

# Waters Alliance e2695 セパレーションモジュール

オペレーターズガイド

# 一般情報

## 著作権情報

© 2008 – 2018 WATERS CORPORATION.米国およびアイルランドにて印刷。著作権保有。発行者の文書による承諾なしでは、いかなる形でも本書の全部または一部を複製することはできません。

本書の内容は予告なしに変更される場合があり、また当社の責任を示すものではありません。本書に万一誤りがあった場合、Waters Corporation は責任を負いかねますのでご了承ください。本資料は、発行時点において完全で正確なものと確信しております。本書の使用に関連する、または使用から発生する偶発的または間接的な損害に対して、いかなる場合も当社は責任を負うものではありません。本書の最新版については、Waters のウェブサイト (www.waters.com) を参照してください。

## 商標

Waters、「THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.」、Alliance、Empower、Waters Quality Parts、LAC/E、PerformancePLUS、および SAT/IN は Waters Corporation の商標です。

Fluorinert は Solvay S.A. の登録商標です。

Fluoroloy は Saint-Gobain S.A. の登録商標です。

Fomblin は Solvay S.A. の登録商標です。

Galden は Solvay S.A. の登録商標です。

Tefzel は、E.I. du Pont de Nemours and Company またはその関連会社の登録商標です。

SealTight は、Upchurch Scientific, Inc. (IDEX Corporation) の商標です。

Teflon は The Chemours Company の商標です。

Triton は Sigma-Aldrich Corporation の商標です。

他の登録商標または商標は、個々の所有者に所有権が帰属します。

## お客様のご意見について

本書の誤りや、本書の改善に関するその他のご意見は、Waters テクニカルコミュニケーション部にお知らせください。お客様のこのドキュメントに対するご要望をより良く理解し、今後もこのドキュメントの正確さと使いやすさを向上していくことができるように、ご協力をお願いいたします。

頂いたご意見は、真摯に検討させていただきます。担当窓口は tech comm@waters.com です。

## Waters へのお問い合わせ

Waters 製品へのご要望、技術的な問い合わせ、輸送、取り外し、および廃棄に関する質問は、 Waters までお寄せください。インターネット、電話、または手紙でお問い合わせください。

#### Waters へのお問い合わせ

お問い合わせ方法	インフォメーション
インターネット	Waters のホームページから情報が得られます。 <u>www.waters.com</u> にアクセスしてください。
電話およびファックス	電話:フリーダイヤル 0120-800-299 ファックス:東京 03-3471-7118、大阪 06-6300-1734
郵送	日本ウォーターズ株式会社 グローバルサービス 〒 140-0001 東京都品川区北品川 1 丁目 3 番 12 号 第 5 小池ビル

## 安全に関する注意事項

Waters の装置およびデバイスで使用する試薬およびサンプルの中には、化学的、生物学的、または放射線学的な危険性(またはこれらの組み合わせ)を引き起こすものがあります。使用するすべての物質に対して、潜在的な危険性・有害性を把握していただく必要があります。必ず優良試験所基準 (GLP) に従い、所属する組織の標準操作手順を参照してください。

## 危険標識記号に関する通知

記号が使われているあらゆる場合に、文書を検討して、危険を引き起こす可能性がある原因の本質および実施する必要があるアクションを明確にする必要があります。

## Waters Alliance e2695 に固有の注意事項セパレーションモジュール

#### 電源コードの交換に関する危険



警告: 感電を防止するために、米国では SVT 型、ヨーロッパでは HAR 型(またはそれ以上)の電源コードを使用してください。主電源コードは、適切な定格のものとのみ交換してください。その他の国で使用するコードについては、各国の Waters 代理店にお問い合わせください。

#### 溶媒漏れの危険性

ソース排気システムは、リークしないように堅牢に設計されています。Waters では、10%のLC 溶出における試験室環境への最大リークを仮定して、危険度分析を行うことをお勧めします。





#### 警告:

- ソース排出システムの完全性を確保するには、1年以内の間隔でソースのOリングを新品にする必要があります。
- ・ イオンソースの O リングは特定の溶媒にしか耐えることができません。リストにない溶媒を使用する場合には、イオンソースの O リングの化学分解を防ぐため、溶媒が O リングの組成に悪影響を及ぼさないかどうかを調べてください。

#### 可燃性溶媒に関する注意事項



警告:質量分析計のイオンソース密閉空間での可燃性溶媒蒸気の発火の危険性を避けるために、必ずソースに窒素を供給してください。可燃性溶媒の使用が必要な分析中は、窒素の供給圧が 690 kPa (6.9 bar、100 psi) を下回ってはいけません。ガス障害デバイスを取り付けて、窒素の供給が停止した場合は LC 溶媒の送液を中断する必要もあります。

可燃性溶媒を使用する際は、イオンソースに窒素を常に供給し、窒素の供給圧力が 690 kPa (6.9 bar、100 psi) よりも常に上になるようにしてください。また、必ずガス障害デバイスを取り付けて、窒素を供給できなかった場合に LC システムの溶媒送液が停止するようにしてください。

#### 手を押し潰す危険性



警告:ソースの往復運動や回転運動をする部品に関係する危険を避けるため、黄色と灰色のラベルでマークされた区域には手を近づけないでください。

#### 高温による危険性



<mark>警告:</mark>火傷の恐れがあるため、装置の操作中またはメンテナンス中は、ソースエンクロー ジャーに触れないようにしてください。

#### 高電圧による危険性



警告:感電を防止するには、以下の注意事項を守ってください。

- 質量分析計の保護パネルを取り外さないでください。保護パネルに覆われているコンポーネントは、ユーザーによるメンテナンスが不要です。
- 装置がオペレートモードのときに、高電圧警告記号でマークされている領域に触れないでください。この記号でマークされている外部領域に触れる場合は、先ず装置をスタンバイモードにします。

#### ボトル配置の禁止事項





警告: 感電や火災による傷害、および装置への損傷を防止するため、液体が含まれている容器をワークステーションや付属機器の上に置くことや、これらのユニットを液体の滴下や飛散にさらすことをしないでください。



**禁止:**溶媒ボトルなどの液体が含まれている容器を、ワークステーションや付属機器の上に置くことや、これらのユニットを液体の滴下や飛散にさらすことをしないでください。

## FCC 放射排出通知

規制機関から明確な承認を受けずに変更や改造を行うと、本装置のユーザーとしての承認が無効になる可能性があります。このデバイスは、FCC 規則の Part 15 に準拠します。操作は、以下の2 つの条件の対象となります。(1) このデバイスが有害な干渉の原因とならないこと、(2) このデバイスが、望ましくない動作の原因となる干渉を含め、いかなる干渉も許容すること。

## 電源の安全性に関する通知

電源コードの接続を外しにくい位置に、装置を置かないでください。

## 装置の誤使用に関する注意

装置がメーカーに指定されていない方法で使用された場合、装置の設計に備わっている人身事故 に対する保護が無効になる恐れがあります。

## 安全上の注意

警告および注意の総合一覧については、付録 A を参照してください。

## この装置の操作

この装置を操作する際は、標準の品質管理 (QC) 手順とこのセクションのガイドラインに従ってください。

## 適用される記号

記号	定義
	メーカー
~~ <u></u>	製造日
EC REP	EC(欧州共同体)の認定代理人
CE	製造された製品が該当するすべての欧州共同体指令に準拠してい ることを正式に認めます
または ABN 49 065 444 751	オーストラリアの EMC に準拠しています
c UNITER DUS	製造された製品が、該当するすべての米国およびカナダの安全要 求事項に準拠していることを公式に表明します
Ţ <u>i</u>	使用方法を参照してください
$\approx$	交流
	この記号のある電気および電子機器には有害物質が含まれていることがあり、一般廃棄物として廃棄してはなりません。 廃電気・電子製品に関する欧州連合の指令 (WEEE) 2012/19/EU に準拠するための正しい廃棄とリサイクル手順については、 Waters Corporation にお問い合わせください。
SN	シリアル番号
REF	部品番号およびカタログ番号

## 対象読者および目的

本書は、Waters Alliance e2695 セパレーションモジュールの設置、運用、メンテナンス、またはトラブルシューティングを行う担当者を対象として作成されています。

本書では、Waters Alliance e2695 セパレーションモジュールの開梱、設置、操作、メンテナンス、およびトラブルシューティングの手順について説明します。また、機器の仕様、スペアパーツ、および溶媒の検討事項が記載された付録もあります。

## Waters Alliance e2695 セパレーションモジュールの用途

Alliance e2695 セパレーションモジュールは、溶媒および試料管理の統合プラットフォームであり、重要なセパレーション機能を全て合理化することができます。Waters Alliance e2695 セパレーションモジュールの利用は、研究目的のみであり、診断への適用を意図していません。

## キャリブレーション

LC システムのキャリブレーションを行うには、少なくとも 5 つの標準試料を使用して、条件に合ったキャリブレーションメソッドに従い、検量線を作成します。標準試料の濃度範囲は、QC サンプル、典型的な試料、および典型的ではない試料の全範囲を含むように設定してください。

質量分析計をキャリブレーションする時は、キャリブレーションする装置の操作ガイドでキャリブレーションのセクションを参照してください。操作ガイドではなく、概要およびメンテナンスガイドが装置に付属している場合は、キャリブレーションの手順については、装置のオンラインヘルプシステムをご覧ください。

## 品質管理

通常よりも低い濃度、通常濃度、および通常よりも高い濃度の化合物を代表する3つの品質管理 (QC) サンプルを定期的に分析してください。サンプルトレイが同じまたは非常に似ている場合は、QC サンプルのトレイ内の位置を変えます。QC サンプル結果が許容範囲内であることを確認し、毎日および分析のたびに精度を評価してください。QC サンプルが範囲外のときに収集されたデータは、無効となる場合があります。装置が適切に機能していることが確認できるまで、これらのデータをレポートしないでください。

## カナダ - スペクトル管理エミッション通知

このクラス A デジタル装置は Canadian ICES-001 に準拠しています。

Cet appareil numérique de la classe A est conforme à la norme NMB-001.

## ISM 分類: ISM グループ 1 クラス A

この分類は、IEC CISPR 11 工業・科学・医療用 (ISM) 機器の要件に従って指定されています。

グループ 1 の製品は、意図的に生成および/または使用される、装置の内部機能に必要な導電結合無線周波エネルギーに、適用されます。

クラスA製品は、住宅地域以外のあらゆる建物および住居用建物に供給する低電圧電力網に直接接続する建物での使用に適しています。

その他の環境では、伝導性および放射性妨害波により、電磁両立性の確保が潜在的に困難な場合があります。

## EC 域内の認定代理人

# EC REP

Waters Corporation Stamford Avenue Altrincham Road Wilmslow SK9 4AX UK

電話番号: +44-161-946-2400 ファックス番号: +44-161-946-2480

連絡窓口: 品質管理マネージャー (Quality manager)

# 目次

<u> </u>	般情報	iii
	著作権情報	. iii
	商標	. iii
	お客様のご意見について	. iv
	Waters へのお問い合わせ	. iv
	安全に関する注意事項	. iv
	危険標識記号に関する通知	iv
	Waters Alliance e2695 に固有の注意事項セパレーションモジュール	. v
	FCC 放射排出通知	vi
	電源の安全性に関する通知	vi
	装置の誤使用に関する注意	
	安全上の注意	
	この装置の操作	vii
	適用される記号	vii
	対象読者および目的	viii
	Waters Alliance e2695 セパレーションモジュールの用途	viii
	キャリブレーション	viii
	品質管理	
	EMC に関する注意事項	. ix
	カナダ - スペクトル管理エミッション通知	ix
	ISM 分類:ISM グループ 1 クラス A	ix
	EC 域内の認定代理人	. ix
1 Alli	iance e2695 セパレーションモジュールの使用を始めるにあたって	19
1.1	セパレーションモジュールの概要	19
	1.1.1 HPLC システムの構成	
	1.1.2 溶媒ボトルトレイキット	
	1.1.3 クロマトグラフィー機能の制御	
	1.1.4 溶媒漏れの保護	
	1.1.5 記録機能	
	1.1.6 電源	
1.2		
	1.2.1 溶媒の混合	
	1.2.2 プライム/ベントバルブ	24

		1.2.3 プランジャーシール洗浄システム	24
		1.2.4 液枯れに対する保護	24
		1.2.5 プランジャーの推奨ストローク容量	
		1.2.6 インライン真空デガッサー	25
	1.3	サンプルマネージメントシステムの概要	26
		1.3.1 流路	
		1.3.2 通常フロー	
		1.3.3 インジェクション	
		1.3.4 カローセルの構成	27
		1.3.5 バイアルの有無	28
		1.3.6 シリンジアセンブリー	28
	1 4	動作時の設定	20
		1.4.1 System Controller モード	
		1.4.2 No Interaction モード	
		1.4.3 Remote Control モード	
	4 5	オプションと付属品	22
	1.5	イノションC 1) 周	
		1.5.2 カラムヒーター/クーラー	
		1.5.3 カラムプレヒーター	
		1.5.4 サンプルヒーター/クーラー	
		1.5.5 シリンジ	
		1.5.6 サンプルループ	
		1.5.7 カラム選択バルブ	
2	e269	95 セパレーションモジュールの設置	37
_			
	2.1	設置の概要	37
	2.2	設置場所に関する要件	38
	2.3	ファームウェアとソフトウェアの要件	39
	2.4	装置の開梱	39
	2.5	外部接続	39
		713,32%	
3	e269	95 セパレーションモジュールの使用準備	41
		セパレーションモジュールの電源投入	
	J. I	3.1.1 起動時の診断テスト	
		3.1.2 [Main] (メイン) 画面	
	3.2	操作の概要	
		3.2.1 南南耒元の郷更	42

		3.2.2 キーパッドの使用	44
		3.2.3 パラメーターフィールドへの値の入力	45
	3.3	セパレーションモジュールの設定方法	47
		3.3.1 設定パラメーターの設定	47
		3.3.2 操作モードの設定	52
	3.4	ソルベントマネ-ジメントシステムの準備	56
		3.4.1 溶媒リザーバーの準備	57
		3.4.2 溶媒の脱気	
		3.4.3 プランジャーシール洗浄ポンプのプライム	
		3.4.4 ソルベントマネージメントシステムのプライム	59
	3.5	サンプルマネージメントシステムを使用するための準備	
		3.5.1 システムのパージ	
		3.5.2 ニードル洗浄ポンプのプライム	
		3.5.3 シールパックの調整	
	3.6	セパレーションモジュールを使用するための準備	
		3.6.1 未使用またはドライのセパレーションモジュールを使用するための準備	
		3.6.2 アイドルまたは電源オフのセパレーションモジュールを使用するための準備	
	3.7	セパレーションモジュールの電源オフ	
		3.7.1 流路の洗浄	
		3.7.2 セパレーションモジュールの電源オフ	00
4	盐品	5 パラル の生態知道	67
4		<b>īパネルの制御部</b>	
	4.1	日常的な起動	
		4.1.1 システムの再初期化	
	4.2	サンプルバイアルの取り付け	
		4.2.1 カローセルの取り外し	
		4.2.2 バイアルの取り付け	
		4.2.3 カローセルの取り付け	
	4.3	HPLC システムのモニター	69
	4.4	ダイレクト機能の実行	
		4.4.1 システムのドライプライム	_
		4.4.2 システム準備の実行	
		4.4.3 システムのウェットプライム	
		4.4.4 2410 と 410 のリファレンスセルのパージ	79 79

			カラムの平衡化	
		4.4.7	サンプル注入	80
5	自動	5.0.1 5.0.2	System Controller モード、またはNo Interaction モード Empower ソフトウェアによる制御	83 84
	5.1	スタン 5.1.1 5.1.2 5.1.3 5.1.4	ドアローンモードでの自動分析の実行 サンプルセットの分析 サンプルセットの表示 サンプルテンプレートからの分析の実行 分析中のサンプルセットの変更 分析の停止	84 85 86 87
	5.2	•	ver ソフトウェア制御での自動分析の実行 Empower ソフトウェア制御による分析実行時の注意事項	
	5.3		ynx 制御での自動分析の実行 MassLynx ソフトウェアを使用する自動分析の実行	
6	メソ	6.0.1	<b>サンプルセット、およびサンプルテンプレートの作成</b> セパレーションメソッド サンプルセット	91
			サンプルテンプレート	
	6.1	6.0.3 セパレ 6.1.1 6.1.2 6.1.3		92 92 93 94 95
		6.0.3 セパレ 6.1.1 6.1.2 6.1.3 6.1.4 セパレ 6.2.1 6.2.2 6.2.3 6.2.4 6.2.5	サンプルテンプレート ーションメソッドの作成と編集 セパレーションメソッドの作成 セパレーションメソッドの編集 セパレーションメソッドのコピーと編集 セパレーションメソッドのロックとロック解除 「Mobile Phase](移動相)画面のパラメーター値の設定 オートサンプラーのパラメーター値の設定 カラムパラメーター値の設定 I/O パラメーター値の設定 I/O パラメーター値の設定	92 93 94 95 95 96 96 102 103 106
	6.2	6.0.3 セパレ 6.1.1 6.1.2 6.1.3 6.1.4 セパレ 6.2.1 6.2.2 6.2.3 6.2.4 6.2.5 6.2.6 サンプ	サンプルテンプレート	92 93 94 95 95 96 96 102 103 106 107 111

7	メン	ァテナンス作業	123
	7.1	メンテナンス時の注意事項	123
		7.1.1 基本的な操作手順	123
		7.1.2 システムの再初期化	123
	7.2	スペアパーツ	123
	7.3	Connections INSIGHT によるトラブルシューティング	123
	7.4	安全な取り扱いのために	124
	7.5	ソルベントマネージメントシステムのメンテナンス	125
		7.5.1 概要	125
		7.5.2 ヘッド、シール洗浄アセンブリー、およびプランジャーの取り外し	127
		7.5.3 プランジャーシールの交換時の注意	128
		7.5.4 シール洗浄アセンブリーのシールの交換	130
		7.5.5 プランジャーの洗浄と交換	132
		7.5.6 インレットチェックバルブカートリッジの交換	133
		7.5.7 インラインフィルターの交換	135
	7.6	サンプルマネージメントシステムのメンテナンス	137
		7.6.1 セパレーションモジュールのサイドパネルの取り外し	139
		7.6.2 下部ニードル洗浄フリットの交換(装備されている場合)	141
		7.6.3 インジェクターニードルとシールパックの交換	146
		7.6.4 サンプルコンパートメントのクリーニング	152
0	=么伴(	íテストおよびトラブルシューティング	1 E E
0	沙凹	<b>7 へ F                                 </b>	
	8.1	安全な取り扱いのために	155
	8.2	エラーログの使用	156
	8.3	メイン診断テストの実行	156
		8.3.1 [Diagnostics](診断)画面の終了	157
		8.3.2 プランジャーシール洗浄ポンプのプライム	158
		8.3.3 圧縮チェックの実行	159
		8.3.4 ニードル洗浄ポンプのプライム	160
		8.3.5 シールの調整	160
		8.3.6 サービスユーティリティの診断テスト	162
	8.4	他の診断テストと機能の実行	
		8.4.1 モーターとバルブの診断テストの実行	
		8.4.2 センサーの診断機能	
		8.4.3 スタティックリークテスト	
		8.4.4 バルブのリークテスト	
		8.4.5 ヘッドの取り外しと交換の機能	169

		8.4.6 入出力テスト	170
		8.4.7 キーパッドのテスト	171
		8.4.8 ディスプレイのテスト	171
		8.4.9 カローセルのテスト	171
		8.4.10 サンプルヒーター/クーラーのテスト	
		8.4.11 サンプルヒーター /クーラーのデフロスト機能	
		8.4.12 カラムヒーターまたはカラムヒーター/クーラーのテスト	
		8.4.13 インジェクターバルブの分解点検	
		8.4.14 GPV テストメソッドの作成	
		8.4.15 ファームウェアのチェックサムの確認	174
	8.5	トラブルシューティング	174
		8.5.1 全般的なトラブルシューティングのヒント	175
		8.5.2 Waters テクニカルサービスへのご連絡	175
		8.5.3 クロマトグラフィーの問題のトラブルシューティング	176
		8.5.4 ハードウェアの問題のトラブルシューティング	182
Α	安全	と上の注意	189
	A.1	警告記号	189
		 A.1.1 特定の警告	
	۸.0	注意	404
	A.2		
	A.3	「ボトル配置禁止」記号	191
	A.4	必要な保護	191
	A.5	Waters のすべての装置およびデバイスに適用される警告	192
		ヒューズの交換に関する警告	
	A.7	電気および取り扱いに関連する記号	193
		A.7.1 電気記号	
		A.7.2 取り扱い記号	194
В	外剖	<b>3接続</b>	195
	B.1	電源の接続	195
	B.2	チューブと付属品の接続	196
		B.2.1 Bシリーズドリップトレイの取り付け	
		B.2.2 A および C シリーズのドリップトレイおよび固定ブラケットの取り付け	
		B.2.3 溶媒供給チューブの配管	202
		B.2.4 廃液ラインの接続	203
		B.2.5 ニードル洗浄液とプランジャーシール洗浄液のリザーバーの取り付け	204
			005

		B.2.7 カラム選択バルブの接続 B.2.8 検出器の接続	
	В.3	シグナル接続	
		B.3.1 I/O シグナルの接続 B.3.2 デジタルシグナル接続	
	B.4	ハードウェアオプションの追加	
		B.4.1 オプションのサンプルループの取り付け	
		B.4.2 カラムヒーターおよびカラムヒーター /クーラーの取り付け	
		B.4.3 シリンジの取り付け	220
С	仕様	ŧ	221
	C.1	物理的仕様	221
	C.2	環境仕様	222
	C.3	電気的仕様	222
		ソルベントマネージメントシステム	
	C.5	サンプルマネージメントシステムの仕様	225
D	溶媒	謀取り扱い時の注意	227
D		<b>謀取り扱い時の注意</b> はじめに	
D			227
D		はじめに D.1.1 清浄な溶媒 D.1.2 溶媒の品質	227 227 227
D		はじめに D.1.1 清浄な溶媒 D.1.2 溶媒の品質 D.1.3 溶媒リザーバー	227 227 227 227
D		はじめに D.1.1 清浄な溶媒 D.1.2 溶媒の品質 D.1.3 溶媒リザーバー D.1.4 溶媒調製のチェックリスト	227 227 227 227 228
D		はじめに D.1.1 清浄な溶媒 D.1.2 溶媒の品質 D.1.3 溶媒リザーバー D.1.4 溶媒調製のチェックリスト D.1.5 水	227 227 227 227 228 228
D		はじめに D.1.1 清浄な溶媒 D.1.2 溶媒の品質 D.1.3 溶媒リザーバー D.1.4 溶媒調製のチェックリスト D.1.5 水 D.1.6 バッファー	227 227 227 227 228 228 228
D		はじめに D.1.1 清浄な溶媒 D.1.2 溶媒の品質 D.1.3 溶媒リザーバー D.1.4 溶媒調製のチェックリスト D.1.5 水 D.1.6 バッファー D.1.7 テトラヒドロフラン (THF)	227 227 227 227 228 228 228 228
D	D.1	はじめに D.1.1 清浄な溶媒 D.1.2 溶媒の品質 D.1.3 溶媒リザーバー D.1.4 溶媒調製のチェックリスト D.1.5 水 D.1.6 バッファー D.1.7 テトラヒドロフラン (THF) D.1.8 GPC の溶媒とシールの選択	227 227 227 227 228 228 228 228 228
D	D.1	はじめに D.1.1 清浄な溶媒 D.1.2 溶媒の品質 D.1.3 溶媒リザーバー D.1.4 溶媒調製のチェックリスト D.1.5 水 D.1.6 バッファー D.1.7 テトラヒドロフラン (THF) D.1.8 GPC の溶媒とシールの選択	227 227 227 228 228 228 228 228 228 230
D	D.1	はじめに D.1.1 清浄な溶媒 D.1.2 溶媒の品質 D.1.3 溶媒リザーバー D.1.4 溶媒調製のチェックリスト D.1.5 水 D.1.6 バッファー D.1.7 テトラヒドロフラン (THF) D.1.8 GPC の溶媒とシールの選択  溶媒の適合性 D.2.1 使用できない溶媒	227 227 227 228 228 228 228 228 228 230 230
D	D.1	はじめに D.1.1 清浄な溶媒 D.1.2 溶媒の品質 D.1.3 溶媒リザーバー D.1.4 溶媒調製のチェックリスト D.1.5 水 D.1.6 バッファー D.1.7 テトラヒドロフラン (THF) D.1.8 GPC の溶媒とシールの選択	227 227 227 228 228 228 228 228 228 230 230
D	D.1	はじめに D.1.1 清浄な溶媒 D.1.2 溶媒の品質 D.1.3 溶媒リザーバー D.1.4 溶媒調製のチェックリスト D.1.5 水 D.1.6 バッファー D.1.7 テトラヒドロフラン (THF) D.1.8 GPC の溶媒とシールの選択 溶媒の適合性 D.2.1 使用できない溶媒 D.2.2 使用できる溶媒	227 227 227 228 228 228 228 230 230 230
D	D.1  D.2  D.3	はじめに D.1.1 清浄な溶媒 D.1.2 溶媒の品質 D.1.3 溶媒リザーバー D.1.4 溶媒調製のチェックリスト D.1.5 水 D.1.6 バッファー D.1.7 テトラヒドロフラン (THF) D.1.8 GPC の溶媒とシールの選択 溶媒の適合性 D.2.1 使用できない溶媒 D.2.2 使用できる溶媒 溶媒の混和性 D.3.1 混和性番号 (M 番号) の使用法	227 227 227 228 228 228 228 230 230 230 232 233
D	D.1  D.2  D.3	はじめに D.1.1 清浄な溶媒 D.1.2 溶媒の品質 D.1.3 溶媒リザーバー D.1.4 溶媒調製のチェックリスト D.1.5 水 D.1.6 バッファー D.1.7 テトラヒドロフラン (THF) D.1.8 GPC の溶媒とシールの選択 溶媒の適合性 D.2.1 使用できない溶媒 D.2.2 使用できる溶媒	227 227 227 228 228 228 228 230 230 230 232 233
D	D.1  D.2  D.3  D.4	はじめに D.1.1 清浄な溶媒 D.1.2 溶媒の品質 D.1.3 溶媒リザーバー D.1.4 溶媒調製のチェックリスト D.1.5 水 D.1.6 バッファー D.1.7 テトラヒドロフラン (THF) D.1.8 GPC の溶媒とシールの選択 溶媒の適合性 D.2.1 使用できない溶媒 D.2.2 使用できる溶媒 溶媒の混和性 D.3.1 混和性番号 (M 番号) の使用法	227 227 227 228 228 228 228 230 230 230 232 233

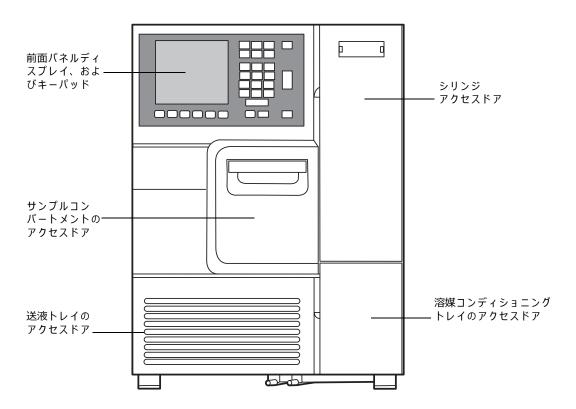
D.7	移動相の溶媒の脱気	234
	D.7.1 気体の溶解度	234
	D.7.2 真空脱気	
D.8	波長の選択	
	D.8.1 一般の溶媒に対する UV カットオフ	
	D.8.2 混合移動相	237
	D.8.3 一般的な溶媒の屈折率	238

# 1 Alliance e2695 セパレーションモ ジュールの使用を始めるにあたって

## 1.1 セパレーションモジュールの概要

Alliance e2695 セパレーションモジュールは、ソルベントマネージメントとサンプルマネージメントとが統合されたプラットフォームです。従来の高速液体クロマトグラフィー (HPLC) のソルベントマネージメントシステムとサンプルマネージメントシステムの 2 つのコンポーネントを統合することにより、重要なセパレーション機能がすべて合理化されます。

図 1-1: Alliance e2695 セパレーションモジュール(正面図)



## 1.1.1 HPLC システムの構成

セパレーションモジュールは、さまざまな HPLC システムの構成との互換性を有するように、RS-232、IEEE-488、Ethernet、および I/O 接続をサポートしています。以下のように使用できます。

- 単純なスタンドアローン HPLC システムとして用いる I/O およびタイミング信号源
- 以下の Waters 検出器を含む HPLC スタンドアローンシステムの IEEE-488 システムコントローラー
  - 2414 または 2410\* 示差屈折計 (RI)、あるいは 410\* 示差屈折計 (dRI)
  - 2414 RI、2410 RI、または 410 dRI および 2487\* デュアル波長または 486\* チューナ ブル吸光度検出器
  - 2487 デュアル波長または 486 チューナブル吸光度検出器
    - \*Waters による販売が終了している製品。
- IEEE-488 通信を使用して Empower または MassLynx ソフトウェアが制御する HPLC システムのコンポーネント
- Ethernet 通信を使用して Empower ソフトウェアが制御する HPLC システムのコンポーネント
- RS-232 通信を使用して Waters 以外のデータシステムが制御する HPLC システムのコンポーネント

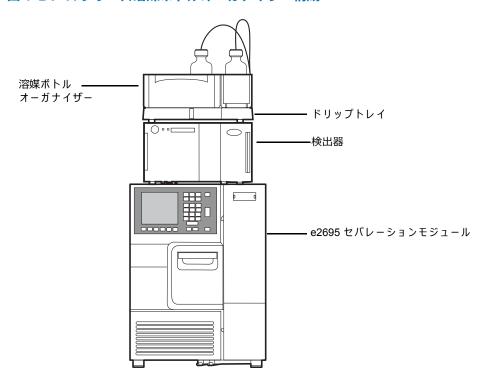
## 1.1.2 溶媒ボトルトレイキット

Alliance HPLC システム構成と使用可能ないくつかの溶媒ボトルトレイキットがあります。

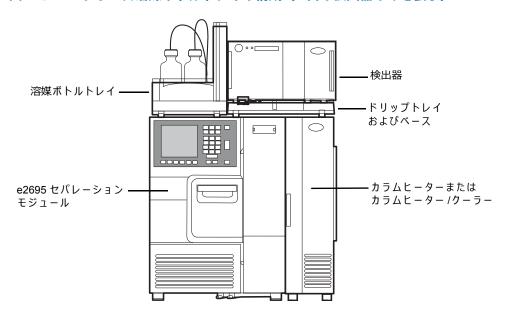
表 1-1: 溶媒ボトルトレイキットオプション

システム設定	キットパーツ番号	使用場所	説明
A シリーズ: ボトルオーガナイザー	176003103	セパレーションモ ジュールのあるシ ステムのみ	ボトルトレイには取り外し 可能なドリップトレイが付 属しており、検出器の上に 積み重ねられています。 2 つの 4 リットルボトルお よび 9 つの 1 リットルボト ルに対応できます。
B シリーズ: ボトルトレイおよび 検出器ベース	176003104	セパレーションモ ジュール、および カラムヒーターま たはカラムヒー ター /クーラーを搭 載したシステム	ボトルトレイには取り外よ 可能なした検出器ベースが 付属しています。 これにより、検出器をカラムによりの4 リットル トルおよび4 つの1 リット ルボトルに対応できます。
C シリーズ: ボトルバケツ	176003105	Alliance HPLC システムのいずれか	自立しているボトルトレイ。 1~4リットルのボトルの 組み合わせに対応できます。

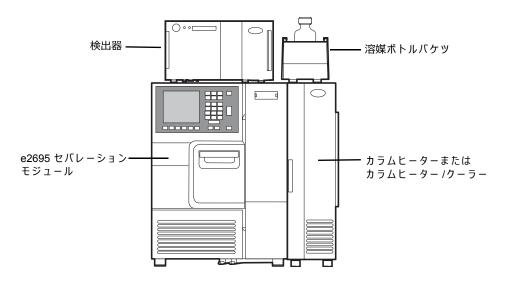
#### 図 1-2: A シリーズ溶媒ボトルオーガナイザー構成



#### 図 1-3: B シリーズ溶媒ボトルトレイの構成(1 台の検出器のみを表示)



#### 図 1-4: C シリーズ溶媒ボトルバケツ構成



## 1.1.3 クロマトグラフィー機能の制御

メソッドをプログラムすると、セパレーションモジュールにより以下の機能が制御されます。

- 溶媒の組成
- 流量
- プランジャーシール洗浄フロー
- ニードル洗浄フロー
- サンプル注入
- インライン真空脱気
- 外部イベント
- IEEE-488 インターフェースバスを介した検出器の操作
- カラムの加熱/冷却(取り付けられている場合)
- サンプルの加熱/冷却(取り付けられている場合)

セパレーションモジュールは、クロマトグラフィー分離に影響するパラメーターを制御します。 これらのパラメーター値をプログラムすることにより、各分析の前に装置をセットアップすることなく、メソッドごとにパラメーター値を変更できます。

## 1.1.4 溶媒漏れの保護

セパレーションモジュールの液体を扱うすべての部分には溶媒漏れに対する保護機能があります。こぼれた溶媒は、前面パネルの下の廃液ラインコネクターに流れます。上面カバーのドリップトレイは、検出器をセパレーションモジュールの上に配置したときの漏れ防止になります。溶媒ボトルトレイは溶媒リザーバーと洗浄溶媒リザーバーを収容し、液漏れにも対応できます。

#### 1.1.5 記録機能

セパレーションモジュールは、次の情報を自動的に記録します。

- システムエラー
- 各分析についてプログラムした動作条件(ローカルメソッドのみ)

Log(ログ)ソフトキーを押すと、前面パネルからシステムエラーが確認できます。ローカルメソッドは前面パネルに表示できます。また、プリンターが接続されているか、または RS-232 ポートを使用して外部装置に転送することで、印刷することができます。リモートメソッド (Empower から転送) は記録されず、また前面パネルにも表示されません。

#### 1.1.6 電源

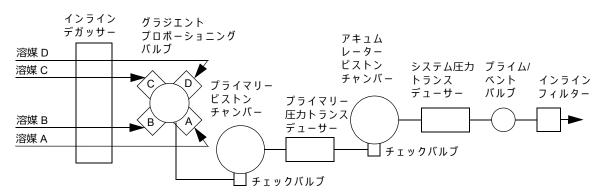
セパレーションモジュールには、工場出荷時に、オプションのサンプルヒーター/クーラーを同時 に稼働できる電源が装備されています。

電源には、短絡保護機能があり、交換可能な外部ヒューズは使用しておらず、装置の電源をオフ にし、その後オンにすることによりリセットされます。

## 1.2 ソルベントマネージメントシステムの概要

ソルベントマネージメントシステムは、溶媒リザーバーからの溶媒を混合し、脈流の無い低拡散流路を経由してそれをサンプルマネージメントシステムに送液します。システムには、シリアルフローパスと 2 つの独立駆動プランジャー、および最適なフローコントロールを行う 2 つのチェックバルブが組み込まれています。同期組成制御 (Synchronized Composition Control、SCC)が、選択した流量、組成、およびピストン容積に基づき、グラジエントプロポーショニングバルブ (GPV)の動作率を決定します。

#### 図 1-5: ソルベントマネージメントシステムの流路



- 1. 溶媒はインライン真空デガッサーで処理されます。
- 2. グラジエントプロポーショニングバルブが溶媒を混合します。
- 3. 混合された溶媒はインレットチェックバルブからプライマリーピストンチャンバーに入り、一方、アキュムレーターピストンは圧力のかかった溶媒をシステム圧力トランスデューサーに送液します。

- 4. アキュムレーターチャンバーが空になる直前に、プライマリーピストンチャンバー内の溶媒は、システム圧力トランスデューサーの値よりも少し低い圧力まで予圧されます。
- 5. アキュムレーターピストンチャンバーが空になると、プライマリーピストンが溶媒を加圧してプライマリー圧カトランスデューサーを介して送液します。アキュムレーターピストンチャンバーが充填され、加圧された溶媒をシステム圧カトランスデューサーを介して送液し、システムの流量を一定に維持します。このサイクルが、ステップ3から繰り返されます。
- 6. システム圧力トランスデューサーは、動作圧力を測定します。ソフトウェアがプライマリー ヘッド圧力をシステム圧力と比較し、予圧ステップを調整して圧力を平衡させ、スムーズ で脈流のない送液を行います。
- 7. 溶媒は、システム圧力トランスデューサーのアウトレットからプライム/ベントバルブおよびインラインフィルターに流れ込みます。
- 8. 溶媒はインラインフィルターからサンプル管理システムに送液されます。

## 1.2.1 溶媒の混合

グラジェントプロポーショニングバルブ (GPV) は、任意の組成と比率で最大4種類の溶媒を混合します。GPV は、溶媒圧縮率およびシステム背圧には無関係に、予測可能なグラジェントセグメントを生成します。溶媒の選択とミキシングは、送液システムの低圧側(溶媒入力側)で行われます。溶媒は混合されて各ピストンチャンバーに入ります。

## 1.2.2 プライム/ベントバルブ

プライム/ベントバルブは、シリンジを接続してソルベントマネージメントシステムから溶媒を引き抜くことができるように設計されています。

## 1.2.3 プランジャーシール洗浄システム

シール洗浄溶媒はプランジャーを潤滑し、各ピストンチャンバーの高圧側からプランジャーシールを越えて入り込んだ溶媒や析出した塩を洗い流します。シールを洗浄することにより、寿命が延びます。プランジャーシール洗浄システムの動作:

- プランジャーシール洗浄溶媒はリザーバーからソレノイド洗浄ポンプに入り、続いてプライマリーヘッド内のメインプランジャーシール後部のキャビティに入ります。
- アキュムレーターヘッドでは、洗浄溶媒はヘッドからプランジャーシール後部のキャビティに入ります。
- アキュムレーターヘッドから、洗浄溶媒は廃液として排出されます。

ソルベントマネージメントシステムが溶媒を送液しているとき、プランジャーシール洗浄ポンプが洗浄溶媒を指定された時間間隔で間欠的に循環させます。

## 1.2.4 液枯れに対する保護

溶媒リザーバーが空になったことから液枯れが発生し、その結果、動作圧力が送液システムの 125 サイクルにわたって 172 kPa(1.7 bar、25 psi)未満になっていると、セパレーションモジュールは自動的に停止します。

## 1.2.5 プランジャーの推奨ストローク容量

セパレーションモジュールの別々のプログラム可能なストローク容量により、最適な流量供給と溶媒混合が得られます。さらに、初期設定(プログラム済み)のストローク容量 130  $\mu$ L を変更して、特定のアプリケーション向けに性能を改善できます。このためには、次の表に示すように推奨ストローク容量 25  $\mu$ L、50  $\mu$ L、または 100  $\mu$ L を選択します。ストローク容量を小さくすると、トリフルオロ酢酸 (TFA) のグラジエントのように付加的ミキシングを必要とする溶媒で効果的なことがあります。この付加的ミキシングは、静的ミキサーまたは動的ミキサーとは異なり、遅延容量を増加させることはありません。

表 1-2: 異なるストローク容量

流量範囲(mL/分)	ストローク容量 (μL)
$0.050 \sim 0.530$	25
0.531 ~ 1.230	50
$1.231 \sim 3.030$	100
3.031 ~ 5.000	130

## 1.2.6 インライン真空デガッサー

PerformancePlus インライン真空デガッサーは、可変速の連続稼働真空ポンプを内部容量の低いデガッサーチャンバーと組み合わせた設計になっています。この結果、装置のプライムと平衡化の時間が短縮され、アイドル状態から動作再開まで、または溶媒変更後の遅延が最小になります。

デガッサーの真空ポンプは、HPLC の移動相のメンブレン脱気専用に設計されています。連続稼働ポンプは、高速時は高速減圧を行い、低速時は真空レベルを一定に保持します。

#### 1.2.6.1 デガッサーの注意事項

脱気効率は、溶媒の溶存ガス量および溶媒が真空チャンバーに滞留した時間に基づきます。ガスの除去効率は、溶媒の流速が増加するにつれて低下します。この理由は、溶媒が真空チャンバーに滞留する時間が短くなるからです。通常の分析用流速範囲  $0.000 \sim 5.000 \text{ mL}$ 分を選択すると、デガッサーは溶存ガスのほとんどを除去します。5.000 mL分を超える流量ではドライプライムとウェットプライムを実行できるので、流速がゼロの時に短時間(プライム後)、溶媒をデガッサーの真空にさらす必要があります( $78 \sim 50 \text{ meV}$ )の真空にさらす必要があります( $50 \sim 50 \text{ meV}$ )。

#### 1.2.6.2 真空デガッサーの圧力トランスデューサー

セパレーションモジュールには、高度や気圧の変化の影響を受けない絶対圧力トランスデューサー (APT) が装備されています。下の表に、APT を装備したセパレーションモジュールの属性を示します。

表 1-3: 絶対圧力トランスデューサーの属性

品目	絶対圧力トランスデューサー
表示単位	kPa、bar、psa
表示単位の符号	正
理論的最大真空度(海面 1 atm に基づく)	0 psia

表 1-3: 絶対圧力トランスデューサーの属性 (続き)

品目	絶対圧力トランスデューサー
動作範囲 (デフォルトの真空圧力のしきい値を使用)	22.1 ~ 0 kPa (0.2 ~ 0 bar、3.2 ~ 0 psia) (圧力が範囲外の場合、アスタリスク (*) が圧 カフィールドに表示される)
「通常」の値	5.0∼10.0 kPa (0.05∼0.10 bar、0.7∼1.5 psia)
高い真空度	小さい値が表示される

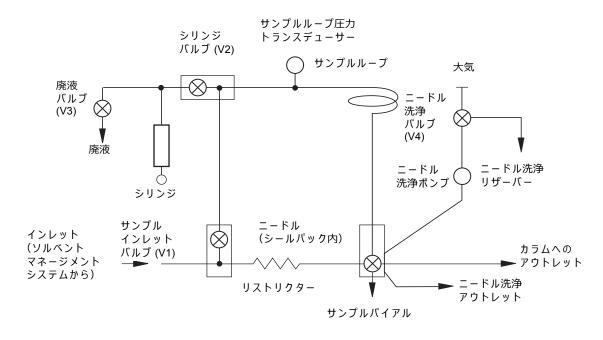
## 1.3 サンプルマネージメントシステムの概要

サンプルマネージメントシステムは、サンプルバイアルの保持と配置を行い、サンプルを溶媒フローに注入します。システムの 5 個のカローセルはサンプルバイアルをそれぞれ 24 個、合計で120 個保持します。バイアルは業界標準の 2mL バイアルで、はめ込み式、圧着式、またはねじ込み式のキャップが付いています。キャリアは、サンプルコンパートメント内で注入ステーションまでカローセルを回転させます。

## 1.3.1 流路

サンプルマネージメントシステムの 4 つのバルブが、溶媒、サンプル、およびニードル洗浄溶媒のフローを制御します。これらのバルブ V1  $\sim$  V4 を次の図に示します。各バルブの位置は [Status](ステータス)画面でモニターすることができます。(70ページの図「[Status](ステータス)画面の 2 ページ目」を参照)。

図 1-6: サンプルマネージメントシステムの流路



サンプルマネージメントシステム内の流路は、実行する機能によって変化します。

#### 1.3.2 通常フロー

通常フロー中は V1 が開いており、溶媒は次の 2 つの流路を流れます。

- 溶媒フローの 95% が V2 本体、サンプルループ圧力トランスデューサー、サンプルループ、 およびニードルを流れます。ニードルは Stream 位置で、溶媒はニードルポートからシール パックを通り、カラムに流れます。
- 溶媒の 5% はリストリクターとシールパックを通り、カラムに流れます。

## 1.3.3 インジェクション

注入サイクルは、次の4つのステップで実行されます。

- 1. 通常フローからのサンプルループの切り離し V1、V2、および V3 が閉じ、その後 V4 が 開きます。ニードル洗浄ポンプがオンになり、ニードルがシール位置に移動します。次に V2 と V3 が開き、サンプルループ圧力を逃がしてループを大気圧にします。
- 2. サンプルの回収 ニードルがサンプルバイアル内に伸び、その後、V3 が閉じ、ニードル洗 浄ポンプがオフになります。シリンジプランジャーが引かれ、サンプルがバイアルからサ ンプルループ内に吸引されます。サンプルはシリンジには入りません。
- 3. 注入のためのニードルの準備 ニードルがシール位置に移動します。

注:洗浄の延長が選択された場合は、V4 が開き、ニードルがシール位置に戻る間、ニードル洗浄ポンプが稼動します。ニードルがシール位置まで戻ると、V4 が閉じ、ニードル洗浄ポンプがオフになります。

4. サンプル注入 – V2 が閉じ、V3 が開きます。ニードルがストリーム位置に移動してサンプルループを加圧します。V1 が開き、溶媒は通常フローに戻ります。溶媒がサンプルループからサンプルを押し出し、ニードルを通してカラムへと送ります。シリンジがホーム位置に戻り、吸引した溶媒を廃液として追い出し、V3 が閉じます。

#### 1.3.4 カローセルの構成

各カローセルは色と文字で区別され、カローセルキャリアの固定位置に配置されます。間違った位置にカローセルを配置して注入しようとすると、セパレーションモジュールに警告が表示されます(47ページの「設定パラメーターの設定」を参照)。1つのサンプルバイアルにつき最大 99 回の注入を実行でき、少量のサンプルや注入に合わせて、またバイアルの底の厚さを補正するために、バイアル内のニードルの深さを調整できます。サンプルバイアルに低容量インサートを使用するときにも、深さ調整が必要な場合があります。

サンプルコンパートメント内の溶媒の漏れや結露などは、正面パネルの下にある廃液接続に流れます。

注入の実行中に、カローセルキャリアにカローセルを載せることができます。カローセルを載せるときには、ドア開放センサーによりキャリアの自動進行が防止されます(63 ページの「カローセルの取り付け」を参照)。

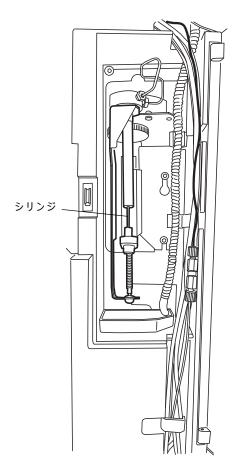
#### 1.3.5 バイアルの有無

ニードルが Draw 位置に移動する前に、発光ダイオードアセンブリーがバイアルを検出します。この検出により、プログラム済みのバイアル位置が偶然空の場合に、溶媒フローに空気が間違って注入されることを防ぎます。47ページの「設定パラメーターの設定」のバイアルの有無確認パラメーターを参照してください。

## 1.3.6 シリンジアセンブリー

シリンジアセンブリーは、アクセスしやすいように前面パネルドアの後ろにあります(28ページの図「シリンジアセンブリー」を参照)。セパレーションモジュールでは、標準の  $250~\mu$ L シリンジを使用しています。オプションとして、 $25~\mu$ L、 $100~\mu$ L、 $2500~\mu$ L のシリンジを取り付けることができます。シリンジの交換手順については、 $142~\alpha$ -ジの「シリンジの交換」を参照してください。セパレーションモジュールのシリアル番号が、シリンジ取り付けプレートに記載されています。

#### 図 1-7: シリンジアセンブリー



## 1.4 動作時の設定

セパレーションモジュールは、次の3つの一般制御モードで動作できます。

- System Controller
- No Interaction
- Remote Control

System Controller モードと No Interaction モードは両方ともスタンドアローンモードです。

## 1.4.1 System Controller ₹ − ド

**注:**[Service Diagnostics](サービス診断)ページで無効となっている場合、このモードは利用できません。

このスタンドアローンモードでは、セパレーションモジュールは HPLC システムコントローラーとして機能します。System Controller モードでは、分析を手動または自動で実行できます。手動分析の場合は、セパレーションモジュールの前面パネルからパラメーター値と選択項目を入力します。自動分析の場合は、セパレーションメソッド、サンプルセット、またはサンプルテンプレートを使用して、セパレーションモジュールを制御します。前面パネルから分析をコントロールする方法については、第4章を参照してください。セパレーションメソッド、サンプルセット、およびサンプルテンプレートを作成して保存する手順については、第6章を参照してください。

システムコンポーネントによっては、次のシグナル接続方法でセパレーションモジュールを他の コンポーネントと接続できます。

- Waters 検出器用 IEEE-488(デジタル)
- I/O (アナログ、ハードワイヤーケーブル)
- Waters 以外のデータシステム、プリンター、インテグレーター用 RS-232(デジタル)

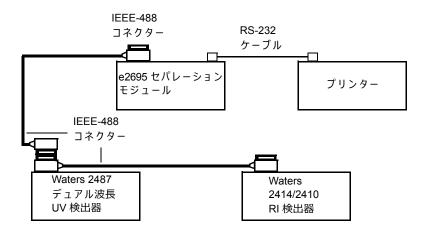
System Controller モードで HPLC システムをコントロールする方法については、第 4 章の手順を参照してください。

System Controller モードでは、セパレーションモジュールは Ethernet 通信で他の装置や検出器をコントロールできません。セパレーションモジュールがリモート制御用に設定されている場合にのみ、Ethernet 通信を使用できます(31 ページの「Remote Control モード」を参照)。

## 1.4.1.1 システムコントローラー動作用のデジタルシグナル接続

次の図に、典型的な HPLC システムの構成を示します。この構成では、セパレーションモジュール(System Controller モード)が IEEE-488 と RS-232 のデジタルシグナル接続だけを使用して HPLC のシステムコンポーネントを制御します。

#### 図 1-8: HPLC システムのデジタルシグナル制御



System Controller モードでは、セパレーションモジュールは IEEE-488 バスで最大 3 つの検出器 チャンネル(UV 検出器チャンネル 2 つ、RI 検出器チャンネル 1 つ)をコントロールできます。 以下の Waters 検出器を使用できます。

- 2414 RI、2410 RI、または 410 dRI
- 2487 デュアル波長検出器または 486 チューナブル吸光度検出器(最大 2 つのチャンネルで任意の組み合わせ)

この種類のシステムでは、検出器のパラメーターをセパレーションモジュールの検出器テーブルで指定します。分析中、セパレーションモジュールは検出器に波長変更、感度変更などのコマンドを指定時間に送信します。検出器テーブルの設定方法については、111 ページの「検出器パラメーターの設定」を参照してください。

セパレーションモジュールは検出器のデータを処理しません。検出器の結果、その他のシステムデータは、データ取り込みシステム、インテグレーター、またはチャートレコーダーに直接送信されます。

IEEE-488 制御の検出器の他に、RS-232 と I/O の接続を使用して、IEEE-488 インターフェースバスに対応していない他のコンポーネントを制御できます。

デジタルシグナルの接続方法については、214 ページの「デジタルシグナル接続」を参照してください。

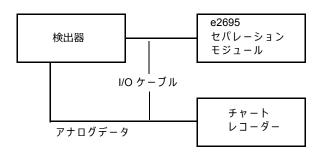
## 1.4.2 No Interaction $\pm - \mathbb{R}$

このスタンドアローンモードでは、セパレーションモジュールは背面パネルの入出力 (I/O) 接続を使用して、HPLC システム内の IEEE-488 非対応装置を制御します。このモードでは、セパレーションモジュールは IEEE-488 と Ethernet のインターフェースバスから切り離されます。接続した Empower システムとの通信を一時中断して、前面パネルからシステムコンポーネントを操作するときに、このモードを使用します。

## 1.4.2.1 No Interaction モード用入出力 (I/O) シグナル接続

次の図に、セパレーションモジュールが I/O シグナル接続を介して HPLC のコンポーネントを制御する HPLC システム構成の例を示します。

#### 図 1-9: HPLC システムの I/O シグナル制御



このタイプのシステムでは、前面パネルから HPLC コンポーネントを個々に設定します。背面パネルの I/O コネクターを使用して、コンポーネントをセパレーションモジュールに接続します。分析中に、セパレーションモジュールからの I/O シグナルがすべての HPLC コンポーネントの同期イベントまたは時間イベントをトリガーします。セパレーションモジュールは検出器のデータを処理しません。検出器からの結果、その他のシステムデータは、データ取り込みシステム、インテグレーター、またはチャートレコーダーに直接送信されます。I/O シグナルの接続方法については、212 ページの「I/O シグナルの接続」を参照してください。

## 1.4.3 Remote Control ₹ - ド

リモート制御モードでは、セパレーションモジュールと他の HPLC システムコンポーネントは、次のデータシステムのいずれかから制御されます。

- Empower クロマトグラフィーデータソフトウェア
- 質量分析計用 Waters MassLynx 質量分析ソフトウェア
- Waters 以外のデータシステムによる RS-232 通信
- Operate Gradient by Event In モードのセパレーションモジュール付き外部オートサンプラー(例:Waters 2700 サンプルマネージャー)

セパレーションモジュールをリモートコントロール用に設定するには、第5章の手順を使用します。

#### 1.4.3.1 サポートされている IEEE-488 と Ethernet の構成

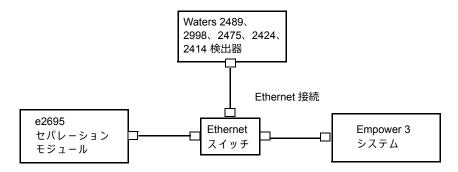
リモート制御モードでは、次に示すサポートされている IEEE-488 と Ethernet の構成にセパレーションモジュールを含めることができます。

- セパレーションモジュールと検出器の両方が IEEE-488 でデータシステムと通信する。
- セパレーションモジュールと検出器の両方が Ethernet でデータシステムと通信する。
- データシステムとセパレーションモジュールが IEEE-488 で通信し、Ethernet でだけデータシステムと通信できる 1 台以上の検出器(Waters 2998、2489、2475、2424、e-SAT/INモジュール接続、または 3100 などの MS 検出器)が含まれている。

#### 1.4.3.2 Empower による制御

次の図に、Ethernet 通信と Empower クロマトグラフィーデータソフトウェアを使用する典型的な HPLC システムを示します。

# 図 1–10: Empower 3 ソフトウェアで制御される典型的な e2695 セパレーションモジュールの HPLC システム



セパレーションモジュールは、Ethernet 経由、または IEEE-488 インターフェースバス経由で Empower ソフトウェアと通信できます (ただし同時に両方とは通信できません)。Empower ソフトウェアを使用して、セパレーションモジュールやその他の HPLC システムコンポーネントを制御する装置メソッドとメソッドセットを作成します。装置メソッドとメソッドセットの作成方法については、Empower ソフトウェアのマニュアルを参照してください。

## 1.4.3.3 MassLynx による制御

MassLynx 質量分析ソフトウェアを使用してセパレーションモジュールを制御する場合、MassLynx インレットエディターを使用して LC/MS システムで使用するセパレーションモジュールと検出器(質量分析計を除く)の動作パラメーターを定義します。セパレーションモジュールの制御方法については、MassLynx ソフトウェアのマニュアルを参照してください。

#### 1.4.3.4 RS-232 による制御

RS-232(ASCII またはバイナリー)通信を使用してデータシステムからセパレーションモジュールをリモート制御するためのパラメーターを設定する方法については、データシステムに付属のマニュアルを参照してください。

## 1.4.3.5 Operate Gradient by Event In での制御

Operate Gradient by Event In モードでは、セパレーションモジュールは外部オートサンプラー (例: Waters 2700 サンプルマネージャー) と接続されます。このモードでは、セパレーションモジュールはグラジエント機能を提供し、外部オートサンプラーはサンプリング/注入機能を提供します。外部オートサンプラーは、セパレーションモジュールの背面パネルにある I/O シグナルコネクターに接続され、ソルベントマネージメントシステムにグラジエント開始の信号を送信します。

## 1.5 オプションと付属品

アプリケーションと設置場所の要件に合わせて、セパレーションモジュールにはさまざまなオプションが用意されています。[Configuration](設定)画面の **Options**(オプション)キーを押して、セパレーションモジュールに現在取り付けられているハードウェアオプションのリストを表示できます。[Configure](設定)画面の表示方法については、47 ページの「セパレーションモジュールの設定方法」を参照してください。

## 1.5.1 カラムヒーター

カラムヒーターは、周囲温度プラス 5 °C(最低温度 20 °C)  $\sim$  60 °C にカラムの温度を維持します。指定範囲外に温度が変化すると、アラームが警告を発生します。*Waters Alliance Series Column Heater and Column Heater/Cooler Operator's Guide*(『Waters Alliance シリーズカラムヒーターおよびカラムヒーター/クーラー操作ガイド』)に、Alliance カラムヒーターおよびカラムヒーター/クーラーの取り付け、操作、メンテナンス、および基本的なトラブルシューティングの手順が記載されています。

## 1.5.2 カラムヒーター /クーラー

カラムヒーター/クーラーは、カラムヒーターよりも加熱範囲が広く、カラムの冷却機能も有します。カラムヒーター/クーラーは  $4\sim65$  °C の範囲でカラム温度を維持し、設定温度範囲は、下限が周囲温度マイナス 15 °C または 4 °C (高い方の温度)で、上限が 65 °C であり、1 °C 単位で設定可能です。 Waters Alliance Series Column Heater and Column Heater/Cooler Operator's Guide (『Waters Alliance シリーズカラムヒーターおよびカラムヒーター/クーラー操作ガイド』)に、Alliance カラムヒーターおよびカラムヒーター/クーラーの取り付け、操作、メンテナンス、および基本的なトラブルシューティングの手順が記載されています。

## 1.5.3 カラムプレヒーター

カラムプレヒーターは、特定のアプリケーション、特に温度コントロールに適していないラボでは、クロマトグラフィーカラムに入る際の移動相の温度を安定させるのに役立ちます。移動相の安定化またはコンディショニングは、保持時間の精度やクロマトグラフィー全体の性能を改善します。プレヒータープレートアセンブリー (WAT271064) は、カラムヒーターまたはカラムヒーター/クーラーのどちらの標準装備にも含まれていません。個別に注文し、e2695 Alliance 装置に後付けする必要のあるオプションです。

## 1.5.4 サンプルヒーター/クーラー

サンプルの安定性や溶解性を最適化するために、サンプルヒーター / クーラーは 4  $\sim$  40 °C の範囲でサンプルコンパートメントの温度を維持します。設定温度範囲は、下限が周囲温度マイナス 25 °C または 4 °C(高い方の温度)で、上限が 40 °C であり、1 °C 単位で設定できます。このオプションは、セパレーションモジュールに取り付けた状態で出荷されるか、現場で Waters の担当者が取り付けることができます。ヒーター / クーラーは、セパレーションモジュールの背面パネルから取り付けられます。温度制御にペルチェ素子を 4 個使用しています。

## 1.5.5 シリンジ

セパレーションモジュールには、25  $\mu$ L、100  $\mu$ L、250  $\mu$ L、または 2500  $\mu$ L のサンプルシリンジを 1 個取り付けることができます。250  $\mu$ L シリンジが標準です。(シリンジの交換手順については、142 ページの「シリンジの交換」を参照してください。)

## 1.5.6 サンプルループ

100  $\mu$ L を超えるサンプル容量を注入するために、追加の 100  $\mu$ L サンプルループ、またはより大きいサンプルループを取り付けることができます。(オプションのサンプルループの取り付け手順については、217 ページの「オプションのサンプルループの取り付け」を参照してください)。

## 1.5.7 カラム選択バルブ

モーター駆動のカラム選択バルブにより、システムは溶媒フローを複数のカラムのいずれかに切り替えることができます。このようなバルブは、カラムヒーターに取り付けられた場合のみ、Alliance によって認識されます。

カラム選択バルブは通常、カラムヒーター、またはカラムヒーター / クーラーの内部に取り付けられています(35ページの図「e2695 カラムヒーター」を参照してください)。アドオンオプションとして現場で取り付けられます。

e2695 には、図に示すように4種類のカラム選択バルブのオプションがあります。

表 1-4: カラム選択バルブのオプション

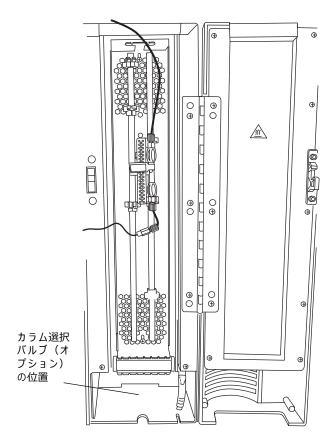
説明	ソフトウェアによる検出	制御元
カラム2本 (6 ポート、2 ポジション)	いいえ	I/O
カラム 3 本	はい	e2695 ソフトウェア
カラム 6 本	はい	e2695 ソフトウェア
カラム 2 本 - 再生 (10 ポート、2 ポジション)	はい	e2695 ソフトウェア

セパレーションモジュールの電源をオンにすると、ソフトウェアによりカラム選択バルブの有無 と種類が自動検出されます。次の方法で、カラム選択を指定できます。

- 前面パネル(73ページの「ダイレクト機能の実行」を参照)
- セパレーションメソッド(92ページの「セパレーションメソッドの作成と編集」を参照)
- サンプルセットメソッドの一部(117 ページの「サンプルセットの作成と編集」を参照)

[Status](ステータス)画面に、ソフトウェアにより検出されたバルブについてだけ、現在選択されているカラム、または流路が表示されます。





#### 1.5.7.1 2 カラム選択バルブ

2 カラム選択バルブ(6 ポート、2 ポジション)オプションは、e2695 ファームウェアでは認識されません。その代わり、このオプションは、セパレーションモジュールの背面パネルにある 4 個の I/O イベントスイッチのいずれかで制御されます。1 つ目のカラムを選択するにはスイッチをオフにし、2 つ目のカラムを選択するにはスイッチをオンにします。

#### 1.5.7.2 3 カラム選択バルブ

3 カラム選択バルブによって 3 カラム位置のいずれかを選択できます。出荷前にあらかじめ設定されていますが、再設定できます。詳細については、206 ページの「カラム選択バルブの接続」を参照してください。

#### 1.5.7.3 6 カラム選択バルブ

6 カラム選択バルブによって 6 カラム位置のいずれかを選択できます。任意の位置をバイパスまたは廃液として指定できます。詳細については、206 ページの「カラム選択バルブの接続」を参照してください。

## 1.5.7.4 2 カラム再生バルブ

2 カラム再生バルブによって、1 つのカラムを使用して LC 動作を実行する一方で、2 番目のカラムは第二溶媒送液システムによって再生させることができます。詳細については、206 ページの「カラム選択バルブの接続」を参照してください。

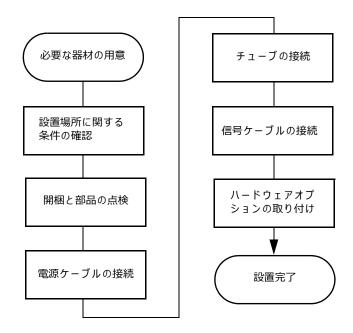
# 2

## e2695 セパレーションモジュールの 設置

## 2.1 設置の概要

この章では、電気ケーブル、シグナルケーブル、配管とフィッティング、およびハードウェアオ プションをセパレーションモジュールに接続する方法について説明します。

#### 図 2-1: セパレーションモジュールの主な設置手順



#### 必要な器材

- プラスドライバー、#2
- マイナスドライバー
- 5/16 インチのスパナ
- チューブカッター
- e2695 セパレーションモジュールのスタートアップキット

セパレーションモジュールの設置が完了後、第3章に進んでください。

## 2.2 設置場所に関する要件

設置場所は、次の表に示す仕様を満たす必要があります。

表 2-1: 設置場所に関する要件

係数	必要条件
温度	4 $\sim$ 40 °C (39 $\sim$ 104 °F)
相対湿度	20 ~ 80%、結露なし
設置場所の広さ	幅:45.7 cm(18 インチ)。カラムヒーターまたはカラムヒーター / クーラー付きの場合、58.4 cm(23 インチ)。 奥行:57.1cm(22.5 インチ)。オプションのサンプルヒーター / クーラー付きの場合、64.8 cm(25.5 インチ)。
振動	ごくわずか
周囲の隙間	後部に最低 16 cm(6 インチ)
静電気	ごくわずか
電源	接地 AC 電源、100~240 VAC、50~60 Hz
電磁場	火花を発するリレーやモーターのような電磁 ノイズ源が近くにないこと

**津意:**セパレーションモジュールの過熱を防止するために、セパレーションモジュールの ・ 背面に最低 16 cm(6 インチ)の隙間を空けてください。

#### e2695 セパレーションモジュールの典型的なシステムの寸法:

注:トレイのサイズ制限を超えないようにするために、4 つの 1 L ボトルまたは 2 つの 4 L ボトルと 2 つの 1 L ボトルという組み合わせで使用してください。

セパレーションモジュールの上面パネルは、検出器 2 台、検出器ドリップトレイ、および充填した溶媒ボトル 4 本を入れた溶媒ボトルトレイの重量を支えることができます。セパレーションモジュールの上に液体が入る装置をおく場合には、必ずその下に漏れ保護を行ってください。

## 2.3 ファームウェアとソフトウェアの要件

 注意: Alliance e2695 セパレーションモジュールのファームウェア 3.04 バージョンでは、 脱気システムのテストが、システムのスタートアップ後、最大 30 分間実行されます。この 間にサンプルセットが開始された場合、システムはサンプルセット実行中に脱気テストを 継続します。サンプルセット実行中に脱気テストでエラーが生じた場合、システムはエラー の状態のまま動作し、サンプルの損失を引き起こす可能性があります。

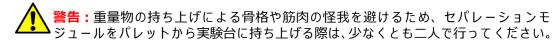
セパレーションモジュールと接続する Waters の検出器は、セパレーションモジュールにインストールしたソフトウェアと正常に通信するために最小のファームウェア要件を満たす必要があります。同様に、セパレーションモジュールを制御する外部リモート管理システムも、最小のソフトウェア要件を満たす必要があります。ファームウェアとソフトウェアの最小要件の詳細については、Alliance e2695 Separations Module Release Notes(『Alliance e2695 セパレーションモジュールのリリースノート』)を参照してください。

## 2.4 装置の開梱

セパレーションモジュールは、カートン 1 個に梱包され、木製パレットに載せて出荷されます。 将来装置を輸送するときのために、カートンとパレットを保管してください。カラム、カラムヒーター、検出器などの外部付属品とオプションは、別のカートンで出荷されます。

#### セパレーションモジュールの開梱方法:

- 1. カートンをパレットに固定しているバンドを取り外します。
- 2. カートン、カローセルボックス、溶媒ボトルトレイ、スタートアップキット、および梱包 材を取り出します。
- 3. 梱包リストとカートンの内容を比較して、品目が全部揃っていることを確認します。



- 4. セパレーションモジュールをパレットから持ち上げ、設置場所に置きます。
- 5. すべての品目について破損の有無を調べ、輸送時の破損があれば輸送会社と Waters の担当者にすぐ報告してください。

**必要条件:**装置に破損がある場合は、Waters のカスタマーサービスに連絡してください。 輸送中の破損およびクレームお申し出についての詳細は、*Waters Licenses, Warranties, and Support Services*(『Waters 使用許諾・保証・サポート』)を参照してください。

## 2.5 外部接続

Alliance e2695 セパレーションモジュールへの全ての外部接続に関する情報については、 付録 B(195 ページの「外部接続」)を参照してください。

# 3 e2695 セパレーションモジュールの 使用準備

## 3.1 セパレーションモジュールの電源投入

電源スイッチ(左のサイドパネルの上)を「I」にして、セパレーションモジュールの電源をオンにします。起動時の診断テストが始まります。

## 3.1.1 起動時の診断テスト

起動時にセパレーションモジュールは次の機能とテストを実行します。

- CPU ボード
- メモリ (RAM および ROM)
- キーパッド
- ・ディスプレイ
- 外部通信
- デジタルシグナルプロセッサ (DSP)

診断テストの電気的部分が完了すると、ディスプレイにテスト結果が表示されます。

## 3.1.2 [Main] (メイン) 画面

スタートアップ診断ルーチンの最初の部分が正常に完了すると、ディスプレイに [Main] (メイン) 画面が表示されます。スタートアップ診断ルーチンは引き続き以下のシステムを初期化します。

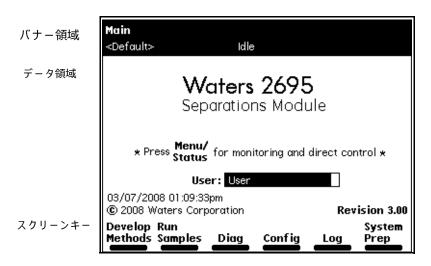
- ニードル、シリンジ、およびバルブ
- カローセルキャリア
- ソルベントマネージメントシステム

診断の実行中に、これらの機械的診断テストのステータスが [Main] (メイン) 画面のバナー領域 に表示されます。スタートアップ診断ルーチンが成功しなかった場合は、174 ページの「トラブルシューティング」を参照してください。スタートアップ診断が完了すると、セパレーションモジュールはアイドル状態になります。

#### 図 3-1: [Main] (メイン) 画面

#### 注:

- [Service Diagnostics] (サービス診断) ページでロックされている場合、[Develop Methods] (メソッドの開発) および [Run Samples] (サンプルの分析) のオプションは灰色表示されています。
- 前面パネルで [Run Samples](サンプルの分析)が使用できない状態にするオプションにより、注入がソフトウェア制御でのみ行われるようにすることができます。アナリストは前面パネルを使用できません。



## 3.2 操作の概要

セパレーションモジュールをスタンドアローンデバイスとして操作するか、リモートコントロールで操作するかにかかわらず、[Main] (メイン)画面を操作して、使用するための準備を行います。

## 3.2.1 画面表示の概要

[Main] (メイン) 画面(およびその他すべての画面)には、次の領域があります。

- バナー
- データ
- スクリーンキー

#### 3.2.1.1 バナー領域

画面に常に表示されるバナー領域は、セパレーションモジュールの現在のステータスを示し、次の 情報をレポートします。

- 現在の画面の名前
- 現在の機能のステータス 溶媒送液の現在の状態(アイドル、パージング、サンプル、または平衡化)を表します。

- 作業のステータス 現在のサンプルセットに対してこれから実行されるあらかじめ設定されたイベントの数。たとえば、次のようなステータスが表示されます。例: Vial 6/Inj 5/6
- リモートコントロール Empower ソフトウェアまたは他のリモートコントロールのモードを示します。
- 現在のセパレーションメソッド、サンプルセット、またはサンプルテンプレート

#### 3.2.1.2 データ領域

画面のデータ領域は、装置に関する特定の操作情報を示します。次の2つの表示モードがあります。

- メニュー 特定の作業の実行を可能にするすべてのコントロール機能を示します。たとえば、セパレーションモジュールの設定、セパレーションメソッド、サンプルセット、またはサンプルテンプレートの作成や変更があります。
- ステータス/コントロール 流量、脱気速度、および溶媒組成など、詳細なステータスおよび対話型コントロール情報を表示します。

2つの表示モードを切り替えるには、Menu/Status(メニュー/ステータス)キーを押します。

#### 3.2.1.3 スクリーンキー領域

画面のスクリーンキー領域は、画面のすぐ下にある 6 個のキーの現在の機能を表示します。スクリーンキーの詳細については、44 ページの「キーパッドの使用」を参照してください。次の表に、[Main](メイン)画面専用のスクリーンキーの機能を示します。各スクリーンキーを押すと、異なる画面が表示されます。

表 3-1: [Main] (メイン) 画面のスクリーンキー

スクリーンキー	機能	参照
Develop Methods (メソッドの作成)	メソッドの作成、編集、表示、 コピー、削除、および保存済 みのメソッドの実行ができる [Methods](メソッド)画面 を表示します。	第6章、「メソッド、サンプルセット、およびサンプルテンプレートの作成」
Run Samples (サンプルの分析)	保存済みのセパレーションメ ソッド、サンプルセット、お よびサンプルテンプレートを 実行できる [Methods](メ ソッド)画面を表示します。	第4章、「前面パネルの制御部」
Diag (診断)	さまざまな診断を実行できる [Diagnostics](診断)画面を 表示します。現在のトランス デューサーの測定値も表示で きます。	第8章、「診断テストおよびト ラブルシューティング」
Config(設定)	多数のパラメーター値を入力 できる [Configuration](設 定)画面を表示します。	47 ページの「セパレーション モジュールの設定方法」
Log (ログ)	エラーログを表示します。	156 ページの「エラーログの 使用」

表 3-1: [Main] (メイン) 画面のスクリーンキー (続き)

スクリーンキー	機能	参照
System Prep(システム準備)	サンプル分析のための一連の システム準備の自動ステップ を開始できる [System Preparation] (システム準備) 画面を表示します。	76 ページの「システム準備の実行」

### 3.2.1.4 [More] (その他) スクリーンキー

[More](その他)スクリーンキーは、さまざまな画面に表示されます。このキーを押すと、追加のスクリーンキーのセットが表示されます。

## 3.2.2 キーパッドの使用

次の表に、キーパッドのキーの機能を示します。

表 3-2: キーパッドの機能

<b>‡</b> -	機能
•	カーソルをすぐ左のフィールドに移動します。
	カーソルをすぐ右のフィールドに移動します。
	カーソルをすぐ上のフィールドに移動します。
	カーソルをすぐ下のフィールドに移動します。
	カーソルを現在の行にある左端のフィールドに移動します。 2回押すと、カーソルを画面の最初のフィールドに移動します。
	カーソルを現在の行にある右端のフィールドに移動します。 2回押すと、カーソルを画面の最後のフィールドに移動します。
	ディスプレイのコントラストを強めます。
	ディスプレイのコントラストを弱めます。
?	コンテキスト依存の [Help] (ヘルプ) 画面を表示します。2 回押すと、一般的な [Help] (ヘルプ) 画面を表示します。[Help] (ヘルプ) 画面を閉じるには、 <b>Exit</b> (終了) または <b>Clear</b> (クリア) を押します。

表 3-2: キーパッドの機能(続き)

<b>+</b> -	機能
Exit	開いているメニューまたはダイアログボックスを閉じて、前の画 面を再表示します。
Clear	現在のフィールドの内容をクリアするか、選択したフィールドに INIT または OFF を入力します。
Enter	現在のフィールドの内容を保存して、カーソルを画面の次の フィールドに移動します。
Menu/ Status	メニューモードとステータス/コントロールモードを切り替えます。
Stop Flow	溶媒送液を直ちに停止し、現在の機能(サンプル処理、プライム、 パージなど)を終了します。このキーを押すと、[Run Stopped] (分析停止)出力スイッチもアクティブになります。
0 ~	対応する数値の現在のフィールドへの入力、対応するグラジエント曲線の選択(0 = 曲線 10)、またはカーソルのリスト内の対応するエントリーへの移動(0 = 10 番目の項目)を行います。
9	
·	小数点の入力、グラジエント曲線 11 の選択、またはバイアル範囲の区切り文字の入力を行います。たとえば、バイアルフィールドに 2 ~ 5 を入力するには、2.5 を入力します。また、リストの最後の項目にカーソルを移動します。

## 3.2.3 パラメーターフィールドへの値の入力

#### パラメーター値の入力方法:

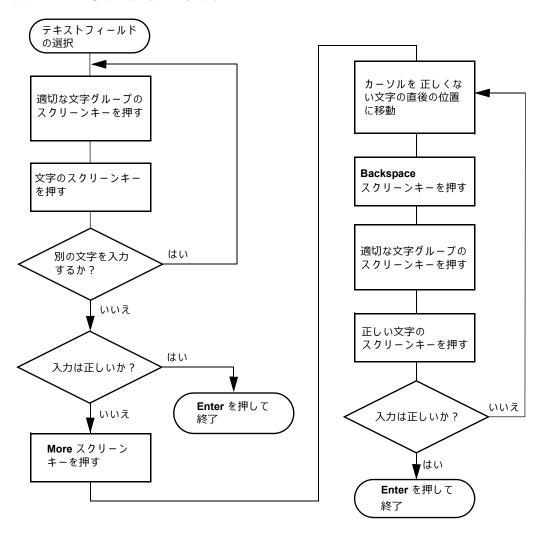
- 1. スクリーンキーまたは Menu/Status キーを使用して、適切な画面を表示します。
- 2. 矢印キーを使用して、変更するパラメーターのフィールドを選択します。
- 3. フィールド名の後にひし形が表示されたら、次の手順を行います。
  - a. Enter を押して、ドロップダウンリストを表示します。
  - b. 矢印キーを使用して値を選択し、Enterを押します。
- 4. フィールドにデータを入力する必要がある場合は、次の手順を行います。
  - 数字キーを使用して数値を入力し、Enterを押します。
  - スクリーンキーを使用して英字データを入力し、Enterを押します。詳細については、46ページの「英数文字列の入力」を参照してください。
- 5. チェックボックスをオンにするには、次の手順を行います。
  - a. 矢印キーを使用して、チェックボックスを選択します。
  - b. オプションに対応する数値を押して、オプションをアクティブにします。
- 6. チェックボックスをオフにするには、任意の数字キーを押してボックスをクリアし、その オプションを無効にします。

#### 3.2.3.1 英数文字列の入力

ユーザー名やメソッド名などの英字入力が必要なフィールドを選択した場合、次の図に示すように各スクリーンキーに文字グループが表示されます。大文字や小文字、英字以外の文字など、追加の選択項目を表示するには、More(その他)キーを押します。フィールドに数値を入力するには、該当する数字キーを押します。

英数フィールドには、最大 30 文字を入力できます。英数入力を終了して保存するには、**Enter** を押します。

#### 図 3-2: 英字データを入力する手順



例:[User Name](ユーザー名)フィールドに名前「Dave」を入力する方法:

- 1. **ABCDEF** スクリーンキーを押します。
- 2. **D** スクリーンキーを押します。
- 3. More スクリーンキーを押し、次に [Lowercase] (小文字) スクリーンキーを押します。
- 4. abcdef スクリーンキーを押します。

- 5. **a** スクリーンキーを押します。
- 6. **stuvwx** スクリーンキーを押します。
- 7. vスクリーンキーを押します。
- 8. abcdef スクリーンキーを押します。
- 9. **e** スクリーンキーを押します。
- 10. Enter を押して、入力を保存します。

## 3.3 セパレーションモジュールの設定方法

セパレーションモジュールを使用するには、セパレーションモジュールのスタンドアローンまたはリモートコントロール、およびさまざまな動作条件を設定する必要があります。以下の操作を実行する場合は常に、[Configuration](設定)画面を使用してセパレーションモジュールを設定します。

- はじめてセパレーションモジュールを設定する
- セパレーションモジュールの設定を変更する
- ユーザーの追加、変更、または削除を行う
- クロックをリセットする

[Main](メイン)画面の [Configure](設定)スクリーンキーを押して、[Configuration](設定)画面を表示します。

## 3.3.1 設定パラメーターの設定

使用する構成の必要に応じて、以下のパラメーターを選択します。

- [Syringe size] (シリンジサイズ)、[Loop size] (ループサイズ) シリンジとサンプルループのサイズを指定します。これらの値は工場であらかじめ設定されています。異なるシリンジやサンプルループを取り付けた場合にだけ、これらの値を変更します。
- [Verify vial presence] (バイアルの有無確認) オンの場合 (デフォルト設定)、指定したカローセル位置にバイアルがない場合、ソフトウェアにより通知されます。
- [Verify carousel placement](カローセルの位置確認) オンの場合(デフォルト設定)、注 入の試行時にカローセルが間違った位置に取り付けられている場合、ソフトウェアにより 通知されます。
- [System] (システム) 動作モードとネットワークアドレス(必要な場合)を選択します。詳細は、52 ページの「操作モードの設定」を参照してください。
- [Printer] プリンターの種類とボーレート(データ転送速度)を選択します。
   ヒント: プリンターの種類として Waters 746 インテグレーターを設定すると、ボーレートは 1200 に自動設定されます。
- [Date format](データ形式)–「Mmm DD YY」(例、Aug 28 17)または「DD Mmm YY」(例、28 Aug 17)のどちらかを選択してください。
- [Pressure units] (圧力単位) psi、kPa、および bar から単位を選択します。
- [Alarm sound] (アラーム音) アラームの長さ(連続音または単発音)を選択します。

[Configuration] (設定) 画面のスクリーンキーを押して、値を指定したい他のパラメーターフィールドにアクセスできます。

表 3-3: [Configuration] (設定) 画面のスクリーンキー

スクリーンキー	説明
User Names(ユーザー名)	保存済みのユーザー名のリストの表示、およびユーザー名の追加、変更、および削除を行います。
Detectors(検出器)	IEEE-488 バスをスキャンして、接続されている Waters の検出器、そのアドレス、およびファームウェアのリビジョン番号のリストを表示します。セパレーションモジュールがシステムコントローラーとして構成されており、かつ検出器の電源がオンの場合にのみアクティブです。
Options (オプション)	セパレーションモジュールに取り付けられて いるハードウェアオプションのリストを表示 します。
Set Clock(日時の設定)	現在の日時を設定できる[Set Clock](日時の 設定)ダイアログボックスを表示します。
Events In(イベント入力)	送液停止と注入ホールドの外部シグナル条件 を指定します(52ページの「操作モードの設 定」を参照)。
More (その他)	[Configuration](設定)画面の 2 セットのス クリーンキーを切り替えます。
Reports (レポート)	レポートに含める情報の種類、およびレポートの出力先をプリンターとインテグレーター のいずれにするかを指定します。
Comp Check(圧縮チェック)	圧縮チェックの基準を指定します。
Auto Shutdown(自動停止)	セパレーションモジュールの自動停止パラメーターを指定します(48 ページの「自動停止」を参照)。

#### 3.3.1.1 自動停止

次に示す動作がセパレーションモジュールで一定期間行われていない場合、セパレーションモジュールを自動停止するように設定できます。

- キーボードが操作されていない
- 注入が実行されていない
- リモート接続されている Empower システム、MassLynx コンピューター、または外部オートサンプラーから、セパレーションモジュールに変更内容が送信されていない
- セパレーションモジュールの動作を一時停止するエラー条件

セパレーションモジュールを停止状態のままで無期限に放置することができます。[Auto Shutdown] (自動停止) ダイアログボックスで指定するセパレーションメソッドは、指定期間の作動していない状態の後に適用される初期条件を定義します。以下のような場合に、自動停止機能を使用します。

- 注入と注入の間に長期の遅延が存在する場合
- 無人分析または長時間の分析後に溶媒流量を最小限にする場合
- インライン真空デガッサーをオフにする場合
- 温度制御をオフにする場合
- 検出器のランプをオフにする場合

**ヒント:**装置を 1 週間以上使用しない場合は、メタノールまたはメタノールを混合した HPLC グレードの水で送液システムを洗浄してから、停止します(66 ページの「セパレーションモジュールの電源オフ」を参照)。

#### 自動停止機能を有効にする方法:

- 1. [Main](メイン)画面の [Configure](設定)スクリーンキーを押し、次に [More](その 他)スクリーンキーを 1 回押します。
- 2. [Auto Shutdown] (自動停止) スクリーンキーを押します。
- 3. セパレーションモジュールが停止しているときに使用するセパレーションメソッドを選択します。

ヒント:選択したメソッドの初期条件だけが使用されます。

- 4. セパレーションモジュールを停止するまでの時間(単位:分)を入力します。 **代替手段:**自動停止機能を無効にするには、Clear を押します。
- 5. 「OK] を押します。

**結果:**指定時間内に動作が行われない場合、セパレーションモジュールが停止します。

6. Exit を押します。

自動停止機能を使用して 2487 または 486 検出器のランプをオフにする場合は、[I/O Events Timed Table](I/O イベント時間テーブル)画面で、[Lamp Off](ランプオフ)イベントをプログラムして、INIT 時間を指定します(107 ページの「I/O パラメーター値の設定」を参照)。

#### 3.3.1.2 イベント入力

#### 送液停止と注入ホールドを有効にするシグナル条件の指定方法:

- 1. [Events In] (イベント入力) スクリーンキーを押します。
- 2. [Events In] (イベント入力) ダイアログボックスで Enter を押すと、送液停止端子 (I/O コネクター) のシグナルがただちに溶媒の送液を停止する条件が表示されます。
  - Ignore (無視) 送液停止端子を無効にする
  - On High (High のとき) シグナルが High になると送液を停止する
  - On Low (Low のとき) シグナルが Low になると送液を停止する
- 3. 適切な条件を選択して、Enterを押します。

**結果:**条件が一致すると、現在の機能が一時停止されます。機能の中止または再開ができるダイアログボックスが表示されます。

- 4. [Hold 1] (ホールド 1) フィールドを選択し、次に Enter を押して、[Hold 1] (ホールド 1) 入力が次の注入を停止する条件を表示します。
- 5. 適切な条件を選択して、Enterを押します。

- 6. [Logic](ロジック)フィールドを選択し、次に Enter を押して、サンプルをサンプルループに吸引させないようにする  $[Hold\ 1]$ (ホールド 1)と  $[Hold\ 2]$ (ホールド 2)シグナルの組み合わせを表示します。
- 7. 該当するロジックを選択して、Enterを押します。

**ヒント:** [And] または [Or] を選択します。

- And [Hold 1] (ホールド 1) と [Hold 2] (ホールド 2) に指定した両方の条件が満たされた場合に注入が遅延されます。
- Or [Hold 1] (ホールド 1) と [Hold 2] (ホールド 2) に指定した一方の条件が満たされた場合に注入が遅延されます。
- 8. [Hold 2] (ホールド 2) フィールドに対して、ステップ 4 ~ステップ 7 を繰り返します。
- 9. [OK] スクリーンキーを押します。

#### 3.3.1.3 レポートオプションの設定

プリンターまたはインテグレーターに送信する情報を指定するには、[Report Options](レポートオプション)ダイアログボックスを使用します。レポートを印刷する前に、[Configuration](設定)画面の [Printer](プリンター)セクションでプリンターを選択します。[Print](印刷)スクリーンキーを押すと表示される [Print](印刷)ダイアログボックスで、レポートの出力先を選択します。

#### プリンターまたはインテグレーターに送信する情報を定義する方法:

- 1. [Reports] (レポート) スクリーンキーを押して、[Report Options] (レポートオプション) ダイアログボックスを表示します。
- 2. 表示されたリストから、レポートの出力先を選択します。

規則: RS-232 ポートがリモートコントロール用に設定されている場合、または以前プリンターの選択を [None](なし)に設定している場合は、[Disable Reporting](レポートの無効化)だけが選択できます。

- 3. オプションを選択し、数字キーを押して(オプションを有効にして)、Enter を押します。 **ヒント:**次のオプションと機能があります。
  - Gradient table (グラジエントテーブル) グラジエントの表を生成します (101 ページの表を参照)。
  - I/O event table (I/O イベントテーブル) I/O の表を生成します (110 ページの表を参照)。
  - Detector table (検出器テーブル) 検出器の表を生成します (117 ページの表を参照)。
  - Event overview (イベントの概要) すべての表を結合した概要を生成します。
  - Misc. parameters (その他のパラメーター) 表に含まれていない全パラメーターのリストを生成します。
  - System config (システム設定) 装置設定パラメーターのリストを生成します。
  - Per-inject data (注入ごとのデータ) 各注入について、温度と圧力の最大値、最小値、 平均値、日時、バーコード番号などのリストを生成します。
  - Alarms (アラーム) 各注入時に発生したエラー条件のリストを生成します。
- 4. [OK] スクリーンキーを押して、[Report Options] (レポートオプション) ダイアログボックスを閉じます。

Exit を押して、[Main] (メイン) 画面に戻ります。
 次の図に、すべてのオプションを選択して作成したレポートの例を示します。

#### 図 3-3: サンプルレポート

```
REPORT: Alliance e2695 Separations Module
SERIAL NUMBER: F01SM7885M
PRINTED:
                    03/17/08 08:26:40am
USER:
                   User
CONFIGURATION: Syringe (250 uL), Loop (100 uL)
SEPARATION METHOD: Default
(1) MOBILE PHASE
   Low pressure alarm: Disable
   High pressure alarm: Disable
   Bubble detect alarm: Alert user
   Flow Ramp: 2.00 min (5.0 mL/min/min)
   Degasser Mode: On
   Degasser fail alarm: Alert user
   Pump sealwash period: 1.00
   Preferred stroke volume: 130 uL
             (min) (mL/min) %A %B %C
1.INIT 0.000 100.0 0.0 0.0
Gradient: (min)
                                                        %D
                                                                Curve
                                                          0.0
(2) SAMPLE
   Sample temperature:
Sample temp alarm: Log quietly +/- 5C
Syringe draw (rate): Normal (2.50 uL/sec)
(depth): 3 mm from bottom of vial
(3) AUTOSAMPLER
   Pre-column volume: 0.0 uL
    Post-run delay: 0.00 min
    Compression check alarm:
(4) COLUMN
   Column temperature: 35C
Column temp alarm: Log quietly +/- 5C
(5) I/O
Chart output:
                         System pressure
Table: (min) Event TypeAction
                                Param
1. 0.00Switch 10n
(6) DETECTORS
   2487-1: Enabled
    2487-2: Disabled
    2410: Enabled
    2410 Sensitivity: 1
    2410 Cell temperature: 30.0C
    2410 External temp 1: 25.0C
    2410 External temp 2: 25.0C
    2410 Filter: 3.0 sec
    2410 Autozero on inject: Yes
```

```
(2410 Polarity: [+]
             (min)
                       Detector Action
Table:
                                                               Param
                       2487 (1) Set wavelength
2487 (1) Set filter
              1.INIT
              2.INIT
                         486 (1) Set AU full scale
486 (1) Set chart polarity
              3.INIT
                                                                  1.234
              4.INIT
                          486 (1)
              5.TNTT
                                      Auto zero
OVERVIEW
                (min)
                           Action
              1.TNTT
                           2487(1) 254 nm
                           2487(1) filter 1.0
              2.TNTT
              3.INIT
                          2487(1) 1.234 AUFS
                          2487(1) chart polarity pos
              4.TNTT
                           2487(1) auto zero
              5.INIT
                           1.000 mL/min 100.0%A 0.0%B 0.0%C 0.0%D c6
              6 INIT
              7.INIT
                           Set Switch 1
->Sample injected at 03/17/08 02:26:42pm( 10.0 uL from vial 1 )
```

#### 3.3.1.4 圧縮チェックのパラメーター

セパレーションモジュールには、サンプルループ、シールパック、およびバルブ(V1、V2、および V3)の漏れをテストするための圧力チェック機能があります。

[Compression Check](圧縮チェック)ダイアログボックスに、セパレーションモジュールの圧縮チェックが合格か不合格かを決定するパラメーター値を入力します。

#### 圧縮チェックパラメーターの指定方法

- 1. [Configuration] (設定) 画面の [More] (その他) スクリーンキーを押し、次に [Comp Check] (圧縮チェック) スクリーンキーを押します。
- 2. 各フィールドに適切な値を入力して、[OK] を押します。

**ヒント:**次の表に、各パラメーターの範囲と標準値を示します。システムの最良の性能を得るには、各パラメーターの一般的な値を使用することをお勧めします。

表 3-4: 圧縮チェックのパラメーター

パラメーター	説明	範囲	一般的な値
圧縮圧力	圧縮チェックの目標圧 力を設定します。	206.8 ~ 2068.4 kPa (2~20.7 bar、 30~300 psi)	689.5 kPa (6.9 bar、100 psi)
圧縮容量:	圧縮圧力を生成するための最大送出容量を設定します。	$1\sim 15~\mu L$ $2\sim 20~\mu L$ $5\sim 30~\mu L$ $5\sim 100~\mu L$	15 μL 18 μL 20 μL 50 μL
低下時間	システムが圧縮圧力を 保持する時間を設定し ます。	0.0 ~ 999.99 分	1.0 分
低減の最大差	低下時間の開始時点と 終了時点の間の最大圧 力差を設定します。	$0\sim 5000~\mathrm{psi}$	< 345 kPa (< 3.45 bar、 < 50 psi)

#### 3.3.2 操作モードの設定

9 種類の動作モードのいずれかを選択するには、[Configuration](設定)画面の [System](システム)フィールドを使用します。

- No Interaction (インタラクションなし) スタンドアローン動作用。
- System Controller (システムコントローラー) IEEE-488 インターフェースを使用して Waters の検出器をコントロールするときの、スタンドアローン動作用。
- Controlled by Empower (Empower による制御) Ethernet または IEEE-488 のインターフェースを使用して HPLC システムを制御する Empower ソフトウェア動作用。
- ・ Controlled by MassLynx (MassLynx による制御) IEEE-488 ケーブルインターフェースを 使用する MassLynx ソフトウェア制御用。

- Operate Gradient by Event In (イベント入力によるグラジエント動作) オートサンプラー (セパレーションモジュールに外付け) が接点リレーを使用してクロマトグラフィー分析を 開始するときに使用。
- Controlled via RS232 (ASCII) (RS232 (ASCII) による制御) Waters 以外のデータシステムが、データシステムの指定により RS-232 通信と ASCII コントロールを使用してセパレーションモジュールをコントロールするときに使用。
- Controlled via RS232 (binary)(RS232(バイナリー)による制御) Waters 以外のデータ システムが、データシステムの指定により RS-232 通信とバイナリーコントロールを使用 してセパレーションモジュールをコントロールするときに使用。

#### 3.3.2.1 No Interaction $\Xi - F$

このスタンドアローンモードでは、セパレーションモジュールは IEEE-488 と Ethernet のインターフェースバスとは接続されません。セパレーションモジュールは、背面パネルの I/O 接続から、システム内の非 IEEE デバイスをトリガーできます。I/O 接続の方法については、212 ページの「I/O シグナルの接続」を参照してください。

Empower システムなど、接続したリモートデータシステムとの通信を一時中断して、前面パネルからセパレーションモジュールや他のシステムコンポーネントを操作するときに No Interaction モードを使用します。

#### セパレーションモジュールを No Interaction モードに設定する方法:

- 1. [Configuration] (設定) 画面の [System] (システム) フィールドを選択して、Enter を押します。
- 2. 動作モードのリストから [No Interaction] (インタラクションなし) を選択し、Enter、Exit の順に押します。

#### 3.3.2.2 System Controller $\pm - \parallel$

このスタンドアローンモードでは、セパレーションモジュールは IEEE-488 バス上の最大 3 つの検出器チャンネルを制御できます。これらは、2 つの UV 検出器チャンネル (Waters 2487 デュアル波長および/または 486 チューナブル吸光度検出器) と、1 つの RI 検出器チャンネル (Waters 2414 RI、2410 RI、または 410 dRI)を含みます。IEEE-488 接続の詳細については、214 ページの「デジタルシグナル接続」を参照してください。I/O 接続から他のシステムモジュールをトリガーすることもできます。I/O 接続の詳細については、212 ページの「I/O シグナルの接続」を参照してください。

#### セパレーションモジュールを System Controller モードに設定する方法:

- [Configuration] (設定) 画面の [System] (システム) フィールドを選択して、Enter を押します。
- 2. 動作モードのリストから [System Controller] (システムコントローラー) を選択し、Enterを押します。
- 3. [Detectors] (検出器) スクリーンキーを押します。

**結果:**アクティブなデバイスと、その IEEE-488 インターフェースバスのアドレスのリストが表示されます。

- a. Scan(スキャン)スクリーンキーを押して、リストを更新します。
- b. **OK** スクリーンキーを押して [Configuration] (設定) 画面に戻り、Exit を押します。

**結果:**セパレーションメソッドとサンプルセットを使用して、セパレーションモジュールが Waters の検出器を制御できるようになります。

#### 3.3.2.3 Empower 制御モード

このリモートコントロールモードでは、Empower ソフトウェアが Ethernet インターフェースまたは IEEE-488 インターフェースバス(ただし同時は不可)を使用して、HPLC システムの動作を制御します。 214 ページの「デジタルシグナル接続」の説明に従って、Ethernet または IEEE-488 のケーブルを接続します。

#### セパレーションモジュールを Empower 制御モードに設定する方法:

- 1. [Configuration](設定)画面の[System](システム)フィールドを選択し、Enter を押し て動作モードのリストを表示します。
- 2. 動作モードのリストから [Controlled by Empower] (Empower による制御) を選択し、Enter を押します。

**結果:**ネットワークアドレスフィールドが強調表示されます。

- 3. Enter を押して、ネットワークアドレスのドロップダウンリストを表示します。
- 4. 使用するインターフェースに合わせて、次のいずれかを選択します。
  - Ethernet の場合は、「Auto/Ethernet ] 設定を選択します。
  - IEEE-488 の場合は、Empower システムに接続されている他のクロマトグラフィーコンポーネントが使用していない IEEE-488 アドレスを選択します。
- 5. Enter を押し、次に Exit を押します。

結果:セパレーションモジュールが Empower システムから制御できるようになります。

#### 3.3.2.4 MassLynx 制御モード

このリモートコントロールモードでは、MassLynx ソフトウェア(バージョン 3.5 以降)がセパレーションモジュールを制御(2690 エミュレーションモードで)します。MassLynx ソフトウェアは質量分析計で使用され、MassLynx コンピューターとセパレーションモジュールとの間に IEEE-488 インターフェースを使用します。

#### セパレーションモジュールを MassLynx 制御モードに設定する方法:

- 1. [Configuration] (設定) 画面の [System] (システム) フィールドを選択し、Enter を押して動作モードのリストを表示します。
- 2. 動作モードのリストから [Controlled by MassLynx] (MassLynx による制御) を選択し、 Enter を押します。

結果:「Network Address」(ネットワークアドレス)フィールドが強調表示されます。

- 3. Enter を押して、アドレスのリストを表示します。
- 4. MassLynxコンピューターに接続されている他のクロマトグラフィーコンポーネントが使用していないアドレスを選択して、Enter と Exit を順に押します。

MassLynx ソフトウェア制御で分析を実行する方法については、90 ページの「MassLynx 制御での自動分析の実行」を参照してください。

#### 3.3.2.5 Operate Gradient by Event In 制御モード

このモードでは、外部オートサンプラー(例: Waters 2700 サンプルマネージャー)がクロマトグラフィー分析を開始し、(セパレーションモジュールの代わりに)注入を実行します。セパレーションモジュールは IEEE-488 デバイスを制御しませんが、背面パネルの I/O 接続を使用して非IEEE デバイスを制御できます。I/O 接続の詳細については、212 ページの「I/O シグナルの接続」を参照してください。

#### セパレーションモジュールを Operate Gradient by Event In モードに設定する方法:

- 1. [Configuration] (設定) 画面の [System] (システム) フィールドを選択し、Enter を押して動作モードのリストを表示します。
- 2. 動作モードのリストから [Operate Gradient by Event In] (イベント入力によるグラジエント動作)を選択し、Enter を押します。
- 3. [Events In] (イベント入力) スクリーンキーを押して、[Events In] (イベント入力) ダイアログボックスを表示します。
  - **ヒント:**イベント入力条件の定義方法については、49 ページの「イベント入力」を参照してください。
- 4. [Stop Flow] (送液停止) フィールドを適切な条件 (Ignore、High、または Low) に設定して、Enter を押します。
  - セパレーションモジュールの送液停止の I/O 端子を使用しない場合は、[Ignore](無視)を選択します。
  - 外部オートサンプラーからセパレーションモジュールの送液停止 I/O 端子への出力接続が High(よりポジティブ)の TTL レベルに変化する場合は、[High](高)を選択します。
  - 外部オートサンプラーからセパレーションモジュールの送液停止 I/O 端子への出力接続が Low(よりネガティブ)の TTL レベルに変化する場合は、[Low](低)を選択します。
- 5. [Hold 1] (ホールド 1) フィールドを適切な条件(High、または Low)に設定して、Enter を押します。
  - 外部オートサンプラーからセパレーションモジュールの「Hold 1 Inject」端子への出力接続が High(よりポジティブ)の TTL レベルに変化してクロマトグラフィー分析を開始(およびセパレーションモジュールの注入を防止)する場合は、[High](高)を選択します。
  - 外部オートサンプラーからセパレーションモジュールの「Hold 1 Inject」端子への出力接続がLow(よりネガティブ)の TTL レベルに変化してクロマトグラフィー分析を開始(およびセパレーションモジュールの注入を防止)する場合は、[Low](低)を選択します。
    - **必要条件:** Waters 2700 サンプルマネージャーと共にセパレーションモジュールを構成する場合は、[Low](低)を選択します。
- 6. [Logic] (ロジック) フィールドを [Or] に設定して、Enter を押します。
- 7. [Hold 2] (ホールド 2) フィールドを [Ignore] (無視) に設定して、Enter を押します。
- 8. [OK] スクリーンキーを押して、選択項目を保存します。

#### 3.3.2.6 RS-232 (ASCII またはバイナリー) 制御モード

これらのリモートコントロールモードでは、Waters 以外のデータシステム(例: MS システム)が RS-232 の ASCII またはバイナリー通信を使用して、セパレーションモジュールを制御します。これらのモードのいずれかを選択すると、セパレーションモジュールは Ethernet または IEEE-488 のインターフェースバスから切り離されます。セパレーションモジュールは、背面パネルの I/O 接続を使用して、HPLC システム内の非 IEEE デバイスを制御できます。I/O 接続の詳細については、212 ページの「I/O シグナルの接続」を参照してください。

#### セパレーションモジュールを RS-232 (ASCII またはバイナリー) 制御モードに設定する方法:

- 1. [Configuration] (設定) 画面の [System] (システム) フィールドを選択し、Enter を押して動作モードのリストを表示します。
- 2. [Controlled via RS232 (ASCII)] (RS232 (ASCII) による制御) または [Controlled via RS232 (Binary)] (RS232 (バイナリー) による制御) を選択して、Enter と Exit を順に押します。

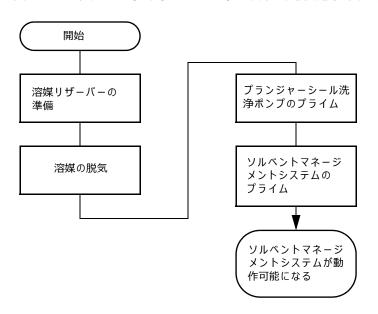
**ヒント**: サードパーティのデータシステムを使用するときに問題が繰り返し発生する場合は、セパレーションモジュールを No Interaction モードに再設定します。問題が解決しない場合は、このマニュアルの該当セクションを参照してください。サードパーティのデータシステムを使用する場合に問題が発生するが、装置を No Interaction モードに設定したときに問題が発生しない場合は、そのデータシステムのベンダーに連絡してください。

## 3.4 ソルベントマネージメントシステムの準備

セパレーションモジュールは、脈流のない正確で精密な溶媒送液を提供するように設計されています。最適性能を得るには、以下のことが必要です。

- 溶媒リザーバーを適切に準備する
- 脱気した溶媒を使用する
- ソルベントマネージメントシステムのプライム
- プランジャーシール洗浄ポンプのプライム

図 3-4: ソルベントマネージメントシステムを使用するための準備



**ヒント:** ソルベントマネージメントシステムの効率を維持し、正確で再現性のあるクロマトグラムを得るには、クロマトグラフィーグレードの溶媒のみを使用してください。



警告:溶媒を取り扱う際には、実験室安全基準を遵守してください。使用する溶媒について、物質安全データシートを参照してください。

## 3.4.1 溶媒リザーバーの準備

#### 一般的な推奨事項:

- 一般的なクロマトグラフィー(例:逆相または順相、およびゲル浸透 (GPC)) に装置を使用する場合は、すべてのリザーバー(溶媒、シール洗浄液、およびニードル洗浄液) について、ホウケイ酸ガラス製の高品質実験用ガラス製品を使用することをお勧めします。
- イオンクロマトグラフィーのような分析手法を使用するときに、ガラス容器がイオン汚染 (ナトリウムイオンや塩化物イオン)に寄与する可能性がある場合は、リザーバーとして実 験用グレードのポリプロピレンやポリエチレンの容器を使用できます。
- 装置を質量分析用検出器と組み合わせて使用する場合は、Waters のウェブサイト (www.waters.com) の [サービス & サポート] の [サポートライブラリー] から最新バージョンの Controlling Contamination in UPLC/MS and HPLC/MS Systems (『UPLC/MS および HPLC/MS システムにおける汚染の管理』) に記載されている推奨事項を参照してください。

スタートアップキット付属のリザーバーキャップがぴったりはまる溶媒リザーバーを選択します。Waters では 1 L リザーバーを推奨します。リザーバーを溶媒ボトルトレイに配置し、トレイをソルベントマネージメントシステムのコンポーネントの上に置きます。

溶媒リザーバーのキャップは、溶媒の蒸発を抑制するのに役立ちます。各キャップにある 3 個のギザギザ付きの穴は、溶媒チューブとベントチューブの周囲に気密シールを形成します。

196 ページの「チューブと付属品の接続」の説明に従って、溶媒ラインとベントラインを配管します。

#### 3.4.2 溶媒の脱気

インライン真空脱気は、移動相の溶存ガスの総量を減らします。真空脱気の詳細については、 25 ページの「デガッサーの注意事項」を参照してください。

**ヒント:**インライン真空デガッサーが適切に動作するように、各真空チャンバーに溶媒を充填する必要があります。ドライプライムダイレクト機能を使用して、すべての真空チャンバー溶媒ラインのプライムを行います。

#### [Status] (ステータス) 画面からインライン真空デガッサーを制御する方法:

- 1. Menu/Status を押します。
- 2. [Status] (ステータス) 画面の [Next Page] (次のページ) スクリーンキーを押して (必要な場合)、デガッサーのフィールドを表示します。
- 3. [Degasser mode] (デガッサーモード) フィールドを選択して、Enter を押します。
- 4. デガッサーモードのリストから、次のいずれかを選択します。
  - On (オン) デガッサーが常にオン
  - Off(オフ) デガッサーが常にオフ
- 5. 動作モードを選択して、Enterを押します。

#### 結果:

- [Vac pump](真空ポンプ)フィールドに、真空脱気ポンプの現在のステータスが表示されます。
- [Pressure](圧力)フィールドに、現在の真空度が psia、bar、または kPa の単位で表示されます。

## 3.4.3 プランジャーシール洗浄ポンプのプライム

シール洗浄液は、各プランジャーを潤滑し、各ピストンチャンバーの高圧側からプランジャーシールを越えて入り込んだ溶媒や析出した塩を洗い流します。この洗浄サイクルにより、シールの寿命が延びます。プランジャーシール洗浄液リザーバーをソルベントマネージメントシステムの上の見える場所に置いて、必要に応じてリザーバーを充填します。

注意:プランジャーシール洗浄とニードル洗浄には、別々の液体と容器を使用してください。これらの液体の機能は異なるので、両方の用途に1種類の液体を使用すると、ニードル洗浄とプランジャーシール洗浄のいずれかの効果が低下するおそれがあります。

逆相 HPLC アプリケーションでは、細菌の増殖を防ぐために、プランジャーシール洗浄溶液として十分な有機成分を持つ水溶液を使用します。たとえば、アプリケーションに合わせて、水 80%/メタノール 20% の溶液、または水 80%/20% アセトニトリルの溶液を使用します。GPC のシール洗浄液の推奨事項については、228 ページの「GPC の溶媒とシールの選択」を参照してください。

## 初めて使用するときやライン全体が乾燥している場合にプランジャーシール洗浄ポンプをプライムする方法:

**ヒント:**同じプランジャーシール洗浄溶液を追加する場合や、既存の溶液と完全に混和できる溶液に変更する場合は、ステップ 1、ステップ 5、およびステップ 6 だけを行ってください。シリンジアダプターを使用しない場合は、ステップ 2 および 4 をスキップできます。

- 1. [Main] (メイン) 画面の **Diag** (診断) スクリーンキーを押します。
  - **結果:**[Diagnostics] (診断) 画面が表示されます。[Diagnostics] (診断) 画面の詳細については、156 ページの「メイン診断テストの実行」を参照してください。
- 2. シリンジアダプターをシリンジ(両方ともスタートアップキットに含まれる)に取り付けます。
- 3. **Prime Seal-Wash**(シール洗浄のプライム)スクリーンキーを押し、次に **Start**(開始)スクリーンキーを押します。
- 4. アダプターを取り付けたシリンジを、シール洗浄廃液ラインに接続し、引き出します。
- 5. シール洗浄液がシール洗浄廃液チューブに到達したら、Halt(停止)スクリーンキーを押します。
- 6. インレットフィルターを取り付け直し、シール洗浄用インレットチューブをシール洗浄液 リザーバーに入れます。
- 7. Close を押して、[Diagnostics] (診断) 画面に戻ります。

## 3.4.4 ソルベントマネージメントシステムのプライム

次のプライム方法のいずれかを使用して、ソルベントマネージメントシステムをプライムします。

- ドライプライム 溶媒ラインが乾燥している場合
- ウェットプライム 混和性のある溶媒に変更する場合

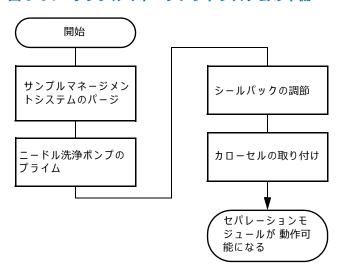
75 ページの「システムのドライプライム」または 77 ページの「システムのウェットプライム」 の適切な手順に従ってください。

ソルベントマネージメントシステムが準備できたら、サンプルマネージメントシステムを使用できるように準備する必要があります。

## 3.5 サンプルマネージメントシステムを使用するための準備

ソルベントマネージメントシステムを準備したら(56 ページの「ソルベントマネージメントシステムの準備」を参照)、サンプルマネージメントシステムを使用できるように準備します。次の図に、サンプルマネージメントシステムを使用するための準備の手順を示します。

#### 図 3-5: サンプルマネージメントシステムの準備



## 3.5.1 システムのパージ

★注意:セパレーションモジュールでの塩の析出を防止するため、バッファーから高濃度有機溶媒に変更する場合は水などの中間溶媒を使用してください。

次の場合にサンプルマネージメントシステムをパージします。

- ソルベントマネージメントシステムをプライムした場合。
- 溶媒を変更した場合。
- シリンジ内に気泡がある場合。
- 毎日の最初にセパレーションモジュールの使用を開始する場合。

#### サンプルマネージメントシステムをパージする方法:

- 1. [Main] (メイン) 画面で、Menu/Status を押します。
- 2. [Status] (ステータス) 画面の [Composition] (組成) フィールドで、溶媒の組成を指定します。
- 3. [Direct Functions] (ダイレクト機能) を押して、[Direct Functions] (ダイレクト機能) メニューを表示します。
- 4. [Direct functions](ダイレクト機能)メニューから [Purge Injector](インジェクターのパージ)を選択して、Enter を押します。[Purge Injector](インジェクターのパージ)ダイアログボックスが表示されます。

5. [Purge Injector] ( 1 - 2 ) ( 1 - 2

**結果:** ソルベントマネージメントシステムが徐々に指定した流量に達し、選択した容量でサンプルループを洗浄します。

6. 圧縮テストを実行しないように、システムをはじめて使用するときには [Compression Check] (圧縮チェック) チェックボックスをオフにします。

注: 圧縮テストの実行前に、シールパックをキャリブレーションしないと、エラーが発生する可能性があります。

7. [OK] を押します。

## 3.5.2 ニードル洗浄ポンプのプライム

ニードル洗浄ポンプはサンプルマネージメントシステムのニードルを洗浄し、注入間のサンプルのキャリーオーバーを防止します。また、ニードル洗浄は、ニードルからバッファー系移動相とサンプルを洗浄して、インジェクターのシールの寿命を延ばします。

#### 3.5.2.1 ニードル洗浄溶媒の選択

サンプルおよび移動相の化学的性質に基づき、すべての溶媒/バッファーに混和性または可溶性があることを確認した洗浄液を使用します。

グラジェント分離は一般的に最初に弱い溶媒の組み合わせを使用するのに対し、最終状態では通常、より強い溶媒の組み合わせになります。通常、最終グラジェント条件と同じようなニードル洗浄液を選択するのが最良の方法です。たとえば、初期のグラジェントが水 80%/ メタノール20%、最終的なグラジェントが水 10%/メタノール90% になる分離では、効果的なニードル洗浄液は水 20%/メタノール80% のものになります。

最終グラジェントの組成に似ているが、同じではないニードル洗浄液を選択すると、早い溶出ピークで溶解性が確保されます。移動相中のサンプルの溶解性が pH に依存する場合、不揮発性塩を含有する pH 調整されたバッファーを使用しない限り、同様の pH に調整したニードル洗浄液を選択してください。

酸を使用する場合は、ニードル洗浄システムにハロゲン化物を含む酸を長期間入れておかないでください。

疎水性の高い成分を含むサンプルを使用する場合、最適なニードル洗浄液を決定するために試験が必要な場合があります。このような場合、水 20%/メタノール 80% などのニードル洗浄溶媒をテトラヒドロフラン (THF) またはジメチルスルホキシド (DMSO)  $(1 \sim 5 \text{ mL} \text{ o THF})$  や DMSO/99  $\sim$  95 mL のニードル洗浄液)と使用する方が望ましいことがあります。

次の表に、特定の移動相条件で使用が推奨されるニードル洗浄溶媒を示します。高濃度のサンプルには、他のニードル洗浄液が必要な場合があります。

注意: ニードル洗浄とプランジャーシール洗浄には、別々の液体と容器を使用してください。これらの液体の機能は異なるので、両方の用途に 1 種類の液体を使用すると、ニードル洗浄またはプランジャーシール洗浄の効果が低下するおそれがあります。

#### 表 3-5: 推奨するニードル洗浄液

クロマトグラフィーの条件	ニードル洗浄液
水溶液(バッファー)、逆相	有機溶媒 80%/水溶液 20% <sup>1</sup>
非水性、逆相	100% メタノール
順相	移動相
GPC	移動相
イオン交換	水

<sup>1.</sup> サンプルの可溶性を高めるために分析溶液に含まれる水溶液の pH を調整している場合、ニードル洗浄液に含まれる水溶液の pH を合わせてください。酸を使用する場合は、ニードル洗浄システムにハロゲン化物を含む酸を長期間入れておかないでください。

#### ニードル洗浄ポンプをプライムする方法:

- 1. ニードル洗浄チューブが適切に配管されていることを確認します(204 ページの「ニードル洗浄液とプランジャーシール洗浄液のリザーバーの取り付け」を参照)。
- 2. [Main] (メイン) 画面の Diag (診断) スクリーンキーを押します。
- 3. [Diagnostics] (診断) 画面の **Prime NdlWash** (ニードル洗浄のプライム) スクリーンキーを押します。

ヒント: 30 秒のニードル洗浄手順が開始されます。30 秒以内に廃液チューブに洗浄液が流れてこない場合は、Start Again(再度開始)スクリーンキーを押します。

### 3.5.3 シールパックの調整

次の場合にシールパックを調整します。

- はじめてセパレーションモジュールを設定する場合。(シールパックを調整するまで、セパレーションモジュールは注入や圧縮チェックを行いません。)
  - 注:圧縮テストの実行前に、シールパックをキャリブレーションしないと、エラーが発生する可能性があります。
- 「Compression Check Failed」(圧縮チェックに失敗)のエラーメッセージが表示される場合。
- ・ 診断手順中に「Missing Restrictor」(リストリクターがありません)のアラームが表示される場合。
- シールパックまたはニードルを交換した場合。
- シールパックを再構成した場合。

シールパックを調整する前に、サンプルマネージメントシステムをパージして、シリンジから空気を除去します。システム内に空気があると、[Alarm Seal Geometry](シール構造のアラーム)または [Alarm Missing Restrictor](リストリクター欠落のアラーム)のダイアログボックスが(エラーで)表示されることがあります。

#### シールパックの調整方法:

- 1. [Main] (メイン) 画面の [Diag] (診断) スクリーンキーを押します。
- 2. [Diagnostics] (診断) 画面の [Adjust Seals] (シールの調整) スクリーンキーを押します。結果:調整手順が開始されます。手順が完了すると、結果が表示されます (160 ページの「シールの調整」を参照)。

#### 3.5.4 カローセルの取り付け

次の表に、カローセルとその色を示します。

表 3-6: カローセルのコードと色

コード	色	バイアル番号
Α	青色	1 ~ 24
В	黄色	25 ~ 48
С	赤色	49 ~ 72
D	緑色	73 ~ 96
E	白色	97 ∼ 120

#### カローセルを取り付ける方法:

1. カローセルドアを開けます。

**ヒント:**「Door is Open」(ドアが開いています)というメッセージが表示されます。

- 2. [Next] (次へ) スクリーンキーを押して(または希望のカローセルのスクリーンキーを選択して)、該当するカローセルを取り付けるためのカローセルターンテーブルを移動します。
- 3. カローセルをサンプルコンパートメント内に取り付けます。
- 4. ステップ 2 とステップ 3 を繰り返して、カローセルをすべて取り付けます。
- 5. カローセルドアを閉じます。

[Configuration] (設定) 画面の [Verify carousel placement] (カローセルの位置確認) チェックボックスをオンにした場合 (デフォルト設定)、正しくない位置に取り付けたカローセルから注入を行おうとするとエラーメッセージが表示されます。

カローセルを載せた後は、以降のカローセルの移動はすべてセンサーにより監視されます。カローセルの移動に失敗したことをセンサーが検出した場合、移動が再試行されます。再度失敗した場合、「Carousel malfunction」(カローセルの故障)エラーが生成されます。これにより、カローセルが常に正しい位置に配置されます。

## 3.6 セパレーションモジュールを使用するための準備

このセクションでは、セパレーションモジュールの準備方法について説明します。手順では、以下の状態にあるセパレーションモジュールのプライム、平衡化、およびパージの一連のステップを示します。

- 新しい、または乾燥したセパレーションモジュール。
- 電源がオフ、または流量0のアイドル状態の、セパレーションモジュール。
- 密媒変更が必要なセパレーションモジュール(バッファー溶媒から有機溶媒へ)。

セパレーションモジュールのプライム、平衡化、およびパージを行い、セパレーションモジュールでサンプル分析ができるように準備するために、ダイレクト機能を使用するステップごとの説明については、73 ページの「ダイレクト機能の実行」を参照してください。

## 3.6.1 未使用またはドライのセパレーションモジュールを使用するため の準備

#### バッファー溶媒から全有機溶媒に変更する方法:

- 1. プランジャーシール洗浄ポンプをプライムします (58 ページの「プランジャーシール洗浄ポンプのプライム」を参照)。
- 2. ニードル洗浄ポンプをプライムします(61ページの「ニードル洗浄ポンプのプライム」を参照)。
- 3. 4 つの溶媒リザーバーすべてに、真空ろ過によりろ過と脱気を行った新しい溶媒を充填します (57 ページの「溶媒リザーバーの準備」を参照)。

**ヒント:** デガッサーを最も効率良く稼働させるために(そして4つのデガッサーチャンバーすべてに溶媒を充填するために)、4つの溶媒リザーバーをすべて充填してください(溶媒を4つ使用しない場合でも)。水を「未使用の」溶媒の1つとして使用する場合は、バクテリアの繁殖を防ぐために水を毎週交換してください。

- 4. デガッサーをオンにします (78 ページの「インライン真空デガッサー内の溶媒の平衡化」 を参照)。
- 5. ドライプライムを実行して、各溶媒ラインとデガッサーチャンバーを満たします (75ページの「システムのドライプライム」を参照)。
- 6. 流量を 5 分間 0.000 mL/ 分に設定して、デガッサーチャンバー内の溶媒を平衡化します (78 ページの「インライン真空デガッサー内の溶媒の平衡化」を参照)。
- 7. システム準備を実行します(76ページの「システム準備の実行」を参照)。

## 3.6.2 アイドルまたは電源オフのセパレーションモジュールを使用する ための準備

★注意:バッファー溶媒から有機溶媒に変更するために後述の手順を実行した場合、プランジャーシール洗浄液およびニードル洗浄液が新しい溶媒と混和性があることを確認してください。

#### 電源オフ、または溶媒を流していないアイドル状態にあるセパレーションモジュールのプライム、 平衡化、およびパージを行う方法:

- 1. プランジャーシール洗浄液のレベルを確認します。必要に応じて、充填とプライムを行います(58 ページの「プランジャーシール洗浄ポンプのプライム」を参照)。
- 2. ニードル洗浄液のレベルを確認します。必要に応じて、充填とプライムを行います (61 ページの「ニードル洗浄ポンプのプライム」を参照)。
- 3. デガッサーをオンにします (78 ページの「インライン真空デガッサー内の溶媒の平衡化」を参照)。
- 4. システム準備を実行します(76ページの「システム準備の実行」を参照)。

## 3.6.3 バッファー溶媒から有機溶媒への変更

★注意:セパレーションモジュールでの塩の析出を防止するため、バッファーから高濃度有機溶媒に変更するときは、水などの中間溶媒を使用してください(232 ページの「溶媒の混和性」を参照)。

#### セパレーションモジュールでバッファー溶媒から全有機溶媒に変更する方法:

- 1. バッファー溶媒の溶媒リザーバーから溶媒ラインを外します。
- 2. 流量 2.000 mL/分を指定して、空気がラインに入り始めるまでウェットプライムを実施します (77 ページの「システムのウェットプライム」を参照)。
- 3. 前に取り外した溶媒ラインをろ過した HPLC グレードの水に入れて、0.5 分間 5 mL/分でウェットプライムを実施します (77 ページの「システムのウェットプライム」を参照)。
- 4. 流量を 5 分間 0.000 mL/ 分に設定して、デガッサーチャンバー内の溶媒を平衡化します (78 ページの「インライン真空デガッサー内の溶媒の平衡化」を参照)。
- 5. 最低 6 ループ容量で、インジェクターをパージします(78 ページの「インジェクターのパージ」を参照)。
- 6. HPLC グレードの水から溶媒ラインを取り出します。
- 7. 清浄な溶媒リザーバーに有機溶媒を満たし、リザーバーに溶媒ラインを入れます。
- 8. 前述の、アイドルまたは電源オフのセパレーションモジュールを使用するための準備手順 を実行します。

## 3.7 セパレーションモジュールの電源オフ

セパレーションモジュールの電源をオフにする前に、流路に残っているバッファー系移動相を除去します(後述の「流路の洗浄」を参照)。

<mark>注意:</mark>カラムの損傷を防ぐため、カラムを取り外してから、次の手順を実行してください。

#### 3.7.1 流路の洗浄

#### 流路からバッファー系移動相を洗浄する方法:

- 1. バッファー系移動相を HPLC グレードの水に交換して、3 mL/分で 10 分間システムをウェットプライムします(77 ページの「システムのウェットプライム」を参照)。
- 2. インジェクターのパージを 3 サイクル実施します (78 ページの「インジェクターのパージ」を参照)。

**必要条件:** サンプルループが清浄である必要があります。

- 3. プランジャーシール洗浄液を新しい水 80%/メタノール 20% の溶液、または混和性のある溶媒に交換して、プランジャーシール洗浄ポンプをプライムします(58 ページの「プランジャーシール洗浄ポンプのプライム」を参照)。
- 4. 水の移動相をメタノール 90%/水 10% の溶液に交換して、システムを 3 mL/分で 10 分間洗い流します。
- 5. ニードル洗浄液をメタノール 90%/水 10% の溶液、または混和性のある溶媒に交換して、ニードル洗浄のプライムを行います (61 ページの「ニードル洗浄ポンプのプライム」を参照)。

## 3.7.2 セパレーションモジュールの電源オフ

#### セパレーションモジュールの電源をオフにする方法:

- 1. システムが正しく洗浄されたことを確認します(66ページの「流路の洗浄」を参照)。
- 2. **Power** (電源) スイッチを 0 (Off) の位置にします。

ヒント:日時がログファイルに入力されます。

# 4 前面パネルの制御部

この章では、セパレーションモジュールの前面パネルから HPLC システムのコンポーネントを手動で制御する方法について説明します。

セパレーションモジュールを No Interaction モードまたは Operate Gradient by Event In モードに設定した場合は、HPLC システムの各コンポーネントをその前面パネルから制御します。セパレーションモジュールを System Controller モードに設定した場合、HPLC システムのコンポーネントをすべて、セパレーションモジュールの前面パネルからコントロールします。

## 4.1 日常的な起動

セパレーションモジュールの電源をまだオンにしていない場合は、第3章の電源投入手順に従います。起動時の診断テストが完了すると、セパレーションモジュールはアイドルモードになります。

生成するレポートとメソッドを自動指定するには、Enter を押して、[User](ユーザー)リストから自分の名前を選択します。リストに名前がない場合は、[Config](設定)スクリーンキーを押し([Configuration](設定)画面を表示)、[User Names](ユーザー名)スクリーンキーを押して([Users](ユーザー)ダイアログボックスを表示)、キーパッドから名前を入力できます。必要に応じて、46 ページの「英数文字列の入力」を参照してください。セパレーションモジュールを操作するには、ユーザー名は不要です。

日時がログファイルに入力されます。

## 4.1.1 システムの再初期化

少なくとも週に 1 回システムの装置を再初期化することを推奨します。セパレーションモジュールと検出器の電源を入れ直すと(最低 1 分電源をオフにし、その後オンにする)、セパレーションモジュールと検出器のそれぞれが、内部診断と検証を含むシステム初期化を実行します。この手順により、機構部分と電子機器、および内部ファームウェアが適切に動作するように同期されます。

## 4.2 サンプルバイアルの取り付け

サンプルバイアルの取り付けでは、以下の作業を行います。

- カローセルのサンプルコンパートメントからの取り出し
- バイアルのカローセルへの取り付け
- カローセルのサンプルコンパートメント内への取り付け

#### 4.2.1 カローセルの取り外し

#### カローセルをサンプルコンパートメントから取り外す方法:

- 1. カローセルドアを開けます。
- 2. [Next] (次へ) スクリーンキーを押すか、希望するカローセルのスクリーンキー (A  $\sim$  E) を選択して、希望するカローセルを前面の取り付け位置に移動します。
- 3. カローセルのサンプルチャンバーからの取り出し

## 4.2.2 バイアルの取り付け

12 × 32 mm (2 mL) サンプルバイアルのみを使用してください。

調整済みのバイアルをカローセルの適切な位置に差し込みます。サンプルセットを使用する場合は、対応する番号のスロットにバイアルを配置してください。サンプルセットに指定したバイアル位置を調べるには、[Sample Set](サンプルセット)テーブルの [Loading View](ローディングビュー)のバイアル番号を表示します(86 ページの「サンプルセットの表示」を参照)。サンプルセットを使用しない場合は、[Inject Samples](サンプルの注入)ダイアログボックスに、サンプルのバイアル位置を入力します(80 ページの「サンプル注入」を参照)。

## 4.2.3 カローセルの取り付け

#### カローセルを取り付ける方法:

- 1. カローセルドアが閉じている場合は、開けます。
- 2. [Next] (次へ) スクリーンキーを押して(または希望のカローセルのスクリーンキーを選択して)、該当するカローセルを取り付けるカローセルのターンテーブルを移動します。
- 3. カローセルをサンプルコンパートメント内に載せ、カローセルドアを閉じます。 **ヒント:** [Configuration] (設定) 画面の [Verify Carousel Placement] (カローセルの位置 確認) パラメーターを選択しているときにカローセルを正しくない位置に載せると、カローセルから注入を試行するときにエラーメッセージが表示されます。

## 4.2.4 分析中の新しいサンプルバイアルの追加

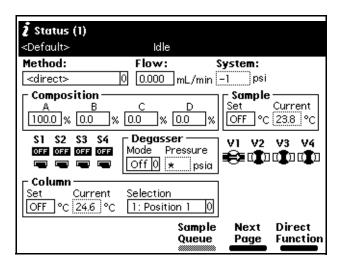
装置でサンプルセットの処理中に新しいサンプルバイアルを追加する必要がある場合は、次のガイドラインを使用して、分析の中断時間を最小にします。

- サンプルコンパーメントのドアを開けている時間を最小にするために、新しいサンプルバイアルを用意しておきます。
- 前面パネルに表示されている分析時間が30秒を超えるまで待ってから、サンプルを追加します。
- 分析の最後の30秒間は、サンプルを追加しないでください。
- 注入コマンド(バイアルの選択、ニードルの洗浄、サンプルの採取など)が実行される各 注入の開始時には、サンプルコンパーメントのドアを開けないでください。

## 4.3 HPLC システムのモニター

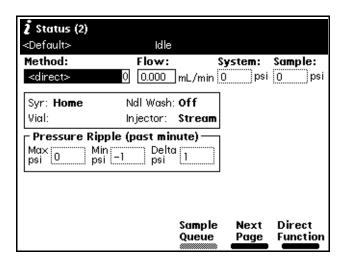
[Status] (ステータス) 画面を使用して、分析中の HPLC システムの現在のステータスをモニターできます。 [Status] (ステータス) 画面の最初のページを表示するには、Menu/Status を押します。 [Status] (ステータス) 画面の内容とレイアウトは、セパレーションモジュールに取り付けたオプションや動作モードによって異なります。

#### 図 4-1: [Status] (ステータス) 画面の最初のページ



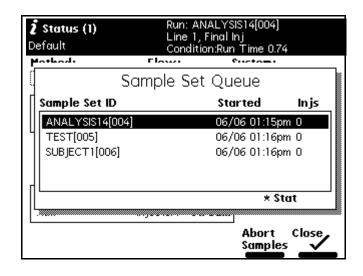
[Status] (ステータス) 画面の 2 ページ目を表示するには、Next Page (次のページ) を押します。

#### 図 4-2: [Status] (ステータス) 画面の 2 ページ目



現在のサンプルセットのリストを表示するには、Sample Queue(サンプルキュー)を押します。 選択したサンプルセットを削除するには、Abort Samples(サンプルの中断)を押します。「Stat」 機能を使用してサンプルセットを開始していた場合は、[Injs] 列にアスタリスクが表示されてそれを示します。

#### 図 4-3: サンプルセットのキュー



次の表に、[Status](ステータス)画面に表示されるフィールドのパラメーターの機能を示します。フィールドの周囲が実線で囲まれている場合にだけ、変更ができます。

表 4-1: [Status] (ステータス) 画面のパラメーター

パラメーター	説明
Method(メソッド)	現在のセパレーションメソッドを表示します。 [Status](ステータス)画面のパラメーターを 変更すると、このフィールドは <direct> に変化 します。</direct>
Flow(流量)	ソルベントマネージメントシステムの現在の流 量を表示します。
System (システム)	現在のシステム圧力を psia、bar、または kPa の単位で表示します。
Sample: Set(サンプル:設定値)	ユーザー指定のサンプルコンパートメント温度 を表示します。
Sample: Current(サンプル:現在値)	現在の実際のサンプルコンパートメント温度を 表示します。
Composition(組成)	現在の溶媒組成を表示します。
S1 – S4	I/O コネクターのイベントスイッチのステータ スを表示します。
Degasser(デガッサー):  • Mode(モード)  • Vac pump(真空ポンプ)  • Pressure(圧力)	インライン真空デガッサー(取り付けられている場合)のステータスを表示します。 以下の動作モードを選択:オンまたはオフ 真空ポンプモーターがアクティブかアイドルか を表示します。 現在の真空度を psia、bar、または kPa の単位 で表示します。
Valves V1 – V4(バルブ V1~V4)	サンプルマネージメントシステムの 4 つの各バルブの位置を視覚的に表示します。 開閉 ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・
Pressure Ripple(圧力の変動):  • Max psi(最大 psi)  • Min psi(最小 psi)  • Delta psi(psi の差)	直前 1 分間のソルベントマネージメントシステムの圧力測定値を表示します。 最大圧力。 最小圧力。 ピーク間の圧力差。
Vial(バイアル)	現在インジェクターの下にあるバイアルの番号 を表示します。
Syr (シリンジ)	<ul> <li>シリンジの現在の位置を表示します。有効な位置は次のとおりです。</li> <li>Empty – 最高位置 (シリンジを空にした位置)</li> <li>Home – デフォルト位置</li> <li>Full – 最低位置 (サンプルを引き込んだ位置)</li> </ul>

## 表 4-1: [Status] (ステータス) 画面のパラメーター (続き)

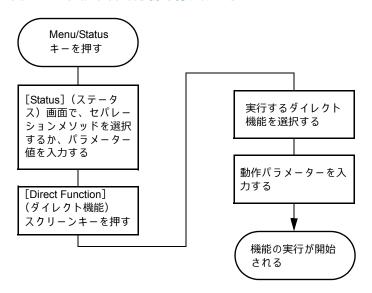
パラメーター	説明
Ndl Wash(ニードル洗浄)	ニードル洗浄ポンプがオンかオフかを表示し ます。
Sample(サンプル)	サンプルループの現在の圧力を表示します。
Column Temp(カラム温度)	カラムの設定温度と現在の温度を表示します (カラムヒーターまたはカラムヒーター/クー ラーが取り付けられている場合)。
Injector(インジェクター)	インジェクターの現在の位置を表示します。 有効な位置は次のとおりです。 ・ Stream – 高圧ストリーム位置 ・ Seal – 下位シールパック位置 ・ Wet – ニードル洗浄位置 ・ Vial – サンプルバイアル位置
486 (1) および (2): ・ λ ・ Lamp (ランプ) ・ AUFS	486 検出器が取り付けられている場合、次のパラメーターの現在のステータスを表示します。 ・ 波長 ・ ランプのオン/オフ ・ 吸光度単位フルスケール
2487 (1) および (2):  • λ  • Lamp (ランプ)  • AUFS	2487 検出器が取り付けられている場合、次のパラメーターの現在のステータスを表示します。 ・ 波長 ・ ランプのオン/オフ ・ 吸光度単位フルスケール
2410 および 410: - Cell (セル) - Col 1 - Col 2	<ul> <li>2414、2410、または 410 検出器が取り付けられている場合、次のパラメーターの現在のステータスを表示します。</li> <li>セルの温度(検出器オーブン温度)</li> <li>外部温度 1<sup>1</sup></li> <li>外部温度 2<sup>1</sup></li> </ul>

<sup>1.</sup> オプションのカラムヒーターまたはカラムヒーター /クーラーを、Waters 2414、2410、または 410 検出器と共に構成している場合に有効です。

# 4.4 ダイレクト機能の実行

次の図に、前面パネルを使用して、セパレーションモジュールがダイレクト機能を実行するよう にセットアップする手順の概略を示します。

### 図 4-4: 直接制御で分析を行う設定手順



### 直接制御機能にアクセスする方法

- Menu/Status キーを押して、[Status] (ステータス) 画面を表示します (69ページの図「[Status] (ステータス) 画面の最初のページ」および 70ページの図「[Status] (ステータス) 画面の2ページ目」を参照してください)。
- 2. [Direct Function] (ダイレクト機能) スクリーンキーを押します。ダイレクト機能リストが表示されます。
- 3. ダイレクト機能リストから指定したい機能を選択して、Enterを押します。
- 4. 各機能の説明(以降のセクションを参照)に従います。

### 表 4-2: ダイレクト機能

ダイレクト機能	説明	参照
ドライプライム	(選択した溶媒リザーバーからプライム/ベントバルブまでの)流路を開き、中の空気を溶媒で置き換え、プライムを実行します。	75 ページの「システムのドライプライム」
システム準備	システム準備は、ウェットプライム、インジェクターのパージ、平衡化、およびカラムの平衡化の個々の機能(この章で後述)を実行する代わりとなる簡単な方法です。サンプル分析のための一連のシステム準備の自動ステップを実行します。	76ページの「システ ム準備の実行」

表 4-2: ダイレクト機能 (続き)

ダイレクト機能	説明	参照
ウェットプライム	リザーバーから V1、V2、そして廃液 (V3) までの流路にある溶媒を置換しま す。システム内の溶媒を変更するときに 使用します。	77 ページの「システム のウェットプライム」
インジェクターを パージ	サンプルループとシリンジの移動相を除去し、新しい移動相に交換します。オプションとして、圧縮テストを実行します。	78 ページの「イン ジェクターのパージ」
2410/410 のリファ レンスのパージ (該当する場合)	Waters 2414、2410、または 410 RI 検 出器のリファレンスセルをパージします。	79 ページの「2410 と 410 のリファレンスセ ルのパージ」
平衡化	指定時間、現在の条件で移動相を送液します。サンプルコンパートメント、およびカラムヒーター(またはカラムヒーター/クーラー)の温度を、事前設定した値に調節します。	79 ページの「システ ムの平衡化」
カラム平衡化	サンプル注入や [Events] (イベント) テーブルの実行を行わずに、現在のセパ レーションメソッドに指定されているグ ラジエントのテーブルを使用して、移動 相を送液します。	80 ページの「カラムの平衡化」
サンプルの注入	選択したメソッドを使用して、指定した バイアルからサンプルを 1 回以上注入します。 注: この機能は以下の条件では利用できません: ・ システムが Empower コントロール下の場合 ・ システムがリモートコントロールの場合 ・ [Service Diagnostics] (サービス診断)ページで [Run Samples] (サンプルの分析) が使用できない場合	80 ページの「サンプル注入」

**ヒント:** サンプルを注入せずに時間イベントを実行するには、[Direct Functions](ダイレクト機能)メニューから [Inject Samples](サンプルの注入)オプションを選択して、注入容量 0 を入力します(80 ページの「サンプル注入」を参照)。

### 4.4.1 システムのドライプライム

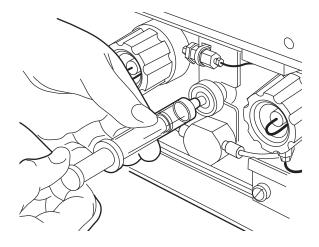
ソルベントマネージメントシステムの流路が乾いている場合は、ドライプライムのオプションを使用してシステムのプライムを行います。詳細は、64 ページの「セパレーションモジュールを使用するための準備」を参照してください。

### システムをドライプライムする方法:

- 1. 204 ページの「ニードル洗浄液とプランジャーシール洗浄液のリザーバーの取り付け」および 57 ページの「溶媒リザーバーの準備」の説明に従って、リザーバーを用意します。
- 2. 溶媒チューブを適切なリザーバーに差し込みます。 **必要条件:**検出器の廃液ラインとサンプルループの廃液ラインが適切な容器に排出されている必要があります。
- 3. リザーバー内のフィルターをゆっくり揺すって、付着している気泡を除去します。
- 4. 次の図を参照して、空のシリンジをプライム/ベントバルブに取り付けます。
- 5. バルブを左回りに 1/2 回転して、バルブを開きます。

**ヒント:**シリンジはプライム/ベントバルブに固定されません。プランジャーを引くときには、手で固定してください。

#### 図 4-5: プライム/ベントバルブにシリンジを付けた状態



- 6. [Status] (ステータス) 画面の [Direct Function] (ダイレクト機能) スクリーンキーを押します。
- 7. [Dry Prime](ドライプライム)を選択して、Enter を押します。
- 8. [Dry Prime](ドライプライム)ダイアログボックスで、プライムする溶媒ラインに対応するスクリーンキーを押します。

9. シリンジプランジャーを引き、チューブから溶媒を吸引します。

#### ヒント:

- システムから空気と溶媒を吸引するには、力を加える必要があります。溶媒ラインからシリンジに空気がすべて吸引されるまで、吸引を続けます。
- シリンジのプランジャーを押す必要はありません。プライマリーピストンの後ろに送液バルブがあります。送液バルブに溶媒が充填されると、プライマリーピストンにより、アキュムレーターピストン、およびサンプルマネージメントシステムに向けて溶媒が送液されます。
- 10. プライムする各溶媒ラインについてステップ 8 とステップ 9 を繰り返し、その後プライム /ベントバルブを閉じます。
- 11. システムでプライムする溶媒ラインに対応するスクリーンキーを押します。

**ヒント:** ラインからの空気のパージを短時間で行うためには、粘度が最小の溶媒を使用してウェットプライムを開始します。

12. 時間 5 分を指定して「Continue」(続行)を押します。

結果:ソルベントマネージメントシステムが動作を開始します。プライム時間の終了時にソルベントマネージメントシステムがオフになり、セパレーションモジュールがアイドルモードになります。

13. ウエットプライムを実行します。

### 4.4.2 システム準備の実行

システム準備機能は一連の自動手順を実行して、セパレーションモジュールをサンプル分析が実 行可能な状態にします。溶媒を変更する場合や、システムを長期間使用していない後に、システム準備は便利です。

システム準備は、以下の一連の機能を開始します。

- ユーザーはプライム動作の期間を選択できます。既定値は 0.5 分です。
- 指定した流量、組成、サンプル温度、カラム温度の設定を適用します。
- シール洗浄ポンプのデューティサイクルを1秒に設定します。
- 同時に、シール洗浄ポンプとニードル洗浄ポンプが65秒作動します。
- その後、選択した各溶媒ラインを 7.0 mL/分で 0.5 分ウェットプライムします。
- 指定した流量、組成、サンプル温度、カラム温度の設定を適用します。
- ・ システムが 30 秒間停止して、ソルベントマネージメントシステムを平衡化します。
- デフォルトのパラメーターを使用して、インジェクターのパージ機能を実行します(78 ページの「インジェクターのパージ」を参照)。
- 指定した流量、組成、サンプル温度、カラム温度の設定を適用します。

システム準備機能は、ウェットプライム、インジェクターのパージ、平衡化、およびカラムの平衡化の機能(この章で後述)を個々に実行する代わりとなる、簡単な方法です。さらに、システム準備を使用して、システム準備を再度実行するときのためにセパレーションメソッドのパラメーターを指定後、保存します。

**ヒント:**システム準備機能には、[Main](メイン)画面または [Direct Functions](ダイレクト機能)リストからアクセスできます。また、セパレーションモジュールに保存したサンプルセットからも実行できます。この場合、システム準備ではセパレーションメソッドのパラメーター値が使用されます。

#### 注意:

- プランジャーシールの損傷を防ぐために、ソルベントマネージメントシステムの流路に溶媒がある場合にだけシステム準備を実行してください。必要な場合は、溶媒リザーバーをすべて充填してシステムをドライプライムしてから、システム準備を実行してください。
- セパレーションモジュールでの塩の析出を防止するため、バッファーから高濃度有機溶媒に変更する場合は水などの中間溶媒を使用してください。溶媒の混和性の詳細については、232ページの「溶媒の混和性」を参照してください。

#### システム準備の実行方法:

- 1. [Main] (メイン) 画面または [Direct Functions] (ダイレクト機能) リストから [System Prep] (システム準備) を選択して、Enter を押します。
- 2. [System Prep] (システム準備) ダイアログボックスで、流路、組成、サンプル温度、およびカラム温度の初期設定を指定して、[Next] (次へ) スクリーンキーを押します。
- 3. 溶媒を選択して、[Next] (次へ) スクリーンキーを押します。
- 4. 溶媒リザーバーがいっぱいになっていて、溶媒ラインに溶媒があることを確認して、[Start] (開始) スクリーンキーを押します。

結果:システム準備によりセパレーションメソッドに必要な手順が実行され、セパレーションモジュールがサンプル分析を実行可能な状態になります。システム準備が完了すると、次の状態になります。

- ソルベントマネージメントシステムのプライム、平衡化、およびカラムの平衡化が達成されます。
- [Direct Function] (ダイレクト機能) リストまたは [Main] (メイン) 画面からシステム準備を実行すると、セパレーションモジュールはアイドルモードになります。
- サンプルセットのシステム準備を実行すると、サンプルセットの直後の機能により、セパレーションモジュールで実行される次の動作が決まります。

# 4.4.3 システムのウェットプライム

システムのウェットプライムは、リザーバーまたは溶媒を交換する場合、またはセパレーションモジュールがある期間アイドル状態だった場合に実行します。ウェットプライムでは、リザーバーから V3(廃液)までの流路にある溶媒が置換されます。溶媒ラインに溶媒がない場合は、先にドライプライムを実行します(75ページの「システムのドライプライム」を参照)。

#### 注意:

- プランジャーシールの損傷を防ぐために、ソルベントマネージメントシステムの流路に溶媒がある場合にだけウェットプライムを実行してください。必要な場合は、溶媒リザーバーをすべて充填してシステムをドライプライムしてから、ウェットプライムを実行してください。
- セパレーションモジュールでの塩の析出を防止するため、バッファーから高濃度有機溶媒に変更する場合は水などの中間溶媒を使用してください。溶媒の混和性の詳細については、232ページの「溶媒の混和性」を参照してください。

### システムをウェットプライムする方法:

1. [Status] (ステータス) 画面の [Composition] (組成) フィールドに、使用する溶媒の合計が 100% になるように、4 つの溶媒の組み合わせを選択します。

**ヒント:** ラインからの空気のパージを短時間で行うためには、粘度が最小の溶媒を使用してウェットプライムを開始します。

- 2. [Status] (ステータス) 画面の **Direct Function** (ダイレクト機能) を押します。
- 3. Wet Prime (ウェットプライム) を選択して、Enter を押します。
- 4. リザーバー内のフィルターをゆっくり揺すって、気泡を除去します。
- 5. [Wet Prime] (ウェットプライム) ダイアログボックスで、([Status] (ステータス) 画面で入力した組成を使用して) プライムの流量と時間を指定し、[OK] スクリーンキーを押します。

**結果**:ソルベントマネージメントシステムが動作を開始し、指定した時間の終了時にソルベントマネージメントシステムが前の状態に戻り、セパレーションモジュールがアイドルモードになります。

6. 必要に応じて、各溶媒についてステップ 1~ステップ 5 を繰返します。

### 4.4.3.1 インライン真空デガッサー内の溶媒の平衡化

#### システムのウェットプライム後に真空デガッサー内の溶媒を平衡化する方法:

- 1. [Status] (ステータス) 画面で、分析に使用する溶媒の初期組成を指定します。
- 2. デガッサーモードのパラメーターを [ON] に設定します。
- 3. [Direct Function] (ダイレクト機能) スクリーンキーを押します。
- 4. [Wet Prime] (ウェットプライム) を選択して、Enter を押します。
- 5. 流量 0.000 mL/分、時間 5 分を入力します。

真空デガッサー内の溶媒が平衡化され、セパレーションモジュールが分析可能になった後に、 必要に応じて次の機能を実行します。

- インジェクターのパージ
- 屈折計のリファレンスセルのパージ
- カラムの平衡化
- システムの平衡化

### 4.4.3.2 インジェクターのパージ

次の場合に、インジェクターをパージします。

- 以前の分析から残留溶媒を除去する
- 流路やシリンジから気泡を除去する
- ウェットプライム後に新しい(混和性のある)溶媒に変更する

パージプロセスには、ニードルのシールをテストする圧縮チェックも含めることができます。

★注意:セパレーションモジュールでの塩の析出を防止するため、バッファーから高濃度有機溶媒に変更する場合は水などの中間溶媒を使用してください。溶媒の混和性の詳細については、232ページの「溶媒の混和性」を参照してください。

### インジェクターのパージ方法:

- 1. [Status] (ステータス) 画面の [Direct Function] (ダイレクト機能) スクリーンキーを押します。
- 2. [Purge Injector](インジェクターのパージ)オプションを選択して、Enter を押します。
- 3. [Purge Injector] (インジェクターのパージ) ダイアログボックスに 6 サンプルループ容量を指定します。

**ヒント:** パージ後に圧縮テストを実行するには、カーソルを [Compression check] (圧縮チェック) ボックスに移動して、任意の数字キーを押します。

4. 「OK]を押します。

### 4.4.4 2410 と 410 のリファレンスセルのパージ

[Purge 410 Reference] (410 のリファレンスのパージ) ダイレクト機能を使用して、Waters 2414 RI、2410 RI、および 410 dRI のリファレンス側とサンプル側をパージできます。溶媒を変更した場合、またはノイズやドリフトの増加により予期しない感度の低下が発生した場合には、流路をパージします。

#### 2414、2410、または 410 のリファレンスセルをパージする方法:

- [Status] (ステータス) 画面に、2414、2410、または 410 のリファレンスセルをパージする流量と組成を入力します。
- 2. [Direct Function] (ダイレクト機能) スクリーンキーを押します。
- 3. [Purge 410 Reference] (410 リファレンスのパージ) を選択して、Enter を押します。
- 4. [Purge 410 Reference] (410 リファレンスのパージ) ダイアログボックスに、リファレンスセルに新しい溶媒を送液する時間を指定して、[OK] を押します。
- 5. [OK] スクリーンキーを押します。

# 4.4.5 システムの平衡化

HPLC システムを平衡化するために、[Status](ステータス)画面またはセパレーションメソッドに指定した初期条件で、セパレーションモジュールは溶媒を送液し(第6章を参照)、流路にある他の組成を持つサンプルや溶媒を洗浄して、次の分析用にシステムを準備します。

#### システムを平衡化する方法:

- 1. Menu/Status キーを押して、[Status] (ステータス) 画面を表示します。
- 2. [Status] (ステータス) 画面で、初期条件を指定するか、平衡化に使用する初期条件を持つセパレーションメソッドを選択します。
- 3. 「Direct Function」(ダイレクト機能) スクリーンキーを押します。

- 4. [Equilibrate] (平衡化) を選択して、Enter を押します。
- 5. [Equilibration] (平衡化) ダイアログボックスに、システムを平衡化する時間を指定して、「OK] スクリーンキーを押します。

**結果:** セパレーションモジュールが平衡化手順を開始します。システムが平衡化されると、セパレーションモジュールはアイドル状態になります。流量は、[Status](ステータス)画面に指定した値のままになります。

## 4.4.6 カラムの平衡化

カラムを平衡化するには、サンプル注入またはイベントテーブルの実行を行わずに、溶媒グラジェントをカラムに送液します。グラジェントのパラメーターを持つセパレーションメソッドを選択すると(第6章を参照)、セパレーションモジュールがグラジェントメソッドを実行します。

**ヒント:** サンプルを注入せずに時間イベントを実行するには、[Direct Functions](ダイレクト機能)メニューから [Inject Samples](サンプルの注入)オプションを選択して、注入容量 0 を入力します(80 ページの「サンプル注入」を参照)。

#### カラムを平衡化する方法:

- 1. Menu/Status キーを押して、[Status] (ステータス) 画面を表示します。
- 3. [Direct Function] (ダイレクト機能) スクリーンキーを押します。
- 4. [Condition Column] (カラムの平衡化) を選択して、Enter を押します。
- 5. [Condition Column](カラムの平衡化)ダイアログボックスにカラムのコンディショニングを行う時間を入力します。この時間は、選択されたセパレーションメソッドに定義されているグラジエントの時間プラス平衡化時間以上でなければなりません。
- 6. 「OK] スクリーンキーを押します。

# 4.4.7 サンプル注入

キーパッドを使用して、連続する 1 つ以上のバイアルからサンプルを 1 回以上注入できます。セパレーションモジュールは、[Status](ステータス)画面に表示された装置の条件に従って動作します。

[Status] (ステータス) 画面に表示された条件を変更した場合、[Method] (メソッド) フィールドには「<direct>」が表示され、バナー領域にはセパレーションメソッド名がかっこ (< >) に囲まれて表示されます。そして、現在のアイソクラティック条件(時間イベントなし)が注入に使用されます。セパレーションメソッドを選択すると、[Method] (メソッド) フィールドから「<direct>」ラベルの表示が消え、プログラム済みのグラジエントまたは時間イベントが使用されます。

#### サンプルの注入方法:

- 1. 準備したサンプルバイアルをカローセルに載せます。

- 3. カローセルドアを閉じます。
  - ヒント:ドアが開いている場合は、セパレーションモジュールは注入を実行しません。
- 4. [Status] (ステータス) 画面で、所望の初期条件を入力するか、[Method] (メソッド) フィールドを選択して注入に使用する条件が指定されているセパレーションメソッドを選択します。
- 5. [Direct Function] (ダイレクト機能) スクリーンキーを押します。
- 6. [Inject Samples] (サンプルの注入) オプションを選択して、Enter を押します。
- 7. [Inject Samples] (サンプルの注入) ダイアログボックスに、注入を開始するバイアル位置からバイアル範囲を指定します。
  - **ヒント:**入力を区切るには、「.」キーを使用します。たとえば、バイアル 1~20 のサンプルを注入するには、「1.20」を入力して、Enter を押します。
- 8. 各バイアルからの注入回数を指定して、Enterを押します。
- 9. 分析時間を指定して、Enterを押します。
- 10. 各注入の量を指定して、[OK] スクリーンキーを押します。

# 5 自動分析

セパレーションモジュールが次の動作状態のときに、自動分析を実行するようにセパレーション モジュールを設定できます。

- System Controller モード、または No Interaction モード
- Empower ソフトウェアによる制御
- MassLynx ソフトウェアによる制御

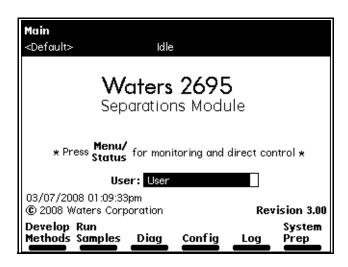
セパレーションモジュールの制御モードの詳細については、29 ページの「動作時の設定」を参照 してください。

# 5.0.1 System Controller モード、またはNo Interaction モード

注:[Service Diagnostics](サービス診断)ページで無効となっている場合、ローカルインジェクションは利用できません。

HPLC システムでセパレーションモジュールを System Controller モード、または No Interaction モードで使用する場合は、セパレーションモジュールに保存したサンプルセットまたはサンプルテンプレートを使用して、自動分析を実行します。第6章セパレーションメソッド、サンプルセット、およびサンプルテンプレートを作成して保存する方法を説明します。セパレーションモジュールの [Main] (メイン) 画面から、既存のサンプルセットやサンプルテンプレートを実行します。

### 図 5-1: [Main] (メイン) 画面



# 5.0.2 Empower ソフトウェアによる制御

HPLC システムが Empower ソフトウェアで制御されている場合は、ソフトウェアに保存したプロジェクト、装置メソッド、システム設定、メソッドセット、およびサンプルセットを使用して自動分析を実行します。Empower ソフトウェアを使用して分析を実行する方法については、89 ページの「Empower ソフトウェア制御での自動分析の実行」の手順を参照してください。

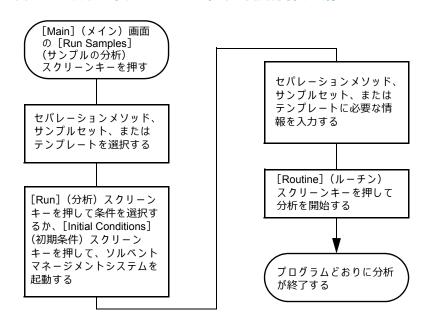
# 5.0.3 MassLynx ソフトウェアによる制御

HPLC システムが MassLynx ソフトウェアで制御されている場合は、セパレーションモジュールやシステムの検出器(質量分析計は除く)の動作パラメーターが定義された LC メソッドを選択する必要があります。MassLynx ソフトウェアを使用して分析を実行する方法については、90ページの「MassLynx 制御での自動分析の実行」を参照してください。

# 5.1 スタンドアローンモードでの自動分析の実行

次の図に、スタンドアローン設定(System Controller モードまたは No Interaction モード)で自動分析を設定して分析する手順を示します。

#### 図 5-2: スタンドアローンモードでの自動分析の実行



## 5.1.1 サンプルセットの分析

### サンプルセットをスタンドアローンモードで実行する方法:

[Main] (メイン) 画面の [Run Samples] (サンプルの分析) スクリーンキーを押します。
 結果: [Run Samples] (サンプルの分析) 画面に、使用できるセパレーションメソッド、サンプルセット、およびサンプルテンプレートのリストが表示されます。

次の表に、[Run Samples](サンプルの分析)画面で使用されるアイコンを示します。

### 表 5-1: [Run Sample] (サンプルの分析) 画面のアイコン

アイコン	説明
لما	セパレーションメソッド
<b>(17)</b>	サンプルセット
<u>0?</u>	サンプルテンプレート

- 2. 実行するサンプルセットを選択し、次のスクリーンキーのいずれかを押して、表示された タスクを実行します。
  - Initial Conds (初期条件) 初期条件 (サンプルセットの最初の行に指定) でソルベントマネージメントシステムを起動し、サンプルヒーター/クーラー、またはカラムヒーター (またはカラムヒーター/クーラー) の温度の平衡化を開始します。システムが平衡化されたら、[Run] (分析) スクリーンキーを押します。
  - Run (分析) 選択したサンプルセットのテーブルを表示します (表示と編集が可能)。 必要に応じて、スクリーンキーを使用してテーブルを変更します。
- 3. サンプルセットに指定したカローセルの位置に、サンプルバイアルを取り付けます (68ページの「バイアルの取り付け」を参照)。

**ヒント:**装置でサンプルセットの処理中に新しいサンプルバイアルを追加する方法については、69ページの「分析中の新しいサンプルバイアルの追加」を参照してください。

4. [Start] (開始) スクリーンキーを押します。

必要条件: [Run Samples](サンプルの分析)画面には、分析に必要な溶媒のリストが表示されます。表示された溶媒をセパレーションモジュールに用意していることを確認してください。

5. [Routine] (ルーチン) スクリーンキーを押して通常の分析を開始します。

**ヒント:**割込分析を行う方法や、実行中の分析を変更する方法については、87ページの「分析中のサンプルセットの変更」を参照してください。

### 5.1.2 サンプルセットの表示

次に示す 3 つのビューに、サンプルセットのテーブルを表示できます。あるビューから別のビューにスクロールするには、[Next View](次のビュー)スクリーンキーを押します。

- [Functional View] (機能ビュー) 1 行に 1 つの機能を表示してサンプルセットを表示します。この表示によって、バイアル範囲やリンクされている行を含む分析全体の概要を知ることができます。
- [Injection View] (注入ビュー) 1 行に 1 インジェクションを表示して、サンプルセットを表示します (86ページの図「[Sample Set] (サンプルセット) 画面 [Injection View] (注入ビュー)」を参照してください)。注入に関する行だけを表示するには、[Injects Only] (注入のみ) スクリーンキーを押します。このリストは、この分析で作成されるクロマトグラムに直接対応します。
- [Loading View] (ローディングビュー) = 1 行に 1 バイアルを表示してサンプルセットを表示します(86ページの図「[Sample Set](サンプルセット)画面 = [Loading View](ローディングビュー)] を参照)。この表示は、カローセルへのサンプルのロード順序を示します。

図 5-3: [Sample Set] (サンプルセット) 画面 – [Injection View] (注入ビュー)

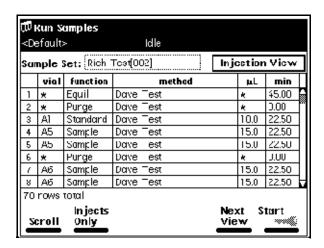
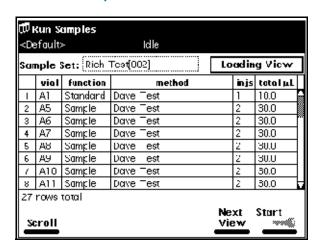


図 5–4:[Sample Set](サンプルセット)画面 – [Loading View](ローディングビュー)



## 5.1.3 サンプルテンプレートからの分析の実行

セパレーションモジュールに保存したサンプルテンプレートを使用して、スタンドアローンモードで自動分析を実行できます。サンプルテンプレートを作成して保存する手順については、122ページの「サンプルテンプレートの作成」を参照してください。画面に、分析準備のステップごとの手順が表示されます。

#### サンプルテンプレートをスタンドアローンモードで実行する方法:

- 1. [Main] (メイン) 画面で、[Run Samples] (サンプルの分析) スクリーンキーを押します。
- 2. サンプルテンプレートを選択して、Enter を押します。
- 3. 分析する未知試料の数を指定して、[Continue](続行)スクリーンキーを押します。
- 4. 最初の未知試料バイアルの位置を入力して、[Continue] (続行) スクリーンキーを押します。 **必要条件:** 1 つ以上のカローセルでの連続する番号の未知試料バイアルを使用する必要があります。
- 5. サンプルテンプレートに複数のセパレーションメソッドが含まれる場合は、ステップ 3 と ステップ 4 を繰り返します。
- 6. この分析の標準試料の数を入力して、[Continue] (続行) スクリーンキーを押します。
- 7. 最初の標準試料バイアルの位置を入力して、[Continue] (続行) スクリーンキーを押します。 **必要条件:** 連続する番号の標準試料バイアルを使用する必要があります。
- 8. ダイアログボックスに示されている溶媒で溶媒ラインのプライムが行われ、溶媒インレットチューブに溶媒が存在していることを確認してから、[Start] (開始) スクリーンキーを押します。

# 5.1.4 分析中のサンプルセットの変更

次の方法で、スタンドアローンモードでの動作条件を変更できます。

- 割込 (stat) 分析機能を使用する
- セパレーションメソッドを編集する

#### 5.1.4.1 割込分析を実行する

割込分析機能を使用して、進行中の連続分析を中断し、現在の注入の完了後に 1 回または複数の 注入を行ってから、予定の分析を継続することができます。割込分析の実行は、同一の溶媒と温 度を使用するセパレーションメソッドを実行する場合に最も効果的です。

#### サンプルセットの実行中に割込分析を実行する方法:

- 1. サンプルをカローセルに載せ、カローセルをサンプルコンパートメントに入れます。
- 2. [Main] (メイン) 画面で、[Run Samples] (サンプルの分析) スクリーンキーを押します。
- 割込分析に使用するセパレーションメソッドまたはサンプルセットを選択して、[Run](分析)スクリーンキーを押します。
- 4. カローセルのバイアルの位置、その他のパラメーターを画面の適切なフィールドに入力します。

- 5. [Start] (開始) スクリーンキーを押します。
  - **結果:**分析に必要な溶媒のリストが表示されます。
- 6. 表示された溶媒をセパレーションモジュールに用意していることを確認してください。
- 7. 「Stat ] (割込) スクリーンキーを押します。

結果:現在の注入の完了後に、割込分析がただちに開始されます。割込分析の完了後、元のサンプルセットが再開されます。

### 5.1.4.2 セパレーションメソッドの編集

サンプルセットの実行中に、セパレーションメソッドを変更できます。現在の注入についてセパレーションメソッドが使用されている場合は、現在の注入は影響を受けません。以降の注入に変更後のセパレーションメソッドを適用するには、セパレーションメソッドに変更内容を保存する必要があります。92 ページの手順に従って、セパレーションメソッドの変更と保存を行います。

### 5.1.5 分析の停止

実行中の分析を停止するには、[Status] (ステータス) 画面の以下のいずれかのキーを押します。

- Stop Inject (注入停止) スクリーンキー 現在の注入が中断され、この注入を中止するか、 再開するかを要求するダイアログボックスが表示されます。
- Hold Inject (注入ホールド) スクリーンキー 現在の機能を完了し、次の機能の動作を中断し、サンプルセットを中止するか再開することができるダイアログボックスが表示されます。
- Hold Gradient (グラジエントホールド) スクリーンキー 現在のグラジエント条件を中断 します。スクリーンキーにより、グラジエントを再開できます。

代替手段:キーパッドの Stop Flow を押すと、溶媒の送液を停止し、現在の機能を一時停止して、機能の中止または再開を指定できるスクリーンキーを表示します。

セパレーションメソッド、サンプルセット、またはサンプルテンプレートに指定したアラーム条件が、アラーム条件発生時に「機能停止」または「送液停止」に設定されている場合は、アラーム条件を通知するダイアログボックスが表示されます。このダイアログボックスには、次のスクリーンキーがあります。

- Abort (中断) 現在の機能をキャンセルします
- Resume (再開) 現在の機能を再開します

# 5.2 Empower ソフトウェア制御での自動分析の実行

使用しているセパレーションモジュールが Empower クロマトグラフィーデータソフトウェアに設定されている場合、自動分析を Empower ソフトウェアの [Run Samples](サンプルの分析)画面から実行します。 Empower ソフトウェアの制御でセパレーションモジュールが動作している場合、バナー領域に「Remote」が表示されます。

Empower ソフトウェア制御用にセパレーションモジュールを設定する方法については、52 ページの「操作モードの設定」を参照してください。

### 自動分析を行うには、Empower ワークステーションで以下の手順を実行します。

**ヒント:** 以降の手順の実行方法の解説については、Empower のオンラインヘルプを参照してください。

- 1. 使用するリモート制御ソフトウェアの種類とバージョンに合わせて、以下のようにクロマトグラフィーシステムを構成します。
  - Empower ソフトウェアの場合 セパレーションモジュールを含むシステムを作成します。
- 2. ステップ 1 で定義したシステムを使用する装置メソッドを作成します。

**ヒント:** Empower 装置メソッドに明示的に設定されないパラメーター値には、セパレーションモジュールのデフォルトのセパレーションメソッドの値が自動的に適用されます。次の値があります。

- e2695 ソフトウェアが認識するカラム選択バルブ(3 カラム、6 カラム、および 2 カラム再生バルブ)
- ニードル洗浄時間の選択肢: 「normal」、「double」、および「extended」

これらの値を変更する必要がある場合は、バナー領域に「Idle」が表示されていることを確認してから、デフォルトのセパレーションメソッドを編集します。

セパレーションモジュールでデフォルトのセパレーションメソッドを編集して、アプリケーションに適切なパラメーター値を設定できます。既存のメソッドの編集方法については、94 ページの「セパレーションメソッドの編集」を参照してください。

- 3. ステップ2で定義した装置メソッドを使用するメソッドセットを作成します。
- 4. ステップ 3 で定義したメソッドセットを使用して、サンプルを分析します。サンプル分析 を入力するときに、ステップ 1 で定義した HPLC システムを使用します。
- 5. クロマトグラフィー分析で得られたデータを処理して、出力します。

# 5.2.1 Empower ソフトウェア制御による分析実行時の注意事項

- 自動分析を開始すると、セパレーションモジュールで動作しているローカルに設定した実行中のサンプルセットまたはメソッドは、自動終了します。
- Empower ソフトウェア制御下でセパレーションモジュールが動作中に、[Run Samples] (サンプルの分析) 画面の [Abort] (中断) を押すと、セパレーションモジュールは現在のグラジエントとイベントの機能を継続実行します。
- Empower または MassLynx の制御でセパレーションモジュールが動作している場合、装置の前面パネルで注入を実行することはできません。

• セパレーションモジュールの動作が Empower ソフトウェアで制御されていないときは、セパレーションモジュールの前面パネルで、セパレーションモジュールを操作できます。

注: Empower または MassLynx の制御でセパレーションモジュールが動作している場合、装置の前面パネルの Stop Flow ボタンは有効なままになります。

★注意: Empower ソフトウェア制御で装置が動作しているときは、セパレーションモジュールのデフォルトメソッドを編集しないでください。これにより予期しない動作をするおそれがあります。

# 5.3 MassLynx 制御での自動分析の実行

セパレーションモジュールが MassLynx ソフトウェア(バージョン v3.5)でのコントロール用に設定されている場合は、MassLynx ソフトウェアから自動分析を実行します。MassLynx ソフトウェアの制御でセパレーションモジュールが動作している場合、バナー領域に「Remote」が表示されます。MassLynx ソフトウェア制御用にセパレーションモジュールを設定する方法については、52 ページの「操作モードの設定」を参照してください。

# 5.3.1 MassLynx ソフトウェアを使用する自動分析の実行

**ヒント:**セパレーションモジュールの動作が MassLynx ソフトウェアで制御されていないときには、セパレーションモジュールの前面パネルで、セパレーションモジュールを操作できます。

### MassLynx ワークステーションで自動分析を実行する方法:

**ヒント:**以降の手順の実行方法の解説については、MassLynx のオンラインヘルプを参照してください。

- 1. セパレーションモジュールを含む LC/MS システムを設定します。
- 2. [Inlet Editor](インレットエディター)で、セパレーションモジュールと検出器(質量分析計を除く)の LC メソッドを作成します。
- [Inlet Editor] (インレットエディター)から、サンプルを1つ取得します。
   ヒント:複数のサンプルを取得するには、MassLynxの[Top Level] (トップレベル)ウィンドウからサンプル処理リストを作成します。
- 4. クロマトグラフィー分析で得られたデータを処理して、出力します。

# 6 メソッド、サンプルセット、および サンプルテンプレートの作成

第5章は、スタンドアローンモードまたはリモート制御モードで自動分析を実行する方法について説明しました。

セパレーションモジュールがスタンドアローンの System Controller モードのときに、自動分析を実行するためのセパレーションメソッド、サンプルセット、およびサンプルテンプレートの作成と保存ができます。セパレーションモジュールの内部メモリーには、最大 60 個のメソッドを保存できます。保存したメソッド数が最大の 60 に達すると、メソッドの作成と保存に要する時間が数秒から、30 秒以上に増加します。メソッドを 60 個保存すると、メモリーの容量に達したことを示す警告メッセージが表示されます。

セパレーションモジュールでは、スタンドアローンモードでの自動分析を制御する次の3種類のツールをサポートしています。

- セパレーションメソッド
- サンプルセット
- サンプルテンプレート

# 6.0.1 セパレーションメソッド

セパレーションモジュールは、セパレーションメソッドを自動実行できるプログラムを使用し、保存します。このプログラムは次に示す、セパレーションに影響する時間ベースの条件、および非時間ベースの条件で構成されます。

- 移動相の組成と流量
- サンプル温度
- カラム温度
- I/O パラメーター

セパレーションメソッドを、別の、同一構成の Alliance システムのセパレーションモジュール上で実行する場合、同じ分離を再現することができます。

# 6.0.2 サンプルセット

サンプルセットを用いることで、各機能をセパレーションメソッドに適用できます。機能の例として、サンプル(の注入)、パージ、プライム、および平衡化があります。これらの機能をセパレーションメソッドと組み合わせたサンプルセットによりセパレーションモジュールは、何を、いつ、いかなる条件下で行うべきかがわかります。1つのサンプルセット内で、複数のセパレーションメソッドを使用できます。

### 6.0.3 サンプルテンプレート

サンプルテンプレートによって、未知試料と標準試料の数と位置だけをオペレーターが入力すれば済むように、サンプルセットをあらかじめプログラムします。それらを入力すると、サンプルテンプレートは、サンプルセットに基づいた溶媒をロードしプライムを行うようにオペレーターに促します。サンプルセットと同様に、1つのサンプルテンプレートで複数のセパレーションメソッドを使用できます。

サンプルテンプレートは、標準操作手順を使用するような法規制に携わる実験室において有用です。サンプルテンプレートを許可なしで変更できないように、試験監督者は、サンプルテンプレートを作成し、プログラムし、ロックすることができます。画面の指示に従ってセパレーションモジュールを準備すると、サンプルテンプレートを無人で実行できます。

# 6.1 セパレーションメソッドの作成と編集

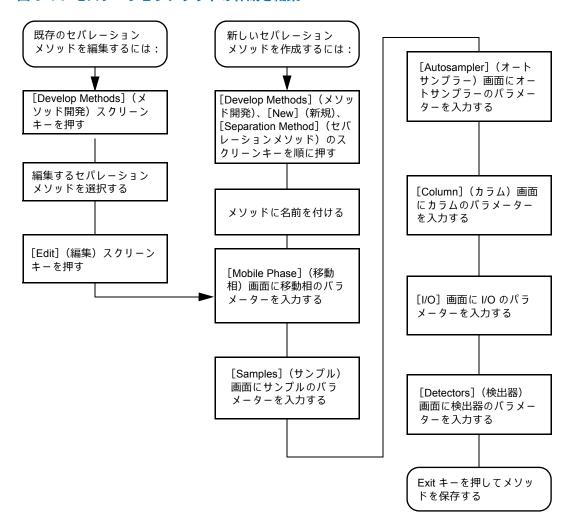
注: [Service Diagnostics] (サービス診断) ページで **Lock Run Samples** (サンプルの分析のロック) が選択されている場合、この機能は使用できません。

セパレーションメソッドの作成と編集には、[Methods](メソッド)画面と 6 つのメソッドパラメーター画面を使用します。[Methods](メソッド)画面から、次の操作ができます。

- セパレーションメソッドを新規作成する
- 既存のセパレーションメソッドを編集する
- 既存のメソッドをコピーして編集する
- セパレーションメソッドをロックして、変更を防止する
- サンプルテンプレートを作成する

次の図に、セパレーションモジュールの前面パネルを使用してセパレーションメソッドの作成と編集を行うために必要な手順を示します。Empower ソフトウェアコントロールで HPLC システムを操作する場合、メソッドセットの作成および編集の手順については、Empower マニュアルを参照してください。MassLynx ソフトウェアのコントロールで HPLC システムを操作する場合、[Inlet Editor](インレットエディター)を使用して LC メソッドを作成する方法については、MassLynx のオンラインヘルプを参照してください。

### 図 6-1: セパレーションメソッドの作成と編集

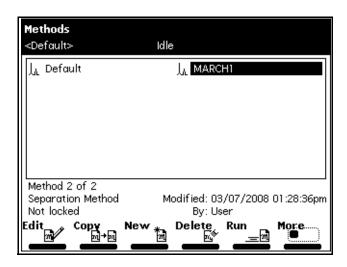


# 6.1.1 セパレーションメソッドの作成

### セパレーションメソッドを作成する方法:

- 1. [Main] (メイン) 画面の [Develop Methods] (メソッド開発) スクリーンキーを押します。 **結果:**以下の情報を示す [Methods] (メソッド) 画面が表示されます。
  - メソッドの種類(セパレーションメソッド、サンプルセット、サンプルテンプレート)
  - メソッドの最終変更日と変更者
  - メソッドがロックされているかどうか

#### 図 6-2: [Methods] (メソッド) 画面



- 2. [New] (新規) スクリーンキーを押します。
- 3. [Separation Method] (セパレーションメソッド) スクリーンキーを押します。
- 4. メソッドの名前を入力して、Enterを押します。
- 5. [Mobile Phase] (移動相) 画面、および関連する 5 つのパラメーター画面に、該当するすべてのパラメーターの値を指定します。

**ヒント:**パラメーター画面間をスクロールするには、[Next] (次へ) または [Previous] (戻る) のスクリーンキーを押します。詳細については、96 ページの「セパレーションメソッドのパラメーターの設定」を参照してください。

6. メソッドを保存するには、Exitを押してから、[Yes](はい)スクリーンキーを押します。

### 6.1.2 セパレーションメソッドの編集

### 既存のセパレーションメソッドを編集する方法:

- 1. [Main] (メイン) 画面の [Develop Methods] (メソッド開発) スクリーンキーを押します。
- 2. [Methods] (メソッド) 画面で、編集するセパレーションメソッドを選択します。

**ヒント:**セパレーションメソッドがロックされている場合、[Edit] (編集) スクリーンキーは無効で、メソッド名の横にロックアイコンが表示されます。ロックされているセパレーションメソッドのロックを解除する方法については、後述の「セパレーションメソッドのロックとロック解除」を参照してください。

- 3. [Edit] (編集) スクリーンキーを押します。
- 4. 適切な画面に、新しいパラメーター値を入力します。

**ヒント:**詳細については、96 ページの「セパレーションメソッドのパラメーターの設定」を参照してください。

5. メソッドを保存するには、Exitを押してから、[Yes] (はい) スクリーンキーを押します。

### 6.1.3 セパレーションメソッドのコピーと編集

### 元のセパレーションメソッドを変更せずに、既存のメソッドをコピーして編集する方法:

- 1. [Main] (メイン) 画面の [Develop Methods] (メソッド開発) スクリーンキーを押します。
- 2. [Methods] (メソッド) 画面で、コピーするセパレーションメソッドを選択します。
- 3. [Copy] (コピー) スクリーンキーを押します。
- 4. 表示されたダイアログボックスに新しいメソッドの名前を入力して、Enter を押します。 **ヒント:** セパレーションモジュールは、適切なメソッドの拡張子を自動的に追加します。
- 適切な画面に、新しいパラメーター値を入力します。
   ヒント:詳細については、96ページの「セパレーションメソッドのパラメーターの設定」を参照してください。
- 6. メソッドを保存するには、Exitを押してから、[Yes] (はい) スクリーンキーを押します。

### 6.1.4 セパレーションメソッドのロックとロック解除

セパレーションメソッドの変更を防止するために、メソッドをロックできます。セパレーション メソッドをロックする方法:

- 1. [Main] (メイン) 画面の [Develop Methods] (メソッド開発) スクリーンキーを押します。
- 2. [Methods] (メソッド) 画面からロックするメソッドを選択して、[Lock] (ロック) スクリーンキーを押します。
- 3. 表示されたダイアログボックスに新しいキーワードを入力して、Enter を押します。 **ヒント:**最大 30 文字の英数字を使用できます。メソッドがロックされ、ロック解除するまでは変更、削除、または名前の変更ができません。必要に応じて、44 ページの「キーパッドの使用」を参照してください。
- 4. キーワードを書き留めて、安全な場所に保管します。

#### 現在のメソッドをロック解除する方法:

- 1. [Main] (メイン) 画面の [Develop Methods] (メソッド開発) スクリーンキーを押します。
- 2. [Methods] (メソッド) 画面からロック解除するメソッドを選択して、[Unlock] (ロック解除) スクリーンキーを押します。
- 3. 表示されたダイアログボックスにキーワードを入力して、Enterを押します。

# 6.2 セパレーションメソッドのパラメーターの設定

セパレーションメソッドのパラメーターは、次の表の順に表示される 6 つの画面で指定します。 各画面の説明は、表の「参照」列に示されたこのマニュアルのセクションにあります。

表 6-1: セパレーションメソッドのパラメーターの画面

画面の名前	参照
Mobile Phase(移動相)	96 ページの「[Mobile Phase](移動相)画面 のパラメーター値の設定」
Sample (サンプル)	102 ページの「サンプルのパラメーター値の 設定」
Autosampler(オートサンプラー)	103 ページの「オートサンプラーのパラメーター値の設定」
Column (カラム)	106 ページの「カラムパラメーター値の設定」
I/O	107 ページの「I/O パラメーター値の設定」
Detectors(検出器)	111 ページの「検出器パラメーターの設定」

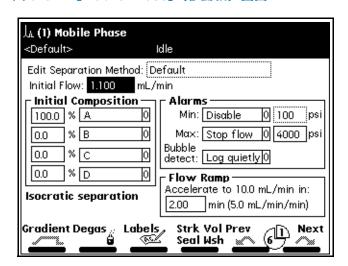
# 6.2.1 [Mobile Phase] (移動相) 画面のパラメーター値の設定

編集するセパレーションメソッドを選択すると、[Mobile Phase](移動相)画面が表示されます。6つのメソッドパラメーター画面間を移動するには、[Next](次へ)または [Previous](戻る)のスクリーンキーを押します。[Next](次へ)と [Previous](戻る)スクリーンキーの間にあるアイコンにより、一連の6つの画面のうちどの画面を表示しているかが分かります。[Methods](メソッド)画面に戻るには、Exitを押します。セパレーションメソッドに変更内容を保存するように要求するダイアログボックスが表示されます。

#### [Mobile Phase] (移動相) 画面にパラメーターを入力する方法:

1. [Next] (次へ) または [Previous] (戻る) のスクリーンキーを押して、[Mobile Phase] (移動相) 画面を表示します。

図 6-3: [Mobile Phase] (移動相) 画面



## 2. フィールドに適切な値を入力します。

次の表に、[Mobile Phase](移動相)画面のフィールドとスクリーンキーを示します。

表 6-2: [Mobile Phase] (移動相) 画面のパラメーター

パラメーター	機能	値の範囲
Initial Flow(初期流量)	メソッドの初期流量を指定 します。アイソクラティッ ク処理では、この流量が分 析全体で使われます。	0.000 および 0.010 ~ 10.000 0.001 mL/分単位
Initial Composition (初期組成)	溶媒の初期組成を指定します。4つのフィールドの合計は、必ず100%にならなければなりません。(溶媒名を入力するには、[Labels](ラベル)スクリーンキーを使用します。)	0~100.0 0.1% 単位
Alarms: Min (アラーム:最小)	システム圧力(単位:psia、bar、または kPa)を指定して、この値より低くなったときにアラーム条件(隣のボックスで選択)を実行するようにします。 [Pressure](圧力)フィールドにアクセスするには、 [Disable](無効化)以外のアラームパラメーターを設定します。	0 ~ 4500 1 psi 単位、 0 ~ 310 bar 1 bar 単位、または 0 ~ 31025 kPa 1 kPa 単位 詳細は、100 ページの「ア ラーム」を参照してくだ さい。
Alarms: Max (アラーム:最大)	システム圧力(単位:psia、bar、または kPa)を指定して、この値を超えたときにアラーム条件(隣のボックスで選択)を実行するようにします。メソッド条件の問題を検出したり、カラムを加圧から保護するために使用します。	0 ~ 5000 1 psi 単位、 0 ~ 344 bar 1 bar 単位、または 0 ~ 34473 kPa 1 kPa 単位 詳細は、100 ページの「ア ラーム」を参照してくだ さい。
Alarms: Bubble Detect (アラーム:気泡検出)	ソルベントマネージメント システムが流路に気泡を検 出したときの応答を指定し ます。	詳細は、100 ページの「ア ラーム」を参照してくだ さい。

表 6-2: [Mobile Phase] (移動相) 画面のパラメーター (続き)

パラメーター	機能	値の範囲
Flow Ramp(流量増加)	送液システムが最大システムが最大システムが最大のまでのまするまでのます。 といる はいない はいない はいない はいない から	0.01 〜 30 分 0.01 分単位で設定可能
Gradient(グラジエント) (スクリーンキー)	グラジエントテーブルを作 成できる[Gradient Table] (グラジエントテーブル)画 面が表示されます。	詳細は、100 ページの「グラジエントテーブルのパラメーター値の設定」を参照してください。
Degas(デガッサー) (スクリーンキー)	デオリー である 「Degasser」(である [Degasser](でからないです。 できるです。 できるです。 できるです。 できるです。 できるです。 できるです。 できるです。 できるです。 できるできるです。 できるできるできる。 できるできるできる。 できるできる。 できる にいい はい にいい はい にいい はい にいい にいい はい にいい にいい	Off (オフ) On (オン) 詳細は、100 ページの「ア ラーム」を参照してくだ さい。

表 6-2: [Mobile Phase] (移動相) 画面のパラメーター (続き)

パラメーター	機能	値の範囲
Labels(ラベル) (スクリーンキー)	メソッドで使用する溶媒名 の追加、削除、または変更 が可能な [Solvents] (溶 媒) ダイアログボックスを 表示します。 溶媒リストを編集するには、 [Add] (追加)、[Remove] (削除)、および [Change] (変更) のスクリーンキーを 使用します。 A、B、C、D は、溶媒名と してきません。	
Strk Vol(ストローク容量) Seal Wsh(シール洗浄) (スクリーンキー)	「Preferred Stroke Volume」(推奨ストローク容量)フーは、回では、回では、回では、回では、回では、回では、回では、回では、回では、回で	130 µL(既定値) 100 µL 50 µL 25 µL Off(オフ)、0.50 ~ 10.00 0.01 分単位で設定可能

### 6.2.1.1 アラーム

セパレーションモジュールは、動作中に発生したエラー(記録を有効にしたもの)すべてのログを保持します。各エラーにより、次の表に示すさまざまな応答ができます。

表 6-3: アラーム応答

アラーム応答	機能
Disable(無効化)	アラーム応答のレポートがすべて無効になり ます。
Log Quietly(記録のみ)	エラーはエラーログに記録され、オペレー ターに警告は出ません。
Alert User(ユーザーに警告)	エラーをエラーログに記録し、ダイアログ ボックスでオペレーターに警告します。
Stop Funct(機能停止)	エラーをエラーログに記録し、ダイアログボックスでオペレーターに警告します。さらに、現在の機能の終了時に動作が中断されます。該当するスクリーンキーを押すことによりサンプルセットの動作を中止するか、または再開することができます。
Stop Flow(送液停止)	エラーをエラーログに記録し、ダイアログ ボックスでオペレーターに警告します。現在 の機能は中断し、送液が停止します。

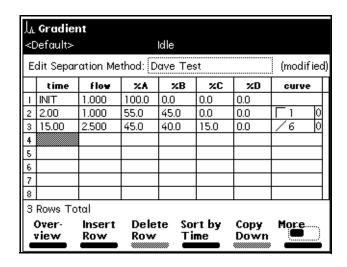
### 6.2.1.2 グラジエントテーブルのパラメーター値の設定

グラジエントテーブルでは、分析中の移動相の組成を時間ベースで変更できます。グラジエントテーブルには、最大 25 行をプログラムできます。

### グラジエントテーブルにパラメーターを設定する方法:

 [Mobile Phase] (移動相) 画面の [Gradient] (グラジエント) スクリーンキーを押して、 [Gradient] (グラジエント) 画面を表示します。

図 6-4: [Gradient] (グラジエント) 画面



- 2. [Gradient] (グラジエント) 画面のグラジエントテーブルに、適切な値を指定します。
- 3. Exitを押して、グラジエントテーブルを保存します。

次の表に、グラジエントテーブルのパラメーターを示します。

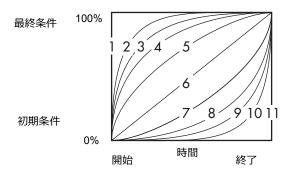
### 表 6-4: グラジエントテーブルのパラメーター

パラメーター	機能	値の範囲
Time(時間)	変更が発生する分析の開始後の時間を指定します。(INITは、テーブルの最初の行にだけ許可されています。)	INIT、0.00 ~ 999.99、 0.01 分単位で設定可能
Flow(流量)	送液システムの流量を設定し ます。	0.000 および 0.010 ~ 10.000 0.001 mL/分単位
%A、%B、%C、%D	移動相の各溶媒の割合を設定 します。これら4つのフィー ルドの合計は、100%である 必要があります。	0 ~ 100 0.1% 単位
Curve(曲線)	溶媒が新しい比率または流量に変化する時の形態を設定します(102 ページの「グラジエント曲線」を参照)。	プロファイルのリストから所望のグラジエント曲線を選択するか、適切な数字キーを押して曲線の番号 (1~11) を選択します。 とント:曲線 10 を選択するには「0」、曲線 11 を選択する
Overview(概要) (スクリーンキー)	グラジエント、検出器、および時間イベントのテーブルに、 イベントの概要を時間順に表示します。	には「.」のキーを押します。 該当なし
Insert Row(行を挿入) (スクリーンキー)	現在の行の上に行を挿入し ます。	該当なし
Delete Row(行を削除) (スクリーンキー)	現在行を削除します。	該当なし
Sort by Time(時間で並べ替 え)(スクリーンキー)	時間を基準にして行を並べ替 えます。	該当なし
Copy Down(下へコピー) (スクリーンキー)	現在のテーブルセルの内容を、 欄の次のセルにコピーします。	該当なし
Reset Table(テーブルのリセット)(スクリーンキー)	テーブルを消去します。	該当なし
Print(印刷) (スクリーンキー)	グラジエントテーブルを印刷 します。	該当なし

### 6.2.1.3 グラジエント曲線

次の図に、グラジエントテーブルに指定できる各グラジエント曲線の値について、グラジエント 曲線の視覚的なモデルを示します。

図 6-5: グラジエントプロファイルの曲線形状

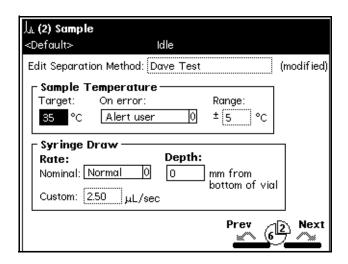


# 6.2.2 サンプルのパラメーター値の設定

### [Sample] (サンプル) 画面にパラメーターを入力する方法:

1. [Next] (次へ) または [Previous] (戻る) スクリーンキーを押して、[Sample] (サンプル) 画面を表示します。

図 6-6: [Sample] (サンプル) 画面



2. [Sample] (サンプル) 画面のパラメーターのフィールドに値を入力するか、値を選択します。

次の表に、[Sample] (サンプル) 画面のパラメーターを示します。

表 6-5: サンプルのパラメーター

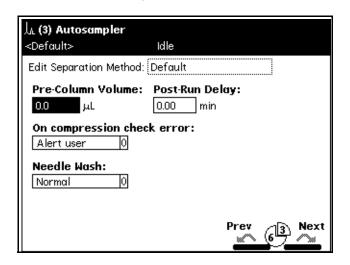
パラメーター	機能	値の範囲
Sample Temperature(サンプル温度)Target(ターゲット)	サンプルヒーター /クーラーが 取り付けられている場合に、 その温度を指定します。ヒー ター /クーラーをオフにするに は、 <b>Clear</b> キーを押します。	周囲温度、4 〜 40 °C 1 °C 単位で設定可能
Sample Temperature(サンプル温度)Range(範囲)	サンプル温度の最大許容差を 指定します。温度差がこの範 囲を超えると、隣のボックス で選択したアラーム条件が働 きます。	±10 °C ±1 °C 単位で設定可能
Sample Temperature (サンプル温度) On error(エラー時)	分析中にサンプルコンパーメントの温度が指定範囲を超えたときに、実行する応答を指定します。	詳細は、100 ページの表「ア ラーム応答」を参照してくだ さい。
Sample Draw Depth (サンプルの吸引深さ)	沈殿したサンプルや標準以外のバイアルを使用する場合にニードル先端の深さを調節します。値0は、バイアルの底を意味します。	0 ~ 20 1 mm 単位で設定可能

# 6.2.3 オートサンプラーのパラメーター値の設定

### [Autosampler] (オートサンプラー) 画面にパラメーターを入力する方法:

1. [Next](次へ)または [Previous](戻る)のスクリーンキーを押して、[Autosampler] (オートサンプラー)画面を表示します。

図 6-7: [Autosampler] (オートサンプラー) 画面:



2. [Autosampler] (オートサンプラー) 画面に適切な値を入力します。

次の表に、[Autosampler] (オートサンプラー) 画面のパラメーターを示します。

### 表 6-6: オートサンプラーのパラメーター

パラメーター	機能	値の範囲
Pre-column volume (プレカラム容量)	サンプルマネージント語では、アンガグの容量をリッパンをしている。というでは、大きないのでは、は、は、は、は、は、は、は、は、は、は、は、は、は、は、は、は、は、は、	0.0 〜 10000.0 0.1 µL 単位で設定可能
Post Run Delay (分析後の遅延)	データシステムが分析データを処理する時間を指定します。 この遅延中に、セパレーション モジュールは次のサンプルを ループに吸引しますが、注入 は行いません。	0 〜 999.99 0.01 分単位で設定可能

表 6-6: オートサンプラーのパラメーター

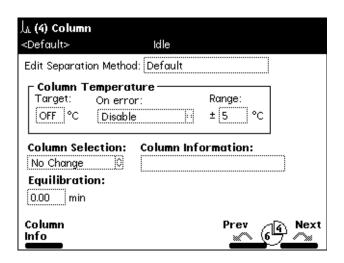
パラメーター	機能	値の範囲
Needle Wash(ニードル洗浄)	によいた。 にいた。 にいた。 にいた。 にいた。 にいた。 にいた。 にのは。 にのは。 にのは。 にのは。 にのは。 にのは。 にのは。 にのは。 にのは。 にのは。 にのは。 にのは。 にのは。 にでがいる。 にでは、 にでいい。 にでいるにでいるにでいるにでいるにでいるにでいるにでいるにでいるにでいるにでいる	Normal(通常): 約 12 秒 Double(ダブル): 約 24 秒 Extended(延長): 約 37 秒
	[Extended](延長)では、 ニードルがゆっくりとバイア ル内に移動する間、ニードル が洗浄され、その後、ニード ルがバイアルからシール位置 にゆっくりと戻る間にも洗浄 されます。	

# 6.2.4 カラムパラメーター値の設定

### [Column] (カラム) 画面にパラメーターを入力する方法:

1. [Column] (カラム) 画面を表示するには、Next (次へ) または Prev (戻る) を押します。

図 6-8: [Column] (カラム) 画面



2. [Column] (カラム) 画面に適切な値を入力します。

次の表に、[Column] (カラム) 画面のパラメーターを示します。

表 6-7: カラムパラメーター

パラメーター	機能	値の範囲
Column Temperature(カラム 温度)Target(ターゲット)	カラムヒーターまたはカラム ヒーター / クーラー (取り付け られている場合)の温度を設 定します。カラムヒーターま たはカラムヒーター / クーラー をオフにするには、Clear キーを押します。	カラムヒーター: 20 ~ 65 °C、1 °C 単位で設定可能(周囲温度より 5 °C 高い) カラムヒーター /クーラー: 4 ~ 65 °C (下限は周囲温度より 15 °C 低い温度と 4 °C のいずれか高い方から、上限は 65 °C まで)
On error(エラー時)	カラム温度が指定された範囲 を外れたときに発生する応答。	詳細は、100 ページの表「ア ラーム応答」を参照してくだ さい。
Column Temperature(カラム 温度)Range(範囲)	カラム温度の最大許容変動範 囲を設定します。温度変動が この範囲を超えると、隣の ボックスで選択したアラーム 条件が働きます。	±10 °C、1 °C 単位で設定可能

### 表 6-7: カラムパラメーター (続き)

パラメーター	機能	値の範囲
Column Selection (カラムの選択) 3カラムバルブ	カラム選択バルブが取り付け られている場合に、カラムの 位置を選択します。	Position 1~3(位置 1~3)、 または No Change(変更なし)
	ヒント:サンプルセット内のメソッドをリンクしていて、かつ以前のメソッドからカラムを変更しない場合は、[No Change](変更なし)を選択します。	
Column Information (カラム情報)	[Column Info](カラム情報) スクリーンキーを使用して入 力したカラム情報を表示し ます。	該当なし
Column Info(カラム情報) (スクリーンキー)	[Column Information](カラム情報)フィールドの入力または変更ができます。	30 文字
Equilibration(平衡化)	セパレーションメソッドでカラムのスイッチ位置を変更するときに適用する平衡時間を 指定できます。	≤ 999.99 分

# 6.2.5 I/O パラメーター値の設定

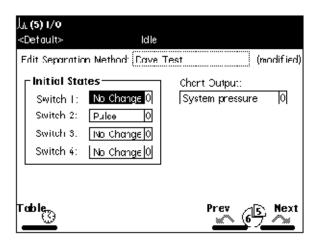
アナログシグナルを使用してセパレーションモジュールのステータスを他の装置に通知する場合に、I/O パラメーター値を設定します。以下の動作ができます。

- 検出器に、注入を開始したことを通知する。
- 溶媒リザーバーの加熱プレートまたは攪拌棒をオンにする。
- サードパーティのデータシステムまたはインテグレーターに、イベントが発生したことを 通知する。
- 切り替えバルブをアクティブにする。
- ブザーを鳴らす。
- チャート出力端子から送信するシステムパラメーターのシグナルを選択する。

### [I/O] 画面にパラメーターを入力する方法:

1. [Next] (次へ) または [Previous] (戻る) スクリーンキーを押して、[I/O] 画面を表示します。

### 図 6-9: [I/O] 画面



2. [I/O] 画面に適切な値を入力します。

次の表に、[I/O] 画面のパラメーターを示します。

表 6-8: I/O パラメーター

パラメーター	機能	値の範囲
Initial States(初期状態)	4 つの各イベントスイッチの 初期条件を定義します。各注 入サイクルの開始時点で、 個々のスイッチの状態はこの パラメーターに定義した状態 に戻ります。	On (オン) Off (オフ) Toggle (トグル) (Toggle (トグル) は、状態を 1 回だけ変更することを指します。) Pulse (パルス) (Pulse (パルス) は、I/O イベントテーブルの [Param] (パラメーター) 列に定義した幅を持つ単一パルスを指します。) No Change (変更なし)

#### 表 6-8: I/O パラメーター (続き)

パラメーター	機能	値の範囲
Chart Output(チャート出力)	セパレーションモジュールの	Flow Rate (流量)
	背面パネルにあるチャート出   力端子から送信されるシグナ   ルを定義します。	System Pressure (システム圧力)
	ルと足我しるす。	Sample Loop Pressure (サンプルループ圧力)
		%A、%B、%C、%D
		Column Temp(カラム温度)
		Sample Temp(サンプル温度)
		Degasser Vacuum (デガッサー真空度)
		Primary Head (プライマリーヘッド)
		Pressure (圧力)
Timed Table(時間テーブル) (スクリーンキー)	I/O イベントテーブルを表示します。	詳細は、109 ページの「I/O イベントテーブルの編集」を参照してください。

# 6.2.5.1 I/O イベントテーブルの編集

I/O イベントテーブルには、分析中に実行する次のイベントのタイミングを設定します。

- イベントスイッチの状態を変更する
- カラム温度を設定する
- サンプルコンパーメントの温度を設定する
- アラート

I/O イベントテーブルには、最大 25 行をプログラムできます。

#### I/O イベントテーブルにイベントを入力する方法:

1. [I/O] 画面の [Table](テーブル)スクリーンキーを押して、I/O イベントテーブル画面を表示します。

### 図 6-10: I/O イベントテーブル

	I/O Eve etault>	nts	ldle		
F	dit Sepan	ation Meth	nod: (Cave	Test	(mod fied
	time	even	l type	uction	param
ī	0.00	Switch 1	0	Cff	0
2	5.50	Switch 1	0	Togglo	0
3	10.00	Alert	0		·
4	1200	Set Temp	erature ()	Column	0.25
5					·
6					
7					
8					
4 Rows Total					
	over- view_	Insert Row	Delete Row	Time D	opy More

2. I/O イベントテーブルに適切な値を入力して、Exit を押します。

次の表に、I/O イベントテーブルのパラメーターを示します。

表 6-9: I/O イベントテーブルのパラメーター

パラメーター	機能	値の範囲
Time(時間)	変更時点について、分析開始時点からの時間を指定します。 [INIT]を選択するには、 Clearキーを押します。[INIT]行の条件はシステムがメソッドで初期化されるときに適用され、時刻 0.00 のイベントが注入時すぐに実行されます。	INIT、0.00 〜 999.99 0.01 分単位で設定可能
Event type(イベントの種類)	実行するイベントの種類を設 定します。	Switches 1~4(スイッチ 1~4)
		Set Temp(温度の設定)
		Alert(警報)
Action(動作)	指定したイベントで実行する 操作を選択します。	詳細は、111 ページの表「動作のパラメーター」を参照してください。
Parameter(パラメーター)	動作の値を選択します。	詳細は、111 ページの表「動作のパラメーター」を参照してください。

表 6-10: 動作のパラメーター

パラメーター	機能	値の範囲
Switches 1~4 (スイッチ 1~4)	オンオフトがエクルギカ問	
	トグル(スイッチの状態を閉から開、または開から閉に変更)	
	パルス(I/O イベントテーブル の[Param](パラメーター)	0.01 ~ 10.00 0.01 分単位で設定可能
		(パルスのみ)
	変更なし	
Set Temperature (温度の設定) (サンプルヒーター /クーラー、	サンプル	4 ~ 40 °C、1 °C 単位で設定 可能
カラムヒーター、またはカラ ムヒーター /クーラーが取り付 けられている場合)	カラムヒーター	20 ~ 65 °C、1 °C 単位で設定 可能(周囲温度より 5 °C 高い)
	カラムヒーター/クーラー	4 ~ 65 °C、1 °C 単位で設定 可能(下限は周囲温度より 15 °C 低い温度と4 °C のいず れか高い方から、上限は 65 °C まで)
Alert(警報)	動作なし	該当なし

# 6.2.6 検出器パラメーターの設定

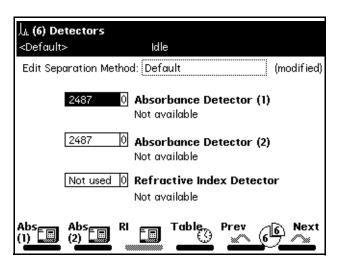
スタンドアローンの System Controller モードまたは No Interaction モードでは、セパレーションモジュールは Waters 2414 RI、2410 RI、または 410 dRI 検出器について 1 つ、および UV/Vis 検出器(Waters 2487 デュアル波長または 486 チューナブル吸光度検出器)について最大 2 つのチャンネルを制御できます。セパレーションモジュールを検出器に接続するには、IEEE-488 インターフェースバスを使用します。これらやその他の検出器に I/O 接続を行う方法については、212 ページの「I/O シグナルの接続」を参照してください。

**ヒント:** Ethernet モードの場合は、クロマトグラフィーデータソフトウェアから検出器のパラメーターを設定します(詳細については検出器のオペレーターズガイドを参照)。

#### [Detectors] (検出器) 画面にパラメーターを入力する方法:

1. [Next] (次へ) または [Previous] (戻る) スクリーンキーを押して、[Detectors] (検出器) 画面を表示します。

#### 図 6-11: [Detectors] (検出器) 画面



- 2. [Detectors] (検出器) 画面で、上下の矢印キーを使用して適切な検出器を選択し (例: Absorbance Detector 2)、次に Enter を押して検出器の選択項目を表示します。
- 3. 上下の矢印キーを使用して選択項目を強調表示し、Enterを押して選択を確定します。 次の表に、[Detectors] (検出器) 画面の選択項目を示します。

#### 表 6-11: 検出器の選択項目

パラメーター	機能	選択項目
Absorbance Detector (1) (吸光度検出器 (1))	Waters 2487 または 486 UV/Vis 検出器のチャンネル を有効にします	2487、486、または Not used(不使用)
Absorbance Detector (2) (吸光度検出器 (2))	2 台目の Waters 2487 または 486 UV/Vis 検出器のチャン ネルを有効にします	2487、486、または Not used(不使用)
Refractive Index Detector 410(示差屈折計 410)	Waters 2414 RI、2410 RI、 または 410 dRI 検出器を有効にし ます	410、または Not used (不使用)
Absorbance (1)(吸光度 (1))(スクリーンキー)	2487 または 486 TUV の画面を表示します (113ページの図「2487(1) UV/Vis 検出器の画面」を参照してください)。	詳細は、115 ページの表 「2414 RI、2410 RI、および 410 dRI のパラメーター」 を参照してください。

表 6-11: 検出器の選択項目 (続き)

パラメーター	機能	選択項目
Absorbance (2)(吸光度 (2))(スクリーンキー)	2 台目の 2487 または 2 台目の 486 TUV の画面を 表示します (113ページの図「2487(1) UV/Vis 検出器の画面」を参 照してください)。	詳細は、115 ページの表 「2414 RI、2410 RI、および 410 dRI のパラメーター」 を参照してください。
RI (スクリーンキー)	2410/410 RI の画面を表示 します (115ページの図「410 検出 器の画面」を参照してくだ さい)。	詳細は、115 ページの表 「2414 RI、2410 RI、および 410 dRI のパラメーター」 を参照してください。
Table(テーブル)(スク リーンキー)	検出器テーブルを表示します (115ページの図「410 検出 器の画面」を参照してくだ さい)。	詳細は、116 ページの表 「2487 および 486 検出器の イベントパラメーター」を 参照してください。

4. Waters の検出器の制御パラメーターを入力する方法については、後述の「吸光度パラメーターの設定」と「RI パラメーターの設定」の手順を参照してください。

### 6.2.6.1 吸光度パラメーターの設定

#### 2487 または 486 UV/Vis 検出器の制御パラメーターを入力する方法:

1. [Abs (1)] または [Abs (2)] スクリーンキーを押して、適切な吸光度検出器の画面を表示します。

図 6-12: 2487(1) UV/Vis 検出器の画面

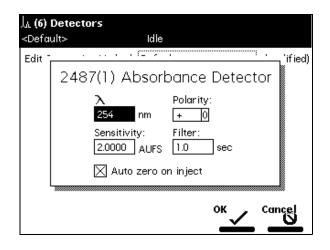
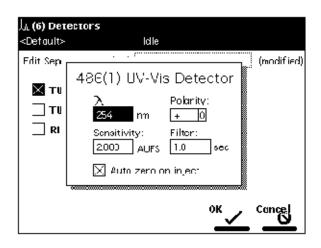


図 6-13: 486(1) UV/Vis 検出器の画面



2. 必要な検出器のパラメーターを入力し、[OK] を押します。

**関連項目:**検出器のイベントをプログラムする手順については、116 ページの「検出器テーブルの編集」を参照してください。

次の表に、Waters 2487 検出器および 486 検出器のパラメーターを示しています。

表 6-12: 2487 UV/Vis 検出器のパラメーター

パラメーター	機能	値の範囲
λ (波長)	検出器の波長を設定します。	190 ~ 700 1 nm 単位で設定可能
Sensitivity(感度)	検出器の感度を設定します。	0.0001 ~ 4.0000 0.0001 AU 単位で設定可能
Filter (フィルター)	検出器のフィルターの時定数を 設定します。	0.1 ~ 99.0 0.1 秒単位で設定可能
Polarity(極性)	2487 の出力でピークを正と負の いずれにするかを選択します。	+, -

表 6-13: 486 UV/Vis 検出器のパラメーター

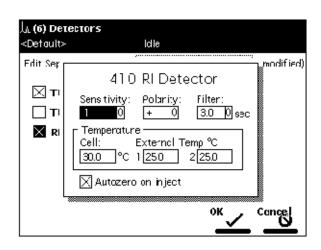
パラメーター	機能	値の範囲
λ (波長)	検出器の波長を設定します。	190 〜 600 1 nm 単位で設定可能
Sensitivity(感度)	検出器の感度を設定します。	0.001 ~ 2.000 0.001 AU 単位で設定可能
Filter (フィルター)	検出器のフィルターの時定数を 設定します。	0.1 ~ 5.0 秒、0.1 秒単位で設 定可能
Polarity(極性)	486 の出力でピークを正と負の いずれにするかを選択します。	+, -

#### 6.2.6.2 RI パラメーターの設定

#### 2414 RI、2410 RI、または 410 dRI 検出器の制御パラメーターを入力する方法:

1. [Detectors](検出器)画面の[RI]スクリーンキーを押して、410 検出器の画面を表示します。

図 6-14: 410 検出器の画面



2. 必要な検出器のパラメーターを入力し、[OK] を押します。

次の表に、Waters 2414 RI、2410 RI、および 410 dRI 検出器のパラメーターを示しています。

表 6-14: 2414 RI、2410 RI、および 410 dRI のパラメーター

パラメーター	機能	値の範囲
Sensitivity(感度)	検出器の初期感度を設定します。	1、2、4、、512、1024
Polarity(極性)	検出器の出力でピークを正と負 のいずれにするかを選択します。	+, -
Filter (フィルター)	検出器のフィルターの時定数を 設定します。	0.2、1、3、10(秒)
Temperature(温度): Cell(セル)	フローセルの温度(単位:°C)	30 ~ 50 °C 1 °C 単位で設定可能
Temperature(温度): External Temp °C 1 (外部温度 °C 1)	外部カラムヒーター(またはカ ラムヒーター /クーラー)1 の温 度を設定します(単位:°C)¹。	周囲温度 ~ 150 °C 1 °C 単位で設定可能
Temperature(温度): External Temp °C 2 (外部温度 °C 2)	外部カラムヒーター(またはカ ラムヒーター /クーラー)2 の温 度を設定します(単位:°C) <sup>1</sup> 。	周囲温度 ~ 150 °C 1 °C 単位で設定可能
Autozero on inject(注入時にオートゼロ)	注入開始時に検出器の出力を 0 V にリセットします。	選択、または選択解除

<sup>1.</sup> Waters 2414 RI、2410 RI、および 410 dRI 検出器は、2 台までの Waters カラムヒーターモジュール (CHM) またはカラムヒーター/クーラーモジュールの温度を制御できます。これらの装置は、セパレーションモジュールに取り付けたカラムヒーターまたはカラムヒーター/クーラーとは別のものです。

# 6.2.6.3 検出器テーブルの編集

検出器テーブルには、分析中に実行する 2487 および 486 の検出器のイベントをプログラムします。

#### 検出器テーブルにイベントを入力する方法:

1. [Detectors] (検出器) 画面の [Table] (テーブル) スクリーンキーを押します。次の図に、 チャンネル 1 と 2 を使用する Waters 2487 検出器の画面を示します。

図 6-15: [Detector Events] (検出器のイベント) 画面

<[	Default>	or Events		Idle			
E	dit Separ	ration Meth	10	d: Default		(modifie	:d)
	time	detector		action		param	Τ
T	INIT	2487 (1)	0	Set wavelength	0	254	
2	INIT	2487 (1)	0	Set filter	0	1.0	78
3	INIT	2487 (1)	0	Set AU full scale	0	2.0000	7
4	INIT	2487 (1)	0	Set chart polarity	0	[+]	7
5	INIT	2487 (1)	0	Auto zero	0		1
6	INIT	2487 (2)	0	Set wavelength	0	280	ľ
7	INIT	2487 (2)	0	Set filter	0	1.0	1
8	INIT	2487 (2)	0	Set AU full scale	0	2.0000	1
10 Rows Total							
	Over-	Insert	г	elete Sort by	Copy	More	

2. [Detector Events] (検出器のイベント) 画面にパラメーターを入力し、Exit を押します。

次の表に、[Detector Events] (検出器のイベント) 画面のパラメーターを示します。

表 6-15: 2487 および 486 検出器のイベントパラメーター

パラメーター	機能	値の範囲
Time(時間)	動作を実行する時点を示します。[INIT] を表示するには、 Clear キーを押します。	INIT、0.00 ~ 999.99 分、 0.01 分単位で設定可能
Detector(検出器)	動作を実行する検出器を選択	2487 (1)、2487 (2)
	します。	486 (1)、486 (2)
Action(動作)	選択した検出器で実行する動作を選択します。	詳細は、117ページの表
	作を選択しまり。	「2487 および 486 検出器の動作」を参照してください。
Parameter(パラメーター)	適切な動作を指定します。	詳細は、117 ページの表
		「2487 および 486 検出器の動
		作」を参照してください。

次の表に、Waters 2487 および 486 チューナブル吸光度検出器に指定できる動作を示します。

表 6-16: 2487 および 486 検出器の動作

パラメーター	機能	値の範囲
Set wavelength(波長設定)	検出器の波長を設定します。	2487:190 ~ 700 nm、 1 nm 単位で設定可能
		486:190 ~ 600 nm、 1 nm 単位で設定可能
Set filter(フィルター設定)	検出器のフィルターの時定数 を設定します。	2487:0.1 ~ 99.0 秒、 0.1 秒単位で設定可能
		486:0.1 ~ 5.0 秒、 0.1 秒単位で設定可能
Set AU full scale(吸光度単位 フルスケール設定)	吸光度単位フルスケールを設 定して、検出器の感度を調節	2487:0.0001 ~ 4.0000 AU、 0.0001 AU 単位で設定可能
	します。	486:0.001 ~ 2.000 AU、 0.001 AU 単位で設定可能
Set chart mark (チャートマーク設定)	出力端子にチャートマークシ グナルを送信します。	2487 および 486 : (値なし)
Set chart polarity (チャート極性設定)	アナログ出力の極性をします。	2487 および 486:+、-
Auto zero(オートゼロ)	検出器のオートゼロを実行し ます。	2487 および 486 : (値なし)
Set lamp(ランプ設定)	ランプをオン/オフします。	2487 および 486 : オン、オフ

# 6.3 サンプルセットの作成と編集

サンプルセットはセパレーションモジュールが使用する命令のテーブルで、スタンドアローン モードで自動分析を実行します。分析中に、セパレーションモジュールは表の各行の機能を順次 実行します。

#### サンプルセットの作成と編集を行う方法:

- 1. [Main] (メイン) 画面の [Develop Methods] (メソッド開発) スクリーンキーを押します。
- 2. [Methods] (メソッド) 画面の [New] (新規) スクリーンキーを押します。
- 3. [Sample Set] (サンプルセット) スクリーンキーを押します。
- サンプルセットに名前を付けて、Enter を押します。
   ヒント:セパレーションモジュールは、適切な拡張子を自動的に追加します。
- 5. サンプルセットテーブルに、必要な情報を入力します。
- 6. Exitを押して、変更内容を保存するかどうかを尋ねるダイアログボックスを表示します。

次の表に、サンプルセットテーブルのパラメーターを示します。

# 表 6-17: サンプルセットテーブルのパラメーター

パラメーター	機能	値の範囲
Vials(バイアル)	注入を行うバイアルを選択します。バイアルの範囲を指定するには、「.」キーを使用します。たとえば、バイアル2~5を入力するには、「2.5」を押します。	1 ~ 120
Function(機能)	サンプルセットテーブルの第2列には、セパレーションメソッドに適用する機能を指定します。次の表に、セパレーションモジュールで実行できる機能を示します。これらの機能は、73ページの「ダイレクト機能」のダイレクト機能と同様に使用します。	詳細は 118 ページの表「サンプルセットの機能」を参照してください
Method (メソッド)	使用するセパレーションメソッドを選択します。セパレーションメソッドの作成、編集、および保存の手順については、92ページの「セパレーションメソッドの作成と編集」を参照してください。	保存済みのメソッド
Injs(注入回数)	現在のバイアルを使用して実 行する注入の回数。	1 ~ 99
μL	現在のバイアルから注入する 未知試料(または標準試料) の量。	0.1 ~ 2000 µL、0.1 µL 単位で 設定可能(大型のサンプル ループを取り付けた場合は、 100 µL を超える量を入力可)
Min (分)	次の行を実行するまでの時間 (単位:分)。	0.1 ~ 999.99 分、0.01 分単位 で設定可能

# 表 6-18: サンプルセットの機能

機能の名前	説明
Sample(未知試料)	選択したバイアルから未知試料を注入します。
Standard (標準試料)	選択したバイアルから標準試料を注入します。
AutoStds(自動標準試料)	分析の途中で、標準試料の分析を繰り返すよ うにプログラムします。下記の「標準試料の 自動分析」を参照。
Prime(プライム)	指定流量で指定時間、ソルベントマネージメントシステムをウェットプライムします。 プライムの追加パラメーターを入力するには、 [Row Details](行の詳細)スクリーンキーを 押します。

#### 表 6-18: サンプルセットの機能 (続き)

機能の名前	説明
System Prep(システム準備)	セパレーションメソッドのパラメーターを使用して、システム準備の機能を実行します。 システム準備の詳細については、 <b>76</b> ページの 「システム準備の実行」を参照してください。
Purge (パージ)	サンプルマネージメントシステムをパージします。パージの追加パラメーターを入力するには、[Row Details](行の詳細)スクリーンキーを押します。
Equil(平衡化)	指定したセパレーションメソッドの初期条件を使用して、指定時間、システムに溶媒を送液します。平衡化の追加パラメーターを入力するには、[Row Details](行の詳細)スクリーンキーを押して [Equilibrate](平衡化)ダイアログボックス <sup>1</sup> を表示します。
Condition(コンディショニング)	セパレーションメソッドに指定したグラジエントをカラムに送液します。サンプル注入を 行わずに、カラムのコンディショニングを行います。
Auto Add(自動追加)	選択した順序でバイアルからサンプルを注入します。詳細は、120 ページの「自動追加」を参照してください。

#### 6.3.0.1 標準試料の自動分析

AutoStds 機能を使って、指定されたバイアルの数または注入回数の後、標準試料の分析を繰り返すことができます。大量分析をサポートするために、複数の標準試料バイアルを指定することができます。

#### 標準機能の自動分析機能を使用する方法:

- [Sample Set] (サンプルセット) 画面にある機能のドロップダウンリストから [AutoStds] (自動標準試料)を選択し、次に [Row Details] (行の詳細) スクリーンキーを押して [Auto Standards] (自動標準試料) ダイアログボックスを表示します。
- 2. 標準試料を分析する頻度を入力して、次に vials (バイアル数での繰り返し) または injections (注入回数での繰り返し) を選択します。
- 3. [Source Vial(s)](ソースバイアル)テーブルに、標準試料の各バイアルの位置、およびその容量を入力します。

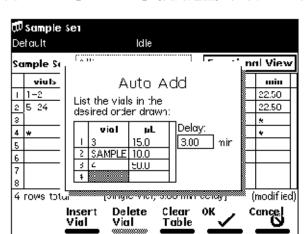
分析を開始すると、セパレーションモジュールは標準試料を分析します。現在の標準試料のバイアルが空の場合(注入回数、注入量、および総容量に基づく)、セパレーションモジュールは [Source Vial(s)](ソースバイアル)テーブルに指定された次の標準試料のバイアルに自動的に進みます。

#### 6.3.0.2 自動追加

最大 10 個のバイアル(その内の 1 つがサンプルバイアル)からの溶液組成を持つ注入を実行するには、自動追加機能を使用します。この注入の合計容量は、サンプルループの容量未満である必要があります。すべてのバイアルからのサンプルがサンプルループ内に入った時点からの遅延時間を設定することができます。これにより、サンプルを受動的に混合することができます。

#### 自動追加機能を使用する方法:

[Sample Set] (サンプルセット) 画面にある機能のドロップダウンリストから [AutoAdd] (自動追加) を選択し、次に [Row Details] (行の詳細) スクリーンキーを押して [AutoAdd] (自動追加) ダイアログボックスを表示します。



#### 図 6-16: [Auto Add] (自動追加) ダイアログボックス

この例では、バイアル 3 と 4 は、サンプルバイアルの化合物と反応する試薬です。121 ページの「サンプルセットの行のリンク」の図で、バイアル 25~30 は、自動追加に使用するサンプルバイアルです。セパレーションモジュールはバイアル 3 から 15  $\mu$ L、バイアル 25 から 10  $\mu$ L、バイアル 4 から 50  $\mu$ L を吸引し、その後サンプルループ内に指定時間 3.00 分この 3 種類の溶液を保持してから、注入を行います。バイアル 26 ~ 30 について、プロセスが繰り返されます。

- 2. サンプルの最初の部分を吸引するバイアルを入力します。 **ヒント:** バイアルを [sample] (サンプル) に設定するには、Clear を押します。
- 3. 吸引するサンプルの容量(単位: uL)を入力します。
- 4. サンプルの以降の成分について、ステップ 2 とステップ 3 を繰り返します。
- 5. サンプルが混合するための遅延時間(単位:分)を入力します。
- 6. [OK] を押して、[Sample Set] (サンプルセット) 画面に戻ります。

### 6.3.1 サンプルセットの行のリンク

サンプルセット内の 1 つ以上の行をリンクして、同一のバイアルセットについて複数の機能を実行できます。たとえば、次の図に示すように、サンプルの注入機能とパージ機能をリンクできます。この例では、バイアル 5 から 15  $\mu$ L の注入を 2 回実行した後、パージを行います。指定した各バイアルについて、プロセスが繰り返されます。

**ヒント**:サンプルセットのリンク済みの行についてリンク解除や削除を行うと、残っている行のバイアル番号が、入力した元のバイアル番号とは異なることがあります。サンプルセットを実行する前に、すべての行のバイアル番号が正しいことを確認してください。

#### W Kun Samples <Default> Idle Job: Rich Tost(002) Functional View vials function inj μL method 0 \* \* 1 \* Equil O Dave Test 45.00 Punge 0 Dan Test 0 \* \* 0 1 10.0 22.50 3 1-2 AutoStds 0 Dave Test 4 5-24 Sampe Dave Test.aa 02 15.0 22.50 Punge Ú|Dan est Úж 30.00 Condition 0 Dave Test Ú \* \* 7 25-30 AutoAdc | 0 Dave Test.aa 0.1 10.0 15.00 7 rows total Copy Insert Rnw More Next Start Details View Kow. Down

#### 図 6-17: サンプルセットの行のリンク

#### 行をリンクする方法:

- 1. リンクする行を選択します。
- 2. [More](その他)スクリーンキーを押し、次に [Make Link](リンクの作成)スクリーンキーを押します。

結果:現在の行が前の行とリンクされます。

#### 行のリンクを解除する方法:

- 1. リンク解除する行を選択します。
- 2. [More] (その他) スクリーンキーを押し、次に [Break Link] (リンクの解除) スクリーンキーを押します。

# 6.4 サンプルテンプレートの作成

サンプルテンプレートを使用して分析の主要パラメーターを定義し、分析を開始する直前にバイアル番号、バイアルの位置などの変数パラメーターを入力します。

#### サンプルテンプレートを作成する方法:

- 1. サンプルセットを作成します(117ページの「サンプルセットの作成と編集」を参照)。
- 2. [Main] (メイン) 画面の [Methods] (メソッド) スクリーンキーを押します。
- 3. サンプルテンプレートとして使用するサンプルセットを選択します。
- 4. [Make Tpl] (テンプレート作成) スクリーンキーを押します。 **ヒント:** テンプレートをロックするには、95 ページの「セパレーションメソッドのロックとロック解除」の手順を使用します。

# 7 メンテナンス作業

本章では、装置のパフォーマンスを維持するために必要なメンテナンスについて、そのガイドラインと手順を説明します。

メンテナンススケジュールを守り、必要に応じておよび本章で記載された内容に従ってメンテナンスを行ってください。

# 7.1 メンテナンス時の注意事項

# 7.1.1 基本的な操作手順

セパレーションモジュールを仕様どおりに運用するには、第 1 章に記載されている操作手順およびガイドラインに従ってください。

# 7.1.2 システムの再初期化

少なくとも週に 1 回システムの装置を再初期化することを推奨します。セパレーションモジュールと検出器の電源を入れ直すと(最低 1 分電源をオフにし、その後オンにする)、各装置が内部診断テストと検証を含むシステム初期化を実行します。この手順により、機構部分と電子機器、および内部ファームウェアが適切に動作するように同期されます。

# 7.2 スペアパーツ

システムを設計どおりに確実に動作させるには、Waters Quality Parts のみを使用してください。Waters Quality Parts およびその注文方法については、www.waters.com/wgp をご覧ください。

# 7.3 Connections INSIGHT によるトラブルシューティング

Connections INSIGHT は、Waters が ACQUITY UPLC システムに対して提供するサービスおよび サポートをより積極的に活用できるようにする、「インテリジェント」デバイス管理 (IDM) Web サービスです。Connections INSIGHT をご利用いただくためには、使用しているワークステーション にサービスエージェントソフトウェアをインストールする必要があります。さらにクライアント/ サーバーシステムで、システムを制御するコンピューターにサービスエージェントをインストールする必要もあります。サービスエージェントソフトウェアは、インストール先のシステムがサポートを必要とするかどうかを自動的かつ安全に監視し、必要に応じて Waters へ情報を直接送信します。

装置コンソールの操作時にパフォーマンスに関する問題が発生した場合は、Connections INSIGHT リクエストを Waters カスタマーサポートに手動で送付することもできます。あるいはリモートデスクトップを使用することもできます。このリモートデスクトップはオプションのリアルタイムなコラボレーションであり、Connections INSIGHT iAssist サービスレベルを有効にすることにより、ACQUITY UPLC システムとの双方向接続がコントロールされます。

Connections INSIGHT および Connections INSIGHT iAssist の詳細については、以下のソースを参照してください。

- http://www.waters.com
- Connections INSIGHT Quick Start Guide (『Connections INSIGHT クイックスタートガイド』)
- Connections INSIGHT User's Guide (『Connections INSIGHT ユーザーガイド』)
- Connections INSIGHT Troubleshooting Notes (『Connections INSIGHT トラブルシューティングノート』)
- 担当営業
- 最寄りの Waters 支社
- Waters カスタマーサポート

#### Connections Insight リクエストの送信方法:

- 1. [トラブルシューティング] > [Connections INSIGHT リクエストの送信] の順に選択します。
- 2. [Connections INSIGHT リクエスト] ダイアログボックスに、名前、電話番号、電子メールアドレス、および問題の詳細を入力します。
- 3. [送信]をクリックします。サービスプロファイルの保存には、約5分間かかります。

**結果:**入力した Connections INSIGHT プロファイルが含まれている ZIP ファイルが、 レビュー用に Waters カスタマーサポートに転送されます。

**ヒント:**装置コンソールからサービスプロファイルおよびプロットファイルを保存する場合、150 MB 程度のファイルスペースが必要なことがあります。

# 7.4 安全な取り扱いのために

メンテナンス作業を行う際は、以下の安全に関する注意事項に留意してください。





**警告:**装置のコンポーネントは、生物学的な危険物質によって汚染される可能性があります。 コンポーネントを取り扱う場合は、必ず耐薬品性のパウダーフリーの手袋を着用してください。



警告: 傷害事故防止のため、溶媒の取り扱いや配管類の交換、装置の操作にあたっては優良試験所基準 (GLP) を常に忠実に順守してください。使用する溶媒の物理的および化学的な性質を確認してください(溶媒を使用する際には「化学物質安全性データシート」を参照してください)。



**警告:**感電を防止するため、

- 装置のパネルを外さないでください。装置内部には、ユーザーによるメンテナンスが必要な部分はありません。
- メンテナンスを開始する前に、装置がスタンバイモードであることを確認してください。



**警告:**プローブおよびソースは、高温になることがあります。火傷を防ぐため、これらの構成部品を取り扱う際は十分に注意してください。

- ★注意:ソースエンクロージャー内部のメンテナンスを行う場合は、以下の条件を満たしていることを確認してください。
  - 装置がスタンバイモードであること。
  - LC 送液が廃液側へ設定されているか、またはオフに設定されていること。
  - 脱溶媒ガスがオフになっていること。

安全勧告については、付録Aを参照してください。

# 7.5 ソルベントマネージメントシステムのメンテナンス

ソルベントマネージメントシステムの特定コンポーネントに問題が発生した場合は、このセクションの手順を実行します。ソルベントマネージメントシステムの問題を特定する方法については、第8章を参照してください。



警告: 事故防止の観点から、溶媒の取り扱い、チューブの交換、およびセパレーションモジュールの操作を行う場合は、実験室に定められている正しい手順に必ず従ってください。使用する溶媒の物理的および化学的な性質を確認してください。使用している溶媒について、物質安全データシートで確認してください。

#### 7.5.1 概要

ソルベントマネージメントシステムの保守には、次の作業が含まれます。

- プランジャーシールの交換
- シール洗浄シールの交換
- プランジャーのクリーニングおよび交換
- インレットチェックバルブの交換
- インラインフィルターの交換

**ヒント:**液漏れから適切に保護するために、装置を運用する前に、必ず送液トレイおよび溶媒コンディショニングトレイを所定位置に固定してください。

次の図に、ソルベントマネージメントシステムのさまざまなコンポーネントを示します(送液トレイを引き出した状態)。これらのコンポーネントの機能の説明については、126 ページの表「e2695 ソルベントマネージメントシステムのコンポーネントと機能」を参照してください。

#### 図 7-1: ソルベントマネージメントシステムのコンポーネント

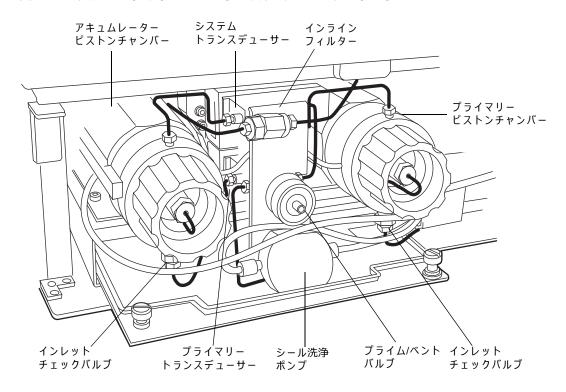


表 7-1: e2695 ソルベントマネージメントシステムのコンポーネントと機能

コンポーネント	機能
プライマリーピストンチャンバー	シリアル送液設計の一部として、溶媒の吸引/ 送液を行います。
アキュムレーターピストンチャンバー	シリアル送液設計の一部として、溶媒の吸引/ 送液を行います。
プライム/ベントバルブ	溶媒のパージ、プライム、およびベントがで きます。
シール洗浄ポンプ	プライマリープランジャーとアキュムレー タープランジャーのシールを洗浄する液体を 供給します。
プライマリーインレットチェックバルブ	一方向にだけ開くことにより(プランジャーの吸引ストロークで開、送液ストロークで閉)、プライマリーピストンチャンバーの送液方向を維持します。
アキュムレーターインレットチェックバルブ	一方向にだけ開くことにより(プランジャーの吸引ストロークで開、送液ストロークで 閉)、アキュムレーターピストンチャンバーの 送液方向を維持します。
プライマリートランスデューサー	プライマリーピストンチャンバー内の溶媒送 液への抵抗により発生する背圧を検出します。

表 7-1: e2695 ソルベントマネージメントシステムのコンポーネントと機能(続き)

コンポーネント	機能
システムトランスデューサー	HPLC システム内の溶媒送液への抵抗により 発生する背圧を検出します。
インラインフィルター	ソルベントマネージメントシステムとサンプ ルマネージメントシステムとの間で溶媒をろ 過します。

# 7.5.2 ヘッド、シール洗浄アセンブリー、およびプランジャーの取り外し

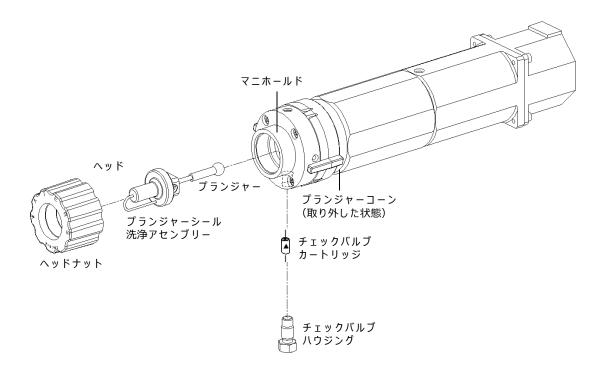
ソルベントマネージメントシステムの問題を特定する方法については、第 8 章を参照してください。

127ページの図「ソルベントマネージメントシステムのピストンチャンバーのコンポーネント(分解図)」は、各溶媒送液ピストンチャンバーのヘッド、ヘッドナット、プランジャー、シール洗浄アセンブリー、チェックバルブアセンブリーを示したものです。

以下の作業を行うときには必ず、ヘッド、シール洗浄アセンブリー、およびプランジャーを取り 外してください。

- プランジャーシールの交換
- プランジャーのクリーニングまたは交換
- シール洗浄シールのメンテナンス

#### 図 7-2: ソルベントマネージメントシステムのピストンチャンバーのコンポーネント (分解図)



#### ヘッド、シール洗浄アセンブリー、およびプランジャーを取り外す方法:

- 1. [Main] (メイン) 画面の [Diag] (診断) スクリーンキーを押します。
- 2. [Diagnostics] (診断) 画面の [Other Tests] (その他のテスト) スクリーンキーを押します。
- 3. [Other Diagnostics] (その他の診断) 画面のリストから、[Head Removal and Replacement] (ヘッドの取り外しと交換) を選択します。
- 4. [Head Removal and Replacement](ヘッドの取り外しと交換)画面に表示される指示に従います。

必要条件: ヘッドの取り外しと交換の手順での溶媒の漏れを最小にするために、GPV バルブをオフの位置に設定して(164 ページの「モーターとバルブの診断テストの実行」を参照)、シール洗浄リザーバーをセパレーションモジュールと同じ高さに置いてください。

5. ヘッド、シール洗浄アセンブリー、およびプランジャーを 1 つのユニットとして取り外します (132ページの図「プランジャー、シール洗浄、およびヘッド」を参照)。

ヘッドの取り外しの詳細については、169 ページの「ヘッドの取り外しと交換の機能」を参照してください。

# 7.5.3 プランジャーシールの交換時の注意

- ソルベントマネージメントシステムの問題を特定する方法については、第8章を参照してください。
- 性能を最大に引き出すために、ヘッドのプランジャーシールは保守時に交換してください。 プランジャーシールを 2、3 回交換した後に、フェイスシールを交換します(129ページの図「プランジャーとフェイスシールの向き:」を参照)。
- セパレーションモジュールの標準シールは、超高分子ポリエチレン素材の Fluoroloy-G 製です。広範な試験により、これらのシールは HPLC 分析で一般的に使用される溶媒の多くについて、優れた寿命を示すことが分かっています。これらのシールをアプリケーションで使用して満足できる結果が得られない場合は、グラファイト入り PTFE 製の代替プランジャーシール (WAT271066)、または Alliance ClearSeal (700001326) などについて Waters にお問い合わせください。

この手順では、以下のパーツを交換します。

- プランジャーシール
- インレットフェイスシール
- アウトレットフェイスシール

#### 必要な器材

- シール挿入工具(スタートアップキット)
- シール除去工具 (WAT039803)
- 交換用シール
- 100% アルコール (メタノールまたはイソプロパノール)
- 検出器のセルウィンドウ (WAT097295) などのクリーンブロック
- シリンジ(スタートアップキット)
- プラスチック製のピンセット、またはエアスプレー缶

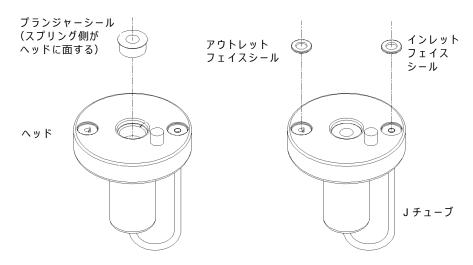
#### 7.5.3.1 プランジャーシールの交換

★注意:シーリング面の損傷を防止するため、シール除去工具を使用してください。シールの除去や取り付けに先端の尖った工具は使用しないでください。

#### プランジャーシールを交換する方法:

- 1. ヘッドを取り外します (127 ページの「ヘッド、シール洗浄アセンブリー、およびプランジャーの取り外し」を参照)。
- 2. シール除去工具のプラスチック側を使用して、ヘッドからプランジャーシールを取り外します。

#### 図 7-3: プランジャーとフェイスシールの向き:



- 3. シールを取り付ける前に、挿入工具、シールを取り付ける開口部、および新しいプランジャーシールを 100% のアルコールで濡らします。
- 4. スプリング側がシール挿入工具の先端側になる方向にして、プランジャーシールをシール挿入工具にはめ込みます。ヘッドのプランジャーシール用開口部に工具の先端を挿入し(129ページの図「プランジャーとフェイスシールの向き: | を参照)、強く押してシールを取り付けます。

#### 7.5.3.2 フェイスシールの交換

★注意:シーリング面の損傷を防止するため、シール除去工具を使用してください。シールの除去や取り付けに先端の尖った工具は使用しないでください。プランジャーシールの交換を2、3回行うたびに、フェイスシールを交換してください。

#### フェイスシールを交換する方法:

- 1. ヘッドを取り外します (127 ページの「ヘッド、シール洗浄アセンブリー、およびプランジャーの取り外し」を参照)。
- 2. 圧縮空気をフェイスシールの中心に直接当てるか、プラスチック製のピンセットを使用して、ヘッドのシール用開口部からインレットとアウトレットのフェイスシールを取り外します(129ページの図「プランジャーとフェイスシールの向き:」を参照)。
- 3. 新しいシールとシール用開口部を 100% のアルコールで濡らします。

- 4. 新しいフェイスシールをヘッドのフェイスシール用開口部に入れます。
- 5. アルコールで洗浄した、検出器ウィンドウのような平らな物体を使用して、ポンプヘッドの開口部にフェイスシールを強く押し付けます。
- 6. シールの交換後は、[Head Removal and Replacement](ヘッドの取り外しと交換)画面を表示します。
- 7. 画面の指示に従って、ヘッド、シール洗浄ハウジング、ワッシャー、およびプランジャーアセンブリーを取り付けます。

必要条件:チューブシールの損傷を防ぎ、シール洗浄チューブとシール洗浄ハウジングの 位置を正しく合わせるために、以下のステップ a ~ステップ d に従ってください。また、ヘッド位置合わせピンの向きが正しく、「J」チューブが下向きであることを確認してください(132ページの図「プランジャー、シール洗浄、およびヘッド」を参照)。

- a. ヘッドにヘッドナットを手締めした後、ナットを約 1/2 回転緩めます(反時計回り)。
- b. シール洗浄チューブの端に損傷がないかどうか検査します。 **ヒント:** 必要な場合は、チューブの端をカミソリで切り揃えます。
- c. シール洗浄チューブをマニホールドに差し込み、ヘッドナットをいっぱいまで締め付けます。
- d. リリースリングを分析位置に戻します。
- 8. セパレーションモジュールのラインに溶媒がない場合は、ウェットプライムまたは送液を開始 する前に、ドライプライムを実行して溶媒をプランジャーキャビティに充填してください (59 ページの「ソルベントマネージメントシステムのプライム」を参照)。

# 7.5.4 シール洗浄アセンブリーのシールの交換

ソルベントマネージメントシステムの問題を特定する方法については、第8章を参照してください。

この手順では、以下のパーツを交換します。

- シール洗浄フェイスシール
- ・ チューブシール 2 個
- プランジャー洗浄シール

#### 必要な器材

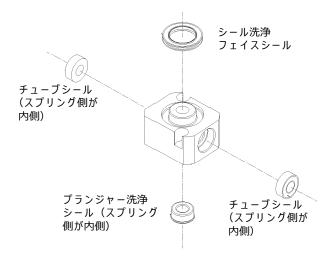
- シール挿入工具(スタートアップキット)
- シール除去工具(部品番号 WAT039803)
- 交換用シール
- 100% アルコール (メタノールまたはイソプロパノール)
- シリンジ(スタートアップキット)
- プラスチック製ピンセット

★注意:シーリング面の損傷を防止するため、シール除去工具を使用してください。シールの除去や取り付けに先端の尖った工具は使用しないでください。

#### シール洗浄アセンブリーのシールの交換方法:

- 1. シール洗浄アセンブリーを取り外します(127ページの「ヘッド、シール洗浄アセンブリー、およびプランジャーの取り外し」を参照)。
- 2. シール除去工具のプラスチック側を使用して、プランジャー洗浄シールを座面から取り外します。各チューブシールについて、この手順を繰り返します(131ページの図「シール洗浄アセンブリーのシール」を参照)。
- 3. プラスチック製ピンセットを使用して、シール洗浄フェイスシールを取り外します。

#### 図 7-4: シール洗浄アセンブリーのシール



- 4. シール挿入工具、新しいシールすべて、およびシール用開口部を 100% のアルコールで濡らします。
- 5. シール挿入工具の先端がスプリング側になるようにして、新しいプランジャー洗浄シールをシール挿入工具に取り付け、工具の先端をシール用開口部に差し込み、強く押してシールを取り付けます。各チューブシールについて、この手順を繰り返します。
- 6. シール洗浄ハウジングアセンブリーのワッシャーを取り付け直します(132 ページの図 「プランジャー、シール洗浄、およびヘッド」を参照)。
- 7. シール洗浄ハウジングとワッシャーにプランジャーを差し込み、このアセンブリーをヘッドに 差し込みます (132ページの図「プランジャー、シール洗浄、およびヘッド」を参照)。
- 8. [Head Removal and Replacement](ヘッドの取り外しと交換)画面の指示に従って、ヘッド、シール洗浄アセンブリー、およびプランジャーを取り付けます。チューブシールの損傷を防ぎ、シール洗浄チューブとシール洗浄ハウジングの位置を正しく合わせるために、以下のステップ a~ステップ d に従ってください。また、ヘッド位置合わせピンの向きが正しく、「J」チューブが下向きであることを確認してください(132ページの図「プランジャー、シール洗浄、およびヘッド」を参照)。
  - a. ヘッドにヘッドナットを手締めした後、ナットを約 1/2 回転緩めます。
  - b. シール洗浄チューブの端に損傷がないかどうか検査します。必要な場合は、チューブの端をカミソリで切り揃えます。

- c. シール洗浄チューブをマニホールドに差し込み、ヘッドナットをいっぱいまで締め付けます。
- d. リリースリングを分析位置に戻します。

セパレーションモジュールの溶媒ラインに溶媒がない場合は、ウェットプライムや送液を開始する前に、ソルベントマネージメントシステムをドライプライムします(59 ページの「ソルベントマネージメントシステムのプライム」を参照)。

# 7.5.5 プランジャーの洗浄と交換

**ヒント:** ソルベントマネージメントシステムの問題を特定する方法については、第8章を参照してください。

#### 必要な器材

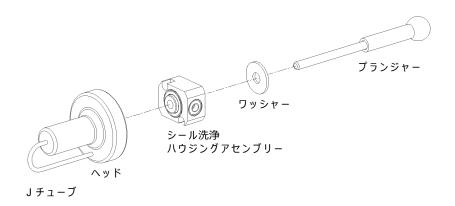
- 軽石、目の細かいもの
- 綿棒
- HPLC グレードの水

#### プランジャーのクリーニング方法:

- 1. ヘッド、シール洗浄アセンブリー、およびプランジャーを取り外します(127 ページの「ヘッド、シール洗浄アセンブリー、およびプランジャーの取り外し」を参照)。
- 2. プランジャーをポンプヘッドとシール洗浄アセンブリーから取り外さない状態で、プランジャーの損傷、過剰な摩耗、または移動相の残留物を検査します(132 ページの図「プランジャー、シール洗浄、およびヘッド」を参照)。

**ヒント:** プランジャーまたはプランジャーシールに移動相の残留物がある場合は、新しい プランジャーに交換してください。

#### 図 7-5: プランジャー、シール洗浄、およびヘッド



3. プランジャーを再度検査します。プランジャーの摩耗がひどい場合は、交換します。 必要に応じて、プランジャーシールとフェイスシールを交換します(128 ページの「プラン ジャーシールの交換時の注意」を参照)。

#### プランジャーを交換する方法:

- シール洗浄ハウジングとワッシャーに新しいプランジャーを差し込み、アセンブリーをヘッドに差し込みます(127ページの図「ソルベントマネージメントシステムのピストンチャンバーのコンポーネント(分解図)」を参照)。
- 2. [Head Removal and Replacement] (ヘッドの取り外しと交換) 画面の指示に従って、ヘッド、シール洗浄アセンブリー、およびプランジャーを取り付けます。

**必要条件:**チューブシールの損傷を防ぎ、シール洗浄チューブとシール洗浄ハウジングの 位置を正しく合わせるために、以下のステップ a ~ステップ d に従ってください。また、ヘッド位置合わせピンの向きが正しく、「J」チューブが下向きであることを確認してください。

- a. ヘッドにヘッドナットを手締めした後、ナットを約 1/2 回転緩めます。
- b. シール洗浄チューブの端に損傷がないかどうか検査します。必要な場合は、チューブの端をカミソリで切り揃えます。
- c. シール洗浄チューブをマニホールドに差し込み、ヘッドナットをいっぱいまで締め付けます。
- d. リリースリングを分析位置に戻します。

セパレーションモジュールの溶媒ラインに溶媒がない場合は、ウェットプライムや送液を開始する前に、ソルベントマネージメントシステムをドライプライムします(75ページの「システムのドライプライム」を参照)。

### 7.5.6 インレットチェックバルブカートリッジの交換

**ヒント:**チェックバルブの問題点を特定する方法については、第8章を参照してください。

#### 必要な器材

- 1/2 インチのスパナ
- 5/16 インチのスパナ
- 交換用チェックバルブカートリッジ
- 100% アルコール (メタノールまたはイソプロパノール)
- シリンジ(スタートアップキット)

#### 各ピストンチャンバーのインレットチェックバルブを交換する方法:

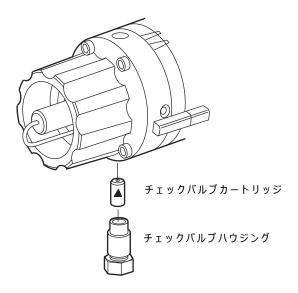
[Other Diagnostics] (その他の診断) 画面で、[Motors and Valves] (モーターとバルブ) を選択します。

**必要条件:**チェックバルブ交換中の液漏れを防止するため、GPV バルブが [Off](オフ)の位置に設定されていることを確認します(164 ページの「モーターとバルブの診断テストの実行」を参照)。

- 2. 送液トレイと溶媒コンディショニングトレイを固定しているねじを緩めて、チェックバルブにアクセスできるようにそれらのトレイを数インチ引き出します(126ページの図「ソルベントマネージメントシステムのコンポーネント」を参照)。
- 3. 1/2 インチのレンチを使用してインレットチェックバルブのハウジングを固定し、5/16 インチのレンチでインレットチェックバルブの締め付け用ねじを取り外します (134ページの図「インレットチェックバルブ」を参照)。

4. 1/2 インチのレンチを使用して、マニホールドからチェックバルブのハウジングを取り外します。

#### 図 7-6: インレットチェックバルブ



- 5. インレットチェックバルブハウジングを逆さにして、古いチェックバルブカートリッジを 取り外します。
- 6. インレットチェックバルブのハウジングを検査して、必要な場合はクリーニングし、その 後 100% アルコールで濡らします。
- 7. 新しいチェックバルブカートリッジを 100% のアルコールで濡らします。
- 8. 交換用チェックバルブカートリッジを、インレットチェックバルブハウジングに挿入します。 **ヒント:**チェックバルブカートリッジの矢印をピストンチャンバー側に向けてください。
- 9. インレットチェックバルブハウジングをピストンチャンバーのハウジングに差し込み、 チェックバルブのハウジングを手締めします。
- 10. 1/2 インチのレンチを使用して、インレットチェックバルブのハウジングを 1/8 回転だけ締めます。
- 11. 1/2 インチのレンチを使用してインレットチェックバルブのハウジングを固定し、チェック バルブに締め付け用ねじを取り付けて 5/16 インチのレンチで固定します。
- 12. [Other Diagnostics] (その他の診断) 画面で、[Motors and Valves] (モーターとバルブ) を選択します。
- 13. セパレーションモジュールの溶媒ラインに溶媒がない場合は、ウェットプライムや送液を開始する前に、ソルベントマネージメントシステムをドライプライムします(75 ページの「システムのドライプライム」を参照)。

### 7.5.7 インラインフィルターの交換

インラインフィルターは、ソルベントマネージメントシステムとサンプルマネージメントシステムとの間で溶媒をろ過します。インラインフィルターが背圧上昇の原因である場合は、インラインフィルターエレメントをクリーニングして交換します。

**ヒント:** ソルベントマネージメントシステムの問題を特定する方法については、第8章を参照してください。

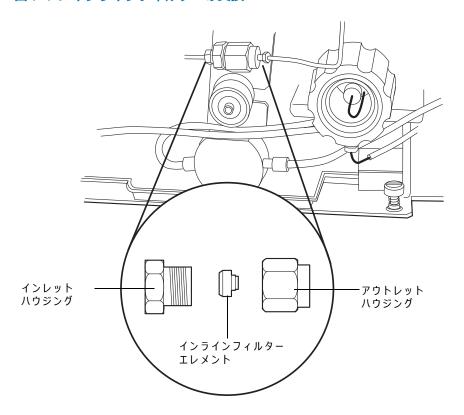
#### 必要な器材

- 5/8 インチのスパナ、2個
- 5/16 インチのスパナ
- 100% アルコール (メタノールまたはイソプロパノール)
- 吸収性のあるティッシュ
- インラインフィルターエレメントの交換

#### インラインフィルターを交換する方法:

- 1. 5/8 インチのレンチを使用して、インラインフィルターの左側にある締め付け用ねじをインレットハウジングから取り外します(136ページの図「インラインフィルターの交換」を参照)。吸収性のあるティッシュを使用して、漏れる可能性のある溶媒を少量吸い取ります。
- 2. 5/8 インチのレンチを使用してフィルターのアウトレットハウジングを固定し、もう 1 つの 5/8 インチのレンチでインレットハウジングを緩めます。
- 3. インレットハウジングの上側を下に向けて、インラインフィルターエレメントを取り外します。
- 4. 交換用インラインフィルターエレメントをアルコールで濡らします。
- 5. 交換用インラインフィルターエレメントを、インラインフィルターのハウジングに挿入します (136ページの図「インラインフィルターの交換」を参照)。

#### 図 7-7: インラインフィルターの交換



- 6. インラインフィルターのインレットとアウトレットのハウジングを接続します。
- 7. 締め付け用ねじをインレットハウジングに再び固定します。
- 8. 移動相 1mL/分で 10 分間、ソルベントマネージメントシステムを洗い流します (66 ページの「セパレーションモジュールの電源オフ」を参照)。
- 9. インラインフィルターの漏れを検査し、必要に応じてフィッティングを締め付けます。

# 7.6 サンプルマネージメントシステムのメンテナンス

サンプルマネージメントシステムのコンポーネントに問題が発生した場合は、このセクションの 手順を実行します。

**ヒント:** サンプルマネージメントシステムの問題点を特定する方法については、第8章を参照してください。



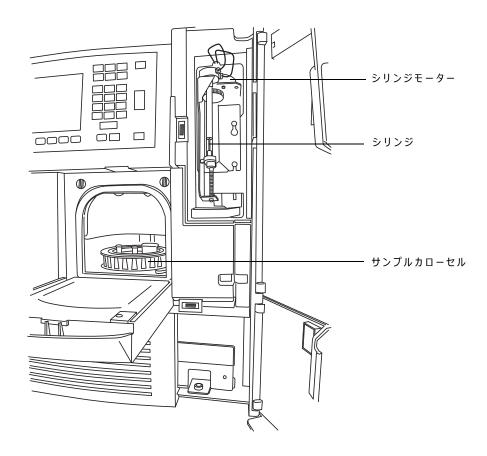
警告:事故防止の観点から、溶媒の取り扱い、チューブの交換、およびセパレーションモジュールの操作を行う場合は、実験室に定められている正しい手順に必ず従ってください。使用する溶媒の物理的および化学的な性質を確認してください。使用している溶媒について、物質安全データシートで確認してください。

サンプルマネージメントシステムの保守には、次の作業が含まれます。

- 下部ニードル洗浄フリットの交換(装備されている場合)
- シリンジの交換
- ニードルとシールパックの交換
- サンプルコンパートメントのクリーニング

次の 2 つの図に、サンプルマネージメントシステムのさまざまなアセンブリーやコンポーネントを示します。139ページの表「e2695 サンプルマネージメントシステムのアセンブリー/コンポーネント」に、個々のアセンブリーやコンポーネントの機能を示します。

#### 図 7-8: サンプルマネージメントシステムのコンポーネント(前面図)



#### 図 7-9: サンプルマネージメントシステムのコンポーネント(右面図)

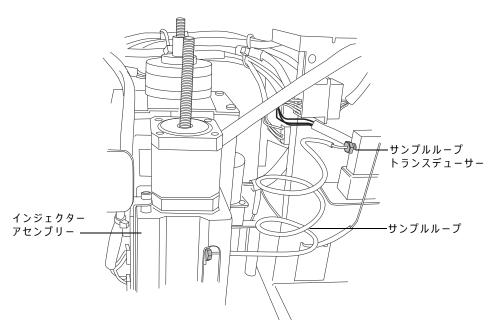


表 7-2: e2695 サンプルマネージメントシステムのアセンブリー/コンポーネント

アセンブリー /コンポーネント	機能
シリンジ	サンプルバイアルからサンプルループヘサン プルを吸引します。
サンプルカローセルとカローセルキャリア	色分けされた 5 つのカローセル。各カローセルはサンプルバイアルを最大 24 個、合計で120 個保持します。
インジェクターモーター	インジェクターのニードルの動作をコント ロールします。
サンプルループトランスデューサー	サンプルループ内の溶媒送液に対する抵抗に より発生する背圧を検出します。
サンプルループ	サンプルを 1 サンプルループ容量(標準で 100 μL)保持します。
ニードルティー	インジェクターニードルを保持し、サンプル ループへのコネクターです。
ニードル(148ページの図「インジェクターアセンブリーの取り外し」を参照)	サンプルバイアルのキャップに穴を開けて サンプルを吸引し、流路にサンプルを注入し ます。
シールパック(148ページの図「インジェクターアセンブリーの取り外し」を参照)	高圧シールおよびニードル洗浄システムが含 まれます。

# 7.6.1 セパレーションモジュールのサイドパネルの取り外し

サンプルループ、ニードルおよびシールパック交換などのメンテナンス手順の一部では、内部コンポーネントにアクセスするためにセパレーションモジュールのサイドパネルを取り外す必要があります。

注:本セクションは、カラムヒーターまたはカラムヒーター / クーラーオプションを使用していて、セパレーションモジュールのサイドパネルにアクセスするためにそのユニットを取り外す必要がある場合にのみ適用されます。このオプションを使用していない場合は、サイドパネルを取り外す手順について適切なメンテナンス項目を参照してください。

#### 必要な器材

ドライバー、T-20 TORX

#### サイドパネルにアクセスして取り外す方法:

- 1. セパレーションモジュールの電源を切ります。
- 2. 以下のケーブルの接続を切り離します:
  - Ethernet ケーブルおよび電源コードを検出器の背面から
  - 外部コントロールケーブルおよび電源コードをカラムヒーターまたはカラムヒーター /クーラーの背面から
  - 電源コードをセパレーションモジュールの背面から
- 3. 検出器をそのベースから取り外して、脇に置きます。

- 4. 以下のチューブを検出器のドリップトレイから取り外します。
  - チューブをドリップトレイの配管クリップから解放して、チューブを検出器ベースから取り外します。
  - 蛇腹チューブをドリップトレイの廃液排出アウトレットから取り外します。
- 5. 検出器ベースを、溶媒ボトルトレイの右側の 2 本の脚から持ち上げて外し、ベースを脇に置きます。
- 6. カラムヒーターまたはカラムヒーター/クーラーのドアを開けて、カラムチューブをユニットの前面にあるクリップから解放します。
- 7. カラムチューブを、カラムヒーターまたはカラムヒーター/クーラーのドアの外側に行くま で、左に動かします。
- ドリップトレイアセンブリーおよびチューブを、カラムヒーターまたはカラムヒーター/ クーラーコンパートメントからスライドして外し、脇に置きます。
- 9. カラムヒーターまたはカラムヒーター / クーラーを、セパレーションモジュールの 3 つの キー付きポートから持ち上げて、ユニットを取り外して脇に置きます。
- 10. セパレーションモジュールの右側サイドパネルを固定している 2 本の T-20 ねじを外して、このパネルを、背面パネルのポストを過ぎるまで後方にスライドさせます。
- 11. サイドパネルをセパレーションモジュールから取り外します。

#### メンテナンス完了時にシステムを再度組み立てる方法:

- 1. サイドパネルをセパレーションモジュールへと後方にスライドし、先ほど取りはずした 2 本のねじを使用して固定します。カラムチューブがサイドパネルのスロットを確実に通るようにします。
- 2. カラムヒーターまたはカラムヒーター/クーラーの側面にある3つの穴を、セパレーション モジュールのサイドパネルの3つのキー付きポートと位置を合わせてから、ユニットを所 定の位置に慎重に下ろします。
- 3. カラムヒーターまたはカラムヒーター/クーラードアを開けて、カラムチューブをユニット の前面にあるクリップを通して配管します。
- 4. ドリップトレイをカラムヒーターまたはカラムヒーター/クーラーコンパートメントの下部 に滑り込ませて、ユニットのドアを閉じます。
- 5. 検出器ベースの左側と溶媒ボトルトレイの右側にある 2 本の脚の位置を合わせて、ベースの右側を所定の位置に下ろします。
- 6. 検出器ベースの近くにある蛇腹チューブの開放端を検出器のドリップトレイの排液アウトレットに接続します。
- 7. 検出器ベースの近くにあるチューブの残りの束を検出器ドリップトレイの配管クリップを 通して配管します。
- 8. 検出器の脚を検出器ベースの凹部と位置を合わせて、検出器をベースの所定の位置に慎重に下ろします。
- 9. ケーブルを再接続します:
  - 検出器の背面にある Ethernet および電源コード
  - カラムヒーターまたはカラムヒーター/クーラーの背面にある外部コントロールケーブルおよび電源コード
  - セパレーションモジュールの背面にある電源コード

10. セパレーションモジュールに電源を入れます。

# 7.6.2 下部ニードル洗浄フリットの交換(装備されている場合)

次のいずれかの状態になったら、下部ニードル洗浄フリットを交換してください。

- クロマトグラムにゴーストピークが現れる
- サンプルのキャリーオーバーが明白である
- ・ 定期的な予防的保守が必要な場合(6か月ごと、または注入5000回ごと)

#### 交換部品

一体型のニードル洗浄フリットは、スペアパーツとして用意されています。

#### 必要な器材

- 100% アルコール (メタノールまたはイソプロパノール)
- 使用中のニードル洗浄液、または 100% アルコール(メタノールまたはイソプロパノール) を入れたバイアル
- 交換用の一体型ニードル洗浄フリット

**ヒント:**交換手順を始める前に、使用中のニードル洗浄液のバイアル内、あるいはアルコールの中に交換用フリットを数分間浸してください。

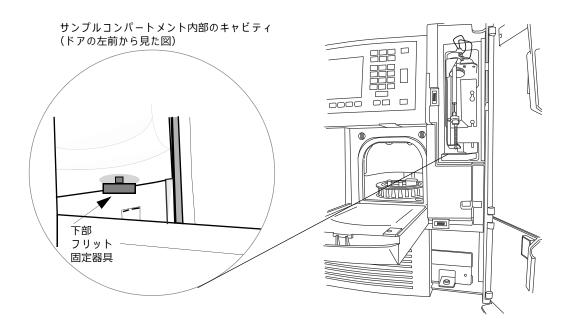
#### 下部フリットの交換方法:

- 1. 以下の図に示すように、サンプルカローセルドアを開けます。
- 2. 下部固定器具へのアクセスの妨げになるカローセルをすべて取り外します。

**ヒント:**カローセルキャリアを [A] の位置に移動するには、[Door is Open](ドアが開いています)ダイアログボックスを使用します。詳細については、63 ページの「カローセルの取り付け」を参照してください。

- セパレーションモジュールの電源をオフにして、コンセントから電源コードを外します。
- 4. 下部フリット固定器具を見つけます。サンプルコンパートメントの右上の内側、キャビティ内部約4インチの位置にあります。

#### 図 7-10: 下部フリット固定器具の位置



- 5. 手で、下部フリット固定器具を回して外します。
- 6. 固定器具のキャップの穴に小径の爪楊枝(または紙クリップ)を差し込んで、固定器具からフリットを取り出して廃棄します。
- 7. あらかじめ液体に浸けておいた新しいフリットを固定器具に取り付けます。
- 8. 下部の固定器具を、右回りに手締めして取り付けます。
- 9. セパレーションモジュールの電源コードをコンセントに差し込み、電源をオンにします。
- 10. サンプルカローセルを取り付け、サンプルカローセルドアを閉じます。
- 11. ニードル洗浄ポンプをプライムします(61 ページの「ニードル洗浄ポンプのプライム」を参照)。

#### 7.6.2.1 シリンジの交換

**ヒント:** サンプルマネージメントシステムの問題点を特定する方法については、第8章を参照してください。

次のいずれかの状態になったら、シリンジを交換してください。

- プランジャーの先端が摩耗した場合
- シリンジ容量をオプションの 25 μL または 2500 μL に変更する場合

**ヒント:**正しい測定結果を得るために、Waters がサンプルマネージメントシステム用に認定したシリンジだけを使用してください。

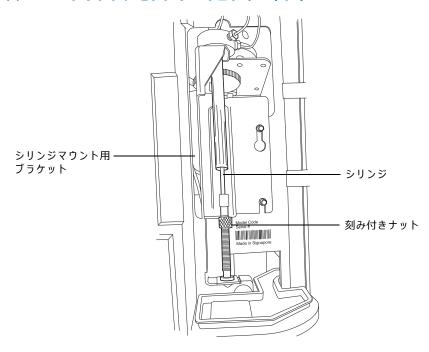
#### 必要な器材

交換用シリンジ

#### シリンジを取り外す方法:

- 1. 流量を 0.000 mL/分に設定します。
- 2. シリンジコンパートメントドアを開きます。
- 3. シリンジバレルをシリンジマウント用ブラケットに固定している刻み付きナットを取り外します。

#### 図 7-11: シリンジアセンブリーのコンポーネント



- 4. [Main] (メイン) 画面の [Diag] (診断) スクリーンキーを押します。
- 5. [Diagnostics] (診断) 画面の [Other Tests] (その他のテスト) スクリーンキーを押します。
- 6. [Other Tests](その他のテスト)画面で、[Motors and Valves](モーターとバルブ)を選択します。
- 7. [Motors and valves] (モーターとバルブ) 画面で、バルブ V3 が開いていることを確認します。 **ヒント:** V3 が閉じている場合は、V3 バルブを選択して、キーパッドから任意の数字を入 カしてバルブを開の位置にします。
- 8. Enter を押して変更内容を保存します。
- 9. [Syringe Position] (シリンジ位置) フィールドを選択します。
  - a. Enter を押して、ドロップダウンリストを表示します。
  - b. [Full] (フル) フィールドを選択します。

**結果:**刻み付きナットを取り外した状態で、マウント用ブラケットが下がり、プランジャーの先端が上を向いた状態になります。

- 10. マウント用ブラケットがフルに下がった状態で、次の手順でマウント用ブラケットからシリンジアセンブリーを取り外します。
  - a. マウント用ブラケットの近くにあるシリンジバレルをつかみます。
  - b. マウント用ブラケットから外れるまで、シリンジを左回りに回します。

#### 7.6.2.2 新しいシリンジの取り付け

元のシリンジと異なるサイズのシリンジを取り付ける必要がある場合は、使用できるシリンジのサイズについては、次の表を参照してください。[Configuration](設定)画面に新しいシリンジサイズを入力します。(145 ページを参照してください。)

**注意**: プランジャーがシリンジバレルの底に着かないことが非常に重要です。なぜなら、これにより Teflon プランジャーの先端を傷つけシリンジの寿命に悪影響を与えるからです。

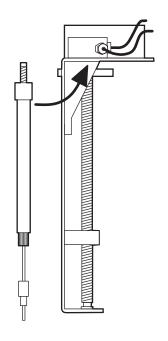
#### 表 7-3: シリンジサイズ

標準サイズ	オプションのサイズ
250 μL	25 μL、100 μL、2500 μL

#### シリンジを接続し初期化する方法:

- 1. シリンジパッケージには、組み立て前のプランジャーおよびスペアのシリンジバレルが含まれています。各コンポーネントをパッケージから取り出して、プランジャーの Teflon チップを移動相またはメタノールで湿らせます。
- 2. プランジャーをシリンジバレルの長さの 3/4 程度まで徐々に挿入します。
- 3. シリンジの端を移動相または MeOH に浸し、シリンジが部分的に充填されるまで液体を引き込みます。
- 4. シリンジを垂直に持ち、液体がプランジャー先端に到達して気体が上部に昇るように優し くバレルを軽く叩きます。
- 5. プランジャーがシリンジバレルの底をつかないように、プランジャーを徐々に押して空気を追い出します。
- 6. 新しいシリンジを、マウント用ブラケットの途中まで回して入れます。締め付けないでください。

#### 図 7-12: シリンジとマウント用ブラケット



- 7. シリンジプランジャーを押し下げて、プランジャーのねじ付きの端をシリンジガイドのマウント用ブラケットにはめ込みます。
- 8. シリンジを手締めします。
- 9. [Diagnostics] (診断) 画面の [Other Tests] (その他のテスト) を押します。
- 10. [Other Tests] (その他のテスト) 画面の [Syringe Position] (シリンジ位置) フィールドを 選択し、Enter を押してドロップダウンリストを表示します。
- [Empty] (空) を選択して、Enter を押します。
   **結果:**マウント用ブラケットが上方に移動し、刻み付きナットを取り付けることができます。
- 12. Exit キーを押して、[Other Tests] (その他のテスト) 画面を終了します。
- 13. 刻み付きナットを取り付けて手締めします。

#### 7.6.2.3 シリンジ設定パラメーターの変更

交換したシリンジのサイズが元のシリンジとは異なる場合は、セパレーションモジュールに新しいシリンジサイズを設定する必要があります。

#### セパレーションモジュールに新しいシリンジサイズを設定する方法:

- 1. [Main] (メイン) 画面の [Configure] (設定) スクリーンキーを押します。
- 2. [Configuration] (設定) 画面の [Syringe Size] (シリンジサイズ) フィールドを選択します。
- 3. ドロップダウンメニューから適切なシリンジサイズを選択して、Enterを押します。
- 4. Exit キーを押します。

**ヒント:**シリンジサイズを変更する方法の詳細については、47 ページの「セパレーションモジュールの設定方法」を参照してください。

#### 7.6.2.4 サンプルマネージメントシステムのパージ

新しいシリンジを取り付けたら、最低 6 サンプルループ容量でサンプルマネージメントシステムをパージして、システムから気泡を除去します。

#### サンプルマネージメントシステムをパージする方法:

- 1. Menu/Status キーを押します。
- 2. 脱気した 100% のメタノールを 1 mL/分で送液するようにポンプを設定します。
- 3. パージサイクルのパラメーターを選択します。
  - a. [Direct Function] (ダイレクト機能) スクリーンキーを押します。
  - b. [Purge Injector] (インジェクターのパージ) を選択し、Enter を押します。
  - c. [Number of Sample Loop Volumes](サンプルループ容量の数)フィールドに「6」を入力して、Enter を押します。
  - d. [Compression Test] (圧縮テスト) チェックボックスをオンにして、圧縮テストを実行します(シリンジ内の気泡を検出するため)。
- 4. **OK** を押して、パージサイクルを開始します。

**ヒント:** サンプルマネージメントシステムのパージの詳細については、60 ページの「システムのパージ」を参照してください。

### 7.6.3 インジェクターニードルとシールパックの交換

次のいずれかの状態になったら、インジェクターニードルとシールパックを交換してください。

- ニードルが折れ曲がった場合。
- ニードル先端が損傷した場合。
- クロマトグラムにコンタミピークが現れ、ニードル洗浄システムの洗浄溶媒を交換しても 是正することができない。

**ヒント:** サンプルマネージメントシステムの問題点を特定する方法については、第8章を参照してください。

ニードルとシールパックの交換手順では、次の作業を行います。

- インジェクターの取り外し
- シールパックとニードルの取り外し
- ニードルの取り外しと交換
- 新しいシールパックやニードルの取り付け
- インジェクターの取り付け
- シールパックの調整

#### 必要な器材

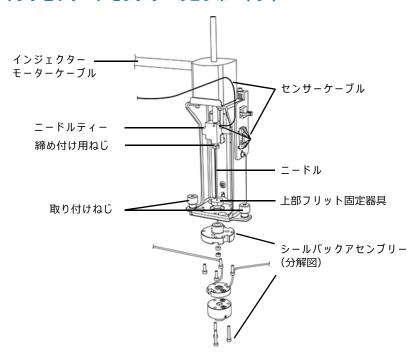
- ドライバー、T-10 および T-20 TORX
- 5/16 インチのスパナ、2個
- 100% アルコール (メタノールまたはイソプロパノール)
- プラスドライバー、#2

#### 必要なキット

シールパックを交換するには、次のキットのいずれかが必要です。

- シールパックアセンブリーおよびニードルキット(組み立て済みシールパック、交換用ニードル、および取扱説明書を含む)
- シールパックのシール交換キット (シールパックのシール、フリット、交換用ニードル、および取扱説明書を含む)

#### 図 7-13: インジェクターアセンブリーのコンポーネント

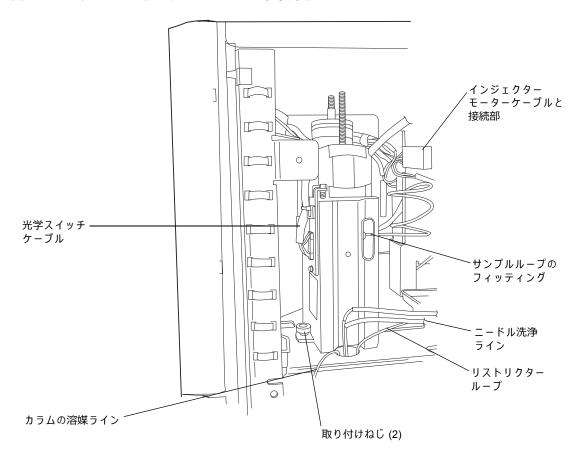


#### インジェクターアセンブリーにアクセスする方法:

**注:** この手順はカラムヒーターがない、またはカラムヒーター/クーラーオプションが設置されていないセパレーションモジュールにのみ、適用されます。カラムヒーターまたはカラムヒーター/クーラーオプションが設置されている場合、セパレーションモジュールのサイドパネルを取り外す方法については、139 ページの「セパレーションモジュールのサイドパネルの取り外し」を参照してくたさい。

- 1. セパレーションモジュールの電源をオフにして、コンセントから電源コードを外します。
- 2. セパレーションモジュールの右のサイドパネルを固定している2本のねじを外します。
- 3. インジェクターアセンブリーにアクセスするため、サイドパネルを後方にスライドして、背面パネルの支柱から外します。

#### 図 7-14: インジェクターアセンブリーの取り外し



#### インジェクターを取り外す方法:

- 1. ニードル洗浄ラインとリストリクタループを固定している結束バンドを切断して、取り外します。
- 2. インジェクターアセンブリーとカラムの間のカラム溶媒ラインを取り外します。
- 3. 5/16 インチのスパナをインジェクターのスロットに差し込み、サンプルループ (黄色のチューブ) のフィッティングをニードルティーから取り外します。
- 4. 5/16 インチのスパナを使用して、インジェクターの下部から出ている 2 本のステンレス製チューブのうち短いチューブについているリストリクターループのフィッティングを取り外します。
- 5. シャーシに取り付けられているブラケットの接続部から、インジェクターモーターのケーブルを取り外します。
- 6. ドライバーサーキットボードから、光学スイッチケーブルを取り外します。
- 7. インジェクターの下部にあるステンレス製の接続ラインから、2 本のニードル洗浄ライン を取り外します。
  - **ヒント:**2本のニードル洗浄ラインは色分けされています。ニードル洗浄の IN チューブは 緑色です。ニードル洗浄の OUT チューブは黄色または透明です。
- 8. インジェクターをコンパートメントの床面に固定している取り付けねじを緩めます。

- 9. インジェクターアセンブリーを数インチ持ち上げてから、装置から取り出します。
- 10. インジェクターの側面を下にして清浄な面に注意深く置きます。

#### インジェクターアセンブリーからシールパックとニードルを取り外す方法:

- 1. セパレーションモジュールからインジェクターアセンブリーを取り出し、5/16 インチスパナ 2 本を使用して、ニードルティーからインジェクターニードルを取り外します。
  - **ヒント:** 5/16 インチのレンチ 1 個を使用してティーを保持し、もう 1 個のレンチを使用して、ニードルをティーに固定している締め付け用ねじを緩めます(147 ページの図「インジェクターアセンブリーのコンポーネント」を参照)。
- 2. インジェクター底部にシールパックを固定している 4 本の M3 ねじを緩めて取り外します (150ページの図「ニードルポートの位置合わせ」を参照)。
- 3. シールパックとニードルを取り外して、清浄な面に置きます。

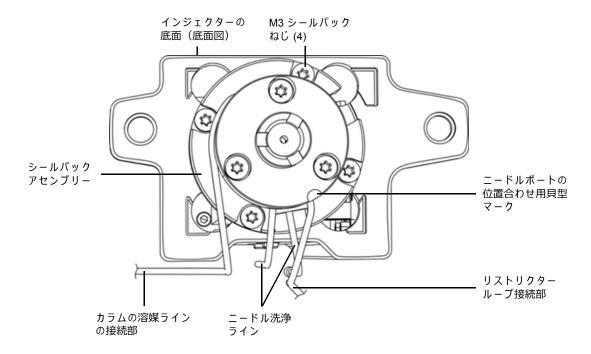
#### ニードルアセンブリーとシールパックからニードルを取り外す方法:

- ★注意: ニードルの損傷を防止するため、ニードルの先端(ニードルポート側)では
   ない端だけを持ってください。ニードルの取り付け後、100%のアルコールを浸した 清浄なワイプでニードルをクリーニングしてください。
- 1. インジェクターからシールパックを取り外して、シールパックの上および下(装備されている場合)のフリット固定器具を緩めます。(147ページの図「インジェクターアセンブリーのコンポーネント」を参照してください。)
- 2. ニードルの上端をつかんで、注意してシールパックからニードルを引き抜きます。

#### シールパック内のニードルを交換する方法:

- 1. インジェクターからシールパックを取り外して、インジェクターのニードル先端を 100% のアルコールで濡らします。
- 2. ニードルポートの位置を、シールパックの底面にある貝型マークと合わせて、シールパックをニードルにはめ込みます(150ページの図「ニードルポートの位置合わせ」を参照)。
  - **ヒント:** ニードルポートを貝型マークの左端から 3mm の位置に合わせると、取り付けねじを締めたときに貝型マークの位置に揃います。

#### 図 7-15: ニードルポートの位置合わせ



#### シールパックとニードルを取り付ける方法:

- 1. インジェクターからシールパックとニードルを取り外した状態で、ニードルティーがインジェクターの底面から最も遠い位置に来るまでインジェクターのモーターシャフトを回します(147ページの図「インジェクターアセンブリーのコンポーネント」を参照)。
- 2. ニードルの上端に、ニードルの取り付けねじとフェラルを付けます。
- 3. ステンレス製のニードル洗浄ラインがインジェクター背面のチャンネルに面するように、 シールパックとニードルを配置します。
- 4. シールパックとインジェクター底面の 4 つの穴の位置を合わせて、シールパックとニードルをインジェクター底面に差し込み、ニードルとフェラルがニードルティーに当たるまで押し込んで、締め付け用ねじを手締めします。
- 5. 4本の M3 ねじで、インジェクター底面にシールパックを固定します。
- 6. 5/16 インチスパナを使用して、ニードル締め付け用ねじを締めます。
- 7. ニードルポートの位置が、シールパックの貝型マークと合っていることを確認します (150ページの図「ニードルポートの位置合わせ」を参照)。

必要条件:クロマトグラフィーの不整合性を防止するために、ニードルポートの向きが正しいことを確認してください。ニードルポートの向きを確認するには、ニードルポートが見えるまで、モーターの駆動シャフトを回してシールパックからニードルを押し出し、ニードルポートがシールパックの貝型マークの位置に合っていることを確認します。ニードルポートの向きを再調節する必要がある場合は、前述のシールパックとニードルの取り外しとニードルの交換の手順を行います。

#### インジェクターアセンブリーを取り付ける方法:

- **注意:**インジェクターやニードル洗浄チューブの損傷を防ぐために、インジェクターアセンブリーの取り付け時にインジェクターとコンパートメントの底面の間にチューブを挟まないでください。
- 1. インジェクターを下げてその底部をコンパートメントの底面に置き、2 本の取り付けねじで固定します(148ページの図「インジェクターアセンブリーの取り外し」を参照)。
- 2. インジェクターの下部にあるステンレス製の接続ラインに、2 本のニードル洗浄ラインを接続します。

**ヒント:**2本のニードル洗浄ラインは色分けされています。ニードル洗浄の IN チューブは 緑色です。ニードル洗浄の OUT チューブは黄色または透明です。

- 3. ドライバサーキットボードに、光学スイッチケーブルを接続します。
- 4. シャーシに取り付けられているブラケットの接続部に、インジェクターモーターのケーブルを接続します。
- 5. インジェクターの下部から出ている2本のステンレス製チューブのうち、短いほうのチューブに付いているフィッティングにリストリクターループを接続します。
- 6. 5/16 インチのスパナをインジェクターのスロットに差し込み、サンプルループ(黄色のチューブ)をニードルティーのフィッティングに接続します。
- 7. インジェクターアセンブリーとカラムの間のカラム溶媒ラインを接続します。
- 8. 結束バンドを使用して、ニードル洗浄ラインとリストリクターループを固定します。

#### メンテナンス完了時にシステムを再度組み立てる方法:

注: この手順は、カラムヒーターまたはカラムヒーター/クーラーオプションがないセパレーションモジュールにのみ適用されます。カラムヒーターまたはカラムヒーター/クーラーオプションがインストールされている場合は、セパレーションモジュールのサイドパネルを再度インストールする方法について、139 ページの「セパレーションモジュールのサイドパネルの取り外し」を参照してくたさい。

- 1. 背面パネルの支柱にサイドパネルを載せます。
- 2. サイドパネルを前方にスライドして、赤のアウトレットチューブとサイドパネルのスロットの位置を合わせます。
- 3. サイドパネルの2本のねじを留めます。

ヒント:インジェクターの取り付け後に、シールパックを調整する必要があります。

#### 7.6.3.1 シールパックの調整

シールパックの調整では、次の作業を行います。

- ・ サンプルマネージメントシステムのパージ (60 ページの「システムのパージ」を参照)
- シールパックの調整(62ページの「シールパックの調整」を参照)

# 7.6.4 サンプルコンパートメントのクリーニング

次のいずれかの状態になったら、サンプルコンパートメントをクリーニングしてください。

- サンプルカローセルが正しく回転しない。
- カローセルキャリアが機能しない。

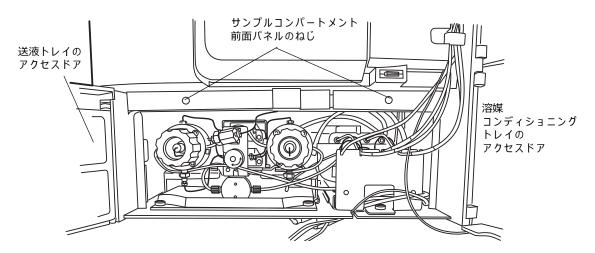
#### 必要な器材

- 六角レンチ、3 mm
- 非磨耗性クリーナー

#### サンプルコンパートメントにアクセスする方法:

- 1. サンプルコンパートメントとシリンジカバーのドアを開けます (138ページの図「サンプルマネージメントシステムのコンポーネント (前面図)」を参照)。
- 2. カローセルを5つ取り出します。
  - **ヒント:**カローセルキャリアを [A] の位置に移動するには、[Door is Open] (ドアが開いています) ダイアログボックスを使用します (63 ページの「カローセルの取り付け」を参照)。
- 3. 送液トレイと溶媒コンディショニングトレイのアクセスドアを開けます(152 ページの図「サンプルコンパートメントへのアクセス」を参照)。
- 4. 六角レンチを使用して、サンプルコンパートメントの前面パネルにある 2 本のねじを緩めます。

#### 図 7-16: サンプルコンパートメントへのアクセス

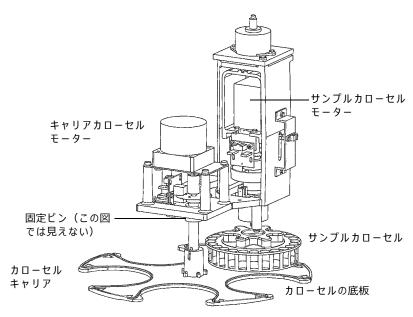


5. サンプルコンパートメントの前面パネルを手前に引いて、取り外します。

#### サンプルコンパートメントのクリーニング方法:

1. カローセルキャリアの中心にあるスプリング固定ピンを約 1/4 インチ押し下げて、カローセルキャリアを緩めます (153ページの図「サンプルコンパートメントのコンポーネント」を参照)。

### 図 7-17: サンプルコンパートメントのコンポーネント



- 2. カローセルキャリアをユニット前方にスライドして、取り外します。
- 3. カローセルの底板を取り外して、表面を非磨耗性クリーナーで拭きます。
- 4. カローセルの底板を取り付けます。
- 5. カローセルキャリアの中心にあるスプリング固定ピンを約 6 mm 押し下げて、カローセルキャリアを取り付けます。
- 6. サンプルコンパートメント前面パネルの2本のねじを使って、前面パネルを取り付けます。

# **8** 診断テストおよびトラブルシュー ティング

セパレーションモジュールのトラブルシューティングには、この章に記載されている診断のテストと機能、および対処手順を使用します。

**ヒント:**起動時の診断テストの詳細については、41 ページの「起動時の診断テスト」を参照してください。

# 8.0.1 適切な運用

セパレーションモジュールを最適に運用するには、第 3 章の操作手順とガイドラインに従ってください。

### 8.0.1.1 スペアパーツ

装置が意図された通りに確実に動作するには、Waters Quality Parts (WQP)のみを使用してください。WQP およびその注文方法については、<u>www.waters.com/wgp</u> をご覧ください。

# 8.1 安全な取り扱いのために

セパレーションモジュールのトラブルシューティングを実行する時には、安全に関する次の項目 に注意してください。



警告:感電を防止するため、

- セパレーションモジュールの電源がオンになっているときには、電気部品を取り外さないでください。電気部品を取り外すときは、まず電源を切り、約 10 秒経ってから作業してください。
- 電源部分のカバーは開けないでください。電源部分にユーザーが修理できる部分はありません。



警告:事故防止の観点から、溶媒の取り扱い、チューブの交換、およびセパレーションモージュールの操作を行う場合は、実験室に定められている正しい手順に必ず従ってください。使用する溶媒の物理的および化学的な性質を確認してください。使用している溶媒について、物質安全データシートで確認してください。

★注意:静電気による装置の破損防止の観点から、ユーザーによる調整が不要な基板上の部品やその他のコンポーネントには手を触れないでください。

# 8.2 エラーログの使用

エラーログには、セパレーションモジュールが生成したステータスメッセージや警告が表示されます。これらの情報の表示や印刷を行って、セパレーションモジュールの動作中に発生した問題を追跡できます。

必要条件:エラーログを印刷するには、シリアルプリンターを、セパレーションモジュールの背面パネルにある RS-232 シリアルポートに接続します(214 ページの「RS-232 の接続」を参照)。

[Error Log](エラーログ)画面を表示するには、[Main](メイン)画面の  $\mathbf{Log}$ (ログ)スクリーンキーを押します。

[Error Log] (エラーログ) 画面には最新のメッセージ 10 個が、時系列で表示されます。最新のメッセージが画面の下部に表示されます。以前のメッセージを表示するには、**Page** (ページ) キーまたは上の矢印キーを使用します。エラーログには、最大 100 個のメッセージを保存できます。

最後に画面にアクセスして以来、記録されたメッセージログを表示するには、Refresh(更新)スクリーンキーを押します。

セパレーションモジュールに接続したプリンターでエラーログを印刷するには(印刷が設定されている場合)、**Print**(印刷)スクリーンキーを押します。

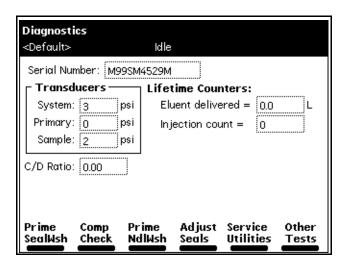
# 8.3 メイン診断テストの実行

次の2つの診断画面から、多数の診断操作ができます。

- [Diagnostics] (診断)画面 特定のシステムステータス情報、およびソルベントマネージメントシステムとサンプルマネージメントシステムの診断テストと性能テストにアクセスします。また、Waters テクニカルサービスの担当者用のユーティリティにもアクセスします。
- [Other Diagnostics] (その他の診断) 画面 ユーザーがメンテナンス手順を実行し、オプションの装置(例:カラムヒーター、カラムヒーター/クーラー、サンプルヒーター/クーラー) を制御できる診断テストと機能にアクセスします。

[Diagnostics] (診断) 画面にアクセスするには、[Main] (メイン) 画面の [Diag] (診断) スクリーンキーを押します。[Diagnostics] (診断) 画面が表示されます。

#### 図 8-1: [Diagnostics] (診断) 画面:



# 8.3.1 [Diagnostics] (診断) 画面の終了

予期しない動作を防止するため、Empower、MassLynx、その他のサードパーティシステムによる外部制御を行う前に、すべての診断画面を確実に終了してください。

### 8.3.1.1 [Diagnostics] (診断) 画面のフィールド

[Diagnostics] (診断) 画面には、次のフィールドがあります。

- Transducers (トランスデューサー) フィールド セパレーションモジュールの3つのトランスデューサーについて、現在の圧力測定値を表示します。
- Lifetime Counters (寿命カウンタ) フィールド 示されているパラメーターの合計値を表示 します。

# 8.3.1.2 [Diagnostics] (診断) 画面のスクリーンキー

次の表に、[Diagnostics] (診断) 画面のスクリーンキーの機能を示します。

表 8-1: [Diagnostics] (診断) 画面のスクリーンキー

スクリーンキー	機能	参照
Prime SealWsh (シール洗浄のプライム)	プランジャーシール洗浄液を プライムします。	158 ページの「プランジャー シール洗浄ポンプのプライム」
Comp Check(圧縮チェック)	サンプルマネージメントシス テムの圧縮チェックを開始し ます。	159 ページの「圧縮チェックの実行」
Prime Ndl Wash (ニードル洗浄のプライム)	ニードル洗浄液をプライムし て、ニードルを Stream 位置 にします。	160 ページの「ニードル洗浄 ポンプのプライム」

表 8-1: [Diagnostics] (診断) 画面のスクリーンキー (続き)

スクリーンキー	機能	参照
Adjust Seals(シール調整)	シールパックの調節手順を開始して、ニードルポートの位置を低いシールに最適化します。	160 ページの「シールの調整」
Service Utilities (サービスユーティリティ)	パスワードで保護されたサー ビス診断リストを表示します。	162 ページの「サービスユー ティリティの診断テスト」
Other Tests(その他のテスト)	さらに多くの診断テストを含む [Other Diagnostics](その他の診断)画面を表示します。	162 ページの「他の診断テストと機能の実行」

以降のセクションで、[Diagnostics](診断)スクリーンキーでアクセスする診断について説明します。

# 8.3.2 プランジャーシール洗浄ポンプのプライム

プランジャシール洗浄のプライムテストは、ソルベントマネージメントシステムのプランジャーシール洗浄ポンプを自動的にプライムします。プランジャーシール洗浄システム内の流量不足が判明したり、シール洗浄液を変更する場合に、このテストを実行します。溶媒を変更するときの不混和性や析出を防止するために、必要に応じて中間溶媒を使用します。

#### 8.3.2.1 必要な器材

- シール洗浄溶媒
- チューブアダプター(スタートアップキット)
- シリンジ(シール洗浄ポンプに溶媒がない場合にだけ使用)

#### プランジャーシール洗浄をプライムする方法:

- 1. プランジャーシール洗浄の供給ライン(「Inlet」のラベル付き)がシール洗浄液ボトルに入っていて、プランジャーシール洗浄の廃液ライン(透明)が適切な廃液容器に入っていることを確認します。
- 2. チューブアダプター (スタートアップキット) をシリンジに接続します。
- 3. [Diagnostics] (診断) 画面の **Prime SealWsh** (シール洗浄のプライム) スクリーンキーを押します。
- 4. [Prime Seal Wash] (シール洗浄のプライム) ダイアログボックスの **Start** (開始) を押して、シール洗浄手順を開始します。
- 5. シリンジプランジャーを引いて、システムにシール洗浄溶媒を引きこみます。
- 6. シール洗浄液がシール洗浄廃液チューブに到達したら、Halt(停止)スクリーンキーを押します。
  - **結果:**テストを停止しない場合、15 分後にシール洗浄ポンプのプライムがタイムアウトします。
- 7. 「Diagnostics (診断) 画面に戻るには、Close (閉じる) スクリーンキーを押します。

プランジャーシール洗浄ポンプのプライムの詳細については、58 ページの「プランジャーシール 洗浄ポンプのプライム」を参照してください。

### 8.3.3 圧縮チェックの実行

圧縮チェックには、次の機能があります。

- サンプルループとシリンジ内の溶媒の自動的な圧縮
- 液漏れのチェック
- システム内の溶媒の圧縮率の判定

シールパックに漏れの疑いがある場合は、圧縮チェックを実行します。シールパックの漏れの症状には、次のものがあります。

- サンプルチャンバー内の液漏れ
- 異常なサンプル圧力の低下

#### 圧縮チェックの診断テストを実行する方法:

- 1. 赤のアウトレットラインに、溶媒流量が 3.0 mL/ 分未満の時に少なくとも 3447.4 kPa (34.5 bar、500 psi) の背圧を発生するリストリクターを取り付けます。
  - ヒント: このテスト時に流路にカラムを取り付けている場合は、リストリクターは不要です。
- 2. リストリクターのアウトレットを廃液ラインに接続します。
- [Diagnostics] (診断) 画面の [Comp Chk] (圧縮チェック) スクリーンキーを押します。
   結果: [Compression Check] (圧縮チェック) ダイアログボックスが表示されます。

[Compression Check] (圧縮チェック) ダイアログボックスには、以下のフィールドがあります。

- [Compressed Volume] (圧縮容量) フィールド サンプルループの圧縮容量をレポートします。
- [Delta Decay Pressure] (低減圧力の差) フィールド 低減圧力の変化をレポートします。
- [Final Pressure] (最終圧力) フィールド テスト完了後のサンプルループ圧力をレポートします。

パラメーターの正しい設定については、52ページを参照してください。

4. [Start] (開始) スクリーンキーを押して、圧縮チェックテストを開始します。

テストが完了すると、[Compression Check](圧縮チェック)画面には、[Compressed Volume] (圧縮容量)、[Delta Decay](低減の差)、および [Final Pressure](最終圧力)フィールドの値 が表示される(テストに合格したことを示す)か、[Fail](不合格)ステータスが表示されます。

#### 8.3.3.1 不合格の結果

圧縮チェックが不合格の場合は、次の作業を行います。

- テストに入力したパラメーターが正しいことを確認します(52ページを参照)。
- 適切な溶媒を使用していること、および溶媒を適切に平衡化したことを確認します。
- ・・・シリンジに気泡があるかどうかを目視検査します。シリンジに損傷がないことを確認します。
- シールを調整します(160ページの「シールの調整」を参照)。
- サンプルチャンバーの液漏れを検査します。

- 流路に漏れがないことを確認します(圧力/フェラル接続、バルブ、チューブの検査)。
- サンプルマネージメントシステムをパージします(60ページの「システムのパージ」を参照)。

不合格の結果が続く場合は、シリンジを交換してください。

**注意:**全ての推奨事項を実施しても解決しなかった場合の最後の手段として、シリンジを交換してください。

# 8.3.4 ニードル洗浄ポンプのプライム

ニードル洗浄ポンプのプライムテスト手順では、ニードル洗浄システムのプライムを自動的に行い、ニードルをストリーム位置にします。次のような場合に行います。

- ニードル洗浄システム内の送液が不足している場合
- シール洗浄溶媒を変更する場合
- ニードルセンサーが故障している場合

#### ニードル洗浄をプライムする方法:

- 1. ニードル洗浄の供給ライン(「Needle Wash」)が洗浄液ボトルに入っていて、廃液ライン(黄色)が適切な廃液容器に入っていることを確認します。
- 2. [Diagnostics] (診断) 画面の **Prime NdlWash** (ニードル洗浄のプライム) スクリーンキーを押します。
- 3. [Prime Needle Wash] (ニードル洗浄のプライム) ダイアログボックスの [Start] (開始) を押して、ニードル洗浄を開始します。
- 4. 30 秒以内に廃液ラインに洗浄液が流れてこない場合は、**Start**(開始)スクリーンキーをも う一度押します。洗浄液が廃液ラインに流れてこない場合は、次の作業を行います。
  - サンプルチャンバー内にあるインジェクターから洗浄液が漏れていないかどうかを 検査します。
  - ニードル洗浄液リザーバーから、洗浄液が適切に吸引されていることを確認します。

### 8.3.5 シールの調整

シールの調整のテスト手順では、オートインジェクターのシール内にあるニードルポートの垂直 位置を自動的に最適な位置に調整します。

### 8.3.5.1 必要な器材

- リストリクター、またはピンプラグ付きのユニオン(スタートアップキット)
- 脱気した 100% メタノール

この機能を実行する前に、次のことを確認します。

- サンプルマネージメントシステムを少なくとも2回パージしている。
- 溶媒が脱気済み 100% メタノール(または別の混和性のある溶媒)である。
- 約 6894 kPa (69 bar、1000 psi) の圧力パルスによる損傷を防止するため、カラムを取り外している。

 赤のアウトレットラインに、3.0 mL/分未満の流量で最低 6894 kPa (69 bar、1000 psi) の背 圧を生成するリストリクターを取り付けている。

#### ヒント:

- カラムなしで十分な背圧を得るために、ユニオンやフィッティングプラグアセンブリーで、 赤色のラインを部分的に塞ぐことができます。流れた溶媒を適切な廃液容器に集めます。
- 1 mL/分において 13788 kPa (138 bar、2000 psi) を超えるような高圧リストリクターを使用すると、このテストに長い時間がかかり、リストリクター不明エラーが発生することがあります。

#### シールの調整方法:

- 1. [Diagnostics] (診断) 画面の [Adjust Seals] (シールの調整) スクリーンキーを押します。
- 2. [Adjust Seals] (シールの調整) ダイアログボックスの [Start] (開始) スクリーンキーを押します。

テストの終了時に、画面に次の情報が表示されます。

- 合格または不合格のステータス
- 現在および前回のシールのデータ

シールデータの値(上部、底部、および幅)が次の表に示す許容範囲にあることを確認します。 次の場合、シール構造エラーが表示されることがあります。

- シールの調整パラメーター値が許容範囲外である。
- サンプルマネージメントシステム内に気泡が発生している。(この場合は、サンプルマネージメントシステムをパージし、再度試行します。)
- 溶媒が適切に脱気されていない(気泡が目視で確認できない場合でも)。

#### 表 8-2: シールの調整の診断テストの許容範囲

パラメーター	許容範囲	典型的な範囲
Top (上)	30 ~ 80	30 ~ 60
Bottom (下)	80 ~ 200	120 ~ 150
Width (Bottom-Top)(上下の幅)	50 ∼ 120	60 ∼ 90

#### 8.3.5.2 シールの調整テストの不合格

#### シールの調整テスト不合格に対する是正方法:

- 1. シールの調整テストの流量が 1.0 ~ 1.5 mL/分に設定されていること、100% のメタノールが適切に脱気され、ろ過されていること、および脱気がオンになっていることを確認します。
- ステップ 1 の条件がすべて満たされている場合は、ステップ 3 に進みます。
   ステップ 1 の条件が 1 つでも満たされていない場合は、問題を修正してからテストを再度 実行します。

**必要条件:**テストが再度不合格の場合は、ステップ 3 に進みます。

3. 赤色のアウトレットラインにあるリストリクターをピンプラグに交換します。

- 4. システム圧力を最大 31026.4 kPa (310.3 bar、4500 psi) に上げ、この圧力を 2 分間保持します。
- 5. シールの調整テストを再度実行します。
- 6. 再度テストが不合格の場合は、次の作業を行います。
  - a. 送液を止めます。
  - b. 表示される圧力値を監視します(安定し、0に近付くのが正常な状態)。
  - c. Waters テクニカルサービスにお問い合わせください。

# 8.3.6 サービスユーティリティの診断テスト

サービスユーティリティの診断テストは、ウォーターズテクニカルサービスの担当者専用です。これらのユーティリティはパスワードで保護されています。[Service Utilities](サービスユーティリティ)ページの Lock Run Samples(サンプルの分析のロック)を選択すると、ローカルインジェクションを無効にできますが、これにはサービス依頼の電話が必要になります。

# 8.4 他の診断テストと機能の実行

[Other Diagnostics](その他の診断)画面を表示するには、[Diagnostics](診断)画面の [Other Tests](その他のテスト)スクリーンキーを押します。画面のスクロールボックスに表示される一部のテストとメンテナンス機能は、セパレーションモジュールに取り付けたオプションに対応します。

次の表に、[Other Diagnostics](その他の診断)画面から実行するテストとメンテナンスの機能を示しています。

表 8-3: [Other Diagnostics] (その他の診断) 画面から実行するテストと機能

テストまたは機能の名前	目的	参照
Motors and valves (モーターとバルブ)	システムとカラムを保護する ために、指定したパラメー ター値が許容範囲内にあるこ とを確認します。	164 ページの「モーターとバ ルブの診断テストの実行」
Sensors (センサー)	装置のセンサーの現在のス テータスを表示できます。	166 ページの「センサーの診 断機能」
Static leak (スタティックリーク)	ソルベントマネージメントシステムの高圧部分の昇圧および減圧テスト。ソルベントマ ネージメントシステム内のすべてのシールとフィッティングについて、液漏れをテストします。	167 ページの「スタティック リークテスト」
Valve leak(バルブリーク)	サンプルマネージメントシス テムのバルブ、およびニード ルシールパックの上下端にお ける圧力漏れをテストします。	168 ページの「バルブのリー クテスト」

表 8-3: [Other Diagnostics] (その他の診断) 画面から実行するテストと機能(続き)

テストまたは機能の名前	目的	参照
Head removal and replacement (ヘッドの取り外しと交換)	ヘッドを取り外してプラン ジャーおよびシール洗浄アセ ンブリーを交換できるように、 プランジャーを最も前の位置 に移動します。	169 ページの「ヘッドの取り 外しと交換の機能」
Inputs and outputs(入出力)	I/O ポートの現在のステータス を表示します。	170 ページの「入出力テスト」
Keypad(キーパッド)	前面パネルのキーパッドの キーをテストします。	171 ページの「キーパッドの テスト」
Display (ディスプレイ)	ディスプレイ画面をテストし ます。	171 ページの「ディスプレイ のテスト」
Carousel (カローセル)	サンプルカローセルの駆動を テストします。	171 ページの「カローセルの テスト」
Sample heater/cooler (サンプルヒーター /クーラー)	ヒーター /クーラーモジュール をテストします。	171 ページの「サンプルヒー ター/クーラーのテスト」
Defrost sample cooler (サンプルクーラーの デフロスト)	ヒーター /クーラーモジュール のデフロストを行います。	172 ページの「サンプルヒー ター /クーラーのデフロスト 機能」
Column heater or column heater/cooler(カラムヒー ターまたはカラムヒーター/ クーラー)	カラムヒーターまたはカラム ヒーター/クーラーモジュール をテストします。	173 ページの「カラムヒーターまたはカラムヒーター/クーラーのテスト」
Defrost column cooler (カラムクーラーの デフロスト)	カラムヒーター /クーラーモ ジュールのデフロストを行い ます。	Waters Alliance Series Column Heater and Column Heater/Cooler Operator's Guide(『Waters Alliance シ リーズカラムヒーターおよび カラムヒーター/クーラーの操 作ガイド』)
Rebuild injector valves(インジェクターバルブの分解点検)	バルブ V1 と V2 をテストします。	173 ページの「インジェク ターバルブの分解点検」
Turn off GPV(GPV をオフにする)	GPV をオフにします。	174 ページの「ファームウェ アのチェックサムの確認」
Create "GPV Test" Method (GPV テストメソッドの作成)	セパレーションモジュールの 運転時適格性評価のために、 GPV テストセパレーションメ ソッドの作成に使用します。	174 ページの「GPV テストメ ソッドの作成」
Firmware Checksum(ファームウェアチェックサム)	ファームウェアのアップグ レードが正しくロードされたこ とを確認するために、チェック サムの値を確認します。	174 ページの「ファームウェ アのチェックサムの確認」

# 8.4.1 モーターとバルブの診断テストの実行

モーターとバルブのテストを実行すると、モーターとバルブに割り当てたパラメーター値が、システムとカラムを保護できる許容範囲内にあるかどうかが通知されます。

このテストでは、次のコンポーネントがチェックされます。

- E-9-:
  - インジェクター(ニードル)の駆動部
  - シリンジの駆動部
  - ニードル洗浄ポンプ
- バルブ:
  - グラジエントプロポーショニングバルブ (GPV)
  - V1 (サンプルループバルブ)
  - V2(シリンジバルブ)
  - V3 (廃液バルブ)
  - V4(ニードル洗浄バルブ)

モーターとバルブのテストを実行するには、[Other Diagnostics] (その他の診断) 画面から [Motors and valves] (モーターとバルブ) を選択して、[OK] スクリーンキーを押します。 [Motors and Valves] (モーターとバルブ) 診断画面が表示されます。

#### 図 8-2: [Motors and Valves] (モーターとバルブ) 診断画面

Motors and Valv <default></default>		art Diagnostics
Flow: 0.000 mL/min	System: Sam -2 psi -1	
Needle Position Stream Syringe Position Home GPV: Solvent A	 	Needle Wash Pump:

Normal Pulse States SealWsh

#### ニードルまたはシリンジの駆動部を制御する方法:

- 1. [Motors and Valves] (モ-タ-とバルブ) 画面で、変更するモーター位置のパラメーター (ニ-ドル位置またはシリンジ位置) を選択します。
- 2. Enter を押して、パラメーター値のドロップダウンリストを表示します。
- 3. 値を選択し、Enter を押して選択した値を保存します。以下の2つの表に、インジェクター (ニードル)とシリンジのモーターのドロップダウンリストで使用できる位置の選択項目を 示します。

#### 表 8-4: ニードル位置のパラメーター

ニードル位置	説明
Stream (ストリーム)	ニードル側のポートが高圧ストリーム内にあ ります(初期設定位置)。
Seal (シール)	ニードル側のポートが下のシール位置にあり ます。
Wet (ウェット)	ニードルがニードル洗浄位置にあります。
Vial(バイアル)	ニードルがサンプルバイアル内にあります。

#### 表 8-5: シリンジ位置のパラメーター

シリンジ位置	説明
Empty(空)	シリンジがシリンジのパ-ジを行う最も高 い位置にあります。
Home (ホーム)	シリンジがホーム(デフォルト)位置にあ ります(約 20% 充填)。
Full (フル)	シリンジは許容最低位置(約 80% 充填) にあり、サンプルを吸い込んだ位置です。

### 8.4.1.1 **GPV** バルブのコントロール

次の表に、GPV のドロップダウンリストで使用できるバルブの位置を示します。

### 表 8-6: GPV 位置のパラメーター

Off (オフ)	GPV がオフ
Solvent A(溶媒 A)	GPV がリザーバー A の溶媒を選択
Solvent B (溶媒 B)	GPV がリザーバー B の溶媒を選択
Solvent C (溶媒 C)	GPV がリザーバー C の溶媒を選択
Solvent D(溶媒 D)	GPV がリザーバー D の溶媒を選択

### 8.4.1.2 バルブ V1 ~ V4 のコントロール

### バルブの制御方法:

- 1. [Motors and Valves](モーターとバルブ)画面で、位置を変更するバルブを選択します。
- 2. 数字キーを押して、バルブの開と閉の位置を切り替えます。 **ヒント:** 164 ページの図「[Motors and Valves](モーターとバルブ)診断画面」では、バルブの記号が示すように、バルブ V1 が開の位置です。
- 3. Enter キーを押して、変更内容を保存します。

# 8.4.2 センサーの診断機能

センサーの診断機能は、セパレーションモジュール内のすべてのデジタルセンサーの現在の位置 をモニターし表示します。

センサーの診断機能を実行するには、[Other Diagnostics](その他の診断)画面から [Sensors](センサー)を選択して、**OK** スクリーンキーを押します。

結果: [Sensor Diagnostic] (センサーの診断) 画面が表示されます。

次の表に、各センサーを選択(オンに)したときの機能を示します。

表 8-7: センサーの診断パラメーター

コンポーネント	センサー	説明
カローセル	Home (ホーム)	インジェクターの下のカローセル がホーム位置にあります。
	ID	注入手順中、インジェクターの下 にあるカローセルが識別されてい ます。
	Position(位置)	カローセル内のバイアル位置が検出されます。([Vial Detected] (バイアル検出) センサーは、バイアル位置のバイアルの有無を特定します)。
	Engaged(連結)	サンプルカローセルの回転機構 (z 軸)が、選択したカローセルに 連結しています(153ページの図 「サンプルコンパートメントのコン ポーネント」を参照)。
	Vertical Home(垂直ホーム)	サンプルカローセルの回転機構 (z 軸) が、最も高い位置にあり ます。
キャリア	Position(位置)	選択したカローセルが「ロード」 位置にあります。
	Home $(\pi - \Delta)$	カローセル A が「ロード」位置に あります。
インジェクター	Bottom (下)	ニードル取り付けブロックが、下 のセンサー位置 (Wet) にあります。
	Top (上)	ニードル取り付けブロックが、 上のセンサー位置 (Stream) にあ ります。
その他	Door Open(ドアオープン)	サンプルコンパートメントドアが 開いています。
	Syringe Home (シリンジホーム)	シリンジが「ホーム」位置にあり ます(約 20% 充填)。
	Vial Detected (バイアル検出)	選択したバイアル位置にバイアル があります。(カローセル位置セン サーと共に動作します。)

# 8.4.3 スタティックリークテスト

スタティックリークテストでは溶媒圧力を増加し、送液システム内の圧力低下を監視して、インレットチェックバルブ、チューブ、フィッティングまたはプランジャーシールに欠陥があるかどうかを調べます。

次のいずれかの場合に、スタティックリークテストを実行します。

- インレットチェックバルブまたはプランジャーシールにリークの疑いがある場合。
- ソルベントマネージメントシステムの保守を行った場合。
- 流路のフィッティングを交換した場合。

#### 8.4.3.1 必要な器材

- ピンプラグ
- 5/16 インチのスパナ、2 個
- 5/8 インチのスパナ
- 廃液容器

スタティックリークテストを正しく実行するために、ソルベントマネージメントシステムを調整 します。

#### ソルベントマネージメントシステムの調整方法:

- 1. スタティックリークテストを行う溶媒ラインに 100% のメタノールがあることを確認します。
- 2. インラインフィルターのアウトレットに、流量 1.0 ~ 1.5 mL/ 分で 10 分間、27579 kPa (275.8 bar、4000 psi) の圧力を発生するリストリクターを取り付けます。

必要条件:調整段階全体で、インラインデガッサーをオンのモードに保持します。

#### スタティックリークテストを実行する方法:

- 1. [Other Diagnostic] (その他の診断) 画面で [Static Leak Test] (スタティックリークテスト) を選択して、[OK] スクリーンキーを押します。
- 2. [Static Leak Test] (スタティックリークテスト) 画面の指示に従います。
- 3. インラインフィルターのアウトレットにあるチューブを外して、ピンプラグを緩く差し込みます。
- 4. 流れた溶媒を適切な廃液容器に集めます。
- 5. ピンプラグを差し込んだら、[Continue](続行)を押します。
- 6. 以降の [Static Leak Test] (スタティックリークテスト) 画面の指示に従って、テストを完了します。

テストが終了すると、[Static Leak Test Results](スタティックリークテスト結果)画面が表示されます。

#### 8.4.3.2 不合格の結果

スタティックリークテストの不合格の結果が表示されたら、次のことを確認します。

- 目視で明確な液漏れがないこと。
- プライム/ベントバルブが閉じていること。
- デガッサーがオンになっていること。
- 締め付け用フィッティングとヘッドナットが締まっていること。
- 適切な溶媒(メタノールまたは水を推奨)を使用したこと。

必要に応じて、テストを再実行する前に、高圧で溶媒を流して、プランジャーとヘッド面が適切にシールされていることを確認します。たとえば、流量 0.5 mL/ 分で、27579  $\sim$  31026 kPa (4000  $\sim$  4500 psi) の背圧を十分に得ることができるリストリクターを取り付けます。

最後に、スタティックリークテストを再度実行します。

#### 8.4.3.3 不合格の結果が続く場合

スタティックリークテストの不合格が続く場合は、以下を実行します。

- 1. デガッサーが **On** (オン) になっていることを確認します。
- 2. インラインリストリクターを使用して 27579  $\sim$  31026 kPa (4000  $\sim$  4500 psi) の背圧を得た状態で、メタノールを使用して流量 1 mL/分で 10 分間ウェットプライムを実行します。ウェットプライムを行うと、ストロークの長さが最大値まで増加します。
- 3. 7  $\sim$  8 分間のウェットプライム後、配管とフィッティングの液漏れを検査します。漏れを 検出する手段として感熱紙(ある場合)を使用します。感熱紙はメタノールに触れると黒 く変色します。漏れがある場合、液漏れを修理します。
- 4. リストリクターを取り外してピンフラグと交換し、スタティックリークテストを再実行します。

問題が解決しない場合は、チェックバルブ、プランジャーシール、プランジャーを交換してください。

注意:全ての推奨事項を実施しても解決しなかった場合の最後の手段として、チェックバルブ、 プランジャーシール、プランジャーを交換してください。

# 8.4.4 バルブのリークテスト

バルブのリークテストには、次の目的があります。

- サンプルマネージメントシステムのサンプルインレットバルブ (V1) とシリンジバルブ (V2) をテストします (23ページの図「ソルベントマネージメントシステムの流路」を参照)。
- ニードルシールパックの上側下側に圧力漏れがないかどうかをテストします。

次の場合にバルブのリークテストを実行します。

- サンプルマネージメントバルブ、または上下のニードルシールパックに液漏れの疑いがある場合。
- サンプルマネージメントシステムのメンテナンスを行った場合。

#### 8.4.4.1 必要な器材

- ピンプラグ
- 5/16 インチのスパナ、2個
- 廃液容器

#### バルブのリークテストの実行方法:

1. [Other Diagnostic](その他の診断)画面で [Valve leak test](バルブリークテスト)を選択して、[OK] スクリーンキーを押します。

**ヒント:** [System Pressure Chart Output](システム圧力チャート出力)パラメーターを使用して、システム圧力の上昇と低下を外部装置に送信できます。詳細については、107 ページの「I/O パラメーター値の設定」を参照してください。

- サンプルマネージメントシステムから赤のアウトレットラインを取り外し、ピンプラグで 赤のアウトレットラインを塞ぎます。
- 3. 流れた溶媒を適切な廃液容器に集めます。
- 4. [Valve Leak] (バルブリーク) ダイアログボックスで Enter を押して、テスト位置の選択項目を表示し、テストするバルブ (V1 または V2)、またはニードルのシールパック位置(上のシールまたは下のシール)を選択します。
- 5. テスト圧力を選択します。 通常は 31,026 kPa (310 bar、4500 psi) で、次に [Continue] (続行) を押します。
- 6. 以降の[Valve Leak Test] (バルブリークテスト) 画面の指示に従って、テストを完了します。

バルブのリークテストが完了すると、[Valve Leak Test](バルブリークテスト)画面に結果が表示されます。

### 8.4.5 ヘッドの取り外しと交換の機能

ヘッドの取り外しと交換の機能は、プランジャーを最も前の位置に移動します。ヘッド、シール 洗浄アセンブリー、プランジャーシール、またはプランジャーの取り外しと交換を行うときには、 必ずこの機能を使用します。

#### ヘッドの取り外しと交換の機能の実行方法:

- 1. [Other Diagnostics](その他の診断)画面で [Head Removal & Replacement](ヘッドの取り外しと交換)を選択して、[OK] スクリーンキーを押します。
- 2. [Head Removal & Replacement](ヘッドの取り外しと交換)画面の指示に従って、ヘッド、シール洗浄アセンブリー、およびプランジャーを取り外し、取り付け直します。ヘッドの取り外しの詳細については、127ページの「ヘッド、シール洗浄アセンブリー、およびプランジャーの取り外し」を参照してください。

# 8.4.6 入出力テスト

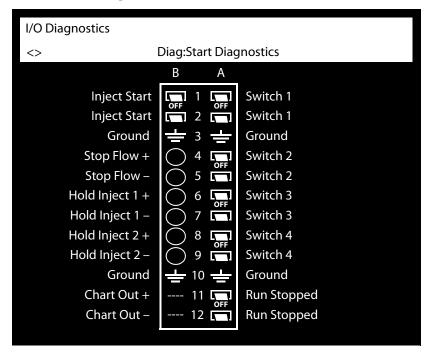
入出力テストでは、セパレーションモジュールの I/O コネクターの入出力接続のステータスを表示できます。

#### 入出力テストの実行方法:

[Other Diagnostics] (その他の診断) 画面で Inputs and outputs (入力と出力) を選択して、OK スクリーンキーを押します。[I/O Diagnostics] (I/O 診断) 画面が表示されます。

注意:下の画像はスクリーンのグラフィック表示です。

#### 図 8-3: [I/O Diagnostics] (I/O 診断) 画面:



2. 2 つのジャンパーワイヤーを、テストしたい出力スイッチペアの 1 つと入力のどれかの間 に接続します。

表 8-8: I/O スイッチと入力の接続

ペアのスイッチ出力	入力
Switch 1(スイッチ 1)	Stop Flow(送液停止)
Switch 2(スイッチ 2)	Hold Inject 1(注入ホールド 1)
Switch 3 (スイッチ 3)	Hold Inject 2(注入ホールド 2)
Switch 4(スイッチ 4)	
Inject Start(注入開始)	
Run Stopped(分析停止)	

- 3. [I/O Diagnostics] (I/O 診断) 画面でジャンパーワイヤーを接続したスイッチペアを選択し、 任意の数字キーを使用してスイッチの On/Off を切り替えます。
- 4. スイッチを切り替えたときに、ジャンパーワイヤーを接続した入力の状態が変化することを確認します(丸が から に変化)。

# 8.4.7 キーパッドのテスト

キーパッドのテストは、キーパッドのキーをテストします。キーパッドのキーを押して、[Keypad] (キーパッド) の診断画面の表示が変化することを確認します。キーパッドに問題が発生した場合に、このテストを実行します。

#### キーパッドのテストの実行方法:

- 1. [Other Diagnostics] (その他の診断) 画面で [Keypad] (キーパッド) を選択して、[OK] スクリーンキーを押します。[Keypad] (キーパッド) 診断画面が表示されます。
- 2. 画面の指示に従って、テストを実行します。

# 8.4.8 ディスプレイのテスト

ディスプレイのテストでは、ディスプレイにテストパターンを表示してテストします。セパレーションモジュールのディスプレイに問題が発生した場合に、このテストを実行します。

ディスプレイの診断テストを実行するには、[Other Diagnostics](その他の診断)画面から [Display](ディスプレイ)を選択して、[OK] を押します。

# 8.4.9 カローセルのテスト

カローセルのテストでは、次のコンポーネントをテストします。

- バイアルセンサー
- ・ カローセル ID センサー
- カローセルの駆動部

カローセルキャリアシステムに問題が発生した場合に、このテストを実行します。

#### カローセルテストの実施方法:

- 1. [Other Diagnostics] (その他の診断) 画面で [Carousel] (カローセル) を選択して、[OK] を押します。
- 2. [Carousel test] (カローセルのテスト) 画面の指示に従います。

# 8.4.10 サンプルヒーター/クーラーのテスト

サンプルヒーター / クーラーのテストでは、サンプルヒーター / クーラーが正常に動作しているかどうかをテストします。サンプルヒーター / クーラーの温度を直線的に下げ、次に温度の上昇速度を測定します。

セパレーションモジュールの背面パネルにあるチャート出力端子にチャートレコーダーを接続して、サンプルヒーター/クーラーの温度をモニターできます。

テストを実行する前に、次の作業を行います。

- カローセルとバイアルをすべて、サンプルコンパートメントから取り出します。
- カラムヒーターまたはカラムヒーター/クーラー(取り付けられている場合)を使用していないことを確認します。
- サンプルコンパートメントの温度が 18 ~ 28 ℃ であることを確認します。

**必要条件:**テストの正確度を確保するため、テスト中はサンプルコンパートメントのドアを開けないでください。

#### サンプルヒーター/クーラーのテストの実行方法:

- [Other Diagnostics] (その他の診断) 画面で [Sample Heater/Cooler] (サンプルヒーター / クーラー) を選択して、[OK] を押します。
- 2. [Sample Heater/Cooler](サンプルヒーター /クーラー)画面の [Start](開始)を押して、テストを開始します。

結果:サンプルヒーター/クーラーの温度が次のように変化します。

- 平衡化
- 直線的に下げる(約 10 分間)
- 安定化
- 周囲温度に戻る

テストが終了すると、[Sample Heater/Cooler](サンプルヒーター/クーラー)画面に合格/不合格のステータスと、装置の現在の温度が表示されます。

### 8.4.11 サンプルヒーター/クーラーのデフロスト機能

サンプルヒーター / クーラーのデフロスト機能を実行すると、サンプルヒーター / クーラーの霜を取り、装置が加熱するときの温度変化を監視します。

**ヒント:**霜が付くと、サンプルヒーター / クーラーの冷却効率が低下します。サンプルヒーター / クーラーが周囲条件の最低推奨設定温度に達しない場合、デフロストを行う必要があります。

セパレーションモジュールの背面パネルにあるチャート出力端子にチャートレコーダーを接続して、サンプルヒーター/クーラーの温度をモニターできます。

テストを実行する前に、次の作業を行います。

- カローセルとバイアルをすべて、サンプルコンパートメントから取り出します。
- カラムヒーターまたはカラムヒーター/クーラー(取り付けられている場合)を使用していないことを確認します。

#### サンプルヒーター /クーラーのデフロスト機能の実行方法:

- 1. [Other Diagnostics] (その他の診断) 画面で **Defrost** (デフロスト) を選択して、[OK] を 押します。
- 2. **Start** (開始) を押します。
- 3. 画面に指示が表示されたら、サンプルコンパートメントのドアを開けます。

**必要条件:** この手順を完了するには、手順全体でサンプルコンパートメントのドアを開けておく必要があります。

手順が終了すると、[Defrost Sample Heater/Cooler](サンプルヒーター/クーラーのデフロスト) 画面に終了した旨が表示され、サンプルコンパートメントのドアを閉じるように指示されます。

注意:サンプルヒーター / クーラーのデフロストの診断が未完のまま終了または中断された場合は、ログエントリーが発生します。

# 8.4.12 カラムヒーターまたはカラムヒーター/クーラーのテスト

カラムヒーター(またはカラムヒーター/クーラー)のテストでは、カラムヒーターの温度を上昇 して、正常に機能するかどうかをテストします。

セパレーションモジュールの背面パネルにあるチャート出力端子にチャートレコーダーを接続して、カラムヒーターまたはカラムヒーター /クーラーの温度をモニターできます。

カラムヒーター (またはカラムヒーター /クーラー) のテストを実行する前に、次のことを確認します。

- サンプルヒーター/クーラーを使用していないこと。
- サンプルコンパートメントの温度が 18 ~ 28 ℃ であること。

必要条件: このテストの正確度を確保するため、テスト中はカラムヒーターまたはカラムヒーター /クーラーのドアを開けないでください。

#### カラムヒーターまたはカラムヒーター/クーラーのテストの実行方法:

- 1. [Other Diagnostics](その他の診断)画面で[Column heater](カラムヒーター)または [Column heater/cooler](カラムヒーター/クーラー)を選択して、[OK] を押します。
- 2. [Column Heater](カラムヒーター)または [Column Heater/Cooler](カラムヒーター / クーラー)の診断画面で、[Start](開始)を押します。

結果: テスト中に次のことが発生します。

- ソフトウェアにより、カラムヒーターモジュールのドアを閉じるように指示されます。
- 周囲温度からカラムヒーターはテストを開始します。
- カラムヒーターの温度が直線的に上昇します(約8分間)。
- システムにより温度の上昇が測定されます。

テストが終了すると、[Column heater](カラムヒーター)または [Column heater/cooler](カラムヒーター / クーラー)の診断画面に合格/不合格のステータスと、温度変化が表示されます。

# 8.4.13 インジェクターバルブの分解点検

インジェクターバルブの分解点検機能を使用すると、サンプルループとシリンジバルブ V1 および V2 をそれぞれ分解点検およびテストを行うことができます。

この機能によりバルブモーターが前後に移動するので、バルブコンポーネントの取り外しと交換ができます。インジェクターバルブ分解点検キットに、インジェクターバルブを分解点検するための情報があります。

#### 8.4.13.1 必要な器材

インジェクターバルブ分解点検キット

#### インジェクターバルブの分解点検とテスト方法:

- 1. [Other Diagnostics](その他の診断)画面で [Rebuild Injector Valves](インジェクターバルブの分解点検)を選択して、[OK] を押します。
- 2. 分解点検キットの指示に従って、バルブを分解点検します。
- 3. 画面上の指示に従います。

# 8.4.14 GPV テストメソッドの作成

GPV テストメソッドの作成機能を実行すると、コンプライアンスの目的でセパレーションモジュールの運転時適格性評価を行うときに使用するグラジエントプロポーショニングバルブのテストメソッドを作成することができます。運転時適格性評価が完了したらこのメソッドを削除して、再評価が必要な場合にユーティリティを再実行できます。

GPV テストメソッドを作成するには、[Other Diagnostics](その他の診断)画面から [Create GPV Test](GPV テストの作成)を選択して、[OK] を押します。画面に、GPV テストセパレーションメソッドの情報が表示されます。

### 8.4.14.1 グラジエントプロポーショニングバルブを閉じる

インレットチェックバルブカートリッジを交換するときには、グラジエントプロポーショニングバルブ (GPV) を閉じると便利です(133 ページの「インレットチェックバルブカートリッジの交換」を参照)。

GPV を閉じるには、[Other Diagnostics](その他の診断)画面から **Turn Off GPV**(GPV をオフにする)を選択して、**OK** を押します。GPV が現在閉じていることが、画面に表示されます。

### 8.4.15 ファームウェアのチェックサムの確認

ファームウェアのチェックサム機能を実行すると、チェックサムの値の表示とチェックを行い、インストールしたファームウェアをテストします。

ファームウェアのチェックサムを表示するには、[Other Diagnostics](その他の診断)画面の **Firmware checksum**(ファームウェアのチェックサム)を選択します。チェックサムとその正確 さが表示されます。

# 8.5 トラブルシューティング

このセクションにはセパレーションモジュールのトラブルシューティングに関する情報がありま す。次の項目があります。

- 全般的なトラブルシューティングのヒント
- クロマトグラフィーのトラブルシューティング
- 次のハードウェアのトラブルシューティング:
  - システム
  - ソルベントマネージメントシステム
  - サンプルマネージメントシステム

**ヒント:** セパレーションモジュールのトラブルシューティングを行うときの安全の確保と取り扱いに関する注意事項については、155ページの「安全な取り扱いのために」を参照してください。

### 8.5.1 全般的なトラブルシューティングのヒント

#### 基本的なトラブルシューティングの手順:

- 1. はじめに可能性のある問題の原因を検討して、システムを調べます。装置が応答しない場合、電源またはシグナルのケーブルが外れているか、正しく接続されていないことがあります。液体や真空の漏れは、チューブやバルブの接続に問題がある可能性があります。
- 2. 現在のシステムの動作を、問題が発生する前のシステムの動作と比較します。通常の動作 条件を確認するために、システム全体の性能を示すログを毎日保持します。特に、特性が 既知のサンプル(装置の検収に使用したものを推奨)を使用して、個々の装置の性能を測 定します。
- 3. 通常の動作中のシステムパラメーターと性能を追跡することは、効果的なトラブルシューティングのために必要な前提条件です。たとえば、試験サンプルを以前に実施した際に指定した値にシステムのチューニングパラメーター値が近い場合、および最適感度の実現に必要なレンズ設定が以前に指定した設定より高い場合が判別できます。良好な結果を得るために極端な値を使用する必要があるとすれば、システムの一部を点検する必要があります。システムのインストール時、および新規メソッドを開発するたびに、チェックリストに正常動作時のシステム状態を記録します。問題の原因を系統的に調べて、可能性のないものを除外し、非典型的なシステムパラメーターを特定します。このためには、次に示す順に、正常なシステム動作と異なる症状を特定します。
  - システム圧力(高い、低い、異常)
  - ベースライン(流路関連または検出器の電子部品関連)
  - ピーク保持時間における変化(不適切または時間の経過による変化)
  - ピーク分離度の損失
  - 異常なピーク形状(予想より小さい、ブロード、テーリングなど)
  - 正しくない定性結果または定量結果
- 4. クロマトグラフィー装置ごとにパフォーマンステストを実行して、特定の装置に問題があるかどうかを迅速に判断します。
- 5. この章の表に記載されているトラブルシューティング情報を参照します。表には、症状の想定される原因を特定し、対処法を提案しています。この表はステップ 3 のパラメーター順に構成されているので、症状に対して考えられる原因を絞り込み、推奨の対処方法を見つけることができます。追跡した問題がセパレーションモジュール以外のシステム装置(例:検出器)にある場合は、その装置のオペレーターズガイドを参照してください。

# 8.5.2 Waters テクニカルサービスへのご連絡

Alliance e2695 セパレーションモジュールの多くの問題は、比較的簡単に解決できます。ただし、状態が改善されない場合には、ウォーターズテクニカルサービスに連絡してください。連絡するときには、次の情報を手元に用意してください。

- 使用しているメソッドの正常動作チェックリスト(記入済み)
- 症状の特徴
- セパレーションモジュールのシリアル番号(シリンジアクセスドアの裏側)
- 検出器のモデル番号とシリアル番号
- 流量
- 動作圧力
- 移動相

- 検出器の設定(感度および波長)
- カラムの種類とシリアル番号
- サンプルの種類
- 制御モード(Empower クロマトグラフィーデータソフトウェア、System Controller、 No Interaction、その他)
- ソフトウェアのバージョンおよびシリアル番号

# 8.5.3 クロマトグラフィーの問題のトラブルシューティング



警告:溶媒の取り扱い、チューブの交換、およびセパレーションモジュールの操作を行う場合は、実験室に定められている正しい手順に必ず従ってください。使用する溶媒の物理的および化学的な性質を確認してください。使用している溶媒について、物質安全データシートで確認してください。

次の表に、セパレーションモジュールに関するクロマトグラフィーの症状、考えられる原因、および推奨の対処方法を示します。

**推奨事項:** この表を使用する前に、175 ページの「全般的なトラブルシューティングのヒント」に目を通し、トラブルシューティングの基本手順を実施して、クロマトグラフィーの症状の原因を特定してください。

表 8-9: クロマトグラフィーのトラブルシューティング

現象	考えられる原因	対処法
保持時間が不安定	プランジャーヘッドに気泡が ある	溶媒をすべて脱気し、ソルベントマネージメントシステムをプライムします。デガッサーの性能を評価します。 [Mobile Phase](移動相)画面に気泡検出アラームを設定します。(96ページの「[Mobile Phase](移動相)画面のパラメーター値の設定」を参照)。
	チェックバルブの誤作動	インレットチェックバルブ カートリッジをクリーニング するか交換します。(133 ペー ジの「インレットチェックバ ルブカートリッジの交換」を 参照)。
	プランジャーシールにリーク がある	シールを交換します。 (128 ページの「プランジャー シールの交換時の注意」を参 照)。
	分離のケミストリー	移動相、カラム、GPV を確認 します。
	溶媒フィルターの詰まり	フィルターを交換します。

# 表 8-9: クロマトグラフィーのトラブルシューティング(続き)

現象	考えられる原因	対処法
保持時間が遅い	流量が不適切	流量を変更します。
	溶媒組成が不適切	溶媒組成を変更し、GPV を確認します。
	カラムヒーター(またはカラ ムヒーター/クーラー)がオン	カラムヒーター(またはカラ ムヒーター/クーラー)をオン
	にならない、温度が低い	にし、温度を測定します。
	移動相が不適切	適切な移動相を使用します。
	カラムの汚染	カラムをクリーニングするか、 交換します。
	カラムが正しくない	適切なカラムを使用します。
	ソルベントマネージメントシ ステムの漏れ、溶媒の損失	フィッティングに漏れが無い か確認します。スタティック リークテストを実施します。 (167 ページの「スタティック リークテスト」を参照)。
保持時間の低下	流量が不適切	流量を変更します。
	溶媒組成が不適切	組成を変更し、GPV の性能を 評価します。
	カラム温度が高い	カラム温度を下げます。
	移動相が不適切	正しい移動相に交換します。
	カラムの汚染	カラムをクリーニングするか、 交換します。
	カラムが正しくない	適切なカラムを使用します。
	溶媒が適切に脱気されていない	溶媒を脱気します。
再現性エラー	溶媒が適切に脱気されていない	溶媒を脱気します。
	ケミストリー /解析法が正しく ない	ケミストリー /解析法を評価します。
	サンプルマネージメントシス テムの問題	サンプルマネージメントシス テムのトラブルシューティン グをします。

# 表 8-9: クロマトグラフィーのトラブルシューティング(続き)

現象	考えられる原因	対処法
ベースラインドリフト、高速	カラムが平衡化されていない	カラムを平衡化します。
	検出器がウォームアップされ ていない	ベースラインが安定するまで 検出器をウォームアップしま す。波長と感度によって、必 要な時間は異なります。
	溶媒が汚染されている	新しい溶媒を使用します。
	溶媒が適切に脱気されていな い(高速または低速ドリフト)	溶媒を脱気します。
	流量が変動する(高速または 低速ドリフト)	ソルベントマネージメントシ ステムのプライム、ポンプ シールの交換、バルブの チェックを行います(「保持時間が不安定」の症状を参照)。
	溶媒に対して波長が不適切	使用している波長で吸光しな い溶媒であることを確認しま す。
ベースラインドリフト、低速	溶媒が汚染されている	新しい溶媒を使用します。
	UV ランプのエネルギー低下	検出器の診断を使用して、 ランプエネルギーを確認し ます。
	周囲温度の変動	十分に平衡化できるよう、動 作環境温度を安定化します。
	UV 検出器のフローセルの漏れ(内部、クロスポート)	フローセルを調べ、接続部を 締めます。
	フローセルの汚れ	フローセルをクリーニングし ます。
周期的なベースラインノイズ、 短時間 (30~60 秒)	流量の変動	漏れや適切な脱気を確認して、 流量を安定させます(「保持時間が不安定」の症状を参照)。
	溶媒が十分に混合されていない (短周期または長周期で繰り返す)	溶媒を攪拌します。
	無線周波数域でのノイズ発生 (短周期または長周期で繰り 返す)	干渉源を取り除きます。
周期的なベースラインノイズ、	周囲温度の変動	周囲温度を安定させます。
長期間(約 10 分~1 時間)	インテグレーターまたはレ コーダーの動作不良	インテグレーターまたはレ コーダーの性能を評価します。
	デガッサーでの溶媒滞留時間 が、UV 吸収ガス(例:O <sub>2</sub> )	最大流量 1 mL/分未満の流量 を維持します。
	の除去に十分でない	

表 8-9: クロマトグラフィーのトラブルシューティング(続き)

現象	考えられる原因	対処法
ベースラインノイズ、ランダム	検出器への気泡の混入	検出器をパージして気泡を除 去します。
	溶媒が適切に脱気されていない	溶媒を脱気します。
	気泡を検出	ソルベントマネージメントシ ステムを再プライムします。 溶媒を取り出して真空ろ過し ます。
	溶媒が汚染されている	新しい溶媒を使用します。
	カラムの汚染	カラムをクリーニングするか、 交換します。
	フローセルの汚れ	フローセルをクリーニングし ます。
	セパレーションモジュール、 データシステム、レコーダー、 またはインテグレーターとの 間で、アナログ出力ケーブル が適切に接続されていない	ケーブルを正しく接続します。
	システムが適切に接地されて いない	電源コードを差し込むコン セントを、他の電力供給系の ものに変えます。
		パワーコンディショナーを使 用します。
	<ul><li>不適切な電圧設定:</li><li>・ レコーダー</li><li>・ アナログからデジタルへの変換器</li></ul>	電圧設定を調整します。
	ユニットが適切に冷却されて いない	ユニットのカバーを閉めてから使用します。装置背面に適切な隙間があることを確認します。サンプルヒーター /クーラーのデフロスト機能を行います(172ページの「サンプルヒーター/クーラーのデフロスト機能」を参照)。
	無線周波数域でのノイズ	干渉源を取り除きます。
	検出器の障害	検出器のトラブルシュー   ティングをします。

# 表 8-9: クロマトグラフィーのトラブルシューティング(続き)

現象	考えられる原因	対処法
前の注入からのキャリーオー バーが見られる	前の注入の濃度が非常に高い	注入した質量を計算します。 注入質量を一定に維持しなが ら、濃度の低い溶液を大量に 再注入してみます。
	選択したニードル洗浄液に、 サンプルの一部の成分と十分 な可溶性がない	全成分と可溶性のあるニード ル洗浄液を選択します。
	下部ニードル洗浄フリットの 汚染(装備されている場合)	下部ニードル洗浄フリットを 交換します。
フラットなベースライン、	溶媒が流れていない	流量を確認します。
ピークが検出されない	ランプが点灯していない	検出器の診断を実施して、 リファレンス/サンプルエネル ギーを確認します。エネル ギーがゼロであれば、ランプ が点灯していないことを意味 します。
		ランプを点灯します。問題が 解決しない場合は、ランプを 交換します。
	検出器がゼロ設定されていない	検出器ベースラインのゼロ設 定を行います。
	検出器とレコーダーまたはデータシステムの接続が不適切	検出器とレコーダーのケーブ ル接続を確認します。
	波長が正しくない	波長の設定が正しいことを確 認します。
	溶媒ラインでのリーク	フィッティングを点検します。
ピークの上部がフラットに切 れる	検出器がゼロ設定されていない	検出器ベースラインのゼロ設 定を行います。
	<ul><li>不適切な入力電圧設定:</li><li>レコーダー</li><li>アナログからデジタルへの変換器</li></ul>	入力電圧を調整するか、検出器の出力ケーブルを正しい位置に調整します。
	感度が高すぎる	低い感度の検出範囲を選択します。
	サンプル濃度または注入容量 が過剰で、検出器の電圧出力 が飽和している	サンプル溶液濃度を下げるか、 注入容量を減らします。

表 8-9: クロマトグラフィーのトラブルシューティング(続き)

現象	考えられる原因	対処法
感度の低下	サンプルマネージメントシス テムの漏れ	サンプルマネージメントシス テムのトラブルシューティン グをします。
	サンプルの劣化、汚染、また は正しく調製されていない	新しいサンプルを使用します。
	カラムの汚染	カラムをクリーニングするか、 交換します。
	カラム効率の低下	カラムをクリーニングするか、 交換します。
	ピーク幅が予想より広い	サンプルマネージメントシス テムのトラブルシューティン グをします。フィッティング の漏れの有無、およびフェラ ルの取り付けを検査します。 チューブの内径が正しいこと を確認します。
	不適切な検出器フィルタータ イムコンスタント	検出器フィルタータイムコン スタントを適切に設定します。
	移動相の組成の変化	移動相の pH またはイオン組 成を、適切なものにします。
	フローセルからの液漏れ	セルシールを固定します。
	流量が不適切	流量を変更します。
サンプルエネルギーが減少、	移動相の汚染	新しい移動相を使用します。
リファレンスエネルギーは減   少しない	フローセルの汚れ	フローセルの外側をクリー ニングします。
		システムを水で洗浄します。 必要に応じて、カラムを取り 外してから強溶媒でシステム を洗浄し、微粒子または膜状 物質をフローセルウィンドウ から除去します。

# 8.5.4 ハードウェアの問題のトラブルシューティング

このセクションには、次の問題に関するトラブルシューティングの表があります。

- システムの問題
- ソルベントマネージメントシステムの問題
- サンプルマネージメントシステムの問題

この表を使用する前に、175ページの「全般的なトラブルシューティングのヒント」に目を通し、 ハードウェアの症状の原因を特定してください。

## 8.5.4.1 システムのトラブルシューティング

次の表に、特定のシステムモジュールには関連しないシステム問題のトラブルシューティング情報を示します。

表 8-10: 一般的なシステムのトラブルシューティング

現象	考えられる原因	対処法
ユニットの電源が入っていない	電源コードが外れている 電源が供給されていない	ライン電圧があることを確認 します。
キーパッドが応答しない	キーパッドが故障している	Waters テクニカルサービスに ご連絡ください。
画面に何も表示されない	装置の電源がオンになってい ない	ユニットに電源を投入します。
	起動時の診断テストに失敗	電源を一度切って、再び入れ ます。問題が解決しない場合 は、Waters テクニカルサービ スにご連絡ください。
起動時の診断の不合格の結果	コントローラーボード、ソル ベントマネージメントシステ ム、またはサンプルマネージ メントシステムの内部的な 問題	電源を一度切って、再び入れます。問題が解決しない場合は、Waters テクニカルサービスにご連絡ください。
エラーメッセージ「Plunger homing over pressure (0 or 1)」	インラインフィルターの詰まり	フィルターエレメントをク リーニングするか交換します。
(プランジャーのホーミング圧 力超過(0または1))が表示 されて起動に失敗する	サンプルマネージメントシス テムの廃液ラインが詰まって いる	詰まりを除去するか、ライン を交換します。
	ソルベントマネージメント システムとサンプルマネージ メントシステムの間に障害物 がある	障害物を除去します。
前面パネルのソフトウェアが 「ロックアップ」される	ソフトウェアの問題、電源ラ インの問題	電源を一度切って、再び入れ ます。問題が解決しない場合 は、Waters テクニカルサービ スにご連絡ください。

表 8-10: 一般的なシステムのトラブルシューティング (続き)

現象	考えられる原因	対処法
ファンが回転しない	装置の電源がオンになってい ない	ユニットに電源を投入します。
	ファンの配線またはモーター に問題がある	Waters テクニカルサービスに ご連絡ください。
	電源が機能していない	Waters テクニカルサービスに ご連絡ください。
セパレーションモジュールが、 リモート設定(RS-232 経由 でのリモートデータシステム による制御)で十分に機能し ない	データシステムが、セパレーションモジュールの機能をすべて制御するようにプログラムされていない	セパレーションモジュールを リモートデータシステムから 切断して、セパレーションモ ジュールをスタンドアローン モードで実行して機能をテス トします。

# 8.5.4.2 ソルベントマネージメントシステムのトラブルシューティング

次の表に、セパレーションモジュールのソルベントマネージメントシステムの問題に対するトラブルシューティングの推奨方法を示します。

表 8-11: ソルベントマネージメントシステムのトラブルシューティング

現象	考えられる原因	対処法
プランジャーヘッドでの溶媒 漏れ	プランジャーシールの摩耗	プランジャーシールを交換します(128 ページの「プランジャーシールの交換時の注意」を参照)。
	シール洗浄シールの磨耗	シール洗浄シールを交換します(130ページの「シール洗 浄アセンブリーのシールの交 換」を参照)。
	ヘッドに緩みがある インレットチェックバルブの 緩み	ヘッドナットを手締めします。 チェックバルブを締め付け ます。
	フェイスシールの損傷 シール洗浄チューブが適切に 取り付けられていない	フェイスシールを交換します。 チューブを適切に取り付け ます。

表 8-11: ソルベントマネージメントシステムのトラブルシューティング(続き)

現象	考えられる原因	対処法
不規則な流量/圧力の脈動	移動相に溶存ガスがある	溶媒を脱気します。
	ヘッドに気泡がある	ソルベントマネージメントシステムをプライムして、気泡を除去します。使用前の脱気時間を増加します。[Mobile Phase](移動相)画面に気泡検出アラームを設定します(96ページの「[Mobile Phase](移動相)画面のパラメーター値の設定」を参照)。
	インレットチェックバルブの 汚れ	チェックバルブを数ストローク緩めて、適切に流れ出た、 ウェックバルブを実行して、 うまかトプライムを実行して、 チェックバルブをクリーニングリングをフェックができます。 チェックができまず、 チェックがルートリッジを ジの「インリッシの交換」を 参照)。
	プライム/ベントバルブが開い ているか、リークしている	プライム/ベントバルブを閉じるか、再度組み立てます。
	溶媒リザーバーディフュー ザーの目詰まり	ディフューザをクリーニング するか交換します。
	プランジャーシールのリーク	シール洗浄がプライム済みで、 正常に動作することを確認し ます。プランジャーシールア センブリーを交換します (128ページの「プランジャー シールの交換時の注意」を 参照)。

## 8.5.4.3 サンプルマネージメントシステムのトラブルシューティング

次の表に、セパレーションモジュールのサンプルマネージメントシステムについて、問題を解決 するためのトラブルシューティングの推奨方法を示します。

表 8-12: サンプルマネージメントシステムのトラブルシューティング

現象	考えられる原因	対処法
圧縮チェックに失敗する	シリンジに気泡がある(通常 シリンジの上部または下部)	気泡を除去します(142 ページの「シリンジの交換」を 参照)。
	移動相が適切に脱気されていない	移動相を脱気します。
	テストに正しくないシリンジ を使用したか、 [Configuration](設定)画面 に間違ったシリンジデータを 入力した	[Configuration] (設定)画面 のシリンジデータを確認して、 正しいサイズのシリンジを取 り付けます(142ページの 「シリンジの交換」を参照)。
	チューブ接続部の漏れ	ティッシュを使用して接続部 の漏れを検査し、ティッシュ が濡れる場合は接続部を少し 締めます。
	シールパックの不良	シールを調整します (160 ページの「シールの調整」を参照)。シールパックを交換します(146 ページの 「インジェクターニードルとシールパックの交換」を参照)。
	圧縮チェックに使用したパラ メーターが溶媒に適してい ない	適切なパラメーターを設定し、 [Diagnostics](診断)画面で 圧縮チェックを再度行います。
	バルブ V3(廃液バルブ)の 故障	Waters テクニカルサービスに ご連絡ください。
シールパックの漏れ	ニードル、シールパックの 損傷	ニードルとシールパックを交換します(146ページの「インジェクターニードルとシールパックの交換」を参照)。
高圧または低圧を維持できない	ニードル、シールパックの 漏れ	シールを調節するか、ニード ルとシールパックを交換しま す(146ページの「インジェ クターニードルとシールパッ クの交換」を参照)。

## 表 8-12: サンプルマネージメントシステムのトラブルシューティング(続き)

現象	考えられる原因	対処法
再現性エラー	シリンジに気泡がある(通常 シリンジの上部または下部)	気泡を除去します(142 ペー ジの「シリンジの交換」を 参照)。
	チューブ接続部の漏れ	ティッシュを使用して接続部 の漏れを検査し、ティッシュ が濡れる場合は接続部を少し 締めます。
	シールパックの不良	シールパックを交換します (146 ページの「インジェク ターニードルとシールパック の交換」を参照)。
キャリアの誤作動	カローセルが正しく配置され ていない	サンプルコンパートメント内 にカローセルを正しく配置し ます。
	バイアルが正しく取り付けら れていない	バイアルを取り付け直します。 (63 ページの「カローセルの 取り付け」を参照)。
	サンプルコンパートメントの トレイの汚染	サンプルコンパートメントを クリーニングします (152 ページの「サンプルコン パートメントのクリーニング」 を参照)。
カローセルの誤作動	カローセルが正しく回転しな い	カローセルをクリーニングす るか交換します。
	カローセルセンサーの故障	Waters テクニカルサービスに ご連絡ください。
	カローセルキャリアの動作を 妨げるものがあるか、汚染さ れている	障害物を確認します。サンプルコンパートメントをクリーニングします(152ページの「サンプルコンパートメントのクリーニング」を参照)。
	サンプルコンパートメントの トレイの汚染	サンプルコンパートメントを クリーニングします (152 ページの「サンプルコン パートメントのクリーニング」 を参照)。
カローセルの誤作動	カローセルが正しく回転しない	カローセルをクリーニングす るか交換します。

# 表 8–12: サンプルマネージメントシステムのトラブルシューティング(続き)

現象	考えられる原因	対処法
シールパックの調整が不合格	シールパックの調整前にシス テムをパージしていない	システムをパージしてから調 整をやり直します。
	溶媒が適切に脱気されていない	移動相を脱気します。
	シリンジに気泡がある(通常 シリンジの上部または下部)	気泡を除去します(142 ページの「シリンジの交換」を 参照)。
	シールパックの不良	シールパックを交換します (146 ページの「インジェク ターニードルとシールパック の交換」を参照)。
	チューブ接続部の漏れ	ティッシュを使用して接続部 の漏れを検査し、ティッシュ が濡れる場合は接続部を少し 締めます。
	ニードルの損傷	ニードルを交換します (146 ページの「インジェク ターニードルとシールパック の交換」を参照)。
ニードル下部のセンサーア ラーム	ニードルが折れ曲がっている。 ニードルがバイアルの底に当 たっている	ニードルを交換します (146 ページの「インジェクターニードルとシールパックの交換」を参照)。シリンジ吸引深さを調節します(102 ページの「サンプルのパラメーター値の設定」を参照)。



# 安全上の注意

Waters の装置およびデバイスには、製品の操作およびメンテナンスに関連する隠れた危険を警告するために、危険記号が表示されています。これらの記号は製品のマニュアルにも記載されており、あわせて危険性やその回避方法が説明されています。この付録には、Waters が提供する全製品に適用される安全記号および説明が記載されています。

# A.1 警告記号

警告記号は、装置またはデバイスの誤使用に関連する死亡、傷害、または非常に有害な生理的反応の危険性を警告します。Waters 装置またはデバイスの設置、修理、および操作を行うときは、すべての警告に注意してください。Waters は、装置またはデバイスの設置、修理、操作の際に、安全予防措置を遵守しなかったことから生じた傷害または物的損害に対して、一切の責任を負いません。

以下の記号は、Waters の装置またはデバイス、あるいは装置またはデバイスの構成部品を、操作またはメンテナンスする際に発生することがある危険性を警告します。以下の記号のいずれかがマニュアルの説明または手順に表示されている場合、それに付随する説明で該当するリスクを特定し、その回避方法を説明しています。

<u>^</u>

警告: (一般的な危険性。この記号が装置に示されているときは、該当する使用説明書で安全に関する情報について調べてから装置を使用してください。)

警告:(高温の表面への接触による火傷の危険性。)

4

警告:(感電する危険性。)

警告: (火災の危険性。)

**. 警告:**(ニードルで刺す危険性。)

**警告:**(手が挟まれて負傷する危険性。)

警告: (装置の動作による事故の危険性。)

₩

**警告:**(紫外線照射の危険性。)

**警告:**(腐食性物質に接触する危険性。)

警告: (有毒物質に晒される危険性。)

\*

警告:(レーザー光線照射の危険性。)

**警告:**(健康に深刻な悪影響を与える可能性がある生物因子に晒される危険性。)

警告:(転倒の危険性。)

警告:(爆発の危険性。)

警告:(高圧ガス放出の危険性。)

## A.1.1 特定の警告

以下の警告(記号とテキストの両方)が、特定の装置およびデバイスのユーザーマニュアルに記載されていたり、装置やその構成部品に貼付されたラベルに表示されている場合があります。

## A.1.1.1 破裂に関する警告

この警告は、非金属チューブが装備されている Waters の装置およびデバイスに適用されます。



警告:圧力が加えられた非金属性チューブの周辺で作業する場合は、破裂による傷害を防 ・止するために、次の点に注意してください。

- 保護メガネを着用してください。
- 近くにある火を消してください。
- 加圧されているまたは折れ曲がっているチューブ、あるいはそのような状態にあった チューブは使用しないでください。
- 非金属チューブには、テトラヒドロフラン、硝酸、硫酸などの、チューブを化学的に損傷する化合物を、付着させないでください。
- 塩化メチレンやジメチルスルホキシドなどの一部の化合物は、非金属性チューブを膨張させることがあり、その場合、チューブは極めて低い圧力で破裂することに注意してください。

#### A.1.1.2 生物学的有害物質に関する警告

この警告は、生物学的有害物質を含む物質(人体に有害な影響を及ぼす可能性のある生物学的因子を含む物質)の処理に使用できるWatersの装置またはデバイスに適用されます。



警告:感染のおそれのある人体からの生成物、不活性微生物、およびその他の生物的物質 ●による感染を防止するため、取り扱っているすべての生体液に感染性があることを想定します。

(米国) 国立衛生研究所 (NIH) 発行、『Biosafety in Microbiological and Biomedical Laboratories (BMBL)』の最新版に具体的な予防措置が掲載されています。

特に有害物質を取り扱う場合は、常に優良試験所基準 (GLP) に定められている正しい手順に従い、所属する組織の生物学的有害物質の安全担当者に、感染性物質の適切な使用法と取り扱いについて相談してください。

#### A.1.1.3 生物学的有害物質および化学的有害物質に関する警告

これらの警告は、生物学的有害物質、有毒物質、または腐食性物質が含まれる物質を処理する Waters 装置およびデバイスに適用されます。







警告:生物学的有害物質、有毒物質、または腐食性物質による人体への汚染を防ぐため、これらの危険物質の取り扱いに関連する危険性を理解する必要があります。

このような物質の適切な使用および取り扱いに関するガイドラインは、米国学術研究会議発行の次の文書の最新版を参照してください:『Prudent Practices in the Laboratory: Handling and Management of Chemical Hazards』。

特に有害物質を取り扱う場合は、優良試験所基準 (GLP) に定められている正しい手順に従い、所属する組織の安全担当者にこのような物質を扱う際のプロトコルについて相談してください。

# A.2 注意

装置またはデバイスの使用または誤使用により、装置またはデバイスが損傷する可能性や、非臨床サンプルの完全性が損なわれる可能性があるときは、注意事項が表示されます。感嘆符記号と関連する説明によって、そのような危険性があることが警告されます。

**▶ 注意:**装置のケースの損傷を防ぐために、研磨剤や溶剤を使用してクリーニングしないで ▶ ください。

# A.3 「ボトル配置禁止」記号

「ボトル配置禁止」記号は、溶媒のこぼれによる装置損傷の危険を警告するものです。



禁止: こぼれ出した溶媒による装置の損傷を防ぐために、リザーバーボトルを装置またはデバイスの上や前面の棚に直接置かないでください。その代わり、こぼれた場合には二次的な抑制手段として使用するボトルトレイの中に置いてください。

# A.4 必要な保護

防護メガネの使用および保護手袋の着用記号は、身体防護用具の要件を注意喚起するものです。 組織の標準操作手順に従って適切な保護具を選択してください。



必要条件:溶媒ボトルを再充填または交換する際は保護めがねを着用してください。



**必要条件:** サンプルを取り扱うときは、清浄で耐薬品性のあるパウダーフリーの手袋を必ず着用してください。

# A.5 Waters のすべての装置およびデバイスに適用される警告

本装置を操作する際は、標準の品質管理手順とこのセクションの装置に関するガイドラインに 従ってください。



注意:規制機関から明確な承認を受けずに本装置の変更や改造を行うと、本装置のユーザー 、としての承認が無効になる可能性があります。



**警告:**圧力のかかったポリマーチューブを扱うときは、注意してください。

- ♪ 加圧されたポリマーチューブの付近では、必ず保護メガネを着用してください。
- 近くにある火を消してください。
- 著しく変形した、または折れ曲がったチューブは使用しないでください。
- 非金属チューブには、テトラヒドロフラン (THF) や高濃度の硝酸または硫酸などを流さ ないでください。
- 塩化メチレンやジメチルスルホキシドは、非金属チューブの膨張を引き起こす場合がある。 り、その場合、チューブは極めて低い圧力で破裂します。



<mark>警告:</mark>ユーザーは、製造元により指定されていない方法で機器を使用すると、機器が提供 、している保証が無効になる可能性があることに注意して下さい。

# A.6 ヒューズの交換に関する警告

以下の警告は、ユーザーが交換可能なヒューズを装着した装置およびデバイスに関係します。 ヒューズの種類および定格を記載した情報が装置またはデバイスに表示されることがあります が、表示されない場合もあります。

#### 装置またはデバイスに表示されている場合の、ヒューズの種類および定格情報の確認



**警告:**火災予防のために、ヒューズ交換では機器ヒューズカバー脇のパネルに記載されて いるタイプおよび定格のヒューズをご使用ください。

#### 装置またはデバイスに表示されていない場合の、ヒューズの種類および定格情報の確認



**警告:**火災予防のために、ヒューズ交換ではメンテナンス項目の「ヒューズの交換」に記 🥙 載されているタイプおよび定格のヒューズをご使用ください。

# A.7.1 電気記号

以下の電気記号および関連する説明が、装置のマニュアルや装置前面または背面のパネルに表示されています。

記号	説明
	電源オン
	電源オフ
	待機
	直流
~	交流
3 <b>~</b>	交流(3 相)
	安全接地
7	フレーム、またはシャーシ、端子
	ヒューズ
<u></u>	機能接地
<b>→</b>	入力
$\rightarrow$	出力

# A.7.2 取り扱い記号

以下の取り扱い記号および関連する説明が、出荷された装置、デバイス、コンポーネント部品の 出荷梱包に貼付されたラベルに表示されています。

記号	説明
<u> </u>	天地無用
	湿気厳禁
	ワレモノ注意
	吊り下げ禁止
	温度の上限
	温度の下限
	温度制限

# B 外部接続

このセクションでは、Alliance e2695 セパレーションモジュールへの外部接続に関する手順を説明しています。

# B.1 電源の接続

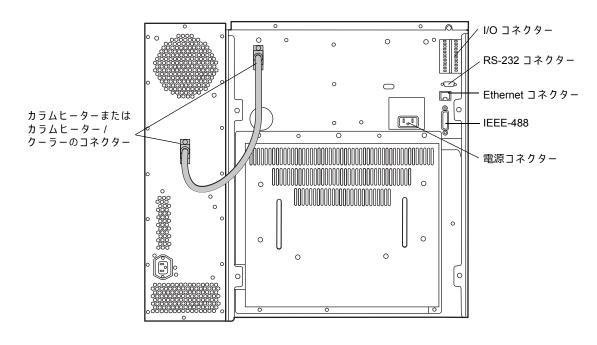
セパレーションモジュールの正しい操作には、AC 電源が接地されており、急激な電圧変動がないことが必要です。

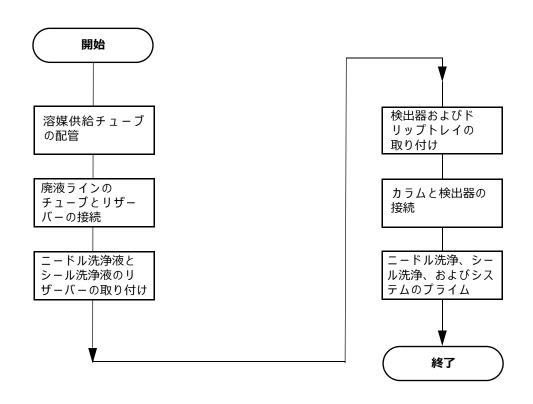
セパレーションモジュールは、入力電圧を 100  $\sim$  240 Vac、50  $\sim$  60 Hz の範囲で自動的に調整します。

#### 電源への接続方法:

- 1. セパレーションモジュールの電源がオフになっていることを確認します。
- 2. 電源コードを背面パネルのコネクターに接続します。
- 3. 電源コードの差し込みプラグを適切に接地された AC 電源に差し込みます。 **必要条件:**配管とシグナルの接続をすべて完了するまで、セパレーションモジュールの電源をオンにしないでください。

#### 図 B-1:セパレーションモジュールの背面パネル





**↑ 注意:**液漏れを適切に防止するために、装置を運用する前に、かならず送液トレイおよび ・ 溶媒コンディショニングトレイの固定ねじを締めてください。

# B.2.1 B シリーズドリップトレイの取り付け

Alliance HPLC B シリーズ構成では、溶媒ボトルトレイおよび検出器ベースキット (176003104) は、溶媒ボトルトレイおよび隣接する取り外し可能な検出器ベースで構成されています。検出器ドリップトレイは検出器ベースの一部です。(21 ページの図「B シリーズ溶媒ボトルトレイの構成(1 台の検出器のみを表示)」を参照してください。)

この手順には以下の2つのステップがあります。

1. 検出器の脚を交換してから、ボトルトレイおよび検出器ベースを設置します。

重要:検出器の脚を検出器のベースに正しく取り付けるために、検出器の下部にある脚を交換する必要があります。そうしないと、脚が検出器ベースに食い込むまたは詰まる原因になることがあります。

2. 検出器ドリップトレイチューブを取り付けます。

#### 必要な器材

- ダイアゴナルカッター
- ドライバー、T-20 TORX

#### 脚を交換してボトルトレイ/検出器ベースを設置する方法:

- 1. すべてのケーブルおよびその他の接続を検出器から切り離します。
- 2. 検出器を横向きになるように傾けます。
- 3. T-20 TORX ドライバーを使用して、拘束ねじとゴムの脚をシャーシから取り外します。
- 4. 新しいプラスチック脚 (410004802) を T-20 ねじ (WAT034346) で固定し、一時的に検出器 を脇に置きます。
- 5. ボトルトレイを、21 ページの図「B シリーズ溶媒ボトルトレイの構成(1 台の検出器のみを表示)」で示されているように、セパレーションモジュールの上部に配置します。
- 6. 検出器のベースをボトルトレイの右側に置き、ベースがボトルトレイアセンブリーの右側の2つの位置決めガイドに正しく配置されていることを確認します。これらの位置決めガイドは、検出器ベースの下側のスロットに適合します。
- 7. ドリップトレイが検出器ベース前面の正しい位置にあることを確認します。

#### 検出器ドリップトレイチューブを取り付ける方法:

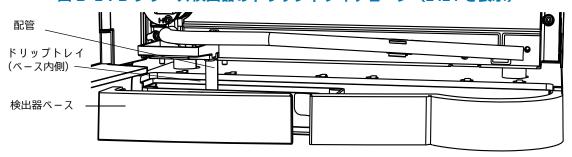
1. ドリップトレイチューブを準備して、使用する特定のモデルの検出器に固定します。ドレインフィッティングはあらゆる検出器に対して、検出器の下側の、前面左側に位置します。 2998 用のドレインフィッティングを設置する必要があります。他のものは事前に設置されています。

表 B-1:検出器モデルごとの、ドリップトレイ準備手順

検出器モデル	ドリップトレイのチューブおよびフィッテイングの準備手順
2414	1. キットに含まれている内径 1/4 インチの蛇腹チューブ (WAT241095) を 3 インチの長さに切断します。 2. チューブを検出器の下面のフィッティングに取り付けます。
2424	<ol> <li>キットに含まれている Tygon チューブ (430000604) を 1-1/4 インチに切断します。</li> <li>チューブを検出器の下面のバーブドフィッティングに取り付けます。</li> </ol>
2475	Tygon チューブは切断済みの状態で提供され、すでに検出器のフィッティングに接続されています。準備する必要はありません。
2489	<ol> <li>キットに含まれている内径 5/16 インチの蛇腹チューブ (430003945) を 2 インチの長さに切断します。</li> <li>チューブを検出器の下面のエルボーフィッティングに取り付けます。</li> </ol>
2998	1. キットに含まれているステンレススチール製のバーブドフィッテイング (405016495) を、検出器の下部の、左側前面にある対応する穴に押し込みます。
	2. キットに含まれている内径 3/8 インチの蛇腹チューブ (430001556) を 1 インチの長さに切断します。 3. チューブをバーブドフィッテイングに取り付けます。

- 2. 検出器を検出器ベースに取り付けます。
- 3. 下図に示すように、検出器ドリップトレイチューブの端が検出器ドレインフィッティングから黒色のドリップトレイに突き出ていることを、確認します。ドリップトレイチューブが長い検出器では、チューブを左または右に若干曲げてチューブの端がドリップトレイの内側に収まるようにしなければならない場合があります。

#### 図 B-2: B シリーズ検出器のドリップトレイチューブ (2424 を表示)



<u>^</u>

**注意:**適切に排出されるように、ドリップトレイの底がチューブの末端を塞いでいないことを確認してください。

# B.2.2 A および C シリーズのドリップトレイおよび固定ブラケットの取り付け

Alliance HPLC A および C シリーズ構成では、検出器ドリップトレイは溶媒ボトルトレイキットに含まれていませんが、補助トレイおよび固定ブラケットのキット (205001128) の一部です。これらの構成では、検出器は固定ブラケット上のセパレーションモジュールの上に積み重ねられています。ブラケットは検出器の背面にある脚をしっかりと載せることができる拡張されたプラットフォームを提供します。

**重要:**A および C シリーズの構成では、2424、2489、および 2998 検出器だけにドリップトレイの設置が必要です。その他の検出器のドレインは、長いチューブを使用して、シリンジコンパートメント内の小さなドリップトレイに直接接続します。

手順の概要は以下のとおりです。

- ドリップトレイを検出器(2424、2489、2998 検出器のみ)に取り付けます。
- 検出器固定ブラケットおよび検出器をセパレーションモジュールに取り付けます。
- ドリップトレイまたは検出器廃液チューブをセパレーションモジュールに配管します。

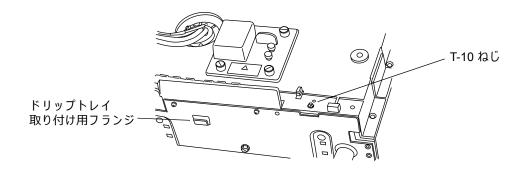
#### 必要な器材

- ドライバー、T-10 TORX
- ドライバー、T-20 TORX
- スパナ、7 mm

#### ドリップトレイを検出器(2424、2489、2998のみに適用)に取り付ける方法:

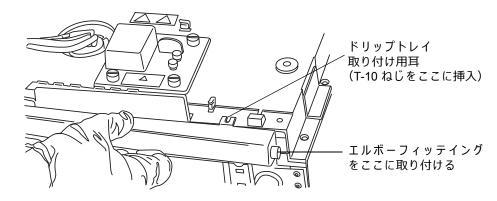
- 1. すべてのケーブルおよびその他の接続を検出器から切り離します。
- 2. 検出器の前面ドアを開きます。
- 3. 前面パネルが仰向けになるように、検出器を背面パネルを下にして置きます。
- 4. 検出器が 2424 である場合は、バーブドフィッティングがドリップトレイの取り付けを妨げるため、検出器の下側からこれを取り外します。
- 5. 検出器の前面パネルの右下角にある T-10 ねじを外して、脇に置きます。

## 図 B-3:A および C シリーズのドリップトレイの検出器上の取り付け位置



- 6. 外した T-10 ねじの取り付け穴が、ドリップトレイの右端の取り付け用耳の間に合うように、ドリップトレイを置きます。
- 7. ドリップトレイの反対側にある取り付けスロットを、検出器の取り付けフランジの中に、 ドリップトレイが所定の位置に噛みこむまで押し込みます。
- 8. 先ほど外した T-10 ねじをドリップトレイの取り付け耳の間の穴に挿入し、ドリップトレイを検出器に固定します。

#### 図 B-4:取り付けられた A および C シリーズのドリップトレイ

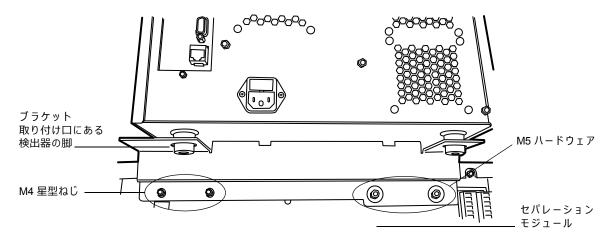


9. エルボーフィッテイングをドリップトレイの右端に取り付けます。

#### 検出器固定ブラケットおよび検出器を設置する方法:

1. セパレーションモジュールの電源を切って、カラムモジュールケーブルをセパレーションモジュールの背面パネルから切り離します。本手順の残りで言及している位置については、以下の図を参照してください。

## 図 B-5: セパレーションモジュールの背面に取り付けた検出器固定ブラケット



- 2. 背面パネルのカラムモジュールコネクターの丁度上に位置する最も左の M4 星型ねじを取り外します。
- 3. 固定ブラケットに付属しているハードウェアを使用して、ブラケットをセパレーションモジュールの背面パネルの上部に固定します。
  - a. セパレーションモジュールの左側で、2 本の M4 星型ねじを締めます。
  - b. セパレーションモジュールの右側で、2 個の平ワッシャーを M5 ナットで締めます。
- 4. 検出器を検出器固定ブラケットに取り付けます。検出器の下部にある背面の脚が、検出器 固定ブラケットのいずれかの端のタブにある大きな取り付け口に装着されていることを確認します。

#### ドリップトレイまたは検出器廃液チューブをセパレーションモジュールに配管する方法:

1. ドリップトレイが取り付けられている検出器(2424、2489、2998 のみ)で、キットに含まれている蛇腹チューブの一端を、ドリップトレイの右側のエルボーフィッティングに接続します。

ドリップトレイが付いていない検出器では、蛇腹チューブの一端を、検出器の下側の前面 左側にあるドレインフィッティングに接続します。

2. 下図に示すように、チューブの端がシリンジの下の小さなドリップトレイの真上にくるように、チューブをシリンジコンパートメントのクリップまで配管して固定します。

**注:**溶媒を排出するときにトラップを引き起こす上向きの曲がりがないように、チューブをクリップでしっかりと引っ張ります。

図 B-6:A および C シリーズの検出器の廃液の配管 - ドリップトレイなし

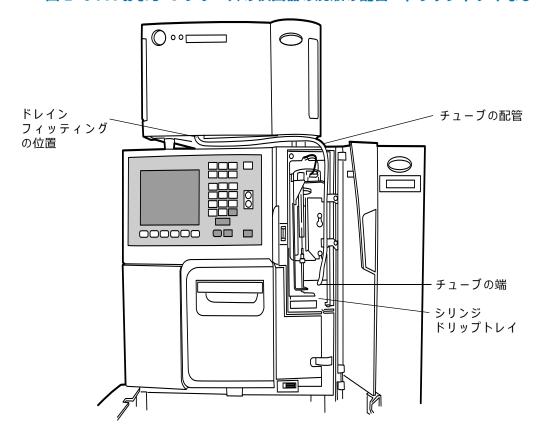
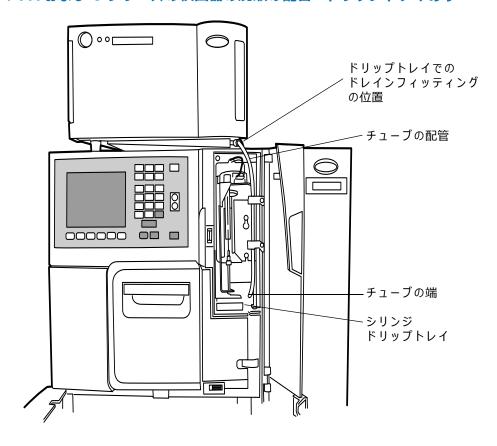


図 B-7: A および C シリーズの検出器の廃液の配管 - ドリップトレイあり



# B.2.3 溶媒供給チューブの配管

セパレーションモジュールから溶媒リザーバーへのチューブは、シリンジコンパートメント近くの、セパレーションモジュールの前面にコイル状で置かれています。溶媒チューブの一端はインライン真空デガッサーに接続され(出荷時)、グラジエントプロポーショニングバルブ (GPV) に接続されます。

各チューブには、文字(各溶媒リザーバーに対応)と色分けされたラベルが付いています。

表 B-2:溶媒供給チューブの識別

溶媒ラインのラベル	溶媒ラインの色
Α	黄色
В	青色
С	赤色
D	緑色

#### 溶媒ラインの配管方法:

- 1. シリンジコンパートメント近くのセパレーションモジュールの前面にコイル状に保管されている溶媒ラインを伸ばします。
- 2. 各溶媒ラインからフィルターを取り外し、各溶媒ラインの接続されていない端をリザー バーのキャップ(スタートアップキット)に差し込みます。

- 3. 各溶媒ラインの端にフィルターを再度取り付けます。
- 4. 各リザーバーキャップを対応するリザーバーに取り付けます。

**必要条件:**溶媒ラインをかならずリザーバー下部まで伸ばしてください。

## B.2.4 廃液ラインの接続

スピル(こぼれ)トレイと結露廃液について廃液ラインを接続する必要があります。

装置内外にある廃液ラインをすべて正しく接続し、障害物や曲げにより流れが妨げられていないことを確認します。装置の前面から出る2本のメイン廃液ラインは、ベンチ上面に水平に配置し、上方に向かないようにする必要があります。これらの廃液ラインの出口を、すべての溶媒リザーバーの合計以上の容量を持つ適切な廃液容器に入れる必要があります。廃液容器は、装置よりも低い位置に置く必要があります。装置を移動したり、装置のメンテナンスを実行した後は、かならず廃液ラインを確認してください。



**注意:**これらの廃液ラインを適切に接続しないと、溶媒の漏れが発生したときにベンチや近くの装置が損傷するおそれがあります。

#### B.2.4.1 スピルトレイの廃液ライン

スピルトレイの廃液口は、セパレーションモジュールの前面パネルの下、溶媒コンディショニングトレイのアクセスドアの下にあります。

#### スピルトレイの廃液ラインの配管方法:

- 1. 内径 1/4 インチのチューブ(スタートアップキット)を、スピルトレイの廃液口からベンチ正面に届く長さに切り取ります。
- 2. ステップ 1 で切り取ったチューブの一端を、スピルトレイの廃液口に接続します。
- 3. チューブの他端に 90° エルボー(スタートアップキット)を取り付けます。
- 4. 内径 1/4 インチのチューブを、エルボーフィッティングから廃液リザーバーに届く長さに切り取ります。
- 5. ステップ 4 で切り取ったチューブをエルボーと廃液リザーバーに接続します。

#### B.2.4.2 結露廃液ライン

サンプルコンパートメントの結露廃液口も、セパレーションモジュールの前面パネルの下、スピルトレイの廃液口の右側にあります。サンプルヒーター/クーラーからの結露に加えて、結露廃液には壊れたサンプルバイアルからのこぼれが含まれる場合があります。

#### 結露廃液ラインの配管方法:

- 1. 内径 1/4 インチのチューブ(スタートアップキット)を、結露廃液口からベンチ正面に届く長さに切り取ります。
- 2. ステップ 1 で切り取ったチューブの一端を、結露廃液口に接続します。
- 3. チューブの他端に 90°エルボー(スタートアップキット)を取り付けます。

- 4. 内径 1/4 インチのチューブを、エルボーフィッティングから廃液リザーバーに届く長さに切り取ります。
- 5. ステップ 4 で切り取ったチューブをエルボーと廃液リザーバーに接続します。

# B.2.5 ニードル洗浄液とプランジャーシール洗浄液のリザーバーの取り 付け

ニードル洗浄液とプランジャーシール洗浄液のリザーバー用のチューブは、シリンジコンパートメントから出ています。各洗浄ラインは、ラベルが付いているか、色分けされています。次の表に、各ラインの色とサイズを示します。プランジャシール洗浄液のインレットラインには「Pump Wash In」のラベルがあり、一端にディフューザーが接続されています。



**注意:**セパレーションモジュールの損傷を防ぐため、使用する移動相と混和性のあるニードル洗浄液、およびプランジャーシール洗浄液を使用してください。

プランジャーシール洗浄とニードル洗浄には、別の液体と容器を使用してください。これらの液体の機能は異なるので、両方の用途に 1 種類の液体を使用すると、ニードル洗浄とプランジャーシール洗浄のいずれかの効果が低下するおそれがあります。

#### 表 B-3: ニードル洗浄液とプランジャーシール洗浄液のラインの色コード

洗浄ライン	色コード	内径(インチ)
ニードル洗浄インレット	白色/透明 (「Needle Wash」とラベル表示)	1/16
ニードル洗浄アウトレット	黄色または透明	1/16
サンプルループ廃液	透明	1/16
プランジャーシール洗浄 インレット	透明 (「Pump Wash In」とラベル表示)	1/8
プランジャーシール洗浄 廃液	透明	1/8

#### ニードル洗浄液とプランジャーシール洗浄液のリザーバーの取り付け方法:

- ニードル洗浄液リザーバーとプランジャーシール洗浄液リザーバーを、セパレーションモジュールの上にあるドリップトレイに置きます。
- 2. ニードル洗浄インレットライン(透明ライン、「Needle Wash」と白色ラベル表示)からディフューザーを取り外し、ラインをリザーバーキャップに通し、ディフューザーをラインの端に再び取り付け、キャップをニードル洗浄液リザーバーに取り付けます。
- 3. ニードル洗浄アウトレットライン(黄色または透明)とサンプルループ廃液ライン(透明) を適切な廃液容器に入れます。
- 4. プランジャーシール洗浄インレットライン(透明、「Pump Wash In」とラベル表示)から ディフューザーを取り外し、ラインをリザーバーキャップに通し、ディフューザーをライン の端に再び取り付け、キャップをプランジャーシール洗浄液リザーバーに取り付けます。
- 5. プランジャーシール洗浄の廃液ライン(透明)を適切な廃液容器に入れます。

## B.2.6 カラムの接続

カラムインレットに接続するサンプルマネージメントシステムのステンレススチールアウトレットチューブは、スタートアップキットに含まれています。このチューブは、装置の右側パネルを通るインジェクターアウトレットチューブに接続します。

セパレーションモジュールをカラム切り替えバルブに接続する場合は、アウトレットチューブをカラム切り替えバルブのインレットに接続します。セパレーションモジュールを外部オートサンプラーに接続して、Operate Gradient by Event In 動作モードの動作を設定する場合は、アウトレットチューブをオートサンプラーのインレットに接続します。

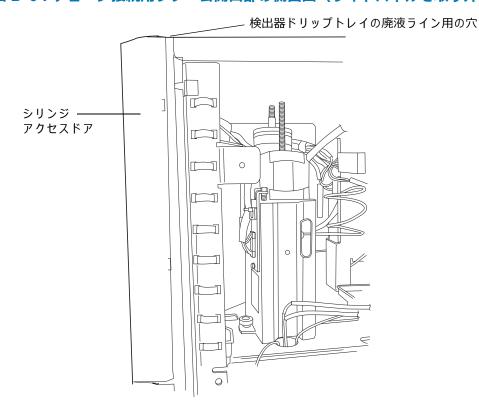
#### カラムの接続方法:

- 1. アウトレットチューブを右のサイドパネルの中央にある開口部に通します。
- 2. アウトレットチューブをカラムのインレットに接続し、フィッティングを固定します。

スタートアップキットには、2組のカラムクリップと M4´10 のねじがあります。フロントパネルのシリンジドアの後ろのコンパートメント内に、短いクリップを使用して、最大外径 7.9 mm で長さ 15 cm のカラムを取り付けることができます。長いカラムを使用するには、長いカラムクリップを、セパレーションモジュールの側面のスロットから突き出るように取り付けます(205ページの図「チューブ接続用フレーム開口部の側面図(サイドパネルを取り外した状態)」を参照してください)。

オプションのカラムヒーター(またはカラムヒーター/クーラー)を取り付けた場合は、220ページの図「カラムヒーターおよびカラムヒーター/クーラーの取り付け」を参照して、カラムヒーター(またはカラムヒーター/クーラー)にアウトレットチューブを接続します。

#### 図 B-8:チューブ接続用フレーム開口部の側面図(サイドパネルを取り外した状態)



## B.2.7 カラム選択バルブの接続

次のオプションのカラム選択バルブは、複数のカラム間で流路を切り替えます。

- 3カラム選択バルブ
- 6カラム選択バルブ
- ・ 2カラム再生バルブ

## B.2.7.1 2 カラム選択バルブ

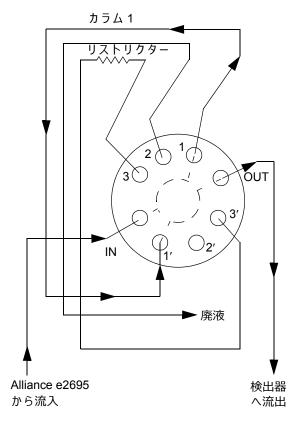
2 カラム (6 ポート、2 ポジション) 選択バルブはスタンドアローン用オプションであり、現場取り付け用に注文できます。

## B.2.7.2 3 カラム選択バルブ

3 カラム選択バルブ(8 ポート、3 ポジション)は、出荷時に次のようにあらかじめ設定されています。

- ポート 1 カラムに接続(2.1 mm×50 mm のカラムが付属)
- ポート2-廃液に接続
- ・ ポート3-リストリクターを経由して検出器に接続

## 図 B-9:3 カラム選択バルブの構成(出荷時)



3 カラム選択バルブの取り付けは、カラムヒーターまたはカラムヒーター/クーラーの取り付け後に行います。(220 ページの「カラムヒーターおよびカラムヒーター/クーラーの取り付け」を参照してください。)

#### 必要な器材

5/16 インチのスパナ

#### 3カラム選択バルブをサンプルマネージメントシステムの流路に接続する方法:

- 1. 5/16 インチのレンチを使用して、赤色のライン(e2695 インジェクターから)をカラム選択バルブの IN ポートに接続します。
- 2. 3 カラム選択バルブに付属のチューブとフィッティングを使用して、カラム選択バルブの OUT ポートを検出器のインレットに接続します。
- 3. カラムヒーターまたはカラムヒーター/クーラーの内側にあるステンレス製ユニオンを外して、代わりにカラムを取り付けます。

**ヒント:** カラムは、バルブに付属のものも、異なるものも使用できます。

4. カラム選択バルブのポート 2 からの廃液ライン(配管済み)を、カラムヒーターまたはカラムヒーター / クーラーの下部の穴を通して、適切な廃液リザーバーに入れます。

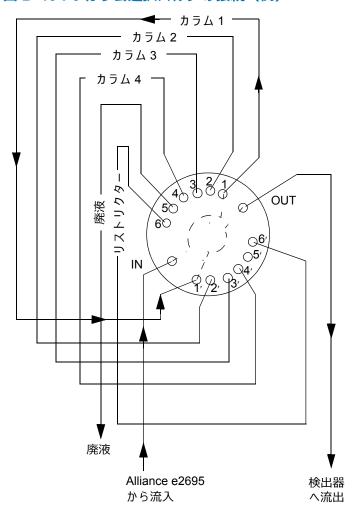
アプリケーションに合わせて、3 カラム選択バルブを再設定します。

#### B.2.7.3 6 カラム選択バルブ

6 カラム選択バルブは別に、巻いた 0.010 インチの PEEK チューブ、内径 0.0025 インチのリストリクターチューブ、および SealTight フィッティング付きで出荷されます。アプリケーションに合わせて接続します。 $(208\ ページの図 [6\ カラム選択バルブの接続(例)]$ を参照してください。)

**ヒント:**3 カラム選択バルブと同様に、6 つのカラム位置のいずれも、リストリクター用または 廃液用に使用できます。(206 ページの図「3 カラム選択バルブの構成(出荷時)」を参照してく ださい。)

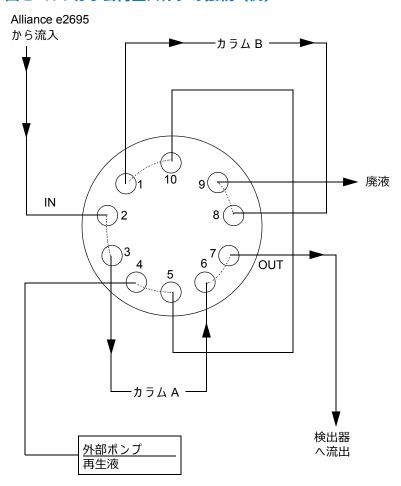
# 図 B-10:6 カラム選択バルブの接続(例)



#### B.2.7.4 2 カラム再生バルブ

2 カラム再生バルブは別に、巻いた 0.010 インチの PEEK チューブ、内径 0.0025 インチのリストリクターチューブ、および SealTight フィッティング付きで出荷されます。アプリケーションに合わせて接続します。(209 ページの図「カラム再生バルブの接続(例)」を参照してください。)詳細については、Waters テクニカルサービスにお問い合わせください。

#### 図 B-11:カラム再生バルブの接続(例)



# B.2.8 検出器の接続

以下で検出器を Alliance HPLC システムに接続する一般的な手順を説明します。特定の検出器の接続方法の詳細については、検出器のマニュアルを参照してください。

#### 検出器の接続方法:

- 1. カラムのアウトレットを検出器のインレットに接続します。
- 2. 検出器のアウトレットから廃液ラインを適切な廃液容器に接続します。

**ヒント:**漏れた液による損傷を防止するために、検出器のチューブ接続の下にドリップトレイを設置してください。ドリップトレイの設置に関しては、196 ページの「B シリーズドリップトレイの取り付け」と198 ページの「A および C シリーズのドリップトレイおよび固定ブラケットの取り付け」を参照してください。

# B.3 シグナル接続

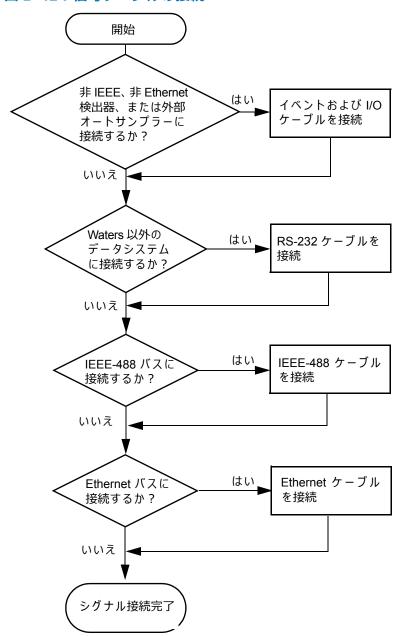
セパレーションモジュールの背面パネルには、外部デバイスと共に動作するための接続端子と通信ポートがあります。(195 ページの図「セパレーションモジュールの背面パネル」を参照してください。)

セパレーションモジュールに必要なシグナル接続は、次の検討事項によって異なります。

- セパレーションモジュール用に選択する動作モード(System Controller、No Interaction、または Remote Control のいずれかのモード)
- HPLC システムを構成する装置の種類

このセクションでは、セパレーションモジュールの背面パネルにある端子、RS-232 コネクター、IEEE-488 バスコネクター、および Ethernet インターフェースから行える入出力 (I/O) およびデジタルシグナル接続について説明します。

#### 図 B-12: 信号ケーブルの接続



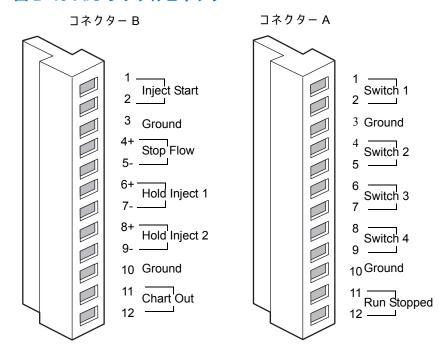
## B.3.1 I/O シグナルの接続

背面パネルには、I/O シグナル用ねじ止め端子を持つ取り外し可能なコネクターが 2 つ付いています。これらのコネクターはシグナルケーブルが一方向にしか挿入されないようになっています。



注意:他のコンポーネントの損傷を防ぐために、A と B のコネクターの突起を 取り外さないでください。これらの突起により、A コネクターは右側のスロット、B コネクターは左側のスロット(背面パネルに向かって)にだけはめることができます。

#### 図 B-13: I/O シグナルコネクター



#### B.3.1.1 I/O シグナル

次の表に、セパレーションモジュールの I/O ネクターから送信されるシグナルを示します。各シグナルの電気仕様の詳細については、付録 C を参照してください。

表 B-4: I/O シグナル

シグナル	説明
Inject start	注入が開始されたことを示す出力(接点リレー)です。
(注入開始)	一対の配線を2つの注入開始端子に接続します。
Stop flow	他の LC コンポーネントがセパレーションモジュールからの溶媒の送液を停止できる入力です。[Configuration](設定)画面の [Events In] (イベント入力) スクリーンキーを使用して、送液停止のシグナル条件を指定することができます。
(送液停止)	正の入力ワイヤーを「Stop Flow +」端子、負の入力ワイヤーを「Stop Flow -」端子に接続します。

## 表 B-4: I/O シグナル (続き)

シグナル	説明
Hold inject 1 および 2(注入ホールド 1 および 2)	他の LC コンポーネントに注入を遅らせることを可能にする入力(例:Operate Gradient by Event In モードで使用する外部オートサンプラー、またはフラクションコレクター)。セパレーションモジュールに注入を行わせないようにシグナル条件を指定することができます([Configuration](設定)画面の [Events In](イベント入力)スクリーンキーを使用)。正の入力ワイヤーを該当の「Hold Inject +」端子に、また負の入力ワイヤーを該当する「Hold Inject -」端子に接続します。
Chart out (チャート出力)	アナログシグナル (現在のセパレーションメソッドまたはデフォルトのセパレーションメソッドで指定)を、インテグレーターやストリップチャートレコーダーなどの装置に出力します。(107ページの「I/O パラメーター値の設定」を参照してください。)チャート出力シグナルとして、次のシグナルのいずれかを指定できます。 ・ 流量 ・ システム圧力 ・ サンプルループ圧力 ・ プライマリーヘッド圧力 ・ 組成(%A、%B、%C、%D) ・ サンプル温度 ・ カラム温度 ・ デガッサー真空度 次の表に、これらの各パラメーターの出力シグナルの条件を示します。
Switch 1 $\sim$ Switch 4 ( $\chi$	214 ページの「イベントスイッチ」を参照してください。
Run stopped (分析停止)	エラー状態あるいはオペレーターの要求(例:Stop Flow ボタンを押す)に 応じてセパレーションモジュールが動作を停止したことを示す出力です。

次の表に、チャート出力シグナルのパラメーター電圧を示します。

## 表 B-5:チャート出力シグナルの状態

シグナル	パラメーター設定値 0 V (最小値)	パラメーター設定値 2000 V(最大値)
流量	0.000 mL/分	10.000 mL/分
システムループ圧力	-344.7 kPa (-3.45 bar、-50 psi)	37920 kPa (380 bar、5500 psi)
サンプルループ圧力	-0.69 kPa (-0.007 bar、-0.1 psi)	3454.3 kPa (34.5 bar、501 psi)
プライマリーヘッド圧力	-344.7 kPa (-3.45 bar、-50 psi)	34473.8 kPa
		(344.7 bar, 5000 <sup>a</sup> psi)
組成比	0.0%	100.0%
サンプル温度	4 °C	40 °C
カラム温度	20 °C	60 °C
デガッサー真空度 (絶対値)	0.0 psi	68.9 kPa (0.7 bar、10.0 psi)

a. 圧力のチャート出力シグナルは 5500 psi にスケール(および表示)されますが、セパレーションモジュールの最大動作圧力は 34473.8 kPa (344.7 bar、5000 psi) です。

#### B.3.1.2 イベントスイッチ

コネクターAのスイッチ1~4は、カラム選択バルブ、フラクションコネクター、または同様な外部デバイスを制御する接点リレースイッチとして動作できます。スイッチ端子の各ペア(例:スイッチ1の2つの端子)が外部デバイスと接続します。スイッチは、次の2つの方法で操作できます。

- [Status] (ステータス) 画面から手動操作
- [I/O] 画面の時間テーブルを使用するセパレーションメソッドから自動操作

自動分析でスイッチを使用する方法については、107 ページの「I/O パラメーター値の設定」を参照してください。

次の表に、イベントスイッチの各位置の機能を示します。

#### 表 B-6:イベントスイッチの位置と機能

位置	機能
On(オン)	スイッチを閉じる
Off (オフ)	スイッチを開く
Toggle (トグル)	スイッチの現在の状態を変更する
Pulse (パルス)	ユーザーが指定した時間の間スイッチを閉じる/開く
No change(変更なし)	スイッチを現在の状態のままにする

## B.3.2 デジタルシグナル接続

背面パネルには、デジタルシグナル通信用の RS-232 インターフェースコネクター 1 個、IEEE-488 インターフェースコネクター 1 個、および Ethernet コネクター 1 個があります。(195 ページの図「セパレーションモジュールの背面パネル」を参照してください。)

#### B.3.2.1 RS-232 の接続

セパレーションモジュールには、RS-232 ポート通信用の DB-9 コネクターがあります。(195 ページの図「セパレーションモジュールの背面パネル」を参照してください。)RS-232 ポートは、バイナリーと ASCII の両方の通信をサポートします。

Waters 以外のデータシステムでセパレーションモジュールをリモート制御する場合は、RS-232を介して接続します。この通信を有効にするには、データシステムの要件に合わせて、[Configuration](設定)画面から [Controlled via RS232 (ASCII)](RS232 (ASCII) による制御)または [Controlled via RS232 (Binary)](RS232(バイナリー)による制御)を選択します。 [Configuration](設定)画面の詳細については、47ページの「設定パラメーターの設定」を参照してください。

または、セパレーションモジュールが System Controller モードのときに、RS-232 ポートを使用して、外部デバイス(例: Waters 746 データモジュール、シリアルプリンター)にデータを送信できます。このインターフェースから、次の 2 種類のデータを送信できます。

- 印刷データ [Print] (印刷) スクリーンキーを押した場合
- レポートデーターレポートの生成時

次の表に、[Configuration](設定)画面で選択できる RS-232 出力データのパラメーター値を示します。[Configuration](設定)画面の詳細については、47 ページの「設定パラメーターの設定」を参照してください。

#### 表 B-7: [Configuration] (設定) 画面に表示される RS-232 出力パラメーター

パラメーター	値
Device(デバイス)	なし、746 Integrator(インテグレーター)、 Serial Printer(シリアルプリンター)、 BCD output(2 進化十進コード出力)
Baud rate(ボーレート)	1200、2400、9600

#### B.3.2.2 IEEE-488 接続

セパレーションモジュールを次の IEEE-488 デバイスに接続するには、IEEE-488 インターフェースコネクターを使用します。(195 ページの図「セパレーションモジュールの背面パネル」を参照してください。)

- Waters 2487、486、2414、2410、410 検出器
- Empower ソフトウェアシステムの BusLAC/E カード、ネットワーク LAC/E モジュール、または LAC/E32 取り込みサーバー(Empower ソフトウェア)
- MassLynx コンピューターの汎用装置ボード

#### 必要条件:

- 通信に Ethernet ポートを使用しているときに、同時にセパレーションモジュールの IEEE-488 インターフェースは使用できません。
- リモートコントロールで、セパレーションモジュールが次のいずれかの構成の場合は、 IEEE-488 通信についてだけセパレーションモジュールを構成できます。
  - セパレーションモジュールと検出器が IEEE-488 でデータシステムと通信する場合。
  - セパレーションモジュールとデータシステムが IEEE-488 で通信し、Ethernet でだけデータシステムと通信できる 1 台以上の検出器(例、Waters 2998、2489、2475、2424、e-SAT/IN モジュール接続、または 3100 MS 検出器) が含まれている場合。32 ページの「サポートされている IEEE-488 と Ethernet の構成」を参照してください。)

セパレーションモジュールの IEEE-488 コネクターには、標準の IEEE-488 ケーブルを接続できます。



コンポーネントの損傷を防ぐため、IEEE-488 バスに接続するすべての装置の電源をオフにしてから、IEEE-488ケーブルを装置に接続してください。

セパレーションモジュールがシステムコントローラーとして動作する典型的な HPLC システムでのシグナル接続(IEEE-488 および RS-232)については、30 ページの図「HPLC システムのデジタルシグナル制御」を参照してください。Empower ソフトウェア制御でセパレーションモジュールが動作する場合に使用するシグナル接続については、32 ページの「Empower による制御」を参照してください。

#### B.3.2.3 IEEE-488 のアドレスの設定

[Configuration] (設定) 画面から、セパレーションモジュールの IEEE-488 アドレスの表示と変更ができます。(52 ページの「操作モードの設定」を参照してください。)

#### B.3.2.4 Ethernet 接続

セパレーションモジュールには、Ethernet ポート通信用の RJ-45 コネクターがあります。(195 ページの図「セパレーションモジュールの背面パネル」を参照してください。)Ethernet ポート、10/100 Base-T インターフェースが、リモートコントロール用に構成されたセパレーションモジュールと共に使用されます。これは、Empower 2 がセパレーションモジュールの動作をコントロールする場合です。セパレーションモジュールと Empower クロマトグラフィーデータシステムを含む典型的な HPLC システムでのシグナル接続については、32 ページの図「Empower 3 ソフトウェアで制御される典型的な e2695 セパレーションモジュールの HPLC システム」を参照してください。

#### 必要条件:

- 通信に IEEE-488 インターフェースを使用しているときに、同時にセパレーションモジュールの Ethernet ポートは使用できません。
- リモートコントロールで、セパレーションモジュールを Ethernet 通信用に構成できるのは、セパレーションモジュールと検出器の両方が Ethernet でデータシステムと通信する構成の場合だけです。(32ページの「サポートされている IEEE-488 と Ethernet の構成」を参照してください。)

**ヒント:** HPLC の Ethernet 接続に便利な Ethernet スイッチ通信キット (700004123) を Waters からご注文いただけます。このキットには、8 ポートの Ethernet スイッチ、ケーブル、およびセパレーションモジュールまたは 1500 シリーズ HPLC ポンプの背面にスイッチを取り付けるためのマウント用ブラケットが含まれています。Ethernet の詳細については、*Waters Ethernet Instrument Getting Started Guide*(『Waters Ethernet 装置入門ガイド』)(71500074403)を参照してください。

IEEE-488 のコントロールと同様に、Waters 2489、2998、2414、2424 検出器など、Ethernet コントロールの Waters の装置のトリガーは Ethernet ケーブルを経由して発生するので、外部 I/O ケーブルは不要です。

**例外:** Waters 2475 蛍光検出器 V2.01 は、Ethernet コントロール下で外部 I/O トリガーケーブルが必要です。

#### B.3.2.5 Ethernet ポートの設定

[Configuration] (設定) 画面で、セパレーションモジュールに対して [Auto/Ethernet] を選択します。Ethernet ポートの設定方法については、52 ページの「操作モードの設定」を参照してください。

# B.4 ハードウェアオプションの追加

アプリケーションに合わせて、セパレーションモジュールに以下のオプションを取り付けることができます。

- 大型サンプルループ
- カラムヒーター
- カラムヒーター/クーラー
- 大型または小型のシリンジ
- カラム選択バルブ

## B.4.1 オプションのサンプルループの取り付け

100  $\mu$ L を超えるサンプル容量を注入するには、オプションのサンプルループを取り付けます。このためには、次の作業を行う必要があります。

- 右のサイドパネルを取り外します。
- サンプルループを取り付けます。
- 右のサイドパネルを取り付けます。

#### 必要な器材

- プラスドライバー、#2
- 5/16 インチレンチ、2 個
- モンキーレンチ
- サンプルループオプションキット
- ユニオン (WAT097334)

#### サイドパネルを取り外す方法:

注: この手順はカラムヒーターがない、またはカラムヒーター / クーラーオプションが設置されていないセパレーションモジュールにのみ、適用されます。カラムヒーターまたはカラムヒーター / クーラーオプションが設置されている場合、セパレーションモジュールのサイドパネルを取り外す方法については、139 ページを参照してくたさい。

- 1. セパレーションモジュールの電源をオフにして、コンセントから電源コードを外します。
- 2. セパレーションモジュールの右のサイドパネルを固定している2本のねじを外します。
- 3. サイドパネルを後方にスライドして、背面パネルの支柱から外します。



移動するサンプルカローセルに指を挟まないために、サンプルコンパートメント ▲の側面にあるカバープレートを取り外さないでください。

#### 出荷時に取り付け済みの 100 µL ループにサンプルループを追加する方法:

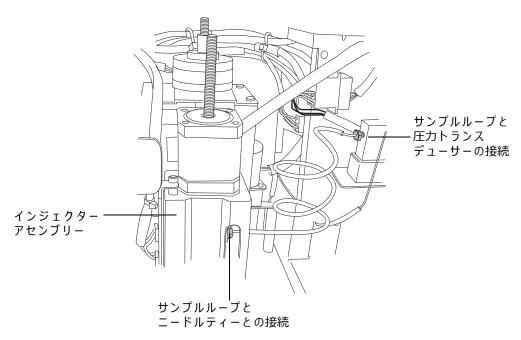
- 1. 5/16 インチのレンチを使用して、圧力トランスデューサーからサンプルループを取り外します。(219 ページの図「サンプルループの取り外し」を参照してください。)
- 2. 取り外したサンプルループにユニオンを取り付けます。
- 3. ユニオンの未接続側に新しいサンプルループを接続します。
- 4. 新しいサンプルループの未接続側を圧力トランスデューサーに接続します。
- 5. レンチで接続部を締めます。
- 6. 電源ケーブルを接続し、セパレーションモジュールの電源をオンにします。
- 7. [Configuration] (設定) 画面で、新しいサンプルループの容量を入力します。(47 ページの「セパレーションモジュールの設定方法」を参照してください。)
- 8. パージと圧力チェックを行い、漏れがないことを確認します。(パージの手順については、60ページの「システムのパージ」を参照してください。)

#### B.4.1.1 サンプルループの取り付け方法:

- 1. 5/16 インチのレンチを使用して、圧力トランスデューサー、およびインジェクターアセンブリーのニードルティーからサンプルループを取り外します。(219 ページの図「サンプルループの取り外し」を参照してください。)
- 2. サンプルループの一端をニードルティーに接続します。
- 3. 新しいサンプルループの未接続側を圧力トランスデューサーに接続します。
- 4. レンチで接続部を締めます。
- 5. 電源ケーブルを接続し、セパレーションモジュールの電源をオンにします。
- 6. [Configuration] (設定) 画面で、新しいサンプルループの容量を入力します。(47 ページの「セパレーションモジュールの設定方法」を参照してください。)

7. パージと圧力チェックを行い、漏れがないことを確認します。 (パージの手順については、60ページの「システムのパージ」を参照してください。)

#### 図 B-14: サンプルループの取り外し



#### B.4.1.2 右のサイドパネルの再取り付け

この手順は、カラムヒーターまたはカラムヒーター/クーラーオプションがないセパレーションモジュールにのみ適用されます。カラムヒーターまたはカラムヒーター/クーラーオプションがインストールされている場合は、セパレーションモジュールのサイドパネルを再度取り付ける方法について、139 ページを参照してくたさい。

#### パネルを取り付ける方法:

- 1. 背面パネルの支柱にサイドパネルを載せます。
- 2. サイドパネルを前方にスライドして、アウトレットチューブとサイドパネルのスロットの位置を合わせます。
- 3. サイドパネルのねじを留めます。
- 4. セパレーションモジュールの電源コードをコンセントに差し込み、電源をオンにします。

## B.4.2 カラムヒーターおよびカラムヒーター /クーラーの取り付け

カラムヒーターまたはカラムヒーター/ クーラーは、右のサイドパネルにねじ 3 本で固定されています。セパレーションモジュール背面のコネクターが、カラムヒーターまたはカラムヒーター/クーラーに電源とシグナルを接続しています。Waters Alliance シリーズのカラムヒーターおよびカラムヒーター/クーラー装置の取り付け、操作、メンテナンス、および基本的なトラブルシューティングの手順の説明については、*Waters Alliance Series Column Heater and Column Heater/Cooler Operator's Guide*(『Waters Alliance シリーズカラムヒーターおよびカラムヒーター/ クーラーオペレーターズガイド』)を参照してください。

## B.4.3 シリンジの取り付け

シリンジの取り付け手順については、142ページの「シリンジの交換」を参照してください。

# C 仕様

ここに記載されている仕様は、それぞれの試験室での条件によります。仕様についての詳細情報は、 $Alliance\ e2695\ Separations\ Module\ Site\ Preparation\ Guide(『Alliance\ e2695\ セパレーションモジュールの設置環境ガイド』)を参照するか、Waters テクニカルサービスにお問い合わせください。$ 

# C.1 物理的仕様

以下の表は、Alliance e2695 セパレーションモジュールの物理的仕様の一覧です。

#### 表 C-1:物理的仕様

属性	仕様
高さ	57.1 cm(22.5 インチ)
奥行き	57.1 cm(22.5 インチ) オプションのサンプルヒーター /ク-ラ-付きの場合、 64.8 cm(25.5 インチ)
幅	45.7 cm(18 インチ) オプションのカラムヒーターまたはカラムヒーター /クーラー付きの 場合、58.4 cm(23.0 インチ)
重量	48.5 kg(107 ポンド) オプションのサンプルヒーター /クーラーとカラムヒーター(または ヒーター /クーラー)モジュール付きの場合、62.1 kg(137 ポンド)
接水部の材質	316 ステンレス、ルビー、サファイア、MP35N、PEEK、PPS、 UHMWPE、Tefzel (ETFE)、Teflon®(FEP および PTFE)、Teflon AF、 Fluoroloy G、Fluoroloy-08R

# C.2 環境仕様

以下の表は、Alliance e2695 セパレーションモジュールの環境仕様の一覧です。

#### 表 C-2:使用環境仕様

属性	仕様
動作時の温度	4 $\sim$ 40 °C (39 $\sim$ 104 °F)
相対湿度	20 ~ 80%、結露なし
音響ノイズ	< 65 dB(A)
溶媒の適合性(付録 D を参照)	使用している材料と化学反応を起こさない溶媒。塩やバッファーはシールの寿命を短くするおそれがあります(特に3000 psi を超える圧力の場合)。

# C.3 電気的仕様

以下の表は、Alliance e2695 セパレーションモジュールの電気的仕様の一覧です。

#### 表 C-3:電気的仕様

属性	仕様
電源の要件	950 VA (最大)
線間電圧	100 ∼ 240 Vac
頻度	$50\sim 60~\mathrm{Hz}$
時間制御またはユー ザー制御のスイッチ 接点 S1 ~ S4	制御接点 4 つ (接点あたり端子 2 つ) 最大許容電流: 0.5 A (接点あたり) 最大許容電圧: 30 Vdc 接触抵抗: 0.2 オーム 出力は、I/O イベントテーブル、または直接前面パネルから制御できます。 前面パネルと I/O イベントテーブルから、次の 2 つのモードが使用できます。 On = 接点閉、Off = 接点開 その他のモードは、I/O イベントテーブルから使用できます。 Pulse: プログラムした期間に接点を 1 回閉 Toggle: 現在の状態を変更
送液停止(入力)	2 つの端子(+、-)で、他の LC 装置から即座に送液を停止できます。 送液を停止するシグナル(High または Low)はユーザーが選択可能。 入力電圧範囲: ±30 Vdc ロジック High = > 3.0 Vdc ±10%、ロジック Low = < 1.9 Vdc ±10% 最小パルス幅= 10 ミリ秒

#### 表 C-3:電気的仕様(続き)

属性	仕様
注入ホールド(入力) チャート出力	2つの端子(+、-)で、他のLCデバイスからの注入を遅延できます。 論理演算子で、入力1つまたは2つで注入を遅延するかを選択します。 入力電圧範囲:±30 Vdc ロジック High = > 3.0 Vdc ±10%、ロジック Low = < 1.9 Vdc ±10% 最小パルス幅=10ミリ秒 2つの端子(+、-)でユーザー選択可能な次の出力を記録できます。 ・ プログラム済みの流量 ・ サンプルループ圧力 ・ システム圧力 ・ プライマリーヘッド圧力 ・ プログラム済みの組成(%A、%B、%C、%D) ・ サンプル温度
分析停止	<ul> <li>カラム温度</li> <li>デガッサー真空度</li> <li>接点閉で次の状態を示します。</li> <li>サンプルセットの中断</li> <li>現在の機能の中断</li> <li>最大許容電流: 0.5 A</li> <li>最大許容電圧: 30 Vdc</li> <li>接触抵抗: 0.2 オーム</li> </ul>
注入開始	注入時に 1 秒間接点が閉じます(端子 1 と 2) 最大許容電流: 0.5 A 最大許容電圧: 30 Vdc 接触抵抗: 0.2 オーム
接地用端子	シグナル GND と接続され、出力の基準値として使用されます。

# C.4 ソルベントマネージメントシステム

以下の表は、Alliance e2695 セパレーションモジュールのソルベントマネージメント仕様の一覧です。

表 C-4: ソルベントマネージメントシステムの仕様 - e2695 XE 構成

属性	仕様
溶媒の数	1 ~ 4
溶媒のコンディショニング	真空脱気、4 つのチャンバー チャンバーあたりの内部容量 ≈ < 500 uL
プログラム可能な流量範囲	0.000 および 0.010 ~ 10.000 mL/分 0.001 mL/分単位で設定可能
代表的な動作流量範囲	0.050 ~ 5.000 mL/分、0.001 mL/分単位で設定可能
圧縮率補正	自動および連続
有効なシステムディレイボ リューム	< 650 µL、1 mL/分で背圧に依存しない
プランジャーシール洗浄	内蔵、有効、プログラム可能
グラジエントのプロファイル	以下を含む 11 のグラジエント曲線: <ul><li>直線</li><li>ステップ(2 曲線)</li><li>凹曲線(4 曲線)</li><li>凸曲線(4 曲線)</li></ul>
ドライプライム/ウェットプライム	
流量増加	最大流量に達する時間(0.01 ~ 30.00 分、0.01 分単位)
最大動作圧力	345 bar (5000 psi)(0.010 ~ 3.000 mL/分) 上下限プログラム可能 > 3.000 mL/分で圧力低下
圧力の変動	≤ 2.5%(1 mL/分、脱気したメタノール、背圧 1700 psi)
組成範囲	0.0 ~ 100.0%、0.1% 単位で設定可能
混合正確度	± 0.5% 絶対量、背圧に依存しない (プロポーショニングバルブペアのテスト(脱気したメタ ノールまたはメタノール/プロピルパラベン、2 mL/分、 254 nm))
組成精度	≤0.15% RSD または ≤0.02 分 SD、どちらか大きい方の値 (保持時間に基づく) (脱気済みのメタノール/水、60:40 のダイアル A ミックス、 1 mL/分、6 回繰り返し、フェノン混合液、254 nm)
流量精度	≤ 0.075% RSD または ≤ 0.02 分 SD、保持時間に基づく (N = 6)、または容量測定(0.200~5.000 mL/分)に基づく、アイソクラティック予混合液
流量正確度	±1% または 10 μL/分のいずれか大きい方。 (0.200~5.000 mL/分)、脱気済みメタノール、背圧 600 psi

# **C.5** サンプルマネージメントシステムの仕様

次の表は、Alliance e2695 セパレーションモジュールのサンプルマネージメント仕様の一覧です。

#### 表 C-5:サンプルマネージメントシステムの仕様

品目	仕様
サンプルバイアル数	120 個、5 個の各カローセルにバイアル 24 個
サンプルの注入回数	サンプルバイアルあたり注入回数 1 ~ 99
サンプル送液精度	通常 < 0.5% RSD、5 ~ 80 μL (脱気済みのメタノール/水、60:40 のダイアル A ミックス、 1 mL/分、6 回繰り返し、フェノン混合液、254 nm)
インジェクターのニードル 洗浄	内蔵、有効、プログラム可能
サンプルのキャリーオー バー <sup>1</sup>	≤ 0.0025% (次のクロマトグラフィー条件に基づく):  ・ カラム – XBridge C18、4.6 × 50 mm、3.5 μm  ・ 移動相 – 70% 水/30% メタノール  ・ ニードル洗浄液 – 100% メタノール  ・ チャレンジ試料 – 4.0 mg/mL カフェイン(移動相中)  ・ キャリーオーバー標準試料 – 0.4 mg/mL カフェイン (移動相中)  ・ 注入量 – 10 μL
注入正確度	±1 μL (±2%)、50 μL、N = 6 サンプルは脱気済みの水で、溶媒は脱気済みのメタノール
標準のサンプルバイアル	2 mL
サンプル温度コントロール (オプション)	下限は周囲温度より 25 °C 低い温度または 4 °C (いずれか高い方)、上限は 40 °C、1 °C 単位で設定可能・ ±3 °C 温度正確度・ 実験室の周囲温度から加熱の設定温度まで、時間制限 60 分・ 実験室の周囲温度から冷却の設定温度まで、時間制限 90 分
高度な操作	割込分析、自動追加、標準試料の自動分析
注入量の範囲	0.1 ~ 100 μL、標準 0.1 ~ 2000 μL、オプションのサンプルループ付き
インジェクターの直線性	> 0.999 偏差係数 (1~100 µL)

a.

# D

# 溶媒取り扱い時の注意



🕂 警告:薬品による事故防止の観点から、常に実験室安全基準を順守してください。

# D.1 はじめに

#### D.1.1 清浄な溶媒

きれいな溶媒には、下記のメリットがあります。

- 結果に再現性がある
- 分析に要する装置のメンテナンスが少なくて済む

汚れた溶媒は、次の原因となります。

- ベースラインノイズおよびドリフト
- 微粒子物質による溶媒フィルターの目詰まり

## D.1.2 溶媒の品質

最良の結果を得るには、HPLC グレードの溶媒を使用してください。溶媒は使用前に、0.45 μmフィルターを用いて濾過してください。通常、ガラス容器内で蒸留するとロット間で純度の差がなくなり、これを使用すると良好な結果が得られます。

# D.1.3 溶媒リザーバー

セパレーションモジュールで使用する溶媒リザーバーについて、次の推奨事項があります。

- 一般的なクロマトグラフィー(例:逆相または順相、およびゲル浸透 (GPC)) に装置を使用する場合は、すべてのリザーバー(溶媒、シール洗浄液、およびニードル洗浄液) について、ホウケイ酸ガラス製の高品質実験用ガラス製品を使用することをお勧めします。
- ・ イオンクロマトグラフィーのような手法を使用するときに、ガラス容器がイオン汚染(ナトリウムイオンや塩化物イオン)に寄与する可能性がある場合は、リザーバーとして実験 用グレードのポリプロピレンやポリエチレンの容器を使用できます。
- 装置を質量分析用検出器と組み合わせて使用する場合は、Waters のウェブサイト (www.waters.com) の [サービス & サポート] の [サポートライブラリー] から最新バー ジョンの Controlling Contamination in UPLC/MS and HPLC/MS Systems (『UPLC/MS および HPLC/MS システムにおける汚染の管理』) に記載されている推奨事項を参照してください。

#### D.1.4 溶媒調製のチェックリスト

安定したベースラインと良好な分解能を得るために、以下のガイドラインに従って溶媒を調製してください。

- 0.45 μm のフィルターで溶媒のろ過を行う。
- 溶媒を脱気する。
- 溶媒を攪拌する。
- ドラフトの近くや衝撃のある場所に溶媒を置かない。

#### D.1.5 7k

高純度水精製システムによって精製された水のみを使用してください。ろ過された水を用意できない場合は、使用前に 0.45µm のメンブレンフィルターでろ過を行ってください。

#### D.1.6 バッファー

バッファーを使用する場合、最初に塩を溶解して、pH を調整し、フィルターをかけて不溶性物質を除去します。

# D.1.7 テトラヒドロフラン (THF)

安定剤を含まない THF を用いる場合は、新しい溶媒であることを確認してから使用してください。すでに開封されている THF 容器には、汚染物質として過酸化物が含まれているため、ベースラインドリフトの原因となります。



警告:THF の汚染物質(過酸化物)は濃縮するか、乾燥すると、爆発する可能性があります。

# **D.1.8 GPC** の溶媒とシールの選択

次の表に、GPC のセパレーションに使用するプランジャーシールとシール洗浄液の推奨事項を示します。GPC と逆相の溶媒を切り替えるときには、混和性や析出の問題を防止するために、必要に応じて中間溶媒を使用してください。

表 D-1: GPC 溶媒について使用を推奨するプランジャーシールとシール洗浄液:

GPC 溶媒	標準シール <sup>a</sup> Fluoroloy G (黄色)	オプションのシール <sup>b</sup> Alliance クリアシール (半透明)	シール洗浄溶液
クロロホルム	推奨	推奨	100% メタノール
ジメチルスルホキシド (DMSO)	推奨	推奨	100% メタノール
ジメチルアセトアミド (DMAC) <sup>c</sup>	使用しない	強く推奨	100% メタノール

表 D-1:GPC 溶媒について使用を推奨するプランジャーシールとシール洗浄液:(続き)

GPC 溶媒	標準シール <sup>a</sup> Fluoroloy G (黄色)	オプションのシール <sup>b</sup> Alliance クリアシール (半透明)	シール洗浄溶液
ヘキサフルオロイソ プロパノール (HFIP) <sup>d</sup>	推奨	強く推奨	50:50 メタノール/水
塩化メチレン	推奨	推奨	100% メタノール
N,N-ジメチルホルムアミド (DMF) <sup>c</sup>	使用しない	強く推奨	50:50 メタノール <i>/水</i>
N-メチル-2-ピロリドン (NMP) <sup>c</sup>	使用しない	強く推奨	50:50 メタノール <i>/</i> 水
オルト-ジクロロベンゼン (o-DCB)	推奨しません	推奨	なし
テトラヒドロフラン (THF)	強く推奨	強く推奨	50:50 メタノール/水
トルエン	推奨しません	推奨	なし
1,2,4 トリクロロベンゼン (TCB) <sup>e</sup>	推奨しません	推奨	なし
zk <sup>f</sup>	推奨	推奨	20:80 メタノール/水

a. シール 2 個入りパッケージ、PN: WAT270938。

トルエン、o-ジクロロベンゼン (o-DCB)、または 1,2,4 トリクロロベンゼン (TCB) を使用するときにプランジャーシールの早期不良を防止するため、オプションの Alliance クリアシールを使用し、取り付け済みのシール洗浄シールを取り外して、シール洗浄液を使用しないことを推奨します。溶媒中に塩類が存在する場合は、グラファイト入り PTFE (黒) シールの使用は推奨しません。

b. シール 2 個入りパッケージ、PN:700001326。

c. この溶媒は通常、0.05M の塩化リチウムまたは臭化リチウムを加えて使用します。

d. HFIP には通常、0.05 M のトリフルオロ酢酸ナトリウムを加えて使用します。

e. プランジャーシールの早期不良のリスクを減らすため、取り付け済みのシール洗浄シールを取り外してください。

f. 多くの水溶性 GPC セパレーションでは、塩またはバッファーを使用します。

# D.2 溶媒の適合性

セパレーションモジュールは高品質のステンレス (316) 製で、多少の制限はありますが、すべての溶媒を使用できます。このセクションでは、セパレーションモジュールでの使用が承認されていない溶媒を示します。

#### D.2.1 使用できない溶媒

次の溶媒は、インライン真空デガッサーの Teflon AF チューブを損傷したり、溶かします。

- 3M の商標名 Fluorinert が付くペルフルオロ溶媒すべて
- Ausimont の商標名 Galden および Fomblin が付くペルフルオロ溶媒すべて

**注意:**ペルフルオロ溶媒による脱気チューブの損傷は即座に発生し、不可逆的です。

長期間ハロゲン塩(例:フッ化物、臭化物、塩化物、ヨウ化物)に曝すと、ステンレス製パーツにピッチングや腐食が生じます。これらの塩を使用するときには、ポンプが2日以上アイドルになる場合システムを水で洗い流してください。(詳細については、77ページの「システムのウェットプライム」を参照してください)。

## D.2.2 使用できる溶媒

セパレーションモジュールの構造材料は、多くの酸、塩基、塩、および有機溶媒と反応しません。

次の4つの表に示す溶媒は、セパレーションモジュールでの使用が承認されています。塩、最大濃度1M(特記ない限り)の酸と塩基、および最大濃度100%(特記ない限り)の有機溶媒があります。多くの場合において、さらに高濃度の溶媒を使用できます。

このマニュアルに記載されていない特定の溶媒や濃度の使用に関する情報は、Waters より入手できます。

表 D-2: セパレーションモジュールで使用できる水溶性バッファー

水溶性バッファー			
アセテート	K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Na <sub>2</sub> S	ヘプタフルオロ酪酸
Al <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	K <sub>3</sub> Fe(CN) <sub>6</sub>	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	NH₄CI
Ca(OCI) <sub>2</sub>	K₄Fe(CN) <sub>6</sub>	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	リン酸塩
CaCl <sub>2</sub>	KBr	NaCl	酒石酸塩
クエン酸塩	KCI	酢酸ナトリウム	クエン酸リチウム
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 、最大 10%	KHCO <sub>3</sub>	NaH₂BO₃	トリス
HIBA	KMnO <sub>4</sub>	NaHCO <sub>3</sub>	4-(2-ピリジルアゾ) レゾルシノール水酸化 ナトリウム
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	KNO <sub>3</sub>	NaHSO₄	
K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	LiCl0 <sub>4</sub>	NaNO <sub>3</sub>	
K <sub>2</sub> S	Na <sub>2</sub> B <sub>4</sub> O <sub>7</sub>	NaOCI	

#### 表 D-3: セパレーションモジュールで使用できる酸

酸			
氷酢酸	塩酸	過塩素酸	氷酢酸
安息香酸	乳酸	リン酸	安息香酸
クロム酸	メタンスルホン酸	ピリジン-2,6-ジカル	クロム酸
		ボン酸	
クエン酸	硝酸、最大 37.5% (6 N)	硫酸、最大 0.20M	クエン酸
ギ酸	オクタンスルホン酸	トリフルオロ酢酸	ギ酸
		(TFA)、最大 10%	
グリセリン酸	シュウ酸		グリセリン酸

#### 表 D-4:セパレーションモジュールで使用できる塩基

塩基	
Ba(OH) <sub>2</sub>	NaOH、最大 10 M
КОН	NH₄OH、最大 3 M
LiOH	テトラメチルアンモニウムヒドロキシド五水 和物

#### 表 D-5: セパレーションモジュールで使用できる有機溶媒

有機溶媒			
4-シアノフェノール	クロロホルム	エチレングリコール	塩化メチレン
アセトン	シクロヘキサン	ホルムアルデヒド	n-プロパノール
アセトニトリル	シクロヘキサノン	ヘプタン	フェノール
酢酸アミル	フタル酸ジブチル	ヘキサン	テトラヒドロフラン (THF)
ベンズアルデヒド	ジメチルホルムアミド	イソオクタン	トルエン
ベンゼン	ジメチルスルホキシド	イソプロパノール	Waters PIC 試薬
ベンジルアルコール	エタノール	リジン塩酸塩	キシレン
ブタノール	酢酸エチル	メタノール	
四塩化 炭素	二塩化エチレン	メチルエチルケトン	

# D.3 溶媒の混和性

溶媒を交換する際には、事前に次の表を参照して、使用する溶媒の混和性について確認してください。 溶媒の変更時には、次の点に注意してください。

- 変更する2つの溶媒に混和性がある場合は、そのまま変更できます。混和性がない2つの溶媒間で変更する場合(たとえばクロロフォルムから水への変更)は、中間溶媒(メタノールなど)が必要です。
- 溶媒の混和性には、温度も関係します。分析を高温で実施する場合は、高温が溶媒の溶解性に与える影響を考慮してください。
- 水に溶解しているバッファーは、有機溶媒と混合した際に析出することがあります。

強バッファーから有機溶媒に置換する場合は、蒸留水を用いて洗い流してから、有機溶媒を加えてください。

表 D-6:溶媒の混和性

極性 インデックス	溶媒	粘度 CP、 20 °C	沸点 °C (1 atm のとき)	混和性番号 (M)	λカットオフ (nm)
-0.3	N-デカン	0.92	174.1	29	
-0.4	イソオクタン	0.50	99.2	29	210
0.0	N-ヘキサン	0.313	68.7	29	
0.0	シクロヘキサン	0.98	80.7	28	210
1.7	ブチルエーテル	0.70	142.2	26	
1.8	トリエチルアミン	0.38	89.5	26	
2.2	イソプロピルエーテ ル	0.33	68.3		220
2.3	トルエン	0.59	100.6	23	285
2.4	<i>P</i> -キシレン	0.70	138.0	24	290
3.0	ベンゼン	0.65	80.1	21	280
3.3	ベンジルエーテル	5.33	288.3		
3.4	塩化メチレン	0.44	39.8	20	245
3.7	塩化エチレン	0.79	83.5	20	
3.9	ブチルアルコール	3.00	117.7		
3.9	ブタノール	3.01	177.7	15	
4.2	テトラヒドロフラン	0.55	66.0	17	220
4.3	酢酸エチル	0.47	77.1	19	260
4.3	1-プロパノール	2.30	97.2	15	210
4.3	2-プロパノール	2.35	117.7	15	
4.4	酢酸メチル	0.45	56.3	15、17	260
4.5	メチルエチルケトン	0.43	80.0	17	330
4.5	シクロヘキサノン	2.24	155.7	28	210
4.5	ニトロベンゼン	2.03	210.8	14、20	

表 D-6:溶媒の混和性(続き)

極性 インデックス	溶媒	粘度 CP、 20 °C	沸点 °C (1 atm のとき)	混和性番号 (M)	λカットオフ (nm)
4.6	ベンゾニトリル	1.22	191.1	15、19	
4.8	ジオキサン	1.54	101.3	17	220
5.2	エタノール	1.20	78.3	14	210
5.3	ピリジン	0.94	115.3	16	305
5.3	ニトロエタン	0.68	114.0		
5.4	アセトン	0.32	56.3	15、17	330
5.5	ベンジルアルコール	5.80	205.5	13	
5.7	メトキシエタノール	1.72	124.6	13	
6.2	アセトニトリル	0.37	81.6	11、17	190
6.2	酢酸	1.26	117.9	14	
6.4	ジメチルホルムアミド	0.90	153.0	12	
6.5	ジメチルスルホキシド	2.24	189.0	9	
6.6	メタノール	0.60	64.7	12	210
7.3	ホルムアミド	3.76	210.5	3	
9.0	水	1.00	100.0		

# D.3.1 混和性番号 (M番号)の使用法

混和性番号(M 番号)は、液体の標準溶媒に対する混和性を予測する際に使用します。

2 つの液体の混和性を予測するには、大きい方の M 番号の値から小さい方の M 番号の値を引き算します。

- M番号の差が 15 以下である 2 つの液体は、温度 15 ℃ の条件下において、任意の比率で混合できます。
- 差が 16 の場合は、臨界共溶温度が 25 ~ 75°C、最適温度が 50°C です。
- 差が 17 以上の場合、2 つの液体は混和性がないか、臨界共溶温度が 75 °C を超えています。

溶媒の中には、親油性の度合いが両極端にある溶媒に対して、不親和性を示すものもあります。 これらの溶媒には、2通りの M 番号が与えられています。

- 1 番目の番号は常に16より小さい値であり、これは高親油性溶媒との混和性を示します。
- 2 番目の番号は、反対端に対する値です。この両者の値の差が大きい液体には、非常に限られた混和性しかありません。

たとえばフッ化炭素類の中には、すべての標準溶媒と不混和性を示すものがあり、これらの M 番号は 0 および 32 です。また 2 つの M 番号を持つ液体同士は、通常混和性があります。

M 番号の体系では、一連の標準溶媒に対する混和性をテストすることで個々の液体を分類しています。その後、混和性のカットオフポイントに対して、15 単位を補正項として加算または減算しています。

# D.4 バッファー溶媒

バッファーを使用する場合は、高品質の試薬を用いて、0.45 μm フィルターでろ過します。

使用後はバッファーを検出システムに入れたままにしないでください。すべての流路を HPLC グレードの水で洗い流してからシステムを停止し、システム内に残っている蒸留水はそのままにしておきます(1 日以上停止する場合は、90% HPLC グレードの水と 10% メタノールの混合溶液で洗い流してください)。45 mL 以上の容量で洗い流します。

# D.5 溶媒ボトルの位置

溶媒リザーバーはセパレーションモジュールより高い位置、またはセパレーションモジュールの上に置いてください(適切な漏れ防止対策も行います)。

# D.6 溶媒の粘度

一般に粘度は、単一溶媒または低圧力条件で分析をする限り、重要な要素ではありません。ただしグラジエントを行う場合は、溶媒混合の過程で生じる粘性の変化により、分析中に圧力変動が起こる場合があります。たとえば水とメタノールを 1:1 で混合すると、水やメタノールを単独で使用する場合に対して、生じる圧力は 2 倍になります。

圧力変化の影響の程度が不明な場合は、チャート出力端子を使用して、分析中の圧力を監視して ください。

# D.7 移動相の溶媒の脱気

移動相の問題がクロマトグラフィ問題のうちの 70% 以上を占めます。 特に 220 nm 未満の波長では、脱気済みの溶媒を使用することが重要です。脱気には次の利点があります。

- ベースラインが安定し感度が上がる
- 溶出ピークの保持時間の再現性が得られる
- 定量の注入量の再現性が得られる
- ・ ポンプ動作の安定性が高まる

# D.7.1 気体の溶解度

一定容量の液体に溶解する気体の量には限界があります。この量は次の要因によって決まります。

- 気体と液体の化学的な混和性
- 液体の温度
- 液体にかかる圧力

組成、温度、または移動相にかかる圧力の変化によって脱気される場合があります。

#### D.7.1.1 分子間力の影響

無極性ガス( $N_2$ 、 $O_2$ 、 $CO_2$ 、He)は極性溶媒よりも無極性溶媒によく溶解します。またガスは一般にガス分子どうしに見られるのと同じような分子間引力を持つ溶媒にはよく溶解します(「似たものどうしでよく溶ける」)。

#### D.7.1.2 温度の影響

温度はガスの溶解性に影響します。溶解熱に発熱を伴う場合、溶媒の温度を上げれば気体の溶解度は下がります。溶解熱が吸熱である場合、溶媒の温度が上昇すると気体の溶解度が上がります。たとえば、 $H_2O$  に対する He の溶解度は、温度が上昇すると下がりますが、ベンゼンに対する He の溶解度は温度が上昇すると上がります。

#### D.7.1.3 分圧の影響

一定容量の溶媒に溶解する気体の質量は、溶媒の気相におけるその気体の分圧に比例します。気体の分圧が下がると、溶解する気体も減少します。

#### D.7.2 真空脱気

インラインバキュームデガッサーはヘンリーの法則に従って、溶媒から溶存気体を除去します。ヘンリーの法則によると液体に溶解するガスのモル分率は、液体上部の気相におけるそのガスの分圧に比例します。液体表面の気体の分圧がたとえば排気などによって減少すると、それに比例した量の気体が溶媒から放出されます。(235ページの「真空脱気」および 25ページの「デガッサーの注意事項」を参照してください。)

**ヒント**: 真空脱気によって移動相の組成が変化することがあります。

#### D.7.2.1 真空脱気に関する検討事項

長く吸引するほど、多くの溶存気体が除去されます。2つの要因が溶媒脱気の総時間に影響を与えます:

- 流量 低流量では、バキュームチャンバーを通過する際にほとんどの溶存気体が除去されます。流量が大きくなるほど、溶媒の単位容量当たりのガスの除去量は少なくなります。
- 脱気メンブレンの表面積 各真空チャンバーの脱気メンブレンの長さは一定です。メンブレンを長くするには、2個以上のバキュームチャンバーを直列に接続します。

# D.8 波長の選択

このセクションの表に、次の物質に対する UV カットオフ値が示されています。

- 一般的な溶媒
- 一般の混合移動相
- 発色団

## D.8.1 一般の溶媒に対する UV カットオフ

次の表に、いくつかの一般的なクロマトグラフィー用溶媒に対する UV カットオフ値(溶媒の吸光度が 1 AU になる波長)を示します。カットオフ波長付近またはカットオフより低い波長で計測を行うと、溶媒の UV 吸収によってベースラインノイズが増加します。

表 D-7:一般的なクロマトグラフィー溶媒の UV カットオフ波長

溶媒	UV カットオフ (nm)	溶媒	UV カットオフ (nm)
1-ニトロプロパン	380	エチレングリコール	210
2-ブトキシエタノール	220	イソオクタン	215
アセトン	330	イソプロパノール	205
アセトニトリル	190	塩化イソプロピル	225
アミルアルコール	210	イソプロピルエーテル	220
塩化アミル	225	メタノール	205
ベンゼン	280	酢酸メチル	260
二硫化炭素	380	メチルエチルケトン	330
四塩化炭素	265	メチルイソブチルケトン	334
クロロホルム	245	塩化メチレン	233
シクロヘキサン	200	n-ペンタン	190
シクロペンタン	200	n-プロパノール	210
ジエチルアミン	275	n-塩化プロピル	225
ジオキサン	215	ニトロメタン	380
エタノール	210	石油エーテル	210
酢酸エチル	256	ピリジン	330
エチルエーテル	220	テトラヒドロフラン	230
硫化エチル	290	トルエン	285
二塩化エチレン	230	キシレン	290

# D.8.2 混合移動相

次の表に、その他の溶媒、バッファー、界面活性剤、移動相の一部について、カットオフ波長の 概略値が示されています。溶媒の濃度については、最もよく使用される値を掲載しています。他 の濃度の吸光度を使用する場合は、吸光度は濃度に比例するため、ベールの法則を用いて近似値 を算定してください。

表 D-8: さまざまな移動相のカットオフ波長

移動相	UV カットオフ (nm)	移動相	UV カットオフ (nm)
酢酸、1%	230	塩化ナトリウム、1 M	207
酢酸アンモニウム、10 mM	205	クエン酸ナトリウム、 10 mM	225
重炭酸アンモニウム、 10 mM	190	ドデシル硫酸ナトリウム	190
BRIJ 35、0.1%	190	ギ酸ナトリウム、10 mM	200
CHAPS、0.1%	215	トリエチルアミン、1%	235
リン酸二アンモニウム、 50 mM	205	トリフルオロ酢酸、0.1%	190
エチレンジアミン四酢酸二ナ トリウム、1 mM	190	トリス HCl、20 mM pH 7.0、pH 8.0	202、212
HEPES、10 mM、pH 7.6	225	Triton X-100、0.1%	240
塩化水素(塩酸)、0.1%	190	Waters PIC 試薬 A、 1 バイアル/リットル	200
MES、10 mM、pH 6.0	215	Waters PIC 試薬 B-6、 1 バイアル/リットル	225
リン酸カリウム、 一塩基、10 mM 二塩基、10 mM	190 190	Waters PIC 試薬 B-6、 低 UV、1 バイアル/リットル	190
酢酸ナトリウム、10 mM	205	Waters PIC 試薬 D-4、 1 バイアル/リットル	190

# D.8.3 一般的な溶媒の屈折率

次の表に、いくつかの一般的なクロマトグラフィー用溶媒の屈折率を示します。この表を用いて、使用する溶媒の屈折率 (refractive index、RI) が、サンプル成分の RI と大きく違っているかどうかを確認してください。

表 D-9: 一般的なクロマトグラフィー用溶媒の屈折率

溶媒	RI	溶媒	RI
フルオロアルカン類	1.25	テトラヒドロフラン (THF)	1.408
ヘキサフルオロイソプロ パノール (HFIP)	1.2752	アミルアルコール	1.410
メタノール	1.329	ジイソブチレン	1.411
ヘキサフルオロイソプロ パノール (HFIP)	1.2752	アミルアルコール	1.410
水	1.33	n-デカン	1.412
アセトニトリル	1.344	塩化アミル	1.413
エチルエーテル	1.353	ジオキサン	1.422
n-ペンタン	1.358	臭化エチル	1.424
アセトン	1.359	塩化メチレン	1.424
エタノール	1.361	シクロヘキサン	1.427
酢酸メチル	1.362	エチレングリコール	1.427
イソプロピルエーテル	1.368	N,N-ジメチルホルム アミド (DMF)	1.428
酢酸エチル	1.370	<i>N,N</i> -ジメチルアセト アミド (DMAC)	1.438
1-ペンテン	1.371	硫化エチル	1.442
	1.372	クロロホルム	1.443
塩化イソプロピル	1.378	二塩化エチレン	1.445
イソプロパノール	1.38	四塩化炭素	1.466
n-プロパノール	1.38	ジメチルスルホキシド (DMSO)	1.477
メチルエチルケトン	1.381	トルエン	1.496
ジエチルアミン	1.387	キシレン	~1.50
n-塩化プロピル	1.389	ベンゼン	1.501
メチルイソブチルケトン	1.394	ピリジン	1.510
ニトロメタン	1.394	クロロベンゼン	1.525
1-ニトロプロパン	1.400	o-クロロフェノール	1.547
イソオクタン	1.404	アニリン	1.586
シクロペンタン	1.406	二硫化炭素	1.626