HPLCにおける、こんな便利機能知っていますか？

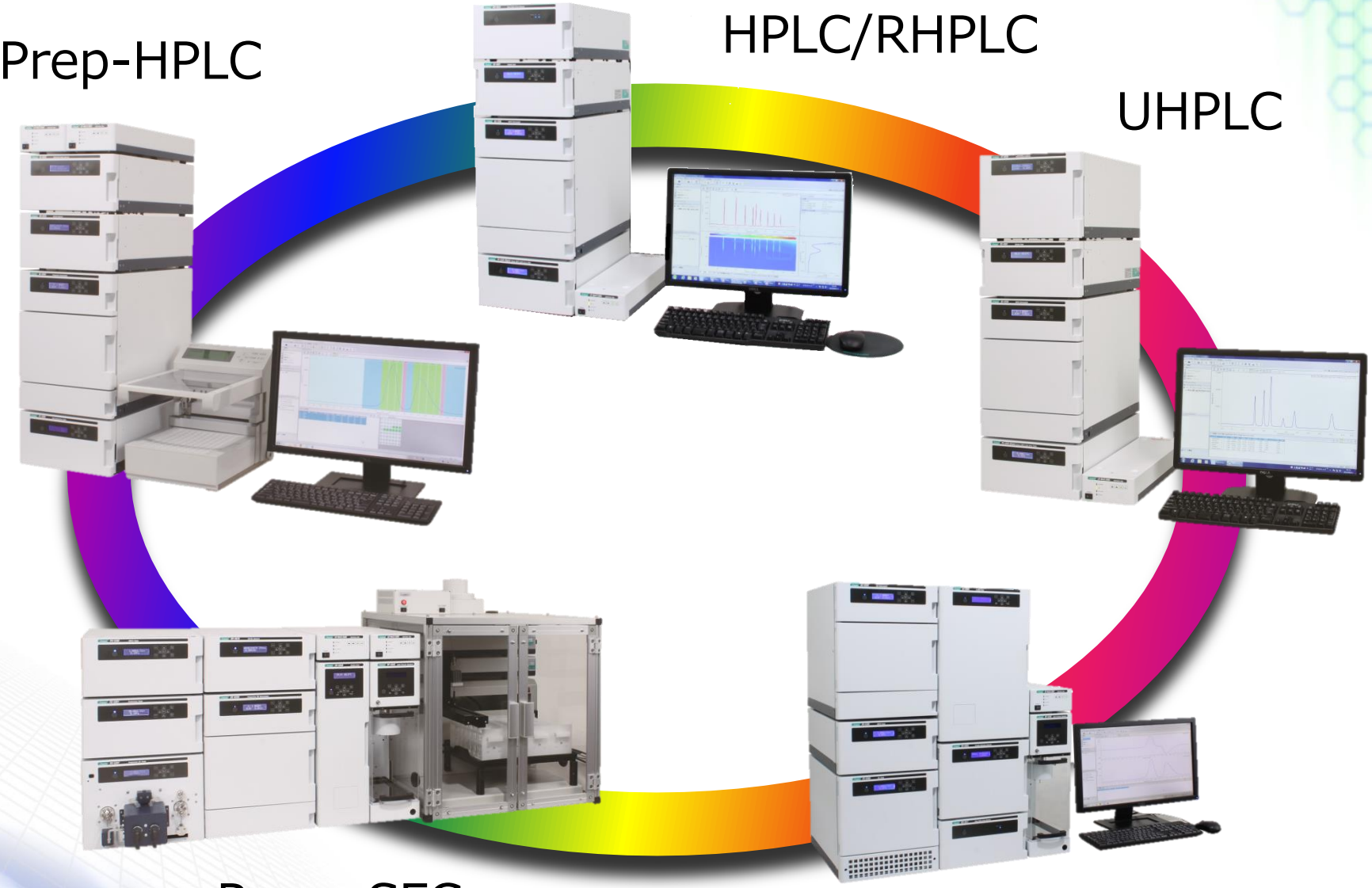
EXTREMA

New 高速液体クロマトグラフの機能紹介

日本分光

EXTREMA

EXTREMA



日本分光

EXTREMAシリーズのラインアップ

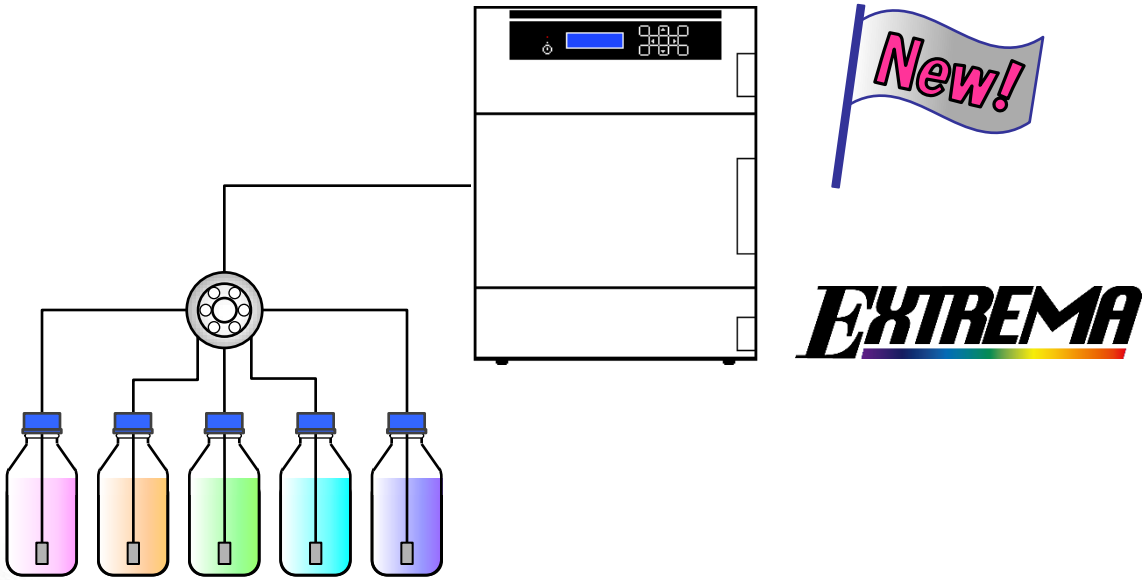
	RHPLC & HPLC	UHPLC	Prep-HPLC	Analytical SFC	Prep-SFC
送液ポンプ	PU-4185	PU-4285	PU-4086	PU-4385	PU-4386
	PU-4180		PU-4087	PU-4380	PU-4387
	PU-4185 Binary	PU-4285 Binary	PU-4086 Binary		
					PU-4388
オートサンプラー	AS-4050	AS-4250	AS-4058	AS-4350	AS-4358
	AS-4150				

カラムオーブン	CO-4060	カラムの本数、長さ、内径（大きさ）
	CO-4065	アルミブロック、空気浴式
	CO-4061	温度範囲、バルブ（オプション）付
	CO-4062	
反応オーブン	RO-4068	
検出器	MD-4010	性能、波長範囲、価格
	MD-4015	セルの種類、HPLCのスケール：分析 or 分取など
	MD-4017	（アナリティカル、セミミクロ、セミミクロSP、分取、高耐圧など）
	UV-4070	
	UV-4075	
	FP-4020	
	FP-4025	
	RI-4030	
	RI-4035	
	CD-4095	
	OR-4090	
データ処理・装置コントロール	ChromNAV 2	

日本分光

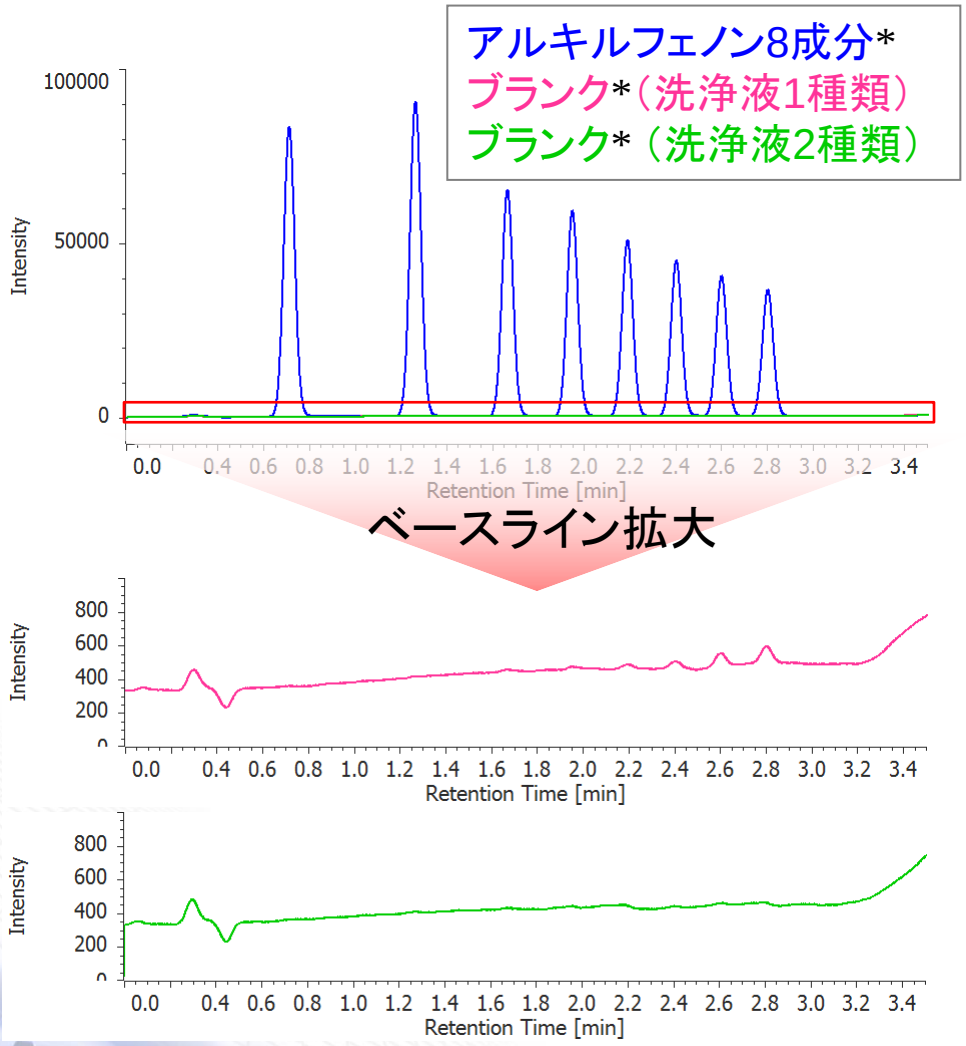
① オートサンプラーでの複数溶媒による洗浄

- 洗浄溶媒として複数の溶媒を選択できると･･･
  - ✓ 極性が大きく異なる複数成分の分析において、1種類の洗浄液では洗浄が不十分な場合の**洗浄効率アップ**
  - ✓ 移動相やカラムのスクリーニング測定に伴い、オートサンプラーの洗浄溶媒を変更したい場合の**利便性アップ**



EXTREMA AS-4150（RHPLC用）、AS-4250（UHPLC用）、AS-4058（Prep LC用）では最大5溶媒による洗浄が可能（オプション）

➢ 複数成分分析での洗浄効率アップ



＜分析条件＞

Column	Unifinepak C18 (2 mmI.D. x 50 mmL, 1.9 µm)
Eluent	A: Water, B: Acetonitrile Gradient
Flow rate	0.4 mL/min
Wavelength	254 nm
Rinse solvent 1	Water/Acetonitrile (70/35)
Rinse solvent 2	Acetonitrile

キャリーオーバーの低減

≦ 0.28%（洗浄液 1種類）

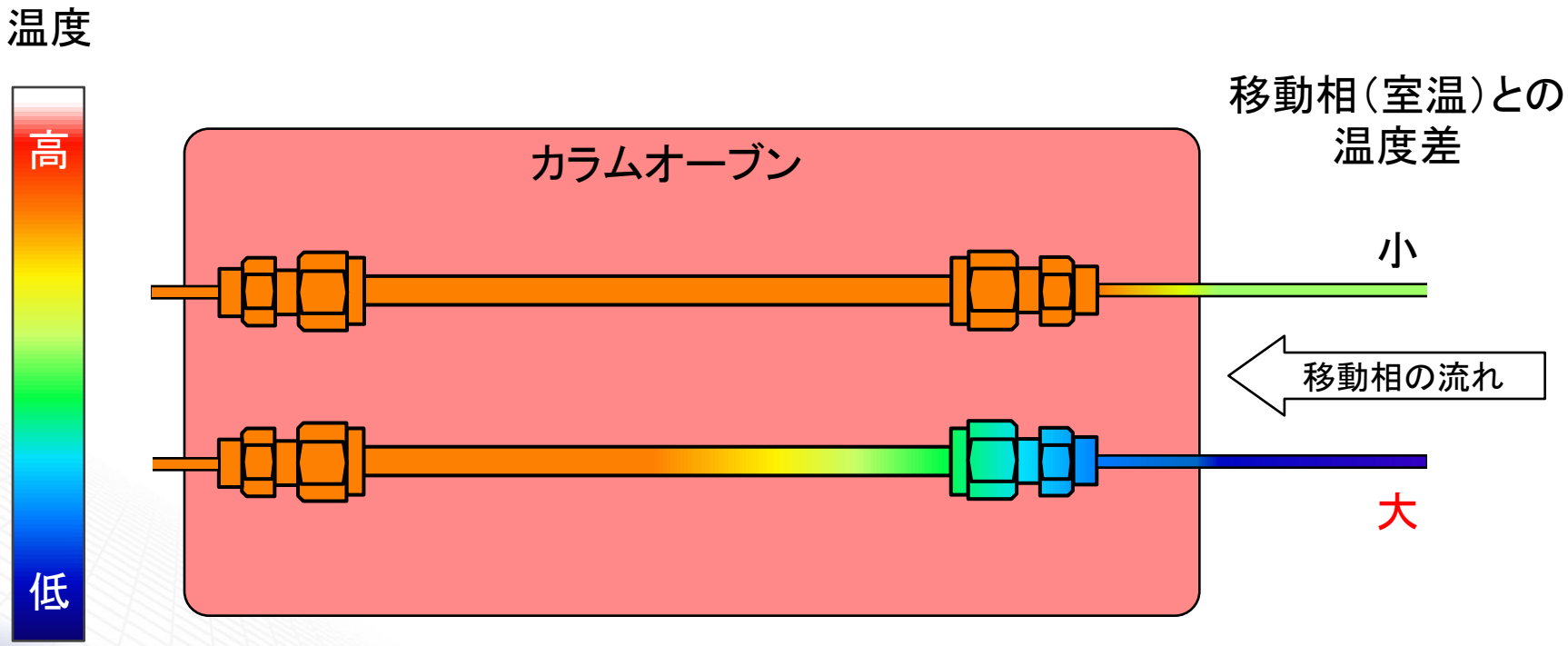
DOWN！

≦ 0.02%（洗浄液 2種類）

* 溶媒は35%アセトニトリル（グラジエントの初期条件と同一溶媒）

② 測定温度と室温に差がある場合

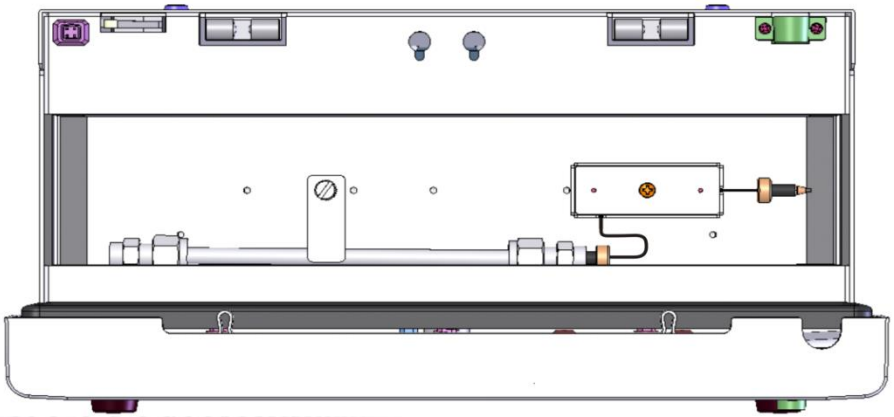
- カラム温度を室温から離れた温度に設定
  - ✓ 十分に移動相が暖まらずにカラムに導入され、カラム内で温度勾配が発生し、分離・ピーク形状・再現性に影響を及ぼす場合がある。

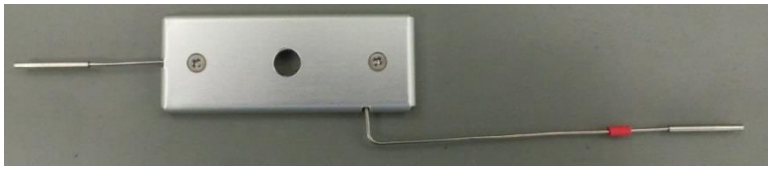


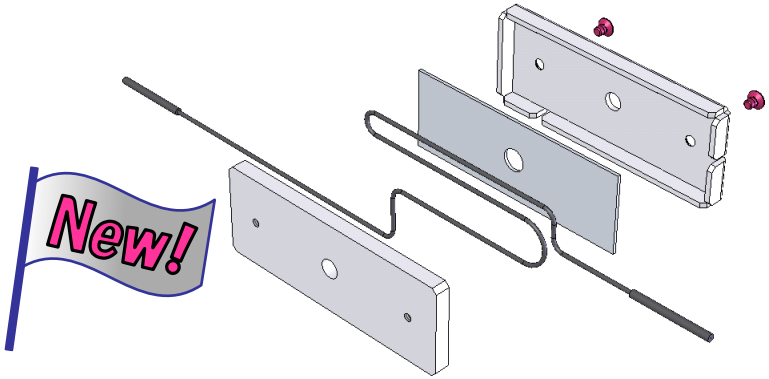
低温の移動相が流れてきたときのカラム温度変化のイメージ

➢ プレカラムスタビライザーによる熱伝達の向上

- ✓ カラムに入る前の配管を、金属板と伝熱シートで挟み込むことにより、オーブンからの**熱伝達をアップ**
- ✓ プレカラムスタビライザーを用いた熱伝達の向上により、カラム内での温度勾配をなくし、安定した分析が可能



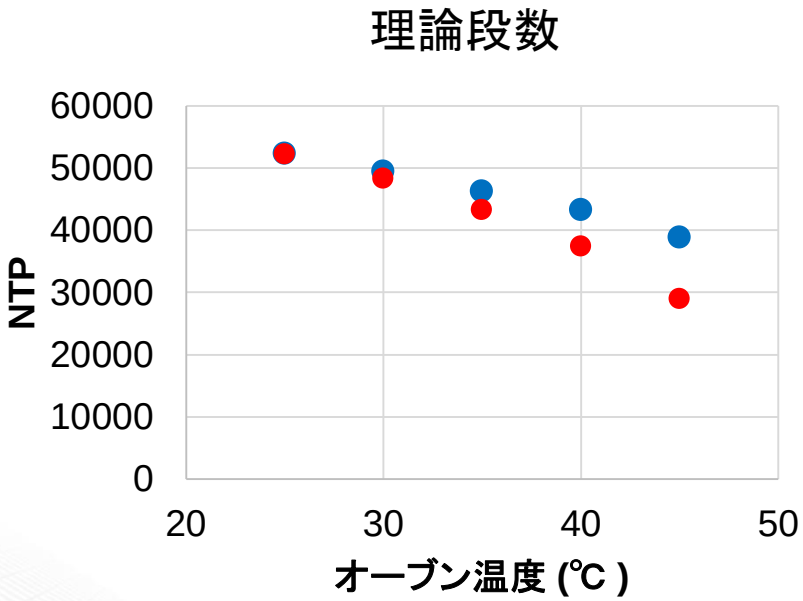


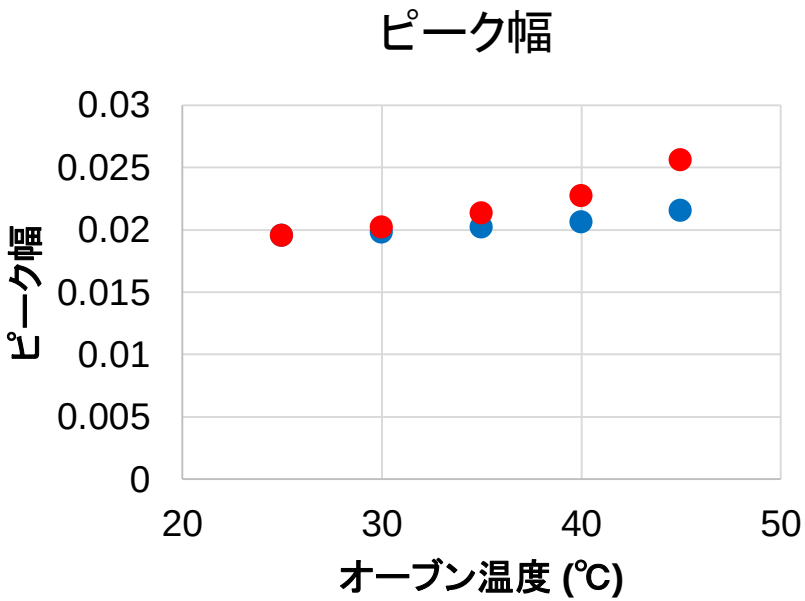


EXTREMA CO-4061へのプレカラムスタビライザー搭載例

➢ プレカラムスタビライザーの有効性

✓ 室温から10℃以上離れた温度条件で測定する場合に有効



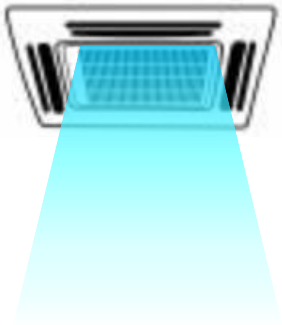


● プレカラムスタビライザーあり　● プレカラムスタビライザーなし

室温21℃におけるオーブン設定温度とピーク形状の関係 （NTP,ピーク幅プロット）

③ 室温変化による検出への影響

- 室温変化がHPLCに与える影響
  - ✓ ベースラインの安定性・変動
  - ✓ ベースラインノイズ
  - ✓ ピークの溶出時間
  - ✓ ピークの大きさ（高さ、面積）
  - ✓ ピークの分離
  - ✓ ピークの再現性
  - ✓ ピークの形状



- 測定場所の室温変化はできるだけ小さくする。
- 空調を使用している場合は風向きに注意する。

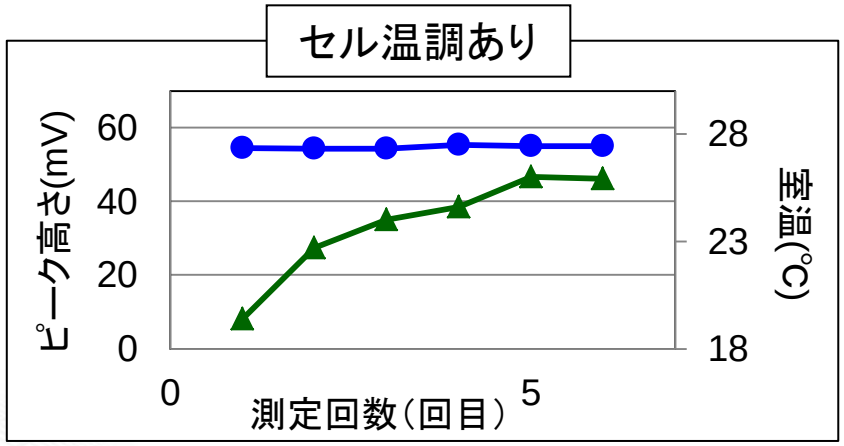
➢ 蛍光検出器のセル温調による安定した分析

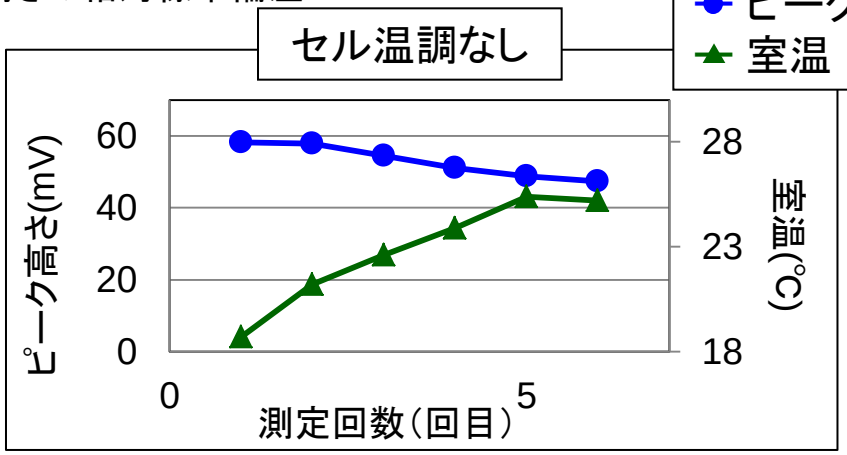
EXTREMA FP-4020

インドール-3-酢酸の分析

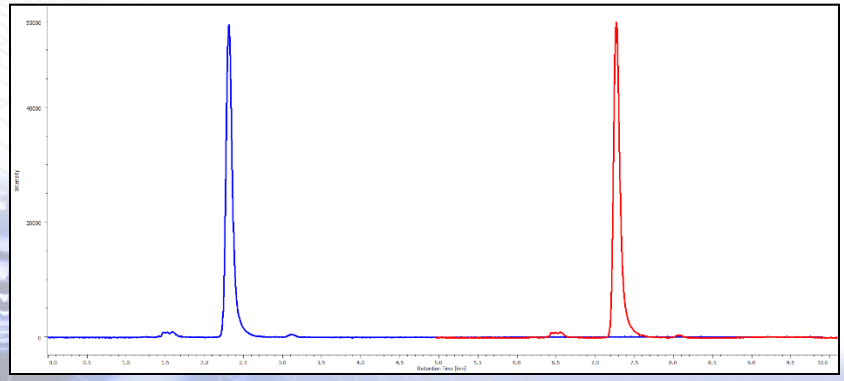
	温度変化(℃)	変化率(%)	%RSD
セル温調30℃	6.6	0.95	0.75
セル温調なし	6.7	-19.49	8.77

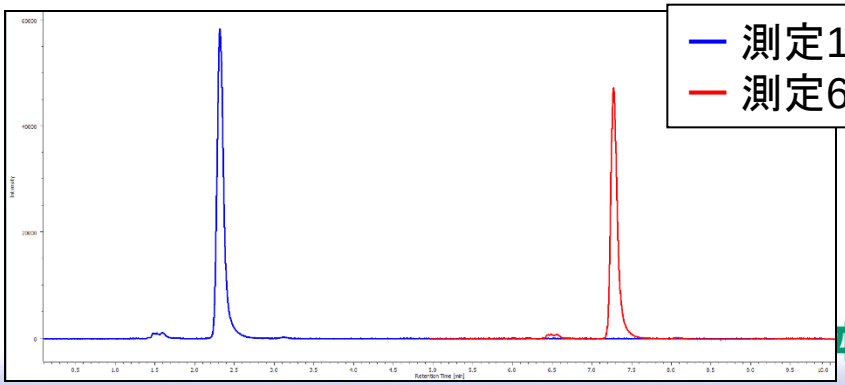
変化率・・・最低室温時のピーク高さを1とした時の最高室温時ピーク高さの変化率
%RSD・・・室温変化中に6回連続測定した時のピーク高さの相対標準偏差





ピーク高さ
室温





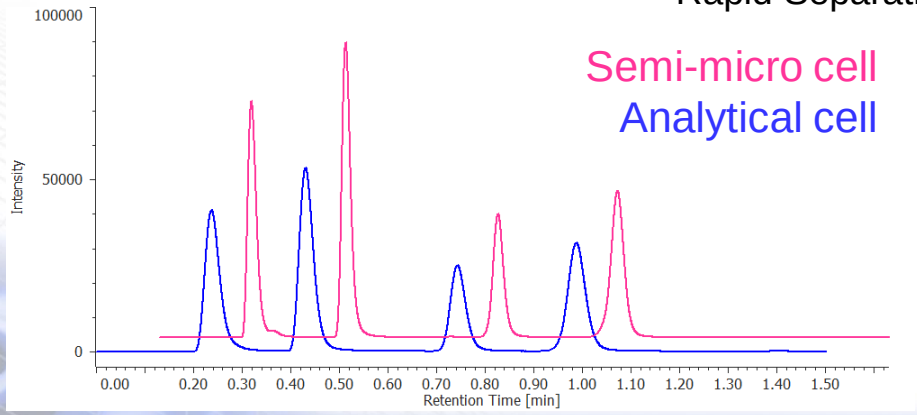
測定1回目
測定6回目

④ 分析スケールの選択

➢ 分析スケールに対応した適切なセル選択

分析スケール	HPLC	RHPLC*	UHPLC
	従来（汎用）		超高速・高分離
充填剤粒子径 [µm]	3 ～ 5	2 ～ 3	～ 2
カラム内径 [mm]	4.6	2～4.6	2～3
流量 [mL/min]	～ 5	～ 2	～ 1.5
使用圧力 [Mpa]	～ 30	～ 70	～ 130
検出器セル	Analytical	Semi-micro	Semi-micro SP**

* Rapid Separation HPLC　　** UV/PDA検出器のみ



UHPLC用カラムでの適切なセルの選択

Column	ZORBAX Eclipse Plus C18 (2.1 mmI.D. x 50 mmL, 1.8 µm)
Flow rate	0.6 mL/min

日本分光

セミミクロモデル　RI-4035の特徴

➢ 配管&セルの低容量化により、ピークの拡散を低減

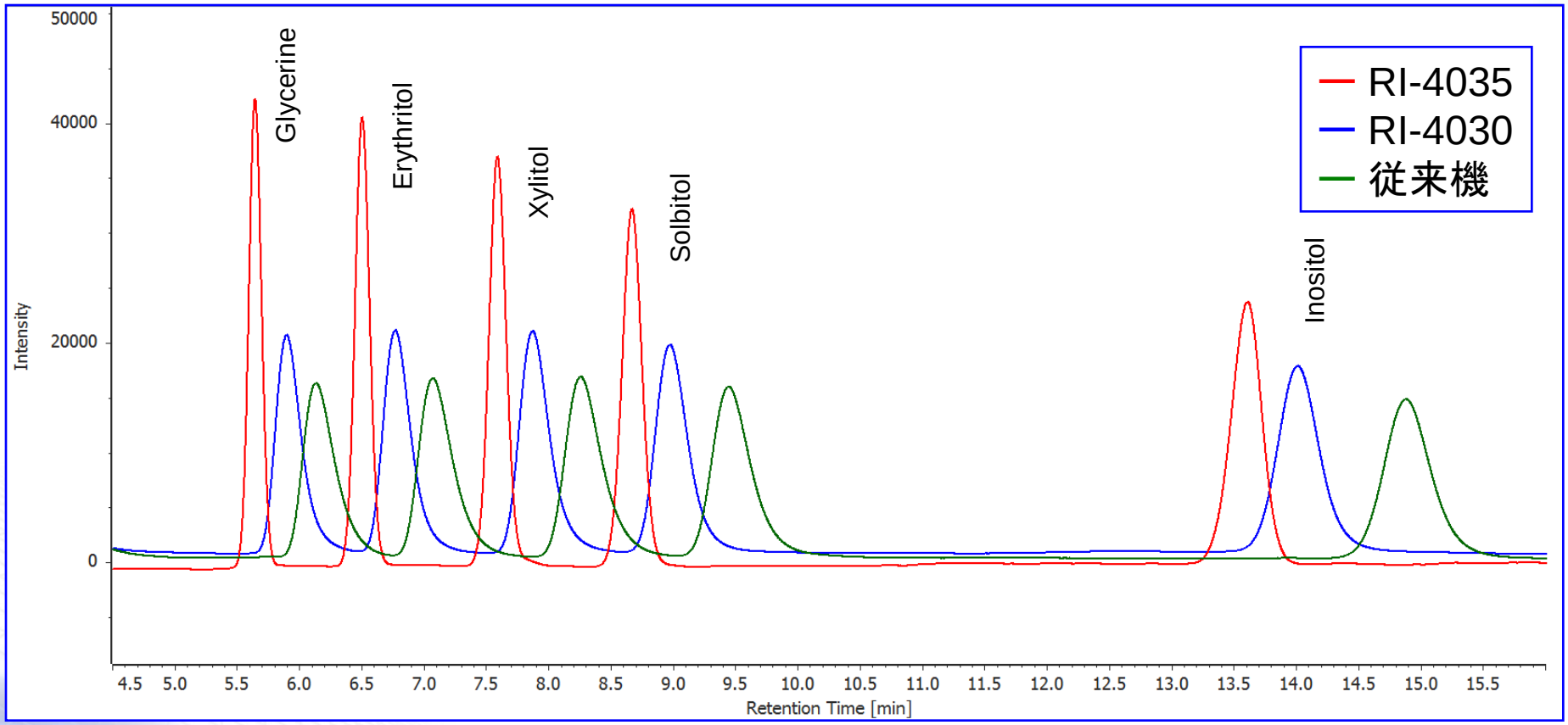
EXTREMA　RI-4035

装置名	IN側容量	セル容量
RI-2031（低流量配管,分析用）	70 μL	10 μL
RI-2031（高流量配管, 分取用）	500 μL	
RI-4030（低流量配管,分析用）	45 μL	
RI-4030（高流量配管, 分取用）	486 μL	
RI-4035	3.2 μL	2.7 μL

配管容量、セル容量ともに設計値

RI-4030/35による糖分析（セミミクロカラム）

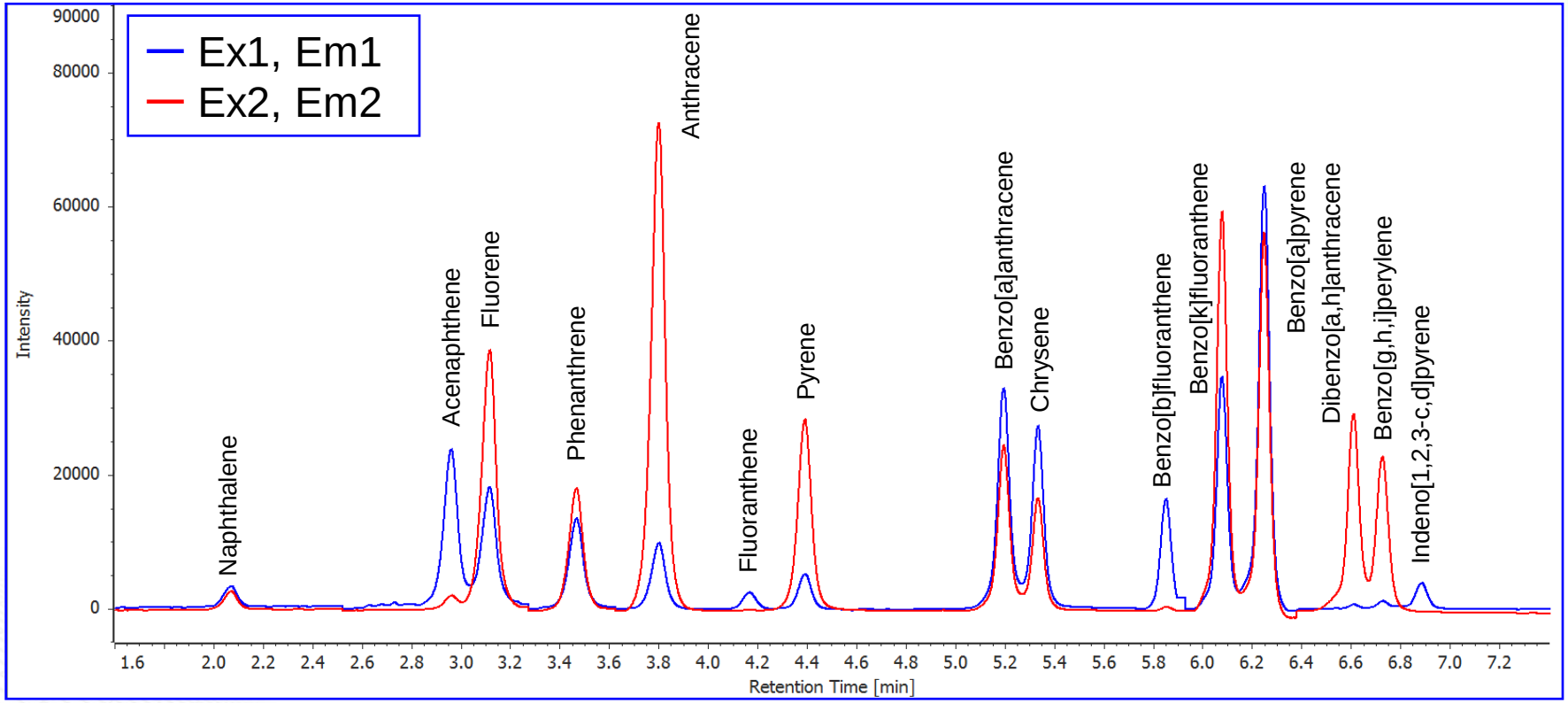
- セミミクロサイズのカラムを用いた分析において
  ピークの拡散を低減



⑤ 2波長同時測定

New!

FP-4020によるPAHs 15成分分析



Ex1	280nm	220	244	250	270	255	262	290
Em1	330nm	315	360	420	400	420	408	500
Ex2	280nm	266	250	250	336	277	295	
Em2	340nm	310	360	402	392	376	410	

日本分光

⑥ スペクトルオートスキャン

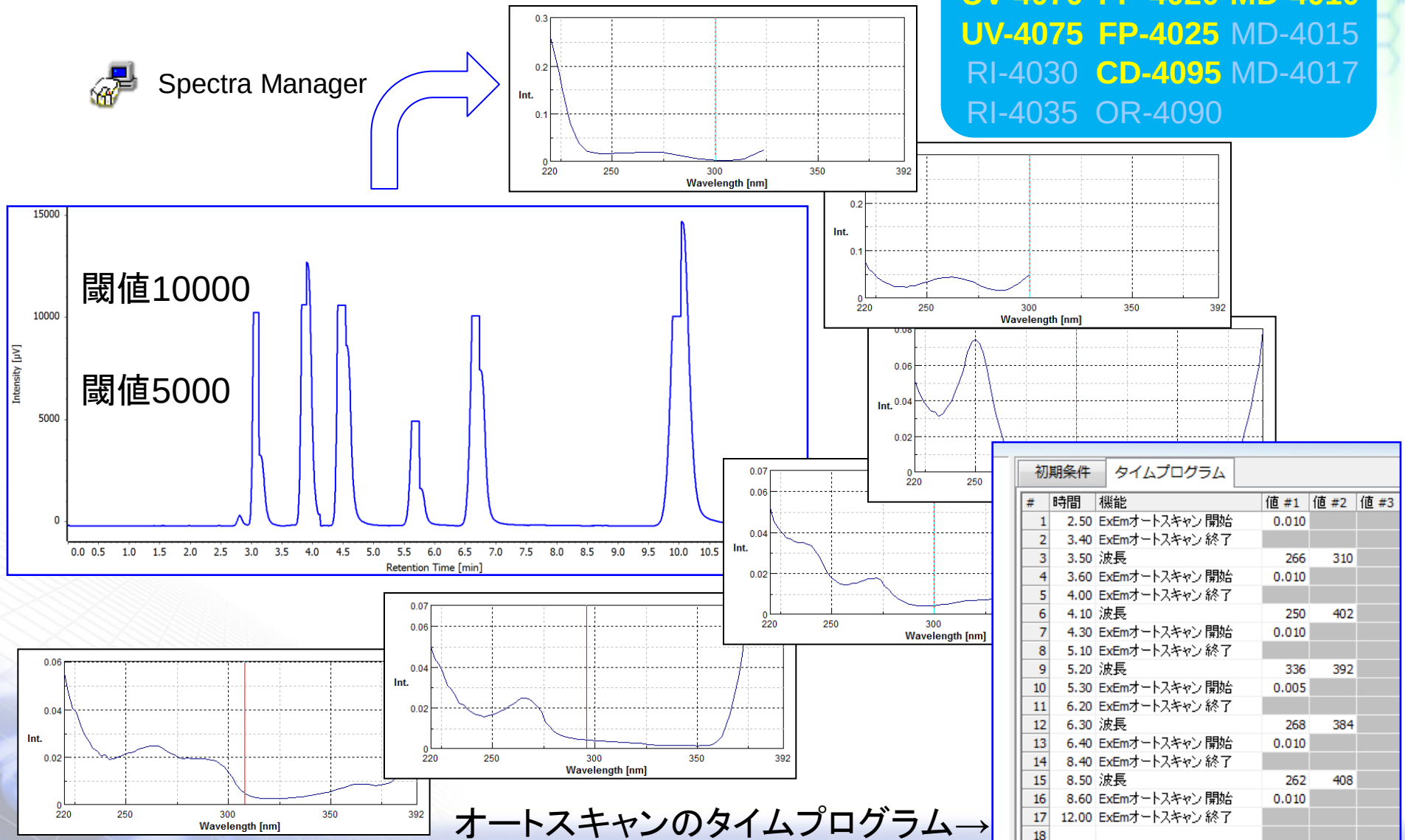
New!

FP-4020によるPAHs 6成分分析

対応機種

UV-4070 FP-4020 MD-4010
UV-4075 FP-4025 MD-4015
RI-4030 **CD-4095** MD-4017
RI-4035 OR-4090

Spectra Manager



オートスキャンのタイムプログラム→

初期条件 タイムプログラム

#	時間	機能	値 #1	値 #2	値 #3
1	2.50	ExEmオートスキャン 開始	0.010		
2	3.40	ExEmオートスキャン 終了			
3	3.50	波長	266	310	
4	3.60	ExEmオートスキャン 開始	0.010		
5	4.00	ExEmオートスキャン 終了			
6	4.10	波長	250	402	
7	4.30	ExEmオートスキャン 開始	0.010		
8	5.10	ExEmオートスキャン 終了			
9	5.20	波長	336	392	
10	5.30	ExEmオートスキャン 開始	0.005		
11	6.20	ExEmオートスキャン 終了			
12	6.30	波長	268	384	
13	6.40	ExEmオートスキャン 開始	0.010		
14	8.40	ExEmオートスキャン 終了			
15	8.50	波長	262	408	
16	8.60	ExEmオートスキャン 開始	0.010		
17	12.00	ExEmオートスキャン 終了			
18					

まとめ

- ✓ EXTREMA シリーズの様々な便利機能により、より安定した分析が可能
- ✓ 検出器は、6機種 計11タイプの検出器をラインアップし、幅広いニーズに対応
- ✓ 2波長検出及びスペクトルオートスキャン機能を新規搭載
- ✓ Semi micro, Analytical, Prep, Inert, High Pressure など、分析スケールに合わせた各種セルをラインアップ

EXTREMA

新技術説明会

知っておきたい！**HPLC**における検出のノウハウ最前線
～基礎から応用まで～
9/5（金） A-8 10:30 – 10:55

備えあれば憂いなし！
～快適で安定した分析を実現するための
HPLCノウハウ大公開～
9/5（金） A-6 13:20 – 14:10

ブース内デモンストレーション

Rapid separation HPLCによる高速分析の実演

ご清聴ありがとうございました。

日本分光