

LC TALK

Vol. 110
January 2020



Talk とても頼りになるイオンクロマトグラフ仕様のProminence …… P. 2

Applications 分析分取LC-MSシステムによる
分取から分析へのワークフローの効率化 …… P. 4

Products イオン排除モード有機酸高速分析カラム Shim-pack Fast-OA …… P. 7

TEC デュアルインジェクション機能による
多角的データの一元管理と分析業務の効率化 …… P. 9

Q&A 「理論段数の計算式」について …… P. 12

Talk

とても頼りになるイオンクロマト
グラフ仕様の Prominence株式会社フジクラ
市川 進矢

私と液体クロマトグラフィーとの最初の出会いは、学生時代の研究室で有機合成を行っていた頃に遡ります。その研究室では、専らGC、GC-MS、及びNMRで分析を行っていましたが、合成した化合物の分離精製はTLC、シリカゲルのオープンカラム、及び分取用HPLCを用いていたものの、良く分からずにHPLCを使用していたため、その時を振り返ると恥ずかしくもあり、反省すべきこととして捉えています。

卒業後、配属された勤務先の研究室では糖類の合成を行うこととなり、合成した糖類はCaやPbの配位子交換カラム、及びイオン排除カラムを用い、HPLCは島津製LC-6Aを使用していました。当時は、クロマトパックによる感熱紙を用いたチャート出力のため、多検体を夜間に連続測定した翌朝は、私のチャートが実験室の床一面に広がっていました。そのため、私よりも先に出勤された勤務先の方々からお叱りを受けて、そのことが今となっては懐かしい思い出の1つになっています。

それから数年が経過して、現在所属のフジクラに入社しましたが、無機分析と液体クロマトグラフィーを担当することになったものの、当時の弊社HPLCは老朽化が著しく、2台の他社製HPLCはコンディション不良が多発し、特に逆相系カラム用としていたHPLCによる測定はままならない状態であったため、大変苦慮しました。それに対し、所有HPLCの中で最も古いLC-6Aだけが元気に動いており、その堅牢性とLC-6Aとの久しぶりの再会に喜びを感じたことをつい最近の出来事のように覚えています。なお、他社製HPLCコンディション不良の話は、あくまで個人的な経験談ですので、その点ご容赦ください。

さらに数年が経ち、ようやく念願叶って全てのHPLCを更新することになりました。機種選定では、私個人のLC-6Aへの堅牢性イメージが強かったこともあって、装置は全てProminenceに統一することにしました。

その後、弊社の顧客ニーズとして電子材料のハロゲンフ

リー対応に伴うハロゲン分析の需要があり、その分析装置としてイオンクロマトグラフの前段に自動燃焼装置を接続した、燃焼イオンクロマトグラフ（以下、燃焼IC）が必要となりました。

この燃焼ICは、試料を燃焼ポートに秤量し、その燃焼ポート上の試料を燃焼させて吸収液に発生ガスをトラップした後、その吸収液をイオンクロマトグラフにて定量分析を行うもので、多検体の有機材料中に含まれるハロゲンと硫黄を自動的に分析できる装置です。

当初、本装置の後段には専用機としてのイオンクロマトグラフを導入する方向で考えていましたが、私共の分析所ではルーチン分析が非常に少ないだけでなく、弊社の顧客ニーズも年々変化することが予想されていました。そこで、HPLCをProminenceに統一していたこともあり、イオンクロマトグラフ仕様のProminenceにPDA検出器や低圧グラジエントポンプ等を追加し、通常のHPLCとしても使用可能な状態で燃焼ICを導入することとしました。

現在では、予想していたことではありますがハロゲンフリー対応が一段落し、ハロゲン分析を行う機会が以前より減ったものの、本装置は導入時に様々な用途への応用が利く仕様にしていた甲斐もあり、他の社内ニーズへ活用を場を広げています。

弊社主力製品の電線や電子部品等に使用される樹脂・ゴム材料には、様々な添加剤が含まれています。その添加剤を化合物の状態で定量分析出来れば良いのですが、抽出率の問題や前処理の煩雑さを考えると、添加剤に含まれる元素を定量分析し、元素濃度から添加剤の濃度を換算の方が効率的な場合があります。元素の定量分析は、対象となる材料や分析種に適した前処理を行った後、ICP-AESやICP-MSのより定量分析を行う場合もありますが、ICPが比較的不得手としているフッ素、塩素、臭素、及び硫黄が樹脂・ゴム材料に含まれることも多々あり、その時に前処理不要な燃焼ICが

非常に役立っています。その一例として、燃焼ICによる電線被覆材分析を図1に示します。本結果では、電線被覆材に含まれるハロゲンと硫黄がイオン成分として検出されていますが、本法は装置立ち上げと試料の秤量のみで前処理は必要とせず、ハロゲンと硫黄を連続的に定量分析出来るため重宝しています。

また、弊社に導入したイオンクロマトグラフ仕様のProminenceは燃焼ICとしての役割だけでなく、水系試料の無機イオン分析に加え、イオン排除、逆相系、及びHILIC系カラム等を用いたHPLCとしての分析用途にも活用しており、とても頼りになる欠かせない分析装置となっています。

その一例として、逆相系カラムを用いた水系試料のアルデヒド類分析を図2に示します。本結果では、水系試料に含まれるホルムアルデヒドとアセトアルデヒドが検出されていますが、本試料の場合は分解物として生成したアルデヒド類をモニタリングした事例です。その他、環境への配慮から電子材料や各種電線材料に関してアルデヒド類の分析を行う場合もあります。

最後になりますが、私は過去から現在に至るまでHPLCに限らず島津製作所には大変お世話になっている身ですが、今回多くのHPLCユーザーが愛読するLCtalkへの寄稿の機会を頂けたことにつきまして、深く感謝申し上げます。

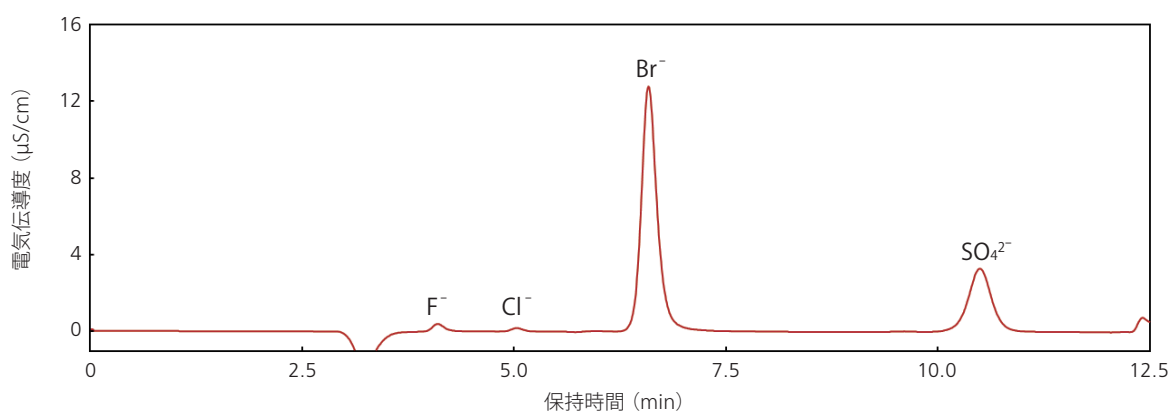


図1 燃焼ICによる電線被覆材分析

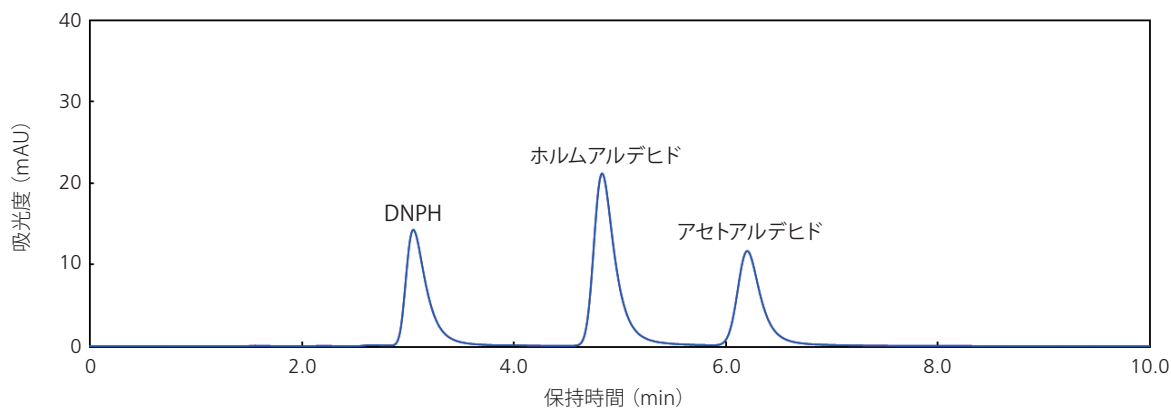


図2 水系試料のアルデヒド類分析

執筆者紹介

埼玉県草加市出身。電気通信大学電子物性工学科卒業、電子部品メーカー等で技術職を経験した後、株式会社フジクラに入社、化学分析業務に従事、現在分析技術部主席研究員。(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に所属し、専門委員としても活動中。

専門分野 無機分析、液体クロマトグラフィー

将来の夢 離島めぐり(国内)

趣味 ドライブ、音楽鑑賞など

Applications

分析分取LC-MSシステムによる 分取から分析へのワークフローの効率化

グローバルアプリケーション開発センター
中嶋 康介

分取LCは、混合物から目的化合物を精製する手段として多用されています。一方で目的化合物ピークの同定や画分の純度確認などには多くの時間がかかるため、これらを自動化することで分析者が精製作業にかかる時間の短縮が見込まれます。

本稿では、リキッドハンドラLH-40と質量分析計LCMS-2020を組み込んだ分析分取LC-MSシステムを構築し、簡便なMSトリガ分取と純度確認のためのハイスループット分析を実施した例をご紹介します。

1. 分析分取LC-MSシステムの概要

使用した分析分取LC-MSシステムの流路を図1と図2に示します。

図1は、分取LC-MSとして使用する場合の流路を示しています。この流路ではLH-40から注入された試料が分取カラムにより分離され、その一部がLCMS-2020に導入されます。LCMS-2020が目的化合物由来のピークを確認した時、LH-40のノズル先端に取り付けられた電磁弁が開き、目的化合物は試験管に回収されます。

図2は、分析LC-MSとして使用する際の流路図です。LH-40には、分取LC-MSで回収した画分を分析流路に再注入する機能が備わっており、得られた画分を直接分析流路へ注入することができます。本システムでは、分析LC-MSの送液ポンプとして2台のポンプが1台のモジュールに内蔵されたLC-20ABを用い、グラジエント分析に対応しました。また分析流路の下流に高圧流路切換バルブを導入することで、分取LC-MSで利用していたLCMS-2020を分析LC-MSでも利用しています。

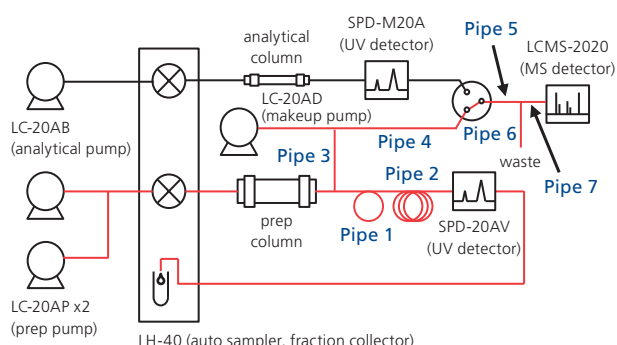


図1 分取時の分析分取LC-MSの流路

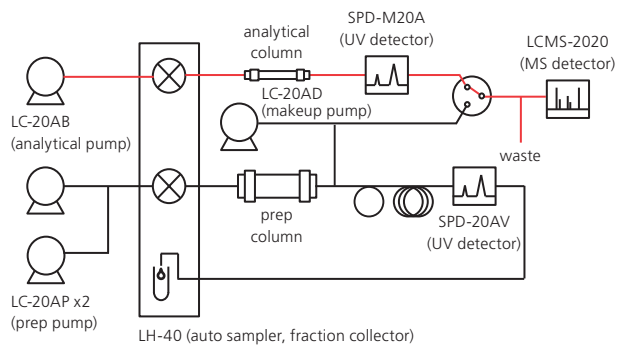


図2 分析時の分析分取LC-MSの流路

分取と分析の機能を併せ持つこのシステムは、共にワークステーションLabSolutionsで制御することが可能です。分取LC-MSと分析LC-MSはバッチ分析中に切り替えられ、目的化合物の分取から画分回収、純度確認までを一つのシステムで自動で行います。これにより分取から再分析へのワークフローの効率化が実現します。

表1 LC-MSトリガ分取に用いるスプリッタ配管の構成

Pipe No.	Pipe 1	Pipe 2	Pipe 3	Pipe 4	Pipe 5	Pipe 6	Pipe 7
材質	PEEK	PTFE	PEEK	PEEK	PEEK	PEEK	PEEK
内径 (mm)	0.25	1.0	0.025	0.25	0.13	0.13	0.13
長さ (mm)	150	6000	40	1000	900	60	480

2. 分析分取LC-MSによる医薬品の分取

医薬品であるケトプロフェン及びインドメタシン (図3) の混合標準品をモデル化合物とし、本分取LC-MSシステムによる精製を行いました。表2に、分析条件を示します。分取カラムには、粒子径5 µmのShim-pack Scepter C18を用いました。質量分析計は、ポジティブ、ネガティブ高速切替スキャンモード (m/z 範囲 50-1000) で検出を行います。質量分析計からの分画トリガは、目的化合物由来の分子量を設定することで自動的に描画されます。図4に、分取LC-MSにより得られたクロマトグラムを示します。吸光光度検出器と質量分析計の両方で二種類の目的化合物を検出し、回収することができました。

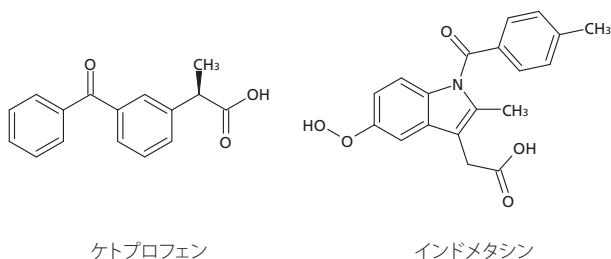


図3 モデル化合物の構造

表2 分取条件 (分取LC-MS流路)

カラム	: Shim-pack Scepter C18 (内径 30 mm、長さ 75 mm、5 µm)*
移動相	: A) 水 (0.1 % (w/v) ぎ酸含有) B) アセトニトリル (0.1 % (w/v) ぎ酸含有) グラジエント溶離 B濃度 10 % (0 min) → 90 % (6-8 min)
流量	: 40 mL/min
メイクアップ	: 1.5 mL/min (メタノール)
温度	: 室温
注入量	: 1000 µL (各成分 10 mg/mL 含有)
検出器	: 吸光光度検出器 250 nm (分取セル) 質量分析計 (Positive Negative Scan m/z 50-1000)

* 部品番号: 227-31103-02

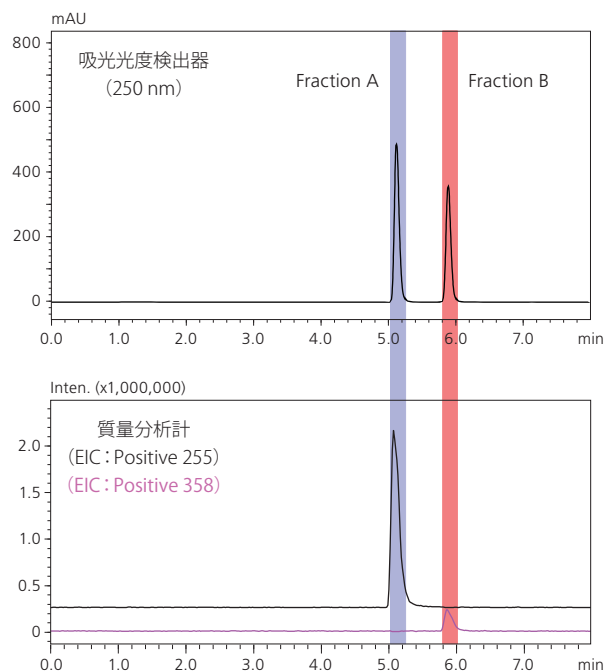


図4 医薬品2種の分取クロマトグラム

3. 分析LC-MSによる画分の純度確認

得られた画分を本システムの分析流路 (図2) により再分析し、純度確認試験を実施しました。表3に、分析条件を示します。分取LCでは、一度の分析で多数の画分が得られることがあり、これらの純度確認のためハイスルーブット分析が求められています。ここでは、分析カラムとして粒子径3 µmのShim-pack Scepter C18を採用し、ハイスルーブット分析における高い分離能と良好なピーク形状を目指しました。

表3 分析条件 (分析LC-MS流路)

カラム	: Shim-pack Scepter C18 (内径 4.6 mm、長さ 50 mm、3 µm)*
移動相	: A) 水 (0.1 % (w/v) ぎ酸含有) B) アセトニトリル (0.1 % (w/v) ぎ酸含有) グラジエント溶離 B濃度 10 % (0 min) → 90 % (2-3 min)
流量	: 2.5 mL/min
温度	: 室温
注入量	: 1 µL (各成分 10 mg/mL 含有)
検出器	: 吸光光度検出器 250 nm 質量分析計 (Positive Negative Scan m/z 50-1000)

* 部品番号: 227-31016-02

データ取得の結果、得られたクロマトグラムを図5と図6に示します。ケトプロフェンとインドメタシンは面積百分率（吸光度検出器）で99%以上の純度が得られ（表4）、それぞれの分析時間を3分以内にする事ができました。

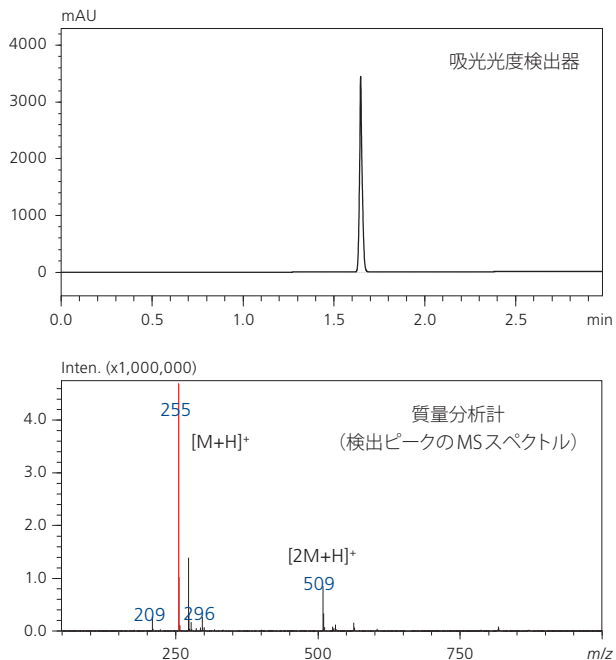


図5 画分A（ケトプロフェン）の再分析クロマトグラム

表4 画分に含まれる目的成分の純度（面積百分率 紫外 250 nm）

	面積 %
ケトプロフェン	99.8
インドメタシン	99.9

※ ピーク強度が飽和点付近での測定のため、面積百分率の値は参考値です。

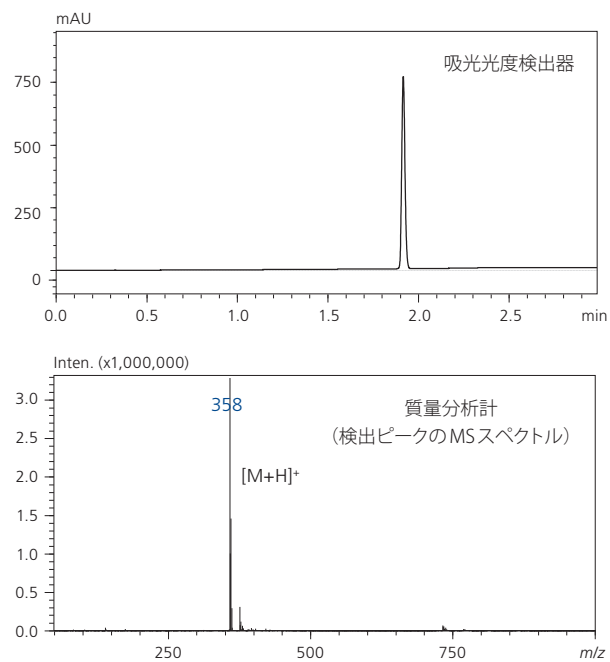


図6 画分B（インドメタシン）の再分析クロマトグラム

4. まとめ

本稿では、リキッドハンドラLH-40を利用し、分取LC-MSシステムと分析LC-MSシステムを組み合わせた装置とその応用例をご紹介しました。LH-40の再注入機能により、分取LCによる目的化合物の回収から、画分の純度確認やMSスペクトルの取得までを一連のバッチ分析で実行でき、これまで分取LCのワークフローを効率化することが可能になりました。

謝辞

本研究を行うにあたり、小野薬品工業株式会社の島袋厚志様に多大なご指導とご協力を賜りました。



Products

イオン排除モード有機酸高速分析カラム Shim-pack Fast-OA

消耗品ビジネスユニット
中島 みのり

発酵食品製造やバイオインダストリー市場では、微生物の活動制御のために代謝物である有機酸のモニタリングが行われています。有機酸量を迅速に把握し、その結果に応じて適切に生産環境を調整することは、生産量の向上や品質管理にとって重要です。Shim-pack Fast-OAは、このようなニーズにお応えする有機酸高速分析用カラムです。

1. 保持が強い短鎖脂肪酸の分析時間短縮

Shim-pack Fast-OAはイオン排除モードカラムであり、酸性移動相条件下、有機酸のpKaに準じた分離を行います。しかし、吉草酸のような短鎖脂肪酸は、イオン排除作用だけでなく充填剤基材との疎水性相互作用により、分析時間が長くなることが課題でした。Shim-pack Fast-OAは、カラム設計を最適化することにより、従来品に比べ短鎖脂肪酸の分析時間短縮を実現したカラムです(図1)。

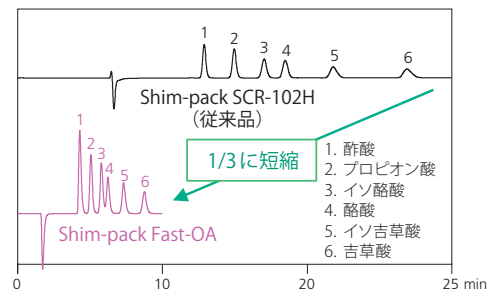


図1 短鎖脂肪酸6成分のクロマトグラム

表1 有機酸保持時間の目安(カラム温度: 40 °C)

	カラム1本	カラム2本	カラム3本
りん酸	2.228	4.051	5.908
マレイン酸	2.252	4.118	6.014
α -ケトグルタル酸	2.321	4.260	6.210
グルクロン酸	2.380	4.409	6.432
くえん酸	2.432	4.489	6.574
酒石酸	2.553	4.743	6.946
ビルビン酸	2.573	4.796	7.022
グルコン酸	2.657	4.986	7.289
マロン酸	2.857	5.400	7.911
りんご酸	2.866	5.402	7.934
こはく酸	3.531	6.796	10.016
グリコール酸	3.531	6.813	10.031
乳酸	3.654	7.072	10.406
ぎ酸	3.934	7.657	11.278
グルタル酸	4.121	8.019	11.855
フマル酸	4.124	7.996	11.802
酢酸	4.307	8.435	12.455
レブリン酸	4.850	9.556	14.135
アジピン酸	4.916	9.687	14.344
ピログルタミン酸	5.116	10.076	14.912
プロピオン酸	5.084	10.043	14.866
イソ酪酸	5.823	11.589	17.181
酪酸	6.316	12.608	18.693
イソ吉草酸	7.464	14.991	22.261
吉草酸	9.099	18.335	27.323

2. カラムの連結による複数成分の分離改善

カラム1本での分離が難しい場合、カラムを3本まで直列に接続し、分離を改善することができます。扱う試料の種類によって、分析対象となる有機酸の種類は異なるため、目的に合わせてカラムの本数を選択することで、最短時間での分析を実現することが可能です(表1)。

例えば、乳酸とぎ酸は保持時間にほとんど差がなく、カラム1本では完全分離が困難です。この様な場合、カラムを2本連結することにより、10分以内で分離度1.5以上の分離が可能となります。カラム3本で分析した場合は、分離度がさらに向上するため、濃度差の大きな成分同士であっても、各々単一ピークとして分離・検出することができます(図2)。

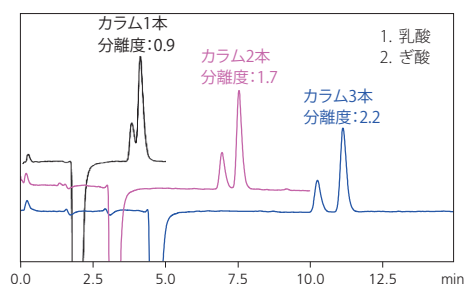


図2 カラム連結による分離度向上

3. ポストカラム pH 緩衝化電気伝導度検出法による高い選択性

一般に有機酸は、カルボキシ基に由来する 210 nm 付近の吸収をもちます。しかし、このような短波長域では夾雑成分の影響を受けやすく、有機酸の高感度かつ特異的な定量のためには、検出方法を工夫する必要があります。

島津独自のポストカラム pH 緩衝化電気伝導度検出法は、有機酸を高感度に選択性良く検出する方法です。図3に、その

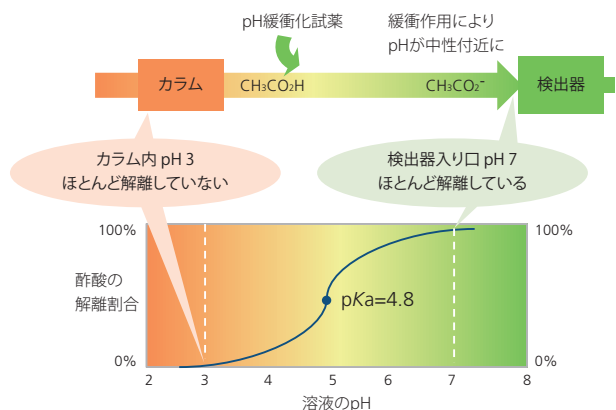
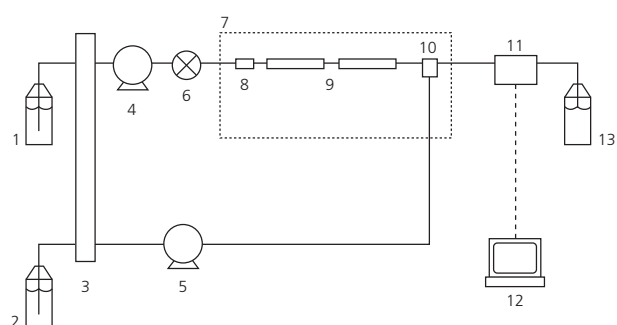


図3 ポストカラム pH 緩衝化電気伝導度検出法の原理

原理を、また図4に流路を示します。本法では、カラム溶出液に pH 緩衝化試薬を連続的に加え pH を中性付近にすることにより、バックグラウンドを低減させると共に、有機酸を解離状態にして電気伝導度検出器で高感度に選択性良く検出することができます。図5及び図6に、Shim-pack Fast-OA とポストカラム pH 緩衝化電気伝導度検出法を用いた有機酸の分析事例を示します。



1. 移動相、2. pH 緩衝化試薬、3. 脱気装置、4. 送液ポンプ（移動相）、5. 送液ポンプ（pH 緩衝化試薬）、6. オートサンブラ、7. カラムオープン、8. ガードカラム、9. 分析カラム、10. 混合器、11. 電気伝導度検出器、12. データ処理装置、13. 廃液

図4 ポストカラム pH 緩衝化電気伝導度検出法の流路

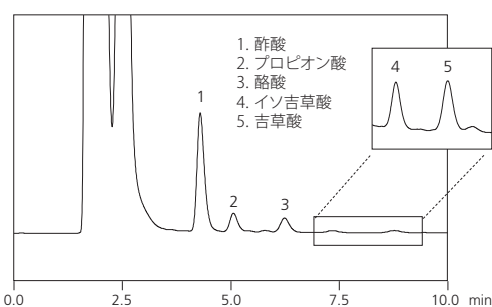


図5 サル糞便のクロマトグラム

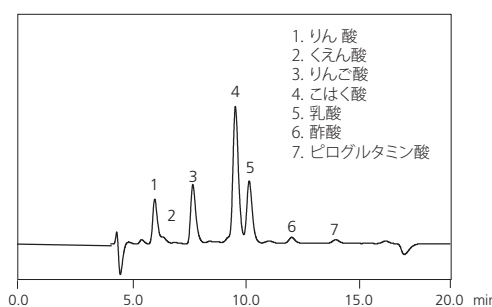


図6 料理酒のクロマトグラム

※ サル糞便の分析につきましては、中部大学 創発学術院 牛田一成教授に試料のご提供並びにご指導を賜りました。

4. Shim-pack Fast-OA ラインアップ

Shim-pack Fast-OA は、イオン排除クロマトグラフィーカラムです。分析対象の有機酸成分数に応じて最大 3 本を直列に接続することができます。また、分析カラムを保護するためのガードカラム Shim-pack Fast-OA (G) と合わせて使用します。ガードカラムはカートリッジ部分の交換が可能です。

部品番号	品名	サイズ	備考
228-59942-41	Shim-pack Fast-OA	内径 7.8 mm、長さ 100 mm	分析用カラム
228-59942-42	Shim-pack Fast-OA (G)	内径 4.0 mm、長さ 10 mm	ガードカラム (ホルダ、カートリッジ同梱)
228-59942-43	Shim-pack Fast-OA (G) Cartridge	-	ガードカラム交換用カートリッジ 4 個入り

有機酸分析移動相試薬セット

ポストカラム pH 緩衝化電気伝導度検出法でそのまま使用できる調製済みの移動相と pH 緩衝化試薬を 3 本ずつセットにした製品です。試薬調製に必要な時間とコストを低減し、経験の有無によらず信頼性が高い分析ができます。



部品番号	品名	内容量
228-61465-91	有機酸分析移動相試薬セット	移動相 1L、pH 緩衝化試薬 1L 各 3 本

TEC

デュアルインジェクション機能による 多角的データの一元管理と分析業務の効率化

LCビジネスユニット

小寺澤 功明、寺田 英敏、松本 恵子

Nexeraシリーズのユニークなオプション機能に、デュアルインジェクション機能があります。分析現場においては1つのサンプルに対し、複数成分の一斉分離ができない、あるいは全く異なる2種の化合物群の定量が必要などの理由で、異なる分析条件で2回分析が必要になるケースがあります。デュアルインジェクションシステムは、独立した2流路を1つのプラットフォームに搭載し、2種類の異なる条件のクロマトグラムを

同時に採取して、得られた結果を1つのデータファイルに集約します。

本稿では、デュアルインジェクションシステムの流路構成と実際の動作、そして設定方法までの流れを解説します。また、微生物の代謝物である有機酸や糖を同時に測定する発酵モニタリングを取り上げ、分析効率を大きく改善した事例をご紹介します。

1. デュアルインジェクション機能とは

デュアルインジェクション機能とは、サンプルを2つの分析流路に注入することができるSIL-40シリーズのオプション機能です*。この機能を用いたデュアルインジェクションシステムでは、1つのシステムに2つの流路が組み込まれており、2種類の分析を同時に行うことができます(図1)。

このシステムを用いて得られた2つの分析データは1つのデータファイルに集約されるため、サンプルに対するデータの

トレーサビリティを確保し、異なるサンプル由来のデータファイルを誤って紐付けるリスクを排除します。また、2種類の分析のメソッドファイル、バッチファイル、データファイルがそれぞれ1つに集約されるため、データ管理を容易にしデータのインテグリティを確保します。

* デュアルインジェクション機能の使用にはオプションキットが必要です。

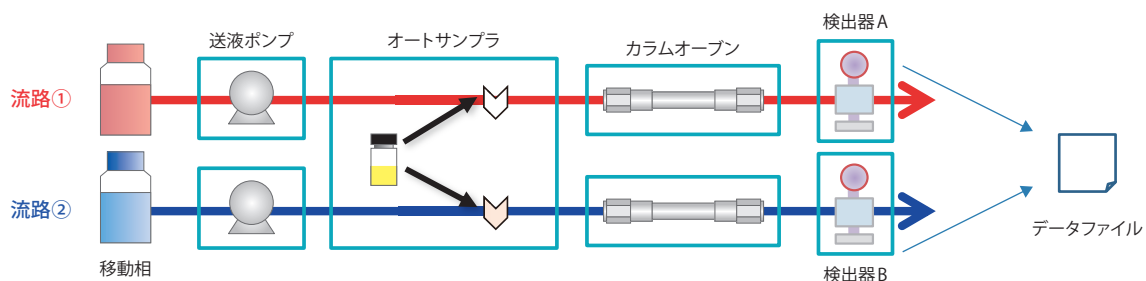


図1 Nexera デュアルインジェクションシステムの流路

本システムでは、これまで複数のシステムを使用していた分析や、対象成分ごとに条件を切り替えて行っていた分析の一斉分析が可能になり、図2に示すように分析時間を削減することができます。また、オートサンプラの他、システムコントロー

ラやカラムオープン（2流路の設定温度が同じ場合）を共有するため、図3のように設置の省スペース化やイニシャルコストの削減を実現できます。

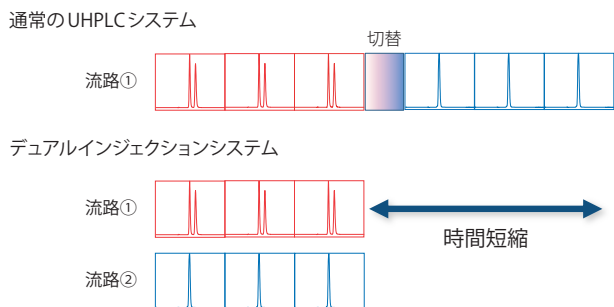


図2 デュアルインジェクションシステムによる時間短縮

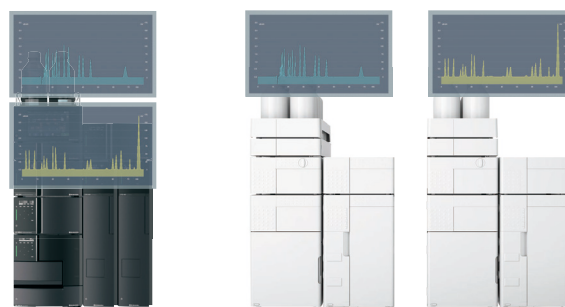


図3 デュアルインジェクションシステムによる省スペース化

2. デュアルインジェクション動作と設定方法

デュアルインジェクション機能を使用する場合、オートサンプラ内に注入ポート、隣接するカラムオープン内にバルブをそれぞれ1つずつ増設します。それぞれの注入ポートは図4、図5に示すように、別々のバルブ及びサンプルループに接続されており、バルブ切替えによって各サンプルループと流路とが接続される構成になっています。

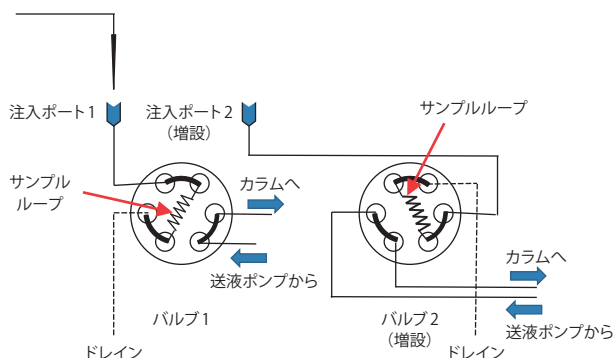


図4 サンプルをサンプルループに充填する時の流路図

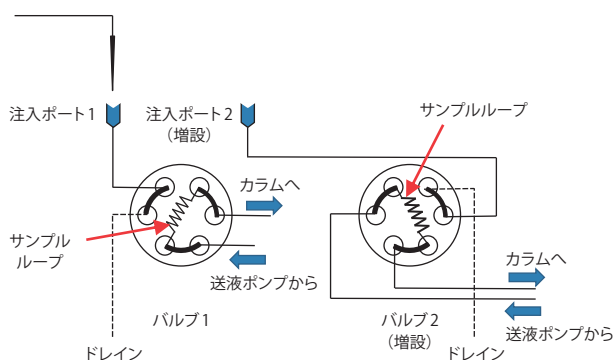


図5 サンプルをカラムに注入する時の流路図

両流路の注入方式はループ注入方式であり、目的の分析に合わせて最適な容量のサンプルループを選択し、注入量を変更することが可能です。

オートサンプラの注入動作の概要を図6に示します。バルブが切り替わりサンプル充填の流路になった後、サンプルをサンプルループへ充填します（前処理）。各流路でサンプル充填した後、流路①・流路②で同時にバルブが切り替わり、注入時の流路になりサンプルがカラムに導入されます。その後、オートサンプラは注入に使用する流路を洗浄します（後処理）。

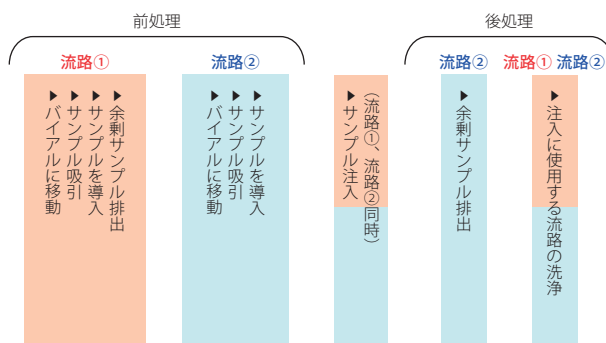


図6 オートサンプラの注入動作

デュアルインジェクションシステムの設定は、LabSolutionsから行います。2つの流路の分析条件と分析シーケンスは、1つのメソッドファイル、バッチファイルに設定されます。従来、2種類の分析は別々のファイルを作成する必要がありましたが、デュアルインジェクション機能を用いてそれぞれ1つに集約することでデータの管理を容易にし、データのインテグリティを確保します。

3. 発酵モニタリングの効率化事例

デュアルインジェクションシステムを用いることにより、有機酸分析と糖分析の2系統の分析を1システムで行うことができます。このシステムを用いて、ヨーグルト発酵中の有機酸（くえん酸、乳酸）、糖（ラクトース）の含有量の経時変化を評価しました。各分析法のカラム温度条件が異なりますが、本システムではカラムオープンを2台用いることで別々に設定温度で分析を行いました。図7に、その流路図を示します。

一定時間 (0.0、1.0、2.0、3.5、5.5、7.0、8.5時間) 経過したサンプルを分析し、有機酸、糖の含有量の経時変化を確認しました。図8に、発酵開始後3.5時間のサンプルの有機酸分析と糖分析のクロマトグラムを示します。

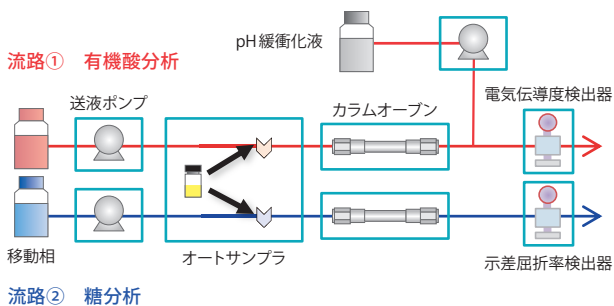


図7 有機酸および糖の一斉分析用流路図

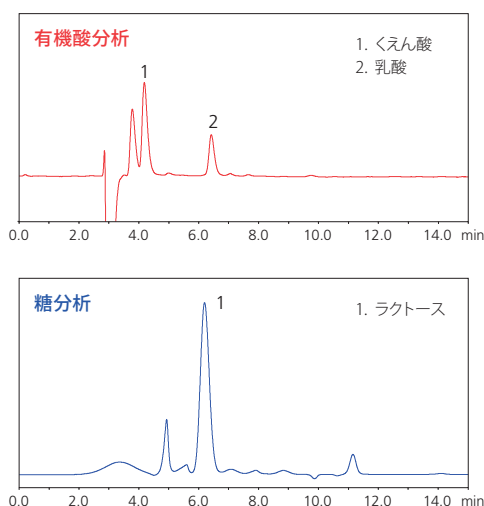


図8 ヨーグルトのクロマトグラム

図9に、発酵開始後の有機酸と糖の含有量の変化を示します。この結果から、発酵が進むにつれて、ラクトースが分解され、乳酸が生成されていることを確認できました。発酵の進行具合のモニタリングを効率良く行えます。

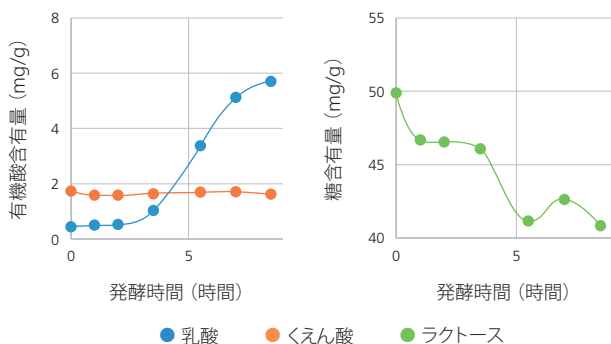
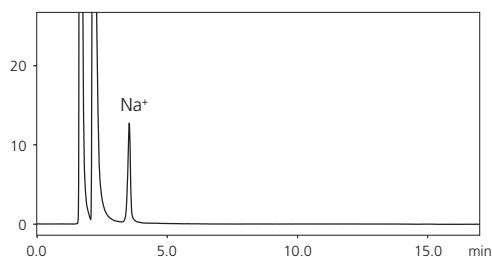


図9 ヨーグルト中の有機酸 (左)、糖 (右) の含有量

4. 医薬品品質管理試験への活用事例

例えば、医薬品の主薬 (API) については、その結晶性や溶解性などの物性に影響を及ぼし得るカウンターイオン (対イオン) 及び品質管理に欠かせない不純物の分析が行われています。デュアルインジェクションシステムでは、イオンクロマトグラフィーによるカウンターイオンの分析と、逆相クロマトグラフィーで行う不純物の分析を統合して同時に実施できます。図10に、プラバスタチンナトリウムの分析例を示します。

流路① カウンターイオンの分析 (イオンクロマトグラフィー)



流路② 不純物の分析 (逆相クロマトグラフィー)

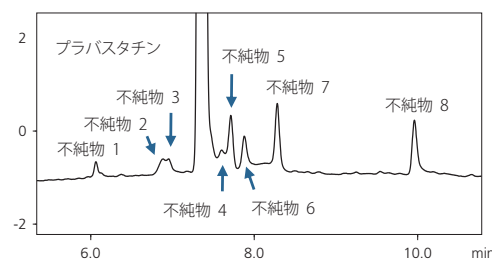


図10 プラバスタチンナトリウム (100 mg/L) のクロマトグラム

その他、分離の検討範囲を拡げる目的にも活用できます。構造類似化合物同士の分離の最適化、あるいは不純物や反応副生物との分離可否の確認のために複数の分離モードを用いた検討が行われることがあります。デュアルインジェクションシステムでは、直交する分離方法 (例えば、HPLCと超臨界流体クロマトグラフィー (SFC)) を並行して行うことができ、分析業務の効率化に貢献します。

5. まとめ

デュアルインジェクションシステムは、サンプルに関する2種類のデータを1つのデータファイルに自動集約することで、解析作業を容易にします。また、同一サンプルに対するトレーサビリティを確保します。さらに、2種類の分析のメソッドファイル、バッチファイル、データファイルがそれぞれ1つに集約されるため、データ管理を容易にしデータインテグリティを確保します。

Q&A

Q 理論段数の計算に用いる3つの式は、どのようにして導かれるのでしょうか？

A 理論段数は、通常時間単位を用いて式 (1) で示されますが、実際の計算では式 (2)～式 (4) が用いられます。ここで、 N :理論段数、 t_R :保持時間、 σ :標準偏差、 W :ピーク幅、 $W_{0.5h}$:ピーク半値幅、 h :ピーク高さ、 A :ピーク面積です。

$$N = \left(\frac{t_R}{\sigma}\right)^2 \quad \dots (1)$$

$$N = 16 \times \left(\frac{t_R}{W}\right)^2 \quad \dots (2)$$

$$N = 5.54 \times \left(\frac{t_R}{W_{0.5h}}\right)^2 \quad \dots (3)$$

$$N = 2\pi \times \left(\frac{t_R h}{A}\right)^2 \quad \dots (4)$$

ガウス分布では図1に示すような関係がありますので、式 (1) の標準偏差に $\sigma = W/4$ を代入したのが式 (2)、 $\sigma = W_{0.5h} / 2.354$ を代入したのが式 (3) ということになります。

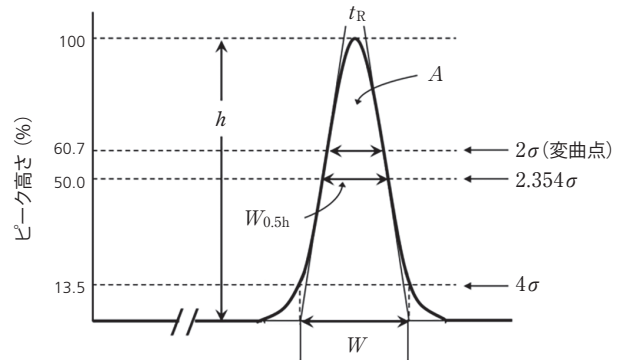


図1 ガウス分布における関係

また、ガウス分布の式 (5) より、ピーク高さは式 (6) で表せますので、 $\sigma = A / (\sqrt{2\pi}h)$ を代入すると式 (4) が得られます。

$$f(t) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma} e^{-(t-t_R)^2/(2\sigma^2)} \quad \dots (5)$$

$$h = \frac{A}{\sqrt{2\pi}\sigma} \quad \dots (6)$$

(島津総合サービスリサーチセンター 三上 博久)

情報コーナー

公益社団法人日本分析化学会 LC分析士認証試験

2020年度は、以下の日程で実施されます。

- 五段認証試験：3月3日 (火)、東京
- 四段認証試験：4月1日 (水)、東京
- 三段認証試験：5月13日 (水)、東京
- 二段認証試験：6月29日 (月)、東京・京都
- 初段認証試験：6月30日 (火)、東京・京都

詳しくは、日本分析化学会のホームページをご覧ください。順次掲載される予定です。