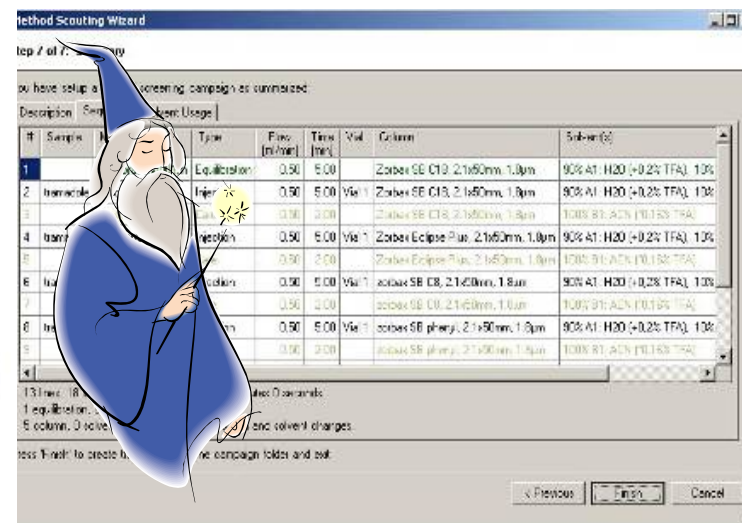


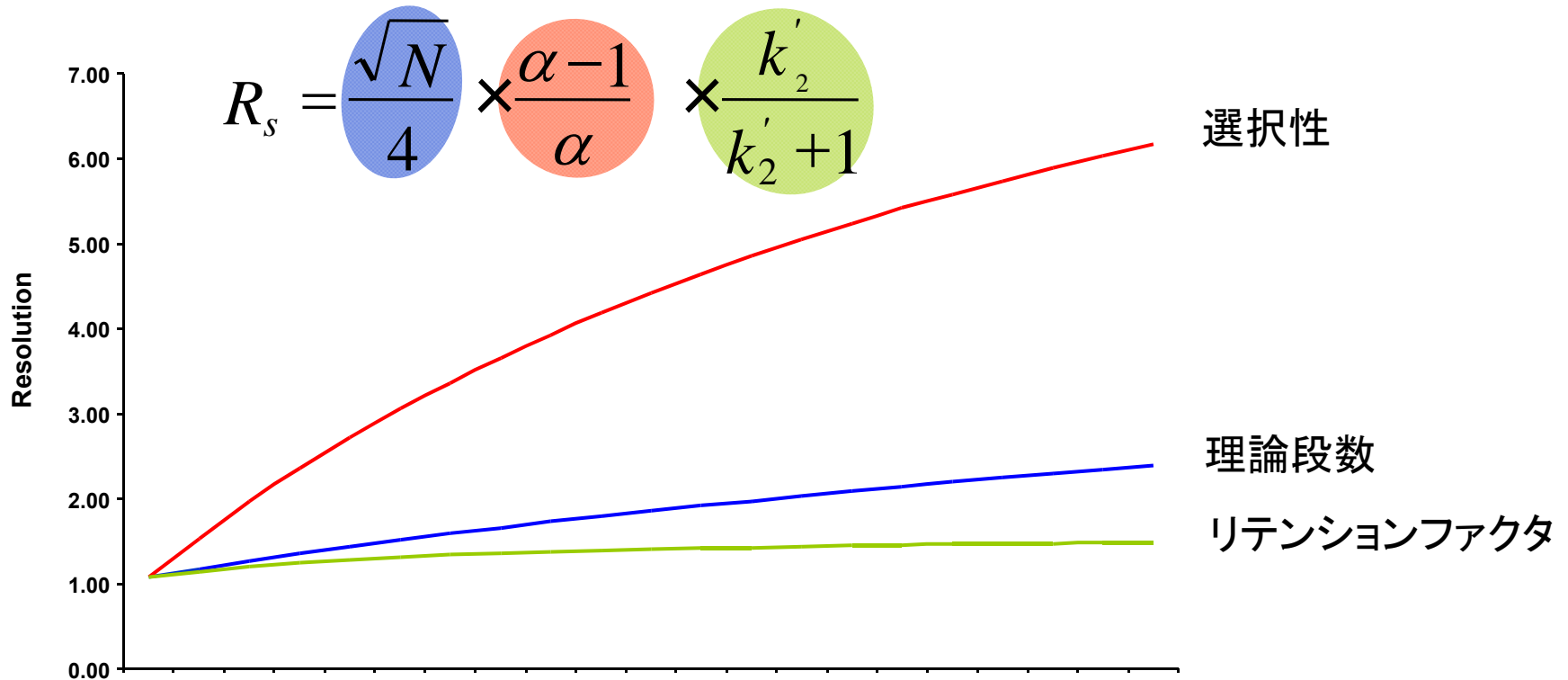
自動メソッド開発 Method Development solution



問題: よりよい分離を得るには?

→ セッション 1 – HPLCメソッド開発の基本 from John Palmer

www.separationNOW.com/agilentwebinars



N:	5000	10000	15000	20000	25000
α :	1.10	1.35	1.60	1.85	2.1
k' :	2.0	4.5	7.0	9.5	12.0



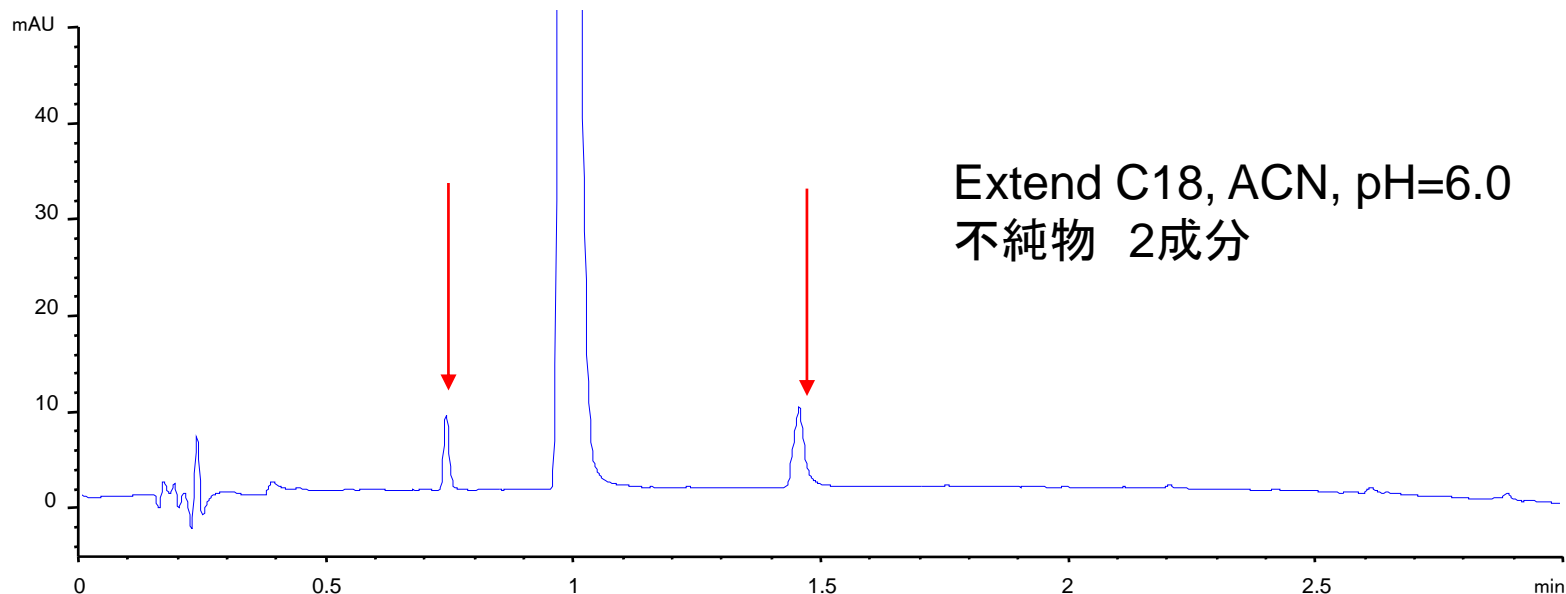
問題: よりよい分離を得るには?

選択性を変えるのが最良。だが. . . :

予測が難しい: トライ & エラーのアプローチや経験が必要が必要.
多くの分離条件をテストする必要がある

例:

同じサンプル, 固定相と移動相のみを変更.



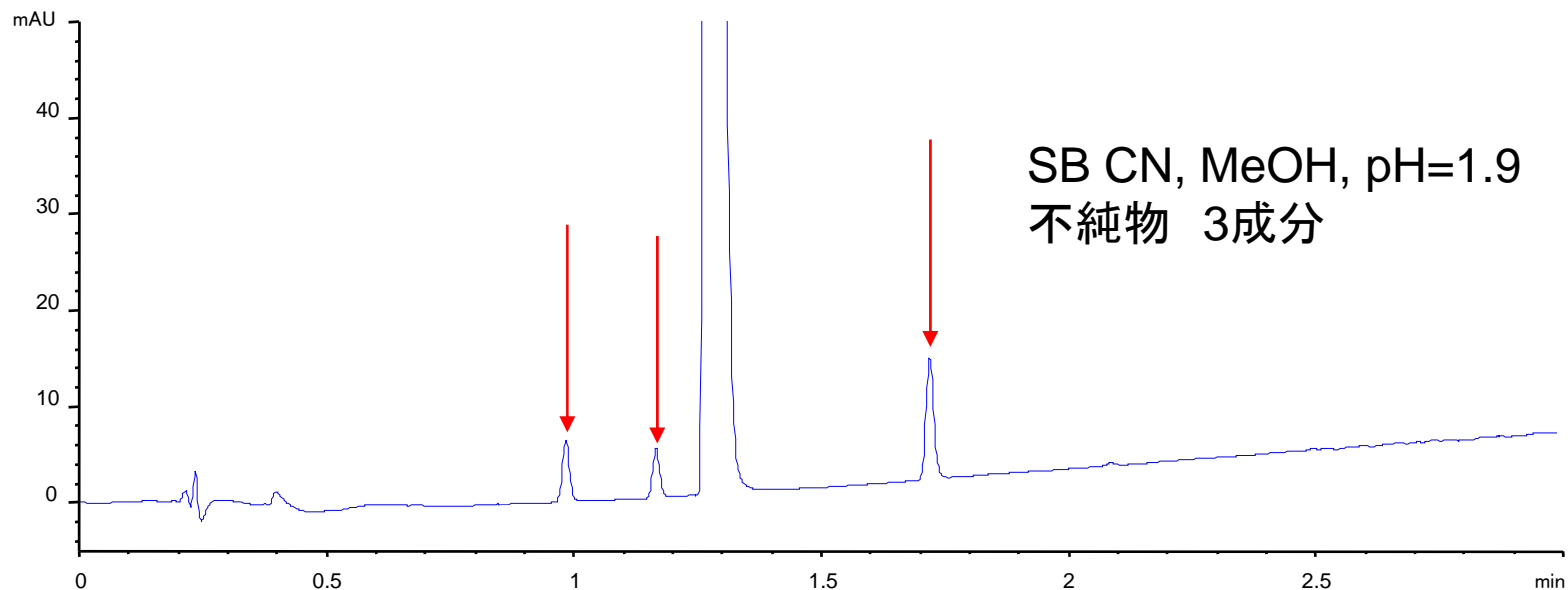
問題: よりよい分離を得るには?

選択性を変えるのが最良。だが...

予測が難しい: トライ & エラーのアプローチや経験が必要が必要。
多くの分離条件をテストする必要がある

例:

同じサンプル, 固定相と移動相のみを変更.



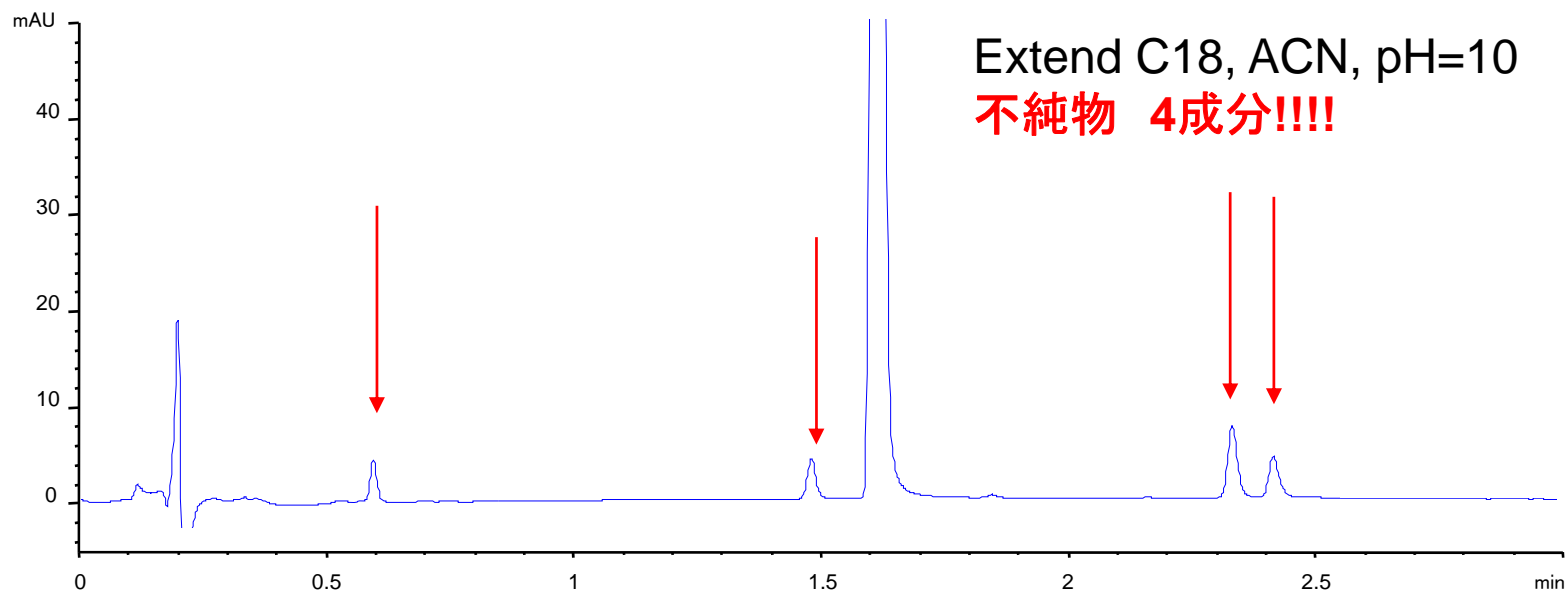
問題: よりよい分離を得るには?

選択性を変えるのが最良。だが...

予測が難しい: トライ & エラーのアプローチや経験が必要が必要。
多くの分離条件をテストする必要がある

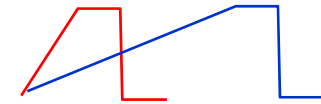
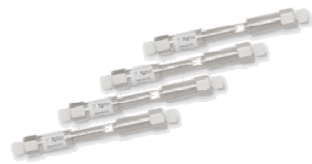
例:

同じサンプル, 固定相と移動相のみを変更.



必要な時間は?

例: 新規サンプルの初期メソッドスカウティング



4 カラム	x	2 pH	x	2 有機溶媒	x	2 グラジエント
Bonus RP		2.0		MeOH		5 min
SB C18		8.0		ACN		15 min
SB CN						
Eclipse C18						

Total 32 条件 – メソッド実行にすでに4時間が必要!



必要な時間は？

メソッド実行の4 時間に - 下記の時間が追加:

- 装置の準備時間
- 必要な全メソッドの作成時間
- 移動相/バッファ変更後の流路のフラッシング
- カラム変更
 - 保存に適した移動相での洗浄
 - カラムの取り外し
 - カラムの接続
 - 洗浄および平衡化

普通は1人の1日実働時間を使って
しまう！



間違いはないか？

- メソッド設定時の間違い
- カラム接続の不備 (フィッティングの劣化...)
- 間違った溶媒での洗浄
- カラム平衡化が不適切/不十分

間違った結果によりさらに時間を浪費...！



メソッド開発者の一日

- ユーザーの操作が必要
- LC システムの操作



解決方法:

適切なソフトウェアで、自動的にカラムや移動相を変更し、
条件設定が可能な装置/機能が必要！



解決方法:

適切なソフトウェアで、自動的にカラムや移動相を変更し、
条件設定が可能な装置/機能が必要！



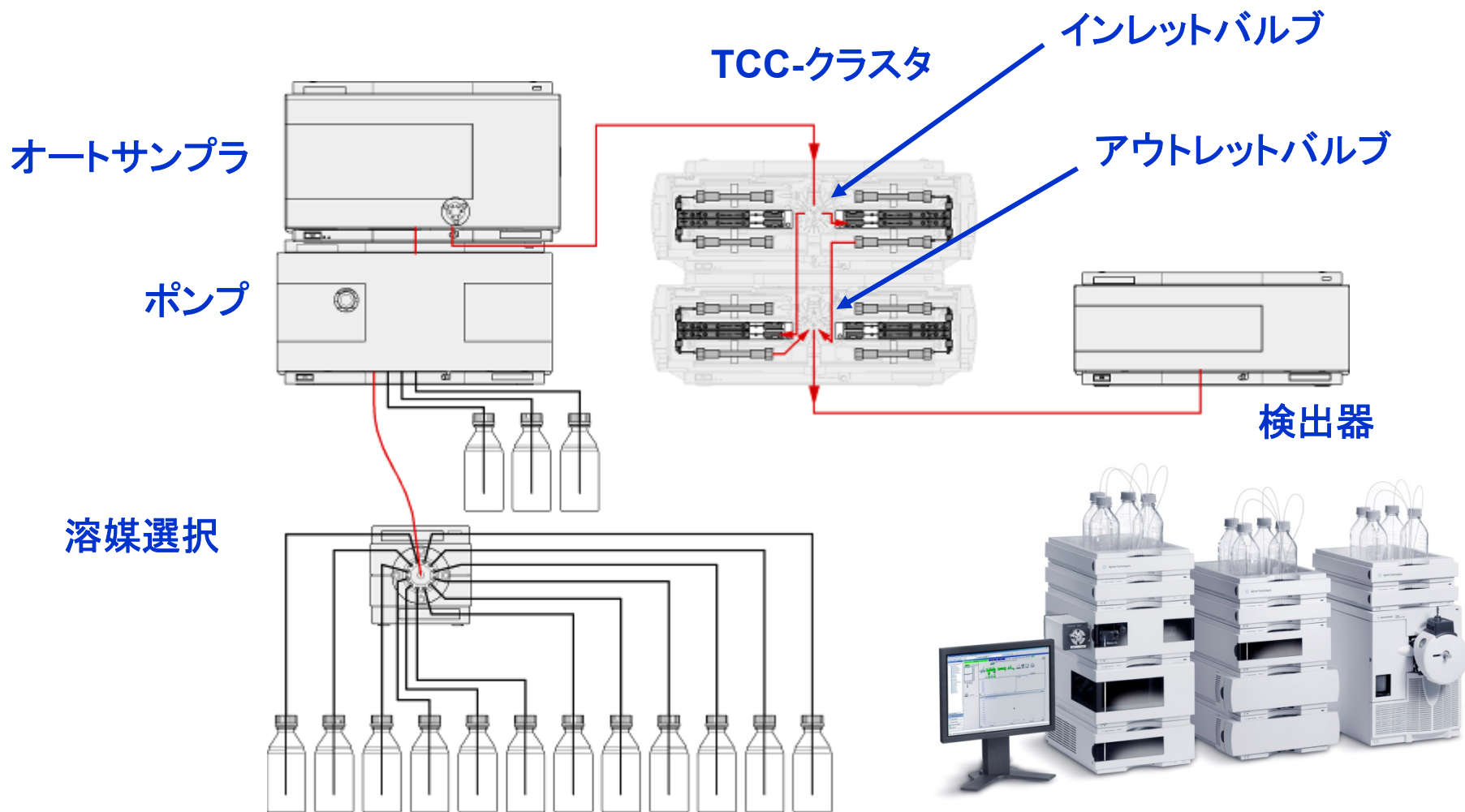
Agilent 1200 シリーズ Method Development Solution

- 400または600barのカラム選択バルブ 内蔵した クラスタ設定を行った カラムコンパートメント (TCC)
 - 8 カラム (バイパス および/または 廃液)
 - 2.1 – 4.6 mm 内径
 - 30 – 300mm 長さ
 - Agilent TCCと同じ機能
 - 2つの温度エリアが独立コントロール
 - oneクリックでシンプルにカラム選択可能
- ポンプは外付け溶媒選択バルブとクラスタ設定されている
 - 12+3 溶媒から選択
 - oneクリックでシンプルに溶媒選択可能



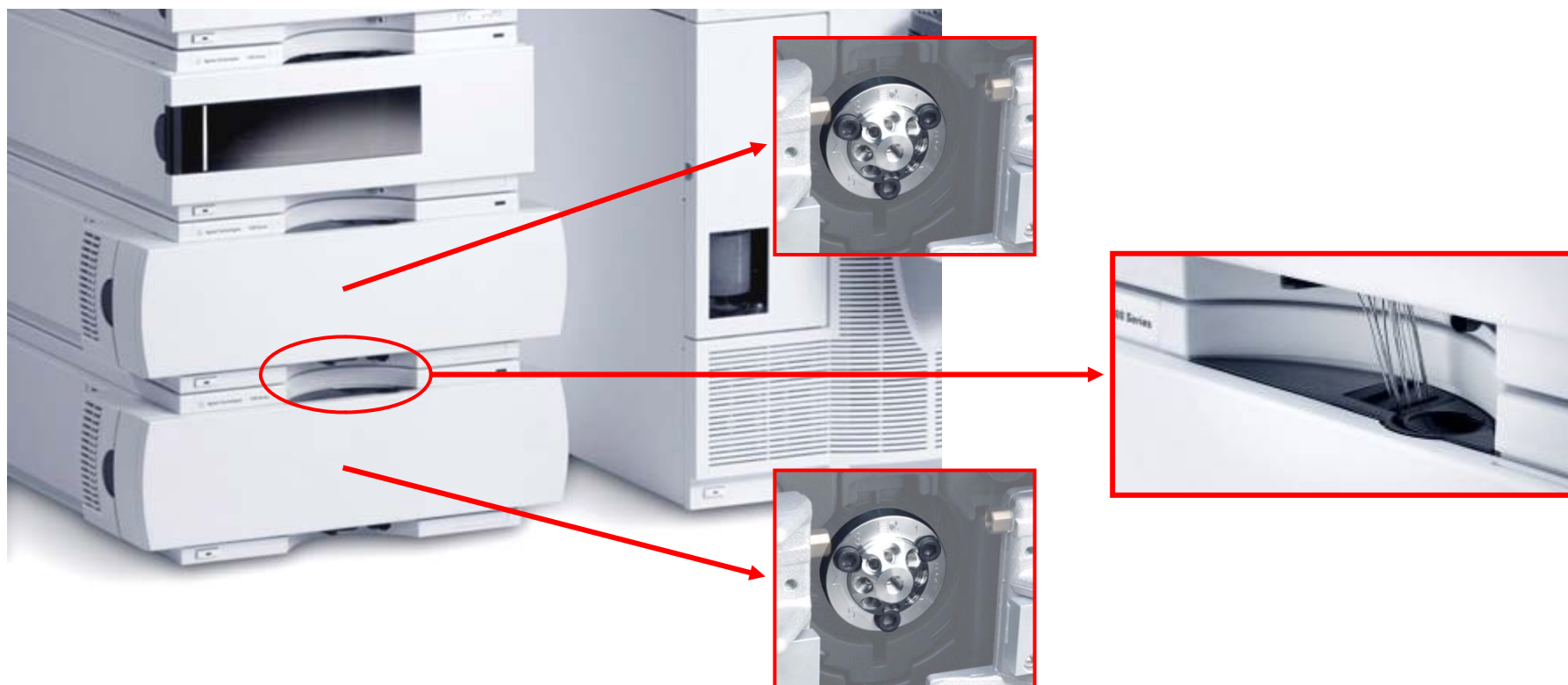
Agilent 1200 シリーズ Method Development Solution – ハードウェア

Method Development System – コンセプト



Agilent 1200 シリーズ Method Development Solution – ハードウェア

- TCC-クラスター 一方の TCC にインレット選択バルブ,
- もう一方にアウトレット選択バルブを内蔵
- 新しいキャピラリガイドにより、操作性が向上、リークファネルとカバーを再デザイン化



最大 3 台のTCCをクラスター可能

Agilent 1200 シリーズ Method Development Solution – ハードウェア

操作性を向上させた新バルブ構造



押し込むと外れる

引き出す – バルブがスライドしてくる



配管やメンテナンスが簡単

RFID-タグ, タイプや圧力範囲、
バルブ切替情報を記録

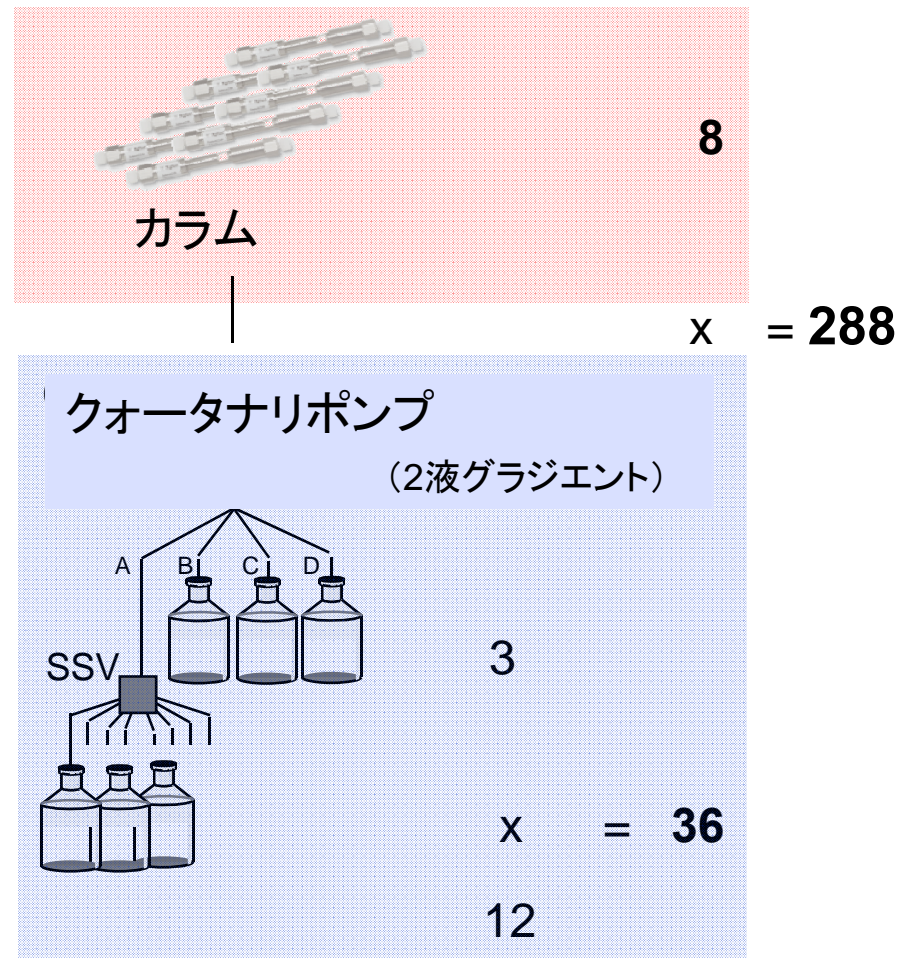
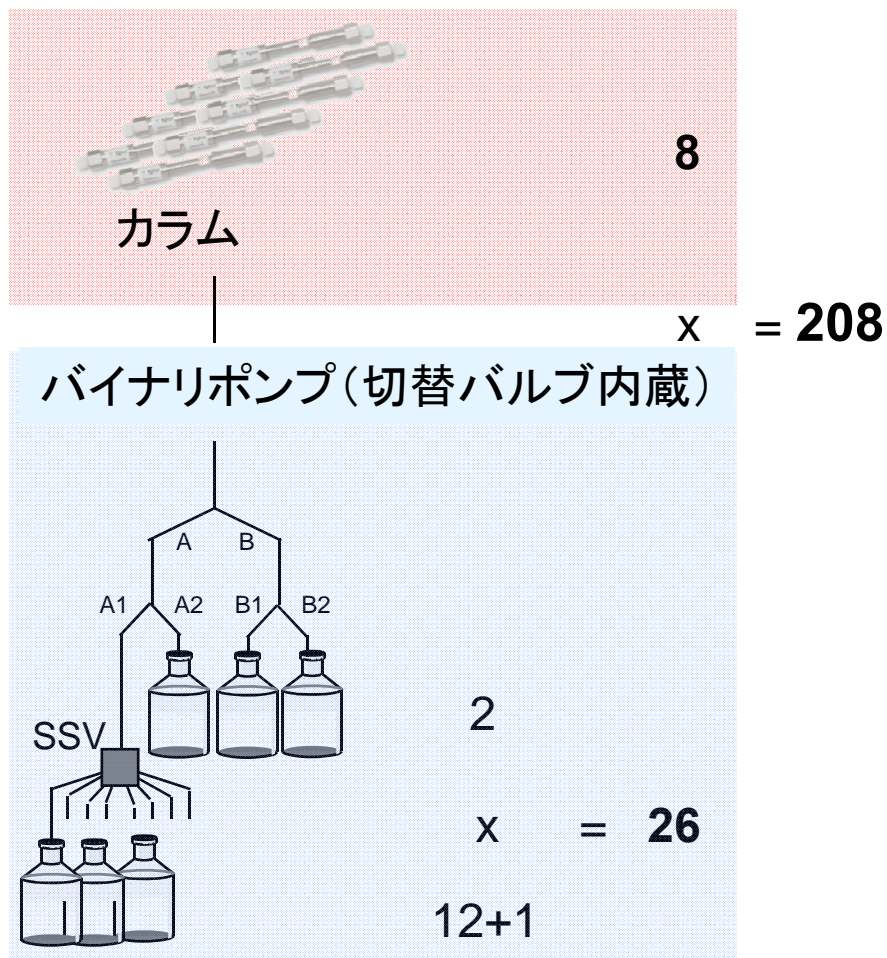


完全にバルブヘッドの取
り外しが可能



Agilent 1200 シリーズ Method Development Solution – ハードウェア

最大**288** の2溶媒/カラムの組み合わせが可能



Agilent 1200 シリーズ Method Development Solution – ハードウェア

複雑さのレベルに従って、自由にシステムを選択が可能

標準圧カシステム



Quat-Pump
ALS
DAD
Degasser
TCC Cluster

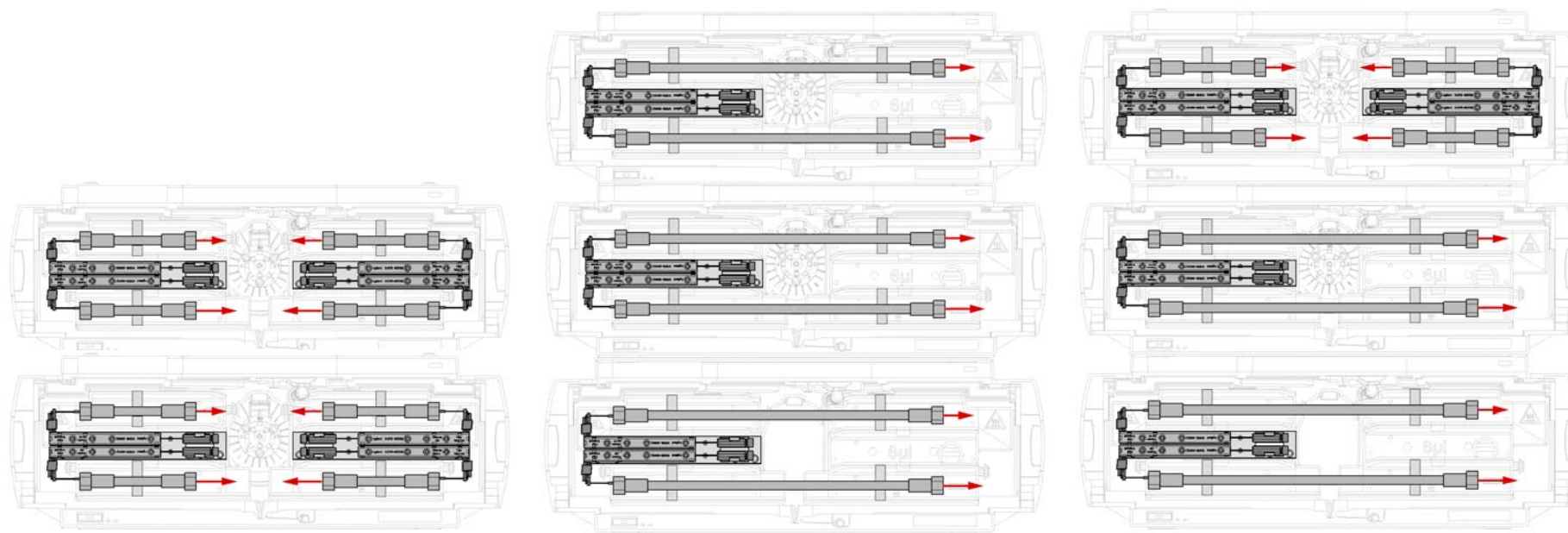
高圧 RRLC-MS システム



Bin-Pump with internal SSV
Hip-ALS + Thermo
DAD SL
External Solvent Selection Valve
3 Degasser
TCC Cluster
SQ-MS

Agilent 1200 シリーズ Method Development Solution – ハードウェア

自由にカラムアレンジ。
全てのカラムを独立した溶媒プレヒードが可能!!!



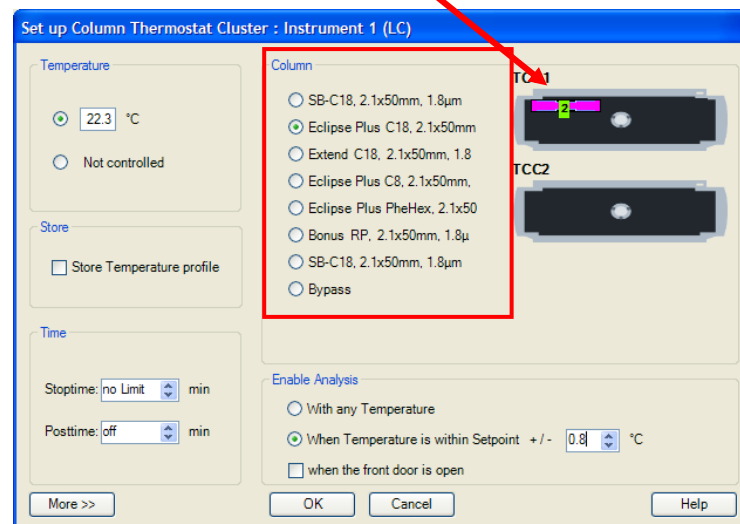
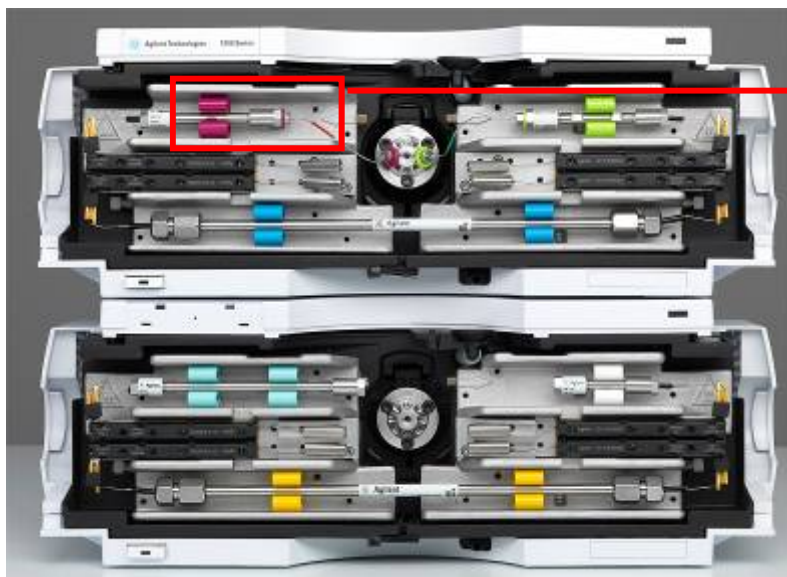
短いカラム ($\leq 100\text{mm}$)
2 TCCs
最大 8 カラム

長いカラム ($> 100\text{mm}$)
3 TCCs
最大 6 カラム

長い&短いカラム
3 TCCs
最大 8 カラム

The Agilent 1200 Series Method Development Solution –装置コントロール

新しいカラムとキャピラリ接続部品が、操作性の向上と簡単据付を実現
– ソフトウェア上でカラーにより識別が可能!

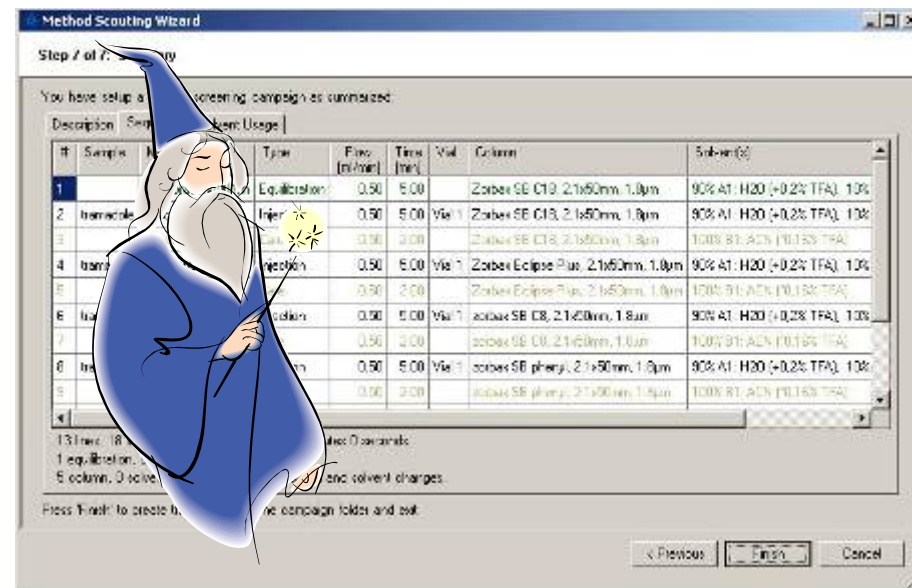


- One-クリックでカラム選択
- 自動で流量削減

Agilent 1200 Series Method Development Solution –メソッドスカウティング

Agilent ChemStation Method スカウティング ウィザード

簡単なクリック操作だけで、複雑なデータ採取の条件設定が簡単に行えるツール



Agilent 1200 Series Method Development Solution –メソッドスカウティング

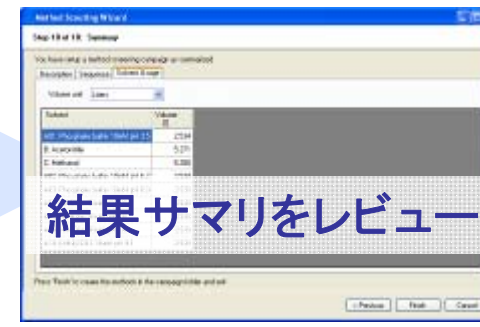
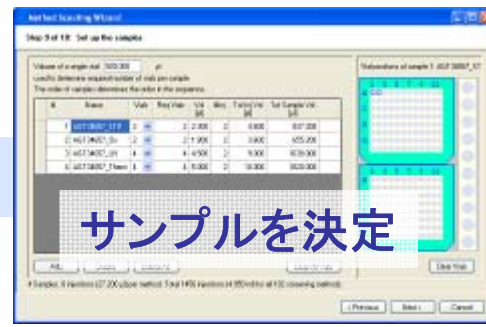
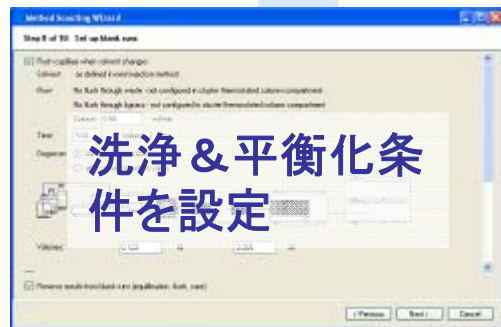
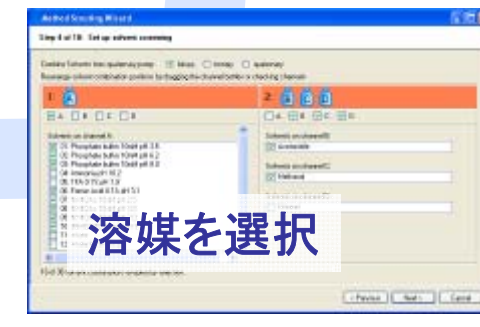
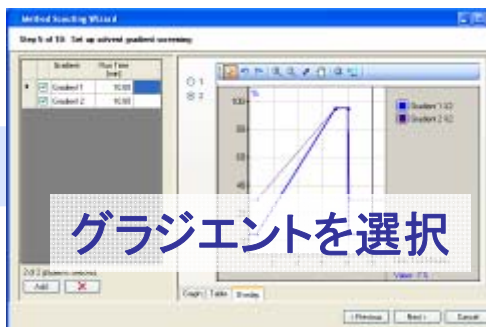
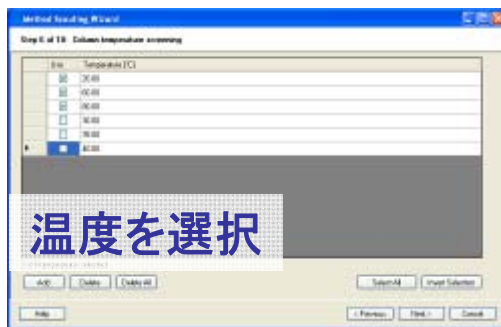
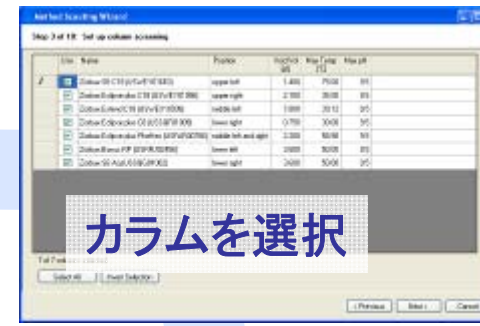
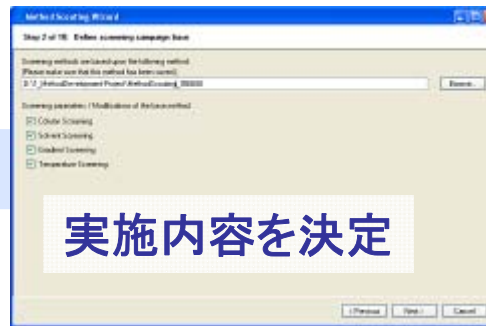
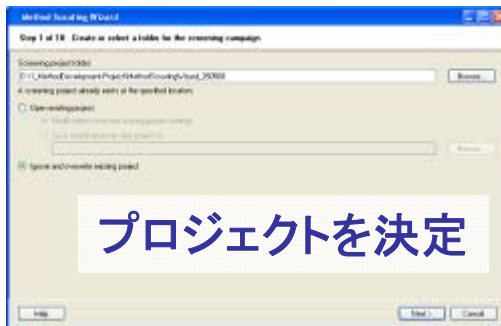
様々なカラム、移動相、グラジエント、温度のスカウティングの自動化を実現

- ウィザードにより、スカウティングの設定作業を簡単ガイド
- ユーザーが設定した標準メソッドを自在に組みあせた分析の自動化
- カラムの洗浄や平衡化メソッドの自動化
- 様々なメソッドを組み合わせたケミステーションシーケンスの自動作成
- 様々なサンプルのスカウティングが可能
- 設定内容やメソッド/シーケンスはスカウティングプロジェクトに保存し、後で再利用が可能



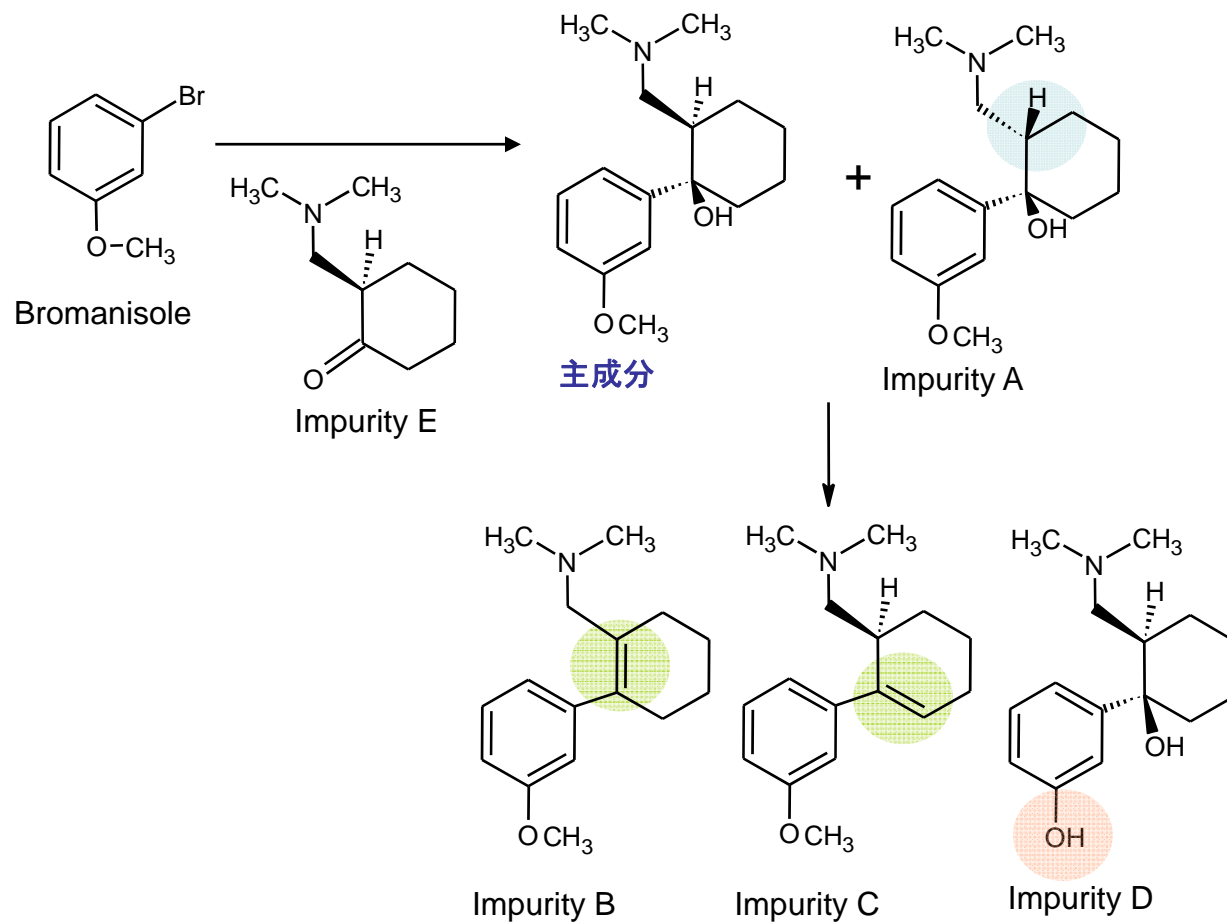
Agilent 1200 Series Method Development Solution –メソッドスカウティング

Agilent ChemStation メソッド スカウティングウィザード



Agilent 1200 Series Method Development Solution –メソッドスカウティング

例: Tramadolの不純物分析



Agilent 1200 Series Method Development Solution –メソッドスカウティング

例: Tramadolの不純物分析

スカウティング内容:

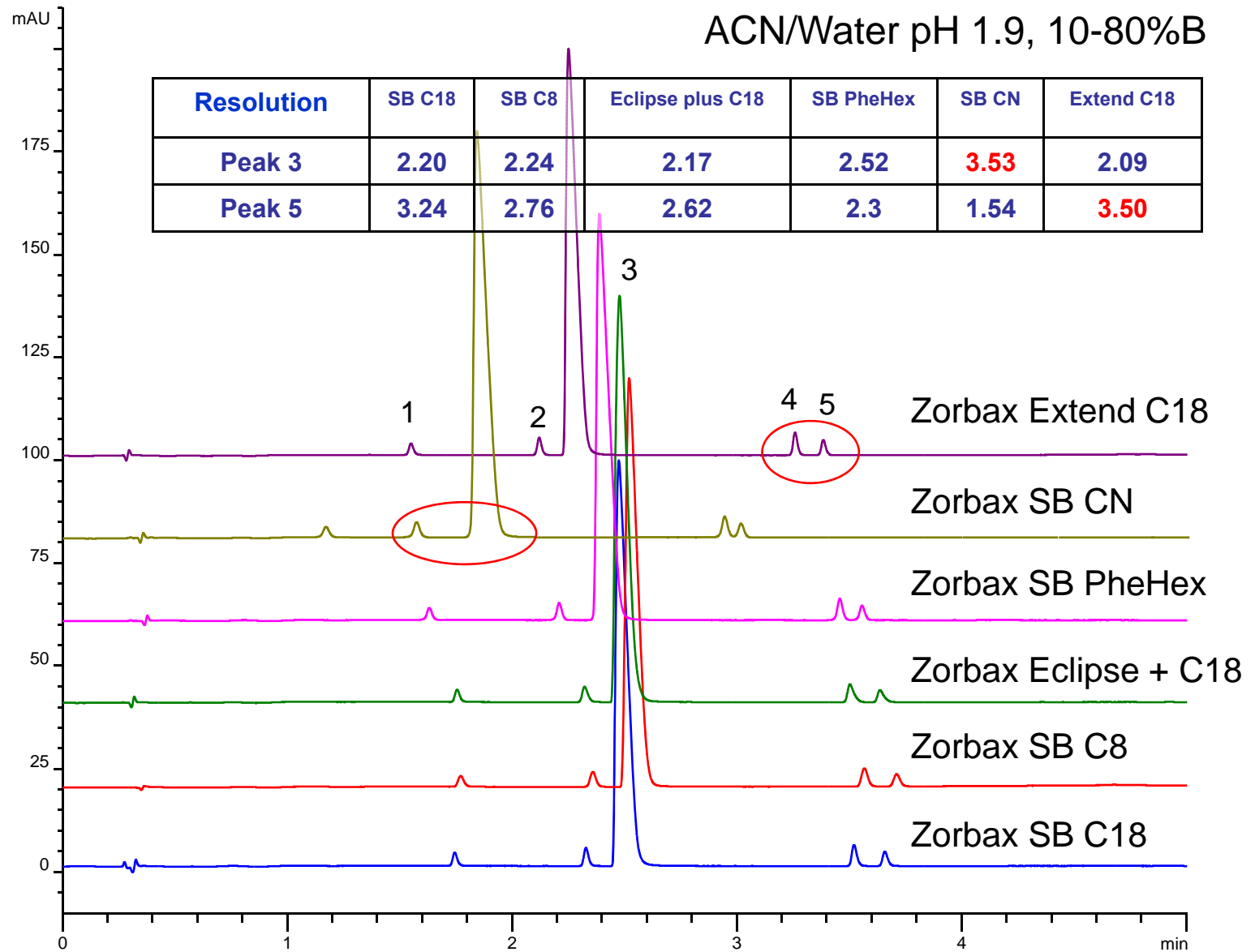
- 6 カラム
- 2 グラジエント
- 2 溶媒 (酸および、中性 pH)

カラムのインストール:	8 min
全メソッドとシーケンスのセットアップ:	3 min
データ採取時間(人は不介在)	5 h 30min
データ解析	20 min



Agilent 1200 Series Method Development Solution –メソッドスカウティング

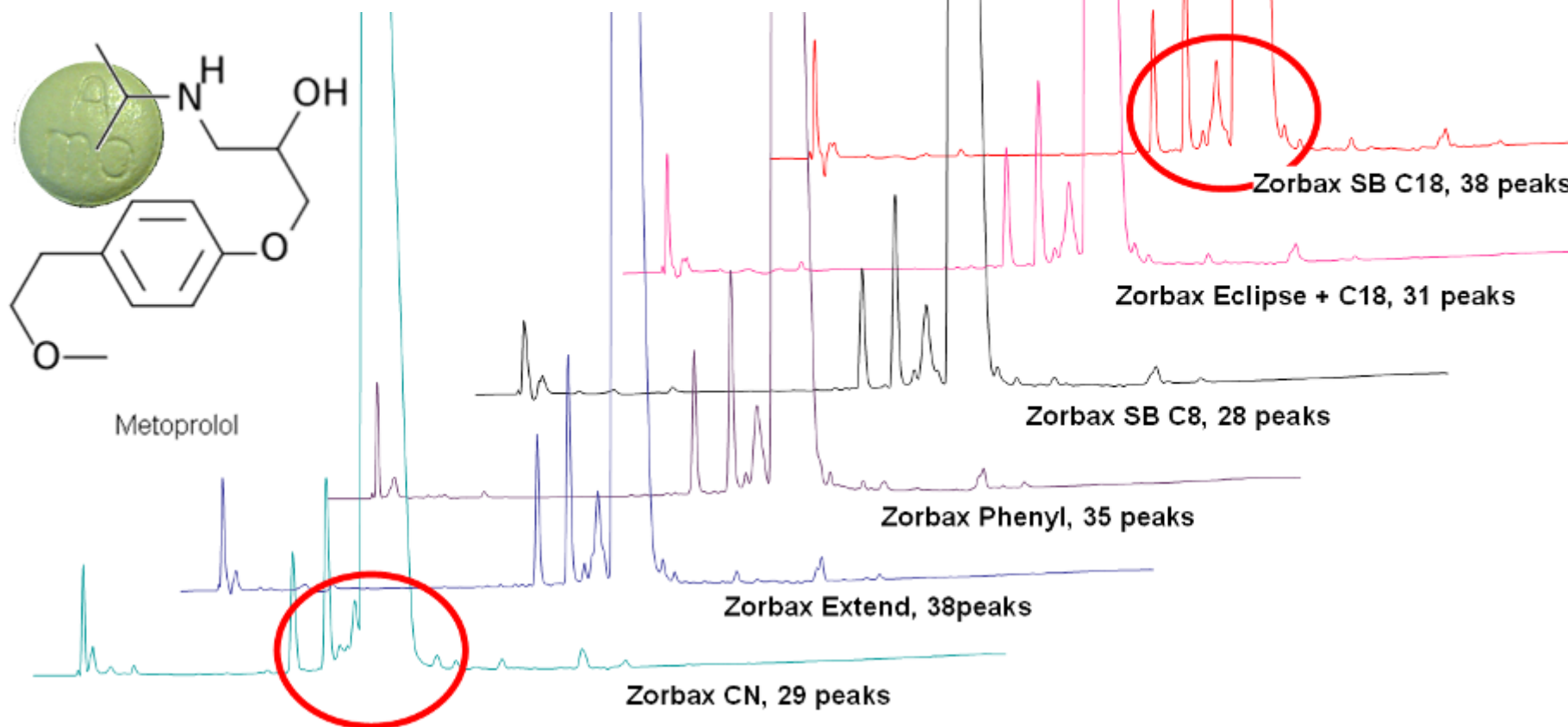
ACN/Water pH 1.9, 10-80%B



Agilent 1200 Series Method Development Solution –メソッドスカウティング

例: Metoprolol + Metoprolol 錠剤からの分解物質

Columns: **2.1x50mm** columns packed with **1.8 μ m** particles
Mobile phase: water +0.2% TFA / ACN+0.16%TFA Flow rate: 0.5ml/min
Gradient: 5 to 50% in **5min**,
Column temperature: all 30° C
Detector DAD: 210, 230,254, 280/10nm



Agilent 1200 Series Method Development Solution – メソッド最適化

自動メソッドスカウティングは簡単。
自動メソッド **最適化** は本当の意味でチャレンジである!

Agilent はスペシャリストを揃えたパートナーの提携しています。



ChromSword for ChemStation



Agilent 1200 Series Method Development Solution – メソッド最適化

ChromSword for ChemStation

Agilent ChemStation Method スカウティングウィザード

自動メソッド開発のソフトウェアフル
パッケージ



複雑なメソッドスカウティング実施につい
てユーザーをアシストするツール

最適なカラムと溶媒の組み合わせ、ベストな分離を得るためのグラジエントと温度の最適化を実施



様々なカラム/溶媒/グラジエント/温度の組み合わせによる、メソッドとシーケンステーブルの作成

メソッド開発を最適化する独自のデータ解析とレポート機能を搭載



Agilentのデータ解析とレポート機能を使用 (ChemStation, ChemStore)

ChemStation を
ChromSwordがコントロール



ChemStationが control



Agilent 1200 Series Method Development Solution – ソフトウェア構成



自動分析メソッド開発

- その他の重要な仕事を行う時間が確保できる!
- エラー原因を減らすことができる.
- 自動メソッド最適化は、分析を客観的に行える! しばしば、想像以上の数の化合物を発見することができる。!

Agilent 1200 Method Development Solution:



最も多彩な機能を搭載した分析メソッド開発が可能

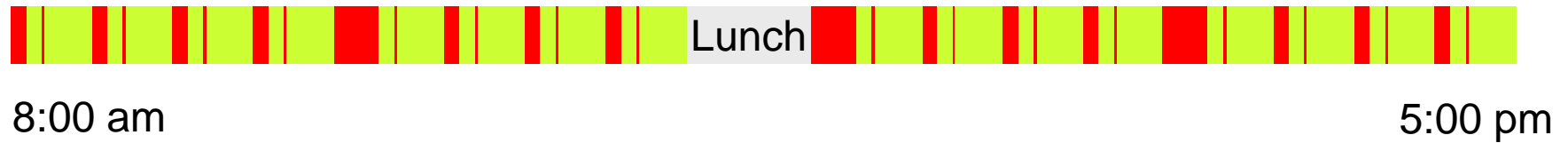
- 設定できる分離条件の数 – 最大 288!
- 選択できるモジュール数: 検出器, MS, ポンプ, オートサンブラ
- 分析カラムタイプ、サイズに制限なし
- ソフトウェアサポートレベル – シンプルなものから拡張タイプまでをサポート

メソッド開発以外にも利用可能!





マニュアル vs. 自動メソッド開発

-  ユーザーによる作業
-  LC システムによる分析



マニュアル vs. 自動メソッド開発

 ユーザーによる作業

 LC システムによる分析



A photograph of a laboratory HPLC system. The system consists of three main units: a solvent delivery system on the left, a central column compartment, and a detector on the right. Each unit is a stack of white modules. The solvent delivery system has four bottles on top. The column compartment has two bottles on top. The detector has three bottles on top. A computer monitor is visible on the left side of the image. In the foreground, there are several metal tubes and connectors. The background is a blue gradient.

Thank you!