



Agilent 1260 Infinity 示差屈折率検出器

ユーザーマニュアル



Agilent Technologies

注意

© Agilent Technologies, Inc. 2010, 2012

本マニュアルは米国著作権法および国際著作権法によって保護されており、Agilent Technologies, Inc. の書面による事前の許可なく、本書の一部または全部を複製することはいかなる形式や方法（電子媒体による保存や読み出し、外国語への翻訳なども含む）においても、禁止されています。

マニュアル番号

G1362-96011 Rev. B

エディション

05/12

Printed in Germany

Agilent Technologies
Hewlett-Packard-Strasse 8
76337 Waldbronn

本製品は、システムが適切な規制機関で登録を受け関連する規制に準拠している場合、ビトロ診断システムのコンポーネントとして使用できます。それ以外の場合は、一般的な実験用途でのみ使用できます。

保証

このマニュアルに含まれる内容は「現状のまま」提供されるもので、将来のエディションにおいて予告なく変更されることがあります。また、Agilent は、適用される法律によって最大限に許可される範囲において、このマニュアルおよびそれに含まれる情報に関して、商品性および特定の目的に対する適合性の暗黙の保証を含みそれに限定されないすべての保証を明示的か暗黙的かを問わず一切いたしません。Agilent は、このマニュアルまたはそれに含まれる情報の所有、使用、または実行に付随する過誤、または偶然的または間接的な損害に対する責任を一切負わないものとします。Agilent とお客様の間に書面による別の契約があり、このマニュアルの内容に対する保証条項がこの文書の条項と矛盾する場合は、別の契約の保証条項が適用されます。

技術ライセンス

このマニュアルで説明されているハードウェアおよびソフトウェアはライセンスに基づいて提供され、そのライセンスの条項に従って使用またはコピーできます。

安全に関する注意

注意

注意は、危険を表します。これは、正しく実行しなかったり、指示を順守しないと、製品の損害または重要なデータの損失にいたるおそれがある操作手順や行為に対する注意を喚起します。指示された条件を十分に理解し、条件が満たされるまで、**注意**を無視して先に進んではなりません。

警告

警告は、危険を表します。これは、正しく実行しなかったり、指示を順守しないと、人身への傷害または死亡にいたるおそれがある操作手順や行為に対する注意を喚起します。指示された条件を十分に理解し、条件が満たされるまで、**警告**を無視して先に進んではなりません。

本ガイドの内容

本書は、Agilent 1260 Infinity 示差屈折率検出器 (G1362A RID) を対象としています。

1 示差屈折率検出器の概要

この章では、示差屈折率検出器の概要を示します。

2 設置要件と仕様

この章では、環境要件、物理的仕様、および性能仕様について説明します。

3 示差屈折率検出器の設置

この章では、開梱、欠品確認、スタック検討事項、検出器の設置についての情報を示します。

4 示差屈折率検出器の使用

この章では、分析が行えるように検出器を設定する方法と基本設定について説明します。

5 示差屈折率検出器の最適化

この章では、検出器を最適化する方法について説明します。

6 トラブルシューティングおよび診断

この章では、トラブルシューティングおよび診断機能、そしてさまざまなユーザーインターフェイスについての概要を示します。

7 エラー情報

この章では、エラーメッセージの意味を解説し、考えられる原因に関する情報と、エラー状態から回復するために推奨される方法について説明します。

本ガイドの内容

8 テスト機能

この章では、検出器の内蔵テスト機能について説明します。

9 メンテナンス

この章では、検出器のメンテナンスに関する一般情報を説明します。

10 メンテナンス用部品

この章では、メンテナンス用部品について説明します。

11 ケーブルの識別

この章では、Agilent 1260 Infinity LC のモジュールに使用されるケーブルについて説明します。

12 付録

この章では、安全やその他の一般情報について説明します。

目次

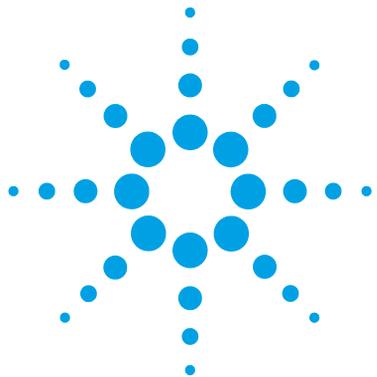
1	示差屈折率検出器の概要	9
	示差屈折率検出器の概要	10
	屈折率検出	11
	検出原理	13
	流路	15
	EMF (Early Maintenance Feedback)	20
	機器レイアウト	22
	電氣的接続	23
	インターフェイス	25
8	ビットコンフィギュレーションスイッチの設定 (オンボード LAN)	32
2	設置要件と仕様	39
	設置について	40
	物理的仕様	44
	性能仕様	45
3	示差屈折率検出器の設置	49
	検出器の開梱	50
	スタックコンフィギュレーションの最適化	53
	検出器の設置	58
	配管	61
4	示差屈折率検出器の使用	65
	示差屈折率検出器の動作	66
	標準試料の分析	74
	ベースラインのノイズとドリフトのチェック	78
5	示差屈折率検出器の最適化	85
	示差屈折率検出器の最適化	86

目次

6	トラブルシューティングおよび診断	91
	モジュールのインジケータとテスト機能の概要	92
	ステータスインジケータ	94
	ユーザーインターフェイス	96
	Agilent Lab Advisor ソフトウェア	97
7	エラー情報	99
	エラーメッセージ内容	101
	一般エラーメッセージ	102
	示差屈折率検出器に固有のエラーメッセージ	112
	ノットレディメッセージ	119
8	テスト機能	123
	屈折率のキャリブレーション	124
	光学バランス	129
	内蔵テストクロマトグラムの使用	132
9	メンテナンス	135
	メンテナンス概要	136
	警告と注意	137
	検出器のメンテナンス作業	139
	モジュールのクリーニング	140
	フローセルのフラッシュ	141
	リークの補正	142
	リーク処理システム部品の交換	143
	検出器のファームウェアの交換	144
	インターフェイスボードの交換	145
10	メンテナンス用部品	147
	アクセサリキット	148

11 ケーブルの識別	151
ケーブル概要	152
アナログケーブル	154
リモートケーブル	156
BCD ケーブル	160
CAN/LAN ケーブル	162
Agilent モジュールから PC へ	163
外部接点ケーブル	164
12 付録	165
安全に関する一般的な情報	166
廃液電気および電子機器 (WEEE) 指令 (2002/96/EC)	169
リチウム 電池に関する情報	170
無線妨害	171
騒音レベル	172
溶媒情報	173
アジレントのウェブサイト	175

目次



1 示差屈折率検出器の概要

示差屈折率検出器の概要	10
屈折率検出	11
検出原理	13
流路	15
EMF (Early Maintenance Feedback)	20
EMF カウンタ	20
EMF カウンタの使用	20
機器レイアウト	22
電気的接続	23
モジュールの背面図	24
シリアル番号情報	24
インターフェイス	25
インターフェイスの概要	28
1 示差屈折率検出器の概要	9
RS-232C の通信設定	35
特別な設定	37

この章では、示差屈折率検出器の概要を示します。



示差屈折率検出器の概要

本検出器は、優れた光学的性能を発揮し、GLP に準拠し、メンテナンスが容易に行えるように設計されています。本検出器には、以下のような特徴があります：

- 高度な温度制御検出器の光学系は、2 時間以内の取り付けで使用準備が完了します。
- オートゼロ機能と、オート溶媒リサイクル用のリサイクルバルブを備えた自動パージ機能を用いて、途切れなく操作を行うことができます。
- 平均耐用時間 40,000 時間のタングステンランプを備えています。
- オート光強度制御回路によって、光学系の最適な性能を確保します。
- 統合診断による効果的なトラブルシューティングが可能です。
- 内蔵式の屈折率のキャリブレーションを備えています。
- バルブとキャピラリーへのフロントアクセスにより、メンテナンスが容易です。

仕様については、『「性能仕様」45 ページ』を参照してください。

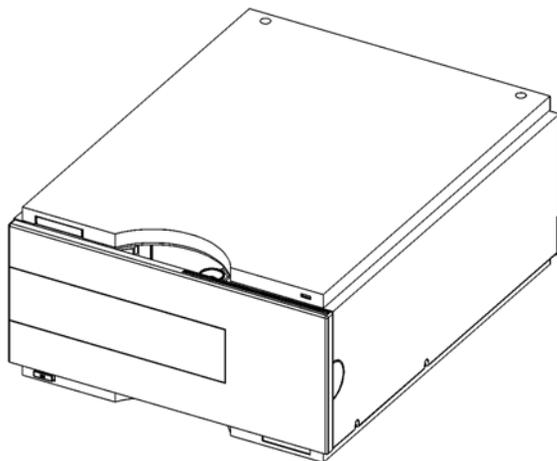


図 1 Agilent 1260 Infinity 示差屈折率検出器

屈折率検出

屈折率 光ビームが異なる媒体間を通過するとき、波の速度と方向が変わります。方向の変化は、屈折と呼ばれます。入射角と屈折角の関係は、スネルの屈折法則で表されます。

$$n = \frac{n_2}{n_1} = \frac{\sin \alpha_1}{\sin \alpha_2}$$

変数の意味は次のとおりです。

- n = 媒体 2 に対する媒体 1 の相対屈折率
- n_2 = 媒体 2 の屈折率
- n_1 = 媒体 1 の屈折率
- α_1 = 媒体 1 への光の入射角
- α_2 = 媒体 2 への光の屈折角

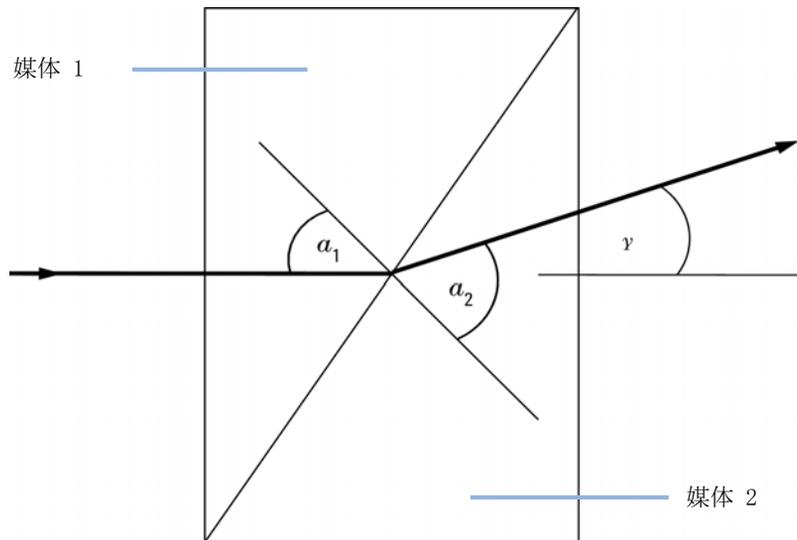


図 2 光屈折

1 示差屈折率検出器の概要

屈折率検出

下の式により、外部偏向の小角は、媒体 1 と媒体 2 の屈折率の差に比例します。

$$\tan \gamma = \frac{n_1 - n_2}{n_1}$$

変数の意味は次のとおりです。

- g = 外部偏向の角度
- n_2 = 媒体 2 の屈折率
- n_1 = 媒体 1 の屈折率

屈折率に影響するファクタ

媒体の屈折率は、次のいくつかのファクタによって影響を受けます。

1 波長

屈折率は、入射する光ビームの波長の変化によって変わります。

2 密度

媒体の密度が変化すると、屈折率が変化します。入射光の波長が固定されている場合、屈折率の変化は一般的に、媒体の密度の変化に比例します。

媒体の密度は、以下のファクタによって影響を受けます。

- 組成（純粋な物質でない場合）
- 温度
- 圧力

検出原理

検出器の設計

Agilent 1260 Infinity 示差屈折率検出器は、単一フローセルのサンプルセルとリファレンスセルにある液体の屈折率の差によって生じた光ビームの偏向を測定する、ディファレンシャル屈折率測定器です。

ランプからの光ビームは、サンプルセルとリファレンスセルとに対角的に分離されたフローセルを通過します。フローセルの後部でミラーが光を再びフローセルを通過するように反射して、光ビームの経路に影響するゼロガラスを通過させ、光レシーバに到達させます。光レシーバには 2 つのダイオードがあり、それぞれが受ける光の量に比例して電流を発生させます (『13 ページ 図 3』を参照)。

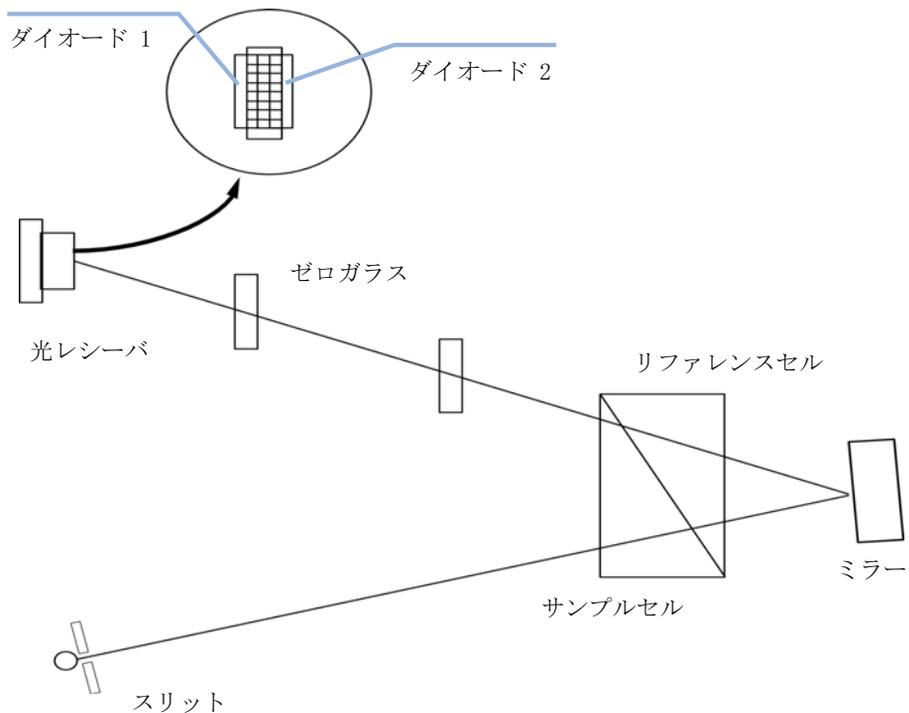


図 3 検出原理

1 示差屈折率検出器の概要 検出原理

測定

最初に、サンプルセルとリファレンスセルを移動相でフラッシュします。次に、リファレンスセルを閉じて、溶媒をサンプルセルのみに流します。両セルにある移動相の屈折率は同じであり、ゼロガラスの位置は、検出器が各ダイオードで受ける光量が同じになるオプティカルバランスをとるように調整できます。

サンプルがカラムからサンプルセルに溶出すると、そのサンプルセル内容物の屈折率が変化します。屈折率が変化すると、光ビームがフローセルを通過するときその光ビームが屈折し、各ダイオードに達する光量が同じにならなくなります。これによるダイオードからの電流の変化は増幅されて、キャリブレーションされた検出器シグナルの生成に使用されます。このシグナルは屈折率単位 (nRIU) と呼ばれ、サンプルセル内のサンプルとリファレンスセル内の移動相との差に相当します。

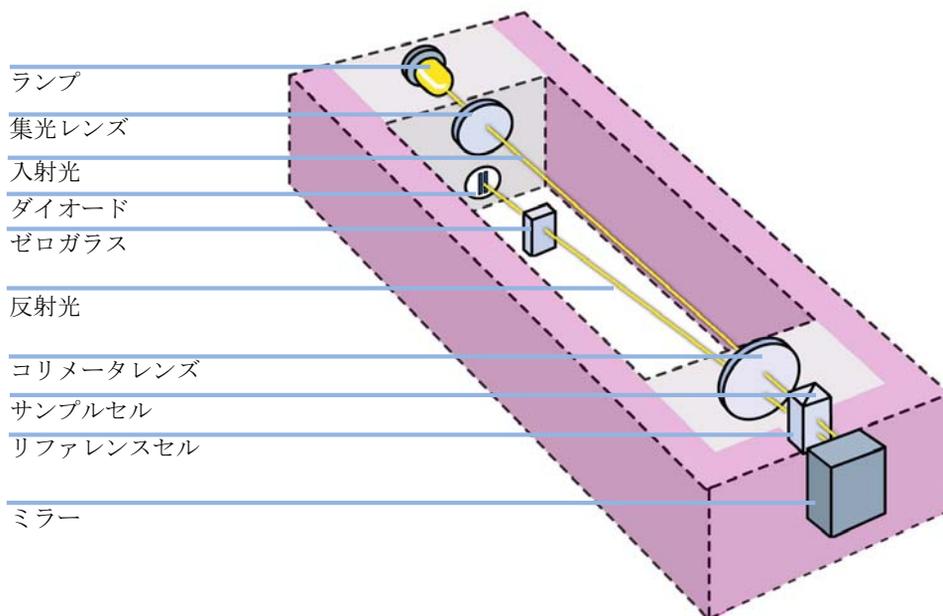


図 4 光路

流路

カラム溶離液は、IN ポートから光学系に入り、熱交換器を通過します。熱交換器と、光学系の温度を室温 +5 °C から 55 °C の範囲で制御することを組み合わせることで、温度変化による屈折率変化を最小化します。溶離液はサンプルセルを通過し、同じ熱交換器を通過してパージバルブに至ります。パージバルブがオフ側になっている場合、溶離液はリサイクルバルブを通ります。リサイクルバルブもオフ / 廃液になっている場合には、溶離液は廃液ポートを通過して廃液コンテナに入ります。

リサイクルバルブがオン / ボトルになっている場合には、溶離液はリサイクルポートを通過して溶媒ボトルに戻ります。リサイクルバルブはマニュアルでオンまたはオフに設定でき、また [分析後の自動リサイクル] モードを有効にすることもできます。このモードでは、各分析の完了後にリサイクルバルブが自動的にオンになり、次の分析の開始前にオフに戻ります。このモードを使用すると、溶媒を過剰に使用する問題や、移動相がリサイクルされたサンプル化合物で汚染される問題を起こすことなく検出器に連続的に流せる利点があります。

パージバルブがオンになっている場合には、溶離液はすぐにはリサイクルバルブに入りませんが、第 2 の熱交換器を通りリファレンスセルを通過してから、リサイクルバルブに入ります (『16 ページ 図 5』を参照)。移動相のみが流れている状態でパージバルブを定期的にオンに切り換えると、リファレンスセル内の液体が、流れる溶媒に可能な限り類似するようになります。パージバルブは決まった時間範囲でマニュアルでオンに設定でき、また [自動パージ] モードを有効にすることもできます。このモードでは、各分析が開始する前に、パージバルブが決まった [パージ時間] の間自動的にオンに切り替わります。[パージ時間] を設定した場合、パージバルブの位置が切り替わった後で検出器ベースラインを安定化させるために [待ち時間] を設定する必要があります。

パージ時間と待ち時間の両方が終わると、分析が開始します。[分析前のオートゼロ] モードが有効になっている場合には、分析の開始直前に検出器の出力がゼロに設定されます。

1 示差屈折率検出器の概要 流路

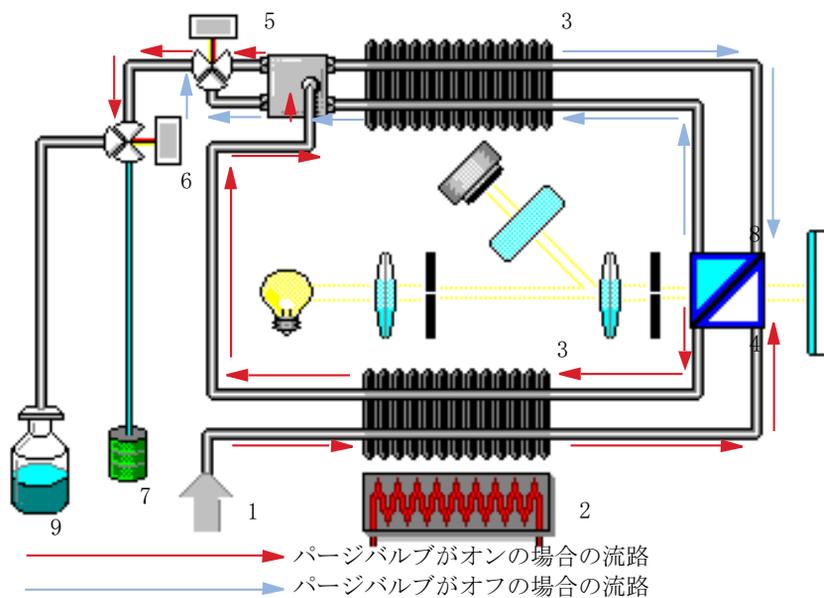


図 5 流路

1	フローの入口
2	ヒーター
3	熱交換器
4	サンプルセル
5	パージバルブ
6	リサイクルバルブ
7	廃液コンテナ
8	リファレンスセル
9	溶媒ボトル

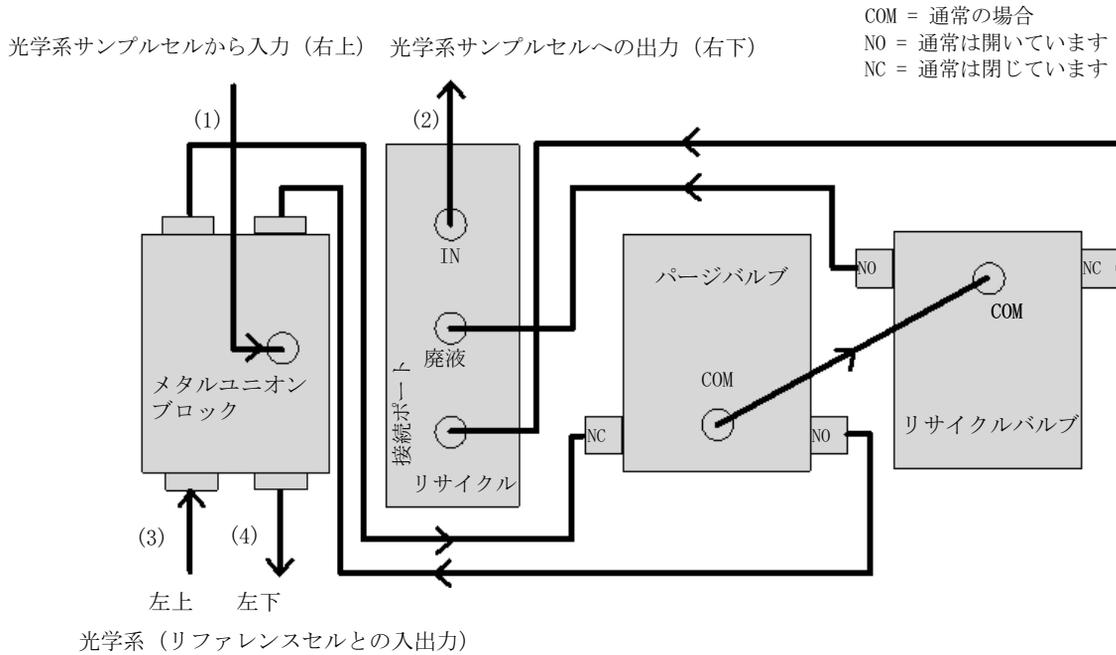


図 6 G1362A の物理的配管接続

キャピラリ (1) ~ (4) は、光学系アセンブリの部分です。これらは SST で作られており、内径は (2) のみが 0.2 mm で、それ以外は 1.0 mm です。その他の (パージバルブやリサイクルバルブに接続される) すべてのチューブは PTFE で作られています (チューブキット (P/N G1362-68709) として用意されています)。チューブキット (G1362-68709)。

1 示差屈折率検出器の概要 流路

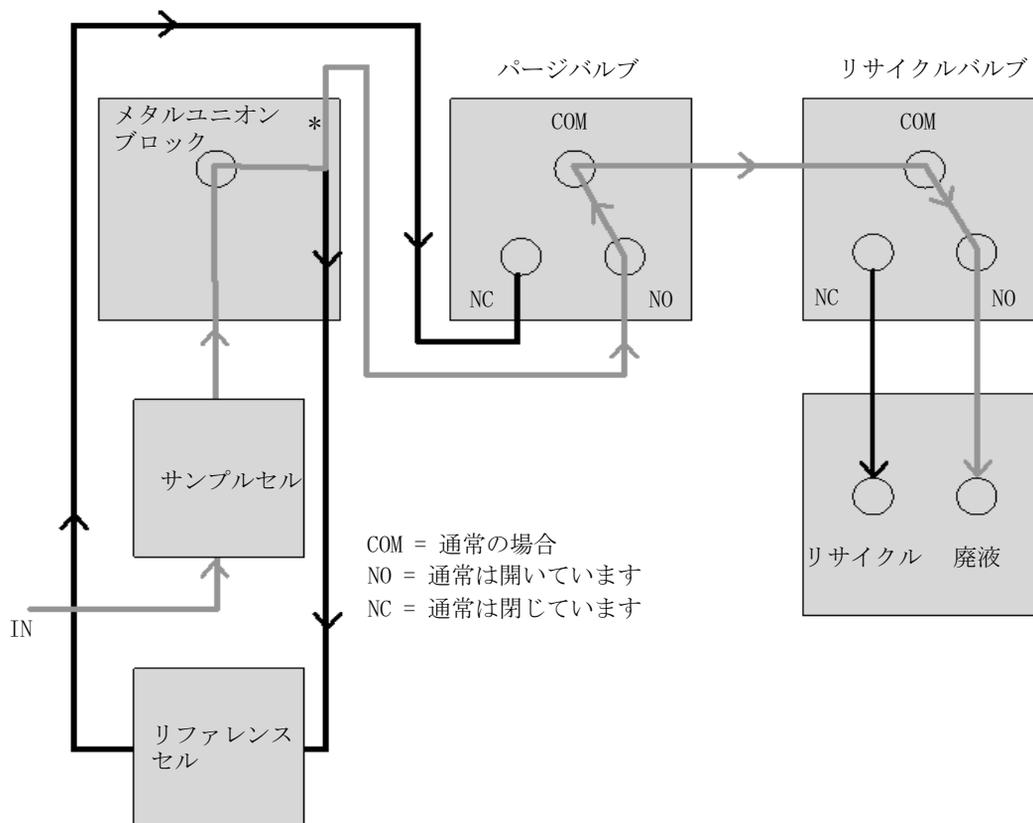


図 7 パージバルブとリサイクルバルブをオフにした場合の流路

灰色線 = 流路
黒線 = 固定された移動相

* メタルユニオンブロックの T 接続により、フローセルの両面（サンプルおよびリファレンス）は常に同じ圧力に曝されるようになります。

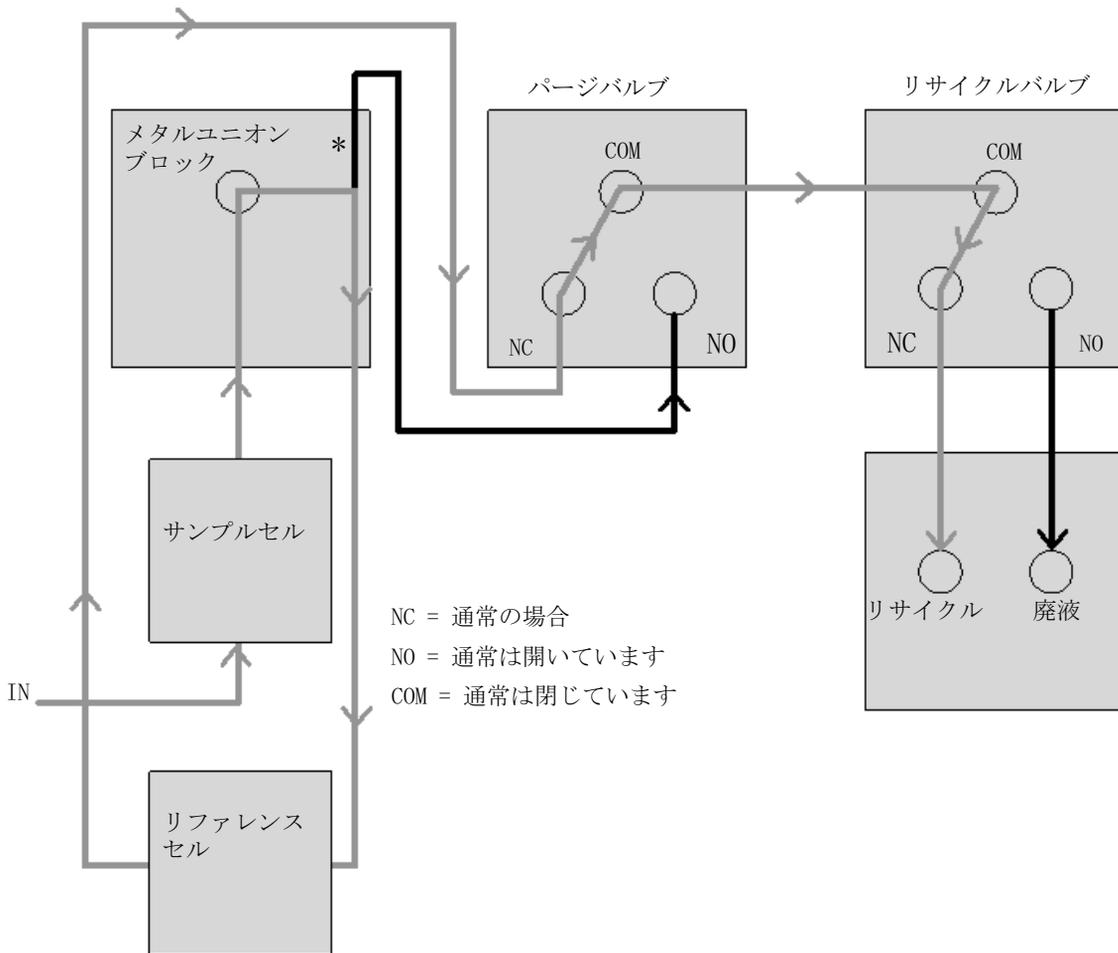


図 8 パージバルブとリサイクルバルブをオンにした場合の流路

灰色線 = 流路
 黒線 = 固定された移動相

* メタルユニオンブロックの T 接続により、フローセルの両面（サンプルおよびリファレンス）は常に同じ圧力に曝されるようになります。

EMF (Early Maintenance Feedback)

本機器のメンテナンスとして、機械的摩耗または応力にさらされる流路内の部品を交換する必要があります。理想的には、あらかじめ決めた間隔ではなく、検出器の使用頻度と分析条件に基づいて部品を交換する頻度を定める必要があります。アーリーメンテナンスフィードバック機能 (EMF) は、機器内の各部品の使用状態をモニタリングし、ユーザー設定可能なリミットを超えた時点でユーザーにフィードバックする機能です。メンテナンス作業が必要な時期は、ユーザーインターフェイスにフィードバックされて通知されます。

EMF カウンタ

検出器は、リファレンス液寿命用の EMF カウンタを装備しています。リファレンスセル内に液体が残留している間、カウンタが増加します。カウンタの上限値を割り当てておき、その制限を超えた時点でユーザーインターフェイスにフィードバックすることができます。リファレンスセルのページ後に、カウンタはゼロにリセットされます。

EMF カウンタの使用

EMF カウンタの EMF リミットはユーザーが選択可能なため、必要に応じて EMF (Early Maintenance Feedback) 機能を調整できます。最終ページ以降の使用可能時間のカウンタは、分析の要件によって異なります。したがって、定義する上限値は、装置の操作条件に基づいて定める必要があります。

EMF リミットの設定

EMF リミットの設定は、1 回または 2 回以上のメンテナンスサイクルを経て最適化する必要があります。最初は、EMF リミット値を設定しないでください。性能の低下によってメンテナンスが必要であることがわかった時点で、リファレンス液寿命用のカウンタの表示値を書き留めておいてください。これらの値 (または表示された値より多少小さい値) を EMF リミット

トとして入力し、EMF カウンタをゼロにリセットします。次回に EMF カウンタがこの EMF リミットを超えると、EMF フラグが表示され、メンテナンスが必要な時期であることが知らされます。

機器レイアウト

モジュールの工業デザインには、いくつかの革新的な特徴が含まれています。デザインは、電子装置と機械的アセンブリのパッケージングに関するアジレントの E-PAC コンセプトに基づいています。このコンセプトの基本は、複数の発泡ポリプロピレン (EPP) 層からなる発泡プラスチックスペーサを使用して、その中にモジュールのメカニカルボードおよびエレクトロニックボードコンポーネントを納めることにあります。このパックが金属製内部キャビネットに組み込まれ、さらにプラスチック外装キャビネットで覆われます。このパッケージ技術には、以下のような利点があります。

- 固定ネジ、ボルト、またはワイヤーを実質的になくすことにより、コンポーネント数が減り、取り付け / 取り外しを素早く行うことができる。
- 冷却エアーが必要な位置に正確に導入されるように、プラスチック層内にエアチャネルが成形される。
- このプラスチック層により、電子部分と機械部分が物理的なショックから保護される。
- 金属製内部キャビネットによって、内部電子回路ボードが電磁妨害から遮蔽され、機器自体からの無線周波放出が低減または排除される。

電気的接続

- CAN バスは、高速データ転送機能を持つシリアルバスです。CAN バスの 2 つのコネクタは内部モジュールのデータ転送および同期に使用されます。
- 1 つのアナログ出力は、インテグレータまたはデータ処理システムにシグナルを送信します。
- インタフェースボードスロットは、外部接点と BCD ボトル番号出力、または LAN 接続に使用されます。
- スタートや、ストップ、共通シャットダウン、プレランなどの機能を利用したい場合は、リモートコネクタを他の Agilent Technologies 製分析機器と組み合わせて使用してください。
- 適切なソフトウェアを使用すれば、RS-232C コネクタを使って、コンピュータから RS-232C 接続を介してモジュールをコントロールすることができます。このコネクタは、コンフィグレーションスイッチで有効にし、設定することができます。
- 電源ケーブルコネクタは、100 - 240 VAC \pm 10 % の入力電圧（電源周波数 50 または 60 Hz）に対応しています。最大消費電力はモジュールごとに異なります。電源は広範囲対応機能を備えているので、モジュールには電圧切替スイッチがありません。また、電源部には自動電子ヒューズが装備されているため、外部のヒューズは必要ありません。

注記

安全規準または EMC 規格に適合した方法で装置を正しく動作させるために、Agilent Technologies 製以外のケーブルは使用しないでください。

1 示差屈折率検出器の概要

電気的接続

モジュールの背面図

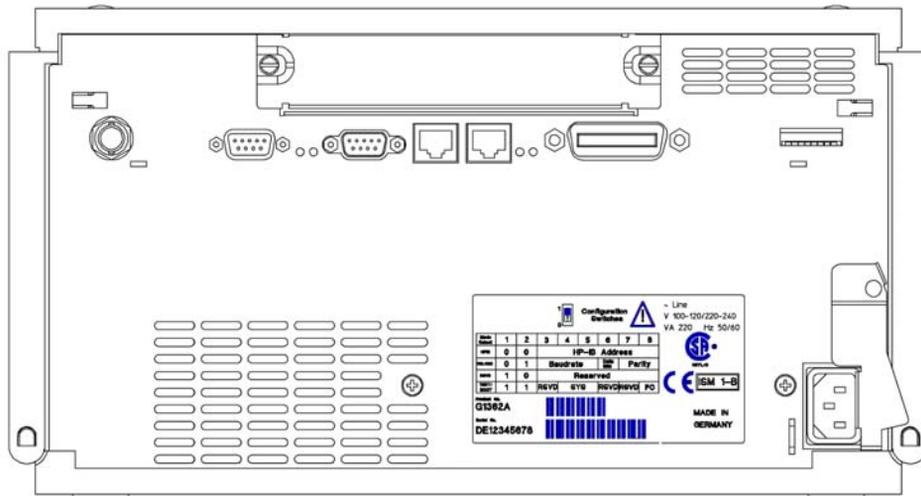


図 9 検出器の背面図 - 電気的接続とラベル

注記

Agilent 1260 Infinity モジュールの導入に伴って、 GPIB インターフェイスが取り除かれました。

シリアル番号情報

機器ラベルのシリアル番号情報からは、以下の情報が分かります。

CCXZZ00000	フォーマット
CC	製造国 (DE : ドイツ)
X	A ~ Z のアルファベット (製造時に使用)
ZZ	英数字 (0 ~ 9, A ~ Z) を組み合わせた各モジュール固有のコード (同じモジュールにコードが複数存在する場合があります)
00000	シリアル番号

インターフェイス

Agilent 1200 Infinity シリーズのモジュールは、次のインターフェイスを装備しています。

表 1 Agilent 1200 Infinity シリーズインターフェイス

モジュール	CAN	LAN/BCD (オフ ション)	LAN (オン ボード)	RS-232	アナログ	APG リモート	特記事項
ポンプ							
G1310B Iso Pump G1311B Quat Pump G1311C Quat Pump VL G1312B Bin Pump G1312C Bin Pump VL 1376A Cap Pump G2226A Nano Pump	2	あり	なし	あり	1	あり	
G4220A/B Bin Pump	2	なし	あり	あり	なし	あり	
G1361A Prep Pump	2	あり	なし	あり	なし	あり	CAN スレーブ用 CAN DC 出力
サンブラ							
G1329B ALS G2260A Prep ALS	2	あり	なし	あり	なし	あり	G1330B 用 サーモスタット
G1364B FC-PS G1364C FC-AS G1364D FC-mS G1367E HiP ALS G1377A HiP micro ALS G2258A DL ALS	2	あり	なし	あり	なし	あり	G1330B 用 サーモスタット CAN スレーブ用 CAN DC 出力
G4226A ALS	2	あり	なし	あり	なし	あり	
検出器							

1 示差屈折率検出器の概要 インターフェイス

表 1 Agilent 1200 Infinity シリーズインターフェイス

モジュール	CAN	LAN/BCD (オープン ション)	LAN (オン ボード)	RS-232	アナログ	APG リモート	特記事項
G1314B VWD VL G1314C VWD VL+	2	あり	なし	あり	1	あり	
G1314E/F VWD	2	なし	あり	あり	1	あり	
G4212A/B DAD	2	なし	あり	あり	1	あり	
G1315C DAD VL+ G1365C MWD G1315D DAD VL G1365D MWD VL	2	なし	あり	あり	2	あり	
G1321B FLD G1362A RID	2	あり	なし	あり	1	あり	
G4280A ELSD	なし	なし	なし	あり	あり	あり	外部接点 自動ゼロ
その他							
G1316A/C TCC	2	なし	なし	あり	なし	あり	
G1322A DEG	なし	なし	なし	なし	なし	あり	AUX
G1379B DEG	なし	なし	なし	あり	なし	なし	AUX
G4227A フレックス キューブ	2	なし	なし	なし	なし	なし	
G4240A チップ キューブ	2	あり	なし	あり	なし	あり	CAN スレーブ用 CAN DC 出力 G1330A/B 用 サーモスタット (不使用)

注記

LAN 経由での制御には、検出器 (DAD/MWD/FLD/VWD/RID) が望ましいアクセスポイントとなります。モジュール間通信は、CAN を介して行います。

- CAN コネクタ（他のモジュールとのインターフェイス用）
- LAN コネクタ（コントロールソフトウェアとのインターフェイス用）
- RS-232C（コンピュータとのインターフェイス用）
- リモートコネクタ（他のアジレント製品とのインターフェイス用）
- アナログ出力コネクタ（シグナル出力用）

インターフェイスの概要

CAN

CAN は、モジュール間通信インターフェイスです。これは、高速データ通信とリアルタイム要求をサポートする 2 線式シリアルバスシステムです。

LAN

モジュールは LAN カード用インタフェーススロット (Agilent G1369A/B LAN インタフェースなど) またはオンボード LAN インタフェース (検出器 G1315C/D DAD、G1365C/D MWD など) を備えています。このインタフェースにより、接続された PC で適切なコントロールソフトウェアを使用して、モジュール / システムをコントロールできます。

注記

Agilent 検出器 (DAD/MWD/FLD/VWD/RID) を使用したシステムの場合、LAN は DAD/MWD/FLD/VWD/RID に接続する必要があります (データ負荷が高いため)。Agilent 検出器がシステムに含まれていない場合、ポンプまたはオートサンブラに LAN インタフェースを設置する必要があります。

RS-232C (シリアル)

RS-232C コネクタは、適切なソフトウェアを使用して、コンピュータから RS-232C 接続を介してモジュールをコントロールする場合に使用します。このコネクタは、モジュールの背面にあるコンフィグレーションスイッチモジュールで設定することができます。RS-232C の通信設定 を参照してください。

注記

オンボード LAN を備えたメインボードで設定できるコンフィグレーションはありません。これらは、あらかじめ以下のように設定されています。

- ボーレート 19200
- パリティなし 8 データビット
- スタートビット 1 つとストップビット 1 つは常に使用します (選択不可)。

RS-232C は、9 ピン (オス) SUB-D タイプコネクタを持つ DCE (データ通信装置) として設計されています。ピンは次のように定義されています。

表 2 RS-232C 接続表

ピン	方向	機能
1	入力	DCD
2	入力	RxD
3	出力	TxD
4	出力	DTR
5		グラウンド
6	入力	DSR
7	出力	RTS
8	入力	CTS
9	入力	RI

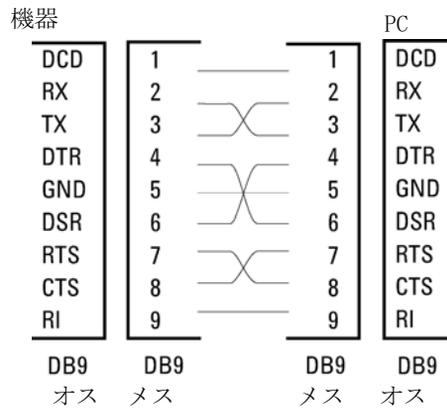


図 10 RS-232 ケーブル

アナログシグナル出力

アナログシグナルは、記録用デバイスにも分配できます。詳細は、モジュールのメインボードの説明を参照してください。

1 示差屈折率検出器の概要 インターフェイス

APG リモート

他のアジレント製分析装置に一般的なシャットダウンや準備などの機能を利用する場合、APG リモートコネクタを使用します。

リモートコントロールによって、シングル機器またはシステム間を簡単に接続し、簡単なカップリング条件で、各機器を統合した分析が実行できます。

リモートインタフェースには、D コネクタを使用します。本モジュールは、入力 / 出力用（ワイアード OR）リモートコネクタを 1 個装備しています。

各分析システム内での安全性を確保するために、1 本はいずれかのモジュールで重大な問題が検出された場合に行うシステムの重要部分のシャットダウン専用になっています。すべての関連するモジュールがオンになっている（または正しく電源投入されている）ことを検出するために、ラインの 1 本は接続されたすべてのモジュールの電源オンを要約するために定義されます。次の分析の準備を指示するレディシグナル、その後、それぞれのラインで引き起こされる分析のスタートシグナルと ストップシグナル（オプション）によって分析のコントロールを続けることができます。さらに、プリペアとスタートリクエストも使用できます。シグナルレベルは次のように定義されています。

- 標準 TTL レベル（0 V ロジック真、+ 5.0 V が偽）
- ファン出力は 10
- 入力負荷は 5.0 V に対して 2.2 kOhm
- 出力はオープンコレクタ型、入力 / 出力（ワイアード OR）。

注記

一般的な TTL 回路はすべて、5 V パワーサプライで動作します。TTL シグナルは、0 V ~ 0.8 V の場合「低」または L、2.0 V ~ 5.0 V の場合「高」または H と定義されます（それぞれ、アース端子に対して）。

表 3 リモートシグナルディストリビューション

ピン	シグナル	説明
1	DGND	デジタルグランド
2	PREPARE	(L) 分析を準備するように要求します (キャリブレーション、検出器ランプ点灯等)。受信側は、分析前の動作を実行する任意のモジュールです。
3	START	(L) 測定 / タイムテーブルを開始するように要求します。受信側は、分析時間をコントロールできる任意のモジュールです。
4	SHUT DOWN	(L) システムの重大な問題の発生を出力します (リークの発生時に ポンプを停止するなど)。ポンプ停止)。受信側は、安全リスク軽減機能を持つ任意のモジュールです。
5		未使用
6	POWER ON	(H) システムに接続されたすべてのモジュールが ON になっていることを出力します。受信側は、他のモジュールの動作に依存する任意のモジュールです。
7	READY	(H) システムが次の分析の準備を完了していることを出力します。受信側は、任意のシーケンスコントローラです。
8	STOP	(L) できるだけ早くシステムをレディ状態にするように要求します (測定の停止、注入の中断または終了)。受信側は、分析時間をコントロールできる任意のモジュールです。
9	START REQUEST	(L) インジェクションサイクルを開始するように要求します (任意のモジュールでスタートキーが押された場合等)。受信側はオートサンプラです。

特殊インターフェイス

一部のモジュールには、モジュール固有のインターフェイス / コネクタがあります。これらは、モジュールの付属書類で説明されます。

8 ビットコンフィグレーションスイッチの設定 (オンボード LAN)

8 ビットコンフィグレーションスイッチは、モジュールの背面にあります。このスイッチを使用して、LAN、シリアル通信プロトコル、機器固有の初期化手順を指定するコンフィグレーションパラメータを設定できます。

オンボード LAN を搭載したすべてのモジュールの場合 (G1315/65C/D、G1314D/E/F、G4212A/B、G4220A など) :

- デフォルトはすべてのスイッチがダウン (最適設定) - LAN 用 Bootp モード
- 特殊な LAN モードの場合、必要に応じて、スイッチ 3 ~ 8 を設定する必要があります。
- BOOT/テストモードの場合、スイッチ 1 と 2 をアップにすることに加え、必要なモードに設定する必要があります。

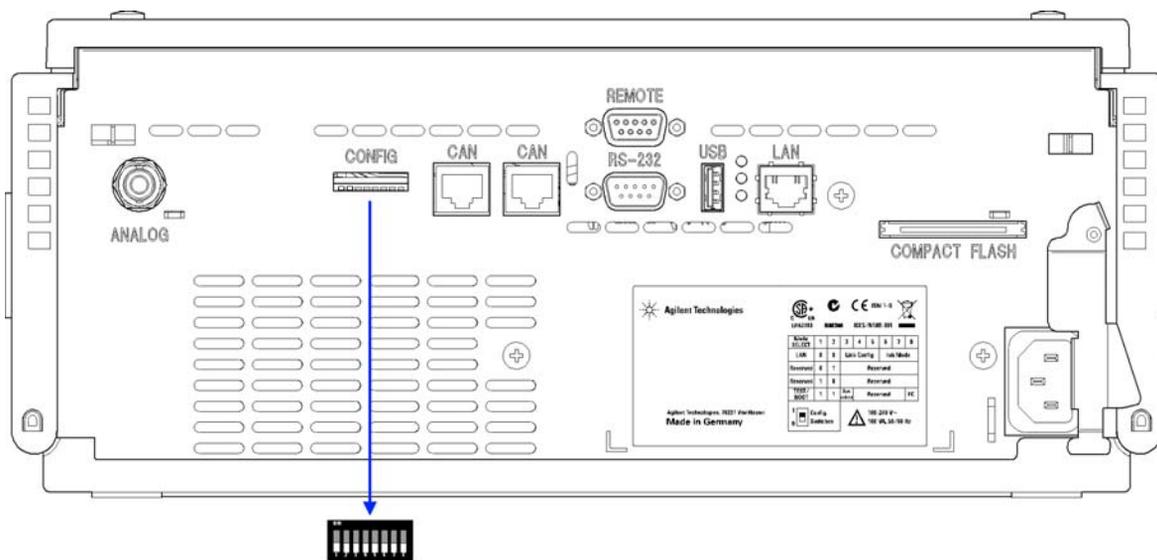


図 11 コンフィグレーションスイッチの位置 (例は G4212A DAD)

注記

LAN コンフィグレーションを行うには、SW1 および SW2 を OFF に設定する必要があります。LAN 設定 / コンフィグレーションの詳細は、「LAN コンフィグレーション」の章を参照してください。

表 4 8 ビットコンフィグレーションスイッチ（オンボード LAN あり）

	モード		機能					
	SW 1	SW 2	SW 3	SW 4	SW 5	SW 6	SW 7	
LAN	0	0	リンクコンフィグレーション			初期モード選択		
自動ネゴシエーション			0	x	x	x	x	x
10 MBit、ハーフデュプレックス			1	0	0	x	x	x
10 MBit、フルデュプレックス			1	0	1	x	x	x
100 MBit、ハーフデュプレックス			1	1	0	x	x	x
100 MBit、フルデュプレックス			1	1	1	x	x	x
Bootp			x	x	x	0	0	0
Bootp および保存			x	x	x	0	0	1
保存されたパラメータを使用			x	x	x	0	1	0
デフォルトを使用			x	x	x	0	1	1
テスト	1	1	システム					NVRAM
Boot レジデントシステム			1					x
デフォルトデータに戻す（コールドスタート）			x	x	x			1

凡例：

0（スイッチダウン）、1（スイッチアップ）、x（任意の位置）

注記

TEST モードを選択した場合、LAN 設定は、「自動ネゴシエーション」および「保存されたパラメータを使用」です。

注記

「Boot レジデントシステム」および「デフォルトデータに戻す（コールドスタート）」の詳細については、『「特別な設定」37 ページ』を参照してください。

8 ビットコンフィグレーションスイッチの設定 (オンボード LAN なし)

8 ビット設定スイッチは、モジュール背面にあります。

独自の LAN インタフェースを持たない (TCC など) のモジュールは、別のモジュールの LAN インタフェースとそのモジュールに対する CAN 接続を通じて制御することができます。

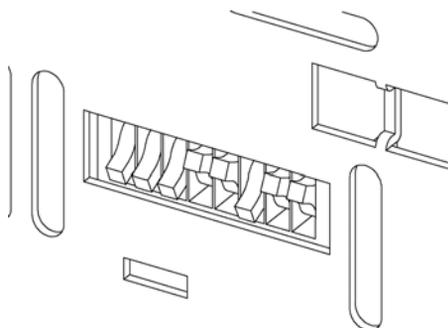


図 12 コンフィグレーションスイッチ
(設定は設定モードによって異なります)

オンボード LAN がないすべてのモジュール:

- デフォルトはすべての DIP がダウン (最適設定) - LAN 用 Bootp モード
- ブート / テストモードの場合、DIP 1 と 2 をアップすることに加え、必要なモードに設定する必要があります。

このスイッチを使用して、 GPIB アドレス、シリアル通信プロトコル、および装置固有の初期化手順を指定するコンフィグレーションパラメータを設定できます。

注記

Agilent 1260 Infinity の導入により、すべての GPIB インタフェースが排除されました。通信の方法として LAN を推奨します。

注記

次の表に、オンボード LAN がないモジュールのコンフィグレーション スイッチ設定だけを示します。

表 5 8 ビットコンフィグレーションスイッチ（オンボード LAN なし）

モード選択	1	2	3	4	5	6	7	8
RS-232C	0	1	ボーレート			データビット	パリティ	
予備	1	0	予備					
テスト /BOOT	1	1	RSVD	SYS		RSVD	RSVD	FC

注記

LAN の設定は、LAN インタフェースカード G1369A/B で行います。カードに付属のマニュアルを参照してください。

RS-232C の通信設定

カラムコンパートメントで使用される通信プロトコルは、ハードウェアハンドシェイク（CTS/RTR）のみをサポートします。

スイッチ 1 を下、スイッチ 2 を上の位置に設定すると、RS-232C パラメータを変更できます。変更が完了したら、カラム機器の電源を入れ直して、設定値を不揮発性メモリに保存する必要があります。

表 6 RS-232C 通信用通信設定（オンボード LAN なし）

モード選択	1	2	3	4	5	6	7	8
RS-232C	0	1	ボーレート			データビット	パリティ	

次の表を参考にして、RS-232C 通信用の設定を選択してください。0 はスイッチが下がっていること、1 はスイッチが上がっていることを意味します。

1 示差屈折率検出器の概要 インターフェイス

表 7 ボーレート設定（オンボード LAN なし）

スイッチ			ボーレート	スイッチ			ボーレート
3	4	5		3	4	5	
0	0	0	9600	1	0	0	9600
0	0	1	1200	1	0	1	14400
0	1	0	2400	1	1	0	19200
0	1	1	4800	1	1	1	38400

表 8 データビット設定（オンボード LAN なし）

スイッチ 6	データワードサイズ
0	7 ビット通信
1	8 ビット通信

表 9 パリティ設定（オンボード LAN なし）

スイッチ		パリティ
7	8	
0	0	パリティなし
1	0	奇数パリティ
1	1	偶数パリティ

スタートビット 1 つとストップビット 1 つは常に使用します（選択不可）。

デフォルトは、モジュールはボーレート 19200、データビット 8、パリティなしに設定されています。

特別な設定

固有の処理には特別な設定が必要です（通常はサービス事例で）。

注記

表は、オンボード LAN を装備した場合、装備していない場合の両方のモジュールの設定を示しています。それぞれを LAN および LAN なしと識別して表示します。

Boot - レジデント

ファームウェアローディングエラー（メインファームウェア部分）が発生した場合、ファームウェア更新手順でこのモードが必要となることがあります。

以下のスイッチ設定を使用し、機器の電源を再び入れると、機器ファームウェアはレジデントモードを維持します。この場合、モジュールとして操作することはできません。オペレーティングシステムの基本機能（通信など）のみが使用できます。このモードでは、メインファームウェアを読み込むことができます（更新ユーティリティを使用）。

表 10 Boot レジデント設定（オンボード LAN なし）

	モード選択	SW1	SW2	SW3	SW4	SW5	SW6	SW7	SW8
LAN	テスト /BOOT	1	1	1	0	0	0	0	0
LAN なし	テスト /BOOT	1	1	0	0	1	0	0	0

1 示差屈折率検出器の概要 インターフェイス

強制コールドスタート

強制コールドスタートを使用して、モジュールをデフォルトパラメータ設定の定義済みモードにできます。

注意

データの損失

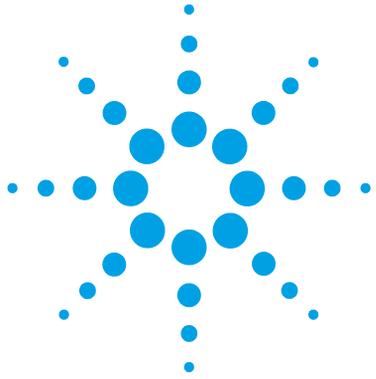
強制コールドスタートは、不揮発性メモリに保存されたメソッドとデータをすべて消去します。ただし、診断および修理ログブックだけは消去されずに保存されます。

→ 強制コールドスタートを実行する前にメソッドとデータを保存する必要があります。

スイッチを以下のように設定して、機器の電源を入れ直すと、強制コールドスタートが完了します。

表 11 強制コールドスタート設定（オンボード LAN なし）

	モード選択	SW1	SW2	SW3	SW4	SW5	SW6	SW7	SW8
LAN	テスト /BOOT	1	1	0	0	0	0	0	1
LAN なし	テスト /BOOT	1	1	0	0	1	0	0	1



2 設置要件と仕様

設置について	40
物理的仕様	44
性能仕様	45

この章では、環境要件、物理的仕様、および性能仕様について説明します。



設置について

機器を最適なパフォーマンスで動作させるためには、適切な環境に設置することが重要です。

電源について

モジュールの電源は、広範囲の入力電圧に対応しています。この電源は、『44 ページ 表 12』の範囲のいずれの入力電圧にも対応します。したがって、モジュールの背面に選択スイッチはありません。また、電源内に自動電子ヒューズが装備されているため、ヒューズを外部に取り付ける必要はありません。

警告

感電したり、装置が破損することがあります。

装置を仕様より高い入力電圧に接続した場合に発生する可能性があります。

→ 使用する機器は、指定された入力電圧だけに接続してください。

警告

電源コードが差し込まれている限り、電源を切っても、モジュールは部分的に通電しています。

モジュールの修理作業により人身障害に至る恐れがあります。たとえば、カバーが開いていて、モジュールが電源に接続されている場合の感電などです。

→ カバーを開ける前に、必ず電源ケーブルを抜いてください。

→ カバーが取り外されている間は、電源ケーブルを機器に接続しないでください。

注意

使用できない電源コネクタ

非常時のために、電源ラインから機器の接続をいつでも切り離せる状態であればなりません。

- 装置の電源コネクタに簡単に届き、抜くことができるか確認します。
- ケーブルを抜けるように、装置電源ソケットの後には十分な空間を確保してください。

電源コード

モジュールには、オプションとして各種の電源コードが用意されています。どの電源コードの一方も、同じメス型です。電源コードのメス型側を、背面にある電源ケーブルコネクタに差し込みます。電源コードのオス型側はコードによって異なり、各使用国または各地域のコンセント合わせて設計されています。

警告

接地不備または指定外の電源コードの使用

接地しなかったり、指定外の電源コードを使用すると、感電や回路の短絡に至ることがあります。

- 接地していない電源を使用して本装置を稼働しないでください。
- また、使用する地域に合わせて設計された電源コード以外は、決して使用しないでください。

警告

指定外ケーブルの使用

アジレントが供給したものではないケーブルを使用すると、電子部品の損傷や人体に危害を及ぼすことがあります。

- 安全規準または EMC 規格のコンプライアンスと正しい動作を確実にするために、Agilent Technologies 製以外のケーブルは使用しないでください。

警告

提供された電源コードの目的外の使用

電源コードを目的外に使用すると、人体に危害を及ぼしたり、電子機器に損傷を与えたりすることがあります。

→ この機器に付属の電源コードは、この機器以外には使用しないでください。

作業台スペース

モジュールの寸法と質量（『44 ページ 表 12』を参照）は、ほぼすべての机やラボ作業台にモジュールを設置できるように設計されています。空気の循環と電気接続のために、本機器の両側に 2.5 cm (1.0 インチ)、背面に約 8 cm (3.1 インチ) の空間が必要です。

作業台上に HPLC システム全体を設置する場合は、作業台がすべてのモジュールの質量に耐えるように設計されていることを確認してください。

モジュールは水平に設置して操作してください。

環境

本検出器は、『44 ページ 表 12』に記載した周囲温度および相対湿度の仕様の範囲内で動作します。

ASTM ドリフトテストは、1 時間にわたる測定で温度変化が 2 ° C/hour (3.6 ° F/hour) 未満である必要があります。弊社が作成したドリフト仕様（『性能仕様』45 ページ』を参照）は、上記の条件に基づいています。周囲温度変化が大きくなると、ドリフトも大きくなります。

ドリフトパフォーマンスは、温度変化をコントロールすることで改善できます。最高のパフォーマンスを実現するには、温度変化の頻度と幅を最小限に抑え、1 ° C/hour (1.8 ° F/hour) 未満に保ってください。ただし、1 分以内程度の短時間の変動は無視できます。

注記

このモジュールは、近くで携帯電話などの無線送信機を使用してはいけないという標準的な電磁環境（EN61326-1）で動作するように設計されています。

注意

モジュール内の結露

結露によってシステムの電気回路が損傷することがあります。

- 温度変化によってモジュール内に結露が発生する可能性がある環境条件では、モジュールの保管、輸送、または使用を行わないでください。
 - 寒冷な天候下でモジュールが出荷された場合は、結露が発生しないように、オートサンプラを梱包箱に入れたままゆっくり室温まで温度を上げてください。
-

物理的仕様

表 12 物理的仕様

タイプ	仕様	説明
重量	17 kg (38 lbs)	
寸法 (高さ × 幅 × 奥行)	180 x 345 × 435 mm (7 x 13.5 × 17 インチ)	
入力電圧	100 ~ 240 VAC、 \pm 10%	広範囲の電圧に対応
電源周波数	50 または 60 Hz、 \pm 5%	
消費電力	160 VA / 65 W / 222 BTU	最大
周囲使用温度	0 - 55 ° C (32 - 131 ° F)	
保管周囲温度	-40 ~ 70 ° C (-4 ~ 158 F)	
湿度	< 95%、25 ~ 40 ° C (77 ~ 104 F) にて	結露なし
使用高度	最高 2,000 m (200,009.76 cm)	
保管高度	最高 4600 m (459,973.68 cm)	モジュールを保管できる高度
安全規格： IEC、CSA、UL	設置クラス II、汚染度 2	室内使用専用。

性能仕様

表 13 Agilent 1260 Infinity 示差屈折率検出器の性能仕様

タイプ	仕様	注釈
検出器タイプ	屈折率	
屈折率の範囲	キャリブレーション済みで 1.00 ～ 1.75 RIU	
測定範囲	+/- 600 x 10 ⁻⁶ RIU	
光学的ゼロ化		止めネジ
光学系温度コントロール	室温 + 5 ° C ~ 55 ° C	
サンプルセル	容量 8 µL 最高圧力 5 bar (0.5 MPa) 最大流量 5 mL/min	
バルブ	自動パージと自動溶媒 リサイクル	
容量	注入口 ~ サンプルセル 62 µL 注入口 ~ 出口 590 µL	
液体接触物質	316 ステンレス、PTFE およびクォーツガラス	
pH 範囲	2.3 - 9.5	
性能仕様	短周期ノイズ < +/- 2.5 x 10 ⁻⁹ RIU ドリフト < 200 x 10 ⁻⁹ RIU/時間	本表の下の注を参照してください。
時間プログラムパラメータ	極性、ピーク幅	

2 設置要件と仕様 性能仕様

表 13 Agilent 1260 Infinity 示差屈折率検出器の性能仕様

タイプ	仕様	注釈
最大データレート	37 Hz	
検出器ゼロ化	分析前のオートゼロ	
コントロールおよびデータ評価	Agilent 1260 Infinity コントロールモジュールによるパラメータ入力、シグナル表示、オンラインヘルプ、および診断。オプションの PCMCIA カードによるメソッド、シーケンス、ログブックの保存と転送。PC ベースの LC 用 Agilent ChemStation ソフトウェアによるコントロールおよびデータ評価。	
アナログ出力	レコーダ / インテグレータ: 100 mV または 1 V、出力範囲は選択可能、1 出力	
通信	コントローラエリアネットワーク (CAN)、LAN、RS-232C、APG リモート: レディ、スタート、ストップ、シャットダウンの各シグナル	
安全とメンテナンス	拡張診断機能、エラー検出と表示 (コントロールモジュールと ChemStation による)、リーク検出、安全なリーク処理、ポンプシステムのシャットダウン用リーク出力シグナル。主要なメンテナンス領域における低電圧。	

表 13 Agilent 1260 Infinity 示差屈折率検出器の性能仕様

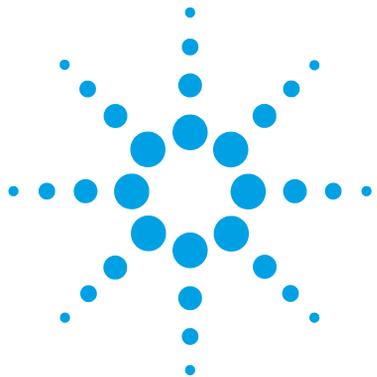
タイプ	仕様	注釈
GLP 機能	EMF (Early Maintenance Feedback) 機能 (ユーザーが選択可能なリミット値とフィードバックメッセージによって機器の使用を継続的に追跡)。メンテナンスとエラーの電子記録。自動的な運転時適格性評価 / 性能確認 (OQ/PV)。	
ハウジング	全材料リサイクル可能。	
環境	0 ~ 55 °C の一定温度、湿度 < 95% (結露なし)	
寸法	180 mm x 345 mm x 435 mm (7 x 13.5 x 17 インチ) (高さ x 幅 x 奥行き)	
重量	17 kg (38 lbs)	

注記

ASTM メソッド E-1303-95 “Practice for Refractive Index Detectors used in Liquid Chromatography” に基づいています。リファレンスの条件は、光学系温度 35 ° C、レスポンスタイム 4 秒、流量 1.0 mL/min の LC グレード蒸留水、リストラクシオンキャピラリ、カラムコンパートメント温度 35 ° C、Agilent オンラインデガッサ G1322A、ポンプ、およびカラムコンパートメントです。機器を 2 時間平衡化します。

2 設置要件と仕様

性能仕様



3 示差屈折率検出器の設置

検出器の開梱	50
梱包明細リスト	50
スタックコンフィグレーションの最適化	53
1 スタックコンフィグレーションの最適化	54
2 スタックコンフィグレーションの最適化	56
検出器の設置	58
配管	61

この章では、開梱、欠品確認、スタック検討事項、検出器の設置についての情報を示します。



検出器の開梱

梱包箱の外観に破損などがある場合は、アジレントの営業所 / サービスオフィスまで速やかにご連絡ください。サービス担当者に、機器が輸送中に損傷を受けた可能性があることをご通知ください。

注意

「到着時不良」の問題

モジュールに破損が見られる場合は、モジュールの設置を中止してください。機器の状態が良好であるか不良であるかを評価するには、アジレントによる点検が必要です。

- 損傷があった場合は、アジレントの営業およびサービスオフィスまでご連絡ください。
- アジレントのサービス担当者が、お客様の設置箇所における機器の点検を行い、適切な初動動作を行います。

梱包明細リスト

梱包明細リスト

モジュールとともにすべての部品と器材が納品されたことを確認してください。梱包明細リストを以下に示します。部品を識別するために、の図解付き部品明細を確認してください。不足または破損した部品があった場合は、Agilent Technologies の営業およびサービスオフィスまでご連絡ください。

表 14 1260 RID の梱包明細リスト

説明	個数
検出器	1
電源ケーブル	1
ユーザーマニュアル (ユーザードキュメント CD に収録)	1
アクセサリキット (G1362-68755)	1

アクセサリキット

アクセサリキット (G1362-68755) 検出器の設置に必要ないくつかのアクセサリが含まれています。

部品番号	説明
G1362-68706	インタフェースチューブキット
G1362-87300	インタフェースキャピラリ
G1362-87301	リストラクションキャピラリ
5181-1516	CAN ケーブル、Agilent モジュール間、0.5 m
0100-1847	アダプタ、AIV/ 溶媒インレットチューブ接続用

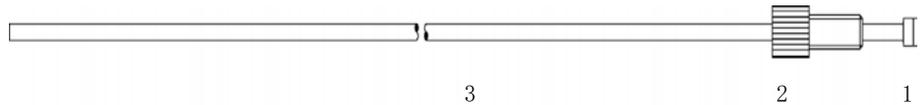


図 13 インターフェイスチューブキットの部品

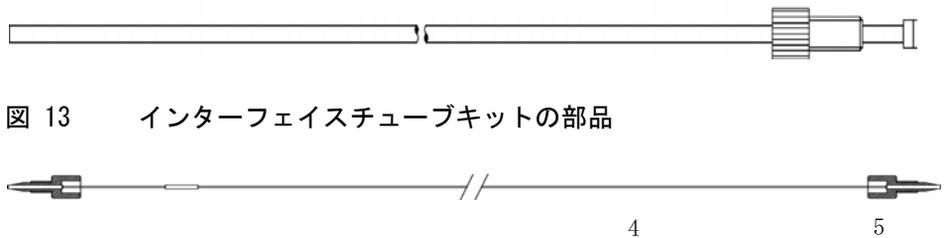


図 14 インタフェースキャピラリの部品

3 示差屈折率検出器の設置 検出器の開梱

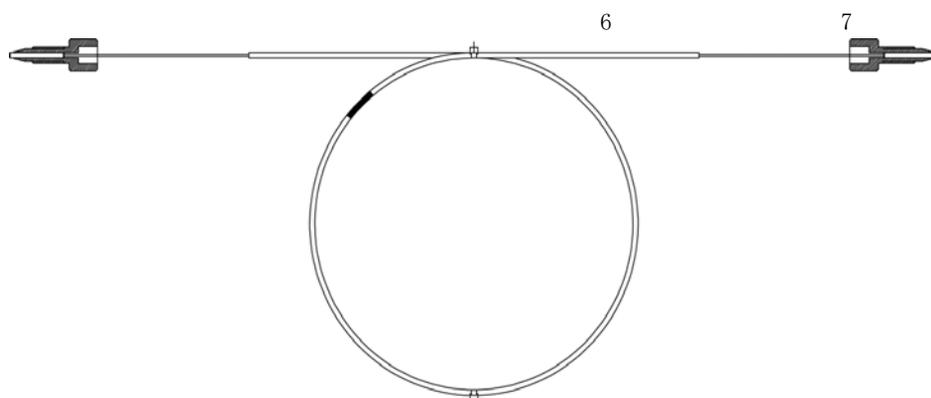


図 15 リストリクションキャピラリの部品

スタックコンフィギュレーションの最適化

ご使用の検出器が Agilent 1200 Infinity シリーズシステムの一部である場合、以下の構成で設置することで最適なパフォーマンスを得ることができます。この構成によってシステムの流路が最適化され、ディレイボリュームを最小限に抑えることができます。

3 示差屈折率検出器の設置 スタックコンフィグレーションの最適化

1 スタックコンフィグレーションの最適化

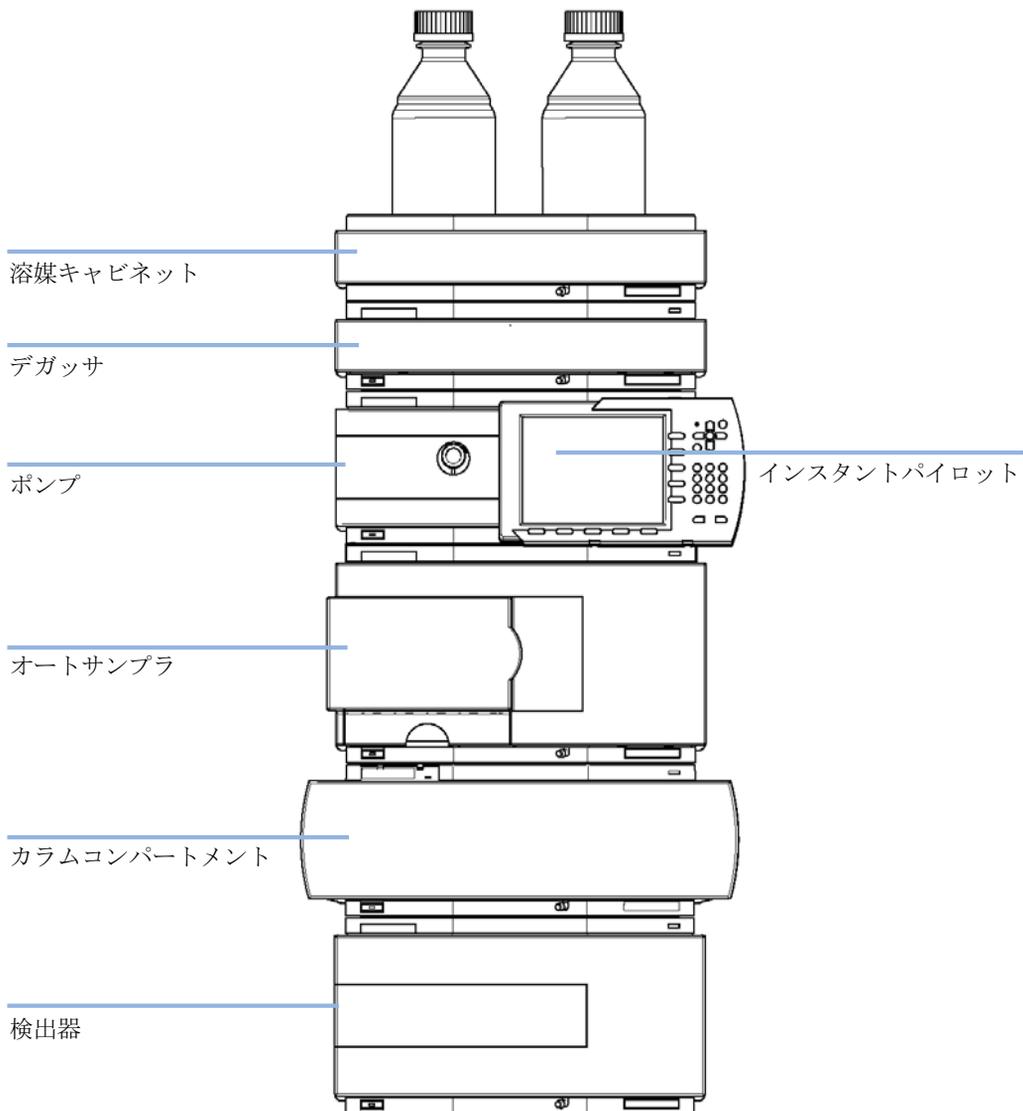


図 16 推奨システム構成（前面図）

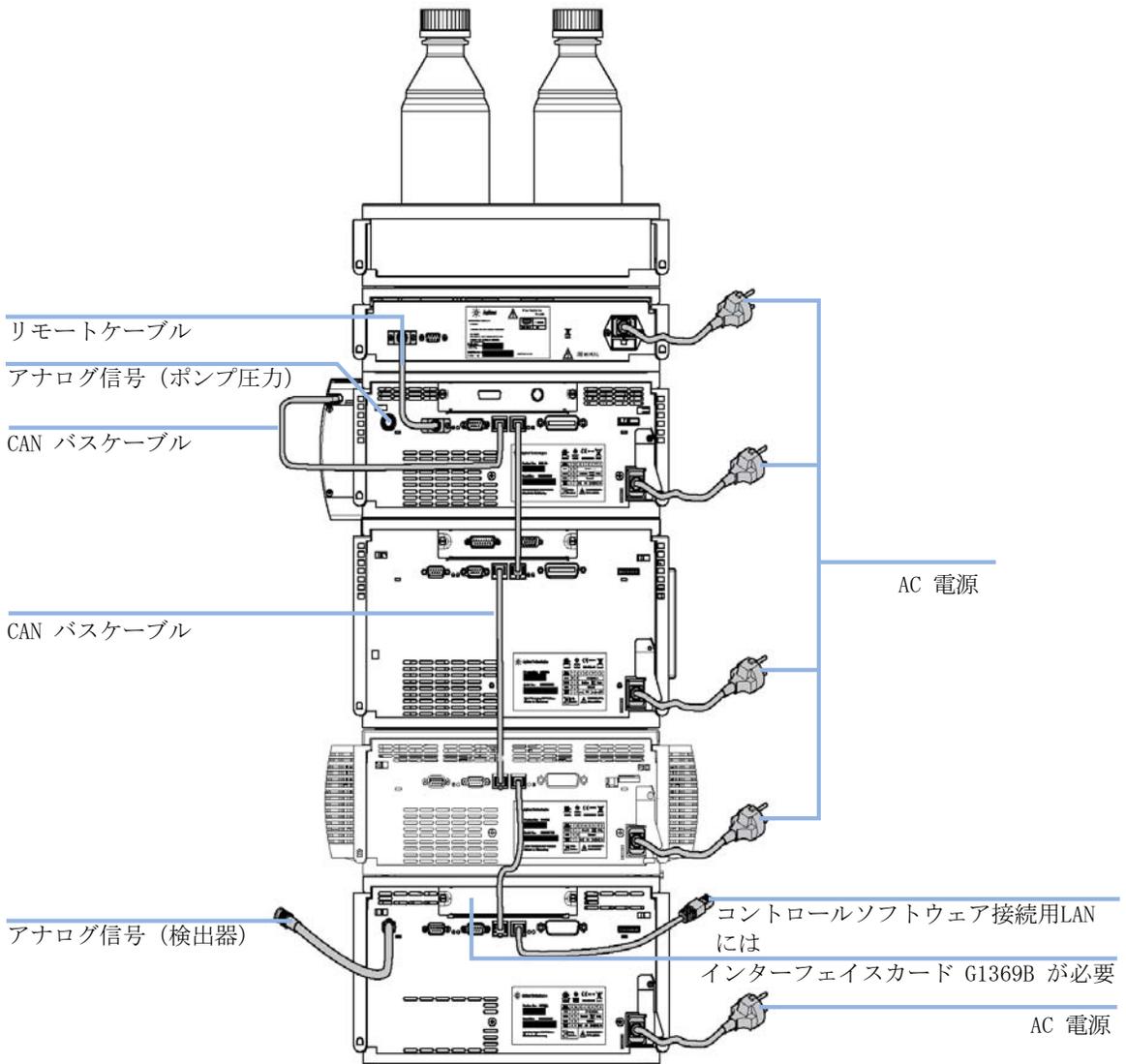


図 17 推奨システム構成 (背面図)

3 示差屈折率検出器の設置 スタックコンフィグレーションの最適化

2 スタックコンフィグレーションの最適化

システムにオートサンプラ用冷却モジュールを追加する場合は、スタックが過度に高くないようにするため、2 スタック構成をお勧めします。オートサンプラ用冷却モジュールを追加しない場合でも、この構成を使ってスタックを低くすることが望ましいことがあります。ポンプとオートサンプラ間には若干長いキャピラリが必要になります（『56 ページ 図 18』および『57 ページ 図 19』を参照してください）。

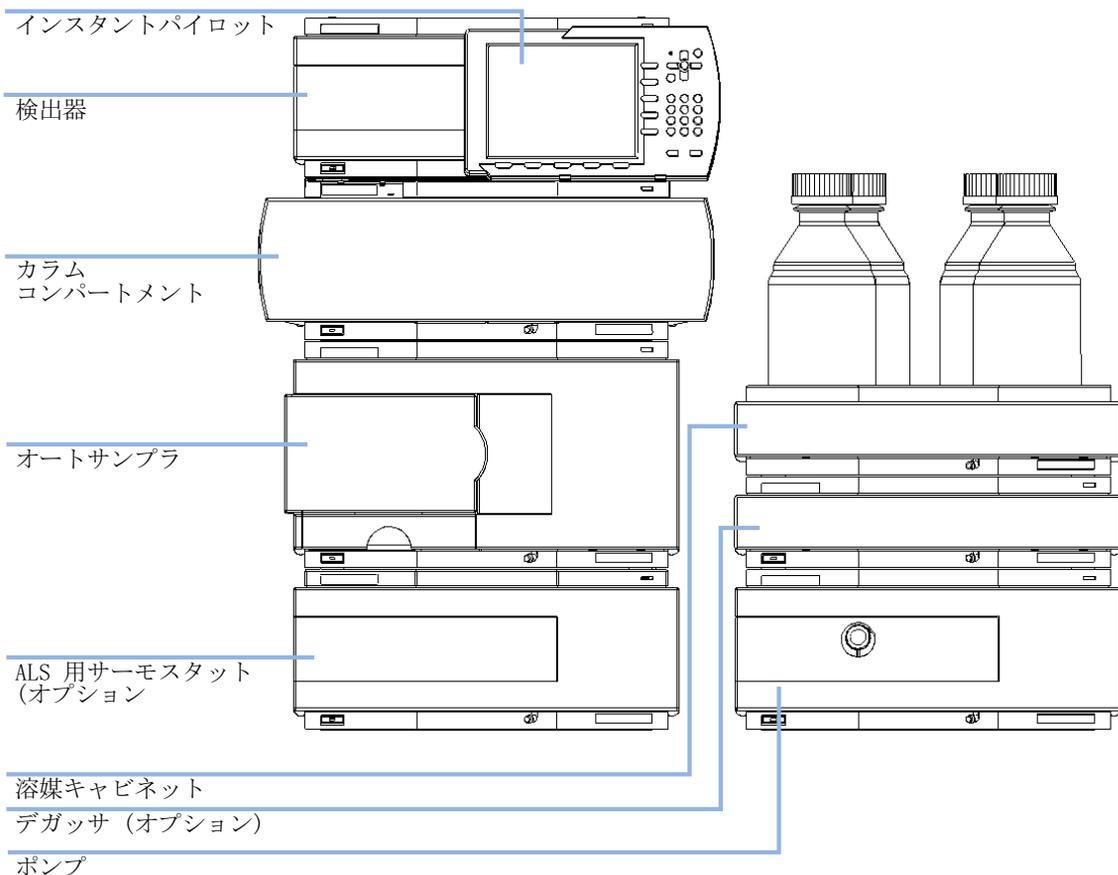


図 18 1260 の推奨 2 スタックコンフィグレーション (前面図)

LAN からコントロールソフトウェア

CAN バスケーブル (インスタントパイロット用)

熱電対ケーブル
(オプション)

リモートケーブル

CAN バスケーブル

AC 電源

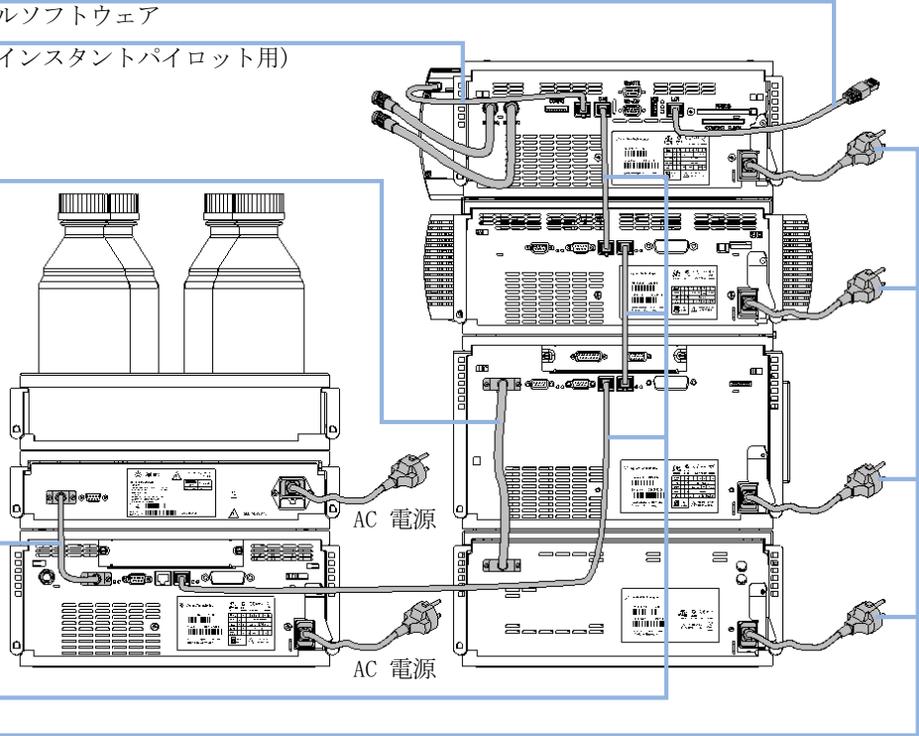


図 19 1260 の推奨 2 スタックコンフィグレーション (背面図)

3 示差屈折率検出器の設置 検出器の設置

検出器の設置

必要な部品： 説明
電源コード

その他のケーブルについては、『? ケーブル概要 ?152??』を参照してください。

必要なハードウェア： Agilent 1260 Infinity 示差屈折率検出器 (G1362A)

必要な準備：

- 作業台スペースの決定
- 電源接続の準備
- 検出器の開梱

注記

電源スイッチが押し込まれていて、緑のインジケータランプが点灯していれば、検出器はオンです。電源スイッチがとび出た状態で、緑のランプが消えているときは、検出器の電源は切れています。

警告

電源コードが差し込まれている限り、電源を切っても、モジュールは部分的に通電しています。

モジュールの修理作業により人身障害に至る恐れがあります。たとえば、カバーが開いていて、モジュールが電源に接続されている場合の感電などです。

→ 電源コネクタに常にアクセスすることが可能か確認します。

→ カバーを開ける前に、機器から電源ケーブルを取り外します。

→ カバーが取り外されている間は、電源ケーブルを機器に接続しないでください。

注記

検出器は、デフォルトのコンフィグレーション設定で出荷されています。これらの設定を変更するには、『「8 ビットコンフィグレーションスイッチの設定（オンボード LAN なし）」 34 ページ』を参照してください。

- 1 必要に応じて検出器に LAN インターフェイスボードを装着します（『「インターフェイスボードの交換」 145 ページ』を参照）。
- 2 検出器を、システムスタックまたは作業台の上に水平に置きます。
- 3 検出器の前部にある電源スイッチがオフになっていることを確認してください。

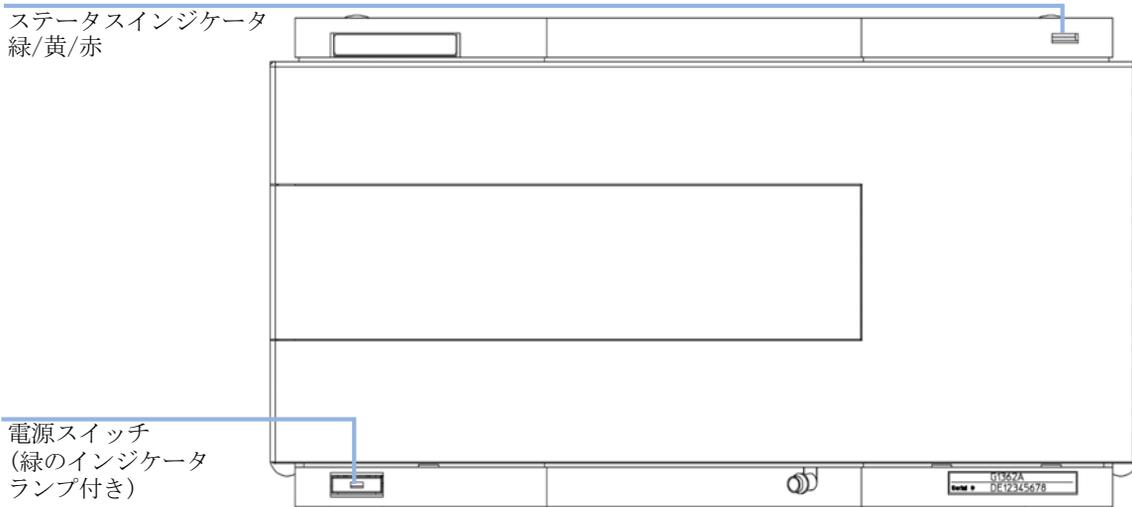


図 20 検出器の前面図

- 4 検出器の背面にある電源コネクタに電源ケーブルを接続します。
- 5 CAN ケーブルを他の Agilent モジュールに接続します。
- 6 Agilent ChemStation をコントローラとして使用する場合は、LAN 接続を検出器の LAN インターフェイスボードに接続します。
- 7 チャートレコーダ、インテグレータ、またはその他データ収集デバイス用のアナログケーブル（オプション）を接続します。
- 8 Agilent 以外のモジュールの場合は、APG リモートケーブル（オプション）を接続します。

3 示差屈折率検出器の設置 検出器の設置

- 9 検出器の左下にあるボタンを押して電源をオンにします。LED ステータスが緑色に点灯します。

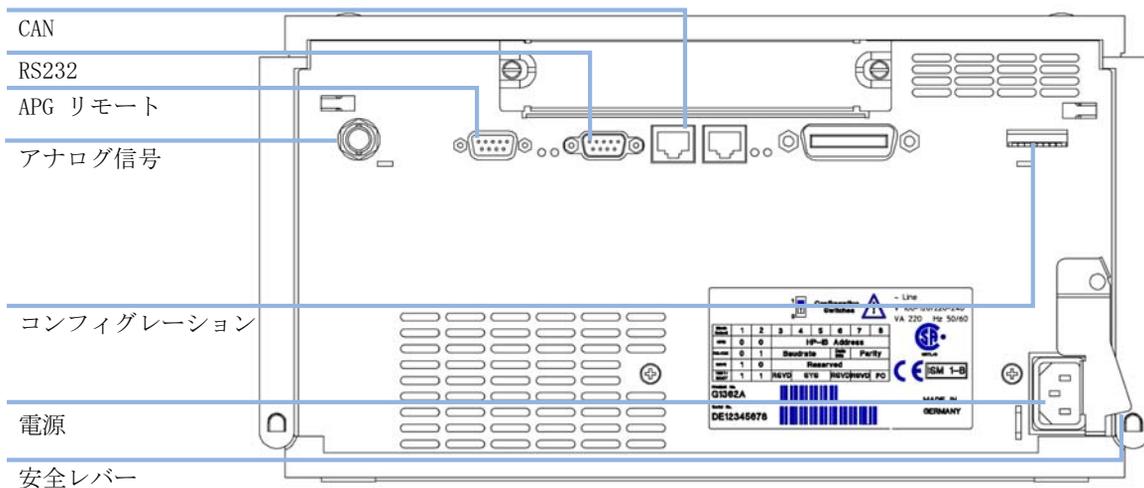


図 21 検出器の背面図

注記

Agilent 1260 Infinity モジュールの導入に伴って、GPIB インターフェイスが取り除かれました。

配管

必要なツール： 1/4 インチスパナ

必要な部品：

番号	部品番号	説明
1	G1362-68706	インタフェースチューブキット
1	G1362-87300	インタフェースキャピラリ

必要なハードウェア： 他のモジュール

必要な準備：

- 検出器を LC システムに設置する。

警告

有毒で有害な溶媒

溶媒と試薬の取り扱いには健康上のリスクを伴うことがあります。

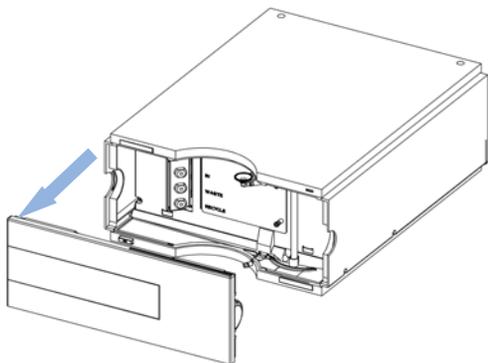
→ 溶媒を取り扱う場合（特に有毒または危険な溶媒を使用する場合は、試薬メーカーが提供している『材料取り扱いおよび安全データシート』に説明されている適切な安全手順に従ってください（ゴーグル、安全手袋、保護衣服の着用など）。

注記

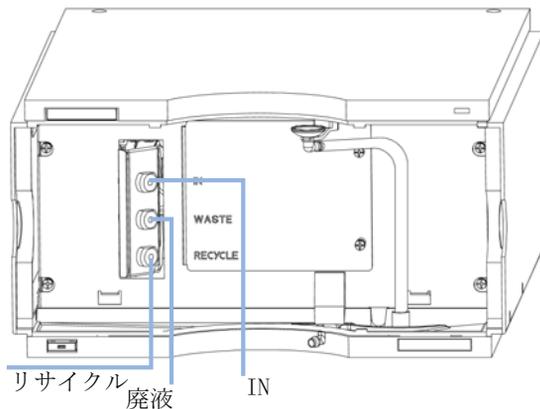
フローセルは、イソプロパノールが充填された状態で出荷されます（機器またはフローセルを他の場所に輸送する場合もこれを推奨）。これによって、周囲温度以下になった場合の機器の破損を防ぎます。

3 示差屈折率検出器の設置 配管

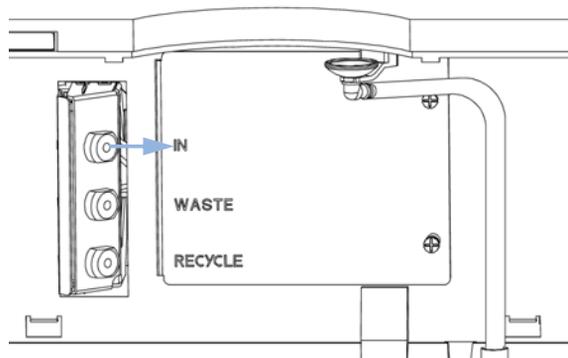
1 リリースボタンを押して前面カバーを外し、インターフェイスポート領域にアクセスします。



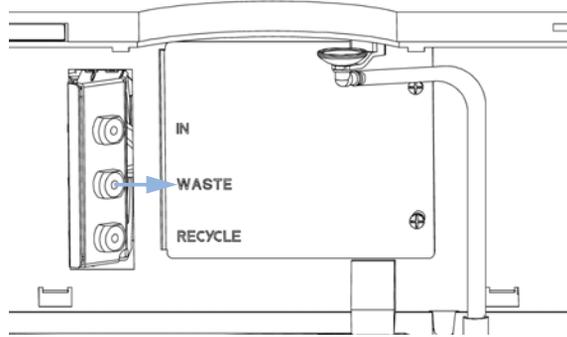
2 IN ポート、廃液ポート、リサイクルポートの位置を確認します。



3 ブランクナットを取り外し、インターフェイスキャピラリーを IN ポートに接続します。



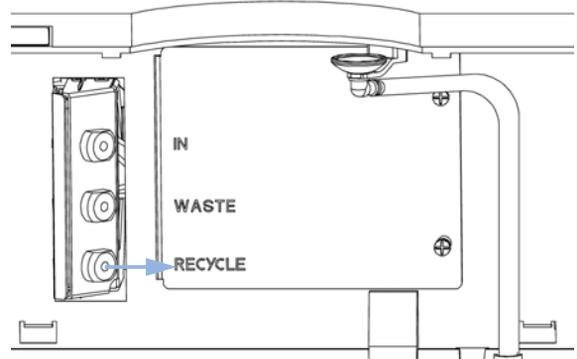
4 ブランクナットを取り外し、インターフェイスチューブキットの一方のチューブを廃液ポートに接続します。



注記

屈折率フローセルの背圧定格は、5 bar です。そのため屈折率検出器は必ず、流路における最後のモジュールにする必要があります。追加検出器を設置する場合は、過圧力による RID フローセルの損傷を避けるため、追加する検出器を示差屈折率検出器の上流側に接続してください。

- 5 ブランクナットを取り外し、インターフェイスチューブキットのもう一方のチューブをリサイクルポートに接続します。



注記

フローが検出器に入っている間にリサイクルバルブが誤っていずれかの出口ポート（廃液ポートとリサイクルポート）に切り換えられた場合にフローセルの損傷の可能性を避けるため、検出器のこれらの出口ポートのブランクナットをすべて取り外してください。

- 6 廃液チューブを、適切な廃液コンテナに導きます。このチューブが制限されていないことを確認します。

- 7 溶媒リサイクルを使用する場合には、リサイクルチューブを溶媒ボトルに導いてください。このチューブが制限されていないことを確認します。

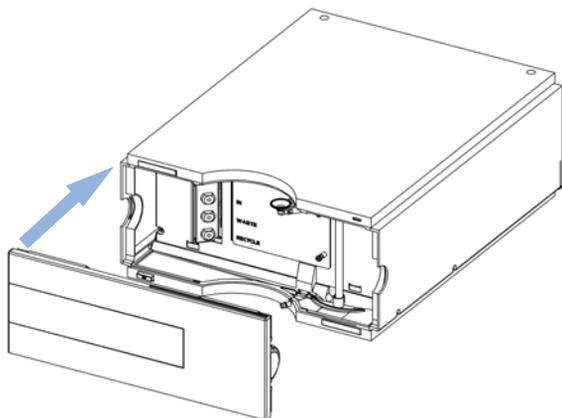
注記

検出器の性能を最適化するには、廃液コンテナと溶媒ボトルを、示差屈折率検出器と溶媒ポンプ（溶媒コンパートメントなど）より上の高さに配置してください。これによって、サンプルセルに**わずかな**圧力が維持されます。チューブを、スタックされているモジュールの前面カバーの後ろに導いてください。

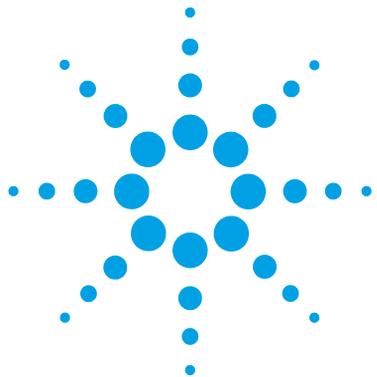
- 8 溶媒を流し、リークが生じていないか確認します。

3 示差屈折率検出器の設置 配管

9 前面カバーを取り付けます。



これで検出器の設置は完了です。



4 示差屈折率検出器の使用

示差屈折率検出器の動作	66
システムを使用する前に	66
示差屈折率検出器のコントロール	68
示差屈折率検出器の設定	70
示差屈折率検出器の詳細設定	72
標準試料の分析	74
ベースラインのノイズとドリフトのチェック	78
検査条件の設定	78
評価	84

この章では、分析が行えるように検出器を設定する方法と基本設定について説明します。



示差屈折率検出器の動作

この章では以下の内容について説明します。

- システムの準備
- HPLC 分析のセットアップ
- HPLC 分析を機器の作動確認として行い、システムのすべてのモジュールが適切にインストールおよび接続されているかを確認する方法（機器のパフォーマンスをテストすることはできません）
- 特別な設定

システムを使用する前に

溶媒について

適切な溶媒については、お使いのポンプのマニュアルを参照してください。

システムのプライミングとパージ

溶媒が交換された場合、あるいはポンプシステムの電源が一定期間（一晩中など）切られた場合には、酸素が溶媒ボトル、デガッサ（システム中にある場合）、ポンプの間の溶媒チャンネルの中に再拡散します。揮発性成分を含む溶媒はわずかに減ります。したがって、アプリケーションを開始する前に、ポンプシステムをプライミングする必要があります。

表 15 さまざまな目的に対するプライミング用溶媒の選択

目的	溶媒	説明
インストール後	イソプロパノール	システムから気泡を洗い出すために最適な溶媒
逆相と順相を切り替える際 (両方の場合)	イソプロパノール	システムから気泡を洗い出すために最適な溶媒
インストール後	エタノールまたはメタノール	イソプロピルアルコールが入手できない場合の代用 (第 2 の選択肢)
緩衝液使用中にシステムを洗浄する	再蒸留水	緩衝液結晶を再溶解するために最適な溶媒
溶媒を交換した後	再蒸留水	緩衝液結晶を再溶解するために最適な溶媒
順相シール (部品番号 0905-1420) の取り付け後	ヘキサン +5% イソプロパノール	湿潤特性が良好なため

- 1 ポンプのパージバルブを反時計回りに回して、バルブを開き、流量を 3 ~ 5 mL/min に設定します。
- 2 少なくとも 30 mL の溶媒を使用して、すべてのチューブを洗浄します。
- 3 流量を現在のアプリケーションに必要な値に設定して、パージバルブを閉じます。

アプリケーションを開始する前に、約 30 分間送液してください (一部の溶媒では、必要となるフラッシュと平衡化の時間がそれよりも大幅に長くなる可能性があります)。

4 示差屈折率検出器の使用

示差屈折率検出器の動作

示差屈折率検出器のコントロール

以下の操作手順は、Agilent B.01.03 ChemStation をオペレーティングソフトウェアとして使用して作成されています。

操作手順

[機器] メニューから [RID 続き] を選択し ([RID 続き] は [フルメニュー] のみで使用可能)、[RID 続き] サブメニューから [コントロール] を選択すると、[RID コントロール] ダイアログボックスが表示されます。

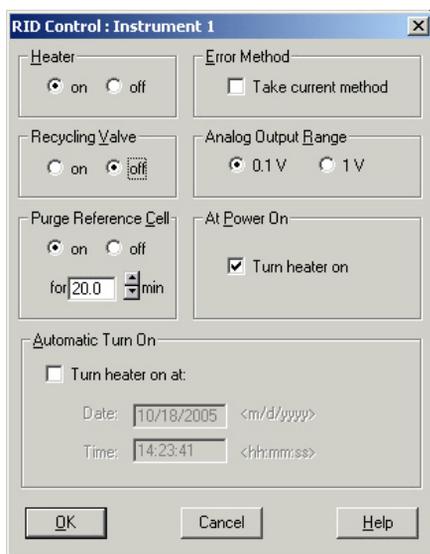


図 22 屈折率検出器のコントロール

- **ヒーター:** [オン] オプションを選択すると、RID ヒーターのスイッチがオンになります。このパラメータには、光学系温度の設定が必要です。 [オフ] オプションを選択すると、光学系ヒーターのスイッチがオフになります。
- **エラーメソッド:** [エラーメソッド] グループによって、エラーが発生した時に実行されるメソッドを選択できます。これにより、何らかの理由で ChemStation から制御できなくなった場合に、所定の方法で機器をシャットダウンできます。 [現在のメソッドを使用] にチェックマークが付いている場合、現在のメソッドがモジュールにコピーされて保存さ

れます。エラーが発生すると、モジュールは保存されたメソッドを実行します。

- **[リサイクルバルブ] : [オン]** オプションを選択すると、溶離液のリサイクルのスイッチがオンになります。[オフ] オプションにより、RIDのフローが廃液ボトルに切り替わります。
- **アナログ出力範囲 : [アナログ出力範囲]** グループによって、示差屈折率検出器のアナログ出力の電圧範囲を選択できます。0.1 V を選択すると、フルスケール出力が 0.1 ボルトに設定されます。1 V を選択すると、フルスケール出力が 1 ボルトに設定されます。
- **リファレンスセルページ** : このパラメータは、溶媒を交換する場合、またはリファレンスセルが汚染されている場合に、リファレンスセルの内容物を交換するために使用されます。時間間隔 (分単位) を入力して、Agilent 1260 Infinity RID のリファレンスセルをページしてください。このウィンドウで **[OK]** をクリックするとすぐに開始されます。ページ後にベースラインを安定化させるために、追加時間を設定できます。
- **電源投入時** : これを有効にすると、RID がオンに切り替わったときに光学系ヒーターが自動的にオンになります。平衡化時間を最短にするには、この機能をオンにしたままにすることをお勧めします。
- **自動オン** : この機能を使用すると、指定された日時に光学系ヒーターがオンになります。[電源投入時] 機能はオフにする必要があります。[ヒーターをオンにする日時] をオンにして日付と時刻のフィールドを有効にし、指定された書式で該当するフィールドに日付と時刻を入力してください。

4 示差屈折率検出器の使用

示差屈折率検出器の動作

示差屈折率検出器の設定

以下の操作手順は、Agilent B. 01. 03 ChemStation をオペレーティングソフトウェアとして使用して作成されています。

操作手順

[Agilent 1260 Infinity RID シグナル] ダイアログボックスは、[機器] メニューから [RID シグナル設定] を選択すると表示されます。

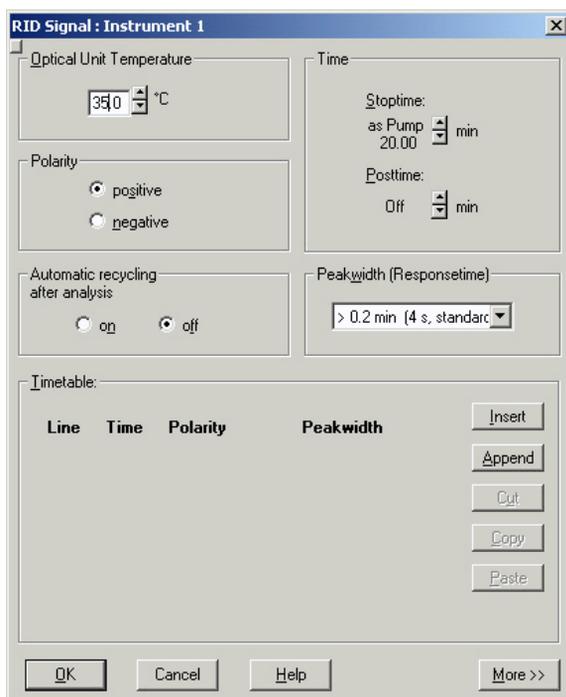


図 23 示差屈折率検出器の設定

- **光学系温度**：この項目では、光学系の温度を設定します。Agilent 1260 Infinity RID の光学系は、室温プラス 5 ° C ~ 55 ° C の間で動作します。推奨される設定値は、室温プラス 5 ° C です。これにより、ベースラインの安定性が向上します。
- **極性**：この項目では、RID シグナルの極性を設定します。示差屈折率検出器では、対象化合物や溶離液の特性によっては、分析の実行中であっ

ても正や負のピークを示すことがあります。データから予想される [シグナル極性] を、[負] または [正] から選択してください。

- **自動リサイクル** : このパラメータは、分析後に、溶離液を自動的にリサイクルする ([オン]) か、溶離液を RID の廃液出口に送る ([オフ]) かを選択するために使用できます。

- **時間** :

終了時間

[終了時間] には、RID が分析を停止する時間を設定できます。RID を別の Agilent 1200 Infinity シリーズモジュールとともに使用している場合、RID の [終了時間] を設定すると、RID のみが停止して、他のモジュールは停止しません。リミット値は 0.00 ~ 99999.00 分、[ポンプ同様] (Agilent ポンプを設定している場合は、ポンプの停止時間)、[注入口同様] (Agilent 1200 Infinity シリーズのインジェクタを設定して Agilent ポンプを設定していない場合は、インジェクタの停止時間)、または [無制限] (無限のランタイム) に設定できます。停止時間の設定は、設定されているポンプによって異なります。Agilent インジェクタと接続した Agilent ポンプがある場合、ポンプが停止時間マスターになります ([ポンプ同様])。Agilent 以外のポンプと Agilent 1200 Infinity シリーズのインジェクタがある場合、インジェクタが停止時間マスターになります ([注入口同様])。

ポスト時間

次の分析の開始を遅らせるために、[ポスト時間] の間は RID をノットレディ状態のままにするよう、[ポスト時間] を設定できます。[ポスト時間] の期間を使用して、溶媒組成を変更した後でカラムを平衡化できます。リミット値は 0 ~ 99999.00 分、または [オフ] に設定できます。[オフ] では、ポスト時間が 0.0 分に設定されます。

- **ピーク幅** : [ピーク幅] では、分析のピーク幅 (レスポンスタイム) を選択できます。ピーク幅は、ピークの半分の高さにおけるピークの幅 (分単位) として定義されます。クロマトグラムで期待される最も狭いピークにピーク幅を設定してください。ピーク幅に応じて、RID の最適なレスポンスタイムが設定されます。リミットのピーク幅 (分単位) を設定すると、対応するレスポンスタイムが自動的に設定され、シグナルの取り込みに適切なデータレートが選択されます (詳細については、ChemStation のオンライン ヘルプを参照)。

示差屈折率検出器の詳細設定

以下の操作手順は、Agilent B. 01. 03 ChemStation をオペレーティングソフトウェアとして使用して作成されています。

操作手順

[RID シグナル] ダイアログボックスは、[機器] メニューから [RID シグナル設定] を選択すると表示されます。[続き] ボタンを押すと、追加のメニューが表示されます。

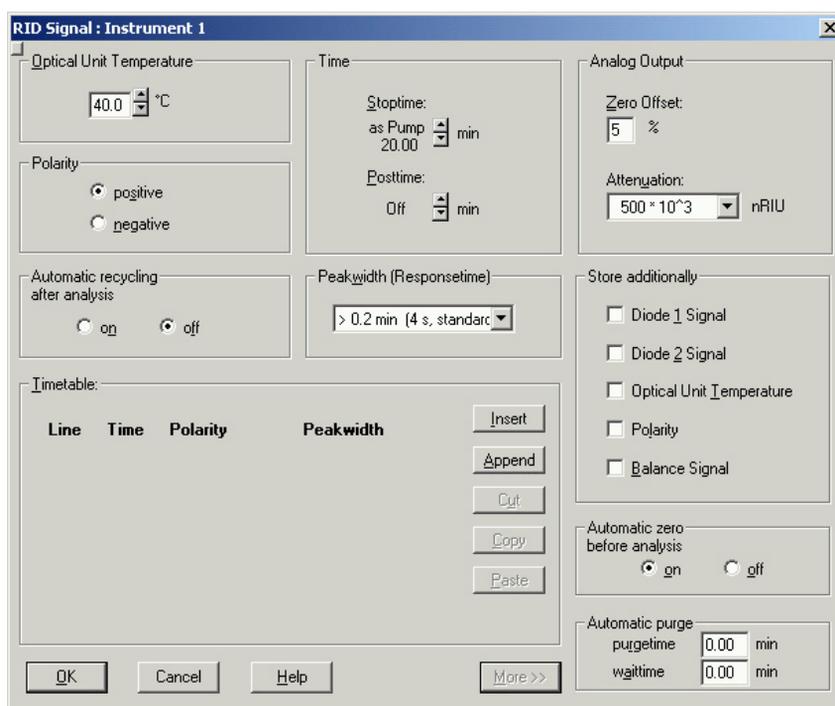


図 24 RID の詳細設定

- アナログ出力 : [アナログ出力] を使用している場合、ネガティブピークを表示するには、ゼロオフセット (リミット値は 1 ~ 99 %) を選択します。アッテネーション設定は、すべてのピークをスケール上に維持するために役立ちます。リストから適切な設定を選択してください。

- **追加保存** : RID を使用したメソッドの開発や診断に役立つ追加シグナルを選択して保存することができます。以下のパラメータを選択できます。

ダイオード 1 シグナル

RID シグナルは、2 個のフォトダイオードで測定された光のレベルの比率に基づきます。2 個のダイオードの光レベルが同一の場合、RID シグナルはゼロになります。このパラメータを使用すると、ダイオード 1 で測定されたシグナルを個別に保存できます。

ダイオード 2 シグナル

RID シグナルは、2 個のフォトダイオードで測定された光のレベルの比率に基づきます。2 個のダイオードの光レベルが同一の場合、RID シグナルはゼロになります。このパラメータを使用すると、ダイオード 2 で測定されたシグナルを個別に保存できます。

光学系温度

このパラメータは、光学系温度シグナルの保存を有効にします。

極性

このパラメータは、分析中の極性切り替えの保存を有効にします。

バランスシグナル

このパラメータは、分析中のダイオードバランスシグナルの保存を有効にします。この機能は、たとえば、極端に高い濃度 / シグナルなど、RID のダイナミックレンジを超えたピークを診断するのに便利です。

- **オートゼロ** : この設定で、分析を開始する前のシグナルの自動的なゼロ化を有効にできます。自動ページが選択されている場合には、オートゼロの前にページが実行されます。
- **自動ページ** : このパラメータは、リファレンスセルのページを行なうため、およびベースライン安定化のための追加の待ち時間を設けるために使用できます。この機能は、分析を開始するたびに実行されます。分析中のリファレンスセル内容物の分解が予測される場合にだけ、この機能を利用するようにしてください。自動ページは、オートゼロや注入が行われる前に終了します。

標準試料の分析

この章では、Agilent アイソクラティック標準試料を使用した Agilent 1260 Infinity 示差屈折率検出器のチェックについて説明します。

日時： 検出器の点検を行う場合

必要な部品：

番号	部品番号	説明
1	993967-902	Zorbax Eclipse XDB C18 (150mm x 4.6 mm 内径)
1	01080-68704	Agilent アイソクラティック標準試料

- 1 検出器の電源を入れます。
これで検出器の設定を変更する準備ができました。
- 2 機器を、以下のクロマトグラム条件を使って設定します。

表 16 クロマトグラフ条件

移動相	30% 水、70% アセトニトリル
カラム	Zorbax Eclipse XDB C18 (150 mm x 4.6 mm 内径)
サンプル	アイソクラティック標準サンプル
流量	1.5 mL/min
ストローク A	20 µL
停止時間	10 分
注入量	20 µL
カラムコンパートメント温度	25 ° C
光学ユニット温度	35 ° C
極性	陽
ピーク幅 (応答時間)	0.2 分 (4 秒、標準)

3 『75 ページ 図 25』に従って、RID 設定値を設定します。

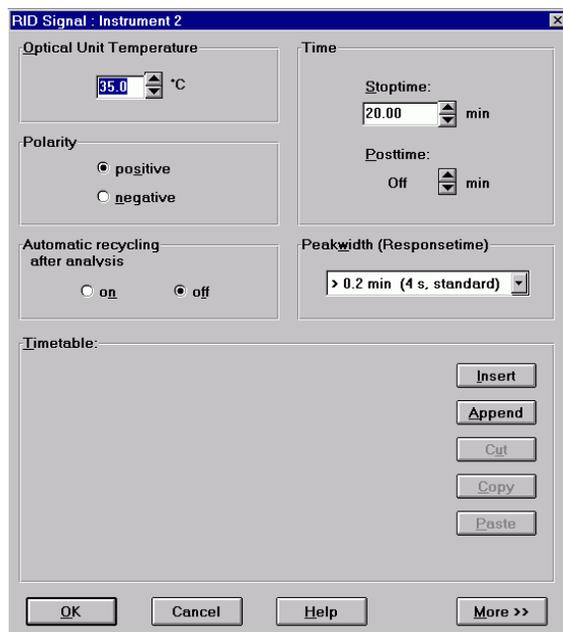


図 25 RID 標準試料パラメータ

4 示差屈折率検出器の使用

標準試料の分析

- 4 『76 ページ 図 26』 に示すように、ヒーターを [オン] にして検出器のリファレンスセルを 20 分間パージします。

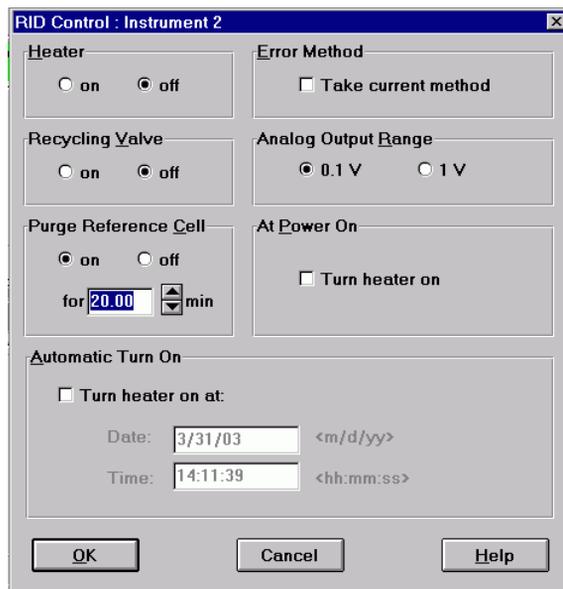


図 26 RID 標準試料のコントロール

- 5 パージが完了したら、ベースラインが安定化して分析が開始されます。

分析の結果得られたクロマトグラムを、下図に示します。

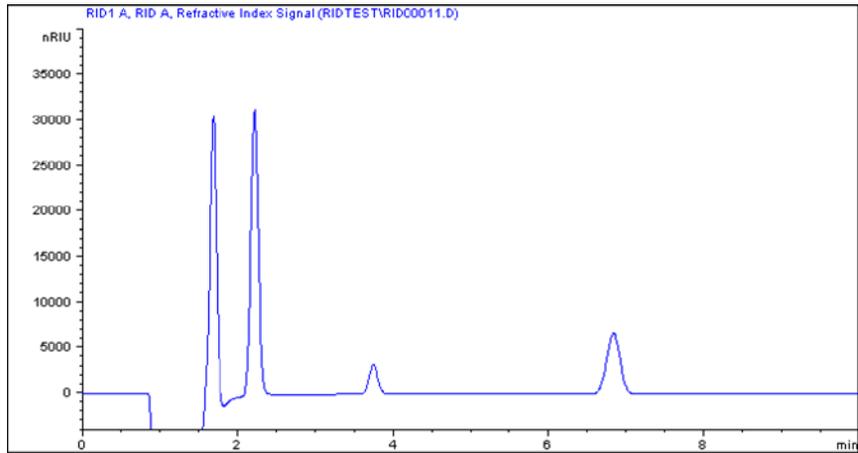


図 27 アイソクラティック標準サンプル クロマトグラム

注記

分析の結果から得られたクロマトグラムは、定性例としてのみ示されるものであり、そのチェックアウト手順は定量手順を指しているものではありません。この手順の目的は、標準試料から 4 つのピークの存在を確認することのみで、それ以上の目的はありません。

最初の目的ピークの前に、注入による大きな空気 / 溶媒のネガティブピーク（下図の下が切り取られた部分）があることに注意してください。これは、通常のクロマトグラムで予測されることであり、特に脱気されていないサンプルが脱気済み溶媒に注入されて、サンプル溶媒の特性が移動相の特性と完全に一致していない場合に予測されます。クロマトグラム表示では、類似しているズーミングファクタのみが、似たような結果をもたらします。

4 示差屈折率検出器の使用

ベースラインのノイズとドリフトのチェック

ベースラインのノイズとドリフトのチェック

検査条件の設定

この章では、Agilent 1260 Infinity 示差屈折率検出器におけるベースラインのノイズとドリフトのチェックについて説明します。

日時： 検出器の点検を行う場合

必要なツール： G1362A RID を組み込んだ LC システム

必要な部品：

番号	部品番号	説明
1	G1362-87301	リストリクションキャピラリ

1 検出器をオンにします。

これで検出器の設定を変更する準備ができました。

2 リストリクションキャピラリを、カラムコンパートメントの熱交換器の出口と検出器の IN ポートとの間に直接接続します。

3 機器を、以下のテスト条件を使って設定します。

表 17 クロマトグラフ条件

移動相	LC グレードの蒸留水
カラム	リストリクションキャピラリ (2.7 m x 0.17 mm 内径)
流量	1.0 mL/min
圧縮率	46
ストローク	20 μ L
停止時間	20 分
カラムコンパートメント温度	40 ° C
オプティカルユニット温度	40 ° C
極性	陽
ピーク幅 (応答時間)	0.2 分 (4 秒、標準)

4 『79 ページ 図 28』に従って、RID 設定値を設定します。

注記

光学系温度の設定値は、室温より少なくとも 5 °C 上回っていないなければなりません。そのため、室温が 30 °C を超えている場合には、[オプティカルユニット温度] と [カラムコンパートメント温度] (カラムコンパートメント温度) の値を高く設定する必要があります。

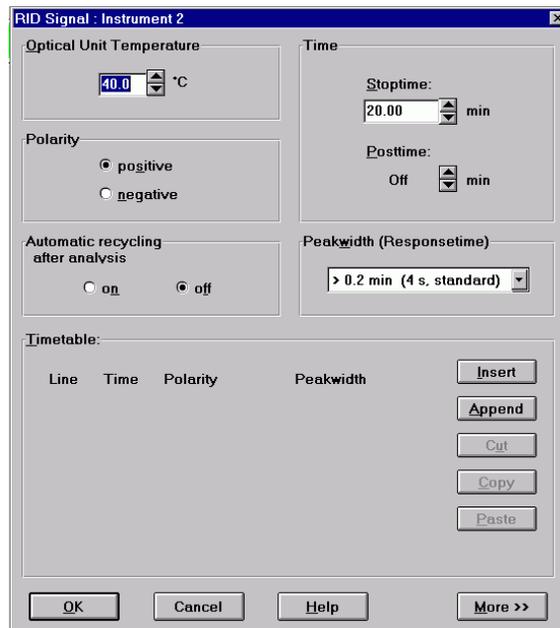


図 28 RID ベースライン チェック パラメータ

注記

Agilent ChemStation では、ベースラインの短周期ノイズ、長周期ノイズ (うねり)、およびドリフトが自動的に計算されます。手順 4 ~ 9 に従ってください。

注記

Agilent ChemStation を使用していない場合には、ステップ 10 に進んでください。

5 Agilent ChemStation メソッドを編集します。

4 示差屈折率検出器の使用

ベースラインのノイズとドリフトのチェック

- 6 『80 ページ 図 29』 に示すように、[レポートスタイル] で [パフォーマンス + ノイズ] を指定します。

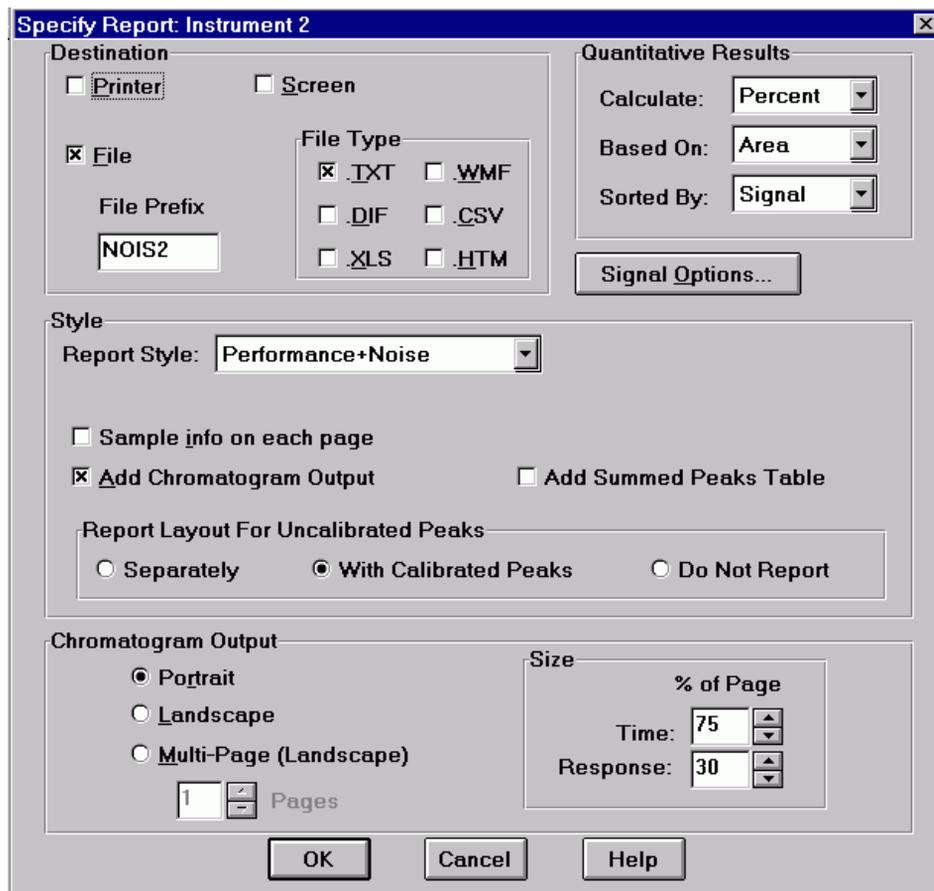


図 29 RID ベースラインチェックアウトのレポート

- 7 『81 ページ 図 30』 に示すように、ノイズ決定の時間範囲を 0 ～ 20 分に設定します。

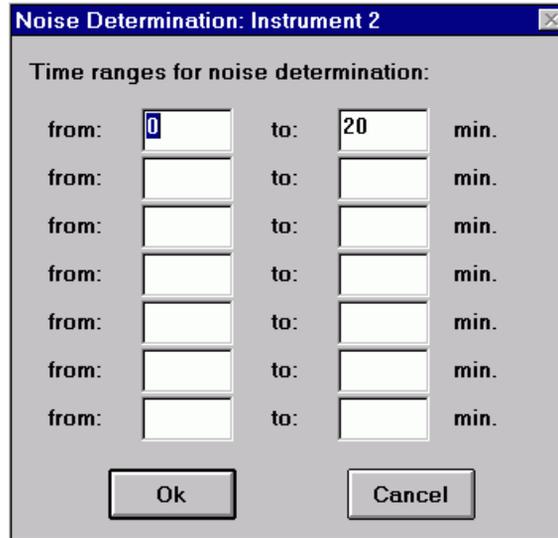


図 30 RID ベースラインチェックアウトのノイズ範囲

- 8 Agilent ChemStation メソッドを保存します。

4 示差屈折率検出器の使用

ベースラインのノイズとドリフトのチェック

- 9 『82 ページ 図 31』 に示すように、ヒーターを [オン] にして検出器のリファレンスセルを 20 分間パージします。

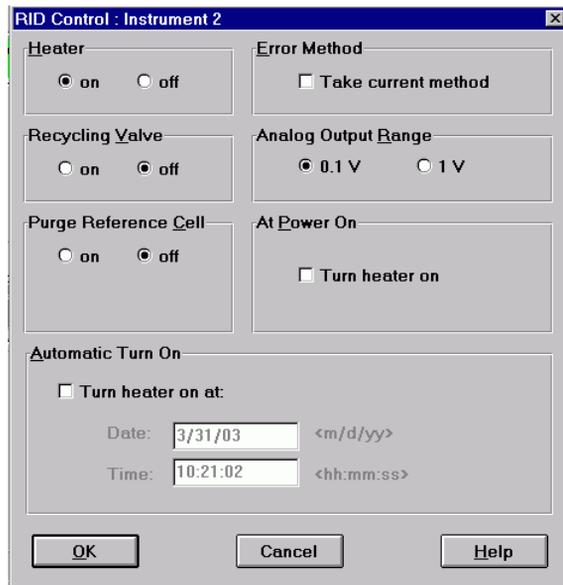


図 31 RID ベースラインチェックのコントロール

- 10 パージが完了したら、ベースラインが安定化してシーケンス（ブランクラン - 注入なし）が開始されます。

11 Agilent ChemStation レポートが、『83 ページ 図 32』のように表示されます。

```

=====
Injection Date   : 3/31/03 2:16:28 PM           Seq. Line :    1
Sample Name     : NOIS/1                       Location  :    -
Acq. Operator   :                               Inj       :    1
Sequence File   : D:\HPCHEM\2\SEQUENCE\OQPU\OQNOIS2.S
Method          : D:\HPCHEM\2\METHODS\OQPU\OQNOIS2.M
Last changed    : 8/21/01 10:36:51 AM
OQ/PU RID Noise, wander, drift and Column Temperature stability

=====
                          Area Percent Report with Performance and Noise
=====

Multiplier      :      1.0000
Dilution        :      1.0000

Signal 1: RID1 A, Refractive Index Signal
Results obtained with enhanced integrator?

Noise determination:

  Time range      Noise      Noise      Noise
  from | to | (6×SD) | (PtoP) | (ASTM) | Wander | Drift
  [min] | [min] | [nRIU] | [nRIU] | [nRIU] | [nRIU] | [nRIU/h]
-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----
  0.000 | 20.000 | 14.5484 | 12.6403 | 3.2124 | 7.8886 | 19.639

=====
                          *** End of Report ***
=====
    
```

図 32 ベースラインチェックアウトの結果

4 示差屈折率検出器の使用

ベースラインのノイズとドリフトのチェック

評価

インスタントパイロットでは、プロットを再スケーリングして、ベースラインのノイズとドリフトを画面上で測定します。プリンタが機器用に設定されている場合は、**m** キーを押して [プロットの実出力] を選択することにより、プロットを出力できます。

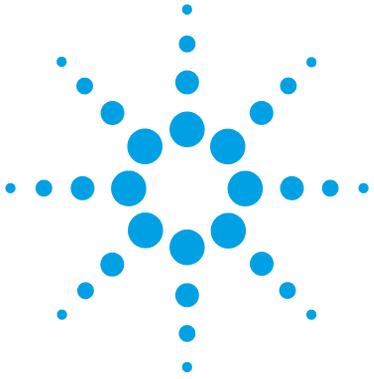
以下の値が、Agilent ChemStation によって自動的に計算されます。

- **ノイズ (ASTM)** : ASTM メソッド E-1303-95 Practice for Refractive Index Detectors used in Liquid Chromatography に基づいた、nRIU 単位の 0.5 分刻みによる短周期ノイズです。
- **うねり** : ASTM メソッド E-1303-95 Practice for Refractive Index Detectors used in Liquid Chromatography に基づいた、nRIU 単位の 0.5 分刻みによる長周期ノイズです。
- **ドリフト** : ASTM メソッド E-1303-95 Practice for Refractive Index Detectors used in Liquid Chromatography に基づいた、20 分間にわたって測定される nRIU/時間の単位のドリフトです。

ベースラインの安定性に影響するファクタを、以下に示します。

- 光学系または溶離液の温度変化
- サンプルセルの圧力変化
- 使用される水の質
- フローセル内の気泡

『「示差屈折率検出器のコントロール」 68 ページ』を参照してください。



5 示差屈折率検出器の最適化

示差屈折率検出器の最適化	86
ベースラインの問題で考えられる原因	88
検出器の平衡化	89

この章では、検出器を最適化する方法について説明します。



示差屈折率検出器の最適化

屈折率検出器の性能を最適化するには、以下の 13 のポイントに従ってください。

1 溶媒と廃液のボトルを正しく配置する

溶媒と廃液のボトルは、示差屈折率検出器と溶媒ポンプの高さよりも上に配置してください。これによって、サンプルセルにわずかな圧力が維持され、検出器の性能が向上します。

2 フローセルを過圧しない

他の検出器やフラクションコレクタなどの追加機器を取り付ける場合は、フローセル以降の機器の圧力降下が 5 bar を超えないように注意してください。追加の検出器を設置する場合には、示差屈折率検出器 G1362A の前の流路の上流側に配置してください。

3 正しい溶媒を使用する

ベースラインのノイズとドリフトを最適化するには、溶媒を LC グレードにして使用前に濾過する必要があります。

4 リークがないかチェックする

示差屈折率検出器が接続される LC 機器内のリークによって、ベースラインの長周期ノイズやドラフトの問題が発生します。機器にリークがないことを確認するには、ポンプとカラムとの間にあるシステムの高圧部分に対し、圧力診断テストを行ってください。オンラインデガッサからポンプまでの接続、および検出器の注入口、廃液、リサイクルの接続が気密であることを確認してください。

5 フリット、フィルタ、フィッティングの質を確認する

部分的に詰まりが生じているフリット、フィルタ、フィッティングは、ベースラインの長周期ノイズを引き起こす可能性があります。これらの部品のすべての圧力降下が、期待されるリミット値に収まっていることを確認してください。

6 光学系温度の制御

検出器の感度を最大限に得るためや、室温ではサンプルセルに沈殿する可能性のあるサンプルの場合は、光学系温度を常に制御して（ヒーター

を [オン] にする)、光学系温度を室温よりも 5 ° C 以上高く設定してください。

7 適切なレスポンスタイムを使用する

ほとんどの用途では、設定値は 4 秒で十分です。高速分析（高流量で短いカラムを使用）の場合のみ、設定値を下げてください。レスポンスタイムの設定が早いとピークがすぐに現れ、若干低く幅が広がったように見えますが、それでもリテンションタイムとピーク面積は正しく、再現性にも問題はありません。

8 移動相のリサイクル

分析が行われていないときは、リサイクルバルブを使用して移動相を自動リサイクルさせてください。それによって、移動相溶媒を廃液せずに、次の分析までポンプのフローを連続させることができます。さらに、示差屈折率検出器が常に安定して、すぐに使用できるようになります。

9 デガッサ使用を検討する

多くの溶媒では、デガッサを使用するとベースラインの安定性が高まります。ただし、一部の溶媒では、デガッサを使用してもベースラインの質が向上しない場合があります。

10 デガッサをフラッシュする

フローが停止して移動相がオンラインデガッサ内に残存している場合には、溶媒の組成が変化します。フローを再開するとき、または新しい移動相を使用するときには、使用する各デガッサチャンネルを、ポンプの最大流量で 10 分間フラッシュ（洗浄）してください。このとき、ポンプのパージバルブを開いた状態にすると、示差屈折率検出器のフローセルに過圧がかかる可能性が避けられます。

11 事前混合した溶液のみを使用する

ポンプを混合溶液で使用しないでください。示差屈折率検出器とクォータナリポンプを一緒に使用する場合には、クォータナリポンプ内で MCGV をバイパスしてください。クォータナリポンプを実質的にアイソクラティックポンプに変換する必要があります。これを行うには、デガッサまたは溶媒ボトルからポンプのアクティブ注入バルブまでを溶媒インレットチューブで直接接続します（検出器のアクセサリキットに付属の アダプタ、AIV/ 溶媒インレットチューブ接続用 (0100-1847) を使用してください）。

12 溶媒の経時的変化を考慮する

5 示差屈折率検出器の最適化

示差屈折率検出器の最適化

ベースラインのドリフトは、特定の溶媒が経時的に変化する傾向によって生じる可能性があります。たとえば、アセトニトリルと水の混合物におけるアセトニトリル量が減少したり、テトラヒドロフランが過酸化物を形成したり、吸湿性の有機溶媒中の水の量が増加したり、リファレンスセルに残っているテトラヒドロフランなどの溶媒が再ガス化を開始したりすることがあります。

13 移動相とカラムの組み合わせの問題を解決する

カラムと移動相の組み合わせによっては、長周期のベースライン ノイズが生成される可能性があります。たとえば、アセトニトリル / 水の移動相と一部のアミノプロピオン結合相カラムとの組み合わせです。長周期ノイズの原因となる移動相とカラムとの組み合わせの問題を解決するには、カラムをリストリクションキャピラリー（リストリクションキャピラリー（G1362-87301））に交換して、検出器の性能を再評価してください。

ベースラインの問題で考えられる原因

ノイズ（短期）

多くの場合、短期ノイズのソースは電気によるものか、または溶媒関連です。前者の場合、ピーク幅の設定を点検したり、電気ノイズの環境的ソースを点検してください。後者の場合、組成とフローによるのもで、これを確認するにはポンプの電源を消し、溶媒の脱気を検討し、事前混合の溶媒のみを使用してください。

うねり（長期ノイズ）

過剰なうねりは、システム全体または環境が不安定であることを示します。システムやラボが温度的に不安定である可能性があり、機器とラボの温度を制御してください。溶媒の特性が時間が経つにつれて一定になることを確認してください（汚染をフラッシュアウトして、安定化されて事前混合された溶媒のみを使用してください）。流路にある部品を洗浄して、システムのフラッシュアウトおよび平衡化を行ってください。

ドリフト

過剰なドリフトは、システム全体または環境が不安定であることを示します。システムやラボが温度的に不安定である可能性があり、機器とラボの温度を制御してください。溶媒の特性が時間が経つにつれて一定になることを確認してください（汚染をフラッシュアウトして、安定化された溶媒のみを使用してください）。流路にある部品を洗浄して、システムのフラッシュアウトおよび平衡化を行ってください。

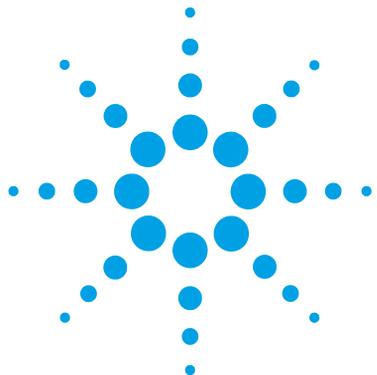
検出器の平衡化

屈折率 (RI) は温度と、圧力と、使用溶媒の特性の関数です（これは、溶媒の組成、脱気レベル、および何らかの微量汚染物質によって変わります）。そのため、屈折率検出器ではシグナルやベースラインが変化したときに、こうしたパラメータのいずれかにおける何らかの変化を検出します。これにより、検出器から、システムや環境の不安定性が判明します。時には、検出器自体が不安定であったり不安定なベースラインを生成しているかのような場合がありますが、実際には、検出器が単に環境や残りのシステムの不安定性を表示しているためです。これにより、検出器はしばしば正当な評価がなされることなく不安定の原因にされますが、検出器は発生をさせているのではなく検出を行っているだけです。この検出器は汎用的な検出器であるという事実により、検出器外から導入された不安定性に対する感受性も有します。

これにより、環境が非常に安定していること、およびは可能な限り最良のベースライン安定性を得るためのシステムがあることは、とても重要です。ベースラインが良好になるほど、システムをより長く同一かつ安定した条件で使用できます。ラボとシステムの温度を一定に保ち、常に制御可能な状態にしてください。RID を伴うシステムは、常に同じ分析タイプを使用することが理想的です。溶媒組成、温度、流量を安定させる、分析後にポンプをオフにせず代わりに溶媒をリサイクルさせるか、少なくとも流量の減少のみを行うことをしてください。バルブの切り替えと設定は、必要な場合のみに行ってください。検出器は、空気のドラフトや振動にさらさないでください。前記のパラメータのいずれかが変化すると、再び平衡化を行うにはかなりの時間が必要になる場合があります。

5 示差屈折率検出器の最適化

示差屈折率検出器の最適化



6 トラブルシューティングおよび診断

モジュールのインジケータとテスト機能の概要	92
ステータスインジケータ	94
電源インジケータ	94
モジュールのステータスインジケータ	95
ユーザーインターフェイス	96
Agilent Lab Advisor ソフトウェア	97

この章では、トラブルシューティングおよび診断機能、そしてさまざまなユーザーインターフェイスについての概要を示します。



モジュールのインジケータとテスト機能の概要

ステータスインジケータ

モジュールには、モジュールの稼働ステータス（プレラン、ラン、エラー状態）を示す 2 つのステータスインジケータが装備されています。ステータスインジケータによって、モジュールの動作状態を一目で確認することができます。

エラーメッセージ

モジュールの電子、機械、または流路系統に障害が発生した場合は、ユーザーインターフェイスにエラーメッセージが表示されます。各メッセージについて、障害の簡単な説明、その原因、および対策を示します（「エラー情報」の章を参照）。

ノットレディメッセージ

特定の状態への到達または特定の状態の完了を待機しているとき、検出器はノットレディ状態メッセージを表示します。各メッセージから簡単な説明が得られます（『「ノットレディメッセージ」119 ページ』を参照）。

屈折率のキャリブレーション

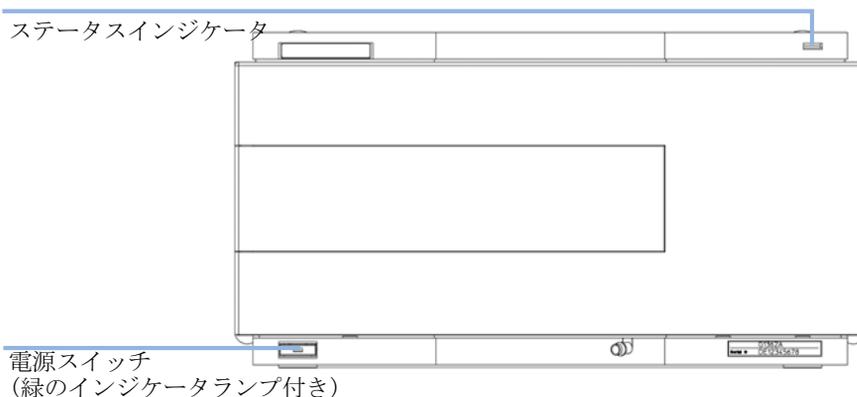
光学系の交換後は、検出器を正しく動作させるために屈折率のキャリブレーションを行うことをお勧めします。この手順では、LC グレードの蒸留水と比較した既知の屈折率の溶液を使用します（『「屈折率のキャリブレーション」124 ページ』を参照）。

光学バランス

光学バランスによって、光を受け取るダイオードに達する光のバランスを復元できます。この手順を行う前に、サンプルセルとリファレンスセルを完全にパージする必要があります（『「光学バランス」 129 ページ』を参照）。

ステータスインジケータ

モジュールの前面には、2 つのステータスインジケータがあります。左下のインジケータはパワーサプライステータスを示し、右上のインジケータはモジュールのステータスを示します。



電源インジケータ

電源インジケータは、主電源スイッチに組み込まれています。このインジケータが点灯（緑）しているときは、電源が**オン**になっています。

モジュールのステータスインジケータ

モジュールのステータスインジケータは、次の 6 つの起こり得るモジュール状態の 1 つを示します。

- ステータスインジケータが**オフ**（電源ランプは点灯）の場合は、モジュールは**プレラン**状態になっており、分析を開始する準備が完了しています。
- **緑色**のステータスインジケータは、モジュールが分析を実行中であることを示します（**ランモード**）。
- **黄色**のインジケータは、**ノットレディ**状態を示します。指定状態への到達または指定状態への完了を待機しているとき（設定値を変更した直後など）、またはセルフテスト手順の実行中は、モジュールは**ノットレディ**状態になります。
- ステータスインジケータが**赤**になっている場合は、**エラー**が発生しています。エラー状態は、モジュールの正常な動作に影響を与える内部の問題（リークや内部部品の故障など）が検出されたことを示します。通常、エラー状態には注意が必要です（リーク、内部コンポーネントの故障など）。エラーが発生すると、分析は中断されます。

解析中にエラーが発生すると、LC システム内に通知されるため、赤色 LED が別のモジュールの問題を示すことがあります。ユーザーインターフェースのステータス表示を使えば、エラーの主要因 / モジュールが分かります。

- **点滅**インジケータは、モジュールがレジデントモード（メインファームウェアの更新中など）であることを示します。
- **高速点滅**インジケータは、モジュールが低レベルのエラーモードであることを示します。このような場合は、モジュールを再起動するか、コールドスタートを行ってみてください（を参照）。その後、ファームウェアの更新を試みます（『[検出器のファームウェアの交換](#) 144 ページ』を参照）。問題が解決しない場合は、メインボードの交換が必要です。

ユーザーインターフェイス

- ユーザーインターフェイスに応じて、使用できるテストと画面 / レポートが変わる可能性があります（「テスト機能とキャリブレーション」の章を参照してください）。
- 最適なツールは Agilent 診断用ソフトウェアです（『「Agilent Lab Advisor ソフトウェア」[97 ページ](#)』を参照）。
- Agilent ChemStation B.04.02 以降には、メンテナンス / テスト機能が含まれない場合があります。
- これらの手順で使用されるスクリーンショットは Agilent Lab Advisor ソフトウェアに基づいています。

Agilent Lab Advisor ソフトウェア

Agilent Lab Advisor ソフトウェアは、データシステムと一緒にでもなしでも使用できるスタンドアロン製品です。Agilent Lab Advisor ソフトウェアをラボの管理に使用すれば、高品質のクロマトグラフィの結果を得ることが可能になり、1 台の Agilent LC、またはラボのイントラネットに設定されたすべての Agilent GC や LC をリアルタイムでモニタリングできます。

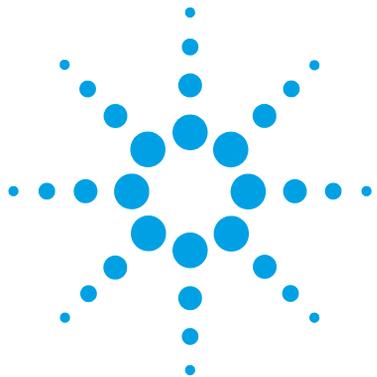
Agilent Lab Advisor ソフトウェアは、すべての Agilent 1200 Infinity シリーズモジュールに診断能力を提供します。これには、すべてのメンテナンスルーチンに対する診断機能、キャリブレーション手順、メンテナンスルーチンが含まれます。

Agilent Lab Advisor ソフトウェアにより、ユーザーは LC 機器のステータスをモニタリングすることもできます。アーリーメンテナンスフィードバック (EMF) 機能は、予防メンテナンスの実施に役立ちます。さらに、ユーザーは各 LC 機器のステータスレポートを作成できます。Agilent Lab Advisor ソフトウェアで提供されるようなテストや診断機能は、このマニュアルの説明と異なる場合があります。詳細は、Agilent Lab Advisor ソフトウェアのヘルプファイルを参照してください。

このマニュアルでは、エラーメッセージ、ノットレディメッセージ、その他の一般的な問題の名前のリストを示します。

6 トラブルシューティングおよび診断

Agilent Lab Advisor ソフトウェア



7 エラー情報

エラーメッセージ内容	101
一般エラーメッセージ	102
Timeout	102
Shut-Down	103
Remote Timeout	104
Synchronization Lost	105
Leak	106
Leak Sensor Open	107
Leak Sensor Short	107
Compensation Sensor Open	108
Compensation Sensor Short	108
Fan Failed	109
Open Cover	110
Cover Violation	111
示差屈折率検出器に固有のエラーメッセージ	112
Thermal Fuse Open	112
Heater Resistance Too High	112
Heater Fuse	113
Wrong Temperature Profile	113
Undecipherable Temperature Signal	114
Maximum Temperature Exceeded	114
Purge Valve Fuse Blown	115
Recycle Valve Fuse Blown	115
Purge Valve Not Connected	116
Recycle Valve Missing	116
Lamp Voltage too Low	117
Lamp Voltage too High	117
Lamp Current too High	117



7 エラー情報

Agilent Lab Advisor ソフトウェア

Lamp Current too Low	118
Wait Function Timed Out	118
ノットレディメッセージ	119
Purge Time Running	119
Wait for Purge	119
Unbalanced Diodes	120
Not Enough Light	120
Too Much Light	121

この章では、エラーメッセージの意味を解説し、考えられる原因に関する情報と、エラー状態から回復するために推奨される方法について説明します。

エラーメッセージ内容

分析を続けるために何らかの処置（修理、消耗品の交換など）を必要とする障害が、電子部品、機械部品、および流路に発生した場合、ユーザーインターフェイスにエラーメッセージが表示されます。このような障害が発生した場合、モジュール前面の赤色ステータスインジケーターが点灯し、モジュールログブックにエントリが書き込まれます。

一般エラーメッセージ

一般エラーメッセージは、すべての Agilent シリーズ HPLC モジュールで汎用的に使用されます。その他のモジュールでも同様に表示されることがあります。

Timeout

タイムアウト

タイムアウト値を超えました。

考えられる原因

- 1 分析が正常終了した後、要求通りにタイムアウト機能によってモジュールをオフにしました。
- 2 シーケンスまたはマルチ注入測定中に、タイムアウト値より長い時間、ノットレディ状態が続いた。

対策

ログブックを確認して、ノットレディ状態が発生していないか、その原因は何かを調べます。必要に応じて、分析を再開してください。

ログブックを確認して、ノットレディ状態が発生していないか、その原因は何かを調べます。必要に応じて、分析を再開してください。

Shut-Down

シャットダウン

外部機器がリモートライン上にシャットダウンシグナルを生成しました。モジュールは、リモート入力コネクタ上でステータスシグナルを常にモニタしています。リモートコネクタのピン 4 に LOW シグナル入力があると、このエラーメッセージが生成されます。

考えられる原因

- 1 システムへのリモート接続により、外部機器内でリークが検出された。
- 2 システムへのリモート接続により、外部機器でシャットダウンが発生した。
- 3 デガッサが、溶媒の脱気に必要な真空度を生成できなかった。

対策

外部機器内のリークを処理してから、モジュールを再起動します。

外部機器がシャットダウン状態になっていないか確認します。

真空デガッサがエラー状態ではないか確認します。デガッサに関しては、**サービスマニュアル**を参照してください。

Remote Timeout

Error ID: 0070

リモートタイムアウト

リモート入力上にノットレディ状態が残っています。分析を開始すると、通常は分析の開始から 1 分以内にすべてのノットレディ状態（検出器バランス時など）がラン状態に切り換わります。1 分たってもリモートライン上にノットレディ状態が残っている場合は、このエラーメッセージが生成されます。

考えられる原因

- 1 リモートラインに接続されたいずれかの機器がノットレディ状態になっている。
- 2 リモートケーブルの故障。
- 3 ノットレディ状態になっている機器の部品の故障。

対策

- ノットレディ状態になっている機器が正しく設置され、分析に合わせて正しく設定されていることを確認します。
- リモートケーブルを交換します。
- その機器が故障していないか確認します（機器の付属書類を参照してください）。

Synchronization Lost

同期が失われました

分析中に、システム内の 1 台以上のモジュールの間で内部同期または通信に失敗しました。

システムプロセッサは、システムコンフィグレーションを常にモニタリングしています。1 台以上のモジュールとシステムの接続が認識されなくなると、このエラーメッセージが生成されます。

考えられる原因

- 1 CAN ケーブルの断線。
- 2 CAN ケーブルの不具合。
- 3 他のモジュールのメインボードの故障。

対策

- すべての CAN ケーブルが正しく接続されていることを確認します。
 - すべての CAN ケーブルが正しく設置されていることを確認します。
- CAN ケーブルを交換します。
- システムを OFF にします。システムを再起動して、システムが認識しないモジュールを確認します。

Leak

リーク

モジュールでリークが検出されました。

リークアルゴリズムが、2 つの温度センサー（リークセンサーとボード搭載の温度補正センサ）からのシグナルを使用して、リークが発生しているかどうか判断します。リークが発生すると、リークセンサーが溶媒によって冷却されます。これによるリークセンサの抵抗の変化が、メインボード上のリークセンサ回路によって検知されます。

考えられる原因

- 1 フィッティングの緩み。
- 2 キャピラリの破損。
- 3 バルブの液漏れ。
- 4 フローセルの液漏れ。

対策

- すべてのフィッティングがしっかりと締まっていることを確認します。
- 破損したキャピラリを交換します。
- バルブを交換します。
- 光学系を交換します。

Leak Sensor Open

リークセンサーオープン

モジュール内のリークセンサが故障しました（オープン：開回路）。

リークセンサーを流れる電流は、温度によって変化します。リークセンサーが溶媒によって冷却され、リークセンサー電流が規定の制限範囲内で変化したとき、液漏れが検出されます。リークセンサー電流が下限値より下がった場合は、このエラーメッセージが生成されます。

考えられる原因

- 1 リークセンサーがメインボードに接続されていない。
- 2 リークセンサーの故障。
- 3 リークセンサーが正しく配線されず、金属部品にはさまれている。

対策

- Agilent Technologies に連絡してください。
- Agilent Technologies に連絡してください。
- Agilent Technologies に連絡してください。

Leak Sensor Short

リークセンサーショート

モジュールのリークセンサが故障しました（短絡）。

リークセンサーを流れる電流は、温度によって変化します。リークセンサーが溶媒によって冷却され、リークセンサー電流が規定の制限範囲内で変化したとき、液漏れが検出されます。リークセンサー電流が上限値を超えた場合は、このエラーメッセージが生成されます。

考えられる原因

- 1 フローセンサーの故障。

対策

- Agilent Technologies に連絡してください。

Compensation Sensor Open

補正センサー オープン

モジュールのメインボード上の周囲温度補正センサ (NTC) が故障しました (断線)。

メインボード上の温度補正センサ (NTC) の抵抗は、周囲温度によって変化します。リーク回路は、この抵抗の変化を使用して、周囲温度の変化を補正します。補正センサの抵抗が上限値を超えた場合は、このエラーメッセージが生成されます。

考えられる原因

- 1 メインボードの故障。

対策

Agilent Technologies に連絡してください。

Compensation Sensor Short

補正センサー ショート

モジュールのメインボード上の周囲温度補正センサ (NTC) が故障しました (短絡)。

メインボード上の温度補正センサ (NTC) の抵抗は、周囲温度によって変化します。リーク回路は、この抵抗の変化を使用して、周囲温度の変化を補正します。センサの抵抗が下限値を下回ると、このエラーメッセージが生成されます。

考えられる原因

- 1 メインボードの故障。

対策

Agilent Technologies に連絡してください。

Fan Failed

ファンの動作不良

モジュールの冷却ファンが故障しました。

メインボードは、ファンシャフト上のホールセンサを使用して、ファンの回転速度をモニタリングします。ファンの回転速度が一定期間、特定のリミット値以下に低下すると、エラーメッセージが生成されます。

このリミットは、2 回転 / 秒 (5 秒超) です。

考えられる原因

- 1 ファンケーブルの断線。
- 2 ファンの故障。
- 3 メインボードの故障。

対策

- Agilent Technologies に連絡してください。
- Agilent Technologies に連絡してください。
- Agilent Technologies に連絡してください。

Open Cover

カバーが開いています

上部発泡材が取り外されました。

上部発泡材が定位置にくると、メインボード上のセンサーによって検出されます。発泡材が取り外されると、ファンのスイッチはオフになり、エラーメッセージが生成されます。

考えられる原因

- 1 操作中に上部発泡材が取り外されました。
- 2 発泡材によってセンサーが有効になっていません。
- 3 センサーが汚れているか、故障している。

対策

- 上部発泡材を元どおりに取り付けます。
- Agilent Technologies に連絡してください。
- Agilent Technologies に連絡してください。

Cover Violation

カバー違反

上部発泡材が取り外されました。

上部発泡材が定位置にくると、メインボード上のセンサーによって検出されます。ランプ点灯中に緩衝材が取り外されると（または、たとえば緩衝材が取り外された状態でランプの点灯を試みると）、ランプは消灯し、エラーメッセージが表示されます。

考えられる原因

- 1 操作中に上部発泡材が取り外されました。
- 2 発泡材によってセンサーが有効になっていません。

対策

- アジレントのサービス担当者にご連絡ください。
- アジレントのサービス担当者にご連絡ください。

示差屈折率検出器に固有のエラーメッセージ

Thermal Fuse Open

サーマルヒューズオープン

光学系ヒーターのサーマルヒューズが故障しました。

考えられる原因

- 1 ヒータケーブルが取り外されている。
- 2 メインボードの故障。
- 3 サーマルヒューズの故障。

対策

- ヒータケーブルが正しく接続されているか確認します。
- メインボードを交換します。
- 光学系を交換します。

Heater Resistance Too High

ヒーター抵抗が高すぎる

ヒーターホイルの抵抗が、設定した限界値を超えています。

考えられる原因

- 1 ヒータケーブルが取り外されている。
- 2 メインボードの故障。
- 3 ヒーターの故障。

対策

- ヒータケーブルが正しく接続されているか確認します。
- メインボードを交換します。
- 光学系を交換します。

Heater Fuse

ヒーターヒューズ

ヒーターの電子ヒューズが作動しました。

考えられる原因

- 1 ヒーター回路のショート。
- 2 メインボードの故障。
- 3 ヒーターの故障。

対策

- 検出器の電源を一旦切り、入れ直します。
- メインボードを交換します。
- 光学系を交換します。

Wrong Temperature Profile

誤った温度プロファイル

光学系の熱コントロールを [オン] にした後で、温度が設定値に達する上昇速度が不十分です。

考えられる原因

- 1 メインボードの故障。
- 2 ヒーターの故障。

対策

- メインボードを交換します。
- 光学系を交換します。

7 エラー情報

示差屈折率検出器に固有のエラーメッセージ

Undecipherable Temperature Signal

判読できない温度シグナル

考えられる原因

- 1 ヒーターケーブルが取り外されている。
- 2 メインボードの故障。
- 3 ヒーターの故障。

対策

- ヒーターケーブルが正しく接続されているか確認します。
- メインボードを交換します。
- 光学系を交換します。

Maximum Temperature Exceeded

最高温度を超過

ヒーターの最高温度を超えました。

考えられる原因

- 1 メインボードの故障。
- 2 ヒーターの故障。

対策

- メインボードを交換します。
- 光学系を交換します。

Purge Valve Fuse Blown

パージバルブのヒューズ切れ

パージバルブの電子ヒューズが作動しました。

考えられる原因

- 1 パージバルブ回路のショート。
- 2 パージバルブの故障。
- 3 メインボードの故障。

対策

- モジュールの電源を一旦切り、入れ直します。
- パージバルブを交換します。
- メインボードを交換します。

Recycle Valve Fuse Blown

リサイクルバルブのヒューズ切れ

リサイクルバルブの電子ヒューズが作動しました。

考えられる原因

- 1 リサイクルバルブの回路がショートした。
- 2 リサイクルバルブの不良。
- 3 メインボードの故障。

対策

- モジュールの電源を一旦切り、入れ直します。
- リサイクルバルブを交換します。
- メインボードを交換します。

7 エラー情報

示差屈折率検出器に固有のエラーメッセージ

Purge Valve Not Connected

パージバルブ未接続

作動したときに、パージバルブからのレスポンスを受けませんでした。

考えられる原因

- 1 パージバルブが接続されていない。
- 2 パージバルブの故障。
- 3 メインボードの故障。

対策

- 1 パージバルブを接続します。
- 2 パージバルブを交換します。
- 3 メインボードを交換します。

Recycle Valve Missing

リサイクルバルブ不良

作動したときに、リサイクルバルブからのレスポンスを受けませんでした。

考えられる原因

- 1 リサイクルバルブが接続されていない。
- 2 リサイクルバルブの不良。
- 3 メインボードの故障。

対策

- 1 リサイクルバルブを接続します。
- 2 リサイクルバルブを交換します。
- 3 メインボードを交換します。

Lamp Voltage too Low

ランプ電圧が低すぎる

考えられる原因

- 1 メインボードの故障。
- 2 ランプまたは光学系の故障。

対策

- メインボードを交換します。
光学系を交換します。

Lamp Voltage too High

ランプ電圧が高すぎる

考えられる原因

- 1 フローセルの汚染。
- 2 メインボードの故障。
- 3 ランプまたは光学系の故障。

対策

- フローセルをフラッシュします。
メインボードを交換します。
光学系を交換します。

Lamp Current too High

ランプ電流が高すぎる

考えられる原因

- 1 メインボードの故障。
- 2 ランプまたは光学系の故障。

対策

- メインボードを交換します。
光学系を交換します。

7 エラー情報

示差屈折率検出器に固有のエラーメッセージ

Lamp Current too Low

ランプ電流が低すぎる

考えられる原因

- 1 光学系ケーブルが接続されていない。
- 2 メインボードの故障。
- 3 ランプまたは光学系の故障。

対策

- 光学系ケーブルを接続します。
- メインボードを交換します。
- 光学系を交換します。

Wait Function Timed Out

待機機能タイムアウト

指定した時間内に、温度待機または定義されているシグナルの待機が終了しませんでした。

考えられる原因

- 1 時間が短すぎる。

対策

- 時間を増やします。

ノットレディメッセージ

ノットレディメッセージは、特定の状態への到達または特定の状態の完了を待機しているとき、または自己診断手順の実行中に表示されます。このような問題が発生した場合、検出器前面の黄色のステータスインジケータが点灯します。

このセクションでは、検出器のノットレディメッセージの意味について説明します。

Purge Time Running

パージ時間実行中

考えられる原因

- 1 パージバルブが開いています。液体はサンプルセルとリファレンスセルの両方を流れています。

対策

リファレンスのパージ時間が経過するまで待ちます。

Wait for Purge

パージ待機中

考えられる原因

- 1 検出器は、リファレンスセルの自動パージ後の待機状態にあります。

対策

待ち時間が経過するまで待ちます。

Unbalanced Diodes

ダイオードがアンバランス

考えられる原因

- 1 ダイオードバランスの値が事前に設定された $-0.5 \sim +0.5$ の範囲外にあり、光を受け取る 2 つのダイオードに達する光量が等しくありません。

対策

- 使用する移動相でリファレンスセルをフラッシュします。
- RID オプティカル バランスの手順を実行します (『「光学バランス手順」130 ページ』を参照)。

Not Enough Light

光が不十分

考えられる原因

- 1 光を受け取るダイオードに十分な光が到達していないため、屈折率シグナルを生成できません。

対策

使用する移動相でフローセルをフラッシュし、気泡やその他の汚れのない状態にします。

Too Much Light

光が多すぎる

光を受け取るダイオードに達する光量が多すぎるため、屈折率シグナルを生成できません。

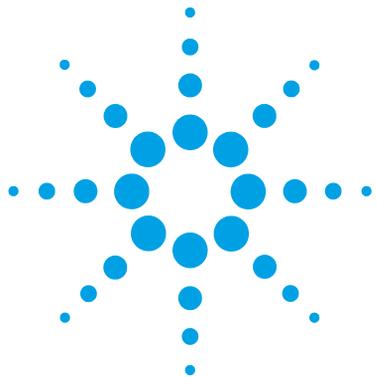
考えられる原因

対策

- 1 リファレンスセルからのサンプルセルコンテンツの変化が大きすぎます。
- リファレンスセルとサンプルセルをパージします。

7 エラー情報

ノットレディメッセージ



8 テスト機能

屈折率のキャリブレーション	124
光学バランス	129
内蔵テストクロマトグラムの使用	132
Agilent Lab Advisor を使用した手順	132

この章では、検出器の内蔵テスト機能について説明します。



屈折率のキャリブレーション

屈折率のキャリブレーション

屈折率のキャリブレーションは、HPLC グレードの水に対して既知の屈折率を持つスクロースキャリブレーション溶液を用いて行います。サンプルセルとリファレンスセルの両方を HPLC グレードの水でパージした後、スクロース溶液をフローセル内に導入し、内蔵されている屈折率キャリブレーション機能を実行します。

サンプルセルをスクロースキャリブレーション溶液で満たすと、溶液の理論上の検出器レスポンス、512,000 nRIU +/- 5,000 nRIU が得られます。キャリブレーションアルゴリズムは実際の検出器レスポンスがこの範囲内にある場合は実測値を受け入れ、範囲外の場合はキャリブレーション設定を理論値に変更します。

注記

屈折率キャリブレーションは、光学ユニットまたはメインボード (RIM) の交換後のみ実行してください。

屈折率のキャリブレーション手順

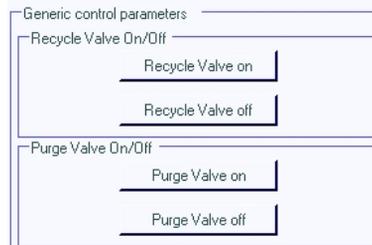
日時： 光学ユニットまたは RIM ボードの交換後に実行することを推奨します。

必要なツール： 化学天秤

必要な部品：	番号	部品番号	説明
	1		DAB/Ph Eur/BP/JP/NF/USP グレードのスクロース
	1	9301-1446	シリンジ
	1	9301-0407	ニードル
	1	5061-3367	サンプルフィルタ
	1	0100-1516	継ぎ手 (オス PEEK、2/pk)

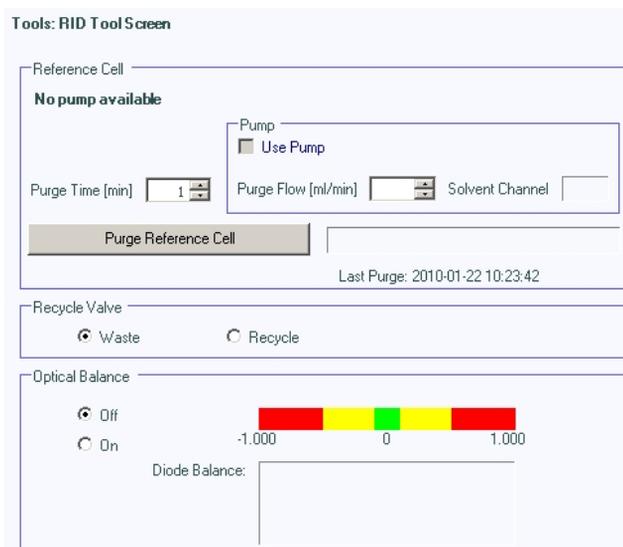
1 スクロースキャリブレーション溶液を準備します。

- a 25 mL のキャリブレーション溶液を作成する場合、87.5 mg のスクロースサンプルが必要です。
 - b 計量したサンプルを適切なメスフラスコに入れます。
 - c HPLC グレードの水 10 mL をフラスコに入れて、溶解するまで振ります。
 - d 指定容量まで HPLC グレードの水を加えて溶液を希釈します。5 分待ち、もう一度振ります。これで溶液の準備が整いました。
- 2 ポンプを準備します。
- a 適切な溶媒ボトルに HPLC グレードの水を準備します。
 - b このボトルをポンプのチャンネル A、バイナリポンプの場合は A1 に接続します。
- 3 Agilent Lab Advisor ソフトウェア (B.01.03 SP4 以降) の場合、キャリブレーションプロセスには 3 つの画面を使用します。
- a RID モジュールサービスセンター ([ツール] より)



- b RID ツール画面 ([ツール] より) (Agilent ポンプがシステムに含まれる場合、ポンプセクションがアクティブになります)

8 テスト機能 屈折率のキャリブレーション



c RID キャリブレーション画面 ([キャリブレーション] より)

Test Name	Refractive Index Calibration	Description	This procedure performs a refractive index calibration.
Module	G1362A:DE91600336		
Approx. Time	1 min		
Status	Running		

Test Procedure

1. Check pre-condition (Purge of reference cell).
2. Switch recycle valve to 'Waste'
3. Fill cell with standard.
4. Verify calibration data.
5. Calibrate refractive index.

Refractive Index Calibration

Pre-condition is to have the sample and reference cell purged with HPLC grade water. Are the cells already purged with water? If not, the 'RID Tools' screen offers the 'Purge Reference Cell' tool to fulfill this task.

Press 'OK' if pre-condition is fulfilled, 'Cancel' otherwise.

以下の手順で機能を使用します。

- 4 デガッサとポンプをフラッシュします。
- 5 サンプルセルとリファレンスセルをパージします。

- a パージバルブが自動的にオンに切り替わります。
 - b シリンジまたは LC のポンプを使用して、サンプルセルとリファレンスセルを約 20 mL の HPLC グレードの水でフラッシュします。
(Agilent ポンプがシステムに含まれる場合、ポンプセクションがアクティブになります)
 - c [続行] をクリックすると、パージバルブは自動的にオフに切り替わります。
- 6 サンプルセルにキャリブレーション溶液を満たします。
- a インレットキャピラリーまたはフラッシュ用シリンジをポートから取り外します。
 - b シリンジアダプタをニードルを取り付けます。
 - c 約 1.5 mL のキャリブレーションサンプルをシリンジに吸引します。
 - d シリンジを水平に保ちます。
 - e ニードルを取り外します。
 - f シリンジにフィルタを付けて、フィルタにニードルを固定します。

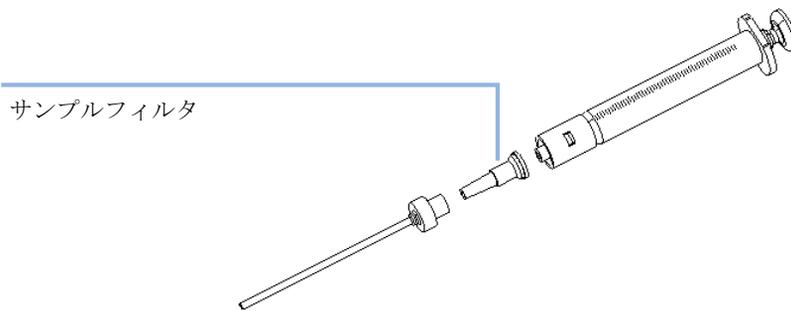


図 33 サンプルフィルタとシリンジ

- g ニードルの先端を上に向けて、注意しながらサンプルを約 0.5 mL 排出し、シリンジ内の空気を取り除きニードルをフラッシュします。
- h PEEK フィッティングをニードルの先端に付け、フローセルのインレットに取り付けて固定します。

注記

サンプルフィルタを付けずにキャリブレーション溶液を注入しないでください。

光学バランス

光学バランス

サンプルセルとリファレンスセルに同じ液体がある場合、光を受け取る各ダイオードに達する光量が等しくなり、ダイオードバランスは 0 に等しくなります。この光のバランスを修正する必要がある場合に、光学バランス手順を使用することができます。

ダイオードバランスは次のように計算できます。

$$\text{diode balance} = \frac{(\text{diode}_1 - \text{diode}_2)}{(\text{diode}_1 + \text{diode}_2)}$$

変数の意味は次のとおりです。

- diode₁ = ダイオード₁ に達する光量に比例したシグナル
- diode₂ = ダイオード₂ に達する光量に比例したシグナル

光学バランスの調整手順は手動で行ないます。この手順では、光を受け取るダイオードに達する光ビームの位置が、ゼロガラス調整スクリューを使用して調整されます。

注記

ダイオードバランスの値が - 0.5 ~ + 0.5 の範囲から外れると、検出器はノットレディになります。

注記

光学バランスを実行する前に、サンプルセルとリファレンスセルの両方を同じ溶媒でパージする必要があります。この手順は、システムを十分に平衡化してから実施してください。

光学バランス手順

日時： 光を受け取るダイオードに達する光のバランスがとれていない場合。

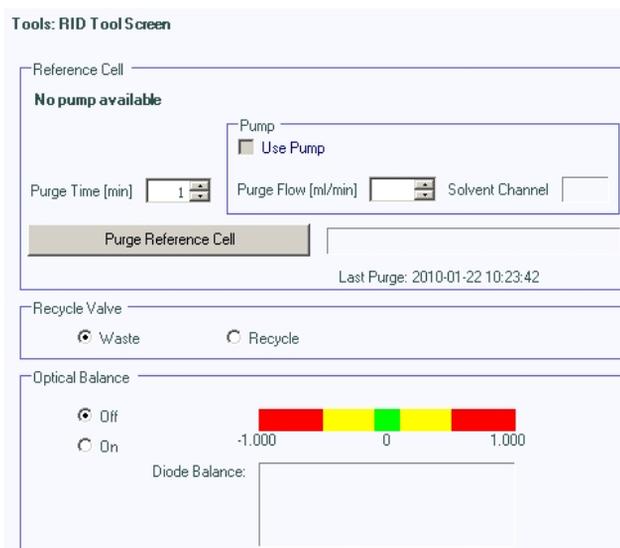
必要なツール：

- ・ マイナスドライバ

注記

この手順は、サンプルセルとリファレンスセルを同じ溶媒でフラッシュすること、あるいはシステムを平衡化することによっても解消できない、光ビームの永久的な位置ずれを修正するためにのみ実施する必要があります。

- 1 サンプルセルとリファレンスセルをパージします。
 - a パージバルブを [オン] ポジションに切り替えます。
 - b サンプルセルとリファレンスセルを、使用する溶媒で約 10 min パージします。
 - c パージバルブを [オフ] ポジションに切り替えます。
- 2 光学バランス調整を開始します。
 - a Agilent Lab Advisor ソフトウェア (B. 01. 03 SP3 以降) を使用して、[RID ツール] 画面を開きます。



- 3 光学バランスを調整します。
 - a 光学バランスをモニタリングしながら、さらネジ用ドライバを使用してゼロガラス調整スクリューをゆっくり回します（『131 ページ 図 34』を参照）。
 - b ダイオードバランスの値が 0.00 になった時点で、光学バランスが復元されます。

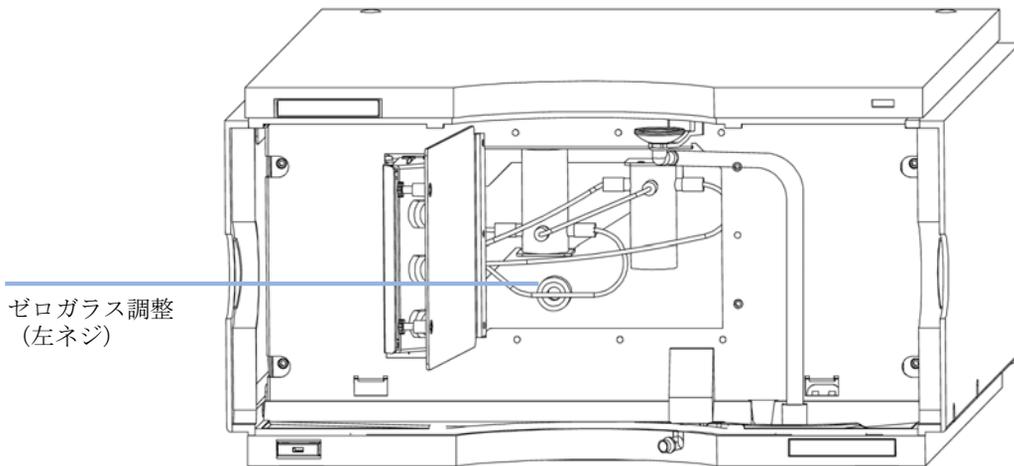


図 34 ゼロガラス調整ねじを回して調整

内蔵テストクロマトグラムの使用

この機能は、Agilent ChemStation、Lab Advisor、インスタントパイロットから使用できます。

内蔵テストクロマトグラムを使用して、検出器からデータシステムやデータ解析、またはアナログ出力を介したインテグレータやデータシステムへのシグナルパスをチェックできます。クロマトグラムは、終了時間またはマニュアル操作のいずれかにより終了を実行するまで連続的に繰り返します。

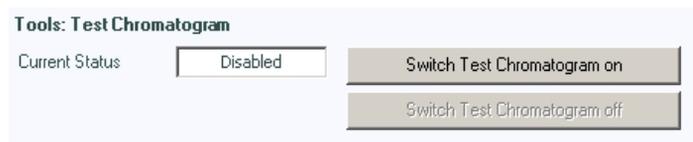
注記

ピーク高さは常に同じですが、面積とリテンションタイムは設定のピーク幅により異なります。下の例を参照してください。

Agilent Lab Advisor を使用した手順

この手順は、すべての Agilent 1200 Infinity 検出器（DAD、MWD、VWD、FLD、RID）で行えます。例の図は、RID 検出器からのものです。

- 1 Assure デフォルト LC メソッドが、コントロール ソフトウェアにロードされていることを確認します。
- 2 Agilent Lab Advisor ソフトウェア（B. 01. 03 SP4 以降）を起動し、検出器の [ツール] 選択を開きます。
- 3 テストクロマトグラムの画面を開きます。



- 4 テストクロマトグラムをオンにします。
- 5 検出器のモジュール サービスセンター に変更し、検出器のシグナルをシグナル プロットウィンドウに追加します。

- 6 テストクロマトグラムを開始するために、コマンドラインに次を入力します：STRT

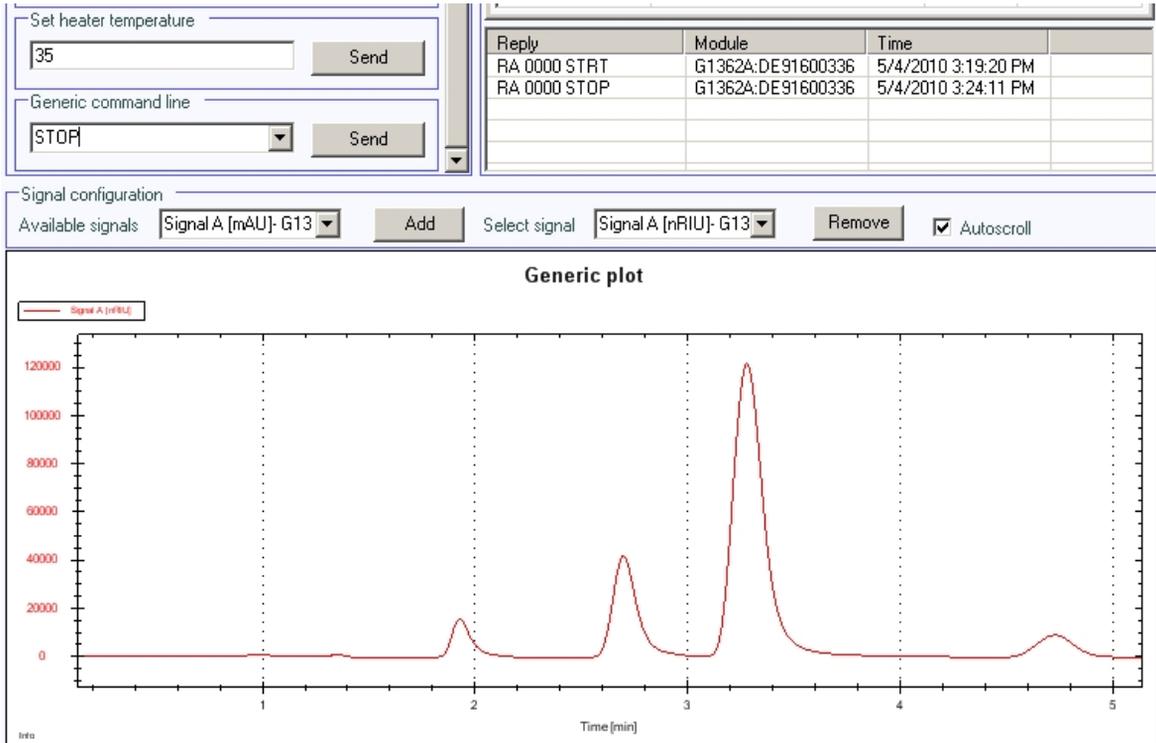


図 35 Agilent Lab Advisor によるテストクロマトグラム

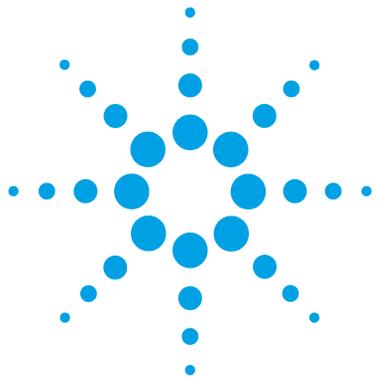
- 7 テストクロマトグラムを終了するために、コマンドラインに次を入力します：STOP

注記

テストクロマトグラムの電源は、分析終了時に自動的に切れます。

8 テスト機能

内蔵テストクロマトグラムの使用



9 メンテナンス

メンテナンス概要	136
警告と注意	137
検出器のメンテナンス作業	139
モジュールのクリーニング	140
フローセルのフラッシュ	141
リークの補正	142
リーク処理システム部品の交換	143
検出器のファームウェアの交換	144
インターフェイスボードの交換	145

この章では、検出器のメンテナンスに関する一般情報を説明します。



メンテナンス概要

モジュールは、簡単にメンテナンスできるように設計されています。メンテナンスは、システムスタックを維持したままモジュールの正面から行うことができます。

注記

修理可能な部品は内部にありません。
モジュールを開けないでください。

警告と注意

警告

有毒で有害な溶媒

溶媒と試薬の取り扱いには健康上のリスクを伴うことがあります。

- 溶媒を取り扱う場合（特に有毒または危険な溶媒を使用する場合は、試薬メーカーが提供している『材料取り扱いおよび安全データシート』に説明されている適切な安全手順に従ってください（ゴーグル、安全手袋、保護衣服の着用など）。

警告

感電

モジュールの修理作業により、カバーが開いている場合の感電など、人身障害に至る恐れがあります。

- モジュールの金属製の上部カバーを取り外さないでください。修理可能な部品は内部にありません。
- 認定を受けた担当者だけがモジュール内部の修理を実施できます。

警告

人身障害と製品の損害

アジレントは、全部または一部において、製品を不正に利用したり、製品を許可なく改変、調整、修正した場合、アジレント製品ユーザーガイドに従わなかった場合、または適用される法律、法令に違反して製品を使用した場合に生じるいかなる損害にも責任を負いません。

- アジレント製品は、アジレント製品ユーザーガイドに記載された方法で使用してください。

9 メンテナンス

警告と注意

注意

外部装置の安全規格

- 機器に外部装置を接続する場合は、外部装置のタイプに適した安全規格に従ってテスト、承認されたアクセサリユニットのみを使用してください。
-

検出器のメンテナンス作業

以下のページでは、メインカバーを開けずに行えるメンテナンス作業について説明します。

表 18 メンテナンス作業

手順	通常の実行時期	注記
フローセルのフラッシュ	フローセルが汚れている場合	
リークセンサの乾燥	リークが発生した場合	リークをチェックしてください。
リーク処理システムの交換	破損または腐蝕した場合	リークをチェックしてください。
検出器のファームウェアの交換	最新になっていないか、壊れている場合	

モジュールのクリーニング

モジュールのケースは、清潔に保つ必要があります。クリーニングする際は、少量の水または弱い洗剤を水で薄めた溶液に浸した柔らかい布を使用してください。モジュールに水滴が落ちるほど過度に湿らせた布を使用しないでください。

警告

モジュールの電子コンパートメント内に液体が入っています。

モジュールの電子部品に液体が入ると、感電やモジュールの損傷を引き起こす恐れがあります。

- クリーニング中は多量の水分を含んだ布を使用しないでください。
 - フィッティングを外す前には必ず、すべての溶媒ラインを排水してください。
-

フローセルのフラッシュ

日時：	フローセルが汚れた場合
必要なツール：	ガラスシリンジ、アダプタ
必要な部品：	番号 説明
	1 強力な溶媒、廃液チューブ

警告

危険な溶媒

この手順で使用する強力な溶媒は毒性と可燃性があり、適切な注意事項が必要です。

- 保護手袋とゴーグルを着用してください。
- 蒸気に接触しないようにしてください。

注記

フローセル内の水性溶媒は、藻を増やす可能性があります。そのため、フローセル内に水性溶媒を長期間残さないでください。数パーセントの有機溶媒（約5%のアセトニトリルまたはメタノール）を添加してください。

注記

強力な溶媒を使用すると、フローセル内の汚染物質と考えられる物質が分解されます。たとえば、水性移動相バッファに対しては水を、水溶性でない汚染物質に対してはクロロホルムまたはテトラヒドロフランを用います。

セルが汚れている場合には、以下の手順に従います。

- 1 強力な溶媒で（洗浄）します。
- 2 この溶媒をセル内に入れたまま、1 時間ほど放置します。
- 3 移動相のフラッシュ

注記

5 bar (0.5 MPa) のフローセル圧カリミット値を超えないようにしてください。

リークの補正

日時： バルブ領域またはキャピラリの接続部にリークが発生した場合

必要なツール： ティッシュペーパー
キャピラリ接続用の 1/4 インチスパナ 2 本

- 1 前面カバーを取り外します。
- 2 サービスドアを開けます。
- 3 ティッシュペーパーを使用して、リークセンサ領域とリーク受けを乾かします。
- 4 インタフェースポートとバルブ領域にリークがないか確認し、必要な場合は処置を施します。
- 5 サービスドアを閉じます。
- 6 前面カバーを取り付けます。

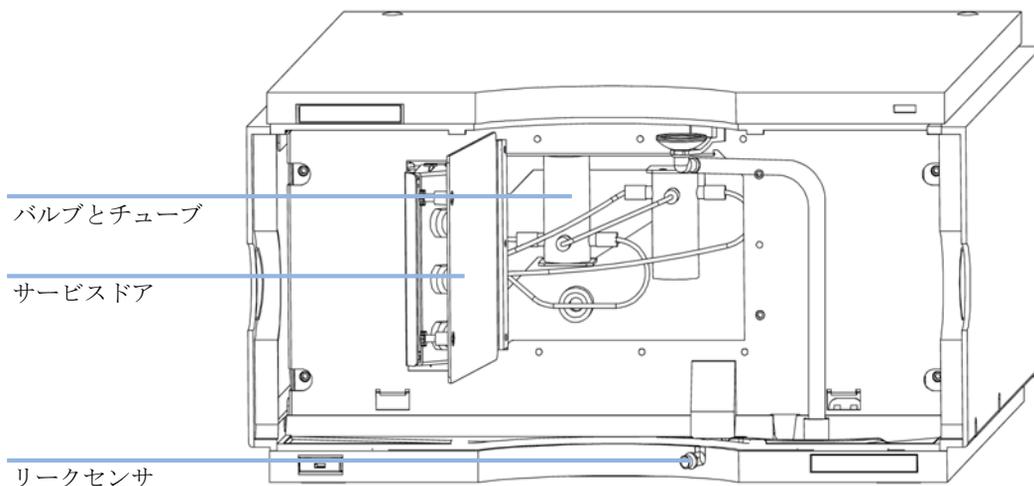


図 36 リークの確認

リーク処理システム部品の交換

日時： 部品が腐食したか破損した場合

必要な部品：	番号	部品番号	説明
	1	5061-8388	漏斗
	1	5041-8389	漏斗ホルダ
	1	5042-9974	チューブフレックス (1.5 m)

リークチューブ 120 mm が必要です。

- 1 前面カバーを取り外します。
- 2 漏斗を漏斗ホルダから外します。
- 3 漏斗をチューブとともに外します。
- 4 漏斗をチューブとともに正しい位置に挿入します。
- 5 漏斗を漏斗ホルダに挿入します。
- 6 前面カバーを取り付けます。

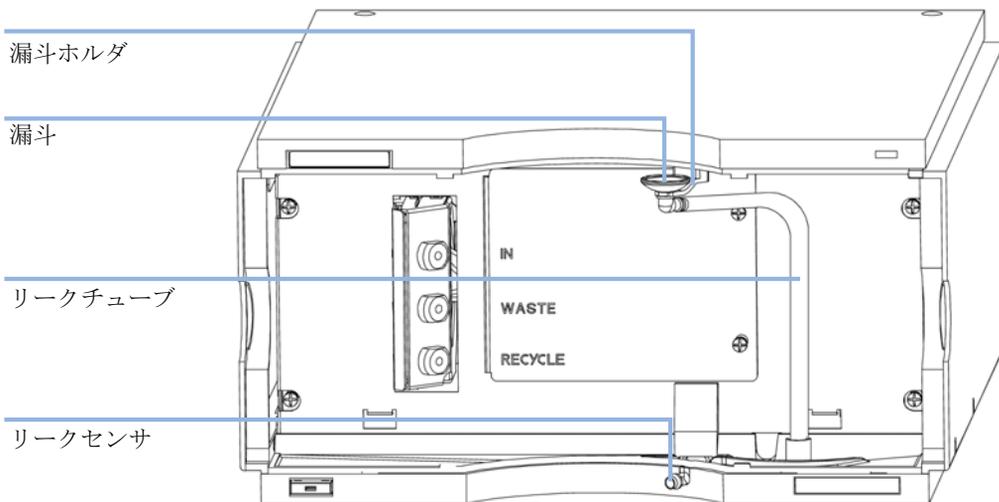


図 37 リーク処理システム部品の交換

検出器のファームウェアの交換

- 日時：**
- 新しいファームウェアをインストールする必要がある場合
 - 新しいバージョンにより、古いバージョンの問題を解決する場合
 - すべてのシステムを同じ（バリデーション済み）リビジョンに保つ場合
 - 古いファームウェアをインストールする必要がある場合
 - すべてのシステムを同じ（バリデーション済み）リビジョンに保つ場合
 - 新しいファームウェアの新しいモジュールをシステムに追加する場合
 - サードパーティ製ソフトウェア用に特別なバージョンが必要な場合

- 必要なツール：**
- LAN/RS-232 ファームウェア更新ツール
 - Agilent 診断用ソフトウェア
 - インスタントパイロット G4208A（モジュールがサポートしている場合のみ）

- 必要な部品：**
- | 番号 | 説明 |
|----|--|
| 1 | Agilent ホームページからのファームウェア、ツール、およびドキュメント |

- 必要な準備：** ファームウェア更新ツールに付属するドキュメントをお読みください。

モジュールのファームウェアをアップグレード / ダウングレードするには、以下の操作を行います。

- 必要なモジュールファームウェア、最新の LAN/RS-232 ファームウェア更新ツール、アジレントウェブサイトにある付属文書をダウンロードします。
 - http://www.chem.agilent.com/scripts/cag_firmware.asp.
- モジュールにファームウェアを読み込むには、付属のドキュメントの手順に従います。

モジュール特定情報

このモジュールの特定情報はありません。

インターフェイスボードの交換

日時： 検出器内部のあらゆる修理を行なう場合、またはボードを取り付ける場合

必要な部品：	番号	部品番号	説明
	1	G1351-68701	外部接点および BCD 出力のあるインタフェースボード (BCD)
	1	G1369B または G1369-60002	インタフェースボード (LAN)

『?8 ビットコンフィグレーションスイッチの設定（オンボード LAN なし）?34??』

- 1 インターフェイスボードを交換するには、2 本のスクリューを緩めて外し、ボードを取り外し、新しいインターフェイスボードをスライドさせて、ボードのスクリューで固定します。

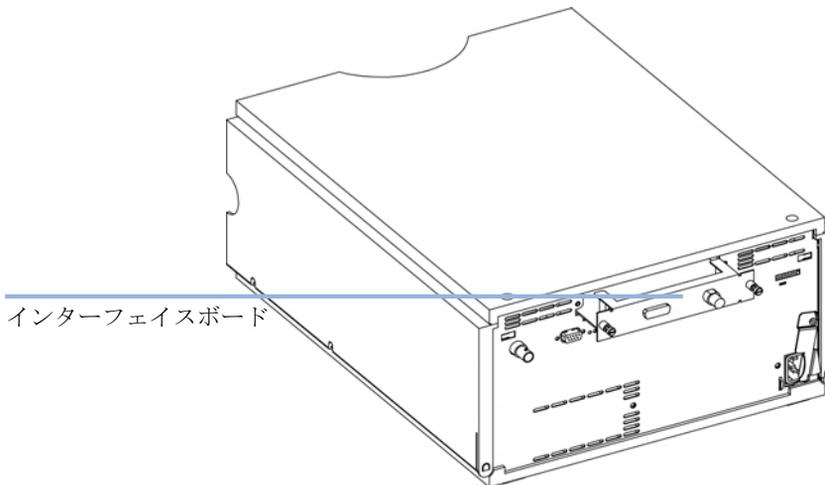
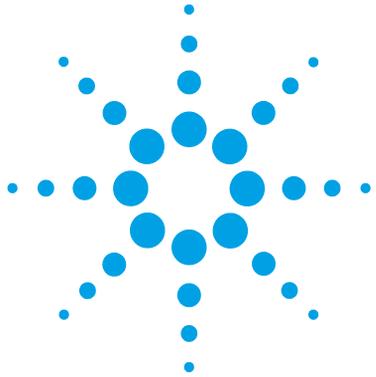


図 38 インターフェイスボードの場所

9 メンテナンス

インターフェイスボードの交換



10 メンテナンス用部品

アクセサリキット 148

この章では、メンテナンス用部品について説明します。



アクセサリキット

アクセサリキット (G1362-68755) 検出器の設置に必要ないくつかのアクセサリが含まれています。

部品番号	説明
G1362-68706	インタフェースチューブキット
G1362-87300	インタフェースキャピラリ
G1362-87301	リストリクションキャピラリ
5181-1516	CAN ケーブル、Agilent モジュール間、0.5 m
0100-1847	アダプタ、AIV/ 溶媒インレットチューブ接続用

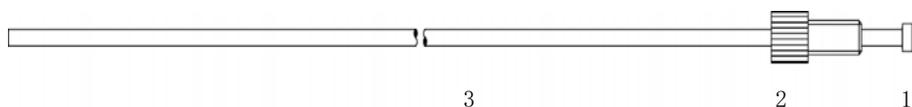


図 39 インターフェイスチューブキットの部品

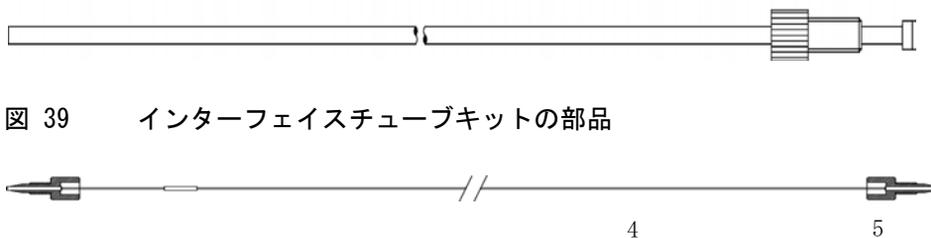


図 40 インタフェースキャピラリの部品

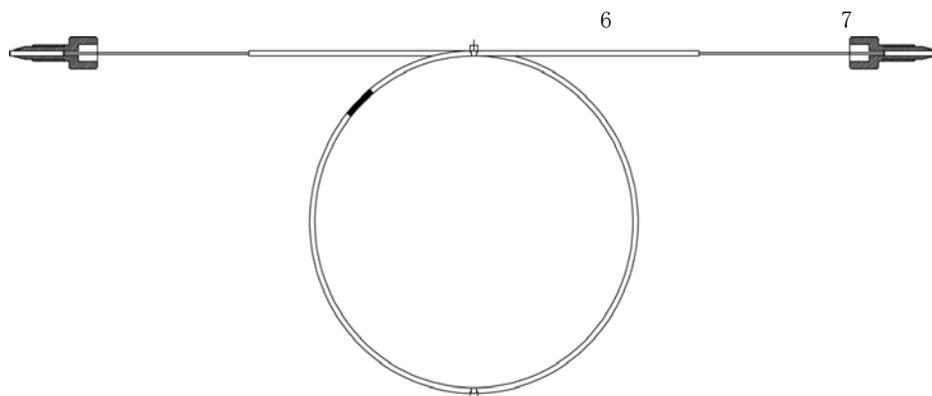
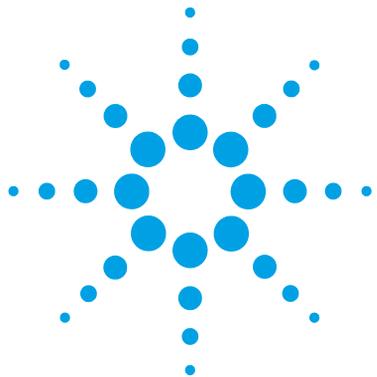


図 41 リストリクシオンキャピラリの部品

10 メンテナンス用部品 アクセサリキット



11 ケーブルの識別

ケーブル概要	152
アナログケーブル	154
リモートケーブル	156
BCD ケーブル	160
CAN/LAN ケーブル	162
Agilent モジュールから PC へ	163
外部接点ケーブル	164

この章では、Agilent 1260 Infinity LC のモジュールに使用されるケーブルについて説明します。



ケーブル概要

注記

安全規準または EMC 規格のコンプライアンスと正しい動作を確実にするために、Agilent Technologies 製以外のケーブルは使用しないでください。

アナログケーブル

部品番号	説明
35900-60750	Agilent モジュールから 3394/6 インテグレータ
35900-60750	Agilent 35900A A/D コンバータ
01046-60105	アナログケーブル (BNC から汎用、スペードラグ)

リモートケーブル

部品番号	説明
03394-60600	Agilent モジュールから 3396A シリーズ I インテグレータ 3396 シリーズ II/3395A インテグレータについては、『「リモートケーブル」 156 ページ』セクションの詳細を参照してください。
03396-61010	Agilent モジュールから 3396 シリーズ III/3395B インテグレータ
5061-3378	Agilent モジュールから Agilent 35900 A/D コンバータ (または HP 1050/1046A/1049A) まで
01046-60201	Agilent モジュールから汎用

BCD ケーブル

部品番号	説明
03396-60560	Agilent モジュールから 3396 インテグレータ
G1351-81600	Agilent モジュールから汎用

CAN ケーブル

部品番号	説明
5181-1516	CAN ケーブル、Agilent モジュール間、0.5 m
5181-1519	CAN ケーブル、Agilent モジュール間、1 m

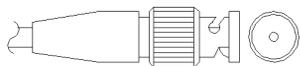
LAN ケーブル

部品番号	説明
5023-0203	クロスオーバーネットワークケーブル、シールド付き、3 m (ポイントツーポイント接続用)
5023-0202	ツイストペアネットワークケーブル、シールド付き、7 m (ポイントツーポイント接続用)

RS-232 ケーブル

部品番号	説明
G1530-60600	RS-232 ケーブル、2 m
RS232-61600	RS-232 ケーブル、2.5 m 機器から PC まで、9 ピン - 9 ピン (メス) このケーブルのピンアウトは特殊で、プリンタやプロッタの接続はできません このケーブルは、書き込みをピン 1-1、2-3、3-2、4-6、5-5、6-4、7-8、8-7、9-9 で行う、フルハンドシェークの「ヌルモデムケーブル」ともいいます。
5181-1561	RS-232 ケーブル、8 m

アナログケーブル



アナログケーブルの一端は、Agilent モジュールに接続できる BNC コネクタになっています。もう一端は、接続する機器によって異なります。

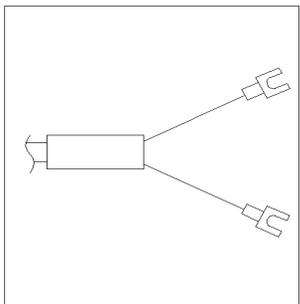
Agilent モジュールから 3394/6 インテグレータ

部品番号 35900-60750	ピン 3394/6	ピン Agilent モジュール	シグナル名
	1		未接続
	2	シールド	アナログ -
	3	センタ	アナログ +

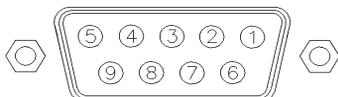
Agilent モジュールから BNC コネクタ

部品番号 8120-1840	ピン BNC	ピン Agilent モジュール	シグナル名
	シールド	シールド	アナログ -
	センタ	センタ	アナログ +

Agilent モジュールから汎用まで

部品番号 01046-60105	ピン 3394/6	ピン Agilent モジュール	シグナル名
	1		未接続
	2	黒	アナログ -
	3	赤	アナログ +

リモートケーブル



このタイプのケーブルの一端は、Agilent モジュールに接続できる APG (Analytical Products Group) リモートコネクタになっています。もう一端は、接続する機器によって異なります。

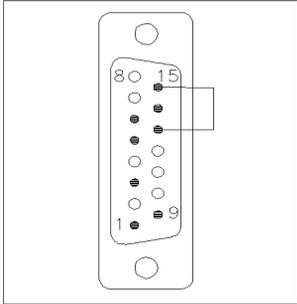
Agilent モジュールから 3396A インテグレータまで

部品番号 03394-60600	ピン 3394	ピン Agilent モジュール	シグナル名	アクティブ (TTL)
	9	1 - 白	デジタルグランド	
	NC	2 - 茶	プレラン	Low
	3	3 - 灰	スタート	Low
	NC	4 - 青	シャットダウン	Low
	NC	5 - ピンク	未接続	
	NC	6 - 黄	電源オン	High
	5, 14	7 - 赤	レディ	High
	1	8 - 緑	ストップ	Low
	NC	9 - 黒	開始要求	Low
	13, 15		未接続	

Agilent モジュールから 3396 シリーズ II/3395A インテグレータ

ケーブル Agilent モジュールから 3396A シリーズ I インテグレータ (03394-60600) のインテグレータ側のピン #5 を切断して使用します。切断しないで使用すると、インテグレータは START; not ready を印字します。

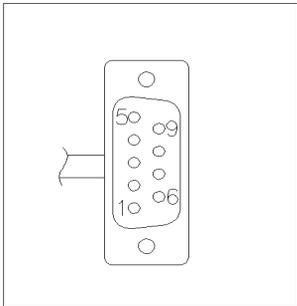
Agilent モジュールから 3396 シリーズ III/3395B インテグレータ

部品番号 03396-61010	ピン 33XX	ピン Agilent モジュール	シグナル名	アクティブ (TTL)
	9	1 - 白	デジタルグランド	
	NC	2 - 茶	プレラン	低
	3	3 - 灰	[スタート]	低
	NC	4 - 青	シャットダウン	低
	NC	5 - ピンク	未接続	
	NC	6 - 黄	電源オン	高
	14	7 - 赤	レディ	高
	4	8 - 緑	ストップ	低
	NC	9 - 黒	スタートリクエスト	低
	13, 15		未接続	

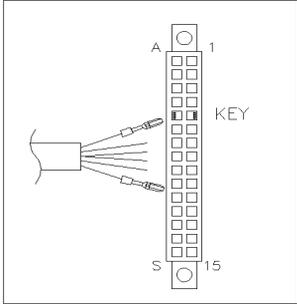
11 ケーブルの識別

リモートケーブル

Agilent モジュールから Agilent 35900 A/D コンバータ

部品番号 5061-3378	ピン 35900 A/D	ピン Agilent モジュール	シグナル名	アクティブ (TTL)
	1 - 白	1 - 白	デジタルグランド	
	2 - 茶	2 - 茶	プレラン	低
	3 - 灰	3 - 灰	[スタート]	低
	4 - 青	4 - 青	シャットダウン	低
	5 - ピンク	5 - ピンク	未接続	
	6 - 黄	6 - 黄	電源オン	高
	7 - 赤	7 - 赤	レディ	高
	8 - 緑	8 - 緑	ストップ	低
	9 - 黒	9 - 黒	スタートリクエスト	低

Agilent モジュールから汎用まで

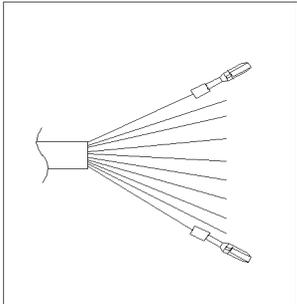
部品番号 01046-60201	ピンユニ バーサル	ピン Agilent モジュール	シグナル名	アクティブ (TTL)
		1 - 白	デジタルグ ランド	
		2 - 茶	プレラン	Low
		3 - 灰	スタート	Low
		4 - 青	シャットダ ウン	Low
		5 - ピンク	未接続	
		6 - 黄	電源オン	High
		7 - 赤	レディ	High
		8 - 緑	ストップ	Low
		9 - 黒	開始要求	Low

BCD ケーブル

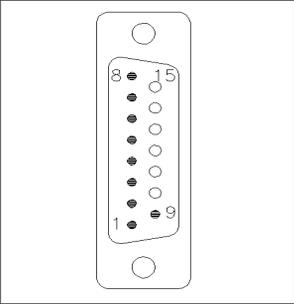


BCD ケーブルの一端は、Agilent モジュールに接続できる 15 ピンの BCD コネクタになっています。もう一端は、接続する装置によって異なります。

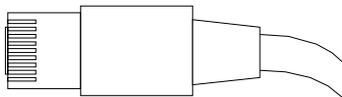
Agilent モジュールから汎用への接続

部品番号 G1351-81600	ワイアの色	ピン Agilent モジュール	シグナル名	BCD の 桁
	緑	1	BCD 5	20
	紫	2	BCD 7	80
	青	3	BCD 6	40
	黄	4	BCD 4	10
	黒	5	BCD 0	1
	オレンジ色	6	BCD 3	8
	赤	7	BCD 2	4
	茶	8	BCD 1	2
	灰	9	デジタルグ ランド	灰
	灰 / ピンク	10	BCD 11	800
	赤 / 青	11	BCD 10	400
	白 / 緑	12	BCD 9	200
	茶 / 緑	13	BCD 8	100
	未接続	14		
	未接続	15	+ 5 V	低

Agilent モジュールから 3396 インテグレータ

部品番号 03396-60560	ピン 3396	ピン Agilent モジュール	シグナル名	BCD の 桁
	1	1	BCD 5	20
	2	2	BCD 7	80
	3	3	BCD 6	40
	4	4	BCD 4	10
	5	5	BCD 0	1
	6	6	BCD 3	8
	7	7	BCD 2	4
	8	8	BCD 1	2
	9	9	デジタルグ ランド	
	NC	15	+ 5 V	低

CAN/LAN ケーブル



CAN/LAN ケーブルの両端は、Agilent モジュールの CAN または LAN コネクタに接続できるモジュラプラグになっています。

CAN ケーブル

部品番号	説明
5181-1516	CAN ケーブル、Agilent モジュール間、0.5 m
5181-1519	CAN ケーブル、Agilent モジュール間、1 m

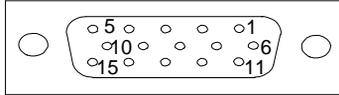
LAN ケーブル

部品番号	説明
5023-0203	クロスオーバーネットワークケーブル、シールド付き、3 m（ポイントツーポイント接続用）
5023-0202	ツイストペアネットワークケーブル、シールド付き、7 m（ポイントツーポイント接続用）

Agilent モジュールから PC へ

部品番号	説明
G1530-60600	RS-232 ケーブル、2 m
RS232-61600	RS-232 ケーブル、2.5 m 機器から PC まで、9 ピン - 9 ピン（メス）このケーブルのピンアウトは特殊で、プリンタやプロッタの接続はできません このケーブルは、書き込みをピン 1-1、2-3、3-2、4-6、5-5、6-4、7-8、8-7、9-9 で行う、フルハンドシェークの「ヌルモデムケーブル」ともいいます。
5181-1561	RS-232 ケーブル、8 m

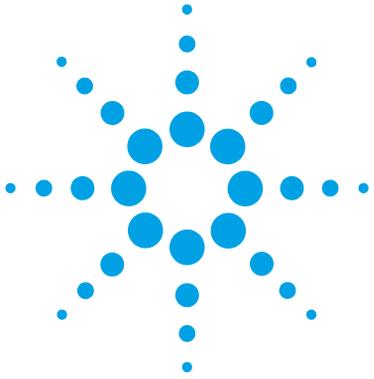
外部接点ケーブル



外部接点ケーブルの一端は、Agilent モジュールのインタフェースボードに接続できる 15 ピンプラグになっています。もう一端は汎用です。

Agilent モジュール インタフェースボードから汎用へ

部品番号 G1103-61611	カラー	ピン Agilent モジュール	シグナル名
	白	1	EXT 1
	茶	2	EXT 1
	緑	3	EXT 2
	黄	4	EXT 2
	灰色	5	EXT 3
	ピンク	6	EXT 3
	青	7	EXT 4
	赤	8	EXT 4
	黒	9	未接続
	紫	10	未接続
	灰 / ピンク	11	未接続
	赤 / 青	12	未接続
	白 / 緑	13	未接続
	茶 / 緑	14	未接続
	白 / 黄	15	未接続



12 付録

安全に関する一般的な情報	166	
廃液電気および電子機器 (WEEE) 指令 (2002/96/EC)		169
リチウム 電池に関する情報	170	
無線妨害	171	
騒音レベル	172	
溶媒情報	173	
アジレントのウェブサイト	175	

この章では、安全やその他の一般情報について説明します。



安全に関する一般的な情報

安全記号

表 19 安全記号

記号	説明
	危害のリスクを保護するために、そして装置を損傷から守るために、ユーザーが取扱説明書を参照する必要がある場合、装置にこの記号が付けられます。
	危険電圧を示します。
	アース（保護接地）端子を示します。
	本製品に使用されている重水素ランプの光を直接目で見ると、目をいためる危険があることを示しています。
	表面が高温の場合に、この記号が装置に付けられます。加熱されている場合はユーザーはその場所を触れないでください。

警告

警告は、

人身事故または死に至る状況を警告します。

→ 指示された条件を十分に理解してそれらの条件を満たしてから、その先に進んでください。

注意

注意

データ損失や機器の損傷を引き起こす状況を警告します。

→ 指示された条件を十分に理解してそれらの条件を満たしてから、その先に進んでください。

安全に関する一般的な情報

以下の安全に関する一般的な注意事項は、本機器の操作、サービス、および修理のすべての段階で遵守するようにしてください。以下の注意事項またはこのマニュアルの他の箇所に記載されている警告に従わないと、本機器の設計、製造、および意図された使用法に関する安全基準に違反することになります。使用者側による遵守事項からのかかる逸脱に起因する問題について Agilent は免責とさせていただきます。

警告

装置の正しい使用法を確保してください。

機器により提供される保護が正常に機能しない可能性があります。

→ この機器のオペレーターは、本マニュアルで指定した方法で機器を使用することをお勧めします。

安全規格

本製品は、国際安全基準に従って製造および試験された、安全クラス I 装置（アース端子付き）です。

操作

電源を投入する前に、設置方法が本書の説明に合っているかどうか確認してください。さらに、次の注意を守ってください。

操作中に装置のカバーを取り外さないでください。装置のスイッチを ON にする前に、本装置に接続されているすべての保護接地端子、拡張コード、自動変圧器、およびデバイスを、接地コネクタを介して保護接地に接続してください。保護接地がどこかで途切れていると、感電によって人体に重大な危害を及ぼすことがあります。アースが無効になっている可能性がある場合は、装置のスイッチを OFF にして、装置の操作を禁止してください。

ヒューズを交換するときは指定されたタイプ（ノーマルブロー、時間遅延ブローなど）の、定格電流に合致したヒューズ以外を使用しないでください。修理したヒューズを使用したり、ヒューズホルダを短絡させたりしてはなりません。

12 付録

安全に関する一般的な情報

本書で説明した調整作業には、装置に電源を入れた状態で、保護カバーを取り外して行うものがあります。その際に、危険な箇所に触れると、感電事故を起こす可能性があります。

機器に電圧をかけた状態で、カバーを開いて調整、メンテナンス、および修理を行うことは、できるだけ避けてください。どうしても必要な場合は、経験のある担当者が感電に十分に注意して実行するようにしてください。内部サービスまたは調整を行う際は、必ず応急手当てと蘇生術ができる人を同席させてください。メンテナンスを行うときは、必ず装置の電源を切って、電源プラグを抜いてください。

本装置は、可燃性ガスや有毒ガスが存在する環境で操作してはなりません。このような環境で電気装置を操作すると、引火や爆発の危険があります。

本装置に代替部品を取り付けたり、本装置を許可なく改造してはなりません。

本装置を電源から切り離しても、装置内のコンデンサはまだ充電されている可能性があります。本装置内には、人体に重大な危害を及ぼす高電圧が存在します。本装置の取り扱い、テスト、および調整の際は十分に注意してください。

特に、有毒または有害な溶媒を使用する場合は、試薬メーカーによる材料の取り扱いおよび安全データシートに記載された安全手順に従ってください（例えば、保護眼鏡、安全手袋、および防護衣の着用など）。有毒または危険な溶媒を使用するときは、特に注意してください。

廃液電気および電子機器 (WEEE) 指令 (2002/96/EC)

要約

2003 年 2 月 13 日に欧州委員会が可決した、廃液電気および電子機器 (WEEE) 指令 (2002/96/EC) は、すべての電気および電子機器に関する生産者責任を 2005 年 8 月 13 日から導入するというものです。

注記



本製品は、WEEE 指令 (2002/96/EC) に準拠しており、要件を記しています。貼り付けられたラベルには、この電気 / 電子機器を家庭用廃棄物として廃棄してはならないことが表示されています。

製品カテゴリ : WEEE 指令付録 I の機器の種類を参照して、本製品は「モニタリングおよび制御装置」製品と分類されます。

家庭用廃棄物として捨ててはいけません

不必要な製品を返品するには、地元の Agilent 営業所にお問い合わせ頂くか、詳細については Agilent のホームページ (www.agilent.com) を参照してください。

リチウム 電池に関する情報

警告

リチウム電池は、家庭用廃棄物として廃棄できないことがあります。使用済みのリチウム電池については、IATA/ICAO、ADR、RID、IMDGによって規制されている運送業者による輸送が禁止されています。

電池の交換方法が不適當な場合、電池が爆発する危険があります。

- 使用済みのリチウム電池は、使用済み電池に関する国の廃棄規則に従って、使用地において処分してください。
 - 装置の製造業者が推奨するものと同じか、それに相当するタイプの電池だけを使用してください。
-

無線妨害

無線干渉に対して最適な保護を行うために、アジレントが提供するケーブルは選別されています。すべてのケーブルが安全性または EMC 規格に準拠しています。

テストと測定

選別していないケーブルを用いてテスト機器と測定機器を操作したり、確定していない設定での測定に使用する場合、無線干渉が制限する運転条件がまだ許容範囲内であることをユーザーが確認する必要があります。

騒音レベル

製造業者による宣言

本製品は、ドイツ騒音条例（1991年1月18日）の条件に適合しています。

本製品の音圧レベル（オペレータの位置）は、70 dB 未満です。

- 音圧 L_p 70dB (A) 未満
- オペレータの位置
- 通常動作時
- ISO 7779:1988/EN 27779/1991（タイプテスト）に準拠

溶媒情報

フローセル

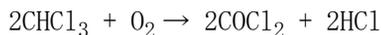
ご使用のフローセルの最適な機能を保護するために、以下の基準を守ってください。

- pH 9.5 超のアルカリ性溶液は、クォーツに損傷を与えフローセルの光学性能を劣化させるため、使用を避けてください。
- フローセルを 5 ° C より低い温度で輸送する場合は、必ずセルにアルコールを満たしてください。
- フローセル内の水性溶媒は、藻を増やすことがあります。そのため、フローセル内に水性溶媒を残さないでください。数 % の有機溶媒 (約 5 % のアセトニトリルまたはメタノール) を添加してください。

溶媒の使用

溶媒を使用するときは、次の注意に従ってください。

- 褐色の溶媒ボトルを使用すると藻の発生を避けることができます。
- 小さな粒子がキャピラリとバルブを永久的にブロックすることがあります。そのため、0.4 μm フィルタで溶媒を必ず濾過してください。
- また、次の鉄腐食性溶媒の使用は避けて下さい。
 - ハロゲン化アルカリ化合物およびその酸の溶液 (ヨウ化リチウム、塩化カリウムなど)。
 - 特に高温使用時の硫酸や硝酸など高濃度の無機酸 (クロマトグラフィ上可能であれば、ステンレスに対する腐食性の低いリン酸塩またはリン酸緩衝液に変更してください)。
 - 以下に示すラジカルまたは酸、あるいはその両方を発生するハロゲン化溶媒または混合液。



乾燥クロロホルムを生成する過程で安定化剤のアルコールを除去すると、この反応は速やかに起ります。この反応でステンレスは触媒として働きます。

12 付録

溶媒情報

- THF、ジオキサン、ジイソプロピルエーテルなどのクロマトグラフィグレードのエーテルは過酸化物を含む可能性があります。このようなエーテルは、過酸化物を吸収する乾性アルミニウム酸化物でろ過してください。
- 強い錯化剤（EDTA など）を含む溶媒。
- 四塩化炭素と 2-プロパノールまたは THF の混合溶液。

アジレントのウェブサイト

製品およびサービスの最新情報を知るには、アジレントのウェブサイト
にアクセスしてください。

<http://www.agilent.com>

Products/Chemical Analysis を選択してください。

このサイトでは、ダウンロード用の Agilent 1200 シリーズモジュールの
最新ファームウェアも提供しています。

索引

- 8
8 ビットコンフィギュレーションスイッチ
 オンボード LAN 32
 オンボード LAN なし 34
- A
Agilent 診断用ソフトウェア 97
Agilent Lab Advisor ソフトウェア 97
Agilent Lab Advisor 97
apg リモート 30
ASTM
 環境条件 42
- B
BCD
 ケーブル 160
- C
CAN 28
 ケーブル 162
- D
寸法 44
- E
EMF の使用 20
EMF (early maintenance feedback) 20
- 最終ページ以降の間 20
- G
GLP 機能 47
GLP 10
- L
LAN 28
 ケーブル 162
- R
RS-232C 28
 ケーブル 163
 通信設定 35
- あ
アーリーメンテナンスフィードバック機能 (EMF) 20
アクセサリキット部品 51, 148
アジレント
 インターネット上 175
アナログ
 ケーブル 154
アナログシグナル 29
安全
 一般的な情報 167
 規格 44
 記号 166
安全クラス I 167
安全情報
- リチウム電池 170
- い
一般エラーメッセージ 102
移動相のリサイクル 87
インターネット 175
インターフェイス 25
インターフェイスボード (BCD/LAN)
 交換 145
- え
エラーメッセージ 101
 誤った温度プロファイル 113
 カバー違反 111
 カバーなしで起動 110, 110
 サーマルヒューズオープン 112
 最高温度を超過 114
 シャットダウン 103
 タイムアウト 102
 同期が失われた 105
 ページバルブのヒューズ切れ 115
 ページバルブ未接続 116
 判読できない温度シグナル 114
 ヒーター抵抗が高すぎる 112

- ヒーターヒューズ 113
 - ファン動作不良 109
 - 補正センサー オープン 108
 - 補正センサー ショート 108
 - ランプ電圧が高すぎる 117
 - ランプ電圧が低すぎる 117
 - ランプ電流が高すぎる 117
 - ランプ電流が低すぎる 118
 - リーク 106
 - リークセンサオープン 107
 - リークセンサショート 107
 - リサイクルバルブのヒューズ切れ 115
 - リサイクルバルブ不良 116
 - リモートタイムアウト 104
- お**
- 温度センサー 106
- か**
- 開梱 50
 - 外部接点
 - ケーブル 164
 - 概要
 - 検出器の概要 10
 - 検出器の動作 11
 - 環境 42, 42, 42
- き**
- 機能
 - 安全とメンテナンス 46
 - キャリブレーション 92
 - 屈折率 92
 - 凝縮 43
- く**
- 屈折率検出 11
 - 自動パージ 15
 - パージバルブ 15
 - 分析後の自動リサイクル 15
 - 分析前のオートゼロ 15
 - リサイクルバルブ 15
 - 流路 15
 - 屈折率のキャリブレーション手順 124
 - 屈折率 12, 92
 - 光学バランス 129
- け**
- 警告と注意 137
 - ケーブル
 - APG リモートの接続 57
 - BCD 160, 153
 - CAN の接続 57
 - CAN 162, 153
 - ChemStation の接続 57
 - LAN の接続 57
 - LAN 162, 153
 - RS-232 163, 153
 - アナログ 154, 152
- こ**
- 概要 152
 - 電源の接続 57
 - リモート 156, 152
 - 外部接点 164
 - 検出器の使用
 - 検出器のコントロール 68
 - 検出器の設定 70
 - 最適化 86, 66
 - 詳細設定 72
 - 検出器の設計 13
 - 検出原理 13
- こ**
- 光学系温度 86
 - 光学バランス手順 130
 - 光学バランス 129
 - コントロール 68
 - コンフィギュレーション
 - 2 スタック 56
 - スタック 53
 - 梱包の
 - 傷み 50
 - 梱包明細リスト 50
- さ**
- 最適化
 - 移動相とカラムの組み合わせの問題を解決する 88
 - 移動相のリサイクル 87
 - 光学系温度の制御 86
 - 正しい溶媒を使用する 86
 - デガッサをフラッシュする 87

索引

- 適切なレスポンスタイムを使用する 87
- フリット、フィルタ、フィッティングの質を確認する 86
- フローセルを過圧しない 86
- 溶媒と廃液のボトルを正しく配置する 86
- 溶媒の経時的変化を考慮する 87
- リークがないかチェックする 86
- 作業台スペース 42
- し**
- 示差屈折率検出器の最適化 66, 86
- 湿度 44
- 自動ページ 15
- シャットダウン 103
- 周囲使用温度 44
- 周波数範囲 44
- 修理
- インターフェイスボード (BCD/LAN) の交換 145
 - 注意と警告 137
 - ファームウェアの交換 144, 144
 - フローセルのフラッシュ 141
 - リーク処理システムの交換 143
 - リークの補正 142
- 重量 44
- 準拠 10
- 詳細設定 72
- 仕様
- GLP 機能 47
 - アナログ出力 46
 - 安全とメンテナンス 46
 - 性能 45
 - 通信 46
 - 物理的 44
 - 使用温度 44
 - 使用高度 44
 - 消費電力 44
 - シリアル番号情報 24
 - 診断用ソフトウェア 97
- す**
- スタックコンフィグレーション 53, 54, 57
- 前面図 54
 - 背面図 57
- ステータスインジケータ 95
- トラブルシューティング
- ステータスインジケータ 92
- せ**
- 性能仕様 45
- 設置要件 39
- 電源コード 41
- 設置
- IN、廃液、およびリサイクルのキャピラリ 61
 - 開梱 50
 - 環境 42, 42, 42
 - 検出器 58
 - 梱包明細リスト 50
 - 作業台スペース 42
- 設置要件 39
- 配管 61
- 設定 70
- そ**
- 測定 14
- た**
- タイムアウト 102
- ち**
- 注意と警告 137
- つ**
- 通信設定
- RS-232C 35
- て**
- デガッサ 87
- テストクロマトグラム 132
- テスト
- テストクロマトグラム 132
- 電圧範囲 44
- 電氣的接続
- 詳細 23
- 電源インジケータ 94
- 電源ケーブル 41
 - 電源周波数 44
- 電池
- 安全情報 170
- 電源について 40
- と**
- 同期が失われた 105

到着時不良 50
 特殊インタフェース 31
 特徴
 機器レイアウト 22
 特別な設定
 強制コールドスタート 38
 Boot-レジデント 37
 トラブルシューティング
 エラーメッセージ 101, 92, 92
 ステータスインジケータ 94

に

入力電圧 44

の

ノットレディメッセージ 119
 ダイオードがアンバランス 120
 ページ時間実行中 119, 119
 ページ待機中 119
 光が不十分 120

は

バランス 93

ひ

光強度制御 10
 標準試料
 クロマトグラフ条件の設定 74

ふ

ファームウェア
 アップグレード/ダウングレード 144, 144
 更新 144, 144
 ファンの障害 109
 物理的仕様 44
 部品の識別
 アクセサリキット 148, 51
 ケーブル 151
 部品
 破損 50
 不足 50
 フリットとフィルタ 86
 フローセルの圧力 86
 フローセル 173
 フラッシュ 141
 溶媒情報 173
 分析後の自動リサイクル 15
 分析前のオートゼロ 15

へ

ベースライン ノイズ 88
 ベースラインのノイズとドリフトのチェック
 検査条件の設定 78
 評価 84
 ベースラインのノイズとドリフト 78

ほ

保管温度 44
 保管高度 44
 保管周囲温度 44

補正センサー オープン 108
 補正センサー ショート 108

む

無線妨害 171

め

メッセージ
 誤った温度プロファイル 113
 カバー違反 111
 カバーなしで起動 110, 110
 サーマルヒューズオープン 112
 最高温度を超過 114
 ダイオードがアンバランス 120
 ページ時間実行中 119, 119
 ページ待機中 119
 ページバルブのヒューズ切れ 115
 ページバルブ未接続 116
 判読できない温度シグナル 114
 ヒーター抵抗が高すぎる 112
 ヒーターヒューズ 113
 光が不十分 120
 ランプ電圧が高すぎる 117
 ランプ電圧が低すぎる 117
 ランプ電流が高すぎる 117

索引

- ランプ電流が低すぎる 118
- リサイクルバルブのヒューズ切れ 115
- リサイクルバルブ不良 116
- リモートタイムアウト 104
- メンテナンス
 - 定義 136
 - ファームウェアの交換 144, 144
- リストリクションキャピラリー 88
- リチウム電池 170
- リモートケーブル 156
- 流路 15

れ

- レスポンスタイム 87

も

- モジュールの前面図 58
- 藻 141, 173, 173

ゆ

- ユーザーインターフェイス 96

よ

- 溶媒情報 173
- 溶媒と廃液のボトル 86
- 溶媒 86, 87, 173

り

- リーク 106
- リーク補正 142
- リークセンサーの切断 107
- リークセンサーの短絡 107
- リーク処理システム交換 143

本書の内容

本書には、Agilent 1260 Infinity 示差屈折率検出器 G1362 に関する技術的リファレンス情報が記載されています。

- 概要
- 仕様
- 設置
- コンフィグレーション
- 最適化
- トラブルシューティングおよび診断
- メンテナンス
- 部品の識別
- 安全保護と関連情報

© Agilent Technologies 2010, 2012

Printed in Germany
05/12



G1362-96011
Rev. B