

LC *talk*

VOL. **81**



2011 October

分析装置と付き合う心得

大阪医科大学
予防・社会医学講座
法医学教室
准教授 土橋 均



■学生時代、前職の大阪府警科学捜査研究所、現職の大阪医科大学法医学教室で、主に薬毒物分析に携わりながら様々な分析機器を使用してきた。この40年ほどの分析業務の中では、分析装置や分析法などについて、多くの先生、先輩、メーカーの技術者などから種々の知識やアドバイスをいただくことができた。また自分自身でも、分析のやり方のコツのようなものが身に付いてくる。そのような知識や知恵は、折に触れ、後輩たちに伝えてきたのであるが、この機会に「心得」としてまとめてみたので気楽に読んでいただければと思う。

●「まず、装置の前に座れ」

機器分析で最も重要なことは、装置を熟知すること。参考書や解説書を読んで知識や理論を身につけることも大切だが、それよりも装置の前に座って実際に作動させる、分析する、メンテナンスをすることが、なにより大切なことだ。良い分析をしようと思えば装置を熟知して、的を射た分析ができるようになることが大切。

●「装置を可愛がれ」

分析装置は生き物と同じ。粗末に扱えば良いデータを出さないし、十分に世話をして最高のコンディションを保てば、最高のデータを出してくれる。分析前後にはメンテナンスを怠らず、常に装置の調子を把握しておくことが大切である。その上で、大切な分析の前に「頼むよ」、良いデータを出したときに「さすが」と声をかけてやれば、不思議と良いデータが得られる。

●「分析には勘も必要」

どれだけ高額・高性能な装置でも、裁量でデータを出してくれるほどの優秀さはない。特に未知試料の分析には型どおりの分析法で済みますのでなく、試料の外観から採取状況、各種分析結果などを見ただけで、さらに勘を働かせるのが、限られた時間で正しい結果に辿り着くコツ。

●「分析結果を疑え」

最近の装置はコンピュータ制御が普通だ。コンピュータが出す結果だから間違いないと考えてしまいがちだが、果たしてそうか？ ライブラリ検索、定量計算値などは、最終的には人間の目で確かめて、妥当なデータ処理が実行されたかどうか、結果に矛

盾がないかどうか、装置が正確に作動していたかどうかなど分析者自身が確認して、コンピュータを過信しないことが意外に重要である。

●「装置は台数分の仕事をするが、人間は人数分の仕事をしない」

人間は感情の動物なので、人数が増えるほどに人間関係が難しくなって仕事がうまく進まない。その点、分析機器は、導入台数を増やすほどに仕事を捌いてくれる。とはいえ、装置が増加してもメンテナンスが追いつかなければ宝の持ち腐れ。人間はうまく協力して連携できれば、人数以上の能力が発揮できるチームとなるのも世の常だ。

●「装置は使わないほど長持ちする」

化学者は装置のこともよく知らずに、乱暴に使って放しでメンテナンスもろくにしないから、装置を最高感度で長持ちさせるには使わないことが一番。とは、メーカーで装置の製造経験のある技術者の弁。実際、装置のメンテナンスは分析と同じくらい重要なこと。メンテナンスをこまめにするようになれば、自然と機械を大切に扱うようになるし、イザというときに最高感度で酷使することもできる。

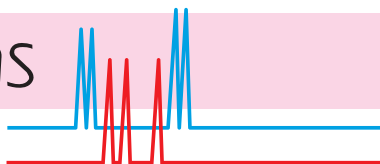
●「装置は改良し、開発するもの」

業界により分析内容は様々なので、汎用分析機器で100%の満足を得られるとは限らない。既存の分析装置をニーズに合うように改良したり、専用機を開発したりすることで、分析の高度化、迅速化を計っていく努力が大切である。

●「分析の前にまず観察」

機器分析を覚えてしまうと、ついつい機械に頼ってしまいがちになる。均一化して分析装置にかけて定量？ そんなことをする前に、拡大鏡下で観察すれば、目的物が目視できることもある。実際、毒物分析で目的毒物の結晶を食品中からより分けられたこと、メーカー識別が製品断面の観察だけでこと足りたことなど、「観察」の重要性を思い知らされたこともしばしばあった。

■以上、思いつくままに挙げてみたが、分析を愛する皆さんにはもっと役に立つ心得があるかも知れない。いつか、そんなお話が共にできる機会があることを期待して、拙文を終えたい。



グルコシルセラミドの高速分析

植物由来のグルコシルセラミドは、保湿効果、抗アトピー効果などの作用が報告されており、化粧品やサプリメントなどに広く用いられています。ここでは、蒸発光散乱検出器“ELSD-LT II”を超高速LCシステム“Nexera”に接続して、サプリメント中グルコシルセラミドの高速分析を行った例をご紹介します。

グルコシルセラミドは、グルコースにセラミドが結合したスフィンゴ糖脂質の一種で、光吸収性をほとんど有しないため、HPLC分析では蒸発光散乱検出器が有効です。図1に、米由来グルコシルセラミド主成分の構造式を示します。

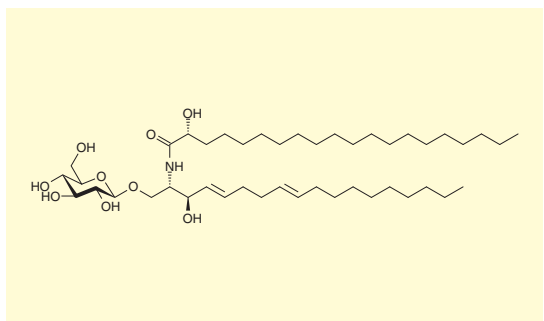


図1 米由来グルコシルセラミド（主成分）の構造式

カラムには、超高速分析用“Shim-pack XR-SIL”（粒子径 2.2 μm）を用い、クロロホルムとメタノール/水混合液によるグラジエント溶離法により分析しました。図2に、グルコシルセラミド標準液（500 mg/L、クロロホルム/メタノール=2/1 溶液）のクロマトグラムを、表1にその分析条件を示します。

表1 分析条件

カラム	Shim-pack XR-SIL (75 mm L. x 3.0 mm I.D.)
移動相	A: クロロホルム B: メタノール/水 = 95/5 (v/v) B conc. 1% (0 min) → 25% (3.0 min) → 90% (4.0 min) → 1% (5.0-8.0 min)
流量	0.8 mL/min
カラム温度	35 °C
注入量	1 μL
検出	蒸発光散乱検出器 (ELSD-LT II)
	蒸発温度 : 40 °C
	ゲイン : 6
	ネプライザーガス : N ₂
	ガス圧 : 350 kPa

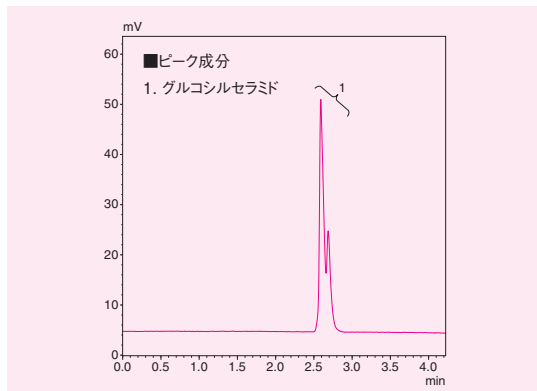


図2 米由来グルコシルセラミド標準液のクロマトグラム

米由来グルコシルセラミドが含有されている市販サプリメントの分析を行いました。図3に前処理手順を、図4にクロマトグラムを示します。 (Tr)

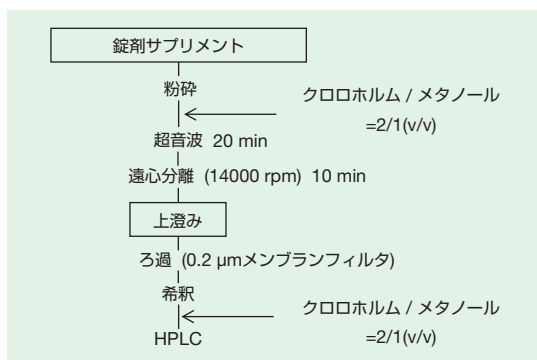


図3 試料前処理方法

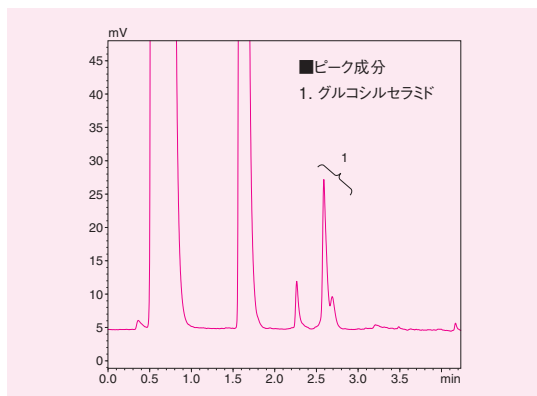


図4 米由来グルコシルセラミド含有サプリメントのクロマトグラム

多次元ナノフロー LC-MS を用いた ペプチド・タンパク質の定性・定量分析

味の素株式会社
イノベーション研究所
主席研究員 山田尚之

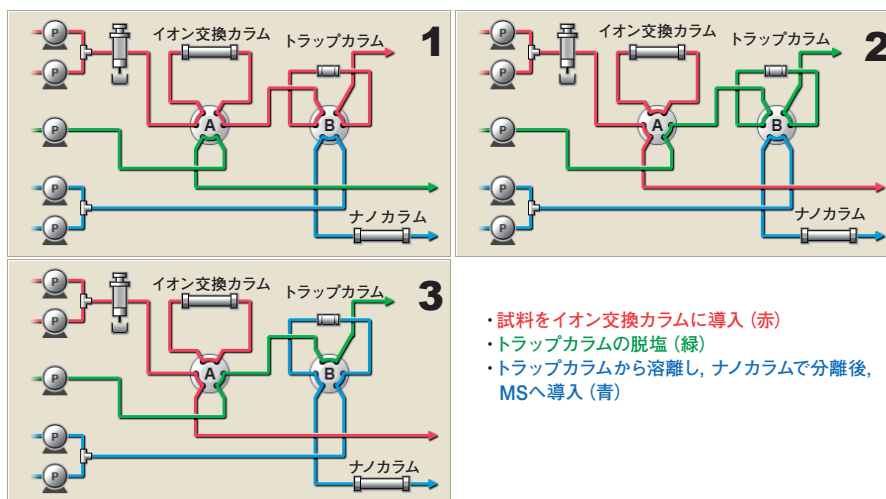


■ 生体内に存在するペプチド・タンパク質を包括的に解析するペプチドミクス・プロテオミクスは、生体メカニズムの解明、創薬ターゲットやバイオマーカー探索の分野で重要な技術である。その要素技術である高感度ナノフロー LC-MS/MS は、生体内の極微量のペプチド・タンパク質を同定する定性分析で進化し、近年は定量分析へと展開している。この要素技術は、バイオ医薬分野においても、抗体医薬やバイオシミラーの詳細な一次構造解析・糖鎖構造解析など、極めて重要な役割を果たしている。

■ 生体試料は幅広い存在比の多種多様なタンパク質群から構成されているため、分離能と感度に対する分析法への要求は極めて高く、プロテオミクスはナノフロー LC が使われる数少ない研究領域である。内径が 50-75 μm のナノカラムと呼ばれる細いカラムが用いられ、内径に対応し流量も 50-200 nL/min とした超低流量の HPLC システムが必要となる。これにより、カラムから溶出するペプチドの濃度が高くなることで、質量分析の S/N の向上が期待される。最近では数社から、ナノフロー LC が販売されているが、まだまだ一般的には、マニアックな HPLC の印象を持たれているのではないかと

■ 高感度を達成するためには、配管やバルブなど HPLC システム全てにわたって非特異的吸着をできる限り軽減することが肝要である。また、試料の拡散防止や分析時間の短縮を図るために、システムのデッドボリューム、スウェプトボリュームを最小限にする必要がある。これに伴い、配管の内径が小さくなることで、背圧が上昇したり、配管が閉そくしたりするトラブルが起き易くなる。私たちは、ナノフロー液体クロマトグラフ Prominence nano (島津製作所製) のプロトタイプから使用し、改良を重ねていただいたことで、低吸着で詰まりにくく、安定で再現性の高い連続測定を実現している。

■ 生体試料中のタンパク質同定能を上げるためには、前処理による分離が重要である。イオン交換やアフィニティークロマトグラフィーを用いてオフラインで分画後、各画分をトリプシン消化し、得られたペプチドを 1 次元ナノフロー LC-MS/MS で分析する手法が主流である。しかし、大変な手間と時間がかかるため、私たちは図 1 に示した 2 次元ナノフロー LC-MS/MS を採用している。分離モードの異なるクロマトグラフィーを組み合わせることにより、ペプチドの分離能が格段に向上することが期待



- ・試料をイオン交換カラムに導入 (赤)
- ・トラップカラムの脱塩 (緑)
- ・トラップカラムから溶離し、ナノカラムで分離後、MS へ導入 (青)

図 1 2次元ナノフロー LC

される。また、全ての分離分析をオンラインで行うことが可能なため、再現性の向上と省力化が可能である。酵素消化により得られたペプチド混合物は、最初にイオン交換カラム（内径 1 mm × 長さ 50 mm）に導入される。吸着されなかった成分は、逆相トラップカラム（内径 0.2 mm）に捕捉される。次にバルブ A を切り替えてトラップカラムを脱塩した後、バルブ B を切り替え、トラップカラムに保持されたペプチドを分離ナノカラム（モノリス 内径 0.05 mm × 長さ 50 mm; GL サイエンス製）を経て、グラジエント溶出により質量分析計に導く。イオン交換クロマトグラフィー緩衝液の塩濃度を段階的に上げることで多次元ナノ LC を行う。

■例として、ウシ血清アルブミンのトリプシン消化物の分析結果を紹介する。還元アルキル化したウシ血清アルブミンのトリプシン消化物を前述のイオン交換カラムとモノリスカラムからなる 2 次元ナノフロー LC-MS/MS で測定した（LC: Prominence nano 島津製作所製, MS: OrbitrapMS サーモフィッシャーサイエンティフィック製）。イオン交換クロマトの溶出ステップを 2 段で実施し、得られた質量分析データはタンパク質同定ソフト（Mascot, マトリックスサイエンス製）で解析した。帰属できたアミノ酸配列は 66.6 % と一般的な 1 次元ナノ LC-MS によるカバー率と同等あるいは若干高い値であった（peptide probability score >95 %, FDR 0.0 %）。次に、ウシとヒト由来の血清アルブミンを等量混合した試料について、イオン交換クロマトグラフィーを 11 段で分析した。その結果、ウシ、ヒト由来のアルブミンを各々区別して同定することができ、それぞれ 91.6 % および 93.8 % とカバー率が著しく向上した。

■バイオ医薬品や抗体医薬などのペプチドマッピングにおいては、できる限り全配列を観測することが望まれる。そのために、トリプシン以外の特異性の異なる酵素を用いて、複数のペプチドマップを作成することがある。多次元ナノフロー LC-MS/MS を用いることで帰属配列カバー率が上昇することは、バイオ医薬分野においても大変有用と考えられる。

■多次元ナノフロー LC による自動化というメリットを実現するためには、頑健性と安定性の両立が必要である。試料間の比較や定量分析を行う場合には、グラジエントの再現性も重要である。図 2 のマスクロマトグラムのように、ナノフロー LC-MS であっても高い再現性を有している。高感度・高分離能と頑健性を有する自動分析を達成するためには、LC のみでなく、質量分析計、特にナノスプレーイオン化の頑健性も重要なポイントである。こちらについては、別の解説を参照いただければ幸いである¹⁾。

引用文献

- 1) 「プロテオミクスのためのナノエレクトロスプレーイオン化質量分析計：高感度と使いやすさの両立」
山田尚之, 化学と生物, Vol.45, No.9, 2007,
<http://www.an.shimadzu.co.jp/topics/bridge/bridge06.htm>

謝辞

ナノフロー LC プロトタイプ版の改良をしていただいた株式会社島津製作所分析計測事業部の皆様にお礼申し上げます。掲載データについては、弊社、徳永絢香さん、湯地玲子さんに感謝します。

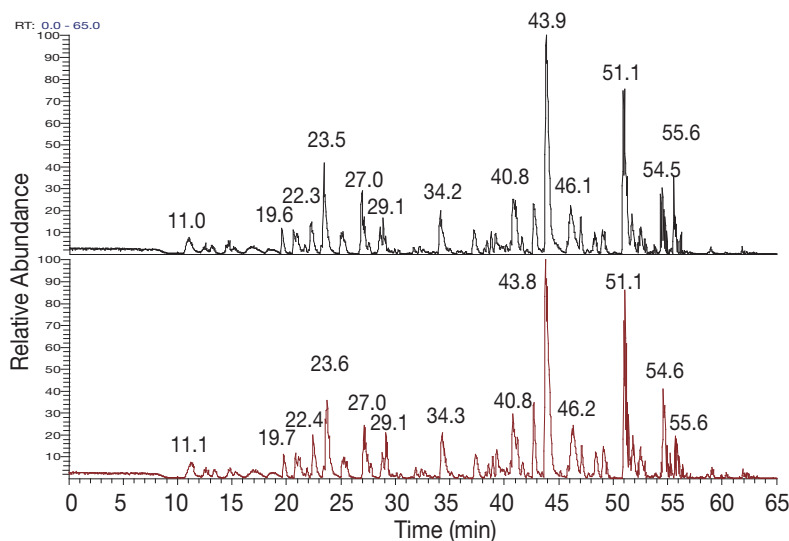


図 2 ヒト血清アルブミンのトリプシン消化物の 1 次元ナノフロー LC-MS クロマトグラム（高い再現性）

Products

島津 HPLC 用移動相クリーナー

“ゴーストトラップ® DS”



ゴーストピークの原因は様々ですが、移動相中の不純物が原因となることがしばしばあります。第一三株式会社と島津製作所が共同開発した“ゴーストトラップ® DS”は、移動相中の不純物を効果的に吸着させることにより、メソッド開発や不純物分析の解析作業における時間短縮が可能となります。“ゴーストトラップ® DS”では、有機溶媒中の不純物であっても除去できるため、逆相系のグラジエント条件において、その効果を最大限に発揮できます。

※：DSのDはDaiichi Sankyo, SはShimadzuの略称です。

■ 移動相中の不純物を効果的にトラップ

“ゴーストトラップ® DS”は、移動相に用いる有機溶媒中の不純物もトラップできます。逆相クロマトグラフィーにおけるグラジエント溶離分析時に、グラジエントミキサとオートサンプラの間に“ゴーストトラップ® DS”を取り付けることにより（図1）、移動相由来の不純物をはじめ、配管やグラジエントミキサ由来の不純物もまとめてトラップできます。図2は、グラジエントミキサの後ろに“ゴーストトラップ® DS”を取り付けることにより、移動相由来の不純物が効果的にトラップできることを示しています。

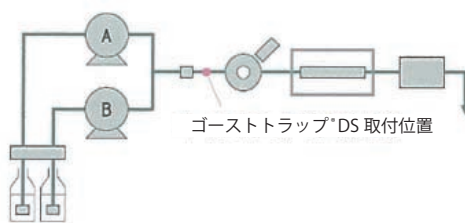
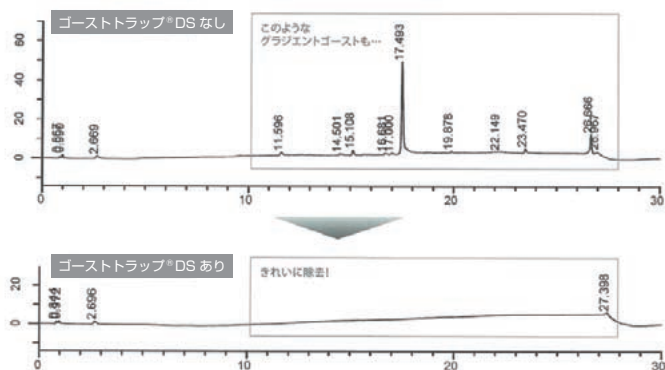


図1 “ゴーストトラップ® DS”の取り付け



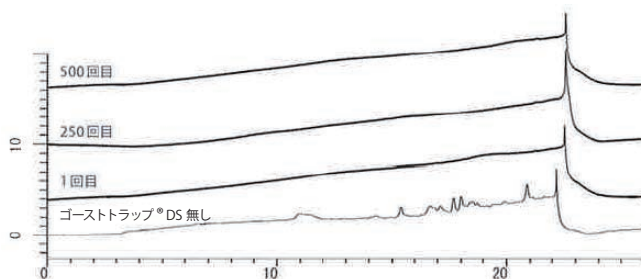
カラム：ODS系カラム
移動相：A: 25 mmol/L りん酸（カリウム）
緩衝液（pH 4.0）
/ アセトニトリル = 9/1
B: 水 / アセトニトリル = 1/9,
グラジエント溶離
流 量：0.65 mL/min
温 度：45℃
検 出：UV 210 nm

図2 “ゴーストトラップ® DS”によるゴーストピーク除去例（データご提供：第一三株式会社様）

■ 長時間分析に耐えるトラップ能力

“ゴーストトラップ®DS”は、長時間分析に耐える十分なトラップ能力を持っています。図3に、グラジエント溶離分析を500回繰り返した時のベースラインの比較例を示します。1回目と500回目を比べても、ゴーストピークは確認されていません*。

※：分析条件により、この例よりも早く劣化する場合があります。



カラム：ODS系カラム、
 移動相：A：水、B：アセトニトリル、グラジエント溶離
 流量：0.4 mL/min
 温度：40℃
 検出：UV 210 nm

図3 “ゴーストトラップ®DS”による500回繰り返し例

■ 製品ラインアップ

品名	P/N	内容(数量)	サイズ	内部容量 ^{※2}	耐圧
ゴーストトラップ®DS	228-59921-91	カートリッジ(2個)	7.6 mmID×30 mm	約700 μL	35 MPa
	228-59921-92	カートリッジ(2個) ホルダ(1個)			
	228-59921-93	カートリッジ(2個)	4.0 mmID×20 mm	約150 μL	
	228-59921-94	カートリッジ(2個) ホルダ(1個)			

- ・グラジエントミキサの後に本製品を取り付けた場合、グラジエント溶離分析時、本製品の内部容量分だけ遅れ容量が発生しますのでご注意ください。
- ・質量分析計を検出器とした場合、本製品由来のブリードノイズが生じる場合があります。
- ・イオンペア試薬を用いた分析では、イオンペア試薬が本製品に吸着され、保持時間やピーク形状に影響を与える場合があります。
- ・分析カラムを接続する前に、必ず移動相（グラジエント溶離分析時の最終濃度付近）でよく洗浄してからご使用ください。
- ・すべての不純物を除去できるわけではありませんので、予めご了承ください。

[参考資料]

テクニカルレポート No.45 「逆相分析におけるゴーストピークの原因と対策」

(<http://www.an.shimadzu.co.jp/hplc/prominence/tec.htm> よりダウンロードしていただけます。)

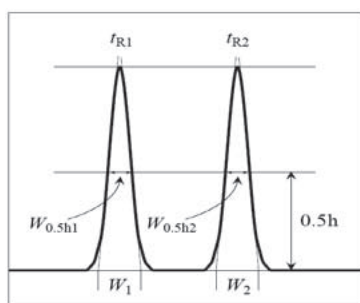
Introductory



二つのピークの相互分離状態を数値化して客観的に評価するための指標に「分離度」があります。今回と次回は、分離度に関するおはなしです。

● 分離度とは？

分離度 (Resolution, R または Rs) は、あるピークが隣接するピークからどの程度分離しているかを示すものです。今、図 1 に示す 2 つのピークがある時、分離度は (1) 式あるいは (2) 式のように表されます。



t_{R1}, t_{R2} : 各ピークの保持時間 ($t_{R1} < t_{R2}$)
 $W_{0.5h1}, W_{0.5h2}$: 各ピークの半値幅
 W_1, W_2 : 各ピークのピーク幅

図 1 隣接する 2 つのピーク

$$R = \frac{t_{R2} - t_{R1}}{\frac{1}{2}(W_1 + W_2)} \quad \dots (1)$$

$$R = 1.18 \times \left(\frac{t_{R2} - t_{R1}}{W_{0.5h1} + W_{0.5h2}} \right) \quad \dots (2)$$

(1) 式からは、分離度が 2 つのピークの保持時間の差を各ピーク幅の平均で除したものであることがわかります。ガウス分布ピークでは、ピーク幅 $W = 4\sigma$ (σ : 標準偏差)、ピーク半値幅 $W_{0.5h} = 2.354\sigma$ ですから、(1) 式より (2) 式が導けます。日本薬局方および JIS 高速液体クロマトグラフィー通則では、分離度は (2) 式で定義されています。

● 分離度とピークの状態

分離度は、「0.8」、「1.0」、「3.0」などといった数値で表されますが、では分離度が示す数値と実際のピークの状態はどのようなものなのでしょうか？分離度が「1.0」の場合、2 つのピークがガウス分布でありピーク高さ、ピーク幅が等しいとするなら、(1) 式より保持時

分離度のはなし その1

間の差が「 $1.0W$ 」すなわち「 $1.0 \times 4\sigma = 4\sigma$ 」となります。ガウス分布では、 4σ の中に 95.4 % が含まれますので、これは互いに 2.3 % [(100 % - 95.4 %) / 2] が重なり合った状態 (谷間に垂線を引くと 2.3 % が相手ピーク側にはみ出した状態) ということになります。同様に分離度「1.5」では、保持時間の差が「 $1.5 \times 4\sigma = 6\sigma$ 」なので、重なりは 0.15 % [(100 % - 99.7 %) / 2] となります。(図 2)

なお、日本薬局方においてピークの完全分離とは、「分離度 1.5 以上を意味する」とされています。

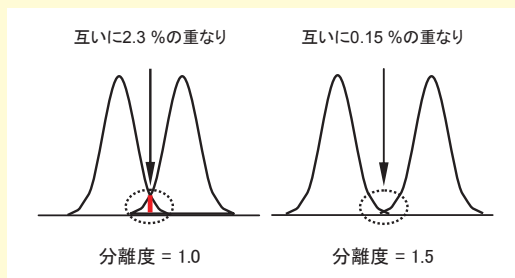


図 2 分離度と分離状態

● 分離度と分離係数, 保持係数, 理論段数

2 つのピークの状態を評価する指標には、分離度の他に分離係数 (Separation factor, α) があります。分離係数は、保持係数 (Retention factor, k) の比として (3) 式のように定義されます。

$$\alpha = \frac{k_2}{k_1} = \frac{t_{R2} - t_0}{t_{R1} - t_0} \quad \dots (3)$$

(t_0 : 非保持成分の保持時間)

分離度は、分離係数、保持係数および理論段数 (N) を用いて、(4) 式のように表すことができます。

$$R = \frac{1}{4} \sqrt{N} \left(\frac{\alpha - 1}{\alpha} \right) \left(\frac{k}{1 + k} \right) \quad \dots (4)$$

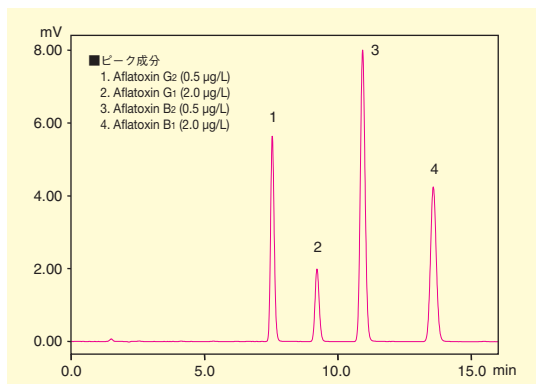
次回は、(4) 式を基に分離の最適化についてお話ししたいと思います。それまで、(4) 式の導き方を考えてみてください。

(Mk)

[参考文献]

- 1) 第十六改正日本薬局方
- 2) JIS K0124 : 2011 高速液体クロマトグラフィー通則

No.L428 "Prominence RF-20Axs" 蛍光検出器の応用 (その 9)
アフラトキシン B₁, B₂, G₁, G₂ の高感度分析



HPLC No.L426A

色素増感型太陽電池用色素の劣化分析

次世代の太陽電池として盛んに研究開発が進められている有機系太陽電池のひとつに色素増感型太陽電池があります。色素増感型太陽電池は、光により励起された色素を利用して発電するシステムで、実用化に際しては、十分な光電変換効率があること、経年劣化に耐えるだけの耐久性を持っていることが求められます。ここでは、HPLCにより、代表的な色素の1つであるN3色素の劣化を分析した例をご紹介します。

HPLC No.L427

色素の高純度精製による色素増感型太陽電池の性能向上

色素増感型太陽電池の心臓部分ともいえる有機色素には異性体を含む不純物が混入することがあり、これら不純物の太陽電池性能に与える影響が懸念されるため、不純物の分析法や色素の高純度精製法が必要です。ここでは、市販のN3色素に対し、HPLCを用いた高純度精製を行うことにより、太陽電池の性能を向上させた例をご紹介します。

HPLC No.L428

"Prominence RF-20Axs" 蛍光検出器の応用 (その 9) アフラトキシン B₁, B₂, G₁, G₂ の高感度分析

アフラトキシンは *Aspergillus* 属菌が産生するカビ毒で、その強い急性毒性と発ガン性から、食品において検出されてはならないとされています。2011年10月からは、総アフラトキシン (アフラトキシン B₁, B₂, G₁, G₂ の総和) を対象とすることになっています。ここでは、高感度蛍光検出器 "Prominence RF-20Axs" を用いて、アフラトキシン4成分 (B₁, B₂, G₁, G₂) をトリフルオロ酢酸による誘導体化処理後検出した場合、および誘導体化処理なしに直接検出した場合の分析例をご紹介します。



Nexera Application Data Sheet

「Nexera Application Data Sheet」は、島津超高速液体クロマトグラフ "Nexera" に関する技術資料です。"Nexera" の優れた性能や機能、および応用事例などについてご紹介しています。

13. アルデヒド/ケトン類の超高速分析
14. 合成着色料の超高速分析
15. ヌクレオチドの超高分離分析
16. 水溶性ビタミンの超高速分析
17. アフラトキシンの超高速高感度分析



- Nexera Application Data Sheet は以下の web サイトからダウンロードいただけます。
<http://www.an.shimadzu.co.jp/hplc/nexera/datasheet.htm>

第 16 回 LC テクノプラザ (2011 年 5 月, 東京)

食品中アフラトキシンの高速高感度分析

野村文子, 渡邊京子, 小林まなみ, 西根勤, 三上博久

アフラトキシンは強い発がん性や急性毒性を有するカビ毒として知られており, 農産物について HPLC などによる汚染監視が行われている。ここでは, 食品中アフラトキシンの効率化をはかるため, 超高速 LC と高感度蛍光検出器を用い, アフラトキシニン B₁ および G₁ を誘導体化処理なしで高速高感度分析する方法についての検討結果を報告した。

ポストカラム pH 緩衝化 - 電気伝導度検出法による有機酸の超高速分析

渡邊京子, 大垣内誠, 家氏淳, 三上博久

イオン排除クロマトグラフィー / ポストカラム pH 緩衝化 - 電気伝導度検出法は, 有機酸の選択的高感度分析法として, 食品分野を中心に広く用いられている。ここでは, 超高速 LC (逆相モード) とポストカラム pH 緩衝化 - 電気伝導度検出法を組み合わせた有機酸の超高速分離および高感度検出に関する基礎検討を行った。

ICAS 2011 (IUPAC International Congress on Analytical Sciences 2011) (2011 年 5 月, 京都)

Ultra Low Level Determination of Bisphenol A in River Water Using Column-switching HPLC with Fluorescence and Mass-spectrometry Detection

渡部悦幸, 日根隆, 三上博久, 谷川哲也*, 久保拓也*, 細矢憲*

(* : 東北大学大学院環境科学研究科)

環境中微量化学物質分析のため, 新開発の表面修飾型前処理カラムを用いた自動濃縮カラムスイッチング LC/MS システムを構築し, その適用性等を検討してきた。ここでは, 河川中の微量ビスフェーノール A 分析について, 前処理カラムの耐久性および汎用性の高い蛍光検出器を用いた場合の評価結果を報告した。

Comprehensive Two-dimensional Ultra High Performance Liquid Chromatographic Analysis of Major Components in Panax Ginseng

吉田達成, 田中健一朗, 西根勤, 三上博久

Comprehensive 2 次元 LC とハイブリッド型 "LCMS-IT-TOF" を組み合わせたシステムにより, 異なる薬用人参の分離, 解析を行った。2 次元分離には, 酸性移動相 (1 次元目) および塩基性移動相 (2 次元目) による逆相クロマトグラフィーを用い, 得られた 2 次元クロマトグラムの精密質量による解析結果を報告した。

第 18 回クロマトグラフィーシンポジウム (2011 年 6 月, 福岡)

医薬品中微量不純物の自動前処理 HPLC システムによる分析 (4)

山部恵子, 早川禎宏, 岩田庸助, 三上博久

2 次元分離とオンライン自動濃縮が可能なカラムスイッチング HPLC システム "Co-Sense for Impurities" を構築し, 医薬品の微量不純物分析などにより評価を行ってきた。ここでは, 分析時間の短縮化をはかるため超高速 LC 用カラムを適用し, カラムサイズの影響などの基礎検討結果を報告した。

Comprehensive two-dimensional LC-MS による天然物分析

吉田達成, 西根勤, 三上博久

Comprehensive 2 次元 LC は, 1 次元目で分離した溶出液をすべて 2 次元目に導入する手法で, 試料に含まれる化合物を網羅的に解析することができる。ここでは, 高速高分離化をはかるために 2 次元目に超高速 LC を用いた Comprehensive 2 次元 LC-MS システムを構築し, 天然物試料に適用した例を報告した。

ELSD の有効的な使い方 - ELSD の基本ノウハウと応用事例 - (ワークショップ)

寺田英敏

蒸発光散乱検出器 (ELSD) はユニバーサルな検出特性を有しており, 原理的には不揮発性の分析種であれば分子構造などによらず検出することができる検出器であり, 近年様々な分野で汎用的に使用されるようになってきている。ここでは, ELSD をより有効に使用するために, ELSD の原理や特性などの解説と, ELSD を使う上でのノウハウやアプリケーションについて紹介した。

talk 執筆者

土橋均 先生

「分析装置と付き合う心得」

つちはしひとし = 大阪医科大学 予防・社会医学講座 法医学教室
准教授

- ▶ 1949年堺市で生まれる。1972年近畿大学工学部応用化学科卒、1973年大阪府警科学捜査研究所入所、2010年大阪府警科学捜査研究所(総括研究員)を定年退職、4月より現職、薬学博士。

専門分野 法中毒学 薬毒物分析

将来の夢 家庭菜園, 旅行, 自転車, 写真, 陶芸, 食べ飲み歩き等
趣味の世界で生きる

趣味 料理, 食べ飲み歩き

NOW 執筆者

山田尚之 先生

「多次元ナノフロー LC-MS を用いたペプチド・タンパク質の
定性・定量分析」

やまだなおゆき = 味の素株式会社 イノベーション研究所
主席研究員

- ▶ 1990年千葉大学大学院理学研究科修士課程終了、味の素株式会社中央研究所、2003年同主任研究員、2007年特別主任研究員、2010年イノベーション研究所主席研究員。横浜市立大学大学院客員准教授、日本質量分析学会委員、博士(農学)。

専門分野 生体高分子の質量分析

将来の夢 良い夢・新しい夢を見続けること

趣味 美味しそうな店を見つける能力を磨くこと



東日本大震災により被災されました方々に、心よりお見舞い申し上げます。一日も早い復興をお祈り申し上げます。

秋が到来し、涼さが心地よい季節となりました。この季節、多くの作物が旬を迎えますが、京都の台所、錦市場では、そこかしこに甘い焼き栗の香りが漂います。いわゆるナッツ類に分類される栗ですが、他のナッツ類と異なり、非常に脂質が少ないという特徴があります。また日本の栗は渋皮にタンニンなどのポリフェノール類を多く含むそうで、これが天津の栗など他の国の栗とは異なる特徴だそうです。

(Ho)

「HPLC 2011 Budapest」に参加しました！

☆ HPLC 2011 Budapest

2011年6月19日～23日にハンガリーの首都ブダペストにおいて、「HPLC 2011 Budapest (36th International Symposium on High-Performance Liquid Phase Separations and Related Techniques)」が開催され、島津グループはゴールドスポンサーとして協賛いたしました。

本学会はHPLC関連としては世界最大級の規模で、今回も1300人を超える参加登録、口頭134件、ポスター788件の発表がありました。

発表内容が基礎理論から応用まで多岐に渡るのが本学会の特徴ではありますが、超高速LC (UHPLC) 関連が大半を占めており、引き続き多くの注目を集めていることを示すものとなりました。島津グループからは、超高速LC“Nexera”に関する発表のほか、二次元LCや有機酸の高速分析に関するアプリケーションなど合計6件の発表を行いました。



HPLC2011 Budapest 会場入り口



講習会予定のご案内(2011年10月~2012年3月)

- 以下のWebサイトで各種講習会の詳細情報がご覧いただけます。
<http://www.an.shimadzu.co.jp/hplc/support/training/lc-tr.htm>

	10月	11月	12月	1月	2月	3月
入門講習会*	10/20~21(東京) 10/27~28(京都)	11/10~11(京都) 11/24~25(東京)	12/8~9(京都)	1/19~20(京都)	2/2~3(東京) 2/16~17(京都)	3/15~16(京都)
HPLC基礎講座	10/19(東京)					
HPLCスクール	基礎編		12/6(東京)	1/27(大阪)	2/17(静岡)	3/13(名古屋)
	実務編		12/13(富山)	1/24(つくば)	2/10(大阪) 2/27(東京)	
LC-MSスクール		11/11(京都)	12/2(東京)			
LCMS-2020 操作講習会	10/20~21(京都)	11/17~18(秦野)		1/19~20(京都)	2/16~17(秦野)	
LCMS-2010EV 操作講習会		11/17~18(京都)				

- ・ いずれも有料講習会です。
- ・ 入門講習会および操作講習会は、実機を用いた実習です。基礎講座およびスクールは、座学のみです。
- ・ ※印の講習会は株式会社島津総合分析試験センターへ、その他は島津アプリケーション開発センター(ADC)へお問い合わせください。
- ・ これらの他に、LCsolution 操作講習会(有料)、Prominence メンテナンス講習会(無料)、LC-2010 メンテナンス講習会(無料)を開催しております。詳細につきましては、上記 Web サイトをご覧ください。

情報コーナー

社団法人日本分析化学会「分析士認証試験」について

以下の予定で、液体クロマトグラフィー分析士およびLC/MS分析士認証試験が実施されます。

■ 第2回液体クロマトグラフィー分析士初段認証試験

- ・ 実施日 : 2011年11月20日(日)
- ・ 受験会場 : 東京都内

■ 第1回LC/MS分析士初段認証試験

- ・ 実施日 : 2011年12月18日(日)
- ・ 受験会場 : 東京都内

詳しくは、社団法人日本分析化学会Webサイト (<http://www.jsac.or.jp/shikaku/shikaku.html>)
をご覧ください。

LC talk
Vol.81

発行日: 2011年10月1日
編集・発行: 株式会社島津製作所 分析計測事業部
応用技術部 "LC talk club" 編集長 三上 博久
連絡先: "LC talk club" 事務局
〒604-8511 京都市中京区西ノ京桑原町1
E-mail: analytic@group.shimadzu.co.jp