

▶ 分析操作の自動化を可能にする LabSolutions のバッチ分析

1. はじめに

試料を測定するには、まず分析装置側での測定準備が必要です。その分析装置の消耗品使用頻度の確認や分析に使用する移動相に流路を置換、設定した装置メソッドの分析条件での送液、ノイズレベルやドリフト値をモニターしながらベースラインの安定性を確認して、最終的に装置が正しく測定できる環境に整えます。特に複数の装置を使用して分析しなければならない場合、これら分析装置の測定準備は、オペレータによって大きな負担になる作業となっています。

LabSolutionsには、分析操作を自動化する機能が装備されており、分析を実行する際に作成するバッチテーブルでこれらの機能を設定します。ここでは、LabSolutionsのバッチテーブル機能を用いた分析操作の自動化について解説します。これまで装置の前に張り付いて検出器信号のベースライン安定性の確認する作業等からオペレータを解放し、最適な装置環境で試料の測定を開始することができます。

2. 分析操作の自動化とは?

一般的な分析操作の流れをFig.1に示します。装置やPCの電源を投入から試料の分析を開始するまでのステップとして、①分析に使用する移動相にラインを置換、②分析条件に従ったオープン温度での温調や送液を開始、③カラムの平衡化状態を確認するために、ソフトウェアのベースラインモニター画面で検出器信号をモニターしながらベースラインの安定性を確認する、④最後にコントロール試料や標準試料を測定して、システムスタビリティ試験 (SST) や検量線の作成作業を行います。また上記の作業の間に分析装置の消耗品の使用頻度の確認やオートサンプラのラックに測定試料をセット、バッチスケジュールの作成等を行います。装置が正しく稼動していない場合や検量線が正しく作成されていない場合には、ソフトウェア上でバッチ分析の中断処理を行い、再度SSTや標準試料の測定をやり直す作業を行います。そのため、オペレータは分析装置が正しく測定できる状態になるまで、装置を前にして上記の作業を行う必要があります。LabSolutionsの分析操作の自動化機能ではこれらの作業をすべて自動化できますので、オペレータの作業を低減することが可能になります。

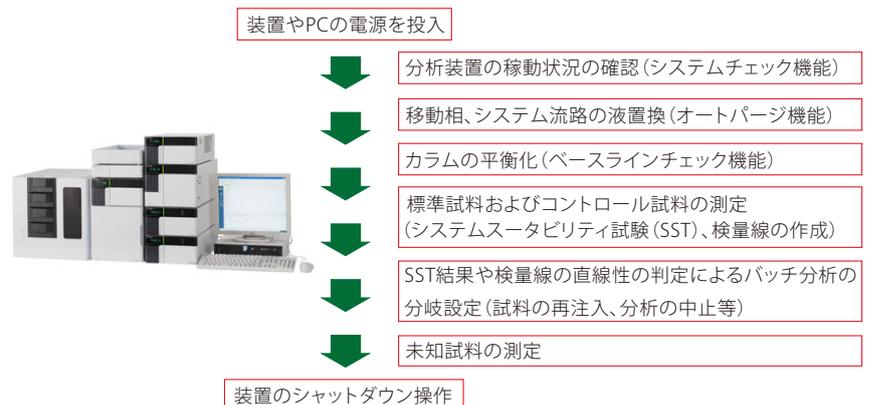


Fig.1:分析操作の流れ

3. バッチテーブルでの設定方法

分析の自動化設定はバッチテーブルで行います。アシスタントバーの「メイン」からバッチ分析のアイコンをクリックしてバッチテーブルの編集画面 (Fig.2参照) を表示します。バッチテーブルでは、試料をセットしたバイアル番号やサンプル名、標準試料や未知試料等のサンプルタイプ、分析に使用するメソッドファイル名やデータファイル名、注入量等をそれぞれ設定して作成します。分析の自動化に関するバッチテーブルの項目として、システムチェック、オートページ、ベースラインチェック、アクション、

システムスータビリティ、カスタムパラメータ等があります。バッチテーブルには、上記に加えて、個別レポートやサマリレポートの出力設定、ブランクデータを用いたバックグラウンド補正設定等、さまざまな機能が設定できます。これらの機能をバッチテーブル上に表示/非表示、および表示順序を変更するためには、バッチテーブル編集画面上で右クリックメニューを表示させ、その中から「テーブルスタイル」を選択します。変更した表示項目や順序はバッチテーブル単位で保存、管理されますので、分析目的に合わせたバッチテーブルの表示項目設定が可能です。

分析	バイアル番号	サンプル名	サンプルタイプ	メソッドファイル	データファイル	注入量	システムチェック	オートページ	ベースラインチェック	アクション	システムスータビリティ	カスタムパラメータ
1	1	Blank	0未知	Demo_Method-1.kcm	Demo_Data-001.icd	10						
2	1	CentH-1	2コントロール	Demo_Method-1.kcm	Demo_Data-002.icd	10						
3	1	CentH-2	2コントロール	Demo_Method-1.kcm	Demo_Data-003.icd	10						
4	1	CentH-3	2コントロール	Demo_Method-1.kcm	Demo_Data-004.icd	10						
5	1	CentH-4	2コントロール	Demo_Method-1.kcm	Demo_Data-005.icd	10						
6	1	CentH-5	2コントロール	Demo_Method-1.kcm	Demo_Data-006.icd	10						
7	1	CentH-5	2コントロール	Demo_Method-1.kcm	Demo_Data-007.icd	10						
8	2	STD1-1	1標準	Demo_Method-1.kcm	Demo_Data-008.icd	10						
9	3	STD1-2	1標準	Demo_Method-1.kcm	Demo_Data-009.icd	10						
10	4	STD1-3	1標準	Demo_Method-1.kcm	Demo_Data-010.icd	10						
11	11	UNK	0未知	Demo_Method-1.kcm	Demo_Data-011.icd	10						
12	12	UNK	0未知	Demo_Method-1.kcm	Demo_Data-012.icd	10						
13	13	UNK	0未知	Demo_Method-1.kcm	Demo_Data-013.icd	10						
14	14	UNK	0未知	Demo_Method-1.kcm	Demo_Data-014.icd	10						
15	15	UNK	0未知	Demo_Method-1.kcm	Demo_Data-015.icd	10						
16	6	STD2-1	1標準	Demo_Method-2.kcm	Demo_Data-016.icd	10						
17	6	STD2-2	1標準	Demo_Method-2.kcm	Demo_Data-017.icd	10						
18	7	STD2-3	1標準	Demo_Method-2.kcm	Demo_Data-018.icd	10						
19	16	UNK	0未知	Demo_Method-2.kcm	Demo_Data-019.icd	10						
20	17	UNK	0未知	Demo_Method-2.kcm	Demo_Data-020.icd	10						
21	18	UNK	0未知	Demo_Method-2.kcm	Demo_Data-021.icd	10						
22	19	UNK	0未知	Demo_Method-2.kcm	Demo_Data-022.icd	10						
23	20	UNK	0未知	Demo_Method-2.kcm	Demo_Data-023.icd	10						
24	-1	Shutdown	0未知	STOP.kcm	Demo_Data-024.icd	10						

Fig.2:バッチテーブル編集画面

3-1.オートページ機能

オートページ機能とは、溶媒ボトルから送液ポンプ、オートサンプラの試料注入バルブまでの配管内の移動相を自動的に置換する機能を意味します。LabSolutionsのバッチテーブルでは、このオートページ機能を任意の行で設定できます。各行の「オートページ」欄のチェックボックスを有効にすると、その行でオートページが実行されます。そのため、各ポンプから送液する移動相を溶媒切り替えバルブを用いて切り替え、目的成分の溶出位置や分離パターンの違いを確認するアプリケーション (メソッド開発システム等) の場合、その分析条件 (メソッドファイル) で測定する試料の行にオートページおよびベースラインのノイズ/ドリフト判定 (ベースラインチェック機能、3-2参照) を設定することで、カラム平衡化の時間を確保するために余分なブランク測定行をバッチテーブルに設定することなくバッチ分析が行えます。



Fig.3:オートページ設定画面 (装置メソッド編集画面)

またオートページ機能には、置換する移動相ラインの選択やページ実行時間の設定だけでなく、メソッドファイル (分析条件) 内で設定した初期移動相組成でのページもできます (Fig.3参照)。しかし、溶媒ボトルから送液ポンプまでのインレットチューブが移動相で満たされていない場合やインレットチューブ内に気泡が多く含まれている場合は、オートページ機能で十分に移動相を吸い上げての液置換、および気泡が除去できないこともあります。そのため、ポンプ本体側のページバルブを開き、手動によるページ操作を分析前に行い、これらのトラブルを未然に回避することをお勧めします。

(Fig.4参照)。LabSolutionsのバッチテーブルの各行にある「ベースラインチェック」欄のチェックボックスを有効にすると、上記パラメータをもとにベースラインチェックを実行します。

3-2.ベースラインチェック機能

ベースラインチェック機能とは、ベースラインの安定性を確認する機能を意味します。メソッドファイル内の「ベースラインチェック」画面内でノイズ値とドリフト値の安定性を判定するための時間範囲としきい値を設定します

通常、このベースラインチェック機能は、移動相の自動置換 (オートページ機能、3-1参照) と一緒に設定したり、ベースラインの安定性に時間のかかる示差屈折検出器 (RI検出器) を使用した測定における分析の自動開始 (ベースラインがメソッドに設定したノイズ/ドリフト値のしきい値内になった段階で分析を自動的に開始) に有効な機能です。また、ベースラインチェック画面では、ノイズ値の判定に使用する計算方法の選択や検出器チャンネルの設定が行えます。その他、現在のベースラインがしきい値を超えている場合に続けて測定を行う延長時間の設定や判定結果が不合格となった場合の動作 (測定の一時停止、その測定行をスキップして次行の分析を実施、その測定行の分析を実施 (継続) 等のアクション) も設定できます。



Fig.4:ベースラインチェック機能 (パラメータ設定画面)

3-3.システムチェック機能

システムチェック機能とは、ポンプの総送流量やオートサンプラの注入回数、検出器のランプ点灯時間等が現在どのくらいであるかを分析実施前に確認できる機能を意味します。本機能を有効にすることにより、ポンプのプランジャーシールやオートサンプラのインジェクションバルブ、検出器のランプ等の消耗品の交換目安が判断できます。

LabSolutionsのバッチテーブルの「システムチェック」欄をクリックすると、システムチェックの設定画面が開きます (Fig.5参照)。この画面内で結果を出力する項目 (消耗品チェック、装置の自己診断、検出器の波長較正、各種ログ出力) の設定が行えます。結果を印刷する場合には、画面内の印刷チェックボックスを有効にします。また実行したシステムチェックの結果はクロマトグラムや定量結果情報とともに各データファイル内に保存されます。そのため、もしクロマトグラム上に何らかの異常値が確認された場合、装置側でトラブルが発生していないかの確認手段のひとつとしてこのシステムチェック結果が利用できます。

このシステムチェック機能やオートページ機能 (3-1参照)、ベースラインチェック機能 (3-2参照) の各分析の自動化機能を有効にした場合、その測定行におけるバッチテーブル上での動作として、まず最初にシステムチェックが実行され、続いてオートページ、ベースラインチェックが実行されます。その後、ベースラインチェックの判定結果に従って、その行の測定が開始されたり、次行にスキップしたりバッチ分析の分岐動作が行われます。

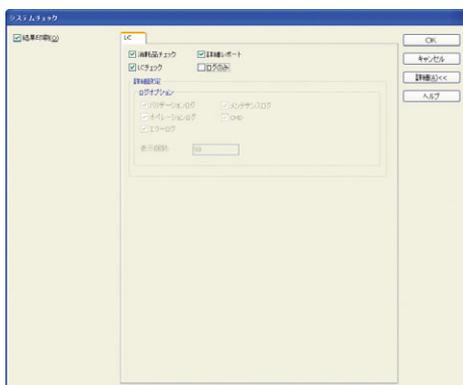


Fig.5:システムチェック機能 (パラメータ編集画面)

3-4.バッチアクション機能

バッチアクション機能とは、設定したテスト項目における判定結果が不合格の場合、バッチ分析を中断したり、バッチ分析の先頭行や最終行に移動して、その行を測定した

りする等のバッチ分析の分岐動作を設定する機能を意味します。この機能を用いることにより、例えばシステムスタビリティテスト (3-5参照) において、各ピークの保持時間再現性やピーク面積の再現性が設定基準値内に満たない場合、または作成した検量線の寄与率が設定基準値を満たすことができず、正しく検量線が作成されていない場合、バッチ分析の最終行に自動的に測定行が移動して、標準試料や未知試料を分析せずに装置をシャットダウンするような設定が可能になります。Fig.6はシステムスタビリティテストで不合格となった場合、バッチ分析の15番目の行に移動 (gotoコマンド) して、その15行目に設定した装置のシャットダウンメソッドを実行するようにバッチ分岐動作を設定した図です。

テスト	結果	アクション	パラメータ
1 システムスタビリティ	不合格	Goto	15
2	不合格		
3	不合格		
4	不合格		
5	不合格		
6	不合格		
7	不合格		
8	不合格		
9	不合格		
10	不合格		
11	不合格		

Fig.6:バッチアクション機能 (パラメータ設定画面)

3-5.システムスタビリティ機能

システムスタビリティ機能とは、未知試料を測定する前にコントロール試料や標準試料等を用いてシステムの適合性を確認するための機能です。通常、システムスタビリティテスト (SST) では繰り返し分析を行い、コントロール試料中の各成分における保持時間の再現性やピーク面積/高さ (面積比/高さ比) の再現性が設定した基準値内に収まっているかの判定を行います。SSTとして判定可能なパラメータとしては、上記の他に理論段数、シンメトリ係数、分離度等のカラム性能確認パラメータや、相対保持時間、S/N比、定量限界や検出限界といったパラメータが利用できます。

SSTを実行する場合は、メソッドファイル内のシステムスタビリティ設定を有効にします。LabSolutionsの分析画面において、メニューから「メソッド」-「システムスタビリティ設定」を選択します。表示される設定画面 (Fig.7参照) にて、各化合物に対して、判定を行うパラメータと上下限值や %RSD値を設定します。また判定結果をテキスト形式や CSV形式で出力したり、表示する統計計算結果の出力項目を設定します。同時に各パラメータにおける出力形式の設定も行えます。設定後、メソッドファイルを保存すると

化合物名	パラメータ	下限值	上限値	%RSD	フォーマット
1) 標準試料		2.000	2.700	0.500	99.999
2) 未知試料					

Fig.7:システムスタビリティテスト (パラメータ編集画面)

ともに、バッチテーブル上において、統計計算に使用するデータを設定します。Fig.2ではバッチテーブルの「システムスタビリティ」欄での設定方法として、開始行に「開始」、終了行に「終了」、その間のデータには「分析」を設定した例を示しています。

3-6.スタートアップ/シャットダウン機能

LabSolutionsには上記に加えて、分析業務の自動化に関する機能としてスタートアップ機能やシャットダウン機能があります。スタートアップ機能 (Fig.8参照) とは、バッチ分析を開始する時間を任意に設定することができる機能を意味します。例えば、ベースラインの安定に時間がかかる場合、あらかじめ充分な時間をスタートアップ時間として確保した後にバッチ分析を開始することが可能になります。またオープン温度が測定温度になる前は、低流量で送液して、一定時間経過後に試料測定用のメソッドにて分析を開始するという場合にも利用できます。どちらの場合においても、バッチ編集画面の右クリックメニューから「設定」メニューを選択して、表示される画面内の「スタートアップ」タブにて、バッチ分析の開始時間やメソッドファイルを設定します。またシャットダウン機能 (Fig.8参照) とは、バッチ分析の終了後の装置状態を設定できる機能です。上記のスタートアップ機能と同じく、「シャットダウン」タブにて、流速やオープン温度、ランプ光源をOFFにしたシャットダウンメソッドやシャットダウンメソッドを実行する時間 (クールダウン時間) 等が設定できます。



Fig.8:スタートアップ/シャットダウン機能 (バッチ設定画面)

3-7.カスタムパラメータ機能

LabSolutionsのバッチテーブルには、同定された各ピークの面積値、高さ値、濃度値、保持時間に対して任意のファクターを用いた計算式を適用して、定量計算結果を算出するカスタムパラメータ機能があります。例えば、その測定データのメインピークに対する類縁物質ピークの比率計算や医薬品等の溶出試験における溶出量の算出等に有用な機能です。カスタムパラメータ機能は、バッチテーブルの各行に設定することができ、カスタムパラメータ機能を有効にした行のデータに対して適用されます。

「カスタムパラメータ」欄をクリックするとパラメータ編集画面が表示されます (Fig.9 参照)。編集画面内で、LabSolutions の画面上および出力レポート上での化合物テーブル (定量結果テーブル) に表示するタイトル名と計算式を入力します。カスタムパラメータ編集画面では同時に最大 5 つの計算式が設定できますので、例えば、同一データ内のピークを用いた計算やバッチテーブルの異なるデータ間でのピークを用いた計算を同時に実行、結果を出力させることが可能です。また、複数のファクター値を用いて計算式を作成する場合には、そのファクター値を定数 A、B、C として最大 3 つまで定義することも可能です。「定数」欄にファクター値を入力することで、複雑な計算式でもファクター値を容易に変更、確認できます。



Fig.9:カスタムパラメータ機能 (パラメータ編集画面)

3-8.バッチテーブルの作成をサポートする機能

LabSolutionsには、ウィザードによるバッチテーブルの作成機能はもちろん、バイアル番号やメソッドファイル、注入量等の基本的なパラメータを簡単に設定できる簡易テーブル機能、入力値の「連番で設定 (自動インクリメント)」や「コピーして設定」等入力をサポートする機能、データファイル名の自動連番設定、入力情報の「やり直し」や「元に戻す」等多数搭載されています。また、作成したバッチテーブルはバッチテンプレートとして保存できます。そのため、毎日の分析業務において、同じ業務フロー (例えば SSTの実行や標準試料による検量線の作成) でバッチ分析を行い、続けて試料を測定する場合にはテンプレートの活用により、新規にバッチテーブルを作成する必要がなく、容易に分析を開始することができます。

4. おわりに

上記に示しましたLabSolutionsの多様なバッチテーブルの自動化機能を用いることで、分析の開始からカラム平衡化、システムの安定性確認、測定の実行、装置のシャットダウンに至る一連の分析操作を自動化でき、ラボでの作業フローに合わせた運用が可能です。

ラボでの分析業務の効率化を進める上で分析の自動化やデータ解析の容易さは、「使いやすい」ソフトウェアの選択において重要なポイントになっています。LabSolutionsは、そのようなご要望に応えるソフトウェアとして皆様の業務改善に大きく貢献します。

