



Agilent 1260 Infinity 蛍光検出器

ユーザーマニュアル



Agilent Technologies

注意

© Agilent Technologies, Inc. 2010-2012,
2013

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

マニュアル番号

G1321-96014

エディション

05/2013

Printed in Germany

Agilent Technologies
Hewlett-Packard-Strasse 8
76337 Waldbronn

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

保証

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

技術ライセンス

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

安全に関する注意

注意

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

警告

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

本書の内容

本書は、製品を対象としています。

- Agilent 1260 Infinity 蛍光検出器 (G1321B SPECTRA)、
- Agilent 1260 Infinity 蛍光検出器 (G1321C) および
- Agilent 1200 シリーズ 蛍光検出器 (G1321A) (旧来製品)

1 蛍光検出器の概要

この章では、検出器と機器の概要について説明します。

2 設置要件と仕様

この章では、環境要件、物理的仕様、および性能仕様について説明します。

3 モジュールの設置

この章では、お使いのシステムに推奨されるスタックセットアップと、モジュールの設置について説明します。

4 蛍光検出器の使用

この章では、検出器のスタートアップについて説明します。

5 検出器の最適化

この章では、検出器を最適化する方法について説明します。

6 トラブルシューティングおよび診断

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

7 エラー情報

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

8 テスト機能

この章では、検出器の内蔵テスト機能について説明します。

9 メンテナンス

この章では、検出器のメンテナンスに関する一般情報を説明します。

10 メンテナンス用部品

この章では、メンテナンス用部品について説明します。

11 ケーブルの識別

この章では、Agilent 1200 Infinity シリーズのモジュールに使用されるケーブルについて説明します。

12 ハードウェア情報

この章では、ハードウェアと電子機器に関して検出器の詳細を説明します。

13 付録

この章では、安全やその他の一般情報について説明します。

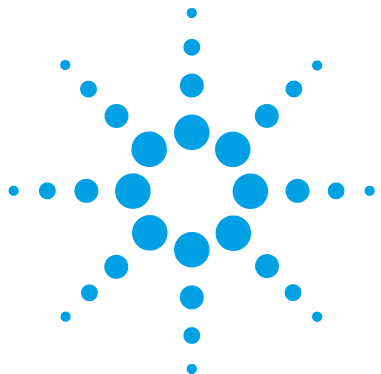
目次

1	蛍光検出器の概要	9
	検出器の概要	10
	屈折率検出	12
	ラマン効果	15
	光学ユニット	16
	1 次データの分析情報	24
	システム概要	29
	バイオイナート材料	32
2	設置要件と仕様	35
	設置について	36
	物理的仕様	39
	性能仕様	40
3	モジュールの設置	53
	モジュールの開梱	54
	スタックコンフィグレーションの最適化	56
	リークと廃液の処理に関する設置情報	61
	モジュールの設置	65
	モジュールへの配管	68
4	蛍光検出器の使用	73
	リークと廃液の処理	74
	始める前に	76
	スタートアップとチェックアウト	77
	メソッド開発	81
	例：複数化合物に対する最適化	96
	ピーク内の全スペクトルモードと頂点スペクトルのみモードによるスペクトルの取得方法	106
	溶媒情報	110

5	検出器の最適化	113
	最適化の概要	114
	最適化に役立つ機能	116
	最適な波長を検出する	117
	最適なシグナル増幅を検出する	119
	キセノンフラッシュランプのフラッシュ周期を変更する	125
	最適なレスポンスタイムを選択	127
	迷光の削除	129
6	トラブルシューティングおよび診断	131
	モジュールのインジケーターとテスト機能の概要	132
	ステータスインジケータ	133
	ユーザーインターフェイス	135
	Agilent Lab Advisor ソフトウェア	136
7	エラー情報	137
	エラーメッセージ内容	138
	一般エラーメッセージ	139
	検出器エラーメッセージ	148
8	テスト機能	157
	概要	158
	光路のダイアグラム	160
	ランプ強度テスト	161
	ラマン ASTM S/N 比テスト	163
	内蔵テストクロマトグラムの使用	168
	波長のベリフィケーションとキャリブレーション	170
	波長真度テスト	173
	波長キャリブレーションの手順	179

9	メンテナンス	185
	メンテナンス概要	186
	警告と注意	187
	メンテナンスの概要	189
	モジュールのクリーニング	190
	フローセルの交換	191
	キュベットの使用方法	195
	フローセルのフラッシュ	196
	リークの補正	197
	リーク処理システム部品の交換	198
	インターフェイスボードの交換	199
	モジュールのファームウェアの交換	200
	テストおよびキャリブレーション	201
10	メンテナンス用部品	203
	メンテナンス部品の概要	204
	キュベットキット	206
	アクセサリキット	207
11	ケーブルの識別	209
	ケーブル概要	210
	アナログケーブル	212
	リモートケーブル	214
	BCD ケーブル	218
	CAN/LAN ケーブル	220
	外部接点ケーブル	221
	Agilent モジュールから PC へ	222
12	ハードウェア情報	223
	ファームウェアについて	224
	オプションのインターフェイスボード	227
	電氣的接続	231
	インターフェイス	234
8	ビットコンフィグレーションスイッチの設定 (オンボード LAN なし)	241
	EMF (Early Maintenance Feedback)	246
	機器レイアウト	247

13 付録	249
安全に関する一般的な情報	250
廃液電気および電子機器 (WEEE) 指令 (2002/96/EC)	253
リチウム電池に関する情報	254
無線干渉	255
騒音レベル	256
紫外線放射 (UV ランプのみ)	257
溶媒情報	258
Agilent のウェブサイト	260



1

蛍光検出器の概要

検出器の概要	10
屈折率検出	12
ラマン効果	15
光学ユニット	16
リファレンス システム	23
1 次データの分析情報	24
蛍光検出	24
燐光検出	25
生データの処理	25
システム概要	29
リークと廃液の処理	29
バイオイナート材料	32

この章では、検出器と機器の概要について説明します。



検出器の概要

検出器バージョン

表 1 検出器バージョン

バージョン	説明
G1321C	スペクトル機能とマルチシグナル機能を搭載しない 1260 Infinity FLD として 2013 年 6 月に導入されました。最大データレートは 74 Hz で、機器のファームウェアは A.06.54 です。ファームウェア B.02.16 を搭載するインス Tantパイロット、ドライバ A.02.08、Agilent OpenLAB CDS ChemStation エディション C.01.05、OpenLAB EZChrom エディション EE A.04.05、ICF A.02.01、および Lab Advisor B.02.04 によってコントロールされます。G1321C を G1321A/B に変換することはできません。
G1321B SPECTRA	スペクトル機能とマルチシグナル機能を搭載する 1260 Infinity FLD として 2010 年 6 月に導入されました。最大データレートは 74 Hz です。G1321B は G1321A に変換することができます（エミュレーションモード）。G1321C の導入により、データレートの最大値は 144.9 Hz まで向上しました（機器ファームウェア A.06.54）。
G1321A	スペクトル機能とマルチシグナル機能を搭載する 1100 シリーズ FLD として 1998 年 8 月に導入されました。最大データレートは 18 Hz です。G1321B FLD の導入に伴い廃止されました。

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

- 最高の強度と低ノイズによる高感度検出を実現するフラッシュランプ
- オンラインスペクトル採取可能なマルチ波長モード（G1321B SPECTRA）
- スペクトル取込とマルチシグナルの同時検出（G1321B SPECTRA）

- キュベット（オプション）を使ったオフライン測定
- フローセル前面への容易なアクセスにより、迅速な交換が可能
- 波長真度ベリフィケーションを標準搭載

仕様については、『「性能仕様」 40 ページ』を参照してください。

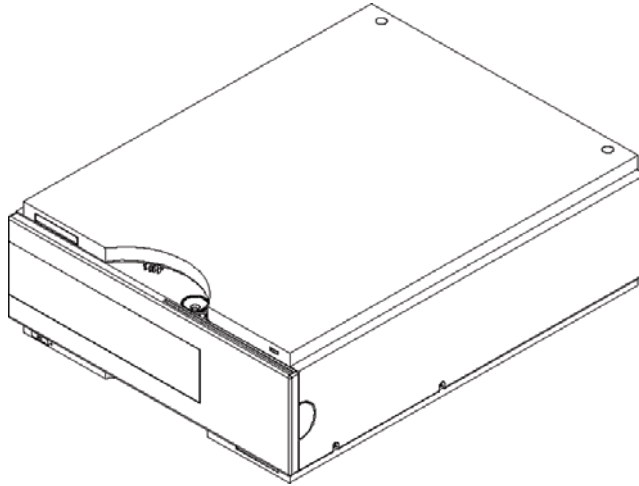


図 1 Agilent 1260 Infinity 蛍光検出器

屈折率検出

ルミネッセンス検出

ルミネッセンス、つまり発光は、分子が励起状態から基底状態に移るときに起こります。分子はさまざまな形のエネルギーによって励起され、それぞれに独自の励起プロセスがあります。たとえば、励起エネルギーが光の場合、そのプロセスを**光ルミネッセンス**と呼びます。

基本的に、発光は吸光の逆の現象です（『12 ページ 図 2』を参照）。たとえば、ナトリウム蒸気の場合、吸光と発光のスペクトルは同一波長の 1 本線スペクトルになります。溶液中の有機分子の吸光と発光のスペクトルは、線ではなく帯域になります。

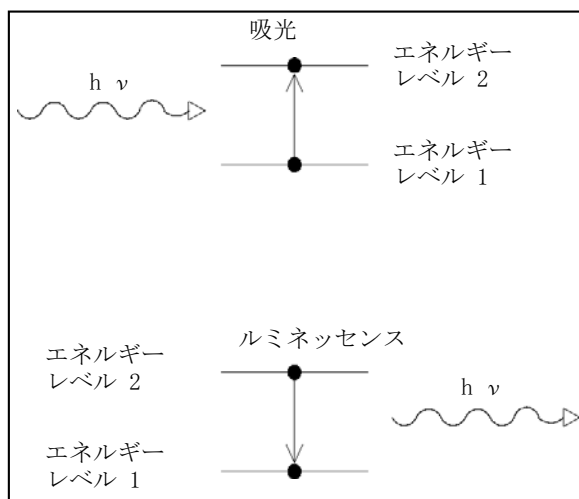


図 2 吸光と発光

より複雑な分子が、基底エネルギー状態から励起状態に遷移するとき、吸収されたエネルギーはさまざまな振動および回転のサブレベルに分散します。この同じ分子が基底状態に戻るとき、この振動および回転エネルギーは、まず放射を伴わない緩和によって失われます。次に、分子は、このエネルギーレベルから、基底状態の振動サブレベルおよび回転サブレベルの

うちのいずれかに遷移し、光を放出します（『13 ページ 図 3』を参照）。
ある物質の最大吸光度が λ_{EX} 、最大発光強度が λ_{EM} となります。

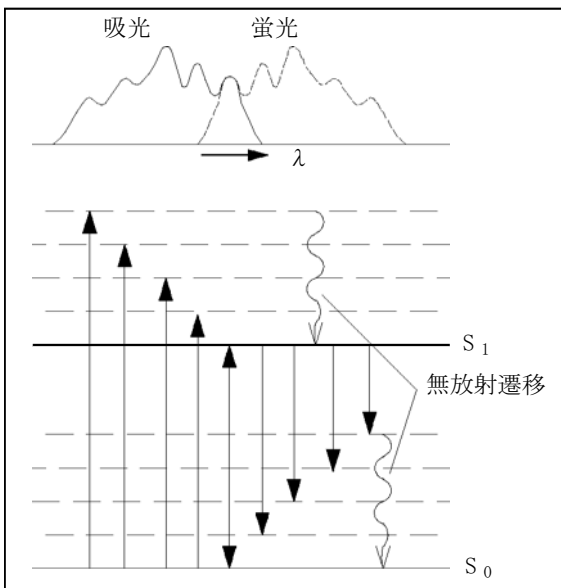


図 3 励起波長と蛍光波長の関係

光ルミネッセンスは、**蛍光**と**燐光**の 2 つの現象の総称です。この 2 つの現象は励起後の発光の遅延という特性において相互に異なります。分子に光が当たってから 10^{-9} 秒 $\sim$ 10^{-5} 秒で発光する場合、その過程は**蛍光**です。分子に光が当たってから 10^{-3} 秒以上たって発光する場合、その過程は**燐光**です。

燐光の過程が長いのは、励起状態の電子の 1 つが、溶媒の分子と衝突した場合などに、スピンの方向を変えるためです。これが起きると、励起された分子はいわゆる 3 重項状態 (T) になります（『14 ページ 図 4』を参照）。

1 蛍光検出器の概要

屈折率検出

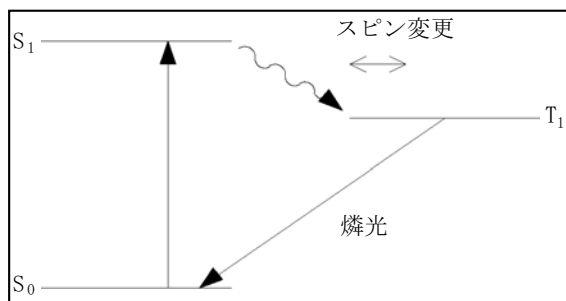


図 4 燐光エネルギーの遷移

分子は、スピンのまま元の状態に戻らなければ基底状態に戻ることができません。他の分子と衝突して変化に必要なスピンの得られる機会は限られているため、しばらくの間分子は 3 重項状態のままになります。2 度目のスピン変化の間に、分子は放射を伴わない緩和によってさらにエネルギーを失います。したがって、燐光時の発光は、蛍光よりもエネルギーが低く、波長が長くなります。

$$\text{式: } E = h \times \lambda^{-1}$$

この式で、

E はエネルギー

h はプランク定数

λ は波長です。

ラマン効果

ラマン効果は、入射光がサンプル内の分子を励起し、続いてそれらの分子が光を散乱させるときに起きます。この散乱光の大部分は入射光と同じ波長ですが、一部は異なる波長で散乱します。この異なる波長の散乱光を、ラマン散乱と呼びます。これは分子の振動が変わることによって生じる現象です。

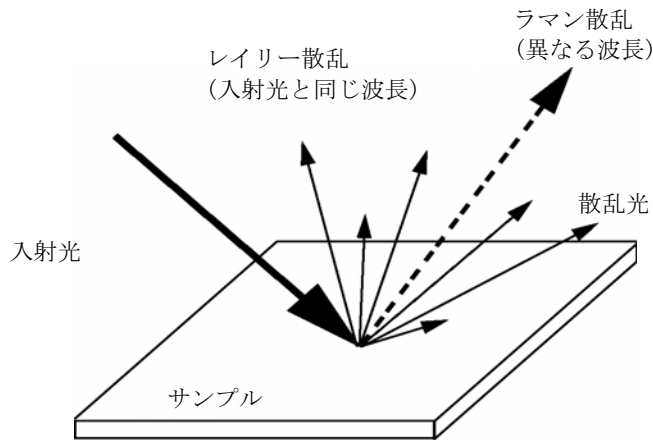


図 5 ラマン

入射光 (E_i) とラマン散乱光 (E_s) のエネルギーの差は、分子の振動状態を変化させるエネルギー（つまり、分子を振動させるエネルギー E_v ）と等しくなります。このエネルギー差は、ラマンシフトと呼ばれます。

$$E_v = E_i - E_s$$

通常、ラマンシフトされたシグナルが数種類観察され、それぞれが、サンプル内の分子のさまざまな振動運動または回転運動に関連しています。特定の分子とその環境によって、観察されるラマンシグナルが決まります（該当する場合）。

ラマンシフトに対するラマン強度のプロットが、ラマンスペクトルです。

光学ユニット

『17 ページ 図 6』に示した光学系のすべての構成部品は、検出器コンパートメント内部の金属ケースに収納されています。これには、キセノンフラッシュランプ、EX 集光レンズ、EX スリット、ミラー、EX 回折格子、フローセル、EM 集光レンズ、カットオフフィルタ、EM スリット、EM 回折格子、光電子増倍管が含まれます。蛍光検出器には、回折格子 / 回折格子光学系があり、励起波長と蛍光波長の選択が可能です。フローセルには、蛍光検出器の正面からアクセスできます。

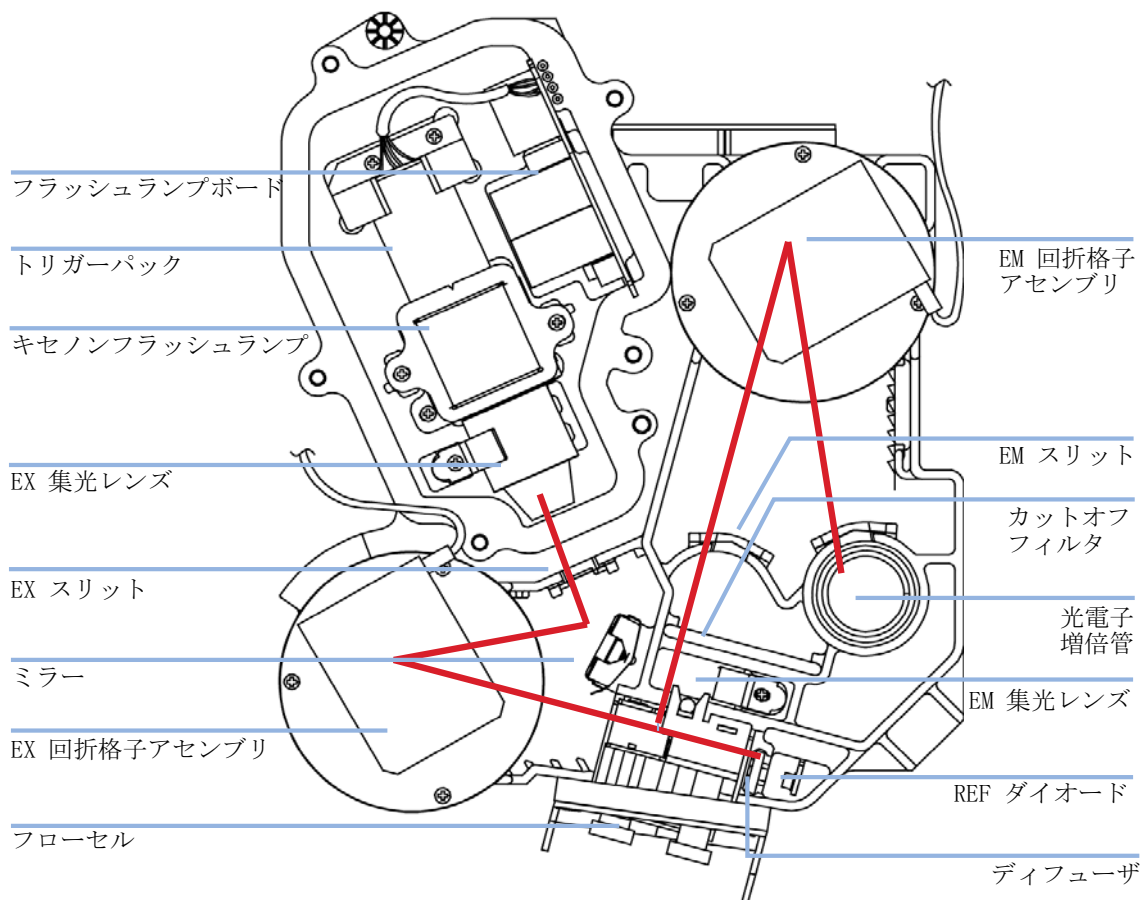


図 6 光学ユニット

光源はキセノンフラッシュランプです。3 μ s のフラッシュによって 200 nm から 900 nm までの光の連続スペクトルが得られます。光の出力分布は 100 nm 間隔でパーセンテージ表示されます（『18 ページ 図 7』を参照）。ランプは、要求される感度によって異なりますが、通常は数千時間使用できます。キーボードの設定値を使用して、自動分析中にランプを分析時にのみ点灯させることができ、経済的です。ランプは点灯しなくなるまで使用できますが、ノイズのレベルは使用時間が長くなるに従い増大します。

1 蛍光検出器の概要

光学ユニット

特に 250 nm より短い波長の紫外線は、可視波長範囲に比較してかなり早めに光量が低下します。一般に、“Lamp On during run”（分析中のみランプオン）に設定するか、または “economy mode”（エコノミーモード）を使用すると、ランプの寿命をかなり延ばすことができます。

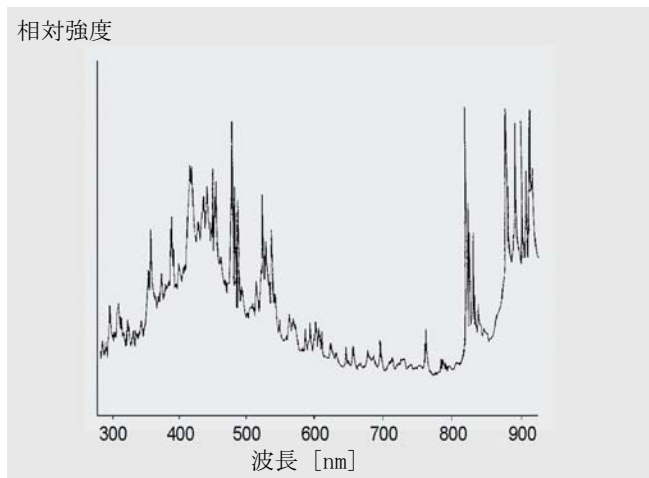


図 7 ランプのエネルギー分布（ベンダーデータ）

ランプによって放出された放射光は、EX モノクロメータ回折格子によって分散、反射され、セル入口スリットに入ります。

ホログラフィ凹面回折格子は、このモノクロメータの主要部分であり、入射光を分散、反射させます。回折格子の表面には 1 mm あたり 1200 本の多数の細かい溝が切られています。回折格子には、可視領域で効率を高めるブレードがあります。

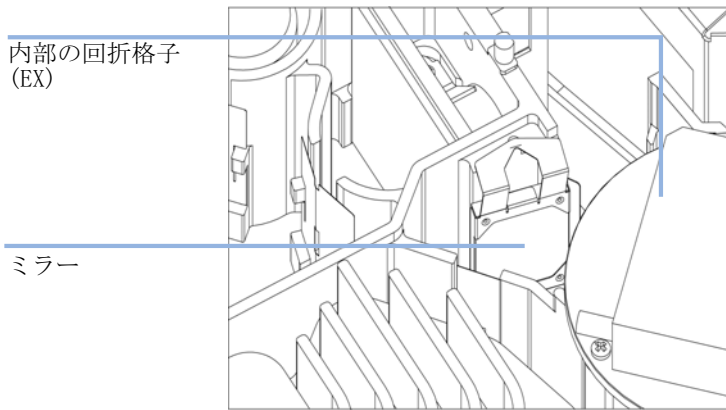


図 8 ミラーアセンブリ

溝の形状は、ほとんどすべての入射光を 1 次反射し、約 70 % の効率で紫外線領域で分散するように最適化されています。入射光の残りの 30 % の大半は、ゼロオーダーで反射して、分散しません。『20 ページ 図 9』は、回折格子の表面における光路を示しています。

1 蛍光検出器の概要

光学ユニット

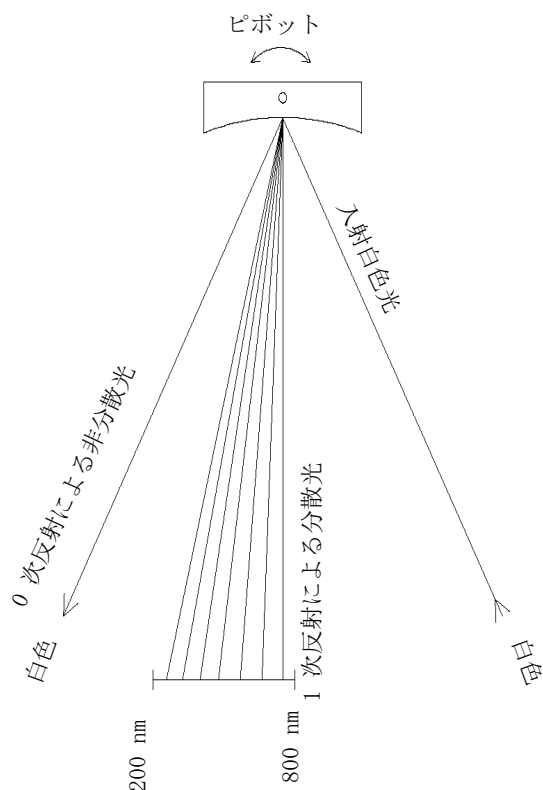


図 9 回折格子による光の分散

回折格子は、3 相のブラシレス DC モータで回転し、回折格子の位置によって、フローセルに入る光の波長または波長範囲が決まります。回折格子は、測定中にその位置を変更し、波長が変わるようにプログラムできます。

スペクトル取込とマルチ波長検出の場合、回折格子は 4000 rpm で回転します。

EX 回折格子と EM 回折格子の設計は同じですが、ブレイズ波長が異なります。EX 回折格子は 1 次光のほとんどを 250 nm 付近の紫外線領域で反射しますが、EM 回折格子は 400 nm 付近の可視領域で反射効率がよくなります。

フローセルはフューズドシリカ製で、背圧の最大値は 20 bar です。過度の背圧がかかると、セルは破損します。廃液の近くでは、検出器を低い背圧で操作することをお勧めします。スリットは本体に一体化されています。

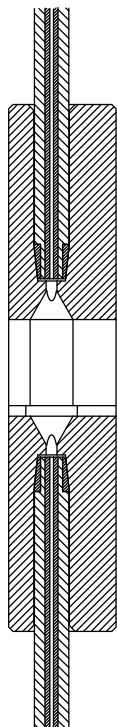


図 10 フローセルの断面

フローセル内のサンプルのルミネッセンスは、第 2 のレンズによって入射光に対して直角に集められ、第 2 のスリットを通過します。ルミネッセンスが EM モノクロメータに到達する前に、ある波長より短い光をカットオフフィルタが除去し、1 次散乱および 2 次迷光によるノイズを減らします（『20 ページ 図 9』を参照）。

選択された波長の光は、反射されて、光学ユニットの光電子増倍管の隔壁にあるスリットに入ります。出射光のバンド幅は 20 nm です

入射光子は、光電陰極（『22 ページ 図 11』）で電子を生成します。これらの電子は、複数の円弧形ダイノード間の電場によって加速されます。ダイノードのペア同士の電圧差によっては、入射電子はさらに多くの電子を

1 蛍光検出器の概要

光学ユニット

発生させ、それらの電子が加速して次のダイノードに向かいます。アバランシェ効果によって、最終的に非常に多くの電子が発生するので、電流が測定できます。増幅度はダイノードの電圧の関数であり、マイクロプロセッサで制御されます。PMTGAIN 機能で増幅度を設定できます。

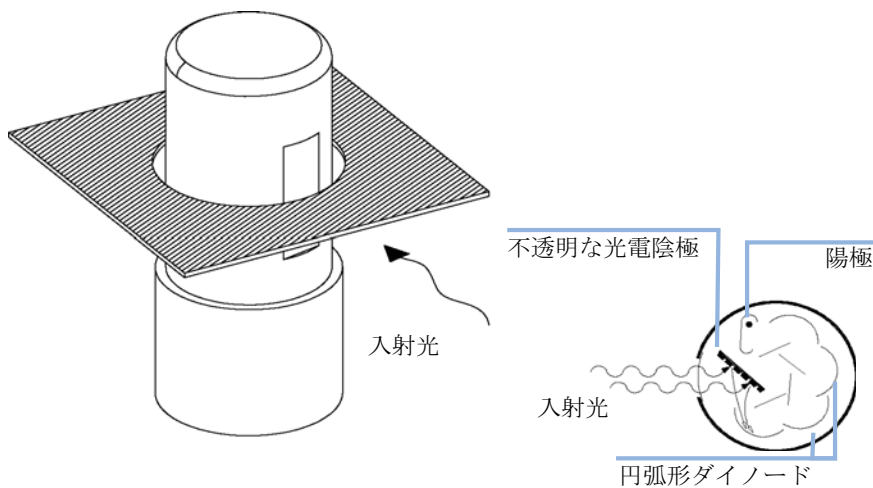


図 11 光電子増倍管

この種のいわゆるサイドオン光電子増倍管は、高速レスポンスを保証できるようコンパクトに設計されており、短い光路（『17 ページ 図 6』を参照）での利点が生かされています。

PMT は特定の波長の範囲に合わせて設計されています。標準の PMT では、200 ～ 600 nm で最適感度が得られます。これ以上の波長範囲では、赤に対して高感度な PMT を使用すると性能を向上させることができます。

リファレンス システム

フローセルの後ろにあるリファレンス ダイオードは、フローセルによって透過された励起 (EX) 光を測定し、フラッシュランプの揺らぎと長期の強度ドリフトを補正します。ダイオードの出力は非線形のため (励起波長によって異なる)、測定データは正規化されます。

ディフューザはリファレンス ダイオードの前にあります (『17 ページ 図 6』を参照)。ディフューザはクォーツ製で、減光するとともに、光の積分測定を行います。

1 次データの分析情報

これまでの説明で、サンプルの 1 次データが光学ユニット内にどのように取り込まれるかを説明しました。このデータの分析化学における情報としてどのように利用するかについて説明します。蛍光検出器によって測定されたルミネッセンスは、アプリケーションの化学的性質によって特性が異なります。サンプルに関する知識から、どの検出モードを使用するかを判断する必要があります。

蛍光検出

ランプが点滅すると、ほとんど同時にサンプル中の蛍光化合物が発光します（『24 ページ 図 12』を参照）。ルミネッセンスは持続時間が短いため、蛍光検出器はランプが点滅してから短時間で測定する必要があります。

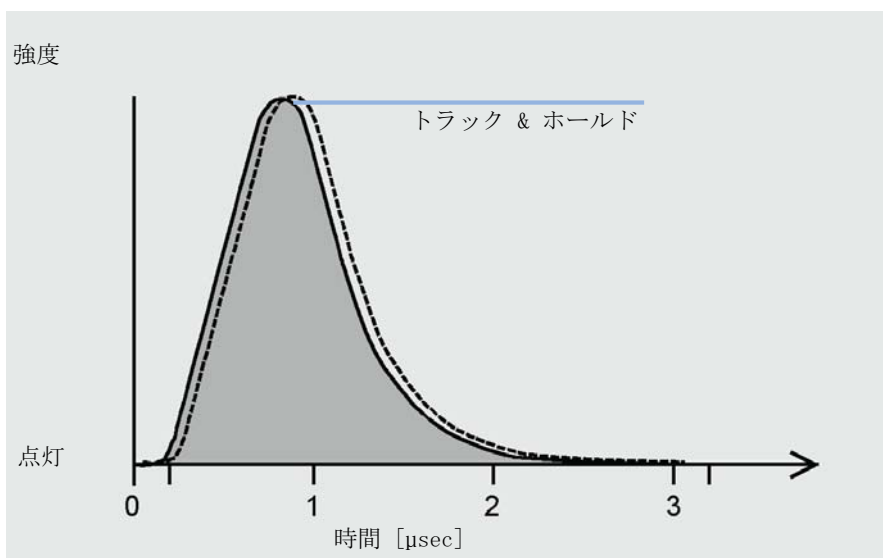


図 12 蛍光の測定

燐光検出

燐光検出モードを選択するとすぐに、適切なパラメータセットが指定されます（[FLD parameter settings]（FLD のパラメータ設定） - [special setpoints]（スペシャル設定値））。

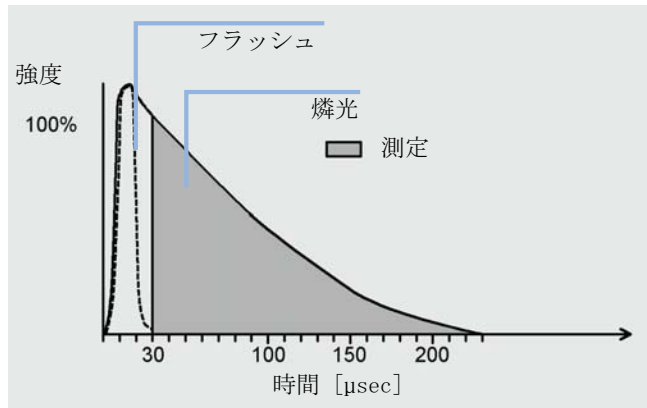


図 13 燐光の測定

生データの処理

高電圧、単一波長でランプがフラッシュする場合の蛍光データの取込速度は、296 Hz になります。つまり、サンプルは 1 秒間に 296 回照射され、カラムから溶出された成分による発光は 1 秒間に 296 回測定されます。

「エコノミー」モードまたはマルチ波長モードに設定した場合、フラッシュ周波数は 74 Hz になります。

1 蛍光検出器の概要

1 次データの分析情報

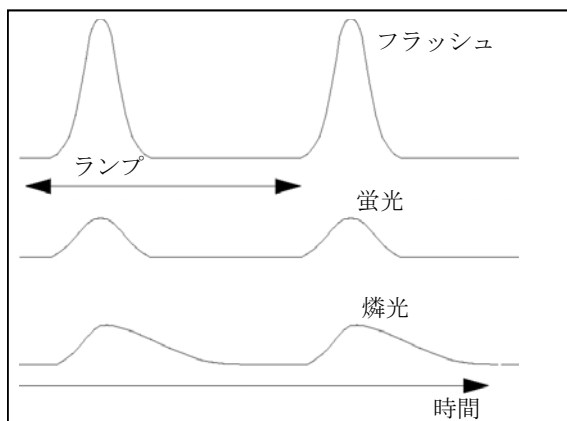


図 14 ランプ：フラッシュ、蛍光、燐光の周波数

「エコノミー」モードをオフにすることによって、S/N 比の特性を向上させることができます。

注記

「エコノミー」モードをオフにすると、ランプの寿命は大幅に短くなります。ランプの寿命をできるだけ長くするため、分析終了後にはランプを消すようにしてください。

データ分解能は、4 秒（これはデフォルト値で、この値は時定数 1.8 秒と等価であり、標準的なクロマトグラフ条件に適しています）のレスポンスタイムで 20 ビットになります。弱いシグナルは、分解能が不十分なために定量化で誤差が生じることがあります。PMTGAIN の推奨値を確認してください。値が設定した値と大きくかけ離れている場合は、メソッドを変更するか、または溶媒の純度をチェックしてください。『「最適なシグナル増幅を検出する」119 ページ』も参照してください。

PMTGAIN を使用してシグナルを増幅できます。光電子増倍管に当たった光子ごとに、数倍の電子が発生します。何倍になるかは設定した PMTGAIN によって決まります。測定中の PMTGAIN の変更をタイムテーブルに加えることによって、同じクロマトグラムで大きなピークと小さなピークを定量することができます。

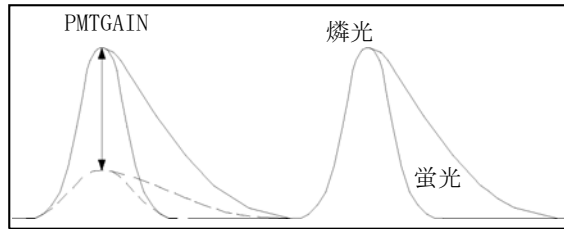


図 15 PMTGAIN : シグナルの増幅

PMTGAIN の推奨値を確認してください。偏差が 2 PMT ゲインを超えている場合は、メソッドで補正します。

PMTGAIN が 1 ステップ上がるごとに、シグナルの強さは約 2 倍になります (0 ~ 18 の範囲)。最大の発光でピークの増幅を最適化するには、最良の S/N 比になるまで PMTGAIN の設定値を上げていきます。

光子が電気シグナルに変換されて増幅されると、そのシグナル（この時点ではアナログ）は光電子増倍管の範囲を超え、トラック & ホールド回路で演算されます。演算後、そのシグナルは AD コンバータによって変換され、1 つの生データポイント（デジタル）になります。データ処理の第 1 段階として、このようなデータポイント 11 個をひとつにまとめます。これによって、S/N 比が改善されます。

次に、まとめられたデータ（『28 ページ 図 16』で大きな黒い点として示されている）が、ボックスカーフィルタによってフィルタ処理されます。このデータは、いくつかのポイントの平均をとることによって、削減されことなく平滑化されます。同一のデータポイント群から最初の点を取り除いて、代わりに次の点を加えるというような形を繰り返して平均をとり、最初にまとめたポイントと同じ数のポイントがひとつにまとめられ、フィルタ処理されます。RESPONSETIME 関数を使うと、ボックスカーフィルタ要素の長さを定義できます。RESPONSETIME が長くなればなるほど、平均をとるデータポイントの数が多くなります。RESPONSETIME を 4 倍にする（たとえば、1 秒を 4 秒にする）と、S/N 比は 2 倍になります。

1 蛍光検出器の概要

1 次データの分析情報

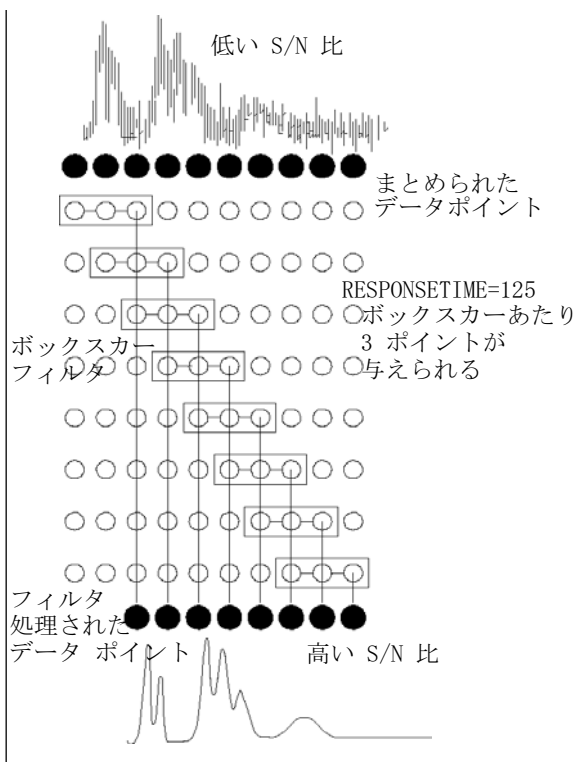


図 16 RESPONSE TIME : S/N 比

システム概要

リークと廃液の処理

1200 Infinity シリーズは、リークと廃液を安全に処理できるように設計されています。すべての安全に関するコンセプトを理解し、指示事項に忠実に従うことが重要です。

1 蛍光検出器の概要 システム概要

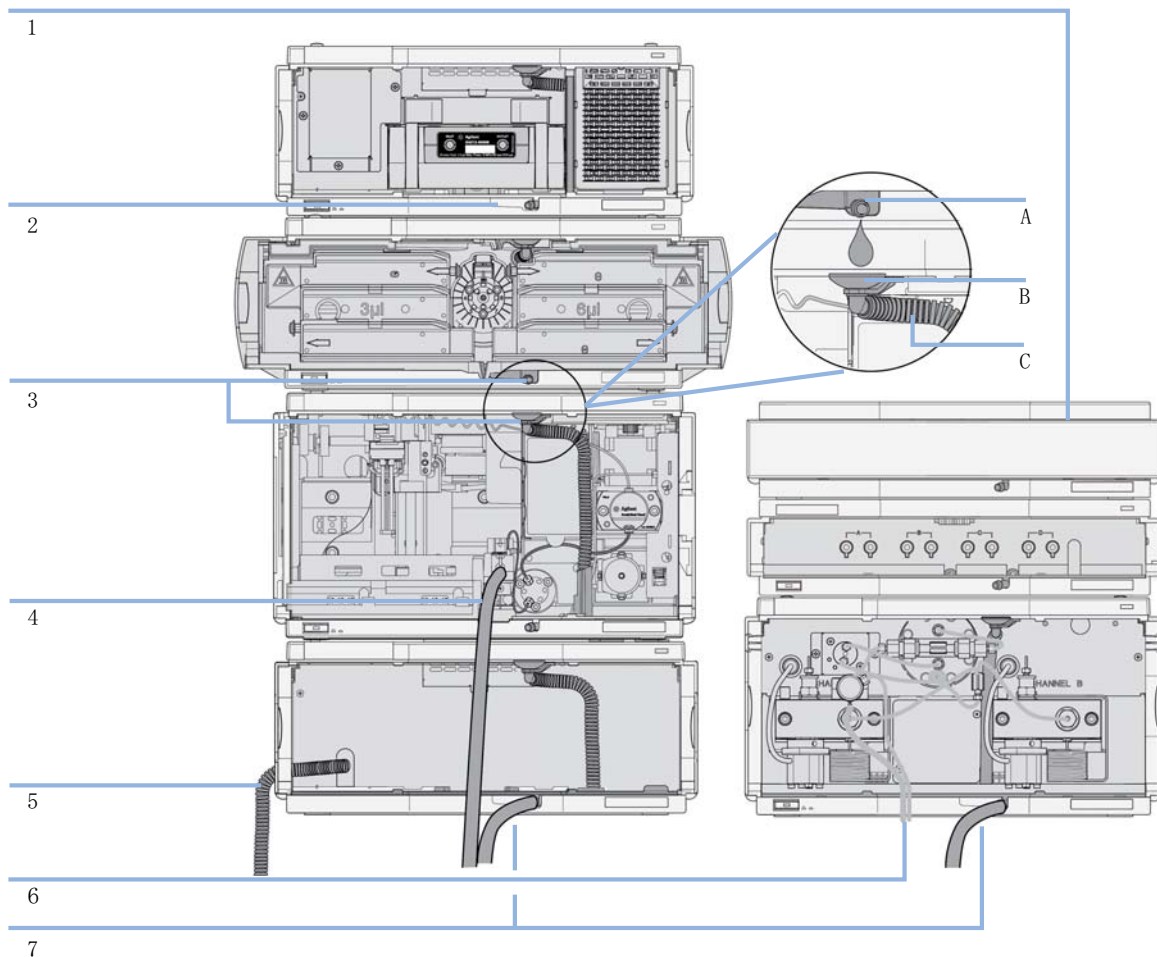


図 17 リークと廃液の処理のコンセプト（概観 - 標準のスタックコンフィギュレーションの例）

溶媒キャビネット (1) は、最大で 6 L 容量の溶媒を保存できます。溶媒キャビネットに保存されている各ボトルの最大容量は、2.5 L を超えることができません。詳しくは、Agilent 1200 Infinity シリーズ溶媒キャビネットの使用ガイドラインを参照してください（ガイドラインの印刷版は溶媒キャビネットとともに納品済みで、電子版はインターネットから入手できます）。

リーク受け (2)（各モジュールごとの個別設計）は、溶媒をモジュールの前部に誘導します。さらに、このコンセプトは、内部部品（検出器のフローセルなど）での漏れにも対応しています。リーク検出レベルに達するとすぐに、リーク受けのリークセンサが実行中のシステムを停止します。

あふれた液は、リーク受けの出口ポート (3, A) から次のモジュールへと順次導かれます。つまり、溶媒は次のモジュールの漏斗 (3, B) へと流れ、さらに接続されている波形廃液チューブ (3, C) へと流れます。波形廃液チューブは、溶媒を低い位置にある次のモジュールのリークトレイとセンサへと導きます。

サンプラのニードル洗浄ポートの廃液チューブ (4) は、溶媒を廃液系へ導きます。

オートサンブラクーラーの圧縮ドレイン出口 (5) は、凝縮液を廃液系へ導きます。

パージバルブの廃液チューブ (6) は、溶媒を廃液系へ導きます。

下部の各機器のリーク受け出口に接続されている廃液チューブ (7) は、溶媒を適切な廃液コンテナへ導きます。

バイオイナート材料

Agilent 1260 Infinity バイオイナート LC システムでは、Agilent Technologies は流路（接液部品ともいいます）に最高品質の材料を使用しており、これらの材料は、生体サンプルに対する最適な不活性と、広い pH 範囲にわたる一般的なサンプルや溶媒との最良の適合性が得られるとして、生命科学者により広く認められています。明確な特徴として、全流路には、生体サンプルに干渉するおそれのあるステンレスや、鉄、ニッケル、コバルト、クロム、モリブデン、銅などの金属を含むその他の合金が使用されていません。サンプルが流入する下流には金属は一切含まれていません。

表 2 Agilent 1260 Infinity システムで使用されるバイオイナート材料

モジュール	材質
Agilent 1260 Infinity バイオイナートクォータナリ ポンプ (G5611A)	チタン、金、プラチナ・イリジウム、セラミック、ルビー、PTFE、PEEK
Agilent 1260 Infinity バイオイナートハイパフォーマンス サンプラ (G5667A)	サンプル流入部の上流： • チタン、金、PTFE、PEEK、セラミック サンプル流入部の下流： • PEEK、セラミック
Agilent 1260 Infinity バイオイナートマニュアルインジェクタ (G5628A)	PEEK、セラミック
Agilent 1260 Infinity バイオイナート分析用フラクションコレクタ (G5664A)	PEEK、セラミック、PTFE
バイオイナートフローセル：	
標準フロー セルバイオー不活性、10 mm, 13 µL, 120 bar (12 MPa) MWD/DAD 用、キャピラリキットフローセル BIO (p/n G5615-68755) (G5615-60022) (Agilent 1260 Infinity ダイオードアレイ検出器 DAD G1315C/D 用)	PEEK、セラミック、サファイア、PTFE

表 2 Agilent 1260 Infinity システムで使用されるバイオイナート材料

モジュール	材質
Max-Light カートリッジセルバイオイナート (10 mm、V(s) 1.0 μ L) (G5615-60018) および Max-Light カートリッジセルバイオイナート (60 mm、V(s) 4.0 μ L) (G5615-60017) (Agilent 1200 Infinity シリーズダイオードアレイ検出器 DAD G4212A/B 用)	PEEK、ヒューズドシリカ
バイオイナートフローセル、8 μ L、20 bar (pH 1-12) (キャ ピラリキットフローセル BIO (p/n G5615-68755) を含む) (G5615-60005) (Agilent 1260 Infinity 蛍光検出器 FLD G1321B 用)	PEEK、ヒューズドシリカ、PTFE
バイオイナート熱交換器 G5616-60050 (Agilent 1290 Infinity カラムコンパートメント G1316C 用)	PEEK (スチール被覆)
バイオイナートバルブヘッド	G4235A、G5631A、G5639A : PEEK、セラミック (Al ₂ O ₃ ベース)
バイオイナート接続キャピラリ	サンプル流入部の上流 : • チタン サンプル流入部の下流 : • Agilent では、ステンレス被 覆 PEEK キャピラリを使用す ることで、流路にスチールを 用いないようにし、600 bar を超える圧力安定性を実現し ています。

注記

ご使用の Agilent 1260 Infinity バイオイナート LC システムの最適な生体適合性を確保するために、非不活性の標準モジュールや部品を流路に組み込まないでください。Agilent により「バイオイナート」と表示されていない部品は使用しないでください。これらの材料の溶媒との適合性については、『「1260 Infinity バイオイナート LC システムの部品に対する溶媒情報」[110 ページ](#)』を参照してください。

1 蛍光検出器の概要

バイオイナート材料



2 設置要件と仕様

設置について	36
物理的仕様	39
性能仕様	40

この章では、環境要件、物理的仕様、および性能仕様について説明します。



設置について

機器を最適な性能で動作させるためには、適切な環境に設置することが重要です。

電源について

モジュールの電源は、広範囲の入力電圧に対応しています。この電源は、『39 ページ 表 3』の範囲のいずれの入力電圧にも対応します。したがって、モジュールの背面に選択スイッチはありません。また、電源内に自動電子ヒューズが装備されているため、ヒューズを外部に取り付ける必要はありません。

警告

感電したり、装置が破損することがあります。

装置を仕様より高い入力電圧に接続した場合に発生する可能性があります。

→ 使用する機器は、指定された入力電圧だけに接続してください。

警告

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

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

→ カバーを開ける前に、必ず電源ケーブルを抜いてください。

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

注意

電源コネクタにが届くようにしてください。

緊急時に備えて、いつでも電源から装置を切り離せるようにしておく必要があります。

- 機器の電源コネクタは、簡単に手が届き取り外せるようにしておいてください。
- 機器の電源ソケットの後には、ケーブルを抜くために十分な空間を確保してください。

電源コード

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

警告

接地不備または指定外の電源コードの使用

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

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

警告

指定外ケーブルの使用

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

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

警告

提供された電源コードの目的外の使用

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

→ この機器に付属の電源コードは、この機器以外には使用しないでください。

設置スペース

モジュールの寸法と質量（『39 ページ 表 3』を参照）は、ほぼすべての机やラボ作業台にモジュールを設置できるように設計されています。空気循環と電気接続のために、本機器の両側に 2.5 cm（1.0 インチ）、背面に約 8 cm（3.1 インチ）の空間が必要です。

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

モジュールは水平に設置して操作してください。

結露

注意

モジュール内の結露

結露によってシステムの電気回路が損傷することがあります。

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

物理的仕様

表 3 物理的仕様

タイプ	仕様	コメント
質量	11.5 kg (26 lbs)	
寸法（高さ × 幅 × 奥行き）	140 x 345 × 435 mm (7 x 13.5 × 17 インチ)	
入力電圧	100 - 240 VAC, ± 10 %	広範囲の電圧に対応
電源周波数	50 または 60 Hz ± 5 %	
消費電力	180 VA / 70 W / 239 BTU	最大値
使用周囲温度	0 - 40 ° C (32 - 104 ° F)	
保管周囲温度	-40 - 70 ° C (-40 - 158 ° F)	
湿度	< 95 % r.h.、40 ° C (104 ° F)	結露なし
使用高度	最大 2000 m (6562 ft)	
保管高度	最大 4600 m (15091 ft)	モジュールを保管できる高度
安全規格： IEC、CSA、UL	設置クラス II、汚染度 2	室内使用専用。

性能仕様

表 4 Agilent 1260 Infinity 蛍光検出器 (G1321B) の性能仕様

タイプ	仕様	注釈
検出器タイプ	高速オンラインスキャン機能とスペクトル データ解析機能を装備した、マルチシグナル蛍光検出器	
性能仕様	シングル波長動作： - ラマン (H₂O) > 500 (シグナルで測定されたノイズリファレンス) Ex=350 nm、Em=397 nm、暗電流値 450 nm、標準フローセル - ラマン (H₂O) > 3000 (暗電流値で測定されたノイズリファレンス) Ex=350 nm、Em=397 nm、暗電流値 450 nm、標準フローセル デュアル波長動作： ラマン (H₂O) > 300 Ex 350 nm、Em 397 nm および Ex 350 nm、Em 450 nm、標準フローセル	本表の下のを参照してください。『サービスマニュアル』を参照してください。
光源	キセノンフラッシュランプ、標準モード 20 W、エコノミーモード 5 W、寿命 4000 h	
パルス周波数	シングルシグナルモードで 296 Hz エコノミーモードで 74 Hz	

表 4 Agilent 1260 Infinity 蛍光検出器 (G1321B) の性能仕様

タイプ	仕様	注釈
最大データレート	74 Hz, 145 Hz	ファームウェア A.06.54 以降を使用 した場合は 145 Hz
EX モノクロメータ	範囲: 設定可能範囲 200 nm ~ 1200 nm およびゼロオーダー 帯域幅: 20 nm (固定) モノクロメータ: ホログラフィ 凹面回折格子、F/1.6、ブレード 化: 300 nm	
EM モノクロメータ	範囲: 設定可能範囲 200 nm ~ 1200 nm およびゼロオーダー 帯域幅: 20 nm (固定) モノクロメータ: ホログラフィ 凹面回折格子、F/1.6、ブレード 化: 400 nm	
リファレンス システム	インライン励起測定	
タイムテーブルプログラミング	最大 4 つのシグナル波長、 レスポンスタイム、PMT ゲイン、 ベースライン処理 (補正 (接続)、補正なし、 ゼロ補正)、スペクトルパラ メータ	
スペクトル取込	励起スペクトルまたは蛍光スペ クトル スキャン速度: データポイント につき 28 ms (たとえば、 0.6 s/ スペクトル 200 - 400 nm、10 nm ステップ) ステップサイズ: 1 - 20 nm スペクトル保存: すべて	
波長特性	再現性 ± 0.2 nm 真度 ± 3 nm 設定	

2 設置要件と仕様 性能仕様

表 4 Agilent 1260 Infinity 蛍光検出器 (G1321B) の性能仕様

タイプ	仕様	注釈
フローセル	標準： ボリューム 8 μL および 最高圧力 20 bar (2 MPa)、 ヒューズドシリカブロック オプション： - オフラインスペクトル測定用 の蛍光キュベット、1 mL シ リンジ付き、ボリューム 8 μL - バイオイナート： ボリューム 8 μL および最高圧力 20 bar (2 MPa)、(pH 1–12) - マイクロ： ボリューム 4 μL および最高圧力 20 bar (2 MPa)	
コントロールおよび データ評価	LC 用 Agilent ChemStation、 Agilent インスタントパイロッ ト G4208A (スペクトル データ 解析機能とスペクトル印刷に制 限あり)	
アナログ出力	レコーダ / インテグレータ： 100 mV または 1 V、出力範囲 > 100 LU、2 出力	推奨範囲は 100 LU です。 「FLD のスケール レンジと使用条 件」を参照してく ださい。
通信	コントローラエリアネットワー ク (CAN)、RS-232C、LAN、APG リモート： レディ、スタート、 ストップ、シャットダウンの各 シグナル	

表 4 Agilent 1260 Infinity 蛍光検出器 (G1321B) の性能仕様

タイプ	仕様	注釈
安全とメンテナンス	インスタントパイロット、Agilent Lab Advisor、およびクロマトグラフィ データ システムが提供する広範囲のトラブルシューティングとメンテナンスをサポート。リーク検出、安全なリーク処理、ポンプ システムのシャットダウン用リーク出力シグナル、主要なメンテナンス領域における低電圧などの安全関連機能を搭載。	
GLP 機能	Early maintenance feedback (EMF) 機能（ユーザーが設定可能なリミット値とフィードバックメッセージによってランプ点灯時間で機器の使用を継続的に追跡）、メンテナンスとエラーの電子記録。水のラマンバンドを使用した波長真度のベリフィケーション。	
ハウジング	全材料リサイクル可能。	
環境	0 – 40 ° C の一定温度、湿度 < 95 %（結露なし）	
寸法	140 mm x 345 mm x 435 mm (5.5 x 13.5 x 17 インチ)（高さ x 幅 x 奥行き）	
質量	11.5 kg (25.5 lbs)	

表 5 Agilent 1260 Infinity 蛍光検出器 (G1321C) の性能仕様

タイプ	仕様	注釈
検出器タイプ	シングルシグナル波長（励起 / 蛍光）	プログラム可能なシングル波長（励起 / 蛍光）蛍光検出器
性能仕様	シングル波長動作： - ラマン (H₂O) > 500（シグナルで測定されたノイズリファレンス） Ex=350 nm、Em=397 nm、暗電流値 450 nm、標準フローセル - ラマン (H₂O) > 3000（暗電流値で測定されたノイズリファレンス） Ex=350 nm、Em=397 nm、暗電流値 450 nm、標準フローセル	本表の下の注を参照してください。『サービスマニュアル』を参照してください。
光源	キセノンフラッシュランプ、標準モード 20 W、エコノミーモード 5 W、寿命 4000 h	
パルス周波数	シングルシグナルモードで 296 Hz エコノミーモードで 74 Hz	
最大データレート	74 Hz	
EX モノクロメータ	範囲：設定可能範囲 200 nm ～ 1200 nm およびゼロオーダー 帯域幅：20 nm（固定） モノクロメータ：ホログラフィ凹面回折格子、F/1.6、ブレース化：300 nm	

表 5 Agilent 1260 Infinity 蛍光検出器 (G1321C) の性能仕様

タイプ	仕様	注釈
EM モノクロメータ	範囲：設定可能範囲 200 nm ～ 1200 nm およびゼロオーダー 帯域幅：20 nm（固定） モノクロメータ：ホログラフィ凹面回折格子、F/1.6、ブレース化：400 nm	
リファレンス システム	インライン励起測定	
タイムテーブルプログラミング	最大 4 つのシグナル波長、レスポンスタイム、PMT ゲイン、ベースライン処理（補正（接続）、補正なし、ゼロ補正）、スペクトルパラメータ	
波長特性	再現性 ± 0.2 nm 真度 ± 3 nm 設定	
フローセル	標準：ボリューム 8 μL および最高圧力 20 bar (2 MPa)、ヒューズドシリカブロック オプション： - オフラインスペクトル測定用の蛍光キュベット、1 mL シリンジ付き、ボリューム 8 μL - バイオイナート：ボリューム 8 μL および最高圧力 20 bar (2 MPa)、(pH 1–12) - マイクロ：ボリューム 4 μL および最高圧力 20 bar (2 MPa)	

2 設置要件と仕様 性能仕様

表 5 Agilent 1260 Infinity 蛍光検出器 (G1321C) の性能仕様

タイプ	仕様	注釈
コントロールおよびデータ評価	LC 用 Agilent ChemStation、Agilent インスタントパイロット G4208A (スペクトル データ解析機能とスペクトル印刷に制限あり)	
アナログ出力	レコーダ / インテグレータ : 100 mV または 1 V、出力範囲 > 100 LU、2 出力	推奨範囲は 100 LU です。「FLD のスケールレンジと使用条件」を参照してください。
通信	コントローラエリアネットワーク (CAN)、RS-232C、LAN、APG リモート : レディ、スタート、ストップ、シャットダウンの各シグナル	
安全とメンテナンス	インスタントパイロット、Agilent Lab Advisor、およびクロマトグラフィ データ システムが提供する広範囲のトラブルシューティングとメンテナンスをサポート。リーク検出、安全なリーク処理、ポンプ システムのシャットダウン用リーク出力シグナル、主要なメンテナンス領域における低電圧などの安全関連機能を搭載。	

表 5 Agilent 1260 Infinity 蛍光検出器 (G1321C) の性能仕様

タイプ	仕様	注釈
GLP 機能	Early maintenance feedback (EMF) 機能（ユーザーが設定可能なリミット値とフィードバックメッセージによってランプ点灯時間で機器の使用を継続的に追跡）、メンテナンスとエラーの電子記録。水のラマンバンドを使用した波長真度のベリフィケーション。	
ハウジング	全材料リサイクル可能。	
環境	0 – 40 ° C の一定温度、湿度 < 95 %（結露なし）	
寸法	140 mm x 345 mm x 435 mm (5.5 x 13.5 x 17 インチ)（高さ x 幅 x 奥行き）	
質量	11.5 kg (25.5 lbs)	

表 6 Agilent 1200 シリーズ蛍光検出器 (G1321A) の性能仕様

タイプ	仕様	注釈
検出器タイプ	高速オンラインスキャン機能と スペクトル データ解析機能を装 備した、マルチシグナル蛍光検 出器	
性能仕様	シングル波長動作： ラマン (H₂O) > 500 (シグナ ルで測定されたノイズリファ レンス) Ex=350 nm、Em=397 nm、 暗電流値 450 nm、標準フ ローセル デュアル波長動作： ラマン (H₂O) > 300 Ex 350 nm、 Em 397 nm および Ex 350 nm、 Em 450 nm、標準フローセル	本表の下の注を参 照してください。 『サービスマニ ュアル』を参照して ください。
光源	キセノンフラッシュランプ、標 準モード 20 W、エコノミーモー ド 5 W、寿命 4000 h	
パルス周波数	シングルシグナルモードで 296 Hz エコノミーモードで 74 Hz	
最大データレート	37 Hz	
EX モノクロメータ	範囲：設定可能範囲 200 nm ～ 1200 nm およびゼロオーダ 帯域幅：20 nm (固定) モノクロメータ：ホログラフィ 凹面回折格子、F/1.6、ブレース 化：300 nm	

表 6 Agilent 1200 シリーズ蛍光検出器 (G1321A) の性能仕様

タイプ	仕様	注釈
EM モノクロメータ	範囲：設定可能範囲 200 nm ～ 1200 nm およびゼロオーダー 帯域幅：20 nm（固定） モノクロメータ：ホログラフィ 凹面回折格子、F/1.6、ブレース 化：400 nm	
リファレンス システム	インライン励起測定	
タイムテーブルプログラミング	最大 4 つのシグナル波長、 レスポンスタイム、PMT ゲイン、 ベースライン処理（補正 （接続）、補正なし、 ゼロ補正）、スペクトルパラ メータ	
スペクトル取込	励起スペクトルまたは蛍光スペ クトル スキャン速度：データポイント につき 28 ms（たとえば、 0.6 s/ スペクトル 200 - 400 nm、10 nm ステップ） ステップサイズ：1 - 20 nm スペクトル保存：すべて	
波長特性	再現性 ± 0.2 nm 真度 ± 3 nm 設定	

2 設置要件と仕様 性能仕様

表 6 Agilent 1200 シリーズ蛍光検出器 (G1321A) の性能仕様

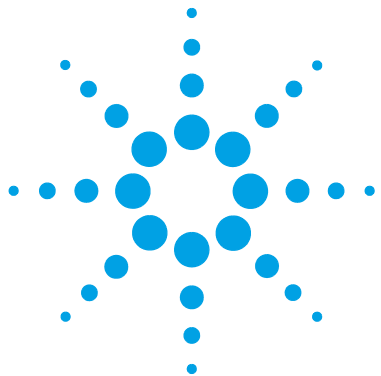
タイプ	仕様	注釈
フローセル	標準： ボリューム 8 μL および 最高圧力 20 bar (2 MPa)、 ヒューズドシリカブロック オプション： - オフラインスペクトル測定用 の蛍光キュベット、1 mL シ リンジ付き、ボリューム 8 μL - バイオイナート： ボリューム 8 μL および最高圧力 20 bar (2 MPa)、(pH 1–12) - マイクロ： ボリューム 4 μL および最高圧力 20 bar (2 MPa)	
コントロールおよび データ評価	LC 用 Agilent ChemStation、 Agilent インスタントパイロッ ト G4208A (スペクトル データ 解析機能とスペクトル印刷に制 限あり)	
アナログ出力	レコーダ / インテグレータ： 100 mV または 1 V、出力範囲 > 100 LU、2 出力	推奨範囲は 100 LU です。 「FLD のスケール レンジと使用条 件」を参照してく ださい。
通信	コントローラエリアネットワー ク (CAN)、RS-232C、LAN、APG リモート： レディ、スタート、 ストップ、シャットダウンの各 シグナル	

表 6 Agilent 1200 シリーズ蛍光検出器 (G1321A) の性能仕様

タイプ	仕様	注釈
安全とメンテナンス	拡張診断機能、エラー検出と表示 (インスタントパイロット G4208A と ChemStation による)、リーク検出、安全なリーク処理、ポンプシステムのシャットダウン用リーク出力シグナル。主要なメンテナンス領域における低電圧。	
GLP 機能	Early maintenance feedback (EMF) 機能 (ユーザーが設定可能なリミット値とフィードバックメッセージによってランプ点灯時間で機器の使用を継続的に追跡)、メンテナンスとエラーの電子記録。水のラマンバンドを使用した波長真度のベリフィケーション。	
ハウジング	全材料リサイクル可能。	
環境	0 - 40 ° C の一定温度、湿度 < 95 % (結露なし)	
寸法	140 mm x 345 mm x 435 mm (5.5 x 13.5 x 17 インチ) (高さ x 幅 x 奥行き)	
質量	11.5 kg (25.5 lbs)	

2 設置要件と仕様

性能仕様



3 モジュールの設置

モジュールの開梱	54
スタックコンフィグレーションの最適化	56
1 スタックコンフィグレーション	57
2 スタックコンフィグレーション	59
リークと廃液の処理に関する設置情報	61
モジュールの設置	65
モジュールへの配管	68

この章では、お使いのシステムに推奨されるスタックセットアップと、モジュールの設置について説明します。



モジュールの開梱

パッケージの不足および損傷

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

注意

「到着時不良」の問題

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

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

梱包チェックリスト

モジュールと一緒にすべての部品と器材が納品されたことを確認してください。梱包明細リストを以下に示します。

部品を識別するために、『「メンテナンス用部品」 203 ページ』の図解付き部品明細を確認してください。

不足または破損した部品があった場合は、Agilent Technologies の営業およびサービスオフィスまでご連絡ください。

表 7 検出器明細リスト

説明	個数
検出器	1
電源ケーブル	1
CAN ケーブル	1
フローセル	オプション
フローセル / キュベット（オプション）	オプション
ユーザーマニュアル	ドキュメント CD に収録されたユーザーマニュアル（出荷時標準付属）
アクセサリキット（『「標準アクセサリキット」 207 ページ』を参照）	1

スタックコンフィグレーションの最適化

本モジュールを、Agilent 1260 Infinity 液体クロマトグラフの一部として使用する場合は、以下の構成で設置することで、最適な性能を得ることができます。これらの構成でシステムの流路を最適化し、ディレイボリュームを最小限に抑えます。

1 スタックコンフィグレーション

Agilent 1260 Infinity LC システムのモジュールを以下の構成（『57 ページ 図 18』および『58 ページ 図 19』を参照）で設置し、確実に最適なパフォーマンスが得られるようにしてください。この構成では、ディレイボリュームを最小限に抑えるために流路が最適化され、必要な設置スペースが最小になります。

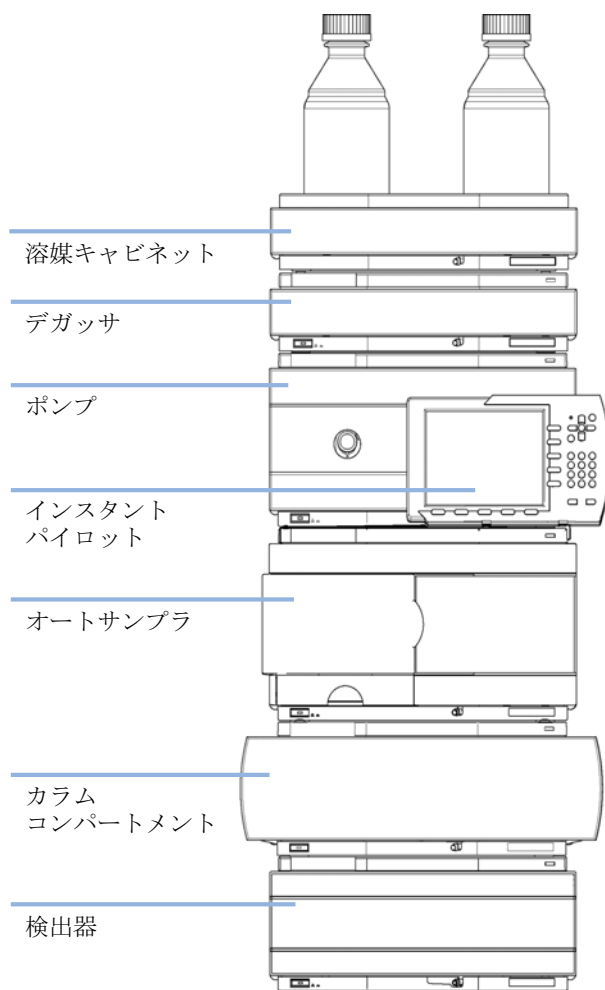


図 18 1260 Infinity の推奨スタックコンフィグレーション（前面図）

3 モジュールの設置 スタックコンフィグレーションの最適化

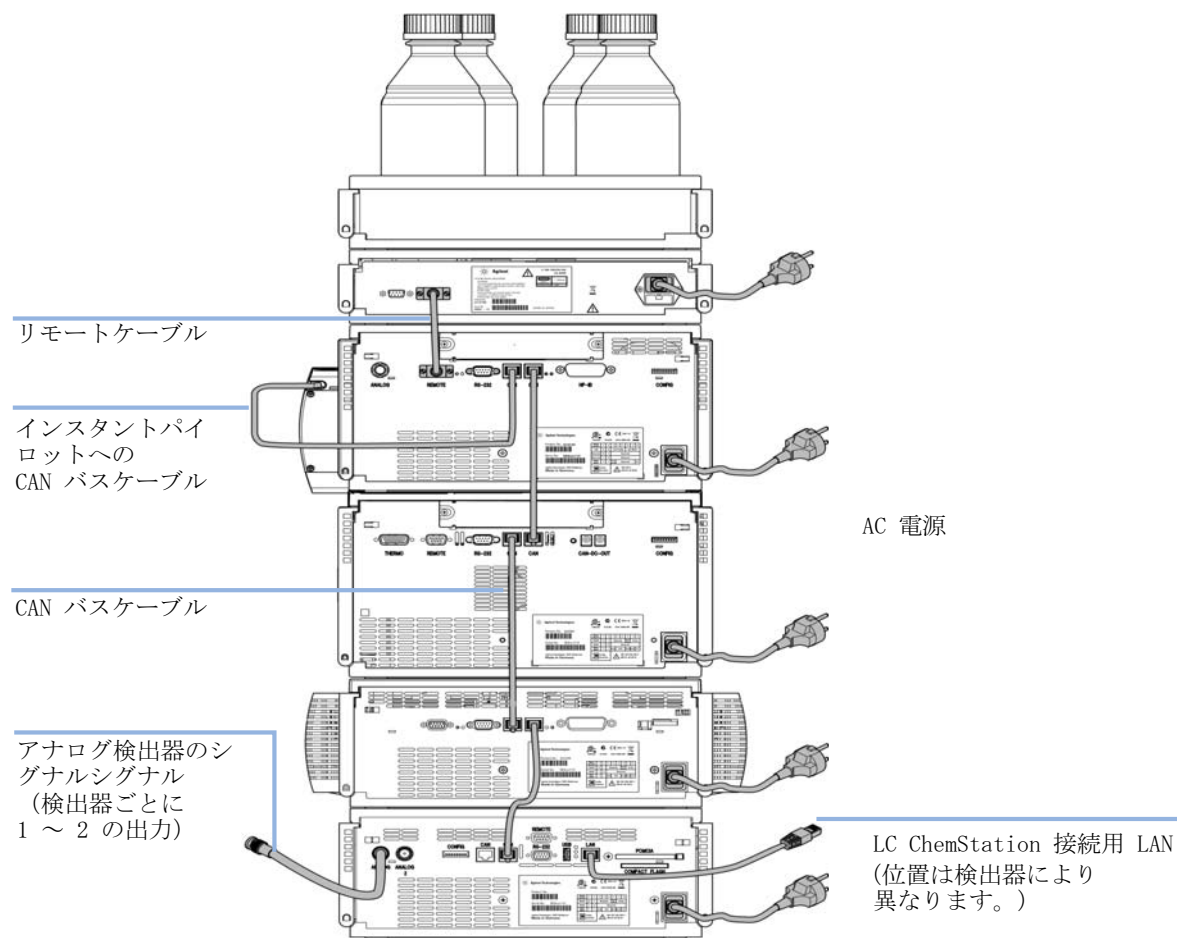


図 19 1260 Infinity の推奨スタックコンフィグレーション (背面図)

2 スタックコンフィグレーション

システムにオートサンプラ用冷却モジュールを追加する場合は、スタックが過度に高くないようにするため、2 スタック構成をお勧めします。オートサンプラ用冷却モジュールを追加しない場合でも、この構成を使ってスタックを低くすることが望ましいことがあります。ポンプとオートサンプラ間には若干長いキャピラリーが必要になります（『59 ページ 図 20』および『60 ページ 図 21』を参照）。

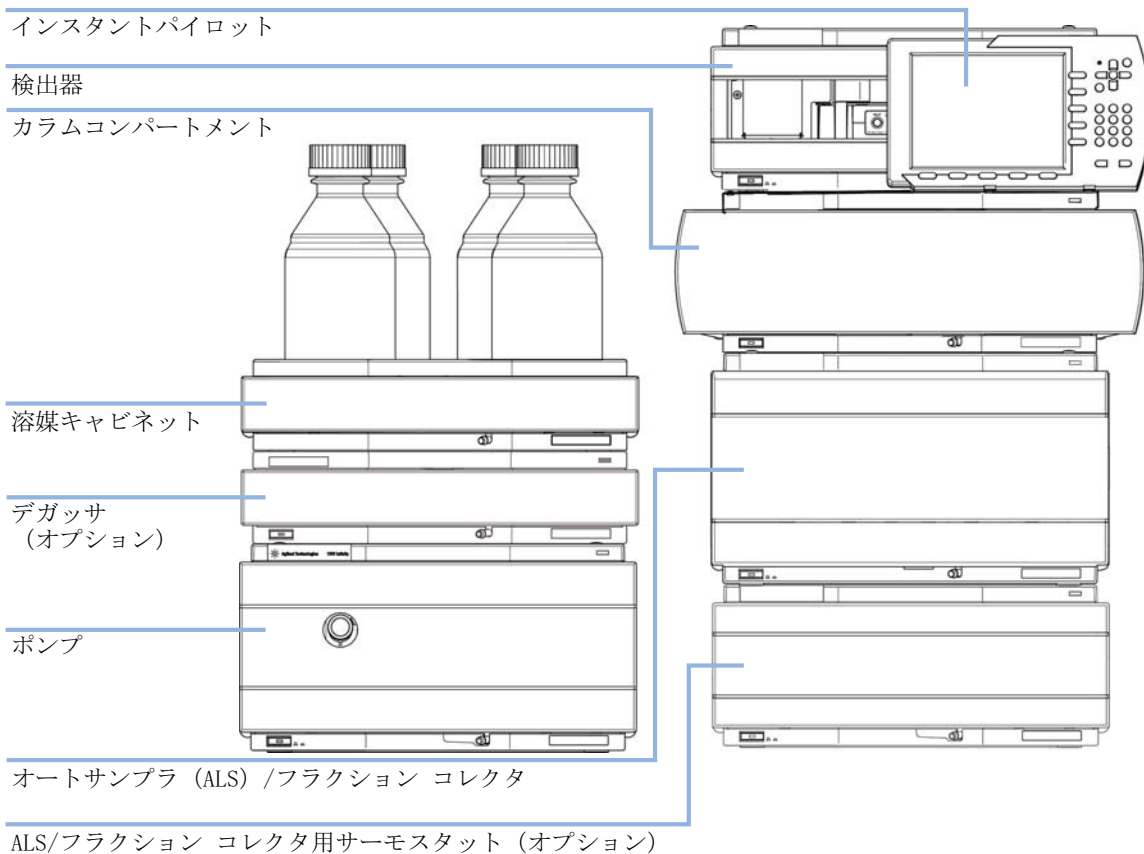


図 20 1260 Infinity の推奨 2 スタックコンフィグレーション
(前面図)

3 モジュールの設置 スタックコンフィグレーションの最適化

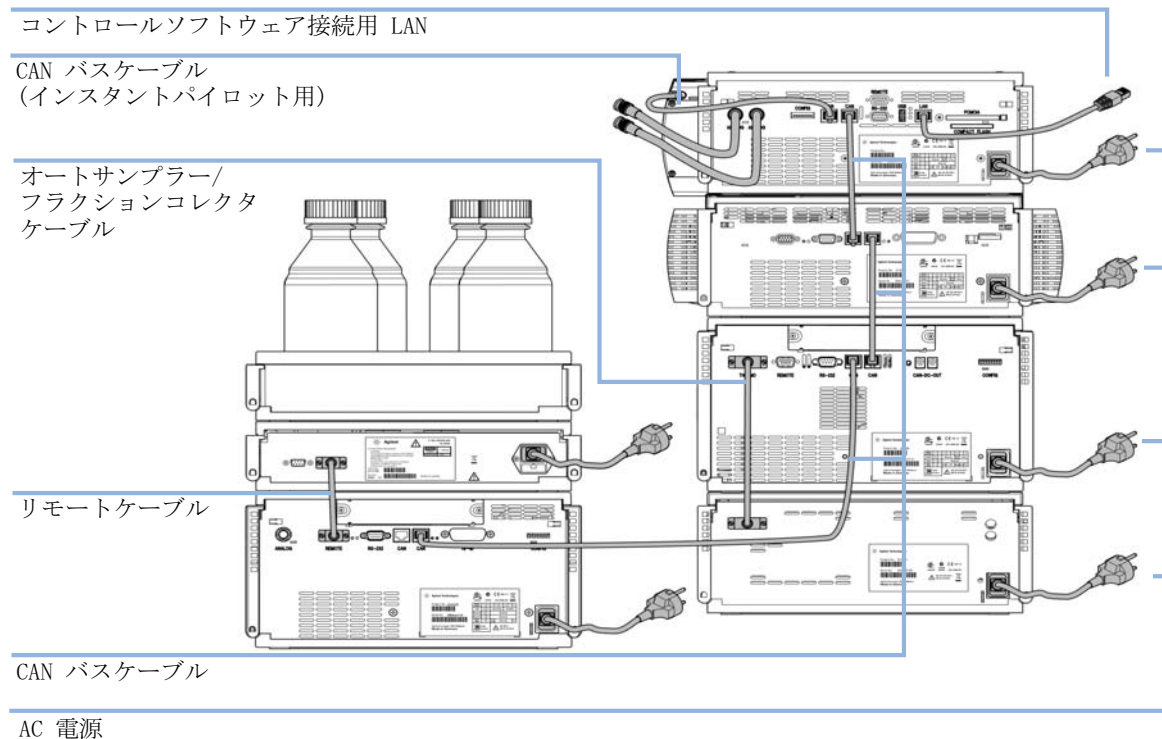


図 21 1260 nfinity の推奨 2 スタックコンフィグレーション（背面図）

リークと廃液の処理に関する設置情報

Agilent 1200 Infinity シリーズは、リークと廃液を安全に処理できるように設計されています。すべての安全に関するコンセプトを理解し、指示事項に忠実に従うことが重要です。

警告

有毒、可燃性および有害な溶媒、サンプル、試薬

溶媒、サンプル、および試薬の取り扱いには、健康や安全性を脅かす危険性が伴うことがあります。

- これらの物質を取り扱う場合は、供給元の提供する物質の取り扱いおよび安全データシートに記載された適切な安全手順（保護眼鏡、安全手袋、および防護衣の着用など）に従ってください。
- 使用する物質の量は、分析のために必要な最小限の量に抑えてください。
- 溶媒キャビネット内の溶媒は、最大許容量（6 L）を絶対に超えないようにしてください。
- Agilent 1200 Infinity シリーズ溶媒キャビネットの使用ガイドラインに指定されている最大許容量を超えるボトルは使用しないでください。
- 溶媒キャビネットの使用ガイドラインの指定に従ってボトルを配列してください。
- ガイドラインの印刷版は溶媒キャビネットとともに納品済みで、電子版はインターネットから入手できます。

注記

溶媒キャビネットに関する推奨事項

詳細は、Agilent 1200 Infinity シリーズ溶媒キャビネットの使用ガイドラインを参照してください。

3 モジュールの設置

リークと廃液の処理に関する設置情報

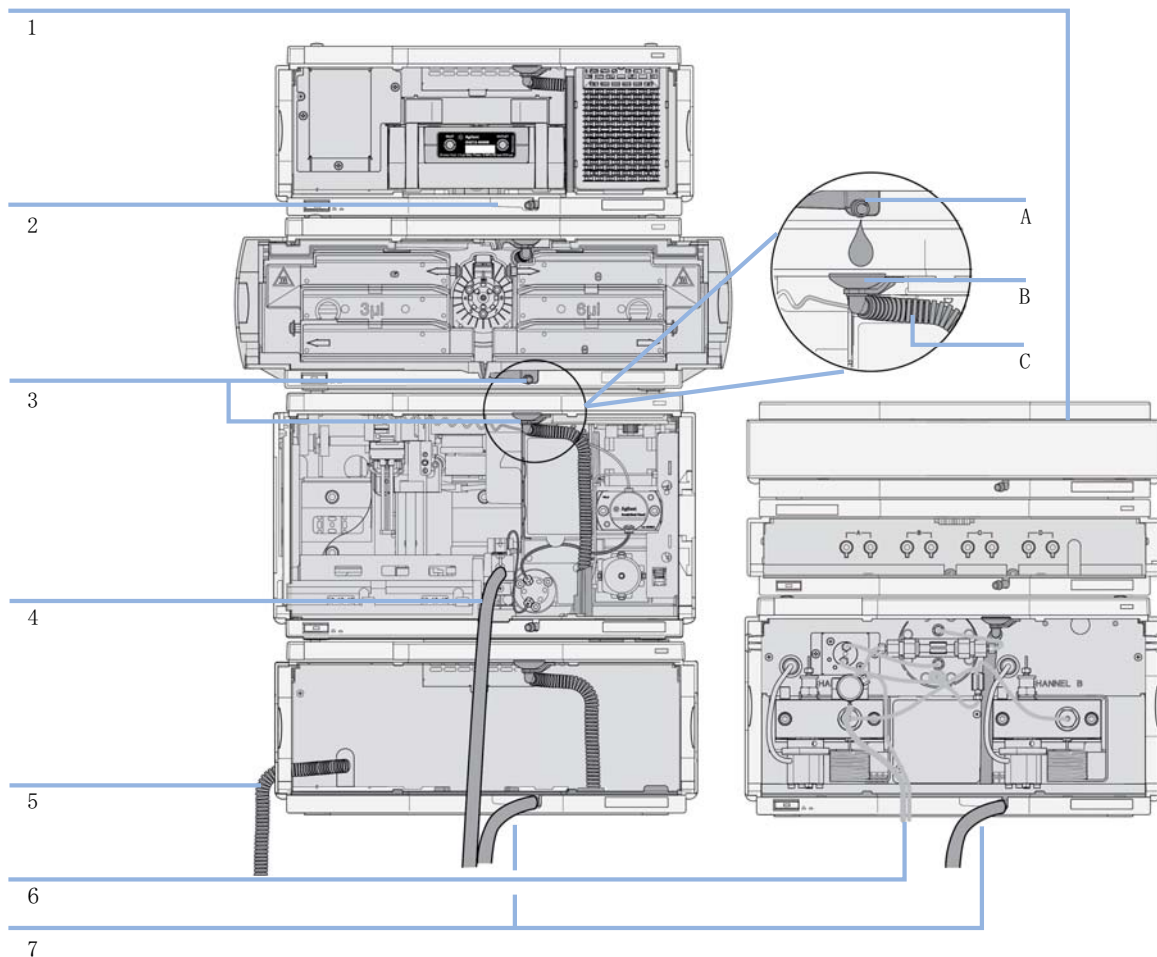


図 22 リークと廃液の処理（概観 - 標準のスタックコンフィギュレーションの例）

1	溶媒キャビネット
2	リーク受け
3	リーク受けの出口ポート (A)、漏斗 (B)、および波形廃液チューブ (C)
4	サンプラのニードル洗浄の廃液チューブ
5	オートサンプラクーラーの圧縮ドレイン出口
6	パージバルブの廃液チューブ
7	廃液チューブ

- 1 適切なスタックコンフィグレーションに従ってモジュールを積み重ねます。
上部モジュールのリーク受けの出口は、下部モジュールのリークトレイの真上に配置する必要があります。『62 ページ 図 22』を参照してください。
- 2 データケーブルと電源ケーブルをモジュールに接続します。後述する「モジュールの設置」セクションを参照してください。
- 3 キャピラリとチューブをモジュールに接続します。後述する「モジュールへの配管」セクションか、該当するシステムマニュアルを参照してください。

3 モジュールの設置

リークと廃液の処理に関する設置情報

警告

有毒、可燃性および有害な溶媒、サンプル、試薬

- 溶媒の流路は、詰まりのないように維持してください。
- 流路を閉じたままにしてください（システム内のポンプがパッシブインレットバルブを装備している場合は、機器をオフにしているでも静水圧により溶媒が漏れ出るおそれがあります）。
- ループは避けてください。
- チューブのたわみがないようにしてください。
- チューブを曲げないでください。
- チューブの先端を廃液に浸けないでください。
- チューブを別のチューブに挿管しないでください。
- モジュールに貼り付けられているラベルの指示に従って、チューブを正しく接続してください。



図 23 警告ラベル（正しい廃液チューブ接続の図解）

モジュールの設置

必要な部品： 説明
電源コード

その他のケーブルについては、『? ケーブル概要 ?210??』を参照してください。

必要なソフトウェア： Agilent データシステムおよび / またはインスタントパイロット G4208A

必要な準備： 作業台スペースの決定
電源接続の準備
検出器の開梱

警告

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

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

→ 電源コネクタに常にアクセスすることが可能か確認します。

→ カバーを開ける前に、機器から電源ケーブルを取り外します。

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

- 1 検出器に LAN インタフェースボードを取り付けます（必要な場合のみ）。
『「インターフェイスボードの交換」 199 ページ』を参照してください。
- 2 検出器を、システムスタックまたは作業台の上に水平に置きます。

3 モジュールの設置

モジュールの設置

- 3 検出器の前部にある電源スイッチがオフになっていることを確認してください。

ステータスインジケータ
緑/黄/赤

電源スイッチ
(緑のインジケータランプ付き)

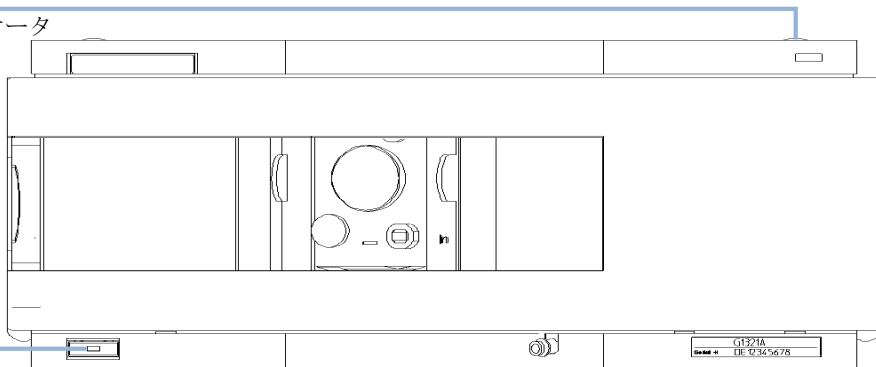


図 24 検出器の前面図

- 4 検出器の背面にある電源コネクタに電源ケーブルを接続します。
- 5 CAN ケーブルを他のモジュールに接続します。
- 6 Agilent ChemStation をコントローラとして使用する場合は、LAN 接続を検出器の LAN インターフェイスボードに接続します。

注記

LAN 経由での制御には、検出器 (DAD/MWD/FLD/VWD/RID) が望ましいアクセスポイントとなります (データ負荷が高くなるため)。

- 7 アナログケーブル (オプション) を接続します。
- 8 Agilent 1200 シリーズ以外の機器の場合は、APG リモートケーブル (オプション) または、外部接点出力ボードおよび外部接点ケーブル (オプション) を利用して接続します。

- 9 検出器の左下にあるボタンを押して電源をオンにします。LED インジケータが緑色に点灯します。

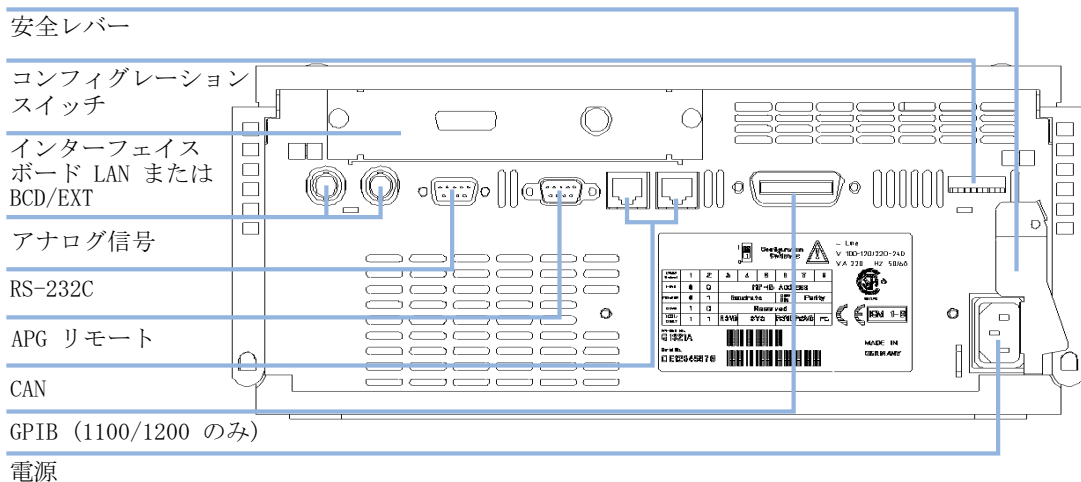


図 25 検出器の背面図

注記

電源スイッチを押し、緑色のインジケータランプが点灯すると、検出器がオンになります。電源スイッチが飛び出し、緑色のインジケータランプが消灯していれば検出器の電源は切れています。

注記

検出器は、デフォルトのコンフィグレーション設定で出荷されています。

注記

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

モジュールへの配管



バイオイナートモジュールについては、バイオイナートの部品のみを使用してください。

必要なツール：	説明
	1/4 ～ 5/16 inch スパナ (キャピラリ接続用)
必要な部品：	部品番号 説明
	G1321-68755 アクセサリキット
必要な準備：	検出器を LC システムに設置する。

警告

有毒、可燃性および有害な溶媒、サンプル、試薬

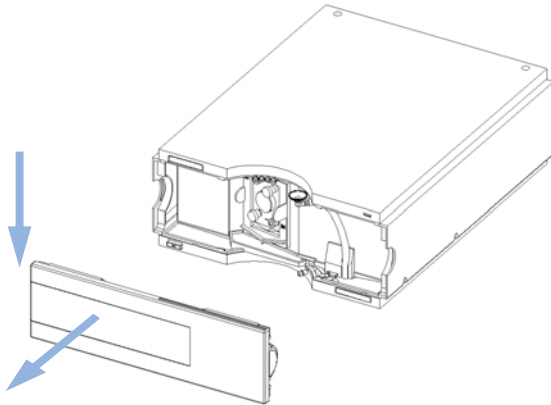
溶媒、サンプル、および試薬の取り扱いには、健康や安全性を脅かす危険性が伴うことがあります。

- これらの物質を取り扱う場合は、供給元の提供する物質の取り扱いおよび安全データシートに記載された適切な安全手順（保護眼鏡、安全手袋、および防護衣の着用など）に従ってください。
- 使用する物質の量は、分析のために必要な最小限の量に抑えてください。
- 爆発性雰囲気の中で機器を操作することはおやめください。

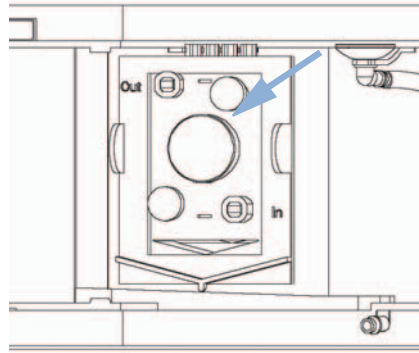
注記

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

- 1 リリースボタンを押して前面カバーを外し、フローセル領域にアクセスできるようにします。

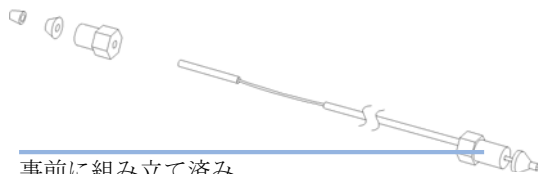


- 2 フローセルの位置を確認します。



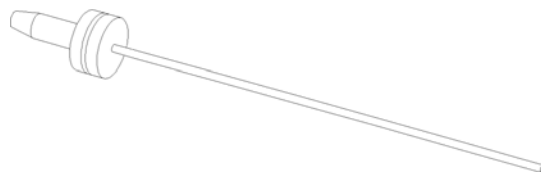
3 モジュールの設置 モジュールへの配管

- 3 アクセサリキットのカラム ~ 検出器間のキャピラリを接続します。一端は工場で組み立て済みです。



事前に組み立て済み

- 4 アクセサリキットの廃液チューブを接続します。



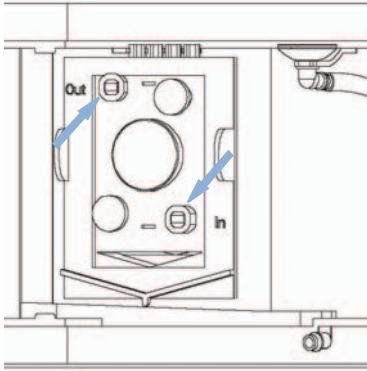
注記

蛍光検出器は、必ずシステムの最後に接続します。セルへの過圧（最大 20 bar）を防止するために、他の検出器は蛍光検出器（FLD）の前に設置します。

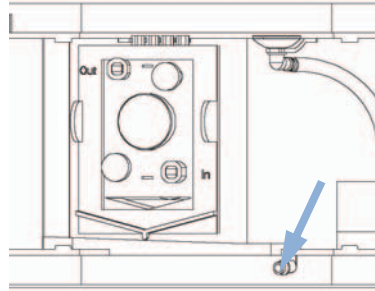
（ユーザーの責任において）FLD の後に検出器を接続する場合は、次のような方法で本検出器の背圧を判断するようにしてください。

- カラムと最後の検出器を取り外し、適用流量におけるシステム圧を測定します。
- 最後の検出器を接続し（カラムと FLD は取り外した状態で）、流量でシステム圧を測定します。
- 測定圧力の差異は、最後の検出器が生成した背圧によるもので、FLD が受ける圧力です。

- 5** フローセルを挿入し、キャピラリをフローセルに取り付けます（上側がアウトレット、下側がインレットです）。

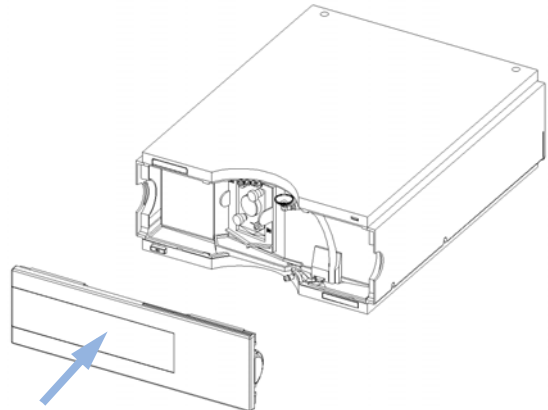


- 6** 廃液チューブを下部の廃液用継ぎ手に接続します。



- 7** 溶媒を流し、リークが生じていないか確認します。

- 8** 前面カバーを取り付けます。



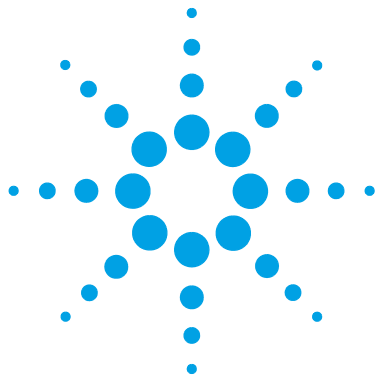
これで検出器の設置は完了です。

注記

検出器は、外部からの強い通風からフローセルを守るため、必ず前面カバーを付けた状態で動作させてください。

3 モジュールの設置

モジュールへの配管



4 蛍光検出器の使用

リークと廃液の処理	74
始める前に	76
スタートアップとチェックアウト	77
検出器のスタートアップ	77
クロマトグラフ条件の設定	78
等高線表示による最大値の観察	80
メソッド開発	81
ステップ 1: LC システムの不純物のチェック	82
ステップ 2: 検出感度と選択性の最適化	83
ステップ 3: ルーチンメソッドの設定	92
例: 複数化合物に対する最適化	96
ピーク内の全スペクトルモードと頂点スペクトルのみモードによるスペクトルの取得方法	106
溶媒情報	110

この章では、検出器のスタートアップについて説明します。



リークと廃液の処理

警告

有毒、可燃性および有害な溶媒、サンプル、試薬

溶媒、サンプル、および試薬の取り扱いには、健康や安全性を脅かす危険性が伴うことがあります。

- これらの物質を取り扱う場合は、供給元の提供する物質の取り扱いおよび安全データシートに記載された適切な安全手順（保護眼鏡、安全手袋、および防護衣の着用など）に従ってください。
- 使用する物質の量は、分析のために必要な最小限の量に抑えてください。
- 爆発性雰囲気の中で機器を操作することはおやめください。
- 溶媒キャビネット内の溶媒は、最大許容量（6 L）を絶対に超えないようにしてください。
- Agilent 1200 Infinity シリーズ溶媒キャビネットの使用ガイドラインに指定されている最大許容量を超えるボトルは使用しないでください。
- 溶媒キャビネットの使用ガイドラインの指定に従ってボトルを配列してください。
- ガイドラインの印刷版は溶媒キャビネットとともに納品済みで、電子版はインターネットから入手できます。
- 適切な廃液コンテナには、廃液を収集するために十分に大きい空き容量が残っている必要があります。
- 廃液コンテナの充填レベルを定期的に確認してください。
- 最大限の安全性を得るために、据え付けが正しいことを定期的に確認してください。

注記

溶媒キャビネットに関する推奨事項

詳細は、Agilent 1200 Infinity シリーズ溶媒キャビネットの使用ガイドラインを参照してください。

正しい据え付けに関する詳細については、『「リークと廃液の処理に関する設置情報」 [61 ページ](#)』を参照してください。

始める前に

ほとんどの場合、LC グレードの溶媒で良好な結果が得られます。しかし、経験によると、溶媒の不純物によりベースラインノイズが大きくなります (S/N 比が低下する)。

感度をチェックする前に、溶媒送液システムを最低 15 分間フラッシュしてください。ポンプに複数のチャネルがある場合は、未使用のチャネルもフラッシュする必要があります。

最適な結果については、『「検出器の最適化」[113 ページ](#)』を参照してください。

注記

本章に記載されている一部の機能（スペクトル取込、マルチ波長検出など）は、G1321C FLD では利用できません。

スタートアップとチェックアウト

この章では、Agilent アイソクラティック標準試料を使用した Agilent 1260 Infinity 蛍光検出器 のチェックアウトについて説明します。

検出器のスタートアップ

日時： 検出器のチェックアウトを行う場合

必要な部品：	番号	部品番号	説明
	1	5063-6528	スタートアップキット、内容
	1		下記の LC カラムと部品
	1	01080-68704	Agilent アイソクラティック標準試料 この 0.5 mL アンプルは、0.15 wt.% フタル酸ジメチル、0.15 wt.% フタル酸ジエチル、0.01 wt.% ビフェニル、0.03 wt.% o-テルフェニルのメタノール溶液です。
	1	0100-1516	継ぎ手 (オス PEEK、2/pk)
	1	5021-1817	キャピラリ ST 0.17 mm x 150 mm

必要なハードウェア： FLD を組み込んだ LC システム

- 1 検出器をオンにします。
- 2 ランプをオンにします。
初めてランプをオンにすると、機器は、内部チェックとキャリブレーションチェックを実行します。キャリブレーションチェックには約 5 分かかります。
- 3 これで検出器の設定を変更する準備ができました。

クロマトグラフ条件の設定

- 1 次のようなクロマトグラフ条件でシステムを設定し、ベースラインが安定するまで待ちます。

表 8 クロマトグラフ条件

移動相	A = 水 = 35 % B = アセトニトリル = 65 %
カラム	OSD-Hypersil カラム（内径 125 mm × 4 mm、粒子径 5 μm）
サンプル	アイソクラティック標準サンプル （メタノールで 1/10 に希釈）
流量	1.5 mL/min
圧縮率 A（水）	46
圧縮率 B（アセトニトリル）	115
ストローク A および B	自動
終了時間	4 分
注入量	5 μL
オーブン温度（1200）	30 ° C
FLD 励起 / 蛍光波長	EX = 246 nm、EM = 317 nm
FLD PMT ゲイン	PMT = 10
FLD レスポンスタイム	4 秒

- 2 『79 ページ 図 26』に従って、FLD 設定値を設定します。

この例では、追加の励起波長 (B、C、D) が使用されています。これによりスキャン時間が長くなり、性能が低下する可能性があります。

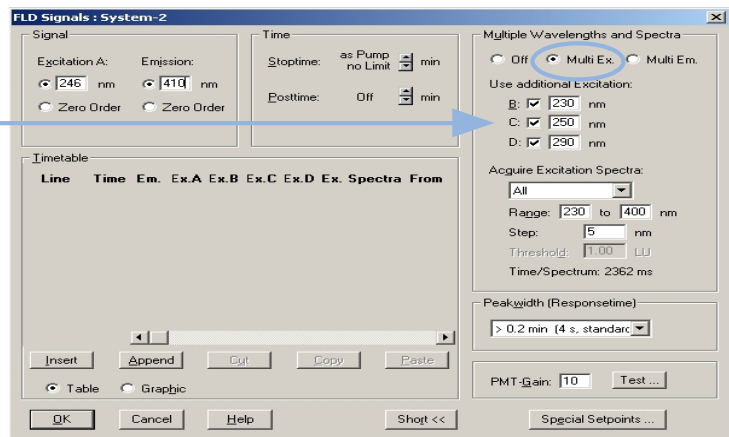


図 26 FLD パラメータ

3 分析を開始します。

分析の結果得られるクロマトグラムは以下のとおりです。

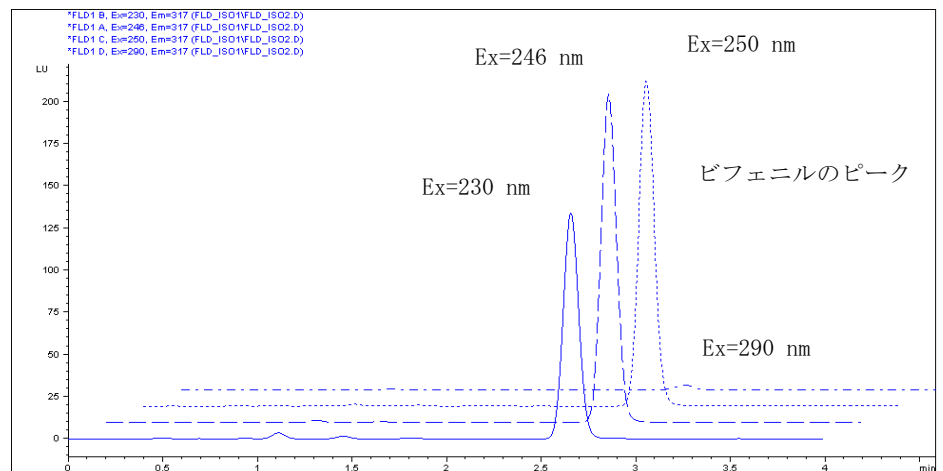


図 27 異なる励起波長によるビフェニルのピーク

最大励起波長は 250 nm 付近です。

4 蛍光検出器の使用

スタートアップとチェックアウト

等高線表示による最大値の観察

- 1 データファイル ($\lambda_{\text{EX}} = 246 \text{ nm}$ 、 $\lambda_{\text{EM}} = 317 \text{ nm}$) を読み込み、等高線表示を開きます。
- 2 250 nm 付近に最大 λ_{EX} があります。

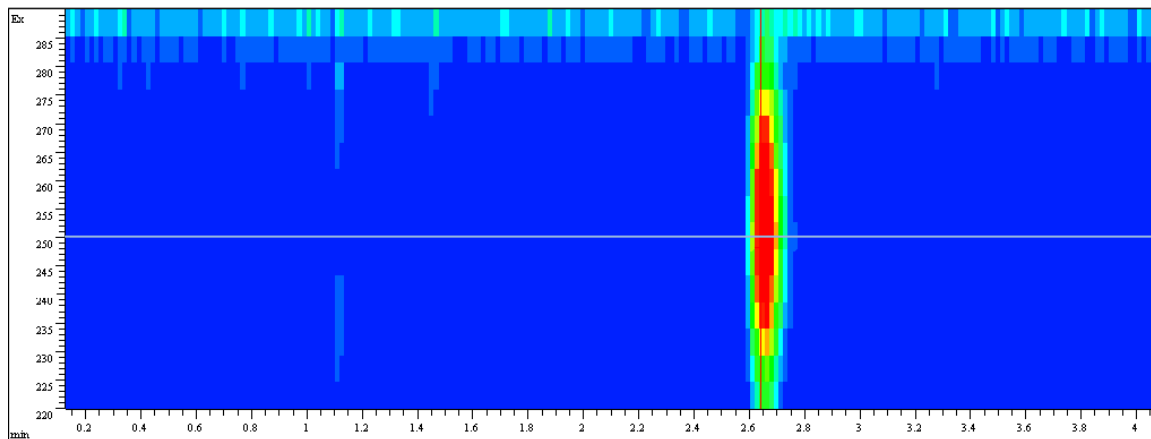


図 28 等高線表示

メソッド開発

液体クロマトグラフィでより高い検出感度と選択性が必要な場合に、蛍光検出器を使用します。スペクトル取込を含めた万全なメソッド開発を行うことが、良い結果を得るための基礎となります。この章では、Agilent の蛍光検出器が提供する 3 つの異なるステップについて説明します。『81 ページ 表 9』は、これらのステップの動作モードから得られる利点をまとめたものです。

表 9 完全なメソッド開発のステップ

	ステップ 1 システム のチェック	ステップ 2 検出感度 と選択性の最適化	ステップ 3 ルーチン メソッドの設定
蛍光スキャン	(溶媒や試薬内の) 不 純物の検出	単一化合物の励起波長 (EX) スペクトルと蛍 光波長 (EM) スペクト ルの同時決定	
シグナルモード		波長切り替えの実施	検出下限の使用
スペクトルモード / マ ルチ波長検出		1 回の分析で分離され た全化合物の励起 / 蛍 光スペクトルを取得 最大 4 波長による同 時検出	オンラインスペクトル の収集、ライブラリ検 索実行、ピーク純度測 定 波長切り換えの不実施

ステップ 1: LC システムの不純物のチェック

微量サンプルの蛍光検出を行う場合は、蛍光汚染のない LC システムを使用することが不可欠です。ほとんどの汚染物質は、溶媒の不純物に起因します。蛍光スキャンを使用することで、数分で溶媒の質をチェックすることができます。たとえば、FLD キュベットに溶媒を直接充填し、クロマトグラフ分析を行う前に、オフライン測定を行うことができます。結果は、蛍光等高線表示または 3 次元プロットとして表示できます。また強度は、色別に表示されます。

『82 ページ 図 29』は、移動相に使用する水の不純物がサンプルに混在していることを示しています。水の不純物の蛍光領域は、迷光領域の間、つまり、1 次と 2 次のレイリー散乱光とラマン散乱光の間に観察されます。

純水のサンプルをフローセルに入れて、5 nm のステップサイズでスペクトルを記録しました。

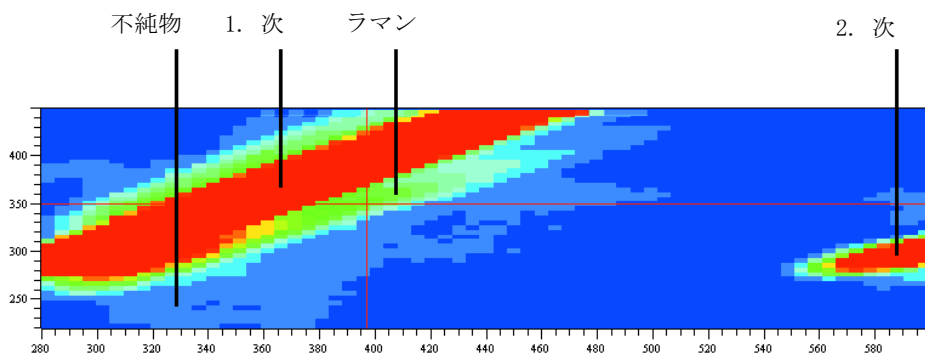


図 29 移動相の蛍光等高線表示

レイリー散乱光の励起波長と蛍光波長は同じであるため、1 次レイリー散乱光領域は、図の左上に観察されます。水のラマンバンドは、1 次レイリー散乱光の下に見られます。カットオフフィルタにより 280 nm 以下の光は遮断されるため、2 次レイリー散乱光は、560 nm 以上の波長から始まります。

散乱光（迷光）には、バックグラウンドノイズの原因である不純物と同じような作用があります。共に、ノイズレベルが大きくなり、検出感が下がります。つまり、高感度測定を行う場合は、散乱光（迷光）バックグラウンドが高くなる波長から設定を離す必要があります。

ステップ 2: 検出感度と選択性の最適化

検出感度と選択性を最適化するには、分析対象となる化合物の蛍光特性を調べる必要があります。検出感度と選択性を最適化する励起波長と蛍光波長を選択することができます。一般的に、異なる機器で得た蛍光スペクトルでは、使用したハードウェアやソフトウェアによって、かなりの相違が見られます。

通常は、蛍光励起スペクトル（『83 ページ 図 30』を参照）と似た UV スペクトルから適切な励起波長を抽出し、蛍光スペクトルを取得するというアプローチが取られます。最適な蛍光波長が決定したら、励起スペクトルを取得します。

1 $\mu\text{g/ml}$ のキニジンの 440 nm での蛍光による励起スペクトル、250 nm での励起による蛍光スペクトル。
検出器の設定：
ステップサイズ 5 nm、PMT 12 レスポンスタイム 4 s。

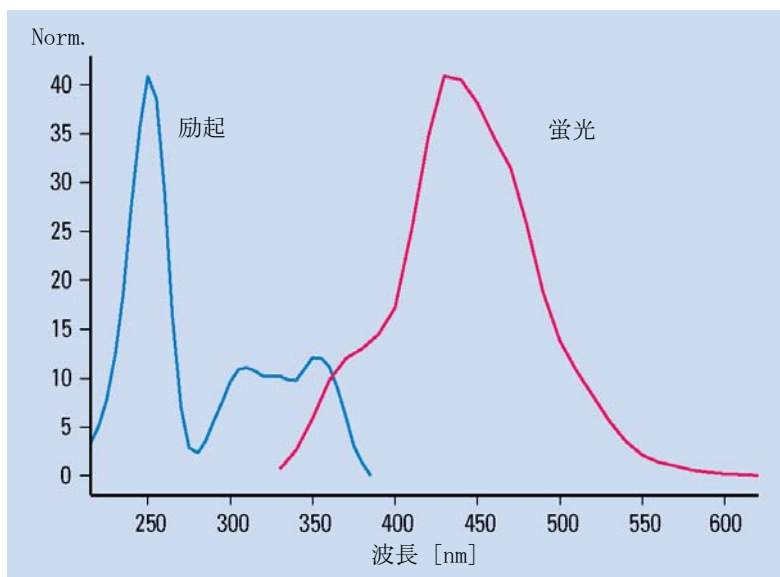


図 30 キニジンの励起 / 蛍光スペクトル

蛍光分光光度計を使用したり、LC でストップフローモードを利用し、各成分のスペクトルを採取するためにこのような作業を繰り返す必要があります。通常は、化合物ごとに異なる分析が必要となります。この結果、各化合物の励起 / 蛍光スペクトルが取得できます（『82 ページ 図 29』を参照）。この手順は手間がかかるため、分析する化合物の数が少ない場合のみ適用します。

4 蛍光検出器の使用 メソッド開発

Agilent 1200 Infinity シリーズ LC は、化合物の蛍光特性に関する完全な情報を取得するために、3 つの異なる方法を提供しています。

手順 I - 上記の移動相の説明にあるように、各成分に対して個々に蛍光スキャンをオフラインで実行します。これは単一の化合物が利用できる場合にのみマニュアルの FLD キュベットで行うことをお勧めします。

手順 II - Agilent 1260 Infinity 蛍光検出器 で LC 分析を 2 回実施し、既知の条件下で混合化合物の分離を行い、蛍光スペクトルと励起スペクトルを個別に取得します。

手順 III - Agilent 1200 Infinity シリーズ FLD /DAD の組合せを使い、DAD で紫外 / 可視スペクトル（励起スペクトルと同等）を、FLD で蛍光スペクトルを 1 回の分析で取得します。

手順 I - 蛍光スキャンの実施

蛍光スペクトルは、これまでの LC 蛍光検出器では簡単に取得できなかったため、未知の化合物に関するスペクトル情報が必要な場合は、標準の蛍光分光光度計を使用していました。しかし、このアプローチでは LC 検出器と専用蛍光分光光度計の間、あるいは検出器間の光学システム設計の相違により、最適化に限界がありました。これらの相違によって励起波長と蛍光波長の最適値に差異が生じる可能性があります。

Agilent 1260 Infinity 蛍光検出器 は蛍光スキャン機能を備えているため、LC 蛍光検出器とは独立した標準の蛍光分光光度計でこれまで取得していたスペクトル情報のすべてが得られます。『85 ページ 図 31』に、Agilent 1260 Infinity 蛍光検出器 とマニュアルキュベットを使用した単一のオフライン測定によるキニジンの分析結果を示します。励起波長と蛍光波長の最大値は、3 次元プロットで最大値の座標として抽出することができます。プロット中央の 3 つの最大値から 1 つを選択し、励起波長を決定します。選択は、クロマトグラフ分析で分析したい追加化合物によって変わります。また選択の際は、250 nm、315 nm、350 nm の励起波長でのバックグラウンドノイズの差も考慮します。蛍光の最大値は 440 nm で観察されます。

『85 ページ 図 31』に関する詳細：

キニジンの励起 / 蛍光スペクトル (1 $\mu\text{g/ml}$) をグラフに示します。蛍光強度が、励起波長と蛍光波長に対してプロットされています。

検出器の設定： ステップサイズ 5 nm、PMT 12 、レスポンスタイム 4 s

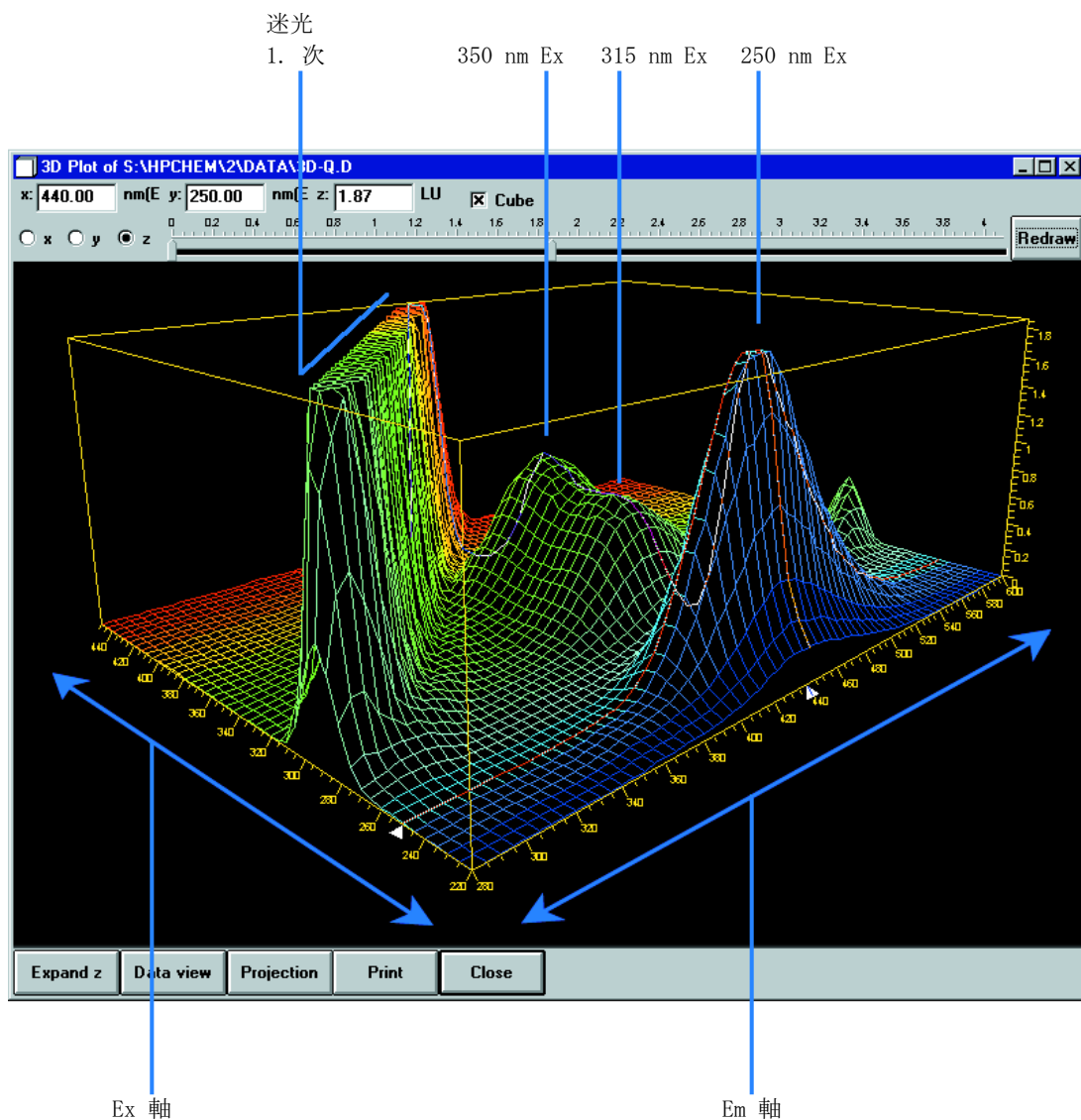


図 31 蛍光スキャンで得た単一化合物の特性

手順 II – FLD で LC 分析を 2 回実施する

PNA の有機化合物の分離条件については、一般的な EPA や DIN の標準メソッドに記載されています。最高感度の検出を行うには、すべての化合物について最適な励起波長と蛍光波長をチェックする必要があります。しかし、蛍光スキャンだけでこれを行うと、かなり手間のかかる作業になります。この場合は、分析中にすべての化合物のスペクトルをオンラインで取り込む方法が効率的です。これによって、メソッド開発が大幅にスピードアップされます。最適化には分析を 2 回行うだけで十分です。

最初の分析では、励起波長に対して、UV 領域の低波長を 1 つと、蛍光波長に対してスペクトル範囲の蛍光波長を 1 つ選択します。ほとんどの蛍光成分では、これらの波長で強い吸光が見られ、量子収率が高くなります。励起は、蛍光スペクトルを取得するために十分です。

『87 ページ 表』は、15 成分の PNA 混合サンプルによる 1 回の分析で得られた全蛍光スペクトルを示しています。このスペクトル データを使用して、全化合物についての最適蛍光波長タイムテーブルを設定します。

蛍光等高線表示の個々の化合物スペクトルから、15 成分の PNA をすべて最適化して検出するには、少なくとも 3 つの蛍光波長が必要であることがわかります。

表 10 PNA 分析のタイムテーブル

0 分	350 nm	ナフタレン ～ フェナントレン
8.2 分	420 nm	アントラセン ～ ベンゾ (g, h, I) ペリレン
19.0 分	500 nm	インデノ (1, 2, 3-cd) ピレン

2 番目の分析では、蛍光波長の 3 つの設定値をタイムプログラムに入力し、励起スペクトルを取得します（『88 ページ 図 33』を参照）。強度の高い領域（赤）は、蛍光スペクトルが励起波長と重なったための迷光によるものです。これは、スペクトル範囲の自動適合によって回避することができます。260 nm の励起波長は、すべての PNA に最も適しています。

表 11 下図における PNA 分析の最適化条件

カラム	Vydac 2.1 x 200 mm、PNA 5 μm
移動相	A = 水、B = アセトニトリル (50:50)
グラジエント	3 分、60% 14 分、90% 22 分、100%
流量	0.4 mL/min
カラム温度	18 °C
注入量	5 μL
FLD 設定	PMT = 12 レスポンスタイム 4 秒、 ステップサイズ 5 nm

これは、固定励起波長 (260 nm) による 15 成分の PNA (5 μg/ml) の蛍光スペクトルの蛍光等高線表示を示しています。

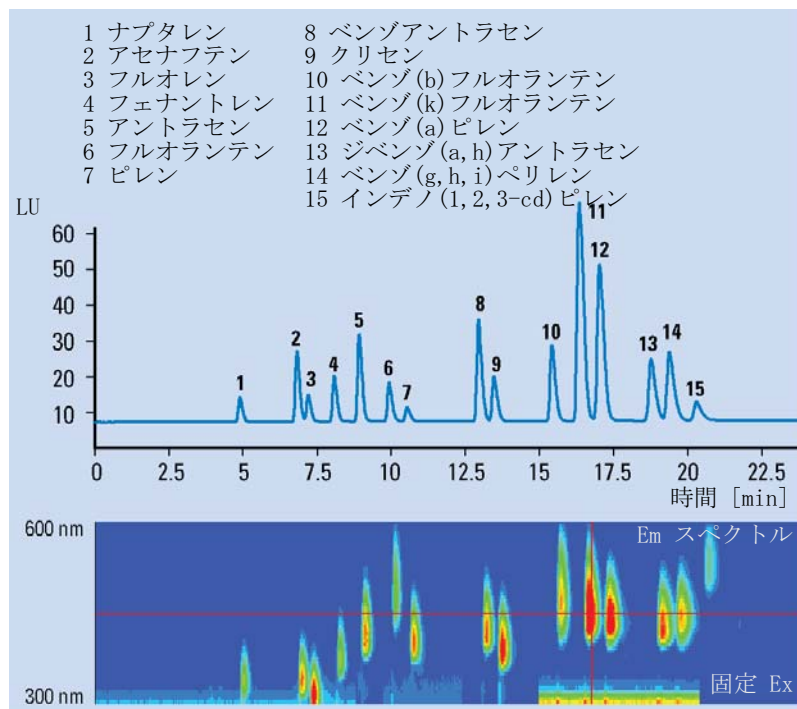


図 32 蛍光波長タイムプログラムの最適化

4 蛍光検出器の使用 メソッド開発

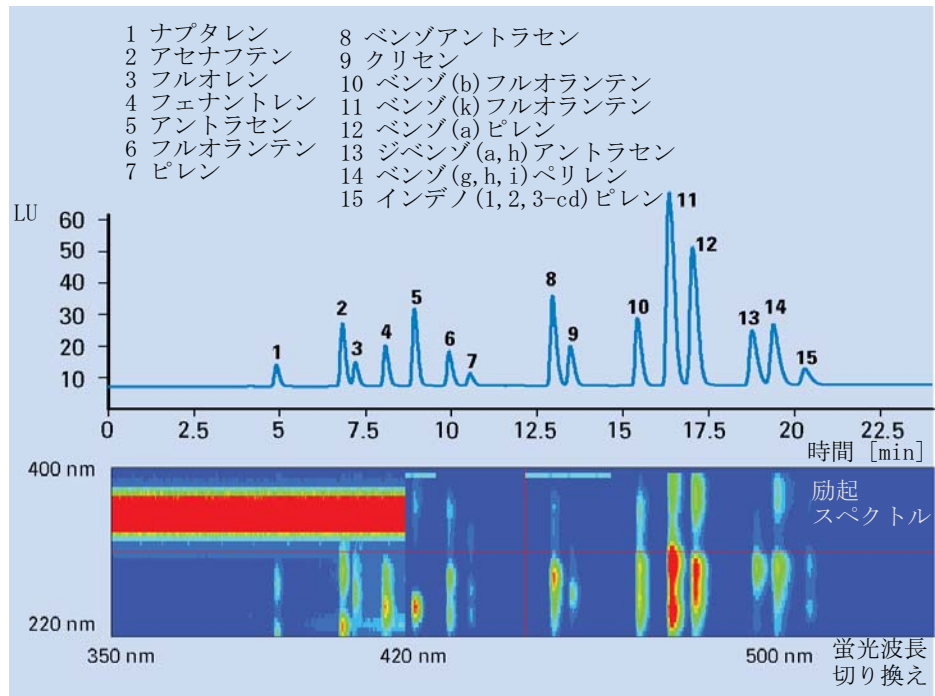


図 33 励起波長タイムプログラムの最適化

取得したデータを組み合わせて、励起波長のタイムテーブルを設定し、検出感度と選択性の最適化を行います。この例の最適なイベント切り替えを、『88 ページ 表 12』にまとめます。

表 12 15 成分の PNA 分析用タイムテーブル

時間 [min]	励起波長 [nm]	蛍光波長 [nm]
0	260	350
8.2	260	420
19.0	260	500

このタイムテーブルは、2 つのクロマトグラフ分析の結果に基づく最適な検出条件を示しています。

手順 III – DAD/FLD を組み合わせて 1 回の分析を行う

ほとんどの有機化合物では、ダイオードアレイ検出器で得る UV- スペクトルは、蛍光励起スペクトルとほぼ同じになります。スペクトルの差異は、スペクトルの分離能や光源など検出器の特性によるものです。

実際に、ダイオードアレイ検出器を蛍光検出器と併用すれば、1 回の分析でいくつかの化合物について、最適な励起・蛍光波長の取得に必要な完全なデータを得ることができます。ダイオードアレイ検出器で得られる UV/ 可視 / 励起スペクトルを使って、UV 領域での低波長を固定励起波長にして蛍光スペクトルを取得するよう蛍光検出器を設定します。

カルバミン酸塩の品質管理データの例を示します。不純物である 2,3- ジアミノフェナジン (DAP) および 2- アミノ -3- ヒドロキシフェナジン (AHP) に関してサンプルを分析しました。DAP と AHP のリファレンスサンプルについては、ダイオードアレイと蛍光の両検出器で分析を行っています。『90 ページ 表』は、DAP について両検出器で取得したスペクトルを示しています。DAP の励起スペクトルはダイオードアレイ検出器で取得した UV 吸収スペクトルと非常に似ています。『91 ページ 表』は、カルバミン酸塩サンプルと DAP/AHP の純粋な混合リファレンスに、同メソッドを適用した成功例です。カラムには、既知の不純物である AHP および DAP がわかるように、蛍光特性のないカルバミン酸塩 (2- ベンゾイミダゾールカルバミン酸メチルエステル /MBC) をオーバーロードさせています。

4 蛍光検出器の使用 メソッド開発

これは、カルバミン酸塩の不純物です。2回目の分析の励起スペクトルにより、UV-スペクトルと蛍光励起スペクトルが同等であることが分かります。蛍光スペクトルの取得には 265 nm の励起波長を使用し、励起スペクトルの取得には 540 nm の蛍光波長を使用しました。

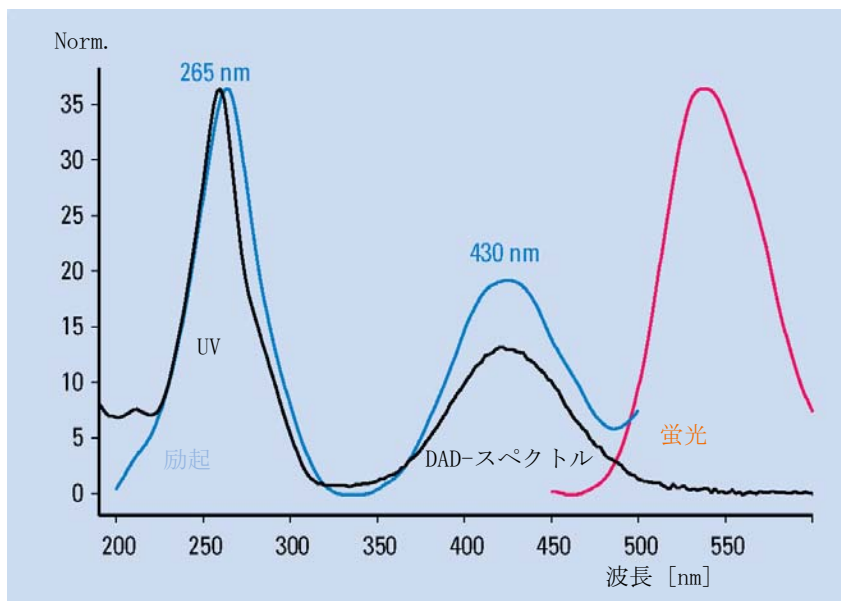


図 34 2,3-ジアミノフェナジン (DAP) の UV-スペクトルと蛍光スペクトル

上の 2 本のトレースは、異なる 2 種類の励起波長を使用して取得しました。下のトレースは、純粋な既知の不純物の標準です。

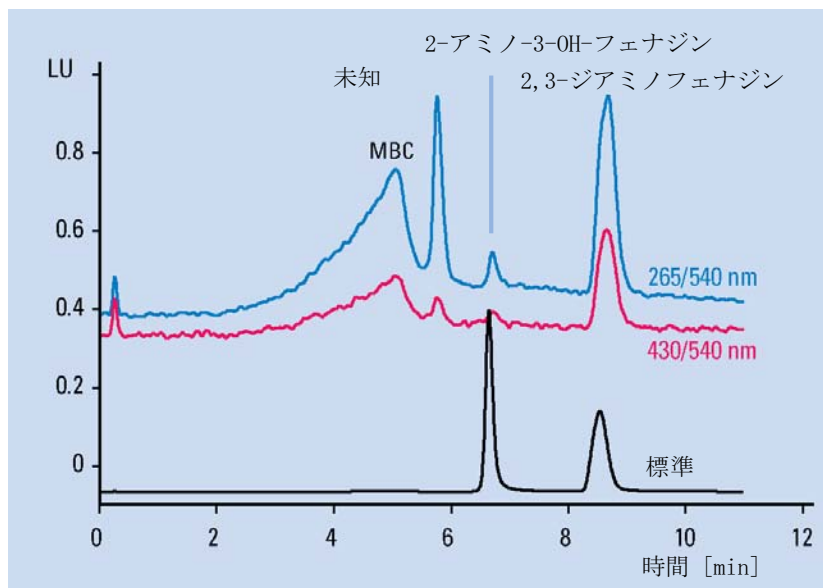


図 35 MBC (2-ベンゾイミダゾールカルバミン酸メチルエステル) と不純物の定性分析

表 13 上図における DAP および MBC 分析の最適化条件

カラム	Zorbax SB 2 x 50 mm、PNA 5 μm
移動相	A = 水、B = アセトニトリル
グラジエント	0 分、5% 10 分、15%
流量	0.4 mL/min
カラム温度	35 °C
注入量	5 μL
FLD 設定	PMT = 12 レスポンスタイム 4 秒、 ステップサイズ 5 nm EX 265 nm および 430 nm Em 540 nm

ステップ 3: ルーチンメソッドの設定

ルーチン分析では、サンプルのマトリックスのリテンションタイムが重要な影響を及ぼします。信頼性の高い結果を得るには、サンプル調製を念入りに行い、頑強な LC メソッドを使用する必要があります。複雑なマトリックスの場合は、タイムテーブルによる波長の切り換えを行うより、マルチ波長同時検出の方が信頼性は高まります。FLD では、さらに、検出シグナルを取得する間に蛍光スペクトルを取得して、定量分析に利用することもできます。つまり、定性データを使って、ルーチン分析でピークの確認や純度のチェックが行えるようになります。

マルチ波長検出

タイムテーブルによる波長の切り換えは、通常、ルーチン定量分析で検出感度を向上させ、選択性を高めるために使用されています。蛍光波長を変更する必要がありますが、化合物の溶出が接近している場合は、このような切り換えが困難です。波長の切り換えが化合物溶出中に起こると、ピークが歪んでしまい、定量分析が不可能になります。これはマトリックスが複雑な場合によくみられ、化合物のリテンションに影響します。

FLD のスペクトルモードでは、異なるシグナルを最大 4 つまで同時に取り込めるようになっています。このすべてを定量分析で使うことができます。複雑なマトリックスの他、波長を追加して不純物を監視するような場合にも有利です。最適波長により、感度と選択性の向上を常に検討できる利点もあります。シグナルモードと比較される検出器設定にもよりますが、シグナルごとに取得するデータポイント数が減るために、シグナルの検出感度は下がります。

上述の PNA 分析の場合でも、波長切り換えの代わりにマルチ波長検出を実行することが可能です。4 つの異なる蛍光波長を使って、15 成分の PNA すべてをモニタできます（『94 ページ 表』）。

表 14 マルチ波長同時検出による PNA- 分析条件（下図を参照）

カラム	Vydac、2.1 x 250 mm、PNA、5 μm
移動相	A = 水、B = アセトニトリル（50 : 50）
グラジエント	3 min, 60 % 14.5 min, 90 % 22.5 min, 95 %
流量	0.4 mL/min
カラム温度	22 ° C
注入量	2 μL
FLD 設定	PMT 12 、 レスポンスタイム 4 s

4 蛍光検出器の使用 メソッド開発

上部のトレースは、従来の波長切り換えで取得しました。

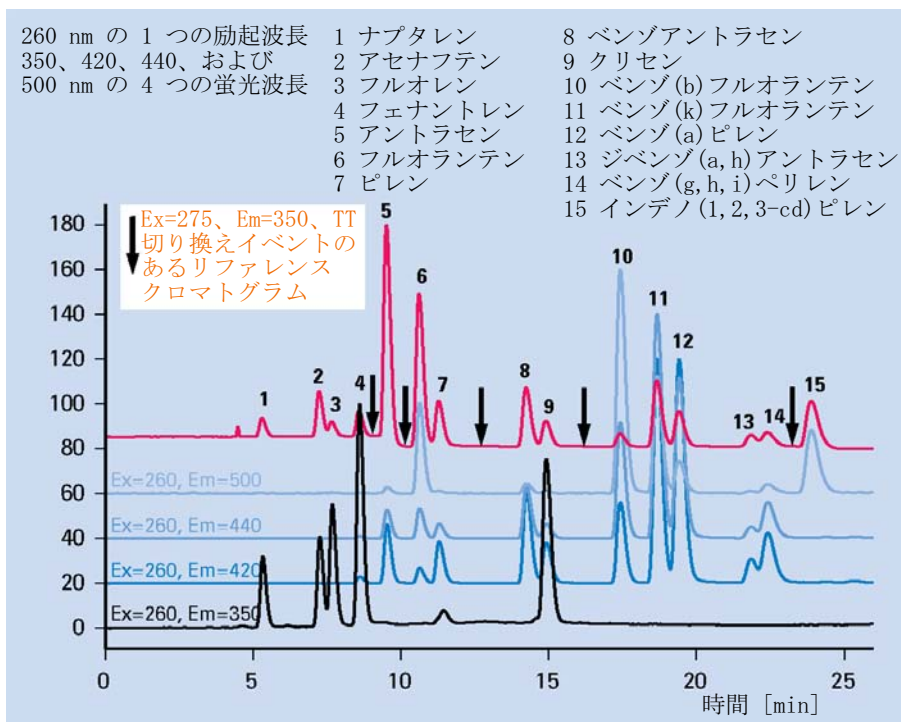


図 36 マルチ波長同時検出による PNA- 分析

以前は、オンラインでスペクトル情報を取得し、リテンションタイムでのピーク同定の確認を行えるのは、ダイオードアレイ検出器と質量分析検出器のみでした。

これからは、さらに蛍光検出器を使って、自動ピーク確認と純度のコントロールを行えるようになります。定量分析の後に追加分析を行う必要もありません。

メソッド開発においては、リファレンスになる標準サンプルの励起 / 蛍光スペクトルを収集し、固有のライブラリを作成することができます。未知のサンプルから取得したスペクトル データはすべて、ライブラリにあるデータと自動的に比較することができます。『95 ページ 表 15』は、PNA 分析における例を示しています。各ピークについて報告されるマッチファクタによって、リファレンススペクトルとピークから取得したスペクトルの類似度がわかります。マッチファクタが 1,000 の場合は、同一スペクトルになります。

さらに、1 つのピーク内で取得したスペクトルを比較し、ピークの純度を調べることもできます。ピークの純度結果がユーザー定義の純度リミット内にあれば、純度ファクタは、純度リミット内にある全てのスペクトルの純度値を意味します。

純度の信頼性とマッチファクタは、取得したスペクトルの質に左右されます。蛍光検出器では一般に、取得できるデータポイント数が少ないため、化合物が同一の場合でも、ダイオードアレイ検出器で得られたマッチファクタと純度データとは、結果が異なる場合があります。

『95 ページ 表 15』は、PNA リファレンスサンプルの蛍光スペクトルに基づく自動ライブラリサーチを示しています。

表 15 蛍光スペクトルライブラリによるピーク確認

測定リテン ションタイム	ライブ ラリ	CalTb1	シグナ ル	アマウント	純度	#	マッ チ	ライブラリ名
[min]	[min]	[min]		[ng]	ファクタ			
4.859	4.800	5.178	1	1.47986e-1	-	1	993	Naphthalene@em
6.764	7.000	7.162	1	2.16156e-1	-	1	998	Acenaphthene@em
7.137	7.100	7.544	1	1.14864e-1	-	1	995	Fluorene@em
8.005	8.000	8.453	1	2.56635e-1	-	1	969	Phenanthrene@em
8.841	8.800	9.328	1	1.76064e-1	-	1	993	Anthracene@em
9.838	10.000	10.353	1	2.15360e-1	-	1	997	Fluoranthene@em
10.439	10.400	10.988	1	8.00754e-2	-	1	1000	Pyrene@em
12.826	12.800	13.469	1	1.40764e-1	-	1	998	Benz(a)anthracene@em
13.340	13.300	14.022	1	1.14082e-1	-	1	999	Chrysene@em
15.274	15.200	16.052	1	6.90434e-1	-	1	999	Benzo(b)fluoranthene@em
16.187	16.200	17.052	1	5.61791e-1	-	1	998	Benzo(k)fluoranthene@em
16.865	16.900	17.804	1	5.58070e-1	-	1	999	Benz(a)pyrene@em
18.586	18.600	19.645	1	5.17430e-1	-	1	999	Dibenz(a,h)anthracene@em
19.200	19.100	20.329	1	6.03334e-1	-	1	995	Benzo(g,h,i)perylene@em
20.106	20.000	21.291	1	9.13648e-2	-	1	991	Indeno(1,2,3-c,d)pyrene@em

4 蛍光検出器の使用

例：複数化合物に対する最適化

例：複数化合物に対する最適化

例：複数化合物に対する最適化

この例では、サンプルとして PNA を使用して、スキャン機能を説明します。

クロマトグラフ条件の設定

この例では、次のようなクロマトグラフ条件を使用します（検出器の設定は、『98 ページ 図 37』を参照してください）。

表 16 クロマトグラフ条件

移動相	A = 水 = 50% B = アセトニトリル = 50%
カラム	Vydac-C18-PNA: 250 mm × 内径 2.1 mm、粒子径 5 μm
サンプル	PAH 0.5 ng
流量	0.4 mL/min
圧縮率 A（水）	46
圧縮率 B（アセトニトリル）	115
ストローク A および B	自動
タイムテーブル	0 分 %B=50
	3 分 %B=60
	14.5 分 %B=90
	22.5 分 %B=95
終了時間	26 分
ポストタイム	8 分
注入量	1 μL
オーブン温度（1200）	30 °C
FLD PMT ゲイン	PMT = 15
FLD レスポンスタイム	4 秒

4 蛍光検出器の使用

例：複数化合物に対する最適化

低い UV
(230...260 nm)
の励起波長を
選択します。こ
れにより、サ
ンプルのすべ
ての蛍光がほ
んどカバーさ
れます。

追加の蛍光波
長 (B、C、D)
は選択しな
いください。
選択すると、
スキャン時間
が長くなると
ともに性能が
低下します。

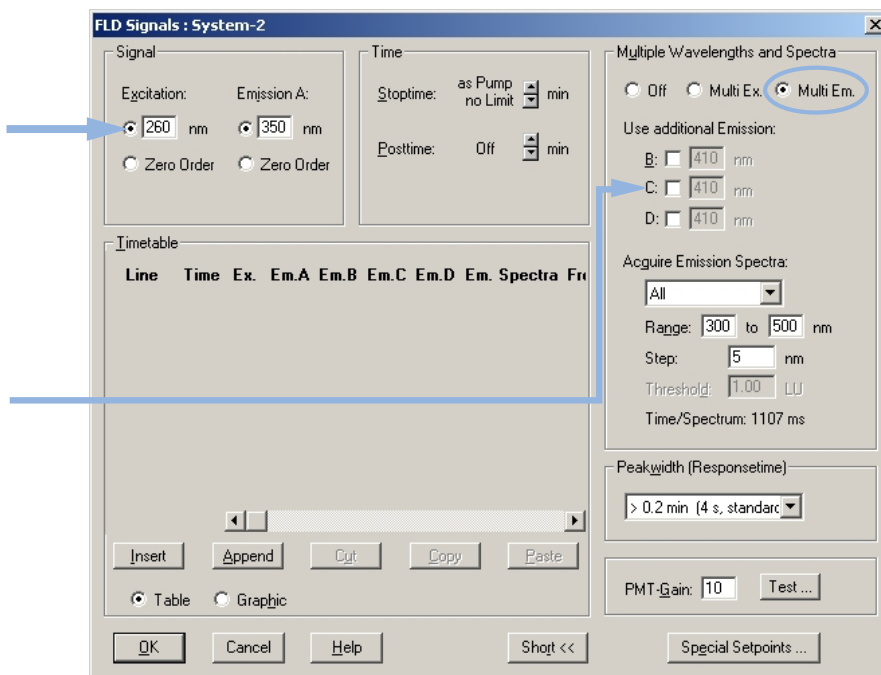


図 37 蛍光スキャンの検出器設定

- 1 ベースラインが安定するまで待ちます。分析を行います。

- 2 シグナルを読み込みます（この例では、13 分間のデータが表示されています）。

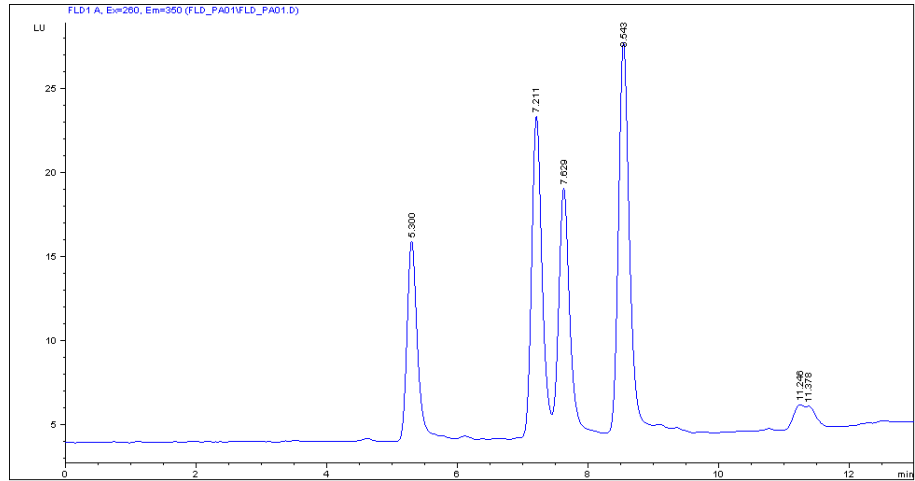


図 38 発光スキャンによるクロマトグラム

4 蛍光検出器の使用

例：複数化合物に対する最適化

3 等高線度プロットを使用して、最適な蛍光波長の評価を行います。下の表を参照してください。

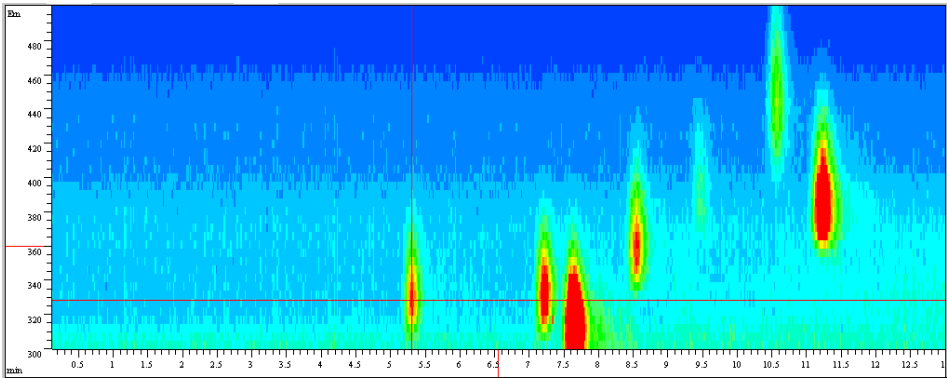


図 39 蛍光スキャンによる等高線表示

表 17

ピーク番号	時間	蛍光波長
1	5.3 分	330 nm
2	7.2 分	330 nm
3	7.6 分	310 nm
4	8.6 分	360 nm
5	10.6 分	445 nm
6	11.23 分	385 nm

4 これらの設定とタイムテーブル（前ページ参照）を使って、最適な励起波長の評価を行うため、2 度目の分析を行います。『101 ページ 図 40』を参照してください。

追加の励起波長 (B、C、D) は選択しないでください。選択すると、スキャン時間が長くなるとともに性能が低下します。

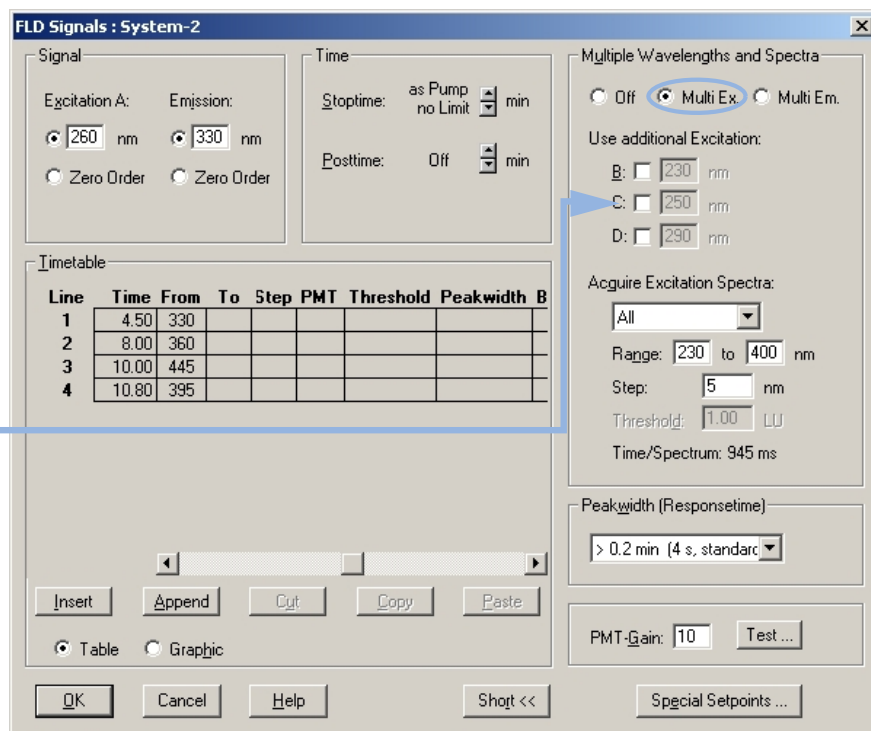


図 40 励起スキャンの検出器設定

- 5 ベースラインが安定するまで待ちます。分析を開始します。

4 蛍光検出器の使用

例：複数化合物に対する最適化

6 シグナルを読み込みます。

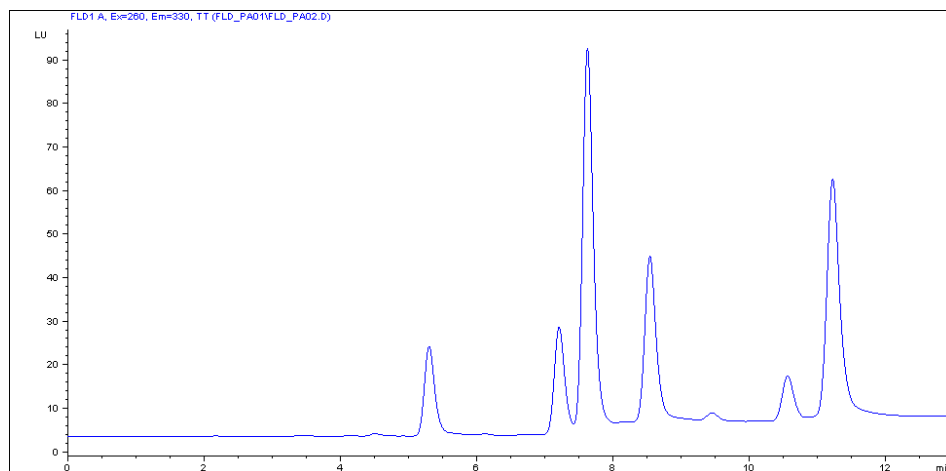


図 41 クロマトグラム – リファレンス波長 260/330nm での励起スキャン

7 等高線表示を使用して、最適な励起波長を評価します（この例では、13分間のデータが表示されています）。

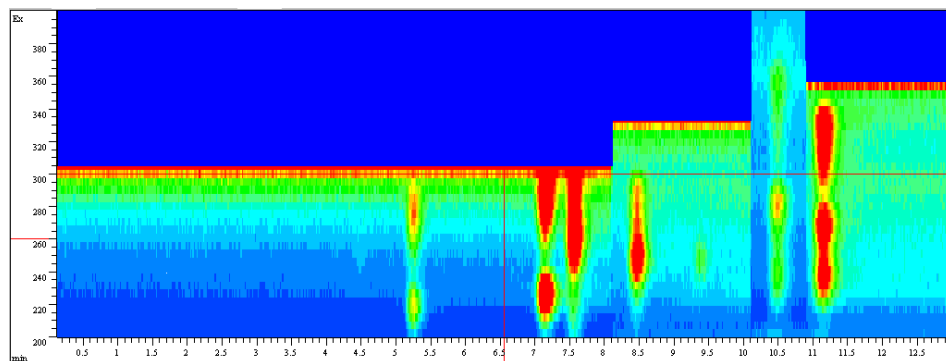


図 42 等高線表示 – 励起

下の表は、蛍光波長（『100 ページ 図 39』による）と励起波長の最大値に関する情報をすべてまとめたものです。

表 18

ピーク番号	時間	蛍光波長	励起波長
1	5.3 分	330 nm	220/280 nm
2	7.3 分	330 nm	225/285 nm
3	7.7 分	310 nm	265 nm
4	8.5 分	360 nm	245 nm
5	10.7 分	445 nm	280 nm
6	11.3 分	385 nm	270/330 nm

4 蛍光検出器の使用

例：複数化合物に対する最適化

システムバックグラウンドを評価する

下記の例では水を使用します。

- 1 溶媒をシステム内にポンプで送ります。
- 2 [FLD special setpoints] (FLD スペシャルセットポイント) で蛍光スキャン範囲を適宜設定します。

注記

範囲を大きくすると、スキャン時間が増えます。デフォルト値では、スキャンの所要時間は約 2 分です。

- 3 PMT ゲインを 16 に設定します。

波長範囲とステップ数によって時間が決まります。最大の範囲を使用すると、スキャンに約 10 分かかります。

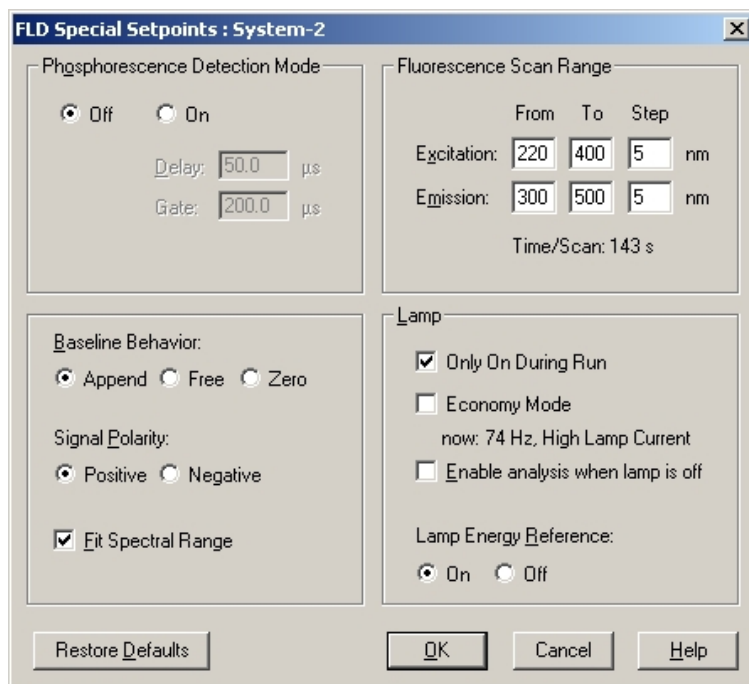


図 43 FLD スペシャル設定

- 4 データファイル名を定義し、蛍光スキャンを行います。スキャン完了後、等高線スキャン結果が表示されます。『105 ページ 図 44』を参照してください。

注記

バックグラウンドが低くなると、S/N 比は向上します。『「迷光の削除」 129 ページ』を参照してください。

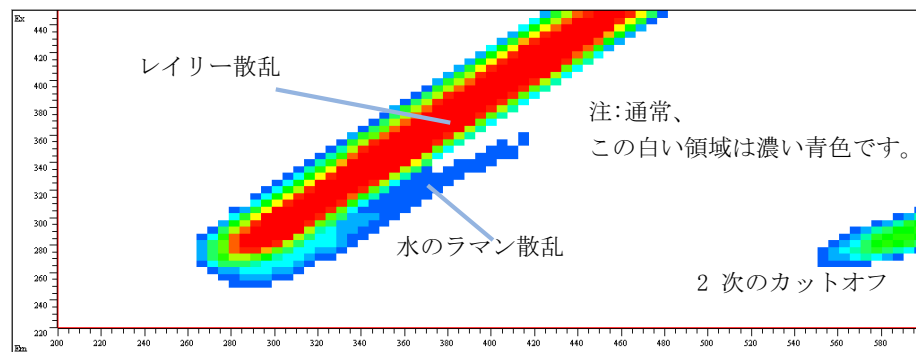


図 44 水の蛍光スキャン

4 蛍光検出器の使用

ピーク内の全スペクトルモードと頂点スペクトルのみモードによるスペクトルの取得方法

ピーク内の全スペクトルモードと頂点スペクトルのみモードによるスペクトルの取得方法

このセクションでは、蛍光検出器（G1321A/B）を装備した Agilent ChemStation の現在の実装で動作不良を解決する方法について説明します。これらのモードでは、スペクトルのデータファイルへの取込に途切れが生じます。

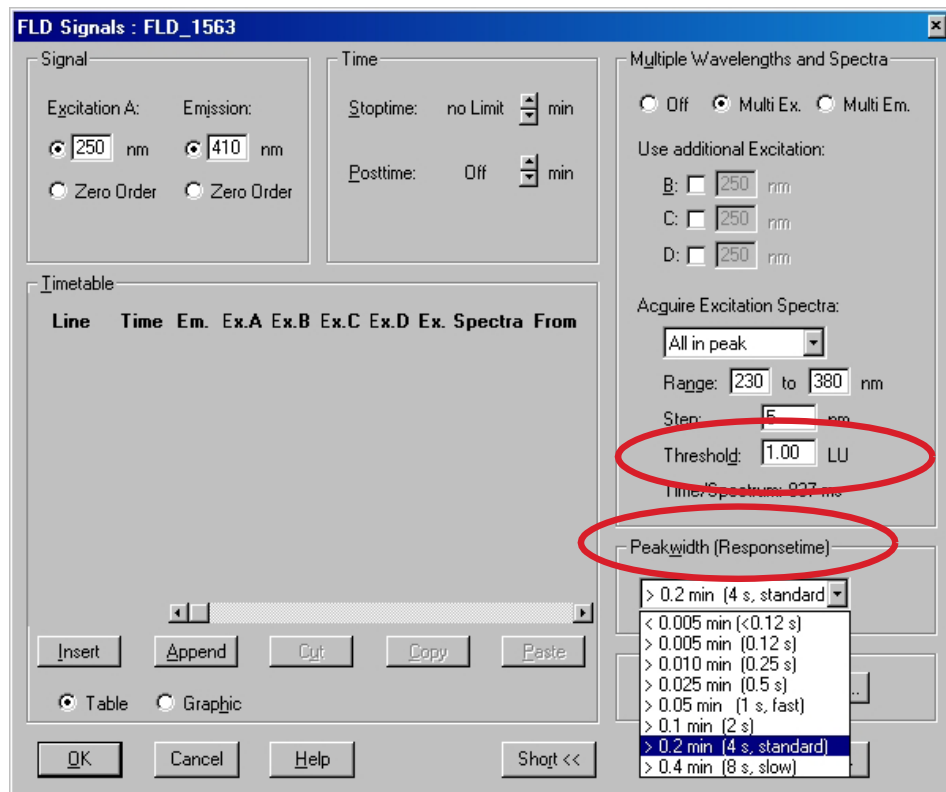
ピークトリガーによる FLD でのスペクトル取込は、THRS（スレッシュホールド）と PDPW（ピーク検出器のピーク幅）の 2 つのパラメータでコントロールされます。また、PKWD（検出器のピーク幅）パラメータは、クロマトグラムのフィルタリングにのみ影響を及ぼします。

- 1 現在のクロマトグラムに応じて、THRS、PDPW、および PKWD パラメータを設定します。

PDPW を PKWD よりも 2 ステップ低くすると、ピークトリガーによるスペクトルの収集で最適な結果が得られます。『「ピーク幅設定」[128 ページ](#)』を参照してください。

ピーク内の全スペクトルモードと頂点スペクトルのみモードによるスペクトルの取得方法

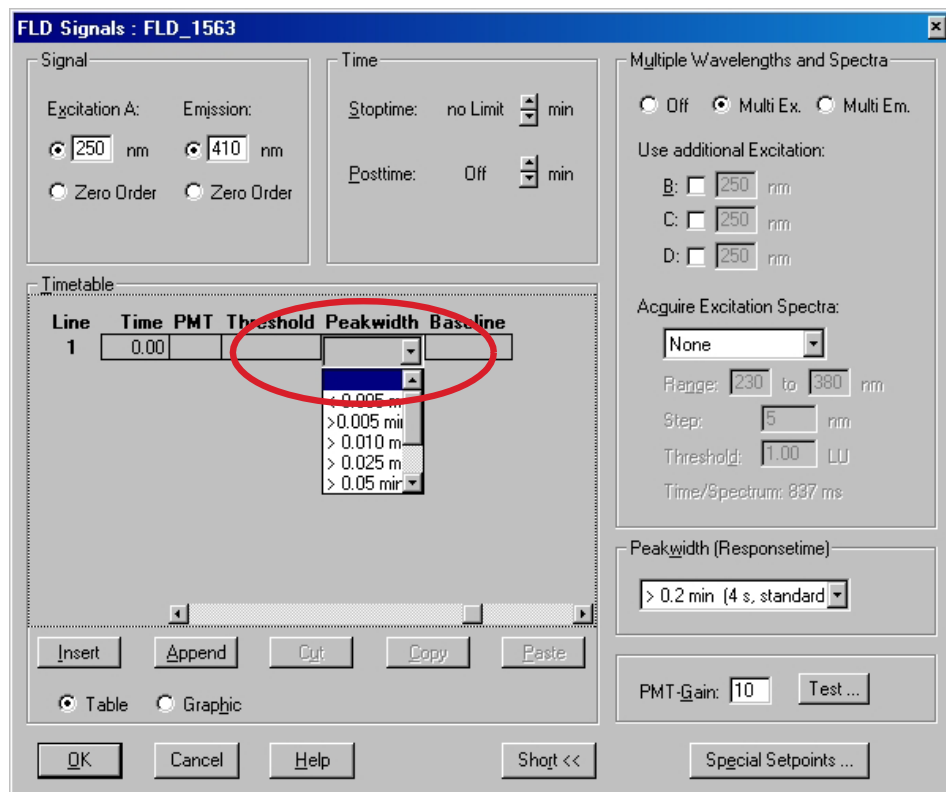
- FLD のセットアップ画面には、PKWD の [Peakwidth (Responsetime)] (ピーク幅 (レスポンス タイム)) と THRS の [Threshold] (スレッシュホールド) を入力するための 2 つのフィールドがあります ([Multi-EX] (マルチ -EX) または [Multi-EM] (マルチ -EM) を選択すると表示されます)。デフォルト値は、PKWD = 6 (0.2 min)、THRS = 5.000 LU です。



4 蛍光検出器の使用

ピーク内の全スペクトルモードと頂点スペクトルのみモードによるスペクトルの取得方法

分析中は、選択された値に固定されます。PDPW の変更は、タイム テーブルの [Peakwidth] (ピーク幅) フィールドの使用によってのみ可能です ([Multi-EX] (マルチ-EX) または [Multi-EM] (マルチ-EM) を選択すると表示されます)。



注記

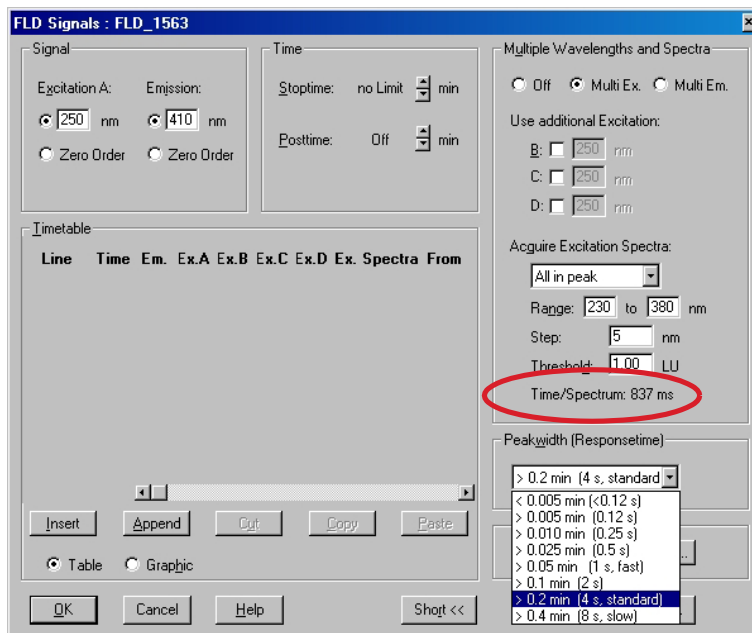
PKWD を変更したら、PDPW も変更しなければなりません。タイムテーブルの 0.0 min の欄に、 $PDPW = PKWD - 2$ を入力してください (たとえば、 $PKWD = 0.2 \text{ min}$ 、 $PDPW = 0.05 \text{ min}$)。クロマトグラムが長くなりピークの幅が後になって広がる場合は、PDPW 値を 1 ステップずつ増やして [タイムテーブル] (Timetable) に追加入力することができます。

THRS と PDPW は、ピークトリガーによるスペクトル取込に影響を及ぼします。THRS は、FLD のセットアップ画面で変更できます。PDPW は、[Timetable] (タイムテーブル) の [Peakwidth] (ピーク幅) フィールドでのみ変更できます。

ピーク内の全スペクトルモードと頂点スペクトルのみモードによるスペクトルの取得方法

注記：

- ピーク検出アルゴリズムは、ピークが 8 - 16 データポイントまで少なくなると最適に動作します。FLD は、74.08 Hz (= 13.50 ms) の内部データレートでデータポイントを収集します (1 シグナルのみ)。データポイントは、PDPW パラメータのみによって減らすことができます。PDPW が低すぎると、ピーク検出器はピークを検出せずに、ベースラインの立ち上がり / 立ち下がりがピークの開始点 / 終了点であると見なします。PDPW が大きすぎる場合、ピーク検出器はピークがノイズであると見なします。
- 現在のクロマトグラムでは、ピーク検出器はオンラインで動作します。これは、ピークの開始点 / 頂点 / 終了点が遅れて認識されることを意味します。さらに、スペクトルのポイントは連続的に取り込まれます。これは、広い範囲のスペクトル取込のほうが、狭い範囲のスペクトル取込よりも大幅に長い時間がかかることを意味します。高速クロマトグラフィの場合、「クリーン」な頂点スペクトルを取り込むことはほとんど不可能で、スペクトルの最初 / 最後のポイントは、検出器のセル内の濃度が最高になる前 / 後で取り込まれます。
- 単一スペクトルの取込にかかる時間は、FLD のセットアップ画面に表示されます。



溶媒情報

溶媒を使用するときは、次の注意に従ってください。

- 藻も増殖を避けるための推奨事項に従ってください。ポンプのマニュアルを参照してください。
- 小さな粒子がキャピラリとバルブを永久的に詰まらせることがあります。そのため、0.4 μm フィルタで溶媒を必ず濾過してください。
- 流路内の部品の腐食の原因となる溶媒の使用は避けるか、最小限にしてください。フローセルやバルブ材などの異なる材質に対して示された pH 範囲に関する仕様や、以降の節の推奨事項を考慮してください。

1260 Infinity バイオイナート LC システムの部品に対する溶媒情報

Agilent 1260 Infinity バイオイナート LC システムの場合、アジレントでは流路（湿潤部品ともいいます）において最高品質の材料（『「バイオイナート材料」32 ページ』を参照）を使用しており、これらの材料は、生体サンプルに対する最適な不活性と、広い pH 範囲にわたって一般的なサンプルや溶媒との最良の適合性が得られるとして、生命科学者により広く認められています。明確な特徴として、全流路には、生体サンプルに干渉するおそれのあるステンレスや、鉄、ニッケル、コバルト、クロム、モリブデン、銅などの金属を含むその他の合金が使用されていません。サンプルが流入する下流には金属は一切含まれていません。

ただし、多様な HPLC 機器（バルブ、キャピラリ、スプリング、ポンプヘッド、フローセルなど）に対する適合性と、すべての可能な化学物質やアプリケーション条件との完全な適合性を併せ持つ材料はありません。この節では、最適な溶媒を推奨しています。問題を引き起こすことが確認されている化学物質については使用を避けるか、短時間の洗浄手順など、暴露を最小限に抑えてください。有害な可能性のある化学物質を使用した後は、適合性のある標準的な HPLC 用の溶媒でシステムをフラッシュしてください。

PEEK

PEEK（ポリエーテルエーテルケトン）は、生体適合性、耐薬品性、機械的・熱的安定性に関する優れた性質を併せ持っており、このため生化学計測機器に選択される材料となっています。指定の pH 範囲内で安定性があり、多くの一般的な溶媒に対して不活性です。それでも、クロロホルム、塩化メチレン、THF、DMSO、強酸（硝酸（> 10 %）、硫酸（> 10 %）、スルホン酸、トリクロロ酢酸）、ハロゲンまたはハロゲン水溶液、フェノールおよび誘導体（クレゾール、サリチル酸など）といった多くの化学物質との不適合性が確認されています。

室温を超える状態で使用すると、PEEK は塩基やさまざまな有機溶媒に反応し、膨張を引き起こすことがあります。通常の PEEK キャピラリは、特にこのような条件下では高压に非常に敏感なため、アジレントでは、ステンレス被覆 PEEK キャピラリを使用して、流路にスチールがないようにし、最低 600 bar の圧力安定性を確保しています。不明な点がある場合は、PEEK の化学的適合性に関する文献を参照してください。

チタン

チタンは、広い範囲の濃度や温度にわたって酸化性酸（硝酸、過塩素酸、次亜塩素酸など）に対する耐性に優れています。これは表面の薄い酸化被覆によるもので、この被覆は酸化剤によって安定化します。酸（塩酸、硫酸、リン酸など）の還元によって若干の腐食が生じることがあり、この腐食は酸濃度や温度に伴って増大します。例えば、室温での腐食率 3 % の HCl（pH 約 0.1）は 13 μm /年となります。チタンは室温では、濃度約 5 % の硫酸（pH 約 0.3）への耐性を備えています。次亜塩素酸や硫酸に硝酸を加えると、腐食率が大幅に低下します。チタンは無水メタノール中では腐食しやすくなりますが、この腐食は少量の水（約 3 %）を添加することで防ぐことができます。アンモニア > 10 % の状態では若干の腐食が生じる可能性があります。

ヒューズドシリカ

ヒューズドシリカは、一般的なすべての溶媒および、フッ化水素酸を除く酸に対して不活性です。強塩基によって腐食するため、室温で pH 12 を超える状態で使用しないでください。フローセルウィンドウが腐食すると、測定結果に悪影響を及ぼすことがあります。pH が 12 を超える場合、サファイアウィンドウ付きのフローセルを使用することを推奨します。

金

金は指定の pH 範囲内では、一般的なすべての HPLC 溶媒、酸および塩基に対して不活性です。金は、シアン化物錯体や、王水（高濃度の塩酸と硝酸の混合物）などの濃酸によって腐食する場合があります。

酸化ジルコニウム

酸化ジルコニウム (ZrO_2) は、ほとんどすべての一般的な酸、塩基および溶媒に対して不活性です。HPLC アプリケーションに対する不適合は報告されていません。

プラチナ / イリジウム

プラチナ / イリジウムは、ほとんどすべての一般的な酸、塩基および溶媒に対して不活性です。HPLC アプリケーションに対する不適合は報告されていません。

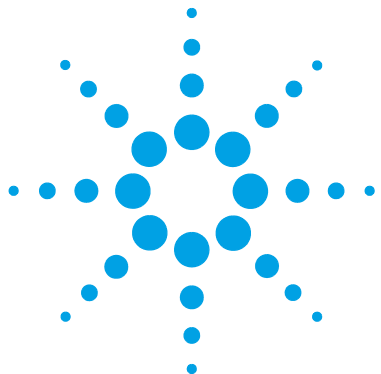
PTFE

PTFE（ポリテトラフルオロエチレン）は、ほぼすべての一般的な酸、塩基および溶媒に対して不活性です。HPLC アプリケーションに対する不適合は報告されていません。

サファイア、ルビーおよび Al_2O_3 ベースのセラミックス

サファイア、ルビー、および Al_2O_3 ベースのセラミックスは、ほとんどすべての一般的な酸、塩基および溶媒に対して不活性です。HPLC アプリケーションに対する不適合は報告されていません。

上記のデータは外部の情報源から収集したもので、参考としてお使いいただくためのものです。アジレントは、このような情報の完全性や正確性を保証することはできません。また、金属イオンや錯化剤、酸素などの不純物の触媒効果の理由から、情報を一般化することもできません。大部分の有効データは室温を基準としています（通常 20 – 25 ° C、68 – 77 ° F）。腐食の可能性がある場合、温度が上昇すると一般に腐食しやすくなります。不明な点がある場合は、その他の情報源を参照してください。



5 検出器の最適化

最適化の概要	114
最適化に役立つ機能	116
事前の性能チェック	116
最適な波長を検出する	117
実際例	118
最適なシグナル増幅を検出する	119
FLD のスケールレンジと使用条件	120
キセノンフラッシュランプのフラッシュ周期を変更する	125
ランプ寿命の延長	126
最適なレスポンスタイムを選択	127
迷光の削除	129

この章では、検出器を最適化する方法について説明します。



最適化の概要

注記

本章に記載されている一部の機能（スペクトル取込、マルチ波長検出など）は、G1321C 1260 Infinity 蛍光検出器では利用できません。

1 適切な PMT 値を設定する

ほとんどの用途は、設定値 10 で対応可能です（『「最適なシグナル増幅を検出する」119 ページ』を参照）。FLD A/D コンバータは、広範囲で優れた直線性があるため、PMT の変更はほとんどの場合不要です。たとえば、高濃度サンプル分析でピークが切断された場合は、PMT 設定値を下げてください。PMT 設定値を下げると、S/N 比が低下します。

内蔵 PMT ゲインテストでは、検出器のパラメータを使用します。PMT ゲインテストを使用する場合、波長設定とランプのエネルギーモード（マルチ波長モードとエコノミーランプモードによる）によってゲイン算出値が変わります。

注記

1 つまたは複数のパラメータを変更した場合は、[OK] を押して FLD に新しい設定を書き込む必要があります。次に [FLD-Signals] (FLD シグナル) を再入力し、PMT ゲインテストを開始します。

2 適切なレスポンスタイムを使用する

ほとんどの用途は、設定値 4 秒で対応可能です（『「最適なレスポンスタイムを選択」127 ページ』を参照）。高速分析（高流量で短いカラムを使用）の場合のみ、設定値を下げてください。レスポンスタイムが非常に早いと、早いピークは面積が若干小さく、幅が広がったように見えますが、リテンションタイムとピーク面積は依然正しく、再現性にも影響はありません。

3 最適波長を検出する

蛍光性活性分子のほとんどが 230 nm で光を吸収します（『「最適な波長を検出する」117 ページ』を参照）。励起波長を 230 nm に設定し、蛍光スペクトルをオンラインでスキャンします（マルチ蛍光モード）。次に、スペクトルから得られた蛍光波長を設定し、マルチ励起スキャンを行って（マルチ励起モード）、最適な励起波長を見つけます。

4 蛍光スペクトルを評価する

ダイオードアレイによる UV 検出器は、ピーク頂点のスペクトルから、ベースラインにおけるリファレンススペクトルを差し引くことで UV スペクトルを評価しますが、正確な蛍光スペクトルは、ピーク頂点のスペクトルから変曲点付近のリファレンスを差し引いて採取します。ベースラインでは光がないため、リファレンススペクトルには非常にノイズが多く、評価の対象とするのには適していないためです。

5 分析時のみランプをオンにする

最高感度で検出する必要がある場合、分析中のみ点灯することによってランプの寿命を伸ばすことができます。他の LC 検出器とは異なり、蛍光検出器はランプを点灯してから数秒以内に平衡に達します。

注記

最高の再現性と直線性を得るには、ランプの設定を [always ON]（常にオン）にします（デフォルトでは、分析中のみ点灯に設定）。

最初に機器を 1 時間ウォームアップすることをお勧めします。

6 検出器フローセルを過圧しない

他の検出器やフラクションコレクタなどの追加機器を取り付ける場合は、フローセル以降の機器の圧力降下が 20 bar を超えないように注意してください。UV 検出器を設置する場合は、蛍光検出器の前に接続してください。

注記

蛍光励起スペクトルを DAD スペクトルまたは文献中の吸光度スペクトルと直接比較する場合は、使用する光学帯域幅（FLD = 20 nm）における相違を考慮する必要があります。この違いによって、評価している化合物の吸光度スペクトルによっては最大波長がシフトする場合があります。

最適化に役立つ機能

モジュールには、検出の最適化に役立ついくつかの機能が搭載されています。

PMTGAIN	増幅定数
LAMP	フラッシュ周期
RESPONSETIME	データ取得の間隔

事前の性能チェック

本検出器の使用を開始する前に、弊社が公開している仕様に従って機器の性能をチェックする必要があります。

ほとんどの場合、LC グレードの溶媒で良好な結果が得られますが、これまでの経験によると、蛍光グレードの溶媒を使用する場合より LC グレード溶媒を使用したほうがベースラインノイズが大きくなる場合があります。

感度をチェックする前に、溶媒送液システムを最低 15 分間フラッシュしてください。ポンプに複数のチャンネルがある場合は、未使用のチャンネルもフラッシュする必要があります。

最適な波長を検出する

蛍光検出で最適化を行う上で最も重要なパラメータは、励起波長と蛍光波長です。一般に、最良の励起波長は、分光蛍光計で取り込まれた励起スペクトルから得られると想定されます。また、特定の機器で最適な励起波長が検出されたら、その波長をその他の機器にも適用できると想定されます。

しかし、これらの想定は両方とも誤っています。

最適な励起波長は、化合物の吸光度によって異なります。さらに、ランプのタイプや回折格子などの、機器の特性によっても異なります。ほとんどの有機分子は紫外線領域で最も吸光度が高まるため、モジュールは 210 nm ～ 360 nm のスペクトル範囲で最適な S/N 比が得られるように設計されています。最高の感度を達成するためには、サンプル分子の吸収波長が機器の波長範囲と合っている必要があります。つまり、励起波長が紫外線領域内にあるということです。モジュールには広範囲の励起波長が備わっていますが、より高い感度を得るためには、紫外線領域の波長（250 nm 付近）を選択してください。

低い紫外線領域で効率が下がる設計上の要因として、キセノンフラッシュランプと回折格子があげられます。フラッシュタイプのランプは、最適波長を低波長範囲へとシフトさせるため、本モジュールでは最大波長が 250 nm になります。励起波長回折格子は、300 nm で最大効率となるようにブレイズ化されています。

5 検出器の最適化 最適な波長を検出する

実際例

アミノ酸アラニンの誘導体であるオルトフタルアルデヒドの励起波長は、文献値では 340 nm となっていますが、本モジュールでこれをスキャンすると、220 nm と 240 nm の間で最高感度を示します（『118 ページ 図 45』を参照）。

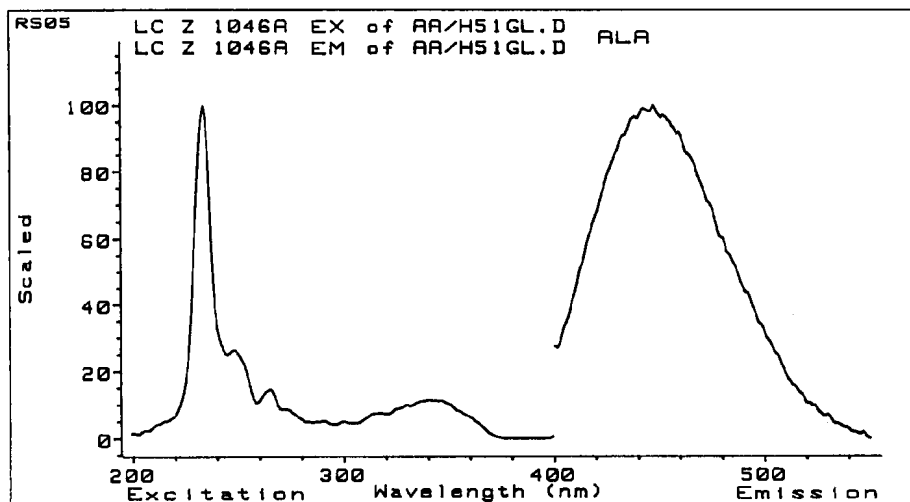


図 45 アラニンのオルトフタルアルデヒド誘導体のスキャン

スキャンを行って波長を求める場合は、波長範囲全体をスキャンします。この例が示すように、まったく違う波長範囲で最高感度が見つかることがあります。

注記

蛍光励起スペクトルを DAD スペクトルまたは文献中の吸光度スペクトルと直接比較する場合は、使用する光学帯域幅 (FLD = 20 nm) における相違を考慮する必要があります。この違いによって、評価している化合物の吸光度スペクトルによっては最大波長がシフトする場合があります。

最適なシグナル増幅を検出する

PMTGAIN を上げると、シグナルとノイズが増加します。ある定数までは、シグナルの増加がノイズの増加を上回っています。

ゲイン間のステップは定数 2 と等しくなります (HP 1046A FLD と同様)。

『119 ページ 図 46』では、PMTGAIN を 4 から 11 まで徐々に上げています (このピークは 1000 倍に希釈したアイソクラティックサンプルです)。10 までは、PMTGAIN が上がるにつれて、S/N 比の改善が見られます。10 を超えると、シグナルに比例してノイズが増加し、S/N 比の改善はありません。

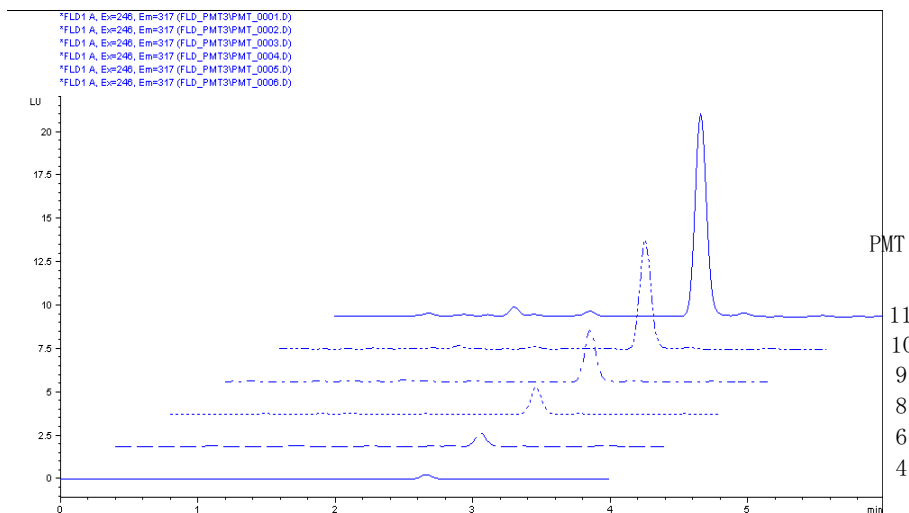


図 46 ビフェニルの最適な PMTGAIN を検出する

この理由は、ベースラインの定量化 (特に低いバックグラウンドレベルにおける) にフィルタメソッドが統計に十分に作用しないためです。最適なゲインを得るには、溶媒を流して自動ゲイン (auto-gain) 機能でチェックします。過度に高い蛍光シグナルが出るため、必要ない場合は、システムが提示する値より高い値を使用しないでください。

設定値を自動的に決めるには、PMT テストを実行します。

FLD のスケールレンジと使用条件

別の FLD を使用する場合

- 個々の G1321 FLD モジュールのシグナルの高さは、推奨されているシグナルレンジの 0 – 100 LU を超えることがあります。ある条件下では、これによりピークのクリッピングが生じる可能性があります。
- 別の G1321 FLD モジュールでは、同じメソッドでも異なるシグナルの高さが示されます。通常は、これが問題にはなることはありませんが、ラボ内で複数の G1321 FLD を稼働させる場合は不都合が生じる可能性があります。

これらのスケールの問題は、いずれも解決することができます。『「PMT-ゲインレベルの最適化」[120 ページ](#)』を参照してください。

PMT-ゲインレベルの最適化

使用する動作条件（メソッドパラメータ、EX-/EM-波長、溶媒、流量、…）で PMT-ゲインテストを開始します。結果として得られた PMT 値は、最適な S/N 比性能をもたらすとともに、このメソッドとこの固有の機器で使用可能なシグナルレンジを最大化します。別の FLD では、この PMT レベルが変動することがあります（個別の PMT-ゲインテストに基づく）。

PMT-ゲインの変動の影響を下図に示します。

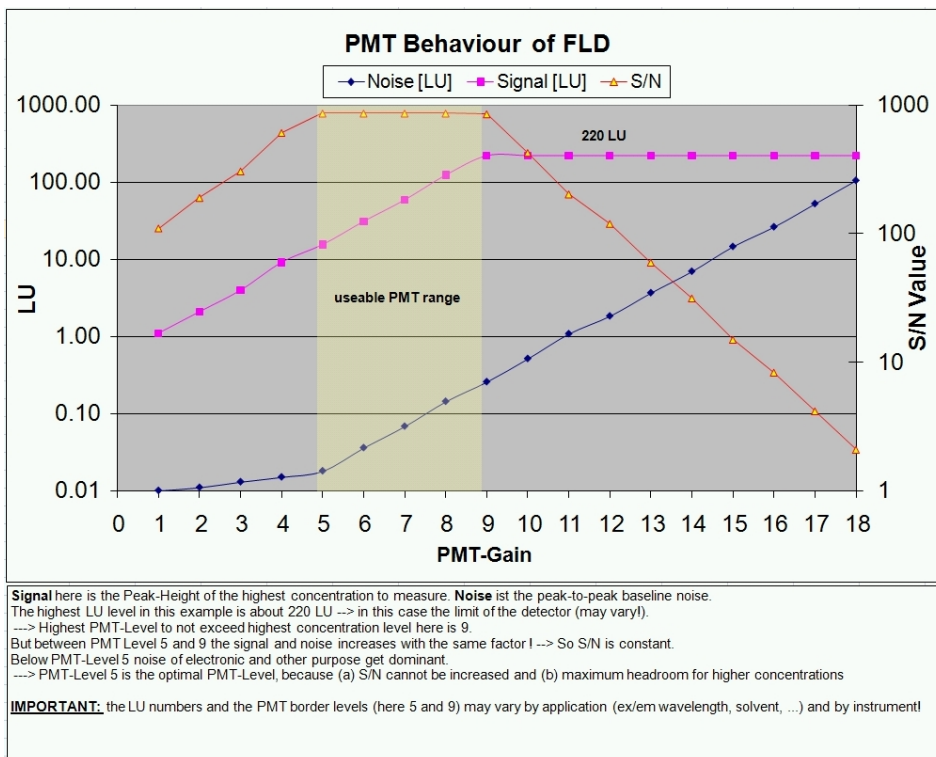


図 47 PMT ゲインの作用

この例では、最大出力は 220 LU 付近であり、PMT をさらに (9 よりも) 大きくすると、シグナルが過負荷になり (クリッピングし)、S/N 比値が低下します。

1 PMT- ゲインレベルを設定する

まず、最高濃度のアmountで、最大ピークのクリッピングやオーバーフローが生じないことを確認します。

- これが確認できれば、PMT- ゲインレベルの最適化は終了です。「ルミネッセンス単位を LU に設定する」に進んでください。
- この確認で、最高濃度が選択した範囲に入らないことが (クリッピングなどにより) 示された場合は、PMT- レベルを 1 つずつ徐々に下げることによって、FLD の感度を下げることができます。PMT- レベルを 1 つ下げるとシグナルの高さは約半分になります。この手順を行なうと、弱いシグナルレベルでの感度 (LOD) が低下することに注意してください。

5 検出器の最適化

最適なシグナル増幅を検出する

2 ルミネッセンス単位を LU に設定する

検出器の LU 出力レベルに満足が得られない場合、または異なる出力レベルを持つ複数の機器の出力を合わせる必要がある場合は、各機器の出力のスケール調整が行なえます。

最適な S/N 比とシグナルレンジを得るために G1321 FLD で推奨されている最大のピーク高さの設定は、100 LU 付近です。一般に、PMT-ゲインテストが正しく実施されていれば、LU 値を下げてでも機器の性能に影響はありません。

アナログ出力の場合に、1 V/100 LU のデフォルトのアッテネーションで最適なアナログ信号性能を得るには、100 LU 未満が最適です。デフォルトのアッテネーションでの最大シグナルレベルが 50 ~ 80 LU (500 mV ~ 800 mV のアナログ出力に相当) となるように、LU 設定を適応させてください。

PMT を正しく設定したら、機器のスケールを必要な LU レベルに合わせることができます。100 LU を超えないようにすることが推奨されます。選択されるパラメータは「スケール係数」と呼ばれ、ローカルコントロールのインスタントパイロット (B.02.07 以降) によって適用できます。

これより古いバージョンを使用する場合は、以下のコマンドラインを使用して「スケール係数」を入力できます。

- Agilent ChemStation の場合：
`PRINT SENDMODULE$(LFLD,"DMUL x.xx")`
- インスタントパイロットの場合: [Service Mode] (サービスモード)
- [FLD] の後で
`DMUL x.xx` をキー入力してから [SEND] (送信) を押す
- LAN/RS-232 ファームウェア更新ツールの場合: 「Send Instruction」 (送信指示) メニューを使用:
`DMUL x.xx`
- Agilent Lab Advisor ソフトウェアの場合: [Instruction] (指示) を使用:
`DMUL x.xx`

この設定は、ファームウェアを更新しても機器にそのまま保存され、またソフトウェア環境にも左右されません。

LU のレベルは、機器感度の指標ではありません。最低濃度限界 (検出限界) では、S/N 比 (ラマン S/N 比テストなどによる) のみがクロマ

トグラムと結果を比較して機器の性能を確認するために使用できる正確な指標です。

低いバックグラウンドで最高感度を得るには、フローセルを清潔に保ち、また必ず新しい水を使用して、生物学的バックグラウンドで藻や細菌による負の蛍光が生じないようにしてください。

ADC リミットの可視化

新機能の「ADC リミットの可視化」を搭載する蛍光検出器 G1321A/B の新しいファームウェア (A. 06. 11) がリリースされています。

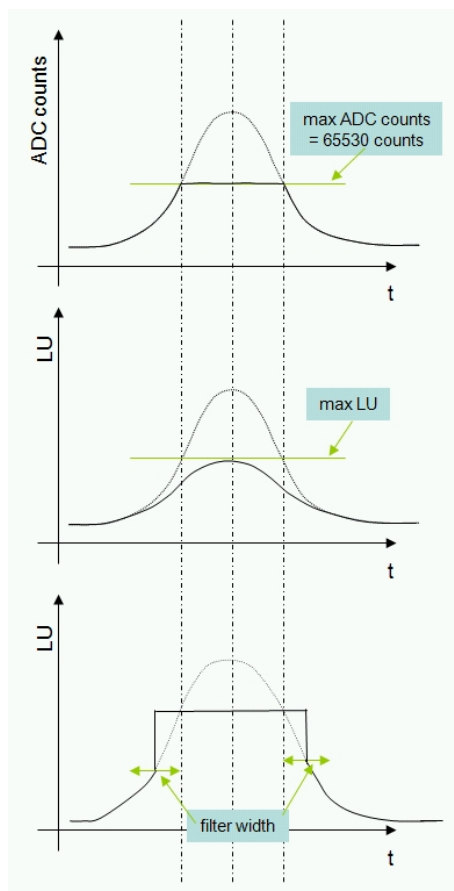
A. 06. 10 までのファームウェアでは、特定のメソッド条件下のクロマトグラムで「ADC オーバーフロー」を可視化できませんでした。

オーバーフローは、フィルタのスムージングによって隠されて確認できないことがありました。また Agilent ChemStation では、「ADC オーバーフロー」のイベントはログブックにのみ示されていました。

この問題は、ピーク幅 (レスポンスタイム) パラメータがクロマトグラフピークの実際の幅とほぼ同等か大きい値に設定されている場合のみ生じていました。

5 検出器の最適化

最適なシグナル増幅を検出する



生の ADC カウント

測定された光の強度は、ADC コンバータの最大レンジによって制限されます。

フィルタのスムージングにより、最大強度に達していることがはっきり確認できなくなります。さらに、ピーク面積とピーク高さに歪みが生じ、直線性の低下を招きます。「最大 LU」は固定値ではなく、リファレンスチャンネルの強度に依存することに注意してください。

新しい機能（ファームウェア A.06.11 以降）

フィルタ幅の間のサンプル値が「ADC オーバーフロー」の状態にある間は、取り得る最大の LU 値がクロマトグラムに表示されます。「最大 LU」は、ランプのドリフトとノイズに若干影響を受けますが、励起波長には全く左右されないことに注意してください。

結果として、クロマトグラムではこの「ADC オーバーフロー」が平坦なピークとして可視化され、検出器のパラメータ（PMT ゲインまたは溶液の濃度）の設定が高いことがユーザーに示されます。

注記

FLD から 別の FLD へメソッドを 1:1 で転送すると、上記の「ADC オーバーフロー」の問題が生じるおそれがあります。詳しくは、『FLD のスケールレンジと使用条件』120 ページ』『FLD のスケールレンジと使用条件』を参照してください。

キセノンフラッシュランプのフラッシュ周期を変更する

モード

ランプのフラッシュ周期は次のようなモードに変更できます。

表 19 フラッシュランプのモード

定位置	296 Hz (標準)、560 V	63 mJ (18.8 W)
	74 Hz (エコノミー)、560 V	63 mJ (4.7 W)
回転 (マルチ励起 (Ex)/ 蛍光 (EM))	74 Hz (標準)、950 V	180 mJ (13.3 W)
	74 Hz (エコノミー)、560 V	63 mJ (4.7 W)

最高の感度は、[economy] (エコノミーモード) 以外で得られます。『125 ページ 図 48』を参照してください。

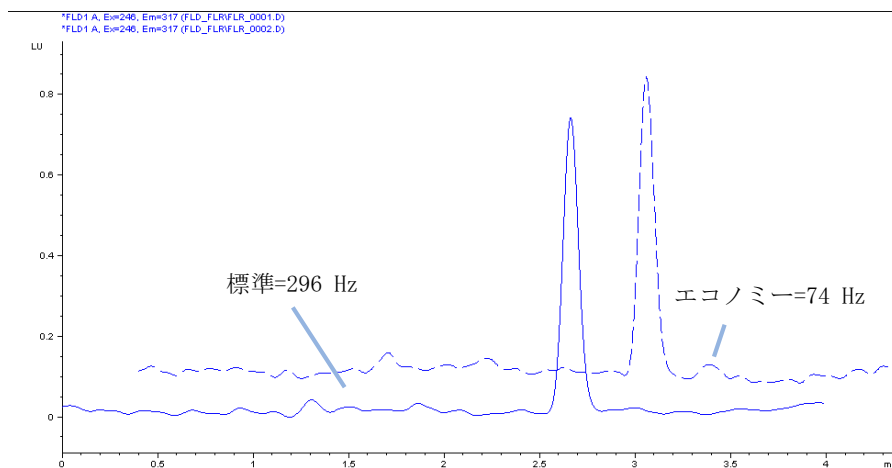


図 48 キセノンフラッシュランプの周期

5 検出器の最適化

キセノンフラッシュランプのフラッシュ周期を変更する

ランプ寿命の延長

ランプの寿命を伸ばすには、次の 3 つの方法があります。

- [Lamp on during run]（分析中のみ点灯）に切り換えると、感度は損なわれません。
- [economy] モードに切り換えると、感度が下がります。
- 上の 2 つを組み合わせます。

最適なレスポンスタイムを選択

最適なレスポンスタイムを選択

RESPONSETIME 機能を使用してデータポイントを減らすことで、S/N 比が大きくなります。

例として、『127 ページ 図 49』を参照してください。

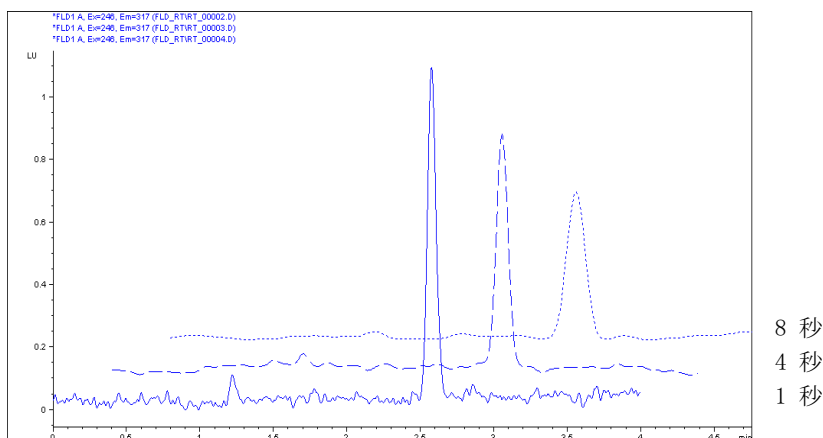


図 49 最適なレスポンスタイムを検出する

LC 蛍光検出器では、通常、2 または 4 s のレスポンスタイムで分析します。本モジュールのデフォルト値は 4 秒です。感度を比較するには、同じレスポンスタイムを使用する必要があります。レスポンスタイム 4 s（デフォルト値）は時定数 1.8 s と等しく、標準的なクロマトグラフ条件に適しています。

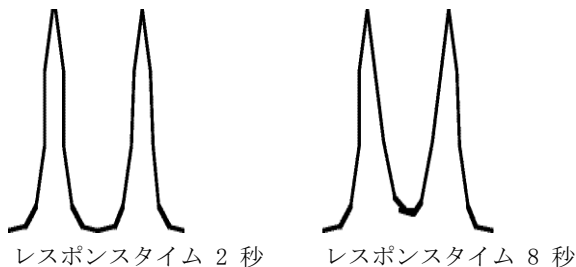


図 50 レスポンスタイムを使用したピーク分離

ピーク幅設定

注記

必要以上に小さなピーク幅を使用しないでください。

ピーク幅では、分析のピークの幅（レスポンスタイム）を選択できます。ピーク幅は、ピークの半分の高さにおけるピークの幅（分単位）として定義されます。クロマトグラムで期待される最も狭いピークにピーク幅を設定してください。ピーク幅に応じて、検出器の最適なレスポンスタイムが設定されます。ピーク検出器では、設定されたピーク幅より大幅に狭いピークまたは広いピークが無視されます。レスポンスタイムは、入力ステップ機能に応答する出力シグナルの 10 % ～ 90 % の時間です。

リミット値：ピーク幅（分単位）を設定すると、以下の表のように、対応するレスポンスタイムが自動的に設定され、シグナルとスペクトルの取得速度にも適切な値が、次に示したとおりに選択されます。

表 20 ピーク幅設定

ピーク幅		データレート		
半値幅 [分]	レスポンス [秒]	Hz	ms	
> 0.0016	0.016	144.93	6.9	G1321B、K1321B (ファームウェア A.06.54 以降を使用した場合)
< 0.003	0.03	74.07	13.5	G1321B/C、K1321B
> 0.003	0.06	37.04	27.0	
> 0.005	0.12	37.04	27.0	
> 0.01	0.25	37.04	27.0	
> 0.025	0.5	18.52	54.0	G1321A/B/C、K1321B
> 0.05	1.0	9.26	108.0	
> 0.1	2.0	4.63	216.0	
> 0.2	4.0	2.31	432.0	
> 0.4	8.0	1.16	864.0	

迷光の削除

カットオフフィルタを使って、カットオフポイントより波長の長い光を透過させる一方で、それより短い光の透過をほぼ完全に遮断することで、迷光や 2 次光以上の迷光を取り除きます。フィルタは励起波長と蛍光波長回折格子の間に配置し、蛍光測定中に、励起光の迷光が光電子倍增管に到達するのを防止します。

蛍光波長と励起波長が接近していると、散乱によるひずみによって感度が著しく制限されます。蛍光波長が励起波長の 2 倍の場合は、2 次光が制限要因になります。このような高次の光の影響は、検出器をオンにしサンプルがフローセル内に溶出していない状態で確認します。

ランプは、100 万個の光子をフローセルに送ります（ここでは波長 280 nm を例に取ります）。フローセル表面の散乱と溶媒中の分子による散乱によって、この光の 0.1% が入射光に対して直角にセルのウィンドウから出ていきます。カットオフフィルタがない場合は、これらの 1000 個の光子が蛍光側の回折格子に到達します。90% は全反射され光電子倍增管に届きません。残りの 10% は 280 nm（1 次光）と 560 nm（2 次光）で分散します。この迷光を取り除くために、約 280 nm のカットオフフィルタを使用する必要があります。

既知の用途に基づき、本検出器には、295 nm のカットオフフィルタが内蔵されており、560nm までのアプリケーションに問題なく使用できるようになっています（『130 ページ 図 51』を参照）。

5 検出器の最適化

迷光の削除

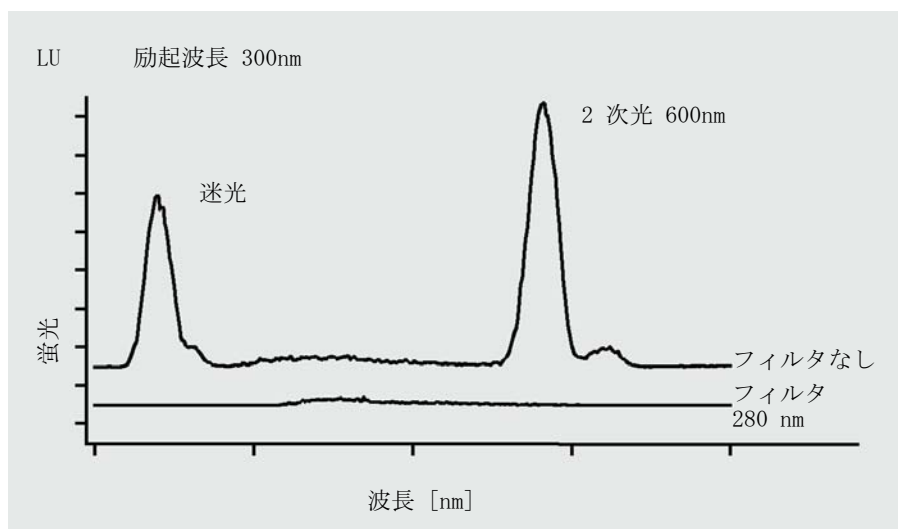
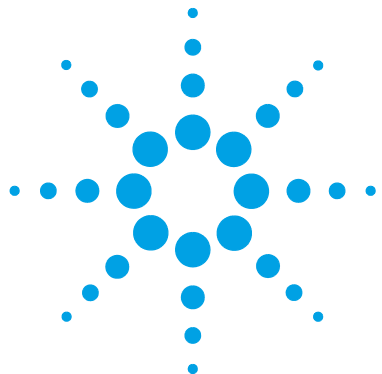


図 51 迷光の削除



6 トラブルシューティングおよび診 断

モジュールのインジケータとテスト機能の概要	132
ステータスインジケータ	133
電源インジケータ	133
モジュールのステータスインジケータ	134
ユーザーインターフェイス	135
Agilent Lab Advisor ソフトウェア	136

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



モジュールのインジケータとテスト機能の概要

ステータスインジケータ

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

エラーメッセージ

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

テスト機能

トラブルシューティングと内部部品交換後の動作確認のために、一連のテスト機能が用意されています（「テスト機能とキャリブレーション」を参照）。

波長のリキャリブレーション

内部部品の修理後は、検出器が正しく動作することを確認するために、波長リキャリブレーションを行うことをお勧めします。キャリブレーションには固有の励起 / 蛍光特性を使用します（『波長キャリブレーションの手順』 [179 ページ](#)）を参照）。

ステータスインジケータ

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

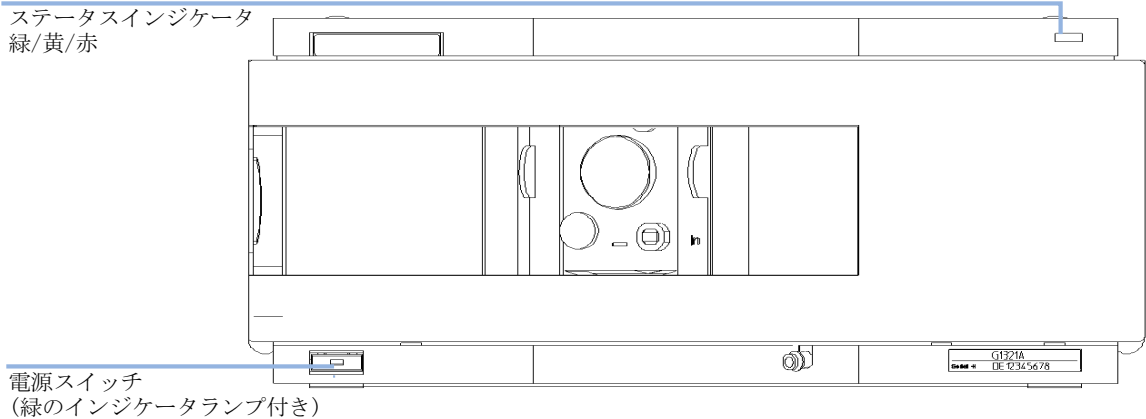


図 52 ステータスインジケータの位置

電源インジケータ

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

モジュールのステータスインジケータ

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

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

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

- **点滅**インジケータは、モジュールがレジデントモード（メインファームウェアの更新中など）であることを示します。
- **高速点滅**インジケータは、モジュールが低レベルのエラーモードであることを示します。このような場合は、モジュールを再起動するか、コールドスタートを行ってみてください（『特別な設定』[245 ページ](#)』を参照）。その後、ファームウェア更新を試します（『モジュールのファームウェアの交換』[200 ページ](#)』を参照）。問題が解決しない場合は、メインボードの交換が必要です。

ユーザーインターフェイス

ユーザーインターフェイスによって利用できるテストが変わります。すべてのテストの説明は、ユーザーインターフェイスとして Agilent ChemStation に基づいています。説明の中には、『サービスマニュアル』の中にも説明されているものもあります。

表 21 テスト機能 vs ユーザーインターフェイス

テスト	ChemStation	インスタントパ イロット G4208A	Lab Advisor
D/A コンバータ	なし	なし	あり
クロマトグラム のテスト	あり (C)	なし	あり
波長キャリブ レーション	あり	あり (M)	あり
ランプ強度	あり	なし	あり
暗電流	あり	なし	あり

- C コマンド経由
- M 「メンテナンス」セクション
- D 「診断」セクション

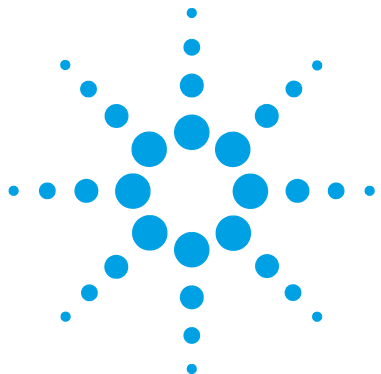
Agilent Lab Advisor ソフトウェア

Agilent Lab Advisor ソフトウェアは、データシステムとは別に使用できるスタンドアローン製品です。Agilent Lab Advisor ソフトウェアは、高品質のクロマトグラフ結果を得るためのラボ管理に役立ち、1 台の Agilent LC、またはラボのイントラネットに設定されたすべての Agilent GC および LC をリアルタイムでモニタリングできます。

Agilent Lab Advisor ソフトウェアは、すべての Agilent 1200 Infinity シリーズのモジュールに対する診断能力があります。これには、すべてのメンテナン斯拉ーチンに対する診断機能、キャリブレーション手順、メンテナン斯拉ーチンが含まれます。

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

Lab Advisor Basic は Lab Advisor ソフトウェアの基本機能バージョンで、設置、使用、メンテナンスに必要な機能は限定されています。修理、トラブルシューティング、モニタリングなどの高度な機能は含まれていません。



7 エラー情報

エラーメッセージ内容	138
一般エラーメッセージ	139
Timeout	139
Shutdown	140
Remote Timeout	141
Lost CAN Partner	142
Leak	143
Leak Sensor Open	144
Leak Sensor Short	145
Compensation Sensor Open	145
Compensation Sensor Short	146
Fan Failed	147
検出器エラーメッセージ	148
Lamp Cover Open	148
FLF Board not found	149
ADC Not Calibrated	149
A/D Overflow	150
Flash Lamp Current Overflow	151
No light at reference diode despite lamp is on	152
Flash Trigger Lost	153
Wavelength Calibration Failed	154
Wavelength Calibration Lost	155
Flow Cell Removed	155
モーターエラー	156

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



エラーメッセージ内容

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

メソッド実行の外でエラーが生じる場合、このエラー情報はその他のモジュールに伝わりません。メソッド実行内でエラーが生じる場合、接続しているすべてのモジュールに通知され、すべての LED は赤になり、運転停止します。モジュールのタイプにより、この停止の施行は異なります。たとえば、ポンプでは、安全性の理由で流れが停止します。検出器では、平衡化時間を避けるためにランプは点灯したままです。エラーのタイプによっては、たとえばリークからの液体を乾燥させて解決したなど、エラーが解決した場合のみ、次の実行を開始できます。1 回のみの問題と思われるエラーは、ユーザー インタフェースのシステムのスイッチを入れることで回復します。

リークの場合は特別に処理します。リークは安全上の問題の可能性があり、観察できる所とは別のモジュールで生じていることがあるので、リークの場合、メソッド実行の外で生じていても、常にすべてのモジュールがシャットダウンします。

すべての場合において、エラーは CAN バスまたは APG リモートケーブルを通じて伝達されます（APG インタフェースのドキュメントを参照）。

一般エラーメッセージ

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

Timeout

Error ID: 0062

タイムアウト

タイムアウト値を超えました。

考えられる原因

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

対策

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

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

Shutdown

Error ID: 0063

シャットダウン

外部機器がリモートライン上にシャットダウンシグナルを生成しました。

モジュールは、リモート入力コネクタ上でステータスシグナルを常にモニタしています。リモートコネクタのピン 4 に LOW シグナル入力があると、このエラーメッセージが生成されます。

考えられる原因

対策

- | | |
|--|--|
| 1 システムへの CAN 接続により、別のモジュール内でリークが検出された。 | 外部機器内のリークを処理してから、モジュールを再起動します。 |
| 2 システムへのリモート接続により、外部機器内でリークが検出された。 | 外部機器内のリークを処理してから、モジュールを再起動します。 |
| 3 システムへのリモート接続により、外部機器でシャットダウンが発生した。 | 外部機器がシャットダウン状態になっていないか確認します。 |
| 4 デガッサが、溶媒の脱気に必要な真空度を生成できなかった。 | デガッサがエラー状態ではないか確認します。デガッサまたはデガッサの組み込まれた 1260 ポンプについては、 サービスマニュアル を参照してください。 |

Remote Timeout

Error ID: 0070

リモートタイムアウト

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

考えられる原因

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

対策

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

Lost CAN Partner

Error ID: 0071

CAN 通信消失

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

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

考えられる原因

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

対策

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

Leak

Error ID: 0064

リーク

モジュールでリークが検出されました。

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

考えられる原因

- 1 フィッティングの緩み。
- 2 キャピラリの破損。

対策

すべてのフィッティングがしっかり締まっていることを確認します。

破損したキャピラリを交換します。

Leak Sensor Open

Error ID: 0083

リークセンサーオープン

モジュール内のリークセンサーが故障しました（オープン：断線）。

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

考えられる原因

対策

- | | |
|----------------------------------|----------------------------|
| 1 リークセンサーがメインボードに接続されていない。 | Agilent のサービス担当者に連絡してください。 |
| 2 リークセンサーの故障。 | Agilent のサービス担当者に連絡してください。 |
| 3 リークセンサーが正しく配線されず、金属部品にはさまれている。 | Agilent のサービス担当者に連絡してください。 |

Leak Sensor Short

Error ID: 0082

リークセンサーショート

モジュールのリークセンサーが故障しました（短絡）。

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

考えられる原因

- 1 リークセンサーの故障。

対策

Agilent のサービス担当者に連絡してください。

Compensation Sensor Open

Error ID: 0081

補正センサーオープン

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

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

考えられる原因

- 1 メインボードの故障。

対策

Agilent のサービス担当者に連絡してください。

Compensation Sensor Short

Error ID: 0080

補正センサーショート

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

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

考えられる原因

- 1 メインボードの故障。

対策

Agilent のサービス担当者に連絡してください。

Fan Failed

Error ID: 0068

ファン動作不良

モジュールの冷却ファンが故障しました。

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

モジュールによっては、アセンブリ（検出器内のランプなど）の電源がオフとなることで、内部のモジュールが過熱するのを防ぎます。

考えられる原因

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

対策

Agilent のサービス担当者に連絡してください。

Agilent のサービス担当者に連絡してください。

Agilent のサービス担当者に連絡してください。

検出器エラーメッセージ

Lamp Cover Open

Error ID: 6622, 6731

ランプカバーオープン

光学系コンパートメントのランプカバーが外れています。このメッセージが表示されている間は、ランプをオンにできません。

考えられる原因

- 1 ランプカバーが外れている。

対策

Agilent のサービス担当者に連絡してください。

FLF Board not found

Error ID: 6620, 6730

FLF ボードが検出されない

メインボード (FLM) が FLF ボードを検出できませんでした。このメッセージは、FLF ボードで生成される他のメッセージ (リーク、... など) とともに表示されます。

考えられる原因

対策

- | | |
|------------------------------|----------------------------|
| 1 FLF ボードが FLM ボードに接続されていない。 | Agilent のサービス担当者に連絡してください。 |
| 2 FLF ボードが故障しています。 | Agilent のサービス担当者に連絡してください。 |
| 3 FLM ボードが故障しています。 | Agilent のサービス担当者に連絡してください。 |

ADC Not Calibrated

Error ID: 6621, 6732

ADC がキャリブレーションされていない

FLF ボードに実装されているアナログ-デジタルコンバータをキャリブレーションできません。

考えられる原因

対策

- | | |
|---------------------------|----------------------------|
| 1 ADC または他の FLF の電子回路の故障。 | Agilent のサービス担当者に連絡してください。 |
|---------------------------|----------------------------|

A/D Overflow

Error ID: 6618, 6619

A/D オーバーフロー

このメッセージは、リビジョン A.03.66 以前のファームウェアでは表示されません。

これは、A/D コンバータの過負荷状態を示します（サンプルシグナル）。ユーザーインターフェイスによって FLD がノットレディ状態であることが示され、イベント情報がログブックに書き込まれます。分析中にこのメッセージが表示された場合は、発生した時刻と解消した時刻が記録されます。

1200 FLD 1 A/D オーバーフロー（RT は 0.32 分）16:33:24 02/11/99

1200 FLD 1 A/D オーバーフロー終了（RT は 0.67 分）16:33:46 02/11/99

分析の前にこの状態が生じた場合は、システムはノットレディのため分析 / シーケンスを開始できません。

リビジョン A.06.11 以降のファームウェアでは、A/D オーバーフローによってクロマトグラムのピークが平坦になります。詳細については、『「ADC リミットの可視化」123 ページ』を参照してください。

考えられる原因

- 1 PMT 設定が高い。
- 2 波長設定が不正。

対策

- PMT ゲインを低くします。
- 波長設定を変更します。

Flash Lamp Current Overflow

Error ID: 6704

フラッシュランプ電流オーバーフロー

キセノンフラッシュランプのランプ電流は、常にモニタリングされています。電流が高くなり過ぎると、エラーが生成されてランプがオフになります。

考えられる原因

対策

- | | |
|---|----------------------------|
| 1 トリガーパックアセンブリの欠品
または FLL ボードの故障。 | Agilent のサービス担当者に連絡してください。 |
| 2 フラッシュランプアセンブリの欠品。 | Agilent のサービス担当者に連絡してください。 |

No light at reference diode despite lamp is on

Error ID: 6721

ランプがオンなのにリファレンス ダイオードにライトがない

- リビジョン A/B/C フロントエンドボード (FLF):

ランプがオンかどうかをチェックするフィードバック機構はありません。クロマトグラムにピークが見られない場合は、モジュールが [Ready] (レディ) のままであることがユーザーインターフェイスに示されます。まず、「ランプ強度テスト」(『「ランプ強度テスト」 [161 ページ](#)』を参照) を実行してください。平坦な場合は、次の手順を使用してください。

- リビジョン D フロントエンドボード (FLF):

キセノンフラッシュランプの点滅は、常にモニタリングされています。ランプが 100 回以上連続して点滅しなかった場合は、エラーが生成されてランプがオフになります。

考えられる原因

- 1 ハードウェアの故障。

対策

Agilent のサービス担当者に連絡してください。

Flash Trigger Lost

Error ID: 6722

フラッシュトリガー消失

このメッセージは、フラッシュトリガーが生成されなくなった場合に表示されます。

考えられる原因

- 1 ファームウェアの問題。
- 2 マルチモードがオフ。
- 3 エンコーダの故障。

対策

検出器を再起動します（電源のオン / オフ）。

Agilent のサービス担当者に連絡してください。

Agilent のサービス担当者に連絡してください。

Wavelength Calibration Failed

Error ID: 6703

波長キャリブレーション失敗

このメッセージは、波長キャリブレーション中に表示される可能性があります。

指定されている波長真度よりも予測される偏差が大きい場合、「波長キャリブレーション失敗」のメッセージが表示されて、機器は [Not Ready]（ノットレディ）の状態を維持します。

考えられる原因

対策

- | | |
|----------------------------------|----------------------------|
| 1 フラッシュランプが点灯しなかったか、位置が正しくありません。 | Agilent のサービス担当者に連絡してください。 |
| 2 セルの位置が正しくありません。 | セルの位置を確認します。 |
| 3 セル中の溶媒が汚れている、またはセル中に気泡が混入している。 | フローセルをフラッシュします。 |
| 4 モノクロメータアセンブリの位置が正しくない（交換後） | Agilent のサービス担当者に連絡してください。 |

Wavelength Calibration Lost

Error ID: 6691

波長キャリブレーション消失

モノクロメータアセンブリを交換したら、キャリブレーション係数をデフォルト値にリセットする必要があります（新しい FLM ボードにはデフォルト値が付随しています）。このときに「波長キャリブレーション消失」が表示されて、機器は [Not Ready]（ノットレディ）の状態を維持します。

考えられる原因

- 1 交換後のモノクロメータ設定のリセット。
- 2 FLM ボードの交換。

対策

波長キャリブレーションを実施します。

波長キャリブレーションを実施します。

Flow Cell Removed

Error ID: 6616, 6702, 6760

フローセルの外れ

検出器は、自動セル認識システムを装備しています。フローセルが取り外されると、ランプがオフになって [NOT READY]（ノットレディ）の状態が継続されます。分析中にフローセルが取り外されると、[SHUT DOWN]（シャットダウン）が生成されます。

考えられる原因

- 1 分析中にフローセルが取り外されました。

対策

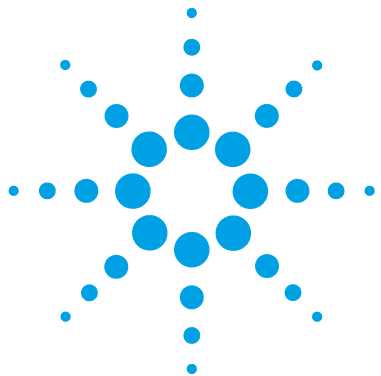
フローセルを挿入し、ランプをオンにします。

モーターエラー

注記

モノクロメータのモーターエラーは、検出器の**初期化中**または**動作中**に表示される可能性があります。励起側と蛍光側のそれぞれのメッセージがあります。エラーが生じたら、ランプ点灯を行なってください。これによりエラーが解消され、モーターの再初期化が実施されます。

モーターエラーが表示されたら、Agilent のサービス担当者に連絡してください。



8 テスト機能

概要	158
光路のダイアグラム	160
ランプ強度テスト	161
ランプ強度の履歴	162
ラマン ASTM S/N 比テスト	163
Agilent Lab Advisor の使用	167
結果の解釈	167
内蔵テストクロマトグラムの使用	168
Agilent Lab Advisor を使用した手順	168
波長のベリフィケーションとキャリブレーション	170
波長真度テスト	173
Agilent Lab Advisor の使用	173
結果の解釈	175
Agilent ChemStation の使用（手動）	176
波長キャリブレーションの手順	179

この章では、検出器の内蔵テスト機能について説明します。



概要

説明されているすべてのテストは、Agilent Lab Advisor ソフトウェア B.02.03 に基づいています。

その他のユーザーインターフェイスではすべてのまたは一部のテストを使用できない場合があります。

表 22 インターフェイスと使用できるテスト機能

インターフェイス	コメント	使用できる機能
Agilent Instrument Utilities	メンテナンステストを使用可能	- 強度 - 波長キャリブレーション
Agilent Lab Advisor	すべてのテストを使用可能	- 強度 - ASTM ドリフトおよびノイズ - 暗電流 - D/A コンバータ - 波長真度 - 波長キャリブレーション - テストクロマトグラム（ツール） - スペクトルスキャン（ツール） - モジュール情報（ツール） - 診断（ツール）

表 22 インターフェイスと使用できるテスト機能

インターフェイス	コメント	使用できる機能
Agilent ChemStation	一部のテストを使用可能 温度の追加	一部の Lab Advisor テスト
Agilent インスタントパイロット	一部のテストを使用可能	- 強度 - 波長キャリブレーション - スペクトルスキャン (ツール) - モジュール情報 (ツール) - 診断

インターフェイス使用の詳細については、インターフェイスのドキュメントを参照してください。

光路のダイアグラム

光路を 『160 ページ 図 53』 に示します。

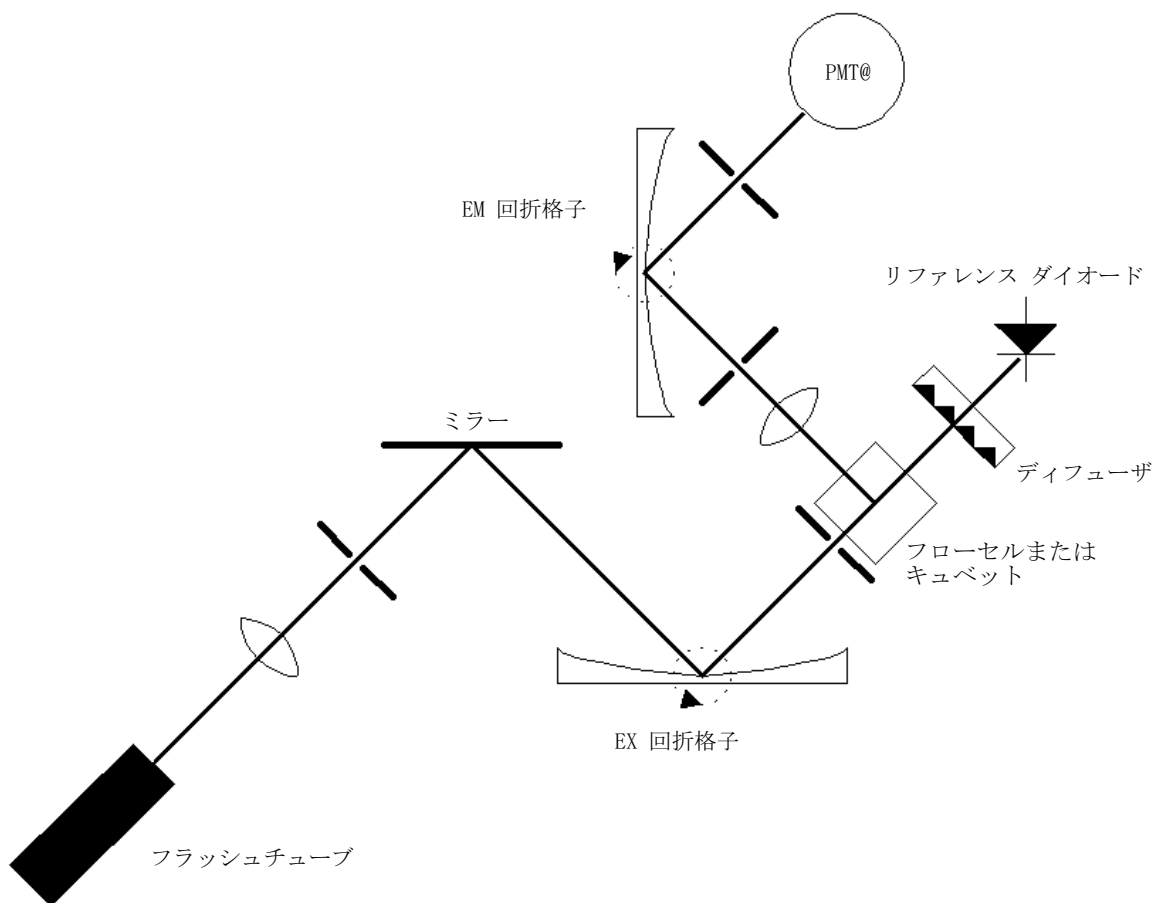


図 53 光路の概略

ランプ強度テスト

強度テストでは、リファレンス ダイオード（1 nm のステップで 200 ～ 1200 nm）を使用して強度スペクトルをスキャンし、それを診断バッファに保存します。スキャンはグラフィックウィンドウに表示されます。これ以上の評価は行いません。

このテストの結果は、ランプ履歴に保存されます（日付コードと強度）。

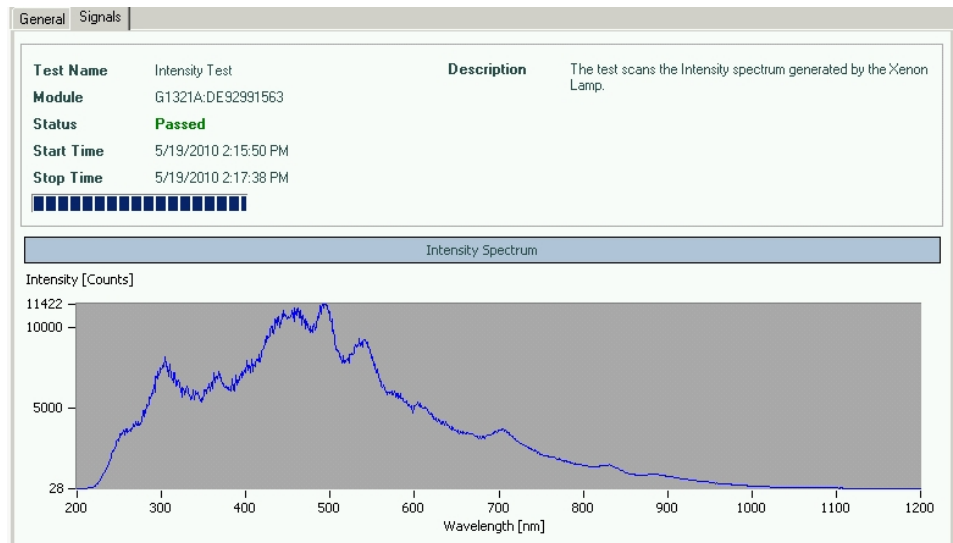


図 54 ランプ強度テスト (Agilent Lab Advisor)

注記

プロファイルは機器によって異なることがあります。ランプの使用期間やフローセル内の溶媒の状況（新しい水を使用しているか）などの要因に影響されます。

特に 250 nm より短い波長の紫外線は、可視波長範囲に比較してかなり早めに光量が低下します。一般に、[Lamp On during run]（分析中のみ点灯）に設定するか、または [economy mode]（エコノミーモード）を使用すると、ランプの寿命をかなり延ばすことができます。

ランプ強度の履歴

ランプ強度テストの結果は、最終テストから 1 週間以上経過している場合、ランプ履歴（日付コード、250 nm、350 nm、450 nm、600 nm の 4 種類の波長の強度）としてバッファに保存されます。データ/プロットは、診断画面から検索でき、時間軸に沿った強度データを提供します。

Available tables:				
Lamp Intensity History				
Date	Reference Diode Counts at 250nm	Reference Diode Counts at 350nm	Reference Diode Counts at 450nm	Reference Diode Counts at 600nm
01/28/2013 14:15	2143	2994	7166	3150
12/17/2012 13:55	10	9	9	9
12/17/2012 13:55	9	9	11	10
12/17/2012 13:49	10	11	10	10
10/29/2012 16:48	388	2120	5776	2766
12/08/2011 10:39	88	1004	1227	935
12/06/2011 11:31	576	2155	5532	2679

図 55 ランプ強度の履歴 (Agilent Lab Advisor の [Module Info] (モジュール情報) による)

ラマン ASTM S/N 比テスト

このテストでは、G1321 FLD 検出器のラマン ASTM S/N 比の検証を行います。

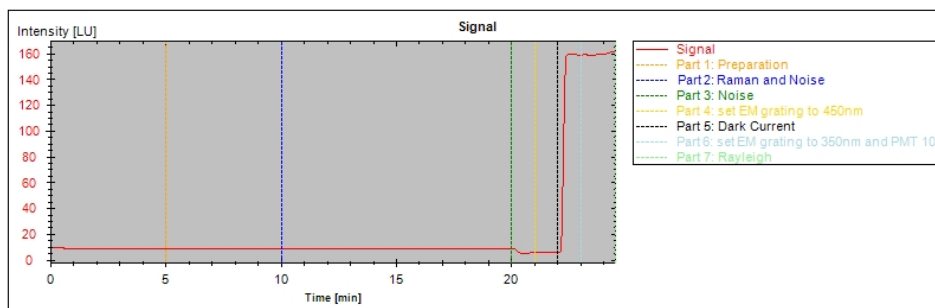


図 56 ラマン ASTM S/N 比テスト (Lab Advisor)

検出器のバージョンによって、仕様は異なります。

表 23 ラマン ASTM S/N 比の仕様

機器	SNR 仕様 ラマン / 暗	SNR 仕様 デュアル WL	コメント
G1321C (1260)	500 / 3000		FLF ボードリビジョン D 以降
G1321B (1260)	500 / 3000	300	FLF ボードリビジョン D 以降
G1321A (1200)	500	300	FLF ボードリビジョン D 以降
G1321A (1100)	400		FLF ボードリビジョン B 以降
G1321A (1100)	200		FLF ボードリビジョン A

条件：標準フローセル (G1321-60005、G5615-60005)、0.25 mL/min の水の流量

注記

[Dark]（暗）および [Dual WL]（デュアル WL）の値は、付加的な仕様です。標準の機器のチェックアウトには、[Raman]（ラマン）の値のみが使用されます。

注記

シグナルでのシングル波長の仕様は、Agilent Lab Advisor で測定できます。標準のチェックアウトでは使用されないその他のすべての項目は、『165 ページ 表 26』と 『165 ページ 表 27』の情報をを使用して手動で設定する必要があります。

表 24 ラマン S/N 比テスト条件

時間	約 23 分
標準フローセル	G1321-60005、G5615-60005
溶媒	LC クラスの水、脱気済み
流量	0.25 mL/min
仕様（シグナルでのシングル波長）	>500（『164 ページ 表 25』の設定による）
仕様（バックグラウンドでのシングル波長）	>3000（『165 ページ 表 26』の設定による）
仕様（デュアル波長）	>300（『165 ページ 表 27』の設定による）

表 25 シングル波長仕様の設定（シグナル）

時間	EX	EM	PMT	ベースライン
0	350	397	12	フリー
20.30	350	450	12	フリー

表 26 シングル波長仕様の設定（バックグラウンド）

時間	EX	EM	PMT	ベースライン
0	350	450	14	フリー
20.30	350	397	14	フリー

表 27 デュアル波長仕様の設定（マルチ蛍光スキャン）

時間	EX	EM_A	EM_B	スペクトル	下限	上限	ステップ	PMT	ベースライン	スペクトル適合
00.00	350	397	450	なし	280	450	10	12	フリー	オフ
20.30	350	450	450	なし	280	450	10	12	フリー	オフ

ラマン ASTM S/N 比値の計算式（詳細は、『166 ページ 図 57』を参照）：

$$\text{SNR_Raman} = \frac{\text{mean_raman}(\text{ex} = 350, \text{em} = 397) - \text{mean_background}(\text{ex} = 350, \text{em} = 450)}{\text{noise_raman}(\text{ex} = 350, \text{em} = 397)}$$

$$\text{SNR_Dark} = \frac{\text{mean_raman}(\text{ex} = 350, \text{em} = 397) - \text{mean_background}(\text{ex} = 350, \text{em} = 450)}{\text{noise_background}(\text{ex} = 350, \text{em} = 450)}$$

8 テスト機能

ラマン ASTM S/N 比テスト

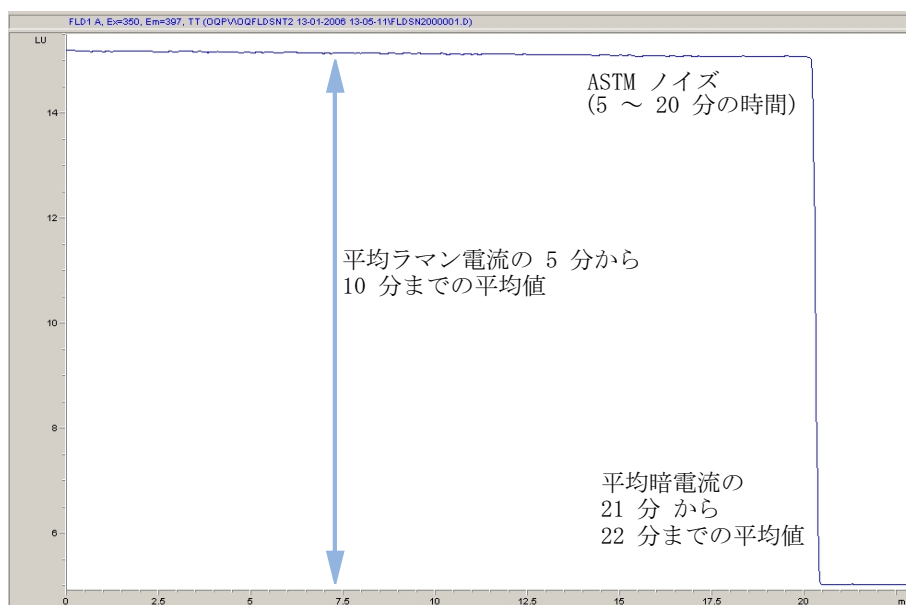


図 57 ラマン ASTM S/N 比の計算

Agilent Lab Advisor の使用

- 1 HPLC システムと Lab Advisor をセットアップします。
- 2 フローセルを清浄な再蒸留水でフラッシュします。
- 3 Lab Advisor でテストを開始します。

Test Name	Raman ASTM Signal/Noise Test	Description	The test determines the detector noise and drift over a period of 15 minutes at wavelength EX/EM= 350/397 nm. Then the wavelength changes to 350/450 nm.
Module	G1321A-DE81700118 (FLD)		
Status	Passed		
Start Time	4/16/2013 2:41:16 PM		
Stop Time	4/16/2013 3:06:24 PM		

Test Procedure		Result	
		Name	Value
✓	1. Check Prerequisites...	Raman ASTM	1337.94 SNR
✓	2. Measurement, Part 1: Preparation	Minimum Raman ASTM Limit	400 SNR
✓	3. Measurement, Part 2: Raman and Noise	Drift	-10.346 LU/h
✓	4. Measurement, Part 3: Noise		
✓	5. Measurement, Part 4: set EM grating to 450nm		
✓	6. Measurement, Part 5: Dark Current		
✓	7. Measurement, Part 6: set EM grating to 350nm and PMT 10		
✓	8. Measurement, Part 7: Rayleigh		
✓	9. Evaluate Data...		

図 58 ラマン ASTM S/N 比テスト (Agilent Lab Advisor)

(上記のように) このテストに失敗した場合は、『結果の解釈』167 ページ』を参照してください。

結果の解釈

テストで低いラマン値が表示されたら、以下をチェックしてください。

- ✓ フローセルの位置が正しいこと
- ✓ フローセルが汚れていないこと (清浄な再蒸留水でフラッシュします)
- ✓ 気泡がないこと (蛍光スキャンでチェックするか、セル / キュベットを目視確認します)
- ✓ 溶媒インレットフィルタ (フローセル内に気泡を生じさせるおそれがあります)

内蔵テストクロマトグラムの使用

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

内蔵テストクロマトグラムを使用すると、検出器からデータシステムへのシグナルパスやデータ解析を、インテグレータやデータシステムへのアナログ出力を介してチェックできます。クロマトグラムは、終了時間またはマニュアル操作のいずれかにより終了が実行されるまで連続的に繰り返されます。

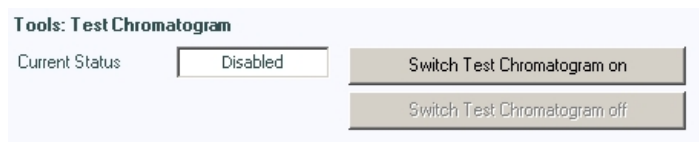
注記

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

Agilent Lab Advisor を使用した手順

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

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



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

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

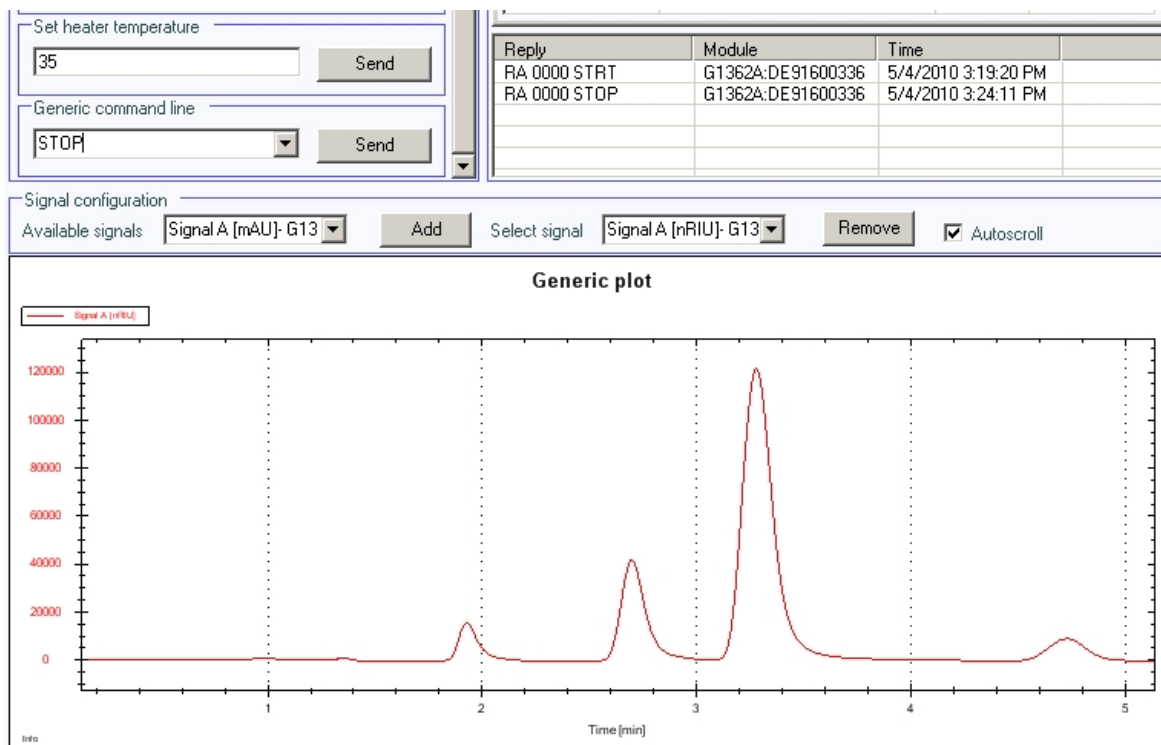


図 59 Agilent Lab Advisor によるテストクロマトグラム

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

注記

テストクロマトグラムは、分析終了時に自動的に電源が切れます。

波長のベリフィケーションとキャリブレーション

波長キャリブレーションはグリコーゲン溶液で行います。この溶液は、強力な弾性光散乱体として作用します（ASTM テストメソッド E388-72-1993 「Spectral Bandwidth and Wavelength Accuracy of Fluorescence Spectrometers」を参照）。グリコーゲン溶液をフローセル内に入れ、内蔵波長キャリブレーション機能を使用します。

アルゴリズムは、回折格子のさまざまな次数の評価と、基本的な回折格子方程式を適用した励起側と蛍光側の両方のモノクロメータの波長スケールの計算に基づいています。

注記

完全な波長キャリブレーションが常に必要であるとは限りません。ほとんどの場合、簡単な波長真度の確認で十分です。『170 ページ 表 28』を参照してください。

表 28 確認またはキャリブレーションを実行する理由

	ベリフィケーション	波長キャリブレーション
問題への関与	X	
GLP 準拠	X	
セルの交換	X	(X)
ランプの交換	X	(X)
モノクロメータの交換		X
メインボードの交換		X
光学ユニットの交換		X

(X) は、偏差が大きすぎる場合のみ必要です。

注記

波長キャリブレーションの前に、波長真度の確認を行なう必要があります。『「波長真度テスト」 173 ページ』を参照してください。偏差が ± 3 nm よりも大きい場合は、『「波長キャリブレーションの手順」 179 ページ』の記載に従って波長キャリブレーションを実施してください。

注記

波長キャリブレーションの所要時間は約 15 分で、それにキャリブレーションのサンプルとシステムのセットアップ時間が加わります。このスキャンで検出された最大強度に応じて、PMT ゲインが自動的に変更されますが、この変更にはスキャン 1 回につき 1 分を要します。

『172 ページ 表 29』に、波長キャリブレーション中に実行されるステップを示します。

励起側回折格子と蛍光側回折格子のキャリブレーションは、フローセルまたはキュベットから発生するレイリー散乱光を光電子増倍管で測定して行います。

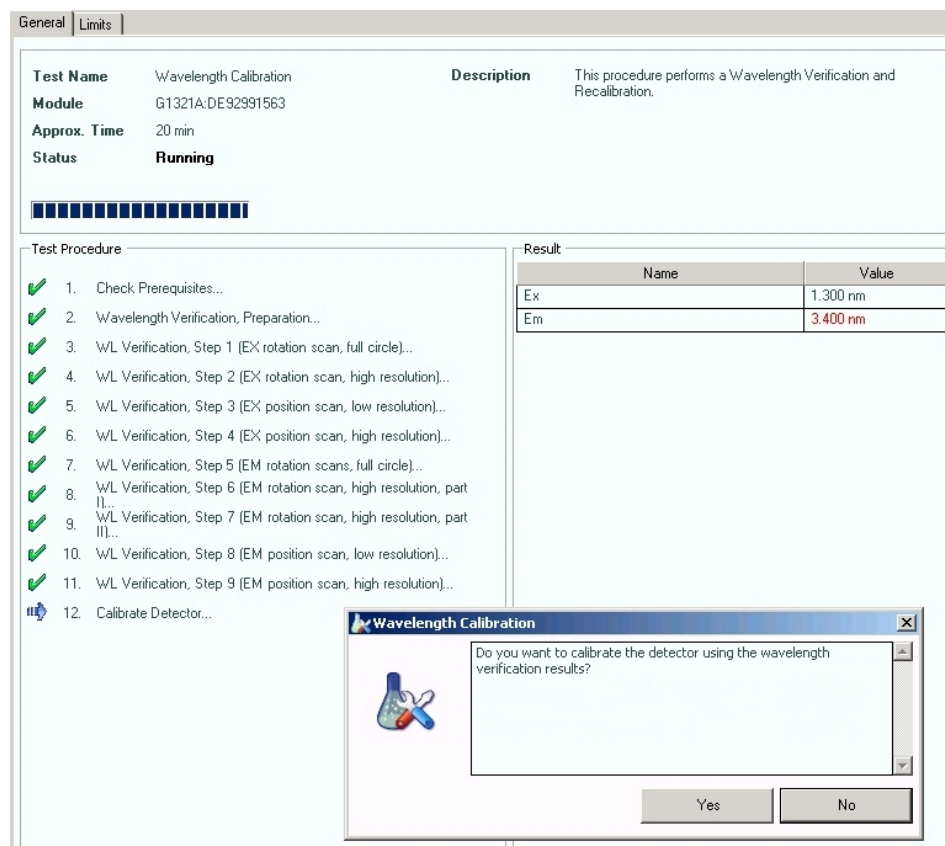


図 60 波長キャリブレーション (Agilent Lab Advisor)

8 テスト機能

波長のペリフィケーションとキャリブレーション

表 29 波長キャリブレーションのステップ

ステップ	説明	時間
1	準備	最大 30 秒
2	励起の回転スキャン、一周する	60 秒
3	励起の回転スキャン、高分解能	44 秒
4	励起の位置スキャン、低分解能	55 秒、変動あり
5	励起の位置スキャン、高分解能	260 秒、変動あり
6. n	蛍光の回転スキャン、一周する（スキャン回数は必要な PMT ゲインに依存、1 スキャン当り 1 分）	61 秒、変動あり
6. n	蛍光の回転スキャン、一周する（機器プロファイル）	9 秒
6. n	蛍光の回転スキャン、一周する（機器プロファイル）	9 秒
6. n	蛍光の回転スキャン、一周する（機器プロファイル）	9 秒
6. n	蛍光の回転スキャン、一周する（機器プロファイル）	9 秒
7	蛍光の回転スキャン、高分解能、パート I	44 秒
8	蛍光の回転スキャン、高分解能、パート II	44 秒
9	蛍光の位置スキャン、低分解能	50 秒、変動あり
10	蛍光の位置スキャン、高分解能	250 秒、変動あり

注記

「変動あり」は、時間が若干長くなる可能性があることを意味します。

ランプがオフになっていると、キャリブレーションがステップ 1 か 2 の間に停止し、「Wavelength Calibration Failed（波長キャリブレーションの失敗）」のメッセージが表示されます。『「Wavelength Calibration Failed」[154 ページ](#)』を参照してください。

波長真度テスト

Agilent Lab Advisor の使用

- 1 HPLC システムと Agilent Lab Advisor をセットアップします。
- 2 フローセルを清浄な再蒸留水でフラッシュします。
- 3 FLD ランプをオンにします。
- 4 波長真度テストを実行します。
- 5 FLD は、397 nm の蛍光波長を使用したマルチ励起モードに移行し、期待される 350 nm $\pm$ 20 nm の最大値の範囲をスキャンします。

結果として、350 nm $\pm$ 3 nm の範囲に最大値が見られる必要があります。『173 ページ 図 61』を参照してください。

FLD は、350 nm の励起波長を使用したマルチ蛍光モードに移行し、期待される 397 nm $\pm$ 20 nm の最大値の範囲をスキャンします。

結果として、397 nm $\pm$ 3 nm の範囲に最大値が見られる必要があります。『173 ページ 図 61』を参照してください。

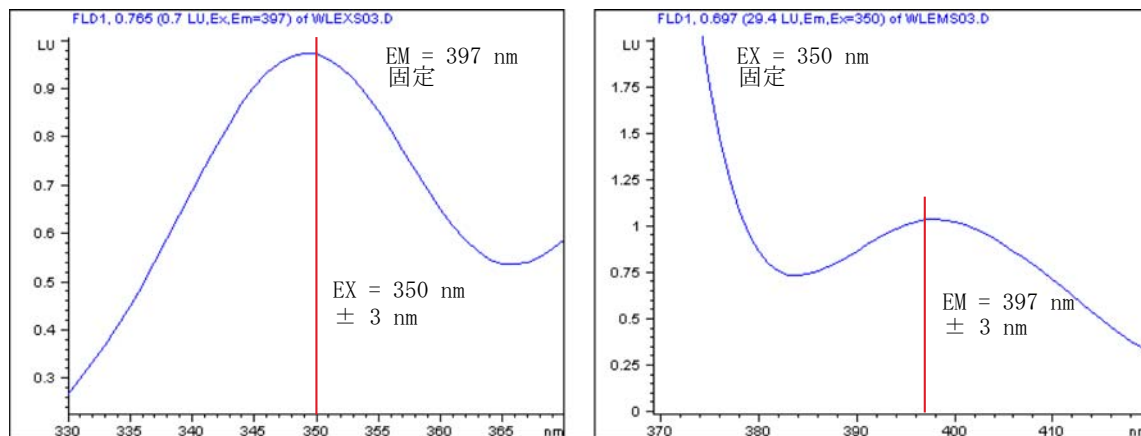


図 61 励起 / 蛍光スペクトル（期待される結果）

8 テスト機能

波長真度テスト

注記

プロットの EX=397 nm および EX=350 nm (± 3 nm) の周辺に最大値が見られない場合は、テスト失敗です。『「結果の解釈」 175 ページ』を参照してください。

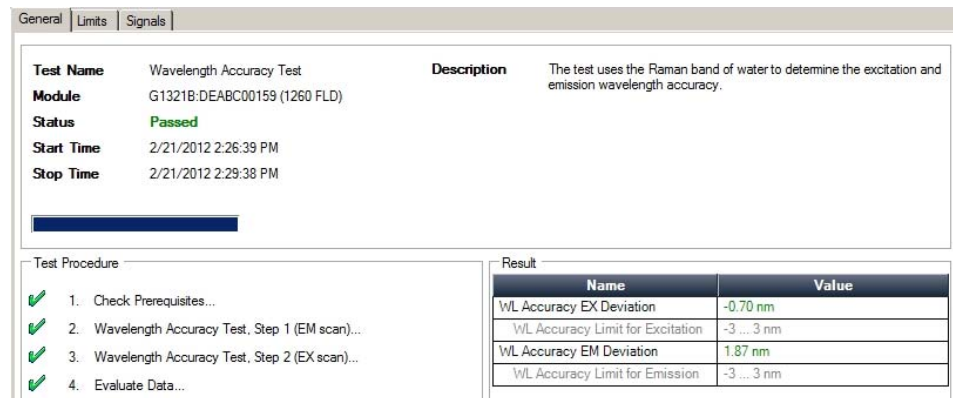


図 62 Lab Advisor による波長真度テスト

テストに失敗した場合は、[Signals] (シグナル) タブで EX または EM 側の最大値を確認してください。

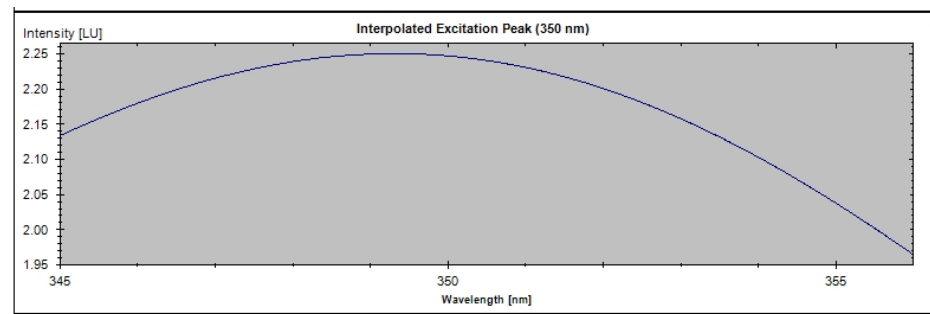


図 63 良好な EX 最大値の例

プロットの EX=397 nm および EX=350 nm (± 3 nm) の周辺に最大値が見られない場合は、テスト失敗です。下図を参照してください。また、『「結果の解釈」 175 ページ』を参照してください。

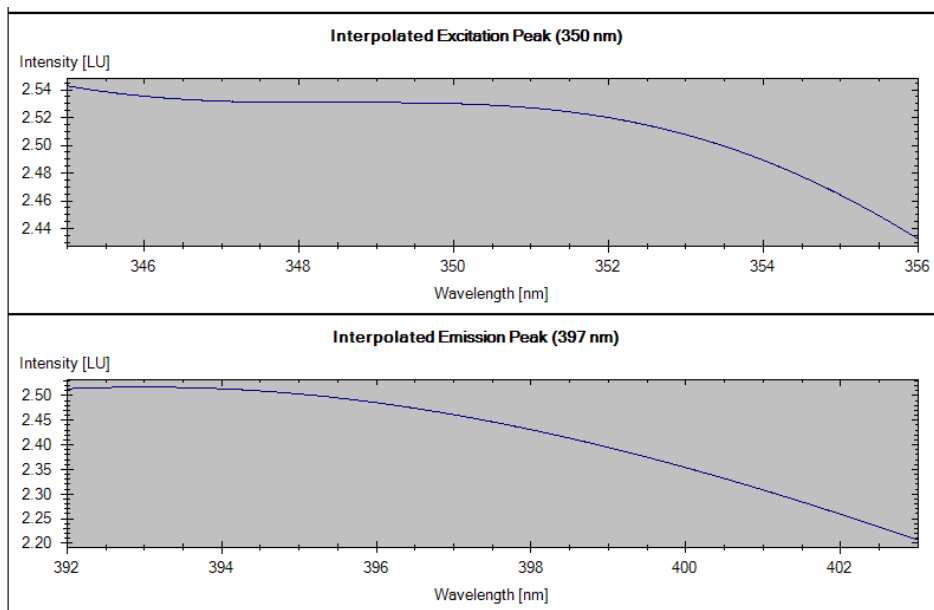


図 64 不良な EX/EM 最大値の例（最大値が見られない）

結果の解釈

テストに失敗したら、以下をチェックしてください。

- ✓ フローセルの位置が正しいこと
- ✓ フローセルが汚れていないこと（清浄な再蒸留水でフラッシュします）
- ✓ 気泡がないこと（蛍光スキャンでチェックするか、セル / キュベットを目視確認します）
- ✓ 溶媒インレットフィルタ（フローセル内に気泡を生じさせるおそれがあります）
- ✓ 光路に汚れがないことを確認する（サービス）
- ✓ ランプやトリガーパックアセンブリの位置合わせを確認する（サービス）
- ✓ 波長キャリブレーションを実施する

Agilent ChemStation の使用（手動）

- 『176 ページ 表 30』のリストに記載されている WLEMTEST および WLEXTEST のメソッドを作成します。

表 30 メソッド設定

設定	EM WL 397 nm のチェック WLEMTEST	EX WL 350 nm のチェック WLEXTEST
ピーク幅	>0.2 分（4 秒、標準）	>0.2 分（4 秒、標準）
スペクトル範囲の適合	オフ	オフ
PMT ゲイン	12	12
フラッシュランプ	オン	オン
スペクトル範囲	EM 367 ～ 417 nm、 1 nm ステップ	EX 330 ～ 380 nm、 1 nm ステップ
スペクトル保存	信号以外のすべて	信号以外のすべて
EX 波長	350 nm、オン	350 nm、オフ
EM 波長	397 nm、オフ	397 nm、オン
マルチ波長設定	マルチ EM	マルチ EX

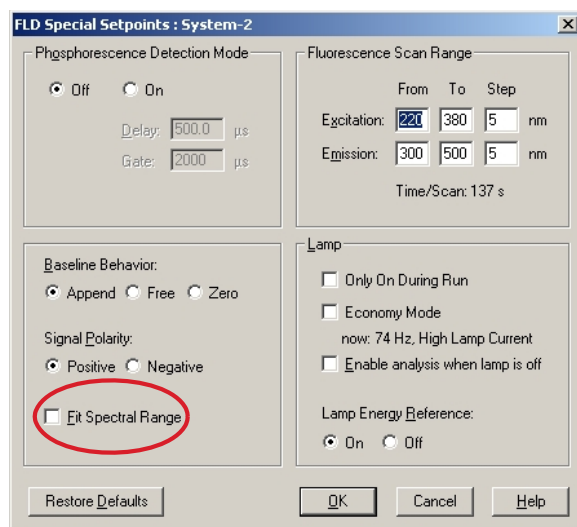


図 65 スペシャル設定値

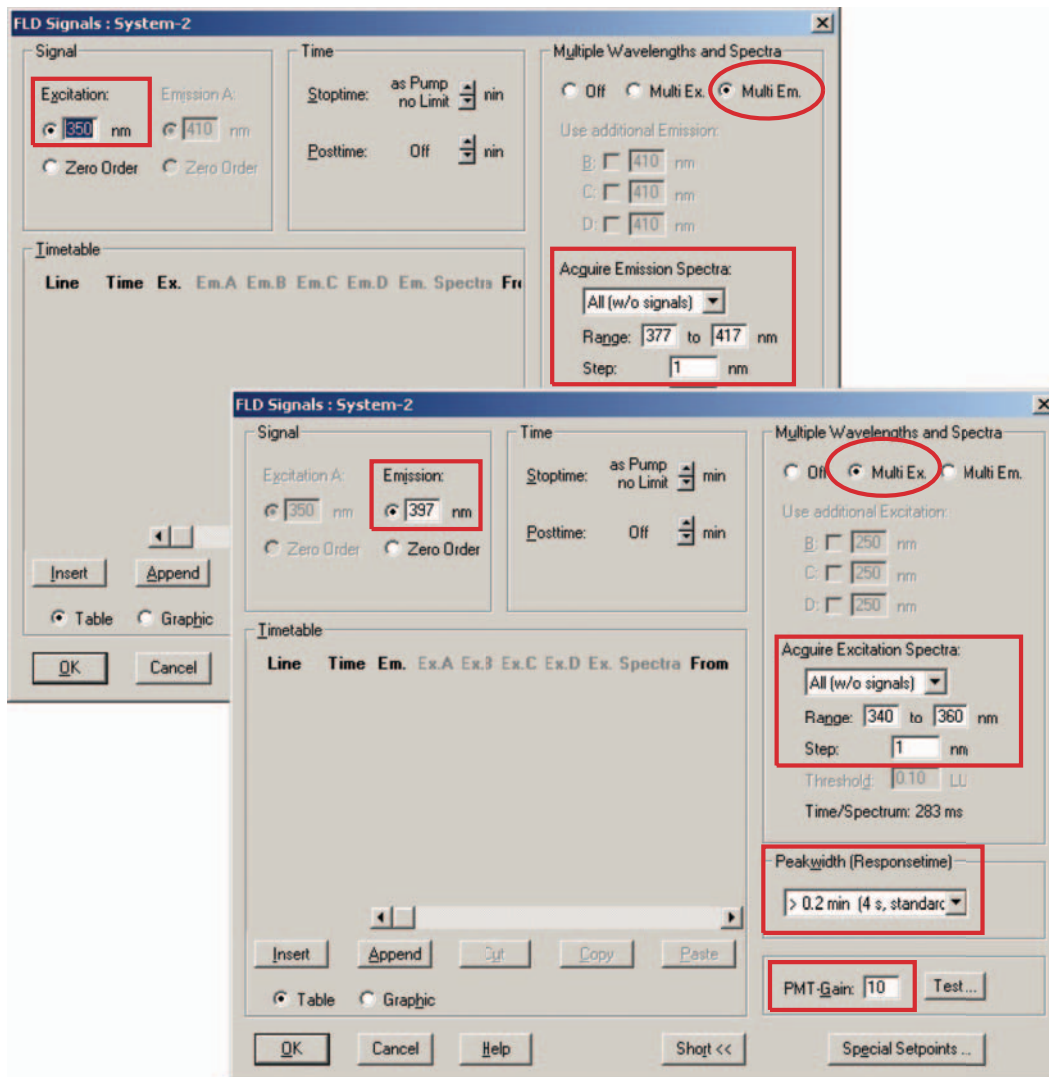


図 66 EM / EX スキャンの設定

- 2 メソッド WLEXTEST を読み込みます。FLD はマルチ蛍光モードに移行し、期待される 397 nm $\pm$ 20 nm の最大値の範囲をスキャンします。

8 テスト機能

波長真度テスト

- 3 ポンプを起動し、セルを水で数分間フラッシュしてフローセルを洗浄します。流量を 0.5 ～ 1 mL/min とし、ベースラインを安定させる必要があります。

注記

フローセルを取り外して気泡の有無をチェックすることができます。セルを再度挿入してから、ランプをオンにしてください。

- 4 オンラインスペクトルのプロットを開いて、『173 ページ 図 61』（左側）に見られるような最大値を確認します。
- 5 メソッド **WLEMTEST** を読み込みます。FLD はマルチ励起モードに移行し、期待される 350 nm ± 20 nm の最大値の範囲をスキャンします。
- 6 オンラインスペクトルのプロットを開いて、『173 ページ 図 61』（右側）に見られるような最大値を確認します。

波長キャリブレーションの手順

日時： アプリケーションが要求する場合、または 『172 ページ 表 29』を参照してください。

必要なツール： 説明
化学天秤

必要な部品：	<table border="0"> <tr> <th style="text-align: left;">部品番号</th> <th style="text-align: left;">説明</th> </tr> <tr> <td>5063-6597</td> <td>キャリブレーションサンプル（グリコーゲン）</td> </tr> <tr> <td>9301-1446</td> <td>シリンジ</td> </tr> <tr> <td>9301-0407</td> <td>ニードル</td> </tr> <tr> <td>5190-5111</td> <td>シリンジフィルター、0.45 μm（100 個入）</td> </tr> <tr> <td>0100-1516</td> <td>継ぎ手（オス PEEK、2/pk）</td> </tr> </table>	部品番号	説明	5063-6597	キャリブレーションサンプル（グリコーゲン）	9301-1446	シリンジ	9301-0407	ニードル	5190-5111	シリンジフィルター、0.45 μm（100 個入）	0100-1516	継ぎ手（オス PEEK、2/pk）
部品番号	説明												
5063-6597	キャリブレーションサンプル（グリコーゲン）												
9301-1446	シリンジ												
9301-0407	ニードル												
5190-5111	シリンジフィルター、0.45 μm（100 個入）												
0100-1516	継ぎ手（オス PEEK、2/pk）												

1 グリコーゲンキャリブレーション サンプルの調製

- a 10 mg のグリコーゲンサンプルを使用して 10 mL のキャリブレーション溶液を作ります（許容範囲は± 20% となっていますが、それほど厳密ではありません）。
- b 適当なボトルまたはバイアルに調製したサンプルを入れます。
- c 10 mL の蒸留水をバイアルに入れて振ります。
- d 5 分待って、もう一度振ってください。10 分後に溶液ができあがります。

2 フローセルの準備

- a フローセルを水でフラッシュします。
- b フローセルからインレットキャピラリーを取り外します。
- c シリンジアダプタにニードルを取り付けます。
- d 約 1.0 mL のキャリブレーション サンプルをシリンジで計量します。
- e シリンジを水平に保ちます。
- f ニードルを取り外します。

8 テスト機能

波長キャリブレーションの手順

- g シリンジにフィルタを付けて、フィルタにニードルを取り付けます。

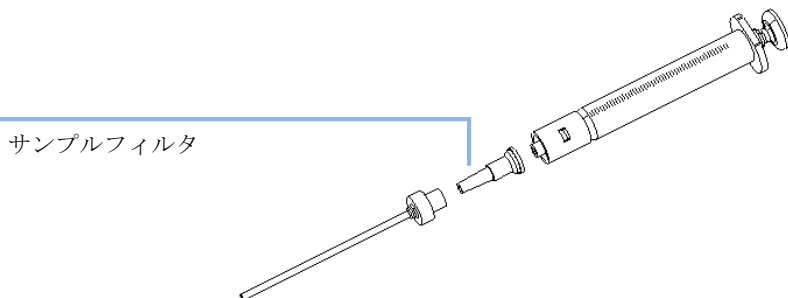


図 67 サンプルフィルタを付けたシリンジ

- h ニードルの先端を上に向けて、注意しながらサンプルを約 0.5 mL 排出し、シリンジ内の空気を除いてニードルをフラッシュします。
- i PEEK 継ぎ手をニードルの先端に付け、フローセルの入口に取り付けます。

注記

サンプルフィルタなしでキャリブレーション サンプルを注入しないでください。

- j 約 0.2 mL をゆっくり注入し、およそ 10 秒待ってから、さらに 0.1 mL を注入します。こうすると、セルが確実にサンプルで満たされます。

3 波長のキャリブレーション

- a ユーザーインターフェイスで、FLD 波長キャリブレーションを開始します (『[182 ページ 図 70](#)』を参照)。
- Agilent Lab Advisor の場合: [Calibrations] (キャリブレーション)
 - Agilent ChemStation の場合: [Diagnosis] (診断) > [Maintenance] (メンテナンス) > [FLD Calibration] (FLD キャリブレーション)
 - インスタントパイロット (G4208A) の場合: [Maintenance] (メンテナンス) > [FLD] > [Calibration] (キャリブレーション)

注記

波長キャリブレーションの手順に失敗した場合は、『「Wavelength Calibration Failed」 [154 ページ](#)』を参照してください。

- b 偏差が表示されたら、[Yes]（はい）を押して新しい値に調整するか（Lab Advisor の場合）、または [Adjust]（調整）と [OK] を押してください（ChemStation の場合、次ページを参照）。履歴テーブルが更新されます。

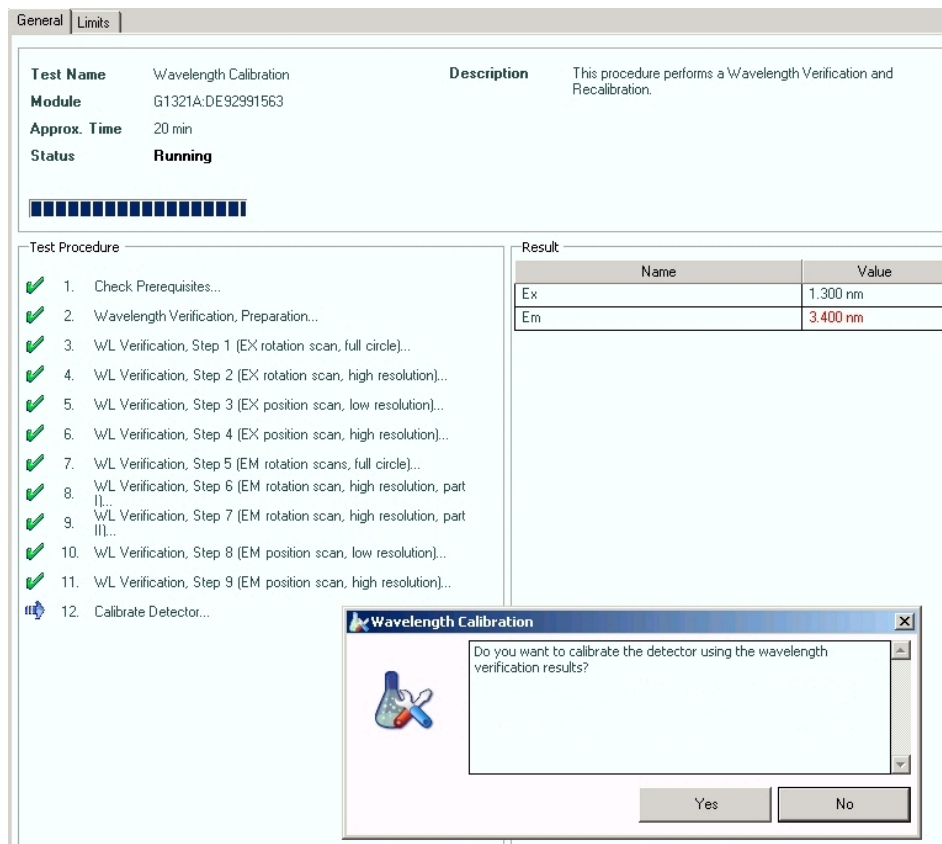


図 68 波長キャリブレーション (Agilent Lab Advisor)

8 テスト機能

波長キャリブレーションの手順

WL Calibration History

Date	Deviation of Excitation	Deviation of Emission
02/11/2010 12:54	0.3	-1.6
02/09/2010 12:22	0.0	0.0
02/09/2010 11:48	13.2	12.5
10/20/2009 10:41	-2.2	0.5
07/21/2009 13:41	23.2	-1.1
07/21/2009 12:22	0.1	0.1
07/21/2009 11:31	-19.7	-6.6
08/25/2006 12:05	-0.2	0.2
01/09/2006 16:02	-0.2	-0.1
01/09/2006 15:30	0.6	0.8

図 69 キャリブレーション履歴 (Agilent Lab Advisor の [Module Info] (モジュール情報) による)

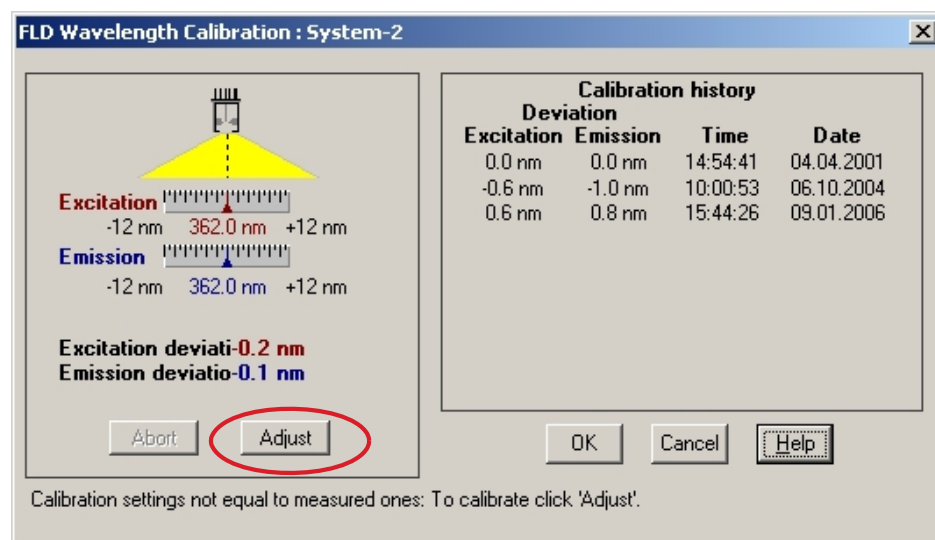


図 70 波長キャリブレーション (Agilent ChemStation)

注記

履歴テーブル (ChemStation) を見るには、波長キャリブレーションを開始してからすぐに中断してください。この時点ではキャリブレーションは変更されていません。

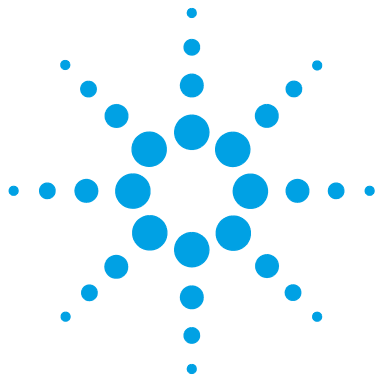
注記

最低 1.5 mL/min の純水でフローセルを洗浄し、セルとキャピラリからグリコーゲンを取り除きます。洗浄を行わずに有機溶媒を使用すると、キャピラリが詰まる場合があります。

- 4 『「波長真度テスト」 173 ページ』による確認
 - a キャピラリをフローセルに再び取り付けます。
 - b 『「波長真度テスト」 173 ページ』の手順に従います。

8 テスト機能

波長キャリブレーションの手順



9 メンテナンス

メンテナンス概要	186
警告と注意	187
メンテナンスの概要	189
モジュールのクリーニング	190
フローセルの交換	191
キューベットの使用方法	195
フローセルのフラッシュ	196
リークの補正	197
リーク処理システム部品の交換	198
インターフェイスボードの交換	199
モジュールのファームウェアの交換	200
テストおよびキャリブレーション	201

この章では、検出器のメンテナンスに関する一般情報を説明します。



メンテナンス概要

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

注記

修理可能な部品は内部にありません。
モジュールを開けないでください。

警告と注意

警告

有毒、可燃性および有害な溶媒、サンプル、試薬

溶媒、サンプル、および試薬の取り扱いには、健康や安全性を脅かす危険性が伴うことがあります。

- これらの物質を取り扱う場合は、供給元の提供する物質の取り扱いおよび安全データシートに記載された適切な安全手順（保護眼鏡、安全手袋、および防護衣の着用など）に従ってください。
- 使用する物質の量は、分析のために必要な最小限の量に抑えてください。
- 爆発性雰囲気の中で機器を操作することはおやめください。

警告

検出器光線による目の障害



本製品に使用されている光学システムのランプの光を直接目で見ると、目を傷める危険があります。

- 重水素ランプを取り外す際は、必ず光学システムのランプをオフにしてください。

警告

感電

モジュールの修理作業によって人身障害が起こる恐れがあります（カバーを開けたままにして感電するなど）。

- 本装置のカバーは取り外さないでください。
- モジュール内部の修理は、有資格者だけに許可されています。

警告

人身障害と製品の損害

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

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

注意

外部装置の安全規格

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

メンテナンスの概要

以下のページでは、メインカバーを開けずに行える検出器のメンテナンス（簡単な修理）を説明します。

表 31 簡単な修理

手順	通常の実行時期	注記
フローセルの交換	別のタイプのフローセルが必要になった場合、またはフローセルに欠陥が生じた場合	アセンブリ全体交換後、波長キャリブレーションチェックを行います。 フローセルを取り外して取り付けた場合は、クイックキャリブレーションチェックを行います。不合格の場合は、波長リキャリブレーションを行う必要があります。『「波長のベリフィケーションとキャリブレーション」170 ページ』を参照してください。
フローセルのフラッシュ	フローセルが汚れている場合	
リークセンサの乾燥	リークが発生した場合	リークをチェックしてください。
リーク処理システムの交換	破損または腐蝕した場合	リークをチェックしてください。

モジュールのクリーニング

モジュールケースをクリーニングする際は、少量の水または弱い洗剤を水で薄めた溶液に浸した柔らかい布を使用してください。

警告

モジュールの電子コンパートメントに液体が入ると、感電やモジュールの損傷を引き起こす恐れがあります。

- クリーニング中は多量の水分を含んだ布を使用しないでください。
 - 流路内の連結部を開く前には必ず、すべての溶媒ラインを排水してください。
-

フローセルの交換



バイオイナートモジュールについては、バイオイナートの部品のみを使用してください。

日時： 別のタイプのフローセルが必要になった場合、またはフローセルに欠陥が生じた（リークがある）場合

必要なツール： 説明
レンチ、1/4 inch
キャピラリー接続用

必要な部品：	番号	部品番号	説明
	1	G1321-60005	フローセル、8 μ L、20 bar (pH 1 - 9.5)
	1	G1321-60015	フローセル、4 μ L、20 bar (pH 1 - 9.5)
	1	G5615-60005	バイオイナートフローセル、8 μ L、20 bar (pH 1 - 12) (キャピラリーキットフローセル BIO (部品番号 G5615-68755) を含む)
	1	G1321-60007	FLD キュベットキット、8 μ L、20 bar

必要な準備： 流量をオフにします。

注意

サンプルの分解と機器の汚染

流路に存在する金属製の部品がサンプルに含まれる生体分子に反応し、サンプルの分解と汚染が引き起こされます。

- バイオイナートのアプリケーションについては、本マニュアルで説明するバイオイナートの記号、またはその他のマーカで特定することが可能な専用のバイオイナート部品を必ず使用してください。
- バイオイナートと非バイオイナートのモジュールまたは部品をバイオイナートシステムの中で混合させないでください。

9 メンテナンス

フローセルの交換

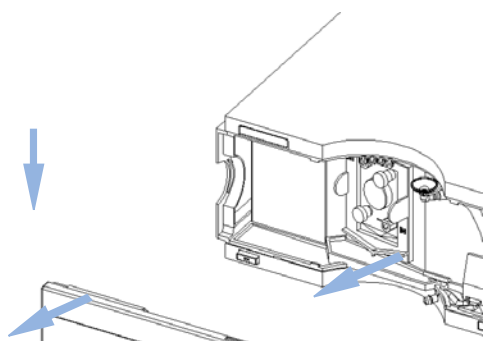
注記

インレットキャピラリをフローセルの出口接続部に取り付けしないでください。性能の低下につながります。

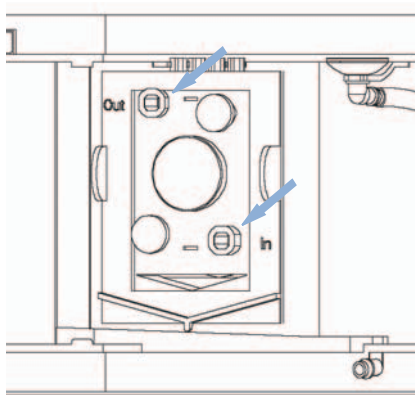
注記

フローセルをしばらく使用しない（保管する）場合は、フローセルをイソプロパノールでフラッシュして、次の部材を使用してセルを閉じてください：プラグネジ – フィッティング (0100-1259)。

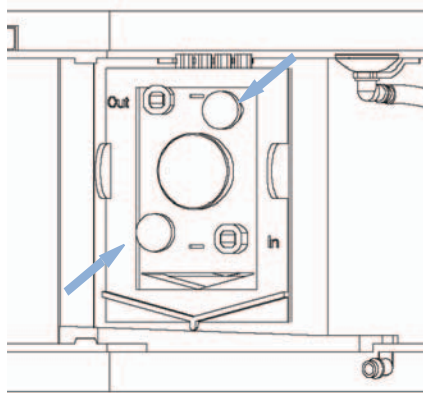
- 1** リリースボタンを押して前面カバーを外し、フローセル領域にアクセスできるようにします。



- 2** キャピラリをフローセルから取り外します。



- 3 つまみネジを緩め、フローセルをコンパートメントから引き出します。

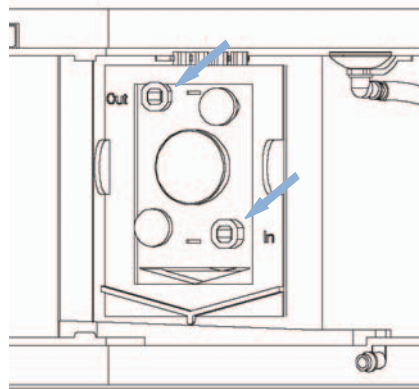


注記

フローセルのラベルには、部品番号、セルボリューム、および最大圧力に関する情報が記載されています。セルのタイプは自動的に検出されます。

フローセルには交換できる部品はありません。欠陥がある（リークがある）場合は、フローセル全体を交換する必要があります。

- 4 フローセルを挿入し、つまみネジを締めます。キャピラリをフローセルに再接続します。インレットキャピラリをフローセルの出口接続部に取り付けしないでください。性能の低下や損傷につながります。



注記

システムに他の検出器が組み込まれている場合は、蛍光検出器を流路内の最後に設置します（ただし、LC-MSD のような成分の蒸発が伴う検出器の場合を除く）。蛍光検出器が最後にないと、他の検出器の背圧によってフローセルに負荷がかかりすぎ、セルの破損につながります。最大圧力は 20 bar (2 MPa) となっています。

アクセサリキットに用意されているアウトレットキャピラリセットを必ず使用してください。

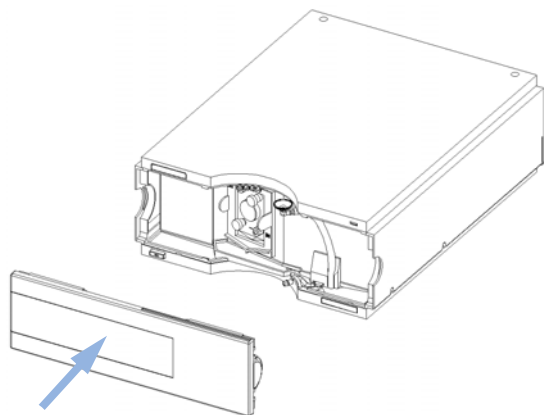
注記

リークをチェックするには、溶媒を流してフローセル（セルコンパートメントの外側）とすべてのキャピラリ接続部を確認します。

9 メンテナンス

フローセルの交換

- 5 前面カバーを取り付けます。



注記

『「波長のベリフィケーションとキャリブレーション」 170 ページ』の章の説明に従って波長ベリフィケーションを行い、フローセルが正しく取り付けられているかをチェックします。

キューベットの使用方法

キューベットはオフライン測定で使⽤します（送液システム不要）。基本的には標準フローセルと同じですが、以下のような違いがあります。

- シリンジで簡単に注⼊を行えるように、⼝径の⼴いキャピラリ接続になっている。
 - セル自動認識システム用の識別レバーが備わる。
- 1 標準フローセルの代わりにキューベットを取り付けます。
 - 2 廃液用チューブをキューベットの⼝に接続します。
 - 3 シリンジで化合物を注⼊します（『「キューベットキット」 [206 ページ](#)』を参照）。
 - 4 蛍光スキャン用のパラメータを設定します（[Special Setpoints]（スペシャルセットポイント）の中）。
 - 5 ユーザーインタフェースで [Take Fluorescence Scan]（蛍光スキャンの実⾏）を選択し、オフライン測定を開始します。

フローセルのフラッシュ

日時： フローセルが汚れた場合

必要なツール： 説明
ガラスシリンジ
アダプタ

必要な部品： 番号 説明
1 再蒸留水、硝酸（65 %）、廃液用チューブ

警告

危険な濃度の硝酸

硝酸によるフラッシュは、汚れたセルに対する絶対確実な解決方法というわけではありません。新しいセルに交換をする前に、セルを回復させる最後の手段として行います。セルは消耗品であるということを念頭に入れておいてください。

→ 安全性には十分注意を払ってください。

注記

フローセル内の水性溶媒は、藻を増やすことがあります。藻は蛍光を発します。このため、フローセル内に水性溶媒を長期間入れたままにしないでください。数パーセントの有機溶媒（約 5 % のアセトニトリルまたはメタノール）を添加してください。

- 1 蒸留水でフラッシュします。
- 2 ガラスシリンジを使用して硝酸（65%）でフラッシュします。
- 3 この溶媒をセル内に入れたまま、1 時間ほど放置します。
- 4 蒸留水でフラッシュします。

注記

20 bar（0.2 MPa）の圧力限界値を超えないようにしてください。

リークの補正

日時： フローセル領域またはキャピラリの接続部にリークが発生した場合

必要なツール：

説明

ティッシュペーパー

レンチ、1/4 inch

キャピラリ接続用

- 1 前面カバーを取り外します。
- 2 ティッシュペーパーを使用して、リークセンサ領域とリーク受けを拭取り乾燥させます。
- 3 キャピラリ接続部とフローセル領域にリークがないか確認し、必要な場合は処置を施します。
- 4 前面カバーを元に戻します。

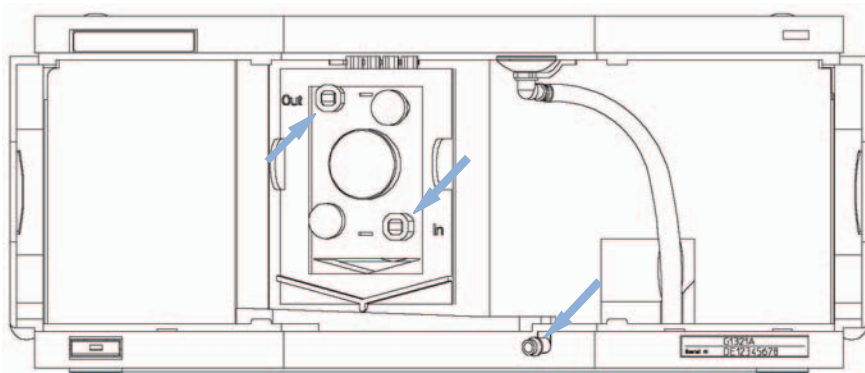


図 71 リークの確認

リーク処理システム部品の交換

日時： 部品が腐食したか破損した場合

必要な部品：	番号	部品番号	説明
	1	5041-8388	漏斗
	1	5041-8389	漏斗ホルダ
	1	5042-9974	リークチューブ（1.5 m、120 mm が必要）

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

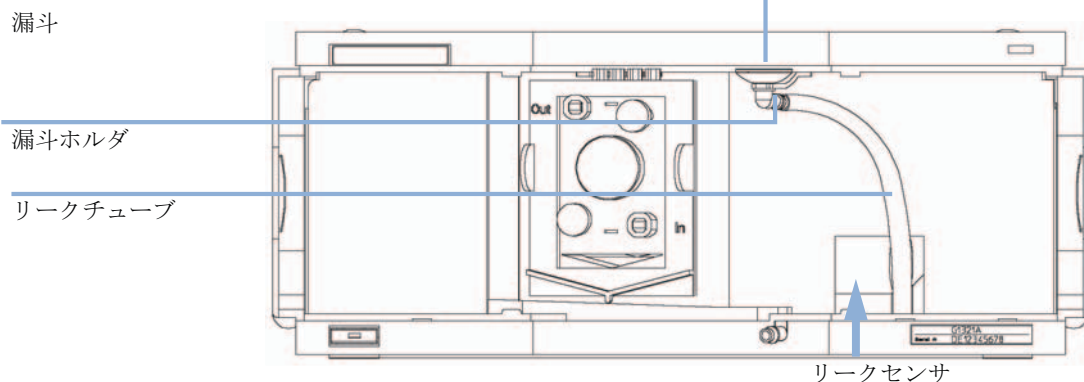


図 72 リーク処理システム部品の交換

インターフェイスボードの交換

日時： 検出器内部のすべての修理、またはボードを取り付ける場合

必要な部品：	番号	部品番号	説明
	1	G1351-68701	外部接点および BCD 出力のあるインタフェースボード (BCD)
	1	G1369B または G1369-60002	インタフェースボード (LAN)
または	1	G1369C または G1369-60012	インタフェースボード (LAN)

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

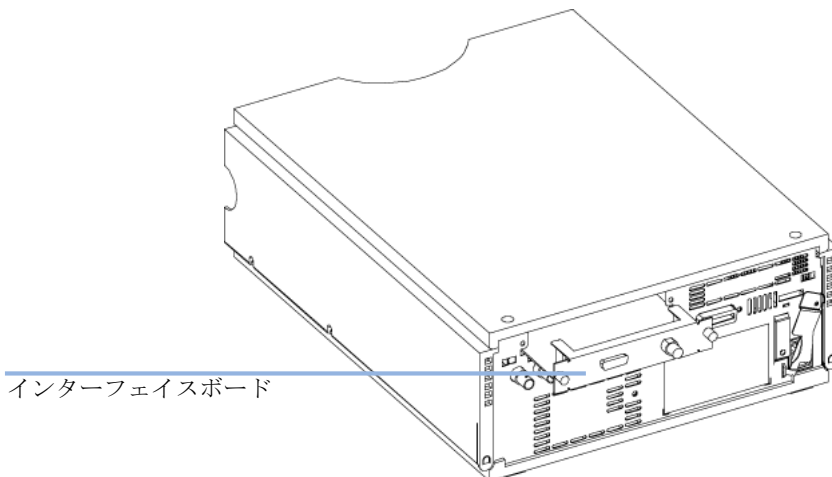


図 73 インターフェイスボードの場所

モジュールのファームウェアの交換

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

- 必要なツール：
- 説明
- LAN/RS-232 ファームウェア更新ツール
- または
- Agilent ラボアドバイザソフトウェア
- または
- インスタントパイロット G4208A
(モジュールがサポートしている場合のみ)

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

- 必要な準備：
- ファームウェア更新ツールに付属するドキュメントをお読みください。
- モジュールのファームウェアをアップグレード / ダウングレードするには、以下の操作を行います。
- 1 必要なモジュールファームウェア、最新の LAN/RS-232 ファームウェア更新ツール、Agilent ウェブサイトにある付属文書をダウンロードします。
 - http://www.chem.agilent.com/_layouts/agilent/downloadFirmware.aspx?whid=69761
 - 2 モジュールにファームウェアを読み込むには、付属のドキュメントの手順に従います。

モジュール特定情報

このモジュールの特定情報はありません。

テストおよびキャリブレーション

ランプとフローセルのメンテナンス後には、以下のテストが必要です。

- 『「ランプ強度テスト」 [161 ページ](#)』.
- 『「波長のベリフィケーションとキャリブレーション」 [170 ページ](#)』

9 メンテナンス

テストおよびキャリブレーション



10 メンテナンス用部品

メンテナンス部品の概要 204

キューベットキット 206

アクセサリキット 207

この章では、メンテナンス用部品について説明します。



メンテナンス部品の概要

部品番号	説明
G1321-60005	フローセル、8 μ L、20 bar (pH 1 – 9.5)
または G1321-60015	フローセル、4 μ L、20 bar (pH 1 – 9.5) には、内径 0.12 mm のキャピラリー (p/n G1316-87318、長さ 300 mm など)、内径 0.12 mm (p/n G1316-68716) 用キャピラリーキットの一部が必要です。
または G5615-60005	バイオイナートフローセル、8 μ L、20 bar (pH 1 – 12) (キャピラリーキットフローセル BIO (p/n G5615-68755) を含む)
G5615-68755	キャピラリーキットフローセル BIO (0.18 mm x 1.5 m のキャピラリー PK および PEEK フィッティング 10/PK (p/n 5063-6591) を含む)
G1321-60007	FLD キュベットキット、8 μ L、20 bar
9301-0407	ニードル
9301-1446	シリンジ
5067-4691	フロントパネル DAD/VWD/FLD (1260/1290)
5041-8388	漏斗
5041-8389	漏斗
5041-8387	チューブ止め具
5062-2463	フレックス チューブ、ポリプロピレン製、内径 6.5 mm、5 m
5062-2462	PTFE チューブ 0.8 mm x 2 m、再注文用は 5 m
5181-1516	CAN ケーブル、Agilent モジュール間、0.5 m
5181-1519	CAN ケーブル、Agilent モジュール間、1 m

部品番号	説明
G1369B または G1369-60002	インタフェースボード (LAN)
5023-0203	クロスオーバーネットワークケーブル、シールド付き、3 m (ポイントツーポイント接続用)
5023-0202	ツイストペアネットワークケーブル、シールド付き、7 m (ポイントツーポイント接続用)
01046-60105	Agilent モジュールから汎用への接続 (アナログ)
G1351-68701	外部接点および BCD 出力のあるインタフェースボード (BCD)

波長キャリブレーション用部品については、『「標準アクセサリキット」 [207 ページ](#)』を参照してください。

キューベットキット

部品番号	説明
G1321-60007	FLD キューベットキット、8 μ L、20 bar、以下を含む
5062-2462	PTFE チューブ 0.8 mm x 2 m、再注文用は 5 m
79814-22406	ST フィッティング
0100-0043	ST フロントフェラル
0100-0044	ST バックフェラル
0100-1516	継ぎ手（オス PEEK、2/pk）
9301-0407	ニードル
9301-1446	シリンジ

アクセサリキット

標準アクセサリキット

アクセサリキット (G1321-68755) には、検出器の設置と修理 / キャリブレーションに必要なアクセサリと工具が含まれています。

品目	部品番号	説明
1	5062-2462	PTFE チューブ 0.8 mm x 2 m、再注文用は 5 m
2	0100-1516	継ぎ手 (オス PEEK、2/pk)
3	G1315-87311	キャピラリ ST 0.17 mm x 380 mm S/S カラム - 検出器 (ST フェラルフロント、ST フェラルバック、ST フィッティングを含む)
4	0100-0043	ST フロントフェラル
5	0100-0044	ST バックフェラル
6	79814-22406	ST フィッティング

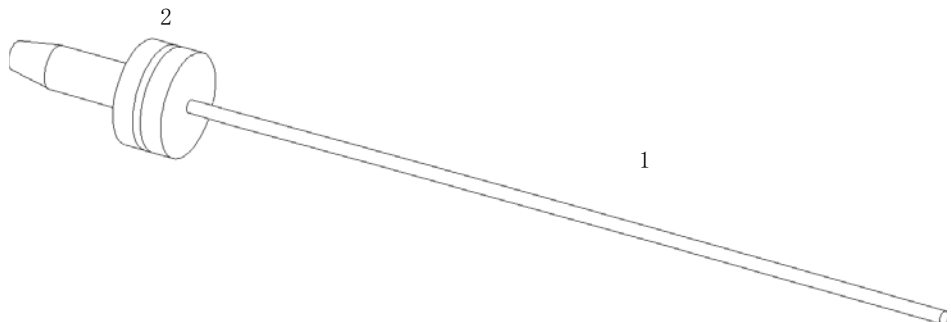


図 74 廃液チューブ部品

10 メンテナンス用部品 アクセサリキット

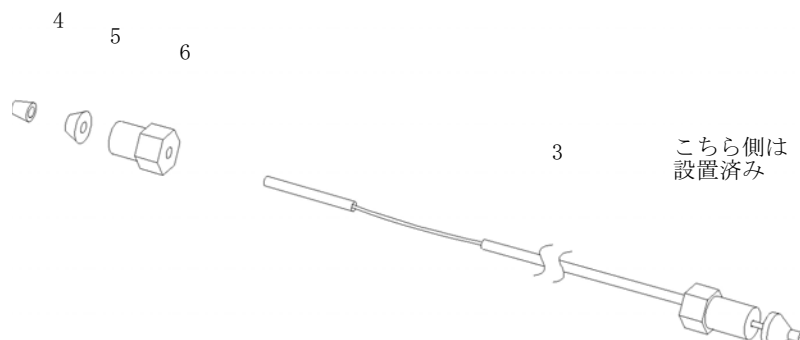


図 75 インレットキャピラリ（カラム ~ 検出器）部品

キャピラリキットフローセル B10

キャピラリキットフローセル B10（0.18 mm x 1.5 m のキャピラリ PK および PEEK フィッティング 10/PK (p/n 5063-6591) を含む）
(G5615-68755) 内容：

部品番号	説明
0890-1763	キャピラリ PK 0.18 mm x 1.5 m
5063-6591	PEEK フィッティング 10 個入



11 ケーブルの識別

ケーブル概要	210
アナログケーブル	212
リモートケーブル	214
BCD ケーブル	218
CAN/LAN ケーブル	220
外部接点ケーブル	221
Agilent モジュールから PC へ	222

この章では、Agilent 1200 Infinity シリーズのモジュールに使用されるケーブルについて説明します。



ケーブル概要

注記

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

アナログケーブル

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

リモートケーブル

部品番号	説明
03394-60600	Agilent モジュールから 3396A シリーズ I インテグレータ 3396 シリーズ II/3395A インテグレータについては、『「リモートケーブル」 214 ページ』セクションの詳細を参照してください。
03396-61010	Agilent モジュールから 3396 シリーズ III/3395B インテグレータ
5061-3378	リモートケーブル
01046-60201	Agilent モジュールから汎用

BCD ケーブル

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

CAN ケーブル

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

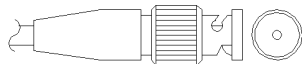
LAN ケーブル

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

RS-232 ケーブル

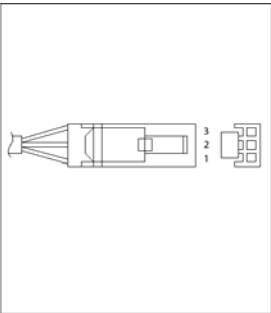
部品番号	説明
G1530-60600	RS-232 ケーブル、2 m
RS232-61601	RS-232 ケーブル、2.5 m 機器の PC 接続用、9-to-9 ピン（メス）このケーブルのピンアウトは特殊で、プリンタやプロッタの接続はできません。このケーブルは、書き込みをピン 1-1、2-3、3-2、4-6、5-5、6-4、7-8、8-7、9-9 で行う、フルハンドシェイクの「ヌルモデムケーブル」ともいいます。
5181-1561	RS-232 ケーブル、8 m

アナログケーブル

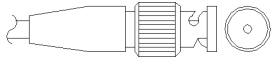


これらのケーブルの一端は、Agilent モジュールに接続できる BNC コネクタになっています。もう一端は、接続する機器によって異なります。

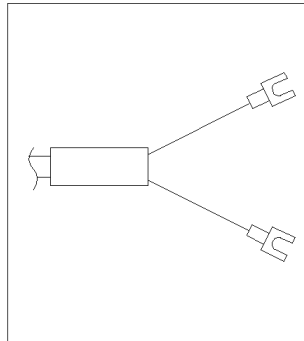
Agilent モジュールから 3394/6 インテグレータ

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

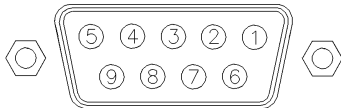
Agilent モジュールから BNC コネクタ

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

Agilent モジュールから汎用への接続

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

リモートケーブル



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

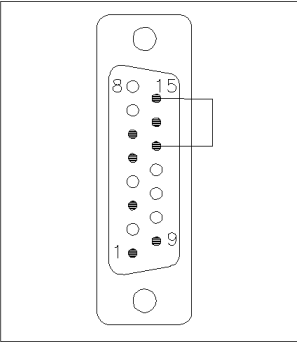
Agilent モジュールから 3396A インテグレータ

部品番号 03394-60600	ピン 3396A	ピン Agilent モ ジュール	シグナル名	アク ティブ タイプ (TTL)
	9	1 - 白	デジタルグ ランド	
	NC	2 - 茶	プレラン	低
	3	3 - 灰	[スタート]	低
	NC	4 - 青	シャットダ ウン	低
	NC	5 - ピンク	未接続	
	NC	6 - 黄	電源オン	高
	5, 14	7 - 赤	レディ	高
	1	8 - 緑	ストップ	低
	NC	9 - 黒	スタートリ クエスト	低
	13, 15		未接続	

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

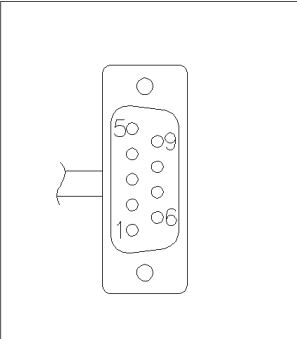
ケーブル Agilent モジュールから 3396A シリーズ I インテグレータ (03394-60600) のインテグレータ側のピン #5 を切断して使用します。切断しないで使用すると、インテグレータは START; not ready を印字します。

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

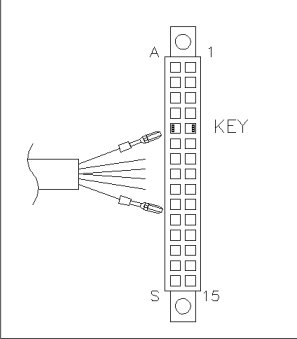
部品番号 03396-61010	ピン 33XX	ピン Agilent モジュール	シグナル名	アクティブ (TTL)
	9	1 - 白	デジタルグランド	
	NC	2 - 茶	プレラン	低
	3	3 - 灰	[スタート]	低
	NC	4 - 青	シャットダウン	低
	NC	5 - ピンク	未接続	
	NC	6 - 黄	電源オン	高
	14	7 - 赤	レディ	高
	4	8 - 緑	ストップ	低
	NC	9 - 黒	スタートリクエスト	低
	13, 15		未接続	

11 ケーブルの識別
リモートケーブル

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

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

Agilent モジュールから汎用への接続

部品番号 01046-60201	ワイアの色	ピン Agilent モジュール	シグナル名	アク ティブ (TTL)
	白	1	デジタルグ ランド	
	茶	2	ブレラン	低
	灰	3	[スタート	低
	青	4	シャットダ ウン	低
	ピンク	5	未接続	
	黄	6	電源オン	高
	赤	7	レディ	高
	緑	8	ストップ	低
	黒	9	スタートリ クエスト	低

BCD ケーブル

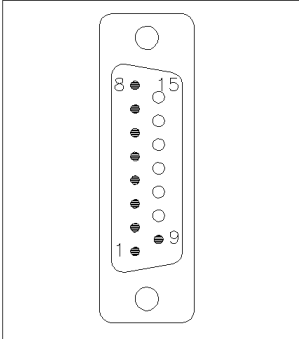


BCD ケーブルの一端は、Agilent モジュールに接続できる 15 ピンの BCD コネクタになっています。もう一端は、接続する装置によって異なります。

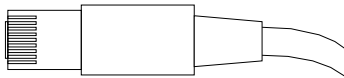
Agilent モジュールから汎用への接続

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

Agilent モジュールから 3396 インテグレータ

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

CAN/LAN ケーブル



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

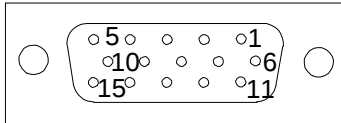
CAN ケーブル

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

LAN ケーブル

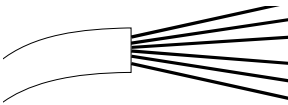
部品番号	説明
5023-0203	クロスオーバーネットワークケーブル、シールド付き、3 m（ポイントツーポイント接続用）
5023-0202	ツイストペアネットワークケーブル、シールド付き、7 m（ポイントツーポイント接続用）

外部接点ケーブル



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

Agilent モジュール インタフェースボードから汎用へ

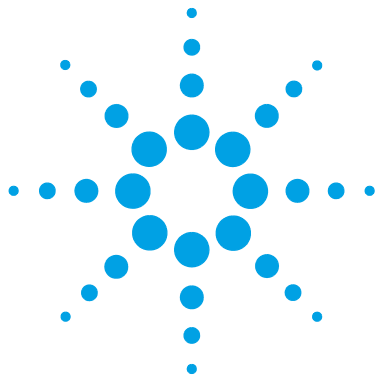
部品番号 G1103-61611	カラー	ピン Agilent モジュール	シグナル名
	白	1	EXT 1
	茶	2	EXT 1
	緑	3	EXT 2
	黄	4	EXT 2
	灰色	5	EXT 3
	ピンク	6	EXT 3
	青	7	EXT 4
	赤	8	EXT 4
	黒	9	未接続
	紫	10	未接続
	灰 / ピンク	11	未接続
	赤 / 青	12	未接続
	白 / 緑	13	未接続
	茶 / 緑	14	未接続
	白 / 黄	15	未接続

11 ケーブルの識別

Agilent モジュールから PC へ

Agilent モジュールから PC へ

部品番号	説明
G1530-60600	RS-232 ケーブル、2 m
RS232-61601	RS-232 ケーブル、2.5 m 機器の PC 接続用、9-to-9 ピン（メス）このケーブルの ピンアウトは特殊で、プリンタやプロッタの接続はで きません。このケーブルは、書き込みをピン 1-1、2-3、 3-2、4-6、5-5、6-4、7-8、8-7、9-9 で行う、フルハン ドシェークの「ヌルモデムケーブル」ともいいます。
5181-1561	RS-232 ケーブル、8 m



12 ハードウェア情報

ファームウェアについて	224
オプションのインターフェイスボード	227
電氣的接続	231
モジュールの背面図	232
シリアル番号情報	233
インターフェイス	234
インターフェイスの概要	237
8 ビットコンフィグレーションスイッチの設定（オンボード LAN なし）	241
RS-232C の通信設定	243
特別な設定	245
EMF (Early Maintenance Feedback)	246
機器レイアウト	247

この章では、ハードウェアと電子機器に関して検出器の詳細を説明します。



ファームウェアについて

本装置のファームウェアは、次の 2 つの独立したセクションで構成されています。

- レジデントシステムと呼ばれる機器固有ではないセクション
- メインシステムと呼ばれる機器固有のセクション

レジデントシステム

ファームウェアのレジデントセクションは、すべての Agilent 1100/1200/1220/1260/1290 シリーズモジュールで同一です。次のような機能があります。

- 全通信機能 (CAN、LAN、および RS-232C)
- メモリー管理
- 「メインシステム」のファームウェアを更新する機能

メインシステム

次のような機能があります。

- 全通信機能 (CAN、LAN、および RS-232C)
- メモリー管理
- 「レジデントシステム」のファームウェアを更新する機能

この他にメインシステムが備えている機器機能は、次のような一般機能に分類できます。

- APG リモートを経由した同期実行
- エラー処理
- 診断機能
- 次のモジュール特有の機能
 - ランプコントロール、フィルタ動作、
 - 生データ収集、吸光度への変換などの内部イベント。

ファームウェアの更新

ファームウェアの更新は、以下のユーザインターフェイスから行うことができます。

- ハードディスク上のローカルファイルを用いた PC とファームウェアの更新ツール
- USB フラッシュディスクのファイルを用いたインスタントパイロット (G4208A)
- Agilent Lab Advisor ソフトウェア (B.01.03 以降)

ファイル名の付け方は、次の規則に従っています。

PPPP_RVVV_XX.dlb、ここで

PPPP は製品番号です。例えば、G1315A/B DAD の 1315AB です。

R はファームウェアの改訂のことです。例えば、G1315B の場合は A、G1315C DAD の場合は B です。

VVV は、改訂番号です。例えば、102 はリビジョン 1.02 です。

XXX はファームウェアのビルド番号です。

ファームウェアの更新の説明については、メンテナンスの章の**ファームウェアの置換**のセクション、または**ファームウェアの更新ツール**のドキュメントを参照してください。

注記

メインシステムの更新は、レジデントシステムにおいてのみ可能です。レジデントシステムの更新は、メインシステムにおいてのみ可能です。

メインシステムとレジデントシステムは同じセットのものである必要があります。

12 ハードウェア情報

ファームウェアについて

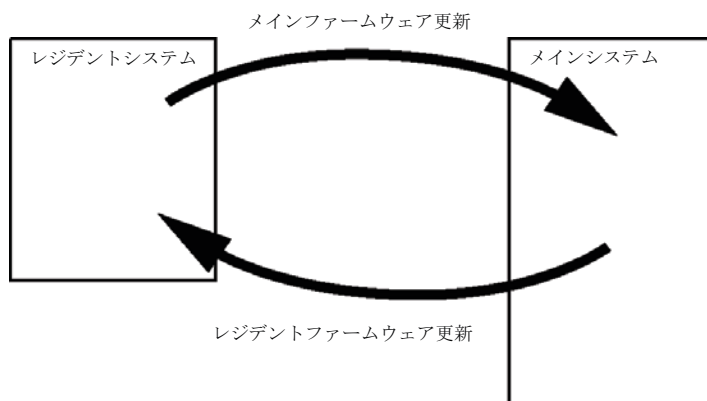


図 76 ファームウェア更新の仕組み

注記

一部のモジュールは、そのメインボードのバージョンや初期ファームウェアバージョンにより、ダウングレードに制限があります。例えば、G1315C DAD SL をファームウェアのリビジョン B. 01. 02 以前や A. xx. xx にダウングレードすることはできません。

モジュールの中には特定のコントロールソフトウェア環境での操作を可能にするために復旧できるものがあります (G1314C から G1314B など)。この場合、復旧後のタイプの機能セットは使用できますが、復旧前の機能セットは失われます。再度、復旧処理を行うと (G1314B から G1314C など) オリジナルの機能セットが再び使用できるようになります。

これら具体的な情報のすべては、ファームウェアの更新ツールのドキュメントに記載されています。

ファームウェアの更新ツール、ファームウェア、ドキュメントは Agilent のウェブサイトから入手できます。

- http://www.chem.agilent.com/_layouts/agilent/downloadFirmware.aspx?whid=69761

オプションのインターフェイスボード

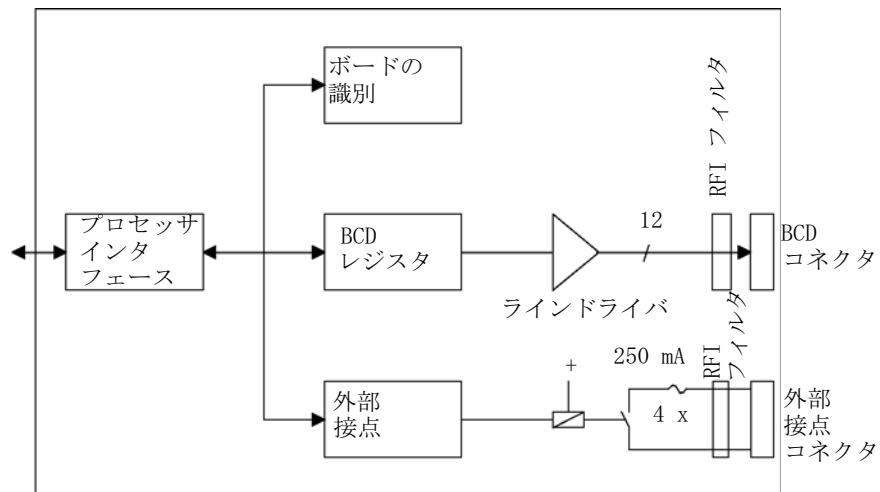
BCD/ 外部接点ボード

Agilent 1200 Infinity シリーズモジュールは、モジュールにインターフェイスボードを追加するためのボードスロットを 1 個装備しています。一部のモジュールには、このインターフェイススロットがありません。詳細については、『「インターフェイス」 234 ページ』を参照してください。

オプションのインターフェイスボード

部品番号	説明
G1351-68701	外部接点および BCD 出力のあるインタフェースボード (BCD)
2110-0004	BCD ボード用ヒューズ、250 mA

BCD ボードは、Agilent 1200 シリーズオートサンプラのボトル番号用の BCD 出力 1 個、外部接点 4 個を装備しています。外部接点はリレー接点です。最大設定値は、30 V (AC/DC)、250 mA (ヒューズ付き) です。



12 ハードウェア情報

オプションのインターフェイスボード

また、BCD 出力の接続用の汎用ケーブル（『「BCD ケーブル」 [218 ページ](#)』を参照）と、外部装置に対する外部出力の接続用の汎用ケーブル（『「外部接点ケーブル」 [221 ページ](#)』を参照）が用意されています。

表 32 詳細なコネクタレイアウト (1200)

ピン	シグナル名	BCD 値
1	BCD 5	20
2	BCD 7	80
3	BCD 6	40
4	BCD 4	10
5	BCD 0	1
6	BCD 3	8
7	BCD 2	4
8	BCD 1	2
9	デジタルグラ ンド	
10	BCD 11	800
11	BCD 10	400
12	BCD 9	200
13	BCD 8	100
15	+5V	低

LAN 通信インターフェイスボード

Agilent のモジュールは、モジュールにインターフェイスボードを追加するためのボードスロットを 1 個装備しています。一部のモジュールには、このインターフェイススロットがありません。詳細については、『「インターフェイス」 234 ページ』を参照してください。

部品番号	説明
G1369B または G1369-60002	インタフェースボード (LAN)
または G1369C または G1369-60012	インタフェースボード (LAN)

注記

Agilent 1260 Infinity 機器 1 台あたり 1 枚のボードが必要です。LAN ボードはデータレートの高い検出器に追加することを推奨します。

注記

G1369 LAN 通信インターフェース カードの設定については、付属文書を参照してください。

Agilent 1260 Infinity モジュールには以下のカードを使用できます。

表 33 LAN ボード

タイプ	製造元	対応ネットワーク
インタフェースボード (LAN) (G1369B または G1369-60002) または インタフェースボード (LAN) (G1369C または G1369-60012)	Agilent Technologies	高速イーサネット、イーサネット /802. 3、RJ-45 (10/100Base-TX)、 再注文中に推奨される
LAN 通信インタフェースボード (G1369A または G1369-60001)	Agilent Technologies	高速イーサネット、イーサネット /802. 3、RJ-45 (10/100Base-TX) (旧来製品)

12 ハードウェア情報
オプションのインターフェイスボード

表 33 LAN ボード

タイプ	製造元	対応ネットワーク
J4106A ¹	Hewlett Packard	イーサネット /802. 3、RJ-45 (10Base-T)
J4105A ¹	Hewlett Packard	トークンリング /802. 5、DB9、RJ-45 (10Base-T)
J4100A ¹	Hewlett Packard	高速イーサネット、イーサネット /802. 3、RJ-45 (10/100Base-TX) + BNC (10Base2)

¹ これらのカードは製造中止されています。これらの Hewlett Packard JetDirect カードの最小ファームウェアは A.05.05 です。

推奨 LAN ケーブル

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

電氣的接続

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

注記

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

モジュールの背面図

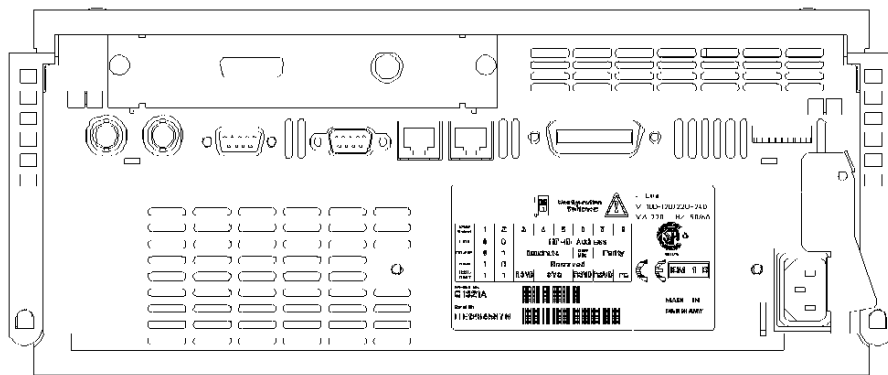


図 77 検出器の背面図 - 電氣的接続とラベル

注記

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

シリアル番号情報

1260 Infinity のシリアル番号情報

機器ラベルのシリアル番号情報からは、以下の情報が分かります。

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

1200 シリーズおよび 1290 Infinity のシリアル番号情報

機器ラベルのシリアル番号情報からは、以下の情報が分かります。

CCYWWSSSSS	フォーマット
CC	製造国 • DE = ドイツ • JP = 日本 • CN = 中国
YWW	最後に製造上の主要な変更を行った年と週（例：820 は、1998 年または 2008 年の第 20 週）
SSSSS	実際のシリアル番号

インターフェイス

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

表 34 Agilent 1200 Infinity シリーズインターフェイス

モジュール	CAN	LAN/BCD (オプ ション)	LAN (オン ボード)	RS-232	アナ ログ	APG リ モート	特記事項
ポンプ							
G1310B Iso Pump	2	あり	なし	あり	1	あり	
G1311B Quat Pump							
G1311C Quat Pump VL							
G1312B Bin Pump							
K1312B Bin Pump							
Clinical Ed.							
G1312C Bin Pump VL							
1376A Cap Pump							
G2226A Nano Pump							
G5611A Bio-inert Quat Pump							
G4220A/B Bin Pump	2	なし	あり	あり	なし	あり	CAN スレーブ用
G4204A Quat Pump							CAN DC 出力
G1361A Prep Pump	2	あり	なし	あり	なし	あり	CAN スレーブ用
							CAN DC 出力
サンブラ							
G1329B ALS	2	あり	なし	あり	なし	あり	G1330B/K1330B
G2260A Prep ALS							用サーモスタッ ト

表 34 Agilent 1200 Infinity シリーズインターフェイス

モジュール	CAN	LAN/BCD (オプ ション)	LAN (オン ボード)	RS-232	アナ ログ	APG リ モート	特記事項
G1364B FC-PS G1364C FC-AS G1364D FC-mS G1367E HiP ALS K1367E HiP ALS Clinical Ed. G1377A HiP micro ALS G2258A DL ALS G5664A Bio-inert FC-AS G5667A Bio-inert Autosampler	2	あり	なし	あり	なし	あり	G1330B/K1330B 用サーモスタッ ト CAN スレーブ用 CAN DC 出力
G4226A ALS	2	あり	なし	あり	なし	あり	
検出器							
G1314B VWD VL G1314C VWD VL+	2	あり	なし	あり	1	あり	
G1314E/F VWD K1314F Clinical Ed.	2	なし	あり	あり	1	あり	
G4212A/B DAD K4212B DAD Clinical Ed.	2	なし	あり	あり	1	あり	
G1315C DAD VL+ G1365C MWD G1315D DAD VL G1365D MWD VL	2	なし	あり	あり	2	あり	
G1321B FLD K1321B FLD Clinical Ed. G1321C FLD	2	あり	なし	あり	2	あり	
G1362A RID	2	あり	なし	あり	1	あり	
G4280A ELSD	なし	なし	なし	あり	あり	あり	外部接点 自動ゼロ

12 ハードウェア情報 インターフェイス

表 34 Agilent 1200 Infinity シリーズインターフェイス

モジュール	CAN	LAN/BCD (オプ ション)	LAN (オン ボード)	RS-232	アナ ログ	APG リ モート	特記事項
その他							
G1170A Valve Drive	2	なし	なし	なし	なし	なし	¹
G1316A/C TCC K1316C TCC Clinical Ed.	2	なし	なし	あり	なし	あり	
G1322A DEG K1322A DEG Clinical Ed.	なし	なし	なし	なし	なし	あり	AUX
G1379B DEG	なし	なし	なし	あり	なし	あり	
G4225A DEG K4225A DEG Clinical Ed.	なし	なし	なし	あり	なし	あり	
G4227A フレックスキューブ	2	なし	なし	なし	なし	なし	CAN スレーブ用 CAN DC 出力 ¹
G4240A チップキューブ	2	あり	なし	あり	なし	あり	CAN スレーブ用 CAN DC 出力 G1330A/B 用 サーモスタット (不使用)、 K1330B

¹ オンボード LAN を備えた（例：最小ファームウェア B.06.40 または C.06.40 を備えた G4212A または G4220A）または追加 G1369C LAN カードを備えたホストモジュールが必要

注記

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

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

インターフェイスの概要

CAN

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

LAN

これらのモジュールには、LAN カード用インターフェイススロット (Agilent G1369B/C LAN インターフェイス) またはオンボード LAN インターフェイス (検出器 G1315C/D DAD や G1365C/D MWD など) が装備されています。このインターフェイスにより、PC で適切なコントロールソフトウェアを使用して、モジュール / システムを制御できます。一部のモジュールには、内蔵型 LAN も LAN カード用インターフェイススロット (Agilent G1170A バルブドライバや G4227A フレックスキューブ) も装備されていません。これらはホストされたモジュールで、ファームウェア B.06.40 以降、または追加的な G1369C LAN カードと共にホストモジュールを必要とします。

注記

Agilent 検出器 (DAD/MWD/FLD/VWD/RID) を使用したシステムの場合、LAN は DAD/MWD/FLD/VWD/RID に接続してください (データ負荷が高いため)。Agilent 検出器がシステムに含まれていない場合、ポンプまたはオートサンブラに LAN インターフェイスを取り付けてください。

RS-232C (シリアル)

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

注記

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

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

12 ハードウェア情報
インターフェイス

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

表 35 RS-232C 接続表

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

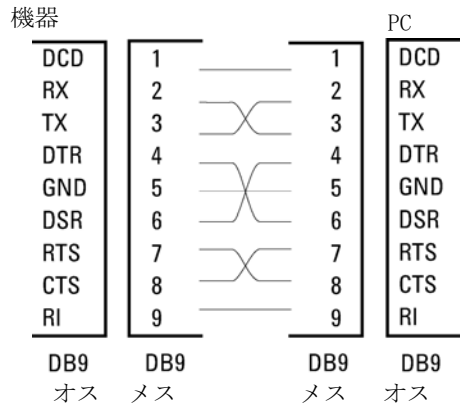


図 78 RS-232 ケーブル

アナログシグナル出力

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

APG リモート

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

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

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

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

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

注記

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

表 36 リモートシグナルディストリビューション

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

特殊インターフェイス

このモジュールの特殊インターフェイスはありません。

8 ビットコンフィグレーションスイッチの設定 （オンボード LAN なし）

8 ビットコンフィグレーションスイッチは、モジュール背面にあります。

このモジュールには独自のオンボード LAN インタフェースがありません。これを制御するには、別のモジュールの LAN インタフェースと、そのモジュールへの CAN 接続を使用します。

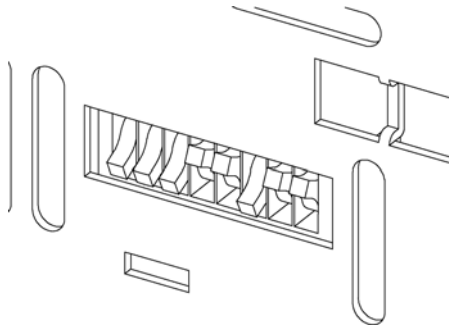


図 79 コンフィグレーションスイッチ（設定は設定モードによって異なります）

オンボード LAN を搭載していないすべてのモジュール：

- デフォルトはすべての DIP スイッチが下位置（最適な設定）となります。
 - LAN 用の Bootp モード
 - RS-232 用の 19200 ボー、8 データビット / 1 ストップビット、パリティなし
- DIP 1 を下、DIP 2 を上位置にすると、RS-232 の特殊設定が可能。
- Boot/ テストモードの場合、DIP スイッチ 1 と 2 をアップすることに加え、必要なモードに設定する必要があります。

注記

通常動作についてはデフォルト（最適）設定を使用してください。

12 ハードウェア情報

8 ビットコンフィグレーションスイッチの設定（オンボード LAN なし）

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

注記

Agilent 1260 Infinity の導入に伴って、すべての GPIB インタフェースが取り除かれました。望ましい通信は LAN です。

注記

以下のテーブルでは、オンボード LAN のないモジュールについて、コンフィグレーションスイッチ設定を示します。

表 37 8 ビットコンフィグレーションスイッチ（オンボード LAN なし）

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

注記

LAN 設定は、LAN インタフェースカード G1369B/C で行います。カードの付属書類を参照してください。

RS-232C の通信設定

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

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

表 38 RS-232C 通信用通信設定（オンボード LAN なし）

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

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

表 39 ボーレート設定（オンボード LAN なし）

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

表 40 データビット設定（オンボード LAN なし）

スイッチ 6	データワードサイズ
0	7 ビット通信
1	8 ビット通信

12 ハードウェア情報

8 ビットコンフィグレーションスイッチの設定（オンボード LAN なし）

表 41 パリティ設定（オンボード LAN なし）

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

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

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

特別な設定

固有の処理には特別な設定が必要です（通常はサービス事例で）。

Boot - レジデント

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

以下のスイッチ設定を使用し、機器の電源を再び入れると、機器ファームウェアはレジデントモードのままになります。これは、モジュールとしては動作できません。オペレーティングシステムの基本機能（通信など）のみが使用できます。このモードでは、メインファームウェアを読み込むことができます（更新ユーティリティを使用）。

表 42 Boot レジデント設定（オンボード LAN なし）

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

強制コールドスタート

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

注意

データ損失

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

→ 強制コールドスタートを実行する前に、メソッドおよびデータを保存してください。

次のスイッチ設定を使用して機器の電源を入れ直すと、強制コールドスタートが完了します。

表 43 強制コールドスタート設定（オンボード LAN なし）

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

EMF (Early Maintenance Feedback)

本機器のメンテナンスとして、機械的摩耗または応力にさらされる流路内の部品を交換する必要があります。理想的には、部品を交換する頻度は、あらかじめ決めた間隔ではなく、モジュールの使用頻度と分析条件に基づいて決定します。**Early Maintenance Feedback** (Early Maintenance Feedback) 機能は、機器内の各部品の使用状態をモニタリングし、ユーザー設定可能なリミットを超えた時点でユーザーにフィードバックする機能です。この機能は、ユーザーインターフェイスの表示によって、メンテナンス作業が必要な時期であることを知らせます。

EMF カウンタ

EMF カウンタ は、使用のたびに増分されます。カウンタの上限値を指定しておき、その限度を超えた時点でユーザーインターフェイスにフィードバックすることができます。一部のカウンタは、必要なメンテナンス手順の終了後にゼロにリセットできます。

EMF カウンタの使用

EMF カウンタ の **EMF リミット** はユーザーが設定可能なため、必要に応じて **EMF** 機能を調整できます。有効なメンテナンスサイクルは使用要件によって異なります。そのため、機器に固有の動作条件に基づいて最大リミット値の定義を決定する必要があります。

EMF リミットの設定

EMF リミット の設定は、1 回または 2 回以上のメンテナンスサイクルにわたって最適化します。最初にデフォルトの **EMF リミット** 値を設定する必要があります。性能の低下によってメンテナンスが必要であることがわかった場合は、**EMF カウンタ** の表示値を書き留めておいてください。これらの値（または表示された値より多少小さい値）を **EMF リミット** として入力し、**EMF カウンタ** をゼロにリセットします。次に **EMF カウンタ** がこの **EMF リミット** を超えると、**EMF フラグ** が表示され、メンテナンスが必要な時期であることを知らせます。

機器レイアウト

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

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

12 ハードウェア情報

機器レイアウト



13 付録

安全に関する一般的な情報	250
廃液電気および電子機器（WEEE）指令（2002/96/EC）	253
リチウム電池に関する情報	254
無線干渉	255
騒音レベル	256
紫外線放射（UV ランプのみ）	257
溶媒情報	258
Agilent のウェブサイト	260

この章では、安全やその他の一般情報について説明します。



安全に関する一般的な情報

安全記号

表 44 安全記号

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

警告

警告は、
人身事故または死に至る状況を警告します。

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

注意

注意
データ損失や機器の損傷を引き起こす状況を警告します。

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

安全に関する一般的な情報

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

警告

装置の正しい使用法を確保してください。

機器により提供される保護が正常に機能しない可能性があります。

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

安全規格

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

操作

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

操作中に装置のカバーを取り外さないでください。装置のスイッチを ON にする前に、すべての保護接地端子、延長コード、自動変圧器、および本装置に接続されている周辺機器を、接地コネクタを介して保護接地に接続してください。保護接地がどこかで途切れていると、感電によって人体に重大な危害を及ぼすことがあります。保護が正常に機能していないと思われる場合は、装置のスイッチを OFF にして、装置の操作を中止してください。

ヒューズを交換する際は、必ず指定したタイプ（普通溶断、タイムラグなど）と定格電流のヒューズだけを使用してください。修理したヒューズを使用したり、ヒューズホルダを短絡させたりしてはなりません。

13 付録

安全に関する一般的な情報

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

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

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

本装置に代替部品を取り付けたり、本装置を許可なく改造してはなりません。

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

特に、有毒または有害な溶媒を使用する場合は、試薬メーカーによる物質の取り扱いおよび安全データシートに記載された安全手順（保護眼鏡、安全手袋、および防護衣の着用など）に従ってください。

廃液電気および電子機器 (WEEE) 指令 (2002/96/EC)

要約

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

注記



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

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

家庭用廃棄物として捨ててはいけません

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

リチウム電池に関する情報

警告

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

電池の交換方法が不適当な場合、電池が爆発する危険があります。

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

無線干渉

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

テストと測定

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

騒音レベル

製造業者による宣言

本製品は、ドイツ騒音条例（1991 年 1 月 18 日）の条件に適合しています。

本製品の音圧レベル（オペレータの位置）は、70 dB 未満です。

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

紫外線放射 (UV ランプのみ)

本製品による紫外線照射 (200 ~ 315 nm) の制限値は、米国産業衛生専門家会議 (American Conference of Governmental Industrial Hygienists) により規定される、オペレータや点検作業者の防護されていない皮膚または目における被曝量に対する以下の TLV (しきい値) を遵守します。

表 45 紫外線放射量の限界値

暴露時間 / 日	有効放射照度
8 時間	0.1 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$
10 分	5.0 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$

通常の放射量は、これらのリミットを大幅に下回ります。

表 46 紫外線放射量の標準値

ポジション	有効放射照度
ランプから 50cm の距離	平均 0.016 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$
ランプから 50cm の距離	最大 0.14 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$

溶媒情報

フローセル

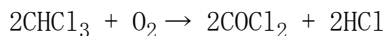
ご使用のフローセルの最適な機能を保護するために、以下の基準を守ってください。

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

溶媒の使用

溶媒を使用するときは、次の注意に従ってください。

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



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

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

Agilent のウェブサイト

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

<http://www.agilent.com>

索引

- 8
8 ビットコンフィギュレーションスイッチ
 オンボード LAN なし 241
- A
Agilent Lab Advisor ソフトウェア 136
Agilent Lab Advisor 136
APG リモート 239
- B
BCD ボード
 外部接点 227
BCD
 ケーブル 218
- C
CAN 通信消失 142
CAN 237
 ケーブル 220
- E
EM 回折格子 16
EM 集光レンズ 16
EM スリット 16
EM モノクロメータ 20
EMF
 early maintenance feedback 246
EX 回折格子 16
EX 集光レンズ 16
EX スリット 16
EX モノクロメータ 18
- G
GLP 機能 43, 47, 51
- H
HP JetDirect カード 229
- L
LAN 237
 ケーブル 220
 通信インターフェイスボード 229
- P
PMT
 ゲイン 119, 21
 ゲインテスト 114
 光電子増倍管 21
 範囲 27
- R
RS-232C 237
 ケーブル 222
 通信設定 243
- あ
アクセサリキット部品 207
アジレント
 インターネット上 260
アナログ
 ケーブル 212
アナログシグナル 239
安全クラス I 251
安全情報
 リチウム電池 254
安全
 一般的な情報 251
 規格 39
 記号 250
- い
一般エラーメッセージ 139
インターネット 260
インターフェイス 234
インターフェイスボード (BCD/LAN) の交換 199
- え
エラー メッセージ 138
エラーメッセージ
 A/D オーバーフロー 150
 ADC がキャリブレーションされていない 149
 FLF ボードが検出されない 149
 lost CAN partner 142
 シャットダウン 140
 タイムアウト 139

- 波長キャリブレーション失敗 154
 - 波長キャリブレーション消失 155
 - ファン動作不良 147
 - フラッシュトリガー消失 153
 - フラッシュランプ電流オーバーフロー 151
 - フローセルの外れ 155
 - 補正センサーオープン 145
 - 補正センサーショー ト 146
 - モーターエラー 156
 - ランプカバーオープン 148
 - リークセンサーオープン 144
 - リークセンサーショー ト 145
 - リーク 143
 - リモートタイムアウト 141
- お**
- オフライン測定 11
 - 温度センサー 143
- か**
- 開梱 54
 - 外部接点
 - BCD ボード 227
 - ケーブル 221
 - カットオフフィルタ 16
- き**
- 機器レイアウト 247
- キセノンフラッシュランプ 16, 17
 - 機能
 - 安全とメンテナンス 43, 46, 51
 - キャリブレーション サンプル 179
 - キューベット 11
 - 使用方法 195
 - キューベットの使用方法 195
 - 凝縮 38
- く**
- 屈折率検出 12
 - クリーニング 190
 - グリコーゲン 179
- け**
- 蛍光検出 24
 - 蛍光と燐光 13
 - 警告と注意 187
 - ケーブル
 - APG リモートの接続 60
 - BCD 218, 211
 - CAN の接続 60
 - CAN 220, 211
 - ChemStation の接続 60
 - LAN の接続 60
 - LAN 220, 211
 - RS-232 222, 211
 - アナログ 212, 210
 - 外部接点 221
 - 概要 210
 - 電源の接続 60
- リモート 214, 210
 - 検出器の概要 10
 - 検出器の動作 12
- こ**
- 光学ユニットの概要 16
 - 光電子増倍管
 - PMT の場所 16
 - PMT 21
 - コンフィグレーション
 - 1 スタック 57
 - 2 スタック 59
 - 梱包チェックリスト 55
 - 梱包の
 - 傷み 54
- さ**
- 迷光 129
 - 最適化
 - スタック コンフィグレーション 56
 - 例 96
 - 材料
 - バイオイナート 32
- し**
- 紫外線の劣化 18, 161
 - 紫外線劣化 18, 161
 - システムの設定とインストール
 - スタック コンフィグレーションの最適化 56
 - 湿度 39
 - 質量 39
 - シャットダウン 140
 - 周波数範囲 39

修理

- 検出器 185
- 注意と警告 187
- ファームウェアの交換 200
- フローセルの交換 191
- リーク処理システムの交換 198
- リークの補正 197

使用温度 39

使用高度 39

使用周囲温度 39

消費電力 39

仕様

- GLP 機能 43, 47, 51
- アナログ出力 42, 46, 50
- 安全とメンテナンス 43, 46, 51
- 性能 40, 44, 48
- 通信 42, 46, 50
- 波長真度 40
- パルス周波数 40, 44, 48
- 物理的 39
- フローセル 42, 45, 50
- モノクロメータ 41, 44, 48

シリアル番号

- 情報 233
- 情報 233

す

- スタックコンフィグレーション 59, 60
- 前面図 59

背面図 60

- ステータスインジケータ 134
- スペクトルの波長シフト 115
- スペクトル波長シフト 115
- 寸法 39

せ

- 性能仕様 40, 44, 48
- 設置スペース 38
- 設置要件 35
- 電源コード 37

設置

- 検出器 65
- 設置スペース 38
- 設置要件 35
- 配管 68
- フローセルとキャピラリー 68

設定

- ピーク幅 128
- レスポンスタイム 128

選択する

- ピーク幅 127
- レスポンスタイム 127

そ

- 騒音レベル 256

た

- タイムアウト 139

ち

- 注意と警告 187

つ

- 通信設定 RS-232C 243

て

- テスト機能 132, 160

- テストクロマトグラム 168

テスト

- PMT ゲインテスト 114
- 機能 160
- テストクロマトグラム 168
- ラマン AST S/N 比 163
- ランプ強度の履歴 162
- ランプ強度 161

- 電圧範囲 39

- 電氣的接続の説明 231

- 電源インジケータ 133

- 電源ケーブル 37

- 電源周波数 39

- 電源について 36

- 電池 安全情報 254

と

- 到着時不良 54

- 特殊インターフェイス 240

特別な設定

- 強制コールドスタート 245
- ブート - レジデン ト 245

- トラブルシューティング

エラー メッセージ 138
 エラーメッセージ 132
 ステータスインジケータ 132
 ステータスインジケータ 133

に

入力電圧 39

は

バイオイナート 191
 材料 32
 波長キャリブレーションの手順 170, 179
 波長キャリブレーション 170
 波長の真度 40
 波長のリキャリブレーション 132, 160
 波長
 リキャリブレーション 132, 160

ひ

ピーク幅設定 128
 ピーク幅
 選択する 127
 光ルミネッセンス 12

ふ

ファームウェア
 アップグレード / ダウングレード 200
 更新ツール 225
 更新 225, 200

説明 224
 メインシステム 224
 レジデントシステム 224
 ファン動作不良 147
 物理的仕様 39
 部品
 破損 55
 不足 55
 部品の識別
 アクセサリキット 207
 概要 204
 ケーブル 209
 フローセル 16, 21, 258
 溶媒情報 258

ほ

ボード
 HP JetDirect カード 229
 LAN カード 229
 保管温度 39
 保管高度 39
 保管周囲温度 39
 補正センサーオープン 145
 補正センサーショー ト 146

ま

マルチ波長検出 92

み

ミラー 16

む

無線妨害 255

め

メソッド開発
 1 - LC システムの不純物のチェック 82
 2 - 検出感度と選択性の最適化 83
 3 - ルーチンメソッドの設定 92
 蛍光スキャンの実施 84
 マルチ波長検出 92

メッセージ

A/D オーバーフロー 150
 ADC がキャリブレーションされていない 149
 FLF ボードが検出されない 149
 波長キャリブレーション失敗 154
 波長キャリブレーション消失 155
 フラッシュトリガー消失 153
 フラッシュランプ電流オーバーフロー 151
 フローセルの外れ 155
 モーターメッセージ 156
 ランプカバーオープン 148
 リモートタイムアウト 141

メンテナンス

概要 189

定義 186
ファームウェアの交換 200
フィードバック 246

も

モジュールの前面図 65
モノクロメータ
EM 20, 16
EX 16, 18
藻 196, 258, 258

よ

溶媒情報 110, 258
溶媒 258

ら

ラマン S/N 比テスト 163
ラマン 15
ランプ強度テスト 161
ランプ強度の履歴 162

り

リークセンサーオープン 144
リークセンサーショート 145
リーク 143
補正 197
リチウム電池 254
リファレンス ダイオード 23
リファレンス システム 23, 23
リモート
ケーブル 214

燐光検出 25

る

ルミネッセンス 12

れ

レスポンスタイム設定 128
レスポンスタイム 27
選択する 127

本書の内容

本書には、Agilent 1260 Infinity 蛍光検出器 (G1321B SPECTRA、G1321C)、および Agilent 1100/1200 シリーズ蛍光検出器 G1321A (旧来製品) に関する技術的リファレンス情報が記載されています。

- 概要と仕様
- 設置
- 使用と最適化
- トラブルシューティングおよび診断
- メンテナンス
- 部品の識別
- 安全保護と関連情報

© Agilent Technologies 2010-2012, 2013

Printed in Germany
05/2013



G1321-96014



Agilent Technologies