

1260 Infinity II Prime LC による高速分析と 1290 Infinity II High Speed ポンプによるさらなる高速化



Authors

林 慶子
見勢 牧男
熊谷 浩樹

アジレント・テクノロジー
株式会社

要旨

1260 Infinity II Prime LC は UHPLC のテクノロジーを搭載した 80 MPa 耐圧の汎用 HPLC です。Prime LC のパフォーマンスを示すために、アルデヒド分析を例に、高速化を行い、分析業務効率化の効果を確認しました。

130 MPa 耐圧かつシステムボリュームが少ない 1290 Infinity II High Speed ポンプを使用することによるメリットを示しました。

Key words : 分析業務効率化、高速分析

システム

1260 Infinity II Primeポンプ (G7104B)
 1290 Infinity II High Speed ポンプ(G7120A)
 1290 Infinity II マルチサンプラ(G7167B)
 1290 Infinity II MCT (G7116B)
 1290 Infinity II DAD (G7117A)

分析対象

2,4-ジニトロフェニルヒドラジン (DNPH) 溶液に0.01 mg/Lになるようホルムアルデヒド-DNPH及びアセトアルデヒド-DNPHを添加した溶液を試料としました。

分析条件

表1. HPLC条件

カラム	Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18, 2.1 x 50 mm, 1.8 μm (P.N.:959757-902)
カラム温度	40 °C
注入量	2 μL
流速	1.2 mL/min (2.4 mL/min)
移動相A	超純水
移動相B	アセトニトリル
DAD	360/4 nm, reference off, 20 Hz (40 Hz)

表2. グラジエント条件

min	%B
0	50
0.5	60

ランタイム：1分

アセトアルデヒド以降に溶出するアルデヒド類のフラッシュのためグラジエント分析としました。コンベンショナル条件は4.6x250 mm, 5 μmのODSカラムに50%アセトニトリルを1 mL/minで送液し20 μL注入し分析しました。

結果

表3. 高速化による溶媒消費と分析時間の短縮効果

	コンベンショナル	高速条件
流速	1 mL/min	1.2 mL/min
分析時間	20 min	1.7 min
移動相消費量	20 mL	2.04 mL
50検体の場合	移動相	1L以上必要
	分析時間	200 mLで十分
		1.5時間

表3にコンベンショナル条件と高速条件の比較を示しました。50検体の場合で比較すると分析の高速化により、一日の業務時間内に完了することのできなかった一連の分析が、半日程度で完了することができ、装置の占有時間を削減することが可能です。

また、溶媒の購入や廃棄のコストを1/5程度まで削減できることがわかりました。

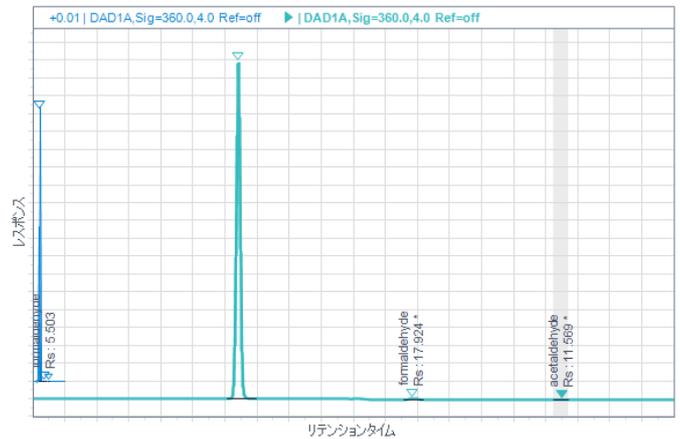


図1. コンベンショナル (緑) と高速条件 (青) クロマトグラム重ね書き

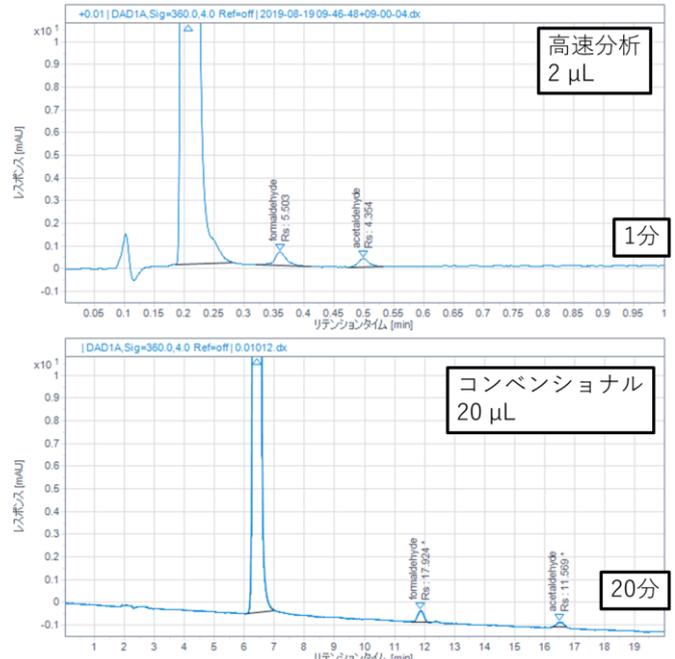


図2. 図1の拡大表示 上：高速条件、下：コンベンショナル

コンベンショナル条件では20分程度かかっていたアルデヒドの分析を高速化したクロマトグラムを図1および図2に示しました。充填剤固定相の種類や移動相流量の変更などにより1分程度まで高速化することが可能でした。この時の圧力は約61 MPaでした。ポストランタイムを含め、分析サイクルは1.7分でした。

DNPHのピークとホルムアルデヒドの分離度を確認すると、高速条件においても分離度は5.5と良好な分離を示しました。Primeシステムで十分な高速化が可能であることが確認されました。

高速条件では微粒子充填剤の内径の小さいカラムを使用していることからピーク拡散が少なく、1/10の注入量で分析が可能でした。コンベンショナル条件では20 μL注入でしたが、高速条件では2 μL注入でホルムアルデヒド及びアセトアルデヒドのピークを検出しました (表4)。

表4. 各ピークのS/Nとピーク幅

		コンベンショナル (20 μL)	高速 (2 μL)
ホルムアルデヒド	S/N	21.0	33.6
	ピーク幅 (min)	0.22	0.02
アセトアルデヒド	S/N	10.6	20.5
	ピーク幅 (min)	0.28	0.02

1290 High Speedポンプを搭載したシステムで同様の分析を行いました。Primeシステムよりもシステムボリュームが小さいHigh Speedポンプシステムではグラジエントディレイやポストランタイムを最小化することができるため、同様のグラジエント分析でもランサイクルを短くすることが可能です。この分析ではポストランタイムを0.3秒に設定し、1.3分のサイクルで分析を行うことが可能でした(図3)。

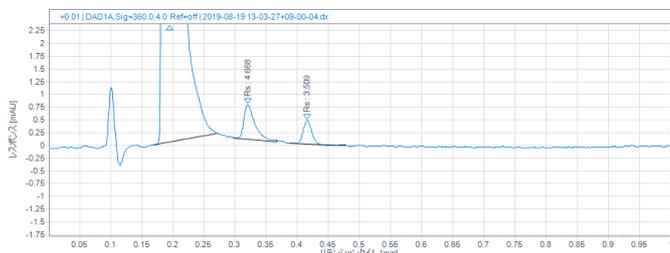


図3. High Speedポンプシステムによるクロマトグラム

高耐圧システムの優位性を確認するため、2.4 mL/minで50%アセトニトリルをアイソクラティック送液し、超高速分析を行ったクロマトグラムを図4に示しました。この時の圧力は117 MPaでした。DNPHとホルムアルデヒドの分離度は4.8でした。

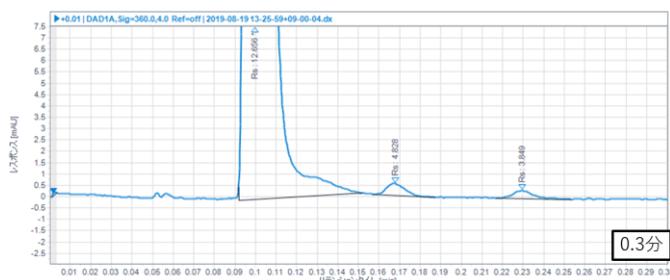


図4. High Speedポンプシステムによる超高速分析クロマトグラム

まとめ

1260 Infinity II Primeシステムでコンベンショナル条件を高速化し、溶媒消費量及び分析時間の比較を行いました。50検体のアルデヒド分析で比較すると、1.5時間にまで分析時間を短縮することが可能になり、一日の業務時間内に解析まで行うことができます。

さらなる高速化として、1290 High Speedシステムで分析を行いました。ディレイボリュームが小さく130 MPa耐圧のシステムにより、ポストタイムの短縮化や、高圧条件での分析を行うことで、0.3分まで分析サイクルを最小化することが可能になりました。

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンタ

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2019

Printed in Japan, August 26, 2019

LC-201908HK-001