

計算を使わずに容量分析を教える試み

近年、大学の教員側から大学生の学力、学習習慣あるいは主体的学習意欲の不足などが指摘されています。私の所属する学部でもここ2,3年、この現象が目立ってきています。特に、分析化学に関する授業で取り扱う滴定などの容量分析では当量点に関する理解はある程度あるものの、その前後の滴定量では分析種、滴定剤、反応生成物の種類や濃度をイメージできない学生も少なくありません。これは、高校ではほとんど当量点しか議論しないために、それ以外の状況を把握するのに慣れていないことが要因と考えられます。加えて、そもそも計算が不得意な学生も増えてきているため、計算主体で授業を進めると化学を教えているのか、算数（数学ではない）を教えているのか、わからなくなる時があります。この授業は概ね評判が良くないことが多いのですが、化学が嫌いなのか、計算が嫌いなのか混然としたまま嫌われている感があります。そこで、数年前から計算を用いずにこれらの化学量論的な議論ができないかと試みていることがあるので、この場を借りまして簡単にご紹介します。

用意するのは、ビーカーとビュレットを模した図が描いてあるA4の紙と1円玉、10円玉です。ビーカーとビュレットを模した図は10 mLごとに点線で区切ってあり、それぞれ6区画（60 mL分）と4区画（40 mL分）設定しています。別に、1円玉、10円玉および10円玉1枚に1円玉1枚を乗せた図が1枚（1組）ずつ描かれており、それぞれ「滴定剤 1 mmol」「分析種 1 mmol」「生成物質 1 mmol」と定義されています。さらに、「10 mL」と描かれた四角形の中に10円玉が1枚描かれており、その下に「1 mmol/10 mL = 0.1 mol/L」と書かれています。このシートは「滴定シミュレーションシート」と呼んでおり、分析種と滴定剤が物質（モル）比1:1で反応する滴定過程において、ビーカー内に存在する分析種と滴定剤、および生成物の種類と濃度を計算せずに求めることができます。

例えば、ビーカー内に濃度0.3 mol/Lの分析種溶液が20 mL入っているとします。このとき、ビーカー内の下から二つの「10 mL区画」に10円玉を3枚ずつ、計6枚置きます。一方、濃度0.3 mol/Lの滴定剤溶液がビュレットに40 mL入っているとすると、ビュレット内の「10 mL区画」に1円玉を3

枚ずつ、計12枚置くことになります。ここで、ビュレットからビーカーに滴定剤溶液を10 mL滴加することを想定し、ビュレットからビーカー内に3枚の1円玉を動かします。この滴定剤は分析種と物質（モル）比1:1で反応するので、ビーカー内にある6枚の10円玉のうち、3枚の上に1円玉それぞれ1枚ずつ置きます。結局、ビーカー内には10円玉が3枚、1円玉を乗せた10円玉が3組でき、分析種および生成物質が存在することがわかります。ビーカー内の溶液は30 mLになるので、ビーカー内の下から三つの「10 mL区画」にそれぞれ均等に配置すると、各区画には10円玉と1円玉を載せた10円玉が各1枚（1組）ずつ配置されることになります。この配置から、分析種および生成物質の濃度はそれぞれ0.1 mol/Lとわかります。さらに、ビュレットから滴定剤溶液を10 mL滴加することを想定して1円玉を3枚ビーカー内に動かして10円玉に載せると、ビーカー内には1円玉を載せた10円玉が6組できるので生成物質しか存在せず、当量点であることがわかります。ビーカー内の溶液は40 mLになるので、ビーカー内の下から四つの「10 mL区画」に均等に配置すると各区画には1円玉を載せた10円玉が1.5枚ずつ配置されます。この配置から、生成物質濃度は0.15 mol/Lとわかります。続けて、ビュレットから10 mL（20 mL）滴定剤溶液が滴加されたときにはビーカー内には1円玉3枚（6枚）と1円玉を乗せた10円玉が6組存在し、ビーカー内の下から五つ（六つ）の「10 mL区画」に均等に配置することにより、滴定剤溶液は0.06（0.1）mol/L、生成物質は0.12（0.1）mol/Lとそれぞれ目算できます。実際の授業では、まず、このシミュレーションシートを使って滴定剤、分析種および反応物質の種類および濃度を把握させながら計算方法を説明して化学量論的な考え方を理解させます。続いて、酸塩基滴定、キレート滴定など各種滴定における分析種の濃度変化を化学平衡論的に説明しています。

以上、内容を簡単にご紹介しましたが、この内容は「化学反応を伴う物質収支を視覚化した滴定学習用簡易シミュレーション教材の試作」という論文名で専門誌「工学教育」（日本工学会教育協会）に掲載されています。同様の考え方で抽出における物質移動についてシミュレーションシートを使った講義も行っており、「物質移動と物質収支を視覚化した抽出学習用簡易シミュレーション教材の試作」という論文名で同専門誌に公開しています。これらのシミュレーションシートを用いることにより、物質質量や濃度を視覚的に理解できるだけでなく、グループワークへの移行も可能なことから、一味違った分析化学の授業展開が可能になると考えています。授業では事前教育としてYouTube動画を視聴させています。ご興味のある方はご覧ください（「1円玉と10円玉で滴定におけるビーカー内の化学種の種類と濃度変化について考えてみる」「1円玉で抽出率と分配比（分配係数）との関係について考えてみる」）。私と同じように学生の学力低下にお悩みの方がいらっしゃいましたら、それらの方々の一助になれば幸いです。

〔日本大学生産工学部 中釜達朗〕

インフォメーション

第12回生涯分析談話会

千葉大学西千葉キャンパスで開催された日本分析化学会第68年会の初日(2019年9月11日)に、第12回生涯分析談話会が開催された。本談話会は、日本分析化学会会員が定年退職した後も日本分析化学会の行事に参加し、相互の交流と親睦をはかることを目的として行われているものであり、第59年会において第1回が開催されて以来、今年で10周年を迎えた。昨年度からは分析化学討論会の前日においても行うことになり、年2回の開催となっている。

第12回生涯分析談話会は、恒例に従って年會会場の一つを使用させていただいて講演会を行い、その後会場を移して懇親会を行った。講演は、東京都立大学名誉教授 保母敏行先生に「CJK(日中韓)分析化学シンポジウムの足跡と旅」と題して行っていただいた。CJK分析化学シンポジウムは保母先生が中心となって2004年にスタートした国際シンポジウムであり、中国、韓国、そして日本において毎年開催されている。一昨年は、東京理科大学葛飾キャンパスで開催された第66年会に併設してCJK2017が行われたので、記憶に残っておられる方も多いと思う。

ご講演の前半では、CJKシンポジウム発足の経緯から現在に至る歴史をお話いただいた。きっかけは、ガスクロマトグラフィー研究懇談会の例会が2002年に250回を迎えることになり、それを記念して北京の中国科学院生体環境研究中心においてChina-Japan Symposium on Environmental Analytical Chemistryを開催したことにあるということである。ガスクロマトグラフィー研究懇談会の委員長であった保母先生は、日本側の代表となって中国側の組織委員長である単 孝全教授とともにこのシンポジウムを成功に導いた。次いで翌年には、今度はガスクロマトグラフィー生誕50周年を記念して、韓国ガスクロマトグラフィー研究懇談会ならびに韓国分析化学会との共催でソウル教育文化会館においてKorea-Japan Symposium on Environmental Gas Chromatographyを開催した。これを契機に、翌2004年に北京友誼会館においてChina-Japan-Korea Symposium on Environmental Analytical Chemistryの開催となり、この年から日中韓3ヶ国で交互に毎年開催することとなった。2009年からはCJK Symposium on Analytical Chemistryと名称を変え、現在に至っていることはご承知のとおりである。

保母先生は中国から優秀な留学生を多数研究室に迎え入れたが、先生のもとで学位を取得して帰国した彼らは、母国で第一線の研究者として活躍している。日本に留学して帰国した分析化学研究者を励ますとともに、さらに交流の輪を広げられたらと願ってCJKシンポジウムをスタートさせたとお話であったが、見事にその目的を果たされたのではないかと思う。2004年は先生が東京都立大学をご退官になられた年であるが、精力的に中国及び韓国との学術交流の道を開かれ、東アジアの分析化学の発展に尽くされたことを改めて理解した次第で



講演中の保母先生



懇親会後の参加者集合写真

ある。

後半は一転して、CJKシンポジウムに参加された後に中国及び韓国の各地を旅行されたときの思い出を、たくさんのきれいな写真とともにうんちくも交えて楽しくお話いただいた。特に中国の明清時代の宮殿や寺院の屋根について「走獣」と呼ばれる飾りについては詳しく解説していただいた。「走獣」は魔除けの飾りであるそうで、先端に位置する「騎鳳仙人(鳳凰に跨った仙人)」に続いて龍や麒麟などの想像上の動物が並び、最後は火除けの意味を持つ「旁吻(口を開けた魚)」となっている。騎鳳仙人と旁吻との間の動物の数は建物の格式が高いほど多く、中国で最も多いのが紫禁城大和殿の10匹(騎鳳仙人と旁吻を加えると12)というお話は興味深くうかがった。

懇親会は、西千葉駅南口の「割烹みどり」において一室を借り切って行われた。中村 洋本談話会会長のご挨拶の後、特別に参加していただいた内山一美会長の乾杯の音頭ではじまり、小熊幸一先生ご推薦の千葉大学御用達(?)の美味しい和食を楽しみながら和気藹々のうちに進められた。参加者お一人ずつにお話をいただいたが、それぞれに語りたいたことが多すぎて、お話が尽きないうちにあっという間に2時間が過ぎてしまった。

講演会には現役世代の方々も含めて40名弱、また懇親会には25名の参加を得て盛況のうちに第12回生涯分析談話会を終えることができた。会員数の減少が長期間にわたって続いている現状において、生涯分析談話会には現役を退いた会員を少しでもつなぎとめる役割を果たすことが期待できるように思う。次回は第80回分析化学討論会が行われる札幌での開催である。次回の幹事を務められる田中俊逸先生から会場や講演についてのご紹介があり、札幌での再会を約して散会となった。

最後に、講演会場を確保していただいた年会実行委員長の藤

浪真紀先生ならびにプログラム委員長の平山直紀先生、懇親会場を手配していただいた小熊幸一先生、そして前回の生涯分析談話会からの引き継ぎ等で種々お世話いただいた田端正明先生には、この場を借りて厚く御礼申し上げます。

〔第12回生涯分析談話会幹事代表 洪川雅美〕
(埼玉大学名誉教授)



第32回分析化学における不確かさ研修プログラム

2019年10月3日(木)、4日(金)の2日間、日本電気計器検定所本社(東京都港区)にて、第32回分析化学における不確かさ研修プログラムを開催しました。本セミナーは、公益社団法人日本分析化学会と日本電気計器検定所(JEMIC)とが共同開催しているものです。JEMICでは、初心者向け不確かさ研修プログラムを開催していますが、本セミナーは分析化学業界で従事されている方を受講者対象にして、講義、演習内容にアレンジを加え、分析化学のニーズに合ったものに仕上げられています。分析化学の専門家である講師を一般財団法人化学物質評価研究機構からお招きし、実務に即した講義にしております。

不確かさは難しいというイメージがありますが、身近な事例からわかりやすく説明し、講義と演習を繰り返すことにより、知識が確実に吸収できるよう工夫しています。講義後の演習に取り組むことにより、受講者は、思考する力をつけ、ポイントとなる箇所の解説を聞くことにより、理解が深まります。また、演習の中には、グループ討議する時間を設け、異なる組織体の受講者同士でディスカッションし、他グループの発表を聞くことで、普段とは違う様々な意見に接し、視野が広がりとても参考になったとお声もいただいております。

本セミナーでは、3名の講師が対応しています。演習時には、講師が受講者のお席を回り、一人一人の進捗状況を確認しながらセミナーを進めますので、初心者の方でも安心してご受講いただけます。

また、既に実務に就かれている方からは、日頃の疑問点を講義内容に沿った形で質問し、解消される方も見られます。これは、分析化学の専門家が講師をしているからこそその強みです。発言しやすい雰囲気作りをし、なるべく多くのご質問やご意見をお伺いすることにより、次回のセミナーに活かせるよう、講



師共々、工夫を重ねています。

本セミナーは2007年2月に初開催以来、600名様近くの方に受講していただいております。12年にわたり継続できているのも受講者の満足度の表れだと感謝しております。今後も「楽しく・簡単に・解かり易く」を常に心がけ、参加していただいた受講者の皆様にご満足いただけるよう精進いたします。

次回、第33回目の開催は、2020年1月30日(木)、31日(金)の2日間を予定しています。開催情報の詳細は、「ぶんせき」のお知らせ欄及び日本電気計器検定所のホームページ(https://www.jemic.go.jp/gizyutu/j_keisoku.html)に掲載されますので、ご覧ください。

〔セミナー事務局・日本電気計器検定所 村中厚司〕



第38回分析化学中部夏期セミナー

日本分析化学会中部支部主催の標記セミナーが、9月2日(月)と3日(火)の両日にわたり富山市の「インテック大山研修センター」で開催された。本セミナーは、「分析化学および関連分野に携わる研究者間の交流と親睦を図るとともに、若手研究者の育成と研究発展の一助とする」ことを目的に、中部各県の持ち回りで1982年から毎年この時期に開催されているもので、他の支部で催されている若手の会と支部講演会、それに親睦会が合体した一大イベントである。大学院生・学生、高専生から大学・高専の教員ならびに民間企業の研究者を含めた中部支部の分析関連研究室の交流の意味合いもあり、今回は、講演者を含め95名(一般44名、学生51名)の参加があった。実行委員は倉光英樹(富山大院理工(理))、波多宣子(富山大院理工(理))、佐澤和人(富山大院理工(理))、菅野 憲(富山大院理工(工))、遠田浩司(富山大院理工(工))、加賀谷重浩(富山大院理工(工))、袋布昌幹(富山高専)、間中 淳(富山高専)、健名智子(富山衛研)、四津佳伸(㈱アイザック)の各氏で、袋布が委員長を、間中が庶務担当を務めさせていただいた。

本セミナーは、1日目の13時より、石田支部長、実行委員長の挨拶で開会した。はじめに2件の招待講演が行われた。袋布委員長の司会で、丁子哲治氏(富山高専名誉教授)に「分析化学研究への思い」という演題でご講演いただいた。自らの経験も踏まえて研究における学術研究の方法として、帰納法と演繹法、最近の流行りであるAIの歴史や特徴に関連して研究における問題と課題についてお話いただき、今後の研究を進める上での重要なヒントとなる講演となった。続いて、間中委員の司会で、高貝慶隆氏(福島大学)より、「福島第一原発の汚染水分析のために分析化学者が挑んだ新規分析手法の開発とその8年間の奮闘」という演題でご講演いただいた。福島第一原子力発電所の事故の後、放射性ストロンチウムやその分析法に関する困難な課題から新規分析手法を確立していくまでの苦労、努力されました過程および現在に至る成果に関して多くの聴衆が引き込まれるお話しをしていただいた。引き続き、若手依頼講演が行われた。間中の司会で、岡崎琢也氏(明治大)に「光ファイバーによる「スケールセンサー」の開発と発展」という演題でご講演いただいた。光ファイバーにスケールが付着



写真1

することによるファイバーの光伝導性の変化を利用したセンシング技術に関する成果を丁寧に分かりやすくお話しいただいた。

その後、恒例となっている新製品紹介講演に移り、袋布委員の司会で「分析の前処理について考えませんか?」と題して木村崇久氏（㈱フリッチェジャパン）に製品であるボールミルの特長を詳細にご紹介いただいた。

この後、セミナーは一旦休憩となり、夕食後、意見交換会が行われた。親睦会は、参加者一同が大広間に集まり、夕食を兼ねて始まった。途中、参加者から差し入れていただいた地元のお酒やお土産の披露が間中委員からあり、会場は大いに盛り上がった。その後、場所を変えて二次会、そして三次会と、お土産の品や実行委員が準備した趣向を凝らした品に舌鼓を打ちながら、深夜まで交流が続いた。

セミナーの2日目は、9時からのポスター講演で始まった。菅野委員のお世話のもと、コアタイムを前半と後半の2回に分け、51件の講演（学生）と3件の企業展示を行った。厳しい質問が浴びせられ答えに窮する場面、懇切丁寧なコメントを頂戴し笑顔がこぼれる場面などが散見され、特に学生にとっては貴重な体験になったようである。その後、2件の新製品紹介講演に移り、加賀谷委員の司会で「ICP-MSを用いた新しい分析手法の紹介 シングルパーティクル（SP）/シングルセル（SC）ICP-MS法」と題して小川泰輝氏（㈱パーキンエルマー ジャパン）に、四津委員の司会で「ガス捕集関連製品および簡易測定器の紹介」と題して林 大貴氏（㈱ガステック）に、それぞれの特長を詳細にご紹介いただいた。続いてポスター賞の表彰式を行い、最優秀ポスター発表賞1名と優秀ポスター発表賞9名が発表された。各受賞者に石田支部長より賞状と副賞の図書カードが贈られた。引き続き、石田支部長、実行委員長の挨拶でセミナーは閉会となった。最後は恒例の記念撮影となった。無事屋外で撮影することができたためか、参加者の表情も晴れ晴れとしたように感じられた（写真2）。その後、昼食をとり、解散となった。

今回は、幕張メッセ国際展示場で開催されたJASIS2019の直前で参加企業様にとってお忙しい時期にも関わらずご参加いただけましたこと御礼申し上げますとともに、準備、会期中の不手際により、参加者、協賛企業ならびに講師の方にご迷惑をおかけしてしまったことをこの場を借りてお詫び申し上げます。



写真2

また、今回も招待講演、依頼講演を企画・実施したが、講演者、参加者ともに好評であり、お忙しい中ご講演を快諾いただきました講師の先生方に改めて感謝の意を申し上げたい。次の世代を担う研究者およびその卵が、このような場で切磋琢磨することは、まさに本セミナーの趣旨に合致する。また、講演者にとっては、依頼講演の形式をとっていることも業績という観点から魅力ではないだろうか。来年以降も継続していただけたら幸いである。なお、本セミナーは昨年は近畿地区との合同での開催で福井地区、今年の富山地区の開催に続き、来年は石川地区で開催される予定である。来年もこのセミナーで再会できることを楽しみにしている。

富山高等専門学校 袋布昌幹
 ” 間中 淳



2019年度CERIクロマトグラフィー分析賞

（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は、2018年度より「CERIクロマトグラフィー分析賞」を創設し、2019年度は本年8月末日を期限として候補者の推薦公募を行った。期日までに提出された推薦書を基に、2019年度CERIクロマトグラフィー分析賞選考委員会で審議した結果、株式会社日立ハイテクサイエンス所属の伊藤正人氏（同社の清水克敏氏推薦）が受賞候補者に選出され、9月25日開催の液体クロマトグラフィー研究懇談会第6回運営委員会において承認された。「CERIクロマトグラフィー分析賞」とは、その受賞規程第2条第2項に、「液体クロマトグラフィーを利用した研究分野で優秀な研究成果を挙げた者に授与する」と規定されている。

今回の伊藤正人氏の受賞における研究業績は、「高速アミノ酸分析計および超高速液体クロマトグラフに関する研究と開発」である。伊藤正人氏は、1986年、L-8500形高速アミノ酸分析計の開発メンバーとなり、粒径3μmのイオン交換樹脂カラムを用いる分析法を研究し、発表した。その後、1997年L-8800形、2005年L-8900形、2017年LA8080高速アミノ酸分析計を順次開発した。一方、2006年、超高速液体クロマトグラフ（UHPLC）であるL-2000UシリーズLaChromUltra（最大圧力60MPa）を開発した。次いで、2013年には当時業界最高圧力の140MPa ChromasterUltra UHPLCシステム、

およびサブ2 μm ODS カラムを開発・発表した。これらの研究開発過程で、理論段数、圧力と時間の三次元グラフを考案し、さらに線速度とカラム長さを加えた五つのパラメーター間の関係式を見いだすことにも成功している。その成果は、「高速液体クロマトグラフィーの速さと分離に関する研究」と題する博士論文（2018年筑波大学）に集大成されている。

このように、伊藤正人氏の一連の機器開発と解析研究はアミノ酸分析を通して数々の社会的貢献を果たすとともに、学問的にもUHPLC分野で顕著なブレイクスルーを実現し、CERIクロマトグラフィー分析賞に相応しいと評価された。

2019年10月3日

〔液体クロマトグラフィー研究懇談会委員長 中村 洋〕



2019年液体クロマトグラフィー科学遺産認定

（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は、2018年度より「液体クロマトグラフィー科学遺産」の認定事業を開始し、2年目の本年は8月末日を期限として推薦公募を行った。期日までに提出された推薦書を基に、2019年液体クロマトグラフィー科学遺産認定委員会で審議した結果、熊谷浩樹氏（アジレント・テクノロジー株式会社）推薦の「HP/Agilent 1100 シリーズ HPLC」（所有者：アジレント・テクノロジー株式会社）が液体クロマトグラフィー科学遺産第2号として認定され、9月25日開催の液体クロマトグラフィー研究懇談会第6回運営委員会において承認された。

「液体クロマトグラフィー科学遺産」とは、その認定に関する規定第2条に、「日本における液体クロマトグラフィーの発展にとって、歴史的な観点から顕著な貢献があったと認められるものを指す」と定義されている。認定第2号となった「HP/Agilent 1100 シリーズ HPLC」は、1995年に発売が開始され、バリデーションサポート機能をはじめとする数々の新技術、新機能が盛り込まれ、多くのHPLCユーザーに信頼性と利便性に優れたHPLC分析を提供した。全世界で60000モジュール超を販売するベストセラーとなり、その後のHPLCシステムの開発にも影響を与えた。HP/Agilent 1100 シリーズの主な新技術、新機能は次のとおりである（1～6. は汎用LC, 7. はキャピラリーLC）。

1. ハードウェアのバリデーション（OQ, PQ）サポート機能により、ユーザーによるバリデーションを実現した
2. 消耗品の使用状態を管理し交換時期を告知することにより、装置状態の適切な維持を可能とした
3. ハードウェアの自動テスト機能により、ユーザーによるハードウェアの状態の把握および不具合原因の特定を可能とした
4. グラフィカルユーザーインターフェース採用のワークステーションにより、直感的で分かりやすい操作を実現した
5. 高感度フォトダイオードアレイ（PDA）検出器の高感度化に成功し、PDA検出器を普及させた
6. オンラインスペクトル採取および多波長励起・蛍光が可能な蛍光検出器を開発し、蛍光スペクトル照合によるピーク同定を可能とした

7. フローセンサーにより実流量を計測、フィードバックする電磁制御スプリッターを開発し、流量精度の高いキャピラリーHPLCシステムを実現した

このように、今日のHPLC, UHPLCシステムで標準的機能と認識されている機能のいくつかは、HP/Agilent 1100 シリーズで実現されたものである。また、PDAの高感度化やFLDのオンラインスペクトル採取、実流量フィードバック制御によるキャピラリーLCなどは、開発当時の最先端技術を駆使して、HPLCの新しい可能性を切り開いたと言える。これらの先駆的な機能を有した「HP/Agilent 1100 シリーズ HPLC」は日本も含め世界のHPLCの発展に多大な影響を与え、液体クロマトグラフィー科学遺産に値するものと認定された。

なお、認定作業に当たったのは以下の7名である（◎印：認定委員長）：伊藤誠治（東ソー）、大塚克弘（総合環境分析）、岡橋美貴子（病態解析研究所）、橘田 規（日本食品検査）、小林宣章（東洋合成工業）、◎中村 洋（東京理科大学）、三上博久（島津総合サービス）。

2019年10月3日

〔液体クロマトグラフィー研究懇談会委員長 中村 洋〕



第339回液体クロマトグラフィー研究懇談会

2019年9月25日（水）に開催した第339回LC研究懇談会例会では日ごろLC, LC/MSをお使いの方々に向けて、メンテナンスやトラブルシューティングについてメーカーから5題、ユーザーから1題それぞれご講演をいただきました。いずれのご講演も本会の主題に沿った「明日から使えるノウハウ」をご紹介いただきました。6題のご講演をいただいた後、LC研究懇談会委員長の中村 洋先生（東京理科大学）より総括を賜り例会を閉会いたしました。例会後は会場を移動して講師の皆様を交えて情報交換の場を持ち、活発な交流ができました。

中村先生をはじめLC懇役員の皆様、講演をご快諾いただいた講師の皆様、会場を準備してくださったオルガノ(株)様の皆様のご協力のもと、初めての例会オーガナイザーを全うできたことを深く御礼申し上げます。以下に各講演の概要をご報告いたします。

「分析法開発時に注意すべきポイント～トラブルを未然に防ぐために～」(日本ウォーターズ(株) 朝日優介氏

健全性の高い分析法開発に関する講演。品質管理などの目的で分析法を作成する場合、誰がどこで実験しても同等の結果が得られるような分析法が要求される。例えば極性化合物を分析する際には適切なpHの緩衝液を移動相に用いることで再現性の良いクロマトグラムが得られる。また、極性化合物は有機溶媒組成の低い移動相で分析することがあるが、充填材細孔のDewetting（いわゆる水抜け）により保持時間および分離の再現が悪くなることもある。Waters社は、表面修飾とエンドキャッピングを最適化することで水100%移動相であってもDewettingの影響が小さいT3カラムを提供している。また、基材の調製から充填までの一貫したカラム品質管理体制によりカラムのロット間差を低減し健全性の高い分析法開発へ貢献し

ている。

「HPLC および LC/MS システムに共通するポンプ等のメンテナンスについて」(ジャスコエンジニアリング㈱) 高橋契匠氏

ポンプおよびオートサンプラーは HPLC, LC/MS システムどちらにも共通するユニットであり、これらのメンテナンスに関する講演。トラブルシューティングをする上 LC システム(ハード面)・分析条件(ソフト面)のどこに問題があるのか、原因の切り分けが重要である。LC システムのうちポンプ・オートサンプラーの問題は配管の緩みや詰まり、シール部劣化がほとんどであり、圧力保持や流量をチェックすることで容易に判断できる。

「光学検出器のメンテナンスとトラブルシューティング—主として PV・PDA 検出器など」(日本分光㈱) 坊之下雅夫氏

最も広く使われている UV, PDA 検出器の原理とメンテナンスについての講演。光学系のうち光源ランプとフローセルについてはユーザー自身で交換・メンテナンスできる箇所である。ランプとフローセルのどちらにも問題があってもベースラインの変動、S/N の低下といった症状が見られるがランプ点灯時間およびエネルギー値(リファレンス側)を一緒に確認すれば原因を切り分けられる。また、クロマトグラムに現れる現象(ベースラインのドリフトやノイズのパターン、ピーク面積・形状の変化など)にはそれぞれ理由があり、過去の実験データや作業の履歴、装置診断情報と併せてクロマトグラムを確認することで適切なトラブルシューティングにつながる。

「蒸発光散乱検出器のメンテナンスとトラブルシューティング」(㈱島津総合サービスリサーチセンター) 三上博久氏

ELSD の原理・特長と、使用上の留意点やメンテナンスについての講演。ELSD は光吸収がない化合物を分析するための検出器として糖類や脂質などの分析に用いられる。示差屈折率検出器(RID)と似た分析事例もあるが、RID より高感度なうえグラジエント溶出ができるという点で異なる。他方、溶媒を気化させたあとに残る溶質粒子の散乱光を検出するため、揮発性のサンプルが測定できず、また、ネブライザーガスや排気といった ELSD 特有の機構に関連する分析上の留意点が挙げられる。

「誰でもできる! 質量分析計を長持ちさせるメンテナンス方法」(㈱島津製作所) 井本英志氏

質量分析計のうちユーザー自身でもメンテナンスできるイオン化部周辺に関する講演。生体由来試料や食品のような夾雑物の多いサンプルを日常的に測定していると ESI プロブからイオンレンズまで汚染され感度やピーク面積再現性の低下を招く。特に DL(Desolvation Line, 脱溶媒部)の汚染は、汚染によるバックグラウンド上昇・イオン化効率低下によるシグナルレベル低下の両方の観点から S/N 低下の原因となり得る。そのため分析停止時にはガスを流しっぱなしにしておくか、DL プラグで栓をすることで DL の汚染を防げる。万が一汚染によるトラブルが発生した場合はイオン源の上流、すなわち ESI キャピラリー→DL→イオンレンズの順に洗浄もしくは交換することで装置のダウンタイムを最小に抑えることができる。「LC/MS, LC/MS/MS のメンテナンスとトラブルシューティング」(一財) 日本食品検査) 橋田 規氏

LC/MS ユーザーの目線から、日常的なメンテナンス・トラブルシューティングと総合的なコスト低減に関する講演。LC/MS は本体価格もさることながら、特に複数台所有している場合のランニングコストも高額になり、これを低減できればユーザーにとって費用対効果は大きくなる。ランニングコストの一つとしてメンテナンス費用が挙げられるが、できる限りメンテナンスをユーザー自身が行うことでコストカットできる(「点検・修理に来たサービスエンジニアの作業の様子を記録し自分たちでも作業できるようにする」「交換頻度の高い消耗品は予めストックを持っておく」など)。一方で保守契約を結ぶ場合には装置の使用頻度やメンテナンスの頻度に応じて適切なプランを選択することも重要である。

(ジャスコエンジニアリング㈱) 島崎裕紀



第 340 回液体クロマトグラフィー研究懇談会

2019 年 10 月 21 日に開催した第 340 回液体クロマトグラフィー研究懇談会では「LC, LC/MS における定性分析の今」という主題で実施いたしました。近年ハード面、ソフト面において技術が向上しており、ソフト面では新たな視点でのデータ解析が可能となりました。またハード面では LC の高速化、カラムの高分離化および各種検出器の高感度化により、実用するには困難であったものが、LC との接続が可能となり、新たな知見が得られてきております。今回はそのような観点より、定性分析に関わらるご講演を 5 題していただき、最後に中村 洋先生(東京理科大学)により総括をしていただきました。株式会社日立ハイテクサイエンスの会場にて行われ参加人数は 55 名でありました(オーガナイザー:筆者)。

「検出限界の考え方」(株式会社総合環境分析, 大塚克弘氏)

定性分析もしくは定量分析を行う上での検出限界についてご講演していただきました。通常の業務ではクロマトグラムにおいてピークが「ある」もしくは「ない」で判断されてしまう検出限界を統計的に解釈するというものでありました。検量線において線形および非線形における計算方法を解説され、少し難解でありましたが、正確な検出限界を算出するには、これだけのプロセスを経ないということがわかりました。

「LC-MS を用いた食品分析における定性分析事例」(一般財団法人日本食品検査, 高橋洋武氏)



葉物野菜を用いたメタボロームを網羅的に解析し、その中で主要成分の同定を試みるというご講演でありました。高分解能MSを用いて測定を実施し、代謝物データベースを用いて絞り込みを行い、標品と比較していくといものでありました。その中でグルタミンおよびグルタミン酸はイオン化において環化反応が進行し、ピログルタミン酸が生成するという知見を見いだしました。また経時においてもピログルタミン酸は増加していくということも見いだされました。

「ポリマーの添加剤や界面活性剤分析におけるLC/MSを用いた定性分析」(アジレントテクノロジー株式会社, 山本慎也氏)

工業材料であるポリマーを中心にその添加剤について2D-LCおよびLC/MSとソフトを用いた解析事例のご講演をしていただきました。ポリマーではGPEC (Gradient Polymer Elution Chromatography) を用いて、GPCと組み合わせるとGPCによる分子量の分布だけでなく、ポリマーの溶解性(≡ポリマーの組成)によっても分離が可能となるため、ポリマーのキャラクタリゼーションに有用であります。また界面活性剤分析では、MassProfilerを用いて人による解析では困難なスペクトルをわかりやすく可視化することによってポリマーの繰り返し単位解析を容易にし、またロット間などによる不純物分析にも有用であると講演されました。

「オンラインSPEを利用した定性分析」(ジャスコエンジニアリング株式会社, 島崎裕紀氏)

HPLCとNMRやIRを検出器として接続すると感度の問題より、そのまま接続するのは困難であります。そこでSPEを利用した分析をご講演していただきました。分取LCではフラクションコレクションした後に濃縮の工程が必要でありましたが、SPEを利用することにより、これらの工程が一度に行われます。NMRで分析する場合、少量の重溶媒で溶出させることによってNMRによる構造解析が可能となり、使用する重溶媒も少量のためコストメリットがあります。またFT-IRにおいては溶出液をダイヤモンド粉末に滴下することで、脱溶媒を進行させ、IR測定を可能としました。なお本講演では60MHzの卓上NMRを用いておりました。

「On-line及びOff-line LC-NMRを用いた微量成分の構造解析」(株式会社東レリサーチセンター, 中野隆行氏)

医薬品分析においては閾値以上の不純物の不純物構造を報告しなければならず、MSおよびNMRを用いた構造解析は重要であります。そこで本講演ではLCとNMRを直接接続するOn-lineとSPEで濃縮後にNMR分析を行うOff-line分析の解析事例を講演していただきました。On-line分析では単離することによって化合物が分解してしまうような分析に有用であり、主成分に対して1%程度の不純物なら測定が可能であるとのことでした。またOff-line分析ではSPEで濃縮してから分析するため、高感度プローブを利用することにより、測定時間を要する2D-NMRの測定が可能とのことでした。本講演では感度の悪いHMBCの測定例を示されました。On-lineとOff-lineではそれぞれメリット、デメリットがあるため、状況に応じて使い分けることが重要とのことでした。

(東洋合成工業(株) 小林宣章)

◆ 理事会だより (2019年度第4回)

10月1日(火)の午後2時から5時半まで、学会事務局会議室にて2019年度第4回理事会が開催された。会長・副会長・理事・監事12名とTV会議システムを介して3名の理事が参加した。たいへん多くの議事があったが、結局のところほとんどの議事は、会員減や広告減からの収入減に対して固定費が思ったほどに削減できていない現状に関連しており、個別の課題に対しての経費削減対策が議論の焦点となった。個人正会員3,545名(10月1日時点)の年齢分布は、51~55歳の約600名をピークとして26~30歳の280名まで低年齢に向けて漸減している。また、2015年2月からこの4年半の間に700名近い個人正会員が退会した。何も策を打たなければ、5年先には個人会員数は3,000人を切り、15年後には2,000人を切って半減することが容易に予測できる。したがって、7,000人の個人正会員がいた時代と同じ数の事業および事業運営をしているわけにはいかず、三誌の発行形態や学会行事のあり方を早急に改革しなければならぬ状況にある。今回の理事会では、「ぶんせき」誌の電子化に対応したタスクフォースからの答申案(電子化時期、費用削減見積、出版社選定、広告社維持など)を受け、各項目で実行する担当理事等が決定された。また、各学会活動において、それぞれの活動内容で不要な作業項目がないか、より効率的な運営ができないか等の抜本的な見直しの必要性が指摘された。そこには、現状では90点のものを100点にするために多くの会員や事務局職員が尽力しているが、サービスを受ける側が90点で良しとすることになれば、相当の省力化を図ることができるという発想が必要になってくる。例えば、年会・討論会の運営に関しても役割の見直しによる学会事務局の負担軽減が可能であるという認識が共有された。

同時に、若い世代や企業の会員数を増加させる仕組みを構築することも議論された。例えば、企業では配置異動があることを考慮して人数を規定した会員種目の新設も検討に値する。また、学会合会では従来の産業界シンポジウムや68年会で企画された産官学カフェなどのような交流企画を通じて、官学の成果を産につなげていく活動がより一層重要になってくる。なお、関東支部では企業の若手研究・技術者と官学の研究者との技術交流会を発足する予定である。分析化学という多様性をもつ学問領域において、その強みをどのように生かしていくのが問われていると感じた。

今年度開催された第79回討論会・68年会(暫定)の報告があったが、学術行事における参加者数および講演数はここ数年大きな減少は認められない。会員数の減少率を考えると、会員の学術的アクティビティーは着実に向上し、かつ学生・院生らは積極的にポスター発表していることがわかる。また、68年会からの年会参加登録費(予約申込で9,000円から12,000円)の値上げは、参加者数に大きな影響を与えなかったようである。なお、各実行委員会のご尽力による学会合会の収益が学会の財政に大きく寄与していることが実感できた。

本日の理事会を振り返ってみると、残念ながらワクワクするような楽しい議事がなかった。唯一の明るい話題は、「分析化

学実技シリーズ」の蛍光 X 線分析、ガスクロマトグラフィー、電気化学分析の韓国語版出版が出版社の要請により実現することである。

十年後の姿（会員数や経費）はある程度は予測できるので、そこを見据えた事業計画とその運営を会員諸氏の協力を得なが

ら事務局職員とともに確実に進め、その先には学会および会員がより元気になるようなマスタープランの構築が喫緊の課題であると感じた理事会であった。

〔庶務担当理事 藤浪真紀〕

執筆者のプロフィール

(とびら)

中島淳一 (Junichi NAKAJIMA)

日産化学(株)物質科学研究所物質解析研究部 (〒274-8507 千葉県船橋市坪井西 2-10-1)。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》金属や無機化合物の高感度定量と化学状態分析。《趣味》旅行、ドライブ。

E-mail : nakajimaj@nissanchem.co.jp

(ミニファイル)

鈴木康弘 (Yasuhiro SUZUKI)

科学警察研究所法科学第三部化学第三研究室 (〒277-0882 千葉県柏市柏の葉 6-3-1)。東京理科大学大学院理学研究科修士課程(化学専攻)修了。工学博士(名古屋大学)。《現在の研究テーマ》微量成分元素分析による微細証拠物件の異同識別法の開発。《主な著書》“捜査のための法科学”(分担執筆)(令文社)。《趣味》将棋(三段)、落語鑑賞。

E-mail : suzukiy@nrrips.go.jp

(トビックス)

山本祐平 (Yuhei YAMAMOTO)

徳島大学大学院社会産業理工学研究部 (〒770-8506 徳島市南常三島 2-1)。広島大学大学院理学研究科地球惑星システム学専攻博士課程後期修了。博士(理学)。《現在の研究テーマ》エアロゾル中の微量元素分析に基づく長距離輸送物質の起源解明。《趣味》サイクリング。

E-mail : yamamoto.yuhei@tokushima-u.ac.jp

青木元秀 (Motohide AOKI)

東京薬科大学生命科学部 (〒192-0392 東京都八王子市堀之内 1432-1)。東京薬科大学大学院生命科学研究科生命科学専攻修了。博士(生命科学)。《現在の研究テーマ》生命機能解析のためのオミックス分析技術の開発とその応用。《趣味》レガッタ(漕艇)、日曜大工。

E-mail : aoki@toyaku.ac.jp

末田慎二 (Shinji SUEDA)

九州工業大学大学院情報工学研究生命化学情報工学研究系 (〒820-8502 福岡県飯塚市川津 680-4)。九州大学大学院工学研究科博士後期課程修了。工学博士。《現在の研究

テーマ》タンパク質工学技術に基づいた各種バイオアッセイ系の開発。

E-mail : sueda@bio.kyutech.ac.jp

(リレーエッセイ)

田中佑樹 (Yu-ki TANAKA)

千葉大学大学院薬学研究院 (〒260-8675 千葉市中央区亥鼻 1-8-1)。京都大学大学院理学研究科地球惑星科学専攻修了。博士(理学)。《現在の研究テーマ》ICP 質量分析計を用いた、生体試料中の元素・同位体分析法の開発と医学応用。《趣味》研究、野良猫探し。

E-mail : yu-ki.tanaka@chiba-u.jp

(ロータリー・談話室)

中釜達朗 (Tatsuro NAKAGAMA)

日本大学生産工学部応用分子化学科 (〒275-8575 千葉県習志野市泉町 1-2-1)。東京都立大学大学院工学研究科応用化学専攻修士課程修了。博士(工学)。《現在の研究テーマ》環境調和型抽出・分離・検出法および装置開発。《主な著書》“これからの環境分析化学入門”(共著)(講談社)。《趣味》装置・教材・授業・短歌づくり。

E-mail : nakagama.tatsuro@nihon-u.ac.jp

会員の拡充に御協力を!!

本会では、個人(正会員:会費年額9,000円+入会金1,000円、学生会員:年額4,500円)及び団体会員(維持会員:年額1口79,800円、特別会員:年額30,000円、公益会員:年額28,800円)の拡充を行っております。分析化学を業務としている会社や分析化学関係の仕事に従事している人などがお知り合いにおられましたら、ぜひ本会への入会を御勧誘くださるようお願い致します。

入会の手続きなどの詳細につきましては、本会ホームページ (<http://www.jsac.jp>) の入会案内をご覧ください。下記会員係までお問い合わせください。

◇〒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)日本分析化学会会員係
〔電話:03-3490-3351, FAX:03-3490-3572, E-mail:mem@jsac.or.jp〕