

i-Prep



バイアルサンプル前処理装置 i-Prep キャリーオーバーについての検証

μLレベルの微量を高精度にサンプリングするため、ニードル部のキャリーオーバーを極力抑えることが必須要件とされます。

そこで、高濃度のサンプル(無水カフェイン)を用い、ニードル洗浄の条件を変えることによるサンプル残渣分の測定をHPLCを使用し検証しました。

カフェインには強いUV吸収があり、キャリーオーバー検証に最適なサンプルです。

キャリーオーバー測定用サンプル：カフェイン（無水） 関東化学製 鹿1級

・無水カフェインを1000mg/10mLの水溶液(10%)とし、1.5mLを秤量後バイアルに移しi-Prepにセット。

キャリーオーバー検出の実証方法：

・上記10%濃度カフェイン水溶液をニードルで10μL採取後、空のバイアルに吐出。

・その後、①ニードル洗浄機能を使用しない、②1回使用、③2回使用、④3回使用後、それぞれ精製水10μLを空のバイアルに採取。それらをHPLCに各1μLインジェクションし、クロマトグラムを得た。

各クロマトグラムの分析条件

Column : ODS-A (5μm,12nm) 100 × 4.6mm I.D.

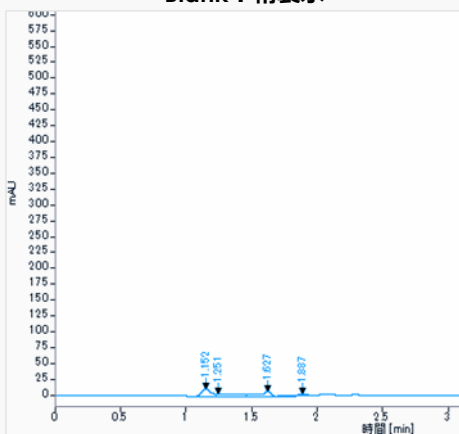
Eluent : methanol / water (40/60)

Flow rate : 0.7mL/min Temperature : 40°C

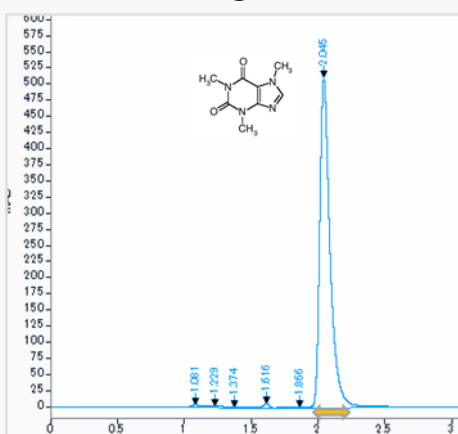
Injection : 1μL Detection : UV at 270nm

結果：ニードル洗浄を実行しない場合、高濃度サンプリング直後のキャリーオーバーは、約10%(ピーク面積比)でした。ニードル洗浄を1回実行すると2%へ減少、2回実施することにより、完全に検出されないレベルまでキャリーオーバーを低減させることが実証されました。ニードル洗浄機能を2回以上使用することでサンプルキャリーオーバーは大幅に低減されます。

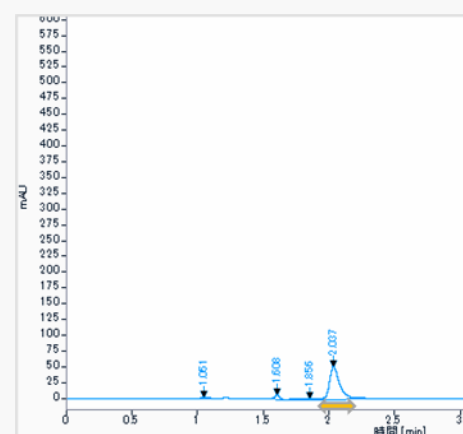
Blank : 精製水



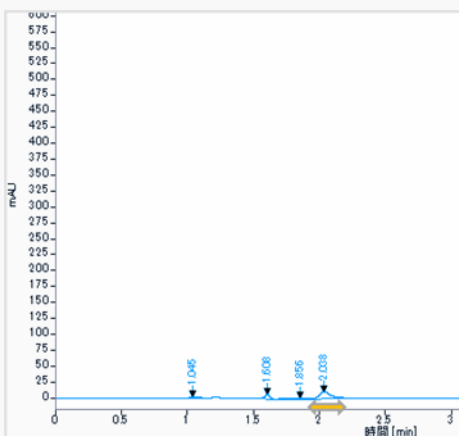
カフェイン1000mg / 10mLの水溶液



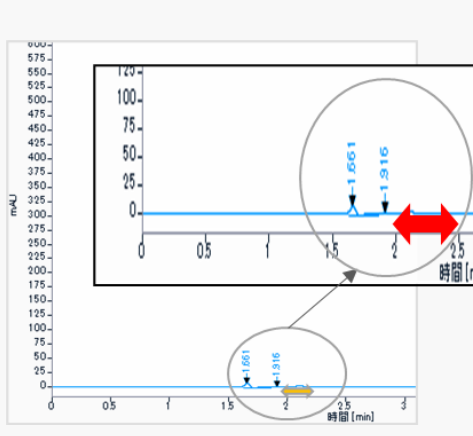
①ニードル洗浄機能を使用しない



②ニードル洗浄機能を1回使用



③ニードル洗浄機能を2回使用



④ニードル洗浄機能を3回使用

