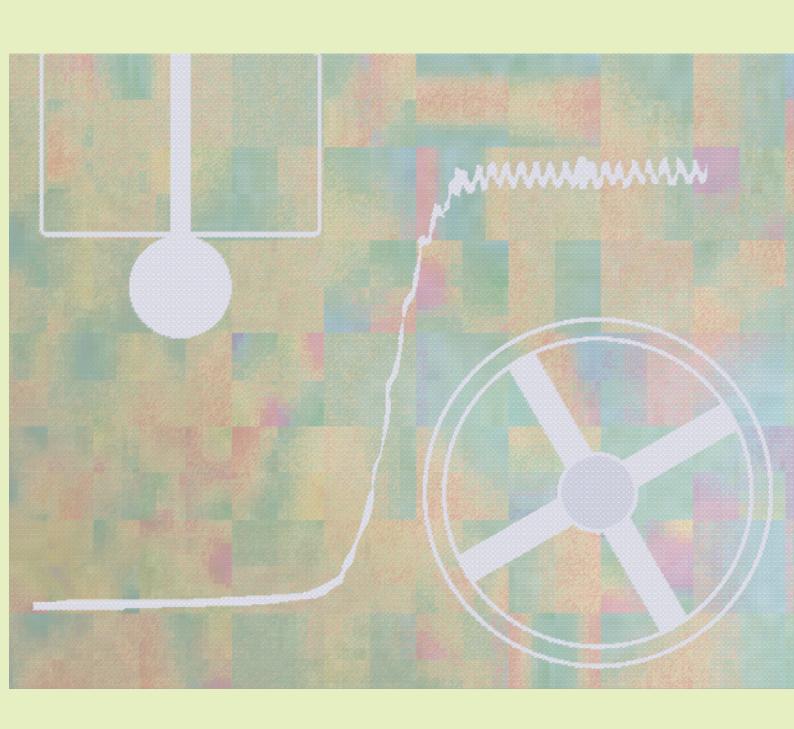


Bunseki 2023

The Japan Society for Analytical Chemistry





セミ分取超臨界流体クロマトグラフ

Semi Preparative Supercritical Fluid Chromatograph

Nexera UC Prep



これまでにない高性能、これまでにない柔軟性

■卓越した回収率を実現する独創の技術

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

*LotusStreamセパレーター

■分取ワークフローに沿った簡単操作

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

■コンパクトなベンチトップシステム

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

■分析SFCシステムに分取機能を追加

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

1%リナロールの回収率

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





https://www.an.shimadzu.co.jp/

ぶんせき Bunseki 2023 Contents



_	~
	777
_	7.6

目次		
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	351
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ョネーション/板橋 大輔 <i>352</i>	
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 358	
ミニファイル	マイクロ・ナノの分析化学 医学の新しい扉を開く生体試料のマイクロ・ナノ分析 /小川 覚之	363
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 368	
技術紹介	深層学習を用いた GC/MS 波形処理ソフトウェアの開発 /金澤 慎司	370
トピックス	簡便・高感度な顕微ラマン分光法による マイクロプラスチック分析/佐々木 隆浩 374	
	レーザー捕捉–顕微ラマン分光法による 単一エアロゾル液滴のリアルタイム pH 計測/=浦 篤志 374	
こんにちは	高知県工業技術センターを訪ねて/森 勝伸 376	
リレーエッセイ	汚れに強い pH 電極を/西尾 友志 378	
報 告	第83回分析化学討論会(富山,2023)/遠田 浩司 379	
ロータリー		383

[お知らせ] ------ M1

スクロマトグラフィー研究懇談会講演会; X線分析研究懇談会「第 17 回浅田榮一 賞」;第385回液体クロマトグラフィー研究懇談会/執筆者のプロフィール

[カレンダー] -----iii

放射能測定の信頼性を確保する放射能標準物質を開発 ――牛肉および魚類放射能分析用認証標準物質―

(公社)日本分析化学会では、2011年3月の原発事故により広く飛散した放射性物質の放射能 濃度を信頼性高く定量するための認証標準物質を開発し頒布中である。開発された標準物質は、国内の信頼ある分析機関の計量トレーサビリティが確保された測定機により求められた値に基づく共同分析により JIS Q0035(ISO ガイド35)に準拠して認証値および不確かさが決定された。

1) 放射能分析用牛肉認証標準物質

(低濃度: JSAC 0753, 0754, 高濃度: JSAC 0751, 0752)

〇認証値と拡張不確かさ U (包含係数 K=2) 基準日: 2012 年 11 月 19 日

	低濃度	高濃度
¹³⁴ Cs 放射能濃度(Bq/kg):	63 ± 6	174 ± 12
¹³⁷ Cs 放射能濃度(Bq/kg):	106 ± 9	297 ± 20
⁴⁰ K 放射能濃度(Bq/kg):	283 ± 54	276 ± 46

〇充填容器と価格

JSAC 0753, 0751:100 ml 容器用 20,000 円, JSAC 0754, 752:1 L 容器用 100,000 円 (価格はいずれも本体価格、送料込み・消費税別)

2) 放射能分析用魚類認証標準物質

(魚肉: JSAC 0781, 0782, 0783, 魚骨: JSAC 0784, 0785)

〇認証値と拡張不確かさ U (包含係数 K=2) 基準日: 2014 年 11 月 1 日

	魚肉	魚骨
¹³⁴ Cs 放射能濃度(Bq/kg):	62 ± 5	141 ± 10
¹³⁷ Cs 放射能濃度(Bq/kg):	196 ± 14	445 ± 29
⁴⁰ K 放射能濃度(Bq/kg):	349 ± 29	783 ± 43
⁹⁰ Sr 放射能濃度(Bq/kg):	_	11.5 ± 1.2

〇充填容器と価格

JSAC 0781:U8 容器(50 mm 高さ) 20,000 円, JSAC 0782, 0785:100 mL 容器 20,000 円, JSAC 0783:1 L 容器 100,000 円, JSAC 0784:U8 容器は 1 回 5,000 円のレンタル品(価格はいずれも本体価格、送料込み・消費税別)

- *内容に関する問い合わせ先: (公社) 日本分析化学会 標準物質係 TEL: 03-3490-3351, FAX: 03-3490-3572, E-mail: crmpt@ml.jsac.or.jp, http://www.jsac.jp/srm/srm.html/
- *頒布に関する問い合わせ先: 西進商事(株) 東京支店, TEL: 03-3459-7491, FAX: 03-3459-7499, E-mail: info@seishin-syoji.co.jp, http://www.seishin-syoji.co.jp/





写真左 ポリエチレン袋に装填された牛肉認証標準物質 写真右 U8 容器(50 mm 高さ), 100 mL 容器, 1 L 容器に充填された魚肉認証標準物質

カレンダー

2023	年			
9月	5日~	第3回オンライン真空応用技術講座〔オンライン〕		M9)
	5日~	第 4 回オンライン真空講習会〔オンライン〕		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〕		M13)
	12~15 日	第74回コロイド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〕		M4)
	13 日	第 20 回 記念生涯分析談話室〔熊本城ホール 3F〕·····		M11)
	13~15 日	日本分析化学会第 72 年会〔熊本城ホール〕		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〕		M6)
	20 日	第 387 回液体クロマトグラフィー研究懇談会〔東ソー㈱ 本社 3F 会議室〕·····		M3)
	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]		
	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,広島大学学士会館、サタケメモリアルホール]	·····(8 号	M4)
	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~	/o E	3.54
		[大阪大学会館講堂, アセンブリー・ホールほか]·····		M4)
	27~29 日	HPLC & LC/MS 講習会 2023 (五反田文化会館)		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〕		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)
	13 ほか日	第 28 講研究開発リーダー実務講座 2023	(c 🖽	3.54)
	15 0	- 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)
	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〕	(o Ħ	3.74
	10 00 🗆			M4)
	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] 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		M5)
	20 日	2023 年度小系・燃料电池材料研究会講座 イオン電學材料が舞となる状態パエイルヤーデバイス [産業技術総合研究所臨海副都心センター]		M5)
	20 日	第 388 回液体クロマトグラフィー研究懇談会	(8 5	M3)
	20 П	第 300 回板体クロマドクブティー研究を談伝 〔㈱日立ハイテクサイエンス サイエンスソリューションラボ東京〕····································	(M	2)
	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 早	M8)
	25・26 日	第69回ポーラログラフィーおよび電気分析化学討論会〔福江文化会館〕		4)
	25~27 日	第72回ネットワークポリマー講演討論会	(101	4)
	20 21 11	(東京工業大学すずかけ台キャンパスすずかけ台大学会館)	(5 是	M6)
	27 日	プラズマ分光分析研究会第 120 回講演会 一微量元素の視点で SDGS を考える―	(0.5	1010)
	21 11	〔京都大学宇治おうばくプラザきはだホールおよび Zoom によるオンライン〕	(M	4)
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]		M3)
11 /,	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」	(0)	1110)
	2 00 11	〔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〕····································	(8 号	M5)
	7~9 日	第 62 回 NMR 討論会〔横須賀芸術劇場〕		M10)
	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]…		M5)
	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]		M3)
	10 日	日本希土類学会第 41 回講演会〔東京大学 HASEKO-KUMA HALL〕	(8号	M5)
	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〕		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)
	20~22 日	「日本膜学会第 45 年会」・「膜シンポジウム 2023」合同大会		
		〔早稲田大学リサーチイノベーションセンター(121 号館)B1F〕	·····(M	4)
	22 日	実用表面分析セミナー 2023〔神戸大学百年記念館六甲ホール〕	(M	4)
29~12	2/1 日ほか	VACUUM2023 真空展〔東京ビックサイト・西ホール〕	·····(8 号	M5)
29	9~12/1 ∃	第 50 回炭素材料学会年会〔東京エレクトロンホール宮城〕		M5)
30)・12/1 日	第 38 回分析電子顕微鏡討論会〔オンライン開催(Zoom 予定)]		5)
12月	1 日	第 17 回茨城地区分析技術交流会〔ザ・ヒロサワ・シティ会館〕		3)
	7・8 日	第 36 回日本吸着学会研究発表会〔石川県立音楽堂〕		M5)
	8日	新アミノ酸分析研究会第 13 回学術講演会〔大田区産業プラザ Pio〕	·····(M	5)
2024	年			
1日	18・19 日	第 20 回 I C & I C /MS テクノプラザ「構近市全沢産業復興センター」	(М	3)

標準物質の取り扱い専門商社

~各種標準物質 取り扱っております~

各種標準物質(RM, CRM)

お探しの標準物質がございましたらお申しつけください!

PFAS関連(EPA 1633対応など)、RoHS(MCCPs、TBBPA)、REACH規則(PAHs)など取り扱っております。 核燃料関連(ウラン、トリウム、プルトニウム)、環境中放射能標準物質などもございます。

ICP-OES/ICP-MS AAS/IC

- ・無機標準液/オイル標準液
- ・鉄・非鉄各種金属
- ・工業製品
- (石炭、セメント、セラミックス等)
- ・環境物質
- (土壌、水、堆積物、岩石等)
- ・乳製品、魚肉、穀物等

固体発光分光分析 蛍光 X 線/ガス分析

- ・鉄・非鉄各種金属
- ・工業製品
- (石炭、セメント、セラミックス等)
- ・環境物質 (土壌、水、堆積物、岩石等)
- ・(乳製品、魚肉、穀物等)

物理特性/熱特性

130-110 IT/ 3W 14 IT

- · X線回折装置用 Si powder, Si nitride,等
- ・粒度分布計用
- ・熱分析用
- DSC(In,Pb,等)
- ・粘度測定用
- ・膜厚分析用

有機標準物質

- · 製薬標準物質 SPEX,LGC,EP,USP, TRC,MOLCAN
- ・認証有機標準液
- ・ダイオキシン類/PCB
- ・有機元素計用標準

SPEX社 前処理機(フリーザーミル・ボールミル)

凍結粉砕機(Freezer/Mill)

粉砕容器にインパクター(粉砕棒)とサンプルを一緒に入れ、液体窒素にてサンプルを常時凍結させて 運転を開始します。

インパクターを磁化させ、往復運動させる事による衝撃でサンプルを粉砕します。 やわらかいサンプルや熱に弱い生体サンプルに最適です。

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

ボールミル (Mixer/Mill)

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

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





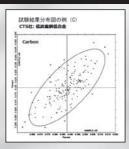
海外技能試験輸入代行サービス

技能試験とは・・・

技能試験提供機関が提供する未知サンプルを分析することによって、分析者の分析技能を測るテストです。 分析能力に関して中立的な評価が得られ、国内外の参加試験所と分析能力の比較が出来ます。 国内では毒物劇物取締法など特殊な法令に沿った通関手続きが必要でございます。 当社はコンプライアンスを遵守し、ノウハウを活かし、輸入の代行を致します。

〈サンプル例〉

金属材料中元素分析、フタル酸エステル類、物性試験(引張・曲げ・硬さ) ニッケル溶出試験、医薬品、化粧品、環境分野、オイル、食品、玩具規制専用試験など





YouTubeチャンネル【西進商事公式】

弊社取り扱い製品の情報を公開中です。(順次アップロード予定)



ZEIZHIN

標進物質専門商社

西進商事株式会社

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

社 〒650-0047 神戸市中央区港島南町1丁目4番地4号

TEL.(078)303-3810 FAX.(078)303-3822

東 京 支 店 〒105-0012 東京都港区芝大門2丁目12番地7号(RBM芝パークビル) TEL.(03)3459-7491 FAX.(03)3459-7499

名古屋営業所 〒450-0003 名古屋市中村区名駅南1丁目24番地30(名古屋三井ビル本館)

TEL.(052)586-4741 FAX.(052)586-4796 北海道営業所 〒060-0002 札幌市中央区北二条西1丁目10番地(ピア2・1ビル)

TEL.(011)221-2171 FAX.(011)221-2010

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**



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-15/PR-1W

光と技術で未来を見つめる



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)4111億 FAX 042(646)4120 日本分光の最新情報はこちらから

https://www.jasco.co.jp





JASCD 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。

FRONTIER LAB

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! 各種試料の粉砕・撹拌・分散に最適な 卓上可搬型 凍結粉砕装置 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





オンデマンドセミナー

過去に開催したオンラインセミナーを「オンデマンドセミナー」として公開中です。 弊社ウェブサイトの会員ページにログインするだけで、いつでもご覧いただけます。

- 熱分解GC分析の基礎
- F-Search ポリマー分析データ解析
- パイロライザーとオートショット・サンプラーのメンテナンス ほか



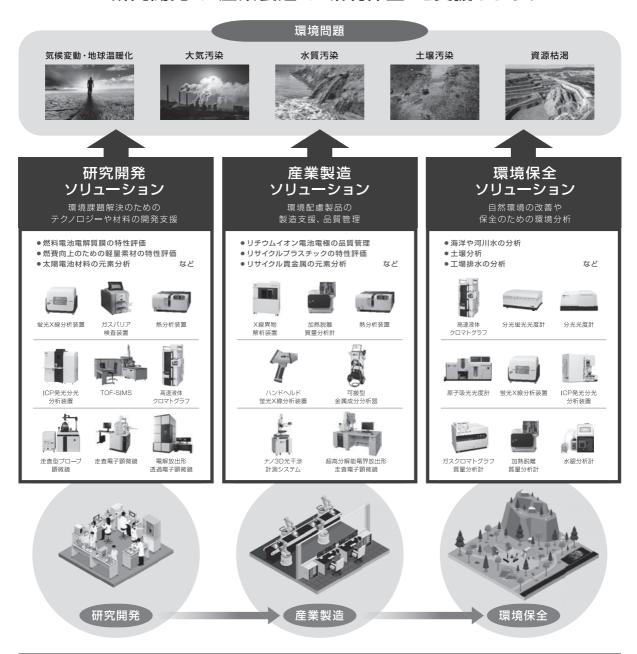
フロンティア・ラボ 株式会社 www.frontier-lab.com/jp info@frontier-lab.com

持続可能な将来を支える日立ハイテクの先端機器

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

自然環境と社会発展が共存するサステナブル社会の構築を目指し、 私たち日立ハイテクは、機器分析で、

"研究開発"、"産業製造"、"環境保全"を支援します。



◎株式会社 日立ハイテク ◎株式会社 日立ハイテクサイエンス

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

インターネットでも製品紹介しております。

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

標準物質



標準物質とは

分析機器の校正、性能向上 分析技術の進歩、確立 分析対象物の値づけ

に用いられます。

より正確な分析データを求めるには、高い信頼性のある標準物質を御使用下さい。

標準物質は以下の分野に数多くあります。

- ・環境、生体、食物
- ・石炭、石油(燃料)
- 残留農薬
- ・金属、鉱石、鉱物
- ・ガス分析
- ・安定同位体
- ・ガラス、セラミックス
 - ・有機、無機分析
 - ・薬局方試料、臨床化学
 - ・抗血清
 - ・高分子(ポリマー)
 - · 熱分析各種

- ・粘度、密度
- ・比表面積、粒径
- · X 線分析各種
- · 放射能、核物質
- ・光学分析各種
- ・度量衡

☆世界の代表的な標準物質製造・作成者一覧☆

NIST(NBS)/NATIONAL INSTITUTE OF STD. & TEC. ·······················標準物質一般
LGC/LABORATORY OF THE GOVERMENT CHEMIST. · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
BCR/COMMUNITY BUREAU OF REFERENCE ···································
BAS/BUREAU OF ANALYSED SAMPLES LTD········金属
SP ² /SCIENTIFIC POLYMER PRODUCTS INCポリマー
PL/POLYMER LABORATORIES LTD. ・・・・・・・ポリマー
μM/MICRO MATTER CO. ···································
IAEA/INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY生体・環境
NANOGEN/NANOGENS INTERNATIONAL ····································
CANMET/CANADA CENTRE FOR MINERAL & ENERGY TEC鉱石・鉱物
NRCC/NATIONAL RESEARCH COUNCIL CANADA水質環境用標準物質
ONL/OAK RIDGE NATIONAL LABORATORY ·······安定同位体
KENT/KENT LABORATORYS······抗血清
DSC/DUKE SCIENTIFIC CORPORATION·球型、表面積
EP/EUROPEAN PHARMACOPOEIA······医薬品
USP/U.S.P. REFERENCE STANDARDS ····································
BP/BRITISH PHARMACOPOEIA·····医薬品
NIES/国立環境研究所 環境・生体

ここに記載されている他にも、多数の標準物質を取り扱っております。カタログ及び資料希望、お問い合わせについては下記へご連絡下さい。

≪GSC 株式会社 ゼネラル サイエンス コーポレーション

〒170-0005 東京都豊島区南大塚3丁目11番地8号 TEL.03-5927-8356 (代) FAX.03-5927-8357 ホームページアドレス http://www.shibayama.co.jp e-mail アドレス gsc@shibayama.co.jp





豊田 太郎. 東海林 敦. 菅沼 こと

分析化学の第一線で活躍する研究者・開発者の方々へ一他の企業や研究機関がもつ"ものつくり技術"や独創的で先進的な製品を活用できたら、自分達の仕事の可能性がもっと広がるのに一と思ったことはありませんか? たとえば、大学では産学連携部門が窓口となり、問い合わせてきた企業側にシーズ技術をもつ研究室を紹介してマッチングさせることがあります。しかし、逆に企業のもつ"ものつくり技術"をシーズとして活用することが、研究開発上の困難な課題を解決する場合もあるのではないでしょうか。そのようなニーズとシーズの出会いの場を提供できればと私たちは考え、2019年秋より分析イノベーション交流会を発足させました。2020年1月のキックオフミーティングから、2023年9月の日本分析化学会第72年会ジョイント開催「ものつくり技術交流会 2023 in 九州〜分析に役立つ基礎技術〜」まで、のべ150を超える企業・大学・研究機関・公設試験機関の方々より本交流会にご支援ご協力を賜りました。この場を借りて厚く御礼申し上げます。折角の寄稿の機会をいただきましたので、本交流会が次の3年間で目指している活動をここでご紹介いたします。

主な活動は、年1回の全国版(分析イノベーション交流会)と年2回(討論会や年会でのジョイント開催)の地域版(ものつくり技術交流会)の交流会を開催することです。新型コロナウイルス禍に大きくあおりを受けましたが、これまで私たちは、分析化学とは縁のなかった企業との新たなつながりをつくる機会を常に模索してきました。その結果、本交流会への参加人数も合計で1000名(対面・オンライン視聴を含む)を超えました。他分野の企業との交流の輪をさらに広げるべく、今後は自治体や商工会議所等にもはたらきかけてまいります。

一方で、参加・出展してくださる企業の方からは「こんなものをつくったが、どう使えるだろうか」「どういうデータであれば製品や技術の信頼力を高められるか」といった声が多数届いております。そうした声を展示会場で直接聞いて議論するだけでなく、日本分析化学会会員の皆様にいつでも企業連携や共同研究へのきっかけとしていただけるよう、ウェブサイトをつくることを予定しています。その先駆けとして、「分析化学」誌にて「分析イノベーション交流会」特集号を企画しております。出展くださった方々には是非ご投稿をお願いする次第です。また、ウェブサイトは、本交流会シーズ集のアーカイブを構築して自由にアクセスできるようにする予定です。一方で、展示交流会の会場では無料相談ブースを設置することも考えています。

最後は、若手の育成です。若手の研究者・開発者だけでなく、分析化学を学んでいる学生が本交流会に参加することで、産学官における研究者や技術者の多様なキャリアパスを実感してもらい、学生や若手研究者・開発者の繋がりを全国レベルで活性化したいと考えています。本交流会が学生にとって分析化学関連の企業に就職するきっかけとなることを願うばかりです。

このような活動により、長期的に本交流会は日本分析化学会の活性化に貢献できる存在となることを目指しております.

引き続き、皆様のお力添えを何卒よろしくお願い申し上げます.

「Taro Toyota,東京大学,関東支部常任幹事 Atsushi Shoji,東京薬科大学,「分析化学」編集幹事,「ぶんせき」副編集委員長 Koto Suganuma,帝人株式会社,関東支部常任幹事

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 フラクショネーション

板 橋 大輔

1 序 論

生体高分子やゴムなどの高分子材料、金属ナノ粒子や カーボンナノチューブ等のナノ材料は、いずれも分子量 やサイズに分布を持っており、その平均値や分布幅を知 ることは、各産業分野において重要なニーズである. こ れらの分子量分布やサイズ分布を評価する手法として, 光散乱法や電子顕微鏡を用いた分析が挙げられるが、実 際の測定試料は複数の群の分布を持っていたり、その分 布幅が広範であったりするため、確からしい分析を行う ことが困難である場合がしばしばある. そのため、これ ら評価の前段階に、高速液体クロマトグラフィー (high performance chromatography, HPLC) やサイズ排除クロ マトグラフィー (size exclusion chromatography, SEC) 等 の分級法を用いて、サイズ分級した後に分析を行う手法 が従来用いられている. しかし, これらの分級法では分 離カラムに固定相を使用するため、分析対象の試料ごと に様々な測定上の課題がある.

例えば、高分子試料では試料の分子内に存在するイオン性官能基が SEC カラムの固定相と相互作用し、理論通りの保持時間で溶出しない場合や、SEC カラム内で分子鎖の切断が起こる場合もある。このような試料は SEC カラムでの正確な分離が困難であり、分子量分布を求めることができない。また、ナノ材料に対しては分離に用いる SEC カラムで分級可能なサイズ範囲の狭さ (数 $nm\sim100$ nm 程度) から、広範なサイズ分布を有するナノ材料のサイズ分布測定には適さない。

これらの課題に対し、流動場分離法(field flow fractionation, FFF)は分離層に固定相を有さず、試料の持つ拡散係数の違いによって分離を行う分級法であり、広範囲のサイズ範囲(数 $nm\sim100~\mu m$)の試料の分析に対応できることから、上述のような課題を克服することができる.

本稿では、各種 FFF 法の原理と特徴を解説し、各分野における最新の解析適用事例について紹介する。

2 FFF 法の原理と特徴

2·1 概説

FFF 法は 1966 年に J. C. Giddings によって開発され た分離分析手法1)であり、精密な流れの制御が重要とな る. 報告された当初は研究開始の段階であり、実用化に は程遠い状況であったが、1995年に初の汎用型 FFF が 開発された. その後, 装置開発が日進月歩で進められ, 現在では Postnova 社, Wyatt Technology 社, 島津製作所 から取り扱いが簡便な汎用型 FFF 装置が販売されてお り, 近年普及が進んでいる. この手法はもともと分子量 が 1000 万を超えるような超高分子の分子量分画に使用 されてきたが、フラクションコレクターに接続して、分 級後の試料を回収するだけではなく、現在では光散乱 (light scattering, LS) 検出器や紫外・可視分光 (ultraviolet-visible absorption spectrometer, UV-vis) 検出器, 示差 屈折率 (refractive index detector, RI) 検出器, 誘導結合 プラズマ質量分析装置 (inductively coupled plasma-mass spectrometer, ICP-MS)等、様々な検出器を組み合わせ ることができる. それゆえ, FFF 法の用途は生体, 有 機高分子だけではなく、金属ナノ粒子やカーボンナノ チューブ等のナノ材料の分離分析へとかなり広範なもの となっている.

FFF 法では試料のサイズに依存した自己拡散現象と、その拡散方向とは逆の方向から外部の力(分離場)を与えることによって、サイズ分離を行う.この時に外部から加える分離場には、流れ、遠心力、熱勾配、電場、磁場、重力場等様々な種類があり、各 FFF 法の特徴と適用可能な分析対象試料の違い等について表1にまとめた.本稿ではその中でも代表的な2種類の手法(流れ、遠心力)について原理と特徴を解説する.

2·2 各 FFF 法の種類と特徴

2・2・1 非対称流れ流動場分離法

非対称流れ流動場分離法(asymmetrical flow field-flow fractionation, AF4)は、液の流れによって分離場(流れ場)を形成し、試料のサイズ分離を行う FFF 法であり、最も一般的に利用されている。AF4 法では図1に示す

Field Flow Fractionation.

表 1 各 FFF 法の特徴および分析対象試料^{2)~7)}

FFF の種類	AF4	CF3	ThFFF ²⁾	EAF4 ³⁾	MgFFF 4)5)	GrFFF ⁶⁾⁷⁾
分級原理	流れ場	遠心力	熱勾配	電場,流れ場	磁場	重力場
分級因子	サイズ、分子量	サイズ,分子量,密度	熱拡散係数	サイズ, ゼー 夕電位	磁化率	サイズ、密度
対象試料	高分子, コロイド, 米 細胞等	位子, タンパク質,	主にポリマー	帯電試料	磁性粒子	細胞,マイク 口粒子
適用可能範囲	500∼10 ¹² Da	10 nm~20 μm	10 kDa∼20 MDa	AF4 に準拠	~数 100 nm	1~100 μm
(分子量, 粒	1 nm~100 μm	(試料の材質と密				
子径)	(ナノサイズへの適	度に依存)				
	用が多い)					
市販装置	0	0	0	0	×	0

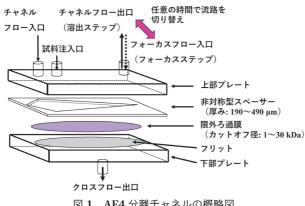


図1 AF4 分離チャネルの概略図

分離チャネルと呼ばれる分離層を用い、その内部で水平 方向の流れ(チャネルフロー、フォーカスフロー)と垂 直方向の流れ(クロスフロー)を組み合わせて、流れ場 を形成する. 分離チャネルは上下二つのプレートの間に 数百 μm の厚みを持つスペーサーを挟むことによって, 試料を分離する層を形成している. 下部のプレートは浸 透性のある多孔質のフリット構造を有し、試料がプレー トの外に通過しないように限外ろ過膜を下部プレートの 上(分離層内部)に設置している.この構造によって, 試料を損失することなく、クロスフローの液のみが系外 に排出される.

次に、AF4 法での試料のサイズ分離の原理を図2に 示す. AF4 法におけるサイズ分離は大別して, ①試料 注入、②フォーカス、③リラクゼーション、④溶出の四 つのステップから構成される.

まず初めに試料注入ステップで、 試料を分離チャネル に注入すると、試料は層内でランダムな自己拡散を起こ して試料注入ポートを中心に一定の拡がりを持って分布 するようになる.次に、フォーカスステップではAF4 法による試料のサイズ分離の準備を行う. 図 2 (a) に 示したチャネルフロー (図中の左から右への流れ), フォーカスフロー (図中の右から左への流れ) に加え, クロスフロー (図中の下方向への流れ) を用いて, 左右 両方向ならびに下方向への流れを与えることで、試料を 一定の位置(フォーカスポイント)に集める.この

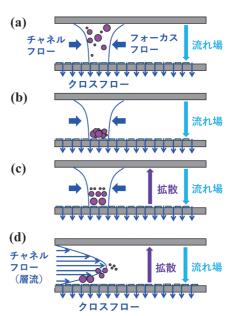


図 2 AF4 法におけるサイズ分離機構

(a) 試料注入ステップ, (b) フォーカスステップ, (c) リラク ゼーションステップ, (d) 溶出ステップ.

フォーカスポイントでは水平方向だけではなく垂直方向 の力もかかるため、下部プレート上の限外ろ過膜に試料 が沈降していく(図2(b)). 続くリラクゼーションス テップでは、クロスフローを減少させて流れ場を弱める と, 試料が沈降した際にフォーカスポイント付近で生じ た試料の濃度勾配に逆らって、より希薄な濃度の方向に 試料は拡散しようとする. ここで, これらナノ〜サブミ クロンサイズの試料は、式(1) に示す Stokes-Einstein の式に従った拡散係数を有しており、液中でサイズに依 存したブラウン運動をしている.

$$R_{\rm h} = \frac{kT}{6\pi\eta D} \tag{1}$$

 R_h :流体力学的半径, η :溶媒粘度, k:Boltzmann 定 数, T: 絶対温度, D: 拡散係数

つまりこの時、サイズの小さな試料ほど拡散係数が大 きく, より強く拡散するため, 限外ろ過膜から遠く離れ

た位置まで拡散するが、サイズの大きな試料では拡散係 数が小さく、拡散があまり起こらないため、限外ろ過膜 の近くに留まったままとなる (図 2 (c)). このように して分離チャネル内で垂直方向に試料のサイズに依存し た分離が行われる. その後, 溶出ステップにおいて, フォーカスフローを止めて流路を切り替え、分離チャネ ルの出口の方向にチャネルフローを流し出すことによっ て, サイズ分離した粒子をそれぞれ検出する(図2 (d)). この時, 分離チャネルの厚みを 1 mm 以下とする と、チャネルフローは層流となる、そのため、分離チャ ネルの深さ方向の中心部ほど流速が速くなり、分離チャ ネルの中心部近くに拡散したサイズの小さな試料から順 に溶出させることができる. なお, リラクゼーションス テップで試料が拡散する最大距離は下部プレートから垂 直方向に約10 µm であり、分離チャネルの下部領域の みで拡散が起こる. そのため、最大流速となる中心部を 超えて上部に試料が拡散することはなく, 試料の拡散係 数(すなわち流体力学的半径)の違いのみによって、適 切なサイズ分離が達成される.

ここで、AF4 法における試料の溶出時間(保持時間)は式 (2) のように定義されている $^{8)}$.

$$t_{\rm R} = \frac{w^2}{6D} \ln \left(1 + \frac{V_{\rm c}}{V_0} \right) \qquad (2)$$

 $t_{\rm R}$: 保持時間、w: 分離チャネルスペーサー厚み、 $V_{\rm C}$: クロスフロー流量、 $V_{\rm O}$: チャネルフロー流量

式(2)に式(1)を代入すると、式(3)が得られる.

$$t_{\rm R} = \frac{w^2 R_{\rm h} \pi \eta}{kT} \ln \left(1 + \frac{V_{\rm c}}{V_{\rm 0}} \right) \qquad (3)$$

この式から、流体力学的半径が小さくなるほど、AF4 法における保持時間が小さくなることが分かる。また、 w, V_o, V_o, η, T の変数のうち、 w, V_o, V_o は AF4 装置に固有の変数であり、これらを変更することで試料の保持時間を任意に変更し、サイズ分解能を制御することができるため、測定試料に応じてユーザーの任意で調整可能である。以上のように、同様に試料のサイズで分離するSEC とは異なり、AF4 法は分離層に固定相を持たず、試料の流体力学的半径のみに依存した分離が可能であり、装置に固有の変数を任意に変更することで、幅広いサイズ範囲の試料を分離分析することができる手法である。

2·2·2 遠心流動場分離法

遠心流動場分離法 (centrifugal field-flow fractionation, CF3) は遠心力による分離場 (遠心場) を利用した分離を行う手法であり, 近年ナノ材料の分級技術として注目されている. CF3 法では AF4 法とは異なり, 分離は対

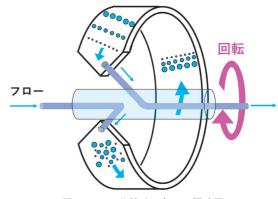


図3 CF3 分離チャネルの概略図

象試料のサイズだけではなく、対象試料の密度にも依存した分離がなされる。図3にCF3分離チャネルの概略図を示す。CF3法では円環状のチャネルを高速で回転させることで発生した遠心力を使って、試料の分離が行われる。

次に、CF3 法における試料の分離の原理を図4に示す。CF3 法における分離は大別して、①試料注入、②リラクゼーション、③溶出の三つのステップから構成される

初めに試料注入ステップでは試料を分離チャネルに注入する前に、あらかじめ一定の回転数(初期回転数)で回転させておき、その後、回転する分離チャネルへ試料を導入する。次にリラクゼーションステップでは、回転を継続しながらチャネル内の送液を停止して、分離チャネル内の流れを止める。この状態で一定時間が経過すると、試料は沈降して分離チャネルの下部壁面付近に集まっていく(図4(a))。試料の密度が一定の場合、試料の自己拡散力と遠心力のバランスが試料のサイズのみに依存して異なるため、大きなサイズの試料は壁面側に留まり、小さなサイズの試料は流路の中央側に拡散していく。その後、送液を再開すると、分離チャネル内の流れは層流となるため、中心部ほど流速が速くなり、AF4

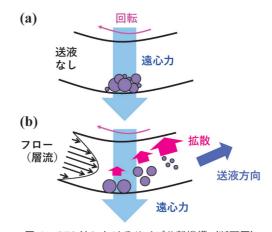


図 **4 CF3** 法におけるサイズ分離機構(断面図) (a) 試料注入ステップ, (b) リラクゼーションステップおよび 溶出ステップ.

法と同様に小さなサイズの試料から順番に溶出する(図4 (b)).

ここで、CF3 法における試料の保持時間は式(4)のように定義されている。なお、G は後述するが、初期回転数で調整可能なパラメータである。

$$t_{\rm R} = \frac{\pi \Delta \rho w G d^3 V_{\rm c0}}{36 kTV} \tag{4}$$

$$G = (2\pi \times RPS)^2 r \cdots (5)$$

 Δp : 試料とキャリアー溶液の密度差,d: 試料の直径, V_{c0} : 分離チャネル体積,V: チャネル流量,G: 初期重力場,RPS: 角速度,r: 遠心回転軸からの距離.

これらの式から、CF3 法では試料のサイズと密度に依存した分離がなされることが分かる。特にサイズに関しては試料の直径の三乗に比例して保持時間が変化するため、原理的に AF4 法よりも高い分解能を達成可能な点が利点である。

この他、電場と流れ場を利用する EAF4³¹や熱勾配場を利用する ThFFF⁹¹等も市販装置が開発され、各分野で利用されている.

2·3 FFF 法における分離条件の最適化

各FFF法で試料を分離分析する際、それぞれの試料に適した分離条件で分離を行うことが重要となる。各パラメータが分離に及ぼす影響に関する理論は既に確立されており、以下に分離条件の検討の際に必要となるパラメータについて述べる。

まず初めに FFF 法では試料の溶出時間に影響を与える指標として、保持カパラメータ(retention parameter、 λ)と呼ばれる試料の保持のされやすさを表す指標がある。ここで AF4 法、CF3 法における λ は以下の式(6)および(7)で示される。

(AF4 法)

$$\lambda = \frac{kTV_0}{3\pi\eta V_c w^2 d} \tag{6}$$

(CF3 法)

$$\lambda = \frac{6kT}{\pi d^3 Gw\Delta\rho} \quad \dots \tag{7}$$

この λ から,どの物理化学パラメータが分離に影響するかを知ることができ,AF4法では試料の直径,CF3法では試料の直径の三乗と密度に反比例して大きくなることが分かる.この λ が大きいほど,分離チャネル内に保持されにくくなり,速い時間で溶出する.FFF法では試料の溶出時間 t_t と void(保持されずに最初に溶出する画分)の溶出時間 t_0 の比として定義され

る保持レベル (retention level, R_L) が十分に大きい,つまり両者の画分のピークが十分に離れるように分離条件を設定する必要がある. R_L は以下の式 (8) で計算することができる 10 .

$$R_{\rm L} = \frac{t_{\rm r}}{t_0} = \frac{1}{6\lambda \left(coth\left(1/2\lambda\right) - 2\lambda\right)} \quad \dots \tag{8}$$

ただし、AF4 法の場合、厳密には式(6)には従わないものの、実用上は非常に優れた近似であり、 $R_L \ge 7.2$ で 1% 以内、 $R_L \ge 3.3$ で 5% 以内、 $R_L \ge 2.3$ で 10% 以内の誤差であることが報告されている 11 . また、 λ が十分に小さい(AF4 法: λ <0.03、CF3 法: λ <0.02)場合、以下の近似式(9)を用いて、5% 以内の誤差で近似解を得られる.

$$R_{\rm L} = \frac{t_{\rm r}}{t_0} \cong \frac{1}{6\lambda} \tag{9}$$

いずれの FFF でも, $R_L > 5$ となるようにすることが 推奨 $^{12)}$ されており,このパラメータから未知試料の適切な分離条件をある程度推測することができる.

以上のことから、AF4 法ではチャネルフロー流量およびクロスフロー流量、スペーサー厚み、CF3 法では初期回転数を適切な値に設定し、 R_L をこの範囲内に収まるように調整することで、良好な分離を達成することができる.

2.4 分離した試料のサイズ計測方法

FFF 法はあくまでも分離・分級法であり、分離を行っただけでは、そのサイズを計測することはできない。そこで適切な検出器を用いて、正確にサイズを計測することが必要となる。サイズの計測方法は大別して、①光散乱法による直接計測法、②サイズ既知の標準粒子を用いて作成した較正曲線を用いる間接計測法の2種類が存在する。

前者については、高分子の分子量、サイズ測定に関しては静的光散乱法(static light scattering, SLS)が主に用いられ、ナノ材料のサイズ測定には動的光散乱法(dynamic light scattering, DLS)法が用いられることが多い。詳細な計測原理については本稿では割愛するが、これまでに詳しく解説された文献があるので、必要に応じて参照されたい¹³⁾¹⁴⁾.

また後者の方法では、複数のサイズ既知の標準粒子をあらかじめ FFF 法で測定し、各サイズの粒子の保持時間を求めておく、その後、粒子サイズと FFF 法で得られた保持時間の相関関係を求め、較正曲線を作成する。図 5 に較正曲線の例¹⁵⁾を示す、最後に未知試料の FFF 測定を行い、得られた保持時間を前述の較正曲線を用いて、サイズに変換することで計測を行う。

前者の光散乱計測法では、直接試料のサイズを測定で

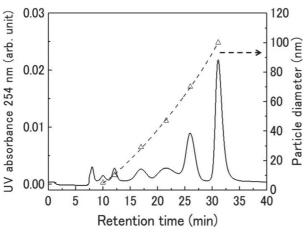


図 5 標準粒子を用いた AF4 法における較正曲線の例 $^{15)}$

きるという利点がある反面、光散乱法の検出感度があまり良くないため、試料が微量もしくはそのサイズが微小となった場合には適用することが難しい。それに対して、後者の間接計測法では、UV 検出器や ICP-MS を用いれば、より高感度な試料の測定ができる反面、適切な標準粒子が必要となること、バンドブロードニング(ピークの広帯域化)の影響を受けるため、実測した粒子径分布の補正を行う必要がある。バンドブロードニング効果の補正方法については報告例があるので、参照されたい150160。

3 各分野における FFF 分析の適用事例

まず、金属ナノ粒子に対しては、FFFの検出器にLSやICP-MS等の複数の検出器を直列で接続し、サイズ分布やその個数濃度を定量分析することが一般的に行われている。例えば、A. Sánchez-Cachero¹⁷⁾らは、自然環境中での白金ナノ粒子(PtNPs)の動態を調べるために、腐食酸(HA)とサイズが既知のPtNPsを混合し、そのサイズ分布の経時変化をAF4-ICP-MSで調査した。その結果、HA 共存下ではPtNPsの凝集を抑制し、分散安定性が向上することを報告している。このように自然環境中でのナノ粒子の安定性をモニタリングするのにもAF4 法は有用であることが分かる。

また、著者¹⁵⁾¹⁸⁾ らは鉄鋼材料中に含まれる金属ナノ粒子(ナノ析出物)の試料代表性のあるサイズ分布を測定するために、AF4-ICP-MS 法の適用を報告している。非水溶媒を用いた電気分解によって、鉄マトリックスを選択的に溶解して、分散液中にナノ析出物を抽出し、そのサイズ分布や個数濃度をAF4-ICP-MS 法で測定した。鉄鋼材料の熱処理によって、ナノ析出物の個数濃度がどの程度変化するのかを定量的に解析している。

さらに、近年では AF4 法と CF3 法を接続して、材料の分級能力を向上させる取り組みが報告されている. H. Kato¹⁹⁾らは AF4 装置の後段に CF3 装置を接続した Hyphenated FFF (AF4-CF3) を用いて、ポリスチレン ラテックス (PSL) 粒子 (平均サイズ: 70 nm および 309 nm) とシリカ粒子 (平均サイズ: 280 nm) を混合した試料を分離分析した。 AF4 法のみでは、PSL 70 nm はサイズの違いによって分離がなされるものの、PSL 309 nm とシリカ 280 nm の粒子径が近しく、これらが分離されずに一つのピークとして観測された。その一方で、AF4-CF3 法では PSL 70 nm、PSL 309 nm、シリカ 280 nm をそれぞれ十分な分解能で分離することができている。 AF4 法と CF3 法を組み合わせることで、サイズと密度の二種類のパラメータで二次元的な分離が可能となる。このように異なる分級原理を有する FFFを上手く組み合わせることで、分離・分級の適用範囲は大きく広げられると期待できる。

この他,ナノ材料²⁰,環境,食品²¹⁾,化粧品²²⁾等の各分野における適用例は数多く報告されており,非常に有用な分離分析手法となっている.

4 結 言

本稿では代表的な FFF 法の基礎原理と特徴,使用時の注意点について解説し,各分野における適用事例を数例紹介した. FFF 法は広範なサイズ範囲の試料の分析に対応でき,分離層に固定相を持たないことから,分離層内部との試料間の相互作用が少なく,様々な分野に適用できるという利点を有する. 現在では,国際標準規格(技術仕様書)¹²⁾が発行され, FFF 法を利用する上での注意点や実施する上でのポイント,結果の不確かさの発生要因等が解説されているため,新規ユーザーの技術的なハードルは 10 年前よりも確実に下がってきている.そのため,今後より多くの技術者が FFF 法を活用し,この分野の知見を深めていくことで,本技術のさらなる発展が期待される.

拉 女

- 1) J. C. Giddings: Sep. Sci., 1, 123 (1966).
- G. Greyling, H. Pasch: "Thermal Field-Flow Fractionation of Polymers", Edited by I. Alig, H. Pasch, H. Schönherr, p. 13 (2019), (Springer Nature, Cham).
- C. Johann, S. Elsenberg, H. Schuch, U. Rösch: *Anal. Chem.*, 87, 4292 (2015).
- A. H. Latham, R. S. Freitas, P. Schiffer, M. E. Williams: *Anal. Chem.*, 77, 5055 (2005).
- P. S. Williams, F. Carpino, M. Zborowski: *Mol. Pharm.*, 6, 1290 (2009).
- B. Roda, P. Reschiglian, A. Zattoni, P. L. Tazzari, M. Buzzi, F. Ricci, A. Bontadini: *Anal. Bioanal. Chem.*, 392, 137 (2008).
- R. Chantiwas, R. Beckett, J. Jakmunee, I.D. McKelvie, K. Grudpan: *Talanta*, 58, 1375 (2002).
- K.-G. Wahlund, J. C. Giddings: Anal. Chem., 59, 1332 (1987).
- 9) Z. Viktor, H. Pasch: Anal. Chim. Acta, 1107, 225 (2020).
- K.-G. Wahlund, L. Nilsson: "Field-Flow Fractionation in Biopolymer Analysis", Edited by S. Kim, R. Williams, K. D. Caldwell, p. 6 (2012), (Springer-Verlag, Wien, New York).

- B. Wittgren, K.-G. Wahlund, H. Derand, B. Wesslen: Macromolecules, 29, 268 (1996).
- 12) ISO/TS 21362:2018, Nanotechnologies Analysis of nanoobjects using asymmetrical-flow and centrifugal field-flow fractionation (2018).
- 13) 渡邉一輝: ぶんせき (Bunseki), 2014, 208.
- 14) 高橋かより:分析化学 (Bunseki Kagaku), 68,733 (2019).
- 15) D. Itabashi, R. Murao, S. Taniguchi, K. Mizukami, H. Takagi, M. Kimura: *ISIJ Int.*, **60**, 979 (2020).
- H. Kato, A. Nakamura, K. Takahashi, S. Kinugasa: Nanomaterials, 2, 15 (2012).
- A. Sánchez-Cachero, S. López-Sanz, N. R. Fariñas, Á. Ríos, R. del C. R. Martín-Doimeadios: *Talanta*, 222, 121513 (2021).
- 18) D. Itabashi, K. Mizukami: ISIJ Int., 62, 860 (2022).
- 19) H. Kato and A. Nakamura: Anal. Methods, 6, 3215 (2014).
- S. Faucher, G. Charron, E. Lützen, P. L. Coustumer,
 D. Schaumlöffel, Y. Sivry, G. Lespes: Anal. Chim. Acta, 1028,

104 (2018).

- 21) Y. Li, Y. Yang, Y. Zou, L. Shu, N. Han, Y. Yang: Food Chem., 374, 131748 (2022).
- 22) A. Samontha, J. Shiowatana, A. Siripinyanond: Anal. Bioanal. Chem., 399, 973 (2011).



板橋 大輔(Daisuke Itabashi)

日本製鉄株式会社 技術開発本部 (〒293-8511 千葉県富津市新富 20-1). 東京農工大学大学院生物システム応用科学府博士後期課程修了. 博士(工学). 《現在の研究テーマ》鉄鋼材料中の微量元素分析法の開発. 《趣味》マラソン.

 $E-mail: itabashi. 53b. daisuke@jp.nipponsteel.\\ com$

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
- 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
- 〈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)

- 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
- 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。

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

リチウムイオン電池や燃料電池は車載用電源としての用途が拡大しつつある。車載用電源としての普及に伴い、高安全性および高エネルギー密度が実現できる次世代蓄電池の開発が進められている。イオン液体や超濃厚電解質溶液は次世代蓄電池電解液として期待されており、電解液中の液体構造および電極反応は起電力など電池性能に影響を与える。本稿では、イオン液体や超濃厚電解質溶液の液体構造・スペシエーション分析および電極反応についてその分析手法も交えて概説する。

渡 辺 日香里

1 はじめに

イオン液体はイオンのみからなり、室温で液体の物質 群であり、難燃性、不揮発性といった特徴をもち、i)非 プロトン性, ii) プロトン性, iii) 無機および iv) 溶 媒和 (キレート) イオン液体 の 4 種類に分類される $^{1)}$. 特に、解離可能な水素をもつプロトン性イオン液体は燃 料電池電解質として、溶媒和イオン液体はリチウムイオ ン電池電解液として研究がされている. 渡邉らは、溶媒 であるグライム $(G_n: CH_3O-(CH_2CH_2O)_n-CH_3, n=$ 3,4) とリチウム塩の等量混合物は室温で液体であり, Li⁺にグライムが溶媒和した溶媒和イオン液体を与える ことを報告している. また, 水和金属イオンの溶融塩は 水和溶融塩としてよく知られている. 例えば、水和金属 イオンの硝酸塩の多くは低融点を与え、LiNO3・4H2O の融点は約30℃である. 最近, 21 mol kg⁻¹の高濃度 $LiN(SO_2CF_3)_2$ 水溶液 ($LiN(SO_2CF_3)_2: H_2O=1: 2.6$ by mol) が室温で液体であり、その電位窓は水の電位窓 (1.23 V) よりも広いことから、リチウムイオン電池電 解液として利用可能であることが報告された²⁾. このよ うな高濃度のLi塩溶液は超濃厚電解質溶液と呼ばれて いる.

近年、低炭素社会の実現への取り組みとして、自動車の電動化が進められており、電気自動車(EV)、プラグインハイブリッド車(PHEV)、ハイブリッド車(HEV)等の電動車の普及が拡大しつつある。こうした電動車の電源としてリチウムイオン電池や燃料電池が用いられているが、さらなる安全性およびエネルギー密度の向上を目指して、次世代蓄電池の開発が盛んに行われており、イオン液体や超濃厚電解質溶液はその電解液として期待

されている.

これらの電解液は従来、蓄電池電解液として用いられてきた 1 mol dm^{-3} 程度の電解液と比べて、非常に塩濃度が高く、従来の希薄電解質溶液に基づく理論では説明できない現象が報告されている.

著者は、産業を支える分析化学の観点から、次世代蓄電池電解液として期待されるとともに、学術的にも不明な点が多い超濃厚電解質溶液について、そのスペシエーション分析および蓄電池中の電極/電解液界面反応解明に取り組んできた。本稿では、最近の著者の研究を中心に概説する.

2 イオン液体中の分子/イオン間相互作用

2.1 擬プロトン性イオン液体

プロトン性イオン液体 $[BH^+]$ $[A^-]$ は酸と塩基の等量混合で得ることができる。著者らは N-メチルイミダゾール $(C_1 Im)$ と酢酸 (CH_3COOH) の等量混合液体が有意な電気伝導性を示すにもかかわらず、液体中には電気的中性分子が大過剰存在することを明らかにした $^{3)}$. 著者らは、このような液体を擬プロトン性イオン液体と呼び、プロトンジャンプのような特異的なイオン伝導機構が働いていることを提案している。プロトンジャンプ機構の発現には水素結合ネットワーク構造の形成、すなわち、水素結合を形成する分子間の相互作用が重要な役割を果たす。著者は分子間・イオン間の相互作用を評価する方法として、同位体置換 Raman 分光法を開発した。

2·2 同位体置換 Raman 分光法

振動スペクトルの基準振動数の同位体効果は、調和振動子モデルで容易に理解でき、例えば、軽水素を重水素で置換すると、重水素が関与する振動モードは低波数シフトする。同位体を置換した官能基の振動スペクトルが

Useful Analytical Method for Development of Next-generation
Battery Electrolyte Solution and Molecular Picture in the Solution.

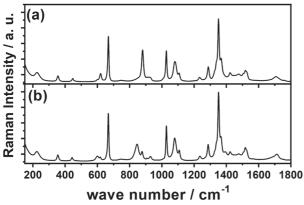


図 1 C_1 Im-CH $_3$ COOH (a) と C_1 Im-CH $_3$ COOD (b) の Raman スペクトル

シフトするため、構造同定に有用な方法であるが、著者らは、同位体効果を利用して、分子・イオン間の相互作用の評価を行った.

同位体置換 Raman スペクトルは軽水素からなる試料の Raman スペクトルと重水素からなる試料の Raman スペクトルの差として定義する。 $C_1 Im-CH_3 COOH$ 系擬プロトン性イオン液体について,酢酸の解離可能な水酸基水素を重水素化した以外は全く同じ組成の試料を調製し,得られた Raman スペクトルを図 1 に示す.水酸基水素を置換することで,620 および 880 cm $^{-1}$ 付近の酢酸由来の Raman バンドに大きな変化が見られた.同位体効果をより詳細に確認するために同位体置換 Raman スペクトルを求めた.

2·3 同位体置換 Raman スペクトル

図2に同位体置換 Raman スペクトル (=重水素試料の Raman スペクトルー軽水素試料の Raman スペクトル)

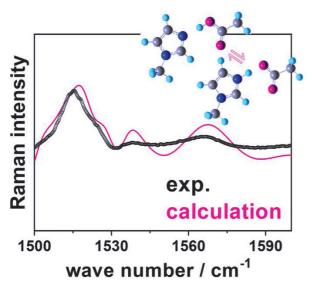


図 2 実験(黒) および計算(赤) 同位体置換 Raman スペクトルと分子会合体およびイオン対の分子構造

を示す. 同位体効果がある場合, 振動モードがシフトす るため、その差スペクトルは微分様のシグナルを与える. $1500\sim1600~{\rm cm}^{-1}$ の波数範囲は $C_1{\rm Im}$ の指紋領域であ り、酢酸に由来する Raman バンドは現れない. しかし 図2から明らかなように、C₁Im の指紋領域においても 微分様の差スペクトルが得られ、同位体置換された水酸 基と C₁Im が相互作用していることを示唆している. 著 者らは最近、C₁Im-CH₃COOH系擬プロトン性イオン 液体中の各化学種の Raman 散乱因子と、それらの生成 分率を明らかにした. 重水素試料の Raman 散乱因子に ついても決定した. 詳細は割愛するがこれによれば, C₁Im···HOOCCH₃ 分子会合体と C₁HIm⁺···⁻OOCCH₃ イオン対は溶液中にそれぞれ70および30%存在す る⁴. 得られた散乱因子と生成分率から Raman スペク トルが計算できる. 計算から求めた Raman スペクトル を用いて、同位体置換 Raman スペクトルが求められた (図2). 計算スペクトルは実験をよく再現しており、擬 プロトン性イオン液体中では C₁Im と CH₃COOH 間で 水素結合を形成しているだけでなく、プロトン移動によ りイオン間相互作用があることが明らかになった. この ように同位体置換 Raman 法は差スペクトルをとるだけ で、分子内相互作用だけでなく、分子あるいはイオン間 相互作用の観測できる強力な手法だと考える.

3 超濃厚電解液中のスペシエーション分析

はじめに述べたように、超濃厚電解質水溶液は、水の電位窓を超えてリチウムイオン電池が駆動する。リチウムイオン電池の安全性向上の観点からも電池の実現が強く期待されている。超濃厚電解質水溶液では Li⁺との相互作用により、水の酸化分解が抑制されると提案されている。加えて、電解液が分解して生成する安定な SEI 皮膜により電解液の還元分解が抑制され、Li⁺の電極中への挿入・脱離反応が起こるため電池が駆動すると考えられている。酸化分解抑制および SEI 形成には液体構造、特に Li⁺局所構造が重要な役割を果たす。著者らは、超濃厚 LiTFSA (LiN (SO₂CF₃))²⁾水溶液中の液体構造および Li⁺局所構造解析を行った。

3·1 同位体置換中性子回折法

実験的に液体構造を決めるには、中性子や X 線散乱 実験が有用である。特に中性子は、液体を構成する原子の原子核により散乱されるため、注目する原子の同位体 比だけ異なり、他の組成が全く等しい試料を用いて測定を行い、これらの差をとれば、注目する原子に関する部分動径分布関数のみを得ることができる。これを同位体置換法と呼ぶ。 677 Li および H/D 同位体置換法を用いた中性子散乱実験は、超濃厚 LiTFSA 水溶液中の Li⁺局所構造および水素結合に関する情報を得るのに非常に強力である。

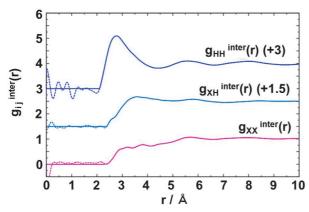


図 3 超濃厚 LiTFSA 水溶液の分子間 H-H, X-H および X-X 部分動径分布関数

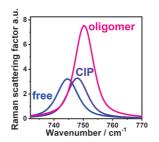
図 3 に同位体置換法により求めた超濃厚 LiTFSA 水溶液の H-H, X-H および X-X (X:水素以外の原子) の部分動径分布関数を示す。H-H間の第一ピークは約 2.8 Å に現れ,純水の値($2.37\sim2.44$ Å)と比較して長く,最近接の水分子間の相互作用が弱いことが分かる。加えて,水素結合相互作用は $r=1.81\sim1.84$ Å に現れる $O\cdots$ H分子間相互作用に起因するピークで特徴づけられる。しかしながら, $g_{XH}(r)$ には最近接の水素結合相互作用に起因するピークが現れておらず,超濃厚 LiTFSA 水溶液では水素結合相互作用が非常に弱いことを示唆している。

3・2 超濃厚電解質溶液のスペシエーション分析

原子距離や原子配位数などの構造パラメーターを得ることはできないが、Raman 分光法は中性子回折法と比べて利点がある。その利点の一つとして、Li⁺局所構造を定量的に解明することができる。規格化された $v \, \mathrm{cm}^{-1}$ における Raman 散乱強度 I(v) は、 $I(v) = J_i(v) \cdot \epsilon_i$ で表すことができ、ここで $J_i(v)$ と ϵ_i はそれぞれ Raman 散乱因子と濃度である。一方、物質収支式は $\epsilon_{\mathrm{total}} = \sum \epsilon_i$ であり、 $\epsilon_{\mathrm{total}}$ は化学種 i の全濃度を意味する。LiTFSA からなる水溶液中では、TFSA に帰属される Raman バンド強度のリチウム塩濃度依存性(I(v) vs. $\epsilon_{\mathrm{total}}$ プロット)から三つの化学種があると仮定でき、この仮定の下、次のような簡単な式が得られる。

$$I(v) = J_1(v) \cdot c_1 + J_2(v) \cdot c_2 + J_3(v) \cdot c_3 \cdot \dots (1)$$

ここで、三つの化学種を便宜上 $1\sim3$ と定義している.詳細は割愛するが、I(v) vs. c_{total} プロットから $J_1(v)\sim J_3$ (v) の初期値を推定することができる. $J_i(v)$ の初期値を用いて単純な線形回帰分析で生成分布関数を得る.同様に生成分布関数は負の値を回避するために多項式を使用して適切に近似し、 $J_i(v)$ を再度求める.これら二つの線形回帰分析を相互に繰り返すと、最終的な $J_i(v)$ および c_i を得ることができる.著者らのグループはこの



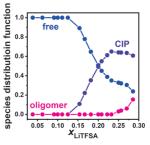


図 4 Raman 散乱因子(左)と LiTFSA のモル分率に対する 生成分布関数(右)

Raman 散乱因子と生成分布を求める手法を相補的最小自乗法と名付けた $^{5)}$. 図 4 に LiTFSA 水溶液の TFSA の Raman バンドに対して適用した結果を示す. 超濃厚 LiTFSA 水溶液中($x_{\text{LiTFSA}} > 0.25$)では, Li^{+} に直接配位 した接触イオン対(CIP)が多く存在することが分かる. さらに,Raman 散乱因子で最も高波数域に現れるピークは遊離や CIP よりも強度が大きく,複数の TFSA を含む凝集体(オリゴマー)であることが分かった. このオリゴマーは塩濃度が超濃厚な領域で生成されていることが分かる. MD シミュレーションによる解析から,このオリゴマーは単座配位 TFSA と Li^{+} が複数会合した 状態であることが分かった.

4 溶媒和イオン液体中の電極反応解析

渡邉らによって提案されたリチウム-グライム溶媒和 イオン液体はリチウム-硫黄電池の電解液として有用で あることが報告されている. 負極にリチウム金属, 正極 活物質に硫黄を用いたリチウムー硫黄電池は硫黄の理論 容量が 1672 mAh g^{-1} であり、従来のリチウムイオン電 池正極の10倍以上の容量であることから、次世代蓄電 池として盛んに研究がされている. しかしながら、硫黄 が高抵抗であること, 放電時に硫黄の還元中間体が電解 液へ溶出するといった課題がある. これに対して, 硫黄 の還元中間体の溶解性が低いことから、リチウム-グラ イム溶媒イオン液体を電解液に用いたリチウム-硫黄電 池が提案された⁶⁾. 駆動中の電池の内部状態を知ること は、その電池中の現象理解だけでなく、電池材料開発の ための知見を得ることにもつながる. 電池の内部状態を 知るための有力な方法の一つとして電気化学インピーダ ンス法がある.

4.1 電気化学インピーダンス法

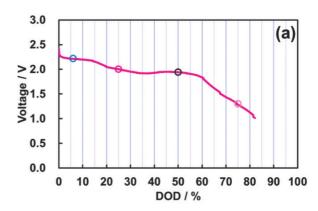
はじめに、電気化学インピーダンス法について簡単に触れておく、インピーダンス法は電気化学システムに微小交流信号を印加し、その応答信号を測定することでインピーダンスという伝達関数を求める方法である。入力信号が微小であることから非破壊で測定することができ、入力信号の周波数を変調することで、電極における

素反応を時定数ごとに分離することができるため、電極 構造および電極反応の評価に使える. 電気化学インピー ダンス法を蓄電池の電極反応解析に適用するには、電極 反応が因果性,線形性,不変性の3条件を満たす必要 がある 7 . 因果性とは、時刻tにおける応答がその時刻 以前のシステムへの入力信号により決定され、その時刻 以降の入力信号には影響されないということである. 線 形性とは、入力信号に対して応答信号が線形応答である ということである. 入力信号 x1(t) および x2(t) に対 するシステムの出力信号がそれぞれ v1(t) および v2(t) のとき, 入力信号 {ax1(t)+bx2(t)} に対する出力信号 が {ay1(t)+by2(t)} となる. 入力信号を電位信号とす る場合、一般的に電位振幅を線形応答とみなせる5~ 10 mV 程度に設定する. 不変性とは系が時間変化しな いことである. すなわち、電極が測定時間中において時 間変化しないことを指す. 実際の電気化学系では不変性 は完全に満たされない場合が多い. 蓄電池の充放電反応 は定電流分極に相当する. その場合, 充放電に伴い充電 度(SOC)が変化するため不変性が満たされない. そ こで、不変性を満たさないインピーダンスの補正法が必 要となる.

インピーダンスの不変性を担保するための方法として 1985 年に Stoynov ら⁸⁾は不変性をもたないインピーダ ンスを3次元(実数軸,虚数軸,時間軸)でプロット することで、ある瞬間のインピーダンスを決定する方法 を提案した. 得られたインピーダンススペクトルは、時 間軸を含む三次元ナイキストプロット(インピーダンス の実部、虚部および時間軸)をする. 続いて、スペクト ル上の同一周波数のプロットをスプライン関数により滑 らかに結び、この三次元表示されたインピーダンスの立 体をある時刻において時間軸に垂直な平面で断面をと る. 結果として、時間変化を補正した瞬間のインピーダ ンスが決定できる. これより, 時間変化する系について も、不変性を満たしたインピーダンスを決定することが できる. 蓄電池に定電流を印加し(充放電反応に相当す る), その直流入力信号に微小な交流電流振幅を重畳す る. 直流応答電圧は充放電曲線に対応し、応答交流電圧 振幅を観測することでインピーダンスが得られる. 得ら れたインピーダンスは前述の方法で補正することで、充 放電中のある瞬間のインピーダンスが決定できる. この ように充放電曲線とインピーダンスを同時に測定する方 法を in-situ インピーダンス法と呼ぶ⁹⁾.

4·2 溶媒和イオン液体を用いたリチウム-硫黄電池の 放電反応挙動

溶媒和イオン液体を用いたリチウム-硫黄電池の in-situ インピーダンス測定で得られた放電曲線と各放電度 (DOD) における瞬間のインピーダンスを図 5 に示す. リチウム-硫黄電池の放電曲線では 2.3 および 2.1 V に



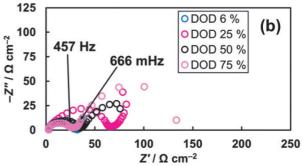


図 5 溶媒和イオン液体を用いたリチウム-硫黄電池の充放電曲線 (a) と瞬間のインピーダンススペクトル (b)

電圧が一定となるプラトー領域が観測される. 溶媒和イオン液体を用いたリチウム-硫黄電池でもプラトー領域が観測された. 加えて、2.1 V のプラトー領域において、DOD=35 % で電圧がわずかに降下した. 放電速度 (Crate) が遅い場合は、この2.1 V のプラトー領域の電圧降下は観測されず、C-rate が速い場合に顕著に観測された.

充放電中の瞬間のインピーダンスでは非対称は半円が一つと直線の軌跡が観測され、放電が進むにつれて、457 Hz 付近の半円が増大し、電圧降下が観測されたDOD=35%で半円の大きさが最大となった。詳細は割愛するが、457 Hz 付近の半円は等価回路フィッティングより、負極の電荷移動抵抗に起因する半円だと帰属できた。放電中に負極の電荷移動抵抗が増大することにより、DOD=35%で電圧降下が起きたと考えられる。

G4の拡散速度よりもLiの電荷移動反応(Li \rightarrow Li⁺+e⁻)が速い場合,負極界面でLi⁺に配位するG4が不足することで,SILの溶媒和構造がCIPやオリゴマーへ変化し,粘度が上昇することが報告されている¹⁰⁾¹¹. したがって,粘度上昇とLi⁺に配位するG4の不足により,Li⁺の溶出が抑制され,負極の電荷移動抵抗が増大し,電圧降下が生じることが示唆された.

5 おわりに

リチウムイオン電池はすでに理論限界に近づいており、電気自動車のさらなる普及のためには、次世代蓄電池の開発が急務である。イオン液体や超濃厚電解質溶液

は次世代蓄電池電解液として期待されており、電極/電解液界面での電荷移動反応は電池性能を支配する.加えて、ワルデン則やストークス則に従う希薄電解質溶液とは異なり、イオン液体や超濃厚電解質溶液中ではこれらの法則が成り立たない.したがって、イオン液体や超濃厚電解質溶液のスペシエーション分析や反応解析は、電解液中の現象解明のみならず学理構築にも不可欠である.一方で、車載用蓄電池の普及に伴い、実際使用している蓄電池を評価する技術が必要となってくる.電解液中の現象理解のための分析技術が、今後、蓄電池の診断技術として発展することに期待する.

謝辞 本研究の一部は、日本学術振興会科学研究費補助金「若手研究」(No. 22K14771) の支援によりなされたことを付記し、ここに謝意を表します。擬プロトン性イオン液体および超濃厚電解質溶液のスペシエーション分析でご指導・ご鞭撻いただいた梅林泰宏教授(新潟大学)、中性子・X線全散乱実験の測定および解析では亀田恭男教授(山形大)、in-situインピーダン測定で貴重なご助言をいただいた板垣昌幸教授・四反田功准教授(東京理科大学)には大変お世話になりました。この場をお借りして心よりお礼申し上げます。

文 献

- C. A. Angell, Y. Ansari, Z. Zhao: Faraday Discuss, 154, 9 (2012).
- L. Suo, O. Borodin, T. Gao, M. Olguin, J. Ho, X. Fan, C. Luo,
 C. Wang, K. Xu : Science, 350, 938 (2015).

- H. Doi, X. Song, B. Minofar, R. Kanzaki, T. Takamuku,
 Y. Umebayashi: Chem. Eur. J., 19, 11522 (2013).
- H. Watanabe, N. Arai, J. Han, Y. Kawana, Y. Umebayashi: J. Mol. Liq., 352, 118705 (2022).
- N. Arai, H. Watanabe, E. Nozaki, S. Seki, S. Tsuzuki, K. Ueno, K. Dokko, M. Watanabe, Y. Kameda, Y. Umebayashi: *J. Phys. Chem. Lett.*, 11, 4517 (2020).
- K. Dokko, N. Tachikawa, K. Yamaguchi, M. Tsuchiya, A. Yamazaki, E. Takashima, J. Park, K. Ueno, S. Seki, N. Serizawa, M. Watanabe: *J. Electrochem. Soc.*, 160, A1304 (2013).
- 板垣昌幸:"電気化学インピーダンス法",第3版, (2022),(丸善).
- Z. B. Stoynov, B. S. Savova-Stoynov, J. Electroanal. Chem., 183, 133 (1985).
- M. Itagaki, N. Kobari, S. Yotsuda, K. Watanabe, S. Kinoshita, M. Ue: J. Power Sources, 135, 255 (2004).
- A. Miki, K. Nishikawa, G. Kamesui, H. Matsushima, M. Ueda, M. Rosso: *J. Mater. Chem. A*, **9**, 14700 (2021).
- N. Serizawa, S. Seki, K. Takei, H. Miyashiro, K. Yoshida, K. Ueno, N. Tachikawa, K. Dokko, Y. Katayama, M. Watanabe, T. Miura: J. Electrochem. Soc., 60, A1529 (2013).



渡辺 日香里 (Hikari WATANABE) 東京理科大学理工学部先端化学科(〒278-8510 千葉県野田市山崎 2641). 新潟大学 大学院自然科学研究科数理物質化学専攻 (博士後期課程) 修了. 博士 (理学). 《現在の研究テーマ》次世代蓄電池用電解 液の開発と電池の分析評価法の確立. 《趣 味》裁縫.

E-mail: h.watanabe@rs.tus.ac.jp

原稿 募集

「技術紹介」の原稿を募集しています

対象:以下のような分析機器,分析手法に関する紹介・解説記事

1)分析機器の特徴や性能および機器開発に関わる技術,2)分析手法の特徴および手法開発に関わる技術,3)分析機器および分析手法の応用例,4)分析に必要となる試薬や水および雰囲気などに関する情報・解説、5)前処理や試料の取扱い等に関する情報・解説・注意事項,6)その他,分析機器の性能を十分に引き出すために有用な情

報たど

新規性:本記事の内容に関しては、新規性は一切問いません。新規の装置や技術である必要はなく、既存の装置や技術に関わるもので構いません。また、社会的要求が高いテーマや関連技術については、データや知見の追加などにより繰り返し紹介していただいても構いません。

お問い合わせ先:

日本分析化学会『ぶんせき』編集委員会 [E-mail: bunseki@jsac.or.jp]

・ミニファイル

医学の新しい扉を開く生体試料の マイクロ・ナノ分析

1 医学研究と分析技術

1:1 分析技術の革新がもたらした医学の進歩

1・1・1 インスリンの発見

今から約100年前の1921年、カナダの医学者 Frederick Banting は、膵臓を摘出した糖尿病犬に対し別の犬の膵臓抽出物を静脈注射すると血糖値が低下することを実験的に示した。瞬く間に膵臓抽出物の精製法の研究が始まり、1922年1月11日にはカナダのトロント病院にて、Banting と Best が糖尿病患者である14歳の少年にインスリンを世界で初めて投与し、血糖値および糖尿の低下、ケトン尿の消失を確認した。翌1923年に Banting と Best はインスリン発見の功績により、ノーベル医学生理学賞を受賞した。その後インスリンの高純度精製法が発展し、持続効果の高い製剤への改良、ヒトインスリンの開発など、産業スケールでの精製・反応・分離研究が重ねられた¹⁾.

1·1·2 Sanger の研究を可能にした分析技術

1950年代になり、イギリスの生化学者 Frederick Sanger は芳香族求核置換反応基質として 2,4-ジニトロー 1-フルオロベンゼン (DNFB) をタンパク質の N 末端 アミノ基と反応させ、加水分解、エーテル抽出、クロマ トグラフィーなどの分離により N 末端アミノ酸を決定 する方法 (Sanger 法) を考案し、インスリンを構成する 二つのポリペプチドA鎖・B鎖の1次構造を決定し た²⁾³⁾. これは同時にタンパク質が規則正しく配列した アミノ酸によって構成されていることの証明であり, Sanger は 1958 年にノーベル化学賞を受賞した. (参考: Sanger は同様の発想により DNA の分子配列を決定する 手法を開発し、1980年に2度目のノーベル化学賞を受 賞している.) この一連の研究では、Sanger の斬新なア イディアはもちろんのこと、それを実現した分析技術を 見落としてはならない。タンパク質・ペプチド・アミノ 酸の標識法,電気泳動法,分配クロマトグラフィー, ペーパークロマトグラフィーといった試料の分離検出 法、標的タンパク質の分解法(酸分解、酵素分解)な ど, 当時多くの分析化学者によって技術革新が起き, Sanger の挑戦的アイディアを具現化した. このように, 医学の飛躍的進歩の背景には分析技術の革新があり,特 に分析技術の柱をなす抽出・精製・反応・分離・検出の 技術開発は今後も極めて重要な位置を占めるだろう.

1.2 マイクロ・ナノスケール分析の必要性

1.2.1 実験スケールの課題

医学研究・生命科学研究の中核基盤である分析実験に とって、その実験スケールは重要である. 開始試料の 量,抽出効率,精製手法,損失量,反応効率,分離,検 出感度など多くの要素を考慮する必要がある. Banting の時代は大量の膵臓抽出物を得るために家畜臓器を集め て使っていた. Sanger の実験では、1回の実験に精製 インスリン1gを使いA鎖100 mg, B鎖200 mgを分 離し分析していた2)3). 検出感度の低さから多量のタン パク質が必要であったが、この頃には治療用の高純度イ ンスリンが薬局でも入手できるようになっていた. Sanger らがタンパク質分析の対象にインスリンを選んだ のは、製薬企業からの研究資金を獲得し易かったのと同 時に、貴重な高純度タンパク質の中でインスリンが最も 入手し易かったという理由もあった. 近年は様々な疾患 研究が行われているが、ヒトを対象とする研究において は分析スケールの問題が見えてくる.

1・2・2 試料の制約

開始試料の量は、ヒト由来試料の場合に大きな制約となる。当然ながらヒト試料を分析する場合は、当該施設に於いて生命倫理委員会の承認を経る必要がある。そこで常に問題となる点が分析試料(検体)の採取量と侵襲性である。患者生検の場合は診断・治療に必要な最低限度量である必要があり、死後検体のリソースでもその希少性から量は限られる。そのため、微量試料から最大の分析情報を得るための技術が欠かせない。そして貴重試料故に実験のやり直しはできない。筆者の場合はヒト検体と同条件のブタ臓器を用いて事前検討をしている。限られた試料を最大限に活用するため、抽出・精製の効率、試料に見合ったスケールへのダウンサイジングが必要である。この点で、生体試料の採取から抽出・分離・分析まで一貫してマイクロ・ナノ流路で行うような技術開発が期待される。

2 生体試料をどのように解析するか

2:1 組織上の局在情報を取得する分析法

生体は物質(原子・分子)で構成されているが、我々は分析技術によりその物質を観測できる状況にある.原子や分子の相互作用から分子機能が生まれ、細胞や組織、器官を形成して生命活動を担う. 医学には古くから人体解剖学・組織学という学術基盤があり、疾患の理解のために病理学がある. そのため生体試料を分析する際

A) 個体 疾患 分 肉眼解剖学 人体病理学 器官 析 組織学 組織 組織病理学 胞 細胞・細胞外マトリックス 病理 生 還 物 細胞外小胞・オルガネラ 元 分子・原子

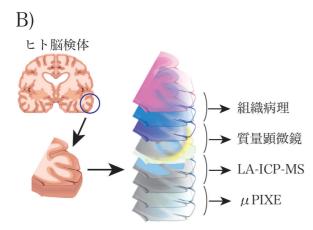


図1 A) 生体を理解する階層構造. 分析した要素情報を生体組織へ還元する; B) ハイブリッドイメージングの概念図筆者は患者死後脳バンクの脳検体に様々な分析手法を適用し、多様な分子種・元素のイメージングを行っている.

に人体の組織構築を考慮することは、生命機能やその破綻病態を考える上で重要である。そしてその組織情報から分析を掘り下げることによって、生体を理解する階層がマクロ・ミクロのスケールから、ナノ・オングストロームのスケールまで深められてゆく。つまり、生体試料の組織構築情報を損なわないように分析し、分子・原子の要素情報を組織上に還元することによって、生命や疾患を理解する新しい組織情報を手に入れることができるのである(図 1A)。以下に生体組織をそのまま分析するイメージング手法として、質量顕微鏡、LA-ICP-MS、 μ PIXE を紹介する。凍結組織の連続切片を用い、HE 染色をはじめ複数の分析法により隣接切片を比較解析することができる(図 1B)。

2·1·1 質量顕微鏡

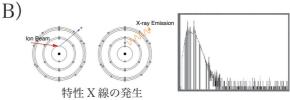
多くの質量顕微鏡はマトリックス支援レーザー脱離イオン化(matrix-assisted laser desorption/ionization, MALDI)と飛行時間型質量分析計(time of flight mass spectrometer, TOF-MS)を主体としたイメージング法である。MALDIは2002年にノーベル化学賞を受賞した田中耕一(島津製作所)らによって開発され、分子を結晶マトリックスにより包んでパルスレーザーを照射しイオン化する手法

である。組織イメージングではリン脂質など低分子検出を得意とするが、使用するマトリックスの種類や誘導体化によって異なる分子種をイメージングできる 4 . 質量顕微鏡では酸化インジウムスズ(indium-tin-oxide, ITO)など導電性素材でコートしたスライド上に $5\sim10$ μm 厚の組織切片をのせて解析することが多い。近年ではマトリックスフリーのスライド・試料基盤も開発されている。一般的な空間分解能は 5 μm 前後であるが、分解能向上に向けた更なる技術開発に期待したい(図 2A).

$2 \cdot 1 \cdot 2$ μPIXE イメージング

PIXE(particle induced X-ray emission) イメージングは、加速器からプロトンなどの荷電粒子ビームを加速してスポット照射し、そこにある物質固有から発生する特性 X 線を半導体検出器でカウントしながら組織上を走査することによりイメージングするものである(図 2B). 特殊大型施設を必要とする(図 2C)が、低破壊的(非破壊ではない)に多元素同時分析が可能であること、ビームを $1\,\mu m$ まで絞り微量分析が可能であることなどの利点がある50. PIXE では試料を専用の透過フィ







PIXE ビームライン

図 2 A) 試料スライドと代表的な質量顕微鏡. 筆者が獨協医科大学にて使用する iMScope TRIO (島津製作所). 現行で iMScope QT (島津製作所) や timsTOF flex (Bruker) などが販売されている: B) μPIXE イメージングの原理. 特性 X 線の発生; C) 専用の試料ホルダと PIXE ビームライン (放射線医学研究所,協力: QST 及川将一博士)

ルムに貼り付ける必要があり(図 2C),貴重試料の場合は特に切片作成前の実験計画が重要である.類似手法として,一次線に電子線を用いたエネルギー分散型 X線分析(energy dispersive X-ray spectroscopy, EDX)があり,走査型電子顕微鏡(SEM)と組み合わせたイメージング法が便利である.

2·1·3 LA-ICP-MS 元素イメージング

レーザーアブレーション-誘導結合プラズマ質量分析法(LA-ICP-MS)元素イメージングは、組織表面に強力なパルスレーザー光を照射し、表面がプラズマ化して物質が爆発的に放出されることを利用した元素イメージング法であり、スループット性にも優れている 6)。 LA-ICP-MS イメージングの場合は通常のスライドグラスをそのまま使用できるという利点もある。空間分解能は $5 \mu m$ 程度から、現在は $1 \mu m$ に到達しつつあり、今後の更なる発展に期待したい。(LA-ICP-MS の詳細は 11 月号のミニファイル・平田の頁を参照。)

2.2 組織・細胞内の分子状態を反映した分析法

限られた量の生体試料を分析する場合, 試料のロスを 減らすために操作の手数を減らしたい. そのため試料を まるごと解析するというアプローチも有効である. この 場合、質量分析におけるイオン抑制のように「検出され やすいものが優先的に検出される」という落とし穴があ ることも忘れてはならない. 一方で, 生体組織から内容 物を抽出・分離することは、試料をロスするリスクは伴 うが、分離・精製により、目的とする分子を検出しやす くするというメリットもある(例:リン酸化ペプチド濃 縮など). また、分離法の工夫により、組織内・細胞内 の生理的機能を保持した集団として分析することも可能 であり、オルガネラや細胞外小胞、相分離液滴など生理 機能的意味を付加した分析や、高分子複合体を丸ごと分 析することも不可能ではない. 将来は1滴の血液・一 粒の涙など微量試料から如何に意味のある情報を引き出 すのか, マイクロ・ナノ流路などにおける生理機能的な 分離法の開発が期待される.

2.2.1 サイズ排除クロマトグラフィー

解析したい試料がクロマトグラフィーで分離できる程度の可溶性試料(例えば組織や細胞の懸濁液の超遠心上清など)である場合、クロマトグラフィーの構成を工夫することにより超分子複合体からペプチド・核酸・塩まで、生理的な条件下での機能的サイズを保ったまま分離分画が可能である。使用する担体の種類やカラムの長さ・サイズにより、分離能や分離スケールを変更できる。筆者の場合、試料容量最大500 μLまでの分離には30 cm の長いサイズ排除クロマトグラフィー(SEC)カラムを2本直列接続し、分離能を高めて使用している

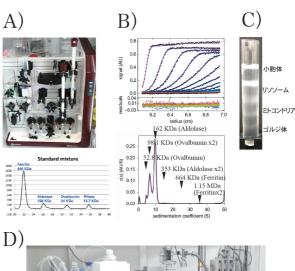




図3 A) サイズ排除クロマトグラフィー(SEC)の分離例; B) 超遠心分析(AUC)による分析例(協力:東京工業 大有坂文雄博士); C)密度勾配遠心法によるマウス脳 のオルガネラ等の分離例; D) サイズ排除クロマトグラ フィー(SEC)-多角度光散乱検出器(MALS)-X線小角 散乱法(SAXS)の接続(高エネルギー加速器研究機構 PFBL-15A2 ビームライン,協力:KEK清水伸隆博士) (MALS:昭光サイエンス)

T. Ogawa and N. Hirokawa: Biophys Rev., 10 (2), 299-306. (2018) の図を一部改変.

(図 3A).

2·2·2 超遠心法

組織や細胞の懸濁液のうち、上記クロマトグラフィー 等では分離できないような大きなサイズの複合体・オル

ガネラ・小胞などについて生理的機能を保ったまま分 離・分析する場合、密度勾配超遠心法が有効である(図 3C). 近年はエクソソームなどの細胞外小胞や、相分離 液滴など、古典的定義によるオルガネラとは異なる機能 分子群も脚光を浴びており、密度勾配などを利用して分 離分画条件を最適化した超遠心法の重要性が増してい る. また、試料の分離回収を目的とした通常の超遠心法 とは別に、超遠心分析という手法もあり、巨大な複合体 からペプチドまでの沈降係数から溶液中分子サイズを決 定することができる⁷⁾⁹⁾(図 3B). 超遠心分析の最大の利 点は、試料を分離しながら分析できるという点であり、 他の手法による分離が不安定である場合や平衡状態にあ る場合の測定などにも威力を発揮する. しかし, UV や 蛍光などによる検出に十分な量の試料が必要であり、検 出条件の事前検討が必要となる. ナノスケール分析には 今後の課題があるだろう.

3 微量分析の究極形へ向けて:将来展望

3・1 微量試料の採取・分離

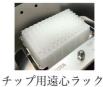
3・1・1 細胞内試料の採取

1細胞採取装置は様々なメーカーから製品化されつつあるが、細胞内・組織内からの微量採取には高度な技術と安定した制御システムが必要である.しかし、升島努









シリンジ加圧用 ハンドプレス器



図 4 A) 細胞内や組織の微量試料の採取. 細胞内サンプリングシステム (横河電機 SS2000) とサンプリング専用のガラスチップ (内径 $3\,\mu m$); B) 試料の前処理・分離. 筆者は C18 脱塩フィルターシステムとして最大吸着量 $350\,\mu g$ から $10\,\mu g$ 以下までチップを使い分け、大容量 試料にはシリンジ加圧用ハンドプレス器を用い、微量多数試料にはチップ用遠心ラックを用いている (共に日京テクノス製); C) 内径 $75\,\mu m$ のナノキャピラリー分離カラム (日京テクノス) を Sciex6600 Triple TOF システムへ接続した例 (獨協医科大学)

(理研・広島大学) が発案して開発された細胞内サンプリング装置が改良を続け、近年製品化された (図 4A). 共焦点顕微鏡下にて内径 $3 \mu m$ のガラスチップを使い、全自動で細胞内から fL オーダーの試料を採取する技術が確立されている. チップをそのまま質量分析へ導入することも可能であり、日本発の技術が様々な分析技術との融合によってさらに発展することを期待したい.

3・1・2 微量試料の完全溶液分離

フィールド・フロー・フラクショネーション(FFF)法は、分離部に固定相を含まず、チャンネル内の層流の移動方向に対し垂直の力場を発生させることにより生じる移動速度の差によって、液中に高分子からナノ微粒子まで分離する手法である。アイディア自体は 1966 年に Giddings により 提唱 10 されたが、近年実用化され、MALS と連結し巨大分子の分子量分布測定や、ICP-MSと連結しコロイド金属粒子測定などに使用されている。 試料容量は分離距離や検出法に依存し、市販の FFF システム Eclipse(昭光サイエンス)では短距離で $50~\mu g$ 、長距離で $250~\mu g$ までの試料を分離できる.

3・2 微量試料の調整・前処理

生体由来試料は不純物を含む.分離過程の試薬や組織由来でも,分析目的を妨害する場合は除く必要がある.スケールが小さくなるほど不純物が分析空間に与える影響は大きくなる.ナノフローへの詰まりは典型例であり,プロテオミクス解析では試料の脱塩・フィルター処理は必須である.目的により 1 μ g 以下の小スケール消化物から,数百 μ g 以上の大スケールの処理が必要な場合もある(図 4B).近年 LC-MS の ESI には分離とスプレーが一体化したナノキャピラリー構造を利用した分析は今後も必須技術だろう.

3・3 微量試料の検出・分析

マイクロ・ナノスケールでの分離・反応のエンドポイントとなるのが検出部である。最小量の試料から得る情報を最大化するため、継続的な技術開発が必須である。また、研究目的に応える必要がある。

3·3·1 定量的検出

生体試料分析において物質の同定とともにその定量情報を得ることは極めて重要である。特にバイオマーカー探索など検体間比較には定量値が必須である。プロテオミクスの分析手法は DDA(data dependent acquisition)と DIA(data independent acquisition)に大別される。 DDA における定量法として安定同位体タグ法(TMT, iTRAQ など)があり、定量性とペプチド網羅性のバランスが良い。限られた数の検体間で網羅的かつ定量的に

比較探索を行う場合に威力を発揮し、標的分子の同定後、さらに標的分子のカバー率を上げて修飾などの深い解析を行うこともできる。 DIA 法は Ruedi Aebersold らによって開発 11 され、すべてのスペクトルに関してライブラリーを用いて同定数を最大化することを志向した解析法である。分析器の感度のみならず、測定手法を含めた改良により年々同定数が増加しており、国内でもHela 細胞のペプチド消化物 $1~\mu g$ から $1~\mu g$ 万以上のタンパク質を同定している 12 .

3・3・2 微量試料の更なる分析へ

マイクロ・ナノスケールにおける微量試料の分離技術の発展と同時に、X線をはじめとする量子ビーム技術を活用した分析法の高感度化・分析環境の高度化がさらに進むことにより、微量試料を用いた分析に新たな展開が期待できる。分析分野、特にマイクロ・ナノスケールの基盤技術は日本が最も得意とする技術分野であり、斬新なアイディアと精密技術の融合、医工連携の醸成により、社会に貢献する技術革新と新たな医学の進歩を生み出すことができるだろう。

文 献

- C. Quianzon, I. Cheikh: J. Comm. Hosp. Int. Med. Perspect., 2, 18701 (2012).
- 2) F. Sanger, H. Tuppy: Biochem. J., 49, 463 (1951).
- 3) F. Sanger, E. Thompson: Biochem. J., 53, 366-74 (1953).
- C. Harkin, K. Smith, B. Flinders, R. Heeren, T. Moore,
 D. Cobice: Mass Spec. Rev., 41, 662 (2021).
- M. Oikawa, N. Suya, T. Konishi, T. Ishikawa, T. Hamano,
 S. H. Takeda: *Int. J. PIXE*, 25, 217 (2015).
- Y. Makino, Y. Kuroki, T. Hirata: J. Anal. At. Spectrom., 34, 1794 (2019).
- 7) T. Ogawa, N. Hirokawa: Biophys Rev., 10, 299 (2018).
- N. Shimizu, T. Mori, Y. Nagatani, H. Ohta, S. Saijo, H. Takagi, M. Takahashi, K. Yatabe, T. Kosuge, N. Igarashi: AIP Conf. Proc., 2054, 060041 (2019).
- 9) S. Uchiyama, F. Arisaka, WF. Stafford, T. Laue: Analytical Ultracentrifugation. Springer., (2016).
- J. C. Giddings, F. J. F. Yang, M. N. Myers: Science, 193, Issue 4259, 1244 (1976).
- L. C. Gillet, P. Navarro, S. Tate, H. Röst, N. Selevsek, L. Reiter,
 R. Bonner, R. Aebersold: Mol. Cell. Proteomics, 11,
 O111.016717 (2012).
- 12) Y. Kawashima, H. Naga, R. Konno, M. Ishikawa, D. Nakajima, H. Sato, R. Nakamura, T. Furuyashiki, O. Ohara: *J Proteome Res.*, **21**, 1418 (2022).

〔獨協医科大学 小川 覚之〕

=原 稿 募 集

話題欄の原稿を募集しています

内容:読者に分析化学・分析技術及びその関連分野の 話題を提供するもので、分析に関係ある技術、化 合物、装置、公的な基準や標準に関すること、又 それらに関連する提案、時評的な記事などを分か りやすく述べたもの.

但し、他誌に未発表のものに限ります.

執筆上の注意:1) 広い読者層を対象とするので、用 語、略語などは分かりやすく記述すること.2) 啓もう的であること.3) 図表は適宜用いてもよ い.4) 図表を含めて4000字以内(原則として 図・表は1枚500字に換算)とする. なお、執筆者自身の研究紹介の場とすることの ないよう御留意ください.

◇採用の可否は編集委員会にご一任ください. 原稿の 送付および問い合わせは下記へお願いします.

〒 141-0031 東京都品川区西五反田 1-26-2 五反田サンハイツ 304 号 (公社)日本分析化学会「ぶんせき」編集委員会 [E-mail:bunseki@jsac.or.jp]

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

1 はじめに

電子エネルギー損失分光法 (electron energy loss spectroscopy, EELS) は電子顕微鏡 (TEM/SEM) に附属した分析手法であり、原子・分子スケールでの組成及び結合状態分析が可能な強力なツールとして、様々な触媒のキャラクタリゼーションに応用されている。 EELS は、入射電子が物質を構成する原子で結合にはほとんど関与しない内殻電子や結合に関与する価電子によって非弾性散乱される時に失うエネルギー分布を測定するものであり、このうちコアロス領域からは、試料の局所構造(原子間距離、配位数)など基本的に図1(右)に示す X線吸収微細構造(X-ray absorption fine structure, XAFS)と同様の情報を得ることができる。図1(左)は走査透過型電子顕微鏡(STEM)によりサブナノメートルの局所領域から EELS(コアロス)を測定したスペクトルである。この EELS スペクトルを試料の各部から同時に

図 1 EELS (ELNES 領域) スペクトルと XAFS (XANES 領域) スペクトルの比較

Characterization of Functional Materials by EELS Vibration Spectroscopy.

取得し、データを統計処理することによって、二次元物性マップを構築することもできる。特に20世紀後半になって実現した球面収差補正技術が広く普及したことから、TEM/STEM の空間分解能が著しく向上し、最近では収差補正STEMを用いたEELS測定は、材料を原子レベルの分解能で解析する上で非常に有効な手段となっている。これまでに結晶中ドーパントや、表面、界面、転位、さらに遷移金属酸化物の価数分布も原子レベルの分解能で可視化されている。

2 EELS による局所振動スペクトルの測定

この他、EELSには、エネルギー吸収のない弾性散乱された透過電子により得られるピーク(ゼロロス)と、その近傍に、プラズモン共鳴やバンド間遷移を反映するローロス領域がある(図 2). 更にゼロロスの極近傍には、赤外領域に対応するエネルギー吸収に由来するスペクトルが現れる. この赤外領域のスペクトルを得るには、ゼロロスのエネルギー幅を数十 meV 程度まで細くする必要がある. ゼロロスのピーク幅は EELS スペクトルのエネルギー分解能として用いられており、一般的な装置では 1eV 程度であるため、赤外領域の情報はゼロロスピークの裾野に埋もれてしまう.

EELS のエネルギー分解能を向上させるためには、入射電子にモノクロメータを設置することが有効であり、1990年頃から東北大学と日本電子社のグループやフィリップス社のグループが中心となって取り組んできた.2014年頃には数十meV程度まで、最新の報告では5meV以下までゼロロスピークの分解能が向上しており、赤外領域の吸収スペクトル(振動スペクトル)が測定できるようになってきた.

具体的な研究例を挙げると、日本では、2014年に Mizoguchi らのグループが一早くモノクロメータを備えた走査型電子顕微鏡を用いて、イオン液体の紫外可視領域の HOMO-LUMO gap に対応する吸収スペクトルを測定すると共に、400 meV 付近に現れたショルダーピークについて、理論計算による裏付けと IR スペクトルとの詳細な比較から、C-H 伸縮振動による赤外領域の吸収が測定されていることを示した¹⁾. 海外では、

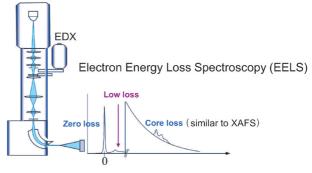


図2 電子顕微鏡を用いた EELS 測定の概念図

Krivanek らが水素化チタン(TiH_2)やエポキシ樹脂中の水素を対象として、エネルギー領域 $50\sim500$ meV の振動スペクトルを測定することで、 TiH_2 中では Ti-H の結合が弱く、水素原子の移動度が高いことや、エポキシ樹脂中の異なる共有結合 H-C、H-N、H-O についても、伸縮振動のエネルギー位置から明確に区別できることを実証している 20 . 一方、Liao らはアルミノシリケートガラスの振動スペクトルを測定し、第一原理計算により三配位酸素による吸収を帰属すると共に、この吸収を用いた空間分布マッピングにより、三配位酸素がガラスに局在する AI-rich 領域に偏在していることを示した 30 .

最新の成果としては、重水素(D)と水素(H)、同位体の 13 C と 12 C 原子を区別した局所アイソトープマッピングが挙げられる $^{4)5}$). Hachtel らは 13 C や 12 C でラベルした α -アミノ酸や $_{\rm L}$ -アラニンの振動スペクトルを測定し、同じ試料について測定した FT-IR スペクトルや、第一原理計算によるシミュレーションスペクトルと比較している。 EELS 測定により得られる振動スペクトルのエネルギー分解能は 6 meV であり、FT-IR 測定におけるエネルギー分解能 1 meV には劣るため、直接比較することは困難であったが、分解能を EELS スペクトルと同程度に補正した FT-IR スペクトルとは良く一致し、同位体によるピークシフトも明確に表れている。

ところで、局所的な振動スペクトルが得られる反面、収束した電子線照射による試料損傷や照射効果も同時に測定されていることが懸念され、これがデータの誤差要因となる。この問題に対して、電子線照射損傷を低減した EELS 測定法も最近開発が進められている。例えば、電子プローブを低電流・短時間・数ナノメートル間隔で走査しながら、1万点以上の走査点からのスペクトルを計測・積算する「アンダーサンプリング法」がある。この他、電子プローブを試料端から数~数十 nm 離した点を通過させることにより、非弾性散乱の非局在性を利用してローロス領域のスペクトルを計測する「アルーフビーム法」も開発されている⁶⁾、特に後者では電子線は試料を诱過しないため損傷は大幅に低減できる。

3 おわりに

電子銃の改良やモノクロメータの使用によって、電子

顕微鏡のエネルギー分解能が格段に向上すると共に、照射損傷を低減した EELS 測定法も開発され、これまでゼロロスピークの裾野に埋もれていた赤外領域の振動スペクトルが測定できるようになってきた。従来の EELS コアロス領域を利用した物質の結晶性を問わない状態分析に加えて、ローロス領域に注目した局所振動スペクトルの測定により、例えば化学反応プロセスに欠かせない触媒のような機能性材料表面と吸着分子の結合状態をその場観察したり、反応メカニズムを解明することが可能になるだろう。今後この技術が触媒化学研究に益々導入されることを期待している。

立 화

- 1) T. Miyata, M. Fukuyama, A. Hibara, E. Okunishi, M. Mukai, T. Mizoguchi: *Microscopy*, **63**, 377 (2014).
- O. L. Krivanek, T. C. Lovejoy et al.: Nature, 514, 209 (2014).
- 3) K. Liao, M. Haruta, A. Masuno, H. Inoue, H. Kurata, T. Mizoguchi: ACS Appl. Nano Mater., 3, 5053 (2020).
- 4) J. A. Hachtel, J. Huang, I. Popovs, S. Jansone-Popova, J. K. Keum, J. Jakowski, T. C. Lovejoy, N. Dellby, O. L. Krivanek, J. C. Idrobo: *Science*, **363**, 525 (2019).
- J. Jokisaari, J. Hachtel, X. Hu, A. Mukherjee, C. Wang, A. Konecna, T. Lovejoy, N. Dellby, J. Aizpurua, O. Krivanek, J. Idrobo, R. Klie: *Adv. Mater.*, 30, 1802702 (2018).
- 6) D. M. Haiber, P. A. Crozier: ACS Nano, 12, 5463 (2018).



山本 宗昭 (Muneaki YAMAMOTO) 大阪公立大学人工光合成研究センター (〒558-8585 大阪府大阪市住吉区杉本 3-3-138). 名古屋大学大学院工学研究科マテリアル理工専攻修了. 博士 (工学). 《現在の研究テーマ》複合的分光分析による光触媒反応メカニズムの解明.

E-mail: m-yamamoto@omu.ac.jp



吉田 朋子 (Tomoko Yoshida) 大阪公立大学人工光合成研究センター (〒558-8585 大阪府大阪市住吉区杉本 3-3-138). 京都大学大学院工学研究科分子工学専攻修了. 博士(工学). 《現在の研究テーマ》機能性材料活性点を対象とした化学状態分析法の開発.

E-mail: tyoshida@omu.ac.jp

深層学習を用いた GC/MS 波形処理ソフトウェアの開発

金 澤 慎 司

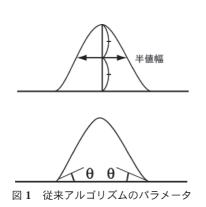
1 はじめに

クロマトグラフィーを用いた化合物の定量分析は、オミックス解析などのライフサイエンスンス分野の基盤技術として活用されている¹⁾. クロマトグラムからピーク領域を判定(波形処理)し、面積値を求めることは、対象となる化合物の量を測定するための主要な作業の一つである²⁾. しかし、メタボロミクスデータ取得法として最も広く用いられているワイドターゲットメタボロミクス法において、波形処理は、非常に時間と労力を要する作業であり、効率化が求められている。ワイドターゲットメタボロミクス法では、1回の分析で、測定対象代謝物数分のクロマトグラムを同時並行で取得するため、大量のクロマトグラムの波形処理が必要である。具体的には、1人の作業者が10サンプル(500種類の代謝中間体含量)を測定することを考えると、5000回の波形処理が必要である。

波形処理にかかる作業時間を短縮するべく,これまで に様々な自動波形処理手法が考案されてきた.考案され た波形処理手法は,次のことが基本動作となっている.

- 1. クロマトグラム中に観察されるすべてのピークの 波形処理を行う.
- 2. その際に、保持時間や追加のクロマトグラム(例 えばフラグメントイオン)のような追加情報を用 いない.

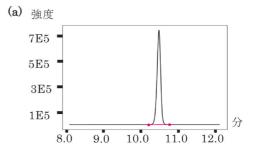
代表的な波形処理アルゴリズムとしては、ピークの立ち上がりと立ち下がりの傾きの閾値(Slope)とピーク

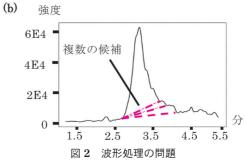


幅の閾値(Width)を基にピークが検出されるクロマトパックアルゴリズムがある(以降、従来アルゴリズムと呼ぶこととする). 具体的には、Width 以上の半値幅のピークを検出し、設定した幅よりも狭いピークをノイズとする. Slope のパラメータでは Slope 以上の傾きをピークの開始点と終了点として検出し、Slope より小さな変化をベースラインのドリフトとする(図 1).

この方法は理想的なピークではうまくいく(図 2a). しかし、実際のクロマトグラムでは、テーリング(ピーク後部が裾を引いている場合)、リーディング(ピーク前部が裾を引いている場合)などの理由でピーク形状がゆがむことがある(図 2b).

これらのようなケースにおいては、従来アルゴリズムではうまく波形処理できないことが多い。そこで、自動波形処理結果を目視で確認し、問題がある場合には、手動で修正する作業が行われている。メタボロミクスでは、経験的に約2割のピークを修正する必要がある。そのため、手動で修正するのに平均して一つ18秒かかるとすると、5000回の自動波形処理のうち、2割の1000回分を修正する必要があり、約5時間かかる。こ





(a) 理想的なピーク, (b) テーリングピーク.

れは、定量分析を行う上でのボトルネックになる.

そこで近年, ディープニューラルネットワークを利用 し,深層学習を活用した,自動波形処理の高性能化が試 みられている³⁾⁴⁾. 深層学習は機械学習手法の一種であ り、深層学習で扱われる計算アルゴリズムがディープ ニューラルネットワークである. ディープニューラル ネットワークは脳をモデル化したものであり、一つ一つ のノードがニューロンと呼ばれる神経細胞に対応し、複 数のノードを用いることで、複雑な関数を表現すること ができる. 深層学習は、画像認識分野において、従来手 法と比べて高い精度を出している. これらの深層学習手 法は、データとラベルを使って機械に知識を学習させる 手法である. 例えば、顔のラベルがついた画像と顔でな いラベルがついた画像を、機械に学習させることで、学 習済みの機械(学習済みモデル)は、顔のラベルがつい ていない画像を入力すると顔と判断できるようになる. 同様の技術を用いることで、ピーク領域を同定する波形 処理ディープニューラルネットワークの構築が可能であ る. 波形処理に深層学習を活用する場合, 人が波形処理 したクロマトグラムを用いてディープニューラルネット ワークを学習することで(図 3a), 学習済みモデルは, 波形処理していないクロマトグラムを入力するとピーク の領域を推論できるようになる (図 3b).

このような深層学習を用いた波形処理ソフトウェアは LC/MS 用として開発されている(Peakintelligence TM) $^{5)}$. GC-MS から取得されるクロマトグラムは,LC-MS と比べピーク幅が狭いなどクロマトグラムの特性が違うため,LC/MS 用に開発されたものを GC/MS 用として使

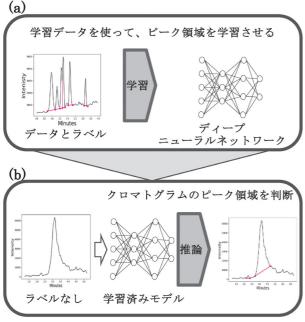


図3 深層学習を活用した波形処理ディープニューラルネット ワーク

(a) 学習, (b) 推論.

用することができない。そのため GC/MS では、深層学習を用いた波形処理ソフトウェアがないため、波形処理作業に時間がかかっている。そこで、本稿では、GC/MS 用に深層学習を用いた波形処理ソフトウェア Peak-intelligence for GCMS $^{\text{TM}}$ を開発することで波形処理作業を短縮することを目的とした。

2 実験材料と方法

2·1 実データの準備

茶葉やほうれん草などの食品サンプル、および生物学的試料の分析試料は、Bligh & Dyer の方法をベースとした前処理プロトコルにて抽出し、メトキシム—TMS 誘導体化した. 試料は、GCMS-TQ8050 NX (NexisTM GC-2030 システムとトリプル四重極型質量分析計 GCMS-8050、島津)を用いて、Smart Metabolites DatabaseTM Ver. 2 (島津)のメソッドで測定した。LabSolutionsTM (島津)を用いて、一次代謝物および二次代謝物の数万のクロマトグラムを収集した。そして、得られたクロマトグラムを、熟練者によって手動で波形処理(ラベル付け)し、学習用(90 %)とテスト用(10 %)に分割した。

2.2 ディープニューラルネットワークの学習方法

複雑な形状のクロマトグラムに対して、堅牢な手法を開発するため、波形処理の問題をセマンティックセグメンテーションの問題として定式化した. セマンティックセグメンテーションは、画像または時系列データのすべての要素でクラス分類する手法である. 学習データは、各点の保持時間と強度値のクロマトグラムデータと、ピークの開始時間と終了時間のラベルデータから成る.

2·3 評価方法

熟練作業者が波形処理した結果に対して、未検出の少なさを評価するため、適合率を用いて評価した。適合率は、正確な検出数(真陽性)を推論ピーク数(真陽性+ 偽陽性)で割って計算した。未検出ピークの割合は、適合率から1を引いた値になる。

3 結 果

3·1 Peakintelligence for GCMS のアルゴリズム評価

食品サンプルおよび生物学的試料からワイドターゲットメタボロミクス法で分析を行い、収集した学習データを用いて、Peakintelligence for GCMS の波形処理ディープニューラルネットワーク(アルゴリズム)を構築した。テストデータを用いて、Peakintelligence for GCMSのアルゴリズムと市販のクロマトグラフィーデータシステムの(最適なパフォーマンスにパラメータを調整した)従来アルゴリズムを比較した。

結果は、Peakintelligence for GCMS のアルゴリズム

表 1 ピーク検出結果

アルゴリズム名	適合率	未検出率
Peakintelligence for GCMS	0.922	0.078
従来アルゴリズム	0.767	0.233

(0.078) が、従来アルゴリズム (0.233) よりも未検出の割合が少ないことを示した(表 1).

Peakintelligence for GCMS は、従来アルゴリズムに比べて、未検出率が約3分の1に減少していることから、未検出ピークを手動で修正する回数が少なくなり、波形処理にかかる時間が短縮されることが示唆された。また、熟練者が作成したテストデータとの差異が少ないことから、熟練者を模擬した波形処理が可能なことが示唆された。

3·2 パラメータフリーな波形処理ソフトウェア Peakintelligence for GCMS の評価

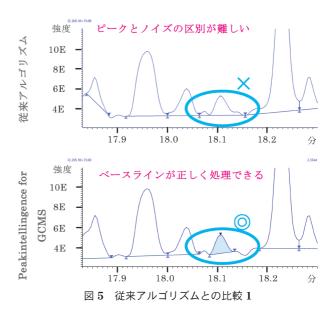
従来アルゴリズムより高性能な波形処理アルゴリズムが構築できたので、構築したアルゴリズムを用いてパラメータフリーな波形処理ソフトウェア Peakintelligence for GCMS を開発した(図 4).

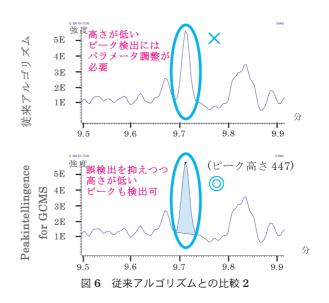
本ソフトウェアは、LabSolutions Insight[™] DB GCMS 上でオプションとして使用することができ、パラメータ を設定することなく波形処理をすることを可能である。 但し、学習機能は未搭載である。前節と同じテストデー タを用いて波形処理結果を比較した。

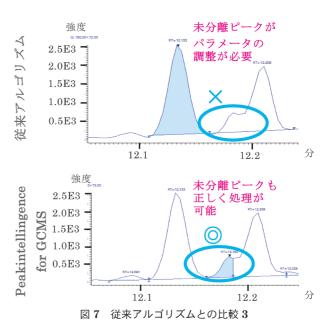
従来アルゴリズムでは、ベースラインのドリフトとノイズによりピークの開始点と終了点が広がっている. 一



図 4 パラメータフリーな波形処理ソフトウェア Peakintelligence for GCMS







方, Peakintelligence for GCMS では、ベースラインを正しく処理できている(図 5).

また、高さが低いピークに関しては、従来アルゴリズムでは、パラメータの調整が必要だったが、Peakintelligence for GCMS では、ピークの誤検出を抑えつつ、高さが低いピークを検出できた(図 6).

さらに、未分離ピークに関しても従来アルゴリズムではパラメータの調整が必要だったが、Peakintelligence for GCMS では、未分離ピークも正しくピークを分割できることを確認した(図 7).

従来アルゴリズムでは、ピークの高さと幅が変化することにより、ピークとノイズの区別が難しく、未分離のピークに対応することも難しかったが、Peakintelligence for GCMS ではそれらが、解決された.

これらの結果から、Peakintelligence for GCMS は従来アルゴリズムと比べて、パラメータレスで正しく波形処理できることが確認できた。パラメータの設定時間がなくなることと波形処理の修正時間が減ることから、作業時間が短縮されることが示唆された。

4 む す び

深層学習を用いた波形処理ソフトウェア Peakintelligence for GCMS が既存のソフトウェアより有効であることを実証した(表 1,図 5,図 6,図 7). 本稿の結果は、Peakintelligence for GCMS が波形処理にかかる時間を短縮し、クロマトグラフィーを用いた化合物の定量分析のボトルネックの解消につながるソフトウェアであることが示唆された。また、熟練者の波形処理を再現できていることから、担当者に依らず、質の高い波形処理が

実現でき、属人性が解消できることが示唆された. さらに、パラメータ不要の波形処理により、難しい設定や、波形処理の修正をすることなく、意図する波形処理が実現でき、恣意的なデータの捏造防止につながる.

最後に GC/MS における深層学習を用いた波形処理ソフトウェア Peakintelligence for GCMS の開発に際して、学習データ作成や試作版評価にご協力いただいた大阪大学・島津分析イノベーション協働研究所に感謝の意を表する.

拉 女

- F. Matsuda, Y. Toya, H. Shimizu: Learning: Biotechnol Adv, 35, 971 (2017).
- 2) F. Matsuda: Mass spectrometry, 5, S0052 (2016).
- A. D. Melnikov, Y. P. Tsentalovich, V. V. Yanshole: *Anal. Chem.*, 92, 588 (2020).
- 4) S. Kanazawa, A. Noda, A. Ito, K. Hashimoto, A. Kunisawa, T. Nakanishi, S. Kajihara, N. Mukai, J. Iida, E. Fukusaki, F. Matsuda: *J. Biosci. Bioeng.*, **131**, 207 (2020).
- 5) 金澤慎司,山田洋平,安田弘之,國澤研大,塩浜 徹,梶原茂樹,向紀雄,垣迫正輝,藤澤 剛,山影 譲,飯田順子,松田史生:島津評論,78,275 (2021).



金澤 慎司 (Shinii Kanazawa)

株式会社島津製作所 IT ソリューションビジネスユニット兼 SolutionsCOE ヘルスケアソリューションユニット(〒210-0821神奈川県川崎市川崎区殿町 3-25-40). 大阪大学大学院情報科学研究科博士後期課程修了. 博士(情報科学).《現在の研究テーマ》分析装置から取得されたデータ解析の自動化.《趣味》テニス,散歩,お西

E-mail: s-k@shimadzu.co.jp

会社ホームページ URL:

https://www.shimadzu.co.jp/

関連製品ページ URL:

https://www.an.shimadzu.co.jp/products/gas-chromatograph-mass-spectrometry/gc-ms-software/peakintelligence-for-gcms/index.html



Environ., 698, 134254 (2020).

- D. Xu, W. Su, H. Lu, Y. Luo, T. Yi, J. Wu, H. Wu, C. Yin,
 B. Chen: Phys. Chem. Chem. Phys., 24, 12036 (2022).
- 3) Y. Luo, W. Su, X. Xu, D. Xu, Z. Wang, H. Wu, B. Chen, J. Wu: *IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron.*, **29**, 6900308 (2023).

[北海道医療大学薬学部 佐々木 隆浩]

●────簡便・高感度な顕微ラマン分光法による マイクロプラスチック分析

マイクロプラスチック (MP) は世界規模の環境問題である. MP の経口生体濃縮は既に海洋生物で起きており、さらに微小化したもの(ナノプラスチック)が生体バリアを透過する可能性も報告されている¹⁾.

MPの環境モニタリングには、サイズ、形、濃度、材質といった MPの情報収集が重要となる。顕微分光法はこれらの情報を同時取得可能な分析法であり、顕微フーリエ変換赤外分光法が一般的である。しかしながら、光源波長の回折限界から分析可能な MPのサイズは数十~数百 μm と比較的大きい。顕微ラマン分光法は主に可視・近赤外光源を利用するためさらに微小な MP(>1 μm)を分析可能であるが、微小な MPほど信号強度は減少するため、ノイズの影響により同定が困難となる。表面増強ラマン散乱(SERS)は、Auや Ag からなるナノスケール構造体に生じる間隙(ホットスポット)でラマン信号が増強される現象であり、SERS を MPの顕微ラマン分光法に利用することで検出感度を飛躍的に高め、微小な MP分析の課題解決が期待されている。

Xuらは、Auナノ粒子分散液をろ紙へ添加し乾燥する だけの簡便な方法でろ紙表面に Au ナノ粒子由来のナノ スケール構造体を形成し、このろ紙上に試料水中 MP を捕集して顕微ラマン分光分析を行った1). SERS 基板 の作製, 試料前処理, MP分析を同一ろ紙上で行う簡便 な分析法でありながら、ラマン信号の増強度は360.5 倍となった. 水道水及び池水に MP を添加した模擬試 料水 (20 µm PET, 0.001~1 g L⁻¹) の MP 分析では, 最小検出濃度 0.1 g L^{-1} で MP 検出が可能となった. ま た、MPにはラマン活性が高い材質(PS等)と低い材 質(PE等)があり、ラマン活性が低い材質の同定はノ イズの影響により困難となる. この研究グループは同様 の分析法と機械学習の組合せにより 6 種の MP (10 μm PET, PVC, PP, PS, PC, PE, 0.1, 1, 10 mg L⁻¹) の識別を 試み²⁾, 訓練された機械学習アルゴリズム (sparce autoencoder, SAE) を用いることで、模擬試料水中 MP の識 別試験成功率 99.1 % を達成した.

本手法は、精密に作製された SERS 基板を使わずに高 感度化を達成しており、簡便さのみならず分析コストの 面からも環境モニタリング研究において歓迎されるもの と考えられる.

1) L. Peng, D. Fu, H. Qi, C. Q. Lan, H. Yu, C. Ge: Sci. Total

▶──── レーザー捕捉-顕微ラマン分光法による 単一エアロゾル液滴のリアルタイムpH計測

単一液滴への集光レーザービーム照射は、集光点での単一エアロゾル液滴の捕捉・位置制御を可能とし、レーザー照射により誘起されたラマン散乱が単一液滴の物性分析を可能とする¹⁾. すなわち、レーザー捕捉ー顕微分光法(LT-MS)により単一エアロゾル液滴の物性分析が可能である. 様々な液滴特性(酸性度、粘性、含水率、形状等)を測定対象として研究されているが、特に酸性度はエアロゾルにおけるイオン解離や相分離、不均一反応、気体一粒子分配など多くの物理化学的プロセスの制御因子であり、単一液滴における pH 変化の正確かつリアルタイムな計測・制御が必要とされている. 本稿ではレーザー捕捉ー顕微ラマン分光法(LT-MRS)による単一エアロゾル液滴のリアルタイム pH 計測例を紹介する.

Boyer らは硫酸水素ナトリウムを含む液滴の LT-MRS より、単一液滴の pH をリアルタイムかつ高精度に測定した 2)、液滴中の総溶質濃度はウィスパリングギャラリーモード由来の増強ラマンピークの分析により求められる屈折率から決定され、液滴中の酸(HSO_4^-)と共役塩基(SO_4^{2-})の濃度比は各ピークの積分面積比から決定できる。これらを組み合わせることにより単一液滴中の酸と共役塩基の濃度が決定され、pH が求められる。結果より、単一液滴の pH が $-0.36\sim0.76$ の範囲において $\pm0.03\sim0.06$ の精度で決定できることが示された。これは一般的に報告されている分光技術によるバルクでの pH 測定の精度(±0.02)と同レベルであり、ピコリットルの微小な液滴での測定としては非常に高精度での測定である。

Jing らは塩化ナトリウムとシュウ酸を含む単一微小液滴の LT-MRS を行った³⁾. 液滴の pH は, あらかじめ作成した検量線を基にシュウ酸とシュウ酸水素イオンのラマンピークの強度比より算出した. その結果, 微小液滴からの塩化物放出により 2 時間で 0.5 程度 pH が連続的に上昇すること, また, 塩化物アニオンの表面指向性により単一液滴内部で安定な pH 勾配が生じ, 液滴表面の pH が中心部の pH より 0.4 程度低くなることが示された. このように, 時間的・空間的かつリアルタイムなpH 変化の追跡が可能であることが示された.

LT-MS 技術の向上は、個々の微粒子が経験する pH 依存の化学的・物理的変化を直接測定可能であることを

示すのみならず、今後のエアロゾル微小液滴の化学的性質や多次元的性質の解明に大きく貢献することが期待される

- R. C. Sullivan, H. Boyer-Chelmo, K. Gorkowski, H. Beydoun: Accounts Chem. Res., 53, 2498 (2020).
- H. C. Boyer, K. Gorkowski, R. C. Sullivan: Anal. Chem., 92, 1089 (2020).
- X. Jing, Z. Chen, Q. Huang, P. Liu, Y.-H. Zhang: Anal Chem., 94, 15132 (2022).

〔北海道大学大学院理学研究院 三浦 篤志〕

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ー

〈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一原理編一
- 4. エレクトロスプレーイオン化一応用編一
- 5. 大気圧化学イオン化
- 6. 大気圧光イオン化

〈**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

〈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

- 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
- 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
- 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
- 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.



高知県工業技術センターを 訪ねて

〈はじめに〉

2023年2月6日,筆者は高知市にある高知県工業技術センター(以下,センター)を訪ねました。センターは高知県庁商工労働部に属する公設の試験研究機関で、企業の技術支援を目的に設置されております。沿革として、産業振興を支援する高知県商工奨励館から1941年独立し、高知県工業試験場として設立されたのが始まりで、窯業、化学に関する分析を行っていました。その後、1990年に現在の高知市布師田に移転したときに現在の名称になりました。職員数41名,総務課、研究企画課、食品開発課、生産技術課、資源環境課、計量検定室の組織体制となっています。今回の取材では、隅田隆技術次長、食品開発課・森山洋憲課長、下藤悟主任研究員、資源環境課・堀川晃玄主任研究員にセンターを案内していただきました(図1)。



図1 高知県工業技術センターの前で 左から隅田技術次長,森山課長,下藤主任研究員,堀川主任研 究員,筆者.

〈業務内容〉

業務内容では、大きく分けて①研究開発、②企業からの技術相談・依頼試験、③企業従業員等の人材育成の三つになります。これらのうち②では、県内企業から多くの相談が寄せられてきており、これを機にセンターとの共同研究となる事例も少なくないそうです。また、②と③では、企業の方からしますと不足している基礎研究の試験結果を得ることができるだけでなく、センターも企業が持つ現場でのものづくりのノウハウに接することができるメリットもあるそうです。

〈研究紹介〉

今回の取材では、センターで実施している「味の数値 化技術」と「クレーム対応技術」についてご紹介いただ きました.

味の数値化技術については、下藤さんから味覚センサーをご紹介いただきました(図 2 上). これはポン酢、日本酒、肉や魚のエキスなどの塩味、旨味、酸味、苦味などを人間の舌を模倣した人工脂質膜センサーを用いて測定・数値化します(図 2 下).

特に、高知県は日本酒の製造が盛んな地域で、日本酒の味わいを九つの指標に分けたデータマップ(土佐酒香味マップ、上東酒造技術研究所)の作成にもこの方法が

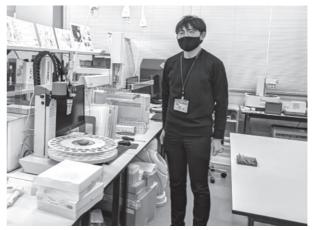




図 2 (上) 下藤主任研究員と味覚センサー(下) 味認識装置 (Insent 製 TS-5000Z)

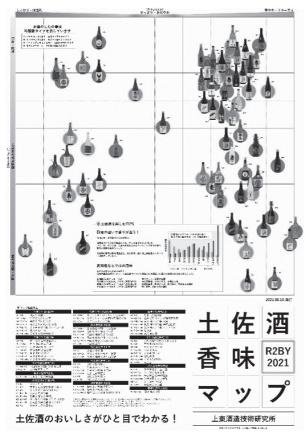


図3 土佐酒香味マップ(上東酒造技術研究所)

貢献しています (図 3). また、味覚センサーなどの感性評価機器による分析と共に、実際に食べて評価する官能評価を組み合わせて、おいしさの定量化に関する研究も取り組んでいます.

次に、クレーム対応技術については堀川さんからご説明を受けました。企業からは製品中に混入する微小な異物に関する相談が多く寄せられており、迅速に異物の正体や混入原因についての見解を求められます。最終的な異物の判断は顕微赤外分光光度計などの精密機器によって行いますが、試料中のマトリックスによる誤診が生じないように、前処理作業が特に重要だそうです(図 4)、微小な異物を観察するために手術用の道具(剪刀、メス、縫い針等)を用い、試料の分離や洗浄等を行っています。また、試料の触感の情報を得て、定性分析を行う際のヒントにしているそうです。

こうした先端技術からアナログ技術まで幅広く組み合わせることで、情報の高度化を追求する点は分析化学研究そのものであると感じました.





図 4 堀川主任研究員と顕微 ATR (上) と前処理の様子(下)

〈おわりに〉

当センターでは研究員に対し博士号取得を支援する大学院派遣制度があり、他の公設試ではあまり見られないそうです。この制度によって学位を取得された下藤さんから「企業さんからの信頼度が高くなり、発言に対する責任の重さを感じるようになった」、森山さんから「目的が定まっていたので、研究に取り組みやすかった」など、社会人ドクターのメリットを教えていただき大変参考になりました。

最後に本取材を快く引き受けていただき、とりまとめていただきました隅田技術次長に感謝申し上げます.

〔高知大学 森 勝伸〕



汚れに強いpH電極を

同志社大学大学院ビジネス研究科の森良弘先生からバトンを受け取りました (㈱堀場アドバンスドテクノ基盤技術研究開発部の西尾と申します. 森先生は、HORIBAグループに所属されていた時の私の上司で、論文の書き方や研究開発のことなどをご指導いただいた恩師になります. その際に開発していた世界初 *1 の工業用セルフクリーニング $_{
m PH}$ 電極(以降 $_{
m SC}$ 電極)ですが、約17年かけてようやく昨年の2022年の10月に製品化しましたので、その開発エピソードを書かせていただきたいと思います.

工場や生活排水の汚れが激しい汚水処理プロセス(原 水など)では、pH電極を長時間浸漬させて管理をする ので、汚れが付着しやすく安定した測定が困難でした. そのため1日に何度も手洗浄、校正することが必要と なり、現場作業者のメンテナンス負荷が長年の課題と なっていました. SC 電極の開発のきっかけは、堀場製 作所の創業者である堀場雅夫(2015年逝去)の一言で した. 私は、HORIBA グループに入社して間もなく、 pH 電極用の洗浄液を製品化しました. その時, 創業者 から「良い洗浄液を作ってくれた. 次は汚れない電極を 作ってくれ」と声をかけてもらいました. その言葉が胸 に響きました. また洗浄液が予想以上に売れ、お客様が 電極の汚れでお困りであることを知り、開発を決心しま した. 2006年に偶然お会いした学生時代の恩師から, 三重大学無機素材化学研究室の橋本先生を紹介いただき 共同研究がスタートしました. 橋本先生のご指導のも と、ディップコーティング法を用いることで、2008年 頃に光触媒効果を有する TiO2 を pH 応答ガラス膜へ コーティングする技術が完成しました.

しかし、研究と製品化の間には深い溝がありました. 今回の工業用途では、安定性や精度が低いと一歩間違え ば事故や製品不良にもつながります. 高い精度・安定性 が求められる一方で、pH 計は競合他社との差別化が難 しく、また生産方法も考えなければなりません. 研究と は別の難しさがあります. その中でも紫外線をpH 応答 膜に照射する手法に苦しみました. 太陽の自然光やブ ラックライトでは紫外線強度が弱く、キセノンランプや 紫外線用の光ファイバーは高価. その溝の深みに落ち、

※1 ガラス電極式 pH メーターとして (2022 年 10 月時点, 当社調べ) とうとう研究開発はとん挫してしまいました.

6年が経過した2014年、青色発光ダイオードの発明 にノーベル賞が贈られました. 幸運にも研究開発が盛ん になり、小型の UV-LED が発売されました. このニュー スを見て「電極内部に LED を挿入できれば、実現でき るかもしれない」と思ったのです. しかし, 既に私は, 研究ではなく製品化を担う部署に異動していました. そ れでも汚れない pH 電極の製品化をあきらめられない私 は、周囲の反対を押し切り、本来の業務をしながらも研 究を続けました. その頃, プライベートではありますが 双子を授かり、また社会人博士課程の取得にも追われて 眠れない日々が続き、精神的にも体力的にも追い込まれ ました. やっとの思いで試作電極が完成し, ある現場を お借りしてフィールド試験をさせていただきました. し かし、そんなに甘くは無いもので、応答膜の一部しか防 汚できませんでした. 紫外線強度が弱く, 分解速度が追 いつかなかったのです。それを見て積み上げてきたもの が一瞬で砕かれた感覚で愕然としました. あきらめかけ た時に、幸運にもより強力な紫外線を発光する小型の UV-LED が発売されました.

2017 年頃には数か月防汚できる電極が完成しました. 電極寿命,性能などまだまだハードルがありました. 試行錯誤を重ね課題解決を地道にしていきました. お客様や同僚など多くの方々の協力により,ついに完成しました. 発売を目前とした実装試験に協力いただいた多くのお客様からは「いろいろな洗浄機を試しても効果が無かったのに」「感動しました」などご好評いただきました. 長年の苦労が報われた気がしましたし, 開発者冥利に尽きる温かい言葉でした. 製品化できたのは振り返るとお客様や同僚,先生など「人」に恵まれたこと,私の粘り強い性格などがうまくかみ合ったからではないかと思います. またこんなに長くチャレンジさせてくれる会社は他にありません. pH ガラス電極は完成されたものだと世間一般に言われていますが,その可能性はまだまだあると信じています. 私の挑戦に終わりはありません.

最後に次のリレーエッセイですが、学生時代からの私のもう1人の恩師である三重大学大学院工学研究科の金子聡先生にお願いしました。何卒よろしくお願いいたします.

〔株式会社堀場アドバンスドテクノ 西尾 友志〕

第83回分析化学討論会(富山, 2023)

表記討論会は,2023年5月20日(土)~21日(日), 富山大学五福キャンパスにて開催された. 新型コロナウ イルス感染症蔓延のため、第68年会(千葉大学, 2019年9月開催)以降2年間以上「遠隔」での学会開 催となっていたが、第82回分析化学討論会(茨城大学、 2022年5月開催)の実行委員会の皆様のご尽力によっ て初めて新型コロナ禍中での「対面」開催が実現し、第 71年会 (岡山大学, 2022年9月開催) に引き続き第 83回討論会も「対面」で開催することができた. もし 新型コロナウイルス感染症による緊急事態宣言が発出さ れれば「遠隔」開催に切り替えなければならないという 「リスク」があることは承知していたが、そのような環 境の中で会場としての利用を快諾していただいた富山大 学関係各位, 富山コンベンションビューローのご支援, 展示会等出展企業のご協力、実行委員の皆様の奮闘、そ してご講演、ご参加いただいた皆様の熱意等々により無 事開催されたことを何よりも喜んでいる. 幸いなこと に、討論会開催直前の5月8日に、新型コロナウイル スが第5類の感染症とみなされたことにより、新型コ ロナ禍以前とほぼ同様な形式での討論会の開催となっ た.

第83回分析化学討論会を中部支部で開催することは 以前から決まっていたが、富山大学で開催する運びに なったのは2022年1月上旬のことである。開催地の 決定が遅れたのは、地方大学の分析化学系の教員数が減 少を続けており、全国規模の討論会を開催することがマ ンパワー的に難しいというのが大きな理由であったが、 最終的に、富山大学での討論会開催をお引き受けした。 コロナ禍中ということもあり、当初は開催できるか大き な不安を抱えていたものの、中部支部、特に北陸地区の 多くの方々に実行委員を引き受けていただき,数回の富山及び北陸地区の実行委員コアメンバーでの遠隔の会議を経て,2022年7月の第1回実行委員会開催に至り,富山での討論会開催準備が本格的に始まった.しかし,準備開始が遅れたこともあり,講演分類の見直しや富山開催の特色を出すプログラム編成等十分な検討が行えなかったことが悔やまれる.

本討論会では、参加登録・講演及び懇親会申込を、す べて討論会 HP を通じてオンラインで行うアトラス社の confit システムを利用した. これは水戸での第82回討 論会から導入され、岡山の第71回年会を経て本討論会 での利用に至ったものであり、基本的には前討論会・年 会の様式を上書きして準備を行うことができた. ただ, アトラス社から HP 開設に関するデータを受け取ったの が、参加登録開始3週間前であり時間的余裕がほとん どないという状況であったので、次回以降はもう数週間 早く準備に取りかかれたらよいと思う. 討論会 HPでの 参加登録が始まると、会員種別や講演種別の選択項目の 不備等で多くのお問い合わせをいただいた. これらの問 題は confit の設定に起因するものであったが、残念なが ら中部支部の実行委員には confit 経験者がおらず、昨年 度発足した本部 confit 小委員会の津越様(産総研)と平 山先生(東邦大)には大変お世話になった. またプログ ラム編成に関しても, 前回討論会の講演分類を踏襲した こともあり、confit 小委員会の全面的なご協力をいただ いた

今回の討論会は、「対面」での開催を予定して準備を 進めたが、新型コロナ感染症蔓延状況によっては一部 「遠隔」での開催も視野に入れざるを得ず、また「対面」 開催の場合でも会場に出向くことができない参加者の利



富山大学五福キャンパス正門



口頭発表会場

便性の向上を図るために、すべての口頭発表会場で「ス トリーミング配信 を行った. 「ストリーミング配信 | を行うにあたって、配信用PCの確保が問題となったが、 幸いなことに富山大学総合情報基盤センターで口頭発表 会場用PCをお借りすることができた。また「対面」で の開催にあたり, 前回討論会と同様, 講演プログラム集 と「展望とトピックス」を合本として参加者に配布し た. 講演プログラムは討論会 HP から閲覧できるもの の、紙ベースでプログラムを確認でき、「展望とトピッ クス」の興味深い内容の講演が容易に目に留まるので, これからの年会・討論会でも合本冊子を作成していただ ければと思う. また、富山大学は Eduroam に参加して おり、更にゲスト用 Wi-Fi アカウントを 300 件用意し たが、大学のWi-Fi セキュリティーの問題で接続でき ない例が多々見られた. 講演要旨は討論会 HP でしか閲 覧できないので、学会会場のWi-Fiネットワークの確 保と確認は重要だと思われる.

討論会においては例年企画されている討論主題の講演のほか、通常の口頭発表、ポスター発表(一般及び若手)、産業界 R&D ポスター発表、テクノレビュー講演が行われた。また、討論会第1日目に「ものつくり交流会 2023 in 中部」が討論会会場である富山大学五福キャンパスで開催された。ものつくり交流会では講演とともに企画展示が行われ、地域に根差した企業等を交えた交流がなされた。それぞれの内容等については、次項に示すとおりである。

以上、コロナ禍中での討論会準備となり、実行委員会としても参加人数、講演件数がどのくらいになるか読めない状況であったが、結果としてコロナ禍以前の討論会とほぼ同数の参加登録をいただいた。詳細は以下の通りである。

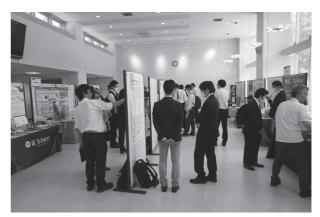
参加者数 648 名〔正会員:360, 学生会員:186 名,維持会員:26,公益会員:6,名誉会員:8,永年会員:4,非会員(一般):46,非会員(学生):3,依頼講演(非会員)等による参加:6,テクノレビュー講演:3〕,また講演件数は 404 件〔口頭発表(依頼:22,一般:170),ポスター発表(若手:128,一般:68),テクノレビュー(口頭:2,ポスター:3),産業界 R&D(ポスター:11)〕であった.

1 討論主題

本討論会においては、5件の討論主題を設けた. それぞれの主題の内容と開催状況について以下に記す.

1) 生命を観る・測るバイオ分析の最前線 [オーガナイザー: 小澤岳昌 (東京大学)]

バイオ分析技術は基礎生命科学研究にとどまらず, 医学, 農学, 工学, 薬学など, 広い分野で活用され大きな発展を遂げてきた. たとえば, 電気化学分析や蛍光イメージング技術の普及は, 生命の理解を飛躍的に深化させる原動力となった. また近年の生体分子イメージング技術は, コンピュータ科学者, 物理学者, 生物学者, そ



若手ポスター・展示会会場

して分析科学者の知性と叡智が集結した高度な技術体系からなる。現在は、生命を分子の視点から観る・測ることそのものが研究の対象となり、多くの科学者がその原理探求と技術展開に魅了されている。本討論主題では、生体分子を生きた細胞内で観る革新的な技術と、独創的なアプローチで生体分子を定量する技術に焦点をあて、この分野を牽引する若手研究者に話題を提供していただいた。最先端の成果に加え、現状の課題や今後の展望について討論された。

5件の依頼講演と1件の一般講演があり、単一細胞診断とその再生医療への適用を目指したマイクロ流路技術を用いた細胞分離法、ウイルス1粒子を分析できるマイクロチャンバーアレイ法によるウイルス集団の不均一性の評価、単一細胞を自動回収するナノピペット技術の開発という、単一細胞・単一ウイルス分析の最前線技術の講演があった。また、ラマン散乱を用いた細胞の薬物応答分析や標的酵素反応を可視化する機能性ラマンプローブの創製といった生命を観る・測るバイオ分析の最前線が紹介された。

2) "Next Gen" 化学センシング ~次世代化学センシングの方法論・デバイス開発の最前線~ [オーガナイザー:久本秀明(大阪公立大学)]

IoT, 5G等,情報社会の進化とともにセンサーの重要性が増してきている。今やスマートホン・アプリを活用したシステム構築は医療・環境のみならず、あらゆる分野で必須となってきている。しかしながら現実世界との接点の役割を果たすセンサーは現在温度センサー、ジャイロセンサー、脈拍センサー等の物理センサーがメインであり、化学物質の信号を得る化学センサーは今後さらに重要性を増してくると思われる。本討論主題では理学・工学・農学分野から次世代を担う若手研究者に焦点を当て、化学センシングへの展開について話題提供していただいた。今後の化学センサー・化学センシングの新原理開発やデバイス応用の展開について議論された。

3件の依頼講演と1件の一般講演があり、直接的に電極と電子移動できる、メディエーターが不要の直接電子移動(DET)型酵素の開発とテーラーメードな第三世

代型バイオセンサに向けた応用展開,金属錯体をプローブとする光音響 (PA) イメージングの展開と新規ランタノイド分離技術の確立,分子の自己集合を活用した分子認識情報を欠損させずに最小化したケモセンサーアレイの設計と構築といった,最新の化学センシングの展開についての講演があった.

3) 流れ分析法の新展開と社会への貢献 [オーガナイザー: 鈴木保任(金沢工業大学)]

連続流れ分析法(continuous flow analysis)やフローインジェクション分析法(flow-injection analysis)をはじめ、種々の流れ分析法が著しい発展を遂げ、様々な分野への応用が広がっている。流れ分析法は操作の簡便さ、精度の高さから研究のみならず分析の現場でも広く用いられている。本主題討論では、流れ分析法のさらなる発展を図ることを目的とし、広く関連する研究について討論された。また、装置メーカーや分析実務の現場の方からの関連技術の開発及び分析の現状や、今後の展望などの報告がなされた。

産業界からの講演 2 件を含む 4 件の依頼講演と 2 件の一般講演があり、JIS 化・公定法化を指向した排水・環境水中の環境指標物質・飲料水中の微量金属イオンの流れ分析の研究成果の紹介や、揮発性有機化合物の針型濃縮デバイス及び固相抽出型デバイスによる捕集濃縮法の紹介があった。また産業界からは BOD と動植物油脂を 1 操作で測定するパックテストの紹介、シリンジフィルターによる分離濃縮に基づく高感度比色分析キットの開発、スマートフォンを用いた数値化ツールの紹介や、現場での 24 時間連続無人測定を可能とする装置の開発について紹介があった。

4) より迅速で、より簡便な分析化学を目指して [オーガナイザー:菅原一晴(前橋工科大学)]

ここ数年、臨床分野での簡易試験(point of care testing, POCT)が注目されている。特に、コロナ禍でのPOCTの普及は目覚ましい。さらに、生産ラインや環境保全に関しても現場での測定を可能とする手法のニーズも増加している。一方、既存の測定原理や方法に対して新しいコンセプトを取り入れることで、測定プロトコルを改善し、優れた取り組みに発展させる研究が重要視されている。このような背景から、本主題討論では、迅速性、簡便性、そして新たな切り口をもつ分析化学的研究について討論がなされた。

4件の依頼講演と4件の一般講演があり、デジタル画像に保存された色彩情報を用いて分光スペクトルを再現する手法の確立と微小空間計測への応用展開、分散微粒子固相抽出の呈色を利用した新しい簡易分析の方法論の開発、気液界面を用いる水系反応・分離工学の開拓、エクソソーム膜移植法による迅速かつ簡便な脂質二分子センサー膜への膜タンパク質包埋技術の確立といった、新しいコンセプトを取り入れた迅速・簡便な分析化学的研究の紹介があった。

5) 未来の「食」と「薬」を創る分析化学[オーガナイザー: 椎木弘 (大阪公立大学), 冨永昌人 (佐賀大学)]

富山県は、農水産業が盛んであり、良質米として評価の高いコシヒカリをはじめ、新品種「富富富」の開発など農業に力を入れている。加えて、極めて豊かな漁場の富山湾を有している。また、「くすりの富山」としても広く知られている。そこで、製薬と農水産業の盛んな富山にちなんだ、「食」と「薬」に関する討論主題が提案され、「食」あるいは「薬」にかかわる電気分析、センシング、分離分析やイメージング等についての講演があり、未来の「食」と「薬」を創るための分析化学についての討論がなされた。

6件の依頼講演と4件の一般講演があり、地域特産の「食」を通じた持続可能な地域づくりへの挑戦、近赤外分光法/多変量解析を用いた食品・農産物の迅速分析の展開、マイクロエマルジョンを用いた液液固3相界面の制御による抗酸化物質の電気化学計測、最先端半導体集積回路設計技術と分析化学の融合による単独自立作動可能な血糖モニタリングコンタクトレンズの開発の講演があった。また、開催校である富山大学教員による医薬品評価に向けた二次元表面プラズモン共鳴法によるバイオセンシングやリン脂質ベシクル膜対称性の人工制御と評価に関する講演があり、「薬」と分析化学のかかわりの展開について議論された。

2 口頭発表(一般講演)

一般講演では、36 設定した講演分類に対し 26 分類 158 件の口頭発表と 2 件の口頭でのテクノレビュー講演があった. 口頭発表会場として、討論会初日(20 日)に 7 会場、二日目(21 日)に 5 会場、いずれも 200~350 名収容の教養教育講義室を設定した. 各会場では、会場責任者としての実行委員 1 名と討論会支援学生諸氏 3 名の体制で運営を行ったが、講義に通常使用している教室でもあり、マイク・プロジェクター等のトラブルはなく、おおむね円滑に各講演と質疑応答が行われた. 従前は複数の講演者の PC をディスプレイ切替え器に接続するために接続時間を設けていたが、講義室 AV機器の性能向上により切替え器も接続時間も不要となっている. また、すべての口頭発表会場で YouTube ライブによるストリーミング配信を行い、各会場 40~50 名程度の接続があった.

討論会2日目午後C会場X線分析・電子分光分析・量子ビーム分析のセッションでは、本学会中国四国支部長も務められた早川慎二郎先生(広島大学)がご講演の予定であったが、大変残念なことに本討論会直前に急逝された.心からご冥福をお祈りする.当セッションでは、早川先生ゆかりの3名の先生による追悼講演を行い、同先生の功績を振り返った.



ものつくり技術交流会

3 ポスター発表 (若手, 一般, 産業界 **R&D** 紹介, テクノレビュー)

ポスター発表は、若手ポスターが20日午前・午後計3セッションの入れ替え制で、12件の産業界R&D紹介ポスターが20日午後、一般ポスター及びテクノレビューポスターが21日午前・午後に富山大学学生会館のラウンジ及びホールの2会場で行われた。ポスター間隔を例年より多くとり、換気にも配慮した。各ポスターでは整然と、かつ熱心な議論が行われている様子を見て取ることができた。なお、若手ポスターについては、中部支部若手世話人を主体とし支部の若手会より選出された約30名の審査員により研究の質・発表技術等、事前に審査要領で定めた基準により採点が行われた。厳正な審査の結果、発表件数の1割強となる13名の方に実行委員長名にて若手ポスター賞を授与した。

4 ものつくり技術交流会

分析イノベーション交流会により主催された表記交流会はここ数年、年会・討論会と併催で行われている。今回は「ものつくり技術交流会 2023 in 中部~分析に役立つ基礎技術~」と題され、中部地区の企業と、分析や分析化学に従事する産学の研究者・技術者との間での共同研究の推進を目的とした交流イベントとして討論会初日に開催された。富山大学教員による「材料の機能発現は水構造から見えるのか?」、産学連携を展開する企業人による「大学等の知識・技術の社会実装」の2件のレクチャーの後、富山・石川・長野地区の産学7件の展示交流会が対面で行われた。

5 付設展示会・ランチョンセミナー

分析・計測機器関連メーカー・販売店,分析技術提供会社,関連出版社と討論会参加者の相互交流・情報交換の場として、ポスター発表と同一の会場にて機器展示会を開催し、24社の展示をいただいた。展示会場では、ポスター発表会場と同時会場であることもあり、数多くの討論会参加者がブースで足を止め、談笑する姿が見受けられた。また、3社によるランチョンセミナーが開催され、すべてのランチ券が短時間で配布終了するほど盛況であった。



懇親会

6 懇親会

討論会初日(5月20日)18時半よりANAクラウンプラザホテル富山にて懇親会が開催された.コロナ禍の状況が読めず、出席者全員が丸テーブルを囲む着席形式と従前の懇親会で行ってきた立食形式の両案で懇親会の準備を行ったが、幸いなことに5月初旬に新型コロナが5類感染症とみなされたことを受け、立食形式で開催する運びとなり、187名の方に参加いただいた.

懇親会では冒頭,越中八尾おわら保存会による「おわら踊り」が披露され、富山の伝統芸能を満喫して頂いた後、実行委員長による開会の辞、山本筆頭副会長の挨拶,本討論会の後援である富山大学の會澤副学長に来賓のご祝辞を賜った.江坂中部支部長(岐阜薬科大学)の挨拶と乾杯の発声の後、歓談が始まった.立食形式であるため、参加者の方々は自由に移動し、久しぶりの再会を歓び、交流されていたように思う.また、実行委員の一部の強い希望により、「富山の地酒コーナー」を設け、参加者の方々に楽しんで頂いた.会の終盤には次回年会と来年の討論会の実行委員長である戸田先生(熊本大学)と前田先生(京都工芸繊維大学)より年会・討論会のご案内があった.最後、倉光副実行委員長(富山大学)の挨拶により閉会が告げられた.

2022年1月上旬に実行委員長をお引き受けした際は、コロナ禍ということもあり討論会を開催できるか大きな不安を抱えていたが、ある程度成功裏に開催できたことに正直安堵している。討論会を成立させることは当然ながら私一人でできることではなく、実行委員中でもコアメンバー諸氏の献身的な活動、大谷先生先生はじめ諸先生方のご助言、アトラス社及び confit 小委員会の強力なご支援、ご講演、ご参加の皆様のご協力、どれが欠けても成立しなかったと思う。改めて各位に御礼を申し上げる。また、本討論会に不備の点、問題点も多々あったとは思われるが、ご容赦いただければ幸いである。本討論会で至らなかった点を次回以降に引き継ぐことで、さらに発展した年会・討論会になることを期待したい。

〔富山大学学術研究部工学系 遠田 浩司〕





大学での学びに繋げる米国の高校教育

2011 年, 夫の米国赴任に伴い私は会社を退職し, 当時高校一年生の娘と共に渡米した. 娘は地元の高校に通い, 3年後無事に卒業することができた. その時に親の立場から垣間見た米国の高校教育についてこの場をお借りして紹介しようと思う.

赴任先はカリフォルニア州サニーベール、いわゆるシリコンバレーであり、教育に熱心な親が多いためか全米約1400校のうちTOP100に入る高校がいくつもある地域である。カリフォルニア州は12年間が義務教育で、その割り振りは小学校5年、中学校3年、高校4年である。高校も義務教育のため入試は無く無償であるが、学区内に居住することが入学の条件であることから成績のいい学校の周辺は家を借りることが難しい。当時英検3級合格がやっとの娘のことを考えて、TOP100の中でも日本人がわりと多く在籍(国籍別生徒数や全米共通テストの平均点がネット上で検索できる)している高校を選んで不動産屋に借家探しを依頼した。ようやく見つかった家で繰り広げたインド人オーナーとのバトルについてはまたの機会にして、以下、当時のカリフォルニア州の高校教育システムにおける大学入学に向けた取り組みについて感心した点をいくつか示す

・高校の4年間は大学4年間のための試行期間

高校は4年制で、カリキュラムは大学の4年間を模擬でき るようにしているそうである. 学年の呼び名も1年生が Freshman, 2年生が Sophomore, 3年生が Junior, 4年生が Senior と 4 年制大学と同じである. 担任制ではなく, 各自に力 ウンセラーが割り当てられ、その人と高校4年間の単位取得 計画を相談しながら授業を選択していく、つまり、卒業後はど のようにしたいかを14、5歳の時に考え、高校4年間をどう 過ごすかをある程度自分でマネージメントするのである. この 練習が大学に入るとすぐに活かされる. 大学教授のレイオフに より授業数が減り、米国の学生でも単位取得には苦労するそう だが年間300万円近い学費を考えるとなんとしても4年で卒 業したい. そのため, 入学直後から履修届提出競争は熾烈で, 高校時代に単位取得の経験をしておくのは有用なのである。在 米中に日本人大学生の留学の世話をしている人と話をする機会 があったが、入寮時も履修届も日本のペースでやっていると部 屋での自分の居場所はベッド一つ分だけとなり、留学中に必要 な単位数も取得できないことになる. そこは何としてもこの単位が必要であることを教授に主張して講座に入れてもらえるようにとのアドバイスを与え, 無事に帰国できたようだが, 高校の時から自分が履修すべき科目を自分で選んでいる彼らと日本人留学生がいきなり対等に勝負するのは難しいであろう.

ちなみに自己主張における娘の最初の試練は、高校の何年生に編入されるかであった。もし Freshman に編入された場合、帰国して日本の大学を受験する際は 2 浪しているのと同じことになってしまう。そこで日本の中高一貫校で受けた授業の内容を学校側に英語の書面で用意してもらい、それを持って居住地区の教育委員会に掛け合った。結果、Freshman の単位は日本で取得していると認められて Sophomore に編入されることとなった。自分のことは自分で、の洗礼であった。

・高校時代に大学の単位を取得

多国籍の人たちが住んでいる地域であるため、英語を母国語としない娘のような生徒には ESL (English as a Second Language) のクラスがある。そこだけは担任制のようになっており、父母会もあった。この横の繋がりのおかげで編入当初から独特なカリキュラムをある程度理解することができた。同じ「数学」の授業でも三つのクラスにレベル分けがあり、学期途中でもついていけなければ下のクラスに変えてもらえるし、先生にテストを要求して上のクラスに移ることも可能で、どのレベルのクラスでも「A」を取れば「数学」の欄には「A」と記される。さらに優秀な生徒は大学の授業に相当するクラスに入り、テストに合格することで大学の単位がもらえる。このクラスで単位を取得すると高校の成績に加点が付くことや、前述の大学に入ってから単位を取ることが困難ということもあり、進学希望者はなるべく高校で多くの単位を取ろうとしていた。

・大学の入学選考は高校の成績が主

大学入試は無く, 高校の成績や共通テストのスコアの他にボ ランティア活動やスポーツ・芸術で残した成績などから総合的 に判断されて合否が決まる. 中でも高校の成績は重要で, 4年 間のスコアが評価対象となるため、1年生から頑張らないと希 望大学の合格ラインをクリアできないことになる. 全米共通テ ストは、3年生から4年生の秋までに何回か受け、一番スコア の高いものを選べる. ボランティア活動の中で大学の評価が高 く人気があるのがサマーキャンプのリーダーで報酬が出るとこ ろもあるが、その分、電話面接などによる選抜がありここでも 自己アピール力が鍛えられる. 娘は教員志望であったため、 TA (teacher assistant) として先生の小テストの丸付けや資料作 りを手伝っていた. 授業の成績は、その日の17時以降に毎回 親にメールで通知されることになっており、 先生方にとって TA はなくてはならない存在だそうだ. 今思うと、この TA 制 度は教員不足の日本に必要なシステムではないだろうか. 生徒 やシニアを TA として導入することで教員採用が定員割れする ような事態をもう少し防げるのではないだろうかと思った.

最後に帰国後の様子を少しお話する。このような大学入学の 選抜方式のため、高校2年生で日本から編入した生徒が米国 の4年制大学を目指すのは非常に困難である。そのため、多 くは日本の大学を帰国子女枠で受験するが、娘の希望する教育 学部はほとんど募集がなく合格を得るまでは厳しい道のりで あった。他国に数年いた学生が教員を目指すのは狭き門なので

ある. 私は帰国してから再就職し民間企業に身を置いているが、経験した日米の高校生活の違いを鑑みながら今後の日本の学校教育に思いを馳せるばかりである.

〔東芝デバイス&ストレージ㈱ 水谷 晶代〕

──インフォメーション── ◆

第 382 回ガスクロマトグラフィー研究 懇談会講演会

2023年6月23日(金)に北とぴあペガサスホール(東京都北区)にて第382回ガスクロマトグラフィー研究懇談会講演会が実施された.本研究懇談会は例年,新年度の最初の講演会では基礎的な内容を主体とした講演会を実施しており,今回は「試料前処理と試料導入」に関する基礎と最新技術について講演会を行った.講演会は対面形式で開催し,当日の発表内容は後日動画配信も行った.当日に会場で聴講した参加者は約70名であり,多くの参加登録者が会場に足を運んだようである.会場ではGCに関連する企業が資料の展示を行い,休憩時間に活発な意見交換が行われた.当日のプラグラムは以下の通りである.

第 382 回 GC 懇講演会プログラム 13.00~17.00

開会あいさつ

(GC 懇委員長・長崎国際大) 佐藤 博

【基礎講座】

「試料前処理の基礎」

(麻布大学) 杉田 和俊

まず、今回のテーマである試料前処理について、その目的や重要性、手法等について、基礎から講演をしていただいた. GC で複雑な試料や希薄な試料を正確に定性・定量するためには、適切な試料前処理が必要であり、目的や試料の状態に応じてさまざまな手法が選択可能であることや、基本的な試料前処理法の原理や注意点などが紹介された.

【招待講演】

「阿蘇草地高原大気の観測から BVOCs のオゾン生成ポテンシャルを探る: TD-GC-CMFID/MS, 化学発光検出, マイクロガス分析システム, SIFT-MS の活用

(熊本大学) 戸田 敬



大気中の微量ガス状成分をその場で分析するための分析システムの開発やその利用,さらに生物由来の揮発性有機化合物である BVOC が大気環境に与えている影響など、大気分析に関する幅広い研究成果についてご講演をいただいた. 最新の研究成果に触れて勉強になったのは無論のこと、戸田先生の知的探求心や問題解決能力を知る機会にもなった. 最後に、今年の9月に開催予定の日本分析化学会第72年会(熊本)についても案内があった.

【技術講演】

下記8件の技術講演を行っていただいた. 固相抽出 (SPE), 固相マイクロ抽出 (SPME), 加熱脱着や熱分解など, 幅広い 試料前処理法について基礎から最新の動向まで幅広く講演していただいた.

- 1. 「GC 分析分野における SPE (固相抽出) 法の基礎と事例」 (ジーエルサイエンス) 高柳 学
- 2. 「SPME(固相マイクロ抽出)の概要と新製品について」 (メルク・シグマアルドリッチ) 佐々木 豊
- 3. 「Agilent 7693A オートサンプラが最高のサンプル前処理・ 注入パフォーマンスを提供」

(アジレントテクノロジー) 風間 春奈

4. 「微量ポリマー分析を可能とした F-スプリットレス熱分解 法」

(フロンティアラボ) 太田 惇貴

5. 「GERSTEL DHS(ダイナミックヘッドスペース)の特徴 と食品香気分析への応用『マルチモードによる感度/網羅 性の向上』|

(ゲステル) 神田 広興

6. 「Entech 7200A 自動濃縮装置による微量低沸点化合物の測 家」

(西川計測) 小野 由紀子

7. 「低温濃縮装置の技術と皮膚ガス及び電池空間における微量ガス測定への応用|

(ピコデバイス) 津田 孝雄

8. 「固相誘導体化によるメタボローム分析の前処理とその自動化に関する最新情報|

(アイエスティサイエンス) 松尾 俊介 (GC 懇委員長・長崎国際大) 佐藤 博 (山梨大学 植田 郁生)

閉会の挨拶 (GC 懇委員長



X線分析研究懇談会「第17回浅田榮一賞」

日本分析化学会 X 線分析研究懇談会では、元豊橋技術科学大学教授の浅田榮一先生(1924~2005)のご業績を記念し、X 線分析分野で優秀な業績をあげた若手研究者を表彰するための賞(浅田榮一賞)を設けている。授賞にあたっては X 線分析討論会での発表、「X 線分析の進歩」(アグネ技術センター)への論文投稿、X 線分析研究懇談会例会での発表など、懇談会が主催する場での研究発表が主な評価の対象となる。

第17回にあたる2023年度の浅田榮一賞は、中野ひとみ氏 (㈱堀場テクノサービス) に贈られることとなった. 受賞タイトルは「微小部蛍光 X 線分析装置における X 線光学系の最適化と内部非破壊分析への応用」で、授賞式と受賞講演は第59回 X 線分析討論会(東京都市大学)にて行われる予定である. 中野氏への授賞理由は、以下のとおりである.

中野ひとみ氏は、㈱堀場製作所に入社後、蛍光 X 線分析法 (XRF)を中心とした材料分析業務に携わりながら、同法の基礎研究と新規応用分野の開拓・普及活動を行ってきた。2019年に同社関連会社の㈱堀場テクノサービスに転籍され、分析部門のチームリーダーとして活躍されている。これまで特に X 線集光素子を用いた微小部蛍光 X 線分析に関するテーマに取り組み、微小試料をより高感度にかつ効率よく分析を行えるような装置改良を行うことで、文化財・絵画の保存・修復、試料中の元素分布の可視化など、多様な応用実績をあげてきた。また新たに「共焦点型蛍光 X 線分析法」の開発にも取り組み、試料の深さ方向の分析を可能にするなど、実用上有益な結果を得ている。これらの研究成果は、機器分析学や材料評価学の分野の発展に寄与することが大きい。

中野氏は、これらの成果を X 線分析討論会に継続的に主発表者として発表を行うとともに、「X 線分析の進歩」にも共著を含めて 10 報以上の論文を報告してきた。また日本分析化学会主催の分析化学討論会やデンバー X 線会議(DXC)などでも研究発表を行っている。さらに、懇談会が主催する講習会「蛍光 X 線分析の実際」でも実機講習の講師を担当するなど、学協会活動に対する貢献も少なくない。今後も X 線分析分野における益々の活躍が期待される。

〔(公財)高輝度光科学研究センター 上原 康〕

第385回液体クロマトグラフィー研究懇談会

2023年7月19日(水)にZoomオンライン形式において「ピークを分ける技術」を講演主題とした標記研究懇談会が開催された(オーガナイザー:筆者).

ピークを分離することは、ピークの検出と並ぶクロマトグラフィーの根幹要素であり、HPLC においても種々の技術や手法が試みられ開発されてきた。本例会では、ピーク分離に関する技術や手法について、HPLCシステム、カラム、ピーク処理手法等さまざまな角度からご講義いただいた。

1 演題目は、(一財) 化学物質評価研究機構 坂牧 寛氏より 「あと少しの分離改善のテクニック」という演題で、分離度改 善について、理論段数、分離係数、保持係数をそれぞれ改善す る方法と実例が解説された. ホスホロチオエート化オリゴヌクレオチドの分離等, 最新のトピックスも紹介された.

2演題目は、日本ウォーターズ㈱の島崎裕紀氏より「低吸着LCシステムによるクロマトピークの改善」という演題で、ピーク形状向上の視点から、金属に吸着しやすいサンプルの分析に好適なカラムと UHPLCシステム MaxPeak Premier ソリューションの紹介がされた. リン脂質や、ホスホロチオエート化オリゴヌクレオチドのピーク形状改善に有効であり、検出感度向上も図れることが示された.

3 演題目は、筆者より「2 次元 LC の最新技術と応用」という演題で、2 次元 LC の目的と最新のハードウェア技術(マルチハートカット、active solvent modulation)、アプリケーション例について紹介した。2 次元 LC は、ピークキャパシティを飛躍的に向上させるのに有効なだけでなく、ワークフローの自動化等にも有効であることも紹介した。

4 演題目は、㈱島津製作所の寺田英敏氏より「PDA 検出器とケモメトリクス技術の融合によるピークデコンボリューション」という演題で、PDA 検出器で得られる UV スペクトルを利用した未分離ピークのデコンボリューションについて、微分スペクトルを用いる方法と MCR-ALS を用いる方法が解説された。また、これらの手法を利用した不純物検出や微量成分分析への応用例が紹介された。

5 演題目は、㈱日立ハイテクサイエンスの清水克敏氏より「HPLC メソッド開発の効率化について」という演題で、HPLC メソッド開発を支援するソフトウェアー ChromSword について解説された。自動メソッド開発、クロマトグラムのシミュレーション、頑健性の自動評価が紹介され、HPLC メソッド開発の効率化が図れることが示された。

6 演題目は、LC 研究懇談会の委員長である中村 洋先生 (東京理科大学) より総括が行われ、各講演者に補足や質問を され、全体についてまとめていただき、ピークを分ける技術や 考え方についての理解をより深めることができた.

最後に、ご多忙にもかかわらず講演していただいた講師の皆様に御礼申し上げます。また、運営にご協力いただいた役員の 方々に御礼申し上げます。

〔アジレント・テクノロジー㈱ 熊谷 浩樹〕

執筆者のプロフィール

(とびら)

豊田 太郎(Taro Toyota)

東京大学大学院総合文化研究科(〒153-8902 東京都目黒区駒場 3-8-1). 東京大学大 学院総合文化研究科広域科学専攻博士学位取 得. 博士 (学術). 《現在の研究テーマ》細胞 獨協医科大学先端医科学研究センター. 著書》"基礎から理解する化学3分析化学", 鑑賞. 動画制作.

E-mail: cttovota@mail.ecc.u-tokvo.ac.ip

東海林 敦(Atsushi Shoji)

東京薬科大学薬学部(〒192-0392 東京都 八王子市堀之内 1432-1). 東京薬科大学大学 院薬学研究科薬学専攻博士学位取得. 博士 (薬学). 《現在の研究テーマ》微小センサー, 生体膜デザイン.《主な著書》"薬学生のため の分析化学問題集", (廣川書店), (分担執 筆). "薬学生のための分析化学(第4版)", (廣川書店), (分担執筆). 《趣味》フットサ の開発. 《趣味》MLB 観戦, 落語を聞く. ル、食べること.

E-mail: ashoji@toyaku.ac.jp

菅沼 こと(Koto SUGANUMA)

学院工学府生命工学科博士学位取得. 博士 研究テーマ》光圧を局所摂動に用いた検出・ (工学)、《趣味》旅行、

E-mail: ko.suganuma@teijin.co.jp

(ミニファイル)

小川 覚之 (Tadayuki OGAWA)

模倣反応場の構築と分析化学的展開.《主な (〒321-0293 栃木県下都賀郡壬生町大字北 ㈱堀場アドバンスドテクノ開発本部基盤技術 小林 880). 東京大学大学院医学系研究科. (TECOM 出版), (分担執筆). 《趣味》動画 博士 (医学). 《現在の研究テーマ》認知症・ 神経変性疾患・精神疾患・解剖学・質量分析 学・タンパク質科学.

E-mail: t-ogawa700@dokkyomed.ac.jp

(トピックス)

佐々木 隆浩(Takahiro Sasaki)

北海道医療大学薬学部薬学科(〒061-0293 北海道石狩郡当別町金沢 1757). 北海道大学 大学院環境科学院博士後期課程修了. 博士 (環境科学). 《現在の研究テーマ》精密位置 制御分子修飾に基づくモジュール式ナノ材料

E-mail: tsasaki@hoku-iryo-u.ac.jp

三浦 篤志(Atsushi MIURA)

北海道大学大学院理学研究院(〒060-0810 帝人㈱構造解析センター(〒191-8512 東 札幌市北区北10条西8丁目)。関西学院大学

京都日野市旭が丘4-3-2). 東京農工大学大 大学院理学研究科. 博士(理学). 《現在の 分析・計測法の探索. 《趣味》フィギュアス ケート, ヒルクライム, パンケーキ屋探索.

E-mail: atsushi.miura@sci.hokudai.ac.jp

(リレーエッセイ)

西尾 友志(Yuii Nishio)

研究開発部(〒601-8551 京都府京都市南 区吉祥院宮の東町2番地). 博士(工学). 《現在の研究テーマ》pH ガラス電極 (イオ ン選択性電極). 《趣味》釣り.

E-mail: yuji.nishio@horiba.com

(ロータリー・談話室)

水谷 晶代 (Akivo MIZUTANI)

東芝デバイス&ストレージ(株) (〒235-8522 横浜市磯子区新杉田町8). 千葉大学大学院 自然科学研究科物質高次科学専攻博士後期課 程修了. 博士 (工学). 《現在の研究テーマ》 ハードディスクにおける微粒子および有機ガ スの影響と新規測定法に関する研究. 《趣味》 テニス. 旅行.

E-mail: akiyo1.mizutani@toshiba.co.jp

=原 募 稿 集=

トピックス欄の原稿を募集しています

内容:読者の関心をひくような新しい分析化学・分析 技術の研究を短くまとめたもの.

執筆上の注意:1) 1000 字以内(図は1枚500字に 換算)とする。2)新分析法の説明には簡単な原 理図などを積極的に採り入れる. 3) 中心となる 文献は原則として2年以内のものとし、出所を明 記する。

なお、執筆者自身の文献を主として紹介するこ

とは御遠慮ください. 又, 二重投稿は避けてく ださい.

◇採用の可否は編集委員会にご一任ください. 原稿の 送付および問い合わせは下記へお願いします.

〒 141-0031 東京都品川区西五反田 1-26-2 五反田サンハイツ 304号 (公社)日本分析化学会「ぶんせき」編集委員会 [E-mail:bunseki@jsac.or.jp]

分析化学

第72巻第9号 2023年9月

特集:"微"の液相分離分析

目 次

電気泳動分析研究懇談会特集号「"微"の液相分離分析」の刊行にあたって 石濱 泰	331
総合論文	
大容量試料スタッキング(LVSEP)法によるミクロスケール電気泳動の高感度化	
	333
ミクロスケール高性能液相分離法の開発を顧みて 大塚浩二	341
超高感度キャピラリー電気泳動による微量バイオ分析法の開発 川井隆之	349
報 文	
抗体薬物複合体の選択的分離に向けた固定相開発の基礎検討 光田圭佑・久保拓也	357
技術論文	
Ovomucoid 固定化 3 μm キラルカラムを用いるジルチアゼム原薬および	
製剤中の光学異性不純物と類縁物質の迅速同時定量	
西博行・佐々木弥亜クリスティーナ・岩田海七・川畑公平	363
ノート	
二次元デジタル電気泳動分離のための	
異種機能性ハイドロゲル集積カートリッジデバイスの開発	
	369
"微"弱なハロゲン-π相互作用による芳香族ハロゲン化物認識のための	
分子インプリントポリマーの合成 金尾英佑・久保拓也・大塚浩二	377
"第 23 回若手研究者の初論文特集"募集のお知らせ	383
「分析化学」 年間特集"分"の論文募集	384
「分析化学産業技術論文賞」のご案内	386
テンプレートによる投稿要領	387
「分析化学」に投稿される皆様へ	388

「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〉 本誌からの複写許諾は、(公社)日本複写権センターと包括複写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。

- ◇筆者が本編集後記を執筆している8月中旬現在,連日の猛暑日に嫌気がさし、暑さの小休止を願う日々を送っておりますが、皆様はいかがお過ごしでしょうか、学校の夏休みと職場の夏季休暇が重なるこの時期は、家族でテレビを観る機会が増えますが、先月(7月)に発生した記録的大雨による災害情報が報道されるたびに、被災地の一刻も早い復旧を願うば
- ◇さて、今月号のとびらは、東京大学の豊田先生、東京薬科大学の東海林先生及び帝人株式会社の菅沼様に、2019年秋に発足されました分析イノベーション交流会の活動についてご寄稿いただきました。企業のもつシーズとニーズの出会いの場となる交流会を定期的に開催するだけでなく、今後はシーズ集にアクセス可能なウェブサイトの作成や、「分析化学」誌での特集号の企画も予定しているとのことで、一研究者としてワクワクを抑えきれません。
- ◇リレーエッセイは、株式会社堀場アドバンスドテクノの西尾様に、汚れに強い pH 電極の開発エピソードについてご執筆いただきました。約17年の紆余曲折を経て、2022年10月にようやく製品化に成功した西尾様が、本稿の最後に「私の挑戦に終わりはありません.」と仰るところに、製品開発に対する情熱を感じました。

 (S. M.)

大

「ぶんせき」次号掲載予定

〈話 題〉

蛍光 X 線分析の試料調製を考える …………市川 慎太郎

◇編 集 委 員 ◇

《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)) 村居 景 太 ((株)土立理化学研究所) 〈香 員〉 岩 井 貴 弘 ((株)土立製作所) 古 賀 舞 都 (農 研 機 構) 末 吉 健 志 (大阪公立大院工) 永 谷 広 久 (金沢大院自然科学) 原 賀 智 子 (日本原子)研究開発機構) 三 浦 篤 志 (北 大 院 理)

〈委員長〉四宮一総(日

糟 野 潤 (龍谷大先端理工) 坂 真智子 (株) エ ス コ) 高橋あかね (オルガノ(株) 野間誠司 (佐賀大農) 福島 健(東邦大薬)宮下振ー (産業技術総合研究所) 森山孝男 (株) リ ガク)

稲川 有徳 (宇都宮大院地域創生科学)

久保田 哲央 (アジェン・ディッコラン・(東)) 島田健吾 (石福金属興業株)) 合合哲 行 (千葉工業大先進工) 橋本 剛 (上智大理工) 松神秀徳 (国立環境研究所) 森 勝伸 (高知大理工) 山﨑由貴 (国立医薬品食品衛生研)

實 (化学物質評価研究機構)

R 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

盛田伸一(東北大院理)

〒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9号(通巻585)

2023 年 9 月 1 日印刷 2023 年 9 月 5 日発行

坂 牧

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.

2024 年度本部委員会功労賞候補者推薦について

日本分析化学会は、多年にわたって本会本部委員会及び小委員会で活動し、本学会を通じて分析技術の発展に貢献された方を表彰して「本部委員会功労賞」を贈呈します。

下記の本部委員会功労賞規程により 2024 度本部委員会功労賞候補者を募集します. 関係各位におかれましては, 適任者がおられましたらご推薦くださいますようお願い申し上げます.

『本部委員会功労賞規程』

- 第1条 本会に本部委員会功労賞を設け、多年にわたり公益社団法人日本分析化学会本部委員会及び小委員会で活動 し、本学会を通じて分析技術の発展に貢献した者に、これを贈呈する、対象となる委員会は別紙に定める。
- 第2条 本部委員会功労賞は、賞状を年会又は討論会において贈呈する.
- 第3条 本部委員会功労賞候補者の推薦者は、本部委員会委員長及び現在休止・廃止している委員会については元委 員長とし、その委員会に所属する者又は過去に所属した者を推薦することができる。複数の委員会の活動を 合わせて申請することができる。
- 第4条 前条によって推薦される者は、本会正会員にして、申請する年の2月末日をもって、合計10年以上第1条 の活動に従事した者とする
- 第5条 候補者の推薦に際しては、次の(1)~(2) に規定する書類を電子媒体にて、指定された日までに本会に提出するものとする。
 - (1) 推薦書(2) 被推薦者理由書(いずれも本会所定の用紙)
- 第6条 各委員会からの申請は各年で3件以下とする. 授賞数は10件程度とする.
- 第7条 本部委員会功労賞候補者の選考は、本部委員会功労賞審査委員会において行う。審査委員は、理事会が本会副会長及び庶務担当理事より5名を選考し、会長がこれを委嘱する。委員長は、筆頭副会長又は表彰業務担当副会長とする。
- (別紙) 本部委員会功労賞の対象となる委員会

標準物質委員会,技能試験委員会,分析化学技術者教育企画委員会,分析士認証委員会,ぶんせき編集委員会,分析化学編集委員会,Analytical Sciences 編集委員会,X-ray Structure Analysis Online 編集委員会,広報委員会,会員・広報協議会,学術振興協議会,学術会合協議会及びそれらに属する小委員会(以下省略)

√-

- 1) 2024年度本部委員会功労賞授賞式は、2024年9月12日(木)第73年会(名古屋工業大学)において行う予定です。
- 2) 推薦書類(推薦書,被推薦者理由書:本会所定の用紙)は、下記期限までに提出してください。
- 3) 推薦期限: 2023年12月31日
- 4)推薦書類提出先:日本分析化学会本部委員会功労賞係(E-mail:shomu@jsac.or.jp)
- 5) 所定の書類を入用の場合は、https://www.jsac.jp/jsac/rule/commendation/ からダウンロードしてください.

第 388 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

HPLC はサンプルが固定相と移動相のどちらに分配するか、その差によって分離を行います。固定相は逆相、順相、イオン交換などさまざまな分離モードがあり、良好な分離を得るためにはカラムの選択が重要です。本例会では、HPLC の分離技術について、分離のメカニズムや各種カラムの性能や特長をはじめとした基礎的な内容から具体的な使用方法について講演をしていただきます。

期日 2023年10月20日(金)13.00~16.55

会場 (㈱日立ハイテクサイエンス サイエンスソリューションラボ東京〔東京都中央区新富 2-15-5 RBM 築地ビル,交通:東京メトロ有楽町線「新富町」駅より徒歩1分(5番出口利用),東京メトロ日比谷線「築地」駅より徒歩4分(4番出口利用),JR京葉線・東京メトロ日比谷線「八丁堀」駅より徒歩8分(A3出口利用)〕

 $\label{lem:https://www.google.com/maps/search/?api=1&query=35.6} $71216\%2C139.775152$

講演主題 HPLC の分離技術について考える 講演

講演主題概説 (オーガナイザー) (13.00~13.05)

(㈱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)

- 1. 目的成分に応じた ODS カラムの選択方法(13.05~13.40) (ジーエルサイエンス㈱)太田茂徳
 - (LC 分析士初段)
- 2. C18 以外の逆相 LC 固定相と, 選択性について (13.40~14.15)

(㈱クロマニックテクノロジーズ) 小山隆次 (LC 分析士二段)

3. イオン交換クロマトグラフィーの基礎原理とアプリケー ション (14.15~14.50)

> (三菱ケミカル(株)) 福田義人 (LC 分析士初段)

休憩 (14.50~15.10)

4. コアシェル充塡剤の特長 (15.10~15.45)

(株クロマニックテクノロジーズ) 長江徳和 (LC 分析十二段)

5. UHPLC の高速性能と高分離性能は本当にトレードオフ 関係なのか? (15.45~16.20)

> (株)日立ハイテクサイエンス) 伊藤正人 (LC 分析士五段)

6. 総括「HPLC の分離技術について考える」(16.20~16.55) (東京理科大学) 中村 洋

 $(LC \ \forall A \ A \ B -, \ LC/MS \ \forall A \ A \ B -)$

- 参加費 LC 研究懇談会・個人会員:1,000 円, LC 研究懇談会・ 団体会員及び後接学会会員: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 10月13日(金)(入金締切時刻:15時まで) 申込方法

1. 参加希望者は、下記申込先にアクセスし、氏名、勤務先 (電話番号)、LC 会員・協賛学会会員・その他の別及び 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388 回液体クロマトグラフィー研究懇談会申込み受付 (自動返信)」のメールが届きます、メールが届かない場 合は、世話人までお問い合わせください。
- 3. 申込み受付のメールを受領後、必ず期限内に参加費の納入を行ってください。期限内に参加費納入が確認できない場合、参加申込みを無効とし参加 URL を発行しませんので、十分ご注意ください。なお、一旦納入された参加費は、返金いたしません。
- 4. 参加費の納入が確認できた方には、2023 年 10 月 13 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/6fE78TRUXkhZo9QZA

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 (㈱日立ハイテクサイエンス 清水克敏 [E-mail: katsutoshi.shimizu.wp@hitachi-hightech.com]

2023 年度関東支部「新世紀賞」·「新世紀新人賞」 候補者募集

関東支部では2000年より新世紀賞および新世紀新人賞を設け、表彰を行っています。適当な候補者がおられましたら、ご推薦の程お願いいたします。

- 新世紀賞資格 ① 2023 年 4 月 1 日現在で満 36 歳以上 45 歳以下の者で関東支部所属の正会員. ただし、上限年齢を超えても受け付ける場合*がある. ②研究業績は、本会論文誌またはその他の論文誌に公表されたものでなければならない. ③ 受賞の基礎となる研究業績が共同研究の場合は、主たる研究者について適用する. ④候補者となるべきものは会員の推薦によるものとする(自薦を含む). ⑤ただし、日本分析化学会奨励賞受賞者は除く.
 - *上限年齢は、研究職からの異動、産休・育休、また長期療養などのライフステージを考慮する.
- 新世紀新人賞資格 ① 2023 年 4 月 1 日現在で満 35 歳以下の関東支部所属の正会員. ②研究業績は、本会論文誌またはその他の論文誌に公表されたものでなければならない. ③受賞の基礎となる研究業績が共同研究の場合は、主たる研究者について適用する. ④候補者となるべきものは会員の推薦によるものとする(自薦を含む). ⑤ただし、日本分析化学会奨励賞受賞者は除く.

提出書類

新世紀賞 ①推薦書 (関東支部 HP (https://kanto.jsac.jp/award/)よりダウンロード),②推薦理由書 (A4 判用紙を縦(1 行 45 字×40 行) に使用し、本文及び文献(主要論文)を

M2 ぶんせき 2023 9

合わせて3ページ以内で作成すること), ③添付資料 (特に 重要な論文の別刷, その他審査の参考となる資料)

新世紀新人賞 ①推薦書 (関東支部 HP (同上) よりダウンロード),②推薦理由書 (A4 判を縦(1行45字×40行) に使用し、本文及び文献リスト(主要論文等)を合わせて3ページ以内で作成すること),③添付資料(特に重要な論文・特許等の写し、3編以内)

提出方法 上記書類を電子ファイルとし、推薦者より書類提出 先記載の E-mail アドレス宛送信(cc:候補者)のこと(た だし自薦の場合は候補者より送信、いずれも押印不要). ①、 ②についてはそれぞれ1件のファイルとすること。③については複数のファイル送付も可とするが、必要最小限とすること(いずれも PDF ファイルを推奨). なお、事務局にてメールおよびファイルを受信後、受領通知が送信されるので、確認のうえ、受領通知のメールは保管のこと。送信後1週間以内に受理通知が届かない場合は書類提出先アドレスに必ず問い合わせのこと。

締切日 2023年10月31日(火)必着

書類提出先 日本分析化学会関東支部事務局

(E-mail : kanto@jsac.or.jp)

分析化学イノベーションフォーラム助成の案内

日本分析化学会関東支部では、このたび広い意味での分析・計測研究分野およびその利用による科学現象の機構解明に関する学術的・技術的に重要なテーマの解決を目指す「分析化学イノベーションフォーラム(以下、フォーラムと略)」を募集し、その活動を支援することといたしました。本フォーラムでは、産官学が共同で研究することで人的交流を促進し、分析化学イノベーションに資することを目的とします。全国の会員からの積極的なご応募を期待しています。

応募資格 申請者は、正会員1名を含む総数4名以上のフォーラム委員会を構成する。なお、経理担当者は関東支部所属の正会員とする。また、非会員の委員は採択され次第、日本分析化学会に入会すること。

応募締切 2023 年 10 月 31 日 (火)

助成期間 2023年12月から2025年2月

件数と金額 1件以内. 70万円を上限に支給する.

助成内容等 フォーラム運営費にのみ支払可能とする. 具体的には、旅費、謝金、会議費、印刷費とする. なお、年1回以上、会計報告および進捗状況の報告を行うものとする.

照会・申請書提出先 kanto@jsac.or.jp

第17回茨城地区分析技術交流会

主催 (公社)日本分析化学会関東支部・同茨城地区分析技術 交流会

期日 2023年12月1日(金)

会場 ザ・ヒロサワ・シティ会館〔茨城県水戸市千波町東久保 697、交通:JR 常磐線「水戸」駅、バス・タクシーで 20 分 あるいは徒歩 20 分〕

プログラム

12.00~受付

12.30~12.35 開会挨拶

(㈱日立ハイテクサイエンス) 坂元秀之

12.35~13.25 化粧品の分析 (㈱コーセー) 安田純子

13.30~14.20 発生気体分析―質量分析の高度化とその応用

((国研)産業技術総合研究所) 津越敬寿

14.25~15.45 ポスター発表 (分析研究, 技術開発の紹介など)

15.50~16.40 配向試料の重ね合わせにより生じる円二色性 ((共)高エネルギー加速器研究機構) 武智英明

16.40~16.45 閉会挨拶

((独) 茨城工業高等専門学校) 澤井 光 17.00~18.30 情報交換会

ポスター発表申込 電子メールにて(はがきも可)①発表題目、②所属、③発表者氏名(発表者に○)、④発表区分(学生 or 一般)、⑤連絡先を明記のうえ、下記連絡先までお申し込みください、申込締切は 10月27日(金)です。なお、ポスター賞(学生および一般)を設けていますので、奮ってご応募ください。

ポスター発表要旨 A4 用紙 1 枚(上下左右マージン 25 cm)に、①発表題目、②所属、③発表者氏名(発表者に○)、④ 発表要旨(形式自由)を記入し、原則として PDF ファイルにて下記連絡先まで電子メールでお送りください(郵送も可)、提出締切は 11 月 3 日(金)です。なお、ポスターサイズは A0 に収まるサイズで作製してください。

参加費 無料

情報交換会 講演及びポスター発表終了後,講師を囲んで情報 交換会を開催します. 会費 3,000 円 (一般), 1,000 円 (学生) は当日受け付けます.

参加申込 交流会参加希望者は、所属、氏名、情報交換会参加 の有無を明記のうえ、11月17日(金)までに、電子メール にて下記連絡先へお申し込みください.

連絡先 〒104-0041 東京都中央区新富 2-15-5 RBM 築地 ビル ㈱日立ハイテクサイエンス 坂元秀之

[E-mail: hideyuki.sakamoto.uh@hitachi-hightech.com] なお、交流会の情報の詳細は、下記アドレスの茨城地区のページをご参照ください。

https://kanto.jsac.jp/ibaraki/

第 29 回 LC & LC/MS テクノプラザ

~講演&参加者募集~

主催 (公社)日本分析化学会液体クロマトグラフィー研究懇 談会 (LC 懇)

共催 LC シニアクラブ

後援 (公社)日本分析化学会,(公社)日本化学会,(公社)日本 本本学会

LC および LC/MS を日常的に利用しているオペレーター,技術者の方々の情報交換,問題解決・相互交流の場として,標記テクノプラザを開催します。本プラザの特色は、従来の機器・カタログ展示や一般講演に加え、現場の共通の悩みをその都度「集中テーマ」として取り上げ、実例を材料として具体的に議論することです。問題を解決できた例,問題提起の段階でとどまっている例、これから問題になりそうな事柄などが、いずれも「集中テーマ」の対象になります。

この会の主要な目的の一つは、発表していただいた個々の問題を参加者全体の共通の認識にすることにあります。したがって、未解決の問題や失敗例でも一向に構いません。役に立つ情報であれば、いわゆるオリジナリティーには必ずしもこだわりません。なお、本テクノプラザの講演者は、次年度の「液体クロマトグラフィー努力賞」の審査対象となります。

期日 2024年1月18日(木):19日(金)

会場 横浜市金沢産業振興センター [神奈川県横浜市金沢区福浦1-5-2, 電話:045-782-9700, 交通:① JR 京浜東北・根岸線「新杉田」駅から、金沢シーサイドラインで11分の「産業振興センター」駅より徒歩1分、②京浜急行線「金沢八景」駅から、金沢シーサイドラインで14分の「産業振興センター」駅より徒歩1分.

講演募集分類 ①集中テーマ:(A) 前処理における諸問題,

(B) 分離における諸問題, (C) 検出・データ解析における 諸問題, (D) 未解決の諸問題, 教訓的失敗例, ②一般テーマ.

なお、以下の講演・表彰なども予定されております。啓育講演(中村 洋、東京理科大学)、LC/MSマイスター講演(竹澤正明、東レリサーチセンター)、現地世話人講演(川口研、産総研)、CERIクロマトグラフィー分析賞受賞講演、LC科学遺産認定講演、POTY賞受賞講演、ベストオーガナイザー賞表彰(髙橋 豊、エムエス・ソリューションズ)、第28回テクノプラザベストプレゼンテーション賞表彰。

発表形式 口頭発表およびポスター発表

講演申込先 LC 懇のホームページから下記 URL に必要事項 を明記してください.

①講演申込 URL

https://forms.gle/XqL9NnhjoxtzttXF9 (この URL から参加申込は禁止)

講演申込締切 12月7日(木)

講演要旨締切 12月21日(木)執筆要領に従って要旨を作成し、電子メールに添付.

講演要旨執筆要領

- 1. 日本語は MS 明朝, 英数字は Century で入力.
- 2. A4 判白紙を縦に使用し,横17 cm,縦25 cm の枠内(標準は1行38字,1枚38行)にワープロで1~2枚作成してください. 要旨集はA4判で作製します.
- 3. 講演番号記入 (14 ポイント) 欄として, 1 枚目の左上隅 (左8字×4行分) は空白としてください.
- 4. 講演題目(強調14ポイント)を書き,1行空けて発表者の所属と氏名を書く(強調12ポイント). 所属は括弧内にまとめ,氏名にはふりがなを,また発表者の氏名の前には○印を付けてください.
- 5. 所属・氏名の下を1行空けて,目的,実験,結果,考察などに分けて本文(10.5ポイント)を書いてください.
- 6. 2枚目は最上段から書いてください.

要旨提出先 Word 版と PDF 版を下記に添付してください. E-mail: nakamura@jsac.or.jp

登録費 一般 5,000 円, 学生 3,000 円.

情報交換会 1月18日 (木) 17時30分より大会議室 (参加費5,000円)

参加申込先 プログラムは編成が終わり次第, LC 懇ホーム ページに掲載しますので, 下記 URL より登録申込, 情報交換会申込, 昼食申込をしてください.

昼食に関するご注意 会場内には定員 20 名程度の軽食店があるのみで、最寄り駅付近にも適当な店がありません。そこで、会期中は昼食用に大会議室を11時~13時に確保しましたので、昼食(飲み物付き、1,200円)が必要な場合は併せて申込をしてください。

②参加および昼食の申込 URL

https://forms.gle/iYaQLwyjJWUT5o7C8

参加申込および登録費等納入締切日 1月4日 (木) (入金締切時刻:15時まで)

銀行送金先 りそな銀行五反田支店(普通)0802349, 口座名義:シヤ)ニホンブンセキカガクカイ[(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]

──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69回ポーラログラフィーおよび 電気分析化学討論会

主催 日本ポーラログラフ学会

期日 2023年10月25日(水)・26日(木)

会場 福江文化会館

ホームページ http://www.polaro.jp/meeting.html

連絡先 〒852-8521 長崎県長崎市文教町 1-14 長崎大学大学院工学研究科 物質科学部門 討論会世話人 相樂隆正 (電話・FAX:095-819-2676, E-mail:polaro2023nagasaki @gmail.com)

プラズマ分光分析研究会第 120 回講演会

―微量元素の視点で SDGs を考える―

主催 プラズマ分光分析研究会

期日 2023年10月27日(金)

会場 京都大学宇治おうばくプラザきはだホールおよび Zoom によるオンライン

ホームページ https://plasma-dg.jp/

連絡先 プラズマ分光分析研究会事務局 梅村知也 〔電話:042-816-3001, E-mail:office@plasma-dg.jp〕

「日本膜学会第 45 年会」・「膜シンポジウム 2023」 合同大会

主催 日本膜学会

期日 2023年11月20日(月)~22日(水)

会場 早稲田大学リサーチイノベーションセンター(121 号館) B1F

ホームページ

http://www.maku-jp.org/symposium/

連絡先 〒113-0033 東京都文京区本郷 5-26-5-702 日本膜学会事務局〔E-mail:membrane@mua.biglobe.ne.jp〕

実用表面分析セミナー 2023

主催 (公社)日本表面真空学会関西支部

期日 2023年11月22日(水)

会場 神戸大学百年記念館六甲ホール

ホームページ https://www.jvss.jp/chapter/kansai/kansai_ iitsuvou24/

 連絡先
 〒601-8510
 京都府京都市南区吉祥院宮ノ東町 2

 ㈱堀場製作所
 日本表面真空学会関西支部
 幹事
 廣瀬
 潤

 (電話: 090-5656-8504, E-mail: jun.hirose@horiba.com)

M4 ぶんせき 2023 9

お知らせ

第38回分析電子顕微鏡討論会

主催 (公社)日本顕微鏡学会分析電子顕微鏡分科会期日 2023年11月30日(木)・12月1日(金)会場 オンラインでの開催(Zoomを予定)ホームページ

https://sites.google.com/view/bunseki-denken38 連絡先 〒860-8555 熊本県熊本市中央区黒髪 2-39-1 工学部研究棟I 908 号室 熊本大学半導体・デジタル研究 教育機構 分析電子顕微鏡討論会事務局 佐藤幸生 〔電話:096-342-2281, E-mail:sato-yukio@kumamoto-u.ac.jp〕

新アミノ酸分析研究会第13回学術講演会

主催 新アミノ酸分析研究会 期日 2023年12月8日(金) 会場 大田区産業プラザ Pio

ホームページ http://jsa3.s2.weblife.me/

連絡先 新アミノ酸分析研究会 第13回学術講演会事務局

(E-mail: aminoacidanalysis2011@gmail.com)

「お知らせ」欄原稿について

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

本会外から掲載をご希望の場合は以下をご参照ください.

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

国際会議以外の共催,協賛,後援に関する規程抜粋 (共催)

- 8. 討論会, 講演会等の共催とは, その討論会, 講演会等の開催について, 本会は主体性を持たず, 会誌等を通じて広報活動等の援助を行う場合をいう.
- 9. 本会が討論会,講演会等を共催する場合は,その討論会,講演会等の主要議題が本会の専門分野と関連を持ち,本会正会員が会議の準備,運営等の委員に若干名加わることを条件とする.
- 10. 本会が共催する討論会, 講演会等に対しては, 他学協会長等の申し出によって会誌等による広報活動の援助を行う. 特に理事会の承認を得て分担金を支出することがある.

(後援又は協賛)

- 11. 討論会, 講演会等の後援又は協賛とは, 本会がその討論会, 講演会等の開催に賛同し, 後援又は協賛団体の一つとして, 本会名義の使用を認める場合をいう.
- 12. 本会が討論会, 講演会等を後援又は協賛する場合は, その 討論会又は講演会が分析化学に関連を持ち, その開催が本会 会員にとっても有意義であることを条件とする.
- 13. 本会が後援又は協賛する討論会, 講演会等に対しては, 希望に応じ会誌等による広報活動の援助を行うことがある.

『ぶんせき』再録集 vol. 1 出版のお知らせ

ぶんせき誌の過去記事の有効利用の一環として、記事をまとめて書籍化するという試みを行っています。2021年5月10日に、『ぶんせき』再録集 vol. 1 が出版されました。この巻には、2011年から2020年まで、10年間分の〈ミニファイル〉の記事が詰まっています。たっぷり256ページ、2,750円(税込み)のお値打ち本です。多岐にわたる『知って得する分析化学の豆知識』を堪能できます。本書は下記10章からなり、それぞれに12から14の話題が集められています。

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

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

ぶんせき誌「技術紹介」の原稿募集

『ぶんせき』編集委員会

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

このような背景に鑑み、『ぶんせき』誌では新たな記事として「技術紹介」を企画いたしました.分析機器の特徴や性能、機器開発に関わる技術、そしてその応用例などを紹介・周知す

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

記

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

「分析化学」の掲載料についてのお知らせ

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

掲載料金計算式 (P:印刷ページ数) (単位:円)

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

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

*上記に消費税がかかります.

M6 ぶんせき 2023 9

ぶんせき 9 月号 掲載会社 索引

【ア行】	(株)ゼネラルサイエンス	(株)日立ハイテクサイエンス・・・・・・ A3
(株)アメナテック・・・・・・A5	コーポレーション・・・・・・ A4	フロンティア・ラボ(株)・・・・・・・A2
(株)エス・ティ・ジャパン・・・・・・ 表紙 4	【ナ行】	
【サ行】	日本分光傑······A1	製品紹介ガイド・・・・・・・ $A6 \sim 7$
(株)島津製作所・・・・・・・・・ 表紙 2	【八行】	
西進商事㈱・・・・・・ カレンダー裏	ビー・エー・エス(株)・・・・・・ 表紙 3	





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)



株式会社アメナテック

〒224-0003

横浜市都筑区中川中央 2-5-13 メルヴューサガノ 401

TEL: 045-548-6049 e-mail: info@amena.co.jp http://www.amena.co.jp

原子スペクトル分析

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

分子スペクトル分析

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** ㈱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

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** ㈱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

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

レーザー分光分析

レーザーアブレーション LIBS 装置 J200 伯東㈱システムプロダクツカンパニ-

電話 03-3355-7645 https://www.g5-hakuto.jp E-mail: info@g5-hakuto.jp

NMR·ESR·磁気分析

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/

クロマトグラフィー

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

-般財団法人化学物質評価研究機構 クロマト技術部 www.cerij.or.jp E-mail: chromato@ceri.jp

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㈱ 電話 03-3821-4777

https://www.buchi.com/ja

高速液体クロマトグラフ Chromaster 5610 質量検出器(MS Detector) ㈱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

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/

電気化学分析

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㈱ 電話 03-4571-1743

https://www.metrohm.jp

質量分析

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

熱分析

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 ㈱東京インスツルメンツ

電話 03-3686-4711 https://www.tokyoinst.co.jp

分析装置・関連機器

ユニット機器型フローインジェクション分析システム AOLA-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 ㈱アクアラボ 電話 042-548-2878 http://www.aqualab.co.jp

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&フューズサンプラ (株)アメナテック

http://www.amena.co.jp

英国エレメンタルマイクロアナリシス社製 CHNOS 有機・無機・同位体微量分析用 消耗品・標準物質等 アルファ サイエンス(株) http://www.alphascience.jp/ 電話 03-3814-1374 FAX 03-3814-2357 E-mail: alpha@m2.pbc.ne.jp

モジュール式ラマンシステム RAMAN-QE 高感度の小型ファイバ分光器,励起用レーザ,各種ラーンプローブを組み合わせたコンパクトなシステムです。 励起レーザ選択や光学系のカスタマイズもご相談ください。 オーシャンフォトニクス(株) https://www.oceanphotonics.com 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㈱ 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㈱ ※デモ機あります。

https://www.metrohm.jp

秒速粉砕機 マルチビーズショッカー®

ディスポ容器で岩石・樹脂・生体等の凍結粉砕も可能。 分析感度UP, 時間短縮, 経費節減に貢献。

安井器械㈱ 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

㈱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㈱ 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

(㈱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㈱ https://www.seishin-syoji.co.jp

RESEARCH POLYMERS

(株)ゼネラル サイエンス コーポレーション 電話 03-5927-8356(代) FAX 03-5927-8357 https://www.shibayama.co.jp E-mail: gsc@shibayama.co.jp

お求めの混合標準液を混合成分から検索できる!

農薬・動物用医薬品 混合標準液検索 WEBページで「和光 農薬 検索」で検索! 試薬でお困りの際は当社HPをご覧ください。 富士フイルム和光純薬㈱

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㈱ テクニカルサービス

電話 03-4531-1140 E-mail: ipts@merckgroup.com

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㈱ 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 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で必要な知識へのテキスト。

実教出版㈱ 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。 ㈱ディ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) 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 ㈱ディ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.)** ㈱ディ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-tky@jemic.go.jp

「本ガイド欄 | の掲載については下記にご連絡ください。 株明報社

電話 03-3546-1337 FAX 03-3546-6306

E-mail: info@meihosha.co.jp

分析化学DVDシリーズ

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





好評 発売中

1~3卷

監修:公益社団法人日本分析化学会

[一般] 35,000円(税別)

[(公社)日本分析化学会会員] **30,000** 円(税別)



分析および分析値の信頼性 ―信頼性保証の確立に向けて―

定価

(各巻)

- 1. 分析値の信頼性を確保するには 2.GLP での品質保証をえるためには
- 3. 分析機器/分析法のバリデーション
- 4. コンピュータ システム バリデーション



6. 外部査察



_____ [1巻] 分析機器/分析法のバリデーション



-[1巻] トレーサビリティと標準物質



[2巻] 高速液体クロマトグラフィーとは?



[2巻] HPLC装置



高速液体クロマトグラフィー HPLC

1. 高速液体クロマトグラフィーとは?

2. クロマトグラフィーの原理

3. カラム

4.HPLC 装置

5. 試料溶液の調製

6. 操作法

7. データ解析

8. 定性と定量の方法



[3巻] LC-MSの原理



[3巻] 応用編

3巻 34分

高速液体クロマトグラフィー質量分析法 LC-MS

1.LC-MS の原理

2.LC-MS 装置の構成

3.LC-MS 装置の各部 4. 測定時の注意事項 5. メンテナンス

6. 試料の前処理

7. データ解析

8. 応用編

お問い合わせ・ご注文は

(公社) 日本分析化学会 DVD 係

〒141-0031

東京都品川区西五反田1-26-2五反田サンハイツ304号

10 03-3490-3351

Fax 03-3490-3572

Mail dvds@jsac.or.jp

BAS

光学式酸素モニターシステム

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

BAS FireStina

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



FireSting O2-C 酸素モニター(4ch)

【REDFLASH標識剤の 発光寿命検出から 酸素濃度を算出】





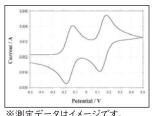
【センサー付きバイアル 内部の酸素濃度を外側 から測定可能】

分光電気化学測定

BAS SEC2020

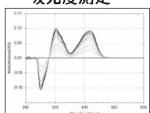
Q

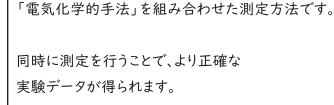
CV測定



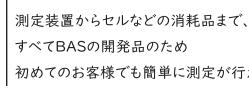
※測定データはイメージです。

吸光度測定





分光電気化学測定とは「分光法」と



モデル3325 バイポテンショスタット

SEC2020スペクトロメーターシステム

すべてBASの開発品のため 初めてのお客様でも簡単に測定が行えます。

● 製品の外観、仕様は改良のため予告なく変更される場合があります。

予算申請などですぐ見積書が必要なときに!

インターネット環境があれば いつでもご自身でご確認いただける

WEB見積書 が便利です!!



BAS ビー・エー・エス株式会社

本社 〒131-0033 東京都墨田区向島 1-28-12

東京営業所 TEL: 03-3624-0331 FAX: 03-3624-3387 大阪営業所 TEL: 06-6308-1867 FAX: 06-6308-6890 実験用途に適したサンプリングアクセサリーも豊富にラインアップしています。 詳しくはホームページまで!! BAS 光ファイバー

製品情報・技術情報などBASの最新情報はメールニュースで

随時配信しております。配信ご希望の方はお気軽にお問合せ下さ $_{
m th}$ $_{
m a}$ E-mail: sp2@bas.co.jp



ESIイオン源一体型マイクロチップ・キャピラリ電気泳動装置

ZipChip™

お使いのMSが高速CE-ESI/MSになります!

ZipChip[™]プラットフォームは、キャピラリ電気泳動 (CE) とエレクトロスプレーイオン化 (ESI) を一つのマイクロ流体チップ に統合し質量分析を行うシステムです。

広範囲の生体試料の調製、分離、イオン化を迅速に行い試料 を質量分析計へ直接導入可能です。

CE/ESIチップはユニット内にクリップで装着するだけです。 分析時間は通常3分程度で完了し、ほとんどのLCよりも短時間でより良い分離品質を得ることができます。

シンプルなワークフローと複数のキットオプションにより、 多数のバイオセラピー、メタボローム、およびプロテオミクスの アプリケーションをサポートします。

ZipChip™の特徴

- ●迅速な分析時間(ほとんどの分析時間は2~3分)
- ●高感度・高安定のナノレベルスプレー
- 少ない試料消費(ピコグラム~ナノグラム)
- ●オンラインの脱塩により、サンプル調製が最小限



アプリ別に便利な分析キットが用意されています。

- ●ペプチド用 ●インタクトタンパク質用
- ●ネイティブタンパク質用
- ●代謝物 (アミノ酸) 用 ●オリゴ核酸用

下記メーカーの質量分析計でご使用いただけます。

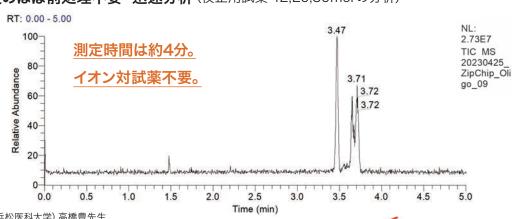
- ThermoFisher Scientific社
- ●Bruker社 ●SCIEX社

(対応モデル名・型式につきましては別途ご照会ください。)

測定例

オリゴ核酸のほぼ前処理不要・迅速分析(校正用試薬 12,20,30merの分析)

オリゴ核酸は(U)HPLCの金属配管などに吸着し易いため、核酸医薬品の分析にはバイオイナートな(U)HPLCが用いられますが、ZipChipではそのような配慮は一切不要であり、簡便で迅速な分析が可能です。



データ提供:株式会社プレッパーズ(浜松医科大学)高橋豊先生

輸入総販売元

株式会社 エス・ティ・ジャパン

http://www.stjapan.co.jp

東京本社/

〒103-0014 東京都中央区日本橋蛎殻町1-14-10 TEL: 03-3666-2561 FAX: 03-3666-2658

大阪支店/

〒573-0094 大阪府枚方市南中振1-16-27 TEL: 072-835-1881 FAX: 072-835-1880