

kju:

SCAS NEWS

2022 - I

(通巻55号)

テーマ

新素材と

暮らしを支える分析技術

提言 P.1

人工知能が研究開発をする未来の世界での
評価技術

産業技術総合研究所 畠 賢治 先生

未来へ繋ぐ P.3

化学物質の健康影響を評価するための
曝露評価研究

国立環境研究所 磯部 友彦 先生

FRONTIER REPORT P.7

- 複数の手法によるカーボンナノチューブの
官能基評価

SCAS NOW P.11

- 温度変動示差走査熱量測定
- 体臭に関わるにおい成分の分析

規制&標準化の潮流 P.13

- 食品用器具・容器包装のポジティブリスト制度
— 制度とPL収載および改正申請の概要 —

PICKUP! TOPICS 巻末

- 日本分析化学会 2021年度有功賞受賞



人工知能が研究開発をする 未来の世界での評価技術

AlphaGo™ が囲碁の世界チャンピオンを破って、人工知能（AI）が人間を超えたと世界に衝撃をもたらして以来、世の中、AI が花盛りである。AI は破竹の勢いで様々な分野に進出し、人間から着実に職を奪っている。研究の世界でも、データ駆動型研究開発がもてはやされ、DX（デジタルトランスフォーメーション）だの、データ駆動だの、MI（マテリアルインフォマティクス）、PI（プロセスインフォマティクス）といった言葉を聞かない日がない昨今である。DX 化に力を入れている企業では、数百人もの研究者が、数百件もの DX 型研究テーマを推進している。一方で、乗り遅れた企業は「わが社は DX の取り組みに遅れているんです」とあたかも会社存亡の一大事と言わんばかりである。

本当に AI は研究の世界に破壊的イノベーションをもたらすのだろうか？本稿では、データ駆動型材料開発の現場を事例にして、AI の本質を考えながら、AI を用いた材料研究と計測技術の未来予想図を大胆に描いてみたいと思う。

AI とはなんですか？と聞かれたら、私は入力情報を出力情報へ変換するツールですと答える。通常、AI 材料開発において入力は、物質の構造（分子構造、組成等を数値ベクトルに変換して入力）であり、出力はターゲット物性である。公開データベースなどで構造—物性変換を学習した AI が、未知な物質構造の特性を予測するというのがスタンダードな手法である。この方法は、構造が一意に定義できる、分子、結晶などには有効であるが、構造が不定の我々の身の周りにある複合材は、構造—物性データベースも存在しないため、AI が扱う対象と成り得なかった。

しかしながら、最近、SEM（走査電子顕微鏡）画像等の評価構造データを AI の入力情報とすることで、構造が不定な材料の物性を予測する手法が開発された¹⁾。そこでは、材料の組成、製造プロセスを入力情報として、AI が SEM 画像等で構造を構築して、さらにそこから複数の物性を予測する。素材選定、製造、物性評価といった一連の実験をすべてコンピューター上で仮想的に再現することができ、通常であれば数年間かかる莫大な実験をたかだか 1 時間で仮想的に実行してしまう。着目すべき点は、評価技術による構造データが公開されている構造—物性データベースのかわりを担っていることである。

このように評価技術ドリブンの AI を活用すれば、原理的に世の中に存在するすべての材料が、人工知能を用いた研究対象と成り得る。さすれば、材料開発は評価技術ドリブンの AI による仮想実験に置き換わるのであろうか？そんなことはないとは私は考えている。所詮、AI の予測は、本質的に統計処理なので、学習された実験空間の範囲内でのみ予測を行うことができる。内挿は得意でも外挿はできず、最適化はできても発見は苦手である。実は人工知能のモデルを開発した人が経験する壁は、良く練られた実験系—人工知能のモデルを作成しないと意味がある予測はできないことにあり、良く練られたモデルを構築するためには、人間が先回りして人工知能の予想を予測する必要がある。これでは本末転倒と言わざるを得ない。

しかし AI は組み合わせこそ、その真の実力を発揮すると私は考える。AI は本質的にジグソーピースを組み合わせるがごときにいとたやすく、並列にも直列にも、縦横無尽に組み合わせることができる（マルチモーダル AI）。例えば画像認識で人間の顔や表情を AI が認識し、音声認識で声をテキストに変換しつつ、トーンから機嫌を予測し、記憶情報とテキストが AI で解析されて意味付けされ、統合 AI がすべての AI の出力を組みあわせて総合判断を行うことで、人間のように振る舞うロボットが開発されている。材料研究の世界で、まだマルチモーダル AI の報告例はないが、必ず未来において実現する技術であると確信している。このように人工知能の使い方には無限の可能性があると見える。複数のネットワークが組み合わさってインター

ネットが形成された時に大きな社会変革を生み出したことを考えると、マルチモーダル AI が非常に大きなインパクトを研究にもたらす可能性は大いにあり、その時、評価の世界に、チェンジゲームのプラットフォームビジネスが出現することを私は予想する。

ここで、世の中のあらゆる AI をつなぎ込み可能なインターフェースをプラットフォーム AI として想像してほしい。インターフェースを介して、前段には材料の組成を入力として、SEM, TEM (透過電子顕微鏡), ラマン等の計測データを出力とする評価技術 AI 群 (各装置メーカーの装置ごとに) が接続されており、後段には計測データから物性を予測する複数の AI が繋がっている。プラットフォームのユーザーが扱う材料系と予測したい物性を入力すると、AI が用いるべき AI 群を選別する。さらには、AI の学習用データ取得用の試料の組成・製造条件等が AI により指定され、装置メーカーが実際の評価データを提供する、このようにして、AI をまったく知らないユーザーが、簡単に自分専用のカスタマイズされた AI モデルを構築することができ、材料開発をコンピューター上の仮想実験で高速に行うことが可能になる。

評価装置メーカーがこのプラットフォームを実現すれば、装置のハード売りの事業から、サービス主体の事業へと事業形態を変換できる、大きなビジネスチャンスが訪れる。プラットフォームのサブスクリプションでの売り上げのみならず、専門 AI モデル構築のコンサルティング業務、学習用データの委託販売、等々、様々な新しいビジネスの機会が考えられる。このように AI と評価技術はとても相性がよく、これから大いに成長する分野であると私は考える。

文 献

- 1) T. Honda, S. Muroga, H. Nakajima, T. Shimizu, K. Kobayashi, H. Morita, T. Okazaki, K. Hata : *Commun. Mater.*, **2**, 88 (2021) .

著者紹介

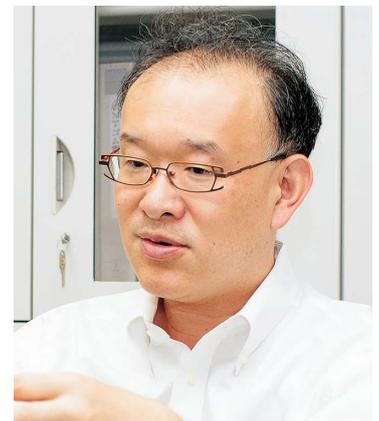
東京大学工学系大学院物理工学科卒業後、筑波大学先端学際領域研究センター勤務を経て、「社会の役に立つ研究をしたい」との思いを胸に、ハーバード大学の Charles Lieber 研究室でナノテクの研究に従事。2003年に産業技術総合研究所に入所し、2004年には高効率なCNTの合成法であるスーパージグロース法を開発した。現在はナノチューブ実用化研究センター研究センター長として、CNTの実用化を推進し、日本発の産業の創出を支援している。

略 歴

1995年 日本学術振興会 特別研究員
1996年 筑波大学先端学際領域研究センター物質工学系勤務 文部教官・助手
1998年 科学技術振興事業団勤務 (CREST) ポストドクター
2001年 ハーバード大学化学生物学科 Charles Lieber 研究室 ポストドクター
2003年 産業技術総合研究所 ナノカーボン研究センター ナノカーボンチーム 主任研究員
2005年 産業技術総合研究所 ナノカーボン研究センター ナノカーボンチーム チーム長
2008年 産業技術総合研究所 ナノチューブ応用研究センター
スーパージグロースCNTチーム チーム長
2010年 産業技術総合研究所 ナノチューブ応用研究センター 上席研究員
2013年 産業技術総合研究所 ナノチューブ応用研究センター 首席研究員
2015年 産業技術総合研究所 ナノチューブ実用化研究センター 研究センター長

主な受賞歴

1999年 日本表面科学会論文賞 (共著)
2000年 日本MRS奨励賞
2000年 応用物理学会講演奨励賞
2005年 nano tech大賞2005 材料・素材部門
2007年 平成19年度文部科学大臣表彰若手科学者賞
2008年 第18回つくば奨励賞 (若手研究者部門)
2010年 第6回日本学士院学術奨励賞
2010年 第6回日本学術振興会賞
2016年 第14回産学官連携功労者表彰 選考委員会特別賞
2016年 平成28年度全国発明表彰21世紀発明奨励賞
2016年 平成28年度科学技術分野の文部科学大臣表彰 開発部門



化学物質の健康影響を評価するための曝露評価研究

国立研究開発法人 国立環境研究所 環境リスク・健康領域 曝露動態研究室 いそべ ともひこ 磯部 友彦

日常生活で多様な化学物質を使用するなかで、化学物質曝露と健康影響の関連性の解明は社会的関心の高い課題である。とくに、胎児や小児は身体や精神の成長・発達の過渡期であることから外的要因に対して脆弱と考えられており、化学物質の曝露による子どもの成長や発達への影響を明らかにすることが求められている。本稿では、化学物質の曝露とその影響を評価するための研究について我々の研究グループの取り組みの一部を紹介する。



キーワード 🔍 大規模コホート調査／バイオモニタリング／精度管理／ハイスループット分析／エクスポゾーム

1 化学物質のリスクとは

我々の身の回りには膨大な数の化学物質が存在しており、その数は日々増加している。国内では、労働安全衛生法に基づいて公表された化学物質が約7万種あり、少なくとも数万種の化学物質が様々な製品等に使用されていると考えられる。我々はこれらの化学物質の性質を活用することにより、現在の便利で衛生的な生活を得ており、その存在無くして暮らしは成り立たない。しかし

ながら、これらの化学物質のうちごく一部には、その毒性や曝露量の観点から人の健康に影響を及ぼすことが疑われるものがあり、そのリスクに対して関心が高まっている。リスクという言葉は、一般にもしばしば複数の意味で用いられるが、専門用語としても分野によって評価法や背景となる考え方が異なる。本稿での化学物質のリスクとは、化学物質の曝露により健康影響が発生する可能性を指し、一般的に曝露量とハザードの積で評価される（図1）。

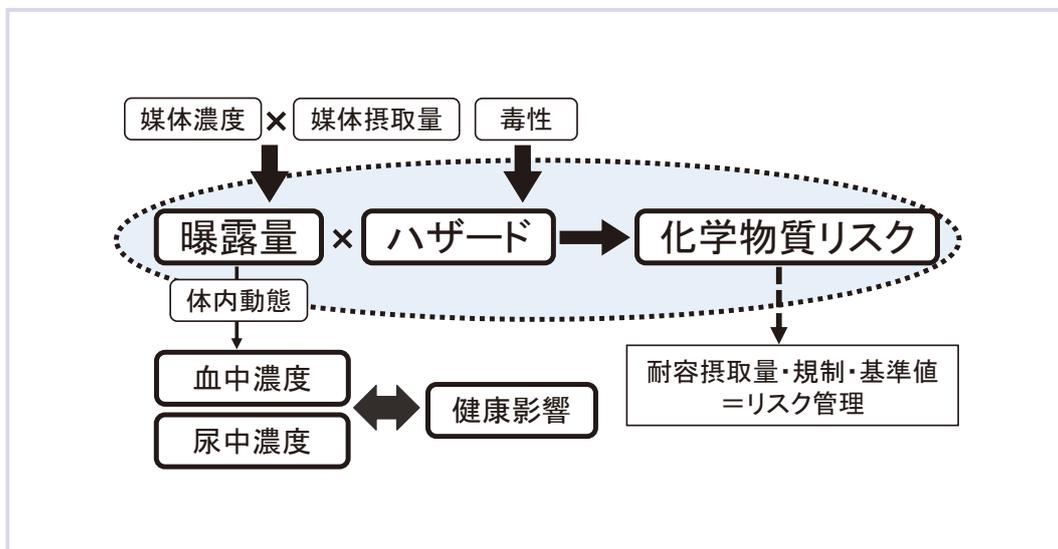


図1 化学物質のリスク評価

曝露とは飲んだり食べたり吸ったり触れたりすることを言い、ハザードとは有害性すなわち毒性を示す。この化学物質のリスク評価に基づいて、耐用摂取量や環境中・食品中などの残留基準、規制などが策定され、有害な影響を受けることなく、安心して暮らせることを目指して化学物質の使用が管理されている。一方で、未規制の化学物質や不十分な根拠に基づくリスク評価、これまで知られていなかった影響など、人の健康に対して有害影響が懸念されるケースは依然として存在しており、それらの化学物質について適切なリスク管理が求められる。また、最近の研究では、米国における内分泌かく乱物質の曝露により、年間約37兆円もの経済損失が生じているという試算もあり¹⁾、このような観点からも、化学物質の曝露と影響を適切に把握しておく必要がある。化学物質のリスクが正しく評価されるには、曝露とハザードが適切に見積もられていることが不可欠であり、我々の研究グループでは、とくに曝露評価の観点から、化学物質の曝露評価手法の開発や化学物質曝露と健康影響との関連について調査研究を進めている。

2 化学物質の曝露を評価する

化学物質の曝露は、媒体濃度と媒体摂取量から推算される(図1)。媒体濃度というのは、例えば食品や製品の残留レベルや河川水や大気といった環境中の濃度であり、一般に環境モニタリングや残留試験によって把握されているが、環境や食品・製品の濃度は採取する場所や季節、産地、製造法など様々な要因で変動するため、個人が接する媒体濃度を把握することは極めて困難である。もうひとつの媒体摂取量(曝露係数)は、それぞれの媒体にどれくらい接しているかを示すもので、例えば呼吸量、食事や飲料の摂取量、室内、屋外での活動時間、入浴時間、各種製品の使用量など、様々なパラメータを把握する必要があり、これらも年齢や性別、生活習慣、あるいは使用製品の流行などに大きく影響されるので、曝露係数を個人レベルで把握することは困難である。当然ながら、このような媒体濃度と媒体摂取量を把握しておくことは化学物質のリスクを管理する上で重要ではあるが、この

アプローチは個々人の曝露と影響の関連を解析するには必ずしも適しているとは言えない。個人の曝露を評価する方法はいくつかあるが、我々の研究グループでは血中や尿中の化学物質濃度を曝露の指標とするアプローチから評価に取り組んでいる。生体試料の化学分析による曝露評価のメリットとしては、個人の曝露を直接測定できることに加え、測定対象者の内部曝露(internal dose)を反映できること、未知の経路を含む複数の経路からの曝露を総量として評価できる点などが挙げられる。一方で、デメリットとしては、個別の曝露経路に関する情報が得られないことに加え、吸収率や排泄速度といった体内動態が分かっていると体内濃度と曝露量との関係が不明なこと、適切な試料採取のタイミングや曝露マーカーの選択に注意が必要な点や、採血など侵襲を伴う場合の配慮などが挙げられる。

3 大規模コホートで求められる分析

化学物質曝露によるヒトの健康影響を直接評価する方法のひとつとして、コホート研究という観察研究手法がある。コホート研究とは、ある疾患が発症していない、あるいは健康指標が正常な集団を対象として一定期間追跡調査を行い、疾患の発生や健康指標の変化を、要因を有するかどうか(例えばある特定の化学物質の曝露が多いか少ないかなど)で比較する研究方法である。環境省が実施している「子どもの環境と健康に関する全国調査(エコチル調査)」では、生体試料中の化学物質濃度を曝露指標として、各種の健康アウトカムとの関連を解析することで、その化学物質による影響を評価するという手法で調査が進められている。エコチル調査では、胎児期から幼少期の環境要因が子どもの健康や発達に与える影響を評価するため、約10万人の妊婦から出生した子どもを長期間にわたって追跡調査している^{2) 3)}。環境要因のうち、化学物質曝露は尿や血液などの生体試料を化学分析することにより評価されるが、多数の参加者から生体試料を採取するため、採取にかかる技術的、労力的、コスト的な制約から保管できるそれぞれの試料の量は非常に限定される。一方で、多様な曝露を評価するために可能な限り多くの化学物質を測定することが

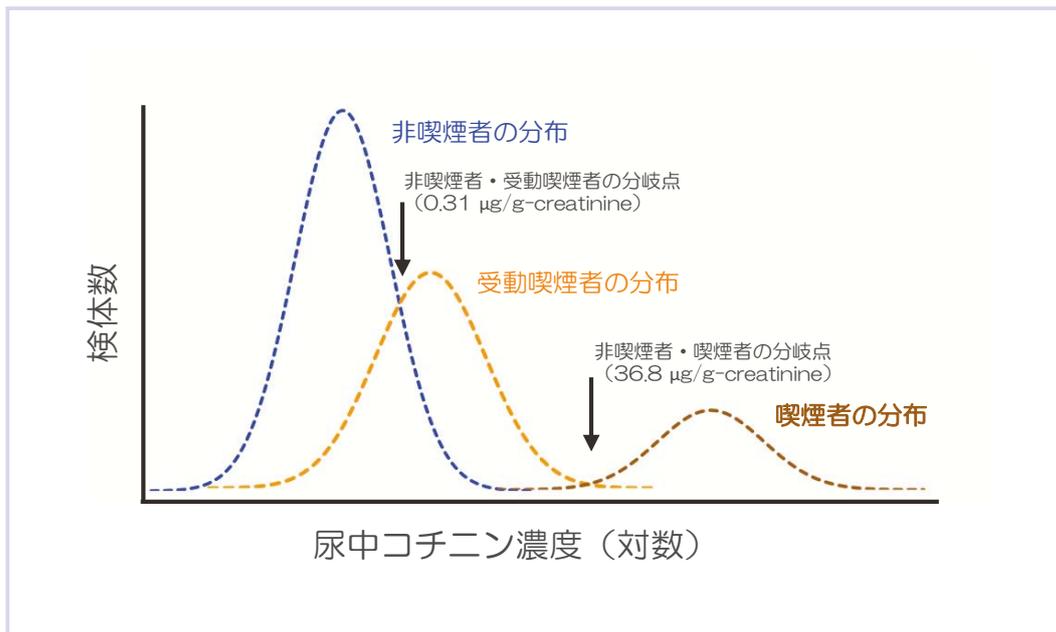


図2 喫煙および受動喫煙の有無による尿中コチニン濃度の分布の違い (イメージ)

求められ、多成分の一斉分析、高感度・高精度・高選択性分析、自動前処理やハイスループット分析といった要素を兼ね備えた分析法の開発が不可欠である。さらに、測定値そのものの信頼性や複数機関での測定結果の比較可能性を担保するため、分析精度の管理も重要な要素となる。我々の研究グループでは、これまでに血中の金属元素類や有機フッ素化合物、尿中のニコチン代謝物や有機リン系農薬代謝物等について、大規模コホートでの適用に耐える分析法を開発してきた^{4)~7)}。大規模な調査から得られる成果の一例として、妊婦の尿中ニコチン代謝物濃度(コチニン濃度)の分布から、喫煙、非喫煙、受動喫煙をおよそ区別できることが明らかとなった(図2)。

4 個人内変動

生体試料の化学分析によって曝露を評価する際に気をつけなければいけない点のひとつとして、採取した試料中の濃度がある一定期間の平均的な曝露量を反映するかどうか、つまりその生体試料濃度が対象者の曝露レベルを代表しているかどうかということがある。一般に、体内半減期の長い物質は個人内の濃度変動が小さく1回のサンプリングで得られた試料の代表性は高いが、半減期の短い

物質は濃度変動が大きい代表性は低い傾向を示す。同一個人における濃度変動の大きさは、級内相関係数(ICC: Intraclass Correlation Coefficient)で評価され、この値が0.7を越えていれば代表性が高い、0.4~0.7であればある程度代表性がある、0.4未満の場合は代表性が低いと判断する。この値がある程度高い物質については、個人の代表的な体内濃度を把握することは容易であるが、低い物質については試料採取回数を増やす、あるいは対象者数を増やすなどの工夫が必要となる。例えば、有機リン系農薬の主要な共通代謝物であるジアルキルリン酸の尿中濃度のICCはいずれも0.4~0.6程度と算出され、1回の早朝尿あるいは随時尿の測定であっても、ある程度の代表性を示すことが明らかとなった⁸⁾。このように曝露評価の妥当性を担保する上で重要なパラメータであるにも関わらず、ICCが評価されている物質は限定的であり、今後様々な物質について評価が必要である。

5 エクスポゾーム

近年の技術革新により膨大なゲノム解析が進められ、様々な研究成果が上げられているが、同時に明らかになったことの1つとして、主要な慢性疾患の大半はゲノム

だけでは説明できない、すなわち少なくとも遺伝的要因だけで疾患が発症しているわけではなく外的要因（環境から受ける曝露）を合わせて考慮する必要性が指摘されてきた。これに伴い、曝露を評価することに対する関心が高まり、2005年に国際ガン研究機構IARC (International Agency for Research on Cancer) のDr. Chris Wildが、生涯にわたって受ける全ての内的・外的曝露の総体をエクスポゾームと呼称することを提唱し、この概念が徐々に浸透しつつある⁹⁾。我々の研究グループでも、内因性のバイオマーカーやプロテインアダクト、メタボロームやDNAメチル化など体内での曝露やそれに対する応答を内部エクスポゾーム、様々な環境や気候、社会経済的要因といった外的要因の曝露を外側エクスポゾームと位置づけ、それぞれのアプローチを融合する調査研究に取り組んでいる¹⁰⁾。

6 おわりに

本稿では、生体試料を用いた曝露評価研究について事例を含めて紹介した。生体試料中の濃度がその個人の曝露総量を反映しているとすれば、これを直接測定し、健康アウトカムとの関連を解析することで、影響のある体内濃度を知ることができると考えられる。全国規模、かつ長期間のプロジェクトであるエコチル調査では、いくつかの化学物質について曝露と健康影響との関連が明らかになりつつあり、今後も同様の成果が期待される。一方で、体内濃度は化学物質が様々な経路から体内に取り込まれた総量を示しており、どの経路からどの程度の量に曝露したかという情報を得ることはできない。化学物質の規制や管理は、一般的に曝露媒体中濃度、例えば大気中濃度や食品中濃度として定められるが、曝露経路ごとに曝露量と体内濃度との関係、つまり体内動態に関する情報が不足していると、影響のある体内濃度が分かったとしても、どの経路の曝露をどの程度制限すれば良いのかといった対策を講じることができない。そのため、体内濃度から曝露量を推定するための情報を整備することが重要であり、曝露経路や曝露係数、体内動態に関する調査研究が求められる。

文献

- 1) T. M. Attina, R. Hauser, S. Sathyanarayana, P. A. Hunt, J. P. Bourguignon, J. P. Myers, J. DiGangi, R. T. Zoeller, L. Trasande : *The Lancet Diabetes & Endocrinology*, **4**, 996, (2016) .
- 2) T. Kawamoto, H. Nitta, K. Murata, E. Toda, N. Tsukamoto, M. Hasegawa, Z. Yamagata, F. Kayama, R. Kishi, Y. Ohya, H. Saito, H. Sago, M. Okuyama, T. Ogata, S. Yokoya, Y. Koresawa, Y. Shibata, S. Nakayama, T. Michikawa, A. Takeuchi, H. Satoh, Working Group of the Epidemiological Research for Children's Environmental Health : *BMC Public Health*, **14**, 25, (2014) .
- 3) T. Michikawa, H. Nitta, S. F. Nakayama, S. Yamazaki, T. Isobe, K. Tamura, E. Suda, M. Ono, J. Yonemoto, M. Iwai-Shimada, Y. Kobayashi, G. Suzuki, T. Kawamoto, the Japan Environment and Children's Study Group : *J Epidemiol*, **28**, 99, (2018) .
- 4) S. F. Nakayama, T. Isobe, M. Iwai-Shimada, Y. Kobayashi, Y. Nishihama, Y. Taniguchi, M. Sekiyama, T. Michikawa, S. Yamazaki, H. Nitta, M. Oda, H. Mitsubuchi, M. Sanefuji, S. Ohga, N. Mise, A. Ikegami, R. Suga, M. Shimono : *J. Chromatogr. A*, **1618**, 460933, (2020) .
- 5) S. F. Nakayama, M. Iwai-Shimada, T. Oguri, T. Isobe, A. Takeuchi, Y. Kobayashi, T. Michikawa, S. Yamazaki, H. Nitta, T. Kawamoto, the Japan Environment and Children's Study Group : *J Expo Sci Environ Epidemiol*, **29**, 633, (2019) .
- 6) Y. Nishihama, S. F. Nakayama, T. Isobe, C. R. Jung, M. Iwai-Shimada, Y. Kobayashi, T. Michikawa, M. Sekiyama, Y. Taniguchi, S. Yamazaki, the Japan Environment and Children's Study Group : *Int. J. Environ. Res. Public Health*, **18**, 5929, (2021) .
- 7) Y. Nishihama, S. F. Nakayama, T. Tabuchi, T. Isobe, C. R. Jung, M. Iwai-Shimada, Y. Kobayashi, T. Michikawa, M. Sekiyama, Y. Taniguchi, H. Nitta, S. Yamazaki, the Japan Environment and Children's Study Group : *Int. J. Environ. Res. Public Health*, **17**, 5537, (2020) .
- 8) K. Hioki, Y. Ito, N. Oya, S. F. Nakayama, T. Isobe, T. Ebara, K. Shibata, N. Nishikawa, K. Nakai, T. Kamida, J. Ueyama, M. Sugiura-Ogasawara, M. Kamijima : *Environmental Health and Preventive Medicine*, **24**, 7, (2019) .
- 9) C. P. Wild : *Cancer Epidemiol Biomarkers Prev.*, **14**, 1847, (2005) .
- 10) P. Zhang, C. Carlsten, R. Chaleckis K. Hanhineva, M. Huang, T. Isobe, V. M. Koistinen, I. Meister, S. Papazian, K. Sdougkou, H. Xie, J. W. Martin, S. M. Rappaport, H. Tsugawa, D. I. Walker, T. J. Woodruff, R. O. Wright, C. E. Wheelock : *Environmental Science & Technology Letters*, **8**, 839, (2021) .

著者略歴

2001年3月 東京農工大学 大学院 連合農学研究科修了, 博士 (農学)
 2001年4月 国立環境研究所 NIESポスドクフェロー
 2005年9月 愛媛大学 沿岸環境科学研究センター COE研究員
 2008年10月 愛媛大学 沿岸環境科学研究センター
 上級研究員 (デュアトラック教員)

2013年4月 愛媛大学 沿岸環境科学研究センター 准教授
 2014年5月 国立環境研究所 環境健康研究センター 主任研究員
 2021年4月 国立環境研究所 環境リスク・健康領域 主幹研究員

〈研究領域〉

環境汚染物質の分析法開発と環境モニタリング・生態系汚染の解明
 人の化学物質曝露評価、エクスポゾーム研究、エコチル調査における化学分析精度管理

複数の手法によるカーボンナノチューブの官能基評価

愛媛ラボラトリー 篠森 直樹・島本 一弘

カーボンナノチューブ（CNT）はユニークで優れた特性を持ち、様々な産業分野で応用が期待されている。その応用に際し、分散性向上等の観点から官能基を付与する取り組みがなされているが、官能基の種類と量を評価する技術は十分には確立されていない。そこで、これら分析技術の確立を目指し、国立研究開発法人産業技術総合研究所・ナノチューブ実用化研究センターと共同で、市販の単層CNTと酸化処理を実施したCNTについて官能基評価を実施した。その結果、今回検討に用いた市販のCNTは官能基量が少なく、酸化処理後のCNTは様々な官能基が合計数十wt%含まれることが分かった。また、酸化処理後のCNTはその構造から予想される通り、吸湿しやすく、その度合は分析値に影響を及ぼすレベルであることを明らかにした。

1 はじめに

カーボンナノチューブ（CNT：carbon nanotube）は、グラフェンを筒状に丸めたような構造をしており、強度、比表面積、電気伝導性、熱伝導性が高いという特徴を持つ。それらのユニークな特性から、多岐にわたる応用・用途が期待されている。しかし、CNT同士の凝集力が強く、溶媒への分散性に課題がある。この課題を解決する手段の一つとして、CNT表面に様々な官能基を付与する取り組みが行われているが、CNTの表面官能基を定性的、定量的に評価する技術は十分には確立されていない。そこで、評価技術の確立を目指し、当社は国立研究開発法人産業技術総合研究所（以降、産総研と表記する）・ナノチューブ実用化研究センターと共同で、複数の手法によるCNTの分析評価を行った。本稿ではそのうち、IR、Boehm法、昇温脱離法（TPD-MS：Temperature Programmed Desorption-Mass Spectrometry）を中心に、得られた知見について紹介する。なお、本検討で得られた結果はACS Applied Nano Materialsに掲載されている¹⁾。

2 検討に用いたCNTについて

スーパーグロース法²⁾で合成された市販の単層CNTを使用した。このCNTは炭素純度が高く、比表面積が大きく、長尺

であるという特徴を持ち、様々な産業分野で金属やゴム・樹脂等との複合化が進められている。高純度CNTは構造に欠陥がないため、官能基の含量は自ずと低い傾向にある。今回の検討では、複数の手法による官能基評価とその比較を目的としているため、どの分析法でも十分検出可能な量の官能基を持つCNTを用いて相互に評価を行うことが必要である。そこで、硫酸と過マンガン酸カリウムによる湿式酸化処理により官能基を付与したCNTを調製し、検討に用いた。以下、酸化処理前のCNTをAs-grown CNTと呼び、酸化処理実施後のCNTを酸化CNTと呼ぶ。

3 CNTの分析方法

各分析手法とそれにより得られる情報の対応表を表1に示す。このうち、Boehm法とTPD-MSについて、詳細な分析方法を以下に示す。

3.1 Boehm法

Boehm法³⁾は、活性炭やカーボンブラック等の炭素材料の酸性官能基の定量法としてよく利用されている中和滴定法である。この分析法は、まず、試料に対して塩基性度の異なるアルカリ

表1 分析手法と得られる情報

得られる情報		分析手法		ラマン分光法	TEM	赤外分光法 (IR)	Boehm法	TGA	重量変化	昇温脱離法 (TPD-MS)	XPS
物性	結晶性 (G/D比 ^{*1)})			●							
形態	CNT直径、層数				●						
定性	官能基・化学結合					中赤外●					●
定量	含酸素官能基							●		●	
	官能基酸素 (O/C)									●	●
	全酸性官能基	弱酸性官能基	水酸基			●				(●) ^{*3}	(●) ^{*3}
			ラクトン基			●					
		強酸性官能基	カルボキシル基			●					
その他の官能基 ^{*2)}									(●) ^{*3}	(●) ^{*3}	
吸着水							●	●	●		

*1 G/D比：Gバンド（1580 cm⁻¹）とDバンド（1360 cm⁻¹）の強度比

*2 その他の官能基はカルボン酸無水物、エーテル基、カルボニル基、キノン基など中性官能基や含酸素官能基以外

*3 評価対象の官能基であり官能基の分離定量解析のアプローチは可能だが、実際には官能基の種類別定量が困難であることが多い。

溶液（例えば、水酸化ナトリウム溶液、炭酸水素ナトリウム溶液）を一定量加え、振とうや攪拌を行うことにより、酸性官能基を中和する。その後、塩酸標準液を用いた中和滴定により、試料と反応しなかったアルカリの量を求める。投入したアルカリの量は既知であるため、差分として試料と反応したアルカリの量を求めることができ、それを酸性官能基量として解釈する手法である。水酸化ナトリウムなどの強塩基は、強酸性官能基（強酸基）に加え、弱酸性官能基（弱酸基）とも反応するため、強塩基を用いた場合に得られる酸性官能基量は強酸基と弱酸基の和である「全酸性官能基量」と定義される。一方で、炭酸水素ナトリウムのような弱塩基は強酸基のみと反応するため、同様にして得られる酸性官能基量は「強酸性官能基量」と定義される。

炭素材料表面にはエポキシ基、エーテル基やカルボニル基のような中性の官能基も存在することがあるが、Boehm法で評価対象となる官能基は上記の通り、酸性官能基に限られる点が特徴である。また、代表的な官能基の例として、強酸基としてはカルボキシル基、弱酸基としてはラクトン基、フェノール性水酸基がよく挙げられる。

以上のように、Boehm法は炭素材料における酸性官能基の評価について有用であり、幅広く用いられているが、CNTは本稿冒頭で述べた通り、ナノチューブ同士の凝集力が強く、従来のBoehm法の振とうや攪拌といった方法のみでは凝集したナノチューブ内部の官能基にアクセスできないことが懸念される。そこで、当社では産総研にて効果が確かめられた高粘度溶媒攪拌によるCNT解織方法⁴⁾を応用し、凝集したCNTであってもナノチューブのバンドル（束）構造をほぐした上でBoehm法を実施する方法を開発した。高粘度溶媒としてグリセリンを使用してCNTを解織した様子を図1に示す。攪拌開始5分後には、CNTがほぐれはじめ、溶媒への均一な分散が進行している。十分に攪拌した後は、アルカリ溶液を投入してしばらく経過してもCNTの再凝集は起きなかった。

3.2 昇温脱離法 (TPD-MS)

TPD-MSは、試料を昇温加熱することで、脱離または発生するガスを質量分析計で検出する方法である。炭素材料表面に酸素を含む官能基（含酸素官能基）が存在している場合、TPD-MSで炭素材料を昇温加熱すると含酸素官能基が熱分解された H_2O 、 CO_2 、 CO が発生することが知られている⁵⁾。これら3成分を定量することで炭素材料表面の含酸素官能基量や官能基として含まれる酸素量（官能基酸素量、O/C）を解析できる。TPD-MSでは酸性官能基だけでなく、中性の官能基（エーテル基など）も評価対象であり、他手法に比べて高感度である点が特徴である。炭素材料表面の各官能基は、官能基ごとに異なる温度帯で分解するため、本測定で得られるTPDプロファイルを温度に対して波形分離を

行うことで、炭素材料が持つ官能基構造をある程度推定することができる⁵⁾。

4 分析結果

4.1 CNTへの官能基付与工程の評価

As-grown CNT、酸化CNTの各分散液をろ過により膜状に成形し、真空下にてIR測定を行った。図2に得られたIRスペクトルを示す。

As-grown CNTは(4) C=C伸縮、(7) エポキシ基の伸縮のピークが比較的明確に見られたが、その他のピークの強度は小さかった。一方で、酸化CNTはAs-grown CNTと比較すると、様々なピークが検出されているが、特に(1) O-H伸縮、(3) C=O伸縮、(5) 芳香族C=C骨格振動のピークの増大が確認された。(1)は水酸基、(3)はラクトン、カルボニル基及びカルボキシル基などの増加と考えられる。

以上のように、As-grown CNTの官能基量は少なく、含まれていたとしても少量のエポキシ基であり、酸化CNTについては様々な官能基の含有が示唆された。

また、湿式酸化処理前後においてCNTの重量は20～30%増加しており、さらに、TEMの結果から、CNTの直径に変化はないことが確認されたため、酸化CNTはAs-grown CNTの

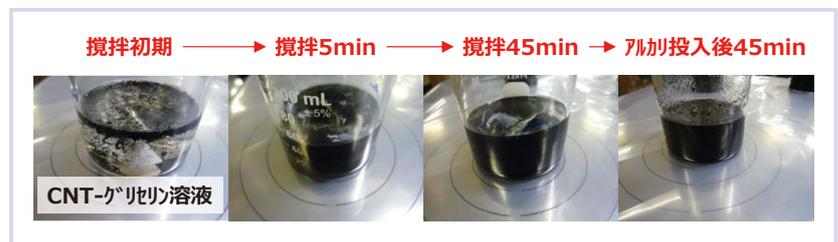


図1 グリセリンによるCNT解織の様子

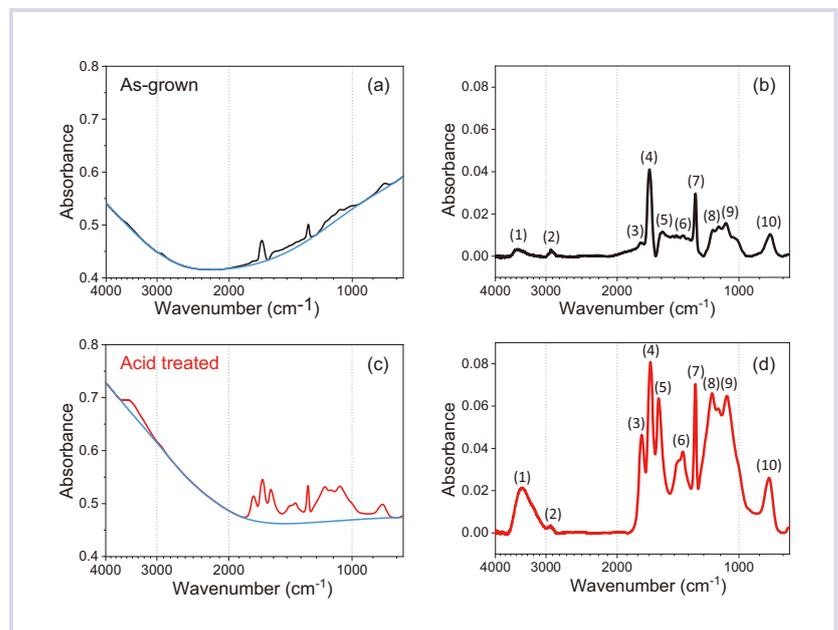


図2 ベースライン（青線）補正前後のIRスペクトル (a, b) As-grown CNT (c, d) 酸化CNT 文献1より、許可を得て一部改変して引用 Copyright 2021 American Chemical Society.

構造を十分保ったまま様々な官能基が合計数十 wt% というオーダーで付与されていることが推測される。

4.2 As-grown CNT, 酸化CNTの官能基量の定量値

Boehm法, TPD-MS, XPSにて得られた官能基量とO/C比を表2に示す。TPD-MSについては、解析に用いる脱離ガスごとの計算結果をそれぞれ示す。

表2 As-grown CNTと酸化CNTの官能基量 (黒字: As-grown CNT, 赤字: 酸化CNT)
O/C比以外の単位: % (質量分率)

情報	手法	Boehm法	TPD-MS (H ₂ O脱離量から計算)	TPD-MS (CO, CO ₂ 脱離量から計算)	XPS
カルボキシル基		<0.9 13.0	(0.25) ^{*2} (20.6)^{*2}	0.17 13.7	(-) ^{*3} (16.9)^{*3}
カルボキシル基以外の官能基 ^{*1}	水酸基	<0.4 5.9			
	その他			0.62 25.2	
O/C比			0.6/99.4 18.4/81.6		1.1/98.9 17.3/82.7

※1 カルボキシル基以外の官能基: 水酸基, ラクトン基, カルボン酸無水物, エーテル基, カルボニル基, キノン基など
 ※2 表面に吸着した水分の影響を受けている可能性があるため, 参考値として記載する。
 ※3 種々の仮定に基づくため, 参考値として記載する。

4.2.1 Boehm法による測定結果

Boehm法を用いてAs-grown CNTの評価を行ったが、全酸性官能基量、強酸性官能基量はともに検出されなかった。強酸基をカルボキシル基、弱酸基を水酸基と仮定した場合、それぞれ質量分率で求めると<0.9%、<0.4%となる。一方、酸化CNTでは、カルボキシル基13.0%、水酸基5.9%であった。

4.2.2 TPD-MS法による測定結果

TPD-MS測定で得られたH₂O, CO, CO₂のTPDプロファイルおよび酸化CNTの波形分離プロファイルを図3~図5に示す。As-grown CNTは得られたシグナル強度が全体的に小さく、特徴的な波形パターンは示さなかったため、波形分離できなかったが、酸化CNTはいずれのガス種についても脱離量が多く、TPDプロファイルが特徴的なパターンを示した。

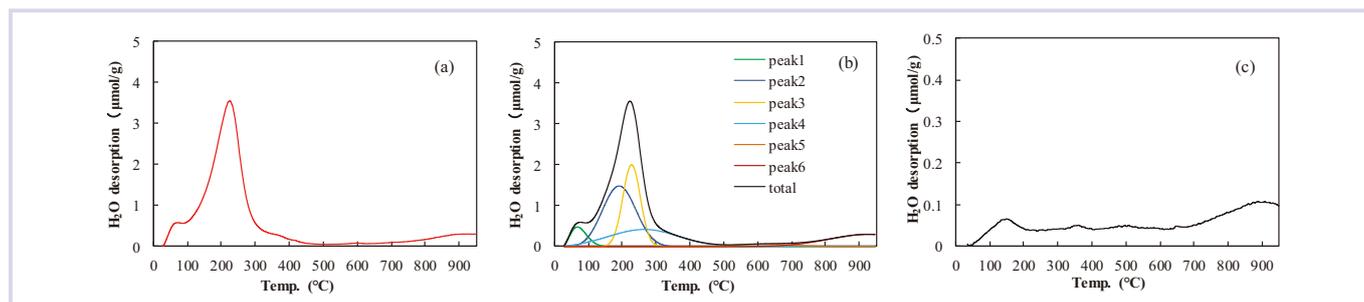


図3 各CNT試料のH₂O (*m/z*18)のTPDプロファイル (a) 酸化CNT実測値, (b) 酸化CNT波形分離, (c) As-grown CNT実測値 文献1より, 許可を得て転載 Copyright 2021 American Chemical Society.

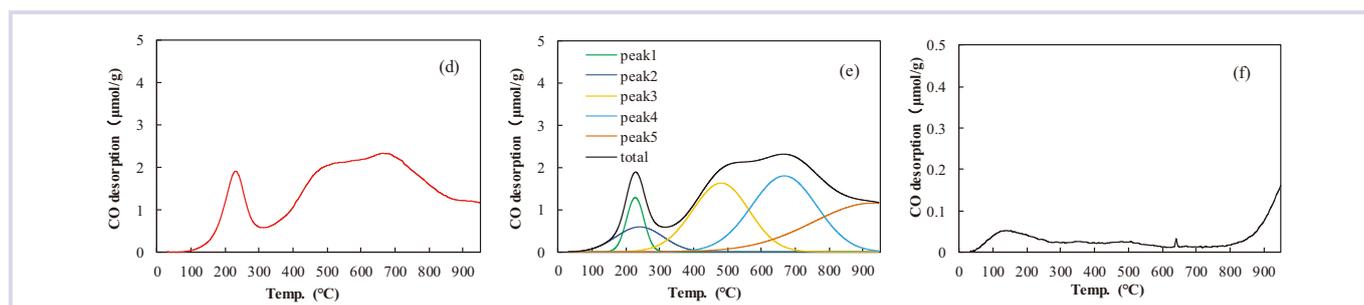


図4 各CNT試料のCO (*m/z*28)のTPDプロファイル (d) 酸化CNT実測値, (e) 酸化CNT波形分離, (f) As-grown CNT実測値 文献1より, 許可を得て転載 Copyright 2021 American Chemical Society.

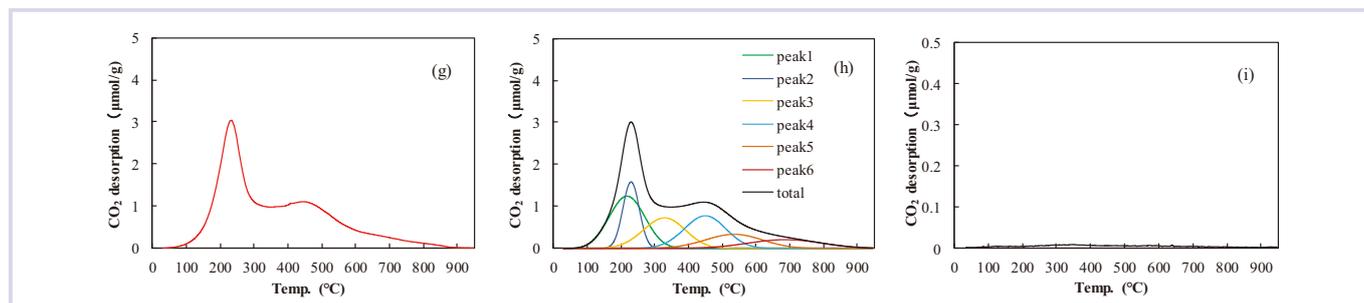


図5 各CNT試料のCO₂ (*m/z*44)のTPDプロファイル (g) 酸化CNT実測値, (h) 酸化CNT波形分離, (i) As-grown CNT実測値 文献1より, 許可を得て転載 Copyright 2021 American Chemical Society.

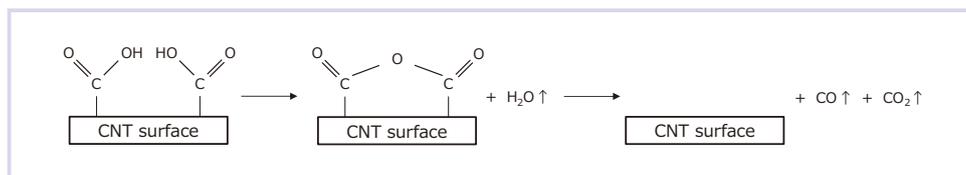


図6 CNT表面カルボキシル基の分解模式図

TPD プロファイルを温度帯別で見ると、450 °C 以下では主としてカルボキシル基の分解が起きると考えられ、その分解機構は、図 6 に示すようにカルボキシル基 2 当量から H₂O、CO、CO₂ がそれぞれ 1 当量発生するものが想定される。この機構を元に酸化 CNT のカルボキシル基を計算すると、H₂O の脱離量 (図 3- (b) の peak2 ~ peak4) から、カルボキシル基量は 20.6 % と計算された。ここで、peak1 は、脱離温度が 100 °C 未満であるため、試料に吸着した水分に由来するものと考え、カルボキシル基量の算出には含めなかった。一方で、CO と CO₂ の脱離量 (図 4- (e) の peak1 ~ peak2 と図 5- (h) の peak1 ~ peak3) から、カルボキシル基量を求めると、13.7 % であった。

カルボキシル基の分解による脱離ガスが図 6 に示す機構で起こるのであれば、H₂O の脱離量から求めたカルボキシル基量と CO、CO₂ の脱離量から求めたカルボキシル基量の値は同程度になるはずだが、両者は一致しなかった。Boehm 法によるカルボキシル基の定量値が 13.0 % として得られたことを考慮すると、H₂O の脱離量から求めたカルボキシル基量は何らかの要因で過大評価をしていると考えられる。

酸化 CNT は、IR スペクトルや Boehm 法の結果からもカルボキシル基や水酸基のような親水性の官能基が 10 % オーダーで存在すると考えられ、それにより高い吸湿性を持つことが予想される。そこで、酸化 CNT を 120 °C で真空乾燥した後一般実験室環境下で大気暴露したところ、数時間後には約 25 % の増加が確認された。酸化 CNT は吸湿性の高い材料であることが分かった。TPD-MS 測定においては、ろ過・真空乾燥の工程を経たあとに密閉容器で保管した酸化 CNT を供したが、100 °C 以下に極大を持つ peak1 が明確に出ており、保管中に吸湿した水分がプロファイル上に現れていることが分かる。ただし、この peak1 は上記の通り、カルボキシル基の算出には含めていないため、カルボキシル基の定量に影響を及ぼす H₂O は、カルボキシル基の分解に相当する温度帯でようやく脱離するほど、強く相互作用しているものと考えられる。

次に、450 °C 以上では、ラクトン基、カルボン酸無水物、フェノール性水酸基、エーテル基、カルボニル基、キノン基などの分解ガスが発生することが知られている⁵⁾。TPD プロファイルからこれらの官能基を詳細に定性することは難しいが、450 °C 以上におけるガス脱離量から上記の官能基の総量は見積もることができる。酸化 CNT、As-grown CNT のカルボキシル基以外の官能基量はそれぞれ約 25 %、約 0.6 % であった。

なお、試料構成元素を酸素と炭素のみと仮定すれば、CO および CO₂ の脱離量から CNT 中の含酸素量を求め、O/C 比を算出することも可能である。酸化 CNT、As-grown CNT の O/C 比はそれぞれ 18/82、1/99 となり、XPS の結果とほぼ一致した。

5 おわりに

As-grown CNT、酸化 CNT の官能基について、複数手法による定性的、定量的な評価を実施した。その結果、As-grown CNT については、官能基含量が少なく、仮に存在しても中性のエポキシ基が僅かに存在する程度であると推測された。一方で、酸化 CNT についてはカルボキシル基、フェノール性水酸基、ラクトン基やカルボニル基などの様々な官能基が比較的多く存在しており、十分な手法間比較を行うことが出来た。また、Boehm 法や TPD-MS、その他の異なる分析手法の結果を組み合わせ考察していくことで、酸化 CNT の高い吸湿性に由来すると思われる分析上注意すべき挙動を捉えることができた。今回の分析事例のように、当社の総合分析力を最大限に発揮したサービスが皆様に提供できるよう努めていきたい。

6 謝辞

産総研ナノチューブ実用化研究センターの岡崎先生、小橋先生、森本先生には、試料提供を含め、本稿記載の IR、TEM、XPS の結果をご提供いただきました。また、定期的にお時間を割いて頂き、CNT に関する様々な物性や性質などについてご教授頂きました。この場を借りて改めてお礼申し上げます。

文 献

- 1) K. Kobashi, Y. Iizumi, K. Hirota, N. Shinomori, K. Shimamoto, Y. Koga, T. Morimoto, T. Okazaki : *ACS Appl. Nano Mater.*, **4**, (5) , 5273 (2021) .
- 2) K. Hata, D. N. Futaba, K. Mizuno, T. Namai, M. Yumura, S. Iijima : *Science*, **306**, (5700) , 1362 (2004) .
- 3) H. P. Boehm, *Carbon*, **32**, (5) , 759 (1994) .
- 4) K. Kobashi, A. Sekiguchi, T. Yamada, S. Muroga, T. Okazaki : *ACS Appl. Nano Mater.*, **3**, (2) , 1391 (2020) .
- 5) J. L. Figueiredo, M. F. R. Pereira, M. M. A. Freitas, J.J.M. Órfão : *Carbon*, **37**, 1379 (1999) .



篠森 直樹
(しのもり なおき)
愛媛ラボトリー



島本 一弘
(しまもと かずひろ)
愛媛ラボトリー

温度変調示差走査熱量測定

愛媛ラボラトリー 堀 仁美

1 はじめに

材料は、温度変化によって加工特性、強度、製品寿命などの物性が変化する場合があります。このため、材料の開発や品質管理、加工条件の最適化を行ううえで、熱特性を理解し、物性を制御していくことが重要となります。

示差走査熱量測定（DSC：Differential Scanning Calorimetry）は、一定の温度プログラムによって熱を与えた時の基準物質と試料の温度差を、温度の関数である熱流（ヒートフロー）として検出する手法です。DSCは、物質の融解といった熱による状態変化、結晶化やガラス転移のような構造変化、硬化、酸化、比熱などが評価できます。当社では、温度変調測定が可能な熱流束型DSCにより、高分子、金属、セラミックスといった幅広い材料の熱挙動を評価できます。

2 温度変調DSC

一般的なDSC測定は、時間に対して直線的に温度変化するプログラムを採用します。一方で、温度変調DSCは、周期的に温度の上げ下げを繰り返しながら昇温します（図1）。温度変調DSCでは、一般的なDSCに相当するトータルヒートフローから、周期的な温度変化に追従できるリバーシングヒートフロー（比熱成分）と、追従できないノンリバーシングヒートフロー（キネティック成分）に分離します（表1）。一般的なDSCでは、材料の性質によって同じ温度域で複数の現象が観測され、個々の現象を明らかにできない場合があります。温度変調測定でそれぞれの現象に由来するシグナルに分離することで、

材料の熱物性を詳しく分析できます。例えば、高分子材料において、同じ温度域で重なっていたガラス転移とエンタルピー緩和のシグナル変化を分離でき、ガラス転移の正確な評価が可能となります。

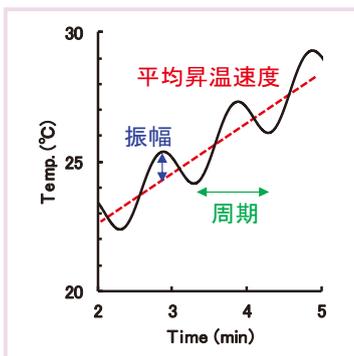


図1 温度変調DSCの昇温イメージ

3 事例 ポリビニルアルコールのガラス転移評価

水を溶媒として含むポリビニルアルコール（PVA：Polyvinyl alcohol）を温度変調DSC測定しました（図2）。トータルヒートフローで、20℃付近からブロードな吸熱反応が検出されました。試料に残存していた水の蒸発によるものです。40℃付近で微弱なシグナルの変化が見られましたが、吸熱ピークに重なっており、トータルヒートフローだけでは詳細な熱挙動が分かりません。

一方、リバーシングヒートフローで、40℃付近でガラス転移由来のベースラインのシフトが確認されました。温度変調DSCにより、水の蒸発とガラス転移を分離でき、PVAのガラス転移の評価が可能となります。このように、水分を含む材料でも高分子の構造変化を知ることができます。

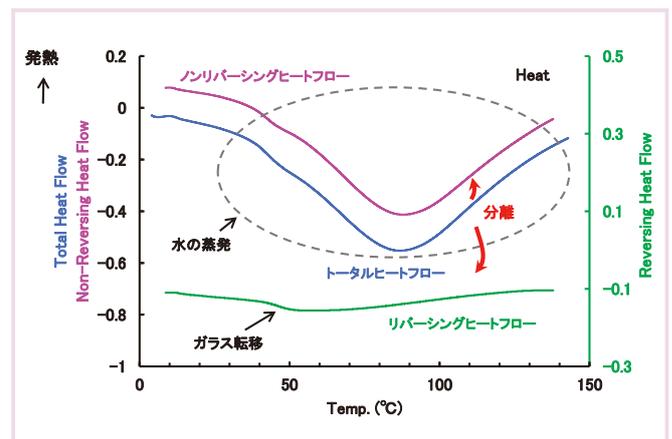


図2 PVAの温度変調DSCチャート

4 おわりに

近年、軽量化や機能性向上を目的として、添加剤や炭素繊維、ガラス繊維を加えた、付加価値が高い高分子材料の開発が進んでおり、材料によっては単純な熱挙動を示さない場合があります。基本的な熱物性の評価に加えて、複雑な熱挙動の評価にも対応した本技術を提案することで、お客様の課題解決をサポートします。

表1 温度変調DSC測定から得られる三つのヒートフロー

トータルヒートフロー	全熱流。一般的なDSCで得られるヒートフローと同じデータとなる。
リバーシングヒートフロー	トータルヒートフローの比熱成分。融解、熱容量、ガラス転移などが比熱成分にあたる。
ノンリバーシングヒートフロー	トータルヒートフローのキネティック成分。トータルヒートフローからリバーシングヒートフローを差し引くことで得られる。結晶化、エンタルピー緩和、熱硬化、蒸発などが、キネティック成分にあたる。



堀 仁美
(はなわ ひとみ)
愛媛ラボラトリー

体臭に関わるにおい成分の分析

千葉ラボラトリー 高橋 聖人 (たかはし きよひと)・小泉 孝二 (こいずみ こうじ) / 健康・安全事業部 村田 潤 (むらた じゅん)

1 はじめに

においを感じさせる化学物質は40万種以上存在すると言われております。近年我々の生活環境におけるにおいへの関心が高まっており、その中でも体臭に関しては、男女共に多くの方が「気になる」といった状況にあります。においや体臭について関心が高まった背景には、各種研究により新規に発見されたにおい成分など、着目成分が増加したことも要因の一つですが、情報化社会の中で発信力が増した消費者の声が広く認知出来るようになったことで、においに関わる製品開発現場の対応が増えたことも大きな理由と考えられます。

このようににおいに関する評価を当社では、人の鼻を使ってにおいを測定する官能試験(複合臭評価)と、複合臭を分離させて測定する機器分析(単一臭評価)の両方で行っております。両手法を用いることで、においに起因した成分の特定・推定をワンストップサービスでご提供できます。

2 身体から発生するにおい成分について

体臭には脇臭、足裏臭、汗臭、加齢臭やミドル脂臭などがありますが、脇臭成分の一つとして知られる3-メチル-2-ヘキサン酸のように、身体部位によって体臭として感じるにおい成分はおおよそ特定されているため、体臭に対応する成分を一つの指標として分析することで、人が感じる体臭の強度推測に役立ちます。

3 体臭成分分析

当社では体臭に関わる成分を身体部位(図1、表1)ごとに定めて分析する方法を提案しています。におい成分の揮発性を利用して、多くはガスクロマトグラフ-質量分析計(GC-MS)で測定しますが、沸点の高い成分は液体クロマトグラフ(HPLC)やイオンクロマトグラフ(IC)、キャピラリー電気泳動(CE)によって測定、定量することができます。

4 消臭試験

体臭をターゲットとしたデオドラント商品として、消臭スプレーや設置タイプの消臭剤が多く開発され、関心を集めています。当社では、その効果を確認する消臭試験も実施しています。サンプリングバッグを用いた簡易消臭試験(図2)はもちろん、お客様のご要望に応じて

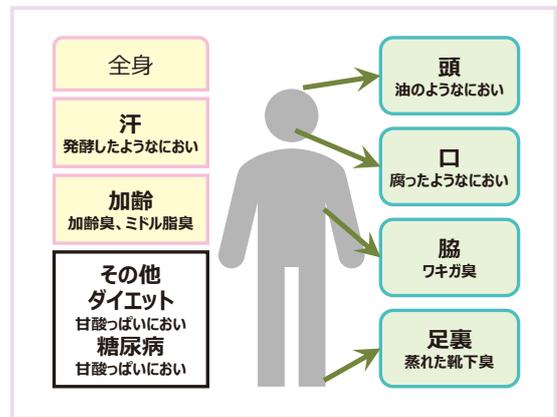


図1 体の部位と感じるにおい

表1 体臭成分と分析手法例

部位または原因	主なにおい	分析対象成分	サンプリング例	測定装置
頭	油のようなにおい	低級脂肪酸、ジアセチル	拭き取り(コットン、ガーゼなど)	IC GC-MS
口	腐ったようなにおい	メチルメルカプタン、硫化水素、ジメチルスルフィド	呼気の直接捕集	GC-MS
脇	ワキガ臭	3-メチル-2-ヘキサン酸	拭き取り・捕集(吸収パッド、コットンなど)	GC-MS
足裏	蒸れた靴下臭	酢酸、イソ吉草酸	拭き取り(コットン、ガーゼなど)	IC GC-MS
汗	発酵したようなにおい	アンモニア、酢酸、イソ吉草酸	拭き取り・捕集(吸収パッド、コットンなど)	IC CE
加齢	加齢臭	ノネナール、ジアセチルアセトイン	衣類などをバッグへ入れる	GC-MS

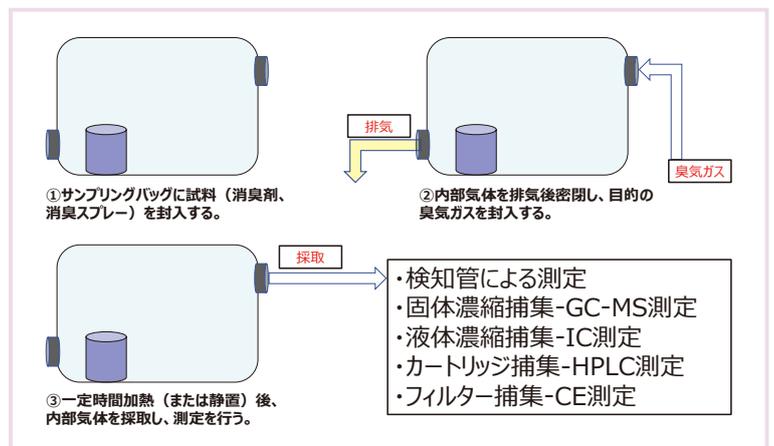


図2 消臭試験例(簡易試験)

試験系を構築し対応することも可能です。各種フィルターや捕集剤を用いた消臭・吸着・減衰試験などにもフレキシブルに対応しておりますので、オリジナルの試験系での試験をお考えの際にもお気軽にお問い合わせ下さい。

食品用器具・容器包装のポジティブリスト制度 — 制度とPL 収載および改正申請の概要 —

健康・安全事業部 清水 英之 (しみず ひでゆき)

1 はじめに

2018年6月13日に「食品衛生法等の一部を改正する法律」が公布され、2020年6月1日に施行されました。この改正により、食品用器具・容器包装には、安全性を評価した物質のみを使用可能とするポジティブリスト(PL)制度が導入されました。

PL制度導入前は、国によるネガティブリスト制度に加え、業界団体が自主的に運用するPLにより安全性確保への取り組みが行われていましたが、外国では使用が認められていない化学物質が国内で用いられても直ちに規制することができませんでした。

本稿では、PL制度とその収載および改正申請手続きの概要をご紹介します。

2 PL制度の概要

PL制度の対象材質および物質

現在、PL制度で対象となっている材質は合成樹脂であり、熱可塑性プラスチック、熱硬化性プラスチック、熱可塑性エラストマーを含み、ゴム(熱硬化性エラストマー)は含みません。

なお、合成樹脂以外の材質(紙、木等)であっても、食品接触面が合成樹脂層の場合はPL制度の対象となります。

PLに収載される対象物質は、最終製品に残存することを意図して合成樹脂の原材料として使用される基ポリマーおよび添加剤です。PLの概要を表1に示します。

添加剤のうち、着色料は扱いが異なり、食品衛生法施行規則別表第1に掲載されている

着色料のみ使用可能です。ただし、着色料が溶出又は浸出して食品に混和するおそれのないように加工されている場合は、掲載されていなくても使用可能です。

非食品接触面についての除外規定

食品用器具・容器包装に使用される原材料であっても、食品に直接触れない部分に使用され、更に、人の健康を損なうおそれのない量として定める量(食品中濃度として0.01 mg/kg)を超えて食品に移行しないように加工されている場合は、PLに収載されていないものも使用可能です。

3 経過措置

経過措置として、以下の2種類が設けられています。

- 施行日時点で販売、製造、輸入、使用されている器具・容器包装はPL制度適用外です。
- 施行日前に販売、製造、輸入、使用されている器具・容器包装と同様のものは、施行日から5年以内の販売用の製造・輸入はPL適合です。また、その期間に製造・輸入されたものは、施行日から5年経過後も販売・使用可能です。

なお、施行日前に販売、製造、輸入、使用の実績のある物質・使用範囲のうち、安全性の確認されたものはPLに収載されることになっていましたが、施行日までに完了しておらず、経過措置期間中も引き続きPL収載に向けた確認作業が進められています。

4 PL収載および改正申請の概要 申請の対象

PLに収載されていない新規原材料を使用する場合は、PL新規収載申請が必要です。また、PLで認められた使用範囲を超えて原材料を使用する場合には、PL規格改正申請が必要です。

事前相談

申請者は、申請に係る手続きに必要な提出資料について、厚生労働省への事前相談を行う必要があります。その際、食品安全委員会の「食品用器具及び容器包装に関する食品健康影響評価指針」(以下、「評価指針」という)を参照し、提出資料の準備をあらかじめ行った上で相談することが望ましいとされています。

申請資料

申請資料作成の際は、評価指針を参照することとされています。新規物質申請の場合に必要な資料の概要を表2に示します。また、申請物質と評価対象物質の関係を表3に示します。非意図的に含まれる物質も評価の対象となっています。

なお、申請手順の詳細は今後公表される予定となっています。

5 おわりに

PL制度が導入されたことにより、食品用器具・容器包装用に製造・輸入する合成樹脂の基ポリマーおよび添加剤は、PLの範囲内で使用することが必要となります。なお、2021年12月21日の薬事・食品衛生審議会において、PL再整理(合成樹脂の範囲変更、PL変更・物質再整理)が検討されています。

当社では、最新の情報と欧米食品接触材料の適合性評価および登録申請で得た豊富な知識と経験、実績をもとに、PL収載申請に関するコンサルティング、溶出試験・安全性試験、安全性評価、申請資料作成の総合的なサービスを通して、お客様の事業活動を支援してまいります。

表1 合成樹脂原材料PL

対象物質	記載内容	
基ポリマー	(1) 基ポリマー	・使用可能な食品区分と最高温度
	(2) 塗膜としてのみ使用可能な基ポリマー	・合成樹脂区分
	(3) 微量モノマー (上記(1)又は(2)の基ポリマー中に計2%未満で使用可能)	—
添加剤(塗布剤を含む)	・使用可能な合成樹脂区分と使用可能量	

表2 新規物質申請時の必要資料

項目	内容
申請物質(評価要請物質)の概要	1 基本情報(名称及び構造等、物理的・化学的性質、製造方法等、その他) 2 使用目的及び使用条件 3 規格基準案 4 国内及び諸外国等における使用状況 5 諸外国等における評価 6 その他
食品への移行に係る知見	1 溶出試験 2 食事中濃度
安全性に係る知見	食事中濃度の区分による試験・情報要件 ・区分Ⅰ(≦0.5 µg/kg)及びⅡ(≦0.05 mg/kg): 遺伝毒性 ・区分Ⅲ(≦1 mg/kg): 上記に加え、亜慢性毒性 ・区分Ⅳ(1 mg/kg <): 上記に加え、生殖毒性、発生毒性、慢性毒性、発がん性、体内動態

表3 申請物質および評価対象物質

申請物質	評価対象物質
添加剤	その添加剤
基ポリマー	その構成モノマー
ポリマー添加剤	重量平均分子量及び分子量1,000以下の画分の割合により異なる

左記に加え、非意図的に含まれる物質(不純物、副生成物又は分解物)

参考資料

- ・厚生労働省: 食品用器具・容器包装のポジティブリスト制度について: available from <https://www.mhlw.go.jp/stf/newpage_05148.html>, (accessed 2021-10-18).
- ・厚生労働省: 器具・容器包装、おもちゃ、洗浄剤に関する情報: available from <https://www.mhlw.go.jp/stf/seisakunitsuite/bunya/kenkou_jiryou/shokuhin/kigu/index.html>, (accessed 2021-10-18).
- ・食品安全委員会: 食品用器具及び容器包装に関する食品健康影響評価指針(令和2年10月6日改訂): available from <https://www.fsc.go.jp/senmon/kiguyouki/>, (accessed 2021-10-18).
- ・厚生労働省: 令和3年12月21日薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会器具・容器包装部会(オンライン会議)資料: available from <https://www.mhlw.go.jp/stf/newpage_22846.html>, (accessed 2021-12-27).

主な投稿論文・口頭発表等

2021.5→2021.10

投稿論文

【医薬分野】

医薬品の元素不純物ガイドラインにおけるリスクアセスメント及び管理について
西岡利奈 (大阪ラボトリー)
「和光純薬時報」(富士フィルム和光純薬(株)発行), 89 (3), P18-20 (2021)

「医薬品の元素不純物ガイドラインについて」(薬食審査発0930第4号)に含まれる不純物管理において重要な製品のリスクアセスメントとその手順について概説し、リスクアセスメントのアプローチの一例を紹介した。日本薬局方の第十八改正に伴う変更点について概説した。

【マテリアル分野】

Quantitative Surface Characterization of As-Grown and Acid-Treated Single-Walled Carbon Nanotubes: Implications for Functional Materials

小橋和文*1, 飯泉陽子*1, 廣田和敏*2, 篠森直樹*2, 島本一弘*2, 古閑康将*2, 森本崇宏*1, 岡崎俊也*1 (*1)国立開発研究法人産業技術総合研究所,*2(株)住友化学センター
[ACS Applied Nano Materials] (米国化学会発行), 4 (5), P5273-5284 (2021)

カーボンナノチューブ(CNT)の表面状態は性質を理解する際や活用時に欠かすことのできない要素である。11種の異なる分析法に基づいて表面状態を明確にする手法を提案した。サンプルとして、as-grown(未処理)単層CNT, 酸処理後の単層CNTを分析し、複数の官能基種の存在、その量、表面分布状態を明らかにした。

燃料電池自動車(FCV)の水素品質評価用 簡易サンプリング技術の開発

長谷部枝 (千葉ラボトリー)
「近畿化学工業界」(一社)近畿化学協会発行, 73(6), P15(2021)
地球温暖化対策としてCO₂を排出しない燃料電池自動車(FCV)普及のため、水素ステーションの整備が不可欠であるが、水素ステーション運用に必要な水素ガスの品質管理分析における安全性確保と分析費用の低減が課題であった。そこで上記課題を解決するための水素品質管理分析用キットを開発、運用し、輸送およびサンプリング操作の簡便化により安全性の確保と分析時間が短縮され、分析費用の低減が可能となった。本業績は水素ステーションの品質評価に直接寄与し、クリーンエネルギー自動車として注目されるFCVの普及活動に貢献するものである。

放射光X線タイコグラフィによる自動車塗膜の三次元観察

末広省吾*1, 幸坂 崇*1, 小林秀雄*1, 高山裕貴*2 (*1) 株式会社住友化学センター,*2 兵庫県立大学)
「塗装工学」(一社)日本塗装技術協会発行, 56(6), P204-210(2021)
塗膜機能および構造の劣化を予測するために、市販自動車の白色塗膜を加熱処理し、中塗り層の微細構造の変化を放射光X線タイコグラフィおよび走査電子顕微鏡(SEM)観察した。SEM観察では、加熱後に樹脂相において空隙やクラック等が発生している様子は認められなかった。中塗り層のタイコグラフィによる観察を行ったところ、数十ナノメートルの高い空間分解能数の三次元像が得られた。さらに加熱前後において、わずかにあるが、樹脂相の位相コントラストの変化も認められた。放射光X線タイコグラフィは、数マイクロメートル以上の観察領域と高い空間分解能を両立する事ができるため、塗膜中の顔料の分布や配向評価、さらに劣化現象の解析等への活用が期待できる。

5G用プリント配線板の材料開発を支える分析技術

岡林真美*1, 大畑卓也*2 (*1) マテリアル事業部,*2 大阪ラボトリー
「住友化学 技術誌 2021」(住友化学(株)発行), P80-85(2021)
5Gの本格的なサービス開始に伴い、プリント配線板の需要も高まっている。本稿ではプリント配線板の各種材料で求められる分析技術、分析事例として、銅箔の表面凹凸形状を数値化できるKrガス吸着法による比表面積測定、2種類の基材樹脂の化学構造解析、吸水率と誘電率との関係性について紹介した。

Mixed alkali-ion transport and storage in atomically-disordered honeycomb layered NaKNi₂TeO₆

Titus Maese*1,2, 高崎吉宣*3, Josef Rizel*1,4, Godwill Mbiti Kanyolo*5, Ohji-Yao Chen*2, 生方宏樹*6, 窪田啓吾*2, Kartik Saur*7, 池庄司民夫*7, Zhen-Dong Huang*8, 吉井一記*1, 高橋照史*3, 伊藤美優*3, 妹尾 博*1, Jinkwang Hwang*9, Abbas Alshehri*10, 松本一彦*2,9, 永永利之*11, 藤井孝太郎*12, 八島正知*12, 鹿野昌弘*1, Cedric Tassel*6, 陰山 洋*6, 内本喜晴*11, 萩原理加*2,9, 齋藤智浩*3 (*1) 国立開発研究法人産業技術総合研究所,*2 産総研・京大エネルギー化学材料オープンイノベーションラボトリー,*3 (株)住友化学センター,*4 チャルマーズ工科大,*5 国立大学法人電気通信大学,*6 京都大学大学院工学研究科,*7 産総研・東北大学理先端材料モデリングオープンイノベーションラボトリー,*8 京都府立大学,*9 京都大学大学院エネルギー科学研究科,*10 茨城工業高等専門学校,*11 京都大学

大学院人間・環境学研究所,*12 東京工業大学大学院
[Nature Communications] (Nature Research 発行), 12, 4660 (2021)
(WEB公開: <https://www.nature.com/articles/s41467-021-24694-5>)

次世代蓄電池として期待されているアルカリイオン電池材料であるNaKNi₂TeO₆を収差補正STEMで観察および分析、結晶構造解析を実施した。その結果、XRDでは確認できなかったK, Naのレイヤーが交互に配列している様子が確認された。また、複数の方位からの観察により原子配列を明らかにした。

原子分解能STEMによるカリウムイオン電池正極材料の構造解析

宮崎吉宣 (筑波ラボトリー)
「JETI」(株)日本出版制作センター発行, 69 (9), P40-44 (2021)
次世代蓄電池として期待されているカリウムイオン電池の正極材料「ハニカム層状酸化物系カリウムイオン正極材料: K₂Ni₂TeO₆」を収差補正STEMにより結晶構造解析を実施した。その結果、XRDでは確認できなかったレイヤー構造や欠陥、特徴的な原子配列が確認された。

Field-induced electron spin resonance of site-selective carrier accumulation in field-effect transistors composed of organic semiconductor solid solutions

松井弘之*1, 高橋永次*2, 都築誠二*3, 瀧宮和男*4, 長谷川達生*3 (*1) 山形大学有機エレクトロニクス研究センター,*2 (株)住友化学センター,*3 東京大学大学院工学系研究科,*4 東北大学大学院理学研究科
[Physical Review Applied] (米国物理学会発行), 16 (3), 034019-1~8 (2021)

電界誘起電子スピン共鳴(FIESR)法を用いて、有機電界効果トランジスタ(FET)を分析した。本方法は、動作状態のFETで電荷が蓄積したゲスト分子(または不純物)の種類、配向、濃度などの情報が得られる。このoperando測定での不純物濃度と電気的特性(移動度や閾値電圧など)との相関より、不純物が特性に与える影響を明らかにした。

熱・紫外線(LUV)硬化樹脂における硬化挙動の計測技術

瀬尾亮平 (千葉ラボトリー)
「JETI」(株)日本出版制作センター発行, 69 (11), P98-99 (2021)
主に接着剤に使用される熱・UV硬化樹脂の硬化反応時の硬化収縮率と硬化収縮応力測定について、測定概要を解説し技術の一例を紹介した。

口頭発表等

【マテリアル分野】

Multifaceted approaches to quantitative surface characterization of as-grown and acid treated single-walled carbon nanotubes
○小橋和文*1, 飯泉陽子*1, 廣田和敏*2, 篠森直樹*2, 島本一弘*2, 古閑康将*2, 森本崇宏*1, 岡崎俊也*1 (*1) 国立開発研究法人産業技術総合研究所,*2 (株)住友化学センター
NT21: International Conference on the Science and Application of Nanotubes and Low-Dimensional Materials (オンライン開催), 2021年6月10日

各種製品に混入する異物の特徴と分析技術を活用した処方

末広省吾 (大阪ラボトリー)
TH企画セミナー主催セミナー(オンラインセミナー), 2021年8月19日

X線タイコグラフィによるエンジン内堆積物の解析

○末広省吾*1, 辻下昌之*1, 相良啓太*1, 幸坂 崇*1, 高山裕貴*2 (*1) 株式会社住友化学センター,*2 兵庫県立大学大学院)
第18回SPring-8産業利用報告会(神戸国際会議場), 2021年9月2日

消防法危険物について

伊藤和寿 (愛媛ラボトリー)
AJS株式会社主催消防法危険物セミナー(オンラインセミナー), 2021年9月15日

電池のモノづくりに役立つ濃厚スラリーの物性数値化

中西祐司 (大阪ラボトリー)
高分子学会東海支部主催 2021年度第31回ミニシンポジウム(オンラインセミナー), 2021年10月1日

ラマン分光分析のアプリケーションから見た進化の過程

末広省吾 (大阪ラボトリー)
和歌山県工業技術センター主催先端分析講習会(和歌山県工業技術センター), 2021年10月12日

HPLCキラル固定相の現状とキラル分離メソッド開発

西岡亮太 (大阪ラボトリー)
インフォマテックジャパン(株)主催Pharma R&D Conference 2021(オンラインセミナー), 2021年10月28日

【健康・安全分野】

世界の化学品規制の潮流
林 まさ子 (健康・安全事業部)

日本化学会近畿支部主催第27回化学安全講習会(オンラインセミナー), 2021年6月1日

LC/HRMSによる環境化学物質ノンターゲット分析法: そのソフトウェアとProduct ion and Neutral loss DBを中心に

○鈴木 茂*1, 大西行雄*2, 長谷川敦子*3, 上野美知子*4, 四ノ宮美保*5, 吉田摩子*6, 大塚かおり*7, 滝星昌彦*8, 長谷川 唯*9, 高沢麻里*10, 竹峰秀祐*11 (*1) 中部大学,*2 元環境総合研究所,*3 神奈川県環境科学センター,*4 元大阪府環境農水産総合研究所,*5 埼玉県立大学,*6 (株)住友化学センター,*7 佐賀県衛生薬業センター,*8 アジレント・テクノロジー(株),*9 名古屋環境調査センター,*10 国立開発研究法人土木研究所,*11 埼玉県環境科学センター)
一般社団法人日本環境化学会主催第29回環境化学討論会(千里ライフサイエンスセンターおよびオンライン), 2021年6月3日

米国の食品接触材料法規制

吉村千鶴 (健康・安全事業部)
(公社)高分子学会主催 21-1 接着と塗装研究会(オンライン開催), 2021年6月11日

感性指標化サービスの商品化～技術習得から事業化まで～

松岡康子 (技術開発センター)
COI「感性とデジタル製造を直結し、生活者の創造性を拡張するファブ地球社会創造拠点」最終成果発表シンポジウム(オンラインセミナー), 2021年10月15日

【医薬分野&健康・安全分野】

住化分析センター(SCAS)の健康・医療への取り組み
～当社の実績豊富なwet分析から新しい取り組み迄～
○岡崎孝太郎, ○今西克也 (技術開発センター)
神戸リサーチコンプレックス協議会 第4回企業発表会(オンラインセミナー), 2021年10月7日

住化分析センター主催セミナー

【医薬分野】

医薬事業部ブレイクタイムセミナー(オンラインセミナー(オンデマンド))

・医薬品におけるICH Q3D(元素不純物)への対応(第1回および第2回)
中谷菜子(医薬事業部), 2021年7月21日
・体内内代謝物評価への分析アプローチ
佐藤優介(医薬事業部), 2021年8月23日

・医薬品の安定性試験(低分子から中・高分子, 細胞医薬品まで)

中谷菜子(医薬事業部), 2021年9月10日
・医薬品における微生物学的評価試験～再生医療等製品を含む～
石地福子(医薬事業部), 2021年9月27日
・薬事申請支援サービス
長野裕夫(医薬事業部), 2021年10月6日
・催不整筋リスクの予測～オートバッチクランプシステムを用いた心筋イオンチャンネル評価～
宮田浩史(医薬事業部), 2021年10月19日

【マテリアル分野】

消防法危険物について～第4類引火性液体～
岡部竜太*1, 和田のぶ*2 (*1) 愛媛ラボトリー,*2 マテリアル事業部)
オンラインセミナー(オンデマンド), 2021年6月4日

化学物質の危険性評価とプロセスの安全

伊藤和寿(愛媛ラボトリー)
オンラインセミナー, 2021年6月25日

消防法危険物判定 国連危険物輸送動告における危険物判定

岡部竜太(愛媛ラボトリー)
オンラインセミナー, 2021年7月30日

【健康・安全分野】

EU化学物質管理の動向
山口孝明(健康・安全事業部)
オンラインセミナー, 2021年5月20日

新化学物質環境管理登記法(改正12号令)の概要(第一講)

佐藤雅之(健康・安全事業部)
オンラインセミナー, 2021年7月28日

新規化学物質登録の実務対応のポイント(第二講)

片江 等(健康・安全事業部)
オンラインセミナー, 2021年7月28日

感性価値評価 -消費者が望む製品・サービス開発に向けて-

大岡佳子(大阪ラボトリー)
オンラインセミナー, 2021年7月30日

医療機器 材料のケミカルキャラクターゼーションを用いた毒性リスクアセスメント

岡崎典子(安全性評価部)
オンラインセミナー, 2021年10月29日

編集後記

今号は愛媛ラボトリーが企画を担当して、新素材の研究開発支援や材料評価、人々の暮らしに密接に関わる分析技術に焦点を当てた記事を中心に掲載致しました。どちらも、未来を拓くために重要な技術とサービスです。

ところで、今年当社は創立50周年を迎えます。これを機に、これまでの事業・技術について「進化」と「深化」の歩みを反省や失敗も交えて振り返り、将来にわたって通用する「SCASの真髄」を見つめなおす取り組みを進めています。安全や品質に対して私達が身につけている行動と同様に、なかには当たり前のこととして実践していながら言葉

にできていないこともあると思いますが、お客様への提供価値を再認識することは、お客様からいっそうの信頼と期待を寄せていただけるために重要なことであると考えています。今後のSCAS NEWS企画にもどのように反映させることができるか、楽しみでもあり、身が引き締まる想いです。(M.K.)

▶ 日本分析化学会 2021 年度有功賞受賞

当社千葉ラボラトリーの伊藤浩征、本吉卓、愛媛ラボラトリーの明比美鈴、吉岡奈緒美の四名が、日本分析化学会「2021 年度有功賞」を受賞しました。いずれも 30 年以上の長きにわたり分析の実務に従事し、その豊富な経験と知識によって様々な分野のお客様のご要望にお応えしてきた実績をお認めいただいたものです。

伊藤は、環境分析を中心とした業務に従事し、有機・無機元素分析や、官公庁・民間企業の環境分析の営業業務に従事後、その経験を活かして作業環境測定士（第 1 種、第 2 種）の資格を取得し、以後は作業環境測定等の環境分野の第一線で活躍して参りました。

本吉は、石油化学製品の検査、環境分析など多分野の分析業務と、これに係わる営業や RC 管理など幅広い範囲の業務に従事し、優れた行動力と業務で培った幅広い知識を発揮して、新しい分析技術の確立や業務効率化、新しい分析機器の導入などで

事業の発展に尽力して参りました。

明比は、無機分析を中心に業務に従事し、各種評価試料を担当して、前処理や固体発光装置、粒度分布測定装置等を用いた機器分析の条件最適化を行い、新たな手法や合理化法を開発・確立するなど幅広く第一線で活躍して参りました。

吉岡は、水質分析から各種工業製品および材料の不純物分析まで、無機化学分析を中心に幅広い業務に従事して参りました。

高純度黒鉛材料の不純物定量法の開発に携わり、手法の確立と事業化を進めて、分析分野から化学産業の発展を支えました。

受賞した四名は、いずれも自身が第一線で活躍する側ら、その豊富な知識と技術を後進に伝承し、若手分析者の育成面でも大きく貢献しています。技術を学び、研鑽し、さらに多様なニーズに実直に取り組む姿勢は、脈々と受け継がれて当社の人財を育てています。



千葉ラボラトリー 伊藤 千葉ラボラトリー 本吉 愛媛ラボラトリー 明比 愛媛ラボラトリー 吉岡

当社は創立50周年を迎えます

当社は 2022 年 7 月 1 日で創立 50 周年を迎えます。これまでの歴史を振り返るとともに、お客様への感謝の意を伝えるため、社史発行や記念講演会の開催を予定しております。また、心新たに未来へ向かっていく想いを祈念してコーポレートスローガンを組み合わせたロゴマークを創りました。従業員とその家族に公募し、応募点数 265 点から従業員投票で決定したデザインです。名刺や各種ノベルティに使用してまいります。今後とも、変わらぬご愛顧を賜りますようお願い申し上げます。



すべては分析に始まる 輝かしい未来の設計のために

50周年記念ロゴ

分析サービス・製品に関するお問合せ

Web <https://www.scas.co.jp/contact/>
 ■ お問合せフォーム ■ 依頼票ダウンロード

☎ 電話 03-5689-1219

☎ FAX 03-5689-1222

✉ メール marketing@scas.co.jp

企業情報

Web <https://www.scas.co.jp/company/>
 ■ 所在地案内 ■ 会社概要 など

SCASNEWS誌に関するお問合せ

✉ メール scasnews@scas.co.jp

☎ 03-5689-1212 ☎ 03-5689-1222

SCAS NEWS 2022-I (通巻55号)

発行 2022.2.28

発行者 株式会社住化分析センター

〒541-0043 大阪市中央区高麗橋4-6-17 住化不動産横堀ビル

編集担当 技術・経営戦略室

SCAS Sumika Chemical
Analysis Service

🔗 はインシュタインの疑問符です。彼のあくなき好奇心と探求心こそが、宇宙真理発見の原動力だったのかもしれない。

[無断転載禁止]