

サイズ排除クロマトグラフィー

香川 信之

1 はじめに

サイズ排除クロマトグラフィー (size exclusion chromatography, SEC) は、試料を分子サイズごとに分離する高速液体クロマトグラフィー (high performance liquid chromatography, HPLC) である。SECによる分析としては、1959年に、ゲルろ過クロマトグラフィー (gel filtration chromatography, GFC) により、デキストランゲルを充填したカラムを用いて、初めてタンパク質が分離された¹⁾。さらに1964年にはポリスチレン (PS) ゲルを充填したカラムを用いたPSの分離分析が報告され、ゲル浸透クロマトグラフィー (gel permeation chromatography, GPC) と命名された²⁾。これらのGFC、GPCという用語は、現在でも用いられているが、論文や学会発表に用いる学術用語としては、分離の原理に基づく名称である“SEC”に統一されている。なお、誕生の背景もあり、主として、GFCは水溶液を用いたSECの場合に、GPCは有機溶媒を用いたSECの場合に用いられている。

成り立ちからも明らかなように、SECは高分子の分離分析に用いられており、現在では、高分子の分子量を測定するための最も重要な分析手法となっている。本稿では、このSECについての原理や装置など、基本的な内容について説明する。

2 SECにおける分離原理

SECでは、他のHPLCと同様に、固定相を充填したステンレス製の筒である“カラム”を用いる。ここに、

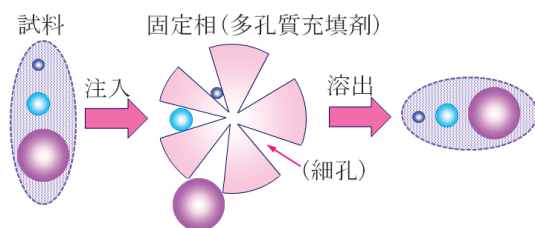


図1 SECの分離原理

溶媒や水溶液である移動相 (SECの場合、移動相は一般的に“溶離液”と呼ばれるため、以後は溶離液と記載する) を流し、カラムに試料を注入して分離を行う。用いられる固定相は、溶離液や試料の種類によっても異なるが、SECの場合、大きく分けてスチレン系ゲルやシリカゲル、ポリビニルアルコールゲルなどからなる球状の多孔質充填剤である³⁾。

SECにおける分離原理については、図1に示すようなモデルで説明される。すなわち、SECカラム中の多孔質充填剤の孔 (細孔) は、奥に行くほど狭くなっていると仮定する。ここに、サイズの異なる高分子の混合物を注入すると、細孔に入ることのできない大きな分子は、そのままカラムから溶出する。一方、最も奥まで入ることのできる小さい分子は、結果的に移動距離が最も長くなる。溶離液の流速は一定であり、細孔に入ることのできない大きな分子は移動距離が短いので、カラムから最初に溶出する。これに対して、移動距離の長い最も小さい分子が最後に溶出する。このように、SECでは、分子サイズの違いによって分離され、大きい分子から順に溶出する。これを“サイズ排除機構”と称する。

SECによる高分子の分離について、さらに、図2に示すように、1本のカラムについて考える。ここで、細孔に入ることのできない大きな分子が移動できる領域は、図2 (a) の網掛けの部分となる。この体積を V_0 とすると、これを“排除限界”という。さらに、最も小さい分子が移動できる領域は、図2 (c) の網掛け部分で、この体積を V_M とすると、 $V_M = V_0 + V_i$ となる。ここで V_i は全細孔容積 (図2 (b)) であり、 V_M を“全浸透限界”と呼ぶ。

図2 (d) の曲線は校正 (校正) 曲線と呼ばれ、溶離液の溶出体積と高分子の分子量の対数値との関係を示した曲線である。ここで、溶出体積とは、その高分子がカラムに注入されて、カラムから溶出するまでに流れる溶離液の体積のことである。実際の分析では、横軸は溶出時間を計測するため、溶出体積は [溶出時間] × [流速] となる。この図から、SECによる高分子の分離では、試料は必ず V_0 と V_M の間のどこかに溶出することになり、分離できる範囲は、排除限界分子量～全浸透限界と

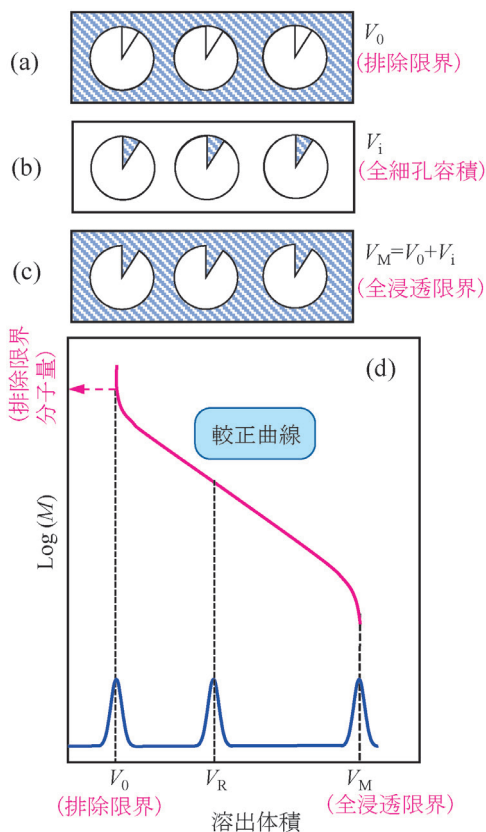


図2 SECの分離：溶出体積と分子量との関係
(a) 排除限界, (b) 全細孔容積, (c) 全浸透限界, (d) 較正曲線と溶出ピークの関係。

なる。ある高分子試料の溶出体積を V_R とすると、 $V_R = V_0 + K_{SEC} V_i$ となる。ここで、 K_{SEC} はSECにおける固定相と溶離液間の分配係数（固定相と溶離液にある試料の濃度比）である。

液体クロマトグラフィーの分配係数 K_D は、

$$K_D = \frac{C_S}{C_M} = \exp\left(\frac{-\Delta H}{RT}\right) \cdot \exp\left(\frac{\Delta S}{R}\right) \dots\dots\dots (1)$$

で表される。ここで、 C_S と C_M はそれぞれ固定相と移動相における溶質（試料）の濃度、 ΔH はエンタルピー変化、 R は気体定数、 T は絶対温度、 ΔS はエントロピー変化である。SECでは、試料と固定相との間に相互作用が無いことが前提となるため、 $\Delta H=0$ となり、SEC分離における分配係数 K_{SEC} は、

$$K_{SEC} = \exp\left(\frac{\Delta S}{R}\right) \dots\dots\dots (2)$$

となる。したがって、溶出体積は温度には依存せず、SECでは分子サイズの違いのみで分離する⁴⁾。なお、SECにおける高分子の分離では、高分子鎖間の相互作用が生じないことも必須となるため、試料濃度が十分に低い溶液、すなわち希薄溶液であることが必要である。

3 SECで用いる装置

3.1 装置の概要

SECの代表的な装置構成を図3に示す。SECで用いられる溶離液(a)は、有機溶媒、水溶液、あるいはこれらの混合溶液が用いられる。また、これらの溶離液については、ゴミや微粒子が存在すると、配管や送液ポンプ、カラム等での詰りを生じる可能性があるため、吸込口に専用のフィルターエレメント(b)を接続し、配管内へのごみの混入を防止する。溶離液には溶存気体が含まれており、これが温度変化など、様々な要因によって気泡となり、送液に悪影響を及ぼす可能性がある。これを防ぐために、溶離液瓶と送液ポンプの間にオンラインの脱気装置(c)を設置する。

送液ポンプ(d)は、測定値の再現性や分子量精度に関して最も重要で、かつ大きく影響する機器であり、定流量性、無脈流、高圧送液が可能であることが要求される。溶離液の送液方法としては、シングルプランジャー方式、ダブルプランジャーパラレル方式、ダブルプランジャーシリーズ方式などがある⁵⁾。

送液ポンプについては、周囲の温度変化による溶離液の体積膨張・収縮が実際の流量精度に影響する場合があるため、送液ポンプをオープン(e)内に設置することが望ましい⁶⁾。

サンプルインジェクター(f)は試料溶液(g)を注入する装置で、現在では、多数の試料を連続的に自動注入するオートサンプラーが主流になっており、注入再現性の高い装置を用いることが必要である。オートサンプラーの計量方式としては、シリンジの吸引量で計量する方式と、一定容量のサンプルループを用いる方式がある⁷⁾。

カラムオープン(h)は、カラムを一定温度に保つ必要があるため、温度安定性に優れていることが重要である。特に、後述するRI検出器は、温度変化に非常に敏感であり、データの高精度化や高再現性にとって、RI検出器直前にあるカラムオープンの温度安定性は非常に重要となる。一般的には室温以上(35~250℃)に加

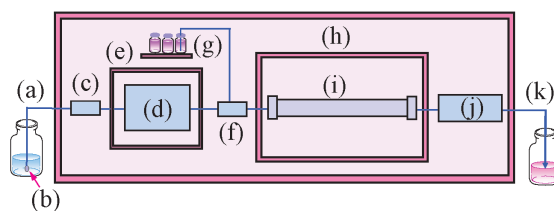


図3 SECの装置構成例の模式図
(a) 溶離液, (b) フィルターエレメント, (c) 脱気装置, (d) ポンプ, (e) ポンプオープン, (f) サンプルインジェクター, (g) 試料溶液, (h) カラムオープン, (i) カラム, (j) 検出器, (k) 廃液。

熱するタイプのものが主流である。カラムオープンの設定温度範囲が室温～60℃程度までの装置を“常温 SEC (または GPC)”，それ以上の温度での測定が可能な装置を“高温 SEC (または GPC)”と呼んでいる。一方、150℃を超える温度での測定が可能な装置を特に“超高温 SEC (または GPC)”と呼ぶこともある⁸⁾⁹⁾。

3・2 SEC で用いられる検出器

SEC 装置では、様々な検出器を用いることができ、代表的な検出器を表 1 に示す。これらの中で、最も広く用いられているのが示差屈折率検出器 (refractive index detector, 一般には“RI 検出器”と呼ばれる) である。

RI 検出器の模式図を図 4 に示す。この検出器は、溶離液と試料高分子との屈折率差を利用して試料溶液の濃度を検出するもので、ほとんどの化合物の検出が可能という利点はあるが、検出感度がやや低く、周囲の温度や気圧変化による影響を受けやすく、安定性が低いという欠点を有する。RI 検出器では、対角線で二つのブロックに仕切られた四角柱状の石英ガラス製セル (図 4 (a)) が用いられた偏光型が主流であり¹⁰⁾、図 4 (b) に示すように、一方 (S) が試料側、他方 (R) がリファレンス側である。

測定直前は、(S) 側、(R) 側共に溶離液を満たした状態で光路を調整し、信号を安定させておく。測定を開始して、(S) 側に試料溶液が入ると、(S) 側と (R) 側の屈折率に差を生じるため、光路が変化する。この変化量は試料の濃度に依存するため、この変化量を電気的に計測して濃度に換算する。

RI 検出器の検出信号強度は、次式で与えられる。

$$I = k \cdot (dn/dc) \cdot c \dots\dots\dots (3)$$

ここで、 I は RI 検出器の信号強度、 k は装置固有の定数、 dn/dc は屈折率濃度増分 (refractive index increment)、 c は濃度である。 dn/dc は、高分子と溶離液の屈折率差に依存するパラメータで、光散乱法によって高分子の絶対分子量を測定する際に必須のパラメータでもあり、高分子溶液の濃度と屈折率の関係をプロットした際の傾きに相当する。すなわち、高分子と溶離液の屈折率差が大きいほど dn/dc は大きくなり、RI 検出器の検出感度は増加するが、両者の屈折率差が小さいほど、検出感度は低下

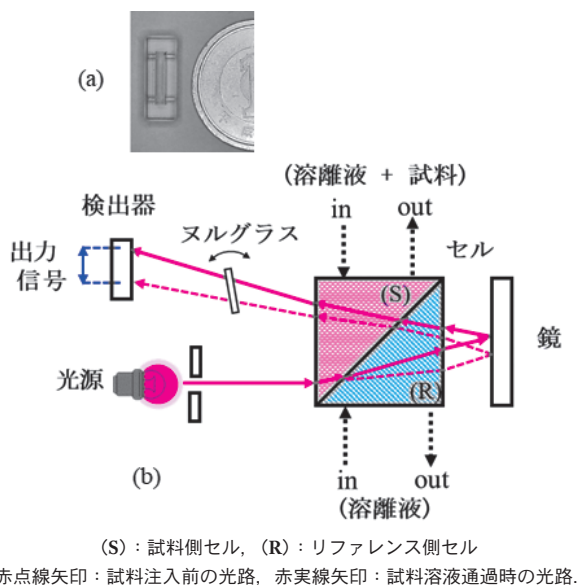


図 4 RI 検出器の模式図
(a) 実際のセル写真 (右横は寸法比較の 1 円玉)、(b) セルと光学系模式図。
(S) : 試料側セル, (R) : リファレンス側セル
赤点線矢印: 試料注入前の光路, 赤実線矢印: 試料溶液通過時の光路。

表 1 SEC で用いられる代表的な検出器とその特徴

検出器	検出原理	得られる情報	長所	短所
示差屈折率検出器 (RI)	溶離液と試料との屈折率差	濃度	多くの化合物に適応	安定性が低い
紫外・可視検出器 (UV)	試料の紫外・可視吸収	濃度	高感度, 高安定性	紫外・可視吸収のある試料のみ検出可
赤外検出器 (IR)	試料の赤外吸収	濃度	高安定性	使用する溶離液が限られる
光散乱検出器 (LS)	試料からの散乱光	分子量, 回転半径	絶対分子量が得られる 長鎖分岐度が得られる	低分子量ほど感度が低い
粘度検出器 (VIS)	溶液の粘度	固有粘度	長鎖分岐度が得られる	低分子量ほど感度が低い
質量分析装置 (MS)	試料の質量数の違い	質量数, 濃度	構造推定ができる	高分子量では感度低下
赤外分光光度計 (FT-IR) (フローセル型)	試料の赤外吸収	赤外スペクトル, 濃度	官能基情報が得られる	使用する溶離液が限られる
赤外分光光度計 (FT-IR) (溶媒蒸発型)	試料の赤外吸収	赤外スペクトル	官能基情報が得られる, 溶離液の影響を受けない	溶離液への不揮発塩添加不可, 定量分析への適用は難しい
核磁気共鳴装置 (NMR)	原子核の磁氣的性質	化学シフト	官能基情報が得られる	装置, 溶媒が高価

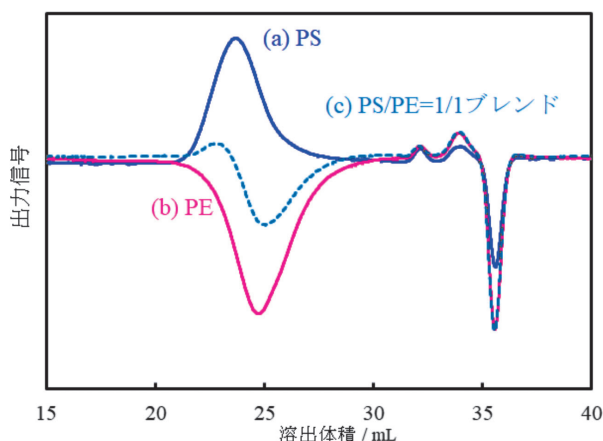


図5 RI 検出器により得られた dn/dc の異なる試料のクロマトグラム

(a) PS ($dn/dc=0.053 \text{ mL g}^{-1}$), (b) PE ($dn/dc=-0.104 \text{ mL g}^{-1}$), (c) PS/PE=1/1 ブレンド試料
 測定条件：溶離液：TCB，流速： 1.0 mL min^{-1} ，カラム：TSKgel GMH-HR-H(20)-HT×3本，カラム温度： $140 \text{ }^\circ\text{C}$ ，試料濃度： 1.0 mg mL^{-1} ，注入量： $300 \mu\text{L}$ 。

する。なお、両者の屈折率が等しい場合は、試料濃度を検出することはできない。一方、高分子よりも溶離液の屈折率の方が大きい場合は、 $dn/dc < 0$ となり、高分子ピークはベースラインに対して負側に現れることになる。これらの例として、1,2,4-トリクロロベンゼン (TCB) を溶離液とした高温 SEC により得られた PS とポリエチレン (PE) のクロマトグラムの重ね書きを図5に示す。これらの高分子と溶離液の屈折率は、 $\text{PS} > \text{TCB} > \text{PE}$ であるため、 $dn/dc > 0$ ($=0.053 \text{ mL g}^{-1}$) の PS のピーク (a) は正側に、 $dn/dc < 0$ ($=-0.104 \text{ mL g}^{-1}$) の PE のピーク (b) は負側に検出される。したがって、この測定条件では、たとえば PS と PE の混合試料では、ピークが正・負両側に現れることから、結果的に、(c) に示すように、お互いを打ち消し合うため、正しい分子量を求めることは困難になる。

RI 検出器を使用するにあたり、この検出器の石英製セルは耐圧が著しく低いため、背圧（出口側配管の圧力）が高いと、容易に破損してしまう。このため、他の検出器、例えば UV 検出器や光散乱検出器を併用する場合は、必ず、RI 検出器の前に接続し、RI 検出器の出口配管には他の検出器を接続してはならない。

3.3 SEC で用いられるカラム

有機溶媒系の SEC 測定では、球状のスチレン系ゲルが充填されたカラムが用いられ、溶離液としては、テトラヒドロフラン (THF) が用いられるケースが最も多い。この際、水やメタノールなどの高極性液体の混入は、ゲルの性能を低下させてしまう場合もあるため、誤って混入しないように、十分注意することが必要である。さらに、カラムの種類によっては、溶離液の種類を

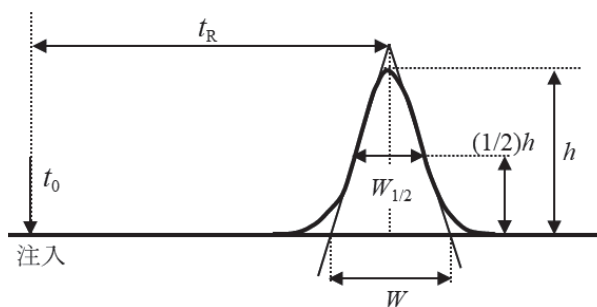


図6 SEC クロマトグラムのピークとパラメータ

t_0 ：注入開始時間 (=0), t_R ：注入～ピーク最大値間の時間,
 h ：ピーク高さ, $(1/2)h$ ：ピーク高さの 1/2, W ：ピーク幅,
 $W_{1/2}$ ：ピーク半値幅。

変えること（溶媒交換）も可能であるが、溶媒の種類や交換の仕方によっては、ゲルの膨潤・収縮によって、ゲルを劣化させてしまうこともあるため、交換可能なカラムや溶媒の種類、その方法（交換時の流速など）については、購入時添付の説明書などを十分確認し、不明な点はメーカーに相談するなどの対応が必要である。

従来は、内径 7~8 mm，長さ 30 cm で、粒径が 5~30 μm 程度のゲルが充填されたカラムが用いられてきたが、省溶媒、短時間測定のため、カラムのダウンサイジングが進み、現在では、内径 4.6~6 mm，長さ 15 cm で、粒径が 3~5 μm 程度のゲルが充填されたセミマイクロカラムと呼ばれているカラムが主流になっている。

カラムを比較・評価するために必要なパラメータとしては、理論段数 (theoretical plate, N) が用いられており¹¹⁾、各社のカラムカタログなどでは必ず記載されている。溶出ピークの模式図を図6に示すが、このピークにおいて、理論段数 (N) は式 (5) で示される。

$$N = 16 \left(\frac{t_R}{W} \right)^2 = 5.54 \left(\frac{t_R}{W_{1/2}} \right)^2 \dots\dots\dots (5)$$

ここで、 $W_{1/2}$ はピークの半値幅を、 t_R は注入開始 (t_0) から該当ピークの最大値までの溶出時間を示す。一般的には N 値が大きいほど分離能に優れたカラムとなる。

4 SEC 測定の実際

4.1 試料前処理、測定準備

試料のサンプリングでは、他の分析と同様、必要な部分を、可能な限り均一な状態でサンプリングすることが求められる。なお、冷凍粉碎は、高分子の分子鎖切断を生じさせ、分子量が低下する懸念があるため、SEC 測定の前処理としては用いるべきではない。試料に溶媒を加えて溶解させる際には、超音波照射や極端な高速攪拌^{かくはん}は避け、加熱や攪拌を行う場合は、必要最小限とする。常温での溶解の場合、一晚程度、静置溶解することが最も望ましい。試料濃度は、常温 SEC 測定の場合、JIS K 7252-3¹²⁾に記載の下記の濃度が参考になる。

$M_w < 1 \times 10^5$	$< 5.0 \text{ mg mL}^{-1}$
$1 \times 10^5 \leq M_w < 10^6$	$< 2.0 \text{ mg mL}^{-1}$
$10^6 \leq M_w$	$< 0.5 \text{ mg mL}^{-1}$

ここで、 M_w は後述する重量平均分子量である。

試料の溶解後、不溶解分の有無を確認すると共に、緩やかに振り混ぜ、カラムの目詰まりを防ぐために、液クロ用のカートリッジフィルター等で溶液をろ過し、SEC測定を実施する。

SECにおいては、溶離液組成が分析結果に大きく影響するため、溶離液について、混合溶媒や塩の添加、緩衝液などを用いる場合は、調製を厳密に行うことが必要である。例えば、溶媒の濃度比率の再現性を高めるために、混合溶媒の場合は、メスシリンダーによる容量を計量するのではなく、天秤を用いて、各々の溶媒の重量を計量して混合することが好ましい。さらに、混合に際しては、マグネチックスターラーを用いて、十分に時間をかけて混合することが望ましい。

測定開始前には、廃液出口チューブから排出される溶離液を、5 mL のメスフラスコに採取する時間を計測して、実際の流速を確認しておくことも重要である。

4・2 較正曲線

第2章で説明したように、SECによる高分子の分離は、分子量ではなく、分子サイズの違いによる。しかし、SEC分析の目的は、対象高分子の分子量を測定することにある。したがって、分子サイズごとに分離されたクロマトグラムの横軸を分子量に変換する必要がある。この目的のために用いられるのが較正（校正）曲線であり、このために、分子量が既知で、単分散と呼ばれるほど分子量分布が狭く、かつ低分子量から超高分子量まで揃った標準試料が必要になる。本来であれば、測定対象試料と同じ構造の標準高分子が望ましいが、この目的に合致する試料は限られており、一般的には、PS、ポリメチルメタクリレート（PMMA）、ポリブタジエン（PB）、ポリイソブチレン（PIB）、ポリエチレンオキシド（PEO）、プルランなどが用いられる。試料濃度については、JIS K 7252-3¹²⁾に以下の通りに記載されているが、高分子量試料ほど低濃度で調製することが必要である。

$M_p < 5 \times 10^4$	0.4 mg mL^{-1}
$5 \times 10^4 \leq M_p < 10^6$	0.2 mg mL^{-1}
$10^6 \leq M_p$	0.1 mg mL^{-1}

ここで、 M_p はピークトップ分子量を表す。また SEC では、溶出体積は試料濃度の影響を受けるため、調製濃度は可能な限り正確に、毎回同じにすることが必要である。

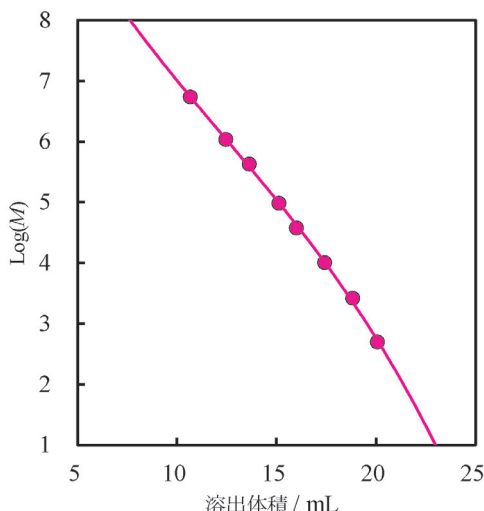


図7 標準 PS の較正曲線の例

実線は3次近似曲線。測定条件：溶離液：THF、流速：1.0 mL min⁻¹、カラム：TSKgel GMH-HR-H×2本、カラム温度：40℃。

標準試料の中で、 $10^6 \leq M_p$ のような超高分子量のものは、溶解時に分子鎖切断しやすいため、試料溶液調製には、十分注意する必要がある。溶解時の攪拌や強い振り混ぜなどをしてはならない。なお、溶出ピークが重ならない組合せで、3~4種類の標準試料を一つの溶液に混合することは可能である。また、あらかじめ複数の標準試料がバイアル瓶に入っており、溶媒のみを添加すれば一定濃度の標準試料溶液が容易に調製できる標準試料キットも市販されているので、そのようなものを利用してもよい。

標準 PS を用いた較正曲線の例を図7に示す。このような較正曲線を用いて、目的試料ピークの溶出体積を分子量に変換することができる。

較正曲線に用いた標準試料が測定対象試料と異なる場合は、得られた平均分子量は、たとえば“PS換算分子量”などと呼ばれる。これは、「対象試料の構造がPSと同じと仮定した場合の分子量」という相対分子量である。

4・3 平均分子量と分子量分布曲線

得られた対象試料のピークの前を起点としてベースラインを設定して試料由来のピークを設定し⁶⁾、あらかじめ作成した較正曲線を用いて平均分子量を計算する。現在では、SECシステム専用のソフトウェアを用いると、非常に簡単に平均分子量を求めることができる。

平均分子量にはいくつかの種類があるが、代表的なもの、以下の3種類である。

$$M_n = \frac{\sum (M_i \cdot N_i)}{\sum N_i} = \frac{\sum C_i}{\sum (C_i / M_i)} \dots\dots\dots (6)$$

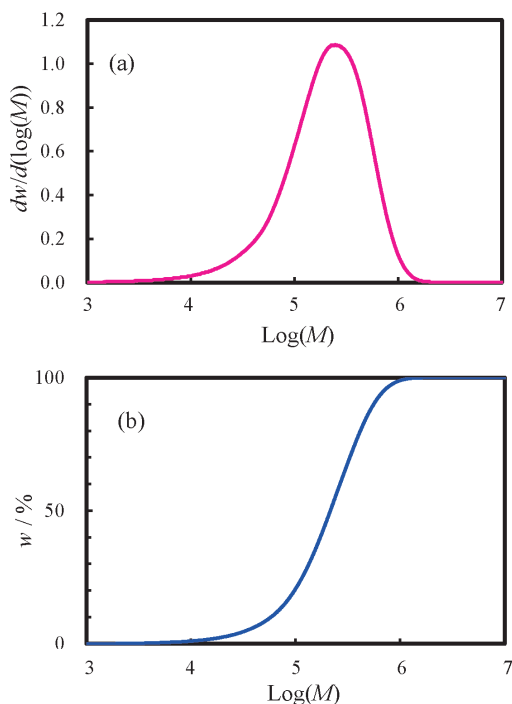


図8 分子量分布曲線の例

(a) 微分分子量分布曲線, (b) 積分分子量分布曲線.

$$M_w = \frac{\sum (M_i^2 \cdot N_i)}{\sum (M_i \cdot N_i)} = \frac{\sum (C_i \cdot M_i)}{\sum C_i} \dots\dots\dots (7)$$

$$M_z = \frac{\sum (M_i^3 \cdot N_i)}{\sum (M_i^2 \cdot N_i)} = \frac{\sum (C_i \cdot M_i^2)}{\sum (C_i \cdot M_i)} \dots\dots\dots (8)$$

ここで、 M_n , M_w , M_z は、それぞれ数平均分子量、重量平均分子量、 z 平均分子量と呼ばれ、 M_i は校正曲線から得られる i 番目の成分の分子量、 N_i は i 番目の成分のモノマー数、 C_i は i 番目の成分の濃度で、 $C_i = M_i \times N_i$ である。なお、 z 平均分子量は、以前、超遠心機を用いた沈降平衡法で求められていたため、ドイツ語の“Zentrifuge”（遠心分離機）の頭文字をとって、このように呼ばれるようになった¹³⁾。これらの平均分子量は、以下のような特徴を有し、 $M_n \leq (M_p) \leq M_w \leq M_z$ となる。

M_n : 低分子量成分の存在に敏感な平均分子量

M_w : 高分子量成分の存在に敏感な平均分子量

M_z : 超高分子量成分の存在に敏感な平均分子量

さらに、分子量の多分散度を“分子量分布”と呼び、“ M_w/M_n ”，および“ M_z/M_w ”で定義する。前者は低分子量側の多分散度、後者は高分子量側の多分散度の指標となり、 $M_n = (M_p) = M_w = M_z$ の場合は、 $M_w/M_n = M_z/M_w = 1.0$ となり、“単分散”と呼ばれる。

平均分子量だけでなく、分子量分布を可視的に表示するために、図8に示す分子量分布曲線が用いられる。図8(a)を“微分分子量分布曲線”，(b)を“積分分子量分布曲線”と呼ぶ。前者は実際の分布をイメージしやすく、試料間の違いを把握しやすいため、広く用いられ

ている。一方、後者を用いると、特定の分子量以上、または以下の成分の重量分率を把握するのに便利である。

4.4 SEC 分析で注意すべき点

これまで述べたように、SEC法で得られる平均分子量は、標準試料換算分子量という相対値であり、測定対象試料の構造が標準試料と異なる場合は、得られた平均分子量は真値との差を生じる可能性がある。もちろん、標準試料の種類が異なれば、得られる結果も異なる。

さらにSECでは、得られる平均分子量が分析条件に依存するという特徴を有する。標準試料以外で、影響の大きなものとしては、溶離液（溶媒の種類、添加塩濃度、pHなど）やカラムの種類などがあり、厳密には、試料濃度、注入量、カラム温度、流速なども影響を与える。したがって、様々な試料の平均分子量を比較したり、製品管理に用いるのであれば、分析条件はむやみに変更してはならない。また、分析条件が異なる分析結果同士を比較することも、あまり好ましくない。変動要因を完全に排除できない可能性がある場合は、毎回、特定の対象試料を2次標準試料として測定し、変動の有無とその程度を把握する方法や、絶対分子量が得られる光散乱検出器（LS）を併用するSEC-LS測定が有効である。

5 まとめ

SECは、高分子の評価や、樹脂製品の品質管理等に不可欠な分析となっている。現在では、装置の性能も向上し、ソフトウェアの操作も簡単になっているため、誰でも容易に精度の高い結果を得ることができるようになってきた。

さらに最近では、専用のサンプリングユニットを利用した、フーリエ変換赤外分光光度計（FT-IR）や熱分解GC-MSとの併用や、飛行時間型質量分析計（TOF-MS）などとの“ハイフネーテッド技術”による、分子構造と分子量の関係を明らかにする手段としても用いられるようになり、一層応用範囲が広がっている。

文 献

- 1) J. Porath, P. Flodin : *Nature*, **183**, 1657 (1959).
- 2) J. C. Moore : *J. Polym. Sci. : PART A*, **2**, 835 (1964).
- 3) 森山博之 : *Chromatography*, **32**, 81 (2011).
- 4) 森 定雄：“サイズ排除クロマトグラフィー”，p16, (1991), (共立出版)。
- 5) 伊藤正人, 加地弘典 : *Chromatography*, **32**, 9 (2011).
- 6) JIS K 7252-1 : 2016, プラスチックーサイズ排除クロマトグラフィーによる高分子の平均分子量及び分子量分布の求め方ー第一部：通則 (2016)。
- 7) 三上博久, 早川禎宏 : *Chromatography*, **32**, 17 (2011).
- 8) 絹川明男 : 高分子論文集, **44**, 139 (1987).
- 9) J. Xu, P. Ji, J. Wu, M. Ye, L. Shi, C. Wan : *Macromol. Rapid Commun.*, **19**, 115 (1998).
- 10) 馬場信行, 相浦 惇, 橋本 勉 : 東洋曹達研究報告, **24**,

139 (1980).

- 11) 山本文子：ぶんせき (*Bunseki*), 1999, 28.
- 12) JIS K 7252-3 : 2016, プラスチック-サイズ排除クロマトグラフィーによる高分子の平均分子量及び分子量分布の求め方-第3部：常温付近での方法 (2016).
- 13) 高分子命名法委員会編, “高分子命名法”, p60 (1993), (マグロウヒル出版).



香川 信之 (Nobuyuki Kagawa)

株式会社東ソー分析センター (〒510-8540 三重県四日市市霞 1-8). 東京理科大学大学院理学研究科修士課程化学専攻修了. 《現在の研究テーマ》HPLC, SEC による高分子の組成分離, 分子量分離. 《主な著書》“合成高分子クロマトグラフィー”, (オーム社), (分担執筆). 《趣味》模型製作, 歴史的建造物の見学.

E-mail : kagawa@tosoh-arc.co.jp

日本分析化学会の機関月刊誌『ぶんせき』の再録集 vol. 2 が出版されました！ 初学者必見！ 正しく分析するための 241 ページです。

本書は書籍化の第二弾として、「入門講座」から分析試料の取り扱いや前処理に関する記事, 合計 36 本を再録しました。『ぶんせき』では, 分析化学の初学者から専門家まで幅広い会員に向けて, 多くの有用な情報を提供し続けています。これまで掲載された記事には, 分析化学諸分野の入門的な概説や分析操作の基礎といった, いつの時代でも必要となる手ほどきや現役の研究者・技術者の実体験など, 分析のノウハウが詰まっています。

本書は下記の二章だてとなっています。

〈1 章 分析における試料前処理の基礎知識〉

- | | |
|----------------------------------|-----------------------------------|
| 1. 土壌中重金属分析のための前処理法 | 11. 大気中揮発性有機化合物分析のための前処理 |
| 2. 岩石試料の分析のための前処理法 | 12. 放射性核種分析のための前処理法 |
| 3. プラスチック試料の分析のための前処理法 | 13. 脂質分析のための前処理法 |
| 4. 金属試料分析のための前処理 | 14. 糖鎖分析のための試料前処理 |
| 5. 分析試料としての水産生物の特徴と取り扱い | 15. イムノアッセイのための前処理法 |
| 6. 食品分析のための前処理法 | 16. 加速器質量分析における超高感度核種分析のための試料前処理法 |
| 7. Dried blood spot 法による血液試料の前処理 | 17. 生元素安定同位体比分析のための試料前処理法 |
| 8. 生体試料のための前処理法 (液-液抽出) | 18. セラミックス試料分析のための前処理法 |
| 9. 生体試料のための前処理法 (固相抽出) | |
| 10. 環境水試料の分析のための前処理法 | |

〈2 章 分析試料の正しい取り扱いかた〉

- | | |
|---------------------------|--------------------|
| 1. 生体 (血液) | 10. 岩石 |
| 2. 生体 (毛髪) | 11. 食品 (農産物の残留農薬) |
| 3. 金属 (非鉄金属) | 12. ガラス |
| 4. 金属 (鉄鋼) | 13. 環境 (陸水) |
| 5. 食品 (酒類) | 14. 温泉付随ガス |
| 6. 医薬品 (原薬・中間体・原料) | 15. 透過電子顕微鏡観察の試料調整 |
| 7. 海水 (微量金属) | 16. 環境 (ダイオキシン類) |
| 8. 考古資料 | 17. 高分子材料 |
| 9. 海底下の試料 (地球深部の堆積物および岩石) | 18. 沈降粒子 |

なお、『ぶんせき』掲載時から数年が経過しているため, 記事の中には執筆者の所属も含め, 部分的に現在の状況とは異なる内容を含むものがあるかもしれません。本書では, 各記事の『ぶんせき』掲載年を明記することで, 再録にともなう本文改稿を割愛しました。これらの点については, 執筆者および読者の方々にご了承いただきたく, お願い申し上げます。

本シリーズが化学分析の虎の巻として多くの方に活用されることを願ってやみません。