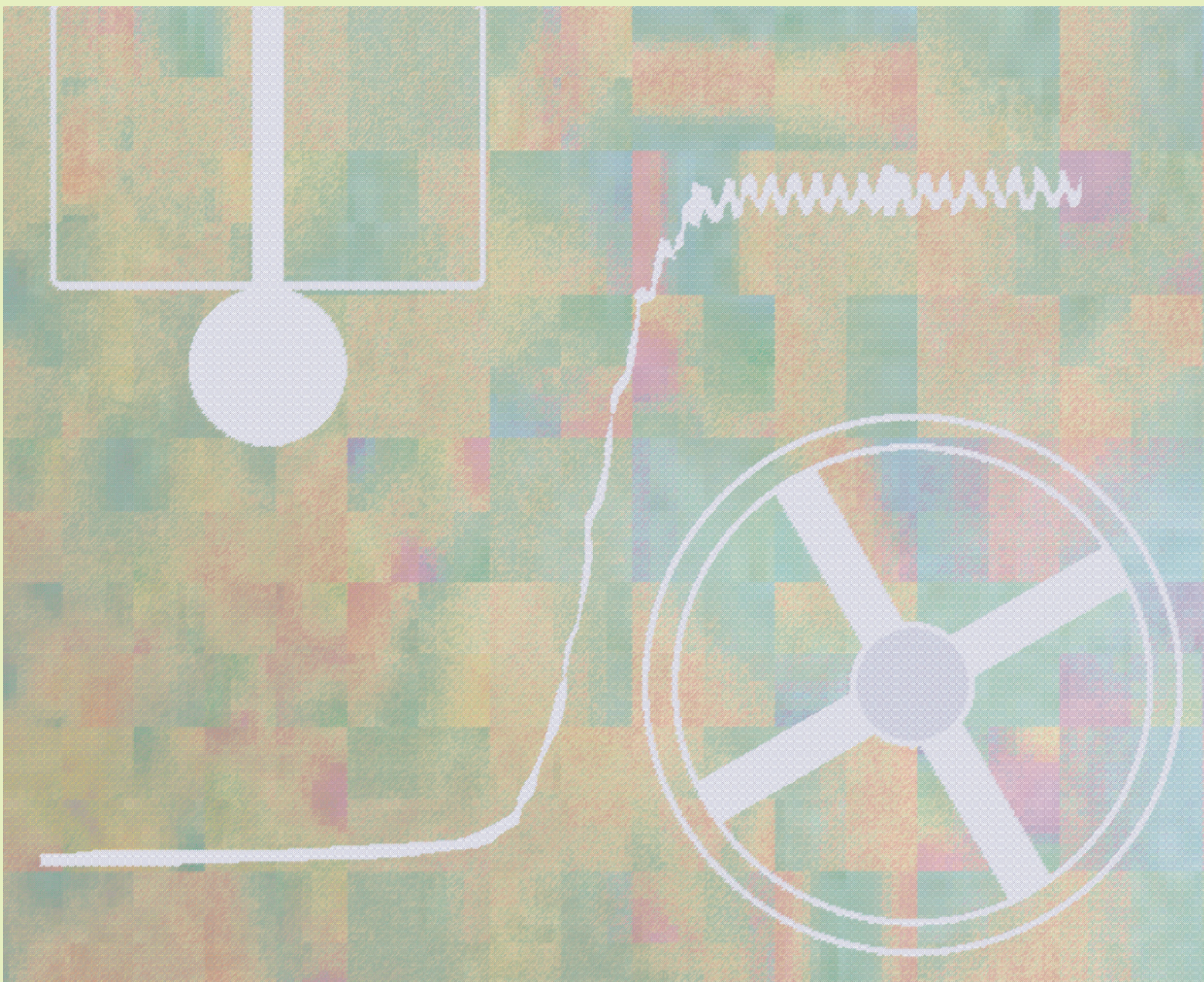


ぶんせき ③

Bunseki 2023

The Japan Society for Analytical Chemistry



赤外ラマン顕微鏡

Infrared / Raman Microscope

AIRsight



Raman and FTIR microscopy In perfect harmony

赤外分光法とラマン分光法

相補的な分子情報を得る2つの分析手法を融合した赤外ラマン顕微鏡
観察から解析まで簡単にできるシンプルなシステムで効率的な分析作業をサポートします。

Same position

サンプルを移動させることなく、
極微小部の同一箇所における観察、
赤外およびラマン測定が可能

Smart software

ソフトウェア上で
赤外測定とラマン測定を
簡単に切り替え可能

Single system

1台分の設置スペースで
赤外測定とラマン測定が可能



ぶんせき Bunseki 2023 Contents 3

目次

とびら	世界ランキングに思う／渡慶次 学 81
入門講座	分離技術：原理から最新技術まで 膜分離／赤松 憲樹 82
解説	NMRによる正しい構造解析に必要な知識と心掛け／越野 広雪 88
ミニファイル	マイクロ・ナノの分析化学 表面加工—マイクロ・ナノ構造形成—／梅村 知也 96
話題	技能試験に使用する統計的方法／鈴木 知道 98
技術紹介	高分子材料への時間領域核磁気共鳴 (TDNMR) 法の活用 ／原 英之 100 2次元 LC および 2次元 LC/MS を用いた 生体分子・バイオ医薬品の分析技術／内藤 厚子 108
トピックス	金属有機構造体を用いた二酸化炭素の蛍光検出／谷嵐 正之 114 海水中の金属-有機配位子錯体の測定における 電気化学的手法の適用とその問題点／黄 国宏 114
こんにちは	東北大学大学院農学研究科食品機能分析学分野を訪ねて ／石川 大太郎 115
リレーエッセイ	名前の話／小椋 康光 117
ロータリー	118 談話室：分析化学的研究と教育／インフォメーション：理事会だより（2022年度第4回）；理事会だより（2022年度第5回）；「分析中部・ゆめ21」若手交流会・第22回高山フォーラム；第378回液体クロマトグラフィー研究懇談会；第58回フローインジェクション分析講演会；第28回 LC&LC/MS テクノプラザ／執筆者のプロフィール

〔論文誌目次〕	125	〔広告索引〕	A5
〔お知らせ〕	M1	〔ガイド〕	A6
〔カレンダー〕	iii		

第83回分析化学討論のお知らせ

第83回分析化学討論会

会期：2023年5月20日（土）～21日（日）

会場：富山大学五福キャンパス



本討論会では、下記の協賛メニューを募集しております

講演プログラム集冊子広告

- ・白黒1頁 ￥70,000（税別）
- ・白黒1/2頁 ￥40,000（税別）

大会ホームページバナー広告

- ・2023年1月～5月 1枠 ￥60,000～￥100,000（税別）
- ・2023年3月～5月 1枠 ￥30,000～￥60,000（税別）

付設展示会

- ・1小間 ￥80,000（税別）
- ・書籍販売 1小間 ￥50,000（税別）

ランチオンセミナー

- ・1枠 ￥150,000（税別） ※お弁当代等の経費は別途。

お問合せ
お申込み

株式会社 明報社

〒104-0061 東京都中央区銀座7-12-4 友野本社ビル
TEL (03) 3546-1337 FAX (03) 3546-6306

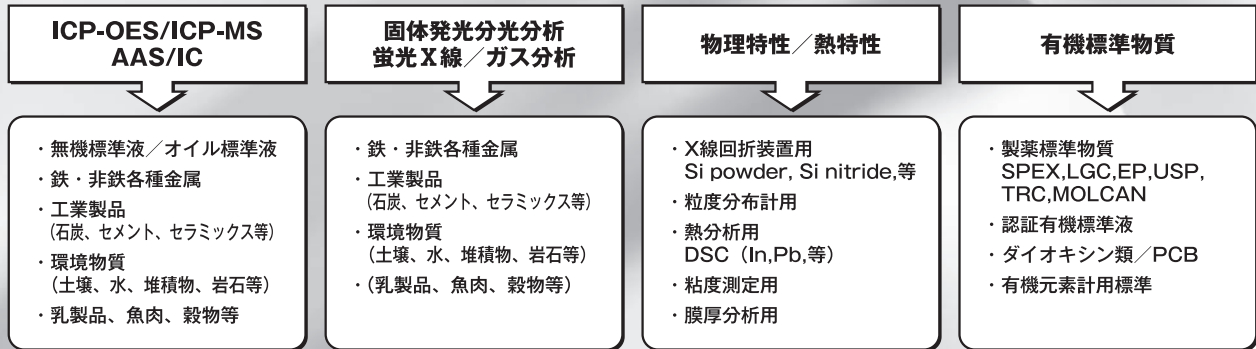
E-mail info@meihosha.co.jp ホームページ <http://www.meihosha.co.jp>

カレンダー

2023 年

3 月	10 日	プラズマ分光分析研究会第 118 回講演会 ―プラズマ分光・質量分析法を用いた バイオイメージングの新展開― [東京大学本郷キャンパス化学本館講堂及び Zoom]……………(1 号 M3)
	16 日	コロイド先端技術講座 2022 ～ソフトマターの「液液」相分離～ [日本大学理工学部駿河台校舎タワー・スコラ]……………(M 4)
	20 日	2023 年度液体クロマトグラフィー (LC) 分析士 初段認証試験 [五反田文化会館]……………(2 号 M1)
	20 日	表面科学セミナー 2023 (実践編) マテリアルインフォマティクスの基礎と情報科学を用いた 実験データ解析 [太田産業プラザ Pio + オンライン]……………(M 4)
	23 日	2023 年度液体クロマトグラフィー (LC) 分析士 二段認証試験 [五反田文化会館]……………(2 号 M1)
	24 日	第 381 回液体クロマトグラフィー研究懇談会 [Zoom オンライン会場]……………(M 2)
	28 日	2023 年度 LC/MS 分析士 初段認証試験 [五反田文化会館]……………(2 号 M1)
	30 日	2023 年度 LC/MS 分析士 二段認証試験 [五反田文化会館]……………(2 号 M1)
4 月	7 日	2023 年度第 1 回近畿支部講演会 [大阪科学技術センター 7 階 700 号室]……………(M 2)
	26 日	公益社団法人日本分析化学会 第 12 回定時総会 [Web 会議 (公益社団法人日本分析化学会会議室)]……………(M 1)
5 月	19 日	第 7 回マイクロ電子天びんセミナー (初心者および中級者のためのはかり取り講習) [オンライン]…(M 2)
	19 日	第 19 回生涯分析談話会へのお誘い [未定]……………(M 3)
	20・21 日	第 83 回分析化学討論会 [富山大学五福キャンパス]……………(M 5)
	30・31 日	第 39 回希土類討論会 [札幌コンベンションセンター]……………(12 号 M3)
	31～6/2 日	電子機器トータルソリューション展 2023 [東京ビックサイト東展示棟]……………(M 4)
6 月	17・18 日	第 20 回ホスト・ゲスト・超分子化学シンポジウム [東京都立大学南大沢キャンパス]……………(2 号 M2)
	22・23 日	第 90 回日本分析化学会有機微量分析研究懇談会・第 122 回計測自動制御学会力学量計測部会・ 第 40 回合同シンポジウム [オンライン]……………(1 号 M2)
	26～28 日	日本顕微鏡学会第 79 回学術講演会 [くにびきメッセ]……………(M 4)
	26～30 日	第 43 回国際分光学会、第 5 回レーザーブレイクダウン分光学アジアシンポジウム Colloquium Spectroscopicum Internationale XLII The 5 th Asian Symposium on Laser Induced Breakdown Spectroscopy [徳島大学]……………(8 号 M8)
7 月	5～7 日	第 60 回アイソトープ・放射線研究発表会 [東京都内会場 (予定)]……………(2 号 M2)
	9～14 日	第 13 回国際膜会議 The 13th International Congress on Membranes and Membrane Processes [幕張メッセ]……………(2 号 M2)
	23～28 日	第 31 回光化学国際会議 31st International Conference on Photochemistry (ICP2023) [札幌パークホテル]……………(9 号 M7)
	25 日	第 33 回環境工学総合シンポジウム 2023 [くにびきメッセ]……………(M 5)
	28・29 日	第 35 回倍バイオメディカル分析科学シンポジウム (BMAS2023) [北海道大学学術交流会館]……………(M 5)
9 月	13～15 日	日本分析化学会第 72 年会 [熊本城ホール]……………(M 1)

各種標準物質 (RM, CRM)



・ PFOS PFOA、塩素化パラフィン類、臭素系難燃剤、RoHs 規制、TSCA 規制など取り扱っております。
・ 核燃料関連 (ウラン、トリウム、プルトニウム) ・ 環境中放射能標準物質などもございます。
お探しの標準物質ございましたら、お問い合わせください。

SPEX社 前処理機 (フリーザーミル・ボールミル)

凍結粉碎機 (Freezer / Mill)

粉碎容器にインバクター (粉碎棒) とサンプルを一緒に入れ、液体窒素にてサンプルを常時凍結させて運転を開始します。
インバクターを磁化させ、往復運動させる事による衝撃でサンプルを粉碎します。
やわらかいサンプルや熱に弱い生体サンプルに最適です。

〈サンプル例〉プラスチック、ゴム、生体サンプルなど、
〈使用例〉ICP, XRF, GC, LCの前処理 DNA/RNAの抽出の前処理

ボールミル (Mixer / Mill)

SPEX独自の8の字運動により、効率的な粉碎、混合が可能。
サンプルに合った粉碎容器、ボールを選択可能。

〈サンプル例〉岩石、植物、錠剤、合金など
〈使用例〉ICP, XRFの前処理 メカニカルアロイイング

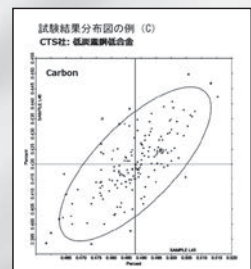


海外技能試験輸入代行サービス

技能試験とは・・・

技能試験提供機関が提供する未知サンプルを分析することによって、分析者の分析技能を測るテストです。
分析能力に関して中立的な評価が得られ、国内外の参加試験所と分析能力の比較が出来ます。
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ございます。
当社はコンプライアンスを遵守し、ノウハウを活かし、輸入の代行を致します。

〈サンプル例〉
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



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

<https://www.seishin-syoji.co.jp/>

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

SmartLab へ



Rigaku

POWERING NEW PERSPECTIVES

高エネルギー分解能ピクセル検出器！

シームレス多次元ピクセル検出器 XSPA-400ER



SmartLab
X-RAY DIFFRACTOMETER

全自動多目的X線回折装置

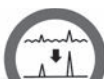


画期的なシームレス多次元ピクセル検出器

0,1,2次元測定可能なピクセル検出器でありながら、高いエネルギー分解能を実現

1 高いエネルギー分解能

✓ 低BG(バックグラウンド)測定を実現



2 ピクセル多次元検出器

✓ 0, 1, 2次元測定が可能



3 広いダイナミックレンジ

✓ 低強度から高強度まで検出可能
✓ 高い直線計数性を実現



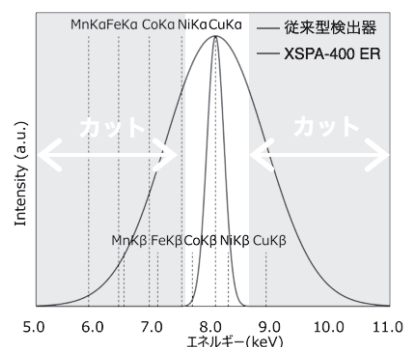
4 フィルターレス測定

✓ Kβフィルターレスの測定が可能



5 多様な測定モード

✓ 目的に応じた測定モード選択
・高強度優先モード
・高角度分解能優先モード
✓ 工具不要の簡便な切替機能



高いエネルギー分解能により、緑色領域内に含まれる遷移金属由来の蛍光X線をカットし、BG成分を低減可能

株式会社 **リガク**

www.Rigaku.com

● 本社 〒196-8666 東京都昭島市松原町3-9-12

代表電話案内 (042)545-8111 FAX.(042)544-9795 e-mail: info-gsm@rigaku.co.jp

● 東京: (03)5312-7077 ● 東北: (022)264-0446 ● 大阪: (072)696-3387

● 名古屋: (052)931-8441 ● 九州: (093)541-5111

ポリマー分析用試料キット

ポリマーサンプルキット205

<1セット 100本入・10-20g/1本>

100本の構成ポリマーは汎用性ポリマー試料だけでなくエンブラ試料も含まれておりますのでIR分析等のライブラリーへの収録にご利用いただけるポリマー分析試料キットです。

スペックとして：引火点・平均分子量・屈折率・ガラス転移点・融解温度等の情報がございます。

100種類の試料の一部試料については入れ替えも可能です。

詳しくはお問い合わせ下さい。



Cap No.	Cat No.	Polymer	Cap No.	Cat No.	Polymer
1	032	Alginate acid, sodium salt	51	184	Polyethylene, chlorinated, 25% chlorine
2	209	Butyl methacrylate/isobutyl methacrylate copolymer	52	185	Polyethylene, chlorinated, 36% chlorine
3	660	Cellulose	53	186	Polyethylene, 42% chlorine
4	083	Cellulose acetate	54	107	Polyethylene, chlorosulfonated
5	077	Cellulose acetate butyrate	55	041	Polyethylene, high density
6	321	Cellulose propionate	56	042	Polyethylene, low density
7	031	Cellulose triacetate	57	405	Polyethylene, oxidized, Acid number 16 mg KOH/g
8	142	Ethyl cellulose	58	136A	Poly(ethylene oxide)
9	534	Ethylene/acrylic acid copolymer, 15% acrylic acid	59	138	Poly(ethylene terephthalate)
10	454	Ethylene/ethyl acrylate copolymer, 18% ethyl acrylate	60	414	Poly(2-hydroxyethyl methacrylate)
11	939	Ethylene/methacrylic acid copolymer, 12% methacrylic acid	61	112	Poly(isobutyl methacrylate)
12	358	Ethylene/propylene copolymer, 60% ethylene	62	106	Polyisoprene, chlorinated
13	506	Ethylene/vinyl acetate copolymer, 9% vinyl acetate	63	037A	Poly(methyl methacrylate)
14	243	Ethylene/vinyl acetate copolymer, 14% vinyl acetate	64	382	Poly(4-methyl-1-pentene)
15	244	Ethylene/vinyl acetate copolymer, 18% vinyl acetate	65	391	Poly(p-phenylene ether-sulphone)
16	316	Ethylene/vinyl acetate copolymer, 28% vinyl acetate	66	090	Poly(phenylene sulfide)
17	246	Ethylene/vinyl acetate copolymer, 33% vinyl acetate	67	130	Polypropylene, isotactic
18	326	Ethylene/vinyl acetate copolymer, 40% vinyl acetate	68	1024	Polystyrene, Mw 1,200
19	959	Ethylene/vinyl alcohol copolymer, 38% ethylene	69	400	Polystyrene, Mw 45,000
20	143	Hydroxyethyl cellulose	70	039A	Polystyrene, Mw 260,000
21	401	Hydroxypropyl cellulose	71	046	Polysulfone
22	423	Hydroxypropyl methyl cellulose, 10% hydroxypropyl, 30% methoxyl	72	203	Poly(tetrafluoroethylene)
23	144	Methyl cellulose	73	166	Poly(2,4,6-tribromostyrene)
24	374	Methyl vinyl ether/maleic acid copolymer, 50/50 copolymer	74	1019	Poly(vinyl acetate)
25	317	Methyl vinyl ether/maleic anhydride, 50/50 copolymer	75	002	Poly(vinyl alcohol), 99.7% hydrolyzed
26	034	Nylon 6 [Poly(caprolactam)]	76	352	Poly(vinyl alcohol), 98% hydrolyzed
27	331	Nylon 6(3)T [Poly(trimethylhexamethylene terephthalamide)]	77	043	Poly(vinyl butyral)
28	033	Nylon 6/6 [Poly(hexamethylene adipamide)]	78	038	Poly(vinyl chloride)
29	156	Nylon 6/9 [Poly(hexamethylene azelamide)]	79	353	Poly(vinyl chloride), carboxylated, 1.8% carboxyl
30	139	Nylon 6/10 [Poly(hexamethylene sebacamide)]	80	012	Poly(vinyl formal)
31	313	Nylon 6/12 [Poly(hexamethylene dodecanediamide)]	81	102	Poly(vinylidene fluoride)
32	006	Nylon 11 [Poly(undecanoamide)]	82	132	Polyvinylpyrrolidone
33	045A	Phenoxy resin	83	103	Poly(vinyl stearate)
34	009	Polyacetal	84	494	Styrene/acrylonitrile copolymer, 25% acrylonitrile
35	001	Polyacrylamide	85	495	Styrene/acrylonitrile copolymer, 32% acrylonitrile
36	376	Polyacrylamide, carboxyl modified, low carboxyl modified	86	393	Styrene/allyl alcohol copolymer, 5.4-6.0% hydroxyl
37	1036	Polyacrylamide, carboxyl modified, high carboxyl modified	87	057	Styrene/butadiene copolymer, ABA block copolymer, 30% styrene
38	026	Poly(acrylic acid)	88	595	Styrene/butyl methacrylate copolymer
39	385	Polyamide resin	89	452	Styrene/ethylene-butylene copolymer, ABA block, 29% styrene
40	688	1,2-Polybutadiene	90	178	Styrene/isoprene copolymer, ABA block
41	128	Poly(1-butene), isotactic	91	049	Styrene/maleic anhydride copolymer, 50/50 copolymer
42	961	Poly(butylene terephthalate)	92	068	Vinyl chloride/vinyl acetate copolymer, 10% vinyl acetate
43	111	Poly(n-butyl methacrylate)	93	063	Vinyl chloride/vinyl acetate copolymer, 12% vinyl acetate
44	1031	Polycaprolactone	94	070	Vinyl chloride/vinyl acetate copolymer, 17% vinyl acetate
45	035	Polycarbonate	95	422	Vinyl chloride/vinyl acetate/maleic acid terpolymer
46	196	Polychloroprene	96	911	Vinyl chloride/vinyl acetate/hydroxypropyl acrylate, 80% vinyl chloride, 5% vinyl acetate
47	010	Poly(diallyl phthalate)	97	395	Vinylidene chloride/acrylonitrile copolymer, 20% acrylonitrile
48	126	Poly(2,6-dimethyl-p-phenylene oxide)	98	058	Vinylidene chloride/vinyl chloride copolymer, 5% vinylidene chloride
49	324	Poly(4,4'-dipropoxy-2,2'-diphenyl propane fumarate)	99	369	n-Vinylpyrrolidone/vinyl acetate copolymer, 60/40 copolymer
50	113	Poly(ethyl methacrylate)	100	021	Zein, purified

ここに記されている他にも数千種類のポリマー試料を取り揃えております。カタログ・資料ご希望およびお問い合わせ等は下記へご連絡下さい。

GSC 株式会社 ゼネラルサイエンスコーポレーション

〒170-0005 東京都豊島区南大塚3丁目11番地8号 TEL.03-5927-8356 (代) FAX.03-5927-8357

ホームページアドレス <http://www.shibayama.co.jp> e-mail アドレス gsc@shibayama.co.jp

NIST/EPA/NIH Mass Spectral Libraries NIST2020(EI & Tandem Libraries)

NIST2017からEI MSで約40,000スペクトル増加し、MS/MSでは17,000以上の化合物（70,000以上のプリカーサイオンの12,000スペクトル）が増加されました。新規に追加された物質にはヒトと植物代謝物、香料、医薬品とその代謝物、毒素、殺虫剤汚染物、工業化学品、石油化学品、界面活性剤、脂質などがあります。

ライブラリーとデータ数

■NIST Mass Spectral Library (EI-MS)

350,643 EIスペクトル (306,869化合物)

■NIST Tandem Mass Spectral Library (MS/MS and MS/MS/MS)

1,300,000 MS/MSスペクトル (31,000化合物の186,000プリカーサイオン)

内訳：

[1,026,712件の低分子/高分解能、215,648件の低分子/低分解能]

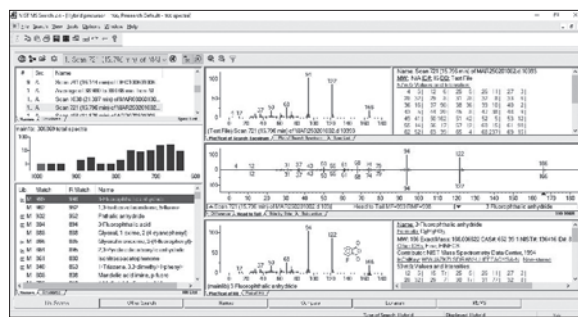
75% (+) 25% (-) / 32% MS2 In-source / 8% MS3 and MS4

■Tandem Library of Biological Peptide (MS/MS)

90,244スペクトル (ペプチド1,904種)

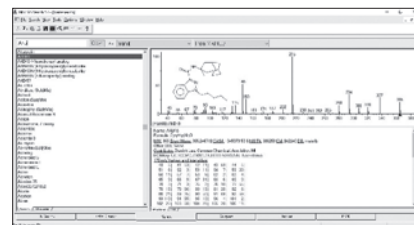
■NIST GC Retention Index Database

447,285 RI (139,498化合物)



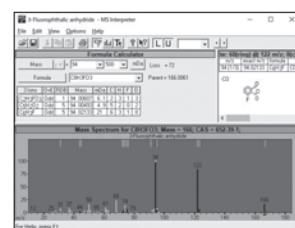
検索エンジンMSSearch.exeの機能

- Unknownマススペクトル (GC/MSファイルも) からの検索
- 化学名、一般名、同義語、整数分子量、精密質量数、CAS番号、NIST番号、ピークのm/z値での検索
- ニュートラルロス表示
- 127個までのライブラリーを同時に検索
- 化学構造式の類似検索
- 化学構造式のクリップボードコピー (MOLFileフォーマット)



検索用プログラムと付随するユーティリティソフトウェア

- MS Search Program, Version 2.4 (NISTフォーマットライブラリーの検索エンジン)
- MS Interpreter (スペクトル解釈支援ツール)
- Lib2NIST (NISTフォーマットのプライベートライブラリーを作成)
- AMDIS32 (ピークデコンボリューション、Agilent/Shimadzu/Micromass/netCDF他の生データの読み込みとMS Searchの自動実行)



使用可能なシステム

■Windows 7/8/8.1/10

価格 (消費税別) 新規 ¥494,000 (1ライセンス)

(NIST 2017/2014/201108/05...からの) アップグレード ¥299,000)

装置メーカーのデータステーション用フォーマット (EI-MSのみ) *追加料金が必要

(★Agilent MassHunter/ChemStation ★Shimadzu GCMS Solution ★Waters Masslynx)

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、小型の筐体であり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、高感度検出器、測定波数拡張、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。試料室は大型装置と変わらない幅 200 mm あり、サードパーティー製を含む大型付属品も使用できます。



Fourier Transform Infrared Spectrometer
フーリエ変換赤外分光光度計

FT/IR-4X

「複合分析」が手軽に

赤外 × ラマン複合分析システム

異物の定性分析に効果的な FTIR とラマン分光光度計の複合分析が、低価格でコンパクトになりました。
赤外／ラマン測定ともに前処理は不要で、試料を動かさずに簡単な操作で測定手法を切換えることができます。



ラマン測定を、手の中に。

PR-1s/PR-1w は、手のひらに収まる超小型ラマン分光光度計です。測定波数範囲とレーザー出力の異なる 2つのモデルをラインアップしています。測定対象の自由度が高く、専用試料室やバイアルホルダーも用意しており、シンプルで手軽なラマン測定を実現します。



Palmtop Raman Spectrometer
パームトップラマン分光光度計

PR-1s/PR-1w

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(内)
FAX 042(646)4120

日本分光の最新情報はこちらから

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

日本分光HP



JASCO

Jasco は日本分光株式会社の登録商標です。
本広告に記載されている装置の外観および各仕様は、
改訂のため予告なく変更することがあります。

世界ランキングに思う



渡 慶 次 学

近年、日本の学術論文の数や注目度の高い論文の数（Top 10 % 論文数と Top 1 % 論文数）の世界ランクが低下している〔文部科学省科学技術・学術政策研究所（NISTEP）：科学技術指標 2022*〕。このニュースは、マスコミにも多数取り上げられたので、多くの方が知っているだろう。注目度の高い論文の数は、Top 10 % 論文数が 12 位（10 年前は 6 位、20 年前は 4 位）、Top 1 % 論文数が 10 位（10 年前は 7 位、20 年前は 4 位）となっており、学術論文の数と同様に世界ランクが低下してきている。この低下の主要因は、研究開発費と研究者数が増加していないことにある。文部科学省が作成した「令和 2 年度科学技術要覧」や NISTEP が作成した「科学技術指標 2021」によると、国立大学法人運営費交付金と競争的資金の総額は近年横ばいとなっている。しかし、運営費交付金は、大学の財政状況によって研究者に配分される額が異なっており、実際多くの大学では研究者への配分額が減少し続けている。そのため大学に所属する研究者は、研究費が横ばいという実感はなく、減少していると感じている。また、大学や公的研究機関の研究者数もほとんど増加していない。一方で、米国、中国、韓国など主要国の研究開発費は増加しており、研究者数も増加している。

現在、日本の学術論文の数は、中国、米国、ドイツ、インドについて世界 5 位であり、2000 年代半ば以降から論文数は約 65000 報（分数カウント法**）でほとんど変わっていない。文部科学省が作成した「大学等におけるフルタイム換算データに関する調査（H20, H25, H30）」によると、大学等教員の全活動に対する研究活動が占める割合は減少している。年々学内業務や研究以外の業務が増えたと感じているのは、筆者だけではない。これらの状況を考えると、論文数が横ばいなのは、むしろよく健闘していると言えるのではないだろうか。2020 年の世界の自然科学系の論文数は約 190 万報であり、10 年前から約 1.7 倍、20 年前から約 2.5 倍増加している。つまり、世界の総論文数が増加して、日本の論文数が横ばいなのだから、確率的には注目度の高い論文の中で日本の占める割合が減少していくのは当然である。

文部科学省や内閣府は、この状況を何とかしたいとさまざまな政策を実施している。現在の日本の置かれている状況を考えると、研究費や研究者数が増加することは考えにくいので、論文数を増加させるのは難しいだろう。そうすると注目度の高い論文の出る確率をあげるしかないと思われるが、どうすれば良いだろうか。筆者は、短期的な成果をあまり求めずに時間をかけて「研究ができる環境」を研究者に与えることが最も近道だと考えている。IT や DX を駆使して、研究活動以外の業務の効率化を図り、研究活動の時間を増やしたい。「研究ができる環境」の実現には、時間だけでなく、継続的に研究できる最低限の研究費（固定費）が必要である。文部科学省や内閣府には、さまざまな政策とともに固定費についても検討してもらいたい。

〔Manabu TOKESHI, 北海道大学大学院工学研究院, 日本分析化学会北海道支部支部長〕

* <https://www.nistep.go.jp/research/science-and-technology-indicators-and-scientometrics/indicators>

** 分数カウント法：1 報の論文が、日本の機関 A と米国の機関 B の共著の場合、日本を 1/2、米国を 1/2 と数える方法。

膜分離

赤松 憲樹

1 はじめに

分析化学を専門とされている読者の皆様にとって、各種溶液を調製するため、水道水から純水・超純水を製造する装置は必須であろう。この装置は逆浸透膜を搭載していることが多い。液体クロマトグラフィーなどの分析前処理ではシリンジフィルターが用いられる。孔径が $0.45\ \mu\text{m}$ 、あるいは $0.22\ \mu\text{m}$ 程度のものがよく用いられるように思うが、これらは精密ろ過膜である。隔膜式溶存酸素計には、酸素透過性の高い薄い膜が用いられている。読者の皆様も、これまであまり意識しておられなかったかもしれないが、研究・業務の中で膜分離技術を利用してきたものと思われる。

膜を用いて気体を分離する技術の研究開発も進んでいるが、紙面の都合上、本稿では液系膜分離に焦点を絞り、膜分離の原理、膜の分類といった基礎的な内容から説明し、膜の透過理論、膜分離プロセスの設計法を紹介する。最後には、最新の膜分離研究について話題を提供する。

2 膜の分類

膜を分類する方法はいくつかあるが、分離対象の大きさに着目して分類すると、大きい方から順に、精密ろ過 (microfiltration, MF) 膜、限外ろ過 (ultrafiltration, UF) 膜、ナノろ過 (nanofiltration, NF) 膜、逆浸透 (reverse osmosis, RO) 膜となる。International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC) では、それぞれ以下のように定義されている¹⁾(下線は著者がつけた)。

MF : pressure-driven membrane-based separation process in which particles and dissolved macromolecules larger than $0.1\ \mu\text{m}$ are rejected

UF : pressure-driven membrane-based separation process in which particles and dissolved macromolecules smaller than $0.1\ \mu\text{m}$ and larger than about $2\ \text{nm}$ are rejected

NF : pressure-driven membrane-based separation process

in which particles and dissolved molecules smaller than about $2\ \text{nm}$ are rejected

RO : liquid-phase pressure-driven separation process in which applied transmembrane pressure causes selective movement of solvent against its osmotic pressure difference

ただし実際は、厳密にこの定義に従った膜の分類はされておらず、 $2\ \text{nm}$ や $0.1\ \mu\text{m}$ といったそれぞれの境界は曖昧である。

膜の孔を「細孔」と呼ぶが、MF 膜は一般に $0.01\sim 10\ \mu\text{m}$ 程度の細孔を有し、懸濁粒子や高分子成分を除去するために用いられる。乳化液滴のように変形するものは例外だが、一般に細孔より大きな粒子等は膜を透過することができない。細孔径と分離対象物質の大きさの関係が分離性を決定する主要因であるため、これを篩機構と呼ぶこともある。UF 膜は MF 膜より小さな細孔を有し、主にタンパクなどの溶解性高分子を除去するために用いられる。MF 膜と同様、細孔径と分離対象物質の大きさの関係が分離性を決定する。ただし UF 膜の細孔の大きさは、「 O nm 」といったサイズではなく、通常は「分画分子量」と言われる指標で表される。分画分子量とは、図 1 に示すように、阻止率が 90% となる溶質の分子量として定義されることが一般的である。たとえば、「この UF 膜の分画分子量は 10 万である」との記載があれば、「この UF 膜は分子量が 10 万の溶質は

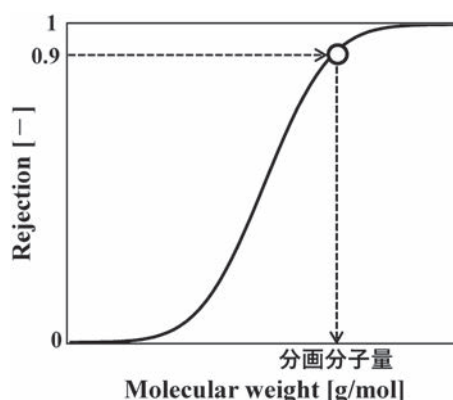


図 1 分画分子量の決定

90%が阻止されるような細孔を有する」という意味である。分画分子量は取り扱いに注意する必要がある。第5項にて詳細に説明する。NF膜はUF膜より小さな細孔を有するが、サイズの効果に加えて、荷電の効果も分離性を決定する大きな要因となる。例えば膜が負に帯電していれば、1価の陰イオンであるCl⁻より2価の陰イオンであるSO₄²⁻が阻止されやすくなる。膜が正に帯電していればその逆である。1価と2価のイオンの分離性を利用して硬水の軟水化などの用途にも適用できる。もちろん電気的中性条件を満足するようにカウンターイオンが透過・阻止されるため、分離挙動は複雑である。敢えてNF膜の細孔径を定量的に記すなら、分画分子量が200～1000程度と説明される。RO膜には非常に緻密な分離活性層が存在し、一般的に細孔は考えない。近年では陽電子消滅法を用いてRO膜の細孔径を評価しようとする試みは存在する。イオンや分子はほぼすべて阻止し、水のみ透過させる。海水淡水化や純水製造に適用できる。

3 デッドエンド方式とクロスフロー方式

図2に示すように、膜ろ過方式は通常、デッドエンド方式（全ろ過方式とも呼ばれる）とクロスフロー方式に分類される。デッドエンド方式は供給液の全量をろ過するもので、供給液中の除去対象物質は膜面に堆積し続け、ろ過の進行とともにろ過性が悪くなる。クロスフロー方式は供給液を膜面に平行に流しながらろ過するもので、供給液の膜面近傍のせん断流れにより除去対象物質の膜面への堆積を抑制できるため、デッドエンド方式

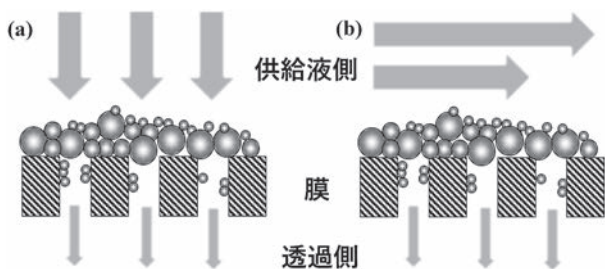


図2 膜ろ過方式 (a) デッドエンド, (b) クロスフロー

と同様にろ過初期はろ過性が悪くなるが、ろ過速度はやがて定常となる。

図3に膜ろ過試験装置の概略を示す。(a)は回分式であり、窒素などの不活性ガスで供給液側を加圧し、透過液を得る。ラボレベルでは膜面近傍を攪拌子を用いて攪拌することが多い。ただし攪拌子が膜面を傷つけないように工夫する必要がある。(b)は流通式であり、供給液をポンプで加圧し膜面に供給する。膜自身の評価を主たる目的とする場合は、膜を透過しなかった液（保持液）と透過液のいずれも原液タンクに戻し、供給液中の濃度を一定に保つこともある。この方式は全循環型ということもある。透過に必要な圧力を評価する場合は、膜セルの前後に圧力計を設置し、この平均値を印加した圧力と扱うことが多い。

4 膜性能と濃度分極

膜性能は通常、フラックス (J_V) と阻止率 (R_{obs}) で議論する。それぞれ以下の式で定義される。

$$J_V = \frac{Q}{A \cdot t} \dots\dots\dots (1)$$

$$R_{obs} = 1 - \frac{C_p}{C_b} \dots\dots\dots (2)$$

ここで Q は膜透過液の体積 [m^3]、 A は膜面積 [m^2]、 t は膜ろ過時間 [s] である。よって J_V の単位は一般的に [$m^3 m^{-2} s^{-1}$] となる。すなわち単位時間あたり、単位膜面積あたりのろ過液体積を表している。フラックスの単位として [$m s^{-1}$] や [$m day^{-1}$] など、ろ過液体積 [m^3] と膜面積 [m^2] が約分された形が用いられることもある。また C_b と C_p はそれぞれ供給液と透過液の濃度である。阻止率を求めただけなら、式(2)から明らかなように、 C_b と C_p の単位は共通であれば [$mol m^{-3}$] でも [ppm] でもよい。

実は阻止率には2種類あり、式(2)で定義されるものは「見かけの阻止率」といわれる。これに対し、以下の式で定義されるものは「真の阻止率 (R , あるいは R_{real} と表記される)」といわれる。

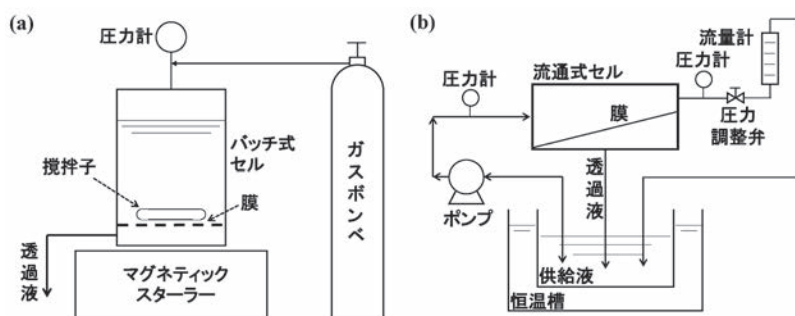


図3 膜ろ過試験装置 (a) 回分式, (b) 流通式

$$R = 1 - \frac{C_p}{C_m} \dots\dots\dots (3)$$

ここで C_m は膜面濃度である。膜分離では C_m と C_b が同じ値とはならない。このことを理解するためには図4に示すように、膜面近傍での物質収支を考えると良い。供給液中にある除去対象物質が濃度 C_b で存在するとき、この物質は膜透過フラックスに運ばれて膜面に到達する。一部は膜を透過するが、一部が膜で阻止されると、除去対象物質が膜面に蓄積する。すなわち膜面での濃度 C_m は C_b より大きくなる。すると膜面近傍で濃度差が生じ、濃度勾配に従い膜面に蓄積された物質が供給液側へ拡散する。これを整理すると、以下の濃度分極式が導かれる。

$$\frac{C_m - C_p}{C_b - C_p} = \exp\left(\frac{J_v}{k}\right) \dots\dots\dots (4)$$

ここで k は物質移動係数 [m s^{-1}] であり、溶質の拡散係数 D [$\text{m}^2 \text{s}^{-1}$] を膜厚 δ [m] で除した値である。 C_m が C_b に比べてどのくらい大きな値となるか、簡単に計算してみよう。海水淡水化用 RO 膜のように塩阻止率が高い膜であれば、 C_p は C_m と C_b に比べて十分小さく、 $C_p = 0$ と見なせる。また $J_v = 1 \times 10^{-5} \text{ m}^3 \text{ m}^{-2} \text{ s}^{-1}$ 、 $k = 2 \times 10^{-5} \text{ m s}^{-1}$ 程度であるので、これらを代入すると $C_m/C_b = 1.6$ となる。一方で、高分子成分を処理する UF 膜

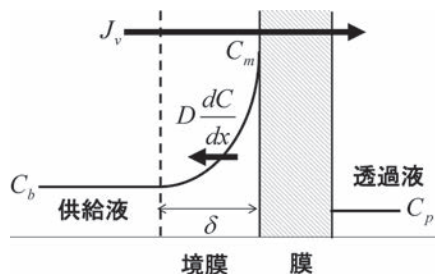


図4 濃度分極の概念図

で、比較のため同様に $C_p = 0$ と見なせる条件で考える。フラックスも同レベルで運転できるが、 D の値が小さくなるため、 k の値も小さくなる。仮に $k = 5 \times 10^{-6} \text{ m s}^{-1}$ とし、これらの値を代入すると $C_m/C_b = 7.4$ となる。膜面濃度が容易に原液濃度の10倍近くになることが分かる。実際、10倍を超えることも頻繁に起こる。よって R_{obs} と R は、このことを理解した上で、正しく使う必要がある。参考までに、式(2)、(3)、(4)を整理すると、 R_{obs} と R の関係を表す式(5)が得られ、濃度分極に支配されていることがよく分かる。

$$R = \frac{\exp\left(\frac{J_v}{k}\right)}{\exp\left(\frac{J_v}{k}\right) + \frac{1}{R_{\text{obs}}} - 1} \dots\dots\dots (5)$$

5 操作条件と膜性能の関係

膜を透過する溶媒のフラックスや溶質の阻止率の定式化は、プロセス設計に必要となる。分離対象の溶質の移動が拡散で取り扱える場合は、非平衡熱力学に基づき、Kedem と Katchalsky が提案し、その後、Spiegler と Kedem が改良した式(6)~(8)を用いる。

$$J_v = L_p(\Delta P - \sigma \Delta \pi) \dots\dots\dots (6)$$

$$R = \frac{\sigma(1-F)}{1-\sigma F} \dots\dots\dots (7)$$

$$F = \exp\left\{-\frac{(1-\sigma)J_v}{P}\right\} \dots\dots\dots (8)$$

ここで ΔP は膜両側の圧力差 [Pa]、 $\Delta \pi$ は膜両側の浸透圧差 [Pa] である。また L_p は純水透過係数 [$\text{m}^3 \text{ m}^{-2} \text{ s}^{-1} \text{ Pa}^{-1}$]、 P は溶質透過係数 [m s^{-1}]、 σ は溶質反射係数 [-] である。これらの膜特性を表す三つのパラメータ L_p 、 P 、 σ は輸送係数とよばれ、膜操作条件に依存しない。式(6)~(8)を用いると、操作条件が膜性能に与える影響が分かる。たとえば、流量が R_{obs} と R に与

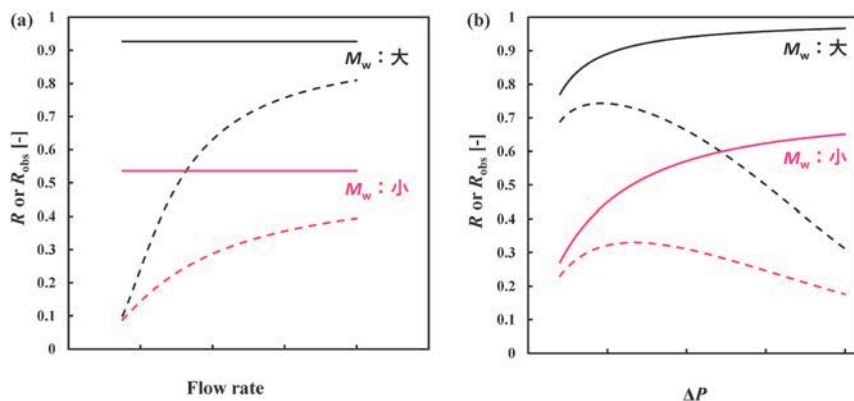


図5 (a) 流量と阻止率の関係、(b) 圧力と阻止率の関係
実線が R 、破線が R_{obs}

える影響は図5 (a) のようになる。Rは流量に依らず一定の値を取るが、 R_{obs} は流量とともに大きくなり、Rの値に漸近していく。これは流量が大きくなると、境膜が薄くなるため、物質移動係数が大きくなり、結果として濃度分極の影響が小さくなるためである。すなわち R_{obs} が流量に依存する値であることが分かる。圧力 ΔP が R_{obs} とRに与える影響は図5 (b) のようになる。 R_{obs} は低圧領域では ΔP とともに大きくなり、極大を取って、小さくなる。Rは ΔP とともに大きくなり、一定の値に漸近していく。 R_{obs} とRはいずれも圧力に依存する値であることが分かる。また式(6)を見ると、溶媒のフラックス J_v が圧力に依存することは自明である。 $\Delta\pi$ は C_m に依存するため、濃度分極の影響を受けることを意味し、このことから J_v は物質移動係数に影響を与える流量に依存することが分かる。すなわち、真の意味で膜自身の性能を表すのは L_p , P , σ であり、 J_v やRは一見すると膜自身の性能を表しているように思えるが、操作条件の影響を受ける、ということをよく理解しておく必要がある。紙面が限られているため詳細は説明しないが、 L_p , P , σ は実験データを解析することで得られる。またUF膜では、これらの輸送係数を膜構造から決定できる「細孔モデル」が知られている²⁾。

第2項でUF膜の分画分子量の取り扱いには注意を要すると記したが、これは上述のように、阻止率が操作条件に依存するためである。つまり、分画分子量が10万と言われる膜を用いて、自分で分子量10万のタンパクを処理したところ、60%しか阻止しなかった、ということが起こり得る。さらに言うと、分画分子量は阻止率が90%となる溶質の分子量と定義する、と説明したが、この阻止率は R_{obs} なのかRなのか明確にされていない。多くの場合は R_{obs} を用いて分画分子量を決定しているようだが、繰り返し記すように、 R_{obs} は操作条件に依存する。膜ユーザーはこのことを正しく理解しておく必要がある。ちなみに、UF膜の分離原理は篩機構であるため、分子量ではなく、溶質のストークス径を利用して細孔径を決定すべき、との指摘は古くから行われているが³⁾、

今も分画分子量が使われている。

式(6)~(8)を使用して操作条件と膜性能の関係を議論できるのは、「溶質の移動が拡散で取り扱える場合」という前提条件を満たしている必要があった。分離対象が粒子(たとえば粒子が0.1 μm 程度以上)である場合、その拡散係数はゼロと見なせるほど小さいため、流体の作用で移動する効果が支配的になる。MFでは、式(6)~(8)を使用することができない。この流体の作用を考慮して膜透過性能を記述する理論は、いまだ確立されていない。筆者らは、膜面近傍の粘性底層において膜面に平行な流体速度に起因するリフトフォースと、膜面に垂直なフラックスに起因するドラッグフォースの釣り合いが、定常状態のフラックスを決定すると考え、新しい理論を提案している⁴⁾⁵⁾。今後、詳細な検討・検証が必要である。

6 膜を用いた濃縮

原液中に溶質が低濃度で含まれており、ここから膜を用いて溶媒を選択的に透過させることができれば、溶質を濃縮できる。一例として、図6 (a) のような回分濃縮プロセスを利用できる。原液を膜に供給し、溶媒は膜を透過させ、膜を透過しない保持液を原液タンクに戻し、所定の濃度まで濃縮するものである。濃縮前の原液体積を V_0 、溶質濃度を C_{b0} とし、時間 t 後に原液体積が V 、溶質濃度が C_b になるとする。定速で濃縮を行い、しかも R_{obs} が C_b に関わらず一定であれば、物質収支を考えると式(9)が得られる。

$$\ln\left(\frac{C_b}{C_{b0}}\right) = -R_{obs} \ln\left(\frac{V}{V_0}\right) \dots\dots\dots (9)$$

式(9)は原液体積濃縮倍率と溶質濃度増加倍率の関係を表しており、図6 (b) のようになる。当然ながら、 R_{obs} が大きな膜を用いることで、効率的な濃縮が可能となる。濃縮に必要な時間は、膜透過液の総体積 ($V_0 - V$) とフラックス、および膜面積から計算できるので R_{obs} が分かれば回分濃縮プロセスが設計できる。

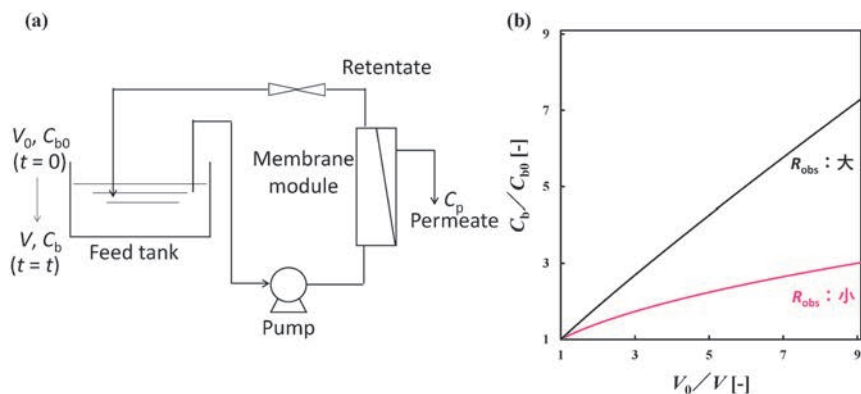


図6 (a) 回分濃縮プロセスフロー図, (b) 原液体積濃縮倍率と溶質濃度増加倍率の関係

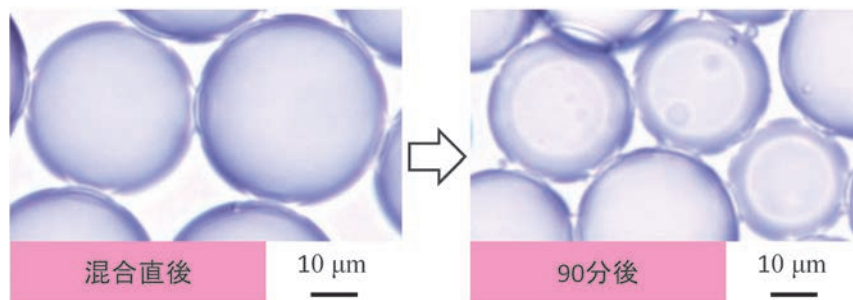


図7 連続相（油相）を介した W/O エマルション間の水移動

近年では、正浸透（forward osmosis, FO）を利用した濃縮も検討されている。溶媒しか透過できない半透膜を介し、濃縮したい溶質を含む原液と、これより高浸透圧を発現する溶液（draw solution, DS）を配すると、化学ポテンシャル差を駆動力として、原液中の溶媒が半透膜を透過して DS 側に移動する。これは原液中の溶質の濃縮が達成されていることを意味し、圧力を印加することなく膜を用いた濃縮を行うことができる。ただし DS は使用すると原液中の溶媒の浸透により希釈されるため、再度 DS として使用するには DS を希釈した溶媒を除去する必要がある。この操作を省エネで行わないと FO を用いた濃縮の利点が活かせず、多くの研究者が、簡便で省エネな操作による DS 再生について研究している。

FO に特化した膜の開発も進んでいるが、水と混和しない油が半透膜として機能し FO による濃縮が可能であることも知られている。たとえば、低浸透圧を発現する水溶液を分散相とする Water-in-Oil (W/O) エマルション A と、高浸透圧を発現する水溶液を分散相とし、A と同じ油を連続相とする W/O エマルション B を混合すると、連続相の油を介して水が A から B に移動する。すなわちエマルション A の分散相中の溶質濃度が高くなる。図7はポリエチレングリコール（PEG）とデキストラン（DEX）を低濃度で含む水溶液を分散相とした W/O エマルションと、塩化ナトリウムを高濃度で含む水溶液を分散相とした W/O エマルションを混合した

様子を示している。時間が経過すると、PEG と DEX が液滴内で水性二相分離している様子が確認できる。これは PEG と DEX を分散相とする W/O エマルションから、塩化ナトリウム水溶液を分散相とする W/O エマルションの液滴側へ、連続相の油を介して水が移動し、PEG と DEX の液滴内濃度が増加したためである⁶⁾。エマルションにおける分散相内の濃縮は、Water-in-Oil-in-Water (W/O/W) エマルションでも可能である。最内相が低浸透圧を発現する水溶液で、最外相が高浸透圧を発現する水溶液の場合、中間相の油を介し、最内相液滴中の水が最外相へ移動する。逆に、最内相が高浸透圧を発現する水溶液であれば、中間相の油を介し、最外相の水が最内相液滴へ移動する。

7 ダイアフィルトレーション

原液中に対象とする溶質に加え、不純物が含まれているとする。膜を用いた処理で、対象とする溶質の阻止率が1で、不純物の阻止率が0であれば、溶質が精製できるだろうか？ 一見すると上手いきそうだが、答えは否で、原液の液量は減り対象となる溶質の濃度は上昇するものの、どれだけ膜処理を進めても原液中の不純物の濃度は変化しない。そこで、図8(a)に示すように、原液中に溶媒を加え、膜分離操作を行うダイアフィルトレーションプロセスが必要となる。ダイアフィルトレーションは、原液量が常に一定となるように、連続的に膜

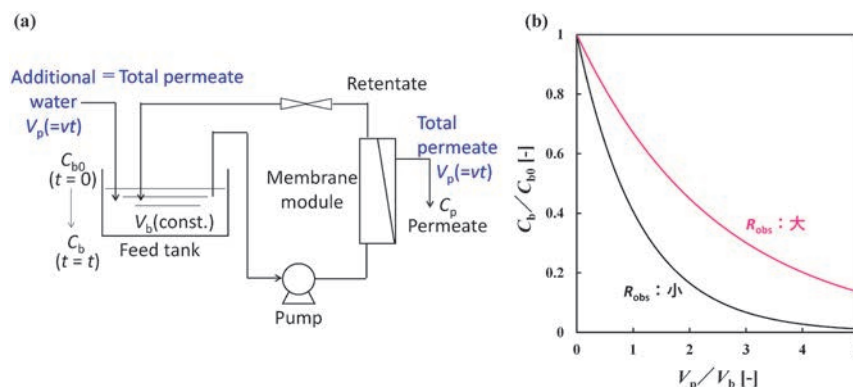


図8 (a) ダイアフィルトレーションプロセスフロー図, (b) 添加溶媒倍率と不純物濃度割合の関係

透過量と同等の溶媒を加える方法と、原液量がある程度減少するまで膜処理を行い、その後溶媒を加え原液量を元に戻す回分法に大別される。連続的な溶媒添加を行う場合、原液体積を V_b 、不純物濃度を C_{b0} 、膜透過速度を v とし、時間 t 後に不純物濃度が C_b になるとする。このとき溶媒の総添加量を V_p とすると $V_p=vt$ である。 R_{obs} が C_b にかかわらず一定であれば、マスバランスを考えると式 (10) が得られる。

$$\frac{C_b}{C_{b0}} = \exp\left\{-\frac{V_p}{V_b}(1-R_{obs})\right\} \dots\dots\dots (10)$$

式 (10) は添加溶媒倍率と不純物濃度割合の関係を表しており、図 8 (b) のようになる。当然ながら、 R_{obs} が小さな膜を用いることで、効率的なダイアフィルトレーションが可能となる。ダイアフィルトレーションに必要な時間は、溶媒添加体積とフラックス、および膜面積から計算できるので、 R_{obs} が分かればダイアフィルトレーションプロセスが設計できる。タンパク溶液中に含まれる有機小分子やイオンなど不純物を除去し精製するプロセスなどで適用できる。

8 膜研究分野の最新動向 (1) ファウリング防止

膜で阻止される物質は、膜面に堆積し、しばしば膜性能を低下させる。例えば、タンパクを含む水溶液を膜で処理すると、タンパクの膜面吸着や細孔閉塞がおこり、透水性が低下する。それとともに阻止率も変化する。このように、膜汚れに伴い膜性能が低下する現象は「ファウリング」とよばれ、多くの膜分離プロセスで問題となる。これまでは、膜面を親水化することでファウリング抑制が可能になる、という考え方が一般的であり、多くの膜開発が行われてきた。近年では、バイオマテリアル開発とのアナロジーを見だし、これに基づく膜開発が行われている。中でも、膜面の水分子の構造・運動性が、タンパクなどの有機物の吸着性に影響を与えるというコンセプトの下、吸着を抑制しやすい水和構造を DSC, NMR, 和周波発生分光法などの分析手法と、分子動力学シミュレーションなどの計算化学手法を併用して明らかにし、理想的な水和構造を有する膜面を実現する試みが行われている。筆者らも、従来の膜作製装置を一切変更せず、上述のような膜面を実現する膜作製手法を提案し、タンパクなどの有機物の吸着性を大きく低減したファウリング防止膜の開発に成功している⁷⁾。

9 膜研究分野の最新動向 (2) 有機溶媒分離

液系膜分離は、水処理をはじめ、水溶液系を対象とした膜開発が行われてきたため、有機溶媒分離用に設計さ

れた膜は基本的に存在しなかった。近年では、化学プロセスでエネルギー消費が大きな蒸留分離を膜分離で代替することを目標に、相変化を伴わない分離が可能な逆浸透膜の開発が行われている。膜素材はゼオライトやシリカといった無機素材から、高分子系素材まで様々な検討が進められている。さらに、第 5 項で紹介した膜透過理論は、水を溶媒とし、有機物やイオンを溶質とした系に対して構築されてきたものであり、有機溶媒混合系に対しては適用できないと考えられている。よって、透過理論の構築も少しずつ進められている。

10 まとめ

本稿では膜の分類、膜分離操作、膜の透過理論、膜プロセスの構築法などの液系膜分離の基礎を中心に解説した。膜分離のメカニズムは非常に単純であるが、ユーザーがその特徴を正しく理解しておかないと、安定した膜分離を達成することは難しい。また現状の膜分離技術は完全ではなく、膜では分離が難しい系も多く存在する。筆者自身は分析化学の専門家ではなく、膜研究者は分析化学研究者の分離に対するニーズを正しく理解していないと思われる。分析化学研究者と膜研究者で情報交換を行うことで、新しい技術の開発に繋がることも充分あり得るだろう。本稿が、分析化学を専門とする皆様にとって、膜分離を分析手法に取り入れるための契機となれば、あるいはその可能性を議論する契機となれば幸いである。

文献

- 1) W. J. Koros, Y. H. Ma, T. Shimidzu : *Pure & Appl. Chem.*, **68**, 1479 (1996).
- 2) S. Nakao, S. Kimura : *J. Chem. Eng. Japan*, **14**, 32 (1981).
- 3) B. G. Zhan, S. Nakao : 化学工学論文集, **19**, 1105 (1993).
- 4) R. Makabe, K. Akamatsu, S. Nakao : *AICbE J.*, **64**, 1760 (2018).
- 5) R. Makabe, K. Akamatsu, R. Tatsumi, O. Koike, S. Nakao : *J. Membr. Sci.*, **621**, 118998 (2021).
- 6) K. Akamatsu, R. Kurita, D. Sato, S. Nakao : *Langmuir*, **35**, 9825 (2019).
- 7) S. Ohno, I. Nakata, R. Nagumo, K. Akamatsu, X. Wang, S. Nakao : *Sep. Purif. Technol.*, **276**, 119331 (2021).



赤松 憲樹 (Kazuki AKAMATSU)

工学院大学先進工学部環境化学科 (〒192-0015 東京都八王子市中野町 2665-1)。東京大学大学院工学系研究科化学システム工学専攻博士課程修了。博士 (工学)。《現在の研究テーマ》環境/エネルギー問題解決に資する膜分離技術の開発。《趣味》観劇。E-mail : akamatsu@cc.kogakuin.ac.jp

NMRによる正しい構造解析に必要な知識と心掛け

NMRによる構造解析は ^1H と ^{13}C NMRの化学シフト値やスピン結合定数の解釈、2次元NMRの解析などによるが、何かを間違えると提案構造は正解構造と異なった結果になってしまう。最近の構造訂正に関する論文から幾つかの事例を題材に、なぜ最初の構造解析に間違いがあったのか、NMRデータのどこが着目すべき鍵なのか、正しい構造解析に必要な知識と心掛けについて解説する。

越 野 広 雪

1 NMRによる構造決定の特徴

1.1 はじめに

NMR (Nuclear Magnetic Resonance, 核磁気共鳴) は応用範囲の広い非破壊分析で、有機化合物の低分子から高分子の構造解析、タンパク質や核酸などの生体高分子の構造解析や分子間相互作用の解析、メタボローム解析、定量分析、物性の解析など利用目的は多様である。ここでは溶液NMRを用いた有機化合物の構造解析に関連し、最近5年以内に構造訂正が報告された化合物に関して、最初の構造解析の際に何故間違ったのか、あるいは鍵になるデータに気がつかなかったのか考察を加えながら、正しい構造解析を行う為に必要な知識と心構えについて解説する。

1.2 NMRから得られる構造情報

NMRでは ^1H NMRの積分情報と ^{13}C NMRの信号の数と炭素種 (CH_3 , CH_2 , CH , C) の基本情報に加え、シフト値から官能基を推定することができれば、ある程度までは分子式の情報が得られる。スピン結合による2次元NMRの相関から ^1H - ^1H , ^1H - ^{13}C のスピンネットワークを解析し、部分構造を構築できる。スピン結合定数 (J 値) は2面角などの角度の影響を受けるので、立体化学の議論が可能である。NOE (Nuclear Overhauser Effect) は空間的に近いスピン間の双極子相互作用による距離情報を提供してくれ、立体化学の決定、立体配座の解析や結合関係の証明に有効である。NMRの測定法は多種多様であるが¹⁾、部分構造の結合を決定する際に汎用されているHMBC (Heteronuclear Multiple-Bond Correlation) について簡単に説明する。 ^1H と ^{13}C や多核とのロングレンジの相関を得る2次元NMRで、 ^1H - ^{13}C HMBCでは通常2結合と3結合の相関が観測され

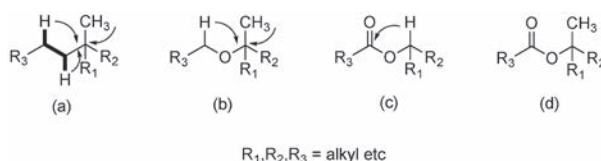


図1 HMBCによる部分構造の結合

矢印はHMBCで観測される ^1H と ^{13}C のロングレンジ相関。(a) 4級炭素のある部分構造。(b) 一方が3級のエーテル。(c) 2級アルコールとのエステル。(d) 3級アルコールとのエステル。

る。芳香環や特殊な系では、4結合やそれ以上の遠隔位の相関も観測できる。4級炭素など水素の結合していない炭素との相関により部分構造の結合関係を明らかにできるので構造解析には不可欠な手法である。

図1の(a)では太線の部分はCOSYなどの ^1H - ^1H の相関で得られる部分構造で、メチル基の結合した4級炭素にHMBCの相関(^1H から ^{13}C への矢印)が観測できれば、4級炭素を介した部分構造の結合が可能である。(b)は3級アルコールとのエーテルの場合で酸素と結合した炭素の一方に水素があれば、酸素を介したHMBCの相関により部分結合を繋げられる。(c)エステルの場合、アルコール側の酸素と結合した炭素に水素があれば、カルボニル炭素への相関を観測できるとエステル結合を構築できる。(d)3級アルコールとのエステルの場合、4結合以上のHMBC相関は通常期待できないので、このようなエステル結合の証明はHMBCではできない。

1.3 NMRの構造解析が難しい場合

溶液NMRによる構造解析において、代表的な難しい例をあげてみる。試料量が極微量の場合、試料の溶解度が極端に悪い場合、高分子の末端など相対的に信号強度が弱い場合、信号がブロードになって相関ピークが観測できない場合など、試料の問題の場合がある。次にNMR信号の分離が悪い場合がある。似た様な構造が複

Expertise in Correct Structure Elucidation by Careful NMR Analysis.

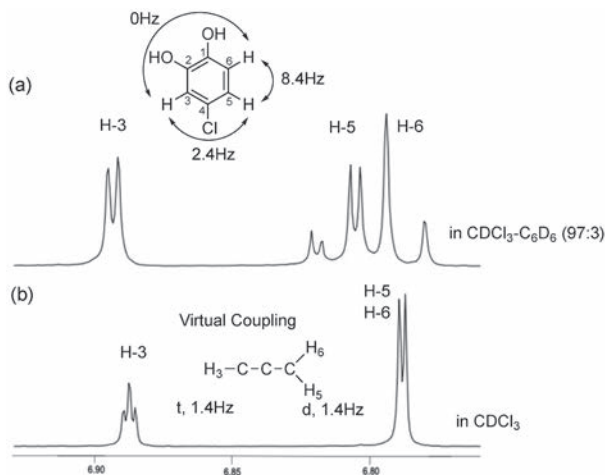


図2 4-クロロカテコールの¹H NMR スペクトルの拡大図
(a) 測定溶媒は重クロロホルムに3% 重ベンゼンを加えた混合溶媒で、正常なスピン結合定数を読み取れる。(b) 測定溶媒は重クロロホルムで1.4 Hzのバーチャルカップリングが観測される。

数ある糖鎖や、対称性の悪い二量体、メチレン鎖が長く、官能基のある部分構造間の相関が得られない場合などがある。単純な化合物でも同じスピン系の信号が偶然重なることもある。図2に4-クロロカテコールの¹H NMR スペクトルを示すが、重クロロホルムに重ベンゼンを3% 加えた混合溶媒では、各信号は分離し(図2-(a))、H-3とH-5にはメタカップリングが2.4 Hz、H-5とH-6にはオルトカップリングが8.4 Hzで分裂し観測される。一方、重クロロホルム中で測定するとH-5とH-6の信号が完全に重なってしまい1.4 Hzのダブルレットとして、H-3は1.4 Hzのトリプレットとして、本来のスピン結合定数(*J*値)より小さな値であるバーチャルカップリングが観測される。スペクトルは示さないが、重ベンゼンの比率が0.5% から1% 付近では信号は複雑な分裂パターンになるし、20% から25% 付近ではH-3とH-5の信号が重なり、異なった複雑なパターンを与える。

2置換の二重結合の幾何異性(*E,Z*)はスピン結合定数で決定できるが、オレフィン部分の信号が重なりスピン結合定数を読み取れない場合がある。見た目から*J*値を小さく見積もってしまい、実際には*E*体であるにもかかわらず、*Z*体として報告していた例もある²⁾。

必要なNMRデータの取得ができて解析が難しい場合がある。¹Hもしくは¹³Cの信号の重なるためにHMBCの相関の解釈を間違えたり、化学シフトから判別する官能基を間違えたり、*J*値やNOEの解釈を間違えて立体化学を間違えたり、質量分析などで予想した分子式が異なり、間違った分子式の情報のもとでNMRの解析を行って正解に辿り着かないなど色々な場合がある。その結果間違った構造決定が数多く報告され、その一部が構造訂正されることになるが、その数の多さと多

様性は最近の総説を参考にしてほしい^{3)~9)}。

2 構造訂正された構造決定の特徴

2.1 構造訂正されないNMRの構造解析のために

NMRデータは同じ部分構造は似たシフト値、スピン結合定数を与えるので、NMRデータの比較は化合物の同定、構造決定において基本的かつ重要なアプローチである。しかし、比較する元の論文において構造が間違っていたら、それと比較して構造決定した場合と同じ間違いを繰り返してしまう。論文に記載されている構造決定やNMRデータの帰属に間違いを見つけるのは構造決定を長年経験しても難しいが、どうすれば良いのであろうか。お勧めすることは、構造解析の根拠を確認する習慣をつけることだと思っている。NMRの解析のみの場合比較によるのか詳細な2次元NMRなどの解析によるのか、X線結晶構造解析があるか、全合成されているかどうか、合成化合物の場合もその構造決定の根拠を確認することが重要である。構造決定とは、すべての可能性のある候補構造の中から一つの正解構造を選別する作業なので、化学シフトやスピン結合定数の矛盾を見出すことは重要になる。構造解析している時に、新規骨格や新規化合物が推定されてくると、その新規性によっては参考になるデータが見つからない場合もよくある。その様な場合には計算化学の手法が有効に利用できる。しかし、解析して得られた部分構造に対してNMRデータが妥当であるか判別するのも膨大な知識が必要になる。この解決策は、可能な限り今検討している化合物もしくは部分構造のNMRシフト値などのデータを検索することである。知識として覚えることより、情報収集と比較を的確に行うことを構造解析の度に繰り返すことを正しく構造解析するために心掛けてほしい。

以下に構造訂正された化合物の最初の構造決定においてどの様な点に気が付けば間違った構造の報告を避けられたのか、筆者のコメントを交えて幾つかの事例を列挙して解説する。やや専門的で細かな構造解析の記述もあるが、図中に示した太い白の矢印は構造訂正されたことを示すもので、NMRの構造解析を専門にしない方には、NMRの解析を間違えると、簡単に間違った構造解析をしかねないということを是非知って欲しい。

2.2 HMBCの解析で構造の間違いが分かる例

最初の提案構造(1)が提唱された論文¹⁰⁾のHMBCスペクトルでは、構造式(2)に示した様にメチレンから窒素が二つ結合しているアミナール炭素への相関の他にカルボニル炭素への相関が認められた(図3)。この構造訂正は合成研究したグループが元の論文のデータより訂正構造(2)を提案し合成で確認された¹¹⁾。HMBCのスペクトルを普通に解析すれば間違えることは無いと思える単純なミスであろう。その他にも、構造はもう少し

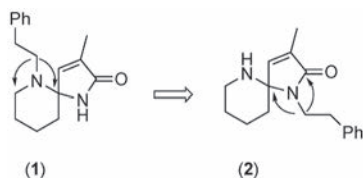


図3 Pandanusine Bの提案構造(1)と訂正構造(2)
メチレンからの矢印は観測が予想されるHMBCの相関. 太い
白の矢印は構造訂正されたことを示す.

複雑だがHMBCの解析を丁寧に行えば間違えないであろう新規構造のテルペン類の構造訂正なども最近報告されている^{12)~13)}.

2・3 HMBCのみでは判別が困難だか¹³C NMRのシフト差が十分にある例

2・3・1 ラクトン環に関する異性体の区別

Fusaraisochromanoneは構造式(3)として既知物質の関連化合物(5)と同時に報告されていたが, その中で構造式(4)の可能性に関しては検討されていなかった¹⁴⁾. 化合物(4)はM. Hashimotoらによって, fusaraisochromanoneよりも先に単離構造決定されており, その構造決定において化合物(3)の可能性も検討されていた.(4)と決定した根拠としては, 2級水酸基がアシル化されることと, 水酸基の隣のダブルレットで観測されるメチル基と芳香環のメチル基との間にNOEが観測されることを指摘している¹⁵⁾(図4). その後, 天然物として報告された提案構造(3)と化合物(4)のNMRデータは一致し, 実際の化合物(3)は化学合成され異なるNMRデータを与えることが確認されている. 何故間違った構造決定をしてしまったのか推察してみたい. 最初に想像するのは同族体(5)も単離していることから, 6員環ラク톤を有する1-イソクロマノン骨格を検討し, 5員環ラク톤の1(3*H*)-イソベンゾフラノン骨格を検討しなかった可能性が高い. 合成された化合物(3)では, ラク톤のメチンからカルボニルにHMBCの相関が観測される. 酸素と結合したメチンと3級炭素の¹³C NMRの化学シフトは合成化合物(3)はCH: 80.1 ppm, C: 72.2 ppm, 化合物(4)はCH: 70.9 ppm, C: 91.3 ppmで大きく異なることも報告されている¹⁶⁾.

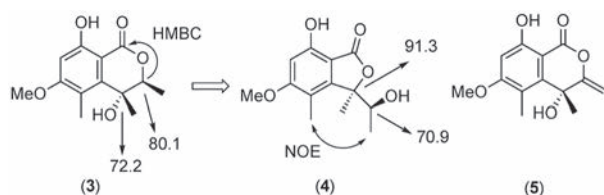


図4 Fusaraisochromanoneの提案構造(5)と訂正構造(6)と関連化合物(7)

酸素官能基のあるメチンと3級炭素の¹³C NMRシフト値と構造決定に重要なHMBCとNOEの相関.

上述のNOEやHMBCの相関の他, 化学シフトの計算など候補構造として, 構造式(3)と(4)を両方検討すれば, 正解に辿り着ける様に思える.

2・3・2 HMBCの3結合と4結合の相関の区別

化合物(6)は西アフリカの本生性ツル植物から単離されたインダノンの提案構造である. この化合物は合成されたが, 天然物とNMRのデータが一致しないため,

フェノールの位置異性体である化合物(7)を合成し, 天然物は訂正構造(7)であることが報告された¹⁷⁾. 構造式(6)に帰属したHMBCの相関はH-5からC-3のカルボニル炭素へ4結合(⁴*J*)の相関が観測されていたことになるが, 訂正構造(7)では, H-4からC-3への3結合(³*J*)の相関が観測されていたという解釈になる(図5). 一方, 構造式(6)でH-7からC-1の³*J*の相関は(7)ではH-6からC-1への⁴*J*の相関であったことになる. 芳香系化合物などでは, ⁴*J*の相関も観測されることはよくあるので, 単純にHMBCスペクトルの相関の有無だけで判断するのは難しいかもしれない. 一般的にはこの様な系では³*J* > ⁴*J*と予想されるので, ³*J*値を求める測定をすることが解決策になる可能性がある. また測定の感度は良くないが¹Hと¹³CのヘテロのNOEを測定することも帰属を確認するには有効である. 例えば提案構造(6)では, H-5からC-HのNOEはC-4に対して期待されるが, 訂正構造(7)では, 相当するH-4からのC-HのNOEはC-3とC-9に期待される. 合成された化合物(6)の¹³C NMRデータを(7)と比較してみると顕著な差が現れるのは, C-8とC-9であった.(7)では, C-8: 137.3 ppm, C-9: 135.9 ppmで二つのシフト差は小さいが, 合成化合物(6)ではC-8: 152.0 ppm, C-9: 121.7 ppmと大きなシフト差が認められる(論文の帰属は上記の様に訂正した). これは置換基効果で容易に説明できる. 置換基の無い1-インダノンの場合, カルボニルのβ位は155 ppm付近の低磁場側に観測される. 芳香環に対する水酸基の置換基効果はオルト位で-12.8 ppm, メタ位で1.4 ppm, パラ位で-7.4 ppmであり, (6)ではC-9が高磁場側の121.7 ppm, (7)ではC-8が1-インダノンよりもC-8が大きく高磁場側の

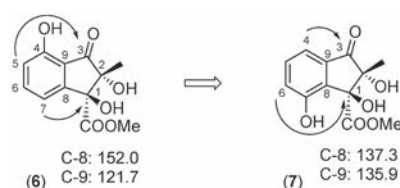


図5 インダノン化合物の提案構造(8)と訂正構造(9)
矢印はHMBCの相関で, (8)には提案構造に対する帰属, (9)には訂正後のHMBC相関の帰属を示す. C-8とC-9の¹³C NMRシフト値は合成品のデータ.

137.3 ppm に観測されることが説明できる。C-1 の置換基の影響は C-8 にはそれなりに大きい可能性があるが、C-9 にはそれ程では無いと予想されるので、簡単な類縁化合物と ^{13}C NMR のシフト値を比較し、置換基効果を考慮することが有効である。もちろん計算化学手法でシフト値や ρ 値の理論値を求め、実測値と比較するのも有効な方法になる。

2.4 類縁体との ^{13}C NMR シフト値の比較が有効な例

2.4.1 Briarellin 類のラクトン環に関する構造訂正

環状ジテルペンのセンブラノイドがさらに複雑に環化した briarellin 類は 3 位と 16 位がエーテル結合した化合物とラクトンになった数多くの同属体が単離構造決定されていた。3 位のアルコールと 16 位がラクトンになった化合物の例として briarellin J (8)¹⁸⁾ と briarellin B (10)¹⁹⁾ の提案構造を図 6 に示す。

これらの構造決定において、ラクトンは 3 位の 3 級アルコールとのエステルのため、HMBC では結合を証明できない部分構造に相当する (図 1-(d) のパターン) ため、NOE の詳細な解析と先行して構造決定されたエーテル型の類縁体²⁰⁾ との NMR データの比較が重要であった。エーテル型の一例として briarellin E (12)²¹⁾ の構造を示す。2010 年に M. T. Crimmins らは briarellin J の提案構造 (8) を全合成し、天然物と NMR データが一致しないことを報告していた²²⁾。その時点では、11 位のメチル基と水酸基の立体化学が briarellin E (12) と同じにした方が説明が付くのではないかと提案していたが、エーテル型の (12) では 11 位のメチル基と 14 位

のメチンの間に NOE が観測されるが、相当する NOE が観測されないことがラクトン型の briarellin 類では 11 位の立体を反転させていた最初の構造決定の際の根拠であり、NOE の解釈に矛盾を残した状況であった。その後、2020 年に A. G. Kutateladze らは、天然物の単離構造決定と合成研究をしたグループとの共同研究として、計算化学の手法を駆使して briarellin J を訂正構造 (9) に、briarellin B を (11) と構造訂正した²³⁾。その他、同族のラクトン体は 16 位のカルボキシ基は 3 位から 11 位に巻き直した構造にすべて訂正された。計算化学のアプローチでは、正解構造を含む候補構造を検討する必要があるため、訂正構造を提案することが難しかったと推察できる。Briarellin J の場合の様に一連の化合物では、3 位も 11 位もラクトン化もしくはアシル化されている化合物が多いので、 ^{13}C NMR でも似たようなシフト値を与える。ここで構造訂正された一連の化合物の NMR データを改めて比較してみると、正解が分かるから見えてくることがあった。Briarellin J では C-3 : 85.4 ppm, C-11 : 81.4 ppm で、briarellin B では C-3 : 73.9 ppm, C-11 : 81.4 ppm である。提案構造 (8) と (10) を比較すると 11 位は (8) ではアセトキシ基、(10) では水酸基なので、アシル化されると置換基効果で (8) の C-11 の方が低磁場に観測されるべきであるが、81.4 ppm と同じシフト値であることが矛盾してくる。一方エーテル型の briarellin E では、C-3 : 76.7 ppm, C-11 : 71.6 ppm と 11 位は高磁場側に観測されている。構造式 (10) と (12) を比較すれば、11 位は立体化学の違いはあるが、似たシフトになることが予想される。アシル化の置換基効果を考えると briarellin B では C-3 は 73.9 ppm でアシル化されていない水酸基が推定でき、C-11 は briarellin B と J で同じく低磁場の 81.4 ppm に観測されているので、訂正構造 (9) と (11) の様に、11 位とラクトン環を形成していることで説明ができる。一つの化合物だけの NMR データだけで解析しても困難なことが予想される複雑な化合物であるが、同族体の NMR データを丁寧に見比べると構造との矛盾が見えてくる例である。ただし、構造の類似性が先行して、その構造にシフト値を合わせて並べていくだけの比較方法では、同じ骨格の同属体と間違って帰属することが連鎖的に生じてしまうので、構造の変化と NMR のシフト値の変化を常にその妥当性を考えながら解析することが重要である。

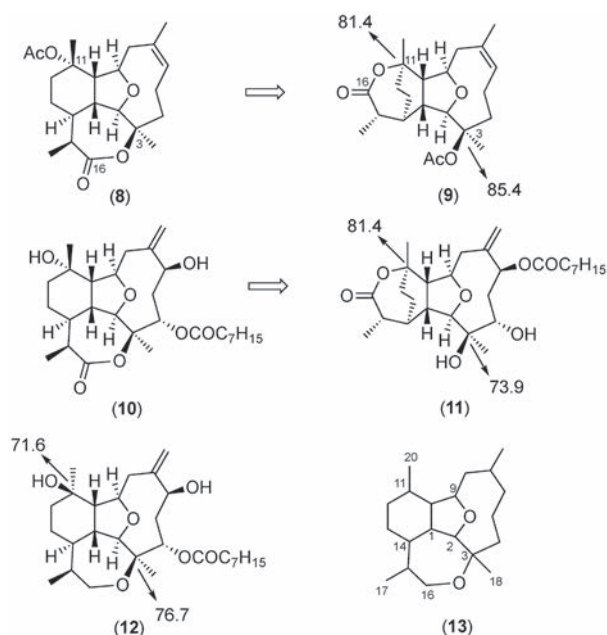


図 6 Briarellin J の提案構造 (10) と訂正構造 (11), briarellin B の提案構造 (12) と訂正構造 (13), および briarellin E の構造 (14) および briarellin の炭素番号 (15) 3 位と 11 位の ^{13}C NMR シフト値を示す。

2.4.2 ステロイド側鎖の 24 位の立体化学の構造訂正

Herbarulide はステロイド骨格の 5 位と 6 位の炭素間の結合が開裂してラクトンになった構造で、側鎖の 24 位が *S* 体である構造 (14) が提唱されていた²⁴⁾。構造解析の際には 24*S* の立体を有する (22*E*)-campesta-4,6,8 (14), 22-tetraen-3-one との NMR のデータとの比較に

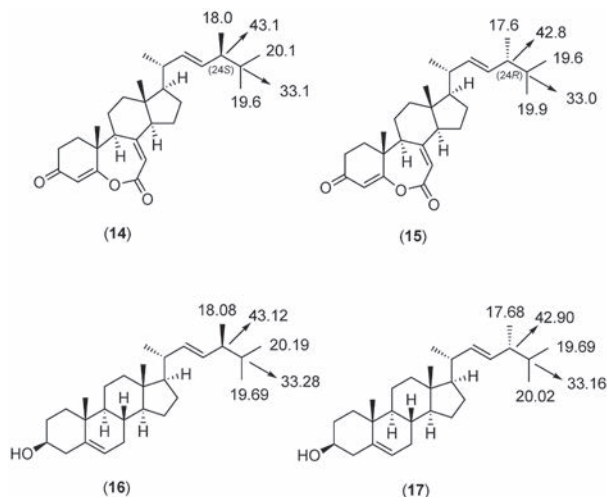


図7 Herbarulideの提案構造(16)と訂正構造(17)および campesta-5,22-dien-3-ol (18)と ergosta-5,22-dien-3-ol (19)の構造とC-24～C-28の ^{13}C NMR化学シフト値

よって、側鎖部分のデータが良い一致を示すことが示されていた。一方で別のグループは fortisterol の構造を 24R の立体を有する構造 (15) と報告した。その構造決定の際には 24R の立体を有する (22E)-ergosta-4,7,8,22-triene-3,6-dione と比較していた。構造決定の上で共に問題なのは 24 位の異性体に関して考察することなく、一方の立体化学の化合物と NMR データの比較をし、良い一致をしたので同じ立体化学と結論づけていたことである (図 7)。

24 位にメチル基あるいはエチル基があるステロール類は ^{13}C NMR のシフト値を比較することで、微妙なシフト差ではあるが立体化学を決定できることが 1978 年の J. L. C. Wright らの論文で報告されている²⁵⁾。Herbarulide の構造決定にはこの論文は引用されていないが、図 7 に示す様に十分に適用できる事が分かる。実際の構造訂正は、herbarulide の提案構造 (14) と fortisterol の提案構造 (15) を合成し、 ^{13}C NMR のデータを比較して herbarulide の訂正構造を (15) と報告している²⁶⁾。合成した標品と天然物の NMR データを比較して構造を確認するのは常套手段ではあるが、合成するにはそれなりの労力も必要なので、化合物 (16) と (17) の様な適切なモデル化合物と比較することでも側鎖の立体化学を間違えることなく構造決定できた例だと言える。

2.5 ^{13}C NMR シフト値の矛盾からの構造訂正

Echinosulfone A と echinosulfonic acid A とその類縁体は海綿の一種から単離され、構造式 (18) と (20) の様な構造が提案された²⁷⁾ (図 8)。その後同じグループが (20) のエトキシ基 (OEt) が水素になった echinosulfonic acid D も単離し安定性の違いから、再度一連の化合物の構造解析を見直し、それぞれの訂正構造 (19)

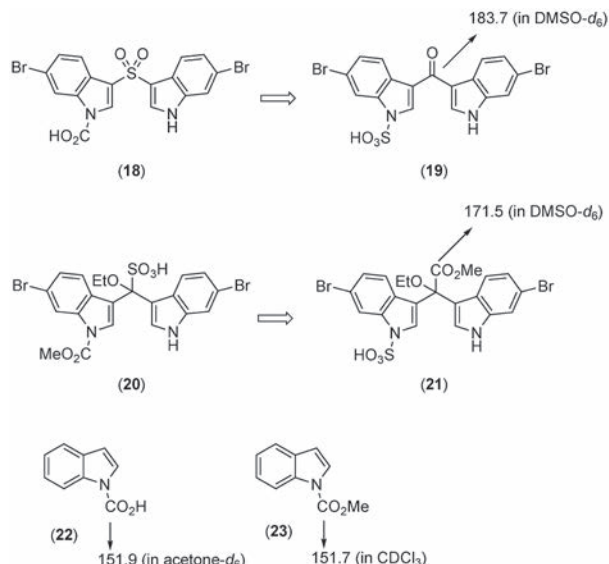


図8 Echinosulfone A の提案構造 (20) と訂正構造 (21)、echinosulfonic acid A の提案構造 (22) と訂正構造 (23) および indole-1-carboxylic acid (24) とメチルエステル (25) の構造とカルボニル炭素の ^{13}C NMR化学シフト値

と (21) を合成して構造訂正が行われた²⁸⁾。最初の提案構造中にあるカルバメートのカルボニル炭素の ^{13}C のシフト値が大きく異なる様に思えたので、indole-1-carboxylic acid (22) とそのメチルエステル (23) の文献値を調べたところ約 152 ppm であった²⁹⁾。少なくとも、このデータと比較すれば最初の提案構造は否定されることは明白なので、他の構造を検討したであろう。

2.6 J 値の矛盾から構造訂正された例

2.6.1 5員環のビシナルカップリングの解釈

Preussochromone D, E, F はカビの一種から単離構造決定された化合物で、preussochromone D は X 線結晶構造解析によって (24) の様に構造決定された。E は F のケトンが水酸基に還元されたもので、F は提案構造 (25) の様に NMR データの解析によって決定された。立体化学の根拠として、H-5 と H-7a の間の NOE などが指摘されている³⁰⁾。最近 preussochromone E と F の提案構造が合成され、天然物と NMR データが一致しないことが分かり、訂正構造を合成することによって縮環部分の 5a 位と 7a 位がトランスの構造から (26) の様にシスの構造に訂正された³¹⁾ (図 9)。H-C-C-H のビシナルカップリング $^3J_{\text{HH}}$ は 2 面角と相関があり、カープラス式として知られ、2 面角が 0° と 180° の時に大きな値になり、 90° 付近では 0 Hz くらいの小さな値になる。5 員環はエンベロープ型やツイスト型の配座をとり、単環の場合にはトランスにある水素間の 2 面角は 180° から 90° 付近まで取りうるので、 $^3J_{\text{HH}}$ は 12 Hz 以上の大きな値から 0 Hz まで取りうる。一方シスの場合には $^3J_{\text{HH}}$ は 0° 付近で 10 Hz 近い大きな値になるが 2 面角は

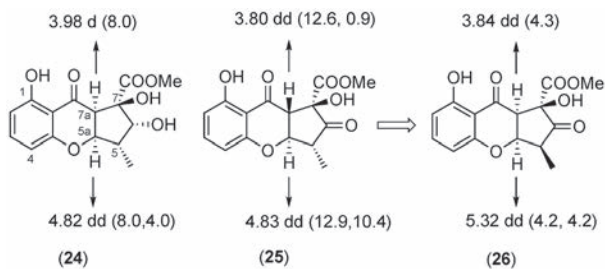


図9 Preussochromone Dの構造(26), preussochromone Fの提案構造(27)と訂正構造(28)および縮合位置の¹H NMRデータ

60°位にはなるが90°にはならないので0 Hzにはならない。6員環と縮合した場合、縮合位がトランスの場合に自由度はなく、2面角は180°付近になるので³J_{HH}は大きな値が予想でき、preussochromone Fの提案構造(25)の様なトランスの場合に³J_{HH}が天然物の実測値の4 Hzになることは考えにくい。実際合成された(25)では³J_{HH}は12 Hz以上の大きな値が観測されている。即ち構造式とJ値を見れば、提案構造に間違いがあることは容易に予想できる。

2・6・2 信号の重なりによりJ値を読み間違えた例

Gnetin Lは重アセトン中で¹H NMRを測定すると4-hydroxy-3-methoxyphenyl基の5位と6位の信号が重なってしまい正しいスピン結合定数を読み取れない為に、小さなJ値をメタカップリングと間違った解釈がされて最初に提案構造(27)が報告されていたが、¹³C NMRのシフト値が明らかにおかしいことから、再単離された化合物について重アセトニトリルで測定することにより、正しい置換様式のJ値が読み取れ、訂正構造(28)と訂正できた³²⁾(図10)。

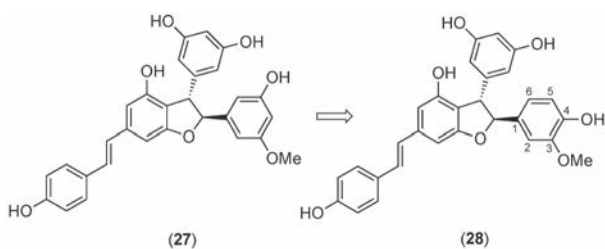


図10 Gnetin Lの提案構造(27)と訂正構造(28)

2・7 立体配置の決定が難しいエポキシドの例

ジテルペン化合物(29)は複数の類縁体と一緒に単離された化合物の一つで、3,4位のエポキシドの立体化学はX線結晶構造解析によって決定された。エポキシドに関するジアステレオマー化合物(30)は3位に二重結合がある化合物からメタククロ過安息香酸(mCPBA)による酸化によって誘導しX線結晶構造解析されてい

る³³⁾。それ以前に報告されていた類縁化合物(31)と(33)は化合物(29)と同じエポキシドの立体化学は同じだがNMRデータは一致しなかった。提案構造(31)の構造決定においてエポキシドの立体化学は1位のH-1 α とMe-3の間にROEが観測された為と報告されていた³⁴⁾。類縁化合物(33)は(31)の文献値とNMRデータの比較で決定されていた³⁵⁾。しかし、立体化学がX線結晶構造解析で確認された化合物(29)と(30)の¹³C NMRデータを図11に示すが、シフト値を比較すると提案構造(31)は訂正構造(32)に、提案構造(33)は訂正構造(34)に訂正された(図11)。構造訂正には、さらに構造式(31)と(32)について計算化学の手法で¹³C NMRデータを評価した結果も報告されている³³⁾。X線結晶構造解析された化合物の立体配座を元に化合物(29)と(32)のA環部分の立体配座と1位メチレンと20位のメチル基の¹H NMRデー

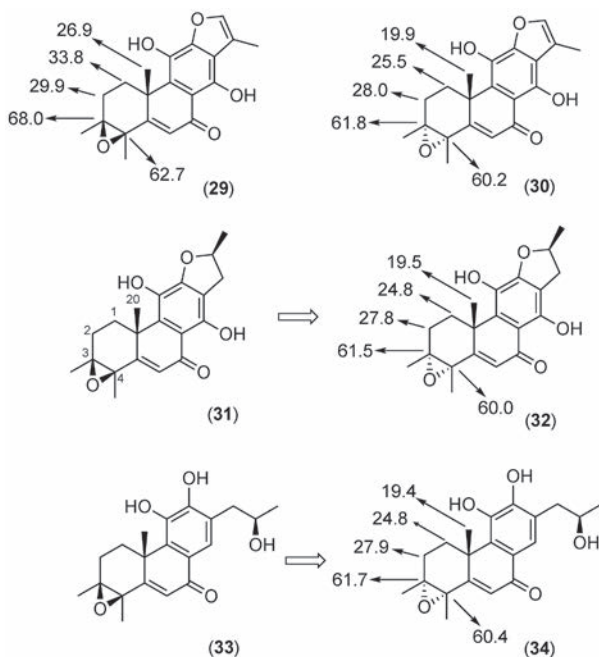


図11 (3*S*,4*R*)-3,4-Epoxyjuforrestine A (31)と(3*R*,4*S*)ジアステレオマー体(32)、類縁体の提案構造(33)と(35)とそれぞれの訂正構造(34)と(36)および、C-1~C-4とC-20の¹³C NMR化学シフト値

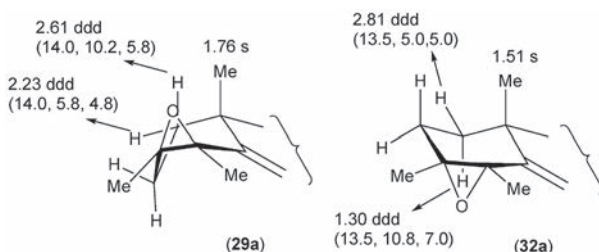


図12 化合物(31)のA環部分のボート型配座(31a)と化合物(34)のA環部分の半イス型配座(34a)。1位メチレンと20位メチル基の¹H NMRデータ

タを図 12 に示した。エポキシドの酸素が β 側でボート型配座の (29a) では 1 位の上側の H-1 β がアキシアルを向いているが、エポキシドの酸素が α 側の半イス型配座の (32a) では 1 位の下側の H-1 α がアキシアルを向いている。3 位のメチル基は両配座でもエカトリアル方向を向いているので 1 位のメチレンとの間に NOE は期待できない様に思われる。エポキシドの立体化学によって、 ^1H NMR も ^{13}C NMR も大きなシフト値の差があり、立体配座の違いの影響が大きい様である。計算化学的に立体配座を予測できれば 1 位の H-1 α と H-1 β の帰属は 20 位のメチル基との NOE の解析を行えば可能なので、エポキシドの立体化学も議論できようである。

4 置換のエポキシドの立体化学の決定は上述の様に難しいが、一般に 3 置換のエポキシドの立体化学の決定も難しい場合が多く、数多くの構造訂正が報告されている³⁶⁾。計算化学的な手法が有効な場合が多いことは指摘しておきたい³⁷⁾。

3 おわりに

構造訂正に関する論文を読むと、元の構造解析の論文の NMR データを再解析することで問題を解決できる場合も少なくない。その意味では、PDF などのデータ処理済みのスペクトルのみではなく、NMR の生データを保存しておくことも重要である³⁸⁾。NMR による構造解析において、すべての候補構造から矛盾するものを除いていく場合、NMR データのうち、 ^1H または ^{13}C のシフト値、スピン結合定数、NOE、HMBC の相関などの矛盾を考えていく。基本的にはひとつでも矛盾すれば除外して良いのだが、シフト値の矛盾が許容範囲なのかどうかを判断するためには、類似構造とそのシフト値を調べて丁寧に確認することが重要である³⁹⁾⁴⁰⁾。候補構造がすべての NMR データを満足するという結論に一度達すると、そこから他の構造を検討することは困難な場合が多い。本解説が、常に思い込みや先入観に囚われないで構造解析に取り組み、間違った構造解析を増やさないための参考になれば幸いである。

文 献

- 1) B. Braun, H.-O. Kalinowski, S. Berger: "150 and More Basic NMR Experiments", (1998), (WILEY-VCH).
- 2) S. Takahashi, H. Satoh, Y. Hongo, H. Koshino: *J. Org. Chem.*, **72**, 4578 (2007).
- 3) M. W. Ha, J. Kim, S.-M. Paek: *Mar. Drugs*, **20**, 171 (2022).
- 4) S.-M. Shen, G. Appendino, Y.-W. Guo: *Nat. Prod. Rep.*, (2022). DOI:10.1039/d2np00023g.
- 5) B. K. Chhetri, S. Lavoie, A. M. Sweeney-Jones, J. Kubanek: *Nat. Prod. Rep.*, **35**, 514 (2018).
- 6) P. D. Brown, A. L. Lawrence: *Nat. Prod. Rep.*, **34**, 1193 (2017).
- 7) T. L. Suyama, W. H. Gerwick, K. L. McPhail: *Bioorg. Med. Chem.*, **19**, 6675 (2011).
- 8) M. E. Maier: *Nat. Prod. Rep.*, **26**, 1105 (2009).
- 9) 越野広雪: 日本核磁気共鳴学会機関誌, **9**, 8 (2018).
- 10) Y.-B. Cheng, H.-C. Hu, Y.-C. Tsai, S.-L. Chen, M. El-Shazly, M. G. Nonato, Y.-C. Wu, F.-R. Chang: *Tetrahedron*, **73**, 3423 (2017).
- 11) D. Kalaitzakis, K. Daskalakis, M. Triantafyllakis, M. Sofiadis, G. Vassilikogiannakis: *Org. Lett.*, **21**, 5467 (2019).
- 12) D. Gan, C.-Y. Wang, C.-Z. Li, L. Zhu, Z.-R. Zhang, H. Ding, L. Cai, Z. T. Ding: *J. Nat. Prod.*, **85**, 828 (2022).
- 13) Y. Mogi, K. Inanaga, H. Tokuyama, M. Ihara, Y. Yamaoka, K. Yamada, K. Takasu: *Org. Lett.*, **21**, 3954 (2019).
- 14) S. Boonyaketguson, K. Trisuwan, B. Bussaban, V. Rukachaisirikul, S. Phongpaichit: *Tetrahedron Lett.*, **56**, 5076 (2015).
- 15) W. C. Tayone, M. Honma, S. Kanamaru, S. Noguchi, K. Tanaka, T. Nehira, M. Hashimoto: *J. Nat. Prod.*, **74**, 425 (2011).
- 16) T. Ohashi, S. Hosokawa: *Org. Lett.*, **20**, 3021 (2018).
- 17) Y. Ishii, M. Ota, S. Kamo, S. Tomoshige, K. Tsubaki, K. Kuramochi: *Tetrahedron Lett.*, **61**, 151494 (2020).
- 18) C. A. Ospina, A. D. Rodríguez, E. Ortega-Barria, T. L. Capson: *J. Nat. Prod.*, **66**, 357 (2003).
- 19) A. D. Rodríguez, O. M. Cobar: *Tetrahedron*, **51**, 6869 (1995).
- 20) A. D. Rodríguez, O. M. Cobar: *Tetrahedron*, **49**, 319 (1993).
- 21) A. D. Rodríguez, O. M. Cobar: *Chem. Pharm. Bull.*, **43**, 1853 (1995).
- 22) M. T. Crimmins, M. C. Mans, A. D. Rodríguez: *Org. Lett.*, **12**, 5028 (2010).
- 23) T. A. Holt, D. S. Reddy, D. B. Huple, L. M. West, A. D. Rodríguez, M. T. Crimmins, A. G. Kutateladze: *J. Org. Chem.*, **85**, 6201 (2020).
- 24) K. Krohn, C. Biele, H.-J. Aust, S. Draeger, B. Schulz: *J. Nat. Prod.*, **62**, 629 (1999).
- 25) J. L. C. Wright, A. G. McInnes, S. Shimizu, D. G. Smith, J. A. Walter, D. Idler, W. Khalil: *Can. J. Chem.*, **56**, 1898 (1978).
- 26) F. L. Duecker, R. C. Heinze, M. Mueller, S. Zhang, P. Heretsch: *Org. Lett.*, **22**, 1585 (2020).
- 27) S. P. B. Ovenden, R. J. Capon: *J. Nat. Prod.*, **62**, 1246 (1999).
- 28) P. Neupane, A. A. Salim, R. J. Capon: *Tetrahedron Lett.*, **61**, 151651 (2020).
- 29) A. Ueno, Y. Kayaki, T. Ikariya: *Organometallics*, **33**, 4479 (2014).
- 30) F. Zhang, L. Li, S. Niu, Y. Si, L. Guo, X. Jiang, Y. Che: *J. Nat. Prod.*, **75**, 230 (2012).
- 31) M. P. Beller, S. Ivlev, U. Koert: *Org. Lett.*, **24**, 912 (2022).
- 32) H. Tani, H. Koshino, T. Taniguchi, M. Yoshimatsu, S. Hikami, S. Takahashi: *ACS Omega*, **5**, 12245 (2020).
- 33) X. Peng, Q. Tan, L. Wu, D. Wu, J. Xu, H. Zhou, Q. Gu: *J. Nat. Prod.*, **85**, 1808 (2022).
- 34) W.-X. Wang, J. Xiong, Y. Tang, J.-J. Zhu, M. Li, Y. Zhao, G.-X. Yang, G. Xia, J.-F. Hu: *Phytochemistry*, **89**, 89 (2013).
- 35) T. Murata, Y. Ichikawa, E. Saruul, E. Selenge, K. Sasaki, K. Umehara, F. Yoshizaki, J. Batkhuu: *Phytochemistry*, **130**, 152 (2016).
- 36) A. G. Kutateladze, D. M. Kuznetsov, A. A. Beloglazkina, T. Holt: *J. Org. Chem.*, **83**, 8341 (2018).
- 37) K. Inose, K. Tanaka, T. Yamada, H. Koshino, M. Hashimoto: *J. Nat. Prod.*, **82**, 911 (2019).
- 38) J. McAlpine, S.-N. Chen, A. Kutateladze, J. B. MacMillan, G. Appendino, A. Barison, M. A. Beniddir, M. W. Biavatti, S. Bluml, A. Boufridi, M. S. Butler, R. J. Capon, Y. H. Choi,

- D. Coppage, P. Crews, M. T. Crimmins, M. Csete, P. Dewpriya, J. M. Egan, M. J. Garson, G. Genta-Jouve, W. H. Gerwick, H. Gross, M. K. Harper, P. Hermanto, J. M. Hook, L. Hunter, D. Jeannerat, N.-Y. Ji, T. A. Johnson, D. G. I. Kingston, H. Koshino, H.-W. Lee, G. Lewin, J. Li, R. G. Linington, M. Liu, K. L. McPhail, T. F. Molinski, B. S. Moore, J.-W. Nam, R. P. Neupane, M. Niemitz, J.-M. Nuzillard, N. H. Oberlies, F. M. M. Ocampos, G. Pan, R. J. Quinn, D. S. Reddy, J.-H. Renault, J. Rivera-Chavez, W. Robien, C. M. Saunders, T. J. Schmidt, C. Seger, B. Shen, C. Steinbeck, H. Stuppner, S. Sturm, O. Tagliatalata-Scafati, D. J. Tantillo, R. Verpoorte, B.-G. Wang, C. M. Williams, P. G. Williams, J. Wist, J.-M. Yue, C. Zhang, Z. Xu, C. Simmler, D. C. Lankin, J. Bisson, G. F. Pauli : *Nat. Prod. Rep.*, **36**, 35 (2019).
- 39) F. Li, Z. Zhang, G. Zhang, Q. Che, T. Zhu, Q. Gu, D. Li : *Org. Lett.*, **20**, 1138 (2018).

- 40) F.-Y. Yuan, F. Xu, R.-Z. Fan, W. Li, D. Huang, G.-H. Tang, T. Yuan, L.-S. Gan, S. Yin : *J. Org. Chem.*, **86**, 7588 (2021).



越野 広雪 (Hiroyuki KOSHINO)

国立研究開発法人理化学研究所 環境資源科学研究センター 技術基盤部門 分子構造解析ユニット (〒351-0198 埼玉県和光市広沢 2-1). 北海道大学大学院農学研究科博士課程修了. 農学博士. 《現在の研究テーマ》化学シフト予測システム CAST/CNMR の構造訂正への応用. 《主な著書》“改定 6 版 分析化学データブック”, 日本分析化学編, 丸善出版. 《趣味》テニス.
E-mail : koshinoi@riken.jp

新刊紹介

資源・エネルギー工学要論 (第4版)

世良 力 著

私たちの生活と密接に関わる資源・エネルギー問題の要点をまとめた「資源・エネルギー工学要論」は、1999年に初版が発行され、本書は第4版である。“エネルギー問題は地球と人類の将来を支配する問題”であり、すべての人がエネルギーに関する正しい知識と理解をもち、エネルギー利用の思想の確立と着実な実行に努めることが、明るい未来を実現するために不可欠である。第1章ではエネルギーに関する基礎的事項、エネルギー資源の概況、世界と日本のエネルギー事情について、第2章では化石燃料エネルギーの実態について、第3章では電力の利用について、第4章では自然エネルギーとその課題について、第5章では原子力エネルギーについて、そして第6章では資源保護、地球環境問題のために努力しなければならない省エネルギーについて解説されている。本書第4版では、地球温暖化に対応するさまざまな動向を加味し、大部分のデータを更新するなど抜本的改訂が行われている。エネルギー資源の持続的利用の実現に向けて、最新動向と将来展望・課題をデータを用いてわかりやすく解説されており、資源・エネルギーに関する正しい理解に役立つ1冊となるであろう。

[ISBN978-4-8079-2037-2・A5判・232ページ・
2,700円+税・2022年刊・東京化学同人]

無機化学の基礎

田中 勝久 著

本書は、大学の学部1, 2年生向けにまとめられた無機化学の教科書で、基礎的事項について、その根底から簡潔にわかりやすく解説されている。本書は二色刷りで、重要な箇所にはアンダーラインやマーキングなどがされており、無機化学を学び始めた学生への配慮がなされている。また、側注には、初年次学生には分かりにくそうな用語の説明が施されており、中にはイラスト付きのものもある。さらに、発展的な内容や、無機化学にかかわるエピソードについては、コラムとして紹介されている。章立てについては、比較的オーソドックスなものとなっており、1章では、無機化学が扱う事象に関して概論、2章以降では、無機化学における重要な事項である原子の構造と性質、化学結合、分子の構造、結晶の構造の性質、酸と塩基、酸化と還元、元素と単体ならびに化合物の各論、錯体の構造と性質について述べている。また、知識の確認ならびに応用力を養うために各章には例題と練習問題が掲載されており、本書は、教員にとっても教えやすい教科書になるであろう。

[ISBN978-4-8079-2013-6・B5判・224ページ・
2,800円+税・2022年刊・東京化学同人]

表面加工—マイクロ・ナノ構造形成—

1 はじめに

マイクロ化学分析システム (μ -TAS) あるいは Lab-on-a-chip と呼ばれる研究が注目されて 30 年以上が経過した¹⁾。その間に微細加工技術も様々な進化を遂げ、流路の形成に留まらず、流路内に様々な構造体を構築することも可能となっている。マイクロ・ナノ構造形成と言えば、フォトリソグラフィやエッチングといった、いわゆる半導体微細加工技術を思い浮かべることが²⁾³⁾、それらはすでに多くの優れた総説があるので、本稿では、モノリスカラム技術や水熱合成法など、私がこれまで取り組んできた、誰もが簡単に作製できる液相プロセスを中心に紹介する。

2 モノリスカラム

2.1 モノリスカラム技術

Manz⁴⁾らによって μ -TAS の概念が提唱されたのとはほぼ同時期に、分離分析の分野では、Svec⁵⁾らによって実用に供するレベルの有機ポリマー製のモノリスカラムの調製法が示された。細管内にモノマー溶液（種溶液）を封入し、その中で重合反応を進めると、沈殿、析出してきたポリマーが骨格を形成し、溶媒部分が孔（流路）となる、というのがおおよその流れである。このモノリスカラム技術は、これまでの粒子充填型カラムの作製工程（充填剤の合成と分級、パッキング等）を大幅に簡略化でき、さらには、キャピラリーカラムの作製に適した技術として注目を集め、オミックス研究への応用を中心に急速に進展した。また、田中、中西、水口⁶⁾らは、スピノーダル分解による相分離現象を利用して、精緻な骨格構造を有するシリカ製のモノリスカラムの作製に成功し、製品化が加速した。なお、その間に、粒子充填型カラムにおいても技術革新が飛躍的に進み、2000 年初頭にはコアシェル構造の微粒子充填剤や超高压送液ポンプが登場し、超高速液体クロマトグラフィー (UHPLC) に向けた流れが一段と進展した⁷⁾。

2.2 モノリス表層の化学修飾

シリカモノリスの場合は、これまでのシリカゲル充填剤の開発ノウハウが蓄積されており、各種シリル化剤を用いて様々な化学修飾を行える。一方、有機ポリマーモノリスは、メタクリル酸エステル系やスチレン系のモノマーが各種市販されており、それらを架橋剤とともに適宜重合させて調製する⁸⁾。逆相系のカラムであれば、疎水性のモノマーを架橋剤と共重合させるだけで完成する。イオン交換カラムもイオン性のモノマーを選択すればワンステップで調製できる。ただし、イオン性のモノマーからなるモノリス担体は機械的耐久性に乏しいので、エポキシ基を有するモノマー（グリシジルメタクリレート等）を用いて、まずは丈夫なモノリス担体を構築してから、開環反応を利用してイオン交換基や機能性分子を導入するのが一般的である。

2.3 モノリスカラムの内部構造と流れの可視化

半導体加工技術がエッチング、すなわち溶かして除去することにより流路を構築するのに対して、モノリスカラム技術は、空間を埋めることによって流路を構築している。図 1 に、筆者らが作製した有機ポリマー製のモノリスを、マイクロフォーカス X 線 CT により撮影した三次元画像を示す。図 1 (a) は縦横高さ 125 μm のモノリス断片の全体像であり、図 1 (b) はそれを構成する断層像の一例である。かなりばらつきがあるが、流路孔は 10 μm 程度、空隙率はおおよそ 60 % と見積もられ、流体透過性の高さが伺える。充填型カラムの断面と比べると流路孔はスカスカであるが、2.4 項で取り上げるように、5000 段/10 cm 程度の段数は十分に得られる。

ここではモノリス流路内での溶媒の流れについて、もう少し掘り下げていく。図 1 の画像データを元にして格子ボルツマン法を適用すると、モノリス内部の液体の流れをシミュレーションすることができる⁹⁾。図 2 に一例として、ある断層における流れの様子を示す。このシミュレーションでは、モノリス断片（計算負荷を軽減するため縦横高さ 50 μm で実施）に左から右に向けて線流速 1 mm/s で、仮想の水分子集合体を送液し、障害物（モノリス骨格）に衝突して向きや速度が変わっていく様子を追跡していると考えていただくとうい、モノリスの存在によって、流れやすい部分と流れにくい部分が生じていることが一目で分かる。HPLC で分析を行う際、流速をセットすれば、その流速で一様に流れているものと思いがちだが、局所的には 10 倍ほどの大きな速度差が生じているということに気付かされる。

2.4 分離場としてのモノリス

モノリスの魅力のひとつは、流体透過性の高さを利用した高速送液による高速分離であるが、現在、コアシェル型の微粒子充填カラムを用いた UHPLC が高速分離の主流である。一方、メートル長の長いカラムを用いた高性能分離は、モノリスの特性をもっとも活かせる領域と言えよう。図 3 に、疎水性のメタクリル酸ラウリルからなる 3 m 長の逆相モノリスカラムを用いて、重水素化ベンゼンを分離した例を示す。移動相は水-アセトニトリル (50 : 50, v/v) で、一般的な線流速の 1 mm/s で送液した結果である。このときの圧力損失は 15 MPa 程度であり、専用の超高压ポンプは不要で、通常の

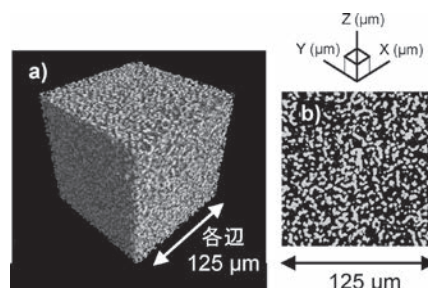


図 1 有機ポリマーモノリスの 3 次元画像

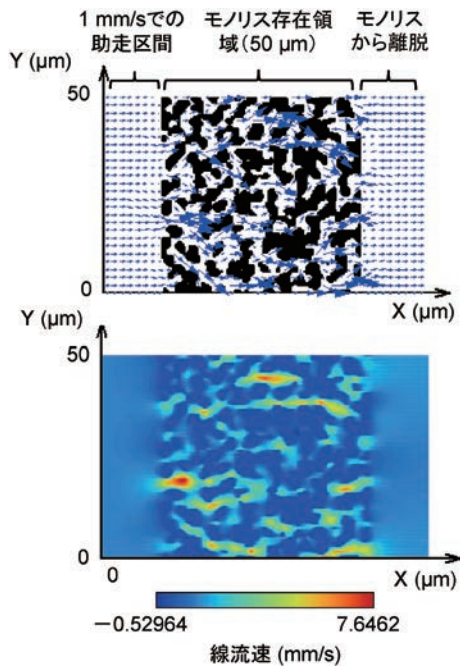


図2 あるZ座標(25 μm)の位置での流れの向きと速さ

HPLC装置でも実験を行える。また、メートル長のカラムが実用的に活用された例としては、石濱¹⁰⁾らが内径100 μm、長さ3.5 mのC18シリカモノリスカラムを用いて、大腸菌の発現プロテオームの一斉解析を達成したことなどが挙げられる。

2.5 固相抽出や化学反応場としてのモノリス

2.3のシミュレーションによって、モノリス内ではランダムな流れが生じていることが分かった。この流れの起伏は分離能の向上という観点からは望ましいものではない。一方で、化学反応場としては、ランダムで歪な流路構造が攪拌的な混合を促進すると期待できる。すなわち、モノリスカラムは触媒担体として魅力的な特性を有する。

実際に、トリプシンやリボヌクレアーゼA等の酵素をモノリス表層に高密度に固定化したモノリス型マイクロリアクターでは、通液した時間内で酵素消化反応がほぼ完結する。この他にも筆者らは、パラジウムを固定化したマイクロリアクターを作製して、鈴木宮浦クロスカップリング反応の効率を調査し¹¹⁾、所望の化合物を極めて高収率で得られることや、通常のパルク反応と比較して、少なくとも10倍以上の時間短縮を実現できることを確認している。なお、カラム方式だけでなく、ピペットチップ型やスピナカラム型でも同様の時短効果が得られるので、前処理用の固相抽出・精製デバイスとしてモノリスの利用は拡大している。

3 今後の展望

分離の性能向上は分離カラムの均一性の向上に尽きる。昨今の微細加工技術を用いれば、基板上の流路の狙った位置に均一な柱状の構造体を形成することができる¹²⁾。シリコン製のマイクロピラーアレイカラムはそうした究極のカラム形態の一つと言えよう。

マイクロピラーアレイカラムと材質もサイズも異なるが、似たような形状ということで、最後に酸化亜鉛製のナノワイヤプレートを紹介したい。

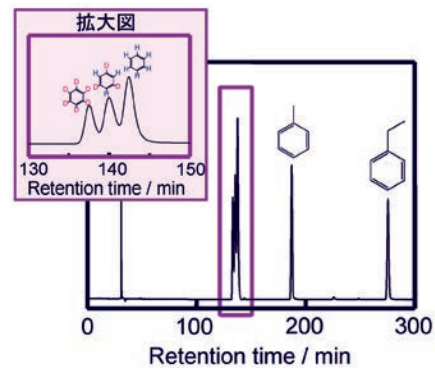


図3 3 m長のモノリスカラムによる重水素化ベンゼンの分離

酸化亜鉛はその興味深い光学特性や圧電特性によって、発光素子やセンサー等への応用が図られてきた。酸化亜鉛は六方晶系のウルツ鉱型結晶構造を有し、一方に優先的に成長する特性がある。これまで気相合成法を中心に開発が進められてきたが、常圧・低温(100℃以下)の条件下で、硝酸亜鉛を含む水溶液からナノワイヤを調製できることが示されて以降、応用研究が一段と盛んになった。この水熱合成法によって、シリコン基板やガラス基板上に、直径が100 nm程度で長さが数μm程度のナノワイヤを生やすことができ、また、その間隙はsub-μmのものから10 μmを超えるものまで調製可能である。安井¹³⁾らはこのナノワイヤの“森”を、微生物や細胞外小胞体の捕捉に利用し、さらには尿サンプルを用いたがん検知の研究へと発展させている。

今や細胞やウイルス、また、分子の分離に適したマイクロ・ナノの空間を、液相プロセスによって誰にでも簡単に作れる時代になりつつある。この分野の今後の発展が大いに期待される。

文献

- 1) 北森武彦, 菊谷善国: 表面技術, **56**, 126 (2005).
- 2) 渡慶次学, 菊谷善国: 表面技術, **56**, 132 (2005).
- 3) 森岡和大, 中嶋 秀: ぶんせき (*Bunseki*), **2021**, 208.
- 4) A. Manz, N. Graber, H.M. Widmer: *Sens. Actuators B*, **1**, 244 (1990).
- 5) F. Svec, J.M.J. Fréchet: *Anal. Chem.*, **64**, 820 (1992).
- 6) H. Minakuchi, K. Nakanishi, N. Soga, N. Ishizuka, N. Tanaka: *Anal. Chem.*, **68**, 3498 (1996).
- 7) J. J. Kirkland, F. A. Truszkowski, C. H. Dilks, G. S. Engel: *J. Chromatogr. A*, **890**, 3 (2000).
- 8) 梅村知也, 小島徳久, 植木悠二: 分析化学 (*Bunseki Kagaku*), **57**, 517 (2008).
- 9) K. Yamamoto, R. Komiyama, T. Umemura: *Int. J. Mod. Phys. C*, **24**, 1340003 (2013).
- 10) M. Iwasaki, S. Miwa, T. Ikegami, M. Tomita, N. Tanaka, Y. Ishihama: *Anal. Chem.*, **82**, 2616 (2010).
- 11) A. Sabarudin, S. Shu, K. Yamamoto, T. Umemura: *Molecules*, **26**, 7346 (2021).
- 12) 角田 誠: 薬学雑誌, **135**, 955 (2015).
- 13) T. Yasui, T. Yanagida, S. Ito, Y. Konakade, D. Takeshita, T. Naganawa, K. Nagashima, T. Shimada, N. Kaji, Y. Nakamura, I. A. Thiodorus, Y. He, S. Rahong, M. Kanai, H. Yukawa, T. Ochiya, T. Kawai, Y. Baba: *Science Advances*, **3**, e1701133 (2017).

[東京薬科大学生命科学部 梅村 知也]

技能試験に使用する統計的方法



鈴木 知道

1 はじめに

本稿では JIS（日本産業規格）である「JIS Z 8405:2021 試験所間比較による技能試験に使用する統計的方法」を紹介させていただく。本稿のタイトルを規格名称にすることを考えたが、そのままだと長いので短くした。JIS Z 8405 は、その序文にも書かれているように、「JIS Q 17043:2011 適合性評価—技能試験に対する一般要求事項」の適用を支援するための規格である。具体的には、JIS Q 17043 の要求事項である、統計的計画、技能試験品目の妥当性確認、結果のレビュー及び要約統計量の報告の適用を支援すること¹⁾が目的の文書である。

グローバルな視点でみると、規定している内容がすべて一致している国際規格が存在する。そのような場合、国際規格に対応する JIS の「一致規格」があると表現する。JIS Q 17043:2011 は ISO /IEC 17043:2010 Conformity assessment -- General requirements for proficiency testing の一致規格であり、JIS Z 8405:2021 は ISO 13528:2015 Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison の一致規格である。いずれも ISO が先に作成され、それに対応する JIS が発行されたという位置づけである。

筆者は、ISO 13528 を作成した ISO 内の作業グループのメンバーでもあり、JIS Z 8405 原案作成委員会の委員長を務めた。規格の内容だけでなく、委員会での経過なども含めて、紹介していきたい。

2 規格作成団体

2.1 ISO/TC 69（統計的方法の適用）

ISO（国際標準化機構，International Organization for Standardization）は、国家間の製品やサービスの交換を助けるために、標準化活動の発展を促進すること、そして知的、科学的、技術的、そして経済的活動における国家間協力を発展させること²⁾を目的とした国際組織である。1947年に設立され、本部はスイスのジュネーブに位置する。各国 1 機関が代表機関として登録されるが、日本からは JISC（日本産業標準調査会）が登録されて

いる。JISC は経済産業省内に設置されている審議会である。なお、JIS は「日本産業規格」であるが、令和元年（2019年）7月1日の法改正により、それまでの「工業標準化法」が「産業標準化法」に名称変更があったのに応じて、それまでの「日本工業規格」が「日本産業規格」に名称が変更された。JISC も日本工業標準調査会から日本産業標準調査会に名称が変更された。なお、英語としての名称は Japanese Industrial Standards で変更はなく、少し不思議な感じではある。

ISO の話に戻すと、加盟機関数は 2021 年末現在で 167、規格の開発を担当する専門委員会（TC, Technical Committee）の活動中の数は 255 である。TC は多岐にわたり 1 番最初の TC 1（ねじ）や ISO 9000 シリーズを担当する TC 176（品質管理及び品質保証）などがある。TC 69 は 1948 年に発足した TC であり、名称は Application of statistical methods（統計的方法の適用）である。TC 69 には、現在五つの分科委員会（SC, Subcommittee）があり、様々な分野で用いられる統計的方法の標準化を行っている。主な規格には統計（用語及び記号）、管理図、抜取検査、シックスシグマに関する規格が挙げられる。

2.2 ISO/TC 69/SC 6（測定方法と測定結果）

TC 69 内の SC の一つであり、測定方法と測定結果に関連する統計の規格に携わっている。TC 69 内の他の SC と比較して、産業界のメンバーではなく、化学や物理の計測の研究所等からの参加者が多いのが特徴である。

主な規格の一つに、一致規格が「JIS Z 8402 測定方法及び測定結果の精確さ（真度及び精度）」である ISO 5725 ファミリーがある。測定精度を評価するための指標としての併行精度や再現精度の定義及び、それらを求めるための実験計画を規定している。また、計測における「不確かさ」と併行精度、再現精度との関係を規定した規格等も作成している。

もう一つの主な規格は、一致規格が「JIS Z 8462 測定方法の検出能力」である ISO 11843 ファミリーである。一般的に「検出限界」（detection limit）と呼ばれることが多いが、分野によってその定義に差異があったため ISO としては「検出能力」（capability of detection）という用語を定義し、規格を制定した。本稿のテーマである、JIS Z 8405（ISO 13528）は、この TC 69/SC 6 内で作成された。

3 JIS Z 8405:2021 制定経緯

JIS Z 8405 の最初の版は 2008 年に制定された。これは ISO 13528:2005 に対応する一致規格として作成されたものである。なお、本稿で ISO や JIS を記述するときに、規格番号の後に年を付記している場合があり、これは発行された年を表している。ISO や JIS では、同一番号の規格について、内容が更新されることがある。ISO としては改訂という言葉を使い、JIS では改正という言葉が使われるが、発行年の違いを明確にしたいときに発行年が並記される。なお、ISO や JIS では発行年が

Statistical Methods For Use in Proficiency Testing.

並記されていない場合は、当該規格の最新バージョンを指している。

JIS Z 8405:2021 は ISO 13528 の改訂に対応して作成された。ISO 13528 の改訂は 2010 年から開始され、技能試験の現状を大いに考慮し、最終的に大幅な記述の見直しや、新しい手法を多く取り入れを行った。そのため、完成した ISO 13528:2015 は、本文の分量が 66 ページから 90 ページと大幅に増加した。翌 2016 年には、ISO 13528:2015 に発見された修正点を反映した Corrected version が発行された。JIS Z 8405:2021 は、この Corrected version によって修正された事項も反映している。この JIS 化のための原案作成委員会は 2017 年から作業を始め、約 2 年間で延べ 25 回以上の会合をもった。元の ISO が意図する内容を深く吟味し、JIS として作り込んだ。

4 JIS Z 8405 の概要

4.1 序文

書籍や論文では、全体を読みやすくする区分けとして「章」という言葉が用いられることが多いが、JIS ではそれらを「箇条」とよぶ。序文の箇条番号は 0 が割り当てられており、箇条 0 ということになる。Z 8405 の序文では技能試験の目的、統計手法の利用、そして JIS Q 17043 との関係などが示されている。

4.2 適用範囲、引用規格、用語及び定義

箇条 1 から箇条 3 に適用範囲、引用規格、用語及び定義が記述されている。当該規格の運用に必要な規格となる引用規格には、JIS Q 17043 や JIS Z 8101 統計用語及び記号一等が挙げられている。用語については、その後の本文で必要となる、「技能試験スキーム」「合意値」等の 18 の用語が定義されている。

4.3 一般原則

この箇条 4 から規格で規定する内容が開始する。本箇条でのメインは、この規格で用いられる統計モデルの導入である。各参加者の測定値が、真値と測定誤差の合計で表される、というとてもシンプルなモデルが仮定されている。

4.4 技能試験スキームの統計的計画のためのガイドライン

本箇条 5 では、技能試験として統計的にどのように計画をしていけばよいか述べている。特に測定値の分布についての確認や参加者数に対する考慮などが述べられている。その後の統計解析に進めてよいかの要件が記述されているともいえる。

4.5 技能試験品目及び結果の初期レビューのためのガイドライン

本箇条 6 では、得られた結果に対する統計的な前処理について述べている。例えば回帰分析や分散分析、そして検定・推定など、どんな統計解析を行うにあたって、得られたデータにそのまま手法を適用してよいか確

認する必要がある。具体的には、外れ値はないか、事前に仮定した分布にデータが従うか、等である。グラフを用いた方法や、ロバストな統計的方法が述べられている。技能試験に関する本規格においては、技能試験品目の均質性や安定性の確認のための統計的方法も述べられている。なお、各手法の詳細な計算手順などは、規格巻末の附属書にまとめて記述されている。

4.6 付与値及びその標準不確かさの確定

本箇条 7 では、その見出し通り付与値及びその標準不確かさについて規定している。認証標準物質を用いている場合、熟練試験所による合意値や参加者結果による合意値を用いる場合などが、記述されている。

4.7 パフォーマンスの評価

箇条 8 から箇条 10 で参加した試験室のパフォーマンスの評価に関して述べられており、本規格の主となる部分である。箇条 8 ではパフォーマンスの評価のための基準の決定について規定されている。箇条 9 ではパフォーマンス統計量の計算が規定されている。技能試験結果に対して用いられる \bar{x} スコア、 s スコア、 ζ スコア (ゼータスコア)、 E_n スコアはこの箇条 9 で詳細に説明されている。箇条 10 ではパフォーマンススコアを図示する様々な方法が記述されている。

4.8 定性技能試験スキーム (名義尺度及び順序尺度を含む) の計画と解析

本文の最後の箇条 11 では、データが量的データではなく質的データの場合について述べている。2021 年改訂版で追加された箇条である。質的データとは例えば、検出/非検出、高/中/低で得られるようなデータであり、測定の精度という観点からは統計的に扱いが難しい。具体的な手法については、十分な記述があるとは言いが、実際の適用の場でのニーズに応じて作成された箇条となっている。

5 終わりに

本稿では、JIS Z 8405 「試験所間比較による技能試験に使用する統計的方法」について紹介した。読者に参考になれば幸いである。

文 献

- 1) JIS Z 8405:2021, 試験所間比較による技能試験に使用する統計的方法 (2021).
- 2) 日本産業標準調査会: ISO の概要, (<https://www.jisc.go.jp/international/iso-guide.html>), (accessed 2022. 08. 29).



鈴木 知道 (Tomomichi Suzuki)
東京理科大学 (〒278-8510 千葉県野田市山崎 2641). 博士 (工学). 《現在の研究テーマ》統計的データ解析, 品質管理.
E-mail: szk@rs.tus.ac.jp

高分子材料への時間領域核磁気共鳴 (TDNMR) 法の活用

原 英 之

1 はじめに

核磁気共鳴 (NMR, nuclear magnetic resonance) 法は、強い磁場の中に試料を置き、核スピンの向きを揃えた分子にパルス状のラジオ波を照射し、核磁気共鳴させた後、分子が元の安定状態に戻る際に発生する信号を検知して、分子構造などを解析する手法である。化学、物理学、生物学、医学、農業、食品、バイオテクノロジー、医薬品、高分子など、さまざまな分野で使用されている。NMRには、高分解能 NMR と低分解能 (低磁場) NMR の 2 種類がある。高分解能 NMR は、小さな分子からタンパク質や核酸などの大きな分子までの構造決定やダイナミクスの解析に威力を発揮する。装置には大きくて重い高磁場の超伝導マグネットが使われており、高価で、制御された環境に設置しなければならない。一方、低磁場 NMR は、時間領域核磁気共鳴 (TDNMR, time domain NMR) とも呼ばれ、構造解析の用途には使われないが、運動性の違いから、試料中の分子の物理的性質を評価するために用いられる。装置は小型で、低磁場 (0.4 T 以上) のため永久磁石をベースにしており、高分解能 NMR システムに比べてはるかに安価で、設置環境の要求も少ないため、研究所だけでなく工場でも使用できる。TDNMR 法の主な利点は、測定の簡便さと速さ、最小限の試料準備、無溶媒・無化学廃棄物、非破壊、分析者への依存度の低さなどである。これらの利点を活かして、TDNMR 法は時間と労力のかかる湿式化学法の代替法として、産業界の品質管理に利用され注目を集めている。高分解能 NMR と TDNMR の違いを表

表 1 高分解能 NMR と TDNMR の違い

	NMR	TDNMR
周波数	例) 500 MHz	例) 20 MHz
磁 場	11.7 T (超電動磁石)	0.47 T (永久磁石)
データ処理	FT	緩和曲線
観測対象	核 ^1H , ^{13}C , ^{15}N , ^{19}F ...	核 ^1H , ^{19}F
試料の形状	溶液 (固体)	気体以外
試料管	例) ϕ 5 mm	例) ϕ 10 mm
用 途	構造解析	物性評価

1 に示す。

2 TDNMR の基礎¹⁾

NMR は主にプロトン (水素原子) を観測する。観測対象であるプロトンは正の電荷を持ち、回転運動をしている。荷電粒子が回転すると核スピン (磁気モーメント) が発生し、その大きさは角運動量と磁気回転比の積で表される。磁気回転比は、核種について一定の値をとる。簡単のために、プロトンを小さな磁石、あるいはコンパスに見立てて考えてみよう。地磁気のない場所、すなわち外部磁場のない場所にコンパスを置いた場合、コンパスは一定の方向 (北) を指さず、ランダムな方向を指す。一方、外部磁場のある場所、すなわち地磁気のある場所に置いたコンパスは、一定の方向 (北) を指し示す。この状態を平衡状態という。平衡状態から向きを変えるには、外部からエネルギーを加える必要がある。これが共鳴による励起に相当する。受け取ったエネルギーは周囲に放出され、元の状態 (北向き)、すなわち平衡状態に戻ろうとする。これを緩和機構と定義している。つまり、緩和機構では、まず磁場中にある試料に電波を照射して、核スピンを反転させる。反転したスピンは元の安定な状態に戻ろうとするが、この戻る時間を緩和時間と呼ぶ。

次に、水素原子に戻って、NMR 信号が実際にどのように観測されるかを見てみる。水素原子には磁気モーメントがある。この磁気モーメントを持つ原子核を外部磁場に置くと、ラーモアの歳差運動と呼ばれるコマ回しのような動きをする。このとき、磁気モーメントの方向は外部磁場と平行か反平行になる。つまり、磁気モーメントには上向き回転と下向き回転の 2 種類がある。磁気モーメントが外部磁場と平行な回転はエネルギー的に安定で、 α 状態と呼ばれる。逆向きに平行な方は β 状態と呼ばれる。エネルギー的に不安定な反平行状態が存在する理由は、私たちの住む世界には熱エネルギーが存在するからである。絶対零度の世界では、すべてのスピンは α 状態であるが、熱エネルギーが存在すると、反平行状態も存在することになる。このときの存在比は、ボルツマン分布に依存する。TDNMR に用いられる

NMRは約20 MHzのラジオ波を用い、この周波数に対応する磁場は約0.47 Tである。図1Aは、水素原子の振る舞いをベクトル化したものである。例えば、上向きスピンは図1Bのように座標軸のラーモア歳差運動として表すことができる。実際には、核スピンは一つではなく、多数観測される(図1C)。そこで、それらをベクトルの和として考えると、図1Dに示すように、外部磁場中のスピンはz軸に沿った磁気モーメントを持つモデルとして考えることができる。したがって、外部磁場中に置かれた試料の水素原子は、z軸方向を起点とした磁気モーメントを持つことになる。外部磁場中に置かれた試料は、熱的に平行であり、z軸に沿った配向を持つ。この試料にパルス状のラジオ波を照射すると、スピンを反転させることができる。スピンを反転させることで、磁気モーメントの向きを任意の方向に変化させることが可能である。この方向はラジオ波のパルス照射時間に依存する。パルスラジオ波の照射が終了すると、磁気モー

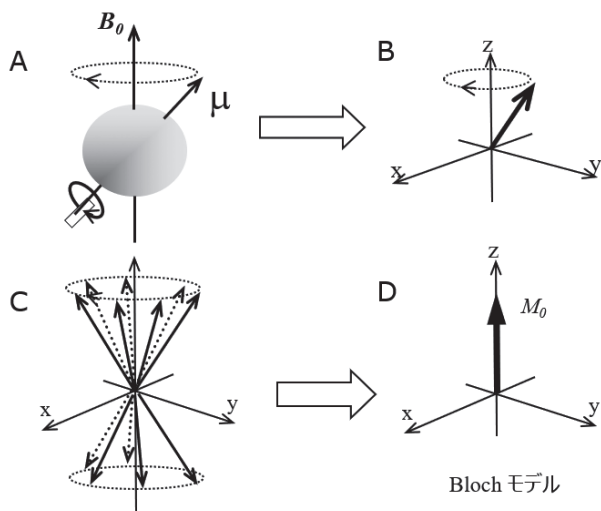


図1 核スピンのベクトル表示
自転している核スピンは磁気モーメントをもつ。静磁場中では磁気モーメントの集まりはz軸方向のベクトルとして表される

メントは初期状態、すなわちz軸方向に戻る。この戻る機構を緩和といい、戻ると時間を緩和時間という。

緩和機構には2種類あり、一つ目は横方向緩和またはスピンスピン緩和と呼ばれるものである(図2A)。これは核スピンのxy平面上で拡散していく様子を表す現象である。x軸から90度のパルスを加えると、磁気モーメントはy軸方向に向きを変える。90度倒されたスピンはスピン間の相互作用あるいは、磁場の不均一性などの影響により、xy平面上で拡散していく。y方向の磁気モーメントの大きさをモニターすると、信号強度が徐々に減少していく様子が観察される。この減衰を自由誘導減衰(FID)と呼ぶ。一般に、この減少は指数関数で表され、この時の時定数を T_2 と定義する。

二つ目は、パルスラジオ波によって90度倒れたスピンのz軸上にベクトルを回復する、縦緩和あるいはスピン-格子緩和と呼ばれる緩和メカニズムである(図2B)。x軸方向から90度のパルスを印加すると、90度反転したスピンは前述のスピンスピン緩和によりxy平面上で緩和するが、同時にスピンは元の状態、すなわちz軸上のベクトルを回復する。90度パルスを再度印加することで、この回復の度合いを観察することができる。この回復の様子は指数関数を反転させた関数で表される。この時の時定数を T_1 とし、 T_1 と T_2 は常に $T_1 \geq T_2$ であり、溶液系では $T_1 \sim T_2$ 、固体系では $T_1 \gg T_2$ となることが多い。

この様にして求められる緩和時間から何が解るのであろうか? 緩和時間は磁場中に置かれた試料のプロトン同士の相互作用の大きさにより決まる。溶液など分子運動性が高い場合、プロトン間の相互作用の影響が小さくなるため、緩和に時間がかかる。つまり緩和時間は長く観測される。逆に固体など分子運動性が低い場合、プロトン間の相互作用の影響は大きくなるため、速やかに緩和がおこる。つまり緩和時間は短く観測される。このように緩和時間は分子のブラウン運動や結合の回転などを反映する。つまり緩和時間から試料の状態(堅さ、柔らか

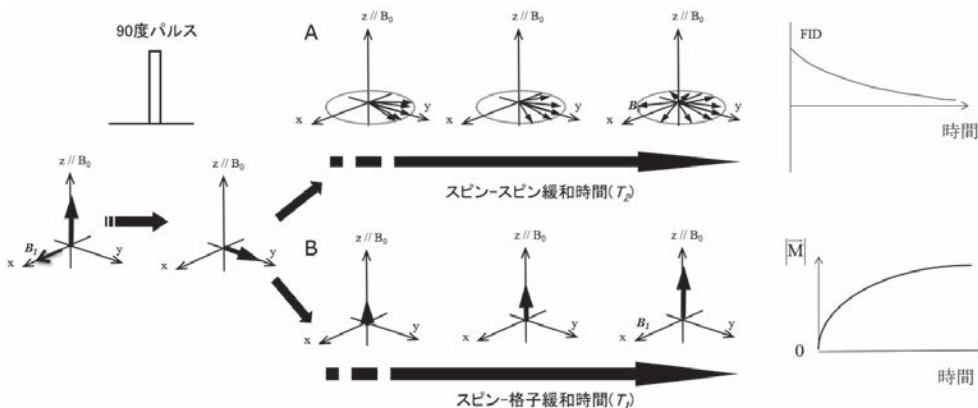
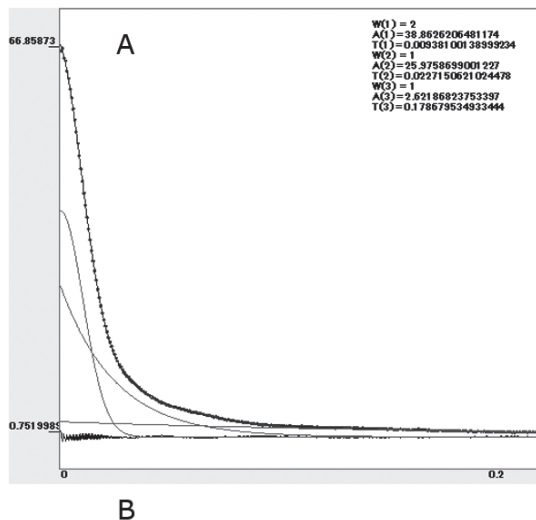


図2 緩和機構 (T_2 と T_1)

スピンスピン緩和時間 (T_2)は90度パルス印加後xy平面上でのスピンの広がりを示し、減衰する信号が観測される。スピン-格子緩和 (T_1)は90度パルス印加後z軸上にスピンの回復を示し、信号強度の回復が観測される。

さ) や状態変化を観測することが可能となる。

多くの TDNMR の実験では時間と共に信号強度が減衰する T2 緩和曲線と呼ばれるデータを観測する。得られた緩和時間を 2 成分あるいは 3 成分に分けることで、測定試料中の運動性の異なる成分を抽出し評価する。



B

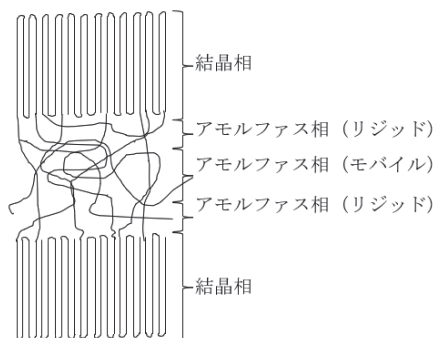


図 3 Solid echo 法による高分子の T₂ 観測例

例えば高分子に図 B に示すような結晶相、アモルファス相 (リジッド、モバイル) がある場合、緩和時間は 3 成分で示される。結晶相は一般にガウシアンで表され、アモルファス相は指数減衰で観測される。

図 3A はポリマー試料を Solid echo 法で観測した例である。Solid echo 法は FID 法で問題となるパルス照射直後の不感時間 (dead time) の影響を取り除くことができるため固体測定で多く用いられる。基本的には FID と同様の情報が得られる。固体ポリマーの場合、分子量も大きく、運動性も制限されるため緩和時間は短く観測される。ポリマーの中でも構造は一様ではなく結晶相、アモルファス相が含まれるものが存在する (図 3B)。そのような場合、結晶相では緩和時間がより短く、また、双極子相互作用のため指数減衰ではなく、ガウシアン減衰がみられる。アモルファス相でもモバイル成分は緩和時間がより長く観測される。緩和曲線の複数成分解析を行うことでそれぞれの比率や、緩和時間を求めることができる。

3 TDNMR の高分子材料への活用例

TDNMR は試料調製、測定 of 簡便さから産業分野での QA/QC (quality assurance/quality control) 用途に用いられることが多い。ここでは高分子材料への TDNMR の応用例について紹介する。

3-1 ポリプロピレンのキシレン可溶化成分の定量²⁾

従来ポリプロピレンの非重合成分の定量は、低分子量のものをキシレンで抽出して定量している。この方法では、測定に数時間を要し、また有害な有機溶媒を使用する。さらに、分析には熟練を要する。一方、TDNMR を用いた手法では、余熱時間を含めても測定はおよそ 20 分で完了する。溶媒は使用せず、また熟練も要しないため、結果はオペレータに依存しない。ポリプロピレンの緩和曲線を測定すると、図 4A の様に運動性の低い硬い成分は T₂ 緩和時間が短く、運動性の高い部分は緩和時間が長くなる。サンプルの FID の 2 箇所を測定し、比を計算して、キシレン可溶成分との相関を取ると非常に良好な検量線 (図 4B) が得られる。

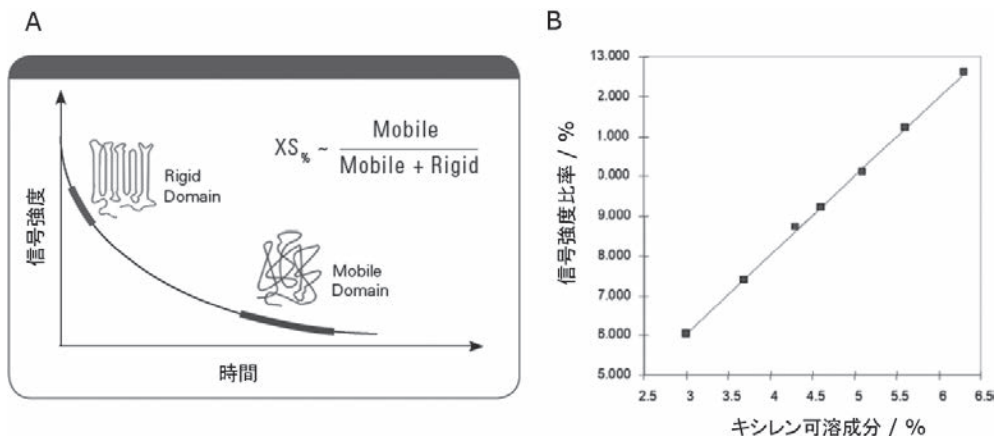


図 4 キシレン可溶化成分の決定

(A) 観測される緩和曲線。速い成分と遅い成分が観測され、遅い成分がキシレン可溶化成分と相関する。(B) キシレン可溶化成分と緩和曲線の遅い成分との相関

3-2 ポリマー中の添加剤 (HALS) の定量

ポリマーには機能向上のため様々な添加剤が加えられている。添加剤が加えられることでポリマーの運動性に変化が生じる。図 5A はポリスチレンに添加剤として HALS (ヒンダードアミン系光安定剤) を加えたときの緩和時間を 3 成分にフィッティングした図である。HALS が加えられると緩和時間の長い成分に影響があると思われる。そこで緩和時間の最も長い成分の成分比を HALS の添加量に対してプロットしたのが図 5B のグラフとなる。HALS の添加量に比例して緩和時間の長い成分が増加していることが分かる。0.99 以上の相関係数が得られた。このように TDNMR を用いると、ポリマー中の添加剤の定量を簡単に行うことができる。

3-3 架橋の評価

T_2 緩和時間からポリマーの架橋密度の評価が可能である。ポリマーの T_2 緩和時間を測定して、複数成分で解析し、緩和時間の最も短い成分に注目する。緩和時間が短いのは運動性が低い、つまり架橋部分に反映される成分と思われる。図 6A はポリスチレンの最も短い緩和

成分の強度比をプロットしたグラフである。横軸は架橋剤 DCP (Dicumyl Peroxide) の濃度を示す。200 度で架橋時間を 0, 10 分, 20 分反応させた 3 種類の試料を準備した。ポリスチレン試料 (A) では架橋時間が長くなるにつれて緩和時間の短い成分の増加が見られた。さらに架橋剤の量にも比例していることが観測された。一方、PMMA (poly methyl methacrylate) 試料では緩和成分にほとんど変化はなく、架橋反応が進んでいないことが分かる。

3-4 劣化評価

ポリマーが劣化すると物性的にはもろく、硬くなる。この変化は T_2 緩和時間によって観測可能であり、固い物性を示す緩和時間の短い成分が増えると思われる。ポリマーの経年劣化を洗濯ばさみを用いて評価した例を図 7 に示す。劣化品の緩和時間 (図 7A) の短い成分が新品に比べて増加していることが分かる。また温度による緩和時間の変化をモニターすることで、劣化によるポリマーの融点降下の現象をとらえることも可能である。図 7B は温度を 20 度から 200 度まで変化させたときの緩和

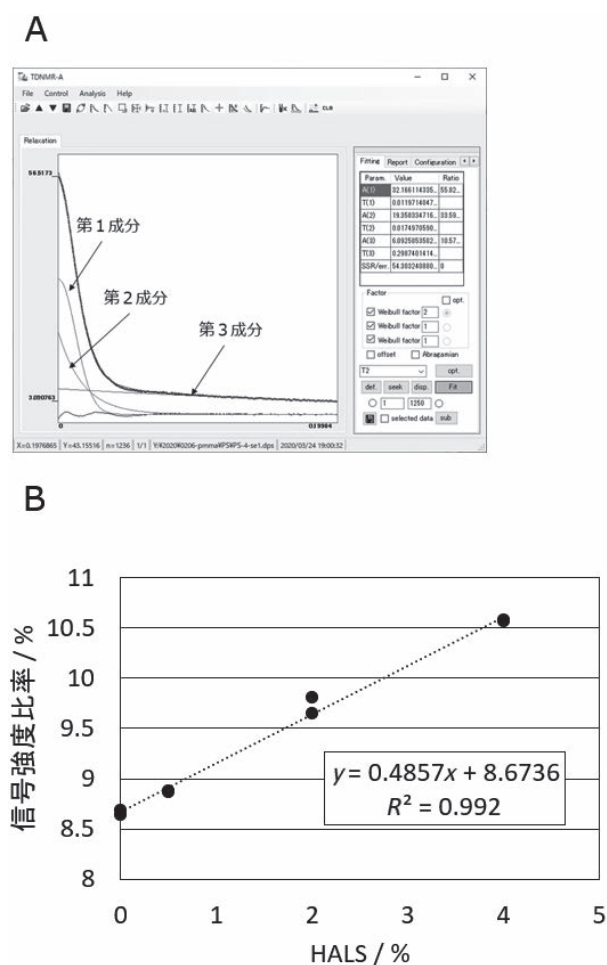


図 5 HALS 添加量の決定

(A) HALS の入ったポリスチレンの Solid Echo 信号 (B) 緩和時間を 3 成分分離したときの最も長い成分の成分比と HALS 量の関係

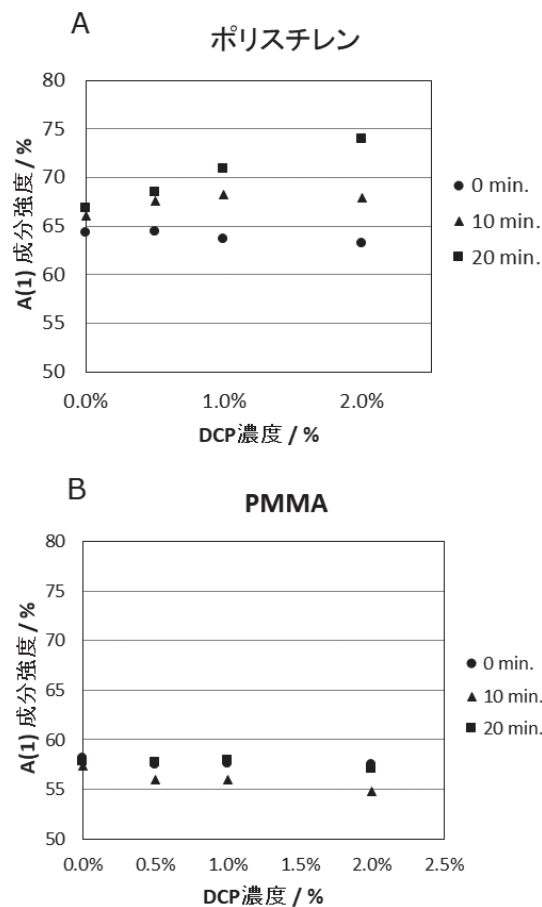


図 6 ポリスチレンと PMMA の架橋剤濃度による第一緩和成分の比率

(A) ポリスチレンに架橋剤 DCP を 0,0.5,1,2% 加えて架橋反応を 0,10 分および 20 分反応させた後の第一緩和成分 (短い緩和成分) の比率。(B) PMMA で同様の実験を行ったときのグラフ

和時間の短い成分の比率を示す。劣化品は新品に比べて融点が下がっており、180度で融解することがわかった。

3・5 接着剤の硬化過程の観測

TDNMRは長時間にわたって安定したデータを得ることが可能なため、ゆっくりとした硬化過程の変化の追跡にも用いることができる。図8Aは接着剤の硬化過程を観測した例である。見た目約20時間ほどでメインの硬化は終わるが、その後もゆっくりと硬化が進んでく。図8Bは緩和曲線の2成分分析を行い、その短い緩和時間の成分比をプロットしたものである。140時間にわたって観測している。接着剤が数日にわたってゆっくり硬化する過程が観測された。このように長時間の測定においてもTDNMRでは精度よくモニターすることが可能である。

3・6 スチレン及びアクリルモノマーの硬化過程の評価

緩和時間の連続的な観測を行うことで、ポリマーの硬化過程の評価を行うことができる。図9Aはスチレンモノ

マーを60度でポリマー化させたとき、図9Bはアクリルモノマーを60度でポリマー化させたときの T_2 緩和曲線の時間変化を示す。短い緩和成分の比率が時間と共に増加し、硬化が進んでいることが分かる。スチレンでは約10時間、アクリルモノマーでは約2時間で硬化している。しかしながら長い緩和成分の挙動には違いがみられる。スチレンでは長い緩和時間成分の緩和時間自体が時間と共に短くなっているが、アクリルモノマーでは長い緩和時間成分の緩和時間自体はあまり変化がないことが分かる。このことはスチレンでは硬化とともに緩和時間が短くなり、全体的にポリマー鎖の成長が起こっていると考えられる。一方アクリルモノマーでは緩和時間の変化は少なく、成分比が主に変化している。つまり部分的に硬化が始まり、最終的に全体が硬化すると考えられる。このように、緩和時間の挙動を追跡することで、ポリマーの硬化時間だけでなく、その硬化の挙動についても評価することが可能である。

3・7 放射線照射によるポリマーの物性評価

図10はアクリル(PMMA)およびポリエチレン

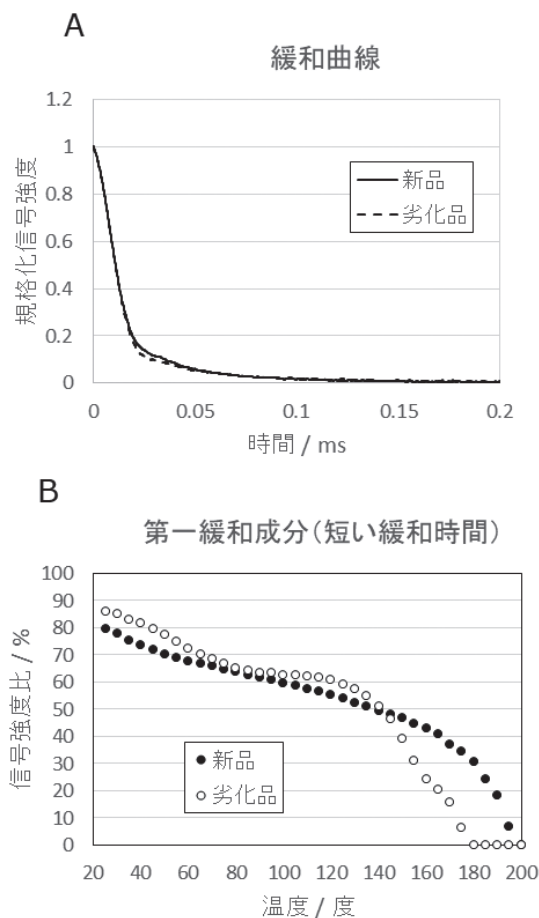


図7 新品、劣化品の洗濯ばさみの緩和時間とその温度変化 (A) 新品、劣化品の洗濯ばさみの緩和曲線。(B) 緩和曲線第一成分(短い緩和時間)の温度変化(20度から200度まで昇温して測定)

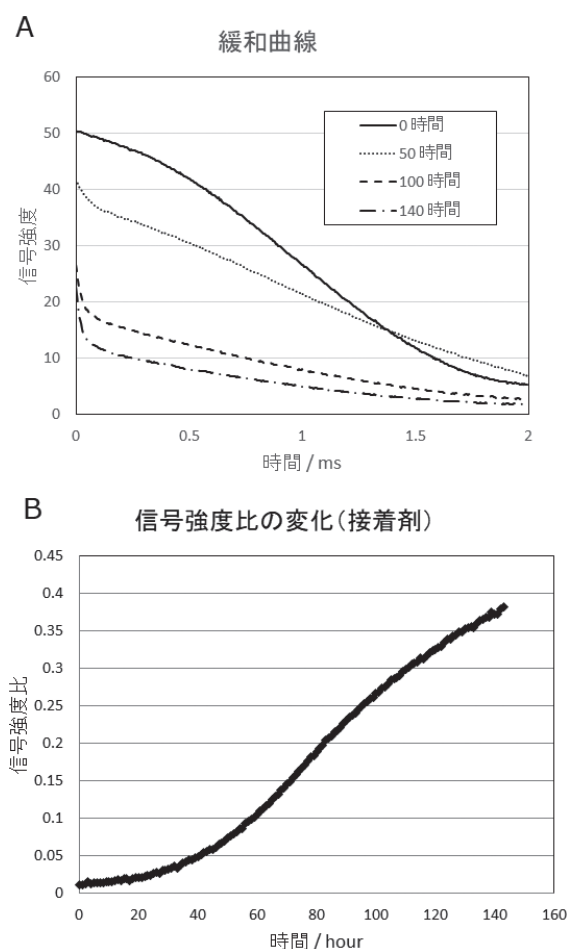


図8 接着剤の緩和時間の時間変化 (A) 接着剤開封後0,50,100,140時間後の緩和曲線。(B) 緩和時間の第一成分(短い緩和時間)の比率の時間変化

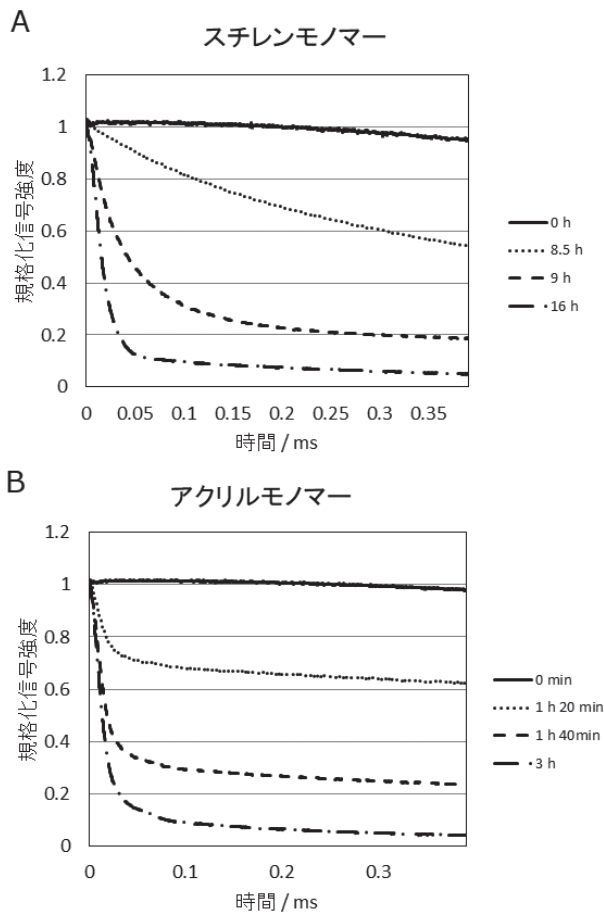


図9 スチレンとアクリルモノマーの緩和時間の時間変化 (A) スチレンモノマーを60度で硬化させたときの緩和時間の時間変化。(B) アクリルモノマーを60度で硬化させたときの緩和時間の時間変化。

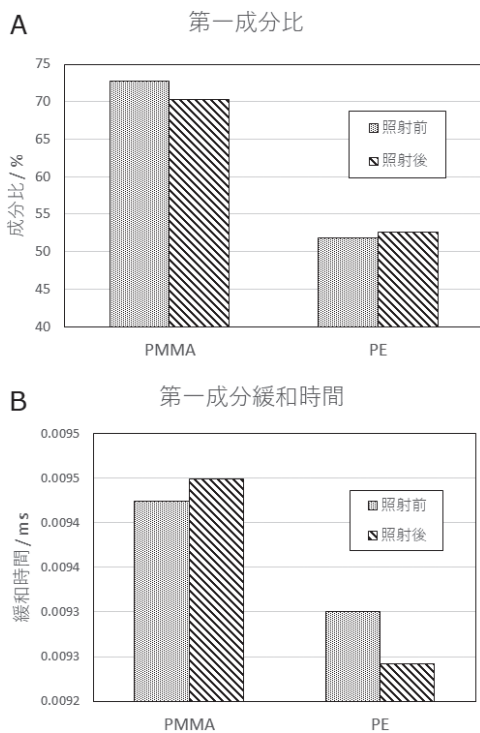


図10 放射線(ガンマ線)照射前後のPMMAおよびPEの緩和時間の第一成分比と緩和時間 (A) 照射前後の緩和時間の第一成分比。(B) 照射前後の第一成分の緩和時間

(PE)に、ガンマ線を照射したときの効果を示したものである。 T_2 緩和曲線を2成分で分析し、その緩和時間の短い成分の割合(第1成分、図10A)および緩和時間(図10B)を示す。PMMAではガンマ線照射により緩和時間の短い成分が減少し、その成分の緩和時間が長くなる現象が観測された。一方PEでは全く逆の現象が観測された。これはPMMAではポリマーの分解が、PEではポリマーの架橋が進んで硬化が進んだのではないと思われる。ポリマーにガンマ線を照射すると、まずポリマーのラジカル化が起こる。ラジカル化が起こった後、ポリマーによって、そのラジカルを発端として、架橋を起こしたり、分解反応を起こしたり、あるいはその両方を起こすものがあると考えられる。今回測定したPEは架橋型のポリマー、PMMAは崩壊型のポリマーとして知られており、TDNMRの結果はそれを反映したものとなった。

3・8 ゴムの引張による緩和時間の変化

輪ゴムを用いてゴムを延伸させたときの T_2 緩和時間の挙動を評価した。テフロン製の治具を輪ゴムの円周の半分の大きさに用意し、引っかけることで等倍(延伸なし)の状態を測定し、その後、輪ゴムの半分を折り曲げ2倍延伸させ、テフロンに固定し測定した。その後、今度は輪ゴムの2回折り曲げて伸ばし、4倍延伸の状態を測定した。図11Aが2成分分析を行った時の第1成分(短い緩和時間)の緩和成分の比率、図11Bがその成分の緩和時間である。延伸するほど緩和時間の短い成分が

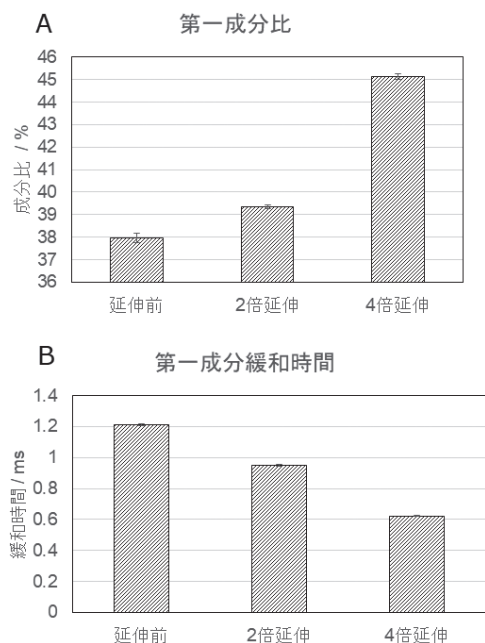


図11 ゴムの引っ張りによる緩和時間の変化 (A) ゴムを延伸前、2倍延伸、4倍延伸したときの緩和時間の第一成分(短い緩和時間)比。(B) 第一成分の緩和時間

増え、緩和時間は短くなった。これは延伸することで運動性が制限されたためと思われる。

4 応用測定

TDNMRは緩和時間から主に物性評価を行う分析手法であるが、パルス系列を工夫することで構造情報や拡散情報を得ることが可能である。この章では応用測定の例としてMQ法、およびスピン拡散測定について紹介する。

4.1 MQ (multi quantum) 法による架橋密度の評価³⁾

緩和時間からも架橋密度の評価は可能であるが、緩和時間の評価は物性評価のため、例えばゴムの中の添加剤の比率が変わったり、架橋以外に物性に寄与する部分があった場合、正確に判断できない恐れがある。残余双極子相互作用 (RDC) を検出するMQ法を適用することで、架橋密度に依存した情報を選択的に得ることができ架橋密度をより正確に評価することが可能である。緩和時間測定は核スピンを反転させ、それが元に戻る時間に対応するが、もし二つのプロトンが空間的に近傍に存在するとそれぞれのスピン間に双極子相互作用が働く。高

分子中で早いセグメントの運動は双極子相互作用の平均化を起こすが、架橋などによる運動の制限は双極子相互作用の平均化を妨げ、残余双極子相互作用が観測される。この残余双極子相互作用は架橋密度に依存した作用として観測される。図12AがMQ測定を行った、未架橋と架橋のEPDM (ethylene propylene diene monomer) の結果である。MQ測定では I_{ref} と呼ばれるsingle coherenceを中心とした信号および、 I_{DQ} と呼ばれるdouble coherenceの遷移を中心とした信号が観測される。架橋密度が大きいと、double coherenceの遷移が多くなるため I_{DQ} が大きくなる。図12BがMQ測定によって得られたRDCをまとめたものになる。架橋密度と共に、RDCの値が増加していることが分かる。このように一般にTDNMRは物性評価を行う分析手法であるが、MQ測定のような、構造情報を引き出すような測定も可能である。

4.2 スピン拡散⁴⁾

ポリマー内に比較的運動性の高いドメインAと運動性の低いドメインBがある場合を考える。これはコポリマーの様な2種類のポリマーの共重合体の様な場合に相当する。このポリマーの緩和時間を測定するとドメインAの運動性の高い成分は、長い緩和時間を持つ成分として観測され、ドメインBの運動性の低い成分は短い緩和時間を持つ成分として同時に観測される。この時、フィルターパルスを用いて、例えば運動性の低い緩和時間の成分のみを励起させる。その直後に緩和時間を観測すると、運動性の高いドメインAの緩和成分のみが観測される。しかしながら、ある一定時間経過後 (spin diffusion time) に緩和時間を観測すると、ドメインBの磁化が拡散され、両方のドメインの信号が観測される。

これはドメインBのスピンの影響がドメインAのスピんに拡散し、平衡状態に近くなっていくために起こる現象である。これをスピン拡散と呼ぶ。十分長い時間が経過すると、ドメインAの緩和成分とドメインBの緩和成分が同等に観測される。このスピン拡散を起こす時間は、ドメインA、Bのドメインサイズや、均一性などに依存するため、コポリマーや、半結晶性の材料の評価に重要な情報を与える。観測には運動性の低い成分を観測するDQ (double quantum) filtered MSE (magic sandwich echo) パルス系列や、運動性の高い成分を観測するMAPE (magic and polarization echo) filtered MSE パルス系列を用いる。

図13Aはポリエチレンに運動性の低い成分を観測するDQ filtered MSEで測定した結果を示す。半結晶ポリマーのポリエチレンでは t_{diff} を変化させてもスピンの平衡化はあまり起こらない (緩和曲線の形が変わらない) が、図13Bのコポリマーの場合、 $t_{diff}=2$ msの間にスピ

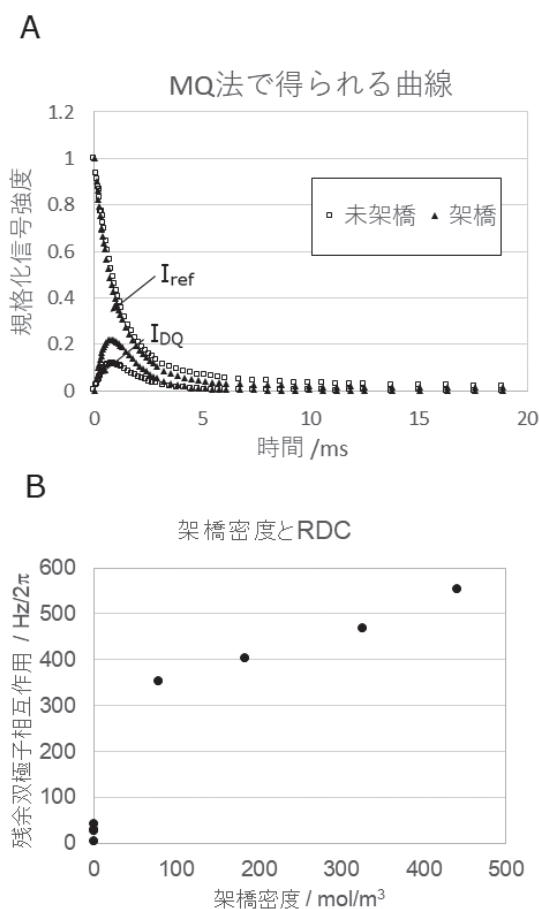


図12 MQ法によるEPDMゴムの観測 (A) MQ法によって得られる曲線、 I_{ref} 及び I_{DQ} の量曲線が得られる。(B) 架橋密度と残余双極子相互作用 (RDC) の関係

ンの平衡化が起こり、緩和曲線が変化していく様子が観測されている。

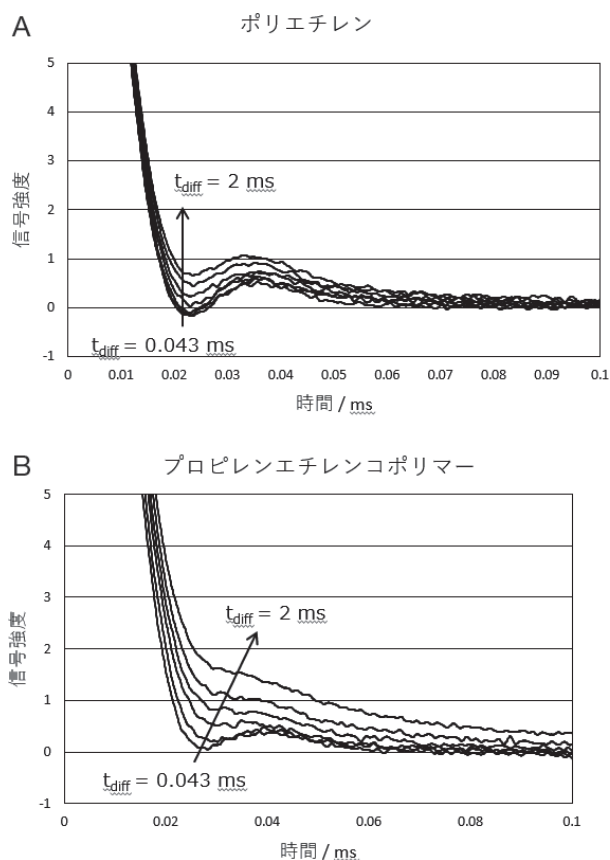


図 13 ポリエチレンとプロピレンエチレンコポリマーのスピン拡散

(A) DQ filtered MSE 法で得られたポリエチレンのスピン拡散時間を $t_{diff}=0.043$ ms から $t_{diff}=2$ ms まで変化させたときの緩和曲線。(B) DQ filtered MSE 法で得られたプロピレンエチレンコポリマーの緩和曲線

5 さいごに

TDNMR は試料の前処理の必要がなく、非破壊で、簡便に測定できる分析手法である。食品分野では固体脂肪比の決定や、水分・油分量の定量に用いられている。材料分野では、試料の物性評価をもとに添加物、混合物などの定量評価や、分子の運動性などの評価が可能である。また、最近では架橋密度の評価や、体組成分析などにも広く用いられるようになってきている。装置も卓上型であり、専用のユーティリティ等の必要がなく設置環境を選ばずに設置可能である。今後ますます TDNMR が様々な場面で活用されることを期待する。

文 献

- 1) E. Fukushima, S. Röder : “*Experimental Pulse NMR, A Nuts and Bolts Approach*”, (1981), (Addison-Wesley Publishing Company).
- 2) Bruker Applications : information flyer No.2, “*Xylene Soluble Content in Polypropylene & further Polymer*”, (2003).
- 3) K. Saalwächter, M. Gottlieb, Liu, W. Oppermann : *Macromolecules*, **40** (5), 1555 (2007).
- 4) K. Schäler, M. Roos, P. Micke, Y. Golitsyn, A. Seidlitz, T.Thurn-Albrecht, H. Schneider, G. Hempel, K. Saalwächter : *Solid State Nuclear Magnetic Resonance*, **72**, 50 (2015).



原 英之 (Hideyuki HARA)

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)。《現在の研究テーマ》磁気共鳴法を用いたポリマーの評価。《趣味》ガーデニング・DIY。

E-mail: Hideyuki.hara@bruker.com

会社ホームページ URL :

www.Bruker.com

関連製品ページ URL :

<https://www.bruker.com/ja/products-and-solutions/mr/td-nmr-industrial-solutions/minispec-mq-series.html>

2次元LCおよび2次元LC/MSを用いた生体分子・ バイオ医薬品の分析技術

内藤 厚子

1 はじめに

近年抗体医薬品や核酸医薬品などのバイオ医薬品が広く用いられるようになり、研究開発も活発に行われている。高速液体クロマトグラフィー（HPLC、LC）はバイオ医薬品の開発には必須の技術であり、LCの分離パフォーマンスの向上は微小粒子径充填剤や表面多孔質充填剤を使用した超高速液体クロマトグラフィー（UHPLC）カラムによる分離効率の向上によってこれまで多く議論されてきた¹⁾。今日では、マトリクスの多様化やより複雑な組成のサンプルの分析が求められており、2次元LC（2D-LC）が高分離を実現する手法として注目されている。2D-LCは二つの異なる分析条件のLC分析をオンライン、またはオフラインで組み合わせる手法である²⁾³⁾。理想条件では2D-LCのピークキャパシティは1次元目（¹D）と2次元目（²D）のピークキャパシティの積となり、分離パフォーマンスを飛躍的に向上させることができる。

2D-LCは古くから行われてきた手法であり、例えば分取LCにより採取したフラクション（画分）を異なる分析条件で再分析することはオフライン2D-LCと言える。一方で、オンライン2D-LCはバルブを介して1次元目の溶出液を2次元目に導入する手法で、自動化が可能である。しかしながら従来のオンライン2D-LCは制御が複雑であり実用は困難であった。そこで弊社ではオンライン2D-LC専用のバルブや装置制御ソフトウェアにより、簡便に利用できるAgilent InfinityLab 2D-LCソリューションを開発した。2D-LCは、医薬品、食品、化学材料等の多岐にわたる分野で適用されているが⁴⁾、本稿では、複雑かつ多様な特性解析が求められる生体分子やバイオ医薬品に焦点を当て、Agilent InfinityLab 2D-LCソリューションの特長および2D-LC、2D-LC/MSによる測定例を紹介する。

2 装置概要

Agilent InfinityLab 2D-LCの流路構成を図1に示す。2D-LC専用バルブ（2pos/4port Duo）により、1次元目¹Dカラムからの溶出液をループに溜め、バルブを切

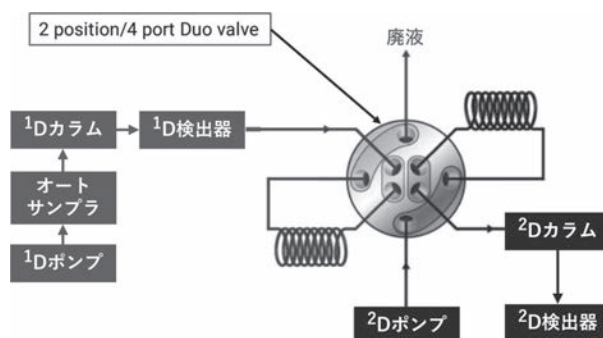


図1 Agilent InfinityLab 2D-LCの流路構成

り替えることにより²Dカラムに導入し分離、検出する。検出はUV検出器などのLCの一般的な検出器のほか、質量分析計（MSおよびMS/MS）も使用される。¹Dカラム分離の直後に検出器を接続し、¹Dクロマトグラムを得ることも可能である。

3 コンプリヘンシブ2D-LC

コンプリヘンシブ2D-LCは¹Dカラムからの溶出液すべてを²Dカラムに導入する手法であり、サンプルに含まれる化合物の全体像を包括的に把握するのに有効である。コンプリヘンシブ2D-LCでは、一方のループに¹Dカラムからの溶出液を溜めるのと同時に、もう一方のループに溜めた画分がただちに²Dカラムに導入され分離検出されて、バルブポジションが切り替わるという動作が繰り返される。このバルブが切り替わる周期をモジュレーションと呼ぶ。ループの容量は通常40~80 μL程度、モジュレーション時間はおおよそ20秒~1分程度であるため、1次元目は低流速、2次元目は超高速分析とする必要がある。したがって1次元目では低流速でも流量精度が高いポンプ、2次元目では超高速分析が可能なUHPLCシステムの使用が必須となる。

コンプリヘンシブ2D-LCのデータは一定のモジュレーション時間ごとの²Dクロマトグラムの集合体となるので、このクロマトグラムをモジュレーションごとに細分化し、横軸を¹D保持時間、縦軸を²D保持時間（モジュレーション開始からの時間）とする等高線プロットが得られる。図2に抗体医薬品のペプチドマッピング

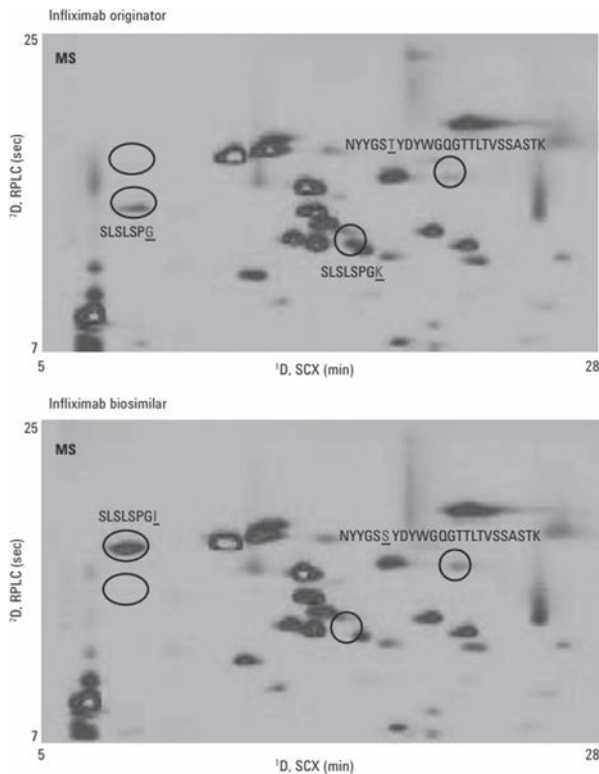


図2 コンプリヘンシブ 2D-LC によるペプチドマッピング
 上段：インフリキシマブ，下段：バイオシミラー。
 分析条件 1D：SCX（カラム：Agilent Bio SCX NP10）；2D：RP（カラム：Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18）；検出：Q-TOF MS（positive）。

の例を示す⁵⁾。1次元目で強カチオン交換（SCX），2次元目で逆相（RP）分離を行い，等高線プロット上でインフリキシマブとそのバイオシミラーの差異を可視化した。Q-TOF MSにて差異ピークの配列確認を行った。

4 ハートカット 2D-LC

4.1（シングル）ハートカット 2D-LC

ハートカット 2D-LC は 1D カラムからの溶出液の一部を，ループを介して 2D カラムに導入する手法であり，特定のピークを詳細に分析することができる。コンプリ

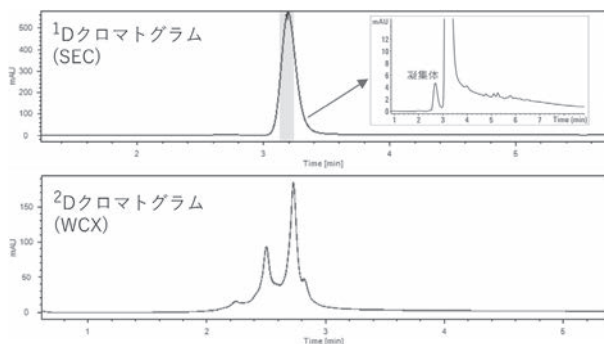


図3 ハートカット 2D-LC によるモノクローナル抗体の分析
 分析条件 1D：SEC（カラム：Agilent AdvanceBio SEC 300A）；2D：WCX（カラム：Agilent Bio mAb WCX）；検出：UV 280 nm，ハートカット位置を灰色で示した。

ヘンシブ 2D-LC と異なりハートカット 2D-LC の 2次元目は必ずしも超高速分析である必要はなく，1次元目，2次元目の分析条件の制約が少ない。

図3はモノクローナル抗体のサイズ排除（SEC）-弱陽イオン交換（WCX）の分析である⁶⁾。モノクローナル抗体をはじめとしたバイオ医薬品では安全性や効能を確保するために詳細な特性解析が重要であり，通常は複数の分析が必要とされる。2D-LC を用いて，SEC による凝集体分析，WCX による電荷変異体の分析を1回のインジェクションで行うことができた。

4.2 マルチハートカット（MHC）2D-LC

ハートカット 2D-LC の問題点として，1次元目で近接した時間に溶出する複数のピークを2次元目に導入し分離したい場合に，一度の測定では2次元目の分析が出来ないピークが発生することがある。そこで弊社では，2個のマルチループバルブにより1次元目の溶出液を貯留するループを増やしたマルチハートカット 2D-LC を開発した（図4）。これにより2次元目へ導入できるピークの数が増え，効率よくハートカット 2D-LC を行うことが可能となった。

図5にMHC 2D-LCによる合成核酸（オリゴヌクレオチド）の陰陰イオン交換（SAX）-逆相（RP）の分析を示す⁷⁾。イオン交換クロマトグラフィーでは通常，不揮発性塩を含む緩衝液を移動相に用いるため，そのままMSに接続することは困難であるが，1次元目で溶出した各ピークを2次元目のRPにて脱塩を行いQ-TOF MSに導入することで，MSによる解析を可能にしている。MHC 2D-LCにより近接している複数ピークを1

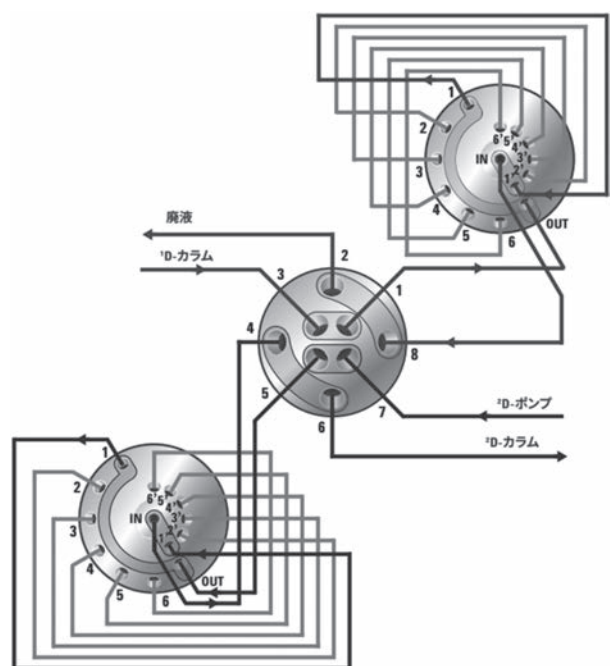


図4 マルチハートカット（MHC）2D-LC の流路図

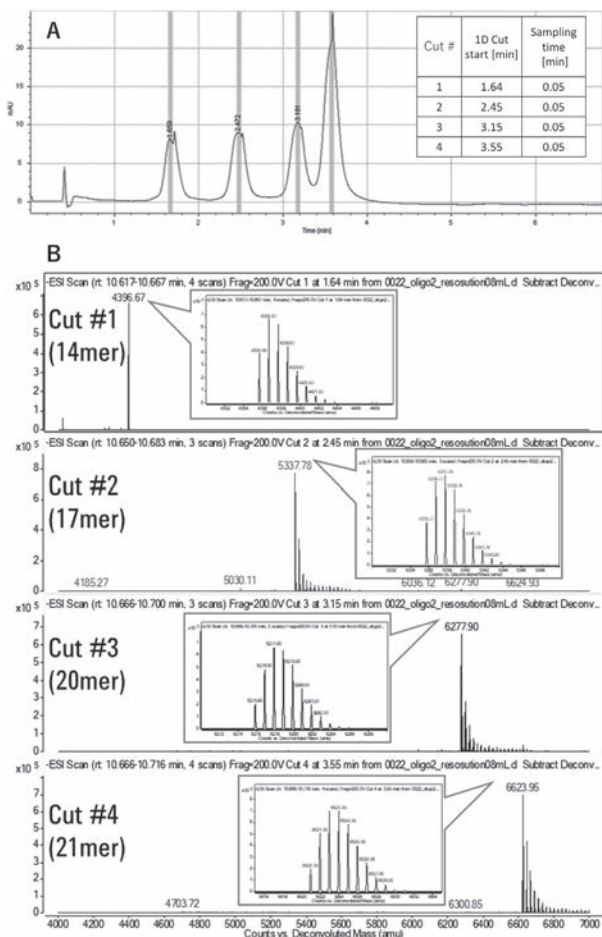


図5 MHC 2D-LCによる合成核酸のイオン交換分離及びオンライン脱塩
 A: 1Dクロマトグラム (ハートカット位置を灰色で示した);
 B: ピーク脱塩後のMSデコンボリューション結果.
 分析条件 1D: SAX (カラム: Agilent Bio SAX); 2D: RP (カラム: Agilent AdvanceBio Oligonucleotide); 検出: UV 260 nm および Q-TOF MS (negative).

回の測定で²Dカラムに導入して分析することが可能であった。

5 ハイレゾリューションサンプリング 2D-LC

5.1 ハイレゾリューションサンプリング (HRS) 2D-LC

MHC 2D-LCは1次元目の特定のピークを連続的に複数のループに貯留し2次元目へ導入することも可能であり、このような手法はハイレゾリューションサンプリング (HRS) 2D-LC もしくは選択的コンプリヘンシブ 2D-LC と呼ばれている。シングルハートカット 2D-LC ではターゲット成分の1次元目のピーク容量が2D-LCのループ容量を上回る場合、ピークの一部しか2次元目に導入出来ないが、HRS 2D-LCではピークを広範囲にわたって2次元目へ導入できるためピーク全体もしくは大部分の2次元分離が可能である。

図6にHRS 2D-LCによる牛インスリンのRP-RP分析を示す⁸⁾。1次元目で溶出したターゲットピークに対して、9画分を連続的に貯留し2次元目で分離を行った(図6A)ところ、主成分(c3)と4種の不純物を分離した(図6B)。Q-TOF MSにて不純物はアラニン欠損体(c1)および脱アミド体(c2,c4,c5)と同定された。

5.2 マルチインジェクション

HRS 2D-LCでは、ピーク全体または広範囲を2D-LC分析することが可能である一方で、ループに貯留している複数の画分をすべて2次元目に導入し測定するため分析条件の設定によっては測定時間が長大となる。そこで弊社はHRS 2D-LC分析時に貯留した複数のピーク

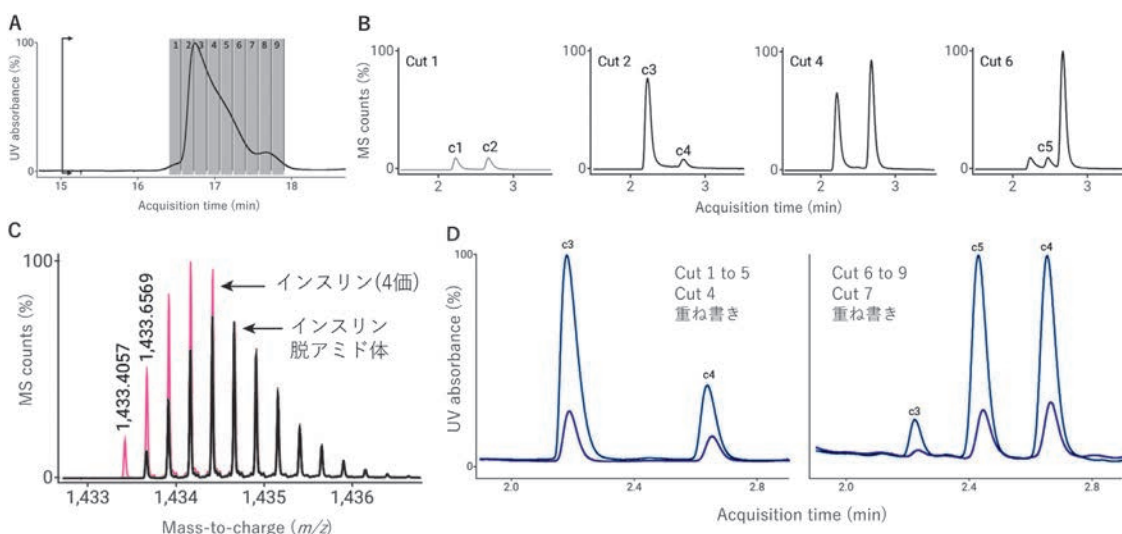


図6 HRS 2D-LCによる牛インスリンの分析

A: 1DクロマトグラムとHRSカット位置; B: 各カットの²Dクロマトグラム; C: インスリンおよび脱アミド体のマススペクトル; D: マルチインジェクションを行った時の²Dクロマトグラム.
 分析条件 1D: RP (カラム: Agilent InfinityLab Poroshell HPH-C18, 移動相: 0.1% TFA/アセトニトリル グラジエント溶離);
 2D: RP (カラム: Agilent InfinityLab Poroshell HPH-C18, 移動相: 0.1% ギ酸/アセトニトリル グラジエント溶離); 検出: UV 214 nm および Q-TOF MS (positive).

クをまとめて2次元目に導入するバルブの制御プログラムを開発し、マルチインジェクション機能とした。これは大容量ループを使用したハートカット2D-LCを行うのと同じであるが、マルチインジェクションではループの付け替えを必要とせずソフトウェアによってループ容量を柔軟に設定できる。またマルチインジェクションは2次元目に導入される画分の容量が増大するため、後述のActive Solvent Modulation (ASM) と組み合わせるとより良い結果が得られやすい。

前述の牛インスリンのRP-RP分析において、1次元目でのピークの画分を1~5および6~9の二つのカットに分けてマルチインジェクションを行った結果を図6Dに示す。マルチインジェクションを行った場合でも²Dピークの保持時間は通常のHRS 2D-LCと同様であり分離能は損なわれなかった。またマルチインジェクションで得られた2Dピークの面積値は、HRS 2D-LCのカットごとのピーク面積の合計とほぼ一致した。一方で、通常のHRS 2D-LCと比較し分析時間を68分から39分に短縮することができた。

6 2D-LCの最新技術

6.1 2D-LCの最新技術

弊社のオンライン2D-LCソリューションは発表から約10年が経過したが、その間複数回のハードウェア、ソフトウェアの改良に加えて、測定モードの多様化、関連技術の開発等が進み、それに伴って適用分野が拡大してきた。2D-LCの最新技術として、本項ではActive Solvent Modulation (ASM)、ダイナミックピークパーキング、Bio 2D-LCを紹介する。

6.2 Active Solvent Modulation (ASM)

2D-LCでピークキャパシティをより大きくするには1次元目と2次元目で異なる分析条件を設定することが重要であり、中でも異なる分離モードを用いることは有効である。しかし異なる分離モードを組み合わせる場合に移動相の適合性が問題となることがある。1次元目に親水性相互作用クロマトグラフィー (HILIC)、2次元目にRPを用いた2D-LCはその一例である。オンライン2D-LCではループと同容量の1次元目の移動相が2次元目に導入されるため、1次元目のHILICで用いられるアセトニトリル比率が高い溶出液が2次元目のRPに大量に導入されることになり、2次元目においてブレイクスルーやピーク形状の悪化が引き起こされる原因となる。この問題は1次元目の溶出液を適当な溶媒で希釈しながら²Dカラムに導入することで緩和できる。弊社では2次元目の移動相をスプリットしその一部で1次元目の溶出液を希釈しながら2次元目へ導入することができる2D-LC用バルブ (ASMバルブ) を開発した。このASMバルブにより、簡便に移動相の不適合を

緩和することが可能となった。図7にASMバルブの構造と概念、図8にペプチドをHILIC-RP (MHC 2D-LC) で測定した結果⁹⁾を示す。ASMを使用すると2次元目でブレイクスルーが生じず、ピーク形状も改善している。

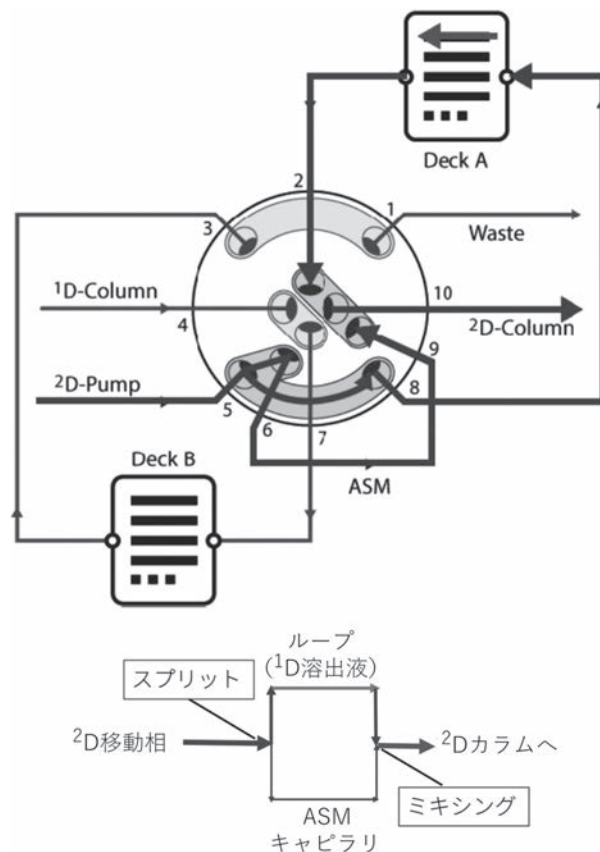


図7 ASMバルブの構造および概念図

ASMバルブに導入された²D移動相は、マルチループバルブ (Deck A/B) のループおよびASMキャピラリにスプリット (分岐) され、再び合流しミキシングされる。これにより1次元目の溶出液は²D移動相に希釈されて²Dカラムに導入される。

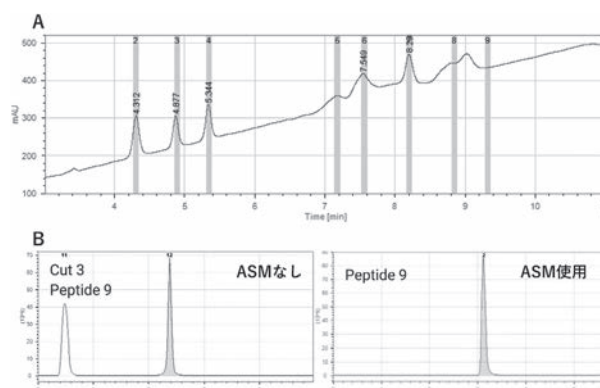


図8 ASMバルブを用いたMHC 2D-LCによるペプチドの分析
A: 1Dクロマトグラム (ハートカット位置を灰色で示した),
B: カット3の²Dクロマトグラム。
分析条件 1D: HILIC (カラム: Agilent ZORBAX HILIC Plus);
2D: RP (カラム: Agilent AdvanceBio Peptide Mapping); 検出:
UV 220 nm および MS (positive)。

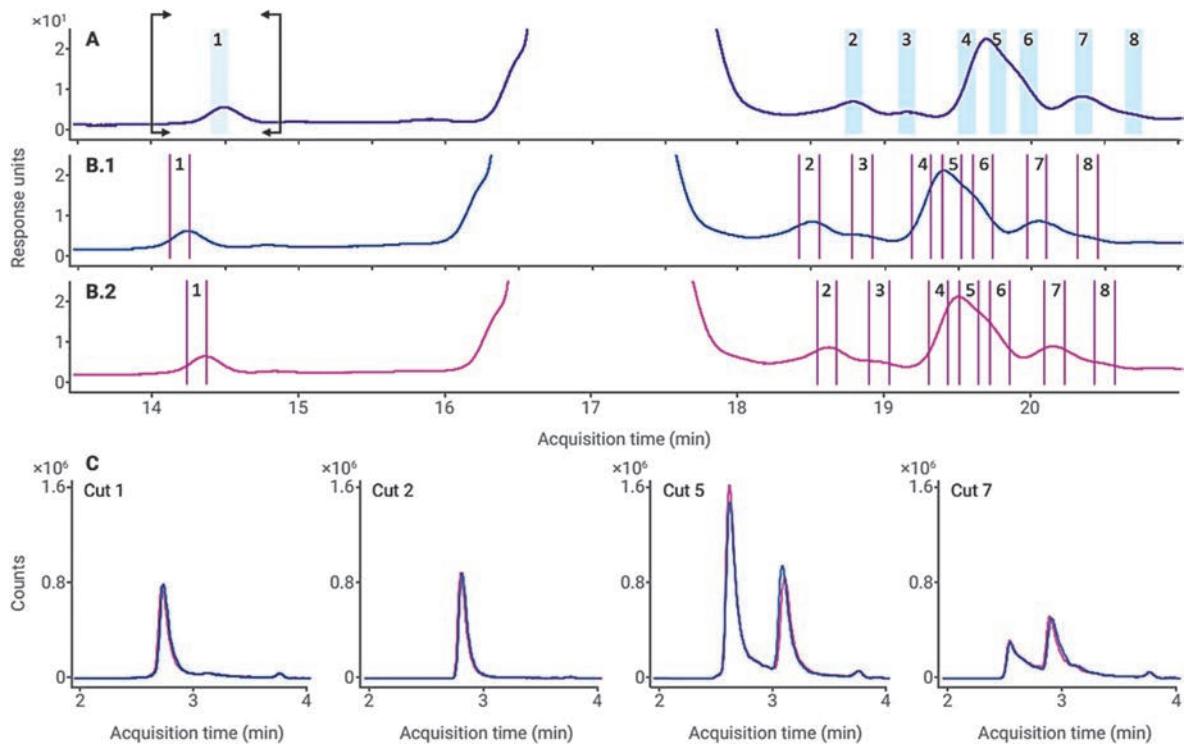


図9 ダイナミックピークパーキング機能を用いた MHC 2D-LC 分析

A: ¹Dクロマトグラムおよび設定したハートカット位置; B.1 および B.2: 別日に測定した ¹Dクロマトグラムおよびハートカット位置; C: 別日に測定した ²Dクロマトグラム重ね書き, 分析条件は図6と同様。

6.3 ダイナミックピークパーキング

ハートカットおよび HRS 2D-LC において1次元目のピーク保持時間が変動したとき、保持時間が想定と異なってしまう意図しない画分を2次元目に導入してしまうという問題がある。そこで弊社では、ソフトウェアで設定した内部保持時間標準ピーク (IRTS) の保持時間変動により、IRTS 以降のハートカットおよび HRS の画分のカット時間を補正する制御プログラムを開発し、ダイナミックピークパーキング機能とした。この機能は保持時間が変動しやすい生体分子の分析において特に重要である。図9はダイナミックピークパーキングを使用した牛インスリンとその不純物の RP-RP (MHC 2D-LC) 分析例である。図9Aのピーク1をその他のハートカット時間の IRTS として設定している。それぞれ別日に測定した結果を比較したところ、¹Dピークの保持時間が異なってもカット時間が補正され、同一の²Dクロマトグラムが得られた。

6.4 Bio 2D-LC

生体分子やバイオ医薬品の中には、一般的な (U) HPLC に使用されているステンレス鋼 (SUS) に対して吸着する試料がある。対策として接液部に SUS を使用しないシステムが開発されており、弊社でもバイオイナート LC, Bio LC を開発している¹⁰⁾¹¹⁾。2D-LC においても Bio LC をベースとした Bio 2D-LC を開発した。Bio 2D-LC は SUS の代替として鉄を含まない合金

(MP35N) を接液部に使用している。前述の図6, 図9の分析は Bio 2D-LC を使用した分析である。

7 おわりに

オンライン 2D-LC は装置や周辺技術の進歩とともに適用分野が拡大している。分離能の高い手法である 2D-LC と、質量分析計を組み合わせることにより、サンプルのさらなる詳細解析が可能である。今後も Bio 2D-LC をはじめとした最新技術の進歩とともに、生体分子、バイオ医薬品を含めたさらに幅広いサンプルへの応用が期待される。

文献

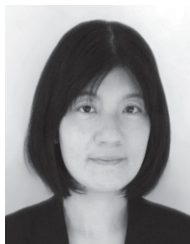
- 1) S. Feketea, E. Oláh, J. Feketea : *J. Chromatogr. A*, **1228**, 57 (2012).
- 2) D.R. Stoll, X. Li, X. Wang, P.W. Carr, S.E.G. Porter, S.C. Rutan : *J. Chromatogr., A*, **1168**, 3 (2007).
- 3) P. W. Carr, D.R. Stoll : TWO-DIMENTIO'NAL LIQUID CHROMATOGRAPHY-PRICIPLES, PRACTICAL IMPREMENTATION AND APPLICATIONS, Primer, 5991-2359EN, Agilent Technologies (2015).
- 4) B.W.J. Pirok, D.R. Stoll, P.J. Schoenmakers : *Anal Chem.*, **91**, 240 (2019)
- 5) Application Note : 5991-8077EN, Identifying Monoclonal Antibody Mutation Sites Using the Agilent 1290 Infinity II 2D-LC Solution with Q-TOF LC/MS, Agilent Technologies (2017).
- 6) Application Note : 5991-6906EN, Online 2D-LC Characterization of Monoclonal Antibodies with Size Exclusion and

Weak Cation Exchange Chromatography, Agilent Technologies (2016).

- 7) アプリケーションノート：LC-MS-202004NA-001, 2D-LC/MS を用いた合成核酸のイオン交換分離およびオンライン脱塩, アジレント・テクノロジー (2020).
- 8) Technical Overview : 5994-4743EN, Analysis of Peptide/Protein*-Related Impurities Using the Integrated Solution of Bio 2D-LC/Q-TOF in Agilent MassHunter Software (2022).
- 9) Technical Overview : 5991-8785EN, The Agilent InfinityLab 2D-LC Solution with Active Solvent Modulation, Agilent Technologies (2017).
- 10) Application Note : 5994-4392EN, Comparability Studies for the Analysis of Nucleotides on Four Different LC Systems,

Agilent Technologies (2021).

- 11) Application Note : 5994-4617EN, Enhanced Sensitivity for Phosphopeptide Analysis, Agilent Technologies (2022).



内藤 厚子 (Atsuko NAITO)

アジレント・テクノロジー株式会社
(〒192-8510 東京都八王子市高倉町9-1). 東京都立大学大学院理学研究科修士課程修了. 《現在の業務》HPLC, LC/MS セールスサポート, アプリケーション開発. 《趣味》旅行.

E-mail : atsuko_naito@agilent.com

会社ホームページ URL :

<https://www.chem-agilent.com>

関連製品ページ URL :

<https://www.chem-agilent.com/contents.php?id=1006128>

原 稿 募 集

「技術紹介」の原稿を募集しています

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

報など

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.

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]

金属有機構造体を用いた二酸化炭素の 蛍光検出

CO₂の検出には赤外分光法、ガスクロマトグラフィー質量分析法 (GC-MS)、電気化学的手法などの方法がよく用いられる。それら手法のひとつに蛍光プローブによる二酸化炭素検出があり、CO₂と塩基性官能基や遷移金属錯体との反応に基づくものが報告されている¹⁾²⁾。Y. Tangらは優れた化学的安定性、比表面積で近年注目されている金属有機構造体 (metal organic frameworks, MOF) を含む蛍光プローブを作製し、報告したので紹介する³⁾。

MOFにはZrを頂点に持ち、カルボキシレートを辺に持つ八面体UIO-66にアミノ基を導入したUIO-66-NH₂を利用し、サリチルアルデヒドとのSchiff base反応、NaOH処理により得られるUIO-66-ONaを用いた。UIO-66-NH₂の構造を壊さずにCO₂との反応が高いナトリウムフェノキシドを導入したことが特徴である。UIO-66-ONaとCO₂が反応することによりUIO-66-OHが生成し、発光ピークが496 nmから446 nmに変化することを利用してCO₂の検出を行った。溶液中の蛍光色もUIO-66-ONaがCO₂との反応前後で緑から青に変化していた。UIO-66-ONaの496 nmにおける蛍光消光効率とCO₂濃度の対数との間に線形性の関係が見られ、蛍光消光効率をCO₂濃度の対数で規格化することで検量線を作成した。得られた検量線をもとに検出限界を計算すると3.5×10⁻⁷ mol/Lと求まり、他の蛍光プローブと比較しても高感度であった。

また、CO、N₂、Ar、O₂などの一般的なガス分析対象に対してUIO-66-ONaのCO₂に対する選択性を同じ条件下で評価を行った。結果としてはプローブ溶液にN₂、Ar、O₂のパブリングをしたが、発光強度はほとんど変化しなかった。一方、CO₂の場合は発光強度が顕著に低下したため、蛍光プローブはCO₂に対して高い選択性を持つことがわかった。

さらに、UIO-66-ONaの可逆性を確認するために消光回復試験を行った。CO₂パブリング後に496 nmにおける発光強度を測定し、水酸化ナトリウムで処理を行う操作を3回行った。3回の操作での発光強度にほとんど変化がなくUIO-66-ONaの再利用性が確認できた。

密閉空間を想定し、1000 ppmのCO₂を封入した15 mLのバイアルと空気との対照実験を行った。それぞれのバイアルを1分間振った後に、色の変化を目視で確認したところ1000 ppmのCO₂を封入したものが緑色から青色に変化しており、実測定への応用が期待できた。

合成後に官能基を導入したMOFを用いて高感度、高選択性を持つ蛍光プローブセンサーの開発に成功しており、ガスセンシングにおけるMOFに基づいたセンサー素材の合成への将来性が見込まれる。

1) G. Xia, B. Ye, D. Li, H. Wang : *Sensors and Actuators B: Chemical*, **244**, 252 (2017).

2) J. Sun, X. Zheng, X. Wu, D. Li, G. Xia, S. Yu, Q. Yu, H. Wang : *Anal. Methods*, **9**, 6830 (2017).

3) Y. Tang, J. Chen, H. Wu, J. Yu, J. Jia, W. Xu, Y. Fu, Q. He, H. Cao, J. Cheng : *Dyes and Pigments*, **172**, 107798 (2020).

[神戸大学大学院海事科学研究科 谷嵐 正之]

海水中の金属-有機配位子錯体の測定に おける電気化学的手法の適用とその問題点

海水中の微量金属元素 (鉄, 銅, 亜鉛, コバルトはなど) は植物プランクトンにとって重要な栄養素であり、海洋の一次生産を支える¹⁾。しかし、植物プランクトンは特定の化学形態で存在する微量金属しか取り込むことができないため、それらの金属の正確な海水中の化学形態別分析が可能な手法の開発は重要な課題である。本稿では、海水中の微量金属化学形態解明の一環として、Hanらが解説した微量金属元素と有機配位子の錯生成の調査に広く用いられてきた電気化学的手法を紹介する²⁾。また、その手法を使う際の問題点を挙げる。

ボルタンメトリー法は電気化学的手法の一種であり、微量金属元素の分析に広く用いられてきた²⁾。有機配位子の測定にはカソーディックストリッピングボルタンメトリー (CSV) が主に用いられてきた。CSV法では、目的金属と人工的に添加した配位子を錯生成させ、その有機錯体を検出する。

海水中の微量金属と有機配位子の錯生成強度は錯体条件安定度定数 (K') によって表す。これまでに海水中の金属有機配位子の濃度とK'を求めるには配位子交換平衡カソーディックストリッピングボルタンメトリー法 (AdCSV) がよく用いられる³⁾。この手法では、既知濃度の金属を段階的に海水試料に添加して有機配位子をすべて錯体化した後、人工配位子を添加し、天然海水に存在する配位子と競争させ、目的金属と添加した人工配位子の錯生成の割合から天然海水中の有機配位子濃度とK'を求める。

海水中の金属有機配位子の測定に検出窓 (測定の際に添加した配位子の天然有機配位子との競争強度) を考慮する必要がある。AdCSVを用いた有機配位子の測定では、添加した配位子の種類と量によって検出窓が決定され、検出される有機配位子が異なる。そのため、検出窓の違いによって測定結果に差が生じやすい。各研究グループは自身の測定手順に基づくため、今までに発表された海洋における金属有機配位子のデータを統一できないという問題点がある。データの信頼性を高めるには各グループ間の相互検定が必要である。そこで、海洋科学研究委員会 (SCOR) は新しいworking group (WG139) を設置し、同じ海水試料を各グループに配り、データの比較性を検討する。現在では、海水中の金属有機配位子の最適な測定法についての議論は続いている。

1) C. Moore, M. Mills, K. Arrigo, L. Berman-Frank, L. Bopp, P. Boyd, E. Galbraith, R. Geider, C. Guieu, S. Jaccard, T. Jickells, J. La Roche, T. Lenton, N. Mahowald, E. Marañón, I. Marinov, J. Moore, T. Nakatsuka, A. Oschlies, M. Saito, T. Thingstad, A. Tsuda, O. Ulloa : *Nat. Geosci.*, **6**, 701 (2013).

2) H. Han, D. Pan : *Trends Environ. Anal. Chem.*, **29**, e00119 (2021).

3) M. Campos, C. van den Berg : *Anal. Chim. Acta*, **284**, 481 (1994).

[金沢大学理工研究域 黄 国宏]

こんにちは



東北大学大学院農学研究科 食品機能分析学分野を訪ねて

〈はじめに〉

著者は、2022年6月、訪問先である東北大学大学院農学研究科のコロナ対策レベルが外部者入室可になるのを待ち、東北支部の仲川清隆会員が主宰する同大学院農芸化学専攻食品機能分析学分野を訪ねた。東北大学大学院農学研究科・農学部は今年度に75周年を迎えた。約70年間にわたり、仙台市の中心部にキャンパスを置き、



写真1 食品機能分析学分野の皆さん

最後列左端から：永塚貴弘准教授，伊藤隼哉助教，右端：加藤俊治准教授
中列左から3番目：仲川清隆教授

およそ1万人の卒業生を輩出してきた。2017年に青葉城跡を眼下に見る現在の新キャンパスに移転し、約1000名の学生が緑に囲まれた地で研究生活を送っている。

現在の農学研究科本棟は、開放的な吹き抜けのエントランスとなっており、歴代の学部長の方々の写真を左手に見ながら中に進んでいくと、木目の美しい来客用テーブル・椅子が並んでいる。これらの什器は、長年親しんだ旧キャンパスからの移転を記念し、卒業生有志の寄付によって設置されたものであり、椅子の背には寄付者の名前が刻まれている。本日お伺いする食品機能分析学分野は、農学研究科本棟の5階にあり、精密な定量解析に向けた主力装置である質量分析装置（6500QTRAP, 4000QTRAP）をはじめとし、ガスクロマトグラフや各種高速液体クロマトグラフ（UV, 蛍光, 多波長）など、食品の機能性成分や生体の生理活性物質などの精密解析に欠かせない装置に加え、簡便な非破壊分析法の開発を念頭に置いた近赤外分光装置なども配備されており、研究の幅の広さを実感する。

〈食品機能分析学分野の研究〉

食品機能分析学分野は、2022年4月の農学研究科の改組に伴い、新たな研究室名となったばかりで、3月までは機能分子解析学分野として研究が展開されていた。現在、同分野には、学部生3名、博士課程前期学生6名、博士課程後期学生13名（内、社会人博士課程7名）、総勢21名の学生が在籍しており農学研究科で最も大きなラボの一つである。特筆すべきは、本日案内をしてくれた助教の伊藤先生に加えて、博士研究員2名、任期付き助教1名、准教授1名が在籍しており、加えて、企業との共同研究講座に准教授1名、客員教授1名が在籍している。それぞれが日夜切磋琢磨することで、お互いを高め合うことを心掛けており、研究室にお伺いするだけで仲川教授の若手研究者や後進育成を重視した方針を垣間見ることができた。

研究は、「分析化学を基盤とした脂質過酸化の全貌解明」や「吸収代謝の理解を念頭に置いた食品機能性成分の評価」を中心に展開されている。説明を頂いた研究内



写真2 主力の質量分析装置（高感度分析（fmolオーダー）に長けており、ほぼ24時間毎日稼働している（左：6500QTRAP, 右：4000QTRAP） 左は今回研究室を案内していただいた伊藤助教

容をわたくしなりに分類してみると、一つの大きな柱は、約40年にわたる過酸化脂質研究である。特に、仲川教授が構築したMSによる異性体解析手法により、食用油をはじめとした様々な食品や、ヒトの血液や動物組織に存在する過酸化脂質の構造を詳細に解析することが可能となった。さらに、この解析を通じて食品や生体の酸化反応の種類を見極めることが可能となり、それぞれに応じた適切な抗酸化物質の選択を可能とした。また、食品機能性成分の研究では、ポリフェノールやカロテノイド、アザ糖をはじめとした種々の成分を研究されている。例えば、米糠に豊富に含まれるポリフェノール^{けっしょう}の一種である γ -オリザノールの研究では、血漿中や組織中に移行した γ -オリザノールを質量分析により定量し、体内動態を解明するとともに、生理作用発現のメカニズム解明にも果敢に挑戦されている。これらに関する研究成果は、国内外の学術論文や学会で数多く発表されている。

〈食品機能分析学分野の力〉

今回、食品機能分析学分野を取材させていただいて感じたことは、食品機能分析学研究室のもつ様々な「力」であった。まずは言わずもがなであるが、発信力である。上述した研究テーマはそれぞれ食品科学分野のみでなく、医療分野でも先進的なものであるが、停滞することのない研究成果発信が続けられている。この発信力を



写真3 仲川教授(右)と伊藤助教(左奥)

取材の最中も所属学生の方とのディスカッションが入る。せっかくなので、写真を取らせていただいた。

支えているのが、人間力であろう。食品機能分析分野では、論理的で再現性の高い知見の獲得を目指して若手研究者や学生が日々切磋琢磨しているが、仲川教授はご自身が大変柔和な性格をなさっており、決して強制されているわけでない。特に指摘に対する素直な姿勢が研究室の人間力のさらなる向上につながっていると感じた。また当該研究室では、一般消費者、生産者など非研究者に対する食育活動にも力を入れており、目先の業績のみでない日本の食品化学の将来を見据えて人間力を醸成する姿勢は、私自身も取り入れていくべきと強く感じた。そしてこれは蛇足になってしまうかもしれないが、食品機能分析学分野のスタッフ陣に特筆すべき点は、その「事務能力」の高さである。仲川教授をはじめ、多忙にもかかわらず例えばメールのレスポンス一つとっても瞬間的で洗練されている。この優先順位付けと迅速さが多くの業績を生む根底にあるものだと強く感じた。

〈終わりに〉

食品機能分析学研究室の将来展望についてもお伺いした。これまでに、質量分析技術を基盤として、様々な食品・生体成分を緻密に評価し、新たな可能性を拓くこと、特に脂質過酸化に関して新たな知見が発信されている。仲川教授の言葉をお借りすると、『脂質をはじめとする食品や生体成分の複雑な酸化情報の精緻化、そしてその理論に基づく制御が私の研究ライフワークになります。ここから導かれ、基礎と応用が表裏一体となった研究テーマを追究し、食品の未来品質・ヒト健康社会の実現を目指しています』とのことであり、この達成が決して絵に描いた餅ではないと感じられた。また、仲川教授は栄養学学術連合のタスクフォース長として、日本から世界への提言「栄養不良の二重負荷に対する日本の食事の有効性を提示し、エビデンスに基づいた栄養改善を研究から実践につなげる人材を育成することで、世界の栄養課題の解決に資する。」の策定にも尽力されている。分析化学の力が、栄養学・医学などのヒトの健康と未来を支える領域へ貢献できる可能性が感じられ、本来の意味での「実学」の重要性を再認識する訪問となった。

〔福島大学農学群食農学類 石川 大太郎〕



名前の話

生命金属研究の仲間であり、東京大学の若き教授である鈴木道生先生から、「リレーエッセイのバトンを受け取ってもらえませんか？」との連絡をいただき、「私よりも、若手の先生に繋いでいただく方がよろしいのではないのでしょうか。」と一度はお断りしたものの、今一度若手になったつもりで何か書かせていただこうかと思ひ、引き受けさせていただきました。千葉大学の小椋です。

シンガーソングライターの小椋 佳さんや、バドミントンのダブルスペアのオグシオの小椋久美子さんらのお陰で、最近「小椋」という名前を間違えられることは少なくなりました。しかし、電話で「“おぐら”の漢字は、“小さい”に“木ヘンに東京の京”です」と説明しても“小棟”（それは東京の東ですな）とか、電子メールの際にありがちな“小椋”（画面では見づらいのでしょうか、それは手ヘンです）とか、“小鯨”（ご丁寧に“オジラ”とフリガナが書いてあることも）とか、最近でもたまに出くわします。調べてみますと、巨椋と書いて“おぐら”と読む姓もあるそうで、そうすると小椋は“おぐら”とふりがなを振るべきか悩んでみたりもします。ちなみに小椋という姓は、木地師（お椀やお盆などの木工品を製造する職人）に多いそうです¹⁾、“椋”が木ヘンであることも何らかの関係があるのではないかと考えています。しかし、名前のルーツは木地師かもしれませんが、自分自身では“職人氣質の研究者”というよりは“営業職的な研究者”ではないかと自身を分析しています。

また、1994年に初めてOriginal Paperを発表した時以来、私の名前の英文表記はOguraではなく、Ograを使っています。当時の文献検索は、冊子体のCurrent Contentsを使っておりましたが、著者検索をしたときにOguraよりも先に出てくること、英文表記した時に同姓がないのではということ意識してOgraにしました。今となってはインターネットで検索するので、最初に出てくると言う効果は意味がなくなりました。PubMedで検索してみると、免疫学の分野でPearay L. Ograさんという研究者がニューヨークにいらっしゃいました。恐らく、木地師をルーツに持つ方ではないと思います。

ちょっと古い話ですが、ぶんせき誌の2008年の表紙は元素の周期表を背景に、B（ホウ素）、U（ウラン）、N（窒素）、Se（セレン）、K（カリウム）、I（ヨウ素）をハイライトし、BUNSeKIという名前を紡いだものでした（図）。非常に目を惹くデザインで、周期表がモチーフとなっていることから生命金属研究者としても嬉しく思っていました。これに触発され、自分の名前

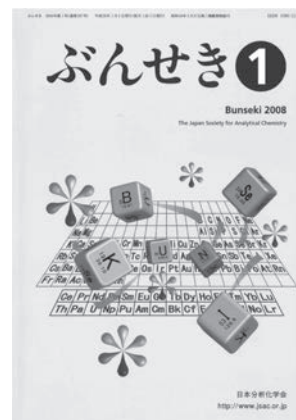


図 2008年の“ぶんせき”の表紙

ある“Ogra”も元素を並べてデザインできないものかと思っておりましたが、2008年当時はどう組み合わせてもOgraを表現することができませんでした。ところが、2016年11月にNh（ニホニウム）が命名された時と同時に、原子番号118、現時点では最も原子番号の大きい元素としてOg（オガネソン）が命名されました。名前の由来は核物理学者のユーリイ・オガネシアンとヘリウム以外の18族元素の語尾がonで終わっているということを組み合わせて、オガネソンと決まったようです。ともあれ、これによって晴れて私の名前をOgとRa（ラジウム）を組み合わせて“OgRa”と表記できるようになりました。詳しいことは理解していませんが、元素は一説によると、原子番号173の元素まで存在可能なようです。現時点では、118番目のOgまで命名されていますが、119番目以降173番目までの55元素はまだ命名のみならず、その存在自体が確実に確かめられていない元素です。どのような由来で元素名が決まって、どのような元素記号になるのか楽しみです。まだ元素記号でご自身のお名前を綴れない方には、今後の元素の発見と命名が待たれるところです。

永年の生命金属元素研究の功績が認められ、新元素に私の名前に由来した元素（例えば、オグリウム）ができたとしても、残念ながらその元素記号はOgにはなりません。（そんなことを残念がる必要は全くないのですが！）

今回は、株式会社バイオデザインにお勤めで、元同僚の安部寛子先生にバトンを渡したいと思います。（元素記号で“Abe”は今のところ表現できませんね）

1) 桐村英一郎：“木地屋幻想 紀伊の森の漂泊民”，(2020)，(七月社)。

〔千葉大学大学院薬学研究院 小椋 康光〕



談 話 室

分析化学的研究と教育

標記については、釈迦に説法かもしれません。また、何度かこの雑誌でも述べられているのかもしれませんが、ずいぶん前にどこかで一度申し上げたことかもしれませんが、今、筆者が思っていることを述べさせていただきます。20年以上前の大学改革の時期に「分析化学」という講義は、化学を勉強したことのある研究者・教育者はだれでも教えられる。だから、分析化学講座は必要ない。」という乱暴なことを言う化学系の教員（研究者）がいました。これは、分析化学を研究の中心にしておりましては、大変心外でした。つまり、その研究者が言うのは、分析化学という学問・研究をしていなくても、化学をやっているならば、分析化学は教えられるというわけです。もちろん、「分析化学」と名の付く教科書はたくさん出ておりますので、それらを見れば分析化学は教えられます。ただ、研究・経験から染み出てくる「分析化学」というものがあり、それを講義の中で学生さんに話していけることが重要なのだと思います。例えば、新原理の分析装置の開発、現場でのサンプリング・前処理のノウハウ・苦勞、導入装置の測定原理の理解とそれに基づく簡単な修理など、分析化学ならではのノウハウ・むつかしさがああります。文科省の化学系学科の設置審で認められているように、多少の科目名の違いはあっても、「分析化学」は「物理化学」、「無機化学」、「有機化学」とともに化学系の学科の3年次までに学ぶ必修科目であることは間違いのないことですので、これらの4科目は、ご専門の先生がいなくても、化学系の先生方が教えることとなります。化学系の先生のポストが少ない地方大学ではやむを得ないこととはいえ、筆者としましては、上記の先生の発言は残念でした。当時、1年次の分析化学実験（3単位）を含め、分析化学（2科目4単位）の講義は、必ずしも分析化学を専門にしておられない先生方が教えておられました。その後、10年ほど前の大学改革・学部改組で、生命化学科（後に生命科学科）を立ち上げるときには、分析化学の講義は4科目8単位もあり、このころの設置審でも、分析化学の研究業績がどれくらいあるのかをとわれておりました。つまり、分析化学という研究分野と講義が地方大学でも必要であることを認めているということですので、大学の教育・研究者として、自分の研究の方向性に自信を持った次第です。このような研究の流れを見ていると、今で

も分析化学は化学の中で主流の学問分野であり、決して化学の他の分野に劣ってはいませんし、必要な学問です。このことを示す設置審とは別の指標が、学術雑誌のIF（インパクトファクター）です。IFだけで雑誌や研究のクオリティをはかれるわけではありませんが、アメリカ化学会の四つの分野、物理化学、無機化学、有機化学、分析化学の雑誌のIF（本稿執筆時）は *J. Phys. Chem. A*: 2.944, *B*: 3.466, *C*: 4.177, *Inorg. Chem.*: 5.436, *J. Org. Chem.*: 4.198, *Anal. Chem.*: 8.008 です。ちなみに、*J. Am. Chem. Soc.*: 16.384 ですが、この4分野の中で、*Anal. Chem.* のIFが最も高く、化学の中で、研究分野として大変重要な位置にあることが分かります。*J. Am. Chem. Soc.* と *Anal. Chem.* の関係とは少し異なりますが、日本では、*Bull. Chem. Soc. Jpn.*: 5.121 に対して、*Anal. Sci.*: 2.081 として、*J. Am. Chem. Soc.* に対する *Anal. Chem.* に比べ、日本では、*Bull. Chem. Soc. Jpn.* に対する *Anal. Sci.* は、やや低いことが残念です。もちろん、世界的にも分析化学と名の付く講義は、医学部、薬学部、農学部、理学部、工学部、理工学部、理系の総合学部など、理系の学部（学系）では必ずあるわけで、その意味で、分析化学的研究もそれらの学部・学科（学系）で行われており、そのことは *Anal. Chem.* や *Anal. Sci.* に投稿されている研究者の所属機関を見ても明らかです。今では、分析化学ではなく、生命分析化学や環境分析化学という言葉もよく使われ、「分析」の対象物質が、無機元素・分子・有機物質主体から、生体分子・物質（タンパク質等）や環境中の微量有害物質に代わってきています。それでもなお、分析化学が重要であるのは、対象物質の生体内、細胞内、環境内での構造・挙動を知るには、やはり、まず「分析」からなのですから……。近年、生化学的な分析では、物質・分子（特にタンパク質）の2次構造はもちろん、3次構造や4次構造も分析できるようになってきました。分析手法は、単なる化学分析や分光分析だけではなく、X線結晶構造解析法（EXAFSを含む）、クライオ電子顕微鏡法、溶液NMR、単粒子解析法、クライオ電子線トモグラフィ（クライオET）、FIB-SEM、電子（線）回折法（MicroED）、X線自由電子レーザー（XFEL）法、時分割解析法、in-cell NMR、高速AFM、などです。また、このような分析・解析手法を研究・開発できる人材を育てるのも、分析化学教育の使命です。これらの新しい手法を開発する研究はもちろんですが、その最新手法の深化・改良・普及のため、これら最新的手法を使って、分子・物質の構造を決め、反応速度をはかり、反応機序を推定するのも、分析化学的研究であり、研究レベルも十分に高いものと確信しています。

〔秋田大学名誉教授 小川 信明〕

インフォメーション

理事会だより（2022年度第4回）

令和4年10月11日（火）に開催されました第4回理事会の様子を報告いたします。今回の理事会だよりは中部支部担当理事の栗原が担当いたします。私は、中部支部担当理事として

昨年度の理事会から参加させていただいていますが、コロナ禍の影響もあり理事会はすべてオンライン開催で行われてきました。一方で、今年度は5月の第82回分析化学討論会（水戸）と9月の第71年会（岡山）がともに対面で実施され、待望の対面での学会活動が戻りつつあります。9月の年会では、本部支部研究懇談会連絡会議が対面で行われ、理事会のメンバーの皆様にも対面でお会いすることができました。その後の10月に開催されました第4回理事会の議題のうちから主なものについて、審議の様子をご報告いたします。

まずは【出版事業】で、「分析化学」誌12月号の分析化学討論会特集号につきまして、保倉副会長および水口理事より一部の掲載料に関する提案があり審議がされました。分析化学討論会特集号では、分析化学討論会における依頼講演者に執筆していただくこととなっていますが、非会員の依頼講演者については掲載料が会員より割高となっているため執筆依頼の足かせとなっているということです。非会員の依頼講演者に総合論文や総説を執筆いただくのは、分析化学会の活性化に寄与すると考えらえるため、非会員の依頼講演者に限っては掲載料を請求しないこととするものです。これは文言の修正を経て承認されました。

次に【広報事業】では、本学会のHPにつきまして、会員向けの機能と使いやすさを改善するため、今後検討を進めることが藤浪副会長から提案され議論されました。本学会の現在のHPは、デザインが主に会員外の外部向けに設計されているため、会員向け機能が分かりにくいことが指摘されています。「ぶんせき」誌のオンライン化や会費の支払いがオンライン化され、会員がHPを利用する機会が増えましたので会員向けサービス向上のためにも、HPの利便性を高めることは重要です。私も本学会HPでは、少し前に会員向けの必要なページを探すのに手間取ったことがありましたので、HPの改善を期待しています。

またシニア会員制度について藤浪副会長から提案がされ審議が行われました。シニア会員制度は、これまででも何回か理事会で議論がされて来たもので、年齢条件と所定の一括会費納入等の条件を満たすことでシニア会員となることができ、その後の会費の支払いが不要となる制度です。2023年度にぶんせき誌と学会HPで制度が告知され、2024年度から実施する予定で承認がされました。シニア会員は、正会員に与えられるすべての権利を有するため利便性のよい制度ですので、この制度の利用により60歳を超える会員数が維持できれば、本学会の会員数維持に貢献すると期待されます。本制度は、会員数減少を抑えるための対策の一環にもなっており、今後は30歳台等の若手研究者の会員数を拡大する対策を検討する必要があります。

【組織運営】に関しては、石濱筆頭副会長および柿田理事から現預金残高の推移や上半期決算報告、遊休財産について現状と期末の予測が報告され、上半期決算では収入と支出がともに減少していますが、今後は印刷製本費の削減効果により収支は改善される見込みであることが説明されました。

理事会後半には年会・討論会等の【学術会合】に関して実施報告や準備状況の報告がありました。5月に開催されました第82回分析化学討論会（水戸）については、最終報告が実行委員長でもある山本理事からあり、最終的な参加者数579名・

講演数318件や収支の報告、学術大会運営システムのConfitの利用方法の情報共有に関して説明がありました。9月に開催されました第71年会（岡山）については、実行委員長の金田先生から開催結果の中間報告があり、参加登録者数の内訳、講演件数の内訳、会場別参加者数の分布等の説明がありました。第83回分析化学討論会（富山）の準備状況については、実行委員長の遠田先生に代わって私から実行委員会の進行状況、会場の様子、スケジュール、収支予算原案の説明を行いました。第72年会（熊本）の準備状況について黒田理事から報告があり、会期や会場の説明がありました。さらに、2024年開催予定の第84回分析化学討論会（京都）についても、村松理事から会場、会期、実行委員会主要メンバーの説明がありました。

以上、第4回理事会につきまして概要を説明させていただきました。理事会の様子を皆様にお伝えする一助になれば幸いです。

〔中部支部担当理事 栗原 誠（静岡大学）〕



理事会だより（2022年度第5回）

2021年度に近畿支部長を拝命して以来、本部理事会に（オンラインで）参加してきました。2022年12月13日に開催された2022年度第5回理事会のポイントと、これに関連して私の雑感を述べます。

本部活動・組織運営については、いつも気になるキャッシュフローと2022年度収支見込は、これまでの経営体質のスリム化努力で大幅な落ち込みはなく、かなり筋肉質になっていることがわかります。次期会長に、現副会長の大谷肇教授（名古屋工業大学）が内定しました。大谷先生は現在、学術会合担当理事として年会・討論会および研究懇談会等の運営を牽引され、分析化学の重要活動を熟知されているので、会長になられる来年度以降も分析化学会の活動活性化に期待大です。

広報事業・会員管理については、分析化学会のホームページ（HP）をリニューアルすることがまじりました。HPは社会への情報発信ツールとして大変重要であることは言うまでもありません。これまでの本学会HPはいささか会員の方を向いている感がありましたが、新HPでは社会への発信強化の方向に進化します。

学術会合事業では、来年度の第83回討論会（富山大）と第72年会（熊本大）の準備が着々と進んでいることが報告されるとともに、近畿支部が担当する再来年度の第84回討論会（京工繊大）の実行委員会が承認されました。また、近畿支部は2023年に創設70年を迎えるため、近畿支部創設70周年記念事業を大阪工業大学において開催する計画であることが報告されました。理事会では開催日未定でしたが、2023年6月24日に開催する予定になりました。

個人的に理事会で最も印象的（ショック）に感じたのは会員現況です。2022年12月時点の会員数は4957人で、とうとう5000人を切りました。2018年12月は5568人だったので、わずか4年で600人以上が退会しました。全国的な少子高齢化の影響だという声もききますが、会員数を減らしていない化学系の学会もあることから、少子高齢化は言い訳のように

表1 二つの理化学辞典における「分析化学」と「化学分析」の比較

項目	初版第4刷新增補改訂版	第五版第8刷
「分析化学」	化学分析の方法を探究する化学の一分科。	化学分析に関する実験的ならびに理論的諸問題の探究を目的とする化学の学問分野の1つ。反応の進行やそれに伴う物質の変化など基礎化学の諸問題から、天然物や工場生産物、中間製品の同定、成分検査、環境調査、医薬農薬の製造・使用に関係する諸事項、さらに臨床検査に関連する諸現象など、化学の応用分野に直結する諸問題まで幅広い領域が対象となる。
「化学分析」	物質の鑑識、検出及び化学的組成を知る操作を云う。単に其物質の組成成分たる元素、基等の種類を知るを目的とするものを定性分析、成分の量的関係を知るを目的とするものを定量分析と云う。	化学的分析法ともいう。分析化学における分離・精製・検出法のうち、主として化学的物質の認識に基づくものをいう。主として電磁波と物質との相互作用に基づく分光分析などの物理的分析法に對比する。重量分析、容量分析、クロマトグラフィー、溶媒抽出、化学センサー、電気化学分析などを総称する場合が多い。また物質を化学的に認識したあと、情報(信号)変換の所を物理的分析法に委ねることも多い。その物質の構成成分となっている化学種(分子、原子、同位体など)の種類を知ることを目的とする定性分析と、成分化学種の量的関係を知ることを目的とする定量分析がある。最近では、定性分析の分野が拡大して、状態分析、キャラクタリゼーションなどといわれ、物質の均一性、局在化、構造形態、酸化状態、配位状態、あるいは不安定中間種の寿命同定などを含む領域にも対象が広がっている。定量分析の対象も拡大しつつあり、試料中の元素、化合物の量の測定にとどまらず、酸化状態、結晶状態、反応速度その他に関わる量の測定などにも及んでいる。

も思えます。

唐突ですが、手元に2冊の『理化学辞典』(岩波書店)があります。一つは神田の古書店でみつけた初版(昭和10年、1935年)の第4刷新增補改訂版(昭和24年、1949年)で、もう一つは私がいつも使っている第五版(1998年)の第8刷(2004年)です。両者における「分析化学」と「化学分析」の項目を表1に比較します。ここからわかるのは、「分析化学」および「化学分析」に対する昭和前期の認識は正に“分析化学”の根本を端的にとらえ、この学問領域のスタートをきったということ。そして、21世紀の今日、分析化学の科学技術が格段に進歩・細分化し、途方もなく広い学問分野・技術分野にまで浸透していることが如実にわかります。これは分析化学の進歩が他分野に影響を及ぼし、分析化学は物質に関わるあらゆる学問や科学技術を支える総合科学だと考えたいところです。山に例えれば、分析化学という単独峰が高くなり、おのずと周辺分野の裾野が広がったと。しかし、他分野でも物質を分析・解析することは基盤のはずなので、他分野の山々も高くなり裾野を広げ、それが分析化学の山裾と交わることで巨大な“分析化学”山脈ができたとみるほうが実際のように思います。学会は研究者・技術者が個々の活躍の場(フィールド)としてとらえるソサエティだから、他分野の方々が実際に分析化学を行っていても分析化学を活躍フィールドとしてとらえなければ分析化学会員にならうと思わないでしょう。実際に、私が分析化学学会に入会したのは40歳でアカデミアに職場を移してからです。それ以前は民間企業の研究所で放射光X線分光を研究していたため、主に物理系の学会に所属していました。ただし、そのときでも日本分析化学会X線分析研究懇談会が主催するX線分析討論会でしばしば発表していました。X線分析研究懇談会はX線に関わる研究であれば(分析化学会員でなくても)受け入れてもらえる広い活躍の場でした。私の研究フェーズが進み、放射光X線分光研究が分析技術開発へ展開できる道筋をたて、ようやく分析化学を活躍フィールドとしてとらえることができたので、40歳を過ぎて分析化学学会に入会しました。放射光山を歩いていた私が、裾野のX線分析研究懇談会という茶屋を経由して隣の分析化学山に続くトレイルへ足を踏み入れたようなものです。

会員数の減少はこれからの学会活動にとって深刻な問題で

す。いかに分析化学を活躍フィールドとしてとらえる研究者・技術者を増やすか。分析化学のフィールドに入ると、こんなにも先が拓けるよと見せたいですね。他分野の方々との交流がますます重要になると思います。

[近畿支部長 村松 康司(兵庫県立大学工学研究科)]



「分析中部・ゆめ21」

若手交流会・第22回高山フォーラム

日本分析化学会中部支部主催の「分析中部・ゆめ21」若手交流会・第22回高山フォーラムが、11月12日(土)にオンラインで開催された。本セミナーは通常の学会発表とは異なり、若手ならではのユニークで形式にとらわれない学術交流の場の提供を目的に行われている。大学院生・学部学生、高専生や大学・高専の教員、公共ならびに民間企業の研究者を含めた中部支部の分析関連研究室の交流の意味合いもあり、今回は講演者を含め99名(一般24名、学生75名)の参加があった。実行委員は間中 淳(富山高専)、加藤 亮(豊橋技科大)、立石 一希(三重国際環境教育研究センター)、飯國 良規(名工大)、リム リーワ(岐阜大工)、高橋 透(福井大工)、巽 広輔(信州大理)、村上 博哉(愛知工大工)、佐澤 和人(富山大理) 眞塩 麻彩実(金沢大物質化学(工))、村上 貴哉(石川県警科捜研)、甲斐 穂高(鈴鹿高専)の各氏で、轟木が委員長を、杉山 栄二、古庄 仰の両氏(静岡県大薬)が事務局を務めた。

午前の部はZoomを使って行い、10時半の開会に続き長谷川 浩 支部長(金沢大物質化学(工))にご挨拶いただいた。その後、2名の先生による依頼講演が行われた。はじめに小川 数馬先生(金沢大薬)の座長で岸川 直哉先生(長崎大医歯薬)に『化学発光に栄光と脚光を』という演題でご講演いただいた。「ルミノール化学発光の活躍範囲の拡大」を目指した光反応との組み合わせによるチロシンや関連酵素活性測定法開発や、「酸化還元サイクル反応と組み合わせた新たな分析技術への展開」ということでHRP酵素反応の代わりにキノンの酸化還元サイクル反応を利用した化学発光免疫測定法や、抗酸化物質の化学発光イメージングなど独創性かつ応用展開が期待される内容をわかりやすくご説明いただいた。続いて、巽先生の座

長で東海林 敦先生（東京薬大）に『生体微小空間内を対象とする分子計測技術の開発』という演題でご講演いただいた。光ファイバー SPR センサーを用いた生体分子のリアルタイム計測や、エクソソームと人工細胞膜の膜融合を電気化学計測する手法などについて、センサーや周辺装置の自作した際の裏話を交え先進的な内容をご説明いただいた。また、産官学での分析技術に関する情報収集と情報交換を目的とした「分析イノベーション交流会」の活動についてもご紹介いただいた。両先生とも薬学部のご所属であるとともに分析化学会の九州支部、関東支部でご活躍されていること、そして大掛かりな高性能分析装置を使用せずにご自身で分析法や分析装置を創り出す研究で優れた成果を挙げていらっしゃるから、学生さんや若手研究者に分析化学の魅力や可能性を感じてもらえる機会となってくれば幸甚である。

午後からは会場をバーチャルイベントツール Remo に移し、62 件の学生ポスター講演が行われた。2 室を前後半に別れ 90 分ずつのコアタイムを設定したものの、各テーブルで議論が白熱し、時間が足りない、すべての発表を見終えることができないといった声も多く聞かれた。初めての学会参加という学生も多く、講演時間をできるだけ長めに設定することで少しでも交流の機会が得られるよう努めたが、時間の有効活用は今後のオンライン開催での検討課題となるであろう。最後に轟木の挨拶でセミナーは閉会となった。閉会式では優秀ポスター発表賞の受賞者の発表と表彰を行う予定であったが、どの発表も甲乙つけ難く審査が難航したため、後日のメールでの発表となってしまった。受賞者 16 名には、後日賞状と賞盾と副賞を送付した。

今回はオンラインでの開催にも関わらず、多くの方にご参加いただいた。参加者の皆さまに感謝申し上げます。開催に際しアドバイスや優秀ポスター発表賞の審査をご担当いただいた実行委員の先生方、座長の先生方、ご挨拶を賜りました長谷川支部長に感謝申し上げます。また、ご多忙の中、素晴らしいご講演をいただきました岸川先生、東海林先生に深く御礼申し上げます。なお、本フォーラムは中部支部ならびに若手交流活動助成金のご支援により実施することができました。厚く御礼申し上げます。

新型コロナウイルス感染症が未だ終息の気配をみせないため今年度もオンライン開催となったが、来年は異先生を中心に対面開催復活に向けて動き出しているとのことある。一刻も早くコロナ禍が終わり、現地でのみなさんとお会いできることを願ってやまない。

〔静岡県立大学薬学部 轟木 堅一郎〕



第 378 回液体クロマトグラフィー研究懇談会

標記研究懇談会が 2022 年 12 月 23 日（金）に Zoom によるオンライン形式にて開催された。講演主題は、「分離分析に関わる温度」として、総括を含め 6 つの講演が行われた。

温度は、最も身近なパラメーターの一つであり、それを意図的に制御することで目的を確実に達成することできる一方、思いもよらないところでさまざまな影響を及ぼす。ここでは分離分析において、幅広い観点から温度に関する題材を取り上

げ、講演をいただいた。参加者数は 41 名と多くの方に参加していただくことができ、参加者にとっても温度への関わり方や重要性を再確認する機会となったと思われる。

以下、今回行われた講演の概要を紹介する。

1. 「カラム温度の分離への影響：固定相の変化・移動相の変化」（㈱クロマニックテクノロジーズ 長江徳和氏）逆相固定相の結合官能基である C18 と C30 鎖の融点に着目し、フラーレンや核酸塩基を被検体として温度変化における保持挙動の特異性を例に示した。また水 100 % を移動相に用いた際の固定相表面への濡れに関する温度影響も示し、C30 相のユニークな特性を紹介した。微粒子カラムを用いた高流速分析においてカラム内で摩擦熱が発生するが、その影響は母体の種類（素材や構造）で挙動が異なり、母体の熱伝導度の違いに起因すると考察した。その他、親水性相互作用クロマトグラフィー（HILIC）での温度による保持挙動、高分子化合物分離や異性体分離における温度影響など、幅広い観点の講演内容であった。
2. 「カラム内での試料の変化と温度の重要性」（(一財)化学物質評価研究機構 大村友哉氏）逆相 HPLC を中心とした温度影響や注意点に関する内容で、保持安定化を目的としたカラムオープンの利用、カラム耐久性や被検体成分への温度影響などについて講演いただいた。カラムオープンやオートサンプラーを用いる利点や温度管理をする中で起こり得るトラブルや実験データも数多く紹介され、実務者にとって有益な内容であると思われた。
3. 「試料の前処理過程における温度管理の重要性」（㈱東レリサーチセンター 竹澤正明氏）医薬品分析における試料の前処理、特に分解について焦点を置いた内容であった。血液中に多様な形態で存在、分解性の成分の測定法を実例とし、データの信頼性が重要視される中で、温度が関わる厳格な試料管理についてご紹介いただいた。
4. 「検出と温度～その基礎と留意点」（㈱島津総合サービス 三上博久氏）現在 HPLC で様々な検出器が用いられているが、代表的な 4 種の検出器それぞれの温度影響について詳細に示した。原理的に多くの検出器で何かしら温度の影響を受け、最も堅牢性が高いと言われる紫外可視吸光度検出器においても、温度により被検体の吸収スペクトルのシフトやベースラインのドリフトなどの影響を受ける。カラム温度の変更や室温の変化などによる留意点を紹介いただいた。
5. 「LC 分析における温度効果」（ジーエルサイエンス㈱ 松岡秀雄（本稿筆者））HPLC 分析において効率化を目的とした温度制御、その際に意図せず起こり得る問題点等について実例を交えて示した。室温とカラム温度の差が大きい場合、特に高流速や低温で行う際には影響も大きい。また分取のような大きい口径のカラムを用いる際には特に顕著である。その他、温度で平面分子への選択性が向上する逆相カラムの例も紹介した。

最後に中村 洋委員長（東京理科大学）より、総括講演が行われた。講演は、恒例になっている各講演それぞれに対する Q&A という形式で進められた。講演終了後、演者を囲んでの情報交換会が、オンライン形式にてささやかに行われた。本

研究懇談会のこの一年を締めくくる会となり、初参加者を中心に親交を深めた。なかなか終息が見えないコロナ禍にあり、対面形式での開催を望む声もあるが、オンライン形式という利も生かしつつ、遠方の方にも多く参加いただける会になることを望む。

最後に、本例会の演者の皆様、準備に向けご尽力・ご協力いただきました役員の方々に御礼申し上げます。

〔ジーエルサイエンス㈱ 松岡秀雄〕

◆ 第58回フローインジェクション分析 講演会

2022年11月25日（金）、神戸市の湊川神社楠公会館で第58回フローインジェクション分析講演会が3年ぶりに対面で開催されました。実行委員長のお役目を仰せつかった筆者が講演会の様子を報告させていただきます。当日は招待講演、口頭発表、ポスター発表、企業展示及び情報交換会を行いました。事前登録者、当日登録者、招待講演者、展示・広告掲載企業関係者及び運営スタッフ総勢71名が参加して、盛況のうちに、気付けばあっという間に濃密な時間は過ぎてしまいました。

FIA講演会を神社で？

参加された人はもとより、会告を見て参加を検討しただけの人たちも、だれもが一番不思議に思ったことは、きっと「なぜ神社なの？」だったに違いありません。大学人ではない筆者が実行委員長をお引き受けした時点で、会場として大学は使わないと決めていました（実際、使えないが正しい）。

会場選びはコストや広さ、情報交換会の併設などの条件を考慮すると困難を極めていましたが、ふとした「コネ」をきっかけにJR神戸駅近くに由緒正しい湊川神社があり、境内には会議と宴会ができる施設があるらしい情報を得ました。早速、湊川神社に足を踏み入れた瞬間、「ここだ！記憶に残る講演会となる会場だ！」、ついでに「この場所でやっただけでも筆者の名前を後世に残せる！」とまでは考えたかどうかは秘密ですが（笑）、ファーストインプレッションで決めました。神戸という大都会の真ん中で、なんともいえず心安らぐ空気感と身の引き締まる緊張感（高揚感？）を感じました。実はその時は、後世にも語り継がれる名将楠木正成公を祀る神戸の名社だとも知らずに大変失礼しました。神社側も好意的に受け入れてくれて、とんとん拍子で話が進み、2020年11月18日湊川神社楠公



会館で開催することを決めました。会場選定は今回の講演会に大きなインパクトを与えることは間違いないと確信して、いよいよ講演会の本題の準備に入ろうとしていました。

最大の敵はコロナだった？

2019年12月、中国武漢で原因不明の肺炎患者が認められ、2020年1月には日本でも感染者が確認された新型コロナウイルス感染症、あっという間に感染は拡大して、4月ごろには第1波のピークをむかえていました。ちょうど講演会のスケジュールを決めて、そろそろ講演募集に向けて動き始める矢先での懸念事項勃発です。とにかく得体のしれない怖い感染症とのイメージが定着し始めて、いろんな行事が中止や延期を考へる中、同年7月からの第2波が決定的となり、手嶋紀雄 FIA 研究懇談会（JAFIA）委員長と相談の結果、7月10日に第57回 FIA 講演会は史上初の延期と決まりました。その後はご承知の通りで、2021年も感染ピークの波に定期的に襲われて、対面での開催の延期は不可避な状況下、2年続けての講演会の延期を避ける策として、手嶋先生の主催で、第57回講演会がリモートで開催されました。筆者はというと、せっかくだいたお役目で、せっかく見つけた素晴らしい会場、コロナに負けてなるものか！58回と、回はひとつ繰り下がっても神戸での対面開催に向けて日程と会場を死守しました。

講演会、情報交換会の概要

運営側の経験とマンパワー不足に加えて高コストの会場費を賄うための資金繰りなど課題は山積していました。しかしながらそこは固い結束の FIA の仲間たち（後述する手嶋先生の招待講演の中で表現された FIA Buddies という言葉を以降使わせてもらいます）の支援、協力のおかげで結果としては無事に乗り切れました。

コロナ禍の中で対面での学会や講演会参加の機会を失ったまま卒業されていった学生さんがたくさんいたはずですが、大学関係者の皆さん方には、そんな学生さんたちの分の思いをもって多数参加してほしいと強く願っていました。しかし、コロナ感染再拡大の懸念を100%払しょくできない中での講演募集でした。主催者としてはまず講演が集まるか？の心配が大きかったのですが、案ずるより…で予想を上回る講演が集まりました。ご参加いただいた先生方にあらためて感謝です。

講演、ポスター発表及び企業展示（9社）は、湊川神社楠公会館菊水の間で行いました。参加は総勢71名（主催スタッフ込み）、うち学生は18名でした。講演の内訳は、招待講演4件、口頭発表13件、ポスター発表14件、企業による製品技



術紹介講演 2 件でした。このうち招待講演は、今年度 FIA 技術開発賞を Membraneless Gas-Separation の研究で受賞されたタイ FIRST Labs を代表して Dr. Nathawut, 愛知工大 JAFIA 委員長手嶋紀雄先生 (FIA Buddies の来し方行く末), 群馬大学副学長板橋英之先生 (不良 Injection 分析者の挑戦~流れに乗って起業してみました), 高知大学理事・副学長受田浩之先生 (「流れに打ち込む」から「流れに打ち込まれる」立場へ~まち・ひと・しごとの持続可能な流れを創る~) にご登壇いただきました。FIA の研究のみならず、それぞれの先生方の今の立ち位置で示唆に富む講演を拝聴しました。ほとんど休憩時間なしのプログラムで進行させていただきましたが、口頭発表、ポスター発表共に白熱した熱心な議論が交わされ、とても有意義で楽しい時間が会場明け渡し約束時間 (18:00) ぎりぎりまで続きました。

引き続き 18:00 からは場所を青雲の間に移して、62 名が参加して情報交換会が行われました。冒頭、今年度の FIA 各賞の授賞式が行われ、手嶋 JAFIA 委員長より、学術賞が徳島大学水口仁志先生と熊本大学大平慎一先生に、技術開発賞が日東精工アナリテック林則夫氏、Dr. Nathawut と Dr. Nuanlaor にそれぞれに贈呈されました。授賞式の後、受田先生の乾杯の音頭で情報交換会本番がスタートしました。コロナ下での酒宴はbuffet & 着席の折衷スタイルで行われました。最後まで迷ったのがこのスタイルでした。年代や職種に関係なく和気あいあいと楽しく、時には厳しく会話が弾むのが FIA Buddies のいいところです。2 年間のブランクを埋めるのに時間はかかりませんでした。宴たけなわの後半には、3 名の学生さんに手嶋委員長より優秀ポスター賞が授与されました。楽しい時間もあっという間に過ぎて、20 時過ぎに板橋先生の音頭でお開きとさせていただきます。筆者はというと、実行委員長のお役目を忘れ、いつもの調子でつい欲求のままにビールをいただくことに専念した時間が長く、ご参加いただいた皆さんひとりひとりにご挨拶できなかったことを今さらながら悔いているところです。

最後に実行委員長をやったと思うこと

実は個人的な思いとして、現役を退くまでに (死ぬまでにかもしれない) 一度、実行委員長を経験してみたかった。大学人ではない立場の人間に何ができるか、どこまでできるか、実際に試してみたかった。コロナウイルスという予想もしない敵に遭遇して、普通でない状態での挑戦となりましたが、終わった今、とりあえず外部の評価は聞けなかったことにして、やり切った達成感を味わっているところです (笑)。

公私混同が甚だしくも大小いろんな事跡を FIA 講演会に残したかった。湊川神社という場所を講演会場に決めたのは、それなりのインパクトを与えたという意味ではよい選択だったと思いたい。FIA Buddies を増やす観点から、例えば FIA を道具として使う応用分野の研究者や、これまで参加していなかった他分野の人を広く集めたかった。バランスの取れた JAFIA 会員構成を考えると、FIA を目的として研究する先に、その成果を広く応用分野で利用してもらって FIA の普及を願うことと同時に、応用分野からの要望が FIA 研究にフィードバックされて、より洗練されて有用性の高い分析手段に進化するそんな相乗効果を期待したかった。まだわずかももしれないが今回初

めて参加してくれた人もいました。次年度以降も是非続けて参加して FIA Buddies の一員となって新しい風を吹き込んでもらえることを期待しています。

高知大学受田先生と群馬大学板橋先生の招待講演内容には多少研究の現場から離れている面が一部ありましたが、お二人の今の立ち位置での活躍を FIA Buddies, 特に若い学生さんに FIA 研究の持つ潜在的なエネルギー (底力) を知ってもらい、幅広い人間形成のために JAFIA のメンバーでいる意義を見いだしてほしいと願うものです。

協賛や展示、広告掲載などで支援いただいた企業の仲間たち、受付をはじめとする運営スタッフとしてお手伝いいただいた仲間たち、すべての FIA Buddies のおかげで安心して講演会の運営ができました。また、講演会及び情報交換会にご参加いただいたすべての仲間たちのおかげで有意義で楽しい時間が持てました。ありがとうございました。

[株式会社小川商会 樋口 慶郎]



第 28 回 LC & LC/MS テクノプラザ

液体クロマトグラフィー (LC) 研究懇談会主催の標記研究発表会が 1 月 19 日 (木)・20 日 (金) の両日、Zoom ミーティングで開催された (共催: LC シニアクラブ, 後援: (公社) 日本分析化学会, (公社) 日本化学会, (公社) 日本薬学会, (公社) 日本農芸化学会)。実行委員長 (筆者) による開会挨拶の後、12 月 17 日に旅行先で急逝された星野忠夫先生 (LC 研究懇談会・第 2 代目委員長, LC 懇名誉会員) に全員で黙祷を捧げ、プログラムを開始した。

初日の冒頭、「星野忠夫先生追悼コーナー」では「星野忠夫先生を偲んで」(筆者, 東京理科大学) と「星野忠夫先生の思い出」(岡橋美貴子, 病態解析研究所) の 2 件の追悼講演が行われ、数々の懐かしい写真と出来事に時を忘れた。

続いて午前中は、一般講演 (5 演題) が行われた。休憩を挟んで午後の部では、以下の受賞・認定講演と特別講演が行われ、参加者に感銘を与えた。18 時より情報交換会が行われたが、コロナ禍におけるオンライン情報交換会の物足りなさは隠しようもなかった。

・ LC マイスター講演

「HPLC と島津と私… 技術開発の流れの中で」

(島津総合サービス) 三上博久

・ 2022 年度 CERI クロマトグラフィー分析賞受賞講演

「糖尿病管理指標の測定法開発と維持管理に関わる研究」

(病態解析研究所) 岡橋美貴子

・ 2022 年液体クロマトグラフィー科学遺産認定講演

「高速液体クロマトグラフ TRI ROTAR シリーズ」

(日本分光) 寺田明孝

・ 2023 年液体クロマトグラフィー努力賞受賞講演

「架橋高分子のグラフト鎖解析技術の開発」

(三菱ケミカル) 前中佑太

・ 特別講演

「表面気泡変調液体クロマトグラフィーの開発と応用—RPLC における分離機構の解明から VOC および非極性

ガスの分離まで—] (埼玉大学) 渋川雅美

2 日目は、集中テーマ (A) 前処理における諸問題 (2 演題)、集中テーマ (B) 分離における諸問題 (5 演題)、集中テーマ (C) 検出・データ解析における諸問題 (4 演題) の講演があり、

・啓育講演

「独創的研究を行う為のヒント」

(東京理科大学) 中村 洋

を最後に全講演が終了し、実行委員長による閉会の辞をもって幕を閉じた。

[LC 研究懇談会・委員長 中村 洋]

執筆者のプロフィール

(とびら)

渡慶次 学 (Manabu TOKESHI)

北海道大学大学院工学研究院応用化学部門 (〒060-8628 札幌市北区北 13 条西 8 丁目)、九州大学大学院総合理工学研究科分子工学専攻博士課程修了。博士 (工学)。《現在の研究テーマ》マイクロ流体デバイスの分析・診断・創薬応用。《主な著書》“Applications of Microfluidic Systems in Biology and Medicine”, (Springer), (2019)。《趣味》読書。

E-mail : tokeshi@eng.hokudai.ac.jp

(ミニファイル)

梅村 知也 (Tomonari UMEMURA)

東京薬科大学生命科学部 (〒192-0392 東京都八王子市堀之内 1432-1)、名古屋大学大学院工学研究科博士後期課程修了。博士 (工学)。《現在の研究テーマ》ナノワイヤ・ナノ粒子を用いた新たな分析法の開発。《主な著

書》“エキスパート応用化学 機器分析”, (講談社)。《趣味》温泉巡り、サッカー観戦、ポケモン GO。

E-mail : tumemura@toyaku.ac.jp

(トビックス)

谷嵐 正之 (Masayuki TANIARASHI)

神戸大学大学院海事科学研究科海事科学専攻 (〒658-0022 兵庫県東灘区深江南町 5 丁目 1-1)。神戸大学大学院海事科学研究科海事科学専攻修了見込。学士 (海事科学)。《現在の研究テーマ》赤外光導波路センサーを用いた海洋中の溶存二酸化炭素の定量。

黄 国宏 (Wong KUO HONG)

金沢大学理工研究域物質化学系 (〒920-1192 石川県金沢市角間町)。東京大学大学院新領域創成科学研究科自然科学専攻博士後期課程修了。博士 (環境学)。《現在の研究テーマ》海水中の微量金属元素とその有機配位子の循環過程の解明。

E-mail : wong@se.kanazawa-u.ac.jp

(リレーエッセイ)

小椋 康光 (Yasumitsu OGRA)

千葉大学大学院薬学研究院 (〒260-8675 千葉県千葉市中央区亥鼻 1-8-1)。千葉大学大学院薬学研究科博士後期課程修了。博士 (薬学)。《現在の研究テーマ》メタロミクス解析及びメタボロミクス解析。《主な著書》“衛生試験法・注解 2020”, (金原出版)。《趣味》バイク。

E-mail : ogra@chiba-u.jp

(ロータリー・談話室)

小川 信明 (Nobuaki OGAWA)

秋田大学名誉教授 (〒010-8502 秋田市手形学園町 1-1)。大阪大学大学院理学研究科博士課程単位取得退学。理学博士。《現在の研究テーマ》酵素内包タンパク質ナノカプセルを用いた新規分析手法の開発。《主な著書》“はかってなんぼー分析化学入門”, (分担執筆), (丸善)。《趣味》ワインを飲みながらスポーツ観戦。

E-mail : ogawa@gipc.akita-u.ac.jp

特集：ナノ・マイクロ分析化学の新展開

目 次

特集号「ナノ・マイクロ分析化学の新展開」の刊行にあたって……………	71
分析化学総説	
マイクロ流体デバイスの利用により発展した血管新生評価技術 …………… 佐藤香枝・佐藤記一	73
総合論文	
微小サイズ液体の光学的表面張力測定法 …………… 火原彰秀	79
ナノデバイスによる 1 分子電気計測に立脚した医療応用に向けた生体分子センシング …………… 大城敬人	87
報 文 (若手初論文)	
電磁泳動法とマイクロ流体制御による海洋性微粒子解析システムの開発 …………… 阿部裕一郎・飯國良規・河野 誠・塩谷俊人	97
PMMA 製ナノワイヤデバイスによる体液中細胞外小胞由来 microRNA 抽出 …………… 嶋田泰佑・竹下大貴・伊藤 聡・安井隆雄・馬場嘉信	105
ノ ー ト	
ミクロスケール電気泳動フィルタリングデバイスを用いる CD63 標的アプタマーの 1 サイクル選抜 …………… 飛田安梨沙・高尾隼空・遠藤達郎・久本秀明・末吉健志	111
ノ ー ト (若手初論文)	
ガラスナノキャピラリーを用いるイオン電流整流作用における イオン濃度の影響の調査 …………… 伊藤千聖・伊野浩介・平本 薫・梨本裕司・珠玖 仁	117
ポータブル小型液体クロマトグラフのための深紫外発光ダイオードベースの 吸光度検出モジュールの開発 …………… 小山魁人・西村卓馬・石田晃彦・ 日比野光恵・真栄城正寿・谷 博文・渡慶次 学	125
マイクロ流体デバイスを利用した下痢性貝毒オカダ酸の蛍光偏光免疫分析における ブロッキング剤添加の影響 …………… 千田駿亮・高橋和希・福山真央・粕谷素洋・ 真栄城正寿・石田晃彦・谷 博文・重村幸治・ Anatoly V. ZHERDEV・Sergei A. EREMIN・火原彰秀・渡慶次 学	133
“第 22 回若手研究者の初論文特集” 募集のお知らせ ……………	139
「分析化学」 年間特集“流”の論文募集 ……………	140
「分析化学産業技術論文賞」のご案内 ……………	142
テンプレートによる投稿要領 ……………	143
「分析化学」に投稿される皆様へ ……………	144

「分析化学」誌ホームページ URL=<https://www.jsac.jp/~wabnsk/index.html>

Ⓜ (学術著作権協会委託) 本誌からの複製許諾は、(公社)日本複製権センターと包括複製許諾契約を締結されている企業の従業員以外は、一般社団法人学術著作権協会 (〒107-0052 東京都港区赤坂 9-6-41 乃木坂ビル 3 階, FAX : 03-3475-5619, E-mail : info@jaacc.jp) から受けてください。

- ◇新型コロナウイルス対策のためのマスク生活が始まってから3年が経過しています。ようやく3月13日からマスク着用が緩和されますが、気が付けば若手教員や学生の素顔をよく知らないという不思議な状況に慣れてしまいました。この3年間で学んだことはマスク着用の有無で顔の印象が変わるということであり、ヒトの印象を決めるのは目や瞳であるといったこれまでの定説が覆るかもしれない勝手に思い込んでいます。待望のマスク着用緩和であるものの、花粉症という巨大な敵を前にして、マスクを外す勇気が持てない私がいま。富山の討論会までには、花粉の飛散も落ち着き、悲惨な状況から脱していることを願うばかりです。
- ◇新学期の準備をしなければいけない時期に差し迫ってきました。小椋先生がご執筆されたリレーエッセイの冒頭から、ふと講義の受講者名簿を見ると、毎年のように氏名の読みに戸惑っている自分を想像してしまいました。とはいえ、自分の姓にも戸惑いがあり、ふりがなをどう振るのが正解なのか、いまだにわかりません。
- ◇研究者は、成果が求められる一方、様々な業務に追われています。そのような中でも、私は「楽しく研究する」をモットーに日々を過ごすという、いわば研究者の原点に立ち返ることを意識しています。渡慶次先生がとびらで提言されているように、短期的な成果をあまり求めずに時間をかけて「研究ができる環境」が実現されるのを願うばかりです。学生に、アカデミア研究者＝ブラックとは言わせない？

[A. S.]

〈とびら〉

SDGsにつながるサステナビリティ活動と

“分析”の果たす役割について……………駒谷 慎太郎

〈入門講座〉 分離技術：原理から最新技術まで

液体クロマトグラフィー (1)……………渋川 雅美

〈解 説〉

圧力を視る：力学刺激に応答する

化学センサーの開発……………若子 綜思, 福原 学

〈ミニファイル〉 マイクロ・ナノの分析化学

ナノ構造を用いたバイオ分析……………遠藤 達朗

〈話 題〉

匂い成分の分析～MSを添えて～……………内村 智博

◇ 編 集 委 員 ◇

〈委員長〉 勝田正一 (千葉大院理)	東海林 敦 (東京薬科大薬)	菅 寿美 (海洋研究開発機構)
〈副委員長〉 菅沼こと (帝人 株)	村居景太 (株共立理化学研究所)	
〈理事〉 津越敬寿 (産業技術総合研究所)	稲川有徳 (宇都宮大院地域創生科学)	岩井貴弘 (株日立製作所)
〈幹事〉 坂牧寛 (化学物質評価研究機構)	齊藤和憲 (日本大学生産工)	高橋あかね (オルガノ 株)
	富岡賢一 (三菱マテリアル株)	照井教文 (一関高専)
〈委員〉 市場有子 (ライオン 株)	谷合哲行 (千葉工業大先進工)	野間誠司 (佐賀大農)
	岡村浩之 (日本原子力研究開発機構)	松神秀徳 (国立環境研究所)
	田中佑樹 (千葉大院薬)	森 勝伸 (高知大理工)
	永谷広久 (金沢大院自然科学)	
	福島健 (東邦大薬)	
	三浦篤志 (北大院理)	
	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 2023年 第3号 (通巻579)

2023年3月1日印刷

2023年3月5日発行

定価1,000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

© 2023, The Japan Society for Analytical Chemistry

購読料は会費に含まれています。

日本分析化学会次期会長候補者
選挙結果について

日本分析化学会理事会

本会社員（代議員）による次期会長（2023～2024年度、任期2年）選挙の投票は12月5日に役員等候補者推薦委員会委員長の立会で開票が行われました。その結果、大谷 肇氏が最高得票を得て、次期会長予定者に選出されましたので、ご報告いたします。

大谷 肇（おおたにはじめ）先生 名古屋工業大学・教授
（本会役員・委員の経歴）

1990年度	中部支部幹事
1991～1992年度	中部支部常任幹事
1993～1994年度	中部支部幹事
1995～1996年度	中部支部常任幹事
1996～1999年度	高分子分析研究懇談会幹事委員
1997年度	中部支部幹事
1997～1998年度	第47年会実行委員
1999～2000年度	中部支部常任幹事
2000～2001年度	高分子分析研究懇談会幹事委員長
2001年度	役員等候補者選考委員会委員
2004～2005年度	第54年会実行委員
2005～2006年度	「Analytical Sciences」編集委員
2007～2008年度	第69回分析化学討論会実行委員
2008～2009年度	高分子分析研究懇談会運営委員長
2010年度	高分子分析研究懇談会副運営委員長
2010年度	中部支部常任幹事
2010～2011年度	ICAS2011組織委員会委員
2011年度	中部支部副支部長
2011～2012年度	第61年会実行委員
2012年度	中部支部次期支部長
2013年度	中部支部支部長
2013年度	役員等候補者推薦委員会委員
2013～2014年度	受託分析研究懇談会運営委員
2013～2022年度	高分子分析研究懇談会企画委員
2014～2015年度	中部支部監事
2015年度	学会功労賞・技術功績賞審査委員、先端分析技術賞審査委員
2015～2016年度	第76回分析化学討論会実行委員
2016年度	中部支部幹事
2016年度	学会功労賞・技術功績賞審査委員長、先端分析技術賞審査委員長
2018年度～現在	中部支部参与
2019～2010年度	第69年会実行委員長
2020～2022年度	副会長
2020～2021年度	第70年会実行委員
2020年度	学会賞等審査委員、女性Analyst賞審査委員
2021年度	学会賞等審査委員長、女性Analyst賞審査委員
2021～2022年度	第71年会実行委員
2022年度	女性Analyst賞審査委員
2022～2023年度	第83回分析化学討論会実行委員

公益社団法人日本分析化学会
第12回定時総会開催のお知らせ公益社団法人日本分析化学会
会長 早下隆士

公益社団法人日本分析化学会定款第17条に基づき、第12回定時総会を下記のとおり開催いたします。本会は代議員制を採用し、代議員をもって法律上の社員としていますので、代議員以外の会員の方々には議決権はありませんが、定時総会に出席して意見を述べるすることができます。今回はWeb会議方式で開催しますので、ご出席くださいますようご案内申し上げます。

なお、ご出席の場合は、E-mailにて、会員氏名、会員番号、連絡先（住所、E-mail）を明記のうえ、4月5日（水）までに下記問合先にお送りください。

第12回定時総会

期日 2023年4月26日（水）14時～16時
会場 Web会議（公益社団法人日本分析化学会会議室）
議案

- 2022年度事業報告及び決算報告承認の件
- 役員の一部辞任及び2023・2024年度役員選任承認の件
- 定款の一部変更承認の件
- 名誉会員推薦承認の件
- 永年会員推薦承認の件
- 2023年度事業計画及び収支予算報告の件

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）日本分析化学会総務課〔E-mail：shomu@jsac.or.jp〕

日本分析化学会第72年会
オンライン講演申込スケジュール

日本分析化学会第72年会を以下のように開催します。本年会の講演申込及び講演要旨の入力は、Webからオンラインで申込者に行っていただきます。また、講演要旨集はWeb上での電子配布といたします。講演募集の要項は本誌5月号の「お知らせ」及び年会ホームページでお知らせします。年会および講演申込については、以下のスケジュールで予定しています。

記

年会期日 2023年9月13日（水）～15日（金）
年会会場 熊本城ホール〔熊本市中央区桜町3-40〕
懇親会 2023年9月14日（木）
懇親会会場 ラソールガーデン・熊本〔熊本市中央区桜町3-50 SAKURAMACHI HILLS 2F〕
講演申込・参加登録開始 4月26日（水）
講演申込締切 6月7日（水）
要旨本文締切 7月5日（水）
事前参加登録締切 8月30日（水）
参加登録費 予約：会員12,000円、学生会員4,000円、会員外21,000円、会員外学生7,000円〔当日：会員15,000円、学生会員6,000円、会員外24,000円、会員外学生8,000円〕
懇親会参加費 予約：一般10,000円、学生4,000円〔当日：一般12,000円、学生5,000円〕
日本分析化学会第72年会ホームページ（3月末開設予定）
<https://conference.jsac.jp/72nenkai/>

第381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 (LC) 研究懇談会

環境分析では、LCよりもGCの方が多く活用されています。しかし、LCやLC/MSでの測定できる分析種の範囲は広く、これからもLCの活躍の場が増加する傾向にあります。また、公定法などの縛りがあり、環境分析の測定技術を広く捉える機会が少ないのではないのでしょうか。そこで、本例会では、高い所から環境分析という範囲を一度見渡してみようと企画しました。LC、LC/MSの基礎から応用、また関連する技術までバラエティーに富んだ内容でご講演いただきます。ぜひこの機会にご参加いただき、みなさまの活躍の一助となれば幸いです。

期日 2023年3月24日(金) 13.00~17.00

会場 Zoom オンライン会場

講演主題 環境分析の展望~環境分析を見渡すと~
講演

講演主題概説 (オーガナイザー) (13.00~13.10)

(ムラタ計測器サービス(株)) 大塚克弘

1. 環境分析における分離分析の精度管理 (13.10~13.40)
(ムラタ計測器サービス(株)) 大塚克弘
(LC分析士二段, LC/MS分析士三段)
 2. 環境分析のための固相抽出カラムの選び方・使い方 (13.40~14.10)
(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)
 3. PFAS分析に最適なカラム選択のポイント (14.10~14.40)
(Restek(株)) 海老原卓也 (LC分析士二段)
 4. QTOFを用いた環境汚染物質等のターゲットスクリーニング分析 (14.40~15.10)
(株)島津製作所) 渡邊 淳 (LC分析士初段)
- 休憩 (15.10~15.30)
5. 環境分析における機器分析ネットワークの活用 (15.30~16.00)
(栗田工業(株)) 榎本幹司
(LC分析士三段, LC/MS分析士三段)
 6. 環境分析におけるUHPLCの活用とSDGs (16.00~16.30)
(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)
 7. 総括「環境分析の展望~環境分析を見渡すと~」 (16.30~17.00)
(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、後援学会(日本分析化学会、日本薬学会、日本化学会、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 2023年3月17日(金)(入金締切時刻:15時まで)

申込方法

1. 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・その他の別および情報交換会参加の有無を明記のうえ、お申込みください。
2. 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381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。
3. 申込み受付のメールを受領後、必ず期限内に参加費の納入を行ってください。期限内に参加費納入が確認できない場合、参加申込みを無効とし参加URLを発行しませんので、十分ご注意ください。なお、一旦納入された参

加費は、返金いたしません。

4. 参加費の納入が確認できた方には、2023年3月18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。

液体クロマトグラフィー研究懇談会(例会)参加費送金時のご注意 例会参加費、情報交換会参加費を送金される場合、下記を禁止しておりますので、ご理解のほどよろしくお願いたします。

1. 複数例会の参加費の同時振込
(→例会ごとに振り込んでください)
2. 複数参加者の参加費の同時振込
(→参加者ごとに振り込んでください)
3. 年会費や他の費用との合算振込
(→費目ごとに振り込んでください)

申込先 <https://forms.gle/7xQYqQPMc47n6eky6>

銀行送金先 りそな銀行五反田支店(普通)1754341、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 ムラタ計測器サービス(株) 大塚克弘[E-mail: ohtsuka1209@murata-s.co.jp]

2023年度第1回近畿支部講演会

主催 (公社)日本分析化学会近畿支部、近畿分析技術研究懇談会

期日 2023年4月7日(金) 15.00~17.00

会場 大阪科学技術センター7階700号室〔大阪市西区靱本町1-8-4、電話:06-6443-5324、交通:地下鉄四つ橋線「本町」駅下車、北へ徒歩約7分。うつぼ公園北詰〕

講演

1. 回顧:分離分析40年(15.00~16.00)
(京都大学) 大塚浩二
2. 化学分析のためのX線分光に関するアイデア(16.00~17.00)
(京都大学) 河合 潤

参加費 無料

参加申込 標記行事名を題記し、(1)氏名、(2)勤務先(所属)、(3)連絡先を記入のうえ、下記申込先へFAXまたはE-mailにてお申し込みください。なお、参加証は発行いたしませんので、当日は直接会場にお越しください。

申込先 〒550-0004 大阪市西区靱本町1-8-4 (公社)日本分析化学会近畿支部〔電話:06-6441-5531、FAX:06-6443-6685、E-mail:mail@bunkin.org〕

※新型コロナウイルスの影響により、延期やオンライン開催等に変更する可能性があります。変更などの詳細は、近畿支部ホームページ(<http://www.bunkin.org/>)にてご確認ください。

第7回マイクロ電子天びんセミナー(オンライン)

(初心者および中級者のためのはかり取り講習)

主催 有機微量分析研究懇談会

協賛 日本分析化学会関東支部、日本化学会関東支部、日本薬学会関東支部

マイクロ電子天びんのはかり取りならびに、試料の取扱いにつ

いての講義を行います。

マイクロ電子天びん技術研修会で使用するテキストとビデオを基に基礎から学べるセミナーを企画しました。

マイクロ電子天びんを業務で使用する人だけでなく、化学天びん等を使用する人にも基礎知識として参加していただきたい内容となっています。

期日 2023年5月19日(金)

講師

第一三共 RD ノバーレ(株) 佐々木典子

理化学研究所 CEMS 鈴木恵子

北里大学 長井賢一郎

京都大学 平野敏子, 坂田文恵

名城大学 酒井達子

板東敬子

プログラム

9.30~10.00 受付

10.00~10.05 開会

10.05~11.45 セミナー

11.45~11.55 質疑応答

11.55 閉会

参加費(事前登録のみ) 会員:2,000円, 非会員:3,000円, 学生:1,000円

募集人数 25名

参加申込 「第7回マイクロ電子天びんセミナー参加申込」と明記し、氏名・所属・住所・連絡先(TEL, FAX, E-mail)を明記し下記までお申し込みください。

申込締切 2023年5月8日(月)

申込・問合せ先 〒351-0198 埼玉県和光市広沢2-1 (国研) 理化学研究所 創発物性科学研究センター 物質評価支援チーム 鈴木恵子 [電話:048-467-9400, FAX:048-462-4631, E-mail:keikos@riken.jp]

第19回生涯分析談話会への誘い

生涯分析談話会はコロナ禍でしばらく開催できませんでした。が、昨年は日本分析化学会第71年会(岡山大学)の初日、本水昌二先生のお世話で久しぶりに全国の皆様と旧交を温めることができました。今年の1回目は第83回分析化学討論会(富山大学五福キャンパス)の前日、下記要領で開催いたしますので、皆様のご参加をお待ちしております。なお、講演会場等は決まり次第、お知らせいたします。

会長:中村 洋

日時 2023年5月19日(金)16時から

会場 決まり次第お知らせします

協賛 LC研究懇談会

講演

講師 早川和一先生(金沢大学名誉教授・環日本海域環境研究センター連携研究員)

題目 越境大気汚染研究一見えた先入観と現実

情報交換会

日時 18時から

会場 八兆屋・駅の蔵(富山駅ビル)

<https://www.ekinokura.jp/shop/toyama/>

会費 6,000円

申込先 幹事:田端正明[E-mail:tabatam@cc.saga-u.ac.jp]

問合せ先 現地世話人・鈴木保任[E-mail:y.suzuki@neptune.kanazawa-it.ac.jp]

2023年POTY賞受賞候補者の推薦

液体クロマトグラフィー(LC)研究懇談会は、2023年POTY(Person of The Year)賞受賞候補者の推薦を受け付けております。POTY賞はLC研究懇談会の発展に大きく貢献した者に授与しますが(副賞1万円,年度1件以内)、CERIクロマトグラフィー分析賞並びに液体クロマトグラフィー努力賞の受賞者を授与の対象としません。推薦を希望される方は、下記2点に留意され、資料を電子ファイル(1ファイル)で提出してください。なお、受賞者にはLC懇の電子ジャーナル「LCとLC/MSの知恵」(通巻第7号)への投稿とともに、第29回LC&LC/MSテクノプラザ(2024年1月を予定)における受賞講演をお願いいたします。

1. 受賞者の年齢は問わないが、LC研究懇談会の会員である事が望ましい。
2. 推薦者(または自薦者)は、LC研究懇談会の個人会員とする。

提出資料 推薦者は、A4判サイズに横書きで記入した以下の①~③の資料を、8月末日までに下記提出先に電子メールで送付してください。①履歴書(生年月日,現住所,勤務先と連絡先,高校卒業以後の履歴を含む)、②推薦理由書、③貢献業績名(40字以内)及びその概要。

資料提出先 POTY賞係[E-mail:nakamura@jsac.or.jp]

2023年液体クロマトグラフィー 科学遺産候補の推薦

LC研究懇談会会員で、LC科学遺産候補の推薦を希望される方は、下記の規程(抜粋)およびLC研究懇談会ホームページを参照のうえ、8月末日までに推薦書類を提出先にお送りください。なお、認定が決定されたLC科学遺産については、LC懇の電子ジャーナル「LCとLC/MSの知恵」(通巻第7号)への投稿とともに、第29回LC&LC/MSテクノプラザ(2024年1月を予定)において申請内容の概要を講演していただきます。

- 第2条 「液体クロマトグラフィー科学遺産」とは、日本における液体クロマトグラフィー(LC)の発展にとって、歴史的な観点から顕著な貢献があったと認められるものを指す。
- 「液体クロマトグラフィー科学遺産」は、年度ごとに1件以内を認定する。
- 装置・器具類においては、その動作原理が日本初若しくはそれに準じたものである事、又はその性能が従来のものより格段に優れている事を要する。
- 技術・方法においては、従来のものより効率、再現性、操作性などが格段に優れている事を要する。

推薦書類 A4判スペースに横書きで記入した以下の書類(各1通)。①推薦理由書(会員番号明記)、②LC科学遺産候補の名称(40字以内)とその概要、③LC科学遺産所有者名、④その他、適当と思われる資料(1件)を提出してもよい。

提出先 LC科学遺産認定委員会[E-mail:nakamura@jsac.or.jp]

2023年度CERIクロマトグラフィー分析賞 受賞候補者の推薦

液体クロマトグラフィー (LC) 研究懇談会は、2023年度のCERIクロマトグラフィー分析賞受賞候補者の推薦を受け付けております。LC研究懇談会会員で、標記候補者の推薦を希望される方は、下記の規程(抜粋)を参照のうえ、推薦書類提出先にお申し出ください。受賞者には、LC懇の電子ジャーナル「LCとLC/MSの知恵」(通巻第7号)への業績投稿とともに、第29回LC&LC/MSテクノプラザ(2024年1月を予定)での受賞講演を行っていただきます。

- 第1条 本賞は、LCを利用した研究分野で優秀な研究成果を挙げた者を対象に、年1件以内に授与する。
- 第3条 受賞者の資格に年齢は問わないが、LC研究懇談会の会員である事が望ましい。又、受賞者の研究成果は、既印刷のもので、少なくともその一部が公益社団法人日本分析化学会の機関誌若しくは学術刊行物に掲載されたものである事を要する。
- 第7条 賞の授与は、LC&LC/MSテクノプラザにおいて行う。受賞者には、賞牌及び賞金(10万円)を授与する。

提出書類 推薦者(会員番号明記)は、A4判サイズに横書きで記入した以下の4種類の書類(各1通)を8月末日までに下記提出先に電子メールで送付する。

- ①候補者の生年月日および高校卒業以後の履歴書、②推薦理由書、③研究業績名(40字以内)及びその概要、④研究業績リスト:表題、全著者名(受賞候補者にアンダーライン)、雑誌名、巻数、掲載ページ数、掲載年をこの順に記載したもの、⑤その他、適当と思われる資料(1件)を提出してもよい。

推薦書類提出先 CERIクロマトグラフィー分析賞係 [E-mail: nakamura@jsac.or.jp]

2024年液体クロマトグラフィー努力賞 候補者推薦について

本賞は液体クロマトグラフィーに関する研究・技術が独創的であり、将来を期待される研究者・技術者が受賞の対象となります。適当な候補者がおられましたら、下記要領にてご推薦またはご応募ください。受賞者にはLC懇の電子ジャーナル「LCとLC/MSの知恵」(通巻第7号)への業績投稿とともに、第29回LC&LC/MSテクノプラザ(2024年1月を予定)における受賞講演を行っていただきます。不明な点は下記にお問い合わせください。

受賞資格 液体クロマトグラフィー研究懇談会の個人会員(会員番号明記)で、2024年4月1日現在で満50歳程度まで。

提出資料 ①推薦書または自薦書(A4判スペース1枚に生年月日、簡単な履歴、受賞の対象となる研究題目)、②推薦または応募理由書(A4判を縦に使用し、1行45字、40行程度で業績説明と主要論文リストを合わせて3枚以内)、③説明資料1件(任意。特に重要な論文の別刷PDF、その他審査の参考となる資料等)を下記応募先に電子メールで添付。

推薦・応募締切 8月末日

応募・問合せ先 (公社)日本分析化学会・LC懇 [E-mail: nakamura@jsac.or.jp]

——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。

コロイド先端技術講座 2022 ～ソフトマターの「液液」相分離～

主催 (公社)日本化学会コロイドおよび界面化学部会
期日 2023年3月16日(木)

会場 日本大学理工学部駿河台校舎タワー・スコラ
ホームページ

<https://colloid.csj.jp/202301/2022hitech/>

連絡先 (公社)日本化学会コロイドおよび界面化学部会
[E-mail: jigyoukikaku_02@colloid.csj.jp]

表面科学セミナー 2023 (実践編) マテリアルインフォマティクスの基礎と 情報科学を用いた実験データ解析

共催 日本表面真空学会データ駆動表面科学研究部会、東京理科大学 MI 懇談会

期日 2023年3月20日(月)

会場 大田区産業プラザ Pio + オンライン

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 [電話: 03-3812-0266,
FAX: 03-3812-2897, E-mail: office@jvss.jp]

電子機器トータルソリューション展 2023

主催 (一社)日本電子回路工業会

期日 2023年5月31日(水)～6月2日(金)

会場 東京ビッグサイト東展示棟

ホームページ

<https://www.jpccashow.com/show2023/>

連絡先 〒105-8335 東京都港区芝 3-23-1 セレスティン芝
三井ビルディング (株)JTB コミュニケーションデザイン内
JPCA 運営事務局 [電話: 03-5657-0767, E-mail: jpcashow@
jtbcom.co.jp]

日本顕微鏡学会第79回学術講演会

主催 (公社)日本顕微鏡学会

期日 2023年6月26日(月)～28日(水)

会場 くにびきメッセ

ホームページ <https://conference.wdc-jp.com/microscopy/conf2023/index.html>

連絡先 〒162-0801 東京都新宿区山吹町 358-5 アカデ
ミーセンター 日本顕微鏡学会学術講演会ヘルプデスク
[FAX: 03-5227-8632, E-mail: jsm-desk@conf.bunken.
co.jp]

第 33 回環境工学総合シンポジウム 2023

主催 (一社)日本機械学会
 期日 2023年7月25日(火)
 会場 くにびきメッセ
 ホームページ
<https://www.jsme.or.jp/event/23-14/>
 連絡先 〒162-0814 東京都新宿区新小川町4-1 KDX 飯田
 橋スクエア2階 (一社)日本機械学会 環境工学部門 環境
 工学総合シンポジウム2023事務局 [E-mail:kankyosympo
 2023@jsme.or.jp]

第 35 回バイオメディカル分析科学シンポジウム
(BMAS2023)

主催 (公社)日本薬学会物理系薬学部会
 期日 2023年7月28日(金)・29日(土)
 会場 北海道大学学術交流会館
 ホームページ
<https://sites.google.com/view/bmas2023>
 連絡先 〒060-0812 北海道札幌市北区北12条西6丁目 北
 海道大学大学院薬学研究院生体分析化学研究室 [電話:011-
 706-3704, FAX:011-706-3767, E-mail:bmas2023@
 pharm.hokudai.ac.jp]

第 83 回分析化学討論会
—参加登録方法—

標記討論会については以下のように開催いたします。本討論会に参加される方(講演発表される個人会員の登壇者を含みます)は、全員参加登録をお願いします。当日専用受付を設けますので、そちらで参加登録下さい。討論会当日、参加証を提示されない方の入場はご遠慮いただきます。郵送、FAX及び電子メールでの受付は一切行いませんので、必ずアトラス社、Confitによる参加登録システムをご利用ください。なお、現在実行委員会では対面での開催を原則として計画を進めていますが、開催形式等については新型コロナウイルス感染症の状況により、急遽変更となる場合も想定されます。最新の情報や参加登録等の詳細については第83回分析化学討論会ホームページ(以下、討論会HPと略)を必ずご確認ください。また、講演要旨集は討論会HP上で電子配布いたします。

【第83回分析化学討論会ホームページURL】

<https://confit.atlas.jp/guide/event/jsac83touron/top>

主催 (公社)日本分析化学会
 後援 国立大学法人富山大学
 会期 2023年5月20日(土)・21日(日)
 日程 5月20日:主題講演(口頭)、一般講演(口頭、ポスター)、若手講演(ポスター)、テクノレビュー講演(口頭、ポスター)、産業界R&D紹介講演(ポスター)、ランチョンセミナー、懇親会、機器展示会
 5月21日:主題講演(口頭)、一般講演(口頭、ポスター)、テクノレビュー講演(口頭、ポスター)、ランチョンセミナー、機器展示会
 ※日程は変更する場合があります。
 会場 富山大学五福キャンパス
 懇親会 5月20日(土)18時~20時(予定)

【参加登録方法】

以下の注意事項を熟読の上、参加登録を行ってください。なお、事前登録のお支払最終締切日は4月19日(水)です。

- 参加登録料などの諸費用は、一切返金できません。
- 見積書、納品書、請求書は原則として発行いたしません。必要な方は、申込者において書類作成のうえ、返信用封筒(切手貼付)を同封して討論会事務局までお送りください。記名、捺印のみ行き返送します。送付先はメールにてお問い合わせください。

参加登録申込締切日(事前・通常)

事前:4月19日(水)厳守(いずれのお支払方法でも同じです。)

通常:事前登録締切日までに参加登録が完了していない場合は、すべて通常登録扱いになります。

※会期中でも参加登録は可能ですが、必ずご自身のパソコンから登録をお願いします。

参加登録料、懇親会参加料

- 参加登録料
 事前:会員9,000円、学生会員4,000円、非会員18,000円、非会員学生8,500円
 通常:会員12,000円、学生会員5,000円、非会員21,000円、非会員学生9,500円
 ※会員、学生会員の参加登録料は事前・通常ともに不課税扱いです。非会員、非会員学生の参加登録料は事前・通常ともに税込金額です。

2. 懇親会参加料

- 事前:一般(「名誉会員」以外のすべての会員、非会員)10,000円、学生4,000円
 通常:一般12,000円、学生5,000円
 ※懇親会参加料は事前・通常ともに税込金額です。

お支払方法

- 事前:クレジットカードまたは銀行振込
 通常:クレジットカードのみ
 ※お支払方法の詳細については討論会HPをご参照ください。

(ご注意)

※会員には団体会員に所属する方を含みます。維持会員は会員扱いとなります。他の団体会員の場合は、1名に限り会

員扱いとなります。
 ※名誉会員につきましては参加、懇親会ともご招待とさせていただきますが、ご参加の場合は参加登録手続きを行ってください。

【討論会参加登録料等領収書について】

参加登録料等の領収書は、PDFによる発行となります。決着完了後に参加登録システムよりダウンロードできます。

【Web版講演要旨集の閲覧方法】

- ・講演要旨集の閲覧については討論会 HP をご参照ください。
- ・スマートフォン等の機器では正しく表示されない場合があります。予めご了承ください。

【講演申込登録をされた皆さまへ】

講演要旨本文提出締切日は3月8日(水)です。講演申込登録をされた方は、締切日までに必ず講演要旨ファイル(A4版1ページ、PDF)のアップロードをお願いいたします。詳細は討論会 HP をご参照ください。締切日以降のアップロード・差替えはできません。

【口頭発表者の皆さまへ】

すべての口頭発表会場にプロジェクター、アナログRGBケーブル、PC切替器等を用意します。講演者は講演データの入ったノートパソコンを持参して講演発表を行ってください。詳細は討論会 HP をご参照ください。

【ポスター発表者の皆さまへ】

本討論会の一般講演、若手講演、テクノレビュー講演(ポスター)、産業界R&D紹介講演ポスターの発表方法等は、討論会 HP をご参照の上、準備ください。

【Web版講演要旨集の発行日について】

第83回分析化学討論会 Web版講演要旨集の発行日は、5月8日(月)です。特許出願の際は、下記の特許庁ホームページを参照ください。

<https://www.jpo.go.jp/index.html>

本要旨集に掲載されたものについての著作権は、(公社)日本分析化学会に帰属します。

【その他事項】

講演プログラム速報版は討論会 HP に3月下旬までに掲載予定です。

【討論主題(主題講演)】

第83回討論会では5件の討論主題を設定します。

1. 生命を観る・測るバイオ分析の最前線
 オーガナイザー：小澤岳昌(東京大学)
2. “Next Gen”化学センシング ～次世代化学センシングの方法論・デバイス開発の最前線～
 オーガナイザー：久本秀明(大阪公立大学)
3. 流れ分析法の新展開と社会への貢献
 オーガナイザー：鈴木保任(金沢工業大学)
4. より迅速で、より簡便な分析化学を目指して
 オーガナイザー：菅原一晴(前橋工科大学)
5. 未来の「食」と「薬」を創る分析化学
 オーガナイザー：椎木 弘(大阪公立大学)、
 富永昌人(佐賀大学)

※討論趣旨及び依頼講演は討論会 HP 上で公開しておりません。

【産業界 R&D 紹介講演(ポスター)】

主催 (公社)日本分析化学会・「産業界における研究開発と分析ソリューション」シンポジウム企画運営委員会
 趣旨 産業界の分析部門間及び産学官の交流・情報収集・研究議論・技術発信/アピール・若手育成と、学生に向けた企業活動説明を目的とします。
 期日 5月20日(土)・21日(日)
 会場 富山大学五福キャンパス
 発表形式 ポスター発表会場における60分のポスター発表。
 講演要旨は要旨集に掲載します。

【展示会・企業セミナー・バナー広告・講演プログラム集広告】

機器・カタログ出展およびランチョンセミナー・バナー広告、講演プログラム集(冊子)広告

主催 第83回分析化学討論会実行委員会
 分析・計測機器関連のメーカー・販売会社、分析技術提供会社との相互交流・情報交換の場として、展示会を開催いたします。また、期間中の昼休みを利用して企業セミナー(ランチョンセミナー)を開催いたします。

【機器・カタログ展示会】

展示日時 5月20日(土)・21日(日)(ただし、21日は14時までの予定)
 会場 富山大学五福キャンパス(ポスター会場)
 展示費用 1小間：80,000円(税別)
 募集締切日 3月30日(木)

【ランチョンセミナー】

日時 5月20日(土)・21日(日)12時10分～13時
 会場 富山大学五福キャンパス(口頭会場)
 開催費用 150,000円(税別)
 ※セミナー運営に関する費用(昼食用弁当など)は別途。
 募集締切日 3月30日(木)

【バナー広告】

公開場所 第83回分析化学討論会 HP
 掲載期間 2023年1月～5月
 掲載料金 1枠：1月～5月 50,000円、
 3月～5月 30,000円(いずれも税別)

【講演プログラム集(冊子)広告】

発行日 5月20日
 掲載料金 A4判白黒1頁 70,000円
 A4判白黒1/2頁 40,000円(いずれも税別)
 募集締切日 3月30日(木)

問合せ先・申込先 〒104-0061 東京都中央区銀座7-12-4 友野本社ビル (株)明報社(担当：後藤)〔電話：03-3546-1337, FAX：03-3546-6306, E-mail：info@meihosha.co.jp〕
 ※展示会及びランチョンセミナーの内容は変更になることがございます。詳細は(株)明報社にお問い合わせください。

【宿泊等についてのご注意】

実行委員会では宿泊先等にかかる斡旋は行いません。なお、皆さまの宿泊先についてのアンケートを実施予定ですので、参加受付時にはぜひご協力の程、お願いいたします。

【託児所開設について】

第83回分析化学討論会では、託児所を開設の予定です。詳細は討論会 HP をご参照ください。

【その他の会合】

【ものづくり技術交流会 2023 in 中部】

主催 分析イノベーション交流会実行委員会
 日時 5月20日(土)
 会場 富山大学五福キャンパス

【各種お問い合わせ先】

討論会全般に関するご質問は実行委員会までお問い合わせください。
 第83回分析化学討論会実行委員会事務局
 E-mail: 83touron@jsac.jp

「分析化学」年間特集“流”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2023年は「流」をテーマとすることと致しました。

本特集では「流」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。本特集に関わる論文はすべての論文種目で年間を通じてご投稿いただくことが可能で、審査を通過した論文は単行の特集号を除く「分析化学」第72巻(2023年)合併号の冒頭に掲載する予定です。国内外、産学官を問わず、「流」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。

特集論文の対象:「流」に関連した分析化学的な基礎・応用に関する論文。例を以下に示します。1) 液体や気体などの流れを利用した分析装置や分析手法の開発・応用、2) 連続的に流れている河川や大気などの分析に関する研究、3) 製造ラインなどの流れの中で利用する分析法の開発・応用、4) 電子の流れを計測する電気分析化学的研究、5) 原子・分子の流れを扱うシミュレーションを活用した分析化学的研究。

特集論文原稿締切: 2023年4月28日(金) (第3期)

初めて書く論文は母語の日本語で!
 “第22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、2023年(第72巻)に第22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、審査を経て掲載可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。

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・技能を身に付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]

「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: $30,000 + 5,000 \times (P - 4)$ (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: $40,000 + 5,000 \times (P - 4)$ (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。

「お知らせ」欄原稿について

支部並びに研究懇談会の役員の皆様：掲載用の原稿ファイルをご電子メールでお送りください。送り先は shomu@jsac.or.jp です。原稿の長さには制限はありませんが原稿締切日は掲載月の前々月 25 日（例：1 月号掲載→11 月 25 日締切）となっておりますのでご注意ください。

本会外から掲載をご希望の場合は以下をご参照ください。

- 1) 掲載できるものは本会が共催、協賛、後援するものに限られます。
- 2) 国際会議につきましては共催、協賛、後援申請に関する規程並びにフォームがありますので、ホームページをご覧ください。どうか、本会事務局宛にお問い合わせください。
- 3) 国際会議以外の講演会等に関しましては、会名、会場、主催団体名、同代表者名、開始期日、終了期日、連絡先並びに同電子メールを記載のうえ、書面でお申し出ください。
- 4) 掲載原稿の作成要領に関しましては承諾をご返事する際にお知らせします。
- 5) 本会支部または研究懇談会が共催、協賛、後援を承諾した事業につきましては、その旨をメールにお書きいただき、原稿ファイルを shomu@jsac.or.jp にお送りください。

国際会議以外の共催、協賛、後援に関する規程抜粋（共催）

8. 討論会、講演会等の共催とは、その討論会、講演会等の開催について、本会は主体性を持たず、会誌等を通じて広報活動等の援助を行う場合をいう。
9. 本会が討論会、講演会等を共催する場合は、その討論会、講演会等の主要議題が本会の専門分野と関連を持ち、本会正会員が会議の準備、運営等の委員に若干名加わることを条件とする。
10. 本会が共催する討論会、講演会等に対しては、他学協会長等の申し出によって会誌等による広報活動の援助を行う。特に理事会の承認を得て分担金を支出することがある。
(後援又は協賛)
11. 討論会、講演会等の後援又は協賛とは、本会がその討論会、講演会等の開催に賛同し、後援又は協賛団体の一つとして、本会名義の使用を認める場合をいう。
12. 本会が討論会、講演会等を後援又は協賛する場合は、その討論会又は講演会が分析化学に関連を持ち、その開催が本会会員にとっても有意義であることを条件とする。
13. 本会が後援又は協賛する討論会、講演会等に対しては、希望に応じ会誌等による広報活動の援助を行うことがある。

『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. サンプリング
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。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 3月号 掲載会社 索引

【ア行】	【タ行】	フロンティア・ラボ(株)…………… A9
(株)エス・ティ・ジャパン…………… 表紙 4	(株)デジタルデータマネジメント… A3	【ラ行】
【サ行】	【ナ行】	(株)リガク…………… A1
(株)島津製作所…………… 表紙 2	日本分光(株)…………… A4	製品紹介ガイド …………… A6～7
西進商事(株)…………… カレンダー裏	【ハ行】	
(株)ゼネラルサイエンス	ビー・エー・エス(株)…………… 表紙 3	
コーポレーション…………… A2	(株)日立ハイテクサイエンス…………… A10	

新規会員募集中!!

日本分析化学会は、研究者・技術者が一体となって組織化された分析化学分野では世界最大級の学会です。今後ますますハイテク化していく生活・産業活動を支えるため、本学会ではその技術力の進歩・発展に活発に貢献しております。この度、さらに幅広く事業を拡大していくため広く会員拡充を図ることになりました。この好機に多数特典のある本会会員への入会をお知り合いにぜひお勧め下さい。

公益社団法人 日本分析化学会 会員係

〒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
E-MAIL : memb@jsac.or.jp

<h2 style="text-align: center;">原子スペクトル分析</h2>	<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>
<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>ムロマックミニカラム 精度の高いクロマトグラフィー 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>
<h2 style="text-align: center;">分子スペクトル分析</h2>	<h2 style="text-align: center;">電気化学分析</h2>
<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>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>
<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;">質量分析</h2>
<p>フーリエ変換赤外分光光度計 FT/IR-4X 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 日本分光(株) 電話 042-646-4111(代) https://www.jasco.co.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;">レーザー分光分析</h2>	<h2 style="text-align: center;">熱分析</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 https://www.g5-hakuto.jp E-mail: info@g5-hakuto.jp</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;">NMR・ESR・磁気分析</h2>	<h2 style="text-align: center;">分析装置・関連機器</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>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)アクアラボ 電話 042-548-2878 http://www.aqualab.co.jp</p>
<h2 style="text-align: center;">クロマトグラフィー</h2>	<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)アメナテック http://www.amena.co.jp</p>
<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: chromat@ceri.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.alphasience.jp/ 電話 03-3814-1374 FAX 03-3814-2357 E-mail: alpha@m2.pbc.ne.jp</p>
<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>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、励起用レーザー、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。 励起レーザー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) https://www.oceanphotonics.com</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/>

オンライン・プロセス分析計
 滴定・水分・イオンクロマト・近赤外・VA/CVS
 メトロームジャパン(株) ※デモ機あります。
<https://www.metrohm.jp>

秒速粉碎機 マルチピースショッカー®
 ディスボ容器で岩石・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/>

研究室用設備機器

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
<https://www.bright-jp.com> E-mail: info@bright-jp.com

試薬・標準試料

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>

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>

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>

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
 シン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

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>

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

お求めの混合標準液を混合成分から検索できる!
 農薬・動物用医薬品 混合標準液検索
 WEBページで「和光 農薬 検索」で検索!
 試薬でお困りの際は当社HPをご覧ください。
 富士フイルム和光純薬(株)

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

書籍

Pythonで始める
 機器分析データの解析とケモメトリックス
 森田成昭 著 A5判 216頁 定価3,300円 (税込)
 (株)オーム社 <https://www.ohmsha.co.jp>

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/>

Primary大学テキスト これだけはおさえたい化学 改訂版
 大野公一・村田滋・齊藤幸一 他著
 B5判 248頁 フルカラー 定価2,530円 (税込)
 大学初年次での化学を想定。高校の復習から大学に必要な知識へのテキスト。
 実教出版(株) 電話03-3238-7766 <https://www.jikkyo.co.jp/>

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

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

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, 数値化, 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

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>

不確かさセミナー

演習中心で解り易いと評判の「不確かさ」セミナー
 開催中!
 日本電気計器検定所 (JEMIC) 電話 03-3451-1205
<https://www.jemic.go.jp>
 E-Mail: kosyukai-tyk@jemic.go.jp

「本ガイド欄」の掲載については下記にご連絡ください。
 (株)明報社
 電話 03-3546-1337 FAX 03-3546-6306
 E-mail: info@meihosha.co.jp

分析化学DVDシリーズ

- 最新技術と装置による映像と解説書を収録
- 日本語版 / English Version 収録



好評
発売中

1～3巻

監修：公益社団法人日本分析化学会

定価 (各巻)
 [一般] 35,000 円 (税別)
 [(公社)日本分析化学会会員] 30,000 円 (税別)

1巻
30分

分析および分析値の信頼性 —信頼性保証の確立に向けて—

- | | |
|------------------------|------------------|
| 1. 分析値の信頼性を確保するには | 5. トレーサビリティと標準物質 |
| 2. GLP での品質保証をえるためには | 6. 外部査察 |
| 3. 分析機器 / 分析法のバリデーション | |
| 4. コンピュータ システム バリデーション | |



[1巻] 分析機器 / 分析法のバリデーション

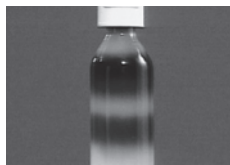


[1巻] トレーサビリティと標準物質

2巻
30分

高速液体クロマトグラフィー HPLC

- | | |
|---------------------|-------------|
| 1. 高速液体クロマトグラフィーとは？ | 5. 試料溶液の調製 |
| 2. クロマトグラフィーの原理 | 6. 操作法 |
| 3. カラム | 7. データ解析 |
| 4. HPLC 装置 | 8. 定性と定量の方法 |



[2巻] 高速液体クロマトグラフィーとは？

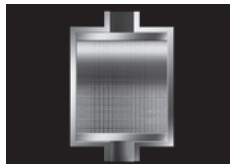


[2巻] HPLC装置

3巻
34分

高速液体クロマトグラフィー質量分析法 LC-MS

- | | |
|----------------|-----------|
| 1. LC-MS の原理 | 5. メンテナンス |
| 2. LC-MS 装置の構成 | 6. 試料の前処理 |
| 3. LC-MS 装置の各部 | 7. データ解析 |
| 4. 測定時の注意事項 | 8. 応用編 |



[3巻] LC-MSの原理



[3巻] 応用編

お問い合わせ・ご注文は

(公社)日本分析化学会 DVD 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

高分子材料分析の強力な戦力！

マルチショット・パイロライザー EGA/PY-3030D

未知試料へ多面的にアプローチ

- 室温から1050°Cまでの幅広い温度領域を任意設定
- 発生ガス分析や瞬間熱分析などの組み合わせにより未知試料を多面的に分析

前処理なしで迅速に分析

- あらゆる形態のポリマー試料を煩雑な前処理なしで簡単・迅速に分析

高性能で高信頼

- サーモグラムとパイログラムの高い再現性を保証



豊富な周辺装置

新製品

目的に合わせて選べる周辺装置で分析業務をサポート

メンテナンス性が向上！
より使いやすくなった

自動分析用オートサンプラー AS-2020E

ライブラリー登録数が大幅増！
ポリマー・添加剤を瞬時に同定できる
マススペクトル検索ソフトウェア F-Search

簡単操作でパワフル！
各種試料の粉碎・攪拌・分散に最適な
卓上可搬型 凍結粉碎装置 IQ MILL-2070

微量ポリマーの検出感度が大幅向上！
スプリットレス熱分解用オプション装置
MFS-2015E



製品情報

最新のアプリケーション

280報を超える多彩なアプリケーションでユーザーをサポート

- Py-GC/MS分析における水素キャリアーガスの影響
- マイクロプラスチックの分析

ほか



テクニカルノート

フロンティア・ラボ 株式会社

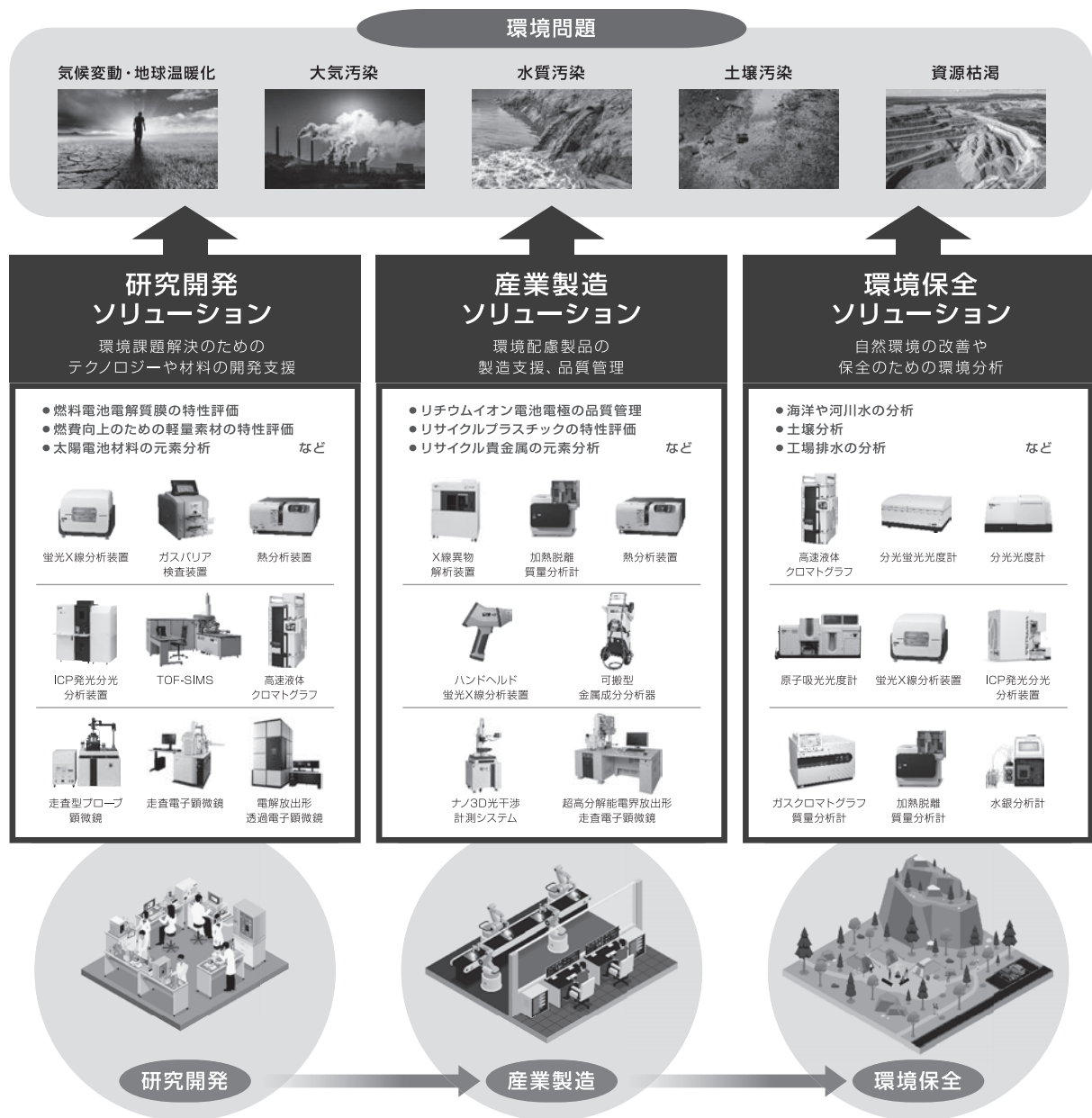
お気軽にお問い合わせください
www.frontier-lab.com/jp info@frontier-lab.com

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

持続可能な将来を支える日立ハイテクの先端機器

HITACHI High-Tech's advanced instruments support sustainable future.

自然環境と社会発展が共存するサステナブル社会の構築を目指し、
私たち日立ハイテクは、機器分析で、
“研究開発”、“産業製造”、“環境保全”を支援します。



◎ 株式会社 日立ハイテク ◎ 株式会社 日立ハイテクサイエンス

本社 〒105-6409 東京都港区虎ノ門一丁目17番1号 虎ノ門ヒルズ ビジネスタワー 電話03-3504-6111

インターネットでも製品紹介しております。

URL www.hitachi-hightech.com/jp/science/

BAS

光学式酸素モニターシステム

基本機能の光学式酸素モニタリングに加えて、温度およびpH(一部機種のみ)の同時測定が可能

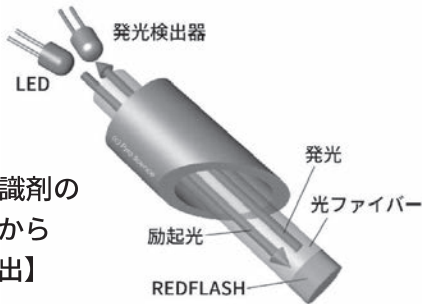
BAS FireSting



- 一台で最大4チャンネル対応。項目の組合せは自由
- 気相および液相での測定に利用できます
- 酸素濃度測定は広い濃度範囲で対応可能
- 非接触型など様々なタイプのセンサーをラインナップ



FireSting O2-C 酸素モニター(4ch)



【REDFLASH標識剤の発光寿命検出から酸素濃度を算出】



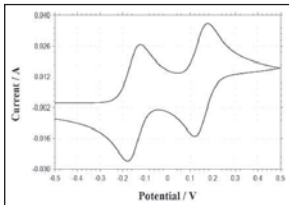
【センサー付きバイアル内部の酸素濃度を外側から測定可能】

分光電気化学測定

BAS SEC2020

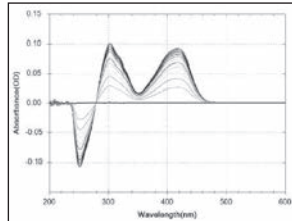


CV測定



※測定データはイメージです。

吸光度測定



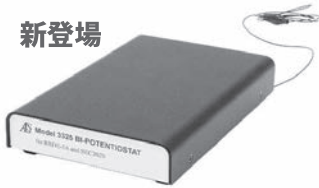
+

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。

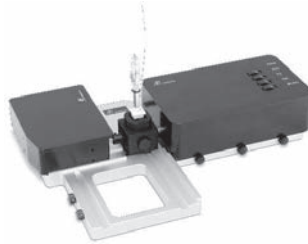
同時に測定を行うことで、より正確な実験データが得られます。

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。

新登場



モデル3325
バイポテンショスタット



SEC2020スペクトロメーターシステム

● 製品の外観、仕様は改良のため予告なく変更される場合があります。

予算申請などですぐ見積書が必要なときに!

インターネット環境があればいつでもご自身でご確認いただける

WEB見積書サービスが便利です!!



BAS ビー・イー・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合せ下さい ⇒ E-mail: sp2@bas.co.jp

LC-CollectIR

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

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

従来の分取法と比べ、大幅な時間短縮とコストの削減が可能になります。

応用例

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



ぶんせき
二〇二三年第三号
(通巻第五七九号)

令和五年三月五日発行(毎月一回五日発行)

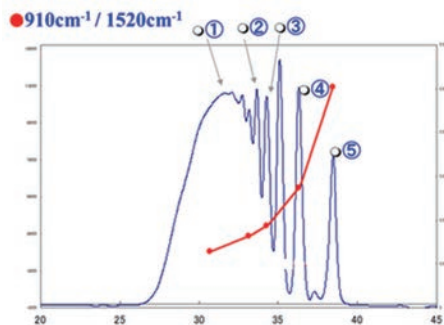
発行所 公益社団法人 日本分析化学会

〒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)34901351
FAX (03)34901351
振替口座 0011018180521
定価千円

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

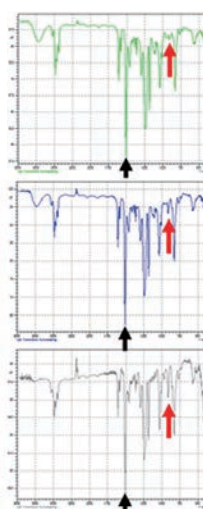
○ピーク②

○ピーク③

○ピーク④

○ピーク⑤

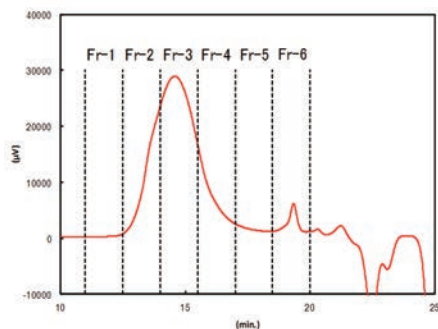
→ ○芳香環
→ ○エポキシ基



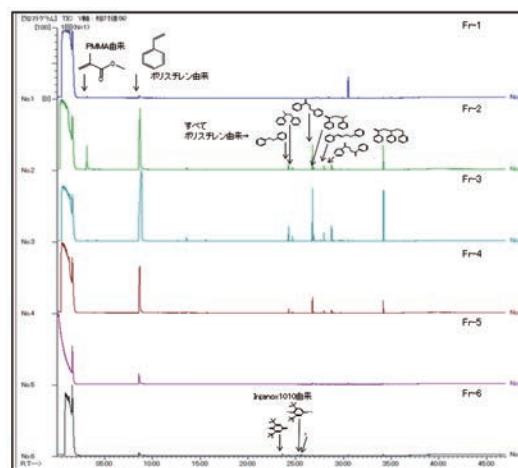
GPC-PyroGC/MS測定

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

