

LC *talk*

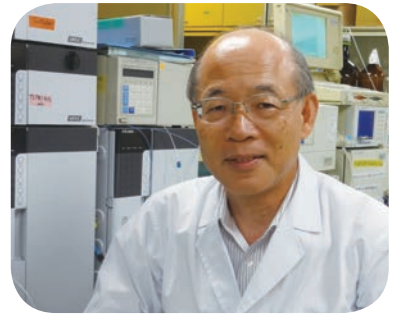
VOL. **88**



2013 *July*

PM2.5, ところかわれば 中身もかわる

金沢大学
医薬保健研究域 / 薬学系
教授 早川 和一



■日本の多くの人は、近頃の空はきれいになったと感じていると思う。私は、物が燃えるときに発生する発癌物質として知られる多環芳香族炭化水素とそのニトロ誘導体（以下 PAH 類と略称する）の分析法を開発して、環境中の動態と健康影響を研究している。都市域の PAH 類の多くは自動車、特にディーゼル車から出ていたことから、首都圏のディーゼル車規制が始まった。当時の石原東京都知事が、テレビカメラの前でペットボトルに入れたディーゼル粉塵を見せながら「都民の健康に有害なディーゼル粉塵による大気汚染を防ぐために、都内に入る大型車を制限する」とのデモンストレーションを行った。そして自動車に対する世界で最も厳しい排ガス粉塵規制がとられるようになった。今はハイブリッド車の人気が大変高く、私もハイブリッド車に乗り換えて 7 年になる。こうした施策が功を奏し、例えば金沢では、大気中 PAH 類濃度が最近 10 年間に 1/10 に激減した。このデータを示す度に海外の大気汚染研究者は一律に目を丸くする。

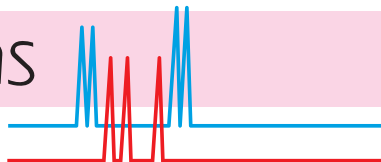
■ところが、今年は新春から中国北京市の PM2.5 が世界の大きな関心事となり、日本では毎年 3～5 月に黄砂が襲来することから、PM2.5 が日本に長距離輸送されて影響が出るのではないかと危惧された。中国は目覚ましい経済産業発展を続け、今や世界第 2 位の経済大国で、世界最大の石炭消費国でもある。私は 15 年程前から中国の主要都市の大気を継続調査しているが、工場の排煙だけでなく、冬は団地の石炭暖房施設からすさまじい量の煙が排出され、その中に沢山の PAH 類が含まれている。もちろん煙突には煙の処理装置は殆どついていない。中国の都市では自動車交通量も急速に増加しているが、冬の中国北部においてはまだまだそれをはるかに凌ぐ量の PAH 類が石炭暖房施設から出ている分析結果に驚かされる。

■日本では大気環境基準として「PM2.5 の 1 日平均値が $35 \mu\text{g m}^{-3}$ 」を定めている。さらに今回の問題を受けて、急遽 PM2.5 の 1 日平均値が $70 \mu\text{g m}^{-3}$ を超えると予想される場合には注意報を発することになった。通常、土壤

粒子の粒径は PM2.5 より大きい、日本まで長距離輸送された黄砂は PM2.5 に入る割合も少なくない。即ち、以前から春先は燃焼由来の PM2.5 と自然由来の PM2.5 が一緒に日本まで飛んで来ている。あたかも急に今年になって PM2.5 レベルが上昇したかのように報道されたが、これは間違いである。

■ところが世界は広く、生活様式も様々。PAH 類の発生源もそれだけではない。タイ北部のチェンマイ市は周囲を数百メートルほどの山々に囲まれた盆地にあり、国内でも最も肺がん死亡率が高い地域である。東南アジアは昔から焼畑農業が盛んで、乾季になると周囲の山々のあちこちから煙が上がる。この煙には沢山の PAH 類が含まれており、自動車から出る排ガス粉塵と相まってチェンマイ市内の大気汚染を助長し、これが高い肺がん死亡率の原因と考えられていた。そこで、私たちはチェンマイ大と共同で、市内の住民として交通警察官とタクシー運転手、比較対象として山村住民の各々 100 人ずつの尿を採取し、呼吸で体の中に入った PAH が代謝された物質（PAH 代謝物）を尿から定量した。当然ながら、チェンマイ市内の住民の方が PAH 代謝物の濃度は高いと思っていた。ところが結果は全く逆。試料の取り違えがなかったか心配になり、学生に確認したが「絶対にそんなことはない!」と断言された。そこで念のためと、皆で室内を調べてみた。すると、日常の炊事の他に冬期には暖房にも薪を使っていた。換気設備は全くなく、もうもうと立ち込める煙にかすむ土間に家族みんなが生活している。「ああ、これが最大原因か」と初めて分かった。ヒトは 1 日の 2/3 以上を室内で過ごす。大気汚染、大気汚染と言うが、生活様式が異なれば室内にも大きな汚染源があったのである。

■このように、日本の都市大気汚染は自動車対策によって大きく改善したが、中国にはまだそれが通じない都市も少なくない。さらに最大の汚染源が室内にある地域もある。ところかわれば、PM2.5 の発生源も様々。研究成果や施策の押し売りは禁物である。



ヨーグルト中オロト酸の分析

オロト酸は乳清から発見された化合物で、オロチン酸、オロト酸、ウラシル-6-カルボン酸とも呼ばれます。オロト酸は第3類医薬品として一般医薬品や化粧品などに配合されてきましたが、平成24年1月に「医薬品の効能効果を標ぼうしない限り医薬品と判断しない成分本質（原材料）リスト」に掲載され、今後健康食品などへの利用が期待されています。ここでは、逆相クロマトグラフィーによるヨーグルト中オロト酸の分析例についてご紹介します。

オロト酸の構造を図1に示します。

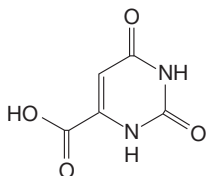


図1 オロト酸の構造

オロト酸は極性が高く、一般的な ODS カラムでは保持されにくい成分であり、有機溶媒を含まない移動相（水溶液 100%）を用いる必要があります。しかし、このような移動相を用いると保持時間が徐々に早くなる傾向があり、安定した分析ができないことがあります。そこで、今回は水溶液 100% の移動相条件下でも安定して分析できるように設計された“Hydrosphere C18”（株式会社ワイエムシー）を用い、オロト酸分析の検討を行いました。

図2に、オロト酸標準液（10 mg/L）のクロマトグラムを、また表1に分析条件を示します。

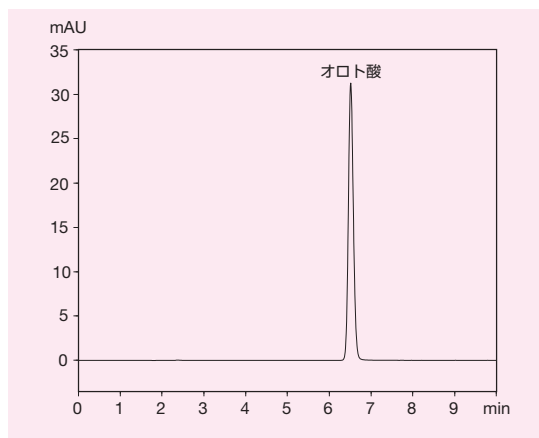


図2 オロト酸標準液のクロマトグラム
（10 mg/L, 10 μ L 注入）

表1 分析条件

カラム	: Hydrosphere C18 (150 mm L. \times 4.6 mm I.D., 5 μ m)
移動相	: 10 mmol/L りん酸(ナトリウム)緩衝液 (pH 2.6)
流量	: 1.0 mL/min
カラム温度	: 40 $^{\circ}$ C
注入量	: 10 μ L
検出	: SPD-20A at 280 nm

オロト酸標準液 0.1 mg/L から 10 mg/L を用いて得られた検量線を図3に示します。相関係数 (R) 0.9999 以上と良好な直線性が得られました。図4に、ヨーグルトのクロマトグラムを示します。サンプルは限外ろ過膜でろ過後、水で10倍希釈して分析しました。

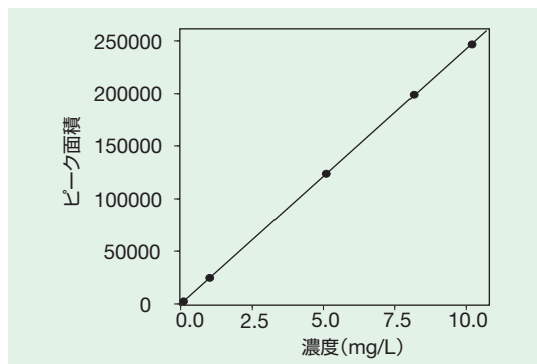


図3 オロト酸の検量線

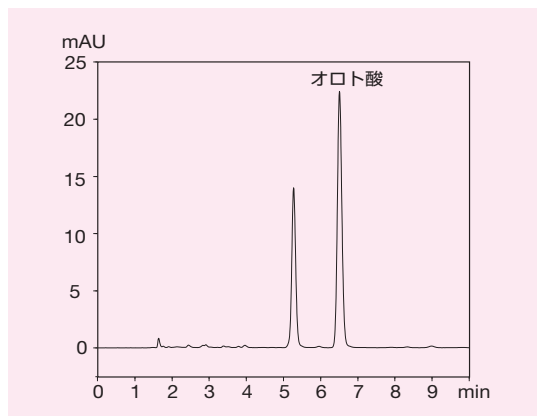


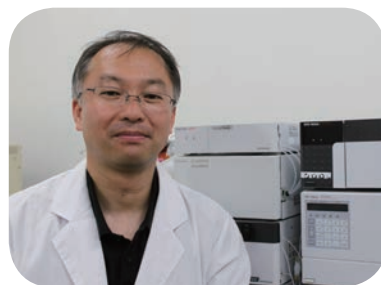
図4 ヨーグルトのクロマトグラム

本分析条件により、極性の高いオロト酸を ODS カラムで保持させ、水溶液 100% の移動相を用いながらも安定した分析が可能となりました。 (Nm)

【参考文献】厚生労働省:医薬品の範囲に関する基準の一部改正について、薬食発0123第3号、平成24年1月23日

水道原水中の アンモニウムイオンや アミノ酸の分析

京都大学大学院工学研究科
都市環境工学専攻
都市衛生工学研究室
准教授 越後 信哉



■日本を始め多くの国では、浄水処理において塩素消毒を行い、水中の微生物を不活化して水系感染症のリスクを低減し我々の健康を守ってきた。しかし、最近では水道水の快適性に関する不満から水道水離れが進んでいる。不満の原因の一つが塩素消毒によって発生する臭気、カルキ臭であるとされる。

■カルキ臭の原因は、水道原水中のアンモニウムイオンやアミノ酸と、消毒剤として添加される塩素が反応して生じるトリクロロアミン (NCl_3) や *N*-クロロアルドイミンであるとされる。水道水のカルキ臭に関する分析法には、官能試験による臭気強度の測定や、ヘッドスペース GC-MS 法によるトリクロロアミンの分析がある。カルキ臭の制御を考える場合これらの分析に加えて、その前駆体であるアミノ酸やアンモニウムの分析も重要である。本稿では、我々の研究チームで行っている低濃度域でのアミノ酸とアンモニウムイオンの分析について紹介する。最初にそれぞれの分析法自体を紹介し、その後少しだけ苦勞話を述べたい。

■まずアミノ酸であるが、HPLC の設定自体や反応試薬自体は、Prominence アミノ酸分析システムの基本設定そのものを利用している (*o*-フタルアルデヒドによる誘導体化法)。ただし、測定にあたっては、遊離アミノ酸と結合アミノ酸両方を測定している¹⁾。遊離アミノ酸とは他の化合物と結合をしていないアミノ酸を指す (普通のアミノ酸)。結合アミノ酸は総アミノ酸から遊離アミノ酸を差し引いたものである。総アミノ酸とは遊離アミノ酸に加えてペプチド結合やタンパク質等のアミノ酸同士で結合したものや腐食物質等の他の物質と結合したものを構成するアミノ酸の合計を指す。遊離アミノ酸については、感度確保のため前処理として試験管エバポレータで 40 °C にて、5 倍に濃縮した。総アミノ酸については、前処理として 6 M 塩酸で 20 時間、110 °C で加水分解を行い、構成する遊離アミノ酸として測定を行った。遊離アミノ酸の定量下限値はグリシン、セリン、フェニルアラニン、 β -アラニンが 0.03 μM 、それ

以外の遊離アミノ酸が 0.05 μM 付近であった。

■図 1 に分析結果の一例を示す。限られた測定結果ではあるが、環境水や下水処理水中のアミノ酸は、ほとんどが結合アミノ酸の形態をとること、濃度範囲は数 μM から 10 数 μM であることがわかる。

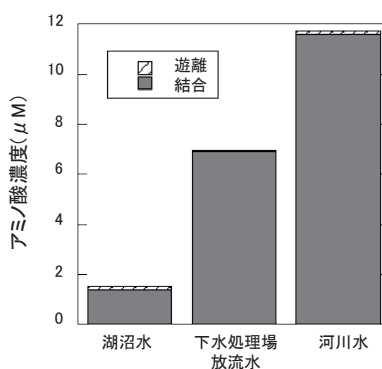


図 1 環境水中アミノ酸の測定例

■次にアンモニウムイオンであるが、水道原水中には、数~数 10 $\mu\text{g/L}$ 程度で存在していることが多い (場合によっては 100 $\mu\text{g/L}$ を超えることもある)。数 10 $\mu\text{g/L}$ が一般的なアンモニア電極の検出下限であるが、それ以下であっても臭気閾値を超過するトリクロロアミンが生成されるため、カルキ臭からみたアンモニウムイオン濃度の把握のためにはもう一桁低いレンジの分析が必要となる。一方で水道原水には、 mg/L オーダーのナトリウムイオンが共存する。ナトリウムはアンモニウムイオンとの分離が困難で、ごく微量のアンモニウムイオンを測定するためには、アンモニウムイオンに選択的な検出方法が望ましい。

■そこで、アミノ酸の場合と同様に *o*-フタルアルデヒドを誘導体化試薬に蛍光検出器を用いて測定することとした。測定条件は Kuo らの方法を参考にした^{2,3)}。分析条件を表 1 に示す。図 2 に誘導体化による測定例、比較のために電気伝導度検出器による測定例を図 3 に示す。前者の方が明らかにナトリウム

表 1 アンモニウムイオンの分析条件^{2,3)}

移動相ポンプ	LC-20AB(Shimadzu)
反応液ポンプ	LC-10ADvp(Shimadzu)
分析カラム	IC YS-50(Shodex)
ガードカラム	IC YS-G(Shodex)
溶離液	2 mM メタンスルホン酸 6.7065 g/L o-フタルアルデヒド
反応液	0.4 g/L 亜硫酸ナトリウム 20 g/L ホウ酸緩衝液 (pH 12)
反応方式	ポストカラム方式
流量	溶離液：1.00 mL/min 反応液：0.25 mL/min
検出器	蛍光検出器 RF-10A _{xx} (Shimadzu) 励起波長 346 nm 蛍光波長 425 nm
カラム温度	55℃
反応槽温度	55℃
注入量	50 μL

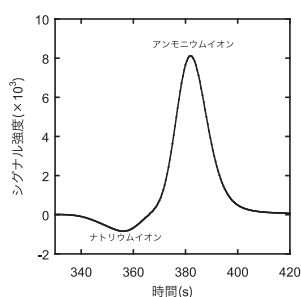


図 2 ポストカラム誘導体化・蛍光光度検出によるクロマトグラム
(アンモニウムイオン濃度=10 μg/L, ナトリウムイオン濃度=10 mg/L)

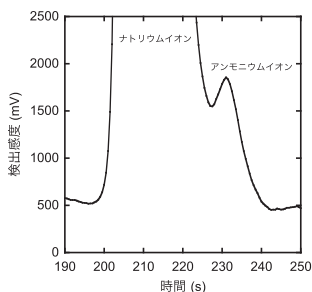


図 3 電気伝導度検出によるクロマトグラム
(アンモニウムイオン濃度=20 μg-N/L, ナトリウムイオン濃度=10 mg/L)

イオンの影響が小さいことがわかる。この後、この方法により 1 μg/L 付近でも十分なシグナルを得られることを確認した。

■ さて、これでめでたしめでたし、浄水プロセスの処理性の研究をしようということになるはずだったが、何度か分析を繰り返していると測定日によってどうもブランク値や標準試料に対するレスポンスが振れることがわかった。試薬の中の不純物や、ガラス器具の洗浄不足も疑ったが、結局はこのコンタミの主な原因は実験室内空気中のアンモニアであった。極端な例では、ピーカーに超純水を入れて、数時間放っておくと 100 μg/L を超えることもあった。それで、アンモニア濃度が低い実験室を探すこ

とになり、ピーカーをあっちこっちにおいて実験室フロア全体のアンモニアマップが作れるくらいの分析をした。水の研究をしているつもりが、空気中のアンモニアの分析をするはめになったわけである。

■ そのような試行錯誤があり、最終的に行き着いた解決法は以下の2点である。まず、試料の保存容器のキャップを全て密閉性の高いもので統一した(どのキャップがいいのかという「キャップの研究」も行った)。これで、保存中のコンタミは激減したのだが、実験操作を行う時にはどうしても大気と触れる。そこで、アンモニアフリーチャンバーなるものを特注で作ってもらった(これも島津製、写真1)。仕掛けは単純で、外部から空気を取り入れ活性炭フィルターを通しアンモニアを除去した空気をチャンバー内に送るものである。これにより、実験作業中のコンタミも激減し、ようやく安心して分析・実験ができるようになった。

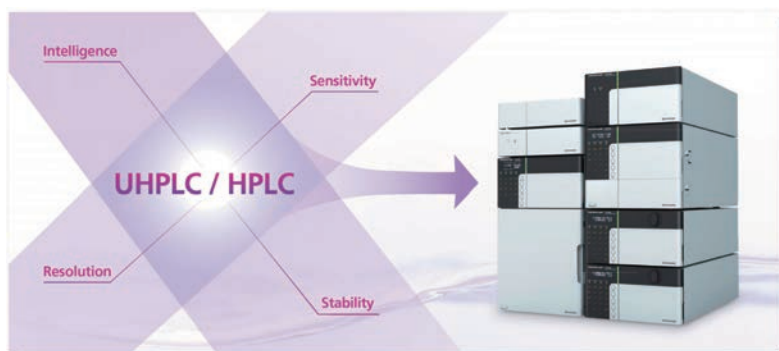


写真 1 アンモニアフリーチャンバー

■ だいぶ LC の話からは脱線してしまったが、アンモニアのように単純な物質の分析の方がかえって難しい場合があることや、水の研究をしていても空気中の物質が問題となることがあるという一例として紹介した。何かのご参考になれば幸いである。

参考文献：

- 1) 久本祐資, 中村怜奈, 小坂浩司, 越後信哉, 大河内由美子, 浅見真理, 伊藤禎彦: 水道原水中のアンモニウム濃度の存在実態, 土木学会論文集 G (環境), Vol.67, No. 7, III_23-III_30, 2011.
- 2) Kuo C., Wang P., Wu C.: Fluorometric determination of ammonium ion by chromatography using postcolumn derivatization with o-phthalaldehyde, J. Chromatogr. A, Vol.1085, pp.91-97, 2005.
- 3) 佐藤尚行, 越後信哉, 伊藤禎彦, 権大維, Songkeart Phattarapattamawong, 村田道拓, 小坂浩司: 極低濃度域カチオン臭原因物質のイオン交換法による制御, 環境工学研究論文集, Vol.46, pp.225-232, 2009.



島津超高速液体クロマトグラフ “Nexera X2” で新規開発したフォトダイオードアレイ (PDA) 検出器とともに、PDA 検出器の特長を活かした新たな定量機能として、測定濃度範囲 (ダイナミックレンジ) を広げる “i-DReC (Intelligent Dynamic Range Extension Calculator)” を追加しました。i-DReC 機能を活用すると、検出器信号が飽和するような高濃度領域においても適切なピーク面積や高さを得ることができますので、従来複数回に分けていた測定を一度の分析で行うことが可能となります。今回は、この新たな定量技術 i-DReC の特長をご紹介します。

■ i-DReC 機能とは

吸光光度検出器では、高濃度域において検出器信号が飽和し、ピーク面積や高さが小さくなり検量線の直線性が得られないことがあります。i-DReC 機能では、PDA 検出器が多波長でクロマトグラムを得ていることを活用して、設定されたモニター波長で検出器信号が飽和しても …

1) 飽和していない波長によるクロマトグラムを選択し、解析する

2) モニター波長と飽和しない波長での吸光係数の比率を算出する

3) 飽和しない波長でのピーク面積または高さを吸光係数比を用いモニター波長でのピーク面積に換算する … という処理を自動的にを行い、検出器信号が飽和する高濃度領域でも検量線の直線性を得ることができます。

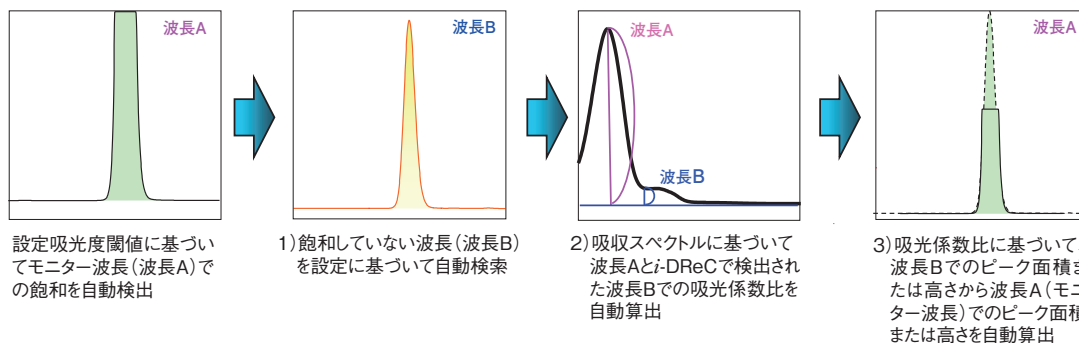


図 1 i-DReC による測定範囲の拡張イメージ

■ 不純物分析における課題

微量不純物のピーク面積百分率による含有率測定において、不純物を精度良く定量するには試料濃度を高め、ピークのSN比を向上させる必要があります。しかし、このような濃度では主成分ピークが飽和することがあり、一度の分析で結果を得ようとする、不純物の含有率測定結果が高めの値となってしまいます。

この課題の解決のため、不純物のピーク面積を得るための高濃度試料溶液と主成分のピーク面積を得るための希釈試料溶液（標準溶液）の2つを調製して各々を分析し、希釈倍率によってピーク面積率を補正する方法があります。しかし、この方法では、試料調製時の希釈誤差や2つの試料を分析する必要があるために、定量誤差やスループットの低下が発生します。

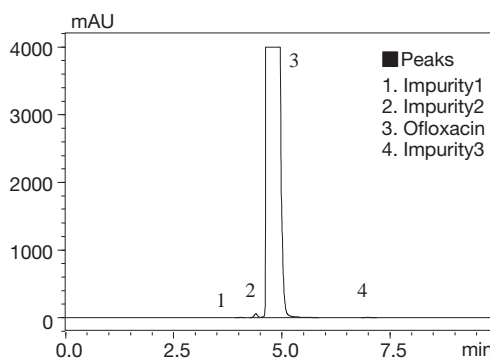


図 2 試料溶液 (10 g/L) の分析

■ *i*-DReC による不純物分析の課題解決

i-DReC では、高濃度試料溶液を分析した際の主成分の検出器信号の飽和によるピーク面積の過少評価（不純物含有率の過大評価）を回避することができます。これにより、従来法における希釈試料溶液の調製や2回行っていた分析を1回にすることができます。

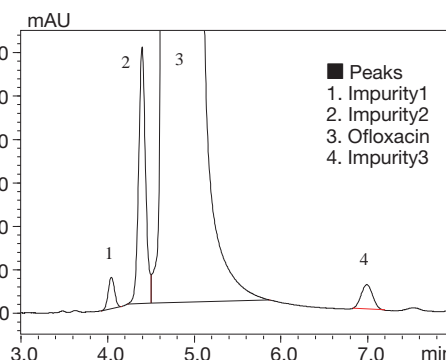


図 3 試料溶液 (10 g/L) の分析 (拡大)

■ *i*-DReC の不純物分析への応用

不純物分析に対して *i*-DReC の有用性を確認するため、オフロキサシン中の不純物分析事例をご紹介します。

ここでは、試料溶液と標準溶液（試料溶液を 1/50 に希釈）を分析する従来法に対して、試料溶液のみの分析において、*i*-DReC 適用の有無による不純物ピーク面積率の違いを評価しました。試料溶液分析では、不純物は十分な感度で検出できていますが、主成分は 4 AU を超えるピーク強度のため飽和しています（図 2 および 3）。

一方、標準溶液の分析結果（図 4）では、主成分ピーク強度は約 650 mAU と飽和していませんが、不純物を十分な感度で検出することはできませんでした。

これらの結果より、不純物ピーク面積率を求めた結果を表 1 に示します。試料溶液の分析結果より、*i*-DReC を適用せずに不純物ピーク面積率を算出すると主成分ピークの飽和により各不純物のピーク面積率は約 2.5 倍高く算出されました（主成分のピーク面積に標準試料の主成分ピーク面積を 50 倍した値を使用した結果（従来法）を基準とする）。一方、試料溶液の分析に *i*-DReC を適用すると従来法と同等の不純物ピーク面積率が得られています。

このように、*i*-DReC を使用すると不純物分析におけるスループットを高めることができます。

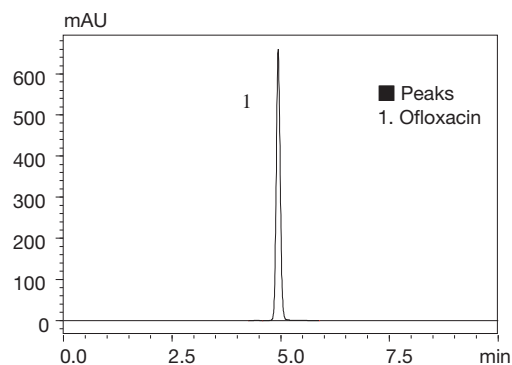


図 4 標準溶液 (200 mg/L) の分析

表 1 不純物ピークの面積率 (%)

不純物	1	2	3
<i>i</i> -DReCなし	0.040	0.358	0.057
<i>i</i> -DReCあり	0.016	0.147	0.024
従来法	0.017	0.153	0.025

Introductory



HPLC では、いろいろな専門用語が用いられますが、日常的、慣用的に自分が使っている用語が本当に正式なのか・・・と言われるとちょっと自信がない場合があります。用語の統一は重要で、極端な場合、お互い違う意味で話をしている・・・などということも起こりかねません。今回は、HPLC で用いる基本用語のお話します。

● HPLC に関連する日本工業規格 (JIS)

HPLC 全般に関連する JIS には、次のものがあります。

- ・ JIS K0124:2011 高速液体クロマトグラフィー通則
- ・ JIS K0127:2013 イオンクロマトグラフィー通則
- ・ JIS K0136:2004 高速液体クロマトグラフィー質量分析通則
- ・ JIS K0214:2013 分析化学用語(クロマトグラフィー部門)

これらの JIS の中では用語が定義されており、基本的にはそこに記載されている用語を使えば JIS に準拠していることになります。用語は時代の流れとともに、新しくなったり、置き換えられたり、あるいは削除されたりします。現時点で、最新の用語を調べるには、2013 年 3 月に改正された上記「JIS K0214」を参照するのがよいでしょう。

以下に、気を付けておきたい基本用語のいくつかについて、「JIS K0214」をベースに解説します。

● クロマトグラフィー (chromatography), クロマトグラフ (chromatograph), クロマトグラム (chromatogram)

これらは、基本中の基本用語ですが、案外間違っているケースがあります。

- ・ クロマトグラフィー → 方法
- ・ クロマトグラフ → 装置
- ・ クロマトグラム → 結果の記録、図

例えば、「高速液体クロマトグラフィーにより、〇〇中の成分 A を定量した。装置には島津製作所製の高速液体クロマトグラフを用い、図に示すクロマトグラムが得られた。」というような使い分けになるわけです。なお、一昔前には、高速液体クロマトグラフを用いる分析 (法)・・・の意味で、「高速液体クロマトグラフ分析 (法)」という表現もありましたが、現在では分析法を示す場合、高速液体クロマトグラフィーとなっています。

● クロマトグラフィー管 (chromatographic tube)

「クロマトグラフィーにおいて、充填剤を充填するための管」¹⁾ のことです。つまり・・・

カラム=クロマトグラフィー管+充填剤(固定相)

ということになります。クロマトグラフィー管はしばしば「空カラム」などと呼ばれることがありますが、JIS

HPLCで用いる 基本用語のはなし

では「空 (から) カラムの用語を用いることは、望ましくない」¹⁾ と明記されています。

● 分析種 (analyte)

英語の「analyte」に対応する日本語で、「分析試料又は試料溶液中の被検成分。分析対象成分ともいう。」¹⁾ と定義されています。日常的には、分析目的成分などとも呼ばれますが、JIS では明確に「分析種」という用語がありますので、この用語を用いるようにしましょう。

● ホールドアップタイム (holdup time)

保持係数 (k) の計算などに用いる「 t_0 」のことで、「試料導入時からカラムに保持されない成分のピークの頂点が現れるまでの時間。」¹⁾ と定義されています。

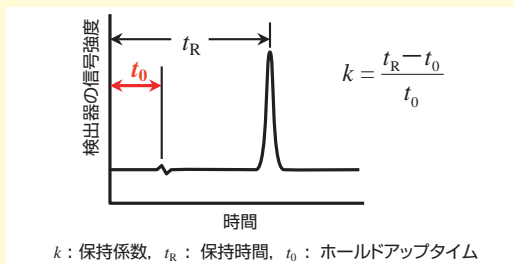


図 1 t_0 と保持係数の計算

「 t_0 」に対しては、「ボイドタイム」や「デッドタイム」という言葉が用いられることもありますが、「ホールドアップタイム」の使用が推奨されています。また、これを容量で表す場合には、「ホールドアップボリューム (holdup volume)」を用います。

2013 年 3 月の「JIS K0214」改正では、多くの用語が新規掲載されました。例えば、皆さんが最近よく目される以下の用語も、正式に定義されています。

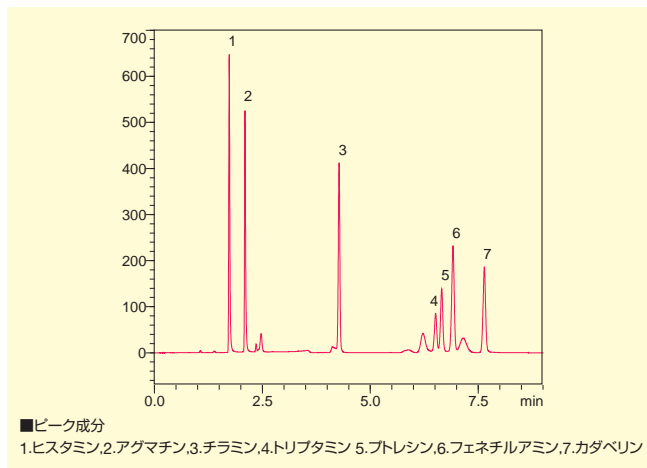
- ・「超高速液体クロマトグラフィー」と略語である「UHPLC」
- ・「親水性相互作用クロマトグラフィー」と略語である「HILIC」
→ LCtalk Vol.70, Vol.71 「入門」参照
- ・「包括的二次元クロマトグラフィー」と別称である「コンプリヘンシブ二次元クロマトグラフィー」
→ LCtalk Vol.83 「入門」参照
- ・「コアシェル充填剤」
→ LCtalk Vol.87 「入門」参照

なお、これら JIS は「日本工業標準調査会」の Web サイトから閲覧することができます。(Mk)

[文献]

1) JIS K0214:2013 分析化学用語(クロマトグラフィー部門)

No.L449 高速高分離分析の応用 (その 46)
オートサンブラ SIL-30AC による自動プレカラム誘導体化
生体アミン類の分析



HPLC No.L449

高速高分離分析の応用 (その 46)

オートサンブラ SIL-30AC による自動プレカラム誘導体化
生体アミン類の分析

生体アミン類は食品や飲料中にてアミノ酸の酵素的脱炭酸により自然に生成されるため、食品腐敗の指標として用いられます。特に、ヒスタミンに関してはアレルギー様食中毒を引き起こす物質であり、FDA では食品全般において 50 ppm 以下、EU では水産物において 100 ppm 以下、コーデックス規格では魚醤油において 400 ppm 以下と設定されています。ここでは、Nexera X2 オートサンブラ “SIL-30AC” の前処理機能により、アミン類を OPA による蛍光誘導体化して分析した例をご紹介します。

HPLC No.L451

フォトダイオードアレイ検出器の新機能

i-DReC (Intelligent Dynamic Range Extension Calculator) の不純物分析への応用

Nexera X2 フォトダイオードアレイ検出器 “SPD-M30A” の新しいデータ解析法である「ダイナミックレンジ拡張計算機能 *i*-DReC」を用いれば、検出器の信号が飽和する高濃度領域でも、スペクトルの相似性を利用して、ピーク面積 / 高さを計算することが可能です。ここでは、*i*-DReC の原理説明と、本機能を適用した医薬品成分に含まれる不純物の面積百分率による分析例をご紹介します。

HPLC No.L450

ヨーグルト中オロト酸の分析

オロト酸は乳清から発見された成分で、核酸 (ピリミジン) の主要前駆体であり、第 3 類医薬品として一般医薬品や化粧品などに配合されてきました。平成 24 年 1 月 23 日付け「医薬品の範囲に関する基準の一部改正について」(薬食発 0123 第 3 号) により、オロト酸およびそのカリウム塩、マグネシウム塩が「医薬品的効能効果を標ぼうしない限り医薬品と判断しない成分本質 (原材料) リスト」に掲載されました。これにより、今後健康食品などへの利用が期待されています。ここでは、ヨーグルト中オロト酸の分析例をご紹介します。(本号 “Applications” もご覧ください。)



ご存知ですか

Nexera & UFMS Application Data sheet

「Nexera & UFMS Application Data Sheet」は、島津超高速液体クロマトグラフ “Nexera X2” および “UFMS シリーズ” 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。

No.28 高感度セルを用いた SPD-M30A によるバルサルタン中不純物の超高速・高感度分析

No.29 高感度セルを用いた SPD-M30A による合成着色料の超高速・高感度分析

No.30 高感度セルを用いた SPD-M30A による水溶性ビタミンの超高速・高感度分析

No.31 島津蛍光検出器 RF-20A を用いた陰イオン界面活性剤の分析

No.32 肥料中のメラミン及び関連物質の分析

No.33 肥料中のジシアンジアミドの分析

No.34 ぎ酸とホルムアルデヒドの同時分析

No.35 自動 OPA プレカラム誘導体化による魚醤油中アミノ酸およびヒスタミンの高速分析

No.36 トリプル四重極型 LC/MS/MS を用いた新規追加水質農業の一斉分析

● 「Nexera & UFMS 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 23 回クロマトグラフィー科学会議 (2012 年 11 月, 岐阜)

キラル化合物の迅速メソッドスカウティング

山口忠行, 寺田英敏, 坂井健朗, 早川禎宏

複数カラムおよび移動相を連続的に切り換えながら分析条件の網羅的検討を行う "Nexera Method Scouting System" を用い, キラル化合物 3 種類の最適分析条件を 6 種類のキラル分析用カラムと 8 種類の移動相とを組み合わせ (計 48 通り), 迅速探索した結果を報告した。

河川水中微量多環芳香族炭化水素の HPLC 自動前処理分析

渡部悦幸, 早川禎宏, 細矢 憲^{*1}, 久保拓也^{*2}
(*1: 京都府立大学大学院, *2: 京都大学大学院)

フミン質除去機能を持つ表面修飾前処理カラムとポンプ濃縮によるカラムスイッチング自動前処理 HPLC を開発し, 河川水中微量多環芳香族炭化水素の蛍光検出分析に応用した。回収率向上のため, ポンプ濃縮流路に新たに自動希釈流路を加え, その有用性について報告した。

2 次元分離 LC/MS/MS システムによる医薬品中不純物解析

山部恵子, 園村和弘, 早川禎宏, 三上博久

医薬品の不純物分析においては, HPLC-UV 法で最適化された分析条件が MS 検出に適さない場合がある。ここでは, 2 次元分離とその分離の中間で, オンライン濃縮が可能なカラムスイッチング LC/MS/MS システムを構築し, 不純物をりん酸緩衝液で分離後, トラップカラムで濃縮, 2 次元分離で MS 検出した結果について報告した。

新規高耐圧ステンレスフリーカラムを用いたりん酸基含有化合物の分析

佐藤友紀*, 山口忠行, 尾坂裕輔, 山本祝久*
(*: 株式会社島津ジーエルシー)

りん酸基含有化合物や金属キレート性のある化合物を HPLC 分析する際, カラムや配管の金属部分に吸着することが知られている。ここでは, ステンレス製クロマトグラフィー管の内面を特殊コーティングした新開発カラムを用い, りん酸基含有化合物分析における効果について報告した。

日本分析化学会近畿支部 平成 24 年度第 2 回支部講演会 (2012 年 12 月, 大阪)

高速液体クロマトグラフィーにおける技術開発の流れ・・・その振り返りと、これから

三上博久

1969 年に誕生した HPLC の歴史における技術開発の流れについて, ハードウェア技術, 分離技術, アプリケーション技術の面から, 演者らの経験や取り組みを中心に時間軸でレビューし, その現状と今後について述べた。

第 259 回液体クロマトグラフィー研究懇談会 (2013 年 1 月, 東京)

電子天秤…原理と校正

服部康治

講演主題「はかる: 確かな HPLC 分析のために知っておきたいこと」において, 電子天秤の種類, ロードセル式の原理, 島津独自の電磁力平衡式 - ユニブロックの原理と特長, 校正方法や日常・定期点検などについて解説した。

第 260 回液体クロマトグラフィー研究懇談会 (2013 年 2 月, 東京)

Hyphenated Mass Spectrometry を用いた違法薬物分析

村田英明

講演主題「違法ドラッグ等の現状と分析」において, 違法薬物分析の基本的な考え方, GC/MS と LC/MS の比較, 法薬毒物データベースを活用した GC/MS による分析例, LC/MS(MS) による基本的な分析の流れと実試料の分析例などについて紹介した。

talk 執筆者

早川 和一 先生

「PM2.5、ところかわれば中身もかわる」

はやかわ わいち=金沢大学 医薬保健研究域/薬学系
衛生分析科学講座 衛生化学研究室 教授

- ▶ 1974年3月東京大学薬学部卒業（薬品分析化学講座）、1976年3月東京大学大学院薬学系研究科修士課程修了（同）、1977年3月同博士課程1年修了退学、1977年4月金沢大学薬学部助手（衛生化学講座）、1985年年11月金沢大学薬学部助教（同）、1998年8月金沢大学薬学部教授（衛生分析科学講座衛生化学研究室）、2002年9月文部科学省21世紀COEプログラム「環日本海域の環境計測と長期・短期変予測-モニタリングネットワークの構築と人為的影響の評価-」拠点リーダー（～2007年3月）、2008年4月金沢大学医薬保健研究域薬学系教授（改組に伴う）、2009年4月金沢大学学長補佐（国際担当）兼務（～2010年3月）、2012年3月 金沢大学医薬保健研究域薬学系長 / 環日本海域環境研究センター長、現在に至る。

専門分野	衛生化学、環境分析化学
将来の夢	アジアの環境-健康研究拠点(スーパーサイト)を能登半島に!
趣味	冬はスキー、それ以外の季節はテニスを楽しんでいます。



季節は巡り、夏の到来です。京都の夏といえば、「祇園祭」や「五山送り火」をご存知の方も多いと思います。京都で生まれ育った私にとって、これら行事は日常的過ぎて(?)知らないこともたくさんあります。今年は一から勉強しはじめています。

(Mk)



NOW

執筆者

越後 信哉 先生

「水道原水中のアンモニウムイオンやアミノ酸の分析」

えちご しんや=京都大学大学院工学研究科
都市環境工学専攻
都市衛生工学研究室 准教授

- ▶ 1995年3月京都大学工学部衛生工学科卒業、1997年3月京都大学大学院工学研究科環境地球工学専攻修士課程修了、2002年5月イリノイ大学

アーバナ・シャンペーン校大学院環境工学専攻博士課程修了、2002年5月京都大学大学院工学研究科助手、2004年7月同講師、2007年10月同准教授、2008年4月京都大学大学院地球環境学学准教授、2013年4月より現職。

専門分野 水質化学・水道工学（主な研究テーマ：次世代型高度浄水処理プロセスの開発、消毒副生成物の生成特性と制御に関する研究）

将来の夢 水中の溶存有機物の全解析

趣味 登山、溪流釣り

島津 PIC/S セミナーを開催しました！

☆島津 PIC/S セミナー

2013年4月24日東京会場を皮切りに、大阪、名古屋など全国8会場で、「島津PIC/Sセミナー」を開催しました。講演は、「PIC/S GMPの概要と対応のポイント」、「PIC/S GMP対応の原料受入検査」、「PIC/S GMP対応に向けた分析機器バリデーション(HPLCを例として)」、「PIC/S GMPに対応した分析システム」の4演題で、PIC/S GMPの最新情報と、島津製作所として、どのようなサポートが可能であるかをご紹介します。各会場では、最新装置の展示も行い、HPLC関連ではNexera X2を展示し、SPD-M30Aの新機能であるi-PDeA、i-DReCなどについてもご紹介します。

各会場とも多くの方々のご来場をいただきまして、誠にありがとうございました。



セミナー風景（大阪会場）



JASIS 2013 (分析展2013 / 科学機器展2013)

開催日：2013年9月4日(水)～6日(金)
場 所：幕張メッセ国際展示場(千葉県)



JASIS 2012

- 島津ブースでは、最新の分析計測機器を展示します。
- 詳細につきましては、島津Webサイトで順次ご案内します。

■新技術説明会のご案内

島津製作所では、本年も幅広い分野での講演を行う予定です。以下はHPLCおよびLC/MS関連のテーマです。日時および会場等につきましては、島津Webサイトでご確認ください。

	テーマ	内 容
1	これぞ必見！さらなる進化を遂げた医薬品分析に有用なUHPLC最新技術	不純物検出や測定レンジを飛躍的に拡張する島津独自機能を、実際の分析事例を交えてご紹介します。
2	これで解決！オンライン酵素消化HPLCを用いたタンパク質の自動分析	タンパク質自動酵素消化による前処理効率化と抗体医薬やマーカー探索への応用例をご紹介します。
3	これぞ必見！最新カラムテクノロジーを用いたHPLC・LC/MSの分析	100 MPa対応の不純物除去カートリッジをはじめ、最新カラムを用いた分離技術をご紹介します。
4	聞いてみたかった！有機合成の最前線～LC分取・GC分取とMS等による合成品の簡易確認	DART-LCMSやLC分析・分取、精密GC分取などを活用した有機合成成分の精製/評価手法をご紹介します。
5	これで解決！遺伝毒性不純物、残留有機溶媒から重金属まで医薬品不純物分析へのトータルソリューション	医薬品の品質管理において重要な要素のひとつである不純物分析について、遺伝毒性不純物、残留有機溶媒から重金属までLC、GC、質量分析など各種分析手法によるトータルソリューションをご紹介します。
6	これぞ必見！食の安全における最新のLC-MS/MS分析ソリューション ー高感度・高速・多成分一斉分析の最新技術ー	食の安全分野における残留成分の微量定量やスクリーニング分析など、高感度多成分一斉分析というニーズに応える最新LC-MS/MS分析ソリューションを日常分析の留意点も交えてご紹介します。
7	これで解決！LC-MS/MSによる脂質メディエーター 一斉分析手法の開発	高速LC-MSによる脂質メディエーター130成分の一斉分析法とその応用例としてマウス脳組織の分析についてご紹介します。
8	これで解決！環境分野における最新のLC-MS/MS分析ソリューション ー高感度・高速・多成分一斉分析の最新技術ー	水質農業や界面活性剤のモニタリングなど、環境分野において近年その用途がめざましく広がるLC-MS/MSの分析アプリケーションを、最新の分析技術や分析の留意点などを交えてご紹介します。
9	これぞ必見！1.3 μmコアシェルカラムで次世代のUHPLCパフォーマンスを*	UHPLCシステムで50万段数/mを発揮する1.3 μmコアシェルカラムの性能についてご紹介します。
10	これぞ必見！コアシェルカラムKINETEXは次の時代へ ～分析から分取まで～*	5 μmコアシェル粒子の追加で可能になったUHPLC～HPLC～分取LC間分析法移管についてご紹介します。

*：※は、株式会社島津ジーエルシーによる講演です。

LC talk
Vol. 88

発行日：2013年7月16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