

オーバーラップインジェクション機能による有機酸分析の時間短縮

有機酸は食品中の酸味成分として知られているだけでなく、抗酸化作用、抗菌作用を持つ食品添加物としても使用されています。また、医薬品では有効成分のカウンターイオンとして含まれており、有効成分の溶解度や安定性を測るために有機酸分析が行われます。いずれの分野でも、製品の品質管理のために多検体を扱うので、より短時間で再現性の高い有機酸分析が行える装置が求められています。

HPLCによるイオン排除モードとポストカラムpH緩衝化電気伝導度検出法を組み合わせた方法では、有機酸を高感度かつ選択的に検出することができます。その一方で、当該手法において高分離を達成しようとする場合には、カラムを2本使用するため、検出するまでに時間を要します。

Nexera™のオートサンプラSIL-40シリーズのオーバーラップインジェクション機能は連続分析の際、あるサンプルを分析している間に、次のサンプルの注入を可能にします。目的成分の溶出までにかかる時間分を前もって注入することで、連続分析の総分析時間の短縮を実現します。ここでは、SIL-40Cのオーバーラップインジェクション機能を用いた有機酸の連続分析における分析時間短縮の例をご紹介します。

M.Hayashida

■オーバーラップインジェクション機能

図1に、通常の実験サイクルと、オーバーラップ処理による分析サイクルの模式図を示します。今回の分析では、目的成分の溶出までに約10分程度要することから、その分オーバーラップして次の試料を注入することで分析時間を短縮することができます。

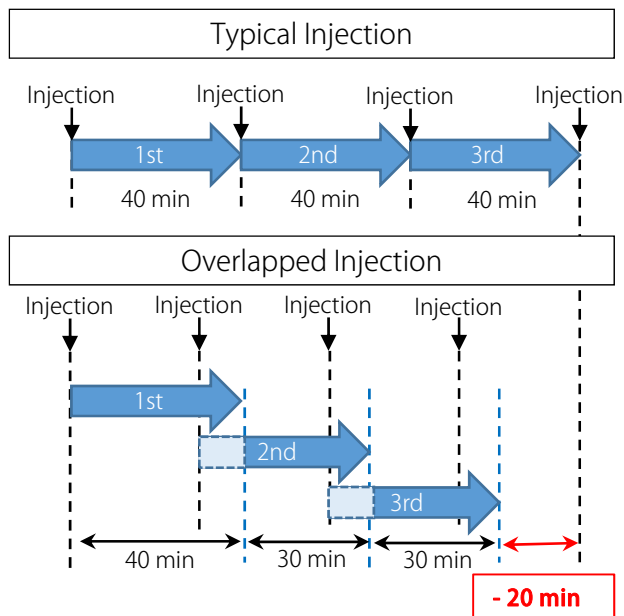


図1 オーバーラップ処理の模式図



図2 Nexera™有機酸分析システム外観

■有機酸分析移動相試薬セット

今回の分析には有機酸分析移動相試薬セットを使用しています。開封後すぐに使用いただける調製済みの移動相とpH緩衝化試薬のセットです。溶液調製にかかる時間やコストを削減*1するだけでなく、調製ミスリスクを低減し常に安定した分析ができます。

*1：年間約7万円のコスト削減
(当社試算値)



図3 有機酸分析移動相試薬セット

■標準試料溶液の分析例

表1に分析条件を示します。図4に標準溶液（各2.0 mmol/L）を3回繰り返し注入した結果を示します。図4上側に示す通常の実験では、1回の分析に40分、3回繰り返し分析で合計120分を要していましたが、図4下側ではSIL-40Cのオーバーラップインジェクション機能を用い、分析時間を20分短縮することに成功しました。なお、オーバーラップインジェクション機能を使用したクロマトグラムの時間軸は注入後からの時間が表示されますので、制御ソフトウェア上で各成分の保持時間設定を変更する必要はありません。

表1 分析条件

Column	: Shim-pack™ SCR-102H (300 mm × 8.0 mm I.D., 7 μm) × 2
Guard column	: Guard column SCR-102H (50 mm × 6.0 mm I.D.)
Mobile phase	: 5 mmol/L <i>p</i> -toluenesulfonic acid
Flow rate of mobile Phase	: 0.8 mL/min
pH buffering solution	: 5 mmol/L <i>p</i> -toluene sulfonic acid, 20 mmol/L Bis-Tris and 0.1 mmol/L EDTA
Flow rate of pH buffering solution	: 0.8 mL/min
Column temp.	: 45 °C
Injection Vol.	: 10 μL
Detection	: Conductivity detector (CDD-10A _{VP})

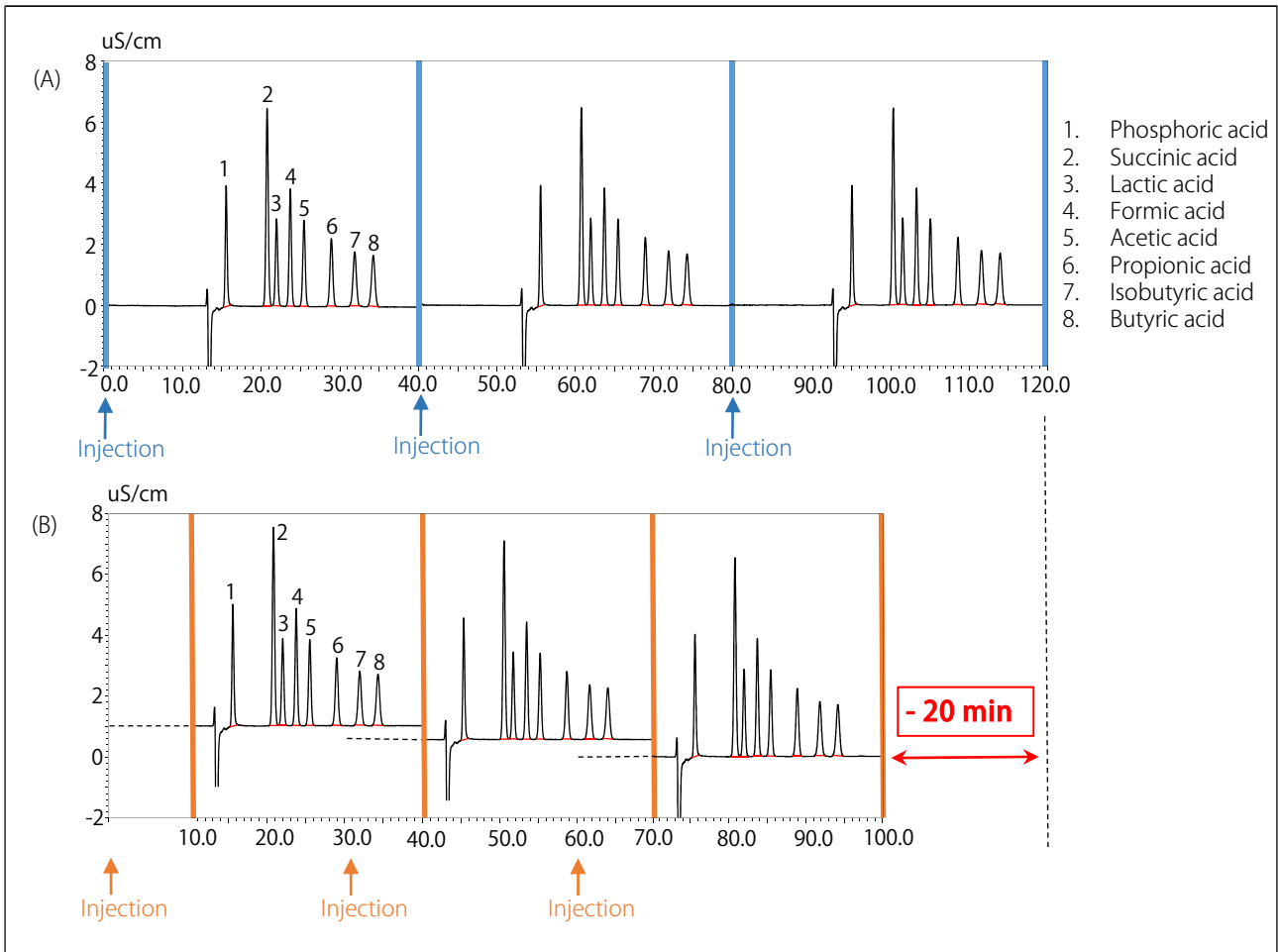


図4 標準溶液のクロマトグラム (各2.0 mmol/L)
(A): 通常の注入(1-3回目), (B): オーバーラップインジェクション(1-3回目)

■ 検量線の直線性と各ピークの再現性

図5に表1の条件でオーバーラップインジェクション機能を使用して分析した検量線を示します。

2.0 - 20.0 mmol/L の範囲で検量線を作成しました。各成分とも、寄与率 $r^2 = 0.999$ 以上と良好な直線性が得られました。

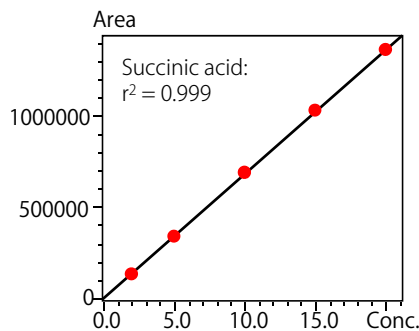


図5 検量線の直線性

ピーク面積値の%RSD (n=3)について、通常の注入とオーバーラップインジェクションの比較を表2に示します。両条件とも0.5%以下と良好な再現性が得られました。

表2 標準溶液 各2.0 mmol/Lのピーク面積の再現性 (n = 3)

Compound	%RSD of peak area	
	Typical	Overlapped
Phosphoric acid	0.26	0.20
Succinic acid	0.10	0.10
Lactic acid	0.16	0.47
Formic acid	0.16	0.17
Acetic acid	0.20	0.15
Propionic acid	0.22	0.13
Isobutyric acid	0.49	0.48
Butyric acid	0.33	0.18

■ まとめ

Nexera有機酸分析システムに搭載されているオートサンブラSIL-40Cのオーバーラップインジェクション機能を用いて標準溶液の連続分析を行いました。3検体の連続分析で分析時間を20分短縮することができました。多検体の連続分析、例えば20検体の分析の場合、3時間以上の短縮が可能となります。同時に、有機酸分析移動相試薬セット1つあたりの分析可能検体数を増やすことができます。

NexeraおよびShim-packは、株式会社島津製作所の日本およびその他の国における商標です。

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

初版発行：2020年6月

島津コールセンター ☎ 0120-131691
(075) 813-1691