

# Technical Report

## FlowPilot 機能による自動スタートアップが推進するワークフローの完全自動化

Fully automated workflow for HPLC analysis using automatic startup with FlowPilot function

木原 隆幸<sup>1</sup>、Davide Vecchietti<sup>1</sup>

### Abstract:

熟練の分析技術者は信頼性の高いデータを取得するために、分析システムを常に高いパフォーマンスで稼働し、これを維持するための知識と技術を有しています。分析の自動化と省力化が進む一方で、この点は未だにユーザーの技量に任されてきました。本レポートでは熟練分析技術者の技術を模して開発したFlowPilot機能による自動スタートアップからシステム適合性テスト (System Suitability Test : SST)、分析、シャットダウンまでの一連の分析ワークフローを完全自動化した事例についてご紹介します。

**Keywords:** 自動スタートアップ、FlowPilot 機能

### 1. 分析ワークフローの自動化

Nexera™シリーズは、分析ワークフロー全体のルーチン操作の自動化を実現するために自動スタートアップ、自動システム適合性試験 (System Suitability Test : SST)、自動シャットダウンなどの機能を備えています。

自動スタートアップには、FlowPilot 機能 (2章) が含まれおり、この機能を用いることで、システムの自動起動からカラムオープンの安定化、カラム温度と連動したウォームアップを行い、システムを分析可能な状態にすることが可能です。また、スタートアップを行う時間を設定することが可能なため、オペレータの予定に合わせて装置を起動することができます。また、自動SSTを用いることで、起動後に自動でシステムの評価を行うことも可能です (4章)。シャットダウンでは分析終了後、自動でシステム全体を電源オフにし、省電力モードに切り替えることができます。

これらの機能を組み合わせることにより、分析ワークフロー全体 (シャットダウン→スタートアップ→SST→分析→結果レポート→シャットダウン) を完全に自動化することができます (Fig. 1)。

### 2. FlowPilot機能について

カラムが設定温度まで上昇する前に設定流量で移動相を送液することで、カラムに過度な圧力がかかります。この急激な圧力上昇によりカラム内に空隙を生じることがあり、カラムの寿命短縮、カラムの劣化を引き起こし、分析結果に影響を与える恐れがあります。この現象を回避するため、熟練のオペレータはカラムオープン温度に合わせて徐々に移動相流量を設定値まで上昇させます。

Nexeraシリーズの送液ユニットは、オープン温度に合わせて流量を上げるFlowPilot機能を搭載しており、上記のように従来は熟練技術者が手動で行っていた流量制御を自動で行うことができます (Fig. 2)。

FlowPilotの動作

- ① 設定流量の半分まで徐々に流量を上げる。
- ② カラムオープンが設定温度に達するまで、半分の流量を維持する。
- ③ オープン温度が設定値に達すると、メソッド設定値まで徐々に流量を上げる。

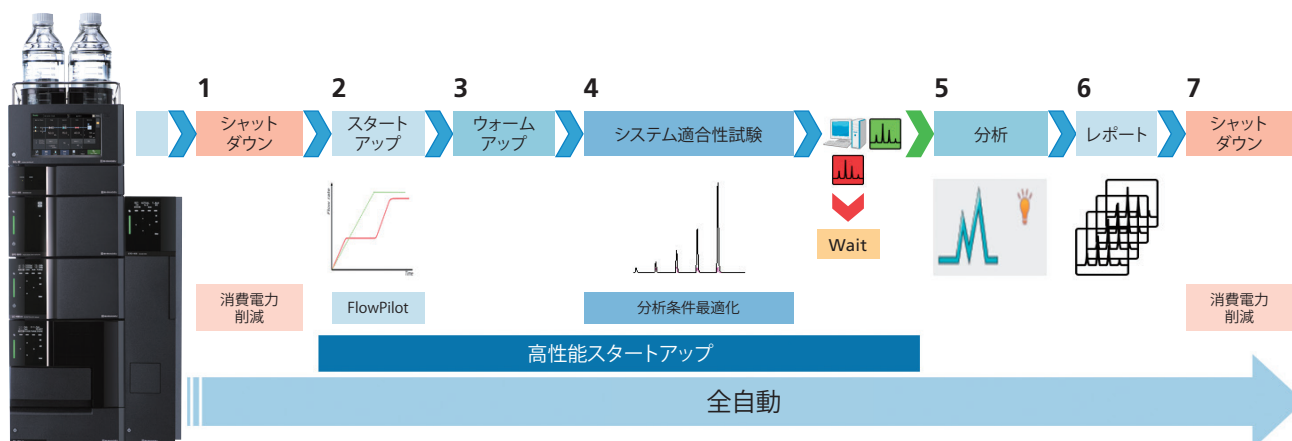


Fig. 1 Nexera システムの完全自動化されたワークフロー

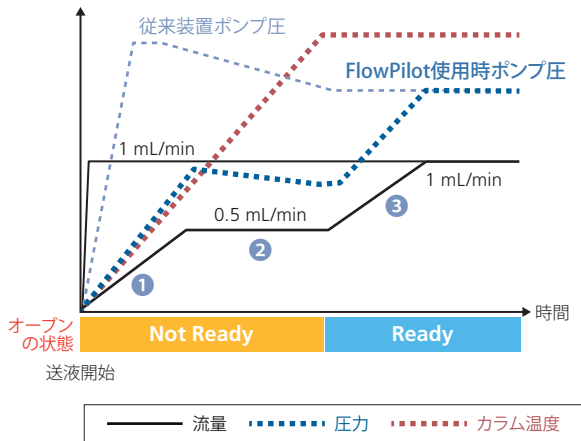


Fig. 2 FlowPilot機能を用いたスタートアップの流量、カラムオープン温度、圧力変化のプロファイル

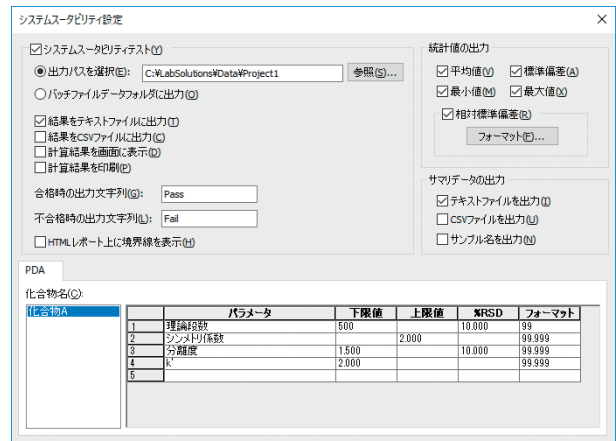


Fig. 3 SSTでの管理基準の設定例

### 3. システム適合性試験 (SST)

SSTは、目的の分析を開始する前に「装置、分析操作および分析試料が目的のサンプルを正確に分析するのに適していることを確認する」ために実施する試験です。

SSTは、各局方試験や規制関連の試験では必須とされています。多くの場合、ピークの見分け度や形状などを評価し、SSTの合格判定とします。そのためLCシステムには、分析の実行から結果の評価と合格判定までを、自動で速やかに行うことが求められます。

### 4. 全自動SST

LabSolutions™では、SST用の分析/解析パラメータをメソッドファイルに保存します。ユーザーは、分析メソッドを作成する際に、SST用のパラメータ設定（例えば、理論段数、シンメトリ係数、分離度、保持係数k）を合わせて設定することにより、バッチファイルを作成する際、任意のタイミングにSSTを挿入することが可能になります（Fig. 3）。例えば、バッチ開始時や何行目の分析後、終了時など必要なタイミングに挿入できます。

SSTの分析が完了した後、設定した合格基準に応じて「合格」または「不合格」が判定され、ユーザーの設定に合わせて結果に応じた動作が実行されます（Fig. 4）。

Fig. 4は、4つの検量点と7つの未知試料を分析する際のバッチ例を示しています。このバッチファイルでは、スタートアップ後にSST試料を分析し、「合格」判定の場合は目的サンプル（検量線用サンプルおよび実試料）の分析を行います（Fig. 4, 5行目）。その後、連続分析終了時にシャットダウン機能を用いることで、標準試料やサンプルの分析終了後に自動で装置電源を切る（省電力状態）にすることができます。また、分析終了時に定量結果などのレポートを自動で出力することもできます。

SSTの結果が「不合格」判定の場合は、ブランクが注入され、SSTが再度実行されます（Fig. 4, 2, 3行目）。そして、再度「不合格」判定が出た場合には連続分析を中断し、装置は自動的に「待機」状態に切り替わります。

分析	バイアル番号	注入量	サンプル名	メソッドファイル	データファイル	レポート出力	システムスタートリビティ	アクション
1	1	5	SSTサンプル	1\Wstest_KK.kcm	ファイル名生成	なし	開始	システムスタートリビティ合格-Output 4
2	1	5	SSTサンプル	1\Wstest_KK.kcm	ファイル名生成	なし	開始	
3	2	5	標準試料001	1\Wstest_KK.kcm	ファイル名生成	なし	なし	
4	3	5	標準試料002	1\Wstest_KK.kcm	ファイル名生成	なし	なし	
5	4	5	標準試料003	1\Wstest_KK.kcm	ファイル名生成	なし	なし	
6	5	5	標準試料004	1\Wstest_KK.kcm	ファイル名生成	なし	なし	
7	6	5	未知試料001	1\Wstest_KK.kcm	ファイル名生成	なし	なし	
8	7	5	未知試料002	1\Wstest_KK.kcm	ファイル名生成	なし	なし	
9	8	5	未知試料003	1\Wstest_KK.kcm	ファイル名生成	なし	なし	
10	9	5	未知試料004	1\Wstest_KK.kcm	ファイル名生成	なし	なし	
11	10	5	未知試料005	1\Wstest_KK.kcm	ファイル名生成	なし	なし	
12	11	5	未知試料006	1\Wstest_KK.kcm	ファイル名生成	なし	なし	
13	12	5	未知試料007	1\Wstest_KK.kcm	ファイル名生成	なし	なし	
14	13	5	未知試料008	1\Wstest_KK.kcm	ファイル名生成	なし	なし	
15	14	5	Blank	1\Wstest_KK.kcm	ファイル名生成	なし	なし	

Fig. 4 バッチ分析作成時のシステム適合性試験設定

### 5. 結論

- スタートアップ機能とFlowPilot機能の組み合わせによって、分析前に行われるシステムのスタートアップやウォームアップのようなルーチン作業を自動化することができます。
- 自動SST機能を使用してルーチン分析時の妥当性評価を完全自動化することで、作業時間を短縮し、より信頼性の高い分析結果が得られます。
- サンプルの分析終了後にシャットダウン機能を用いることで、一連の分析ワークフローを完全自動化することができます。

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5月  
© Shimadzu Corporation, 2019