

# LC *talk*

VOL. **86**



2013 *January*

## 日本発の分析科学に期待する

公益社団法人 日本分析化学会

会長 中村 洋

(液体クロマトグラフィー研究懇談会 委員長,  
東京理科大学薬学部 嘱託教授)



### 1. はじめに

昨年は12月に山中伸弥教授がiPS細胞の開発でノーベル医学生理学賞を受賞され、喜びで日本中が大いに沸いた。これで日本人のノーベル賞受賞者は18名となり、アジアではインド(4名)、中華民国(4名)、中華人民共和国(2名)、大韓民国(1名)などを大きく引き離し断トツの第1位である。しかし、2010年にGDP世界第2位の座を中国に奪われた事実象徴されるように、中国、韓国をはじめとするアジア諸国の経済的発展により、アジアの盟主としての日本の地位は崩れ始めている。明治維新以来培ってきた研究教育重視の伝統とその実績により、現状の日本は科学技術面では辛うじてアジアでは最も評価が高い。しかし、将来的には人口の大幅減少が見込まれることから、従来にも増して科学技術重視の施策と有効な具体策が望まれる。一国の将来あるいは国力はその国の科学技術力、産業力等を総合したものであるが、ここでは、分析科学の立場から将来の日本の発展にどのような貢献ができるか、持論を述べさせて戴く。

### 2. 日本近代化の道筋

16世紀の大航海時代に始まったヨーロッパ諸国の植民地支配の波は、アジアにも押し寄せ、19世紀までには欧米列強により次々と植民地化されて行った中で、日本は幸いにも植民地化を免れた数少ない国である。明治政府は富国強兵と殖産興業に努め、欧米に追い付き追い越せを掛け声として近代化を図ってきた。日本は第二次世界大戦による焼土の中から朝鮮戦争(1950～1953年)特需で復興の兆しを掴み、国土に化石燃料や鉱物資源が殆どない状況ながら、貿易立国を旗印にして繊維産業、造船産業、電子産業、自動車産業と次々に世界をリードする近代国家として蘇った。1975年には主要6カ国首脳会議(G6)のアジアで唯一のメンバーとなり、先進国入りを果たした。G6は1976年にはカナダを加えて

G7、1998年にはロシアを加えて現在のG8となるが、アジアからの参加国は未だに日本のみである。1950年代～1970年代の日本の急速な経済復興は、『ジャパン・アズ・ナンバーワン (Japan as Number One)』(1979年、エズラ・ヴォーゲル)の出版に象徴されるように、世界の奇跡と称され、1987年にはGDPも旧ソ連を抜いてアメリカについて世界第2位となった。このように、日本はアジア諸国の中でも特異な発展を遂げたが、その基盤が国民の高い教育水準と勤勉な国民性にあることは論を俟たない。

しかしながら、総務省統計局の資料によれば、日本の総人口は2010年の1億2800万人をピークに年々減少し、出生率を1.35と仮定した場合、2065年には8000万人を割り込み、2095年には5100万人に落ち込むという。今更言うまでもないが、国力の維持にとって人的資源が物質的資源にも増して重要である。総人口がV字回復兆候を見せるまでは、何としても日本の国力と競争力を維持しておく必要がある。

### 3. 分析科学の位置付け

日本は戦後68年間、平和な時代を享受し、科学技術立国を体現する成熟した先進国家に発展した。しかし、日本の人口は緩やかな減少期に入っており、国力の漸次低下も否めない。手を拱いていては、日本の衰退を座視するだけであり、何らかのコンフル剤が必要なことは自明である。ここで想い出して欲しいのは、何故日本だけがアジアで唯一、先進諸国の仲間に入っているかである。前述した教育水準の高さや勤勉性に加えて、一言で言えば日本国民特有の「モノづくりの巧さ」に日本の発展を支えた大きな要因があろう。換言すれば、「手先の器用さ」や「模倣の巧さ」のような要素技術に加え、「創造的改良能力」、「几帳面さ」など日本人特有の長所が高品質なモノづくりに繋がっているのである。

さて、少子高齢化に伴う国力の低下を補うには、

量ではなく質を重視した科学技術施策が不可欠である。即ち、工業製品にせよ研究にせよクオリティーの高さが付加価値を高めるのであるが、その肝心な部分を担っている学問分野が分析科学である。分析科学の神髄は方法論の創出にあり、その成果は他の諸分野のブレイクスルーに強力な武器を与えることになる。産業界においては、新規材料の開発過程で必要とされる評価解析技術、高品質の製品供給に求められる標準化などにおいて分析科学は大きく貢献している。この意味で、分析科学は研究面でのフロンティアツールであると同時に、産業界のコアサイエンス（コアテクノロジー）でもある。最近は、「分析機器や試薬は科学と産業の血液」のような趣旨の発言が、行政当局から多く聞かれるのは喜ばしい限りである。まさに、「分析科学は科学と産業の血液」であり、日本の将来はこれからの分析科学に掛かっているとと言っても過言ではない。

#### 4. 分析科学の発展

上記の視点に立ち、(公社)日本分析化学会(JSAC)は国内の「分析力」の底上げを志向した幾つかの事業を推進している。その主なものを以下に紹介させて戴く。

JSACは1999年以来、分析試験所認定に伴う技能試験を実施しているが、2010年度からは一般技術者を対象に分析士認証制度の運用を開始した。本制度は、個人の技量に応じて初段から五段の段位により専門能力を認定するものである。現在までに液体クロマトグラフィー分析士、LC/MS分析士、イオンクロマトグラフィー分析士の3種類が設定されており、各種分析士の数は近々1,000名に迫る勢いである。昨年11月には分析士会が創設され、ロゴマークも設定されているので、詳細はホームページ(<http://www.lckon.org/bunsekishi/index.html>)を参照願いたい。分析士資格は個人評価の指標となり得ることから、分析機器メーカー、受託分析企業、人材派遣企業など幅広く活用戴いている。さらに、受託分析企業については産業界に正確な分析値を提供

する社会的責任があることから、昨年JSACの傘下に受託分析研究懇談会を設立し、関連分析技術の向上と分析担当者の相互交流を手助けする仕組みを構築した。残念ながら、「分析」に対する世間の認知度と理解は必ずしも十分ではない。そこで、日本の分析界を代表する4団体、即ちJSAC、(一社)日本分析機器工業会(JAIMA)、(一社)日本試薬協会(JRA)、(一社)日本科学機器協会(JSIA)の協力のもと、国民に分析界の重要性をアピールする場の創設を提唱し、「日本分析フォーラム2012」を昨年創設した。学会と分析産業が一体となって日本分析界の発展を図る場として、日本分析フォーラムが発展することを願っている。

一方、学問としての分析科学をグローバルな視点で眺めると、アメリカ化学会(American Chemical Society; ACS)と英国王立化学会(Royal Society of Chemistry; RSC)の2極が世界を牛耳っているのが現状である。そこで、JSACは主に東アジア諸国の分析科学者に呼びかけてアジア分析化学ネットワーク(Asian Analytical Chemistry Network; AACN)を2010年に構築し、アジアに日本を中心とする第3極を形成する試みを展開中である。

#### 5. おわりに

分析科学は、科学のフロンティアとコアの両面を持つ独特な学問体系であるが故に、科学技術立国、知財立国を目指さざるを得ない日本にとっては生命線とも言うべき存在である。従って、分析科学の成果(シーズ)を社会に還元し、逆に社会の要請(ニーズ)に応えるためのインターフェイスとして、分析産業界の位置付けは極めて重い。極論するならば、日本の未来の明暗を決定するのは国内の分析科学と分析産業界であり、双方が協調し「分析力」を高めながら発展して行くことが肝要である。この意味において、日本における斯界のトップ企業である島津製作所に期待するところ、誠に大である。

(2012年12月24日 記)



分析士会ロゴマーク (モノクロ版)



分析士会設立総会 (2012年11月9日)

## スポンジ状分離剤を用いた 環境分析の簡便化と高感度化

京都大学  
大学院工学研究科  
材料化学専攻  
准教授 久保拓也



■液体クロマトグラフィー (LC) に関連する近年の研究において、充填剤開発ではモノリス型あるいはコアシェル型カラム、システムとしてはUltra High Performance Liquid chromatography (UHPLC) の登場、また、検出に関しても様々な質量分析計や高感度蛍光検出器などが開発されており、LCによる高性能／高感度分析が達成されている。

■一方で、分析前段階における技術開発に関しては、ここ10年余り革新的な技術はほとんど開発されておらず、汎用の固相抽出剤の最適化程度に留まり、高感度化は後段の分離カラム／検出器に委ねられてきた。しかし、環境試料や生体試料等の実試料分析においては、前処理における目的物質の濃縮が必須であり、試料に含まれる夾雑成分によっては定量値が不確かな場合も多々ある。例えば、質量分析計において多量の夾雑成分が含まれる場合には、イオンサプレッションの影響で目的成分の定量値が実際よりも低く検出されることがあり、環境試料や生体試料中の特定の成分を知る上では致命的な問題になる。

■このような問題を受けて、我々の研究グループでは環境汚染物質の効率的な濃縮技術および環境分析の簡便化／高感度化を目指して、新たな分離剤開発に取り組んできた。通常、環境分析では、低濃度の目的成分 (1 ppb 以下) を含む試料を多量 (場合によっては 1 L 以上) に濃縮する必要があるため、高い通水性と高流速下での吸着能を有した分離剤が有効である。しかし、一般的な粒子充填型あるいはモノリス型の固相抽出剤では、上記を満たすことが難しく、さらに生産性および充填作業等の操作性からもスケールアップが容易ではない。また、もう一つの重要な点として、通常ディスポーザルとして用いられる固相抽出剤は低価格であることが望まれる。そこで、これらの要件を満たす新たな分離剤形態として、我々はスポンジ状基材に着目した。

スポンジと言っても、台所用のスポンジが活用できるわけではなく、吸着性を有して、ラポレベルで合成できる材料を模索し、最終的にエチレン-酢酸ビニル共重合体 (EVA) を基とする多孔性樹脂が有効であることを見出した。

■「スポンジモノリス」と称したこの分離剤は、EVA と水溶性高分子の熱混練、成型、水洗浄により得ることができ、成形時の金型で自在に形状を選択することが可能であり、スポンジ状に起因する柔軟性から、合成後に簡便に任意の管内に充填することが可能である (図1参照)。さて、肝心の分離剤としての性能については、図2に示すとおり、一般的な充填剤と通水性を比較した場合には、30  $\mu\text{m}$  の粒子充填型と比較しても高速通液時の負荷圧は低く、通水性の指標である透過度  $K_F$  は  $8.5 \times 10^{-13}$  ( $\text{m}^2$ )

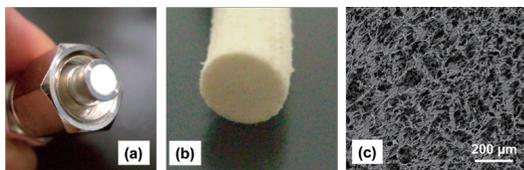


図1 スポンジモノリスの外観とSEM画像  
(a) 充填時のカラムエンド, (b) 成型後の外観, (c) SEM画像

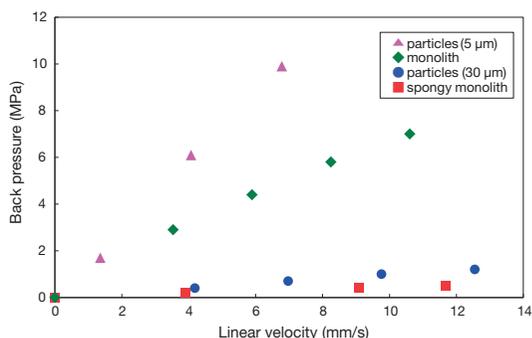


図2 各充填剤のLCにおける線流速とカラム負荷圧  
LC conditions: column size, 100 mm  $\times$  4.6 mm i.d.;  
mobile phase, MeCN/H<sub>2</sub>O = 7/3; temperature, 40 °C

となり、一般的な分離剤よりも通水性に優れていることがわかる。さらに、基材であるEVAは比較的疎水性であり、C<sub>18</sub>型の充填剤とほぼ同等の疎水性を示すこともわかった。

■ これらの基本的な性能を踏まえて、次に、分析前処理剤としての可能性を見出すために、カラムスイッチング型のLCシステムを用いたビスフェノールA (BPA) の分析例について紹介する。カラムスイッチングLCシステムの詳細については省略するが、分析ラインとは別に独立した前処理ラインを導入し、多量試料濃縮後にバルブ切り替えによって前処理用分離剤への吸着成分を分析ラインに送り、定量分析する手法で、本検討では前処理剤としてスポンジモノリスを適用し、その濃縮効果を検討した。河川水にBPAをスパイクした試料の濃縮前後のクロマトグラムを図3に示した。この比較から明らかとなり、濃縮前では検出できなかったBPAのピークが濃縮後(50 mL濃縮)は、汎用のUV検出でははっきりと見ることが出来る。この際の前処理時の流速は5 mL min<sup>-1</sup>であるが、10 mL min<sup>-1</sup>においても同様に95%以上の回収率でBPAを検出することが可能であった。また、同様のカラムスイッチングシステムを用いることで、図4に示すとおり多種の多環芳香族 (polycyclic aromatic hydrocarbons, PAHs) の蛍光検出器での高感度分析も可能となっており、スポンジモノリスが分析前処理剤として有効であることが明らかとなった。

■ 上述のように、スポンジ様材料を分離剤として用いることで、実試料分析の高速化および低コスト化の可能性が示唆された。冒頭で述べたとおり、LCシステム本体の技術開発による分析の高性能化/高感度化が進む一方で、今回紹介したような分析前処理の効率化による高感度化は、汎用の検出機器で十分に対応できることから、まだまだ研究開発の余地があると考えられる。現状、スポンジモノリスは通常分離剤と比べ吸着容量の点でやや劣るが、近い将来、汎用の分離剤として広く普及することを期待する。

#### 参考文献

- Tanigawa, T., Kato, K., Watabe, Y., **Kubo, T.**, Hosoya, K. *J. Sep. Sci.* 2011, 34, 2193-2198.  
 Watanabe, F., **Kubo, T.**, Kaya, K., Hosoya, K. *J. Chromatogr. A* 2009, 1216, 7402-7408.  
**Kubo, T.**, Watanabe, F., Kaya, K., Hosoya, K. *Chem. Lett.* 2008, 37, 950-951.

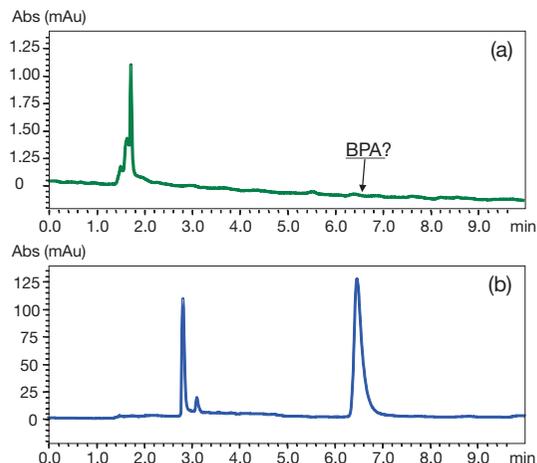


図3 スポンジモノリスを用いた含BPA疑似環境試料の分析前処理

(a): before pretreatment (injection: 50 mL), (b): after pretreatment on spongy monoliths (50 mL)

**LC conditions: Analysis** – column, Mightysil (150 mm × 4.6 mm i.d.); mobile phase, MeOH/H<sub>2</sub>O=6/4; flow rate, 1.0 mL min<sup>-1</sup>; detection, UV 274 nm; temperature, 40 °C

**Concentration** – column, spongy monolithic column (100 mm × 4.6 mm i.d.); temperature, 40 °C; flow rate, 5.0 mL min<sup>-1</sup>; sample, 0.5 mg L<sup>-1</sup> BPA aqueous solution (50 mL)

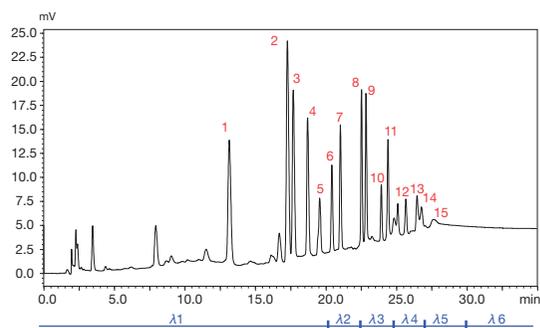


図4 スポンジモノリスを用いたPAHsの分析前処理

**LC conditions: Analysis** – column, Restek Pinnacle II PAH (250 mm × 4.6 mm i.d.); mobile phase, MeOH/H<sub>2</sub>O (40 to 100% gradient for 22 min); flow rate, 1.5 mL min<sup>-1</sup>; detection, fluorescence; temperature, 40 °C

**Concentration** – column, spongy monolithic column (50 mm × 4.0 mm i.d.); temperature, 40 °C; flow rate, 1.0 mL min<sup>-1</sup>; sample, PAHs spiked river water including 10% MeCN (10 mL)

**PAHs:** 1. naphthalene; 2. acenaphthene; 3. fluorene; 4. phenanthrene; 5. anthracene; 6. fluoranthene; 7. pyrene; 8. benzo[a]anthracene; 9. chrysene; 10. benzo[b]fluoranthene; 11. benzo[k]fluoranthene; 12. benzo[a]pyrene; 13. dibenz[a,h]anthracene; 14. benzo[g,h,i]perylene; 15. indeno[1,2,3-cd]pyrene  
**PAHs Conc.:** 2, 3, 4, 7, 8, 12, 13, 14, 15 (10 ng L<sup>-1</sup>); 5, 6, 9, 10, 11 (20 ng L<sup>-1</sup>); 1, 13 (100 ng L<sup>-1</sup>)

**Detection (excitation/ emission):** λ1 (270/330 nm); λ2 (250/370 nm); λ3 (330/430 nm); λ4 (270/390 nm); λ5 (290/430 nm); λ6 (370/460 nm)

# Products

島津超高速液体クロマトグラフ

## Nexera X2

Ultra High Performance Liquid Chromatograph



島津超高速液体クロマトグラフ Nexera が第 2 世代へと進化を遂げ、“Nexera X2” となりました。Nexera X2 では、新規フォトダイオードアレイ検出器“SPD-M30A”，新たな分離技術を提供する“*i*-PDeA 機能”（特許出願中），移動相ブレンド機能などの新機能を追加しました。Nexera X2 はこれらにより HPLC から UHPLC まで、新たな分析ワークフローを提供します。今回は、新規フォトダイオードアレイ検出器 SPD-M30A をご紹介します。

### ■ 世界最高レベルの低ノイズレベルと広いダイナミックレンジ

SPD-M30A では、新開発検出セル“SR-Cell (SR = Sensitivity and Resolution)”の採用をはじめとした光学系の新規設計により、世界最高レベルの低ノイズレベル  $0.4 \times 10^{-5}$  AU と広いダイナミックレンジを実現しました。

図 1 に、主成分とその 0.005 % の不純物の同時測定例を示します。SPD-M30A では、1 度の分析でこのような極微量不純物でも、S/N 比約 10 を確保することで、同時定量を可能としました。

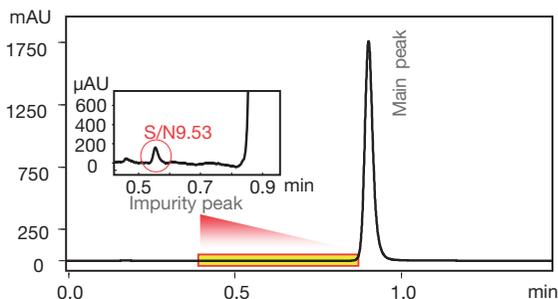


図 1 微量不純物の同時測定例

### ■ 低拡散による優れたピーク形状

SPD-M30A では、高感度性能とともに、低容量 SR-Cell により超高速分析で求められる低拡散を実現しました。図 2 に、SPD-M30A によるテーリング抑制例を示します。他社 UHPLC でシンメトリー係数 (S) = 1.5 となるピークを SPD-M30A では S=1.3 に抑制することができました（いずれも、Peak 1）。分析法開発時において、S=2 が上限の目安とされており、テーリングの抑制は重要なファクターです。

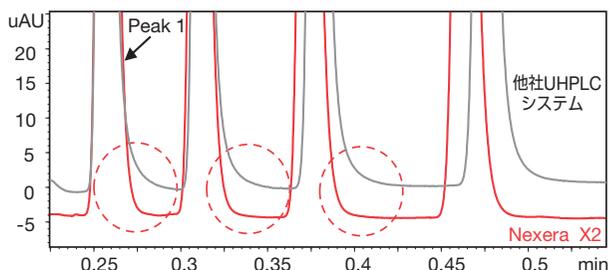


図 2 SPD-M30A のピークテーリング抑制例

## ■ 迅速なベースライン安定化

SPD-M30Aでは、新規光学系温調機能“TC-Optics (Temperature Controlled Optics)”を採用しました。本機能は装置起動時の温度を最終到達点の温度に速やかに調整するもので、ベースラインの安定スピードの迅速化を実現しました。

図3に、装置電源投入時のベースラインの安定化時間を示します。超高速分析のメリットである分析時間短縮においては、分析準備時間の短縮も重要であり、このベースライン安定化時間の差で一連の分析を完了できる場合があります。

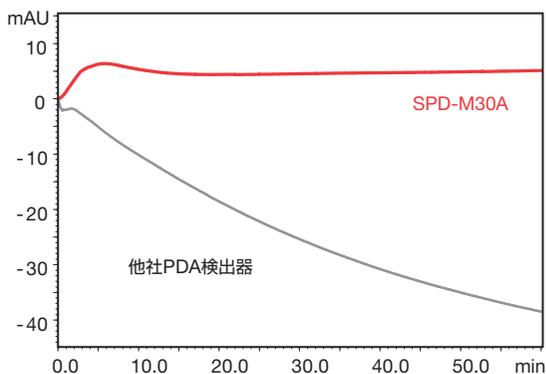


図3 装置起動時のベースライン安定化時間

## ■ 室温変動にも安定したベースライン

新規光学系温調機能 TC-Optics は、室温変動時においても光学系温度の安定化により、ベースラインの安定性向上に効果を発揮します。TC-Opticsにより、ランプからの光が安定してセルに導かれるため、セルを通過する光量変化が抑制され、ベースラインを一定に保つことができます。

図4に、室温を25℃から30℃に変化させた際のベースライン変動例を示します。空調ON/OFF時、5℃程度の室温変動が発生することがありますが、このような場合でもSPD-M30Aのベースラインは常に安定しています。この間のデータ信頼性向上や再分析のリスク低減ができ、分析の質と効率化の向上の両面で効果をもたらします。

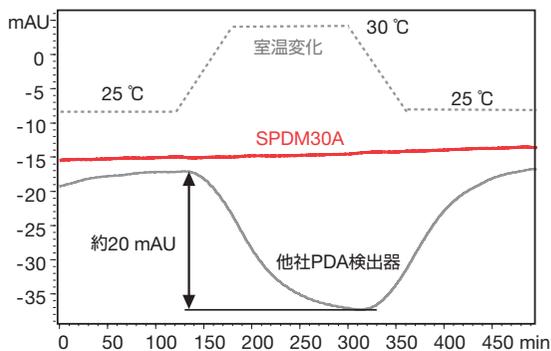


図4 室温変動時のベースライン安定性

## ■ 高感度セルによるさらなる高感度化

SPD-M30Aでは標準セルよりも光路長を長くした高感度セルをオプションとしてご用意しました。高感度セルは光路長が長いので、ピーク強度を高めることができます。

図5に、標準セルと高感度セルの比較例を示します。各ピークでのピーク高さは約8倍になり、S/N比においても約5.5倍の高感度化が達成されました。

HPLC分析では、試料濃縮や注入量の増加による微量成分の検出も可能ですが、溶解度の制約による濃縮の限界やピーク形状からの制約による注入量の限界もあります。このような場合、高感度セルの使用は微量成分の分析に有用な手段となります。

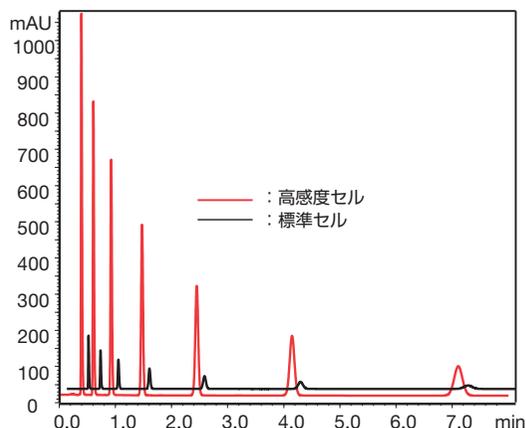
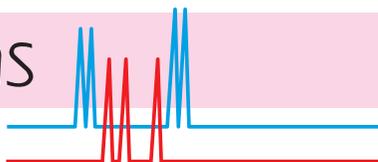


図5 標準セルと高感度セル(オプション)の比較例

● 次回は、Nexera X2の新たな分離技術“i-PDeA 機能”をご紹介します！



## イオン排除クロマトグラフィーにおける有機酸の分離改善 … カラム温度設定の工夫

イオン排除クロマトグラフィーによる有機酸分析においては、試料中に多成分の有機酸が存在する場合、移動相の酸濃度やカラム温度の変更、カラム2本の接続などにより、有機酸の相互分離の改善をはかります。ここでは、2本のカラムの温度設定を工夫することにより分離を改善した例をご紹介します。

図1に、2本のカラムを直列接続し、同一カラム温度（25℃および48℃）で12種類の有機酸混合標準液を分析したクロマトグラムを、分析条件を表1に示します。装置には、島津有機酸分析システム（ポストカラムpH緩衝化・電気伝導度検出）を用いました。カラム温度25℃では、こはく酸と乳酸、フマル酸と酢酸のピークが分離できていません。一方、カラム温度48℃では、こはく酸と乳酸、フマル酸と酢酸のピークは分離は可能ですが、りん酸とα-ケトグルタル酸、ぎ酸とフマル酸のピークが分離できていません。

この例のように、同一カラム温度で2本直列の条件

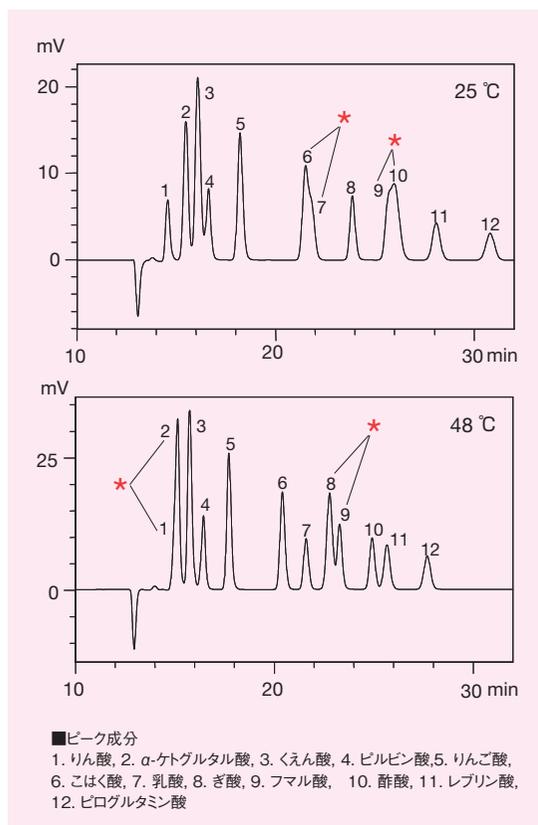


図1 カラム温度25℃と48℃における有機酸12成分標準液のクロマトグラム

表1 分析条件

カラム	: Shim-pack SCR-102H (300 mm L×8.0 mm I.D.) 2本
移動相	: 5 mmol/L p-トルエンスルホン酸
移動相流量	: 0.8 mL/min
カラム温度	: 25, 48℃
反応液	: 5 mmol/L p-トルエンスルホン酸, 20 mmol/L Bis-Tris, 0.1 mmol/L EDTA-4H
反応液流量	: 0.5 mL/min
検出	: 電気伝導度

で分析を行っても、有機酸類のカラム温度による保持挙動の違いにより、完全分離が達成できないこともあります。そこで、図2ようにカラムオープンを2台併設し、1本目のカラム温度を25℃、2本目のカラム温度を48℃にして分析を試みました。図3に、その結果を示します。

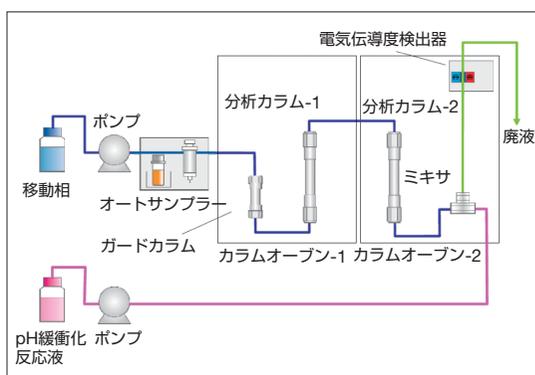


図2 流路図

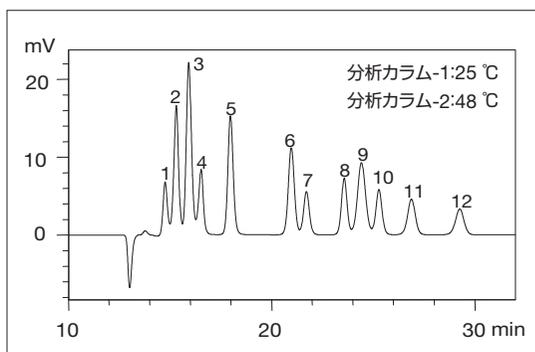
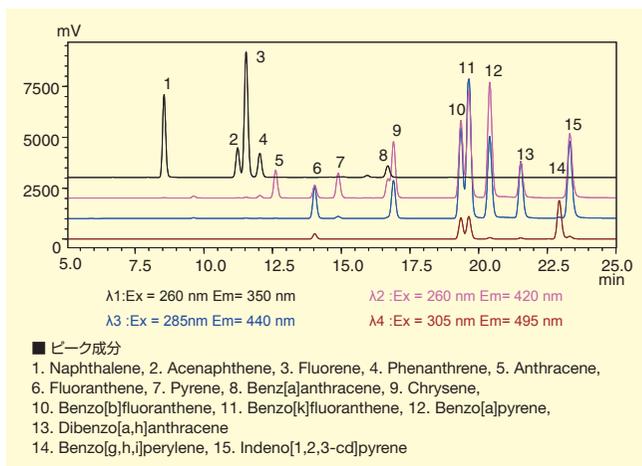


図3 カラム温度を別々に設定した時のクロマトグラム

以上、イオン排除クロマトグラフィーにおいて、2本のカラム温度の設定を工夫することにより、多様に分離挙動をコントロールすることができ、これまで分離が困難であった成分同士の分析も可能となることがわかりました。(Tr)



No.L441 蛍光検出器による複数波長での同時分析

## HPLC No.L440

### “Co-Sense for Impurities” による薬剤成分中不純物の LC/MS/MS 分析

一般に不純物管理には HPLC-UV 法がよく用いられていますが、不純物の定性、定量のためには主成分と不純物の分離に加えて不純物間の分離も必要となり、分離条件の設定にも手間を要することがあります。ここでは、医薬品成分中不純物の分析に、2次元分離機能を備えた LC/MS/MS システムを利用した例についてご紹介しています。

## HPLC No.L442

### 有機酸分析においてカラム温度が分離に与える影響

島津有機酸分析システムは、イオン排除クロマトグラフィーにより分析種を分離した後、カラム溶出液に pH 緩衝液を加え、電気伝導度検出器を用いて有機酸を選択的に検出するシステムです。この分析法では、より多くの成分を分離するために、カラム 2 本を直列に接続して用いることがあります。ここでは、2本のカラム温度を別々に設定し、分離困難であった有機酸の分離を可能にした例をご紹介します。

## HPLC No.L444

### 緩衝液のオンライン調製による分離条件検討の効率化

イオン性化合物が分析種である分析の条件検討では、分析種のイオン解離の平衡状態によりカラムへの保持の強度が大きく変わるため、適正な pH の緩衝液を用いて分析を行うことは重要です。ここでは、複数の溶液をオンラインで混合することにより移動相の pH を制御・調整し、分析に用いる手法をご紹介します。

## HPLC No.L446

### intelligent Peak Deconvolution Analysis (i-PDeA) による未分離不純物の検出

“intelligent Peak Deconvolution Analysis (i-PDeA)” では、フォトダイオードアレイ検出器で得られる UV スペクトルを利用し、微分スペクトル上で主成分を消去し不純物のみを視覚化することができます。これにより、従来のピークピュリティ法よりも確実に不純物を検出でき、分離条件の最適化を迅速に行うことができます。ここでは、高感度フォトダイオードアレイ検出器 SPD-M30A を使用して、“i-PDeA” による未分離不純物の検出をご紹介します。

## HPLC No.L441

### 蛍光検出器による複数波長での同時分析

蛍光検出器を用い、波長が異なる多成分を分析する際、各成分に最適な励起・蛍光波長を切り替えながら分析を行うことができます。しかし、成分同士の分離が不十分な場合には、波長切り替えでは良好な結果が得られないことがあります。ここでは、蛍光検出器 RF-20Axs の複数波長同時測定機能を用い、多環芳香族炭化水素 (PAH) 15 成分を 4 種類の波長で一斉分析した例をご紹介します。

## HPLC No.L443

### 有機溶媒組成の異なる移動相のオンライン調製による分離条件検討の効率化

逆相クロマトグラフィーにおける分析条件の検討において、有機溶媒の種類により、分析種のカラムへの保持挙動が大きく変わる場合、様々な有機溶媒を混合して用いることで、分離を改善できることがあります。ここでは、複数の有機溶媒をオンラインで混合することにより移動相を調製し、分析に用いる手法をご紹介します。

## HPLC No.L445

### イオンペア試薬を含む移動相のオンライン調製による分離条件検討の効率化

逆相イオンペアクロマトグラフィーにおける条件検討では、添加するイオンペア試薬の濃度によりカラムへの保持強度が変わるため、条件検討時にイオンペア試薬濃度の検討は重要です。ここでは、濃度の異なるイオンペア試薬を含む移動相をオンラインで調製し、分析に用いる手法をご紹介します。

Separation Sciences 2012 (2012年7月, 東京)

## 自動前処理による OPA-FMOC プレカラム誘導体化アミノ酸の高速分析

平尾美子, 渡部悦幸, 尾坂裕輔, 早川禎宏

反応試薬として *o*-フタルアルデヒドと FMOC を用いたアミノ酸のプレカラム誘導体化法について、オートサンブラ SIL-30AC による自動前処理の基礎検討を行い、超高速 LC (UHPLC) との組み合わせによる高速分析結果を報告した。

## キラル化合物分析条件の迅速検討

坂井健朗, 寺田英敏, 山口忠行, 早川禎宏

複数カラムおよび移動相を自動的に切り替えながら分析条件の検討を行うシステムを構築し、キラル化合物の分析条件検討に適用した。本システムに6種類のキラル分離カラムを接続し、8種類の移動相条件による最適条件の迅速自動選定例について報告した。

## Core-Shell 型充填剤カラムの適応性評価と応用

佐藤友紀, 福島忠将  
(株式会社島津ジーエルシー)

Core-Shell 型カラムの高分子化合物への適用性について検討した。試料には抗体医薬品を用い、細孔径を大きくした Core-Shell 型カラム "Aeris WIDEPOR" による分析条件の最適化結果を報告した。

第 253 回液体クロマトグラフィー研究懇談会 (2012年7月, 東京)

## カラムスイッチング技術を活用した LC/MS 分析の高感度化, 効率化

八巻 聡

講演主題「LC/MS, LC/MS/MS 高感度化へのアプローチ ～前処理技術を中心に～」において、カラムスイッチング技術を用いた血清中薬物の自動前処理分析法、環境中微量成分の自動濃縮分析法などについて解説した。

第 255 回液体クロマトグラフィー研究懇談会 (2012年9月, 東京)

## 食品成分の HPLC 分析～カラムスイッチング技術の応用など

野村文字

講演主題「LC, LC/MS による食品成分分析」において、カラムスイッチング技術を用いた食品中微量成分のオンライン抽出分析法, LC/MS 分析のためのオンライン自動移動相置換法, 包括的 2 次元 LC 法について解説した。

新アミノ酸分析研究会第 2 回学術講演会 (2012年10月, 東京)

## HILIC 及び RPLC で計算されたアミノ酸保持係数の考察

吉田達成, 三上博久

ペプチドの逆相クロマトグラフィー (RPLC) においては、ペプチドを構成する個々のアミノ酸が保持に寄与する度合いを係数化した「疎水性保持係数」が報告されているが、親水性相互作用クロマトグラフィー (HILIC) においてはそのような研究がされていない。ここでは、HILIC における同様のパラメータとして「親水性保持係数」の算出を試み、両者の比較結果を報告した。

## 誘導体化前処理キットと UHPLC/MS/MS を用いたアミノ酸及びジペプチドの超高速分析法の検討

佐藤友紀\*, 塚本多矩, 福島忠将\*, 八巻 聡  
(\*: 株式会社島津ジーエルシー)

アミノ酸誘導体化キット "EZ : faast" を用いてアミノ酸を誘導体化し、Core-Shell 型カラムによる超高速 LC (UHPLC) /MS/MS 分析の基礎検討を行った。この方法を培養細胞抽出物の迅速分析に適用した結果を報告した。

日本分析化学会分析士会設立総会 (記念講演会) (2012年11月, 東京)

## HPLC における検出技術の最先端

三上博久

HPLC における検出技術について、最近の動向および今後の課題などを検出器, 誘導体化検出法, 複合化技術の面から概説した。

## talk 執筆者

### 中村 洋 先生

「日本発の分析科学に期待する」

なかむら ひろし=公益社団法人日本分析化学会 会長  
液体クロマトグラフィー研究懇談会 委員長  
東京理科大学薬学部 嘱託教授

- ▶ 1968年3月東京大学薬学部卒業, 1970年3月東京大学大学院薬学系研究科修士課程修了, 1971年9月東京大学大学院薬学系研究科博士課程中退, 1971年10月東京大学薬学部教務職員, 1973年10月東京大学薬学部助手, 1974年11月~1976年11月米国NIH留学, 1986年10月東京大学薬学部助教授, 1994年4月東京理科大学薬学部教授, 2011年4月東京理科大学薬学部嘱託教授, 現在に至る。この間, 2007年4月~2011年9月放送大学客員教授。

**専門分野** 分析科学, 分離科学, バイオアナリシス

**将来の夢** 分析士認証制度の普及・拡充,  
分析科学研究教育支援機構の設立

**趣味** 植物栽培, 旅行, 陶磁器

## NOW

### 執筆者

#### 久保 拓也 先生

「スポンジ状分離剤を用いた環境分析の簡便化と高感度化」  
くぼ たくや=京都大学大学院工学研究科材料化学  
専攻 准教授

- ▶ 1999年3月京都工芸繊維大学繊維学部高分子学科卒業, 2001年7月~2004年3月国立環境研究所 NIES リサーチアシスタント, 2004年3月京都工芸繊維大学大学院工芸科学研究科機能科学専攻修了, 2004年4月東北大学大学院環境科学研究科助手, 2007年4月~2012年3月東北大学大学院環境科学研究科助教, 2010年4月~2011年3月JSPS 優秀若手研究者

海外派遣: ポートランド州立大学, 2012年4月~現在京都大学大学院工学研究科准教授。

#### ▶ 受賞

日本分析化学会東北支部 2006年度東北分析化学奨励賞 (2007年3月), クロマトグラフィー科学会 2007年度奨励賞 (2007年11月), 第1回 NPO 法人環境エネルギー技術研究所研究奨励賞 (2010年3月), 日本分析化学会 2011年度奨励賞 (2011年9月)

**専門分野** 機能性高分子化学, 分離科学, 分子認識化学

**将来の夢** ハチマキの似合う研究者

**趣味** だんじり



新年明けましておめでとうございます。本年もどうぞよろしくお願いを申し上げます。

皆さまどのようなお正月をお過ごしになられたでしょうか? 連休にどこにもいけなかったという方がいらっしゃいましたら, 冬の京都も見所満載です。是非, 冬の京都へ, そして島津製作所へ足を運ぶください。

(Ho)



## 島津製薬セミナーを開催!

### ☆島津製薬セミナー

2012年12月13日(木)大阪, 2013年1月24日(木)東京において, 島津製薬セミナー「医薬品原薬および製剤分析・評価への多面的なアプローチ」を開催しました。

今回のセミナーでは, 島津がご提供する各種分析装置による原薬から製剤までの各種評価技術についてご紹介させていただきました。

講演は「更なる進化を遂げた最新UHPLCによる新たな不純物解析の提案」, 「質量分析計による微量不純物の解析」, 「ICP発光分析装置による医薬品中金属元素の分析」, 「製剤評価への各種アプローチ」の4演題で, 最新UHPLC “Nexera X2”, トリプル四重極型質量分析計 “LCMS-8040/8080” による応用例をはじめ, 金属元素分析, 原料粉の粒子径分布の測定, 高速ビデオカメラを

用いたマイクロカプセルの破壊観察など, 多岐に渡る話題をご提供しました。

両会場とも多くの方々にご参加いただき, 誠にありがとうございました。



製薬セミナー大阪会場の様子



## 講習会予定のご案内(2013年4月~9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>

		4月	5月	6月	7月	8月	9月
HPLC入門講習会*			5/9~10(京都) 5/16~17(東京)	6/18~19(京都) 6/20~21(京都)	7/11~12(東京) 7/18~19(京都)	8/8~9(京都) 8/22~23(東京)	9/12~13(京都)
HPLC基礎講座			5/15(東京)	6/17(京都)			
HPLC スクール	コースⅠ		5/15(静岡) 5/24(福岡)	6/25(富山)	7/18(仙台)	8/2(つくば) 8/5(横浜)	9/20(大阪) 9/27(東京)
	コースⅡ			6/12(静岡) 6/13(札幌)	7/19(東京) 7/26(福岡)	8/6(横浜) 8/30(名古屋)	9/25(富山)
	コースⅢ			6/7(さいたま) 6/14(札幌)	7/10(静岡) 7/30(東京)	8/7(横浜)	
LC-MSスクール				6/28(東京)	7/10(京都)		
LC-MSMS 操作講習会		4/18~19(秦野)	5/23~24(秦野)	6/20~21(京都)		8/29~30(京都)	9/19~20(秦野)
LCMS-2020 操作講習会					7/11~12(京都) 7/18~19(秦野)		

- ・ いずれも有料講習会です。これら以外の講習会につきましては、上記サイトをご覧ください。
- ・ 入門講習会および操作講習会は、**実機を用いた実習**です。HPLC基礎講座および各スクールは、**講義のみ**です。
- ・ HPLC基礎講座は、中村洋先生を講師にお招きしての講習会です。
- ・ ※印の講習会は、株式会社島津総合分析試験センターへ、その他は島津グローバルアプリケーション開発センターへお問い合わせください。

### 情報コーナー

## 公益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、2013年度液体クロマトグラフィー分析士認証試験が実施されます。
  - 液体クロマトグラフィー分析士4段認証試験 : 2013年6月
  - 液体クロマトグラフィー分析士3段認証試験 : 2013年7月
  - 液体クロマトグラフィー分析士2段認証試験 : 2013年8月
  - 液体クロマトグラフィー分析士初段認証試験 : 2013年9月
- ・ LC/MS分析士およびイオンクロマトグラフィー分析士認証試験は、10月以降実施予定です。
- ・ 詳細は、公益社団法人日本分析化学会の分析士認証試験専用サイトをご覧ください。  
<http://www.jsac.or.jp/shikaku/shikaku.html>

**LC talk**  
Vol. 86

発行日：2013年1月30日  
編集・発行：株式会社島津製作所 分析計測事業部  
グローバルアプリケーション開発センター  
"LC talk club" 編集長 三上 博久  
連絡先：分析計測事業部 "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