

Technical Report

自動波形処理アルゴリズム「i-PeakFinder」による分析業務の省力化と効率化～有機酸分析への適用事例～

Using i-PeakFinder, an Automatic Peak Integration Algorithm, to Provide Labor Savings and Improve the Efficiency of Analytical Operations —Example of its Application to Organic Acid Analysis—

松本 恵子¹

Abstract:

分析の高速化に伴い、1サンプルあたりの分析時間が短くなり生産性が高まっています。一方で、増加したデータの波形処理に長時間を要し、データ解析時間が膨大になることが懸念されています。データ解析において、対象成分と夾雑成分が重なる場合、従来法の自動波形処理では適切に処理されないことがあります。手動波形処理の場合、1) 手間がかかる、2) 分析者により結果に差が生じてデータ間の整合性に影響するという課題があります。その解決策として、テクニカルレポート「LabSolutions™の新波形処理アルゴリズム (C191-0079)」にてご紹介しているi-PeakFinder™は、ソフトウェアが熟練技術者と同じように操作を行い、ユーザーの知識・経験に関係なく、信頼性の高い結果を手間をかけずに取得することができるAnalytical Intelligence機能です。本アルゴリズムを有機酸分析に適用し、分析の高速化により増加したデータを、簡素な設定で一括して精度高く解析した事例をご紹介します。

Keywords: 波形処理アルゴリズム、i-PeakFinder、有機酸分析、Shim-pack Fast-OA

1. 分析業務の効率化におけるボトルネック

装置やカラムの高性能化に伴い、分析の高速化が可能になりスループットが向上しています。1サンプルあたりの分析時間が短くなり、取り扱うデータ量が増加する一方で、波形処理にこれまでと変わらず長い時間を要し、データ解析時間が膨大になることが懸念されています。

UVの低波長検出など選択性の高いHPLC条件の場合、食品など組成の複雑なサンプルの分析において夾雑成分由来のピークが分析対象成分ピークに重なることは少なくありません。また、電気伝導度検出法を用いる有機酸分析では、アルコールなど電気伝導度を持たない試料成分由来の負ピークが検出されます。

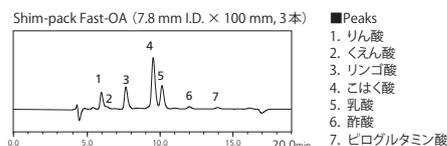


Fig. 1 料理酒中有機酸の分析

データ解析において、クロマトグラム上に夾雑成分との重なりや負ピークが存在する場合、従来法の自動波形処理では適切に処理されないことがあります (Fig. 2)。

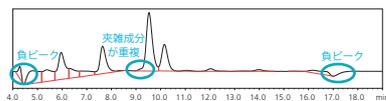


Fig. 2 従来法の波形処理

波形処理タイムプログラムによって、ある程度一括処理は行えますが (Fig. 3)、夾雑成分との重複は手動で個別に波形処理しなければなりません。1) 手間がかかる、2) 分析者により結果に差が出ることは避けられず、データ間の整合性に影響するという課題があります。分析の高速化により増加したデータを、簡素な設定で一括して精度高く解析できる波形処理法が求められています。

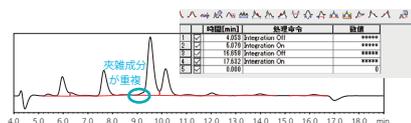


Fig. 3 波形処理タイムプログラムにより負ピークを除去 (従来法)

2. 波形処理アルゴリズム

Table1 に示す島津製作所の波形処理アルゴリズムには Analytical Intelligence 機能を適用しています。システムやソフトウェアが熟練技術者と同じように操作を行い、ユーザーの知識・経験に関係なく、手間なく信頼性の高いデータの取得を可能にします。

「i-PeakFinder」は、ショルダーピークの検出など、これまで分析者が手動波形処理する必要があった複雑なクロマトグラムを、簡単なパラメータ設定のみで自動で波形処理します。一方、「Peakintelligence™」は特定メソッド/パッケージ向けで、事前のパラメータ調整を不要とし、AIが支援します。本レポートでは、全ての LC や LCMS データに使用可能な「i-PeakFinder」を使って、有機酸分析のデータ解析を行いました。

Table 1 波形処理アルゴリズムの対象と特長

	i-PeakFinder	Peakintelligence
対象	LabSolutions の新波形処理アルゴリズム。LC、LCMS、GC に使用可能。	LabSolutions Insight™ オプションソフトウェア。LC/MS/MS メソッド/パッケージ一次代謝物および細胞培養プロファイリング用。
特徴	Analytical Intelligence 機能 全自動積分機能により特別なパラメータ設定なしに高精度にピーク検出。	Analytical Intelligence 機能 熟練作業者が行った波形処理を AI に学習させており、熟練者と同レベルの解析を実現。事前のパラメータ調整は不要。



Analytical Intelligence は、島津製作所が提案する分析機器の新しい概念です。システムやソフトウェアが、熟練技術者と同じように操作を行い、状態・結果の良し悪しを自動で判断し、ユーザーへのフィードバックやトラブルの解決を行います。また、分析機器に対する知識や経験の差を補充し、データの信頼性を確保します。

3. i-PeakFinderを用いた自動波形処理

i-PeakFinderは、従来法よりも簡単なパラメータ設定で以下のような効果が期待できます。

- ショルダーピークを高精度に検出可能
- ベースライン処理を簡単に変更可能
- 安定したピーク追従による再現性の向上
- ベースラインドリフトの変動に対しても正しく波形処理が可能
従来法とi-PeakFinderの切り替えは簡単に行えます。過去のデータとの整合性を保つ場合は従来法を採用するなど、状況に応じて波形処理法を選択できます。

ピークの検出条件に関する基本パラメータは、ベースライン処理、ピーク検出範囲とピーク検出感度の3つです。ベースライン処理は、サンプルや試験の目的に応じて選択できます (Fig. 4)。

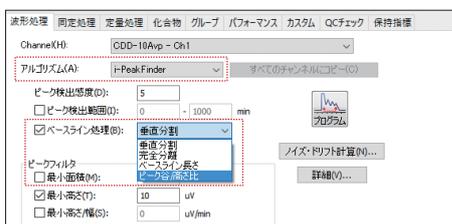


Fig. 4 i-PeakFinder設定画面
(メソッドビュー [波形処理/パラメータ] タブ)

クロマトグラムの前半や後半に検出不要なピークがある場合は、[ピーク検出範囲]を指定して、それらを避けて適切な波形処理を行います。

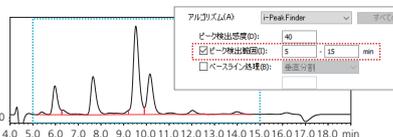


Fig. 5 [ピーク検出範囲]の指定

[ピーク検出感度]は、独自のアルゴリズムにより算出する推定ノイズ値を元にS/Nを求め、しきい値以上の高さを持つピークを検出します。[ピーク検出感度]の値を大きくすると、分離されている微小なピークを、統合して1ピークとして検出します。Fig. 6は [ピーク検出感度]を5 (初期値) から40に変更した場合を比較して示しています (Fig. 5の4分から11.5分の拡大クロマトグラム)。直感的な操作で検出方法の調整が可能です。

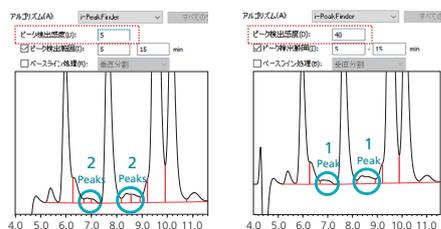


Fig. 6 ピーク検出範囲の指定

4. 有機酸分析へのi-PeakFinderの活用事例

有機酸高速分析カラムShim-pack Fast-OAと、有機酸を選択的かつ高感度に検出可能なポストカラムpH緩衝化電気伝導度検出法を用い、料理酒中の有機酸を分析しました。分析条件をTable 2に示します (オーバーラップインジェクションあり)。波形処理アルゴリズムはi-PeakFinderを指定し、自動波形処理を実行しました。その際の波形処理結果をFig.7、面積再現性をTable 3に示します。

- [ピーク検出範囲] : 5-15 min
- [ピーク検出感度] : 40

全てのクロマトグラムについて、ベースライン処理が同一であることがわかりました。また、大部分の有機酸について、面積値% RSDが1.5%以下となる良好な結果が得られました。i-PeakFinderは、分析者の熟練度によらない自動波形処理を行い、一連の分析終了と同時に高精度な結果を提供して分析業務の効率化と省力化に貢献します (Fig. 8)。

Table 2 分析条件

Column	: Shim-pack Fast-OA 3本接続 (100 mm L. × 7.8 mm I.D., 5 μm)
Guard column	: Shim-pack Fast-OA (G) (10 mm L. × 4.0 mm I.D.)
Mobile phase	: 5 mmol/L p-toluenesulfonic acid (有機酸分析移動相試薬セット 移動相)
Flow rate	: 0.8 mL/min
pH buffering solution	: 5 mmol/L p-toluenesulfonic acid 20 mmol/L Bis- Tris 0.1 mmol/L EDTA (有機酸分析移動相試薬セット pH緩衝化試薬)
Flow rate	: 0.8 mL/min
Detection	: Conductivity detector (CDD-10Avp)
Oven Temperature	: 50°C
Injection volume	: 10 μL

Table 3 i-PeakFinder使用時の料理酒中有機酸の面積値と面積値再現性 (n=6)

有機酸	面積値 (平均値)	面積値再現性 (%RSD)
1 りん酸	145038	1.24
2 くえん酸	22133	0.96
3 ビルビン酸	7734	1.34
4 りんご酸	209206	1.17
5 こはく酸	515023	1.13
6 乳酸	236157	1.15
7 フマル酸	12480	3.14
8 酢酸	24466	0.83
9 ビログルタミン酸	15195	1.76

Fig. 7 料理酒のクロマトグラム
(n=6、[ピーク検出感度] 40)

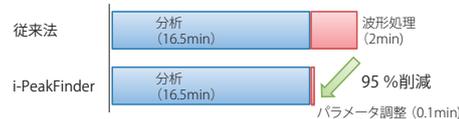


Fig. 8 1サンプルあたりの分析+解析時間
(料理酒50サンプルを連続分析した場合)

* 有機酸高速分析カラムShim-pack Fast-OAの詳細については、テクニカルレポート「Shim-pack Fast-OAとpH緩衝化電気伝導度検出法による有機酸分析の高速化 (C190-0489)」をご参照ください。

LabSolutions、i-PeakFinder、Shim-pack、PeakintelligenceおよびLabSolutions Insightは、株式会社島津製作所の商標です。