



究極のユニバーサル検出器

Laser counter

NQAD

NQAD *Nano Quantity Analyte Detector*

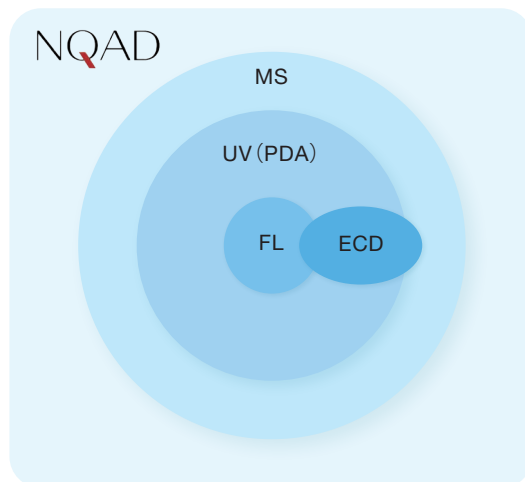
NQADは、移動相を噴霧・気化し、残ったエアロゾル状態の微粒子に水分を凝縮させ、レーザーでカウントするHPLC/UHPLC用検出器です。

UV検出器では確認しきれなかった物質も検出し、さらに従来の検出器の対象物質もカバーし、全ての不揮発性・半揮発性物質の分析に最大限の効果を発揮する検出器です。

究極のユニバーサル検出器

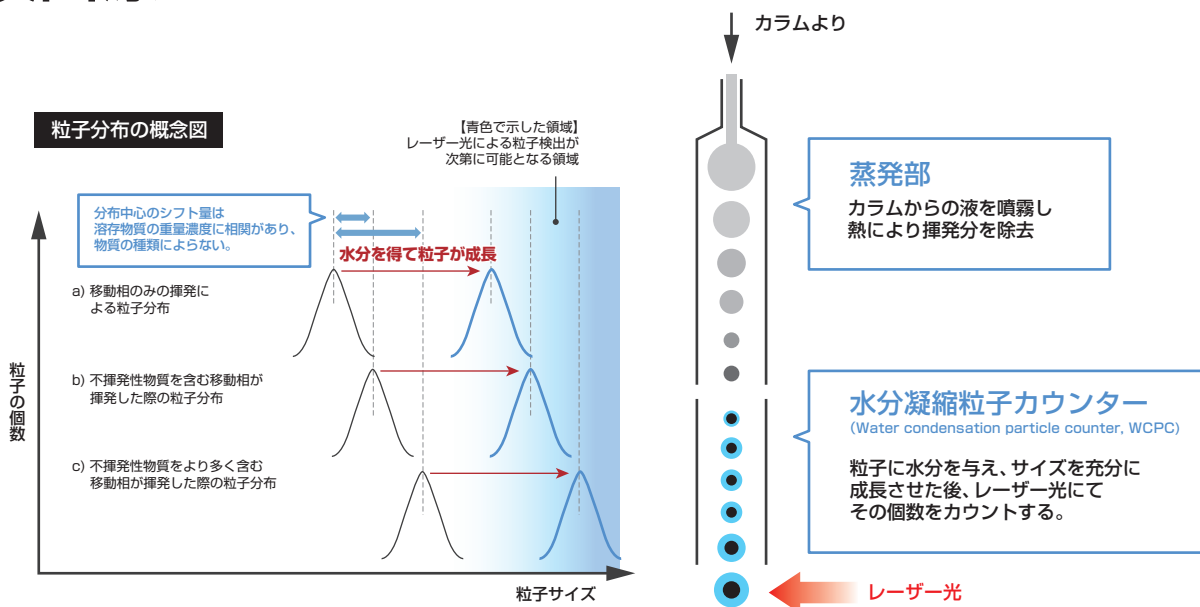
ユニバーサル(universal)とは対象が広いことを示します。NQADは検出器の汎用性と選択性のバランスを究極的に前者に傾倒させた検出器です。

- ① 紫外吸収を持たない物質
- ② イオン化し難い物質
- ③ 電気化学活性を持たない物質
- ④ 性質のわからない物質
等、全てを対象にするという性質はLCの新しい分野を開きます。
(例、未知不純物を含む固体試料の純度評価)



測定対象物質の概念図
(揮発性物質を除く)

検出原理

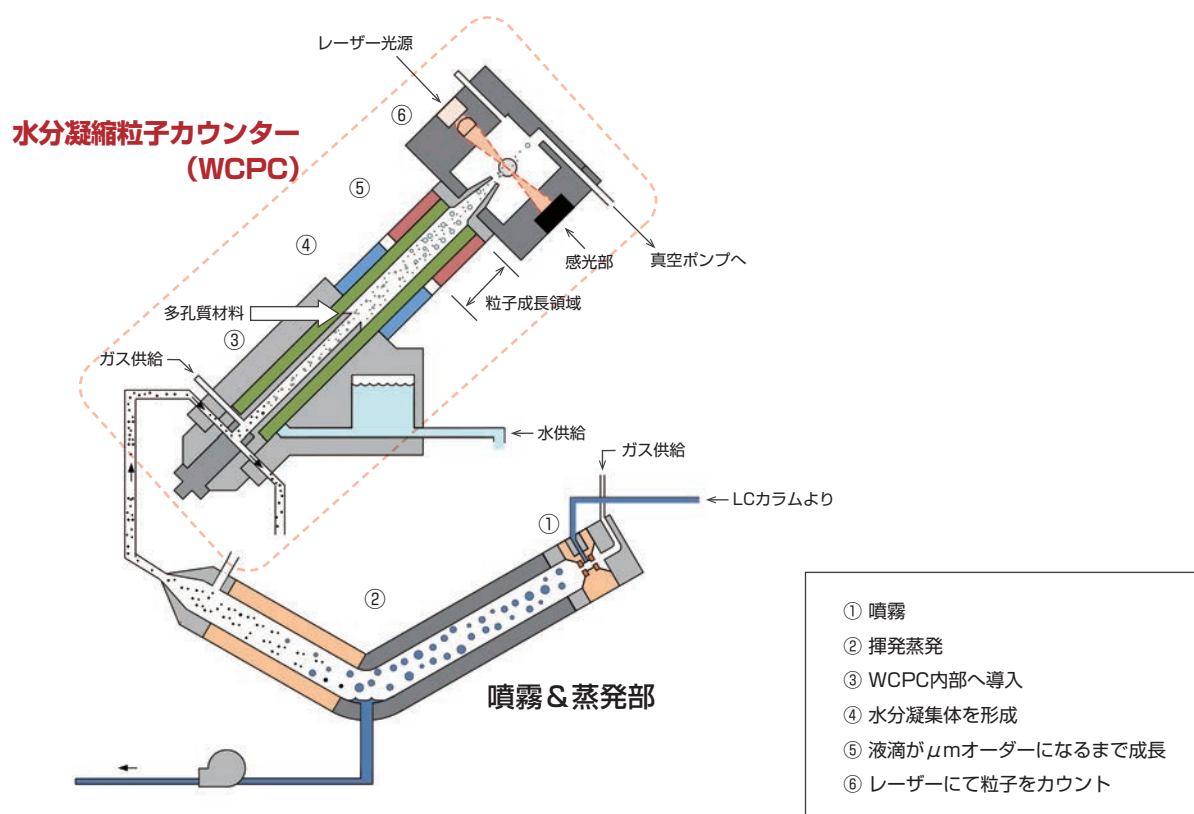


検出原理

カラムから溶出する移動相をガスを用いて加熱の環境にて噴霧し、その揮発成分を取り除いても、僅かな残留物による一定の分布を持つ粒子群が生成します(上図中、a)。移動相の中に不揮発性物質(測定対象物質)が含まれるとその分布中心は右にずれます(b)。不揮発性物質の量が多いほどこのずれは大きくなり(c)、**その度合いは物質の化学的構造にはよらず、ほぼ重量に従います**。NQADではこの分布中心の変化を定量的に測定するために**水分凝縮粒子カウンター(Water condensation particle counter, WCPC)**を使用します。NQADは、まず粒子を飽和水蒸気的环境中を通過さ

せ、大気中の霧生成のようにそのサイズを成長させます。成長した粒子のサイズが**レーザー光による粒子個数の検出が次第に可能となる領域**にちょうどに差し掛かるように成長の度合いを設定すると、レーザーによる粒子の検出量からもとの粒子群のサイズ分布位置、ひいては溶解していた物質の量を割り出すことが可能となります。

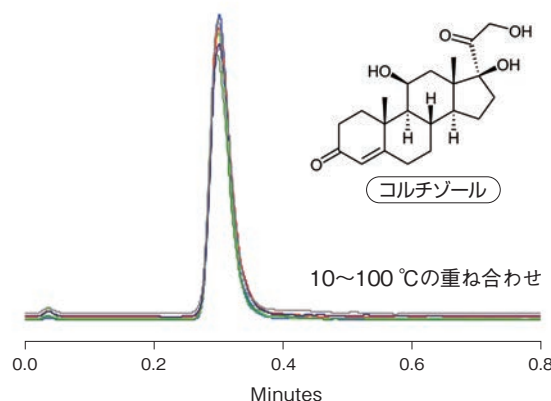
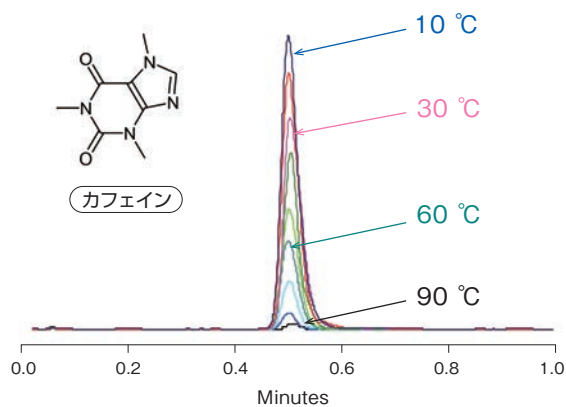
WCPC図(水分凝縮粒子カウンター)



フレキシビリティ

昇華性物質への応用

常温で固体の物質には稀に昇華性物質というものがああります。一例としてカフェインを挙げます。カフェインは温度を上昇させると、その融点(238℃)に達する遥か前に昇華が始まり気体になっていきます。NQADでこのような物質を測定する際には“エバポレーター温度”の設定を変更する必要があります。(図1、右)に設定を10℃から90℃まで変更した際のピーク強度変化を示しました。エバポレーター温度の低下とともにピーク強度は増加します。尚、通常の不揮発性の物質(例、コルチゾール)ではエバポレーター温度はピーク強度に殆ど影響を与えません(図1、右)。



HPLC Conditions

Column : CAPCELL PAK C₁₈ MGIII S3 ; 2.0 mm i.d.×10 mm
 M.Phase : Caffeine ; H₂O / CH₃CN = 90 / 10
 Cortisol ; H₂O / CH₃CN = 60 / 40
 Flow rate : 300 μL/min
 Temp. : 40 °C
 Detector : NQAD 5600
 (Evap. Temp. 10~100 °C, Neb.Temp. 30 °C, Filter 1.3 μ)
 Inj. vol. : 2 μL
 Sample : Caffeine 100 μg/mL, Cortisol 100 μg/mL

図1 クロマトグラム

重量に依存した応答性

NQADにおけるピーク強度は物質の化学的性質に寄らずほぼ重量に依存します

アミノ酸を例にとり、NQADの異なる化学種への応答を調べてみました。

アミノ酸は生化学的にはひとつの範疇に分類される物質です。

しかし、化学的には分子量が小さいながら(平均すると約110)、その側鎖は、1)塩基性、2)酸性、3)芳香族、4)脂肪族炭化水素、5)その他(硫黄含有タイプ、アミドタイプ、等)とバラエティーに富み、検出上、化学構造の差が最も出やすい物質群のひとつと考えることができます。

水系100%の移動相の使用が可能なCAPCELL PAK C₁₈ AQを用いた簡便な手法で各アミノ酸のピーク強度を測定してみました。(因みに、一般的なアミノ酸分析は何らかの化学修飾を必要としますが、NQADではその必要はありません。)

図2に、横軸に分子量、縦軸に面積値によるグラフを示します。重量で調製したサンプルでは、ほぼ一定の値からややばらつきがみられますが、モル濃度で調製したサンプルでは分子量が大きくなるにつれ、面積値は大きくなる傾向があります。

図3にアミノ酸9種の中で、分子量最小のグリシンと最大のアルギニンのクロマトグラムを示します。モル濃度を等しくしたサンプルでは強度に大きな差が認められますが、重量濃度を合わせて調製したサンプルではほぼ同様の強度があります。

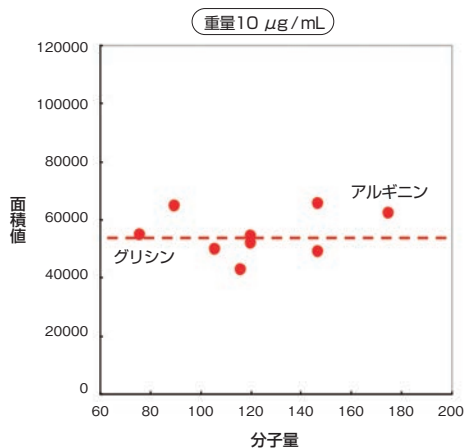
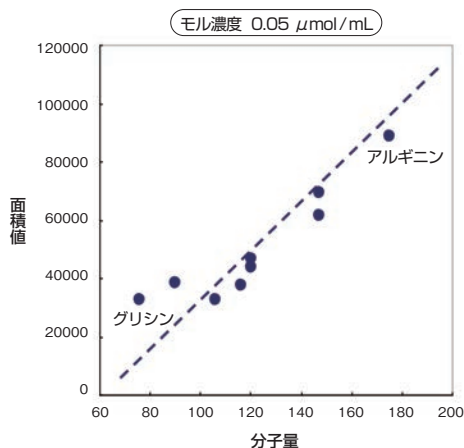


図2 重量濃度及びモル濃度とピーク面積の関係

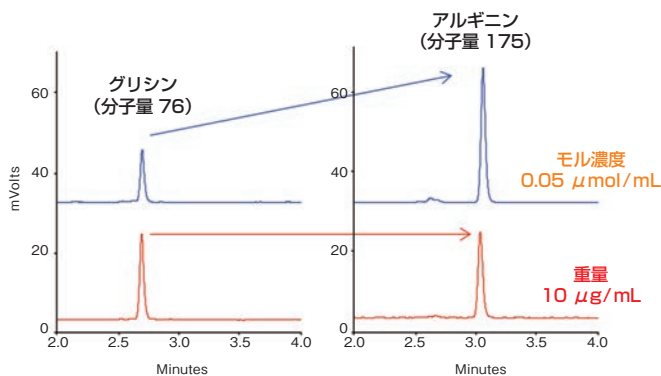


図3 クロマトグラム (上段:モル濃度, 下段:重量サンプル)

HPLC Conditions

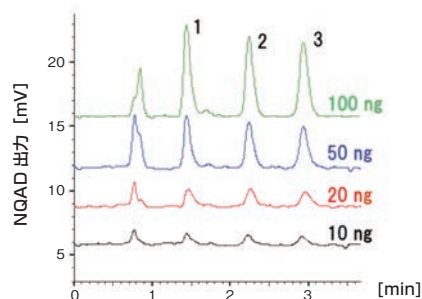
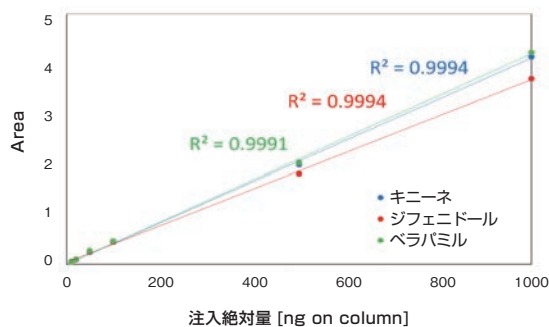
Column : CAPCELL PAK C₁₈ AQ S3; 4.6 mm i.d.×250 mm
 M.Phase : 0.1 vol% TFA in H₂O
 Flow rate : 1.0 mL/min
 Temp. : 40 °C
 Detector : NQAD 5600
 (Evap.Temp.35 °C, Neb.Temp.30 °C, Filter 2.5 s)
 Inj. vol. : 5 μL
 Sample : アミノ酸標準品9種(水で溶解)

アミノ酸	分子量
グリシン	76
アラニン	90
セリン	106
プロリン	116
トレオニン	120
ホモセリン	120
グルタミン	147
リジン	147
アルギニン	175

ダイナミックレンジ

NQADは低濃度領域から高濃度領域まで
リニアダイナミックレンジ(Linear Dynamic Range)を有しています

データ例① 塩基性化合物

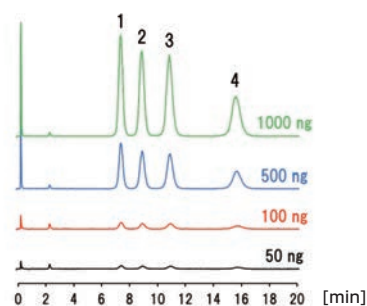
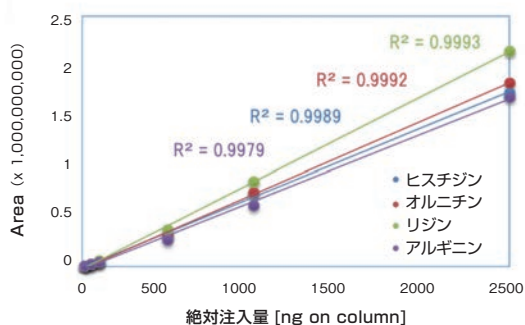


HPLC Conditions

Column : CAPCELL PAK C₁₈ MGIII S5; 3.0 mm i.d. × 75 mm
 M.Phase : 10 mmol/L HCOONH₄ (pH3, HCOOH) / CH₃OH = 50 / 50
 Flow rate : 500 μL/min
 Temp. : 40 °C
 Detection : NQAD (Evaporation 35 °C, Nebulizer 30 °C)
 Inj. vol. : 10 μL
 Sample : 50 vol% CH₃OH (10-1000 ng on column)
 1. キニーネ 2. ジフェニドール 3. ペラバミル

10 ~ 1000 ngにおいて
相関係数0.999以上

データ例② 塩基性アミノ酸



HPLC Conditions

Column : CAPCELL PAK SCX UG80 S5; 4.6 mm i.d. × 35 mm
 M.Phase : 50 mmol/L HCOONH₄
 (adjusted at pH 3.0 with formic acid) / CH₃CN = 70 / 30
 Flow rate : 1 mL/min
 Temp. : 40 °C
 Detector : NQAD (Evaporation 60 °C, Nebulizer 30 °C)
 Inj. vol. : 10 μL
 Sample : H₂O (10-2500 ng)
 1. Histidine 2. Ornithine 3. Lysine 4. Arginine

イオン交換カラム

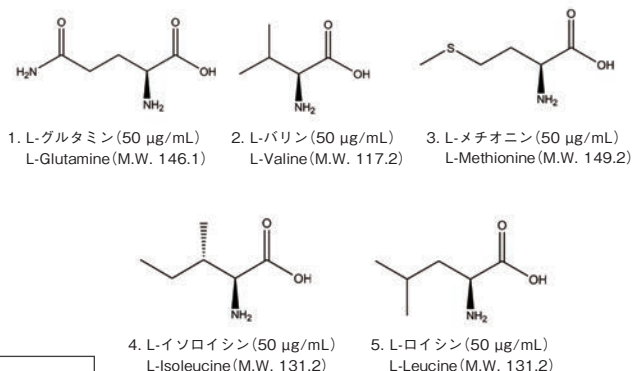
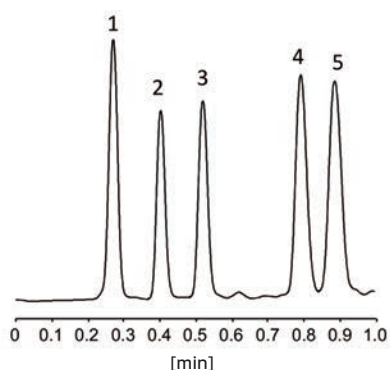
CAPCELL PAK SCX を
用いることで負荷量が增大

10 ~ 2500 ngにおいて
相関係数0.997以上

アプリケーションデータ

アミノ酸の高速分析例

筋肉のエネルギー代謝や合成等に関わるバリン・ロイシン・イソロイシン (BCAA)、窒素 (アンモニア) のバランス制御に関連するグルタミン及びメチオニンは体内のたんぱく質を構成するアミノ酸です。ここでは、CAPCELL PAK ADME-HR S2 (2.1 mm i.d. × 50 mm) を用いた超高速分析例を示します。1分以内にベースライン分離を達成しています。NQADを使用することで誘導体化せずにアミノ酸を検出することが可能です。



※ 1 µg/mL = 1 ppm

HPLC Conditions

Column : CAPCELL PAK ADME-HR S2 ; 2.1 mm i.d. × 50 mm
 Mobile phase : 0.5 vol% HCOOH
 Flow rate : 800 µL/min
 Temperature : 40 °C
 Detector : NQAD (Evaporation 60 °C, Nebulizer 30 °C)
 Inj. vol. : 1 µL
 Sample dissolved in : H₂O



大阪ソーダHP上にも
各種アプリケーションデータを掲載しております

<https://sub.osaka-soda.co.jp/HPLC/>

大阪ソーダ HPLC



検索項目「検出器」で「NQAD」を選択いただくと、NQADを使用した各種アプリケーションデータをご確認いただけます。



Q&A よくある質問

分析検討に関して

■ 移動相流速の下限はどのくらいですか？

0.1 mL/minから使用可能です。

■ 高濃度の試料導入で問題はありますか？

常に一定のガスが流れているので、高濃度試料もすぐにWCPCを通過します。試料は内部に滞留しません。

■ 糖類は検出できますか？

できます。
(光学的検出が無理な物質に対し、最も真価を発揮します。)

■ 移動相中の有機溶媒量に要求はありますか？

特にありません。水100%から使用可能です。

■ 移動相にはどのような塩が使用できますか？

LC-MSの移動相と同様に揮発性の塩は使用できます。

■ 順相の移動相も使用できますか？

一般的な順相の移動相は使用可能です。
(ネプライザーの材質はPEEK、SUSの2種類が選択できます。)

■ NQADの後に他の検出器を直列に接続することは可能ですか？

NQADは非破壊型検出器ではないため、他の検出器を下流に接続することはできません。

装置仕様、性能に関して

■ ガスの圧力と流速は？

4.7 L/min, 276 kPa(40 psi)です。

■ 窒素ガスの純度はガスクロマトグラフィー (GC) の使用レベルで問題ありませんか？

問題ありません。

■ ガスや検出器内の平衡化時間はどの程度ですか？

電源立ち上げ時の平衡化は約10分ほどです。

■ 消耗品はありますか？

半年に一度程度WickというWCPCの構成部品の交換が必要です。容易に交換できます。※交換頻度は目安になります。

■ サンプリングレートはいくつですか？

MAX100 Hzになります。UHPLCにも対応します。

■ 分子の検出と粒子サイズなどの関係がわかりません。

NQADは分子レベルの検出に基づいていません。分子が凝集し塊状になった粒子を対象としています。水蒸気を吸って成長した最終的な粒子サイズはミクロンレベルとなります。目的物質の量が多いほど平均粒子径は大きくなります。平均粒子径が大きな粒子群は検出効率が増加し大きなカウント数(感度)を与えます。

■ 水蒸気を発生させるための水はどのように供給するのでしょうか？

本体背面に専用のボトルを置きます。
蒸留水を使い、1週間に1回程度の交換で対応します。

■ 他社LCにも接続可能でしょうか？

A/Dコンバータを使用することで接続可能です。

NQADの仕様

製品番号	5600
電源	100-240 VAC, 50/60 Hz, 157 W
サイズ(本体)	180(W)×320(H)×430(D)mm
重量(本体)	10.8 kg
対応ソフト	EZChrom Elite (since ver. 2.8.3) OpenLAB CDS EZChrom Edition

コンパクト

検出原理	水分凝集粒子散乱光パルスカウンティング
対応可能流量	0.1-2.2 mL/min
エバポレーター温度	10-100 °C
ネブライザガス	ドライエアまたは窒素(THF使用時) 最大 4.7 L/min, 276 kPa(40 psi)
ネブライザ温度	15-40 °C
凝集液	水(蒸留水)
接液部材質	PFA, PTFE, ETFE, FEP, SUS316, PEEK, ルビー, FFKM
操作パネル	5インチ液晶ディスプレイ・タッチパネル
アナログ出力	0-1.00 V
データ取得速度	MAX 100 Hz
通信	イーサネット, USB

※製品の的外観、仕様は予告なく変更することがございます。



株式会社大阪ソーダ

機能材事業部 クロマトグラフィー営業部

〒550-0011 大阪市西区阿波座1丁目12番18号

TEL.06-6110-1598 FAX.06-6110-1612

✉ silica@osaka-soda.co.jp

🌐 <https://sub.osaka-soda.co.jp/HPLC/>

● 販売代理店