Agilent ChemStation



Agilent 1200 シリーズ ケミステーション 基本操作マニュアル

2007年4月 改訂



Agilent Technologies

ご注意

- 1. 本書に記載した内容は、予告なしに変更することがあります。
- 本書は、内容について細心の注意をもって作成いたしましたが、万一ご不審な点や誤り、記載もれ 等、お気付きの点がございましたら当社までお知らせください。
- 3. 当社では、下記の項目を補償の対象から除外いたします。
 - ユーザの誤った操作に起因する機器などの損傷、性能上のトラブル、損害
 - 本装置の本来の用途以外の使用に起因する機器などの損傷、性能上のトラブル、 損害
 - 本装置の不適切なユーテリティや使用環境に起因する機器などの損傷、性能上のトラブル、 損害
 - 当社が指定した業者以外で本装置の修理や改造をしたことに起因する機器などの損傷、性 能上のトラブル、損害
 - 当社提供外のソフトウエアの使用による信頼性、機器などの損傷、性能上のトラブル、損害
 - 分析結果に基づく損失
- 本書の内容の一部または全部を無断で複写、転載したり、他のプログラム言語に翻訳することは法 律で禁止されています。複写、転載等の必要が生じた場合は、当社にお問い合わせください。
- 5. 本製品パッケージとして提供した本マニュアル、フレキシブル・ディスク、テープ・カートリッジまたはCD-ROM等の媒体は本製品用だけにお使いください。プログラムをコピーする場合はバックアップ用だけにしてください。プログラムをそのままの形で、あるいは変更を加えて第三者に販売することは固く禁じられています。

分析機器を安全にお取扱いいただくために

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

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

本書について

本和文マニュアルの版権は全てアジレント・テクノロジー㈱が所有しています。

- 4 -

| 第1章 | システムの始動 | 9 |
|--------|-----------------------|----|
| 1 - 1. | 装置の電源投入 | 9 |
| 1 - 2. | ケミステーションの起動 | 10 |
| 1 - 3. | ケミステーションのナビゲーションパネル | 11 |
| 第2章 | メソッド作成 | 13 |
| 2 - 1. | シーケンスコンテナ、メソッドの概念 | 15 |
| | <メソッド/シーケンス/データ保存の設定> | 17 |
| 2 - 2. | メソッドの編集 | 18 |
| 2 - 2 | 2-1. 初期メソッドの読み込み | 18 |
| 2 - 2 | 2-2.メソッドパラメータの連続編集 | 19 |
| | <メソッド編集項目> | 20 |
| | <メソッド情報> | 21 |
| | <装置/データ取り込みに関する設定> | 22 |
| | <データ解析に関する設定> | 49 |
| | <ランタイムチェックリスト> | 54 |
| | 補足:冷却機能付きオートサンプラの温度設定 | 55 |
| 2 - 3. | メソッドファイルの保存 | 57 |
| 2 - 4. | メソッドの一部変更 | 59 |
| 第3章 | システムの起動 | 62 |

一目次一

| 1. | , | | 02 |
|----|--------|-----------|----|
| | 3 - 1. | 分析装置の準備 | 62 |
| | 3 - 2. | 分析装置の起動順序 | 63 |
| | 3-3. | 分析装置の起動方法 | 66 |
| | | | |

- 5 -

| | 3-4. | モニタ表示 | 68 |
|----|---|---|--|
| 第 | 4章 | 分析の実行 | 72 |
| | 4 - 1. | 1 サンプルのみの分析 | 72 |
| | 4 - 1 | l – 1. サンプル情報の設定 | 72 |
| | 4 - 1 | ↓-2.メソッドの実行 | 75 |
| | 4 - 2. | シーケンス | 77 |
| | | <シーケンスコンテナの設定> | 77 |
| | 4 - 2 | 2-1. シーケンステーブルの設定 | 79 |
| | 4 - 2 | 2-2.シーケンスパラメータの設定 | 85 |
| | 4 - 2 | 2-3.シーケンスファイルの保存 | 88 |
| | 4 - 2 | 2-4. シーケンスの実行 | 89 |
| | | | |
| 第 | 5章 | システムの終了 | 90 |
| 第第 | 5章 6 章 → | システムの終了 データ解析(ケミステーション Ver.B.01.03 以前及びユニークなデータ保存をオフにした場合) | 90 94 |
| 第第 | 5章 6章 デ 6-1. | システムの終了 データ解析 (ケミステーション Ver.B.01.03 以前及びユニークなデータ保存をオフにした場合) データ読み込み | 90 94 95 |
| 第第 | 5章 6章 ラ 6-1. 6-2. | システムの終了 データ解析 (ケミステーション Ver. B. 01. 03 以前及びユニークなデータ保存をオフにした場合) データ読み込み 積分 | 90 94 95 97 |
| 第第 | 5章 6章 7 6—1. 6—2. 6—2 | システムの終了 データ解析 (ケミステーション Ver. B. 01. 03 以前及びユニークなデータ保存をオフにした場合) データ読み込み 積分 2-1. 積分条件を変更して積分 | 90 94 95 97 97 |
| 第第 | 5章 6章 之 6一1. 6一2. 6-2 | システムの終了 データ解析 (ケミステーション Ver. B. 01. 03 以前及びユニークなデ [*] ーク保存をオフにした場合) データ読み込み 積分 | 90 94 95 97 97 99 |
| 第第 | 5章 6章 ラ 6一1. 6一2. 6一2 6一2 | システムの終了 データ解析 (ケミステーション Ver. B. 01. 03 以前及びユニークなデ[*]ータ保存をオフにした場合) データ読み込み 積分 2-1. 積分条件を変更して積分 2-2. 自動積分 2-3. マニュアル積分 | 90 94 95 97 97 99 99 |
| 第第 | 5章 6章 之 6一1. 6一2. 6一2 6一2. 6-2. | システムの終了 データ解析 (ケミステーション Ver. B. 01. 03 以前及びユニークなデ[*]ータ保存をオフにした場合) データ読み込み 積分 2-1. 積分条件を変更して積分 2-2. 自動積分 2-3. マニュアル積分 定量 | 90 94 95 97 97 99 99 99 |
| 第第 | 5章 6章 6一1. 6一2. 6一2 6一2 6一2 | システムの終了 データ解析 (ケミステーション Ver. B. 01. 03 以前及びユニークなデ [*] ーク保存をわたした場合) データ読み込み 積分 2 - 1. 積分条件を変更して積分 2 - 2. 自動積分 2 - 3. マニュアル積分 3 - 1. 絶対検量線法 (ESTD) による定量 | 90 94 95 97 97 99 99 101 101 |

| 第7章 データ解析(ケミステーション Ver. B. 02. 01 以降でユニークなデータ保存をオンにした場合) | 110 |
|--|-------|
| 7-1. データ読み込み | . 111 |
| 7-2. 積分 | . 113 |
| 7-2-1. マニュアル積分 | 113 |
| 7-3. 定量 | . 114 |
| 7-3-1. マスターメソッドを用いた各データの定量 | 114 |
| 7-3-2.シーケンスコンテナ内の連続再解析 | 115 |
| | |
| 第8章 スペクトル解析 | 117 |
| 8-1.スペクトルオプション | . 117 |
| 8-2. スペクトルの表示・印刷 | . 123 |
| 8-2-1. スペクトルの表示方法 | 123 |
| 8-2-2. スペクトルデータの印刷 | 124 |
| 8-3. 純度チェックの実行 | . 125 |
| 8-4. 等高線表示 | . 128 |
| 8-4-1. クロマトグラムの表示 | 130 |
| 8-4-2. クロマトグラムの抽出 | 132 |
| 8-5.3次元表示 | . 133 |
| 8-6.スペクトルライブラリサーチ | . 134 |
| 8-6-1. 新規ライブラリの作成 | 134 |
| 8-6-2. サーチ条件の設定 | 139 |
| 8-6-3. ライブラリサーチの実行 | 141 |
| 8-6-4. ライブラリ情報の編集 | 143 |
| 8-6-5. 自動ライブラリサーチ | 145 |

第1章 システムの始動

1-1. 装置の電源投入

各機器のメイン電源スイッチを下記の順番で投入します。

【LAN 接続の場合】

プリンタおよび CRT ↓ イニシャライズを確認する コンピュータ ↓ イニシャライズを確認する Agilent 1200/1100 各モジュール

【GPIB 接続の場合】

Windows XP(または、それ以上)を起動中、ログオンの開始(Begin Logon) ウインドウ が表示されます。

指示に従って Ctrl + Alt + Delete キーを同時に押します。

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

| ユーザー名(User Name) | パスワード (Password) | |
|------------------|------------------|-------------------------|
| Chemist | Нр | 通常こちらを使用します。 |
| Administrator | 3000hanover | システムを変更する権限を持って います。 |

1-2. ケミステーション (ChemStation) の起動

Windows XP の起動後、Windows XP のタスクバーから下記のように選択します。

以下、コンピュータのコマンドをアンダーラインで表示します。

ミステーション (Agilent Chemstation) を選択します。

| Microsoft Office Access | interwise 📷 | 🕨 」 readme.txt |
|-------------------------|---|--|
| 2003 | 🛅 Lhaca | Add Licenses |
| SAP Logon | m VMware | Configuration Editor |
| | 📷 Software Lifecycle Management | 🕨 國 Installation Qualification |
| Price-Surfer 6 | 🖮 activepdf | 🕨 🍇 Instrument 1 offline |
| -1- | 📀 Agilent LCMS Data Browser | 📑 Instrument 1 online |
| すべてのプログラム(P) 🜔 | 👼 Agilent ChemStation | Scheduler |
| | ^{isary J} 20 シャットダウン(U) ^{uly 05} | cagjapan_Aインターネット 楽譜ナビ f |
| 🦺 X&-> 😕 🖸 🖻 | 🔌 😼 గథనని 🛛 🙆 7 Mic. 🔹 😂 6 Inte | 🔸 💰 SAP L 📄 3 Win 🔹 |

装置1オンライン (Instrument 1 Online) をクリックし、ケミステーションを起動します。

1-3. ケミステーション (ChemStation) のナビゲーションパネル

Agilent 1200/1100 シリーズをコントロールする場合、ケミステーションは次の5つの画面で 構成されています。

- 1. Method and Run Control
- 2. Data Analysis
- :メソッド&ランコントロール
- : データ解析
- 3. Report Layout : レポートレイアウト
 - :ベリフィケーション(OQ/PV)
- 5. Diagnosis :診断

4. Verification (OQ/PV)



B.02.01 以降のケミステーションでは、左記に示すように、画面左 にナビゲーションパネルが表示され、このパネルから、各画面に移 動することが可能です。

パネル上部のツリー表示からファイル選択を行うことで、直接、シ ーケンスファイルやメソッドファイルを読み込むことができま す。(シーケンスタブ、メソッドタブ等で、ツリー表示を切り替え ます。)

あるいは、<u>表示(View)</u>の中で選択することにより、画面を切り替 えることができます。

> View Abort Help I Method and Run Control
> Data Analysis
> Report Layout
> Verification (OQ/PV)
> Diagnosis



第2章 メソッドの作成

データ取り込みは、以下のフローで行います。

| 初期メソッドの読み込み | (2-2-1 節) |
|----------------|-----------|
| \downarrow | |
| メソッドパラメータの連続編集 | (2-1-2節) |
| \downarrow | |
| メソッドファイルの保存 | (2-2節) |
| \downarrow | |
| システムの起動 | (3章) |
| \downarrow | |
| 分析の実行 | (4章) |

| 本章では弊社スタ | マンダードカラムとサン | ノプルを用いて分析を行うために | 、以下の条件のメソッ |
|----------|-------------|-----------------|------------|
| ドを作成します。 | カラムの状態により、 | 分析条件が変更されることが | あります。 |

| | 条件 | |
|-------------|-------------------------------|------------------------|
| カラム | Zorbax Eclipse XDB-C8カラム 150m | m x 4.6mm(内径) |
| サンプル | アイソクラティック標準試料*1 | |
| | ジメチルフタレート Dimethy] | phthalate :DMP 0.15wt% |
| | ジエチルフタレート Diethylp | hthalate :DEP 0.15wt% |
| | ビフェニル Biphenyl | (Diphenyl) 0.01wt% |
| 移動相 | 水 : アセトニトリル = 30:70(V/V) | |
| 流量 | 1.5 mL/min | |
| ヒーターブロック温度 | 25℃ または 室温 | |
| 検出器 | ダイオードアレイ検出器(DAD) | |
| | 測定波長/バンド幅 | 254/4 nm |
| | リファレンス波長/バンド幅 | 500/100 nm |
| | ピーク幅(レスポンスタイム) | >0.05 min(1 sec) |
| | スリット | 2 nm |
| | UV-VIS検出器(VWD) | |
| | 測定波長 | 254 nm |
| | ピーク幅(レスポンスタイム) | >0.05 min(1 sec) |
| | プログラマブル3D蛍光検出器(FLD) | |
| | 励起波長 | 246 nm |
| | 測定波長 | 317 nm |
| | PMTゲイン | 10 |
| | ピーク幅(レスポンスタイム) | >0.2 min(4 sec) |
| | 示差屈折率検出器(RID) | |
| | 光学系温度制御 | None |
| 没す見 | ピーク幅(レスボンスタイム) | >0.2 min(4 sec) |
| 止八里 | $1 \mu L$ (DAD, VWD, FLD) | |
| | 20μ L (RID) | |

*1 プログラマブル 3D 蛍光検出器の場合には、アセトニトリルで 10 倍希釈して使用します。

- 14 -

2-1. シーケンスコンテナ、メソッドの概念



本節の詳細については、別冊の"新しい Chemsatation ワークフロー入門"を参照ください。

ChemstationB. 02. 01/B. 02. 01 SR1 データファイルとメソッド間の統合性を強化するために、新しいデータ管理基本構造を搭載しています。フォルダ Chem32¥1¥method (Default 設定)のメソッドはマスターメソッドとなります。この保存したマスターメソッドは変更させません。

フォルダ Chem32¥1¥sequence (Default 設定)内のシーケンスは、再分析(但し、再解析ではない)に使用するシーケンステンプレートとなります。

データ保存パターンはシングルランかシーケンスデータ採取かによって異なります。

1. シーケンスが実行されると、新しいフォルダ(シーケンスコンテナ)が自動的に作成されま す。シーケンスコンテナ名は、指定に従って自動的に特有のサブディレクトリ名がつきます。 シングルサンプルの分析の場合は、データファイル(*.d)が指定したサブディレクトリの下に 書き込まれます。

2. シーケンスデータに対しては、実行したシーケンステンプレート(*.s)とシーケンスで使用 する全メソッド(*.m)をシーケンスコンテナ内にコピーします。メソッドのコピーは"シーケ ンスメソッド"と呼び、オリジナルのマスターメソッドとは区別されます。全シーケンス関連 タスク(例えば、採取とデータ解析)はシーケンスとメソッドのコピーで実行されます。その

- 15 -

ため、シーケンステンプレートとマスターメソッドはその後のシーケンス実行に備えて変更さ れずに残ります。

シーケンス実行中、作成された全データファイル(*.d)はシーケンスデータフォルダにバッ チファイル(*.b)やシーケンスログファイル(*.log)と共に保存されます。

3. 個々のデータファイルには分析時に利用したメソッドのコピーが2つ存在します。

- ・最初の1つはACQ.Mと呼び、メソッドのデータ採取部分が完了した後に直接保存されます。
- ・2つめのコピーはDA.Mと呼び、データ解析部分が完了した後に保存されます。

個々のデータファイルの採取時のメソッド状態がそれらのメソッドファイルによって保存されます。DA.Mはデータ解析時に修正できます。この場合、キャリブレーションテーブルをアップデートしたりした場合、ACQ.MとDA.Mは内容が異なることになります。

Chemstation Ver. B. 02. 01 から採用されたデータ管理方法と、B. 01. 03 以前のデータ管理方法 を B. 03. 01 以降のソフトウェアでは、切り替えることが可能です。

| גנעדנעל | |
|---|---|
| パス シーケンス シヴナル/レビュー オプション | |
| データ採存 ・ ユニークなフォルダ作成オン 各シーケンス実行のためにユニークなデータフォルダを作成します。詳細はヘルプを見てください。 ・ ユニークなフォルダ作成オフ ・ Charofishing P.01.0211前の上述にデーカナ(存在します、このモードは、長知のデーカードは、これとび、 | |
| Chemistation 声解析機能は利用できません。 名前のパターン | |
| DEF_GC 2007-02-13 15-49-57 | • |
| OK キャンセル ヘルナ | |

<u>表示 (Vies)</u> \rightarrow <u>プレファレンス (Preference)</u>

データ保存を〇ユニークなフォルダ作成オフにすることで、B.01.03 以前のデータ管理方 法が採用され、シーケンスコンテナ等は作成されなくなります。

- 16 -

<メソッド/シーケンス/データ保存パスの設定>

各ファイル保存先のパスを複数設定可能です。

<u>表示 (View)</u> \rightarrow <u>プレファレンス (Preference)</u>

| プレファレンス | |
|-----------------------|----------------|
| パス シグナルルビューオプション | 1 |
| 「シーケンス パス | |
| C.¥Chem32¥1¥SEQUENCE¥ | 追加(<u>A</u>) |
| | 消去(B) |
| データパス | |
| C.¥Chem32¥1¥DATA¥ | 追加(<u>A</u>) |
| | 消去(B) |
| メリッド パス | |
| C.#Chem32#1#METHODS# | 追加(A) |
| | 消去(日) |
| | |
| OK キャンセル ヘルプ | |

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

各ファイルの Default パス (C:\Chem32\SEQUCE\、C:\Chem32\DATA\, C:\Chem32\METHOD\は削除 できません。

2-2. メソッドの編集

本章では、メソッド全体の編集 (Edit entire Method) を利用して分析条件 (メソッド) を

初期状態から設定します。

すでに編集したメソッドのパラメータの一部を変更する場合は 2-3 節 メソッドの一部 変更

を参照して下さい。

2-2-1. 初期メソッドの読み込み

初期状態のメソッドから編集を始めるため、

<u>メソッド(Method)</u> → 新規メソッド(New Method)

を選択します。 画面上には初期メソッド DEF_LC.M が読み込

まれます。

 ランタイムチェックリスト(C)...

 メソッド情報(0...

 メソッド全体の編集(E)...

 新規メソッド(N)

 メソッド読み込み(L)...

 メソッド保存(S)

 名前を付けてメソッド(保存(A)...

 メソッド印刷(P)...

 1 DEF_LC.M

 2

 3

4

メソッド(M) シーケンス(S) 表示(V)

あるいは、メソッド読み込みのアイコンをクリックします。



DEF_LC.M を選択します。

2-2-2. メソッドパラメータの連続編集

メソッドを初期状態から編集するには、設定画面を連続的に表示するメソッド全体の編 集

(Edit entire Method) が便利です。

アイコンをクリックします。



あるいは、メニューバーより

<u>メソッド (Method)</u> → <u>メソッド全体の編集 (Edit entire Method)</u>

を選択します。



実行すると、次の画面が表示されます。

<メソッド編集項目>

メソッドを構成するパラメータの中で、今から連続的に編集したい項目を選択します。

① データを取り込むため 装置/データ取り込み (Instrument/Acquisition) を中心に設 定します。

ここでは全ての項目をクリックし、データ解析 (Data Analysis) に関する画面も表示します。



<メソッド情報> <ポンプの設定> <オートサンプラの設定> <カラムコンパートメントの設定> <検出器の設定> <ジグナルの詳細> <積分イベント変更> <積分イベント変更> <レポート条件> <モニターカーブ> <ランタイムチェックリスト>

② OK をクリックします。

<メソッド情報>

メソッド情報 (Method Information) の画面が表示されます。

① 入力画面内でマウスの左ボタンをクリックし、入力モードにします。

| Method Information: Instrument 1 | × |
|----------------------------------|---|
| | A |
| | |
| | |
| | ¥ |
| OK Cancel Help | |
| | |

② 必要に応じてメソッドに関するコメントを入力して下さい。

| Method Information: Instrument 1 | × |
|----------------------------------|---|
| Method Comments: | |
| standard operation | A |
| OK Cancel Help | |

入力後、OK をクリックします。

<バイナリポンプの設定>

- 流量(Flow)を設定します。
- ② 一検体あたりのストップタイム (Stop Time) を設定します。
- ③ 移動相の混合比はB%の矢印をクリックして入力モードにし、B%を入力します。 A%

が自動的に変更されます。移動相の名称を入力します。

- ④ 圧力リミット (Pressure Limit) を設定します。
- ⑤ グラジェント分析などで、タイムテーブルを設定する場合、追加 (Append) をクリッ

クしてから編集します。

⑥ OK をクリックします。

| | | 3 | (4) |
|-----|-------------------------------|------------------|-----------------|
| | Set up Pump : Instrument 1 | | X |
| | Control | SolventA | Pressure Limits |
| | Elow: 1.50 ml/min | 30.0 % H2O | Ma <u>x</u> . ↓ |
| 0 | <u>S</u> topTime: 10.00 ➡ min | Solvent | Min: |
| 2 | PostTime: Off 📑 min | 70 % 🚔 MeOH | 0 bar |
| | | | |
| | Time %B | Flow Max. Press. | Insert |
| | | | Append |
| | | | C <u>u</u> t |
| | | | Copy |
| _ | | | Paste |
| 5 — | | | Display: |
| | | | Timetable |
| | <u>K</u> | Cancel | Help |
| | | | |

<クォータナリポンプの設定>

- 流量(Flow)を設定します。
- ② 一検体あたりのストップタイム (Stop Time) を設定します。
- ③ 移動相の混合比はB%の矢印をクリックして入力モードにし、B%を入力します。 A%

が自動的に変更されます。移動相の名称を入力します。

- ④ 圧力リミット (Pressure Limit) を設定します。
- ⑤ グラジェント分析などで、タイムテーブルを設定する場合、追加 (Append) をクリック

してから編集します。

| 6 OK | をクリックします。 | 3 | 4 |
|------|-----------------------------------|--------------------|--------------------------------|
| | Set up Pump : Instrumen | t 1 | × |
| | Control | Solvent A | Pressule Limits |
| 1) | Elow: 1.50 ml, | /min 30.0 % H2O | Ma <u>x</u> : |
| 2 | → <u>S</u> topTime: 10.00 | min Solvent B | [4eu2] bar |
| | PostTime: Off | min 70 % 🚍 MeOH | Mi <u>n</u> : 0 bar |
| | | | |
| | Time | %B Flow Max. Press | <u>I</u> nsert |
| 5 | | | <u>Append</u> |
| | | | C <u>u</u> t |
| | | | Сору |
| | | | Paste |
| | | | Displa <u>y</u> : Timetable |
| | <u></u> K | Cancel | Help |

- 23 -

<アイソクラティックポンプの設定>

- 流量(Flow)を設定します。
- ② ストップタイム (Stop Time) を設定します。
- ③移動相の名称を入力します。
- ④ 圧力リミット (Pressure Limit) を設定します。
- ⑤ 流量などで、タイムテーブルを設定する場合、追加 (Append) をクリックしてから編集
 - します。
- ⑥ OK をクリックします。

| | | | 3 | (<u>4</u>) | |
|----|---------------------|-------------|------------------|-----------------|---------|
| | | | | | |
| | Set up Pump : In | strument 1 | | | × |
| | Control | | Solvent A | Pressure L | imits — |
| 1) | Elow: | 1.50 ml/min | 30.0 % H2O | Ma <u>x</u> : ↓ | -r |
| 2 | → <u>S</u> topTime: | 10.00 🖨 min | Solvent B | Mi <u>n</u> : | 0.1 |
| | <u>P</u> ostTime: | Off 🚔 min | 70 % 🚔 MeOH | b | ar |
| | | | | | |
| | Т | ïme %B | Flow Max. Press. | <u>l</u> ns | ert |
| 5 | | | | <u>App</u> | end |
| | | | | C, | ut |
| | | | | <u></u> o | фy |
| | | | | <u></u> | ste |
| | | | | Display: | |
| | | | | Timetab | le 💌 |
| | | <u>0</u> K | Cancel | Help | |
| | | | | | |



<オートサンプラの設定>

| | Set | up Injector : Instrument 1 | | × | 1 |
|----------|----------|--------------------------------|---------------------------|----------------------|---|
| | | -Injection | | | |
| | | Standard Injection | Injection <u>∨</u> olume: | 5.0 μi 🔶 | 2 |
| <u> </u> | | C Injection with Needle Wash | Wash Via <u>l</u> ; | 0 | |
| | | C <u>U</u> se Injector Program | Total Lines: | 0 <u>E</u> dit | |
| 3 | → | Optimization: none | .00 | min. after Injection | |
| | | <u>Q</u> K Cancel | <u>H</u> elp | More >> | 4 |

① 注入方法を次の3つから選択します。

標準注入(Standard Injection) ニードル洗浄+注入(Injection with Needle Wash) → 洗浄バイアル(Wash Vial)

インジェクタプログラム使用 (Use Injector Program) → 編集 (Edit) で編 集します。

② 注入量 (Injection Volume) を設定します。

③ 最適化 (Optimization) の方法を選択します。

1.なし (None)

2. オーバーラップインジェクション (Overlap Injection Cycle)

:指定時間後にバルブを切り替え、次のサンプルを吸引します。

を設定します。

3.サンプルバイアルを準備 (Prefetch Sample Vial)

:指定時間後にバイアルをインジェクションポートの近くに準備します。

④ さらに詳細な設定を行う為には、 続き (More) >> をクリックします。

| | Standard Injection | Injection <u>∨</u> olume: | 5.0 μl |
|----------|---|---------------------------|----------------------|
| | C Injection with Needle \underline{W} ash | Wash Via <u>l</u> : | 0 |
| | C <u>U</u> se Injector Program | Total Lines: | 0 <u>E</u> dit |
| | Optimization: none | • 0.00 | min. after Injection |
| | | | |
| | Auxiliary | - Time- | _ |
| • | Draw Speed: 100 µl/min | <u>S</u> toptime: | no Limit 불 min 🔸 |
| _ | Eject Speed: 100 µl/min | <u>P</u> osttime: | Off 🚔 min |
| | D <u>r</u> aw Position: 0.0 mm | | _ |
| | Store Temperature | | |

- ⑤ サンプル溶媒の粘性を考慮し、吸引スピード (Draw Speed)・吐出スピード (Eject Speed)を設定します。
- ⑥ サンプルを吸引する際のニードルの位置 (Draw Position) を設定します。
- 分析時間をポンプと同期させるため、ストップタイム(Stoptime)はas Pumpとします。
- ⑧ OK をクリックします。



<高性能オートサンプラ/ウェルプレートオートサンプラの設定>

注入量(Injection Volume)を設定します。また、注入方法を次の3つから選択します。

標準注入 (Standard Injection)

ニードル洗浄+注入 (Injection with Needle Wash) → ④ ニードル洗浄の設定 をします。

インジェクタプログラム使用 (Use Injector Program) → 編集 (Edit) で編 集します。

② 分析時間をポンプと同期させるため、ストップタイム (Stoptime) は as Pump としま す。

③ ハイスループット (High Throughput) で使用する場合に選択します。

□自動バルブ切り替え (Automatic Delay Volume Reduction)

□オーバーラップインジェクション (Enable Overlapped Injection)

バルブを切り替えるタイミングを、次の2つから選択します。

・サンプルフラッシュアウト時 (When Sample is flushed out)

→ ⑨ サンプルフラッシュアウトファクタ (Sample Flush-Out Factor) を設定 します。

・注入後 min (after min)

④ ニードル洗浄 (Needle Wash) を実施する場合に設定します。

フラッシュポート (Flushport) → 洗浄時間 (Time) を設定します。

バイアル (Vial) \rightarrow 洗浄バイアル (Location) と繰り返し回数 (Repeat) を設定 します。

⑤ さらに詳細な設定を行う為には、 続き (More) >> をクリックします。

| - | 補助設定 | | | | | (8) | |
|-----|-----------------------|-----|-------------|-------------------|------------|-----|---|
| 6 - | ► 吸引スピード(<u>D</u>): | 100 | μ L/min | 平衡化時間(@): | 2.0 sec | - | |
| | 吐出スピード(」): | 100 | μL/min | サンブル フラッシュ アウト係数: | 5.0 X注入量 ◆ | | 9 |
| 7 - | ▶ 吸引ポジション(R): | 0.0 | mm | □ 温度保存(1) | | | |
| | | | | □ バイアル/ウェル底部 センサ | | | |
| | | | | | | | |
| | OK(<u>O</u>) | | | キャンセル | ヘルプ(円) | | |

⑥ サンプルの粘性を考慮し、吸引スピード (Draw Speed)、吐出スピード (Eject Speed)
 を設定します。

- ⑦ サンプルを吸引する際のニードルの位置 (Draw Position) を設定します。
- ⑧ 平衡化時間 (Equilibration Time) を設定します。
- ⑨ サンプルフラッシュアウト係数 (Sample Flush-Out Factor)を、注入量(+ニード ルシートの容量)の倍数で設定します。
- ① OK をクリックします。

<インジェクタクリーニング (パージキット)の設定>

<u>装置 (Instrument)</u> → <u>インジェクタ続き (More Injector)</u>

| (ンジェクタ コンフィグレージ | /ョン: 機器 1 | J | | \mathbf{X} |
|---|--------------------------------|----------|--|--------------|
| トレイ 左心: ウェルプレート | | • | | |
| ーウェルプレート プレート 1(フロント)①: プレート 2(パック)②: | (ない) | | • • | |
| ーボリューム シリンジ ⑤) シートキャピラリ ⑥) | 100.0 • 2.3 • | μL μL | - BCD ポート使用 © ロケーション(L) © バイナリ出力(Q) | |
| 最大注入量: | 100 | μι | - バルブ洗浄 - 「万効」 - - - - - - - - - - - - - | |
| OK(Q) | * | キャンセル | ヘルプ(出) | |

バルブ洗浄 (Rinse Valve) の□有効 (Enable) をチェックします。

前述のインジェクタ設定画面に入り、インジェクタクリーニグを設定します。

| | | - インジェクタ クリーニング | | | | | |
|-----|---------------|-----------------|---------------|-------------|---------|------------------|--|
| | | 注入バルブ クリーニング | 設定(S) ← | ③ | | | |
| | | ▼ 洗浄有効 | | | | | |
| 1 — | \rightarrow | 洗浄時の吸引速度: | 1000 μL/min 洗 | 浄容量(有機): | 1.3 * 3 | 容量 | |
| | | 洗浄時の吐出速度: | 1000 µL/min 洗 | 浄容量 (水): | 2.0 * 3 | 容量 | |
| (2) | | | | (容量 = シリンジ・ | ・ルーブ キャ | ピラリ + シート キャピラリ) | |

① □洗浄有効をチェックします。

② 洗浄時の吸引速度 (Rinse Draw Speed)、洗浄容量 (有機) (Rinse Volume (Organic),

洗浄時の吐出速度(Rinse Eject Speed),洗浄容量(水) (Rinse Volume(Water)を設 定します。通常、速度は Default 設定、容量は 2~3 を設定します。分析するサンプル、 分析時間によって、速度/容量を調整します。

③ 設定(Settings)を押して、注入バルブクリーニングの設定を行います。

| 注入バルブ クリーニング | X | |
|---------------------|-----------------------|-----|
| 「バルブ スイッチングーーーーーー | | |
| 時間1 (バイパス) | 0.50 min 🗲 | 4 |
| 時間 2 (メインパス/バイパス) | 5.00 min + | - 5 |
| 時間 3 (メインパス/バイパス) | 6.00 🚽 min 🗲 | 6 |
| 時間 4 (メインパス/バイパス) | オフ 📕 min | |
| バルブ切り替え: | 2 | - 7 |
| 時間 1 ~ 時間 4 の設定方法(ご | ついては ヘルプを クリックしてください。 | |
| | | |
| OK(0) \$*# | ンセル ヘルプ(田) | |

- ④ 有機溶媒で洗浄する時間を設定します。バルブが切りバイパスに切り替わり洗浄 容量(有機)で設定した値に基づいてサンプルループ、ニードル、ニードルシー ト、バルブ内を有機溶媒で洗浄します。
- ⑤ グラジエント溶離において、目的成分がすべて溶出した後で有機溶媒組成がリッチになった付近での時間を入力します。この時間にバルブ切り替え(Valve movement)で設定された回数、オートサンプラのインジェクションバルブが Main Pass → Bypass と切り替わります。

分析途中でバルブが切り替わるため、若干のベースラインの乱れが起こるが場合 がありますので、この時間はピークが溶出しない時間を設定してください。バル ブ切り替え後、洗浄容量(水)で設定した容量でサンプルループ、ニードル、ニ ードルシート、バルブ内をパージキットのボトルAに満たした溶媒で洗浄します。

- 32 -

- ⑥ 移動相組成が初期条件になっているところでバルブ切り替え (Valve movement) で設定した回数、オートサンプラのインジェクションバルブが Main Pass \rightarrow Bypass と切り替わります。
- ⑦ 上記で設定した各時間で、バルブを何回切り替えるかを設定します。
- ⑧ 自動バルブ切り替え(Automated Valve switching) にチェックをし、有効にして ください

| 「ハイ スループット |
|--------------------|
| ☑ 直動 バルフ切り替え |
| □ オーバーラップ インジェクション |
| 😨 サンプル フラッシュ アウト時 |
| C 注入後 2.0 min |
| ▶ キャリーオーバーの最小化 |

<カラムコンパートメントの設定>



ボタンをクリックし、ヒーターブロックの温度を入力します。
 この状態では、左右の2つのヒーターブロックは同じ温度で制御されます。

② 分析時間をポンプと同期させるため、ストップタイム (Stoptime) は as Pump とします。

③ 左右のヒーターブロックをそれぞれ設定するには、 続き (More) >> をクリックします。
| Column Thermostat N | 1ethod : Instrument 1 | | × | |
|--|--|------------------------|---|----|
| Temperature © 25.0 °C © Not controlled | Time <u>S</u> toptime: as Pump ▲ min no Limit ▲ min <u>P</u> osttime: Off ▲ min | Column Switching Valve | Temperature (right) C 20.0 °C C Not controlled © Same as left | (4 |
| Line Time | Column Temp.(I pend <u>Cut</u> | eft) Temp.(right) | Store Temperature (left) Temperature (right) Enable Analysis With any Temp. When Temperature is within Setpoint | |
| <u>K</u> | Cancel | Help | +/- 0.8 °C | |

- ④ 右のヒーターブロックの制御方法を選択します。
- ⑤ OK をクリックします。
- * カラムスッチングバルブの設定例は付属のリファレンスマニュアルをご参照下さい。

<UV-Vis 検出の設定>

| | | VWD Signal : Instrument 1 | |
|----|---|---|-----|
| | 0 | Signal | 3 |
| 4- | | Line Time Wavelength Balance Scan Fro | |
| | | Cut Copy Copy Paste € Table C Graphic | |
| | | QK Cancel <u>H</u> elp <u>More</u> >> ◀ | - 5 |

- ① 波長 (Wavelength) を設定します。
- ② 矢印をクリックし、ピーク幅 (Peakwidth) を選択します。
- ③ 分析時間をポンプと同期させるため、ストップタイム (Stoptime) は as Pump としま す。
- ④ 波長のタイムテーブルを設定する場合には、
 追加(Append)
 をクリックして編集 モードにします。
- ⑤ 詳細な設定は、 続き (More) >> をクリックします。

⑥ 測定直前に自動的にバランスをかけるため、プレラン(Prerun)を選択します。

⑦ OK をクリックします。

| VWD Signal : Instrument 1 | | × |
|----------------------------|--|-----------------------------|
| Signal | Time | Analog Output |
| Wavelength: | <u>S</u> toptime: as Pump ➡ min no Limit | Zero Offset: |
| Peakwidth (Responsetime) | | Attenuation: |
| > u.1 min (2 s) ▼ | | TUUU MAU |
| | | Sto <u>r</u> e additionally |
| Line Time Wavelength Balan | ce Scan Froi Insert | □ Signal w/o |
| | Reference only | |
| | | Autobalance |
| | Copy | Prerun |
| • | <u>Paste</u> | Postrun |
| | | -Special Setpoints |
| <u>O</u> K Cancel | Help More >> | S <u>e</u> tup |

| くダイオードアレ | /イ検出器の設定> |
|----------|-----------|
|----------|-----------|

| | DAD Signals : Instrument 1 | × |
|-----|--|--|
| | Signals | Time |
| | Store Sample,Bw Reference,Bw A: ☑ 254 4 360 1e02 ♀ nm | <u>S</u> toptime: no Limit ★ min ← ③ |
| | B: 🗖 254 16 360 1e02 🗭 nm | <u>P</u> osttime: Off <mark>.</mark> min |
| | C: 210 8 360 1e02 mm | De suissell esses |
| | D: 🗖 230 16 360 1e02 🖨 nm | Reguired Lamps |
| | E: 🗖 280 16 360 1e02 🚔 nm | |
| | Spectrum | Peak <u>w</u> idth (Responsetime) |
| ② → | Sto <u>r</u> e: None | > 0.1 min (2 s) - 5 |
| | Ran <u>g</u> e: 190 to 400 nm | Autobalance Slit |
| | Step: 2.0 nm | |
| | Threshold: 1.0 mAU | |
| | Timetable Total Lines: 0 | Margin for negative Absorbance |
| | OK Cancel Help | I MAU |

 シグナル (Signals) は5波長まで採取できます。採取するシグナルのチェックボ ックスをクリックします。サンプルおよびリファレンス波長を設定します。

② スペクトル (Spectrum)の採取方法を選択します。
 また、スペクトルを取り込む波長範囲、
 ステップなどを設定します。

| | None 🔹 |
|---|-----------------------|
| | None |
| I | Apex+Baselines |
| l | Apex+Slopes+Baselines |
| l | All in peak |
| ł | Every 2nd spectrum |
| | All |

③ 分析時間をポンプと同期させるため、ストップタイム (Stoptime) は as Pump としま す。

- ④ 分析に必要なランプを選択します。
- ⑤ ピーク幅 (Peakwidth) を選択する矢印をクリックし、選択します。

| -Pe | ak <u>w</u> idth (Responsetime)— | _ |
|------|-------------------------------------|---|
| | >0.1 min (2 s) ▼ | |
| | < 0.01 min (0.1 s) | 1 |
| _ ^+ | > 0.01 min (0.2 s) | |
| Aut | > 0.03 min (0.5 s) | |
| | > 0.05 min (1 s) | ŀ |
| | >U.I min (2:s) | Ļ |
| | > 0.2 min (4 s) | |
| | > 0.9 mm (0.8) > 0.85 min (16 c) | |
| | × 0.00 mm (10 8) | |

⑥ 分析直前に自動的にバランスをかけるため、プレラン (Prerun)を選択します。

⑦ スリット幅 (Slit)を選択する矢印をクリックし、選択します。



⑧ 全てを設定したら OK をクリックします。

<プログラマブル 3D 蛍光検出器の設定>

| F | LD Signals : Instr | ument 1 | | | × |
|---------|--------------------------|---------------------------------|---------------------------|---------------------------|---|
| n — — • | - Signal | | Time | sPump 🗐 | |
| 1 | Excitation: © 3e02 nm | Em <u>i</u> ssion: • 4e02 nm | <u>S</u> toptime: | no Limit 🖃 ^{min} | |
| | C Zero Order | C Zero Order | <u>P</u> osttime: | Off 🚽 min | |
| | | | | | |
| | | Excitation Emissi | on PMT-Gain B | aseline | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | (3) | | | |
| | <u>I</u> nsert | Append C | l <u>u</u> t <u>C</u> opy | Paste | |
| | ⊙Table C | Grap <u>h</u> ic | | | |
| | <u>0</u> K | Cancel <u>H</u> | elp | <u>F</u> ull >> | |

① 励起波長(Excitation)、蛍光波長(Emission)を設定します。

② 分析時間をポンプと同期させるため、ストップタイム (Stoptime) は as Pump としま す。

③ タイムテーブルを設定する場合には、 追加 (Append) をクリックして編集モード にします。

④ 詳細な設定は、フル(Full) >> をクリックします。

- 40 -

| ELD Signals : Instrument 1 | 1 |
|--|----|
| Signal Time Multiple Wavelengths and Spectra | |
| Excitation A: Emission: Stoptime: as Pump 🚔 min C Off C Multi Ex C Multi Em | _5 |
| Image: The second s | |
| C Zero Order C Zer | |
| D: □ 3e02 nm | |
| Timetable Line Time Em. Ex.A Ex.B Ex.C Ex.D Ex. Spectra From To Range: 2e02 to 4e02 nm Step: 5 nm Threshold: 1.0 LU Time/Spectrum: 837 ms | -7 |
| Peak <u>w</u> idth (Responsetime) | |
| > 0.2 min (4 s, standard) | 8 |
| Insert Append Cut Copy Baste | |
| © Table C Graphic PMT-Gain: 10 Test ↓ | |
| OK Cancel Help Short << Special Setpoints | 10 |

- ⑤ マルチ Ex. (Multi Ex.)またはマルチ Em. (Multi Em.)を選択すると、励起または蛍 光波長について多波長検出やスペクトル採取を行うことができます。
- ⑥ 励起波長または蛍光波長について、測定波長を3波長まで追加することができます。
- ⑦スペクトルの採取方法を選択します。
- ⑧ 矢印をクリックし、ピーク幅(Peakwidth)を選択します。
- ⑨ PMT-ゲイン(PMT-Gain)で信号の増幅を設定します。
- ⑩ さらに詳細な設定を行うためには、スペシャルセットポイント(Special Setpoints..)

| | FLD Special Setpoints : Instrument 1 | × | 1 |
|---|--|--|------|
| | Phosphorescence Detection Mode | Fluorescence Scan Range | 1 |
| | © Off On Delay: 50.0 µs Gate: 200 µs | From To Step E <u>x</u> citation: 2e02 4e02 5 nm ← E <u>m</u> ission: 3e02 5e02 5 nm Time/Scan: 137 s | [5 |
| ⑫ → | <u>B</u> aseline Behavior: | Lamp ✓ Only On During Run ✓ Economy Mode now: 74 Hz, High Lamp Current | (16) |
| $(3) \longrightarrow \\ (4) \longrightarrow $ | | □ Enable analysis when lamp is off Lamp Energy <u>R</u> eference: ● On ○ Off | |
| | Restore <u>D</u> efaults | <u>O</u> K Cancel <u>H</u> elp | |

- 備光検出モード(Phosphorescence Detection Mode): 燐光を測定する時に設定します。
 ディレイ(Delay): ランプ点灯から分析までの待ち時間
 ゲート(Gate) : 測定時間
- 2 ベースライン処理(Baseline Behavior):波長または PMT ゲインを変更した時のベー スライン

の処理方法を設定します。

補正(接続)(Append):元のベースライン位置にベースラインを合わせます。

補正なし(Free) :ベースラインを調整しません。(ベースラインがシフト します。)

ゼロ補正(Zero) :ベースラインを0LU(Luminescence Units)にします。

- 42 -

¹³ シグナル極性(Signal Polarity):シグナルの極性を設定します。

- ④ スペクトル範囲固定(Fit Spectral Range): 励起波長と蛍光波長の差が 25 nm 以上に なるように測定範囲を調整します。
- ⑤ 蛍光スキャン範囲(Fluorescence Scan Range):スキャンを行う波長範囲を設定します。

16 ランプ(Lamp): ランプの点灯条件を設定します。

分析中のみ点灯(Only On During Mode):分析中のみランプを点灯します。通常この 条件を選択します。

 エコノミーモード(Economy Mode)
 : 低周波数または低電流でランプを点灯します。
 S/N 比は小さくなりますが、ランプの寿命 が長くなります。

ランプオフ時の分析を可能にする(Enable analysis when lamp is off):

ランプが点灯していない時も分析が可能となります。

ランプエネルギーリファレンス(Lamp Energy Reference):

リファレンスダイオードを使用して、シグナル を補正します。**S/N**比が改善されます。

① OK をクリックしていき、画面を閉じます。

<示差屈折率検出器の設定>

- ① 光学系温度 (Optical Unit Temperature) を設定します。
- ② 極性 (Polarity) を選択します。
- ③ 分析後に自動的に溶媒のリサイクルを行う時には on に設定します。
- ④ 分析時間をポンプと同期させるため、ストップタイム(Stoptime)は as Pump とします。
- ⑤ 矢印をクリックし、ピーク幅 (Peakwidth)を選択します。
- ⑥ タイムテーブルを設定する場合には、 追加 (Append) をクリックして編集モード にします。
- ⑦ 詳細な設定は、 続き (More) >> をクリックします。次ページに示します。



| RID Signal : Instrument 1 | | × |
|---------------------------|---|---|
| Optical Unit Temperature | Time | Analog Output |
| -Polarity- | <u>S</u> toptime: as Pump ➡ min no Limit ➡ Posttime: | Zero Offset: 5 % Atten <u>u</u> ation: |
| C <u>n</u> egative | Off 🛓 min | 500*10^3 nRIU |
| Automatic recycling | Peak <u>w</u> idth (Responsetime) | Store additionally |
| Con Coff | > 0.2 min (4 s, standard) 🔽 | Diode <u>1</u> Signal |
| | | Diode <u>2</u> Signal |
| | | Optical Unit Temperature |
| Line Time Polarity | Peakwidth Insert | □ Po <u>l</u> arity |
| | Append | ∏ <u>B</u> alance Signal |
| <u>.</u> | <u>Capy</u> | Automatic zero before analysis I o on o off |
| QK Cancel | Help More >> | Automatic purge purgetime 0.0 min w <u>a</u> ittime 0.0 min |

⑧ 測定直前に自動的にオートゼロをかけるため、onを選択します。

⑨ OK をクリックします。

<バルブ類の設定> (例: G1157A 2 PS/10PT バルブ)

① ポジション (Position) を選択します。OK をクリックすると選択したポジションに バルブが切り替わります。

② バルブ名を入力します。

③ タイムプログラムでバルブ切替を行う場合は、タイムテーブルを設定します。

□分析後、次ぎのポジションの選択が可能です。

④ ポジション説明を入力します。

| | Set up Valve <2PS/6PT> : Instrument 1 | | × |
|---------|---------------------------------------|---------------------------|---|
| | Position | _ Timetable | |
| 1 | Use current | Line Time Position Insert | |
| | | Append | |
| | 3 | Cut | |
| | | Сору | |
| <u></u> | Valve Name | Paste | |
| 2 | | ☐ Next position after run | |
| | Position Descriptions | | |
| ④ | → ¹ | 2 | |
| | | QK Cancel Help | |

⑤ OK をクリックします。

<フラクションコレクタの設定>

| | フラクション コレクタの設定 : 携帯 1 | |
|------------|--|--------------|
| | | |
| | | |
| (<u>)</u> | | |
| | | |
| | | |
| (3) — | 検出器 ワークモード Jpスローブ単位/s] Dwスローブ[単位/s] スレッシュ[単位] アァパースレッシュ[単位] 単位 | |
| | 1 UIB Off 5.00 5.00 5.000 3000.000 mV | |
| | | |
| | 次の場合にフラクション コレクションを実行: 「 MSD を用いてマスーペース フラクション コレクションを実行 | |
| | ○ 選択した全ての検出器でピークを検出した場合 | |
| | ○ 選択した検出器のなかの少なくとも1検出器でピークを検出した場合 | フラクション ブレビュ |
| | | |
| | F ⁸¹ ∆7 -71/- | 挿入の |
| \bigcirc | 時間 トリガ モード 最大ビーク溶出時間[min] フラクション & タイムスライス[min] | |
| (4) | | |
| | | 切り見り(0 |
| | | (<u>C</u>) |
| | | 貼り付け(日 |
| | | |
| | OKQ) キャンセル ヘルブ(仕) 続き(M) >> | |

 フラクショントレイガモード (Fraction Trigger Mode)を選択します。 *1*7 (off) : フラクション行わない

タイムテーブル使用 (Use Timetable) :タイムベースフラクションまたはタイムベース をピ ークベースフラクションを切り替えるために 使用

ピークベース (Peak-based) : ピークベースフラクションを実施

- ② 最大ピーク容量時間 (Max Peak Duration) を設定します。
- ③ ピーク検出 (Peak Detection)を設定します。フラクショントリガモードにピークベースまたは、タイムテーブルでピークベースフラクションを設定した場合に、トリガとなる検出器の選択及びパラメータの設定を行います。検出器のワークモード (Working Mode)を On にひて、各検出パラメータを設定します。フラクションプレビュー (Fraction Preview)の画面で、採取したデータを読み込み各パラメータを 画面上で最適化することができます。
- ④ フラクショントリガモードでタイムテーブル使用をした場合にタイムテーブルを設定します。

- 47 -

続き(More) を押して、さらに詳細な設定が行えます。



- ⑤ ストップタイム、ポストタイムを設定します。
- ⑥ フラクションニードル洗浄の設定を行います。□フラクション開始時をチェック することをお勧めします。
- ⑦ 補助設定を設定します。
 容器にフラクションする容量を設定できます。(プレート/試験管トレイのみ有効。
 ハーフトレイでは設定は無効)
 - その他、各装置データの保存設定が行えます。

<シグナルの詳細>

この画面からデータ解析に関連する画面が表示されます。

シグナル詳細画面では、積分およびレポート報告したいシグナル(クロマトグラム)を 設定

します。

| Signal Details: Instrument 1 Available Signals | X |
|---|-----------------|
| DAD1 A, Sig=254,4 Ref=360,100 | Add to Method |
| Insert Row Append Row Delete Row Signal Description | Start End Delay |
| | |

① 使用可能シグナル (Available Signals) の矢印をクリックします。

- ②目的のシグナルを選択します。
- ③ メソッドに追加(Add to Method) を押すと、シグナル説明欄に加わります。

スタート・エンド(Start・End)を設定すると、解析対象のシグナルの時間範囲を限 定でき

ます。同様に、複数のシグナルおよびモニターカーブを選択することができます。

- OK をクリックします。
- * 検出器の設定で設定したシグナルとシグナル詳細で選択した使用可能シグナルが異 なると、メソッドファイルをセーブする際に警告が表示されます。

- 49 -

<積分イベント>

積分(インテグレーション)のイベント変更の画面が表示されます。



- 新しいベースラインコンセプトのために設けられた基本的な積分条件です。変更する場合は目的のイベントを選択し編集モードにします。タンジェントスキムモードとベースライン補正は、表示されるプルメニューから適切なものを選択し、その他イベントには数値を入力します。
- ② その他の基本的な積分イベントです。変更する場合は目的のイベントを選択し、編 集モードにします。
- ③ その他のイベントを追加する場合は、イベント追加ボタンをクリックして選択し、 値や時間を入力します。
- ④ ここでは、このまま OK ボタンをクリックします。

<レポート条件>

"レポート"とはシグナルやスペクトルの計算・解析結果をいいます。 レポート条件設定画面では、レポート報告の条件を設定します。

| ()→ | Specify Report: Instrument 1 Image: Construction of the second secon | |
|-----|--|------------|
| | Style | |
| ④→ | Report Style: Short Report Style Options Sample info on each page Add Fraction Table and Ticks Add Chromatogram Output Add Summed Peaks Table Report Layout For Uncalibrated Peaks O Not Report | -3 |
| 5 | | — 6 |

- ① レポートの出力先 (Destination) を選択します。
- ② 定量方法 (Quantitative Results) を選択します。
- レポートスタイル(Report Style)を選択します。
 矢印をクリックし、簡易(Short)を選択します。
- ④ レポートにクロマトグラムを追加する場合には、クロマトグラム出力の追加 (Add Chromatogram Output) にチェックを入れます。
- ⑤ クロマトグラムを出力する向きを選択します。
- ⑥ レポート用紙上に表示するクロマトグラムの割合を設定します。
- ⑦ シグナルの表示画面を変更できます。
- ⑧ OK をクリックします。

くモニターカーブ>

シグナルを読み込む際、シグナルにシステム圧力など実際の分析時の状態を重ね書きすることができます。

表示したい項目をクリックします。

② OK をクリックします。

Instrument Curves: Instrument 1 × Select curves to overlay: Instrument Data Curves: %A Γ %В %C(C1) %D(C2) Г Flow Γ Temperature High Pressure MSD: Ion Polarity MSD: VCap • M • OK Cancel <u>H</u>elp

<ランタイムチェックリスト>

分析を実行する際、メソッドでどの項目を実行するか設定します。

| ラン タイム チェックリスト: 機器 1 | |
|-------------------------------|--------------|
| - メソッドの実行する部分を選択 | |
| | |
| ▼ データ取込(A) | |
| ▶ 標準データ解析(D) | |
| 🔲 カスタマイズ データ解析マクロ(<u>C</u>) | |
| □ GLP データ保存(S) | |
| ポストラン コマンド/マクロ(B) | |
| | |
| データ ファイルにメソッドを保存(M) | |
| ОК | ++>te11 /117 |

① データ取り込み (Data Acquisition) と標準データ解析 (Standard Data Analysis) のチェックボックスをクリックします。

これにより、分析はデータの取り込みと解析を連続して実施します。



* 以上で メソッド全体の編集 (Edit entire method) によるメソッドの編集が終わり ました。

メソッドを保存する前に、再度メソッド全体の編集 (Edit entire method) を実施し、 メソッドパラメータを確認してみましょう。

補足:冷却機能付きオートサンプラの温度設定 ご使用のオートサンプラが冷却機能付きの場合は、この設定を行って下さい。

トップ画面で、オートサンプラの絵をクリッ クします。 右のようなメニューが表示されます。 メニューから<u>サーモスタット(Thermostat)</u> を選択します。



あるいは、メニューバーから

<u>装置(Instrument)</u> → <u>インジェクタ続き(More Injector)</u> → <u>サーモスタット</u> <u>(Thermostat)</u>

を選択します。

- ① サーモスタット (Thermostat) を ON にします。
- ②温度を入力します。
- ③ 電源を入れた時に、自動的にサーモスタットを ON にする場合、チェックします。
- ④ OK をクリックします。

| | サンプル サーモスタット : 装置 1 | |
|-----|---|----|
| 1)— | サーモスタット(I) ● [0n] ● off □ off □ off □ a)/h□ールなし | -2 |
| 3— | 電源投入時(<u>P)</u> → □ サーモスタット on | |
| | 自動 on(A) | |
| | □ サーモスタット on: 日付: 98/02/18 <yy dd="" mm=""></yy> 時間: 13:36:36 <hh:mm:ss></hh:mm:ss> | |
| | | |

2-3. メソッドファイルの保存

編集したメソッドを保存します。

メソッドファイル名を変更して保存する場合は

メソッド (Method)

→ <u>名前を付けてメソッド保存</u>(Save Method As) ...

を実施します。

* DEF_LC. M の属性は上書き禁止になっています。 必ずファイル名を変更することになります。

| Method | Sequence | View | Abc | |
|----------------|--------------------|-------|-----|--|
| Run Ti | Run Time Checklist | | | |
| Metho | d Informatio | n | | |
| Sample | e Purity Opti | ons | | |
| Edit Er | ntire Method. | | | |
| Metho | d Change Hi | story | | |
| New Method | | | | |
| Load Method | | | | |
| Save Method | | | | |
| Save Method As | | | | |
| Print M | 1ethod | | | |
| 1 DEF | LC.M | | | |
| 2 | | | | |
| 3 | | | | |
| 4 | | | | |

ファイル名 (Name) を入力します。半角英数字8文字以内です。
 メソッドファイルの拡張子 (*.M) は自動的に付けられます。

| Save Method as: Instrumen <u>N</u> ame: test | t 1 フォルダ(E): c:¥hpchem¥1¥methods | | <u>?</u> Х |
|---|---|---|-----------------------------|
| 56slscci m 56slsces.m 56slscrei m 56slsmci m 56slsmes.m 56slsmei.m 56vlsmci m 56vlsmes.m | C¥ hpchem methods 56SLSCCI.M 56SLSCPI.M | • | キャンセル ネットワーク(<u>W</u>) |
| Types: Method(*,M) | ドライブ(<u>∨</u>): ■ c: | • | |

② OK をクリックします。

メソッド名を変更せず上書きする場合は、アイコンをクリックします。



| Save Method | X |
|-----------------------------|---|
| Comment for method history: | |
| | |
| OK | |

メソッドを保存するたびに、メソッド編集に関連したコメントを残すことができます。

これによりメソッド名を上書きで保存しても履歴を見ることができます。 コメントを入力し、OK をクリックします。

2-4. メソッドの一部変更

すでに編集したメソッドのパラメータを部分的に変更する方法を示します。 ここではインジェクタ設定 (Setup Injector) を例にして、注入量を1 μ 1から5 μ 1に 変更します。

【メソッドパラメータの一部変更】

メソッドパラメータの中で目的のパラメータだけを変更する方法は、以下の3種類があ ります。

(A) プルダウンメニュー

メニューバーから

<u>装置 (Instrument)</u> → インジェクタ設定 (Set up Injector)

を選択します。

注入量 (Injection Volume) を 5µ1に変更します。

(B) GUI (システムダイアグラム) の利用

GUI (システムダイアグラム) のインジェクタの上に マウスのポインタを動かします。ポインタの形状が 変わるのを確認したら、そこでマウスの左ボタンを クリックします。



- 59 -

| Instrument | Method | Sequence | Viev |
|---------------------------|-----------|----------|------|
| Set up Pu | mp | | |
| Set up Inj | ector | | |
| Set up Co | lumn Ther | mostat | |
| Set up DAD Signals | | | |
| Set up FLD Signals | | | |
| Set up VWD Signal | | | |
| Set up RID Signal | | | |
| Set up Fraction Collector | | | |
| Set up Valve | | | |
| | | | |

メニューから<u>インジェクタ設定 (Set up Injector)</u>を

選択します。

注入量 (Injection Volume) を 5µ1に変更します。

(C) " LC パラメータ"

システムダイアグラムの右下に"LCパラ メータ(LC Parameters)"を表示させます。

インジェクタに関連するパラメータ(例え ば注入量: InjVol)にマウスのポインタを 動かします。ポインタの形状が変わるのを 確認したら、そこでマウスの左ボタンをク リックすると、設定画面が表示されます。

| LC パラ | x-5 | | - | |
|---------|-------|--------|-------------------|-----------|
| InjVol: | 5.0 | ul | Temp: | |
| Flow: | 0.000 | ml/min | | |
| StopT: | 0.00 | min | Sig A: 254 nm Ret | f: |
| PostT: | 0.00 | min | Sig B: 254 nm Ref | f: 360 nm |
| A: | 100.0 | % | Sig C: 210 nm Ref | f: |
| B: | | | Sig D: Ref | f: |
| C: | | | Sig E: Ref | f: |
| D: | | | Spectra: All | |
| MaxP: | 400 | bar | VWD Signal: 254 | nm |
| MinP: | 0 | bar | | |
| | | | | |

注入量 (Injection Volume) を 5 µ 1 に変更 します。

【メソッドの保存】

メソッドパラメータを一部でも変更した場合、そのメソッドを保存する必要があります。 2-2節 メソッドファイルの保存を参照してメソッドを保存してください。

第3章 システムの起動

3-1. 分析装置の準備

【移動相の準備】

LC用溶媒をボトルに入れ、トレイにセットします。

- ※注意 ・使用する溶媒は液体クロマトグラフ用を使用願います。
- ・バッファを使用する場合は 0.45 μ m 以下のフィルターで濾過して使用して下 さい。

・オンラインデガッサが無い場合は、超音波減圧脱気してからセットしてください。

【オンラインデガッサ】

オンラインデガッサを使用する場合は、デガッサ内部の溶媒を置換します。付属のシリンジを以下のように接続します。(G1379A ミクロデガッサの場合は、この作業は行わないでください。)

・バイナリポンプ,アイソクラティックポンプ:

ボトルヘッドアセンブリからアクティブインレットバルブに接続されているテフロン チューブを外し、シリンジアダプタに接続します。

・クォータナリポンプ:マルチチャンネルグラジェントバルブ(4方バルブ)に接続されているテフロンチューブを外し、シリンジアダプタに接続します。

各チャンネルごとに 30ml ほど置換します。

3-2. 分析装置の起動順序

1. ポンプヘッド内の気泡抜き (パージの実施)

ポンプヘッド内の気泡を取り除くためパージ(高流量で移動相を送液)します。 ポンプヘッドのパージバルブを反時計方向に回すと、移動相はドレイン側に流れる ようになります。

ポンプの流量を 5m1/min に設定し、ポンプを ON にします。各溶媒チャンネルごとに

3~5分ほど流します。

パージが終了したらポンプを OFF にし、パージバルブを時計方向に回します。

※注意 パージバルブは締めすぎに注意して下さい。

時計方向に回して手応えを感じたら(負荷が大きくなったら)、そこからさ らに

20~30度ほど回します。

ポンプを ON にした際、ドレイン側チューブに移動相が流れているのが観察さ

れたら、少しずつ時計方向に回し増し締めをして下さい。

2. 検出器の準備

ランプを点灯させます。

※注意 安定したベースラインを得るために、30分以上待ってから分析を開始する こと

をおすすめします。

3. 流路の溶媒の置換

ます。

カラムを保護するため、カラム入口のコネクタを外します。 設定した流量で移動相を送液し、流路(カラム入口)が充分に置換されるまで流し

- 63 -

※注意 移動相としてバッファを使用した直後に有機溶媒のみを流すと、塩が析出 し配管

が詰まることがあります。その際は、まず流路を純水に置換してから、有機溶

媒に置換して下さい。

4. カラムの接続

ポンプの送液が停止した状態でカラムを接続します。

5. カラムコンパートメントの準備

ヒーターブロックの温度コントロールを ON にします。

※注意 カラムが温まるまではカラムを流路に接続しないか、接続する場合は低流 量で

送液することをおすすめします。

カラムを接続して送液を始めたら、カラム内部の温度が安定するまで待っ てか

ら分析を開始することをおすすめします。流量が 1ml/min の場合、30 分が 目安

です。

6. サンプルバイアルの設置

サンプルバイアルをトレイの1番に設置します。

3-3. 分析装置の起動方法

【システムの起動方法】

ポンプを例にして、システムを ON にする方法を示します。

これには以下の(A),(B),(C)の方法があります。

カラム保護のため、実際にシステムを ON にするのは、3-2節 システム ON の順序に従って行って下さい。

(A) プルダウンメニューメニューバーより設定します。

<u>装置 (Instrument)</u> $\rightarrow \frac{\pi \nu \tau \hat{k} \hat{k}}{more Pump} \rightarrow \underline{\tau \nu \nu}$ (Control)

| <u>装置の</u> メソッド(M) シーケンス(S) ホシフ"設定(U) インジェク2設定(U) カラム サーモスタット設定(C) DAD シクサル設定(D) | ★♡プコントロール: 装置 1 |
|--|--|
| ホッフ読吉(M) 補助設定(A) インジェクダ続き(Q) テータカーフ*(D) カラムサーモスタット続き(T) 外部接点(Q) DAD 続き(R) コントロール(Q) スナッフ ジョット(N) ジステム オン(N) ジステム オフ(Y) | ホウナ*(P) ○ On(N) ○ Off(F) ○ Zタシハ*(S) □ 現在の メソット*使用(I) □ 自動 On(A) □ ホウナ* on 日時: □ 日村: 98/02/11 <yy dd="" mm=""></yy> 時間: 13:29:49 |
| | OK(Q) キャンセル ヘルプ(H) ON を選択し、OK をクリックします。 |

(B) GUI の利用 (モジュール単位)

マウスでポンプ GUI 右下のボタン をクリックすると、ポンプを ON に することができます。



(C) システム全体の ON

システムに含まれる全てのモジュールを同時に ON にする ことができます。

システムダイアグラム右下の on をクリック します。

あるいは、メニューバーから

<u>装置 (Instrument)</u> \rightarrow <u>システム</u> オン (System On)

を選択します。



3-4. モニタ表示

【システム "Ready"】

GUI のステータスはシステム全体が分析を開始で きるかどうかの状態を次のように示します。



Ready(緑) :システム中すべてのモジュールが安定し、分析可能な状態。

Not Ready (赤):システム中のモジュールの中で安定していないものがあり、分析 を開始できない状態。

Error(赤) : エラーが発生している状態。

ステータスが Ready を示したら、分析を開始できます。

【ベースラインおよびシステム圧力のモニタリング】



変更 (Change...) をクリックす るとシグナルプロットの編集 (Edit Signals) 画面が表示され ます。



ダイオードアレイ検出器の場合、表示可能シグナル (Available Signals) 欄から DAD A: を選択し、 追加 (Add) をクリックすると シグナル選択 (Selected Signals) 欄に加 わります。

| シグナル プロットの編集 | × |
|---|--|
| 表示可能 シクウレレ(<u>A</u>) | シクサル 選択(<u>S</u>) |
| DAD B: Sig=254,4 Ref=360,100 | DAD A: Sig=254,4 Ref=Off |
| DAD D: Sig=230,16 Ref=360,100 | <u>追加(A) -></u> |
| DAD E: Sig=280,16 Ref=360,100 りォータナリ ホンフミ 圧力 | |
| りォータナリ ホシフミ 流量 | < - 肖川除(<u>R</u>) |
| | |
| ראלי אין אין אין אין אין אין אין אין אין אי | DAD A: Sig=254,4 Ref=Off |
| × 軸範囲(⊻): 3 📕 分 | タイブ:実測値 y 軸範囲(Y): 100 ┣ mAU |
| □ セロ点 ライン(Z): | □ y 軸自動調整(A) オフセット(<u>0</u>): 10 ● % |
| ┌メンッド設定──── | |
| □ メンッド設定使用 | メソッドへ 適用 |
| OK | キャンセル ヘルフ [*] |

同様に バイナリポンプ圧力 (Binary Pump Pressure) を追加すると以下の画面になります。

シグナル選択 (Selected Signals) 欄のシグナルを個々にハイライトにすると、シグナルを表示する範囲 (y 軸範囲 (y-axis range))の設定ができます。

| シウナナル プロットの編集 | × |
|---|---|
| 表示可能 シクウナル(<u>A</u>) | シクゲナル 選択(<u>S</u>) |
| DAD B: Sig=254,4 Ref=360,100 DAD C: Sig=210,16 Ref=Off DAD D: Sig=230,16 Ref=360,100 DAD E: Sig=280,16 Ref=360,100 | ▲ <u> 追加(A)</u> -> DAD A: Sig=254,4 Ref=Off タオータナリ ホシクミ 圧力 |
| りォータナリ ホシフ?: 流量 りォータナリ ホシフ?: %A りォータナリ ホシフ?: %B | <- 削除(<u>R</u>) |
| _[ウィントウ | |
| × 軸範囲(⊻): 3 🚽 分 | タイブ:実測値 y 軸範囲(Y): 100 ┣ bar |
| □ ゼロ点 ライン(Z): | □ y 軸自動調整(<u>A</u>) オフセット(<u>O</u>): 10 ● % |
| 「メンッド設定――― | |
| □ メソッド設定使用 | メソットや適用 |
| ОК | キャンセル ヘルフ [*] |

設定後 OK をクリックします。

I
【オンラインスペクトルモニタの表示】

ダイオードアレイ検出器または蛍光検出 器の場合、オンラインスペクトルモニタを 表示することができます。

メニューバーから

表示 (View)

→ <u>スペクトル表示 (Online Spectra)</u>

を選択します。

| 1100 DAD | | | | <u>- 🗆 ×</u> |
|----------|---------|----------|-----|--------------|
| mAU : | | | | |
| 175 | | | | |
| 150 | | | | |
| 125 | | | | |
| 100 | | | | |
| 75 | | | | |
| 50 | | | | |
| 25 | | | | |
| 0 | | | | |
| l i, | ······· | | | |
| 200 | 400 | 600 | 800 | nm |
| -20 - | ~ 200 | mAU Bal. | 190 | -∃~ |

第4章 分析の実行

4-1. "1サンプルのみ"の分析

4-1-1. サンプル情報の設定

1サンプルのみのデータを採取する場合には、サンプルバイアル番号とデータファイ ル名の設定を行います。

1本のバイアルのアイコンをクリックします。





サンプル情報 (Sample Info..) 画面が表示されます。

- 72 -

| Sample Info: Instru | ument 1 | × | |
|-------------------------|------------------|---|---|
| Operator Name: | | | |
| _ <u>D</u> ata File | | | |
| C Prefix/Counter | € <u>M</u> anual | Filename | |
| Su <u>b</u> directory: | | 3 | |
| Path: C:\HPCHE | EM\1\DATA\ | 4 | |
| <u>S</u> ample Paramete | irs | | |
| | | Lo <u>c</u> ation: \bigvee ial 1 \checkmark (blank run if no entry) | |
| | Eracti | ion Start Location: | |
| Sample <u>N</u> ame: | | | |
| Sample <u>A</u> mount: | 0 | Multip <u>l</u> ier: 1 | |
| ISTD Amount: | 0 | Dil <u>u</u> tion: 1 | |
| Target Masses: | | | |
| Commen <u>t</u> : | | | |
| | | × | 5 |
| Bun | Method | OK Cancel <u>H</u> elp | |

①分析者名を入力します。

クします。

② マニュアルを選択し、ファイル名を入力します。

データファイル名は半角英数字 40 文字以内です。拡張子(*.D) は自動的に付けられます。

 ③ データ管理をしやすくするため、サブディレクトリを設定します。半角英数字で40 文字以内です。入力後、他のパラメータを編集しようとするとメッセージが表示されますので、OK をクリッ サフル情報装置1



④ロケーション (Location) を設定します。

- ・バイアル
 - 例) 1と入力します。入力後次の項目に進むと、"バイアル1 (Vial 1) "と表示が変更されます。
- ・ウェルプレート(高性能オートサンプラ/ウェルプレートサンプラの場合のみ)
 例) pla1 と入力します。

入力後次の項目に進むと、"P1-A-01"と表示が変更されます。

⑤ サンプル名 (Sample Name) やコメント (Comment) を必要に応じて入力します。

⑥ OK をクリックします。

4-1-2. メソッドの実行

システムのステータスが **Ready**となり、ベースラインおよびシステム圧力が安定したら、 データ採取を始めます。 (3-4節 参照)

1本のバイアルのアイコンをクリックします。



サンプリングダイアグラム (Sampling Diagram) の絵が1サンプルの分析モードになります。

Start をクリックすると、分析が実行されます。



あるいは、メニューバーから

<u>ラン コントロール (Run Control)</u> \rightarrow <u>ラン メソッド (Run Method)</u>

を実行します。

* メソッドを実行すると、検出器にバランスがかかり、それから注入動作をします。

* オンラインシグナルモニタには分析スタート時点に赤い縦線が表示されます。

* 分析が無事に終了すると、レポートがスクリーンおよびプリンタに出力されます。

- 75 -

スタンダードサンプルは以下の4種類の成分で構成されています。

| No.1 | : ジメチルフタレート | Dimethylphthalate :DMP |
|------|-------------|------------------------|
| No.2 | : ジエチルフタレート | Diethylphthalate :DEP |
| No.3 | : ビフェニル | Biphenyl(Diphenyl) |
| No.4 | : 0-ターフェニル | o-Terphenyl |

- * UV-VIS 検出器、ダイオードアレイ検出器、示差屈折率検出器では、No. 1~4 の 4 本の ピークを確認することができます。
- * プログラマブル 3D 蛍光検出器では、No.3 のピークを確認することができます。

4-2. シーケンス (Sequence)

シーケンスとは、分析条件(メソッド)の異なるサンプルを、サンプル毎に指定したメソッド に従い、連続自動分析を行うためのプログラムです。本節の詳細については、別冊の"新しい Chemstation ワークフロー入門"を参照ください。

<シーケンスコンテナの設定>

表示 (View) \rightarrow Preference (プレファレンス)

シーケンスタブを選択します。

| געאדטל 🔳 🖬 🛛 |
|---|
| パス シーケンス シグナル/レビュー オプション |
| データ保存 |
| ◎ ユニークなフォルダ作成オン |
| 各シーケンス実行のためにユニークなデータフォルダを作成します。詳細はヘルプを見てください。 |
| ○ ユニークなフォルダ作成オフ |
| ChemStation B.01.03以前のようにデータを保存します。このモードは、最新のデータ レビューおよび、 ChemStation 再解析機能は利用できません。 |
| 名前の(なーン |
| |
| DEF_GC 2007-02-13 15-49-57 |
| OK 「キャンセル」 ヘルプ |

1. データ保存方法

Chemstation Ver. B. 02.01 以降に取り入れられたユニークなフォルダ作成の利用の 有無を選択できます。○ユニークなフォルダ作成オフ、を選択すると、B. 01.03 以前 のデータ保存とデータ処理方法を採用することになります。これらの保存方法を日常 の分析において、途中で変更することは、お勧めできません。必ず、どちらかの保存 方法に固定して使用してください。

- 77 -

2. シーケンスコンテナ名の設定

名前のパターンを設定します。

名前のパターンの項目を追加した位置をクリックします。、右端の を押す と項目選択メニューが表示されるので、その中かから項目区をクリ す。



4-2-1. シーケンステーブル (Sequence Table) の設定

シーケンスには以下の内容が含まれま す。

・シーケンステーブル (Sequence Table)
 : 実行メソッド、バイアル番号等の設定を行います。

・シーケンスパラメータ (Sequence Parameters)
 :データの保存場所 (ディレクトリ)の指定などを行います。

3本のバイアルのアイコンをクリックします。

サンプリングダイアグラム (Sampling Diagram)の絵がシーケンス実行用に変化します。



① バイアルをクリックします。

② メニューが表示されますので、シーケンステ ーブル

(Sequence Table) を選択します。

シーケンステーブルが表示されます。

シーケンスライン (Sequence Line) に以下の項目を設定します。



- 81 -

連続したバイアルまたはウェルプレートの設定を行うには、以下の機能を使用すると簡単 に設定できます。

シーケンステーブル画面で、「挿入/項目ウィザード(Insert/FillDown Wizard)」を クリックします。次の画面が表示されます。

挿入/項目 ウィザード × 検出された範囲の リスト(<u>D</u>) □動作 「ロクーション指定・ > All 1 lines < (2)開始 ロケーション(N) ● 追加(<u>A</u>) 終了 ロケーション(工) 🗌 (1)3 👌 挿入Φ □ 範囲指定(長方形)(R) ワリスト設定(E) 注入順序(E) 何行間隔(Y)1 ◉∣☴ ℾフィールドー ▶ 異なる サンプルタイプ1は除く(M) 全フィールトウリア(し) ▼ 現在の値に上書きする(₩) サンフル アマウント(U) 4 サンフル 名(P) Cal V^1/V ISTD アマウント (5)RF 更新 平均 <u>メンッ</u>ド名 倍率 (6)平均 注入回数 RT 更新 希釈率 7-(8) サンプル タイフ゜ サンプル • 心外ーバル Γ 注入量 OK(O) キャンセル(<u>C</u>) ^ルフ°(<u>H</u>)

<ウェルプレートオートサンプラ使用時>

① 動作(Action)を選択します。新規作成の場合は、追加を選択します。

② ロケーション指定 (Location Assignments) を設定します。

同じ条件、同じサンプルタイプ等を設定するサンプルセットの開始位置と終了位置を入力します。 開始位置と終了位置は同じプレート/トレイである必要があります。

Rectangular を選択するドラッグで選択した範囲(長方形)を設定することができます。

③終了バイアルを入力します。

- 82 -

- ④ サンプル名を入力します。
- ⑤ メソッド名を選択します。
- ⑥ 1バイアル毎の注入回数を入力します。
- サンプルタイプ(サンプル、キャリブレーション、コントロール サンプル) を設定します。
- ⑧ メソッドで設定した注入量と同じ場合には、入力する必要はありません。
 注入量を変更する場合のみ入力します。
- ⑨ OK をクリックすると、テーブルに行が挿入されます。

<標準オートサンプラまた100サンプルトレイ使用時>



① 動作(Action)を選択します。新規作成の場合は、追加を選択します。

② ロケーション指定 (Location Assignments) を設定します。

同じ条件、同じサンプルタイプ等を設定するサンプルセットの開始位置を入力します。

③いくつづつサンプル番号を増加させるか設定します。

- ④ サンプル名を入力します。
- ⑤ メソッド名を選択します。
- ⑥ 1バイアル毎の注入回数を入力します。
- ⑦ サンプルタイプ (サンプル、キャリブレーション、コントロール サンプル)を設定します。
- ⑧ メソッドで設定した注入量と同じ場合には、入力する必要はありません。
 注入量を変更する場合のみ入力します。
- ⑨ OK をクリックすると、テーブルに行が挿入されます。

- 84 -

4-2-2. シーケンスパラメータ (Sequence Parameter) の設定



- ① バイアルをクリックします。
- メニューが表示されますので、シーケンス パラメータ (Sequence Parameters) を選択 します。

あるいは、メニューバーから

シーケンス (Sequence)

→ <u>シーケンス パラメータ (Sequence Parameters)</u>

を選択します。シーケンスパラメータの設定画面が表示されます。

| オペレータ名(Q): 「データ ファイルーーーーーー | |
|---|---|
| パス(出): C*Chem32¥1*DATA* ・ 自動(点) ・ ブレフィックス: カウンタ: ・ カウンタ: ・ ブレフィックス/カウンタ(P) SIG1 ・ ・ 0001 ・ ・ ・ | サブディレクトリ(⑤) |
| メソッド実行部分(M) 「ラン タイム チェックリストに従う 「 シーケンステーブル情報を使用(Q) 待ち 0 min (新しいメソッドを読み込み後) | シャットダウン ▼ ポスト シーケンス コマンド/ マクロ (©) 「PUMPALL OFF ノットレディ タイムアウト: □ min, |
| 「バーコードリーダ」 「 シーケンスで使用 バーコード不一致の場合」 | ○ 強制注入 ○ 注入禁止 |
| ーフラクション情報 フラクション開始ロケーション(E): | ケムストアー |
| シーケンス コメント(T): | |

① オペレータ名 (Operator Name) : オペレータの名前を入力します。

② データファイル名 (Data File):データファイル名と保存先を設定します。

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

例:<u>001</u><u>02</u><u>03</u> [バイアル番**告**]-[シ**-f**ンスライン**↑**[注入回数]

・プレフィックスカウンター (Prefix / Counter)

: プレフィックス+カウンタ(数字) で構成されます。最大合計で15文字で名前 が付けられます。

例:プレフィックス部分+カウンター部分(最大6桁) TEST 000001

- 86 -

サブディレクトリ名(Subdirectory)を設定します。

*注意 新しいサブディレクトリ名を設定後、"サブディレクトリ***は存在しません。

作りますか?"という画面が表示されます。OK をクリックし、必ずディレクトリを作成してください。

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

- ・ランタイムチェックリストに従う(According to Runtime Checklist):メソッドの中で指定したランタイムチェックリストどおりに実行します。
- ・データ取り込みのみ (Data Acquisition) :データ取り込みのみを実行します。
- ・データ解析のみ(Reprocessing Only):データ再解析のみを実行します。
- ④ シャットダウン (Shut Down):マクロプログラムによって、シーケンス終了後に装置を OFF にする設定等を行います。
 ポストシーケンスコマンド / マクロ (Post-sequence command / macro) にチェックし、
 矢印を押してマクロプログラムを選択します。

⑤ シーケンスコメント (Sequence Comment) : コメントがあれば入力します。

⑥ OK をクリックします。

4-2-3. シーケンスファイルの保存 (Save Sequence)

シーケンスファイルを保存します。



新しく名前を付けて保存する場合には、

シーケンス (Sequence)

→ 名前を付けてシーケンス保存 (Save Sequence As..)

を選択します。

| | <u> シーケンス(S)</u> 表示(Y) 中断(A) へ |
|---|---|
| | シーケンス パラメータ(<u>M</u>) |
| | ・ シークンス テーフドル(<u>T</u>) シーケンス出力(O) |
| | シーケッス #7000 |
| · | 」//////////////////////////////////// |
| | 新規 シーケンス(N) |
| | シーケンス読み込み(L) |
| | 2年72月1日1日の 夕前を付けて シーケック保存(A) |
| | シーケンス印刷(P) |
| | シーケンスの選択分析(<u>R</u>) |
| | 1 DEF_LC.S |
| | 2 |
| | 3 |
| | 4 |

4-2-4. シーケンスの実行 (Run Sequence)

3本のバイアルのアイコンをクリックします。

サンプリングダイアグラム (Sampling Diagram) の絵がシーケンスモードになります。

Start をクリックすると、シーケンスが実行されます。



あるいは、メニューバーから

ラン コントロール (Run Control) \rightarrow シーケンス開始 (Run Sequence)

を実行します。

第5章 システムの終了

システムを OFF にします。(3-3節 システムの起動方法 を参照してください。)

※注意 ケミステーションや Windows 2000/XP を終了してから、コンピュータの電源を OFF にしてください

【流路の洗浄】

移動相としてバッファや刺激性の溶媒を使用した場合、純水で流路を置換してください。 この際、カラムに悪影響がある場合は、カラムを外して実施してください。

【分析システムの OFF】

以下の順番で OFF にすることをおすすめします。

ポンプの送液の停止 ↓ ランプの 0FF ↓ カラムコンパートメント 0FF

* カラムを保護するため、徐々に流量設定を下げてから送液を停止することもあります。

【システム全体の OFF】

システムに含まれる全てのモジュールを同時に OFF にすることができます。

<u>装置 (Instrument)</u> \rightarrow <u>システムオフ (System Off)</u>

または、システムダイアグラム右下の off をクリックします。

* ケミステーション終了時にもシステム全体をOFFにすることができます。 次ページのケミステーションの終了をご参照ください。

【ケミステーションの終了】

ケミステーションを終了します。 メニューバーより

<u>ファイル (File)</u> → 終了 (Exit)

を選択します。

| | 名前を付けて保存(A) | ▸ | |
|-------------|--------------------------------------|---|---|
| | ⊐ピー(<u>C</u>) 削除(<u>D</u>) | ; | |
| | フリン対設定(<u>R</u>) 印刷(<u>P</u>) | • | |
| | 終了⊗ | | |
| | | | |
| | \downarrow | | |
| 徒置 1 | | | × |

装置 1(オンライン) を終了しますか?

はいの いいえい

77イル(E) ランコン和ール(<u>R</u>)

ъI

読み込み(し)

保存(S)

?

はい (Yes) をクリックします。

はい (Yes) をクリックします。



メソッドパラメータの一部を変更してか ら、メソッドファイルを保存していない場 合に表示されます。 はい (Yes) をクリ ックするとメソッドファイルは上書きさ れます。



- 91 -

【Windows 2000/XPの終了】

Windows 2000/XP を終了します。

| スタート(| (Start) | |
|--------------|---------|------------|
| <i>→ シャッ</i> | トダウン | (Shutdown) |

| | | 💋 ログオフ(U) | シャットダウン(U) |
|--------|-------|-------------|------------------------------|
| 🦺 スタート | e 0 🕫 | 🐣 🛅 4 Windo | ws 🔻 🙆 4 Microso |

【機器の電源 OFF】

各機器のメイン電源スイッチを以下の順番で OFF にします。

第6章 データ解析

ーケミステーション Ver. B. 01. 03 以前及びユニークなデータ保存をオフにした場合-

本章でデータ解析について、

A: ケミステーション Ver. B. 01. 03 以前

B: ケミステーション Ver. B. 02. 01 以降

に分けて、下記のフローに従った操作方法を説明します。データ解析の詳細については、 別冊の "新しい Chemstation ワークフロー入門"を参照ください。

| | Α | В |
|--------------|--------|---------|
| データ読み込み | (6-1節) | (7-1 節) |
| \downarrow | | |
| 積分 | (6-2節) | (7-2 節) |
| \downarrow | | |
| 検量線作成 | (6-3節) | (7-3 節) |
| \downarrow | | |
| 定量レポート出力 | (6-3節) | (7-4 節) |

データ解析はデータ解析画面(Data Analysis)で行います。Ver. B. 02. 01 以降では、デ ータ解析は必ず、オフライン解析画面で実施してください。

矢印をクリックすると、画面の選択ができるようになります。



データ解析 (Data Analysis) を選択します。

6-1. データ読み込み

解析したいデータファイルを読み込みます。 アイコンをクリックします。



データ読み込み (Load Signal) 画面が表示されます。

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

| シクナレル読み込み:装置 1 | | × |
|--|---|--------------------|
| ファイル名(<u>N):</u> 005-0101.D ② | フォルタ [*] (<u>F</u>): c:¥¥data¥demo ① | OK キャンセル |
| 005-0101.D 005-0102.D 005-0103.D ← | HPCHEM | 7°(<u>H</u>) |
| 005-0105.D | <u>►</u> DEMO ト [×] ライフ [*] (⊻): | ネットワーク |
| ファイル 情報優 | c: 🔽 | フルϢ>> ← |

異なるフォルダの中を見るには一度 DATA をダブルクリックして、全てのフォルダ名 を表示させてから目的のものを選択します。

② データファイル名 (File Name) を選択します。

③ 多波長でデータを採取した場合は フル (Full) >> をクリックします。
 下に画面が追加されます。

3

| □ シクウレル詳細を使って読み込み シクウレル詳細 | モニター カーフヾ <u>(C</u>) |
|---|-----------------------|
| 「シクテル 情報 | |
| zላንካ. DAD1: 31 zላንኑル | |
| >ፆንታル: | |
| DAD1 A, Sig=254,4 Ref=550,100 DAD1 B, Sig=230,4 Ref=550,100 ← ④ DAD1 C, Sig=280,4 Ref=550,100 | |
| 図 読み込み後、積分します ← ⑤ □ 読み込み後、積分しいが~トを出力します | |

- ④ 解析する波長を選択します。
- 5 データ読み込みをすると自動的に、現在読み込まれているメソッドの積分条件を使 用して積分を行います。
- ⑥ OK をクリックします。

6-2. 積分 (Integration)

積分を行うためのツールバーに切り替えます。



積分には以下の3つの方法があります。

- 1. 積分条件 (Integration Events) を変更して積分
- 2. 自動積分 (Auto Integrate)
- 3. マニュアル積分

6-2-1. 積分条件 (Integration Events) を変更して積分

積分イベントの編集 (Integration Events..) のアイコンをクリックします。

| | - AL |
|---|------|
| | |
| 1 M 1 A 1 A 1 A 1 A 1 A 1 A 1 A 1 A 1 A | |
| | 1/54 |
| | |
| | |

メソッド作成画面で入力した、積分条件変更の画面が表示されます。

L

- タンジェントスキムモードに関するパラメータ条件を設定します。各項目を適切な値に 変更します。
- 2 😤 🗳 3- 5- 💷 ② その他の積分条件を設定します。 各項目を適切な値に変更します。 (5) 全てのシグナルから: ③ ③ 積分イベント (Integration Events) を付け 積分イベント 値 スタンダード タンジェント スキム モード 0.00 加えるには、行を追加する テールヒ スキム高さ フロント キム高さ 0.00 20.00 キム谷比 アイコンをクリックします。 クラシカル イン補正 500.00 ・ク谷比 積分イベント (Integration Events) の行の下 イベント テーブル MWD デフォルト \mathbf{v} 矢印をクリックして、新しい積分 時間 積分イベント 値 イベント(Events)を選択し、値 初期 スローブ感度 初期 ビーク幅 0.04 面積リジェクト 初期 (Value) を入力します。 初期 高さリジェ クト 1.7 初期 ショルダ オフ
- ④ トップツールバーにある積分 (Integrate) のアイコンをクリックします。



変更した積分イベント(Events)が積分結果に反映されます。

⑤ 積分結果を確認し、良ければ積分条件を保存して閉じるアイコンをクリックします。 結果が適切でない場合は②から④を繰り返します。

6-2-2. 自動積分 (Auto Integrate)

クロマトグラムに適した条件をケミステーションが自動的に設定し、積分します。 適当な積分条件が決まらない時など、各パラメータの設定の目安になります。

自動積分 (Auto Integrate) のアイコンをクリックします



6-2-3. マニュアル積分 (Manual Integrate)

積分条件の変更だけでは適当な積分を行うことのできないクロマトグラムなどに利用します。

また一度設定したマニュアル積分の条件はメソッドに保存することが可能なため、同じ 条件を使って別のクロマトグラムを積分することも可能です。

マニュアル積分を行う前に拡大のアイコンを使って、積分したいピークを拡大しておく と便利です。





各アイコンをクリックすると、カーソルが変化します。

① ベースラインを引く (Draw Baseline)

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

② ネガティブピークのマニュアル積分

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

③ タンジェントスキムによるマニュアル積分

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

④ ピークの垂直分割 (Split)

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

ピークの垂直分割(Split)のアイコンをクリックして、カーソルの形を変 えます。

2つのピークの分割点でクリックします。

③ ピーク削除 (Delete Peak)

積分されているピークのベースラインをクリックします。

6-3. 定量

メソッドファイルおよび検量線作成のために標準溶液などを分析したデータファイル を読み込みます。(6-1節 参照)

また、積分結果を確認しておきます。(6-2節 参照)

検量線作成(Calibration)を行うためのツールバーに切り替えます。



6-3-1. 絶対検量線法(ESTD)による定量

【検量線テーブルの作成】

新しい検量線テーブルを作成します。 新しいキャリブレーションテーブル (New Calibration Table) アイコンを クリックします。



| キャリアルーション 装置 1 |
|------------------------|
| 棄所 ししいキャリフドレーション テーフドル |
| ┌キャリブレーション テーブル |
| ○ マニュアル設定 |
| ● 自動設定 レベル: 1 ← ① |
| デフォルト アマウント: 0.000 ←2 |
| |
| □ シグナルを別々に計算 ←───③ |
| |
| 0K ++>t# ^#7* |

④ OK をクリックします。

キャリブレーションテーブルが表示されます。

- レベル (Level) が1 (検量線の 1 点目) であることを確認しま す。
- 2 目的とする化合物の濃度が全て 同じ場合は、デフォルトアマウ ント(Default Amount)に数値 を入れます。個々に濃度が異な る場合は入力しません。
- ③ チェックすると、多波長で測定 した場合に、波長別テーブルが 作成されます。

| キャブレーション | テーブル | | | | |
|------------------------------|-------|--------|--------|-----|--------------|
| 入力 削除 挿入 印刷 OK ヘルプ | | | ヘルプ | | |
| # | RT | シグナル | 化合物名 | レベル | アマウント[ng/ul] |
| 1 | 0.747 | DAD1 A | | 1 | 0.000 |
| 2 | 1.022 | DAD1 A | | 1 | 0.000 |
| 3 | 2.570 | DAD1 A | | 1 | 0.000 |
| 4 | 5.852 | DAD1 A | | 1 | 0.000 |
| | | | Î D | | |

① 化合物名 (Compound Name) を入力します。

② 濃度 (Amount) を入力します。

PEAK 番号(#)、リテンションタイム(RT)、シグナルの種類(Signal)、面積値(Area) は自動的に入力されています。

【多点検量線の作成】

1点検量線作成同様に作成します。

2点目のデータファイルを読み込み、積分されていることを確認しておきます。



レベル追加 (Add Level) アイコンをクリックします。

| キャリブレーション 装置 1 | × | |
|---------------------|-----------|--|
| レヘッル追加 | | |
| ሁላ°ዜ | | |
| <u>ም</u> ንዝቡ አሪሳንኑ: | 0.000 🔶 2 | |
| ÖK | | |

① レベル (Level) に 2 と入力します。

 2 化合物の濃度が全て同じ場合はデ フォルトアマウント(Default Amount)に数値を入力します。個々 に濃度が異なる場合は入力しません。

③ OK をクリックします。

2点目のデータが追加された検量線テーブルが表示されます。 1点目と同様に、濃度(Amount)を入力します。 化合物名(Compound)は必要ありません。

【検量線の条件設定】

メニューバーより

<u>キャリブレーション (Calibration)</u>

→ <u>キャリブレーション設定(Calibration</u> <u>Settings..)</u>

を選択します。

| キャリフシレーション(<u>C</u>) | レホ°−⊦(<u>B</u>) | スペウトル |
|--------------------------|-------------------|-------|
| 新ししい キャリフ・レーション テーフ・ルヘビー | | |
| キャリフ・レーションテーフル肖耶金(匠)… | | |
| リキャリアンレーション(<u>R</u>) | | |
| レヘアル2回2000 <u>に</u>) | | |
| | | |
| キャリフトレーション語気 | E(S) | |
| キャリフトレーション言手希 | 曲設定(4) | • |
| | | |

検量線の条件設定画面が表示されます。

| | ■4 キビノブレーション設定 装置 1 タイトル | |
|-------|--|-----|
| ① | タイトル 使用するサンプルデータ データファイルから サンプル デフォルト値 アマウント 0.000 I# 化合物名 ISTD アマウント アマウント単位 ng/ul 倍率 1.000 希釈率 1.000 予ジフォルト RT ウィンドウ デジフォルト RT ウィンドウ 0.00 テジフォルト RT ウィンドウ アンウェンビーク 0.00 キャリファレンスピーク 0.00 その他の ビーク + 5.00 アンキャリブレーション ビークの計算 該当 ビークがない場合 シグ・ナル: DAD1 A, Sig=254,4 Ref=E ○ 氏存化合物使用 None ○ Lスポンスファクタ回定 0.000 ISTD 使用 None | (3) |
| | ● いいえ OK ##>セル ヘルプ | |

- ① アマウント単位 (Amount Unit) : サンプル濃度の単位を入力します。
- ② デフォルト RT ウィンドウ (Default RT Windows) : ピークを同定する RT の範囲を 設定します。分析毎の RT の僅かなずれを補正することができます。
 - 例: $0.00\min + 5\%$ ($0.00\pm 2.5\%$)

RT が5分の場合、ピークとして認識される範囲は4.875分 ~ 5.125分となります。

 ③ デフォルト検量線(Default Calibration Curve):検量線の種類(TYPE)と原点 (Origin)の処理法、検量線上のデーターポイントの重み付け(Weight)を指定し ます。

【定量レポートの出力】

作成した絶対検量線を用いて、定量結果を出力します。

レポート条件 (Specify Report) アイコンをクリックします。 🕒 🛕 🐔

メソッド作成時に設定した、レポート条件設定の画面が表示されます。

| レポート条件 装置 1 🛛 🛛 🗙 | |
|--|--|
| 出力先 定量方法 ■ 7*リンタ(P) □ スクリーン(S) □ 7ヶイル(E) -7ヶイルタイプ・ □ 7・レフィックス □ .DIF(D) □ .CSV(C) □ .DIF(D) □ .CSV(C) □ .XLS(X) □ .HTM(H) ジグナル オブ*ション(D) | 定 量 方 法 (Quantitative Results)内の計算方 法 (Calculate)を ESTD に変更します。 |
| ○ 各 ベージに サンプルノ情報を記載() 図 クロマトグラム出力の追加(A) □ ビーク和 テーブルの追加 アンキャリブレーション ビークの レポートレイアウト ○ 分割 ● キャリブレーションビークと一緒 ○ レポートレイスい | |
| | |
定量したいサンプルのデータファイルを読み込みます。(6-1節参照)



レポート出力 (Print Report) アイコンをクリックしてレポートを出力します。



6-3-2. 内部標準法(ISTD)による定量

【内部標準検量線の作成】

絶対検量線と同様にキャリブレーションテーブルを設定します。(6-3-1節 参照)

| オ 面積 レスホノス リアクタ リノアレノス ISTD オ 1 294.820 0.000 いいえ いいえ 2 261.670 0.000 いいえ いいえ 3 175.610 0.000 いいえ 日本い | 入力 前 | 除 挿入 印刷 | OK ヘルプ | | IC T D | _ |
|---|----------|---------|------------|--------|--------|----------|
| 1 294.820 0.000 いいえ いいえ 2 261.670 0.000 いいえ いいえ 3 175.610 0.000 いいえ しまた | Ŧ | | レスホンス ファクタ | リファレンス | ISTD | <u> </u> |
| 2 261.670 0.000 いいえ いいえ 3 175.610 0.000 いいえ いれえ | 1 | 294.820 | 0.000 | いいえ | いいえ | |
| 3 175.610 0.000 LILIX IALI | 2 | 261.670 | 0.000 | いいえ | いいえ | |
| | 3 | 175.610 | 0.000 | いいえ | 春い | |
| 4 228.900 0.000 いいえ いいえ | 4 | 228.900 | 0.000 | いいえ | いいえ | |

内部標準ピークの、ISTD 欄で YES を選択します。
 ISTD 設定画面が表示されます。

| キャリフレーション テーフル 築 | 装置 1 | × |
|-------------------------------|---------------|-----------|
| ISTD #: | 1 | |
| _ ቻンプル デフォルト ISTD アマウント: | 0.000 | |
| OK | キ ャンセル | 2 ^⊮7° |

じます。

内部標準の濃度(Amount)を入力します。

通常1を入力します。

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

③ OK をクリックして、左の画面を閉

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

【内部標準検量線の条件設定】

絶対検量線作成時と同様に設定します。(6-3-1節 参照)

| ┉≌ キャリフルーション設定 | 装置 1 | × |
|--------------------------|--------|-----------|
| <u> </u> ማኅኑル | | |
| 使用する サンフ | °ルデ`-タ | データファイルから |
| _「 サンプル デ"フォルト | ·値——— | |
| アマウント | 0.000 | |
| アマウント単位 | ng/ul | |
| 倍率 | 1.000 | |
| 希釈率 | 1.000 | 入力 |

通常、入力した内標準濃度(ISTD Amount)が表示されています。

【内部標準法による定量レポート出力】

レポート条件 (Specify Report) 画面で計算方法を選択します。(6-3-1節 参照)

| 定量方法—— |] |
|--------|--------|
| 計算: | |
| カウント法: | 面積 🔄 |
| ソート条件: | シグナル 💽 |
| | |

定量方法 (Quantitative Results) 内の 計算方法 (Calculate)を **ISTD** に変更しま す。

第7章 データ解析

ーケミステーション Ver. B. 02. 01 以降でユニークなデータ保存をオンにした場合-

操作方法の詳細については、別冊の"新しいケミステーション ワークフロー入門" (Publication Number: G2170-96041)を参照ください。

下記には、一般的なデータ読み込み、定量方法について、説明します。

Ver. B. 02. 01 以降のケミステーションでは、データ解析は必ずオフライン (Off Line) 画 面で実施してください。

<u>表示 (View)</u> \rightarrow プレファレンス (Preference)

| ſ | データ レビュー オブション | |
|---|------------------------|------------------------|
| | 自動ステップ間隔 10 sec | |
| | シーケンス データをレビューするメソッド | シングル ラン データをレビューするメソッド |
| | ◎ 現在のメソッド | ● 現在のメソッド |
| | ○ シーケンス メソッド | ○ データファイル毎のメソッド(DA.M) |
| | 〇 データファイル毎のメソッド (DA.M) | |

シーケンスデータレビューするメソッド (Method used for Review of Sequence Data) とシングルランデータをレビューするメソッド (Method used for Review of Single Run Data) で、現在のメソッド (Current Method) を選択してください。

7-1. データ読み込み

解析したいデータファイルと、データ採取に使用したメソッドを読み込みます。

データファイル、メソッドファイルともに、6-1 節と同様の操作で読み込むことも可能 ですが、下記の方法のように、ナビゲーションパネル/ナビゲーションテーブルを用いて 読み込むことができます。

メソッドを読み込むには2つの方法があります。

- A ナビゲーションパネルのメソッドタブ内のメソッドをダブルクリックする
- B B.01. XX以前同様に、ツールバーからメソッドを読み込む



解析したいデータを読み込みます。

①画面に左のナビゲーションパネルのデータ(Data)タブ内からシーケンスコンテナ をダブルクリックし、シングル(Single)データまたは、シーケンス(Sequence) データを読み込みます。



②シーケンスデータの場合はクロマトグラム表示の上のナビゲーションテーブルに、シ ーケンスコンテンナ内の全データがテーブルとして表示されます。

読み込むデータのラインをダブルクリックするとクロマトグラムが画面下に表示され ます。

- 112 -

7-2. 積分 (Integration)

積分の操作は、B.01.03以前のケミステーションと同様です。6-2節を参照ください。

7-2-1. マニュアル積分 (Manual Integrate)

B. 02. 01 以降のケミステーションでは、個々のデータ採取時に保存される DA. M にマニュ アル積分条件を個別に保存することが可能です。

その場合は、フリファレンス (Preferece) の設定で、シーケンスデータレビューするメ ソッド (Method used for Review of Sequence Data) またはシングルランデータをレビ ューするメソッド (Method used for Review of Single Run Data) をデータ毎のメソッ ド (DA. M) (Individual Method from Data File (DA. M)) を選択してください。



マニュアル積分の操作の詳細は 6-2 節を参照ください。

マニュアル積分を DA.Mに保存する方法を下記に示します。

積分 (Integration) → 積分イベント (Integration Event)

| ₽ ₹ 3 3-3- | • 💷 🚺 🕜 |
|--------------------------|---------|
| マニュアル イベント | X |

マニュアルイベントの欄をチェックします。

その後、ピークをマニュアル積分し、メソッド保存を行います。マニュアル積分を行ったクロマトグラムデータの DA.M に条件が保存されることを念のためご確認ください。

7-3. 定量

ケミステーション B.02.01 以降は、各データの定量結果を下記の2種類の方法で出力可 能です。

- 検量線が保存されているマスターメソッドを用いて、各データ毎に再解析を行い、
 定量結果を出力する。
- 検量線を保存したシーケンスメソッド/またはマスターメソッドを用いて、シーケンスコンテナ内のデータを連続的に再解析し、コンテナ内全データの定量結果を 自動的に出力する。

7-3-1. マスターメソッドを用いた各データの定量

プレファレンス (Preference) 画面で現在のメソッド (Current Method) を選択してく ださい。

| データ レビュー オブション | | |
|-----------------------|--|--|
| 自動ステップ間隔 10 sec | | |
| シーケンス データをレビューするメソッド | シングル ラン データをレビューするメソッド | |
| ・ 現在のメソッド | ◎ 現在のメソッド | |
| ○ シーケンス メソッド | ○ データ ファイル毎のメソッド (DA.M) | |
| 〇 データファイル毎のメソッド(DA.M) | | |
| | データ レビュー オブション 自動ステップ間隔 10 sec -シーケンス データをレビュー するメソッド で 現在のメソッド で シーケンス メソッド で データ ファイル 毎のメソッド (DA.M) | データ レビュー オブション 自動ステップ間隔 10 sec -シーケンス データをレビューするメソッド ・ 現在のメソッド ・ リーケンス メソッド ・ ジーケンス メソッド ・ データ ファイル毎のメソッド (DA.M) |

6-3節を参照し、検量線テーブルを作成し、レポート出力方法を設定します。 作成した検量線/レポート出力設定を、マスターメソッドに保存します。

<u>ファイル(File)</u> → <u>名前を付けて保存(Save As)</u> → <u>メソッド(Method)</u> C: FChem32¥1FMethodの下にメソッドを保存します。検量線用データ採取に使用した既 存メソッドを選択して上書きしても、別のファイル名を指定して保存しても構いません。

定量したいサンプルのデータファイルを読み込みます。(6-4節 参照) レポート出力 (Print Report) アイコンをクリックしてレポートを出力します。



- 114 -

7-3-2.シーケンスコンテナ内の連続再解析

プレファレンス (Preference) 画面で現在のメソッド (Current Method) または、シー ケンスメソッド (Sequence Method) を選択してください。

| シングル ラン データをレビューするメソッド |
|------------------------|
| ◎ 現在のメソッド |
| 〇 データファイル毎のメソッド (DA.M) |
| |
| |

6-3節を参照し、検量線テーブルを作成し、レポート出力方法を設定します。

作成した検量線/レポート出力設定を、マスターメソッドまたはシーケンスメソッドに保存します。

<u>ファイル (File)</u> → 名前を付けて保存 (Save As) → メソッド (Method)

マスターメソッドを用いて再解する場合は、C: $\$ Chem32 H Method の下にメソッドを保存します。

シーケンスメソッドを用いて再解析する場合は、シーケンスコンテナ内のメソッドファ イルに上書きし保存します。 ナビゲーションパネルからシーケンスコンテナを選択します。



シーケンス (Sequence) \rightarrow シーケンステーブル (Sequence Table)

| シーケンス テーブル:機器 1 | | | | |
|---------------------------------------|-------------------|------------|---------------|---------|
| 現在実行中 | | | ロケーション: | 注入: 🗌 |
| P1-A-01 のサンブル情報: | | | | |
| | | | 4 | 🔨 プレート1 |
| | | | | プレート2 |
| , | | | | |
| ライン ロケーション | サンブル名 | メソッド | 名 注入回数 サンブルタイ | ۶. |
| 1 P1-A-01 | Acetamidophenol | SL PHARMA | ▼ 1 サンプル | |
| 2 P1-A-02 | Ibuprofen | ISI PHARMA | 1 サンブル | |
| 3 P1-A-03 | Quinidine | TEST2 | 1 サンプル | |
| 4 P1-A-04 | Naproxen | 参照 | 1 サンブル | |
| 5 P1-A-05 | Diclofenac Sodium | SL_PHAR | MA 1 サンプル | |
| · · · · · · · · · · · · · · · · · · · | • | | | |

マスターメソッドに検量線を保存した場合は、メソッド名で↓キーを押し、検量線を保存したマスターメソッドを選択します。

シーケンスメソッドに検量線を保存した場合は、メソッド名と、検量線を保存したシー ケンスメソッドが同じであるかどうかを確認してください。

シーケンステーブルの設定を変更/確認したら、画面右下のシーケンス再解析 (Run Sequence) キーを押してください。シーケンス再解析が開始され、自動的に連続定量計 算を実施します。

第8章 スペクトル解析

スペクトル解析は有効的な定性手段として利用することができます。

スペクトル解析を行うためのツールバーに切り替えます。



8-1. スペクトルオプション (Spectra Option)

スペクトル表示条件を設定します。スペクトル設定のアイコンを選択します。



または、メニューバーより

<u>スペクトル (Spectra)</u> → <u>スペクトルオプション (Spectra Options...)</u>

を選択します。

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

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

- 117 -



<スペクトルの設定 (Spectra) >

① 波長範囲(Wavelength Range) :□にチェックし、表示するスペクトルの波長範囲を 入力します。

② ピークあたり スペクトル数 (Spectra per Peak)
 ピークあたりスペクトル数 (Spectra per Peak) : 3, 5, 7, 9, All から表示数を設定できます。
 スレッシュホールド (Threshold):設定した吸光度以上のスペクトルを表示します。

③ スペクトル処理 (Spectra Processing)

 ・スムーズファクタ(Smooth Factor):スペクトルを滑らかに表示します。ノイズの 大きいスペクトルに有効です。数字を入力し ます。

- スプラインファクタ(Spline Factor):データ採取ポイントを通して、スペクトル を滑らかに表示します。数字を入力します。
- ・ロガリズム (Logarithm) : 自然対数
- ・微分次数(Derivative Order):スペクトルの変化が細かく把握できます。数字を入力 します。

- 118 -

<リファレンスの設定 (Reference) >

移動相やマトリックス物質のスペクトル吸収の影響を補正するのに使用します。

| スペラトル オフション | × |
|---|---|
| スベウトル リファレンス ディスプレイ 純度 | |
| リファレンス スペ約トル 〇 なし 〇 マニュアル | リファレンス スペラトルを使用すると、移動相の影響および、 マトリックス化合物の スペラトル 吸収による影響を補正できま す. リファレンス スペラトルは、選択した各 スペラトルから差し引か れます. |
| .AA □ Ref1: 1.000 min | 1つの リファレンス スヘやトルを選択した場合は、 選択した スヘントルからその スヘントルを差し引きます. |
| .,∧,∧ □ Ref2: 2.000 min | 2つの リファレンス スペウトルを選択した場合は、まずその 2つ を使った線形補間によって、選択した スペウトルの時間に対 応する リファレンス スペウトルが作成され、選択した スペウトルか ら、作成した リファレンス スペウトルが差し引かれます. |
| ● 自動 すべての スペラトル:実際の ビークの 開始と終了時点の へへ スペラトルが リファレンス スペラトルとして 扱われます. ビーク コントロール スペラトル:最も近い スペラトルが リファレンス へ へ へ へ へ へ 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、 | 自動: スヘウトル モードと ベースライン スベウトルによって リファレンス スベウトルが選択されます. |
| | OK キャンセル ヘルフで <u>H</u>) |

- ・なし(None) :リファレンススペクトルを設定しません。
- マニュアル(Manual):リファレンススペクトルとして設定した時間でのスペクト ルを

リファレンスに設定します。(7-2-1節 参照)

. 自動(Automatic) : スペクトルモードとベースラインスペクトルによってリフ アレンススペクトルが自動的に設定されます。

- 119 -

| マルチ スペウトル | *ԻԼս |
|--------------------------------------|-------|
| レイアウト: 重ね書き マ パファレンス ス | 95 ku |
| | עריי |
| | .ማኑル |
| ■■■■■■■■■■■■■■■■■■■■■■■■■■■■■■■■■■■■ | ** |
| スクール: それぞれをフルスケール | ← |
| ↑ IN mAU-軸 | |
| 「「」 I 「 ウィンドウ タイ | n l |

<画面表示の設定 (Display) >

```
① マルチスペクトル (Multi-Spectra)
```

```
・レイアウト (Layout)
```

重ね書き (Overlaid) : スペクトルを重ね書きします。

分割(Separated) : スペクトルを分割表示します。

・スケール (Scale)

すべて同じスケール (All the same Scale) :全スペクトルを同じスケールで表示 します。 それぞれをフルスケール (Each in full Scale) :それぞれをフルスケールで表示 します。 ①

② Display の設定

- ・オリジナルスペクトル (Original Spectrum) :採取したスペクトルの表示します。
- ・ リファレンススペクトル (Reference Spectra) : リファレンススペクトルの表示します。

・スペクトルタイトル (Spectra Titles) :スペクトルのタイトル(採取時間等)を表示 します。

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

<純度チェックの設定 (Purity) >

| | አላንኮዞ ታጋ ⁵ ላን | 1 |
|-------|---|---|
| | スベウトル リファレンス デャスプレイ 純度 | 1 |
| 1)- | ・ビ [*] ーク コントロール スベウトル データ ファイルーーー スレッシュホールト [*] 990 それ以上の ビークは純粋であると分類するスレッシュホールト [*] 値を定義します. ビーク コントロール スベウトルの データ ファイルを使用します. スレッシュホールト [*] 値は 0 ~ 1000 で す. | |
| | 全 スベウトル データ ファイル | |
| (2) - | ● 固定 スレッシュホールト* 990 固定 スレッシュホールト*: 純度スレッシュホールト*に固定した 値を指定します. | |
| | アドハンスト | |
| | OK キャンセル ヘルフで(<u>H</u>) | |

① ピークコントロールスペクトルデータファイル (Peak Controlled spectra data file)
 : "頂点+ベースライン (Apex+Baselines)","頂点+スロープ+ベースライン (Apex+Slopes

- ② 全スペクトルデータファイル (All Spectra data file)
 - : "全て (All)", "2 スペクトル毎 (Every 2nd Spectrum)"で採取したデータファイル に対しての純度判断の基準値
 - ・スレッシュホールド計算(Calculate Threshold): S/N比を基にして、各ピークに 適切な
 スレッシュホールドを自動的に 計算
 ・固定スレッシュホールド(Fixed Threshold): スレッシュホールド値を固定

⁺Baselines)","ピーク内全て (All in Peak) "で採取したデータファイルに対して の純度判断の基準値

8-2. スペクトルの表示・印刷

8-2-1. スペクトルの表示

- データファイルを読み込みます。
- ② スペクトルの表示方法を選択します。



③目的のピークにカーソルを移動しクリックします。

8-2-2. スペクトルデータの印刷 (Print Spectra)

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

① 印刷したいスペクトルが表示されているウインドウをクリックしアクティブにしま す。

② メニューバーから

| メニューハーから | ブリンク設定(<u>R</u>) 印刷 プレビュー(V) ・ | |
|---|-------------------------------------|--|
| <u>ファイル(File)</u> → <u>印刷(Print)</u> を選択します。 | ●印刷(P) 1 2 3 4 終了⊗ | レホート(E) 積分結果(I) 積分イヘント(E) キャリフルーション テーフル(T) キャリフルーション テーフル + 検量線(C) スヘウトル オフション(E) 純度 オフション(L) |
| | | サンフ [®] ル情報追加(<u>F</u>) <u>選択 ウィントウ(S)</u> 全ての ウィントウ(<u>A</u>) 検索結果(<u>A</u>) ライン ラリ エントリ(<u>Q</u>) |

リストから印刷する項目を選択します。

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

印刷する大きさの設定画面が表示されるので 入力してください。

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

- 124 -

8-3. 純度チェックの実行 (Purity)

① アイコンをクリックします。



② 目的のピークをクリックすると、次の画面が表示されます。



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

- 125 -

定を行うことができます。

<純度 (Purity) >

純度チェックの結果を表示します。

純度ファクタとスレッシュホールドの値が表示されます。

| ビーク純度情報 ビーク #10 at 6.454 min 🗙 | | | |
|---|--|--|--|
| 純度 ビーク スベウトル 計算 純度 カーブ 純度 カーブ続き | | | |
| 純度 ファクタ 999.847 これは、記録された スベウトルの スベウトル純度値を平均した値で、計算した スレッシュホールド リミット内です (12(12 中)). 純度は、それぞれの スベウトルと選択された いくつかの ビーク スベウトルの 平均 スベウトル(5 ビーク スベウトル)で計算します. | | | |
| スレッシュホールド: 999.057 これは、同じ 12 の スペクトルの 平均 スレッシュホールドで、計算した スレッシュホールド ビット内です. スレッシュホールド 値は、各 スペクトルの吸光度を データ ファイルの 最初の時点の ノイズ・スペクトルの セットと比較して計算します. | | | |
| 追加情報 | | | |
| | | | |
| ↓ | | | |
| ОК ^\//7\ <u>`H</u>) | | | |

<ピークスペクトル (Peak Spectra) >

ピークスペクトル個々の純度結果を表示します。

RT、純度、吸光度範囲、純度計算の基準となるスペクトルとの差を表示します。

| /純度 純度 | 青報 ピーク#10 │ ヒ*ーク ス^* ? | at 6.454 min クトル 計算 | ፤│ 純度 カーブ | │ 純度か | -ブ続き | | X |
|------------|----------------------------------|-----------------------------|-----------------|--------------------|------------|---------------------|---|
| # | 時間[min] | 純度 1) | レンジ [mAU] | 差[%]2) | \$1(7°3) | | 採取した スペクトルから抽出した ビーク スペクトル (ビーク幅を基準に抽出). |
| 1 | 6.376 6.413 | 999.947 999.996 | 23.14 79.01 | | - | | 1) 選択した ビーク スペットルの 平均 |
| 3 | 6.451 6.488 | 999.996 999.995 | 107.95 68.86 | | | | スペウトル で純度計算. |
| 5 | 6.544 | 999.737 | 13.04 | | - |] | 2) 平均 スベクトル と 吸光度 レンジン) 差 %). |
| 7 | ベウトル リファレンス | スタイプ: 自動 | 8 | 寺間 [min]: | 6.320 - | 6.693 | 3) データ ファイル 中の 採取された スベウトル タイブコード |
| 吸疗 | 七度 スレッシュホー 最大吸う | ールト"[mAU]: 5 七度 [mAU]: 1 | i.00 07.9 | ットル表示 — 差 比較 | <u>全</u> 7 | * <u>-</u> タ レンス | |
| | | | | | OK | | \/↓ブ(<u>H</u>) |



純度計算に使用されたスペクトル数が表示されます。

| ビーク純度情報 ピーク#10 at 6.454 min | × |
|---|---|
| 純度 ビーウ スペウトル 計算 純度 カーブ 純度 カーフ ,純度計算 採取 スペウトル: 12 | が続き) //ズ計算 |
| スレッシュホールド内: 12 計算に使用した全スベウトル スレッシュホールド外: 0 | # スベウトル: 12 (+ 2 リファレンス スベウトル) 標準偏差: 0.0667 +/- 0.0276 ノイス [*] レヘ [*] ル = 0.0667 + 3 x 0.0276 |
| 純度 ファクタ: 999.847 スレッシュホールド: 999.057 | バス [*] レヘジル: 0.1494 表示 アドシハウス オフ ジョン |
| | ок |

8-4. 等高線表示 (Iso Plot)

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

データファイルを読み込みます。

② メニューバーから

<u>スペクトル (Spectra)</u> → <u>等高線/3Dプロットオプション (Iso Plot Option...)</u>

を選択します。

カラー配色(Color Scheme): 表示する色を選択します。標 準的な設定は**Traditional**で す。 時間(Time):

表示する時間範囲を設定し ます。

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

Ratio :比等高線表示

| ディスプレイ 🗧 | 等高線 プロット │ |
|--|---|
| _[דֿ [*] וּגז°⊎ו́ ─── | |
| カラー配色 | Traditional 🗨 等高線表示 |
| 時間 | , |
| | |
| | OK キャンセル 適用(A) ヘルフ(H) |
| | OK キャンセル 適用(A) ヘルフ(H) |
| 高線 / 3D 7泊外 オ | OK キャンセル 適用(A) ヘルフ (日) |
| 高線 / 3D ブロット オ ディスブレイ 等 | OK キャンセル 適用(A) ヘルフ [*] (H) フジョン 高線 プロット |
| 高線 / 3D ブロット オ デネスブレイ 等 「 範囲 オブション ― | OK キャンセル 適用(A) ヘルプ(H) フジョン 高線 プロット |
| 高線 / 3D フロットオ ティスフルイ 等 「範囲 オフジョン — 時間 スケ | OK キャンセル 適用(A) ヘルフ*(H) フジョン 高線 プロット ール 時間軸 スケール等距離 |
| 高線 / 3D ブロット オ デネスブレイ 等 「範囲 オブション ― 時間 スゲ 波長 | OK キャンセル 適用(A) ヘルプ(L) フジョン ご高線 プロット ール 時間軸 スクール等距離 nm |
| 高線 / 3D ブロット オ デネスブレイ │ 等 範囲 オブション ― 時間 スゲ 波長 吸光度 | OK キャンセル 適用(A) ヘルフペ日) フジョン 高線 プロット ル ル ル 一ル 時間軸 スケール等距離 ル nm ~ nm ~ nm |
| 高線 / 3D ブロット オ デネスフჀイ 等 「範囲 オブション ─ 時間 スゲ 波長 吸光度 吸光度 | OK キャンセル 適用(A) ヘルプ(ビ) ブション ご高線 プロュット ール □ 時間軸 スケール等距離 □ ~ nm □ ~ mAu |

Log : 対数等高線表示

③ 前ページの画面上の 等高線表示 (Make Isoplot) をクリックすると、次の画面 が表示されます。







① カーソル (Cursor) をクイック表示 (Quick View) にします。

- ② 横軸、縦軸の交差したところにカーソルを移動し、表示したいクロマトグラムの位置までカーソルをドラッグします。
- ③その位置でのクロマトグラム(下図)が黒い線で表示されます。
- ④ マーク(Mark) をクリックすると、クロマトグラムを選択した波長に印をつけてお くことができます。

⑤ 印刷 (Print) で等高線表示画面を印刷できます。

8-4-2. クロマトグラムの抽出

① カーソル (Cursor) の表示をシグナル (Signal) にします。



マーク(Mark)で印をつけておいた波長まで、画面上の線をドラッグして移動します。

- ③ 画面左下の コピー (Copy) をクリックします。
 画面にクロマトグラムが抽出、表示されます。
 クロマトグラムは解析画面にもコピーされます。
- ④ 抽出した図を消去したい場合には、目的のクロマトグラム、スペクトルをクリックし、削除(Delete)を押します。
- ⑤ 終了(Exit) で画面をぬけると、抽出されたクロマトグラムが表示されます。

抽出したクロマトグラムは積分など通常のデータ同様の処理を行うことが可能です。

- 132 -





閉じる(Close) で3次元表示画面から抜けます。



8-6. スペクトルライブラリサーチ (Library Search)

ケミステーションではスペクトルライブラリサーチ機能によりピークを自動的に定性することができます。

8-6-1. 新規ライブラリの作成 (New Library)

① 新しくライブラリファイルを作成します。

メニューバーから

スペクトル (Spectra)

→ <u>ライブラリ (Library)</u>

→ 新規ライブラリ (New Library)

を選択します。

| Հ∿°ንՒル(≦) | バッチ(<u>B</u>) | 表示(⊻) | |
|--------------------------------------|--|---------------------------|--|
| スペウトル選 スペウトル選 スペウトル選 スペウトル選 | 択⑤) 択(頂点)(<u>A</u>) 択(平均)(<u>V</u>) 択(ピークスペ |)) かんい <u>(c</u>) | |
| リファレンススペ リファレンススペ | ベウトル 1 のカ ベウトル 2 のカ | 璧択(<u>1</u>) 璧択(2) | |
| ピーク純度道 ピーク検索と | 選択(<u>P</u>) 2印刷(<u>R</u>) | | |

| 717`79′₽ | 新規 ライブ ラリ(N) | |
|--|---|--|
| 等高線表示①… 3D 7℃ット③… | オーファンライファラリの) ラインテリの保存の) ラインテリを名前を付けて保存の) | |
| スヘウトル オフジョン(©) 等高線/3D フロット オフジョン(©) | ライフ・ラリ情報(L) エン州変更(M) エン州遠加(E) ライフ・ラリエン州印刷(P) | |
| | 2<'9/ル検索(©) 検索結果表示(B) 検索結果印刷() | |

ファイル名を入力します。

| ファイル名(N): newlib.uvl | フォルダ(<u>F</u>): c:¥hpchem¥speolibs | ОК |
|---|---|---------------------------------------|
| BENZENE.UVL COLOR.UVL DEMODAD.UVL INK-CO.UVL | Ci¥ Cirri hpohem Cirri speclibs | ▲ <u>キャンセル</u> ネットワーク(<u>w</u>)… |
| ファイルの種類(T): | トライプ(V): | |

※ライブラリの

ファイルは C:¥hpchem¥spec1ibs こ保存されます。 データやメソッド ファイルのように 装置番号の下 (C:¥hpchem¥1)で はないことに注意 してください。

検索 テンブレート編集(<u>r</u>)... ライフ^{*}ラリ削除(<u>D</u>)...

- 134 -

② ライブラリファイルをロードあるいは作成すると、画面左にライブラリに関するアイ コンが画面上のに表示されます。



③ ライブラリファイル情報 (Edit Library Header) に入力します。

| ライブラリ ヘッダー変更 □ 🛛 🛛 🗙 | |
|--|-----------------------|
| ファイル C.¥¥NEWLIB.UVL エントリ 0 作成 17-FEB-1998 最終変更 17-FEB-1998 | 情報、ライブラリ 名、作成者名等を |
| バージョン LC−UV Library G130x Rev. A.01.00 装置 | 入力してください。 |
| 竹青幸段① | ライブラリファイ ルが作成されます。 |
| | |
| Library Name : Created by : Changed by : FileUpDated : FileChanged | |
| OK(<u>O</u>) キャンセル(<u>C</u>) ヘルプ(<u>H</u>) | |

④ ライブラリに登録する成分を分析したデータファイルを読み込みます。

⑤ 登録したいスペクトルを画面に表示させます。(5-2節 参照)

⑥ スペクトルを登録します。

アイコンをクリックします。





<u>追加 (Add)</u> をクリックすると、ライブラリファイルにスペクトルが登録されま す。

上記③~⑥の操作を繰り返してスペクトルをファイルに登録してください。

⑦ 作成したライブラリファイルを保存 (Save) します。

新しく名前をつけて保存する場合にはメニューバーから

スペクトル (Spectra)

→ <u>ライブラリ(Library)</u>

→ <u>ライブラリの保存 (Save Library as...)</u>

を選択します。

指定したファイル名で保存されます。

上書きの場合はこのアイコンをクリックします。



8-6-2. サーチ条件の設定 (Search Template)

ライブラリサーチを実行する際のサーチ条件を設定します。

ライブラリファイルに登録された成分のリテンションタイムや成分名等をサーチパラ メータに加えることができます。

アイコンをクリックします。



| ^ッ ラリ サーチ テンフ [®] レート [C.¥HPCHEM¥SPECLIBS¥NEWLIB.UVL] | × | ① 左/右ウィンドウ |
|--|--|--|
| トーチ テンフ [*] レート 左 ウィント*ウ [%] : 0 | サ-チオブション □ 大文字小文字区別 □ 完全一致する単語 ■ スペクル比較 ロジック: O AND ● OR サ-チ範囲 | (Left / Right Window)[%]: 登録された成分のリ テンションタイム幅 を設定します。 |
| Name : ID Name : ID Sample : Solvent : Created by : Changed by : Data File : Cell Length mm : Volume ul : Slit Width nm | ● 全て(A) ○ 開始(E): ○ 終了: ○ テンプレート クリア(C) サーチ(S) ヘルプ(H) OK(Q) キャンセル(C) | スレッシュホールド Threshold) [mAU]: 設定した吸光度以上のピークのみサーチします。目的のピークのキーチート |

場合、設定が不適

切な場合があります。

③ シフト (Shift) [nm]:登録された成分のスペクトルを設定した波長分シフトします。

④ サーチを行う時間幅等を設定し、サーチする成分を限定するとサーチを早く行うこと ができます。 その他、成分名、ID ナンバーからサーチすることもできます。各項目はブランクなら、 サーチのパラメータにはなりません。<u>数字・文字を入力した段階でパラメータとなりま</u> <u>す。</u>

8-6-3. ライブラリサーチの実行 (Search)

- サーチするデータのファイルを読み込みます。
- ② サーチする目的のピークのスペクトルを表示させます。(5-2節参照)
- ③ スペクトルライブラリファイルを読み込みます。



登録したライブラリファイルを選択します。

④ ライブラリサーチを実行します。



アイコンをクリックすると、次ページの画面が表示されます。



サンプルとサーチされたスペクトルの重ね書きが表示されます。

スペクトル表示 (Show Spectrum)

:サンプルのスペクトルと比較したい成分の#の左側 にカーソルを移動してクリックします。行の表示が 反転した後、このキーを押すと指定した成分のスペ クトルの重ね書きおよびスペクトルの差(相違)が表 示されます。

詳細(More Info) :成分のエントリ情報を表示します。

印刷(Print): グラフィックデータとリストを含むレポートを印刷します。成分名または ID 名の出力設定及びサイズを設定してください。

- 142 -
8-6-4. ライブラリ情報の編集 (Spectra Library Manager)

登録したスペクトルの情報の修正などを行います。

アイコンをクリックします。





:スペクトルの情報を修正します。

エントリ削除 (Delete Entry)

:スペクトルをファイルから削除します。

- 143 -

スペクトル表示 (Show Spectra) :スペクトルを画面上に表示します。

スペクトルコピー (Copy Spectra) :スペクトルをプリントします。

8-6-5. 自動ライブラリサーチ (Automated Library Search)

クロマトグラム上の全ピークのライブラリサーチをまとめて行います。

- ・一度に4個のライブラリファイルによるサーチが可能です。
- ・ライブラリファイル別に異なる条件でのサーチが可能です。

① 自動ライブラリサーチの条件を設定します。

メニューバーより

レポート(Report) → 自動ライブラリサーチ(Automated Library Search)

を選択します。

| レホ [。] ート(<u>R</u>) スヘックトル(<u>S</u>) |) | | | | | |
|---|---|--|--|--|--|--|
| レホ [*] ート印刷(<u>P</u>) | | | | | | |
| しポート条件(<u>R</u>)… | | | | | | |
| もニターガーフアの設定① | | | | | | |
| ୬ステム スータビリティー(⊻) | ۲ | | | | | |
| 自動ライブラリサーチ(<u>B</u>) | | | | | | |

| | スペウトル ライブラリコこ | よる自動 ライブ | ラリサーチ で使う |) パラメータ 装置 1 | | | × |
|---|---------------------------------|----------|-----------|--------------|-----------|--------------|-----|
| | 開始時間: | 0 | 終了: [| 999 分 | | | |
| 2 | ■ 1. ライフ*ラリ | 選択 | C:¥HPCHE | M¥SPECLIBS¥D | EMODAD.UV | サーチ パラメータ 編集 |]₊④ |
| | 🔲 2. ライブ・ラリ | 選択 | | | | サーチ パラメータ 編集 | ונ |
| | 🔲 3. ライブ・ラリ | 選択 | | | | サーチ パラメータ 編集 | ונ |
| | 🔲 4. 577°54 | 選択 | | | | サーチ パラメータ 編集 | ונ |
| 5 | ▶ 🗷 純度 チェック? | | ライブラリー致 | 女 スレッシュホールトシ | 950 | | |
| | 「ライフ"ラリサーチ モート" | | | | | | |
| | ● スベウトル ライブラリサーチ による同定 | | | | | | |
| | ○ キャリブレーションテーブル による ターグット 化合物分析 | | | | | | |
| | ○ スベウトルライフラリ による ターグット 化合物分析 | | | | | | |
| | · | | | | | | |
| | | | | ОК | キャンセル | <u>^⊮7</u> ` | |

- ② 使用するライブラリにチェックします。
- ③ 選択 (Selection) をクリックし、ライブラリファイルを選択します。
- ④ ライブラリファイル毎にサーチ条件を設定します。
- ⑤ 自動ライブラリサーチと同時に純度チェックを行うかどうか選択します。

純度チェック (Purity check?) をチェックし、ライブラリー致スレッシュホー ルド (Library match threshold) を入力してください。設定値よりマッチ度の 低いピークは不純と判断され、ピークの立ち上がりと質下がりの2点でサーチし ます。 ⑥ レポートの出力条件を設定します。

メニューバーより

<u>レポート Report</u> → <u>レポート条件(Specify Report)</u>

| レホ [*] ート(<u>B</u>) | スペウトル(<u>S</u>) |) |
|--------------------------------|--------------------|---|
| レホペートED県 | 剥(<u>P</u>) | |
| 「小小子条件 | 牛(<u>R</u>) | |
| モニターカーフ | 『の設定①… | |
| ୬ステム スー | 处判ティー♡ | ۲ |
| 自動ライフ | ラリサーチ(<u>B</u>) | |

を選択します。

レポートスタイル (Report Style) の中から ライブラリサーチ (Library Search) を選択します。出力先 (Destination) を選択します。 (2-1-4節 参照)

⑥ データファイルを読み込みます。

画面にロードされているクロマトグラムのライブラリサーチを実行します。

メニューバーより

<u>レポート (Report)</u> \rightarrow <u>レポート印刷 (Print Report)</u>

を選択します。

自動ライブラリサーチ結果が出力されます。