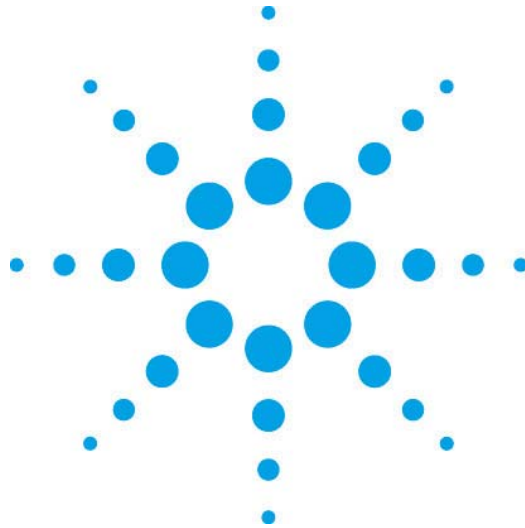


---

**Agilent ChemStation**



Agilent 7100 キャピラリー電気泳動システム  
ケミステーション  
基本操作マニュアル

Rev. B. 04. 0x 以降  
2011年2月1日 第3版

 **Agilent Technologies**

---

---






## ご注意

1. 本書に記載した内容は、予告なしに変更することがあります。
  2. 本書は、内容について細心の注意をもって作成いたしました。万が一不審な点や誤り、記載もれ等、お気づきの点がございましたら当社までお知らせください。
  3. 当社では、下記の項目を補償の対象から除外いたします。
    - ユーザーの誤った操作に起因する機器などの損傷、性能上のトラブル、損害
    - 本装置の本来の用途以外の使用に起因する機器などの損傷、性能上のトラブル、損害
    - 本装置の不適切なユーティリティや使用環境に起因する機器などの損傷、性能上のトラブル、損害
    - 当社が指定した業者以外で本装置の修理や改造をしたことに起因する機器などの損傷、性能上のトラブル、損害
    - 当社提供外のソフトウェアの使用による信頼性、機器などの損傷、性能上のトラブル、損害
    - 分析結果に基づく損失
  4. 本書の内容の一部または全部を無断で複製、転載したり、他のプログラム言語に翻訳することは法律で禁止されています。複製、転載等の必要が生じた場合は、当社にお問い合わせください。
  5. 本製品パッケージとして提供した本マニュアル、またはCD-ROM等の媒体は本製品用だけにお使いください。プログラムをコピーする場合はバックアップ用だけにしてください。プログラムをそのままの形で、あるいは変更を加えて第三者に販売することは固く禁じられています。
-

---

## 分析機器を安全にお取扱いいただくために

1. 本分析機器は、当該分野に関して基礎的知識のある人が使用することを前提として設計、製作されています。
2. 分析機器内部には、高温部、高圧部、高電圧部、可燃性ガス/液体、毒性ガス/液体、高輝度部、放射線源等が存在することがあります。当該製品を取り扱う際は、本書の安全に関する指示事項に従ってください。なお、これらの指示事項に反する扱いをされた場合、当社は安全性を保証いたしません。
3. 本説明書は、お求めいただいた機器を安全に、正しく操作するために必要な事項が書かれています。本書をよく読み、内容を理解してから機器の操作を開始してください。
4. 本書を読んで不明な点、あるいは機器を操作して不明な点や異常がありましたら、本書巻末に記載されている当社カスタムコンタクトセンタにお問い合わせください。
5. 本説明書は、必要ときにすぐ取り出せる場所に、大切に保管してください。万一、本説明書を汚損、紛失した場合には新本を購入してください。
6. シンボルマークの種類と意味は下記の通りです。ただし、下記のシンボルマークが全て本製品に使用されているとは限りません。

シンボルマーク	意味
	一般的な警告、注意、危険の通告
	特定の条件下での、高温による傷害の可能性の注意、警告
	特定の条件下での、感電の可能性の注意、警告
	特定の条件下での、発火の可能性の注意、警告
	放射性同位元素の使用による危険の警告
	保護接地端子。接地要求
<b>危険/DANGER</b>	無視して取扱いを誤った場合、死亡又は重傷を負う、切迫した危険状態の存在を示す
<b>警告/WARNING</b>	無視して取扱いを誤った場合、重傷又は軽傷を負う、潜在的危険の存在を示す

---

---

**注意/CAUTION**

無視して取扱いを誤った場合、物的損害が発生する潜在的危険の存在を示す

---

—目次—

<b>第1章</b>	<b>立ち上げと操作の流れ、分析の準備</b> .....	<b>1</b>
1-1.	装置、ChemStation の起動と終了 .....	1
1-2.	操作の流れ.....	7
1-3.	分析の準備.....	8
1-4.	ChemStation のマニュアル操作 .....	26
<b>第2章</b>	<b>メソッドの設定</b> .....	<b>33</b>
2-1.	メソッドの構成.....	33
2-2.	メソッド全体の編集.....	37
<b>第3章</b>	<b>シングルサンプルの分析</b> .....	<b>56</b>
3-1.	サンプル情報の設定.....	57
3-2.	メソッドの実行.....	60
<b>第4章</b>	<b>シーケンス分析を始める前に</b> .....	<b>66</b>
4-1.	シーケンスコンテナ、メソッドの概念.....	67
4-2.	データ保管のパターン.....	69
4-2-1.	シングルサンプルの分析の場合.....	69
4-2-2.	シーケンスデータ解析 (ユニークなフォルダをオフの場合) .....	70
4-2-3.	シーケンスデータ解析 (ユニークなフォルダをオンの場合) .....	70
4-3.	データと解析メソッドの管理方法.....	74
4-4.	シーケンスプレファレンスの設定.....	77
4-4-1.	ユニークなフォルダのオン/オフの設定 (必須) .....	77
4-4-2.	メソッド/シーケンス/データ保存パスの設定 (任意) .....	79

---

---

<b>第5章</b>	<b>シーケンス分析</b> .....	<b>81</b>
5-1.	シーケンスパラメータの設定 .....	82
5-2.	シーケンステーブルの設定 .....	85
5-3.	ユーザーバイアル機能を用いたシーケンス分析 .....	90
5-4.	シーケンスファイルの保管 .....	92
5-5.	シーケンスの実行 .....	93
5-6.	シーケンスの一時停止 .....	97
<b>第6章</b>	<b>データ解析</b>	
	<b>シングルサンプル分析/ユニークなフォルダ作成(シーケンスコンテナ)をオフにした場合...</b>	<b>99</b>
6-1.	フェログラムの呼び出しと表示 .....	101
6-2.	データ表示条件の変更 .....	104
6-3.	積分 .....	107
6-3-1.	自動積分 .....	108
6-3-2.	積分条件を変更して積分 .....	109
6-3-3.	マニュアル積分 .....	111
6-4.	検量線の作成 .....	118
6-5.	絶対検量線法 (ESTD) による定量 .....	119
6-6.	解析メソッドの保存 .....	124
6-7.	未知濃度サンプルのレポートの印刷 .....	125
6-8.	内部標準法 (ISTD) による定量 .....	126
<b>第7章</b>	<b>データ解析</b>	
	<b>ユニークなフォルダ作成(シーケンスコンテナ)をオンにした場合 .....</b>	<b>129</b>
7-0.	データレビューの設定 .....	132
7-1.	フェログラムの呼び出しと表示 .....	134
7-2.	データ表示条件の変更 .....	136
7-3.	積分 .....	139

---

---

7-3-1. 自動積分.....	139
7-3-2. 積分条件を変更して積分.....	139
7-3-3. マニュアル積分.....	139
7-4. 検量線の作成.....	139
7-5. 絶対検量線法 (ESTD) による定量.....	140
7-6. 解析メソッドの保存.....	140
7-7. 未知濃度サンプルのレポートの印刷.....	142
7-8. 内部標準法 (ISTD) による定量.....	142
7-9. シーケンスコンテナ内の連続再解析 (シーケンスサマリーレポート) (応用) ...	143
<b>第8章 スペクトル解析.....</b>	<b>153</b>
8-1. スペクトルオプション.....	153
8-2. スペクトルの表示・印刷.....	159
8-2-1. スペクトルの表示.....	159
8-2-2. スペクトルデータの印刷.....	160
8-3. 純度チェックの実行.....	162
8-4. 等高線表示.....	165
8-4-1. フェログラムの表示.....	167
8-4-2. フェログラムの抽出.....	168
8-5. 3次元表示.....	170
<b>第9章 メンテナンス.....</b>	<b>171</b>
9-1. 本体のメンテナンス.....	171
9-2. 電極・プレパンチャー・絶縁プレートの洗浄.....	171
9-3. 検出部とアラインメントインターフェースの洗浄.....	189
9-4. エアフィルターの交換.....	193
9-5. ランプの交換とランプ強度チェック.....	195

---

---

<b>第10章 ラボアダバイザー</b> .....	<b>201</b>
10-1. ラボアダバイザーの起動と終了 .....	201
10-2. ランプの累積点灯時間の確認、点灯時間のリミット設定 .....	205
10-3. 検出器テストの実行 .....	208
10-4. メンテナンスモード .....	216
10-5. エラーログの確認 .....	220
<b>第11章 補足1</b> .....	<b>221</b>
11-1. リプレニッシュメント（バッファ自動交換）システムの洗浄 .....	221
11-2. 電極とリプレニッシュニードルの位置調整 .....	239
<b>第12章 補足2（Agilentの質量分析計と接続する場合）</b> .....	<b>245</b>
12-1. ChemStationからCEとMSの両方をコントロールする場合（シングル四重極MS） .....	248
12-2. MassHunterからコントロールするMSと接続する場合 .....	249
12-3. DADを使用しないでCE/MS分析を行う場合 .....	250
<b>第13章 補足3</b> .....	<b>252</b>
13-1. ファイルとフォルダ .....	252
13-2. イージーシーケンスの利用 .....	259
<b>第14章 よりよい分析のために（分析上の注意点）</b> .....	<b>286</b>
14-1. 水酸化ナトリウム水溶液によるキャピラリー洗浄とその効果 .....	286
14-2. キャピラリーの保管方法 .....	289
14-3. シーケンス終了時のキャピラリー洗浄について .....	291
14-4. 高濃度のバッファを用いる場合の電圧印加方法について .....	293
14-5. 消耗品およびその他の部品リスト .....	295

---



---

## 第1章 立ち上げと操作の流れ、分析の準備

始動操作から終了操作までの流れは次の通りです。

始動操作（電源 ON →キャピラリー、バッファ、サンプルをセット）

↓

分析 1. 分析条件（メソッド）設定

2. データ取り込み

3. データ解析（定性・定量）

4. 報告書作成

↓

終了操作（電源 OFF）

### 1-1. 装置、ChemStation の起動と終了

#### 【装置、ChemStation の起動】

① 各機器のメイン電源スイッチを下記の順番で投入します。

プリンター、モニター

↓

イニシャライズを確認する

コンピューター

↓

イニシャライズを確認する

Agilent 7100 キャピラリー電気泳動本体

---

Windows を起動中、ログオンの開始 (Begin Logon) ウィンドウが表示されます。  
指示に従って **Ctrl + Alt + Delete** キーを同時に押します。(設定によっては、この操作  
が不要な場合もあります。)

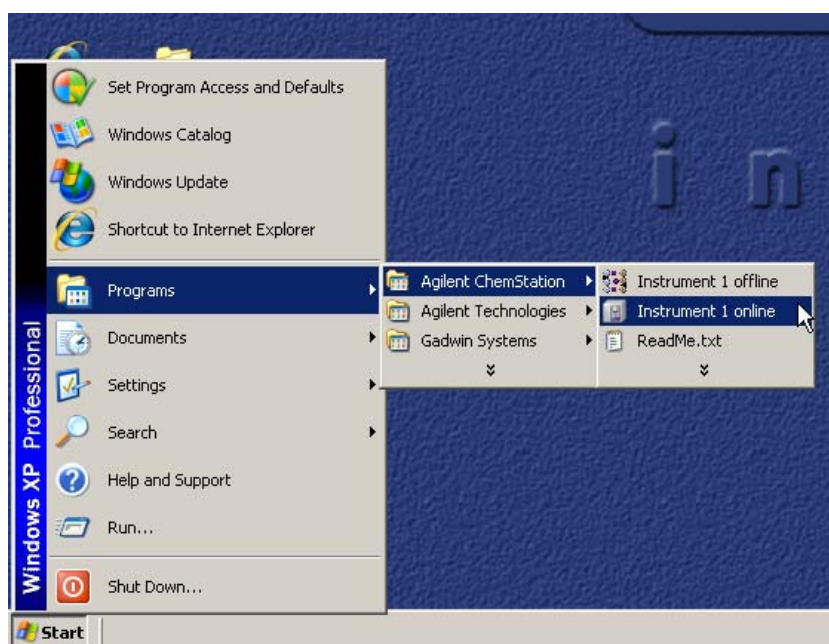
- ② ログオン情報 (Logon Information) でユーザー名とパスワードを入力します。ユーザー名に対するパスワードは下表のとおりです。

OS の種類	ユーザー名 (User Name)	パスワード (Password)	システムを変更する権限
Windows XP	Administrator	3000hanover	有り。 通常こちらを使用します。
Windows XP	Chemist	hp	無し
Windows Vista	admin	3000hanover	有り。 通常こちらを使用します。
Windows Vista	Chemist	hp	無し

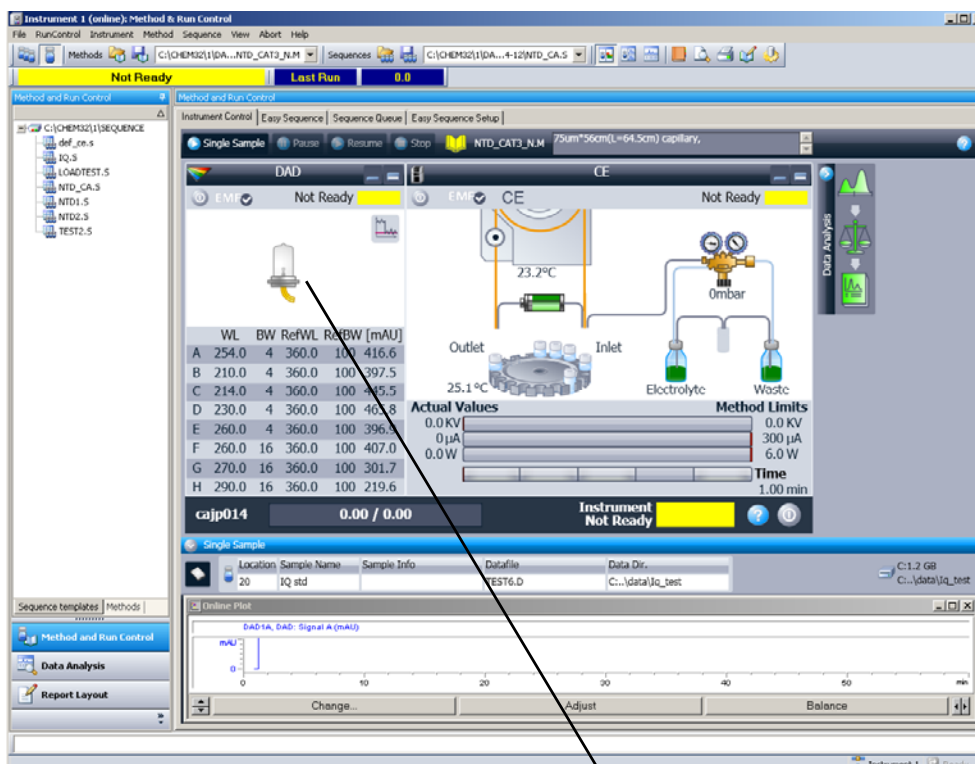
---

③ ChemStation を起動します。Windows の起動後、Windows のスタートメニューから下記のように選択します。

Start → Programs → Agilent ChemStation → Instrument 1 Online



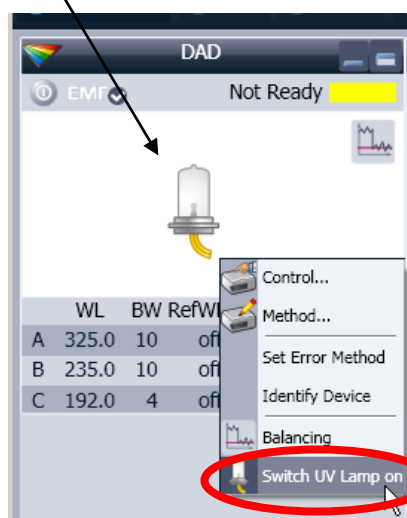
④ ChemStation のオンライン画面が起動します。



ChemStation 初期起動画面

⑤ 起動後、まずランプを点灯します。

ランプの絵を右クリックして、表示されるメニュー内、**Switch UV Lamp On**をクリックします。



(参考) ランプ点灯状況の変化



未点灯



点灯中



点灯後

- ⑥ ランプが点灯し、キャピラリーカセット温度が設定値で安定すると、システムが Ready 状態になります（下図）。この状態になると分析を開始できます。


WL	BW	RefWL	RefBW	[mAU]	
A	254.0	4	360.0	100	0.4
B	210.0	4	360.0	100	-0.2
C	214.0	4	360.0	100	-0.3
D	230.0	4	360.0	100	0.1
E	260.0	4	360.0	100	0.5
F	260.0	16	360.0	100	0.5
G	270.0	16	360.0	100	0.6
H	290.0	16	360.0	100	0.6

Actual Values: 0.0 kV, 0 μA, 0.0 W  
Method Limits: 0.0 kV, 300 μA, 6.0 W, Time 1.00 min

cap014 0.00 / 0.00 Instrument Idle

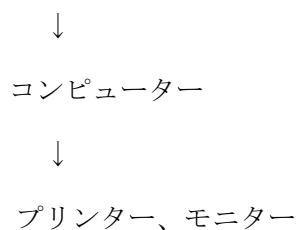
---

## 【装置、ChemStation の終了】

- ① データ取り込み中でないことを確認します。
- ② ランプが点灯中の場合は消灯します。ランプの絵を右クリックして、表示されるメニュー内、**Switch UV Lamp Off** をクリックし消灯します。
- ③ Agilent ChemStation を終了します。  
メニュー **File** → **Exit** をクリックするか、画面右上の  をクリックして終了します。

<注意> ChemStation を次回起動する時は、最後に終了した Method (メソッド/条件) が読み込まれます。ChemStation の終了前に、次回起動時の Method を読み込み直しておくか、保存しておくくと便利です。

- ④ 全てのアプリケーションプログラムを終了します。
- ⑤ **Start** → **Turn Off Computer** → **Turn off** をクリックして終了します。
- ⑥ Agilent 7100 キャピラリー電気泳動本体



の順番で電源をオフにします。

## <注意>

分析に使用したキャピラリーを洗浄してから、システムを終了して下さい。詳細は 14-2 「キャピラリーの保管方法」と 14-3 節「シーケンス終了時のキャピラリー洗浄について」を参照して下さい。

---

## 1-2. 操作の流れ

### 【データ取り込みのフロー】

データ取り込みは、以下のフローで行います。

新規メソッドの読み込み (2章)

↓

メソッドの編集 (2章)

↓

メソッドファイルの保存 (2章)

↓

メソッドの実行 (3章)

---

### 1-3. 分析の準備

本章では弊社標準据付時の動作確認、および点検（Agilent メンテナンス）時に用いられる Installation Qualification Kit(以下 IQ キットと略称、納入時付属部品 P/N:5063-6514) を例に取り、分析の準備と手順、および注意点について説明します。

**【準備品】**                      **(\*)は IQ キットに含まれます。**

品名	条件
バッファ (*)	20mM ホウ酸バッファ pH9.3
サンプル (*)	4-hydroxy acetophenone (1mM)
キャピラリー	id:50 $\mu$ m L:40cm P/N:G1600-60211
アラインメント インターフェース	id:50 $\mu$ mキャピラリー用 P/N:G7100-60210
バイアル (バッファ用)	・CE専用ガラス製バイアル P/N:5182-9697 ・ポリプロピレン製バイアル P/N:5182-0567
バイアル (サンプル用)	・ポリプロピレン製バイアル P/N:9301-0978
キャップ	・ポリウレタン製 半透明 P/N:5181-1512 ・ポリエチレンオレフィン製 乳白色 P/N:5181-1507

#### <注意>

- バイアル (バッファ用) は、ガラス製がポリプロピレン製に対して約 3 倍程度の容量大となります。そのため、ガラス製を使用するとバッファの消耗を遅らせると共に、再現性の向上にもつながります。



---

特別なアプリケーション以外では、ガラス製バイアルのご使用を強く推奨します。なお、ガラス製バイアルは必ず指定部品 (P/N : 5182-9697) を使用して下さい。このバイアルは耐圧性です。指定以外のガラス製バイアルを使用すると破損の危険性があります。

- キャップは2種類のそれぞれについて特性が違います。
  1. ポリウレタン製 (半透明) : 密閉性に優れていますが、耐薬品性に多少劣ります。
  2. ポリエチレンオレフィン製 (乳白色) : 耐薬品性に優れていますが、密閉性に劣ります。特別なアプリケーション以外は、ポリウレタン製 (半透明) を使用して下さい。

- 上記2種類以外のキャップは使用しないで下さい。クリンプタイプやスクリュータイプのキャップは決して使用しないで下さい。

- 箱から出した新品のキャピラリーは、まずコンディショニングを実施する必要があります。通常は使用するバッファで20~30分程度実施します。なお、NaOHによる洗浄は基本的に推奨しません。

(コンディショニングに要する時間は分析条件毎に異なります。)

- ただし、キャピラリーの汚れが多い場合など、バッファによるコンディショニングのみで安定しない場合は、NaOHを追加して使用することで改善につながる場合もあります。NaOHを用いたコンディショニング例として以下の手順を紹介します。

1N NaOH (Flush 10min) → Ultrapure Water (Flush 10min) → Buffer (Flush 20min)

それぞれの洗浄時間はキャピラリーの状態によって適宜変更してください。

---

<注意>

- NaOH による洗浄はアプリケーション、あるいは使用しているキャピラリーの種類によって実施不可な場合があります。詳しくは各アプリケーションキットのマニュアル（手順書）を確認してください。
- コーティングキャピラリー使用の場合は、付属の取扱説明書を熟読してください。
- 詳細は、14-1 節の「水酸化ナトリウム水溶液によるキャピラリー洗浄とその効果」を参照してください。

---

### 【実施手順】 バイアルの準備

- ① 100～1000 $\mu$ l のピペットを用い、バッファをバイアル(バッファ用)に入れてキャップします。
  - ・ ガラス製バイアル : 通常 1.4～1.6ml 入れます。
  - ・ ポリプロピレン製バイアル : 通常 500 $\mu$ l 入れます。
- ② 廃液用のバイアルには、バイアル内底面から約 5mm 程度の高さ (約 400～500 $\mu$ l) まです水をに入れて下さい (キャピラリー先端が浸かる高さが目安です。)

#### <注意>

- ・ キャップをする際、キャップの内側に液が付かないようにして下さい。もしついてしまった場合は、一度キャップを外し、付着した液を拭きとって下さい。液がついたままで分析を実施すると、再現性に悪影響を与える可能性があります。
- ・ インレット側とアウトレット側のバイアル (バッファ用) は、同じ液量 (液面高さ) になるようにして下さい。
- ・ ガラス製バイアルはポリプロピレン製バイアルに対して約 3 倍程度の容量があります。そのため、ガラス製を使用するとバッファの消耗を遅らせると共に、再現性の向上にもつながります。

- ③ 10～100 $\mu$ l のピペットを用い、サンプルをバイアル (サンプル用) に入れてキャップします。

- ・ サンプルの量は 20 $\mu$ l とします。

また最低限必要なサンプル量としては、それぞれ以下の液量が必要となります。

- a) 加圧注入法 : キャピラリーの先端が浸かる液量。
- b) 電氣的注入法 : 電極の先端が十分に浸かる液量。

---

<注意>

- バイアル（サンプル用）はポリプロピレン製で撥水性が高く、かつ内部が先細い形状のため、バイアル底面に空気が残りやすい構造になっています。サンプルバイアルに空気が入らないようにしてください。

空気が残ったままで分析を実行した場合、注入が不十分になり、分析に支障をきたす場合があります。そのため、空気が残った場合は、キャップをしたままでバイアルを軽く振り、残った空気を抜いて下さい。その際キャップ内側に液が付かないように慎重に実施下さい。

- 誤動作の原因となるため、バイアルにラベルを貼らないでください。バイアルやキャップ側面へのペンによる記入は可能です。

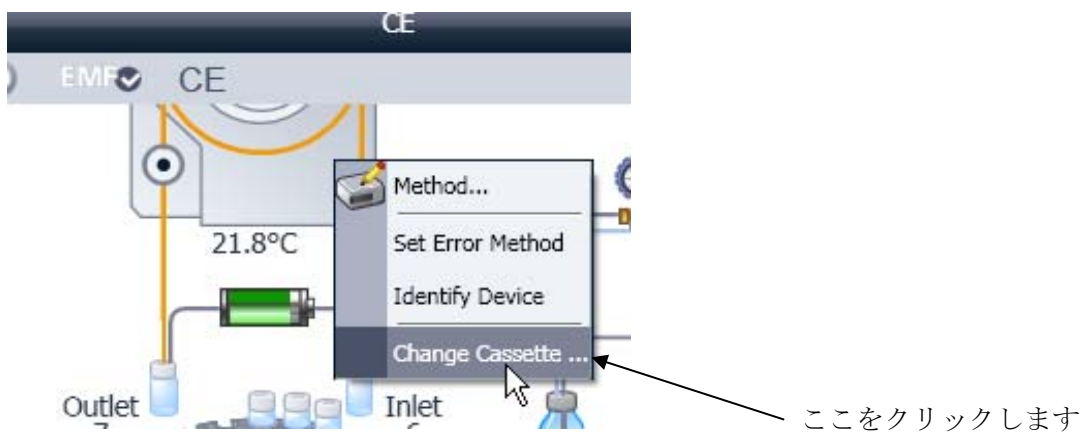
---

## 【実施手順】 キャピラリーカセットの取り外し

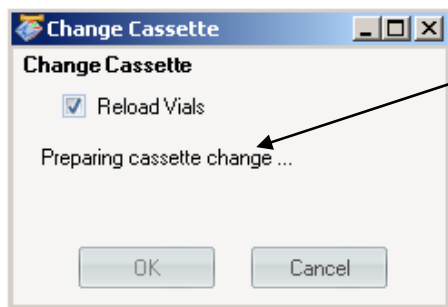
- ① まず検出器のランプを消灯します。（任意）

Method&Run control 画面上のランプの絵を右クリックしてメニューを表示させます。  
この中の **Switch UV lamp off** をクリックします。

- ② 続けて Method&Run control 画面上のカセットの絵を右クリックしてメニューを表示させます。この中の **Change Cassette** をクリックします。この操作により、キャピラリーの末端からバッファバイアルが自動的に取り除かれます。

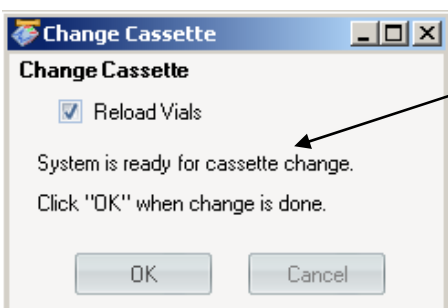


③ **Change Cassette** をクリック後、以下のウィンドウが表示されます。



カセットを交換する準備を行っています。

『Reload Vials』にチェックを入れてある場合、カセットを交換する際のインレット、アウトレットの各バイアルが再度セットされます。



トップカバーを開けてカセットの交換が可能です。

この表示になったらトップカバーを開けて、カセットガイドを前に倒します。続けてカセットを注意深く取り外します。

④ トップカバーを開けます

⑤ キャピラリーカセットを取り外します

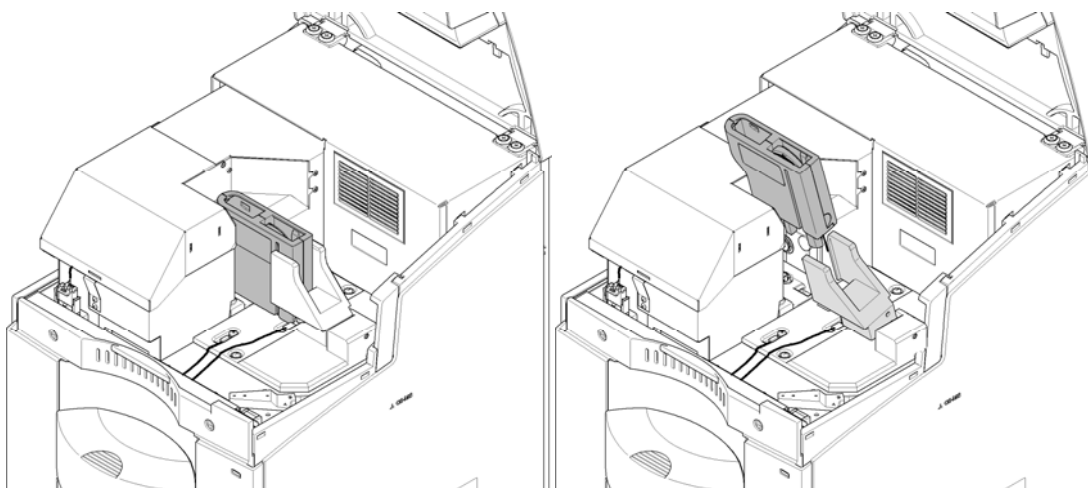


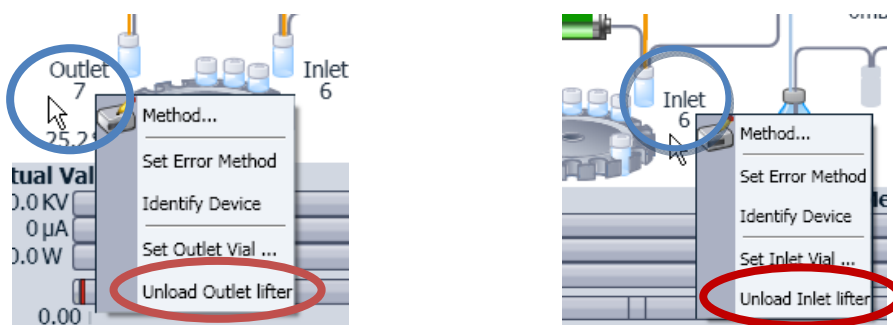
図 キャピラリーカセットの取り外し手順

---

<注意>

- 分析条件を変更するなど、キャピラリーを交換する場合は、バッファバイアルをバイアルトレイにセットしたまま（残したまま）キャピラリーカセット交換を実施することがあります。この場合、新しくセットしたキャピラリーがバイアルトレイに残った古いバッファの中に浸かり、コンタミネーションの原因になる可能性があります。

これを防ぐため、キャピラリーカセット交換実施前にインレット側およびアウトレット側のバイアルを取り除いておくことが重要です。各バイアルの絵を右クリックでメニューが表示されます。**Unload Inlet lifter** と **Unload outlet lifter** をクリックします。



あるいは、カセット交換時に『Reload Vials』のチェックを外してください。

---

### 【実施手順】 キャピラリーカセットからのキャピラリーの取り外し

キャピラリーカセットは、ラベルを貼る側の前面部とキャピラリーを固定する側の背面部の2つから成ります。両者を重ねてスライドさせると、Z型の接合部が合い、磁石で前面部と背面部が留まる仕組みでロックされる仕組みになっています。

- ① キャピラリーカセットを両手で持ちます。
- ② キャピラリーカセットの中心付近を、前面から指で押しながらゆっくり8mm程度スライドさせます。前面に刻んである半円状の滑り止め部分を弦から弧の方向へ押してスライドさせます。
- ③ カセットの上部を持ち上げて取り外します。

#### <注意>

キャピラリーカセットを開けるとき、無理な力を加えるとカセット内部の部品が壊れることがあります。

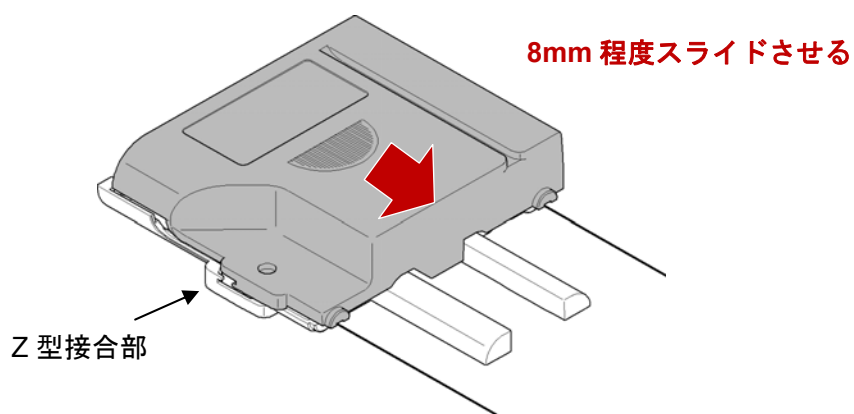


図 カセットのロック解除



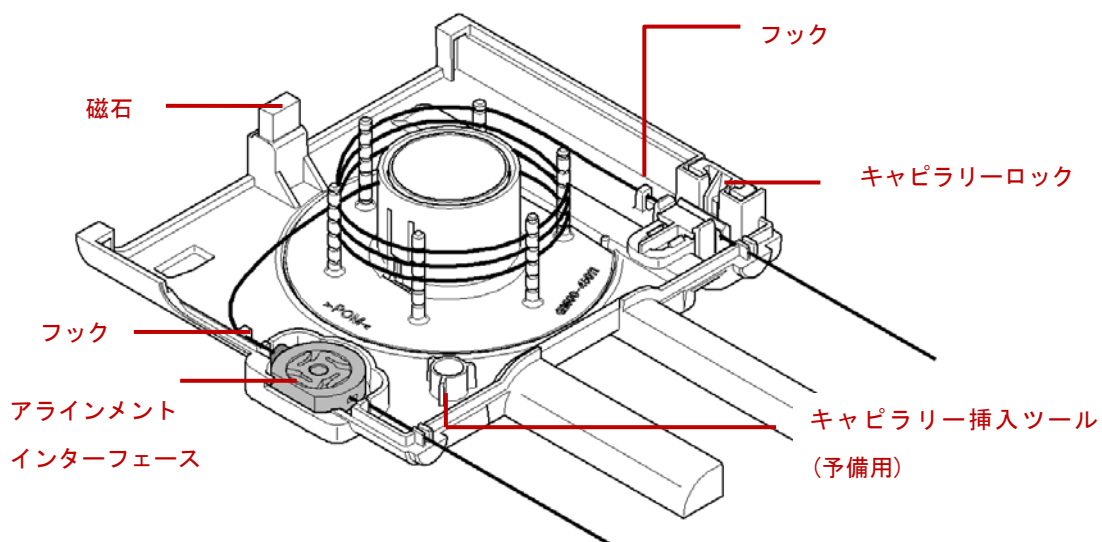


図 カセットを開けた状態

<警告>

キャピラリーカセットを開けてキャピラリーを取り外す時は、目を保護するために安全メガネを着用して下さい。

- ④ インレット側のキャピラリー末端を留めているキャピラリーロックを押しながら、カセットからキャピラリーを注意して取り外します。
- ⑤ アラインメントインターフェースをキャピラリーごと注意して外します。

---

### 【実施手順】 キャピラリーからのアラインメントインターフェースの取り外し

- ① キャピラリー挿入ツールを平らな面に置きます。
- ② 挿入ツールの上にアラインメントインターフェースを載せ、外側の銀色のリングだけを押し付けて下さい。これでキャピラリーを固定しているアラインメントインターフェースのバネ(黒いプラスチック部分)が緩んだ状態になります。
- ③ 銀色のリングを下に押し付けたまま、アラインメントインターフェースから、キャピラリーを注意して引き抜きます。
- ④ 使用しないキャピラリーは、セル窓に白いプラスチックの保護カバーを付けてから、箱にしまってください。

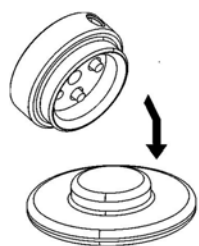
#### <注意>

- ・ キャピラリーを動かしている間は、必ずアラインメントインターフェースの銀色のリングを押し続けてください。手を放してキャピラリーを動かすと、キャピラリーのセル窓が破損する恐れがあります。
- ・ キャピラリーの保管方法については 14-2 節を参照して下さい。

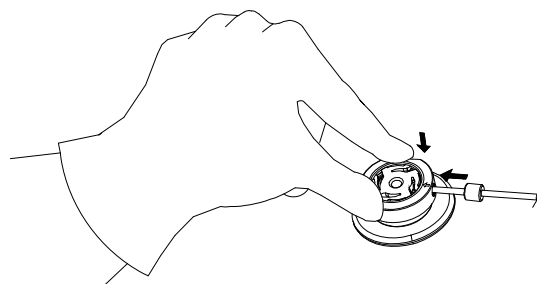
---

## 【実施手順】 キャピラリーの取り付け

- ① キャピラリー挿入ツールを平らな面に置きます。
- ② キャピラリーを箱から取り出して、セル窓に白いプラスチックの保護カバーを取り外します。
- ③ 挿入ツールの上にアラインメントインターフェースを載せ、外側の銀色のリングだけを押し付けて下さい。これでキャピラリーを固定しているアラインメントインターフェースのバネ(黒いプラスチック部分)が緩んだ状態になります。
- ④ 銀色のリングを下に押し付けたまま、アラインメントインターフェースの矢印刻印に沿ってキャピラリーを差し込みます。この際、セル窓より前側(長さ 8.5cm の短い側)を持って差し込むようにし、セル窓に無理な力が加わらないようにしてください。



キャピラリーの取り付け/取り外しツール



キャピラリーの取り付け

### <注意>

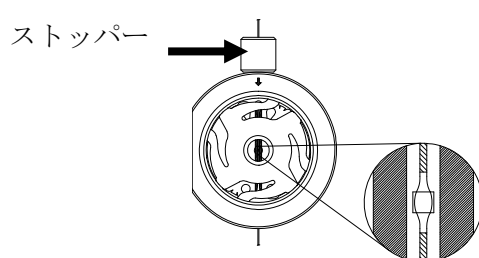
- ・ アラインメントインターフェースの差込み部分の色と、キャピラリーのストッパーの色はキャピラリーの内径とセルの形状を示しています。そのため、アラインメントインターフェースとキャピラリーのストッパーは必ず同じ色の組み合わせで使用して下さい。
- ・ キャピラリーを動かしている間は、必ずアラインメントインターフェースの銀色のリングを押し続けてください。手を放してキャピラリーを動かすと、キャピラリーのセル窓が破損する恐れがあります。

---

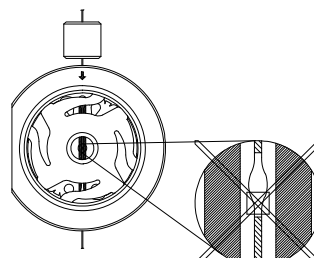
キャピラリーを差し込む際に、セル窓より後ろ側(長い側)のキャピラリーやストッパー部分を  
持たないようにしてください。キャピラリーのセル窓が破損する恐れがあります。

- ・ セル窓部分には触れないようにしてください。セル窓が汚れるとノイズ増大の原因にな  
ります。万一、誤ってセルの部分汚してしまった場合は、ケバのない柔らかい布また  
は紙にメタノールもしくはイソプロパノール等を浸したもので注意して拭いて下さい。

(参考)



<取り付け良好な状態>



<取り付け不十分な状態>

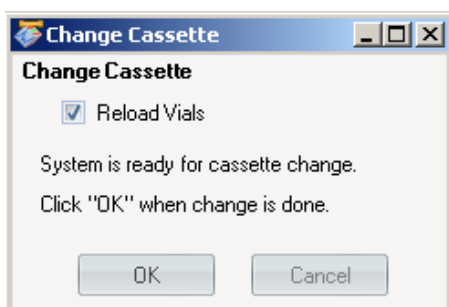
※ストッパーが奥まで押し込まれている

※ストッパーが奥まで押し込まれていない

- ⑤ アラインメントシンターフェースを取り付けたキャピラリーを、キャピラリーカセット  
に載せてキャピラリーを巻きつけます。
- ⑥ キャピラリーカセット内の足(突起)の内側と外側を交互に巻くようにして下さい。巻  
き終えた時点でキャピラリー同士が接触していないように調整して下さい。
- ⑦ キャピラリーカセットに上部ふたをかぶせてスライドさせ閉めます。
- ⑧ カセットから出ているアウトレット側のキャピラリーの長さがインレット側と同じに  
なるように、調整します。カセットのキャピラリーロックを押すと、アウトレット側  
のキャピラリーの長さを変更できます。

⑨ キャピラリーカセットを装置に取り付けます。キャピラリーが電極の中にスムーズに入るように注意しながら差込んでください。キャピラリーカセットを軽く下に押しえつけるようにしながらガイドを後ろに倒しこんでキャピラリーカセットを固定します。

⑩ トップカバーを閉めて、Change Cassette 画面の **OK** をクリックします。



**OK** をクリックします。

⑩ キャピラリー情報の入力（任意）

**Change Cassette** を行うと、最後に使用するキャピラリーの情報を入力するかの設定画面が表示されます（下図）。使用したキャピラリーの情報を残す場合は、この画面で **YES** を入力し、使用しているキャピラリーの種類を一覧から選択、または入力して下さい。特に分析後に **mobility**（移動度）の計算をしたい場合、分析前に入力しておく必要があります。分析後に変更することはできません。

特に入力を実施しなくても、分析自体は可能です。

#	Installed	Description	Batch#	Product#	# Injections	Max. p [bar]	Max. T [°C]	Max. pH	Length	Diameter	Cell	eff. Length	Comment
1	no	Barefused Silica		G1600-60132	0	0	0	0.0	48.5	25.0	1	40.0	
2	no	Barefused Silica		G1600-60211	0	0	0	0.0	48.5	50.0	0	40.0	
3	no	Barefused Silica		G1600-60232	0	0	0	0.0	48.5	50.0	1	40.0	
4	no	Barefused Silica		G1600-60233	0	0	0	0.0	43.5	50.0	1	35.0	
5	no	Barefused Silica		G1600-60311	0	0	0	0.0	48.5	75.0	0	40.0	
6	no	Barefused Silica		G1600-60332	0	0	0	0.0	48.5	75.0	1	40.0	
7	no	Barefused Silica		G1600-60411	0	0	0	0.0	48.5	100.0	0	40.0	

---

次に分析パラメータを設定し、IQテストサンプルを分析します。  
まずバッファとサンプルを以下の通りにセットします。

バイアルの種類		バイアル番号
泳動用バッファ	インレット：分析用 20mM ホウ酸バッファ pH9.3	6
泳動用バッファ	アウトレット：分析用 20mM ホウ酸バッファ pH9.3	7
廃液用バイアル	フラッシュ時の廃液用バイアル	1
フラッシュ用バッファ	フラッシュ用のバッファ 20mM ホウ酸バッファ pH9.3	5
IQテストサンプル	1mM 4-Hydroxyacetophenone	20

### 【バイアルセッティング時の注意事項】

- バイアルがパッキングしないように注意してください。

グラフィック画面で、インレット、アウトレットのバイアルの位置にバイアルがセットされていないかを確認します。もしセットされていたら、バイアルのアイコンを右クリックして **Unload Inlet lifter** または **Unload Outlet lifter** を選択し、バイアルをトレイにおろしてください。

- バイアルのキャップの内側に、サンプルやバッファの液がつかないように注意して下さい。

再現性の悪化や故障の原因になる場合があります。万一バイアルを倒してキャップの内側に液がついた場合は、キャップをはずして、けば立ちのないウエスなどで液体を拭き取ってください。

- サンプル用バイアルに空気が入らないように、サンプルを入れてください。

サンプル用バイアルは、サンプルを入れる際に底に空気が残りやすいテーパード形状をしています。空気が残るとサンプルを注入することができなかつたり、キャピラリー内に空気が注入され、電流が流れなくなつたりする場合があります。

## 【実施手順】メソッドの設定

下記の IQ キット分析メソッドのパラメーター一覧表を参照して、メソッドを作成します。  
メソッドの設定の詳細については、第 2 章を参照して下さい。

IQ キット 分析メソッド パラメーター一覧表

ダイアログボックス	設定項目	設定	備考
Edit Method	Method Information Instrument/Acquisition Data Analysis Run Time Checklist	On On On On	
Method Information		(例) IQ Test Method	
DAD	Signals: A: B: C: Peak width:  Stop time Post time Spectrum  Autobalance Lamps on required for acquisition	325nm, Bw10nm, Ref off 235nm, Bw10nm, Ref off 192nm, Bw4nm, Ref off < 0.05min (1.0sec response time) As CE Off All in peak 190~400nm Step 2nm Threshold 10mAU Prerun UV Lamp : On	Peak width は S/N に大きな影響を与えます。有機酸のようにピークが若干太い場合は < 0.10min の方が良い場合があります。
CE	Inlet Home Outlet Home Cassette Temperature High Voltage System Voltage Current Power Low Current alarm limit Stop time Post time Replenishment Preconditioning	6 7 20℃  Enable High Voltage : On 30kV 100μA 6.0A On 2 μA  10min (結果により変更) Off 設定なし Flush 240sec Inlet:5 Outlet:1	6、7 番に泳動用のバッファバイアルをセットします。

	Injection  Time Table Post conditioning	Apply Pressure (1)50mbar for 4sec Inlet:Injection Vial Outlet:Outlet Home Vial  (2)50mbar for 4sec Inlet:Inlet Home Vial Outlet:Outlet Home Vial 設定なし 設定なし	サンプルを注入した後にバッファを注入し、サンプルをバッファで挟み込みます。
Signal Details	Available Signals	DAD 1A	
Edit Integration Events	Baseline Correction Initial Slope Sensitivity Initial Peak Width Initial Area Reject Initial Height Reject Initial Shoulders	Advanced 1 0.04 1 1.7 Off	
Peak top type	selected Method	parabolic interpolation	
Specify Report	Quantitative Results Calculate Based on Sorted By Style Report Style  Destination	Percent Area Signal  Short Add Electropherogram Output Screen	
Instrument Curves	Instrument Data Curves:	Current, Temperature, Voltage は取り込んでおく と便利です。	(注1)
Run Time Checklist	Check Method Sections to Run ・Pre-run Command/Macro Data Acquisition ・Standard Data Analysis ・Customized Data Analysis Macro ・Save GLP Data ・Post-Run Command/Macro	Off  On  Off  Off Off	



---

(注1) 2010年3月時点 (ChemStation Rev.04.02[118]) では、取り込み後に表示させることができません。次バージョンにて対応予定です。

① メソッドが完成したら、次のメソッド名で保存します。

メソッド名：“ IQTEST.M ”

② 次のディレクトリとファイル名を設定し、分析を開始します。

サブディレクトリ名：“ IQTEST “

ファイル名：“ IQTEST1 “

分析開始については、第3章「シングルサンプルの分析」を参照して下さい。

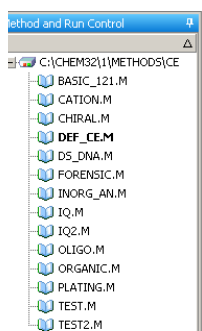
---

## 1-4. ChemStation のマニュアル操作

### 【ナビゲーションパネル】

Agilent 7100 CE をコントロールする ChemStation は次の 3 つの画面で構成されています。

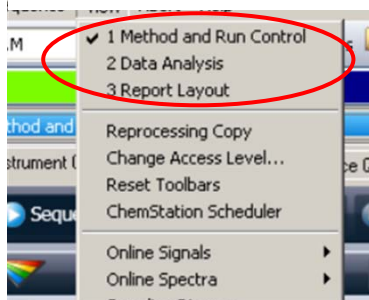
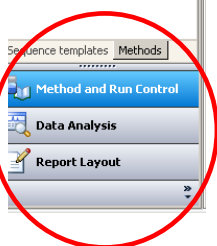
1. Method and Run Control : メソッド&ランコントロール
2. Data Analysis : データ解析
3. Report Layout : レポートレイアウト



ChemStation の画面左にナビゲーションパネルが左記のように表示されます。このパネル下部のボタンから、各画面に移動することができます。

パネル上部のツリー表示からダブルクリックしてファイル選択を行うことで、シーケンスファイルやメソッドファイルを直接読み込むことができます。(シーケンスタブ、メソッドタブで、ツリー表示を切り替えます。)

あるいは、メニューの View から画面を切り替えることができます。



---

## 【マニュアル操作】

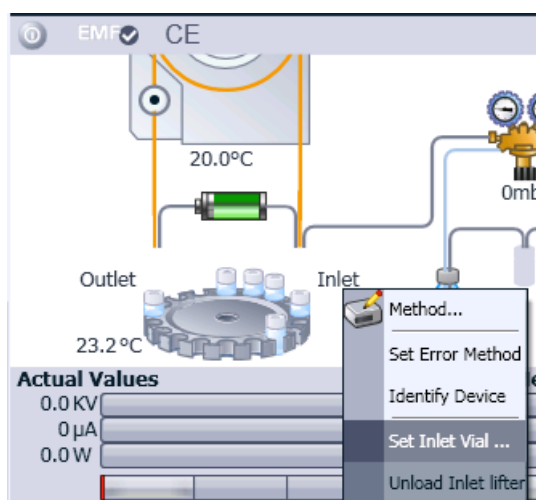
Agilent ChemStation ソフトウェアでは、グラフィカルユーザーインターフェース(GUI)を採用しています。装置のアイコンをクリックして機器のコントロールし、その状態をモニターすることができます。

機器をコントロールするには、コントロールしたい部分のアイコンをマウスで右クリックします。そのアイコンに関する操作のメニューが表示されます。

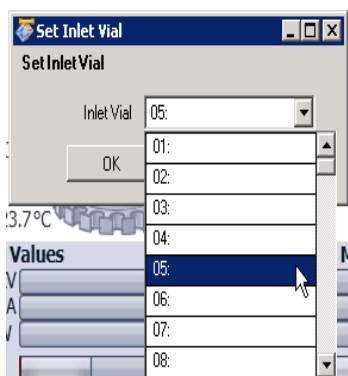
ここでは、マニュアル操作でキャピラリーを泳動バッファでフラッシュした後、電圧を印加し、電流値を確認する方法を例にとって説明します。

### <インレット、アウレットバイアルの変更>

図のインレットの部分をクリックすると、メニューが表示されます。**Set Inlet Vial...**を選択します。



セットしたいバイアル番号を選択し、**OK** ボタンをクリックします。



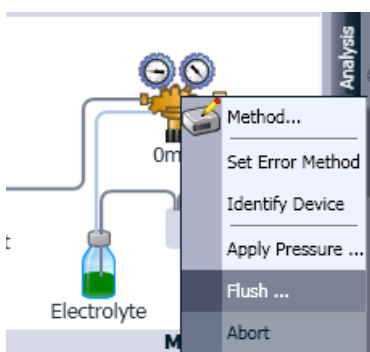
セットしたバイアルの番号が画面上に表示されます。

同様に、アウトレットバイアルの設定を行います。

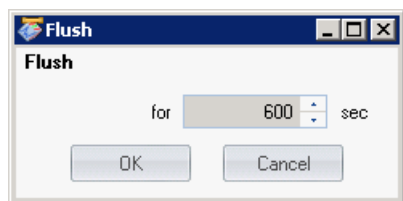
※ **Unload Inlet/Outlet lifter** はバイアルをトレイに降ろす機能です。この機能を実行すると、バイアルはトレイに降ろされ、画面上のバイアル番号の表示が消えます。

### <キャピラリーのフラッシング>

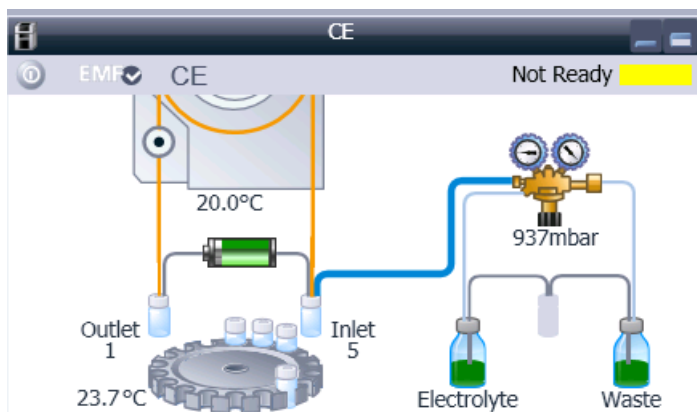
ポンペ（レギュレータ）の絵を右クリックし、**Flush...**を選択します。



時間（秒単位）を入力し、**OK** ボタンをクリックします。



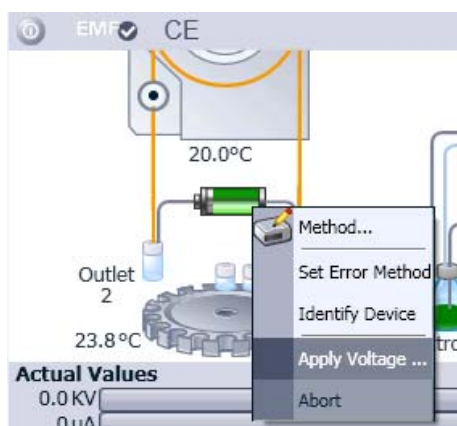
インレットバイアル内が加圧され、キャピラリー内がフラッシュされます。このとき、レジュータからインレットバイアルまでのラインが青く変わり、圧力値 (900~940mbar 程度) が表示されます。



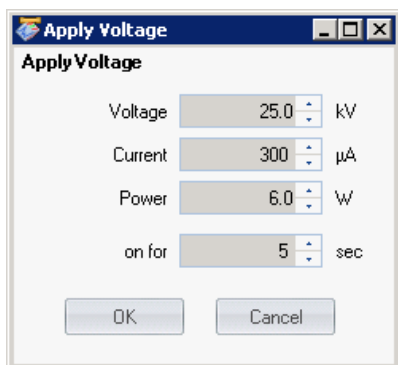
この操作は、キャピラリーの気泡や試料の追い出しや、キャピラリーのコンディショニング、あるいは分析終了後のキャピラリーの純水洗浄を行う際に利用できます。

#### <電圧の印加>

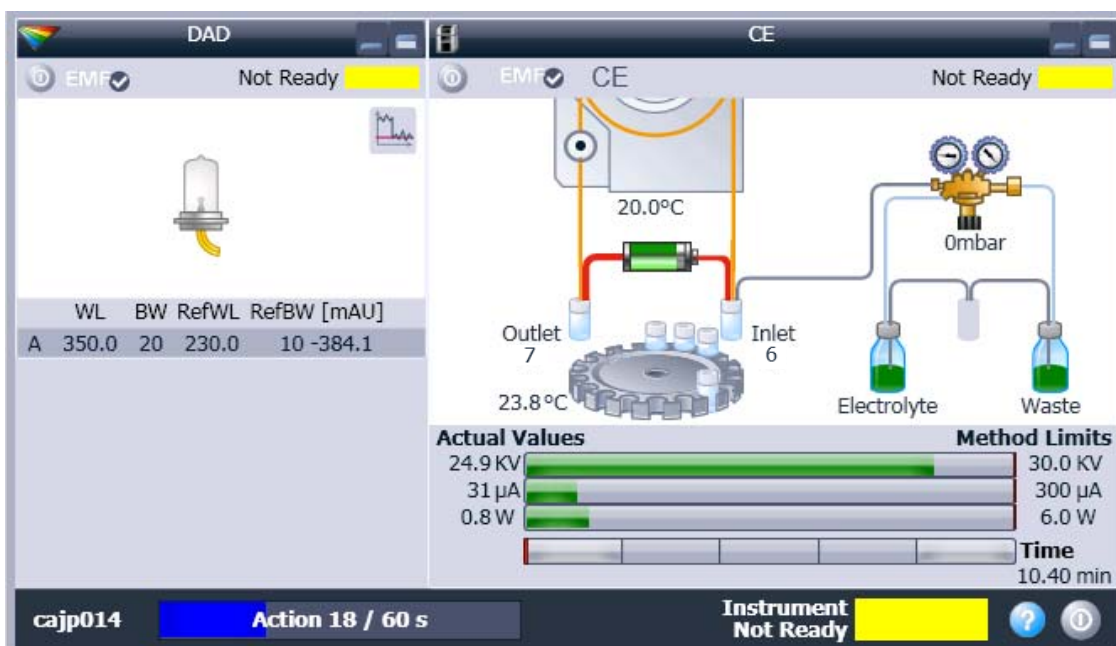
インレットとアウトレットに適切なバイアル (通常は泳動用の Inlet home および Outlet home バイアル) をセットし、電池の絵を右クリックします。 **Apply Voltage...** を選択します。



印加電圧、時間（秒単位）を入力し、**OK** ボタンをクリックします。印加電圧は Positive（インレット側が陽極）の場合は正の数を、Negative（インレット側が陰極）の場合は負の数（例 -25kV）を入力します。



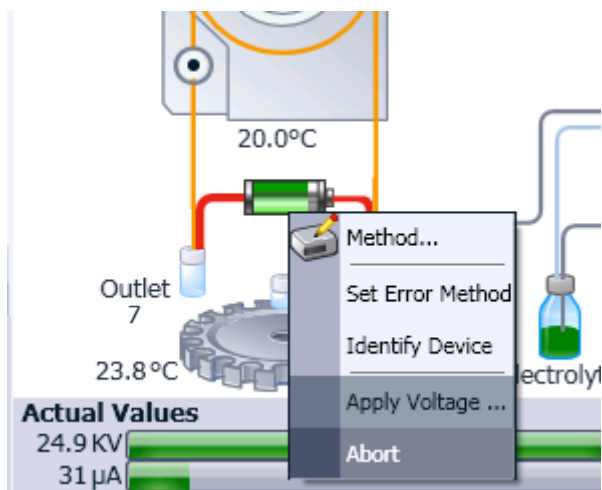
電圧が印加されると、システムダイアグラムの下の **Actual Values** に印加電圧、実際の電流値等が表示されます。システムダイアグラムの左下には、現在の動作時間が表示されます。



動作の進行時間が表示されます。

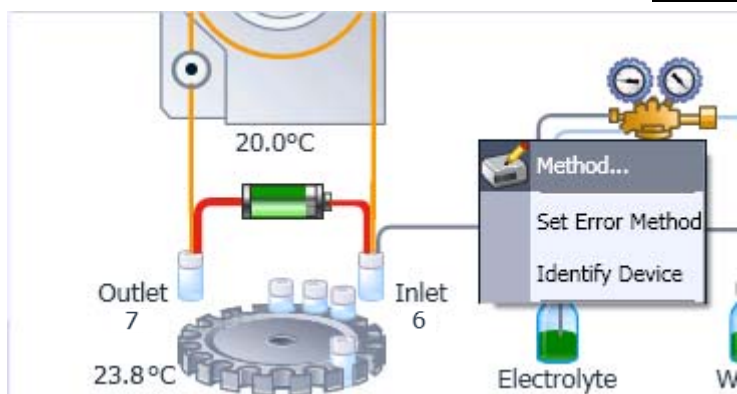
---

動作を途中で終了させたい場合は、再度右クリック（ここでは電池の絵）して、**Abort**を選択します。



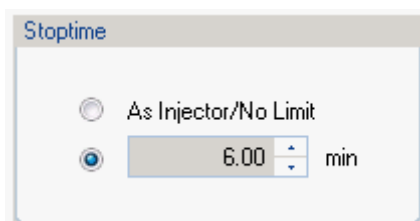
#### <分析中の分析時間の変更方法>

分析中にシステムダイアグラム内で右クリックし、**Method...**を選択します。



---

ストップタイムを変更し、**OK** ボタンをクリックします。





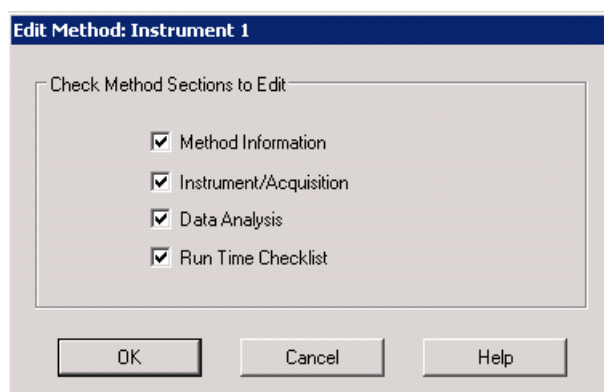
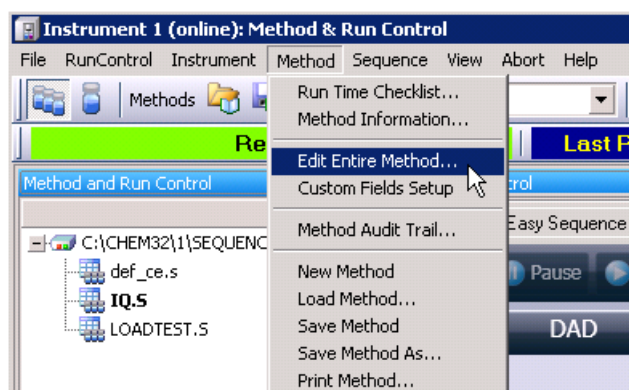
---

## 第2章 メソッドの設定

### 2-1. メソッドの構成

メソッドには次ページの表の4つの項目が含まれています。

一連の操作でメソッド全体を編集する場合は、**Method** → **Edit Entire Method...** を選択します。



編集する項目の選択

---

項目の意味および個別に編集する場合は、下の一覧表をご参照ください。

メソッドに含まれる項目	個別に編集する場合
<b>Method Information</b> メソッドに関する情報 (メモ)	<u>Method</u> → <u>Method Information</u>
<b>Instrument/ Acquisition</b> 装置、データ取り込み条件の設定	<u>Instrument</u> → <u>Set up Instrument Method...</u>
<b>Data Analysis</b> データ解析の設定	<u>View</u> → <u>Data Analysis</u> → <u>Integrate etc.</u>
<b>Run Time Checklist</b> メソッドの実行範囲の設定	<u>Method</u> → <u>Run Time Check List</u>

## 【メソッドの編集方法】

メソッドの編集は①Set up Instrument Method...を用いて編集する、②GUIの絵を右クリックして各項目を設定する、あるいは、③Edit Entire Method...を用いてメソッド全体を編集する方法があります。

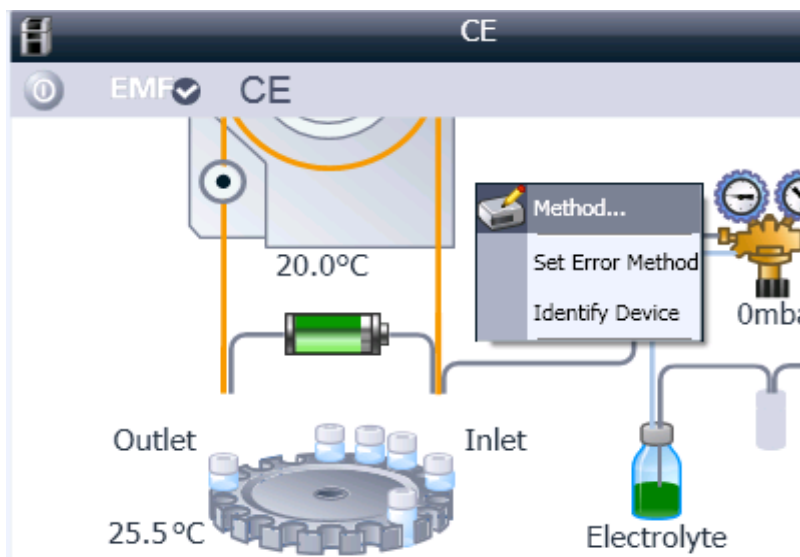
① Set up Instrument Method...を用いて各項目を編集する。

The first screenshot shows the 'Instrument 1 (online): Method & Run Control' menu. The 'Set up Instrument Method...' option is highlighted. An arrow points from this option to the 'Setup Method' dialog box shown in the second screenshot.

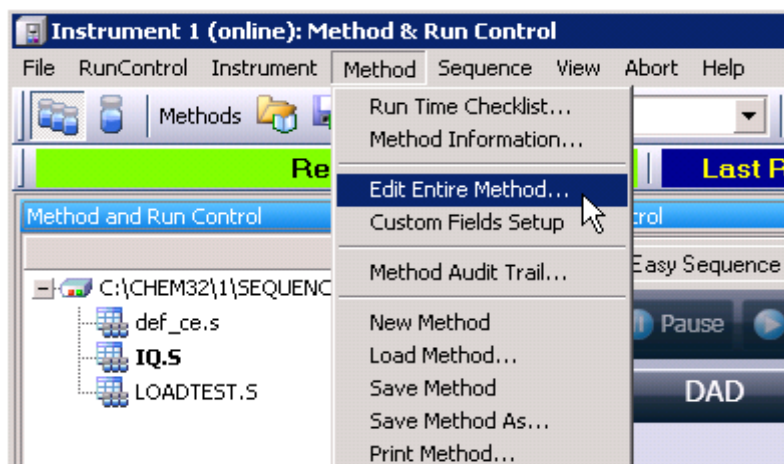
The 'Setup Method' dialog box is divided into several sections:

- Signals:** A table with columns: Use Signal, Wave length, Band width, Reference Wavelength, Reference Bandwidth, and nm.
- Peakwidth:** A dropdown menu set to '>0.05 min (1.0 s response time) (5 Hz)'. Below it are 'Stoptime' and 'Posttime' sections with radio buttons and input fields.
- Advanced:** Contains 'Spectrum' (Store: All in Peak, Range from: 190.0 to 400.0 nm, Step: 2.0 nm, Threshold: 10.0 mAU), 'Analog Output' (Output 1: Zero Offset: 5 %, Attenuation: 1000 mAU), 'Indirect UV - Margin for negative Absorbance' (100 mAU), and 'Autobalance' (Prerun and Postrun checkboxes).
- Lamps on required for acquisition:** UV Lamp checkbox is checked.

② GUI をクリック（システムダイアグラム上で右クリック）してメソッドを編集する。



③ Edit Entire Method...を使用し、メソッド全体を編集する。



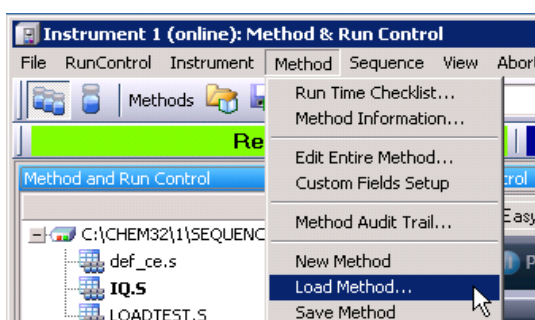
---

## 2-2. メソッド全体の編集 (Edit Entire Method...)

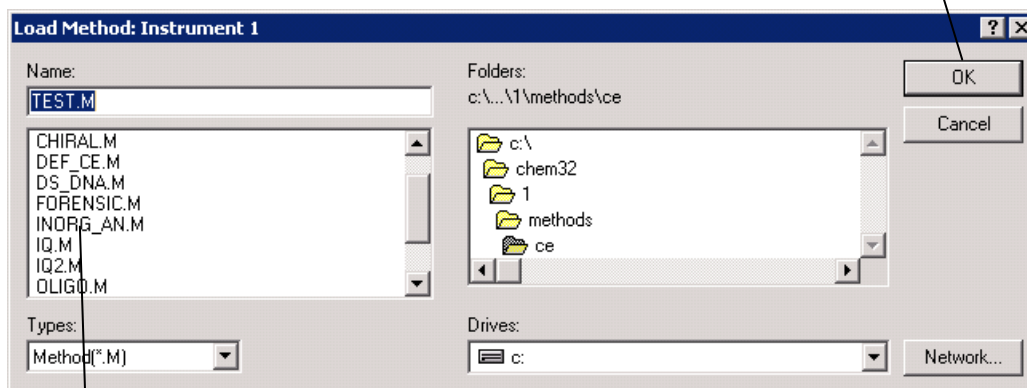
### 【メソッド全体の編集の準備】

編集するメソッドの元になるメソッドを呼び出します。

Method → Load Method... → 目的のメソッドファイルの選択



② OK ボタンを  
クリックしま



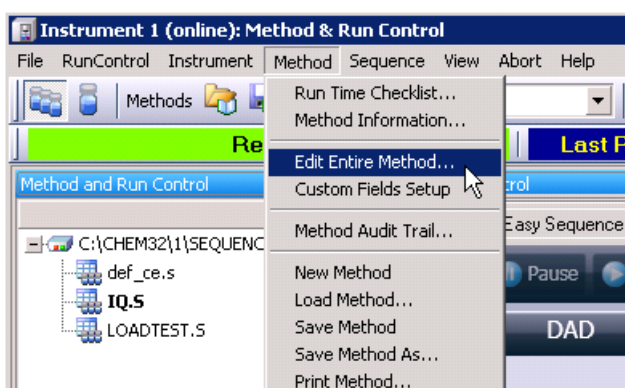
①メソッドファイルを  
選択します。

---

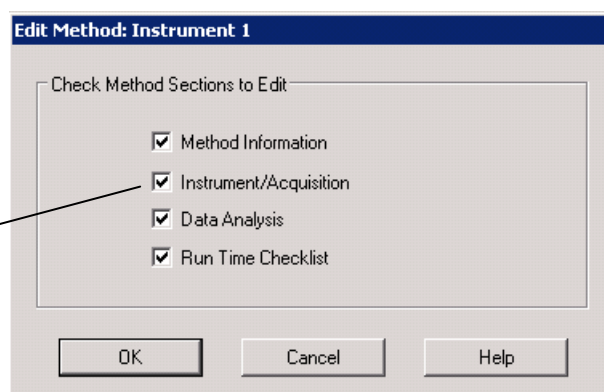
## 【メソッドの編集】

- ① メソッドの編集をします。

Method → Edit Entire Method...



編集したい項目にチェックを入れます。



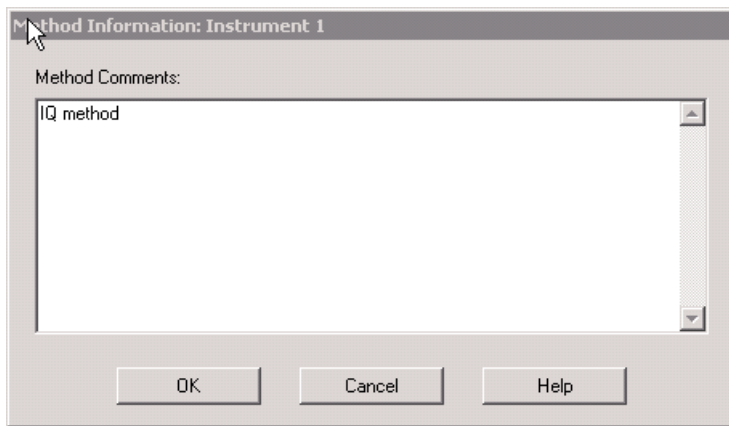
- ② OK をクリックすることにより、後述の画面が表示されます。

(Check Method Section to Edit で選択した項目の編集画面のみが表示されます。)

---

### <Method Information>

ここではメソッドの情報（メモ書きなど）を入力します。入力した内容は、印刷したレポートに記載されます。



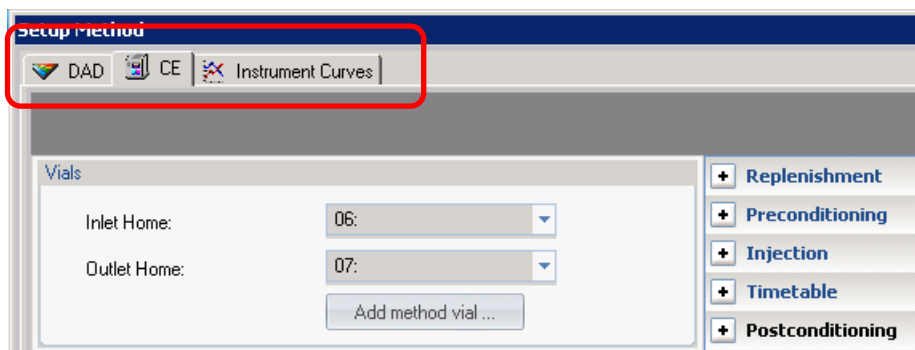
### <Instrument / Acquisition>

Instrument / Acquisition は 3 つのタブより構成されています。タブを切り替えて設定を行います。

CE : 検出器以外の CE 本体の設定

DAD : ダイオードアレイ検出器の設定

Instrument Curves : 分析中の温度、電流値、圧力などの保存の設定



---

## 1. CE タブ



### <Vials>

Inlet Home, Outlet Home 泳動に使用する最初のバッファバイアルを示します。

Inlet Home が注入側、Outlet Home が検出側を示します。

Vials

Inlet Home: 06:

Outlet Home: 07:

Add method vial ...

バイアル番号は、トレイの番号を入力する方法以外に、“ユーザーバイアル (User Vial)” 機能を用いる方法があります。この方法については、5-3 節「ユーザーバイアル機能を用いたシーケンス分析」にて詳しく説明します。



### <Cassette Temperature>

キャピラリーカセットの初期温度設定をします。

設定可能な温度範囲は室温-10°C～60°Cです。

Cassette Temperature

Not controlled

20.0 °C





## < Replenishment >

バッファを自動交換（リプレニッシュ）するための設定を行います。

- |                 |   |
|-----------------|---|
| <b>Parallel</b> | バッファの自動交換と分析を平行して行います。<br><br>この場合、分析中のバイアルと自動交換するバイアルが重複しないように設定する必要があります。 |
| <b>Serial</b>   | バッファの自動交換終了後に引き続き分析を行います。分析時間は長くなりますが、バイアルの重複等を考慮する必要はありません。                |

### <注意>

- 2010年3月時点（ChemStation Rev.04.02[118]）では、**Parallel**の機能が使用できません。次バージョンにて対応予定です。
- リプレニッシュメントシステムを使用する場合は、第11章の「リプレニッシュメント（バッファ自動交換）システムの洗浄」を参照し、必ずリプレニッシュメントシステムの洗浄、準備を行ってから使用ください。

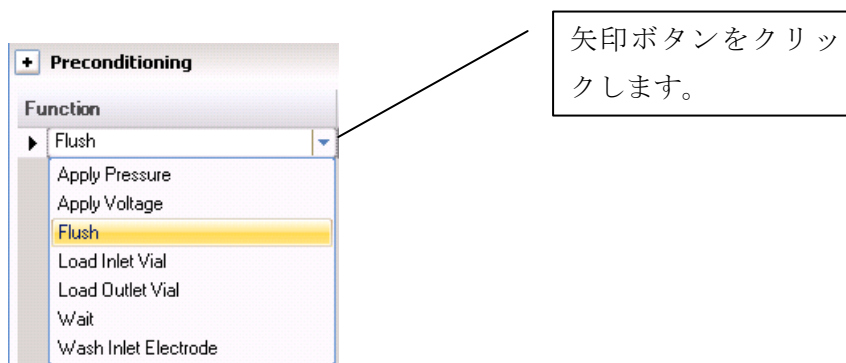
---

 <Preconditioning>

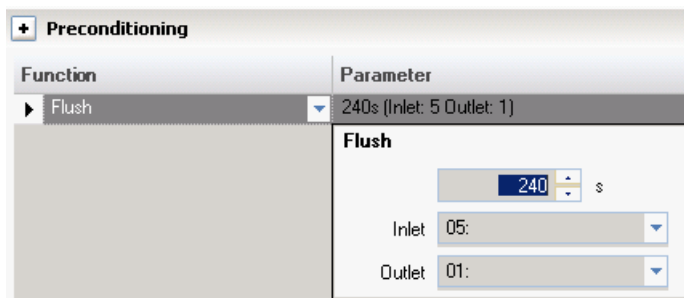
分析前のコンディショニングの設定を行います。

- ① **Function** の矢印ボタンをクリックし、ファンクションを選択します。

通常の分析では **Flush** の機能を選択します。

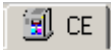


- ② **Flush** の時間（秒）と、インレットバイアルとアウトレットバイアルを指定します。



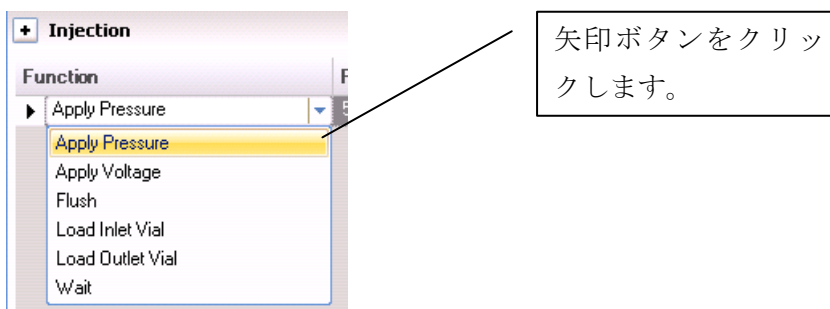
多段階でコンディショニングを行う場合は、**Append**、**Insert**、**Copy** のボタン等を使用し、プレコンディショニングのプログラムを作成します。

---

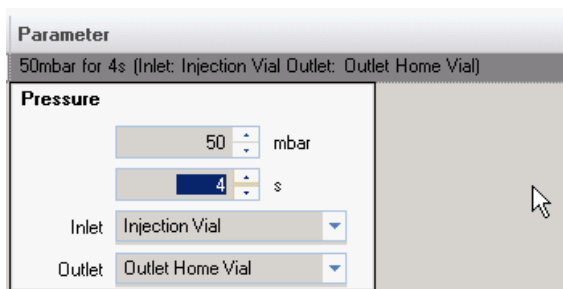
 < Injection >

試料の注入の設定を行います。

- ① **Function** の矢印ボタンをクリックし、ファンクションを選択します。通常の加圧注入の場合、**Apply Pressure** の機能を選択します。



- ② **Parameter** の行をクリックし、加圧時の圧力（通常は 50mbar）、時間、インレットバイアル、アウトレットバイアルを指定します。



**Injection Vial** 注入するサンプルバイアル。バイアル番号は第 3 章「シングルサンプルの分析」3-1 節で説明する **Sample Info**（サンプル情報）または第 5 章「シーケンス分析」5-2 節で説明するシーケンステーブル内で指定します。

**Inlet Home Vial** 前述の CE タブの < Vials > で指定したインレット側のバイアル

**Outlet Home Vial** 前述の CE タブの < Vials > で指定したアウトレット側のバイアル

多段階で注入を行う場合は、**Append**、**Insert**、**Copy** のボタン等を使用し、注入

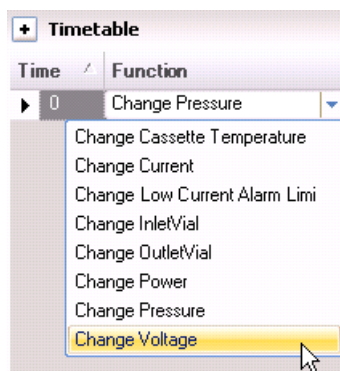
---

のプログラムを作成します。

### <Time Table>

分析中の印加電圧の変更やインレットバイアルの加圧などのタイムテーブルを設定します。

- ① **Add** ボタンをクリックします。
- ② 時間を入力し、**Function** から目的の機能を選択し、必要な設定値等を入力します。



### <Postconditioning>

分析後のコンディショニングの設定を行います。Preconditioning と同様の手順で設定を行います。

### <High Voltage System>

印加電圧の設定を行います。通常の分析では、**Enable High Voltage** にチェックをし、印加電圧を入力します。印加電圧の極性が **Positive**（インレット側が陽極）の場合は正の値を、**Negative**（インレット側が陽極）の値は負の値（例 **-30kV**）を入力します。また電流、電力のリミット値を設定します。

---

Current : 電流のリミット値 (0~300 $\mu$ A)

Power : 電力のリミット値 (0~6W)

Current、Power の値が分析中に設定したリミット値に到達した場合、リミット値を超えないように自動的に電圧を調整します。分析がストップすることはありません。

Low Current alarm limit : 電流値が設定した値以下になった場合、分析をストップします。通常、1~2  $\mu$ A の値を入力します。

High Voltage System

Enable High Voltage

Voltage: 30.0 KV positive Polarity

Current: 300  $\mu$ A

Power: 6.0 W

Low Current alarm limit:  Off  2  $\mu$ A

#### <Stoptime、Posttime>

分析時間、ポストタイムの入力を行います。

Stoptime

As Injector/No Limit  6.00 min

Posttime

Off  1.00 min

Stoptime : 電圧を印加する分析時間を入力します。

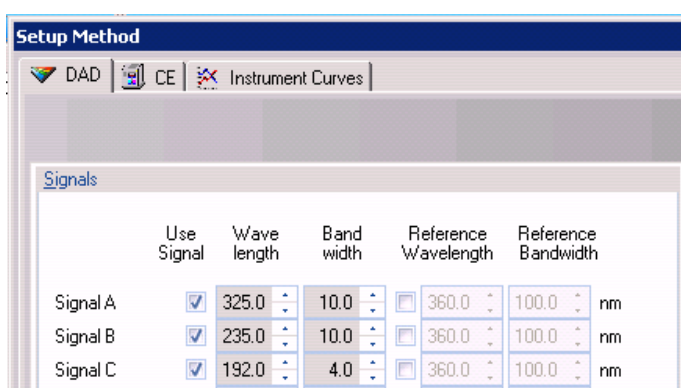
Posttime : 分析終了後のポストタイムを入力します。キャピラリー電気泳動の場合、ポストタイムを使用することは殆どありません。

## 2. DAD タブ



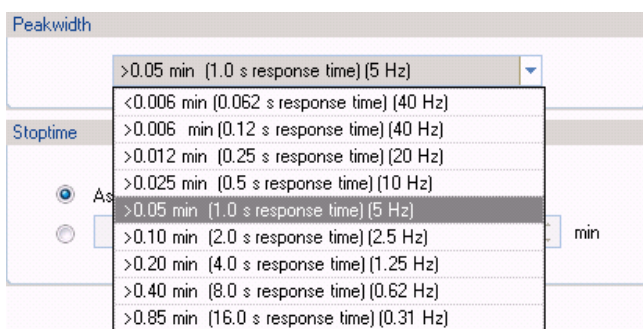
### <Signals>

測定波長の設定を行います。Use Signal でチェックをしたシグナルのデータが保存されます。最大 8 波長のシグナルの保存が可能です。リファレンス波長を設定する場合には、Reference Wavelength のチェックボックスにもチェックをし、リファレンス波長を入力します。



### <Peakwidth>

データの取り込み周期に関する設定を行います。矢印ボタンをクリックし、適切なピーク幅 (response time) を設定します。キャピラリー電気泳動では、2.5Hz または 5Hz が一般的です。





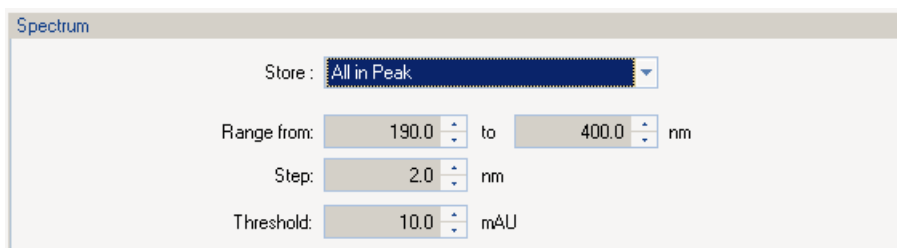
## <Stoptime、Posttime>

ダイオードアレイ検出器に関するストップタイム、ポストタイムの設定を行います。ストップタイムは通常 **As CE** に、ポストタイムは **Off** にチェックをします。



## <Spectrum>

スペクトルの取り込みの設定を行います。スペクトルを取り込む場合には、**Store** の右の矢印をクリックし、目的の取り込み形式を選択します。



- |                       |                                    |
|-----------------------|------------------------------------|
| None                  | : スペクトル採取なし                        |
| Apex                  | : 頂点のスペクトル採取                       |
| Apex+Baselines        | : 頂点とベースラインのスペクトル採取                |
| Apex+Slopes           | : 頂点と立ち上がりと立ち下がり of スペクトル採取        |
| Apex+Slopes+Baselines | : 頂点、ベースライン、立ち上がりと立ち下がり of スペクトル採取 |

---

All in Peak : ピークの全ポイントのスペクトル採取

Every 2nd Spectrum : 2ポイント毎にスペクトル採取

All : 全ポイントでスペクトル採取

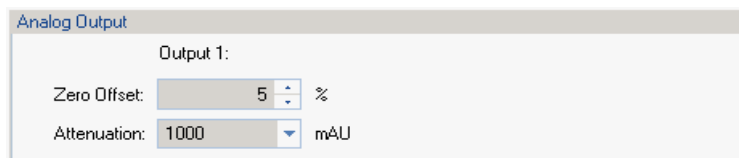
Range : スペクトルを取り込む波長の範囲

Step : スペクトル採取の分解能の設定。0.1~100nmの範囲で、0.1nmステップで設定可能

Threshold : ピークとして認識してスペクトルを取り込む場合のしきい値

#### <Analog Output>

アナログアウトプットの設定を行います。外部へ信号をアナログ出力する場合に設定します。



Analog Output

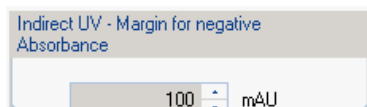
Output 1:

Zero Offset: 5 %

Attenuation: 1000 mAU

#### <Indirect UV – Margin for Negative Absorbance>

間接吸光度法で検出を行う場合に、負のピークのマージンの設定を行います。



Indirect UV - Margin for negative Absorbance

100 mAU





## <Autobalance、Lamps on required for acquisition>

ダイオードアレイ検出器のオートバランスのタイミングと、分析時のランプの点灯の有無の設定を行います。

Autobalance	Lamps on required for acquisition
<input checked="" type="checkbox"/> Prerun	<input checked="" type="checkbox"/> UV Lamp
<input type="checkbox"/> Postrun	

検出器のオートバランスは通常分析前に行うため、**Prerun** にチェックをします。**Prerun** にチェックをすると、プレコンディショニング終了し、注入動作の前にオートバランスを実行します。

エレクトロフェログラムを採取する場合は、**UV Lamp** にチェックをします。**CE/MS** などの場合に、ダイオードアレイ検出器のデータを採取しない場合は、チェックを外します。チェックを外すことによりランプが点灯していなくても、装置は **Ready** 状態になります (12-3 節参照)。



## <Time Table>

ダイオードアレイ検出器に関するタイムテーブルの設定を行います。

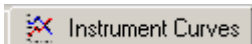
Time	Function
0	Balance

- Balance
- Change Signal
- Change Threshold
- Change Peakdetector Peakwidth
- Change Spectra Acquisition Mod

**Add** ボタンをクリックし、**Function** の矢印ボタンをクリックし、目的の機能を設定し、それに応じた時間や波長等を設定します。複数の設定を行う場合は、**Add**、**Copy**、**Paste** のボタン等を使用し、ダイオードアレイ検出器に関するプログラムを作成します。

---

### 3. Instrument Curves



エレクトロフェログラムと一緒に取り込んでおきたいデータにチェックをします。

DAD:

UV Lamp Anode Voltage (V)

CE:

Leak Current ( $\mu\text{A}$ )

Internal Pressure (bar)

Replenish Level Pressure (bar)

Vacuum (bar)

Injection Pressure (bar)

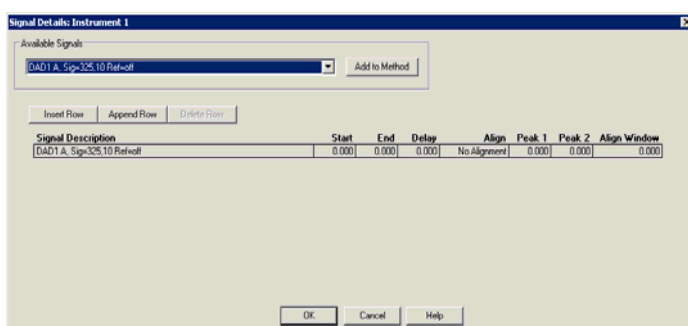
External Pressure (bar)

Tray Temperature ( $^{\circ}\text{C}$ )

Cassette Temperature ( $^{\circ}\text{C}$ )

#### <Signal Details>

メソッド実行時に解析で使用するシグナルの設定を行います。

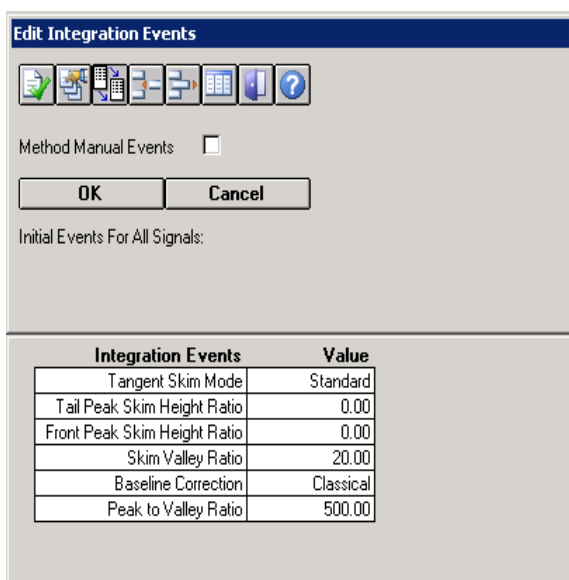


---

Available Signals の矢印ボタンをクリックし、**Add to Method** ボタンをクリックして目的のシグナルを追加します。シグナルを削除する場合は、Signal Description の削除したいシグナルを選択し、**Delete Row** ボタンをクリックします。

### <Edit Integration Events>

エレクトロフェログラムの積分条件の設定を行います。積分条件を設定後、**OK** ボタンをクリックします。



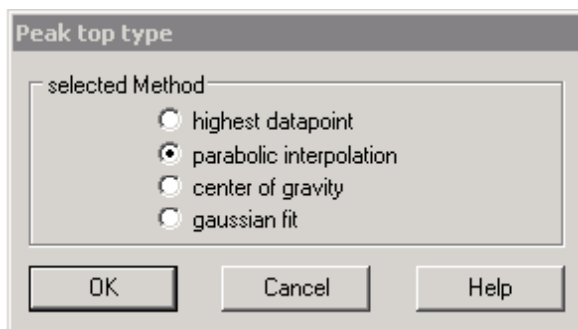
Integration Events	Value
Tangent Skim Mode	Standard
Tail Peak Skim Height Ratio	0.00
Front Peak Skim Height Ratio	0.00
Skim Valley Ratio	20.00
Baseline Correction	Classical
Peak to Valley Ratio	500.00

積分条件は、分析終了後に変更することができます。イベントの詳細につきましては、第5章で詳しく説明します。

---

### <Peak top type>

ピーク頂点の決定方法を指定します。



highest datapoint : 最も高いデータポイント

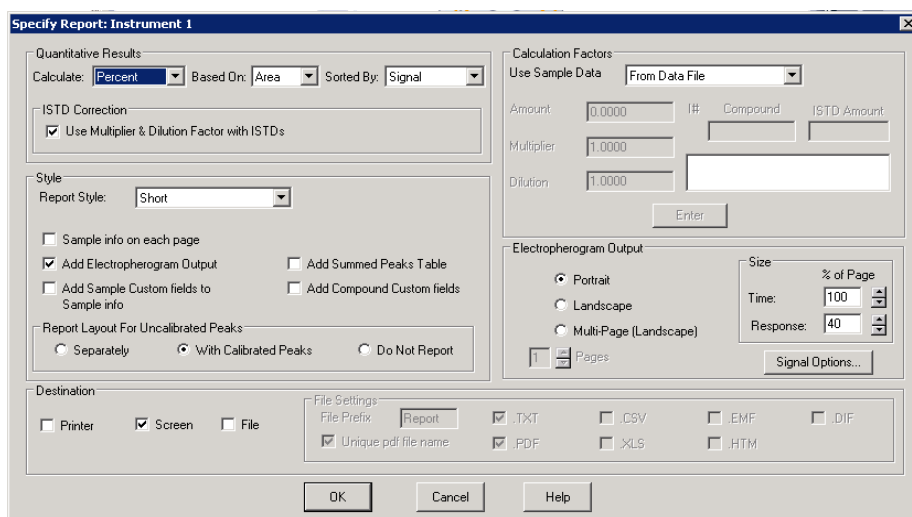
parabolic interpolation : 放物線近似より推定

center of gravity : 重心

Gaussian fit : ガウス分布近似より推定

### <Specify Report>

レポートの出力条件を設定します。



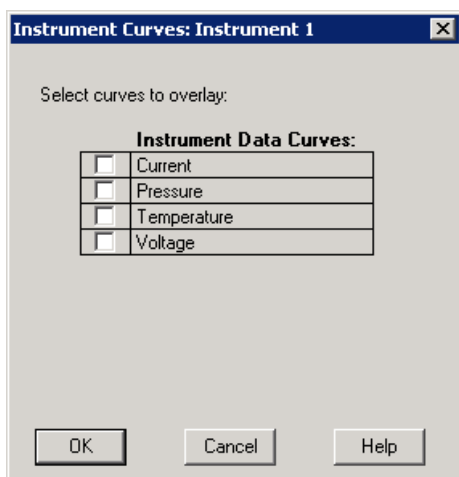
Quantitative Results : 定量計算の方法

---

Style	: レポートのスタイル
Destination	: レポートの出力先
Calculation Factors	: サンプルデータの使用
Electropherogram Output	: エレクトロフェログラムの出力方法
Destination	: レポートの出力先

### <Instrument Curves>

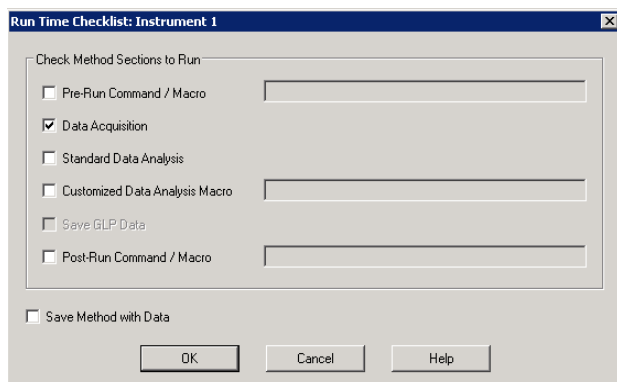
エレクトロフェログラムと同時に表示するデータカーブの設定を行います。表示させたい項目のチェックボックスにチェックをします。



---

## <Run Time Checklist>

メソッドの実行部分を指定します。



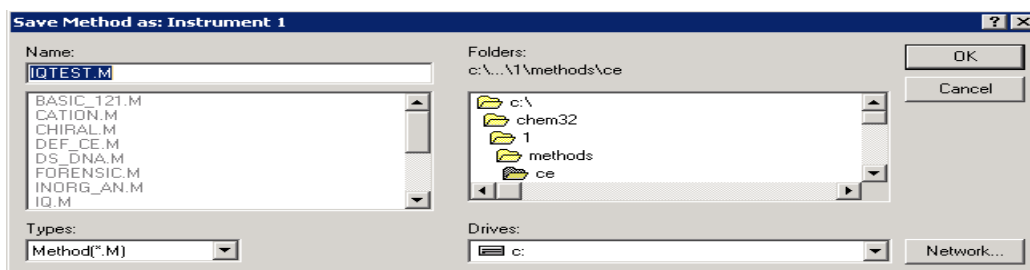
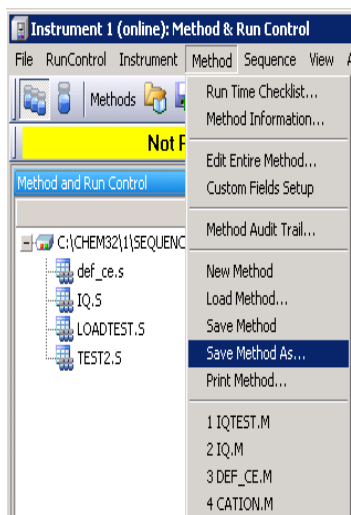
あらかじめ ChemStation にインストールされているデフォルトのメソッド (DEF\_CE.M) は、Data Acquisition と Standard Data Analysis の両方にチェックは入っています。分析終了後に自動で解析する必要がない場合は、Data Acquisition のみにチェックをします。

データ解析も同時に行う場合には、Standard Data Analysis にもチェックをします。設定後、**OK** ボタンをクリックします。

## 【メソッドの保存】

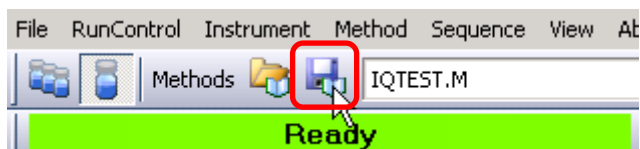
メソッドの保存のメニューを呼び出します。

**Method** → **Save Method As...**



ファイル名を入力し、**OK** ボタンをクリックします。

上書き保存をする場合は、**Method** → **Save Method** を選択するか、メソッド保存のアイコンをクリックします。



---

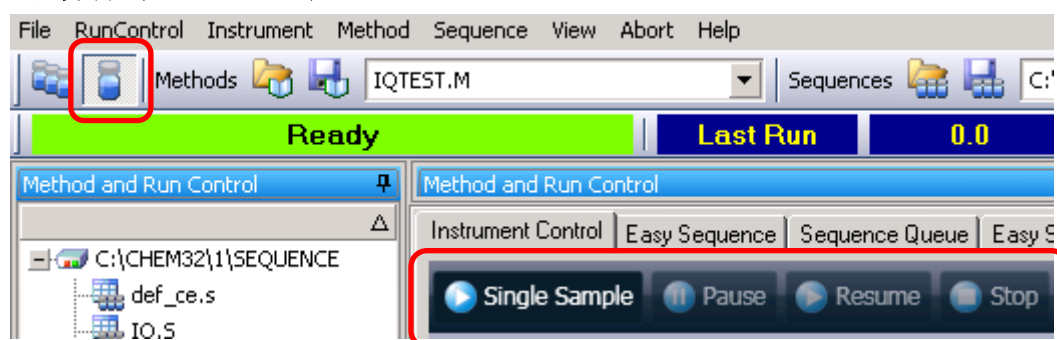
## 第3章 シングルサンプルの分析

分析の実行には、シングルサンプルの分析、すなわちメソッドに従って1度だけ分析を行う **Run Method** と、複数の分析を連続して行う **Sequence**（シーケンス）があります。

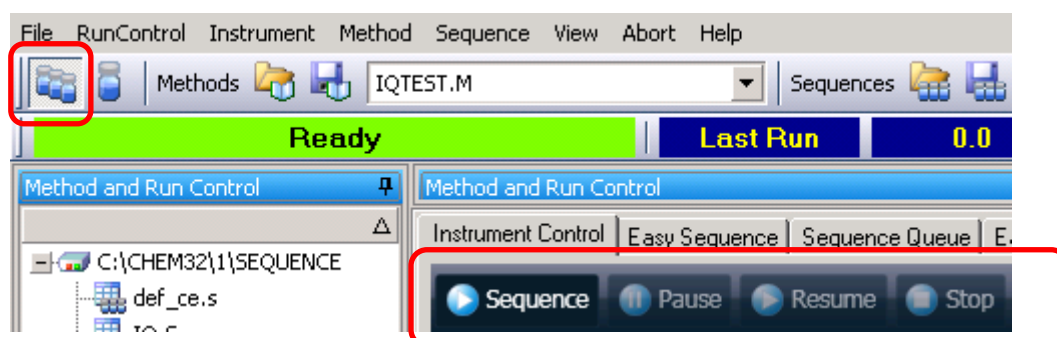
この章では、**Run Method** を含む **RunControl** について説明します。

シーケンスについては、第4章を参照ください。

### 1回分析（Run method）



### 連続分析（Run Sequence）

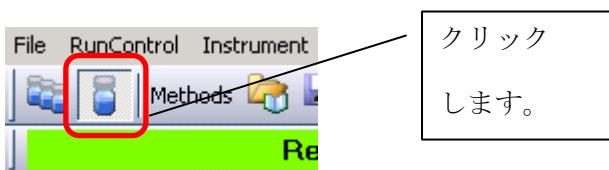




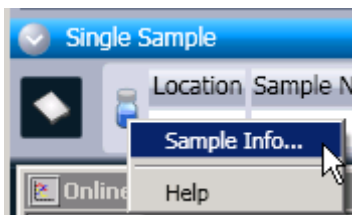
---

### 3-1. サンプル情報の設定

オペレータ名、データの保存先、データ名、サンプル情報、バイアル番号などをサンプル情報として入力します。



Run Control → Sample Info... を選択します。または、Sample Information のバイアルの絵を右クリックして、Sample Info... を選択します。



Sample Info: Instrument 1

Operator Name: Agilent

Data File

Path: C:\CHEM32\1\DATA\ Subdirectory: IQ\_TEST

Manual  Prefix/Counter

Filename: TEST

Sample Parameters

Location: Vial 20 (blank run if no entry)

Sample Name: IQ std

Sample Amount: 0 Multiplier: 1

ISTD Amount: 0 Dilution: 1

Comment:

Run Method OK Cancel Help

① **Operator Name**

オペレータの名前を入力します。

② **Data File**

<Subdirectory>

データのパス、サブディレクトリ、データファイル名を設定します。

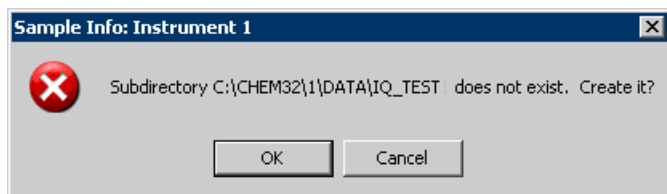
**Subdirectory** (サブディレクトリ) 名は、データをわかりやすく分類して保存するために設定し、ファイル名の重ね書きを防ぐのに役立ちます。

サブディレクトリ名が異なれば、同じデータファイル名を使用することが可能です。

新規にサブディレクトリを作成すると、以下のようなメッセージが表示されますので、

---

**OK** ボタンをクリックします。



#### <Prefix/Counter>

Prefix で入力した文字をファイル名の冒頭にし、つぎに Counter の数字をつけて、自動的にカウントアップされます。

例) Prefix **SIG1** Counter **0001** → ファイル名 SIG10001.D

#### <Manual>

分析ごとに Filename にファイル名を入力します。

### ③ Sample Parameters

バイアル番号、サンプル名、コメントなどを入力します。

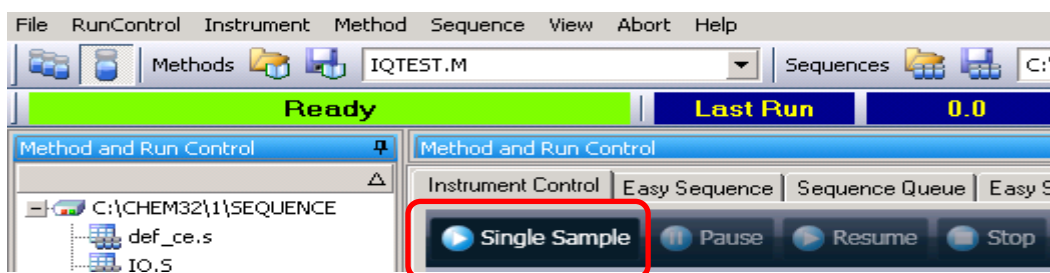
#### <Sample Parameter>

- Vial : トレイの何番名のサンプルを注入するかを設定します。
- Sample Name : サンプルの名前を入力します。
- Sample Amount : 特殊な定量計算をするときに入力します。(通常は空欄)
- ISTD Amount : ISTD 法で定量計算するときのみ入力します。(通常は空欄)  
ISTD 法の場合、内部標準の濃度を入力します。

---

### 3-2. メソッドの実行

メニューの **RunControl** → **Run Method** または **Start Single Sample** のアイコンをクリックします。



分析がスタートします。

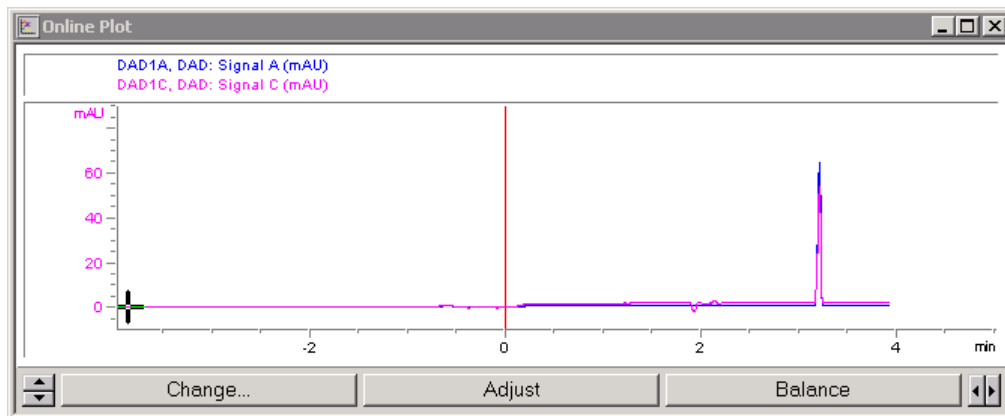
#### 【オンラインシグナル表示 (Online Signals)】

Method & Run Control 画面で表示されるシグナル情報の設定が可能です。2つのプロット画面を表示することができます。シグナルを画面上にプロットすることができます。



**View** → **Online Signals** → **Signal Window1**

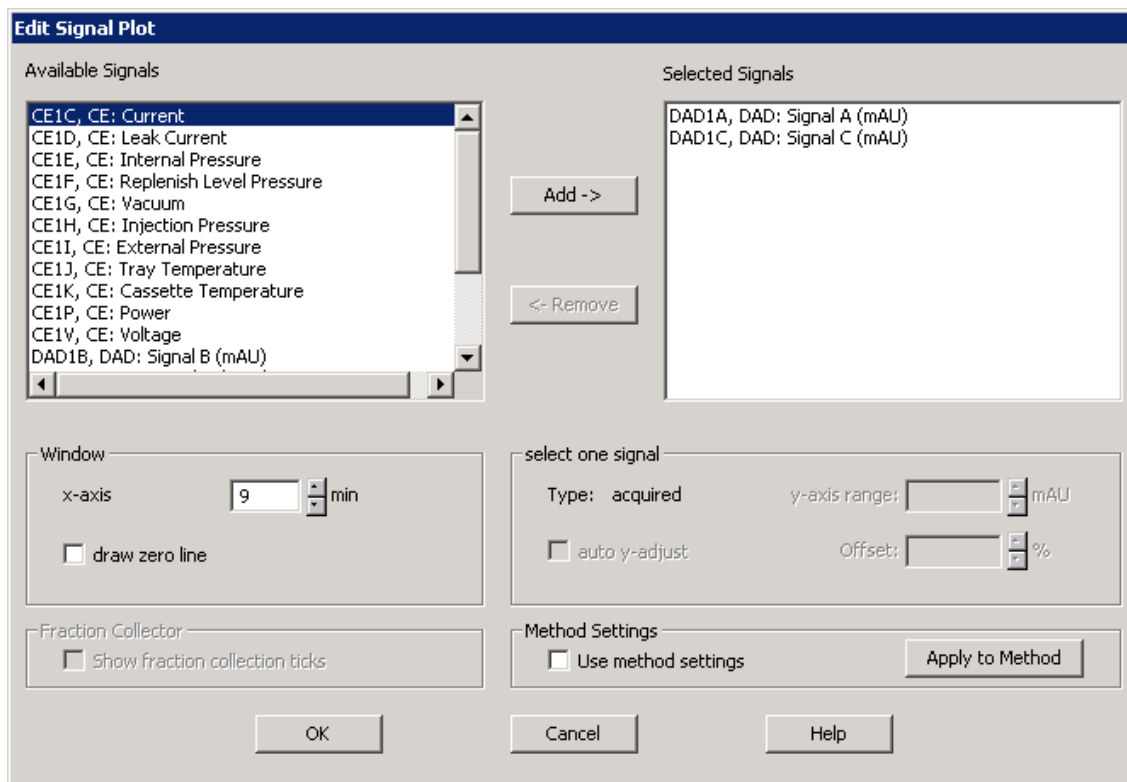
① プロット画面が表示されます。

**Change** ボタンをクリックします。



- ② Available Signals (表示可能なシグナル) からプロットしたいシグナルを選択し、**Add** ボタンをクリックすると、Selected Signals に項目が移動します。画面にプロットする際のスケールの設定は、Selected Signals からデータを選択後、Window で時間軸を、select one signal で縦軸のスケール設定を行います。

プロット画面   の矢印をクリックして直接変更することも可能です。



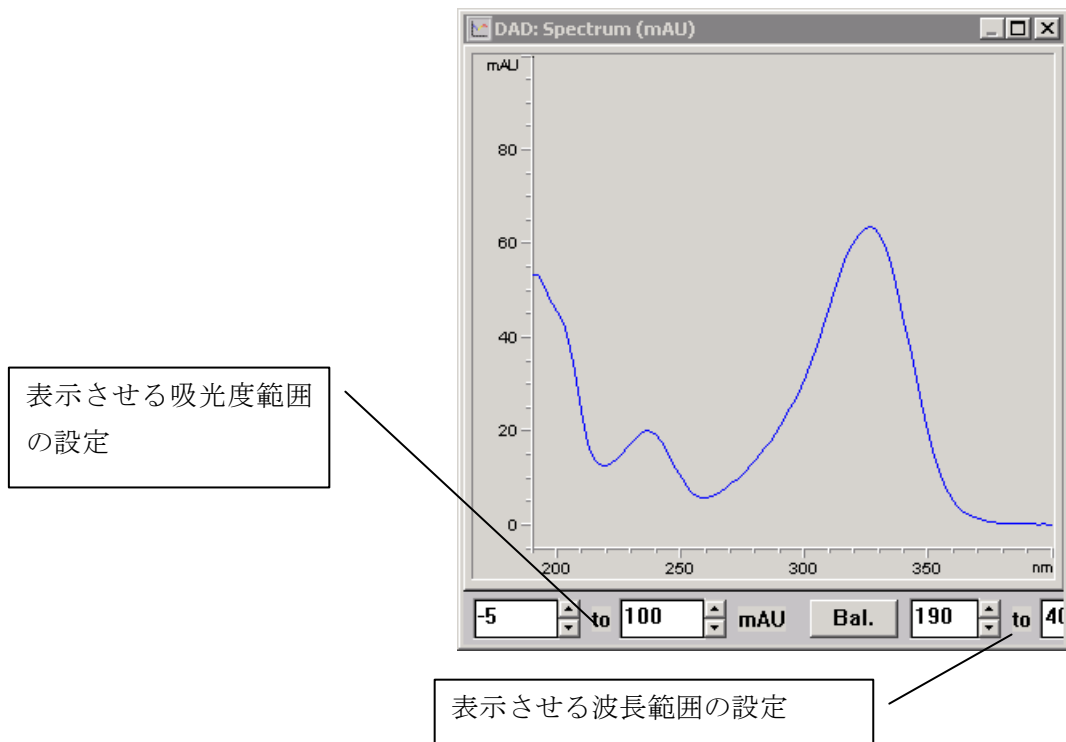
表示を取り消したい場合は、**Selected Signals** 内のシグナルを選択し、**Remove** ボタンをクリックします。

ウィンドウ内でエレクトロフェログラムをドラッグして拡大して表示することが可能です。ドラッグを繰り返すことで、さらに拡大して表示させることが可能です。ダブルクリック 1 回で 1 つ前の画面に、もう 1 回ダブルクリックすることで、**Edit Signal Plot** で設定したスケールに戻ります。

### 【オンラインスペクトル表示(Online Spectra)】

オンラインスペクトル表示の On/Off の設定が可能です。

View → Online Spectra

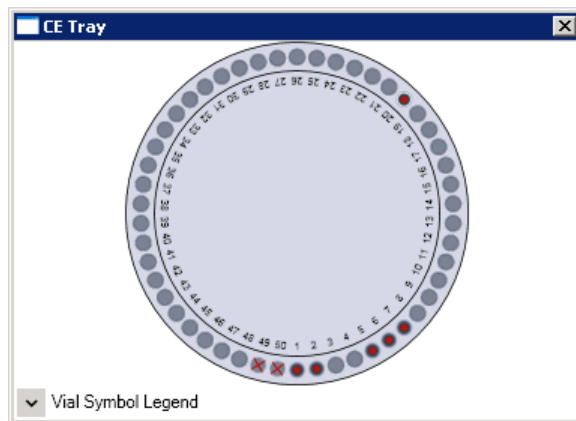


### 【サンプリングダイアグラム(Sampling Diagram)】

バイアルトレイ (CE Tray ウィンドウ) 表示の On/Off の設定が可能です。

シーケンスで分析を行う場合は、表示しておく便利です。

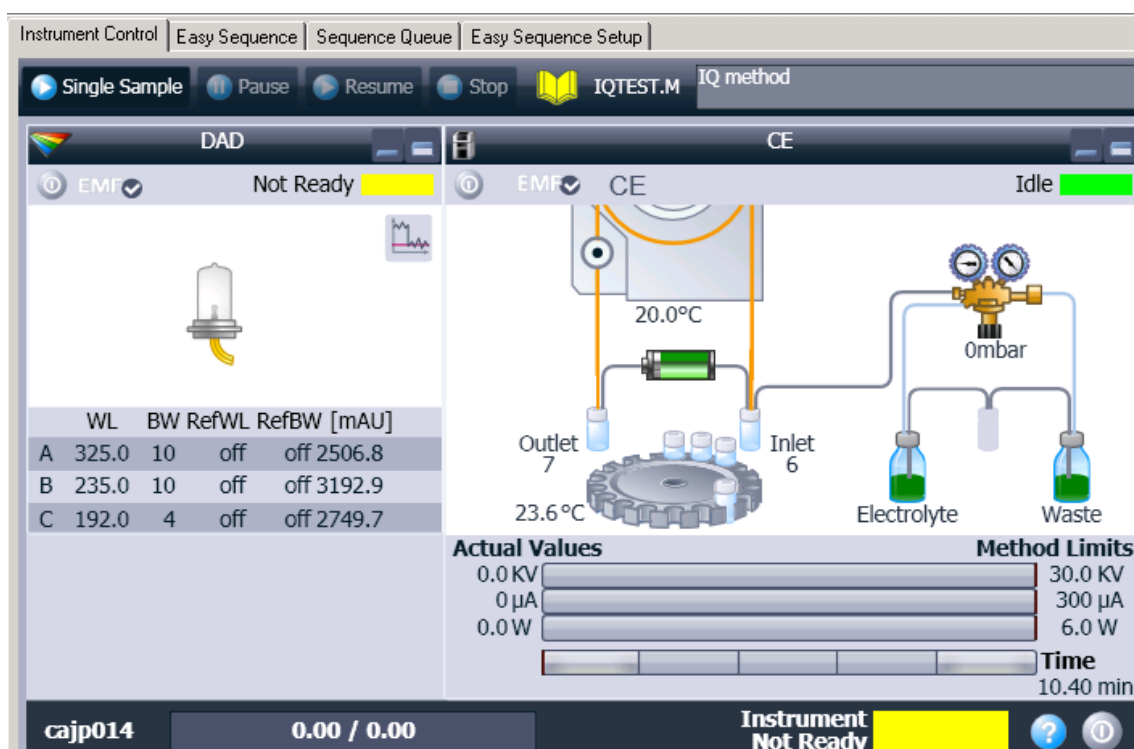
View → Sampling Diagram



## 【システムダイアグラム(System Diagram)】

システムダイアグラム表示の On/Off の設定が可能です。

View → System Diagram または  のボタンで表示の切り替えが可能です。

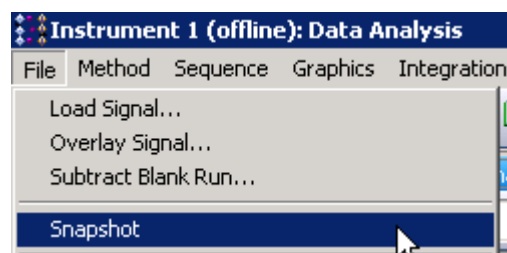


## 【スナップショット(Snapshot)】

分析中に、それまでに採取したデータを抽出してデータ解析を行うことが可能です。スナップショットは **Offline** より行います。

目的の分析時間が経過した時点で、**Offline** の **Data Analysis** の画面の **File** → **Snapshot** を選択します。

スナップショットを繰り返すと、データは上書きされます。





---

スナップショットのデータも、他のエレクトロフェログラムとの重ねがきや積分などの解析を行うことが可能です。

---

## 第4章 シーケンス分析を始める前に

シーケンス(Sequence)とは、

「何番のバイアルを」 「どのメソッドで」 「何回」

「何番のバイアルを」 「どのメソッドで」 「何回」

.....

のように、複数のサンプルをサンプル毎に指定したメソッドに従って、連続自動分析を行うためのプログラムです。シーケンス分析を行うためには、シーケンステンプレートを設定する必要があります。

シーケンス分析を行うようになると、効率的に多数の分析データが得られるようになります。そのため、その後続くデータ解析やデータ管理の運用方針をあらかじめ定めておくことを推奨します。本章では、それらの管理方法について紹介します。

---

#### 4-1. シーケンスコンテナ、メソッドの概念

ChemStation ではデータファイルとメソッド間の統合性を強化するために、新しいデータ管理基本構造であるシーケンスコンテナを搭載しています。シーケンスコンテナを使用することにより、便利なデータ管理と、一括再解析による一貫性のあるデータ処理とレポート出力が可能となります。

データ採取時にシーケンスコンテナを使用する／しないの設定は、ChemStation の「シーケンスプレファレンス」でユニークなフォルダ作成をオン/オフで選択します。また、現在どちらの設定になっているかを確認するには、4-4 節の「シーケンスプレファレンスの設定」を参照して下さい。

4-1~4-3 節で、シーケンスコンテナの概念とそれに関連したデータと解析メソッドの管理について説明します。大きく分けて 3 つの管理パターンが存在しますので、それぞれの利点と注意点をまとめました。

シーケンスコンテナの操作方法の詳細については、別冊の“新しいケミステーション ワークフロー (Publication Number : G2170-96041) を参照ください

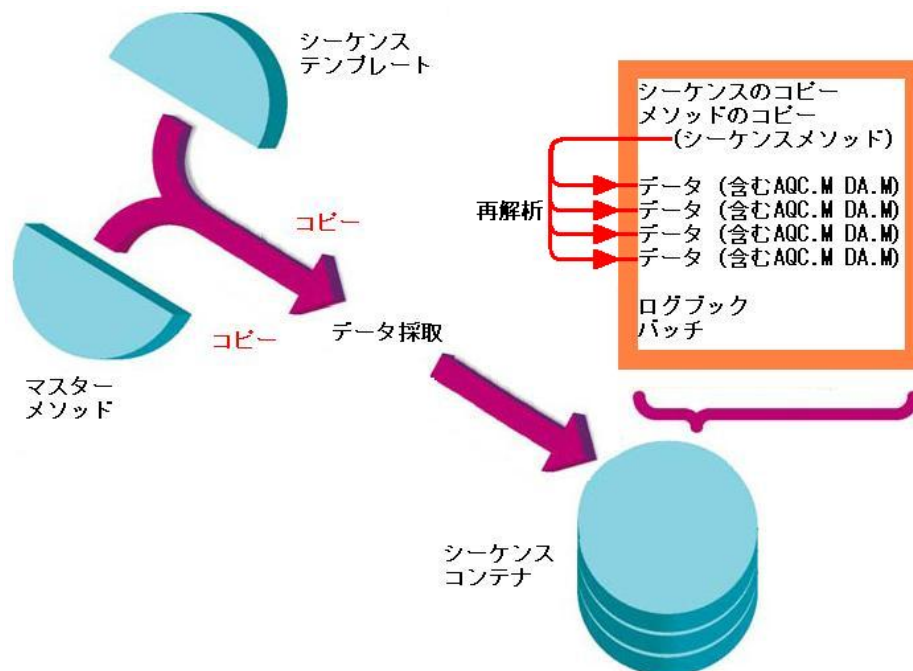


図 シーケンスコンテナの概念図

マスターメソッド：フォルダ Chem32¥1¥methods¥CE (Default 設定) 内のメソッドはマスターメソッドとなります。

これは、取り込み中とデータ解析中は変更されません。

シーケンステンプレート：フォルダ Chem32¥1¥sequence (Default 設定) 内のシーケンスはシーケンステンプレートとなります。

---

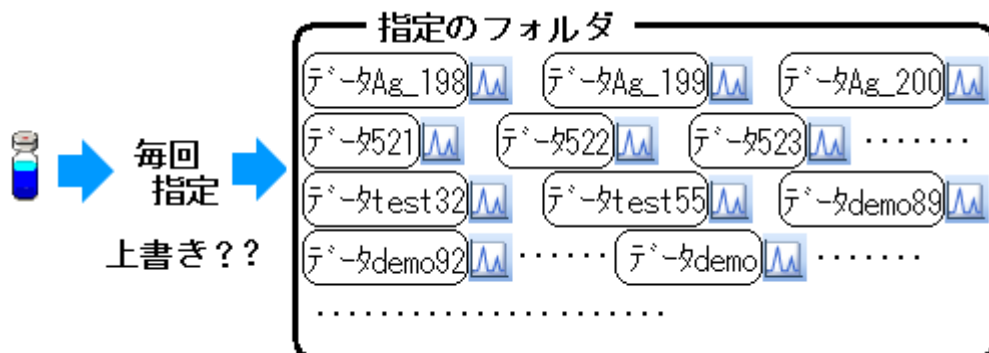
## 4-2. データ保管のパターン

連続自動分析されたデータの保存パターンはシングルサンプル分析かシーケンス分析かによって異なります。また、シーケンス分析においても、ユニークなフォルダをオンにするか、或いはオフにするかでデータ保存パターンは異なります。それぞれの特徴を下記に示します。

### 4-2-1. シングルサンプルの分析の場合

指定したサブディレクトリの下に、分析を1回行うごとに1つのデータファイル (\*.d) が保存されます。同じ名前でデータファイルを上書きしてしまわないように、毎回別のデータファイル名を指定する必要があります。

第3章の「シングルサンプル分析」を行った場合の操作がこれに相当します。



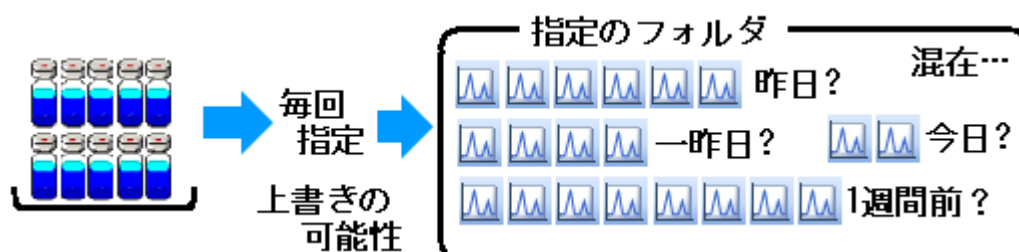
---

#### 4-2-2. シーケンスデータ採取（ユニークなフォルダをオフにする場合）

（シーケンスコンテナ無しの場合）：

指定したサブディレクトリの下にデータファイル（\*.d）が保存されます。

サブディレクトリ内に同じデータファイル名が存在する場合、データは上書きされます。このため、以前に作成したシーケンステンプレートから分析を実行する場合、分析前に別のサブディレクトリを指定する必要があります。

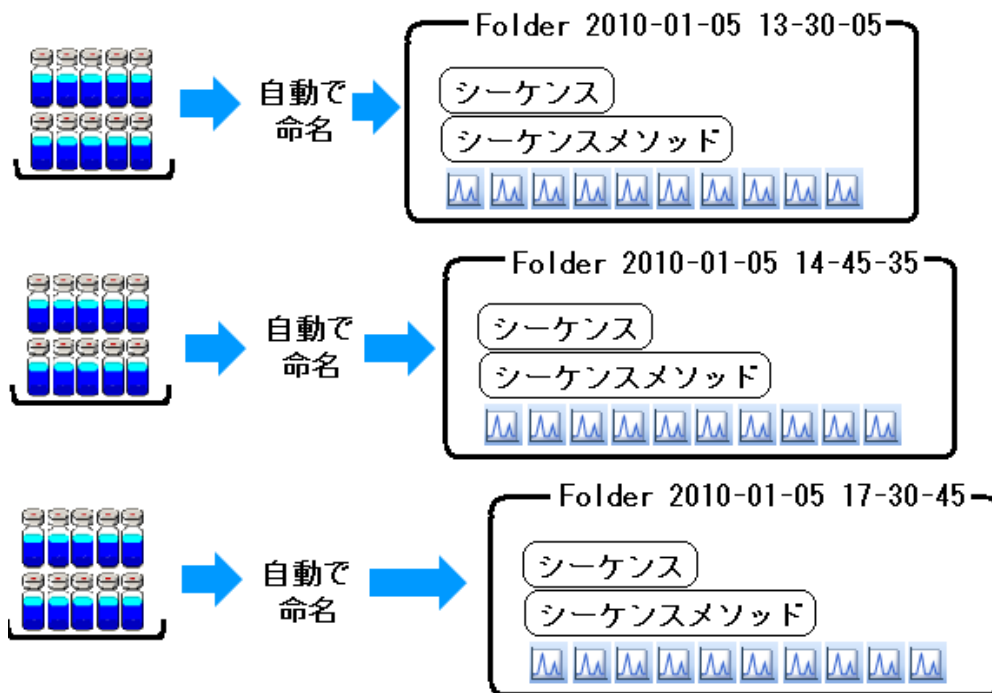


#### 4-2-3. シーケンスデータ採取（ユニークなフォルダをオンにする場合）

（シーケンスコンテナ有りの場合）：

指定したサブディレクトリの下に新しいフォルダ（シーケンスコンテナ）が自動的に作成され、その下にデータファイル（\*.d）等が保存されます。

シーケンスコンテナ名は、設定に従って自動的に特有のサブディレクトリ名がつきます。



シーケンスコンテナに格納される主なファイルを次に挙げます。

- 取り込まれたデータファイル
- 実行したシーケンステンプレート (\*.s) のコピー
- シーケンスで使用する全メソッド (\*.m) のコピー (→シーケンスメソッドと呼びます)

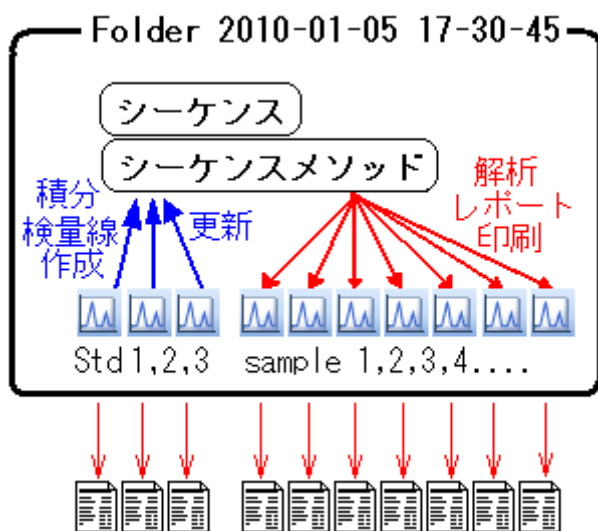
その他には、バッチファイル (\*.b) やシーケンスログファイル (\*.log) も共に保存されます。

---

シーケンスコンテナ内のデータの解析を行う場合、シーケンスコンテナ内のシーケンスメソッドを編集して、積分条件や検量線の更新等を行います。更新されたシーケンスメソッドを再び同じコンテナ内に保存します。

この操作により、その解析メソッド(=シーケンスメソッド)を採取データと同じシーケンスコンテナ内で管理することができます。

そのため、シーケンス関連タスク(データ再解析など)を実行しても、おおもとのファイルであるシーケンスプレートとマスターメソッドは影響を受けません。



シーケンスコンテナ内で検量線を作成し定量するイメージ図



---

4-2-3 節で紹介した、シーケンスデータ採取においてユニークなフォルダをオンにする（シーケンスコンテナを使用する）利点を下記にまとめます。

- **一連のデータ**、連続解析に使用する（シーケンスメソッド）及びシーケンスが一括して**1つのフォルダに格納されるため、管理しやすい。**
- シーケンスコンテナ名に時刻を入れられるので、**上書き防止**になる。
- 再解析は、シーケンスコンテナ内のみで行われる。（**他に影響を与えない**）
- マスターメソッドは、データ取り込み用の設定だけになる。

マスターメソッドに解析用の設定（積分条件、検量線の設定など）を混在させなくてよい。

---

### 4-3. データと解析メソッドの管理方法

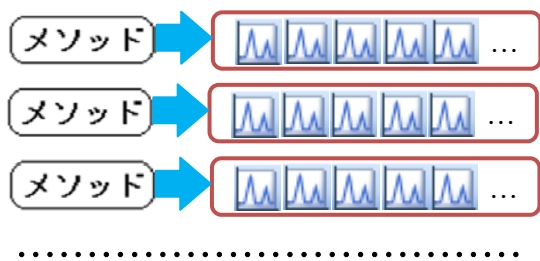
ChemStation のメソッドの構成は 2-1 節の通り、装置／データ採取条件の設定の他に、データ解析の設定の項目も含まれます。採取したデータを解析する条件（Data Analysis：フェログラムの表示、積分、検量線、レポート形式など）もメソッドとして保管します。

ここでは、データ解析のために編集したメソッドをどのように管理するか例を挙げます。データと解析メソッドの管理方針の参考にして下さい。

なお、データ解析の詳細については、第 5 章で説明します。

データと解析メソッドの保管方法の例として次の 3 通りが挙げられます。

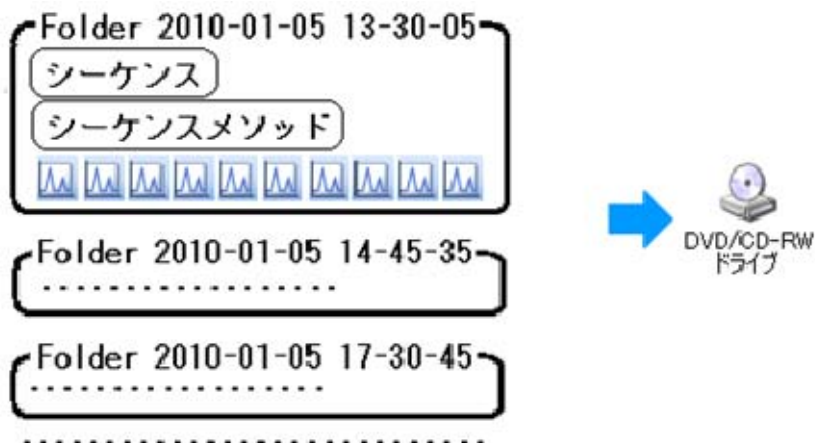
#### ① データと解析メソッドを常に組にして管理する



メソッドの保管場所やメソッド名の付け方にルールが必要となり、ファイルの管理がやや煩雑になります。

シングルサンプル分析(4-2-1 項)と、ユニークなフォルダ作成オフ(シーケンスコンテナなし)のシーケンス分析(4-2-2 項)を行った場合、これに相当します。

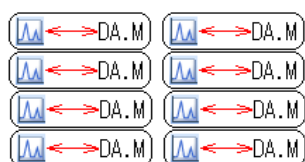
② シーケンスコンテナ内で一括管理する。



一連のデータとその解析メソッドを1つのフォルダ内で一括管理できるため、シーケンスコンテナごと外部記録メディアにバックアップを取ることができます。

ユニークなフォルダ作成オン(シーケンスコンテナあり)のシーケンス分析(4-2-3 項)を行った場合、これに相当します。この管理方法を採用するには、4-4 節の「シーケンスプレファレンスの設定」で「ユニークなフォルダをオンにする(シーケンスコンテナをオンにする)」設定(4-4-1 項)が必要となります。

③ 常に各データ内の DA.M を使用する



解析操作(シーケンス再解析)を行った場合、DA.M が意図しない変更を受ける恐れがあります。

DA.M の設定や管理がやや煩雑になります。

シングルサンプル分析(4-2-1 項)と、ユニークなフォルダ作成オン(シーケンスコンテナあり)のシーケンス分析(4-2-3 項)を行った場合、個々のデータファイル内に分析時に利用したメソッドのコピー(ACQ.M と DA.M の 2 つ)が含まれるようになります。

---

<注意>

ユニークなフォルダ作成オフ(シーケンスコンテナなし)の条件(4-2-2 項)では、ACQ.M と DA.M のいずれもデータファイルに含まれません。

**【ACQ.M と DA.M について】**

ACQ.M と DA.M の解説は次の通りです。



- ACQ.M → 取り込みに使用された装置のメソッド。(読み取り専用)  
データ採取部分が完了した後に直接保存されます。  
後で採取時のメソッドの設定内容を確認できます。
- DA.M → 解析部分のメソッド。  
取り込み時のデータ解析部分が完了した後に初めて保存されます。  
また、シーケンス再解析で変更を受けます。  
必ずしもマスターメソッドと同じではありません。
- DA.M は、各データにそれぞれ別の解析メソッドを適用したい場合に便利です。データフォルダ内にいつも存在しているからです。
- ユニークなフォルダをオンにする場合は、各 DA.M に関して操作せず、コンテナ内のシーケンスメソッドでも解析できます。

---

## 4-4. シーケンスプレファレンス (Sequence Preference) の設定

シーケンス分析を開始する前に、シーケンスプレファレンスで次の設定を行います。

- 1、 シーケンスコンテナの設定 (4-4-1 項) (分析前に設定必須)
  - ・ユニークなフォルダのオン/オフの設定
  - ・自動作成されるシーケンスコンテナ名の設定
- 2、 メソッド/シーケンス/データ保存パスの設定 (4-4-2 項) (任意)
- 3、 シグナル/レビュー オプションの設定 (分析前の設定不要)

データ解析時に注意 (ここでは述べません。詳細は 7-0 節を参照ください)

### 4-4-1. ユニークなフォルダのオン/オフの設定 (必須)

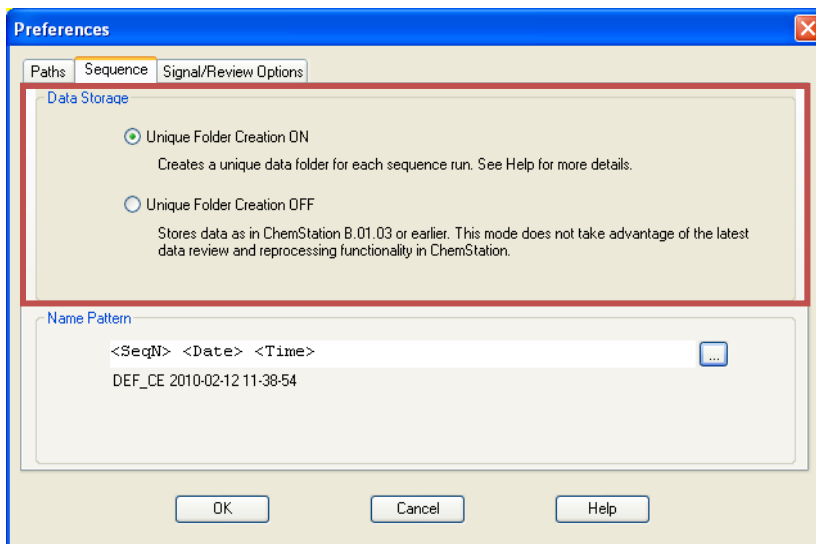
シーケンスコンテナの設定によって、データを保存するフォルダ構成が異なります。

詳細は 4-1 節「シーケンスコンテナ、メソッドの概念」を参照ください。

メニューの View → Preference から Sequence タブを選択します。

(Preference がみつからない場合は、View → Full Menu を一度クリックしてメニュー項目を表示させます。)

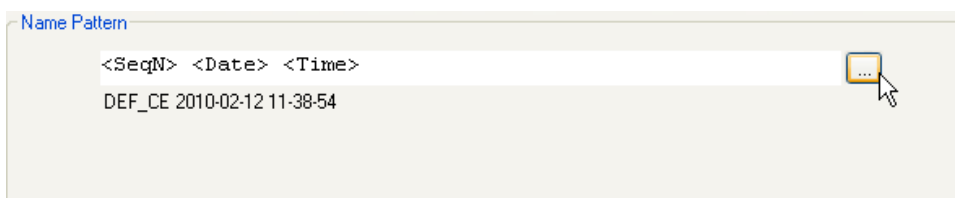
ユニークなフォルダ作成のオン/オフを切り替えられます。



注意：このユニークなフォルダのオン/オフ（シーケンスコンテナをオン/オフにする）設定はシーケンステンプレートの内容として保管されません。もし、用途に合わせて日常的に切り替える場合には、意図しないフォルダへのデータの保存を避けるため、分析を開始する前に、必ず「ユニークなフォルダ」のオン/オフを確認してください。

（例：日付時刻ごとに新しくコンテナが作られるはずが、  
ユニークなフォルダ作成がオフだったため、シーケンスパラメータ項目で  
設定した別のフォルダに保存されてしまう、といったことを防ぎます）

#### 【自動作成されるシーケンスコンテナ名の設定】



---

名前のパターンを設定します。

右端のボタンをクリックすると項目選択メニューが表示されるので、その中から項目をクリックします。

デフォルトの設定は<SeqN> <Date> <Time>になっています。

<Date>	Date
<Time>	Time
<User>	Operator Name
<Inst>	Instrument Name
<SeqN>	Sequence Name
<Num#>	Counter
<Comp>	Computer Name

注意：シーケンス名のパターンを設定する際、

シーケンス名が 40 文字を超えないように設定してください。

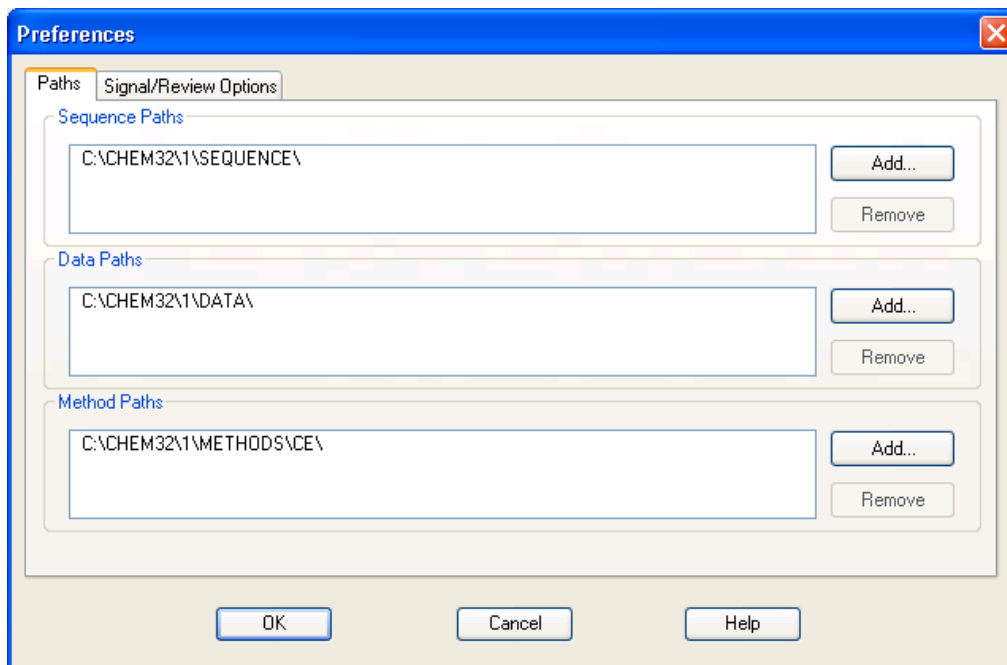
また、以下の文字は、シーケンス名、ファイル名、ディレクトリ名には含めません。

• < > : " / ¥ | @ % \* ? ' & 空白（スペース）など。

#### 4-4-2. メソッド/シーケンス/データ保存パスの設定（任意）

必要に応じて、各ファイル保存先のパスを複数設定することが可能です。

View → Preference



**Add**キーを押して、保存したい先のパス名を選択してください。選択するパスは、予め、Explorer等で作成しておく必要があります。

注意：各ファイルのデフォルトパス（C:\Chem32\1\SEQUENCE\、  
C:\Chem32\1\DATA\、C:\Chem32\1\METHODS\CE）は削除できません。

注意：すでに登録されたパスのさらに下の階層のディレクトリを追加することは  
できません。



---

## 第5章 シーケンス分析

シーケンスとは、

「何番のバイアルを」 「どのメソッドで」 「何回」

「何番のバイアルを」 「どのメソッドで」 「何回」

.....

のように、複数のサンプルをサンプル毎に指定したメソッドに従って、連続自動分析を行うためのプログラムです。

シーケンスを行うためにはシーケンステンプレート (Sequence Template) を設定する必要があります。シーケンステンプレートは以下の内容が含まれます。

- シーケンス パラメータ (Sequence Parameters)

データファイル保存場所 (サブディレクトリ) の指定などを行います。

- シーケンステーブル (Sequence Table)

実行メソッドとバイアル番号の設定

リキャリブレーション (再解析) の設定

サンプル名などの設定

(Sequence Preference はシーケンステンプレートに含まれません)

シーケンステンプレートもメソッドと同様、読み込み、保存、印刷などができます。

Load Sequence : シーケンステンプレートを読み出す

Save Sequence As... : シーケンステンプレートに名前を付けて保存

Save Sequence : シーケンステンプレートを上書き保存する

Print Sequence : シーケンステンプレートの内容を印刷する

シーケンステンプレートは「\*.S」フォルダとして保存されます。

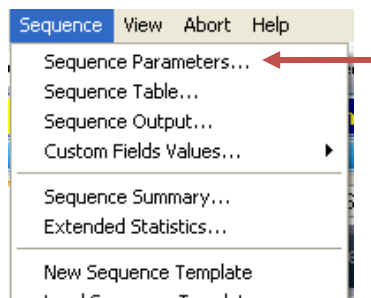
## 5-1. シーケンスパラメータ (Sequence Parameters) の設定

メニューから

**Sequence** → **Sequence parameters**

を選択します。

シーケンスパラメータの設定画面が表示されます。



The 'Sequence Parameters: Instrument 1' dialog box is shown with several numbered callouts:

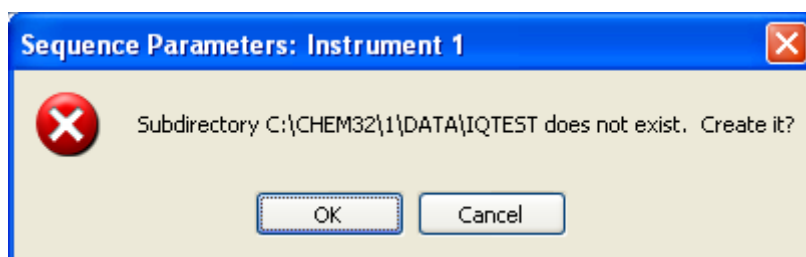
- ① Operator Name: Agilent
- ② Data File section: Path: C:\Chem32\1\DATA\, Subdirectory: IQTEST. Radio buttons for Auto (selected) and Prefix/Counter. Prefix: SIG1, Counter: 000001.
- ③ Part of methods to run: According to Runtime Checklist. Use Sequence Table Information: unchecked. Wait: 0 minutes after loading a new method.
- ④ Shutdown section: Post-Sequence Command/Macro: checked. Not Ready Timeout: 0 minutes.
- ⑤ Sequence Comment: (empty text area)

Buttons at the bottom: OK, Cancel, Help.

- 
- ① **Operator Name**（オペレータ名）：オペレータの名前を入力します。
- ② **Data File**（データファイル名）：データファイル名と保存先サブディレクトリを設定します。

**Path**：サブディレクトリ名（Subdirectory）を設定します。

補足：新しいサブディレクトリ名を設定後、下図のような“Subdirectory C:\CHEM32\1\DATA\IQTEST does not exist. Create it?（サブディレクトリ\*\*\*は存在しません。作りますか？）”という画面が表示されます。**OK** をクリックし、必ずディレクトリを作成してください。



データファイル名の設定は以下の通りです。シーケンステーブルでデータファイル名を設定している場合はシーケンステーブルでの設定名が優先されます。

- **Auto**：バイアル番号、シーケンスライン、注入回数から自動的に設定されます。

例： 001 - 02 03 .D  
          ↑          ↑          ↑  
      [バイアル番号]—[シーケンスライン][注入回数]

- **Prefix/Counter**：プレフィックス+カウンタ(数字) で構成されます。

最大合計で **15** 文字の名前が付けられます。

例：プレフィックス部分+カウンタ部分（最大 6 桁）    TEST 000001.D

---

③ Part of Method to Run (メソッド実行部分) : メソッドのどの部分を実行するか設定します。

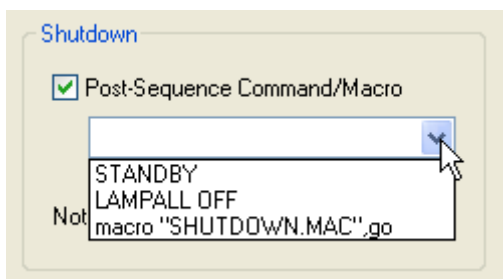
- According to Runtime Checklist (ランタイムチェックリストに従う) : メソッドの中で指定したランタイムチェックリストどおりに実行します。
- Data Acquisition (データ取り込みのみ) : データ取り込みのみを実行します。
- (オフラインソフトのみ有効)

Reprocessing Only (データ解析のみ) : データ再解析のみを実行します。

メソッドの構成は 2-1 節を参照してください。

④ Shut Down : シーケンス終了後に装置を OFF にしたい場合、この項目を設定します。

シーケンス終了後 CE のランプを消す場合には Post-Sequence Command/Macro にチェックを入れ、矢印を押して、Shut down を選択します。(シーケンス終了後にマクロを実行する場合もこの項目を設定します)



⑤ Sequence Comment : コメントがあれば入力します。

設定が完了したら **OK** をクリックします。

---

## 5-2. シーケンステーブル (Sequence Table) の設定

シーケンスには以下の内容が含まれます。

- ・シーケンステーブル (Sequence Table)  
: 実行メソッド, バイアル番号等の設定を行います。
- ・シーケンスパラメータ (Sequence Parameters)  
: データの保存場所 (ディレクトリ) の指定などを行います。

メソッド&ランコントロール画面左上の3本のバイアルのアイコンをクリックします。



画面の GUI が、シーケンス実行用に変化します。

メニューから

Sequence → New Sequence

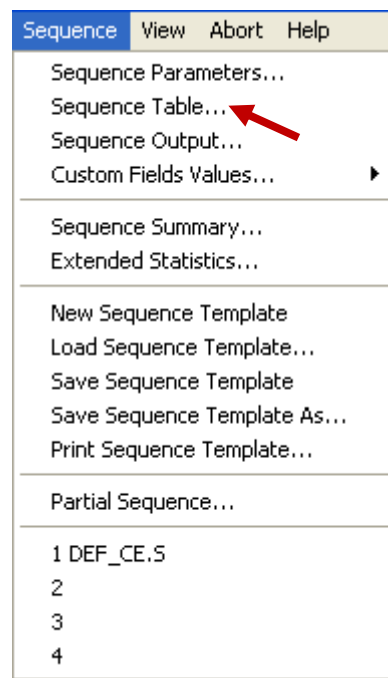
を選択して新規テンプレート (DEF\_CE.S) を読み込みます。

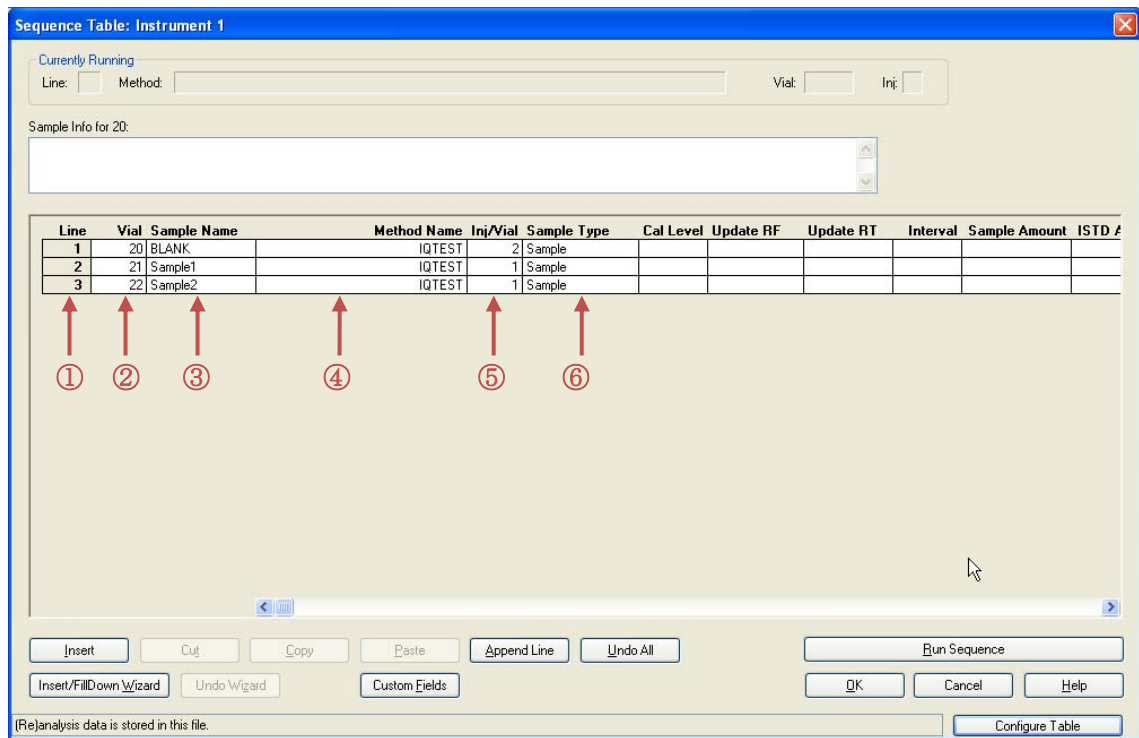
Sequence → Sequence table

を選択しシーケンステーブルを表示します。

テーブルに分析する順番にサンプルの詳細を入力します。

入力後  をクリックします。





- ① **Line** : シーケンスライン番号で自動的に付きます。
- ② **Vial** : 分析を行うサンプルのバイアル番号を入力します。
- ③ **Sample Name** : サンプル名。入力しなくても分析できます。
- ④ **Method Name** : 矢印を押すと、保存されているメソッドファイル名が表示されます。使用するメソッドファイル名を選択します。（直接入力も可）
- ⑤ **Inj / Vial** : 1 バイアル毎の注入回数を入力します。
- ⑥ **Sample Type** : 通常の分析ではサンプル(Sample)にしておきます。

必要に応じてシーケンスのテーブル下のバーを用いてテーブルを右側にスライドして項目を入力します。

Line	Vial	Sample Name	Multiplier	Dilution	Datafile	Voltage	Stoptime	User 1	User 2	User 3	User 4	User 5	U
1	20	BLANK			BNK								
2	21	Sample1		50	SMP1		15						
3	22	Sample2		100	SMP2	30							

⑦      ⑧      ⑨      ⑩      User1~10

⑦ **Dilution** : サンプル希釈率を入力します。定量値は希釈後サンプルの定量値×**Dilution** の値となります。入力しなくても分析できます。

⑧ **Data File** : データファイル名を入力します。入力しなくても分析できます。(入力しない場合はバイアル番号、シーケンスライン、注入回数から自動的に設定されます)

⑨ **Voltage** : メソッドで設定した **Voltage** 以外の電圧で分析を行う場合、この欄に入力すると、そのラインのみ入力した電圧での分析が可能です。通常は設定不要です。

⑩ **Stop time** : メソッドで設定した Stop time 以外の時間分析を行う場合、この欄に入力すると、そのラインのみ入力した時間での分析が可能です。通常は設定不要です。

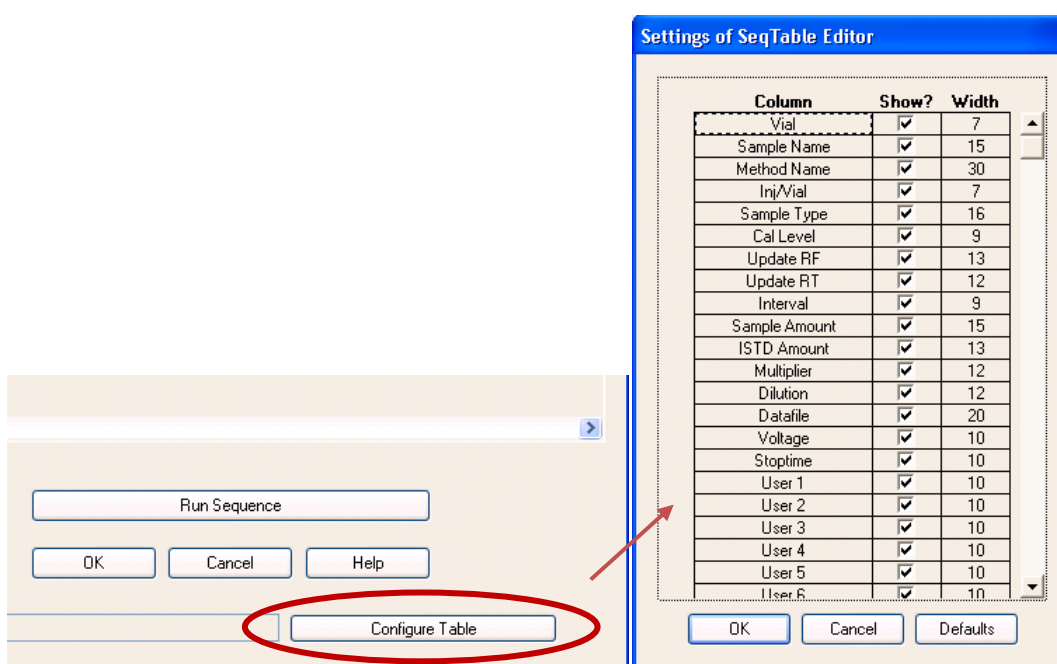
※**User1~User10** : そのラインで使用するユーザーバイアルバイアル番号を入力します。メソッドで **User vial** 機能を使用している場合は必ず入力が必要です。ユーザーバイアル機能の詳細は次項で設定します。

---

<ヒント：シーケンステーブルの表示変更>

シーケンステーブル画面右下にある **Configuration Table** をクリックするとシーケンステーブルの表示項目と表示幅を設定することができます。

普段使用する項目だけを選択しておく、シーケンステーブルの画面表示を簡素化できます。

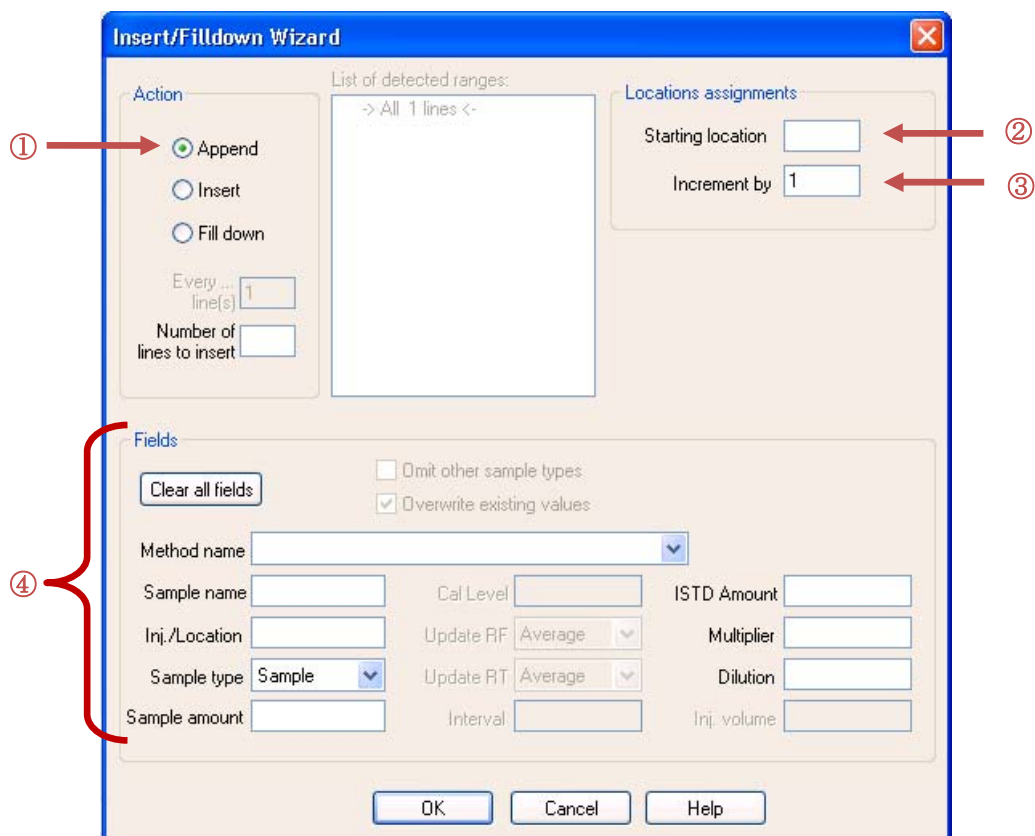


<ヒント：シーケンステーブルのウィザード>

連続するバイアルで同じメソッドを設定する場合、以下の機能を使用すると入力が簡単です。

シーケンステーブル画面左下にある **Insert/FillDown Wizard** をクリックします。次の画面が表示されます。





- ① **Action** : シーケンスの行を追加する場合は **Append**、新規作成の場合は **Insert** を選択します。
- ② **Starting location** : 同じ条件を使用するバイアルの開始位置を入力します。
- ③ **Increment by** : いくつずつサンプル番号を増加させるか設定します。
- ④ **Fields** : **Method name** (メソッド名)、**Sample type** (サンプルタイプ) を選択します。**Inj/Location** に 1 バイアル毎の注入回数を入力します。その他、**Sample name** (サンプル名)、**Dilution** (希釈率) 等は任意で入力します。
- ⑤ **OK** をクリックすると、テーブルに行が挿入されます。

---

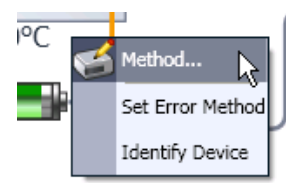
### 5-3. ユーザーバイアル (User Vial) 機能を用いたシーケンス分析

ChemStation のユーザーバイアル (User Vial) 機能を用いることによって、通常はメソッドで設定する「Inlet Home Vial」「Outlet Home Vial」等のバイアル番号をシーケンスの行ごとに設定が可能です。

たとえば「10 回の分析ごとに Flush、Inlet/Outlet Home に使用するバイアルの番号を変更したい」場合、User Vial 機能を使用しない場合は、バイアル番号を変更するごとに別のメソッドの作成が必要ですが、User Vial 機能を使用すると、シーケンステーブル上でバイアル番号を指定することにより一つのメソッドで分析することができます。

CE メソッドの機器設定を開きます。

(Instrument control 画面にて右クリックし「Method」を選択します。)

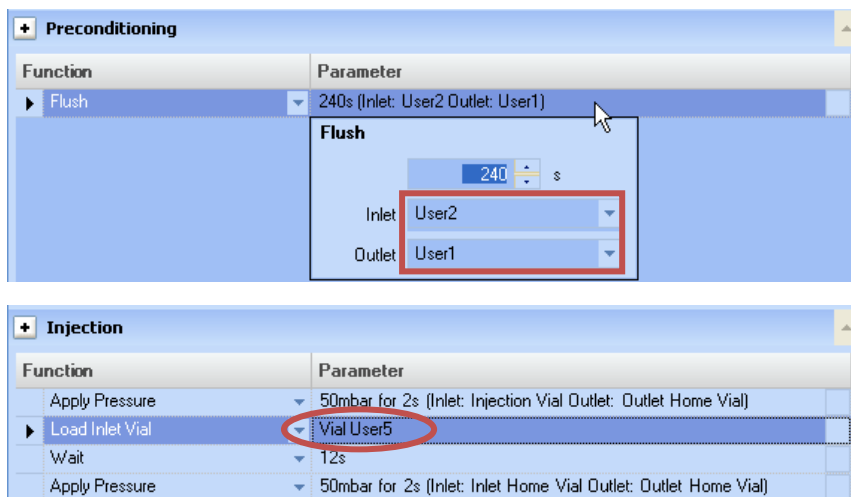


ユーザーバイアル機能を使用するには、CE メソッドの機器設定で、バイアル番号に User1~User10 を指定します。

(例 1 : Inlet Home、Outlet Home バイアルの設定)

バイアルの▼をクリックしてプルダウンより User1 ~ User10 を選択します。

(例 2 : Preconditioning、Injection の設定)



設定が終了したら **OK** をクリックし、メソッドを保存します。

Sequence Table を開き、User Vial を使用したメソッドを指定します。

メソッドの User Vial に対応するバイアル番号を User1~User 10 に入力します。

The screenshot shows the 'Sequence Table: Instrument 1' window. It has a 'Currently Running' section with fields for Line, Method, Vial, and Inj. Below that is a 'Sample Info for 20:' section with a scrollable area. At the bottom is a table with the following data:

Line	Vial	Sample Name	Stoptime	User 1	User 2	User 3	User 4	User 5	User 6	User 7	User 8	User 9	User 10
1	20	BLANK		1	5	6	7	48					
2	21	Sample1		2	8	9	10	48					
3	22	Sample2		2	8	9	10	48					

A red box highlights the User 1 to User 5 columns for the first three rows.

シーケンス分析をスタートします。上記のように User1~User5 を設定した場合、同じ分析メソッドのまま、シーケンスの 1 行目と 2、3 行目の分析で使用するバイアル番号のみが変わります。

メソッドで設定した User Vial を設定した場合は、必ず Sequence Table の User にバイアル番号を入力してください。(入力されていない場合その行の分析はスキップされます)

---

## 5-4. シーケンスファイルの保存 (Save Sequence)

シーケンスファイルを保存します。

上書きする場合はメニューから

**Sequence→Save Sequence**

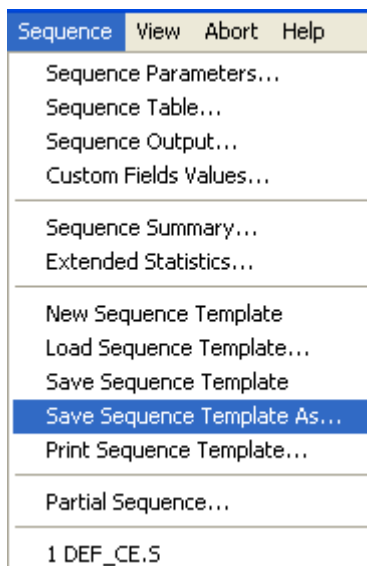
を選択するか、右図のアイコンをクリックします。



新しく名前を付けて保存する場合には、メニューから

**Sequence→Save Sequence As**

を選択します。

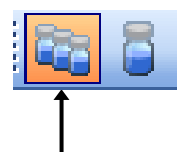


## 5-5. シーケンスの実行 (Run Sequence)

シーケンスを実行するとシーケンスの最初の行のメソッドが読み込まれます。そのため、シーケンス実行前に、シーケンスで最初に使用するメソッドを読み込んでおくと、シーケンス開始後のメソッド読み込み時に、キャピラリー温度の変化等がありませんので、すぐにシーケンスを開始できます。

3本のバイアルのアイコンをクリックします。

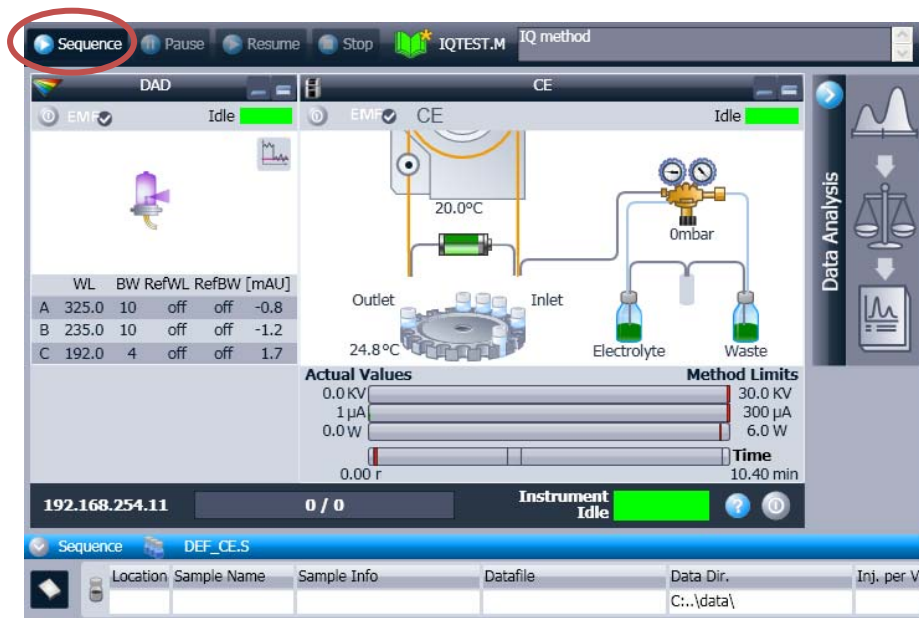
画面の GUI がシーケンスモードになります。



装置が **Idle** 状態 (緑色のステータス) になっていることを確認し、下図の「**Sequence**」ボタンをクリック、またはメニューバーから

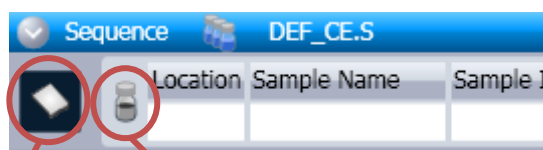
**Run Control** → **Run Sequence**

を実行します。

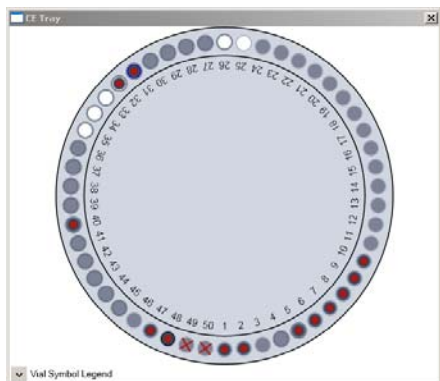


<ヒント：シーケンスステータス画面からのショートカットアクセス>

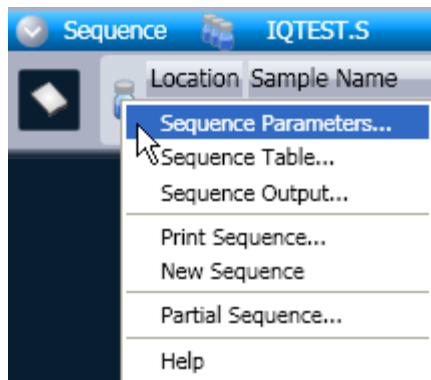
シーケンスのステータス画面から、Sequence Parameters、Sequence Table、CE Tray（バイアルトレイ）画面にアクセスすることができます。（下図参照）



トレイのグラフィックを右クリックすると CE Tray ウィンドウの表示/非表示を切り替えられます。



バイアルのグラフィックを左クリックすると Sequence Table 表示、右クリックすると Sequence メニュー（一部）表示ができます。



CE Tray の赤色の部分はバイアルが置かれている場所、白色の部分は Sequence Table では設定されているがバイアルが置かれていない場所です。

---

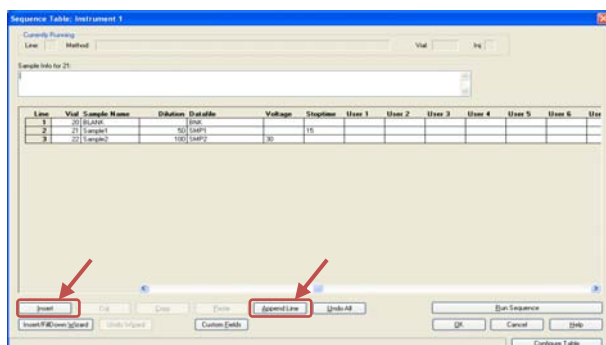
### <ヒント：サンプルの追加／分析順序の変更>

シーケンス実行中に、予定していなかったサンプルを追加で分析したい場合、またはサンプルの分析順序を変更したい場合は、シーケンスを中断させずに現在のシーケンスを編集することができます。

シーケンス実行中でもメニューの

#### Sequence → Sequence Table

を選択して、シーケンステーブルを編集します。追加したいサンプルは、サンプルトレイドアを開けて、トレイに置きます。



シーケンステーブルを編集する際は **Insert**（選択した行の上に行を挿入する）や **Append Line**（選択した行の下に行を追加する）ボタンが便利です。

すでに分析が行われている行はロックされ編集できません。

### <<必ずお読みください>>

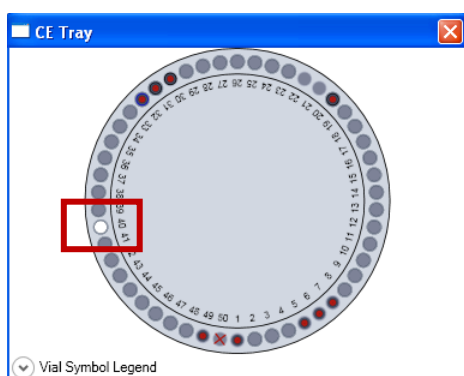
- ※ 電圧印加中でもサンプルトレイドアは開けられます（ドアを開けても分析中のデータに影響はありません）。ただし、注入動作中等でトレイが高速に回転している場合は、回転が終了するのを待ってサンプルトレイドアを開けてください。
- ※ バイアルが重複（上にあがっているバイアルの番号に、サンプルバイアルを追加）しないようご注意ください。
- ※ バイアルを置いた後、サンプルトレイドアを確実に閉めてください。 ドアを閉め忘れると「Not Ready」状態が続き、分析が先に進みません。
- ※ 追加したバイアルがサンプリングダイアグラム（CE Tray ウィンドウ）で認識されたことを必ず確認して下さい。 認識されないと、「バイアルがない」と判断され、分析がスキップされます。

---

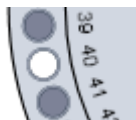
Agilent 7100 CE には、バイアルセンサーが搭載されています。サンプルトレイが自転する際に、バイアルセンサーはトレイ上に置かれたバイアルを認識し、サンプリングダイアグラム（CE Tray ウィンドウ）上に表示される情報を更新します。

<例>

- ・ 追加した 40 番のバイアルが認識されていない状態

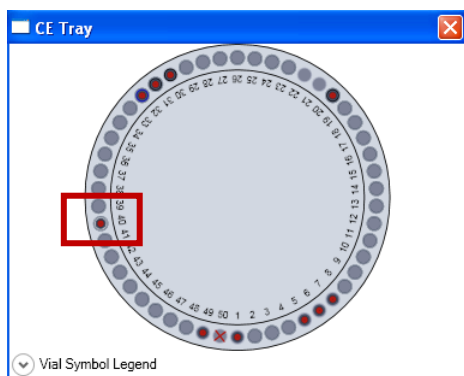


↓ 40 番の位置が 白色 になっています。

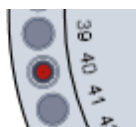


この場合、  
40 番のサンプルは スキップ され、分析されません。

- ・ 追加した 40 番のバイアルが認識された状態



↓ 40 番の位置が 赤色 になっています。



40 番のサンプルは 分析 されます。



---

<ヒント：ポストシーケンス設定の変更>

シーケンス実行中にも、ポストシーケンスの設定を変更することが可能です。

メニューの

**Sequence** → **Sequence Parameters**

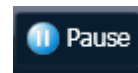
を選択し、ポストシーケンスの設定を変更します。

## 5-6. シーケンスの一時停止

実行中のシーケンスの一時停止／中止など操作は以下の通りです。

- 現在のランを最後までデータを採取して、  
次のサンプルの分析の手前で一時停止させたい場合

→メニューの **Run Control** → **Pause Sequence**



またはステータス画面の **Pause** を選択します。

ChemStation のステータスは「Pause」になり、は機器のステータスは現在の分析終了後に Ready 状態で待機します。

再開するには、

メニューの **Run Control** → **Resume Sequence**



またはステータス画面の **Resume** を選択します。

- 
- 現在のランを直ちに終了させて、  
次以降のシーケンス分析を実施しない場合（停止）

→メニューの **Run Control** → **Stop Run** を選択します。

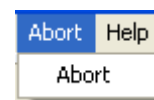


現在のランが直ちに終わり、ここまでのデータは採取、保存されます。

機器のステータスは **Idle** 状態、**ChemStation** のステータスは **Ready** 状態になります。

- 現在のランを直ちに中断させて、  
次以降のシーケンス分析を実施しない場合（中断）

→メニューの **Abort** → **Abort** を選びます。



現在のランが直ちに終わり、ここまでのデータは採取、保存されます。

データ採取後のアクション（解析、レポート出力等）は行われません。

機器のステータスは **Idle** 状態、**ChemStation** のステータスは **Ready** 状態になります。

---

## 第6章 データ解析

### ー シングルサンプル分析

### 及び ユニークなフォルダ作成（シーケンスコンテナ）をオフにした場合 ー

データ解析は「Data Analysis（データ解析）画面」で行います。データ解析とは、メソッドの解析部分の編集です。捜査を始める前にどのメソッドを編集しているのかを必ず確認して下さい。オフラインソフトの解析画面での実施を推奨します。

本章では、

- ・ シングルサンプル分析
- ・ ユニークなフォルダ（シーケンスコンテナ）オフ

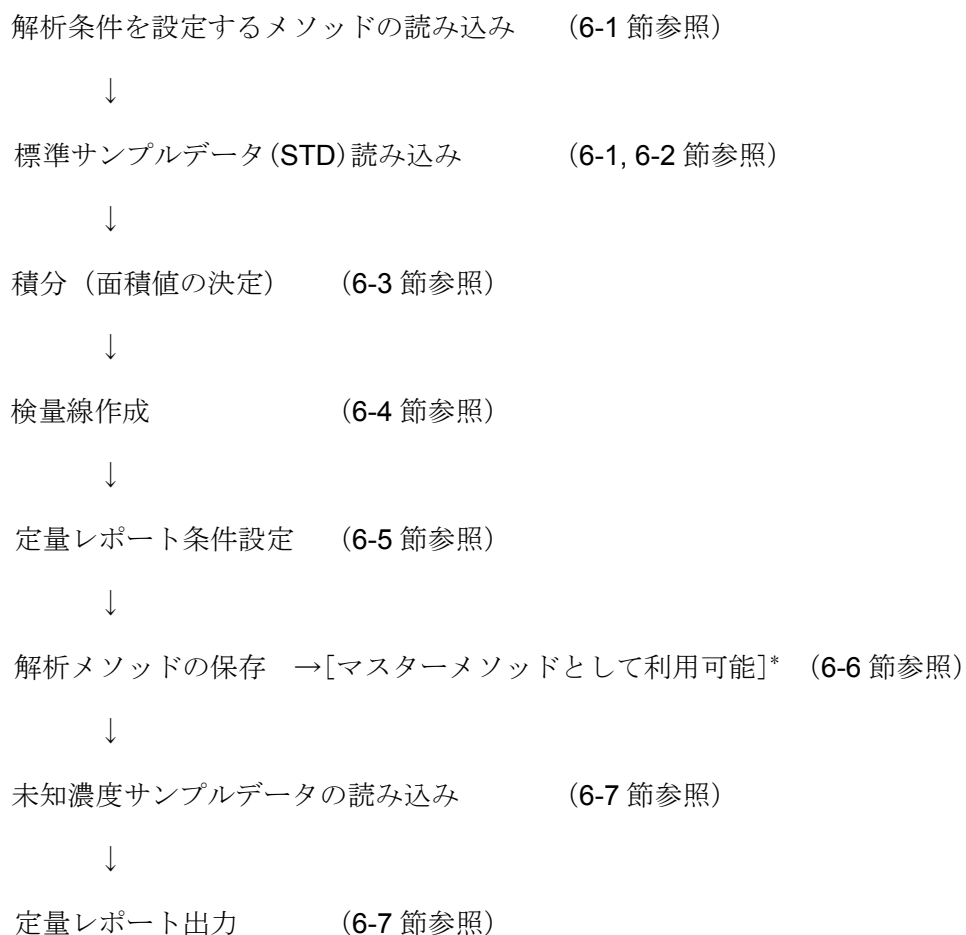
の設定で採取したデータを解析する場合について説明します。

ユニークなフォルダ(シーケンスコンテナ)オンの場合については、第7章を参照ください。

データ解析の詳細については、別冊の「新しいケミステーション ワークフロー入門」(G2170-96043)を参照ください。

---

データ解析の流れは以下の通りです。



#### <ヒント>

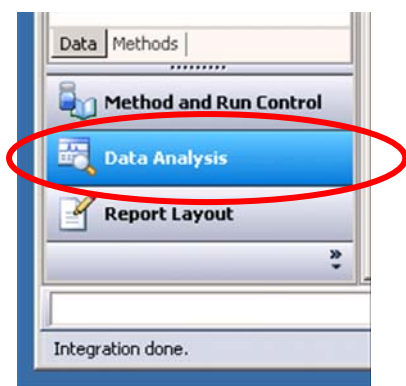
取り込みメソッドの解析部分を編集すると、マスターメソッドとして扱うことができます。

#### <注意>

オンラインソフトで現在使用中のメソッドを編集する場合、上書き保存ができません。一旦別名で保存するか、オンラインソフトがプレランかスタンバイ中に編集する方法もあります

---

オフラインソフトのデータ解析のナビゲーションボタンをクリックします。  
データ解析（Data Analysis）を選択します。



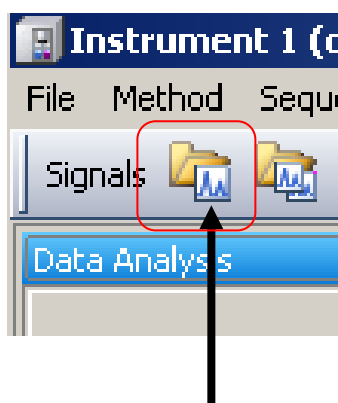
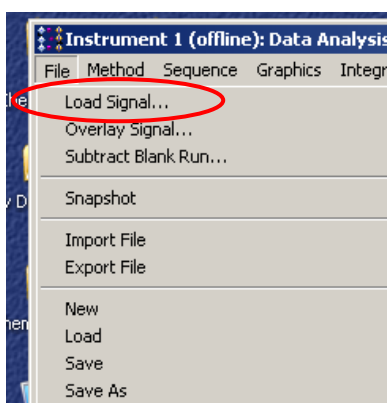
## 6-1. フェログラムの呼び出しと表示

解析に用いるメソッドファイルを読み込みます。

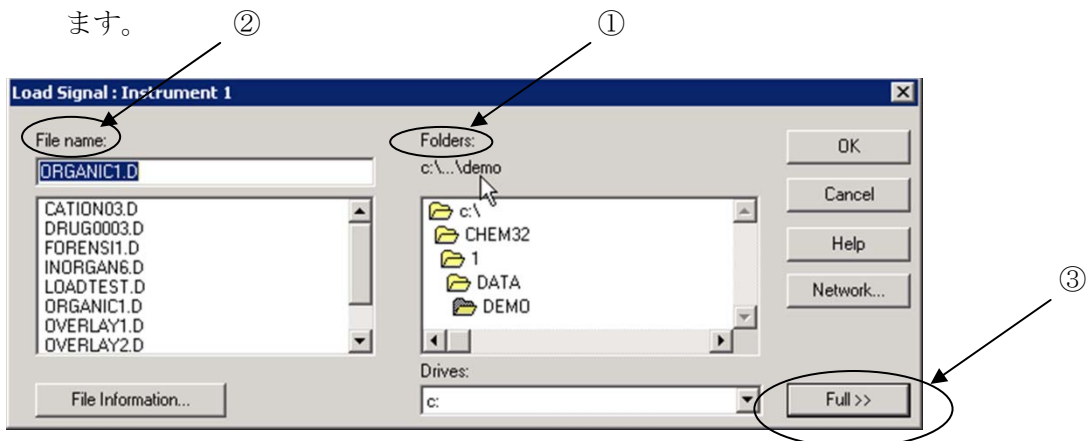
解析したいフェログラム（データファイル）を読み込みます。

メニューバーから **File** → **Load Signal** をクリックするか、またはアイコンをクリックします。

Load Signal(シグナル読み込み) 画面が表示されます。



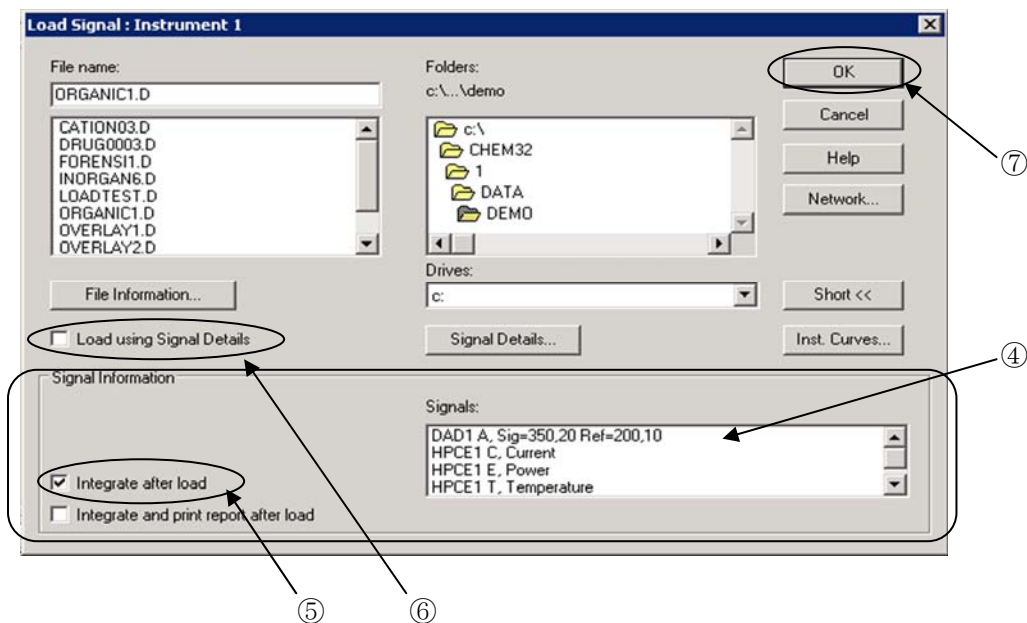
- ① Folders (フォルダ) 名をダブルクリックすると、中に含まれるファイル名が表示されます。



異なるフォルダの中を見るには、一度 Folders で上の階層のフォルダをダブルクリックしてから、目的のフォルダを選択します。

- ② File Name (データファイル名) を選択します。
- ③ 多波長でデータを採取した場合は **Full >>** をクリックします。

下に画面が追加されます。



---

④ **Signals**: 解析する波長を選択します。

Ctrl キーを押しながら選択を実行すると、複数の波長/シグナルを同時に表示できます。

⑤ **Integrate after load**: チェックを入れた場合、データ読み込みをすると自動的に、現在読み込まれているメソッドの積分条件を使用して積分を行います。

⑥ **Load using Signal Details**: チェックを入れた場合、**Method** の **Signal Details** で設定した波長のみを読み込むことが可能です。

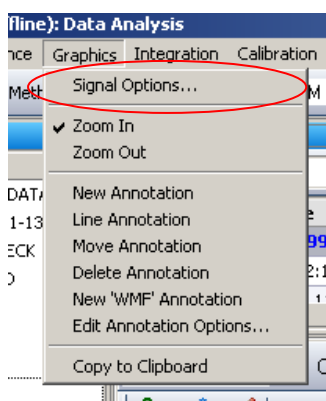
⑦  をクリックします。

---

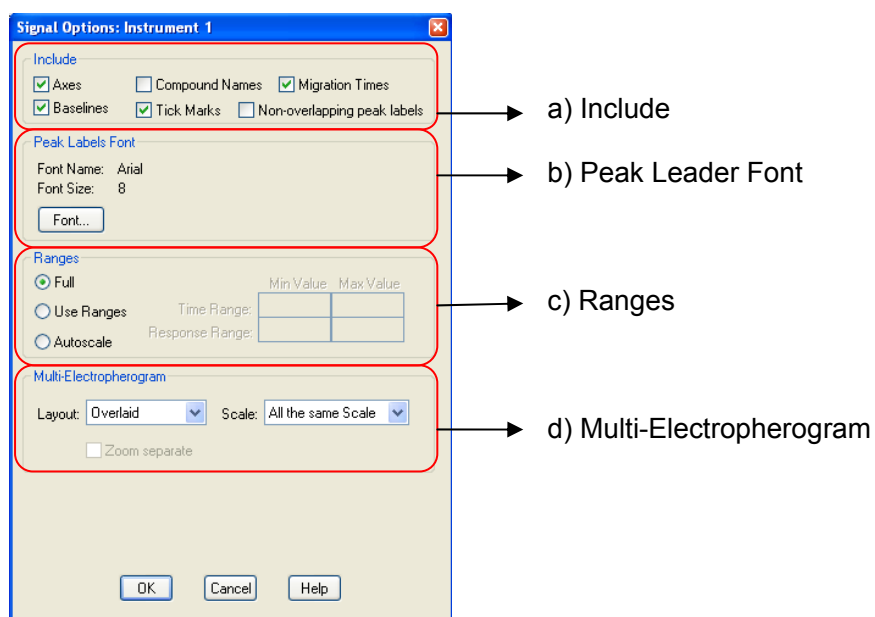
## 6-2. データ表示条件の変更

フェログラムやデータの画面表示、表示内容を変更します。

メニューバーから **Graphics** → **Signal Options..** をクリックします。



「Signal Options」画面が表示されます。





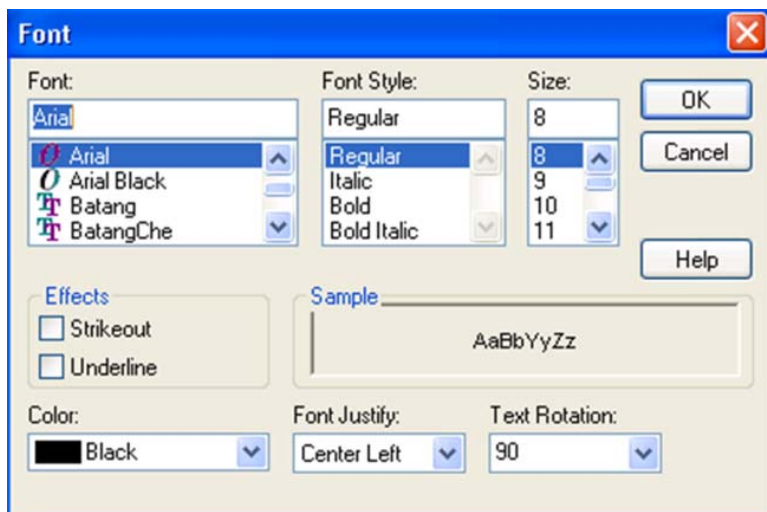
---

a) Include フェログラムに含まれる／表示される内容の設定

- Axis : 縦軸、横軸
- Compound Names : 成分名
- Migration times : マイグレーションタイム
- Baselines : ベースライン
- Tick Marks : 積分の開始／終了マーク
- Non overlapping peak labels : 複数のフェログラムを表示させた際にピークラベルを重ならないように表示

b) Peak Label Font ピーク名、マイグレーションタイムのフォント設定

字体の設定を変更する場合は **Font** をクリックして設定画面を開き詳細を設定します。



---

**c) Ranges** フェログラム表示レンジ (スケール) の設定

- ◎ Full : フルスケール
- ◎ Use Ranges : スケールを設定
  - Time Range : 横軸 (時間軸) の範囲
  - Response Range : 縦軸の範囲
- ◎ Autoscale : スケールを自動設定 (横軸のみ範囲設定可能)

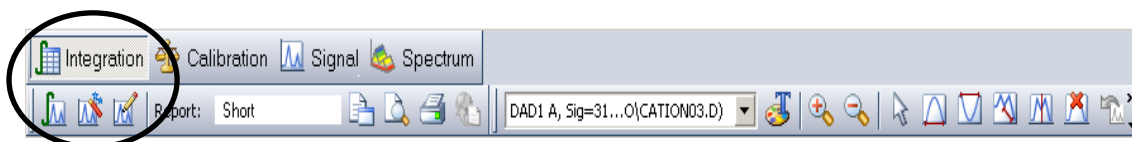
**d) Multi-Electorpherogram** 複数のフェログラム表示に関する設定

- Layout : レイアウトの設定
  - Separated : フェログラムを分割表示
  - Overlaid : フェログラムの重ね書き表示
- Scale : フェログラムのスケール設定
  - All the same scale : 全てのフェログラムを同じスケールで表示
  - Each in full scale : 各々のフェログラムをフルスケールで表示

---

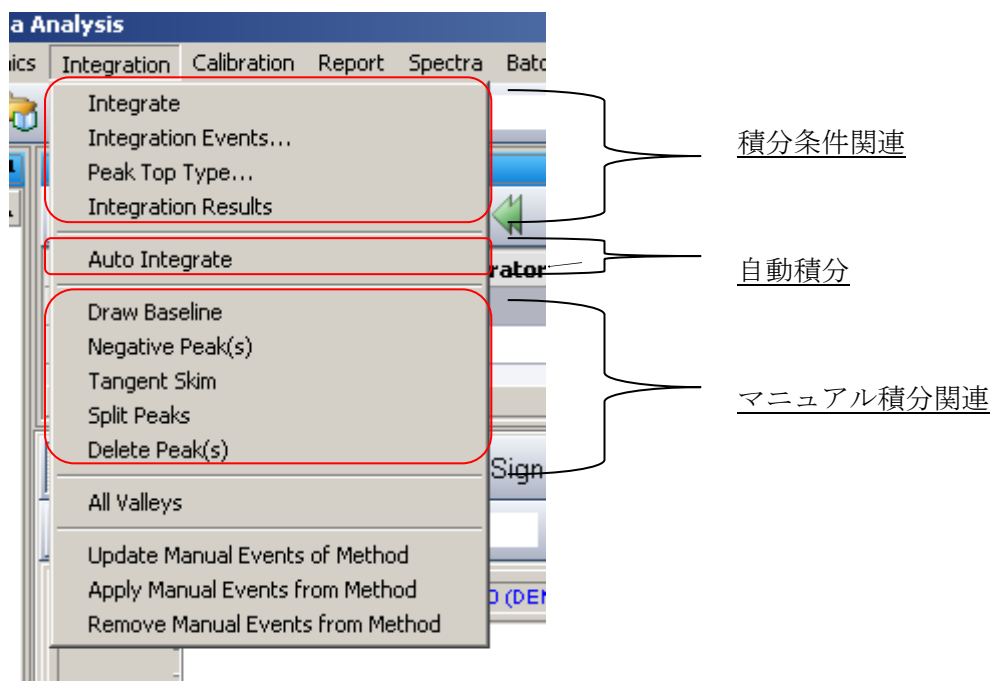
### 6-3. 積分 (Integration)

積分を行うためのツールバーに切り替えます。



積分には以下の3つの方法があります。

1. 自動積分で適切なパラメータを提示させる (Auto Integrate)
2. 積分条件 (Integration Events) を変更して積分パラメータを最適化する
3. マニュアル積分 (Manual Integrate)



---

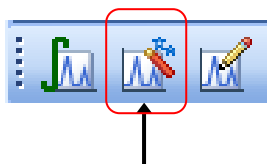
### 6-3-1. 自動積分 (Auto Integrate)

エレクトロフェログラムに適した積分条件を ChemStation が自動的に計算し、後述の積分イベント欄に提示します。初回の積分パラメータ設定時など、適当な積分条件が決める時などに使用します。最適なパラメータが決まったら、次回以降は自動積分の必要はありません。

#### <注意>

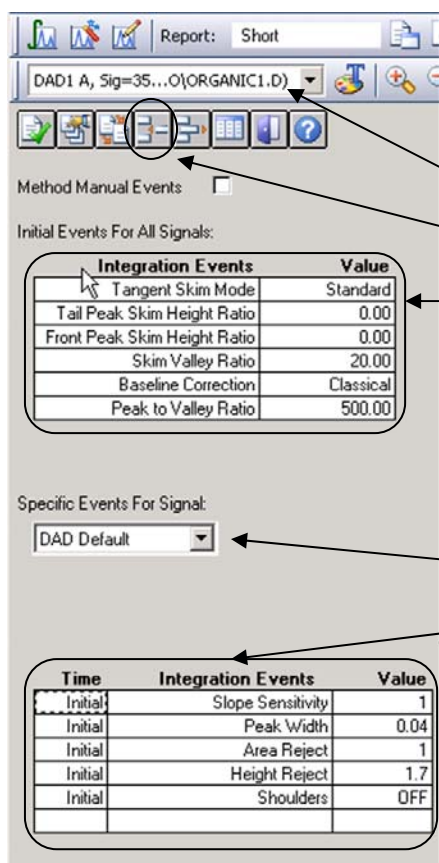
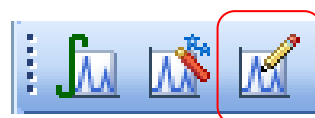
マニュアル積分をした後に、自動積分をすると、マニュアル積分イベントが消去される場合があります。マニュアル積分の 6-3-3 項を参照ください。

メニューバーから Integrate → Auto Integrate をクリックするか、または積分ツールバー上のアイコン (下図) をクリックします。自動積分が実行されます。



## 6-3-2. 積分条件 (Integration Events) を変更して積分

Integrate → Integration Events をクリックするか、  
積分ツールバー上の該当アイコンをクリックします。



メソッド作成画面で入力した、積分条件変更の画面が表示されます。

①

⑤

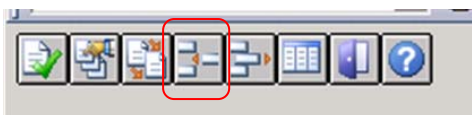
③

②

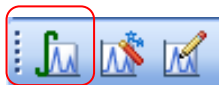
④

ChemStation では、複数のフェログラムを同時に扱うため、シグナル毎にイベントテーブルの設定が必要です。(例：波長違い、検出器違い)

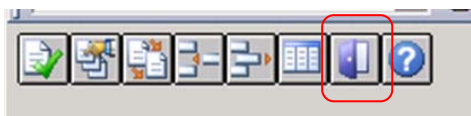
- 
- ① 積分すべきシグナルを選びます。
  - ② シグナル名に対応するテーブルを表示させます。
  - ③ タンジェントスキムモードに関するパラメータ条件を設定します。各項目を適切な値に変更します。
  - ④ その他の積分条件を設定します。各項目を適切な値に変更します。
  - ⑤ **Integration Events** を付け加えるには、行を追加するアイコンをクリックします。**Integration Events** に新規の行が追加されます。矢印をクリックして、新しい積分イベント (**Events**) を選択し、値 (**Value**) を入力します。



- ⑥ **Integrate** → **Integrate** をクリックするか、積分ツールバー上の該当 アイコンをクリックします。変更した **Integration Events** に従って積分が実施されます。



- ⑦ 積分結果を確認し、良ければ積分条件を保存して閉じるアイコンをクリックします。結果が適切でない場合は③から⑥を繰り返します。



---

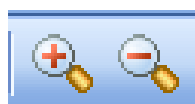
### 6-3-3. マニュアル積分 (Manual Integrate)

積分条件の変更だけでは、適当な積分を行うことのできない複雑なエレクトロフェログラムなどに利用します。

ChemStation の Rev.B.04.01 以降では、各データファイル内にマニュアル積分条件を保存できます。

(マニュアル積分の条件はメソッドに保存することも可能です。ただし、メソッドに保存したマニュアル積分条件を別のエレクトロフェログラムに適用した場合は、積分結果を確認する必要があります。)

マニュアル積分を行う前に、マウスのドラッグによるエレクトロフェログラム上の該当ピーク部拡大を実施、またはシグナルツールバー上の拡大／縮小のアイコン(下図)を使って、積分したいピークを拡大しておく便利です。



拡大と縮小



① ② ③ ④ ⑤

各アイコンをクリックすると、ポインタの絵が変化します。

---

① **Draw Baseline** (ベースラインを引く)

カーソルを積分開始点に移動し、積分終了点までドラッグします。ピークは自動的に積分され、引かれたベースラインとエリア値が表示されます。

② **Negative peak(s)** (ネガティブピークのベースラインを引く)

負のピークを積分します。カーソルを積分開始点に移動し、積分終了点までドラッグします。ピークは自動的に積分され、引かれたベースラインとエリア値が表示されます。

③ **Tangent Skim** (タンジェントスキムによるマニュアル積分)

カーソルを積分開始点に移動し、積分終了点までドラッグします。ピークは自動的にタンジェントスキムモードに基づいて積分され、引かれたベースラインとエリア値が表示されます。

④ **Split** (ピークの垂直分割)

うまく分離していない2つのピークの、1つめのピークの積分開始点から2つめのピークの積分終了点までベースライン (Draw Baseline) を引きます。

ピークの垂直分割 (Split) のアイコンをクリックして、カーソルの形を変えます。2つのピークの分割点でクリックします。

⑤ **Delete Peak (s)** (ピーク削除)

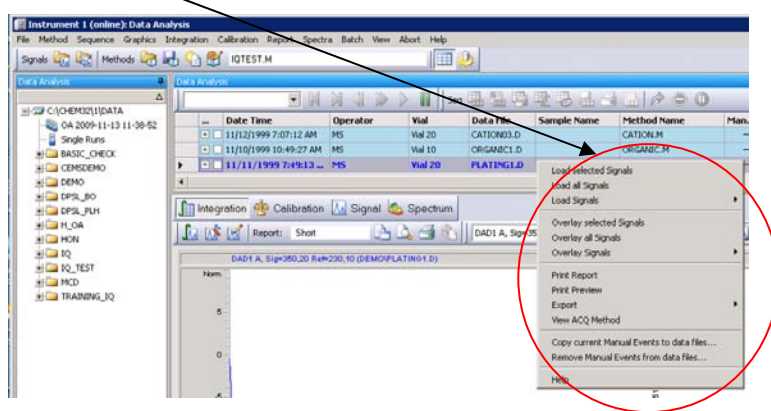
積分されているピークをクリックします。



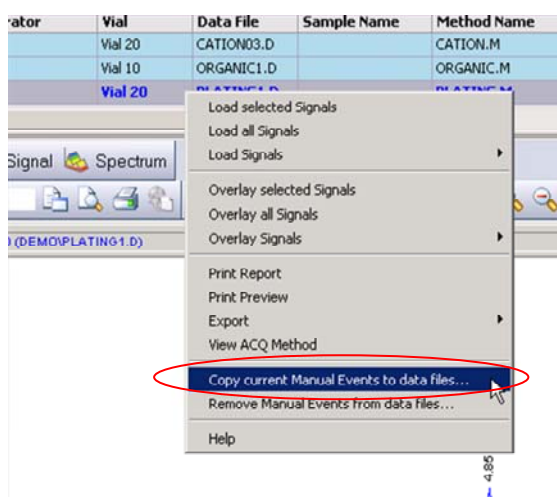
## 【マニュアル積分の保存】

マニュアル積分が適切に設定できたら、データファイルにマニュアルイベントを保存します。

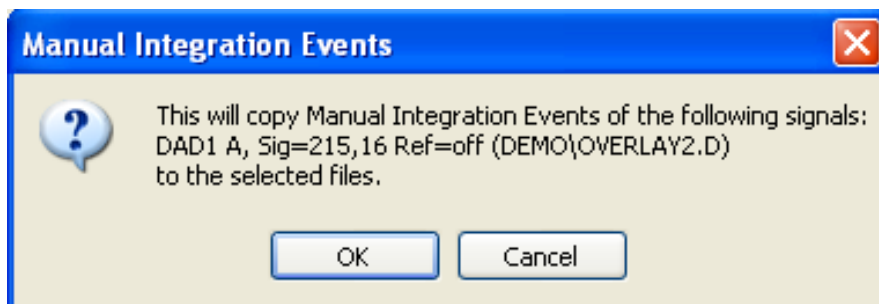
- ① ナビゲーションパネルのレビューウィンドウで、現在解析中のデータファイル行を**右クリック**してメニューを出します。



- ② **Copy current Manual Events to data Files...**をクリックします。



- ③ 「This will copy Manual Integration Events of following signals:シグナル名 (データ名) to the selected files.」のメッセージが表示され、マニュアル積分条件を現在のデータに保存するかを聞いてきます。



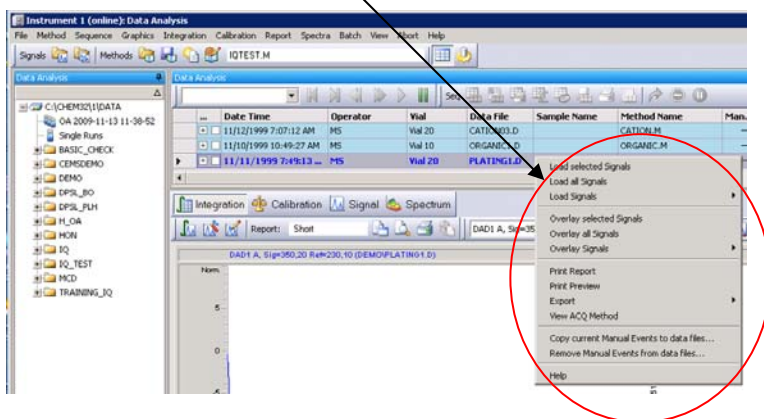
- ④ **OK** をクリックすると、データファイル内にマニュアルイベントが保存されます。

...	Date Time	Operator	Vial	Data File	Sample Name	Method Name	Manual Eve... Δ	Sample Info
+	11/12/1999 7:07:12 AM	MS	Vial 20	CATION03.D		CATION.M	-	
+	11/10/1999 10:49:27 AM	MS	Vial 10	ORGANIC1.D		ORGANIC.M	-	
▶	11/11/1999 7:49:13 ...	MS	Vial 20	PLATING1.D		PLATING.M	M	

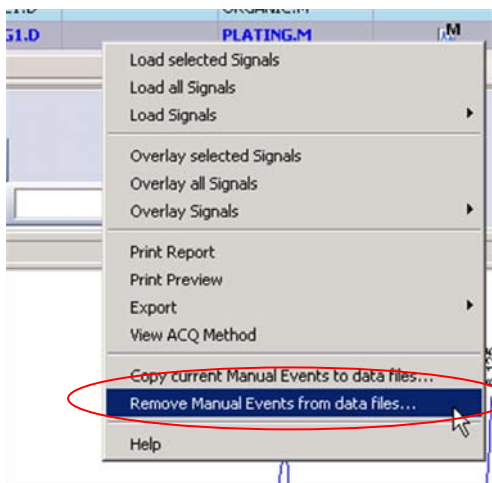
マニュアル積分イベントが保存されると、ナビゲーションパネル上の対象データに M のマークが追加されます。

## 【マニュアル積分の削除】

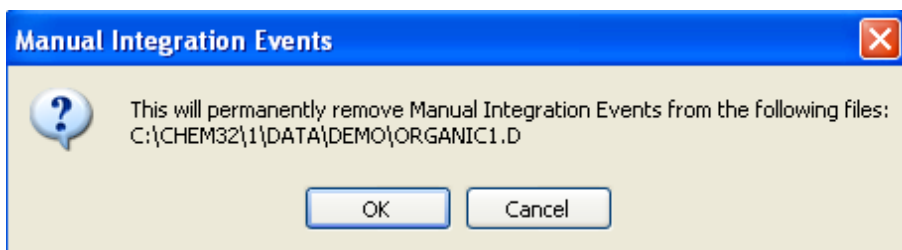
- ① ナビゲーションパネルのレビューウィンドウで、現在マニュアル積分実施済みのデータファイル行を**右クリック**してメニューを出します。



- ② **Remove Manual Events from data Files...**をクリックします。



- 
- ③ 「This will permanently remove Manual Integration Events from following signals: データ名」のメッセージが表示され、マニュアル積分条件を現在のデータから削除してもよいかを聞いてきます。



- ④ **OK** をクリックすると、データファイル内のマニュアルイベントが消去されます。

---

<注意>

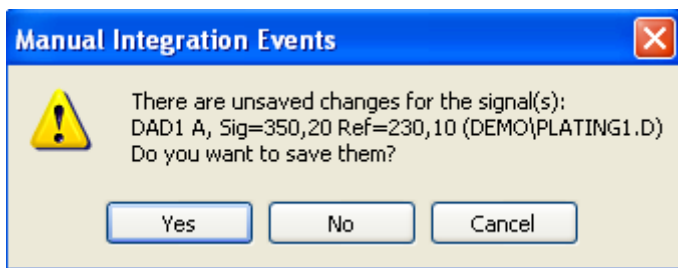
マニュアル積分をした後に自動積分をすると、マニュアル積分イベントが消去される場合があります。自動積分機能は、積分イベントテーブルを更新し、マニュアル積分を無効にします。

詳細：レビュー画面で、マニュアル積分イベントの存在する行を選択している時、  
(M マークのついた行が青色太字になってフェログラムが表示されている時)

...	Date Time	Operator	Vial	Data File	Sample Name	Method Name	Manual Eve... Δ	Sample Info
+	11/12/1999 7:07:12 AM	MS	Vial 20	CATION03.D		CATION.M	-	
+	11/10/1999 10:49:27 AM	MS	Vial 10	ORGANIC1.D		ORGANIC.M		
▶	11/11/1999 7:49:13 ...	MS	Vial 20	PLATING1.D		PLATING.M	M	

この状態から、自動積分を実行した後に、行を移るなどの動作をした時、

「There are unsaved changes for the signal(s): シグナル名 (データ名) Do you want to save them? 」のメッセージが表示され、マニュアル積分条件を現在のデータから削除してもよいかを聞いてきます。;



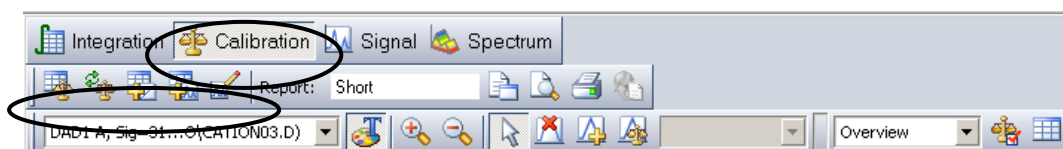
ここで「Yes」とするとマニュアルイベントは消去されます。

また「No」とするとマニュアルイベントは保持されます。

いずれの場合もイベントテーブルは自動積分により変更されています。

---

## 6-4. 検量線の作成



ここでは、メソッド内に検量線を作成します。

検量線の作成には、標準溶液のエレクトロフェログラムから導き出された面積値とMTを使用します。

メソッドは、MTと面積値の入ったキャリブレーションテーブルを用意するので、

「成分名」

「標準溶液の濃度」

を入力します。するとメソッドは、MTウィンドウ内のピークを「成分名」と同定するようになり、検量線をあてはめる準備ができます。

標準溶液などを分析したデータファイルを読み込みます。(6-1節 参照)

また、積分結果を確認しておきます。(6-3節 参照)

検量線作成 (Calibration) を行うためのツールバーに切り替えます。



---

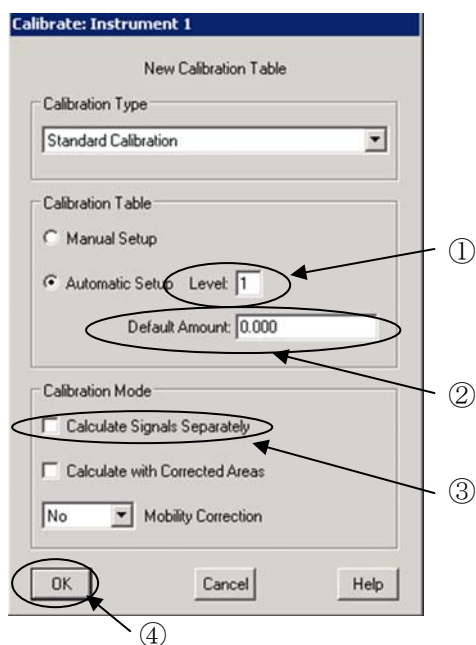
## 6-5. 絶対検量線法 (ESTD) による定量

### 【1点検量線の作成】



新しい検量線テーブルを作成します。

**Calibration** → **New Calibration Table**、またはキャリブレーションツールバー上の該当アイコンをクリックします。



- ① **Level** が 1 (検量線の 1 点目) であることを確認します。
- ② 目的とする化合物の濃度が全て同じ場合は、**Default Amount** (に数値を入れます。個々に濃度が異なる場合は入力しません。(0.000 のままで OK))
- ③ 2 波長、または 2 検出器以上の場合は、チェックを入れてください。すると、多波長で測定した場合に、波長別テーブルが作成されます。

④ **OK** をクリックします。

Calibration Table (検量線テーブル) が表示されます (下図)

#	MT	Signal	Compound	Lvl	Amt[ng/ul]	Area	Rsp.Factor	Ref	ISTD	#
1	4.851	DAD1 A		1	0.000	24.191	0.000	No	No	
2	6.125	DAD1 A		1	0.000	26.251	0.000	No	No	
3	6.660	DAD1 A		1	0.000	40.894	0.000	No	No	
4	7.041	DAD1 A		1	0.000	39.618	0.000	No	No	
5	7.677	DAD1 A		1	0.000	597.090	0.000	No	No	
6	7.924	DAD1 A		1	0.000	294.510	0.000	No	No	
7	8.458	DAD1 A		1	0.000	275.260	0.000	No	No	

① Compound Name を入力します。

② Amount (標準溶液の既知の濃度) を入力します。

# (ピーク番号)、MT (マイグレーションタイム)、Signal (シグナルの種類)、Area (面積値) は自動的に入力されています。

③ **OK** をクリックします。

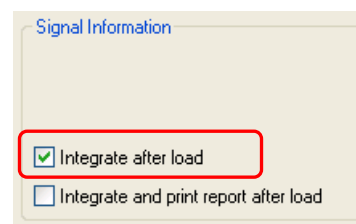


---

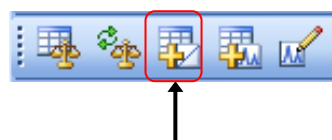
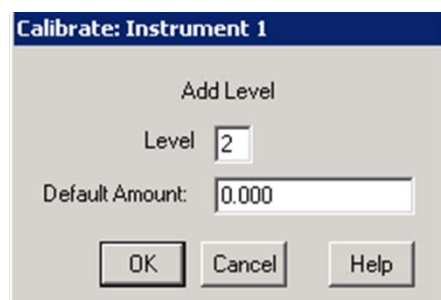
## 【多点検量線の作成】

1 点検量線と同様に作成します。

- ① 2 点目のデータファイルを読み込み、積分されていること、及びピークが同定されていることを確認しておきます。**File** → **Load Signals...** の設定画面で、**Integrate after load** にチェックをすると、読み込み後積分されて表示されます。



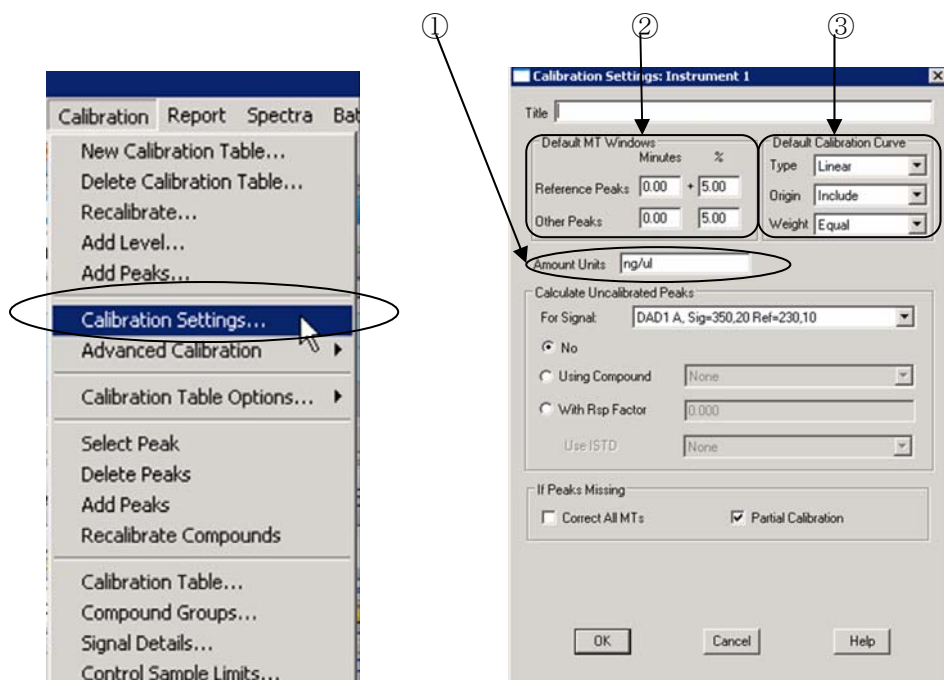
- ② **Add Level** アイコンをクリックします。または、メニューから **Calibration** → **Add Level** を選択します。



- ③ **Level** に **2** と入力します。化合物の濃度が全て同じ場合は **Default Amount** に数値を入力します。個々に濃度が異なる場合は入力しません。
- ④ **OK** をクリックします。
- ⑤ キャリブレーションテーブルに 2 点目用の行が追加されます。この 2 点目の行に、濃度 (**Amount**) を入力します。化合物名 (**Compound**) は必要ありません。
- ⑥ **OK** をクリックします。
- ⑦ 3 点目以降のデータファイルについても①～⑦を同様に繰り返します。

## 【検量線の条件設定】

メニューバーより **Calibration** → **Calibration Settings...** を選択します。



検量線の条件設定画面が表示されます。

- ① **Amount Unit** : サンプル濃度の単位ラベルを入力します。
  
- ② **Default MT Windows** : ピークを同定する MT の範囲を設定します。この範囲 MT があるものの最大ピークが、テーブル上の成分と同定されます。「その他のピーク」の入力欄に入力します。  
  
例 : 0.00min + 5% (0.00±2.5%)  
MT が 5 分の場合、ピークとして認識される範囲は 4.875 分 ~ 5.125 分となります。
  
- ③ **Default Calibration Curve** : **Type** (検量線の種類) と **Origin** (原点) の処理法、**Weight** (検量線上のデータポイントの重み付け) を指定します。

## 【定量レポートの計算の設定】

計算方法の設定をします。また、メソッドが実行された場合のレポートの出力先を決めておきます。

メニューバーより

**Report** → **Specify Report** を選択します。

または、ツールバー上の該当アイコンをクリックします。



メソッド作成時に設定した、レポート条件設定の画面が表示されます。

The screenshot shows the 'Specify Report: Instrument 1' dialog box. The 'Quantitative Results' section has 'Calculate:' set to 'ESTD'. The 'Destination' section has 'Screen' checked. The 'File Settings' section has 'Report' as the prefix and '.TXT', '.PDF', and 'Unique pdf file name' checked.

**Quantitative Results** の **Calculate** を **ESTD** に変更します。

---

## 6-6. 解析メソッドの保存

以上で、メソッドの解析部分が設定できました。メソッド保管前の注意点を挙げます。

注意：メソッドの保存場所を確認してください。

(マスターメソッドとしますか？ **DA.M**(解析用メソッド)としますか?)

メソッドファイル名を変更して保存する場合は、メニューの

**Method** → **Save Method As...** を実施します。

### <ヒント>

取り込みメソッドにもとに、検量線を作成してメソッド保存すると、このメソッドは「取り込み」と「定量レポートの印刷」ができるようになります。

ただし、印刷するには、メニューの **Run Time Checklist Standard** → **Standard Data Analysis** にチェックがされていることが必要です。

例1：次回、このメソッドで未知サンプルをシングルサンプル分析すると、

分析終了後に定量レポートが印刷されてきます。

例2：シングルサンプル分析でCE条件と解析条件を最適化して、

シーケンスコンテナを用いた連続分析のマスターメソッドとして利用できます。

---

## 6-7. 未知濃度サンプルのレポートの印刷

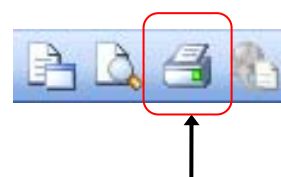
### 【データの読み込み】

定量したいサンプルのデータファイルを読み込みます。

### 【レポートの印刷】

Print Report アイコンを

クリックしてレポートを出力します。



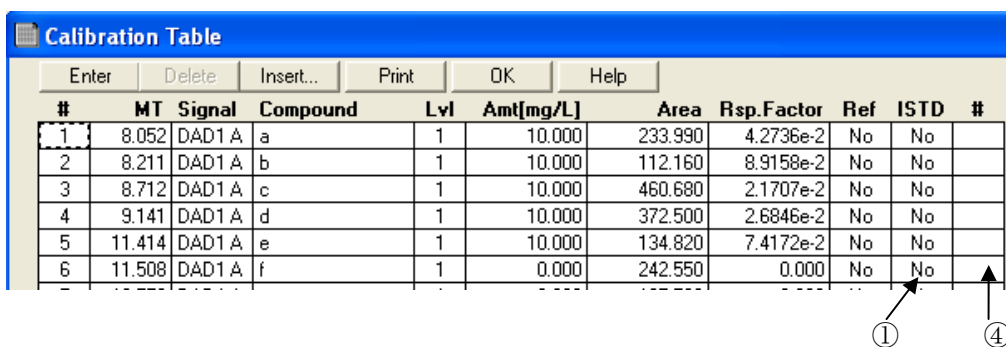
或いは、メニューから Report → Print Report をクリックします。

## 6-8. 内部標準法 (ISTD) による定量

### 【内部標準検量線の作成】

絶対検量線と同様にキャリブレーションテーブルを設定します。(6-5節 参照)

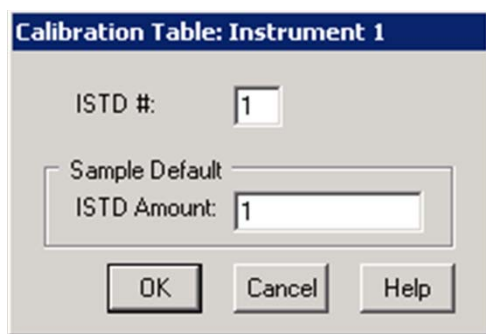
注意：テーブル上のアマウントを先に入力してください。



#	RT	Signal	Compound	Lvl	Amt[mg/L]	Area	Rsp.Factor	Ref	ISTD	#
1	8.052	DAD1 A	a	1	10.000	233.990	4.2736e-2	No	No	
2	8.211	DAD1 A	b	1	10.000	112.160	8.9158e-2	No	No	
3	8.712	DAD1 A	c	1	10.000	460.680	2.1707e-2	No	No	
4	9.141	DAD1 A	d	1	10.000	372.500	2.6846e-2	No	No	
5	11.414	DAD1 A	e	1	10.000	134.820	7.4172e-2	No	No	
6	11.508	DAD1 A	f	1	0.000	242.550	0.000	No	No	

① 内部標準ピークの、ISTD 欄で YES を選択します。

ISTD 設定画面が表示されます。



Calibration Table: Instrument 1

ISTD #: 1

Sample Default  
ISTD Amount: 1

OK Cancel Help

② ISTD Amount を入力します。

内部標準物質を2つ以上使用する場合、ISTD#に番号を入れてから濃度を入力します。

③ **OK** をクリックして、左の画面を閉じます。

④ キャリブレーションテーブル右端の # に、使用する ISTD の番号を入力します。

## 【内部標準検量線の条件設定】

絶対検量線作成時と同様に設定します。(6-5節 参照)

Specify Report: Instrument 1

Quantitative Results  
Calculate: ISTD Based On: Area Sorted By: Signal

ISTD Correction  
 Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Style  
Report Style: Short

Sample info on each page  
 Add Electropherogram Output  Add Summed Peaks Table  
 Add Sample Custom fields to Sample info  Add Compound Custom fields

Report Layout For Uncalibrated Peaks  
 Separately  With Calibrated Peaks  Do Not Report

Destination  
 Printer  Screen  File

File Settings  
File Prefix: Report  .TXT  .CSV  .EMF  .DIF  
 Unique pdf file name  .PDF  .XLS  .HTM

Calculation Factors  
Use Sample Data: From Data File

Amount	#	Compound	ISTD Amount
0.0000	1	c	1.00000
Multiplier: 1.0000		1 c	1.00000
Dilution: 1.0000		1 c	1.00000

Electropherogram Output  
 Portrait  Landscape  Multi-Page (Landscape)

Size % of Page  
Time: 100  
Response: 40

Pages  
Signal Options...

OK Cancel Help

Calculation Factors  
Use Sample Data: From Data File

Amount	#	Compound	ISTD Amount
0.0000	1	c	1.00000
Multiplier: 1.0000		1 c	1.00000
Dilution: 1.0000		1 c	1.00000

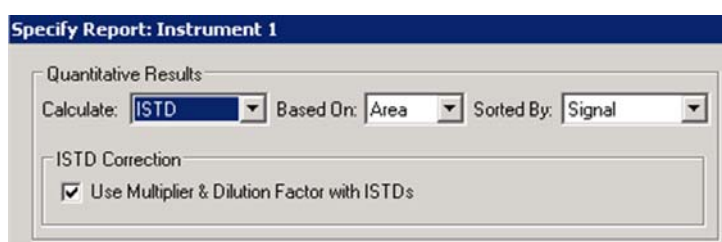
Enter

通常、入力した ISTD Amount が表示されています。

---

## 【定量レポートの計算の設定】

6-5 節「絶対検量線法(ESTD)による定量」の【定量レポートの計算の設定】と同様に、Specify Report 画面で計算方法を選択します。



Quantitative Results 内の Calculate を **ISTD** に変更します。

## 【メソッドの保存】

手順は絶対検量線法(ESTD)と同様です。(6-6 節参照)

## 【未知濃度サンプルの定量レポートの印刷】

手順は絶対検量線法(ESTD)と同様です。(6-7 節参照)



---

## 第7章 データ解析

### — ユニークなフォルダ作成（シーケンスコンテナ）をオンにした場合 —

データ解析は「Data Analysis（データ解析）画面」で行います。データ解析とは、メソッドの解析部分の編集です。操作を始める前にどのメソッドを編集しているのかを必ず確認して下さい。オフラインソフトの解析画面での実施を推奨します。

本章では、

#### ユニークなフォルダ（シーケンスコンテナ）オン

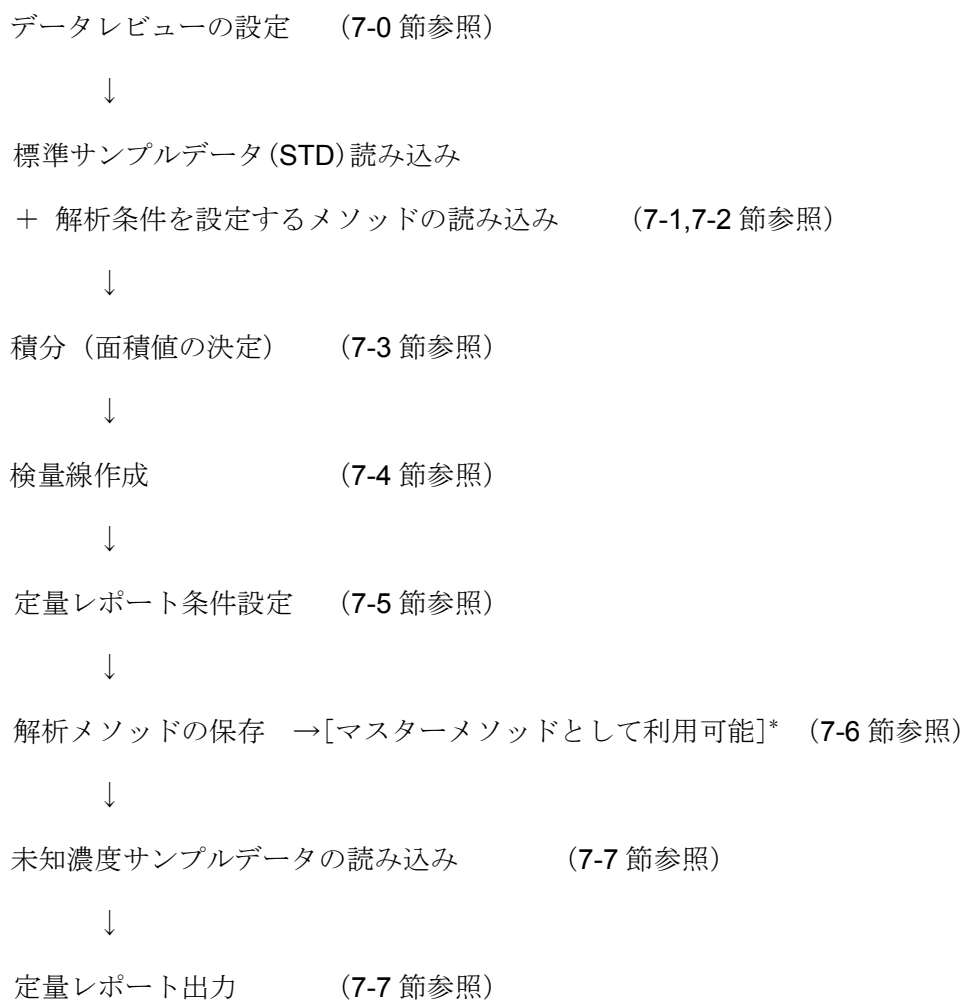
の設定で採取したデータを解析する場合について説明します。

シングルサンプル分析、及び、ユニークなフォルダ（シーケンスコンテナ）オフの場合については、第6章を参照ください。

データ解析の詳細については、別冊の「新しい ChemStation ワークフロー入門」(G2170-96043)を参照ください。

---

データ解析の流れは以下の通りです。



----- (応用編) -----

(さらに進めて連続再解析が可能です) (7-9 節参照)

↓

シーケンス出力の設定



シーケンスの選択分析の設定



シーケンス再解析スタート[レポート印刷]

<ヒント>

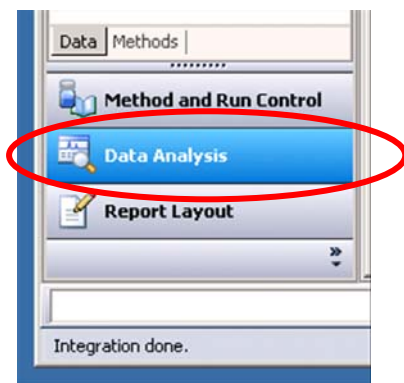
取り込みメソッドの解析部分を編集すると、マスターメソッドとして扱うことができます。

<注意>

シーケンスコンテナがオンの場合、データ解析は必ずオフラインソフトウェア上で実施してください。

オフラインソフトのデータ解析のナビゲーションボタンをクリックします。

データ解析（Data Analysis）を選択します。



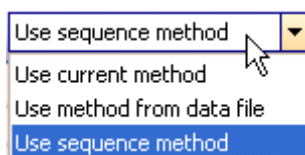
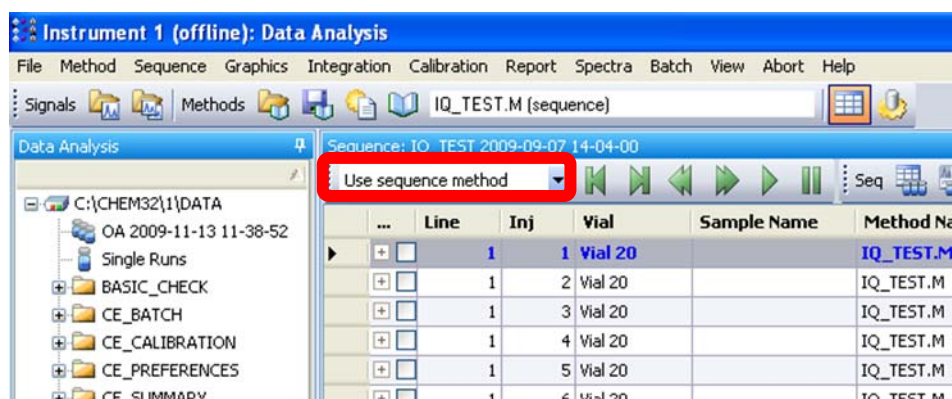
---

## 7-0. データレビューの設定

ChemStation では、データをクリックするだけで、指定したメソッドで分析結果をレビューすることができます。

### 【データレビューの設定】(重要)

設定は、レビュー画面左上のプルダウンから選択します。



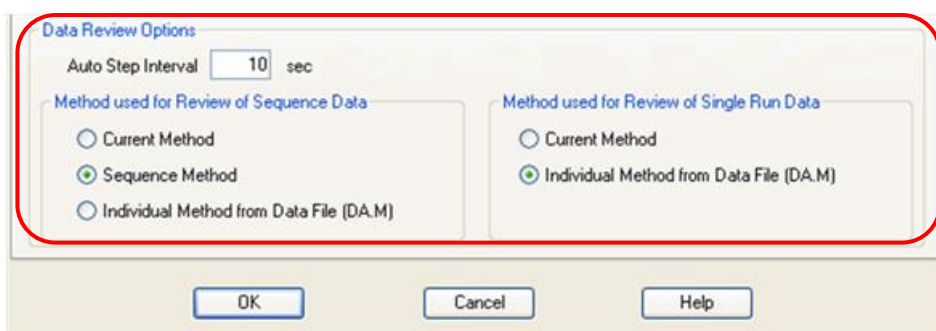
← プルダウンで選択

---

<注意> シーケンスプレファレンスのシグナル/レビュー オプションの設定

あらかじめ、シーケンスプレファレンスの Data Review Option を「Sequence Method」に設定してください。

View → Preference → **Signal/View option** → **Data Review Options**



↑シーケンスプレファレンスによるデータ レビューの初期設定

この設定は、データをレビューする際の初期設定となります。解析操作途中で前述のレビュー画面のプルダウンを変更すると、その変更の方が優先されるので、解析前に必ずレビュー画面のプルダウンの設定を確認して下さい(前述)。

<注意>

データレビューの設定は、データを読み込む際に使用するメソッドの選択を容易にするための補助であり、シーケンス連続解析を実行する際の解析メソッドを設定したものではありません。すなわち、シーケンスコンテナ内でシーケンス連続解析を実行する場合、このデータレビューの設定は使用されません。

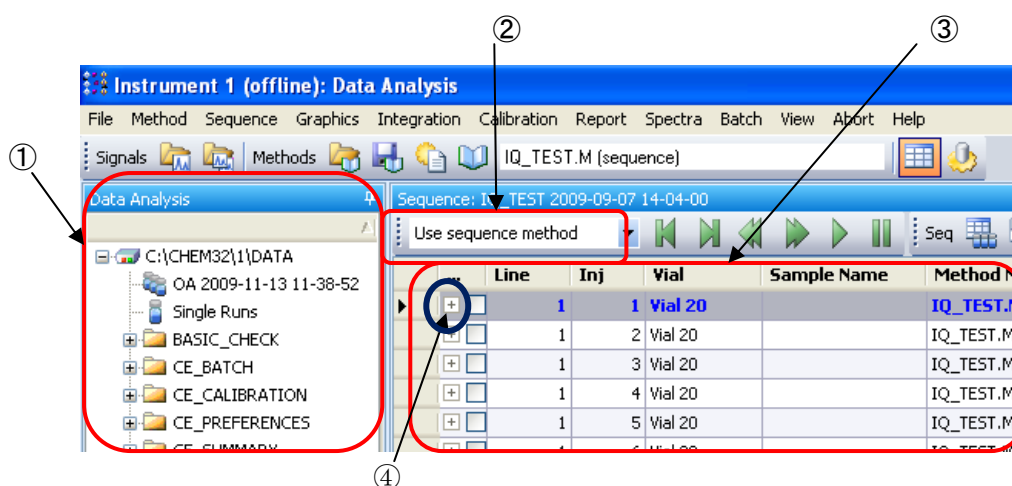
---

## 7-1. フェログラムの読み込み

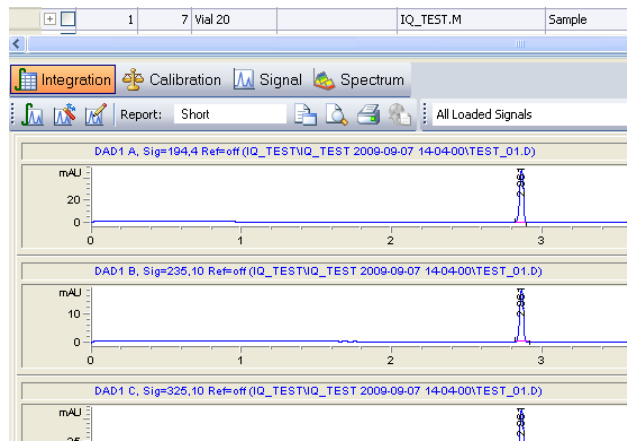
解析したい一連のデータを読み込みます。

- ① 画面に左のナビゲーションパネルのDataタブ内からシーケンスコンテナをダブルクリックし、含まれる Sequence データを読み込みます。

エレクトロフェログラム表示の上のナビゲーションテーブルに、シーケンスコンテナ内の全データがテーブルとして表示されます



- ② レビュー画面左上のレビューに使用するメソッド選択欄が「Use sequence method」であることを確認します。
- ③ 各データを読み込むときは、テーブル上のラインをダブルクリックします。するとエレクトロフェログラムが画面下に表示されます。



④ この $\oplus$ ボタンをクリックするとテーブル上の選択したデータの詳細を確認/設定することができます。

#### a) Signals 画面

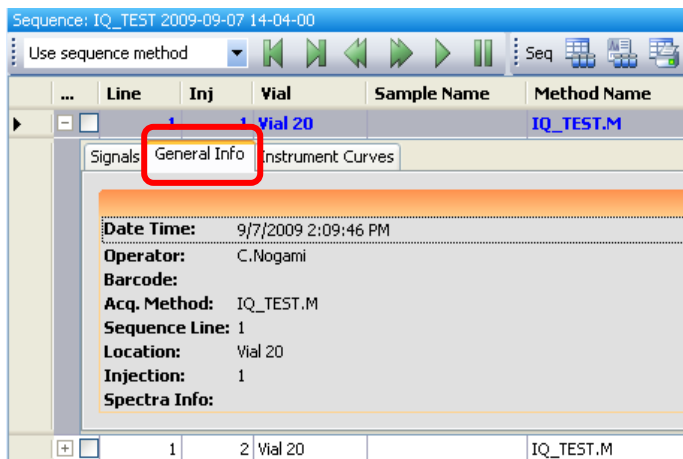
データ内に含まれる波長や Instrument Curve (Current、Voltage など) の確認を  
 できます。右側にある "Load?" に  マークがある場合はそのチェックがあ  
 る Signal のみを選択して表示することが可能です。

Description	Load?
▶ DAD1 A, Sig=194,4 Ref=off	<input checked="" type="checkbox"/>
DAD1 B, Sig=235,10 Ref=off	<input checked="" type="checkbox"/>
DAD1 C, Sig=325,10 Ref=off	<input checked="" type="checkbox"/>
HPCE1 C, Current	<input checked="" type="checkbox"/>
HPCE1 L, CE: G7100 Analog In	<input checked="" type="checkbox"/>
HPCE1 P, Power	<input checked="" type="checkbox"/>
HPCE1 V, Voltage	<input checked="" type="checkbox"/>

#### b) General Info 画面

データ採取に関する情報を確認できます。

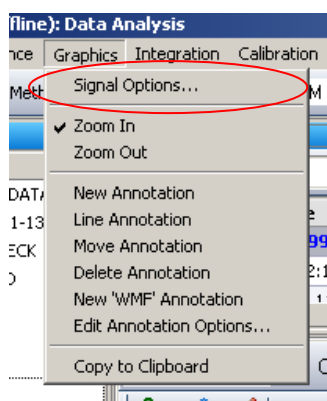
Data time (分析日時)、Operator (担当者)、Acq.Method (分析メソッド) 等。



## 7-2. データ表示条件の変更

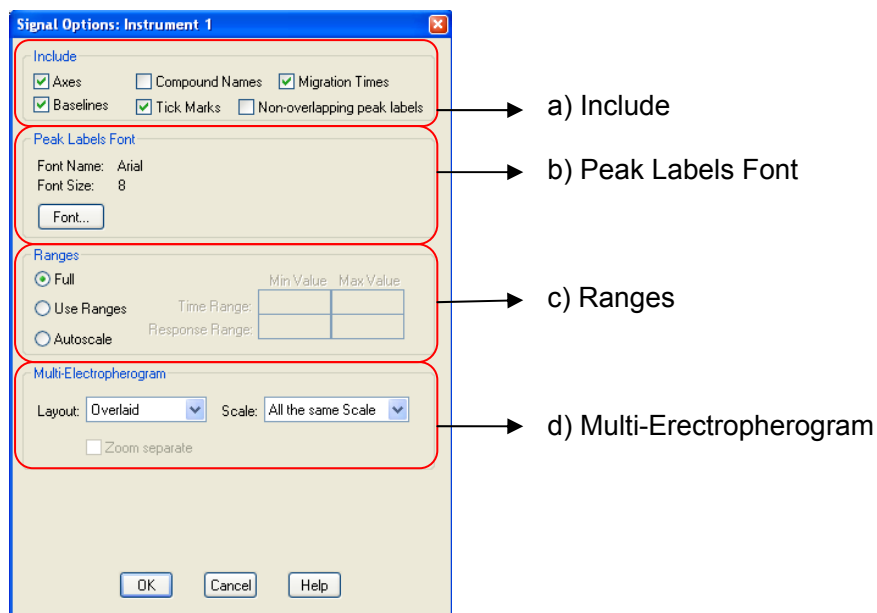
フェログラムやデータの画面表示、表示内容を変更します。

メニューバーから Graphics → Signal Options.. をクリックします。





「Signal Options」画面が表示されます。

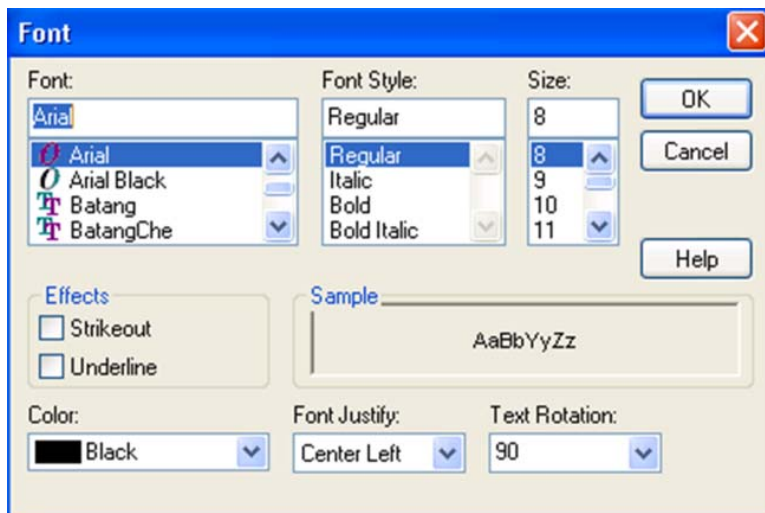


**a) Include** フェログラムに含まれる／表示される内容の設定

- Axis : 縦軸、横軸
- Compound Names : 成分名
- Migration times : マイグレーションタイム
- Baselines : ベースライン
- Tick Marks : 積分の開始／終了マーク
- Non overlapping peak labels : 複数のフェログラムを表示させた際にピークラベルを重ならないように表示

**b) Peak Label Font** ピーク名、マイグレーションタイムのフォント設定

字体の設定を変更する場合は **Font** をクリックして設定画面を開き詳細を設定します。



c) Ranges フェログラム表示レンジ (スケール) の設定

- ◎ Full : フルスケール
- ◎ Use Ranges : スケールを設定
  - Time Range : 横軸 (時間軸) の範囲
  - Response Range : 縦軸の範囲
- ◎ Autoscale : スケールを自動設定 (横軸のみ設定可能)

d) Multi-Electropherogram 複数のフェログラム表示に関する設定

- ◎ Layout : レイアウトの設定
  - Separated : フェログラムを分割表示
  - Overlaid : フェログラムの重ね書き表示
- ◎ Scale : フェログラムのスケール設定
  - All the same scale : 全てのフェログラムを同じスケールで表示
  - Each in full scale : 各々のフェログラムをフルスケールで表示

---

## 7-3. 積分 (Integration)

### 7-3-1. 自動積分 (Auto Integrate)

### 7-3-2. 積分条件 (Integration Events) を変更して積分

### 7-3-3. マニュアル積分 (Manual Integrate)

積分の操作は、6-3 節を参照してください。

#### <注意>

- 操作の途中でメソッドを保管するとき、保存先はシーケンスメソッドです。  
Method → Save Sequence Method
- 各データに保管されたマニュアルイベントは、自動積分を実行すると上書きされ（変更を受け）ます。
- 各データフォルダ内の **DA.M** は、シーケンスメソッドによる再解析を受けると全て上書きされ（変更を受け）ます。

## 7-4. 検量線の作成

検量線作成の操作は、6-4 節を参照してください。

---

## 7-5. 絶対検量線法 (ESTD) による定量

絶対検量線法 (ESTD) による定量の操作は、6-5 節を参照してください。

## 7-6. 解析メソッドの保存

作成したメソッド (積分、検量線、レポート条件を含む) をシーケンスメソッドに保存します。Method → Save Sequence Method

メソッドの保存先は、シーケンスコンテナ内です。

### <ヒント>

このメソッドはシーケンスメソッドですが、保存メニュー内に

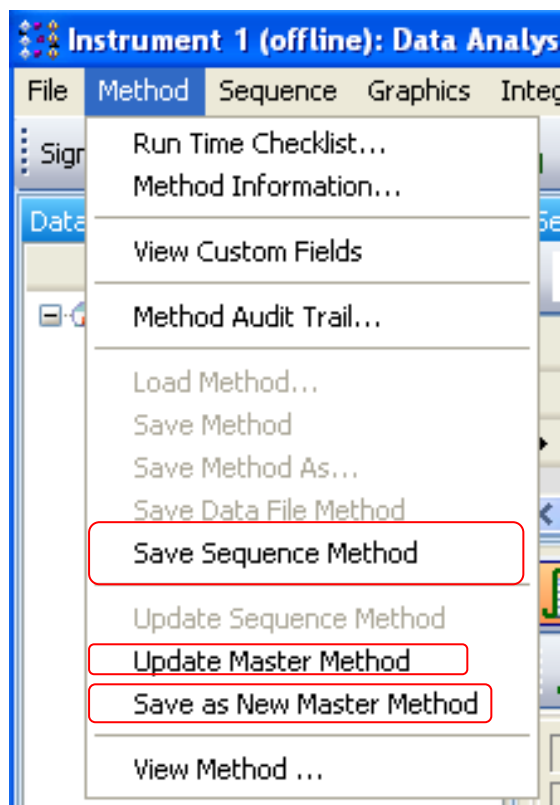
「**Save as New Method (新しいマスターメソッドとして保存)**」もしくは

「**Update Master Method (マスターメソッドを更新)**」

のオプションがあります。今後、同じ分析をする際に便利です。

### <注意>

「**Update Master Method**」はマスターメソッドが上書きされます。十分注意して下さい。



<参考> マスターメソッドの更新について

取り込みメソッドの解析部分を編集すると、取り込み+データ解析の両方の内容を含むメソッドを作成できます。このメソッドを、次のシーケンス分析の際にそのままマスターメソッドとして使用すると便利です。

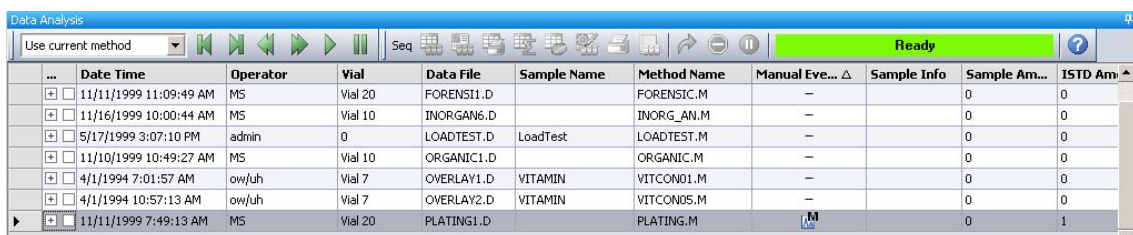
マスターメソッドの設定によっては、分析終了後に定量レポートを印刷することまで可能ですが、印刷するには、メニューの **Run Time Checklist Standard** → **Standard Data Analysis** にチェックがされていることが必要です。

---

## 7-7. 未知濃度サンプルのレポートの印刷

### 【データの読み込み】

定量したいサンプルのデータファイルを読み込みます。



The screenshot shows the 'Data Analysis' software interface. At the top, there is a toolbar with various icons and a status bar that says 'Ready'. Below the toolbar is a table with the following columns: Date Time, Operator, Vial, Data File, Sample Name, Method Name, Manual Eve..., Sample Info, Sample Am..., and ISTD Am... The table contains several rows of data, including entries for 'FORENSIC.M', 'INORGANIC.M', 'LOADTEST.M', 'ORGANIC.M', 'VITAMIN', and 'PLATING.M'.

...	Date Time	Operator	Vial	Data File	Sample Name	Method Name	Manual Eve...	Sample Info	Sample Am...	ISTD Am...
<input type="checkbox"/>	11/11/1999 11:09:49 AM	MS	Vial 20	FORENSI1.D		FORENSIC.M	-		0	0
<input type="checkbox"/>	11/16/1999 10:00:44 AM	MS	Vial 10	INORGAN6.D		INORG_AN.M	-		0	0
<input type="checkbox"/>	5/17/1999 3:07:10 PM	admin	0	LOADTEST.D	LoadTest	LOADTEST.M	-		0	0
<input type="checkbox"/>	11/10/1999 10:49:27 AM	MS	Vial 10	ORGANIC1.D		ORGANIC.M	-		0	0
<input type="checkbox"/>	4/1/1994 7:01:57 AM	ow/uh	Vial 7	OVERLAY1.D	VITAMIN	VITCOND1.M	-		0	0
<input type="checkbox"/>	4/1/1994 10:57:13 AM	ow/uh	Vial 7	OVERLAY2.D	VITAMIN	VITCOND5.M	-		0	0
<input type="checkbox"/>	11/11/1999 7:49:13 AM	MS	Vial 20	PLATING1.D		PLATING.M	M		0	1

レビュー画面から、目的のデータ行をダブルクリックでも読み込むことができます。

(7-1 節 参照)

### 【レポートの印刷】

Print Report アイコンを

クリックしてレポートを出力します。



或いは、メニューから Report → Print Report をクリックします。

## 7-8. 内部標準法 (ISTD) による定量

内部標準法 (ISTD) による定量の操作は、6-8 節を参照してください。

---

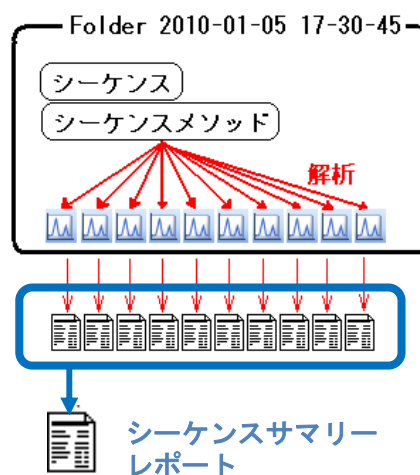
## 7-9. シーケンスコンテナ内の連続再解析（シーケンスサマリーレポート）

前節までに、検量線など定量条件を含んだ

シーケンスメソッドを作成しました。

ここでは、このシーケンスメソッドと、シーケンスの選択実行機能を用いて、連続再解析の出力方法を紹介します。

この操作を行うと、同定ピークの平均値、分散、相対標準偏差などの統計計算を行った一覧レポート（シーケンスサマリーレポート）を出力できます。



シーケンスサマリーレポートは、シーケンスコンテナ内にあるデータについて、一括再解析を行い、レポートを出力する方法です。

シーケンスサマリーレポートを出力するためには、シーケンスプリファレンスで「ユニークなフォルダをオンにする（シーケンスコンテナをオンにする）」設定が必要となります。「ユニークなフォルダをオンにする（シーケンスコンテナをオンにする）」設定の方法は 4-4-1 項を参照してください。

シーケンスサマリーレポートは Standard Statistic Report と Extended Statistic Report の二種類があります。

### Standard Statistic

#### Report

(レポート項目は固定  
です)

Compound: Malate (Signal: DAD1 A, Sig=350,20 Ref=200,10)

Run #	Type	MigTime [min]	Amount [ppm]	Area [mAU*s]	Height [mAU]	Width [min]	Symm.
1	BBA	5.188	30.82239	27.18639	13.69395	0.0352	1.06
2	BBA	5.185	29.95264	26.41201	13.24035	0.0313	1.14
3	BBA	5.184	30.04904	26.49784	13.19651	0.0314	1.14
4	BBA	5.184	28.67778	25.27695	12.69824	0.0312	1.16
5	BBA	5.183	29.03747	25.59719	12.66823	0.0316	1.14
----- ----- ----- ----- ----- ----- ----- -----							
Mean:		5.185	29.70787	26.19408	13.09945	0.0321	1.13
S.D.:		1.70e-3	8.55715e-1	7.61883e-1	4.27089e-1	1.70e-3	0.04
RSD :		0.033	2.88043	2.90861	3.26036	5.2891	3.32
95% CI:		2.11e-3	1.06251	9.46002e-1	5.30301e-1	2.11e-3	0.05

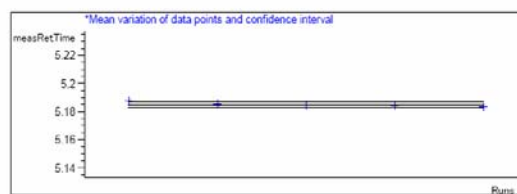
### Extended Statistic

#### Report

(レポート項目を選択  
可能です)

Compound: Malate (Signal: DAD1 A, sig=350,20 Ref=200,10)

Run #	MigTime [min]
1	5.18774
2	5.18528
3	5.18447
4	5.18414
5	5.18326
----- -----	
Mean:	5.18498
S.D.:	0.00170
RSD :	0.03285
95% CI:	0.00211



### <注意>

「DA.M」にマニュアル積分条件を保存している場合（本書ではこの方法を紹介していません）、シーケンス再解析を実行すると DA.M がシーケンスメソッドの内容で上書きされるので、注意してください。

もし、DA.M を利用する解析を行いたい場合は、シーケンス再解析ではなく、レビューウィンドウからのデータ読み込みとレポート出力を逐次実行してください。

### <参考>

各データに保管されたマニュアルイベントについては、シーケンス再解析を実行しても上書きされ（変更を受け）ません。



---

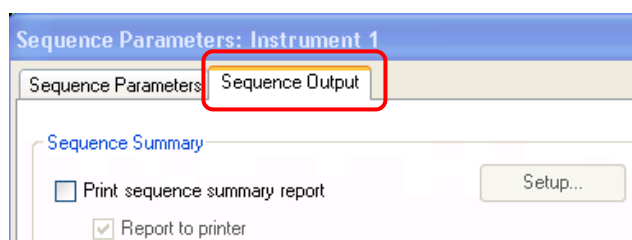
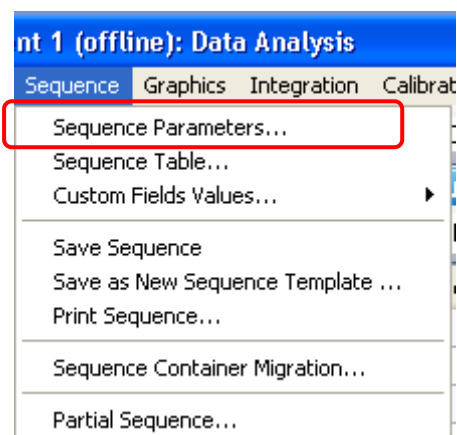
7-4～7-6 節を参照し、検量線テーブル作成、レポート出力方法を設定後、シーケンスメソッドを保存します。

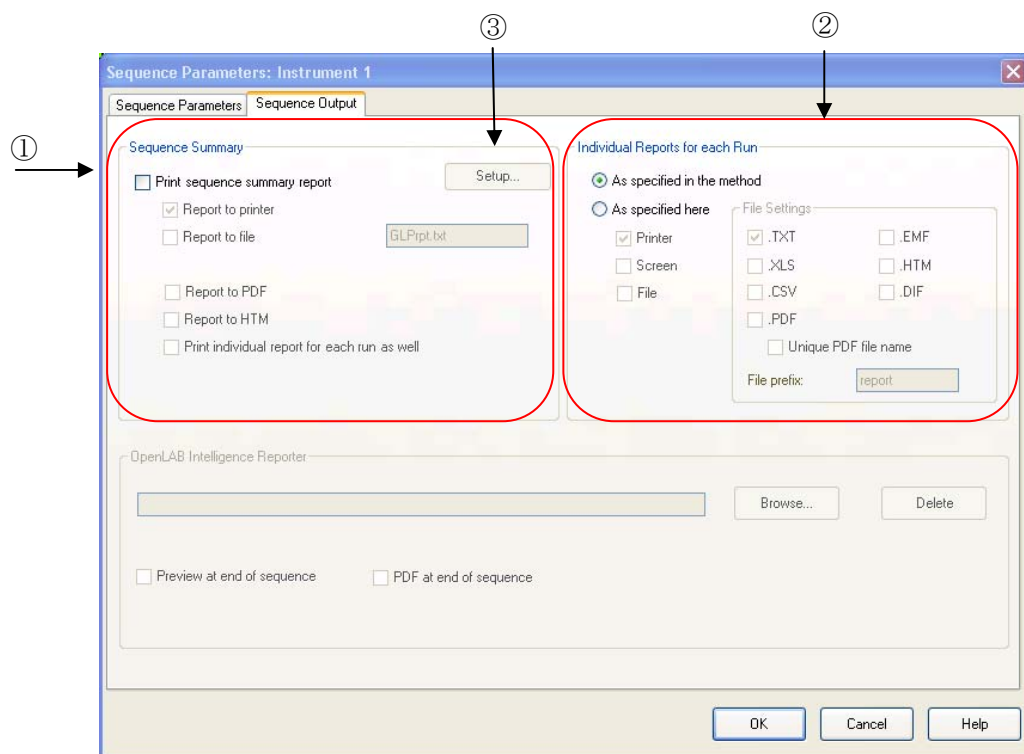
シーケンスメソッドの保存先はシーケンスコンテナ内です。

Method → Save Sequence Method

連続再解析の結果の出力方法を設定します。

メニューから Sequence → Sequence Parameters を選択し、Sequence Output のタブを選択します。





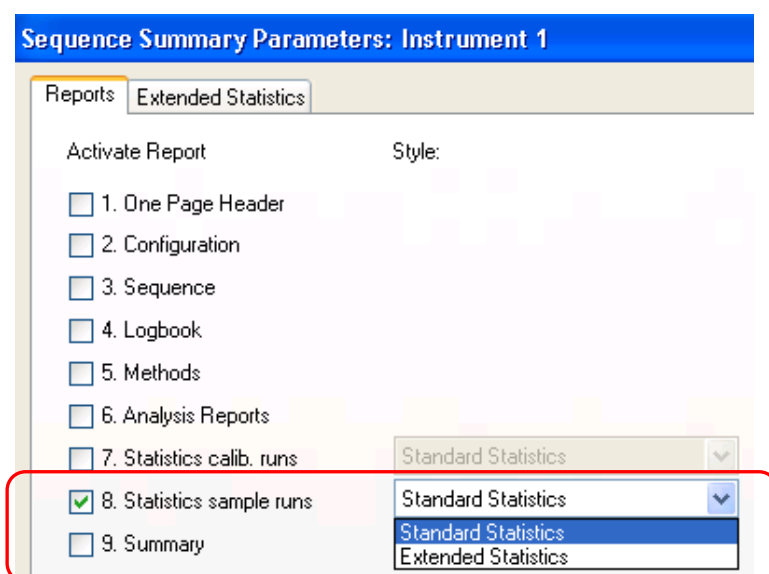
① 連続再解析の結果として、**Sequence Summary Report**(シーケンスサマリー/通しのページ番号が振られたレポート)を印刷するかどうか選択します。

- ・**Report to Printer** : レポートに出力します(初期設定で選択されています)。
- ・**Report to File** : ファイルに出力します。
- ・**Report to PDF** : PDF ファイル形式に出力します。
- ・**Report to HTML** : HTML ファイル形式に出力します。
- ・**Print individual report for each run as well** : 各分析のレポートも出力します。

② シーケンスサマリーレポートと同時に各分析のレポートも出力するには、” **Print individual report for each run as well**”にチェックを入れ、②でレポート出力先を設定します。

- 
- As specified in each method : メソッド毎に指定された設定で出力します。
  - As specified here : ここで設定した出力先、出力フォーマットに従います。

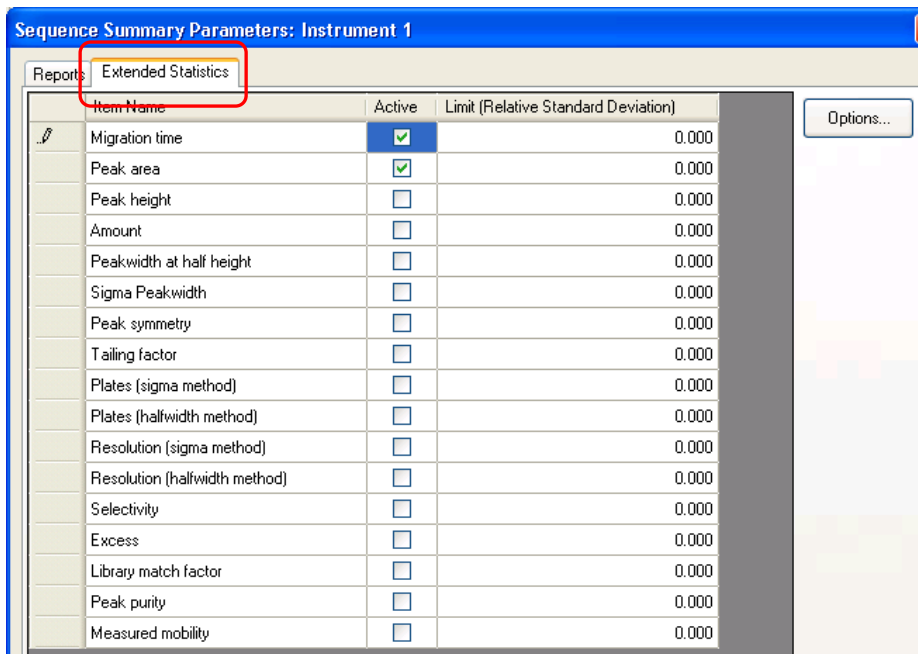
③ **Setup...** ボタンをクリックします。シーケンスサマリーレポートで表示する内容を設定します。デフォルトでは「9:Summary」にのみチェックが入っています。



④ 「8 : Statistics Sample Runs」にチェックを入れ、「Standard Statistic」または「Extended Statistic」を選択します。

ヒント : この 8 をチェックすると、定量できたピークについて、平均値、分散、相対標準偏差などの一覧レポートが追加できます。

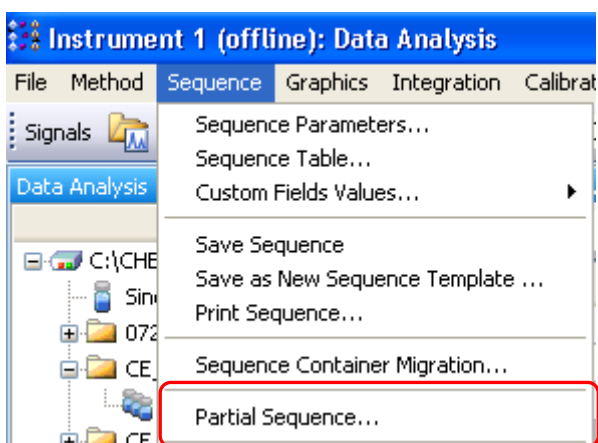
「Extended Statistic Report」を選択した場合、Extended Statistic のタブをクリックし、レポートする項目を選択します。



- ⑤ 再解析対象の未知サンプルデータを指定します。

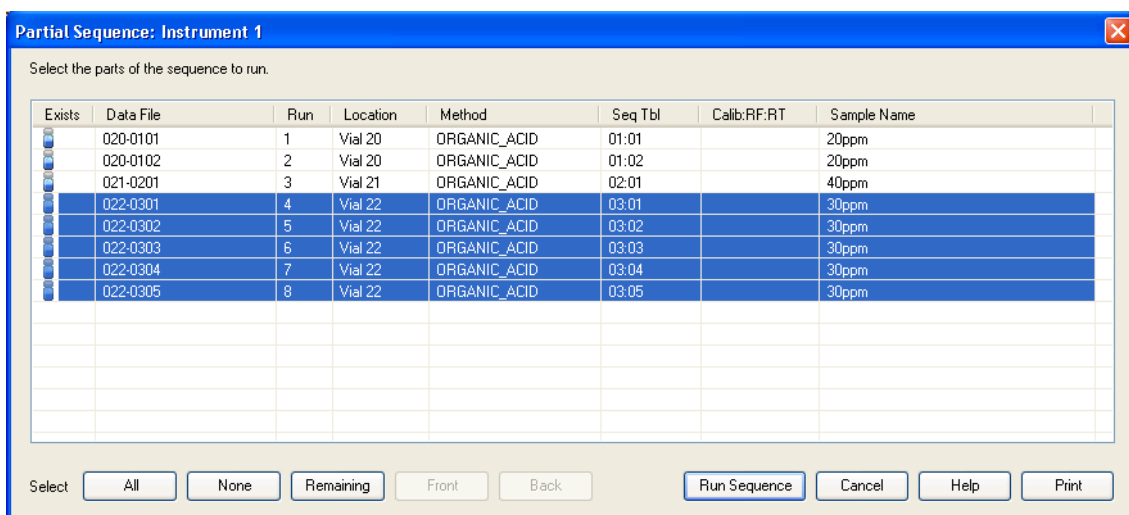
Sequence → Partial Sequence

をクリックします。



データ採取時の（シーケンスコンテナ内に保管されている）シーケンステーブルが表示されます。レポートを出力したい行を選択します。

**(注意)** 標準サンプル(STD)の行は選択からはずします。意図しない自動リキャリブレーション(検量線の置き換え)を避けるためです。定量対象のサンプルの行のみ選択します。



<参考>

複数行の選択は、キーボードの **Ctrl** キーや **Shift** キーを押しながらクリックします。

⑥ シーケンス実行をクリックすると、連続再解析され、結果が印刷されます。

「Run Sequence」をクリックすると、連続再解析されます。

Sequence Output で「Report to Printer」を選択した場合はレポートが印刷されます。

Sequence Output で「Report to File」「Report to PDF」「Report to HTM」を選択した場合は、シーケンスコンテナの中にファイルが生成されます。

Name ▲	Size	Type
020-0101.D		File Folder
020-0102.D		File Folder
021-0201.D		File Folder
022-0301.D		File Folder
022-0302.D		File Folder
022-0303.D		File Folder
022-0304.D		File Folder
022-0305.D		File Folder
ORGANIC_ACID.M		File Folder
METHODS.REG	1 KB	Registration Entries
ORGANIC_SEQ.B	6 KB	B File
ORGANIC_SEQ.LOG	26 KB	Text Document
ORGANIC_SEQ.S	13 KB	S File
summary_1.txt	8 KB	Text Document
summary_1.pdf	5 KB	Adobe Acrobat Doc...

```

Statistic Report

Sequence table: C:\CHEM32\1\DATA\CE_SUMMARY\ORGANIC_SEQ 2008-06-03 14-53-00\ORGANIC_SEQ.S
Data directory path: C:\CHEM32\1\DATA\CE_SUMMARY\ORGANIC_SEQ 2008-06-03 14-53-00\
Operator: Agilent

Method file name: C:\CHEM32\1\DATA\CE_SUMMARY\ORGANIC_SEQ 2008-06-03 14-53-00\ORGANIC_ACID.M

Run Location Inj Inj. Date/Time File Name Sample Name
# #
-----|-----|-----|-----|-----
1 Vial 22 1 6/3/2008 3:40:30 PM 022-0301.D 30ppm
2 Vial 22 2 6/3/2008 3:54:21 PM 022-0302.D 30ppm
3 Vial 22 3 6/3/2008 4:08:12 PM 022-0303.D 30ppm
4 Vial 22 4 6/3/2008 4:22:02 PM 022-0304.D 30ppm
5 Vial 22 5 6/3/2008 4:35:54 PM 022-0305.D 30ppm

Compound: Malate (Signal: DAD1 A, Sig=350,20 Ref=200,10)

Run Type MigTime Amount Area Height Width Symm.
# [min] [ppm] [mAU*s] [mAU] [min]
-----|-----|-----|-----|-----|-----
1 BBA 5.188 30.82239 27.18639 13.69395 0.0352 1.06
2 BBA 5.185 29.95264 26.41201 13.24035 0.0313 1.14
3 BBA 5.184 30.04904 26.49784 13.19651 0.0314 1.14
4 BBA 5.184 28.67778 25.27695 12.69824 0.0312 1.16
5 BBA 5.183 29.03747 25.59719 12.66823 0.0316 1.14

-----|-----|-----|-----|-----|-----
Mean: 5.185 29.70787 26.19408 13.09945 0.0321 1.13
S.D.: 1.70e-3 0.55715e-1 7.61883e-1 4.27089e-1 1.70e-3 0.04
RSD : 0.033 2.88043 2.90861 3.26036 5.2891 3.32
95% CI: 2.11e-3 1.06251 9.46002e-1 5.30301e-1 2.11e-3 0.05

```

图 : Standard Statistic Report 例 (拔粹)

---

<補足：リキャリブレーションを含んだシーケンス再解析による定量>

7-9 節では、シーケンスの選択分析機能を使用した連続再解析を紹介しました。  
ここでは、さらに進んで、シーケンス内でリキャリブレーション（検量線更新）を含んだ再解析シーケンスを紹介します。

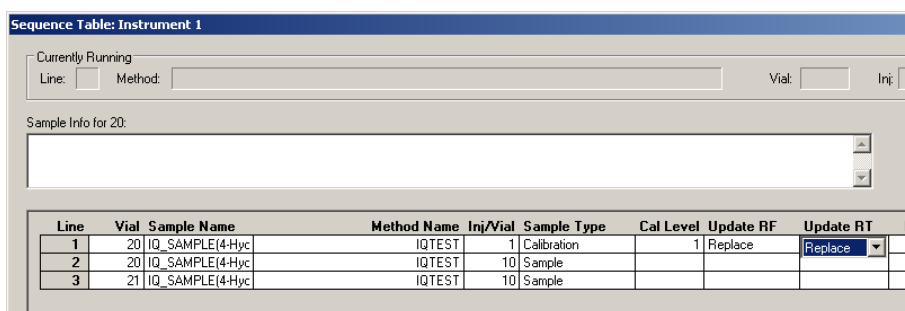
**注意：**

「DA.M」にマニュアル積分条件を保存している場合、（本書では紹介していません）

シーケンス再解析を実行すると DA.M が上書きされるため、  
マニュアル積分イベントが消えます。

前提は、STD, サンプルとも、ピークが MT ウィンドウ内に入っていることが確認できていることです。これは、シーケンスメソッドを完成させた後レビュー画面で確認ができます。  
準備は 7-7 節でシーケンス出力の設定方法までは、同様になります。

ここで、メニューから、Sequence → Sequence table（シーケンステーブル）として、  
シーケンステーブルを編集します。



Line	Vial	Sample Name	Method Name	Inj/Vial	Sample Type	Cal Level	Update RF	Update RT	Ir
1	20	IQ_SAMPLE(4-Hyc	IQTEST	1	Calibration		1	Replace	Replace
2	20	IQ_SAMPLE(4-Hyc	IQTEST	10	Sample				
3	21	IQ_SAMPLE(4-Hyc	IQTEST	10	Sample				

---

テーブル内の、STD を測定した行の

Sample Type (サンプルタイプ) を「Calibration (キャリブレーション)」に

Cal Level (Cal レベル) を 該当する値に

Update RF (RF (レスポンスファクタ更新)) を「Replace (置き換え)」に(推奨)

Update MT (MT (マイグレーションタイム更新)) を「Replace (置き換え)」に(推奨)

それぞれ設定し、最後に **OK** をクリックして終了します。必要があれば、シーケンスを保存します。

この後、**Sequence** → **Start Reprocessing** で連続再解析が始まります。

もしくは、ナビゲーションパネル上のシーケンス再解析実行アイコンをクリックします。



シーケンス実行時に「Sample Type」項目が「Calibration」の場合、MT と RF は、そのデータの積分結果の MT と RF で変更されます。

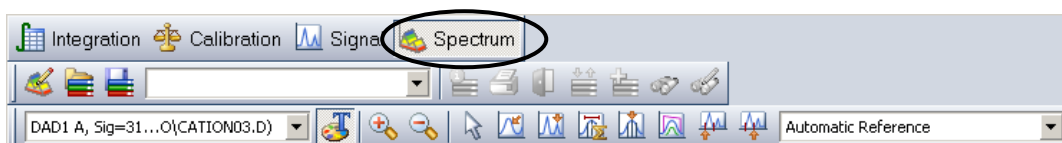


---

## 第8章 スペクトル解析 (Spectrum)

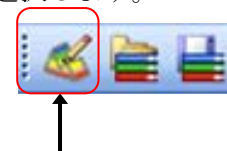
スペクトル解析は、特徴的な UV スペクトルを有する化合物の定性手段として利用できます。また、新規の化合物の検出条件最適化など、分析メソッドを開発する際にも有効です。しかし、間接吸光度法による検出を用いる分析条件 (UV 吸収の少ない化合物を検出する分析条件(例：めっき液分析バッファ、有機酸分析バッファ、陽イオン分析バッファなど)) においては、間接吸収光剤の UV スペクトルが支配的となり、スペクトル解析は有効となりません。

スペクトル解析を行うためのツールバーに切り替えます。



### 8-1. スペクトルオプション (Spectra Option)

スペクトル表示条件を設定します。スペクトルツールバー上のアイコンを選択します。



または、メニューバーより

**Spectra** → **Spectra Options...** を選択します。

スペクトルオプションでは1つの設定画面でスペクトル及び純度チェックに関するパラメータを同時に設定することができます。

次ページのようなパラメータの設定および個々の設定に関する説明が表示されます。

< Spectra (スペクトルの設定) >

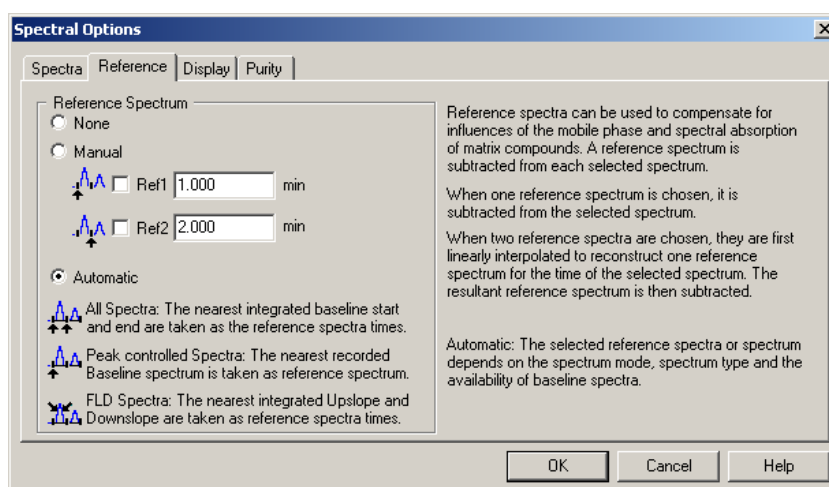


- ① **Wavelength Range (波長範囲)** : にチェックし、表示するスペクトルの波長範囲を入力します。
- ② **Spectra per Peak (ピークあたり スペクトル数)**
  - **Spectra per Peak (ピークあたりスペクトル数)**  
: 3,5,7,9,All から表示数を設定できます。
  - **Threshold (スレッシュホールド)**  
: 設定した吸光度以上のスペクトルを表示します。
- ③ **Spectra Processing (スペクトル処理)**
  - **Smooth Factor (スムーズファクタ)**  
: スペクトルを滑らかに表示します。ノイズの大きいスペクトルに有効です。数字を入力します。
  - **Spline Factor (スプラインファクタ)**  
: データ採取ポイントを通して、スペクトルを滑らかに表示します。
  - **Logarithm (ログリズム)** : 自然対数
  - **Derivative Order (微分次数)** : スペクトルの変化が細かく把握できます。

---

## <Reference (リファレンスの設定) >

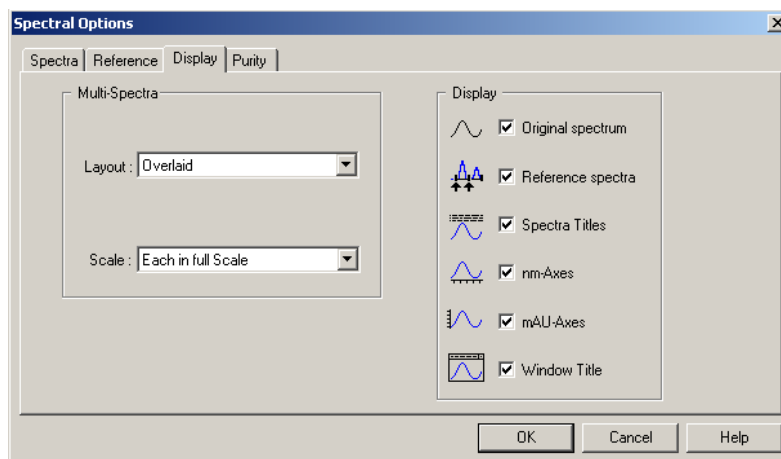
移動相の吸収やマトリックス物質のスペクトル吸収を減算することで影響を補正し、成分のスペクトルをより正しく表示させるために使用します。



- **None (なし)** : リファレンススペクトルを設定しません。  
表示されるスペクトルは、検出器が測定したそのままのスペクトルになります。
- **Manual (マニュアル)** : リファレンススペクトルとして設定した時間でのスペクトルをリファレンスに設定します。  
目的ピークの前側をリファレンス 1 に、後ろ側をリファレンス 2 に設定します。
- **Automatic (自動)** : スペクトルモードとベースラインスペクトルによってリファレンススペクトルが自動的に設定されます。

---

< Display (画面表示の設定) >



① Multi-Spectra (マルチスペクトル) の設定

• Layout (レイアウト)

Overlaid (重ね書き) : スペクトルを重ね書きします。

Separated (分割) : スペクトルを分割表示します。

• Scale (スケール)

All the same Scale (すべて同じスケール)

: 全スペクトルを同じスケールで表示します。

Each in full Scale (それぞれをフルスケール)

: それぞれをフルスケールで表示します。

② Display (表示) の設定

• Original Spectrum (オリジナルスペクトル)

: 採取したスペクトルを表示します。

• Reference Spectra (リファレンススペクトル)

: リファレンススペクトルを表示します。

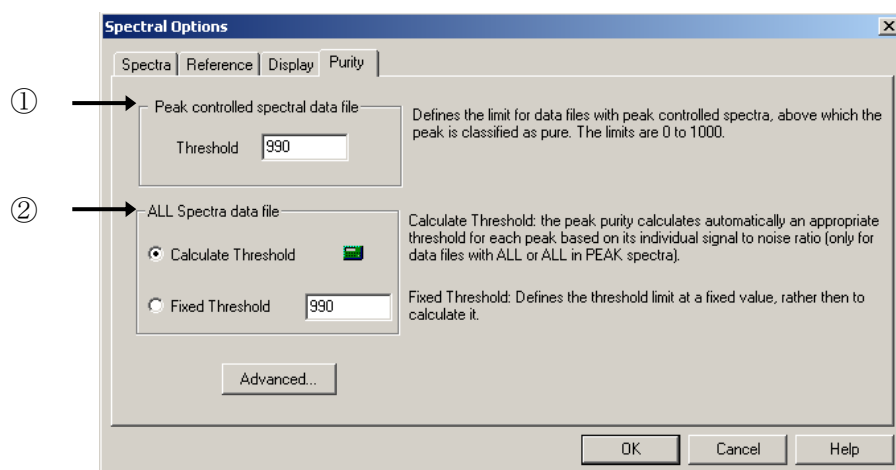
• Spectra Titles (スペクトルタイトル)

: スペクトルのタイトル(採取時間等)を表示します。

- 
- nm-Axes (nm-軸) : スペクトルの波長軸を表示します。
  - mAU-Axes (mAU-軸) : スペクトルの吸光度軸を表示します。
  - Window Title (ウィンドウタイトル) : ウィンドウのタイトルを表示します。

---

<Purity (純度チェックの設定) >



スペクトルデータの保存方法により、計算方法が異なるので、基準値も2通りの設定があります。

① Peak Controlled spectra data file

(ピークコントロールスペクトルデータファイル)

: “Apex+Baselines (頂点+ベースライン)”, “Apex+Slopes+Baselines (頂点+スロープ+ベースライン)”, “All in Peak (ピーク内全て)” で採取したデータファイルに対しての純度判断の基準値を設定する欄です。

② All Spectra data file (全スペクトルデータファイル)

: “All (全て)”, “Every 2nd Spectrum (2 スペクトル毎)” で採取したデータファイルに対しての純度判断の基準値を設定する欄です。

• Calculate Threshold (スレッシュホールド計算)

: S/N 比を基に、各ピークに適切なスレッシュホールドを自動的に計算させます。

• Fixed Threshold (固定スレッシュホールド)

: スレッシュホールド値を固定して基準値とします。

---

## 8-2. スペクトルの表示・印刷

### 8-2-1. スペクトルの表示

① データファイルを読み込みます。

② スペクトルの表示方法を選択します。



フェログラム上で指定した点でのスペクトルを表示

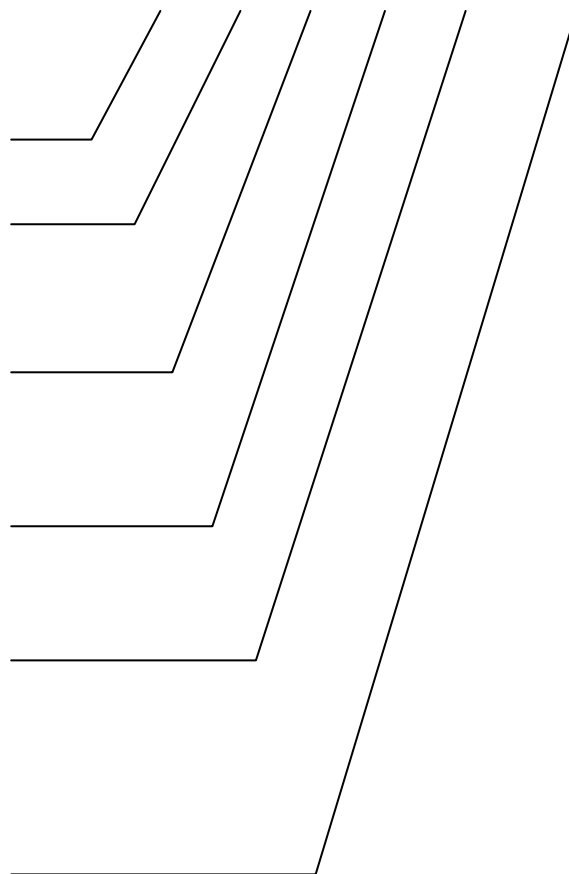
指定したピークの頂点のスペクトルを表示

指定した2点間のスペクトルを平均した  
スペクトルを表示

スペクトル オプション (Spectra Option) で設定し  
たピークあたりのスペクトル (Spectra Per Peak)  
に基づいてスペクトルを表示

指定したピークの純度チェックを実施

リファレンススペクトルの設定：フェログラム上のリファレンススペクトルとしたい位置にカーソルを移動してクリックします。その位置でのスペクトルがリファレンスとして記憶されます。リファレンス 1, 2 (Reference Spectrum 1, 2) の平均がリファレンススペクトルとして実際のスペクトルから差し引かれます。

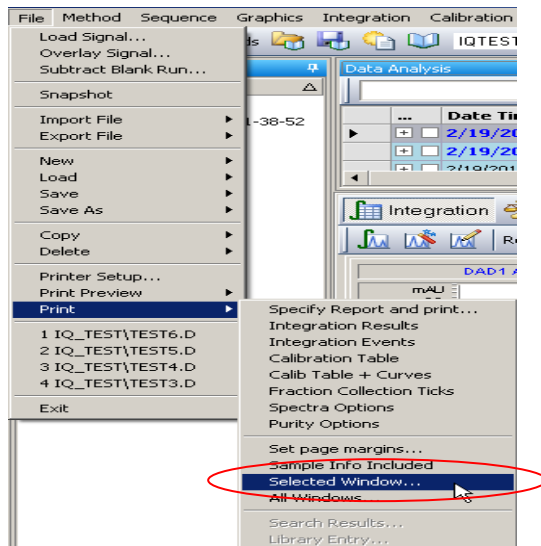


- 
- ③ 目的のピークにカーソルを移動しクリックします。

## 8-2-2. スペクトルデータの印刷 (Print Spectra)

画面に表示されているスペクトルやウィンドウ内のデータを表示、出力することができます。

- ① 印刷したいスペクトルが表示されているウィンドウをクリックしアクティブにします。
- ② メニューバーから  
**File** → **Print** を選択します。



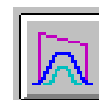
リストから印刷する項目を選択します。

- **Selected Window** (選択ウィンドウ) : アクティブ・ウィンドウの中のデータを印刷します。



- 
- All Windows (全てのウィンドウ) : 画面上にある全てのウィンドウ内のデータを印刷します。

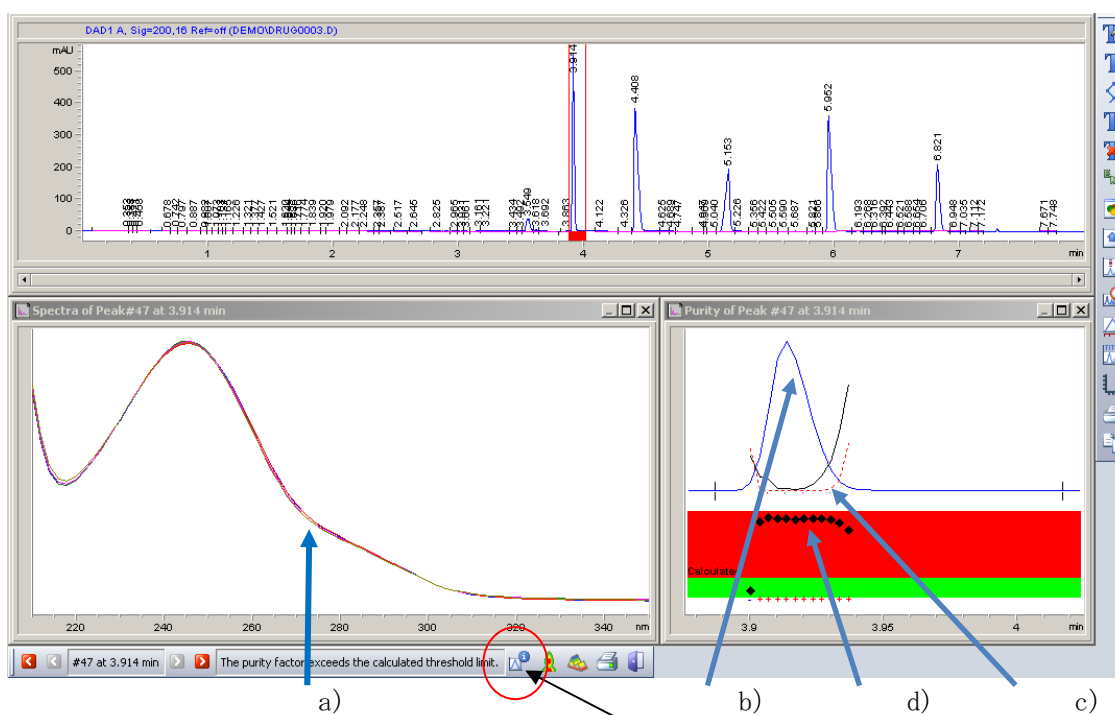
### 8-3. 純度チェックの実行 (Purity)



- ① 純度チェックの実行をします。スペクトルツールバー上のアイコンを選択します。または、メニューバーより

**Spectra** → **Spectra Peak Purity** を選択します。

- ② 目的のピークをクリックすると、次の画面が表示されます。



- a) スペクトルの重ね書き
- b) シグナルの重ね書き (複数波長で測定した場合)
- c) シミラリティ/スレッシュホールドカーブ
- d) 純度計算に使用されたポイント

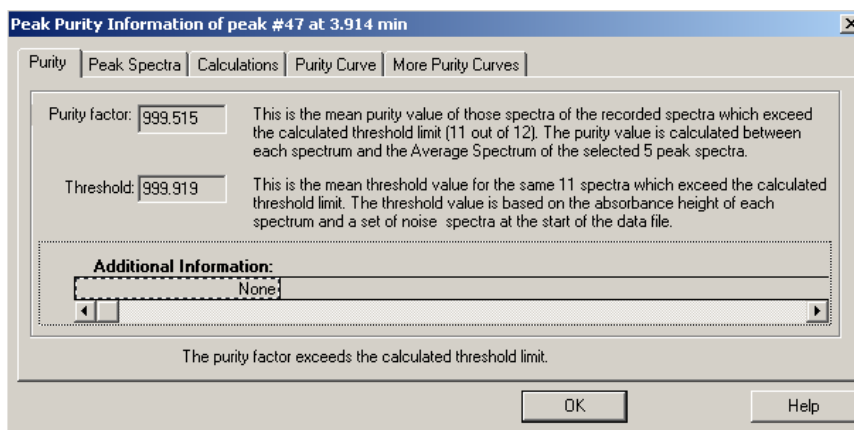
このアイコンをクリックすると、純度チェックの詳細結果の表示および詳細なパラメータ設定を

---

## < Purity (純度) >

純度チェックの結果を表示します。

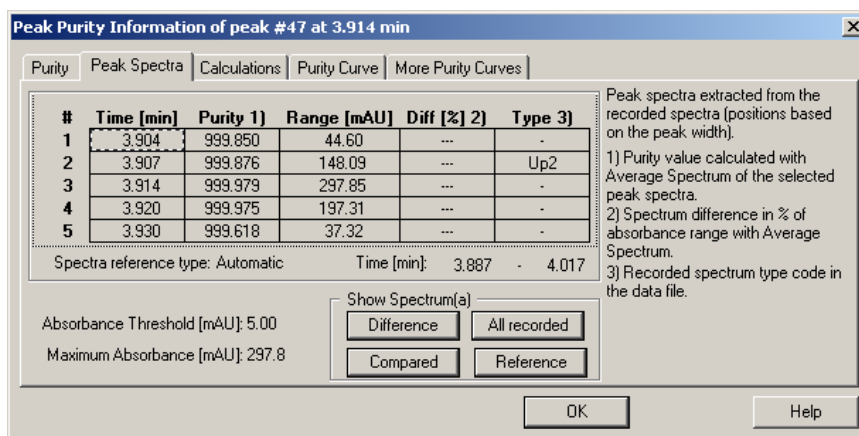
純度ファクタとスレッシユホールドの値が表示されます。



## < Peak Spectra (ピークスペクトル) >

ピークスペクトル個々の純度結果を表示します。

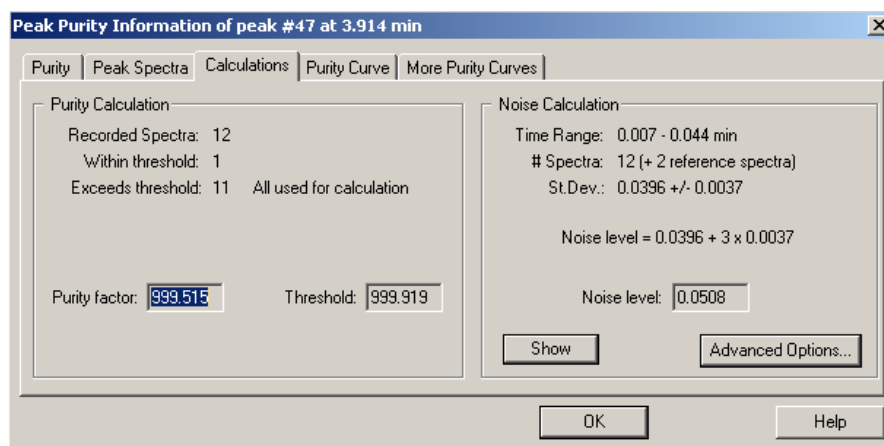
MT、純度、吸光度範囲、純度計算の基準となるスペクトルとの差を表示します。



---

< Calculation (計算) >

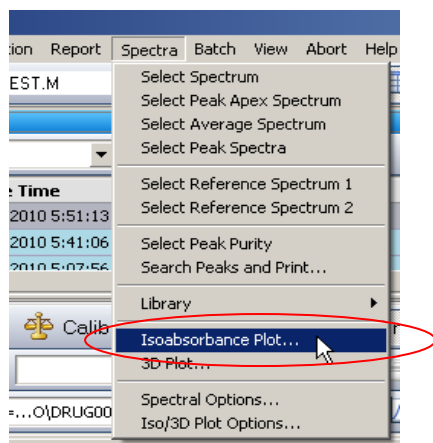
純度計算に使用されたスペクトル数が表示されます。



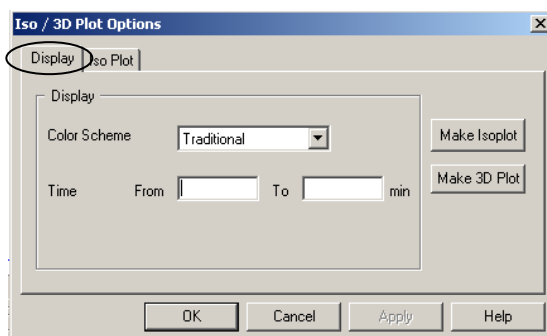
## 8-4. 等高線表示 (Isoabsorbance Plot)

スペクトルを” All (全て) ”または” Every 2nd Spectrum (2 スペクトル毎) ”で採取したデータは、等高線表示することができます。

- ① データファイルを読み込みます。
- ② メニューバーから **Spectra** → **Iso / 3D Options...** を選択します。

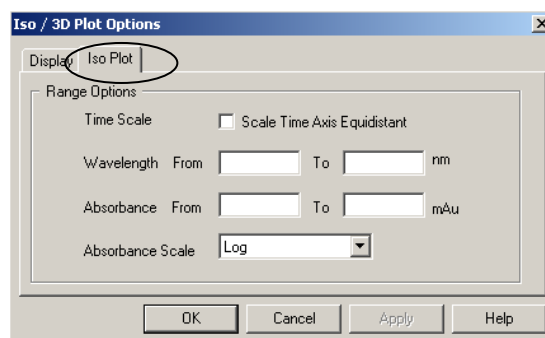


- **Color Scheme (カラー配色)** : 表示する色を選択します。標準の設定は **Traditional** です。
- **Time (時間)** : 表示する時間範囲を設定します。

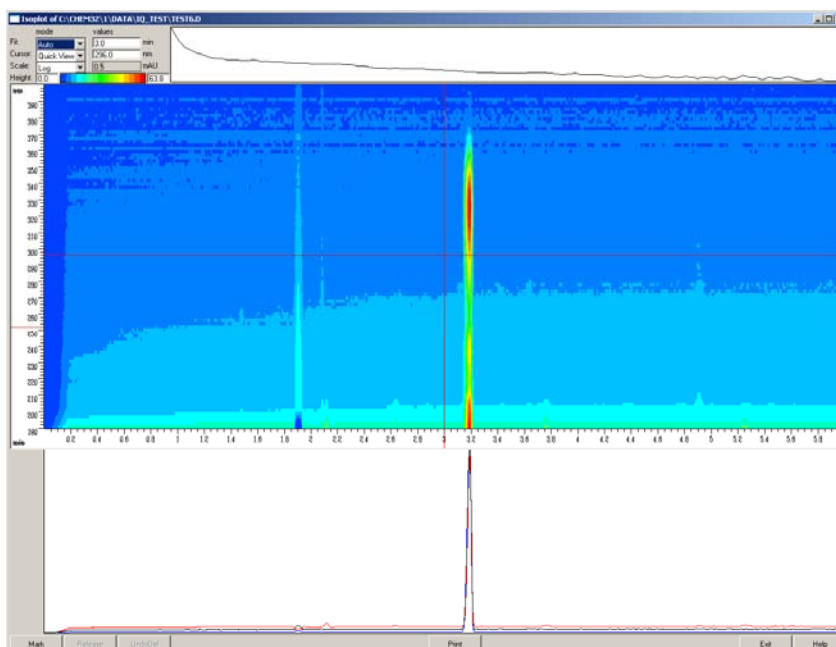


- Wavelength (波長) : 波長範囲を設定します。
- Absorbance (吸光度) : 吸光度範囲を設定します。
- Absorbance Scale (吸光度スケール) :

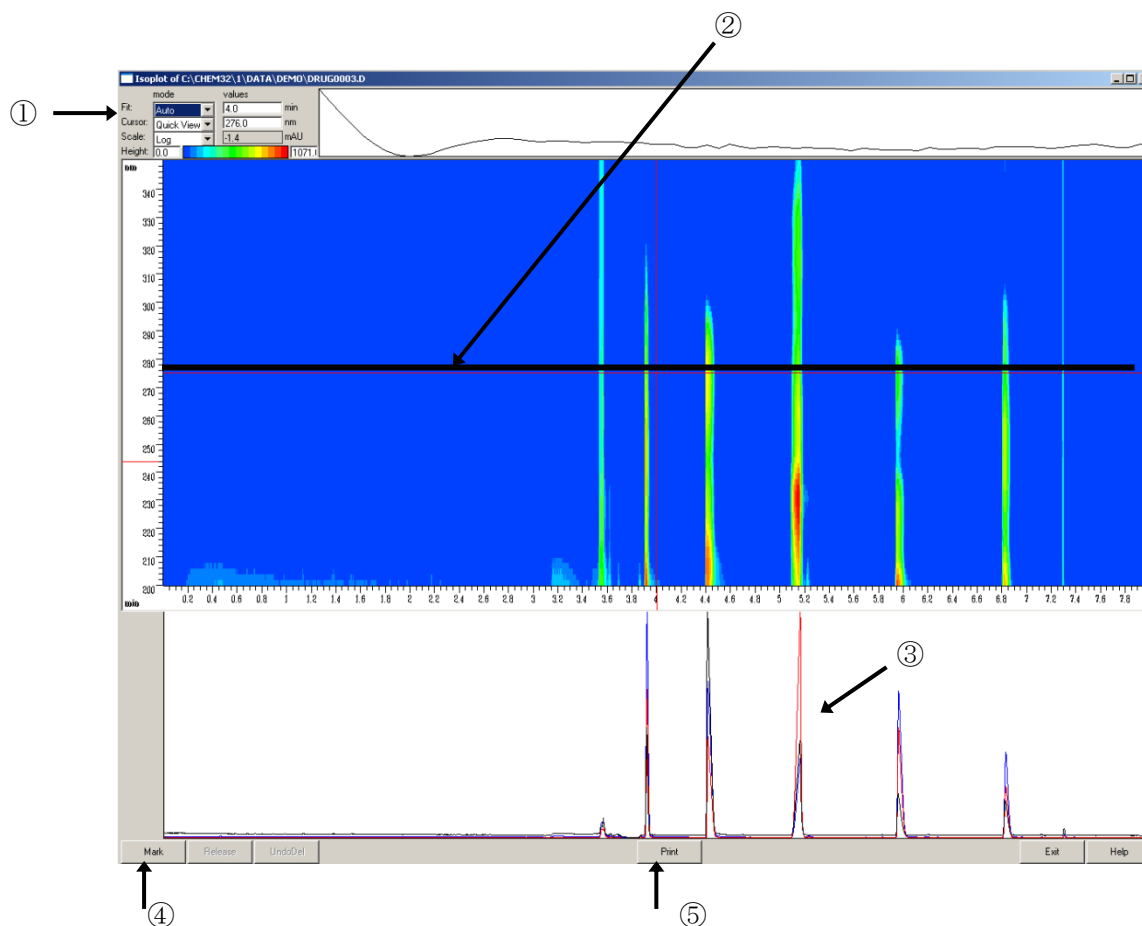
Lin : 等高線表示  
 Ratio : 比等高線表示  
 Log : 対数等高線表示



- ③ 前ページの画面上の **Make Isoplot** をクリックすると、次の画面が表示されます。



## 8-4-1. フェログラムの表示

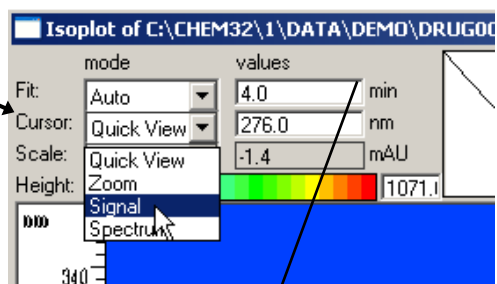


- ① **Cursor** を **Quick View** にします。
- ② 横軸、縦軸の交差したところにカーソルを移動し、表示したいフェログラムの位置までカーソルをドラッグします。
- ③ その位置でのフェログラム（下図）が黒い線で表示されます。
- ④ **Mark** をクリックすると、フェログラムを選択した波長に印をつけておくことができます。
- ⑤ **Print** で等高線表示画面を印刷できます。

---

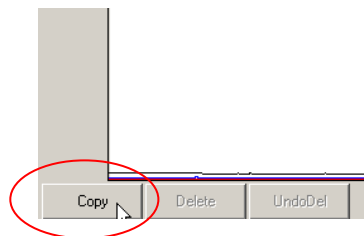
## 8-4-2. フェログラムの抽出

- ① Cursor の表示を Signal にします。



Cursor を Signal にした画面。カーソルの位置の波長 (WL) が自動的に入力されます。必要に応じて BW (バンド幅)、Ref (リファレンス) 設定を設定します。

- ② **Mark** で印をつけた波長まで、画面上の線をドラッグして移動します。



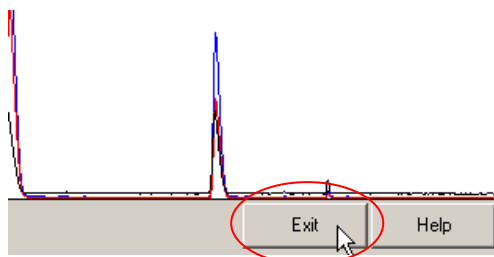
- ③ 画面左下の **Copy** をクリックします。

画面にフェログラムが抽出、表示されます。フェログラムは解析画面にもコピーされます。

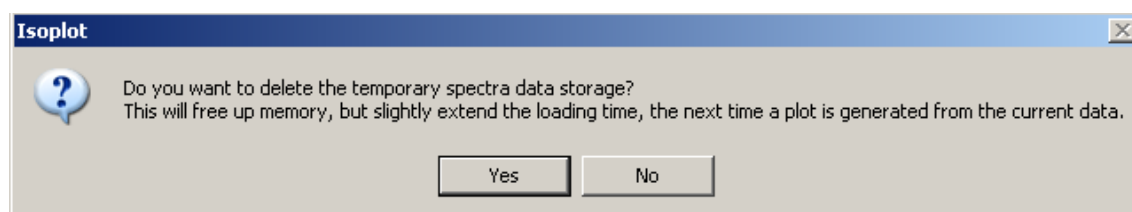
- ④ 抽出した図を消去したい場合には、目的のフェログラム、スペクトルをクリックし、**Delete** をクリックします。



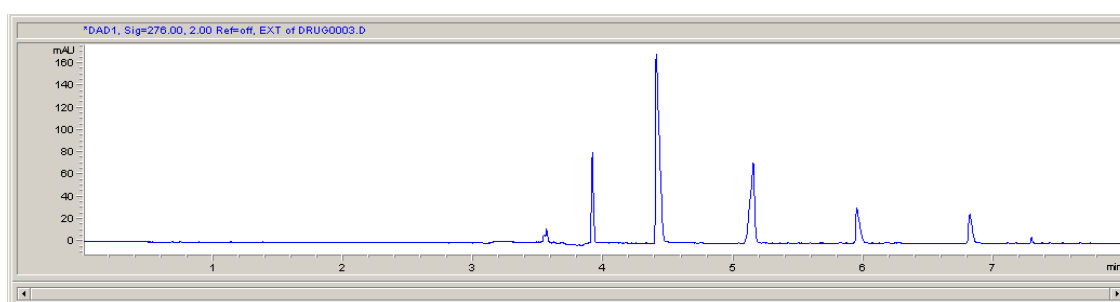
- ⑤ **Exit** をクリックします。



- ⑥ 次の画面が表示されます。**Yes** をクリックします。



- ⑦ 抽出されたフェログラムが表示されます

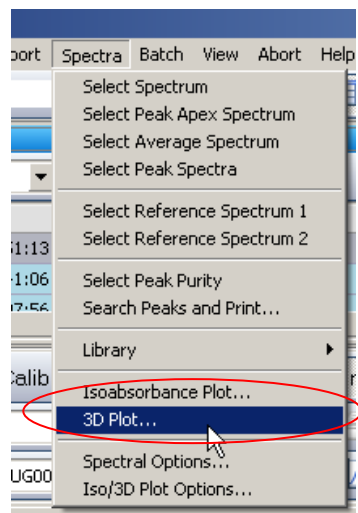


抽出したフェログラムは積分など通常のデータ同様の処理を行うことが可能です。

## 8-5 3次元表示 (3D Plot)

メニューバーから

**Spectra** → **3D Plot** を選択します。

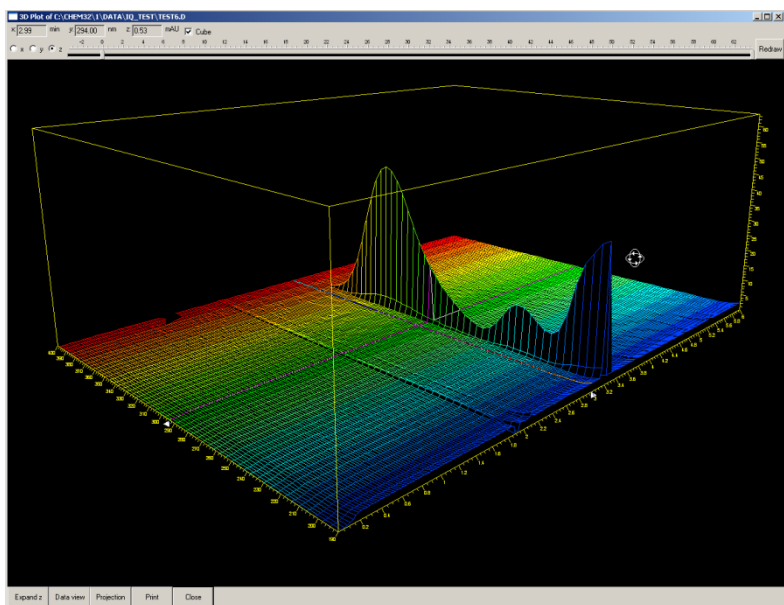


- ① X,Y,Z のスケールを自由に変更することができます。

変更したい軸を選択して、右のスケール内のカーソルを移動します。

- ② **Redraw** をクリックします。

- ③ **Close** で3次元表示画面から抜けます。



---

## 第9章 メンテナンス

### 9-1. 本体のメンテナンス

この章では、定期的に行う必要がある Agilent 7100 CE 本体のメンテナンスについて説明します。このハンドブックに記載されているメンテナンス以外のメンテナンスや修理が必要な場合は、アジレント・テクノロジー株式会社のコールセンターへご連絡ください。このハンドブックに記載されていないメンテナンスを行って故障が生じた場合、保証の範囲ではありません。

### 9-2. 電極、プレパンチャー、絶縁プレートの洗浄

#### 目的

バッファ中の塩、界面活性剤、添加剤などが電極やプレパンチャーに析出する、或いは大気中に浮遊している帯電物質が絶縁プレート周辺に汚れとして溜まると、次のような故障の原因となります。

- アーク放電や過度のリーク電流の発生
- 注入量や移動時間の再現性低下
- キャリーオーバーの発生
- 加圧機構を用いる、フラッシュ時や試料注入時の動作不良

#### 頻度

電極、プレパンチャー、絶縁プレートの洗浄はおよそ1週間に1回程度実施してください。特に次のような場合は洗浄を行ってください。

- アプリケーションの原因以外で分析の再現性(移動時間・面積)が良好でない場合
- キャリーオーバーが観察される場合

- 
- テーリングピーク、ピーク割れが観察される場合
  - アーク放電や過度のリーク電流が観察された場合
  - 尿素やゲルのように粘性の高いバッファを使用した場合
  - 高濃度の塩や界面活性剤を含むバッファを使用した場合

### 手順

次の手順で洗浄を行います。

- **Agilent 7100 CE** 本体からバイアルとカセットを取り外します。電源をオフにして、電源ケーブルを外します。
- インレット側の電極を取り外します。
- 絶縁プレートを本体から取り外し、絶縁プレートのアウトレット側の電極を取り外します。
- 本体のフロントカバーを取り外します。
- プレパンチャーを取り出します。
- 電極を洗浄します。
- プレパンチャーを洗浄します。
- 絶縁プレートを洗浄します。
- プレパンチャーを取り付けます。フロントカバーを取り付けます。
- アウトレット側の電極を絶縁プレートに取り付けます。
- 絶縁プレートを本体へ取り付けます。
- インレット側の電極を取り付けます。

### 必要な部品

- 12mm** ボックスレンチ……………スタートアップキットに含まれています

- 
- プラスドライバー……………スタートアップキットに含まれています
  - マイナスドライバー……………スタートアップキットに含まれています
  - イソプロパノール入り洗浄ボトル
  - 純水入り洗浄ボトル
  - 圧縮エア(オイルフリー)
  - 保護具 (保護用眼鏡、手袋)

#### <警告>

この作業を行う場合は、ラボの一般的な安全規則に従ってください。安全のために保護用眼鏡とゴム手袋を着用してください。

#### Agilent 7100 CE 本体の準備

メンテナンスを行う前に次を実施します。

-

#### <ChemStation から操作する場合>

- ① 画面のランプの絵の上で右クリックします。
- ② **Switch UV lamp off**を選び、ランプを **Off** にします。
- ③ **Unload Inlet lifter**、**Unload Outlet lifter**を選び、リフトが持ち上げているバイアルをトレイに降ろします。
- ④ オンライン、オフライン共に全ての **ChemStation** を終了させます。
- ⑤ Agilent 7100 CE 本体の電源を **off** にします。
- ⑥ Agilent 7100 CE 本体から電源ケーブルを抜きます。

---

### <Lab Advisor から操作する場合>

Lab Advisor ソフトウェアの詳細については、第 10 章を参照して下さい。

- ① ChemStation が起動していないことを確認します。或いは、ChemStation が分析を実行していないことを確認します。
- ② Lab Advisor で Agilent 7100 CE 本体のモニタリングを開始します。
- ③ メニューから **Tools** を選択します。
- ④ **CE Control Screen** を選び、右のメニューから **Maintenance Positions** を選択します。  
この操作により、全てのリフトがメンテナンスポジションまで下がります。
- ⑤ オンライン、オフライン共に全ての ChemStation を終了させます。
- ⑥ Agilent 7100 CE 本体の電源を off にします。
- ⑦ Agilent 7100 CE 本体から電源ケーブルを抜きます。

---

## 【電極の取り外し】

- ① カセットホルダーを後ろに倒して、元の位置に戻します。
- ② 図を参照して、絶縁プレートを固定している2つの金属ネジ外します。ネジを紛失しないようご注意ください。
- ③ 図を参照して、青色のアースケーブルを固定しているネジを外します。ネジとワッシャーを紛失しないようご注意ください。

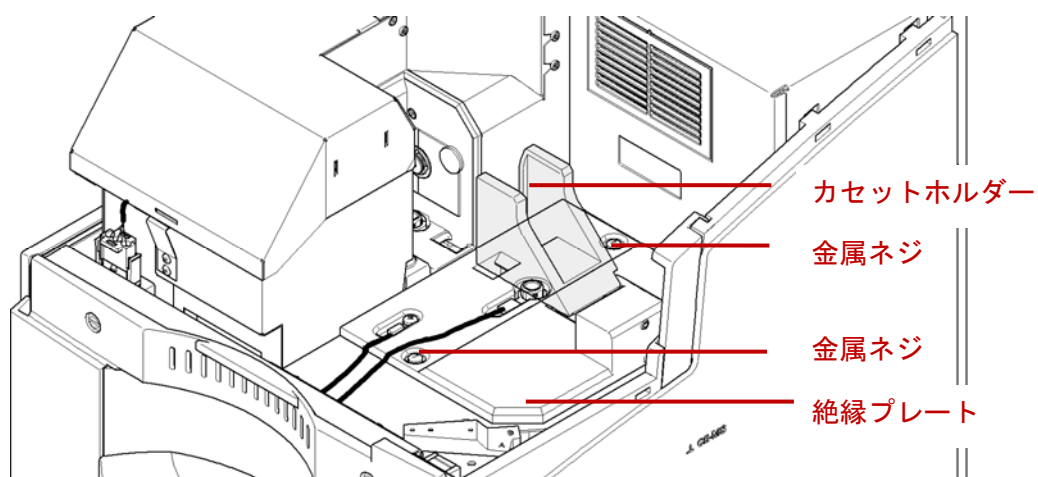


図 ネジの取り外し

- ④ 12mm のボックスレンチでインレット側の電極を取り外します。

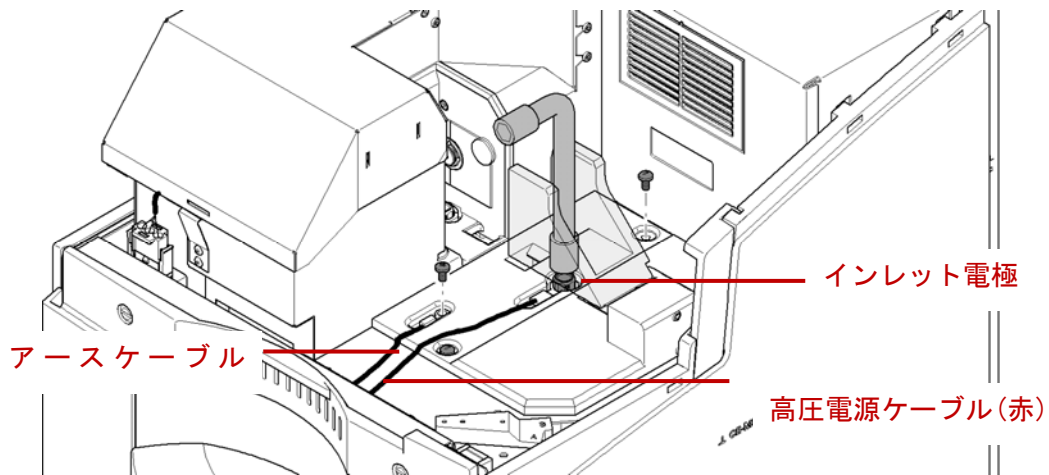


図 電極の取り外し

- ⑤ 赤色の高圧電源ケーブルを上へ静かに持ち上げ、インレット電極を取り出します。
- ⑥ 図を参照して、絶縁プレートをゆっくり右へスライドさせた後(1)、傾けて持ち上げて取り出します(2→3)。この際、アウトレット電極が装置の他の場所に触れないように注意して取り外してください。

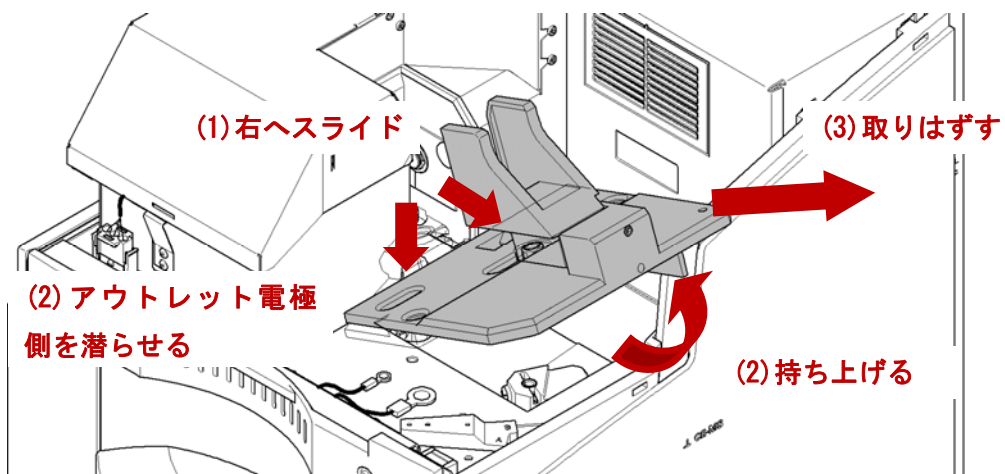


図 絶縁プレートの取り外し



- 
- ⑦ 12mm のボックスレンチを用いて、絶縁プレートからアウトレット電極を取り外します。

<備考>

アウトレット電極は絶縁プレートを取り外さないと、取り外すことができません。

**【フロントカバーの取り外し】**

- ① トップカバーを開け、キャピラリーカセットを取り外します。
- ② フロントカバーの上部にある 2 つのネジをそれぞれ 90° 回転させます（マイナスネジの刻印が垂直方向から水平方向になるように）。これらのネジは外せないような仕組みになっています。

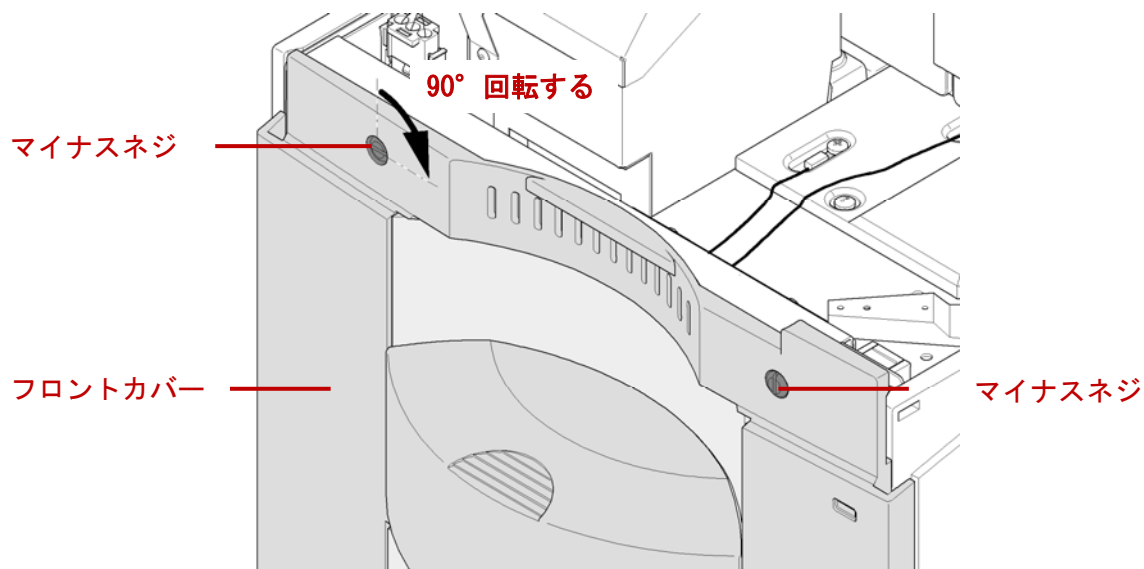


図 前面カバーの取り外し

- ③ 前面カバーを注意しながら引き、本体から離します。カバーの上側両端を持ち、ゆっく

---

りと均等に手前に引いて下さい。右上側にコネクタがあるので、外すために少し力が必要です。

<注意>

Agilent 7100 CE 本体の内部(Liquid Handling Module)は下図のように、前面に引き出すことができますが、次に挙げる装置破損のリスクを伴うため、日常的に行う事を推奨しません。この操作を実行した場合、装置を元の状態に戻した後、全ての電極とリプレニッシュユニットについて **Alignment Center** によるアライメントの確認が必要となります。(11-2 節)

- ・チューブの破損により、装置内で液漏れする恐れがあります。冷却水循環装置を使用している場合は、その冷却水の配管を装置から完全に取り外して下さい。
- ・装置内のケーブルが切断され、機器が破損する恐れがあります。操作時に注意しないと、リボンケーブルは容易に破損を受けます。

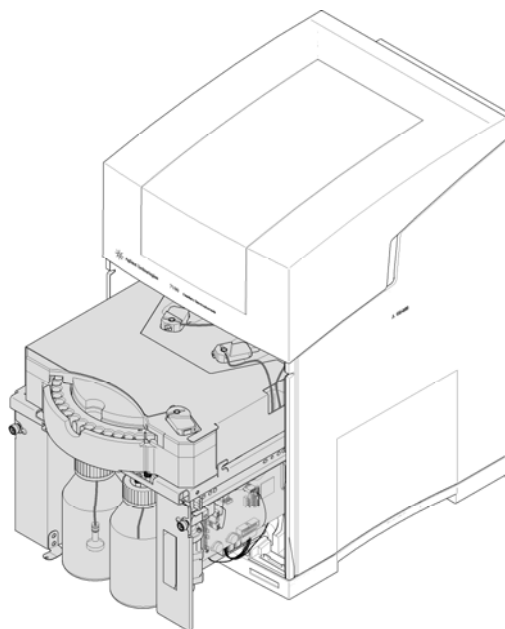


図 装置内部を引き出した例（日常的に行う事を推奨しません）

## 【プレパンチャーの取り外し】

- ① インレットとアウレットのリフトは、サンプルトレイの後方にあります。リプレニッシュメントシステムのリフトは装置右側手前(向かって)のリプレニッシュニードルの下にあります。

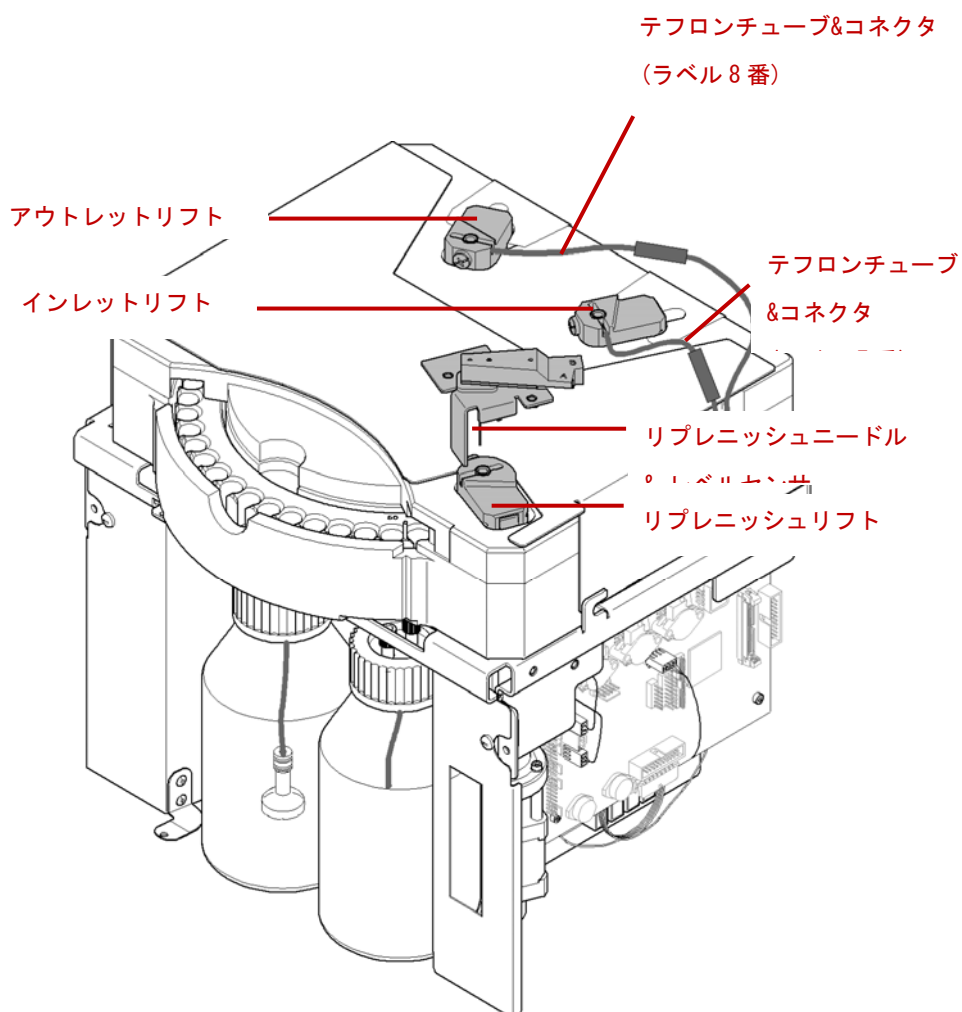


図 各リフトの位置

---

<注意>

プレパンチャーの取り付け/取り外しの時に、リプレニッシュニードルに触ったり、曲げたりしないで下さい。

<警告>

プレパンチャーの先端は非常に鋭利です。プレパンチャーに触れるときは怪我をしないよう充分注意してください。

- ② プラスドライバーを用い、インレットリフトのプレパンチャーを留めているプラスチックネジを緩めます。ネジを完全に外さなくてもプレパンチャーを外せます。プレパンチャーを取り外しにくい場合は、プラスチックネジを完全に取り外してください。その際、プラスチックネジの紛失にご注意ください。

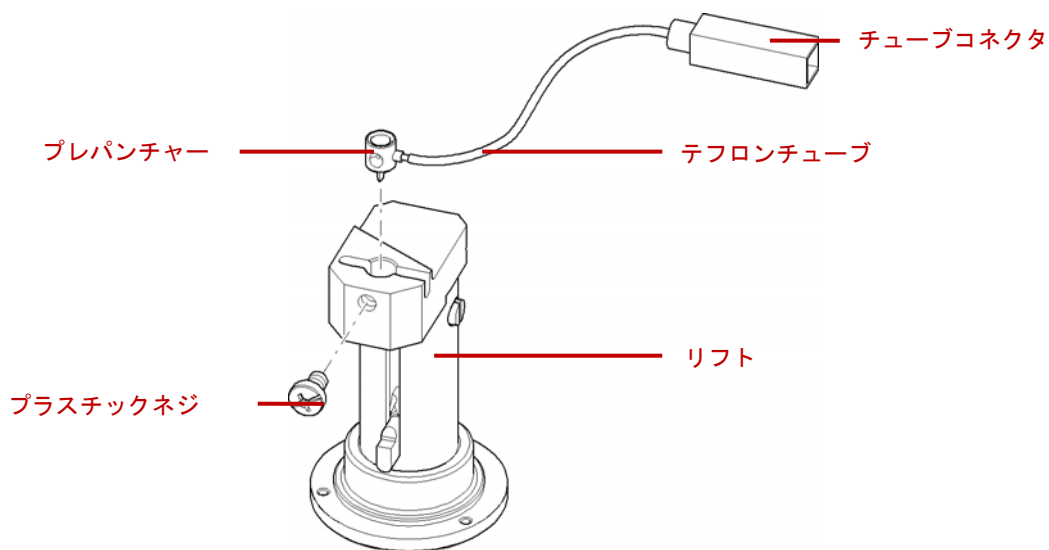


図 プレパンチャーのネジの取り外し

- 
- ③ インレットプレパンチャーについているテフロンチューブ(ラベル7番)を持ち上げ、リフトからプレパンチャーを外します。チューブコネクタのネジを外し、テフロンチューブごとプレパンチャーを取り外します。

#### <注意>

プレパンチャーに接続しているチューブは外さないでください。頻繁な付け外しは接続部の緩みの原因となります。緩んでしまった場合は、チューブを少し切断して、プレパンチャーにはめ直してください。

- ④ 同様の手順でアウトレットリフトからプレパンチャーを外します。リプレニッシュメント機能を使用している場合は、リプレニッシュリフトのプレパンチャーを外します。リプレニッシュリフトのプレパンチャーについては、はじめからチューブは接続されていません。

#### <備考>

アウトレットプレパンチャーにはテフロンチューブ(ラベル8番)が接続されていない場合があります。一般的なアプリケーションでは、このようにチューブが接続されていない状態、すなわち、アウトレットプレパンチャーが圧力システムから物理的に取り外されている状態で使用することを推奨します。しかし、アウトレット側のバイアルに加圧/減圧を行う特別なアプリケーションを行う場合は、アウトレットプレパンチャーにテフロンチューブ(ラベル8番)を接続してください。

#### <備考>

プレパンチャーを取り外しにくい場合は、全長 3cm 程度に切断した同径のテフロンチューブ(両端がふさがっていないもの)をプレパンチャーに取り付けておくと、それを持って取り外せるので、メンテナンス時に便利です。予備のテフロンチューブは本体には付属しません。別途ご用意ください。

---

### 【電極の洗浄】

- ① 塩の結晶が残らないように、電極を水で洗浄します。
- ② イソプロパノールで電極を洗浄します。



図 電極の洗浄

- ③ 洗浄液が残らないように、圧縮エアで電極の外側と内側を乾かします。

#### <注意>

電極を完全に乾かしてから取り付けてください。リーク電流、アーク放電、コンタミネーションの原因になります。また、乾燥に温風は使用しないでください。

#### <備考>

もし、電極の汚れが取れない場合は、洗浄操作を繰り返してください。また、Agilent 7100 CE の電極は水或いはイソプロパノールに漬け、超音波洗浄することができます。洗浄時間は5分間を超えないように注意ください(Agilent 1600 CE の電極は超音波洗浄できません)。その後、ステップの1~3を行ってください。それでも復旧しない場合は、新品の電極と交換します。

#### <備考>

電極の外側に取り付けられているシリコン製のOリングが潰れている、磨耗している場合

---

は、新しいものと交換してください。圧力もれの原因となります。

□ シリコン製 O リング(部品番号 0905-1163)

### 【プレパンチャーの洗浄】

プレパンチャーを洗浄する前に、先端が破損していないか、湾曲していないかを確認してください。摩耗や破損が確認される場合は、新しいものに交換してください。特にプレパンチャーの漏斗状の内側部分に摩耗による溝が確認される場合は、電極とプレパンチャーの位置調整を行って下さい。(11-2 節 参照)

### <警告>

プレパンチャーの先端は非常に鋭利です。プレパンチャーに触れるときは怪我をしないよう充分注意してください。

- ① 水でプレパンチャーを洗浄します。塩の結晶がついていないか確認します。塩の結晶は全て洗浄して、取り除きます。特に、テフロンチューブとの接続部分やテフロンチューブ内が塩の結晶で詰まることがないように、よく洗浄して下さい。

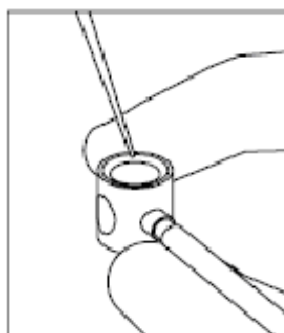


図 プレパンチャーの洗浄

- 
- ② イソプロパノールでプレパンチャーとチューブを洗浄します。
  - ③ 洗浄液が残らないように、圧縮エアで完全に乾かします。特に、プレパンチャーの穴の部分とチューブ内をよく乾かします。

もし、プレパンチャーの漏斗状の内側部分の汚れが取れない場合は、プレパンチャーを純水の入ったビーカーに入れて、5分間超音波洗浄をかけてください。或いは、小さなブラシでその部分の汚れを丁寧に落としてください。プレパンチャーに傷をつけないようにご注意ください。その後、2と3のステップを繰り返してください。

#### <注意>

プレパンチャーを取り付ける前に、プレパンチャーとチューブ完全に乾かしてください。液体が少量でも残っていると、加圧が正常に行われなくなり、注入量の再現性の低下の原因となります。

#### 【絶縁プレートの洗浄】

塩の析出や導電性の埃などが絶縁プレート表面に存在すると、リーク電流やアーク放電の原因になります。電極やプレパンチャーの洗浄時にあわせて行うと予防保全になります。

- ① 水で湿らせたウエスで絶縁プレートの全面を拭きます。
- ② 次に、イソプロパノールで湿らせたウエスで絶縁プレートの全面を拭きます。
- ③ 乾いたウエスと圧縮エアで絶縁プレートを完全に乾かします。

#### <注意>

絶縁プレートでの放電を防ぐため、絶縁プレートは完全に乾かした状態で取り付けてください。また、絶縁プレートは、最高温度 60℃までの自動洗浄機で洗浄することもできます。



---

## 【プレパンチャーの取り付け】

- ① アウトレットリフト(装置に向かって左側)にプレパンチャーを注意して挿入します。アプリケーションを **CE+p** や **CEC** モードで実行する場合は、プレパンチャーに接続しているチューブ(ラベル **8** 番)をコネクタ(ラベル **8** 番)に接続します。コネクタへ確実に接続して下さい。
- ② プラスチックネジを締め、プレパンチャーを固定します。
- ③ インレットリフト(装置に向かって右側)にプレパンチャーを注意して挿入します。プレパンチャーに接続しているチューブ(ラベル **7** 番)をコネクタ(ラベル **7** 番)に接続します。コネクタへ確実に接続して下さい。
- ④ プラスチックネジを締め、プレパンチャーを固定します。

### <注意>

プレパンチャーの固定には必ずプラスチックネジを使用して下さい。プレパンチャーの固定に金属ネジを使用すると、リーク電流やアーク放電が発生し、機器が破損する恐れがあります。

- ⑤ リプレニッシュリフト(装置に向かって右手前)にプレパンチャーを注意して挿入します。このプレパンチャーは初めからチューブが接続されていません。プラスチックネジを締め、プレパンチャーを固定します。

## 【電極と絶縁プレートの取り付け】

- ① 絶縁プレートのアウトレット側の電極位置に電極を差込みます。
- ② 電極を手で軽く回して締め、ネジを仮留めしてください。
- ③ 専用の **12mm** のボックスレンチで電極を締めます。締めすぎないように注意して下さい。また電極を曲げないように注意して下さい。

- 
- ④ 絶縁プレートのカートリッジホルダーの部分を持って、少し傾けた状態で検出器の下に差し込み(1)、アウトレット側の電極部が検出器の穴の部分に来るようにしてから絶縁プレートを下ろします(2)。最後に、絶縁プレートをゆっくり左側へ押し付けます(3)。

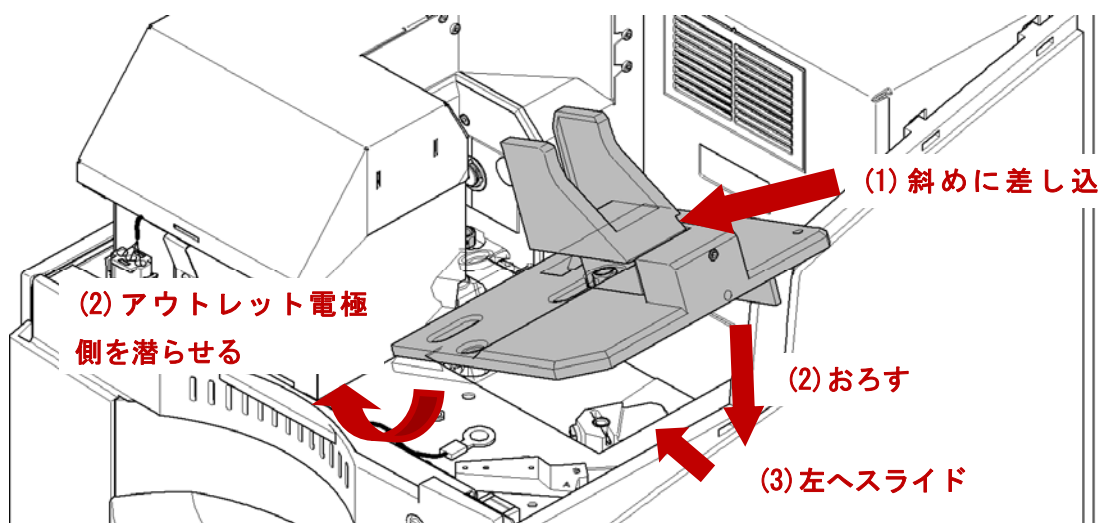


図 絶縁プレートの取り付け

- ⑤ 絶縁プレートを平らにします。図を参照して、アウトレット電極を検出器の正しい位置にくるようにします。

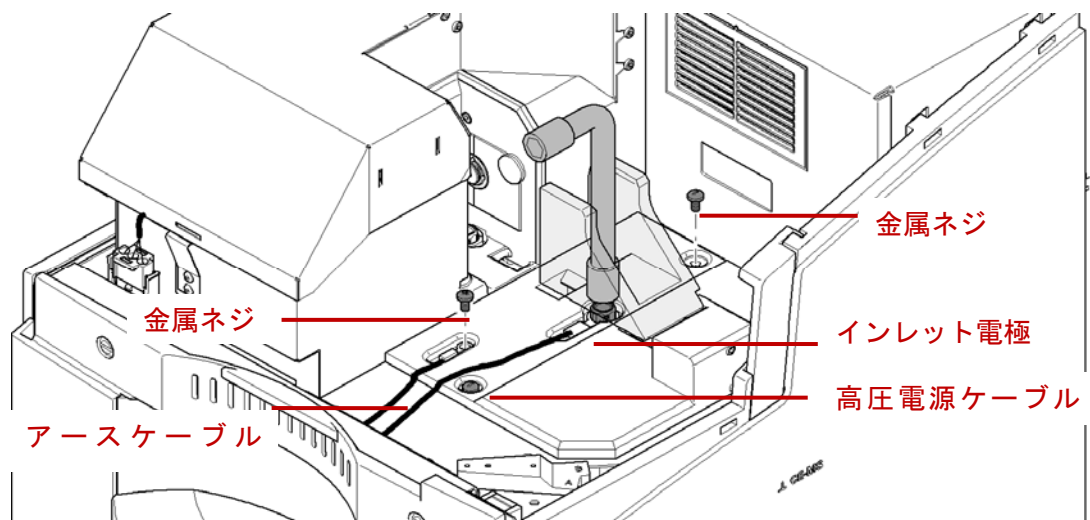


図 ネジと電極の取り付け

- ⑥ 2つの金属ネジで絶縁プレートを固定します。
- ⑦ 青色のアースケーブルを絶縁プレートに取り付け、金属ネジとワッシャーで締めます。
- ⑧ インレット電極を赤色の高電圧線のリングコネクタに挿入します。絶縁プレートにインレット電極がリングコネクタを通り絶縁プレートに固定されるように、軽く手で締めます。12mmのボックスレンチを使って固定します。締めすぎないように注意して下さい。

### 【キャピラリーとキャピラリーカセットの取り付け】

キャピラリーとキャピラリーカセットの取り付けは、1-3節を参照してください。

### 【フロントカバーの取り付け】

- ① フロントカバーのネジの刻印が水平方向になっていることを確認します。フロントカバーのネジは水平方向になっていないと、はまりません。
- ② 耐圧ボトルが設置されたスペースの黒いカバーを少し開いた状態にしておきます。

- 
- ③ まず先にフロントカバーの下側を本体に差し込みます。
  - ④ フロントカバーを注意深く本体側へ押し込みます。右側にコネクタがあるので注意して取り付けてください。
  - ⑤ 耐圧ボトルが設置されたスペースの黒いカバーの左下隅を押し、閉じます。
  - ⑥ フロントカバーの上部にある 2 つのネジをそれぞれ 90° 回転させます（マイナスネジの刻印が水平方向から垂直方向になるように）。
  - ⑦ トップカバーを閉めます。
  - ⑧ 電源コードを接続し、Agilent 7100 CE 本体の電源ボタンを押し、on にします。
  - ⑨ コンピューターを起動し、ChemStation をスタートさせます。

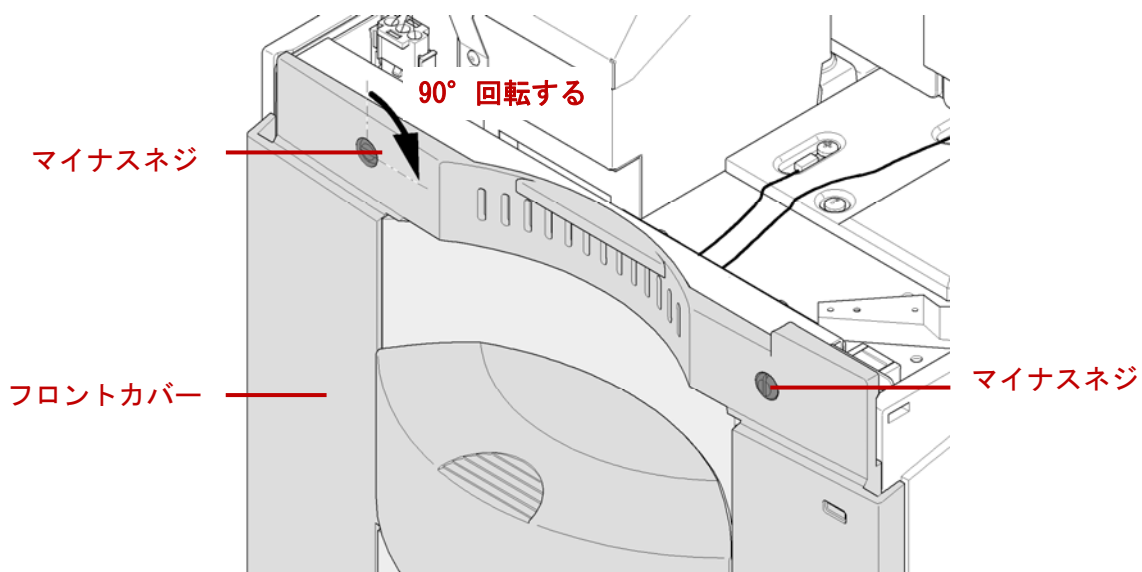


図 前面カバーの取り付け

---

### 9-3. 検出部とアラインメントインターフェースの洗浄

ここではキャピラリーの検出部とアラインメントインターフェースのスリットの洗浄方法を説明します。インターフェースのスリット部分が塞がると、ノイズやエラーの原因になります。

#### 頻度

必要時、S/N比が悪化した、アラインメントインターフェースのスリットに汚れが見られた場合に行ってください。キャピラリーをアラインメントインターフェース付近で破損し、インターフェース内に残った破片を除去する場合も実施します。

#### 必要な部品

- 綿の布または柔らかいティッシュ(ケバのたたないもの)
- イソプロパノール
- キャピラリー挿入ツール
- オイルフリーの圧縮エアー
- 超音波洗浄器
- ビーカー(100ml)
- 保護具 (保護用眼鏡、手袋)

#### <警告>

この作業を行う場合は、安全のために保護用眼鏡とゴム手袋を着用してください。

---

## 手順

- キャピラリーカセットを取り外す。
- カセットからキャピラリーを取り外す。
- キャピラリーからアラインメントインターフェースを外す。
- 検出部の洗浄
- アラインメントインターフェースの洗浄

### 【キャピラリーカセットの取り外し】

- ① HPCE ダイアグラムで **Change Cassette** を選びます。
- ② "System is ready for cassette change" と表示されたら、トップカバーを開けます。
- ③ Agilent 7100 CE 本体からキャピラリーカセットを取り外します。

### 【キャピラリーカセットからのキャピラリーの取り外し】

### 【キャピラリーからのアラインメントインターフェースの取り外し】

詳細は 1-3 節を参照してください。

#### <警告>

キャピラリーカセットを開けてキャピラリーを取り外す時は、目を保護するために安全メガネを着用して下さい。

#### <注意>

キャピラリーカセットを開けるときの、無理な力を加えるとカセット内部の部品が壊れることがあります。

---

### <注意>

キャピラリーを動かしている間は、必ずアラインメントインターフェースの銀色のリングを押し続けてください。手を放してキャピラリーを動かすと、キャピラリーが破損する恐れがあります。

キャピラリーを差し込む際に、セル窓の後ろのキャピラリーやストッパー部分を持たないようにしてください。キャピラリーのセル窓が破損する恐れがあります。

### 【キャピラリーの検出窓の洗浄】

イソプロパノールで湿らせた綿の布かケバ立ちのない柔らかいティッシュで、キャピラリーの検出部分(ポリイミドの茶色コーティングが剥がされている検出窓部分)を注意してやさしく拭きます。

### 【アラインメントインターフェースの洗浄】

- ① イソプロパノールが入ったビーカーにアラインメントインターフェースを入れます。ビーカーを超音波洗浄器に入れて、5分間超音波洗浄をします。
- ② 圧縮エアーをアラインメントインターフェースに吹き付け、乾燥させます。

### <注意>

圧縮エアーは、最大圧力 **2bar** 以下の状態で使用ください。また、オイル入りの圧縮エアーは使用しないで下さい。

### <注意>

アラインメントインターフェースは充分乾燥させてください。液体が残ったまま分析に用い

---

ると、リーク電流、アーク放電の原因となります。

③ スリットがきれいになったかを拡大鏡や顕微鏡でチェックして下さい。

### **【キャピラリーとキャピラリーカセットの取り付け】**

キャピラリーとキャピラリーカセットの取り付けは、1-3 節を参照してください。



---

## 9-4. エアフィルターの交換

### 目的

Agilent7100CE 本体への空気の吸引口に取り付けられているエアフィルターの交換手順について説明します。本体内部のエアポンプは、外部の環境からこのエアフィルターを経由した空気を取り込み、装置前面にあるバッファ用ボトル内部を加圧することで空気をためています。この加圧された空気はキャピラリーのフラッシングやサンプル注入時に使用されます。

### 頻度

エアフィルターの交換は、非常に埃の多い環境で使用している時には頻繁に行ってください。また、エアフィルターの詰まりにより、システムの動作に必要な圧力を作れなくなった場合にも交換する必要があります。少なくとも 3 カ月毎に交換する事をお勧めします。

### 必要な部品

- エアフィルター (部品番号 3150-0619)

(本体付属のアクセサリキットにスペアのフィルターが 1 つ含まれています)

### 手順

エアフィルターはバッファ用ボトルと廃液用ボトルが収められているスペースにあり、簡単に交換することができます。

- ① バッファ用ボトルと廃液用ボトルが設置されているスペースの黒いカバーを開ける。カバーの右下(装置に向かって)の隅を押すと、ロックが外れカバーが開きます。
- ② スペースの右側面にエアフィルターがあるので、新しいものと交換します。

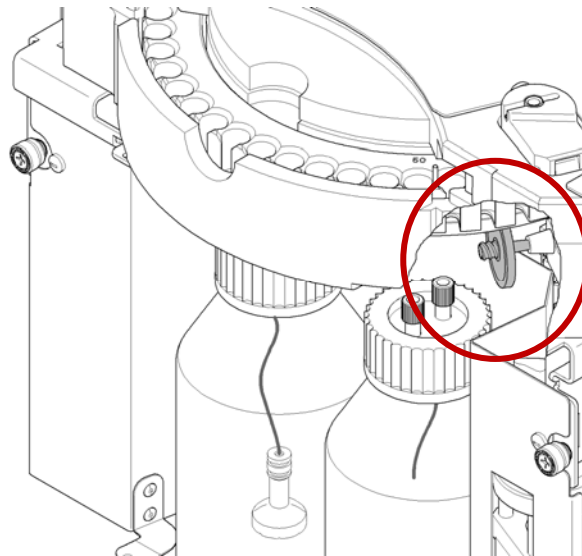


図 エアフィルターの位置

③ 黒いカバーを閉じ、カバーの右下の隅を押してロックします。

交換後、装置の加圧、減圧が正常に行われない場合は、以下の点をチェックします。

- 圧力ボトル(バッファ用ボトル)の密閉性
- 真空ボトル(廃液用ボトル)の密閉性
- ボトル配管の緩み

これらをチェックしても解決しない場合は、アジレント・テクノロジー株式会社のコールセンターまでご連絡ください。

<注意>

エアフィルターなしで動作させないでください。埃が装置のバルブシステムへダメージを与

---

えます。

## 9-5. ランプの交換とランプ強度チェック

### 目的

ここでは 7100CE の重水素ランプの交換手順について説明します。ランプの交換は、ランプの強度が下がり、ベースラインノイズが増加したときに行います。

### 頻度

ランプの交換は、ノイズレベルが顕著に増加し、ランプ以外の理由が考えられないとき(例：アラインメントインターフェースのスリット部分の汚れ、キャピラリー内部での吸着 etc)、またはランプが点灯しない場合に実施します。ランプを交換する前にランプの強度チェックを必ず実施し、他の原因(キャピラリー内への気泡の混入、アラインメントインターフェースのスリット部の汚れ、キャピラリーのセル窓部分の汚れ etc)ノイズが増加していないかを確認して下さい。

一般に、ランプの点灯時間が 2000 時間を超えると、ランプの強度が使用開始時より 50% 低下します。そのため、デフォルトとして、ランプ交換時期の目安を 2000 時間としています。但し、アプリケーションや分析の目的によっては、2000 時間未満で交換が必要なこともあります。

ランプの点灯時間の確認、ランプ強度テストについては、Lab Advisor ソフトウェアから行います。本節でも簡単に紹介しますが、詳細は 10-2 節を参照して下さい。

### 必要な部品

- ポジドライバー (本体付属のアクセサリキットに含まれています)
- Agilent 7100 CE 専用のランプ
- キャピラリーカセット

---

## ■ 緑色のアラインメントインターフェース

### <注意>

弊社から販売する Agilent 7100 CE 専用ランプ以外のランプはサポート対象外です。**必ず専用ランプを使用ください。**専用ランプに付属しているタグには、ランプの点灯に必要なデータや詳細情報が記録されています。タグの無いランプを使用すると、点灯しない、及び、装置エラーの原因となります。

### 【ランプ点灯時間、ランプ強度の確認】

#### <ランプ点灯時間の確認>

- ① Lab Advisor を起動し、Agilent 7100 CE 本体のモニタリングを開始します。
- ② メニューから **Early Maintenance Feedback** を選択します。
- ③ 表の“Accumulated UV lamp ON-Time”部分の Value が、ランプの累積点灯時間です。

#### <ランプ強度テストの実行>

- ・ランプの光量を安定させるため、テストを行う 30 分以上前から、重水素ランプを点灯させておきます。
- ・キャピラリーを通さず、緑アラインメントインターフェースのみを装着したキャピラリーカセットを装置にセットします。

- ① Lab Advisor を起動し、Agilent 7100 CE 本体のモニタリングを開始します。
- ② メニューから **Tests** を選択します。
- ③ **Detector test suite** を選択し、**Run Test Now** をクリックします。
- ④ テスト項目の、“Noise, drift and temperature stability”のチェックのみを外し、**Start Run** をクリックします。（ノイズテストを実行すると、テスト時間がかかります。）
- ⑤ テスト結果を確認します。

---

## 【ランプの取り外し】

ランプの交換を行う前に次のことを実施して下さい。

- ① HPCE Diagram 画面のランプの絵の上で右クリックします。
- ② **Switch UV lamp off** を選び、ランプを **Off** にします。
- ③ **Unload Inlet lifter**、**Unload Outlet lifter** を選び、リフトが持ち上げているバイアルを降ろします。
- ④ オンライン、オフライン共に全ての **ChemStation** を終了させます
- ⑤ Agilent7100CE 本体の電源を **off** にします。
- ⑥ Agilent7100CE 本体から電源ケーブルを抜きます。

### <警告>

ランプが点灯したままディテクターカバーを開けると、ランプの強い紫外線が目に悪影響を与えます。必ずランプが **off** になった状態でディテクターカバーを開けてください。

- ⑦ トップカバーを開けます。
- ⑧ ランプカバーの前面にある留め具を押して、カバーを上を開けます。
- ⑨ ランプのコネクタを外します。コネクタを外す際は、ケーブルを引っ張らずにコネクタ部分を持って外してください。

### <警告> やけどの危険

Agilent 7100 CE 本体を直前まで使用していた場合は、ランプがとても熱くなっています。冷めるまで待ってからランプに触れてください。

- 
- ⑩ ランプについている2本のスクリーネジをポジドライバーで緩めます。
  - ⑪ ランプを注意深く取り出します。

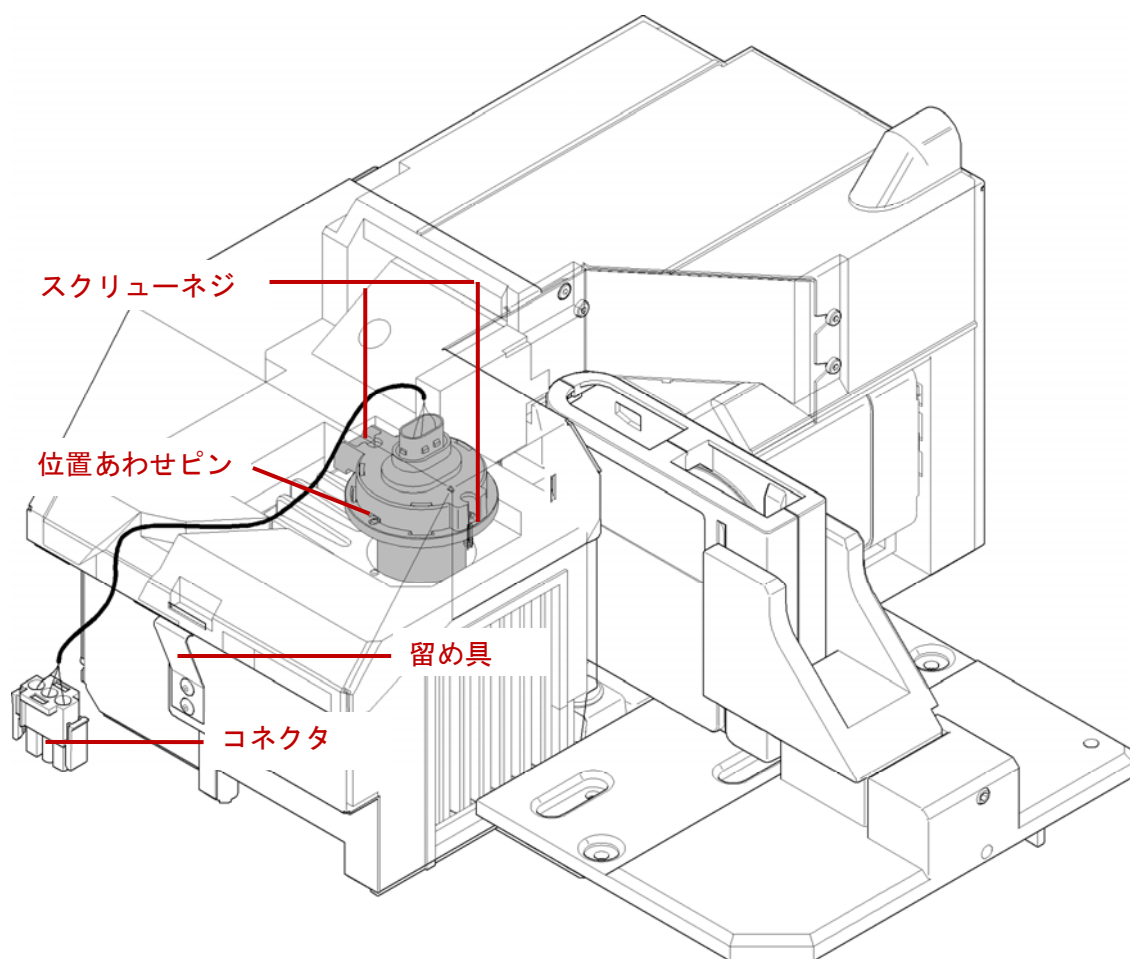


図 ランプの交換

### 【新しいランプの取り付け】

- ① 新しいランプを扱う時は、金属のリング部分を持ってください。ランプのガラス表面を絶対に触らないで下さい。ガラスについた指紋は光を吸収し、ランプ強度を下げます。万が一触ってしまった場合は、ケバのない柔らかい布か紙にメタノールまたはエタノールを浸したもので、ガラス表面の指紋を完全に拭き取ってください。

- 
- ② 新しいランプをランプ室の中に差し込みます。ランプのリング上にある穴の位置を、ランプ室についている位置合わせ用のピンと合わせて下さい。
  - ③ ランプについている 2 つのスクリューネジをポジドライバーで締めます。
  - ④ ランプケーブルのアダプターを **Agilent 7100 CE** 本体のコネクタへしっかり差し込みます。
  - ⑤ ランプカバーを閉じます。トップカバーを閉じます。

### 【ランプ強度のチェック方法】

ランプ強度をチェックは、**Lab Adviser** ソフトウェアの検出器テストの強度テストから行います。

- ① キャピラリーを通さずに、緑色のアラインメントインターフェースのみをキャピラリーカセットにセットします。カセットを **Agilent 7100 CE** 本体にセットします。
- ② **Agilent 7100 CE** 本体の電源をオンにします。
- ③ **ChemStation** ソフトウェアを起動します。
- ④ 画面のランプの絵の上で右クリックし、**Switch UV lamp on** を選び、ランプを点灯させます。
- ⑤ ランプのウォームアップに必要な時間は約 1 時間です。
- ⑥ **Lab Adviser** ソフトウェアの検出器テストの強度テストを実行して、新しいランプの初期ランプ強度を調べます。結果を参照用に保存します。

### 【ランプ強度テストが合格しない場合】

新品のランプを設置したにもかかわらず、強度テストに合格しない場合は、次の点を確認してください。

- 
- ランプは正しい位置に取り付けられているか？
  - キャピラリーカセットは正しい位置に取り付けられているか？
  - 緑色のアラインメントインターフェースを使用しているか？
  - 緑色のアラインメントインターフェースはキャピラリーなしの状態になっているか？
  - アラインメントインターフェースのスリット部分が汚れていないか？

もし、これらの点をチェックした後も、強度テストに合格しない場合は、アジレント・テクノロジー株式会社のコールセンターまでご連絡ください。



---

## 第10章 Lab Advisor (ラボアドバイザー)

Lab Advisor ソフトウェアは Agilent 7100 CE の各部動作テスト、ならびに消耗品（重水素ランプ）の使用状況等を確認するためのものです。通常の分析では用いませんが、装置のメンテナンスやエラー発生時の確認にこのソフトウェアを用います。

ユーザーが使用する主な機能は下記の通りです。

- ランプの累積点灯時間を調べる、点灯時間のリミットを設定する（Early Maintenance Feed(EMF)機能を使用する）（10-2 節）
- 検出器テスト(ランプ強度、ノイズ測定など)を実行する（10-3 節）
- メンテナンスモードを使用する（リプレニッシュメント使用前の洗浄操作、電極・リプレニッシュメントのアライメント調整を行う）（10-4 節）
- エラー発生時のログを確認する（10-5 節）

### 10-1. ラボアドバイザーの起動と終了

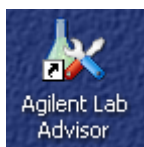
- ChemStation が起動している状態でも Lab Advisor は起動します。
- Lab Advisor でランプ強度テストを行う場合、テスト開始前にあらかじめ ChemStation で 30 分以上からランプを ON にしておくと、ランプ光量が安定した状態でテストできます。

---

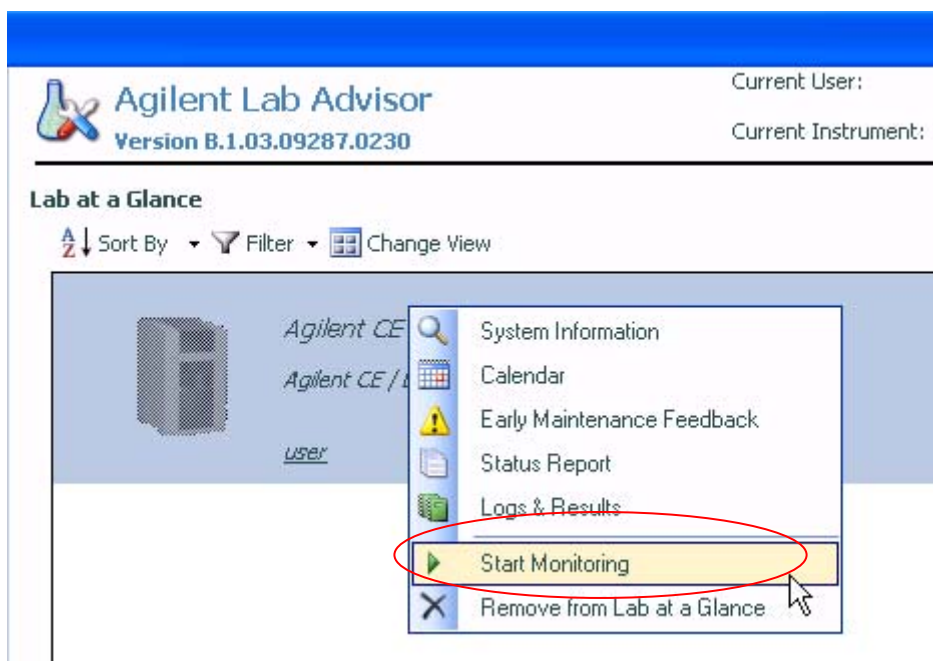
## 【Lab Advisor の起動と装置のモニター開始】

- ① Lab Advisor を起動します。

Windows Start メニューから Agilent Technologies → Lab Advisor をクリックするか、デスクトップ上にあるアイコンをクリックします。



- ② Lab Advisor ソフトが起動します。
- ③ 画面上の『Lab at a Glance』内で表示されている（青く反転している）装置表示部分を右クリックします。
- ④ 表示されるプルダウンメニュー内から **Start Monitoring** をクリックします。

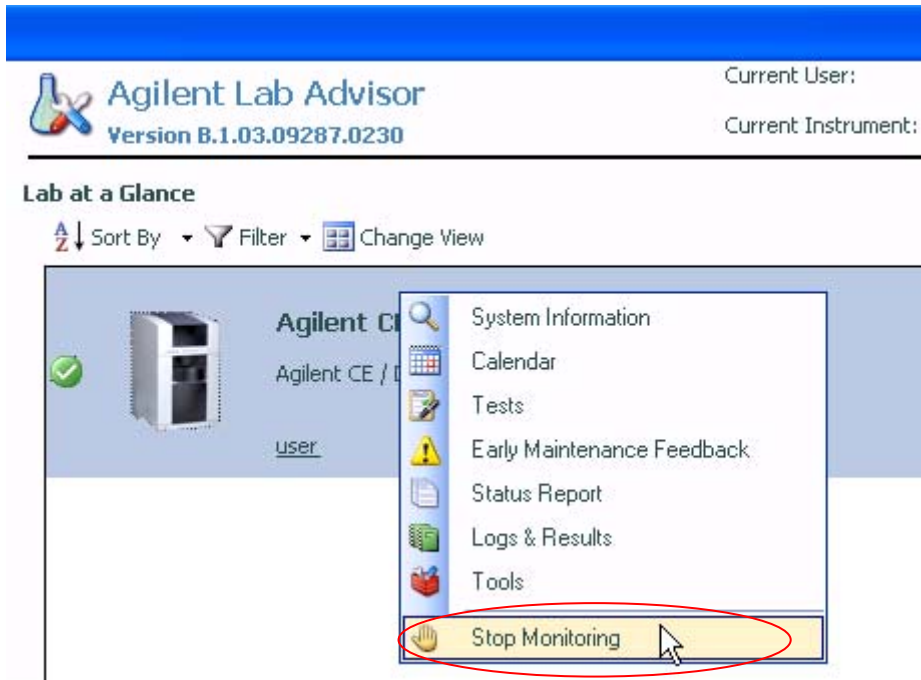


- ⑤ 装置のモニターが開始します。Agilent 7100 CE の絵の横に、緑のチェックマークが表示され、Lab Advisor が装置をモニター中であることを示します。



### 【Lab Advisor の終了】

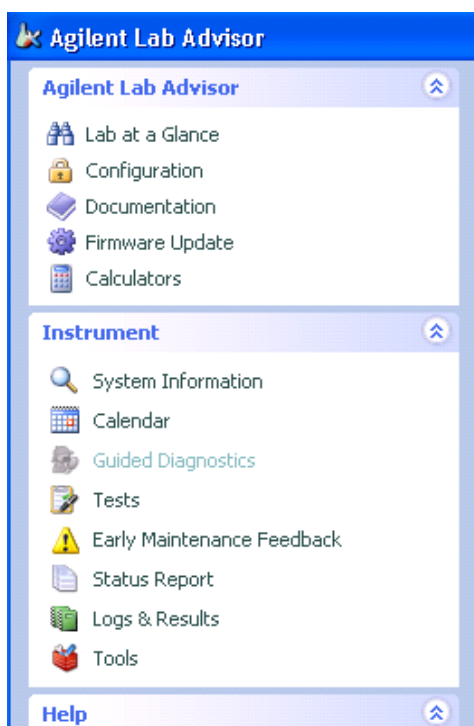
Lab at a Glance 画面に戻り、上記装置部を右クリックしメニューから、**Stop Monitoring** をクリックして終了します。



---

## 【Lab Advisor のメニュー】

Lab Advisor 画面の左側にメニューが表示されます。このメニューをクリックすることにより、画面が切り替わります。ここでは主なメニューのみ紹介します。



### < Lab at a Glance >

Lab Advisor で管理される装置一覧が表示されます。

### < Configuration >

Lab Advisor の詳細な設定や情報を確認できます。通常この設定は変更しません。

### < System Information >

装置本体、及び DAD のファームウェアのバージョンを確認できます。通常用いません。

### < Tests >

CE 本体、および DAD 検出器のテストを実行します。ランプ強度テストやノイズテスト時に用います。

### < Early Maintenance Feedback (EMF) >

装置の使用状況をもとにしたメンテナンスをスケジュールできます。ランプの累積点灯時間の管理はここで行います。

### < Logs & Results >

装置の動作、エラー等の履歴(ログ)が表示されます。

### < Tools >

メンテナンスモードになります。リプレニッシュメントシステムの洗浄、電極/リプレニッシュニードルのアライメントはここで行います。

---

## 10-2. ランプの累積点灯時間の確認、点灯時間のリミット設定 (Early Maintenance Feedback(EMF)機能の使用)

Early Maintenance Feedback(EMF)メニューで用いる代表的な操作は次の通りです。

- ・ ランプの累積点灯時間を確認する
- ・ ランプ点灯時間のリセットする
- ・ ランプ点灯時間のアラームを設定する

例えば、DAD で使用する重水素ランプに対し、前回のメンテナンス経験を基にして点灯時間の使用リミットを入力します。点灯時間がそのリミットに達すると、EMF インジケータの色が緑→赤と変化して、ランプの交換時期を知ることができます。

ランプの交換方法については、9-5 節を参照して下さい。

### (注意)

EMF で設定したリミットを超えても、メソッドやシーケンスに基づく分析が中断することはありません。分析は通常通り進行できます。

Early Maintenance Feedback メニューより、設定します。

- ① 左のメニューから **Early Maintenance Feedback** をクリックします。
- ② Early Maintenance Feedback 画面に切り替わります。

Early Maintenance Feedback

Resource	Unit	Value	Warning	Limit	Progress
Analysis Start Counter	Count	360			0%
Accumulated Air Pump On-Time	h	4.23			0%
Accumulated UV Lamp On-Time	h	320.47	1800	2000	16%
Number of UV Lamp Ignitions	Count	32	1350	1500	2%

Hide indicators which are not being tracked

Remove

Current Selection: Add New EMF Indicator

Module: G7150A:001000000

Name: Analysis Start Counter

Description:

Value: 360 Count

Warning: Count Limit: Count

Alert Actions:  Set Not Ready  Set Service Due  Email  Text Message

Buttons: Stop Tracking, Clear Limits, Reset Value, Save Changes

図 Early Maintenance Feedback 画面

【ランプの累積点灯時間の確認】

”Accumulated UV Lamp ON-Time”がランプの点灯時間です。Value に現在の累積点灯時間が表示されます。警告時間とリミット時間も表示されます。

Resource	Unit	Value	Warning	Limit	Progress
Analysis Start Counter	Count	360			
Accumulated Air Pump On-Time	h	4.36			
Accumulated UV Lamp On-Time	h	320.47	1800	2000	
Number of UV Lamp Ignitions	Count	32	1350	1500	

ランプ点灯時間 (Accumulated UV Lamp On-Time)

現在の累積点灯時間 (Value: 320.47)

警告時間 (Warning: 1800) (黄色点灯)

リミット到達時間 (Limit: 2000) (赤色点灯)

## 【ランプ点灯時間のリセット】

ランプを交換し、ランプの累積点灯時間をゼロにリセットするには、表の”Accumulated UV Lamp ON-Time”部分をクリックして選択した後、**Reset Value**をクリックします。

## 【ランプ点灯時間のアラームを設定する】

ランプの累積点灯時間の警告やリミットの設定は、通常はデフォルトで用います。分析目的に合わせて、そのリミット時間を変更することができます。変更する場合は、表の”Accumulated UV Lamp ON-Time”部分をクリックして選択した後、**Save Changes**をクリックします。

Current Selection: Add New EMF Indicator

Module: G7150A.DELTA...

Name: Analysis Start Counter

Description:

Value: 360 Count

Warning: Count

Limit: Count

Alert Actions:  Set Not Ready  Set Service Due  Email  Text Message

Buttons: Stop Tracking, Clear Limits, Reset Value, Save Changes

Warning(警告時間設定) Value(実測値) Limit(リミット到達時間設定)

点灯時間をゼロに  
リセットするとき  
のみクリック

### <注意>

- 必要がない限り、**Stop Tracking**をクリックしないで下さい。現在の状況を追跡（トラッキング）しなくなります。再開するには**Stop Tracking**をクリックして下さい。
- **Rest Value**をクリックしないで下さい。現在の値がゼロにリセットされます。ランプ交換後に点灯時間をリセットする時のみ用いてください。

## 10-3. 検出器テストの実行

- ① 左のメニューから **Tests** をクリックします。
- ② **Tests** 画面に切り替わります。

Agilent Lab Advisor  
Version B.1.03.09287.0230

Current User: Administrator [Administrator]  
Current Instrument: Agilent CE [DE: 426-0000]

Tests

Module View

	<b>G7101A CE</b> Serial # DE24710101 Firmware U.06.26 Type: G7150A
	<b>G7101A DAD</b> Serial # DE24710101 Firmware U.06.26 Type: G7151A

Tests

Test: System test suite  
Vial handling test suite  
**Detector test suite**  
Thermostat test suite  
Injection and replenishment test suite

Name: System test suite  
Approx. Time: Not defined  
Description:

### Overview System Test Suite

The goal of the **System Test Suite** is to test the complete system at once.  
This suite comprises all tests, which will run automatically one after another when started.

**NOTE** The tests need user interaction.  
The instrument will be set into a non-test status by a clean-up process.

**Run Test Now**

Wednesday, April 14, 2010 4:29:00 PM

Add To Schedule

- ③ Testの中から **Detector test suite** を選択し、**Run Test Now** をクリックします。
- ④ テスト開始画面が開きます。



Tests & Tools
✖

- Detector test suite
- System preparatio
- Safety tests
- Lifter tests
- Tray tests
- Detector tests
- Cooling tests
- Injection replenis
- High voltage tests
- Reset

General

<b>Test Name</b>	Detector test suite	<b>Description</b>	No description
<b>Status</b>	<b>No results available</b>		
<b>Start Time</b>	4/14/2010 4:30:28 PM		
<b>Stop Time</b>	4/14/2010 4:30:28 PM		

Result

◀
|
▶

Tests running: --

Tests passed: --

Tests failed: --

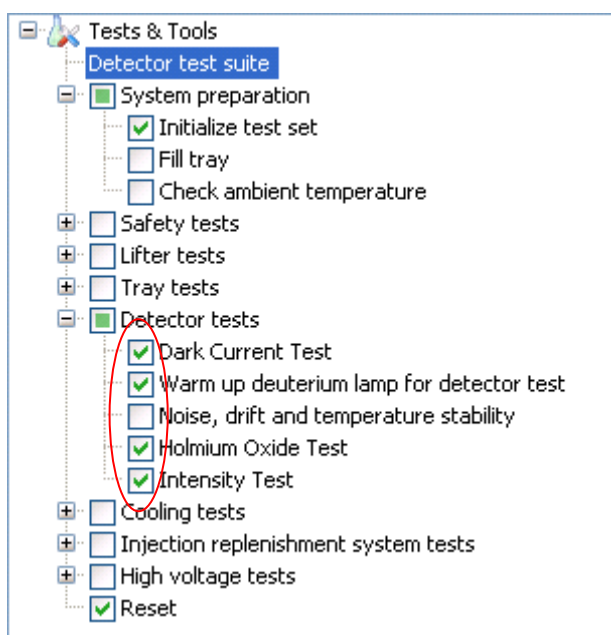
---

## 【ランプ強度テストの実行】

テスト開始前に、キャピラリーカセット（キャピラリーを通さず、緑アラインメントイン  
ターフェースのみを装着したもの）を装置にセットします。

テスト開始の 30 分以上前に、ChemStation であらかじめランプを点灯させておくと、ラン  
プのウォームアップに必要な 30 分を待たず、すぐにテストが開始します。

- ① Detector tests の  をクリックして、展開します。



左図の通り、テスト項目の内容を設定し  
ます。テスト項目の、

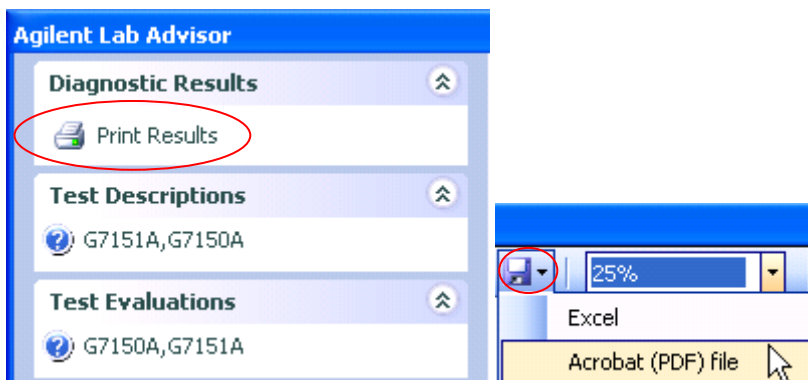
”Noise, drift and temperature stability”の  
チェックのみを外します。

（ノイズテストを実行すると、テストが  
完了するまでに時間がかかります。）

- ② **Start Run** をクリックします。テスト開始前からすでにランプが 30 分以上点灯してい  
る場合、すぐにテストが開始します。テスト開始前にランプが消灯していた場合は、  
ランプが点灯し、そのウォームアップ時間である 30 分経過後に、テストが開始します。
- ③ テストが完了します。
- ④ テスト結果を印刷、あるいはファイル保存するには、**Print Results** をクリックします。

---

保存可能なファイル形式は Excel ファイルと pdf ファイルです。



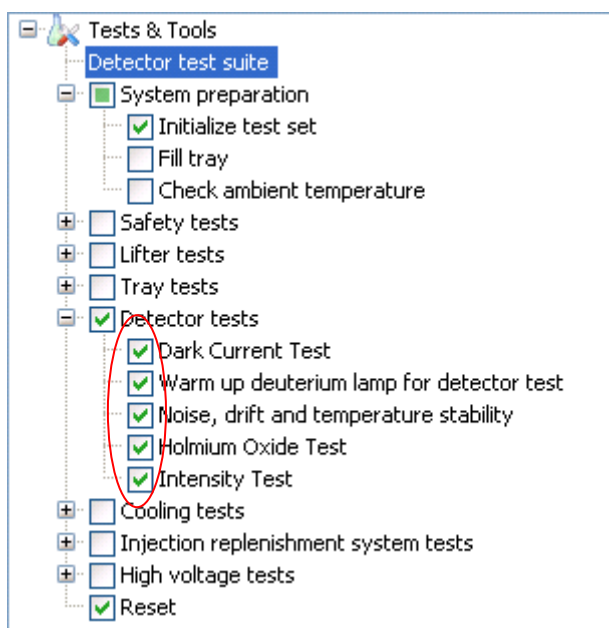
---

## 【全ての検出器テストの実行】

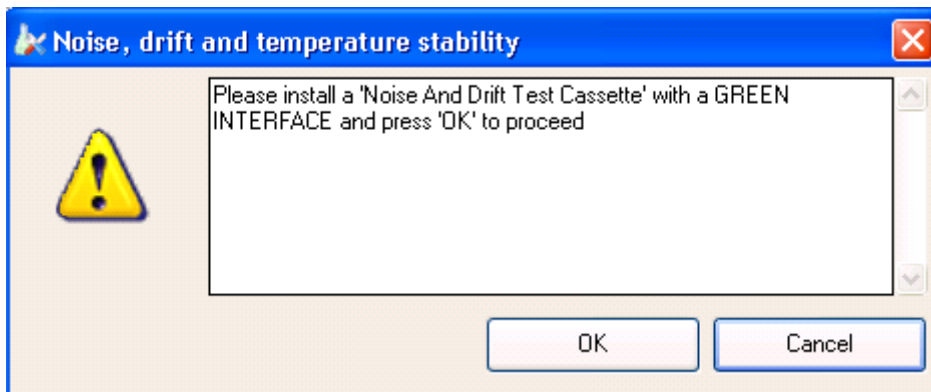
テスト開始前に、キャピラリーカセット（キャピラリーを通さず、緑アラインメントイン  
ターフェースのみを装着したもの）を装置にセットします。

- ・テスト開始の 30 分以上前に、ChemStation であらかじめランプを点灯させておくと、ランプのウォームアップに必要な 30 分を待たず、すぐにテストが開始します。
- ・ノイズ、ドリフト、温度安定性テストを行うため、テストに時間がかかります。

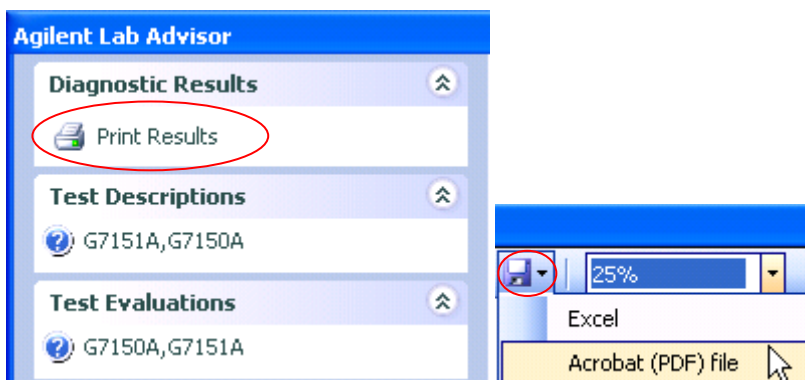
① 下図の通り、テスト項目の内容を設定します。



- ② **Start Run** をクリックします。テスト開始前からすでにランプが 30 分以上点灯している場合、すぐにテストが開始します。テスト開始前にランプが消灯していた場合は、ランプが点灯し、そのウォームアップ時間である 30 分経過後に、テストが開始します。
- ③ 途中で、以下のメッセージが表示されます。キャピラリーカセットが装置にすでにセット済みであれば、**OK** をクリックしてください。



- ④ テストが完了します。
- ④ テスト結果を印刷、あるいはファイル保存するには、**Print Results** をクリックします。  
保存可能なファイル形式は **Excel** ファイルと **pdf** ファイルです。



## 【テスト画面の紹介】

- General 画面：現在実施中のテスト項目内容の表示、進行状況、実測値を表示します。

The screenshot shows the 'General' tab selected. The test name is 'Noise, drift and temperature stability' and the status is 'Running'. The test procedure consists of three steps: 1. Initialize, 2. Wait stable conditions, and 3. Noise drift temperature check. A results table is displayed on the right, showing values for Deuterium lamp on time, Signal 1 Drift, Signal 1 Noise, Signal 2 Drift, and Signal 2 Noise.

Name	Value
Deuterium lamp on time	1801 s
Signal 1 Drift	-1.81 mAU/h
Signal 1 Noise	0.02 mAU
Signal 2 Drift	-2.42 mAU/h
Signal 2 Noise	0.03 mAU

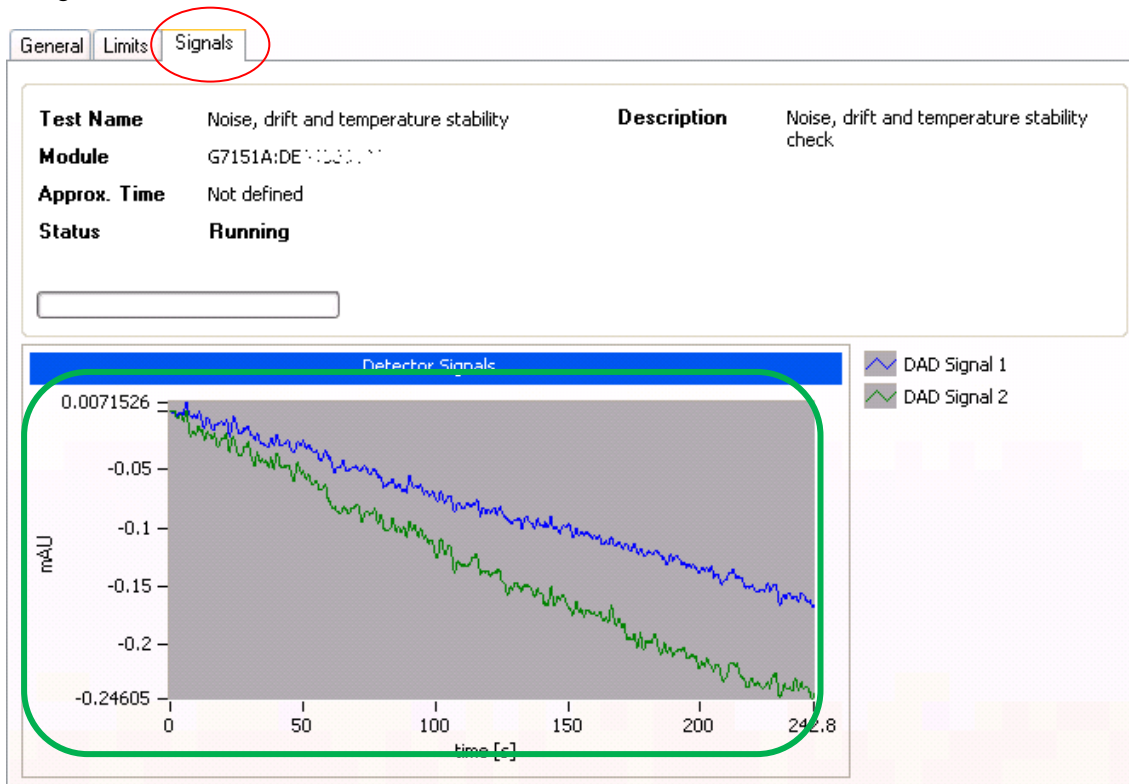
刻々と変化します

- Limit 画面：各テスト項目の測定基準値を表示します。

The screenshot shows the 'Limits' tab selected. It displays a table of measurement criteria for the test items.

Name	Lower limit	Upper limit	Description
Initialize test timeout	0 minutes	30 minutes	Allowed time to reach the start conditions for the noise and drift test
Maximum drift signal 1	-10 mAU / 60min	10 mAU / 60min	Defines the maximum allowed drift
Maximum drift signal 2	-10 mAU / 60min	10 mAU / 60min	Defines the maximum allowed Drift
Maximum noise signal 1	0 mAU	0.07 mAU	Defines the maximum allowed noise
Maximum noise signal 2	0 mAU	0.07 mAU	Defines the maximum allowed noise

- Signal 画面：ノイズ等のオンライン実測プロットを表示します。



刻々と変化します

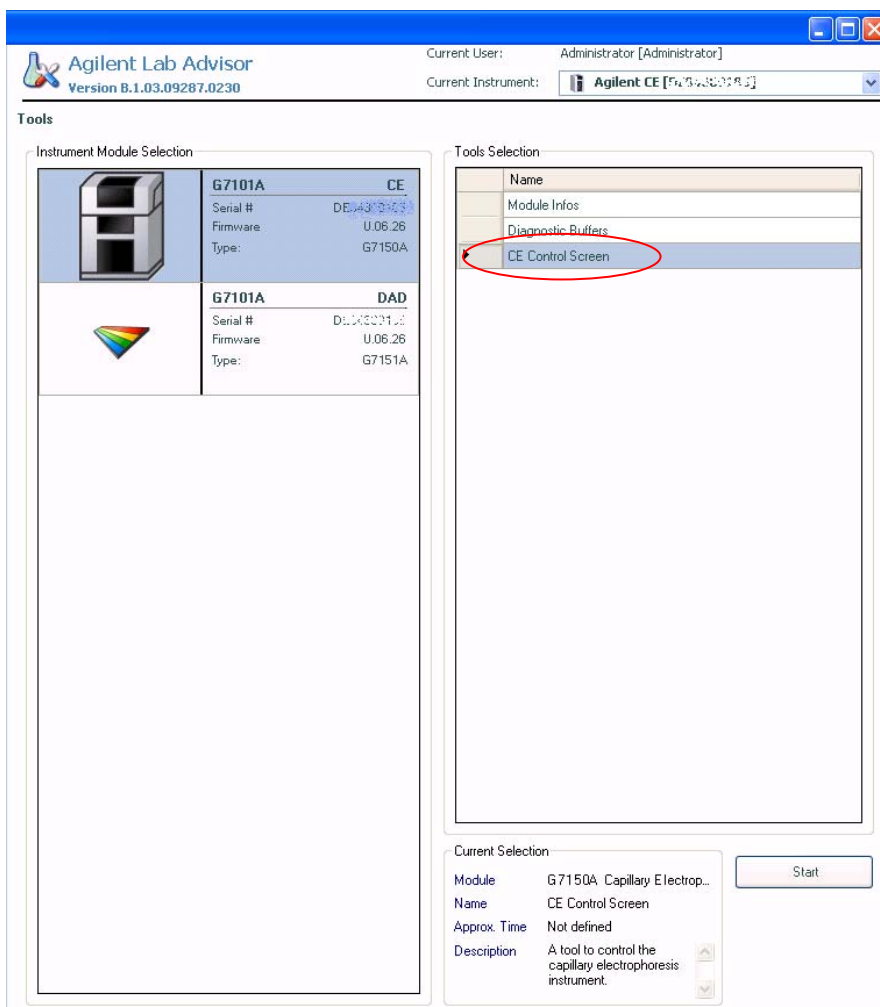
- 以上、全てのテストが終了すると、Passed（合格）、Failed（不合格）の判定が表示されて、終了します。

---

## 10-4. メンテナンスモード

Tools メニューより、リプレニッシュメント使用時のシステム内洗浄操作や、電極とリプレニッシュユニードルの位置調整を行います。

- ① 左のメニューから **Tools** をクリックします。Tools 画面に切り替わります。



- ② Tools Selection の中から **CE Control Screen** を選択し、**Start** をクリックします。



---

③ Tools : CE Control Screen 画面に切り替わります。

CE Control Screen 画面は、下記のタブで構成されています。

- IRP System
- Replenishment System
- Vials

ここで紹介するのは、Replenishment System のみとします。

### 【リプレニッシュメント使用時のシステム洗浄】

- ① Replenishment System のタブをクリックします。
- ② 右側に表示されるメニューバーから洗浄動作を選択します。

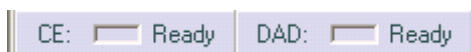
リプレニッシュメントシステムの洗浄の詳細については、11-1 節を参照して下さい。

#### <注意>

Lab Advisor から装置のコントロールを始めると、画面下部のバーに鍵のマークが表示され、ChemStation からコントロールできなくなります。装置制御の優先権が Lab Advisor に移るためです。鍵のマークをクリックしロックを外すと、ChemStation からコントロールできるようになります。



↓ (鍵のマークをクリックし、解除してから ChemStation でコントロールする)



Agilent Lab Advisor  
Version B.1.03.09287.0230

Current User: Administrator [Administrator]  
Current Instrument: Agilent CE [542544-1691605]

Tools: CE Control Screen

IRP System Replenishment System

Internal 0.913 bar

Replenish -0.359 bar

IRP System

Vacuum -0.428 bar

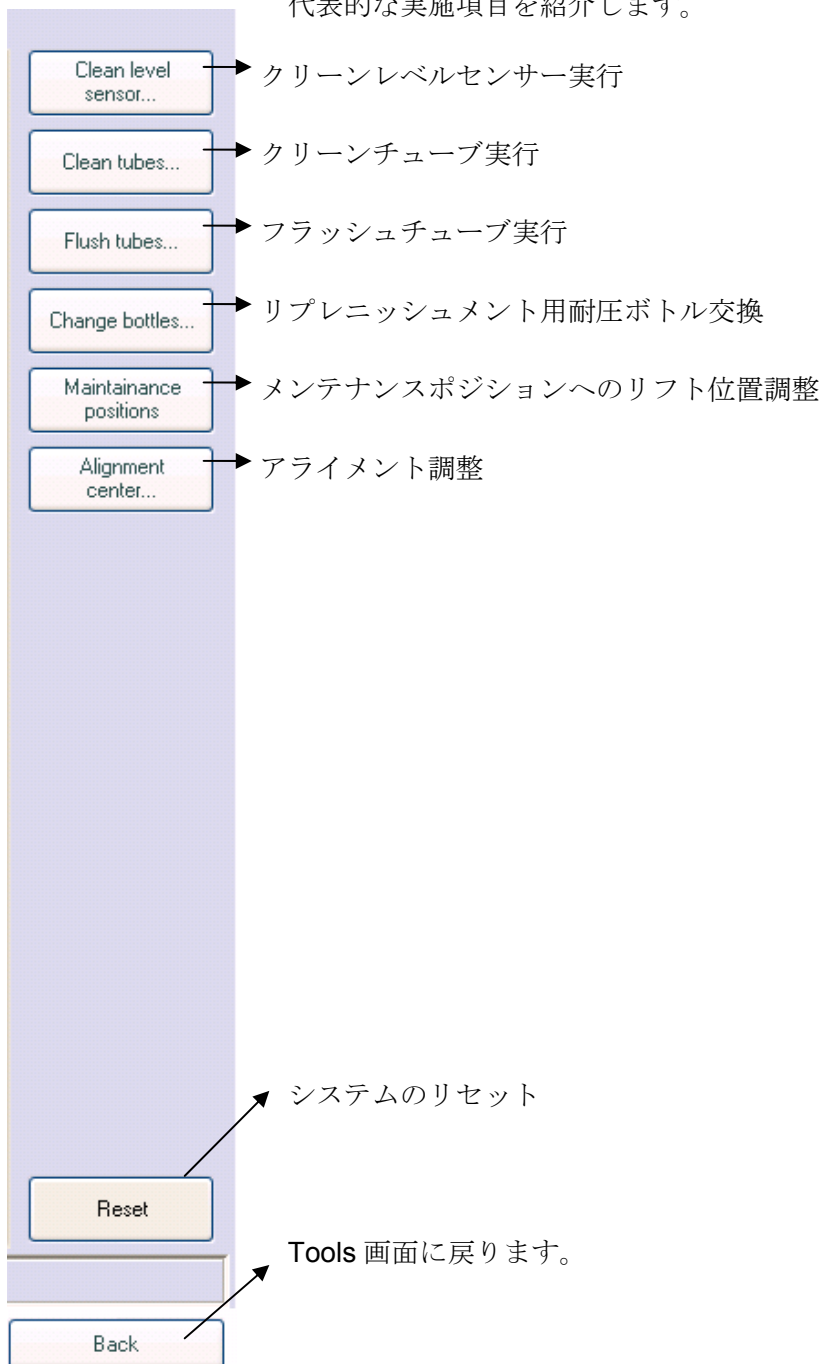
- Clean level sensor...
- Clean tubes...
- Flush tubes...
- Change bottles...
- Maintenance positions
- Alignment center...
- Reset

CE:  Ready DAD:  Ready

---

## 「Replenishment System」メニューバー

代表的な実施項目を紹介します。



## 10-5. エラーログの確認

Logs & Result メニューから、Agilent 7100 CE の動作、エラー等の履歴を表示します。

- ① 左のメニューから **Logs & Results** をクリックします。
- ② Logs & Results 画面に切り替わります。

Agilent Lab Advisor  
Version B.1.03.09287.0230

Current User: Administrator [Administrator]  
Current Instrument: Agilent CE [DE94300185]

Logs & Results

Agilent CE [DE94300185] G7150A:DE94300185 G7151A:DE94300185

Time	Source	Message
3/5/2010 11:30 AM	Event	Vial Handler Missing Vial (EE 15969,48, 3/3/2010 3:03 PM)
3/5/2010 11:30 AM	Event	Vial Handler Missing Vial (EE 15969,48, 3/3/2010 3:03 PM)
3/5/2010 11:30 AM	Event	Low Current Limit (EE 15901,4, 3/4/2010 8:12 PM)
3/5/2010 11:30 AM	Event	Ignition failed (EE 7452,0, 2/22/2010 4:26 PM)
3/5/2010 11:30 AM	Event	Ignition failed (EE 7452,0, 3/3/2010 5:08 PM)
2/10/2010 2:52 PM	Event	Ignition failed (EE 7452,0, 2/10/2010 1:37 PM)
2/10/2010 2:52 PM	Event	Ignition failed (EE 7452,0, 2/10/2010 1:38 PM)
2/10/2010 2:52 PM	Event	Ignition failed (EE 7452,0, 2/10/2010 1:40 PM)
2/10/2010 12:25 PM	Test Results	Detector test suite - Fail
2/10/2010 12:21 PM	Test Results	Detector test suite - Fail
2/10/2010 12:18 PM	Test Results	Detector test suite - Fail
2/10/2010 11:06 AM	Event	Leak Current Limit (EE 15900,314, 1/28/2010 7:25 AM)
2/10/2010 11:06 AM	Event	Pressure System Error (EE 15907,1, 2/10/2010 2:45 AM)
2/10/2010 11:06 AM	Event	Leak detected (EE 64,0, 1/27/2010 2:22 PM)
2/10/2010 11:06 AM	Event	Leak Current Limit (EE 15900,314, 1/28/2010 7:25 AM)
2/10/2010 11:06 AM	Event	Shutdown (EE 63,0, 1/27/2010 2:22 PM)

Current Selection Add Log Entry

Time 2/10/2010 11:06:15 AM  
Source Event  
Message Leak Current Limit (EE 15900,314, 1/28/2010 7:25 AM)

---

## 第 11 章 補足 1

### 11-1. リプレニッシュメント（バッファ自動交換）システムの洗浄

#### 目的

リプレニッシュメント（バッファ自動交換）システムは、サンプルトレイに置かれたバイアルの中の古いバッファを捨て、新しいバッファを補充するシステムです。長時間連続分析を行う場合、バッファの組成が変化するのを防ぐために行います。このシステムを正常に機能させるには、使用前に事前準備が必要です。

#### <注意>

界面活性剤が入ったバッファや高塩濃度のバッファの使用は、システム内での詰まりの原因、レベルセンサーの誤作動の原因となります。使用しないでください。

#### <注意>

塩が入ったバッファを使用する場合は、リプレニッシュニードルの場所で詰まりが発生する場合があります。ニードルの詰まりを防ぐために、純水を 1.8cm の高さに満たし、キャップをしたバイアルを 49 番（ホームポジション）にセットしてください。 ChemStation ソフトウェアの画面で 2 つのボトルの絵の間を右クリックして、**Set Replenish Vial** を選択し 49 番を指定します。この操作により、ニードルの先端が純水につき、乾燥による塩の析出を防ぎます。また、適時リプレニッシュニードルに付属するレベルセンサーの洗浄を行ってください(11-1 節)。

#### <注意>

リプレニッシュメントシステムは、侵食性または腐食性のあるバッファ、有機溶媒、或いはこれらから蒸発した成分によってダメージを受ける可能性があります。以下の点に注意して

---

下さい。

・侵食性または腐食性のあるバッファ、有機溶媒の使用を避けて下さい。

リプレニッシュメントシステムで使用するバッファやバッファの揮発成分は、ポリテトラフルオロエチレン(PTFE)、ステンレススチール(SST、グレード 316)、フッ素ゴム(FPM、Viton)、ポリエーテルエーテルケトン(PEEK)、フッ化エチレン-プロピレン樹脂(FEP)、ガラス(フィルターとボトル)と接触します。これらを腐食する成分を含むバッファは使用しないでください。また、バッファの使用許容 pH 範囲は pH3~11 です。

・高濃度のギ酸や酢酸などのバッファはステンレスを腐食させ、システム内での詰まりの原因となります。ギ酸は最大濃度 0.1%まで使用できますが、腐食性があります。腐食性バッファの使用はリプレニッシュメントシステムへダメージを与えることが報告されています。

・指定された条件を超えるバッファ組成を使用する場合は、リプレニッシュメントシステムを使わずに、個別のバイアルを使用して分析を実施して下さい。

## 頻度

リプレニッシュメントシステムのボトルやチューブは、バッファのコンタミネーションを防ぐため、定期的に洗浄しなければなりません。特に次のような場合は洗浄を行ってください。

- 初めて使用する場合
- バッファの交換時
- リプレニッシュメントシステムをしばらく使用しない場合

## <警告>

リプレニッシュメントシステムでは、部品番号 9300-1748 または 5042-6478 の耐圧ボトルのみ使用できます。ボトルに圧力がかかるため、特別な保護コーティングが施されています。

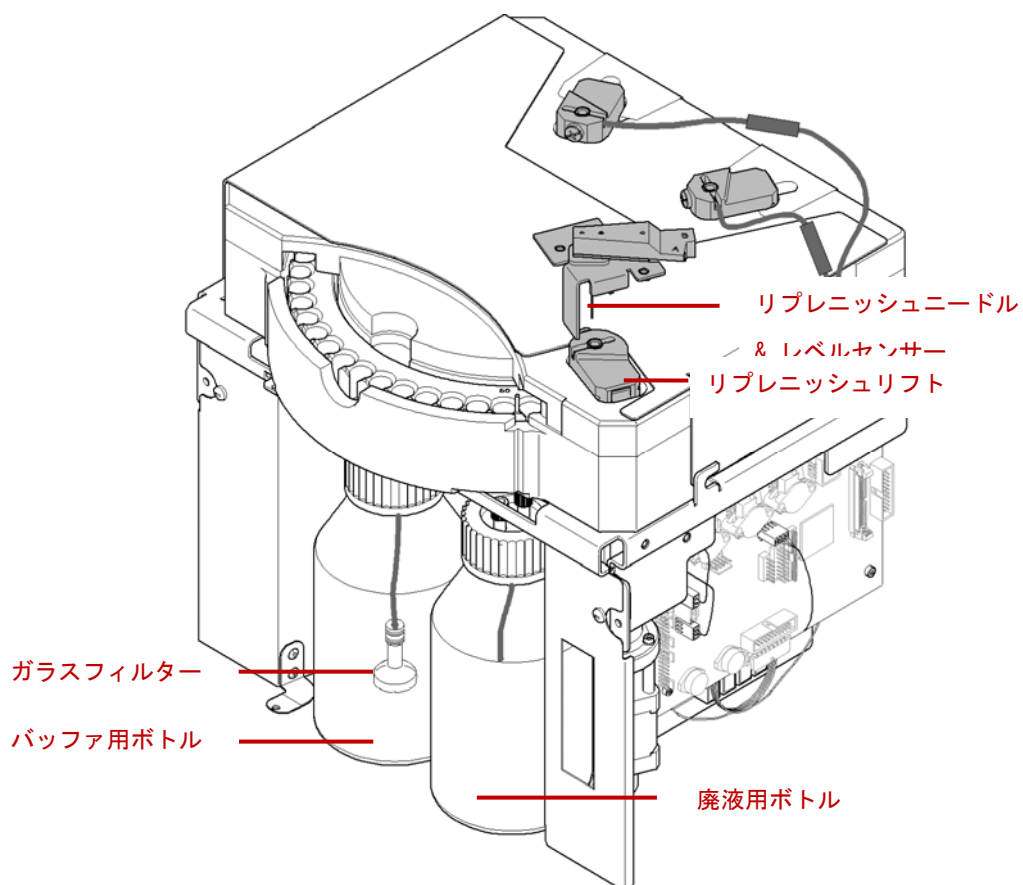


図 リプレニッシュメントシステム

必要なもの

- |  |                |
|--|----------------|
| <input type="checkbox"/> バイアルとキャップ         | 部品番号 5182-0538 |
| <input type="checkbox"/> ガラスバイアル           | 部品番号 5182-0567 |
| またはポリプロピレンバイアル                             | 部品番号 5181-1512 |
| <input type="checkbox"/> バイアルキャップ(ポリウレタン製) |                |

- 
- リプレニッシュメント用耐圧ボトル (装置に装備済)
  - 水/イソプロパノール/バッファ (使用目的による)
  - ChemStation ソフトウェア、または Lab Advisor ソフトウェア
  - 保護具 (保護用眼鏡と手袋)

#### 洗浄の手順

- 耐圧ボトルにかかっている圧力をリリースし、取り外します。
- 耐圧ボトル(バッファ用ボトル)に洗浄液を入れます。
- 耐圧ボトル(廃液用ボトル)を空にします。
- 耐圧ボトルを装置に接続します。
- **Flush tubes** を実行し、流路を洗浄します。
- **Clean tubes** を実行し、流路を洗浄します。



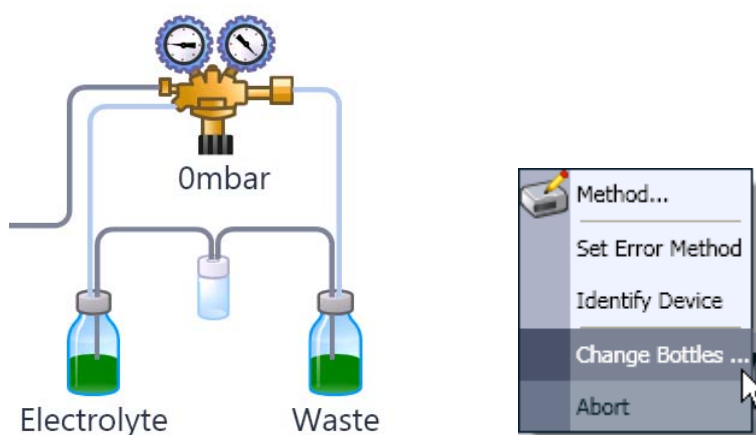
---

## 【リプレニッシュメントシステムを最初に使用する場合】

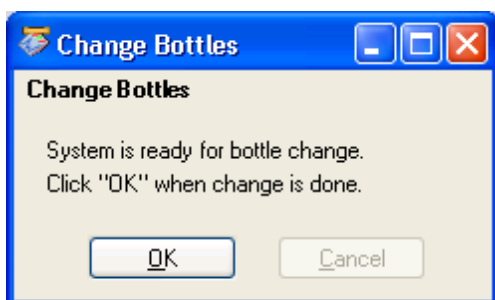
---

### <ChemStation から操作する場合>

- ① HPCE Diagram の中でリプレニッシュメントシステムのボトルの絵をクリックします。Electrolyte と Waste のどちらのボトルでもかまいません。

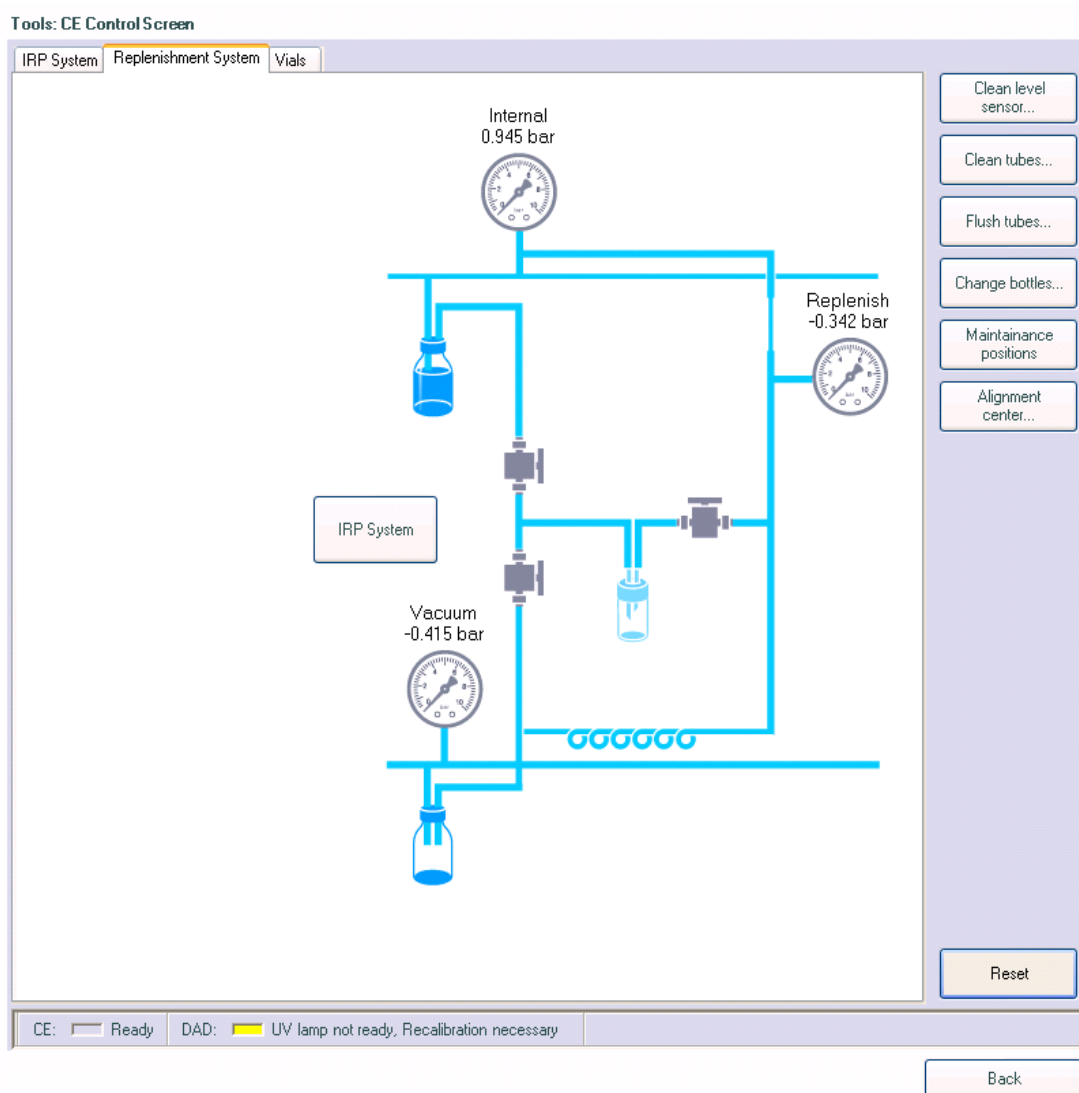


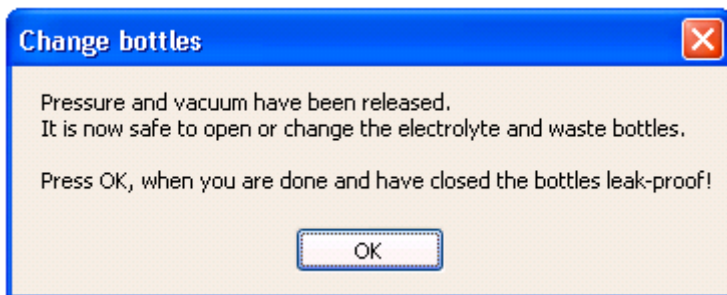
- ② メニューの中から **Change Bottles** を選択します。この操作により、ボトルを外す前にボトルの中にかかっていた圧力が抜けます。図のように”System is ready for bottle change”と表示されたのを必ず確認してからボトルを外してください。



<Lab Advisor から操作する場合>

- ① Tools : CE Control Screen > Replenishment System の画面を表示させます。
- ② メニューの中から **Change Bottles** を選択します。この操作により、ボトルを外す前にボトルの中にかかっていた圧力が抜けます。図のように”Pressure and vacuum have been released”と表示されたのを必ず確認してからボトルを外してください。





- ③ 耐圧ボトルが設置されているスペースの前面についている黒いカバーを開けます。カバーの右下(装置に向かって)の隅を押すと、ロックが外れカバーが開きます。

<警告>

廃液には、泳動バッファ成分やサンプル成分が含まれています。ボトル内の液体を取り扱う時は、ゴム手袋と保護眼鏡を着用してください。

- ④ リプレニッシュメントシステムの耐圧ボトルのキャップを外します。ボトルのキャップにはチューブとフィルターがつながっています。フィルターを汚染しないように注意して下さい。

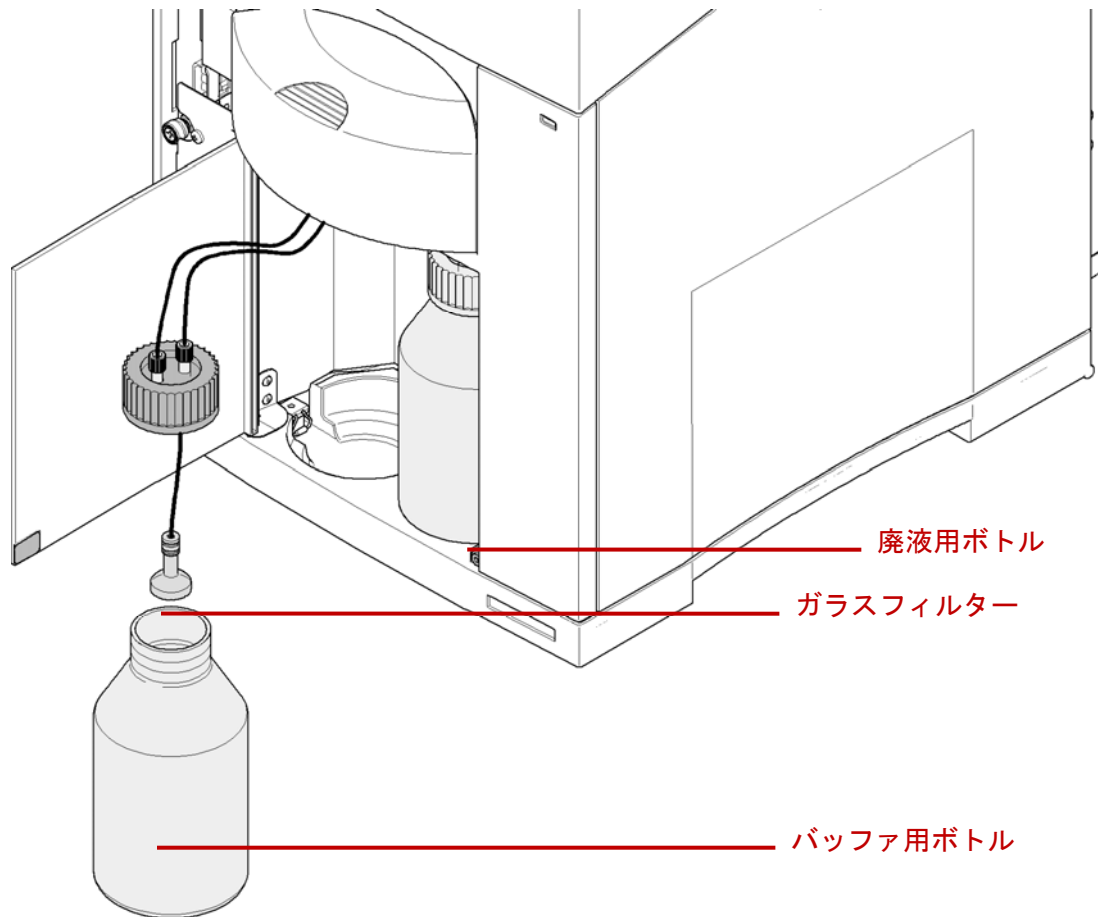


図 チューブとフィルター

- ⑤ バッファ用ボトル(装置に向かって左側)に純水 200ml を入れます。水はあらかじめ孔径  $0.25\mu\text{m}$  以下のフィルターを通したものを使用して下さい。

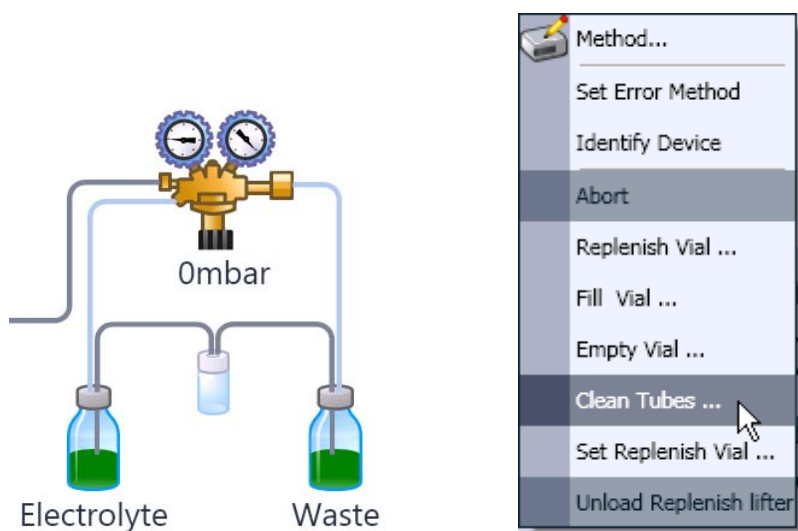
500mL ボトル(部品番号 9300-1748)の場合、100～400mL の範囲で液体を入れることができます。100mL ボトル(部品番号 5042-6478)の場合、40～80mL の範囲で液体を入れることができます。いずれのボトルを使用する場合、ガラスフィルターが液体の中に完全に沈み込むようにしてください。

- ⑥ 廃液用ボトル(装置に向かって右側)を空にします。

- 
- ⑦ バッファ用ボトルと廃液用ボトルをそれぞれ元の位置に戻し、キャップをしっかりと締めます。
- 

<ChemStation から操作する場合>-----**Clean Tubes**のみ実施

- ⑧ **Done**を選択します。ボトル内部が再び加圧されます。
- ⑨ システムが **Ready** 状態になるまで待ちます。
- ⑩ バッファ用ボトルと廃液用ボトルの間をクリックします。
- ⑪ 内部の流路を全てクリーニングするため、**Clean Tubes**を選択します。



- ⑫ キャップをした空のバイアルをサンプルトレイの(例として)46番に置きます。
- ⑬ トレイにセットした空のバイアルのバイアル番号(ここでは46番)と、洗浄繰り返し回数を5回と設定します。
- ⑭ 洗浄プログラムがスタートします。

<注意>

2010年3月10日現在(ChemStation Rev.B.04.02[118])、ChemStationにおいて**Flush Tubes**

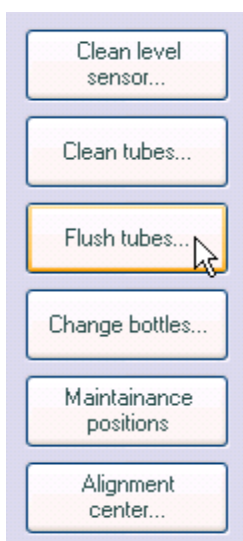
---

のメニューを選択できません。**Clean Tubes**を繰り返し実行するか、Lab Advisor から手順 10 以降を実施して下さい。Lab Advisor での操作が終わり、再び ChemStation から装置をコントロールする場合は、Lab Advisor の左下隅の鍵のマークをクリックして Lab Advisor からのコントロールを解除して下さい。

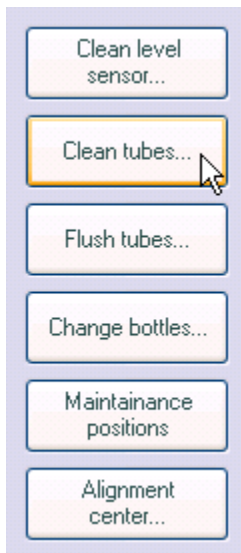
---

<Lab Advisor から操作する場合> ----- **Flush Tubes** と **Clean Tubes** を実施

- ⑧ **OK** を選択します。ボトル内部が再び加圧されます。
- ⑨ 圧力システムが **Ready** 状態になるまでに要した時間が表示されます。再び **OK** を選択します。
- ⑩ バッファ用ボトルと廃液用ボトルの間のチューブとバルブを洗浄するため、**Flush Tubes** を選択します。フラッシュ時間を **20sec** に設定します。このステップでは、リプレニッシュニードルとそのバルブ側の流路の洗浄は行いません。



- ⑪ 内部の流路を完全にクリーニングするため、**Clean Tubes** を選択します。



- ⑫ キャップをした空のバイアルをサンプルトレイの(例として)46番に置きます。
- ⑬ トレイにセットした空のバイアルのバイアル番号(ここでは46番)と、洗浄繰り返し回数を5回と設定します。
- ⑭ 洗浄プログラムがスタートします。

---

### 注意点

装置の加圧、減圧が正常に行われない場合は、以下の点をチェックして下さい。

- バッファ用ボトルの密閉性
- 廃液用ボトルの密閉性
- エアフィルターの目詰まり

これらをチェックしても解決しない場合は、アジレント・テクノロジー株式会社のコールセンターまでご連絡ください。

---

## 【リプレニッシュメントシステムでバッファの組成を変更する場合】

---

### <ChemStation から操作する場合>

- ① HPCE Diagram の中でリプレニッシュメントシステムのボトルをクリックします。
  - ② メニューの中から **Change Bottles** を選択します。この操作により、ボトルを外す前にボトルの中にかかっていた圧力が抜けます。“System is ready for bottle change”と表示されたのを確認してからボトルを外してください。
- 

### <Lab Advisor から操作する場合>

- ① Tools : CE Control Screen > Replenishment System の画面を表示させます。
  - ② メニューの中から **Change Bottles** を選択します。この操作により、ボトルを外す前にボトルの中にかかっていた圧力が抜けます。“Pressure and vacuum have been released”と表示されたのを確認してからボトルを外してください。
- 

- ③ 耐圧ボトルが設置されているスペースの前面についている黒いカバーを開けます。カバーの右下(装置に向かって)の隅を押すと、ロックが外れカバーが開きます。

### <警告>

廃液には、泳動バッファ成分やサンプル成分が含まれています。ボトル内の液体を取り扱う時は、ゴム手袋と保護眼鏡を着用してください。

- ④ リプレニッシュメントシステムの耐圧ボトルのキャップを外します。ボトルのキャップにはチューブとフィルターがつながっています。フィルターを汚染しないように注意して下さい。



- 
- ⑤ バッファ用ボトル(装置に向かって左側)にバッファ 200ml を入れます。バッファはあらかじめ孔径 0.25 $\mu$ m 以下のフィルターを通したものを使用して下さい。

500mL ボトル(部品番号 9300-1748)の場合、100~400mL の範囲で液体を入れることができます。100mL ボトル(部品番号 5042-6478)の場合、40~80mL の範囲で液体を入れることができます。いずれのボトルを使用する場合、ガラスフィルターが液体の中に完全に沈み込むようにしてください。

- ⑥ 廃液用ボトル(装置に向かって右側)を空にします。
- ⑦ バッファ用ボトルと廃液用ボトルをそれぞれ元の位置に戻し、キャップをしっかりと締めます。

---

#### <ChemStation から操作する場合>----Clean Tubesのみ実施

- ⑧ Done を選択します。ボトル内部が再び加圧されます。
- ⑨ システムが Ready 状態になるまで待ちます。
- ⑩ バッファ用ボトルと廃液用ボトルの間をクリックします。
- ⑪ 内部の流路を全てクリーニングするため、Clean Tubes を選択します。
- ⑫ キャップをした空のバイアルをサンプルトレイの(例として)46 番に置きます。
- ⑬ トレイにセットした空のバイアルのバイアル番号(ここでは 46 番)と、洗浄繰り返し回数を 5 回と設定します。
- ⑭ 洗浄プログラムがスタートします。

<注意> 2010 年 3 月 10 日現在(ChemStation Rev.B.04.02[118])、ChemStation において Flush Tubes のメニューを選択できません。Clean Tubes を繰り返し実行するか、Lab Advisor から手順 10 以降を実施して下さい。Lab Advisor での操作が終わり、再び ChemStation から装置をコントロールする場合は、Lab Advisor の左下隅の鍵のマークをクリックして Lab Advisor からのコントロールを解除して下さい。

---

<Lab Advisor から操作する場合> ---- **Flush Tubes** と **Clean Tubes** を実施

- ⑧ **OK** を選択します。ボトル内部が再び加圧されます。
  - ⑨ 圧力システムが **Ready** 状態になるまでに要した時間が表示されます。再び **OK** を選択します。
  - ⑩ バッファ用ボトルと廃液用ボトルの間のチューブとバルブを洗浄するため、**Flush Tubes** を選択します。フラッシュ時間を **20sec** に設定します。このステップでは、リプレニッシュニードルとそのバルブ側の流路の洗浄は行いません。
  - ⑪ 内部の流路を完全にクリーニングするため、**Clean Tubes** を選択します。
  - ⑫ キャップをした空のバイアルをサンプルトレイの(例として)**46** 番に置きます。
  - ⑬ トレイにセットした空のバイアルのバイアル番号(ここでは **46** 番)と、洗浄繰り返し回数を **5** 回と設定します。
  - ⑭ 洗浄プログラムがスタートします。
- 

<備考>

リプレニッシュメントシステムの容量は約 **5mL** です。洗浄には **10** 倍の容量の液体をフラッシングする必要があります。必要なフラッシュ時間は、使用するバッファの粘性に大きく影響されます。まず **Flush tubes** でメイン流路を洗浄し、次に **Clean tubes** でリプレニッシュメント流路を洗浄することにより、洗浄に用いるバッファの消費を抑えることができます。

---

## 【リプレニッシュメントシステムをしばらく使用しない場合】

リプレニッシュメントシステムをしばらく使用しない場合は、最初に純水で洗浄した後、さらにイソプロパノールで洗浄します。

### 洗浄の手順

- 耐圧ボトルに洗浄液を入れます。
  - **Flush tubes** を実行し、流路を洗浄します。
  - **Clean tubes** を実行し、流路を洗浄します。
  - **Clean level sensor** を実行し、レベルセンサーを洗浄します。
- 
- ① Lab Advisor ソフトウェアを開き、装置のモニタリングを開始します。
  - ② Tools : CE Control Screen > Replenishment System の画面を表示させます。
  - ③ メニューの中から **Change Bottles** を選択します。この操作により、ボトルを外す前にボトルの中にかかっていた圧力が抜けます。”Pressure and vacuum have been released”と表示されたのを確認してからボトルを外してください。
  - ④ 耐圧ボトルが設置されているスペースの前面についている黒いカバーを開けます。カバーの右下(装置に向かって)の隅を押すと、ロックが外れカバーが開きます。

### <警告>

廃液には、泳動バッファ成分やサンプル成分が含まれています。ボトル内の液体を取り扱う時は、ゴム手袋と保護眼鏡を着用してください。

- ⑤ リプレニッシュメントシステムの耐圧ボトルのキャップを外します。ボトルのキャップにはチューブとフィルターがつながっています。フィルターを汚染しないように注意して下さい。

- 
- ⑥ バッファ用ボトル(装置に向かって左側)に純水 200ml を入れます。水はあらかじめ孔径 0.25 $\mu$ m 以下のフィルターを通したものを使用して下さい。

500mL ボトル(部品番号 9300-1748)の場合、100~400mL の範囲で液体を入れることができます。100mL ボトル(部品番号 5042-6478)の場合、40~80mL の範囲で液体を入れることができます。いずれのボトルを使用する場合、ガラスフィルターが液体の中に完全に沈み込むようにしてください。

- ⑦ 廃液用ボトル(装置に向かって右側)を空にします。
- ⑧ バッファ用ボトルと廃液用ボトルをそれぞれ元の位置に戻し、キャップをしっかりと締めます。
- ⑨ **OK** を選択します。ボトル内部が再び加圧されます。
- ⑩ 圧力システムが **Ready** 状態になるまでに要した時間が表示されます。再び **OK** を選択します。
- ⑪ バッファ用ボトルと廃液用ボトルの間のチューブとバルブを洗浄するため、**Flush Tubes** を選択します。フラッシュ時間を **20sec** に設定します。このステップでは、リプレニッシュニードルとそのバルブ側の流路の洗浄は行いません。
- ⑫ 内部の流路を完全にクリーニングするため、**Clean Tubes** を選択します。
- ⑬ キャップをした空のバイアルをサンプルトレイの(例として)46 番に置きます。
- ⑭ トレイにセットした空のバイアルのバイアル番号(ここでは 46 番)と、洗浄繰り返し回数を 5 回と設定します。
- ⑮ 洗浄プログラムがスタートします。
- ⑯ 純水に換えて、イソプロパノールを用いて、洗浄操作を繰り返します。バッファ用ボトルの液を入れ替えるときは、必ず廃液ボトルを空にしてください。

---

## 【レベルセンサーの洗浄】

### 目的

リプレニッシュニードルは、長さの異なる 2 つの細いニードルが合わさった形状をしています。長いニードルからバッファを吐出および吸引を行い、短いニードルは液面高さ(レベル)センサーとして働きます。レベルセンサーの洗浄は、センサー内で析出する可能性のあるバッファ中の成分を溶解させるために行います。レベルセンサーの洗浄と同時に、レベルセンサー回路の流路も洗浄します。

### 頻度

- リプレニッシュメント操作中にレベルセンシングに失敗した場合
- Lab Advisor の IRP(Injection Replenishment and Pressure)レベルセンシングテストに失敗した場合
- リプレニッシュメントシステムをしばらく使用しない場合

### 必要なもの

- 1.5cm の高さまで洗浄液(純水など)を入れ、キャップをしたバイアル

### <注意>

洗浄液の液面高さは 1.5cm を超えないでください。洗浄液はバッファの成分が析出しないものを選んでください。

---

## 動作

この機能では、下記の(1)→(2)の洗浄サイクルを 8 回繰り返します。

- (1) 短いニードルを洗浄液に入れ、洗浄液を短いニードルに少し吸い込む。
- (2) 短いニードルから洗浄液を吐出し、空気を短いニードルに少し吸い込む。

## 操作

この操作は **Lab Advisor** から実施します。

- ① メニューの中から **Clean level sensor** を選択します。
- ② 高さ 1.5cm まで洗浄液(純水など)をバイアルに入れ、キャップをしたものをサンプルトレイの(例として)48 番に置きます。
- ③ トレイにセットしたバイアル番号(ここでは 48 番)を設定します。洗浄繰り返し回数を 8 回と設定します。
- ④ 洗浄プログラムがスタートします。

---

## 1 1 – 2. 電極とリプレニッシュニードルの位置調整

### 目的

電極(或いはリプレニッシュニードル)とプレパンチャーの位置が適切でないと、プレパンチャーの漏斗状の内側部分に摩耗による溝が確認される事があります。溝が深いと密閉性が不十分となり、フラッシュ、注入、または CEC アプリケーションなどの高圧を使用する際に、問題が発生する恐れがあります。

### 頻度

電極は調整がほとんど不要な設計になっていますが、下記に挙げる場合、念のため調整を行ってください。

- (必須) Agilent 7100 CE の装置内部(Liquid Handling Module)を前面に引き出して戻した後
- 誤って電極/リプレニッシュニードルを曲げた恐れがある場合
- 電極を新品に交換した後に、電極のアライメントが不適切であると判断される場合 (通常、アライメントが不適切になることはありません。)
- 絶縁プレートを新品に交換した後に、電極のアライメントが不適切であると判断される場合 (通常、アライメントが不適切になることはありません。)

### 必要な部品

- 電極アラインメントツール……………スタートアップキットに含まれていない場合は、不要な長いキャピラリーで代用できます。
- 空のバイアルにスナップキャップを付けたもの
- Lab Advisor ソフトウェア
- 保護用眼鏡

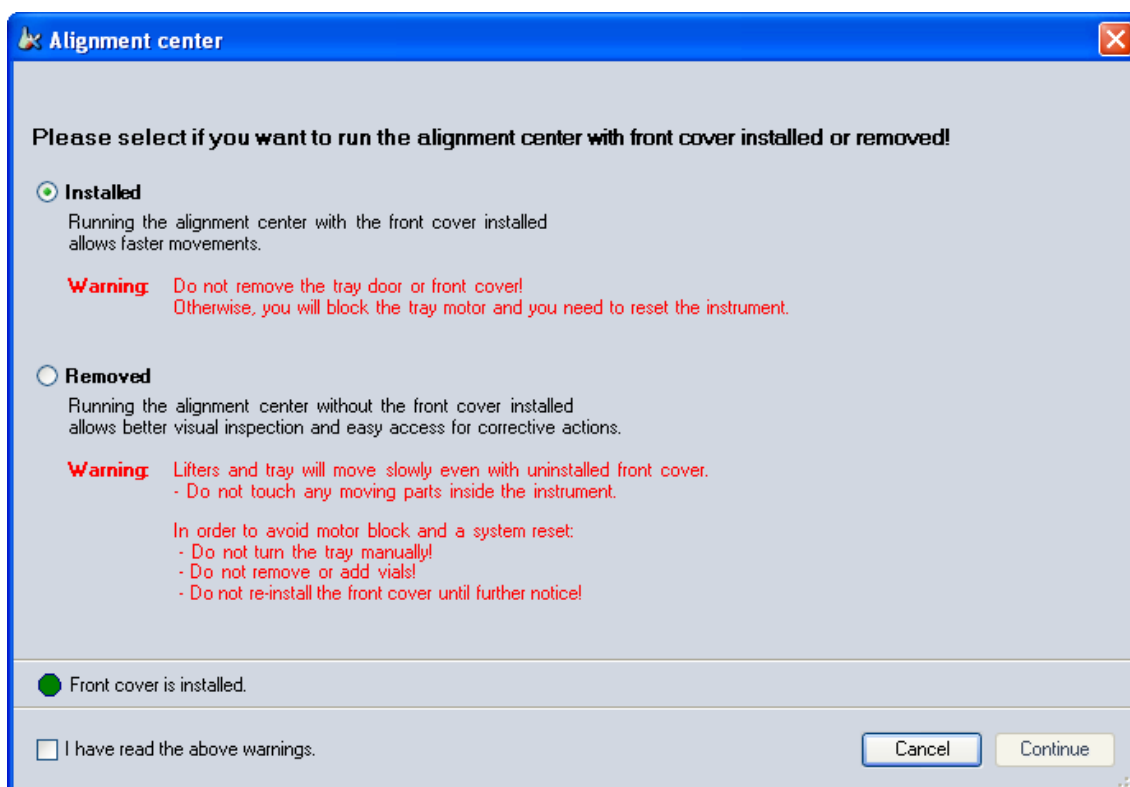
- 
- ① **Lab Advisor** ソフトウェアを起動し、**Instrument Monitoring** が行われていることを確認します。モニターしている **7100CE** を選択して、**Tools : CE Control Screen** の画面を表示させます。
  - ② メニューの中から **Alignment center** を選択します。
  - ③ フロントカバーをつけた状態で動作させるか、フロントカバーを外した状態で動作させるかを選択します。フロントカバーありの場合は、電極とプレパンチャーのアライメント状況を目視するのみになります。フロントカバーなしの場合は、電極に直接アクセスすることができるため、調整が可能です。



---

## 【フロントカバーを付けたまま動作させる場合】

- ④ **Installed** を選択します。



### <警告>

動作部がカバーされているため、早い動きで装置が動作します。動作中は、トレイドアーやフロントカバーを開けないでください。動作中に開けると、トレイモーターがブロックされるため、装置をリセットし直す必要が生じます

- ⑤ 上記の警告(ソフトウェアの画面と同じ内容)を読んで確認したら、“I have read the above warnings”のチェックボックスにチェックを入れます。
- ⑥ **Continue** を選びます。

- 
- ⑦ アライメントを確認したい電極あるいはリプレニッシュニードルのリフトを選択します。
  - ⑧ 短い電極(部品番号 G7100-60033)を使用している場合は、チェックボックスにチェックを入れます。
  - ⑨ キャップをした空のバイアルをトレイにセットし、そのバイアル番号を入力します。
  - ⑩ **Prepare**を選択します。
  - ⑪ リフトが上がり、電極(或いはリプレニッシュニードル)に近い位置で停止します。
  - ⑫ 電極アラインメントツールのキャピラリーを挿入します。キャピラリーの先端がバイアルまでまっすぐ届けば、電極の中心とプレパンチャーの穴の中央が一致していると判断できます。もし、キャピラリーがバイアルまでまっすぐに届かない場合は、電極の中心とプレパンチャーの穴の中央がずれていると判断されます。電極(或いはリプレニッシュニードル)を注意深くゆっくりと手で押し曲げて、電極の中心とプレパンチャーの穴の中央が合うように調整します。

#### <注意>

**Alignment center**メニューを終了しないと、フロントカバーを開けての調整ができません。

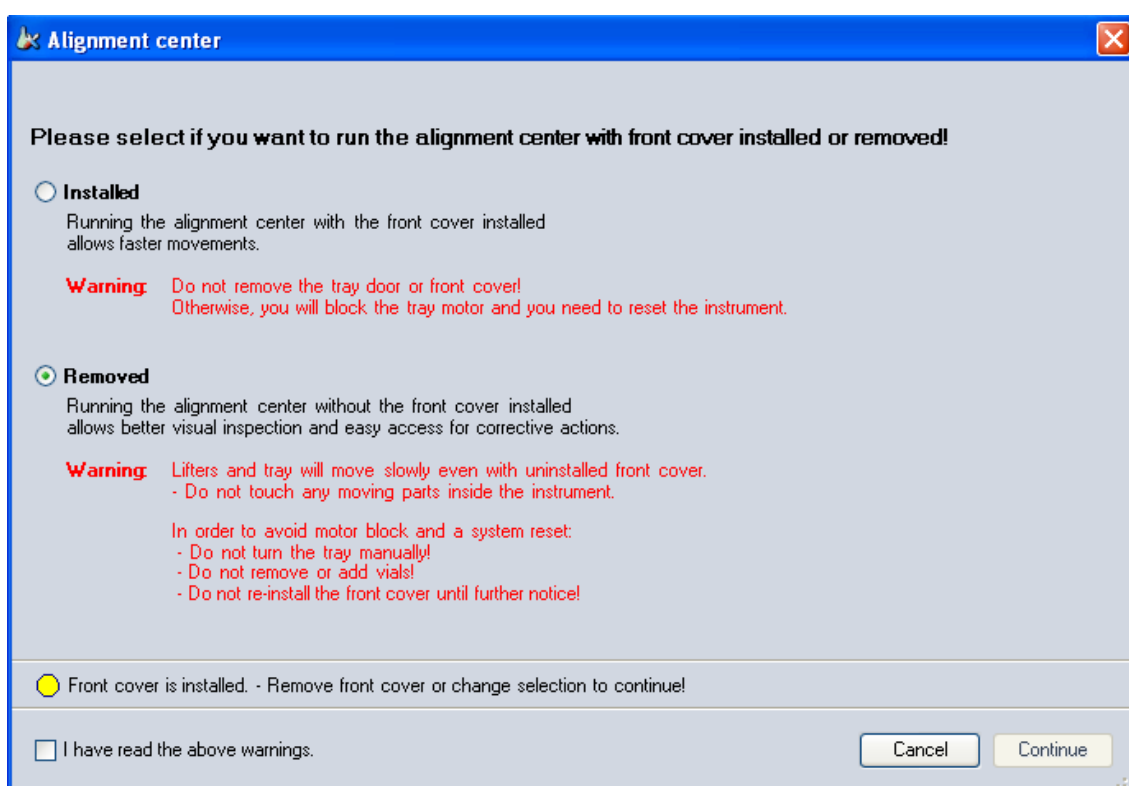
- ⑬ アライメントの最終確認のため、**Check**を選択します。
- ⑭ リフトが 10 回上下動し、電極(リプレニッシュニードル)とプレパンチャーのアライメント状況を目視します。この動作がスムーズであれば、良好なアライメント状態であると判断します。もし、この動作中に、電極(或いはリプレニッシュニードル)がぶれて動く場合は、再度電極の調整が必要と判断します。

---

## 【フロントカバーを外して動作させる場合】

装置内部がオープンになるので、視認性がよく電極の微調整を直接行えます。しかし、可動部がむき出しになり、安全性にリスクが生じますので、リフトとトレイはゆっくり動作します。

- ④ **Removed** を選択します。



### <警告>

装置の可動部には決して手を触れないでください。動作中は、装置内部に決して触れないでください。怪我の危険があります。

- ・トレイを手で動かさないでください。
- ・トレイのバイアルを取り除いたり、新しく加えたりしないでください。

---

・ソフトウェアの指示があるまで、フロントカバーを取り付けしないでください。

・保護用眼鏡の着用をお願いします。

- ⑤ 上記の警告(ソフトウェアの画面と同じ内容)を読んで確認したら、“**I have read the above warnings**”のチェックボックスにチェックを入れます。
- ⑥ フロントカバーを外します。フロントカバーを外すことにより、次の操作へ進めます。
- ⑦ **Continue**を選びます。
- ⑧ アライメントを確認したい電極あるいはリプレニッシュユニードルのリフトを選択します。
- ⑨ 短い電極(部品番号 **G7100-60033**)を使用している場合は、チェックボックスにチェックを入れます。
- ⑩ キャップをした空のバイアルをトレイにセットし、そのバイアル番号を入力します。
- ⑪ **Prepare**を選択します。
- ⑫ リフトが上がり、電極(或いはリプレニッシュユニードル)に近い位置で停止します。
- ⑬ 電極アラインメントツールのキャピラリーを挿入します。キャピラリーの先端がバイアルまでまっすぐ届けば、電極の中心とプレパンチャーの穴の中央が一致していると判断できます。もし、キャピラリーがバイアルまでまっすぐに届かない場合は、電極の中心とプレパンチャーの穴の中央がずれていると判断されます。電極(或いはリプレニッシュユニードル)を注意深くゆっくりと手で押し曲げて、電極の中心とプレパンチャーの穴の中央が合うように調整します。
- ⑭ **Check**を選択します。
- ⑮ リフトが **10** 回上下動し、電極(リプレニッシュユニードル)とプレパンチャーのアライメント状況を目視します。この動作がスムーズであれば、良好なアライメントであると判断します。もし、この動作中に、電極(或いはリプレニッシュユニードル)がぶれて動く場合は、再度電極の調整が必要と判断します。

---

## 第 1 2 章 補足 2 (Agilent の質量分析計と接続する場合)

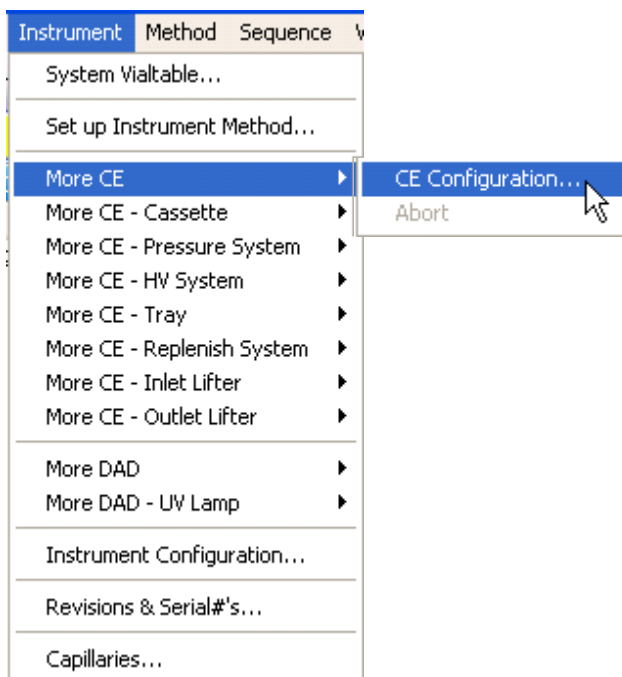
ここでは、Agilent CE/MS システムとして使用するケースを例に挙げます。

Agilent CE/MS システムは、CE と質量分析装置(以下 MS)とシーソース液送液用ポンプ(以下シーソース液用ポンプ)から構成されます。装置のコンフィグレーションの詳細は、構成システムによって異なりますので、ここでは述べません。

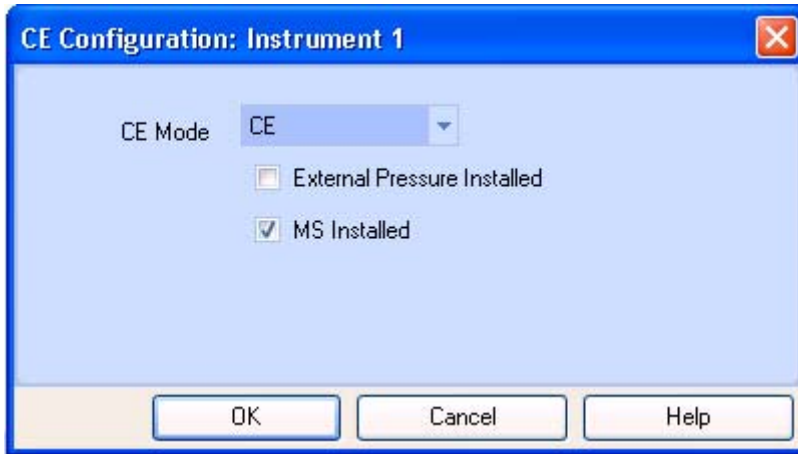
Agilent 1600 CE については、接続方法が Agilent 7100 CE と異なるため本章は適用外となります。

### 【ChemStation の設定について】

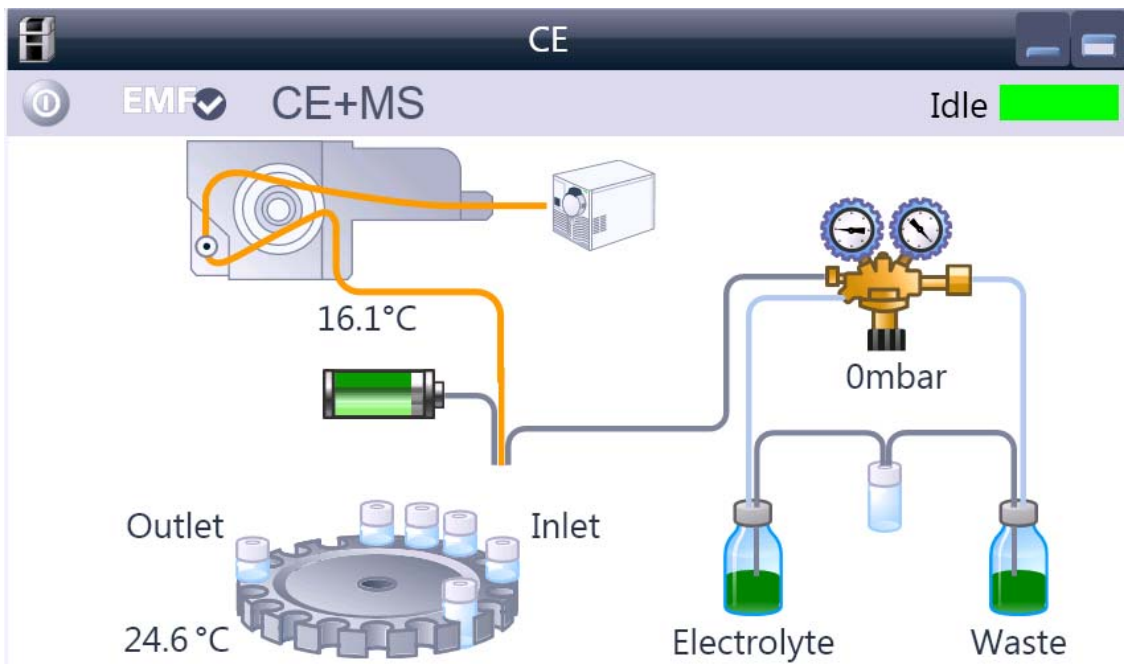
- ① ChemStation ソフトウェアでツールバーより **Instrument** → **More CE** → **CE Configuration** を選択します。



- ② "MS Installed" にチェックマークを入れます。



③ システムダイアグラムの絵が次の通りに変更されます。



---

## 【接続について】

Agilent 7100 CE で Agilent の MS と接続する際に次の 4 点が必要です。

### ■ アースケーブル

通常は、Agilent 7100 CE 筐体の金属部分と検出器筐体の金属部分を接続します。

(参考)

Agilent 7100 CE は、アウトレット側の電位をアースにとり、インレット側へ設ける電位差を正/負とすることにより、印加電圧の極性(Positive/Negative)を切り替えています。

Agilent 7100 CE 単体で用いる場合は、アウトレット側の電極は装置内の絶縁プレート上でアースケーブルと接続する構造をしているため、このケーブルは必要ありません。

### ■ APG リモートケーブル

Agilent の装置間のスタート等の同期を取るために APG リモートケーブルを使用しています。この APG リモートケーブルは Agilent 製品のみサポートしています。

### ■ CAN ケーブル

Agilent の装置間の通信に用います。この CAN ケーブルは Agilent 製品のみサポートしています。

### ■ LAN ケーブル

Agilent の装置をコントロールするソフトウェア(Mass Hunter や ChemStation)がインストールされたワークステーションとの通信に用います。

---

## 1 2 - 1. ChemStation から CE と MS の両方をコントロールする場合 (シングル四重極に限定)

Agilent CE/MS システムとして使用するには次のポイントを確認して下さい。

- CE と MS をアースケーブルで接続します。
- MS とワークステーションを LAN で接続します。
- CE とワークステーションを LAN で接続します。
- CE と MS を APG リモートケーブルで接続します。
- CE とシースイオンポンプを CAN ケーブルで接続します。(シースイオンポンプが ChemStation からコントロールされる場合)

### 設定

- ChemStation の CE 分析メソッド中のプレコンディショニングが終了し、試料が注入されて、電圧印加が開始するタイミングで MS 測定が開始します。
- MS シグナルのオンラインプロットは、MS 測定開始のタイミング以降から表示されるようになります。
- ChemStation で設定した CE の分析時間(Stop time)に達すると、CE のエンド信号が APG リモートケーブルを通じて、MS へ伝達され MS 分析がストップします。MS の分析時間(Stop Time)を No Limit にしておくと、CE の分析時間(Stop time)を CE/MS 分析全体の分析時間とすることができます。



---

## 1 2 - 2. Mass Hunter からコントロールする MS と接続する場合

Agilent CE/MS システムとして使用するには次のポイントを確認して下さい。

### 接続

- CE と MS をアースケーブルで接続します。
- MS とワークステーションを LAN で接続します。
- CE とワークステーションを LAN で接続します。
- CE と MS を APG リモートケーブルで接続します。
- CE とシース液用ポンプを CAN ケーブルで接続します。(シース液用ポンプが ChemStation からコントロールされる場合)

### 設定

- ワークリストパラメーターの設定において”External Start”を選択して下さい。
- 分析開始には、まず MassHunter のスタートボタンを押して、MassHunter 上に表示されるステータスが”Waiting”になっていることを確認します。次に、ChemStation のスタートボタンを押します。
- ChemStation の CE 分析メソッド中のプレコンディショニングが終了し、試料が注入されて、電圧印加が開始するタイミングで MS 測定が開始されます。
- MS シグナルのオンラインプロットは、MS 測定開始のタイミングにかかわらず、プレコンディショニング中も含め、表示されます。
- ChemStation で設定した CE の分析時間(Stop time)に達すると、CE のエンド信号が APG リモートケーブルを通じて、MS へ伝達されます。MS の分析時間(Stop Time)を No Limit にしておくと、CE の分析時間(Stop time)を CE/MS 分析全体の分析時間とすることができます。

---

### 1 2 - 3. DAD を使用しないで CE/MS 分析を行う場合

CE 単体で使用する場合は、DAD の重水素ランプが点灯していないと装置が Ready 状態になりません。CE/MS 分析時に DAD を併用しない場合などは、重水素ランプを点灯させずに装置を Ready 状態にすることができます。

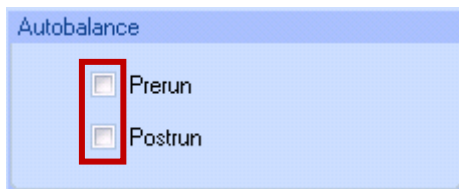
- ① CE メソッドの DAD 設定タブの”Advanced”を開き、”Lamps is required for acquisition”の”UV Lamp”のチェックを外します。



- ② その他、DAD 設定タブの”Signals”と”Autobalance”のチェックを外します。

Signals

	Use Signal	Wave length	Band width	Reference Wavelength	Reference Bandwidth	
Signal A	<input type="checkbox"/>	254.0	4.0	<input checked="" type="checkbox"/>	360.0	100.0 nm
Signal B	<input type="checkbox"/>	210.0	4.0	<input checked="" type="checkbox"/>	360.0	100.0 nm
Signal C	<input type="checkbox"/>	214.0	4.0	<input checked="" type="checkbox"/>	360.0	100.0 nm
Signal D	<input type="checkbox"/>	230.0	4.0	<input checked="" type="checkbox"/>	360.0	100.0 nm
Signal E	<input type="checkbox"/>	260.0	4.0	<input checked="" type="checkbox"/>	360.0	100.0 nm
Signal F	<input type="checkbox"/>	273.0	4.0	<input checked="" type="checkbox"/>	360.0	100.0 nm
Signal G	<input type="checkbox"/>	280.0	4.0	<input checked="" type="checkbox"/>	360.0	100.0 nm
Signal H	<input type="checkbox"/>	250.0	100.0	<input checked="" type="checkbox"/>	360.0	100.0 nm



③ **OK**を押します。

④ ランプが点灯しなくても、下図の通り **Ready** 状態になります。



---

## 第 13 章 補足 3

### 13-1. ファイルとフォルダ

階層ディレクトリの構造と、ファイル、フォルダの概念は **ChemStation** を自由に操る上で、知っておかなければならない重要なことです。

#### 【ファイル】

**ChemStation** を動かしているのはハードディスクに格納されているプログラムです。プログラムは機能単位に分かれて格納されており、それぞれに名前が付けられ、その名前を指定することでそのプログラムが実行されます。このような情報(この場合はプログラムですが、生データ、テキスト、図形データ等の全ての情報)の単位を「ファイル」と呼び、そのファイルに付けられている名前を「ファイル名」と呼びます。ファイル名は英数字の名前と拡張子から成り、名前と拡張子の間はピリオドで区別します。

例 : AUTOEXEC.BAT

(名前) . (拡張子)

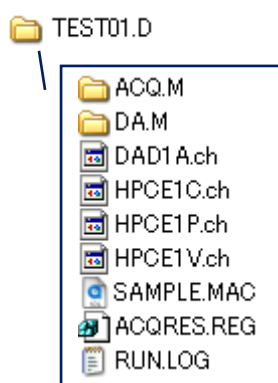
**ChemStation** のオペレーション時に使用する主な拡張子は次の通りです。

<b>.D</b>	データファイル
<b>.M</b>	メソッドファイル
<b>.S</b>	シーケンスファイル
<b>.UVL</b>	スペクトルライブラリファイル
<b>.LOG</b>	ログファイル

---

名前と拡張子には、英数字が使用可能です。但し、縦線(|)、ドット(・)、コロン(:)、不等号(<>)、セミコロン(;)、ダブルコーテーション(")などは使用不可です。アンダーバー(\_)のみ使用可能です。CON、AUX、PRN、NUL などのデバイス・ファイル名はディスク上のファイル名に使用できません。

データ、メソッド、シーケンスはそれぞれ「.D」「.M」「.S」という拡張子をつけたフォルダであり、フォルダの中にデータ、メソッド、シーケンスに関する情報がまとめて格納されています。データ、メソッド、シーケンスをコピー/移動/削除するには拡張子がついたフォルダごとコピー/移動/削除します。



例えば左図の「TEST01.D」というデータファイルは、「ACQ.M」(データ採取時使用したメソッド)や「DA.M」(解析用メソッド)、RUN.LOG(ログファイル)をはじめ、さまざまな情報が一つのフォルダに格納されています。

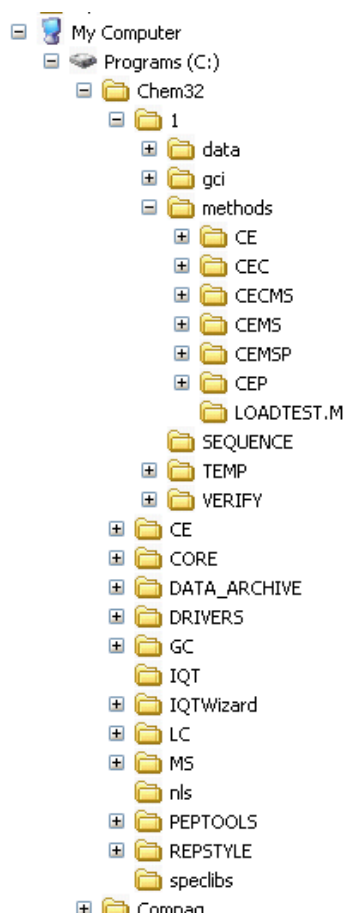
このデータをバックアップするには、「TEST01.D」ごとバックアップ先にコピーします。

---

## 【フォルダ】

ファイルはディスクに記録されていますが、そのファイルの一覧がフォルダ(ディレクトリ)です。フォルダにはファイルの大きさ(容量)や、ファイルが作成あるいは更新された日時も記録されています。フォルダはツリー構造で下に成長していきます。このフォルダの中の最上位のフォルダ、のことをルート(根幹)フォルダといいます。そしてルートフォルダに対して下層のフォルダのことをサブフォルダ(サブディレクトリ)といいます。

ケミステーションでのデフォルトのディレクトリの階層構造は以下のようになっています。



※ 「\\C:\Chem32\1\Data\」はパス名と呼ばれ、ファイルに至るフォルダの道筋を示します。ファイル名が同じでもパス名が異なると別のファイルとして存在できます。正しいディレクトリからファイルを呼び出すように気をつけてください。

## 【メソッド/シーケンス/データ保存パスの設定】

デフォルトのケミステーションではシーケンス、データ、メソッドを保存するパス名は以下のようになっています。

\\C:\Chem32\#\Sequence\	シーケンス保存パス
\\C:\Chem32\#\Data\	データ保存パス
\\C:\Chem32\#\Methods\CE\	メソッド保存パス
\\C:\Chem32\#\speclibs\	スペクトルライブラリ保存パス

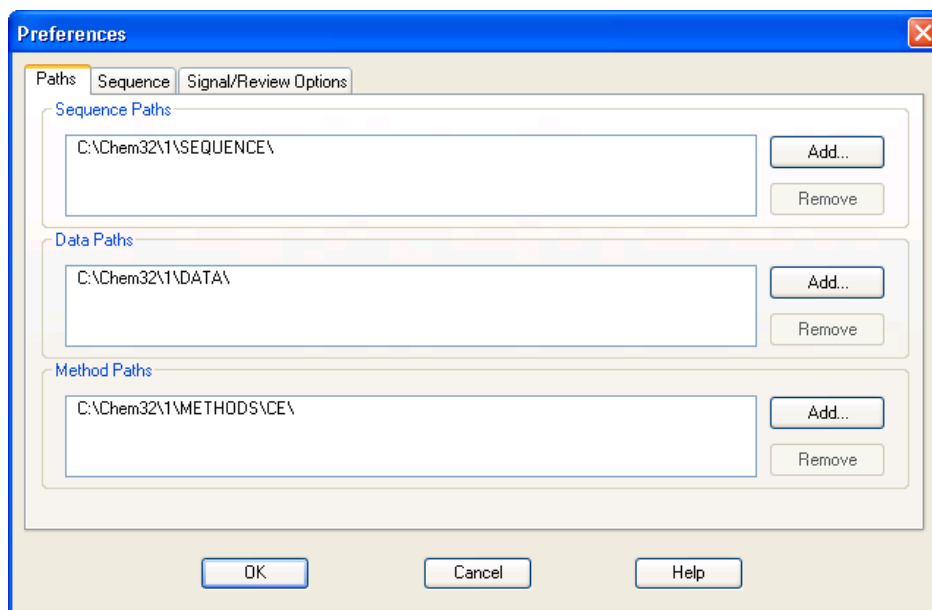
※ #には装置名が入ります。デフォルトの装置名は「1」です。

上記のディレクトリに含まれるファイルは定期的にバックアップを取っておくことをお勧めします。

### <ヒント ; メソッド/シーケンス/データ保存パスの設定>

必要に応じて、各ファイル保存先のパスを複数設定することが可能です。

View → Preferences



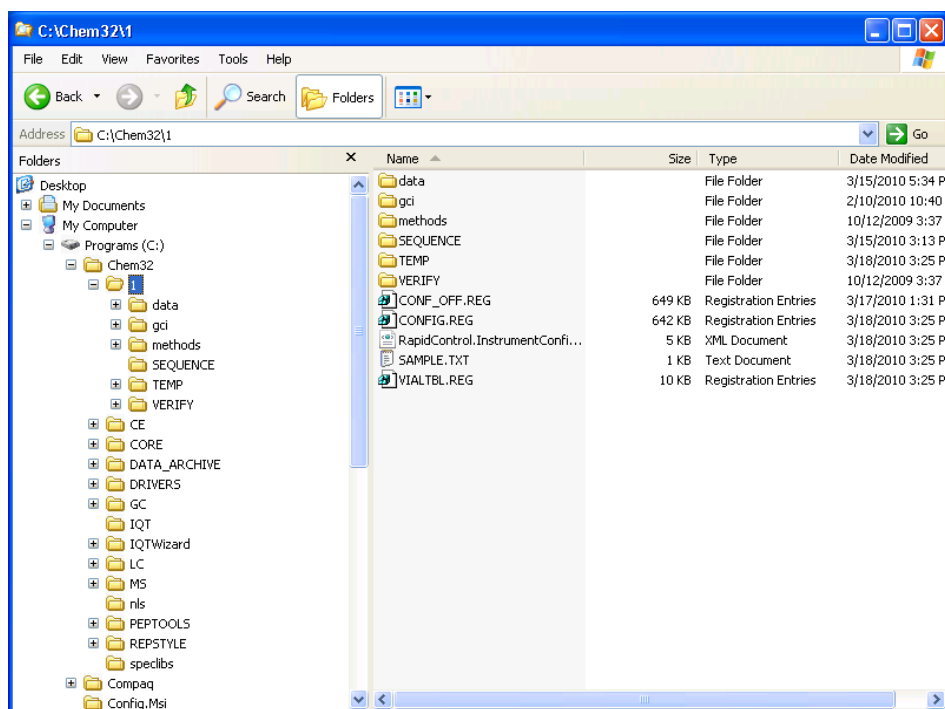
**Add** キーを押して、保存したい先のパス名を選択してください。選択するパスは、予め、Explorer 等で作成しておく必要があります。

注意：各ファイルのデフォルトのパスは削除できません。

注意:すでに登録されたパスのさらに下の階層のディレクトリを追加することはできません

## 【ファイルの管理】

Windows スタートボタンを右クリックし、**Explorer** を選択します。ウィンドウの左側のボックスにフォルダの一覧表示がツリー構造で表示され、ウィンドウの右側のボックスに左側のボックスで選択したフォルダの内容が表示されます。ファイル/フォルダのドラッグ、又は右クリックしたファイル/フォルダ管理のメニューから、ファイルのコピー/ペースト等を行うことができます。エクスプローラーを使用すると、ファイル管理が簡単に行えます。ファイルのバックアップ（コピー）をしたり、不要なデータファイルを削除したりする場合に便利です。





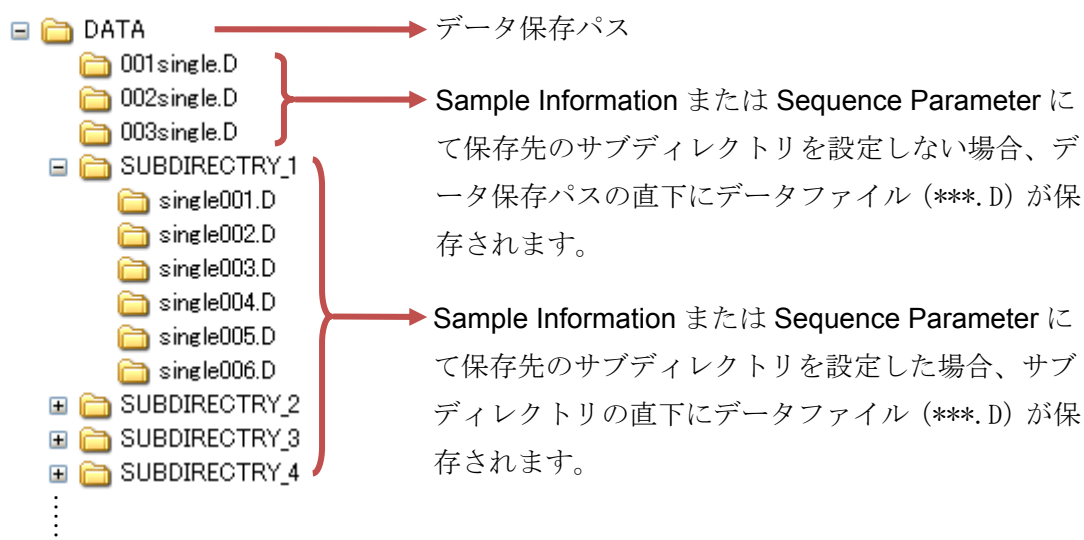
---

<ヒント：データ保存フォルダの階層構造について>

ケミステーションの新しいデータ管理基本構造であるシーケンスコンテナの機能を使用するか使用しないかによって、データ保存フォルダの階層構造が異なります。ユニークなフォルダ（シーケンスコンテナ）のオン/オフについては4-2節を参照してください。

<ユニークなフォルダ（シーケンスコンテナ）をオフにした場合>

データフォルダの階層構造は下記ようになります。

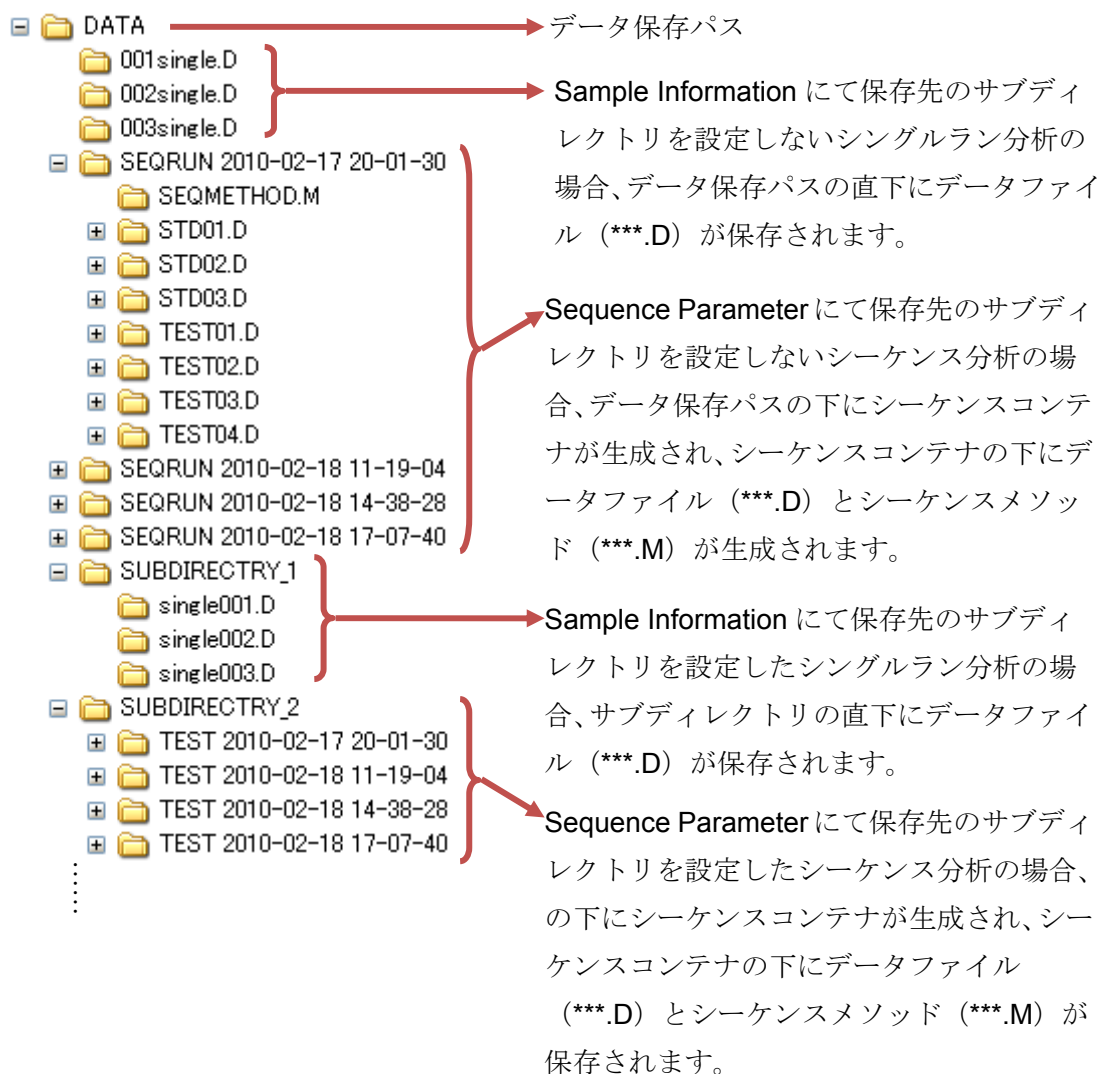


※Sample Information の設定方法は3-1節、Sequence Parameter の設定方法は5-1節を参照してください。

※同じディレクトリ内に同じ名前のデータファイルは複数存在できません。ディレクトリ内にすでにあるデータファイルと同じ名前を設定して分析を行った場合はデータが上書きされますのでご注意ください。

<ユニークなフォルダ（シーケンスコンテナ）をオンにした場合>

データフォルダの階層構造は下記ようになります。



※Sample Information の設定方法は 3-1 節、Sequence Parameter の設定方法は 5-1 節を参照してください。

※シーケンスコンテナはシーケンススタート時に自動的に生成されます。これによりディレクトリ内にすでにあるデータファイルが上書きされるのを防ぎます。

---

## 1 3 - 2 イージーシーケンスの利用

### 1 3 - 2 - 1. イージーシーケンス (Easy Sequence) とは

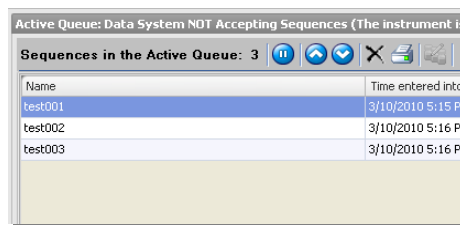
#### <注意>

イージーシーケンス機能は、「あらかじめ設定済みのシーケンス分析（イージーシーケンスセットアップ）」について、複数のシーケンスを ChemStation に登録し順に分析する機能です。大量のサンプルをルーチンで分析する際には有効な機能ですが、**通常のキャピラリー電気泳動の分析では、イージーシーケンス機能はほとんど使用されることはありません。**本項では参考として、イージーシーケンス機能を使用した分析の流れを説明しています。

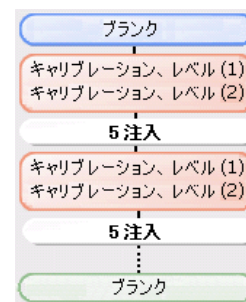
シーケンス分析実行中に、予定していなかったサンプルを追加で分析したい場合、またはサンプルの分析順序を変更したい場合は、現在のシーケンスを編集する方法が簡単です。シーケンス実行中でもメニューの **Sequence** → **Sequence Table** を選択して、シーケンステーブルを編集することができます。(5-5 節<ヒント：サンプルの追加/分析順序の変更>参照)

イージーシーケンスでは、

- 複数のシーケンスをキューに溜めて、順に分析  
ができます。
- キューの順序を変えることが可能です。
- サンプル名、データ名を関連付けて  
カウントアップできます。
- 周期的キャリブレーションのプランが視覚的に  
組み立てられます。
- 同じシーケンスの繰り返しなら、サンプル登録が簡単です。



Run	Vial	Sample Name	Inj Volume	Sample Info	Data File
1	21	repro0051	Use Method		repro0051
2	22	repro0052	Use Method		repro0052
3	23	repro0053	Use Method		repro0053
4	24	repro0054	Use Method		repro0054



イージーシーケンスでは使用上、次の制限があります。

- 1つのシーケンスの中に組み込めるのは1つのメソッドのみです。
- 設定可能なバイアル順は、番号順に連続した順のみです。
- 周期的キャリブレーションは、ブラケット（挟み込み）のみ使用可能です。
- 周期的キャリブレーションで使用可能な更新方法は、1つのみです。

（設定できないケース：はじめに「置き換え」以降を「平均」）

---

イージーシーケンスを利用するには、あらかじめメソッドを作成しておく必要があります。  
また、シーケンスコンテナの設定をオンにしてください。

イージーシーケンスはタブで切り替えを行いながら設定します。

イージーシーケンスの操作タブは **Method & Run Control** 画面からアクセスすることができます。

① **Easy Sequence Setup** (イージーシーケンスセットアップ) タブ

イージーシーケンステンプレート (.est) を作成するためのタブです。

サンプルカウンタ、データ命名法等を指定します。

② **Easy Sequence** (イージーシーケンス) タブ

イージーシーケンステンプレート (.est) を利用して、

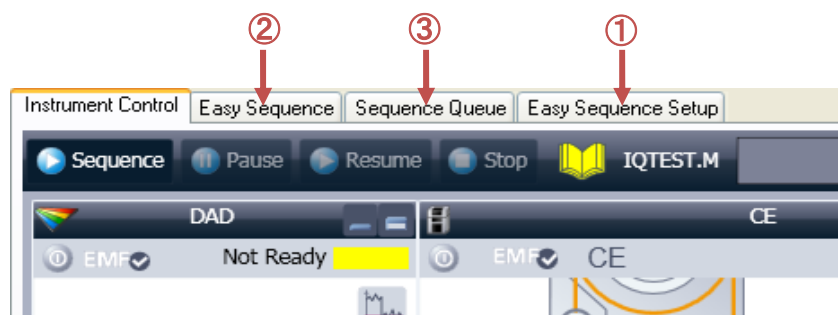
開始位置、サンプル数等を入れて、実際のサンプルリストを作成し

キューに登録するタブです。

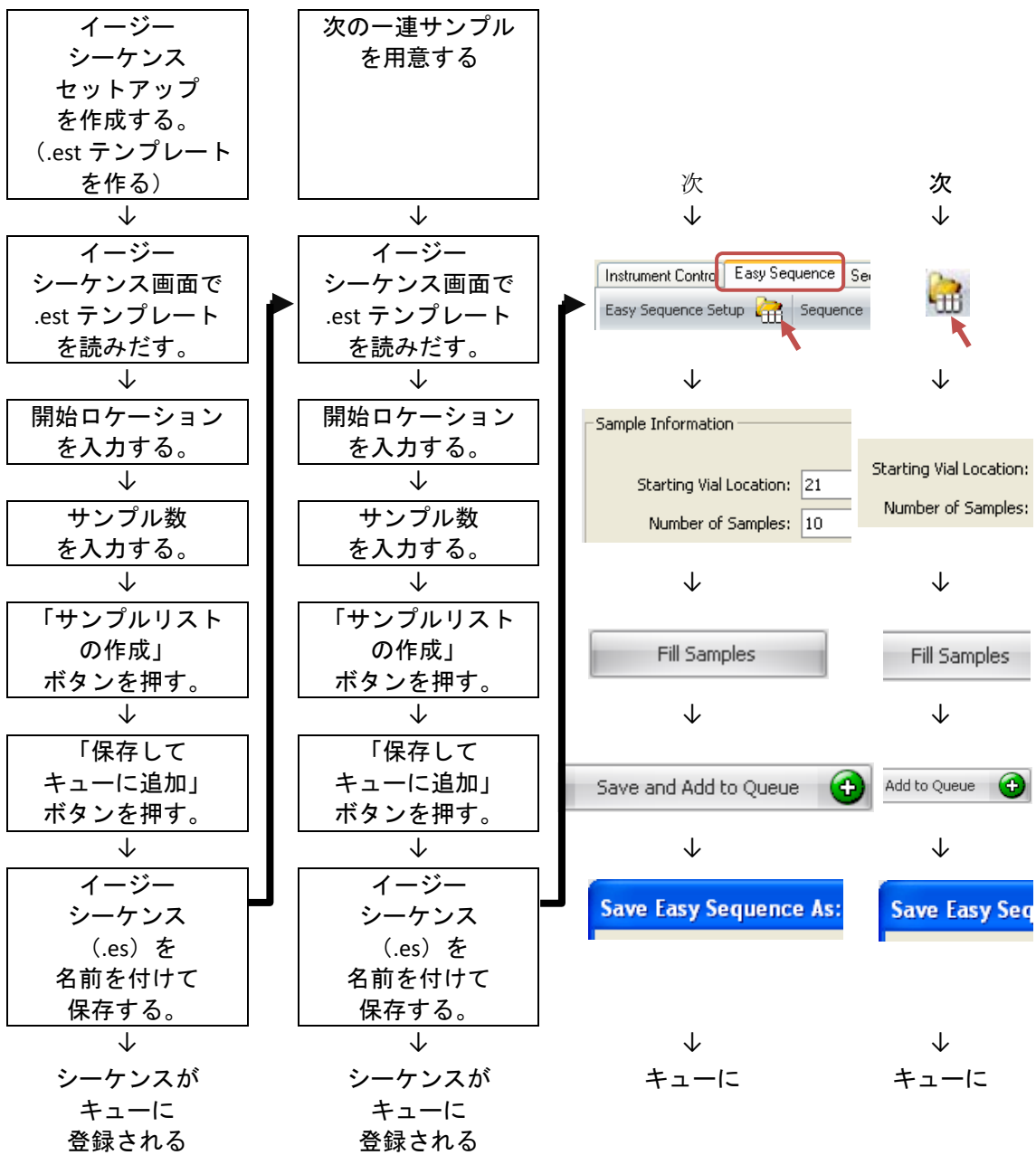
③ **Sequence Queue** (シーケンスキュー) タブ

現在キューに溜まっているシーケンス一覧を見ることができます。

シーケンスの順を変更することもできます。



イージーシーケンス機能の基本操作は以下の通りです。



### 1 3 - 2 - 2. イージーシーケンスセットアップテンプレートを作成する

ここでは、イージーシーケンスセットアップテンプレート (.est) について記します。

(例として

「周期的キャリブレーションなし」

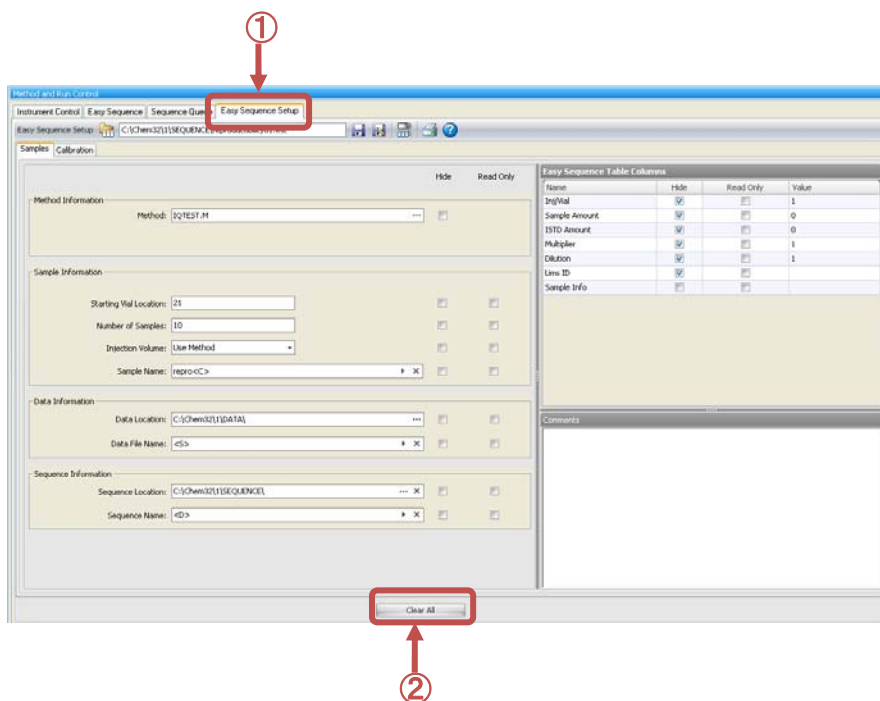
「サンプル名は「repro0001」, 「repro0002」, 「repro0003」… の順」

「データ名は、「サンプル名.D」つまり「repro0001.D」, 「repro0002.D」, …の順」

「データフォルダは、シーケンスコンテナ使用する」

「シーケンス保存名は、日付とする」

のテンプレートを作成します。)



① 「Easy Sequence Setup」タブをクリックします。

② 新しいテンプレート (.est) を作成するときは、**Clear all** ボタンを押してください。

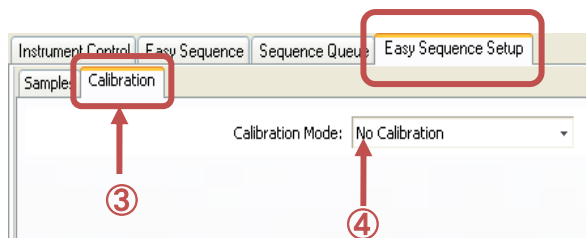
③ ④ 念のため、

Calibration タブの、

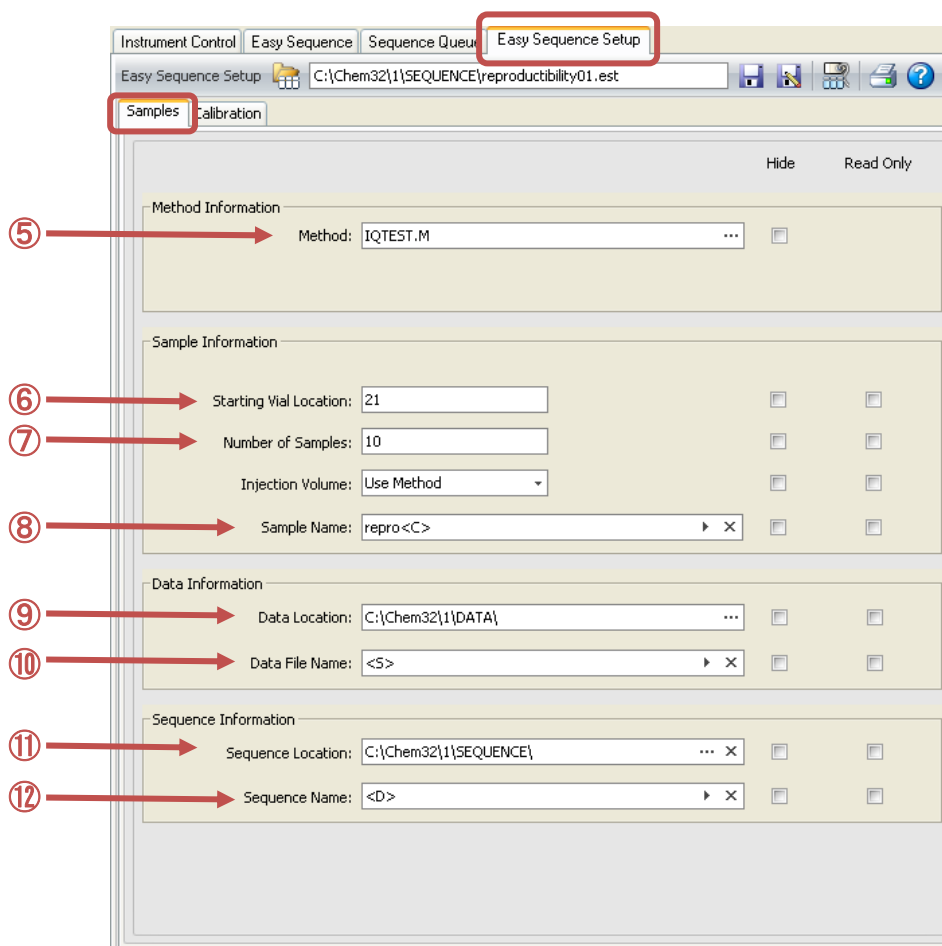
キャリブレーションの設定が、

「キャリブレーションなし」に

なっていることを確認して下さい。



Sample タブの各項目を設定します。





---

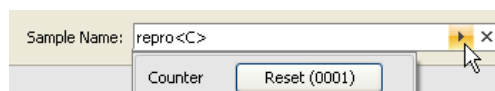
⑤ 使用するマスターメソッドを、一種類選んでください。「…」をクリックすると、選択のダイアログボックスが開きます。

⑥ 開始ロケーションを指定します。これは後のサンプルリスト作成時に変更できます。

⑦ サンプル数を指定します。これは後のサンプルリスト作成時に変更できます。

⑧ サンプル名の名前の付け方を指定します。

ここでサンプル名にカウントアップの指定をすると、後の手順のサンプルリスト作成時に、名前の一部がカウンタになります。



入力欄中の三角マークをクリックすると、カウンタが選択できます。

例の中の <C> は、カウンタ部分を示します。任意の文字列を追加できます。

この場合、サンプル名は「repro0001」、「repro0002」、「repro0003」のように数字部分がカウントアップされます。

⑨ データ保存ディレクトリを指定します。このフォルダの下にシーケンスコンテナが作成されます。シーケンスコンテナの命名法は、

**View** → **Preferences** の設定に準じます。

⑩ データファイルの名前の付け方を指定してください。

入力欄中の三角マークをクリックすると、

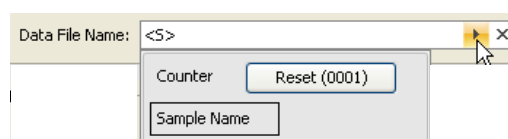
「Counter」「Sample Name」が選択できます。

任意の文字列を追加することもできます。

また、後のステップの「サンプルリストの作成」「保存してキューに追加」の操作の前にも変更することができます。

ヒント：例では、前出のサンプル名と同じになるように

設定しています。サンプル名とデータ名.D が、同じ名前になります。)



⑪ サンプルリスト作成時（後のステップ）で、シーケンスが作成されます。

このシーケンスの保存場所を選択してください。

デフォルトの **C:\chem32\sequence** で問題ありません。

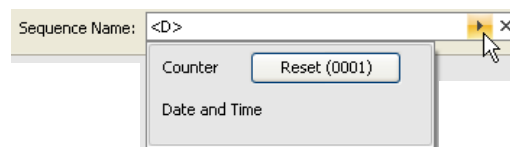
⑫ 保存するシーケンスの名前の付け方を指定してください。

入力欄中の三角マークをクリックすると、

「カウンタ」「サンプル名」が選択

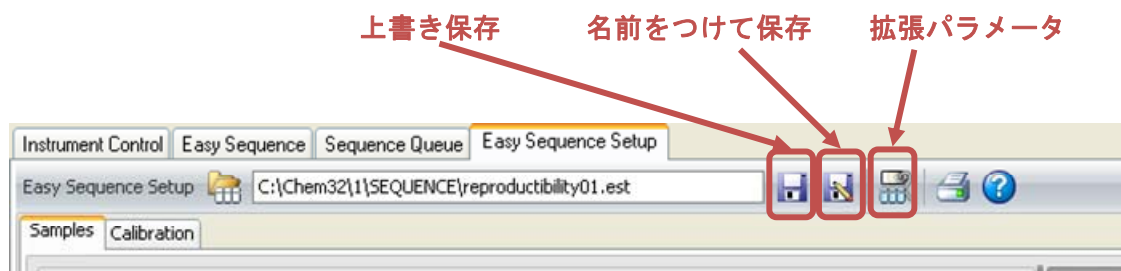
できます。任意の文字列を追加することも

できます。例では、日付が付くように設定しています。



ヒント：後のステップの「保存してキューに追加」の操作の前にも変更することができます。その時にサンプルの大分類名を追加することもできます。

設定が終了したら、イージーシーケンステンプレート（.est）を保存してください。



初回は、「名前を付けて保存」してください。拡張子の「.est」は、自動で付きます。

補足： シーケンスをキューに溜めて、連続的に実行する予定がある場合は、

以下の 2 点を確認してください。

---

1) シーケンスが次に進み、別のメソッドが読み込まれて、

分析条件が変わった時の安定待ち時間

**Extended Parameters** の **Sequence Parameters** タブ の 「Wait」 に

メソッドが変わった後に、何分待ってから分析を開始するかを入力してください。

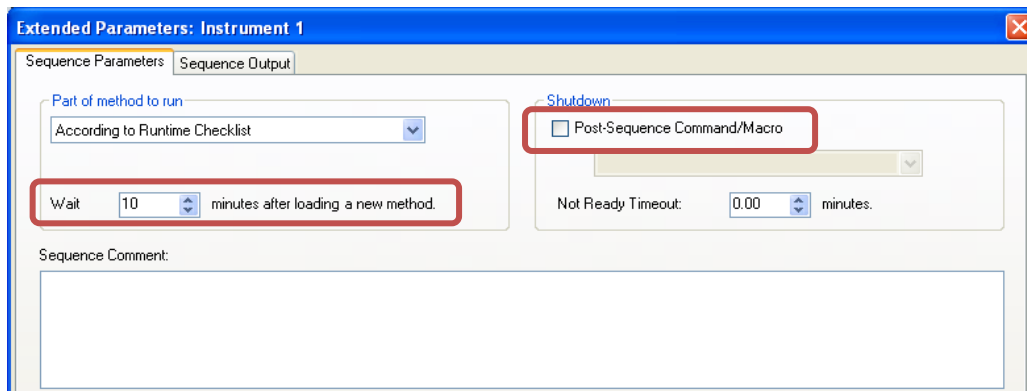
2) ポストシーケンスコマンドの設定

**Extended Parameters** の 「Sequence Parameters」 タブ の

「Post Sequence Command/Macro」 に

「STANDBY」 など装置を停止させるコマンドが入っていないことを確認して下さい。

実行中のシーケンスが終了した時点で STANDBY になると、機器は NotReady になるの  
で次のキューのシーケンスが始められません。



拡張パラメータの変更をしたら、改めて、イージーシーケンスセットアップ (.est.) を保存してください。

---

補足：非表示チェックボックスについて

イージーシーケンスセットアップ画面の「Easy Sequence Table Columns」で「Hide」のチェックボックスをオンにすると、その項目は、イージーシーケンス画面（サンプルリスト作成の画面）に表示されなくなります。

サンプルリスト作成時の画面を簡易にできますが、.est ファイルの管理など、運用上の注意が必要です。

Name	Hide	Read Only	Value
Inj/Vial	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	1
Sample Amount	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0
ISTD Amount	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0
Multiplier	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	1
Dilution	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	1
Lims ID	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
Sample Info	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	

### 1 3 - 2 - 3. イージーシーケンスをキューに追加する

ここでは、サンプルリストを作成して、シーケンスをキューに溜める方法について記しています。

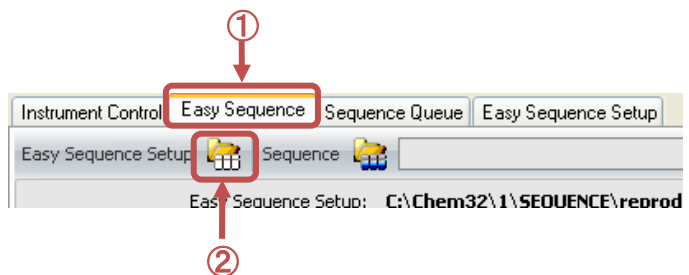
前準備として、オペレータ名を入力してください。メニューから、

**Run Control** → **Sample information**

のダイアログボックス中の、「Operator」の欄にオペレータ名を入力します。この名前は、データファイルに埋め込まれます。

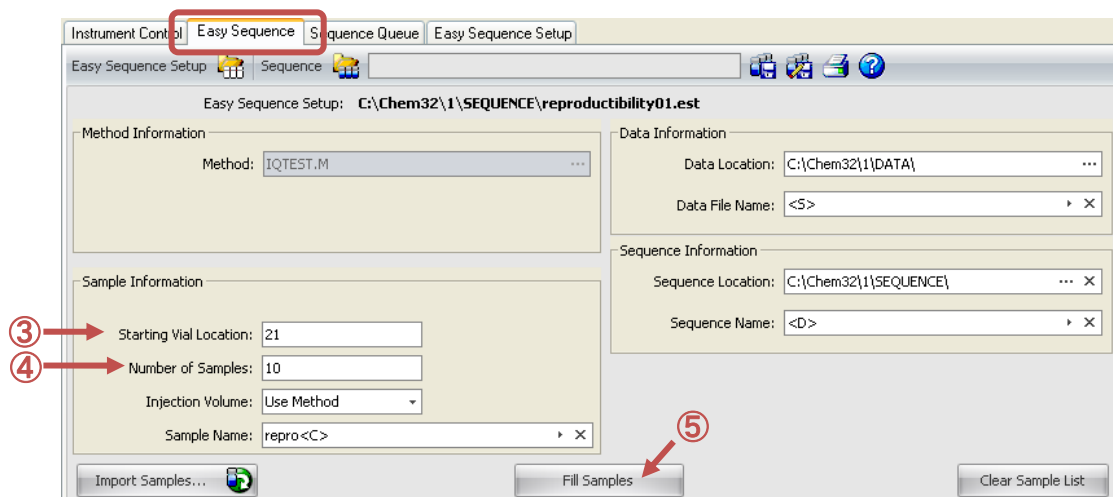
後からの変更はできません。

① イージーシーケンスタブをクリックして、イージーシーケンス画面を表示します。



② イージーシーケンスセットアップ (.est) を開きます。

読み込みダイアログボックスが現れるので目的のテンプレートを読み込みます。

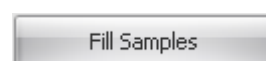


- 
- ③ 開始ロケーション（実際にサンプルを並べる開始地点）を指定します。
- ④ サンプラーに並べる実際のサンプル数を入力します。

注意：48 番を超えない範囲で設定してください。

また、48 番の後に、1 番に戻る設定はできません。

- ⑤ 画面中央の **Fill Samples** ボタンをクリックします。



画面の下方にサンプルリストが表示されます。

Sample List			
Vial	Sample Name	Inj Volume	Sample Info
> 21	repro0001	Use Method	
22	repro0002	Use Method	
23	repro0003	Use Method	
24	repro0004	Use Method	
25	repro0005	Use Method	
26	repro0006	Use Method	
27	repro0007	Use Method	
28	repro0008	Use Method	
29	repro0009	Use Method	
30	repro0010	Use Method	

ヒント：サンプルリストは、イージーシーケンスセットアップ (.est) の通りに作成されますが、サンプルリストテーブル上でも編集が可能です。  
その際には、カウントアップ順などに気を付けてください。

- ⑦ 画面上のそのほかの各欄「メソッド情報」「データ情報」「シーケンス情報」に間違いがないか確認してください。

(イージーシーケンスセットアップ .est の通りです。)

---

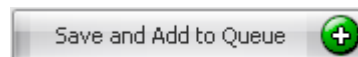
注意：次のステップで、シーケンスがすぐに始まる場合があります。

このまますぐにシーケンスを開始する場合は、

ここで「機器コントロール」タブに戻って、カラム等コンディショニングを実施してください。

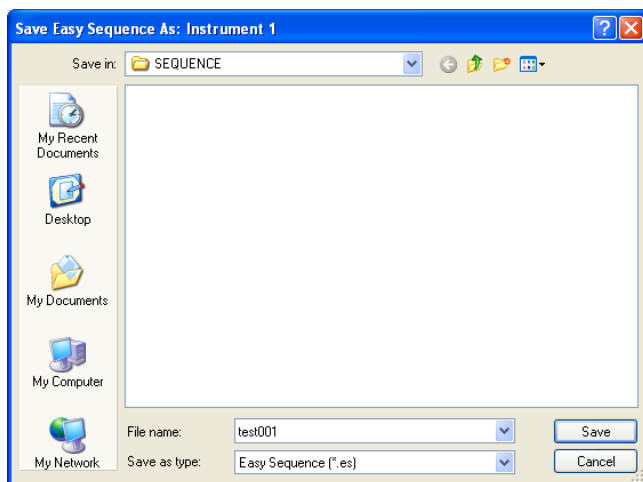
⑧ 画面中央下部の、 **Save and Add to Queue** ボタンをクリックします。

この操作では、イージーシーケンス (.es) を保存して  
から、このシーケンスをキューに登録します。



画面にはイージーシーケンス (.es) の保存を促す画面が現れます。

(イージーシーケンス (.es) を保存しないと、サンプルリストは登録されません。)



適切な名前を付けて、イージーシーケンス (.es) を保存してください。

装置が、レディ状態で、現在のメソッドが読み込み後の変更を受けていなければ、

キューに溜まったシーケンスがすぐに実行されます。

---

### 1 3 - 2 - 4. イージーシーケンスを実行する

ここでは、キューにあるシーケンスの実行について記します。

1 つめのシーケンスがキューに溜まった時、シーケンスがすぐにスタートするかどうかは、機器の状態により違います。

- (1) 機器がレディ状態で、現在のメソッド (カレントメソッド) が読み込み後、変更を受けていない場合。

→ シーケンスキューはすぐにスタートします。

**Ready**

Active Queue: Data System Accepting Sequences

- (2) 機器が、スタンバイなどノットレディーの場合。

機器がオンになってはいるが安定待ちの場合。

現在のメソッド(カレントメソッド)、シーケンスが、読み込み後変更を受けている場合。

→ シーケンスキューは「Pending (保留中)」になります。シーケンスキューを一時停止し、シーケンスキューの始めに使用されるマスターメソッドを読み込み、機器がレディ状態になるのを確認します。その後シーケンスキューの一時停止を解除します。

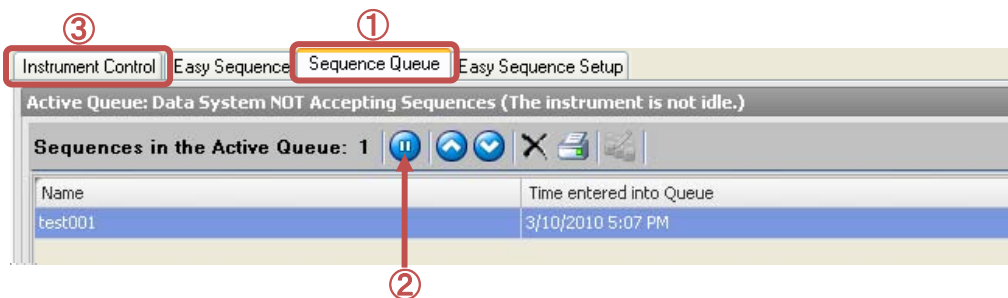
**Not Ready**

Active Queue: Data System NOT Accepting Sequences

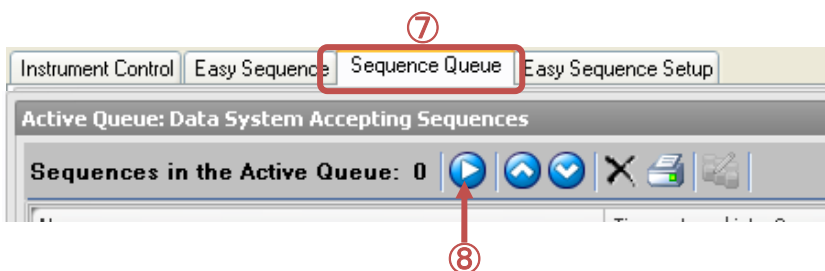


---

ここでは、イージーシーケンスの開始について、全ページの（2）のケースを説明します。



- ① シーケンスキュータブをクリックして、シーケンスキュー画面に移ります。  
(シーケンスキューは保留になっています)
- ② シーケンスキューを一時停止させます。
- ③ 機器コントロールタブをクリックして画面を変えます。
- ④ 各機器のオン操作等の準備をします。
- ⑤ シーケンスキューの始めに使用されるマスターメソッドを読み込みます。
- ⑥ 機器のレディを確認し、必要ならばキャピラリーのコンディショニング等を行います。
- ⑦ シーケンスキュータブをクリックして、シーケンスキュー画面に移ります。  
(シーケンスキューは先ほど一時停止にした状態のままです。)



- ⑧ シーケンスキューの一時停止を解除します。シーケンスが開始されます。

---

### 13-2-5. キューの操作

ここでは、シーケンスキューのアイコン操作を記します。



現在進んでいるキューを一時停止します。  
現在実行しているシーケンスは、停止しません。  
キューは一時停止して進みません。



一時停止したキューを再開します。



キューのシーケンスの順序を変更できます。  
変更させたいシーケンスの行をクリックすると、行の色が反転します。  
この状態で、順序を早めたいときは上向きボタンを、  
順序を後にしたいときは、下向きのボタンを押します。



キューのシーケンスを削除できます。  
削除するには、対象のシーケンスの行をクリックして、行の色が反転させてから、ボタンをクリックします。



現在のキューを、印刷します。



キューにあるシーケンスを編集できます。(サンプル名、データ名等にカウンタを使う場合が多いので、お勧めしません)

---

補足：シーケンスの途中停止について

現在実行中の連続分析の一時停止/停止の方法は、  
5-6 節の「シーケンスの一時停止」の通りですが、イージーシーケンスを使用して  
キューにシーケンスが溜まっている場合注意が必要です。

シーケンスキューに、シーケンスが溜まっている時、  
シーケンスの停止、または中断をするときは、  
あらかじめシーケンスキューを一時停止してください。



キューを一時停止しないで、シーケンス停止、または中断すると、  
キューの次のシーケンスが始まってしまいます。

(シーケンスが停止/中断したあと、機器とソフトウェアはレディになるため。)

シーケンスキューを使用していて、現在のシーケンスを一時停止する場合には、

メニューから、 **Run Control** → **Pause** と操作します。

再開するには、 **Run Control** → **Resume** と操作します。

(シーケンス自体が一時停止しているため、キューも進みません)

---

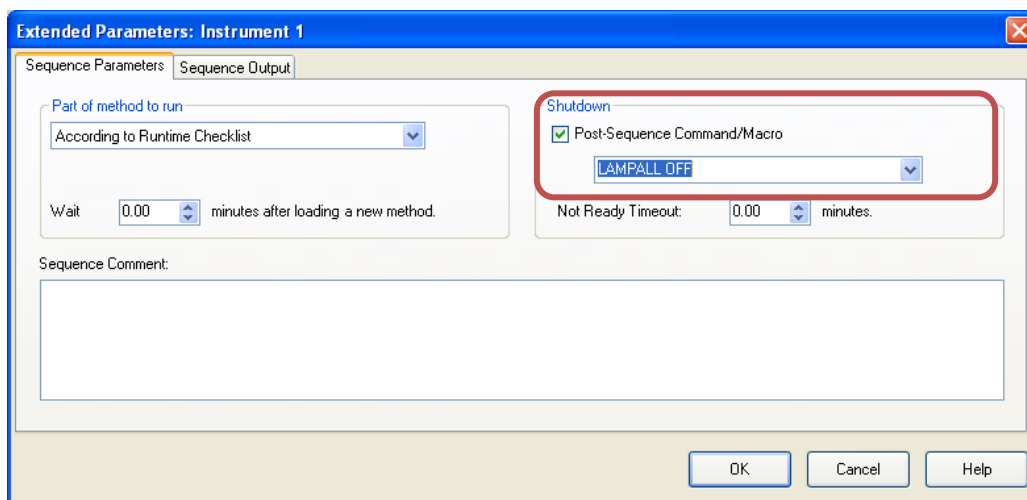
ヒント：イージーシーケンスキューが最後まで終わったら、機器をスタンバイにするには  
キューの最後のシーケンスの設定で、最後にスタンバイになるようポストシーケ  
ンスコマンドを設定します。

<ポストシーケンスコマンドの設定>

Easy Sequence Setup タブを開き、

**Extended Parameters** の「Sequence Parameters」タブの

「Post Sequence Command/Macro」にチェックを入れ「LAMPALL OFF」を選  
択します。



拡張パラメータの変更をしたら、改めて、イージーシーケンスセットアップ (.est) を保存  
してください。

注意：もし後からシーケンスを追加した場合には、

**STANDBY** 設定がされているシーケンスが最後になるように、  
順序を変更してください。

---

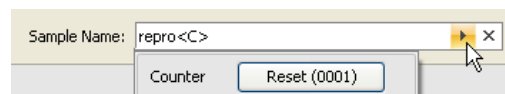
### 1 3 - 2 - 6 . 同じ、または類似のイージーシーケンスを実行する

ここでは、すでに作成したイージーシーケンステンプレート (.est) から、類似のシーケンスをキューに組み入れる方法について記します。

日常、同じ分析を繰り返す用途ならば、イージーシーケンステンプレートを作成しておけば、操作を簡略化できます。

- ① 機器をレディ状態にして、オペレータ名を入力し、初めに使用されウマスターメソッドを読みだしておきます。必要ならキャピラリーのコンディショニング等の準備をします。
- ② 「カウンタのリセット」「命名法の文字列を変える」必要等の時は、「Easy Sequence Setup」タブでイージーシーケンステンプレート (.est) を編集します。

カウンタのリセットは各設定項目の右向き三角をクリックすると、リセットボタンが出てきます。



- ③ 「Easy Sequence」タブでイージーシーケンステンプレートを読み出します。
- ④ 「Starting Vial Location」と「Number of Samples」を入力後「Fill Samples」ボタンを押します。
- ⑤ 「Save and Add to Queue」ボタンで、「.es ファイル」を保存してキューに追加します。
- ⑥ 装置がレディになれば分析が開始されます。
- ⑦ 結果はオフラインソフトウェアのシーケンスコンテナ内で解析できます。

---

補足：類似分析をする際には、

「イージーシーケンスセットアップファイル (.est)」を使用することをお勧めします。カウンタの値は、「.est」が持っています。

イージーシーケンス「.es」を読み出して使うとすると

前回保存した時と同じサンプルリストが出てきます。

つまり、同じサンプル名、同じデータファイル名になります。

しかし、イージーシーケンス機能を使用する上での推奨設定の

「ユニークなフォルダをオン」にして、フォルダの命名に「日付と時刻」を

入れておけば、後から取ったデータは別フォルダに溜まるので、

上書きの心配はありません。

ただし、サンプル群を特定するために、フォルダ名やログブックなどの記録から

実行された時刻を頼りにしなければいけません。

このため、「.est」の設定で、各種名前の付け方は、

**Sample Name** → 識別できる文字列+カウンタ

(日によってサンプル群の名称が異なる場合が多い)

**Data File Name** → サンプル名

(解析時の1対1対応が容易に行える)

**Sequence Name** → 日付と時刻、または識別できる文字列との組み合わせ

(実験ノートと、実験項目などを付き合わせが容易になる)

のような設定が考えられます。

---

### 13-2-7. 周期的キャリブレーションのプランを作成する

ここでは、イージーシーケンスの機能の一つである、「周期的キャリブレーション」プランの設定について記します。イージーシーケンスでは、「周期的キャリブレーション」と「ブラケットキャリブレーション」の2種類についてプランの作成ができます。

ここでは周期的キャリブレーションのプランの設定を例にあげます。

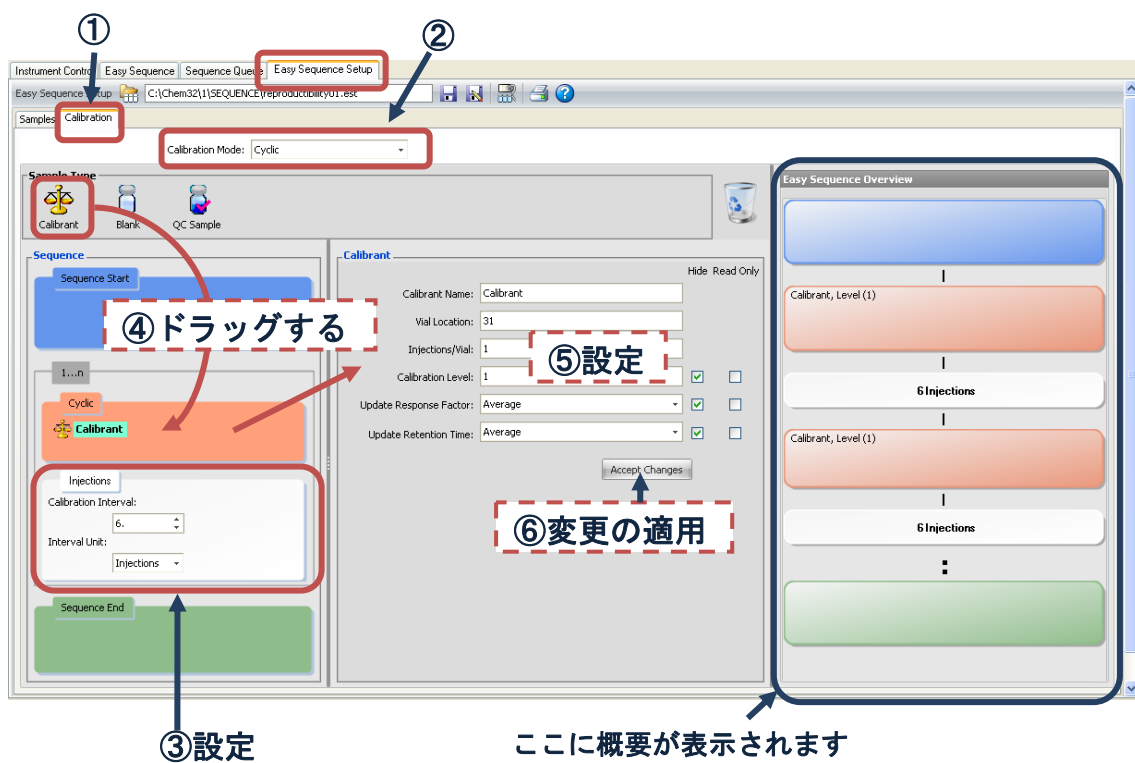
使用するメソッドの条件は、

- ・キャリブレーションテーブルが作製されている
- ・各成分のマイグレーションタイムが、正しく設定されている

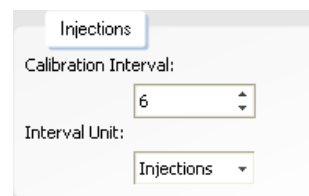
です。ここでは例として、

「1点検量線」 「6回に1回リキャリブレーションする」

のプランを作成します。



- ① 「Easy Sequence Setup」タブの、「Calibration」タブをクリックします。
- ② キャリブレーションモードを「Cyclic」（周期的）に設定します。
- ③ 「注入」項目で、サンプル何回に1回の  
リキャリブレーションするかを設定します。
- ④ キャリブレーションアイコンを、「周期的画面」に  
ドラッグします。





---

⑤ リキャリブレーションの設定をします。

• **Calibration Name :**

キャリブレーションサンプルの  
名前を設定します。

• **Vial location ;**

キャリブレーションサンプルの  
位置を指定します。

Calibrant Name: Calibrant  
Vial Location: 31  
Injections/Vial: 1  
Calibration Level: 1    
Update Response Factor: Average    
Update Retention Time: Average    
Accept Changes

• **Injections/Vial :** 注入回数を設定します。

• **Calibration level :** 検量線の何点目であるかを指定します。

• **Update Response Factor :**

このキャリブレーションサンプルの値で、レスポンスファクタをどのように変更するかを指定します。

• **Update Retention Time :**

このキャリブレーションサンプルの測定結果のマイグレーションタイム (MT) で、  
<E ウィンドウの位置の更新方法をどのようにするか指定します。

---

⑥ 入力したら **Accept Changes** ボタンをクリックして下さい。

多点検量線の場合は、各レベルについて、④⑤のステップを繰り返して下さい。

キャリブレーションプランの概要が表示されます。確認の上、「サンプルタブ」の編集に進んでください。編集終了後は、イージーシーケンスセットアップ (.est) を保存してください。

手順のガイドは、オンラインヘルプもご参照ください



注意：イージーシーケンス機能では、

「Update Response Factor (レスポンスファクタ更新)」 「Update Retention Time (更新、CE の場合はマイグレーションタイム更新)」の方法が、毎回同じ様に設定されます。

(以下のような設定はできません：初回のキャリブレーションで、RF、RTを更新する。2回目以降は平均する)

リキャリブレーション方法が同一でないシーケンスを作成するには、ケミステーションのシーケンステーブルで作成して下さい。

---

補足：QC サンプル、ブランクランについて

周期的キャリブレーションを含むイージーシーケンスでは、

シーケンスの中に「QC サンプル」、「ブランク」を設定することができます。

これらのサンプルに対しては、

別のサンプル名

別のメソッド

固有のロケーション

さらに、

ブランクに対しては、注入の有り／無し

が設定できます。

The screenshot shows the 'QC Sample' configuration window. On the left, a 'Sequence' panel displays a 'Sequence Start' button and a 'QC Sample' icon. Below it, a '1...n' range and a 'Cvdir' field are visible. The main 'QC Sample' panel contains the following fields: 'QC Sample Name' (QC Sample), 'Method for QC Sample' (CHECKOUT.M), 'Vial Location' (42), and 'Injections/Vial' (1). An 'Accept Changes' button is located at the bottom right.

The screenshot shows the 'Blank' configuration window. At the top, a 'Sample Type' section includes icons for 'Calibrant', 'Blank', and 'QC Sample'. The main 'Blank' panel contains the following fields: 'Blank Name' (Blank) and 'Blank Method' (<Select method>). A trash can icon is visible on the right side of the 'Sample Type' section.

---

## 1 3 - 2 - 8. イージーシーケンスの設定と操作のヒント

ここではイージーシーケンスの設定と操作のヒントをいくつか紹介します。

詳細は、各節もしくはオンラインヘルプもご参照ください。

- ① データの上書きがされないようにするには、どのような設定が必要でしょうか？  
ユニークフォルダを必ずオンにして、名前のパターンに<Date><Time>を入れてください。

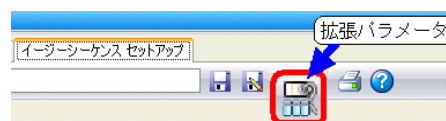
操作は、メニューから、View → Preferences

- ② シーケンスをキューに溜める時の注意点はなんですか？

拡張パラメータに注意してください。

「Wait {xx} minutes after loading a new method」

の項目に、必要な待ち時間を設定するようにしてください。

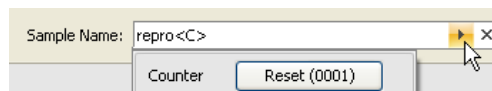


- ③ カウンタをリセットするにはどのような操作をしますか？

イージーシーケンスセットアップ (.est) に戻って、カウンタをリセットしてください。

「Sample Name」欄の右矢印ボタンでダイアログボックスを出し、「Reset」を押してください。

.est を上書き保存しなくてもカウンタはリセットされます。

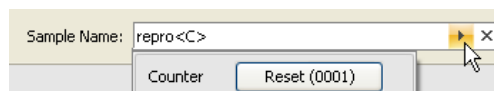


- ④ いつも「mysample0001」～のようなサンプルリストを作成するにはどうすればいいでしょう？

.est セットアップの「サンプル名」欄に、

「mysample<C>」と入力後、右矢印ボタンでダイアログボックスを出し、「リセット」を押してください。

(文字列部分を変更した場合、.est を、名前を付けて (または上書き) 保存が必要です)



- 
- ⑤ サンプル名や、データ名の、プレフィックスを書き換えるにはどのような操作をしますか？

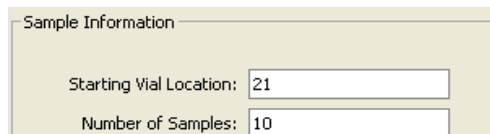
.est セットアップまで戻って、プレフィックス部分を書き換えてください。  
.est を上書き保存し、「Fill Samples」 サンプルリストを作成してください。  
「Fill Samples」 後のリスト上での修正でもできます。

- ⑥ サンプル数がいつもと違う時はどのような操作をしますか？

イージーシーケンス画面の、「サンプル数」欄に数値を入力後、  
「サンプルリスト作成」ボタンを押してください。

- ⑦ 開始ロケーションを変更したいときはどうすればいいでしょう？

イージーシーケンス画面の、「Starting Vial Location」欄に数値を入力後、  
「Fill Samples」ボタンを押してください。



Sample Information	
Starting Vial Location:	21
Number of Samples:	10

- ⑧ イージーシーケンスを使用して、キューにシーケンスが溜まっています。  
シーケンスと一旦停止させるにはどうしたらよいでしょう？

まず、右図のアイコンをクリックしシーケンスキューを一時停止してください。



そのあと、メニューの **Run Control** → **Pause Sequence** またはステータス画面の **Pause** を選択します。

再開するには、メニューの **Run Control** → **Resume Sequence** またはステータス画面の **Resume** を選択します。

---

## 第14章 よりよい分析のために（分析上の注意点）

### 14-1. 水酸化ナトリウム水溶液によるキャピラリー洗浄とその効果

実試料分析した場合、実試料中に含まれる夾雑成分（例えばタンパク質など）などがキャピラリー内壁に吸着するなどして、ピーク形状の悪化やベースラインの変動、移動時間の遅れなどの現象が生じる場合があります。その場合、**0.1N** 程度の水酸化ナトリウム水溶液でキャピラリーを洗浄（フラッシング）することで、現象が改善される場合があります。

ただし、水酸化ナトリウム水溶液でキャピラリーを用いてキャピラリーを洗浄すると、洗浄しない場合と比較してキャピラリーの寿命が短くなる場合があります。

#### 【マニュアル操作にて水酸化ナトリウム水溶液で洗浄する場合】

一般には以下のような順序で洗浄（コンディショニング）を行います。

10min            0.1N 水酸化ナトリウム水溶液

↓

10min            超純水

↓

20～30min      使用するバッファ

洗浄する時間は状況に応じて変更してください。

マニュアル操作につきましては、1-4節をご参照ください。

#### 【プレコンディショニングにて水酸化ナトリウム水溶液で洗浄する場合】

分析毎（毎回）に洗浄を行う場合は、メソッドのプレコンディショニングでタイムテーブルを設定します。

(例)

Function	Parameter
▶ Flush	240s (Inlet: 4 Outlet: 2)
Load Inlet Vial	Vial 3
Wait	6s
Flush	240s (Inlet: 5 Outlet: 1)

Inlet の電極を純水の入ったバイアルに浸し、フラッシング用のバッファに NaOH がコンタミネーションするのを防ぎます。

Vial# 1 廃液バイアル

Vial# 2 廃液バイアル

(廃液バイアルを別にする事で、NaOH のコンタミネーションを防ぎます。)

Vial# 3 純水の入ったバイアル

Vial# 4 0.1N 水酸化ナトリウム水溶液の入ったバイアル

Vial# 5 フラッシング用バッファの入ったバイアル

※多段階での洗浄やフラッシングの時間は適宜編集してください。

※バイアル番号は一例です。適宜バイアル番号の設定を行ってください。

### <注意>

間接吸光度法を用いた条件（例えば有機酸分析用バッファ、無機陰イオン分析用バッファ、めっき液分析用バッファなど）の場合、水酸化ナトリウム水溶液を用いてキャピラリーを洗浄すると、洗浄前との移動時間のずれやベースラインの階段状の変動、ベースラインのノイズの増大等の現象が発生する場合があります。洗浄後は標準液を数回分析するなどして確認してください。

また、PVA などのコーティングキャピラリーは水酸化ナトリウム水溶液での洗浄は絶対に

---

行わないでください。コーティングが劣化し、本来の性能が得られなくなります。コーティングキャピラリーは、付属の取扱説明書に記載のある溶媒等で洗浄してください。

**<注意>**

キャピラリーの洗浄には、水酸化ナトリウム水溶液以外の溶媒が適している場合があります。その他の洗浄溶媒としては、**0.1N** 塩酸水溶液、アルコールなどがあります。分析条件や試料の性質に合わせて適宜変更して下さい。

また、洗浄溶媒に測定対象の化合物（水酸化ナトリウム水溶液で洗浄した場合にナトリウムイオンを測定）が含まれる場合、洗浄後の分析に影響を与える場合がありますので、ご注意ください。



---

## 1 4 - 2. キャピラリーの保管方法

分析終了後、フューズドシリカキャピラリーは純水でフラッシングし、さらに続いて空気  
でフラッシングして保管しておく、長く使用することが可能です。

### 【翌日、あるいは数日後すぐに使用する場合】

装置にキャピラリーが取り付けられた状態のまま問題ありません。その場合、バッファバ  
イアルがリフトで持ち上げられ、キャピラリーの先端がバッファに浸かっている状態にして  
おいてください。

コーティングキャピラリーの場合は、キャピラリーに付属している説明書に従い、キャピラ  
リーを洗浄してください。

### 【しばらく使用しない場合】

分析終了後、10 分間純水でフラッシングし、さらに 5 分間空気  
でフラッシングした後、装置からキャピラリーを取り外して、箱に入れて保管してください。

50mM 以上の高濃度のバッファや、ドデシル硫酸ナトリム (SDS)、シクロデキストリン  
等の添加剤を加えたバッファを使用した場合は、必ず水で洗浄してから空気をフラッシング  
し、乾燥させてから保管してください。

### 【Basic Anion Buffer などの pH の高いバッファを使用した場合】

Basic Anion Buffer (pH12.1) などの pH の高いバッファを使用した場合は、必ず純水で洗  
浄した後、空気  
でフラッシングしてキャピラリー内を乾燥させてから保管してください。

数日放置する場合でも、分析終了後にキャピラリーの中を水で置換することにより、キャピ  
ラリーの劣化を防ぎます。

---

シーケンスの最後に洗浄メソッドを実行すると、自動で洗浄することが可能なため便利です。  
詳細は **14-3** 節をご参照ください。

---

### 1 4 - 3. シーケンス終了時のキャピラリー洗浄について

分析終了後、フューズドシリカキャピラリーは超純水でフラッシングし、さらに続いて空気  
でフラッシングして保管しておく、長く使用することが可能です。

ここでは、シーケンス終了時のキャピラリーの洗浄方法について、説明します。

キャピラリー洗浄用にメソッドを作成し、シーケンスの最後でその洗浄用メソッドを実行し  
ます。

#### 【用意するもの】

洗浄用の超純水が入ったバイアル ×1 個

空のバイアル（キャップあり） ×2 個

#### 【洗浄用メソッドの例】

バイアルセッティング

バイアル	バイアル番号
廃液用	1
洗浄用超純水	2
空（キャップあり）	3
空（キャップあり）	4

(※) バイアルセッティングは一例です。状況に応じて変更してください。

Method 設定例

Vials                          Inlet home : 3      Outlet home : 4

---

Cassette Temperature	分析用のメソッドと同じ
High Voltage System	Enable High Voltage のチェックを外します
Stoptime	0.2min (0.01min 以下は設定できません)
Preconditioning	1) Flush 600sec Inlet : 2 Outlet : 1 2) Flush 300sec Inlet : 3 Outlet : 4
Injection	no Injection (設定なし)

設定したメソッドに名前をつけて保存し、そのメソッドをシーケンスの最後に実行するようなシーケンステーブルを作成、実行します。

ここでは、超純水で 10min (600sec)、空気で 5min (300sec) をフラッシングする方法を説明しています。コーティングキャピラリーの場合は、付属の取扱説明書に従った洗浄方法で洗浄してください。

#### <注意>

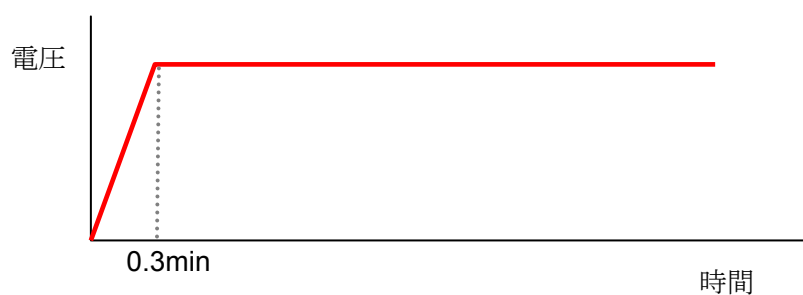
超純水で洗浄後に空気でフラッシングする際に、界面活性剤を含むバッファ（例：ドデシル硫酸ナトリウムを含むバッファ、有機酸分析用バッファ、有害陰イオン分析用バッファなど）が廃液用バイアル内に含まれていると、バイアル内で泡が発生する場合があります。

その場合は、上述のように廃液用バイアルの空のバイアルを用意するか、分析用とは別に廃液用バイアルを用意してください。

#### 1 4 - 4 . 高濃度のバッファを用いる場合の電圧印加方法について

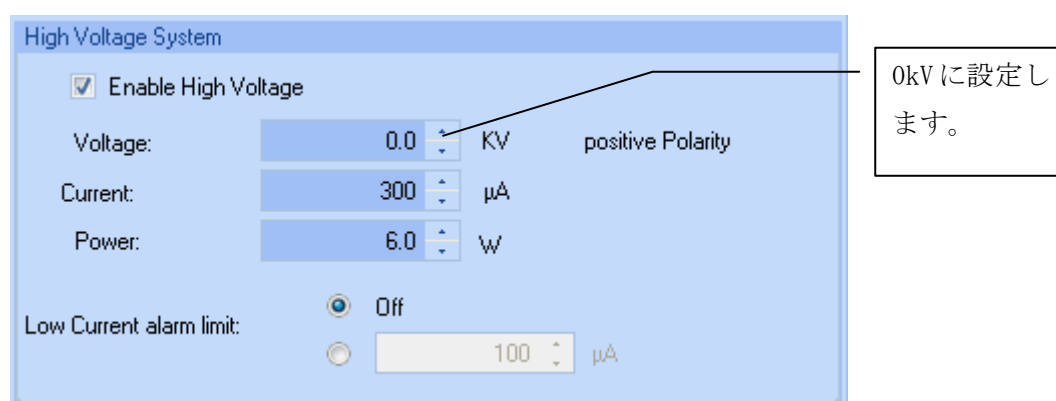
非常に高濃度のバッファを用いる場合、バッファによっては電流値が非常に高くなる場合があります。この場合、高電流が急激に流れることなどにより、キャピラリーが折れるなどして電流が流れなくなることがあります。

電流が 100 $\mu$ A 以上流れるような条件の場合には、分析中に電圧を印加する際に、徐々に印加電圧を上げることで、キャピラリーへの急激なダメージを防ぐことが可能です。



メソッドの設定方法を以下に示します。

- ① メソッドの電圧設定 (High Voltage System) で、Voltage を 0kV に設定します。



- 
- ② Timetable にて、0.3min で 0kV から目的の印加電圧に到達するようなタイムテーブルを作成します。

+ Timetable		
Time ▲	Function	Parameter
0	Change Voltage ▼	0 KV
▶ 0.3	Change Voltage ▼	25 KV

<注意>

キャピラリーの劣化の原因は、高い電流値だけではありません。上述の方法を用いていても、その他の要因等によりキャピラリーが劣化する場合があります。

## 1 4 - 5 . 消耗品およびその他の部品リスト

ここでは Agilent7100 キャピラリー電気泳動システムの消耗品リストを紹介します。

部品番号	品名	交換の目安	備考
5190-0917	長寿命重水素ランプ (RFIDタグ付)	寿命は 2000 時間程度。 長期保管はお勧めできないので必要時に購入。	※1
G7100-60007	電極 (標準)	必要時、破損時、変形時 (通常は洗浄のみ。)	※1
G7100-60033	電極 (ショート)	必要時、破損時、変形時 (通常は洗浄のみ。)	※1
G1600-67201	プレパンチャー	必要時、破損時、変形時 (通常は洗浄のみ。)	
3150-0619	エアフィルター	3 ヶ月に一度	
G7100-60002	キャピラリーカセット	必要時、破損時、変形時	※1
5182-0567	バイアル 1ml (バッファ用、ポリプロピレン製、100個入)	消耗品	
5182-9697	バイアル 2ml (CEバッファ用、透明ガラス製、100個入)	消耗品	
5183-4623	バイアル 2ml (CEバッファ用、透明ガラス製、500個入)	消耗品	
9301-0978	サンプルバイアル 250 $\mu$ l (ポリプロピレン製マイクロバイアル、1000個入)	消耗品	
5181-1512	スナップキャップ 100個入(ポリウレタン、半透明)	消耗品	
5042-6491	スナップキャップ 500個入(ポリウレタン製、半透明)	消耗品	
G1600-62402	プラスチックネジ (プレパンチャー用)10個入	変形時、紛失時	
5041-2168	ガラスフィルター	リプレニッシュ使用時は交換対象	
5062-8544	Oーリング(5個入)	3-6 ヶ月に一度。破損時、紛失時	

5183-4669	CE用キャピラリーカッター (ダイヤモンド刃)	切れ味低下で替刃のみ 交換。※CE/MS 用	
5183-4670	同上キャピラリーカッター用 交換用ダイヤモンド刃	切れ味が低下したら交 換。※CE/MS 用	
5181-8836	セラミックス製 キャピラリーカッター(4枚入)	キャピラリーのカット に使用。あると便利。	

※ 1は7100 キャピラリー電気泳動システム専用部品です。1600 キャピラリー電気泳動システムでは使用できませんので、ご注意ください。

#### その他の部品

部品番号	品名	備考
G7100-60210	標準キャピラリー用アラインメントインターフェース 内径50 $\mu$ m カラー：緑	※1
G7100-60310	標準キャピラリー用アラインメントインターフェース 内径75 $\mu$ m (100 $\mu$ m、150 $\mu$ m) カラー：青	※1
G7100-60150	バブルセルキャピラリー用アラインメントインターフェース 内径25 $\mu$ m カラー：黒	※1
G7100-60230	バブルセルキャピラリー用アラインメントインターフェース 内径50 $\mu$ m カラー：赤	※1
G7100-60330	バブルセルキャピラリー用アラインメントインターフェース 内径75 $\mu$ m カラー：黄	※1
G7100-60400	CE/MS用アラインメントインターフェース (非金属仕様) 外径360 $\mu$ m カラー：ブルーグレイ	※1
G1600-60002	CE/MS用キャピラリーカセット	
G7100-62700	ダイオードアレイ用光学フィルター、260nm ポリアクリルアミド等を充填したキャピラリーを用いた DNAおよびオリゴヌクレオチド分析用	※1

※ 1は7100 キャピラリー電気泳動システム専用部品です。1600 キャピラリー電気泳動システムでは使用できませんので、ご注意ください。



標準フューズドシリカキャピラリー

部品番号	品名	備考
G1600-63211	標準フューズドシリカキャピラリー 内径50 $\mu$ m 全長33cm 有効長24.5cm カラー：緑	
G1600-60211	標準フューズドシリカキャピラリー 内径50 $\mu$ m 全長48.5cm 有効長40cm カラー：緑	
G1600-61211	標準フューズドシリカキャピラリー 内径50 $\mu$ m 全長64.5cm 有効長56cm カラー：緑	
G1600-62211	標準フューズドシリカキャピラリー 内径50 $\mu$ m 全長80.5cm 有効長72cm カラー：緑	
G1600-64211	標準フューズドシリカキャピラリー 内径50 $\mu$ m 全長112.5cm 有効長104cm カラー：緑	
G1600-63311	標準フューズドシリカキャピラリー 内径75 $\mu$ m 全長33cm 有効長24.5cm カラー：青	
G1600-60311	標準フューズドシリカキャピラリー 内径75 $\mu$ m 全長48.5cm 有効長40cm カラー：青	
G1600-61311	標準フューズドシリカキャピラリー 内径75 $\mu$ m 全長64.5cm 有効長56cm カラー：青	
G1600-62311	標準フューズドシリカキャピラリー 内径75 $\mu$ m 全長80.5cm 有効長72cm カラー：青	
G1600-64311	標準フューズドシリカキャピラリー 内径75 $\mu$ m 全長112.5cm 有効長104cm カラー：青	
G1600-63411	標準フューズドシリカキャピラリー 内径100 $\mu$ m 全長33cm 有効長24.5cm カラー：グレー	
G1600-60411	標準フューズドシリカキャピラリー 内径100 $\mu$ m 全長48.5cm 有効長40cm カラー：グレー	
G1600-61411	標準フューズドシリカキャピラリー 内径100 $\mu$ m 全長64.5cm 有効長56cm カラー：グレー	
G1600-62411	標準フューズドシリカキャピラリー 内径100 $\mu$ m 全長80.5cm 有効長72cm カラー：グレー	
G1600-64411	標準フューズドシリカキャピラリー 内径100 $\mu$ m 全長112.5cm 有効長104cm カラー：グレー	

バブルセルフューズドシリカキャピラリー

部品番号	品名	備考
G1600-60132	バブルセルフューズドシリカキャピラリー 内径25 $\mu$ m バブルファクタ5 光路長125 $\mu$ m 全長48.5cm 有効長40cm カラー：黒	
G1600-61132	バブルセルフューズドシリカキャピラリー 内径25 $\mu$ m バブルファクタ5 光路長125 $\mu$ m 全長64.5cm 有効長56cm カラー：黒	
G1600-62132	バブルセルフューズドシリカキャピラリー 内径25 $\mu$ m バブルファクタ5 光路長125 $\mu$ m 全長80.5cm 有効長72cm カラー：黒	
G1600-60233	バブルセルフューズドシリカキャピラリー 内径50 $\mu$ m バブルファクタ3 光路長150 $\mu$ m 全長43.5cm 有効長35cm カラー：赤	
G1600-60232	バブルセルフューズドシリカキャピラリー 内径50 $\mu$ m バブルファクタ3 光路長150 $\mu$ m 全長48.5cm 有効長40cm カラー：赤	
G1600-61232	バブルセルフューズドシリカキャピラリー 内径50 $\mu$ m バブルファクタ3 光路長150 $\mu$ m 全長64.5cm 有効長56cm カラー：黒	
G1600-62232	バブルセルフューズドシリカキャピラリー 内径50 $\mu$ m バブルファクタ3 光路長150 $\mu$ m 全長80.5cm 有効長72cm カラー：赤	
G1600-64232	バブルセルフューズドシリカキャピラリー 内径50 $\mu$ m バブルファクタ3 光路長150 $\mu$ m 全長112.5cm 有効長104cm カラー：赤	
G1600-60332	バブルセルフューズドシリカキャピラリー 内径75 $\mu$ m バブルファクタ2.7 光路長200 $\mu$ m 全長48.5cm 有効長40cm カラー：黄	
G1600-61332	バブルセルフューズドシリカキャピラリー 内径75 $\mu$ m バブルファクタ2.7 光路長200 $\mu$ m 全長64.5cm 有効長56cm カラー：黄	
G1600-62332	バブルセルフューズドシリカキャピラリー 内径75 $\mu$ m バブルファクタ2.7 光路長200 $\mu$ m 全長80.5cm 有効長72cm カラー：黄	
G1600-64332	バブルセルフューズドシリカキャピラリー 内径75 $\mu$ m バブルファクタ2.7 光路長200 $\mu$ m 全長112.5cm 有効長104cm カラー：黄	

PVA コーティングキャピラリー

部品番号	品名	備考
G1600-61219	PVAコーティングキャピラリー 内径50 $\mu$ m 全長64.5cm 有効長56cm カラー：緑	
G1600-61239	PVAコーティングキャピラリー 内径50 $\mu$ m バブルファクタ3 光路長150 $\mu$ m 全長64.5cm 有効長56cm カラー：赤	
G1600-67219	PVAコーティングキャピラリー 内径50 $\mu$ m 全長125cm 有効長21.5cm カラー：青	※2 CE/MS 用
G1600-67319	PVAコーティングキャピラリー 内径75 $\mu$ m 全長125cm 有効長21.5cm カラー：青	※2 CE/MS 用
G1600-60419	PVAコーティングキャピラリー 内径100 $\mu$ m 全長48.5cm 有効長40cm カラー：グレー	
G1600-61419	PVAコーティングキャピラリー 内径100 $\mu$ m 全長64.5cm 有効長56cm カラー：グレー	

※ 2 CE/MS 用の PVA キャピラリーは、MS-UV 検出器のアライメントインターフェースの青色コードと一致する青色のアライメントストッパーが付いています。CE/MS 用の内径 50 $\mu$ m の PVA コーティングキャピラリーのアライメントストッパーには、識別しやすくするための黒点が付いています。

<注意>

PVA コーティングキャピラリーはキャピラリーの内壁表面をポリビニルアルコールでコーティングしたキャピラリーです。このコーティングにより内壁表面のシラノール基の解離が抑えられるため、電気浸透流が抑制されます。この PVA コーティングキャピラリーの使用可能な pH 範囲は、pH2.5～9.5 です。ホウ酸バッファはこのキャピラリーでは使用できませんので、ご注意ください。

---

CEP コーティングキャピラリー

部品番号	品名	備考
G1600-62318	CEPコーティングキャピラリー 内径75 $\mu$ m 全長80.5cm 有効長72cm	

<注意>

CEP コーティングキャピラリーはキャピラリーの内壁表面をポリマーでコーティングしたキャピラリーです。このコーティングにより内壁表面のシラノール基の活性が抑えられ、電気浸透流が抑制されます。このCEP コーティングキャピラリーの使用可能なpH範囲はpH2～8程度です。CEP コーティングキャピラリーはホウ酸バッファでの使用が可能です。



---

本書の内容の一部または全部を無断で複写・転載することは禁止されています。

トレーニング受付、操作・修理のご相談は：

アジレント・テクノロジー株式会社

カスタムコンタクトセンター

〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1

Tel: (フリーダイヤル) 0120-477-111

受付時間 9:00~12:00, 13:00~18:00

(土日祝祭日、年末年始を除く)

Fax: (フリーダイヤル) 0120-565-154

E-mail: [email\\_japan@agilent.com](mailto:email_japan@agilent.com)

<http://www.chem-agilent.com>

