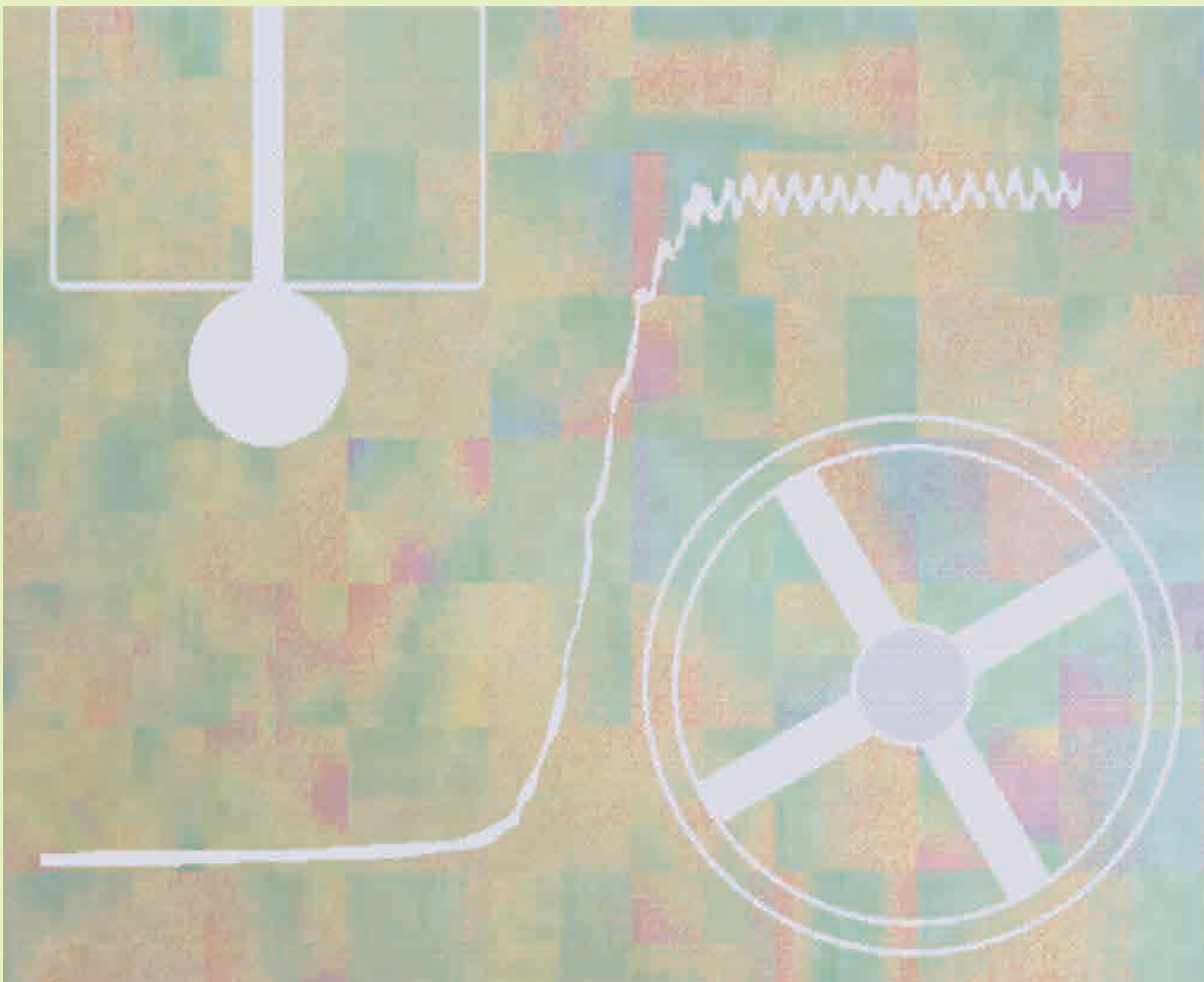


ぶんせき ⑧

Bunseki 2023

The Japan Society for Analytical Chemistry



最先端科学・分析システム&ソリューション展

JASIS
Japan Analytical & Scientific Instruments Show
2023



入場
無料

9/6 WED ▶▶ **8** THU
幕張メッセ国際展示場 10:00~17:00

『測る』が支える
未来の社会

実機展示は、**約300社・団体**が**出展!**
更に、「新技術説明会」は**260セッション以上!**

『WEB事前入場登録』をご利用ください!

ご来場の際は、入場証をカラー印刷してご持参ください

WEB事前入場登録で
各会場に直接入場できます!

事前入場登録
はこちら▶▶▶



www.jasis.jp



目玉企画

JASISトピックスセミナー

幕張メッセ国際会議場

事前申込制

先端材料

教育

食品

環境

ライフサイエンス

DX

JASISスクエア

- ① JASIS2023
我が社『イチ推し』フラッシュプレゼンテーション
- ② LabDX デモ展示エリア

JASIS
WebExpo

2023 **7/5** WED ▶▶▶ 2023 **11/30** THU

登録は
コチラから
▶▶▶



期間中、いつでも、どこからでも、
アクセス可能なウェブ展示会!

セミナー動画約**60本!!** (予定)
メンバー登録(無料)で全てご覧いただけます

主催



一般社団法人 日本分析機器工業会
Japan Analytical Instruments Manufacturers' Association



一般社団法人 日本科学機器協会
Japan Scientific Instruments Association

後援

経済産業省、文部科学省、環境省、公益社団法人日本分析化学会 他 (予定)

ぶんせき Bunseki 2023 Contents 8

目次

とびら	AI時代における Analytical Sciences 誌, その一歩先へ/ 加地 範匡 303
入門講座	分離技術: 原理から最新技術まで ガスクロマトグラフィー/石田 康行 304
講義	生体試料の定量分析について/水落 正慶 312
ミニファイル	マイクロ・ナノの分析化学 地球化学への応用/平田 岳史 319
話題	細胞分析の国際動向/藤井 紳一郎 321
技術紹介	メタルフリーカラムの特徴とそのアプリケーション/坂牧 寛 323
トピックス	水晶増幅光音響分光法による大気中の CO ₂ 測定/藤田 道也 328 DNA アプタマーによる分子認識とマイクロ流体抵抗パルス センシング技術を組合せた低分子化合物の超高感度計測 /守岩 友紀子 328
リレーエッセイ	分析化学から経営学へ/森 良弘 330
表彰	2023 年度日本分析化学会 学会賞・学会功労賞・技術功績賞・ 奨励賞・先端分析技術賞・女性 Analyst 賞受賞者 331
ロータリー	345 談話室: 学会発表は対面か, リモートか, 発表ツールは? /インフォメーション: 第 383 回液体クロマトグラフィー研究懇談会; 高分子分析研究懇談会第 414 回例 会/執筆者のプロフィール

〔訂正〕	348	〔カレンダー〕	iii
〔求人・求職〕	348	〔広告索引〕	A5
〔論文誌目次〕	349	〔ガイド〕	A6
〔お知らせ〕	M1		

日本分析化学会 第72年会

2023年9月13日(水)～15日(金)

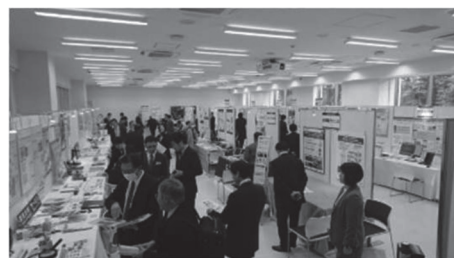
熊本城ホール



最先端の分析機器、研究装置などを展示！

■ 付設展示会（年會会場隣接）

9月13日(水) 11:00～17:00
9月14日(木) 9:00～13:00
9月15日(金) 9:00～14:00



新製品や最新技術情報を詳しく解説！

■ ランチョンセミナー（年會会場）お弁当+ドリンク付

9月13日(水) 12:15～13:00
9月15日(金) 12:15～13:00



詳しくは大会ホームページをご覧ください。

<https://confit.atlas.jp/guide/event/jsac72nenkai/top>

展示会、ランチョンセミナーの開催時間は変更になる場合がございます。

■ 企画・運営

公益社団法人日本分析化学会 指定広告代理店

株式会社 明報社

カレンダー

2023 年

8 月	1～22 日	第 61 回分析化学講習会〔九州大学伊都キャンパスほか〕……………(6 号 M6)
	3 日ほか	第 28 講研究開発リーダー実務講座 2023 —企業の将来を担う理想の研究開発リーダー像とは?—〔大阪科学技術センター〕……………(6 号 M4)
	4・5 日	第 11 回 Chem-Bio Joint Seminar 2023〔大学セミナーハウス〕……………(7 号 M10)
	7・8 日	第 33 回電顕サマースクール ～形態学の真髄～〔川崎医科大学〕……………(6 号 M9)
	9・10 日	表面分析実践講座 2023 ～実践!最新走査電子顕微鏡実習 実際の作業を通して身につける最新技術～〔日本電子(株) 開発館〕……………(7 号 M13)
	25 日	第 383 回 ガスクロマトグラフィー研究懇談会 講演会・見学会〔SPRING-8 大型放射光施設〕……………(7 号 M10)
	29 日	第 60 回(2023 年度) 真空夏季大学〔八王子市生涯学習センター〕……………(6 号 M9)
	30・31 日	第 12 回環境放射能除染研究発表会 〔とうほう・みんなの文化センター(福島県文化センター)と Web 開催〕……………(6 号 M9)
9 月	1・2 日	1・2 回第 40 回分析化学中部夏期セミナー〔大垣村体験宿泊施設「奥養老」〕……………(7 号 M11)
	3 日	日本化学会北海道支部 2023 年夏季研究発表会 創立 75 周年記念大会〔北海道教育大学旭川校〕……………(4 号 M3)
	4～6 日	第 26 回 XAFS 討論会〔立命館大学びわこ・くさつキャンパス〕……………(7 号 M13)
	5 日～	第 3 回オンライン真空応用技術講座〔オンライン〕……………(6 号 M9)
	5 日～	第 4 回オンライン真空講習会〔オンライン〕……………(6 号 M9)
	11 日	腐食防食部門委員会第 350 回例会〔大阪府教育会館たかつガーデン 2 階コスモス〕……………(7 号 M13)
	12～15 日	第 74 回コロナおよび界面化学討論会〔信州大学長野(工学)キャンパスほか〕……………(M 4)
	13 日	第 20 回 記念生涯分析談話室〔熊本城ホール 3F〕……………(7 号 M11)
	13～15 日	日本分析化学会第 72 年会〔熊本城ホール〕……………(7 号 M15)
	15・16 日	第 34 回日本微量元素学会学術集会〔三鷹産業プラザ〕……………(5 号 M6)
	20 日	第 387 回液体クロマトグラフィー研究懇談会〔東ソニー(株) 本社 3F 会議室〕……………(M 3)
	20・21 日	第 39 回シンクロデキストリンシンポジウム〔名古屋国際会議場〕……………(4 号 M4)
	21・22 日	第 33 回 基礎及び最新の分析化学講習会と愛知地区講演会 —多様なイメージング分析法と解析事例—〔豊橋技術科学大学サテライトオフィス〕……………(7 号 M11)
	21～23 日	2023 年度日本地球化学会第 70 回年会〔東京海洋大学品川キャンパスおよびハイブリット開催〕……………(6 号 M10)
	21～23 日	日本放射化学会第 67 回討論会(2023) 〔広島大学東広島キャンパス, 広島大学学生会館, サタケメモリアルホール〕……………(M 4)
	26・27 日	SPRING-8 シンポジウム 2023 ～SPRING-8/SACLA とデータ科学の融合が生み出す可能性～ 〔大阪大学会館講堂, アセンブリー・ホールほか〕……………(M 4)
	27～29 日	HPLC & LC/MS 講習会 2023〔五反田文化会館〕……………(6 号 M6)
10 月	10・11 日	入門触媒科学セミナー〔大阪科学技術センター 7 階 700 号室〕……………(7 号 M12)
	10～13 日	第 9 回材料 WEEK〔京都テルサ〕……………(7 号 M13)
	12 日	2023 年度分析士会総会・研修講演会〔五反田文化会館〕……………(6 号 M4)
	17 日	第 74 回白石記念講座「新たなものづくり: 3D 積層造形(Additive Manufacturing)の 技術開発動向」〔鉄鋼会館 701 号会議室〕……………(M 4)
	19・20 日	連合年会 2023(第 36 回日本イオン交換研究発表会・第 42 回溶媒抽出討論会)〔アオーレ長岡〕……………(M 5)
	20 日	2023 年度水素・燃料電池材料研究会講座 イオン電導材料が鍵となる次世代エネルギーデバイス 〔産業技術総合研究所臨海副都心センター〕……………(M 5)
	21・22 日	第 59 回 X 線分析討論会〔東京都市大学世田谷キャンパス〕……………(6 号 M8)
	25～27 日	第 72 回ネットワークポリマー講演討論会 〔東京工業大学すずかけ台キャンパスすずかけ台学生会館〕……………(5 号 M6)
11 月	2 日	第 36 回新潟地区部会研究発表会〔新潟大学 駅南キャンパス ときめいと〕……………(M 3)
	2・30 日	第 249・250 回西山記念技術講座「環境劣化の腐食科学と防食技術の新展開」 〔第 249 回(大阪, 対面): CIVI 研修センター新大阪東 7 階 E705 会議室, 第 250 回(東京, ハイブリット開催): 鉄鋼会館 701 号会議室〕……………(M 5)
	7～9 日	第 62 回 NMR 討論会〔横須賀芸術劇場〕……………(6 号 M10)
	9・10 日	ナノ材料の表面分析講習〔大阪工業大学大宮キャンパス〕……………(M 3)
	10 日	日本希土類学会第 41 回講演会〔東京大学 HASEKO-KUMA HALL〕……………(M 5)
	11・12 日	第 54 回中部化学関係学協会支部連合秋季大会〔三重大学工学部〕……………(7 号 M12)
	13～15 日	第 44 回超音波エレクトロニクスの基礎と応用に関するシンポジウム〔富山国際会議場〕……………(6 号 M10)
	14～16 日	第 39 回近赤外フォーラム〔東京大学弥生講堂〕……………(7 号 M13)
	9・10 日	第 28 回高分子分析討論会(高分子の分析及びキャラクタリゼーション)〔つくば国際会議場〕……………(5 号 M5)
	29～12/1 日ほか	VACUUM2023 真空展〔東京ビックサイト・西ホール〕……………(M……………5)
	29～12/1 日	第 50 回炭素材料学会年会〔東京エレクトロンホール宮城〕……………(M 5)
12 月	7・8 日	第 36 回日本吸着学会研究発表会〔石川県立音楽堂〕……………(M 5)

＜マグネシウム認証標準物質 7 種類の頒布開始＞

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

◇微量元素分析用 高純度マグネシウム認証標準物質◇

[JAC 0141～JAC 0143 (ディスク状 3種類)]

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

直径 50 mm 厚さ 20 mm のディスク状：表面を平滑に研磨仕上げ

単位 (µg/g)

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

◇汎用マグネシウム合金認証標準物質◇

[JAC 0151～JAC 0154 (ディスク状 4種類)]

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

直径 50 mm 厚さ 20 mm のディスク状：表面を平滑に研磨仕上げ

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

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



(a)



(b)

◇ 頒布価格：試料 1 ディスクにつき

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

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

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

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

技術問合先 〒141-0031 東京都品川区西五反田 1-26-2 五反田サンハイツ 304 号

(公社) 日本分析化学会 標準物質委員会 事務局 [電話：03-3490-3352, FAX：03-3490-3572,

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

JASIS でお会いしましょう！



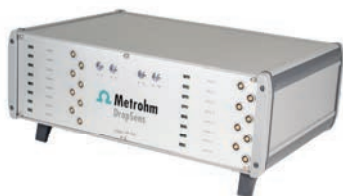
自動滴定装置



カールフィッシャー水分計



イオンクロマトグラフ



電気化学測定装置



ラマン分光計



近赤外分析計(NIR)



プロセス分析計



VA/CVS分析計



酸化安定性試験装置



電動ビュレット

JASIS2023 出展のご案内 小間番号：6A-501

【新技術説明会】

【ラマン分光計】

ラマンによる原料確認試験の基礎から応用まで

日時9月6日(水)14:45～15:15 会場：301A

【イオンクロマトグラフ】

もう慌てない！ICのトラブル解決 基礎・基本 -あなたのICを上手く使いこなすために-

日時9月7日(木)15:15～16:15 会場：304

【自動滴定装置】

手動滴定から電位差自動滴定への移行のすすめ

日時9月8日(金)12:45～13:15 会場：A301B

デモやサンプルテストもお気軽にお問い合わせください。

e-mail: metrohm.jp@metrohm.jp

URL <https://www.metrohm.jp>



JASIS 2023

 **Metrohm**
メトロムジャパン株式会社

L-column Metal-free column

L-column メタルフリーカラムは
分析者の「困りごと」にお応えします。

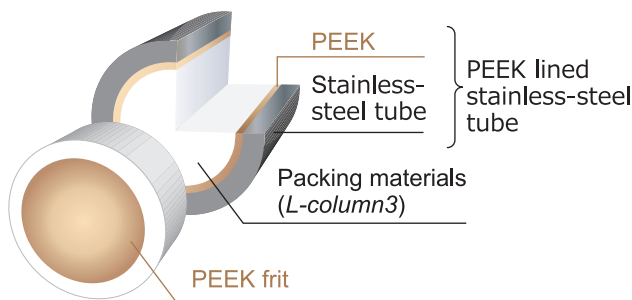
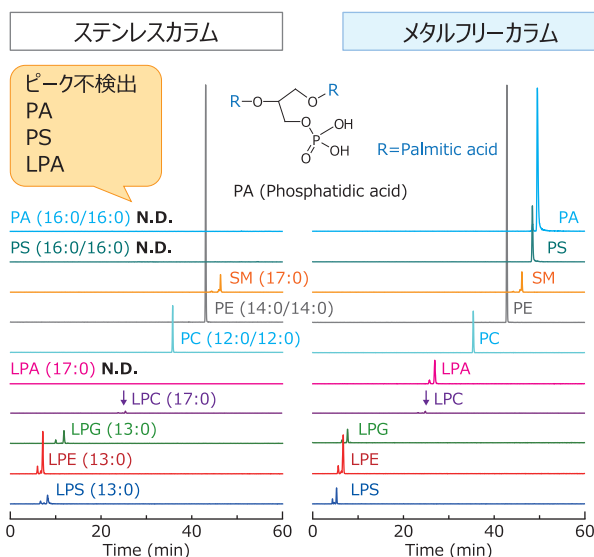
「高性能充填剤」と「メタルフリーなハードウェア」の L-column メタルフリーカラムは
ピーク形状の改善、S/N及び定量性の向上、キャリーオーバーの低減などの効果が得られるので
ワンランク上の分析ができます。

「ピークがテーリングする」「吸着する」「再現性がない」…
金属と相互作用する、配位性化合物、タンパク質、ペプチドなど
の分析でお困りではないですか？
そのようなときは、L-column メタルフリーカラムをお使いください！

▶ リン脂質類分析によるカラム性能比較結果

[Analytical conditions]
Column: L-column2 ODS, 3 μm
Size: 2.0 mm I.D.×150 mm L.; Metal-free (Cat. No. 731020)
2.1 mm I.D.×150 mm L.; SUS column (Cat. No. 711020)
Eluent: A: CH₃CN/CH₃CH(OH)CH₃ (10/90)
B: CH₃CN/5 mmol/L HCOONH₄ in H₂O (50/50)
A/B, 0/100-98/2 (0-60 min)
Flow rate: 0.2 mL/min; Temp.: 40°C; Detection: ESI-MS/MS(-)
Inj. vol.: 2 μL (50 μg/L~250 μg/L)

Application No. L2114; 製品情報03



L-column3 メタルフリーカラムは、PEEKライニングステンレスのクロマトグラフィー管にPEEKフリットを装着したカラムハードウェアを用いています。pH 1からpH 12まで使用できます。

L-column2 メタルフリーカラムは、ガラスライニングステンレスのクロマトグラフィー管にポリマーフリットを装着したカラムハードウェアを用いています。



https://www.cerij.or.jp/service/09_chromatography/index.html

CERIは「JASIS 2023」mini/ソリューション展示コーナー(S-7)、研究機関コーナー(SA-8)に出展します。
CERIは「JASIS WebExpo® 2023」新技術説明会にて動画公開中です。ぜひご来場、ご視聴ください。

■ お問い合わせ先

人と化学と環境の調和、それが私たちの仕事です

CERI 一般財団法人 化学物質評価研究機構
Chemicals Evaluation and Research Institute, Japan
<https://www.cerij.or.jp>

東京事業所 クロマト技術部

e-mail chromato@cerij.jp

〒345-0043 埼玉県北葛飾郡杉戸町下高野1600番地
TEL 0480-37-2601 / FAX 0480-37-2521



日立ハイテクグループブースのご案内 2023 9/6(水) 7(木) 8(金) 10:00~17:00
幕張メッセ国際展示場6ホール ブースNo. 6A-101/201/301 入場無料 ※ただし事前登録が必要です。

日立ハイテクブースでは、「持続可能な社会の実現に貢献する日立ハイテク」をテーマに社会課題や皆様の業務課題を解決する最新のソリューションをご提案させていただきます。日頃の分析・解析業務でお困り事のある皆様、ぜひ日立ハイテクブースにお越しください。また、ブースにご来場いただけない方は、本年も、オンラインでご覧いただける各種コンテンツを、ご用意しております。「リアル」、「オンライン」どちらで参加の方も、日立ハイテクJASIS特設サイトをご確認ください。様々な特典もご用意しております。



JASIS 2023 日立ハイテクブースは、今年も「リアル」「オンライン」のハイブリッドで出展します!

会場への来場を予定されている方は、来場前にJASIS 2023日立ハイテク特設サイトをご確認ください。

オンラインでは、webで行く展示会「ハイテクEXPO」や会員制サイト「S.I.navi」をご覧ください。詳細は特設サイトで。

■事前アンケートにお答えいただいた方にもれなく記念品を差し上げます。詳細は特設サイトをご覧ください。

新技術説明会のご案内 最先端の分析技術や注目のトピックスなどをご紹介します。会場:幕張メッセ国際会議場1~3F

日時	会場	講演タイトル	要旨
9/6(水) 10:15-11:15	304	すぐ実践!原子吸光度計でスピーディーに分析結果を出す方法	日立は偏光セマン補正法により高精度で高感度な測定を実現してきました。ここでは日常的に役立つ測定の基本知識だけでなく、精度と感度を保ちながらスピーディーに測定できる最新の技術を紹介いたします。
11:45-12:15	102	イオンリング装置のさらなる有効活用。業務効率化に貢献する各種アプリケーションのご紹介。	多様化する断面観察のニーズに対し、観察品質を向上させ、より効率的な業務運用に応えるイオンリング装置の特長について紹介いたします。
12:30-13:00	201A	すぐ実践!分析初心者必見の現場で役立つ蛍光X線分析スキルアップ講座	材料開発や品質・工程管理の分析経験が浅い方へ、蛍光X線分析の基本的な原理や使い方を解説し、具体的な事例を交えた装置活用術を紹介いたします。
14:00-14:30	104	再生プラスチックに混入している可能性がある欧州RoHS規制で新しく公開されたフタル酸エステル類の測定方法と対応装置について	2023年3月にリリースされたIEC62321-3-4フタル酸エステル類測定法のポイントと対応装置を紹介いたします。
15:00-15:30	201B	ATP法による微生物迅速検査 Lumine BL3000の測定例のご紹介	微生物迅速検査装置 Lumine BL3000は、測定原理にATP法を採用しており、微生物の有無を迅速に判定できる装置です。本装置による様々なサンプルや製品の測定例を紹介いたします。
15:45-16:15	105	すぐ実践!初心者向け分光光度計の基礎講座	分光光度計の基礎をすぐに実践できる測定のコツの測定例を紹介いたします。
9/7(木) 10:15-10:45	201A	3D計測の幅を広げよう。様々な手法の3D形状計測の使い分けと複数顕微鏡によるリンケージ機能を用いた解析事例のご紹介	各顕微鏡(SEM/AFM/白色干渉計)による基本的な表面粗さから顕微鏡リンケージによる装置間クロスチェック分析まで、電子部品や材料開発・品質管理に役立つ3D計測の課題解決ノウハウを紹介いたします。
11:15-11:45	105	AFM電気特性評価の最前線⑥ 半導体故障解析/MLCC/電池などの電気特性評価に適した前処理から解析・データ解釈まで	AFMの電気特性評価には、前処理やデータ解釈など多くの課題があります。そこで電気測定に適した前処理やデータ解釈、高感度化やSEMとの相関解析について、半導体やMLCC、電池などの最新事例を紹介いたします。
12:45-13:15	201B	すぐ実践! 蛍光光度計の測定データを上手に活用する方法	蛍光光度計を上手に活用するためのコツや測定データを解析する上で重要な情報をご提供いたします。活用が増える蛍光指数の多変量解析についても簡便なツールを紹介いたします。
14:00-15:00	302	最新FE-SEM SU8600/SU8700による低加速電圧観察&自動化ソリューションの紹介	試料表面の微細構造観察や元素分析、大量データの自動取得を可能とする最新FE-SEM、SU8600/SU8700について、電池材料の極低加速電圧観察事例やSEMワークフローを自動化する機能を紹介いたします。
15:45-16:15	103	知っておきたい!! 新しい画像処理を活用したMIの未来	製造業ではMaterials Informatics (MI)を活用した開発の効率化が進んでいます。日立ハイテクのMI技術と画像処理技術による、新しい材料・プロセス開発の在り方について紹介いたします。
9/8(金) 10:15-11:15	304	熱分析はNEXTステージへ～粘弾性測定装置DMAの最前線! 機能拡張と最新活用事例	動的粘弾性測定DMAは熱分析技術のひとつで、高分子や複合材料の熱的性質の変化・機械強度等の評価に用います。ここではDMAの最新情報と電子材料用高分子フィルムや、FRP等複合材料への活用例を紹介いたします。
12:30-13:00	201A	HPLCの基礎～メソッド開発の基礎と検出器の選択法～	HPLCのメソッド開発にはカラムや移動相などを目的に合わせて選択する必要があります。今回、メソッド作成の基礎やコッ、UVで検出されない成分の検出に有効なNQADを紹介いたします。
13:30-14:00	101	進化した飛行時間型ICP-MSで何が出来る? 高速多元素分析における最新アプリケーション例と四重極型ICP-MSとの比較	Nu Instruments社の飛行時間型ICP-MS Vitesseを使った最新のアプリケーション例を紹介する他、四重極型ICP-MSとの比較や優位性もわかりやすく説明します。
14:15-14:45	301B	すぐ実践! 知って得する熱分析ノウハウ～NEXTA DSCの活用術	熱特性評価に欠かせないDSCについて、基礎から測定上の注意点、精度向上ノウハウ、解析のコツなど、有効活用できる技を紹介いたします。
15:00-15:30	105	【食品およびメッキ業界向け】自動測定装置を使用した各種成分の測定事例とコツをご紹介します	正確な測定のポイントや問題解決のテクニックを解説し、効率的な分析手法を提案します。特に食品やメッキ業界では測定をするコースが高く、それに合った測定機の最適化について探ります。
15:45-16:15	103	すぐ実践! ICP-OESの測定方法と最新アプリケーションのご紹介	すぐに実践できるICP-OESでの困りごとを解決するヒントや測定に関する考え方や最新のアプリケーションを紹介いたします。

ブース内セミナーのご案内

毎年ご好評いただいておりますブース内セミナー。今年も12テーマと充実した講演ラインアップで実施いたします。※詳細は特設サイトをご確認ください。尚、過去のブース内セミナーは、「ハイテクEXPO」でご覧いただけます。 ※ご覧いただくには簡易登録が必要です。

「リアル」「オンライン」どちらで参加の方も、特設サイトをチェックください。 JASIS2023 日立ハイテク

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替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-1 series



日本分光は JASIS 2023/JASIS WebExpo2023 に出展いたします。
開催期間：2023 年 9 月 6 日（水）～ 8 日（金）
開催場所：幕張メッセ国際展示場 ブース No：5B-101/201
WebExpo：7 月上旬～11 月下旬

光と技術で未来を見つめる

日本分光

日本分光株式会社

〒192-8537 東京都八王子市石川町 2967-5
TEL 042(646)4111 代
FAX 042(646)4120

日本分光の最新情報はここから

<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、
改善のため予告なく変更することがあります。



Rigaku

POWERING NEW PERSPECTIVES

JASIS 2023
Japan Analytical & Scientific Instruments Show

9月6日(水)～8日(金)
リガクブース:5A-101,102

X線分析で創る、 未来イノベーション



特設WEBページ



株式会社 **リガク**

www.Rigaku.com

〒196-8666 東京都昭島市松原町3-9-12 ●支店:東京、大阪 ●営業所:東北、名古屋、九州
☎(042)545-8111<代表電話案内> e-mail: info@rigaku.co.jp
X線回折・蛍光X線分析・熱分析・発生ガス分析・分光分析・X線イメージング・非破壊検査



多彩な機能で品質管理や
研究開発をサポート

NEW 自動滴定装置
AUT-801



2系列同時滴定に対応
デュアルシステム



7インチカラー液晶採用
2系列の滴定画面を同時に表示に対応

シングルシステム時は、
600データを本体にメモリー可能

各種滴定法に合わせた電極類をご用意

広範な分野での分析ニーズにお応えします

食品分野

化学・分析分野

メッキ分野

電気・鉄鋼・金属分野

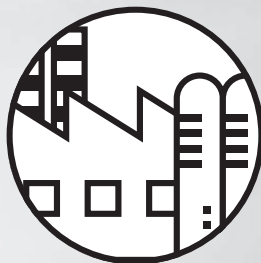
環境分野

石油分野

薬品・化粧品・香料分野



食品



石油



薬品・化粧品・香料

東亜ディーケーケー株式会社

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

本社 / 〒169-8648 東京都新宿区高田馬場1-29-10 TEL.03(3202)0219

●東京:03(3202)0226 ●大阪:06(6312)5100 ●札幌:011(726)9859 ●仙台:022(353)6591 ●千葉:0436(23)7531
●名古屋:052(324)6335 ●広島:082(568)5860 ●四国:087(831)3450 ●九州:093(551)2727



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。

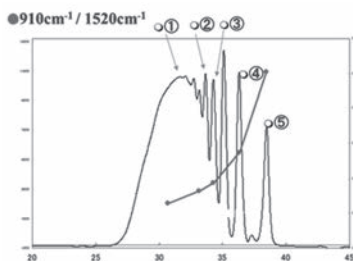


応用例

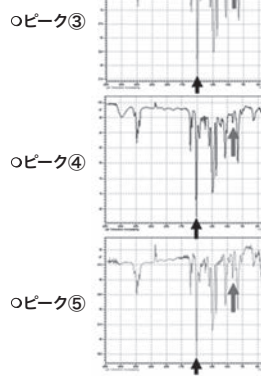
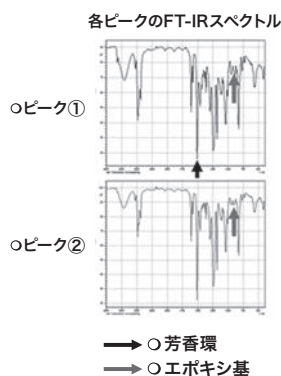
- 混合物の分離と各成分の簡単に迅速な構造解析
- 樹脂の末端や内部構造の推定
- 分子量分布における、共重合体の組成変化
- 分子量が近似した物質の分子構造の区別
- 微細構造解析および樹脂の混合系の判別
- 簡易分取装置としての利用

GPC-IR測定

BPA型エポキシ樹脂のFTIRによる組成分析



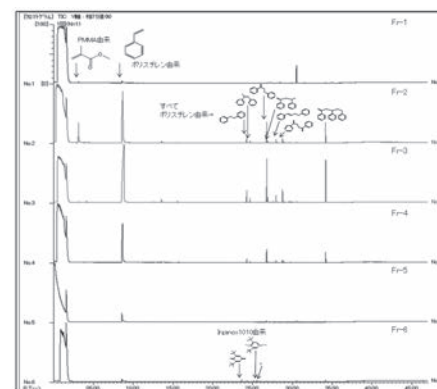
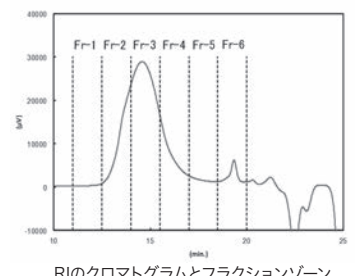
本システムでは、GPCフラクション毎の赤外スペクトルを測定可能です。得られたスペクトルから官能基の比等をクロマトグラムにオーバーラップさせた解析も可能です。



GPC-PyroGC/MS測定

ポリマーブレンドと添加剤の測定

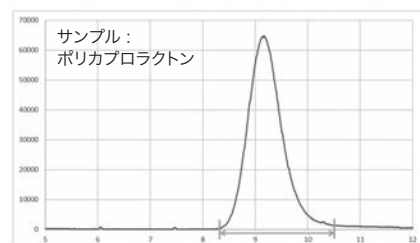
GPCからのフラクションを熱分解装置用試料カップにトラップする事で、GPCの溶出時間ゾーン毎にPyroGC/MS測定が可能となります。得られたスペクトルの解析により、使用されているポリマーの種類や割合が解ります。また、数%程しか使用されていない添加剤の特定も可能です。



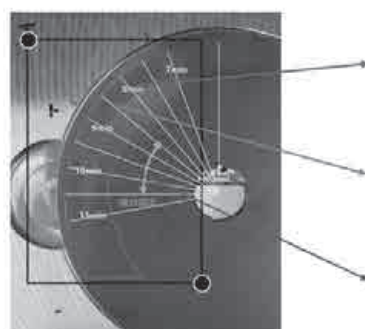
各分取フラクションの熱分解GC/MS結果

GPC-MALDI-MS測定

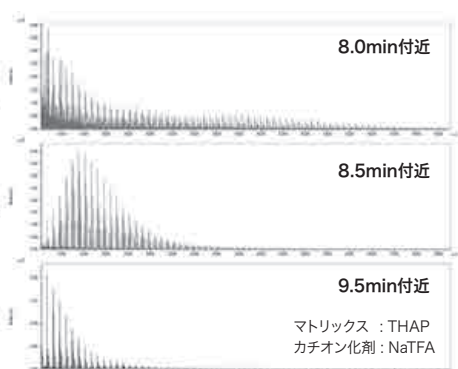
MALDI-MSイメージング測定



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



マトリックス : THAP
カチオン化剤 : NaTFA



JASIS2023に出展いたします。極静音の秒速粉碎の実演をご覧ください!

2023年9月6日(水)~8日(金)

幕張メッセ国際展示場 10:00~17:00 入場無料

ブース番号:6B-605

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碎!!

立体8の字[®]原理による **秒速粉碎機** **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



豊富な種類の粉碎容器

2ml ~ 最大 100ml チューブまでラインナップ!!

粉碎チューブ一例

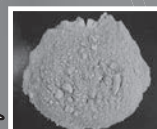


各サンプル量に合わせた最適粉碎を実現!
タンゲステンカーバイド、チタン、メノウ、酸化ジルコニウム、
PTFE など豊富なラインナップ!

硬化コンクリート



粉碎時間
60秒
常温



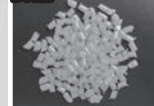
ゴム



粉碎時間
10秒
液体窒素
条件下



樹脂



粉碎時間
10秒
液体窒素
条件下



植物生葉



粉碎時間
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!

テスト粉碎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

AD230718

AI時代における Analytical Sciences 誌, その一歩先へ



加 地 範 匡

Analytical Sciences 誌は、1985年の創刊以降、紆余曲折を経て2020年にIF=2の壁を突破、2022年からはSpringer Nature社に独占的出版権を設定することで、名実ともに国際科学論文誌としての地歩を固めつつあります。これもひとえに先任の小澤岳昌先生、長谷川健先生が主導されてきた編集委員の先生方の努力の賜物であり、改めて感謝申し上げます。日本分析化学会の基幹欧文誌として、今後のさらなるプレゼンス向上という大任を仰せつかることになり、身の引き締まる思いです。現在、一時のIF至上主義は落ち着きを取り戻しつつあるとはいえ、IFは学術雑誌の共通評価軸ともいべきものであり、Anal. Sci. 誌が国際的なプレゼンスを向上し、多くの読者を惹き付けるためには今後もIFの維持と向上への努力が必要不可欠です。引き続き会員の皆様のご支援とご協力をお願い申し上げます。

さて、昨今のChatGPTに代表される対話型AIの発展は目覚ましく、日進月歩どころか「秒針分歩」の勢いです。特に書籍のような著作物は著作権の再考を迫られており、科学論文誌もこの潮流に抗うことはできません。Anal. Sci. 誌においては投稿された論文は審査前に剽窃チェックを行っておりますが、いずれChatGPTにより生成された論文が投稿され始めると、この剽窃チェックをも回避した論文が投稿されるようになることは想像に難くありません。このような状況のもと、われわれ分析科学研究者としてできること・すべきことは何なのかを原点に立ち帰って再考する時期に差しかかっています。研究のオリジナリティと新規性は何か、という研究の本質を極めることはもちろんのことですが、人にできてAIにできないこと、それは老子の「天下万物生於有、有生於無（天下の万物は有から生まれ、有は無から生まれる）」が的確に表現しているように思います。「有生於無」のような研究は何から生まれるのか、それは分析化学会の学会活動を起点とした幅広い国際的な人的交流に尽きるのではないのでしょうか。すなわち、分析化学会年会・討論会をはじめとした学会発表という「場」において初対面の研究者同士が議論し、休憩時間・懇親会等でいわゆる雑談を交わすことが新しい研究アイデアの源泉となり、お互いの「人となり」を理解することができます。その結果、論文に投稿された紙面上の内容だけでなく、論文著者らがどのような研究経験に基づいて何を科学的未解決問題として認識し、それに対してどのようなアプローチをとり、得られた結果をどのように解釈したのか、という行間を読み取ることにつながります。もちろん科学論文誌においては、行間を読み取る必要があるような書き方は良くありませんが、Anal. Sci. 誌の審査をご経験された方はすでにご承知の通り、Comments to the authorでこちらの意図を伝えようとしても、なかなかこちらの真意が的確に反映されたrevise原稿は返ってきません。これはひとえに、語学を超えたところ（教育背景や文化的背景に基づく考え方に原因があるため、もしも著者らと親交があれば、より良いrevise原稿作成のためにComments to the authorを通じた著者らへのアプローチの仕方も変わったかもしれません。このことから分かります、AIにできない仕事を行うには、「人」とのつながりを前提とした学会発表と論文投稿、さらにはそれらがリンクして相互に盛り上げていくシナジー体制構築が重要です。

先日開催されたアメリカ化学会のAnalytical Chemistry誌Advisory Board Meetingにおいても、Machine Learning/AIといったEmerging topicsをどう扱うかが議論されました。古代ギリシャのアゴラに端を発する集合知の究極の形が対話型AIと思われませんが、現代社会では集合知が多くの危険を孕んでいることも実証済みです。情報科学の行き着く先と分析科学が目指すべき未来は世界中の分析科学者の関心であり、これは決してEditorial boardだけが考えるものではなく、会員の皆様全員が当事者として考える必要がある重要な課題です。是非、荒波超えて未知の世界へ漕ぎ出そうとするEditorial boardに、忌憚のないご意見をいただけると幸いです。

〔Noritada KAJI, 九州大学大学院工学研究院, 「Analytical Sciences」編集委員長〕

ガスクロマトグラフィー

石田 康行

1 はじめに

移動相として気体を用いるガスクロマトグラフィー (gas chromatography, GC) は、液体クロマトグラフィー (liquid chromatography, LC) などの他の流体を移動相とする方法と比べて以下の特徴をもつ。

①高分解能：鋭利なピーク形状（後述する“高いカラム効率”）が比較的容易に得られ、高分解能測定が可能である。

②高感度、高選択性：試料と検出器の組合せによっては、フェムトグラム (10^{-15} g) 単位の微量成分を高感度に検出できる。さらに、特定の物質群に対して高い選択性をもつ多様な検出器を使用できる。

③迅速性：移動相と固定相間の分配平衡が迅速に達成されるため、比較的短時間で測定が行える。

一方で、GC では移動相が気体であるため、試料対象は気体そのもの、あるいはカラムの使用温度下で少なくとも数 torr 以上の蒸気圧をもつ揮発性化合物に限定される。しかし、上述した利点も相まって、GC は LC と分析対象の点で相補的な位置づけを維持しつつ、無機ガスや揮発性有機化合物の混合系の分析に威力を発揮する手法として利用されてきた。

なお、GC は固定相として固体と液体のいずれを使用するかによって、それぞれ気-固クロマトグラフィー (gas-solid chromatography, GSC) と気-液クロマトグラフィー (gas-liquid chromatography, GLC) に分類される。この固定相の種類によって、試料成分がかかわる相互作用の種類が異なり、固体である場合には吸着、また液体では分配が相互作用として起こる。本稿では、後者の分配を相互作用とする GLC を中心に、その原理や装置構成を、実際の測定で用いられる諸々の技術と併せて説明する。

2 分離機構とそれに関連する用語

2.1 分離機構の概要

図 1 に、GLC を例にとりて、ある溶質の一分子につ

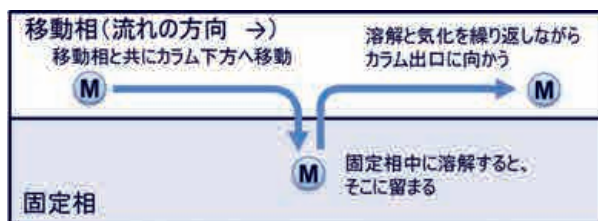


図 1 ある溶質の一分子が分離カラム内で振る舞う挙動

いての分離カラム内での挙動を示す。この図に示すように、溶質分子は固定相への溶解と移動相への気化を繰り返しながら、移動相ガスの流れに乗ってカラム下方へと運ばれる。この過程において、溶質が移動相中に存在している間は、その溶質は移動相と同じ速度でカラム出口に向かって移動する一方、固定相中に溶解している間はその場所に留まり続ける。したがって、溶質の固定相に対する親和性の程度に依存して、溶質分子が固定相に留まる（保持される）時間が変化し、ひいてはカラム出口にたどり着く時間も異なることになる。

実際には、試料成分は大量の分子群として分離カラムに導入される。このとき、図 2 に示すように、移動相と固定相間において試料成分はある一定の割合で分配し、平衡状態に達する。この平衡を分配平衡と言い、理想的には、この平衡状態を維持しながら各試料成分は移動相の流れと共にカラム下流へと移動する。ここでの平衡定数は分配係数 K (distribution coefficient) と呼ばれ、

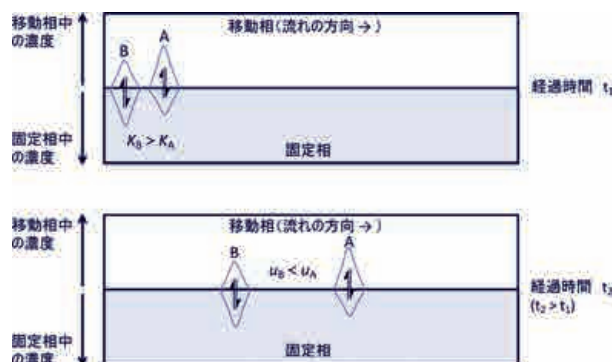


図 2 分離カラム内での成分 A および B の分配と移動の様子¹⁾

Gas Chromatography.

次式のように定義される。この分配係数 K は、一定の外部条件において移動相および固定相の種類が決まれば、その成分に固有の値となる。

$$K = \frac{C_s}{C_M} = \frac{\text{固定相中の試料成分の濃度}}{\text{移動相中の試料成分の濃度}} \dots\dots\dots (1)$$

この式から分かるように、分配係数が大きい試料成分ほど、固定相に対する親和性が高く、固定相により強く保持されることになる。例えば、図2に示した2成分AおよびB ($K_B > K_A$) を比較すると、分配係数を反映して成分Aは移動相側に、また成分Bは固定相側にそれぞれ分配が偏ることから、それらの成分のカラム内での平均線速度 u は $u_A > u_B$ となる。したがって、この固定相をもつ分離カラム入口にそれらを同時に導入した場合、次第に成分Aが先行する形で2成分は分離されることになる。

2.2 クロマトグラフィーに関する用語

ここでは、クロマトグラフィー分離に関連する用語のうち、溶質の保持、カラムの効率および分離の程度を記述する際に使われる、主なものを紹介する。

2.2.1 溶質の保持に関する用語

(1) 保持値 (retention value)

その溶質の保持の程度を表す指標であり、一般に保持時間やそれに流量を乗じた保持容量が用いられる。例えば、図3のクロマトグラムにおいて、成分AとBがカラム注入されてからそれらのピークトップが現れるまでの時間が保持時間 ($t_{R,A}$ と $t_{R,B}$) である。また、時間 t_M に現れる小さなピークは試料と一緒に導入された空気やメタンであり、それらは一般的なGLCカラムの固定相液体とは全く相互作用せずにカラム出口に到達する。したがって、 t_M は移動相がカラムを通過するのに必要とする時間に相当する。保持時間と時間 t_M の差分 ($t_R - t_M$) は調整保持時間 t_R' と呼ばれ、その成分が固定相と相互作用した真の保持時間を意味する。

(2) 保持係数 k (retention factor)

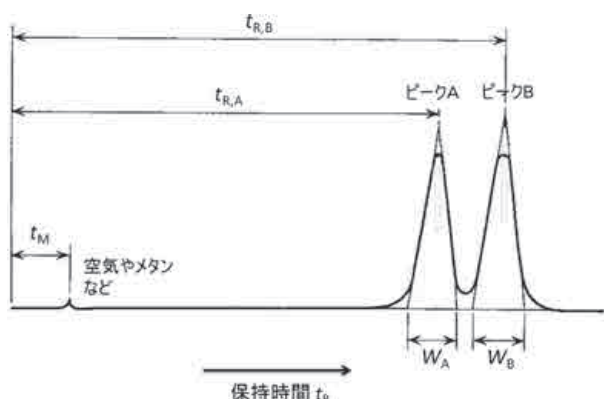


図3 成分AとBをGC分離して得られたクロマトグラム¹⁾

ある溶質の固定相および移動相中での物質量の比であり、以下のように定義される。

$$k = \frac{C_s V_s}{C_M V_M} = K \frac{V_s}{V_M} \dots\dots\dots (2)$$

ここで、 V_s と V_M はそれぞれ固定相および移動相の体積である。この式から分かるように、同じ分離カラムを使った場合には (V_s/V_M が一定)、 k は分配係数 K に比例し、移動相と固定相の体積が等しければ ($V_s = V_M$)、 K と同じ値になる。また、保持係数 k は保持時間 t_M と t_R を使って、次式のようにも表される。

$$k = \frac{t_R - t_M}{t_M} \dots\dots\dots (3)$$

したがって、 k の値はクロマトグラムから実験的に求められ、試料成分を定性したり、その分配平衡を記述したりする際に活用することができる。

2.2.2 カラム効率に関する用語

(1) 理論段数 N (theoretical plate number)

カラム効率 (ピークの鋭さ) を評価するために広く使われている指標である。この名称は、「互いに等しい距離の微小な領域 (段) の繋がりによって分離カラムが構成されており、各々の微小領域で順次試料成分の分配が起こっている」と仮定する段理論の考え方に由来している。この微小領域1個が有する分離能力は1理論段に相当し、大きい理論段数をもつ分離カラムほど、カラム効率は高くなる (より鋭利なピーク形状が得られる)。この理論段数 N は実験的に求めることができ、例えば図3に示したクロマトグラム上の成分Aのピークについては、その保持時間 $t_{R,A}$ とベースラインにおけるピーク幅 W_A から次式のように計算できる。

$$N = 16 \left(\frac{t_{R,A}}{W_A} \right)^2 \dots\dots\dots (4)$$

また、 N の値は半値幅 (1/2 のピーク高さにおけるピーク幅) を用いて次式からも求めることができる。

$$N = 5.545 \left(\frac{t_R}{W_{1/2}} \right)^2 \dots\dots\dots (5)$$

(2) 理論段高さ (height equivalent to a theoretical plate, HETP)

カラム長さを考慮して、カラム効率を評価する際に指標として使用される。次式に示すように、カラム長さ L を理論段数で除して求められる。

$$\text{HETP} = \frac{L}{N} \dots\dots\dots (6)$$

このように HETP は 1 理論段あたりに必要なカラム

長さに相当し、この値が小さいほどカラム効率は高くなる。

(3) van Deemter 式

試料成分がカラム内を移動する際に、種々の要因からその成分の存在部（バンド）の拡がりが生じる。この拡がりの要因に関して、van Deemter らは速度論的な考察を基にして、HETP に関与する因子を示す以下の式を導出した。

$$\text{HETP} = A + \frac{B}{u} + Cu \dots\dots\dots (7)$$

この式は van Deemter 式と呼ばれ、式中の u は移動相の線流速、また、 A 、 B および C はそれぞれバンド拡がりの因子に由来する定数項である。この式から分るように、第 1 項の A （多流路拡散の寄与に関する項）は u に依存しない。これに対して、第 2 項の B （分子拡散の寄与に関する項）は u と反比例、また第 3 項の C （移動相および固定相での物質移動に対する抵抗に関する項）は u と比例の関係にある。

線流速 u と HETP の関係は van Deemter プロットと呼ばれ、極小をもつ曲線として表される。なお、移動相にヘリウムガスを使用した場合、その線流速を 30～40 cm/sec に設定した時に十分に小さい HETP が得られる。この線流速の領域を、後述する標準的な内径（0.25～0.3 mm）をもつ中空キャピラリーカラム使用時の流量に換算すると、おおよそ 1.5～2 mL/min の範囲に相当する。

2・2・3 分離の程度に関する用語

(1) 分離係数 α (separation factor)

隣り合うピーク同士がどの程度相互分離されているかを評価する指標である。この α は隣接するピークの保持係数 k の比であり、図 3 に示した A と B の 2 本のピークを例にとれば、それらの保持時間の値から α は以下のように表される。

$$\alpha = \frac{k_B}{k_A} = \frac{t_{R,B} - t_M}{t_{R,A} - t_M} \dots\dots\dots (8)$$

(2) 分離度 R (resolution)

ピーク幅 W も考慮して分離の程度を評価する際には、次式に示す分離度が指標として使われる。

$$R = \frac{2(t_{R,B} - t_{R,A})}{W_A + W_B} \dots\dots\dots (9)$$

この式に示すように、注目する 2 本のピークの保持時間の差が同じである場合、ピーク幅が小さくなるほど分離度は大きくなる。さらに、成分 A と B のピーク幅と理論段数 N が等しいとき、式 9 から次式を導出できる。

$$R = \frac{N^{\frac{1}{2}}}{4} \cdot \frac{\alpha - 1}{\alpha} \cdot \frac{k_B}{1 + k_B} \dots\dots\dots (10)$$

したがって、分離度を大きくするには、理論段数 N 、分離係数 α と保持係数 k を大きくすればよい。一般に GC 測定では、1) 長さや内径などのサイズ、および固定相液体の種類に注目した分離カラムの選択と、2) 適切なカラム温度の設定によって分離度の向上が達成される。

3 装置構成と各構成要素

3・1 全体の構成

図 4 に GC の装置構成を示す。まず、ガスボンベから減圧弁を介して通気されるヘリウムや窒素などの不活性気体の移動相（キャリアーガス）が装置本体内で流量制御された後、試料注入部を経て、恒温槽に搭載された分離カラム内へと流される。一般に、試料はマイクロシリンジを用いて、セプタム（隔膜）と呼ばれるシリコンゴムを通して試料気化室に導入され、液体試料の場合はそこで溶質や溶媒の気化が直ちに起きる。その後、試料成分はキャリアーガスの流れに乗って分離カラムへと送られ、そこで相互分離され、次いで、カラム出口に設置された検出器にてその質量や濃度に応じた電気信号に変換される。この電気信号がエレクトロメーターにより増幅された後、データ解析用パソコンにおいて最終的にクロマトグラムとして記録される。なお、試料注入部、恒温槽及び検出器については、それぞれ試料の気化、カラム温度の精密調整及び分離した成分の凝縮の回避を達成するため、温度制御を独立して行うことができる。これらの構成要素の中から、分離カラムと検出器について以下に説明する。

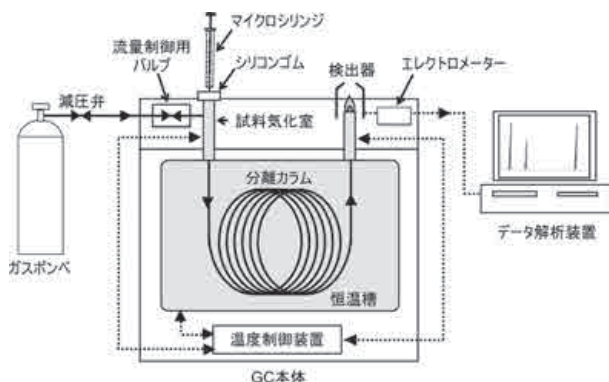


図 4 ガスクロマトグラフシステムの構成¹⁾
(実線は物質の流れ、点線は情報の流れ)

3・2 分離カラム

GC の心臓部ともいえる分離カラムは、その形状により充填カラムと中空キャピラリーカラムの 2 種に分類される。前者の充填カラムでは、内径が数 mm のステ

表 1 充填カラムと中空キャピラリーカラムの一般的なサイズと諸特性¹⁾

カラムの種類	内径 (mm)	長さ (m)	固定相の膜厚 (μm)	カラム流量 (mL/min)	試料負荷量 (ng)	理論段数
充填カラム	3 ~ 4	2 ~ 3	—	20 ~ 50	約 5000	数千
中空キャピラリーカラム ^{a)}	0.1 ~ 0.3 (0.5 ~ 1.0)	10 ~ 60	0.1 ~ 1.2 (0.5 ~ 5.0)	1 ~ 2	10 ~ 500 (500 ~ 3,000)	数万 ~ 数十万

a) 括弧内には内径が 0.5 mm を超える大口径 (ワイドポア) カラムのサイズを記した。このカラムでは、中空キャピラリーカラムにおける内壁の不活性さと充填カラムの大容量の双方を活かした分離が行える。

表 2 中空キャピラリー分離カラムに使用される主な固体相液体

名称	構造式	極性	使用温度範囲 ^{*)} /°C
ポリジメチルシロキサン	$\left(\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{---Si---O---} \\ \\ \text{CH}_3 \end{array} \right)_n$	無極性	-60 ~ 350
ジフェニルジメチルポリシロキサン	$\left(\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{---Si---O---} \\ \\ \text{CH}_3 \end{array} \right)_n \left(\begin{array}{c} \text{C}_6\text{H}_5 \\ \\ \text{---Si---O---} \\ \\ \text{C}_6\text{H}_5 \end{array} \right)_m$	5 % フェニル：微極性	-60 ~ 350
		50 % フェニル：中極性	20 ~ 330
14% シアノプロピルフェニル 86% ジメチルポリシロキサン	$\left(\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{---Si---O---} \\ \\ \text{CH}_3 \end{array} \right)_{86\%} \left(\begin{array}{c} \text{CN} \\ \\ \text{---Si---O---} \\ \\ \text{C}_6\text{H}_5 \end{array} \right)_{14\%}$	中極性	-20 ~ 280
ポリエチレングリコール	$\left(\text{---CH}_2\text{CH}_2\text{O---} \right)_n$	高極性	40 ~ 250

*) 金属製のキャピラリーカラムを使用する場合には、より高温まで使用が可能である。
[日本分析化学会編：分析化学便覧，改訂 6 版，p. 677 (2011)，(丸善出版) の抜粋]

ステンレス鋼やガラス製中空管に、シリコン系ポリマーやスクワランなどの固定相液体を含浸させた担体を充填したものが使用される。一方で、中空カラムでは、内径 0.1~1 mm の中空キャピラリーの内壁に、固定相液体を化学結合により固定化させたものが主に用いられる。ここでは、充填カラムと比較してカラム効率が飛躍的に向上した中空キャピラリーカラムに注目して、そのサイズ、材質および固体相液体の種類について説明する。

表 1 に、中空キャピラリーカラムにおけるサイズや諸特性を充填カラムと比較して示す。キャピラリーカラムでは、カラム長が長くなるほど、また、内径および固定相膜厚が小さくなるほど分離効率は向上する。しかし、その一方で測定時間が長くなったり、カラム内に導入できる試料量 (試料負荷量) が少なくなったりする“トレードオフ”が生じる。そのため、実際の GC 分析では、所望する測定時間、検出感度や分解能を考慮して、その目的に適した効率をもつカラムが選択される。様々なサイズがあるが、レギュラーサイズの内径 (0.25 ~ 0.3 mm) をもち、長さおよび固定相膜厚がそれぞれ 30 m および 0.25 μm 前後である分離カラムが最も広く使用されている。

次に、中空キャピラリーカラム用の管の材質として

は、現在、1) 機械的強度や加水分解耐性を増強するためにポリイミド樹脂で外側を被覆した熔融シリカと、2) 内壁を高度に不活性処理したステンレス鋼の 2 種が主流である。両者とも、内壁の吸着活性が極めて低いうえに扱いやすいという利点をもつが、後者のステンレス鋼製のものは、それらの特長に加えて 400 °C 超の温度下でも使用できる耐熱性と優れた機械的強度を併せ持つカラム素材として急速に普及しつつある。

さらに、GC 分析では固体相液体の選択も重要なパラメーターの一つである。表 2 に、キャピラリーカラムに汎用される固定相液体の構造や極性などの情報を示す。これらのうち、ポリジメチルシロキサン、およびそこにフェニル単位を 5 % 導入した固定相液体が、高い熱安定性と試料対象における汎用性から最も広く用いられる。しかし、極性のより高い物質群の保持を強め、それらの分離を向上したい場合には、さらに高極性の固定相を利用することが有効である。例えば、脂肪酸メチルの混合系を分析対象とし、それらを二重結合の数や位置によって十分に分離したい場合には、ポリエチレングリコールなどの高極性固定相の使用が必要である。ただし、一般に、固定相液体の極性が増すにつれて、使用可能な温度範囲は狭くなる。そのため、実際の測定では

GC 各部の温度設定がカラムの使用上限温度を超えないように注意が必要である。

3.3 検出器

GC の特徴として、高感度であるだけでなく、広範囲に渡る試料成分の検出に適した汎用性と、特定の物質群に対する高い選択性をそれぞれ有する、多彩な検出器を使用できることが挙げられる。まず、汎用的な検出器としては、水素炎イオン化検出器 (flame ionization detector, FID) と熱伝導度検出器 (thermal conductivity detector, TCD) の 2 種が双璧を為す形でもっともよく用いられている。前者の FID は、ほとんどすべての炭化水素化合物に対して高い感度を示すことから、別名、炭素検出器とも呼ばれる。この FID は、水素炎中で試料成分が燃焼した際に生じるイオン種を検出する方法であり、その成分に含まれる炭素原子の数にほぼ比例した応答を示す特徴をもつ。利点として ppb レベルの低濃度の有機物試料を高感度に検出できることや、検量線の直線範囲が 10^7 と比較的広いことが挙げられる。

その一方で、カルボニル炭素しか含まないギ酸やホルムアルデヒドに対して、FID は極めて低い感度しか示さず、さらに、水や無機ガスについては全く応答しない。こうした試料を GC 測定する際には、熱伝導度検出器 (thermal conductivity detector, TCD) が相補的に用いられている。この検出器では、高い熱伝導度をもつヘリウムや水素がキャリアガスとして用いられ、それらのガスと試料間の熱伝導度の違いに基づいて試料成分の検出が為される。この検出器の検出下限や直線範囲の広さは FID と比べてかなり劣るものの、原理上、キャリアガスと熱伝導度の異なるすべての気体試料に応答を示すことから、特に無機ガス分析用の検出器として利用されている。

上述した汎用型の検出器に加えて、特定の化合物群に対して特異的な応答を示す、様々な選択的検出器も用いられている。代表的なものとして、炎光光度検出器 (flame photometric detector, FPD, 含硫黄および含リン化合物)、熱イオン化検出器 (flame thermionic detector, FTD, 含窒素および含リン化合物) および電子捕獲型検出器 (electron capture detector, ECD, 含ハロゲンなどの電子親和性化合物) などがある。さらに、質量分析法 (mass spectrometry, MS) などの各種の分光学的手法との連結技法 (ハイフネーテッドテクノロジー) は、試料成分の検出に留まらず、その一義的な同定や異性体構造も加味した詳細な分子構造解析に有用な方法として威力を発揮している。

4 実際のガスクロマトグラフィー測定

4.1 昇温操作

カラム温度は分離物の蒸気圧を左右し、ひいては、そ

の物質の分配係数に影響するため、その温度設定によってピークの保持値は大きく変化する。そこで、広い沸点範囲をもつ混合系を測定する場合、分離に伴いカラム温度を徐々に上昇させる昇温操作を行えば、各成分の分配係数を刻々と変化させることができ、その結果、比較的短い測定時間で高効率な分離を達成できる。例として、図 5 にアルカンの混合試料を恒温測定及び昇温測定して得られたクロマトグラムを示す。この図に示すように、昇温測定では、一連の鋭いピークがほぼ等間隔で観測されるクロマトグラムが比較的短時間で得られている。

一般に、試料対象が沸点範囲の広い混合系であり、かつその詳細が不明である場合には、無極性または低極性カラムを使用し、 50°C から 300°C 前後の温度まで毎分 $5\sim 10^{\circ}\text{C}$ の昇温速度でもって昇温操作するとよい。あくまで目安ではあるが、試料成分の全体像についての情報が得られることが少なくない。

4.2 定性分析

GC 分析では、一般に保持値に基づいて化合物の定性がなされる。例えば、ある試料成分の保持値が、同一の

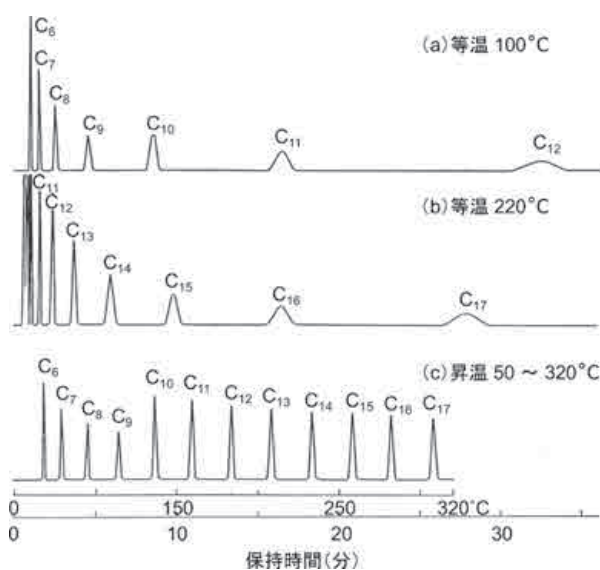


図 5 恒温および昇温ガスクロマトグラフィーの比較

(試料：直鎖アルカン同族体 (C_n ; n は炭素数))。

[小島次雄, 大井尚文, 森下富士夫: “ガスクロマトグラフ法”, p. 42 (1985), (共立出版), 図 3.12 より]

GC 条件下で既知化合物を測定して得られた値と一致すれば、両成分は同じ物質である可能性が高い。もちろん、他の化合物が偶然同じ保持値に溶出する可能性も十分あるが、その場合には、固定相の種類が異なるカラムを用いて同様の検討を行うことにより、より正確な定性を行える。

また、同族列 (分子式における CH_2 の数だけを異に

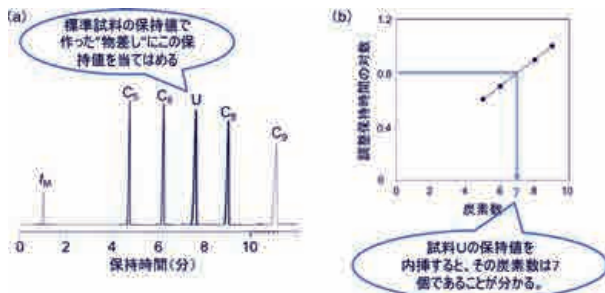


図6 同族列における保持値と炭素数間の規則性を利用した定性分析の例¹⁾

- (a) アルカン標準物質と未知のアルカン (U) の混合試料のクロマトグラム
 (b) アルカンの炭素数と保持値の対数との関係

する一群の有機化合物の系列のこと)における保持値と炭素数間の規則性を基にして、予想される物質の標準試料が無い場合でも定性を行うことができる。恒温条件下で同族列をGC測定し、得られた保持値の対数を、対応する炭素数に対してプロットすると良好な直線関係が得られることが多い。さらに、その直線の傾きも同族列の種類に依存して変化するため、こうした規則性を定性に応用できる。図6に、この規則性を利用してピークの定性を行う方法の概要を示した。

さらに、高い信頼性をもって定性を行うための保持値として、Kovatsの保持指標 (retention index) の概念が知られている。この保持指標とは、恒温測定における直鎖アルカン類の保持値を物差しとして使用し、同じ実験条件下で得られた試料成分の保持値を相対化して表わす考え方である。具体的には、この保持指標 I は次式のように定義される。

$$I = 100 \cdot \frac{\log t'_{R,X} - \log t'_{R,N}}{\log t'_{R,N+1} - \log t'_{R,N}} + 100N \dots\dots\dots (11)$$

ここで、 $t'_{R,X}$ は保持指標を求めたい対象物質の調整保持時間、また $t'_{R,N}$ および $t'_{R,N+1}$ はそれぞれ炭素数 N お

よび $N+1$ の直鎖アルカンの調整保持時間である (ただし、 $t'_{R,N} < t'_{R,X} < t'_{R,N+1}$)。この指標を利用することにより、GC条件にあまり影響を受けることなく、高い精度でもって保持値を算出し、定性に使用することができる。一方で、昇温分析を行った場合には、同族列はほぼ等間隔で溶出するため (図5参照)、次式を使って保持指標の値が求められる。

$$I = 100 \cdot \frac{t'_{R,X} - t'_{R,N}}{t'_{R,N+1} - t'_{R,N}} + 100N \dots\dots\dots (12)$$

4.3 定量分析

GC分析では、一般に積分計などを用いて算出した、ピーク面積を基にして定量分析が行われる。具体的な定量法としては、検量線法、内標準法や標準添加法などの、化学分析において汎用される解析方法が用いられている。

また、試料を構成する全成分がクロマトグラム上のピークとして定量的に観測される場合、それらの面積比から各成分の絶対量や濃度の百分率を求めることができる。この場合、検出器に対する相対感度を成分ごとに実験的に算出し、その値でもって面積データを補正する必要がある。一方で、検出器としてFIDを使用する際には、様々な化合物の相対感度を簡単な計算でもって算出する経験則が知られている。この経験則は有効炭素数 (effective carbon number, ECN) の概念と呼ばれ、これにより面積データを絶対量や濃度に変換するための補正值を簡単に求めることができる。

表3に、有効炭素数としてまとめられた、FID検出における化合物の相対モル感度の算定基準値を示す。この表に示すように、これらの基準値は構成原子の種類とその結合状態に対応してまとめられている。そのため、どのような化合物であっても、その構造式さえ分かればその基準値を組み合わせて相対モル感度を算出できる。例えば、オクタンと1-オクタノールの有効炭素数はそ

表3 FIDに対する相対モル感度 (有効炭素数) の算定基準値

原子	結合のタイプ	有効炭素数	原子	結合のタイプ	有効炭素数
C	飽和または芳香族	1.0	O	第三級アルコール	-0.25
C	オレフィン	0.95	O	エステル中の酸素	-0.45
C	アセチレン	1.30	Cl	パラフィンの炭素 1個に1個のCl	0
C	カルボニル	0.2	Cl	パラフィンの炭素 1個に2個以上のCl	-0.12 (各)
C	ニトリル	0.3	Cl	オレフィンの炭素と結合	0.05
O	エーテル	-0.8	N	第一級アミン	-0.6
O	第一級アルコール	-0.6	N	第二級アミン	-0.75
O	第二級アルコール	-0.75	N	第三級アミン	-0.25

[日本分析化学会編：分析化学便覧，改訂6版，p. 680 (2011)，(丸善出版) より]

れ ぞ れ 8.0 (C_8H_{18} : ECN=1.0×8=8.0) と 7.4 ($C_8H_{17}OH$: ECN=1.0×8-0.6=7.4) と 計算 され、これらの比が面積データを補正するための相対モル感度に対応する。

5 GCの関連技術

5・1 マトリックス成分からの目的成分の分離・濃縮

液体試料（あるいは固体試料）を容器内に入れて密閉すると、試料内の目的成分は液相（あるいは固相）と気相間に分配され、ある平衡状態に達する。この気相部分はヘッドスペース（head space, HS）と呼ばれ、その一部をガスタイトシリンジで採取してGCに導入することによって、試料成分をあらかじめマトリックス成分から分離して、分析を行うことができる。この方法は静的（スタティック）HS法と呼ばれており、簡便な操作でもって実施できる半面、蒸気圧の低い試料については十分な感度が得られないという欠点がある。そうした場合には、容器内に不活性ガス（パージガス）を連続的に通気させ、常にフレッシュな気相雰囲気下で試料成分をヘッドスペースに移動させる動的（ダイナミック）HS法や、容器内に入れた液体試料にパージガスをバブリングさせ、試料中の揮発性成分を気相中に追い出すパージ・アンド・トラップ（P&T）法などを採用することにより感度の向上をはかることができる。いずれの方法も、パージした成分をGC本体にオンライン導入する際に、吸着材を使ったり、冷却により凝縮させたりして一旦捕集し、濃縮する方策が採られている。これらの方法の概略図を図7に示した。

これらの方法以外に、固相抽出剤を用いてマトリックス中の試料成分を捕集する、固相抽出法もGCの利用者に浸透している。最近では、ニードル内部に収納したファイバーにて捕集した成分を直接GCの注入口に導入できる、固相マイクロ抽出法の手法が簡便な試料前処理方法として注目を集めている。

5・2 試料対象における適用範囲の拡張

GCでは、その試料対象が気体そのもの、あるいはカラムの使用温度下で少なくとも数 torr 以上の蒸気圧をもつ化合物に限定される。そのため、極性の大きな難揮発



図7 ヘッドスペース法およびパージ&トラップ法の概略図²⁾

性化合物、あるいは高分子化合物などは、そのままでは分析対象とすることができない。しかしながら、この限

界は、誘導体化や熱分解などの試料前処理法を併用することによって拡張され得る。例えば、極性の大きな化合物については、GC測定に先立って、試料成分中の極性基をエステル化やトリメチルシリル化などの誘導体に変換する方法がよく用いられる。この誘導体化は、試料成分の極性を弱め、揮発性を高める用途以外に、特定の検出器に対する感度を向上させたり、光学異性体の分離を可能にしたりするための方法としても使用されている。

また、高分子化合物については、600℃前後の高温下で高分子試料を瞬間的に熱分解する“熱分解装置”と、GC本体をオンラインで直結した“熱分解ガスクロマトグラフィー（熱分解GC）”の手法がその精密分析法として広く利用されている。この方法では、不溶性試料を含むあらゆる形態の試料を、通常、何の前処理操作も必要とせずに0.001から0.01 mgというごく微量用いるだけで、高分子種の同定、組成分析や分子構造解析を行うことができる。そのため、熱分解GCは、高分子および天然有機物の実用分析法として、それらの試料の構造キャラクタリゼーションの分野で近年かなり大きな比重を占めるようになってきている。

5・3 MSとの連結技法

GCと質量分析法（MS）の連結技法であるGC/MSは、クロマトグラム上のピークの同定だけでなく、その高感度な定量にも威力を発揮する。MS測定により得られるマススペクトルから、その成分の分子量や分子構造などの定性的な情報を得ることができる。特に、MSシステムには、通常、数十万に上る膨大な数の化学物質のマススペクトルを集約したライブラリーが搭載されており、このデータベースを活用して様々な試料対象の同定を簡便に行える。また、一般にMSはFIDなどの汎用検出器よりも高い感度を示すほか、特定の質量電荷比（ m/z ）をもつイオン種に注目してクロマトグラムを獲得することにより、目的成分の選択的な検出も行える。

例として図8に、脂肪酸メチルの混合試料の（a）全イオン電流クロマトグラム（TIC）と（b）そのTICから特定のイオン（ここでは m/z 298）の信号を抽出して獲得したクロマトグラム（抽出イオンクロマトグラムと呼ばれる）をそれぞれ示す。（b）では混合系を構成する脂肪酸メチル類のうち、 m/z 298の分子イオンをもつステアリン酸メチルのみが選択的に検出されている。こうした技法を利用すれば、GC分離だけでは妨害ピークとの重なり合いを回避できない場合でも、その影響を受けることなく目的成分を選択的に検出して、定量することが可能である。

GC/MSのイオン化法としては、電子イオン化（electron ionization; EI）法および化学イオン化（chemical ionization; CI）法の2種がよく使用されている。これらのイオン化技術はいずれも気相イオン化法と称される方

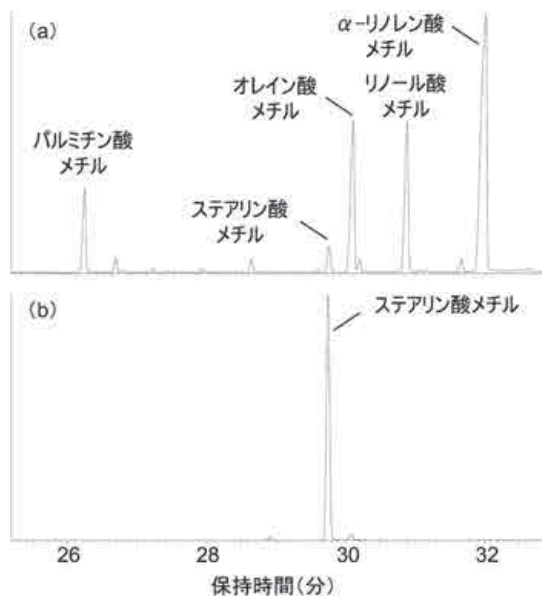


図8 脂肪酸メチル混合物のクロマトグラム
 (a) 全イオン電流クロマトグラム
 (b) 抽出イオンクロマトグラム (m/z 298 を選択)

法に分類され、イオン化に先立って、試料成分をあらかじめ気化する必要がある。そのため、もともと気体を移動相として用いる GC はこれらのイオン化法と極めて“相性”がよく、GC と MS 間の接続も容易である。例えば、中空キャピラリーカラムを使用する場合には、カラム流量が高だか数 mL/min 程度とごく僅かであり、イオン源の真空度に及ぼす悪影響がほとんど無いことから、カラム出口部分を MS 部のイオン化室に直結して両装置を接続することができる。

5.4 包括的 2 次元 GC (GC × GC)

固定相の極性が異なる 2 本の分離カラムを連結して GC 分離を行うことにより、単独の GC 測定では分離が難しい成分の高分解な相互分離が達成される。そのための方法として、前段分離された一部の成分のみを後段の分離カラムに導入する“ハートカット法”が従前より用いられてきた。この方法では、夾雑物^{きょうざつ}ピークによる妨害を回避して、特定の成分の定量を行う場合に有効である。これに対して、最近、多成分からなる未知試料の定性に適した手法として、前段分離された全成分を後段カラムに導入して分離する“包括的 2 次元 GC”が利用されている。

この方法では、まず、無極性または微極性の固定相をもつ分離カラムを使用して、試料成分の第一次元分離が

行われる。次に、分離された成分は“モジュレーター”を介して、後段に接続された第二次元の分離カラムへと導入される。このモジュレーターでは、試料成分の捕集、バンドの収束および後段カラムへの移動が数秒程度の間隔で周期的に行われる。なお、第二次元の分離は、一般に長さ 1~2 m の極性カラムを用いて比較的短時間で行われ、ここで分離された成分は検出器（主に MS が使用される）にて検出される。この方法により得られるクロマトグラムは、専用のソフトウェアを用いて第一次元と第二次元からなる二次元プロットとして描かれ、そこでは色の濃淡により等高線の形でピーク強度が示される。この包括的 2 次元 GC は、広範な沸点範囲と多様な極性をもつ、複雑な混合系の定性分析に威力を発揮している。

文 献

- 1) 大谷 肇編：“機器分析 エキスパート応用化学テキストシリーズ”，（講談社），（2015）。
- 2) 蟻川芳子，小熊幸一，角田欣一編：“ベーシックマスター分析化学”，（オーム社），（2013）。
- 3) 内山一美，小森亨一：“ガスクロマトグラフィー 分析化学実技シリーズ 機器分析編 7”，日本分析化学会編，（共立出版），（2012）。
- 4) 日本分析化学会 ガスクロマトグラフィー研究懇談会編：“ガスクロ自由自在 GC，GC/MS の基礎と実用”，（丸善出版），（2021）。
- 5) 日本分析化学会 ガスクロマトグラフィー研究懇談会編：“ガスクロ自由自在 Q&A 準備・資料導入編”，（丸善出版），（2017）。
- 6) 日本分析化学会 ガスクロマトグラフィー研究懇談会編：“ガスクロ自由自在 Q&A 分離・検出編”，（丸善出版），（2011）。



石田 康行 (Yasuyuki ISHIDA)

中部大学 (〒487-8501 春日井市松本町 1200)。名古屋大学大学院工学研究科博士前期課程修了。博士 (工学)。《現在の研究テーマ》熱分解分析法による天然有機物やポリマーの分析。《主な著書》“エキスパート応用化学テキストシリーズ機器分析”，（講談社）。《趣味》古書店と中古レコード店巡り。

E-mail: yishida@isc.chubu.ac.jp

生体試料の定量分析について

生命のメカニズムや様々な疾病の原因究明、医薬品の開発やその評価において生体試料に含まれる物質を分析することは非常に重要である。生体試料中にはタンパク質、脂質、無機化合物などとても多くの雑多な成分が含まれている。その中に含まれているごくわずかな物質を同定したり定量したりするためには目的に応じた適切な操作を行う必要がある。本稿では定量分析を中心とした生体試料分析の概要を紹介する。

水 落 正 慶

1 はじめに

生物にかかわるあらゆる学問において、その対象となる生物から採取された生体試料を分析することは非常に重要である。生体試料には様々な種類があり、小さな個体であればその個体全体が対象になることもあるし、大きな個体においては各部位や臓器、細胞、血液や尿を含めた体液など対象となるマトリックスは多岐にわたる。生体試料の分析には対象を観察するイメージング、対象を構成する物質を調べる定性分析、対象に含まれる目的成分を量る定量分析やそれらを組み合わせるものなどがある。

筆者はこれまでLC-MS/MSを用いて医薬品開発における生体試料中の医薬品濃度分析に携わってきた。一般的に液体クロマトグラフィーや質量分析計については多くの教科書があり、これらは分析の分野に携わる方には身近なものと思われる。このことから本稿では機器分析のパート以外にフォーカスし、生体試料分析において最も重要と思われる試料の前処理を中心に分析を実施するまでの流れとして「試料採取」、「保管・輸送」、「前処理」及び「分析のためのバリデーション」の四つについてこれまでの経験を基に紹介する。内容については医薬品分析をベースとした記載が中心となることをご了承いただきたい。

2 分析の前に

多くの生体試料は医薬品などの何らかの物質が投与された影響や、特別な措置や環境下における影響を調べるために採取され分析されることが多い。これらの生体試料は主にヒトや実験動物から採取されるため、感染症や未知のウイルスなど潜在的なリスクを持ったものという認識のもと、手袋や保護メガネ、マスクといった適切な

防護具を着用して扱わなければならない。その中で、たとえば投与された物質の濃度を測定するような試験であれば、生体試料や投与物質についての情報をあらかじめ入手し、適切な対策を事前に講じる必要がある。感染性の有無や規制薬物、遺伝子組み換え技術が用いられているかを確認し、該当する場合は適切な封じ込めや出納管理、廃棄方法など、法律や安全衛生のルールに従った管理と取扱いが求められる。普段取り扱っていない物質の分析を依頼された場合、依頼元から詳細な情報を入手し、取り扱う施設にそれらの物質に対して対応できる設備があるかどうかを見極めなければならない。「知らなかったから対応していなかった」という言い訳は法律には通じないので、十分に注意が必要である。

3 試料採取

生体試料については大きく二つに分類される。ヒトから採取された試料とヒト以外の動物から採取された試料である。それぞれについて守るべき法律や省令、手順となるガイドラインが定められている。

3・1 動物からの試料採取

国内における動物試験では代表的なものとして「動物の愛護及び管理に関する法律¹⁾」や「実験動物の飼養及び保管並びに苦痛の軽減に関する基準²⁾」、「厚生労働省における動物実験等の実施に関する基本指針³⁾」、「動物実験の適正実施に向けたガイドライン（日本学術会議⁴⁾」などがあげられる。近年、動物試験においてはより進んだ動物福祉の取組みとして3Rsとよばれる行動が求められている。3RsとはRefinement（苦痛の軽減）、Reduction（動物使用数の削減）及びReplacement（代替法の活用）の頭文字であり、動物実験を実施する際に守るべき基本原則となっている。動物試験において多くの場合、経時的な観察や試料採取の実施に続き、最終的には剖検のために動物を安楽死させることになる。

使用する動物数が適切であるか、動物を使用しない実験法はないかということを一たび確認してから実験に臨むべきである。また、外部に動物試験を委託する場合は、動物愛護に関する外部認証機関である AAALAC インターナショナル（国際実験動物管理公認協会）⁵⁾ の認証を得ているかなどが動物愛護の観点からの施設選びの参考になる。

3・2 ヒトからの試料採取

ヒトを対象とした試験において試料採取を行うのは医師または看護師であり、病院で実施されることが前提となる。ヒト由来試料の使用にあたっては医薬品開発の場合であれば事前に治験審査委員会（institutional review board, IRB）において試験や研究が問題ないことを確認して実施される。また、治療の過程において切除された組織や採取された体液としてヒト試料が得られることもあり、適切な手続きの下で分析に利用されることもある。ヒト試料の場合、細胞に含まれるゲノム情報は非常に重要な個人情報であるため、近年の個人情報保護に関する法律や「医薬品の臨床試験の実施の基準に関する省令⁶⁾」（GCP 省令）を順守することが求められる。ヒト試料は事前に被験者との間に取り交わされたインフォームドコンセントに定められた目的のみに使用され、使用後も適切に廃棄されるまで管理されることが必要である。

3・3 生体試料の取り扱い

生体試料の採取にあたり、分析の観点から最も気を付けるべきことは、生体試料中の分析対象物質の安定性である。生体試料分析において分析対象となる物質は多くが試料中で平衡の状態であったり、代謝分解される途中であったりする。分析結果に採取時点の状態を正しく反映させるためには、採取後に速やかに安定性を確保するための措置をとる必要がある。そのための最も基本的かつ有効な方法は冷却することである。一般的に試料を冷却することにより化学的な変化や酵素による生物学的変化のいずれも抑えることが可能である。ほかに酸や塩基を添加して pH を変える、また、酵素が安定性に影響している場合は阻害剤の添加や有機溶媒などで酵素を失活させることも有効である。しかしながら、生体試料として最も多く採用されている血漿や血清^{けっしょう}では、採取後に静置や遠心操作が必要であり、速やかな冷却ができない。そのため、事前の検段階で想定される環境下での安定性を確認しておくことが重要である。

体液以外の骨や臓器、筋肉、脳などの組織を分析に供するためには破碎やホモジネートが必要となる。それらに使用する溶媒は水、緩衝液、界面活性剤、細胞溶解液、有機溶媒など様々な種類がある。分析対象物質が組織から抽出されることが重要であるため、溶解性や安定

性などから適した溶媒を選択する必要がある。また、使用する容器の材質も注意が必要である。分析対象物質が脂質などの疎水性の高い物質である場合に、水や緩衝液などで希釈すると樹脂製の容器に吸着して真の値から目減りしてしまうことがある。この場合は有機溶媒や界面活性剤を添加して、溶媒への溶解度を上げる必要がある。逆に分析対象物質が高極性の塩基性化合物であった場合などはガラス製容器の表面に吸着する恐れがあるので樹脂製容器を使用することで吸着を抑えることができる。ほぼ水分と無機塩で構成される尿試料においては、微量に含まれる疎水性の高い有機化合物が樹脂製の畜尿容器に吸着し定量値への影響が問題になることが多いため、特に留意する必要がある。

4 保管・輸送

生体試料は適切な条件下で保管する必要がある。容器の材質、保管温度、凍結融解の影響など、分析法の構築と合わせて検討し、その安定性が確認された条件で保管することが良い分析につながる。また、各施設によっては備えている冷蔵設備などが異なるため、 -20°C や -80°C での保管ができないことも起こりうるため、いずれの施設においても対応可能な温度域での安定性を確認しておくことも重要である。また、生体試料を採取する施設と分析を実施する施設が異なることはよくあることである。この場合、生体試料を分析施設に輸送することとなるが、輸送時には前述の保管条件に準じた適切な条件で輸送しなければならない。感染性などの危険性を否定できない生体試料の輸送についてはガイドライン⁷⁾ に従った対応が必要となる。

近年では比較的安価な温度データロガーも有り、輸送時に同梱することで、試料採取から試料保管までシームレスに温度管理をすることが可能になっている。

5 前処理

生体試料には非常に多くの成分が含まれている。それらはタンパク質をはじめとする分子量が 10 万を超える高分子有機化合物から低分子有機化合物、さらには無機化合物である種々の塩も含まれる。また、低分子でもアミノ酸とその代謝物に代表される高極性化合物やコレステロールや脂肪酸に代表される脂質なども含まれている（図 1）。そのため、生体試料の分析では「前処理」が必要となる。

生体試料の定量分析におけるメジャーな方法として高速液体クロマトグラフ（high performance liquid chromatograph, HPLC）と各種検出器を組み合わせた液体クロマトグラフィー（liquid chromatography, LC）法がある。組み合わせられる検出器として、紫外可視分光光度計（ultra violet-visible spectrophotometer, UV-Vis）やフォトダイオードアレイ検出器（photodiode array detector,

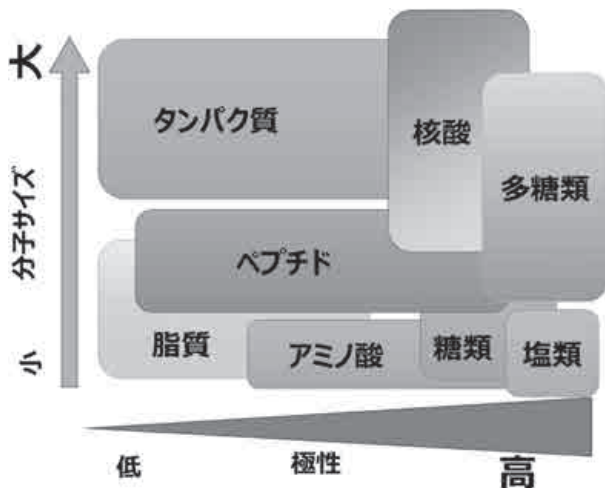


図1 生体試料に含まれる成分

PDA), 蛍光検出器 (fluorescence detector), 質量分析計 (mass spectrometer, MS) などがある。

LC法を用いることにより生体試料中の多くの成分を分離して分析することが可能であるが、分析対象物質が分析カラムから溶出する際に同時に溶出する生体試料由来の夾雑物質の影響をゼロにすることはほぼ不可能である。

UV-Vis や PDA を使用する場合は、分析対象物質と重なる吸収波長を持つ夾雑物質などによりベースラインの上昇やピーク形状の不良が引き起こされる。一般的に分析対象物質の選択性が高いと言われる MS による検出においても、夾雑物質の量が多いと同じ質量数を持つ夾雑物質のピークが検出されることや、イオン化の工程が影響を受けて物質質量に比例したレスポンスを得られないことがある。特に後者をマトリックス効果と呼び、MS を使用した生体試料分析において対応に苦慮するところとなる。また、高濃度の夾雑物質を含む試料を MS へ導入した場合、試料のイオン化部と質量分離部の汚染を引き起こし、急激な感度低下を招く原因ともなる。蛍光検出器は蛍光物質をほとんど含まない生体試料の分析と非常に相性が良いが、分析対象物質が蛍光を持つことが前提となる。投与された医薬品等であれば蛍光を持っていることも十分に考えられるが、内因性の化合物の場合は蛍光を持つ物質がほぼないため、蛍光検出器の応用は困難になる。その対応策として、分析対象物質に蛍光を持つ官能基を結合させる「誘導体化」を行い分析する方法がある。この場合は試薬が反応する構造をもつ夾雑物質も一様に蛍光を持つことになり、検出の妨げとなることもある。

前述の通り LC により分析対象物質と種々のバックグラウンドからの影響を分離することはある程度可能であるが、生体試料を直接導入した場合は、分析対象物質に対して夾雑物質の量が非常に多くなり、分離が困難になる。これを防ぐため、可能な限り LC に導入する前に試

料を前処理することで競合する夾雑物質を除去し、LC で共溶出するバックグラウンドを可能な限り減らす必要がある。加えて生体試料中では、分析対象物質は大部分が内因性タンパク質と相互作用して可逆的な結合状態にある。そのためタンパク質から遊離させることも前処理が必要な理由の一つである。

前処理法にはいくつかの方法があり、生体試料から除去できる物質が異なっているため、生体試料をクリーンアップする目的により種々の前処理法を使い分ける必要がある。ここでは代表的な前処理法について紹介する。

5.1 除タンパク法

最も一般的でかつ簡便な方法として除タンパク法 (protein precipitation, PPT) が挙げられる。例えば血漿試料においてはタンパク質が約 8% 程度含まれており、溶質として最も多くを占めている。タンパク質はアミノ酸のポリマーであり、極性に富んだ側鎖が互いに作用して、それぞれのタンパク質に特異的な立体構造をとっている。タンパク質は疎水性部位が内向し、親水性の部位が外側になり水和されることで可溶化している。除タンパク法の多くは除タンパク剤を使用することでこれらの水和水を取り除き、タンパク質の疎水性を上げて互いに凝集させることで沈殿、除去を行うものである (図 2)。

除タンパク剤は、水と混和する有機溶媒である各種アルコールやアセトニトリル、アセトンなどが使用される。血漿に対してはおおむね 2 等量程度の有機溶媒添加により十分なタンパク質の除去が可能である。さらに過剰量の有機溶媒を添加することで塩などが析出し、無機成分の除去をある程度同時に行うことができる。また、有機溶媒の添加量を増やすことはその後、有機溶媒を留去しやすくなるというメリットもある。有機溶媒のほかに酸を添加することでも除タンパクを行うことができる。酸を添加して pH を変化させることによりタンパク質のイオン性側鎖の乖離状態を変化させ、さらに正に帯電した部分と酸との相互作用により水和水が外れ、変性、凝集を生じる。酸による除タンパクは少量の添加でも強力にタンパク質の変性を生じるため、試料成分が薄まりにくいメリットもある。酸による除タンパクで良く使用されるものにはメタリン酸、過塩素酸、トリクロロ

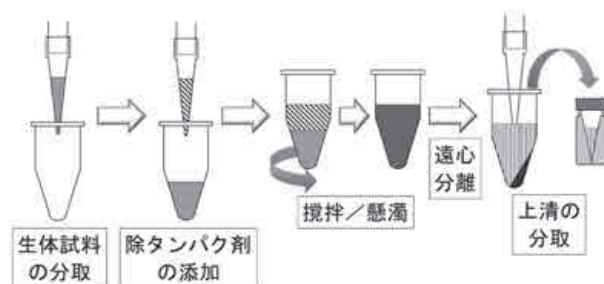


図2 除タンパク法の操作概要

酢酸などがある。これらの酸は操作後に比較的容易に除去でき、分析カラムへのダメージを減らすことができる。

除タンパクを実施する際は分析対象物質の溶解性や極性に留意する必要がある。一部の物質は使用した変性剤への溶解性が悪く析出したり、また、変性したタンパク質と共沈したりして回収が悪くなる。

除タンパク操作は析出したタンパク質成分を遠心分離により沈殿させたのち、ピペティングやデカンテーションにより上清を他容器に移すことが多い。従来のフィルターでは目詰まりによりろ液を得ることが難しかったが、近年では三次元の立体メッシュ構造を持った除タンパクフィルターが利用可能であり操作性が向上している。さらには、従来の除タンパク法では図1で示した成分のうちタンパク質や一部の無機塩の除去しかなかったが、不要な脂質の除去も可能な除タンパクフィルターも開発されており、MSを使用した分析には有効である。

多くのLC法では逆相系のカラムを用いることが多い。有機溶媒を使用して除タンパクした試料には有機溶媒が多く含まれ、逆相系カラムでの保持には不利に作用するため、有機溶媒を除去するか水系溶媒を添加してその有機溶媒比率を下げる必要がある。有機溶媒の除去には時間がかかることが多いため、水系溶媒による希釈のみでサンプル調製ができるように前処理法を構築すると時間の短縮につながる。また、逆相系カラムとは逆の機構である親水性の相互作用を利用した hydrophilic interaction chromatography (HILIC) 用カラムを使用することで有機溶媒がリッチなままで HPLC に導入することができる。

5・2 液々抽出法

除タンパク法と同じく従来から用いられている方法に液々抽出法 (liquid-liquid extraction, LLE) がある。互いに混ざり合わない、相分離する水系溶媒と有機溶媒を使用してそれぞれへの測定物質や夾雑物質の溶解度の違いを利用して物質を分離する方法である (図3)。

一般的にある物質の水相と有機相への溶解の度合い

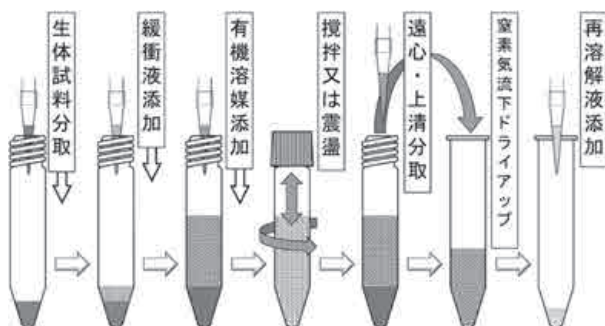


図3 液々抽出の操作概要

は、水と *n*-オクタノールを用いた場合のそれぞれの相中の濃度比“(オクタノール中の濃度)/(水相中の濃度)”の対数を取ったオクタノール/水分係数 $\log Pow$ で表される。この値が大きいくほど、その物質は有機相に溶解する濃度が大きくなる。それぞれの相に溶解する物質の量はそれぞれの相での濃度によって決まり、その濃度は溶媒量に依存しない。そのため、抽出する側の溶媒量を多くすることで、相対的に抽出される側の溶媒量が少なくなり、効率的に抽出することができる。

液々抽出には、水と相互溶解しない低極性の有機溶媒が用いられる。代表的なものとしてヘキサン、*tert*-ブチルメチルエーテル、酢酸エチル、ジエチルエーテルなどが挙げられる。これらの中でも極性には差があるため、目的とする物質に対して十分な溶解度があり、かつ可能な限り疎水性の高い溶媒を選択する。極性が比較的大きい(誘電率が大きい)有機溶媒は、抽出できる化合物の幅も広くなり使用しやすいが、その分、分析を妨害する夾雑物質の量が増える可能性も高くなるので注意が必要である。

生体試料の濃度が高い場合など、有機相と水層が白濁したエマルジョンを形成して分離不十分になることがある。このような場合はそれぞれの溶媒を増量するか、塩化ナトリウムなどの塩を添加して「塩析」を生じさせることで分離できることもある。塩の添加はそれぞれに相互溶解している溶媒量を減らすことができ、結果として分析時のバックグラウンドを減らせることもある。また、塩析の効果により通常の水では相互溶解するアセトンやテトラヒドロフラン、アセトニトリルなどの溶媒に対しても液々抽出を行えるようになり、通常疎水性溶媒では抽出できない極性の高い化合物の抽出が可能になる。この原理は QuEChERS (キャッチャーズ) 法として食品分析の分野ではよく用いられる手法である。

対象とする化合物がイオン性の官能基を持つ場合は水相の条件設定に注意する必要がある。酸性化合物や塩基性化合物の場合は水相の pH をそれぞれの pK_a よりも高くするか、低くするかによってその溶解度を変えることができる。酸性化合物の場合は pH を pK_a よりも 2 以上低く、塩基性化合物は pH を pK_a よりも 2 以上高くすることで分子を非乖離状態にすることができ、有機相への抽出効率が上がる。また、非乖離型にて有機相に抽出した物質に対して、再度 pH を変化させて乖離型にすることで再び水相に抽出する「逆抽出」といった操作も可能である。逆抽出で精製した試料は非常にクリーンアップ度が高い試料となるが、pH の設定には物性を熟知していることや、抽出操作を 2 回繰り返すことで前処理が複雑になることからハンドリングにおける高い技術が求められる。

生体試料のように比較的少量、数 mL 以下の試料を処理する場合は分液ロートではなく、キャップ付きの遠沈

管を用いて、^{かくはん}攪拌と遠心分離を組み合わせて液々抽出を行うことにより、効率的に多検体を処理することができる。また、遠心分離後の遠沈管をドライアイス-アセトンなどの冷媒に浸漬し水相を凍結させて有機相をデカンテーションにより採取することで、より簡便に操作することができる。

液々抽出と同じ原理である^{けいそう}珪藻土カラム/カートリッジの利用も有用である。珪藻土は二酸化ケイ素を主成分とし、極性が高く水と非常によくなじむ。緩衝液で希釈した生体試料を珪藻土カラムに浸み込ませることで水と生体試料に含まれる無機塩や高極性化合物は珪藻土に奥深く浸み込んでいく。一方で疎水性の高い物質は珪藻土表面に取り残された状態となる。この表面に残った疎水性の高い化合物を水と混和しない有機溶媒で洗い流すことで回収する。液々抽出で用いる有機溶媒は水系溶媒と層を成しているが、実際はある程度相互に溶解した状態になっている。このため、有機溶媒中にも望まない水溶性の夾雑物質が溶け込んでいることになる。珪藻土カラムを用いることでこの相互溶解を抑えることができるため、同じ有機溶媒を使用した液々抽出操作よりも精製度の高い試料が得られることが多い。また、ピペットによる相の分取や遠心分離による相分離の操作が不要になるため簡便である。

5.3 固相抽出法

固相抽出 (solid phase extraction, SPE) はカラムクロマトグラフィーと同様の原理で発展してきた前処理手法である。固相にはシリカゲルやポリマー、アルミナ、活性炭、イオン交換樹脂などが用いられ、これらがカートリッジと呼ばれるシリンジタイプのバレルや96ウェルフォーマットのプレートに充填された形で利用される。分析対象物質とその他の夾雑物質の固相への親和性や溶出液への親和性 (溶解性) の違いを利用して精製を行う。生体試料の前処理には疎水性相互作用を利用した、いわゆる逆相系の分離機構を用いることが多い。逆相系には多孔質形状のシリカゲルやポリマーをベースにオクタデシル基 (C18) に代表される種々の疎水性官能基を導入した固相が用いられる (図4)。

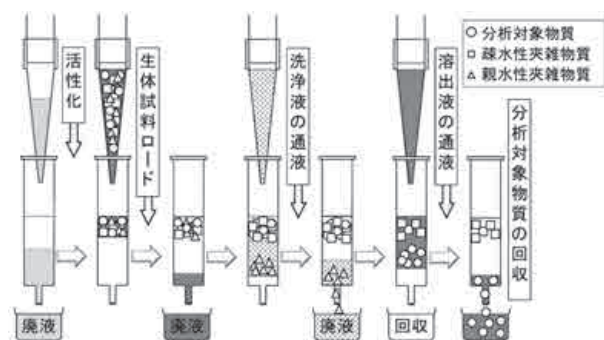


図4 固相抽出の操作概要

使用前の固相は通常乾いた状態になっており、多孔質の細孔内にある疎水性官能基は溶媒和されていない。このままでは導入した生体試料中の成分と相互作用することなく固相表面を通して保持されずに排出されてしまう。固相に導入されている官能基が疎水性を発揮するためには水系溶媒に濡れている状態が必要となるが、乾いた固相に直接水を通液しても官能基そのものの撥水性により弾かれてしまう。そのため、固相を使用するには平衡化または活性化と呼ばれるコンディショニングが必要となる。平衡化は初めに水と相互溶解する有機溶媒 (メタノールやアセトニトリルなど) を通液して固相の細孔内を満たし、続いて水系溶媒を通液することで細孔内の溶媒が呼び水となり、細孔内が水系溶媒で湿潤した状態になることで官能基の疎水性が発揮される。2000年代以前では、シリカゲルベースやポリマーベースの固相はその撥水性によりいったん上記の手順で湿潤させた場合でも、放置して枯らして (乾燥して) しまうと、細孔内が再度撥水してしまい、平衡化前の状態に戻ることがしばしばあった。これは生体試料を負荷 (ロード) させるときや洗浄するときも同様であり、いったん枯らしてしまうと溶出の際のバラツキの原因となるため、固相をハンドリングする際の液面管理には非常に気を遣うものであった。2000年前後にポリマーベースの一部に親水性官能基が導入された固相が開発され、このタイプの固相は枯らしてしまっても細孔内が水で湿潤した状態を保つ機能を持つことで活性化状態を維持することが可能になった。他にも多くの改良が加えられ、固相抽出法は現在では生体試料の前処理においてメジャーな手法となった。また、逆相系固相とイオン交換樹脂を組み合わせたミックスモードと呼ばれる固相も普及し、イオン性の官能基を持つ化合物に対してイオン性相互作用で保持できるようになった。この場合、有機溶媒100%での洗浄工程が可能になり、より精製度の高い試料を作製できるようになった。

固相に試料や試薬液を通液させる操作方法にはいくつか種類がある。最もシンプルな方法は重力を利用した自然落下である。自然落下では、通液速度が比較的ゆっくりで、分析対象物質と固相の接触時間が長く、良好な保持を得やすい反面、通液完了まで時間がかかるため多検体の処理には向いていない。重力の代わりに遠心分離機を使用し、遠心力により通液させることもできる。この方法では、すべての試料に同一条件の負荷がかかり、バッチ間の差をなくすることができる優れた方法である。固相を専用の減圧可能な器具に設置し、アスピレーターや真空ポンプで減圧して吸引する方法もよく使用される。複数の固相を同時に処理することが可能であるが、固相の通液速度は同一ロットの固相でも個体差があるため、先に通液が終了した固相に対して余分に気体が通過してしまい乾燥の原因となる。このことを防ぐためにコッ

クが個別についている器具の使用が望ましい。また、吸引とは逆に固相の上面から加圧して通液させる方法もある。加圧レギュレーターを介することですべての固相に対して均一に圧を掛けることができる。加圧装置は通液後に過剰な加圧気体の通過を防ぐ機構がついており、ある程度固相の乾燥を抑えることができる。

逆相系の固相抽出法による試料処理は、洗浄液をコントロールすることで分析対象物質よりも極性の高い物質を洗い出し、溶出液をコントロールすることで分析対象物質よりも極性の低い物質を固相に残すことができる。また、タンパク質などは固相の細孔に対してサイズが大きいため、保持されずにロードもしくは洗浄の時点で洗い流すことができる。このように、固相による処理はタンパク質などの高分子をはじめ不要な高極性化合物と疎水性の高い化合物を同時に排除することができる精製ツールとなる。さらにミックスモードを利用してイオン交換を組み合わせることで目的対象物質とは逆の酸性または塩基性、並びに中性物質を排除することもできる。

5.4 希釈

生体試料の中でも比較的きれいな、溶質量の少ないマトリックスである尿や脳脊髄液、涙液、眼房水、透析液などは希釈のみで分析可能な場合があるが、利用の範囲は限られる。

6. バリデーション

生体試料の分析に限らず、法律や省令などの規制下における分析ではその方法の妥当性を示すためにバリデーションの取得が求められる。現在、日本国内で医薬品分析の分野で運用されているガイドライン⁸⁾において、バリデーションは「種々の評価を通じて十分な再現性及び信頼性を有することを立証すること」となっている。

生体試料は非常に多くの雑多な成分を含み、さらに試料を採取する個体間でも分析への影響が異なることがあるため、分析方法にそれらの影響がないことを確認しなければならない。LC法をはじめ、クロマトグラフィーを用いた定量に関するガイドラインには表1に示す項

目が含まれている。

クロマトグラフィー法のガイドラインでは各項目に対して真度と精度の判断基準が定められており、定量下限においては真度が100±20%以内、精度が20%以下、それ以外の濃度においては真度が100±15%以内、精度が15%以下とされている。

これらは生体試料中の医薬品の定量分析に対して定められており、原則として、投与後に生体内濃度が増加する物質が想定されている。しかしながら、内因性の化合物、一般的にバイオマーカーと呼ばれる化合物においては、必ずしも生体内濃度が増加傾向を取るとは限らない。また、多くの投与された医薬品が経時的に10~1000倍以上の濃度変動があり、対数的な数値の増減を示すのに対して、内因性の化合物は、普段は恒常的な値を示し、変動幅が小さく、元の値に対して数割しか変化しないものも多くある。これら内因性の化合物に対しては、先に示した判断基準は必ずしも妥当なものではないため、分析対象物質とその分析結果の利用目的に応じて個々に判断基準を設定する必要がある。また、バリデーション項目についても分析を行う目的や開発段階に応じて、適宜削除または追加をする必要がある。生体試料の定量法を構築する前には「なぜその物質を測るのか」「予測される変動幅はどの程度か」「結果を評価するために必要な精度はどの程度か」などの背景情報を収集し、目的に相応した適切な分析法を構築する必要がある。過剰な精度を持つ分析法の構築は、不必要な検討時間の増加につながる。また緩すぎる判断基準を設定すると、試験結果を正しく評価することが出来なくなる危険性がある。

医薬品開発の現場では近年、分析法を構築しバリデートする際には「fit for purpose」や「context of use」というフレーズとともにその判断基準やバリデーション項目を設定することが求められている。分析者は分析法の知識だけでなく、分析の目的及び背景を理解して適切な分析法を構築するためにより幅広い知識が求められている。

なお、主に生体試料中のタンパク質など高分子定量に

表1 ガイドラインにあるバリデーションの項目

項目	説明
選択性	試料中の他の成分の存在下で、分析対象物質及び内標準物質を区別して検出することができる能力のこと
定量下限	試料中において分析対象物質を信頼できる真度及び精度で定量することができる最も低い濃度
検量線	分析対象物質の理論値とレスポンスの関係をグラフに示したもの
真度及び精度	真度：分析対象物質の定量値と理論値との一致の程度のこと 精度：それぞれの繰り返し分析によって得られる定量値のばらつきの程度のこと
マトリックス効果	分析対象物質のレスポンスが試料中のマトリックス由来成分によって影響を受けること
キャリアオーバー	分析機器に残留した分析対象物質が定量値に影響を与えること
希釈の妥当性	希釈が分析対象物質の定量値に影響を与えないこと
安定性	試料を採取してから分析するまでの各過程が分析対象物質の濃度に影響を及ぼさないこと

用いられる手法としてリガンド結合法 (ligand-binding assay, LBA) があるが、クロマトグラフィー法とは別に LBA 法に対するバリデーションのガイドライン⁹⁾も作成されており合わせて参照することをお勧めする。

7 最後 に

生体試料分析に関わる技術や分析法は分析対象物質ごと、マトリックスごとに幅広く、それらが掛け合わされることで選択肢が膨大となる。文献や web の検索だけでは最適な分析法や前処理法の情報が得られず、多くの場合において検討が必要なる。経験上、個人の知識や経験による部分がまだまだ大きい分野だと感じている。前処理に使用するデバイスメーカーのホームページなどを参考にすることで、具体的な手順や試薬、その使用量の情報を得られることが多い。

LC 法を用いた分析については日本分析化学会が編集している「液クロ 虎の巻シリーズ」, 「LC/MS, LC/MS/MS シリーズ」, 「コツ・How to シリーズ」は基礎から応用までを含めて、生体試料分析の分野においても非常に参考になるため、これから分析を始められる方にはぜひお勧めしたい。

文 献

- 1) 環境省：“動物の愛護及び管理に関する法律”，〈https://www.env.go.jp/nature/dobutsu/aigo/1_law/index.html〉, (accessed 2023. 2. 9).
- 2) 環境省：“実験動物の飼養及び保管並びに苦痛の軽減に関

する基準”，〈https://www.env.go.jp/nature/dobutsu/aigo/2_data/nt_h180428_88.html〉, (accessed 2023. 2. 9).

- 3) 厚生労働省：“厚生労働省の所管する実施機関における動物実験等の実施に関する基本指針”，〈<https://www.mhlw.go.jp/stf/seisakunitsuite/bunya/hokabunya/kenkyujigyou/i-kenkyu/index.html>〉, (accessed 2023. 2. 9).
- 4) 日本学術会議：“動物実験の適正な実施に向けたガイドラインについて”，〈<https://www.scj.go.jp/ja/info/kohyo/2006.html>〉, (accessed 2023. 2. 9).
- 5) AAALAC International：〈<https://www.aaalac.org/>〉, (accessed 2023.1.28).
- 6) 厚生労働省：“医薬品の臨床試験の実施の基準に関する省令”，〈<https://www.pmda.go.jp/int-activities/int-harmony/ich/0076.html>〉, (accessed 2023. 2. 9).
- 7) 国立感染症研究所：感染性物質の輸送規則に関するガイダンス 2013-2014 (日本語版).
- 8) 厚生労働省：薬食審査発 0711 第 1 号，“医薬品開発における生体試料中薬物濃度分析法のバリデーショに関するガイドライン”。
- 9) 厚生労働省：薬食審査発 0401 第 1 号，“医薬品開発における生体試料中薬物濃度分析法 (リガンド結合法) のバリデーショに関するガイドライン”。



水落 正慶 (Masayoshi Mizuochi)

シミックファーマサイエンス株式会社
(〒677-0032 兵庫県西脇市中畑町 17-18). 富山大学大学院理工学研究科修士課程修了。修士 (工学)。LC/MS 分析士三段。《現在の研究テーマ》核酸やペプチド、低分子の LC-MS による生体試料中濃度測定法開発。《趣味》美術館・博物館めぐり、お菓子作り。

E-mail: masayoshi-m.cs@cmicgroup.com

『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、『ぶんせき』再録集 vol. 1 が出版されました。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。

下記 10 章からなり、それぞれ 12 から 14 の話題が集められています。

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

本書はアマゾンオンデマンド出版サービスを利用して出版した書籍ですので、書店には並びません。アマゾンサイトからのネット注文のみとなりますので、ご注意ください。詳しくは「ぶんせき」誌ホームページをご確認ください。

地球化学への応用

ミニファイルではマイクロ・ナノの分析化学が取り上げられており、多くの分野で分析化学が重要な役割を演じていることが再認識できる。今月のミニファイルではナノ粒子の元素・同位体分析を取り上げる。ナノ粒子分析技術が、宇宙・地球化学分野でも大きく注目されていることを紹介したい。

宇宙・地球化学分野では、46億年前の太陽系や地球の誕生と進化、生命の起源などを研究している。「夢のある研究」とお感じになる方も多いと思う。しかしこの夢のある研究においても、新規分析手法の開発と実用化は、新知見の獲得には不可欠である。筆者らの研究グループも世界の強豪を相手に新規分析手法の開発に注力している。

私達が目指しているのは、隕石に含まれているナノ粒子の化学組成・同位体組成分析である。隕石は今から46億年前につくられた太陽系で最も古い岩石である。隕石中にはmmから5nm以下サイズの様々なサイズの微粒子が含まれており、そのほとんどは太陽系内で形成されたものである。しかしごく少数ではあるが(100万個に1個程度)、太陽系が形成される以前につくられた粒子(太陽系ができる前ということでプレソーラー粒子とよばれる)が存在する¹⁾。この粒子の形成過程や起源を調べることで、太陽系の原料物質がどのようなものだったのか、銀河の化学組成はどのように変化してきたのか、さらには元素がどのように合成されてきたのかなど、これまで得られなかった新しい情報を引き出すことができる。ここでナノ粒子の個別化学分析が重要となる。

ナノ粒子の分析には、透過型電子顕微鏡(TEM)や動的光散乱(DLS)、さらにその応用といえるナノ粒子トラッキング法(NTA)などが用いられている²⁾。しかしこれらの分析法ではナノ粒子の個別の元素組成・同位体組成情報を引き出すことはできない。さらにプレソーラー粒子の研究では、その存在頻度が低いため、多数の粒子を高速で処理し、膨大なデータからごく少数の粒子情報をマイニングする必要がある。この目的で筆者らの研究グループでは、ICP質量分析計(ICP-MS)を用いたナノ粒子の高速・個別分析に取り組んでいる³⁾⁴⁾。

ICP-MSは様々な微量元素の濃度、同位体組成分析に広く活用されている⁵⁾。イオン源であるICPは大気圧で動作するため、様々な試料導入法が適用できる。ナノ粒子分析に際しては、溶液試料(溶媒にナノ粒子を分散させた試料)に対しては液体噴霧導入(Solution Nebuliza-

tion)法⁶⁾⁷⁾が、また固体試料に対してはレーザーアブレーション(LA)法⁸⁾が用いられている。

イオン源であるICPは、励起温度と運動温度がともに高いため、1 μ m程度までの固体粒子であれば、構成元素を完全に気化・イオン化できる。これは、ICP-MSで得られる元素信号とナノ粒子の直径に比例関係があることから確認できる^{9)~11)}。

ナノ粒子の個別分析を行うには、ナノ粒子を1個ずつICPに導入する必要がある。溶液試料中のナノ粒子個数濃度を10⁵~10⁶個/mL程度に調整すると、ICPには毎秒数100個程度が導入される。ナノ粒子1個がICP-MSに導入されると、持続時間0.2~0.5ms程度の過渡的な信号として観測される。ナノ粒子の個数濃度が高くなると、複数のナノ粒子の信号が重なり合い、ひとつの粒子として観測される可能性がある。信号の持続時間が0.5ms程度と仮定した場合、1秒間に100個の粒子を導入すると複数の粒子信号が重なる確率は2~5%程度となる¹²⁾。筆者らの研究では、粒子の個別元素分析が必要であるため、分析に際しては粒子個数濃度を10⁴個/mL以下に抑えるとともに、独自の処理ソフト¹³⁾を用いて、ナノ粒子由来の全ての信号に対して重なるの有無を確認して

個別のナノ粒子から得られる信号は持続時間が1ms以下の過渡的信号である。ICP-MSに広く用いられている四重極型質量分析計(QMS)では、観測対象イオンの切り替え(通過させるイオンの質量の切り替え)に1ms以上の間隔を設ける必要がある。この時間を設けることでQMSが安定し、目的の質量をもつイオンが通過できる。したがって複数の元素・同位体を観測する場合、QMSでは元素信号が1msよりも長い時間にわたって継続する必要がある。換言すればナノ粒子から得られる過渡的信号では、複数の元素を観測することは困難である(過渡的信号を引き延ばすことで複数の元素・同位体信号を測定することも可能であるが、この場合、信号の重なるの影響を受けやすくなるためナノ粒子の個数濃度を下げる必要があり、分析処理能力が著しく低下する)。

こうした問題から、筆者らの研究グループでは、多重検出器磁場型ICP-MS(MC-ICP-MS)を用いてナノ粒子の個別同位体組成分析を行ってきた¹⁴⁾¹⁵⁾。MC-ICP-MSでは観測するイオン信号を同時に検出できるため、過渡的信号からでも高い同位体分析精度が得られる。その一方で質量分散(一度に観測できる質量範囲)は20%程度に限られており(例えば m/z 100~120Daの範囲、あるいは200~240Daの範囲)、軽元素から重元素ま

での広い元素を同時に分析することはできない。

そこで重要となるのが飛行時間型質量分析計 (TOF-MS) である。最近の TOF-MS は、質量分離の際に分解能低下の原因となるマトリックスイオン (Ar^+ や O^+ , Ar_2^+ , 試料の主要構成元素のイオン等) を効果的に除去する技術 (例えば、コリジョンセルを用いたエネルギー弁別法やノッチフィルター等) が向上してきた。さらに ICP で生成されたイオンを TOF 内に導入する効率も大幅に改善されてる。TOF 内にイオンを引き込む回数は、毎秒 3 万回以上にまで高速化しており (1 秒間に 3 万枚以上の質量スペクトルが取得できる)、イオンの取りこぼし (TOF に引き込めないイオン) はほとんどなくなっている。

ICP で生成されたイオンを毎秒 3 万回で TOF-MS 内に抽出した場合、0.03 ms ごとに質量スペクトルが取得できることになる。この時間間隔は、ナノ粒子から得られる信号の持続時間 (0.2~0.5 ms) よりも十分に短いため、ナノ粒子の過渡信号からも多元素同時分析が可能である。

一方で ICP-TOF-MS では、短時間に膨大な数のスペクトルを取得するため、処理すべき情報量も多くなる。ICP-TOF-MS の実践的使用には、膨大な情報から、必要な元素情報を的確に引き出し、さらに可視化する新しいソフトウェアの開発が重要となる。筆者らの研究グループでは、ICP-TOF-MS を用いたナノ粒子分析を目的としたソフトウェア (NP Shooter)¹⁶⁾ を開発した (無料で公開している)。ICP-TOF-MS と NP Shooter の組み合わせにより、岩石や隕石中のナノ粒子の高速個別分析が可能となった。

まだ試験的実験ではあるが、隕石からナノ粒子を回収し、粒子個別の元素分析を開始している。未分化な隕石 (変成、熔融等の影響を受けていない隕石) の多くには、 μm 以下の微粒子からなる「マトリックス (matrix)」が存在する。プレッシャー粒子の大部分は、このマトリックス中に存在する。この微粒子をレーザーを用いて掘削・回収し、ICP-TOF-MS を用いて、粒子個別の元素組成を分析した¹⁷⁾。得られた結果を Si-Al-(Fe+Mg) を頂点とする三角ダイアグラムに示す (図 1: ○印が粒子 1 個のデータを表す)。この結果、マトリックスがスピ

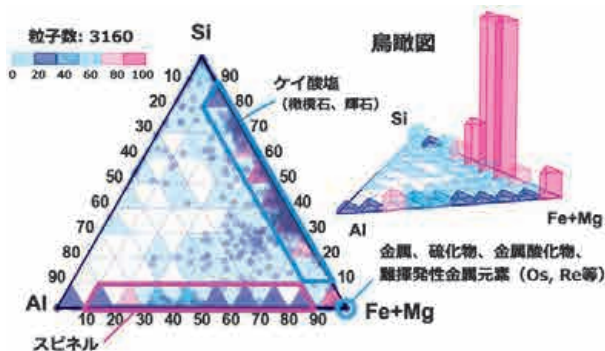


図 1 隕石に含まれるナノ粒子の個別元素分析の例

ネルや橄欖石、輝石、金属粒子などから構成されていることが明らかとなった。マトリックスの存在は 50 年以上前から知られていたが、粒子ごとの鉱物解析は初めてである。さらに、オスミウムやレニウム、白金等の難揮発性金属元素 (Os, Re, Ir, W, Re, Ta 等) から構成される多様な金属質ナノ粒子 (図 1 では右下にプロットされている) の存在も確認できた。これらの微粒子の中には、太陽系と同位体組成が大きく異なるプレッシャー粒子が隠れているはずである。この粒子の分析から、隕石が記憶する銀河内での物質進化や、私達の太陽系の普遍性 (あるいは特異性) に関する全く新しい知見が引き出せる。

ここで開発したナノ粒子分析技術は、宇宙・地球化学分野に限らず、生体内でのナノ粒子の動態解析や毒性評価、環境中での PM0.1 の起源同定、さらには電子材料の品質評価 (規格外粒子の存在確率評価) などに応用できる。銀河の化学進化を探るナノ粒子解析技術は、将来的には生命化学研究や最先端材料開発を支える基盤分析技術となる。

文 献

- 1) S. Amari, X. Gao, L. R. Nittler, E. Zinner, J. Jose, M. Hernandez, R. S. Lewis : *Astrophys. J.*, **551**, 1065 (2001).
- 2) 一村信吾, 飯島善時, 山口哲司, 叶井正樹, 白川部喜春, 伊藤和輝, 藤本俊幸: “ナノ粒子計測 (分析化学実技シリーズ—応用分析編)”, 日本分析化学会 (編集), (共立出版) (2018).
- 3) 小林恭子: ぶんせき (*Bunseki*), **2016**, 414.
- 4) 稲垣和三, 宮下振一, 藤井紳一郎, 藤本俊幸: ぶんせき (*Bunseki*), **2017**, 105.
- 5) 田尾博明, 飯田豊, 稲垣和三, 高橋純一, 中里哲也: “誘導結合プラズマ質量分析 (分析化学実技シリーズ—機器分析編)”, 日本分析化学会 (編集), (共立出版), (2015).
- 6) S. Miyashita, H. Mitsuhashi, S. Fujii, A. Takatsu, K. Inagaki, T. Fujimoto : *Anal. Bioanal. Chem.*, **409**, 1531 (2017).
- 7) 宮下振一, 藤井紳一郎, 稲垣和三: 分析化学 (*Bunseki Kagaku*), **66**, 663 (2017).
- 8) S. Yamashita, Y. Yoshikuni, H. Obayashi, T. Suzuki, D. Green, T. Hirata : *Anal. Chem.*, **91**, 4544 (2019).
- 9) S. Yamashita, M. Nakazato, T. Hirata : *Anal. Sci.*, **37**, 1637–1640 (2021).
- 10) S. Yamashita, K. Yamamoto, H. Takahashi, T. Hirata : *J. Anal. Atom. Spectrom.*, **37**, 178 (2022).
- 11) S. Yamashita, A. Miyake, T. Hirata : *J. Anal. Atom. Spectrom.*, **35**, 2834 (2020).
- 12) P. Shaw, A. Donard : *J. Anal. At. Spectrom.*, **31**, 1234 (2016).
- 13) 鈴木敏弘, 山下修司, 吉國由希久, 平田岳史: 質量分析, **67**, 147 (2019).
- 14) S. Yamashita, M. Ishida, T. Suzuki, M. Nakazato, T. Hirata : *Spectrochim. Acta Part B*, **169**, 105881 (2020).
- 15) T. Hirata, S. Yamashita, M. Ishida, T. Suzuki : *Mass Spectrometry*, **9**, 1 (2021).
- 16) 栗原かのこ, 堀越 洗, 中里雅樹, 高橋宏明, 平田岳史: 分析化学 (*Bunseki Kagaku*), **71**, 277 (2022).
- 17) 栗原かのこ, 中里雅樹, 赤宗 舞, 平田岳史: 日本地球化学会第 69 回年会 (高知大学) PR0056 (2022).

[東京大学 平田 岳史]

細胞分析の国際動向



藤井 紳一郎

1 はじめに

これまで主に学術研究領域において細胞を対象とした分析は行われてきた。しかし近年、再生医療やバイオ医薬品開発、あるいはがんをはじめとした遺伝子関連検査などにおいて、製品そのものであったり検査試料として細胞の質や量を評価する機会が増加している。細胞と言っても、ヒト由来、ヒト以外の動物、植物、微生物など多岐にわたることは承知しているが、本稿では、主にヒト由来細胞（一部微生物を含む）を対象とした分析について、計量的な観点から測定値の信頼性確保や比較同等性確保を目指した活動の国際動向について紹介する。

2 国際度量衡委員会における活動

2.1 国際度量衡委員会

計量に関する単位や測定結果の国際的な整合性を議論する場として、メートル条約の下で国際度量衡委員会 (CIPM) が 1875 年に設置され、国際度量衡総会 (CGPM) における決定事項の代執行機関として活動を行っている¹⁾。2022 年に数の桁を表す SI (国際単位系) 接頭語に「クエタ (Q)」(10 の 30 乗) をはじめ、四つが新たに加えられた決議も CGPM で行われた。CIPM では単位の表記に関してだけでなく、測定値の質を担保するために重要な計量トレーサビリティの要ともいえる国際単位系 (SI) の普及と改良および測定結果の国際的な整合性を確保することを大きな使命として活動が行われている。

2.2 物質諮問委員会とワーキンググループ

CIPM には単位ごとの諮問委員会 (CC) が設置されており、化学計量における測定結果の正しさや各国計量標準機関 (NMI) の測定能力を示す比較測定および SI トレーサビリティに関する課題に関して、物質諮問委員会 (CCQM) で議論されている²⁾。CCQM の下には、技術的な詳細を検討する場として主に測定対象ごとに分けられた無機分析、有機分析、表面分析など 10 のワーキンググループ (WG) が置かれている。以前はバイオ計測関連の WG として、バイオアナリシス (BA) WG が置かれていたが、2015 年から核酸分析 (NA) WG、タンパク質分析 (PA) WG、細胞分析 (CA) WG の三

つに分割された。会議には、主に NMI メンバーが各国代表の計量専門家として参加しており、日本からは国立研究開発法人産業技術総合研究所計量標準総合センター (NMIJ) を中心としたメンバーが参加している。必要に応じてステークホルダーから意見を聞くなどして、測定結果の質や比較同等性を確保するための議論を進めている。また、他国における国家計量標準の校正データを自国に受け入れるための計量標準の国際相互承認協定 (CIPM MRA) の締結によって、各国の計量標準の同等性を確認するための基幹比較 (KC) の実施が必要となり、各 WG で行われている。KC を実施する前に、測定試料や測定方法に関する課題を検証するためのパイロットスタディが行われる。まず、幹事機関から提供される試料を各国の NMI が測定を行い、不確かさと共に測定結果を幹事機関に回答する。幹事機関は結果をとりまとめて WG と共有し、参照値算出、試料状態、測定方法、不確かさ計算などにおける課題を抽出し、KC の実施へと検討を進める。

2.3 細胞分析ワーキンググループ (CAWG)

CCQM CAWG では、対象とする細胞について原核生物と真核生物の二つのドメインに分けて検討している。各ドメインにおける特定の測定ニーズと課題を WG 内で共有して、比較試験などを実施している。また、生物試料でない高分子材料を対象とした校正用粒子評価などは、共通基盤領域として、無機分析 (IA) WG や表面分析 (SA) WG など他の WG とも協同して検討を行っている。CAWG では今のところ KC は実施されていないが、将来的に KC を行うための事前比較試験として幾つかのパイロットスタディを実施している。具体的には、先の共通基盤領域でも挙げたポリスチレンラテックス粒子の個数濃度評価 (パイロットスタディ番号: CCQM-P222)、上水中大腸菌の計数 (CCQM-P205)、二次元支持体上の接着細胞計数 (CCQM-P197) が計画されており、末梢血単核細胞懸濁液の計数 (CCQM-P217) については、各国での測定が完了し、結果の取り纏めが進められている。パイロットスタディでは、測定対象や項目を決め、定量評価可能な測定技術を用いて各機関が測定できるようにプロトコルを整備したうえで比較試験を実施する。CAWG では、細胞の計数を主な目的としているため、顕微鏡やフローサイトメーター (FCM) を用いた計数、光学的粒子計測法やインピーダンス法などを用いた粒子計測技術などが用いられている。一般的な細胞分析技術として用いられている PCR 法や次世代型シーケンサー (NGS) 法などの細胞の遺伝子情報を基にした分析技術については、測定対象が核酸分子であることから、NAWG で議論されている。また細胞に内在する、あるいは構成するタンパク質についても、PAWG で議論が進められている。各 WG は必要に応じて共同 WG 会議を開催したり、Workshop 形式で他の WG や CC メンバーも含めて細胞資材やウイルス培養にかかわる宿主細胞としての品質評価に関して適用可能な測定技術や評価方法について議論を行っている。

3 国際標準化機構における活動

3.1 国際標準化機構

国際標準化機構 (ISO) は電気・通信および電子技術

分野を除く全産業分野における製品の品質や性能、試験方法などに関する国際的な取極めである国際規格を作成する国際標準化機関である。各国の代表的な標準化機関から構成されており、ある特定のテーマごとに専門委員会（TC）が設置されている。各TC会議には1国1機関が参加し、我が国からは日本産業標準調査会（JISC）が参加する。多くのTCが存在するが、生体試料の分析に関する専門委員会としては、ISO/TC 276（バイオテクノロジー）、ISO/TC 212（臨床検査）、ISO/TC 34/SC16（分子生物指標の分析に係る横断的手法分科委員会）などが挙げられる。また、TCごとに国内での審議を行う審議委員会（Mirror committee）が設置されている。

3.2 ISO TC/276（バイオテクノロジー）

ISO TC/276（バイオテクノロジー）は、次の五つのWG（WG1：Terminology, WG2：Biobanks and biore-sources, WG3：Analytical methods, WG4：Bioprocessing, WG5：Data processing and integration）から構成されている。この中で、WG3において細胞分析法あるいは細胞製造関連補助材料に関する国際規格の開発を行っている。TC/276の国内審議委員会は再生医療イノベーションフォーラム（FIRM）が国内審議団体として運営している。FIRMは再生医療の社会実装を支援すべく、特に細胞分析法に関しては米国との共同プロジェクトリーダーとしてISO 23033:2021「一分析法一細胞治療製品の試験及び特性評価に関する一般要求事項及び考慮事項」の制定に携わっている。加えて、ISO 20399:2022「細胞治療製品の製造時に使用する補助材料」を構成する技術仕様書「一細胞治療製品の製造時に使用する補助材料―第1部：一般要求事項」開発のプロジェクトリーダーでもある。またWG2においては、バイオバンクの施設認定にかかわる要求事項をまとめたISO 20387:2018「バイオバンキングの一般要件」が制定され、バイオリポジトリの品質評価に関して、測定方法の妥当性確認を求める項目も含まれている。今後、細胞標準物質などが開発されると、測定方法の妥当性確認に適用できると考える。

4 その他の活動

4.1 医薬品規制調和国際会議（ICH）

医薬品規制調和国際会議（ICH）は、1990年の設立当初は日米欧三極の規制当局と業界団体とで組織されていたが、2016年1月にICH協会が稼働し始め、参加メンバーは全世界的に拡大して医薬品規制に関するガイドラインの策定などを行っている。医薬品モダリティが低分子化合物から抗体医薬品を中心としたバイオ医薬品へと拡がり、それらは製造工程において宿主細胞を用いることから、使用する細胞基材の特性評価についてのガイダンス文書（Q5D）なども出版されている。生物薬品の規格及び試験方法の設定について示したQ6Bにおいて細胞は対象範囲から外れているため、現時点では細胞分析に関してはQ5Dを参照することとなる。Q5Dでは細胞の種類を規定するためのアイソザイム解析や、遺伝型または表現型といった定性的な評価が中心となっている。

4.2 iPS細胞の品質評価の国際標準化活動

多能性幹細胞（iPS細胞）に限定してみると、再生医

療を主な目的として、特に米国のFDAを中心とした医療、薬事規制当局と国際的な保健医療政策を決定するWHO、そして産業界の国際規格となるISOと関連学協会とが標準化支援団体のコーディネートの下で細胞加工製品の試験法に関する国際整合化を議論している。この動きに、国内からは厚生労働省、医薬品医療機器総合機構、国立医薬品食品衛生研究所などが参加している。また、学協会の動きとしてはiPS細胞の臨床応用の国際的なイニシアチブを目指すGlobal Alliance for iPSC Therapies（GAI-T）が、英国国立生物学標準管理研究所（NIBSC）および京都大学iPS細胞研究所（CiRA）と共に“品質評価ラウンド”と呼ばれる国際比較試験を実施し、顕微鏡観察やFCMを用いた品質評価試験が行われた³⁾。NGSなど新たな細胞評価技術が上市されるなかで、遺伝的安定性など、次世代の細胞品質評価項目も検討され、今後も国際比較を通じた妥当性確認、比較同等性の確保のために議論が続けられる。

4.3 バイオバンクに関する国際標準化活動

またISOとは異なるが、バイオバンクに関する学会組織であるISBERが国際標準化活動を行っており、バイオバンクの運営にかかわるベストプラクティスが出版されているが、こちらには分析に関する項目がほとんど掲載されていない。しかしバイオバンクの品質管理の観点から、分析は重要な項目であるため、今後の改訂では分析などの項目が含まれる可能性がある。

5 おわりに

細胞分析は本稿で取り挙げた医療、創薬や臨床検査といった領域以外でも、食品や環境分析などの分野で広く行われるようになってきた。コロナ禍以降、抗ウイルス検査も認定試験所で行われるようになり、宿主細胞の品質評価も必要になるものと考えられる。細胞分析に関係する団体はその他多く存在するが、本稿がそれらの動向を捉えるための一助になれば幸いである。

文 献

- 1) 国立研究開発法人産業技術総合研究所：国際単位系（SI）第9版（2019）、日本語版（2020）。
- 2) 藤本俊幸：ぶんせき（*Bunseki*），2014，459。
- 3) 望月綾子：生物工学，100，666（2022）。



藤井 紳一郎（Shin-ichiro Fumi）

国立研究開発法人産業技術総合研究所計量標準総合センター物質計測標準研究部門（〒305-8563 茨城県つくば市梅園1-1-1）。東京大学大学院農学生命科学研究科博士後期課程修了。博士（農学）。《現在の研究テーマ》細胞、ウイルス、核酸分子を対象とした計測技術と標準物質の開発。《主な著書》“実験医学別冊「ヒト生体試料・データ取扱い実践ハンドブック」”，分担執筆，（羊土社），（2023）。《趣味》献血。

メタルフリーカラムの特徴とそのアプリケーション

坂 牧 寛

1 はじめに

液体クロマトグラフィータンデム質量分析計 (LC-MS/MS) を使用した微量分析は広く普及している。特に、分子内にリン酸基があるリン酸化ペプチドや低分子のリン酸化化合物の分析では、試料と接液するカラム、配管、バルブなどの金属材料と相互作用し、それらのピークが大きくテーリングする問題がある。この問題を解決するため、メタルフリーカラムが注目されている。リン酸化化合物以外でも、分子内にカルボキシル基が複数存在する化合物でも同様の問題が発生しており、分析化学者を悩ませている。

一般的な HPLC カラムは、C18 などの充填剤が高圧充填されているステンレス製のクロマトグラフィー管とその両端にステンレス製の焼結フリットによって構成されている。一方、メタルフリーカラムは、接液部であるクロマトグラフィー管及びフリットに金属を使用していないカラムである。その接液部の材質は、熔融シリカ、ガラス、ポリエーテルエーテルケトン (PEEK)、コーティングなどがあり、各社から販売されている¹⁾²⁾。本機構では、ガラスライニング管とポリマー系フリットからなる *L-column2* メタルフリーカラムと PEEK ライニングステンレス管と PEEK フリットからなる *L-column3* メタルフリーカラムを販売している。メタルフリーカラムの構造を図 1 に示した。

メタルフリーカラムの主な特徴は *S/N* の向上、ピーク形状の改善、キャリアオーバーの低減等が挙げられる。しかし、カラムをメタルフリーカラムに変更するだけでは、改善されない場合がある。そこで、本稿では、メタ

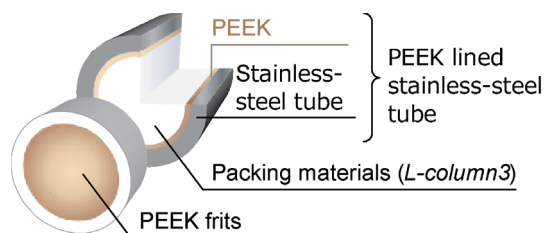


図 1 メタルフリーカラム

ルフリーカラムの性能を最大限引き出すためにシステムの最適化について紹介する。さらに、一般的なステンレスカラムとメタルフリーカラムを比較し、最後にアプリケーション例を示す。動画によりこれらを紹介する。

https://www.cerij.or.jp/ceri_channel/channel_detail_05.html



2 システムの最適化

2-1 流 路

メタルフリーカラムの性能を引き出すためには、LC-MS/MS の流路の最適化が重要である。特に、試料と金属の接触を避けるためには、試料が導入されるオートサンプラーからカラム、カラムから ESI のエレクトロードの流路をメタルフリー化することが有効である。ここでは、カラムを使用しないで HPLC の配管と MS のエレクトロードを比較した。使用した試料は分子内にリン酸基があるフラビンアデニンジヌクレオチド (FAD) である。図 2 に示すように標準的な流路の LC-MS/MS では、FAD のピークが大きくテーリングしている。さらに、エレクトロードをステンレス製から PEEKsil[®] チューブとステンレスで構成されるハイブリッドエレク

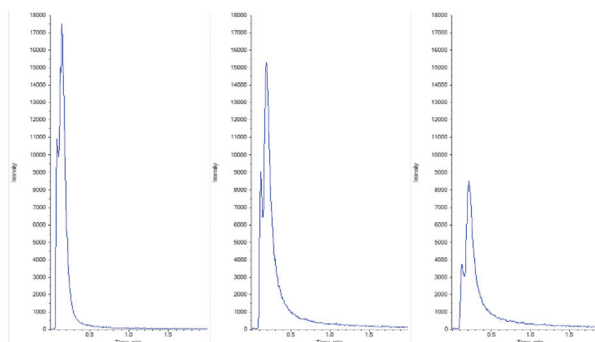


図 2 流路の比較

左) ハイブリッドエレクトロードと PEEKsil[®] チューブ、
中) ステンレスエレクトロードと PEEKsil[®] チューブ、
右) ステンレスエレクトロードと MP35N[®] チューブ。

トロードに変更すると、テーリングが大幅に改善された。PEEKsil[®] チューブは、熔融シリカをPEEKでコーティングしたチューブであり、高い耐圧性を持つため、高圧下でも使用することができる。また、PEEKチューブでも同様の効果が得られる。流路内の金属部分を減らすことは、メタルフリーカラムの効果を最大限に活かすための第一歩と言える。さらに、熔融シリカやNanoViper[®] (内部は熔融シリカ)、MarvalXACT PLS[®] (内部はPEEK) など、金属を使用していない配管も代替として利用できる。

2.2 ニードル洗浄液

ニードル洗浄液は、オートサンプラーにおける試料吸引用のニードルを洗浄するための洗浄液である。洗浄が不十分だとキャリーオーバーが発生する。キャリーオーバーとは、前回の試料注入時の化合物が次の分析時に検出される現象であり、定量性に影響を及ぼすため、できる限り低減させることが望ましい。その原因はカラムや流路での試料の吸着やオートサンプラーでの洗浄不足などが挙げられる。ここでは、分子内にリン酸基を含むリン脂質のキャリーオーバーを低減するために、オートサンプラーのニードル洗浄液を検討した。使用したニードル洗浄液は、2-プロパノール (IPA) を使用して極性やpHの違いにより6種類を選定した。試料としては、リン脂質であるホスファチジルエタノールアミン (PE)、ホスファチジルセリン (PS)、ホスファチジン酸 (PA) をメタノールで5 mmol/Lに調製した標準溶液を使用した。この標準溶液を注入した後に、ブランクとしてメタノールを注入した際のピーク面積からキャリーオーバー

表1 ニードル洗浄液の違いによるリン脂質のキャリーオーバー (n6)

ニードル洗浄液	PA (%)	PE (%)	PS (%)
IPA/水 (1/1)	1.03	0.34	0.49
IPA	1.13	0.35	0.41
0.1 % ギ酸 in IPA/水 (97/3)	0.84	0.10	0.16
5 mmol/L ギ酸アンモニウム in IPA/水 (97/3)	0.81	0.09	0.19
5 mmol/L 重炭酸アンモニウム in IPA/水 (97/3)	0.83	0.08	0.18
0.1 % リン酸 in IPA/水 (97/3)	0.66	0.09	0.13

分析条件は図3と同様

を算出し、比較した。その結果、洗浄液に酸や塩基を添加することでキャリーオーバーが改善された。さらに、金属とのキレート作用のあるリン酸を添加することで、PAのキャリーオーバーが改善された (表1)。ただし、実際の分析には影響がないと考えられるが、長期的な使用によりニードルポート周辺にリン酸が析出する可能性があるため、リン酸をニードル洗浄液に使用する際には注意が必要である。また、使用するオートサンプラーによって洗浄方法や洗浄液の数が異なるため、それぞれの特有の最適化が必要である。ただし、リン酸洗浄液がカラムに注入されないようにすることは重要である。

3 ステンレスカラムとメタルフリーカラムの比較

3.1 リン脂質によるピーク形状の改善

一般的に使用されるステンレスカラムと、メタルフリーカラムを比較した。使用した試料はリン脂質で、注

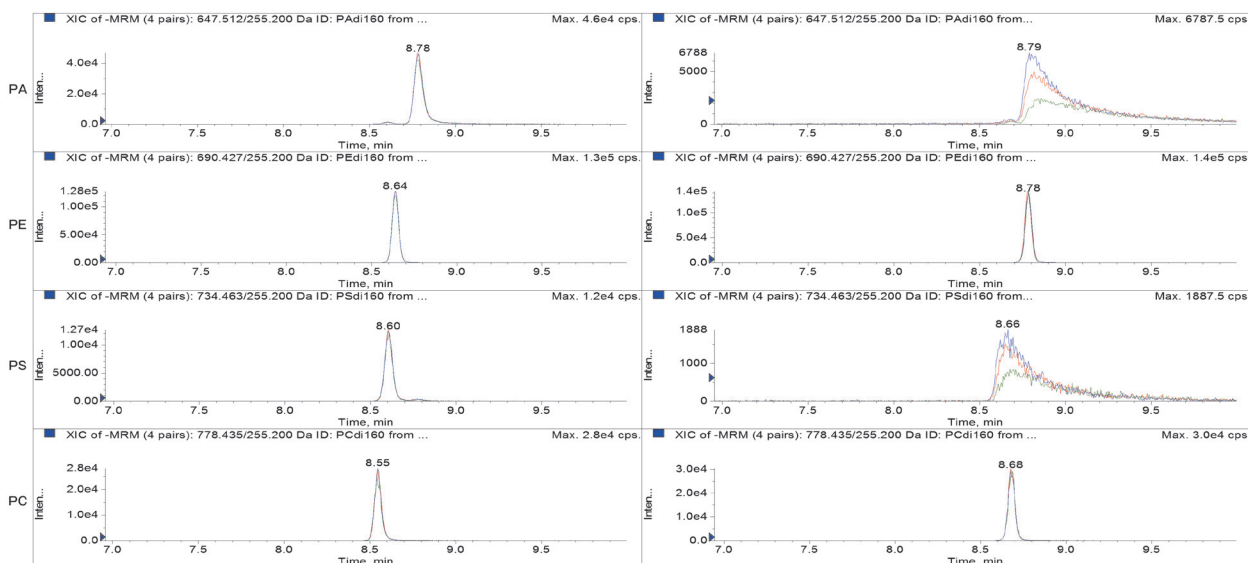


図3 リン脂質によるメタルフリーカラムとステンレスカラムの比較

【分析条件】メタルフリーカラム (左): *L-column2 ODS* メタルフリー (2×50 mm, 3 μm), ステンレスカラム (右): *L-column2 ODS* (2.1×50 mm, 3 μm), 移動相: A: 5 mmol/L ギ酸アンモニウム/アセトニトリル/(50/50, v/v), B: IPA/アセトニトリル (90/10, v/v), A/B=100/0 ~ 2/98 (0 ~ 10 min), カラム温度: 40 °C, 流速: 0.3 mL/min, 注入量: 5 μL, サンプル: 200 ng/mL PA di16: 0, PE di16: 0, PS di16: 0 及び PC di16: 0.

入1回目から3回目のマスクロマトグラムを図3に示した(1回目の注入:緑, 2回目の注入:赤, 3回目の注入:青)。

ステンレスカラムでは, ホスファチジルコリン(PC)とPEのピーク高さには注入回数による差はみられないが, PAとPSのピーク高さは注入回数が増えるに従って増加した。これは, 試料の反復注入によりカラム内の活性点に試料が吸着し, 活性点の数が減少したことによるものと考えられる。その結果, ピーク高さが増加したと考えられる。また, これらのピークは大きくテーリングしており, 試料注入を繰り返しても改善されない。

一方, メタルフリーカラムでは注入回数によるピーク高さの変化は見られない。メタルフリーカラムの3回目の注入におけるPAとPSのS/Nはそれぞれ2600及び780であり, ステンレスカラムと比較してそれぞれ7倍及び8倍に改善された。このように, メタルフリーカラムの使用によりS/Nが改善されることから, 従来では検出されなかった化合物が検出される可能性も考えられる。

3.2 フモニシンのキャリアオーバーの低減

フモニシンはフザリウム属菌から産生されるカビ毒であり, 分子内に四つのカルボキシ基が存在する。これらのカルボキシ基が金属と強力なキレート作用を引き起こす³⁾。3種のフモニシン(フモニシンB₁:FB₁, フモニシンB₂:FB₂, フモニシンB₃:FB₃)により, キャリーオーバーを評価した(図4)。

ステンレスカラムのFB₁のキャリアオーバーは, 1.90%で, キャリーオーバーによる生じるリーディングピークが検出される。この原因はカラム内での試料の

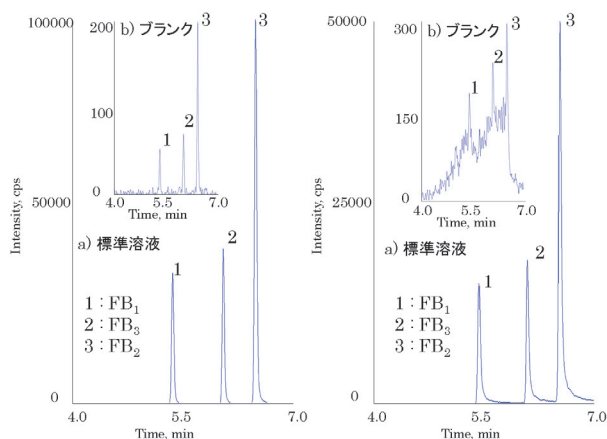


図4 フモニシンによるメタルフリーカラムとステンレスカラムの比較

【分析条件】メタルフリーカラム(左): *L-column2* ODS メタルフリー (2×150 mm, 3 μm), ステンレスカラム(右): *L-column2* ODS (2.1×150 mm, 3 μm), 移動相: A: 0.1% ギ酸, B: アセトニトリル, A/B=80/20 ~ 30/70 (0 ~ 10 min), カラム温度: 40 °C, 流速: 0.2 mL/min, 注入量: 3 μL。

吸着によるもので, 前回の分析の試料がステンレスカラムの内面に吸着され, 次のブランク注入のグラジエント溶離により, 徐々に溶出されたと考えられる。FB₃とFB₂のキャリアオーバーピークは, 分離できなかったため, キャリーオーバーが算出されない。一方, メタルフリーカラムのFB₁のキャリアオーバーは0.20%であり, 対称性の良いピーク形状をしていた。これは, オートサンプラーのニードルからカラムの入口までの流路のキャリアオーバーであると考えられる。FB₂及びFB₃も同様の結果が得られている。つまり, フモニシンのキャリアオーバーは, オートサンプラーとステンレスカラムで発生し, メタルフリーカラム内では発生しない。

4 メタルフリーカラムを使用したアプリケーション

4.1 リン脂質

リン脂質は, 生物の細胞膜や細胞内膜の主要な構成要素で, グリセロールにリン酸基と脂肪酸が結合した構造を持っており, 両親媒性分子である。細胞膜の主要な構成要素であり, 細胞内と外を区切る機能, 細胞内外のシグナル伝達, 細胞膜内に存在する輸送タンパク質やチャネルの機能を持っている。

ガラスライニングステンレス管とポリマーフリットからなる *L-column2* メタルフリーカラムと最適化した LC-MS/MS を使用することにより, リン脂質の吸着を抑え, ピーク形状の改善や感度の向上を見いだした。さらに揮発性のキレート剤であるアセチルアセトンを添加した移動相を使用することにより, PA や PS のピーク形状や感度が改善することが確認された。

試料は, マウスの各組織から Bligh & Dyer 法によりリン脂質を抽出した。腎臓では100種類, 肝臓では99種類のリン脂質が検出された(図5)。18分までに検出されたピークは一つの脂肪酸が結合しているリゾリン脂質である。検出されたピークの80%以上で, 連続3回の分析におけるピーク面積値の変動係数は15%未満

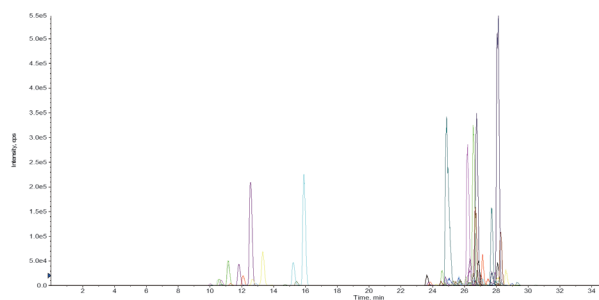


図5 マウス肝臓中のリン脂質

【分析条件】カラム: *L-column2* ODS メタルフリー (2×150 mm, 3 μm), 移動相: A: 1 mmol/L ギ酸アンモニウム/メタノール (100/10, v/v), B: アセトン/アセチルアセトン (100/1, v/v), A/B=50/50 ~ 2/98 (0 ~ 35 min), カラム温度: 40 °C, 流速: 0.2 mL/min, 注入量: 3 μL。

で、PE、PC、ホスファチジルイノシトール、PA、PS、リゾホスファチジルエタノールアミン及びリゾホスファチジルコリンが検出された。

このように、リン脂質の分析において、網羅性、堅牢性、再現性の高いメソッドを構築することができた。詳細な情報については、本機関のホームページに掲載されているアプリケーションデータを参照されたい⁴⁾。

4・2 脂肪酸アシル CoA

脂肪酸アシル CoA は、脂肪酸代謝の中心的な化合物であり、エネルギー産生や生体機能の維持に欠かせない役割を持っている。また、分子内にリン酸基を含むことから金属との相互作用の強い物質として知られている。LC-MS/MS を使用した脂肪酸アシル CoA の分析については、カラムや流路内での吸着により、ピーク形状のテーリング、再現性の悪化、キャリアオーバーなどの問題がある。

L-column2 メタルフリーカラムと最適化した LC-MS/MS を使用し、さらに重炭酸アンモニウムを含む移動相を使用することにより、脂肪酸アシル CoA の吸着を抑え、ピーク形状の改善や感度の向上を見いだした。CoA から C20:5-CoA までの 23 種類のマウス肝臓由来の脂肪酸アシル CoA がシャープなピーク形状で 15 分以内に検出された (図 6)。試料は、マウス肝臓からリン酸緩衝液/メタノール (1/1) で脂肪酸アシル CoA を抽出したものをを使用した。その中で *S/N* 10 以上であった 20 種中 19 種類で、連続 6 回の分析におけるピーク面積値の変動係数は 15 % 以下となり良好な再現性が得ら

れた。また、300 回以上の QC サンプルの注入でもピーク形状が変わることはなかった。このように短鎖から長鎖の脂肪酸アシル CoA の網羅性、再現性の高いメソッドが構築できた。ここでは、網羅性を重視して C8 カラムを使用した。特定の溶出位置の化合物を分析する際は、C18 カラムを推奨する。

詳細は本機関のホームページに記載されているアプリケーションデータを参照されたい⁵⁾。

4・3 テトラサイクリン

テトラサイクリン類では、広範な細菌感染症の治療に使用される抗生物質で細菌の成長を妨げる作用を有している。細菌のリボソームと結合し、タンパク質の合成を阻害することで細菌の増殖を抑制する。テトラサイクリン系抗生物質は、金属イオンとキレート反応を起こす傾向があり、二価及び三価の金属とキレートを生じやすく、前処理から分析に至るまで注意する必要がある。*PEEK* ライニングステンレス管と *PEEK* フリットからなる *L-column3* メタルフリーカラムと最適化した LC-MS/MS を使用することにより、テトラサイクリン類の吸着を抑え、ピーク形状の改善や感度の向上を見いだした。ここでは、4 種のテトラサイクリン類 (テトラサイクリン:TC, ドキシサイクリン:DC, クロルテトラサイクリン:CTC, オキシテトラサイクリン:OTC) を一斉分析した。

テトラサイクリン類は、ケト・エノール互変異性により、ケト体とエノール体が検出され、ピーク形状がテーリング又はリーディングとなることがある。特に CTC

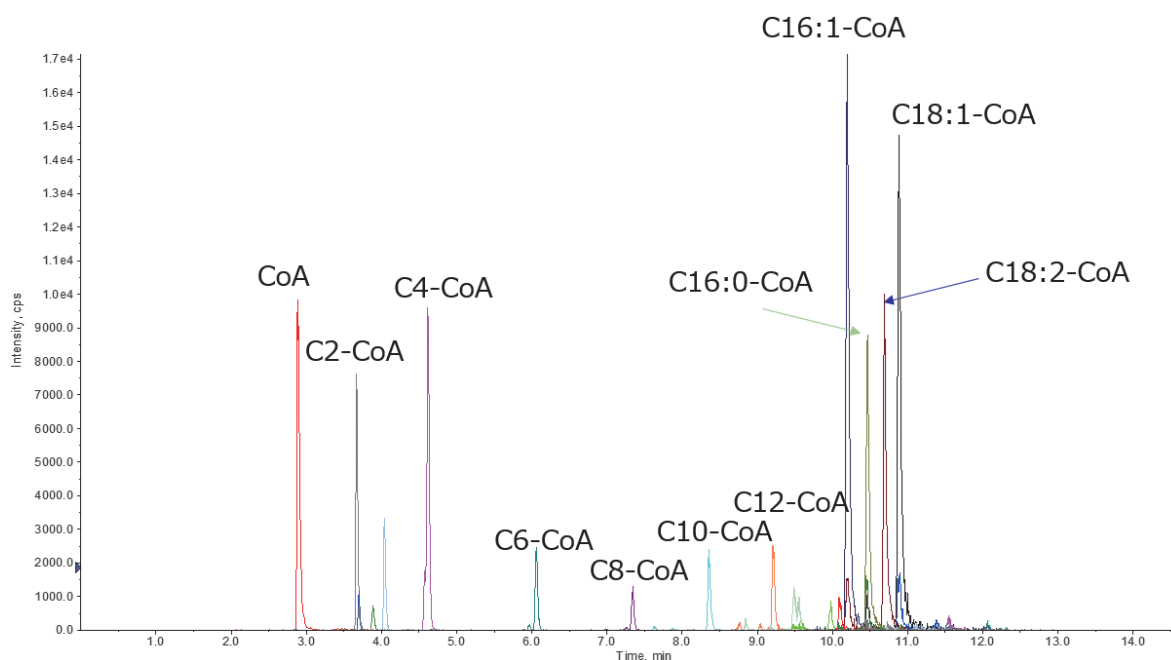


図 6 マウス肝臓中の脂肪酸アシル CoA

【分析条件】カラム：*L-column2* C8 メタルフリー (2×150 mm, 3 μm), 移動相：A: 10 mmol/L 重炭酸アンモニウム, B: アセトニトリル, A/B=98/2 ~ 5/95 (0 ~ 15 min), カラム温度：40 °C, 流速：0.2 mL/min, 注入量：5 μL.

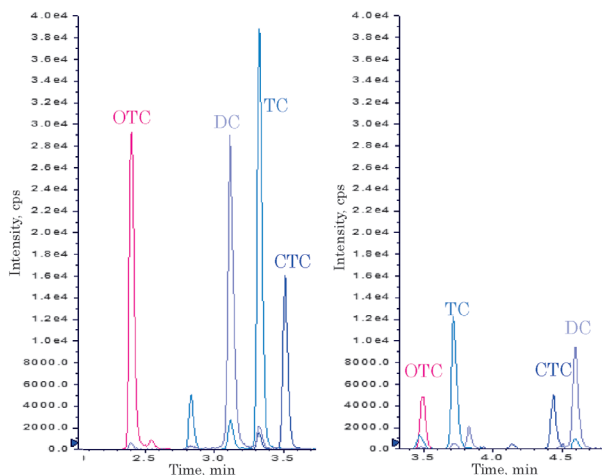


図7 テトラサイクリンによる移動相の比較

左) アンモニア溶液, 右) 枸橼酸溶液

【分析条件】カラム: L-column3 C18 メタルフリー (2×50 mm, 3 μm), 移動相: A: 5 mmol/L 枸橼酸溶液 or アンモニア溶液, B: アセトニトリル, A/B=99/1 ~ 60/40 (0 ~ 5 min).

や DC で起こり易く, 分析中のカラム内で互変異性化が起こる⁶⁾. カラム温度を 15 °C に設定することにより, カラム内での互変異性化を最小限にすることができ, ピーク形状や感度が改善できる.

ここで使用した L-column3 は pH1 から pH12 の移動相で使用することができる. 移動相としてアンモニア溶液と枸橼酸溶液を比較した (図 7). その結果, アンモニア移動相での S/N が枸橼酸と比較して, すべてのテトラサイクリン類で約 2 倍向上した. メタルフリーカラムとアルカリ移動相を使用することにより, S/N が改善される.

詳細は本機構のホームページに記載されているアプリケーションデータを参照されたい⁷⁾.

5 おわりに

本稿では, メタルフリーカラムの性能を引き出すための LC-MS/MS の最適化, 比較及びそのアプリケーションを示した. メタルフリーカラムを使用することにより, 金属と相互作用し易い化合物の S/N の向上, ピーク形状の改善, キャリーオーバーの低減等の大きな効果が得られる. 今後は HPLC 及びカラムが更に進化し, メタルフリーカラムが広く普及することを期待する.

文 献

- 1) H. Sakamaki, T. Uchida, L. W. Lim, T. Takeuchi : *J. Chromatogr. A*, **1381**, p.125 (2015).
- 2) M. DeLano, T. H. Walter, M. A. Lauber, M. Gilar, M. C. Jung, J. M. Nguyen, C. Boissel, A. V. Patel, A. Bates-Harrison, K. D. Wyndham : *Anal. Chem.*, **93**, p.5773 (2021).
- 3) 望月直樹 : *CHROMATOGRAPHY*, **33**, p.167 (2012).
- 4) 坂牧 寛, 尾崎博道, 中野裕太, 赤坂裕也, 内田丈晴 : 第 64 回質量分析総合討論会, p.106 (2016).
- 5) L-column2 Application Data Sheet No. 2155, (https://www.cerij.or.jp/service/09_chromatography/L-column_application_data/L2155.pdf).
- 6) M. Cherlet, S. Croubels, P. De Backer : *J. Chromatogr. A*, **1102**, p.116 (2006).
- 7) L-column3 Application Data Sheet No. 3020, (https://www.cerij.or.jp/service/09_chromatography/L-column_application_data/L3020.pdf).



坂牧 寛 (Hiroshi SAKAMAKI)

一般財団法人化学物質評価研究機構
(〒345-0043 埼玉県北葛飾郡杉戸町下高野 1600 番地). 《現在の研究テーマ》オリゴヌクレオチドの分析法開発. 《趣味》ランニング, スキー.

E-mail : sakamaki-hiroshi@cerij.jp

会社ホームページ URL :

<https://www.cerij.or.jp/>

関連製品ページ URL :

https://www.cerij.or.jp/service/09_chromatography/index.html

CERIホームページ



L-columnシリーズ



●——— 水晶増幅光音響分光法による大気中の CO₂ 測定

二酸化炭素 (CO₂) はカーボンニュートラルや地球温暖化問題に関連する重要な化学物質であり、その大気濃度測定はすでに確立された手法が複数存在する。例えば気象庁で用いられる非分散型赤外吸収法や世界気象機関の安定同位体比質量分析法などがある。一方、よりよい測定法が探求されており、分光分析分野では従来法に比べ装置の大幅な小型化が可能な水晶増幅光音響分光法 (QEPAS) が開発され、ここ 20 年で盛んに研究されている。本稿では、QEPAS 測定法に関する最新論文を紹介する。

QEPAS は光音響効果に基づく技術でありレーザー吸収分光法と同様、試料分子をレーザーで励起する。励起された分子が基底状態に緩和する過程で発生する圧力波が圧力変換器で検出され、検出信号強度が分子の数、すなわち濃度に比例する。QEPAS では音叉型水晶振動子 (QTF) が圧力変換器として用いられ、図 1 のように QTF の両側にマイクロ共振器のチューブを配置し、Fork 間距離を外部音の波長より短くすることで、耐環境ノイズ性を向上させている。QTF の共振周波数が低いほど信号強度が増加するため最近では共振周波数が 32 kHz 未満である QTF の開発が活発に行われている。

中国・暨南大学の Dong, Zheng らのグループは共振周波数が 28 kHz の QTF を用いた QEPAS システムを開発した。Lin ら¹⁾は、本システムを水、CO₂、アセチレンの測定に使用し、1 s 積算での検出限界をそれぞれ 1.2 ppm, 2.4 ppm, 28.8 ppb と報告した。また、検出限界に大きく寄与する QTF に対するレーザー焦点の位置、

大気中 CO₂ の水晶増幅光音響分光法測定

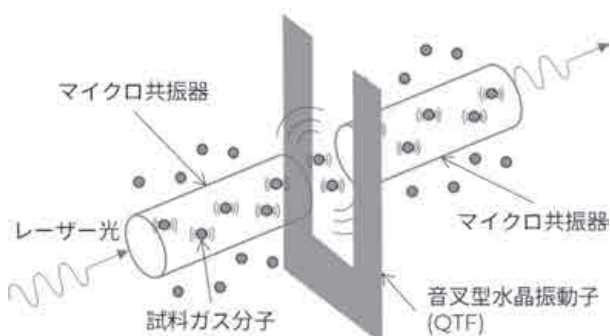


図 1 QEPAS の概要図

マイクロ共振器の形状および位置、そして励起分子の緩和速度が詳細に評価された。本分野では、検出限界の他に、シグナル対ノイズ比が 1 のときの光吸収係数、長期安定性の指標であるアラン分散の評価が定石とされ、当該論文でも同様の評価が報告された。Liu ら²⁾は本装置を用い温室での植物の光合成による CO₂ 濃度の変化を連続的に測定・解析し、光合成現象の把握に有効であることを示した。

QEPAS による大気中の CO₂ 測定法確立には、今後の長期安定性の改良が不可欠だが、¹²CO₂ と ¹³CO₂ の同時計測による安定同位体比計測への発展が期待される。

QEPAS は測定結果が試料分子の緩和速度に依存する興味深い手法である。本稿では詳細を述べられなかったため、紹介論文や関連論文を参照されたい。

1) H. Lin, H. Zheng, B. Montano, H. Wu, M. Giglio, A. Sampaolo, P. Patimisco, W. Zhu, Y. Zhong, L. Dong, R. Kan, J. Yu, M. Shao : *Photoacoustics*, **25**, 100321 (2022).

2) Y. Liu, H. Lin, B. Montano, W. Zhu, Y. Zhong, R. Kan, B. Yuan, J. Yu, M. Shao, H. Zheng : *Photoacoustics*, **25**, 100332 (2022).

[東京大学大学院新領域創成科学研究科 藤田 道也]

●——— DNA アプタマーによる分子認識とマイクロ流体抵抗パルスセンシング技術を組合せた低分子化合物の超高感度計測

生体内には、低濃度であっても非常に重要な役割を果たしている低分子化合物が存在しており、これらを計測するような高感度計測法の開発が求められている。しかしながら、分子認識させることが難しいことから、低分子化合物を対象とした高感度センサーの設計は容易でない。低分子化合物における分子認識の課題を克服する一つの手段が DNA アプタマーであり、バイオセンサーの分子認識素子として適用されてきた。例えば、DNA アプタマーを修飾した金ナノ粒子は、アナライト存在下において凝集することで色調が変化するため、目視でアナライトを検出できる¹⁾。しかしながら、検出限界が低いという問題点がある。近年、DNA アプタマーを用いるセンサーの高感度分析を可能にするアプローチとして、電解質溶液中の細孔に粒子が通過する際に発生する電気抵抗の変化を観測する抵抗パルスセンシング (resistive pulse sensor, RPS) と組合せた計測技術²⁾が報告されている。

R. Xu らは、DNA アプタマーを修飾したナノ粒子 (Aptamer-SNPs : ~490 nm) および相補配列を修飾したマイクロ粒子 (CS-MPs : ~5 μm) を用いた RPS とマイクロ流体デバイスを組み合わせた計測技術を提案した。この方法では、低分子化合物であるアデノシンを高感度かつハイスループットで計測することに成功している³⁾。Aptamer-SNPs と CS-MPs はハイブリダイゼーシ

ンにより結合しているが、試料溶液中では、Aptamer-SNPs がアデノシンと結合するため CS-MPs から解離する。この試料溶液をマイクロ流体デバイスに注入すると、アデノシン結合 Aptamer-SNPs がフィルターを通過し、約 2 μm のポアに到達する。この微粒子がポアを通過するとき、ポアを挟むように設置された電極間の抵抗値が増加する。微粒子がポアを通過する頻度をシグナルとして用いることで、0.1 nM~10 mM の濃度範囲でアデノシンを計測できることが示され、検出限界値は 0.168 nM (44.85 pg/mL) であった。このことから、本法は ELISA (enzyme-linked immuno sorbent assay) 法よりも高感度かつダイナミックレンジの広い計測技術であることが示された。

DNA アプタマーは低分子化合物の分子認識に有用なツールであり、抗体と比較して安定性が高い。機能性粒子とマイクロ流体 RPS を利用した手法は低分子化合物のハイスルーブットかつ高感度計測に対して大きな可能性を秘めている。RPS は計測装置の小型化が可能であるため、医療や環境分野におけるオンサイト分析にも有用であると考えられる。

- 1) C. Chang, C. Chen, T. Wu, C. Yang, C. Lin, C. Chen : *Nanomaterials*, **9**, 861 (2019).
- 2) O. A. Alsager, S. Kumar, G. R. Willmott, K. P. McNatty, J. M. Hodgkiss : *Biosens. Bioelectron.*, **57**, 262 (2014).
- 3) R. Xu, L. Abune, B. Davis, L. Ouyang, G. Zhang, Y. Wang, J. Zhe : *Biosens. Bioelectron.*, **203**, 114023 (2023).

[東京薬科大学薬学部 守岩 友紀子]

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。



分析化学から経営学へ

リガクの高原晃里さんより紹介いただきました、同志社大学の森良弘と申します。高原さんとは10数年前にX線分析の国際会議で知り合ったのですが、話をしていたら同じ学科の同窓であることが判明し驚きました。近年は蛍光X線分析のISO標準化作業でずっとご一緒しています。こう書くと私をX線分析関係の研究者だと思われるかもしれませんが実は違いました。ビジネススクール(MBAコース)で経営学の研究と教育に携わっています。文理で言うと文系であり、このリレーエッセイでは珍しいのではないのでしょうか。このいきさつについてご説明します。

私は神戸大学理学部の修士課程で分析化学を専攻したのち、1991年に新日本製鐵(現、日本製鐵)に入社しました。当時の鉄鋼メーカーは新規事業花盛りで、私も山口県光市にあった新規事業部門に配属となり、半導体洗浄技術と分析技術の研究開発にそれなりに楽しく取り組んでいました。しかし鉄と半導体は違いすぎたので、2004年にドイツの会社に事業が譲渡され私も転籍となります。移った会社は、研究開発力は高かったものの事業としては過当競争に苦しみ、結局ドイツ本社は日本からの撤退を決定。当時45歳だった私も就職活動を余儀なくされたのですが、運よく堀場製作所に採用いただくことができ2012年に京都に居を移しました。三つの異なる会社での就業経験は結果的に私の貴重な財産となっています。しかし冷静に技術者人生を振り返ったとき、よく言われる「技術で勝ってビジネスで負ける」とはどういう意味なのか、という疑問を抱くに至り、2015年に同志社大学大学院ビジネス研究科(同志社ビジネススクール)に社会人入学。そこで分析化学とは程遠い経営学(経営戦略・組織論・マーケティング・ファイナンスなど)を勉強しました。

経営が学問としてどう成立するのか、読者の皆様は疑問に思われるかもしれません。私も最初はそうでしたが、学びを進めるにつれて、先人の知見の上に新しい知識を論理的に積み上げていくという点では文系も理系も同じだということがわかりました。ただ経営学は制御困難な因子が多いため相関係数が0.6あれば「相関あり」と判断されるような世界で、慣れるまでは違和感があったのも確かです。

さて先ほどの私の疑問についてですが、入学後半年ほ

どでほぼ答えを知りました。それは「事業の立地」、言い換えるなら「自分たちの優位性を生かせる分野」を本当に選んでいるかどうかです。ここでの「優位性」とは相対的に優れているかどうかではなく、自社の特長を活用したらその業界を独占できるかどうかという意味です。この西洋的な考え方には拝金主義の臭いを感じなくてもないです。しかし、努力をしても業績として報われず挙句の果てに会社がなくなるという経験をした身からすると、一定の妥当性に同意せざるを得ません。ちなみに「ある分野で独占的立場になれる分野を選ぶ」という考え方は、事業だけでなく研究にも当てはまるのではないのでしょうか。

ビジネススクールでの学びは企業の技術者からすると新鮮で、修了後も学びを継続したいと思いアシスタントとして授業のお手伝いをするなどしていたところ、いくつかの偶然が重なり2022年4月から同校の教員に就任したという次第です。国内外ともビジネススクールの教員は文系出身がほとんどですが、私が担当しているイノベーションマネジメントの分野には少数ですが理系出身者がいまして、私もその一人として既知の経営理論に技術者としての経験・実感を反映させた研究と教育を進めたいと思っています。現在のテーマは「技術者の認知バイアス」です。読者の皆様の多くは同意されると思うのですが、技術者は論理的なように見えて実は直感を多用しているものです。この直感はおおむね正しいのですが、時々間違った意思決定をしてしまうことがあります。その原因を認知心理学の観点から明らかにして、技術開発に関する意思決定の質の向上に貢献するのを目標としています。一部外部発表もしていますのでご興味のある方はネット検索してみてください。

最後に次のリレーエッセイですが、昨年まで10年間一緒に仕事をしてきた堀場アドバンステクノの西尾友志さんをお願いしました。西尾さんは堀場におけるpHガラス電極開発の第一人者で、10数年に及ぶ粘り強い研究開発を経て昨年、自己防汚機能を有したセルフクリーニングpH電極の製品化に成功しました。その開発経緯はまるでドラマのようで、技術者としての技術への向き合い方の手本とも言えます。詳細はご本人が書かれると思いますので楽しみに。

〔同志社大学大学院ビジネス研究科 森良弘〕

高 椋 利 幸 氏

(Toshiyuki TAKAMUKU)
(佐賀大学理工学部化学部門 教授)



1961年11月16日福岡県に生まれる。1985年熊本大学理学部化学科卒業。1987年東京工業大学大学院総合理工学研究科修士課程修了、1988年同博士後期課程中途退学。同年5月よりTOTO(株)基礎研究所研究員、この間1990~1993年福岡大学大学院理学研究科博士後期課程に在籍し、博士(理学)の学位取得。1996年福岡大学理学部助手、1997年佐賀大学理工学部助教授を経て、2012年同教授、2018~2021年度同総合分析実験センター長兼任。本学会九州支部常任幹事、「ぶんせき」編集委員、支部長、代議員を歴任。2010年溶液化学研究会学術賞、2020年日本分析化学会九州支部九州分析化学会賞を受賞。趣味はマラソンと史跡訪問。

【業 績】

有機分子の溶存構造に関するマイクロからメゾスコピックレベルにおける分析法の開発

高椋利幸君は、重水素化溶媒を用いた小角中性子散乱法(H/D-SANS)及び基準物質に対する試料溶液の磁気的影響を補正して正確な化学シフトを測定するNMR法を適用し、混合溶媒中での水、有機溶媒、イオン液体の相互作用や有機溶質分子の溶媒和構造をマイクロおよびメゾスコピックに捉える分析法を開発した。この分析法によりHPLC溶離液として用いられる二成分溶媒中での溶媒クラスターの形成やクラスターによる有機溶質分子の選択的溶媒和などに関する知見を得ている。以下に同君の主要な業績を紹介する。

1. 二成分溶媒中における溶媒クラスター形成の観測^{1)~14)}

多くの二成分溶媒中では、二つの溶媒は均一に混合せず、それぞれが会合した溶媒クラスターを形成する。これは混合エンタルピーなどの熱力学的諸量をもとに推定されていたが、溶媒クラスターの存在を定量的に捉えることは困難であった。同君は、中性子がH原子よりもD原子に強く散乱されることに着眼し、H原子からなる通常の溶媒AとD化した溶媒Bを混合することで、溶媒Aと溶媒Bがそれぞれ形成するクラスターによる中性子散乱強度に高いコントラストを付けるH/D置換小角中性子散乱法(H/D-SANS)を確立した。測定は原子力研究開発機構の原子炉JRR-3に設置されたSANS-U分光器及びパルス中性子源である大強度陽子加速器施設J-PARC MLFのTAIKAN分光器を用いて行った。SANS強度を解析し、濃度ゆらぎを示す相関長 ξ を見積もることで溶媒クラスターの形成を定量的に評価した。この方法により、HPLC溶離液として利用されるアセトニトリル、トリフルオロエタノール、ヘキサフルオロイソプロパノールなどの有機溶媒と水との二成分溶媒中でのクラスター形成の混合比や温度依存性を捉えることに成功した。

2. クラスターによる有機分子の溶媒和^{15)~22)}

同君はさらに、HPLC溶離液に用いる二成分溶媒中においてジオール、アミド、アミノ酸やペプチドなどの有機分子の溶媒和構造を明らかにした。特に、溶媒クラスターに有機分子が選択的に溶媒和されることをマイクロ及びメゾスコピックに観測した。前者では、NMR法の原子選択性を応用し、溶媒分子との相互作用を有機分子の部位別に観測した。内管中の基準物質に対する試料溶液の磁気的影響を補正する外部複基準法により、分散力、双極子相互作用や π - π 相互作用による0.1~1 ppm程度のわずかな化学シフト変化を正確に測定した。NMR法とIRやRaman分光法による情報を相補的に使い、さらに分子動力学シミュレーションを適用して有機分子の溶媒和

構造を可視化した。後者では、H/D-SANS法を適用し、溶媒クラスターによる有機分子の溶媒和をクラスターの発達として観測することに成功した。これらの研究成果は、HPLCによる物質分離に溶媒クラスターの形成が寄与していることを示唆し、溶媒の組合せや混合比、温度などの条件決定に科学的な根拠を提供するものとなった。

3. イオン液体と各種溶媒との混合及びその応用^{23)~31)}

分析化学分野でも、難燃性や低揮発性を示すイオン液体がグリーンな抽出溶媒として注目されている。イオン液体は極性溶媒ばかりでなく、非極性溶媒とも混合し、その汎用性が期待される。同君は、イミダゾリウム系イオン液体を中心に種々の溶媒との混合状態をH/D-SANS法、溶液X線回折法、NMR法などにより観測した。イオン液体のクラスター形成には、主に溶媒分子とイミダゾリウム環の三つのH原子との水素結合や溶媒分子の自己会合性が影響していることを解明した。また、イオン液体が非極性のベンゼンと混合する理由が π - π 相互作用であることやアルキル鎖が長いイオン液体ほどメタノール中でクラスターを形成しやすいことを明らかにした。これらの研究成果は世界的に多くの研究者に引用されている。最近では、温度変化による相分離を応用して配位性官能基を修飾したイオン液体に金属イオンを抽出する均一液-液抽出法の開発に着手している。

以上、高椋利幸君は、独自に開発したH/D-SANS法やNMR法によって、分析化学における反応・分離場となる二成分溶媒の混合状態や有機分子の溶媒和をマイクロからメゾスコピックなレベルで観測する独創的かつ影響力のある研究を行ってきた。これらの業績は、分析化学の発展に貢献するところ顕著なものがある。

(熊本大学大学院先端科学研究部(理学系) 戸田 敬)

文 献

- 1) *J. Phys. Chem. B*, **117**, 2438 ('13).
- 2) *J. Mol. Liq.*, **136**, 147 ('07).
- 3) *ibid.*, **103/104**, 143 ('03).
- 4) *J. Phys. Chem. B*, **105**, 10101 ('01).
- 5) *Chem. Lett.*, **2000**, 878.
- 6) *J. Mol. Liq.*, **83**, 163 ('99).
- 7) *J. Phys. Chem. B*, **102**, 8880 ('98).
- 8) *J. Mol. Liq.*, **217**, 3 ('16).
- 9) *J. Phys. Chem. B*, **112**, 13300 ('08).
- 10) *J. Mol. Liq.*, **119**, 133 ('05).
- 11) *J. Phys. Chem. A*, **109**, 7667 ('05).
- 12) *J. Solution Chem.*, **33**, 641 ('04).
- 13) *J. Chem. Phys.*, **119**, 6132 ('03).
- 14) *Z. Naturforsch.*, **55a**, 513 ('00).
- 15) *J. Phys. Chem. B*, **125**, 240 ('21).
- 16) *ibid.*, **124**, 5009 ('20).
- 17) *ibid.*, **121**, 4864 ('17).
- 18) *J. Mol. Liq.*, **290**, 111192 ('19).
- 19) *ChemPhysChem*, **16**, 3190 ('15).
- 20) *Phys. Chem. Chem. Phys.*, **14**, 8335 ('12).
- 21) *ibid.*, **13**, 11222 ('11).
- 22) *J. Phys. Chem. B*, **114**, 4252 ('10).
- 23) *Anal. Sci.*, **24**, 1285 ('08).
- 24) 分析化学, **64**, 203 ('15).
- 25) *J. Phys. Chem. B*, **125**, 13896 ('21).
- 26) *ibid.*, **120**, 7480 ('16).
- 27) *ibid.*, **115**, 8518 ('11).
- 28) *Phys. Chem. Chem. Phys.*, **24**, 13698 ('22).
- 29) *ibid.*, **22**, 5332 ('20).
- 30) *ibid.*, **21**, 3154 ('19).
- 31) *ibid.*, **12**, 12316 ('10).

松井利郎氏

(Toshiro MATSUI)
(九州大学大学院農学研究院 教授)

1962年8月4日兵庫県に生まれる。1986年九州大学農学部卒業。1991年九州大学大学院農学研究科食糧科学工学専攻を修了、農学博士。1991年九州大学農学部助手。2000年同助教授。2011年同教授。2018年より同大学五感応用デバイス研究開発センター センター長。1996年～(1年間)ドイツ食品化学研究所文部省在外研究員。「ぶんせき」誌編集委員、日本栄養・食糧学会編集委員、Biosci. Biotechnol. Biochem. 編集委員、Food Sci. Technol. Res. 編集委員長、J. Agric. Food Chem. Editorial Advisory Board等を歴任。2019年日本分析化学会九州分析化学会賞、2020年安藤百福賞優秀賞、2022年飯島藤十郎食品科学賞、2023年文部科学大臣表彰(科学技術賞)、など受賞。趣味はスポーツ鑑賞、旅行。

【業績】

食品因子の生体利用性に関する分析化学的研究

松井利郎氏は、一貫して健康維持に資する食品因子の生体利用性を明らかにするために種々の分析化学的手法を構築し、生理作用を担う食品因子の体内動態を解明されてこられた。食べ物は多成分混合系からなる物質群であり、生命活動を維持するためのエネルギー供給性が第1の機能として挙げられる。近年では、食べ物に含まれる機能性食品因子によって生体恒常性が維持されている(3次機能とも呼ばれる)ことが明らかになりつつあるが、吸収や代謝、蓄積といった生体利用性に関する研究は等閑であった。同氏は、食科学領域において十分に理解されていない食品因子の体内動態について、高感度検出を目的とした高速液体クロマトグラフィー(HPLC)の適用を試みるとともに、対象とする食品因子の選択的検出を可能とする質量分析法(MS)の構築を図っている。さらに、体内吸収された食品因子の臓器蓄積挙動を明らかにするためのMS法に基づく可視化解析法の設定にも成功しており、それらの多くの成果は、食機能を理解するうえで国際的にも大いに評価されている。以下に同君の主な成果を要約する。

1. ペプチドの生体利用性解明のための分析化学的アプローチ^{1)~28)}

高血圧予防作用を示すペプチドを摂取すると、ヒト循環血中にサブpmol/mL血漿濃度で吸収されることを明らかにしたのはおそらく同君が初めてである。これを達成できたのは、アミン蛍光誘導体化試薬を用いたカラムスイッチングHPLC法の構築によるところが大きいと思われる。その後、当該ペプチドは腎臓や血管などの臓器に分布していることを明らかにし、この分析化学的評価によってペプチドの作用場が血管であること、L型カルシウムチャンネルに対するブロック作用によって収縮した血管を弛緩させることを見いだしている。その後、アミン誘導体化法とLC-MS/MS法を組み合わせることで様々な生理活性ペプチドの高選択的検出を達成しているが、ペプチドの場合、反応時の温度やpHによって非特異的な加水分解が起こるため、高感度に生体中のペプチドを定量するには配慮が必要となる。同氏は、生体試料、特に血漿マトリックスに存在する食品由来ペプチドの誘導体化のための条件を最適化し、これまでにペプタペプチド鎖長までのペプチドに対してその配列に見合った誘導体化法をいくつか提案している。ペプチドの高感度かつ高選択的な分析法の構築によって、摂取後の吸収や消失挙動を、例えば尾静脈血で評価可能となることから、同一個体の動物を用いて長期的な食品摂取の有効性を解析することができるなど、分析化学的視点に基づく食機能評価に対する貢献は高いものがある。

2. ポリフェノール類の生体利用性解明のための分析化学的アプローチ^{29)~40)}

同君はこれまでに、糖尿病や高血圧予防や改善に対するポリフェノール摂取の有効性を明らかにしているが、さらに摂取したポリフェノール類の生体利用性までも追究している。一般に、ポリフェノール類は吸収過程で種々の代謝反応を受け、構造が複雑化するために、その活性体を定性、定量的に明らかにすることは困難とされている。この点について、各種MS法を組み合わせることによって硫酸化合物やメチル化体等の存在を明らかにするとともに、代謝体として循環器系臓器に蓄積することを初めて示している。摂取したポリフェノール体がそのまま生理作用の発現を担っているわけではないこと、代謝体を考慮した機能性研究が重要であることをいち早く指摘し、これを解決するための分析化学的評価法を提案している点は重要で

ある。さらに、後述するように、様々な代謝体に変換されるポリフェノール類の生体利用性解明の一助として、イオン化可能な物質を一斉に検出・可視化できるMSイメージング法を適用している点は大いに評価される。

3. 食品因子の見える化～次世代食科学研究のための分析化学的展開^{41)~52)}

食品機能因子の多くは低分子化合物であり、ノイズシグナルと重複するため、食科学分野でのMSイメージング法の適用は限定的であった。このような制限に対して、同君はマトリックス由来シグナルの低減化やマトリックス結晶の均一化、さらには新たなマトリックス剤を見いだすなど、食品因子の可視化のために様々な取り組みを行っている。これにより、例えば、小腸吸収過程でのペプチドやポリフェノール類の透過経路や分解挙動の可視化解析に成功している。さらに同君は、食品因子が血液-脳関門をそのままの形で透過し、脳実質に蓄積することを初めて可視化実証するに至っている。多成分混合系からなる食品は、多面性をもって生体を調節する機能体と考えられるが、こうした分析化学的アプローチはevidence-based food研究の推進に大いに貢献する成果であると期待される。

以上、松井利郎君の食品因子の生体利用性に関する研究は、分析化学の重要性を明示し、その発展に貢献するところ顕著なものがある。

(長崎大学大学院医歯薬学総合研究科 黒田 直敬)

文 献

- 1) *J. Chromatogr. B*, **729**, 89 (1999).
- 2) *Hypertension Res.*, **22**, 273 (1999).
- 3) *J. Human Hypertens.*, **14**, 519 (2000).
- 4) *Clin. Exp. Pharmacol. Physiol.*, **29**, 204 (2002).
- 5) *Biol. Pharmacol. Bull.*, **25**, 1228 (2002).
- 6) *Clin. Exp. Pharmacol. Physiol.*, **30**, 262 (2003).
- 7) *J. Peptide Sci.*, **10**, 535 (2004).
- 8) *Anal. Sci.*, **21**, 99 (2005).
- 9) *J. Agric. Food Chem.*, **55**, 8367 (2007).
- 10) *Br. J. Nutr.*, **103**, 309 (2010).
- 11) *Peptides*, **31**, 2060 (2010).
- 12) *Anal. Biochem.*, **414**, 109 (2011).
- 13) *FEBS Open Bio*, **2**, 83 (2012).
- 14) *Biochim. Biophys. Acta-General Subjects*, **1820**, 1753 (2012).
- 15) *Anal. Chem.*, **85**, 4289 (2013).
- 16) *Biosci. Biotechnol. Biochem.*, **77**, 2094 (2013).
- 17) *Biochim. Biophys. Acta-General Subjects*, **1840**, 3073 (2014).
- 18) *Anal. Sci.*, **31**, 45 (2015).
- 19) *Food Chem.*, **190**, 345 (2016).
- 20) *J. Agric. Food Chem.*, **64**, 2072 (2016).
- 21) *J. Agric. Food Chem.*, **65**, 5935 (2017).
- 22) *npj Sci. Food*, **4**, 7 (2020).
- 23) *Food Chem.*, **341**, 128197 (2021).
- 24) *npj Sci. Food*, **5**, 25 (2021).
- 25) *Anal. Sci.*, **37**, 1629 (2021).
- 26) *npj Sci. Food*, **5**, 29 (2021).
- 27) *J. Agric. Food Chem.*, **70**, 76 (2022).
- 28) *Commun. Biol., in accept.*
- 29) *J. Agric. Food Chem.*, **59**, 6299 (2011).
- 30) *J. Agric. Food Chem.*, **60**, 8036 (2012).
- 31) *Food Chem.*, **138**, 101 (2013).
- 32) *Biochem. Pharm.*, **87**, 344 (2014).
- 33) *J. Agric. Food Chem.*, **66**, 1428 (2018).
- 34) *J. Agric. Food Chem.*, **67**, 9812 (2019).
- 35) *J. Agric. Food Chem.*, **68**, 8205 (2020).
- 36) *Food Chem.*, **334**, 127586 (2021).
- 37) *J. Funct. Foods*, **86**, 104702 (2021).
- 38) *J. Agric. Food Chem.*, **69**, 15165 (2021).
- 39) *J. Agric. Food Chem.*, **70**, 11290 (2022).
- 40) *Biosci. Biotechnol. Biochem., in accept.*
- 41) *Anal. Chem.*, **85**, 1003 (2013).
- 42) *Mol. Nutr. Food Res.*, **59**, 1541 (2015).
- 43) *J. Mass Spectr.*, **51**, 748 (2016).
- 44) *Anal. Sci.*, **35**, 433 (2019).
- 45) *Sci. Rep.*, **9**, 3166 (2019).
- 46) *Sci. Rep.*, **9**, 5769 (2019).
- 47) *Food Chem.*, **334**, 127586 (2021).
- 48) *J. Agric. Food Chem.*, **69**, 7057 (2021).
- 49) *Arterioscler. Thromb. Vasc. Biol.*, **41**, e498 (2021).
- 50) *J. Agric. Food Chem.*, **69**, 14840 (2021).
- 51) *ACS Appl. Nano Mater.*, **5**, 2187 (2022).
- 52) *Anal. Chem.*, **94**, 1990 (2022).

宮部 寛志 氏

(Kanji MIYABE)
立教大学理学部化学科 特別専任教授

1957年8月16日富山市生まれ。1980年富山大学文理学部卒業、1982年同大学院理学研究科修士課程修了、同年栗田工業株式会社入社。1995年富山大学教育学部助教授、2002年名古屋工業大学工学部助教授、2004年富山大学工学部教授、2012年立教大学理学部教授、同年富山大学名誉教授。1993年「逆相液体クロマト分離の化学工学的研究」により博士(工学)取得(東京大学)。1998~1999年Tennessee大学博士研究員(G. Guiochon教授に師事)。1995年日本吸着学会奨励賞、1997年液体クロマトグラフィー努力賞、2000年とやま賞、2009年クロマトグラフィー科学会学会賞、2010年度日本分析化学会中部支部副支部長。

【業 績】

モーメント理論に基づく高性能液相分離系の分析機能創出に関する研究

宮部寛志君は、高速液体クロマトグラフィー(HPLC)やキャピラリー電気泳動(CE)の研究分野にモーメント理論を導入し、それらの分離挙動の正確、詳細かつ定量的な解析に資する新規理論基盤を構築した。それに基づき、分離の基本理論の究明並びに高性能化に向けた技術開発方針の策定に関する研究を推進し、さらに分離分析とは異なる新たな機能開発へと研究を進展させた。以下にモーメント理論を基軸として展開したHPLCやCEの分析機能創出に関する同君の業績を紹介する。

1. HPLC系の分離特性解析と高性能化に関する構想^{1)~30)}

同君は、特徴的な構造特性を有するシリカモノリスやコアシェル粒子を含む各種分離剤の構造を「形状」と「多孔性」に基づいて系統的に分類し、各々に対するモーメント解析式を体系的に開発した。それに基づき、HPLC系の物質移動現象を速度論的に研究した。例えば、それまでその存在さえ認識されていなかった分離剤内部の表面拡散現象を多角的に研究し、絶対反応速度論に基づきその特徴や拡散機構を解明した。その他、実験的および理論的研究手法の開発、逆相HPLC分離に関する熱力学的考察、各種速度パラメータの測定法や推算法の開発、包接反応系の会合・解離速度定数の測定等、HPLC分離の本質的な理解に繋がる独創的な研究を従来とは異なる方法論に基づき推進した。さらに、HPLCの高性能化に向けた新規分離剤開発や分離システム設計に関する方向性や将来像についても考究している。

2. CE系を利用する化学現象解析機能の創出^{31)~38)}

CE系ではキャピラリー内における化学現象(化学反応、分子間相互作用および分配や吸脱着他の物質移動現象等)に基づき、分離機能の発現、分離性能の向上並びに分離選択性の改善等を図っている。CE分離挙動は化学現象の特徴を反映しており、これは逆にCE分離挙動の解析により化学現象に関する情報が取得できる可能性を示唆している。さらに、分離系の化学現象はCE分離過程で自動的かつ無数に繰り返され、その情報を積算・増幅して検出できるため、CE系は化学現象の解析システムと見做すことができる。同君は「化学現象」と「分離挙動」を繋ぐ理論基盤としてモーメント理論を導入し、CE分離挙動を解析して化学現象関連情報を取得する以下の解析法を開発した。それを様々な実験系に適用し、その有用性を実証した。

まず、分子間相互作用の解析は生体機能の発現機構の解明等に関連する重要な課題である。そのため各種解析法が開発されているが、これらの方法では実験データ測定の際に分子の固定

化や蛍光標識化が必要であり、分子間相互作用の解析結果に対するそれらの影響が懸念される。同君はEinstein式とランダムウォークモデルの組み合わせ等によりアフィニティーCE系のモーメント解析式を導出し、化学的に非修飾の遊離分子間における本来の相互作用の解析法を開発した。CE分離を基盤とする本法は既往の分光学的方法とは解析原理が全く異なるため、分子間相互作用の多角的な解析に寄与するものと期待される。

また、分子集合体を擬似固定相として使用する動電クロマトグラフィー(EKC)系のモーメント解析式を同様に導出し、分子集合体の界面における物質透過現象の解析法を開発した。分子集合体はモノマーが比較的弱い力(相互作用)により自己集合した動的な構造形成体である。そのためその化学特性は、分子集合体に何等かの化学修飾や物理作用を加えることなく、分子集合体が本来あるべき状態に極力近い条件下において解析することが望ましい。同君は、モーメント理論とEKCを組み合わせ、化学的・物理的作用を極力加えない本来の状態に近い実際の分子集合体(リボソームや界面活性剤ミセル等)そのものの界面における物質透過現象の速度論的解析を可能にした。

以上、宮部寛志君はHPLCやCE分離挙動のモーメント解析基盤を新たに構築した。それに基づき分離の更なる高性能化の方策について考究すると共に、分離分析機能とは異なる化学現象解析機能を新たに創出してHPLCやCEの分析技術としての総合力を向上させた。HPLCやCEの新規分析機能の創出に関する一連の研究は分析化学の発展に貢献するところ顕著なものがある。

〔沼津工業高等専門学校 岡田 哲男〕

文 献

- 1) *AIChE J.*, **38**, 901 (92).
- 2) *AIChE J.*, **39**, 1791 (93).
- 3) *Ind. Eng. Chem. Res.*, **33**, 1792 (94).
- 4) *AIChE J.*, **41**, 536 (95).
- 5) *AIChE J.*, **41**, 548 (95).
- 6) *Anal. Chem.*, **69**, 2567 (97).
- 7) *J. Phys. Chem. B*, **101**, 7773 (97).
- 8) *AIChE J.*, **43**, 2997 (97).
- 9) *Anal. Chem.*, **71**, 889 (99).
- 10) *J. Phys. Chem. B*, **103**, 11086 (99).
- 11) *Anal. Chem.*, **72**, 1475 (00).
- 12) *Anal. Chem.*, **72**, 5162 (00).
- 13) *J. Phys. Chem. B*, **104**, 8481 (00).
- 14) *Adv. in Chromatogr.*, **40**, 1 (00).
- 15) *Anal. Chem.*, **73**, 3096 (01).
- 16) *J. Phys. Chem. B*, **105**, 9202 (01).
- 17) *Anal. Chem.*, **74**, 2126 (02).
- 18) *Anal. Chem.*, **74**, 5754 (02).
- 19) *Anal. Chem.*, **74**, 5982 (02).
- 20) *J. Phys. Chem. B*, **106**, 8898 (02).
- 21) *Anal. Chem.*, **75**, 6975 (03).
- 22) *J. Phys. Chem. B*, **108**, 2987 (04).
- 23) *J. Phys. Chem. B*, **109**, 12038 (05).
- 24) *Anal. Chem.*, **79**, 1970 (07).
- 25) *Anal. Chem.*, **79**, 7457 (07).
- 26) *J. Chromatogr. A*, **1217**, 1713 (10).
- 27) *Anal. Chem.*, **83**, 182 (11).
- 28) *Anal. Sci.*, **27**, 1007 (11).
- 29) *Trends in Anal. Chem.*, **81**, 79 (16).
- 30) *Anal. Chem.*, **93**, 10365 (21).
- 31) *Anal. Chem.*, **89**, 10487 (17).
- 32) *Anal. Chem.*, **90**, 11048 (18).
- 33) *Electrophoresis*, **39**, 3032 (18).
- 34) *Electrophoresis*, **40**, 2962 (19).
- 35) *J. Chromatogr. A*, **1609**, 460451 (20).
- 36) *Electrophoresis*, **42**, 2528 (21).
- 37) *J. Chromatogr. A*, **1684**, 463557 (22).
- 38) *J. Chromatogr. A*, **1687**, 463691 (23).

大橋 弘三郎 氏

(Kousaburo OHASHI)
(茨城大学 名誉教授)

1943年宮城県に生まれる。1967年茨城大学文理学部卒業。1969年東北大学大学院理学研究科修士課程修了。同年4月茨城大学理学部助手。1974年同大助教授。1975年理学博士(東北大)。1977年米国アリゾナ大学文部省在外研究員(1年)。1989年同大教授。1991・1992年同大機器分析センター長。2009年定年退職。2009～2013年放送大学茨城学習センター客員教授。本誌の編集担当理事、Analytical Sciences編集委員会：特集号「Supercritical Fluid in Analytical Chemistry」Guest Editor、本会関東支部支部長。日本化学会「Chemistry Letters」編集委員、日本溶媒抽出学会会長、水戸市環境審議会会長を歴任。趣味は園芸。

【業績】

キレート配位子による金属元素の選択的分離法の開発および学会への貢献

大橋弘三郎君は、二相間分配系における金属元素の抽出率や選択性向上を指向した疎水性の大きなアルキル基を有するキレート抽出剤を多数合成した。それらを液-液分配系のみならず、超臨界二酸化炭素(SF-CO₂)や固相抽出を用いた新しい分配系に適用し、金属元素の選択性の発現を支配する諸因子を化学平衡および反応速度論的に明らかにし、金属元素の高選択的分離法を開発した。以下に、同君の主な研究業績および日本分析化学会への貢献の概要を紹介する。

1. 新規キレート抽出剤の開発とそれによる金属元素の選択的分離法の開発

大橋君は、金属元素に対する抽出能および選択性向上を指向した様々な新規キレート剤の開発を行った¹⁾²⁾。5位にアルキルオキシメチル基を導入した8-キノリノール誘導体を用いた種々の金属元素の溶媒抽出では、アルキル鎖の炭素数を大きくすることで、低pH領域からの金属元素の抽出を達成した。また、5位に4-ニトロフェニルアゾ基を導入した8-キノリノール誘導体では、強酸性領域からPd(II)とGa(III)を抽出できることを見いだした。2位にメチル基を導入した2-メチル-5-オクチルオキシメチル-8-キノリノールを用いた溶媒抽出では、メチル基の立体障害により錯形成が妨げられ、メチル基を導入していないものと比べ、金属元素の抽出定数が、10²～10³小さくなることを明らかにした。また、2位にブチル基を導入した8-キノリノール誘導体によるAl(III)とGa(III)の溶媒抽出において、イオン半径の小さいAl(III)は全く抽出されず、Ga(III)のみを選択的に抽出できることを見いだした。合成したキレート剤は、溶媒抽出に限らず樹脂を用いた固相抽出や中性界面活性剤を用いた曇点抽出における抽出剤としても利用され、様々な金属元素の分離・抽出に適用できることを明らかにした。

2. 超臨界二酸化炭素への金属元素のキレート抽出機構の解明とその分離分析への応用

大橋君は、有機溶媒のかわりに超臨界二酸化炭素を抽出媒体に用いる種々の超臨界二酸化炭素/水二相系を構築し、分析化学の視点から多くの優れた研究を行った³⁾⁴⁾。

特に、同君の先駆的研究の一つにSF-CO₂への金属錯体の抽出率(溶解度)増大に関する研究がある。SF-CO₂は無極性な媒体であるため金属錯体を含む溶質一般に対する溶解度は、ク

ロロホルムなどの一般的な有機溶媒と比べ低くなる傾向にあり、溶解度を増大させるためにメタノールなどの極性有機溶媒をモディファイアとしてSF-CO₂へ添加する。さらに、SF-CO₂と接した水相は、炭酸の溶解によりpH3付近まで低下する。これらは、SF-CO₂抽出の金属元素への適用を妨げる要因の一つとなっている。同君は、従来のメタノールなどに替わり、水素結合供与性の大きなフッ素基を有するアルコールやフェノールなどをモディファイアとしてSF-CO₂相に添加することで、金属錯体のSF-CO₂相への溶解度・抽出率が著しく増大することを見だし、金属錯体とモディファイアとの会合体の会合定数を決定した。

3. 金属元素の電子移動反応の機構解明

また、大橋君は金属元素の錯生成反応及び電子移動反応機構の研究も行っている。水溶液中で安定なクロム(V)錯体の発見は、クロムに関する無機生物化学と環境化学の発展に非常に重要な役割を果たした⁵⁾。

更に、コバルト(III)錯体と水和鉄(II)イオンとの電子移動が内圏型機構で起こることを明らかにするとともに、電子移動の速度は有機溶媒により著しく加速されることを発見した。同君の研究は、近年の均一媒質中の電子移動、光電子移動、色素増感太陽電池の開発に大きく貢献している。

4. 分析化学教育、日本分析化学会および地域社会への貢献

大橋君は、茨城大学で40年にわたり、分析化学の講義、学生実験の指導、研究指導を担当した。この間、「分析化学—溶液反応を基礎とする—」などの専門書を分担執筆し、分析化学の教育に貢献した。

また、同君は、本会関東支部幹事、支部長および同参与、「ぶんせき」誌幹事および担当理事、Analytical Sciences特集号「Supercritical Fluid in Analytical Chemistry」Gest Editorを歴任し日本分析化学会の発展に貢献した。また、水戸市の環境審議会会長として地域社会に寄与した。

以上、大橋弘三郎君の日本分析化学会、分析化学教育、地域社会への寄与およびキレート配位子による金属元素の選択的分離法に関する一連の研究業績は、分析化学の発展に貢献するところ顕著である。

〔愛知工業大学工学部 手嶋 紀雄〕

文 献

1) *Min. Pro. Ext. Met. Rev.*, **17**, 169 (97). 2) *Bunseki Kagaku*, **49**, 807 (00). 3) *Bull. Chem. Soc. Jpn.*, **78**, 1804 (05). 4) *Talanta*, **56**, 689 (02). 5) *Inorg. Chem.*, **16**, 3364 (77).

駒谷 慎太郎 氏

(Shintaro KOMATANI
株式会社 堀場テクノサービス 理事, 分析技術本部本部長)

1960年4月奈良県北葛城郡に生まれる。1983年同志社大学工学部卒業後、(株)堀場製作所に入社。理化学向け分析機器装置の研究・開発、主に蛍光 X 線分析装置の開発に従事。2003年科学システム開発部部長を歴任。2013年より(株)堀場テクノサービスにてグローバル戦略本部・副本部長歴任後、2019年より同社の理事、分析技術本部本部長に就任、現在に至る。2006年第4回産学官連携功労者表彰・日本経済団体連合会会長賞を受賞、2006年近畿地方発明表彰・発明奨励賞を受賞。2014年大阪市立大学大学院工学研究科にて博士(工学)号を取得。2022年日本分析化学会近畿支部常任幹事、近畿分析技術研究懇話会会長に就任。趣味はDIYと週末の神社仏閣巡り(御朱印集め)。

【業 績】

X 線分析顕微鏡の開発とその応用

駒谷慎太郎氏は(株)堀場製作所に入社、理化学向け分析計の研究・開発に従事し、30年以上にわたる X 線分析顕微鏡の開発とその高機能化に尽力した。特に X 線管から発生した X 線を X 線導管で微細な X 線ビームに絞りこみ、空間分解能 10 μm の卓上型 X 線分析顕微鏡を世界に先駆けて製品化した業績は顕著なものがある。また継続的に X 線マイクロビームの開発を推し進め装置の高機能化を実現させた。さらにその技術的な背景を元にして各種試料に応じた新たな分析手法の開発に努め、X 線を用いた分析技術の可能性を拡大させた。以下に同君の主な業績について簡単に説明する。

1. X 線分析顕微鏡の研究開発

1990年から1993年にかけて、微細に絞った X 線ビームを試料に照射しながら試料ステージを縦横に走査し、蛍光 X 線スペクトルを検出・解析することで試料内の元素分布や濃度を測定できる装置を開発した。X 線ビームを細く絞ることを可能にするガラス製のキャピラリーを用いた X 線導管を自社内で開発し生産を行った。従来機の機械的な絞り(コリメータ法)を用いる場合に比べて約5倍の強度を有し、かつ広がり角度が約0.1度と平行性の高い10 μm の X 線ビームを世界で先んじて卓上型装置に採用することに成功した¹⁾。微小部の元素分析を行う装置としては SEM+EDS が一般的に知られているが、X 線分析顕微鏡は大気下での元素分析、非破壊分析、試料内部の観察や文化財等の大型試料の分析など新たな可能性を開く分析装置となった。

2. 微量有害元素を高速分析可能な高輝度 X 線分析顕微鏡の開発

1998年から2000年にかけてさらに X 線導管の形状の改良を重ね、高輝度微細 X 線ビームを有する装置の製品化に成功した。その結果、コリメータ法に比べて約100倍の X 線強度が得られ、分析時間を従来の100分の1まで大幅に短縮することを可能とした²⁾。

2006年に欧州環境規制(WEEE/RoHS指令)が施行され、世界の電気機器製造メーカーに出荷製品に特定有害物質が含有しないかを検証することが求められた。前記装置は微小部の元素を高精度に高速分析が可能であるため、製造メーカーの部品調達や品質管理部門に導入され、電子プリント基板や複合部品中の特定有害物質の含有・非含有の検証に広く普及した。特定有害物質検査を支援する装置として世界約20か国にて1000台以上が使用され、製造産業における環境保全の対策の推進に

貢献した^{3)~5)}。

3. X 線マイクロビームの開発と高分解 X 線分析顕微鏡への応用

2007年から2009年にかけて同君らは JST 育成研究課題『高空間分解能蛍光 X 線分析装置の開発』に参加して、3次元蛍光 X 線分析装置の開発等に取り組んだ。二つの X 線導管を共焦点配置した装置の3次元空間分解能は15 μm と世界最高レベルを実現した。2011年から2014年にかけて、X 線マイクロビームのさらなる微細化・高輝度化のための X 線導管の研究と性能評価を行い、博士論文にて報告を行った。本技術はその後装置に反映され高分解 X 線分析顕微鏡として実験室などに幅広く普及した^{6)~15)}。

4. X 線分析顕微鏡の分析応用

同君は、2013年より(株)堀場テクノサービスの分析技術センターにおいて、X 線分析顕微鏡による試料の非破壊、微小部分分析の特徴を利用した様々な分析手法の開発を行ってきた。その代表的な取り組みとして、2022年に宇宙航空研究開発機構(JAXA)の小惑星探査機「はやぶさ2」が小惑星リュウグウで採取した砂の初期分析チームの一員として分析に参画した。貴重で極微量な鉱物試料の元素分布と濃度測定のために分析機器および試料ハンドリングなどの分析手法を開発し提供した¹⁶⁾。分析の結果、小惑星リュウグウは、有機炭素に富んだ太陽系の平均元素組成(太陽)に近い組成を持つ惑星で、試料から構造水や水質変性によって生成された炭酸塩が確認された。初期分析の成果は2022年6月米国技術誌「Science」に掲載された¹⁷⁾¹⁸⁾。今後小惑星の起源、太陽系の誕生、生命誕生のなどの解明がさらに進むものと期待される。

上記以外にも、生体分析、異物分析、不良品解析、考古学試料分析、環境分析等の幅広い分野でその発展に大きく貢献した。

〔京都工芸繊維大学分子化学系 吉田 裕美〕

文 献

- 1) *X-ray Microscopy in Biology and Medicine*, **81** ('90). 2) *Spectrochim. Acta, Part B*, **59**, 1295 ('04). 3) 特許 04092037, ('99). 4) 特許 03654568, ('99). 5) 特許 04124339, ('03). 6) X 線分析の進歩, **43**, 241 ('12). 7) *e-J. Surf. Sci. Nanotech*, **11**, 133 ('13). 8) *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B*, **309**, 260 ('13). 9) *Advances in X-ray Analysis*, **56**, 225 ('13). 10) X 線分析の進歩, **50**, 151 ('19). 11) X 線分析の進歩, **51**, 65 ('20). 12) 出土銭貨, **41**, 97 ('20). 13) *Anal. Sci.*, **37**, 1447 ('21). 14) “蛍光 X 線分析の実際第2版”, p.130, ('16). (朝倉書店). 15) 特許 05704711, ('11). 16) 特開 2022-153952, ('21). 17) *Science*, ('22). DOI: 10.1126/science.abn7850. 18) *Anal. Chim. Acta*, **1242**, 340798 ('23).

澤津橋 徹哉 氏

(Tetsuya SAWATSUBASHI)

(三菱重工業株式会社 総合研究所 主席研究員・化学分析テクノロジーユニットリーダー)

1980 年長崎県佐世保市に生まれる。2000 年国立佐世保工業高等専門学校卒業。同年三菱重工業(株)入社。環境・エネルギー分野を中心に、PCB 無害化処理、ケニア地熱発電・高効率火力・原子力発電 PJ 等の研究開発に従事。2009 年 3 月九州大学大学院総理工学府博士課程修了、博士(工学)の学位取得。2011 年～本学会九州支部副支部長・幹事、本部代議員、2020 年～IAPWS(国際水・蒸気性質協会)委員、2021 年 JIS B 8224 改正委員・主査を歴任。2005 年九州分析化学会奨励賞、2007 年計測自動制御学会技術賞、2008、2010 年環境化学会技術賞、2009 年化学工学会技術賞、2016 年同学会優秀論文賞他、趣味は旅行、キャンプ。



【業 績】

PCB 無害化処理プロセス用オンライン迅速分析技術の開発とその社会実装

澤津橋 徹哉君は三菱重工業(株)入社、環境・エネルギー分野を中心に、PCB 無害化処理、ケニア地熱発電・高効率火力・原子力発電 PJ 等の研究開発に従事し、20 年余りにわたり分析化学を駆使して持続型社会の実現に貢献し続けている。特に、ポリ塩化ビフェニル(PCB)の無害化処理プラントへのオンラインモニタリング装置適用、実装における業績は顕著なものがある。PCB は電気絶縁性、化学的安定性に優れた夢の化学物質として工業化され様々な分野で使用された。一方、その毒性が指摘され、残留性有機汚染物質(POPs)の一種として 2000 年初頭からその廃絶の動きが活発化した¹⁾。そこで、同君は、分析化学的なアプローチからクロマトグラフィを応用したユニークで優れた特性を示す新規な PCB 迅速分析法を提案、検討し、PCB 無害化処理プラントへの PCB オンラインモニタリング装置の実装を通じて、国内の PCB 廃絶 PJ に貢献している。以下に同君の主な業績について説明する。

1. 液体クロマトグラフィッククリーンアップ法を用いた溶剤中 PCB の迅速分析技術の開発

PCB の分離材として、ポリマー系ゲル、順相系シリカゲル、逆相系シリカゲル、炭素系材料、イオン交換系材料の計 17 種類の材料を探索したところ、ポリビニルアルコール(PVA)ゲルにより、絶縁油に含まれる PCB 類の 209 異性体を高精度で分離できることを見いだした²⁾³⁾。また、PCB 類を含め、絶縁油に含まれる代表的な有機化合物を用いて、分離メカニズムを検討した⁴⁾。van der Waals 力による「有機性」と電気親和力による「無機性」の組み合わせで物性を表現する有機概念図の指標(無機性/有機性)が、PCB 類の溶出位置と良好な比例関係があることを見いだした。すなわち、PVA はサイズ排除クロマトグラフィの分離基材であるものの、無機性/有機性が大きな PCB に対しては、分配作用が強く作用することが示され、それにより絶縁油との分離が達成されるものと示唆された。この分離メカニズムは、van't Hoff プロットから求めた熱力学量(ΔH)からも説明できることを明確にした。

さらに、PVA ゲルを用いる絶縁油の PCB 類の分離技術に、ポーラスグラファイトカーボン(PGC)及びオクタデシルシリカ(ODS)カラムによる新規のクリーンアップシステムを組み合わせることで、その他の不純物を除去することに成功した。また、高分解能ガスクロマトグラフ(HRGC)内で PCB を濃縮する手段を追加した大量注入 HRGC/低分解能質量分析計(LRMS)を開発し、PCB 高感度検出法を新たに提案した。本法は、従来のスプリットレス注入法に比べて、感度が 20~40 倍も増加している。溶剤中 PCB の新規迅速分析技術として、ODS-PGC-PVA カラムを用いたクリーンアップシステムと大量注入 HRGC/LRMS とを組み合わせた方法は、分析時間 80 分、測定下限 0.1 mg/kg 以下、変動係数 5% 以内で、公定分析法との良好な相関係数(0.999 以上)を示し、PCB 汚染物処理プラントに十分適用できることを実証している。

2. オンライン固相吸着法を用いた排水中 PCB の迅速分析技術の開発

PCB の吸着材として、ポリマー系ゲル、逆相系シリカゲル、炭素材料の計 11 種類の吸着材を探索したところ、親水性ポリマーと疎水性ポリマーを組み合わせたジビニルベンゼン-N-ビ

ニルピロリドンが最も吸着能に優れており、しかも共存炭化水素類の影響を受けにくいことから、水中 PCB の最適吸着材であることを見いだしている⁵⁾⁶⁾。また、試料中にアセトンを添加することで試料と吸着材の溶媒和が向上し、高い PCB 回収率が得られることを明らかにした。一方、共存炭化水素の濃度が高い場合は、活性炭繊維の充填量を多くすることによって、ほぼ全量の PCB を回収できることも見いだした。これらの知見を基に、ジビニルベンゼン-N-ピロリドンを用いたオンライン固相吸着システムを確立することで、試料採取から HRGC 電子捕捉型検出器(ECD)分析までの全自動迅速分析を可能とし、90 分以内で PCB 回収率 97.3% が得られることを実証している。また、プレカラムを追加して 2 段の分離手段を持たせたプレカット注入 HRGC-ECD による PCB の選択的検出法を新たに提案し、条件最適化によって、妨害成分を除去でき、PCB を正確に定量できることを見いだした。排水中 PCB の新規迅速分析技術として、全自動・オンライン固相吸着システムとプレカット注入 HRGC-ECD とを組み合わせた方法は、分析時間が 2 時間以内、測定下限は 0.5 $\mu\text{g/L}$ 以下、変動係数も 5% 以内で、公定分析法との良好な相関係数(0.999 以上)を示し、PCB 水熱分解プラントに十分適用できることを実証している。

3. 溶剤中および排水中 PCB モニタリング装置の社会実装

確立した溶剤中 PCB の迅速分析技術及び排水中 PCB の迅速分析技術を装置化し、実際の PCB 処理プラントでの実用化検証を行った⁷⁾。トランス、コンデンサなどの PCB 汚染物処理において、溶剤中 PCB モニタリング装置による測定を行い、公定分析法との相関係数も 0.997 と良好であることを実証している。また、溶剤中 PCB 濃度から部材付着 PCB 量を評価し、各洗浄段階での PCB 除去効果を監視できるオンライン PCB モニタリング装置として、実フィールドに適用できるシステムを確立した。PCB 水熱分解処理装置の排水を自動サンプリング装置でオンライン採取して、排水中 PCB モニタリング装置による測定を行っている。その測定結果は、公定分析法との相関係数も 0.982 と良好であることが実証された。さらに、本装置を適用することによって、処理後の PCB 濃度判定だけでなく PCB の塩素数ごとの分解挙動を監視することができ、水熱分解の反応制御のためのモニタリング装置としての実用性が確認されている。

以上、PCB 迅速分析技術をモニタリング装置として PCB 処理システムに実装することで、2005 年から約 17 年間、国内の PCB 処理事業を安全・安心に遂行でき⁸⁾、PCB 特措法の高濃度 PCB 処理期限である 2023 年 3 月末を遵守し、国内の PCB 環境問題解決に貢献できたものと考えている。さらには、同君の環境・エネルギー分野の研究活動、学会活動、JIS 規格化、国際標準委員など、産官学連携の一連の取り組みは、分析化学の発展に貢献するところ顕著なものがある。

[東京薬科大学薬学部 東海林 敦]

文 献

- 1) 産廃処理事業振興財団編, "PCB 処理技術ガイドブック改訂版", (2005), (ぎょうせい).
- 2) *J. Chromatogr. A*, **1177**, 138 (2008).
- 3) *POPs Research in Asia*, 38-43 (2008).
- 4) *分析化学*, **57**, 1019 (2008).
- 5) *計測と制御*, **47**, 139 (2008).
- 6) *環境化学*, **19**, 229 (2009).
- 7) *化学工学会春季大会* (2009).
- 8) (<https://www.jesconet.co.jp/>) 10 Jun. 2023.

稲田 幹 氏

(Miki INADA
九州大学中央分析センター 准教授)



1978年2月生まれ、福岡市出身。福岡県立福岡高等学校卒（48回生）。2000年九州大学工学部応用物質化学科卒業、2002年九州大学大学院工学府物質創理工学専攻修士課程修了、2005年同博士後期課程修了。北條純一教授（九大）の指導の下、「セラミックス酸化物の水熱合成プロセスの開発と反応機構の解明」で博士（工学）の学位取得。学術研究員、日本学術振興会 RPD 特別研究員などを経て、2014年3月16日に九州大学助教、2017年1月より同中央分析センター准教授。液相法による粒子形態制御、環境浄化材料の開発などの研究に取り組んでいる。趣味は、エレクトーン、テニス。

【業 績】

環境・エネルギー問題解決のためのセラミックス開発と構造解析

稲田 幹氏は、種々の環境浄化、エネルギー関連セラミックス粒子を開発し、その結晶構造、配位構造、表面状態などの構造評価を行ってきた。反応場を制御した『液相合成』により、結晶内の原子の配列から粒子形態に至るまでの高次構造を制御し、XRD、SEM、TEMによる表面・結晶構造解析、固体NMRによる配位構造解析や吸着測定による細孔構造解析に着目して『構造解析』を行ってきた。『構造』と、光触媒能や電気容量のような『特性』との関係を明らかにし、得られた知見を合成にフィードバックして特性向上を図ってきた。以下に、同君の主要な研究業績を記す。

1. 石炭灰の高効率ゼオライト化手法の確立

火力発電所から大量に排出される石炭灰（フライアッシュ）の処理が大きな問題となっている。フライアッシュは主に非晶質のアルミノシリケートからなっており、その有効利用法としてゼオライトへの転換が注目されている。しかしながら、生成するゼオライトは処理条件や原料灰種によって大きく異なるため、特定のゼオライトを得ることが困難であった。

稲田君は、アルカリ水熱処理過程の溶液ならびに生成物を詳細に解析して生成機構を明らかにした¹⁾。特に、²⁷Al-NMRにより得られたAl配位数の変化と透過型電子顕微鏡で観察された非晶質構造からの微結晶析出を合わせて、非晶質中間体構造からのゼオライト結晶化を証明したのは特筆すべき成果である。さらに、原料の組成制御²⁾や加熱源としてのマイクロ波導入³⁾により、生成物の陽イオン交換容量を飛躍的に向上させるとともに、細孔径が異なるゼオライトの作り分けにも成功した。非晶質中間体のTEM観察は困難なため、結晶核生成を捉えた研究はなく、世界の関心を集める成果である。

2. 多孔質シリカ-チタニア環境浄化材料の開発

揮発性有機化合物（VOC）は低濃度でも人体に影響を及ぼし、シックハウス症候群などを引き起こすため、適切な除去が必要である。VOCの除去には、シリカゲルや活性炭、ゼオライトなどが用いられているが、ゼオライトは強い吸着力を持つため脱着による触媒再生が困難であり、分子選択性があるため特定の物質にしか対応できない。また、シリカゲルや活性炭は多様な物質を吸着できるが吸着力が弱いため、低濃度のVOCに対しては不向きである。

稲田君は吸着能と光分解能を複合させた高機能環境触媒材料の開発を目指して、高比表面積なメソポーラスシリカに着目し、吸着特性向上と光触媒能付与のため、酸化チタンTiO₂（チタニア）と複合したメソポーラスシリカ-チタニアを開発した。シリカ骨格に組み込まれたTiと、TiO₂ナノ結晶としての析出挙動を²⁹Si-NMRによるシリカの配位構造解析とTEM観察により解明し、それぞれが示す吸着能と光分解能を向上させた⁴⁾。

最近では、(A) 光触媒サイトによる直接光分解、(B) 吸着サイトへの吸着、(C) 吸着後の光分解、の三つの視点から速度解析することで、吸着・光分解能の定量的評価を行っている⁵⁾。シミュレーションによってこれまで見えなかった直接光分解と吸着光分解を可視化でき、速度解析結果を局所構造解析

と関連づけることで吸着サイトと分解サイトの理想的構造を構築し、合成にフィードバックして、大気中、水中における多様な有害有機物の迅速除去を目指している。

3. グルコースの水熱炭化によるカーボンファイアの合成と電気二重層キャパシタへの応用

高比表面積カーボンは環境分野において吸着剤や触媒担体として広く利用されており、最近には特に電極材料への応用が盛んに行われている材料である。特性向上のために、形態や多孔構造の制御、表面修飾などが研究されている。カーボン材料のナノ構造制御にさまざまな手法があるが、その中でも砂糖、グルコース、フルクトース、セルロースやデンプンのようなバイオマスを原料とした水熱炭化法は高比表面積な球状カーボンを簡単、安価に得る手法として一定の注目を集めている。

稲田君は、グルコースを原料に用いた水熱炭化により高比表面積カーボンファイアを開発し、電気二重層キャパシタの電極材料に応用した。先行研究で不明確であった熱処理過程におけるカーボンファイアの内部結合状態を¹³C-NMRにより解析して炭素構造の発現を明らかにし、内部から外観までの構造とキャパシタンスとの関係性を明らかにした⁶⁾。また、細孔の階層的制御により、電気二重層キャパシタ性能の飛躍的な向上を達成した。

4. 水熱法により合成した正方晶チタン酸バリウム単結晶の構造解析

液相合成法の一つである水熱法は機能性セラミックス酸化物の合成に広く用いられており、稲田君は酸化チタンTiO₂やチタン酸バリウムBaTiO₃などを水熱合成し、そのプロセス制御によって高機能化を行ってきた。本稿ではBaTiO₃の成果について示す。

代表的な誘電材料であるBaTiO₃は、微粒化すると擬立方晶が発現するため微粒な正方晶を得るのは難しいとされているが、有機添加剤による反応場制御により正方晶単結晶粒子の液相合成に成功している⁷⁾。生成物はファセットな表面を持つ正方晶BaTiO₃単結晶であり、構造解析の結果より、最大で酸素サイトの1/6程度が水酸基に置換されていること、水酸基量減少に伴い正方晶性が低下することを明らかにした。さらに、構造計算により水酸基がc軸方向に並ぶ構造すなわちtrans構造が安定であることが示され、水酸基の存在が酸化物結晶の安定化に寄与する可能性が示唆された⁸⁾。本研究結果は、分析機器を用いた構造解析と理論計算から導かれた構造を組み合わせて構造を明らかにしたという点で高く評価できる。

このように、稲田 幹君のこれまでの研究活動は、セラミックス材料開発における分析化学の発展に貢献するものであり、分析化学の発展に貢献するところが大きい。

〔長崎大学薬学部 黒田 直敬〕

文 献

- 1) *Trans. Mater. Res. Soc. Jpn.*, **29**, 2363 (2004).
- 2) *Fuel*, **84**, 299 (2005).
- 3) *Fuel*, **84**, 1482 (2005).
- 4) *Microporous Mesoporous Mater.*, **182**, 173 (2013).
- 5) *J. Ceram. Soc. Jpn.*, **127**, 242 (2019).
- 6) *Adv. Powder Technol.*, **28**, 884 (2017).
- 7) *Ceram. Int.*, **41**, 5581 (2015).
- 8) *Inorg. Chem.*, **57**, 5413 (2018).

鈴木 敦子 氏

(Atsuko MASUYA-SUZUKI
山口大学大学院創成科学研究科 助教)

1984年11月宮城県に生まれる。2007年東北大学工学部分子化学工学科卒業、2009年東北大学大学院環境科学研究科修士課程修了、2012年東北大学大学院環境科学研究科博士課程修了。在学中は星野仁教授、壺岐伸彦教授の指導を受け、「 d^8 遷移金属ラジカル配位子錯体の特異な電子構造を利用する溶液環境・分子応答性近赤外吸収プローブの創製」で博士(学術)の学位を得る。2011年日本学術振興会特別研究員(DC2)、2012年東北大学大学院環境科学研究科助教を経て、2022年山口大学大学院創成科学研究科助教(現職)。現在は、金属錯体の機能に基づく分離・分析法の開発に取り組んでいる。趣味はクラシック音楽鑑賞、読書、散歩、園芸。



【業績】

金属錯体の特性を利用した分離・分析機能の開発

鈴木敦子君は、金属錯体の分子構造、電子構造、物性を調べ、白金(II)錯体のプローブや治療薬としての機能を見だし、結晶化によるランタノイド分離法を開発することに成功した。以下に同君の主な研究成果を示す。

1. 白金(II)錯体の NIR 吸収スイッチ能

光音響(PA)イメージングは、生体組織で吸収された光が熱に変換されて生じる超音波を画像化する手法で、次世代のイメージング法として注目を集めている。PAイメージングでは、近赤外(NIR)光を吸収し熱に変換するPAプローブを生体内に集積させることで、生体の特定部位を可視化できる。この際、特定の生体物質や生体内環境を認識してPAシグナルがスイッチするようPAプローブを設計できれば、生体機能や病変部位を可視化することが可能になる。PAシグナルをスイッチさせるためには光吸収を明確にスイッチさせる必要があるが、光吸収スイッチングを可能にする分子設計に関する研究は大幅に不足している。鈴木君は、水溶性を付与した o -フェニレンジアミン誘導体と白金(II)イオンから錯体を合成し、この錯体が塩基性水溶液中でNIR光を吸収することを見いだした。さらに、pHを低下させると錯体が一電子酸化二量化し、NIR光吸収が消失することを明らかにした¹⁾²⁾。次いで、この錯体が疎水性空孔に取り込まれるとNIR光吸収が明確に変化することを見いだした³⁾。この現象を疎水空孔サイズ認識能としてとらえ、白金(II)錯体をタンパク質の疎水空孔サイズ認識に用いることに成功した。以上、白金(II)錯体の一電子酸化二量化反応に基づき、pH及び疎水空孔サイズに応答するNIR吸収スイッチングを実現させることに成功した。この明確なNIR吸収スイッチングは、PAシグナルのスイッチングにつながると考えられ、これらの白金(II)錯体はシグナルスイッチ能を持つPAプローブとしての展開が期待できる。

2. 白金(II)錯体の光熱治療薬としての機能

治療(therapy)と診断(diagnosis)を一体化させるセラノスティクスは、次世代医療技術として注目されている。治療薬としての機能を分子プローブに付与することができれば、治療効果や薬剤送達の可視化など精密な医療の実現につながる。鈴木君は、PAプローブをセラノスティクス試薬として用いることを目指し、白金(II)錯体の光熱治療薬としての機能を研究した。配位子にプロモ基を持つ疎水性白金(II)錯体を合成し、血清アルブミンと複合化し水に可溶化した。この溶液にNIR光を照射すると、溶液の温度が上昇した。さらに、この白金(II)錯体を導入した癌細胞にNIR光を照射し、光熱変換で生

じた熱で細胞を殺傷することに成功した⁴⁾。以上、白金(II)錯体が光熱治療薬として機能することが明らかになった。光熱治療薬としての機能とPAプローブとしての機能を組み合わせ、この白金(II)錯体をセラノスティクス試薬として用いることが期待される。

3. 結晶化によるランタノイド分離

ランタノイドは、現在多くの工業製品で用いられている。その一方、ランタノイドに関しては、天然資源としての有限性、採掘・精錬過程での膨大なエネルギー消費など課題がある。簡素で高選択的な方法でランタノイドを分離回収することができれば、使用済み工業製品からのランタノイドリサイクルの実現につながる。鈴木君は、ランタノイドと三脚型シッフ塩基(H_3L)から成る錯体の合成に取り組み、反応条件に応じ錯体構造が変わることを見だし⁵⁾⁶⁾、この知見を基に結晶化によるランタノイド分離法を開発した⁷⁾⁸⁾。鈴木君は、ネオジムイオン(Nd^{3+})とジスプロシウムイオン(Dy^{3+})に関して、 H_3L と反応させた際に生成する錯体の構造、溶解度、生成定数を詳細に調べた。その結果、どちらの金属イオンを用いた場合も、7配位錯体(NdL , DyL)が生成することが明らかになった。さらに、 NdL の溶解度が DyL の溶解度より約10倍大きくなる溶液条件を見だし、この条件における NdL の生成定数が DyL の生成定数より小さいことを明らかにした。以上の結果から、この溶液条件では錯体生成と結晶化が協働的に働き DyL が選択的に結晶化すると仮説を立て、 Nd^{3+}/Dy^{3+} 分離を行った。その結果、 Nd^{3+} , Dy^{3+} , H_3L が共存する溶液から Dy^{3+} の純度が99%に達する結晶を得ることに成功した。分離能を示す分離係数は300に達し、従来の分離法である溶媒抽出の一段階の分離係数(<50)より高いことが分かった。スマートフォンやパソコンなどには、 Nd^{3+} と Dy^{3+} を構成成分として含むネオジム磁石が使用されている。この結晶化による分離法は、ネオジム磁石から Nd^{3+} と Dy^{3+} を分離回収して再利用するための基礎技術として用いることが期待できる。

このように、鈴木敦子君は、金属錯体の特性を利用し、生体分析や金属分離に関する独創的な研究成果を挙げた。これらの成果は、今後の分析化学の発展に大きく貢献すると期待される。

〔九州大学大学院工学研究院 片山 佳樹〕

文 献

- 1) *Eur. J. Inorg. Chem.*, **2010**, 3458 (10). 2) *Inorg. Chim. Acta*, **378**, 81 (11). 3) *Chem. Commun.*, **49**, 4812 (13). 4) *RSC Adv.*, **10**, 6460 (20). 5) *Polyhedron*, **85**, 76 (15). 6) *CrystEngComm*, **18**, 872 (16). 7) *Chem. Commun.*, **58**, 2283 (22). 8) 特願2022-093944.

高野 祥太郎 氏

(Shotaro TAKANO
京都大学化学研究所 准教授)

1987年に生まれ、2010年に大阪教育大学教養学科自然科学コース卒業。同年、京都大学大学院理学研究科化学専攻に進学、2015年に京都大学大学院理学研究科化学専攻を卒業。「銅同位体比の海洋化学」のテーマで博士（理学）の学位を取得。同年、京都大学化学研究所の助教に就任。2023年に准教授に昇任、現在に至る。在学中は、大阪教育大学の横井邦彦教授と京都大学化学の宗林由樹教授の指導を受ける。現在は、重元素同位体の地球・海洋化学の研究に取り組む。趣味は、登山、将棋、野球観戦など。



【業 績】

地球化学・海洋化学における微量金属同位体比分析に関する研究

海洋においてマンガン、鉄、ニッケル、銅、亜鉛、カドミウムなどの微量金属は、その濃度レンジが 10^{-12} ~ 10^{-9} mol/kgであるにもかかわらず、生態系に大きな影響を与える。高野君は、海水中微量金属の同位体比分析法の開発およびその分析法を応用した海洋の微量金属の起源と動態解析に関する研究で、分析化学をはじめ、地球化学・海洋化学の発展に広く貢献してきた。以下に同君の主な研究成果を挙げる。

1. 微量金属同位体比分析法の開発

多重検出器型 ICP 質量分析装置 (MC-ICP-MS) の実用化にともない重元素同位体比の迅速かつ高精度な分析が可能となった。しかし海洋試料では分析対象となる元素濃度が低く、さらに共存する海塩の影響で同位体比測定の信頼性が大きく低下するなどの問題があり、海洋化学、地球化学での議論に耐えうる十分な信頼性が得られなかった。従来の同位体比分析法では、共沈法、溶媒抽出法、イオン交換法を組み合わせた複雑かつ多段階の操作によって海水中の分析対象元素を分離・濃縮していたが、このような分離濃縮は、膨大な時間、労力、薬品を必要とするだけでなく、分析対象元素の汚染や回収率の低下を引き起こし、同位体比分析の精度を悪化させる大きな原因となっていた。

こうした背景で高野君は、エチレンジアミン三酢酸型キレート樹脂と陰イオン交換樹脂を用いて海水中ニッケル、銅、亜鉛の同位体比一斉分析法を開発した¹⁾²⁾。この分析法は、従来法と比較して低汚染かつ高回収率で分析対象元素を分離・濃縮でき、海水に含まれる超微量のニッケル、銅、亜鉛に対して精密同位体分析が可能となった。また、高野君が開発した分離・濃縮法では、一つの試料から3元素の同位体比を同時に分析できるため、分析に必要な試料量を大幅に削減できる。さらに、本法は汎用性の高い分離・濃集法であり³⁾⁴⁾、海水に限らず、河川水、海底堆積物、大気エアロゾル、植物プランクトン試料などへの応用を通じて、海洋環境における微量金属の起源や動態に関する包括的な知見が得られ、安定地球化学研究の更なる発展に貢献できる。

2. 海洋における微量金属循環の解明

微量金属の海洋環境中での循環に関する研究は、主として対象元素の濃度分布に基づいて行われてきた。しかし、微量金属

に関しては海洋における多様な起源と複雑な生物地球化学プロセスを反映するため、濃度分布のみで微量金属元素の循環過程を正確にとらえることは困難であった。高野君は、上記の化学分離手法を用いて微量金属の同位体研究に取り組み、安定同位体比が微量金属の起源や動態を知る手掛かりとなることを示した。以下に同君の具体的な研究例を示す。

2・1. 海水中銅の生物地球化学循環の解明：銅は多くの生物にとって必須元素であり、多くの銅タンパクや酵素が知られている。特に植物プランクトンでは活性酸素光合成電子伝達系に含まれ、重要な生体機能を担っている。一方で銅は高濃度では強い毒性を示し、植物プランクトンの生長を抑制することが知られており、海洋での銅の分布は生命活動の一つの指標となっている。高野君は太平洋およびインド洋における銅の濃度および同位体比分布を通じて、銅が海水中の粒子に吸着し、海底へと運ばれていることを明らかにした。さらに、濃度と同位体比データを組み合わせた海洋ボックスモデルを構築し、海洋における銅の供給・輸送・除去フラックスを推定した⁵⁾。

2・2. 東シナ海の海水中ニッケル、銅、亜鉛の起源解析：東シナ海は、大都市部を経由する長江が流入するため、人間活動による汚染が懸念されている。高野君は、ニッケル、銅、亜鉛の濃度・同位体比分布を用いて、長江および大気を介して陸源および人為起源のニッケル、銅、亜鉛が供給されていることを明らかにした⁶⁾。

2・3. 雨水、雪水中ニッケル、銅、亜鉛の起源：雨水や雪は、大気中の物質を沈着させることで海洋へ微量金属を供給する。高野君は、日本国内で採取された雨水、雪氷に含まれる18種の金属元素濃度およびニッケル、銅、亜鉛同位体比の分析を行い、それらの起源を推定した⁴⁾。雨水、雪氷に含まれるニッケルは、重油燃焼物に由来し、銅および亜鉛は道路粉塵と石炭燃焼物に由来することが示唆された。

以上のように、高野氏は高効率・高精度の微量金属同位体比分析法を開発し、フィールド研究に応用することで、海洋化学・地球化学における分析化学の重要性を実証した。

〔東京大学大学院理学系研究科 平田 岳史〕

文 献

1) *Analytica Chimica Acta*, **784**, 33 (13). 2) *Analytica Chimica Acta*, **967**, 1, (17). 3) *Marine Chemistry*, **219**, 103751 (20). 4) *Geochem. J.*, **55**, 171 (21). 5) *Nat. Commun.*, **5**, 5663 (14). 6) *Mar. Chem.*, **243**, 104135 (22).

田中 佑樹 氏

(Yu-ki TANAKA
千葉大学大学院薬学研究院 助教)

1984年東京都小金井市に生まれる。2007年東京工業大学理学部卒業、2010年同大学大学院理工学研究科地球惑星科学専攻修士課程修了。2010年株式会社クレハ分析センター入社。2014年京都大学大学院理学研究科地球惑星科学専攻博士後期課程入学、修士までの指導教官である平田岳史教授（現東京大学）の指導を受け、2017年「Deciphering the physiological codes of bone using elemental and isotopic data obtained by ICP-mass spectrometry」で博士（理学）の学位を得る。2018年4月より、千葉大学大学院薬学研究院特任助教、同年8月より現職。趣味は俳句、絵画。

【業 績】

ICP質量分析計を用いた生命金属元素の応用分析法の開発

田中佑樹氏は、誘導結合プラズマ質量分析計（ICP-MS）による元素・同位体分析を生体試料中の生命金属元素に適用し、生体金属支援機能科学（メタロミクス）の分野において、独自の研究を展開してきた。以下に、同氏の主要な業績を紹介する。

1. 安定同位体メタロミクスの発展

元素の同位体組成は同位体効果によって物理化学反応の前後で変動するが、その変動は、多重検出器型のICP-MSを用いることで検出が可能になる。田中氏は生命科学分野では応用例が少なかった同位体組成分析をカルシウム（Ca）や鉄（Fe）といった生体必須元素に適用し、安定同位体メタロミクスという新分野を発展させてきた。生体試料中の金属元素は微量であり、夾雑物として有機物や他の元素が多量に含まれる。そこで、元素ごとに最適な前処理方法を検討し、限られた量の元素から精度の高い同位体分析を行う手法を地道な取り組みにより確立し、以下の応用研究へ展開した。

カルシウムは生体内で最も豊富な金属元素であり、その99%は骨に含まれている。そのため、カルシウムの代謝異常は骨量や骨強度の低下を引き起こし、骨粗鬆症に代表される骨代謝疾患は現在、重要な健康課題となっている。田中氏は骨代謝異常を誘発する慢性腎臓病や糖尿病モデルの動物を用いてカルシウムの安定同位体比を測定し、これらの疾患で生じる骨量減少をカルシウム安定同位体比の変化として捉えることに成功した¹⁾。カルシウム同位体組成分析では、ストロンチウム（Sr）の2価イオンが質量干渉を引き起こす。ストロンチウムはカルシウムと化学的性質が類似しており、化学的な方法で完全に除去するのは難しい。そこで、田中氏は標準添加法の原理に基づき、元素の添加という逆転の着想から、ストロンチウム添加-回帰直線法を考案した。本手法によって従来よりも6倍高いSr/Caを含む試料からも正確なカルシウム同位体比を得ることができ、幅広い試料に対して同位体分析の簡易化を達成した²⁾。

生体内において鉄は酸化還元反応に伴って大きな同位体効果を受ける。特に、小腸で鉄が3価から2価に還元される過程では選択的に軽い同位体が反応し、その後、体内に吸収される。そのため、小腸における鉄の還元・吸収効率は全身の同位体組成を決定する主因子となる。田中氏は日本人女性の血中の鉄同位体比を測定し、加齢に伴う同位体比の変動を評価した。閉経後の女性では鉄の吸収が低下し、同位体比の変化が現れるという報告もあるが、年齢による同位体比の変動は見られず、高齢の日本人女性は鉄の栄養状態が不良で、吸収効率が依然高

くなっている可能性を指摘した。また、同位体比と体内に貯蔵される鉄量のマーカーである血清フェリチンの間に負の相関を見だし、鉄同位体比が慢性的な鉄の栄養状態を反映するバイオマーカーとして有用であることを示した³⁾。

2. 単一粒子・単一細胞元素分析の生物医学応用

近年、信号の取得時間を1ミリ秒以下で行う高時間分解型のICP-MSによって単一粒子・単一細胞の元素分析が試みられている。単一細胞の分析では、ICPへの効率的な細胞導入や定量性の高い解析によって、フローサイトメトリーに相当する単一細胞レベルでの元素分析法の確立が期待されている。

田中氏は生化学や毒性学の研究に頻用される酵母、緑藻、赤血球など様々な生物種に由来する細胞に対して、単一細胞独自の試料導入系と定量プロトコルを適用し、 $ag \sim pg$ レベルで存在する必須元素の濃度を高精度に定量することに成功している⁴⁾。哺乳類培養細胞の分析においては、ドロップレットジェネレーターと呼ばれる微小液滴生成の技術を適用した導入系を適用し、高効率かつ定量性の高い元素分析を実現した。また、生化学研究への応用として、大腸菌内で発現させた組換えタンパク質発現量を評価する方法を確立した。この方法ではタンパク質に付加したヒスチジンタグに対して、ヒスチジンと親和性の高いコバルトイオンでラベル化し、ICP-MSでタンパク質の検出・定量を行った。組み換えタンパク質発現を評価する従来法に比べて迅速かつ高感度な手法であり、単一細胞元素分析の実用的応用の好例といえる⁵⁾。

高時間分解型のICP-MSでは単一粒子の分析も可能である。田中氏は工業的に利用されている人工ナノ粒子による毒性学的研究に加えて、生物が体内で生合成するバイオジェニックナノ粒子の研究にも力を入れている。これまで、哺乳類細胞内で合成される、セレン化水銀ナノ粒子⁶⁾や植物細胞内で合成されるテルルナノ粒子⁷⁾の存在を明らかにしてきた。特に、テルルナノ粒子については、高時間分解型のICP-MSを用いて一粒子ごとの測定を行い、これらのナノ粒子が生合成される機序や毒性学的な意義について重要な知見を報告してきた。

以上のように田中佑樹氏は、ICP-MSを用いた応用的分析手法を駆使して、生体内の金属元素の機能、代謝、毒性の解明に資する成果を挙げており、今後も分析化学を進展させ、その価値を高めることに大きく貢献することが期待される。

〔日本大学薬学部 四宮 一総〕

文 献

- 1) *Metallomics*, **9**, 1745 (17).
- 2) *Anal. Sci.*, **7**, 793 (19).
- 3) *Metallomics; Recent Analytical Techniques and Selected Applications*, Springer, pp.239 (17).
- 4) *ChemBioChem*, **21**, 3266 (20).
- 5) *Anal. Chem.*, **94**, 7952 (22).
- 6) *Chem. Res. Toxicol.*, **34**, 2471 (21).
- 7) *J. Trace Elem. Med. Biol.*, **62**, 126628 (20).

渡 辺 壱 氏

(Atsushi WATANABE
フロンティア・ラボ株式会社 代表取締役社長)

1982年4月東京に生まれる。2009年ブリティッシュコロンビア大学卒業、2010年フロンティア・ラボ株式会社入社、2021年から同社代表取締役。名古屋工業大学の岡本教授の指導を受け、2019年に博士(工学)の学位を取得。2020年から東北大学環境科学研究科先端環境創成学専攻客員准教授。現在は、熱分解装置およびその周辺機器の開発や、応用分析法の開発に取り組んでいる。2021年Forbes Japan主催 Small Giants Award 2021でGlobal Niche賞、並びに2022年第34回中小企業優秀新技術・新製品賞の優秀賞、環境貢献特別賞受賞。趣味は、福島県内および近県での軽登山と温泉巡り、お酒の嗜み。



【業 績】

熱分解 GC/MS による高分子材料関連のキャラクタリゼーション

渡辺壱君は、各種添加剤の分析を始め、高分子材料の熱分解ガスクロマトグラフィー/質量分析法(Py-GC/MS)による分析に新たな視点を導入し、研究を展開した。さらに、タンデムマイクロリアクター GC/MS システムの新規開発や、極微量のマイクロプラスチック混合物の定性・定量分析を可能とするソフトとハードの開発を新たに行い、環境分析へのPy-GC/MSの適用性を拡大させた。以下、その研究概要を記す。

1. 熱脱着(TD)-GC/MSや発生ガス(EGA)-MSを用いた添加剤等小分子の分析

渡辺壱君は、このTD-GC/MSにおける添加剤や小分子の分析において、ポリプロピレン中の難燃剤である赤リンが熱脱着で生成したリン4量体の特異的分子生成反応を利用した発生ガス(EGA)-MS分析¹⁾、低沸点成分の揮散抑制のために、高分子薄膜をコートした試料カップを用いたTD-GC/MS分析による、低沸点の可塑剤であるフタル酸エステル²⁾³⁾の定量、添加剤等小分子の定量分析に対する確度の向上に大きく貢献した。

2. 水素や空気雰囲気下でのPy-GC/MSとEGA-MSの研究

Heの供給不足により、GCでの水素(H₂)キャリアガスの利用要求が顕著になっている。渡辺壱君は、高密度ポリエチレン(HDPE)や低密度ポリエチレン(LDPE)など24種類の汎用高分子について、使用するHe、およびH₂キャリアガスの違いによるパイログラムの変化を検討した。その結果、PEの熱分解生成物であるジオレフィンに対するH₂の付加反応が、LDPEよりもHDPEで顕著であり、これが高分子中の残留触媒に由来することを明らかにした。また、HDPEを含めて多くの高分子は、H₂キャリアガスを用いた熱分解でも、Heキャリアガスで作成されたライブラリーによる同定は充分可能であったが、ポリテトラフルオロエチレン(PTFE)など、電子求引性置換基のフッ素を有する高分子では、熱分解生成物の生成分布が著しく異なるという興味深い現象を見いだした⁴⁾。

一方、空気雰囲気下でのEGA-MS測定では、酸素によるMS検出器のフィラメントの劣化や、窒素によるMS検出器でのイオン化効率の減少によるS/Nの低下といった問題が生じる。渡辺壱君は、加熱炉とMS検出器間に、He流路を付加して空気濃度を希釈するという、単純ではあるが極めて効果的な気体流路の配管設定により、これら永年の課題解決に貢献した⁵⁾。

3. タンデム型熱分解装置の基礎検討と触媒反応研究への応用

触媒反応研究では、最適反応条件の探索には多大な時間を要していた。渡辺壱君は、この課題を解決するために、新たに縦型熱分解炉を二段直列に連結したタンデムマイクロリアクターを開発した。これにより、反応生成物をオンラインでGC/MS分析でき、触媒反応条件探索を極めて短時間のうちに行うことを可能とした⁶⁾⁷⁾。

一方、GCカラム流量は圧力の影響を直接受けるため、高圧装置とGC/MS装置を直結すると、保持時間が変化してしまう。そこで、流量制御器と背圧制御器及び減圧用キャピラリー管を巧みに配置することにより、1-3 MPaの圧力下でタンデムマイクロリアクターGC/MS分析が可能となり、触媒反応研究における反応圧力の条件探索検討の拡大に大きく寄与した⁸⁾⁹⁾。

4. マイクロプラスチック分析に特化したPy-GC/MSシステムの開発

マイクロプラスチック(MPs)は、環境中に普遍的に存在することが知られるようになり、ヒトの健康への影響が危惧されている。MPsの定性・定量分析法としては、顕微FT-IRなどの非破壊の分光分析法が一般的であるが、これらによる定量分析では、MPs粒子に対して個数ベースで行われ、質量ベースでは、密度を仮定した算出など、限定されたものであった。

環境中のMPsは、その種類や量が多様であり、粒径や形状も様々で、他の夾雑物が共存した状態で各MPs粒子を単離できず、混合物として一括して分析されることも多い。そのような混合物試料中に含まれる各プラスチックの定性・定量分析には多大の労力と時間が必要となる。これに対し、汎用的な11種の高分子について、Py-GC/MSにより得られる、複数の特徴的な熱分解生成物の結果を用いた検索ライブラリーについて、新しいアルゴリズムを開発することにより、各種高分子が共存する試料でも、構成高分子の定性・定量分析を迅速且つ高精度に行うことを可能とした¹⁰⁾¹¹⁾。

以上、渡辺壱君のPy-GC/MSに関連した一連の研究は、創意工夫によりPy-GC/MS分析法の新たな展開を進めたもので、その成果は極めて高く評価でき、分析化学を主体として高分子化学や環境化学にも大きく貢献するものである。

〔東ソー分析センター 香川 信之〕

文 献

- 1) *Anal. Sci.*, **36**, 497 (20).
- 2) *J. Chromatogr. A*, **1391**, 88 (15).
- 3) 特許第5868908号(13).
- 4) *Anal. Chem.*, **88**, 5462 (16).
- 5) *J. Anal. Appl. Pyrolysis*, **156**, 105126 (21).
- 6) *J. Anal. Appl. Pyrolysis*, **111**, 41 (15).
- 7) 特許第6141234号(14).
- 8) *Anal. Sci.*, **33**, 1085 (17).
- 9) 特許第6010093号(14).
- 10) *J. Anal. Appl. Pyrolysis*, **149**, 104834 (20).
- 11) 特許第6683335号(19).

西尾 友志 氏*

(Yuji NISHIO
株式会社堀場アドバンステクノ 開発本部 基盤技術研究開発部 マネジャー)

室賀 樹 興 氏

(Tatsuoki MUROGA
株式会社堀場アドバンステクノ 開発本部 基盤技術研究開発部 チームリーダー)

高味 拓 永 氏

(Takuhiya KOMI
株式会社堀場アドバンステクノ 開発本部 基盤技術研究開発部)

橋本 忠 範 氏

(Tadanori HASHIMOTO
三重大学大学院 工学研究科 応用化学専攻 准教授)

石原 篤 氏

(Atsushi ISHIHARA
三重大学大学院 工学研究科 応用化学専攻 教授)

西尾友志氏



室賀樹興氏



高味拓永氏



橋本忠範氏



石原 篤氏

* 1975年5月岐阜県に生まれる。2002年京都大学大学院人間・環境学研究科修士課程修了。2002年堀場製作所入社、水質計測開発部配属、ラボ用水質計を担当。2005年開発センター配属、pH応答ガラスに関する研究に従事。2013年に三重大学大学院工学研究科博士後期課程に入学、2016年pH応答ガラスの研究に関する内容で博士(工学)の学位を取得。2017年堀場アドバンステクノ出向。2022年基盤技術研究開発部配属。現在は、pHガラス電極を中心としたイオン選択性電極の研究開発に従事。

【業 績】

工業用無補充式セルフクリーニング pH 電極の製品開発およびその防汚技術

西尾友志君らは、2007年頃より機能性を有するpH応答ガラスを中心に三重大と堀場グループにて共同研究を行ってきた^{1)~4)}。工業用途のpH電極は、連続してサンプルに浸漬されるので応答ガラスや液絡部の汚れの問題や、比較電極内部液のサンプル逆流による希釈によって安定した測定が困難であるという問題が残っていた。そこで同君らは、17年の鋭意検討の末、酸化チタンによる光触媒効果を利用した紫外光の照射のみで自己洗浄できるセルフクリーニングpH電極を開発した。その電極は、メンテナンスや校正期間の延長が可能であることから、現場作業者の作業負担を大幅に低減することができるものである。上記の機能を有する電極は、イオン電極式として世界初(2022年10月調べ)であり、既存のpHガラス電極とは異なるユニークな電極である。以下にその主な業績内容を示す。

1. 酸化チタン(TiO₂)光触媒効果を利用したセルフクリーニングpH電極の製品開発^{5)~8)}

日々の暮らしやあらゆる産業活動によって排出される汚水は、川や海の水環境を守るために廃水処理をしたうえで河川に戻される。この汚水を浄化するプロセスを効率化するためには、pHの管理が必要不可欠である。そのために一般の工場の廃水処理施設や下水処理場では、多くの場所でpH測定と制御がなされている。それらの中でも廃水の原水槽や微生物処理槽、返送汚泥槽では、油分や汚泥、微生物などの高濃度の有機物が含まれる。そのため前述のサンプルへpH電極が長期間浸漬されると、経時的に汚れが付着し、安定した測定が困難となる。電極に付着した汚れに対する代表的な対処法は、作業者の手によるふき取り洗浄であり、作業者へのメンテナンス負担や安全上のリスクが大きという問題があった。

そこで同君らは、前述のようなpH電極の汚れの問題に対し、光触媒効果(光誘起親水性、光分解)を利用した自己洗浄機能を有するUV-LED内蔵型の電極を製品開発した。具体的には、pH応答ガラス膜部と液絡部に酸化チタン(TiO₂)をコーティングし、電極内部からこれらの部位へ紫外光を照射する構造になっている。2010年頃には正常にpH応答するようなコーティング条件が整ったが、実用化にはまだ価格と構造などの多くの問題があった。例えば、当時はブラックライトやキセノンランプが高価で採用が困難であった。2014年頃に小型のUV-LEDが普及し始め、それを内蔵することを発案した。その後、LEDの紫外線強度やLEDの絶縁性、電極の構造、照射位置の問題などを地道に解決した。

一方、比較電極の問題にも取り組んだ。電極の比較電極内部液には、紫外線の透過性が高い非水溶性ゲルを用い、サンプル逆流による内部液

希釈の問題に対応した。液絡部の詰まりの問題に対しては、貫通孔の液絡構造とした。内部液をゲルにすると内部液のKCl濃度の希釈による寿命が問題となるが、応答膜先端から30mm以上の部分にKClの顆粒を内包する構造として紫外線の照射を妨げずに寿命を確保した。

2. セルフクリーニングpH電極の基本性能および実現場による防汚効果

開発した電極の基本性能は、各種pH標準液にて確認した。標準液pH4.01とpH9.18間での感度は、理論感度に近い感度を示し、不斉電位も実用上問題ない範囲であった。比較電極の液間電位は、ゲルの内部液にもかかわらず、現行のKCl溶液補充式と遜色ない結果であった。実現場での防汚効果や安定性評価は20か所以上で行った。それらの中でも機械工場の廃水原水槽にて現場実装試験を実施したところ、8時間ごとに手洗浄を行っていたが43日間(期間として120倍)外部より洗浄を行うことなく汚れが分解され続け、結果として応答ガラス部や液絡部が清浄な状態を維持した。試験後の標準液6.86との指示差は、0.05pHであったことから、校正周期の延長も可能であることが分かった。食品工場のタンパク質を含む廃水や化学工場の廃水、下水処理場の廃水原水槽においても電極の防汚効果が維持され6倍以上のメンテナンス期間延長が確認できた。生活排水や機械工場の微生物処理槽(曝気槽)では、1か月に1回は手洗浄が必要であったが、6か月以上外部からの洗浄なく防汚できた。廃水の返送汚泥槽は、濃縮された汚泥であるため汚れで連続測定ができず、これまで定期的にサンプルを汲みとってpH測定していた。本開発の電極では、化学工場の返送汚泥槽にて2か月連続測定を行ったが、この期間において清浄を維持し、問題なく動作した。試験後の標準液6.86における指示差は、0.04pHであった。この結果より返送汚泥槽での連続測定が可能となった。

以上のように西尾友志君らは、防汚効果によるメンテナンス負担低減などの特長に優れたpH電極を製品開発した。この電極は、日本のみならずアメリカやアジアで採用されつつあり、世界規模での環境保全や産業への貢献が期待できる。この成果は、工業用汎用電極への応用や、理化学用途などへの展開が期待される。さらに他の電気化学センサのほか、UV計などの光学系のセンサ窓材への応用も期待される。今後の分析化学の発展にも大きく貢献すると期待される。

(埼玉工業大学先端科学研究所 丹羽 修)

文 献

- 1) *Mater. Res. Bull.*, **47**, 1942 (12).
- 2) *Mater. Res. Bull.*, **50**, 385 (14).
- 3) *Materials*, **8**, 8624 (15).
- 4) *Sens. Actuators, B*, **257**, 807 (18).
- 5) EICA 環境システム計測制御学会, **69**, 4 (18).
- 6) ISA Analysis Division, 2-(2) (18).
- 7) EICA 環境システム計測制御学会, **25**, 59 (20).
- 8) かんぎきょう, **1**, 11 (23).

木村-須田 廣美 氏

(Hiromi KIMURA-SUDA
公立千歳科学技術大学理工学部応用化学生物学科 教授)

1963年6月東京都に生まれる。1987年明治大学農学部農芸化学科卒業、1989年東京水産大学大学院修士課程修了、英国ICI日本法人アイ・シー・アイ・ジャパン(株)に入社、1993年東京水産大学大学院博士後期課程に社会人入学、1996年水産学博士取得、CREST 研究員として理化学研究所(1996~2001年)へ、米国NIST 客員研究員(2001~2003年)、産業技術総合研究所バイオニクス研究センター特別研究員(2003~2004年)、(株)パーキンエルマージャパン分析機器事業部プロダクトマネジャー、マーケティングマネジャー(2004~2009年)を経て、2009年から現職。一貫して表面・界面の分析手法の開発に取り組んできた。

【業 績】

赤外・ラマンイメージングによる骨ミネラル代謝の可視化解析法の開発

木村-須田廣美氏は、ガラス基板に構築した薄膜の分子配向制御とその二次非線形光学特性解析(理化学研究所)¹⁾、DNA自己組織化単分子膜の構築と解析(米国NIST、産業技術総合研究所)^{2)~4)}など、国内外の研究機関において薄膜作製とその評価・解析を行ってきた。大学に着任してからは、赤外イメージングやラマンイメージングによる生薬・食品・材料の分析技術の開発、硬組織(骨・歯)や軟組織(血管・心臓)の評価技術の開発と標準化に取り組んでいる。以下に同君の主な研究業績と貢献について紹介する。

1. 新規凍結切片法による骨非脱灰標本作製法の開発

骨はI型コラーゲン線維と生体アパタイト結晶から成る有機-無機ハイブリッド材料である。骨代謝によって変化するI型コラーゲン線維と生体アパタイト結晶の分子レベル、ミクロ、マクロレベルでの組成や構造の違い(骨質)は骨を特徴付け、骨密度とともに骨強度を規定する(2000年NIHコンセンサス会議のステートメント)。そこで、赤外イメージングとラマンイメージングを併用しながら、骨質の可視化・解析法の開発を中心に、“骨粗鬆症”、“慢性腎臓病”、“ミネラル代謝異常”、“イメージング”、“コラーゲン線維”、“アパタイト結晶”、“配向性”などをキーワードとして、様々な骨(異なる動物種、病態、投薬)のコラーゲン分子の二次構造、コラーゲン線維配向性、石灰化度(ミネラル/タンパク質)、生体アパタイトの炭酸塩/リン酸塩比、結晶化度、結晶成熟度、配向性などを評価、解析、数値化することで医工連携に携わり、成果を上げ^{5)~10)}、医学、健康科学に貢献している。

赤外イメージングによる新鮮骨の可視化解析法の開発では、新規凍結切片法による骨の非脱灰標本作製法を確立し、凍結切片法で得られた骨の薄切標本と樹脂包埋法で得られた骨の薄切標本の違いを示した。マウス大腿骨の皮質骨と海綿骨において、新規凍結切片法で得られた薄切標本の石灰化度と結晶化度は樹脂包埋法(従来法)で得られた薄切標本より低値になる一方、炭酸塩/リン酸塩比は新規凍結切片法で得られた薄切標本が高値になることを明らかにした。この研究は、樹脂包埋が骨に及ぼす影響を明らかにするとともに、2か月を要した標本作製時間を数時間に短縮することに成功し、赤外イメージングによる骨質解析の技術を臨床応用に近づけた¹¹⁾。

2. 赤外二色性イメージングによるコラーゲン線維と生体アパタイト配向性評価法の開発

骨におけるコラーゲン線維配向性と生体アパタイト配向性

は、骨強度に影響を及ぼすことが知られている。そこで、赤外二色性イメージングによるコラーゲン線維と生体アパタイト配向性評価法を開発し、週齢の異なるラット大腿骨を評価・解析した。その結果、コラーゲン線維は大腿骨の長軸方向に配向し、低結晶性アパタイトの配向性とおおむね一致することを示した。また、ラット大腿骨における低結晶性アパタイトの配向性は6週齢に比べて33週齢の方が向上することも示した⁸⁾。

赤外イメージングによる定量的な骨質評価を行うためには、試料を3 μ m以下の薄切標本にして透過測定を行う必要がある。赤外二色性イメージングにおける反射法の有用性を検討するために、透過法と反射法で得られた赤外二色性イメージを比較したところ、差は認められなかった。骨を薄切標本にする必要がないことを示し、赤外二色性イメージングによる骨質評価の応用範囲を広げた。

3. ラマンイメージングによる石灰化度の検討

赤外イメージングに比べて高い空間分解能による骨質の可視化・解析が可能なラマンイメージングは、オステオン(骨単位)やマイクロクラック(微小骨折)周辺の骨質評価に有効である。一方、ラマンスペクトルからミネラル/タンパク質比である石灰化度を得るには、生体アパタイト由来のPO₄³⁻バンドに対してAmide Iバンドの強度が低い。そこで、Amide Iバンドの代わりに、CH₂、Amide III、プロリン(Pro)、ヒドロキシプロリン(Hyp)、フェニルアラニン(Phe)のバンドを用いて石灰化度のラマンイメージを示し、その違いから、石灰化度の評価において、タンパク質由来のバンド選びが極めて重要であることを示した¹²⁾。

このように木村-須田廣美氏は医工連携に携わりながら、赤外イメージングとラマンイメージングによる骨質の可視化・解析法の開発を行い、得られた知見は高く評価されている。また、研究を通して、熱心に学生を指導しており、学生も多くの賞を受賞している。

(中央大学理工学部 上野 祐子)

文 献

- 1) *J. Phys. Chem. B*, **105**, 1763 (01).
- 2) *J. Am. Chem. Soc.*, **125**, 9014 (03).
- 3) *J. Am. Chem. Soc.*, **125**, 5219 (03).
- 4) *Proc. Natl. Acad. Sci. USA*, **104**, 9 (07).
- 5) *Osteoporos. Int.*, **28**, 709 (16).
- 6) *J. Oral Biosci.*, **59**, 142 (17).
- 7) *Osteoporos. Int.*, **28**, 1481 (17).
- 8) *J. Oral Biosci.*, **61**, 115 (19).
- 9) *Calcif. Tissue Int.*, **107**, 389 (20).
- 10) *Bone Rep.*, **14**, 101061 (21).
- 11) *PLOS ONE*, **13**, e0189650 (18).
- 12) *The BONE*, **30**, 3 (16).

吉田 朋子 氏

(Tomoko YOSHIDA
大阪公立大学人工光合成研究センター 教授)

1966年7月京都府京都市に生まれる。1991年京都大学工学部卒業、1996年京都大学大学院工学研究科博士後期課程修了。同年「Identification and quantitative analysis of local phases in solid catalysts by means of X-ray absorption spectroscopy」により博士(工学)。1996年に名古屋大学工学部助手、2003年同大工学研究科助教授、2009年同大エコトピア科学研究所准教授を経て、2015年大阪市立大学(現:大阪公立大学)複合先端研究機構教授、2020年同大人工光合成研究センター教授。2017年同大女性研究者特別賞(岡村賞)受賞。現在は、人工光合成固体光触媒の物性分析と開発に取り組んでいる。趣味は、美味しい料理とお酒、温泉を楽しむこと。



【業績】

X線吸収分光を基軸とした定量的局所構造・電子状態解析法の構築と複合型その場分析への展開

吉田朋子氏は、固体触媒表面に存在するサブ・ナノメートルサイズの活性種(機能発現サイト)を対象に、X線吸収分光を基軸とした定量的局所構造・電子状態解析法を開発すると共に、これらを電子分光へ応用し、活性種の空間分布を可視化する手法を構築した。また固体触媒表面と反応分子との相互作用や、活性種の動的状態変化を理解するための複合型「その場」分析法も確立した。以下に、同氏の主要な研究業績を示す。

1. X線吸収端近傍構造(XANES)を利用した定量的局所構造・電子状態解析の開発

固体触媒表面でのその機能の発現と制御の本質は、特異な局所構造「活性種」の原子構造や電子状態を、触媒調製、前処理、反応の各段階において理解し制御することにある。しかし、実際の固体触媒表面には、同じ元素で構成された様々な局所構造が混在しているため、その中から活性種を選択して分析することは容易なことではなかった。吉田氏は、X線吸収端近傍構造(XANES)スペクトルが、同一元素でその化学種の異なるものが混在している場合でも、それぞれの化学種の微細構造スペクトルの重畳波形として表せることを見だし、XANESの線形解析という簡便な方法によって定量的な局所構造解析が可能であることを示してきた。例えば、 $Mg(OH)_2$ を加熱脱水すると MgO が生成する過程について、表面敏感な電子収量法でXANESスペクトルを測定し、スペクトルの線形解析から $Mg(OH)_2$ と MgO の割合を求めた。この結果をXRD測定による定量分析と比較することで、脱水反応中の表面近傍とバルクでの変化の違いを詳細に調べ、長年に渡って議論されていた脱水に伴う MgO 結晶化過程を解明した¹⁾。

また、同氏は、XANESにあらわれる微細構造を、X線照射による内殻電子の連続状態への励起と、その他の吸収帯に分け、それぞれアークタンジェント関数とローレンツ関数を用いて近似分離する方法(波形分離法)も提案し、各吸収帯のエネルギー位置と強度に基づいて、同じ元素で構成された配位対称性の異なる成分の定量的分離を行った。様々なバナジウム複合酸化物や、 SiO_2 担持バナジウム酸化物光触媒のV K吸収端XANESスペクトルに波形分離法を応用することで、4, 5, 6配位の各バナジウム酸化物の同定・定量に成功し、光触媒反応活性との相関性について探究解明した。また、この波形分離法は、N, Al, Ga, Nb等のK吸収端やランタノイドの $L_{2,3}$ 吸収端のXANESにも応用され、これらの定量的局所構造解析²⁾や定量的電子状態解析を可能とした。

2. 放射光X線分光と電子分光の融合による高空間分解化学状態分析

電子線エネルギー損失スペクトルに現れる吸収端近傍スペク

トル(energy-loss near edge structure, ELNES)はXANESと同様の情報を与えるが、透過型電子顕微鏡を用いるため、ナノ・サブナノメートルの高空間分解能位置分析ができる利点を有する。吉田氏は、XANESとELNESを組み合わせることで、固体触媒中の異なる化学状態を区別した定量分析とイメージングを実現した。具体的には、イオン注入法を用いて TiO_2 光触媒の深さに対して濃度勾配をつけて窒素を添加し、位置分解NK吸収端ELNESスペクトルを測定した。スペクトルの理論計算シミュレーションからは、 TiO_2 光触媒中には、 TiO_2 の酸素原子を置換したN原子(活性窒素種)と NO_2 種(不活性窒素種)が混在しており、どちらが生成するかは局所的な窒素添加濃度に依存することも見いだしている。同氏は、定量的局所構造解析法をELNESへ応用し、各深さ領域における活性窒素種と不活性窒素種を定量し、さらに各窒素種に対応するスペクトルを用いて、窒素化学種の空間分布の可視化に成功した³⁾。

3. 反応メカニズムの解明を目的とした複合型「その場」分析法の構築

吉田氏は人工光合成(水による二酸化炭素還元反応)を可能とする半導体光触媒の開発にも取り組んでおり、触媒反応メカニズムを解明しながら光触媒表面を合理的に設計してきた。具体的には、 Ga_2O_3 光触媒に水蒸気や CO_2 ガスを導入し光照射を行いながら*in-situ* FT-IR測定を行うことで、反応の各段階における反応分子の動的挙動を追跡し、反応メカニズムを解明した。

更に同氏は、それまで不明であった Ga_2O_3 光触媒への銀助触媒担持効果についても、自ら構築した*in-situ* FT-IR・光吸収・発光測定システムと、放射光施設との共同研究で確立したXAFSスペクトル測定システムを組み合わせた複合型「その場」分析により、詳細に調べた。これにより、触媒表面にAg-Ga複合酸化物が形成された場合には、 CO_2 は不活性分子(炭酸塩)として吸着され反応中間体は生成しないが、銀ナノ粒子・クラスターが形成された場合には、 Ga_2O_3 に吸着した CO_2 分子(炭酸水素塩)への効率的な電子移動により反応中間体生成を促進し、反応効率が飛躍的に向上することが明らかになった⁴⁾。

このように吉田朋子氏は、独創性の高い定量的局所構造・電子状態解析法および可視化法、さらに複合型その場分析測定システムを確立した。本手法は、様々な機能性材料の合理的設計や機能発現メカニズム解明を目指した材料分析化学の発展に寄与するところが大きい。

〔東京電機大学工学部 保倉 明子〕

文 献

1) *J. Phys. Chem.*, **99**, 10890 (1995). 2) *J. Phys. Conference Series*, **712**, 012056 (16). 3) *Surf. Interf. Anal.*, **51**, 46 (19). 4) *J. Mater. Chem. A*, **3**, 16810 (15).



談 話 室

学会発表は対面か、リモートか、発表ツールは？

昨年9月、対面発表形式の分析化学学会年会（第71回、岡山大学）が中国四国支部担当で3年ぶりに開催されました。隣席制限や口頭発表会場のライブ配信など主催者側はコロナ対応で大変だったと思いますが、参加者としては無理なく参加できた印象がありました。内容は一般講演、口頭・ポスター発表、テクノレビュー、研究懇談会講演、受賞講演、産業界シンポジウム、展示会、生涯分析懇談会など多岐で、プログラム、発表会場を確認しながら会場を回りました。口頭発表では研究発表と活発な質疑応答があり会場の雰囲気はいつも通りでした。ポスター発表ではいつもより参加者、発表者とも熱量が大きかったように思います。懇親会はアクリル板越しですが会話ができ、談笑の輪もありました。詳細は実行委員長の金田隆先生（岡山大学）の報告（ぶんせき2022年12月号）を参照ください。

私の初めて（四十数年前）の口頭発表を思い出します。発表のタイトルは、「イオン対抽出の機構（第一報）第4級アンモニウムヨウ化物のニトロベンゼン及び1,2ジクロロエタンへの抽出」でした。分配比、抽出定数、イオン会合定数の記述があり、数種のモデル物質のイオン対抽出機構を理解することでした。分配比測定には放射性同位元素ヨウ素131、セシウム137を用いました。イオン会合定数は有機溶媒中での電気伝導度測定より求めました。発表時間中は緊張してずっと耳鳴りみたいなものを感じていました。発表には35mmスライドを用いました。写真撮影の後、現像するので暗室が必要でした。イオン対抽出、イオン会合、放射線測定など先生方には丁寧な指導を受けました。

後期課程に進むにあたって、新しい研究テーマの設定を勧められました。分析化学（山本）研究室では鉄-フェナントロリン錯体など“金属キレート電解質”を用いた溶質-溶媒間相互作用の研究が進められていました。文献を参考にして1価陽イオンのコバルト錯体を系統的に合成して、非水溶媒中でのイオン対生成を溶質-溶媒間相互作用の視点から検討しました。手探り状態で進めており信頼できるデータを得ることが最初でした。イオン会合定数やイオン移動度を求めるための改良式を用いましたが、文献データを用いて計算プログラムの正常な動作確認も必要でした。実験結果からいくつかの情報が得られま

したが、信頼性の確認のために追加データが必要でした。ここでも口頭発表には35mmスライドを用いました。

国際会議も緊張しました。初めての学会発表からさらに10年以上の時間が経過していました。海外出張も初めてなので口頭発表・質疑応答など会場の雰囲気をもっと確認しました。内容はイオンクロマトグラフィーによる海水中微量陰イオンの高感度直接測定でした。海水中ヨウ化物イオンさらには亜硝酸・硝酸イオンの直接測定の結果を発表しました。塩化物イオン、硫酸イオンなど大量の塩分を含む海水中の微量陰イオンを、サンプルの希釈なしで直接測定が可能かという視点でした。発表にはOHPシートを用いました。原稿をコピー機で透明シートに複写するだけなので、35mmスライドに比べると作成はとても簡単です。発表者である自分周辺は明るい分、会場の様子が分かりにくかった印象があります。発表が済んでほっとしましたが時間オーバーでした。思いのほか質問の手が多く上がりました。

今では、自分のパソコンでパワーポイントを用いてそのまま発表できます。原稿の作成、修正も発表直前まで可能となりました。動画の利用も可能です。素晴らしいものですが当たり前になっています。

これまでは学会発表は対面を通じて開催されてきましたが、コロナ禍で発表形式がリモートに変わりました。今後も人の往来が制約されることも排除できません。会場に向かなくてもパソコン一つで参加可能なリモート学会のメリットは主催者側、参加者側双方にあります。昨年末にイオンクロマトグラフィー研究懇談会主催で第38回討論会（東京）が対面方式で開催されましたが、前日にはアジア地区イオンクロマトグラフィー国際会議がオンラインで開催されました。

会場に集まって口頭・ポスター発表や懇親会、国際会議では日帰り旅行など、実施には主催者側による多大な準備が必要です。遠方からの参加者にはかなりの負担ですが、さまざまな情報を直接確認できる意義や満足度は大きいものです。今回の年会は成功裡に無事終了し主催者・参加者双方にとって現地開催の良さが改めて認識されたと思います。それは主催者側の努力のたまものですが、参加者にも熱意がなければ成功しません。それでも距離や時間など制約のある人に対しては、対面開催のなかにもリモートの利点もどこかで生かせないものだろうかとも思います。具体的なイメージがあるわけではありませんが、学会発表も便利な機器やソフトの発展に依存するところがありますので、対面開催を行いつつバーチャルで各会場を巡ることが可能な年会・討論会の進化パターンなどが登場するかもしれません。

〔海水評価技術研究所 伊藤 一明〕

インフォメーション

第383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、2023年5月25日（木）Zoomによるオンライン形式で開催された。講演主題は「HPLC, LC/MSの

基礎知識」として、総括を含め六つの講演が行われた。HPLC, LC/MS は、医薬品、環境・食品など様々な分野の分析で汎用的に使用されているが、正確な結果を得るためには基礎的な知識は必要不可欠である。本講演では、HPLC, LC/MS に用いる前処理、カラム、分析条件、解析、試薬など幅広い内容で講演をいただいた。参加者は 38 名であった。以下に講演内容を概説する。

1 題目は、今回のオーガナイザーである筆者より、「HPLC, LC/MS に用いる試薬・溶媒の基礎知識」の講演を行った。HPLC の溶離液に使用する試薬・溶媒の種類、規格の選択によっては、検出感度の低下や再現性が得られないなど、結果に影響を与えることがある。そこでまず、HPLC 用及び LC/MS 用溶媒の特徴を保証項目ごとに解説を行った。容器・実験器具からの汚染を防ぐ工夫も必要であり、容器材質や洗浄方法等の影響について比較データを示し、これらが汚染源と成り得ることも配慮して取り扱う大切さについて述べた。

2 題目は、日本ウォーターズ株の島崎裕紀氏から「LC, LC/MS 分析のためのサンプル前処理法の基礎」の講演が行われた。機器分析を行う際、サンプルをそのままの状態では装置に注入することは少なく何かしら前処理を行う。簡便かつ効率的に濃縮・クリーンアップが可能のため汎用される固相抽出 (Solid Phase Extraction: SPE 法) の基礎について、原理から基本的な使い方、メソッドの最適化の説明があった。SPE の実践例として、食品中のアミドグリコシド系抗生物質の前処理を例に、解離性化合物の回収には逆相に加えてイオン交換基を併せ持つミックスモード固相の使用が有効であるとのことであった。

3 題目は、(一財)化学物質評価研究機構の坂牧 寛氏から「逆相 HPLC カラムの基礎知識」の講演が行われた。逆相 HPLC カラムの中でも最も使用される C18 (ODS) カラムの充填剤の基材、化学結合基、カラムの形状、劣化と対策についての説明があった。その中で、クロマトグラフィー管は従来のステンレス製のもの以外に流路に金属を使用していないメタルフリーカラムがあり、金属の影響を受けやすい配位性化合物等の検出に有用との紹介があった。カラムをメタルフリーに変更するだけでも検出は良くなる傾向だが、HPLC の配管を PEEK チューブに変更することで、さらに検出感度を良くすることが可能との説明があった。

4 題目は、株日立ハイテクサイエンスの清水克敏氏から「HPLC 分析の条件設定の基礎知識」の講演が行われた。前半は、HPLC 分析条件の設定について、カラムの選択 (同一サイズでメーカーの異なる ODS カラムの比較) と移動相の選択 (有機溶媒比率、pH の違いによる溶出力の比較)、流量と温度の設定による保持時間の違いに関する説明があった。後半は、アミノ酸分析計の構成から原理の説明をした後、分析条件設定としてタイムプログラム改善のポイントについて溶離液切り替え時間を調整することでアミノ酸の分離改善に繋がることの説明があった。

5 題目は、エムエス・ソリューションズ株の高橋 豊氏から「LC/MS, LC/MS/MS により得られるマススペクトル解析の基礎知識」の講演が行われた。マススペクトル解析の初級編として、得られる情報 (分子の質量、部分構造、構成元素) の概論説明から日本質量分析学会の用語集の定義に基づいた間違いや

すい用語の説明まで詳細を分かりやすく解説いただいた。

最後に、中村 洋委員長 (東京理科大学) より、総合討論が行われた。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。HPLC, LC/MS 分析では、本講演内容の前処理、カラム、検出、試薬はすべてにおいて優越は付けられず、分析法を組み立てるうえでどの過程も大切であるとの総括をいただいた。この総括により、参加者は各講演に対して復習ができ、理解が一層深まったものと思われた。

講演終了後、講師を囲んでの情報交換会が Zoom オンライン形式で行われ、6 名が参加した。参加者の近況報告や講演内容に関する意見交換など、和やかな雰囲気では話が済み、深く親睦が図れた。

最後に、本例会にご参加いただいた皆様、貴重な講演を行っていただいた講師の皆様並びにオンライン形式の例会を運営していただいた Web 対応小委員会の皆様に深く御礼申し上げます。

〔関東化学株 坂本 和則〕



高分子分析研究懇談会第 414 回例会

～高分子分析研究懇談会設立 60 周年記念講演会～

高分子分析研究懇談会第 414 回例会が 2023 年 5 月 28 日 (金) に、明治大学駿河台校舎グローバルホールにて開催された。本懇談会は、2020 年に 60 周年を迎えているが、コロナ禍により 60 周年記念講演会を開催することができなかった。今回、3 年越しに設立 60 周年記念講演会を開催し、82 名が参加された。60 周年記念講演会ということで、まず始めに 2022 年度日本分析化学会会長の上智大学早下隆士先生にご挨拶いただいた。また、本懇談会と関係の深い方々をお招きし、本懇談会 60 年の回顧や今後の期待、分析分野でのキャリア形成、運営委員会の活動、についてそれぞれ講演いただいた。

1 件目の基調講演では、スペクトラ・フォーラムの高山 森様より、「お祝いと感謝に代えて：60 年の回顧と今後への期待」と題してご講演いただいた。高山様は、1990 年から本懇談会の幹事を務められ、以降、長きにわたって本懇談会にご尽力いただいております。今年から本懇談会の顧問を務められている。今回は、本懇談会の活動の歴史、特に表の歴史だけではなく、なぜ企画したかなど「思想」についても多くご紹介いただいた。また、最後には本懇談会への希望と期待ということで、高山様の思いをお話していただいた。本懇談会が大切にしている Give & Take の精神は、今後も大切に維持していきたい。

2 件目の基調講演では、フロンティア・ラボ株の創業者である渡辺忠一様より、「夢を続けて半世紀_教えて頂いた人々に感謝して」と題してご講演いただいた。フロンティア・ラボ株は、パイロライザーや分離カラムや粉碎装置の研究開発および製造販売を事業としており、これらは高分子の分析に多用されるため本懇談会とも繋がりが深い。渡辺様は、10 年後にはニッチ分野で世界のリーダーとなることを目標に創業されており、創業するに至る決断や製品開発における秘話、近年におけるグローバル戦略と戦術、さらに今後についてご紹介いただいた。

3 件目と 4 件目は「分析分野でのキャリア形成」と題し、(株)コーサーの安田純子様(2023 年度日本分析化学会関東支部長)と、三菱ケミカル(株)の西本ゆかり様にご講演いただいた。安田様は、入社以来一貫して分析業務に携わられている。企業における研究開発で求められる分析とは何か、分析目的の把握や求められる精度を把握することの重要性、さらに測定データが自分の手から離れた時にどのように使われるかを考えて結果を返すことの肝要さについて、ご自身のキャリア形成を含めてご紹介いただいた。西本様は、これまで分析業務だけではなく多数の業務に携わってきたが、約 20 年間で最も長く携わってきたのが分析分野であり、その中で結婚や出産・育児などのライフイベントに伴い考えてきたワークライフバランスについてご紹介いただいた。また、様々な変化を乗り越えていく中での考え方の変化や仕事への取り組み方の変化について、ご紹介いただ

いた。

5 件目は「高分子分析研究懇談会の運営委員会とは？」と題し、(株)東ソー分析センターの香川信之様にご講演いただいた。本懇談会は法人会員が非常に多いことが特徴の一つとなっているが、香川様ご自身も運営委員や副運営委員長、さらには運営委員長を務められたご経験がある。さらに、今もなお講習会の講師や企画委員を務められており、多くの場面で本懇談会にご尽力いただいている。その中で、運営委員会に携わってきたご自身の経験やそれによって得られるメリット、特に人脈形成とその重要性についてご紹介いただいた。

記念講演会の後は、記念祝賀会が開催された。懐かしい写真と共に昔話を花を咲かせつつ、今後の高分子分析研究懇談会についてざっくばらんに語り合い、盛況のうちに幕を閉じた。

(帝人(株) 菅沼 こと)

執筆者のプロフィール

(とびら)

加地 範匡 (Noritada KAJI)

九州大学大学院工学研究院応用化学部門(機能)(〒819-0395 福岡県福岡市西区元岡744)。徳島大学大学院薬学研究科薬品化学専攻後期課程修了。博士(薬学)。薬剤師免許。《現在の研究テーマ》Lab on a Chip 技術を用いた単一細胞・分子解析技術の開発。《主な著書》“AI・ナノ・量子による超高感度・迅速バイオセンシング—超早期パンデミック検査・超早期診断・POCT から健康長寿社会へ—”, 馬場嘉信, 柳田 剛, 加地範匡(監修), (2021), (シーエムシー出版)。《趣味》飛行機旅行。

E-mail : kaji@cstf.kyushu-u.ac.jp

(ミニファイル)

平田 岳史 (Takafumi HIRATA)

東京大学大学院理学研究科附属地殻化学実験施設。(〒113-0033 東京都文京区本郷7-3-1)。東京大学大学院理学系研究科化学専門課程博士課程修了。博士(理学)。《現在の

研究テーマ》質量分析計を用いた超微量元素の分析、イメージング分析、生体分子分析。《趣味》ドライブ、スキー、旅行。

E-mail : hrt1@eqchem.s.u-tokyo.ac.jp

(トビックス)

藤田 道也 (Michiya FUJITA)

東京大学大学院新領域創成科学研究科(〒277-8563 千葉県柏市柏の葉5-1-5)。横浜国立大学大学院環境情報学府博士課程後期修了。博士(工学)。《現在の研究テーマ》反応性化学物質および大気化学の詳細反応機構解析。《趣味》グルメ、筋トレ。

E-mail : michiya.fujita@k.u-tokyo.ac.jp

守岩 友紀子 (Yukiko MORIWA)

東京薬科大学薬学部(〒192-0392 東京都八王子市堀之内1432-1)。東京薬科大学薬学部薬学研究科博士課程修了。博士(薬学)。《現在の研究テーマ》表面を機能化したマイクロ粒子を用いる高感度分析法の開発。

(リレーエッセイ)

森 良弘 (Yoshihiro MORI)

同志社大学大学院ビジネス研究科(〒602-8580 京都市上京区今出川通烏丸東入)。神戸大学大学院理学研究科、同志社大学大学院ビジネス研究科。博士(工学)。MBA。《現在の研究テーマ》技術開発の意思決定における人の要素に関する研究。《主な著書》“X-Ray Spectrometry: Recent Technological Advances”, edited by K. Tsuji, J. Injuk, R. V. Grieken, (John Wiley & Sons, Ltd.), (2004), (7.2 Total Reflection X-Ray Fluorescence for Semiconductors and Thin Films), (分担執筆)。《趣味》日本古代史の探索。

E-mail : yosmori@mail.doshisha.ac.jp

(ロータリー・談話室)

伊藤 一明 (Kazuaki ITO)

海水評価技術研究所(〒732-0042 広島市東区矢賀3-3-9)。広島大学大学院理学研究科単位取得退学。理学博士。《現在の研究テーマ》イオンクロマトグラフィーによる海水中微量栄養塩類の測定。《趣味》散歩・山歩き、水泳、野球観戦(広島カープ)。

E-mail : itok1481@gmail.com

本誌 2023 年第 6 号のお知らせ (p.M1 ~ M2) において、誤りがありましたので、下記に正しい名簿を掲載いたします。

2023 年度日本分析化学会支部役員

【関東支部】 (〒 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)

支 部 長	安田 純子							
次期支部長	四宮 一総							
副支部長	敷野 修	平山 直紀	宮下 隆					
参 与	梅澤 喜夫	大橋弘三郎	岡田 哲男	小熊 幸一	金澤 秀子	楠 文代	合志 陽一	
	澤田 清	渋川 雅美	杉谷 嘉則	鈴木 康志	高田 芳矩	高村喜代子	田中 龍彦	津越 敬寿
	角田 欣一	中込 和哉	中村 洋	二瓶 好正	丹羽 修	早下 隆士	平井 昭司	藤浪 眞紀
	保母 敏行	本田 俊哉	前田 瑞夫	宮村 一夫	望月 直樹	矢野 良子	山崎 素直	山根 兵
	山本 博之							
監 事	会田 秀樹	津越 敬寿						
常任幹事	青木 寛	石川 隆一	板橋 大輔	稲川 有徳	植田 郁生	上野 祐子	梅林 泰宏	
	大塚 克弘	岡村 浩之	国村 伸祐	桑田 啓子	坂元 秀之	島田亜佐子	東海林 敦	菅沼 こと
	菅原 一晴	鈴木彌生子	高橋あかね	高橋由紀子	高橋 豊	豊田 太郎	並木 健二	丹羽 宏之
	沼子 千弥	林 英男	古庄 義明	森岡 和大	由井 宏治	吉田 達成		
支部幹事	伊藤 彰英	勝又 啓一	吉川ひとみ	中村 圭介	西島 喜明	半田友衣子	福原 学	
	南木 創	森田耕太郎						

求人・求職

求人

R2023004 東京理科大学工学部工業化学科教員公募

募集人員：助教（任期制）1名。着任時期，任期：2024年4月1日，上限5年。公募締切：2023年9月30日。応募資格：博士の学位を有する，あるいは着任日までに取得見込みの方。学部と大学院の教育ならびに研究，学科の運営に熱意をもって取り組んでいただける方。分光分析法（たとえば，蛍光 X 線分

析法や表面増強ラマン散乱法）を用いる食品，医薬品，環境および材料分析に関する研究，または貴金属ナノ構造体作製法の開発と分析化学への応用に関する研究を国村伸祐准教授とともに推進できる方。詳細は https://www.tus.ac.jp/recruitment/teacher-list/pdf/kou_koubo_20230930_01.pdf をご参照ください。

目 次

年間特集「流」：報 文（若手初論文）

箱根温泉・大涌谷の「黒たまご」黒色物質の起源推定	木村凜太郎・萬年一剛・熊谷英憲・ 松井洋平・伊規須素子・高野淑識	249
-----------------------------------	-------------------------------------	-----

総合論文

ナノ・マイクロポアデバイスを用いる単一生体微粒子分析法の開発	有馬彰秀	257
赤外レーザー吸収変調法による高精度・リアルタイムガス分析技術の開発と産業応用	渋谷享司	265
分子間相互作用の制御に基づく発光性クロミック材料の設計指針開拓	吉田将己	279
生物発光式エンドトキシン検出法の開発及び透析液測定への応用	八幡悟史・野田健一・下村亜依・小田 侑・荒川 智・八谷宏光・黒田章夫	289

技術論文

コアシェル型逆相充てん剤カラムによるアセチルサリチル酸類の HPLC 分離と アスピリン懸濁製剤の迅速な安定性評価	邑岡美嘉・住田奈々・森田志保美・川畑公平・西 博行	299
GC-Orbitrap-HRMS による日本及び中国の大気中揮発性ペル及び ポリフルオロアルキル化合物分析法の開発	谷保佐知・山崎絵理子・羽成修康・山本五秋・山下信義	307
実験室型 X 線吸収分光装置の測定精度・感度向上を指向した光学系改良と 電池材料金属元素の計測	青戸智浩・増田卓也	317

「分析化学討論会」特集の論文募集		323
「分析化学」年間特集“分”の論文募集		324
“第 22 回若手研究者の初論文特集”募集のお知らせ		326
テンプレートによる投稿要領		327
「分析化学」に投稿される皆様へ		328

「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。

- ◇7月は毎年のように自然災害や著名人の逝去といった報道が流れている気がします。毎日降り続く雨は悲しみの涙なのでしょう。8月は明るい話題で満ち溢れた月となりますように。
- ◇今月号のとびらは、本年度 Analytical Sciences 誌の編集委員長となられた加地先生にご寄稿いただきました。査読者と著者のやり取りを大事にされておられるとのこと。当方も厳しい査読意見を吟味し修正すると見違えるように論文の質が向上することを何回も経験しました。海外誌へのあこがれがある一方で、骨のある論文を投稿して国内誌を育てていくことも会員の使命ではないでしょうか。
- ◇同志社大学の森先生にはリレーエッセイに経営者と分析化学者としての両立場からご執筆いただきました。化学者であるが故の経営学に対する疑問、戸惑いが書かれておられます。しかし、「オリジナリティの重要性」という点においては分野が違えど共通だということは、学問を嗜む一人として肝に銘じておきたいものです。
- ◇斯く言う当方も、研究と子育てに奮闘しております。研究と子育ての共通点とはなんだ？ 子育てのオリジナリティ？ 配偶者からのリバイス要求？ 年会の懇親会でお酒を呑みながらご教授下さい！ (A. I.)

- 〈とびら〉
千客万来御礼！ 分析イノベーション交流会
..... 豊田 太郎, 東海林 敦, 菅沼 こと
- 〈入門講座〉 分離技術：原理から最新技術まで
フィールドフローフラクシオネーション 板橋 大輔
- 〈解 説〉
次世代蓄電池電解液開発に役立つ分析手法と
溶液中の分子論的描像 渡辺 日香里
- 〈ミニファイル〉 マイクロ・ナノの分析化学
基礎医学 小川 寛之
- 〈話 題〉
電子エネルギー損失分光法による振動分光測定と
材料物性分析 山本 宗昭, 吉田 朋子

◇ 編 集 委 員 ◇

〈委員長〉 四宮 一 総 (日 大 薬)		
〈副委員長〉 東海林 敦 (東京薬科大薬)		
〈理 事〉 津越 敬 寿 (産業技術総合研究所)		
〈幹 事〉 市場 有 子 (ライオン(株))	稲川 有 徳 (宇都宮大院地域創生科学)	坂 牧 寛 (化学物質評価研究機構)
	村居 景 太 (株共立理化学研究所)	
〈委 員〉 岩井 貴 弘 (株日立製作所)	糟野 潤 (龍谷大先端理工)	久保田 哲央 (アジレント・テクノロジーズ)
	古賀 舞 都 (農研機構)	島田 健 吾 (石福金属興業(株))
	末吉 健 志 (大阪公立大院工)	谷合 哲 行 (千葉工業大先進工)
	永谷 広 久 (金沢大院自然科学)	橋本 剛 (上智大理工)
	原賀 智 子 (日本原子力研究開発機構)	松神 秀 徳 (国立環境研究所)
	三浦 篤 志 (北大院理)	森 勝 伸 (高知大理工)
	盛田 伸 一 (東北大院理)	森山 孝 男 (株リガク)
		山崎 由 貴 (国立医薬品食品衛生研)

☑ 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8号 (通巻584)

2023年 8月 1日印刷

2023年 8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。

表彰

〔2023 年度学会賞受賞者〕

- 高椋 利幸 君（佐賀大学理工学部・教授）
 研究業績 有機分子の溶存構造に関するマイクロからメゾスコピックレベルにおける分析法の開発
- 松井 利郎 君（九州大学大学院農学研究院・教授）
 研究業績 食品因子の生体利用性に関する分析化学的研究
- 宮部 寛志 君（立教大学理学部・特別専任教授）
 研究業績 モーメント理論に基づく高性能液相分離系の分析機能創出に関する研究

〔2023 年度学会功労賞受賞者〕

- 大橋弘三郎 君（茨城大学・名誉教授）
 研究業績 キレート配位子による金属元素の選択的分離法の開発および学会への貢献

〔2023 年度技術功績賞受賞者〕

- 駒谷慎太郎 君（株堀場テクノサービス・分析技術本部本部長）
 研究業績 X 線分析顕微鏡の開発とその応用
- 澤津橋徹哉 君（三菱重工業(株)・主席研究員）
 研究業績 PCB 無害化処理プロセス用オンライン迅速分析技術の開発とその社会実装

〔2023 年度奨励賞受賞者〕

- 稲田 幹 君（九州大学中央分析センター・准教授）
 研究業績 環境・エネルギー問題解決のためのセラミックス開発と構造解析
- 鈴木 敦子 君（山口大学大学院創成科学研究科・助教）
 研究業績 金属錯体の特性を利用した分離・分析機能の開発
- 高野祥太郎 君（京都大学化学研究所・准教授）
 研究業績 地球化学・海洋化学における微量金属同位体比分析に関する研究
- 田中 佑樹 君（千葉大学大学院薬学研究院・助教）
 研究業績 ICP 質量分析計を用いた生命金属元素の応用分析法の開発
- 渡辺 壱 君（フロンティア・ラボ(株)・代表取締役社長）
 研究業績 熱分解 GC/MS による高分子材料関連のキャラクタリゼーション

〔2023 年度先端分析技術賞受賞者〕

JAIMA 機器開発賞

- 西尾 友志 君（株堀場アドバンスドテクノ・マネジャー）
 室賀 樹興 君（株堀場アドバンスドテクノ・チームリーダー）
 高味 拓永 君（株堀場アドバンスドテクノ）
 橋本 忠範 君（三重大学大学院工学研究科・准教授）
 石原 篤 君（三重大学大学院工学研究科・教授）
 研究業績 工業用無補充式セルフクリーニング pH 電極の製品開発およびその防汚技術

〔2023 年度女性 Analyst 賞受賞者〕

- 木村-須田 廣美 君（公立千歳科学技術大学理工学部・教授）
 研究業績 赤外・ラマンイメージングによる骨ミネラル代謝の可視化解析法の開発
- 吉田 朋子 君（大阪公立大学人工光合成研究センター・教授）
 研究業績 X 線吸収分光を基軸とした定量的局所構造・電子状態解析法の構築と複合型その場分析への展開

お知らせ

〔2023年度有功賞受賞者〕（敬称略）

小室 ゆう子	JX 金属ファウンドリー(株)	千田 祐美	日鉄テクノロジー(株)
小住 孝宏	(株)ニコン	鈴木 一光	日鉄テクノロジー(株)
東 康則	花王(株)	石田 博基	日鉄テクノロジー(株)
小林 秀司	(独)造幣局	谷口裕美子	旭化成(株)
加倉井洋祐	ENEOS (株)	伊藤 秀己	旭化成(株)
水澄 昌宏	住友金属鉱山(株)	栗原 茂	三菱マテリアル(株)
菅 寿夫	住友金属鉱山(株)	大島 洋一	MHI ソリューションテクノロジーズ(株)
高木 正徳	(株)日立ハイテクサイエンス	後藤 直美	(株)三井化学分析センター
古屋 裕子	日産化学(株)	鳥井田直美	(株)三井化学分析センター
長谷恒一郎	住友電気工業(株)	山田 裕二	(株)三井化学分析センター
前田 憲二	(株)コベルコ科研	江口 祐一	(株)三井化学分析センター
森 有紀子	味の素(株)	五戸 佐織	(株)三井化学分析センター
大島 輝男	(株)日立ハイテクフィールドディング	松本 弘和	(株)住化分析センター
西村 重夫	(株)日立ハイテクフィールドディング	岩崎 知子	(株)住化分析センター
家田まゆみ	(株)大同分析リサーチ	星野 健二	JFE テクノリサーチ(株)
井垣 敬士	(株)島津製作所	白鳥 英雄	JFE テクノリサーチ(株)
原田 最之	(株)島津製作所	松本 博美	JFE テクノリサーチ(株)
中村 光昭	(株)島津製作所	清水 誠司	JFE テクノリサーチ(株)
長西 敦子	(株)島津製作所	武中 彩	(株)東レリサーチセンター
藤井 学	(株)島津製作所	谷井 義治	(株)東レリサーチセンター
御代田恭子	(株)レゾナック	小田島千子	JFE スチール(株)
高橋 里織	(株)レゾナック	武石 正幸	DOWA テクノリサーチ(株)
篠田 昭二	日本ポリエチレン(株)	鈴木 博美	DOWA テクノリサーチ(株)
上野 勝利	(株)レゾナック	奥田 和弘	(株)トクヤマ
野口 純	(株)レゾナック	富岡 強	デンカ(株)
後々田忠夫	(株)UBE 科学分析センター	新村 典康	日本電子(株)

第 387 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

後援 (公社)日本薬学会, (公社)日本化学会, (公社)日本分析化学会

臨床検査では、診断や治療を目的として血液など体液中の生体内成分の測定が行われます。迅速さを求められることの多い臨床検査の現場では、共存分析である自動分析装置が多く用いられていますが、分離分析である HPLC や LC/MS は、自動分析装置ではカバーできない日常測定法や、精度や正確さを求める基準測定法、関連分野の研究などに活用されています。本例会では、HPLC や LC/MS の特長を生かした活用例とそれらを支える技術についてご講演いただきます。

期日 2023 年 9 月 20 日 (水) 13.00~17.15

会場 東ソー(株)本社 3F 会議室〔東京都港区芝 3-8-2 芝公園ファーストビル, 交通: 都営三田線「芝公園」駅 (A2 出口) 徒歩 5 分, 都営浅草線/三田線「三田」駅徒歩 10 分, 都営大江戸線「赤羽橋」駅 (赤羽橋出口) 徒歩 5 分, JR 山手線/京浜東北線「田町」駅徒歩 15 分

<https://www.tosoh.co.jp/company/location/headoffice/index.html>

講演主題 臨床検査における HPLC, LC/MS の活用

講演

講演主題概説 (オーガナイザー) (13.00~13.10)

(病態解析研究所) 岡橋美貴子 (LC 分析士三段)

1. アルブミンの糖化と酸化, HPLC 分析から日常臨床への応用 (13.10~13.50)

(東京大学医学部附属病院検査部) 安川恵子

2. HPLC を用いた臨床検査システム (13.50~14.25)

(東ソー(株)) 伊藤誠治

(LC 分析士五段, LC/MS 分析士二段)

3. 薬物血中濃度測定向け HPLC システムの紹介 (14.25~15.00) (株)日立ハイテクサイエンス 清水克敏 (LC 分析士二段, LC/MS 分析士初段)

休憩 (15.00~15.20)

4. 医療分野に展開する LC-MS/MS の事例紹介 (15.20~15.55) (株)東レリサーチセンター) 櫻井 周 (LC 初段, LC/MS 二段)

5. リスクスクリーニング検査に用いられる LC/MS アミノ酸分析 (15.55~16.30)

(エーエス フロンティアーズ) 宮野 博

(LC 分析士二段, LC/MS 分析士三段)

6. 総括「臨床検査における HPLC, LC/MS の活用」 (16.30~17.05) (東京理科大学) 中村 洋

(LC マイスター, LC/MS マイスター)

2022 年度優秀一般会員賞表彰 (17.05~17.15)

参加費 LC 研究懇談会・個人会員: 1,000 円, 後援学会・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 終了後, 講師を囲んで情報交換会を開催します (会費 4,000 円). 参加申込締切後のご参加はできませんので, ご了承ください.

申込締切日 9 月 13 日 (水) (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・その他の別及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. なお, 参加者名と振込者名が違う場合は, 参加申込書の連絡事項欄に振込者名を明記してください.

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 387 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, 参加申込を無効としますので, 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 9 月 14 日以降に要旨集をメールにてお送りします. 必要に応じてプリントアウトしてご参加ください. なお, 請求書と領収書の発行はいたしておりません. 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/aEnHurgFX6NuuzQZA>

銀行送金先 りそな銀行五反田支店 (普通) 1754341, 口座名義: シヤ) 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 病態解析研究所 岡橋美貴子 [E-mail: mikikojrmi@jrmialc.org]

第 36 回新潟地区部会研究発表会

—講演募集—

主催 (公社)日本分析化学会関東支部, 同新潟地区部会

期日 2023 年 11 月 2 日 (木) 13 時から

会場 新潟大学 駅南キャンパス ときめいと〔新潟市中央区 笹口 1-1 プラウカ 1・2 階, 電話: 025-248-8141〕

プログラム

1. 特別講演
2. 一般講演
3. ポスター発表

一般講演・ポスター発表申込方法 電子メールに一般講演・ポスター発表の別, 講演題目, 発表者名 (講演者に○印), 所属, 連絡先を記入のうえ, 8 月 4 日 (金) までにお申し込みください. 講演要旨集作成要領をお送りします.

参加費 無料

申込・照会先 〒950-2181 新潟市西区五十嵐 2 の町 8050 新潟大学理学部 則末和宏 [電話・FAX: 025-262-6359, E-mail: knorisue@env.sc.niigata-u.ac.jp]

ナノ材料の表面分析講習

主催 (一社)近畿化学協会触媒・表面部会
協賛 (公社)日本分析化学会近畿支部ほか

期日 2023 年 11 月 9 日 (木)・10 日 (金)

会場 大阪工業大学大宮キャンパス

プログラム

第1日 (9日 9.30~19.00)

- 開会挨拶 (近大理工) 古南 博
1. 表面分析概論 (近大理工) 古南 博
 2. 組成分析 (AAS, ICP-AES, XRF) (阪公大院工) 亀川 孝
 3. 光電子分光法 (XPS, UPS) (阪公大院工) 堀内 悠
 4. X線回折 (XRD) (阪公大 ReCAP) 東 正信
 5. 電子スピン共鳴 (ESR) (阪公大院工) 松岡雅也
 6. 顕微鏡 (TEM・SEM・STM・AFM) (近大理工) 田中淳皓
 7. 昇温スペクトル (TPD, TPR) (阪大院工) 桑原泰隆
- 交流会

第2日 (10日 9.30~16.45)

8. X線吸収微細構造 (XAFS) (近大理工) 朝倉博行
9. 紫外可視・光ルミネセンス (UV-vis, PL) (京大院人環) 山本 旭
10. 核磁気共鳴 (NMR) (阪大院基礎工) 水垣共雄
11. 赤外・ラマンスペクトル (FT-IR, Raman) (関大環境都市工) 福康二郎
12. 質量分析 (MS) (京大院工) 井口翔之
13. 総論・ケーススタディー (阪公大人工光合成研究センター) 吉田朋子

閉会挨拶 (近大理工) 古南 博

参加費・申込方法 詳細は

<https://kinka.or.jp/catalytic/> をご参照ください。

申込締切 10月20日 (金)

申込・問合せ先 〒550-0004 大阪市西区朝本町1-8-4
 (一社)近畿化学協会触媒・表面部会 [電話: 06-6441-5531,
 FAX: 06-6443-6685, E-mail: catal@kinka.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。

第74回コロイドおよび界面化学討論会

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9月12日 (火)~15日 (金)
 会場 信州大学長野 (工学) キャンパス他
 ホームページ <https://confit.atlas.jp/guide/event/colloid2023/top?lang=ja>
 連絡先 第74回コロイドおよび界面化学討論会事務局
 [E-mail: secre.dm@colloid.csj.jp]

日本放射化学会第67回討論会 (2023)

主催 (一社)日本放射化学会
 期日 2023年9月21日 (木)~23日 (土)
 会場 広島大学東広島キャンパス, 広島大学学生会館, サタケ
 メモリアルホール
 ホームページ <http://www.radiochem.org/event/forum.html>
 連絡先 〒739-8526 広島県東広島市鏡山1-4-2 広島大学
 自然科学研究支援開発センター 第67回放射化学討論会事
 務局 [E-mail: jnrs2023@hiroshima-u.ac.jp]

SPring-8 シンポジウム 2023

~SPring-8/SACLA とデータ科学の
 融合が生み出す可能性~

主催 SPring-8 ユーザー協同体 (SPRUC), 理化学研究所放
 射光科学研究センター, (公財)高輝度光科学研究セン
 ター (JASRI), 大阪大学
 期日 2023年9月26日 (火)・27日 (水)
 会場 大阪大学会館講堂, アセンブリー・ホール (+ オンライン
 配信)
 ホームページ <http://www.spring8.or.jp/ja/science/meetings/2023/sp8sympo2023/>
 連絡先 SPring-8 シンポジウム事務局 (公財)高輝度光科学研
 究センター (JASRI) 利用推進部 [電話: 0791-58-2785,
 FAX: 0791-58-2786, E-mail: sp8sympo2023@spring8.
 or.jp]

第74回白石記念講座

「新たなものづくり: 3D 積層造形 (Additive
 Manufacturing) の技術開発動向」

主催 (一社)日本鉄鋼協会
 期日 2023年10月17日 (火)
 会場 鉄鋼会館 701号会議室
 ホームページ <https://www.isij.or.jp/event/event2023/shiraishi74.html>
 連絡先 (一社)日本鉄鋼協会 育成グループ
 [E-mail: educact@isij.or.jp]

連合年会 2023 (第 36 回日本イオン交換 研究発表会・第 42 回溶媒抽出討論会)

主催 日本イオン交換学会, 日本溶媒抽出学会
期日 2023 年 10 月 19 日 (木)・20 日 (金)
会場 アオーレ長岡
ホームページ <http://www.jaie.gr.jp/>
連絡先 連合年会 2023 実行委員長 鈴木達也 [電話: 0258-47-9692, E-mail: tasuzuki@vos.nagaokaut.ac.jp]

2023 年度水素・燃料電池材料研究会講座 イオン伝導材料が鍵となる次世代エネルギーデバイス

主催 (公社)高分子学会 水素・燃料電池材料研究会
期日 2023 年 10 月 20 日 (金)
会場 産業技術総合研究所臨海副都心センターおよびオンライン (ハイブリッド開催)
ホームページ <https://member.spsj.or.jp/event/>
連絡先 〒104-0042 東京都中央区入船 3-10-9 (公社)高分子学会 2023 年度水素・燃料電池材料研究会係 [電話: 03-5540-3770, FAX: 03-5540-3737]

第 249・250 回西山記念技術講座 「環境劣化の腐食科学と防食技術の新展開」

主催 (一社)日本鉄鋼協会
期日 第 249 回 (大阪): 2023 年 11 月 2 日 (木), 第 250 回 (東京): 2023 年 11 月 30 日 (木)
会場 第 249 回 (対面開催): CIVI 研修センター新大阪東 7 階 E705 会議室, 第 250 回 (ハイブリッド開催): 鉄鋼会館 701 号会議室
ホームページ <https://www.isij.or.jp/event/event2023/nishiyama249.html>
連絡先 (一社)日本鉄鋼協会 育成グループ [電話: 03-3669-5933, FAX: 03-3669-5934, E-mail: educact@isij.or.jp]

日本希土類学会第 41 回講演会

主催 日本希土類学会
期日 2023 年 11 月 10 日 (金)
会場 東京大学 HASEKO-KUMA HALL
ホームページ <http://www.kidorui.org/lecture.html>
連絡先 〒565-0871 大阪府吹田市山田丘 2-1 大阪大学大学院工学研究科 応用化学専攻内 日本希土類学会事務局 [電話: 06-6879-7352, FAX: 06-6879-7354, E-mail: kidorui@chem.eng.osaka-u.ac.jp]

VACUUM2023 真空展

主催 (一社)日本真空工業会, (公社)日本表面真空学会, (株)日刊工業新聞社
期日 2023 年 11 月 22 日 (水)~12 月 8 日 (金) (オンライン), 11 月 29 日 (水)~12 月 1 日 (金) (東京ビッグサイト・西ホール)

ホームページ <https://biz.nikkan.co.jp/eve/vacuum/>
連絡先 〒103-8548 東京都中央区日本橋小網町 14-1 日刊工業新聞社イベント事業部「VACUUM 真空展」事務局 [電話: 03-5644-7221, FAX: 03-5641-8321, E-mail: autumnfair@nikkan.tech]

第 50 回炭素材料学会年会

主催 炭素材料学会
期日 2023 年 11 月 29 日 (水)~12 月 1 日 (金)
会場 東京エレクトロンホール宮城
ホームページ <http://www.tanso.org/>
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 炭素材料学会年会ヘルプデスク [FAX: 03-5227-8632, E-mail: tanso-desk@conf.bunken.co.jp]

第 36 回日本吸着学会研究発表会

主催 日本吸着学会
期日 2023 年 12 月 7 日 (木)・8 日 (金)
会場 石川県立音楽堂
ホームページ http://www.j-ad.org/annual_meeting/
連絡先 〒920-1192 石川県金沢市角間町 金沢大学新学術創成研究機構 児玉昭雄 [電話: 076-264-6472, E-mail: jsad-36kanazawa@ml.kanazawa-u.ac.jp]

『ぶんせき』再録集 vol. 1~3 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、非会員の方の方に分析化学会のアピールをしたいときに、ぜひご利用ください。本書はアマゾンオンデマンド出版サービスを利用して出版した書籍ですので、書店には並びません。アマゾンサイトからのネット注文のみとなりますので、ご注意ください。ネットで「ぶんせき再録集」と入力して検索しても、すぐに出てきます。詳しくは「ぶんせき」誌ホームページをご確認ください。



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. 土壤中重金属分析のための前処理法
2. 岩石試料の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
4. 金属試料分析のための前処理
5. 分析試料としての水産生物の特徴と取り扱い
6. 食品分析のための前処理法
7. Dried blood spot 法による血液試料の前処理
8. 生体試料のための前処理法（液-液抽出）
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
11. 大気中揮発性有機化合物分析のための前処理
12. 放射性核種分析のための前処理法
13. 脂質分析のための前処理法
14. 糖鎖分析のための試料前処理
15. イムノアッセイのための前処理法
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
17. 生元素安定同位体比分析のための試料前処理法
18. セラミックス試料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）
2. 生体（毛髪）
3. 金属（非鉄金属）
4. 金属（鉄鋼）
5. 食品（酒類）
6. 医薬品（原薬・中間体・原料）
7. 海水（微量金属）
8. 考古資料
9. 海底下の試料（地球深部の堆積物および岩石）
10. 岩石
11. 食品（農産物の残留農薬）
12. ガラス
13. 環境（陸水）
14. 温泉付随ガス
15. 透過電子顕微鏡観察の試料調整
16. 環境（ダイオキシン類）
17. 高分子材料
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。



日本分析化学会の機関月刊誌『ぶんせき』の再録集 vol. 3 が出版されました！初学者必見！質量分析・同位体分析の基礎が詰まった 293 ページです。

本書は書籍化の第三弾として、「入門講座」から、質量分析・同位体分析の基礎となる記事、合計 42 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。

〈2003 年掲載 1 章 質量分析の基礎知識〉

1. 総論
2. 装置
3. 無機物質のイオン化法
4. 有機化合物のイオン化法
5. ハイフェネーテッド質量分析 I
6. タンデムマススペクトロメトリ
7. 無機材料の質量分析
8. 生体高分子の質量分析
9. 医学、薬学分野における質量分析法
10. 食品分野における質量分析法
11. 薬毒物検査、鑑識分野における質量分析法
12. 環境化学分野における質量分析法

〈2009 年掲載 2 章 質量分析装置のためのイオン化法〉

1. 総論
2. GC/MS のためのイオン化法
3. エレクトロスプレーイオン化—原理編—
4. エレクトロスプレーイオン化—応用編—
5. 大気圧化学イオン化
6. 大気圧光イオン化
7. レーザー脱離イオン化
8. イオン付着質量分析
9. リアルタイム直接質量分析
10. 誘導結合プラズマによるイオン化
11. スタティック SIMS
12. 次世代を担う新たなイオン化法

〈2002 年掲載 3 章 同位体比分析〉

1. 同位体比の定義と標準
2. 同位体比測定の精度と確度
3. 同位体比を測るための前処理法
4. 同位体比を測るための分析法
5. 生元素の同位体比と環境化学
6. 重元素の同位体比

〈2016 年掲載 4 章 精密同位体分析〉

1. 同位体分析の基本的原理
2. 表面電離型質量分析計の原理
3. 表面電離型質量分析計の特性とその応用
4. ICP 質量分析法による高精度同位体分析の測定原理
5. マルチコレクター ICP 質量分析装置による金属安定同位体分析
6. 加速器質量分析装置の原理
7. 加速器質量分析の応用
8. 小型加速器質量分析装置の進歩と環境・地球化学研究への応用
9. 二次イオン質量分析装置の原理
10. 二次イオン質量分析計を用いた高精度局所同位体比分析手法の開発と応用
11. 精密同位体分析のための標準物質
12. 質量分析を用いた化合物同定における同位体情報の活用

なお『ぶんせき』掲載時から古いものでは 20 年が経過しており、執筆者の所属も含め現在の状況とは異なる内容を含む記事もありますが、『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。

【ア行】

(株)アmenaテック…………… A9
 (株)エス・ティ・ジャパン…………… A7
 オルガノ(株)…………… 表紙 4

【カ行】

(一財)化学物質評価研究機構…………… A2

【サ行】

JASIS 2023 …………… 表紙 2
 (株)島津製作所…………… 表紙 3

【タ行】

田中科学機器製作(株)…………… A13

(株)デジタルデータマネジメント・A18
 東亜ディーケーケー(株)…………… A6
 東ソー(株)…………… A14

【ナ行】

日本精密科学(株)…………… A18
 日本分光(株)…………… A4
 (株)日立ハイテク…………… A3

【フ行】

フロンティア・ラボ(株)…………… A16

【マ行】

マイルストーンゼネラル(株)…………… A15

室町ケミカル(株)…………… A17
 メトロームジャパン(株)…………… A1

【ラ行】

(株)リガク…………… A5

【ヤ行】

安井器械(株)…………… A8

製品紹介ガイド…………… A10 ~ 11



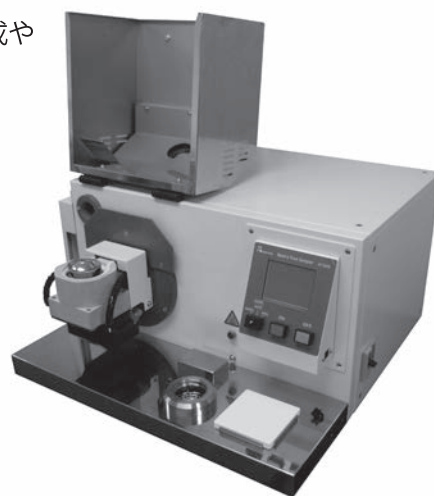
高周波溶融装置
 ビード&フューズサンプラ AT-5000

高周波誘導加熱を利用した、蛍光 X 線分析用ガラスビードの作成や ICP/AA 分析のアルカリ融解を行う試料前処理装置

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にしてリニューアル!

【主な機能】

- ・多段階加熱
- ・昇温スピードをコントロール
- ・るつぼ揺動回転 (るつぼ内溶液の攪拌) 時の角度や回転スピードを自由に設定
- ・流量計を新たに搭載 (冷却水の流れを目視)



株式会社アmenaテック

〒224-0003
 横浜市都筑区中川中央 2-5-13 メルヴェーサガノ 401
 TEL : 045-548-6049 e-mail : info@amena.co.jp http://www.amena.co.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® ディスポ容器で岩石・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。 富士フィルム和光純薬(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, 数量化, イメージング, スペクトルの解釈など。(SurfaceSpectra, Ltd.) (株)デジタルデータマネジメント 電話 03-5641-1771
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

分析化学教育用ビデオ(DVD版)

●好評をいただいたビデオシリーズをDVDとしました



好評
発売中

全4巻

監修：公益社団法人日本分析化学会

定価
(各巻)

[一般] 30,000円(税別, 送料込)

[(公社)日本分析化学会会員]

25,000円(税別, 送料込)

現在お持ちのビデオを返送いただいた方は
10,000円(税別, 送料込)

1巻
17分

容量分析法

容量分析の原理
標準溶液の作り方
器具の操作方法

中和滴定の操作方法
酸化還元滴定の操作方法
滴定の応用



[1巻] 容量分析の原理



[2巻] 吸光度の測定方法と装置の操作方法は?

2巻
22分

吸光光度分析法

溶液の色は、溶けているものと
どんな関係?
吸収の大きさと、溶液濃度
及びセルの長さとの関係は?
吸光度の測定方法と
装置の操作方法は?

精度の高い吸光光度定量を
行うための留意点は?
吸光光度法の特徴は?
どのような所で使われているのか?



[3巻] クロマトグラフィーとは



[6巻] プラズマへの試料導入

3巻
18分

ガスクロマトグラフ分析法

クロマトグラフィーとは
クロマトグラフィーの原理
クロマトグラムの読み方

ガスクロマトグラムの構造
分析操作
定性分析と定量分析

6巻
27分

ICP 発光分光分析法

発光分光分析の原理
発光分光分析装置
ICPについて

プラズマへの試料導入
スペクトル干渉
分析操作

お問い合わせ・ご注文は

(公社)日本分析化学会 教育用ビデオ係
〒141-0031

東京都品川区西五反田 1-26-2 五反田サンハイツ 304号

Tel 03-3490-3351

Fax 03-3490-3572

Mail dvds@jsac.or.jp

消防法の危険物 第4類の判定に・・・!

TANAKA
Petroleum Testing & Beyond

タグ密閉式自動引火点試験器 *atg-8wfc/ atg-8afc/ atg-8lfc*

- 準拠規格：JIS K 2265-1
- 測定範囲：8wfc 室温～95℃
8afc 5～75℃
8lfc -20～95℃(別売の冷却液循環装置が必要です。)
- ガス配管不要の電気点火コイルによる試験も可能



クリーブランド開放式自動引火点試験器 *aco-8/ aco-8e*

- 準拠規格：JIS K 2265-4
- 測定範囲：80～400℃
- 引火源：aco-8 ガス試験炎
aco-8e 電気点火コイル
- 消火補助シャッタ標準装備



迅速平衡密閉式自動引火点試験器 *asc-8c/ asc-8h*

- 準拠規格：JIS K 2265-2
- 測定範囲：8c -30～135℃(使用環境によります。)
8h 室温～300℃
- 手動タイプのセタフラッシュ 30000-3 もあります。
(30000-3は英国スタンホープセタ社製)



9月6日(水)～8日(金)に幕張メッセで開催されます
JASIS 2023に出展いたします。
皆様のご来場をお待ちしております。
<https://www.jasis.jp/> ブース番号：4A-703



30000-3 (手動)

デモのご要望はこちらまで



電話でのお問い合わせは
03-3620-1711 (営業時間平日 9:00～17:30)



メールでのお問い合わせは
tanaka@tanaka-sci.com

● 製品の外観及び仕様は、予告無く変更することがあります、予めご了承ください。



田中科学機器製作株式会社

〒120-0005 東京都足立区綾瀬 7-10-3 TEL: 03-3620-1711 FAX: 03-3620-1713 URL: www.tanaka-sci.com

高速イオンクロマトグラフ

IC-8100

先進のセパレーションテクノロジーを継承、
さらに進化したニューコンセプトIC…
ますますの快適さと信頼性をお届けします。

ION CHROMATOGRAPH

IC-8100



高速分析

測定時間5分のハイスループット分析を実現

高速分離カラムとの組み合わせで、陰イオン・陽イオンの測定がそれぞれ5分で終了。
分析時間を大幅に短縮できます。

測定時間10分で臭素酸を含む水道水質基準項目の分析を実現

水道水質分析用の高速高分離カラムと、高感度ポストカラム反応システムを用いることで、
臭素酸を含む水道水質基準項目が10分以内で測定できます。
従来、複数の条件で行なわれていた分析を一度の測定で行うことが可能です。

高感度

自動交換型ゲルサブレッサー方式で高感度分析が可能

サブレッサーロータリーバルブとサブレッサーゲルを組み合わせ、自動交換型ゲルサブレッサー方式の採用により
安定した高感度連続自動分析が可能です。

高機能 拡張性

自動希釈機能付きのオートサンプラーを標準搭載 (IC-8100EX)

高濃度イオン含有試料などに対して希釈と注入を連続して行うことができます。

試料濃縮機能を追加搭載可能

オプションの試料濃縮機能を追加すれば、最大1200 μLの試料を濃縮カラムを用いて濃縮し、
自動でイオンクロマトグラフィー測定を行うことが可能です。試料のマトリックスの影響を抑え、より高感度な測定をすることが可能です。

IC-8100シリーズ専用紫外可視吸光度検出器

フローセルの最適化及び温度変化を最小限に抑えた流路設計により、低ノイズ、低ドリフトのベースラインを実現しています。
当社従来器に比べて感度がおよそ5倍向上しています(亜硝酸イオンのS/Nより算出)。

IC-8100EX専用自動溶離液供給ユニット

新規開発した調製機構により安定的に溶離液を調製し、装置へ供給します。
濃縮溶離液と純水をセットするだけで分析が可能となります。
常に安定した組成の溶離液が供給されるため、経時変化による溶出時間の変動がなく安定した分析が可能です。

IC-8100EX専用自動前処理ユニット

専用前処理用陽イオン交換ゲルを用いて、自動で試料を前処理してからイオンクロマトグラフに注入することが可能です。
試料の中和処理や、カラム寿命に影響を与える可能性のある過剰に含まれる対イオンや金属の除去ができます。
自動処理が可能であるとともに、前処理にかかるコストは約50円/分析と前処理コストの削減にも寄与します。

IC-8100シリーズ専用ポストカラム反応システム

イオンクロマトグラフIC-8100EXと紫外可視吸光度検出器UV-8100との組み合わせにより
水道水質検査法に準拠した臭素酸やシアン等の高感度分析を実現します。

※ "IC-8100" は日本における東ソー株式会社の登録ロゴです。



東ソー株式会社
バイオサイエンス事業部

東京 本社 営業 部 ☎(03)5427-5180 〒105-8623 東京都港区芝3-8-2
大阪 支店 バイオサイエンスG ☎(06)6209-1948 〒541-0043 大阪市中央区高麗橋4-4-9
名古屋 支店 バイオサイエンスG ☎(052)211-5730 〒460-0008 名古屋市中区栄1-2-7
福岡 支店 ☎(092)781-0481 〒810-0001 福岡市中央区天神1-13-2
仙台 支店 ☎(022)266-2341 〒980-0014 仙台市青葉区本町1-11-1
カスタマーサポートセンター ☎(0467)76-5384 〒252-1123 神奈川県綾瀬市早川2743-1
バイオサイエンス事業部ホームページ <https://www.separations.asia.tosohbioscience.com/>

M2204GD.B

JASIS
2023

2023. 9/6 (水)~ 9/8 (金)
A.M. 10:00 ~ P.M. 5:00
【幕張メッセ国際展示場】
ブースNo. 6B-303

FLEXIBILITY AND
PERFORMANCE
THAT MAKE THE
DIFFERENCE

新技術説明会

9月8日(金) 13:15~13:45
会場 201A

無機元素分析のための
酸分解処理にお
ける試薬添加操作を
簡単・自動化! 自動
試薬分注モジュール
easyFILLのご紹介



自動試薬分注モジュール easyFILL(イーザーフィル)

マイクロ波装置と組み合わせることで、
分解容器への試薬添加作業が自動化され、
前処理にかかる時間や手間といった様々
な負担を削減することができます。
多検体用の細いバイアルであっても、簡単
で確実な注液操作を実現します。



マイクロ波試料前処理装置 ETHOS UP(エトスアップ)

無機元素分析のためのマイクロ波前処理装
置は、高温高圧処理に有用な分解容器のほ
か、多検体試料に対応した分解ローター、
アルカリ溶融キットなど幅広い試料前処理
アプリケーションに対応します。



マイクロ波試料分解装置 UltraWAVE(ウルトラウェーブ)

高い生産性と前処理性能を備えたマイクロ
波分解装置です。独自のシングルリアクシ
ョンチャンバー (SRC) 技法により、難分解性
試料、大量試料、多種試料の同時処理を
実現します。



連続流れ分析装置 San⁺⁺(サンプラスプラス)

水質、土壌、肥料、食品、化学、製薬などの分野における湿式分析の自動化装置です。
装置はオートサンプラー、ケミストリーユニット、PC から構成されます。
自動希釈機能、オートスタートアップ・シャットダウン機能、インライン蒸留ユニット、
UV 分解ユニット、加熱分解ユニットなどの豊富なアクセサリーは、測定項目にそって柔軟
に組み合わせることができます。



パラレル有機合成装置 XELSIUS(セルシウス)

コンパクトで高速処理が可能な有機合成装
置です。個別温度管理調整および攪拌機能
を有する 10 個のセルにて、パラレル合成、
フローケミストリー、反応プロセスの最適
化、DoE などの研究業務に対応します。

こちらの製品も展示します

マイクロ波試料前処理装置
マイクロ波溶媒抽出装置

微量元素分析用自動洗浄システム
水銀測定装置

ロボティックアナライザー

MG
Milestone
General

マイルストーンゼネラル株式会社

〒213-0012 神奈川県川崎市高津区坂戸 3-2-1 KSP

TEL 044-850-3811 / FAX 044-819-3036

E-Mail info@milestone-general.com

マイルストーンゼネラル

検索

<http://www.milestone-general.com>



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

- 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



新製品

製品情報



ブース番号：5A-704

フロンティア・ラボはJASIS2023に出展します。
新製品をはじめとする熱分解総合分析システムを展示。ご来場をお待ちしております。
2023年9月6日(水)～8日(金) 10:00～17:00 幕張メッセ国際展示場 入場無料

展示・実演 凍結粉碎装置の展示と実演、パイロライザーと各種新製品の展示 ほか

新技術説明会 9月8日(金) 12:00～12:30 「凍結粉碎装置-数十秒で試料を粉碎！合成ポリマーや生体試料の粉碎に最適な装置を豊富な粉碎例と共に紹介します」

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

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



イオン交換・吸着・濾過
MUROMACHI CHEMICAL
column



mini/ソリューション
【展示コーナー】に
出展いたします！

ムロマックミニカラムの使用例(公開論文・文献より)

1. 環境分野：海水、雨水など環境試料の分析用途
2. 鉱業分野：岩石、鉱物、石英などの組成分析
3. 農業分野：植物などの分析
4. 生化学分野：タンパク質、生体などの精製研究
5. 原子力分野：高レベル廃棄物の処理法研究(詳細はお問い合わせください)

ムロマック® ミニカラム

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

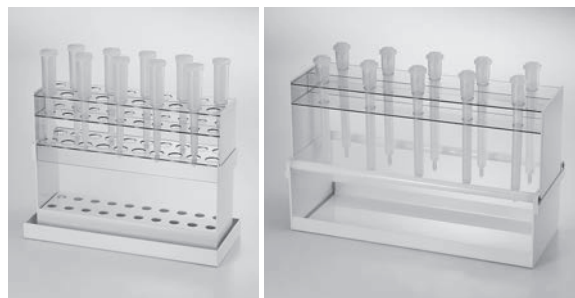


種類	内径(mm)	長さ(mm)	容量(mL)	液溜槽容量(mL)
S	5.0~5.5	50	1.0	8.0
M	6.5~8.5	5.8	2.5	10.0
L	10.0~11.0	118	10.0	5.0 ^{*1}

*1. 連結キャップを使って50mL注射器を接続すると便利です。

ムロマック® ミニカラムスタンド

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



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

ムロマック® ガラスカラム

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



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

ムロマック® 分液ロート

【各ガラスカラム対応】

ムロマック®分液ロートはガラス製で耐薬品性に優れ、ムロマック®ガラスカラム(S・M・ロング各種)に互換性のあるすり合わせ規格を有しています。



種類	容量(mL)
S	500
M	1000

お問合せ先

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

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

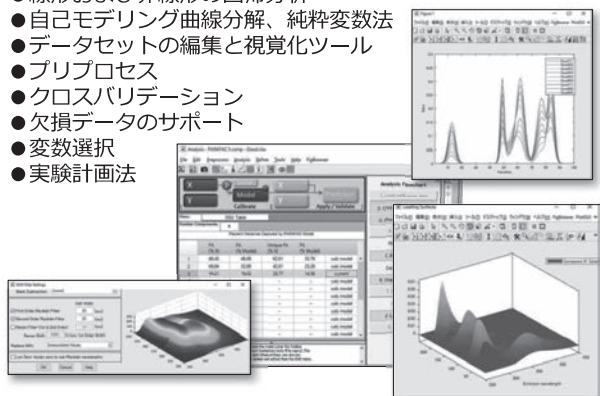


JASIS2023に出展いたします

ケモメトリックスソフトウェア PLS_Toolbox (MATLAB Add-in)

データの検量(Calibration)、バリデーション、モデルの作成(Model)と結果の解釈用グラフィック(Plot)インターフェース、未知データの予測(Prediction)ツールです。MatLab、Excel、GRAMS、ASCII XY他のデータファイル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ます。

- データの探索とパターン認識
- 判別分析
- 線形および非線形の回帰分析
- 自己モデリング曲線分解、純粋変数法
- データセットの編集と視覚化ツール
- プリプロセス
- クロスバリデーション
- 欠損データのサポート
- 変数選択
- 実験計画法



製作会社: Eigenvektor Research Inc..

株式会社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
TEL.03-5641-1771 FAX.03-5641-1772
E-mail:tech@dmdcorp.com URL:http://www.dmdcorp.com

NS

NHON SEIMITSU KAGAKU CO.,LTD

日本精密科学のプランジャーポンプ。

高品質

高精度

高耐圧

NS pump series

High pressure plunger Pumps



JASIS
2023

JASIS2023では各種プランジャーポンプ
充実のラインナップを出展いたします。
ぜひ弊社ブースにお立ち寄りください。

日本精密科学株式会社

<https://nihon-exa-sci.com/>

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

AI to AX

Analytical Intelligence Analytical Transformation

Analytical Transformation は、島津製作所が提案する Analytical Intelligence の進化した概念です。

最先端の分析計測機器、ロボティクス、AI、IoT 技術を活用し、LAB における属人性を解消することで、

研究者はより高度な業務に取り組むことができます。分析プロセスにおける生産性を向上させ「お客様のビジネス変革」を実現します。

この革命的な Analytical Transformation が、未来への扉を開き、革新的な人々の生活を豊かにする鍵となることでしょう。

JASIS2023 島津製作所



<https://www.an.shimadzu.co.jp/topics/jasis/jasis.htm>



2023.9.6 [水] ~ 8 [金] 10:00~17:00

幕張メッセ国際展示場 島津製作所ブース：6 ホール 6B-701

※ 展示会公式サイトにて事前入場登録をお済ませのうえご来場ください。

注目製品を多数展示！

赤外分光法とラマン分光法の一石二鳥を実現した赤外ラマン顕微鏡 AIRsight、IoT や各種センシング技術を取り入れた新たな業界標準となる超高速液体クロマトグラフ Nexera シリーズなど、注目製品を多数展示します。

新技術説明会 34 講演を実施！

毎年人気の新技術説明会では、AI 技術や自動化、データインテグリティなど注目トピックスから分析ノウハウまで、幅広いテーマで講演します。



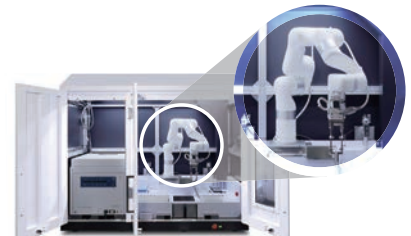
赤外ラマン顕微鏡
AIRsight



超高速液体クロマトグラフ
Nexera シリーズ



AI アシスト 波形処理ソフトウェア
Peakintelligence



自動前処理装置
MUP-3100

出展予定製品

高速液体クロマトグラフ
高速液体クロマトグラフ質量分析計
ガスクロマトグラフ
ガスクロマトグラフ質量分析計
ワークステーション/インフォマティクス

フーリエ変換赤外分光光度計
紫外可視分光光度計
原子吸光分光光度計
赤外ラマン顕微鏡
蛍光X線分析装置

電子線マイクロアナライザ
ライフサイエンス関連機器
走査型プローブ顕微鏡
マトリックス支援レーザー脱離イオン化-
飛行時間型質量分析計

ICP質量分析計
全有機体炭素計
熱分析装置
天びん
カラム&クロマト消耗品

2023 幕張メッセ

9/6 水 7 木 8 金

10:00
17:00

JASIS
2023

ORGANO

ブース No. 5A-402

お客様 各位

今年もオルガノは JASIS2023 へ出展します。

JASIS は各社の新製品・新技術のお披露目の場であるとともに、
実際の製品を見て、触れて、良さを体験できる絶好の機会です。

オルガノブースでも自信のある製品をご用意してお待ちしています。

水に関するお困り事がありましたら、お気軽にご相談下さい。

「水を磨くこと」を得意とする私たちが、お客様ひとりひとりに合わせて
製品・サービスをご提案いたします。

入場
無料



新技術説明会のご案内

幕張メッセ 国際会議場 1F~3F

9/7 木 11:45 ▶ 12:15

会場
201A

イオンクロマトグラフィーに適した水と汚染管理

9/8 金 13:15 ▶ 13:45

会場
301A

東ソーとオルガノのコラボレーション！
～超純水装置直結型イオンクロマトグラフの紹介～

会場にお越しただけない方はこちらに是非ご参加ください



LAB SALON (ラボ サロン) オンラインブース



自社で公開している WEB 上の展示ブースです。
Google ストリートビューのようにブース内を見学できます。



JASIS Web Expo

今年 1 月に実施した「水」セミナーのアーカイブ
動画をご覧いただけます。

イオンクロマトグラフィーに適した水と汚染の管理

皆さまが業務で抱えているお悩みを
トークディスカッションテーマに取り上げます！



純水製造メーカー
オルガノ株式会社
部長 奥



分析装置メーカー
東ソー株式会社
部長 野平



分析化学者
オルガノ株式会社
部長 宮澤

公開期限：2023年7月上旬～11月下旬



オルガノ株式会社

機能商品事業部

〒136-8631 東京都江東区新砂 1-2-8

お問い合わせ



JASIS ホームページ

会場へお越しの方は
事前入場登録をお勧めします。



ぶんせき・分析化学
広告掲載のお問い合わせは

取扱社 明報社へ

〒104-0061 東京都中央区銀座 7-12-4 (友野本社ビル)
電話 東京 (03) 3546-1337 (代) FAX 東京 (03) 3546-6306
URL: <http://meihosha.co.jp> E-mail: info@meihosha.co.jp

ぶんせき
二〇二三年第八号
(通巻第五八四号)

令和五年八月五日発行(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
電話 (0)三三四九〇一三三五
FAX (0)三三四九〇一三五七

振替口座・〇〇一〇一八〇五二二
定価千円