

CERI NEWS

No.84 2017 October

CONTENTS

● 巻頭言

世界で通用する測定結果

国立研究開発法人産業技術総合研究所

計量標準総合センター 物質計測標準研究部門長

高津 章子

● 業務紹介

新規JCSS標準物質の紹介

L-column3の開発

医療機器GLP適合性認定の取得

皮膚感作性試験代替法h-CLAT(OECD TG442E)の紹介

促進耐候性試験の技術動向

● 本機構の活動から

第22回化学物質評価研究機構研究発表会開催報告

化学物質管理ミーティング2017出展

JASIS 2017出展

CERI賞表彰報告

● お知らせ

平成29年度CERI寄付講座

平成30年度CERI公募型研究助成の募集

● 編集後記

世界で通用する測定結果

国立研究開発法人産業技術総合研究所
計量標準総合センター 物質計測標準研究部門長
高津 章子



産業技術総合研究所計量標準総合センター（NMIJ/AIST）において、標準物質の開発・供給・普及・利活用促進等に携わってまいりました。現代社会においては、世界で通用する測定結果が求められ、それらを得るための枠組みが整えられつつあることを強く感じています。

通常、測定にはものさしとなるものが必要であり、化学分析においては、標準物質がものさしの役割を担っています。標準物質もおかげさまで多くの方に知られ、利用されるようになり、さまざまな分野においてますます必要とされるようになっていきます。100年を超える長い歴史を持つ計量標準の世界において化学分析分野は新参者です。そうは言いながらも、メートル条約に基づく国際的な化学分野の計量標準に関する技術的な議論の場である、国際度量衡委員会の下の物質質量諮問委員会の活動も2018年には25周年という節目の年を迎えます。煮たり焼いたり化学分析に国際同等性など成り立つのかとはじめのころは半信半疑でスタートしたのですが、多くの活動や議論の結果、国際同等性の確保に自信を持てるようになりました。一方で、化学分野は測定対象となる物質の種類が多く、対象分野も広く、最近はやバイオ分野などの新たな分野にも広がりをみせており、新しい対象や分野に対応していくために、さらに知恵を出し合うことが必要とされています。また、メートル条約の下では、各国の国家計量標準の同等性を確認しあい、各計量機関が発行する校正証明書を相互に受け入れることを目指した活動が展開されてきました。これらについてもさらに効率的な運営や利用しやすい仕組みについての取り組みが進められています。

単位については、メートル条約のもとで世界共通である国際単位系（SI）が確立されており、日常生活でほとんど意識することはないかもしれませんが、たまにSIではない単位を目にして戸惑うくらいでしょうか。実は、基本単位の定義は不変のものではありません。よい例として、かつてはメートル原器で定義されていた長さの単位メートルは、今は光の速さで定義されています。ホットな話題としては、現在はキログラム原器で定義されている質量の単位キログラムの定義の変更が議論されています。これに合わせて、化学分野の人にはなじみ深い物質質量の単位（モル）の定義もアボガドロ定数に基づくものへと変更されることが検討されています（もちろん、今まで1キログラムだったものが違う数値になるわけではありませんのでご心配なく）。数年のうちに定義の変更という歴史的な瞬間が訪れようとしています。

測定結果は数値で表されることが多く、数値については単純に大小を比較することはできますが、その結果がどのようにして得られたものかで比較可能、あるいは比較に意味があるかどうか異なります。世界で通用する測定結果を得るための基盤は着実に整備され、より使いやすいものへ向けてさらに進められようとしています。一方で、計量標準の取り組みに関しては、世界共通でありながら、日本に適した仕組みを作り、普及をはかることも必要と考える今日この頃です。

業務紹介

新規 JCSS 標準物質の紹介

東京事業所化学標準部 上野 博子

国際的な商取引の拡大等を背景として、測定結果に対する信頼性の確保が重要視されています。さらに、最近の化学分析の主体である機器分析においては、そのデータの信頼性は測定に用いられた計量標準の信頼性に大きく影響されるため、信頼性の高い標準物質が必要不可欠となっています。

我が国においては、信頼性の高い標準物質の供給のため、平成5年に施行された新計量法により計量法トレーサビリティ制度（Japan Calibration Service System：JCSS）が導入されました。JCSSで供給される標準物質は、JCSS ロゴマーク入りの証明書が添付されており、各標準物質の製造者でもある登録事業者において jcsc ロゴマーク入り証明書付きの特定二次標準物質により値付け（校正）されています。この特定二次標準物質は、経済産業大臣の指定を受けた指定校正機関である本機構において特定標準物質により値付け（校正）されたものです。さらに、本機構の持つ特定標準物質の濃度は、国家計量標準機関である国立研究開発法人産業技術総合研究所計量標準総合センターの認証標準物質（NMIJ CRM）を介して国際単位系（SI）にトレーサブルであることから、これら一連の校正の連鎖により、JCSS 標準物質の濃度はSIへのトレーサビリティが確保されています。このようにJCSS標準物質は計量計測トレーサビリティが明確なものであり、測定データの信頼性確保に有効なものとして使用されています。

この制度発足当初のJCSS標準物質は39種類でしたが、その後、開発を重ね、平成28年度には129種類に増加しています。現在もJCSS標準物質として様々な物質を開発中ですが、今回は平成27年度に特定標準物質として指定された臭素酸イオン標準液、塩素酸イオン標準液、揮発性有機化合物25種混合標準液、及び平成28年度に指定された全有機体炭素標準液について、その開発の背景等を紹介します。

「計量標準の整備及び利用促進に関する検討会」が開催（平成24年12月から平成25年4月までに計5回開催）され、「計量標準に関する新たな整備計画及び利用促進方策」が取りまとめられました。これは、第4期科学技術基本計画（平成23年8月19日閣議決定）を背景とする“新たな知的基盤整備計画の策定”を踏まえ、知的基盤整備特別委員会（平成24年4月から8月開催）の中間報告で示された方針・方策に沿って、具体的な整備計画と利用促進方策について検討されたものです。

この、「新たな整備計画」とは、平成13年頃から開始した第1期整備計画（平成22年度までに標準物質250種類程度整備）に続く、第2期整備計画（平成34年度までに標準物質260種類程度整備）です。この中で整備する標準物質について緊急性、重要性、継続性等のニーズを勘案して優先順位づけをすることとなっています。その内容としては、RoHS規制等の緊急対応が必要なもの、周期表の基本的な元素や種々の分析に利用される有機物質等の基本的物質、法令による規制物質、公定法に規定される物質、準規制物質、組成標準物質が挙げられています。また、法令による規制物質や公定法に規定される物質のうち、ユーザーのニーズが高く供給量が比較的多いとされるものについて、JCSSとして供給する方針となりました。

一方、平成27年4月に、水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法（平成15年厚生労働省告示第261号）が改正され、「試薬における標準原液」として「計量法に基づく証明書が添付されたもの」（JCSS標準液）が使用できるようになりました。そのため、水道法における水質基準項目等に設定されている物質について標準物質のユーザーニーズが高く供給量が比較的多いとされるこ

とから、これらの物質の測定に用いる標準物質の開発を優先的に進めることになりました。

●臭素酸イオン標準液、塩素酸イオン標準液

臭素酸及び塩素酸は、浄水場等における水道水の消毒過程で使用する次亜塩素酸ナトリウムに不純物として含まれている物質であり、臭素酸は、オゾン処理における副生成物として生成されることも報告されています。水道法において、平成 16 年から臭素酸（基準値：0.01mg/L）が、平成 20 年から塩素酸（基準値：0.6mg/L）が水質基準項目として追加されました。測定方法として、臭素酸はイオンクロマトグラフィーポストカラム吸光光度法が、塩素酸はイオンクロマトグラフィー法が採用されており、それぞれ、臭素酸イオンあるいは塩素酸イオンとして測定されています。



●揮発性有機化合物 25 種混合標準液

ベンゼン、ジクロロメタン、トルエン等の揮発性有機化合物は、産業界において各種洗浄剤や溶剤として幅広く使用されている物質ですが、環境中に排出されると環境汚染や健康被害を引き起こすことから大気汚染防止法、水質汚濁防止法等により規制され、既に、ベンゼン、トルエン等の分析機器校正用に使用できる標準物質は、揮発性有機化合物 23 種混合標準液として JCSS により供給されています。一方、1,4-ジオキサンは、有機合成用溶媒や各種溶剤等に用いられており、吸入によるめまい、吐き気等の急性毒性を示すため、ヒトの健康に係る物質として水道水質基準項目（基準値：0.05mg/L）に挙げられています。また、*tert*-ブチルメチルエーテルは低沸点溶剤、ガソリンのオクタン価向上剤等に用いられており、発がん性が示唆され、水質管理目標設定項目（目標値：0.02mg/L）として挙げられています。1,4-ジオキサン及び *tert*-ブチルメチルエーテルは、いずれも既供給の JCSS 揮発性有機化合物 23 種混合標準液に含まれていない物質です。

●全有機体炭素標準液

有機物による水質汚染の指標として生物化学的酸素要求量（BOD）や化学的酸素要求量（COD）、過マンガン酸カリウム消費量等がありますが、これらに加え現在広く用いられる指標の一つが全有機体炭素です。また、全有機体炭素は、水道法において平成 17 年 4 月から水質基準項目として基準値（5mg/L）が設定されました。さらに、平成 21 年 4 月から全有機体炭素の基準値は 3mg/L 以下に強化されています。

水道法における水質基準項目等に設定されている、これらの物質の濃度を適切に評価するには、公定法に準拠した適切な測定を行うと同時に、SI にトレーサブルな標準物質の使用が不可欠であることから、信頼性の高い標準液の供給が望まれ、JCSS 標準物質として供給するために開発を進めて参りました。

今回紹介した、臭素酸イオン標準液、塩素酸イオン標準液、揮発性有機化合物 25 種混合標準液は、平成 28 年度から JCSS 標準物質として供給が開始されています。また、全有機体炭素標準液は平成 29 年度以降に JCSS 標準物質として供給できる体制が整いました。登録事業者での準備が完了次第供給される予定です。

現在、整備計画に挙げられている JCSS として供給予定の標準物質について、本機構を含め複数の関係機関が協力して開発を進めています。今後の予定としては、水道法の規制項目等を中心に、フェノール類 6 種混合標準液、ハロ酢酸 4 種混合標準液、かび臭物質 2 種混合標準液、陰イオン界面活性剤 5 種混合標準液、非イオン界面活性剤標準液、亜塩素酸イオン標準液、金属 14 種混合標準液等を供給すべく準備を行っています。これらの標準物質についても、今後紹介したいと考えています。

L-column3 の開発

東京事業所クロマト技術部 小幡 友貴

1. はじめに

シリカ系逆相カラムは、高速液体クロマトグラフィーに最も汎用されています。本機構では、2007 年にトップクラスの高性能カラム *L-column2* シリーズを開発し、現在もユーザーの皆様から高い評価を得ています。今回開発した *L-column3* は新開発の化学的耐久性（耐酸性、耐アルカリ性）の非常に高い PCS シリカ（Perfect chemical stable silica）と *L-column2* のエンドキャッピングの性能を更に進化させた耐久型高度エンドキャッピングにより、充填剤の化学的耐久性が飛躍的に向上しました。これにより、非常に幅広い pH 領域（pH1 ～ pH12）の移動相で使用可能です。また低吸着性は、*L-column2* シリーズと同等でトップレベルの性能を誇ります。*L-column3* は卓越した化学的耐久性と低吸着性を両立した高性能オールラウンドカラムです。

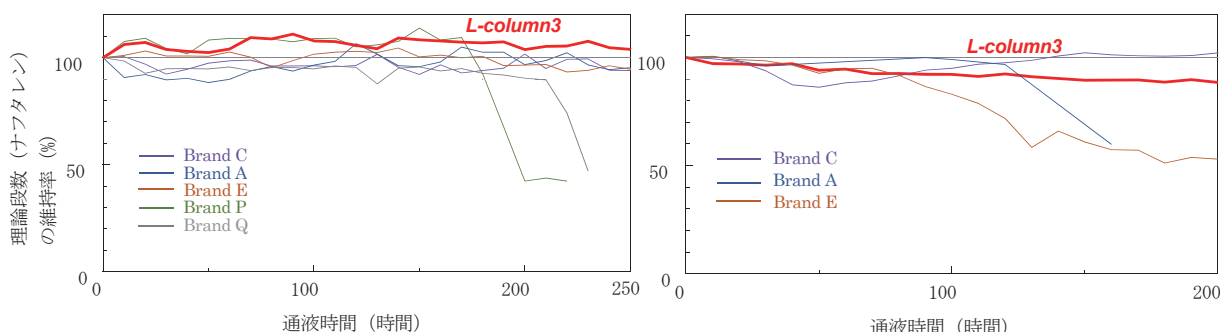
2. *L-column3* の開発

2.1 開発の経緯

HPLC 分析においてカラムは常に移動相に晒され続けます。つまり、充填剤の表面は常に加水分解のリスクに晒されているわけです。C18 カラムなどの逆相カラムでは、シリカ表面をアルキル基で高密度に修飾しているため耐久性は十分に維持されます。しかし、アルカリ性移動相の使用となると緩やかとはいえ基材シリカは侵食され続けるため、カラム先端に隙間が生じて、カラム性能は著しく低下します。各社とも様々なアプローチで化学的耐久性の向上を目指していますが、この欠点の克服は非常に困難な課題といえます。アルカリ性移動相での使用に耐える十分な耐久性を持ち、更に高分離で低吸着な性能を持ったカラムはなく、開発は非常に困難であることが予想されました。

2.2 *L-column3* の耐アルカリ性

今回、本機構独自に開発した化学的耐久性の非常に高い PCS シリカと耐久型高度エンドキャッピングにより、これらの難題を克服することに成功しました。図 1 はトリエチルアミン（pH12.2）及びリン酸緩衝液（pH11.5）による通液劣化試験の結果です（比較対象は pH12 まで使用可能な他社製カラム）。



カラム：C18 5 μ m サイズ：2.0 or 2.1 $\times$ 150 mm

【劣化条件】 流速：0.2 mL/min 温度：50°C

【測定条件】 移動相：アセトニトリル / 水（60/40） 流速：0.2 mL/min 温度：40°C

図 1 アルカリ性移動相の通液劣化試験

左) 54mM トリエチルアミン (pH12.2) / メタノール (90/10)

右) 10mM リン酸緩衝液 (pH11.5) / メタノール (90/10)

トリエチルアミンによるカラムの劣化は理論段数の著しい低下として現れます (Brand P 及び Brand Q)。また、トリエチルアミンの通液において 250 時間以上安定していた Brand A 及び Brand E も、リン酸緩衝液では早期の劣化が認められました。このように、カラムの劣化はアルカリ性移動相の種類に大きく影響を受けます。しかし、*L-column3* はいずれのアルカリ性移動相の通液条件においても安定していることから、非常に耐アルカリ性が高いことがわかります。また、*L-column3* は中性や酸性移動相に対しても同様に高耐久性を示します。つまり、*L-column3* は非常に幅広い pH 領域 (pH1 ~ pH12) でメソッド設計が可能なオールラウンドカラムとして使用できます。

2.3 *L-column3* の低吸着性

L-column3 は極限まで残存シラノールを不活性化しています。したがって、塩基性物質、配位性化合物及び酸性物質に対してシャープなピークを示します (図 2-1 ~ 図 2-3)。*L-column3* と同等の耐アルカリ性を示した Brand C ですが、吸着性に関しては *L-column3* に劣る結果となりました。このように多岐の物質にわたりオールラウンドに最高レベルの低吸着性を発揮するカラムは他に類を見ません。

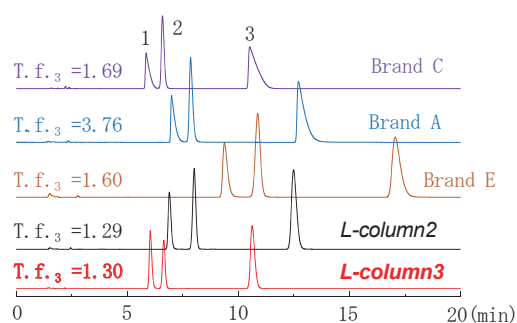


図 2-1 低吸着性 (塩基性物質)

【分析条件】
 カラム: C18 5 μ m
 4.6 $\times$ 150 mm
 移動相: アセトニトリル/25 mM リン酸緩衝液 (pH7)
 (35/65)
 流速: 1 mL/min
 温度: 40°C
 試料: 1. パロキセチン
 2. シタロプラム
 3. フルオキセチン
 注入量: 1 μ L

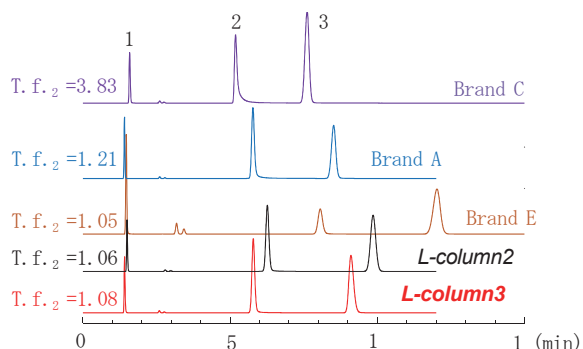


図 2-2 低吸着性 (配位性化合物)

【分析条件】
 カラム: C18 5 μ m
 4.6 $\times$ 150 mm
 移動相: アセトニトリル/20 mM リン酸 (40/60)
 流速: 1 mL/min
 温度: 40°C
 試料: 1. ウラシル
 2. ヒノキチオール
 3. ベンゼン
 注入量: 1 μ L

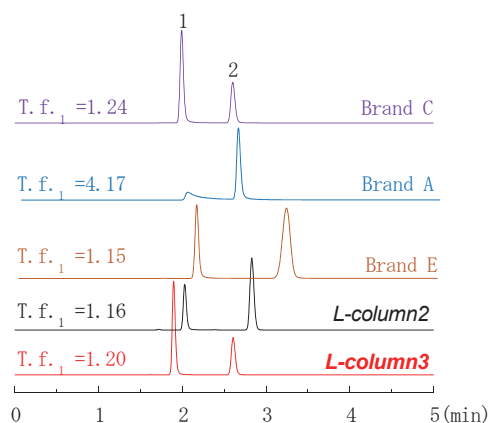


図 2-3 低吸着性 (酸性物質)

【分析条件】
 カラム: C18 5 μ m
 4.6 $\times$ 150 mm
 移動相: アセトニトリル/20 mM リン酸 (2/98)
 流速: 1 mL/min
 温度: 40°C
 試料: 1. ギ酸
 2. 酢酸
 注入量: 1 μ L

2.4 L-column3 で広がる分析メソッド

使用できる移動相の pH 範囲が広がると、格段に分析メソッドの幅が広がります。特にアルカリ性移動相を用いれば、塩基性物質の解離を抑制した状態での分析が可能となります。酸性から中性域の移動相においてテーリングしがちであった塩基性物質は、アルカリ性移動相により理論段数やピーク形状が大幅に改善し保持が増加します（図3）。加えて、酸性から中性域の移動相では得られない分離パターンが得られる可能性が高く、分離の改善が期待できます。また、LC/MS においても検出感度の大幅な向上というメリットがあります（図4）。

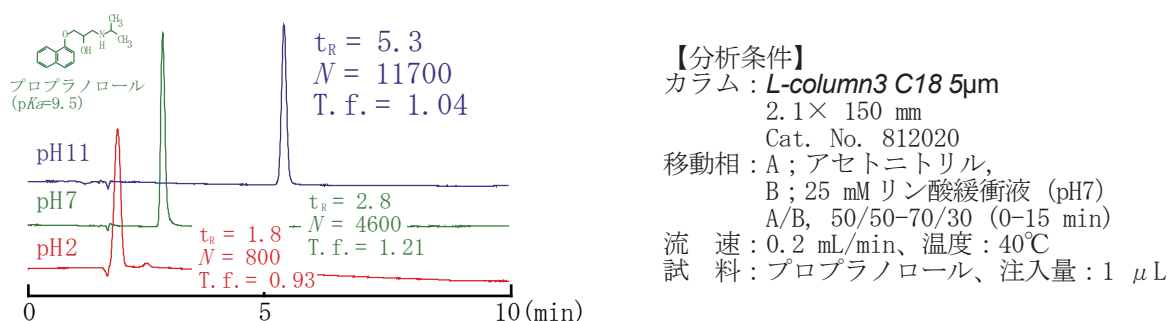


図3 移動相 pH の制御による保持時間、ピーク形状の改善

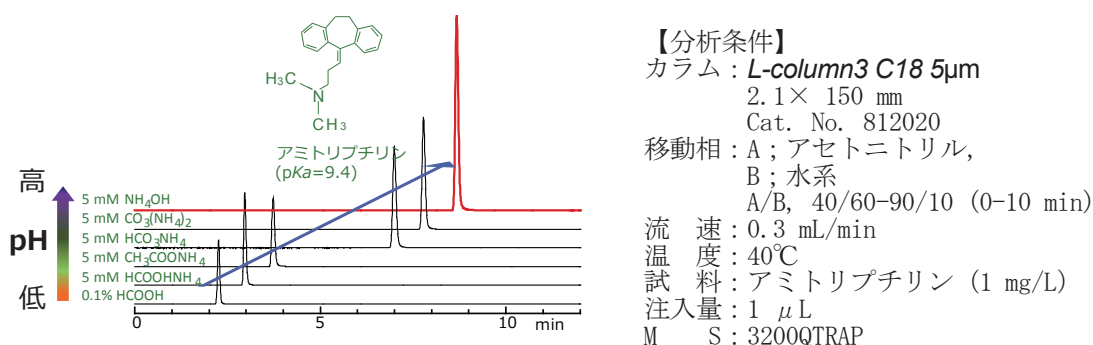


図4 移動相の pH が LC/MS の感度に及ぼす影響

3. おわりに

L-column3 は卓越した化学的耐久性とトップレベルの低吸着性の両立を実現した比類なき高性能オールラウンドカラムです。ご興味をお持ちの方は是非お問い合わせください。本機構では、これからもユーザーの皆様のご要望に応えるよう、カラムの開発を行ってまいります。

医療機器 GLP 適合性認定の取得

日田事業所 藤島 沙織

1. はじめに

本機構では、平成 29 年 5 月 30 日～6 月 2 日に独立行政法人医薬品医療機器総合機構の GLP 適合性調査を受け、これまで取得していた医薬品 GLP に加え、医療機器 GLP について「適合」の認定を受けました（図1 参照）。

医療機器については、これまで製造販売承認や製造許可等、医薬品に準ずる規制が行われてきましたが、近年の技術発展により、新しい医療機器が開発・実用化されるようになりました。そのような状況

の下、平成 26 年 11 月に従来の「薬事法」が改正され、「医薬品、医療機器等の品質、有効性及び安全性の確保等に関する法律」（医薬品医療機器等法）となり、医療機器の安全性評価においても医薬品と同様に、ますますデータの信頼性を確保することが求められています。

本機構では、医薬品 GLP と医療機器 GLP の両方について適合性認定を取得したことにより、お客様のご要望に応じた GLP 準拠の *in vitro* 及び *in vivo* 毒性試験の実施が可能となりました。



図 1 医薬品及び医療機器の各 GLP 適合確認書

2. 医療機器の細胞毒性試験

本機構では、医療機器等の被験物質からの抽出操作を伴う細胞毒性試験について豊富な実績があります（過去 10 年間で細胞毒性試験 64 試験実施、うち 33 試験で抽出操作実施）。このたび、医療機器 GLP の適合性認定を取得したことにより、医療機器 GLP 準拠での細胞毒性試験の実施が可能となりました。

細胞毒性試験には多様な方法がありますが、その一例として、抽出法によるコロニー形成法について、試験の流れを表 1 に、試験結果の例を図 2、3 及び 4 に示します。本試験法は、細胞がコロニーへと生育する増殖能を利用し、培養後にプレート上に形成されたコロニーを計数することによって、高い検出感度で定量的に細胞毒性を評価することが可能な試験法です。抽出法では、被験物質（プラスチックやゴム等の製品）を培地で抽出し、得られた抽出液を細胞へばく露することにより、細胞の増殖能への被験物質の影響を評価します。

表 1 抽出法によるコロニー形成法の試験の流れ（例）

	<細胞への処理>	<抽出液の調製>
0 日目	細胞播種 (0.5 cells/0.5 mL/well で 24-well マルチプレートに播種) ↓ 培養 (37℃、5%CO ₂)	被験物質の細切 対照材料及び被験物質の滅菌及び抽出開始 ↓ 抽出 (37℃、5%CO ₂)
1 日目	処理 (細胞への抽出液ばく露) ↓ 培養 (37℃、5%CO ₂)	24 時間後、抽出液の分取
6 日目	コロニーの固定及び染色 ↓	
7 日目	コロニーカウント	

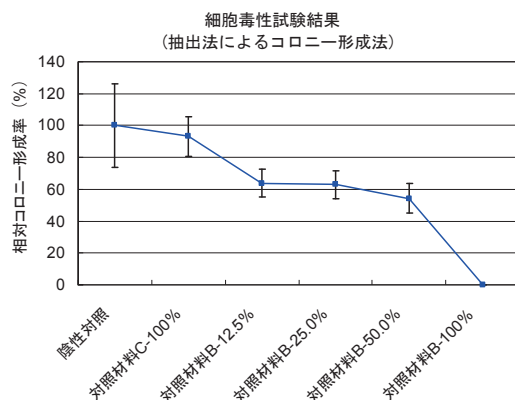


図2 細胞毒性試験結果の一例

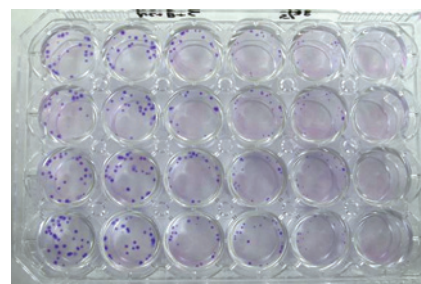


図3 固定・染色後のプレート写真

3. おわりに

医療機器 GLP 適合性認定の取得に伴い、本機構では、医薬品・医療機器・農薬・化学物質・安衛法・OECD の各種 GLP 試験が実施可能となりました。是非お問い合わせください。

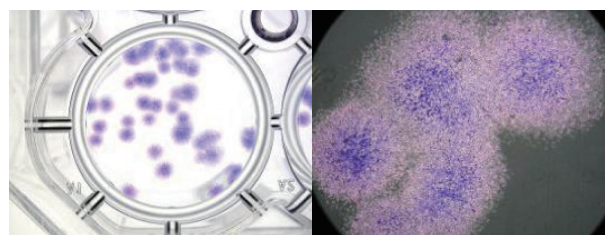


図4 染色されたコロニーの拡大写真

皮膚感作性試験代替法 h-CLAT (OECD TG442E) の紹介

安全性評価技術研究所 前田 洋祐

1. はじめに

皮膚感作性の評価には、従来、モルモットを用いた Maximization Test やマウスを用いる局所リンパ節試験 (LLNA、Local Lymph Node Assay) などが使用されてきました。しかし、動物愛護の観点から、2013 年 3 月から欧州連合域内で動物実験を経た化粧品の販売が禁止され、2016 年 11 月から化学物質の REACH 登録の際には動物を用いない試験系 (代替法) をファーストチョイスにするなど、代替法での皮膚感作性の評価が必要とされています。

human Cell Line Activation Test (h-CLAT) は、*in vitro* 皮膚感作性試験代替法の一つであり、日本で開発されました。2016 年 7 月に経済協力開発機構 (OECD、Organization for Economic Cooperation and Development) で定められたテストガイドライン (TG) に OECD TG 442E¹⁾ として収載され、本機構でも受託試験として実施しています。

2. h-CLAT とは

h-CLAT は、皮膚感作性成立過程のうち樹状細胞の活性化を評価する試験であり、活性化により THP-1 細胞 (ヒト単球由来細胞株) の表面に現れる 2 種類の抗原 (CD86 及び CD54) の発現量を指標とする代替法です。試験方法は、まず THP-1 細胞に被験物質をばく露し、24 時間培養します。培養後蛍光標識した抗体を用いて細胞を染色し、フローサイトメーターにより CD86 及び CD54 の発現量を測定します (図 1)。



図1 h-CLAT の流れ

被験物質をばく露したときの CD86 及び CD54 それぞれの平均蛍光強度（MFI）を、溶媒のみを添加した対照群の MFI と比較し、次式から相対蛍光強度（RFI）を算出します。

$$RFI = \frac{\text{被験物質をばく露した細胞の CD86 又は CD54 の MFI} - \text{対応するアイソタイプコントロールの MFI}}{\text{溶媒をばく露した細胞の CD86 又は CD54 の MFI} - \text{対応するアイソタイプコントロールの MFI}} \times 100$$

評価に関しては、CD86 は RFI が 150 以上の場合を陽性、CD54 は RFI が 200 以上の場合を陽性とし、どちらか一方が陽性判定基準を満たした場合、陽性と判定します。3 回の独立した試験を実施し 2 回以上陽性と判定された場合、被験物質は皮膚感作性陽性と判定します。

3. h-CLAT の実施例

本機構では OECD TG442E に記載の 10 種の技術確認用物質を用いて技能習熟度の確認を行い、表 1 に示したとおり基準を全て満たすことを確認しています。

表 1 TG442E の技術確認用 10 物質の試験結果及び TG442E 記載基準との比較

技術確認用 10 物質	CV75 (μg/mL)		CD86				CD54			
	TG442E ^a	CERI ^b	TG442E ^a		CERI ^b		TG442E ^a		CERI ^b	
			EC150 (μg/mL)	判定	EC150 (μg/mL)	判定	EC200 (μg/mL)	判定	EC200 (μg/mL)	判定
2,4-Dinitrochlorobenzene	2-12	6	0.5-10	P	1.2	P	0.5-15	P	1.9	P
1,4-Phenylenediamine	5-95	23	<40	P	1.5	P	N		N	
Nickel sulfate	30-500	199	<100	P	28.2	P	10-100	P	27.1	P
2-Mercaptobenzothiazole	30-400	90	N		N		10-140	P	24	P
R (+) -Limonene	>20	62	N		N		<250	P	112.5	P
Imidazolidinyl urea	25-100	58	20-90	P	41.3	P	20-75	P	40.4	P
Isopropanol	>5000	>5000	N		N		N		N	
Glycerol	>5000	>5000	N		N		N		N	
Lactic Acid	1500-5000	1522	N		N		N		N	
4-Aminobenzoate	>1000	>1000	N		N		N		N	

P: 陽性、N: 陰性、CV75: 細胞生存率が 75% を示す濃度、

EC150: CD86 発現量において RFI=150 になる濃度、EC200: CD54 発現量において RFI=200 になる濃度

^a: OECD TG442E に記載の許容範囲、^b: CERI で取得したデータ

4. おわりに

h-CLAT は LLNA との一致率は 82% であり²⁾、短期間かつ安価で試験できることから代替法として有用であることが示されています。しかしながら、皮膚感作性の生体内メカニズムは複雑であるため、単独の代替法のみで動物実験を代替することは難しいのが現状です。

本機構では、OECD テストガイドラインに収載されている他の皮膚感作性試験代替法として、*in chemico* 試験の DPRA (OECD TG442C) や *in silico* の Derek Nexus による予測を受託メニューとして取り揃えており、それらを組み合わせた IATA (Integrated Approach on Testing and Assessment) での評価が可能です。皮膚感作性評価を検討される場合には、化学物質の感作性評価において豊富な知識と経験を有する本機構に是非ご相談ください。

参考文献

- 1) Organization for Economic Corporation and Development (OECD) , 2016. In Vitro Skin Sensitisation: human Cell Line Activation Test (h-CLAT) , TG-442E (Adopted: 29 July 2016) .
- 2) Nukada, Y. et al., 2012. Toxicology in Vitro. 26, 1150-1160.

促進耐候性試験の技術動向

東京事業所高分子技術部 飯塚 智則

1. はじめに

耐候性は自然環境下で材料が時間の経過に伴い耐久性が低下していく劣化現象に対する抵抗性と定義され、材料の選定や寿命を推定するうえで重要な指標です。材料の屋外使用時における劣化に寄与する因子は複数存在し、主な因子は太陽光の紫外線、夏場の高気温、降雨や結露による水分です。この環境因子が複雑に絡み合うことで材料の劣化が促進され、強度低下、ひび割れ、変退色、光沢の消失などが生じます。これらの劣化現象を短時間で検証するため、太陽光を再現した促進耐候性試験機が使用されています。

促進耐候性試験機の歴史は古く、約 100 年前に繊維製品の退色評価に紫外線フェードメータが用いられたことが始まりです。その後、サンシャインウェザーメータやキセノンウェザーメータが開発され、この 2 機種が市場に出てから 60 年以上経た現在でも工業製品の耐候性評価装置として国内外で主流に用いられている試験機です。本機構ではキセノンウェザーメータ（7 台）、サンシャインウェザーメータ（5 台）、紫外線フェードメータ（1 台）を所有し、受託試験を実施しています。

近年、更なる技術革新により複数の新型装置が上市されています。これらの装置は、①実使用環境近似型、②超促進型に二極化しています。本機構においてもそれぞれの需要に対応すべく、2 種類の新型試験機（図 1）を導入し、受託試験や研究に取り組んでいます。



全昼光型太陽光シミュレータ



過酸化水素水噴霧システム搭載キセノンウェザーメータ

図 1 試験機外観

2. 新規導入試験機の特徴

2.1 全昼光型太陽光シミュレータ

実使用環境近似型として、擬似太陽光源を搭載した全昼光型太陽光シミュレーター（ATLAS SEC600）があります。現行市販の促進耐候性試験機で最も太陽光（全波長域）に近似した光源を有するため、極めて実環境に近い再現試験が可能です。放射照度は $800 \sim 1200 \text{ W/m}^2$ （280 ～ 3000nm）の範囲で制御可能であり、フィルタで屋外と屋内の環境を選択できます。温度は $-20 \sim 120^\circ\text{C}$ （照射時）、 $-40 \sim 100^\circ\text{C}$ （暗黒時）と広範囲かつ湿度制御も可能であり、様々なプログラムに対応しています。試験機の内寸は $80 \times 80 \times 95 \text{ cm}$ （有効照射面積 3000 cm^2 ）と大きいことから、他の促進耐候性試験機と異なり比較的大きい試料形状のまま試験に供することができます。

2.2 過酸化水素水噴霧システム搭載キセノンウェザーメータ

超促進型の装置として、過酸化水素水噴霧システム搭載キセノンウェザーメータがあります。キセノ

ンウェザーメータ（ATLAS Ci4000）に過酸化水素水のタンク（最大容量 100 ℓ）を直結させることで、水噴霧の代わりに試料に直接過酸化水素水噴霧するシステムです。Ci4000 での高照度（最大 160W/m²）、高温（最大 110℃）及び過酸化水素水による強力な劣化促進ができます。

3. 評価事例

3.1 全昼光型太陽光シミュレータ

メタルハライドランプウェザーメータとも呼ばれ、適用規格は IEC 60068-2-5、DIN 75220、MIL STD 810G、ISO9022-9 といった工業規格の他、BMW 規格、VW 規格等自動車メーカーの民間規格に規定されている装置です。各規格に規定の複数のサイクル条件から選択となります。従来装置の光源は紫外線に特化していますが、本装置のメタルハライド光源は紫外線だけでなく可視光線～赤外線においても太陽光に近似しているため（図 2 参照）、夏場に高温となる車内の再現性が良好です。そのため、自動車の内装材（インストルメントパネル）やカーナビゲーションシステム（主にモニター部）、スマートフォンなど電子機器が評価の対象となっています。

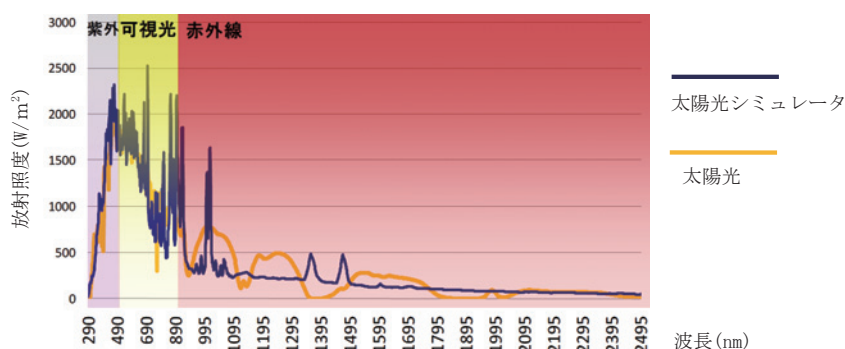


図 2 全昼光型太陽光シミュレータの分光分布

3.2 過酸化水素水噴霧システム搭載キセノンウェザーメータ

過酸化水素水噴霧の条件を規定した工業規格はありませんが、酸化チタンが配合された白色顔料の塗料や塗膜の処理時間短縮に効果があることが知られています¹⁾。酸化チタンが存在せずとも、強力な酸化力を有する過酸化水素水に紫外線を照射することでヒドロキシラジカル（OH・）が生成します。このヒドロキシラジカルが高分子材料の自動酸化反応を促進させ、促進劣化に大きく寄与します。



本機構で実施したキセノンウェザーメータを用いた ABS（アクリロニトリル、ブタジエン、スチレン共重合合成樹脂）の促進暴露において純水噴霧と過酸化水素水噴霧を比較解析した事例を図 3 及び

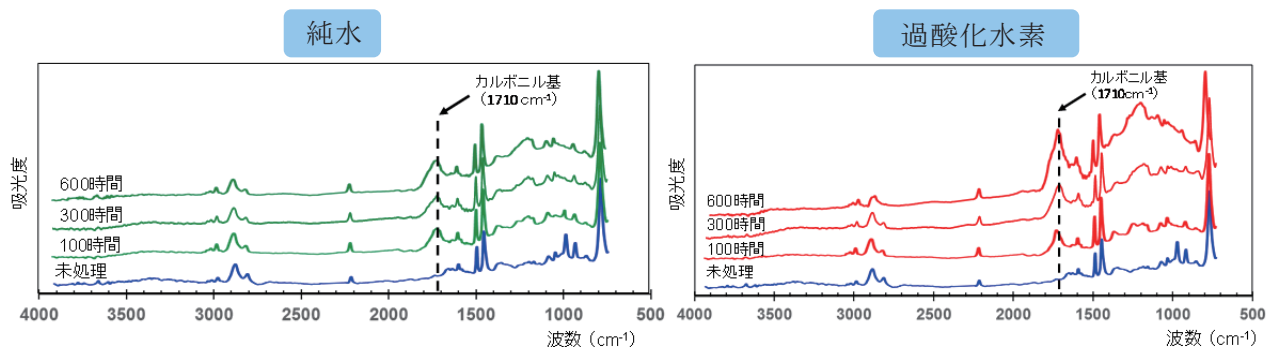


図 3 ABS のフーリエ変換赤外吸収分光測定による劣化生成物量（カルボニル基）の比較

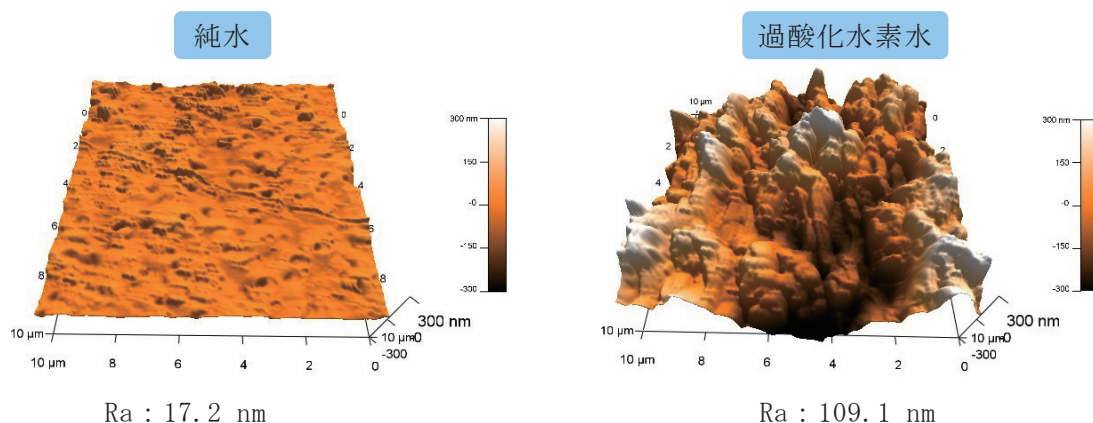


図4 ABSの原子間力顕微鏡（AFM）による表面粗さ（算術粗さRa）の比較（暴露600時間後）

図4に示します²⁾。過酸化水素水はJISに規定の純水よりも暴露表面をより短時間で劣化させることが分かります。

4. まとめ

紹介した促進耐候性試験機の詳細は本機構のホームページに掲載しています。本機構では高分子材料の物性及び分析に関する豊富な知識やバックデータをいかし、高度かつ最新の技術を駆使した耐候性の評価を行っています。依頼者様のご要望に応えた試験も提案させていただきますので、試験内容については是非お問い合わせください。

参考文献

- 1) 館和, 過酸化水素水を用いた塗膜の耐候性試験技術, 色材協会, Vol.77, No5, p213 (2004)
- 2) 富松, 飯塚, 伊東, 大武, マテリアルライフ学会予稿集, p64 (2017)

本機構の活動から

第22回化学物質評価研究機構研究発表会開催報告

平成29年6月9日、第22回化学物質評価研究機構研究発表会を経団連会館において開催しました。

発表会は、本機構理事長細川幹夫の挨拶で始まり、基調講演として経済産業省化学物質管理課長 山内輝暢様に「化学物質の安全管理政策 経済産業省の取組について」という題目でご講演いただきました。

その後、本機構職員による研究発表を3題、本機構の各部門の技術報告7題を発表しました。

発表会に引き続き行われた懇親会では、日頃のご質問等にお答えできる場を設け、発表会の限られた時間で討議できなかった内容や本機構の業務に関連した話題について熱心な議論が交わされました。今後も皆様にとりまして有意義な研究発表会にしたいと考えております。



化学物質管理ミーティング 2017 出展

化学工業日報社主催の第3回「化学物質管理ミーティング 2017」が8月24日、25日にパシフィコ横浜にて開催されました。本展示会は化学物質管理に関しては国内唯一の展示会であり、2日間で延べ約8,000人の来場者（主催者発表）がありました。

本機構の展示ブースでは、「化学物質管理まるごとサポート」をコンセプトに化審法対応試験及び申請対応、化学物質管理の教育支援、GHS分類に基づくSDS及びラベルの作成、製品等の分析・リスク評価等についての紹介と関連するテーマについてミニセミナーを行いました。また、出展社プレゼンテーションでは、「知っておきたい今後の化審法申請のポイント」及び「化学物質管理の教育支援～SDSからリスク評価まで～」と題して発表を行い、いずれも多くのお客様にご来場いただきました。プレゼンテーションやミニセミナーでご紹介した内容はブースでも多数のお問合せをいただき、関心の高さを実感しました。また、お客様のニーズを直接お伺いできる貴重な機会となりました。

大変暑い中、遠方からも多数のお客様に足をお運びいただきました。プレゼンテーション及び本機構ブースにお立ち寄りいただきました皆様に心よりお礼申し上げます。



JASIS 2017 出展

一般社団法人日本分析機器工業会（JAIMA）、一般社団法人日本科学機器協会（JSIA）主催の合同展「JASIS 2017」が、9月6日から8日までの3日間、幕張メッセ国際展示場で開催されました。

本機構から、化学標準部が「研究機関コーナー」で水道法関連の分析に使用できる標準物質の紹介等について、クロマト技術部が「一般展示コーナー」で新製品の *L-column3* を含む本機構のカラム製品全般について、また、安全性評価技術研究所が「ライフサイエンスイノベーションゾーン」でオミクス解析の受託試験等について、それぞれの展示ブースにて紹介を行いました。

また、同時開催の「NMIJ 標準物質セミナー 2017 ～化学分析の信頼性確保のための基礎知識～」の中で、上野職員が「検量線作成用標準物質の使い方・選び方～JCSS 標準物質を例に～」について、「JAIMA セミナー 2 これであなたも専門家－不確かさ編」の中で、山澤職員が「化学分析における不確かさ評価事例～ポイントと手法～」について発表しました。

クロマト技術部は、併催された新技術説明会において、「飛躍的に向上した、トップクラスの『耐アルカリ性』×『低吸着性』新 ODS カラムの紹介」と「これだけは知っておきたい！～逆相 HPLC・LC/MS 分析を明日から使いこなすためのノウハウとトラブルシューティング～」の2演題でセミナーを行い、新製品の *L-column3* 及び長年のカラム事業で培ってきたノウハウなどを紹介しました。

安全性評価技術研究所は、ライフサイエンスイノベーションゾーンで、「やってみよう定量プロテオミクス解析（ナノ LC 用ロングカラムを用いたショットガン解析の紹介）」という演題でセミナーを行いました。

今回の出展では、多くの方々に本機構を知っていただくよい機会になりました。この場をお借りして、各セミナーへの聴講及び本機構ブースにお立ち寄りいただきました方々に心からお礼申し上げます。



CERI 賞表彰報告

本機構の研究表彰事業である公益社団法人日本分析化学会の先端分析技術賞 /CERI 評価技術賞、一般社団法人日本ゴム協会の CERI 若手奨励賞及び最優秀発表論文賞、日本環境毒性学会の CERI 学会賞の 2017 年度受賞者（敬称略）は次のとおりです。

公益社団法人日本分析化学会

第 10 回先端分析技術賞 /CERI 評価技術賞（2017 年 9 月）

受賞者：中村 利廣（明治大学名誉教授）

研究名称：「環境分析用新規高機能標準物質の開発」

一般社団法人日本ゴム協会

第 10 回 CERI 若手奨励賞（2017 年 5 月）

受賞者：藤川 正毅（琉球大学）

研究名称：「ゴム材料の高精度かつ効率的な力学特性計測法の開発」

第 20 回 CERI 最優秀発表論文賞（2017 年 11 月表彰予定）

受賞者：黒坂 香織（京都工芸繊維大学大学院）ほか

研究名称：「スチレンブタジエンゴムの劣化反応に関するスピントラップ法による解析」

日本環境毒性学会

第 4 回 CERI 学会賞（2017 年 9 月）

受賞者：永井 孝志（国立研究開発法人農業・食品産業技術総合研究機構農業環境変動研究センター）

研究名称：「複数の生物種と複数の化学物質を考慮した統合的な毒性評価手法群の開発」

お知らせ

平成 29 年度 CERI 寄付講座

本機構では、化学物質等、製品の評価、管理技術の発展に貢献できる人材を育成することを目的に寄付講座を開設しています。本年度前期に開講した九州大学、東京工業大学の寄付講座が終了いたしました。多くの方にご参加いただきましてありがとうございました。

後期は、九州大学大学院工学研究院応用化学部門主催の CERI 寄付講座「先端分子材料化学 ～設計、構造、物性、機能化からデバイスまで～」、東京工業大学 物質理工学院 応化系・材料系主催の CERI 寄附講座「ゴム・プラスチックの安全、安心 –身の回りから先端材料まで–」及び早稲田大学の CERI 連携プログラム「化学物質リスク評価の国際動向 –生活の安全を科学する–」を開講いたしました。九州大学及び東京工業大学の寄付講座は、講義ごとの参加が可能ですので、興味のある方は、是非この機会にご受講ください。詳細は本機構ホームページをご覧ください。

平成 30 年度 CERI 公募型研究助成の募集

本機構では、平成 30 年度 CERI 公募型研究助成のテーマを次の要領で募集いたします。

1. 研究助成の趣旨

化学物質の評価・管理技術の発展に資する研究を、大学又は公的研究機関の研究者から募集し、研究費の一部を助成します。

2. 対象分野

次の分野の研究を対象とします。

- ①ゴム、プラスチック等の高分子材料の評価技術
- ②環境分析、モニタリング技術
- ③標準物質の開発、評価技術
- ④化学物質の有害性評価、暴露評価及びリスク評価技術
- ⑤その他、化学物質の評価、管理に関連する技術

3. 応募資格

3.1 研究者

原則として、45 歳以下(平成 30 年 4 月 1 日時点)で、日本国内の大学又は公的研究機関に所属する研究者とします。

3.2 研究テーマ

申請する研究者が独自に行う研究であり、他の機関からの委託研究や助成を受けている研究等と重複するものは対象外となります。

4. 研究期間

原則として契約日から平成 31 年 3 月 31 日まで

5. 助成金額

1 件当たり 100 万円以内

6. 助成対象費用

助成の対象となる費用は、研究の直接経費とし、研究実施者の人件費及び設備費は原則として対象外とします。

7. 応募期間

平成 29 年 12 月 1 日～平成 30 年 1 月 31 日(必着)

8. 応募方法

詳細は、近日中に本機構ホームページに掲載します。

9. お問い合わせ、応募書類提出先

〒112-0004

東京都文京区後楽 1-4-25 日教販ビル 7 階

一般財団法人化学物質評価研究機構

企画部企画課 担当：渡邊

Tel. 03-5804-6132 Fax. 03-5804-6139

各事業所連絡先

●東京事業所

Tel : 0480-37-2601 Fax : 0480-37-2521
(高分子、環境、標準、クロマト、評価研)

●名古屋事業所

Tel : 052-761-1185 Fax : 052-762-6055

●大阪事業所

Tel : 06-6744-2022 Fax : 06-6744-2052

●化学物質安全センター

Tel : 03-5804-6134 Fax : 03-5804-6140

●久留米事業所

Tel : 0942-34-1500 Fax : 0942-39-6804

●日田事業所

Tel : 0973-24-7211 Fax : 0973-23-9800

●安全性評価技術研究所

Tel : 03-5804-6135 Fax : 03-5804-6139

編集後記

CERI NEWS 第 84 号をお届けします。巻頭言は、「世界で通用する測定結果」と題して、NMIJ/AIST 物質計測標準研究部門長の高津章子様に執筆していただきました。誠にありがとうございました。

また、「化学物質管理ミーティング 2017」、「JASIS2017」の本機構ブース及びセミナーへ多くの方にご来場いただき、ありがとうございました。

(企画部 宮田良太)

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

CERI NEWS

発行日 平成 29 年 10 月

編集発行 一般財団法人化学物質評価研究機構 企画部

〒112-0004 東京都文京区後楽 1-4-25 日教販ビル 7F

Tel:03-5804-6132 Fax:03-5804-6139 E-mail : cerinews@ceri.jp