

第 356・357 回ガスクロマトグラフィー研究懇談会 講演会

ガスクロマトグラフィー研究懇談会設立 60 周年記念
奨励賞受賞講演要旨集

2018 年 3 月 2 日（金） 於：北とぴあ 13F 飛鳥ホール

2018 年 5 月 11 日（金） 於：北とぴあ 15F ペガサスホール

【主催】

（公社）日本分析化学会

ガスクロマトグラフィー研究懇談会（設立 1958 年）

<目次>

ガスクロマトグラフィー研究懇談会設立 60 周年に寄せて (前 GC 研究懇談会委員長) 前田 恒昭

ガスクロマトグラフィー研究懇談会設立 60 周年記念 表彰授賞者

第 356 回ガスクロマトグラフィー研究懇談会 研究会
「ガスクロマトグラフィーと共にある明るい未来」講演要旨集

第 357 回ガスクロマトグラフィー研究懇談会 講演会
「基礎講座 知っておくべき実験室の管理について」
ー化学物質、高圧ガス、天秤の取り扱いと管理ー 講演要旨集

運営委員名簿

ガスクロマトグラフィー研究懇談会設立 60 周年に寄せて

ガスクロマトグラフィー研究懇談会
前委員長 前田 恒昭

2008年に委員長を仰せつかり、同年の12月に第294回講演会を開催して設立50周年のご挨拶をさせていただきました。それから早いもので10年が経ち、会員の皆様、運営委員の皆様の協力等により無事設立60周年を迎える事になりました。深く御礼申し上げます。この10年間ですが、2009年には研究会開催300回を記念して特別講演会を開催し、その後も研究会・特別講演会などを継続して毎回100名を越える参加者を集め、今回が第356回になります。研究懇談会開催300回の節目には研究懇談会の活動実績や様々なイベントなどを記録して資料を残しwebにも掲載してきました。ガスクロマトグラフィー誕生60周年を記念した2012年度には表彰式を行い盛大にお祝いしました。記念事業としてガスクロマトグラフィーの歴史に関わる貴重な資料を集めており、整理できたものからWebで公開しております。今回の設立60周年では記念式典などの特別な行事はありませんが、節目でもあり表彰を行います。既に奨励賞の受賞者は決定しており、第356回研究会と第357回研究会において授賞式と受賞講演を行います。この受賞者の方々は素晴らしい業績を挙げており、これからのますますの活躍が期待されます。

この10年で研究懇談会が実施している事業の年間活動のパターンも定着してきました。研究会は特色を出せるよう計画し、5月の研究会ではガスクロマトグラフィーの基礎をしっかり学ぶ事に重点をおいて参加者に受講証を発行しております。12月には特別講演会としてガスクロマトグラフィーの分野で話題となる主題を設定して様々な分野で活躍している方を講師として招きご講演いただいております。この特別講演会の予稿集を国会図書館に寄贈して活動の記録を残しております。特別講演会開催時には講演要旨に広告を掲載し講演会場でも展示会を併設して会員の情報交換の場としております。また、総会の後の研究会ではガスクロマトグラフィーの技術の進歩に合わせた講演を中心に技術講演と無料展示を併せて会員への情報提供の機会としております。全ての研究会では講演終了後に開催する意見交換会を含めて研究会とし、参加者と講師、運営委員や展示企業等との情報交換・交流の場としております。参加できなかった会員の為には演者から提供された講演会の講演資料をWebに掲載しております。7月末から8月初めにかけて開催するキャピラリーコラムを用いたガスクロマトグラフィーの実習も第17回(2011年)から実習会場を首都大学東京から麻布大学に変えて継続し、2017年に23回を数えました。運営委員を出している企業の協力を得て、多数の方に受講いただいております。また、見分を広め交流を深めることを目的として可能な範囲で見学会を開催しております。

この他の活動では、分析機器工業会と協力して分析展開催時にガスクロマトグラフィーの基礎を学ぶ講習会を開催し、分析化学年会では特別講演を開催して年会参加者に話題提

供を行っております。国際活動としては2004年に始めた日中韓シンポジウムの日本側実行委員会事務局を務め、2017年度に分析化学会の本部事業として業務を移管しました。参加する研究者たちの研究分野を細分化したり限定したりすることなく、分析化学全般にわたる話題紹介と研究者間の持続的な交流の場として研究懇談会ならではのユニークなシンポジウムになっております。研究懇談会はこのように運営委員や会員の協力の下で非常に活発な活動を続けております。

ここ10年の間に、持続可能な運営を行うべく運営委員の増強と若手の参加を促進してきました。特別講演会の主題や研究会での話題を振り返ってみるとガスクロマトグラフィーが活躍している分野の幅広さが伺えますが、大学での基礎的な研究が減り、応用分野の広がりとともに学会も応用分野毎に細分化した研究内容毎の集まりとなり分析化学会での発表も減ってきている状況が続いています。それにもかかわらず研究懇談会主催の研究会の参加者は会員と会員外がほぼ同数参加で賑わう状況が続いております。同じ分野で集まることは情報が集約され研究の方向性などもある程度共有できるので効率が良いように見えますが、問題となっている事や困っている部分などが実は別の分野では簡単に解決されていたり、問題にもならないこともあります。分析化学の中でもガスクロマトグラフィーの裾野は非常に広いので、研究分野を限定しないガスクロマトグラフィー研究懇談会が果たす役割は異分野交流の意味を持ちその重要性を増していくことと思います。また、研究懇談会の役割として基礎をしっかりと学ぶ機会を提供し、優れた応用研究を育む場を提供する事がますます重要になっていくことと思います。ガスクロマトグラフィーの分野の発展は、ドラえもののポケットから取り出される道具のようにこんなものがあつたらいいな、こんなことができたらいいなという研究者・ユーザーの要求に研究者自身やメーカーが答えてきた結果だと思えます。

研究懇談会としては最新の研究を競い合う場でなく、参加者が情報交換や意見交換を通じて応用分野を広げていく場を提供し、思わぬ発明発見や技術の進歩を生み出すような活発な情報交換が行えるよう、また、会員が使い勝手が良い交流の場を提供していくことを続けていけるよう配慮して運営してきました。会員はピーク時の三分の一以下にまで減少し、約100名程度で推移しておりますが、次の10年の活動と発展を期待して今回の講演会の主題を「ガスクロマトグラフィーと共にある明るい未来」としました。研究懇談会は分析化学会本部と同様に会員がいなければ維持できません。研究懇談会の活動を支えるために活動趣旨に御賛同いただける方には是非とも会員になって、可能であれば運営委員として協力いただき会を盛り立てていくようお願い申し上げますと共に現会員の皆様には一層のご支援・ご協力をお願いいたします。そして、力を合わせてガスクロマトグラフィーと共にある明るい未来に向けて進んでいけるようよろしくお願い申し上げます。

ガスクロマトグラフィー研究懇談会設立 60 周年記念 表彰授賞者

【2018 年 3 月 2 日、北とぴあ(講演・表彰)】

奨励賞

庄田 慎矢 (国立文化財機構 奈良文化財研究所)

「ガスクロマトグラフィーを用いた新しい考古学研究法」に関する研究

小林 永佑 (株式会社 島津製作所)

「燃料電池開発に伴うガス分析へのガスクロマトグラフィーの応用」に関する研究

関口 桂 (アジレント・テクノロジー 株式会社)

「キャピラリーカラムのスイッチング技術と選択性検出器の組み合わせによる新規応用分野の開拓」に関する研究

松井 和子 (フロンティア・ラボ 株式会社)

「熱分解ガスクロマトグラフィーを用いた技術開発と応用」に関する研究

【2018 年 5 月 11 日、北とぴあ(講演・表彰)】

奨励賞

岩田 祐子 (警察庁 科学警察研究所)

「ガスクロマトグラフィー同位体質量分析法を用いた違法薬物の異同識別」に関する研究

内川 貴志 (佐賀県警察本部 科学捜査研究所)

「ガスクロマトグラフィーフーリエ変換赤外分光検出法を用いた違法薬物の異性体識別法」に関する研究

研究功績賞

津田 孝雄 (有)ピコデバイス)

杉田 和俊 (麻布大学)

技術功績賞 (個人)

渡辺 忠一 (フロンティア・ラボ(株))

佐々野 僚一 (株)アイスティサイエンス)

技術功績賞 (団体)

(株)島津製作所

アジレント・テクノロジー(株)

ジーエルサイエンス(株)

日本電子(株)

ゲステル(株)

西川計測(株)

フロンティア・ラボ(株)

サーモフィッシャーサイエンティフィック(株)

日本分析工業(株)

(有)ピコデバイス

貢献賞 (個人)

安藤 晶 (ジーエルサイエンス(株))

大川 真 (株)日立ハイテクサイエンス)

大森 啓 (トレイジャンサイエンティフィックジャパン(株))

岡野谷 和則 (株)伊東園)

金子 広之 (東京化成製造サービス(株))

金丸 新 (ケイサイエンス(株))

神田 広興 (ゲステル(株))

佐藤 博 (長崎国際大学)

瀬戸 康雄 (科学警察研究所)

園部 淳 (株)エア・リキード・ラボラトリーズ)

代島 茂樹 (アジレント・テクノロジー(株))

田中久光 ((公社)日本分析化学会)

土屋 文彦 (サーモフィッシャーサイエンティフィック(株))

中村 貞夫 (アジレント・テクノロジー(株))

中里 正光 (ジーエルサイエンス(株))

西島 功（日本電子(株)）
野口 政明（テクノインターナショナル(株)）
羽田 三奈子（アナリティクセンス(株)）
藤峰 慶徳（大塚製薬(株)）
本田 俊哉（(株)日立製作所）
前田 恒昭（元（国研）産業技術総合研究所）
牧岡 真吾（(株)島津製作所）
山上 仰（西川計測(株)）
鰐川 彰（アサヒビール(株)）
和田 豊仁（(株)島津製作所）

貢献賞（団体）

エスアンドエー・ラボ(株)
シグマアルドリッチジャパン合同会社
トレイジャンサイエンティフィックジャパン(株)
東京化成工業(株)
ケイサイエンス(株)
(株)アイスティサイエンス
(株)島津ジーエルシー
テクノインターナショナル(株)
(株)ジェイ・サイエンス・ラボ
信和化工(株)
（一財）化学物質評価研究機構
(株)日立ハイテクサイエンス
(株)パーキンエルマージャパン
エーエムアール(株)
NISSHA エフアイエス(株)
高千穂化学(株)
エアリキード工業ガス(株)
金陵電機(株)
ピークサイエンティフィックジャパン(株)
アステック(株)
レステックコーポレーション日本支社

第 356 回ガスクロマトグラフィー研究懇談会 研究会

「ガスクロマトグラフィーと共にある明るい未来」

ガスクロマトグラフィー研究懇談会設立 60 周年記念
奨励賞受賞講演要旨集

2018 年 3 月 2 日 (金)

於：北とぴあ 13F 飛鳥ホール

第 356 回 ガスクロマトグラフィー研究懇談会特別講演会

主題：「ガスクロマトグラフィーと共にある明るい未来」 — ガスクロマトグラフィー研究懇談会設立 60 周年記念奨励賞受賞講演 —

主催：(公社) 日本分析化学会ガスクロマトグラフィー研究懇談会

日時：2018 年 3 月 2 日 (金) 13:30-17:40

会場：北とぴあ 13F 飛鳥ホール (講演・展示)、17F 山海亭 (意見交換会)

(〒114-8503 東京都北区王子 1 丁目 11-1 http://www.kitabunka.or.jp/kitaku_info/rlink/summary-map)

<講演会プログラム>

13:30-13:45 開会の挨拶・表彰式 (GC 研究懇談会委員長) 前田 恒昭

13:45-14:30 [受賞講演 1]
「ガスクロを使ってのぞく古代人の鍋事情」 (国立文化財機構 奈良文化財研究所) 庄田 慎矢

14:30-15:00 [受賞講演 2]
「二次電池開発に伴うガス分析へのガスクロマトグラフィーの応用」 (榊島津製作所) 小林 永佑

15:00-15:30 休憩

15:30-16:00 [受賞講演 3]
「香気分析における GC/GC/MS の分析法の導入と開発」 (アジレント・テクノロジー(株)) 関口 桂

16:00-16:30 [受賞講演 4]
「熱分解-GC/MS を用いる未知ポリマーと微量添加剤の検索ソフトウェアとライブラリーの開発」
(フロンティア・ラボ(株)) 松井 和子

16:30-17:30 [技術講演]

1. 「EI によるソフトイオン化テクニック (VeV) の可能性」
(サーモフィッシャーサイエンティフィック(株)) 土屋 文彦

2. 「簡易捕集法による体臭分析例」 (ジーエルサイエンス(株)) 武田 まなみ

3. 「原子発光検出器 EPED を用いたハロゲン及び硫黄化合物の検出について」
(アステック(株)) 中台 遼平

17:30-17:40 閉会のご挨拶 (GC 研究懇談会委員長) 前田 恒昭

17:50-19:50 意見交換会 北とぴあ 17F レストラン 山海亭

<目次>

〔受賞講演 1〕

「ガスクロを使っのぞく古代人の鍋事情」

(国立文化財機構 奈良文化財研究所) 庄田 慎矢

〔受賞講演 2〕

「二次電池開発に伴うガス分析へのガスクロマトグラフィーの応用」

(株)島津製作所 小林 永佑

〔受賞講演 3〕

「香気分析における GC,GC/MS の分析法の導入と開発」

(アジレント・テクノロジー(株)) 関口 桂

〔受賞講演 4〕

「熱分解-GC/MS を用いる未知ポリマーと微量添加剤の検索ソフトウェアとライブラリーの開発」

(フロンティア・ラボ(株)) 松井 和子

ガスクロを使ってのぞく古代人の鍋事情¹

国立文化財機構 奈良文化財研究所 都城発掘調査部 主任研究員：庄田 慎矢

私は職業上、奈良の都、平城宮の発掘調査と出土遺物の調査研究を主な仕事にしています。ガスクロマトグラフィーとは縁もゆかりもなさそうなこの分野ですが、実は、そうではありません。この講演では、遺跡から出土する「土器」を題材にして、ガスクロマトグラフィーを用いた研究から、どんなことが分かっているのかを、私自身の関わった事例を中心に紹介します。

私たちが遺跡を発掘調査していると、実に様々な遺物が出土します。その中で、もっとも多く見かけるものの一つが、今回のお話の中心となる土器です。釉薬をかけない素焼きの焼き物のことを指します。土器は、中国南部やロシア極東、日本列島などの東アジア地域において世界でもっとも古く出現し、その出現が今から2万年前にまで遡るとも言われています。こうした土器の中には、今日の土鍋のように、食べ物の煮炊きに使われたものが少なからず存在していたことが分かっています。

平城宮ならずとも、日本全国の各地の遺跡からは、ほとんどの場合土器が出土します。この講演で紹介する「土器残存脂質分析」は、21世紀に入ってから注目を浴びている様々な考古化学的分析方法の中でも、土器が非常に多くの遺跡から出土するというその応用範囲の広さから、特に注目されている分野です。「土器残存脂質分析」は、その名の通り、土器の胎土や土器に付着したお焦げなどの物体に残された脂質を抽出・分析することで、その土器がどのような有機物を調理・加工するのに用いられたのかを明らかにしようとする方法です。まさに、ガスクロマトグラフィーが得意とする対象です。

言うまでもなく、脂質というのは、動植物に含まれる油脂やワックス、タールなど、水に溶けない生物物質の総称です。この分析で特に脂質を対象としている理由は、脂質が糖質やタンパク質などの他の生物物質よりも構造的に安定しており、数百年から数千年という長い時間が経過しても分解がある程度に留まっている可能性が高いためです。

近代考古学が始まって以来100年以上もの間、土器の研究というと、その形や文様などが主な研究対象になってきました。実際にその土器が何に使われたのかを知りたくても、遺跡での出土状況や煮炊きに使用した痕跡を手がかりに、間接的に推定するしか方法がありませんでした。しかし、この方法の登場によって、わずかこの十数年の間に、それまで知られていなかった様々な新しい情報が引き出されるようになりました。

たとえば、人類にとってたいへん重要な食料資源である乳の利用について、考古学者は伝統的な方法によっては直接的な証拠を遺跡から得ることができずにいました。しかし、近年の土器残存脂質分析の発達により、西アジアからアフリカ、ヨーロッパにかけての広い地域において、新石器時代の数千年間にわたって、土器を用いた乳製品の加工が盛んに行われていたことが、具体的な証拠をもって明らかにされました。

分析の具体的な手順は、次の通りです。遺跡から出土した土器片をアルミフォイルに包んで運び込み、実験室の中で電動ドリルを用いて粉にしていきます。といっても、土器片をすべてつぶしてしまうわけではありません。土器は貴重な考古資料ですから、当然、最小限の採取に止めます。通常は1～2g程度を採取しますので、土器の内面に2センチ角前後の凹みができる程度です。

¹ この発表文は、『文化遺産の世界』のコラムに掲載された内容を改変したものである。

「考古学の新しい研究法「考古生化学: Biomolecular Archaeology」2－土器残存脂質分析－」
<https://www.isan-no-sekai.jp/column/20170519>

また、サンプルとなる粉末を採取する前に、発掘調査で出土した際に付着していた土壌や、人の手を含め様々なものに触れた可能性の高い土器の表面を削り落とします。表面を削り落とした後に試料となる粉末を採取し、加熱殺菌済みのガラス容器に入れて保管・運搬します。この粉末に化学薬品を加え、さらにかく拌や加熱を行うことなどによって、粉末の中に残存している脂質を抽出します。

抽出がすんだら、不純物を取り除き、溶液を窒素ガスによって濃縮していきます。濃縮された溶液をガスクロマトグラフ（GC）にかけて、分析します。GCに水素炎イオン化検出器

（FID）をつなげて残存した脂質の量を測ったり、質量分析計（MS）につなげて個別の化合物を同定したりします。さらには、同位体比質量分析計（IRMS）をつなげて測定することにより、土器に含まれていた脂質がどのような生物に由来するのかを推定していきます。

こうした複数の分析をあわせて用いることで、脂質の残存状態が良ければ、抽出された脂質が海産物に由来するのか、植物に由来するのか、反芻動物に由来するのか、あるいは乳製品に由来するのか、といった情報を得られます。また、遺跡ごとに特有の条件を合わせて考慮することにより、さらに具体的な動植物のグループに迫れることもあります。例えば日本列島の先史時代には、ヨーロッパや西アジアとは異なりウシやヤギ・ヒツジはいませんので、反すう動物だとわかればそれがシカである可能性が極めて高いと言えます。あるいは、特定の動植物に限定的に見られる指標となる化合物が見つければ、具体的な動植物名をあげることも可能です。最新の研究では、畑作物のキビに特有の化合物がユーラシア大陸の東西の土器から抽出され、人類によるキビの利用を直接的に裏付ける有力な方法として注目されています。

上のような手続きでいったん抽出された脂質は、化学的に安定していますので、冷凍庫の中で非常に長い時間保管しておくことができます。研究結果に疑問が生じた場合や、他の方法で分析したい時などは、一度測定した試料を用いて再測定を行うことが可能です。試料を保管しておくことで、研究の客観性が保たれるというわけです。

英国を中心に発展してきたこの研究方法ですが、最近では日本の遺跡から出土した土器にも応用が進んでいます。イングランド北部にあるヨーク大学（University of York）の考古生化学研究所（BioArCh）は、演者自身も所属する、こうした研究を牽引する研究機関です。世界で最も古い土器文化の一つである縄文土器は、その古さだけでなく、独特の造形美や研究の豊富な蓄積から世界中の考古学研究者の関心をひいてやみませんが、これは土器残存脂質分析についても例外ではありません。ヨーク大学のオリヴァー・クレイグ教授らの研究グループによる最新の研究成果では、古い時期の縄文土器の用途が、顕著に水産資源に偏重した用いられ方をしていることが分かってきました。イギリスの新石器時代の遺跡から出土する土器からは陸獣を中心とした動物や乳製品の脂質が主に見つかるのに比べると、この特徴は際立っています。また、様々な動植物資源を巧みに利用したことが知られている縄文時代の人々が、こと土器については、ある程度限定的な資源を対象として用いていたということは、新たな発見でした。このような際立った特徴が何を意味するのか、土器が各時代の社会の中でどのような役割を果たしていたのか、研究は続きます。

<参考>

土器残存脂質分析を用いて世界各地の土器の研究を展開する研究グループ **Early Pottery Research Group** のホームページ

<http://www.earlypottery.org/>

土器残存脂質分析についての解説動画（日本語） YouTube「考古学における残存有機物分析：入門編」

https://www.youtube.com/watch?v=yRLm_jJERAM

二次電池開発に伴うガス分析へのガスクロマトグラフィーの応用

株式会社島津製作所 分析計測事業部 GC・TA ビジネスユニット：小林 永佑

1. 緒言

近年、リチウムイオン二次電池 (LIB) の需要がますます高まってきている。パソコン、スマートデバイス等の小型電子機器の用途に加えて、電気自動車やエネルギー貯蔵用の大型リチウムイオン電池の用途にも用いられる。特に大型 LIB の市場規模の拡大は著しい

現在、LIB の研究開発は高出力化、高容量化を目的として、様々な研究機関で行われている。LIB は正極、負極、セパレータ、電解液から構成される。非常に多岐に渡る LIB 部材を組み合わせることにより、より良い電池を目指して研究開発が進められている。LIB の研究開発は性能面と同時に、安全性の観点から非常に重要である。LIB の安全性を保証する様々な試験が存在する。

LIB の分析には、電気化学による充放電測定その他、表面解析や分光分析、電解液組成解析など非常に多岐に渡る。近年、LIB を *in situ* の状態で充放電とその他の分析を同時に行う分析手法が注目されている。そこで、我々は充放電測定と充放電に伴う発生ガスを同時に分析するシステムを考案した。LIB の充放電では、電極上で電解液が反応し、ガスが発生する反応系が多く存在する。LIB の充放電のフェイズと発生ガス量を分析することにより、電池の充放電時の反応メカニズムを明らかにすることができる。また、LIB の充放電に伴う発生ガスには可燃性ガスである水素も含まれる。安全性の観点からも、充放電時発生ガスを定量することは有用である。

2. 実験方法

■ 装置構成

分析装置には島津製作所製ガスクロマトグラフ、試料導入装置に加えて、株式会社イーシーフロンティア製の On-line ガス分析用電池セルを組み合わせて使用した。On-line ガス分析用電池セルを Fig.1 に示す。電池セルに部材となる正極、負極(φ34mm 円形)、電解液(1 mL)、セパレータをセットする。セルに充放電装置を接続することにより、充放電装置測定が可能である。気相部分は He ガスでフローできる構造となっており、充放電に伴う発生ガスはセル外へ運ばれる。このサンプルを GC へ導入して検出する。



Fig.1 On-lineガス分析用電池セル

LIB GAS ANALYZER の装置構成模式図を Fig.2 に示す。本装置の GC 部分はガスクロマトグラフ GC-2010plus にヘリウムプラズマ技術を利用した高感度汎用検出器 BID を搭載して使用した。On-line ガス分析は専用のオープン内に設置され、温調が可能である。発生ガスはサンプリングバルブにより GC へ導入される。ソフトウェアは GC 制御ソフトウェアと充放電装置 ECAD-1000 制御ソフトウェアを統合するソフトウェアを自作して使用した。

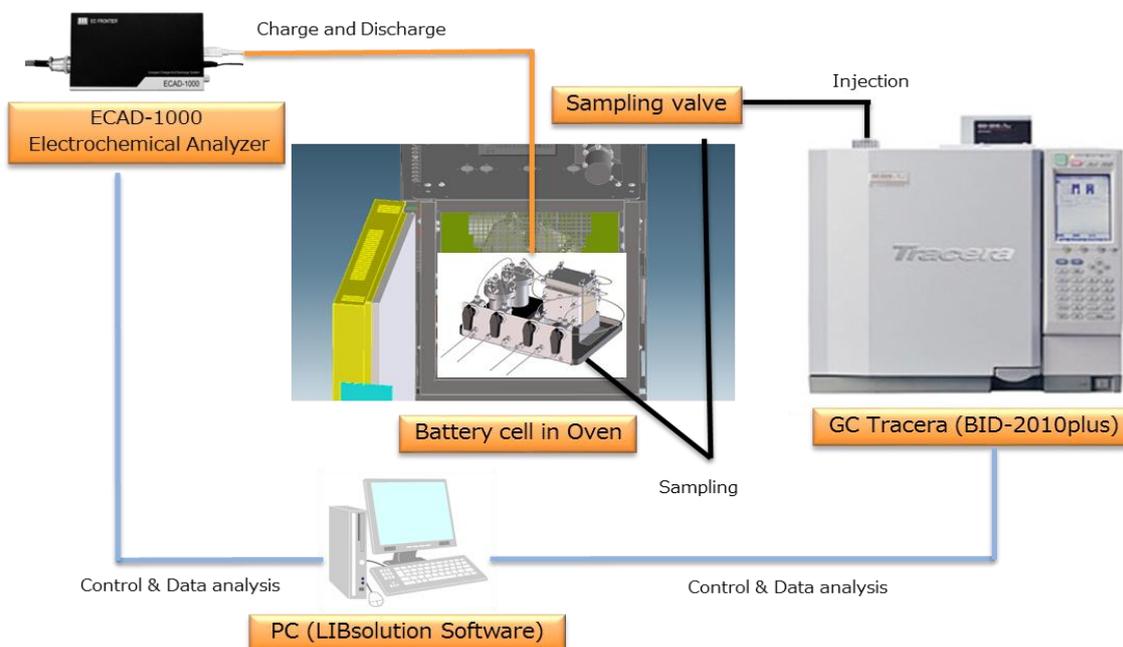


Fig.2 LIB GAS ANALYZER装置構成模式図

● GC 装置構成

- ・ GC : GC-2010plus (島津)
- ・ INJ : SPL-2010plus
- ・ Column : 2m Micropacked ST (信和化工)
- ・ DET : BID-2010plus
- ・ ガスサンプラ : 6 方バルブ (Air アクチュエータ自動切換え)

■ 試料

- ・ 電池正極 : コバルト酸リチウム
- ・ 電池負極 : 天然球状グラファイト
- ・ 電解質 : 1 M LiPF₆ (DEC - EC 1:1)

■ 分析条件

● 充放電条件

- ・ C レート : 1/15 C (CC,CV 充電) + 1/5 C × 8 times (充電, 放電繰り返し)
- ・ 電池セル温度 : 30°C
- ・ セルサンプルライン流量 : 10 mL/min

● ガスクロマトグラフ分析条件

- ・ INJ 温度 : 150°C ・ DET 温度 : 280°C
- ・ カラムオープン温度 : 35°C (2.5 min) - 20°C / min - 250°C - 15°C/min - 260°C (5 min)
- -30°C / min - 35°C

- ・ サンプリンググループ体積 : 1 mL
- ・ 流量制御モード : 定圧制御
- ・ 入口圧 (kPa) : 250 kPa (2.5min) - 15 kPa / min - 400 kPa (12.5min)
- ・ スプリット比 : 2:1

3. 結果と考察

■ 標準ガス分析

LIB 充放電時に伴うターゲット成分は H_2 , O_2 , N_2 , CO , CO_2 , CH_4 , C_2H_2 , C_2H_4 , C_2H_6 などが該当する。5ppm 標準ガス(H_2 , O_2 , N_2 , CO , CO_2 , CH_4 , C_2H_2 , C_2H_4 , C_2H_6 , He バランス)を LIB GAS ANALYZER のサンプルラインに流して、キャリブレーションを行った。結果のクロマトグラムを Fig.3 に示す。

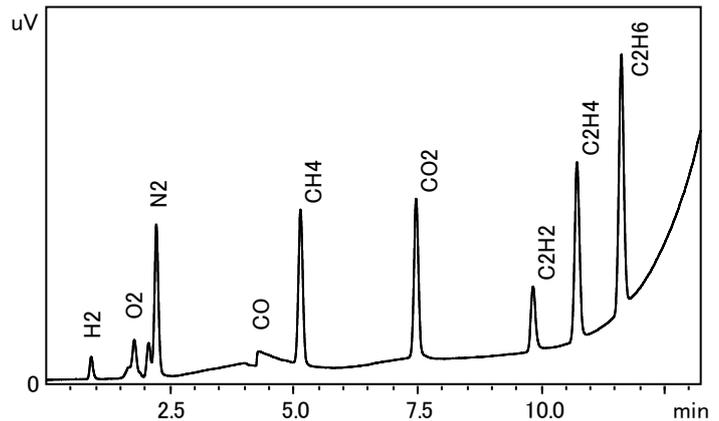


Fig.3 5ppm 標準ガスのクロマトグラム

BID 検出器と Micropacked ST カラムを組み合わせることで、5ppm の 9 成分のターゲットガスピークを検出することができた。BID 検出器は無機ガス、有機化合物いずれに対しても ppm オーダーの感度があるので、本分析に最適な検出器である。

■ 実サンプル分析

実サンプル電池を充放電中の発生ガスクロマトグラムを Fig.4 に示す。実サンプル由来の発生ガスとして、 H_2 , CO , CH_4 , CO_2 , C_2H_4 , C_2H_6 が検出された。 N_2 , O_2 に関してはサンプリングバルブ切替時の漏れ込みも検出される。また、 CO_2 は充放電しない状態の電解液からも発生していることを別の分析にて確認している。したがって、充放電により発生した CO_2 と電解液から直接揮発した CO_2 の合計量が検出されている。

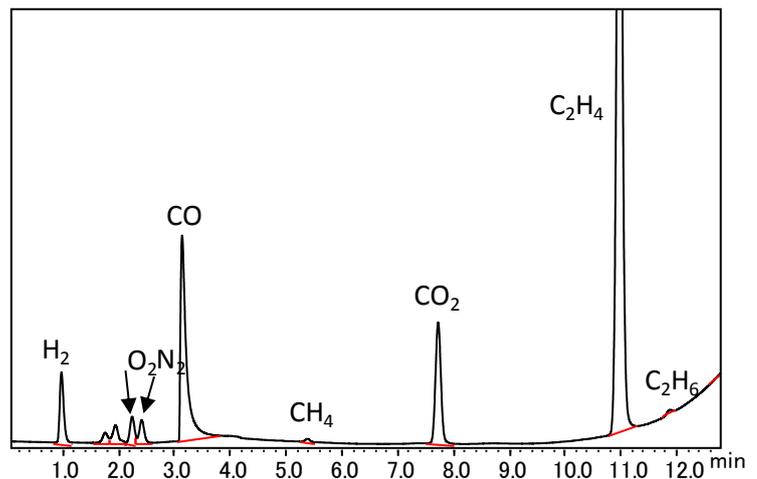


Fig.4 LIB充放電時発生ガスのクロマトグラム(正極ガス, 負極ガス混合) 初期充電時(電圧 3500 mV付近)

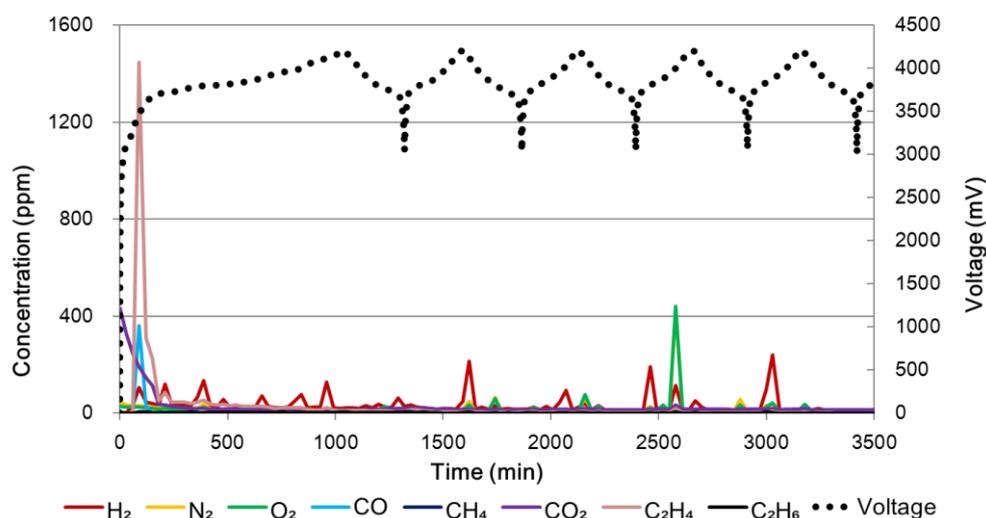


Fig.5 LIB充放電カーブと発生ガス濃度の重ねがきグラフ

充放電カーブと発生ガスの濃度を重ね合わせたグラフを Fig.5 に示す。黒の破線が電池の充放電カーブ、各色の実線がターゲットガスの濃度の折れ線グラフをそれぞれ示している。

充放電カーブを見ると、初期充電は 1/15 C の速度で充電しており、およそ 1100 min で約 4200 mV まで充電されることを確認できた。その後は、1/5 C の速度で充放電を繰り返し、放電、充電を確認できた。

実線の発生ガス量のグラフより、初期充電時の電圧 3500 mV 付近で、C₂H₄ が最も発生していることがわかる。この時、電解液である DEC(Diethyl carbonate), EC(Ethyl carbonate)が電極上で反応したと考えられる。DEC 及び EC の構造を Fig.6 に示す。LIB は初期充電時負極上に電解液が反応し、SEI 膜が形成される。

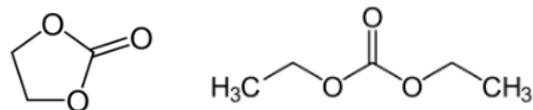


Fig.6 DEC(Diethyl carbonate), EC(Ethyl carbonate)の構造式

この SEI 膜の形成のされ方が充放電の容量、出力に影響することがわかっているが、形成メカニズムはわかっていない。初期充電時の C₂H₄ は炭酸ジエチルが電極上で分解反応して生成されていると考えられる。今回用いた LIB では、初期充電の 3500 mV で SEI 膜形成のために、C₂H₄ 生成反応が進行していることがわかった。

以上の結果から、LIB GAS ANALYZER を用いることにより、LIB を *In situ* の状態で充放電カーブを測定しながら、充放電時の発生ガスを On-line でモニタリングできることがわかった。また、LIB の充放電性能に重要な SEI 膜形成反応が進行する過程を充放電測定、発生ガス量分析よりモニタリングすることができた。

4. 参考文献

- NEDO 二次電池技術開発ロードマップ 2013 (Battery RM2013)
独立行政法人 新エネルギー・産業技術総合開発機構 (NEDO)

5. 略歴

- ・2009年 東京工業大学生命理工学部生命工学課 卒業
- ・2011年 東京工業大学生命理工学研究課生物プロセス専攻 修士課程 卒業
- ・2014年 東京工業大学生命理工学研究課生物プロセス専攻 博士課程 卒業
- ・2014年 株式会社 島津製作所 入社
分析計測事業部 GC・TA ビジネスユニット 所属
- ・2018年 現在も上記部署に所属

6. 連絡先

+++++

株式会社島津製作所 分析計測事業部
GC・TA ビジネスユニット ソリューション開発 G

Address : 〒604-8511

京都府京都市中京区西ノ京桑原町 1

小林 永佑 (Eisuke Kobayashi)

Tel :075-823-1205(内線:910-1205)

Mail:k-eisuke@shimadzu.co.jp

+++++

香気分析等におけるGC, GC/MSの分析法の導入と開発

アジレント・テクノロジー株式会社

せきぐち かつら
関口 桂

1. はじめに

香気分析には欠かせないガスクロマトグラフィーは食品、材料、環境などさまざまな分野で使われており、閾値の低い化合物でも検出ができるように前処理法も進化を続けている。

GC/MS 分析のメリットは高性能カラムによりピーク分離能が高く、リテンションタイムの再現性が優れていることに加え、スペクトルライブラリも充実しているという点にある。前処理装置も多種類あり、濃縮や誘導体化などの工程も自動化できるようになった。

より簡単で精度の高い分析を行うにはどうしたらよいか、分析装置に何が求められているかを考え、取り組んできた。

2. リテンションタイムと溶出パターンのコントロール

ピークの溶出時間を一定に保つための要件は、注入動作のコントロール、オープン温度の精度、カラム圧力の精度、標高や外気圧の補正など複数あるが、装置構成が異なっても計算によってリテンションタイムを同じにすることができることを多くの構成で試して確認した。例えば MSD と FID の場合でも、分離カラムの出口に検出器分岐用のスプリッタがついている場合でも、分離カラムのホールドアップタイム(Void Time ともいう)が同じになるように条件を設定し、さらにリテンション・タイム・ロッキング¹⁾を使って合わせることを確認した。

この手法は検出器の種類や複数検出器へ分岐する場合だけでなく、キャリアガスを変更する場合にも有効であった。

従来のヘリウムキャリアでの分析条件を、ホールドアップタイムを単位とした条件に書き換え(Fig.1)、各キャリアガスにあてはめて分析したところピークの溶出パターンが同様のクロマトグラムが得られた。ロックした化合物のリテンションタイムの差は0.03分以内となり、ほぼ一致させることができた(Fig.2)。

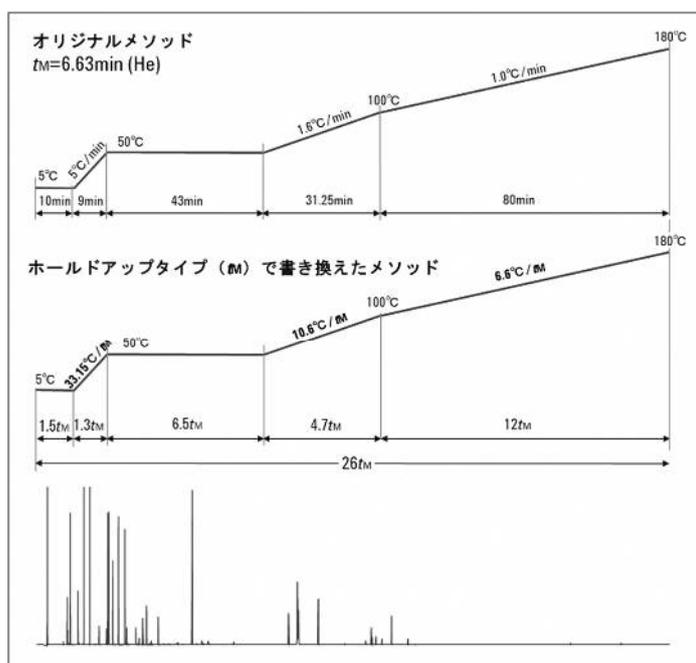


Fig.1 ホールドアップタイムで書き換えた GC メソッド

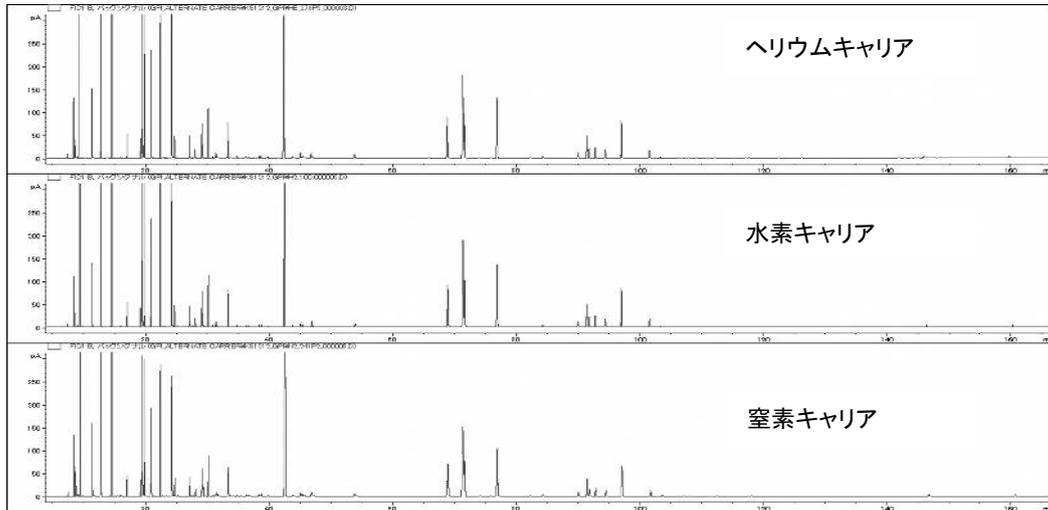


Fig.2 異なるキャリアガスで同じリテンションタイムが得られたクロマトグラム

装置構成が異なってもリテンションタイムを使ったデータベースが使用可能であることが分かり、プレカラム付きのシステムなどへのデータベースの適用範囲が大きく広がった。

Fig.1 のようにオープンの温度プログラムをホールドアップタイムに書き換えれば、リテンションタイムを同じに合わせるだけでなく、同じ溶出パターンを維持して時間のスケールを自在に変えることができた。また、液相や相比が同じカラムであればカラムの長さを変え、溶出パターンを維持しながらカラムを長くすることで分離をよくしたい場合などに応用できることが分かった。

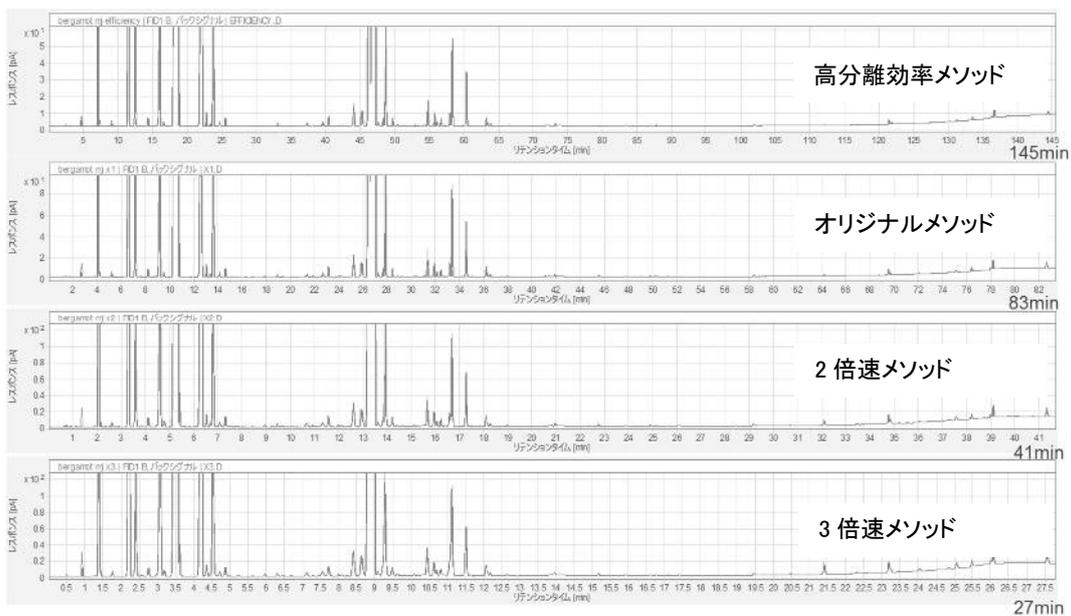


Fig.3 ホールドアップタイムでメソッドを書き換え、溶出パターンを維持しながら分析時間を変化させた4種類のクロマトグラム

3. 硫黄化合物分析

分離カラムの出口を複数検出器に分岐して同時にシグナルを取り込むメリットは多いが、中でもMSDとSCDの組み合わせが効果の高い組み合わせであることが分かった。

GC/SCDは硫黄化合物に対する選択性が高く、優れた直線性の広いダイナミックレンジを有しながら非常に高感度で検出ができる上、硫黄に対して等モルレスポンスであるため全硫黄分の定量を行うこともできる。一方、GC/MSDはターゲットを絞らない網羅的分析にも広く対応できるなど汎用性が高い。この2種類の分析を同時に行うことで定性から定量までを効率的に行うことができる例を燃料分析、食品分析、材料分析等で確認した。

食品や飲料に含まれる香気成分は製品の風味に与える影響が大きく、臭気閾値の低い硫黄化合物は低濃度でもオフフレーバーとして扱われることも多い一方、酸化防止剤として硫黄化合物が添加されていることもある。食品での分析例をFig.4, Fig.5に示す。

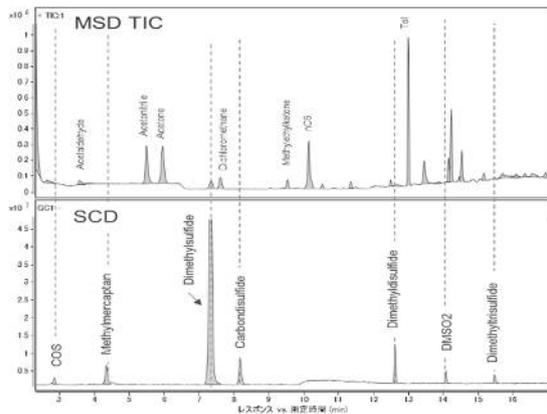


Fig.4 乳飲料の GC/MSD/SCD クロマトグラム(ダイナミックヘッドスペース法)

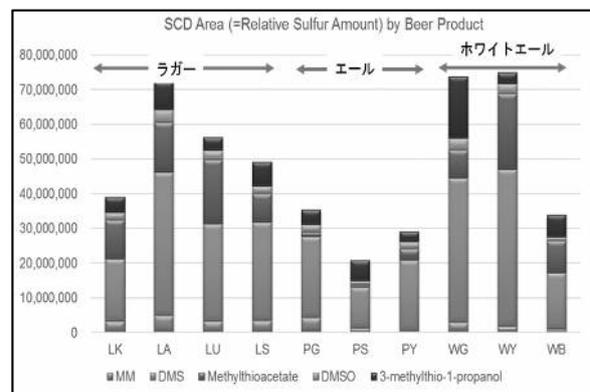


Fig.5 ビールの SCD 分析結果 (SPME 法)

大気中の微量の硫黄化合物をオンライン熱脱着 GC/SCD で分析した例を Fig.6 に示す。

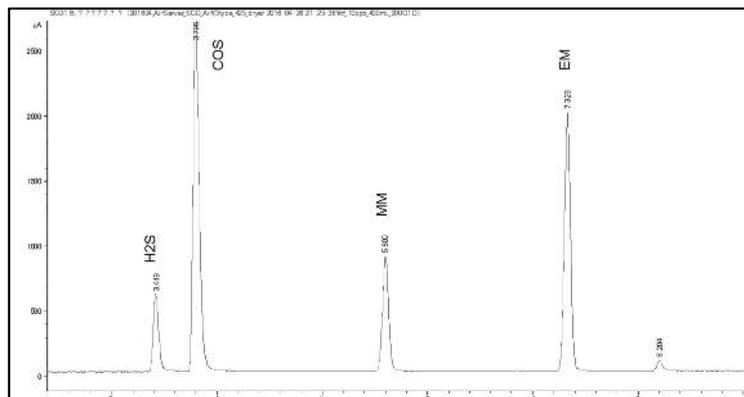


Fig.6 大気中の微量硫黄化合物(各 10ppb、オンライン熱脱着 GC/SCD)

燃料分析では冷媒を使わないフローモジュレーション GCxGC により、脱硫処理前後の軽油サンプルの全硫黄量の定量と硫黄種の変化を示すことができた。

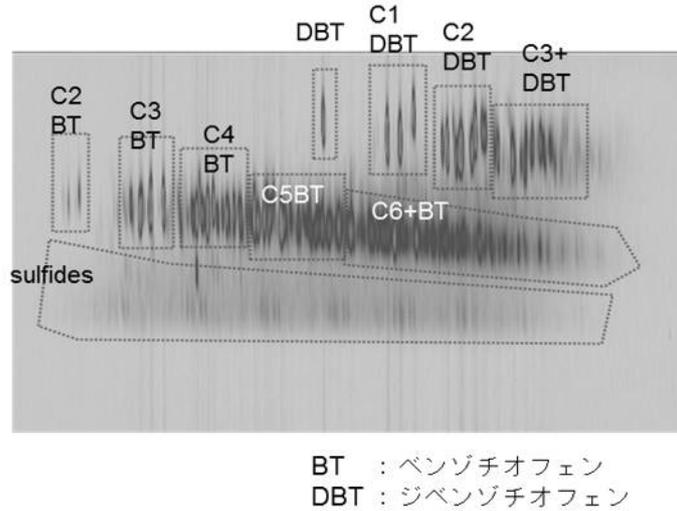


Fig.7 フローモジュレーション GCxGC により得られた SCD の 2 次元クロマトグラムと硫黄種マッピング

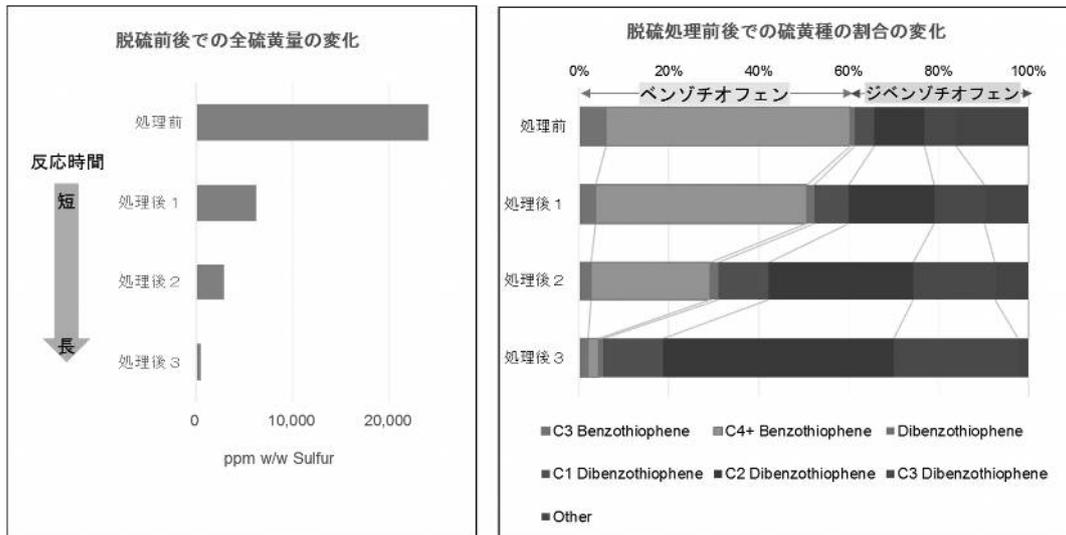


Fig.8 フローモジュレーション GCxGC により分析した脱硫前後の軽油の全硫黄量、および硫黄種割合の変化

4. まとめ

ホールドアップタイムを利用した溶出パターン維持のテクニックを使用することでさまざまな装置構成間でリテンションタイムをコントロールすることが可能になった。複数検出器での同時分析では MSD と SCD の組み合わせなど定性や定量に役立つ情報を簡単に得られるようになり、多くの構成

で有用性を確認することができた。

参考文献

- 1) RTL: L. Blumberg, M. Klee, Anal. Chem. 1998, 70, 3828-3839

--

関口 桂 (せきぐち かつら)

アジレント・テクノロジー株式会社 本社・八王子事業所

クロマトグラフィー・質量分析営業部門 GC GC/MS グループ

お茶の水女子大学家政学部食物学科卒業。同年横河アナリティカルシステムズ株式会社に入社し、サポートエンジニア等を経て 2008 年より現職。

E-mail : katsura_sekiguchi@agilent.com

熱分解-GC/MS を用いる未知ポリマーと微量添加剤の検索ソフトウェアとライブラリーの開発

フロンティア・ラボ株式会社 研究開発部 松井 和子

【はじめに】

未知ポリマーの分析法としては赤外分光法(IR)、核磁気共鳴法(NMR)、熱分析法や熱分解(Py)-GC/MS 法など多くの機器分析法が利用されている。またポリマーの機能性向上のために加えられた各種の未知添加剤の分析法としては、高分子材料中の微量添加剤を溶媒抽出やカラムクロマトグラフィーなどの前処理により抽出・精製後に GC や LC、IR 等で分析する方法、また熱脱着(TD)-GC/MS 法などがある。

これらの手法の中で、多機能熱分解装置を用いた Py-GC/MS 法、TD-GC/MS 法、および発生ガス分析(EGA)-MS 法は、試料の前処理をほとんど必要としないため、簡便で迅速な分析法として有効である。さらにこれらの手法を用いて検出した未知化合物は、質量スペクトル(MS)ライブラリー検索により同定するのが一般的である。しかしポリマーについては、検索ソフトウェアとライブラリーが現存しないため、その同定にはかなりの知識と経験が必要となる。また添加剤については、既存の NIST の MS ライブラリーでは使用される化合物の登録件数が少ないことに加え、添加剤のポリマーへの混練時などにおいて、その添加剤の一部あるいは殆どが加熱分解しているため、仮に分解化合物の同定ができたとしても、本来使われていた添加剤の同定ができない問題がある。そこで、演者らは未知のポリマーと添加剤の検索を可能とする MS ライブラリーと検索ソフトウェアを開発し、各種の試料分析への適用を行ってきた。本講演ではその中からいくつかの例について紹介する。

【MS ライブラリーの構築】

ポリマー約 700 種類の微粉末約 0.1 - 0.2 mg、添加剤約 500 種類の約 0.03 - 0.05 mg を不活性化処理したステンレス製試料カップに採取し、測定に供した。熱分解 GC/MS システムは、縦型加熱炉型の多機能熱分解装置(EGA/PY-3030D: フロンティア・ラボ社製)を GC のスプリット/スプリットレス注入口に直結し、EGA-MS 法には不活性金属キャピラリー管(UADTM-2.5N: 長さ 2.5 m、内径 0.15 mm、同社製)を、Py-GC/MS 法および TD-GC/MS 法には分離カラム(Ultra ALLOY+-5: 5%ジフェニル 95%ジメチルポリシロキサン、長さ 30 m、内径 0.25 mm、膜厚 0.25 μ m、同社製)を介して MS に接続して構成した。このシステムにおいて EGA-MS 法によって EGA サーモグラム、Py-GC/MS 法によってパイログラム、さらに TD-GC/MS 法によってクロマトグラムを得た。次に、これらの MS データから、未知ポリマーとその熱分解生成物、未知添加剤とその熱分解生成物および不純物を検索対象とする MS ライブラリーを Fig.1 に示すように 4 種類作成した。すべてのライブラリーには MS だけでなく、EGA サーモグラム、あるいはパイログラム、あるいはクロマトグラムの情報を付属させることで、検索結果で表示されるこれらの形状の比較を可能とした。

EGA-MS 法により得られた各種ポリマーの EGA サーモグラムのピーク範囲の平均 MS を、Fig.1(a)に示すようにライブラリーに登録した。各平均 MS はポリマーの特徴を表しているため、未知ポリマーの EGA サーモグラムから得た平均 MS をこのライブラリーに対して検索することで、候補ポリマーを得ることができる。続いて Py-GC/MS 法により得られた各種ポリマーのパイログラムに対して、検索ソフトウェアの機能を用いて主要なピークの検出を行った後、まずピークを構成する各スキャン点の MS を積算した。次にこれらのピークの積算 MS を合算した MS(積算合算 MS)を、Fig.1(b)に示すようにライブラリーに登録した。各平均積算合算 MS はポリマーの特徴を表しているため、未知ポリマーのパイログラムから得た積算合算 MS をこのライブラリーに対して検索することで候補ポリマーを得ることができる。さらに、Py-GC/MS 法により得られた各種のポリマーのパイログラム上の熱分解生成物の MS を、Fig.1(c)に示すようにライブラリーに登録した。ポリマーや添加剤から熱分解

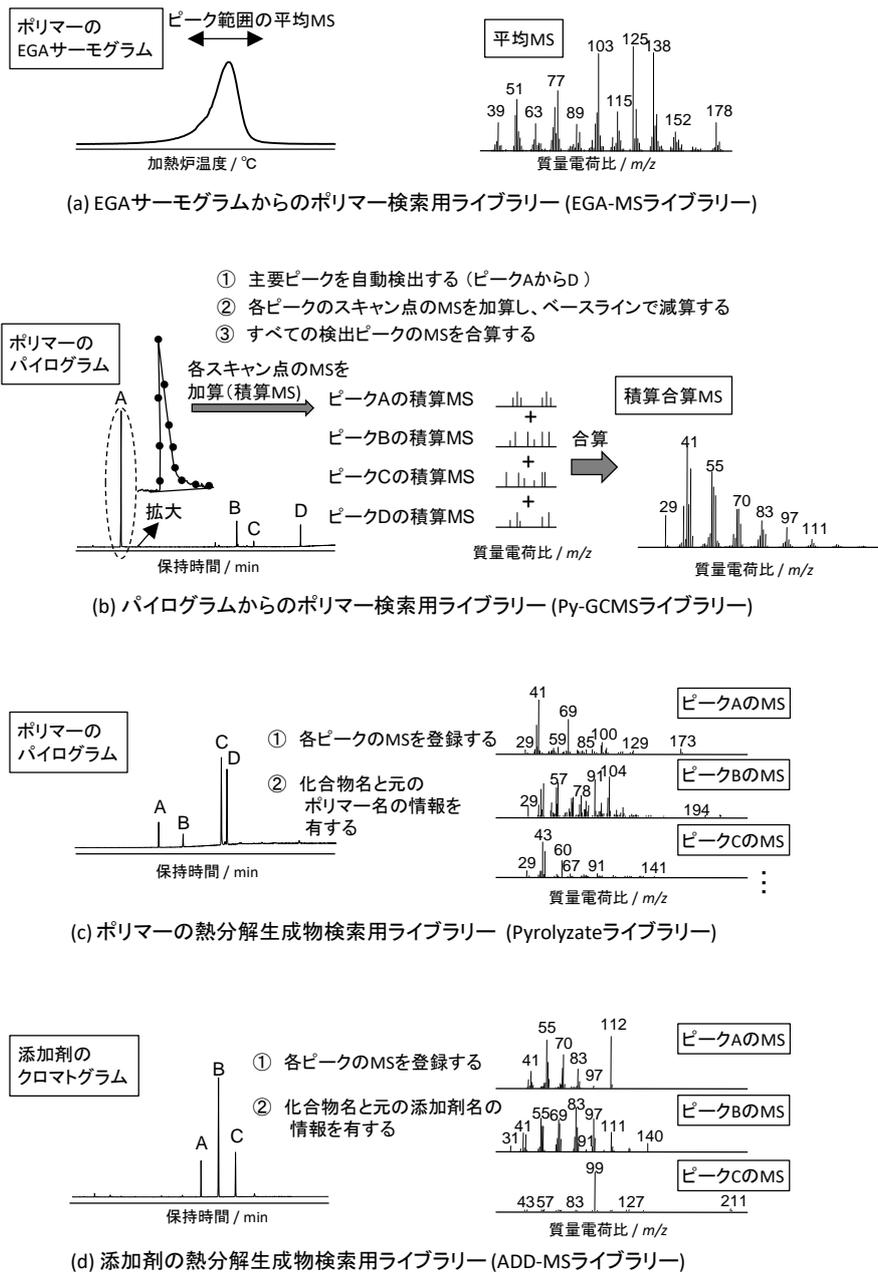


Fig.1 4種類のMSライブラリーの構築

に伴い生成する化合物は標準試料として流通していないため、既存のNISTのMSライブラリーには登録されておらず、これまで定性が困難であった。このライブラリーにはさらに解析に有用な情報として、熱分解生成物の保持指標および元のポリマー名の情報を登録した。続いてPy-GC/MS法およびTD-GC/MS法によって得られた各種の添加剤のパイログラム上の添加剤、その熱分解生成物および不純物のMSを、Fig.1(d)に示すようにライブラリーに登録した。このライブラリーにもさらに解析に有用な情報として、これら化合物の保持指標および元の添加剤名の情報を登録した。

【検索ソフトウェアの開発】

開発したMSライブラリーを利用した迅速な検索と適切な情報表示を実現するために、独自の検索ソフトウェアを開発した。基本的機能であるMSの比較による合致率の表示に加えて、このソフトウェアの独自機能として

(1)EGA サーモグラムの X 軸上の温度表示、(2)パイログラム上の主要ピークの検出、(3)未知ポリマーあるいは未知化合物に対する候補ポリマーあるいは候補化合物の MS の比較表示、(4)ライブラリー構築に使用した実際のデータの EGA サーモグラム、あるいはパイログラム、あるいはクロマトグラムの表示、(5)近傍の保持時間に重なる化合物を見分けるための多イオンマスキングクロマトグラムの二次元表示などの機能を実装した。

【EGA-MS データからのポリマーの定性】

未知ポリマーを EGA-MS 法により分析し、得られた EGA サーモグラムのピークの平均 MS をライブラリー検索した。Fig.2 に示すように平均 MS の合致率は候補 1 が 99%で最も高く、続く候補2、候補3は 90%以上の値であった。次に EGA サーモグラムを比較するとポリマーの熱的プロファイルが異なっていた。よって、最も平均 MS の合致率が高いと共に、EGA サーモグラムの形状の類似とピーク頂点温度がほぼ一致していることから、未知ポリマーを Poly(4-methyl-1-pentene)と定性することができた。

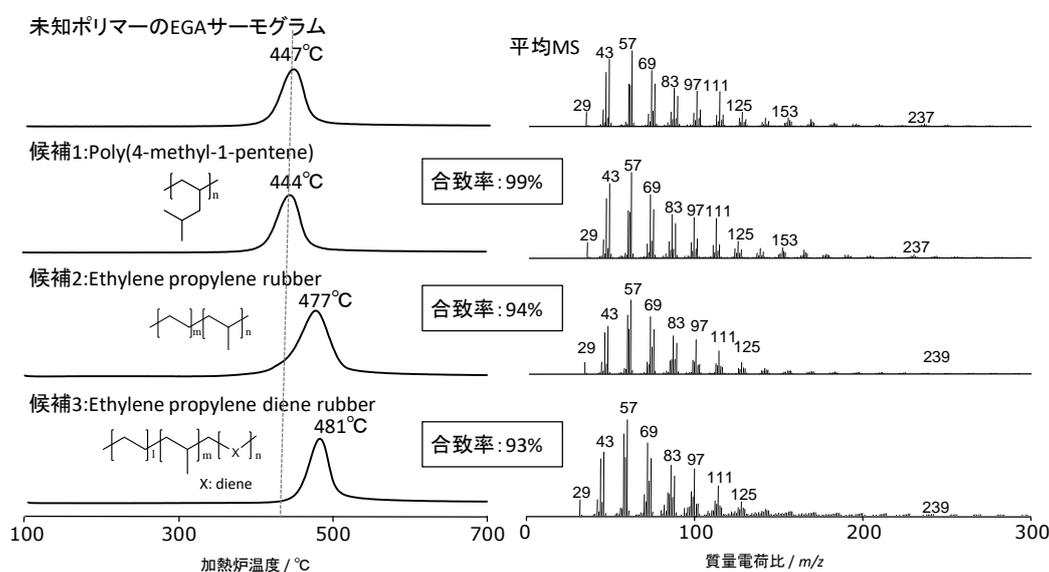


Fig.2 EGAサーモグラムからの未知ポリマーの検索例

Py Temp.: 100 - 700°C(20 °C/min), EGA tube: UADTM-2.5N
GC Oven: 300°C, Carrier gas flow rate: 1 mL/min, He

【パイログラムからのポリマーの定性】

未知ポリマーを Py-GC/MS 法により分析し、得られたパイログラムの積算合算 MS をライブラリー検索した。Fig.3 に示すように積算合算 MS の合致率は候補 1 が 94%で最も高く、続く候補2、候補3は 89%以上の値であった。次に、パイログラムの形状を比較すると、候補 1 が最も類似していた。よって、未知ポリマーを Poly(4-methyl-1-pentene)と定性することができた。

次に、同じ未知ポリマー試料で GC の昇温条件が異なる2つのパイログラムに対して、積算合算 MS をライブラリー検索した。Fig.4 に示すように、まったく形状の異なるパイログラムであっても、同一の第一候補として Bismaleimide triazine resin が提示された。これは積算合算 MS がパイログラムの形状に依存しないことを示している。よって、分析目的に応じて様々な GC 昇温条件や異なるカラム長さや膜厚で測定された MS データ対しても検索結果の信頼性が高いことが示された。

【パイログラムからのポリマーの熱分解生成物の定性とポリマーの定性】

未知ポリマーを Py-GC/MS 法により分析し、得られたパイログラムの各ピークの MS についてライブラリー検

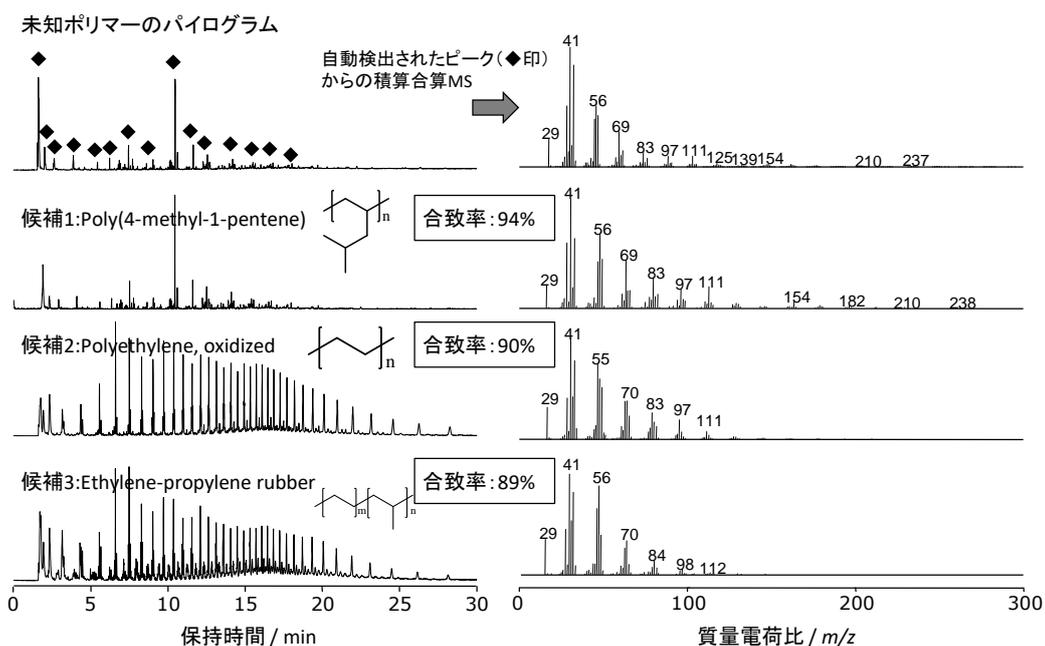


Fig.3 パイログラムからの未知ポリマーの検索例

Py Temp.: 600°C, Column: Ultra ALLOY+5 (5% diphenyl-95% dimethylpolysiloxane, L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.25 μm)
GC Oven: 40(2 min) - 320°C(20 °C/min, 14 min) , Carrier gas flow rate: 1 mL/min, He

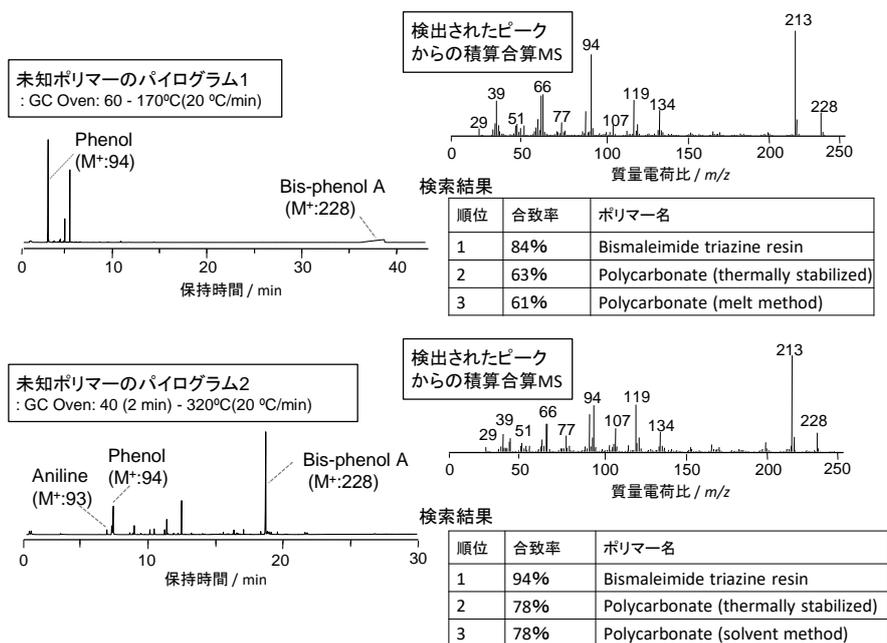


Fig.4 異なる分析条件で得られたデータからのポリマー検索結果の類似性

Py Temp.: 600°C, Column: Ultra ALLOY+5 (5% diphenyl-95% dimethylpolysiloxane, L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.25 μm)
Carrier gas flow rate: 1 mL/min, He

素を行い定性した。Fig.5 に示すように、比較的構造が簡単なピーク(A)、およびピーク(B)は汎用の MS ライブラリーと今回構築したポリマーの熱分解生成物検索用の MS ライブラリーのどちらにおいても定性できたが、ピーク(C)、(D)、(E)はアクリロニトリルとスチレンのハイブリッドダイマーやハイブリッドトライマーであり、汎用の MS ライブラリーには登録されていないため、今回構築したポリマーの熱分解生成物検索用の MS ライブラリーでのみ、高い合致率で候補化合物が示され、定性できた。

さらに、これらの化合物を熱分解によって生成する複数のポリマーのパイログラムと比較すると、Fig.5の破線で囲まれた箇所のピーク強度が異なることがわかった。これにより元のポリマーはアクリロニトリルとスチレンの共重合ポリマー系の中でも、特に、Acrylonitrile-EPDM-styrene copolymerと類似していることが示された。

【クロマトグラムからの添加剤の定性】

配合ゴム試料中の未知加硫促進剤をTD-GC/MS法で分析し得られたクロマトグラムの各ピークについてライブラリー検索を行い定性した。Fig.6に示すように各化合物を定性したのち、添加剤用検索ライブラリーに登録されている元の添加剤のクロマトグラムと比較すると、1, 3-Diphenylguanidineのクロマトグラム上に現れる化合物とよく一致していることがわかった。このように、構築したMSライブラリーを用いることで個別の化合物の定性だけでなく、元の添加剤を推定できることが示された。

【多イオンマスキングクロマトグラムの二次元表示】

パイログラムは複雑な熱分解生成物から構成されているため、目的ピークの質の高いMSを得ることは重要である。開発した検索ソフトウェアを用いて、パイログラムを構成する一定以上の強度を持つ質量電荷比の値をFig.7に示すように得た。ここで、矢印で示したピークは単一化合物のピークに見えるが実際には複数の化合物が重なり合っていることがわかった。まず、このピーク位置で得られるMSに対してポリマーの熱分解生成物検索用ライブラリーで検索したところ、第一候補のAcetic acid、第二候補のBenzene共に低い合致率のみが得られた。そこで、ピークの重なりを避けて、MSの減算処理を行ったところ、ピーク頂点位置はAcetic acidと定性でき、頂点位置よりわずかに保持時間の遅い時間に現れる化合物はBenzeneと定性できた。このように、開発したソフトウェア独自の機能を用いて、化合物が重なったピークを視覚的に確認できることで、質の高いMSを得ることができた。

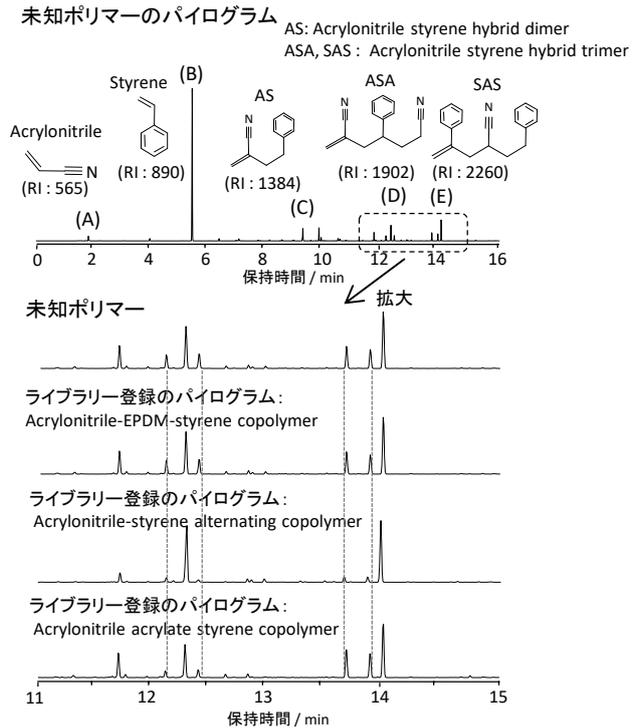


Fig.5 パイログラムからのポリマーの熱分解生成物の検索性例

Py Temp.: 600°C(Column: Ultra ALLOY+5 (5% diphenyl-95% dimethylpolysiloxane, L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.25 μm)
GC Oven: 40(2 min) - 320°C(20 °C/min, 14 min) , Carrier gas flow rate: 1 mL/min, He

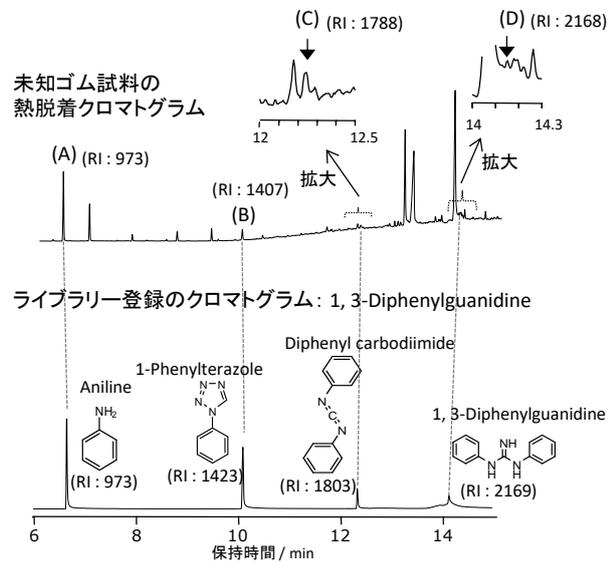


Fig.6 熱脱着クロマトグラムからのゴム配合試料中の加硫促進剤の検索性例

Py Temp.: 400°C, Column: Ultra ALLOY+5 (5% diphenyl-95% dimethylpolysiloxane, L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.25 μm)
GC Oven: 40(2 min) - 320°C(20 °C/min, 14 min) , Carrier gas flow rate: 1 mL/min, He

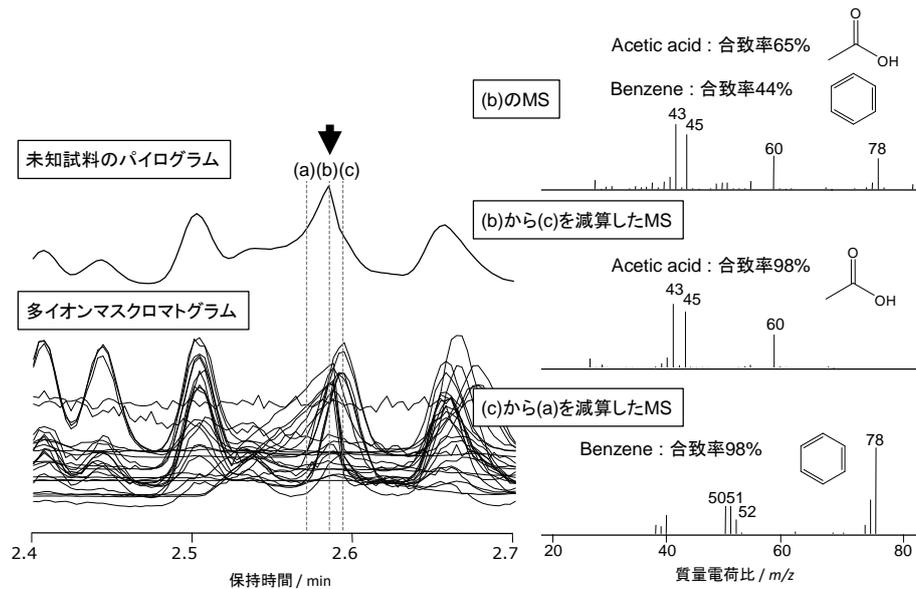


Fig.7 多イオンマス chromatogramの二次元表示

Py Temp.: 600°C, Column: Ultra ALLOY+5 (5% diphenyl-95% dimethylpolysiloxane, L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.25 μm)
 GC Oven: 40(2 min) - 320°C(20 °C/min, 14 min) , Carrier gas flow rate: 1 mL/min, He

【まとめ】

試料の前処理が簡便で迅速な分析ができる多機能熱分解装置と GC/MS を用いた各種の分析法で得られるデータから、経験や知識なしに短時間で未知ポリマーや未知添加剤を定性できることを示した。

【謝辞】

これらの研究、開発へのご指導とご協力をいただきました、名古屋大学 柘植新名誉教授、名古屋工業大学 大谷肇教授、東北大学 寺前紀夫名誉教授、フロンティア・ラボ株式会社 渡辺忠一様へ深謝いたします。

【参考資料】

- PY-GC/MS を用いた高分子材料のデータベースの構築とユニバーサルな検索アルゴリズムの開発，渡辺ら，第 3 回高分子分析討論会(1998)，II-06
- 各種ゴム老化防止剤に関する質量スペクトルライブラリーの開発とその有用性，松井ら，第 12 回高分子分析討論会(2007)，I-16
- Py-GC/MS 分析法による各種ポリマーのパイログラム上の主ピークについての質量スペクトルライブラリー開発，松井ら，第 12 回高分子分析討論会(2007)，II-15
- 熱分解 GC/MS を用いた加硫促進剤分析用 MS ライブラリーの開発，塩野ら，第 20 回高分子分析討論会 (2015)，IV-18
- フロンティア・ラボ株式会社，未知試料検索方法、未知試料検索装置及び道使用検索用記録媒体，特許第 3801355 号，1998-07-16
- ISO 10638:2010, Rubber — Identification of antidegradants by gas chromatography/mass spectrometry

第 357 回ガスクロマトグラフィー研究懇談会 講演会

「基礎講座 知っておくべき実験室の管理について」
－化学物質、高圧ガス、天秤の取り扱いと管理－

ガスクロマトグラフィー研究懇談会設立 60 周年記念
奨励賞受賞講演要旨集

2018 年 5 月 11 日（金）

於：北とぴあ 15F ペガサスホール

第 357 回ガスクロマトグラフィー研究懇談会 講演会

主題：「基礎講座 知っておくべき実験室の管理について」
— 化学物質、高圧ガス、天秤の取り扱いと管理 —
ガスクロマトグラフィー研究懇談会設立 60 周年記念 奨励賞受賞講演要旨集

主催：(公社) 日本分析化学会ガスクロマトグラフィー研究懇談会

日時：2018 年 5 月 11 日 (金) 13:00~20:00

会場：北とぴあ 15F ペガサスホール (講演)、14F スカイホール (意見交換会)

(〒114-8503 東京都北区王子 1 丁目 11-1 http://www.kitabunka.or.jp/kitaku_info/rlink/summary-map)

<講演会プログラム>

13:00-13:30 開会の挨拶・表彰式 (GC 研究懇談会委員長) 佐藤 博

[受賞講演]

13:30-14:00 「ガスクロマトグラフ-安定同位体比質量分析装置 (GC-IRMS) の違法薬物分析への利用」
(科学警察研究所) 岩田 祐子

14:00-14:30 「法科学分野におけるガスクロマトグラフィーの活用」
(佐賀県警察本部科学捜査研究所) 内川 貴志

[基礎講座] 知っておくべき実験室の管理について—化学物質の管理、高圧ガスの管理、天秤の管理—

14:30-15:10 「化学物質の管理について」 (株)島津製作所 和田 豊仁

15:10-15:40 休憩

15:40-16:20 「試薬類の安全な取扱いについて~化学物質による事故を防ぐために」
(メルク株) 岡崎 正博

16:20-16:50 「GC に係わる高圧ガスの管理」 ((国研)産総研) 渡邊 卓朗

16:50-17:40 「天秤の取り扱い方について」 (株)島津製作所 越 康雄

[技術講演]

17:40-18:20 「ガス発生装置のポイント」 (ピークサイエンティフィックジャパン株) 鈴木 義昭

「メイク・ア・チョイス —キャピラリーカラムの選択—」
(アジレント・テクノロジー株) 姉川 彩

18:20-18:25 閉会のご挨拶 (GC 研究懇談会委員長) 佐藤 博

18:30-20:00 意見交換会 北とぴあ 14F スカイホール

<目次>

〔受賞講演 1〕

「ガスクロマトグラフ-安定同位体比質量分析装置（GC-IRMS）の違法薬物分析への利用」
（科学警察研究所）岩田 祐子

〔受賞講演 2〕

「法科学分野におけるガスクロマトグラフィーの活用」
（佐賀県警察本部科学捜査研究所）内川 貴志

ガスクロマトグラフ-安定同位体比質量分析装置 (GC-IRMS) の 違法薬物分析への利用

科学警察研究所 法科学第三部 化学第一研究室 岩田 祐子 (いわた ゆうこ)

1. はじめに

科学警察研究所の法科学部門では、科学捜査についての研究及びこれらを活用する鑑定・検査を行っている。法科学第三部は、犯罪の捜査に関連する化学、特に法薬毒物分析、法中毒学、微細物分析に係る研究と鑑定を遂行しており、この中の5研究室の一つである化学第一研究室は、各種薬物の押収物や生体試料からの分析法の研究開発及びそれらを活用した鑑定・検査を行っている。

薬物分析も含め、鑑定を目的とした化学分析一般において、検査の目的は「同定」と「異同識別」に大別される。「同定」は検査の対象が何であるかを標準物質と比較することにより明らかにすることである。一方、「異同識別」は、複数の資料の同一性や類似性を科学的に明らかにすることである。例えば、現場に残された証拠物件と被疑者の所有物との異同識別は、事件現場と被疑者の関連性を明らかにする目的で、様々な証拠物件に対し、様々な分析手法により日常的に行われている。薬物検査機関が、薬物捜査機関に最初に求められることは、押収資料がどのような薬物であるのか、若しくはどのような薬物を含有するのかを明らかにする「同定」であるが、その後さらに、資料の同一性を判断する「異同識別」を行うことにより、事件間の関連性を明らかにすることが可能となる。

薬物の「異同識別」は、その物理的・化学的特徴である薬物プロファイルと比較することにより薬物同士の類似性を評価する。我々は、違法薬物の異同識別を目的とした、薬物プロファイルの一つとして、安定同位体比を用いるべく検討を行ってきた。軽元素の安定同位体比は、安定同位体比質量分析装置 (IRMS) により測定される。IRMS に導入する方法としては、元素分析計 (EA) による燃焼分解により試料を丸ごと気体にして導入する方法、ガスクロマトグラフ (GC) により分離された化合物を燃焼分解炉により気体にして導入する方法等がある。EA-IRMS での分析 (バルク分析) が困難な形態を有する違法薬物については GC-IRMS による分析 (化合物特異分析) を試みており、本講演ではこれらの検討結果について報告する。

2. 安定同位体比の薬物の異同識別への利用

天然に存在する物質中の元素の同位体組成は一見均一のように思われるが、実は自然界の様々な過程の影響を受けて変動することがあるため、必ずしも一定の値にはなっていない[日高ら, 2002]。違法薬物の内、大麻のような植物 (天然物) を形成する元素の安定同位体比は、生育環境 (光強度、換気、湿度、土壌の肥料等) を反映するため、安定同位体比の同一性は、栽培場所や、栽培時期の同一性を示す。一方、覚せい剤や、麻薬の中でも合

成薬物については、安定同位体比が異なる合成原料（同じ化合物であっても）から得られた化合物の安定同位体比は異なる値を示し、また、合成過程で同位体分別（物質の移動や反応の過程において同位体の比率が変わること）がある場合、全く同じ原料を用いて同じ方法で合成を行ったとしても、合成バッチごとに異なる安定同位体比を示す可能性があり、安定同位体比の同一性は、合成原料、合成バッチの同一性、すなわち密造所の同一性を示す。原料と合成方法の由来の違いを反映する微量成分プロファイル等の他の薬物プロファイルと組み合わせることにより、より詳細な異同識別が可能となることが期待される。

3. 覚せい剤の安定同位体比による異同識別

我が国で最も乱用されている違法薬物は覚せい剤 **methamphetamine (MA)** の塩酸塩 (**HCl**) の結晶であることから、押収 **MA HCl** の結晶について、**EA-IRMS** を用いたバルク安定同位体比質量分析を行い、得られた炭素及び窒素安定同位体比 ($\delta^{13}\text{C}$ 及び $\delta^{15}\text{N}$) と微量成分分析プロファイルとを合わせて、押収薬物の関連性を評価する方法について検討を行った。同一 **case** 由来かつ類似の微量成分プロファイルを示していた資料が、 $\delta^{13}\text{C}$ 及び $\delta^{15}\text{N}$ も近接し、概ね **MA** の安定同位体比質量分析の精度（標準偏差の合併推定値： S_p ）の 6 倍の範囲内にあることを確認し、異なる由来と考えられる資料同士は、この値により識別できることを確認した [Iwata *et al.*, 2008]。

EA-IRMS による分析は、多く出回っているほぼ純度 100% の **MA HCl** の結晶には有効である。しかしながら、ジメチルスルホン (**DMSO₂**) 等の結晶が増量剤として添加された **MA HCl** も、しばしば押収される。このような混合物中の **MA HCl** については、安定同位体比分析の前に分離が必要であることから、**GC-IRMS** を用いた化合物特異的安定同位体比質量分析について検討を行った。

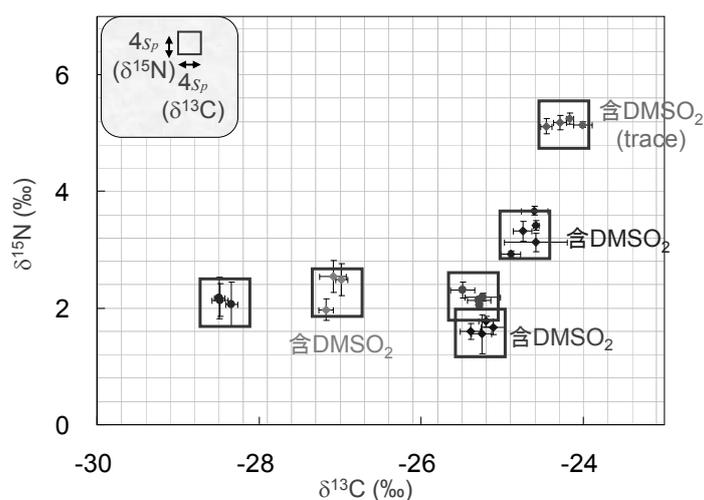


Figure 1 GC-IRMS を用いて測定した MA (DMSO₂ 含有) の $\delta^{13}\text{C}$ — $\delta^{15}\text{N}$ のグラフ

GC用試料の調製時（抽出、溶媒留去、誘導体化反応等）には、同位体分別が起こる可能性がある。そこで、MA HClの標準品について、種々の条件により試料調製を行い、EA-IRMSにより $\delta^{13}\text{C}$ 及び $\delta^{15}\text{N}$ を測定して同位体分別の無い条件を選択した後、さらに、MA HCl及びDMSO₂の標準品の混合物を用いて同様に試料調製を行い、GC-IRMSにより $\delta^{13}\text{C}$ または $\delta^{15}\text{N}$ の測定を行って、混合物についても同位体分別が起こらないことを確認した。確立した方法を用いて、同一 case 由来で微量成分が類似している資料（MA HCl 及び DMSO₂ が混和されたもの）を複数 case 分、GC-IRMS により安定同位体比の測定を行ったところ、含有する MA は、同一 case 由来の者同士は、同様の $\delta^{13}\text{C}$ 及び $\delta^{15}\text{N}$ を示した（Figure 1）。

合成薬物である MA は、原料に石油製品である phenyl-2-propanone を用いるとラセミ体が、医薬品原料である ephedrine や pseudoephedrine を用いると光学活性体（+）体）が得られる。（+）体の方が、中枢神経興奮作用が強いため、出回っている MA は（+）体が多い。しかしながら、押収される MA の中には、（-）体または（+）体と（-）体の比率が 1:1 でない混合物などもあることから、このような混合物の詳細な解析を目的として、キラル分離を伴った GC-IRMS による分析法について検討を行った。確立した方法を用いて、同一 case 由来だがキラリティーの異なる 3 資料（（+）-MA、（-）-MA 及び（+）-MA と（-）-MA の 8:2 混合物）について $\delta^{13}\text{C}$ の分析を行ったところ、検出される微量成分が少なく、関連性の判断が難しい資料であったが、 $\delta^{13}\text{C}$ の値により、8:2 混合物については、同一 case 由来の（+）-MA と（-）-MA を混合して調製したものではないことが明らかとなった（Figure 2）。

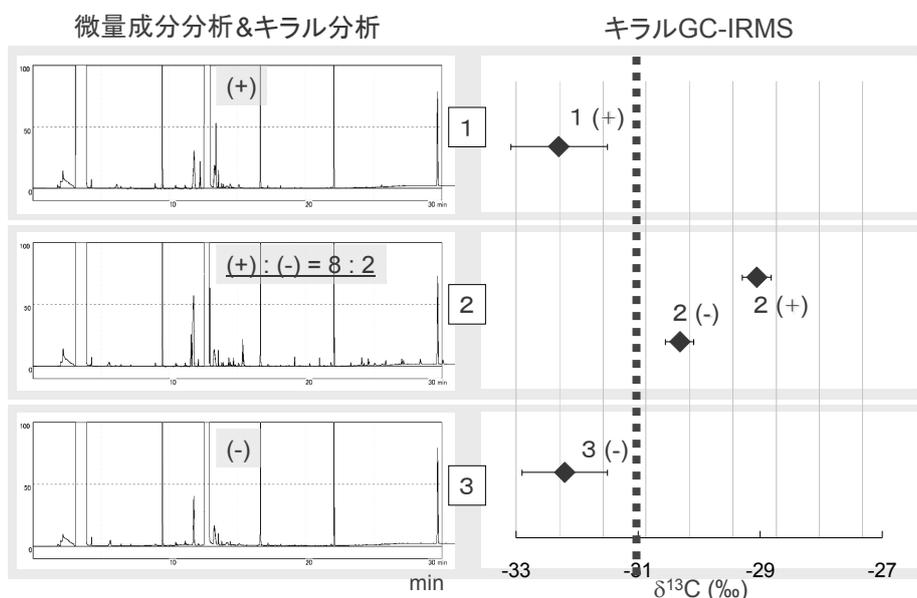


Figure 2 同一 case 由来だがキラリティーの異なる MA の微量成分プロファイルとキラル GC-IRMS により測定した $\delta^{13}\text{C}$

4. その他の違法薬物の安定同位体比による異同識別

大量押収される薬物については、異同識別が求められるため、MA 以外の違法薬物についても、GC-IRMS による分析の検討を行ってきた。

2000 年代、我が国において、エクスタシー錠剤と呼ばれる麻薬 MDMA（及びその類似物質）を含有する錠剤の乱用が爆発的に広がった。我々は大量に押収される MDMA 錠剤の異同識別を行うため薬物プロファイル分析法の構築を試みた。錠剤型麻薬は、賦形剤やカフェイン等の添加物を含有していることから、薬物プロファイルとして使用する安定同位体比を得るためには、GC-IRMS による分析の検討が必須である。同位体分別のない試料調製法、GC 条件等を検討し、異同識別に用いるための手法を確立した。確立した方法により、同一 case 由来だが色や形が異なる錠剤 2 種について、 $\delta^{13}\text{C}$ 及び水素安定同位体比 (δD) の分析を行った。その他の薬物プロファイルと統合することにより、2 種の錠剤は色素以外の MDMA、添加物、賦形剤については共通のものを使用していると推定されたことから、これらの錠剤は同一の密造所で製造されたことが示唆された。

大麻は我が国では覚せい剤に次いで押収量が多い乱用薬物である。国外から密輸されるものが多いが、国内で種子から栽培する例も後を絶たない。EA-IRMS による大麻の Bulk 安定同位体比は生育環境を反映することが明らかとなっている [Denton *et al.* 2001]。

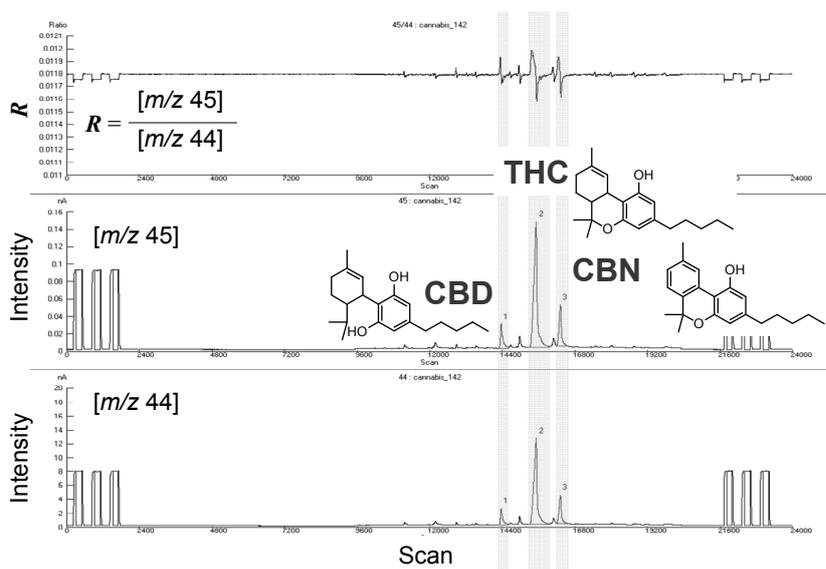


Figure 3 大麻抽出物の GC-IRMS による測定結果

検討を始めた当時、GC-IRMS による化合物特異的安定同位体比質量分析は行われておらず、また、バルク分析の結果を用いた個々の押収物の異同識別という観点での検討も行われていなかったため、安定同位体比質量分析プロファイルによる大麻資料の異同識別を目的とし、EA 及び GC-IRMS による分析について検討を行った。EA-IRMS による分析の結果、ある程度の識別は可能で、 $\delta^{15}\text{N}$ の方がより識別能力が高いことが示唆された。研究用

として交付された乾燥大麻を用いて、カンナビノイド（大麻特有成分）の 1 つである cannabiniol (CBN) をターゲットとして同位体分別の無い抽出法を確立した後、乾燥大麻抽出物について、GC-IRMS による測定の検討を行ったところ、主要なカンナビノイドである tetrahydrocannabinol (THC)、cannabidiol (CBD)、CBN について、十分な分離と感度が得られ (Figure 3)、 $\delta^{13}\text{C}$ を測定することが可能であった。化合物特異分析を行って得られたカンナビノイドの $\delta^{13}\text{C}$ を用いることにより、バルクの $\delta^{13}\text{C}$ では識別出来なかった組み合わせについても識別することが可能であり、バルク及び化合物特異プロファイルの組み合わせが、大麻資料の異同識別に有用であると考えられた。

5. おわりに

各種違法薬物について、IRMS を用いた分析の検討を行い、確立した方法を用いて実資料の分析を行った。特に、GC-IRMS を用いることにより、混合試料の詳細な分析を行うことが可能となった。安定同位体比質量分析は、化合物を構成する元素そのものの違いをみており、構造情報等を得られる通常の質量分析等と相補的に用いることにより、資料同士の関連性を総合的に評価することに活用可能である。

6. 文献

日高 洋, 赤木 右 (2002), 入門講座 同位体比分析 同位体比の定義と標準, ぶんせき, 2002, 2-8.

Iwata, Y.T., Kuwayama, K., Tsujikawa, K., Miyaguchi, H., Kanamori, T. and Inoue, H. (2008), Evaluation method for linking methamphetamine seizures using stable carbon and nitrogen isotopic compositions: a complementary study with impurity profiling, *Rapid Communications in Mass Spectrometry*, 22, 3816-3822.

Denton, T. M., Schmidt, S., Critchley, C., Stewart, G. R. (2001), Natural abundance of stable carbon and nitrogen isotopes in *Cannabis sativa* reflects growth conditions., *Functional Plant Biology*, 28, 1005-1012.

略歴

- 1991 年 東京理科大学 薬学部 製薬学科 卒業
- 1993 年 東京理科大学 薬学研究科 薬学専攻 修了
- 1993 年 警察庁 科学警察研究所 入庁、化学第一研究室 研究員
- 2002 年 化学第一研究室 主任研究官
- 2007 年 学位取得、博士 (薬学) 東京理科大学
- 2009 年 国際法中毒学会 (TIAFT) 若手奨励賞 口頭発表部門最優秀賞
- 2011 年 日本法中毒学会 吉村賞
- 2012 年～ 化学第一研究室 室長

法科学分野におけるガスクロマトグラフィーの活用

佐賀県警科捜研 うちかわ たかし 内川 貴志

【はじめに】

我々は、科学捜査研究所において、犯罪立証のための各種分析（鑑定）を行う「法科学」という分野に携わっている。その業務は、事件現場において採取された資料を鑑定し、結果を鑑定書として報告するものであるが、鑑定結果に間違いがあれば、冤罪を招いたり、事件解決が遅延したりする等社会的影響が大きい。よって鑑定には常に正確性が要求されている。

演者は化学分野の鑑定（化学鑑定）に携わっている。化学鑑定は、以前からガスクロマトグラフィーを主な鑑定手法としており、ガスクロマトグラフィーの進歩は、化学鑑定の精度向上に大変大きく貢献していることを常々実感している。また近年、犯罪形態が巧妙化している中、ガスクロマトグラフィーの更なる進化を大いに期待するところである。

今回は、ガスクロマトグラフィーを活用する化学鑑定の種類、現状とそして問題点を紹介し、その問題点解消のために我々が着目し、本学会から評価を頂いたガスクロマトグラフィー-赤外分光法への取り組みについて紹介する。

【化学鑑定におけるガスクロマトグラフィーの活用】

化学鑑定は、ガスクロマトグラフィーの高い分離能力を活用して様々な薬毒物等に対して実施されている。例を挙げれば、覚せい剤、大麻、麻薬、指定薬物、向精神薬等の薬物や、農薬、シアン、硫化水素等の毒物、油類、エタノール、トルエン等の揮発性薬物等分析対象は多種多様である。これらの検査は、時代と共に検出器が FID から MS に置き換わり、感度と識別能力が飛躍的に向上した。現在では化学鑑定において GC/MS は絶対に欠かせない装置となっている。

最近では、死因究明の一環としての生体試料中の薬毒物検査の依頼が多くなっている。亡くなった方の生体試料を検査し、自然死を装った殺人事件を見逃さない事が目的であるが、この検査は、ターゲットとなる薬毒物の情報がない状況下で実施しなければならず、広範囲なデータベースに対する網羅的な検索が必要となる。GC の高分離能力と MS スペクトルのデコンボリューションで精度良く単独化させた MS スペクトルとデータベースに登録されているリテンションインデックスを照合することで高精度の薬毒物検査が可能となっている。

【GC/MS の問題点】

GC/MS は、上述のとおり化学鑑定に欠かせない装置であり、今後も発展し高性能化が期待できるが、異性体の識別能力に問題点がある。我々は、数年前に社会問題にもなった危険ドラッグの鑑定においてその問題点に直面した。危険ドラッグは指定薬物や麻薬として規制されているが、それらの薬物には位置異性体が多く存在しており、その多くは未規制薬物である。法執行上、危険ドラッグの位置異性体の確実な識別は、極めて重要であるにもかかわらず、一般的な GC/MS による分析では、位置異性体の識別が困難であるため、早急な対策が必要とされた。

【異性体識別に対する GC/IR の有効性】

ガスクロマトグラフ/赤外分光光度計 (GC/IR) は、GC の検出器に FT-IR を用いた装置である。FT-IR は、薬物識別能力に優れているが、検査前に煩雑な単離作業を必要とすることから、依頼数が多く、夾雑物や複数の薬物が含有している危険ドラッグの鑑定では敬遠されていた。一方 GC/IR は、煩雑な単離作業を必要とせず、装置内において GC 部でカラム分離を実施し、単離した薬物を FT-IR 部において赤外吸収スペクトルを測定する装置である。GC/MS と比較すると、優れた位置異性体識別能力を有しており、我々が抱えていた危険ドラッグ鑑定における問題点を一気に解決する装置である。Fig.1 に我々が使用する GC/IR の概略図を示した。

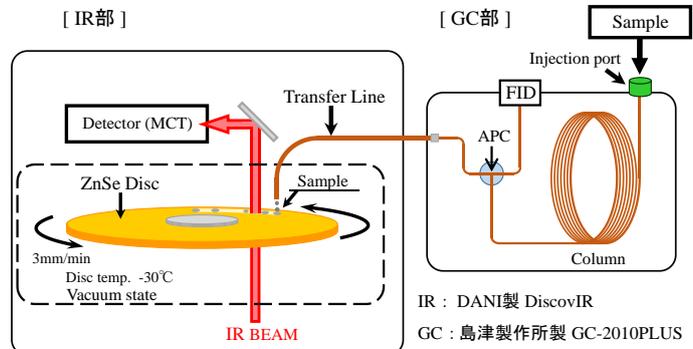


Fig.1 SOLID PHASE GC/IRの装置構成

我々は、危険ドラッグの位置異性体識別に GC/IR が有効であることにいち早く気づき、様々な違法薬物及びその位置異性体に対してその有用性を検討し各種学会において報告してきた。我々が使用する GC/IR は、低温真空下の ZnSe 板上に析出する試料を検出するものであり、今まで検討したフェネチルアミン類、カチノン類、合成カンナビノイド類等の危険ドラッグ全てで検出が可能であった。

その一例として XLR11 とその位置異性体について紹介する。XLR11 は、麻薬として規制されているが、Fig.2 で示したとおりフッ素の結合位置の違いによる未規制の位置異性体が存在する。これを GC/IR で測定したところ、Fig.3 に示すような IR スペクトルが得られ、 $1300\text{cm}^{-1}\sim 700\text{cm}^{-1}$ の範囲に異性体間で明確な差異が観測された。

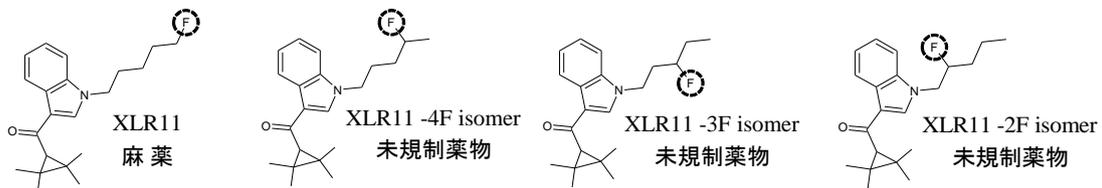


Fig.2 XLR11 及びその位置異性体

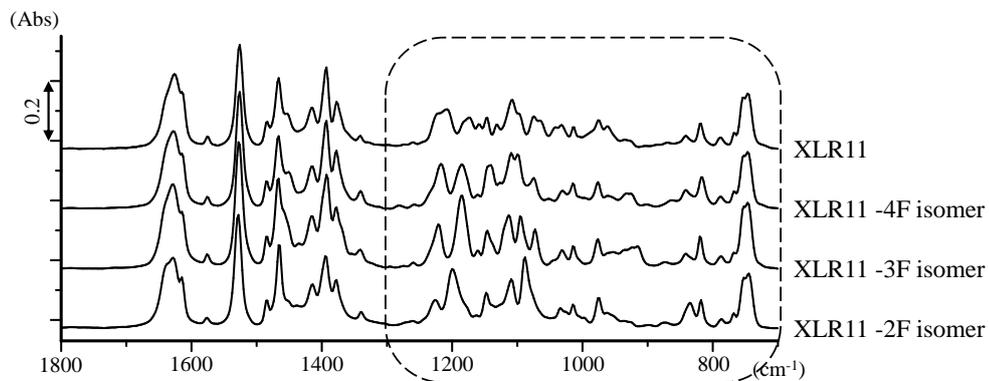


Fig.3 XLR11及び位置異性体のIRスペクトル

【GC/IR を用いた薬物分析の検討】

1. 誘導体化処理後の試料の分析

GC/IR は、GC や GC/MS と同様に複雑な試料調整を行わずに分析が可能な装置である。危険ドラッグの場合でも、有機溶媒による希釈又は抽出のみでの測定が可能である。しかし低沸点薬物の場合、分析中に ZnSe 板上に析出した薬物が徐々に揮発し減少することが確認されている。この現象は、通常のリアルタイム分析ではさほど影響は無いが、測定に時間がかかる積算分析や再測定を行う際に検出強度の著しい低下を招く原因となっていた。我々はその改善策として低沸点薬物に対して無水トリフルオロ酢酸による TFA 誘導体化処理を実施した。その結果としてアンフェタミン (AP) の例を Fig.4 に示した。遊離塩基状態では、経時的に ZnSe 板上の AP の減少に伴う吸光度の低下が認められたが、その一方で TFA 誘導体化処理を行った AP の吸光度の減少は極僅かであった。これは、TFA 誘導体化処理によって ZnSe 板上における AP の安定性が向上したことを示しており、低沸点薬物の安定した IR スペクトルの取得に非常に有用であった。

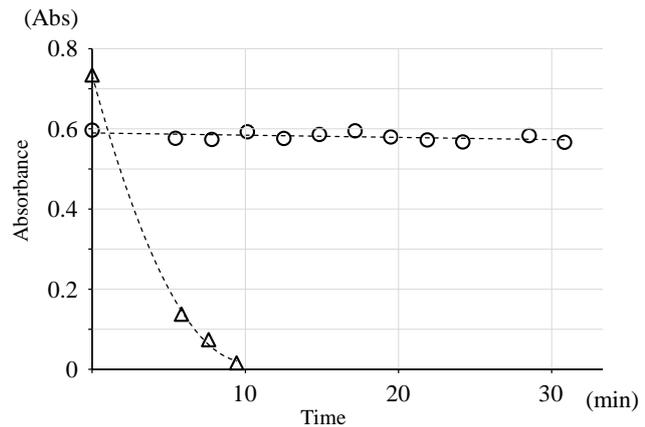


Fig.4 APの遊離塩基とTFA誘導体のZnSe板上での安定性
△：遊離塩基 ○：TFA誘導体

2. GC/IR を用いた光学異性体識別

光学異性体の関係にある薬物を GC/IR を用いて直接識別することは不可能であるが、光学分割用誘導体化試薬と反応させてジアステレオマーに変化させることで、GC/IR で識別可能とする手法を確立した。その活用例として覚せい剤 (メタンフェタミン：MA) を紹介する。

MA には不斉炭素に伴う光学異性体が存在するが、乱用される MA は主に *d*-MA であり、薬物乱用者の尿からも同様に *d*-MA が検出される。一方パーキンソン病治療薬の中には、服用後の患者の尿から *l*-MA が検出されるものも存在することから、MA の光学異性体識別は非常に重要な鑑定となっている。我々は、(S)-2-アセトキシプロピオニルクロライド ((S)-APC) を誘導体化試薬に用いたところ、*d*-MA 及び *l*-MA の (S)-APC 誘導体化物の IR スペクトルの一部に特徴ある差異が確認された (Fig.6)。この手法を実際の尿試料に応用したところ、薬物乱用者の尿中の MA が *d*-MA であることが判明し (Fig.7)、この手法の有用性が確認された。

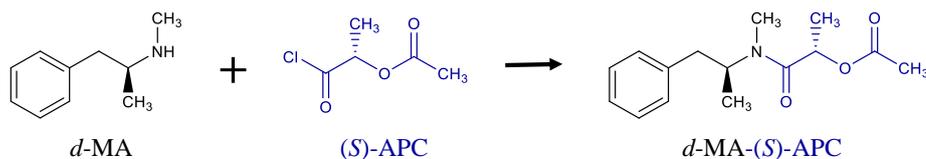


Fig.5 *d*-MAと(S)-APCの反応図

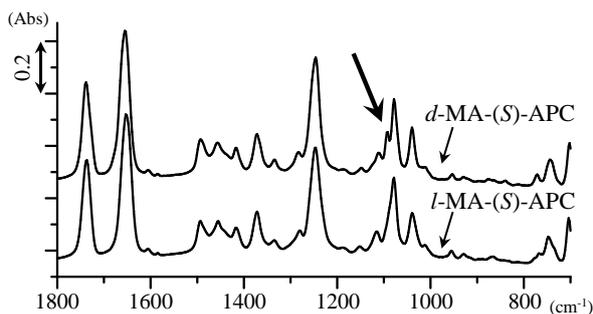


Fig.6 *d*-MA-(S)-APC及び*l*-MA-(S)-APCのIRスペクトル

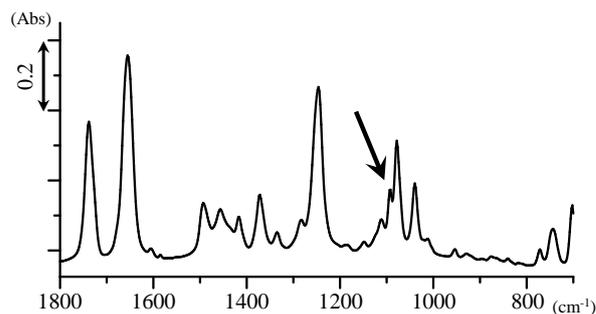


Fig.7 尿試料より得られたMA-(S)-APCのIRスペクトル

3. 尿中微量薬物に対応する GC/IR 分析の高感度化

GC/IR は、数 10~200ppm 前後の試料濃度域で良好な測定結果が得られることから、0.1ppm 程度の検出感度を必要とする生体試料（尿）中からの微量薬物分析への活用は困難とされてきた。しかし、尿中の微量薬物の異性体識別が可能となれば、使用した薬物を特定する有力な証拠となることから、その重要性は非常に高いものである。我々は、GC 部と IR 部に対してそれぞれ個別に高感度化への検討を行った。すなわち GC 部については、PTV（プログラム昇温気化）法による大量試料導入を、IR 部については、積算分析法と試料の誘導体化処理を検討した。指定薬物である 2 位~4 位のフルオロメタンフェタミン（FMA : Fig.8）を検証薬物として分析を行ったところ、尿中濃度が 0.05ppm の希薄な FMA 試料からでも積算分析による S/N 比の改善と誘導体化処理による出力安定性の確保により 25ppm の標準試料とほぼ同等な IR スペクトルが得られた（Fig.9）。更には異性体間での識別も明確に観測されており（Fig.10）、非常に有用な結果が得られた。

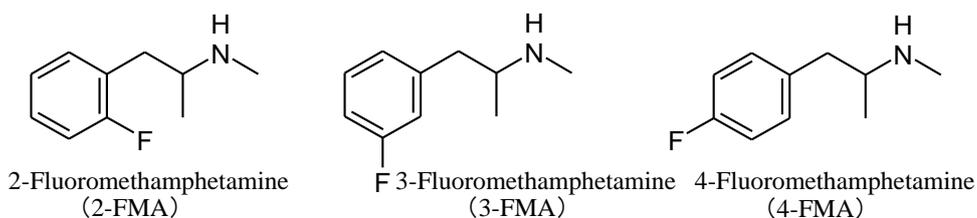


Fig.8 2-, 3-, 4-FMAの構造式

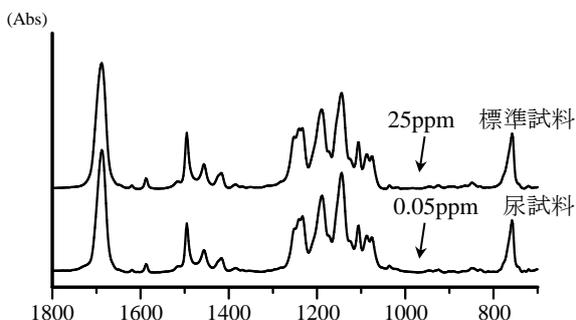


Fig.9 尿中の 2-FMA-TFA (0.05ppm) と標準試料の IR スペクトル

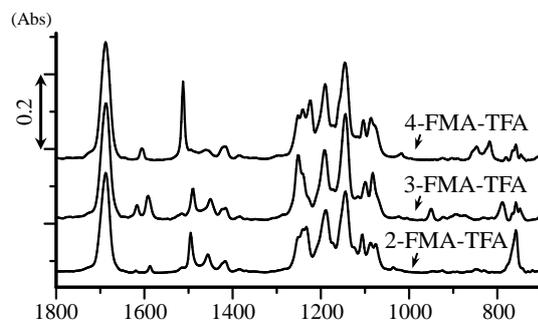


Fig.10 尿中の 2-, 3-, 4-FMA-TFA (各 0.05ppm) の IR スペクトル

4. 類似薬物を用いた指定薬物の構造推定

GC/IR は、上述のとおり高い異性体識別能力を有した装置であるが、分析で得られた IR スペクトルを評価する対照の IR スペクトルデータが無い薬物の場合、その能力を発揮することはできない。種類が多く、常に新しい薬物が出現し流通する危険ドラッグにおいて、全ての標準試薬または IR スペクトルデータを入手することは不可能である。対照の IR スペクトルデータが存在しない危険ドラッグに対して、どのように対処して行くかが GC/IR の今後の課題となっている。

我々は、構造の変化がアルキル鎖伸長のみの類似した危険ドラッグ同士(methylone、butylone、pentylone)からは、非常に類似した IR スペクトルが得られることを報告した文献¹⁾に着目し、応用を試みた。すなわち、IR スペクトルのデータが無い危険ドラッグの位置異性体識別を検討する際、類似した別の薬物の IR スペクトル上に出現する位置異性体構造に由来するスペクトルを抽出し、それを指標として目的の危険ドラッグの位置異性体識別が可能か検討を行った。その一例として、フルオロフェンエトラジン (FPE : Fig.11) の位置異性体識別をフルオロフェンメトラジン (FPM : Fig.12) の IR スペクトルを用いて行った。その結果、推定の域を越えなかったが FPE の位置異性体識別が可能であった。

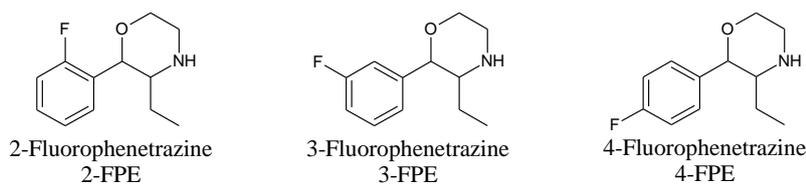


Fig.11 2-, 3-, 4-FPEの構造式

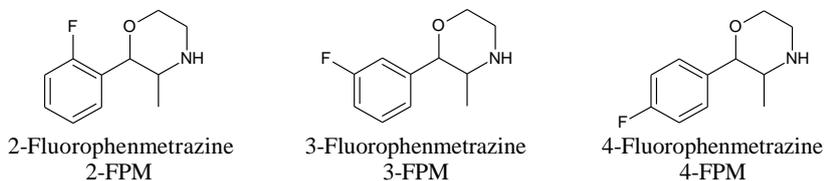


Fig.12 2-, 3-, 4-FPMの構造式

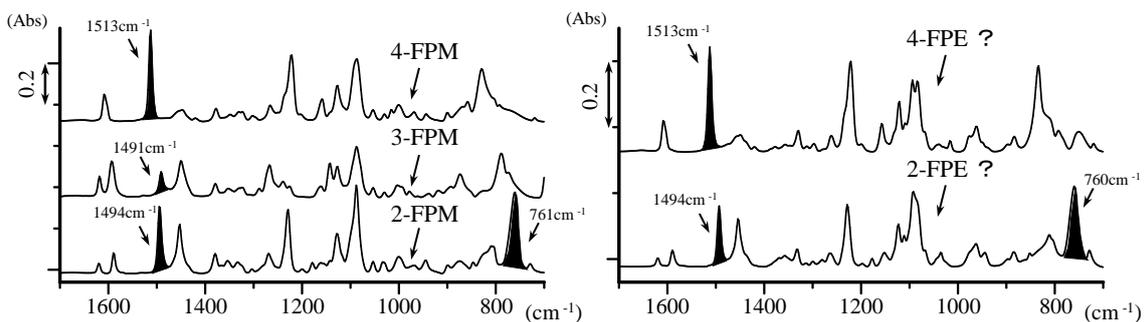


Fig.13 2-, 3-, 4-FPMのIRスペクトル

Fig.14 FPEのIRスペクトル

【まとめ】

鑑定業務は人の今後を左右する重要な業務であり、鑑定人は少しでも検査結果に疑念があれば、それを払拭し正確な結果を報告する義務がある。その点においてガスクロマトグラフィーは、正確性を要求される化学鑑定において根幹をなす非常に重要な手法であり、今後もその重要性は変わらない。その一方で、犯罪形態が巧妙化していく中、危険ドラッグのような GC/MS のみでは対応に苦慮する

鑑定が今後増加する危険性がある。GC/IR は、GC/MS にはない構造特定能力に優れた装置であり、今後の化学鑑定、特に違法薬物の分野において重要な装置となる可能性を秘めている。我々は、GC/IR の更なる能力の向上と活用範囲の拡大を目指して検討を重ねており、化学鑑定業務の技術向上、ひいてはガスクロマトグラフィーの発展に寄与できるように今後も研鑽を重ねていきたい。

【参考文献】

1. Robert *et al.*, Forensic Drug Identification by Gas Chromatography – Infrared Spectroscopy, 2013

(自己紹介)

1 略歴

1989年熊本大学工学部工業化学科を卒業、同年4月より佐賀県警察本部刑事部科学捜査研究所に入所し現在に至る。

2 仕事内容

覚せい剤、大麻、農薬等の薬毒物から、塗料、樹脂、繊維等に至る化学全般に関する鑑定業務に従事している。

3 研究内容

以前は、覚せい剤や自動車塗膜についての研究に従事していたが、平成25年以降は、GC/IRを用いた違法薬物の異性体識別法に関する内容を中心に活動している。

4 出身地

佐賀県武雄市

5 趣味

旅行、最近は北海道と沖縄に足繁く通っている。LCC等を使って旅費を安く抑え、旅行回数を増やすことに凝っている。

6 連絡先

〒840-8540 佐賀県佐賀市松原一丁目1番16号

佐賀県警察本部科学捜査研究所

TEL : 0952-24-1111

GC 研究懇談会 運営委員名簿

2018年11月1日現在

役職名	氏名	所属名
委員長	佐藤 博	長崎国際大学
副委員長	和田 豊仁	(株)島津製作所
副委員長	川上 肇	アジレント・テクノロジー(株)
副委員長	前田 恒昭	元 産業技術総合研究所
	秋山 賢一	東京工芸大学
書記	安藤 晶	ジーエルサイエンス(株)
	岩崎 貴幸	(株)パーキンエルマー・ジャパン
新任	岩田 祐子	警察庁科学警察研究所
	植田 郁生	山梨大学
	内海 貝	Restek コーポレーション日本支社
書記	大川 真	(株)日立ハイテクサイエンス
交代	大塚 克弘	(株)総合環境分析
	大橋 眞	トレイジャン サイエнтиフィック ジャパン(株)
	大森 啓	トレイジャン サイエнтиフィック ジャパン(株)
	岡野谷 和則	日本たばこ産業(株)
	金井 良太	株式会社 MC エバテック
会計	金子 広之	東京化成製造サービス(株)
	金丸 新	ケイサイエンス株式会社
庶務・展示	神田 広興	ゲステル(株)
	岸本 徹	アサヒビール(株)
	木下 健司	(地独)東京都立産業技術研究センター
	小林 永佑	(株)島津製作所
	坂牧 寛	(一財)化学物質評価研究機構
	坂本 美穂	東京都立健康安全研究センター
	杉田 和俊	麻布大学
	園部 淳	(株)エア・リキード・ラボラトリーズ
	代島 茂樹	アジレント・テクノロジー(株)
新任	田丸 好美	東京化成工業(株)
	土屋 文彦	サーモフィッシャーサイエнтиフィック(株)
	中釜 達朗	日本大学
庶務・記念事業	中里 正光	ジーエルサイエンス(株)
	中村 貞夫	アジレント・テクノロジー(株)
	西島 功	日本電子(株)
	野口 政明	テクノインターナショナル(株)
	羽田 三奈子	アナリティクセンス(株)
	藤峰 慶徳	大塚製薬(株)
	本田 俊哉	(株)日立製作所

役職名	氏名	所属名
	松尾 俊介	(株)アイスティサイエンス
HP	山上 仰	西川計測(株)
	渡邊 卓朗	(国研)産業技術総合研究所
	鰐川 彰	アサヒビール(株)
地方委員(東北)	渡辺 壱	フロンティア・ラボ(株)
地方委員(中部)	津田 孝雄	(有)ピコデバイス
顧問・地方委員(関西)	小村 啓	元(公財)サントリー生命科学財団
顧問・地方委員(関西)	瀬戸 康雄	(国研)理化学研究所
地方委員(関西)	藤村 耕治	信和化工(株)
地方委員(関西)	古川 雅直	(株)島津製作所
地方委員(関西)	古野 正浩	大阪大学大学院
地方委員(関西)	森川 正己	エスアンドエー・ラボ(株)
地方委員(九州)	門上 希和夫	北九州市立大学
最高顧問・信頼性委員長	保母 敏行	東京都立大学
事務局	田中 久光	(公社)日本分析化学会

顧問(専任)

記念事業・アーカイブ担当	渡辺 征夫	元 国立保健医療科学院
	齋藤 壽	元 (株)島津製作所

ガスクロマトグラフィー研究懇談会設立 60 周年記念 奨励賞受賞講演要旨集
(ガスクロマトグラフィー研究懇談会 第 356・357 回特別講演会 講演要旨集) 定価 2,000 円

2019 年 2 月 15 日 初版第 1 刷

編集兼発行人 公益社団法人 日本分析化学会
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 : 03-3490-3351 FAX : 03-3490-3572

©2019, The Japan Society for Analytical Chemistry

本研究懇談会のホームページ(<http://www.jsac.or.jp/~gc/>)では、研究会のご案内や入会などに関する情報がご覧いただけます。