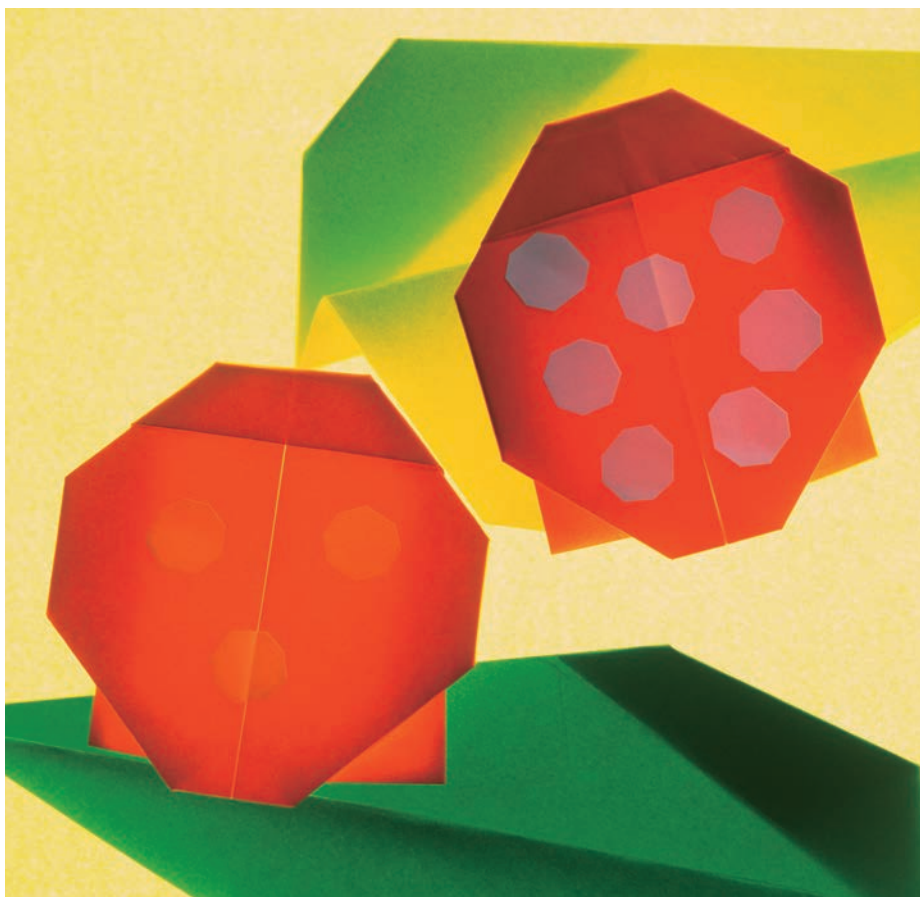


LC *talk*

VOL. **87**



2013 *April*

HILIC 型固定相の キャラクターゼーションについて

京都工芸繊維大学
大学院工芸科学研究科
准教授 池上 亨



■ HILIC とは親水性相互作用液体クロマトグラフィーと呼ばれる HPLC の分離モードであり、一般的に 5～30% の水または緩衝液を含むアセトニトリルを移動相に、それと比べて高極性な表面修飾を施したシリカゲルを固定相に用いる。核酸や糖、ペプチドなどは、構造の多様性に加えて、保持や溶解性の点で既存の逆相 HPLC 分離ではチャレンジ的な分離対象である。これらの分子の分離にあたって、水系の移動相が使用可能、LC-MS への適合性が高い、逆相 HPLC との直交性が高いなどの利点から、HILIC は近年注目を集めており、2008 年以降は毎年 200 報前後の HILIC に関する論文が報告されている。

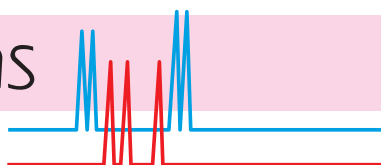
■ 筆者は 2004 年にこの分離モードを研究し始めた。当時は固定相の違いによる保持の違いや、移動相の pH や有機溶媒の濃度、緩衝液の塩濃度の効果などが続々と報告されていたが、その結果に一般性を見いだしがたく、理解の難しい分離モードだと感じた。シリカモノリスをプラットフォームとして HILIC 型のカラムを開発しても、既存の固定相との差異を表現する術がなく、HILIC の固定相を横断的にキャラクターゼーションするためのテスト法を開発する必要性を強く感じた。

■ 高い親水性と UV 検出の容易さから、ヌクレオシドをテスト法の基準サンプルにすることを思いついたが、固定相によってはピークのリーディングやテーリングがしばしば観測された。それらの「問題」をもたらす試料はアデニンやシトシンの骨格を有していた。これらの核酸塩基は、HILIC の分離条件では正電荷を帯びるため、固定相の基材に含まれるシラノールと静電相互作用を起こし、ピーク形状や保持に問題が発生すると解釈した。逆相 HPLC のみならず、HILIC においても残存シラノールの影響を避

けては通れないのである。ここではイオン交換と親水性の分配が同時に起こっているが、これらを個別に評価できれば、保持特性や分離挙動の理解に近づくと考えた。最終的にウリジンを基準サンプルに決め、その保持の大小がすなわち固定相の親水性分配の大小であると定義した。ウリジンは親水性が高いが、弱酸性条件下でイオン化しにくいいため、イオン交換モードを排除して、親水性分配の程度を評価できると考えた。

■ ウリジンの類縁体をサンプルに用いて部分構造選択性を評価すると同時に、陰イオン及び陽イオン交換性についても評価し、テスト法のひな形ができたのが 2009 年であった。15 種の固定相にこのテスト法を適用し、論文として投稿すると、A 4 の紙 12 枚分ものコメントが返ってきて面食らった。中に「主成分解析による検討が望ましい」とあり、早速取りかかったところ、ウリジンとアンモニウム塩の保持がそれぞれ主成分となることがわかった。さらに $\log k(\text{uridine})$ と $\log k(\text{ammonium salt})$ をプロットすれば、主成分解析の結果とほぼ同じものが再現できた。つまり、数種のサンプルを測定すれば、HILIC 固定相をいくつかのカテゴリーに分けることが可能になった。水素結合供与体 ($-\text{OH}$, $-\text{NH}_2$ など) が親水性官能基である固定相は、親水性が低く、構造選択性も高くない。保持がある場合はイオン交換の影響が大きい。一方、水素結合受容体 ($-\text{CONH}_2$, $-\text{SO}_2\text{OR}$ など) を含む固定相は親水性も構造選択性も高いことが示された。

■ 4 回の査読を経て発表された HILIC 固定相テスト法は、多くの研究者に実際に使われているが、まだまだ改善の余地がある。莫大な種類の糖の異性体を効率よく分離できる HILIC 固定相の開発に向けて、テスト法も併せて研究していきたい。



米国薬局方（USP621）準拠による イブプロフェン分析の高速化

近年、分析業務の効率化や生産性の向上を目的として、微粒子充填剤を用いた超高速 LC 分析技術が進展しています。昨今改定された米国薬局方（USP）のジェネラルチャプター 621（以下 USP 621）は、システム適合性要件を満たした場合にのみ HPLC や GC パラメータの変更を認めています。

ここでは、超高速液体 LC “Nexera” とコンベンショナルカラム “Shim-pack VP-ODS” および Core-Shell カラム “Kinetex XB-C18 シリーズ” を用いて、USP-NF に収載されているイブプロフェンの類縁物質分析を USP 621 に準拠して高速化した例をご紹介します。

表 1 に、USP 621 に収載されている HPLC パラメータの変更許容範囲を示します。本チャプターには、カラム長さ、粒子径および流量など各種パラメータの具体的な変更許容範囲が示されています。これら範囲内におけるメソッド変更は、単なるメソッドの調整と見なされ、メソッド変更後に再バリデーションを行う必要がありません。

表 1 USP 621 における HPLC の変更許容範囲

	USP General Chapter <621>
カラム長さ	± 70 % の変更が可能
カラム内径	線速度が同一であれば変更は可能
粒子径	最大 50 % までの減少が可能 ただし増加は不可
流量	± 50 % の変更が可能
カラム温度	± 10 °C の変更が可能
注入量	システム適合性要件を満たせば変更は可能
pH	± 0.2 の変更が可能
UV 波長	± 3 nm の変更が可能
塩濃度	± 10 % の変更が可能
移動相組成	± 30 % もしくは絶対量 ± 10 % のうち少ない方を選択

イブプロフェンは非ステロイド系抗炎症剤 (NSAIDs) の一種で、解熱や鎮痛剤として使用されています。USP-NF には、USP カラムカテゴリー L1 (C18) に属するコンベンショナルカラムを用いたイブプロフェンの類縁物質に関するモノグラフが収載されており、イブプロフェンとその分解物である 4-イソブチルアセトフェノン、バレロフェノン（内標準物質）の 3 成分の分析法とシステム適合性について記載されています。今回、USP621 に準拠して USP-NF 収載のイブプロフェンの類縁物質分析の高速化について検討しました。カラムとして、USP621 の変更許容範囲（表 1）に収まる高速分析用コアシェルカラム “Kinetex XB-C18”（長さ 100 mm、内径 4.6 mm、粒子径 2.6 μm）を選択し、カラム以外は USP-NF 収載条件と同一としました。

図 1 に、コンベンショナルカラム “Shim-pack VP-ODS” および “Kinetex XB-C18” を用いてイブプロフェン、4-イソブチルアセトフェノン、バレロフェノンを分析したクロマトグラムを、表 2 に分析条件を示します。

表 2 分析条件

装置	: Nexera メソッドスカウティング
カラム ①	: Shim-pack VP-ODS (250 mm L × 4.6 mm I.D., 4.6 μm)
②	: Kinetex XB-C18 (100 mm L × 4.6 mm I.D., 2.6 μm)
移動相	: 1 % クロロ酢酸水溶液 (pH 3.0, アンモニア水で調整) / アセトニトリル = 2/3 (v/v)
流量	: 2.0 mL/min
カラム温度	: 30 °C
注入量	: ① 5 μL, ② 1 μL
検出	: SPD-20AV, 254 nm

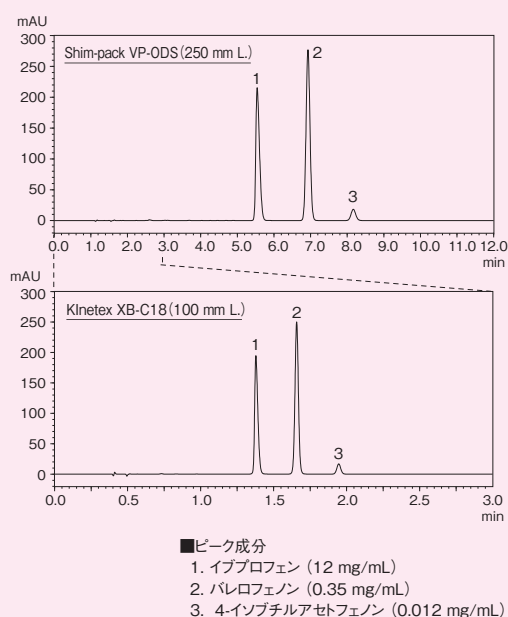


図 1 Shim-pack VP-ODS および Kinetex XB-C18 によるイブプロフェン類のクロマトグラム

以上のように、“Kinetex XB-C18” を用いることにより、分離度、シンメトリ係数や再現性などのシステム適合性試験の基準を満たしたまま、分析時間と溶媒消費量を約 1/4 に短縮することができました。（Tr）

【参考文献】 U.S. Pharmacopeia 35-NF 30, 2012
・General Chapter <621>
・Official Monograph “Ibuprofen”

医薬品配合変化の追跡 ー HPLC-PDA システムによる 経時的解析

帝京大学薬学部
医薬化学講座
医薬品分析学研究室
助教 安田 誠



■カテコールアミン系の医薬品は交感神経興奮薬、パーキンソン病治療薬などとして、1960年代から広く用いられている。生体成分でもあるレボドパ、ドパミン、ノルアドレナリン、アドレナリン、合成品のドロキシドパ、カルビドパ、メチルドパ、ドブタミン、イソプロテレノールである(図1)。これら医薬品は、カテコールアミン系化合物の特徴として、アルカリ性薬物との混合や光によって容易に分解し、着色(褐色～黒色)することが添付文書およびインタビューフォームに記載されている。

■しかし、実際は嚥下困難なパーキンソン病患者には簡易懸濁法による経管投与が頻繁に行われていることから、患者家族が懸濁するような在宅医療の現場において特に配合変化のリスクが高くなっている。当然のことではあるが、配合変化による医薬品の分解は治療効果の著しい減弱につながるため回避する必要がある。レボドパの含量低下に着目した酸化マグネシウムとの配合変化については、レボドパの分解とその予防的措置についての報告がある。着色の直接原因はメラニンによることが明らかになっているが、詳細な分解過程やその他の分解産物についてはほとんど知られていない。

■レボドパの酸化マグネシウムとの配合変化による

分解過程を明らかにするため、分光光度計で紫外可視吸収スペクトルを経時的に測定したところ、可視領域においては主にメラニンによる吸収の増加が起り、においては主にメラニンによる吸収の増加が起り、一方の紫外領域では非常にダイナミックなスペクトルの変化が観測された。この反応液をHPLCにより解析した結果、レボドパは完全に消失し新たなピークが複数出現した。最も大きなピークがレボドパの最終産物(以下、FDP-D)と考えられたため、大量に分取精製した。FDP-Dは277 nmに特異的な吸収極大を持ち、質量分析およびNMRにより解析した結果、レボドパの分解産物としても報告のない未知の化合物であることが明らかとなった。同様の未知分解物は他のカテコールアミン系薬物の配合変化においても確認されたことから、カテコールアミン特有の分解過程があると推察された。

■このような配合変化の追跡の第1段階としては、HPLC-PDAシステムによる経時的解析が最も有用であると考えている。特にPDA検出器は非破壊的であるため、分離後の試料を回収し次の機器分析(NMR等)に利用できる点で優れている。

■具体例としてレボドパの配合変化について紹介する。分解反応は恒温を維持したオートサンプラーに

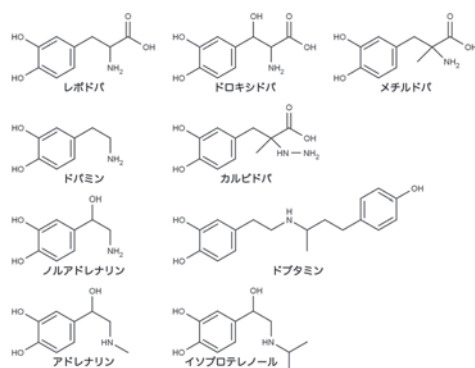


図1 カテコールアミン系医薬品

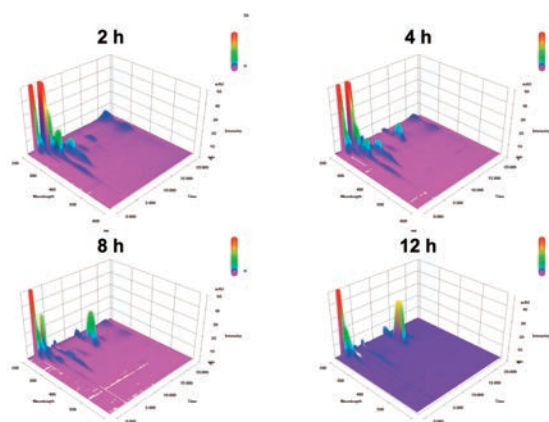


図2 レボドパ配合変化時の3Dクロマトグラム

セットしたバイアル内で進行させた。一定時間毎に分解途上にある試料を分析することで、特徴ある吸収スペクトルを持つ10個程のシグナルが検出された(図2, 3; peak 番号は溶出順)。しかし、生成量が少なく、ピーク分離が不十分な成分もあり、PDA検出器の特徴である2D等高線クロマトグラムや3Dクロマトグラムでは長時間にわたるピークの変遷を追跡するのは困難であった。そこで各ピークの極大波長におけるクロマトグラムを抽出し、ピーク面積と反応時間をプロットした(図4)。その結果、増加し続けるもの(FDP-D, peak 1, 5, 6, 8), 増加した後減少するもの(peak 2, 3, 4, 7, 9)に大別できた。前者は分解後の最終産物、後者は中間体であると考えられる。また、中間体の生成と消失のタイミングがそれぞれずれていることも考慮すると、レボドパの分解は単一経路でなく、多段階かつ分岐して進行することが示唆された。今後はそれぞれの最終産物がレボドパから直接生成するのか、あるいはどの中間体を経て生成しているのかを明らかにする必要がある、緩やかな反応条件や分解反応の停止条件を検討している。平行して中間体の分離を達成するため、カラムおよび移動相条件を検討しているが、HPLC-PDAシステムであればスペクトル情報が得られるため、保持時間が変動してもピークの同定は容易である。

■ HPLC-PDAシステムは最新の技術ではないが、単にUV-VIS検出器の拡張版でもないことに気付かされる。私としてはさらに、2Dや3D表示を時系列でアニメーション表示できるか? シグナルの増減や変化率を2Dでプロットできるか? 多波長あるいは吸収スペクトル形状に対応したPDA用のフラクションコレクターはないか? といったことを思っている。バージョンアップを期待したい。また、目移りするような新技術・高度な機器も次々と開発されているが、私はまだまだ既存の分析機器を大切に使いていきたいと思うのである。最後に、広く用いられている医薬品の分解過程が完全には明らかにされていないことが、医薬品由来の未知化合物が身近に存在することは非常に驚きでもあり、一日も早い解明を目指したい。

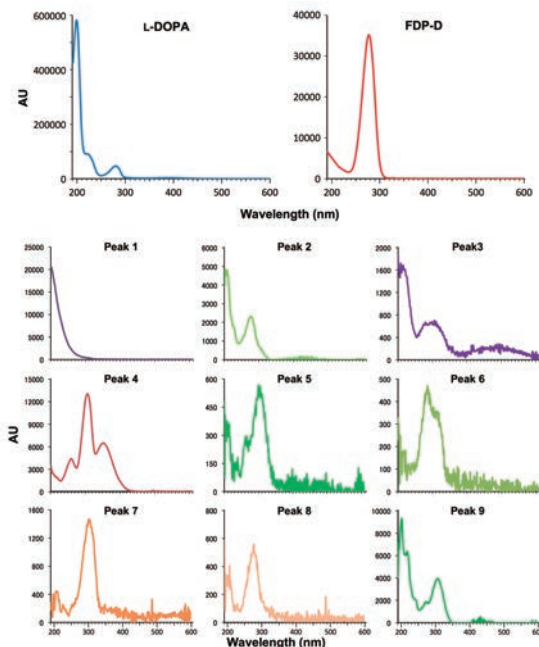


図3 レボドパ分解産物の吸収スペクトル

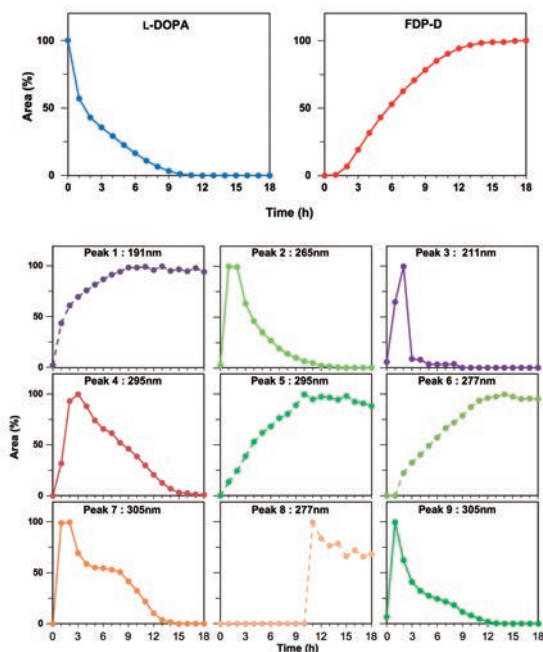


図4 レボドパ配合変化の追跡

島津超高速液体クロマトグラフ

Nexera X2 … *i*-PDeA機能



島津超高速液体クロマトグラフ “Nexera X2” では、新規フォトダイオードアレイ検出器 “SPD-M30A” の追加とともに、フォトダイオードアレイ (PDA) 検出器の特長を活かした新たな分離技術として “*i*-PDeA (Intelligent peak deconvolution analysis) 機能 (特許出願中)” を追加しました。

この *i*-PDeA 機能を活用すると、未分離ピークの検出や高濃度成分のテーリング上に溶出する微量成分の波形処理の単純化などが可能となります。今回は、この新たな分離技術 *i*-PDeA について、その特長をご紹介します。

■ *i*-PDeA 機能とは

従来の吸光光度検出器によるクロマトグラムは、強度軸に測定波長での吸光度をプロットします。これに対して、*i*-PDeA 機能では PDA 検出器で得られる吸光度スペクトルを設定波長で微分した微分係数 (吸光度スペクトルに接線を引いた傾き) を強度軸としてプロットする新たな発想のクロマトグラムを提供します。

通常の吸光度によるクロマトグラムでは、検出されている成分でもその極大または極小波長による吸光度スペクトルの微分係数はゼロとなります。このことを応用すると、未分離ピーク的一方を消去し、対象成分のピークのみを選択的に検出することができます。このようにして、カラム分離で分離が困難な分析においても検出選択性を高めることで分離する技術が *i*-PDeA 機能です。

いずれの成分も吸収を有するため、未分離ピークとして検出される場合でも、極大または極小波長が異なれば、一方の成分を消去し対象成分のみを選択的に検出できます。

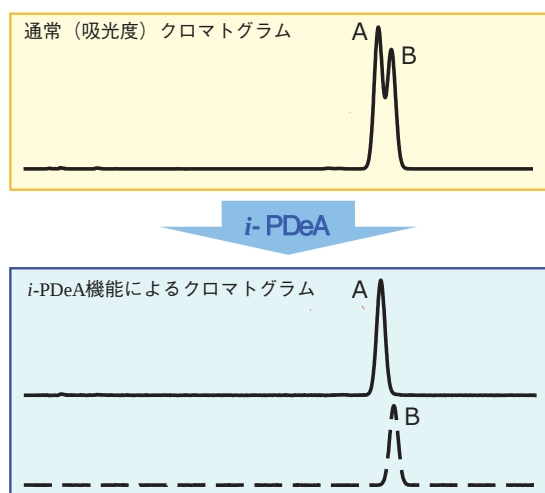


図 1 *i*-PDeA によるクロマトグラム

通常のクロマトグラムでは未分離のピークに対して、*i*-PDeA 機能では検出特異性を高めることができますので、データ処理により各成分に分離することが可能となります。

■ *i*-PDeA 機能による共溶出成分の分離

カフェインとその共溶出成分の *i*-PDeA による分離例を示します。

図 2(a) に、PDA 検出器で得られたデータから 272 nm における通常の吸光度によるクロマトグラムを示します。このクロマトグラムでは、カフェインが溶出した直後に未分離で他の成分が溶出しています。また、図 2(b) に同時に得られた吸光度スペクトルを示します。本ピークの前半（カフェイン）および後半（共溶出成分）の吸光度スペクトルを比較するとカフェインは 272 nm に吸収極大波長を有しますが、共溶出成分の吸光度スペクトルは 272 nm では傾きを有しています。そのため、272 nm で吸光度スペクトルを微分した係数を用いてクロマトグラムを得ると 272 nm で吸収極大を有するカフェインは検出されず、共溶出成分のみを選択的に検出できると考えられます。

そこで、カフェイン純品および夾雑物を有する図 2(a) のデータについて、*i*-PDeA 機能を用いて解析を行ったクロマトグラムを図 2(c) に示します。カフェイン純品のクロマトグラムでは何も検出されませんが、未分離夾雑物を有するサンプルでは夾雑成分のみが選択的に検出されていることがわかります。

このように、*i*-PDeA を機能を用いると、カラム分離が困難な場合でも、データ解析により分離定量できます。

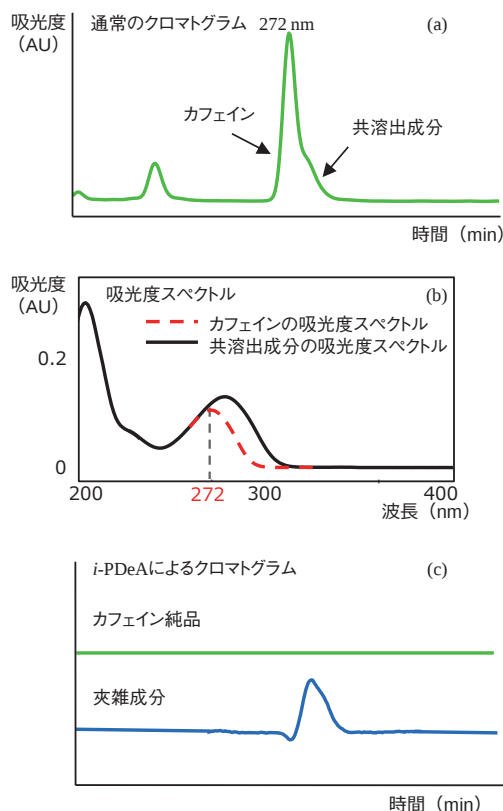


図 2 *i*-PDeA による共溶出成分の分離例

■ *i*-PDeA 機能による波形処理の単純化

高濃度成分のテーリング上に溶出する微量成分の定量では波形処理による誤差を伴います。特に、微量不純物の定量等では波形処理方法により、規格限度を満たす場合と満たさない場合が発生するなど、波形処理の妥当性判断は難しいものとなります。このような場合にも、*i*-PDeA 機能が有効です。*i*-PDeA 機能を用いて、テーリングしている高濃度成分を消去し、微量成分のみを選択的に検出することにより、通常のクロマトグラムではテーリング処理を必要とした不純物成分の波形処理を通常の波形処理で定量できるようになります。

このように、*i*-PDeA 機能を用いると従来分析者の判断を必要とした波形処理を、誰にでも同じ波形処理ができるようになります。

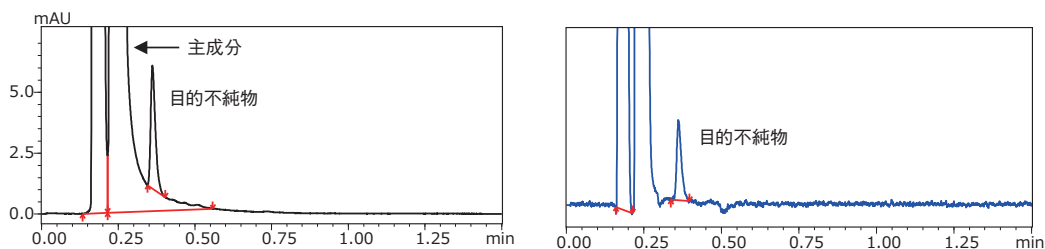


図 3 *i*-PDeA による波形処理の単純化

通常のクロマトグラムでは目的不純物（分析種）が主成分のテーリング上に溶出しているため、テーリング処理などの波形処理を必要とします（左図）。しかし、*i*-PDeA 機能を用いて主成分ピークを消去すると目的不純物はベースライン分離され、通常の波形処理で解析可能となります。

Introductory



コアシェル充填剤のはなし

今回は、充填剤に関するお話です。HPLCの充填剤として主に用いられるのは、シリカゲルとポリマー基材ですが、機械的な強度が高い、様々な官能基が修飾しやすいという2つの利点により、シリカゲル基材が多く使用されています。特に、近年の高速化・高分離化に、このシリカゲル基材の微粒子化が大きく寄与しています。

高速・高分離カラムとしては、2 μm 程度の微粒子充填カラムとモノリスタイプのカラムとがありますが、今回は微粒子充填剤の中で、最近注目度が高いコアシェル充填剤について、その構造と性能についてご紹介します。

●コアシェル充填剤の構造

図1に、コアシェル充填剤 Phenomenex 社製“Kinetex”の構造を示します。



図1 コアシェル充填剤の構造

コアシェル充填剤は、細孔を持たない（ノンポーラス）中心部の「核ーコア（core）」と、その核に官能基を有した多孔質のシリカゲル層を化学的に結合させた「殻ーシェル（shell）」の2つの部分から構成されています。“Kinetex”は、1.9 μm のコアと0.35 μm のシェルを持ち、直径は2.6 μm になります。

コアは無孔性であるため、比較的均一な粒子を作成することが可能です。その粒度分布は $<1 \mu\text{m}$ であり、一般的な多孔性充填剤の1/4程度であるとの報告があります。その上に、均一なシェル層を4～9層重ねて多孔層とするため、粒子径はほぼ均一なものが形成されます。よって、コアシェル充填剤は多孔性充填剤よりも、粒度分布が狭く、これを充填したカラムからは高性能データが得られています。

●コアシェル充填剤の構造と溶質の物質移動について

次に、コアシェル充填剤と一般的に広く使用されている多孔性充填剤との溶質の物質移動拡散の違いについて説明します。

図2上は、コアシェル充填剤を溶質が移動する様子を

模式的に示したものです。溶質はわずか0.35 μm のシェル部分のみに拡散しながら、官能基との相互作用を受け、移動していきます。

一方、図2下は多孔性充填剤を溶質が移動する様子を模式的に示したものです。溶質は多孔性部分、充填剤の奥深く（模式図では充填剤中心部付近まで）浸透していくため、行路が複雑で長くなり、拡散が大きくなります。よって、結論的にはピークが広がることになります。

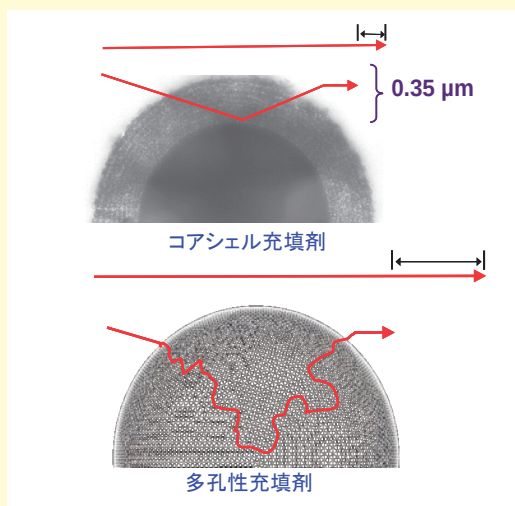


図2 溶質の物質移動拡散の違い

図3に、コアシェル充填剤と多孔性充填剤の溶質との物質移動拡散とピークの広がりについての模式図を示します。この2.6 μm の“Kinetex”カラムは、粒子径の小さいサブ2 μm クラスの多孔性充填剤カラムと同等の理論段性能を有していることがわかります。拡散の低減により、粒子径は大きくとも、十分な分離性能が得られるわけです。（Yo）

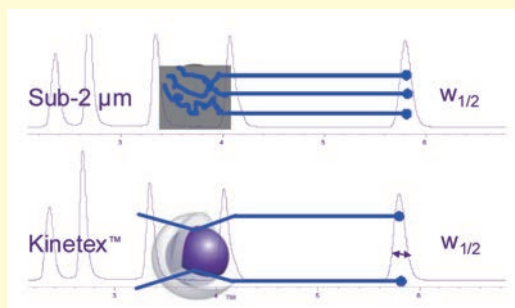
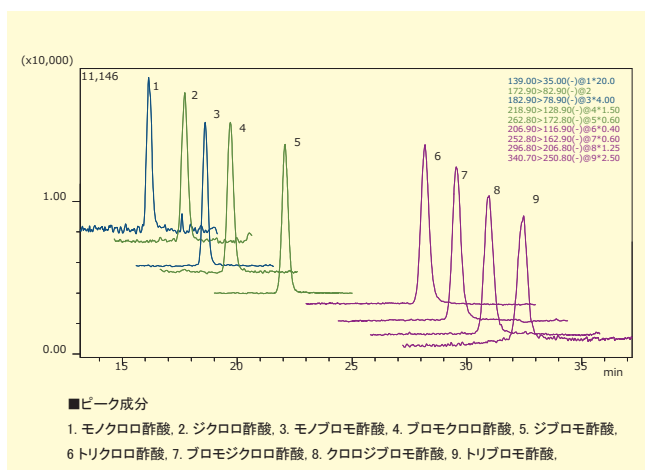


図3 物質移動拡散とピークの広がり

No.C089 トリプル四重極型 LC/MS/MS を用いた
ハロ酢酸類 9 成分の分析



HPLC No.L447

高耐圧ステンレスフリー LC カラム “Mastro™” を用いた
りん酸基含有化合物の分析

医薬品および代謝物中のりん酸基含有化合物や金属キレート性のある化合物は、HPLC システム流路の金属部分に吸着し、ピークテーリングが生じやすいことが知られています。これらの対処法として、移動相への塩やキレート剤の添加がありますが、検出器に質量分析計を用いる場合には適切ではありません。ここでは、配管の材質の違いが配位性化合物のピーク形状に与える影響と高耐圧ステンレスフリーカラム “Mastro™” による配位性化合物の金属吸着抑制効果についてご紹介しています。

HPLC No.L448

“Nexera” を活用した USP621 準拠によるイブプロフェン分析の高速化

近年、分析のハイスループット化が進展してきており、HPLC においても超高速 LC 分析への対応が注目されています。昨今改定された米国薬局方のジェネラルチャプター 621 (USP 621) では、システム適合性要件を満たした場合にのみ HPLC や GC パラメータの変更を認めています。ここでは、超高速 LC “Nexera” とコンベンショナルカラムおよび Core-Shell 型カラムを用いて、イブプロフェンの類縁物質分析を USP 621 に準拠して高速化した例をご紹介します。(本号 “Applications” もご覧ください。)

LCMS No.C089

トリプル四重極型 LC/MS/MS を用いたハロ酢酸類 9 成分の分析

水道水質基準項目であるハロ酢酸類 (モノクロロ酢酸, ジクロロ酢酸, トリクロロ酢酸) の試験法として、従来の GC/MS 法に追加して LC/MS/(/MS) を用いた方法が収載されました。ここでは、この LC/MS/(/MS) 試験法に基づき、トリプル四重極型質量分析計 LCMS-8040 を用いて、上記 3 成分に要検討項目である含臭素ハロ酢酸類 6 成分を加えたハロ酢酸類 9 成分の一斉分析を行った例をご紹介します。



テクニカルレポート

- LabSolutions のブラウザ機能を用いたデータ解析作業の効率化
- 分析操作の自動化を可能にする LabSolutions のバッチ分析
- メソッド開発の高速化による R&D 効率の向上
- アミノ酸分析の高速化
- 超高速メソッドスカウティング
- フォトダイオードアレイ検出器の新しい分析手法 *i*-PDeA の原理と概要
- フォトダイオードアレイ検出器の新しい分析手法 *i*-DReC の原理と概要

- Technical Report は、以下の web サイトよりダウンロードしていただけます。
<http://www.an.shimadzu.co.jp/hplc/prominence/tec.htm>

島津評論, Vol. 69, (2012)

High Throughput LC-MS/MS Analysis of Carbendazim in Orange Juice

William Hedgepeth, Jeffrey H. Dahl, Kenichiro Tanaka
(Shimadzu Scientific Instruments Inc.)

穀物や果物に用いられる防カビ剤であるカルベンダジムについて、オレンジ果汁中の残留分析を超高速 LC「Nexera」と「LCMS-8040」を用いて検討した結果を報告した。

UF-Amino Station によるアミノ酸の多成分一斉高速分析ー食品分析への応用ー

渡邊京子, 早川禎宏, 増田潤一, 吉田寛郎*, 宮野 博*
(* : 味の素株式会社 イノベーション研究所)

独自の試薬を用いた自動プレカラム誘導体化 LC-MS である高速アミノ酸分析システム「UF-Amino Station」の原理と特徴、および食品試料への応用について報告した。

蛍光検出超高速液体クロマトグラフィーによる食品試料中アフラトキシンの迅速分析

野村文子, 渡邊京子, 小林まなみ, 西根 勤, 濱田尚樹, 早川禎宏, 三上博久

強い発がん性を有するカビ毒であるアフラトキシンについて、高感度蛍光検出器「RF-20Axs」と超高速 LC「Nexera」とを組み合わせた迅速微量分析法の検討結果を報告した。

ビール中カビ毒 14 種の LC-MS/MS 高速一斉分析

田村昌義*, 松本恵子, 渡邊 淳, 飯田順子, 永富康司*, 望月直樹*
(* : アサヒグループホールディングス株式会社 食の安全研究所)

食品への汚染リスクが考えられるカビ毒について、「LCMS-8030」の超高速極性切替機能を活用した正イオン検出成分、負イオン検出成分の高速一斉分析法の検討結果などを報告した。

Determination of Glucocorticoids in Milk Powder by Ultra High-performance Liquid Chromatography/Tandem Mass Spectrometry

Hong-Yuan, Jin-Ting Yao, Tao-Hong Huang, Shin-ichi Kawano, Yuki Hashi
(Shimadzu (China) Co., Ltd.)

プレドニゾンなど 7 種類のグルココルチコイドについて、超高速 LC「Nexera」と「LCMS-8030」を用いた高速分析法を開発し、粉ミルクの分析に適用した結果を報告した。

●「島津評論」に関するお問い合わせは、以下の弊社 Web サイトよりお願いします。
<http://www.shimadzu.co.jp/jindex.html>

第 256 回液体クロマトグラフィー研究懇談会 (2012 年 10 月, 東京)

ODS カラムを用いない LC/MS 分析アプリケーション

渡邊 淳

講演主題「ODS カラム以外での解決策！～ ODS ともう一本 Part2～」において、マルチモード ODS カラム、親水性相互作用クロマトグラフィー (HILIC) カラムなどを用いた分析例、および DART イオン化法によるカラムを用いない直接分析例を紹介した。

コアシェルカラムの最新事情

長岡修平, 福島忠将
(株式会社島津ジーエルシー)

同上講演主題において、コアシェル充填剤の原理や特徴、フルボーラス充填剤との比較、Phenomenex 社製コアシェルカラムを用いた最新の分析例などについて紹介した。

第 257 回液体クロマトグラフィー研究懇談会 (2012 年 11 月, 東京)

LC/MS を用いた環境中微量成分分析における工夫

八巻 聡

講演主題「最新の HPLC, LC/MS 技術の環境分析への応用」において、カラムスイッチング技術を用いた環境中微量成分の自動濃縮 LC/MS 分析などについて紹介した。

talk 執筆者

池上 亨 先生

「HILIC 型固定相のキャラクタリゼーションについて」

いけがみ とおる=京都工芸繊維大学大学院 工芸科学研究科
准教授

- ▶ 1992 年愛媛大学理学部化学科卒業, 1994 年京都大学大学院理学研究科化学専攻 修士課程修了, 1997 年京都大学大学院理学研究科化学専攻 博士後期課程 研究指導認定, 1997 年京都工芸繊維大学繊維学部助手, 2006 年京都工芸繊維大学大学院工芸科学研究科 助手, 2006 年京都工芸繊維大学大学院工芸科学研究科 助教, 2008 年京都工芸繊維大学大学院工芸科学研究科 准教授, 現在に至る。

- 専門分野** 分離科学, 有機合成化学
将来の夢 全く新しい分離モードを開発してみたい
趣味 能 (見るだけで舞いません), 茶道 (書画, 陶磁器から料理まで) 蘭 (約 60 種を栽培中), 外国語

NOW 執筆者

安田 誠 先生

「医薬品配合変化の追跡-HPLC-PDAシステムによる経時的解析」

やすだ まこと=帝京大学薬学部 医薬化学講座
医薬品分析学研究室 助教

- ▶ 2003 年 3 月岡山大学大学院自然科学研究科修了 (博士 (薬学)), 2003 年 5 月富山医科薬科大学助手, 2006 年 4 月帝京大学薬学部助手, 2007 年 4 月同助教。2009 年 10 月より一年間米国国立老化研究所に留学。

- 専門分野** 分析化学, 生化学
将来の夢 円満な家庭を築くこと
趣味 ドライブ, 工作 (実験で役に立ちそうなもの), Excel と格闘



LCtalk の創刊が 1984 年, 来年で何と 30 歳になります。創刊号を当時の仲間と, 手探り状態で作り上げたことが大変懐かしく思い出されます。そう言えば, LCtalk の編集長となって, はや 10 年が過ぎます。毎号読者の方々からたくさんのお便りをいただき, とても有難く思っております。LCtalk に, 今後取り上げてほしいテーマや話題, ご意見などございましたら, ぜひ編集局までお知らせください。お待ちしております!

(Mk)

PITTCON 2013 に参加しました!

☆ Pittcon 2013

2013 年 3 月 17 日~ 23 日米国フィラデルフィアにおいて, 「Pittcon 2013」が開催されました。Pittcon は世界最大級の分析機器展示会・コンファレンスであり, 世界中の分析機器メーカーが最新装置の展示や技術発表を行い, 例年通りの盛り上がりを見せました。島津製作所は, HPLC 関連では「SPD-M30A」を中心とした「Nexera X2 シリーズ」, 「Method Tool Box」などの展示, HPLC, LC/MS/MS の最新技術の発表を行いました。また, 革新的なプラズマ検出技術で微量成分の分析を可能とした高感度ガスクロマトグラフ「Tracera」の発表を行い, 展示ブース, 発表会場ともに大変な賑わいとなりました。



会場風景 (Pennsylvania Convention Center)



島津展示ブース



「HPLC基礎講座」リニューアルのご案内

- 「HPLC基礎講座」は、講師として東京理科大学薬学部 中村 洋 先生をお招きし、HPLC分析を始めるにあたって知っておくべき基礎知識をじっくり習得していただくための講習会（座学）です。
- 今回、この「HPLC基礎講座」の弊社技術員が担当するテーマ②と③を「HPLCスクール～コースⅠ」に合わせ、より入門向けの内容にリニューアルしました。
- 本講習会は、2013年度上期、東京会場（5月）と京都会場（6月）での開催です。ぜひ、ご参加をご検討ください。なお、詳細およびお申し込みにつきまして、以下のサイトをご覧ください。
<http://www.an.shimadzu.co.jp/support/training/training.htm>

「HPLC基礎講座」概要

■日程

- ・5月15日（水）：東京（島津製作所東京支社）
- ・6月17日（月）：京都（島津製作所京都本社）

■時間

- ・10:00～17:00

■参加費

- ・10,000円

■内容

テーマ① 高速液体クロマトグラフィー概論

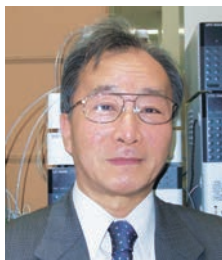
- ・・・東京理科大学薬学部 嘱託教授 中村 洋 先生
（中村先生にはホワイトボードを使って、大学の講義風にご講義していただいております。）
- ・HPLCの基礎理論と用語
- ・HPLCの装置構成と機能
- ・HPLCで用いられる前処理
- ・HPLCにおける分離と検出
- ・HPLCによる定性と定量

テーマ② HPLC分析の準備をしよう・・・弊社技術員 **リニューアル**

- ・器具類（電子天秤、ピペット類、メスシリンダーなど）を使う上での留意点
- ・水、有機溶媒、試薬（塩類など）の選び方
- ・移動相の作り方、脱気の役割、前処理の仕方
- ・分析手順書や試験法などに記載されている分析条件の読み方

テーマ③ HPLC分析をはじめよう・・・弊社技術員 **リニューアル**

- ・HPLC装置を使い始める時の留意点（カラムの取り付け方・扱い方、配管の仕方、移動相の交換方法、装置の立ち上げ方、装置の止め方など）
- ・分析中の異常の見分け方（ピーク形状の確認、圧力の確認など）



中村先生ご紹介

1968年東京大学薬学部卒業、1986年東京大学薬学部助教授、1994年東京理科大学薬学部教授。2011年4月より現職。
公益社団法人日本分析化学会液体クロマトグラフィー研究懇談会委員長、「液クロ虎の巻」シリーズ、「ちょっと詳しい液クロのコツ」シリーズなど監修。

LC talk
Vol. 87

発行日：2013年4月15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