円, それ以外：60,000 円 (送料込み、消費税別)
7 ディスクセット購入の場合は 10 %引きとします。

見積及び頒布問合先 〒105-0012 東京都港区芝大門 2-12-7 (RBM 芝パークビル)

西進商事 (株) 東京支店 [電話：03-3459-7491, FAX：03-3459-7499,

E-mail：info@seishinsyoji.co.jp, URL：http://www.seishinsyoji.co.jp/]

技術問合先 〒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 標準物質委員会 事務局 [電話：03-3490-3352, FAX：03-3490-3572,

E-mail：crmpt@ml.jsac.or.jp, URL：https://www.jsac.jp/]

カレンダー

2022年

1月	11日	第4回「マイクロプラスチック・シンポジウム」〔オンライン開催〕……………(12号 M4)
	11～13日	ゼロカーボンエネルギーシステム国際会議 Internastional Symposium on Zero-Carbon Energy Systems, IZES〔東京工業大学大岡山キャンパス〕……………(9号 M6)
	12日	第72回表面科学基礎講座「表面・界面分析の基礎と応用」〔オンライン (Google Classroom)〕……………(M 6)
	14日	2021年度液体クロマトグラフィー分析士三段認証試験〔五反田文化会館〕……………(12号 M1)
	17日	第30回放射線利用総合シンポジウム〔ONSA Office 会議室〕……………(12号 M3)
	20日	2021年度LC/MS分析士三段認証試験〔五反田文化会館〕……………(12号 M1)
	21日	第367回液体クロマトグラフィー研究懇談会〔Zoom オンライン例会〕……………(M 4)
	24日	2021年度イオンクロマトグラフィー分析士(初段)試験〔リモートによる筆記試験〕……………(12号 M1)
	24日	2021年度液体クロマトグラフィー分析士二段認証試験〔北とぴあ〕……………(M 4)
	25・26日	令和3年度分析イノベーション交流会： テーマ「カーボンニュートラル」「前処理」〔オンライン開催〕……………(12号 M1)
	26～28日	nano tech 2022 国際ナノテクノロジー総合展・技術会議 nano tech 2022 International Nanotechnology Exhibition & Conference〔東京ビックサイト〕……………(11号 M4)
	27・28日	第27回LC & LC/MSテクノプラザ〔Zoom ウェビナー〕……………(12号 M2)
2月	1日	2021年度LC/MS分析士二段認証試験〔北とぴあ〕……………(M 4)
	4日	第11回分析化学の基本と安全セミナー(オンラインセミナー)〔Zoom〕……………(12号 M1)
	7日	21-2 高分子学会講演会〔オンライン開催〕……………(M 6)
	7～3/15	第1回オンライン真空応用技術講座〔オンライン (オンデマンド講義: AirCourse)〕……………(M 6)
	17日	第368回液体クロマトグラフィー研究懇談会〔Zoom オンライン例会〕……………(M 5)
	24日	2021年度北海道分析化学賞・功労賞・授賞式及び受賞講演会〔オンライン開催〕……………(M 5)
3月	10・11日	表面科学セミナー 2022(実践編)「実践! マテリアルズインフォマティクス 事例を通じて学ぶマテリアルズインフォマティクス」〔オンライン開催〕……………(M 6)
5月	11・12日	第38回希土類討論会〔熊本市国際交流会館〕……………(12号 M3)
	14・15日	第82回分析化学討論会〔茨城大学水戸キャンパス〕……………(12号 M5)
6月	2～4日	みる・はかる・未来へつなぐ科学機器展 東海サイエンスパーク 2022〔名古屋国際会議場〕……………(9号 M6)
	4・5日	第19回ホスト・ゲスト・超分子化学シンポジウム 〔岡山大学創立五十周年記念館 (またはオンライン)〕……………(M 6)
	23・24日	第89回日本分析化学会有機微量分析研究懇談会・第119回計測自動制御学会力学量計部会・ 第39回合同シンポジウム〔北海道大学学術交流会館他〕……………(12号 M2)

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（外部精度管理）が出来ます。年々、化学物質の通関は非常に厳しくなっています。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、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輸入の代行をいたしております。

〈当社取り扱い技能試験提供機関〉

- ・LGC(イギリス)
- ・CTS(アメリカ)
- ・NIL(中国)
- ・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

ISO17043(技能試験提供者の認定)を取得した機関が開催する試験も多数取り扱っております。

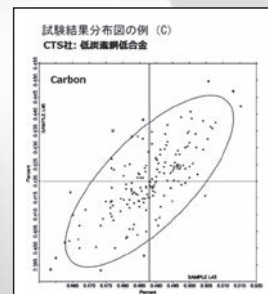
〈種類〉

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

日本分析化学会で試験が中止されている「河川水中の無機多元素分析」の取り扱いもございます。

〈ex〉浄水中の金属元素分析	
サンプル	浄水
元素	Cd, Cu, Cr, Pb, Ni, Zn, V, Hg
ラウンド	5月, 7月, 9月, 11月

※一例です。詳細や他試験についてはお問い合わせ下さい。



New

イオンクロマトグラフィー用標準液

環境水分析 精度管理用標準液

ILAC/MRA(国際試験所認定協力機構相互認証協定)に署名している認証機関A2LAより認証を取得しており、精度管理、検量線の作成用途にご使用いただけます。

VSTC-3942A(陽イオン)		VSTC-4059(陰イオン)	
Matrix	H2O	Matrix	H2O
イオン種/濃度	500µg/ml Ca ²⁺ , K ⁺ , Na ⁺ 50µg/ml NH ₄ ⁺	イオン種/濃度	300µg/ml Cl ⁻ 200µg/ml SO ₄ ²⁻ 100µg/ml NO ₃ ⁻ 30µg/ml F ⁻ , NO ₂ ⁻ 20µg/ml Br ⁻ , PO ₄ ³⁻
容量	50ml	容量	50ml

※その他、保証期限など詳細はお問い合わせ下さい。

New

RoHS3規制関連標準物質

RoHS3規制候補となっている以下の物質について取り扱いを行っております。

塩素化パラフィン分析用標準物質

短鎖塩素化パラフィン・中鎖塩素化パラフィン・長鎖塩素化パラフィン：1-10ml溶液

TBBPA(テトラブロモビスフェノールA) 標準物質

3,3',5,5'-Tetrabromobisphenol A-：250mg粉末及び1ml溶液(50µg/mL in Methanol)

▶ 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

JASCO

リサーチグレードでありながら、 ダウンサイジングを追求

FT/IR-4X は小型の筐体ながら堅牢性を誇り、性能、機能、拡張性はリサーチグレードクラスであり、高分解、高 S/N、高感度 MCT 検出器、マルチチャンネル顕微鏡、ラピッドスキャンに対応しています。



New

フーリエ変換赤外分光光度計

Fourier Transform Infrared Spectrometer

FT/IR-4X

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>



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各仕様は、
改善のため予告なく変更することがあります。

CAS Analytical Methods

Save time with access to easy-to-read methods



分析手法に特化した検索ツール

詳細な分析手順、測定機器、バリデーションデータを含む 15 万件以上の分析情報を提供

	1	2
Title	Analysis of Sulfur in Atmospheric aerosols by Energy-dispersive x-ray fluorescence spectroscopy	Analysis of Heptadecane in Particulate matter by Extraction
CAS Method Number	1-103-CAS-262448	1-103-CAS-251306
Method Category	Air Analysis; Element Detection	Air Analysis
Technique	Energy-dispersive x-ray fluorescence spectroscopy	Two-dimensional gas chromatography; Time-of-flight mass spectrometry; Sonication; Extraction
Analyte	Vanadium; Iron; Nickel; Potassium; Rubidium; Chlorine; Zinc; Manganese; Strontium; Calcium; Bromine; Chromium; Lead; Copper; Sulfur; Titanium	Heptacosane; Anthraquinone; Hexacosane; Acenaphthene; Nonadecane; Pentacosane; Benzo(a)pyrene; Tetracosane; 7H-Benzo(c)fluoren-7-one; Triacortane; 17 α (H)-22,29,30-View All \downarrow
Matrix	Atmospheric aerosols	Particulate matter; Airborne particles; Atmospheric aerosols
Other Materials	Whatman polycarbonate filters (diameter 25 mm, pore size 0.4 μ m); Dewell-Higgins type cyclone; Filters	Hexane; Dichloromethane; PTFE syringe filter (0.2 μ m); DB-SMS column (cross-linked 5% phenyl methyl silicone, 30 m, ID 0.25 mm, film thickness 0.25 μ m); DB-17MS column View All \downarrow
Equipment Used	Energy dispersive X-ray fluorescence (EDXRF) spectrometer	Four-channel system; Concentration evaporator; Turbowap II; Two dimensional gas chromatography system; Pegasus 4D; LECO; Time of flight mass spectrometry system, View All \downarrow
Conditions	Instrument: tube voltage: 55 kV; tube current: 25 mA; period: 1000 s	Instrument: column: DB-SMS column (cross-linked 5% phenyl methyl silicone, 30 m, ID 0.25 mm, film thickness 0.25 μ m) as the first dimension column and DB-17MS

JAICI
化学情報協会

CAS
A division of the
American Chemical Society



化学情報協会 情報事業部 E-mail: customer@jaici.or.jp

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。

 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

次世代 YASUI KIKAI 特許取得 秒速粉碎機

マルチビーズショッカー®

使い捨てチューブで凍結・冷却・常温粉碎が可能!

V8テクノロジー原理

Geo Science Bio Technology Analytical Science

マルチビーズショッカー®

Multi-beads Shocker® MB3000シリーズ

分析のスピードアップ・感度アップに貢献!

- 海外14カ国に納入実績!
- 国内公定法にも採用!
- 国内シェアNo.1!



小型卓上型・極静音

製造発売元  安井器械株式会社

本社・工場 〒534-0027 大阪市都島区中野町2-2-8

TEL.06-4801-4831

FAX.06-6353-0217

E-mail:s@yasuikikai.co.jp

<http://www.yasuikikai.co.jp>

©2021 Yasui Kikai Corporation, all rights reserved

21_1216

パンデミックの終息の後に



早 下 隆 士

新年を迎えまして、会長としてご挨拶申し上げます。

パンデミックの状況は3年目に入りました。この2年間、改めて日常とはいかなるものであったかを考え、人々は多くのことをあらゆる分野で手探りの中に見いだしてきています。

人々の移動および会話が制限される日々に、例えば我々が学会等で現地に赴き、会員同士が交流を深め、自らの熱い言葉をもって、情報交換をすることが、いかに重要であったかを思い知ったことは共通の理解でしょう。現状、年会や討論会は、オンラインで実施されています。ツールに助けられ、スムーズさに欠ける部分があるにせよ、100年前のスペイン風邪のパンデミックのときより、より積極的にCOVID19に人類は立ち向かっています。歴史上の多くのパンデミックには、必ず終わりがあります。日常を取り戻し、我々が以前にもまして積極的に研究、討論ができるようになった時のために、本年の一日一日を大切な準備の日々としましょう。

さて2022年度に向けて、学会本部の新しい取り組みをお知らせします。まず第1に、本学会の会員管理システムや年会・討論会の支援システムを、新しくアトラス社が運用するシステムに昨年末から変更しました。アトラス社は、日本化学会や本学会と同規模の学会など、多くの国内学会にシステムを提供している実績があり、何より会員管理システムと年会・討論会支援システムを連動して運用できるメリットがあります。このシステム変更によって、会員の皆様の利便性が更に向上し、本部事務局の運営においても、よりいっそうの効率化を進めることができます。第2に、デジタルトランスフォーメーション(DX)が進む中で、機関誌である「ぶんせき」誌は、この3月から冊子体の配信を取りやめ、マイページからの電子版での閲覧に切り替わります。これまで会員減少に伴い、冊子体のみでの広告収入も減る一方でしたが、様々な企業の分析技術を、技術紹介という形で「ぶんせき」誌に掲載し、学会ホームページを通じた関連企業のバナー広告と繋げることで、新しい広告の形態を開拓しています。また、これまで「ぶんせき」誌で紹介しておりましたミニファイルの情報は、ミニファイル再収録版として書籍化し、ネット販売することも決定しました。進歩総説は、和文学術誌である「分析化学」誌の学術論文とすることで、「分析化学」誌が更に充実するようになりました。第3に、この1月から本会英文学術誌である *Analytical Sciences* 誌の編集機能を本学会に残したまま、出版・販売・ホームページ業務などの独占的出版権を、Springer Nature (SN) 社へ委託しました。知的財産権は本学会に残し、本学会の公式出版物としてSN社が宣伝を開始します。全世界に販路をもつSN社が出版業務を担当することで、論文の circulation が格段と向上し、同社の他雑誌との原稿転送が自由に行われることで visibility の向上も期待されます。

この他、来年度の理事候補者として3名の女性研究者を理事会のオブザーバーに迎え、女性研究者ネットワーク・男女共同参画推進をご担当頂いています。また、産官学連携を目指した「分析イノベーション交流会」や「ものづくり技術交流会」も新しい取り組みとしてスタートしています。

より積極的に会員の皆さんが参加したいと思う学会を築くことが、会長の使命です。困難な状況ではありますが、歴史ある日本分析化学会の存続のために会員の皆様、理事会構成員、および事務局の皆様のご理解とご協力を、どうぞ宜しくお願い致します。

(Takashi HAYASHITA, 上智大学理工学部, 日本分析化学会会長)

レーザー技術の粒子分析への応用

笹倉 大督

1 緒言

1.1 レーザーの歴史とその商用化¹⁾²⁾

レーザーの歴史は、1916年に発表されたアインシュタインの予言にさかのぼる。彼は電子に関するプロセスを研究し、電子の放射に関する予言を行った。この予言の正しさは1927年にR・ラーデンベルクによって証明されたが、この現象を利用する実用的装置を作ろうと真剣に考えられるようになったのは1950年代であった。その後、他の技術では類を見ないともいえる、科学的には非常に興味深く、そして散文的な、科学者たちの栄誉と特許に関する事柄が起きるのである。これらともすると映画にもなりうるような多くの劇的な物語を含むのであるが、拙稿ではそれを論ずることを目的としていないので、残念ながら割愛する。

いずれにしても、歴史上では最初にレーザーを発信したのは、当時はヒューズ航空機に勤めていたセオドア・H・メイマンによって1960年になされた、と言われていた。その後、この革新的な技術は様々な産業応用が期待され、ただちに商業的な生産がおこなわれることになった。その期待値と産業化の速度は、メイマンの設立した会社であるコラド社がレーザー発信から僅か2年後の1962年であったことから、如何に大きく、スピード感あるものであったことは想像に難くない。その後、多くの会社が設立され栄枯盛衰の華を咲かせつつ、現代にいたる。

1.2 粒子分析に関する需要と応用

実際、開発当時よりレーザーが受けた期待は、SF映画に出てくる殺人レーザーなどの荒唐無稽ともいえるものではなく、より現実的な工業生産用途および理科学分野への応用であった。特に理化学分野においては、基礎的な物性科学用途には、産業界で重要であった測定項目の一つが粒子解析なのではないかと考えている。特に、レーザーの開発当時、世界各国では経済成長が起きていた。それに例えば、世界的な建設需要に対応するための

セメント材料分析、資源開発、環境汚染物質の管理としてのエアロゾル分析、食品その他の各種工業材料粉体の評価などである。このように粉体製造の需要は広がっていたと想像できる。粉体中の諸物性の中でも粒子径は最もわかりやすく、そして、物質のもつ表面エネルギーを最も単純に表現する。したがって、最終製品の性能に結びつけやすいことから、評価の第一選択になりうる。とりわけ、先に述べたセメント産業などでは、重要だったのであろう。なぜならば、特にセメント粉砕にかかわる工程で使用されるエネルギーは膨大なものがあり、このエネルギーの効率化は即時に製品、製造コスト双方に跳ね返る。また、セメントは粒子径の分布によって固まる速度や強度が変わることが知られているが、細粒分が多く、従来の篩分析^{ふるい}などでは分布測定が難しい試料の一つである。したがって「レーザー光を当てるだけで細粒から粗粒まで迅速な粒子径分布分析が可能な分析装置」は需要と適合していたのだろう。レーザー光の回折現象を数値解析することで粒子径を幅広い分布情報として得るレーザー回折型粒子径分布測定装置が初めて世に上市されたのは、レーザーの商業化の僅か10年足らずの1970年代初頭と言われている。このことから、粒子測定への要望の大きさがうかがえるであろう。

本稿では上記述べてきたように、レーザーそのものの持つユニークなサイエンスとはまた別に「世の中に求められる需要に対応してきた応用技術」としての粒子測定に着目し、整理しつつ幾つかの事例を述べていきたいと考えている。

2 レーザーを用いた粒子分析の大別

粒子分析と言ってもいくつかの分類が存在する。今回は、以下の視点で整理し、それぞれの持つ特徴、および適用範囲を表1にまとめた。

「粒子径（バルク試料測定）」：粒子全体の傾向を得るもの
「粒子径（カウント測定）」：個々の粒子径に加え、粒子個数を数えていくことで濃度などの詳細情報を得るもの

「物性・化学情報測定」：表面物性、化学成分を得るもの

表 1 各分析法の比較

分析法	解析パラメータ				装置構成上の特徴
	粒子径分析	測定粒子径範囲	表面物性	化学成分	
レーザー回折型粒子径分布測定	バルク分析法	$\mu\text{m} \sim \text{cm}$	—	—	オン・インライン分析などへの展開が可能
動的光散乱法		$\text{nm} \sim 1 \mu\text{m}$ 程度	—	—	高濃度などの分析も可能
遮光法	カウント法	$\mu\text{m} \sim \text{cm}$	—	—	反射法、空間速度計測法などにより、オン・インライン分析などへの展開が可能
ナノトラッキング法		nm オーダー	—	—	フロー分析にも対応し、粒子の存在を目視で確認
レーザドップラー法	-	nm オーダー	ゼータ電位	—	滴定装置との組み合わせで環境変化実験も可能
ラマン分光法		μm 程度	—	ラマンスペクトルによる構造情報	通常の顕微光学系での分析
レーザ誘起ブレイクダウン分光法 (LIBS)		μm 程度	元素デプスプロファイリングが可能	発光スペクトルによる元素情報	粒子画像解析法との組み合わせも可能

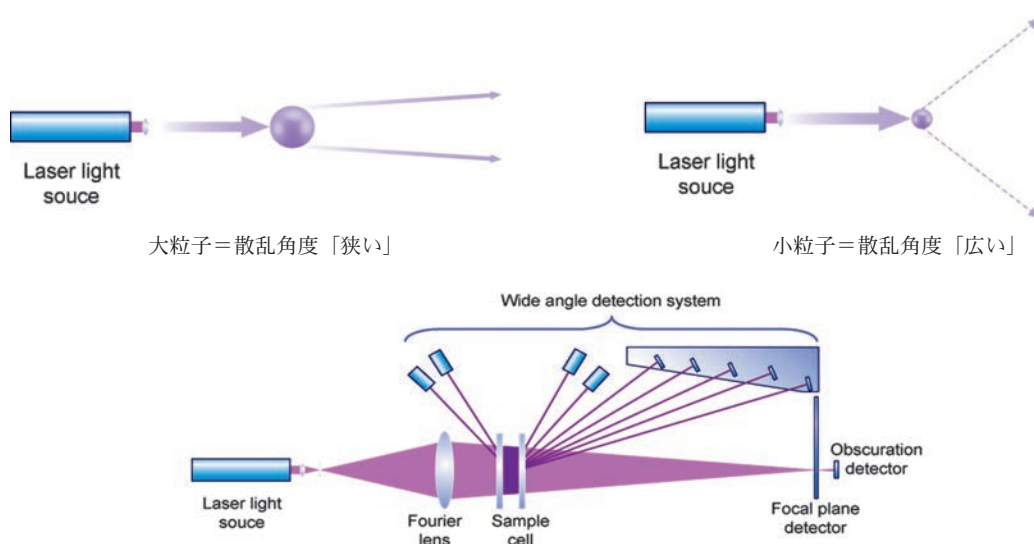


図 1 レーザー回折法の散乱角度と検出系の配置事例

2.1 レーザー回折型粒子径分布測定装置

バルク測定の中でも、最も一般工業分野で用いられる粒子分析装置である。得られる情報は、球換算した粒子径の体積分布である。原理としては、一定の濃度で適切に分散させた系に単一波長でかつ直進性の高いレーザー光を照射すると、粒子から種々のパターンを持つ散乱光が出現する。具体的には、図 1 に示したように、大きな粒子の場合、レーザー光の入射角度に対して小さい角度に強い光が散乱され、試料が小粒子化するに伴い、大きい（広い）角度にも散乱光が広がる。この現象を様々な角度に配置した検出器群で計測し、散乱光強度の角度依存性データを得る。このデータを、図 2 に示したように、各種の物理モデル（フランフォーファ回折モデルやミー散乱モデル）を使って数値解析することで粒子径の情報を得る手法である。本手法は多くの工業材料に用いる粉体中の粒子径を幅広く（最近では $\text{nm} \sim \text{cm}$ の 3

桁の粒子径オーダーまで）迅速に、しかも乾燥状態（乾式）、溶液分散状態（湿式）問わずに測定できる。また、構造が比較的単純なため、堅牢なハウジング構造と適切な試料サンプリング機構などを組み合わせて用いることで、工場の生産現場測定などへの応用も早くから実用化されていた手法である。課題は計算に用いる物理モデルに導入する物性値（屈折率など）が必要になる場合があることと、主には球形と粒子を仮定して計算するので、基本的には形状の情報が入らないことなどが挙げられる。しかし、現状、最も工業分野で汎用的に使われている粒子径分析装置であることが間違いない。

2.2 動的光散乱法

動的光散乱法はバルク測定の中でも、特に $1 \mu\text{m}$ 以下の nm オーダーの粒子に用いられる手法である。原理としては、溶液中に沈降を伴わないナノ微粒子を分散させ

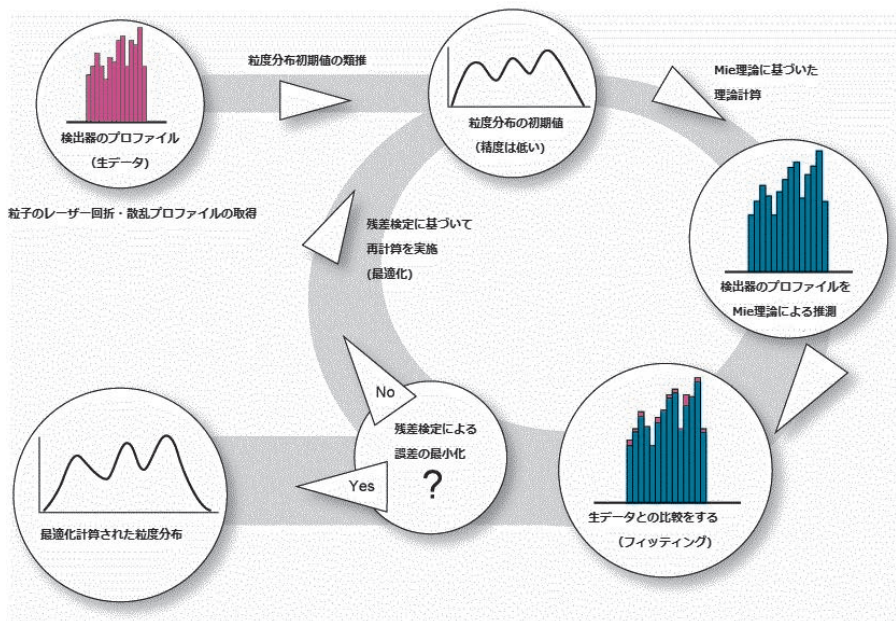


図2 レーザー回折法の数値解析アルゴリズム (ミーモデル)

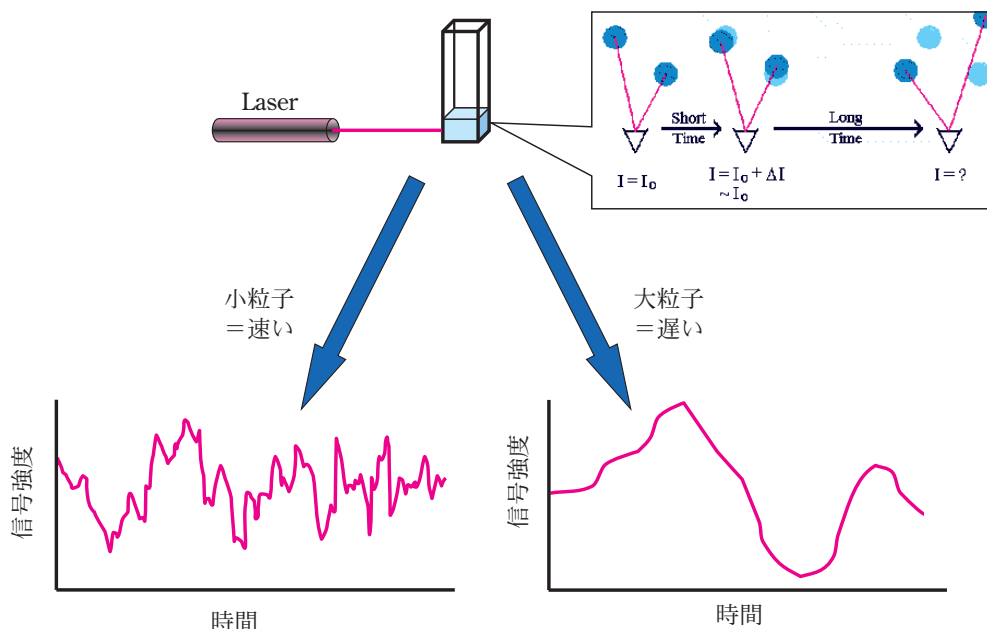


図3 動的光散乱法とブラウン運動

ると、粒子にかかる浮力と重力が釣り合った状態になり、分散媒からの種々の相互作用によりランダムに運動する。これをブラウン運動と呼ぶ。

この運動は、小さな粒子ほど速く、大きな粒子ほど遅くなる。ここに、レーザー光を照射すると、このブラウン運動の影響で粒子からの散乱光の信号は「揺らぎ (時間変動) ≒ 光のちらつき」を持つ。この揺らぎの間隔とブラウン運動の速度には図3のように相関性がある。続いて、図4に示したような自己相関関数法などとストークス・アインシュタイン方程式などで数値解析を行うことで粒子径に置き換える。この手法は数 nm から測定可能で、幅広い溶液分散系試料に適用可能であることが最も大きな利点である。課題は、レーザー回折法と同

様に、計算にフィッティングを用いることで、確からしさに疑義が生じる場合がある点である。特に環境ノイズやわずかな粗大粒子により信号に重みがついた場合、解釈に迷う可能性があるので注意が必要である。この点に留意すれば、現状、最も簡便に、かつ、汎用的にナノメートルオーダーの粒子径を解析することが可能な手法である。

2.3 遮光法

本法はカウント法で最も多く用いられる手法である。原理としては、粒子を制御された流路を通過させ、レーザー光を流路を遮るように配置 (図5 (a)) する。粒子が通過する際に微粒子からの散乱光が生じ、その強度は

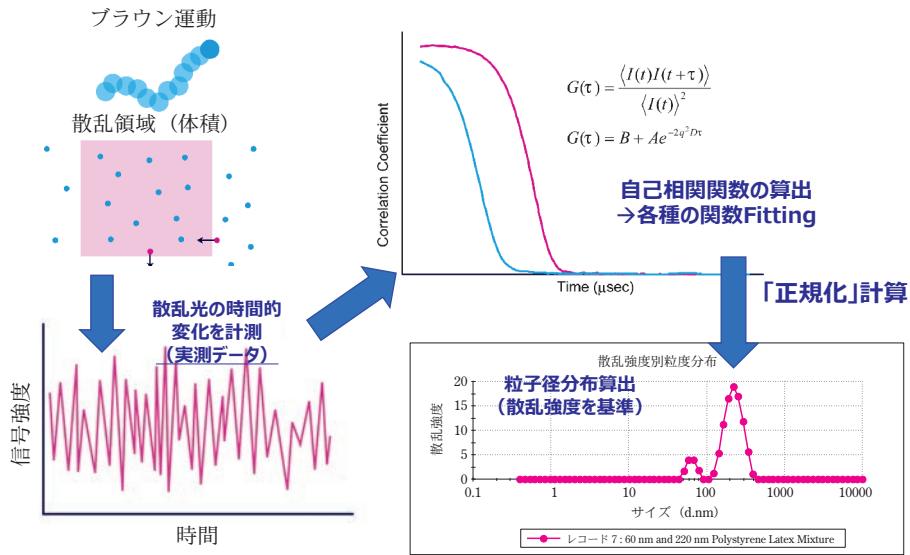


図4 動的光散乱法の解析アルゴリズム

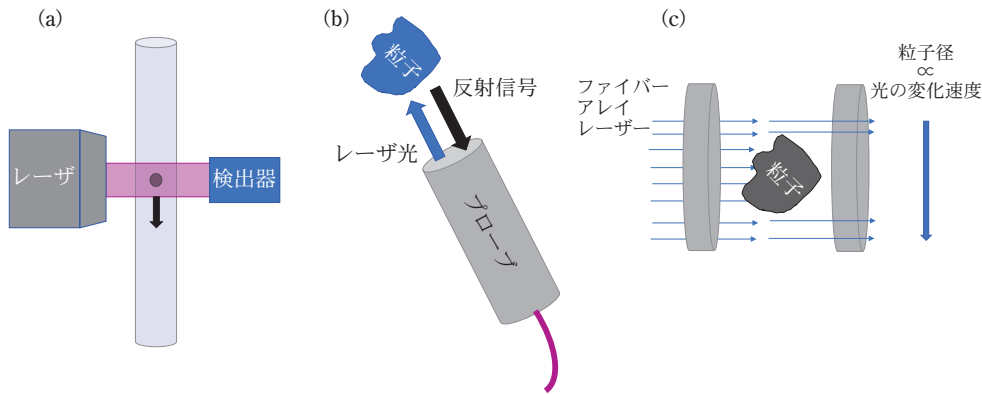


図5 遮光法 (a), 反射法 (b), 空間速度計測法 (c)

粒子径に比例するので、信号強度と数を数えることで、粒子径の情報を得る。主には環境中（特にクリーンルームなどの気中）の清浄度の測定や粗大粒子の検出といった「ないもの」の濃度を計測するというものや、医療用の血球計測のように「細胞（粒子）の濃度」を測定するという必要がある。

その他の工業用に用いられる特殊な用途としては、反射光を利用して高濃度のスラリーを計測する反射遮光法（図5 (b)）や、アレイ上に配置した光学系を通過させる空間速度計測法（図5 (c)）などがあり、工程中分析の用途などで使用されつつある。

本法の課題は、粒子の重なりによる同時通過である。これは、粒子が検出部に複数同時に導入されることで、合算した大きな粒子一つにカウントされる現象で精度と信頼性を下げる。流路を物理的に工夫することで防止する、あるいはデータ取り込みのデジタイジング時に異常シグナルとして除くなど装置各種ごとの工夫がなされている。

2.4 ナノトラッキング法³⁾

近年のコンピュータ技術と高感度カメラの廉価化によ

り出現した手法がナノトラッキング法である。原理としては、レーザー光による粒子からの散乱光を動画で検出し1粒子ずつのブラウン運動を個別に解析することが最大の特徴である。レーザーの直接光や反射光を最小化する配置（図6）により、効率的に粒子からの散乱光の動画を得る。ある一瞬から次の一瞬まで移動した粒子の位置変位を追跡することで、一定時定数内で粒子が移動する軌跡の挙動を解析できる。ここから得られた粒子の移動距離の平均二乗変位から、ストークス・アインシュタイン方程式を用いることで、個々の粒子径情報と個数基準での粒子径分布を算出する。また、ナノトラッキング法では、測定部の面積と焦点深度より、粒子を検出している体積を定義できる。したがって、この体積中の粒子個数より計算して、単位体積あたりの粒子濃度に換算することが可能である。課題は、レーザー回折法と同様に、計算にフィッティングを用いている点である。例えば、環境ノイズや粗大粒子がわずかながら混入すると、粒子径を正確に測定できない可能性があるため注意が必要である。この点に留意すれば、幅広い試料に対して汎用的にカウント、濃度、粒子径分布という複数の情報を同時に得ることが可能な手法である。

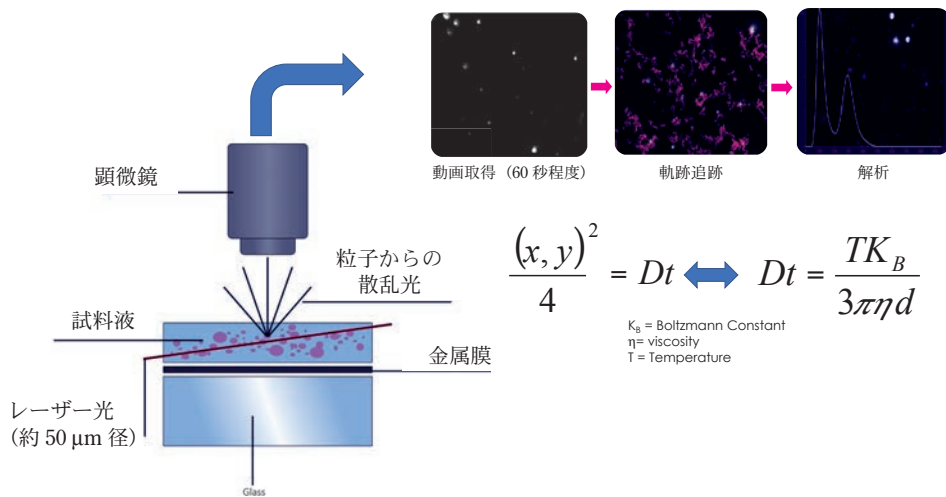


図6 ナノトラッキング法の概要

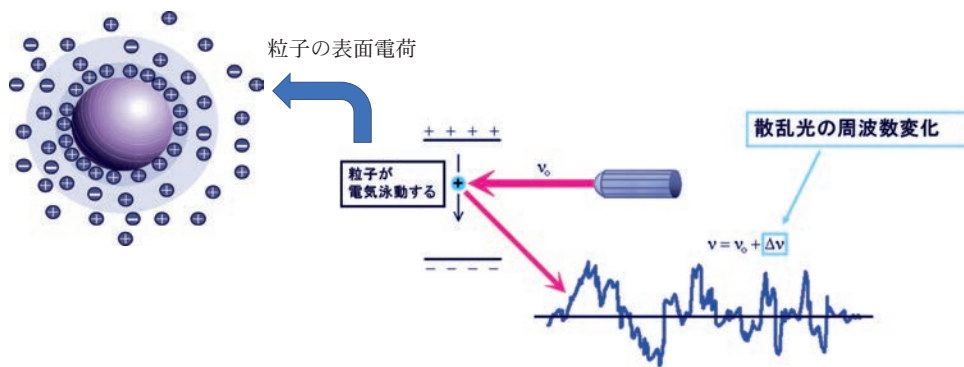


図7 レーザードップラー法の概要

2.5 レーザードップラー法によるゼータ電位測定⁴⁾

液体中に分散した粒子の表面化学的狀態を計測する手法である。液体中に分散している粒子は、±に帯電し、電気的に中性を維持しようと粒子表面の液体中には、粒子とは逆符号を持つ球状のイオン集合体ができると考えられている。帯電した粒子が分散している系に、外部から電場をかけると、粒子は電極に向かって移動する。その速度は粒子の表面荷電（量）に比例する。これを計測するためレーザーを用いる。泳動する粒子分散液にレーザー光を照射すると、粒子から得られる散乱光は、図7に示したようにドップラー効果により速度に依存して周波数がシフトする。シフト量と粒子の泳動速度を解析し、荷電状態を見積もるのが電気泳動光散乱測定法、別名レーザードップラー法によるゼータ電位測定である。解析アルゴリズムとしては、得られた泳動速度（ v ）と電場（ E ）から電気移動度（ U ）が求まり、ここからゼータ電位へ変換する。変換には、多くの場合、スモルコウスキー（Smoluchowski）の式が用いられる。表面電荷を示すゼータ電位は、粒子の分散安定性、凝集性の指標になるので粒子分散安定性の予測評価に広く用いられる。課題としては、高濃度系では電気泳動が単純運動性によるものなのか、粒子間相互作用による凝集性によるもの

なのか判別つきづらくなるので、一定の希釈を要することである。ただし、そもそも高濃度系では電気泳動に伴った運動性を評価する手法そのものへの疑義も生じるので、他法、例えば流動電位法などを用いることも考える必要がある。

2.6 ラマン分光法

レーザーの応用の中で有機、無機問わず化学構造を分析する用途として広範に用いられている手法である。物質に対し、レーザーによってもたらされる単色光（単一振動数の光）を励起光として照射すると、分子振動によりエネルギーシフトを伴う場合がある。これをラマン効果とよび、シフトの波長（周波数）や散乱強度を並べ替えたものが図8に示したようなラマンスペクトルである。このスペクトルデータを用いて物質のエネルギー準位、物質の同定や定量を行う分光法がラマン分光法である。同じく振動分光法である赤外分光法と相補的な結果が得られるとされる。また、フォノン振動などの各種物性状態を反映するため、単純な定性、定量分析のみではなく、強誘電体の相転移機構、結晶の格子振動、分子振動などの固体の物性研究にも応用されている。粒子測定との関連性を鑑みた場合の最も大きな特徴として、通常

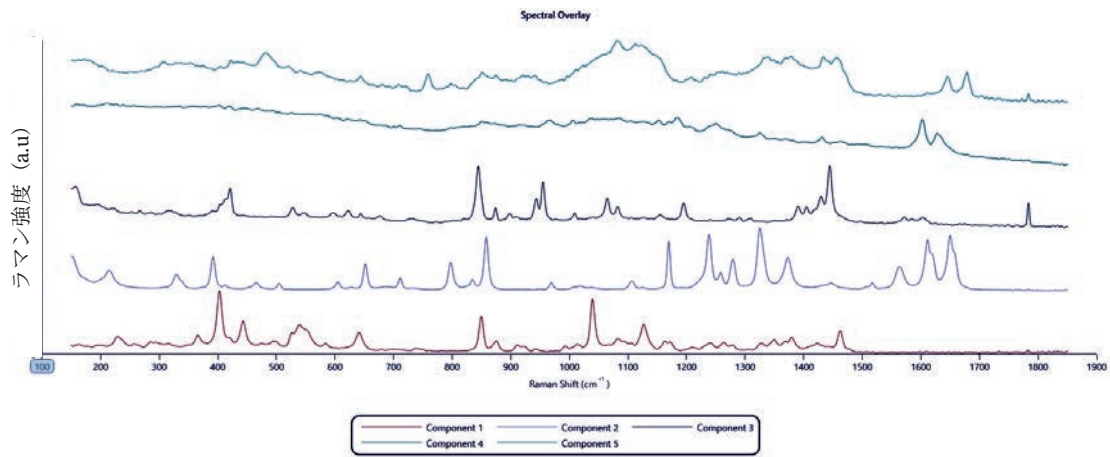


図 8 Raman スペクトル例

の顕微光学系を使用し微小部測定を大気環境下で非破壊に測定できることである。さらには赤外分光法と同様に、主には有機物のデータを取得した豊富なスペクトルライブラリーも市販されており、未知粒子の同定もかなりの確率で可能になってきた。

さらには、近年は全自動式粒子画像解析装置と組み合わせ、粒子の自動追跡機能と組み合わせることで、粒子情報とラマンスペクトル情報を統合する morphology directed Raman spectroscopy (MDRS) 法も開発され、大量粒子へのラマンスペクトル取得が可能となった。最近における粒子計測分野での広い展開が最も期待される化学構造解析法である⁵⁾。課題としては蛍光励起が起きると試料のラマン散乱が得られないこと、並びにラマン活性の強さ弱さにより測定可否が決まることである。しかし、複数レーザーの選択や共焦点光学系などを適切に用いることで、ある程度は回避可能である。

2.7 レーザー誘起ブレイクダウン分光法⁶⁾⁷⁾

レーザー誘起ブレイクダウン分光法 (laser-induced breakdown spectroscopy : LIBS) は高エネルギーのパルスレーザーを励起源とする原子発光分析法の一種で、近年、特にパルスレーザーの進歩と小型・廉価化によって汎用化が実現され、諸所で注目を集めている分析法である。基本的には固体発光分析法に分類され、得られる情報は図 9 に示したような元素発光スペクトルである。最も大きな利点としては、他法、例えば、蛍光 X 線などとも比較すると大気環境下で軽元素 (例えば炭素など) も測定できることである。また、顕微ラマンと同様に顕微光学系を用いた装置構成が可能である。このため、特に近年、ラマン分光法で適用が難しい金属粒子の解析などに期待されている。

課題としては、基本的にはレーザーで試料表面を蒸発させた際に生じる発光スペクトルを測定するという性質上、破壊分析に分類されることである。しかし、わずかな破壊を許容すれば大気環境下で微粒子の元素情報を簡

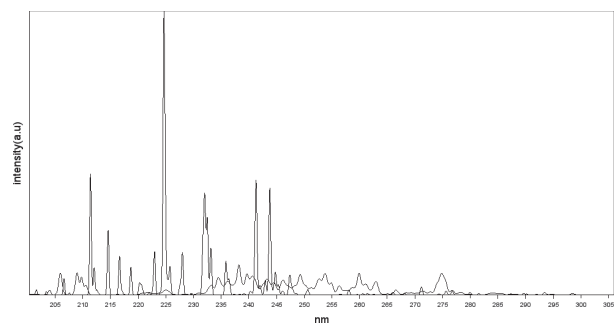


図 9 LIBS スペクトル例

便に検出可能な手法であり、ラマン分光法と同様に粒子計測分野で期待されている手法である。

(なお、ラマン分光法と LIBS 法の特徴は本シリーズでも述べられているので同時に参考にされたい。)

3 おわりに

本稿ではレーザーの歴史からたどり、需要に基づいて発展してきた応用の一分野としての粒子解析技術について特徴を考え、長所、特徴、短所など含めた整理を試みた。目的、需要こそが発明の母であり、これをよく理解することが技術分野の発展にもつながる。

また、著者はレーザーの専門家ではなく、粒子分析、理化学分析を専門としているため、本稿はレーザーという視点からは少し違うものがあつたかもしれない。しかし、日常的にレーザー技術の恩恵にあずかっている。また、それを利用した粒子分析への需要はさらに広がるものと期待している。本稿がその恩恵へのお礼と何かの整理の一助になれば幸いである。

文 献

- 1) J. Hecht : *Appl. Opt.*, **49**, F99 (2010).
- 2) J. Hecht, D. Teresi : "Laser: light of a million uses", (1998), (Courier Corporation).
- 3) 船戸美幸 : 粉体工学会誌, **53**, 363 (2016).
- 4) ジェイムスファトキン, 本田朗, 武田利也 : 資源処理技術, **43**, 13 (1996).

- 5) H. Kinnunen, G. Hebbink, H. Peters, D. Huck, L. Makein, R. Price : *International journal of pharmaceutics*, **478**, 53 (2015).
 6) 葛谷幹夫：中部大学工学部紀要, **54**, 47 (2019).
 7) 出口祥啓：日本機械学会誌, **101**, 540 (1998).



笹倉大督 (Daisuke SASAKURA)

スペクトリス株式会社マルバーンパナリ
 ティカル事業部 (〒105-0013 東京都港
 区浜松町1-7-3 第一ビル)。北陸先端科
 学技術大学院大学材料科学専攻科博士前
 期課程。修士(材料科学)。博士(薬学)。
 《現在の研究テーマ》粒子分析、特に形態
 分析と取得個数、および化学構造の關係
 性について。《趣味》音楽鑑賞、読書、古
 武術、アウトドア関係。

新刊紹介

分析化学実技シリーズ機器分析編3 NMR

田代 充・加藤敏代 著

“NMR”と聞くと、思わず身構えてしまう人は多いのではないだろうか。NMRは製薬、バイオ、食品、有機化学など様々な研究分野で利用され、またMRIとして医学応用されるなど、身近な測定機器ではあるものの、いざ測定を行う際には、核磁気共鳴の原理を理解し、ロジカルにスペクトルを読む力が求められる。本書は著者らがNMRの初学者向けに行ってきた講習会のテキストを基に、NMRスペクトル解析に実践的に取り組めるようになるための解説や演習問題が加えられた、NMR測定の手引き書として役立つ一冊である。

1章ではNMRの原理が平易に解説されている。2章はスペクトルを特徴付ける化学シフト、ピーク面積、分裂パターンなどの意味と実際のスペクトルを使った解説が行われている。ここまで読んだだけでも、NMRに対して親しみを感じられるようになるだろう。NMRスペクトルの特徴である化学シフト、分裂などの背景にある原理は5章で詳しく解説されている。3章には全章までを踏まえてNMRスペクトルの解説を行う演習問題が掲載されている。巻末の化学シフト表と合わせて、挑戦して欲しい。4章は実際の測定手順、6章はQ&Aがまとめら

れており、NMR初学者には十分な内容の入門書となっている。(本書は新書ではなく2009年刊行の第7刷である)

[ISBN 978-4-320-04386-2・A5判・240頁・
 2900円+税・2009年刊行・共立出版]

酸と塩基の有機反応化学

奥山 格 著

化学結合は原子同士の電子のやりとりによって生じるものである。本書では、有機分子の置換、付加、脱離などの化学結合の変化を扱う有機化学反応を、電子の授受の観点で捉え、酸塩基反応(特にルイスの酸塩基)として整理している。求電子種をルイス酸、求核種をルイス塩基と表現すると、分析化学を専門とする方々にとっても有機化学反応が非常に理解しやすい身近なものと感じられるだろう。反応する分子の酸と塩基がどの部位であるのかを考えることで、電子対の動きが理解でき、有機化学反応機構が理解できると考えられる。多種多様な有機化学反応を暗記的に記憶するのではなく、酸塩基反応として理解すると根本的な理解が深まると思われる。本書では、アルケンへの付加、芳香族置換、飽和炭素の置換脱離、カルボニル基の反応など種々の有機化学反応を、酸塩基反応として明快に説明している。有機化学反応機構に明るくない読者には、目からうろこの非常に興味深い書籍である。

[ISBN 978-4-621-30637-6・B5判・146頁・
 2500円+税・2021年刊・丸善出版]

高感度分析に忍び寄る水の脅威

2000年代以降、PPCPs（Pharmaceuticals and personal care products：医薬品および生活関連物質）による水環境汚染が数多く報告されており、ヒトの健康や水生生物への潜在的な影響が危惧されている。一方、水は分析の分野においても必要不可欠であり、その汚染は分析に重大な支障を及ぼす要因となり得る。本稿では、頭髮中の薬物を対象とした超高感度分析において、超純水中に含まれるごく微量の不純物が引き起こした弊害を紹介するとともに、その影響回避に向けての対策について展望する。

新田 篤志, 志摩 典明, 片木 宗弘

1 はじめに

ヒトが生きていくうえで不可欠な水を水道水から摂れる国は世界でわずか15か国といわれ、日本はそのうちのひとつに数えられる。水道水は原水（河川水・湖水・地下水など）を浄化・消毒することにより供給されるが、日本の水が安全に当たり前のように飲めるのは「高い浄水技術」と水道法によって「水質基準」が厳しく定められているからである。また、検査義務が課せられている水質基準（51項目）と共に、水質管理目標設定項目（水質上留意すべき27項目）や要検討項目（毒性・浄水中の存在量などが不明な46項目）も設定されており、令和2年には、残留性有機汚染物質（POPs）として国際的に問題視されているパーフルオロオクタンスルホン酸（PFOS）およびパーフルオロオクタン酸（PFOA）が水質管理目標設定項目に加えられるなど、生活環境の変化や最新の科学的知見に基づいて逐次それらの見直しも行われている¹⁾。

一方、分析の分野においても水は必要不可欠である。分析に用いる水は、分析に干渉しないように、不純物ができる限り除去されていることが望ましい。そのため分析機関のほとんどが、水道水中の不純物を除去するための純水装置あるいは超純水装置を備えているはずである。特に高感度分析では不純物の影響を受けやすいため、薬物の微量分析に汎用される液体クロマトグラフィー/タンデム質量分析（LC-MS/MS）では、水系の移動相を用いる場合に超純水の使用が推奨されている。超純水は、活性炭やイオン交換樹脂、紫外線（UV）ランプ、ろ過フィルターなどの組み合わせにより、水道水に含まれる不純物を可能な限り除去し精製したもので、一般に比抵抗値は18.0 MΩ・cm以上、またTOC（Total Organic Carbon）は1～3 ppb程度にまで低減されている。したがって、通常のLC-MS/MSを用いた薬物分

析では水中の残存有機物が大きな問題となることはない。しかしながら、著者らの研究室で最近取り組み始めた頭髮中睡眠薬の超高感度分析では、超純水中の不純物が要因と考えられる弊害が生じている。

本稿では分析用の超純水に含まれる不純物（特に有機物）の影響を再認識させられた頭髮中睡眠薬鑑定の概要を紹介するとともに、今後の高感度分析への対策について展望する。

2 頭髮中睡眠薬の超微量分析

大阪府警科学捜査研究所では、頭髮中睡眠薬の超高感度分析法を確立し、睡眠薬（いわゆるデートレイプドラッグ）が悪用された性犯罪被害者の頭髮中から、その薬物を検出することにより、性犯罪における睡眠薬使用の立証に取り組んでいる²⁾。性犯罪では、事件の性質上、警察への被害申告が遅れ、薬物摂取証明に汎用される尿からでは睡眠薬の検出が困難となることが多い。そのような場合、頭髮中に取り込まれた睡眠薬を対象に分析を実施する。

頭髮中睡眠薬の分析は極めて高感度な条件下で実施する必要がある。こうした薬物の微量分析にはLC-MS/MSが汎用される。LC-MS/MSはその優れた選択性（S/N）によって、ng/Lレベル（検出絶対量としてfgレベル）の薬物を検出することが可能である。当研究所では、最高感度レベルの性能を有するLC-MS/MS装置を備えており、さらにその最適化により超高感度分析システムを確立させ、1本の頭髮、さらにはその微少断片から薬物を検出し、頭髮中の薬物分布を詳細に測定する手法の実用化に成功した^{3)~7)}。これにより、摂取後数ヶ月以上経過した睡眠薬の検出およびその摂取歴の推定が可能となっている。

3 超純水が怪しい？～ブランク試験におけるジフェンヒドラミンの検出とその原因

当研究所では、前述のとおり、頭髮中睡眠薬の分析に

超高感度分析仕様に改良した LC-MS/MS システムを利用している。薬物鑑定において、このように用いる分析法が高感度なものであるほど、そのブランク試験は慎重に行う必要がある。ブランク試験では、鑑定試料から検出された成分が、同じ操作を行ったブランク試料からは検出されないことを確認し、器具や試薬、分析装置など、分析環境に由来するコンタミネーションが起きていないことを保証する。薬物鑑定の結果は、法廷において決定的な効果を有するだけに、試料のコンタミネーションにはとりわけ注意が必要であり、適切なブランク試験の結果を以て、その信頼性を示す必要がある。

ところが著者らは、LC-MS/MS を用いて睡眠薬の高感度分析を行う際、ブランク試験において、ジフェンヒドラミン (DPH) が毎回僅かに検出されるという事例を経験した。DPH は抗ヒスタミン作用を有し、アレルギー性症状を抑える薬剤として古くから使われてきたほか、2003 年以降にはその副作用である眠気を利用して睡眠改善薬 (エスエス製薬製ドリエルなど) としてドラッグストアなどで市販されていることから、性犯罪などへの悪用が危惧され、当研究所において分析対象薬物の一つとなっている。したがって、著者は上記問題を解決すべく、その原因を探索することとした。

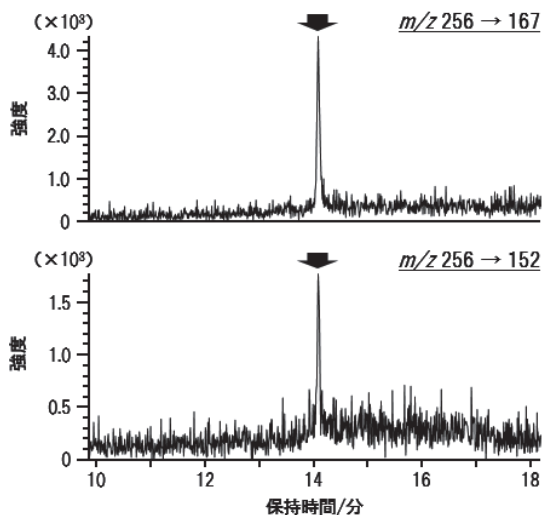
高感度 LC-MS/MS のブランク試験における DPH の検出例、および DPH 標準品の分析結果を図 1 に示す。なお、LC の移動相条件は水/メタノール系のグラジエント (逆相モード) とし、DPH のプロトン付加分子 (m/z 256) をプリカーサとした選択反応モニタリング (SRM) により測定を行った。ブランク試験における DPH は、試料の注入/非注入にかかわらず、分析の度に標準品と同じ保持時間に検出された。そのためこの DPH は、試料の前処理とは無関係でありながら、LC-MS/MS システム内の、分析カラムより上流で混入して

いると予想された。またその後、原因の解明に向け種々の検討を重ねた結果、LC 装置の汚染によるキャリーオーバーなどではなく、LC の移動相に用いる超純水中に DPH が含まれる可能性が示唆された。仮に移動相 (超純水) 中に DPH が含まれる場合、その DPH は LC のグラジエント条件 (カラムの平衡化を含む) により分析カラムの先端で濃縮され、やがてメタノール濃度の上昇に伴いカラム出口へと移動し、DPH 標準品を分析した場合と同じ保持時間にピークを形成し検出されると考えられる。

そこで著者らは、この可能性を検証するため、超純水中の DPH の存在について以下の手順により調査を行った。超純水 1 L について、LC 装置 (島津製作所製 Prominence) を用いて、あらかじめメタノール 3 mL および超純水 2 mL で洗浄した化学物質評価機構製 L-column2 ODS (長さ 50 mm, 内径 1 mm, 粒子径 3 μ m) に通液した (流速 0.3 mL/min で約 56 時間)。その後、メタノール 3 mL で溶出し、回収した溶液に 5% 塩酸メタノール 100 μ L を加え、窒素気流下で溶媒を除去した。得られた残渣に 10% メタノール 100 μ L を加え、遠心分離した後、上清 10 μ L を LC-MS/MS に供した。その結果、図 2 に示すように、プロダクトイオンスペクトルによりはつきりと確認出来るレベルの DPH が検出された。なお、この分析は、後述するインピュリティディレイ法を導入した LC-MS/MS システムを用いて行った。さらに、同システムを用いて標準添加法による DPH の定量を行ったところ、超純水中の DPH 濃度は 2.3 pg/L と算出された。

以上の検証を通して、ブランク試験で検出される DPH の由来は、移動相に用いる超純水であることが示された。

ブランク試験



DPH標準品

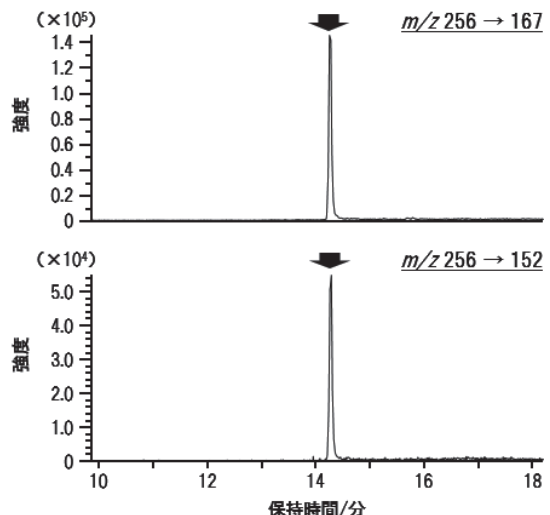
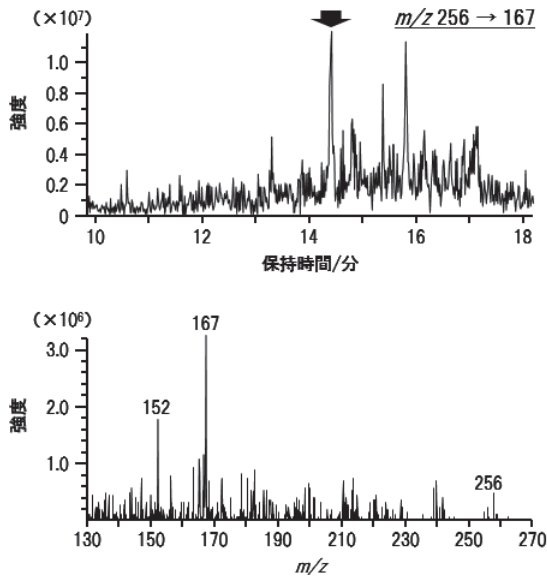


図 1 高感度 LC-MS/MS システム (従来型) における SRM クロマトグラム

超純水



DPH標準品

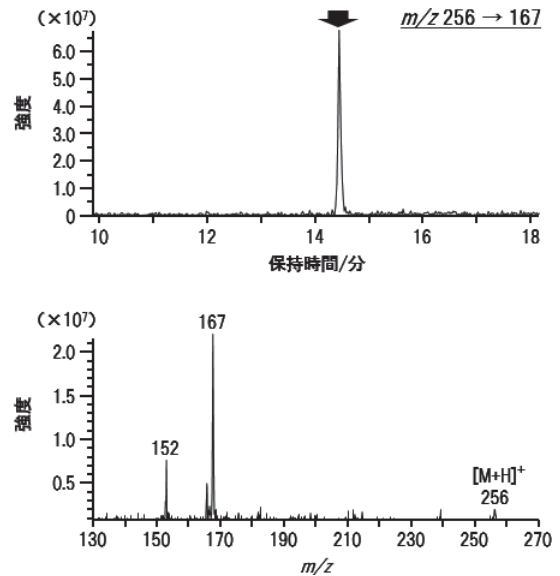


図2 DPHのプロトン付加分子 (m/z 256) をプリカーサとした m/z 167 の抽出イオンクロマトグラム (上段) および図中に矢印で示すピークのプロダクトイオンスペクトル (下段)

4 PPCPs による水環境汚染と高感度薬物分析

当研究所における高感度薬物分析のブランク試験を端緒に、超純水中にはごく微量のDPHが含まれることが明らかになった。ではこのDPHはいつ・どこで混入したのだろうか。考えられる原因として、PPCPs (Pharmaceuticals and personal care products: 医薬品および生活関連物質) による水環境汚染が挙げられる。

我が国では2000年代以降、分析技術の発展・普及に伴い、河川水など環境水中におけるPPCPsの検出事例が数多く報告されている。PPCPsには、ヒトおよび動物用医薬品、また生活関連物質として、医薬部外品、化粧品などが含まれ、これらは何らかの生理活性を持つことから、ヒトの健康や水生生物への潜在的な影響が危惧されている。汚染物質としてのPPCPsは、製品使用者の排泄物や、手洗い・入浴時の廃水、あるいは製品自体の廃棄などを由来とし、処方量や生産量、用法用量、生体内の動態、水処理過程における除去率、環境中の分解性・残留性など様々な要因の影響を受け、水環境中に存在している^{8)~11)}。

DPHについても、国内の水道原水からng/Lレベルの濃度で検出された報告がある¹¹⁾。前述のとおり、DPHは睡眠改善薬や乗り物酔い防止薬、風邪薬などの内服薬のほか、かゆみ止めの軟膏剤や目薬、育毛剤など、多種多様な外用薬にも配合されており、少なくともこの点において環境水中に流出しやすい医薬品成分と考えられる。今回、上記報告の1/1000以下の濃度で検出された超純水中のDPHは、こうした汚染物質のごく一部が除去されずに残存した可能性がある。

また、島崎らの報告によると、国内の4浄水場を対

象とした水質調査の結果、浄水中から5物質の医薬品またはその代謝物が、おおむねng/Lレベルで検出されている(表1)¹¹⁾。この濃度では、水道水を通じた摂取量はごく僅かであると推定され、ヒトの健康影響上、直ちに対策が必要なものではないと考えられている。一方、分析分野における水の汚染は、ごく低濃度の汚染レベルであっても分析に何らかの支障を及ぼす恐れがある。本稿もその一例であり、特に高感度LC-MS/MSに用いる移動相は、PPCPsなどの不純物を全く含まない状態が理想的である。

著者らは、超純水製造装置の設定を最適化することによって、不純物としてのDPHを除去できるのではないかと考えた。具体的には、有機物の酸化分解を亢進させるため、精製過程内のUV照射時間を延長した。しかしながら、DPHは相変わらずLC-MS/MSのブランク試験で検出され、その検出強度についても顕著な減少は観察されなかった。そこで著者らは、不純物を取り除くのではなく、不純物と測定試料由来の成分とを分離するための手法であるインピュリティディレイ法の導入を試みた。本法は根本的な解決策ではないものの、DPHに限

表1 国内の4浄水場を調査対象とした浄水中の医薬品類の存在状況¹¹⁾

医薬品類	用途	濃度 (最高値) [ng/L]
イオパミドール	X線造影剤	2400
イブプロフェン	解熱鎮痛消炎剤	6
エピナスチン	解熱鎮痛消炎剤	8
オセルタミビルカルボキシレート	抗インフルエンザ薬代謝物	38
カルバマゼピン	抗てんかん薬	38

らず他の不純物に対しても有効であると期待される。

5 インピュリティディレイ法

インピュリティディレイ法は元来、PFOS・PFOAなどの有機フッ素化合物やフタル酸エステル類、リン酸エステル類などを測定対象とした、高感度 LC-MS/MS による環境試料分析に用いられる手法として知られており、測定試料由来の成分と、LC システム（移動相や装置の部品など）由来の成分を分離することにより、MS 部における夾雑物の悪影響を抑えることを目的とする。その概略図は図 3 に示す通りで、ミキサーと試料注入部の間に取り付けられたディレイカラムによって、注入部より上流の LC システムから溶出する成分を保持し、注入部で注入した成分よりも MS 部への到達を遅らせることができる。なお、その遅延時間の長さは、ディレイカラムの長さや保持機構などに依存して変化するため、LC システムの圧力の上限などに注意して、適切なカラムを選択する必要がある¹²⁾¹³⁾。

本検討においては、従来の LC-MS/MS システムに対し、圧力の上昇を抑えるため、分析カラムの粒子径を 3 μm から 5 μm に変更するとともに、それと同じ規格のカラムをディレイカラムとして用いた。この改良した LC-MS/MS システムにより得られたブランク試験の結果および DPH 標準品の分析結果を図 4 に示す。ブランク試験では、従来のシステムで検出されていた DPH の

ピーク（図 1）が消失した。また、DPH 標準品の分析においても、検出されたピークは標準品由来のもののみであった。したがって、本来は測定試料由来の DPH より遅れて溶出するはずの“ディレイカラムにより分離された移動相由来の DPH”は検出されなかったものの、ブランク試験で DPH が検出されるという根本的な問題は解消された。移動相由来の DPH が検出されなかった原因として、カラムの粒子径を大きくしたことによる理論段数の低下や、一旦ディレイカラムで保持・濃縮された移動相由来の DPH が、その後分析カラムを含む LC 流路内で拡散したことによって、ピークがブロードになった可能性が考えられる。

6 おわりに

今回の検証を通して、LC の移動相に用いる超純水中には極めて低い濃度で DPH が含まれており、それが LC のグラジエント条件により分析カラム内で濃縮され、最終的に質量分析部で検出されることが明らかになった。発見の端緒となったのは、偶然 DPH を分析対象として行った頭髮中睡眠薬の超高感度分析である。しかしながら、PPCPs による水環境汚染が問題視されはじめた 2000 年代以降、我が国では DPH に限らず多種多様な汚染物質の存在が報告されており、それらの汚染物質についても DPH に準ずる濃度レベルで超純水中に含まれている可能性がある。さらに、今後も高感度な分

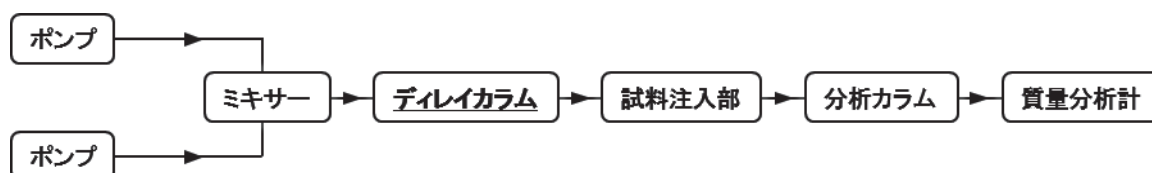
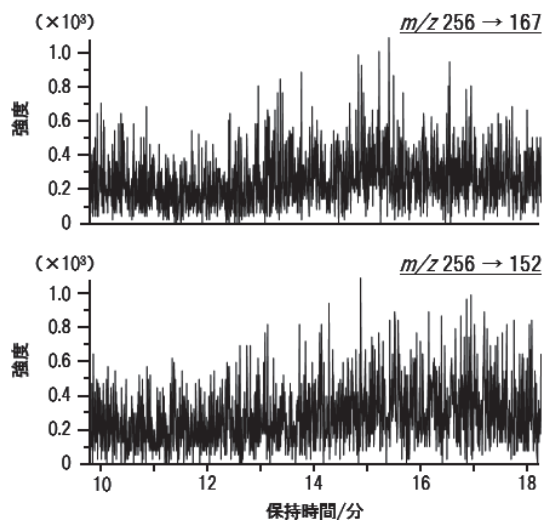


図 3 インピュリティディレイ法を用いた LC-MS/MS システム

ブランク試験



DPH標準品

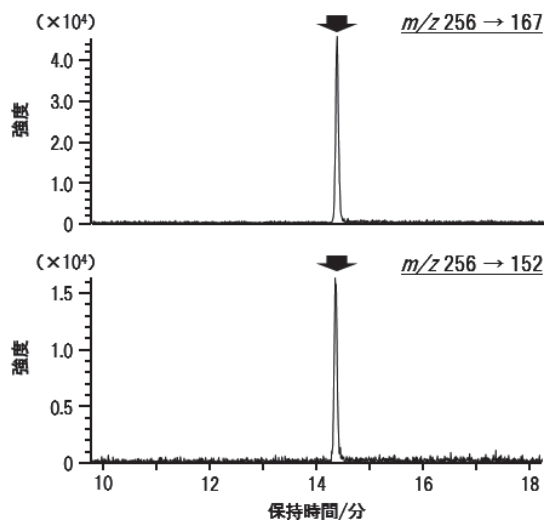


図 4 高感度 LC-MS/MS システム（インピュリティディレイ法を導入した改良型）における SRM クロマトグラム

析技術の開発およびその普及が進むと予想される一方、国内外において新規に製造・使用される化学物質の種類は増え続けており、特に我が国では、高齢化社会に伴って今後医薬品の使用が増加していくと予想されていることから、近い将来、ますます本稿で取り上げたような問題が生じ得ると危惧される。今回、対策の一つとしてインピュリティディレイ法の活用を紹介したが、今後頭髮分析に代表される超高感度薬物分析を実施する際には、試料の前処理や移動相に使用する超純水中にごく微量の不純物が含まれている可能性について十分に考慮する必要がある。

謝辞

本稿執筆にあたりご指導・ご協力いただいた、大阪健康安全基盤研究所高木総吉博士、公立鳥取環境大学山本敦史博士、およびオルガノ株式会社の方々に深く感謝申し上げます。

文 献

- 水道水質基準について，厚生労働省，<https://www.mhlw.go.jp/stf/seisakunitsuite/bunya/topics/bukyoku/kenkou/suido/kijun/index.html> (2021年6月30日，最終確認)。
- 志摩典明，片木宗弘：日本法科学技術学会誌，**26**，137 (2021)。
- A. Miki, M. Katagi, N. Shima, H. Kamata, M. Tatsuno, T. Nakanishi, H. Tsuchihashi, T. Takubo, K. Suzuki : *Forensic Toxicol.*, **29**, 111 (2011)。
- T. kamata, N. Shima, K. Sasaki, S. Matsuta, S. Takei, M. Katagi, A. Miki, K. Zaitso, T. Nakanishi, T. Sato, K. Suzuki, H. Tsuchihashi : *Anal. Chem.*, **87**, 5476 (2015)。
- N. Shima, K. Sasaki, T. Kamata, S. Matsuta, M. Katagi, A. Miki, K. Zaitso, T. Sato, T. Nakanishi, H. Tsuchihashi, K. Suzuki : *Forensic Toxicol.*, **33**, 122 (2015)。
- N. Shima, K. Sasaki, T. Kamata, S. Matsuta, M. Wada, H. Kakehashi, S. Nakano, H. Kamata, H. Nishioka, T. Sato, H. Tsuchihashi, A. Miki, M. Katagi : *Drug Metab. Dispos.*, **45**, 286 (2017)。
- A. Nitta, N. Shima, T. Kamata, K. Sasaki, S. Matsuta, A. Ishikawa, R. Asai, M. Wada, H. Kakehashi, S. Fujii, H. Kamata, H. Nishioka, T. Sato, H. Tsuchihashi, A. Miki, M. Katagi : *J. Anal. Toxicol.*, **45**, 1006 (2021)。
- K. Kümmerer : *J. Environ. Manag.*, **90**, 2354 (2009)。

- 清野敦子，古荘早苗，益永茂樹：水環境学会誌，**27**，685 (2004)。
- 鈴木俊也：東京都健康安全研究センター研究年報，**63**，69 (2012)。
- 島崎 大，秋葉道宏，国包章一：環境システム計測制御学会 (The Society of Environmental Instrumentation Control and Automation)，**17**，45 (2013)。
- SHIMADZU APPLICATION NEWS No. C81，島津製作所，(2011)，<https://www.an.shimadzu.co.jp/apl/an/c/c081.pdf> (2021年6月30日，最終確認)。
- 中村 洋：“LC/MS, LC/MS/MS Q&A 100 獅子の巻”，日本分析化学会液体クロマトグラフィー研究懇談会編，p. 232 (2018)，(オーム社)。



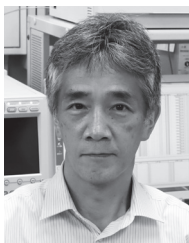
新田篤志 (Atsushi NITTA)

大阪府警察本部科学捜査研究所 (〒541-0053 大阪府大阪市中央区本町 1-3-18)。九州大学工学部物質科学工学科修士。学士 (工学)。《現在の研究テーマ》毛髪中への薬物の取り込み挙動について。《趣味》ランニング，バスケットボール。
E-mail : a.nittahja56@gmail.com



志摩典明 (Noriaki SHIMA)

大阪府警察本部科学捜査研究所 (〒541-0053 大阪府大阪市中央区本町 1-3-18)。富山医科薬科大学大学院薬学研究科修士。博士 (薬学)。《現在の研究テーマ》性犯罪の立証に資する睡眠薬等の分析に関する研究。《主な著書》“薬毒物試験法と注解 2017” (東京化学同人) (日本薬学会編) (分担執筆)。《趣味》フットサル，ジョギング。



片木宗弘 (Munehiro KATAGI)

大阪府警察本部科学捜査研究所 (〒541-0053 大阪府大阪市中央区本町 1-3-18)。岐阜薬科大学厚生薬学科修士。博士 (薬学)。《現在の研究テーマ》質量分析による薬毒物の高感度分析。《主な著書》“薬毒物試験法と注解 2017” (東京化学同人) (日本薬学会編) (分担執筆)。《趣味》園芸，テニス，競馬観戦。
E-mail : Kataginohto@math.biglobe.ne.jp

単独イオン活量は分析化学の対象たりえるか

単独イオン活量や単独イオン活量係数は、熱力学的には測定できない。しかし、国際純正応用化学連合の2002年勧告では、pHの概念的な定義は、水素イオンの単独イオン活量 a_{H^+} を用いて、 $\text{pH} = -\log_{10} a_{\text{H}^+}$ であるとされている。熱力学的に測定できない量は、非科学かということ、そうではない。単独イオン活量や単独イオン活量係数は、電池の持つ本質的な非可逆性に依拠して電気化学的に、すなわち非熱力学的に測定できる量である。pHを例として、そのロジックを解説する。

垣内 隆

1 はじめに

単独イオン活量は測定できるの？と聞かれると、どう答えればよいだろうか。たとえば、水素イオン活量 a_{H^+} の場合、

$$\text{pH} = -\log_{10} a_{\text{H}^+} \dots\dots\dots (1)$$

というpHの定義を2002年に国際純正・応用化学連合(International Union of Pure and Applied Chemistry)が勧告している(以下ではこの勧告を、IUPAC2002と記す)¹⁾。pHは日常的に世界中で測定されているのだから式(1)に従えば、 a_{H^+} は、当然測定できる。そう答えるのが、分析化学に携わる多くの人たちにとっては、とりあえずの正解であろう。

しかし、 a_{H^+} は単独イオン活量なのだから、熱力学的には測定できないということを知ったこともあるはずだ^{2)~5)}。それが正しいなら、逆に、式(1)から、pHは熱力学的な意味では測定できない量であると言わなければならない。「とりあえずの正解」は、不正解なのか？

実は、この厄介な問題は、電池の本質、したがってまた、それを用いる分析化学の一分野である電気分析化学の本質にかかわっている。この問題を徹底的に調べ上げたのは、式(1)の定義を掲げたpH測定、つまり、水素イオンの単独イオン活量測定である¹⁾⁶⁾。その「仕組み」を見てみよう。

2 電気分析化学計測の枠組み

2.1 電池は非可逆デバイス

電池を組むと、二つの電解質相が互いに接する境界ができる。これを液絡(liquid junction)という。それら電解質相のイオン組成は、互いに異なるから、液絡部分には液間電位差(liquid junction potential)が発生する。

そもそも、電池とは*、何らかの酸化還元反応を二つの半電池反応に分割し、電子を外部回路を通して片方の半電池からもう片方の半電池に移動させることによって進行させ、その過程で化学エネルギー⇄電気エネルギーの変換を実現するデバイスである。液絡がない、したがって液間電位差が発生しない電池というのは、原理的にあり得ない。

そう言う、いや、pH計測に用いるpH標準液の値付けをするために用いる次の電池**



は、液絡のない電池として知られているのでは、と思う人もいだろう。実際、IUPAC2002の冒頭にも“cell without transference, Harned cell”と記されている¹⁾。しかし、Duncan A. MacInnesがずいぶん前に指摘しているように、実際には、この電池にも液絡は存在する⁷⁾。



ここで|は相界面を、:は液絡の存在を示す。

左側のHCl水溶液はAgClで飽和しているのに対し、右側のHCl水溶液はH₂で飽和している。AgClの水相中の溶解度積は25℃では 1.7×10^{-10} であるから、水相中のAg⁺濃度は、HCl濃度が0.001 mol kg⁻¹の時を考えてみると、Ag⁺は、0.17 μmol kg⁻¹程度、一方、水素ガスの水への溶解度は0.8 mmol dm⁻³弱で、どちらも僅かなものと思える。これらの成分の液間電位差への寄与が無視できるのは、確実である。とすると、MacInnesの指摘はあるものの、(A)の電池をpH標準液の値付けに液間電位差がなしというのは、許容できそうである。

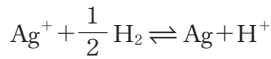
しかし、この電池を作っただけでしばらく使っていると、電

* ガルバニ電池

** いわゆる Harned 電池

Can single ion activity be the subject of analytical chemistry?

池の中央付近が黒ずんでくることがある。



の標準電極電位（標準水素電極に対するもう片方の半電池反応が進行する電極の標準電位）は、 $E_{\text{Ag}^+/\text{Ag}}^\circ = 0.799 \text{ V}$ (25 °C) である。ということは、反応電子数を n と書く

$$\Delta G^\circ = -nFE_{\text{Ag}^+/\text{Ag}}^\circ \dots\dots\dots (2)$$

であり、 $n=1$ では $\Delta G^\circ = -77.1 \text{ kJ mol}^{-1}$ なので、標準状態では、この反応は右向きに進行する。つまり、(A') の電池の中央部付近の溶液中で Ag^+ が H_2 に出会うと、 Ag^+ が H_2 に還元されて Ag が生じる。Ag は水に不溶なので沈澱する。これが上記の中央付近が黒ずんでくる理由である。

電池を組んだ容器が黒ずんでも測定上実害はないようであるが、隠された液絡の存在がこのように見えてくることもある。液絡では必ずイオン移動が起きる、つまり時間に依存する過程が存在する。したがって、液絡のある系は、熱力学の枠外にあると考えなければならない。つまり、電池は、例外なく、非熱力学的存在である。

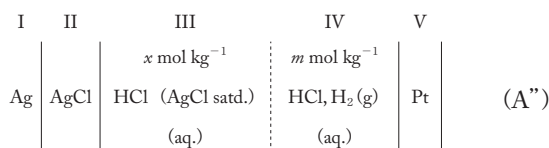
厳密には液絡が存在する以上、

$$\Delta G^\circ \simeq -FE_{\text{Ag}^+/\text{Ag}}^\circ \dots\dots\dots (3)$$

であり、式 (2) は近似式であることを必要に応じて思い出さなければならない。

2.2 いわゆる液絡のない電池と単独イオン活量

具体的に、たとえば HCl 濃度が $m \text{ mol kg}^{-1}$ の時の電池を考える。



この電池の端子間電圧（起電力）は

$$E_{\text{cell}} = \frac{RT}{F} \ln \left(\frac{a_{\text{H}^+}^{\text{IV}}}{(p_{\text{H}_2}/p^\circ)^{1/2}} \right) + \phi^{\text{IV}} - \phi^{\text{III}} - E_{\text{AgCl}/\text{Ag}}^\circ + \frac{RT}{F} \ln (a_{\text{Cl}^-}^{\text{III}}) \dots\dots\dots (4)$$

と与えられる。ここで、 R, T, F は、それぞれ、気体定数、絶対温度、ファラデー定数、 p_{H_2} は H_2 の分圧、 p° は標準圧力、 a_i^α は相 α (α は III または IV) における化学種 i の活量 (i は H^+ または Cl^-)、 $\phi^{\text{IV}} - \phi^{\text{III}}$ は、相 III と IV 間の液絡を横切る液間電位差である。この液間電位差が無視できるほど小さく、また、相 III と IV の溶液は同一組成とみなせるとすると、式 (4) は、

$$E_{\text{cell}} \simeq E^\circ + \frac{RT}{F} \ln (a_{\text{H}^+}) + \frac{RT}{F} \ln (a_{\text{Cl}^-}) \dots\dots\dots (5)$$

$$= E^\circ + \frac{RT}{F} \ln (a_{\text{HCl}}^\pm)^2 \dots\dots\dots (6)$$

と書くことができる。ここで、 $-E_{\text{AgCl}/\text{Ag}}^\circ + (RT/F) \ln (p_{\text{H}_2}/p^\circ)^{1/2} = E^\circ$ と置いた。式 (6) の a_{HCl}^\pm は、 $a_{\text{HCl}}^\pm = (a_{\text{H}^+} a_{\text{Cl}^-})^{1/2}$ で定義される HCl の平均活量である。式 (5)、(6) では、相 III と相 IV を区別しないので、活量の上付添え字は省略している。

式 (6) は、液間電位差が無視できれば、電池電圧から溶液相に溶けた電極反応にかかわる電解質の、その溶液中における平均活量を、また、HCl の濃度が既知の場合は、平均活量係数を測定することができることを示す。これは「平衡電気化学」という概念的枠組みの中での結果とみることでもできるが、 $\phi^{\text{IV}} - \phi^{\text{III}} \simeq 0$ という近似を含む式 (5) がその基礎であることに留意しよう。

塩の平均活量係数は中性の物質の活量係数と同様に、熱力学的に正確に測定できる量である。たとえば、HCl 水溶液の場合、HCl の蒸気圧、あるいは水の蒸気圧測定からその値を得ることができる。電池電圧測定の方が、蒸気圧測定よりも簡単であり、溶液組成はもちろん、温度や圧力を変えた測定も容易である。

だが、式 (1) で定義される pH を知るためには、 H^+ の単独イオン活量が必要である。式 (5) の右辺には、 a_{H^+} が出ているので、 a_{Cl^-} さえ分かれば、 E_{cell} から HCl 水溶液の pH が求まりそうだが、 a_{Cl^-} も単独イオン活量であるから熱力学的には、測定できない。すなわち、いわゆる液絡のない、より正確には液間電位差が無視できる (A) の電池の端子間電圧から、直接、電池を構成する溶液相の pH を知ることは不可能である。

3 電気分析化学法による pH 測定

3.1 pH 標準液の値付け

IUPAC2002 では、上述の式 (1) による pH の定義を、概念的な定義 (notional definition) とし、実用的に pH を測定する場合は、まず、その定義に沿う (可能な限り、定義値に近い) 値を持つ pH 標準液を用いて機器 (電池とその電位差を測定する装置) を校正する。そのあとに、目的とする試料溶液を含む電池 (後述、3.2.1 節) の端子間電位差から、pH を得るという手順を踏む。この測定操作にしたがって得られた pH の値は、概念的な pH に近いと期待される。このようにして得られる pH の値は、校正から実測への一連の測定操作によって得られるものであるので、操作的に定義された pH (operationally defined pH) と呼ばれる⁸⁾。

まず、pH 標準液として用いる pH 緩衝液の値付けをしなければならない。IUPAC2002 によると、pH の値付けする緩衝液に NaCl または KCl を加えた溶液を (A) の溶液相とする電池の端子間電圧を Cl^- の質量モル濃度 (m_{Cl^-}) を変えて測定し、 $m_{\text{Cl}^-} \rightarrow 0$ に外挿する。

$m_{\text{Cl}^-} \rightarrow 0$ の時の Cl^- の活量係数を $\gamma_{\text{Cl}^-}^0$ と書くと、 $a_{\text{Cl}^-} =$

$\gamma_{\text{Cl}^-} m_{\text{Cl}^-}$ であるから $\gamma_{\text{Cl}^-}^0$ が分かれば式 (5) より、その pH 緩衝液の pH がわかる。だが、 $\gamma_{\text{Cl}^-}^0$ は熱力学的には決まらない量である。

IUPAC2002 では、 $\gamma_{\text{Cl}^-}^0$ は、pH 緩衝液のイオン強度 (I) が 0.1 mol kg^{-1} 以下であれば緩衝液の種類によらず、次式で与えられるとした。

$$\log_{10} \gamma_{\text{Cl}^-}^0 = -\frac{A\sqrt{I}}{1+1.5\sqrt{I}} \dots\dots\dots (7)$$

ここで、 A は電解質溶液の活量係数についての Debye-Hückel 理論の定数で、 25°C 、 0.1 MPa の水溶液の場合 I を質量モル濃度で表すと 0.5100 、モル濃度だと 0.5108 である。この式を用いる pH 緩衝液の値付けのやり方は、Bates-Guggenheim 規約 (Bates-Guggenheim convention) (以下、B-G 規約) と呼ばれる¹⁾⁹⁾。もちろん、非熱力学的仮定である。

(A) の電池電圧からの pH 第一次標準液の値付けまで行くには、非熱力学的仮定が 2 回、用いられていることに注意しよう。さらに、未知試料の pH を知るためには、以下に示すように、もう一段階、非熱力学的な仮定が必要である。

3・2 実用的な pH の電位差測定

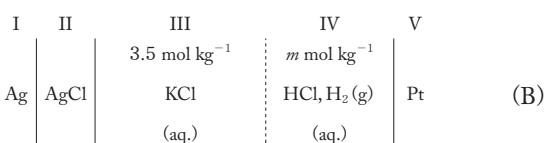
実際に組成が未知な試料溶液の pH を測定するには、上記の電池 (A) は使えない。試料溶液の組成によっては、 $\text{Ag} | \text{AgCl}$ 電極の電位が変化する可能性がある。

3・2・1 電気分析化学用の電池

電気分析化学では、作用電極と参照電極を組み合わせた電池を用いて、電池電圧、電流、電気量などを測定する。電池が本質的に非可逆系というのであれば、はっきりと二つの電極系を分けて考えればよいではないか、というわけである。ここで、作用電極と参照電極は、それぞれ、電子導電体とそれが浸された電解質溶液 (より一般にはイオン伝導相) を含む。電極だけでは電子伝導体のみを表す場合もあるので、以下では、電子伝導体が浸された溶液相を含めるときは、系を付して、作用電極系、参照電極系ということにする。

3・2・2 濃厚 KCl 水溶液塩橋+作用電極の枠組み

未知試料の pH の電位差測定のために、一例として、次のタイプの電池 (B) を考える。



相 I ~ III が参照電極系、相 IV ~ V が作用電極系である。

この電池は、先の電池 (A) と異なり、相 III と相 IV

間には液絡があからさまに存在する。いつかは、両相は混じり合って均一になるはずだが、そうなるまでに測定する。相 III の左端の銀塩化銀近傍の組成と、相 IV の右端の白金電極近傍の組成は、両相が最初に接触してから、ある程度の時間は、接触以前の組成を保つと期待する。その時間内では、両相の電極近傍の組成は別々である。分断されているということもできる。分断されている間に、参照電極をそのままにしておいて、作用電極の溶液組成を変えていろいろ測定すると、電池の片方の電極で起きていることだけに注目して、作用電極における電気化学過程を調べることができる。

分断が実現されている状態で、電池 (B) の電池電圧 E_{cell} 、すなわち、左端の Ag にたいして右端の白金が持つ端子間電位差は次式で表される。

$$E_{\text{cell}} = -\frac{RT}{F} \ln(x\gamma_{\text{H}^+}^{\text{IV}}) + \phi^{\text{IV}} - \phi^{\text{III}} - E_{\text{AgCl|Ag}}^{\circ} + \frac{RT}{F} \ln(3.5 \times \gamma_{\text{Cl}^-}^{m_{\text{KCl}}=3.5}) \dots\dots\dots (8)$$

ここで、 $\gamma_{\text{H}^+}^{\text{IV}}$ と $\gamma_{\text{Cl}^-}^{m_{\text{KCl}}=3.5}$ は、それぞれ、当該イオンの所与の電解質濃度における活量係数、 $\phi^{\text{IV}} - \phi^{\text{III}}$ は、相 III に対して相 IV が持つ内部電位差、つまり相 III と IV を横切る液間電位差である。

相 III に KCl 水溶液を用いるのは、 K^+ と Cl^- の水中での移動度がほぼ等しいために、KCl が相 IV に流れ込んだ際に生じる液間電位差は小さい、と期待できるからである。一方、相 IV からは、相 III に試料溶液中の HCl が流れ込んでくる。その液間電位への寄与は、HCl 濃度が KCl 濃度に比べて小さければ、無視できる、と期待する。相 III の KCl 濃度を濃くするのは、このためである。この濃厚 KCl 水溶液は、試料溶液との間の液間電位差を小さくし、かつ、試料溶液と混じり合わない時間内では、試料溶液が浸された作用電極系と参照電極系の分断を実現している。

このように、二つの電極系を分断しながら電気的には導通を保ち、かつ、それがなければ発生する液絡における電位差、液間電位差、を小さくする仕掛け (デバイス) のことを塩橋という。相 III は塩橋であると同時に、 Cl^- の活量を一定にして参照電極系の電位を決める役割も兼ねている。

この塩橋が、試料溶液や pH 標準液の組成にかかわらず理想的に液間電位を消去する、あるいは一定値をとり (1)、かつ、 $\gamma_{\text{Cl}^-}^{m_{\text{KCl}}=3.5}$ が既知 (2) であれば、上述のように (B) の電池電圧の測定によって単独イオン活量係数 $\gamma_{\text{H}^+}^{\text{IV}}$ を、したがってまた、単独イオン活量 $a_{\text{H}^+}^{\text{IV}}$ を知ることができる。

実際には、1 はある程度は達成されていると考えられてはいるが、試料溶液組成によっては数 mV の誤差がありうる。2 の値は 0.5 近辺であることぐらいしか分からない。また、試料溶液側に絶えず流れ込む KCl が試料

の性質を変えてしまう場合もある（後述）。

それでも、(B) の電池や、より一般的には白金電極をガラス電極に置き換えた電池 (B' とする) を用いて、試料溶液の pH の値が測定されてきた。しかし、この「測定」は、直接式 (8) を使って $a_{\text{H}^+}^{\text{V}}$ を求めるのではない。1 と 2 の問題があるから直接は無理である。

3・3 pH 標準液を用いる電池の較正

(B) で測定される pH 値は、式 (1) の定義ではなく、IUPAC2002 が定めた pH の第一次標準液が持つ pH 値を元にして値付けられて市販されている pH 第二次標準液が持つ pH 値を使って、pH メータを較正した後に、測定された値である。この較正では、試料溶液相が pH 標準液でも試料溶液でも、参照電極系と作用電極系間の液間電位差は同じであると見なせると仮定する（第 3 の非熱力学仮定）。そうすると、相 IV が pH 標準液である時の電池電圧 E_s と 試料溶液である時の電池電圧 E_x との差は、それぞれの溶液の pH の差、 $\text{pH}(S) - \text{pH}(X)$ 、に比例すると考えてよい。

$$\text{pH}(X) = \text{pH}(S) + \frac{E_x - E_s}{k} \dots\dots\dots (9)$$

白金電極では、 $k = \ln(10) RT/F$ 、作用電極がガラス電極である場合は、pH の異なる 2 種類の pH 標準液を用いてガラス電極と参照電極からなる電池の較正を行い、 k を実験的に決める。ここでは省略する。

こうして得られる pH というのは、したがって pH 標準液に依存する operational な（実験操作の手順に依存した、定められた一連の手順を踏むことによって得られる）値である。式 (1) で定義される単独イオン活量を測るわけではない。これは、もちろん、非熱力学的な操作である。その枠内での pH の不確かさは、0.001 の桁であると考えられている¹⁰⁾¹¹⁾。これを電圧に換算すると 25 °C では 0.06 mV 程度になる。

濃厚 KCl 塩橋のアイデアは、Ostwald-Tower に遡るので¹²⁾、130 年以上にわたって、(B) の電池構成は電気分析化学における最良かつ唯一の存在であった***。この枠組みでの最良の結果がこれなので、電池電圧からイオンの活量ないしは活量係数を小数点以下三桁目までの精度で求めることは至難の業だ、とすることが分かるだろう。作用電極系と参照電極系が理想的に分離されていたとしても、である。

3・4 濃厚 KCl 塩橋を用いる pH 測定がうまくいかない例

作用電極系と参照電極系が理想的に分離されていない場合がある。その典型は、雨水や河川水などで試料溶液

のイオン強度が低い ($I < 100 \mu\text{mol kg}^{-1}$) 場合、(B) の構成の電池で測定した pH は、真値よりも 0.05 ~ 0.1 pH アルカリ側になる現象である^{13)~15)}。これは、KCl の試料溶液側への流入によって試料溶液のイオン強度が上昇し、測定された pH がよりアルカリ側に振れることによる。

血液や海水試料では、イオン強度が pH 標準液のイオン強度よりも高いので、それぞれに応じた pH 標準液を用意する必要がある。

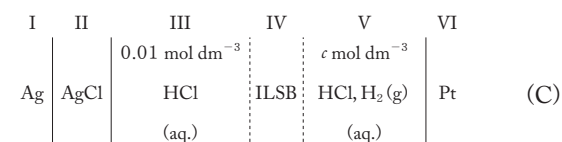
3・5 濃厚 KCl 水溶液塩橋の本質的弱点

(B) のように、作用電極系と参照電極系を切断して接続し、液間電位差と濃厚 KCl 水溶液中の塩化物イオンの活量係数が分かれば、そもそも、pH 標準液を使わなくても式 (1) の定義による pH を測定できるはずである。それができないのは、濃厚 KCl 水溶液を使った場合、上記の 1 も 2 も満足されないからである。もう一つの弱点は、試料溶液との間の液間電位差が 0 にはならないこと、すなわち、残余液間電位差が存在し、その値が試料溶液組成に依存することである。

3・6 イオン液体塩橋を用いる電位測定

濃厚 KCl 水溶液に変わる新しい塩橋として、水への溶解度が $0.1 \sim 1 \text{ mmol dm}^{-3}$ の疎水性イオン液体を用いることができる¹⁶⁾。イオン液体塩橋 (ILSB) が隣接する水相に溶け込むと、イオン液体構成イオンのイオン液体相と試料溶液相間の分配による分配電位差が発生する。この分配過程は非平衡であるが、水相側に存在するイオンが十分に親水性で ILSB 側へのそれらイオン種の溶込みが無視できる程度であれば、分配電位差は ILSB 構成イオンの分配で決まり、その値は時間的に安定である。

次の電池は、(B) の電池の KCl 塩橋部分を ILSB とそれに隣接する Ag | AgCl 電極の内部溶液 (0.01 mol dm^{-3} NaCl) に置き換えたものである。境田らは、tributyl (2-methoxyethyl) phosphonium bis(pentafluoroethanesulfonyl) amide ILSB に用いた次の電池の電圧を HCl の濃度を変えて測定した¹⁷⁾。



相 I ~ III が参照電極系、相 V ~ VI が作用電極系である。

参照電極側の内部溶液は、Ag | AgCl の電位を決めればよいので、十分低くすることができる。また、相 V の HCl 濃度を mmol dm^{-3} の桁まで低くしても物理的に意味のある測定が可能である。電池 (C) の電池電圧は

*** KCl 以外に、カチオンとアニオンが同程度の移動度を持つ他の無機塩も使われている。

$$E_{\text{cell}} = \frac{RT}{F} \ln(\gamma_{\text{H}^+}^{\text{V}} c_{\text{HCl}}^{\text{V}}) + (\phi^{\text{V}} - \phi^{\text{IV}}) + (\phi^{\text{IV}} - \phi^{\text{III}}) - E_{\text{AgCl|Ag}}^{\circ} + \frac{RT}{F} \ln(0.01\gamma_{\text{Cl}^-}^{\text{III}}) \dots\dots\dots (10)$$

これより

$$E_{\text{cell}} - \frac{RT}{F} \ln c_{\text{HCl}}^{\text{V}} = \frac{RT}{F} \ln \gamma_{\text{H}^+}^{\text{V}} + (\phi^{\text{V}} - \phi^{\text{IV}}) + (\phi^{\text{IV}} - \phi^{\text{III}}) - E_{\text{AgCl|Ag}}^{\circ} + \frac{RT}{F} \ln(0.01\gamma_{\text{Cl}^-}^{\text{III}}) \dots\dots\dots (11)$$

実験的に $c_{\text{HCl}}^{\text{V}}$ を変化させて E_{cell} を測定して、 $E_{\text{cell}} - (RT/F) \ln c_{\text{HCl}}^{\text{V}}$ を相 V のイオン強度 (I) の平方根に対してプロットすると、ILSB 両側の液間電位差 (右辺の第 2 項と第 3 項の和) が c に依存しない、つまり、塩橋として機能していれば、 $I \rightarrow 0$ に従って漸的に傾きが $-A \ln(10) RT/F$, $I=0$ の切片が $-E_{\text{AgCl|Ag}}^{\circ} + (RT/F) \ln(0.01\gamma_{\text{Cl}^-}^{\text{III}})$ の直線に近づくはずである。(A の値については (3・6) 式参照)。

実験的には、Debye-Hückel 極限則の傾きを示し、 -0.3430 V の切片を持つ直線に乗る。その 95 % 信頼区間は $\pm 0.5 \text{ mV}$ である¹⁸⁾。切片の、 $-E_{\text{AgCl|Ag}}^{\circ} + (RT/F) \ln(0.01\gamma_{\text{Cl}^-}^{\text{III}})$ の計算値は、 $E_{\text{AgCl|Ag}}^{\circ} = -0.22249 \text{ V}^{19)}$, $\gamma_{\text{Cl}^-}^{\text{III}} = 0.904^{17)}$ より、 -0.3439 V であるので、実験誤差内で、実験的に得た切片と計算値は一致している。

この一致は、第一に、 $\phi^{\text{V}} - \phi^{\text{III}} \approx 0$ 、つまり ILSB が少なくとも $c_{\text{HCl}} \leq 0.01 \text{ mol dm}^{-3}$ の範囲で液間電位差を無視しうるほど小さくしていることを示している。

Debye-Hückel 極限則が成り立つ低イオン強度領域までのポテンシオメトリーは、強電解質水溶液の標準電位決定のみならず、低イオン強度での $\text{pH} = -\log_{10} a_{\text{H}^+}$ 測定^{20)~22)}、弱酸の $\text{p}K_{\text{a}}$ 決定²³⁾ などへと展開されている。

第二に、得られた値、 -0.3430 V を元にして、相 IV 中の H^+ イオンの単独イオン活量を HCl 濃度の関数として見積もることができる¹⁷⁾。ただし、 $c_{\text{HCl}} > 0.01 \text{ mol dm}^{-3}$ の範囲で $\phi^{\text{V}} - \phi^{\text{III}} \approx 0$ が成り立つという保証はないのであるが。

最近、NaCl および MgCl_2 水溶液中の Cl^- の単独イオン活量係数が、ILSB 付き参照電極を用いて測定され、その挙動が濃厚 KCl 塩橋経由の値とはかなり異なることが示された²⁴⁾。

4 結 論

Robert de Levie は、IUPAC2002 の水素イオンの単独イオン活量に基づいた式 (1) による pH の定義を、「水素イオン活量は、科学と非科学を分ける分界線の向こう側にある」と批判した²⁴⁾²⁵⁾。単独イオン活量や単独イオン活量係数は、幽霊や神と同じ側にある、という主張である。本講義では、幽霊や神の質量、体積、温度、等々を測定できないのに対して、単独イオン活量は、pH も含めてある程度までは絞り込める物理的存在であ

る、ということ IUPAC2002 に沿って解説した。幽霊の体重が 100 kg であっても、1 mg と主張しても何ら問題ではないのに対して、水素イオンや塩化物イオンの活量係数が 100 とか 1 万分の 1 というのはありえない、単独イオン活量や単独イオン活量係数は、科学と非科学を分ける分界線のこちら側にある、それゆえ分析化学の対象であるのは確実である。

以前、Bates は、「熱力学が活量を導く指針にはならないということが強調されすぎたのであって、それは、かつて考えられていたほどに深刻な限界ではなかったと、それなりの根拠を持って、言ってよいであろう」と述べた²⁶⁾。熱力学的に測定できない、というよりは、非熱力学的な仮定を用いなければ値を推し量ることができない、と言う方がより正確であろう。言い換えれば、単独イオン活量係数は、非熱力学的にであれば計測可能である。ただし、非熱力学的仮定のゆえに、その信頼度は、おそらく良くて二桁程度にとどまる。

100 年以上にわたって詳しく吟味されてきた pH の場合でも、日常的に使われているガラス電極と KCl 塩橋からなる電池から得た pH 値の拡張不確かさは、 $\pm 0.02 \sim 0.03$ (25°C では $1 \sim 1.5 \text{ mV}$) である¹⁾ から、 H^+ の活量の拡張不確かさは、割合にして $\pm 5\%$ 程度である (付録の表参照)。その他のイオンの活量について、その不確かさの幅が、これより小さい場合はまずないであろう。

未知試料に含まれるイオンの活量は、適当な作用電極をもちいれば、電位測定法で上記の幅で、知ることができる。しかし、その値からそのイオンの濃度を知ることはできない。分光法などイオン濃度測定法の結果との対応付けは、一般には困難である。試料溶液の組成がある程度の幅におさまる場合は、標準液をもちいて較正することによって、ある程度の対応を得ることが期待できる。

イオン液体塩橋は、濃厚 KCl 塩橋の弱点を補い、単独イオン活量に新しい知見を与える。

付録：pH の誤差の単独イオン活量の誤差への伝播

pH の誤差、 ΔpH が、活量にどの程度の誤差をもたらすかは、式 (1) より得られる

$$\frac{\Delta a_{\text{H}^+}}{a_{\text{H}^+}} = -\ln(10) \Delta\text{pH} + \frac{1}{2!} [\ln(10)]^2 (\Delta\text{pH})^2 - \frac{1}{3!} [\ln(10)]^3 (\Delta\text{pH})^3 + \dots \dots\dots (12)$$

から見積もることができる。

以下の表に、 ΔpH の変動による a_{H^+} の変動割合 $\Delta a_{\text{H}^+}/a_{\text{H}^+}$ を示す。

誤差の伝播^{てんぱ}を考える際、たいてい^{てんば}の場合には、誤差が小さいとして一次微分項の寄与だけを考える。しかし、pH は a_{H^+} の対数であるので、pH の実用的な変動幅を考

えると, $\Delta\text{pH} > 0.01$ では高次微分項の寄与も考慮する必要がある. 表の第3列は, $\Delta\text{pH}/a_{\text{H}^+}$ が表示されている桁で収束するのに必要な式 (12) 右辺の項の数を示す. また, ΔpH が大きいと, その負側への振れに対する a_{H^+} の変動は, 正側への振れに対する変動より大きくなる.

ΔpH	$\Delta a_{\text{H}^+}/a_{\text{H}^+}$	n^*
+0.001	-0.0023	1
-0.001	0.0023	1
+0.01	-0.0228	2
-0.01	0.0233	2
+0.02	-0.0450	2
-0.02	0.0471	2
+0.05	-0.1087	4
-0.05	0.1220	3
+0.1	-0.2057	4
-0.1	0.2589	3
+0.2	-0.3690	6
-0.2	0.5849	5
+0.5	-0.6838	7
-0.5	2.162	7

文 献

- 1) R. P. Buck, S. Rondinini, A. K. Covington, F. G. K. Baucke, C. M. A. Brett, M. F. Camões, M. J. T. Milton, T. Mussini, R. Naumann, K. W. Pratt, P. Spitzer, G. S. Wilson : *Pure Appl. Chem.*, **74**, 2169 (2002).
- 2) R. de levie : *Electrochim. Acta*, **135**, 604 (2014).
- 3) T. Kakiuchi : *Rev. Polarogr.*, **60**, 99 (2014).
- 4) R. de Levie : *Rev. Polarogr.*, **63**, 69 (2017).
- 5) T. Kakiuchi : *Rev. Polarogr.*, **63**, 89 (2017).
- 6) R. G. Bates : “*Determination of pH (2nd edition)*”, (1973), (Wiley, New York).
- 7) D. A. MacInnes : “*The Principles of Electrochemistry*”, Chapter

- 14 (1961), (Dover, New York).
- 8) A. K. Covington, R. G. Bates, R. A. Durst : *Pure Appl. Chem.*, **57**, 531 (1985).
- 9) R. G. Bates, E. A. Guggenheim : *Pure Appl. Chem.*, **1**, 163 (1960).
- 10) 大畑昌輝 : 産総研計量標準報告, **3**, 657 (2005).
- 11) 日置昭治 : *Electrochemistry*, **78**, 678 (2010).
- 12) T. Kakiuchi : *J. Solid State Electrochem.*, **15**, 1661 (2011).
- 13) R. C. Metcalf : *Analyst*, **112**, 1573 (1987).
- 14) 松本光弘 : 環境技術, **22**, 576 (1993).
- 15) T. Ozeki, Y. Tsubosaka, S. Nakayama, N. Ogawa, T. Kimoto : *Anal. Sci.*, **14**, 749 (1998).
- 16) T. Kakiuchi, T. Yoshimatsu : *Bull. Chem. Soc. Jpn.*, **79**, 1017 (2006).
- 17) H. Sakaida, T. Kakiuchi : *J. Phys. Chem. B*, **115**, 13222 (2011).
- 18) T. Kakiuchi : *Electrochem. Commun.*, **45**, 37 (2014).
- 19) R. G. Bates, J. B. Macaskill : *Pure Appl. Chem.*, **50**, 1701 (1978).
- 20) M. Shibata, H. Sakaida, T. Kakiuchi : *Anal. Chem.*, **83**, 164 (2011).
- 21) M. Shibata, M. Kato, Y. Iwamoto, S. Nomura, T. Kakiuchi : *J. Electroanal. Chem.*, **705**, 81 (2013).
- 22) Y. Kudo, M. Shibata, S. Nomura, N. Ogawa : *Anal. Sci.*, **33**, 739 (2017).
- 23) R. Nakamura, R. Hashimoto, M. Yamamoto, T. Kakiuchi : 投稿準備中.
- 24) T. Kakiuchi, M. Hiaszumi, Y. Moriyama, M. Yamamoto : *Electrochem. Commun.*, **124**, 106953 (2021).
- 25) R. de Levie : *J. Chem. Educ.*, **87**, 1188 (2010).
- 26) R. G. Bates : *Denki Kagaku*, **46**, 480 (1978).



垣内 隆 (Takashi KAKIUCHI)

pH計測科学ラボラトリー (〒640-8453 和歌山市木ノ本1058). 京都大学大学院農学研究科博士課程単位修得退学. 農学博士. 《現在の研究テーマ》イオン液体塩橋. 《主な著書》“分析化学の基礎” (共著) (化学同人).

E-mail : Kakiuchi.takashi.55e@st.kyoto-u.ac.jp

感染症対策（総論）

1 はじめに

2019年末から全世界に拡散した新型コロナウイルス感染症の流行に伴い、飛沫拡散を防止するためのマスクや手指を消毒し接触感染を防止するためのアルコール類の需要が高まり、これらが一時的に入手困難になったことは記憶に新しい。また、日常的な報道においても衛生用品の性能や、殺菌消毒処理などに関する情報が取り扱われることが当たり前となり、衛生的環境の確保や健康管理に注意を払うようになった。ニューノーマル時代に向けた我々の生活習慣がこれまで以上に見直され、日常的な手洗いやマスクの着用を含む咳エチケットといった基本的な感染症対策の徹底が求められている。このような状況に際して、ぶんせき誌の2022年度のミニファイルでは「衛生と安全」をテーマとして、初回から第6回までに関して、新型コロナウイルス感染症を中心に例をあげ、日常生活における感染症対策としての衛生管理についてまとめ、衛生観念の啓蒙に繋げたいと考えている。

2 新型コロナウイルスについて

新型コロナウイルス（Severe acute respiratory syndrome coronavirus 2; SARS-CoV-2）は、2019年に新たに報告された新型コロナウイルス感染症（COVID-19）の患者検体から分離されたウイルスで、プラス鎖の1本鎖RNAをゲノムとしてもつ約50~200 nm¹⁾の大きさのエンベロープウイルスである。SARSコロナウイルスと同じベータコロナウイルス属に分類され、SARSコロナウイルスと同じangiotensin converting enzyme-2 (ACE2)を受容体として用い、ヒトの細胞に吸着・侵入することが報告されている。WHOおよび米国疾病対策センター（CDC）は、飛沫感染、空気感染、接触感染を介して感染する可能性があるとして報告している^{2~4)}。潜伏期間は1~14日と報告されており、発症早期は発熱・鼻汁・咽頭痛・咳嗽といった非特異的な上気道炎の症状のため診断が難しいことがある一方、上気道炎症状に続いて肺炎を合併することがある。

3 感染とは

さまざまな微生物などの増殖性をもつものが、病原体として人や動物などの宿主の体内に取り込まれ、あるいは侵入し組織や器官に定着してそのなかで増殖することである。

4 感染症成立の三要因と対策

感染は、感染源、感染経路、および宿主感受性の三つの条件が適合した時に成立する（図1）。つまり、感染対策を行う上でこれら三つのうちの一つでも完全に対策を行うことができれば感染は起らない。

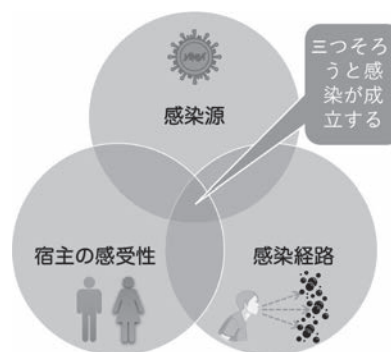


図1 感染症成立の三要因

4-1 感染源

感染源とは、感染している人や動物であり、感染の原因となる細菌やウイルスを含んでいる血液、体液、分泌物（喀痰、膿等）、排泄物（嘔吐物、便等）、使用した医療器具、機材等も考慮しておく必要がある。そのため、感染源の排除のための対策例として、抗ウイルス薬や抗菌薬で病原体そのものを取り除くことや加熱や消毒により取り除くといった対策が取られる。

一般的に、感染症によっては、感染して発症している場合だけでなく（顕性感染時）、不顕性感染でも感染させる可能性がある。そのため、新型コロナウイルス感染症対策を構築するにあたり、この点が考慮すべき重要なポイントとなっている。また、感染した後に回復傾向にあったとしても、ある一定の期間はウイルスを排出することがあるため、症状のある人が感染していない人と接触する機会を避けるようにすることが求められる。さらに、感染者に対して差別的な対応が起きないように十分な配慮を行いながら、感染していない人が感染源となる感染者に可能な限り近づかないようにすることも求められる。

一方、医療機関では、すべての関係者等が感染するリスクが高いため次のような対策を講じる必要がある。まず渡航歴（行動記録）、問診、発熱状況などから、早期に感染者を特定し、動線を限定しつつ、飛沫感染対策としての距離を確保するとともに、感染者には咳エチケットを徹底させることを求める必要がある。また、感染者から排出された体液が感染源になりうるため、こまめに手を洗うことで手を介して体液を様々なところに付着させないといった配慮を行うことにより、感染者は他の人にうつさないための行動が求められる。

4-2 宿主の感受性

宿主の感受性とは、年齢、基礎疾患・免疫疾患の有無、薬物使用（ステロイド、抗生物質等の使用）、栄養状態の悪化が要因となり、感染した場合に発症する可能性が高いことを指す。そのため、宿主（ヒト）の抵抗力の向上のための対策例として、予防接種によりウイルスや細菌に感染する宿主の抵抗力を高めることや、栄養バ

ランスの取れた食事, こまめな水分補給, 十分な睡眠により抵抗力を高めるといった対策が取られる。具体的には, 感染リスクの高い医療従事者に対しては, B型肝炎, 風疹, 麻疹などの抗体検査が一般的に行われており, 抗体価が十分でない場合には, 病原体に対する抗体を獲得させるためのワクチン接種が行われる。しかしながら, 新型コロナウイルス感染症に対する対策を考える上で経験したように, 新興感染症ではワクチンの供給がすぐには対応できない場合や, ワクチンの副反応にも配慮する必要があるため, 包括的な感染症対策においては, ワクチン接種は一つの手段にすぎないということ認識し, ワクチンだけに依存した対策にならないようにする必要がある。

4.3 感染経路

感染経路とは, 病原性微生物が感染源から感受性宿主へ拡大・伝播する際の経路をいい, 接触感染(接触, 性行為), 空気感染, 飛沫感染(咳, くしゃみ, エアゾール), 経口感染(食物, 手指, 排泄物, 器具), 垂直感染(子宮内, 産道)などがある。一般的に医療従事者だけでなく, 国民が平時より求められる感染症対策としては, どのような状況においても, スタンダードプリコーション(standard precaution)を実践し, それに加えてそれぞれの感染症の感染経路に応じた対策を行うことである。スタンダードプリコーションは, 1996年にCDCが提唱したもので, 感染症の有無にかかわらずすべての人は伝播する病原体を保有していると考え, 患者の湿性生体物質(血液, 体液と汗をのぞく分泌物), 粘膜, 損傷した皮膚は感染の可能性があると思なして対処する基本的な対策であり, 患者と医療従事者双方における感染リスクを減少させる予防策である。患者と対面する医療機関においては, 特に感染リスクが高くなるため追加で次のような対策が必要となる。接触感染対策としては, 手指衛生を必要なタイミング(病室に入る前後, 患者に触れる前後, 体液や排泄物に触れた後など)で正しい方法で実施するだけでなく, 手袋, エプロンまたは, ガウンの装着などがあげられる。また, 飛沫感染対策としては, なるべく患者の2メートル以内に近づかない, 患者と対面するときには不織布製マスク(サージカルマスク)を正しく着用し, 咳やくしゃみの時だけでなく, 平時からマスクを着用するユニバーサルマスクが提唱されている。空気感染対策としては, N95レスピレーターなどの着用や陰圧式換気システムがあげられる。これらの個別の対策に加え, 防護具の正しい使用方法と効果について理解することが大切であり, 防護具の効果を過信してはならない。

新型コロナウイルス感染症における飛沫感染では, くしゃみ, 咳, 会話などの際に感染者の口や鼻から飛び出す飛沫に感染性のウイルスが含まれていて, それを感染していない周囲の人々が鼻や口から吸い込むことによって感染する。歴史的な解釈として, 飛沫は直径が5 μm 以上のサイズであり, 水分を含んでいて重いため, 1メートル以上の距離を移動することは難しいと考えられている。そのため, 飛沫感染を防ぐためには感染者から1メートル以上の距離をとれば良いということになる。一方, 空気感染では, 飛沫が空気中を飛んでいるときに

水分が蒸発して飛沫核(直径が5 μm 未満)となり空気中を漂い, 離れた場所にいる感染していない人がこれを吸い込むことによって感染する。飛沫核は空気中に長時間浮遊するため, 対策としては換気システムやフィルターが必要になる。接触感染では, 感染者との接触や感染者から排出された体液が, 環境中の物から手を介して接触することにより感染する。具体的には, 感染者がくしゃみや咳を手で押さえた後, その手で周りの物に触れるとウイルスが付着することになり, 感染していない方がそれに触るとウイルスが手に付着し, その手で口や鼻を触ると粘膜から感染する。対策としては, 手がよく触れるところ, 例えば, ドアノブ, スイッチ, 手すり, エレベーターのボタン, テーブルやカウンター, 共用で使うもの(トンガやメニュー等)などについて, 消毒用アルコール, 界面活性剤を含む住居用洗剤, 次亜塩素酸ナトリウムや次亜塩素酸水, 塩素酸水で定期的な清拭をすることが有効である。

5 おわりに

本項では, 新型コロナウイルス感染症を中心に例をあげ, 日常生活における感染症対策としての衛生管理についてまとめた。次に, 第2および3稿では岩井先生により「不織布マスク」「マスクのサイズや装着による捕集性能の検証」を解説していただく。また, 第4稿では, 感染症対策と安全な水の供給との関係に関連して, 「安全な水の供給と浄水処理」について川崎先生に解説していただく。「コレラでも, チブス赤痢も何のその, 水道ひけば家内安全」と大正時代に紹介されたように, 水を制することは, 水系感染症を制することと直結している。第5稿では新型コロナウイルス禍を契機に注目が高まっている「衛生対策製品の試験方法」について, 射本先生に解説していただく。最後に, 第6稿では感染対策で欠かせない「界面活性剤」について, 品質管理の観点から小池先生に解説していただく。ご期待下さい。

文 献

- 1) N. Chen, M. Zhou, X. Dong, J. Qu, F. Gong, Y. Han, Y. Qiu, J. Wang, Y. Liu, Y. Wei, J. Xia, T. Yu, X. Zhang, L. Zhang.: *Lancet*, **395**, 507 (2020).
- 2) SARS-CoV-2の感染: 感染予防対策への影響, <https://www.who.int/news-room/commentaries/detail/transmission-of-sars-cov-2-implications-for-infection-prevention-precautions> (WHO, 2021年9月15日, 最終確認).
- 3) 科学的概要: SARS-CoV-2 感染, https://www.cdc.gov/coronavirus/2019-ncov/science/science-briefs/sars-cov-2-transmission.html?CDC_AA_refVal=https%3A%2F%2Fwww.cdc.gov%2Fcoronavirus%2F2019-ncov%2Fscience%2Fscience-briefs%2Fscientific-brief-sars-cov-2.html, (CDC, 2021年9月15日, 最終確認).
- 4) 世界保健機関(WHO), 「コロナウイルス病(COVID-19): どのように感染しますか?」(2021), <https://www.who.int/news-room/q-a-detail/coronavirus-disease-covid-19-how-is-it-transmitted>, (WHO, 2021年9月15日, 最終確認).

[熊本大学大学院生命科学部附属グローバル天然科学研究センター 三隅将吾]

色彩情報が拓く比色分析の多様化



稲川 有徳

1 はじめに

比色分析法は化学分析の最も基盤的技術として環境分析や生化学分析に多く用いられてきた。比色分析の原理として、例えば分析対象物と試薬との化学反応により呈色する分子を生成させる方法や、プローブ分子の化学平衡に基づく色調変化を捉えるレシオメトリック分析が挙げられる。特に、後者においては、色調変化を正確に把握するため波長分解能が高い分光光度計を検出器として用いる。しかしながら、その大型な装置はオンサイト分析には適さない。一方で、近年デジタル画像中に保存された色彩情報を活用した比色分析も数多く報告されている。この実現のために、色彩情報の解析方法、デジタル画像に適したプローブ分子の開発、そして色彩情報を多次元情報として利用する分析法の確立といった基礎的な検討が長年にわたりなされてきた。本稿では、色彩情報がいかにして分析化学に用いられているのかを検出と画像解析という観点から包括的に議論したい。

2 色彩情報を用いた比色分析

色彩情報の表現方法（表色系）にはいくつかの種類がある（図1）。RGBやXYZは最も一般的な表色系である。これらの表色系は、入射光の分光強度（ $I_{\text{incident}}(\lambda)$ ）、反射及び透過光の分光強度（ $I_{\text{obs}}(\lambda)$ ）、そして国際照明委員会（Commission internationale de l'éclairage : CIE）が定める等色関数（ $S_i(\lambda)$ ）の重なり積分によって表現される。一方、このような表記の仕方では特定の色度において可視差が均一ではない。そのため、いかなる色度においても均質な感覚差を表現するために、 $L^*a^*b^*$ のようなXYZ色空間の非線形圧縮による均等色空間を用いた表色系が生み出された。この他にも、 $L^*u^*v^*$ やハントモデル、CIECAM 97sなどの表色系があるものの、その詳細は専門書¹⁾やCIEが発行する技術報告書²⁾を参照されたい。

上述の定義から、RGBやXYZの色強度は測光強度に相当する。よって、RGB値を用いることでBeer-Lambert則に基づいた吸光および反射測定が可能になる。Whitesidesらは透過光強度を表すパラメータとしてRGB値を用いて疑似的な吸光度を算出し、デジタル画像を用いてイムノアッセイを行った³⁾。このような色彩

情報を用いた比色分析はすでに製品化されており、パケットテスト[®]の定量化のための「スマートパケットテスト」が例として挙げられる⁴⁾。ここでは、試料を含む試験チューブのスマートフォン画像を撮影し、その色彩情報を解析することで目視以上の精度で定量が可能になる。これらの操作はすべてアプリケーション上で行うことができる。

酸塩基平衡を伴う指示薬を用いたpH計測に代表されるレシオメトリックな比色分析においては、光強度の変化とともに色調変化を伴う。そのため、先述のような単一のRGB値を用いた分析とは異なり、複数のRGB値を解析する必要がある。等色関数のピーク波長は互いに数百nm程度離れている。そのため、等色関数と類似する分光分布を有するプローブ分子を用いなければ十分な色調の選択性と感度を得ることができない。これを実現するために、RGB値のみでレシオメトリックな分析を可能にするための呈色試薬の開発もされている⁵⁾⁶⁾。

一方で、色彩情報そのものをデータ解析することで、レシオメトリックな分析も可能にする手法も開発されてきた。コンピュータグラフィックスの分野において、ディスプレイ上での色調の再現度を向上することを目的とし、表色系から分光スペクトルに変換する手法がある。代表的なものはRGBの大小関係をもとに、基準関数の加減によりスペクトルを再現するSmitsの手法である⁷⁾。これを用いて、プローブの化学平衡に伴うRGB値の変化を分光スペクトルに変換し、pH測定およびCOD分析などの環境分析や固相上でのポルフィリンの会合状態の識別など表面分析に展開された⁸⁾⁹⁾。一方で、Smitsは基準関数の波長分解能を32nmと定めているため、定義されていない波長領域のデータは補完する必要がある。また、RGBの値によってはスペクトルのバックグラウンドが大きく変動することや、最大吸収および発光波長の大きなずれが見られることから、精緻なレシオメトリックな分析には用いることができない。そのため、レシオメトリック分析を行う上で、特に $L^*a^*b^*$ 表色系を用いた比色分析が提案されている。例えば、Mizuguchiらは金属イオンとキレート指示薬の錯形成に伴う色調変化を $L^*a^*b^*$ の色空間座標上の座標軌跡から金属イオンの定量を実現した¹⁰⁾。また、 $L^*a^*b^*$ 表色系における色差は任意の2色の差を色座標上の距離として定量化していることから、色調変化の定量化のパラメータとなる。これを用いた万能指示薬や金属錯体の色調変化の追跡による定量法も確立されている¹¹⁾¹²⁾。

近年は、ケモセンサーアレイにおいて色調変化をアレイごとに検出して物質を同定する新しい比色分析も報告されている。先駆的な研究例として、Suslickらによる揮発性臭気成分のパターニングによる同定が挙げられる¹³⁾。中心金属が異なるポルフィリン錯体を基板上に固定し、呈色のパターニングから臭気成分を特定するシ

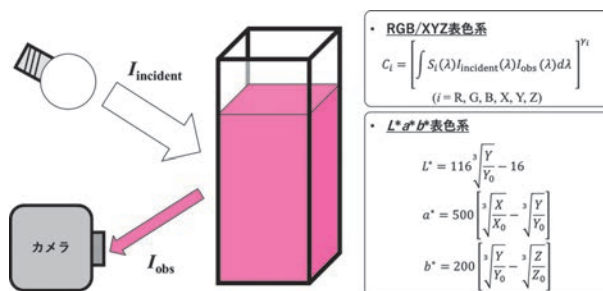


図1 デジタル画像と代表的な表色系

システムを開発した。また、呈色変化を多変量解析することで物質の定量と同定を行う手法論も確立され、溶液系のみならず、paper-based analytical device などへの展開も期待される¹⁴⁾。

以上のように、色彩情報はその大小によって物質の量を特定できるだけでなく、得られたデータを適切に処理することで物質を識別するパラメータとしても有用であることが先行研究によって示された。

3 画像解析と色彩情報を利用したイメージング 比色分析

2章では主に色彩情報の検出への適用について紹介した。一方で、デジタルカラー画像の色情報は表色系により保存されることから、デジタル画像を表色系の定義に基づいて解析することができれば、画像上の各箇所における色調変化を分光学的な観点から追跡することで物性評価が可能になる。ここでは、特に産業界におけるニーズに基づいた研究例を紹介したい。

例えば、分光マッピングは材料の表面状態の不均一性の評価や劣化評価などにおいて、分光マッピングは非常に有用な手法である。その手法として、多波長イメージングやハイパースペクトラルイメージングが挙げられる。このようなシステムは、波長分解能が高いがゆえに精緻なレシオメトリック分析が可能なもの、コスト面やスループットの低さから導入へのハードルは高い。そのため、材料表面のデジタル画像に保存されたの色彩情報を解析することで正確に劣化箇所やその進行度を評価することができれば、迅速さや簡便さの観点からその実用性は大きいと考える。

実例として、表色系を用いることで樹脂ガラスの加熱に伴う劣化を定量的に評価するシステムが報告されている¹⁵⁾。樹脂ガラスの試験片を加熱炉にセットし、加熱の様子を画像で記録した。そして、 $L^*a^*b^*$ 表色系を用いて樹脂ガラスの黄変を評価した。黄色味を示す b 値が加熱とともに上昇しており、黄変をよく反映する結果が得られた。これは熱重量測定など他の手法との組み合わせにより、この手法の妥当性が証明されている。

RGB や XYZ を用いる画像解析の研究例としては、蛍光画像写真から励起光画像と蛍光画像を分離する手法を構築する研究が挙げられる。Horigome らは蛍光光度計に CMOS カメラを装着し、様々な波長の励起光を試料に照射し、その際の蛍光スペクトルおよび蛍光画像を取得し、それらの情報をもとに画像解析を利用して蛍光画像のみを分離するという手法を用いた¹⁶⁾。具体的には、励起光を照射して撮影した画像には励起光と蛍光を含んでいる。すなわち、画像解析して得られた RGB 値には両方の因子が含まれている。これを数学的に分離し、明確な蛍光画像のみを取得することに成功した。このような手法は、偽造紙幣のプロファイリングや食材の産地特定など、蛍光物質の空間および強度分布を瞬時に特定する必要がある現場において有用な手法となりうると考える。

測定の目的に応じて表色系の選択が必要である。例えば、 $L^*a^*b^*$ 表色系では、試験片の表面状態の変化に伴う入射光の散乱など明度に影響を及ぼすパラメータと色座標が分離されているため、色調変化のみを抽出することが可能である。一方で、後者のように、センサーへ入射する光の強度やスペクトル情報を取り出すのであれば、分光スペクトルが色彩情報に直接反映される RGB および XYZ 表色系を用いる方がよいものと考えられる。

4 おわりに

以上のように、色彩情報を用いることで、比色分析のみならず材料の分光的評価や分光マッピングなどといった様々な化学的な情報を一枚の画像から取得できるよう手法論がこれまでに開発されてきた。画像データを取り扱う IT 環境は日進月歩であり、このことは色彩情報を用いた化学分析をさらに加速させる要因となる。例えば、OpenCV や Pillow などのような画像処理機能に関するライブラリを利用することで、簡単なプログラムを構築できればデータ取得や解析の自動化が容易になった。このようなライブラリは今後も絶えず更新され続けるであろう。また、機械学習を利用した色調変化のパターニングができれば、ケモセンサーを用いなくても未知の物質の同定ができる可能性がある。今後は、マクロな色調変化のみならず、顕微画像や動画にも適用され、従来の分光装置ではアクセスが困難な空間における比色分析のツールとして利用されることを期待したい。

文 献

- 1) 例えば張 小忙：“デジタル色彩工学”，谷口 慶治編著，p. 19 (2012)，(共立出版)。
- 2) CIE 15 : Colorimetry 4th Edition (2018)。
- 3) D. C. Christodouleas, A. Nemiroski, A. A. Kumar, G. M. Whitesides : *Anal. Chem.*, **87**, 9170 (2015)。
- 4) スマートパケットテスト，株式会社共立理化学研究所，<https://kyoritsu-lab.co.jp/products/smartpacktest> (2021 年 8 月 17 日，最終確認)。
- 5) J. E. Kwon, S. Park, S. Y. Park : *J. Am. Chem. Soc.*, **135**, 11239 (2013)。
- 6) K. Suzuki, E. Hirayama, T. Sugiyama, K. Yasuda, H. Okabe, D. Citterio : *Anal. Chem.*, **74**, 5766 (2002)。
- 7) B. Smits : *J. Graph. Tool*, **4**, 11 (1999)。
- 8) 古賀 信吉，宇都岡 貴秀：化学と教育，**52**, 771 (2004)。
- 9) B. J. Johnson, N. E. Anderson, P. T. Charles, A. P. Malanoski, B. J. Melde, M. Nasir, J. R. Deschamps : *Sensors*, **11**, 886 (2011)。
- 10) H. Mizuguchi, H. Atsumi, K. Hashimoto, Y. Shimada, Y. Kudo, M. Endo, F. Yokota, J. Shida, T. Yotsuyanagi : *Anal. Chim. Acta*, **527**, 131 (2004)。
- 11) T. Komatsu, S. Mohammadi, L. S. A. Busa, M. Maeki, A. Ishida, H. Tani, M. Tokeshi : *Analyst*, **141**, 6507 (2016)。
- 12) Grasianto, M. Fukuyama, D. M. Mott, Y. Koseki, H. Kasai, A. Hibara : *Sens. Actuators B Chem.*, **333**, 129548 (2021)。
- 13) N. A. Rakow, K. S. Suslick : *Nature*, **406**, 710 (2000)。
- 14) Y. Sasaki, X. Lyu, Q. Zhou, T. Minami : *Chem. Lett.*, **50**, 987 (2021)。
- 15) 大久保信明：ぶんせき (*Bunseki*)，**2021**, 282。
- 16) 堀込 純，佐藤いまり，鄭 銀強：ぶんせき (*Bunseki*)，**2021**, 236。



稲川有徳 (Arinori INAGAWA)

宇都宮大学工学部 (〒321-8585) 栃木県宇都宮市陽東 7-1-2)。東京工業大学大学院理工学研究科化学専攻博士後期課程修了。博士 (理学) 《現在の研究テーマ》マイクロ空間での相分離を利用した分析計測法の確立。Ice Microfluidics (Springer Nature)。《趣味》ハーモニカ、譜面探し、夕飯の支度。

E-mail : ainagawa@cc.utsunomiya-u.ac.jp

スピнкаラムを用いた簡便迅速試料前処理

MonoSpinのアプリケーションと使用方法のコツのご紹介

太田茂徳, 古庄義明

1 はじめに

各種クロマトグラフィーで分析を行う際、気体、固体、液体問わず、適切な試料前処理を実施した後に、機器へ試料を導入する必要がある。近年は分析機器、特に質量分析計の感度の向上に伴い、より簡便な試料の前処理法が求められている。生体試料分析時において、試料に有機溶媒を適量添加することによって実施する除タンパク法や、ミニカラムを用いた精製手法の一つである固相抽出においても、ターゲット化合物を固相充填剤へ吸着後に、溶出する手法ではなく、ターゲット化合物を素通りさせる、クリーンアップによる簡便な前処理を採用するケースも増えている。また、クロマトグラフィーにおける分析時間の短縮に伴い、前処理に対しても迅速性、微量、微小容量、多検体サンプルへの適応といった、新しい要望を受けるケースが増えている。一方で、質量分析計を検出器として用いる場合においては、上記簡便な前処理では排除がされないサンプルマトリックスがターゲット化合物と共溶出することによるイオンサプレッションが、分析精度に影響を与える場合が報告されている¹⁾。そのため、これまでの前処理用製品、固相抽出製品とは異なる、新たなツールが望まれている。

ジーエルサイエンスではこれまでに、シリカモノリスを用いた試料前処理、HPLC用カラムの開発を行ってきた。シリカモノリスはシリカの骨格と細孔が一体化された構造を有し、それぞれの構造を独立して制御することが可能であり、これまで分析化学の分野において様々な応用が検討されてきた(図1)。

本技術紹介ではその中でも、微量サンプルを簡便に前処理可能な固相抽出スピнкаラムである MonoSpin の特

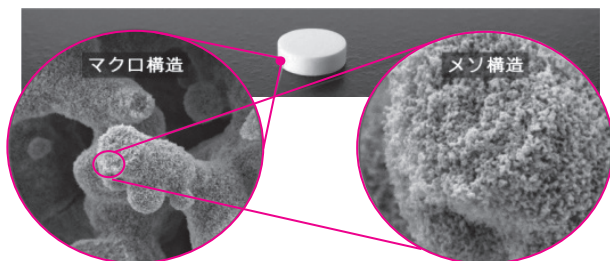


図1 シリカモノリスディスクの構造

長と、アプリケーション、使用方法のコツについて紹介する。

2 MonoSpin の特長

シリカモノリスディスクを分離媒体として使用しているスピнкаラム MonoSpin は、サンプリングの量が限られている生体試料などの前処理を迅速、簡便に処理するための固相抽出カラムとして開発された。シリカモノリスの特長である、高速通液時においても優れた分離、保持性能を有する点を生かし、高速通液においても、対象成分を安定に保持できるようにデザインされている。シリカモノリスディスクを用いることで、スピнкаラムを作製する際、充填剤をフリットで挟み込む必要がなくなり、より微量サンプルを処理する際に問題となるデットボリュームを減らすことが可能になっている。使用しているシリカモノリスディスクの体積は約 20 μL 程度であり、回収時の溶出液量も少なく抑えることが可能である(図2)。そして、固相抽出の工程を全て短時間の遠心分離により実施することが可能である(図3)。

シリカモノリスの表面は通常のシリカゲル同様にシランカップリング剤での修飾が可能であり、逆相用の官能基である C18 や、イオン交換基、アフィニティ担体など様々な官能基が修飾された 17 種類のラインナップを有している。これまで MonoSpin を用いた様々な前処理が開発されており^{2)~6)}、今回その一部を紹介する。

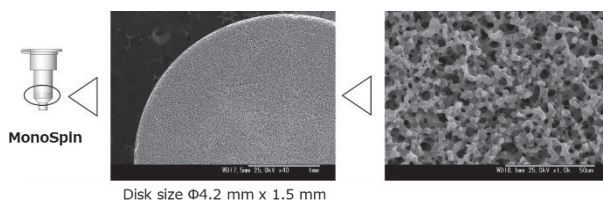


図2 MonoSpin の構造

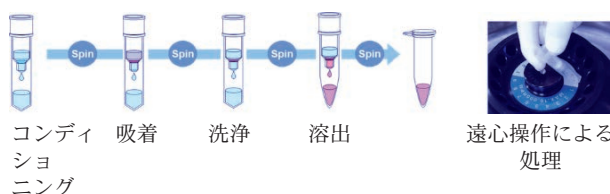


図3 MonoSpin 遠心での使用

3 MonoSpin の使用方法例

3.1 ペプチドサンプルの脱塩

プロテオミクス解析において調製されるタンパク質の消化物には、処理に用いている高濃度の塩や、変性剤、還元剤が含まれている。これらが入った状態のまま LC/MS へ試料を導入することは避けなければならない。MonoSpin C18 を用いることで、これらの塩を効果的に除去し、ペプチドを回収することが可能である。

使用方法は表 1 に記載している内容を参考に実施する。

図 4 は MonoSpin C18 により BSA 消化物を脱塩した際のクロマトグラムを示す。上段のクロマトグラムでは、タンパク質の還元アルキル化に使用した高濃度の塩が確認されるが、MonoSpin C18 により脱塩を行うことで、塩を除きつつ、ペプチドが回収されていることが分かる。

対象分子量としては、1 万以下が主な対象となるが、比較的高分子量のタンパク質に対しても適応することは可能である。負荷量の参考としては消化物として 500 µg 程度のペプチドを回収、精製することが可能である。高分子量のタンパク質（例えば BSA 等）は 30 µg 程度までと、負荷量が異なるため、適用する試料に応じて確認することを推奨する。

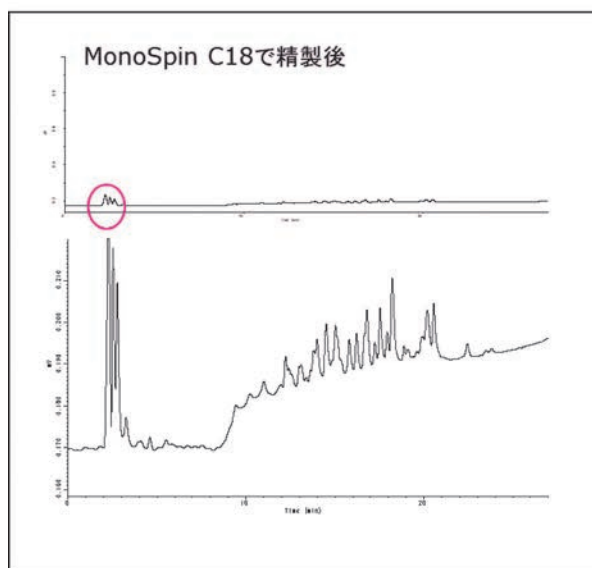
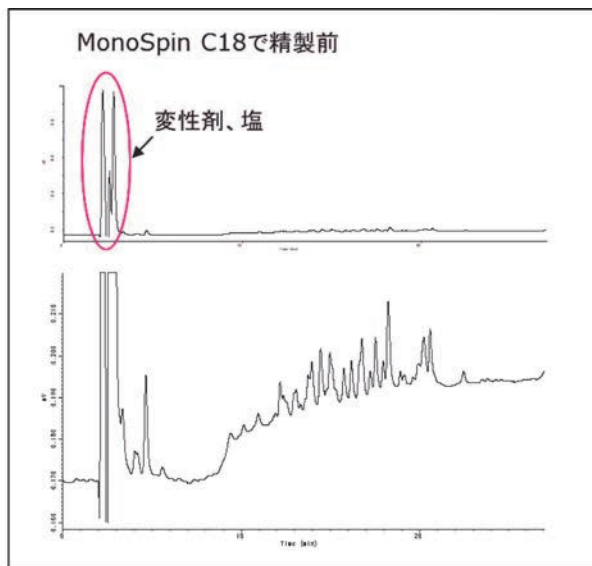
3.2 カテコールアミンの精製

生体試料中のカテコールアミンの濃度は非常に低濃度でありかつ、多くの夾雑成分を含む状態からの検出が求められる。検出器としては、UV の他、高感度検出が可能である電気化学検出器や、近年では質量分析計も用いられている。カテコールアミンは構造にシス型ジオールを有している。フェニルホウ酸基が修飾された MonoSpin PBA はシス型ジオールを有する化合物を選択的に保持させることが可能であるため、カテコールアミンの精製に効果的である。使用方法は表 2 を参考に実施する。

図 5 には MonoSpin PBA を用いたカテコールアミンの精製結果について記載する。上段のクロマトグラムは未精製の尿サンプルを電気化学検出器で検出した結果を示す。比較的選択性の高い電気化学検出器ではあるが、多数の夾雑成分が確認される。MonoSpin PBA を用いることでカテコールアミン類のみを保持、精製することが可能である。その際、サンプルのアプライ量と、溶出液量を調整することで、サンプルを濃縮しながら回収することが可能である。カテコールアミンのような分解性が懸念される化合物は濃縮乾固などの操作を繰り返すことは望ましくない。MonoSpin を用いることで、濃縮乾固を行うことなく、対象成分を濃縮することが可能である。

表 1 MonoSpin C18 を用いたペプチドの回収例

工程	溶液	液量
コンディショニング	アセトニトリル	200 µL
	0.1% TFA 水溶液	200 µL
アプライ		~ 800 µL
洗浄	0.1% TFA 水溶液	200 µL
溶出	60% アセトニトリル	200 µL
遠心力 2300 × g, 遠心時間 1 min		



HPLC Condition

Sample: digested BSA 2 µL
 Column: Inertsil ODS-3 (3 µm 150 × 2.1 mm I.D.)
 Eluent A: Water(0.1%TFA)
 B: ACN(0.1% TFA)
 Grad A: B=90:10 – 5 min 90:10 – 20min – 50:50
 Detection : UV 210 nm
 Flow Rate: 0.2 mL/min
 Temp : 40 °C

図 4 MonoSpin C18 を用いたペプチドの脱塩

表 2 MonoSpin PBA を用いたカテコールアミンの精製例

工程	溶液	液量
コンディショニング	1. 1%酢酸水溶液	200 μ L
	2. 100 mM リン酸緩衝液 (pH8)	200 μ L
アプライ	尿または血清	200 μ L
	+1 M リン酸緩衝液 (pH8)	50 μ L
洗浄	100 mM リン酸緩衝液 (pH8)	200 μ L
溶出	1%酢酸水溶液	200 μ L

遠心力 10000 \times g, 遠心時間 1 min

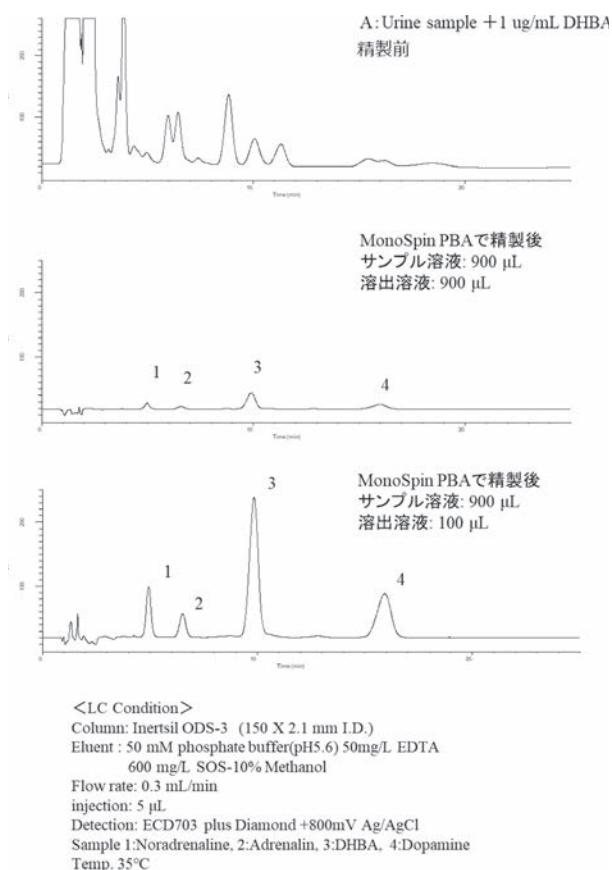


図 5 尿中カテコールアミンの前処理例

3.3 ProteinL 固定化カラムによる低分子抗体の精製

抗体精製用のリガンドとして ProteinA や ProteinG を修飾した MonoSpin ProA, MonoSpin ProG は抗体を迅速精製するためのスピナカラムとして利用されている。MonoSpin のコンセプトである微量溶出も可能であることから、精製後の濃縮が難しい抗体サンプルを濃縮しながら精製を行うことが可能であり、特に抗体濃度が薄い場合や、微量な場合の処理に効果的である。今回新たに、ProteinL を精製用リガンドとして開発した MonoSpin ProL を紹介する。MonoSpin ProL には(株)カネカから販売されている KANEKA KanCap L に使用されているリガンドが固定化されており、MonoSpin のコンセプトである微量溶出も可能な低分子抗体精製用のスピナカラムになっている。使用方法は表 3 を参考に実施する。

同製品 (抗体精製用の MonoSpin ProA, ProG, ProL)

表 3 MonoSpin ProL を用いた低分子抗体の精製例

工程	溶液	液量
コンディショニング	50 mM リン酸ナトリウム緩衝液+150 mM NaCl (pH7.0)	500 μ L
アプライ	試料 (pH7 付近に調整)	500 μ L
洗浄	50 mM リン酸ナトリウム緩衝液+1 M NaCl (pH7.0)	500 μ L
溶出	100 mM グリシン-HCl 緩衝液 (pH2.5)	500 μ L

遠心力 2300 \times g, 遠心時間 1 min

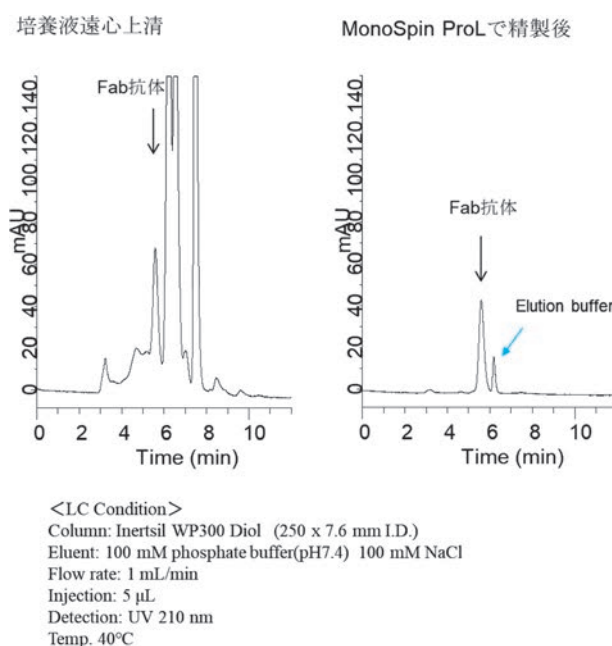


図 6 MonoSpin ProL を用いた低分子抗体の精製

には上記メソッドを実施するのに必要な溶媒類が同梱されている。溶出時には回収用チューブにあらかじめ中和用バッファーとして 1M Tris-HCl (pH8.5) を溶出液の 1/10 量入れておくことで、酸により回収された抗体を瞬時に中和することが可能である。酸に対して耐性の低い抗体についても変性のリスクを軽減することが可能である。

図 6 には MonoSpin ProL を用いて低分子抗体を精製した結果を記載する。

培養液中に含まれる Fab 抗体は左のクロマトグラムの通り、多量の夾雑成分を含むことが分かる。MonoSpin ProL を用いることで、これらの夾雑成分を排除しつつ、抗体濃度を下げることなく、回収することが可能である。

4 MonoSpin の上手な使い方

MonoSpin に使用されているシリカモノリスのスルーポアは、迅速に前処理を行うことを目的に、一般的に使用される固相抽出カラムに使用しているゲルに比べて、粒子径にあたる骨格径を小さく設計している。そのため、通液性の高いシリカモノリスではあるが、固形物を

有している試料をそのまま処理するのは困難である。そのため、固形物を有するサンプルや、粘性の高いサンプルを処理する場合には、アプライ時に適宜希釈もしくはフィルトレーション後の試料を用いることを推奨している。フィルトレーションが難しい場合には、試料をあらかじめ10000×gで1分間遠心した上清を用いることで、良好なサンプル処理を行うことが可能になる。特に^{けっしょう}血漿や血清などの試料においては、見た目に固形物や浮遊物が見えなくても、遠心処理を行ったサンプルを用いることで、処理効率の改善が期待できる。

また、スピナカムにはふたがついているが、使用時にふたを閉めてしまうと、遠心時にカラム内が陰圧になってしまうため、スムーズな通液ができない場合がある。そのため、すべての工程において、遠心時にはふたを閉めずに使用することが推奨される。

使用方法に関しては、Webの動画でも確認することができるため、初めて使用される際は是非確認することを推奨する。

5 まとめと展望

本稿ではクロマトグラフィーの前処理として、簡便に使用できるスピナカム型固相抽出カラム MonoSpinを紹介した。これまで固相抽出を用いたことがない場合においても、再現性高くサンプルを処理することが可能である。処理可能な分離モードも様々なラインナップしているため、用途に応じて選択いただきたい。

文 献

- 1) M. Villagrasa, M. Guillamón, E. Eljarrat, D. Barceló : *J. Chromatogr. A*, **1157**, 108 (2007).
- 2) A. Namera, A. Nakamoto, M. Nishida, T. Saito, I. Kishiyama, S. Miyazaki, M. Yahata, M. Yashiki, M. Nagao : *J Chromatogr. A*, **1208**, 71 (2008).
- 3) T. Saito, R. Yamamoto, S. Inoue, I. Kishiyama, S. Miyazaki, A. Nakamoto, M. Nishida, A. Namera, S. Inokuchi : *J Chromatogr B Analyt Technol Biomed Life Sci.*, **867**, 99 (2008).
- 4) S. Miyazaki, T. Yamada, S. Ota, T. Saito, A. Namera, M. Ohira : *BUNSEKI KAGAKU*, **59**, 213 (2010).
- 5) M. Tsunoda, C. Aoyama, S. Ota, T. Tamura, T : *Funatsu Analytical Methods*, **3**, 582 (2011).
- 6) S. Ota, Y. Yui, T. Sato, N. Yoshimoto, S. Yamamoto : *Analytical Sciences*, **37**, 985 (2021).



太田茂徳 (Shigenori Ota)

ジーエルサイエンス株式会社 (〒358-0032 埼玉県入間市狭山ヶ原 237-2)。山口大学大学院創成科学研究科。修了。博士 (生命科学)。《現在の研究テーマ》各種生体試料の簡便前処理法の確立。《趣味》サッカー。
E-mail : sig-ota@gls.co.jp



古庄義明 (Yoshiaki Furusho)

ジーエルサイエンス株式会社 (〒163-1130 東京都新宿区西新宿 6-22-1)。岡山大学大学院自然科学研究科修了。博士 (理学)。《現在の研究テーマ》高選択分離剤を用いた微量元素分析手法と評価。《趣味》英語原書読書、字幕無英語ドラマ鑑賞、ゴルフ。
E-mail : furusho@gls.co.jp

会社ホームページ URL :

ジーエルサイエンス株式会社ホームページ

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

関連製品ページ URL :

MonoSpin 使用方法 (動画付)

<https://www.gls.co.jp/technique/lifescience/monospin/index.html>

MonoSpin 使用方法例

<https://www.gls.co.jp/technique/lifescience/monospin/application/index.html>

高エネルギー分解能1次元検出器を備えた 最新卓上型XRD装置

いつでも、どこでも、どなたにも使えるXRD

岡崎 壮平, 森岡 仁

1 はじめに

1895年にRöntgenにより発見されたX線は、医療や手荷物検査で知られる、透過力の高い電磁波である。その一方で、材料の結晶構造情報や元素情報を得ることもでき、材料研究・開発・製造の場でも広く活用されている。1912年のLaueによる回折現象の発見、1913年のBragg父子による結晶構造解析の成功以来、100年を超える長いX線回折(XRD=X-ray diffraction)の歴史の中で発展を続けている。結果、現在においても結晶性材料に対する汎用的かつ強力な構造解析アプローチのひとつであると言える。

X線が結晶構造解析に活用できる最大の理由は、その波長範囲が約0.5~10 Å (0.1 nm=1 Å)と原子間距離や原子のサイズと同等のオーダーであることに由来する。結晶構造は3次元かつ周期的な繰り返しを有し、X線が照射されると種々の方向に散乱が起こる。散乱されたX線は結晶の周期構造に応じて、信号強度が強めあったり、弱めあったりする。これをBraggの回折条件と呼び、最も重要な原理と言える。一般的なXRD実験は、散乱角または回折角 2θ と回折強度を記録し、1次元スペクトルとしてXRDパターンを得る。特定の原子と原子の間の距離、すなわち格子面間隔を d とすると、X線波長 λ と回折角 2θ には、以下のBraggの式が成り立ちXRDパターンのピーク位置と格子面間隔が対応することがわかる^{1)~3)}。

$$2d \sin\theta = n\lambda$$

ここで、 n は整数である。XRDでは多くのサンプルは非破壊でかつ特殊な前処理を必要とせず、そのままの状態での分析が可能である。そのため、測定対象サンプルは粉末、バルク、薄膜、溶液など、非常に幅広い。その一方で、従来、実験室系XRD装置はヒトの背丈ほどの大型サイズでありまた高額であったが、さまざまな要素技術の発展に伴い、実験台に設置できるほどのコンパクトな装置も製品化されている。本稿では、ドイツBruker AXS GmbH社製卓上型X線回折装置D2 PHASERの小型化の理由と、卓上型XRDを用いてできる測定や得

られる情報について紹介する。

2 XRD装置

2-1 XRD装置の主な構成

XRD装置は図1に示すように、以下の6つの要素により構成される。

- (1) ゴニオメーター
- (2) X線発生器とX線管球
- (3) 光学系
- (4) サンプルステージ
- (5) X線検出器
- (6) 制御コンピューター

ゴニオメーターは、X線管球とX線検出器を等しい半径の円軌道の上に配置し、中央に設置されたサンプルステージを基準に正確に回転させる機構を有する。このとき、サンプル表面と入射されたX線のなす角を θ 、入射X線方向から検出器方向のなす角を 2θ と呼ぶ。X線管球内で発生したX線は、可視光などと同じ光線であり、光学系により適切に選択され、サンプルへ照射される。ゴニオメーターの回転角度と検出器へ到達するX線強度は連動して記録され、制御コンピューターにてXRDパターンとして記録される。XRD装置として重要な点は、1. サンプルがゴニオメーター中心に正しくセットされている、2. X線管球と検出器がゴニオメーター中心を軸に正しく回転している、3. X線管球と検出器の回転角度が正しく記録されている点である。そのため、

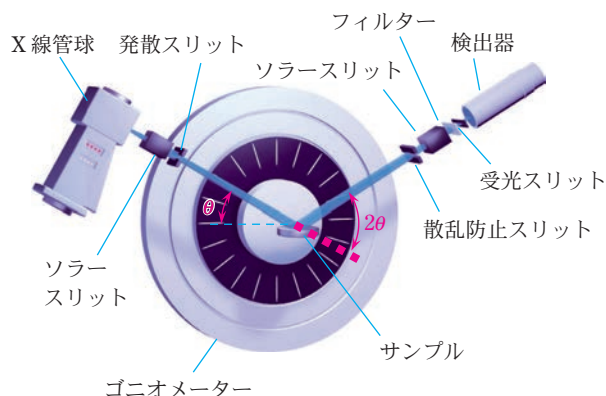


図1 XRD装置構成例

従来型の実験室系 XRD 装置では、ある程度の大きさを有することで、工作精度や組み立て精度を担保し、XRD 装置としての精度を維持する必要があった。

2・2 D2 PHASER の装置構成

図 2 に示す卓上型 XRD 装置 D2 PHASER のサイズは、610 (高) × 700 (幅) × 600 (奥行) mm³ と非常にコンパクトなサイズに、6 つの構成要素をすべて搭載している。電源供給は一般的な 100 V コンセントが利用できるため、わずかな設置スペースでの利用が可能である。省スペースを実現したのは、その画期的なゴニオメーターの設計である。多くのゴニオメーターは X 線管球と X 線検出器を独立に制御するため、それぞれに回転円の中心を一致するように工作と組み立てが必要である。D2 PHASER のゴニオメーターの構造を図 3 (a) に示す⁴⁾。この構造により、傘が開いたり (図 3 (b)) 閉じたり (図 3 (c)) する状態と同じく、X 線管球と検出器の回転は完全に同期され、サンプルの上下移動のみで正確に入射角 θ と回折角 2θ を制御することができる。コンパクトかつ高精度なゴニオメーター設計により、D2 PHASER は卓上機でありながら標準サンプルにより広い回折角 2θ 範囲において、基準となるピーク 2θ 角度に対し $\pm 0.02^\circ$ 以下という精度保証が付随する。この精度は工場から出荷されるすべての D2 PHASER に対して基準を満たすことが検証され、性能書とともに設置される。また設置時にも同様の検証が行われ、装置利用時にも必要に応じて利用者が検証を行うことも可能である。

X 線管球は大型装置と同じ管球を使用している一方で、X 線発生出力を 300 W としている。これは、大型



図 2 D2 PHASER の外観図

装置で使用する出力の 1/5 から 1/7 の出力であり、X 線を発生するのに必要な最低出力に近い。そのため、通常消耗品として考慮される X 線管球であるが、半永久的な寿命を実現している。一方で、出力が小さいことは X 線の光としての明るさが低下することを意味するが、大型装置と比較して、X 線管球—サンプル—検出器間距離を約半分と設定することで、強度の減衰を最小限に抑えた近接光学系を採用している。

X 線の発生には印加した電力の 99% 以上が熱で消費されるため、通常、冷却循環送水装置を必要とする。D2 PHASER では冷却循環送水装置をも内蔵することで余分な付帯は一切ない。また、冷却水としてエチレングリコール 40% 含有蒸留水の不凍液を利用することで、鉱山などの現場に設置した場合でも、 -25°C まで冷却水の凍結を防ぐことができる。

発生した X 線は光学系により適切に整えられ、サンプルへ照射される。D2 PHASER では粉末 XRD に最適な Bragg-Brentano 集中法光学系配置を採用している。X 線のサンプル照射幅は、発散スリットによって定義さ

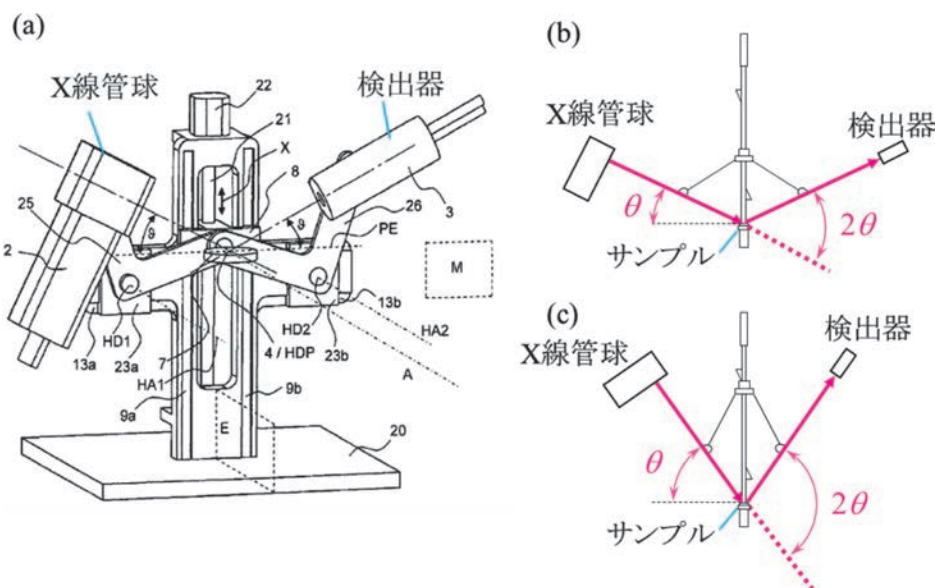


図 3 D2 PHASER のゴニオメーター模式図

(a) コンパクトゴニオメーターの概略図。文献 4) より抜粋。(b) ゴニオメーター駆動の様子を傘に見立てた模式図。低角 2θ の場合。(c) 高角 2θ の場合。

れ、スリットを切り替えることで測定の目的に応じた条件を選択できる。

サンプルステージには、測定ごとにサンプルを載せ替えるステージと、最大6種の異なるサンプルを一度に搭載するレボルバー形状のサンプルチェンジャーが選択できる。いずれのサンプルステージも、ホルダーを基準面に押し当てることで、常にホルダー上面はゴニオメーターの中心に正しく設置することができるよう工夫されている。そのため、サンプルはホルダーにすり切りに装填すればよい。XRD測定中には、サンプルは常に水平位置で保持されるため、さらさらな粉末や液体サンプルもこぼれる心配はなく、測定後にすべて回収が可能である。また酸素や湿度を嫌うサンプルについては気密サンプルホルダーを、サンプル量が少ない場合には低バックグラウンドホルダーを利用することで、望ましい測定結果を導くことができる。

XRD装置において、近年凄まじい発展を遂げているのは、検出器技術であると言える。以前の検出器は、ゴニオメーターが移動した各角度座標において、ステップバイステップで強度を記録していた。その後、1次元高速検出器の出現により、ある 2θ 角度範囲を一括して記録し、検出器内の素子で角度を分離、強度を積算することが可能となった。D2 PHASERにおいても、この1次元高速検出器はすでに標準搭載となっている。さらに、XRD測定では、サンプルからの蛍光X線に注意を

払う必要がある。一般的なXRD実験では、X線管球にCu(銅)をターゲットとし、Cu $K\alpha$ 特性X線を取り出す。その際、周期表においてCuの2~6個前の元素、すなわち、V, Cr, Mn, Fe, Coなどがサンプル中に多量に含まれる場合、それらの元素に応じた蛍光X線が励起される。通常、これらのX線波長はXRDで使用するCu $K\alpha$ 線と近接しているため、検出器では分離できず、全体的にバックグラウンドが上昇してしまう。D2 PHASERではこの課題を解決するため、XRD実験に使用するX線波長のみを選択的に計数する高エネルギー分解能型1次元高速検出器「LYNXEYE XE-T」を搭載できる。これにより、上記元素に由来する蛍光X線を大幅に除去することができ、すぐれたバックグラウンドの測定結果を実現している。この詳細については、3・1で述べる。

最後に、これらを制御するためのコンピューターやキーボード、マウス、液晶モニターをも一体とした装置設計により、設置スペースを最小とした高性能卓上型X線回折装置を構成する。また、装置重量は95 kgとなっており、キャスター付き実験台のまま、または人力で移動させたり、自動車へ搭載して現場に移送したりしてXRD測定をどこでも実施することができる。また、電源接続から測定開始までは約10分で完了するため、いつでもXRD測定を実施できる。

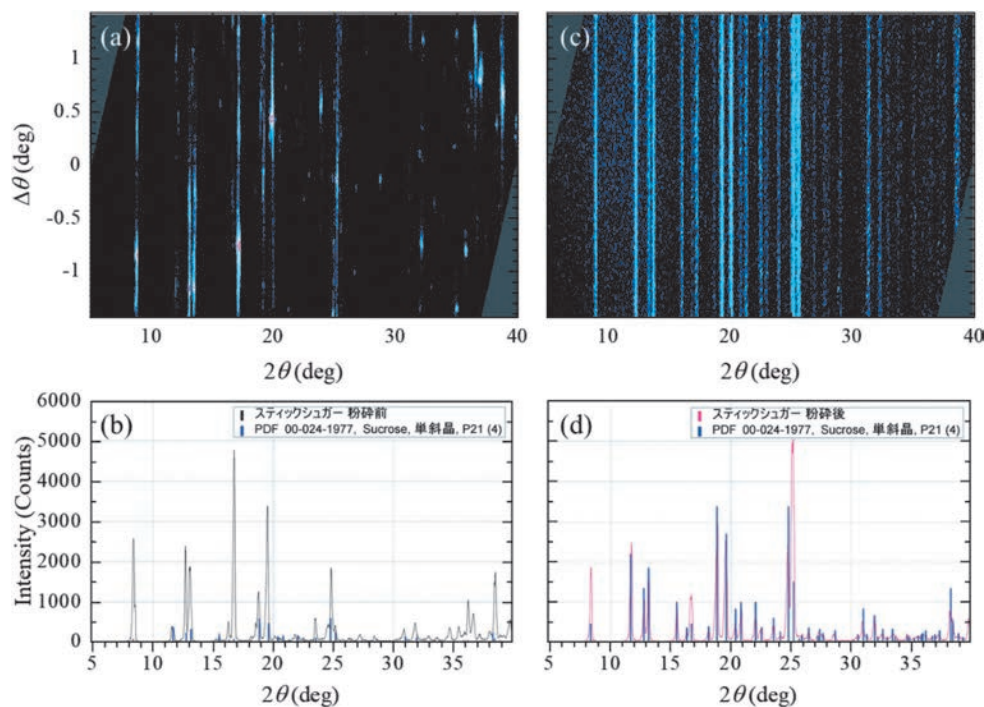


図4 BRAGG-2Dモードで記録されたスティックシュガーの回折パターン

- (a) 粉碎前のBRAGG-2Dパターン。図の上下方向に強度分布が存在していることがわかる。
 (b) 粉碎前の1次元XRDパターン。データベースに記録されているSucroseのパターンと強度比が大きく異なることがわかる。(c) 粉碎後のBRAGG-2Dパターン。(a)と比較して上下方向の強度分布が抑制されている。(d) 粉碎後の1次元XRDパターン。得られた強度比がデータベースパターンに近づいていることがわかる。

2・3 制御・解析ソフトウェア

D2 PHASER を制御するソフトウェアは、大型 XRD 装置と同じソフトウェアが採用されている。そのため、D2 PHASER でソフトウェア操作を習得すれば、大型装置での発展的な XRD 測定にもすんなりと移行することができる。一方で、専門的な知識を有さないユーザーや常に同じ測定を行うルーティーン用途での測定には、大型のボタンをクリックするだけで適切な測定や解析をバッチ処理する「Push-Button」機能を搭載している。そのため、複雑な操作を行わなくとも、非専門家でも簡単に測定が行える。また、XRD を熟知したユーザーにはより高度な測定を実施できるプラットフォームを提供している。XRD に携わるどなたにも利用しやすい環境が実現されている。

ここで、粉末 XRD における良質なデータについて考えてみたい。XRD は複雑な前処理が不要な分析手法であるが、目的によっては適切な調製が望ましいケースがある。例えば、粉末サンプルの粒径が大きい場合は、測定ごとにピーク強度の相対的な比率が変化したり、ピークプロファイルが乱れたりと言った再現性を低下させる悪影響がある。一般的には、粒径が数 μm を期待されることが多くその程度に粉砕することが重要である。一方で、この「数 μm の粒径」は定性的であり、サンプル準備者によってばらつきを誘起する可能性が懸念される。D2 PHASER では粉末 XRD に最適なサンプル調製を支援する測定モードを備える。粒径が最適かどうかは、回折パターンを 2 次元的に記録すると有効である。しかしながら、2 次元回折計の多くは入射 X 線サイズを 1 mm ϕ 以下のポイント形状に制限するため、相対的に粒径の影響を受けやすくなる。このような場合には、D2 PHASER で利用できる Bragg-Brentano 集中法光学系のまま 2 次元回折パターンを得る「BRAGG-2D モード」が有効である⁵⁾。これは 1 次元検出器に記録される異なる回折角 2θ の情報を入射角 θ のオフセット角に展開することで、広い X 線照射幅と 2 次元記録の両立を実現した画期的な測定手法である。スティックシュガーのような粒感の強い状態の粉砕前サンプルと、それを粉砕したサンプルの測定結果を図 4 に示す。粉砕前では図 4 (a) に示すように 2 次元パターンの上下方向に不均一な強度分布が観察されているのに対し、粉砕後では一様に近い強度分布が得られている (図 4 (c))。併せて得られた 1 次元 XRD パターンも、粉砕前では図 4 (b) に示すようにデータベースパターンと強度比が大きく異なっているのに対し、粉砕することで強度比が近づいていることがわかる (図 4 (d))。これにより、粉砕が充分か否かを視覚的かつ定量的に判断することができる。解析ソフトウェアでは、これらの測定結果を読み込み、マウスクリックだけで BRAGG-2D パターンを描画することが可能である。

XRD における最も汎用な分析目的は、得られたパターンと既存の回折データベースを比較し、サンプル中にどのような結晶相を有する材料が含まれているかを判別する、定性分析にある。解析に利用できる回折データベースにはさまざまな種類があるが、高い信頼性と認知度を兼ね備えたものとして、ICDD PDF が用いられる。結晶相単位での定性分析の特徴として、同じ化学組成を有する材料の区別が挙げられる。例えば、 TiO_2 には、光触媒として用いられるアナターゼ型と白色顔料として用いられるルチル型がある。多くの組成分析手法においては、これらは TiO_2 として検出されるが、XRD では明瞭に分離することができ、さらには定量分析へ応用することも可能である。

2・4 21 CFR Part11 など GMP への対応

製薬分野では、21 CFR Part11⁶⁾や EU Annex 11⁷⁾ など GMP (Good Manufacturing Practice, 医薬品の製造と品質管理に関する国際基準) と呼ばれる規制により、医薬品の製造や品質管理に用いる分析機器に対して、測定データの完全性 (Data Integrity) についての厳格な対応が求められている。Bruker AXS GmbH の XRD システムは据置機・卓上機ともに、改ざん防止を含む本規制に適合している。

装置適格性については、装置設置時の周辺環境を検証する IQ (Installation Qualification)、装置が設計通りに動作するか検証する OQ (Operational Qualification)、標準サンプルを基準として測定内容の正確性を検証する PQ (Performance Qualification) の評価手順と様式がそれぞれ定められ、メーカーとして適格性を保証している。

測定・解析ソフトウェアでは、すべての操作記録やデータが自動的にデータベース上に保存されるため、個別ファイルのように内容を削除や変更することはできない。また、操作記録はログイン時に選択したユーザーアカウントと紐づけられ、各アカウントの操作権限、ログインパスワードの文字数や有効期限についてソフトウェア上で管理が可能である。データベース内の記録は監査証跡 (Audit Trail) としてまとめられ、任意の期間やユーザーごとにソフトウェア上での閲覧や印刷、電子ファイルとしての出力を行うことができる。任意のタイミング、または指定した期日ごとに、自動的にデータベース自体のバックアップも作成可能である。このようにして、正確で完全な電子記録が保存されることが保証されている。

3 測定事例

3・1 高性能検出器による高品質なデータ

2・2 で述べた通り、D2 PHASER には 1 次元高速検出器が搭載され、短時間の測定で S/N 比やピーク分離

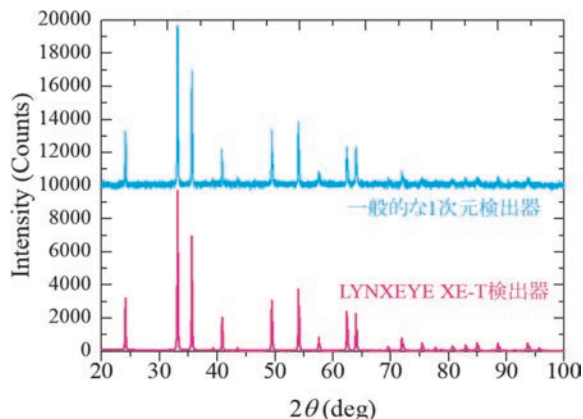


図5 Fe_2O_3 粉末サンプルのXRDパターン
(a) 一般的な1次元検出器では鉄由来の蛍光X線によりバックグラウンドが上昇している。(b) エネルギー分解能の高いLYNXEYE XE-T検出器では、蛍光X線の影響を受けずに低いバックグラウンドで測定が行えている。

能の高いデータが得られる。特に、エネルギー分解能の高いLYNXEYE XE-T検出器を用いることで、FeやMn、Coなどの遷移金属を含むサンプルを測定してもバックグラウンドを抑制することが可能となる。図5に Fe_2O_3 粉末サンプルの測定データを示す。Cu $K\alpha$ 線(8.0 keV)による測定を行う際、サンプル中のFeによる吸収とともに、Fe $K\alpha$ 線(6.4 keV)やFe $K\beta$ 線(7.1 keV)などのわずかに低いエネルギーの蛍光X線が励起される。多くの検出器ではこの蛍光X線とCu $K\alpha$ 線との分離が難しく、結果バックグラウンドが上昇してしまう。一方で、エネルギー分解能が380 eV以下と非常にすぐれたLYNXEYE XE-T検出器ではこれらの蛍光X線がそもそも検出の範囲外となるため、まったく影響を受けないデータ取得が行える。受光モノクロメーターによって測定波長を選択する旧来的な手法と異なり、サンプル結晶により回折されたCu $K\alpha$ 線は減衰されないため、LYNXEYE XE-T検出器による測定では短時間でも十分な強度が得られ、信号とノイズの比(S/N比)も向上する。図5のデータでは、従来型の検出器ではバックグラウンドが約10000カウント、バックグラウンドに対するピーク強度比(P/B比)≒2であるのに対して、LYNXEYE XE-T検出器ではバックグラウンドが約30カウント、P/B比≒450となっている。バックグラウンドが低いと微小ピークも明瞭に観察されるため、微量成分の検出なども有利となる。

このようにしてサンプル中の遷移金属から生じる蛍光X線由来のバックグラウンドを抑制できることは、例えば近年利用が急増しているリチウムイオン2次電池材料においても有利に働く。正極材料にはコバルト酸リチウム(LiCoO_2)やマンガン酸リチウム(LiMn_2O_4)などが用いられており、上述のFeと同様に、CoやMnからの蛍光X線が生じるため、バックグラウンドが上昇しやすい。マンガン酸リチウムにNiを添加した

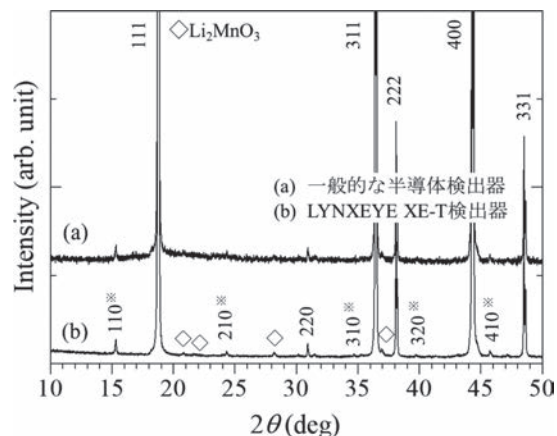


図6 $\text{LiNi}_{0.5}\text{Mn}_{1.5}\text{O}_4$ 粉末サンプルのXRDパターン
(a) 一般的な1次元検出器。(b) エネルギー分解能の高いLYNXEYE XE-T検出器。

$\text{LiNi}_{0.5}\text{Mn}_{1.5}\text{O}_4$ 系材料においては、規則配列を有するスピネル構造に由来する超格子反射が観察されることが知られている。通常、これらの超格子反射はメインの回折強度と比較して微弱であることから、図6(a)に示すようにバックグラウンドノイズに埋もれやすい。一方で、エネルギー分解能の高い検出器を利用することで、図6(b)のように、※印で示す超格子反射の他、不純物である Li_2MnO_3 (◇)が明瞭に検出できている。合成条件と超格子構造の関係を調査する場合などにおいて、低いバックグラウンドであることは、開発の効率化を後押しすることとなる⁸⁾。

3・2 定量評価の事例

XRDの定量評価には、RIR(Reference Intensity Ratio, 参照強度比)法、検量線法、リートベルト法などの手法がある。それぞれ簡便性や定量精度などの特長があり、目的に応じて使い分けができる。

RIR法は定性分析の結果を基に、前述の回折データベースに記録されている係数から結晶相ごとの回折強度を補正して定量を行う手法であり、定性分析の結果だけで評価を行える簡便性が長所となっている⁹⁾¹⁰⁾。D2 PHASERでは標準の解析ソフトウェアDIFFRAC.EVAにこの機能が搭載されており、回折ピーク強度ないしピーク面積のいずれかの値から計算を行うことができる。

検量線定量は、後述のリートベルト解析が困難な、製薬や環境分析などの分野で使用されることが多い。定量の対象となる結晶相の含有量(濃度ないし重量)が既知である標準サンプルを測定し、当該相のピーク面積と含有量について検量線を作成する¹¹⁾。D2 PHASERには検量線定量解析ソフトウェアDIFFRAC.DQUANTがあり、シンプルな検量線から、基板のピーク強度を基に吸収補正を行う環境分析の検量線まで、多様なプレートが準備されている。

一方で RIR 法や検量線定量は、複数の結晶相のピークが重なる場合に、そのピーク面積による定量評価が困難だという短所もある。このようなケースをまったく苦にしないのが、リートベルト解析による定量評価である。リートベルト解析においては、サンプルに含まれるすべての結晶相について構造情報を与え、そこから個々の回折プロファイルをシミュレーションして重ね合わせるため、複雑な回折パターンでも各相のピーク成分を正確に切り分けることができる^{12)~14)}。

このような複雑なプロファイルを示す典型的な例として、Ca や Si, Al, Fe の酸化物や硫酸塩などの結晶相が 10 相程度含まれるセメントサンプルが挙げられる。セメントサンプルにおいては、これらの相の比率が製品としての性能や反応プロセスの進展評価の上で重要なパラメーターとなる。特にフリーライムと呼ばれる CaO は焼成反応の進行評価の上で定量値が重要となる結晶相だが、主成分のひとつである β -Ca₂SiO₄ と回折ピークが重なるため、検量線定量など単純なピーク面積による評価は難しい。一方で、リートベルト解析の場合は各相の複数のピーク強度比が結晶構造から厳密に決定され、正確な定量評価が可能となる。

図 7 に、セメント粉末サンプルを D2 PHASER で測定し、解析ソフトウェア DIFFRAC.TOPAS によりリートベルト解析で定量評価を行った結果を示す。約 10 分間の測定で強度は最大 10000 カウント以上に達し、低角も含めて全測定範囲にわたってバックグラウンドが低く、リートベルト解析に十分な品質のデータが得られている。この XRD パターンを定性分析した結果、図 7 (a) 凡例に示す 10 種類の結晶相が含まれていると考えられ、 $2\theta=32\sim 35^\circ$ 近傍には C3S (Ca₃SiO₅) の多形である M3 相と M1 相、 $2\theta=37.4^\circ$ 近傍には C2S (Ca₂SiO₄) と CaO の回折ピークがそれぞれ重なり合っていることがわかる。先述のように、定量解析においてはこのような箇所で正確なピーク分離を行うことが重要となる。DIFFRAC.TOPAS によるリートベルト解析で計算された回折プロファイルは図 7 (b) のようになり、C3S の多形によるピークの重なりも適切に分離されている。この解析から、図 7 (c) にパイチャートで示す定量結果が自動的に出力される。

3・3 測定の自動化

定められた測定および解析条件でサンプルの評価を行う場合、これらの条件をボタンに登録してパラメーターの入力を簡便にする Push-Button モードが D2 PHASER には搭載されている。オプションの 6 サンプルチェンジャーと組み合わせることで、特にスクリーニングや品質管理といったルーティンワークの作業コストが大幅に低減される。

Push-Button モードの画面を図 8 に示す。画面上に表

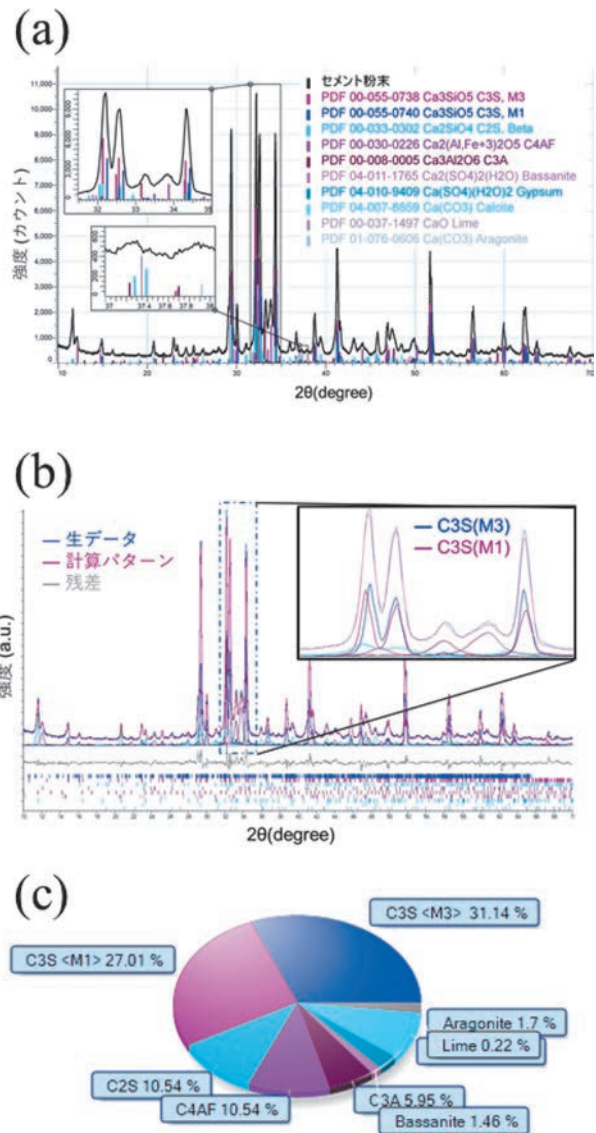


図 7 セメント粉末サンプルの XRD 解析例
(a) 定性分析結果. (b) リートベルト法解析結果. (c) 定量結果のパイチャート表示.

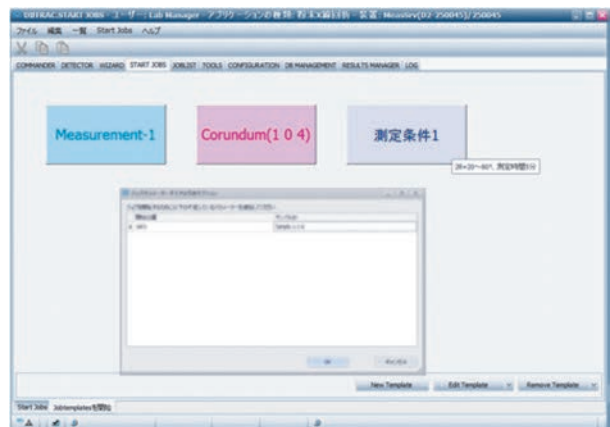


図 8 Push-Button モード

示された各ボタンには角度範囲や積算時間などの測定条件、さらに DIFFRAC.DQUANT や DIFFRAC.TOPAS BBQ (DIFFRAC.TOPAS の自動解析用オプションソフ

トウェア)による解析の条件, 出力するパラメーターを登録することができる。このため, ボタンをクリックしてサンプル名を入力するだけで, 登録された測定および解析が実行される。サンプルチェンジャーを使用する場合は, 同時に測定サンプル位置を選択する。得られた回折パターンおよび解析値などの結果は測定ソフトウェア内に一覧表示されるため, 解析ソフトウェアを起動しなくても結果の確認・比較が可能となっている。

4 おわりに

本稿では, 最新の卓上型 XRD 装置 D2 PHASER について, その装置的な特徴と原理, 応用事例を紹介した。従来 XRD 装置に必須であった, X 線管球の消耗や外部冷却送水装置を必要としないコンパクトなデザインを採用することで, XRD 分析をいつでも, どこでも, どなたでも行っていただける環境が実現されている。粉末 XRD 分析に限れば, 従来の大型装置で行っていた分析の多くを, より高速に, より高感度に, より経済的に行うことが可能である。

加えて, XRD は複雑なサンプル調製を必要とせず, 大気雰囲気中で分析できるという特徴があるだけでなく, 種々の雰囲気制御下での分析用途にも活用が可能である。温度, 湿度, 圧力, 外部電場といったその場観察用途では, アタッチメントを種々切り替えられる大型装置にメリットがある。また, 極薄膜サンプルや微小領域測定では, X 線発生技術や別の検出器技術が採用される。これらの要素技術が循環的に発展することで, 今後も XRD はさらなる進化を遂げることが約束されている。これまで以上に XRD がさまざまな分野で活用されることを期待する。

文 献

- 1) 中井 泉, 泉富士夫編: “粉末 X 線解析の実際 第 3 版”, p.8 (2021). (朝倉書店).
- 2) B. D. カリティ著, 松村源太郎訳: “新版 X 線回折要論”,

p.80 (1979), (アグネ承風社).

- 3) R. E. Dinnebier, A. Leineweber, J. S. O. Evans: “RIETVELD REFINEMENT”, p.7 (2019), (Walter de Gruyter GmbH, Berlin/Boston).
- 4) K. W. Mettendorf, C. Bolzinger, J. Lange: *U. S. Patent*, 7, 852, 983 B2 (2010.12.14).
- 5) J. Giencke: *U. S. Patent*, 2020/0033275 A1 (2020.1.30).
- 6) FDA: 21 CFR Part 11-Electronic records; Electronic Signatures. *Federal Register*, 62 (54), 13429 (1997).
- 7) EudraLex, The Rules Governing Medicinal Products in the European Union, Volume 4, GMP, Medicinal Products for Human and Veterinary Use, Annex 11: Computerized Systems (2020).
- 8) J. Akimoto, Y. Hamada, N. Ishida, Y. Idemoto, Y. Matsushita, K. Kataoka: *Cryst. Growth Des.*, 20, 4533 (2020).
- 9) F. H. Chung, R. W. Scott: *J. Appl. Cryst.*, 6, 225 (1973).
- 10) C. R. Hubbard, R. L. Snyder: *Powder Diffraction*, 3, 74 (1988).
- 11) B. H. O' Connor, M. D. Raven: *Powder Diffraction*, 3, 2 (1988).
- 12) H. M. Rietveld: *Acta Cryst.*, 22, 151 (1967).
- 13) H. M. Rietveld: *J. Appl. Cryst.*, 2, 65 (1969).
- 14) C. J. Gillmore, J. A. Kaduk, H. Schenk: “INTERNATIONAL TABLES for CRYSTALLOGRAPHY, Volume H, Powder Diffraction”, p.855 (2019), (Wiley).



岡崎壮平 (Sohei OKAZAKI)

ブルカー・ジャパン株式会社 (〒221-0022 神奈川県横浜市神奈川区守屋町 3-9). 東京大学大学院理学系研究科. 博士 (理学). 《現在の研究テーマ》粉末系材料における XRD 評価.

E-mail: sohei.okazaki@bruker.com



森岡 仁 (Hitoshi MORIOKA)

ブルカー・ジャパン株式会社 (〒221-0022 神奈川県横浜市神奈川区守屋町 3-9). 東京工業大学大学院総合理工学研究科. 博士 (工学). 《現在の研究テーマ》先端材料, 薄膜材料における XRD 評価.

E-mail: hitoshi.morioka@bruker.com

会社ホームページ URL :

www.Bruker.com/ja

関連製品ページ URL :

<https://www.bruker.com/ja/products-and-solutions/diffractometers-and-scattering-systems/x-ray-diffractometers/d2-phaser.html>

高速・高分解能なレーザー走査ラマン顕微鏡

高精細なラマンイメージングを、素速く簡単に

齋藤 広 大, 青木 克 仁, 足 立 真理子

1 はじめに

光を用いた分析手法は数多く存在するが、ラマン分光法はあらゆる状態（固体、液体、ゲル状、等）の試料に対して、特別な前処理を必要とせずに物質同定を行うことができる手法である。また光学顕微鏡とラマン分光装置を組み合わせたラマン顕微鏡は、ラマン分光法によって同定された試料成分の空間分布を、サブミクロンに達する空間分解能で可視化（イメージング）する装置である。ナノフォトン株式会社は、高速かつ高分解能なラマンイメージングを可能にするレーザー走査ラマン顕微鏡をいち早く開発し、幅広い分野に製品を提供してきた。本稿では、ナノフォトン(株)のレーザー走査ラマン顕微鏡 RAMANtouch の特徴と応用事例を紹介する。

2 ラマン分光法の特徴

ご存知の方も多いと思われるが、まずラマン散乱について簡単に説明する。物質にレーザー光を照射した際に発生する散乱光の大部分は、入射光と同じ波長をもつレイリー散乱光である。しかし散乱光の中には、物質を構成する分子や結晶格子の振動によって非弾性散乱され、入射光と異なる波長に変化する光も僅かに存在する。これがラマン散乱光であり、入射光との波長の差が分子（格子）振動のエネルギーに対応する。このラマン散乱光を、回折格子等を搭載した分光器で分光分析する手法がラマン分光法であり、横軸に入射光を基準とした波数（波長の逆数）、縦軸に光強度をプロットしたスペクトルをラマンスペクトルと呼ぶ。横軸はラマンシフト（単位は cm^{-1} ）と表記されることが多く、高波数側ほどエネルギーの高い分子振動であることを表す。分子振動のエネルギーは、分子構造特有のものであるため、ラマンスペクトルから物質が有する分子構造が分かり、物質同定が可能となる。

分子振動に対する分光法という点において、ラマン分光法は赤外分光法と類似した分析手法であり、比較されることも多い。ラマン分光法の特徴としては、以下の点が挙げられる。(1) 薄片化やすりつぶしといった前処理が不要で、そのままの状態の試料を測定できる。(2)

水のスペクトルが低強度かつ狭帯域であるため、水分を含む試料でも目的とする成分を測定できる。(3) 結晶性試料の場合、スペクトルの線幅が細いため、僅かなピーク位置の差やスペクトル形状の違いから、応力や結晶多形の分析が可能である。(4) 入射光の波長が任意であり、可視光域（波長 400~800 nm）のレーザー光を使用した場合、光学顕微鏡と組み合わせたラマン顕微鏡の空間分解能は、試料の面内・深さ方向共にサブミクロンに達する。この高い空間分解能は、ラマン分光法の最も魅力的な特徴の一つと言える。

その一方で、ラマン散乱光の散乱断面積は 10^{-30} cm^2 程度であり¹⁾、赤外吸収の吸収断面積²⁾ $\sim 10^{-18} \text{ cm}^2$ と比較して圧倒的に小さい。これはラマン散乱の光子が一つ発生するためには約 10^{30} 個/ cm^2 もの入射光子密度が必要なことを意味しており、ラマン散乱光は発生効率の低い極めて微弱な光と言える。そのため S/N 良くスペクトルを測定するためには長時間の露光が必要であり、試料ステージを走査しながら多点のスペクトル測定が必要なラマンイメージングでは測定効率の向上が課題であった。

3 レーザー走査ラマン顕微鏡 RAMANtouch の誕生

上記の課題は、食品や生体細胞など経時変化しやすい試料のラマンイメージングを行う場合、ボトルネックとなり得る。2000年代初頭、ナノフォトン(株)が高速なラマン顕微鏡の開発に乗り出したきっかけは、まさに生体細胞を生きのままラマンイメージングするためであった。1990年以降、細胞に対するラマン分析は徐々に増加し、ラマンイメージング事例も報告もされていたが、それらの多くは細胞を薬剤等で固定した報告であった³⁾⁴⁾。生きた細胞は動き回るため、測定効率を向上させない限り、ラマンイメージングをすることは難しい。ナノフォトン(株)と創業者の河田聡（当時は大阪大学教授）の研究グループは、測定効率を劇的に向上させるラマン顕微鏡を開発し、この課題を克服することに成功した。

それまでのラマン顕微鏡は、試料表面に点状のレー

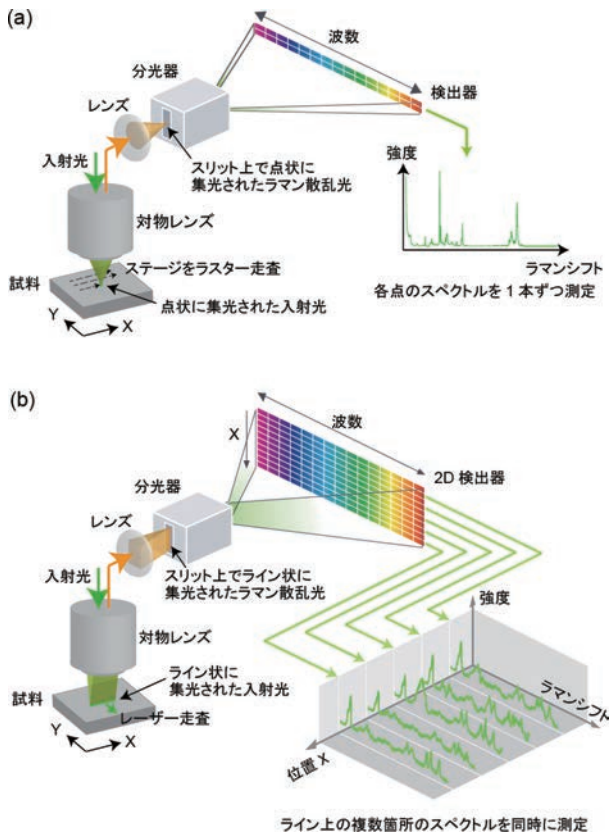


図 1 ポイント照明とライン照明のラマン顕微鏡
 (a) 従来のポイント照明のラマン顕微鏡では、試料ステージを走査しながら、各点のスペクトルを 1 本ずつ測定する。(b) ライン照明のレーザー走査ラマン顕微鏡では、ライン上の複数箇所のスペクトルを同時に測定しながら、レーザー光を走査する。

レーザー光を集光し（以下、ポイント照明と呼ぶ）、試料ステージをラスタ走査しながら 1 点ずつスペクトルを取得することで、ラマンイメージングを行っていた（図 1 (a)）。それに対し、ナノフォトン㈱と大阪大学が開発した手法では、試料表面にライン状のレーザー光を集光し、ライン上の複数箇所（典型的には 400 点）のスペクトルを同時に測定しながらレーザー光を走査することで、ラマンイメージングを行う（図 1 (b)）。ライン照明と名付けたこの方式では、試料表面のライン状の領域と分光器スリットが共役になり、共焦点光学系の持つ高い空間分解能（面内・深さ方向）を維持しながら、従来（ポイント照明）方式の数百倍の速度でイメージングを行うことが可能となる。また溶液中の細胞は、ステージ走査の場合、振動などで移動してしまうことがあるが、レーザー走査方式の場合、その心配もない。これらの技術により、生きた細胞が分裂する様子をラマンイメージングで初めて観測することに成功した⁵⁾。この報告は 2008 年になされたが、それに先立つ 2005 年にナノフォトン㈱から世界初のレーザー走査ラマン顕微鏡 RAMAN-11 を発表した。以降、改良や機能追加を行い、現在では RAMANtouch という名称で主力製品となつて

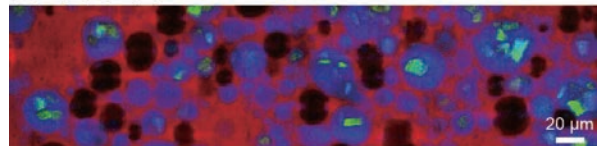
いる。開発のきっかけこそ生きた細胞のラマンイメージングであったが、現在では半導体、高分子、電池、食品など多くの分野で RAMANtouch の高速イメージングは活躍している。次節から RAMANtouch を用いた数々の測定事例を紹介する。

4 RAMANtouch を用いた測定事例

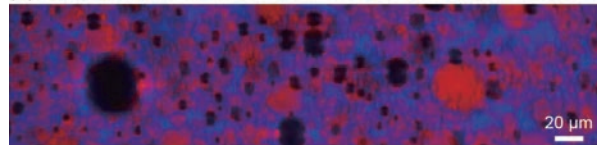
4.1 高速イメージング事例

まず食品を例にとって、RAMANtouch の高速イメージングの魅力を紹介する。多くの食品は水分を含むため、水のスペクトルに妨害される赤外吸収分光法では成分分析が難しいが、ラマン分光法は水分を含んでも、タンパク質、脂質、糖質など多岐にわたる成分を同定可能であるため、食品分野において有用な分析手法の一つである。しかし食品は、時間の経過とともに乾燥や環境温度により変性してしまうため、短時間での測定が

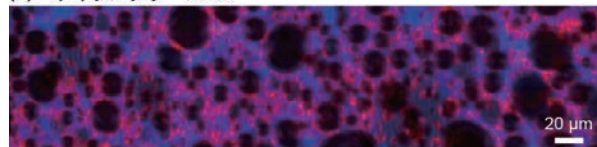
(a) ホイップクリーム A



(b) ホイップクリーム B



(c) ホイップクリーム C



■ 脂肪分 ■ 乳糖結晶 ■ 水分 ■ 空気

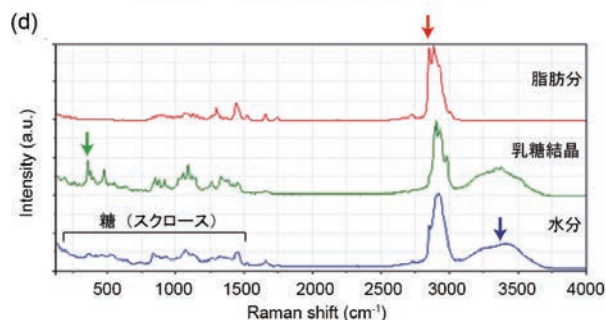


図 2 3 種類のホイップクリームのラマンイメージ
 (a)～(c) は、それぞれクリーム A～C に対応し、脂肪分 (赤)、乳糖結晶 (緑)、水分 (青)、空気 (黒) の分布を示している。励起波長：532 nm、対物レンズ：20 倍 (NA 0.45) を使用した。(d) クリーム A の各成分の代表的なラマンスペクトル。乳糖結晶と水分のラマンスペクトルは、脂肪分のラマンスペクトルとの差分である。水分には糖が溶け込んでいることが分かる。(a)～(c) のラマンイメージは、矢印で示すピークを用いて作成した。

望まれる測定対象でもある。

このような試料をラマンイメージングする際、RAMANtouch のライン照明による高速イメージングは威力を発揮する。図 2 (a)~(c) は、3 種類のホイップクリーム A-C の $416.8 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$ の領域 (スペクトル数: 38400 点) を、各々わずか 18 分 17 秒で測定したラマンイメージである。画像は、脂肪分 (赤)、乳糖結晶 (緑)、水分 (青) の分布を示しており、それぞれ 2854 cm^{-1} 、 358 cm^{-1} 、 $3150 \sim 3600 \text{ cm}^{-1}$ 付近のピークを用いて作成した。黒い部分は、周囲と比較して脂肪分のピーク強度が低く、明視野像において気泡状の部分に相当することから、空気と判断した。三つのラマンイメージを比較すると、各ホイップクリームの成分の混ざり具合が鮮明に分かる。クリーム A、B と比較して、C は脂肪分と水分が細かく均一に混ざり合っており、また空気を多く含んでいるため、最も滑らかな食感のクリームであると言える。またクリーム A は、各成分の混ざり具合の均一性は低いが、唯一、乳糖結晶が水分中に観測された。クリーム A の原料には練乳が使用されており、練乳中の乳糖が析出したものと考えられる。このクリーム A で観測された各成分の代表的なラマンスペクトルを、図 2 (d) に示す。水分が観測された箇所のスペクトルの指紋領域 (1500 cm^{-1} 以下) には、糖を示すピークも観測されており、水分箇所は、糖が溶け込んだ液糖であることが判明した。ピーク形状から、溶け込んだ糖はスクロースであると考えられる。クリーム B、C の水分箇所も液糖であることが判明したが、糖を示すピーク形状はスクロースとは異なり、麦芽糖を主原料とする水飴に近いものであった。このような僅かなピーク形状の差を議論するには露光時間を長くした S/N の良いスペクトル測定が必要であるため、従来のポイント照明によるイメージングでは、測定が長時間に及び、測定中にクリームの形状が変化する可能性がある。本事例は、ライン照明を用いることで、スペクトルの S/N を高く保ったまま広範囲を高速にイメージングできる RAMANtouch ならではの測定例と言える。

4.2 高分解能イメージング事例

続いて、RAMANtouch の高い空間分解能を示すイメージング事例を二つ紹介する。図 3 (a) は、カーボンナノチューブを用いた電界効果型トランジスタ (CNT-FET) のラマンイメージであり、炭素六員環の面内振動に由来する G バンド強度 (1590 cm^{-1} 付近) をマッピングした画像である。電極間に合成された CNT バンドルが、約 350 nm の空間分解能で観測されており、励起波長: 532 nm 、対物レンズ: 100 倍 (NA 0.9) 使用時に期待される回折限界の分解能で解像出来ていることが分かる。図 3 (b) は、(a) のラマンイメージを動径方向の伸縮振動である Radial Breathing Mode

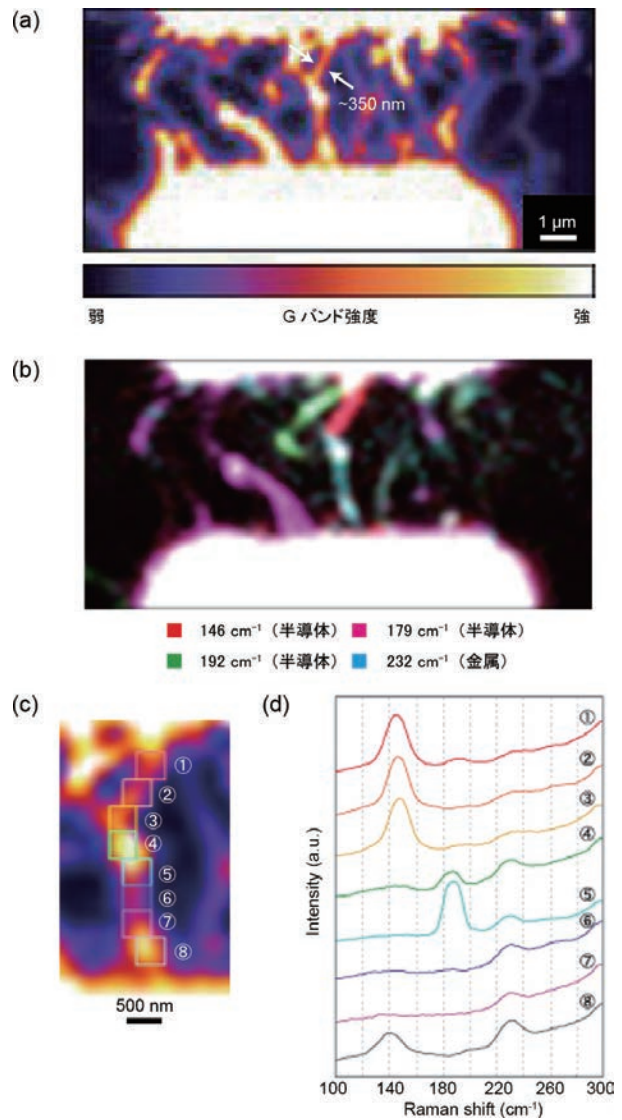


図 3 カーボンナノチューブを用いた電界効果型トランジスタ (CNT-FET) のラマンイメージ (試料提供: 東京大学丸山茂夫先生)。(a) G バンド強度イメージ。約 350 nm の空間分解能で解像できている。(b) RBM のピーク位置 ω_{RBM} を用いて、4 種類に色分けしたラマンイメージ。直径とカイラリティの異なる CNT が分布している様子が分かる。赤: $\omega_{\text{RBM}}=146 \text{ cm}^{-1}$ (半導体)、マゼンタ: $\omega_{\text{RBM}}=179 \text{ cm}^{-1}$ (半導体)、緑: $\omega_{\text{RBM}}=192 \text{ cm}^{-1}$ (半導体)、シアン: $\omega_{\text{RBM}}=232 \text{ cm}^{-1}$ (金属)。(c) 中央付近の CNT バンドルの拡大図と、(d) 八つの矩形領域 (1 辺 400 nm) における平均ラマンスペクトル。(c) と (d) における番号は対応しており、カイラリティの異なる CNT が絡み合っていることが分かる。

(RBM: 300 cm^{-1} 以下) のピーク位置 ω_{RBM} で 4 種類に色分けした画像であり、直径やカイラリティの異なる CNT が分布している様子を示している。 ω_{RBM} (cm^{-1}) と CNT の直径 d (nm) の間には $d=248/\omega_{\text{RBM}}$ の関係があることが知られており⁶⁾、 ω_{RBM} から CNT の直径を導くことが可能である。また CNT のラマン散乱は、光吸収を伴う共鳴ラマン散乱であり、励起光エネルギーに依存して特定の構造 (直径、カイラリティ) の CNT が

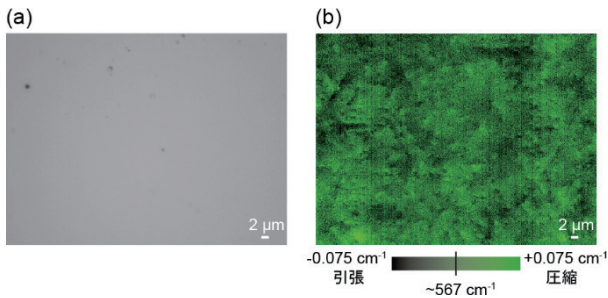


図4 窒化ガリウム (GaN) 基板表面の応力イメージ (試料提供: 大阪大学 谷川智之先生)
 (a) 明視野像. (b) E_2^H モード (567 cm^{-1} 付近) のピーク位置をマッピングした応力イメージ. 励起波長: 532 nm , 対物レンズ: 100倍 (NA 0.9) を使用した. 明視野像では平坦で滑らかに見えるが, 局所応力が分布している様子が分かる.

ら強くラマン散乱が生じる⁷⁾. つまり励起波長と ω_{RBM} から, ある程度カイラリティを絞り込むことが可能であり, 図3 (b) では $\omega_{\text{RBM}} = 232\text{ cm}^{-1}$ (シアン) のCNTのみが金属で, それ以外は半導体であることも分かる. 図3 (c) は, (a) における中央付近のCNTバンドルの拡大図であり, このバンドルを八つの矩形領域に分け, 各領域の平均スペクトルを示したものが図3 (d) である. 矩形領域の1辺は 400 nm であり, 回折限界とほぼ等価な領域であるが, 領域1番から8番にかけて, RBMピークが変遷していることが明瞭に分かる. これは, カイラリティの異なるCNTがバンドルを形成している様子を, 回折限界に迫る分解能で明らかにした事例と言える.

ラマン顕微鏡は, 成分分布だけでなく, 光学顕微像では見えない応力の分布を描き出すことも可能である. 二つ目の事例として, 窒化ガリウム (GaN) 基板表面の応力イメージを紹介する. 図4 (a), (b) は, それぞれ GaN 基板表面の明視野像と, 567 cm^{-1} 付近 E_2^H モード⁸⁾ のピーク位置から作成したラマンイメージである. 結晶性試料の場合, ラマン散乱を引き起こす要因は主に格子振動であるが, 格子振動は結晶歪みによる応力でエネルギーが変化するため, ラマンピークの位置から応力を評価することが可能である. 一般的にピーク位置は, 引張応力によって低波数側, 圧縮応力によって高波数側にシフトすることが知られている. 図4 (a) の明視野像では平坦で滑らかに見える GaN 基板も, (b) のラマンイメージではピークシフトした領域が分布しており, 局所応力が発生していることが分かる. 引張と圧縮それぞれの応力領域が隣り合っている箇所には, 結晶転位 (主に刃状転位や混合転位) が存在していると考えられる⁹⁾¹⁰⁾. このような結晶転位由来の僅かなピークシフト分布を描き出すためには, S/N の良いラマンスペクトルを高空間分解能で得る必要があるため, 前節同様ライン照明による高速イメージングが有用である. 実際,

図4 (b) のラマンイメージは, 100倍 (NA 0.9) の対物レンズを用いて, $80\text{ }\mu\text{m} \times 60\text{ }\mu\text{m}$ の領域 (スペクトル数: 120000点) を僅か21分強で測定したデータであり, RAMANtouchの高速・高分解能性を示す恰好の事例である.

4.3 深さ方向の測定

ラマン顕微鏡の特徴の一つに, 試料の面内 (XY) 方向だけでなく, 非破壊で試料内部の深さ (Z) 方向の測定ができることも挙げられる. これは図1に示したように, 共焦点光学系を採用しているため, 対物レンズの焦点が合う位置 (焦点面) から生じたラマン散乱光のみが分光器スリットを通過することに由来する. 本節では, 深さ (Z) 方向の測定事例を紹介する.

図5は, ポリマー多層フィルムをXZ面内で測定したラマンイメージであり, 3種類のポリマー材料 (ポリエチレン, ポリプロピレン, ナイロン) の分布を示している. 各ポリマーが, サブミクロンスケールで積層構造になっていることが明瞭に分かる. この測定は, 共焦点性の高さが重要であり, 100倍の油浸対物レンズ (NA = 1.4) と, スリットではなく直径 $20\text{ }\mu\text{m}$ のピンホールを用いて行った. RAMANtouchはライン照明が特徴であることを述べたが, ポイント照明とピンホールを用いた測定も可能であり, その切り替えはソフトウェア上で簡単に行うことができる.

Z方向の分析対象には, 組成だけでなく, 応力や結晶性なども含まれる. 図6は, 炭化シリコン (SiC) 基板の薄膜化の各過程におけるZ方向の応力分布を示すために, 6H-SiCの 789 cm^{-1} (FTO (2/6) E_2) のピーク位置¹¹⁾¹²⁾ をXZ面内で測定したものである. (a) は研削後, (b) は研削で発生した傷を除去するための研磨を行った後のXZラマンイメージである. (a) では, 研削による傷の周囲には引張応力, 二つの傷の間には圧縮応力がかかっていることが分かる. 研磨後の (b) では, 全体的に応力が低減されているが, 残された傷周辺には依然として引張応力が発生していることが分かる. より詳細に

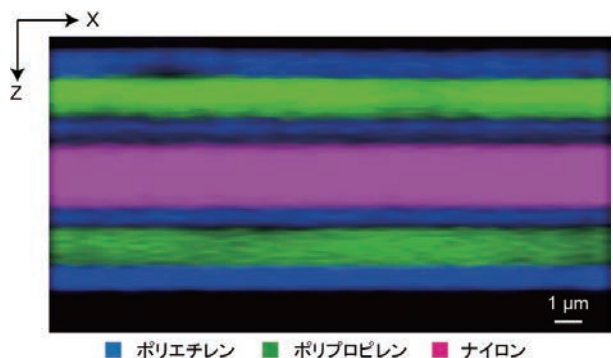


図5 ポリマー多層フィルムのXZラマンイメージ
 三種類のポリマーフィルムがサブミクロンスケールで積層している様子が分かる.

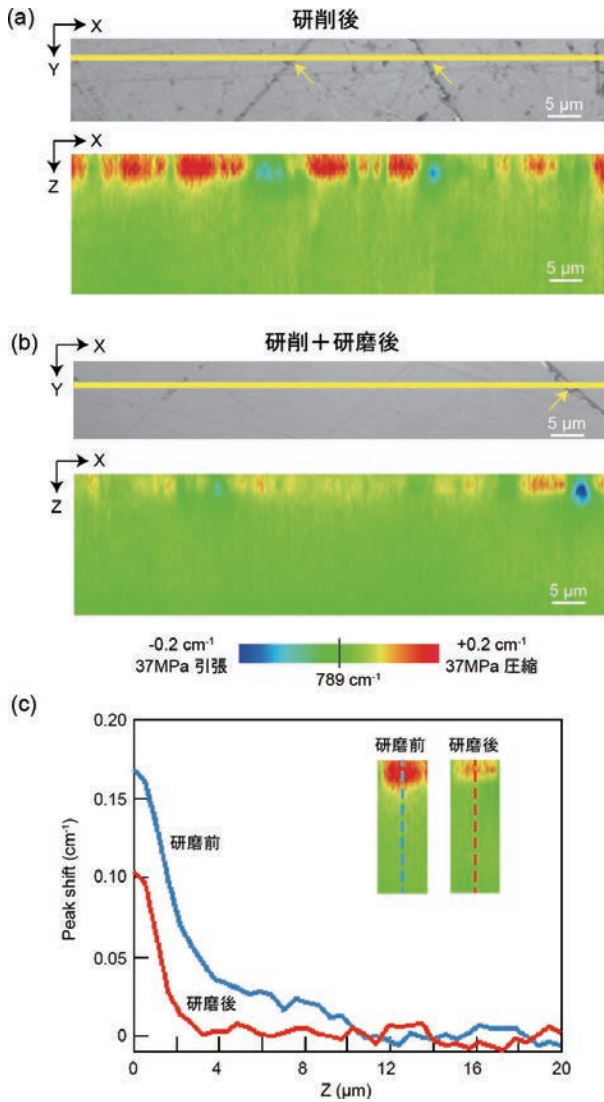


図6 炭化シリコン (SiC) 基板のXZ応力イメージ
 (a) 研削後, (b) 研削+研磨後のSiC基板の明視野像と、FTO (2/6) E₂モード (789 cm⁻¹) のピーク位置をマッピングしたXZ応力イメージ。励起波長: 532 nm, 対物レンズ: 100倍 (NA 0.9) を使用した。明視野像に示した線上の深さ方向を測定した。矢印に示す研削傷の周辺では、引張応力が発生していることが分かる。(c) 研磨前後の応力のZ方向ラインプロファイル。研磨により、応力が発生している領域は表面から2 μm程度にまで減少している。

解析するために、研磨前後のZ方向の応力プロファイル(線分析)を(c)に示す。応力プロファイルは、抜粋拡大画像の点線の位置で評価した。研削による応力は、研削後ではZ=4 μm程度まで生じているのに対し、研削+研磨後では約Z=2 μmに低減されていることが分かる。

5 RAMANtouch 特有の測定方法

前章までは、RAMANtouchのラマン顕微鏡としての基本的な性能を紹介してきた。本章では、RAMANtouchが搭載する発展的な測定機能を二つ紹介する。

5.1 平均ラマンスペクトル測定

ラマン顕微鏡は、その名の通り微視的に測定したラマン分光特性の空間分布を描き出す装置であるが、観察領域全体の平均値といった巨視的な特性を測定したい場合もある。このような場合、広範囲のラマンイメージングを行った後、すべてのスペクトルを平均化する方法もあるが、RAMANtouchはAreaFlash測定という平均ラマンスペクトルを短時間に測定する機能を搭載している。AreaFlash測定は、スペクトルを取得するための露光時間中に、ライン照明をラインと垂直方向に高速走査し、レーザーが照射されたXY領域の平均ラマンスペクトルを測定する方法である。この方法は、レーザー走査方式であるRAMANtouchだからこそ可能な機能であり、高いS/Nの平均ラマンスペクトルを短時間に取得できることが特徴である。図7に、製造ロットの異なる2つのカーボン粉末A、Bを、AreaFlash測定した事例を示す。測定領域は、それぞれ(a)、(b)の明視野像に示すサブミリメートルに及ぶ広い領域で、各120000点の平均ラマンスペクトルをわずか5秒で取得した結果が(c)である。1590 cm⁻¹付近のGバンド強度で規格化すると、1350 cm⁻¹付近に現れる欠陥由来のDバンド強度に僅かな差が観測されており、^{ささい}些細な品質の差を判別することができた。

AreaFlash測定は、分析時間の短縮ができるため、加熱や冷却、延伸等に伴うスペクトルの経時変化のモニタ

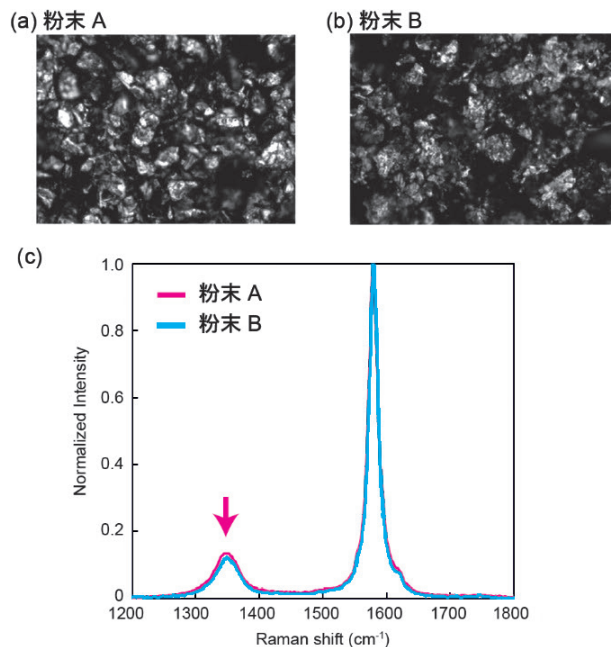


図7 二つのカーボン粉末の平均ラマンスペクトル(AreaFlash)測定事例

(a) 粉末A, (b) 粉末Bの平均ラマンスペクトルを測定したサブミリメートル領域の明視野像。(c) 粉末A, Bそれぞれの平均ラマンスペクトル。Gバンド(1590 cm⁻¹付近)強度で規格化すると、欠陥由来のDバンド(1350 cm⁻¹付近)に僅かな差が見受けられる。

リングにも適している。また、レーザーパワーを弱くしても、通常の測定より短時間でスペクトルが取得できる上に、レーザーパワーを広範囲に分散させるので、熱の局所的な蓄積を低減できる。したがって、レーザーによる熱ダメージを受けやすい試料でも、安心して測定できるメリットもある。

5.2 凹凸のある試料表面の測定

ラマン顕微鏡は共焦点光学系を採用しているため、深さ（Z）方向の測定が可能であることを4.3節で述べた。しかしこのことは、表面に凹凸があり観察領域内で焦点面が一定にならない試料に対しては、ラマン顕微鏡によるイメージング測定は不向きであることを意味している。すなわち焦点深度（焦点面のZ方向の領域）の短い高倍率の対物レンズを使用すると、XY面内の測定箇所を変えるたびに、試料表面に対物レンズのフォーカスを一致させる必要があり、反対に焦点深度の長い低倍率の対物レンズを使用すると、高い空間分解能を得ることが難しい。

このような凹凸のある試料表面を高分解能でラマンイメージングするために、RAMANtouchはZTrackという機能を搭載している。ZTrackは、光学顕微鏡像から試料の表面形状を認識し、表面形状に沿って対物レンズのフォーカスを自動的に調整しながらラマンイメージングを行う機能である。図8に、リチウムイオン電池正極材を、ZTrackを用いてラマンイメージングした事例を示す。凹凸のある試料表面であっても、100倍の対物レンズを用いた高分解能なラマンイメージを測定できることが分かる。ZTrackは表面形状に沿ってフォーカスを自動調整するため、ポイント照明を利用する。ライ

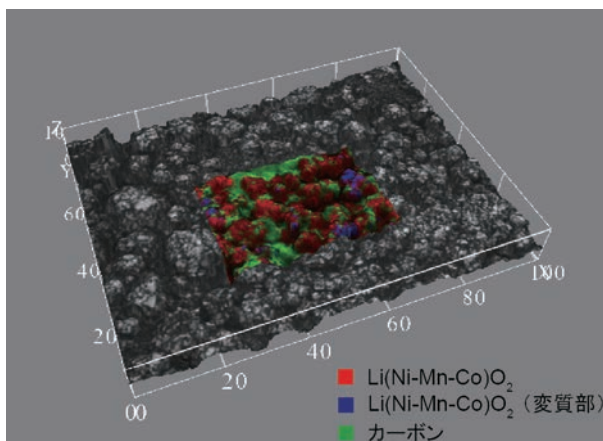


図8 ZTrackを用いて測定したリチウムイオン電池正極材のラマンイメージ

明視野像から解析した表面形状を3Dで表示し、ラマンイメージを重ね合わせている。ラマンイメージの測定領域は $40\mu\text{m}\times 40\mu\text{m}$ 程度。試料の凹凸は、フルスケールで $10\mu\text{m}$ 程度あるが、電池材料の成分分布を高分解能で描き出すことができる。

ン照明に比べてイメージングの時間は長くなるが、1回のイメージングで、すべての測定箇所において試料表面にフォーカスが一致したスペクトルを取得できる点は魅力である。

6 ラマンスペクトル測定のコツ：蛍光の回避

最後に、ラマンスペクトルを測定する際に遭遇することが多い蛍光を回避する方法を紹介する。蛍光は、発光（フォトルミネッセンス）の一種であり、光によって電子励起状態に遷移した分子が、振動緩和などを経た後、電子基底状態に戻る際に発する光のことである。多くのラマン顕微鏡で採用されている波長 532nm のレーザー光は、この電子遷移を引き起こすのに十分な光子エネルギーを持っている。蛍光を発する試料のラマンスペクトルを、波長 532nm のレーザーで測定しようとする、ラマン散乱光と蛍光の波長域が重なり、圧倒的に強度が高くブロードな蛍光のピークに、ラマンピークが隠されてしまうことが多い。

蛍光を回避する方法は、大きく三つある。一つ目は、共焦点性を高めることである。高倍率・高NAの対物レンズを使用する、あるいは分光器スリット・ピンホールの幅や径を小さくすることで、焦点面以外からの蛍光の影響を低減させることができる。4.3節でも述べたが、RAMANtouchにはピンホールも搭載されており、スリットよりも高い共焦点性を持つピンホールを利用して、ラマンピークをより顕在化させることが可能である。微小な測定対象物の周辺に蛍光物質が存在する状況であっても、空間分解能の高いRAMANtouchは、蛍光の影響を抑えて測定することができる。二つ目は、蛍光の性質を利用することである。まずレーザーを一定時間照射し続けると、蛍光は次第に輝度が低下していくことが知られている。これは蛍光退色と呼ばれ、先に述べた電子の励起/脱励起が繰り返される中で、分子の蛍光を発する一部の化学結合が破壊されることによって引き起こされる。しかし分子構造自体はほとんど変わらないため、蛍光退色させた後に、ラマンピークを観測できる場合がある。またレーザー強度を強くすることも効果的である。励起光の強度を強くしていくと、通常のラマン散乱光の輝度は線形に増大するが、蛍光の輝度は飽和することが知られている¹³⁾。つまりラマンピークの強度を相対的に目立たせることが可能になる。この方法は、レーザーによって損傷しにくい試料の場合に有効である。三つ目は、レーザーの波長を変えることである。近赤外域に近い波長 785nm のレーザーを利用すると、光子エネルギーが低くなり蛍光は抑制される。また波長 405nm や 457nm といった紫外域に近いレーザーを利用すると、ラマン散乱光の波長域が蛍光よりも短波長側になるため、ラマンピークを蛍光ピークから分離することが可能になる。RAMANtouchには、標準的に波長

532 nm と 785 nm のレーザーが搭載されており、蛍光回避のために 785 nm はよく利用される。最近では 400 nm 台のレーザーを追加搭載するケースも増えてきている。

7 おわりに

本稿では、ナノフォトン㈱のレーザー走査ラマン顕微鏡 RAMANtouch の特徴と代表的な測定事例を紹介した。「ラマン顕微鏡は難しそうだし、イメージング測定に時間が掛かるらしいから敷居が高い…」と思われる方は、是非 RAMANtouch の高速イメージングを体感していただきたい。高精細なラマンイメージが、素速く、そして簡単に測定できることに驚かれると思う。他にもユーザービリティが高く、解析機能の充実したソフトウェアを標準的に搭載しており、またオプション製品として、加熱冷却ステージや電池材料用の不活性セル LIBcell などを用意している。本稿をきっかけに、ラマン顕微鏡に少しでも興味を持っていただければ幸いです。

文 献

- 1) 藤田克昌：顕微鏡, **43**, 268 (2008).
- 2) HITRAN online. (<https://hitran.org/>).
- 3) N. M. Sijtsema, S. D. Wouters, C. J. De Grauw, C. Otto, J. Greve : *Appl. Spectrosc.*, **52**, 348 (1998).
- 4) H.-J. van Manen, Y. M. Kraan, D. Roos, C. Otto : *J. Phys. Chem. B*, **108**, 18762 (2004).
- 5) K. Hamada, K. Fujita, N. I. Smith, M. Kobayashi, Y. Inouye, S. Kawata : *J. Biomed. Opt.*, **13**, 044027 (2008).
- 6) A. Jorio, R. Saito, J. H. Hafner, C. M. Lieber, M. Hunter, T. McClure, G. Dresselhaus, M. S. Dresselhaus : *Phys. Rev. Lett.*, **86**, 1118 (2001).
- 7) H. Kataura, Y. Kumazawa, Y. Maniwa, I. Umezu, S. Suzuki, Y. Ohtsuka, Y. Achiba : *Synth. Met.*, **103**, 2555 (1999).
- 8) 播磨 弘：材料, **51**, 983 (2002).
- 9) N. Kokubo, Y. Tsunooka, F. Fujie, J. Ohara, K. Hara, S. Onda, H. Yamada, M. Shimizu, S. Harada, M. Tagawa, T. Ujihara :

Appl. Phys. Express, **11**, 111001 (2018).

- 10) 谷川智之, 足立真理子, 寺田陸斗, 塚越真悠子, 上向井正裕, 片山竜二 : 第 68 回応用物理学会春季学術講演会, 17a-Z27-4 (2021).
- 11) S. Nakashima and H. Harima : *Phys. Status Solidi (a)* **162**, **39** (1997).
- 12) N. Sugiyama, M. Yamada, Y. Urakami, M. Kobayashi, T. Masuda, K. Nishikawa, F. Hirose, S. Onda : *MRS OPL*, **1693**, **107** (2014).
- 13) K. Fujita, M. Kobayashi, S. Kawano, M. Yamanaka, S. Kawata : *Phys. Rev. Lett.*, **99**, 228105 (2007).



齋藤 広大 (Kohta SAITOH)

ナノフォトン株式会社 R&D センター (〒562-0036 大阪府箕面市船場西 3-1-7). 慶應義塾大学大学院理工学研究科基礎理工学専攻後期博士課程修了。博士 (理学)。《現在の研究テーマ》ラマン顕微鏡の機能強化。及び新製品開発。《主な著書》“Tip Enhanced Raman Microscopy”, *Comprehensive Nanoscience and Nanotechnology*, 2nd edition, Vol. 4, pp.13-32 (2019), (Elsevier). E-mail : kohta.saitoh@nanophoton.jp



青木 克仁 (Katsuyoshi AOKI)

ナノフォトン株式会社東京ショールーム (〒105-0003 東京都港区西新橋 3-6-10 マストライフ西新橋 403). 筑波大学大学院数理学部科学研究科電子・物理工学専攻博士後期課程修了。博士 (工学)。《現在の研究テーマ》ラマン顕微鏡のアプリケーション開発。E-mail : katsuyoshi.aoki@nanophoton.jp



足立 真理子 (Mariko ADACHI)

ナノフォトン株式会社大阪ショールーム (〒562-0036 大阪府箕面市船場西 3-1-7). 金沢大学理学部化学科 (現 理工学域) 卒業。《現在の研究テーマ》ラマン顕微鏡のアプリケーション開発。《主な著書》“ウェーハ上の異物分析”, 「異物の分析, 検出事例集」第 4 章, 第 3 節 (技術情報協会, 2020 年)。E-mail : mariko.adachi@nanophoton.jp

会社ホームページ URL :

<https://www.nanophoton.jp/>

関連製品ページ URL :

<https://www.nanophoton.jp/products/ramantouch>

●「引っかけ」力を検出して光る薄膜の開発

引っかけ・こするなどの機械的刺激を材料に与えたときに光る現象をトリボルミネッセンス (TL; 摩擦発光, 応力発光とも) という。近年, この TL を示す材料は, 機械的な力によって材料が受けるダメージや歪みを可視化するセンサーとして急速に注目を集めている。TL を示す代表的な材料としてユウロピウム添加アルミン酸ストロンチウム ($\text{SrAl}_2\text{O}_4: \text{Eu}^{2+}$) があり, この結晶を微粒子化することで, 材料にかかる力を可視化する塗料なども作製されている。また, 発光性の有機分子や金属錯体の中にも, 結晶状態で鋭敏な TL を示すものが発見されている。この TL のメカニズムは未解明な点が多いものの, 主として結晶中の欠陥準位への電子捕獲や結晶の圧電効果など, 結晶特有の現象によって発現すると説明される場合が多い。そのため, これまでの TL 材料の研究対象は主として結晶であり, 透明性やフレキシビリティなどに制約を残していた。

最近, Khusnutdinova らは明瞭な TL を示すポリマー薄膜の作製に成功し, 報告した¹⁾。彼らはまず発光性銅 (I) 錯体を合成し, これをポリメタクリル酸メチル (PMMA) へと分散した透明薄膜を作製した。非常に興味深いことに, この銅 (I) 錯体ドープ PMMA 膜は, 結晶ではなくアモルファスであるにもかかわらず, 引っかけにตอบสนองして TL を示した。そこで, このメカニズムを解明するために, さまざまな雰囲気下 (窒素, アルゴン, ヘリウム, CO_2 , SF_6) および真空下にて TL 測定を行った。その結果, 真空下および CO_2 雰囲気下では銅 (I) 錯体由来の発光のみが観測されたのに対し, 窒素, アルゴン, ヘリウム雰囲気下では銅 (I) 錯体の発光に加えてこれらのガスの放電に由来する発光も観測された。一方で, 高い絶縁性で知られる SF_6 雰囲気下では TL は観測されなかった。これらのことから, PMMA を引っかけことで生じる帯電・放電を經由して銅 (I) 錯体が励起され, 発光につながるという TL メカニズムが提唱された。さらに, この TL 現象は銅/PMMA 系のみならず銅 (I) 錯体をポリスチレンやポリ塩化ビニルにドープした場合にも観測でき, また 9,10-ジフェニルアントラセンやユウロピウム (III) 錯体などの他の発光性分子をドープした PMMA 薄膜においても観測できたことから, 本手法の適用範囲の広さがうかがえる。なお, これらの TL は空気によって消光されたことから, 今回見いだされた「発光性分子ドープ薄膜の TL 現象」は空気下

における従来の TL 測定では長らく見落とされていた現象だと考えられる。

このようなシンプルなポリマーがあらゆる発光性分子を TL 活性な薄膜へと昇華させるというのは大きな驚きである。本手法の改良により, 材料のダメージや歪みをより明瞭に可視化する透明薄膜の開発へとつながることを期待したい。

1) A. Karimata, P. H. Patil, R. R. Fayzullin, E. Khaskin, S. Lapointe, J. R. Khusnutdinova: *Chem. Sci.*, **11**, 10814 (2020).

[北海道大学大学院理学研究院化学部門 吉田将己]

●電極近傍での溶媒和構造の分光分析

電極近傍での Li イオンの溶媒和構造の分析は, 電池研究において重要でありながら測定が難しい課題である。電極と電解液の埋もれた固液界面を測定するために, X 線反射率分光法や和周波発生分光法などの界面敏感な分光法が活用されてきたが, 界面での Li イオンの濃度や溶媒和構造の定量的な議論にまでは至っていなかった。そのような背景のもと, Raberg らは減衰全反射赤外 (ATR-IR) 分光法, 密度汎関数理論 (DFT) 計算, 分子動力学 (MD) 計算を組み合わせることで, Au 電極近傍での Li イオン濃度と溶媒和構造を明らかにした¹⁾。具体的には, Au 電極を蒸着した ZnSe プリズム上に, 過塩素酸リチウム (LiClO_4) のジメチルカーボネート (DMC) 溶液を滴下し, 電極電位を制御しながら ATR-IR スペクトルを測定した。Li イオンに溶媒和することで波数シフトする (ここで DFT 計算が活用される), DMC の C=O や ClO_4^- の対称伸縮振動のスペクトル強度を見積もることで, ATR 測定空間に相当するプリズム表面から深さ $\sim 1 \mu\text{m}$ での定量的なスペクトル解析を実現した。その結果, 電極電位を約 1.2 V 負側に印加する間 (PZC に対して +0.4 V から -0.8 V) に, ClO_4^- は ~ 0.3 個/ nm^2 減少し, Li イオンは ~ 0.3 個/ nm^2 増加した。また, 正側では ClO_4^- と DMC が約 2 個ずつ Li イオンに配位するのに対して, 負側では ClO_4^- がはずれ (約 0.5 個), DMC の配位数が増える (約 3.5 個) ことが明らかとなった。これらの挙動は, MD 計算とも一致した。このような実験と計算を対応させる定量的な議論にあたって, 筆者らはいくつかの工夫を凝らしている。一つは, プリズム上に Au 薄膜を蒸着した ATR 測定は, 表面増強赤外吸収 (SEIRA) スペクトル測定と同様のセットアップであり, その増強効果を考慮した。ただし, 積極的に増強効果を狙うための Au ナノ構造化は施しておらず, 増強度は 5.6 倍程度である。また, MD 計算では分極の効果を加味した力場を利用することで, 金属電極の鏡像電荷の効果なども考慮している。本研究は, 電極近傍での溶媒和構造の変化というダイナミクスを定量的に明らかにしたという点で大きな意

義をもつ。一方で、適用可能な電極の種類や構造には制限があり、例えば実用化されているカーボン電極へのLiイオンのインターカレーションに伴う脱溶媒和過程などは、いまだ明らかとなっていない。界面分光分析研究のさらなる発展が期待される分野の一つと言える。

- 1) J. H. Raberg, J. Vatamanu, S. J. Harris, C. H. M. van Oversteeg, A. Ramos, O. Borodin, T. Cuk : *J. Phys. Chem. Lett.*, **10**, 3381 (2019).

[大阪大学大学院基礎工学部 田邊一郎]

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]



学び直し

北海道立総合研究機構の姉崎克典です。この度は環境調査研修所の岩切先生からバトンを引き継ぎました。私は当機構の前身である北海道環境科学研究センターに赴任して以来、ダイオキシン類とPCBの分析を中心に業務や研究を行ってまいりました。岩切先生は、特にダイオキシン類分析においては国内の第一人者であり、これまでも幾度となく助言や意見等を頂いてまいりました。これからもよろしくお願ひします。

さて、私がダイオキシン類分析を始めたのは2001年のこととなります。当時はダイオキシン類対策特別措置法が施行され、地方公共団体でもダイオキシン類の分析体制を整えようという頃でした。私自身を含め所内で誰もダイオキシン類については何もわからないという状態からのスタートでしたので、環境調査研修所でノウハウを学ぶ必要がありました(当時は国立環境研究所環境研修センターという名称で、現在は製品評価技術基盤機構にいらっしゃる大高教官がダイオキシン類の研修を担当されていました)。一方、ダイオキシン類分析には二重収束型の高分解能質量分析計という高価な機器を用いることから、単一の用途だけに使うのはもったいないということ、そして、北海道でPCB廃棄物処理が計画されていたこともあり、せつかつなのでPCBの全コンジェナー分析もやってみようという軽いノリでPCB分析の世界にも足を踏み入れました。その後、室蘭市でJESCOによるPCB廃棄物処理がスタートし、筆者らの機関ではそのモニタリングを担当することとなり今に至っているところです。このモニタリング事業をやっていく中で、JESCOでPCB分析を担当されている方々とつながりができ、一緒に分析における不確かさを推定したり、PCB分析に係る研修やレクチャーを実施するなどより実務的な交流を行ってきました。分析員の方々にはPCB分析だけでなく、環境分析一般に関する知識や技能も身につけ、PCB処理事業が終わった後もそのスキルを活かしていただきたいと考えており、その成果として環境計量士などの国家資格を取得されることを推奨しています。環境計量士試験では分析化学を中心に大学教養レベルの化学の知識が問われますので、研修にあたっては筆者らも大学時代の教科書などを引っ張り出して勉強する、つまり学び直しの必要があります。結構大変かと思っていたのですが、学生時代やまだ研究者として駆け出しの頃には理解できなかったことが、実務を経験することで別の視点で見ることができたり、新たな発見があるなどやってみるとなかなか興味深く、楽しみながら準備をしています。

最近ではコロナ禍の影響もあり、各メーカーさんがウェビナーなどをたくさん開催しておられます(北海道にいる私からすると移動せずに聴講できるのはうれしい限りです)。今更聞けないような初歩的なことをレク



写真：室蘭市測量山から見た室蘭市全景 中央の箱形の建物がJESCOのPCB処理施設です

チャーしていただいたり、これまでの常識を覆すような知識が得られたりと大変興味深いもので、可能な限り時間を作って積極的に参加するようにしています。メスフラスコやメスシリンダーなどの容量をはかるガラス器具の乾燥機での乾燥は御法度というのは常識と思っておりましたが、あるガラス器具メーカーさんのウェビナーでは精度上には全く問題がないことが紹介されていて、まさに目から鱗が落ちる思いでした。

仕事上だけでなく子供の勉強を見ている、新たな発見や自分の知識の間違いに気づかされることが多々あります。最近では「必」の書き順の間違いを指摘されたりとか、駅に行くはgo to the stationなのに、なぜ学校へはgo to schoolでtheがつかないのかと悩んだりとか……(すみません、こんなレベルです)。

学び直し(リカレント教育)と聞くと、どうしてもキャリアや収入のアップに注目が行きがちですが、本来学習とは自身の人生を楽しみ豊かにするためのものと考えます。今すぐに役に立つかどうかかわからないけど、先人の知識に触れたり経験したりして新しい知見を得ると共に、これまでの知識をアップデートできる機会がたくさんある喜びを感じている今日のこの頃です。

ところで、最近の小学校の教科書を見てみると、サクランボ算といった計算の工夫がなされていたり、人気絵本作家のヨシタケシンスケさんの絵が描かれていたり、見ていて楽しいです。また、中学校1年でサイレントeについて教えていたり、昔とはずいぶん変わりましたね。昔の教科書との比較を子供と話したりするのもまた楽しいものです。

さて、次にバトンをお渡しするのは弘前大学の川上淳先生です。川上先生は私がまだ当大学で学部生だったときに赴任され、先生方の中では年齢が近かったこともあり、徒弟と言うよりも同じ学生仲間のように接していただきました。講座は違いましたが、論文の書き方や意義についてもいろいろ教えていただいたことは今でも心に焼き付いております。それでは川上先生よろしくお願ひします。

(独立行政法人北海道立総合研究機構 姉崎克典)



談 話 室

コロナ禍における支部運営

2021年7月にこの原稿を認めているが、新型コロナウイルス感染症の蔓延は、ご当地日本が快進撃を続ける東京オリンピックのさなか、第5波を迎えようとしており、新規感染者数は全国で1万人を超えている。ここに至るまでに、筆者は、新型コロナウイルスとは無縁だった2019年度と、コロナ禍の影響をもちにかぶった2020年度の両方で、日本分析化学会近畿支部の運営を支部長として経験した。近畿では1995年に阪神大震災が起り、神戸に住む筆者にとっては未曾有の激甚災害の襲来にこんなことは一生のうちにもう二度と起こらないだろうと思ったが、その時ですら、せいぜい半径数十キロの出来事であり、偶然そこに居合わせた人々には深刻な問題であったが、学会や支部に影響はほとんどなかった。ところが、それから二十数年が経った今頃、全世界で、人々の生活様式を変えるような疫病の蔓延など、だれが予想したであろうか？

時が止まるように支部運営も凍り付いた。

2019年は曲がりなりにも順調な支部運営であったと思う。講習会も活発に行われ、夏季セミナーにも多くの学生諸君が参加し、一泊二日のイベントは熱気がこもっていたのを記憶している。年が明けた2020年、次年度予算にまつわる喧々譁々もひと段落したところに、世間では不思議なニュースが伝わった。武漢を源とする不思議な風邪の流行のニュース、それから1か月もたたないうちに、春節で中国から大量の観光客が押し寄せ、ここ数年の爆買いが日本景気を支える神風のように思えたが、未知の病も静かに日本を浸潤しつつあったことに気が付く人は少なかったであろう。2月に入るとクルーズ船の感染が確認され、3月にはオリンピックの1年延期が決まり、感染はあっという間に広がり、4月には7都府県に緊急事態宣言が发出された。マスクが当たり前のままでSFのような生活が始まっていた。このころは、3月に新旧常任幹事会を行うはずであったが、当然のこのように大阪科学技術センターに集まることも難しくなり、最初はChatWorkによる筆談？のような常任幹事会が行われた。審議事項には反対もなく、うまく流れていたが、支部長は話すことをすべてキーボードで打つというとても肩がこる作業を強いられた。これが続くのか、と憂鬱になったのを記憶している。しかしながら、本部でWebExが使用され、Zoomがオンライン会議の主流になってくると、両者の使い分けが学会の当たり前となった。おそらく、10年後

にこの記事を読む人がいたとすれば、Zoom？なんですかそれ？というくらい、これからオンラインツールは変化を続けていくであろう。2020年以降、支部事業の実施の見通しは全く立たず、次々と講習会、夏季セミナーなどが中止となった。当時、庶務幹事を務めてくださった産総研の永井先生は、短時間に測れるPCRの検査機器を開発され、コロナ禍にあって希望のイノベーターともいえる存在となり、JAIMA機器分析技術賞を受賞された。そんなお忙しい中、大変な時期の庶務幹事の激務を最後まで、やり通していただき、感謝の念に堪えない。会議はオンラインで引き続き行われ、講演会も対面でなければ可能であったが、支部幹事の先生方は、いったいこれがいつまで続くのか、と途方に暮れる人が多かったのではなかろうか？幹事会が終わった後の懇親会は、2019年12月の幹事会を最後に2021年7月の今もって行われておらず、今日から始まる夏季セミナーも2020年は中止、本年はオンラインで行われるため、学生さんは自宅や研究室からディスプレイを覗き込んで、他大学の学生さんと交流することになる。このような状態がいつまで続くのか、誰にもわからない。しかし、おそらく数年の後には、ほぼ、誰もがこの状況をあっさり忘れて、そういえば、そうだったっけ？といった程度の記憶しか残らないだろう。しかし、我々は、この不自由な1年余りの経験から、多くのことを学んだ。とくに、2020年度の会計を紐解けば、結果的に支部行事の中止が大きな黒字を生むことを認識できた。これは、他の学会もほとんど同じ状況であろう。特に、交通費がいかに支出の大きな要素であるかを認識することができ、このことは、場合によっては支部会計をコントロールするには、オンラインで行える行事をいくつか用意することを我々に教えてくれた。無論、支部会計の一番大きな部分を占めるのは、事務委託費であるが、これとて、遠隔で業務を行っていただくことにより、事務局の方の負担を減らすことが可能になるのではないかと考えられる。このことは、別の意味合いでは、現在の事務委託費の妥当性も、今回のコロナ禍がそれを再評価するきっかけになるかもしれないということである。このコロナ禍が学会および近畿支部のターニングポイントだったとすれば、そこに立ち会った人間として、人も学会も時代に流されて、逆らうことはできない存在であることを痛感した。しかし、その中にあって、我々は流れていく方向を絶えず見続ける必要がありはしないだろうか？そして、目先に漂う小さな流木であっても、自らを助ける小さな可能性に次のステップを考える想像力を、絶えず持ち続けなければならないのかもしれない。筆者にとっては、最初の年からは想像できない2年目を支部長として経験したが、やはり、そこで多くの先生方の助けを借りて支部運営ができたことは大変ありがたかったと身にしみて感じている。副支部長、庶務幹事、会計幹事、常任幹事をはじめ、多くの幹事の先生方、後輩を心配してくださる参与の先生方、こうした多くの先生方が近畿支部を良い方向へ進めてくださることに改めて感謝したい。こうして、先生方の顔を思い出しながら書いてみると、やはり、先生方と一緒に、楽しい時間を過ごすこと、これこそが学会の一番のたのしみだと思う。きっと、その時はそこまで来ていると思う。ただし、危機も同じようにいつもそこまで来ているのである。常に備えよう。

〔甲南大学理工学部 茶山健二〕

◆ 近畿支部だより

—コロナ禍におけるぶんきんニュース—

日本分析化学会近畿支部では、オンライン記事「ぶんきんニュース」を通常年3回発行しています。これは、支部でのイベントや受賞等の報告、各種の告知や企業の方の製品プロモーションの場など、様々な役割があります。また、「ニュース」と銘打ってはいるものの、どちらかというと活動記録的な位置づけとして、これまでの支部での様々な活動や業績をまとめて公開しておき、必要なときに必要な情報を取り出せるようにしておくという意義もあります。

このように「ぶんきんニュース」は近畿支部にとってきわめて重要な媒体ですが、ご存じのように2020年度はコロナ禍という前代未聞の事態により、支部主催のイベント、とくに年度の前半はほとんど中止や延期となってしまい、当然ながら掲載できるような記事もほとんどないという状況に陥ってしまいました。しかしながら、そのような混乱の中でも試行錯誤して何とか開催にこぎつけたイベントもあります。例としては、近畿支部が特に力を入れているイベントである「ぶんせき講習会」があります。これは、学生や企業の新人向けに、分析の基礎から応用までを一通り身につける機会を提供するもので、近畿支部の代表的な社会貢献活動の一つです。その中身は、基礎編その1、基礎編その2、実践編、発展編の4セクションに分かれています。基礎編その1を除き、基本的には分析機器の操作など実習主体となるので、対面開催が必要となり2020年度は開催できませんでしたが、基礎編その1はデータの取り扱いや統計処理などの座学中心であったため、一度延期されたのちにオンライン開催という形で開催に至りました。ただしこれも簡単なことではなく、接続試験や事前の打ち合わせを何度も行った上での恐る恐るの決行でしたが、結果的にオンラインの特徴である「どこからでも参加できる」というメリットが活かされ、近畿地方やその近隣以外からの聴講者を得るといった副次効果もありました。そして年度の後半になると、これもオンラインという形で常任幹事会や幹事会、支部講演会といった定例イベントも徐々に再開され、なんとか3月末にぶんきんニュースを発行することができました。1年でわずか1回のみという大変寂しいことになってはしまいましたが、それでも発行できたのはなんとかイベントを継続していこうという、関係の皆様の大変な努力の賜物であると思います。

2021年度に入っても、相変わらず新型コロナの感染状況は一進一退を繰り返し、緊急事態宣言もほぼ常態化するようになり、収束には程遠い状況が続いていましたが、一方で支部のメンバーもその状況に徐々に慣れてきたようで、対面では全く実施できない状況ながらも、イベントが少しずつ再開されるようになってきました。例えばぶんせき講習会は、基礎編その2と実践編は企業での実習が主体であるため、やはり開催できませんでしたが、技術的な応用を主体とした発展編については、実習の中身を「分析における人工知能」と題してオンラインで

実施できる形式とすることにより、開催することになりました。また、若手主体の夏季セミナーである「ぶんせき秘帖」も通常1泊2日の日程で、若手同士研究の理解や懇親を深めることが醍醐味のイベントであるため、やはり通常の形で開催することは叶いませんでしたが、日程短縮とオンライン化により、2021年度は開催することができました。そして幹事会の後に行われる支部講演会も2020年度はあまり実施できなかったところが講演者側の慣れもあり、通常通りに開催されるようになってきました。また、ぜひこのような特殊な環境における支部の運営について記録を残しておきたいという村松支部長のアイデアにより、茶山前支部長に「コロナ禍における支部運営」という特別寄稿をいただくこともできました。これは、2020年度の初頭、新型コロナの影響が拡大した当時の困惑した支部の様子や予算等の不安、そして今後の見通しなどについて克明に記録を綴っていただいた大変貴重なものです。この寄稿にもありますが、人間数年もすると忘れてしまうものなので、記録をリアルタイムに残しておくことは非常に意義があると思います（この特別寄稿は、内容を一部編集して本誌の「談話室」にも掲載されました）。

このような様々な方々の工夫と努力により、2021年度前半のイベントをまとめた最新の「ぶんきんニュース」(51号)は9月に発行することができ、その内容も40ページと大変中身のあるものになりました。近畿支部の方はもちろん、他支部の皆様もぜひご覧いただければと思います。

ワクチン接種も進んできたとはいえ、海外の状況もみれば今後まだまだコロナ禍は簡単には終わらなそうです。いくらオンラインに慣れてきたとはいえ、対面にはどうしても適わない部分もあることは事実でしょう。早々に対面のイベントが再開されることを期待しつつ、しかし同時に現実の状況に合わせて柔軟かつ前向きに対応していくことも必要であると思います。学会本部や他支部でも様々な苦勞や工夫をされていることとお察しいたします。そのような情報や記録をできるだけたくさんの方に共有していくことも必要でしょう。

次号の「ぶんきんニュース」では、上記で紹介させていただいた分析講習会発展編や、もともと神戸で開催予定であったオンラインの日本分析化学会第70年会の報告などが予定されており、ますます内容を充実させていきたいと思っています。ご期待ください。

参考：ぶんきんニュース

URL：http://www.bunkin.org/bunkin_news/archives.html

〔近畿支部常任幹事，理化学研究所 田中 陽〕

◆ 第373回ガスクロマトグラフィー研究懇談会 研究会

日本分析化学会ガスクロマトグラフィー研究懇談会（以下GC懇）は、2021年6月25日（金）に第373回研究懇談会・講演会を開催しました。今回の主題は「主題：ガスクロマトグラフィーの新刊紹介と前処理の新技术」で、基礎を学ぶための教科書として「ガスクロ・ガスマス自由自在」（丸善出版）の出版を予定しており、出版に先立ち紹介することと、ガスク

ロマトグラフィーの前処理とその新技術の紹介を合わせて講演会を構成しました。

GC 懇としては2月の総会、講演会に引き続き、オンライン形式（Webセミナー）での開催となり、講演者・聴講者ともリモートでの参加となりました。

（基礎講座1）

「ガスクロ・ガスマス自由自在（丸善出版）の新刊紹介」という題で、元産総研の前田副委員長に講演していただきました。内容は2部構成で、最初に、本新刊の構成から簡単な内容の紹介があり、その後監修時の留意したこと等を紹介していただきました。ガスクロマトグラフィー教科書は少なく、貴重な教科書として活用されると思います。秋頃には出版できるようです。

（基礎講座2）

基礎講座の2番目は、「ガスクロマトグラフ分析に活用されている固相抽出法の基礎」という題で、ジーエルサイエンスの三浦様に講演していただきました。固相抽出法の原理、操作例、応用から、SPME やシリカモノリス固相剤の紹介までわかりやすく、詳細にご説明していただきました。

（主題講演）「ガスクロマトグラフィーの新技術」

講演1は、「固相抽出型デバイスによる空气中 VOC と SVOC の GC 分析」という題で、山梨大学の植田先生に講演していただきました。研究室の紹介映像が最初にあり目が引き付けられました。繰り返し使用でき、少量の溶媒で抽出可能な固相抽出捕集デバイスを開発され、適用例を紹介いただきました。大気や室内環境中の多感芳香族、フタル酸エステル類、揮発性抗がん剤等の分析が、簡便かつ安価に実施できるという大変興味深い講演でした。

講演2は「分配型捕集剤を充填した NeedlEx による SVOC 分析」という題で、信和化工の藤村様に講演していただきました。針先内部に微小の吸着剤を充填し、GC の注入口で熱脱着させる分析法で、従来使用されているメソポーラス吸着剤に代わり分配型捕集剤を充填することで、水中の Texanol, TXIB といった SVOC を捕集、分析する事例を紹介されました。大変面白い講演でした。

講演3は「低温濃縮について」という題で、ピコデバイスの津田様に講演していただきました。低温濃縮の基礎的なお話に続き、少量のガス中の VOC を、吸着材を使わず低温にて濃縮、加熱脱離できるデバイスについて講演していただきました。濃縮するガス量も少量で、濃縮時間も短く利点の多い、非常に面白いデバイスのお話でした。

今回も前回の総会・講演会に続きオンライン形式での開催となりました。80名を超える参加者に出席いただきました。各演題とも短時間の講演でしたが、コンパクトにまとまった、非常に面白い講演会でした。

Web 会議システムにご協力いただいた（一財）大気環境総合センター様に心より御礼申し上げます。

〔ガスクロマトグラフィー研究懇談会副委員長、
 梶島津製作所 和田豊仁〕

2022 年液体クロマトグラフィー努力賞

2021 年 10 月 12 日開催の標記授賞候補者選考委員会において協議した結果、日本分光㈱所属の寺田明孝氏（推薦者：坊之下雅夫氏）を授賞候補者に決定した。この結果を 2021 年度第 7 回運営委員会（10 月 21 日）に上申・協議した結果、寺田氏への授賞を正式に決定した。研究業績名は「光学活性検出器を利用した HPLC と SFC の応用開発」である。寺田氏への授賞対象となった研究業績の概要は、以下の通りである。

寺田明孝氏は、中央大学大学院理工学研究科応用化学専攻（修士課程）を 2009 年 3 月に修了後、同年 4 月に日本分光㈱に入社し、高速液体クロマトグラフィー（HPLC）と超臨界流体クロマトグラフィー（SFC）のシステム開発、広範な応用開発に携わった。特に、光学活性物質の分離・検出・分取に光学活性検出器（円二色性検出器、旋光度検出器）を活用した、HPLC、SFC に関する多くの応用例は見事である。さらに、LC 研究懇談会や日本分析化学会のみならず、モレキュラー・キラリティー、クロマトグラフィー科学会、SFC 研究会など、様々な機会を捉えて成果を積極的に発表する前向きな姿勢は、若手研究者として頼もしい限りである。中でも、g-factor を用いたデータ解析法、高耐圧セルを装備した旋光度検出器の開発、分取法への有効利用などは、独創的な発想と着眼点に基づくものであり、多くの実験に裏付けられたデータの積み重ねは、高く評価できる。

また、同氏はクロマトグラフィーに対する広い見識を持ち、試料の前処理から、分離・検出、データ解析に及ぶ全操作に通じており、手法的にも LC/MS、LC/MS/MS、SFC/MS/MS などに止まらずイオンクロマトグラフィーをも専門とする。加えて、LC 研究懇談会の事業委員を務める傍ら、同懇談会編集の書籍「LC/MS、LC/MS/MS のメンテナンスとトラブル解決」などへの執筆を通して会員への最新情報提供にも怠りがない。

寺田明孝氏のこのような研究業績と活動内容は、液体クロマトグラフィー努力賞授賞に誠に相応しく、今後も関連技術発展への貢献にも大いに期待が持てる。以上、同氏の実績は、2022 年液体クロマトグラフィー努力賞授賞に値するものと高く評価された。

〔液体クロマトグラフィー研究懇談会・委員長 中村 洋〕

第 26 回高分子分析討論会

2021 年 10 月 28 日（木）、29 日（金）に高分子分析研究懇談会主催の第 26 回高分子分析討論会が開催された。当初はつくば国際会議場での開催予定であったが、昨年に引き続き新型コロナウイルスの影響を受けて、本年もオンライン開催への変更となった。昨年のオンライン開催は口頭発表（各 20 分）の形式で行われたが、本年は双方向のディスカッションができるような形に近づけたいという試みから、Web ミーティングのブレイクアウトセッション機能を用いた形式で開催された。これは発表者ごとに独立したミーティングルームを用意し、発表時

間内に参加者が自由に入出入りして発表内容を聴講及び発表者と議論できるようにしたものである。研究発表 66 件、参加者は 254 名であり、昨年度と同規模の多くの方にご参加いただいた。協賛企業についてはテクニカルレビュー（企業講演）、オンライン展示会、ホームページ上の広告掲載を行った。発表者も参加者も昨年に比べると Web 開催に順応しているようで、大きなトラブルもなくプログラムを予定通り終了できた。

初日は、本多貴之（明治大学）実行委員長の挨拶による開会の後、午前のポスター発表が始まった。ポスター発表前には本討論会恒例のショートプレゼンが行われ、事前提出の発表動画（各 2 分半）をまとめたものをビデオ再生する形で行われた。その後、テクニカルレビュー、ポスターセッションが行われ、対面開催時とほぼ同じ流れで進行した。

初日午後には特別講演があり、明治大学の永井一清先生より「SDGs の観点からプラスチック問題を考える」という内容で、持続可能な開発目標（SDGs: Sustainable Development Goals）に対して、プラスチック問題をどう考えていきどう行動すべきかの問題提起や行動変容の必要性などについて、高分子を扱う研究者・メーカーが集う会において大変示唆に富むご講演をいただいた。続いて、午後のショートプレゼン、ポスターセッションが行われた。初日のポスター発表後の夜にはオンライン懇親会も開催されたが、参加者からは対面開催の復活を待望する声が多く聞かれた。

二日目も午前と午後の研究発表と、午後に特別講演として、国立研究開発法人農研機構の葛瑞樹先生より「多変量解析の再現性確保と脱ブラックボックス化の試み～近赤外分光法による食品品質評価を例に～」と題して、前半は多変量解析を行う際のデータの選び方、モデル作成・最適化・検証の重要性と注意点について詳細に講演いただき、後半は具体例としてコマツナの鮮度推定を目的とした、近赤外スペクトル・NMR スペクトルを使った鮮度マーカー成分の検出と同定を行った事例についてご講演いただいた。

一般の研究発表のポスター発表は発表時間 1 時間半としていたが、対面開催時にも見られた活発な意見交換が発表時間外にも行われている様子もあった。発表内容は、合成高分子や天然高分子などを対象に、構造、反応、劣化などの解析および解析技術に関する多岐にわたる内容であった。

参加者によるオンライン投票と高分子分析研究懇談会企画委員による審査を実施し、優秀発表賞として下記が選出された。受賞した演題と演者を以下に記す。

【審査委員賞】4 件

「緩和試薬を用いたフェノール樹脂硬化物の固体 ^{13}C -NMR 測定時間の短縮」 岡本隆志（住ベリサーチ）

「加熱下および燃料膨潤下におけるポリオキシメチレンの高次構造解析」 永尾達彦（ポリプラスチック）

「ESI-IMS-MS と KMD 法を用いた St/MMA/nBA コポリマーの解析」 尾関優香（名工大院工）

「インバース型 diffusion プローブを用いたエチレンプロピレンジエンゴムの DOSY 測定」 松下宏幸（徳島大院理工）

【ポスター賞】4 件

「カーボン材料によるラマンスペクトルの蛍光低減」 前山未来（豊田中研）

「Py-GC- 高分解能 TOFMS と KMD 解析を組み合わせたポリプロピレンの酸化劣化評価」 中村清香（産総研）

「高分解能 MALDI 及び主成分-KMD プロットによるポリマーの劣化診断」 新澤英之（産総研）

「EGA-MS-PCA 法によるエポキシ樹脂の熱酸化劣化解析」 石田崇人（北大院工・産総研）

来年度は、10 月 27 日（木）・28 日（金）の 2 日間にわたり愛知県名古屋市の名古屋国際会議場にて第 27 回高分子分析討論会を開催する予定です。今年も感染対策のためやむなくオンラインでの開催となりましたが、やはり対面での議論や討論の良さに勝るものはありません。来年は新型コロナウイルス感染問題が終息し、参加者同士が会合し自由に意見交換できる場になることを心より願っています。

最後に、本会の開催にあたり、企業協賛いただいた i-NEAT ㈱、アジレント・テクノロジー㈱、インフォコム㈱、㈱エス・ティ・ジャパン、スペクトラ・フォーラム、日本電子㈱、ブルカージャパン㈱、フロンティア・ラボ㈱、LECO ジャパン合同会社、（名前順）の各社に深く感謝いたします。

〔アジレント・テクノロジー㈱ 野上知花〕



第 57 回 X 線分析討論会

2021 年 11 月 5 日（金）および 6 日（土）の 2 日間に渡って、福岡大学理学部七隈キャンパスにて第 57 回 X 線分析討論会（以下、本討論会）が開催された。本討論会は、（公社）日本分析化学会 X 線分析研究懇談会が主催で、日本分析化学会九州支部が共催となった。当初は本大学七隈キャンパスで口頭およびポスター発表を対面で開催する予定であったが、他の学会等の例にもれず新型コロナ感染症の影響を受けて、本討論会はオンライン開催へと変更することになった。今年度は Zoom を使用し本会場では口頭発表を行い、ブレイクアウトルームでポスター発表を行う方式で開催した。各セッションにおける ZOOM での参加者は 70 名以上あり、2 日間のすべてのプログラムに対して高い関心が寄せられた。

本討論会では以下の六つの討論主題を設定した。「X 線分析と考古学」「X 線分析による材料解析とその応用展開」「X 線イメージングおよび顕微分析」「X 線検出器開発と新規分析法への展開」「X 線吸収分光法と電子分光 (XAFS, EELS)」「表面分析 (XPS, TXRF)、その他」その結果、口頭発表 21 件（学生奨励賞対象 11 件を含む）、ポスター発表 27 件（学生奨励賞対象 15 件を含む）についての発表が行われ、また以下に紹介する依頼・受賞・特別講演が 5 件加わり、総数 58 件の発表が行われた。学生奨励賞の対象となる発表を第 1 日目にまとめ、一般参加者による発表は 2 日目とした。依頼講演は 3 件で、1 日目に 1 件目として、山口敏男先生（福岡大学）に「量子ビームを用いた液体・溶液の構造とダイナミクスの研究」という題目で講演を行っていただいた。この発表では、溶液の静的および動的な構造を明らかにするための中性子および X 線散乱の活用例についてご講演いただいた。次は 2 日目に 2 件目として、大久保将史先生（早稲田大学）による「酸化イオンを酸化還元する高容量電極材料の開発」という題目で講演を行って

いただいた。本講演では、X線吸収分光法を用いた、リチウムイオン電池正極材料の材料設計の指針とその指針に基づいた材料の評価について講演いただいた。3件目は、上野淳也先生(別府大学)による「大航海時代における青銅製大砲の金属組成と材料産地について」という題目で講演を行っていただいた。この発表では、蛍光X線と鉛同位体分析により、金属組成の変遷を基に日本への青銅製大砲の伝来過程についてご紹介いただいた。いずれの講演も、今日のX線分析分野における最先端の研究成果に関するものであり、多くの質疑応答がなされた。

また、1日目の最後に浅田賞の授賞式および受賞講演を行った。受賞者は大淵敦司氏(株)リガク)で、講演題目は「高感度X線分析装置の開発と環境試料の多角的X線解析」である。この発表では、高感度デスクトップ型X線回折装置の開発や、単色化機構や真空チャンバを搭載したポータブル蛍光X線分析装置の開発や、都市ゴミ焼却灰中に含まれる重金属や放射性元素の化学形態分析などの実際の応用例が紹介された。

2日目は一般講演が開催され、活発な質疑応答がなされた。2日目の最後のセッションでは、脇田久伸先生による、「分析化学小史の試み」と題した特別講演があり、X線分析が発達する前の18~19世紀ころの日本および欧米で分析化学がどの様に関わり合いながら発展していったかについて興味深い講演を行っていただいた。

本討論会では、参加登録数が一般73名、学生30名の計103名で、ほぼ昨年と同様の参加者数となった。2日目のセッション終了後には、以下の5名の学生奨励賞の表彰が行われた。栗本悠司(京都大学)「Webカメラを用いたX線の検出(口頭)」、小林昌平(麻布大学)「天然高分子を用いた蛍光X線分析のための環境水試料の簡易濃縮法の検討(口頭)」、古澤萌(茨城大学)「荷重変形中のその場中性子回折測定によるAl合金のミクロ組織発達過程観察(ポスター)」、宮原知也(大阪市立大)「全視野型蛍光X線分析法による多層膜試料の深さ元素イメージングの基礎検討(ポスター)」、丸山瑠菜(兵庫県立大)「絶縁性ワイパーに吸着させた液体試料の全電子収量軟X線吸収測定(ポスター)」

その後、X線分析研究懇談会委員長長辻先生による挨拶に続き、次回、第58回X線分析討論会の実行委員長の上原康先生(JASRI)により、来年の第58回X線分析討論会の告知がなされた。最後に、実行委員長による閉会の挨拶があり、盛況のうちに本討論会は終了した。今年はコロナによる感染症対策のためやむなくオンライン開催となりましたが、やはり対面で行う討論会の良さには到底かないません。来年は、新型コロナウイルスの感染が収束し、対面で討論会が開催できることを切に願っています。

最後に、本討論会の実施にあたって、多方面からいただいた様々な形のご支援に感謝申し上げます。要旨集における広告等では、以下の計10社の企業に後援いただいた(順不同): アルバック・ファイ(株)、(株)テクノエーピー、仁木工芸(株)、(株)島津製作所、日本電子(株)、三共出版(株)、(株)アグネ技術センター、エキシルム(株)、(株)リガク、サンケイ化学薬品(株)。また、23の学協会から協賛をいただいたことに御礼申し上げます。

[第57回X線分析討論会実行委員長、福岡大学理学部 栗崎 敏]

第365回液体クロマトグラフィー研究懇談会

2021年11月17日にZoomによるオンライン形式にて、「ODS以外の便利な固定相」を講演主題に、標記研究懇談会が開催された。液体クロマトグラフィーにおいては、ODS固定相は分離メカニズムが分かりやすく、疎水性からイオン性化合物まで対応できることから、汎用性が高く最も使用されている固定相である。ただし、異なるODSカラムへ交換しても思うように分離パターンが変わらないこともある。一方で各カラムメーカーからは様々な固定相が開発・販売されており、分離パターンやピーク形状の改善に有効な場合があることから、本例会では、ODS以外で困った時に持っている便利な固定相についてカラムメーカーから幅広い内容で講演いただいた。講演総括を含めて7演題の講演が行われ、38名の参加者があった。

1題目は、(一財)化学物質評価研究機構の坂牧 寛氏より、「ODSとフェニル系カラムの特徴と分離の違い」の演題で講演いただいた。アルキルスペーサーの長さが異なるフェニルカラムで、ニトロベンゼン系化合物を分析して各フェニルカラムの π - π 相互作用の強さを評価した結果、フェニルヘキシル(C6-ph)カラムが最も π - π 相互作用が強く働くとのことであった。さらにスペーサーが長いほど耐久性が良くなるとのことであった。また、移動相にアセトニトリルを用いた場合とメタノールを用いた場合を比較し、アセトニトリルは π 電子を含むため π - π 相互作用を妨害することから、C6-phカラムにおいて分離を改善する場合はメタノールの使用を推奨すると説明いただいた。

2題目は、(株)クロマニックテクノロジーの長江徳和氏より、「便利な固定相 Biphenyl, PFP & C18 などのご紹介」の演題で講演いただいた。標準試薬を用いてC30, C18, C8, Phenyl, Biphenyl, PFP, PFP & C18各固定相の水素結合性、疎水性、立体選択性を評価し、フェニル基やビフェニル基は水素結合性が大きくなると説明された。また、PFPとPFP & C18固定相は立体選択性が他の固定相に比べ非常に大きいことが示された。フェニル系カラムの π 電子による相互作用について説明があり、多くの分離例からBiphenyl固定相とPFP固定相についてフェニル系カラムが分離改善に有用であるとのことであった。

3題目は、東ソー(株)の伊藤誠治氏より、「ODSを補完するHILIC固定相の特性と応用」の演題で講演いただいた。シリカゲル基材の5種類の固定相(アミド結合同型、アミノ結合同型、両性イオン結合同型、ジオール型、未修飾シリカ)でHILIC固定相の特性比較を行い、固定相表面の親水性の評価、酸性-塩基性の偏りの評価、立体選択性の評価を説明いただいた。HILICの応用例として、オリゴヌクレオチド分析の分離例の紹介があり、汎用されているイオン対逆相クロマトグラフィーと比較し、アミド結合同型固定相を用いて15~35 merのオリゴヌクレオチドの非S化体及び完全S化体を分離したクロマトグラムを示し、分離選択性が大きく異なる利点が得られたとのことであった。

4題目は、Restek(株)の渡邊一夫氏より、「極性の分析種を効

率良く測定する為の新規ハイブリッドリガンドの利用」の演題で講演いただいた。極性化合物を保持するために最も一般的に使用される保持機構は、親水性相互作用クロマトグラフィー (HILIC) とイオン交換であることから両方の特性を有するハイブリッドリガンドを考案したとのことであった。この Raptor Polar X カラムはアセトニトリルの割合が比較的高い移動相を使用すると、HILIC、移動相の水の量を増やしていくとイオン交換特性が支配的な保持メカニズムになるとのことであった。高極性農薬であるグリホサートや非誘導化アミノ酸といった高極性化合物の分析に有用であるとのことであった。

5 題目は、日本ウォーターズ㈱の島崎裕紀氏より、「解離性化合物を分析する為のカラム選択」の演題で講演いただいた。イオン解離性の化合物では、幅広い pH レンジで使用可能なカラムが必要となるため、シリカ骨格内にエチレン架橋構造を含んだハイブリッドシリカゲルベースに、C18 基に加え陰イオン交換基も修飾した新規カラム Atlantis BEH C18AX を開発したとのことであった。当カラムは逆相条件でありながら、解離性の有機酸を十分に分離できることに加え、陰イオン交換基が塩基性化合物に対して静電的な反発を示すため、基材との静電的な相互作用によりテーリングが懸念される化合物のピーク形状改善も期待できるとのことであった。また、双性イオン (Zwitterionic) 官能基を修飾した HILIC カラムの紹介があり、他の HILIC 固定相よりも水和層の安定性に優れ、非解離性の極性化合物に対しても強い保持が期待できるとのことであった。

6 題目は、信和化工㈱の小林宏資氏より、「逆相系移動相で行うキラル分析」の演題で講演いただいた。タンパク質固定化キラルカラムとして、「オボムコイド (OVM)」固定化カラムの特長について紹介があった。OVM は熱・酵素・化学処理のみならず高圧化においても安定なタンパク質であり、HPLC として使用可能な固定相とのことであった。OVM はキラル分離が可能な固定相にもかかわらず、逆相クロマトグラフィーとしても使用可能であり逆相キラル分析は医薬品やバイオ成分を対象とした分析に応用できるとのことであった。

7 題目として、本研究懇談会の中村 洋委員長 (東京理科大学) より、総括が行われ、各講演者に対する深い質疑が行われ

た。また、コロナ禍で中断していた LC 分析士試験について 2021 年度の試験日が確定したとのことであった。

懇談会終了後には、Zoom オンライン形式での講師を囲んで情報交換会が行われ、学会シーズンではあったが 10 名が参加し、例会の内容および LC 談議で大いに盛り上がった。

最後に、本研究懇談会で講師を快く引き受けてくださった皆様、並びに運営にご協力いただいた Web 小委員会の方々に深く感謝申し上げます。

(Restek ㈱ 海老原卓也)



2022 年の表紙デザインについて

本年の表紙デザインは以下のとおりです。制作者から寄稿いただいた文面もあわせて掲載いたします。

表題「ステイホームのお供に」

原案製作：昭和大学 加藤 大

人類はこれまでいくつもの新しいウイルスに出会い、それらと共存する新しい社会を構築してきました。今の私達は、新型コロナウイルスの次から次へと出現する変異株に対応した新しい生活様式に移行する過渡期にちょうどいると考えられます。今回の新型コロナウイルスに対して、私達は、感染者の早期発見に PCR 装置、重症度の評価にパルスオキシメーターなど先人の開発した素晴らしい分析装置等の活用によって、ウイズコロナの生活を続けています。PCR 装置やパルスオキシメーターは、今から約 40 年前の昭和後期に開発され、その後、多くの改良等が行われて、現在のコロナ対策に利用されています。

人類は、現在、新規感染症以外にも、地球温暖化という地球規模の課題に直面し、さらに紛争や格差など多くの問題を抱えており、それらへの対策が迫られています。ステイホームで自宅等に滞在する時間が長くなると予想される今年に、是非、昭和時代に開発された名機の写真を眺めて、人類の喫緊な課題の解決に役立つ分析装置や分析法の開発の糸口を本学会の会員の皆様が見いだすことを祈念し、表紙を作成させて頂きました。

[[ぶんせき] 編集委員会]

執筆者のプロフィール

(とびら)

早下隆士 (Takashi HAYASHITA)

上智大学理工学部 (〒102-8554 東京都千代田区紀尾井町 7-1)。九州大学大学院工学研究科博士課程修了。工学博士。《現在の研究テーマ》超分子形成に基づく新しい分離・分析法の開発。《趣味》運動で汗を流すこと、スポーツ、囲碁の観戦。
E-mail: ta-hayas@sophia.ac.jp

(ミニファイル)

三隅将吾 (Shogo MISUMI)

熊本大学大学院生命科学研究部附属グローバル天然物科学研究センター環境分子保健学分野 (〒862-0973 熊本市中央区大江本町 5-1)。熊本大学薬学部。薬学博士。《現在の研究テーマ》ウイルス感染と宿主応答の分子基盤解明と予防・治療に関する研究。《主な著

書》“第 7 版薬科微生物学” (丸善出版)。《趣味》仲間と楽しむ BBQ。

(トビックス)

吉田将己 (Masaki YOSHIDA)

北海道大学大学院理学研究院化学部門 (〒060-0810 北海道札幌市北区北 10 条西 8 丁目)。九州大学大学院理学府化学専攻博士後期課程修了。博士 (理学)。《現在の研究テーマ》外部刺激に応答して発光性・物性を变化させる金属錯体の開発。
E-mail: myoshida@sci.hokudai.ac.jp

田邊一郎 (Ichiro TANABE)

大阪大学大学院基礎工学研究科 (〒560-8531 大阪府豊中市待兼山町 1-3 基礎工学研究棟 C309)。東京大学大学院工学系研究科。博士 (工学)。《現在の研究テーマ》機能材料の ATR 紫外可視分光研究。

(リレーエッセイ)

姉崎克典 (Katsunori ANEZAKI)

地方独立行政法人北海道立総合研究機構産業技術環境研究本部エネルギー・環境・地質研究所 (〒060-0819 北海道札幌市北区北 19 条西 12 丁目)。弘前大学大学院理学研究科化学専攻。理学修士。《現在の研究テーマ》PCBs の環境動態に関する研究、ダイオキシン類分析の精度管理。《趣味》紅茶、コンサドレ観戦、文学賞作品を読むこと。
E-mail: anezaki@hro.or.jp

(ロータリー・談話室)

茶山健二 (Kenji CHAYAMA)

甲南大学理工学部機能分子化学科 (〒658-8501 神戸市東灘区岡本)。神戸大学大学院理学研究科。理学博士。《現在の研究テーマ》イオン液体生成を利用する化学物質の高速抽出分離。《趣味》ドライブ、旅行、音楽鑑賞。
E-mail: chayama@konan-u.ac.jp

目 次

年間特集「省」：総合論文

クロマトグラフィーの「不確かさ」推定における省 ーケモメトリクスに基づく検出限界, 判定限界, 定量限界, 精度プロファイルー 小谷 明・袴田秀樹・林 讓	1
生体分子固定化カーボンフェルトを用いるフローインジェクション分析式 電気化学バイオセンサー 長谷部 靖・王 月	13

総合論文

相分離混相流の発見と学術及び技術的体系化の試み	塚越一彦	25
中赤外プラズモニクスの発展とセンサー応用	西島喜明	41
マイクロ血管デバイスの開発とバイオ分析化学への応用	佐藤香枝	53

報 文

5-メチルシトシンの脱アミノ化による EGFR T790M 変異偽陽性の評価方法 野上祥平・吉岡 進・細川由貴・望月美希・若松宏武・寺崎浩司・島津光伸	59
イオン選択性電極を用いる薬物-金属間相互作用の迅速スクリーニング法の開発 守岩友紀子・木村ももこ・小田彩夏・森岡和夫・東海林 敦・柳田顕郎	69

ノ ー ト

ガリウム(III) 錯体担持膜によるセレン(IV) の目視検出法	和久井喜人・相澤崇史	77
--	------------	----

アナリティカルレポート

油中水滴エマルジョンで調製するジャイアントベシクルに対する 油性分散媒の影響	豊田太郎・章 逸汀	83
---	-----------	----

「分析化学」特集“高分子分析ーこの10年の進歩”の論文募集	91
「分析化学」年間特集“省”の論文募集	92
“第21回若手研究者の初論文特集”募集のお知らせ	94
テンプレートによる投稿要領	95
「分析化学」に投稿される皆様へ	96

Analytical Sciences (第37巻第12号) 目次

— CONTENTS —

Highlights

- Single-cell Analysis Based on ICP-MS** Y. ZHU 1653

Reviews

- Methotrexate Polyglutamates Analysis by Chromatography Methods in Biological Matrices:**
A Review Y. ZHANG, L. SUN, L. ZHAO, X. WANG, Z. ZHAO, and S. MEI 1655
- Development and Early Identification of Cannabis Chemotypes during the Plant Growth:**
Current Analytical and Chemometric Approaches C. BOLCHI, M. PALLAVICINI, E. CASAGNI, E. V. de MANINCOR,
V. GAMBARO, M. D. CAS, and G. RODA 1665

Original Papers

- A Novel DNzyme Signal Amplification-based Colorimetric Method for RNase H Assays**
Y. XIE, S. ZHANG, T. DENG, K. ZHANG, J. REN, and J. LI 1675
- A Simple and Novel Sensor for the Determination of Acetamidiprid Based on Its Reducing Effect
on the Chemiluminescence of S, N-CQDs in CH₃CN-H₂O₂ System**
M. AZIMI, J. L. MANZOORI, M. AMJADI, and J. ABOLHASANI 1681
- Simultaneous Determination of Multiple Polypeptide Antibiotics Residues in Lake Water by
Lyophilization Combined with Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry**
J. QIU, R. XIONG, X. SONG, M. ZHANG, K. PENG, R. LIU, and L. HE 1687
- One-sampling and Rapid Analysis of Cancer Biomarker on a Power-free and Low-cost
Microfluidic Chip** N. GAO, J. CHANG, P. DAI, Z. ZHU, and H. YOU 1695
- Highly Sensitive Electrochemical Immunosensing for Listeria Monocytogenes Based on
3,4,9,10-Perylene Tetracarboxylic Acid/Graphene Ribbons as a Sensing Platform and
Ferrocene/Gold Nanoparticles as an Amplifier** X. JIANG, W. DING, Z. LV, and C. RAO 1701
- Fluorination Effect on the Gibbs Transfer Energy for Methylene Group from 1,2-Dichloroethane or
1,1,1,2,3,4,4,5,5,5-Decafluoropentane to Water** K. UEMATSU, J. YAMAGATA, H. SAKAE, H. KATANO, and T. OSAKAI 1707
- Simple Ozone Scrubber Using a Glass Fiber Filter Impregnated with Hydroquinone for the
Quantitative Analysis of Ambient Air Samples** H. SAKAMOTO, S. UCHIYAMA, M. SHIMIDZU, and H. OGURA 1713
- Characterisation of Dissolved Organic Matter Fractions Released from Scottish Peatlands**
A. WATANABE, M. KATOH, M. MCMASTER, and H. A. ANDERSON 1719
- Thermal Extraction of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons from Atmospheric 2.5 µm Particulate
Matter Collected on a Filter Paper Using a High-Temperature Headspace Method**
X. CHU, A. AONO, K. TANAKA, Y. MIYAKE, and Y. FUSE 1727
- Optimization of Lithium Metaborate Fusion and Post-ultrasonic Extraction for Multi-element
Determination in Graphite by ICP-AES** L. ZHAO, L. WEI, Y. HU, Q. CHEN, W. CHENG, J. ZHANG,
X. LI, Z. AN, J. MENG, and H. LIU 1735
- Surface Plasmon Resonance Sensor for Novel Detection of Histidine Based on the Hg²⁺ Induced
Aggregation of AuNPs Followed by Preconcentration with Chitosan Gel as Solid Phase Biosorbent**
Y. UPPA, S. SRUJANAL, and S. CHANTHAI 1741
- Rapid Determination of Sunset Yellow in Soft Drinks Using Silicon Nanoparticles Synthesized
under Mild Conditions** F.-X. YANG, X.-T. MA, and S.-Y. HAN 1749
- Determination of Ultra-trace Tellurium in Steel by ID-ICP-MS/MS with Liquid-Liquid Extraction**
J. HIRATA, D. ITABASHI, and M. AIMOTO 1757
- MRI-based Glucose Assay Using Magnetic Nanoparticle Sensors**
S. OKADA, S. TAKAYASU, A. SUMIYOSHI, I. AOKI, and H. NAKAMURA 1765
- Digestion Efficiency during Alkaline Persulfate Oxidation for Determination of Total Phosphorus
Content of Biological Samples** Y. ONISHI 1771
- Appraisal for Edible Use of Vegetable Crops Cultivated in Egypt after Treatment with Selected
Insecticides and Fungicides: Insights of Dissipation Rates and Pre-harvest Intervals**
S. S. SALEH, H. H. MONIR, and O. A. EL-NAEM 1775

A Theoretical Approach to the Fluorophilicity of Ions <i>via</i> the Gibbs Energy of Ion Transfer at the Fluorous Solvent/Water Interface	T. OSAKAI, T. KATO, K. EDA, K. UEMATSU, and H. KATANO	1783
Design of Microchannel Suitable for Packing with Anion Exchange Resins: Uranium Separation from Seawater Containing a Large Amount of Cesium	K. OUCHI, T. TSUKAHARA, A. BRANDT, Y. MUTO, N. NABATAME, and Y. KITATSUJI	1789
A Highly Sensitive Modified Glassy Carbon Electrode with a Carboxylated Multi-walled Carbon Nanotubes/Nafion Nano Composite for Voltammetric Sensing of Dianabol in Biological Fluid	N. M. ALOURFI, G. I. MOHAMMED, H. M. NASSEF, H. ALWAEI, E. A. BAHADARAH, A. S. BASHAMMAKH, L. H. MUJAWAR, and M. S. EL-SHAHAWI	1795
Analysis of NMR Adsorption Isotherms of Zeolite ZSM-5: Adsorption Profiles Derived from the Pressure and Temperature Dependences of ¹²⁹Xe NMR Chemical Shift and Signal Intensity	H. FUJIWARA, H. IMAI, Y. ADACHI, and A. KIMURA	1803
Ion-pair Reversed-phase Liquid Chromatographic Separation of Oligonucleotides	T. TAKANO, C. AOYAMA, Y. TERASAKI, K. SUZUKI, A. ANDO, Y. SONG, and M. TSUNODA	1811
<i>Notes</i>		
Photometric Screening of Tetrabromobisphenol A in Resin Using Iron(III) Nitrate/Hexacyanoferrate(III) Mixture as a Colorimetric Reagent	H. YANAGISAWA, K. SASAKI, Y. SASAKI, A. OMATA, R. ICHINO, and S. FUJIMAKI	1815
Establishment of Detection Methods for Five Cannabinoids in Hemp Cosmetics Based on HPLC	D.-M. SUN, L. SONG, H.-Y. WANG, C.-C. YU, Q. CHU, T. LAN, and W.-B. ZHANG	1821
A Cost-effective Liquid Core Waveguide Based on a Concentrated Acid Medium for Colorimetric Determination of Sulfide	W. SOMBOOT, J. JAKMUNEE, and T. KANYANEE	1825
Analysis of Single Synthetic Fibers Using a Portable Total Reflection X-ray Fluorescence Spectrometer	Y. SENGOKU, Y. TOKUOKA, H. KOMATSU, Y. NISHIWAKI, and S. KUNIMURA	1829
Alkali Metal Ion-exchange in a Metal-Organic Framework Based on Lanthanum and 1,4-Phenylenebis(methylidyne)tetrakis(phosphonic acid)	Y. TASAKI-HANDA, S. TSUDA, M. SHIBUKAWA, and S. SAITO	1835
Sensitive Quantitative Analysis of Strontium in Microdroplet by Surface-enhanced Laser-induced Breakdown Spectroscopy Using Porous Silicon	Y. SHIMAZU, A. MATSUMOTO, H. NAKANO, and S. YAE	1839
Selective Pd Separation from Simulated Radioactive Liquid Waste by Precipitation Using Xenon Lamp Irradiation for a Simplified Procedure	T. YOMOGIDA, M. SAEKI, S. MORII, H. OHBA, and Y. KITATSUJI	1843
<i>Announcements</i>		1847

X-ray Structure Analysis Online

Vol. 37 Part 12
December 2021

— CONTENTS —

μ-Phenolato-μ-chlorido-bridged Dinuclear Manganese(II) Complex with a Dinucleating Schiff-base Ligand Having Imidazolyl Groups	Masahiro MIKURIYA, Hitomi YAMADA, Kenichi MORITA, Ai SHIBUTANI, Eiichi NAGAYAMA, Shinya MINATO, Daisuke YOSHIOKA, and Motohiro TSUBOI	81
Synthesis and Crystal Structure of Bis[2-[(2-hydroxymethyl)phenyl]iminomethyl]-4-nitrophenolato}nickel(II) Monoacetonitrile	Yuka MINEYAMA, Ko YONEDA, Yasunori YAMADA, and Masayuki KOIKAWA	85
Crystal Structure of Bis[1,3-bis[bis(pyridin-2-ylmethyl)amino]propan-2-olato-dizinc(II)}orthophosphate Tris(perchlorate) Octahydrate, [(Phos-tag)₂-PO₄³⁻][ClO₄⁻]₃·8H₂O	Yoshimi ICHIMARU, Koichi KATO, Wanchun JIN, Kirara SUGIURA, Emiko KINOSHITA-KIKUTA, Eiji KINOSHITA, Hiromasa KUROSAKI, and Tohru KOIKE	87

- ◇ 新年明けましておめでとうございます。皆様のおかげで今年も無事に新しい年を迎えることができました。新たな年を迎え、気持ちを引き締めて編集作業に臨む所存です。今年も変わらぬご愛顧のほど、よろしくお願い申し上げます。
- ◇ 新型コロナウイルス感染症の拡大からほぼ2年が経過しました。ワクチン接種が進む国々では、一定の感染者を許容する「With コロナ」において社会経済活動の再開・活性化が強く期待される一方で、感染症対策の重要性が再認識されています。本号のミニファイルでは「感染症対策」を紹介いたします。感染症対策を立案・実施する際の根拠となる科学的知見を得るために不可欠な分析化学の役割を再確認するとともに、将来の感染症対策に資する分析技術の開発と基盤整備にお役立ていただけるものと期待します。
- ◇ 本号を読みなおしてみると、平時から新技術開発と技術基盤の整備を図り、分析化学の基本であるデータの品質と信頼性を追求し、人々の社会経済活動の推進と安心・安全な社会を意識して活動することの重要性を改めて実感します。新年からこのような気づきを与えて下さった本号の執筆者の皆様へ深く感謝申し上げます。 [H. M.]

- 〈とびら〉
情報を幅広く、フラットに……………山本博之
- 〈入門講座〉 レーザーを用いる分析技術
レーザーアブレーション概説……………玉木哲也
- 〈展 望〉
「湿式化学分析の基盤をなす高度な技術はいかに継承・発展させていくか」
—鉄鋼化学分析の視点から—……………上原伸夫
- 〈ミニファイル〉 衛生と安全
不織布マスク……………岩井若菜
- 〈話 題〉
液体クロマトグラフ-タンデム質量分析計 (LC-MS/MS) を用いたペルフルオロアルキル化合物 (PFAS) の分析……………佐藤信武

◇ 編 集 委 員 ◇

〈委員長〉 勝田正一 (千葉大院理)	東海林 敦 (東京薬大薬)	菅沼 こと (帝人 (株))
〈副委員長〉 菅 寿美 (海洋研究開発機構)	上原伸夫 (宇都宮大工)	江坂幸宏 (岐阜薬科大学)
〈理事〉 津越敬寿 (産業技術総合研究所)	沖野晃俊 (東工大未来研)	齊藤和憲 (日本大学生産工)
〈幹事〉 加藤大 (昭和大薬)	佐藤久 (北大院工)	高橋あかね (オルガノ (株))
富岡賢一 (三菱マテリアル (株))	谷合哲行 (千葉工業大先進工)	照井教文 (一関高専)
〈委員〉 井倉則之 (九大院農)	野本知理 (千葉大院工)	東 恭平 (東理大薬)
岡村浩之 (日本原子力研究開発機構)	堀田弘樹 (神戸大院海事科学)	松神秀徳 (国立環境研究所)
坂牧寛 (化学物質評価研究機構)	村居景太 (株共立理化学研究所)	村上良子 (山口大院創成)
田中佑樹 (千葉大院薬)		
中原佳夫 (和歌山大システム工)		
藤森英治 (環境調査研修所)		
宮下振一 (産業技術総合研究所)		
森山孝男 (株リガク)		

☑ 複写される方へ

日本分析化学会は学術著作権協会 (学著協) に複写に関する権利委託をしていますので、本誌に掲載された著作物を複写する場合は、学著協より許諾を受けて複写してください。

〒107-0052 東京都港区赤坂9-6-41 乃木坂ビル3階
一般社団法人 学術著作権協会

FAX: 03-3475-5619 E-mail: info@jaacc.jp

なお、複写以外の許諾 (著作物の転載願い等) は、学著協では扱っていませんので、直接日本分析化学会へお尋ねください。

ぶんせき 2022年 第1号 (通巻565)

2022年1月1日印刷 定価1,000円
2022年1月5日発行 送料95円

編集兼発行人 公益社団法人 日本分析化学会

印刷所 〒173-0025 東京都板橋区熊野町13-11

株式会社 双文社印刷

発行所 〒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

公益社団法人 日本分析化学会

電話 総務・会員・会計: 03-3490-3351

編集: 03-3490-3537

FAX: 03-3490-3572 振替口座: 00110-8-180512

© 2022, The Japan Society for Analytical Chemistry

購読料は会費に含まれています。

2022～2023 年度代議員候補者について

2022 年 1 月 5 日

公益社団法人日本分析化学会
役員等候補者選考委員会

日本分析化学会の代議員は、総会を構成し、定款に定められた事項（理事および監事の選任又は解任、貸借対照表及び損益計算書の承認等）について審議、決定します。代議員候補者の選考は、定款第 14 条に基づき、日本分析化学会の正会員（名誉会員並びに永年会員並びにシニア会員は正会員に含まれます）、教育会員及び維持会員の代表者の投票によりこれらを決定することになっております。別紙記載の 2022～2023 年度代議員候補者は、公益社団法人日本分析化学会代議員選挙規則により各支部長及び正会員、教育会員並びに維持会員から推薦された候補者について役員等候補者選考委員会の審議を経て選定されたものです。

つきましては、日本分析化学会正会員（含名誉会員、永年会員、シニア会員）、教育会員、維持会員代表者各位には、別紙投票用紙により漏れなく投票をお願いします。候補者全員に賛成の場合は、そのまま切り取ってお送りいただければ有効投票となります。不適任と思われる候補者がいる場合は、その氏名を消し、消した分だけ空欄に適任と思われる正会員（含名誉会員、永年会員、シニア会員）の氏名と所属または維持会員名を記入のうえ、投票ください。ただし、定数（130 名）を超えて投票されると無効になります。

投票は無記名投票です。一つの封筒に 1 投票を入れ、封筒には「投票在中」と朱記し、勤務先（又は現住所）、氏名又は維持会員代表者名を明記のうえ下記宛にお送りください。

投票締切日 1 月 31 日（消印有効）

投票送付先 〒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）日本分析化学会役員等候補者選考委員会

☆ ☆

代議員選考に関する規程抜粋

定款 第 14 条 学会の社員は、正会員、教育会員及び維持会員の中から選出された 90 名以上 130 名以内の代議員をもって「一般法人法」の社員とする。

- 2 代議員を選出するため、正会員、教育会員及び維持会員による代議員選挙を行う。代議員選挙を行うために必要な細則は理事会において別に定める。
- 3 代議員は、正会員、教育会員及び維持会員の中から選ばれることを要する。正会員、教育会員及び維持会員は、前項の代議員選挙に立候補することができる。

代議員選挙規則

（選挙権）

第 2 条 選挙権は、選挙が行われる年度の 1 月 1 日現在における正会員、教育会員及び維持会員が、これを有する。

（代議員の選出）

第 3 条 代議員は、学会の正会員、教育会員及び維持会員の全有権者による投票により選出する。

- 2 別に定める役員等候補者選考委員会（以下選考委員会と略記する）において、選挙が行なわれる年度の 11 月 30 日までに代議員候補者を募り、翌年 1 月発行の機関誌により候補者を会員に通知し、2 月の理事会以前に選挙を実施する。
- 3 選考委員会は、再選挙にあっては、これを行うべき事由を生じてから 3 か月以内に選挙が終了するよう選挙を実施する。

（代議員選挙の管理）

第 4 条 代議員選挙は、選考委員会の管理のもとで行う。

（代議員支部推薦候補者の選考）

第 5 条 支部は、支部所属の正会員、教育会員及び維持会員の中から候補者を推薦できるものとする。

お知らせ

- 2 支部は前項の推薦をするにあたっては、広く支部所属の正会員、教育会員及び維持会員に推薦希望の有無を募らなければならない。
- 3 支部長が、会長に推薦する代議員候補者中には、当年度の役員及び支部長であって退任する者及び次期支部長を含むことができる。

(代議員支部推薦以外の立候補者の届け出)

第6条 正会員、教育会員及び維持会員のうち、代議員に立候補しようとする者は、自薦または正会員、教育会員、維持会員の推薦により、選考委員会に、その定める締切日までに届け出る。

(代議員選挙の方法)

第7条 各支部の推薦候補者数は、当該支部に所属する年度初めの正会員、教育会員及び維持会員の数を勘案の上選挙のつど理事会が決定し、選考委員会に通知する。

- 2 選考委員会は、正会員及び維持会員に対して機関誌による広告により代議員選挙を案内し、立候補者を募集する。選考委員会は、各支部に代議員選挙を案内する。
- 3 選考委員会は支部推薦候補者を機関誌の広告により各支部の正会員及び維持会員に周知させ、支部推薦以外の立候補者を同様の方法により全正会員及び維持会員に周知させる。
- 4 支部推薦によって選出された代議員が、その選出された支部から別の支部に所属を変更した場合でも、選出された支部の定数に含まれるものとする。

(代議員選挙の投票)

第8条 選挙は有権者の郵便投票によって行う。

- 2 選挙期日までの消印のある場合で開票前に到着したものは有効とする。
- 3 投票に際して、投票者本人が有権者であるかどうかを選考委員会が確認するために封筒外側に氏名を記入するものとする。
- 4 投票に際して投票者を確認するためにとられた措置による個人情報投票の有効性を確認する以外にはこれを用いてはならない。

2022 年度有功賞候補者推薦について

日本分析化学会は、毎年、多年にわたって分析の実務に従事した方々や、分析に欠くべからざる機械、器具、試薬などの製造等の実務に従事した方々を表彰して「有功賞」を贈呈してまいりました。

本年も下記の有功賞規程により 2022 年度有功賞候補者を募集します。各関係機関におかれましては、適任者がおられましたら 1 名（維持会員の場合は 1 口に付き 1 名）を推薦くださいますようお願い申し上げます。

『有功賞規程』

第 1 条 本会に有功賞を設け、多年にわたり分析の実務に従事し、又は分析に欠くべからざる機械、器具並びに試薬などの製造等の実務に従事して功労のあった者に、これを贈呈する。

第 2 条 有功賞は、賞記並びに賞牌とし、年会において贈呈する。

第 3 条 会長は、毎年会誌「ぶんせき」1 号に有功賞候補者の推薦に関する会告を掲載する。

第 4 条 有功賞候補者の推薦者は、維持会員代表者、公益会員代表者及び支部長とする。

(1) 維持会員代表者及び公益会員代表者は、その機関に所属する者を推薦することができる。

(2) 支部長は、維持会員及び公益会員に所属しない会員歴 5 年以上の正会員を推薦することができる。

第 5 条 前条によって推薦される者は、受賞する年の 1 月 1 日現在において満 50 歳以上であり、かつ休職期間を除いて満 25 年以上第 1 条の実務に従事している者とする。

第 6 条 候補者の推薦に際しては、次の (1)～(3) に規定する書類正、副各 1 通を 4 月 30 日までに本会に提出するものとする。

(1) 推薦書 (2) 推薦理由書 (3) 被推薦者履歴書（いずれも本会所定の用紙に記入すること）

第 7 条 有功賞候補者の選考は、有功賞審査委員会において行う。

審査委員は、理事会が本会会員中より 11 名を選考し、会長がこれを委嘱する。

委員長は、委員の互選による。

(以下省略)

☆ ☆

1) 2022 年度有功賞授賞式は、9 月 15 日（木）第 71 年会（岡山）において行う予定です。

2) 被推薦者の学歴制限はありませんが、被推薦者は本年 1 月 1 日現在において第 1 条の実務に従事されていることが必要ですので、御注意ください（上記第 5 条）。

3) 有功賞候補者推薦書の維持会員代表者氏名は、本会に登録されている代表者氏名を記入してください（代表者氏名が異なる場合は返却します）。

4) 推薦理由書の所属部課係名、実務内容並びに期間は、できるだけ詳細に記入してください。

5) 推薦書類（推薦書、被推薦者履歴書、推薦理由書：本会所定の用紙）は、正 1 通、副 1 通（コピーでも可）を下記期限までに提出してください。

6) 推薦期限：4 月 30 日（郵送の場合は、当日の消印のあるものまで受理します）

7) 推薦書類提出先：〒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

公益社団法人日本分析化学会有功賞係（メールでの送信は shomu@jsac.or.jp）

8) 所定の書類を入用の場合は、<https://www.jsac.jp/jsac/rule/commendation/> からダウンロードしてください。

2021 年度液体クロマトグラフィー分析士二段認証試験実施のお知らせ

標記につきまして、下記要領で実施する予定ですのでお知らせいたします。

日時 2022 年 1 月 24 日 (月) 14 時～16 時

会場 北とびあ・第二研修室 (7 階) [東京都北区王子 1-11-1, 交通: JR 京浜東北線・地下鉄南北線「王子」駅前]

二段資格のイメージ 各種分析士に共通するものとして、「手順書、作業マニュアル、規格を見れば、自分で計画して業務を遂行できるレベル。当該分析・測定技術に関連する物理、化学、生物、電気、機械等の基礎知識を有し、装置等の日常点検、保守等も行える。」と規程されます。液体クロマトグラフィー分析士においては「HPLC 装置とそれぞれのパーツの内容や原理の理解が十分にある。HPLC を用いた試験について、正確な操作を行う事が出来る。簡単な部品の交換が自分で出来る。」ことが求められます。なお、試験問題としては科学の各分野並びに化学・分析化学一般に関する知識を問う内容が約 40% 含まれます。

受験料 6,600 円 (合格者は登録料 3,300 円を別途申し受けます)

受験資格 受験できる方はこれまでに行われた液体クロマトグラフィー分析士初段試験に合格し、登録された方に限ります。

申込方法 受験料の銀行振込後、専用ホームページ (<https://forms.gle/qL6MgCBKATWtiYG67>) にアクセスして必要事項を入力してください。

申込締切 1 月 11 日 (火)

振込銀行口座 りそな銀行五反田支店普通預金 0802349 名義: 公益社団法人日本分析化学会液体クロマトグラフィー研究懇談会 ((シャ) ニホンブンセキカガクカイエキタイクマトグラフィー)。複数名の受験料を一括で振り込まれた場合は、その旨と受験者のお名前を専用ホームページ内に記入してお知らせください。一度お振込いただいた受験料は返却しません。万一、コロナ禍等で試験が中止された場合には、次回の受験料を免除します。

問合せ先 (公社) 日本分析化学会・LC 研究懇談会・分析士認証専門部会 [nakamura@jsac.or.jp]

2021 年度 LC/MS 分析士二段認証試験実施のお知らせ

標記につきまして、下記要領で実施する予定ですのでお知らせいたします。

日時 2022 年 2 月 1 日 (火) 14 時～16 時

会場 北とびあ・第二研修室 (7 階) [東京都北区王子 1-11-1, 交通: JR 京浜東北線・地下鉄南北線「王子」駅前]

二段資格のイメージ 各種分析士に共通するものとして、「手順書、作業マニュアル、規格を見れば、自分で計画して業務を遂行できるレベル。当該分析・測定技術に関連する物理、化学、生物、電気、機械等の基礎知識を有し、装置等の日常点検、保守等も行える。」と規定されます。LC/MS 分析士においては「LC/MS 装置とそれぞれのパーツの内容や原理の理解が十分にある。LC/MS を用いた試験について、正確な操作を行うことができる。」ことが求められます。なお、試験問題としては科学の各分野並びに化学・分析化学一般に関する知識を問う内容が約 40% 含まれます。

受験料 6,600 円 (合格者は登録料 3,300 円を別途申し受けます)

受験資格 受験できる方はこれまでに行われた LC/MS 分析士初段試験に合格し、登録された方に限ります。

申込方法 受験料の銀行振込後、専用ホームページ (<https://forms.gle/ZCJJDyamaMiayC5A>) にアクセスして必要事項を入力してください。

申込締切 1 月 18 日 (火)

振込銀行口座 りそな銀行五反田支店普通預金 0802349 名義: 公益社団法人日本分析化学会液体クロマトグラフィー研究懇談会 ((シャ) ニホンブンセキカガクカイエキタイクマトグラフィー)。複数名の受験料を一括で振り込まれた場合は、その旨と受験者のお名前を専用ホームページ内に記入してお知らせください。一度お振込いただいた受験料は返却しません。万一、コロナ禍等で試験が中止された場合には、次回の受験料を免除します。

問合せ先 (公社) 日本分析化学会・LC 研究懇談会・分析士認証専門部会 [nakamura@jsac.or.jp]

2021 年度液体クロマトグラフィー分析士初段認証試験

2021 年度 LC/MS 分析士初段認証試験

液体クロマトグラフィー研究懇談会のホームページをご参照ください。

第 367 回液体クロマトグラフィー研究懇談会

主催 (公社) 日本分析化学会液体クロマトグラフィー研究懇談会

HPLC や LC/MS 分析をはじめとした分析業務において、分析精度はもちろん、効率化も求められます。また、2020 年には新型コロナウイルス感染拡大防止のためにリモートワークも行われるようになり、分析をリモートで行うなど、デジタル化を含め分析業務の手法も変わりつつあります。

本例会では、効率化・デジタル化をサポートする HPLC、LC/MS およびこれらの周辺技術・機器についてご紹介いただきます。

期日 2022 年 1 月 21 日 (金) 13:00～16:50

会場 Zoom オンライン例会

講演主題 意外と知らない HPLC、LC/MS 分析の効率化・デジタル化の手法

講演

講演主題概説 (オーガナイザー) (13:00～13:05)

(メルク株) 石井直恵 (LC 分析士二段)

1. デジタルラボの現在と未来～スマートネットワークで実現するテレワーク、データ管理の進化形～ (13:05～13:45)

(アジレント・テクノロジー株) 熊谷浩樹 (LC 分析士四段, LC/MS 分析士四段)

2. アフターコロナでも役立つ HPLC、LC/MS のリモート化・効率化 (13:45～14:20)

(日本分光株) 寺田明孝 (LC 分析士三段, LC/MS 分析士二段, IC 分析士初段)

3. バイオセパレーションを効率化するための LC ソリューション (14:20～15:00)

(日本ウォーターズ株) 島崎裕紀 (LC 分析士三段, LC/MS 分析士二段)

休憩 (15:00～15:30)

4. 超純水の取扱いからできるラボの効率化 (15:30～16:10)

(メルク株) 石井直恵 (LC 分析士二段)

5. 総括「意外と知らない HPLC, LC/MS 分析の効率化・デジタル化の手法」(16.10~16.50)

(東京理科大学) 中村 洋

(LC 分析士五段, LC/MS 分析士五段)

参加費 LC 研究懇談会・個人会員 1,000 円, 協賛学会 (日本分析化学会, 日本薬学会, 日本化学会) 及び後援学会 (日本農芸化学会) 会員 3,000 円, その他 4,000 円, 学生 1,000 円. 参加申込締切日後の受付はできませんので, ご了承ください.

情報交換会 講演終了後, 講師を交えて情報交換会を開催します (会費 1,000 円). 締切日後のご参加はできませんので, 参加希望者は必ず事前にお申込みください.

申込締切日 2022 年 1 月 13 日 (木) (入金締切時刻: 15 時まで)

参加申込及び参加費等納入締切日

参加希望者は, 下記申込先にアクセスし, 氏名, 勤務先 (電話番号), LC 会員・協賛学会会員・その他の別及び情報交換会参加の有無を明記の上, お申込みください.

お申込みが完了した場合には, 登録されたアドレス宛に「第 367 回液体クロマトグラフィー研究懇談会申込み受付 (自動返信)」のメールが届きます. メールが届かない場合は, 世話人までお問い合わせください.

参加費の納入が確認できた方には, 2022 年 1 月 14 日以降に①例会サイト入場 URL と②「視聴者用操作マニュアル」をお送りします. また, 情報交換会参加費納入者には, ③情報交換会サイト入場 URL をお知らせいたします. なお, 請求書と領収書の発行はいたしていません.

領収書は, 振込時に金融機関が発行する振込票等をもって替えさせていただきます.

申込先 <https://forms.gle/SN6ZwRXWtSCV8n5F8>

銀行送金先 りそな銀行五反田支店 (普通) 0802349

口座名 シャ) ニホンブンセキカガクカイ [公益社団法人日本分析化学会・液体クロマトグラフィー研究懇談会]

問合せ先 (公社) 日本分析化学会・液体クロマトグラフィー研究懇談会

世話人 メルク(株)石井直恵 [E-mail: naoe.ishii@merckgroup.com]

第 368 回液体クロマトグラフィー研究懇談会

主催 (公社) 日本分析化学会液体クロマトグラフィー研究懇談会

高分子の構造は分子量分布, 分岐構造, 立体規則性, 共重合組成等, 非常に複雑で曖昧さがあります. この分析において, HPLC/UHPLC が果たす役割は大きく, SEC モードをはじめとする多くの分離モード, 検出器を用いて目的に応じた構造解析が進められています. 本例会では, これらを用いた高分子分析の進展についてご講演していただきます.

期日 2022 年 2 月 17 日 (木) 13.00~17.15

会場 Zoom オンライン例会

講演主題 “UHPLC, HPLC を用いた高分子分析の最前線”

講演

講演主題概説 (オーガナイザー) (13.00~13.05)

(三菱ケミカル(株)) 前中佑太

(LC 分析士初段, LC/MS 分析士二段)

1. GPEC による高分子分析と 2D-LC への応用 (13.05~13.35) (アジレント・テクノロジー(株)) 熊谷浩樹 (LC 分析士四段, LC/MS 分析士二段)

2. LC を用いた共重合体の組成分布解析 (13.40~14.10)

(三菱ケミカル(株)) 行政嘉子

(LC 分析士初段, LC/MS 分析士初段)

3. 高分子分析における SEC の利用 (14.15~14.45)

(東ソー(株)) 伊藤誠治

(LC 分析士五段, LC/MS 分析士二段)

休憩 (14.45~15.00)

4. 高分子分析の新しい提案…LC-Raman と遠心 FFF (15.00~15.30)

(株)島津製作所 渡邊京子 (LC 分析士四段)

5. GPC-LS による高分子の構造情報 (15.35~16.05)

(日本ウォーターズ(株)) 島崎裕紀

(LC 分析士三段, LC/MS 分析士二段)

6. HPLC を活用した高質量分解能質量分析計による高分子分析の実際 (16.10~16.40)

(日本電子(株)) 佐藤貴弥 (LC 分析士初段取得予定)

7. 総括「UHPLC, HPLC を用いた高分子分析の最前線」(16.45~17.15)

(東京理科大学) 中村 洋

(LC 分析士五段, LC/MS 分析士五段)

参加費 LC 研究懇談会個人会員 1,000 円, 協賛学会 (日本分析化学会, 日本薬学会, 日本化学会) 及び後援学会 (日本農芸化学会) 会員 3,000 円, その他 4,000 円, 学生 1,000 円. 参加申込締切日後の受付はできませんので, ご了承ください.

情報交換会 講演終了後, 講師を交えて情報交換会を開催します (会費 1,000 円). 締切日後のご参加はできませんので, 参加希望者は必ず事前にお申込みください.

参加申込及び参加費等納入締切日 2022 年 2 月 10 日 (木) (入金締切時刻: 15 時まで)

申込方法 参加希望者は, 下記申込先にアクセスし, 氏名, 勤務先 (電話番号), LC 会員・協賛学会会員・その他の別及び情報交換会参加の有無を明記の上, お申込みください. お申込みが完了した場合には, 登録されたアドレス宛に「第 368 回液体クロマトグラフィー研究懇談会申込み受付 (自動返信)」のメールが届きます. メールが届かない場合は, 世話人までお問い合わせください.

参加費の納入が確認できた方には, 2 月 11 日以降に①例会サイト入場 URL と②「視聴者用操作マニュアル」をお送りします. また, 情報交換会参加費納入者には, ③情報交換会サイト入場 URL をお知らせいたします. なお, 請求書と領収書の発行はいたしていません. 領収書は, 振込時に金融機関が発行する振込票等をもって替えさせていただきます.

申込先 <https://forms.gle/EvgyXZA5uTfVBbTx7>

銀行送金先 りそな銀行五反田支店 (普通) 0802349, 口座名義: シャ) ニホンブンセキカガクカイ [公益社団法人日本分析化学会・液体クロマトグラフィー研究懇談会]

問合せ先 (公社) 日本分析化学会・液体クロマトグラフィー研究懇談会 世話人 三菱ケミカル(株) 前中佑太 [E-mail: maenaka.yuta.ma@m-chemical.co.jp]

2021 年度北海道分析化学賞・功労賞 授賞式及び受賞講演会

主催 (公社) 日本分析化学会北海道支部

期日 2022 年 2 月 24 日 (木) 16.00~17.00

会場 Web を利用したオンライン開催

プログラム

1. 授賞式 (16.00~16.10)

北海道分析化学賞

(北海道大学大学院工学研究院) 佐藤 久 君

北海道分析化学奨励賞

(北海道大学大学院環境科学院) 大塚 侑 君

北海道分析化学功労賞

- (北海道医療大学) 黒澤隆夫 君
2. 受賞講演 (16.10~17.00)
「環境工学と分析化学への挑戦」

(北海道大学大学院工学研究院) 佐藤 久 君
「多段階固相合成による蛍光ソルバトクロミックビーズの合成及び光導波路分光装置を用いたバイオセンシングデバイスの開発」

(北海道大学大学院環境科学院) 大塚 侑 君

参加費 無料

問合先 〒002-8502 札幌市北区あいの里5条3丁目1-3
北海道教育大学札幌校化学教室内 (公社) 日本分析化学会
北海道支部 2021 年度支部長 嶋崎悌司 [電話: 011-778-0685, E-mail: jsac-hb@w9.dion.ne.jp (北海道支部事務局)]

——以下の各件は本会が共催・協賛・
後援等をする行事です——

◎詳細は主催者のホームページ等でご確認ください。

第72回表面科学基礎講座

表面・界面分析の基礎と応用

主催 (公社) 日本表面真空学会

期日 2022年1月12日(水)~2月28日(月)

会場 オンライン (Google Classroom)

ホームページ <http://www.jvss.jp/>

連絡先 〒113-0033 東京都文京区本郷5-25-16 石川ビル
5階 (公社) 日本表面真空学会事務局 [電話: 03-3812-0266, FAX: 03-3812-2897, E-mail: office@jvss.jp]

21-2 高分子学会講演会

高分子の構造解析 ~見る, 調べる, 理解する~

主催 (公社) 高分子学会行事委員会

期日 2022年2月7日(月)

会場 オンライン開催

ホームページ <https://member.spsj.or.jp/event/>

連絡先 〒104-0042 東京都中央区入船3-10-9 新富町ビル
6F (公社) 高分子学会 講演会係 [電話: 03-5540-3770,
FAX: 03-5540-3737]

第1回オンライン真空応用技術講座

主催 (公社) 日本表面真空学会

期日 オンデマンド講義受講可能期間: 2022年2月7日(月)
12時~3月15日(火) 12時

会場 オンライン (オンデマンド講義: AirCourse)

ホームページ <http://www.jvss.jp/>

連絡先 〒113-0033 東京都文京区本郷5-25-16 石川ビル
5階 (公社) 日本表面真空学会事務局 [電話: 03-3812-0266, FAX: 03-3812-2897, E-mail: office@jvss.jp]

表面科学セミナー 2022 (実践編)

「実践! マテリアルズインフォマティクス
実例を通じて学ぶマテリアルズインフォマティクス」

主催 (公社) 日本表面真空学会

期日 3月10日(木)・11日(金)

会場 オンライン開催

ホームページ <http://www.jvss.jp/>

連絡先 〒113-0033 東京都文京区本郷5-25-16 石川ビル
5階 (公社) 日本表面科学会 [電話: 03-3812-0266,
FAX: 03-3812-2897, E-mail: office@jvss.jp]

第19回ホスト-ゲスト・超分子化学シンポジウム

主催 ホスト-ゲスト・超分子化学研究会

期日 6月4日(土)・5日(日)

会場 岡山大学創立五十周年記念館（またはオンライン）
ホームページ <https://www.ahgsc.jp/symposium.html>

日本分析化学会標準物質についてのお知らせ

認証標準物質の認証値については、多数の試験機関が参加した共同実験で得られた値を基に標準物質委員会が認証したものである。PT表示の標準物質はISO/IEC17043に基づいて、技能試験で報告された多数の機関の分析値から求めた中央値を付与値として、標準物質委員会が認めたものである。試料の分析にあたり、本標準物質は併行して分析して得られた分析値を認証値と比較して分析値の妥当性を判断するときなどに用いる。認証書などさらに詳しい情報は本会ホームページ (<https://www.jsac.jp>) をご覧ください。

◇有害金属成分化学分析用プラスチック認証標準物質 (Pb, Cd, Cr, Hg)
JSAC 0601-3, JSAC 0602-3 は好評のうち品切れとなり、頒布を中止いたしました。

◇有害金属成分蛍光 X 線分析用プラスチック認証標準物質 (Pb, Cd, Cr)
[JSAC 0611-2~JSAC 0615-2 (ディスク状, 5 枚箱入り)]
RoHS 規制対象無機成分蛍光 X 線分析用として開発した。プラスチックの材質はポリエステル樹脂である。Hg は添加せず、次に示す新たな Hg 専用標準物質を開発した。頒布本体価格：ディスク 5 枚入り 1 セット、本会団体会員：100,000 円、それ以外：150,000 円。

◇水銀成分蛍光 X 線分析用プラスチック認証標準物質 (Hg 専用)
[JSAC 0621~JSAC 0625 (ディスク状, 5 枚箱入り)]
RoHS 規制対象無機成分蛍光 X 線分析用として開発した。Hg 含有率を 5 水準で認証したポリエステル樹脂である。頒布本体価格：ディスク 5 枚入り 1 セット、本会団体会員：70,000 円、それ以外：105,000 円。

◇有害金属成分蛍光 X 線分析用プラスチック標準物質 (Pb, Cd, Cr, Hg, Br)
[JSAC PT0631, JSAC PT0632 (ディスク状, 2 枚箱入り)]
RoHS 規制対象無機成分蛍光 X 線分析用として開発した。プラスチックの材質はポリエステル樹脂である。頒布本体価格：ディスク 2 枚入り 1 セット、本会団体会員：30,000 円、それ以外：45,000 円。

◇ポリ臭化ジフェニルエーテル成分 (PBDEs) 化学分析用プラスチック認証標準物質
[JSAC 0641, JSAC 0642 (粉末状, 25 g 瓶入り 2 本組)]
RoHS 規制の対象となる臭素系難燃剤の PBDEs の 7 成分と全 Br を化学分析用として開発した。プラスチックの材質はポリエステル樹脂である。頒布本体価格：25 g 瓶入り各 1 本、2 本 1 組 1 セット、本会団体会員：95,000 円、その他：130,000 円。

◇臭素成分蛍光 X 線分析用プラスチック認証標準物質 (Br 専用)
[JSAC 0651~JSAC 0655 (ディスク状, 5 枚箱入り)]
RoHS 規制の対象となるプラスチック中の Br の蛍光 X 線分析用として開発した。プラスチックの材質はポリエステル樹脂である。頒布本体価格：ディスク 5 枚入り 1 セット、本会団体会員：70,000 円、それ以外：91,000 円。

◇塩素の化学分析用プラスチック標準物質 (Cl 専用)
[JSAC PT0661-1~JSAC PT0651-3 (ディスク状)]
RoHS 規制の対象となるプラスチック中の Cl の化学分析用として開発した。プラスチックの材質はポリエステル樹脂である。頒布本体価格：ディスク 1 枚につき 10,000 円、ディスク 2 枚につき 15,000 円、ディスク 3 枚につき 20,000 円。

◇フタル酸エステル化学分析用プラスチック標準物質
[JSAC PT0671 (粒状, 3 g 及び 10 g 瓶入り)]
RoHS 規制対象となったフタル酸エステル分析用として新しく開発した。プラスチックの材質はポリエチレン樹脂である。主要成分は DEHP, BBP, DBP, DIBP, DINP, DIDP 及び DNOP である。頒布本体価格：3 g 入り瓶 1 本につき、本会団体会員：50,000 円、それ以外：75,000 円。10 g 入り瓶 1 本につき、本会団体会員：80,000 円、それ以外：120,000 円。

◇金属成分分析用土壌認証標準物質 (全量分析および環境省告示 H10 年 21 号対応)
[JSAC 0401, JSAC 0411 (粉末状, 50 g 瓶入り)]
褐色森林土および火山灰土壌に含まれる Cd, Pb, Cr, As, Se, Be, Cu, Zn, Ni, Mn および V の 11 成分の含有率、溶出試験値を認証した標準物質である。頒布本体価格：50 g 瓶入り 1 本につき本会団体会員：50,000 円、それ以外：75,000 円。

◇無機成分分析用土壌認証標準物質 (全含有率および環境省告示 H15 年 19 号対応)
[JSAC 0402-2 (粉末状, 60 g 瓶入り, 新ロット), JSAC 0403 (粉末状, 50 g 瓶入り)]
JSAC 0401 に比べ高い濃度になるように褐色森林土に無機成分を添加調製した 2 種類のものである。土壌中の Cd, Pb, As, Be, Cu, Zn, Ni, Mn, V, Hg, B, F の 13 成分の全含有率と一部の成分の 19 号対応土壌含有量をそれぞれ認証した。頒布本体価格：60 g 又は 50 g 瓶入り 1 本につき本会団体会員：50,000 円、それ以外：75,000 円。

◇有害金属成分分析用汚染土壌認証標準物質
[JSAC 0461 (低濃度)~JSAC 0466 (高濃度) (粉末状, 25 g 瓶入り 6 本組)]
工場跡地の再開発、土壌汚染調査などで土壌中の有害成分の分析のために、JSAC 0402, JSAC 0403 に比べ更に高い濃度になるように褐色森林土に Cd, Pb, As, Cr, Se, Hg の 6 成分の濃度を変えて添加調製した 6 種類のものである。頒布本体価格：25 g 褐色瓶入り 6 種類を 1 セットで、本会団体会員：140,000 円、それ以外：182,000 円。

◇無機成分分析用河川水認証標準物質
[JSAC 0301-4a (500 mL フッ素樹脂製瓶入り)]
新ロットを作製し、頒布を開始している。
河川水や類似したマトリックスをもつ水の無機成分分析における分析値の信頼性向上を目的に開発した。主要成分として、Cr, As, Cu, Fe, Mn, Zn, B, Al, Mo, U, K, Na, Mg, Ca の含有率を認証したものである。頒布本体価格：JSAC 0301-4a (500 mL フッ素樹脂製瓶入り 1 本) につき本会団体会員：25,000 円、その他：37,500 円。JSAC 0301-4a を単品で頒布しています。JSAC 0302 については次ロット作製中。

◇農薬成分分析用土壌認証標準物質 (シマジン, ディルドリン 全量分析および溶出試験対応)
[JSAC 0441 (シマジン—高濃度), JSAC 0442 (シマジン—低濃度) (粉末状, 60 g 瓶入り)]
農地および農地跡から採取した土壌中の残留農薬として、窒素系のシマジンと塩素系のディルドリンについてはその全量分析値を、また、シマジンについては溶出濃度 (H13 年環境庁告示

16号)を認証した土壌標準物質である。シマジンは土壌環境基準(溶出濃度)が定められているが、ディルドリンは現在環境基準の項目にない。頒布本体価格:60g瓶入り1本につき本会団体会員:25,000円,それ以外:37,500円。

◇無機成分分析用石灰炭認証標準物質

[JSAC 0521, JSAC 0522 (粉末状, 50g瓶入り, 2本組)]

国内炭灰および外国炭灰の2種類からなり,主要成分としてSi, Al, Fe, Na, K, Mg, Ca, P, Sr, Ti, C, Sの12成分並びに微量成分のAs, B, Be, Cd, Co, Cr, Cu, F, Hg, Mn, Ni, Pb, Se, V, Znの15成分および強熱減量(LOI)の含有率を認証したものである。頒布本体価格:50g入り褐色ガラス瓶2本1組1セット,本会団体会員:95,000円,その他:130,000円。

◇ダイオキシン類分析用フライアッシュ認証標準物質

[JSAC 0501 (高濃度), JSAC 0502 (低濃度) (粉末状, 50g瓶入り)]

都市ゴミ焼却炉の排煙集塵装置で捕集したフライアッシュ中のダイオキシン類成分の含有率を認証したものである。認証成分は,①2,3,7,8位が塩素置換された四ないし八塩素化ジベンゾパラジオキシン(PCDDs)およびそのジベンゾフラン(PCDFs)の異性体17種,並びにPCDDs, PCDFsの同族体10種,②ダイオキシン様PCBs(DLPCBs)の異性体12種,③ダイオキシン類合計とTEQ換算値である。頒布本体価格:50g瓶入り1本につき本会団体会員:100,000円,それ以外:150,000円。

◇ダイオキシン類分析用焼却炉ばいじん認証標準物質

[JSAC 0511, JSAC 0512 (粉末状, 60g瓶入り)]

木くずを主とするゴミ焼却炉から捕集したばいじん中のダイオキシン類すなわち,①PCDDsおよびPCDFsの異性体並びに同族体,②DLPCBs異性体,③ダイオキシン類合計の成分含有率とTEQ換算値を認証したものである。頒布本体価格:60g瓶入り各1本につき本会団体会員:50,000円,それ以外:75,000円。

◇ダイオキシン類分析用土壌認証標準物質

[JSAC 0421 (低濃度), JSAC 0422 (高濃度) (粉末状, 60g瓶入り)]

廃棄物焼却場付近山林の表層及び中層土壌中のダイオキシン類すなわち,①PCDDsおよびPCDFsの異性体並びに同族体,②DLPCBs異性体および③ダイオキシン類合計の成分含有率とTEQ換算値を認証したものである。頒布本体価格:60g瓶入り1本につき本会団体会員:100,000円,それ以外:150,000円。

◇ダイオキシン類・PCB同族体分析用河川底質認証標準物質

[JSAC 0431 (低濃度), JSAC 0432 (高濃度) (粉末状, 60g瓶入り)]

河川で採取した底質中のダイオキシン類すなわち,①PCDDsおよびPCDFsの異性体17種並びに同族体10種,②ジオルト体を除くDLPCBs12種,③ダイオキシン類合計の成分含有率のほか,④PCDDsおよびPCDFsの1~10塩素化までのPCB同族体合計の成分含有率とTEQ換算値を認証したものである。頒布本体価格:60g瓶入り各1本につき本会団体会員:100,000円,それ以外:150,000円。

◇ダイオキシン類・PCB同族体分析用海域底質認証標準物質

[JSAC 0451 (低濃度), JSAC 0452 (高濃度) (粉末状, 60g瓶入り)]

国内海域で採取した底質中のダイオキシン類すなわち,①PCDDsおよびPCDFsの異性体17種並びに同族体10種,②

ジオルト体を除くDLPCBs12種,③ダイオキシン類合計の含有率のほか,④PCDDsおよびPCDFsの1~10塩素化までのPCB同族体合計の成分含有率とTEQ換算値を認証したものである。頒布本体価格:60g瓶入り各1本につき本会団体会員:100,000円,それ以外:150,000円。

◇ダイオキシン類分析用模擬排水認証標準物質

[JSAC 0321-3 (3L瓶入り, 2本組)]

極めて微細に粉碎したフライアッシュなどを水中に分散させて調製した模擬排水中のダイオキシン類すなわち,①PCDDsおよびPCDFsの異性体並びに同族体,②DLPCBs異性体および③ダイオキシン類合計の成分含有率とTEQ換算値を認証したものである。頒布本体価格:3L入り褐色ガラス瓶2本1組1セットで,本会団体会員:50,000円,それ以外:75,000円。

◇微量酸素分析用鉄鋼認証標準物質

[JSAC 0111 (円柱状, 1個瓶入り)]

表面の付着酸素を除く微量酸素の含有率を認証した鉄鋼(軸受け鋼)標準物質であり,認証値の決定は表面酸素の影響を受けない基準分析法としての荷電粒子放射化分析法によった。頒布本体価格:瓶入り1個で本会団体会員:15,000円,それ以外:22,500円。

◇微量金属成分分析用アルミニウム認証標準物質

[JSAC 0121-B (角状, 1個瓶入り), JSAC 0121-C (チップ状, 50g袋入り)]

高純度アルミニウムに微量の元素を添加して調製した標準物質で, Si, Fe, Cu, Mn, Mg, Zn, Ti, Cr, ZrおよびBの10元素の含有率を認証している。頒布本体価格:各形状とも本会団体会員:12,000円,それ以外:18,000円。

◇金属成分蛍光X線分析用鉛フリーはんだ認証標準物質

[JSAC 0131~JSAC 0134 (ディスク状, 4枚箱入り)]

RoHS規制対応および電気・電子部品などのはんだ付け工程の品質管理を目的に開発した。材質はSn-Ag-Cu系のはんだで, Pb, Cd, Ag, Cuの含有率を変えた4水準1組となっている。頒布本体価格:ディスク4枚入り1セット,本会団体会員:150,000円,その他:195,000円。

◇LSI用二酸化ケイ素認証標準物質

[JAC 0011~JAC 0013 (粉末状, 75g瓶入り3本組)]

高純度非晶質二酸化ケイ素粒子にUおよびTh溶液を含浸させ,乾燥,焼成して調製したもので,LSI関連材料中に微量に含まれるUおよびTh成分の分析に用いるものである。頒布本体価格:1セットで本会団体会員:150,000円,それ以外:200,000円。

◇LSI用高純度アルミニウム認証標準物質

[JAC 0021~JAC 0023 (片状,ピン状,角状ごとの3組)]

高純度アルミニウムを融解して調製したもので,LSI関連材料中に微量に含まれるUおよびTh成分の分析に用いる標準物質で,UおよびThの含有率は3水準である。頒布本体価格:1セットで本会団体会員:150,000円,それ以外:200,000円。

◇微量元素分析用 高純度マグネシウム認証標準物質

[JAC 0141~JAC 0143 (ディスク状, 3種)]

JIS H 2150に準拠したインゴットからピレットを作製し,押し出し加工により丸棒にし,ディスク状に切り出した標準物質で3~6元素を認証した。頒布本体価格:1ディスクで本会団体会員:40,000円,それ以外:60,000円。

◇汎用マグネシウム合金認証標準物質

[JAC 0151~JAC 0154 (ディスク状, 4種)]

JIS H 4203に準拠したマグネシウム合金を連続铸造で作製したピレットを押し出し加工により丸棒にし、ディスク状に切り出した標準物質でAl, Mn, Znを主成分に他3~7元素を認証した。頒布本体価格:1ディスクで本会団体会員:40,000円、それ以外:60,000円。

*上記高純度マグネシウム認証標準物質3種を合わせた7種を1セット購入の場合、10%引きです。

◇栄養成分分析用粉乳標準物質

JSAC PT0711-4は好評のうち品切れとなり、頒布を中止いたしました。

◇栄養成分分析用魚肉ソーセージ標準物質

JSAC PT0721-4は好評のうち品切れとなり、頒布を中止いたしました。

申込方法 希望標準物質名(製品番号も明記)、申込者氏名、送付先(郵便番号、住所、所属、電話番号)、団体会員・それ以外の別(団体会員の場合は会員ID)、数量・料金、請求書宛名を明記のうえ、下記にお申し込みください。なお、本体価格は送料込み、消費税別です。

申込及び問合せ先 〒105-0012 東京都港区芝大門2-12-7 (RBM芝パークビル) 西進商事(株)東京支店 [電話:03-3459-7491, FAX:03-3459-7499, E-mail:info@seishinsoyji.co.jp, URL:http://www.seishinsoyji.co.jp/]

技術的な問合せ先 〒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)日本分析化学会標準物質委員会事務局 [電話:03-3490-3352, FAX:03-3490-3572, E-mail:crmpt@ml.jsac.or.jp, URL:https://www.jsac.jp/]

「分析化学」特集「高分子分析—この10年の進歩」の論文募集

「分析化学」編集委員会

「分析化学」編集委員会は、高分子分析研究懇談会と共同で「高分子分析—この10年の進歩」と題した特集を企画しました。高分子材料の特性や分子構造を精密に分析することは、材料特性の発現機構の解明、精密な分子設計、さらには耐久寿命の予測などを行うための重要な基盤となっています。最近の分析機器の進歩やコンピューター技術の発展には目を見張るものがあり、これらの技術の進歩を再認識するために、今回の特集号を企画しました。

本特集号では高分子材料を対象とする、実試料の前処理、組成、分子構造、高次構造、構造と物性との相関、物性発現機構、および重合機構等の解析に関する基本原理、手法開発や解析実例などについての論文の投稿をお待ちしています。奮ってご投稿ください。詳細は「分析化学」誌12号またはホームページをご覧ください。

特集論文申込締切:2022年2月15日(火)

特集論文原稿締切:2022年4月15日(金)

「分析化学」年間特集「省」の論文募集

「分析化学」編集委員会

「分析化学」では2010年より「年間特集」を企画しており、

2022年度は「省」をテーマとすることと致しました。

世界の総人口は現在約78億人となり、人々が健康で豊かに暮らしていくためには、限られた資源を有効に活用することが不可欠です。また、誰もが高度な科学技術や医療技術の恩恵を受けられるよう工夫することは、持続可能な開発の理念に資する。転じて我が国の近現代史を顧みますと、少ない資源の元での効率の良い技術開発はお家芸と表現しても過言ではなく、分析化学の分野においても、新しい分析方法・技術の開発や改良を通して、複雑化・多様化した現代社会に大きく貢献しているところ です。

こうした背景から、本特集では「省」をキーワードとして分析化学における基礎・応用を含めて幅広い観点で見渡し、分析化学が担う役割を社会に向けて発信することを目的としています。国内外、産学官を問わず、「省」に関わる分析化学の研究・開発に従事されている多くの皆様方からの投稿をお待ちしておりますので、是非この機会をご活用ください。なお、詳細は「分析化学」誌の12号及びホームページをご参照ください。

特集論文原稿締切:2022年4月22日(金)(第3期)

初めて書く論文は母語の日本語で！
“第21回若手研究者の初論文特集”募集のお知らせ

「分析化学」編集委員会

「分析化学」編集委員会では、2022年(第71巻)に第21回「若手研究者の初論文特集」を企画します。卒研究生、修士・博士課程院生並びに若手研究者の方々にとって、ご自分の研究成果を日本語で投稿できるよい機会です。なお、2019年より本特集を年間特集とし、都合の良いときに執筆して投稿できるようにしました。年間を通して論文原稿を受け付け、審査を経て掲載になり次第随時掲載いたしますので、奮ってご投稿ください。

なお、詳細は「分析化学」誌HPをご参照ください。

「分析化学」の掲載料についてのお知らせ

「分析化学」誌では、2020年4月より論文掲載料を以下の計算式にしたがってお支払いいただき、pdfファイルを進呈することになりました。なお、論文の別刷を希望される場合は、別途別刷頒布料金をお支払いいただくことにより購入することができます。

掲載料金計算式(P:印刷ページ数)(単位:円)

会員の場合:30,000+5,000×(P-4)(印刷ページ数が14ページ以上は一律80,000円)

会員外の場合:40,000+5,000×(P-4)(印刷ページ数が14ページ以上は一律90,000円)

*上記に消費税がかかります。

「Analytical Sciences」別刷頒布価格のお知らせ

「Analytical Sciences」掲載の投稿論文の別刷頒布価格は下記のとおりです。

1. 頒布部数:50部を最小単位とし、以降50部単位で頒布します。

2. 価格:次の計算式に従って算出された値(円)。

$$20000 + 2500 \times p + 25 \times p \times (n - 50)$$

但し、 p は掲載論文の印刷ページ数で、奇数の場合には1を加えた値、 n は別刷希望部数。

3. 消費税 10 % がかかりますので、ご了承ください。

ぶんせき誌「技術紹介」の原稿募集

『ぶんせき』編集委員会

分析化学は種々の分野における基盤技術であり、科学や産業の発達・発展だけでなく、安全で豊かな生活の実現に分析機器が大きく貢献してきました。近年の分析機器の高性能化・高度化は目覚ましく、知識や経験がなくても、微量物質の量や特性を測定できるようになりました。この急速な発展は、各企業が持つ高度で多彩な技術やノウハウによって達成されたといっても過言ではありません。一方、高度化された分析機器の性能・機能を十分に発揮させるためには、既存の手法に代わる新規な分析手法が必要であり、高度な分析機器に適合した分析手法や前処理手法の開発が分析者にとって新たな課題となっています。また、分析目的に合致した高純度試薬の開発に加えて、測定環境の整備、試薬や水の取り扱いなどにも十分な配慮が必要です。極微量の試料を分析する際には、測定原理を把握すると共に、手法や操作に関する知識・技能を身に着ける必要があると考えます。

このような背景に鑑み、『ぶんせき』誌では新たな記事として「技術紹介」を企画いたしました。分析機器の特徴や性能、機器開発に関わる技術、そしてその応用例などを紹介・周知することが分析機器の適正な活用、さらなる普及に繋がると考えており、これらに関する企業技術を論じた記事を掲載することといたしました。また、分析機器や分析手法の利用・応用における注意事項、前処理や操作上のコツなども盛り込んだ紹介記事を歓迎いたします。これらの記事を技術紹介集として、『ぶんせき』誌ホームページ内に蓄積することで、様々な分野における研究者や技術者に有用な情報を発信でき、分析化学の発展に貢献できるものと期待しております。分析機器や分析手法の開発・応用に従事されている多くの皆様方からのご投稿をお待ちしております。

記

1. 記事の題目：「技術紹介」
2. 対象：以下のような分析機器、分析手法に関する紹介・解説記事
 - 1) 分析機器の特徴や性能および機器開発に関わる技術、
 - 2) 分析手法の特徴および手法開発に関わる技術、
 - 3) 分析機器および分析手法の応用例、
 - 4) 分析に必要な試薬や水および雰囲気などに関する情報・解説、
 - 5) 前処理や試料の取扱い等に関する情報・解説・注意事項、
 - 6) その他、分析機器の性能を十分に引き出すために有用な情報など
3. 新規性：本記事の内容に関しては、新規性は一切問いません。新規の装置や技術である必要はなく、既存の装置や技術に関わるもので構いません。また、社会的要求が高いテーマや関連技術については、データや知見の追加などにより繰り返し紹介していただいても構いません。
4. お問い合わせ先：日本分析化学会『ぶんせき』編集委員会 [E-mail : bunseki@jsac.or.jp]

知識』を堪能できます。本書は下記 10 章からなり、それぞれに 12 から 14 の話題が集められています。

1. 実験器具に用いられる素材の特徴
2. 分析がかかわる資格
3. 顕微鏡と画像データ処理
4. 最新の web 文献検索データベース
5. ポータブル型分析装置
6. 分析化学と材料物性
7. 分析化学者のための多変量解析入門
8. 土壌分析
9. サンプルング
10. 前処理に必要な器具や装置の正しい使用方法

過去のミニファイルをファイリングしておきたいときに、初学者への参考書をお探しのときに、また、非学会員の方に分析化学会のアピールをしたいときに、ぜひご利用ください。本書はアマゾンオンデマンド出版サービスを利用して出版した書籍ですので、書店には並びません。アマゾンサイトからのネット注文のみとなりますので、ご注意ください。ネットで「ぶんせき再録集」と入力して検索しても、すぐに出てきます。詳しくは「ぶんせき」誌ホームページをご確認ください。

『ぶんせき』再録集 vol. 1 出版のお知らせ

ぶんせき誌の過去記事の有効利用の一環として、記事をまとめて書籍化するという試みを行っています。2021年5月10日に、『ぶんせき』再録集 vol. 1 が出版されました。この巻には、2011年から2020年まで、10年間分の〈ミニファイル〉の記事が詰まっています。たっぷり256ページ、2,750円（税込み）のお値打ち本です。多岐にわたる『知って得する分析化学の豆

ぶんせき 1月号 掲載会社 索引

【ア行】

(株)アmenaテック…………… A5
 (株)エス・ティ・ジャパン…………… 表紙 4

【カ行】

(一社)化学情報協会…………… A2

【サ行】

ジーエルサイエンス(株)…………… 表紙 3
 (株)島津製作所…………… 表紙 2

新コスモス電機(株)…………… A12
 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…………… A3

【ナ行】

日本分光(株) ……………… A1

【ハ行】

ビー・エー・エス(株)…………… A11

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

【ヤ行】

安井器械(株)…………… A4

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

<h2 style="text-align: center;">原子スペクトル分析</h2>	<p>UV吸収のない化合物までしっかりフラクション UVとELSDを内蔵した一体型ダブルトリガー分取装置 日本ビュッヒ(株) 電話 03-3821-4777 https://www.buchi.com/ja</p>
<p>各種水銀測定装置 日本インスツルメンツ(株) 電話072-694-5195 営業グループ https://www.hg-nic.co.jp</p>	<p>高速液体クロマトグラフ Chromaster 5610 質量検出器 (MS Detector) (株)日立ハイテクサイエンス https://www.hitachi-hightech.com/hhs/ E-mail: hhs-info.fy.ml@hitachi-hightech.com</p>
<h2 style="text-align: center;">分子スペクトル分析</h2>	<p>ムロマックミニカラム 精度の高いクロマトグラフィ ムロマックガラスカラム イオン交換反応を可視化 室町ケミカル(株) 電話 03-3525-4792 https://www.muro-chem.co.jp/</p>
<p>FTIR 用アクセサリーの輸入・製造の総合会社 市販品から特注まであらゆるニーズに対応 (株)システムズエンジニアリング https://www.systems-eng.co.jp/ E-mail: info@systems-eng.co.jp</p>	<p>長期保証のイオンクロマトグラフ 装置3年保証 & 陰イオンサブレッサは10年保証 メトロームジャパン(株) 電話 03-4571-1744 https://www.metrohm.jp IC コラム「ご隠居達の IC 四方山話」掲載中!</p>
<p>紫外可視近赤外分光光度計 UH4150 AD+ 高感度分光蛍光光度計 F-7100 (株)日立ハイテクサイエンス https://www.hitachi-hightech.com/hhs/ E-mail: hhs-info.fy.ml@hitachi-hightech.com</p>	<h2 style="text-align: center;">電気化学分析</h2>
<p>リサーチグレードでありながら、ダウンサイジングを追求 フーリエ変換赤外分光光度計 FT/IR-4X 日本分光(株) 電話 042-646-4111(代) https://www.jasco.co.jp</p>	<p>電位差自動滴定装置 カールフィッシャー水分計 最大5検体同時測定, FDA Par11対応, DI 対策も安心 メトロームジャパン(株) 電話 03-4571-1743 https://www.metrohm.jp</p>
<h2 style="text-align: center;">レーザー分光分析</h2>	<h2 style="text-align: center;">質量分析</h2>
<p>レーザーアブレーション LIBS 装置 J200 伯東(株)システムプロダクツカンパニー 電話03-3355-7645 http://www.g5-hakuto.jp E-mail: info@g5-hakuto.jp</p>	<p>MALDI-TOF(/TOF), ESI-QTOF, FT-ICR, LC-MS/MS, GC-MS/MS ブルカージャパン(株) ダルトニクス事業部 電話 045-440-0471 E-mail: info.BDAL.JP@bruker.com</p>
<h2 style="text-align: center;">NMR・ESR・磁気分析</h2>	<h2 style="text-align: center;">熱分析</h2>
<p>NMR スペクトル解析ソフトウェア Mnova (株)リアクト 担当: 化学事業部 梅本 電話 045-567-6633 E-mail: umemoto@react-corp.com https://www.react-corp.com/</p>	<p>小型反応熱量計 SuperCRC 少量で高感度・高精度な反応熱量測定を実現 最適化・スケールアップ・安全性評価 (株)東京インスツルメンツ 電話03-3686-4711 https://www.tokyoinst.co.jp</p>
<h2 style="text-align: center;">クロマトグラフィー</h2>	<h2 style="text-align: center;">分析装置・関連機器</h2>
<p>ナノカラムからセミ分取カラムまで, 豊富なサイズ 逆相 HPLC 用カラム L-column シリーズ GC 用大口径中空カラム G-column 一般財団法人化学物質評価研究機構 クロマト技術部 www.cerij.or.jp E-mail: chromato@ceri.jp</p>	<p>ユニット機器型フローインジェクション分析システム AQLA-700 測定項目やご使用環境にあわせて機器の組合せが可能 (株)アキララボ 電話 042-548-2878 http://www.aqualab.co.jp</p>
<p>ポータブルガス分析装置 XG-100 シリーズ 新コスモス電機(株) 電話06-6308-2111 インダストリ営業本部 www.new-cosmos.co.jp</p>	<p>TD-NMR (-100℃~200℃) ペプチド合成装置 (UV モニタ, IH ヒーティング) マイクロウェーブ・ダイジェスター アステック(株) 東京 03-3366-0811 大阪 06-6375-5852 https://www.astechcorp.co.jp/</p>

<p>XRF分析用ガラスビードの作製及びICP分析のアルカリ融解処理には、高周波溶融装置ビード&フューズサンブラ (株)アmenaテック http://www.amena.co.jp</p>
<p>英国エレメンタルマイクロアナリシス社製 CHNOS 有機・無機・同位体微量分析用 消耗品・標準物質等 アルファサイエンス(株) http://www.alphascience.jp/ 電話 03-3814-1374 FAX 03-3814-2357 E-mail: alpha@m2.pbc.ne.jp</p>
<p>モジュール式ラマンシステム RAMAN-QE 高感度の小型ファイバ分光器、励起用レーザ、各種ラマンプローブを組み合わせたコンパクトなシステムです。励起レーザ選択や光学系のカスタマイズもご相談ください。オーシャンフォトニクス(株) http://www.oceanphotonics.com</p>
<p>電位差自動滴定装置・カールフィッシャー水分計・密度比重計・屈折計・粘度計・水銀測定装置・熱計測機器・大気分析装置・水質分析装置・排ガス分析装置 京都電子工業(株) 東京支店 03-5227-3151 https://www.kem.kyoto/</p>
<p>秒速粉碎機 マルチピースショッカー ディスク容器で岩石・樹脂・生体等の凍結粉碎も可能。分析感度UP、時間短縮、経費節減に貢献。 安井器械(株) 商品開発部 http://www.yasuikikai.co.jp/</p>
<h2>研究室用設備機器</h2>
<p>グローブボックスシステム MBRAUN 社製 有機溶媒精製装置 MBRAUN 社製 (株)ブライト 本社 048-450-5770 大阪 072-861-0881 http://www.bright-jp.com E-mail: info@bright-jp.com</p>
<h2>試薬・標準試料</h2>
<p>認証標準物質 (CRM), HPLC・LC/MS 関連 超高純度試薬 (Ultrapur, Primepure®) 関東化学(株) 電話 03-6214-1090 https://www.kanto.co.jp</p>
<p>研究・産業用の金属/合金/ポリマー/ガラス等 8 万点 取扱サプライヤー GOODFELLOW CAMBRIDGE LTD 日本代表事務所 電話 03-5579-9285 E-mail: info-jp@goodfellow.com https://www.goodfellow-japan.jp</p>
<p>X 線回折実験等に使える『高度精製タンパク質試料』 グルコースイソメラーゼ, αアミラーゼほか (株)コンフォーカルサイエンス 電話 03-3864-6606 http://www.confsci.co.jp</p>
<p>信頼性確保に重要な認証標準物質 (CRM) 標準物質のご用命は シグマアルドリッチジャパン(同) テクニカルサービス 電話03-4531-1140 E-mail: jpts@merckgroup.com</p>
<p>標準物質は当社にお任せください! 海外 (NIST, IRMM, BAS, MBH, Brammer, Alcoa 等) 国内 (日本分析化学会, 産総研, 日環協等) 各種標準物質を幅広く、また、分析関連消耗品も各種取り扱っております。是非、ご相談ください! 西進商事(株) https://www.seishin-syoji.co.jp</p>

<p>RESEARCH POLYMERS (株)ゼネラルサイエンスコーポレーション 電話03-5927-8356(代) FAX 03-5927-8357 https://www.shibayama.co.jp E-mail: gsc@shibayama.co.jp</p>
<p>お求めの混合標準液をサクサク検索! 農薬・動物用医薬品 混合標準液検索システム WEBページで「和光 農薬」で検索! 試薬でお困りの際は当社HPをご覧ください。 富士フィルム和光純薬(株)</p>
<p>薄層クロマトグラフィー (TLC) のリーディングカンパニーとして最高レベルの品質と豊富な担体・サイズ・支持体のプレートをご用意しています。 メルク(株) テクニカルサービス 電話03-4531-1140 E-mail: jpts@merckgroup.com</p>
<h2>書籍</h2>
<p>DNA origami入門 一基礎から学ぶDNAナノ構造体の設計技法— 川又生吹・鈴木勇輝・村田智 共著 B5変判 264頁 定価4,730円 (税込) (株)オーム社 https://www.ohmsha.co.jp</p>
<p>基本分析化学 —イオン平衡から機器分析法まで— 北条正司, 一色健司 編著 B5判 260頁 定価3,520円 (税込) 三共出版(株) 電話03-3264-5711 https://www.sankyoshuppan.co.jp/</p>
<p>専門基礎ライブラリー 新編基礎化学 第2版 藤野竜也・相沢宏明・石井茂・田代基慶 著 B5判 264頁 本文2色 定価2,530円 (税込) 高校レベルの化学から大学の基礎まで無理なく学習できる。 実教出版(株) 電話 03-3238-7766 https://www.jikkyo.co.jp/</p>
<p>Pyrolysis-GC/MS Data Book of Synthetic Polymers 合成高分子の熱分解 GC/MS ハンドブック Tsuge, Ohtani, Watanabe 著 定価31,900円 (税込) 163種の合成高分子の熱分解 GC/MS, また33種の縮合系高分子には反応熱分解 GC/MS も測定したデータ集。 (株)デジタルデータマネジメント 電話03-5641-1771</p>
<p>TOF-SIMS: Surface Analysis by Mass Spectrometry John C. Vickerman and David Briggs 著 B5・定価51,700円 (税込) 二次イオン質量分析法の装置と試料の取扱い, 二次イオン形成のメカニズム, データ解析アプリケーション例など (株)デジタルデータマネジメント 電話 03-5641-1771</p>
<p>Surface Analysis by Auger and X Ray Photoelectron Spectroscopy David Briggs and John T. Grant 著 B5・定価51,700円 (税込) 表面分析に欠かせない AES と XPS 法の原理, 装置, 試料の扱い, 電子移動と表面感度, 数量化, イメージング, スペクトルの解釈など。(SurfaceSpectra, Ltd.) (株)デジタルデータマネジメント 電話 03-5641-1771</p>
<p>改訂6版 分析化学データブック 日本分析化学会編 ポケット判 260頁 定価1,980円(税込) 丸善出版(株) 電話 03-3512-3256 https://www.maruzen-publishing.co.jp</p>
<h2>不確かさセミナー</h2>
<p>不確かさセミナーは、講義と演習を繰り返し全員の解答を確認しつつ進めるので、安心してご受講頂けます。 不確かさ小冊子も無料謹呈中! 日本電気計器検定所 電話03-3451-1205 https://www.jemic.go.jp E-mail: kosyukai-ky@jemic.go.jp</p>



週刊ミニ WEBINAR

皆様の日常業務に少しでもお役に立ち情報を、毎週お届けする日立ハイテクの「週刊ミニWebinar」。

講演をオンデマンドで視聴いただき、質疑応答にはライブでお答えするハイブリット形式となっております。

(一部ライブでの講演、また質疑応答がない講演もございますので、詳細はプログラムをご参照ください。)

いまさら聞けない分析装置・電子顕微鏡の基礎や分析のコツ、分析・解析手法の事例、メンテナンスやライフサイエンス情報なども含めて、毎週木曜日に短時間で開催いたします。

これからも、様々な講演を開催しますので、ご希望のセミナーにお気軽にご参加ください。

1-3 分光光度計でできること

HITACHI Inspire the Next

分光光度計は、白色光を波長ごとに分けて試料に照射し、透過率(吸光度)、反射率等を測定する装置。これらの値を波長ごとにグラフで表したものをスペクトルと言う。試料の光に対する特性が分かる。

✓透過率(吸光度)

入射光 ↓ 試料 ↓ 透過光

メガネの透過スペクトル

Dr(VI)の吸収スペクトル

✓反射率

入射光 ↓ 試料 ↓ 反射光

金属の反射スペクトル

Science for a better tomorrow © Hitachi High-Tech Science Corporation 2020. All rights reserved. 5

25分でわかる!分光光度計の基本!

1 はじめに ~一般的な試料前処理方法~

HITACHI Inspire the Next

試料のトリミング

樹脂包埋

粗研磨

微研磨

イオンミリング (断面ミリング/平面ミリング)

FIB

マイクローム

断面

SEM観察、EDX/WDX分析、EBSD解析

試料内部の構造確認や故障・異物箇所特定などの目的で、断面観察/分析ニーズが高まっているが、材料の複雑化も相まって最適な前処理手法の選定が難しい。イオンミリングの機能拡張により適用可能サンプルの範囲が拡大している。

Science for a better tomorrow © Hitachi High-Tech Science Corporation 2020. All rights reserved. 5

前処理が重要♪SEM 試料前処理のコツと最新技術!
ここまでラクできるイオンミリング☆シ。

プログラムの詳細は ▶

webで行く展示会

ハイテクEXPO

電子顕微鏡・プローブ顕微鏡・分析装置の操作性やメンテナンス方法がひと目でわかる「実感動画」や、分析・観察のコツや製品の使い方を紹介する「プレゼンテーション動画」など350以上のコンテンツを掲載。

オンライン打ち合わせも受付中。

詳細は ▶



迅速凍結粉碎装置 IQ MILL-2070

機器分析の試料前処理に最適 ~ 高分子材料などの粉碎・攪拌・分散に特化 ~

IQ MILL-2070 の特長

● 使いやすいシンプル操作

- ✓ 簡単な操作でサンプルの粉碎が可能

設定項目は、粉碎速度、粉碎時間、サイクル数、待ち時間のみです。回転ノブとタッチパネルで簡単に設定が可能です。

● 短時間で効率的な粉碎

- ✓ 同一プログラムで最大3サンプルの同時粉碎が可能

最大3本の試料容器が収納可能なホルダーを搭載しており、より効率的な粉碎が可能です。

- ✓ パワフルな衝撃と剪断の粉碎力で 粉碎時間を大幅短縮

高速立体 8の字運動による粉碎方式を採用しており、短時間の試料粉碎が可能です。

● 液体窒素での予冷用キットが付属

- ✓ 粉碎前に冷媒（液体窒素等）を用いる試料容器の予冷方式

液体窒素の消費量は500 mL程度と省エネです。

- ✓ 冷媒を使わずに室温でも粉碎可能



IQ MILL-2070

主な仕様

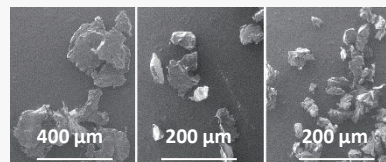
粉碎温度	室温あるいは冷媒（液体窒素等）を用いる試料冷却	
粉碎設定	回転数 (rpm)	50 から 最大 3000 (無段階設定)
	回転時間 (sec)	1 から 60 (1 sec毎)
	回転サイクル間の待ち時間 (sec)	10 から 600 (10 sec毎)
	回転サイクル数	1 から 10 (1サイクル毎)
安全装置	2つのマイクロスイッチと手動ロックの組合せ	
本体寸法、重量	幅 270 x 奥行 350 x 高さ 300 (mm)、約 12 kg	
電源 (50/60 Hz)	AC 100/120V あるいは 200/240 V (400 VA)	

ポリスチレン (20 ペレット, 約 500 mg)

2000 rpm x 60 sec x 1 サイクル

前処理温度

25 °C 0 °C -196 °C



粉碎温度 25 °C

フロンティア・ラボ 株式会社 www.frontier-lab.com/jp 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

分析化学教育用ビデオ(DVD版)

●好評をいただいたビデオシリーズをDVDとしました



好評
発売中

全4巻

監修：公益社団法人日本分析化学会

定価 (各巻)
 [一般] 30,000円 (税別, 送料込)
 [(公社)日本分析化学会会員]
 25,000円 (税別, 送料込)

現在お持ちのビデオを返送いただいた方は
 10,000円 (税別, 送料込)

1巻
17分

容量分析法

容量分析の原理	中和滴定の操作方法
標準溶液の作り方	酸化還元滴定の操作方法
器具の操作方法	滴定の応用



[1巻] 容量分析の原理

2巻
22分

吸光光度分析法

溶液の色は、溶けているものと どんな関係?	精度の高い吸光光度定量を 行うための留意点は?
吸収の大きさと、溶液濃度 及びセルの厚さとの関係は?	吸光光度法の特徴は? どのような所で使われているのか?
吸光度の測定方法と 装置の操作方法は?	



[2巻] 吸光度の測定方法と
装置の操作方法は?

3巻
18分

ガスクロマトグラフ分析法

クロマトグラフィーとは	ガスクロマトグラムの構造
クロマトグラフィーの原理	分析操作
クロマトグラムの読み方	定性分析と定量分析



[3巻] クロマトグラフィーとは



[6巻] プラズマへの試料導入

6巻
27分

ICP 発光分光分析法

発光分光分析の原理	プラズマへの試料導入
発光分光分析装置	スペクトル干渉
ICPについて	分析操作

お問い合わせ・ご注文は

(公社)日本分析化学会 教育用ビデオ係
 〒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

Tel 03-3490-3351
 Fax 03-3490-3572
 Mail dvds@jsac.or.jp

BAS

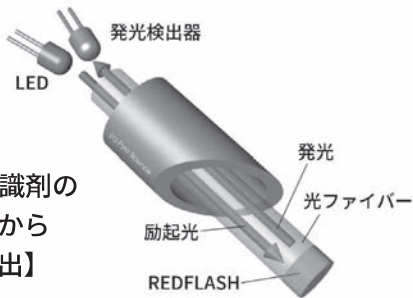
FireSting 酸素モニター

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



- デザインをリニューアル pH測定可能なモデルも追加
- 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
- 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】



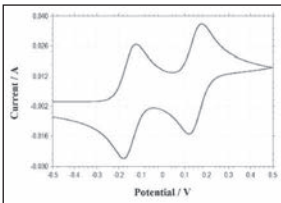
【センサー付きバイアル内部の酸素濃度を外側から測定可能】

分光電気化学測定

BAS SEC2020

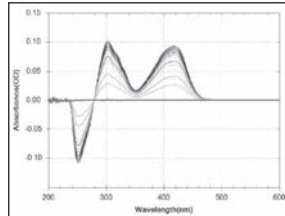


CV測定



※測定データはイメージです。

吸光度測定



+

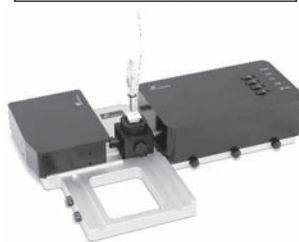
分光電気化学測定とは「分光法」と「電気化学的手法」を組み合わせた測定方法です。

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

● 製品の的外観、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

現場で使えるガスクロマトグラフ 簡単操作で高精度測定

1 簡単操作

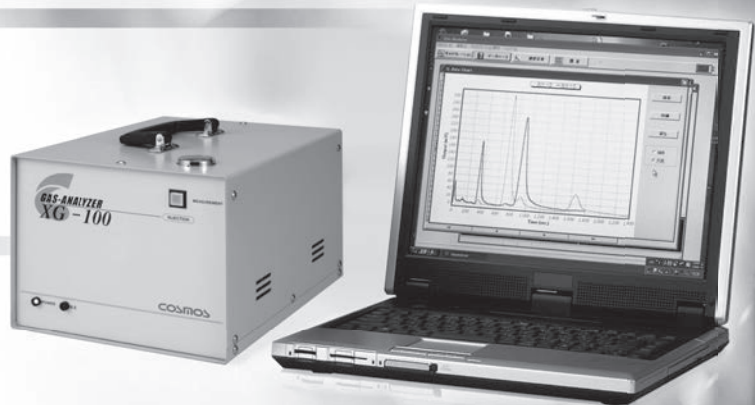
サンプルガス(前処理不要)を直接注入するだけで測定可能

2 高精度測定

当社独自の
金属酸化物半導体式センサで
高精度な分析を実現

3 小型、ポータブル

測定現場への持ち運びが可能な
ポータブルタイプ



ポータブルガス分析装置 XG-100シリーズ

さまざまな用途に対応する豊富なラインナップ!

VOC分析用/XG-100V

硫化物分析用/XG-100S

可燃性ガス分析用/XG-100T

アセトン・アルコール分析用/XG-100E

水素分析用/XG-100H

[都市ガス用]付臭剤濃度分析用/XG-200F

※標準の測定成分以外についてはお問い合わせください。



新コスモス電機株式会社

本社 ■ 〒532-0036 大阪市淀川区三津屋中2-5-4 TEL(06)6308-2111

URL www.new-cosmos.co.jp

東日本営業部
東京 ■ TEL(03)5403-2703
札幌営業所 ■ TEL(011)231-1101
仙台営業所 ■ TEL(022)295-6061
新潟営業所 ■ TEL(025)365-1390
静岡営業所 ■ TEL(054)255-1901
北上出張所 ■ TEL(0198)29-6633
北関東出張所 ■ TEL(048)643-1223
千葉出張所 ■ TEL(043)209-1650
神奈川出張所 ■ TEL(045)473-6451

中部営業部
中津 ■ TEL(052)951-2650
北陸営業部 ■ TEL(076)234-5611
西日本営業部
岡山 ■ TEL(086)6308-2111
広島営業所 ■ TEL(086)435-5087
九州営業所 ■ TEL(082)568-2800
九州出張所 ■ TEL(092)431-1881
京滋出張所 ■ TEL(077)526-8222
姫路出張所 ■ TEL(079)225-8965

シリーズ初

アカデミックキャンペーン

微量試料の精製・濃縮カラム

MonoSpinシリーズ

Solid Phase Extraction Spin Column



- ◆ 期間：2021年11月1日（月）～ 2022年2月28日（月）
- ◆ 対象：学生・教員・教育機関のお客様を対象に、
通常価格の**30% OFF**にて販売いたします。

微量サンプルの迅速前処理が簡易的な操作で可能！

- ・固相抽出マニホールドは持っていないが、サンプルの精製をしたい。
- ・サンプル液量が1mL以下を処理したい。
- ・前処理の経験がない。

本製品は短時間の遠心処理のみで、微量サンプルの前処理が可能な製品です。

ぶんせき 2022年1月号技術紹介に、上手な使い方について掲載しております。
是非ご参照ください。

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



ぶんせき
二〇二二年第一号
(通巻第五六五号)

令和四年一月五日発行(毎月一回五日発行)
昭和五十年三月二十七日第三種郵便物認可

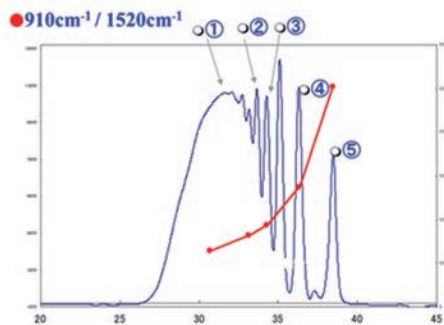
発行所 公益社団法人 日本分析化学会

〒141-0031 東京都品川区西五反田一丁目二十六番二号 五反田サンハイツ三〇四号
電話 (03)3349-1351 振替口座 001180512
FAX (03)3349-1351 定価千円 千九十五円

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

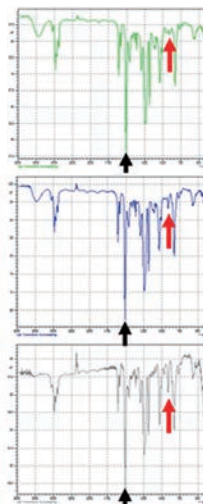
○ピーク②

○ピーク③

○ピーク④

○ピーク⑤

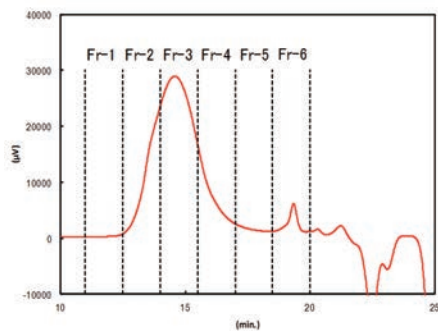
→ ○芳香環
→ ○エポキシ基



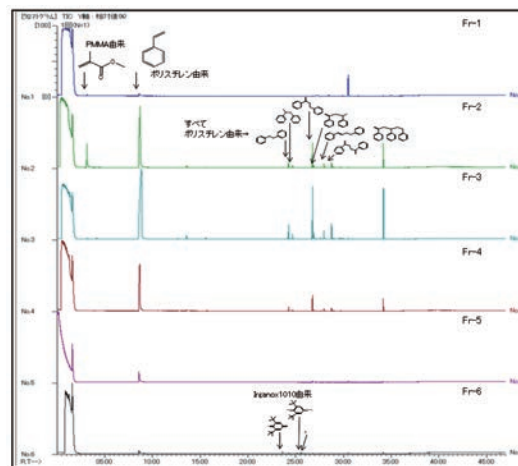
GPC-PyroGC/MS測定

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

株式会社 エス・ティ・ジャパン

URL: <http://www.stjapan.co.jp>

本社/

〒103-0014 東京都中央区日本橋蛸殻町1-14-10

TEL: 03-3666-2561 FAX: 03-3666-2658

大阪支店/

〒573-0094 大阪府枚方市南中振1-16-27

TEL: 072-835-1881 FAX: 072-835-1880

