

Technical Report

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による分析スループットの向上

Increased analysis throughput by overlapped injection using the SIL-40 series autosampler

寺田 英敏¹、小寺澤 功明¹、木原 隆幸¹

Abstract:

カラム充てん剤の微粒子化や表面多孔性粒子による分離効率の改善、それらに伴う装置の高耐圧化や低容量化によって、分析の高速化が広く普及しています。しかし、分析全体のスループット向上のためには、クロマトグラムとして目に見える分析時間以外に、サンプル注入に要する時間や、ピークが溶出しにくい時間を有効活用する必要があります。オートサンプラSIL-40シリーズの注入は最短7秒以下で、分析全体のスループット向上には非常に有用です。さらに簡単な設定で、分析中に次の分析のための注入を行うこと(オーバーラップインジェクション)で分析サイクル時間を短縮しスループット向上が可能です。ここでは、通常はスループット向上が難しいサイズ排除モードにおいて、オーバーラップインジェクションを適応することによる効率化について紹介します。

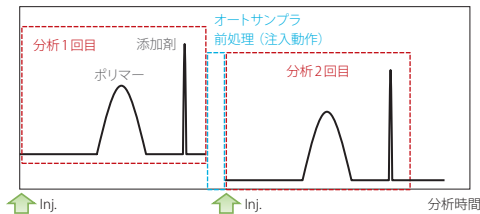
Keywords: SIL-40シリーズ、自動前処理、オーバーラップインジェクション、GPC

1. オーバーラップインジェクション

Nexera™シリーズのオートサンプラであるSIL-40シリーズには、サンプルを注入するという標準的な動作だけでなく、様々な動作が可能な自動前処理機能があります。その動作の一つに、オーバーラップインジェクションがあります。

オーバーラップインジェクションとは、サンプル中の目的成分が溶出する区間に夾雑成分や溶媒ピークなどが重ならないように、直前のサンプル分析時間内に次のサンプルをオーバーラップさせて注入する手法であり、一連の分析において、分析時間を短縮することができます (Fig. 1)。オーバーラップさせる時間が長いほど、より効率的に分析を行うことができます。

通常の連続分析



オーバーラップインジェクション使用時の連続分析

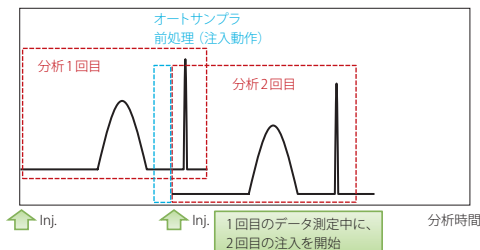


Fig. 1 サイズ排除モードにおける通常の連続分析とオーバーラップインジェクション使用時の比較

オーバーラップインジェクションは、分離溶出の調整がほぼ不可能で高速化が困難なサイズ排除、配位子交換、イオン排除モードなどにおいて、連続分析の効率化を実現します。ただし、前の注入分の分析中に次の試料を注入するため、下記に注意してメソッドを設定する必要があります。

- 分離モードはアイソクラティックのみ
- 次分析で検出される目的ピークが前分析のどのピークとも被らないよう注入タイミングを設定する

2. オーバーラップインジェクションの設定

オーバーラップインジェクションはFig. 2のように設定します。以下のクロマトグラム例を用いてオーバーラップインジェクションのパラメータ設定の考え方を紹介します。

- ① 0～10分：溶出成分がない時間帯
 - ② 10～30分：溶出成分がある時間帯
 - ③ 20分付近：②中でターゲット成分が溶出しにくい時間帯
- ※30分で全ての成分が溶出すると仮定します。

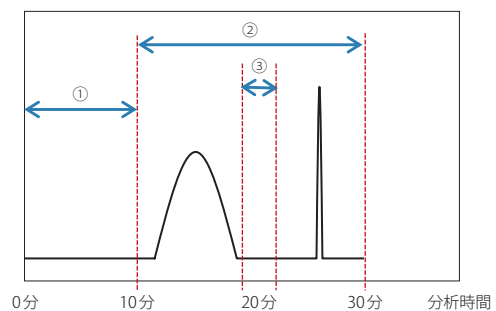


Fig. 2 GPCクロマトグラム例

Fig. 2の場合、①の区間は何も溶出しなため、データを記録する必要がなく、この時間を直前の分析の②の区間後半とオーバーラップさせます。

クロマトグラムへの注入動作による影響を避けるために、20分付近 (Fig. 2 ③) に2回目の分析の注入動作を開始させます。

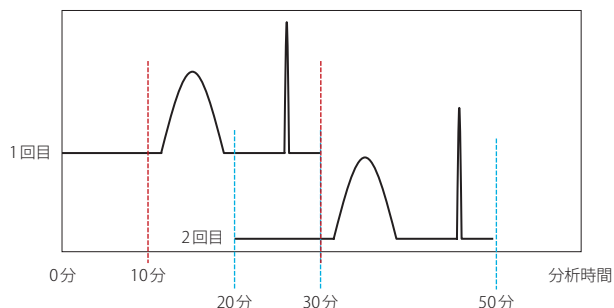


Fig. 3 オーバーラップインジェクションの成功例

この設定で、オーバーラップインジェクションを行うと、1回目の分析では、10～30分の区間のデータが採取されます。2回目の分析では、1回目の分析開始から20～30分の区間は、データは採取されず、30～50分の区間のデータが採取されます (Fig. 3)。(注入動作およびデータ処理のため、オーバーラップする時間が多少変化します。)

一方、例えば分析開始後15分に2回目の注入動作を開始させると、2回目のポリマー成分の溶出区間と1回目の添加剤成分ピークが重なって溶出してしまうため、この設定は出来ません (Fig. 4)。

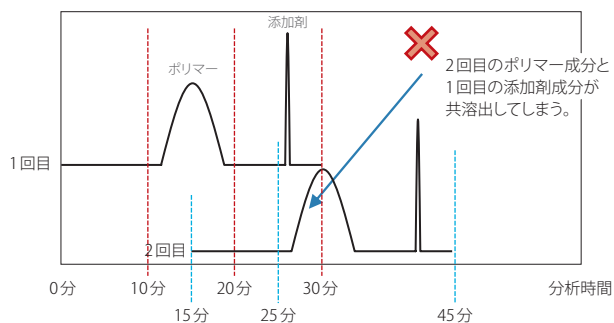


Fig. 4 オーバーラップインジェクションの失敗例

3. LabSolutions™での設定方法

オーバーラップインジェクションは分析データシステム LabSolutions から簡単に設定できます。第2章の手順に従って決定した時間を分析条件としてメソッドファイルに入力します。Fig. 2 ②の時間を「LC終了時間」に入力します (Fig. 5)。

Nexera および LabSolutions は、株式会社島津製作所の商標です。

株式会社 島津製作所
分析計測事業部 <https://www.an.shimadzu.co.jp/>

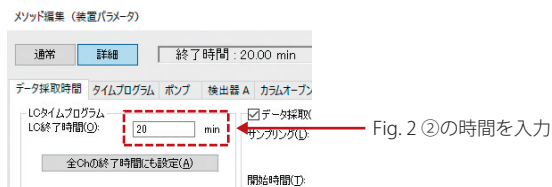


Fig. 5 データ採取時間の設定

次に、オートサンプラの前処理プログラムの設定画面で「オーバーラップ」のモードを選択します。

「データ処理時間」は0.5分 (初期値) に設定し「オーバーラップ時間」は、データ採取しない時間 (Fig. 2 ①) から「データ処理時間」を引き算した値 (3章の例では9.5分) を入力します。

「前処理オーバーラップ時間」は、「オーバーラップ時間」と同じ値を入力します。

「前処理記録オーバーラップ時間」が大きすぎた場合、Fig. 4のように1回目のデータ採取と2回目のピーク溶出が重なります。

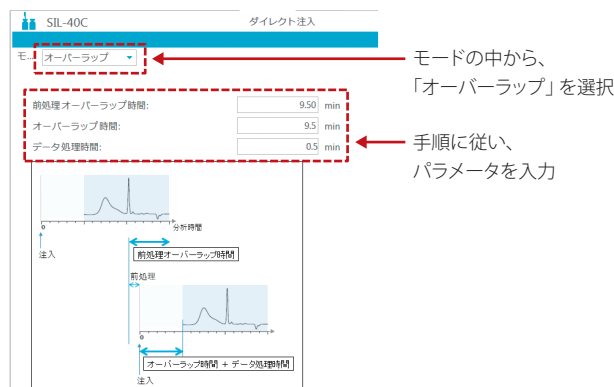


Fig. 6 オーバーラップの時間設定入力画面

4. 結論

- オーバーラップインジェクションを使用することで、通常はスループット向上が難しいサイズ排除、配位子交換やイオン排除などの分離モードの分析においてもより効率的に分析を実施できます。
- オーバーラップインジェクションに関する設定は制御用ソフトウェア LabSolutions から簡単に設定することができます。

参考文献

- アプリケーションニュース No. L537 (Nexera™ GPC システムによるスループット向上～オーバーラップインジェクションと複数添加剤の同時分析～)

本資料の掲載情報に関する著作権は当社または原著者に帰属しており、権利者の事前の書面による許可なく、本資料を複製、転用、改ざん、販売等することはできません。掲載情報については十分検討を行っていますが、当社はその正確性や完全性を保証するものではありません。また、本資料の使用により生じたいかなる損害に対しても当社は一切責任を負いません。本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。

初版発行：2019年6月
© Shimadzu Corporation, 2019