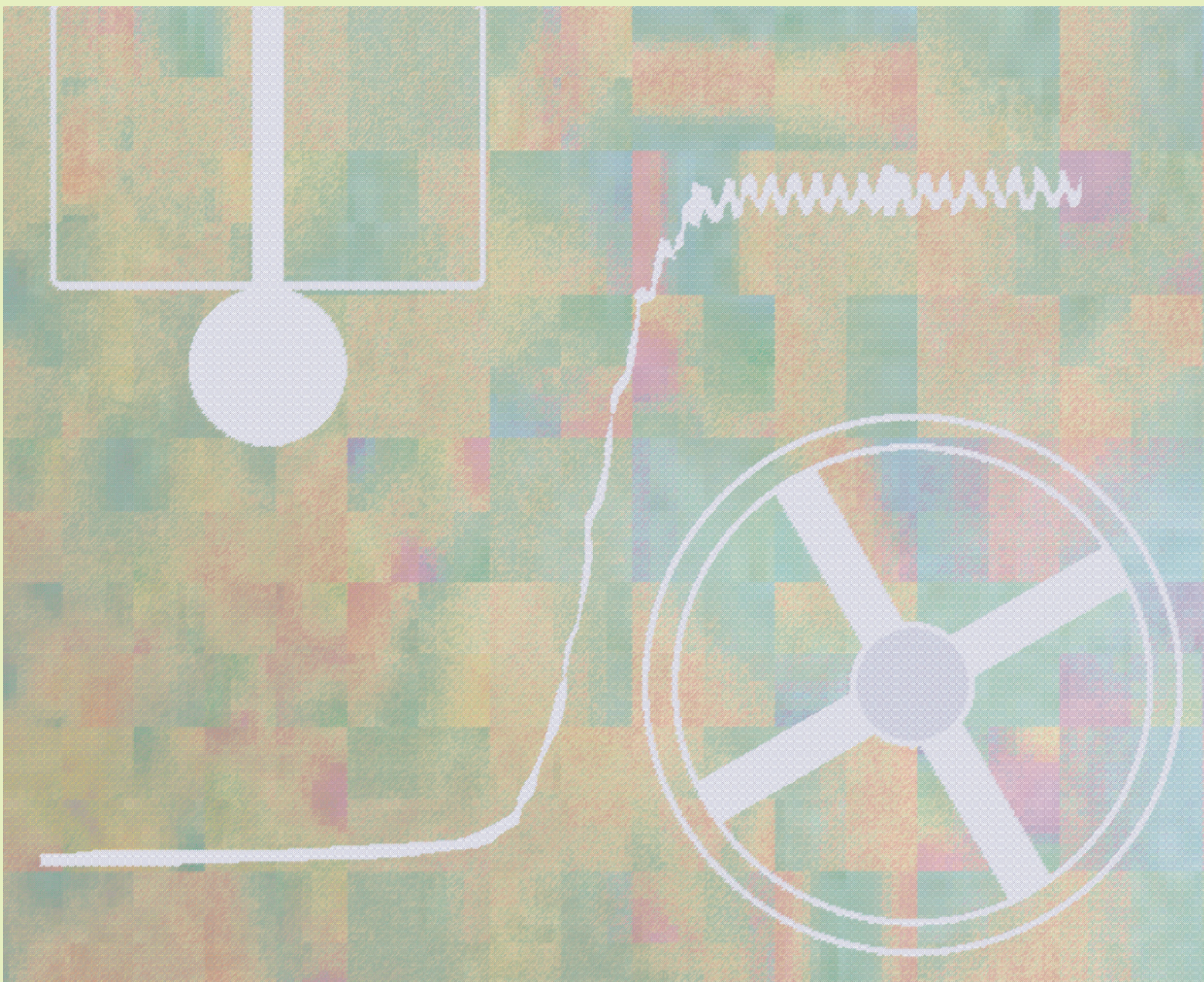


ぶんせき 7

Bunseki 2023

The Japan Society for Analytical Chemistry





Rigaku
POWERING NEW PERSPECTIVES

SmartLab へ

高性能2次元検出器の搭載が可能に！

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



4 フィルターレス測定

✓Kβフィルターレスの測定が可能

2 ピクセル多次元検出器

✓0,1,2次元測定が可能



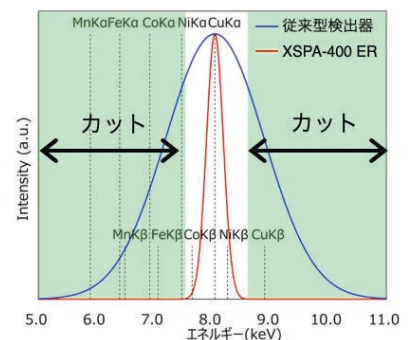
3 広いダイナミックレンジ

✓低強度から高強度まで検出可能
✓高い直線計数性を表現



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**

〒196-8666 東京都昭島市松原町3-9-12 ☎(042)545-8111 e-mail: info-gsm@rigaku.co.jp

支店 ●東京: (03)5312-7077 ●大阪: (072)696-3387

営業所 ●東北: (022)264-0446 ●名古屋: (052)931-8441 ●九州: (093)541-5111 www.Rigaku.com

セミ分取超臨界流体クロマトグラフ

Semi Preparative Supercritical Fluid Chromatograph

Nexera UC Prep



これまでにない高性能、これまでにない柔軟性

■ 卓越した回収率を実現する独創の技術

独自の気液分離技術*を採用し、CO₂気化時の溶出液飛散による回収率低下を抑制して揮発性成分でも高い回収率を実現。

*LotusStreamセパレーター

■ 分取ワークフローに沿った簡単操作

直感的な分取設定を可能とする専用ソフトウェアは、熟練度によらず、狙ったピークの確実な分取を支援。

■ コンパクトなベンチトップシステム

外付けの冷却装置(チラー)不要のコンパクトなベンチトップCO₂ポンプが、省スペース設計を実現。また、1台で幅広い流量に対応可能。

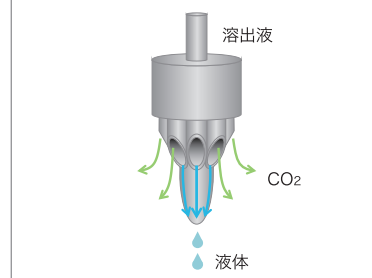
■ 分析SFCシステムに分取機能を追加

分析スケールのSFCにフラクションコレクターを追加することで、1台で条件検討から分取までをシームレスに実行。

1%リナロールの回収率

方式	回収率(%)
従来方式	78.0
LotusStreamセパレーター	96.7

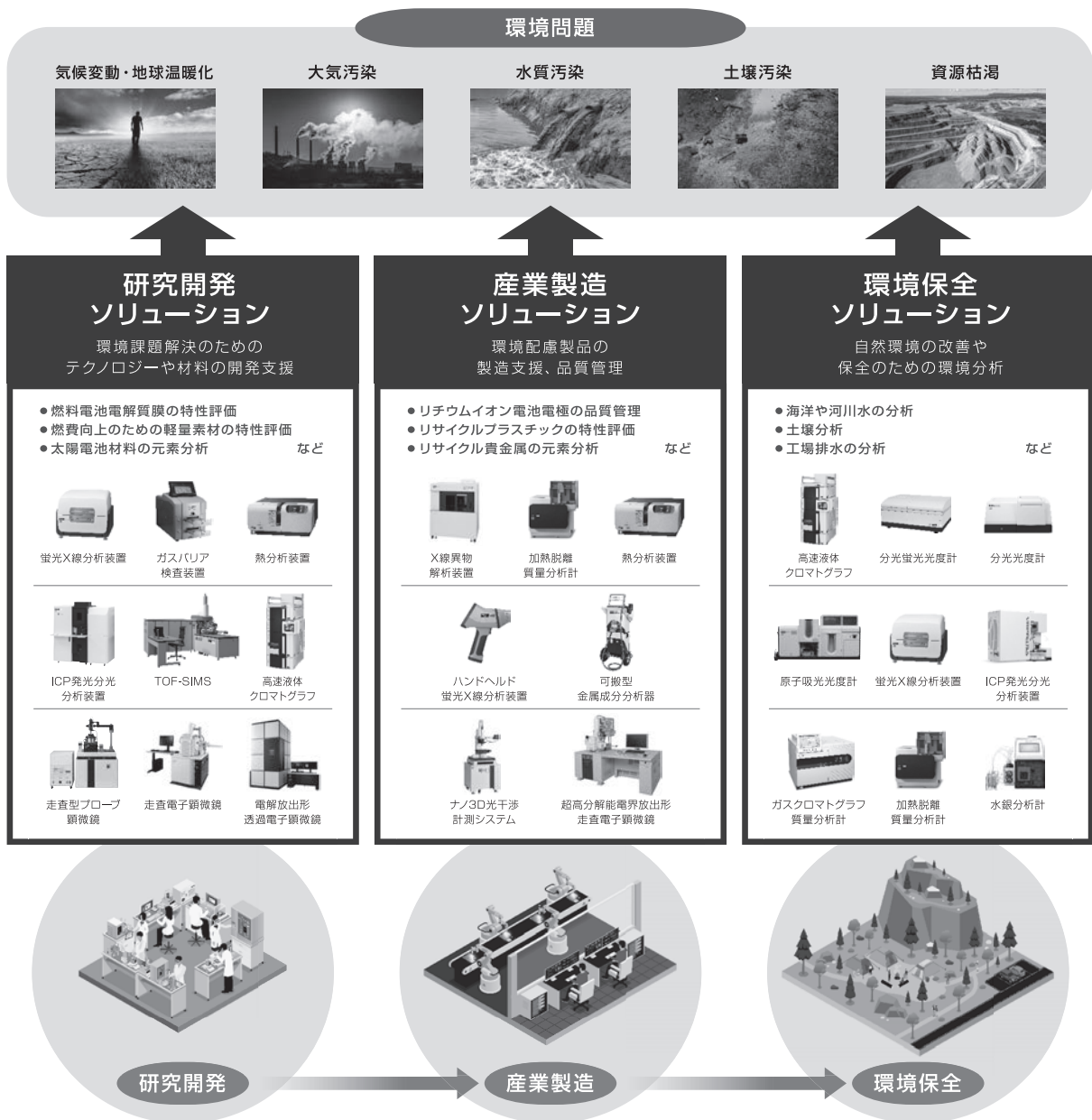
LotusStream™セパレーター (特許取得済み)



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。



各種標準物質 (RM, CRM)

お探しの標準物質がございましたらお申しつけください！

PFAS関連 (EPA 1633対応など)、RoHS (MCCPs, TBBPA)、REACH規則 (PAHs) 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。

ICP-OES/ICP-MS AAS/IC	固体発光分光分析 蛍光X線/ガス分析	物理特性/熱特性	有機標準物質
<ul style="list-style-type: none"> 無機標準液/オイル標準液 鉄・非鉄各種金属 工業製品 (石炭、セメント、セラミックス等) 環境物質 (土壌、水、堆積物、岩石等) 乳製品、魚肉、穀物等 	<ul style="list-style-type: none"> 鉄・非鉄各種金属 工業製品 (石炭、セメント、セラミックス等) 環境物質 (土壌、水、堆積物、岩石等) 乳製品、魚肉、穀物等 	<ul style="list-style-type: none"> X線回折装置用 Si powder, Si nitride, 等 粒度分布計用 熱分析用 DSC (In, Pb, 等) 粘度測定用 膜厚分析用 	<ul style="list-style-type: none"> 製薬標準物質 SPEX, LGC, EP, USP, TRC, MOLCAN 認証有機標準液 ダイオキシン類/PCB 有機元素計用標準

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



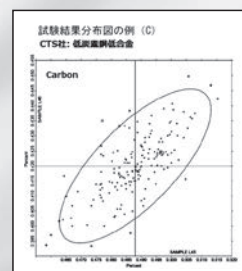
海外技能試験輸入代行サービス

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

LC-CollectIR

LC-CollectIRは、高い効率に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」、PyroGC/MS用の「熱分解試料カップ」またはMALDI-MS用「ステンレスディスク」に捕集するシステムです。GPC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分光測定やMALDI-MS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。さらに簡易分取装置として使用できるため、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。

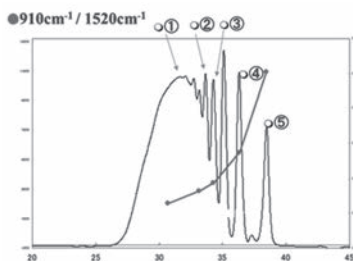


応用例

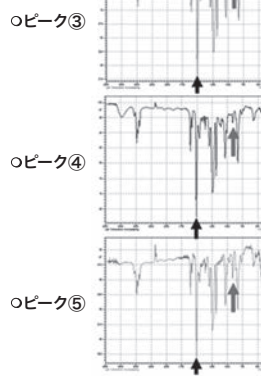
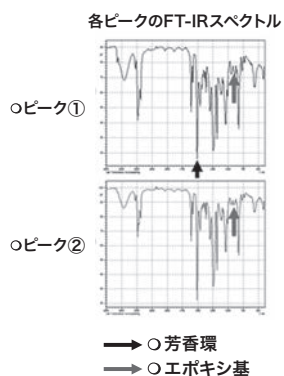
- 混合物の分離と各成分の簡単に迅速な構造解析
- 分子量分布における、共重合体の組成変化
- 微細構造解析および樹脂の混合系の判別
- 樹脂の末端や内部構造の推定
- 分子量が近似した物質の分子構造の区別
- 簡易分取装置としての利用

GPC-IR測定

BPA型エポキシ樹脂のFTIRによる組成分析



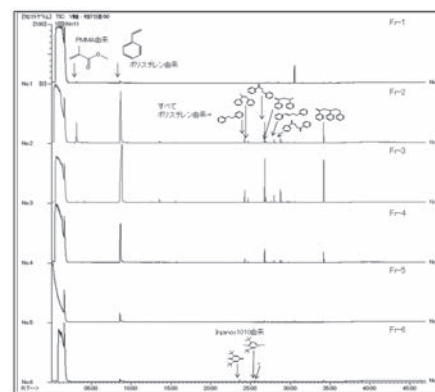
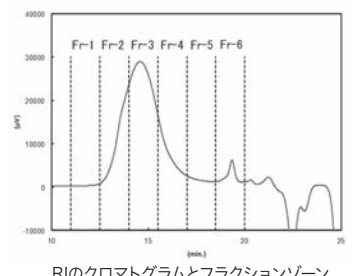
本システムでは、GPCフラクション毎の赤外スペクトルを測定可能です。得られたスペクトルから官能基の比等をクロマトグラムにオーバーラップさせた解析も可能です。



GPC-PyroGC/MS測定

ポリマーブレンドと添加剤の測定

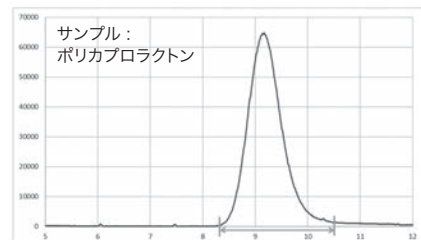
GPCからのフラクションを熱分解装置用試料カップにトラップする事で、GPCの溶出時間ゾーン毎にPyroGC/MS測定が可能となります。得られたスペクトルの解析により、使用されているポリマーの種類や割合が解ります。また、数%程しか使用されていない添加剤の特定も可能です。



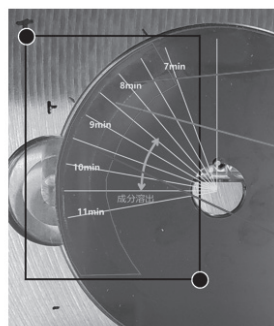
各分取フラクションの熱分解GC/MS結果

GPC-MALDI-MS測定

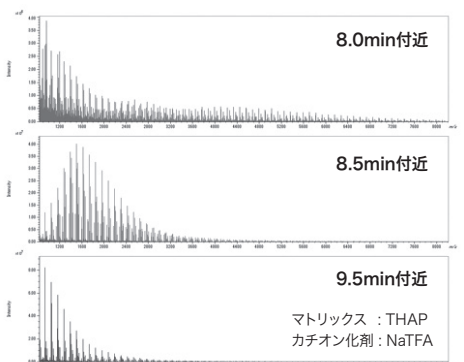
MALDI-MSイメージング測定



GPCからステンレスプレートに直接サンプリングした上からマトリックス溶液とカチオン化剤溶液を混合してスプレーし、MALDI-TOFMSによりマスマイミメージング測定を実施しました。



データは日本電子製JMS-S3000にて取得



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

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、ラビ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。

分析業界のコストカッター ディスポチューブでらくらく粉砕!!

立体8の字[®]原理による **秒速粉砕機** **マルチビーズショッカー[®]**

「マルチビーズショッカー」「立体8の字」は、安井器械株式会社の登録商標です。



🏠 卓上型・省スペース ✕ 極静音 MB3000シリーズ

豊富な種類の粉砕容器

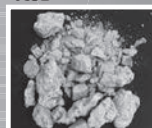
2ml ~ 最大 100ml チューブまでラインナップ!!

粉砕チューブ一例

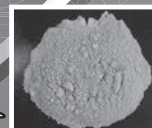


各サンプル量に合わせた最適粉砕を実現!
タングステンカーバイド、チタン、メノウ、酸化ジルコニウム、
PTFE など豊富なラインナップ!

硬化コンクリート



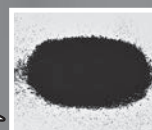
粉砕時間
60秒
常温



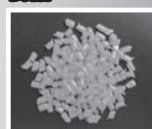
ゴム



粉砕時間
10秒
液体窒素
条件下



樹脂



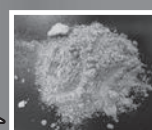
粉砕時間
10秒
液体窒素
条件下



植物生葉



粉砕時間
10秒
液体窒素
条件下



ヨーロッパ安全基準適合



アプリケーションラボ完成!

テスト粉砕とデモは無料で実施します。
遠慮なくお問合せ下さい!



SINCE1953:お陰様で創業70周年

製造発売元 **安井器械株式会社** 本社・工場 〒534-0027 大阪市都島区中野町2-2-8

TEL.06-4801-4831 FAX.06-6353-0217
E-mail:s@yasuikikai.co.jp https://www.yasuikikai.co.jp

©2023 Yasui Kikai Corporation, all rights reserved

230612

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

300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
- 微量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

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

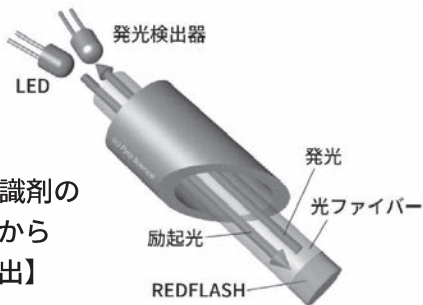
BAS FireSting



- 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】



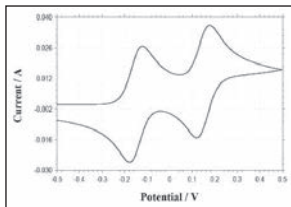
【センサー付きバイアル内部の酸素濃度を外側から測定可能】

分光電気化学測定

BAS SEC2020

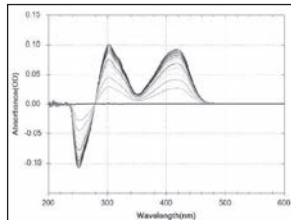


CV測定



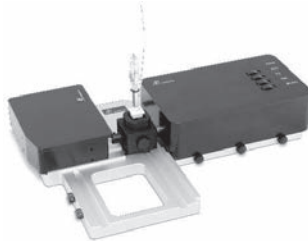
※測定データはイメージです。

吸光度測定



+

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

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。

● 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

ラボラトリーガイド

— 研究計画立案のために —

■本製品ガイドに掲載の製品に関するカタログ・資料請求は…

直接広告掲載会社へご連絡いただくか、下の資料請求用紙にご記入の上、広告取扱会社(株)明報社まで FAX にてお送りください。

(株)明報社『ぶんせき』係行 ぶんせき 2023年7月号

FAX.03-3546-6306

資料請求用紙

年 月 日

ご 請 求 者	住所	□□□-□□□□
	会社名	
	所属	
	フリガナ	
	氏名	
	TEL () - () E-mail:	FAX () - ()

資料ご希望の節は下記請求番号(製品横の数字)に○印をお付けください。

No.	No.	No.	No.	No.
1	4	7	10	13
2	5	8	11	14
3	6	9	12	15

1 X線分析・電子分光分析

デスクトップX線回折装置 MiniFlex



ノートPC (タッチパネルディスプレイ対応可) はオプション

粗大粒子や配向の影響を低減して
同定が可能に

特長

- 高速1次元・2次元検出器により、従来比約100倍の検出効率を実現
- 2次元検出器を用いることで、粗大粒子や配向の影響を低減して同定が可能
- 強力な600Wの出力を保持しながら、冷却装置を内蔵 (外置きも選択可)

価格はお問い合わせください

- 高速検出器と試料自動交換装置のコンビネーションによる高速連続測定
- 検出器モノクロメーターによる試料の構成元素を選ばない測定
- 充実のアクセサリ：電池材料の測定にも対応

株式会社リガク

TEL.03-5312-7077 FAX.03-5312-7078
URL: <https://www.rigaku.com>

2 クロマトグラフィー

分取HPLCシステム PrepAce



特長

逆相、順相、サイズ排除、いずれのモードにも適用できる精製システムです。カラムダメージ軽減機能、少デッドボリウムのリサイクル分離、分取カラムや流路も温調できるカラムオープンなど、独自機能によりカラム性能を最大限に生かすことができます。分取専用のソフトウェアのため、必要な設定のみで制御できます。

装置一式 (税込) : お問い合わせください

仕様

ご用途、ご予算に合わせたシステム構成をご提案します。実験毎、テーマ毎に組みかえできます。

ジーエルサイエンス株式会社

URL: <https://www.gls.co.jp/>
E-mail: info@glsc.co.jp

3 クロマトグラフィー

PrepAce ベーシック分取HPLCシステム



特長

フラクションコレクターへ自動分取できる基本的なシステム構成です。逆相、順相、サイズ排除、いずれのモードにも適用できます。専用ソフトウェアで、条件設定やデータの取り込み、分取や終了後の送液停止、ランプOFFなど、分取に係る設定について制御できます。初めての分取作業や共用での使用にもお薦めです。

システム一式 (税込) : お問い合わせください

仕様

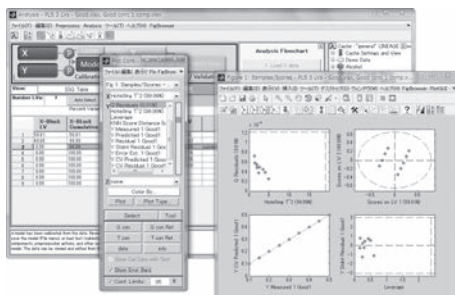
送液ポンプ (～20 mL/min)
マニュアルインジェクター、カラムホルダー、UV検出器 (光路長3 mm)
コントローラー、制御ソフトウェア、PC付

ジーエルサイエンス株式会社

URL: <https://www.gls.co.jp/>
E-mail: info@glsc.co.jp

4 コンピュータ・データ処理

PLS_Toolbox, 9.x/MIA_Toolbox 3.x (ケモメトリックスソフトウェア)



特長

データの管理と分析、モデルの作成と結果の解釈用のグラフィックインターフェイスを提供します。いろいろなデータソースからデータをインポートし、データセットのオブジェクトを組み立てできます。

- ★データの探求とパターン認識 (主成分分析、PARAFAC、MCR、純度)
- ★分類 (SIMCA、PLS判別分析、クラスター解析、デンドグラムを持つクラスター解析)
- ★回帰モデリング (PLS、主成分回帰、重回帰)
- ★高度なグラフィックによるデータセットの編集と視覚化ツール

PLS_Toolbox (MATLAB用アドイン)
定価(税込) : 423,500円/157,300円 (一般/教育)
MIA_Toolbox (MATLAB用アドイン)
定価(税込) : 229,900円/102,850円 (一般/教育)
Solo (スタンドアロン)
定価(税込) : 592,900円/242,000円 (一般/教育)

- ★netCDF (Mass) のインポート
- ★高度な前処理 (中央化、スケーリング、スムージング、微分)
(製作元 : Eigenvector Research Inc.)

株式会社 デジタルデータマネジメント

TEL.03-5641-1771 FAX.03-5641-1772
URL: <http://www.ddmcorp.com>

5

熱分析

顕微鏡用大型試料冷却加熱ステージ(電圧印加可能) 10084/10084L



特長

相転移挙動の観察に最適な冷却加熱ステージです。
スライド式の上蓋は試料交換と観察中の作業を軽減させる操作性で高い評価を頂いています。
電圧印加用のリモコネクターを備えていますので、温度制御された試験セルに電圧をかけ、温度と電圧印加した時の変化を観察する事ができます。

仕様

- 温度範囲：10084型/室温～+420℃
10084L型/ -100℃～+420℃
 - 試料サイズ(MAX)：
42mm×53mm×厚さ3mm
 - 備考：液晶等の電圧印加に最適
(リモコネクター付)
 - 詳しくは当社HPよりご覧下さい
- ジャパンハイテック株式会社
TEL.043-226-3012 FAX.043-226-3013
URL: <https://www.jht.co.jp>

本体価格：お問い合わせください

6

熱分析

顕微鏡用加熱ステージ 10016/10042D



特長

大気、不活性ガス雰囲気(10042Dは真空も可)で使用出来るこのステージは1000℃以上の高温域においてもハレーションの影響を受ける事無くクリアな観察が可能です。

仕様

- 温度範囲：室温～+1500℃
 - 試料サイズ(MAX)：直径5mm×厚さ1mm
 - 温度精度：±1℃
 - 雰囲気：10016型/大気、不活性ガス
10042D型/真空、大気、不活性ガス
 - 詳しくは当社HPよりご覧下さい
- ジャパンハイテック株式会社
TEL.043-226-3012 FAX.043-226-3013
URL: <https://www.jht.co.jp>

本体価格：お問い合わせください

7

熱分析

TRIDENT



特長

熱伝導率(0.01-500W/mK)を画期的な手法で簡単にそして迅速に測定できる装置です。
改良された非定常平面熱源(modified transient plane source)を用いているTRIDENT/MTPSは、センサー表面を絶縁処理することにより、粉末・液体・固体・ペースト試料の熱伝導率を3秒以内に測定できます。
この画期的な測定手法は、熱物理特性の知見を必要とする幅広い分野(研究開発やQC)に貢献します。

仕様

- センサー：MTPS(改良非定常平面熱源)センサー
- 熱伝導率範囲：0.01～500 W/mK
- センサー形状：φ17.8mm
- 温度範囲：-50～200℃
- 加熱サイクル時間：0.8～3秒以内
- サンプル形状：固体、粒状物質、粉末、スラリー、ゲル、ペースト

株式会社リガク

TEL.03-5312-7077 FAX.03-5312-7078
URL: <https://www.rigaku.com>

価格はお問い合わせください

8

熱分析

示差走査熱量計 Thermo plus EVO2 DSCvesta



特長

炉体構造を一新し、業界最高クラスの測定温度範囲を実現。微小なピークも見逃さない低ノイズ・高感度性能を有し、冷却や試料観察の各ユニットの付け外しも簡単に拡張性に優れています。

- 測定レンジ：±400 mW
- 柔軟なシステム拡張性：試料観察ユニット、ダイナミックDSC、オートサンプルチェンジャー
- 多彩な冷却ユニット：電気冷却、液体窒素自動供給/サイフォン冷却、サーキュレーター冷却

株式会社リガク

TEL.03-5312-7077 FAX.03-5312-7078
URL: <https://www.rigaku.com>

仕様

- 測定温度範囲：-170～725℃
- 電気冷却DSCでは-90～725℃までの連続測定が可能

価格はお問い合わせください

9

分析装置・関連機器

ビード&フューズサンプラ AT-5000



特長

従来のTK-4100とプロコンを一体化し、操作パネルをタッチパネル化してリニール!

高周波を利用した蛍光X線分析用ガラスビード作成やICP/AA分析のアルカリ融解処理を行う無機試料の前処理装置です。

電気炉とは違い、熔融温度のコントロールを簡単に行うことができます。

価格：お問い合わせください。

仕様

高周波出力：2kW

電源：単相 200V, 3kVA, NFB30A, 要アース

サイズ：幅600×奥行700×高さ350

重量：約50kg

登録プログラム数：8

株式会社アmenaテック

TEL.045-548-6049 FAX.045-548-6179

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

10

研究室用設備器具

超純水装置 ピューリックμ(ミュー)シリーズ



機能をシンプル化し、高コストパフォーマンスを実現!

高いメンテナンス性と操作性で研究・実験をサポート

特長

- カートリッジホルダーの開閉のみで簡単・安全に消耗品の脱着が完了
- 必要最小限のボタン配置により、直感的に採水可能
- 漏水センサー標準装備

*お問い合わせはQRコードから

価格：お問い合わせください

仕様

採水量：1L/min

寸法：W290×D428×H598 mm

運転質量：約24kg

ラインアップ

UVランプ搭載型/非搭載型(全2機種)

オルガノ株式会社

TEL.03-5635-5193 FAX.03-3699-7220

URL: <https://puric.organo.co.jp/>

11

研究室用設備器具

純水・超純水装置 ピューリック・ピュアライトα(アルファ)シリーズ



コンパクトで操作性に優れた、オルガノの決定版!

国産ならではの品質・水質・サービス

特長

- 純水/超純水セパレート型・水道水直結ワンパッケージ型から選択可能
- バイオ・微量分析・一般分析用途の3種類をラインアップ
- 菌対策用新型UV採用により低ランニングコスト化を実現(ディスペンサー、タンク)

*お問い合わせはQRコードから

価格：お問い合わせください

仕様

採水量：1滴～2L/min

(専用ディスペンサー使用時)

寸法：W354×D335×H448 mm(純水装置のみ)

運転質量：約26kg(純水装置のみ)

オプション品：専用ディスペンサー(最大3台)、

専用タンク(20L/30L/60L/100L)

オルガノ株式会社

TEL.03-5635-5193 FAX.03-3699-7220

URL: <https://puric.organo.co.jp/>

12

研究室用設備器具

超純水装置 ピューリックω(オメガ)シリーズ



業界最高水準の「水質」をラボで実現!

ICP-MSMS等、高感度分析に適した1台

特長

- 1滴採水、定量採水、フットスイッチ採水が可能な高機能ディスペンサー搭載
- 純水タンク内蔵のワンパッケージで架台不要キャスター付きで移設も容易

水質※

比抵抗：18.2MΩ・cm、TOC：≤1ppb

シリカ<0.1ppb、ホウ素<10ppt

*お問い合わせはQRコードから

価格：お問い合わせください

仕様※

採水量：1滴～2L/min

(専用ディスペンサー使用時)

寸法：W300×D600×H1100 mm

運転質量：約85kg

ラインアップ

内蔵タンク容量 20L/60L(全2機種)

※記載の水質・仕様は内蔵タンク容量20Lの場合

オルガノ株式会社

TEL.03-5635-5193 FAX.03-3699-7220

URL: <https://puric.organo.co.jp/>

13 研究室用設備器具

フリッチュジャパン NANO対応粉砕機 “Premium Line P-7”

価格：お問い合わせください。



遊星型のパイオニアであるドイツフリッチュ社が、時代が要求するNANO領域の粉末を作成する目的で新たにご紹介する遊星型ボールミルです。従来の弊社製品と比べても2.5倍のパワーを有しており、94Gのパワーが皆様をNANOの世界にご案内いたします。加えて容器は本体に内蔵されておりますので皆様方の安全な作業に十分配慮してございます。容器の多様性も大きな特色かと思えます。加えて卓上タイプであることは研究室のスペースの問題を解消します。

仕様

台盤回転数(最大): 1,100rpm
 容器回転数: 2,200rpm
 容器の材質: メノウ、アルミナ、チッカ珪素、ジルコニア、ステンレス、クローム等
 粉碎例示: 試料。SIO2.
 粉碎時間: 90分。
 結果 平均粒度: 0.026 μ m

フリッチュ・ジャパン株式会社
 TEL.045-641-8550 FAX.045-641-8364
 URL: <http://www.fritsch.co.jp>
 E-mail: info@fritsch.co.jp

14 各種実験ガラス容器

石英ネジロバイアル

価格：お問い合わせください。



特長

世界初の石英ガラス製のネジロバイアルを発売致します。(特許取得済み)

- SiO₂ 99.99%の電気溶融石英製で、アルカリ溶出の問題がほとんどありません。
- 熱膨張係数0だから、ホウケイ酸ガラスよりも急速冷凍・急速加熱に対応します。
- 透過率が高く、サンプル充填後の紫外線殺菌が可能です。(放射線滅菌も可能ですが、変色する場合があります)

仕様

●容量: 5ml、10ml
 ※特注サイズの対応も可能ですのでお問い合わせください
 ●本体耐熱温度: -196~1000℃
 ●キャップ: フェノール樹脂
 ●パッキン: フッ素樹脂、シリコン

ネクサス株式会社

TEL.075-803-6025 FAX.075-822-2194
 URL: <https://www.kyoto-nexus.com>

15 分析機器消耗品

石英オートサンプラーバイアル

価格：お問い合わせください。



特長

世界初の石英ガラス製のネジロバイアルを発売致します。(特許取得済み)

- SiO₂ 99.99%の電気溶融石英製で、アルカリ溶出の問題がほとんどありません。
- 熱膨張係数0だから、ホウケイ酸ガラスよりも急速冷凍・急速加熱に対応します。
- 透過率が高く、サンプル充填後の紫外線殺菌が可能です。(放射線滅菌も可能ですが、変色する場合があります)

仕様

●容量: 1.5ml
 ※特注サイズの対応も可能ですのでお問い合わせください
 ●本体耐熱温度: -196~1000℃
 ●キャップ: ポリプロピレン
 ●パッキン: フッ素樹脂、シリコン

ネクサス株式会社

TEL.075-803-6025 FAX.075-822-2194
 URL: <https://www.kyoto-nexus.com>

掲載会社 所在地

アメナテック(株)	〒224-0003	神奈川県横浜市都筑区中川中央2-5-13	メルヴューサガノ401
オルガノ(株)	〒136-8631	東京都江東区新砂1-2-8	
ジーエルサイエンス(株)	〒163-1130	東京都新宿区西新宿6-22-1	新宿スクエアタワー
ジャパンハイテック(株)	〒260-0001	千葉県千葉市中央区都町3-14-2-405	
(株)デジタルデータマネジメント	〒103-0025	東京都中央区日本橋茅場町1-11-8	紅萌ビル
ネクサス(株)	〒604-8812	京都府京都市中京区壬生相合町32-206	
フリッチュ・ジャパン(株)	〒231-0023	神奈川県横浜市中区山下町252	グランベル横浜ビル
(株)リガク	〒151-0051	東京都渋谷区千駄ヶ谷4-14-4	SKビル千駄ヶ谷

ぶんせき 2024年2月号・予告

2024年度・製品ガイド

2024年2月号にて、年度末「製品ガイド」を予定しております。
 予算対策の絶好のPR機会としてご期待ください。

MEIHOSSHA
 ADVERTISING AGENCY

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 URL: http://www.meihosha.co.jp

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、

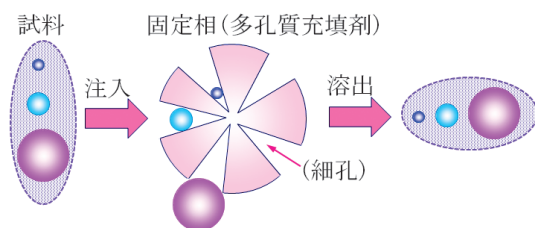


図1 SECの分離原理

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

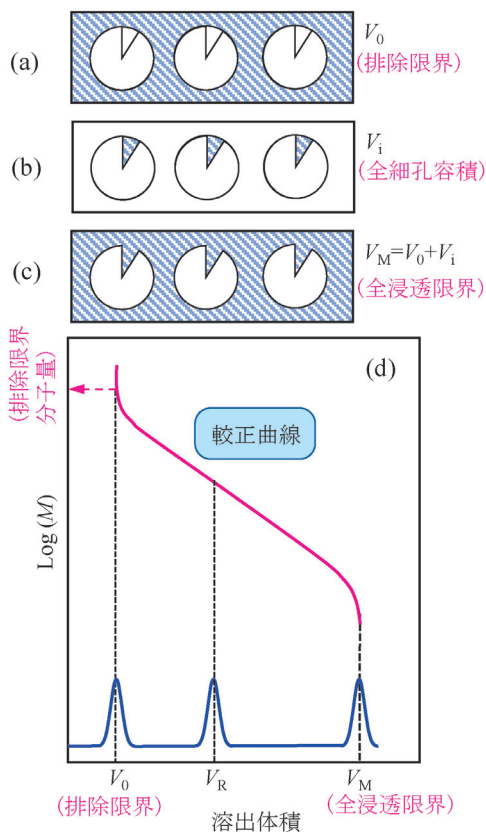


図2 SECの分離：溶出体積と分子量との関係
 (a) 排除限界, (b) 全細孔容積, (c) 全浸透限界, (d) 較正曲線と溶出ピークの関係。

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

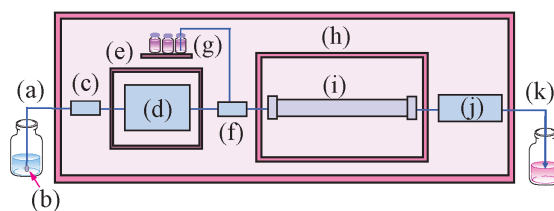


図3 SECの装置構成例の模式図
 (a) 溶離液, (b) フィルターエレメント, (c) 脱気装置, (d) ポンプ, (e) ポンプオープン, (f) サンプルインジェクター, (g) 試料溶液, (h) カラムオープン, (i) カラム, (j) 検出器, (k) 廃液。

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

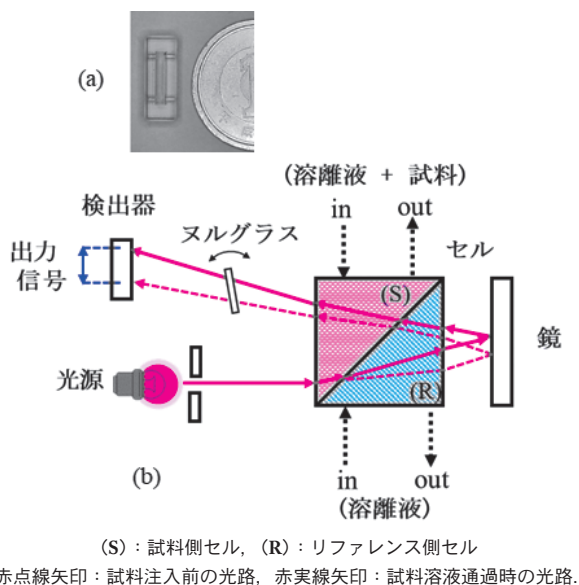


図 4 RI 検出器の模式図
(a) 実際のセル写真 (右横は寸法比較の 1 円玉), (b) セルと光学系模式図。
(S) : 試料側セル, (R) : リファレンス側セル
赤点線矢印: 試料注入前の光路, 赤実線矢印: 試料溶液通過時の光路。

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

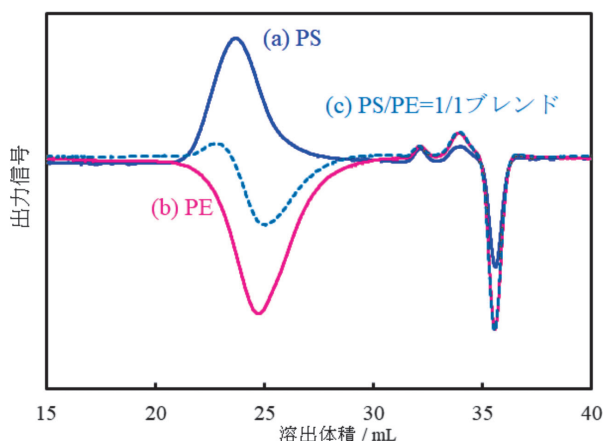


図5 RI 検出器により得られた dn/dc の異なる試料のクロマトグラム

(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

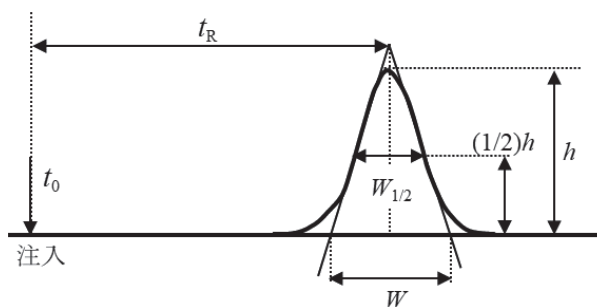


図6 SEC クロマトグラムのピークとパラメータ

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。

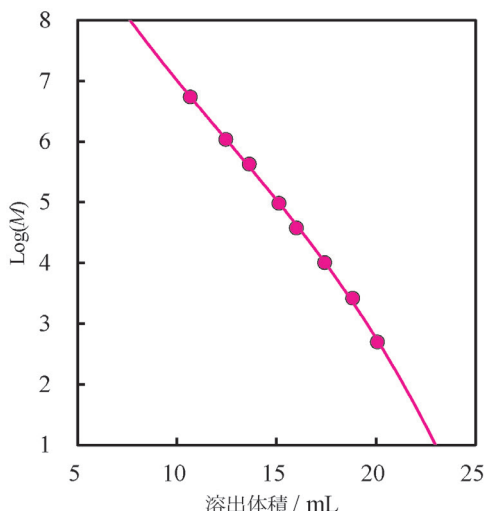


図7 標準 PS の較正曲線の例

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。

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

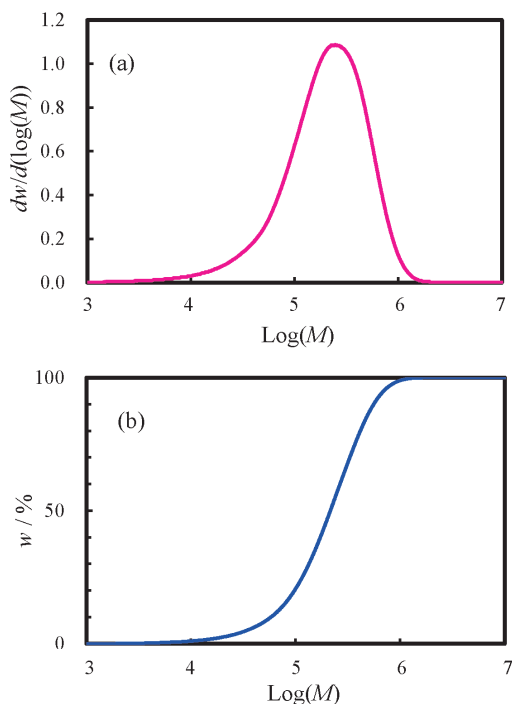


図 8 分子量分布曲線の例

(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—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 1 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。