

LC *talk*

VOL. **82**



2012 *January*

HPLC に会って四半世紀

財団法人 残留農薬研究所
化学部残留第2研究室
室長 坂 真智子



■学生時代は農学部農芸化学科の食品保存学研究室に所属し、卒論のテーマが不飽和脂肪酸の分析であったため、最初の使用分析機器はGCであった。HPLCに出会ったのは、現在の職場に就職してからである。

■弊所の主な業務は、農薬登録に必要な各種試験（安全性試験、代謝動態試験、作物残留試験等）の受託で、また、農林水産省、厚生労働省、環境省からの委託事業にも参画している。これら業務の担当部署は、化学部と毒性部で、化学部には残留研究室と代謝研究室がある。残留研究室では、作物、環境試料（土壌、水等）中の残留農薬分析、農薬の物理的・化学的性状試験、毒性試験に使用する飼料や投与液中の被験物質等の分析、被験物質の純度分析等を実施している。

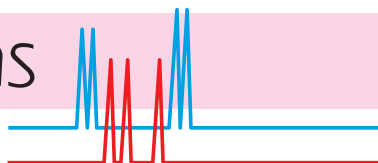
■私が弊所に入所した当時は、農薬の分析法としてはGCが主流で、特に農薬は脂溶性が高く、熱をかけると気化するものが多かったことから、GCが測定装置として汎用されていた。このため、極性の高い農薬に対しても誘導体化を施しGCを用い分析していた。一方、HPLCに関しては当時まだ十分に活用されておらず、市販カラムの種類は少なく、品質も低く、ロット差があったことから、分析者が独自で工夫・充填していたことを思い出す。しかしながら、その後は徐々にHPLCがGCに代わって測定法として普及・汎用されるようになり、市販カラムも充実していった。それに伴いカラムの充填剤も改良され種類も増えたことから、自分で充填する必要がなくなり、新しいカラムが販売される度に購入し試したものである。当時の古いODSカラムには残存シラノールや不純物（金属等）が存在したため、農薬によってはピークがテーリングしたり、検出できなかったりしたこともあったが、それが新しいカラムによって改善された時は、本当に嬉しかった。

■また、当時は試料に含まれる夾雑物の分離にも随

分悩まされ、何でも分離できる魔法のカラムはないものかと同僚と語り合ったことを今も覚えている。ただし、検出・分離で苦労したものの、HPLCは測定においては感度変化がほとんどなく、再現性も良かったので、大変助かった。これらの点を考慮して、HPLCではGCよりもかなり早い段階でオートサンプラーを導入し、その結果、一晩中運転が可能となり、こなせる分析点数も格段に増えたことは周知の事実である。

■HPLCのハード面については、農薬分析ではUV検出器が主に使用されるが、感度がもう少し向上すると今以上に活用範囲が広がると思う。また、いくつかの農薬には蛍光検出器を用いるが、その特異性は貴重なものの、測定の安定性に問題があり、室温などの影響を受けやすく、感度の上昇や減少が生じる問題があった。この問題点をクリアした新しい機種「Prominence RF-20Axs」が島津製作所から最近発売された。すぐに購入を考えたが、予算の問題等から検討に時間を要することとなり、その間に次世代UHPLC「Nexera」が発表された。優れた拡張性、高分離および高速化の実現を可能とする本機種は理想的で、特にNexeraの低キャリアオーバーを謳ったオートサンプラーが魅力的であった。

■これらの要素を色々と検討した結果、「Prominence（ポンプ、カラムオープン、蛍光検出器、UV検出器）」＋「Nexera（オートサンプラー）」という組合せを最終的に選択し購入に至った。希望を叶えて頂いた島津製作所、代理店の担当者の方には心から感謝する。ここまで拘って測定機器を購入した経験はなかったので、私にとって記憶に残る機器となると思う。最後に島津の製品をもうひとつ挙げるとすれば、それは「C-R4A」である。今後は、分析現場の中心ではなくなるので、直接、機器購入に携わることはないかと思うが、分析に対する拘りだけは持ち続けて、業務を遂行していく所存である。



合成着色料の高速分析

食品には種々の合成着色料が使われています。ここでは、超高速 LC “Nexera” とフォトダイオードアレイ検出器 “SPD-M20A” を用いた合成着色料 21 成分の高速分析例をご紹介します。

高速分析用カラムとしては、“Phenomenex Kinetex C18”（粒子径 2.6 μm ）を用いました。“Phenomenex Kinetex C18”は、粒子径 1.9 μm のコアに極微粒子の多孔質シリカゲルを 0.35 μm の膜厚で結合させた充填剤を充填した Core-shell カラムです。このカラムは、通常の全多孔性充填剤カラムと比較すると拡散径路が減少することから、高いカラム効率が得られます。

図 1 に合成着色料 21 成分標準液のフォトダイオードアレイ検出器による Max Plot および 3 波長のクロマトグラムを、表 1 にその分析条件を示します。

Max Plot では、指定した波長域での最大吸光度をプロットするため、多くの成分をまとめてモニタすることができます。本分析条件により、2 分以内に合成着色料 21 成分を一斉分析することができました。

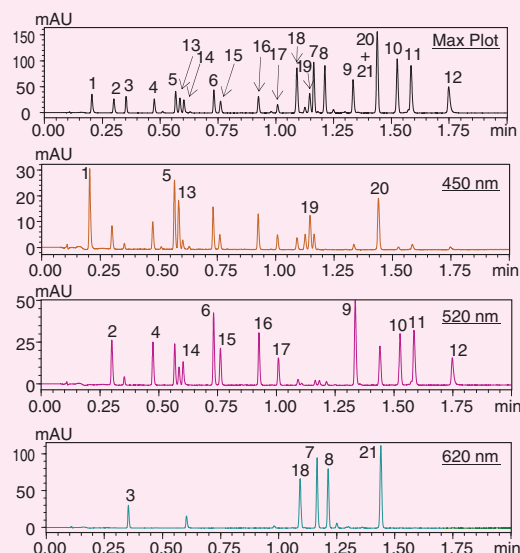
表 1 分析条件

カラム	Phenomenex Kinetex 2.6 μm C18 100 Å (50 mm L. $\times$ 3.0 mm I.D., 2.6 μm)
移動相	A; 10 mmol/L 酢酸アンモニウム B; 10 mmol/L 酢酸アンモニウム / アセトニトリル = 1/1 (v/v) B Conc. 5 % (0 min) $\rightarrow$ 100 % (2.5-2.7 min) $\rightarrow$ 5 % (2.71-3.5 min)
流量	2.5 mL/min
カラム温度	40 $^{\circ}\text{C}$
注入量	1 μL
検出	フォトダイオードアレイ検出器 (SPD-M20A) 検出波長: Max Plot (400 ~ 700 nm), 450 nm, 520 nm, 620 nm

合成着色料は、それぞれ特有の紫外可視吸収を示し、主に黄色系着色料は 450 nm、赤色系着色料は 520 nm、青緑系着色料は 620 nm の付近に大きな吸収があります。ここでは、これらの 3 波長で着色料を分類して同定しました。

このように、フォトダイオードアレイ検出器では、各成分ごとに適した波長を選択することで、より選択的に検出することができます。Max Plot 上では、ピーク 20 (Orange II) とピーク 21 (Patent Blue V) が重なりますが、図 2 に示すように 450 nm と 620 nm ではそれぞれ他方の成分がほとんど検出されず、重なった場合でも別々に定量することが可能となります。

(Yb)



■ピーク成分

1. 黄色4号 (Tartrazine), 2. 赤色2号 (Amaranth),
3. 青色2号 (Indigo Carmine), 4. 赤色102号 (New Coccine),
5. 黄色5号 (Sunset Yellow FCF), 6. 赤色40号 (Allura Red AC),
7. 緑色3号 (Fast Green FCF), 8. 青色1号 (Brilliant Blue FCF),
9. 赤色3号 (Erythrosine), 10. 赤色106号 (Acid Red),
11. 赤色104号 (Phloxine), 12. 赤色105号 (Rose Bengale),
13. Orange G, 14. Black PN, 15. Red 2G, 16. Fast Red E,
17. Azo Rubine, 18. Green S, 19. Quinoline Yellow S,
20. Orange II, 21. Patent Blue V

図 1 合成着色料 21 成分標準液のマルチクロマトグラム

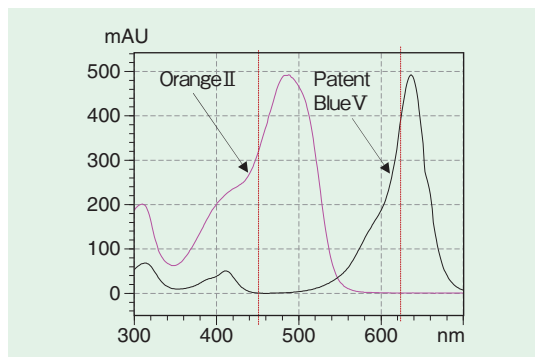
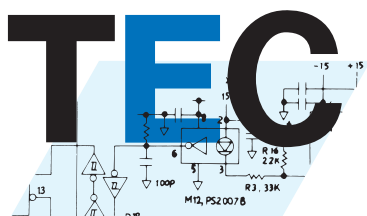


図 2 Orange II と Patent Blue V の吸収スペクトル



多変量解析(主成分分析)を活用したクロマトデータ解析

製品開発において競合品との差異を解析する場合、あるいは、品質管理においてクレーム品と良品との違いを調査する場合、クロマトグラム上のピーク数が多くなると、定性・定量という従来からの解析手法だけでは、両者の差異を明確に知ることは困難です。こうした問題を解決する手法のひとつとして、多変量解析があります。ここでは、多変量解析の中でもよく知られている主成分分析(PCA: Principal Component Analysis)について、基本的な考え方と作業の流れについてご紹介します。

■主成分分析とは

●におい識別装置FF-2020による香りの測定を例にして、主成分分析を考えてみましょう。FF-2020は特性の異なる10個のガスセンサーを内蔵しており、ひとつの試料に対して10個の測定値を収集することから、複数の変数を持っている(=多変量である)といえます。

●例えば、4つの試料を測定すると、測定値の数は合計で40個になりますが、主成分分析では、そのひとつひとつの測定値を独立して解析するのではなく、全ての測定値を総合的に取り扱い、その中にある違いを視覚化します。測定値は10個の変量からなり、10次元空間の1点になるため、こうした多次元空間を表現することは、数学的には可能であっても視覚的には不可能です。そこで主成分分析では、違いを大きく表すための重み付けをして合成することにより、視覚的に読み取れる2次元(または3次元)に投影します。

●図1には、FF-2020でお茶の香りを測定した主成分分析の結果を示しています。測定対象試料として、

玉露、高級煎茶、中級煎茶、安い煎茶の計4種類を分析しました。主成分分析では、プロット位置に近いものは類似していると評価できることから、似たものをグループ化したり、目的試料に近いもの(あるいは違いが大きなもの)をみつけることができます。

●このように、主成分とは、対象試料の中に含まれる主要成分を指すのではなく、比較対象との違いを最も良く示す特徴(座標軸)のことを意味します。

■クロマトデータに対する主成分分析

●クロマトデータに対する主成分分析の一般的な作業手順をSTEP1～3として図2に示します。ここでは、対象商品として、

- (a) 通常のビール
- (b) 発泡酒
- (c) 第3のビール
- (d) ノンアルコールビール



について、それらに含まれている有機酸に注目し、差異を解析した例を挙げています。また、多変量解析用ソフトウェアとしてSIMCA-P+を使用しました^(注1)。

(注1) SIMCA-P+は、Umetrics社の米国およびその他の国における商標または登録商標です。

●《STEP1: クロマトデータの採取》分析データは、液体クロマトグラフ質量分析計LCMS-2020を使用して、(a)～(d)のいずれもn=3で分析しました。なお、ピークの同定に関し、

- (1) ピーク同定した後、多変量解析にかける。
 - (2) 未同定のまま多変量解析にかけ、特徴的な違いがあるピークを見つけ出した後、これを同定する。
- という2つのアプローチ方法があります。本例では、理解を容易にするため(1)を採用していますが、未知

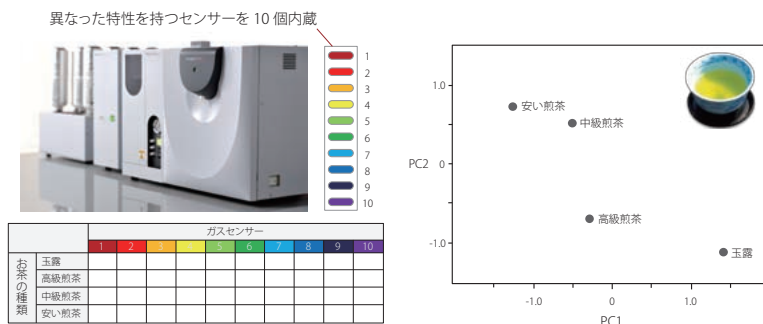
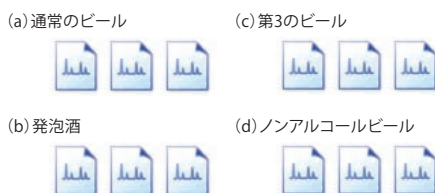


図1 お茶の香りに対する主成分分析

《STEP 1》

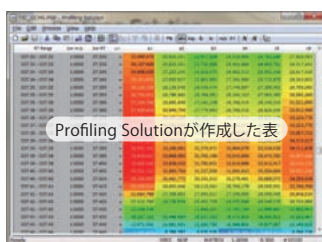
クロマトデータの採取



《STEP 2》

クロマトデータから表を作成

Profiling Solution
プロファイリング・ソリューション



《STEP 3》

SIMCA-P+ に表を読み込んで解析

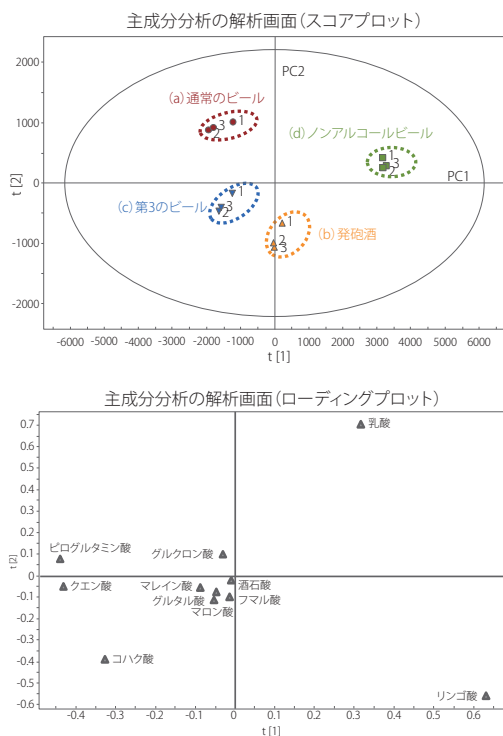


図2 クロマトデータに対する多変量解析

の化合物を網羅的に調べるには(2)が適しています。

●《STEP2：クロマトデータから表を作成》このステップでは、クロマトデータから表を作成します。この表は、次のステップにおいて、SIMCA-P+に読み込んで多変量解析するためのものです。ここでは、Profiling Solution (プロファイリング・ソリューション) が表の作成を担っています。

この表の精度は、STEP3での解析精度に大きな影響を及ぼします。解析精度が低くなると誤った判定を下す恐れがあることから、本ステップの精度は非常に重要です。Profiling Solutionは、独自のアルゴリズムにより高い精度を誇っており、多変量解析に与える誤差を抑制することが可能です。

●《STEP3：SIMCA-P+に表を読み込んで解析》STEP3は、多変量解析(主成分分析)した結果であり、この上図はスコアプロットと呼ばれています。計12個の分析データが4つのグループに分類でき、(a)～(d)の差が現れています。ここで、PC1軸から見た場合、(d) ノンアルコールビールが他と大きく異なっていることが理解できます。

●次に、スコアプロットで視覚化できた差異に対し、試料中に含まれているどの成分が影響を及ぼしているのかをローディングプロットで確認します。酒石酸やフマル酸、マレイン酸などは、直交する軸の中心付近に集まっていることから、差異に大きな影響を及ぼしていないことを意味します。一方、大きな差異を生み出している成分は、離れたところに位置しているリンゴ酸や乳酸などであることがわかります。

■多変量解析を活用したクロマトデータ解析

●今回は有機酸を例として取り上げましたが、他の成分や未知のものなどさまざまな化合物を対象とした多変量解析にチャレンジするためには、柔軟対応できるシステムが必要であることから、All-round LCであるNexeraが適しています。

●一方、質量分析計に関し、LCMS-2020やLCMS-8030、LCMS-IT-TOFは、正負イオン化切替時間が世界最高クラスであることから、フロントエンドLCとしてNexeraを搭載すれば、多数のピークをシャープに測定することが可能になります。

多変量解析(主成分分析)の詳細につきましては「テクニカルレポートNo.52：多変量解析(主成分分析)を活用したクロマトデータ解析の基礎」をご参照ください。
<http://www.an.shimadzu.co.jp/hplc/prominence/tec.htm>

また、弊社主催の講習会「ケモメトリクス入門講習会 - 分析化学のための多変量解析 -」もご活用ください。
<http://www.an.shimadzu.co.jp/spectro/support/training/spc/chemometric.htm>

(Km)

超高速液体クロマトグラフ

“Nexera Method Scouting”



“Nexera Method Scouting” は、次世代 UHPLC “Nexera” をベースとして設計されたメソッドスカウティングシステムです。専用制御ソフトウェア “Method Scouting Solution” と高耐圧・堅牢なカラムスイッチングシステムを用いて移動相とカラムを自動で切り換え、迅速で的確なメソッドスカウティングフローを実現します。HPLC におけるメソッド開発の効率化を強力にサポートします。

■ メソッドスカウティングとは？

メソッドスカウティングとは、HPLC におけるメソッド開発初期に行われ、分析種に適したカラムや移動相などの分析条件の最適な組合せを探索することを意味します。特に不純物や生体試料、天然物などの未知試料の分離に用いるカラムや移動相などの選択は、トライ＆エラーで検討する必要があり、この作業は非常に多くの時間と労力を要します。

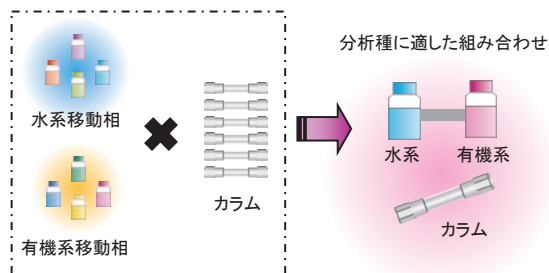


図 1 メソッドスカウティングとは

■ “Nexera” の高い信頼性

“Nexera Method Scouting” は超高速分析で定評のある “Nexera” をベースとして構築されています。これにより、超高压下での安定送液や低注入量からの優れた注入再現性、極低キャリーオーバーなど超高速分析から汎用分析まで信頼性の高いメソッドスカウティング結果を提供します。

図 2 に、“Nexera Method Scouting” の流路図を示します。各ポンプに移動相切換バルブが付いた高圧グラジエントシステムで、カラムオープンには新規開発の高耐圧カラムスイッチングバルブ FCV-34AH (100MPa 耐圧) とマニホールドを設置し、一台でカラムと移動相は 96 通りの条件検討が可能です。

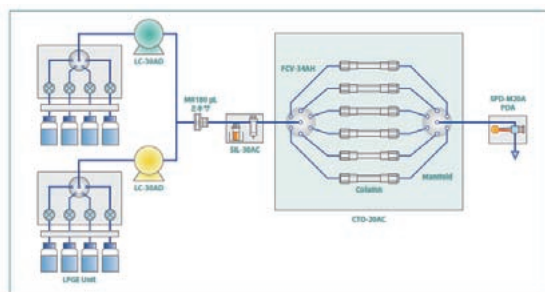


図 2 “Nexera Method Scouting” 流路図

■ Method Scouting Solution による簡単操作

“Nexera Method Scouting” 専用ソフトウェア “Method Scouting Solution” はグラフィカルユーザインタフェースにより、スカウティングを行う条件を簡単・正確に設定できます。図3に、“Method Scouting Solution” のメイン画面図を示します。

メソッドスカウティングに使用するカラムと移動相はデータベースにて管理し、画面上のボトルやカラムのグラフィックで選択するだけで設定を行うことができます。移動相とカラムが接続される配管は、画面上のグラフィックの色と連動した色分けがされており、設定ミスのリスクを低減できます。グラジエント溶離条件のみならず、イソクティック溶離条件も画面上で容易に設定することができます。移動相やカラム切換え時のバージやカラム平衡化も自動で行うため、信頼性の高いデータが得られます。

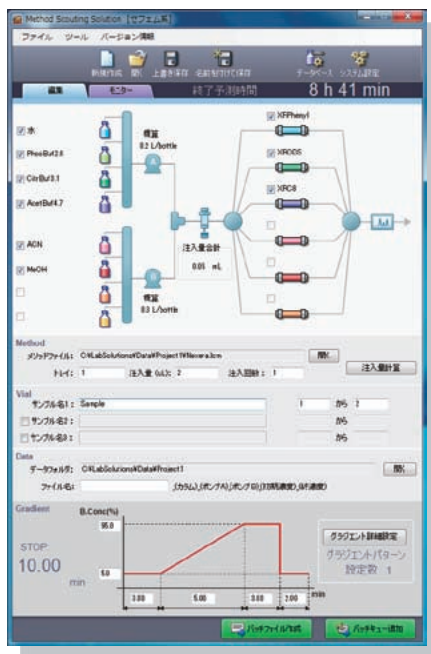


図3 “Method Scouting Solution” 画面例

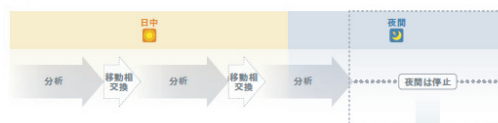
■ 迅速な条件検討による生産性向上

メソッドスカウティングでは、多くの移動相やカラムを組み合わせた条件でデータ採取を行います。分析者がこれらを手動で切り換えると1日の業務時間では限りがああり、効率的なメソッドスカウティングを行うことができません。

“Nexera Method Scouting” では、時間的な制約を受けることなく自動で移動相やカラムの組み合わせを切換えてデータを連続取得することができますので、メソッド開発における大幅な生産性の向上を図ることが可能です。

メソッドスカウティングを超高速分析 (UHPLC) で行い、得られた結果を汎用分析条件 (通常の HPLC) へ適用することもでき、より効率的なメソッド開発が可能になります。

通常のHPLC/UHPLCシステム



Nexera Method Scouting

Nexera Method Scoutingでは夜間も自動的に移動相、カラムを切換えて分析を自動実行

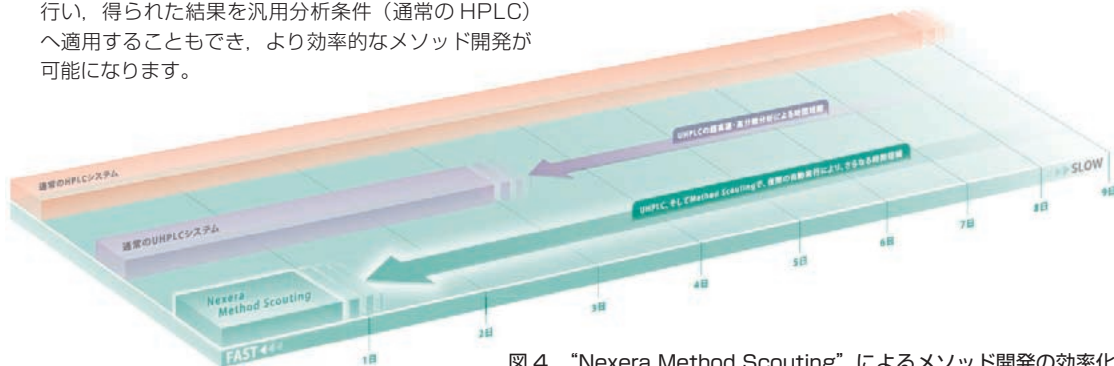
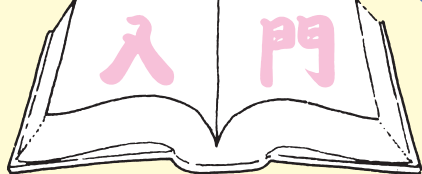


図4 “Nexera Method Scouting” によるメソッド開発の効率化

Introductory



前号では、二つのピークの相互分離を示す指標として、「分離度」について解説しました。今回は、分離度と分離係数、保持係数、理論段数との関係を基にした、分離の最適化についてのおはなしです。

● 分離度と理論段数、分離係数、保持係数との関係式

分離度 (R) と理論段数 (N)、分離係数 (α)、保持係数 (k)、との関係は、(1) 式で表すことができます。(ただし、二つのピークのピーク幅が等しく、 k は後ろのピークの保持係数とします。)

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

では、分離度の向上に、理論段数、分離係数、保持係数が具体的にどのように寄与するのでしょうか？(1) 式を基に考えてみましょう。

● 理論段数の寄与

(1) 式より、分離度は理論段数の平方根に比例しますので、理論段数が 2 倍では分離度は $\sqrt{2} = 1.41$ 倍に、また 4 倍では $\sqrt{4} = 2$ 倍になります。

今、理論段数 10,000 段のカラムを用いた時、2 本のピークの見分度度が「0.8」であったとします。分析カラムを変更して、分離度を「1.5」(完全分離)に向上させるためには、理論段数をいくらにすればよいでしょうか？この場合、分離度を $1.5/0.8 = 1.9$ 倍にすることになりますので、分離係数、保持係数が変わらないとすると、理論段数は $1.9^2 = 3.6$ 倍、すなわち 36,000 段必要であることがわかります(図 1)。理論段数を高めるには、同じ充填剤ではカラム長さを長くすればよいのですが、この例では長さを何と 3.6 倍にもしなければなりません。

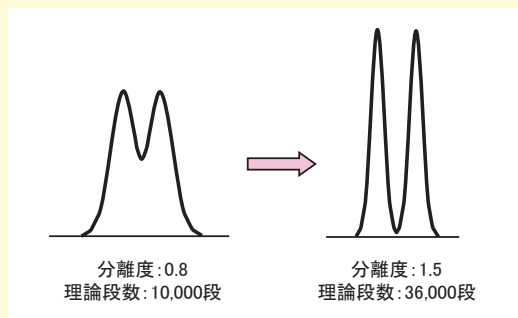


図 1 理論段数と分離度

分離度のはなし その2

しかし最近では、充填剤粒子径が 2 μm 以下のカラムを用いた超高速 LC (UHPLC) により、同じカラム長さでもより高い理論段数が得られるようになってきました。ただし、この場合、カラム圧が高くなるため、高耐圧な HPLC 装置が必要となります。

● 分離係数の寄与

(1) 式における分離係数が分離度に与える影響、すなわち α と $(\alpha - 1) / \alpha$ の関係は、図 2・左のようになります。

分離係数は 2 本のピークの保持係数の比であり、充填剤固定相、移動相 pH (イオン性分析種の場合)、移動相有機溶媒の種類、カラム温度などの条件により変化します。図 2 より、分離係数は「1.2」程度までほぼ直線的に分離度向上に寄与することがわかります。前出の例において、分離度「0.8」での分離係数を「1.1」とすると、分離度「1.5」を得るには分離係数は「1.2」程度にすればよく、効率的な分離度向上が可能です。ただし、条件を最適化するための検討時間が必要です。

● 保持係数の寄与

分離係数と同様に、(1) 式における k と $k/(1+k)$ の関係は、図 2・右のようになります。

保持係数はより溶出力の小さい移動相に変更すれば大きくできますので、例えば逆相クロマトグラフィーにおいては、有機溶媒比率を下げればよいことになります。しかし、図 2・右のように、保持係数が分離度向上へ寄与するのは溶出が早いピークの場合であり、例えば保持係数を「3」から「9」にしても、分離度は 1.2 倍にしかならない反面、分析時間が長くなってしまいます。

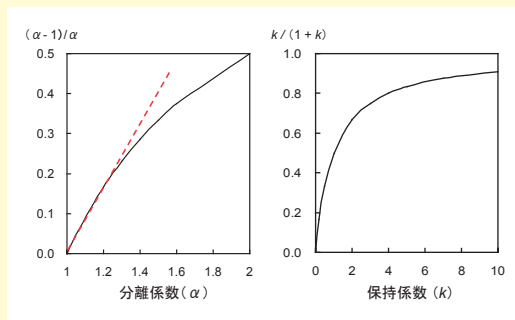


図 2 分離係数、保持係数と分離度

以上のように、(1) 式から分離度向上のための基本的な考え方を理解することができます。基本はしっかりつかみましょう！
(Mk)

No.L429 カラムスイッチングイオンクロマトグラフィーによるリチウムイオン二次電池用電解液中六ふっ化りん酸リチウム分解物の分析（その2）

HPLC No.L429

カラムスイッチングイオンクロマトグラフィーによるリチウムイオン二次電池用電解液中六ふっ化りん酸リチウム分解物の分析（その2）

リチウムイオン二次電池用電解液に用いられる六ふっ化りん酸リチウムは、電解液中に含まれる微量水分により六ふっ化物イオンへ加水分解され、電池性能に影響を与えます。ここでは、リチウムイオン二次電池の加速劣化試験を行い、その電解液を分析した例をご紹介します。

HPLC No.L430

高速高分離分析の応用（その42）“Nexera”による食品中アフラトキシンの分析—イムノアフィニティカラムによる前処理—

アフラトキシンは発がん性や急性毒性を持つカビ毒で、食品における汚染が厳しく監視されています。ここでは、加工品および香辛料中のアフラトキシンをイムノアフィニティカラムで精製し、高感度蛍光検出器を用いて高速高感度分析（直接蛍光検出）した例をご紹介します。

HPLC No.L431

高速高分離分析の応用（その43）“Nexera”によるヒト血漿中グリベンクラミドのキャリアオーバー評価

血漿中薬物分析の分野において高感度な定量が求められるに伴い、オートサンブラのキャリアオーバーが高感度分析に影響を与えることが問題となっています。ここでは、ヒト血漿中グリベンクラミド定量における Nexera オートサンブラ “SIL-30AC” の低キャリアオーバー性能についてご紹介しています。

LCMS No.C82

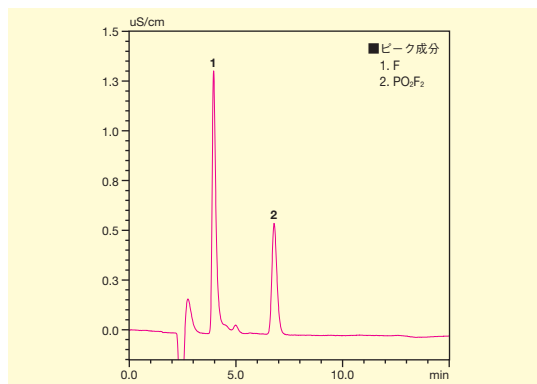
トリプル四重極型 LC/MS/MS を用いた杜仲茶中のゲニポシド酸とクロロゲン酸の分析

トチュウ (*Eucommia ulmoides*) の葉で作る杜仲茶にはイリノイド類であるゲニポシド酸やクロロゲン酸が豊富に含まれており、特にゲニポシド酸には血圧降下作用があります。ここでは、トリプル四重極型質量分析計による杜仲茶中のゲニポシド酸、クロロゲン酸の分析をご紹介します。

LCMS No.C83

トリプル四重極型 LC/MS/MS を用いた杜仲茶の定性分析（プリカーサイオンスキャン）

トリプル四重極型質量分析計 LCMS-8030 の定性分析では、共通のプロダクトイオンをもつプリカーサイオンを調べるプリカーサイオンスキャンや、共通の中性フラグメントを脱離するイオンを検出するニュートラルロススキャンが利用されます。ここでは、LCMS-8030 を用いた杜仲茶中の有効成分探索を例に取り、プリカーサイオンスキャンについて説明します。



LCMS No.C84

トリプル四重極型 LC/MS/MS を用いた油脂中の 3-MCPD 脂肪酸ジエステルの分析

3-MCPD (3-monochloropropane-1,2-diol) は、脱脂大豆などの植物性たん白を塩酸で加水分解した調味料を製造する際に生成する副産物で、3-MCPD 脂肪酸エステルは、天然の植物性油脂に多く存在します。ここでは、LCMS-8030 によるパーム油中の定量分析をご紹介します。

LCMS No.C85

ノンサプレッサー方式 IC-LC/MS による過塩素酸の分析

過塩素酸塩は、火薬などに使用されている化学物質で、日本では水道法の要検討項目となっています。ここでは、陰イオン交換カラム Shim-pack IC-A3 (S) を用いたノンサプレッサー方式イオンクロマトグラフとシングル LC/MS を接続したシステムによる過塩素酸分析例をご紹介します。

LCMS No.C86

トリプル四重極型 LC/MS/MS を用いた鮭中マラカイトグリーンの分析

マラカイトグリーンは薬事法により養殖水産動物への使用は禁止されています。ここでは、マラカイトグリーンおよび代謝物であるロイコマラカイトグリーンについて、LCMS-8030 での定性性の確認と鮭の抽出溶液を用いて添加回収測定した結果をご紹介します。

LCMS No.C87

トリプル四重極型 LC/MS/MS を用いた農産物中残留農薬の分析

農薬の使用に関しては、平成 18 年 5 月 29 日よりポジティブリスト制度が導入されており、約 800 種類の農薬・動物医薬品に対して残留基準および分析法が設定されています。ここでは、農薬 43 成分について LCMS-8030 を用いて一斉分析を行った例をご紹介します。

第 240 回液体クロマトグラフィー研究懇談会 (2011 年 6 月, 東京)

液体クロマトグラフィーによるリチウムイオン二次電池用電解液の分析

田中健一郎

講演主題「工業分野における液体クロマトグラフィーの有効活用」において、液体クロマトグラフ、液体クロマトグラフ質量分析計、イオンクロマトグラフを用いたリチウムイオン二次電池用電解液中の溶媒、電解質、不純物の分析について報告した。

HPLC 2011 (2011 年 6 月, ハンガリー)

Detection of Panax Ginseng Extracts Using Comprehensive Two-dimensional LC-MS Coupled with PCA

吉田達成, 田中健一郎, 小倉泰郎, 西根勤, 三上博久, L. Mondello*, P. Dugo*
(*: メッシーナ大学)

異なる pH の移動相を用いた逆相クロマトグラフィーによるコンプリヘンシブ 2 次元 HPLC と LCMS-IT-TOF を組み合わせたシステムを構築した。ここでは、薬用人参抽出液を 2 次元分離し、主成分分析 (PCA) を行った結果を報告した。

Ultra High Performance Liquid Chromatographic Analysis of Organic Acids with Post-column pH Buffered Electrical Conductivity Detection

渡邊京子, 大垣内誠, 家氏淳, 三上博久

超高速逆相 LC により有機酸を高速分離し、pH 緩衝化ポストカラム - 電気伝導度検出法により高感度に選択性良く検出できるシステムを構築した。ここでは、分離条件および検出条件の最適化について検討した結果を報告した。

Ultra Low Level Determination of Bisphenol A and Poly Aromatic Hydrocarbons in River Water Using Column-Switching HPLC with Fluorescence Detection

渡部悦幸, 日根隆, 谷川哲也*, 久保拓也*, 細矢憲*
(*: 東北大学大学院)

河川水中ビスフェノール A および多環芳香族炭化水素について、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システムによりオンライン前処理し、HPLC 蛍光検出システムで高感度検出した結果を報告した。

第 241 回液体クロマトグラフィー研究懇談会 (2011 年 7 月, 東京)

UHPLC に対応した LC-MS, LC-MS/MS とは

塚本多矩

講演主題「LC-MS, LC-MS/MS の最前線」において、超高速分析が可能な UHPLC/MS 用のシングル四重極型質量分析計「LCMS-2020」およびトリプル四重極型質量分析計「LCMS-8030」による超高速検出について、「Nexera」との組み合わせによる分析例を交えて紹介した。

The Second International Symposium on Process Chemistry (ISPC 2011) (2011 年 8 月, 京都) High Sensitivity Analysis of Impurities in Pharmaceuticals by New Automated Pretreatment HPLC System

山部恵子, 辻井貫也, 中山大介, 大橋浩志, 岩田庸助, 早川禎弘, 三上博久

医薬品中の夾雑成分を除去し、目的不純物を濃縮するために HPLC によるオンライン 2 次元自動前処理システムを開発した。最適化されたメソッドにより、痕跡レベルの目的不純物を吸光光度検出器で十分な感度を持って検出できることを報告した。

Separation Sciences 2011 (2011 年 9 月, 千葉)

メソッドスカウティングシステムによる超高分離条件の迅速探索

寺田英敏, 山口忠行, 早川禎弘, 西根勤

メソッド開発プロセスの時間短縮と自動化を目的として構築した UHPLC 対応「メソッドスカウティングシステム」を、天然物の超高分離条件の探索へ適用した結果について報告した。

坂 真智子 先生

「HPLC に出会って四半世紀」

さかまちこ = 財団法人 残留農薬研究所 化学部残留第2研究室
室長

- ▶ 1983 年 3 月明治大学農学部農芸化学科卒業, 1983 年 4 月財団法人残留農薬研究所化学部入所, 2003 年 4 月～現在財団法人残留農薬研究所 化学部残留第 2 研究室長, 2010 年 6 月明治大学大学院農学研究科 博士(農学)号取得
所属学会(委員): 日本分析化学会液体クロマトグラフィー研究懇談会(運営委員), 日本農薬学会農薬残留分析研究会(委員), 日本農薬学会 レギュラトリーサイエンス研究会(委員), クロマトグラフィー科学会(役員)

専門分野	残留農薬試験 [作物, 環境試料(土壌, 河川水, 水道水等)], 農薬の含量分析 [純度, 成分組成分析(5ロット)]等
将来の夢	地域伝統料理の食べ歩き
趣味	ソフトボール, 旅行, ガラス品収集



謹んで新年のご挨拶を申し上げます。

昨年は東日本大震災に見舞われ、日本中、世界中が大きな悲しみに包まれました。しかし一方では、なでしこジャパンの躍動など一縷の明るいニュースもありました。

本年もいっそう内容充実を目指し、編集局一同頑張っておりまいますので、引き続きご愛読いただきますよう、よろしくお願い申し上げます。(Ho)

「HPLC 2011 Dalian」に参加、協賛しました！

☆ **HPLC 2011 Dalian**

昨年6月の「HPLC 2011 Budapest」に続き、10月8日～11日、中国遼寧省大連市において「HPLC 2011 Dalian (37th International Symposium on High Performance Liquid Phase Separations and Related Techniques)」が開催されました。本HPLC国際学会は、1973年より欧州と米国で交互に開催されてきましたが、「HPLC 2008 Kyoto」に正式にアジア地域での開催がスタートし、今回の「HPLC2011 Dalian」がアジアで2回目の開催となります。(ただし、2001年に「HPLC Kyoto」が特別開催されています。)

今回の学会では、登録人数が800人を超え、アジア地域での盛り上がりを感じられました。ここ数年、本学会では超高速LCというテーマが大きな話題を集めていましたが、今回は、あるサンプルを対象とした前処理からの解析までの分析フローを紹介するような発表案件が多いように感じられました。もちろん、著名な先生方を中心に、基礎理論、2D LC、超高速LCといった先端的な発表も行われ、こちらも大きな注目を集めていました。

本学会に島津グループはプラチナスポンサーとして協賛し、最大級の展示ブースを出展、バンダーセミナー開催のほか、口頭発表1件、ポスター発表17件を行いました。また、学会2日目の夕食時には、「島津之夜 (Shimadzu Night)」と称した情報交換会を開催し、世界中の多くの著名な先生方を中心に180名を超える方々に参加いただき、大盛況となりました。



HPLC2011 Dalian 会場入口



「島津之夜」の様子

「新アミノ酸分析研究会」第1回学術講演会が開催されました！

アミノ酸分析研究を発展させることを目的として、「新アミノ酸分析研究会」(<http://w3pharm.u-shizuoka-ken.ac.jp/AAA/>)が設立され、昨年12月9日島津製作所東京支社イベントホールにおいて、第1回学術講演会(キックオフセミナー)が開催されました。島津製作所は賛助会員として、本研究会を支援しています。



「島津東京ハイテクプラザ」をリニューアル・拡充！

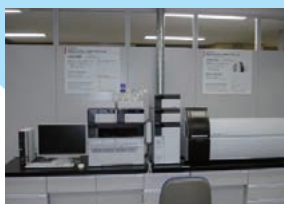
- 弊社では、東日本地区における分析計測機器のお客様への支援強化を目的とし、東京支社（東京都千代田区神田錦町1丁目3）内のショールーム「島津東京ハイテクプラザ」をリニューアル・拡充しました。
- 今回のリニューアル・拡充で、従来の試験機エリア、非破壊工業用X線検査機器エリアに加えて、液体クロマトグラフ、液体クロマトグラフ質量分析計、ガスクロマトグラフ、ガスクロマトグラフ質量分析計、フーリエ変換赤外分光光度計をはじめとする、弊社最新主力製品エリアを新たに設置しました。
- これにより、これら機器の購入調査に係わる試料分析（依頼・立会分析）や装置見学をはじめ、技術情報およびアプリケーションデータ提供、実機による講習会などお客様サポートにも対応できる施設となりました。
- 特に東京都内、近辺地域のお客様の利便性が大きく高まった「島津東京ハイテクプラザ」を、ぜひご活用いただきますようよろしくお願い申し上げます。



液体クロマトグラフ/液体クロマトグラフ
質量分析計エリア



島津製作所東京支社外観



Nexera/LCMS-8030



非破壊工業用X線検査機器エリア

LC talk
Vol.82

発行日：2012年1月10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