



談 話 室

分 業 制

筆者は、2018年11月に行われた日本分析化学会中国四国支部創立60周年記念式典・記念講演会に参加し、中でも特に岡田哲男先生のご講演が記憶に残っている。岡田先生は、学術・学理としての分析化学についてお話をされ、分析化学とは、①分析法の原理、限界、適用などを極める、②新しい分析法の原理、概念を創出する（測れなかったものを測る）、③分析（興味）対象への深い洞察（試料の前処理や濃縮などもこれらに含まれる）、④実分析の場合、試料処理から計測、結果の解析、数値の意味、信頼性、限界すべてを見渡す学問であるとされた。当時大学教員になって5年目であった私の心に強く響き、それ以降、筆者が担当する講義（基礎分析化学、分析化学）の初回には、岡田先生のお言葉を借りて分析化学の説明をしている。

筆者は、環境水水質・底質に関係する化学種の簡便な分析法の開発をテーマに研究を行い、その手法を用いて宍道湖や中海の水質調査を行っている。筆者は、環境水中硫化水素の定量を得意とし、硫化水素を追いかけてかれこれ20年になる。硫化水素は採水直後から酸化・消失が始まるため、試料採取の出来が分析結果に直結する。そのため、筆者はサンプリングも含めて分析化学だと考えている。これまで、筆者が確立した手法を、国の研究機関や民間企業等に技術移転を行う機会があった。その時に経験したことを紹介する。

調査の事前打ち合わせには、発注者と受注者が参加し、受注者側には現場の担当者に加え、分析の担当者が同席した。打ち合わせ早々、大学（筆者の研究室）と民間企業との違いを痛感した。筆者は、サンプリングから解析・解釈までのすべてが出来る人材の育成を目標としており、これらの一連の作業を同一人物がすべて担当することが必要であると考えている。しかし、民間企業の場合、サンプリングと分析の担当者が違う、いわゆる分業制で動いている。分業制とは、仕事や作業をいくつかの工程や役割に分け、各人または各部署が特定の部分を専門的に担当する制度や仕組みのことである。環境調査の業務では、現場作業（サンプリング）と実験室（分析）で分業され、現場は技術士の資格を持った方が、分析は環境計量士の資格を持った方がそれぞれ担当をされることが多い（まれに技術士と

環境計量士の両方の資格を持つ“猛者”もいる）。また民間企業には、調査部門と分析部門の両方を持つ企業もあれば、調査部門あるいは分析部門のみの企業もある。分析法を移転するために、まずは分析の担当者に島根大学で一通りの作業（サンプリングから解析まで）を習得して頂き、その後に、作業に関するヒアリング（例えば、①現場の近くに屋内、屋外問わず前処理が出来る場所があるか、②試料を採取後、前処理を行う場所までどれぐらいの時間がかかるか、③前処理を行うのは現場の担当者か、それとも分析の担当者か、④測定は、前処理を行ってどれぐらい後になりそうか）を行い、受注者の不安を解消するためにヒアリングで出された質問等にお答えをした。最近、筆者が関係した複数の現場を視察させて頂いたが、ある企業は分析の担当者が現場で前処理を行い、別の企業は現場の担当者が前処理を行うなど、対応は様々であった。筆者としては、普段研究室で行っていることを、企業が実施したらどうなるのかを知る良い機会となったが、改めてこの仕事の面白さを感じた瞬間でもあった。この分野（環境調査や分析）に一人でも多くの人材を輩出すべく、教育・研究に励みたいと思う。

〔島根大学大学院自然科学研究科 管原 庄吾〕

インフォメーション

第405回液体クロマトグラフィー研究懇談会

2025年3月27日（木）、㈱日立ハイテクサイエンスサイエンスソリューションラボ東京において、「脂質・界面活性剤類の分析～構造類似混合物分離へのアプローチ～」を講演主題として第405回液体クロマトグラフィー研究懇談会が開催された。

脂質や界面活性剤類の分析には、異なる炭素鎖長・不飽和度を有する混合物分離が必要な場合が多く分離手法が重要となる。たとえば汎用的なODSカラムを用いた場合、疎水性の違いを認識し分離する点では優れているが、脂質や界面活性剤など疎水性の近い混合物分離には適さない場合がある。本例会では、このような構造類似混合物の分離に関して8件の講演が行われた。参加者は32名であった。

1題目は、ジューエルサイエンス㈱太田茂徳氏により「界面活性剤を含む試料の前処理方法」の演題で講演いただいた。界面活性剤試料の前処理について、その方法の選定、注意点などが詳細に報告された。難しい試料前処理を効率的に行うための貴重な情報提供となった。

2題目は、㈱北浜製作所、井上剛史より「C22などODSより長鎖な固定相における脂質類の分離挙動」の演題で講演をした。異性体、脂質、トリグリセリドなどにおいてODSでは分離が難しい場合に、 $+\alpha$ となる異なる相互作用が効果的であること、トリグリセリドのような大きい分子の分離は、C22やC30固定相の方が分離に有利であることを報告した。

3題目は、㈱クロマニックテクノロジーズ、長江徳和氏により「C30固定相の分離特性：C18固定相との相違・脂溶性化合

物の保持について」の演題で講演いただいた。C30 と C18 の詳細な特性比較情報が提供された。また、PFP や Phenyl 系固定相も含めた異性体分離の特性比較データなど、カラム選択において有益な情報が提供された。

4 題目は、(株)島津製作所、寺田英敏氏により「SFC を用いた脂質、界面活性剤分析」の演題で講演いただいた。最初に SFC (超臨界流体クロマトグラフィー) に関する詳細説明があった。異性体が多く分離の難しいトリグリセリド分析において、SFC と MS によるプロファイリングによる解析の情報提供があった。

5 題目は、花王(株)、森内章博氏により「超臨界流体クロマトグラフィーによる界面活性剤の精密分離」の演題で講演いただいた。非イオン界面活性剤はアルキル鎖長分布と、水酸基位置異性の組み合わせからなるさまざまな同族体や構想異性体の分離が求められるが、SFC を用いて複雑な分離に対応されたことを分離特性、カラム長およびカラム選択の視点から報告された。

6 題目は、東ソー(株)、伊藤誠治氏により「構造類似混合物の分離分析手法」の演題で講演いただいた。構造類似混合物として、塩素化パラフィン、高分子オリゴマー、非イオン界面活性剤を例に、それぞれにおいて LC/MS を用いて最適なカラムや分離モードについて紹介された。非イオン界面活性剤分離には、さまざまな分離モードでの分離とそれらを組み合わせたマルチファンクションモードについて報告があった。

7 題目は、エムエス・ソリューションズ(株)高橋 豊氏より「マスマスベクトルによる構造異性体解析」の演題で講演いただいた。マスマスベクトルにおいては、イオンの開裂によるフラグメントイオンの解析が重要である。特に異性体においては分子量が同じであることから、フラグメントイオン解析が必要となる。本講演では、フラグメンテーションの基本的な考え方およびフラグメントイオンから異性体が識別できる例について詳しく報告された。

8 題目は、本研究懇談会の中村 洋委員長 (東京理科大学) より総括が行われた。各講演者に対する質疑や補足などコメントを頂戴した。また、LC 研究懇談会の活動内容および新規に創設された LC 研究懇談会アカデミーの内容紹介・入園者募集のお知らせがあった。

研究懇談会終了後に講演者を囲んでの情報交換会が行われた。参加者から講演者への質疑応答もあり、交流を深める好機となった。

最後になりましたが、研究懇談会にご参加いただきました皆様、本例会の開催にあたって講演依頼をご快諾いただいた講師の皆様、運営にご協力をいただきました運営委員の皆様へ深く御礼申し上げます。

(株)北浜製作所 井上 剛史



第 406 回液体クロマトグラフィー研究懇談会

標記研究懇談会が、2025 年 4 月 24 日 (木)、(株)島津製作所 東京支社 イベントホールで開催された。今回の講演主題は「HPLC, LC/MS における条件選択の基本、奥の手、新手等」

であった。HPLC や LC/MS による分析を成功させるには、試料マトリックス、分析種に応じた前処理、分離モード、カラム、移動相、検出、データ処理・解析等の適切な条件選択が求められる。本例会では、前処理からデータ処理・解析に至るまでの各条件設定の基本から、知っておくべきポイント・留意点、奥の手、新手、さらには最新トピックス等について、各分野のエキスパートの方々より講演していただいた。最後の講演総括を含め 8 題の講演が行われた。参加者は 43 名であった。

各講演の概略を以下に紹介する。

1. クロマトグラフィーの為の試料前処理の選択方法

(ジーエルサイエンス(株)) 太田茂徳氏

各種クロマトグラフィーを用いた分析において、試料を直接導入できない場合には、さまざまな前処理手法の中から、実用性、効率性、迅速性、経済性を考慮しながら状況、分析目的に合致した適切な方法の選択、検討が必要となる。本講演は、まず試料前処理の基礎についての解説から始まり、続いて固相抽出法へと移った。固相抽出のメリットとして、大掛かりな装置なしで手軽に扱える、静置時間などがほとんどない、作業時間が少ない、一度に多くの検体を処理できることなどが挙げられた。固相抽出法の一般的な使用方法や操作方法のわかりやすい説明があり、初心者には大いに役に立ったと思われた。次に、近年迅速で簡易的な残留農薬分析の前処手法として広く普及するようになった QuEChERS 法と固相抽出カラムを組み合わせた方法についての解説があった。QuEChERS 法だけでは十分な精製度が得られず、夾雑成分除去ができない場合、精製をカラム形の固相抽出法で実施することにより、効果的な精製が可能になった例が示された。

2. 逆相 LC の分析法検討と最適化

(日本ウォーターズ(株)) 島崎裕紀氏

HPLC を用いて分析法を開発するうえでは、どのような要素が分析結果に影響を与え得るか把握する必要がある。本講演では、分析結果を左右する大きな要素の一つとして、HPLC で最も広く用いられている逆相用カラムの特性についての説明があり、続いて堅牢な分析法を開発する方法の一つとして Quality by Design (QbD) に基づいた Analytical Quality by Design (AQbD) について解説があった。まず、逆相用カラムの化学的特性による保持の違いおよび移動相 pH による安定性に関する話があり、種々の固定相による分離パターンの違いが示された。次に、AQbD に基づく分析法開発を行うことにより得られるメリットに関して述べられた。分析法は一度開発すれば完了というわけではなく、製品 (医薬品) のライフサイクルと併せて分析法も逐次再検討、改善される必要がある。この時、分析法開発の最初の時点で ATP (Analytical Target Profile) を明確にして分析法が満たすべき要件を定めることで、分析法ライフサイクルの適切なマネジメントが可能となることが示された。

3. HILIC カラムの上手な失敗の無い取り扱い方法

(株)クロマニックテクノロジーズ 長江徳和氏

親水性相互作用クロマトグラフィー (Hydrophilic Interaction Liquid Chromatography: HILIC) は、逆相モードでは保持が

難しい高極性化合物の分析に対し、逆相モードを補う分離モードとして注目されている。本講演では、最初に HILIC の起源や現在に至るまでの歴史の紹介があり、続いてその基本原理、保持機構、特長などが逆相モードと対比してわかりやすく解説された。また、HILIC で用いられる種々の固定相に関して、それらの保持特性についての比較説明があり、HILIC に馴染みのない参加者にとっては HILIC の知識向上に絶好の機会であった。次に、HILIC における注意点として、移動相の水比率を変更した際やグラジエント溶離において平衡化時間が思った以上にかかる点、水や塩に起因するペイカントピークの出現、試料注入溶媒や注入容量によるピークのプロード化、さらに温度の影響などについて詳しい解説があった。HILIC 特有のペイカントピークの話は興味深く、参加者にとっても大いに参考になったであろう。

4. 生体高分子分析における分離モードの選択と条件設定のポイント

(東ソー(株) 伊藤誠治氏)

タンパク質、抗体、ポリ/オリゴヌクレオチド、ポリペプチド、抗体薬物複合体等の生体高分子の HPLC 分析では、分析種の特性や分離目的に合わせてサイズ排除、イオン交換、疎水性相互作用、バイオアフィニティー、さらには逆相や HILIC といったさまざまな分離モードが選択される。本講演では、まずこれら分離モードについての特長や対象成分などについての概論があった。次に、近年開発が盛んになっている抗体医薬品分析に関する話題提供があった。抗体医薬品の品質管理においては、不均一性の評価が重要であり、凝集やフラグメント化等のサイズが異なるものにはサイズ排除が、N 末端グルタミンの環化、C 末端リジン欠失、アスパラギン残基の脱アミド等による異性体にはイオン交換が多用されるが、その条件設定の基本、留意点を実際の分析例を交えて解説された。さらに、抗体にリンカーを介して薬物を結合させた抗体薬物複合体の疎水性相互作用による分析、オリゴ核酸の逆相や HILIC による精密分離について、分離機構を含めた詳しい解説があった。

5. 吸光光度検出における奥の手、新手

～ダイナミックレンジ拡張、未分離ピーク対応

(株島津製作所) 寺田英敏氏

検出に関する話題として、HPLC で最も汎用的に用いられる吸光光度検出について、まずその基本原理、通常の吸光光度検出器とフォトダイオードアレイ (PDA) 検出器の違い、PDA 検出器の特長であるピーク同定の補完、ピークの単一性評価などについて述べられた。続いて、複数成分が共溶出した場合に計算法的にピークを分割して表示・解析するピークデコンボリューションについての解説があり、PDA 検出器における奥の手、新手として、微分スペクトルを用いた手法と MCR-ALS (多変量曲線分解交差最小二乗法) を用いた新しい手法について、原理および実際の適用例の興味深い紹介があった。また、通常では検量点から大きくずれてしまうような高濃度試料の場合でも、スペクトル情報を用いてダイナミックレンジを拡張し、検量点を正しくプロットする PDA 検出器の新規手法について、原理や実際に評価した結果の詳しい紹介があった。

6. HPLC データ解析の基礎とトピックスの紹介

(株)日立ハイテクアナリシス 清水克敏氏

カラムから溶出した成分は検出器を通過することにより電気信号に変換され、データ処理装置に記録される。データ処理装置はピークの大きさからそれぞれの濃度を計算するが、正確な濃度を得るためにはクロマトグラムのピークの開始点、終了点を正しく判断することが必要である。本講演では、データ解析の基礎として、ピーク検出の仕組みや波形処理パラメーターの検討法、定量計算方法についての解説があった。ピーク検出の仕組みでは、電圧値変動の読み取り間隔であるサンプリングペリオドの設定とベースラインの変動がピークであるかどうかを判断するためのピーク検出基準について、図による詳細な説明があった。次に、波形処理パラメーターへと話は移り、ベースラインの引き方の検討法として、テーリング処理と垂直分割処理について、処理方法による違いなどの説明となった。最後に、定量計算方法の実例として、絶対検量線法と内標準法について、基本的事項と留意点が述べられた。また、関連するトピック紹介もあり、データ解析への知識向上につながったと思えた。

7. LC/MS 分析条件設定の留意点と新イオン解離 OAD 活用法

(株島津製作所) 八巻 聡氏

LC/MS 分析条件設定に際しては、移動相の組成がイオン化の効率に影響を与えることから分析種のイオン化と LC 分離を考慮し、適切な条件を選択することが重要となる。本講演では、まず LC/MS によるメソッド開発の進め方について、LC 条件設定の留意点や工夫から MS 条件や MRM パラメーターの最適化など、実例を交えての解説からはじまった。次に、最近の話題として、新規に開発された酸素付着解離法 (Oxygen Attachment Dissociation : OAD) についての話に移った。OAD では、微量の水蒸気を真空放電し、中性の原子状酸素 ($O\cdot/OH\cdot$ ラジカル) を生成し、プリカーサーイオンに照射することで特長的な断片化が行われる。OAD により、CID では得られない構造情報 (二重結合位置) が取得できることが示され、炭素間の二重結合を有する香気成分 (テルペン類やラクトン類) への OAD-TOF システムの応用例とその有用性についての紹介があった。

8. 総括「HPLC, LC/MS における条件選択の基本、奥の手、新手等」

(東京理科大学) 中村 洋先生

上記 7 演題が終了し、最後に本研究懇談会中村委員長による講演の総括が行われた。最初に各講演のポイントを整理され、要点や疑問点などを各演者に順次質問する Q&A 形式で進められた。この総括により、参加者は各講演に対して復習ができ、理解が一層深まったものと思われた。

講演終了後、講師を囲んでの情報交換会が JR 神田駅近くの居酒屋で開かれた。参加者は 16 名で、講演会での疑問点、議論しきれなかった点から、お互いの研究の話など和気あいあいとした雰囲気の中で話が進み、深く親睦が図れたと感じた。

最後に、本例会での講演を快くお引き受けいただいた講師の皆様、会場準備や当日の運営にご尽力いただきました株島津製

作所寺田英敏氏をはじめ、本会役員の皆様、関係各位に深く感謝申し上げます。

〔㈱島津総合サービス 三上 博久〕

執筆者のプロフィール

(とびら)

巽 広輔 (TATSUMI Hirotsuke)

信州大学理学部 (〒390-8621 長野県松本市旭 3-1-1)、京都大学大学院農学研究科応用生命科学専攻博士後期課程修了。博士 (農学)。《現在の研究テーマ》自動更新可能な電極を用いる各種電気化学測定法。《主な著書》“ベーシックマスター分析化学”, (オーム社)。《趣味》能・狂言。

E-mail : tatsumi@shinshu-u.ac.jp

(ミニファイル)

石松 亮一 (ISHIMATSU Ryoichi)

福井大学工学部応用物理学科 (〒910-8507

福井市文京 3 丁目 9 番 1 号)、京都大学大学院工学研究科物質エネルギー化学専攻。博士 (工学)。《現在の研究テーマ》イムノアッセイ法の開発や電気化学発光に関する研究。《趣味》散策、料理 (の動画の視聴)

(リレーエッセイ)

中神 光喜 (NAKAGAMI Koki)

豊橋技術科学大学大学院工学研究科応用化学・生命工学系 (〒441-8580 愛知県豊橋市天伯町雲雀ヶ丘 1-1)。豊橋技術科学大学大学院工学研究科博士後期課程応用化学・生命工学専攻修了。博士 (工学)。《現在の研究テーマ》合成高分子材料のクロマトグラフィー関連技術への応用。

E-mail : nakagami@chem.tut.ac.jp

(ロータリー・談話室)

管原 庄吾 (SUGAHARA Shogo)

島根大学大学院自然科学研究科 (〒690-8504 島根県松江市西川津町 1060)。島根大学大学院総合理工学研究科博士後期課程修了。博士 (理学)。第一種衛生管理者。《現在の研究テーマ》環境水水質・底質に関する化学種の簡便な分析法の開発研究。《主な著書》“陸水環境化学 (分担執筆)”, (共立出版)。《趣味》ロードバイク。

E-mail : suga@riko.shimane-u.ac.jp