

Technical Report

新Nexeraシリーズ送液ポンプの自己診断・自己復帰機能によるラボの生産性向上

Use of solvent delivery unit equipped with auto-diagnostics and auto-recovery functions to enhance lab productivity

五味 朋寛¹、Davide Vecchietti¹

Abstract:

昨今の分析ラボでは、生産性向上や分析業務の効率化を目的として、分析時間の短縮や定期的なメンテナンスによるシステム稼働率の向上が図られています。しかし、予測不能なトラブルによる分析業務の中断は、今なお解決すべき課題です。液体クロマトグラフ流路内でごく稀に発生する気泡は、圧力変動による保持時間の再現性不良やベースラインのうねり、ピーク形状の崩れなどさまざまな問題を引き起こす厄介なトラブルとして知られています。

本レポートでは、新Nexera™シリーズの送液ポンプに搭載した自己診断と自己復帰機能により、流路内で発生した気泡を自動で検知し、システムを正常な状態に復帰させるまでの流れについて解説します。気泡トラブルによる分析のやり直しを含めたシステムのダウンタイムを最小化し、ラボの生産性効率向上に貢献します。

Keywords: 自己診断、自己復帰、Nexera 送液ポンプ

1. 流路内の気泡形成

液体に溶解可能な気体の最大量は、温度や圧力、溶液の種類によって異なります（引用文献参照）。そのため、溶液組成や温度、圧力など溶液の状態変化によって、溶解する気体の飽和量が増減し、気体が溶解している量がその飽和量を超えたとき、気泡が発生します。

HPLC/UHPLCでも流路内に気泡が発生することが稀にあり、これが送液ポンプの内部に達すると送液不良を引き起こし、保持時間や面積値の変動やベースラインの不安定化、ピーク形状の崩れなどを誘引します。これらの現象は、分析対象成分の同定や定量、検出限界近くの対象成分の検出を困難にするなど分析結果に大きな影響を与え、正確なデータ採取を阻害します。

2. 自己診断・自己復帰機能

分析中に流路内に気泡が発生する理由として、移動相への界面活性剤の添加や室温の急激な変動などが考えられます。流路内に気泡が発生したときには、オペレータ自ら手動で進行中の分析を停止させ流路をパージするなどの対策を行う必要があります。そのため、装置の無人運転中に流路内に気泡が発生すると、正常なデータが得られず結果を正しく解析できなくなり、同じサンプルを再度分析する必要が生じます。

新Nexeraシリーズの送液ポンプに搭載した自己診断・自己復帰機能は、流路内に発生した気泡による異常な圧力変動を自動で検知し、ポンプのパージを行ってシステムを正常な状態に戻します（Fig. 2）。

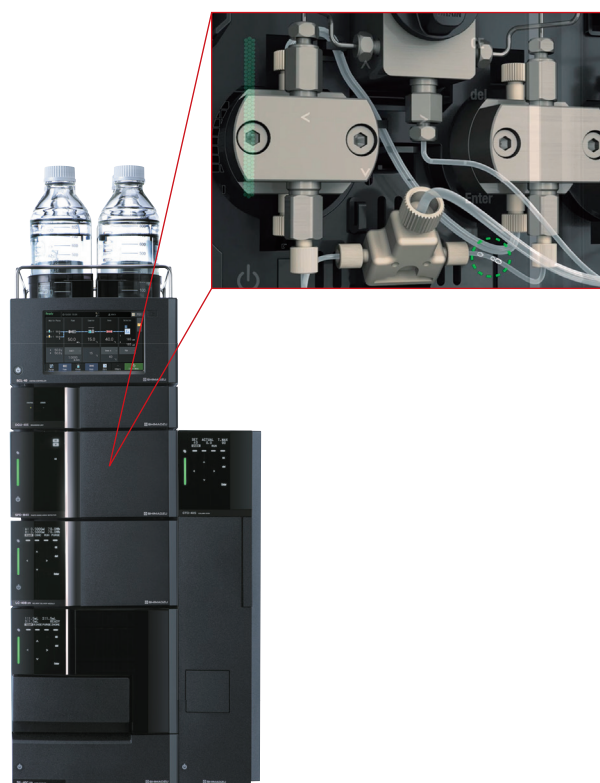


Fig. 1 Nexera送液ユニットの流路図

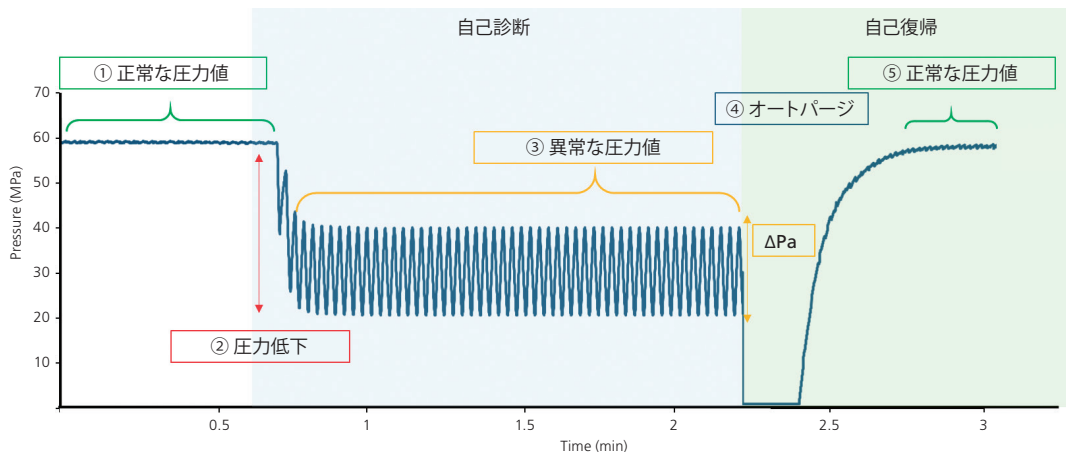


Fig. 2 自己診断・自己復帰機能のスキーム

3. 自己診断・自動復帰の動作

自己診断・自己復帰は以下のように行われます。

気泡がポンプ内に混入すると圧力低下が生じ (Fig. 2、②)、その後、異常な圧力変動が継続します (Fig. 2、③)。自己診断機能では、このときの圧力変動値 (ΔPa) が基準値と異なることを検知して、異常が発生していると認識して、自己復帰機能を開始します。

自己復帰機能が開始されると、進行中の分析後、自動でパーズ動作が行われ、流路から気泡を取り除きます (Fig. 2、④)。その後、残留物を除くためカラムを洗浄し、再度サンプル注入せずメソッド条件で一度分析を行い、そのときの圧力変動を基準値と比較します (Fig. 2、⑤)。その圧力変動値が基準値と同等であれば、システムが正常になったと判断し、停止した分析を再度行い連続分析を再開します。なお、自己復帰後、中断した分析を再度実行するか、これをせずバッチの次の行から開始するかは、ソフトウェアで選択することができます。

4. 設定方法

自己診断・自己復帰機能の動作は、LabSolutions™で簡単に設定できます。まず、システムが圧力異常を検知した場合に、以下のどのような動作を行うのかを選択します。

- 自己復帰する：オートパーズが実行されます。
- そのまま分析を継続する：何も実行されません。
- バッチ分析を中止する：分析は停止し、システムは待機状態になります。

その上で、自己復帰の際のパーズ時間、リトライ回数や復帰後の動作など、自由にカスタマイズすることが可能です (Fig. 3)。

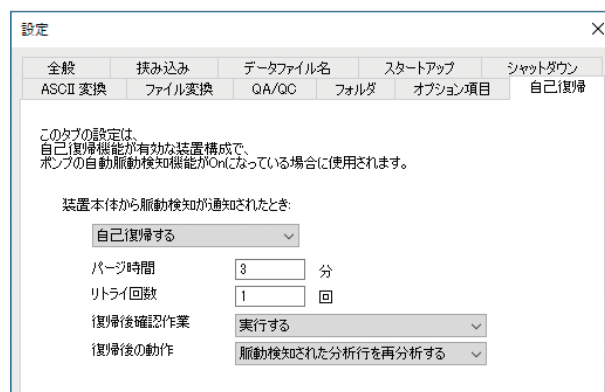


Fig. 3 LabSolutions 自動復帰の設定ウィンドウ

5. 結論

- 自己診断・自己復帰機能は、新Nexeraシリーズの送液ユニットで使用でき、LabSolutionsで機能をカスタマイズすることができます。
- 両機能は完全自動で行われ、手動操作を一切必要としないため、無人分析による分析業務全体の効率を向上します。

引用文献

- S.R. Bakalyar, M.P.T Bradley, and R. Honganen, J. Chromatogr., 158, 277-293 (1978)
- 化学便覧 基礎編Ⅱ 8.7溶解度, 日本化学会編 丸善出版株式会社 (1984)

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/>

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4月
© Shimadzu Corporation, 2019