

固体表面の金属成分の簡易分析、 タッチテストデバイス

長岡技術科学大学

技学研究院
准教授

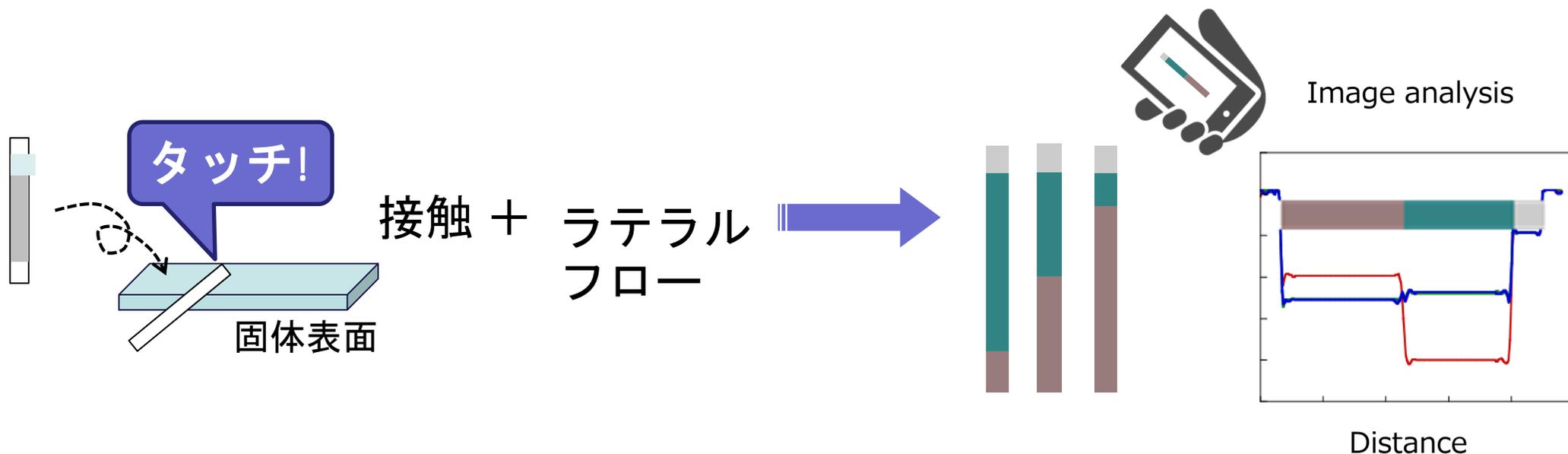
物質生物系
高橋 由紀子

2022年6月9日

本技術の概要

特願2021-143567

固体表面の金属成分の簡易分析、タッチテストデバイス



従来技術

固体表面の元素分析

EPMA : 電子線、 $\sim 1 \mu\text{m}$ 、真空
(電子プローブマイクロアナライザー)

AES : 電子線、数nm、超高真空
(オージェ電子分光法)

XPS : 軟X線、数nm、超高真空
(X線光電子分光法)

SIMS : イオン、数nm、真空
(二次イオン質量分析法)



ラボ、試料採取、真空下。材料開発がメイン

有害物質の規制



EN1811:2011
ニッケル溶出試験



EN71-3
玩具の安全性



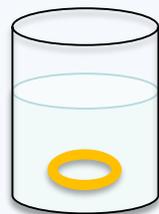
■ スクリーニング法



ハンドヘルド XRF
(蛍光X線)

精度、感度問題

■ 精密(湿式)分析



酸溶出



ICP
ICP-MS
AAS

ラボ、専門分析者、手間

IEC62321



従来技術の問題点

固体表面の元素分析

機器分析

ラボでの分析
試料採取（加工） 真空下
電子線、X線
専門分析者が必須
時間がかかる

材料研究開発
に限定

拡がる表面分析ニーズ

製品のコンプライアンス

・ 暴露試験 ・ 負荷試験 ・

機器分析前の
スクリーニング

- 現場分析
- 製品そのもの、そのまま
- 誰でも、迅速に

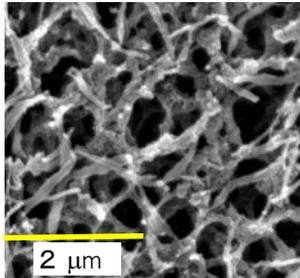
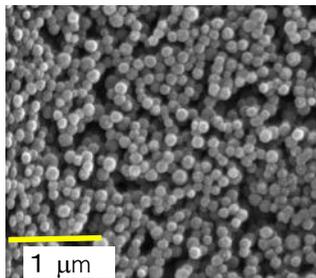
本技術

ナノ薄膜試験紙 (特許第4185982号)

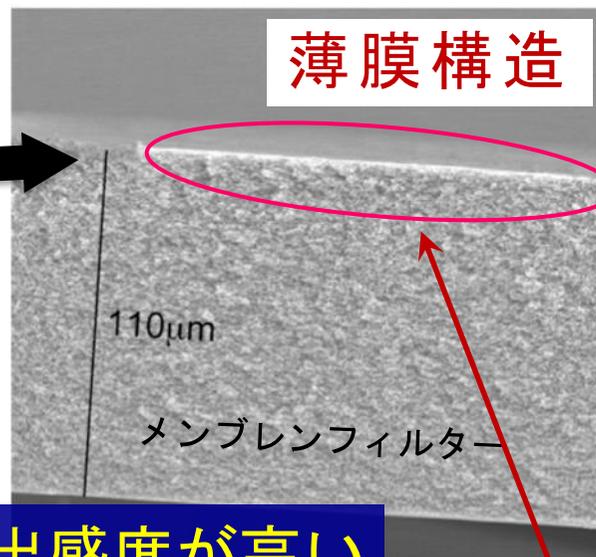
1) ナノ薄膜構造

有機比色試薬のナノ粒子

ナノ繊維



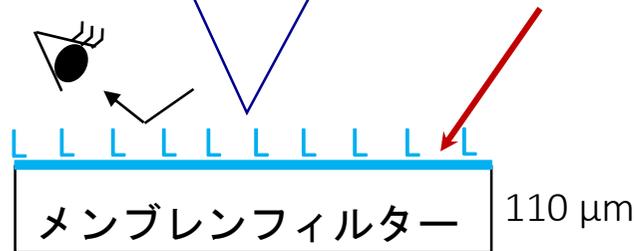
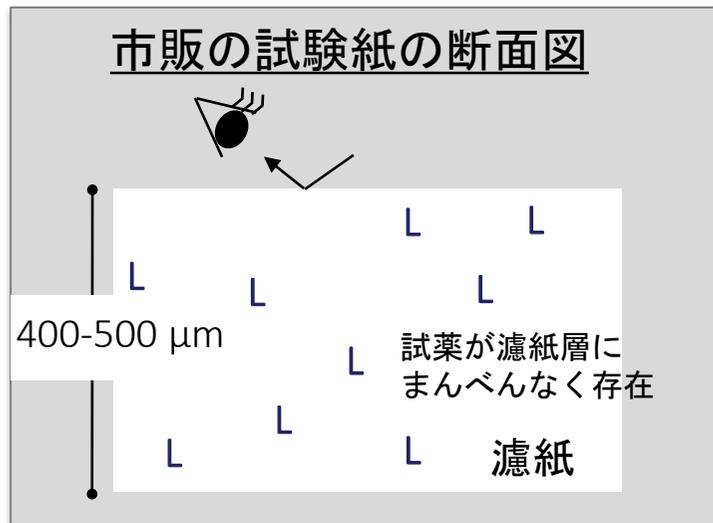
◎有機比色試薬のナノ粒子からなる薄膜
表面積が大きく、反応性が高い



✓ 検出感度が高い

すべてのシグナルを
検知可能な薄膜に濃縮!

試薬が
400~700 nmの
薄膜として存在



数十ppm以上

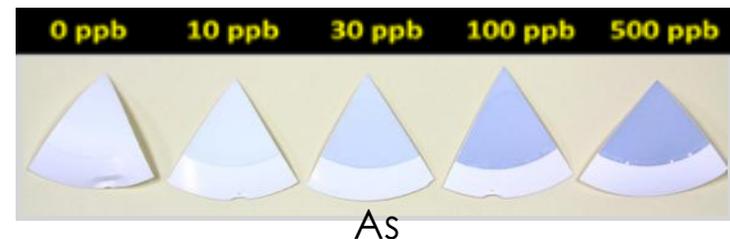
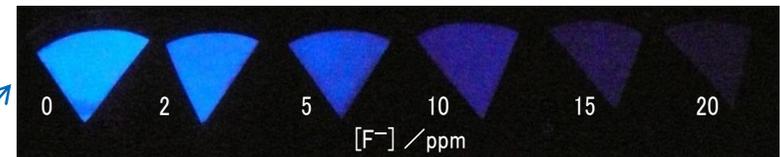
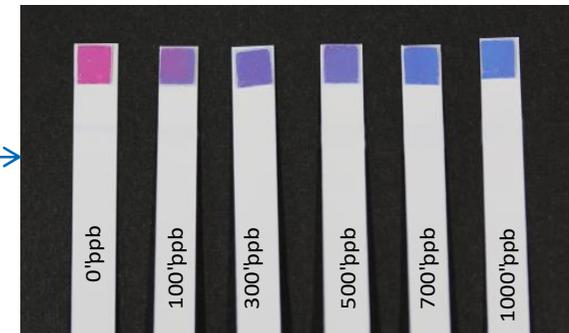
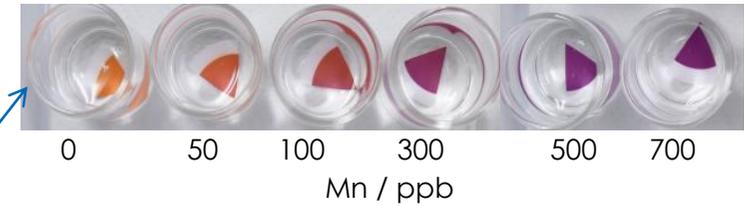
3~4桁の高感度化!

ppbレベル

2) ppbレベルの水試料用高感度イオン試験紙

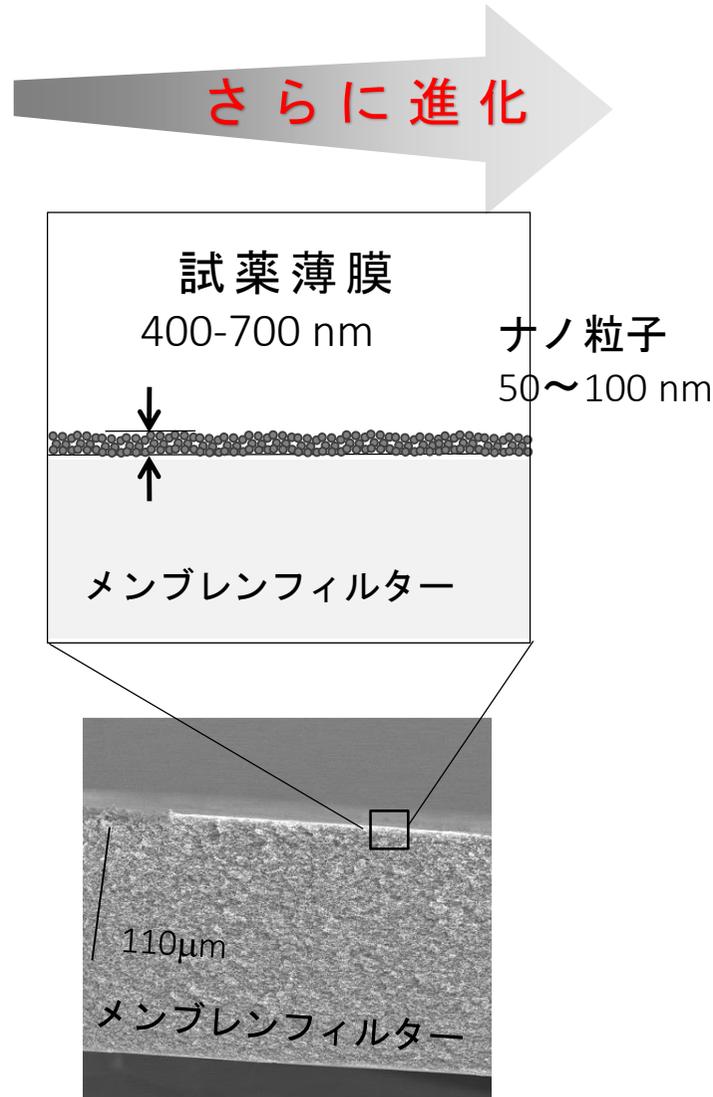
飲んでも良い 流しても良い

項目	環境基準	排水基準	
カドミウム	3 ppb	30 ppb	○
鉛	10 ppb	100 ppb	○
六価クロム	50 ppb	500 ppb	○
総水銀	0.5 ppb	5 ppb	○
ニッケル	—		○
モリブデン	70 ppb		
全もしくは溶解性マンガン	200 ppb	10 ppm	○
全亜鉛	30 ppb	2 ppm	○
銅		3 ppm	
溶解性鉄		10 ppm	○
セレン	10 ppb	100 ppb	
ほう素	1 ppm	海域以外10 ppm 海域230 ppm	○
ふっ素	800 ppb	海域以外8 ppm 海域15 ppm	○
砒素	10 ppb	100 ppb	○



ナノ薄膜構造の利点

ppbレベルの イオン試験紙
最表面のみに 試薬局在 高感度
ナノ粒子 比表面積大 反応性高
独立した 固相 高選択性



ナノ薄膜試験紙の断面図

タッチテスト デバイス

最表面のみに
試薬局在

固体表面との
接触に有利

構造化が容易

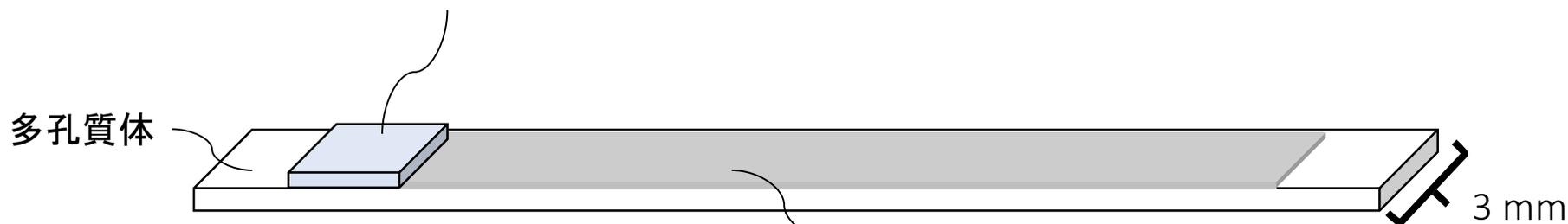
コーティング
積層化に有利

多孔質体の
利用

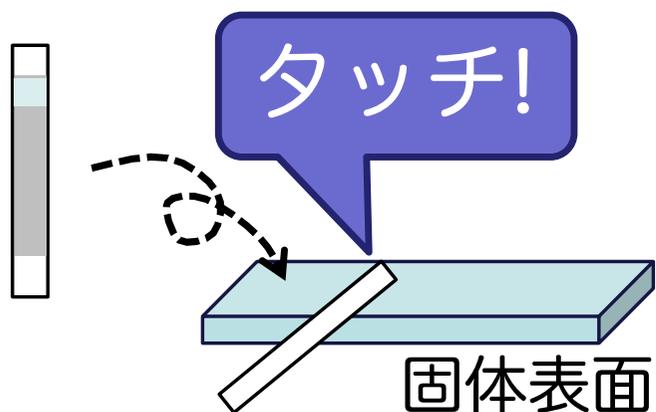
ラテラルフロー
の利用

タッチテストデバイス (特願2021-143567)

溶出部：ヒドロゲル



検出部：ナノ薄膜試験紙



接触 + 展開

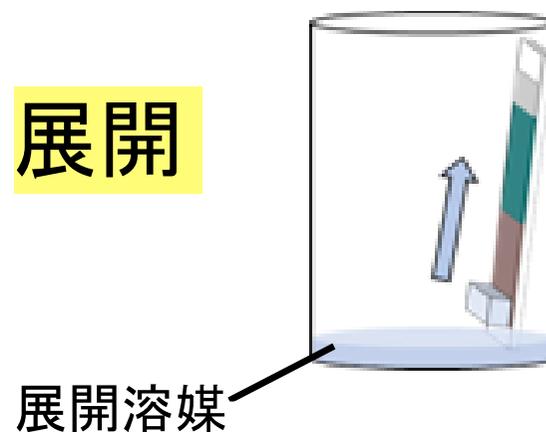
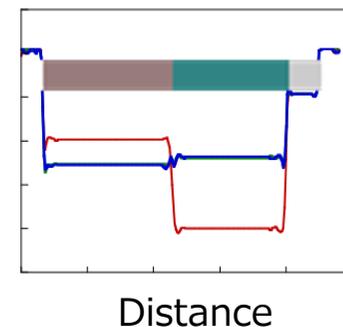


Image analysis

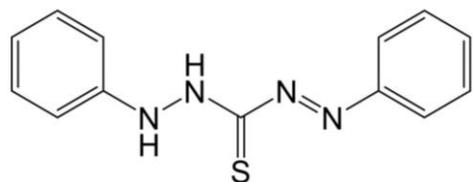


呈色による分析

1) 呈色挙動

展開時間：平均 7分17秒 ± 48 秒 ($n = 4$)

例) スズ(Sn)検出



ジチゾン

酸を含んだヒドロ
ゲル

□ 試薬固相が維持

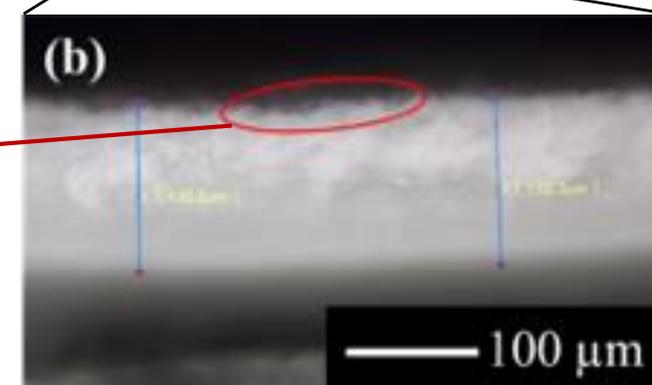
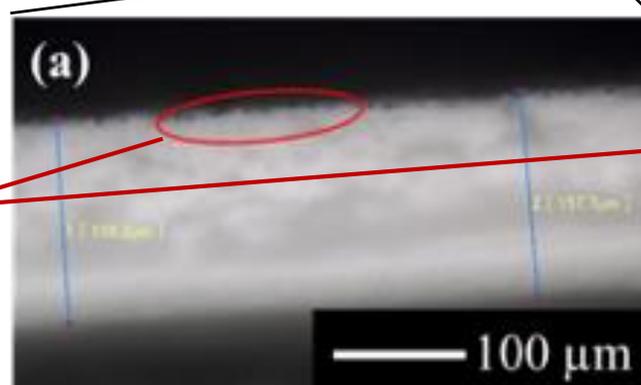
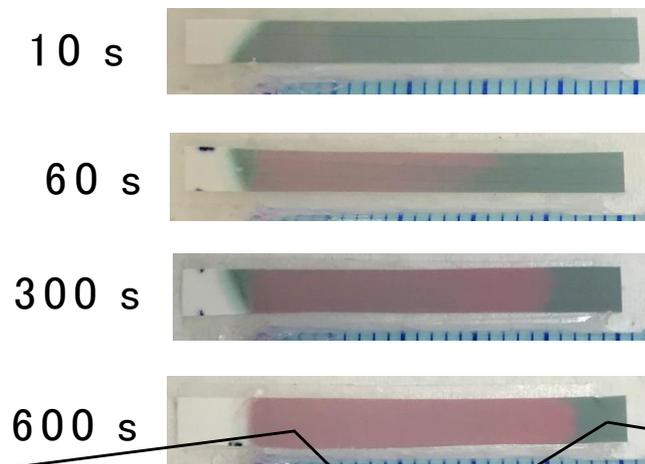
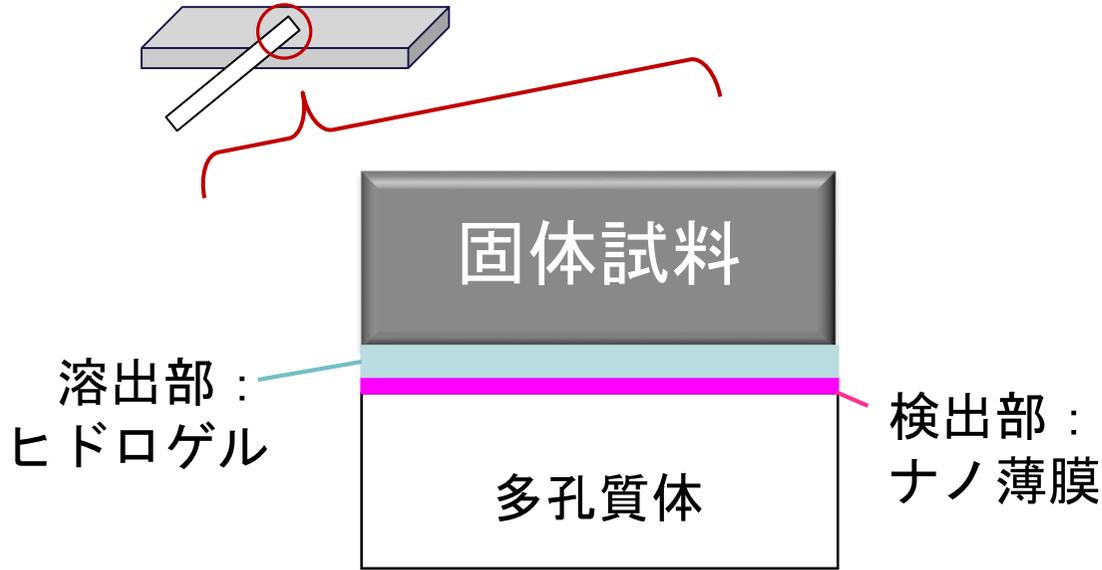


Fig. Top view and Cross sectional microscope images

□ 接触時間と展開時間を合わせて、**分析時間20分以内**

2) 溶出部の特性



ヒドロゲル例)

セラチン、コラーゲン分解物、ペクチン、
カラギーナン、グルコマンナン、有機電解
質オリゴマー、相互侵入高分子網目、PVA・
・・・

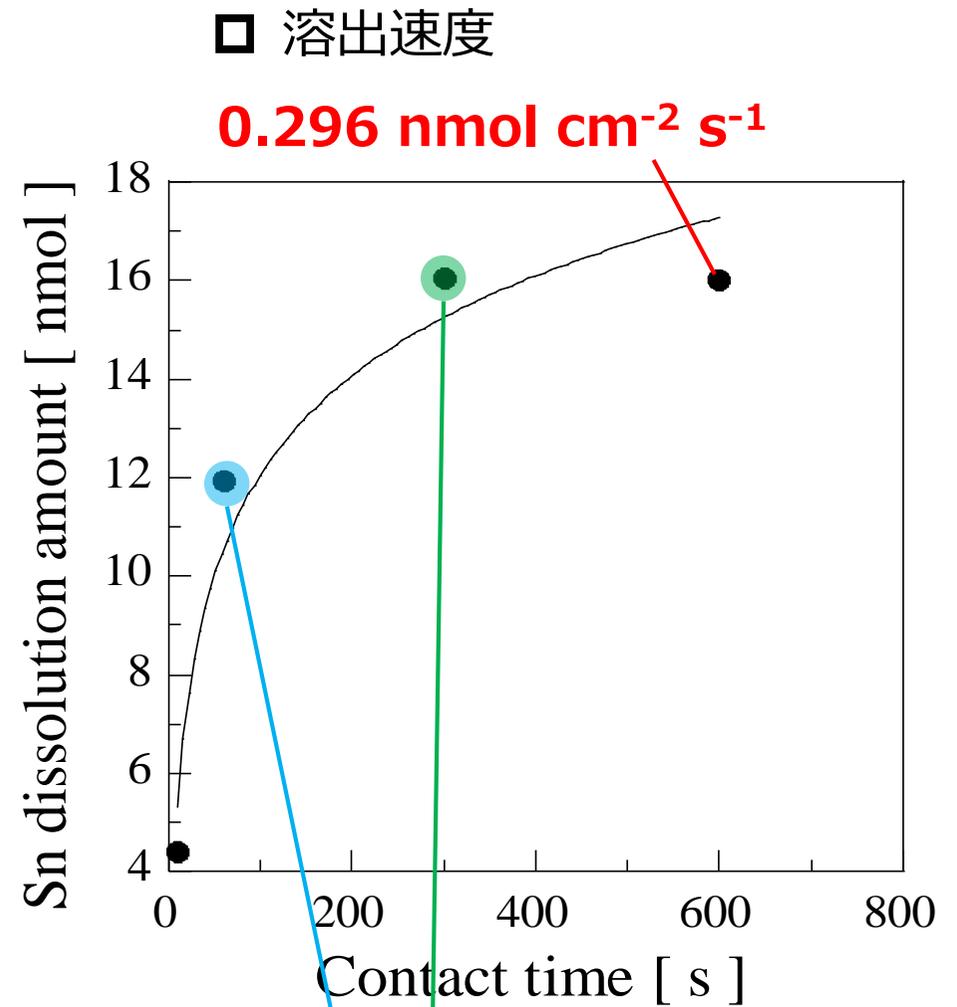


Fig. Contact time dependence

□ 溶解深さ **数～数十nm**

接触時間 **60 s** : 13.4 nm

300 s : 29.0 nm

3) 検出特性

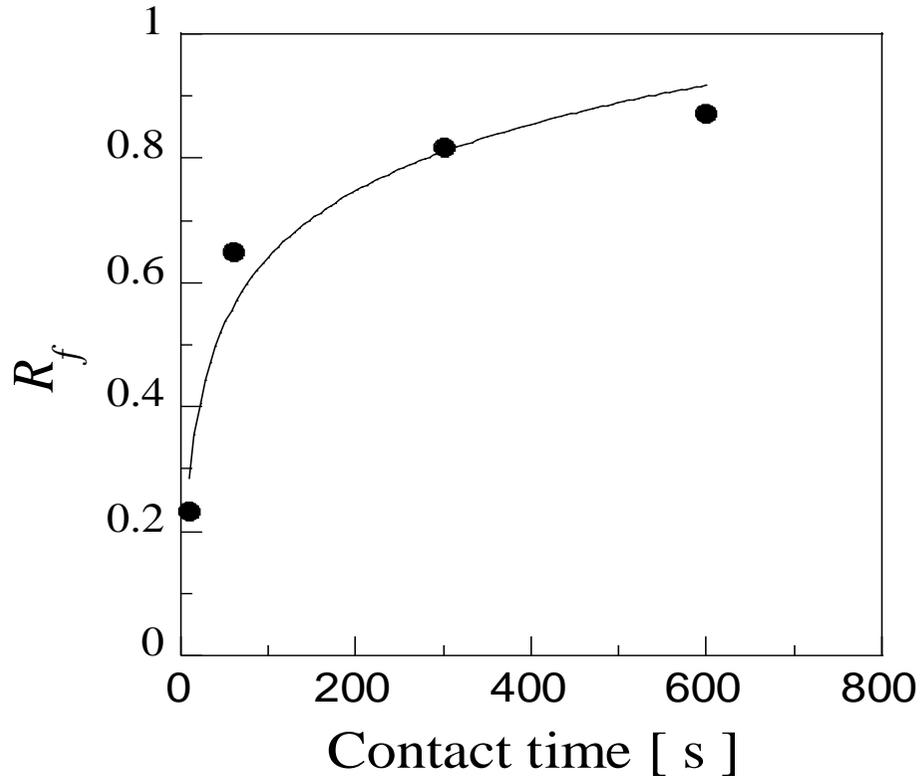


Fig. Contact time vs R_f .

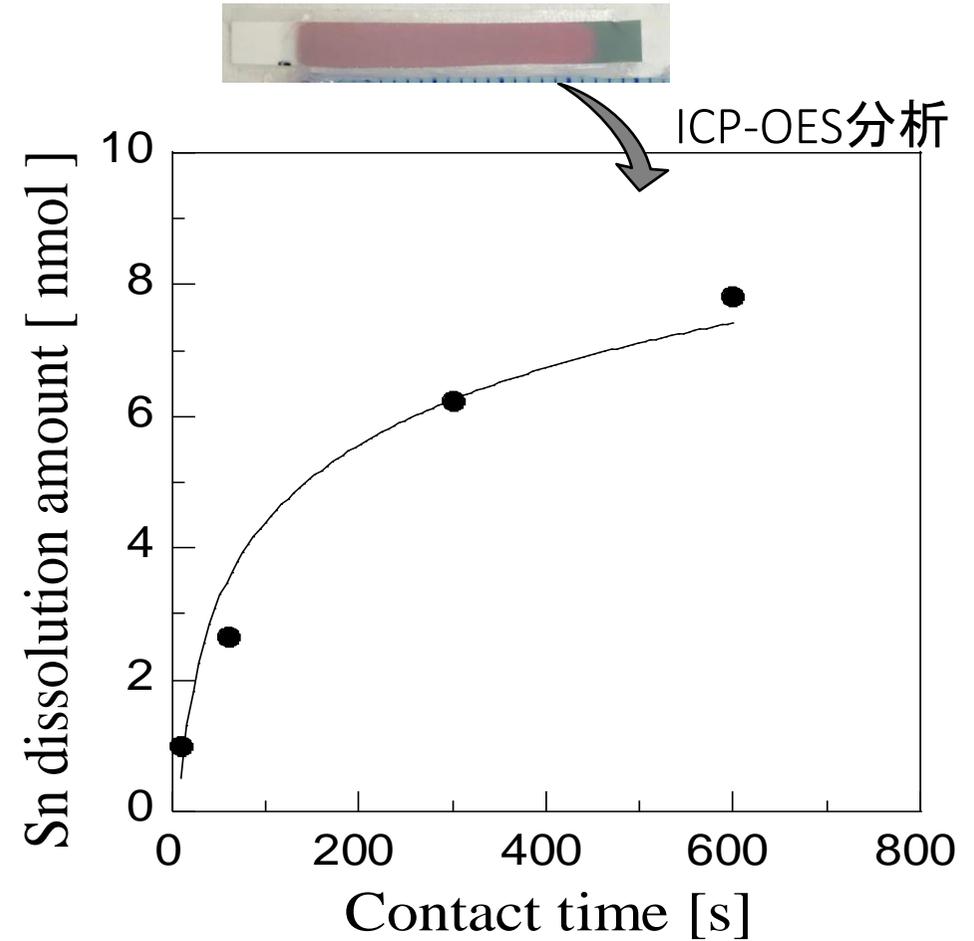
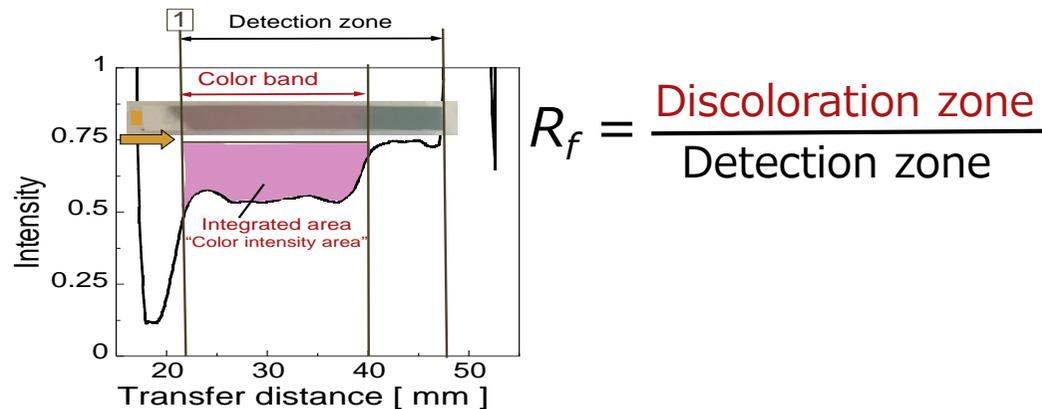


Fig. Contact time vs Sn amount by ICP-OES



- Snは溶出部で Sn^{2+} となり、 Sn^{2+} はジチゾンナノ薄膜へ抽出されジチゾンと錯体を形成し呈色

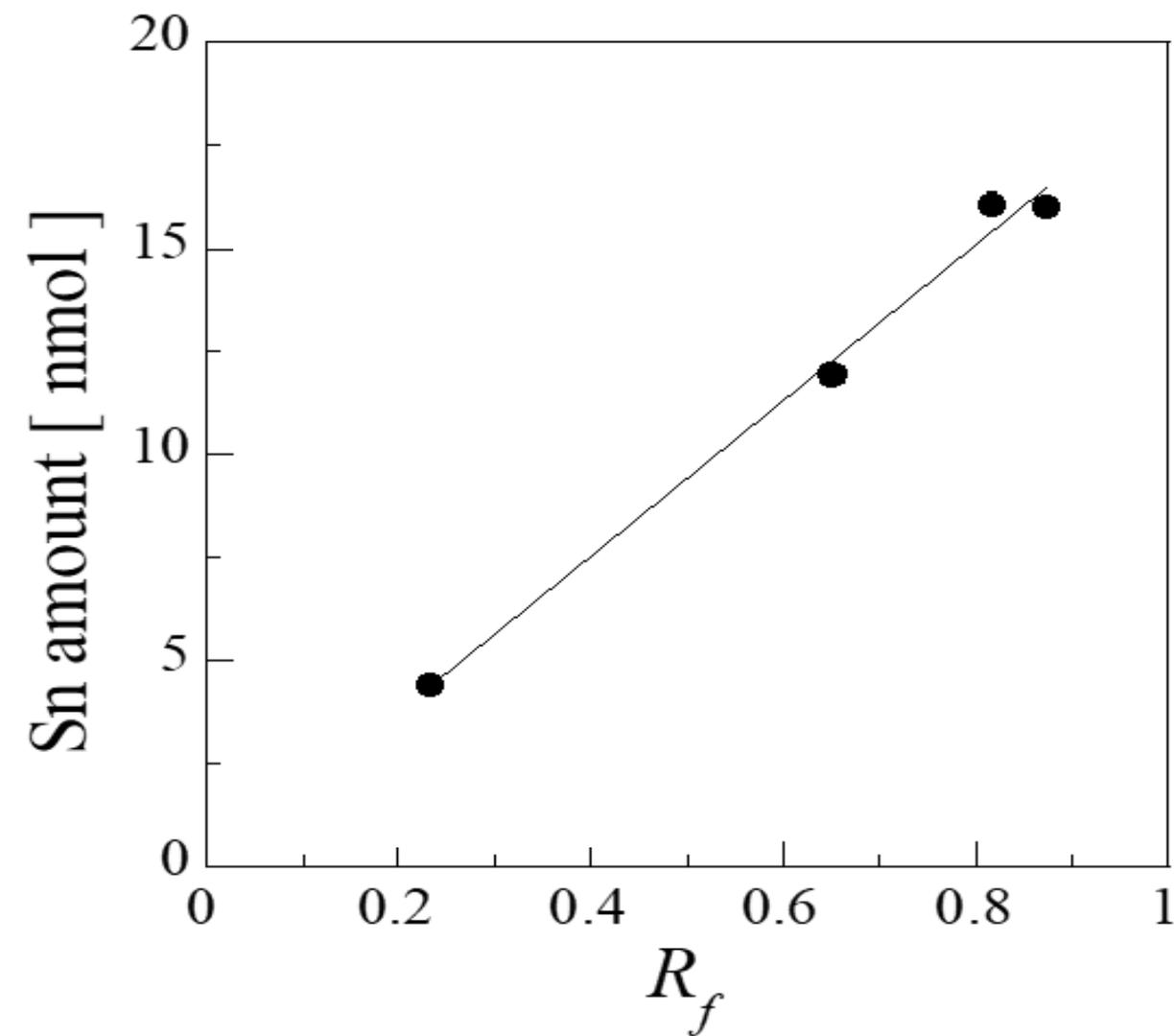
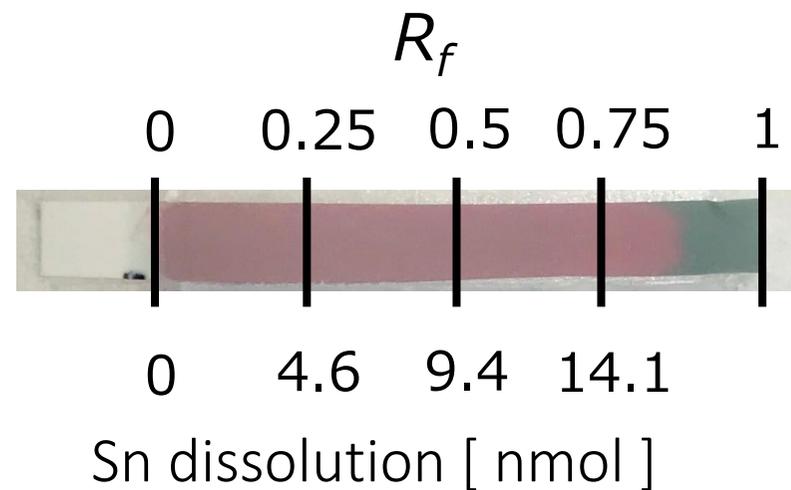


Fig. Calibration curve

□ 測定見本

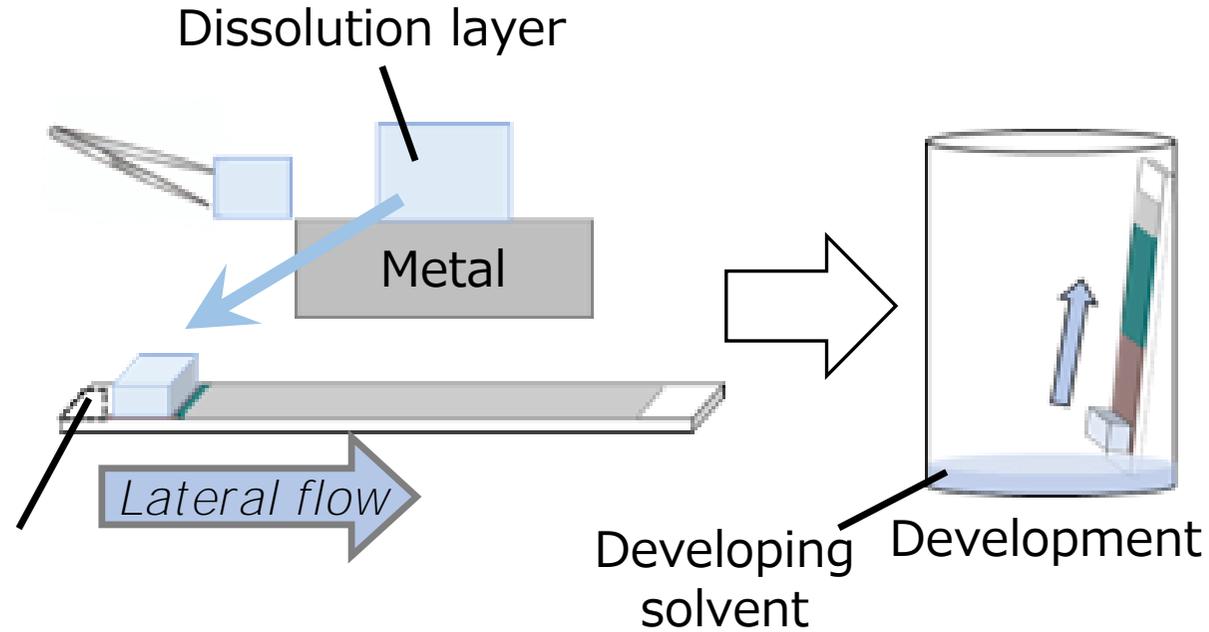


□ 感度

約4.6 ~ 14 nmol

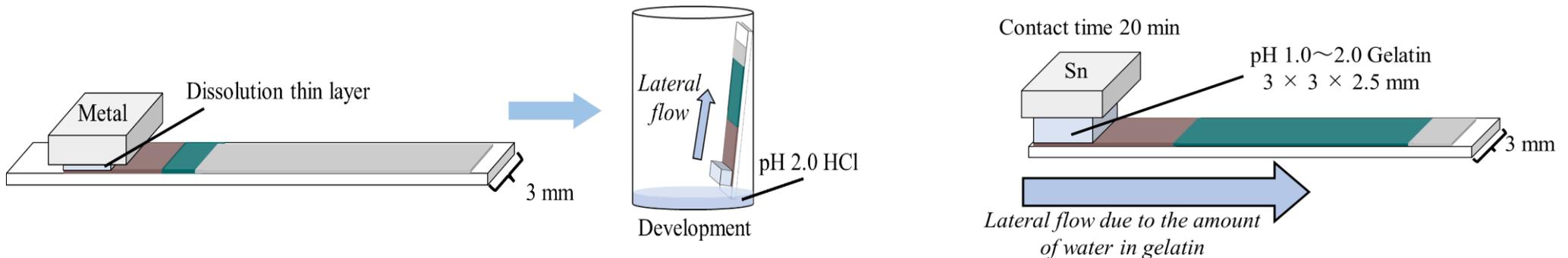
4) タッチテストデバイスの種類

◆ 分離型



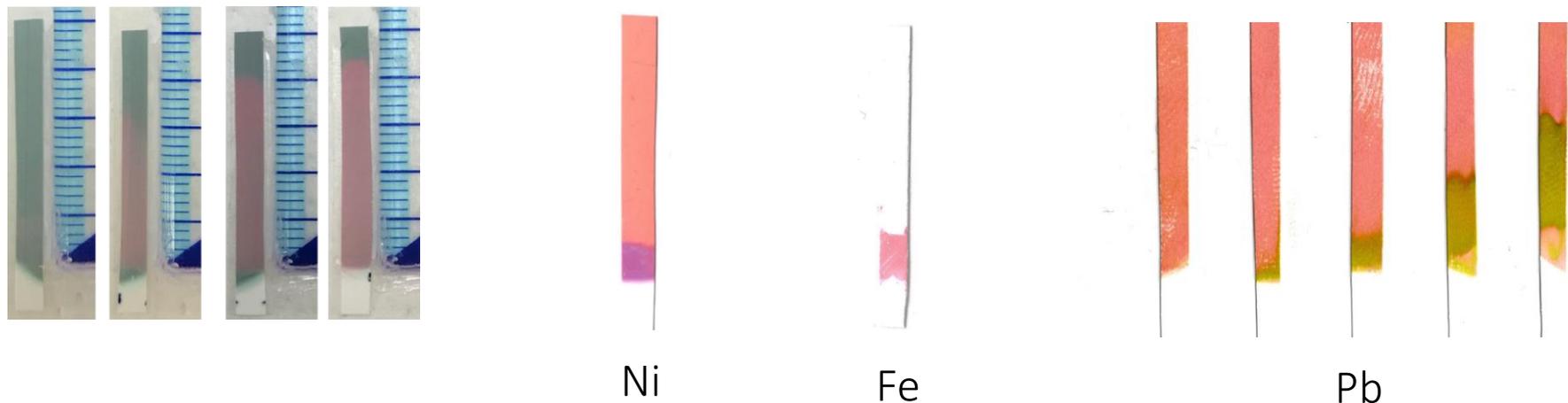
溶出部

◆ 一体型



□ターゲットに合わせて設計可能

有機比色試薬（顔料および染料）多数を用いることができる



□暴露試験、負荷試験が可能

ヒドロゲル（溶出部）にさまざまな物質を保持させることができる。

例）塩類、マスキング剤、酸、塩基、抽出剤、緩衝溶液
．．．

以上を組み合わせた、人工汗、人工体液、海水、雨など

新技術の従来技術に対する優位性

従来技術

機器分析

ラボでの分析
試料採取(加工) 真空下
電子線、X線
専門分析者が必須
時間がかかる

材料研究開発
に限定

“タッチテスト
デバイス”

現場分析

製品そのまま

安全に

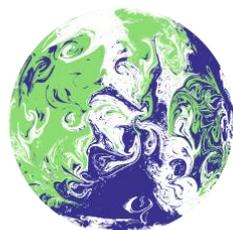
誰でも

数分

安価

コンプライアンス
暴露試験
負荷試験
スクリーニング
↓
高頻度な表面分析

想定される用途



UN CLIMATE
CHANGE
CONFERENCE
UK 2021

IN PARTNERSHIP WITH ITALY

COP26

SUSTAINABLE
DEVELOPMENT GOALS



現場分析、その場診断技術、またより強いレベルの製品の検証が求められると予想されます。

- RoHSやREACHなどのスクリーニングに
- 精密分析や溶出試験など、酸溶出が必要な分析の代替
- EN1811:2011やEN71-3などの溶出試験、暴露試験の代替
- リサイクル金属の目安、製品の安全性の確認、材料開発の際の表面分析など

実用化に向けた課題

1. 直接的なニーズがつかめず。より実用的なタッチテストデバイスの開発を行いたい。
2. 1にて、最適化を行い、タッチテストデバイスの機能を評価したい。
3. 1にて、判定のための色検出方法確立のための研究を行いたい。

企業への期待

1. ニーズが知りたい。
2. 具体的に使用用途やターゲットなどが決まっている企業と、プロトタイプに向けた共同研究、開発を行いたい。
3. タッチテストデバイス全般を開発・販売したい企業とのライセンスングに向けた共同研究を行いたい。

本技術に関する知的財産権

- 発明の名称： 固体表面の金属成分を検出する検出材、検出システムおよび検出方法
- 出願番号： 特願2021-143567
- 出願人： 国立大学法人長岡技術科学大学
- 発明者： 高橋由紀子、木菱隆志、大角空ノ輔



長岡技術科学大学 物質生物工学分野 環境ナノ材料研究室

環境ナノ材料研究室

Nano_Dyes_and_Thin_Films

HOME > 研究室一覧 > 環境ナノ材料研究室

スタッフ



准教授
高橋 由紀子
環境ナノ材料研究室



研究室ホームページ

技術シーズ集

研究室ガイドブック

研究室紹介動画

https://msb.nagaokaut.ac.jp/labo/nano_dyes_and_thin_films/

イノベーション・ジャパン2022 出展予定

📺 📱 オンライン 2022年10月4日(火)~10月31日(月)

Innovation JAPAN 大学見本市

JST 国立研究開発法人 科学技術振興機構

TOP | 【重要】2022年開催の変更点 | 大学見本市Online出展案内 | 過去の開催報告等 | FAQ/お問合せ・ご要望

JSTトップ > 産学連携・技術移転 > イノベーション・ジャパン 大学見本市

Innovation JAPAN 大学見本市

「イノベーション・ジャパン2022～大学見本市Online」開催のお知らせ

「イノベーション・ジャパン2022～大学見本市&ビジネスマッチング～Online」を開催します。新型コロナウイルス感染症等の状況を考慮し、オンライン開催となります。

簡便で便利な機能の搭載や企画を通じて出展研究者様に手応えを感じていただき、より一層、来場企業担当者との「マッチング」が可能となるよう進めて参ります。

5月10日(火)より「大学等シーズ展示」出展エントリーを先着にて受付中です。>>「[大学見本市Online出展案内](#)」をご確認ください。

※出展エントリーには出展事務担当者登録が必要です。

「[大学等シーズ展示 出展事務担当者登録フォーム\(2022年\)](#)」

【2021年度オンライン開催終了】
[公式ガイドブックのダウンロード](#)

固体表面の金属成分を
色検出するタッチテストデバイス

産学連携の経歴

◆ 共同研究 5 件

2009-2012 年、2010-2012 年、2010-2011 年、
2016-2020 年、2019-2022 年

(特許第4185982号、特許第5649407号)

◆ 事業化用予算

2020年-2021年 JST A-STEP トライアウト

(特許第5649407号)

お問い合わせ先

国立大学法人長岡技術科学大学

研究・地域連携課 知的財産係

T E L : 0258-47-9279

F A X : 0258-47-9040

E - m a i l : patent@jcom.nagaokaut.ac.jp