Agilent 1290 Infinity II 2D-LC システム

OpenLab CDS

ユーザーガイド



注意

文書情報

文書番号 : D0034022 Rev. A
エディション : 2023 年 6 月

著作権

© Agilent Technologies, Inc. 2023

本マニュアルの内容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態や方法（電子媒体への保存やデータの抽出または他国語への翻訳など）によっても禁止されています。

Agilent Technologies
Hewlett-Packard-Strasse 8
76337 Waldbronn, Germany

保証

このマニュアルの内容は「現状有姿」提供されるものであり、将来の改訂版で予告なく変更されることがあります。Agilent は、法律上許容される最大限の範囲で、このマニュアルおよびこのマニュアルに含まれるいかなる情報に関しても、明示黙示を問わず、商品性の保証や特定目的適合性の保証を含むいかなる保証も行いません。Agilent は、このマニュアルまたはこのマニュアルに記載されている情報の提供、使用または実行に関連して生じた過誤、付随的損害あるいは間接的損害に対する責任を一切負いません。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こに記載されている条件と矛盾する場合は、別に合意された契約の保証条項が適用されます。

技術ライセンス

本書で扱っているハードウェアおよびソフトウェアは、ライセンスに基づき提供されており、それらのライセンス条項に従う場合のみ使用または複製することができます。

権利の制限

米国政府の制限付き権利について：連邦政府に付与されるソフトウェアおよび技術データに係る権利は、エンドユーザーのお客様に通例提供されている権利に限定されています。Agilent は、ソフトウェアおよび技術データに係る通例の本商用ライセンスを、FAR 12.211 (Technical Data) および 12.212（Computer Software）、並びに、国防総省に対しては、DFARS 252.227-7015 (Technical Data -Commercial Items）および DFARS 227.7202-3（Rights in Commercial Computer Software or Computer Software Documentation）の規定に従い提供します。

安全にご使用いただくために

注意

注意は、取り扱い上、危険があることを示します。正しく実行しなかったり、指示を遵守しないと、製品の破損や重要なデータの損失に至るおそれのある操作手順や行為に対する注意を促すマークです。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、取り扱い上、危険があることを示します。正しく実行しなかったり、指示を遵守しないと、人身への傷害または死亡に至るおそれのある操作手順や行為に対する注意を促すマークです。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

本書では、OpenLab CDS による Agilent 1290 Infinity II 2D-LC ソリューション について説明します。

1 はじめに

この章では、Agilent 1290 Infinity II 2D-LC ソリューション製品について説明します。

2 2D-LC のコンセプト

この章では、Agilent 1290 Infinity II 2D-LC ソリューションのコンセプトについて説明します。

3 互換性一覧

この章では、ハードウェア、ファームウェア、オペレーティングシステムをインストールおよび実行するための前提条件に関する情報を提供します。

4 インストール

この章では、Agilent 1290 Infinity II 2D-LC ソリューションのハードウェアの取り付けとソフトウェアのインストールについて説明します。2D-LC 機器は、本書で説明しているソフトウェアと一緒に使用できます。インストール手順は、標準ハートカット、マルチハートカット、ハイレゾサンプリング、コンプリヘンシブ 2D-LC の各モードに有効です。

5 2D-LC のデータ測定

この章では、OpenLab CDS での 2D-LC のデータ測定について説明しています。

6 メソッドパラメータ

この章では、メソッドパラメータににについて説明しています。Agilent 1290 Infinity II 2D-LC ソリューションの標準ハートカット、マルチハートカット、ハイレゾサンプリング、コンプリヘンシブ 2D-LC の各モードでメソッドを最適化するのに役立ちます。

7 ASM（Active Solvent Modulation）のメソッド開発

この章では、ASM（Active Solvent Modulation）を使用する場合のメソッドの開発方法に関する情報を提供します。

8 システムの実行

この章では、Agilent 1290 Infinity II 2D-LC ソリューションを、ドライバーベースの 2D-LC ソリューションを用いて、標準ハートカット、マルチハートカット、ハイレゾサンプリング、コンプリヘンシブ 2D-LC の各モードで実行する方法を説明します。

9 データ解析

この章では、ソフトウェアで 2D-LC のデータを解析する方法を紹介します。

10 トラブルシューティングと診断

この章では、トラブルシューティング/診断機能およびさまざまなユーザーインターフェイスの概要を説明します。

11 エラー情報

この章では、エラーメッセージの意味を説明し、考えられる原因と対策、エラー状態から回復する方法を説明します。

12 メンテナンス

この章では、2D-LC ソリューションのメンテナンスについて説明します。

13 メンテナンス部品

この章では、問題の解決に必要な部品の材料について説明します。

14 理論的背景

この章では、2D-LC の理論的背景を紹介し、Agilent 1290 Infinity II 2D-LC のシステムコンポーネント（ソフトウェアとハードウェア）について説明します。

15 従来のチェックアウト

この章では、ドライバーベースの 2D-LC ソリューションを用いた、Agilent 1290 Infinity II 2D-LC ソリューションの標準ハートカット、マルチハートカット、ハ

イレゾサンプリング、コンプリヘンシブ 2D-LC の各モードでのチェックアウトについて説明します。

16 付録

この章では、安全性、法令、Web に関する追加情報を提供します。

目次

1 はじめに 10

1290 Infinity II 2D-LC システムの概要 11
2D-LC の用語 14

2 2D-LC のコンセプト 15

2D-LC のコンセプト 16
ハートカット 2D-LC（LC-LC） 19
マルチハートカットおよびハイレゾサンプリング 2D-LC 20
コンプリヘンシブ 2D-LC（LCxLC） 32
2D-LC のトリガー 34
ASM（Active Solvent Modulation） 37

3 互換性一覧 47

OpenLab CDS 48
サポートされるドライバー 53
サポートされるファームウェア 54

4 インストール 56

1290 Infinity II 2D-LC システムのハードウェア据付 57
1290 Infinity II Bio 2D-LC システムのハードウェアの据付 96
2D-LC 機器のライセンス 128
2D-LC ソフトウェアを Agilent OpenLab CDS Workstation にインストール 131
Agilent OpenLab Data Analysis ソフトウェアに Agilent 2D-LC ソフトウェアのインストールと設定 136
メソッドのインポート 150
アジレントのウェブサイト 151

5 2D-LC のデータ測定 152

OpenLab CDS での 2D-LC のデータ測定 153

2D-LC オンラインヘルプ　175
アジレントのウェブサイト　176

6　メソッドパラメータ　177

2D-LC メソッド編集　178
2D-LC メソッドパラメータの設定　180
プレビュー（2D-LC）　208
ピークベース分析をグラフィカルに設定　223
2D グラジエントをグラフィカルに設定　228
グラフィカルユーザーインターフェイスを使用した二次元目グラジエントの設定　230
その他の情報　233

7　ASM（Active Solvent Modulation）のメソッド開発　241

ASM（Active Solvent Modulation）のメソッド開発　242
メソッドパラメータ　243
ASM キャピラリーを使用して希釈率を最適化　244
サンプルループ フラッシュの最適化　245
ASM フェーズを 2D グラジエントへ組み込み　246
メソッド設定による希釈の最適化　247

8　システムの実行　248

システムの測定開始手順の概要　249
2D-LC システムの準備　250
2D-LC システムのコンフィグレーション　251
チェックアウト手順　254
測定の準備　256
測定の実行　258

9　データ解析　275

OpenLab 2D-LC Data Analysis ソフトウェア　276
GC Image の基本情報　343

10 トラブルシューティングと診断 363

モジュールのインジケータとテスト機能の概要 364
ユーザーインターフェイス 365
Agilent Lab Advisor ソフトウェア 366
Lab Advisor の機器コントロール 368
Lab Advisor のサービス & 診断 375
トラブルシューティングの基本原則 384
トラブルシューティングの最後に実行が推奨されるテスト 394

11 エラー情報 396

エラーメッセージの内容 397
一般的なエラーメッセージ 398
モジュール固有のエラーメッセージ 405

12 メンテナンス 410

メンテナンスの概要 411
警告と注意 412
メンテナンスの概要 414
モジュールのクリーニング 415
リークの処理 416
バルブヘッドの交換 418
バルブヘッドの部品交換 424
Infinity バルブドライブのヒューズの交換 427

13 メンテナンス部品 429

1290 Infinity II 2D-LC システム用部品 430
1290 Infinity II Bio 2D-LC システム用部品 455

14 理論的背景 483

2D-LC 理論の基礎 484
検出器としての 2D 492
成功するモードの組み合わせ 494
溶媒溶出モード 495
現実的な問題 500

15 従来のチェックアウト 502

チェックアウト手順 503
測定の準備 505
測定の実行 507

16 付録 543

一般的な安全性に関する情報 544
電気電子機器廃棄物（WEEE）指令 550
無線妨害 551
騒音レベル 552
キャピラリー コーディングガイド 553
OpenLab 用 2D-LC Method Import プラグイン 556
溶媒について 562
その他の情報 563
アジレント・テクノロジーのウェブサイト 564

1 はじめに

1290 Infinity II 2D-LC システムの概要 11
製品情報 11
特長 11
2D-LC の用語 14

この章では、Agilent 1290 Infinity II 2D-LC ソリューション製品について説明します。

1290 Infinity II 2D-LC システムの概要

製品情報

1290 Infinity II 2D-LC システムは、非常に困難な分離に関する問題点を解決し、複雑なサンプルの分析を可能にし、複雑なワークフローの簡素化に対応する革新的なソリューションです。複数の共溶出する化合物や複雑な混合物の分離に対応：Agilent 2D-LC ソリューションでは、（マルチ）ハートカット、ハイレゾサンプリング、コンプリヘンシブ 2D-LC の中から 2D-LC モードを選択できます。

多くの業界の幅広いアプリケーションにおいて、一次元ではまったく分離できないないか、または短時間では十分に分離できないサンプルは、これらのオーソゴナル（直交型）分離の恩恵を受けることができます。コンプリヘンシブ 2D-LC はピークキャパシティに優れ、複雑なサンプルやサンプルマトリックスにも対応できます。2D-LC は、サンプルの脱塩、またはバッファを用いた分離に MS との互換性を持たせるために使用することができます。多くの場合、2D-LC を用いることで、複数回の 1D 分離操作を 1 回の 2D 分析で分離することができます。オフライン分取が必要ないため、ワークフローを簡素化して、高速で信頼性の高い完全に自動化されたワークフローを実現できます。

独自の Agilent 2D-LC ソフトウェアの優れた操作性により、2D-LC 測定を素早く作成して結果をレビューするだけの初心者から、最先端のメソッド開発/データ解析機能を使用するエキスパートまで、誰でも 2D-LC を利用することができます。

特長

Agilent InfinityLab 2D-LC ソリューションの主な特長を以下に示します。

- Agilent 2D-LC は 1290 Infinity II システムをベースとし、UHPLC 性能、高速グラジエント、高い感度、優れた堅牢性を実現しています。
- 専用の 2D-LC バルブの流路は完全に対称となっているため、リテンションタイムおよびピーク面積の高い再現性を確保できます。
- 両次元でさまざまなモジュールを使用できます。UIB II により、サードパーティー製検出器がサポートされています。
- Agilent 2D-LC ソフトウェアは、OpenLab CDS、MassHunter、ChemStation で使用できます。マウスを数回クリックするだけで、簡単に測定を設定で

きます。1D 測定を行い、分離度を上げたいスポットを選択して、二次元目のグラジエントを設定します。

- Agilent 2D-LC 機器コントロールは完全に自動化されているため、マニュアルによる面倒なバルブのプログラミングが不要です。高速の並行分析に対応する Agilent マルチハートカットバルブを用いることで、大容量のストレージで一度に最大 12 の分画を保存でき、一次元目の分離と二次元目の分離を完全に独立させることができます。
- ハイレゾサンプリングでは、一次元目で分離したブロードなピークを短い分画で区切って二次元分離を行うことができます。ピーク全体を分析することにより、再現性の高い定量測定を実現できます。
- マルチハートカットとハイレゾサンプリングを、1 回の分析で任意に組み合わせることができます。
- シフトグラジエントはグラフィカル編集または数値入力から編集が可能で、利用可能な 2D 分離空間を最大化し、最高のピークキャパシティと最速の分析を実現します。
- フラッシュグラジエントの使用により、高速分析が可能になり、キャリーオーバーを最小限に抑えられます。
- 分画をタイムベースモードで定義すれば再現性の高い測定を実現でき、ピークベースモードで定義すればリテンションタイムの変化や未知のサンプルにも対応できます。ピークベースモードでは、一次元目と二次元目の両方の検出器で完全なクロマトグラムが得られます。
- ダイナミックピークパーキングは、タイムベースとピークベースを組み合わせることにより、リファレンス化合物を使用して、バイオ医薬品分析などで発生する一次元目のリテンションタイムシフトに対応できます。
- マルチ注入によって複数のサンプルループから分画を連続して注入することにより、分析を高速化できます。
- スマートピークパーキングは、分画数の最大化と最短の分析時間で最適な分析を実現します。
- オプションの Agilent Active Solvent Modulation 技術により、さまざまな一次元目および二次元目の溶媒やグラジエントを組み合わせることができるので、複数のハートカット測定やハイレゾサンプリング測定に対応できます。一次元目の溶媒の影響を低減することにより、二次元目の分離が最適化され、感度が向上します。
- 両方の次元の流路とすべてのサンプルループをマニュアルまたは自動的にフラッシュすることができるため、分析に備えて 2D-LC システムを準備できます。
- デッキバルブのサンプルループにある分画の貯留状態や、それらの分析状況などの、2D 分析プロセスをダッシュボードでモニターできます。

- 2D-LC システムは、分析スケールのフラクションコレクタと組み合わせて使用することができます。
- オプションのバルブを用いることにより、1D 分離と 2D 分離を簡単に切り替えることができます。

GC Image ソフトウェア

- GC Image の UV およびシングル四重極用 LC x LC Edition ソフトウェア、またはアジレントの (Q-)TOF および QQQ 検出を利用できます。

  このソフトウェアを使用することにより、2D データをより視覚化することができます。また、定性結果や定量結果、統計分析など、コンプリヘンシブ 2D-LC データの高度なデータ解析が可能です。

Lab Advisor

- 診断テストは、2D-LC システムのトラブルシューティングに役立ちます。

2D-LC の用語

用語	定義
2D-LC	二次元液体クロマトグラフィ
1D	一次元 1D-LC は、従来の（一次元）クロマトグラフィです。一次元データを測定します。通常、1D 条件では次元を意識することはありません。
^{1}D	一次元目 たとえば、「^{1}D カラム」は一次元目で使用されるカラムで、「^{1}D クロマトグラム」は一次元目で測定されたクロマトグラムです。
2D	二次元 2D-LC は、二次元液体クロマトグラフィです。二次元データを測定します。 二次元データとは、一次元目と二次元目が含まれるデータです。たとえば、2D の結果には、各次元のクロマトグラムとピークがあります。2D ピークには、各次元のリテンションタイムがあります。2D ピークは、二次元等高線プロットのピークです。
^{2}D	二次元目 たとえば、「^{2}D ポンプ」は、二次元目のポンプです。「^{2}D リテンションタイム」は、二次元目のクロマトグラムのリテンションタイム、または二次元ピークにおける二次元目の重み付け平均リテンションタイムです。^{2}D ピークは、^{2}D 分画のクロマトグラムのピークです。
2D 化合物	２D ピークを有する二次元の化合物。２D ピークには ^{1}D リテンションタイムと ^{2}D リテンションタイムが含まれています。
LCxLC	コンプリヘンシブ 2D-LC
LC-LC	ハートカット 2D-LC
MHC	マルチハートカット
HiRes	ハイレゾサンプリング （ハイレゾリューションサンプリング）

2 2D-LC のコンセプト

2D-LC のコンセプト 16
ハートカット 2D-LC（LC-LC） 19
マルチハートカットおよびハイレゾサンプリング 2D-LC 20
ハートカット 2D-LC の原理 23
コンプリヘンシブ 2D-LC（LCxLC） 32
2D-LC のトリガー 34
ピークトリガーのコンセプト 34
タイムトリガーのコンセプト 36
ASM（Active Solvent Modulation） 37
ASM（Active Solvent Modulation）の概要 37
動作原理 40
ASM ファクタについて 44
コンプリヘンシブ 2D-LC と Active Solvent Modulation 46

この章では、Agilent 1290 Infinity II 2D-LC ソリューションのコンセプトについて説明します。

2D-LC のコンセプト

2D-LC システムでは、[1]D ポンプで [1]D グラジエントが生成されます。オートサンプラからサンプルが注入され、[1]D カラムによって分離されます。2D-LC バルブ（インジェクタ）は、サンプルピークを一時的に保存し、一次元目と二次元目を接続しますこれらのサンプルピークは、二次元目に再注入され、[2]D カラムによって分離され、[2]D 検出器によって測定されます。

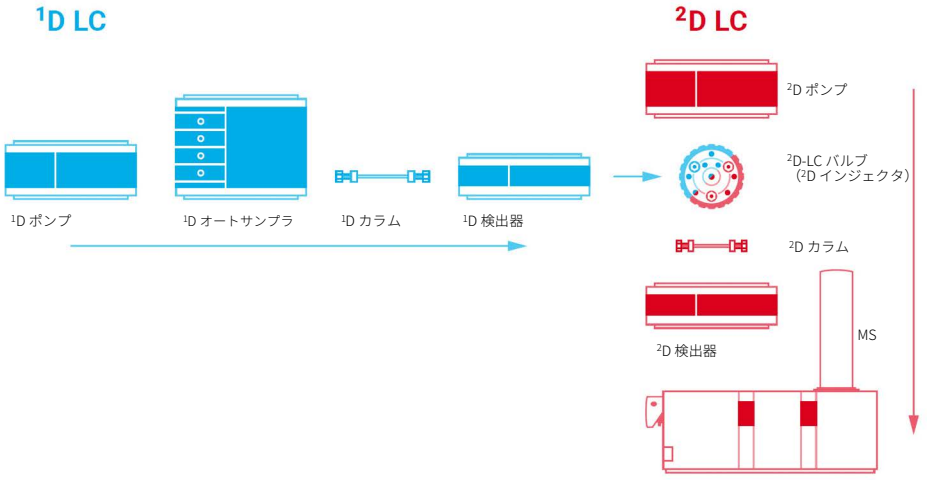


図 1　2D-LC のコンセプト

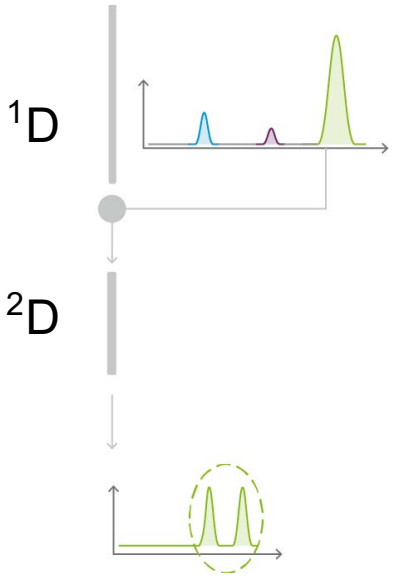


図 2　ハートカット 2D-LC 原理の概念図

2D-LC には、以下のコンセプトが存在します。

- コンプリヘンシブ 2D-LC（LCxLC）

  LCxLC では、一次元目の溶離液をすべて二次元目のカラムに注入します。
- ハートカット 2D-LC（LC-LC）

  LC-LC では、一次元目からの溶離液の一部のみが二次元目のカラムに注入されます。

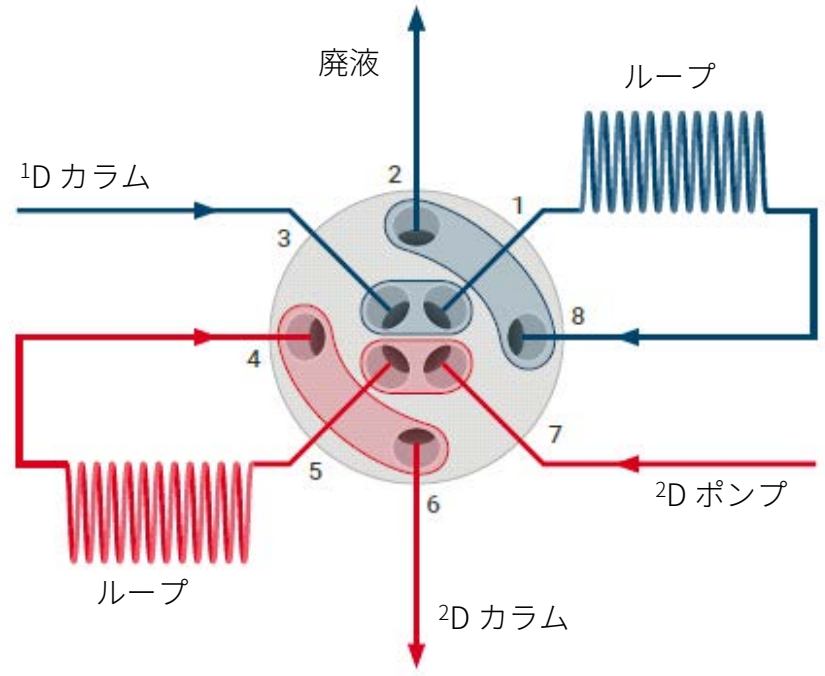


図 3　　2 つのループを備えた標準 2D-LC バルブ（G4236A）（並流）

ハートカット 2D-LC（LC-LC）

LC-LC の特性を以下に示します。

- ^{1}D カラムの流出液の一部のみ（^{1}D カラムから溶出された目的のピークのみ）を ^{2}D カラムに注入
- 一次元目の 1 つのピーク全体をサンプリングし、流量の少ないメソッドや分析時間が採取時間より長いグラジエントの使用が可能となり、分離効率が向上
- ^{2}D カラムでは通常、分離効率がより高いより長いカラムを使用

注記

ハートカット 2D-LC（LC-LC）は、分析対象のサンプルが既知の場合、または測定（医薬品、メソッド開発など）の信頼性を高めるのに最適なメソッドです。

注記

一次元目のカラムから溶出された複数のピークをサンプリングして二次元目で分析することができますが、二次元目の分析時間が一次元目の 2 つのピーク間のリテンションタイム差より長くなってはいけません。**開始された二次元目での分析は必ず終了します。**このため、二次元目での分析の実行中にサンプリングした場合には、一次元目から溶出される 2 番目のピークがループに貯留されない可能性があります。

マルチハートカットおよびハイレゾサンプリング 2D-LC

通常、**ハートカット**では、**コンプリヘンシブ**手法に比べて二次元目のグラジエントタイムがはるかに長くなります。標準的なハートカット手法では、二次元目のグラジエントの実行中にピークをサンプリングできないという欠点があります。ここで示す例では、1 番目のピーク（紫）を二次元目のグラジエントで分析している間に、一次元目のカラムから 2 番目と 3 番目のピーク（灰色と黄色）が溶出してしまいます。4 番目のピーク（緑）が一次元目から溶出したときには、二次元目の準備は完了しています。そのためこのピークは二次元目で分析できます。二次元目はこの分析で使用されているため、5 番目のピーク（青色）を分析することはできません。

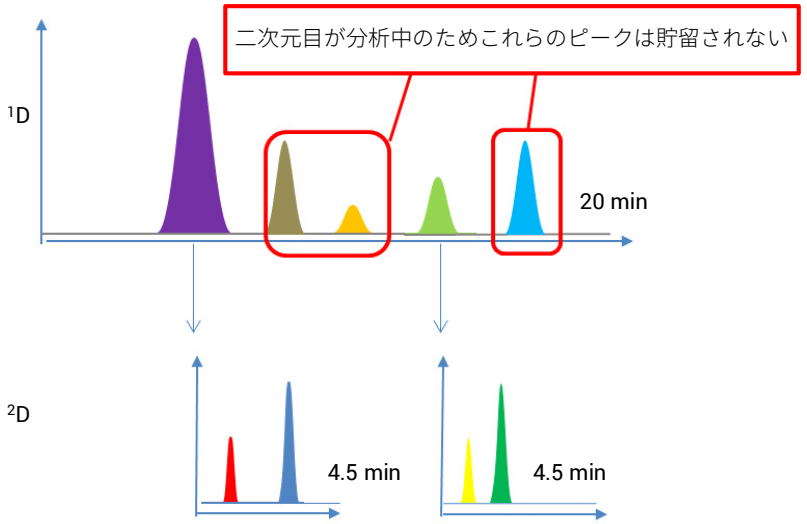


図 4　シングルハートカットで貯留されないピークが存在する例

このような問題には、**マルチハートカット 2D-LC** と呼ばれる設定を使用して対処します。ここで、2D-LC バルブのサンプリングループを 2 個の 6 ポジション/14 ポート の選択バルブと置き換えます。各バルブにはループが 6 つずつ装備されています。このコンフィグレーションではピークを分画して溜めておくことができるため、二次元目がフリーになるとすぐに分析できます。

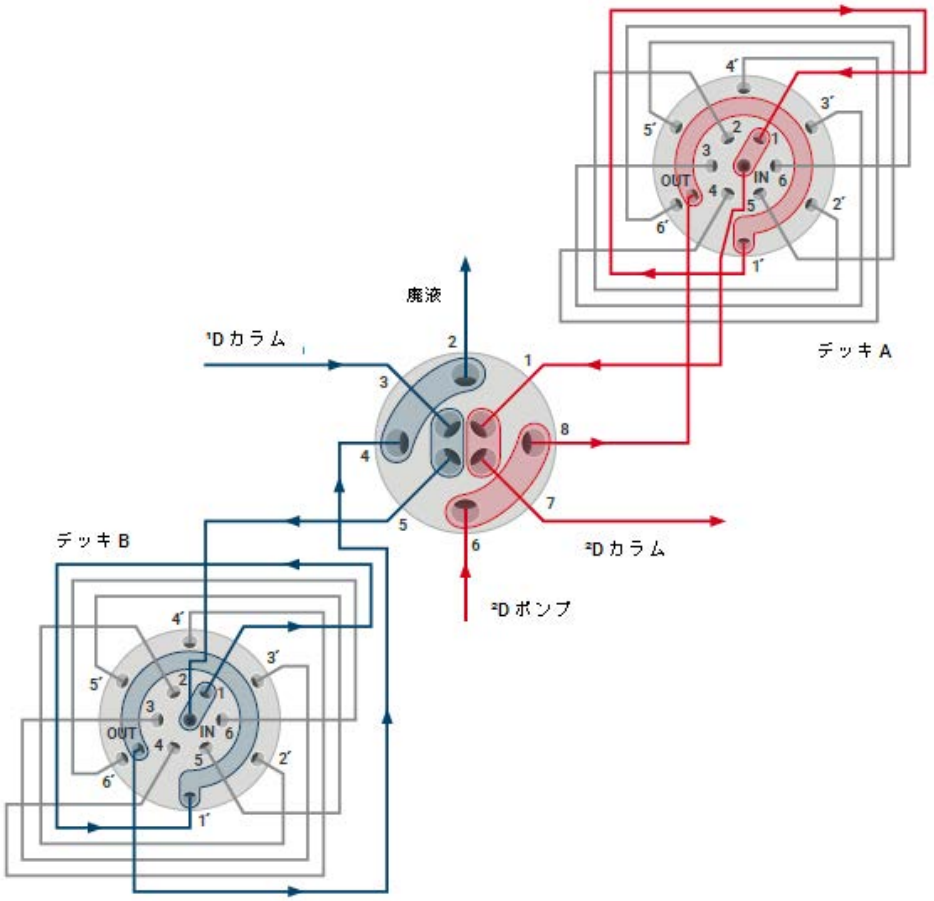


図 5　　標準 2D-LC バルブ（G4236A）（MHC 130 MPa、向流）

分析中に分画されて保存されたピークは、一次元目が分析中でも、二次元目で連続的に分析されます。キャリーオーバーを回避するため、それぞれのマルチハートカットバルブで最後に保存されたピークから順に分析されます。

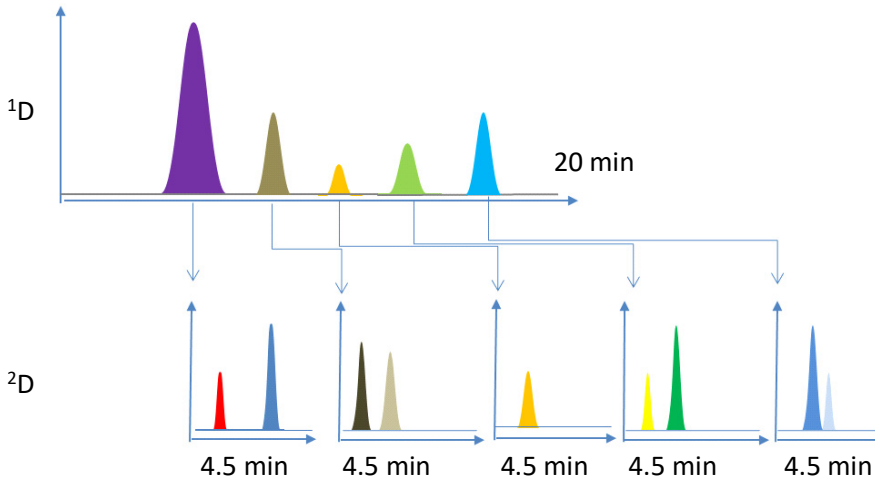


図 6　　複数の分画のマルチハートカット分析の例

ハートカット 2D-LC の原理

マルチハートカットの原理

マルチハートカットの原理

マルチハートカット 2D-LC は 1 つの複雑なワークフローで、さまざまな基準に基づいてサンプルループを充填し、貯留された分画を分析するための特別なアルゴリズムに基づいて動作します。23 ページの「マルチハートカットの原理」は、マルチハートカットのアルゴリズムの原理を示したもので、以下の原理に従っています。

- ^{2}D 分析は可能な限り早く実行します。二次元目がフリーであれば、一次元目からの次の分画は常に二次元目に直接送られ、分析されます。すなわち、
  - 1 番目の ^{1}D 分画は常に二次元目で直接分析されます。
  - 二次元目がフリーの場合は、サンプリングされた次の ^{1}D 分画も直接分析されます。
- 二次元目が使用されている場合は、次の ^{1}D 分画は次のサンプルループに保存されます。
- 一次元目のサンプルループがすべて使用されている場合は、ピークは貯留されません。
- ピークパーキングデッキを必ず完全に分析してから、他のパーキングデッキに切り替えます。
- 新しいパーキングデッキを分析する前に、汚染を防ぐためにフラッシュグラジエントが実行されます。
- 汚染を防ぐために、保存された分画は、逆の順序で分析されます。

マルチハートカット - ピークベースモード

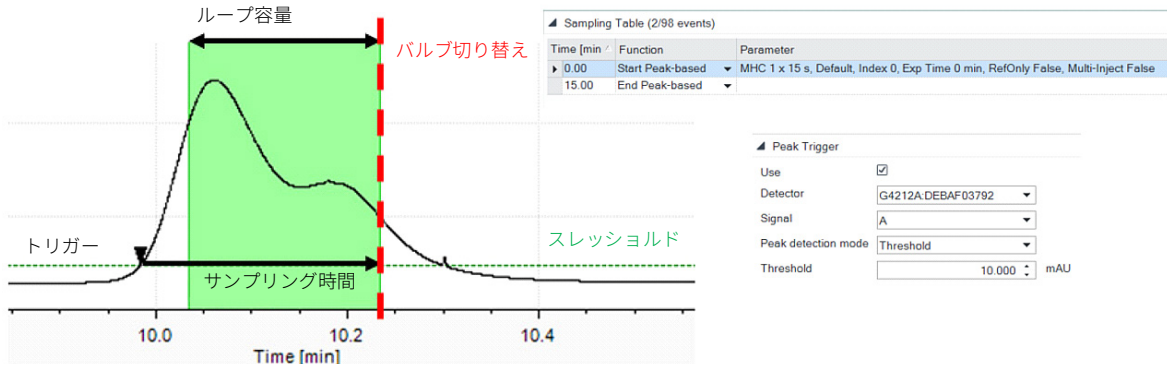


図 7　　ピークベースモード

ピークベースモードでは、3 つのパラメータによってピークの貯留方法が決まります。

1 ピークが検出された場合（リファレンスシグナル（利用可能な場合）がスレッショルドまたは詳細設定で定義されたスロープを上回っているなど）には、ピークトリガーが行われます。

2 バルブを切り替えることにより、分画が貯留されます。ピークの終了が検出される（シグナルがスレッショルドまたはスロープを下回る）か、設定した分画サイズを上回ると（いずれか早い方）、バルブは切り替わります。分画サイズの目的は、ピークの定義された部分（通常はピークの中心）が貯留されるように、貯留を遅らせることです

3 緑色の領域の幅 t（ピークの貯留に使用）は固定で、一次元目のループ容量 V と流量 F から計算されます（t = V/F）。

注記

サンプリング時間がループ容量に相当する時間より短い場合は、ピークトリガーの前でもピークパーキングは開始する可能性があります。この場合、緑色の領域はトリガーを示す三角形の左側から始まります。

マルチハートカット - タイムベースモード

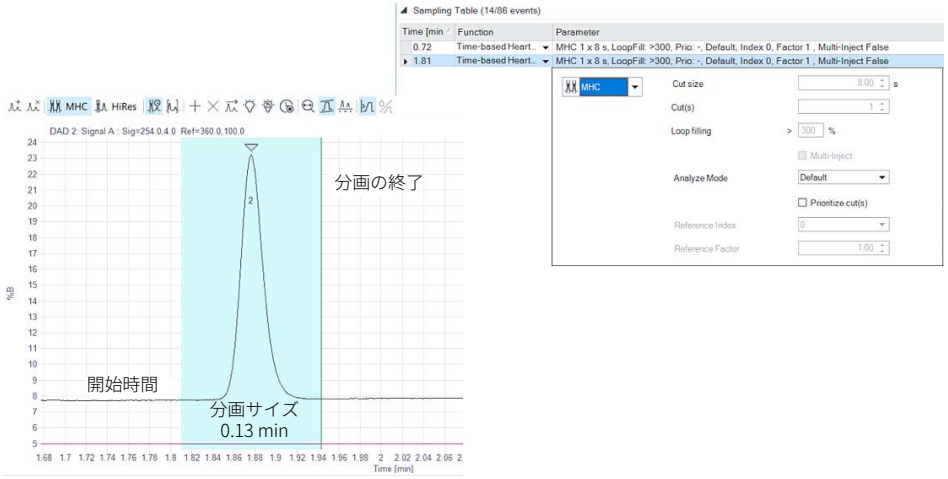


図 8　タイムベースモード MHC

タイムベースとは、ハートカット時間がタイムテーブルで定義されることを意味します。このタイムテーブルは、リファレンスクロマトグラムの各ピークの一次元目のリテンションタイムに従って作成できます。サンプリングテーブルに示されている時間は、リファレンスクロマトグラムの分画貯留の開始に対応しています。分画サイズは固定で、t=V/Fにより求められます。「分画の終了」時にバルブを切り替えることにより、分画が貯留されます。最終的に、メソッドや機器のコントロールに関連性があるのは、分画の終了だけです。分画の終了は、バーの右側に補強線としてプレビュー表示されます。分画を移動したい場合は、マウスを使ってバーを移動することによってグラフ上で移動することで、サンプリングテーブルの開始時間を変更することもできます。

詳細については、177 ページの「メソッドパラメータ」 の章を参照してください。

MHC では、個々の分画をどれだけ近づけることができるかについては数秒単位での限界があります。この限界は主に、2D-LC バルブの切り替えに必要な時間に依存します。隣接する分画を作成するには、ハイレゾモードを使用する必要があります。26 ページの「ハイレゾサンプリング - ピークパーキングの原理」 を参照してください。マルチハートカットでは、ループを過充填する必要があります（>100 %）。分画サイズ時間が流量に関連していることにも注意してください。^{1}D 流量を変更した場合、バルブ切替時間は一定に保たれますが、ピーク開始時間は変わります。流量を変更すると、読み込まれたリファレンスクロマトグラムのリファレンスシグナルが無効になることに注意してください。

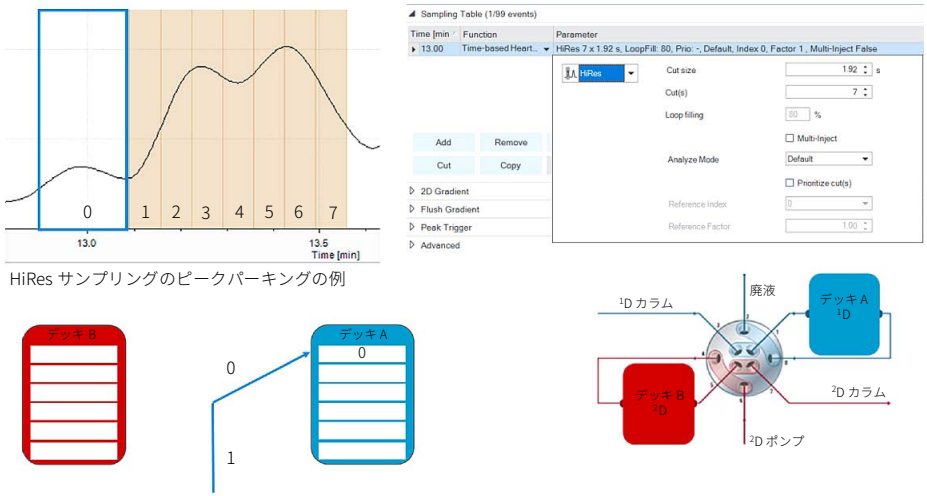
ハイレゾサンプリング - ピークパーキングの原理

HiRes サンプリングモードでは、ピークを貯留する前と後にマルチハートカット（MHC）バルブが切り替えられます。これによって以下のような影響が生じます。

- 連続するカットの各ループの貯留サンプル容量は同じです。
- 最初と最後のループを貯留に使用することはできません。
- ^{1}D から ^{2}D への溶媒の移送が減少することがあります。
- 分画番号 5 全体をサンプルループに貯留することはできません。貯留されてしまうと、分画 6 の一部分がトランスファーキャピラリーに到達し、失われてしまうか、分画 5 を汚染させてしまいます。

  分画 5 の一部分がトランスファーライン内に留まり、^{2}D ですぐに分析されます。
- 分画 6 をサンプルループに貯留するためには、分画をまず 2D-LC バルブからデッキバルブに移動する必要があります。

ハイレゾサンプリング - ピークパーキングの例



HiRes サンプリングのピークパーキングの例

図 9　　ハイレゾパーキングの原理

ハイレゾサンプリングでは、1 つめのループはバイパスポジションです。最初の分画の 2 つめのループに切り替える場合、未知成分が 1 つめのループに貯留される場合があります。1 つめのループは、貯留解除手順の終わりにフラッシュする必要があります。

- MHC バルブは、分画 1、2、3、4、5 を貯留する直前に切り替わります。
- 分画番号 5 全体をサンプルループに貯留することはできません。貯留されてしまうと、分画 6 の一部分がトランスファーキャピラリーに到達し、失われてしまうか、分画 5 を汚染させてしまいます。

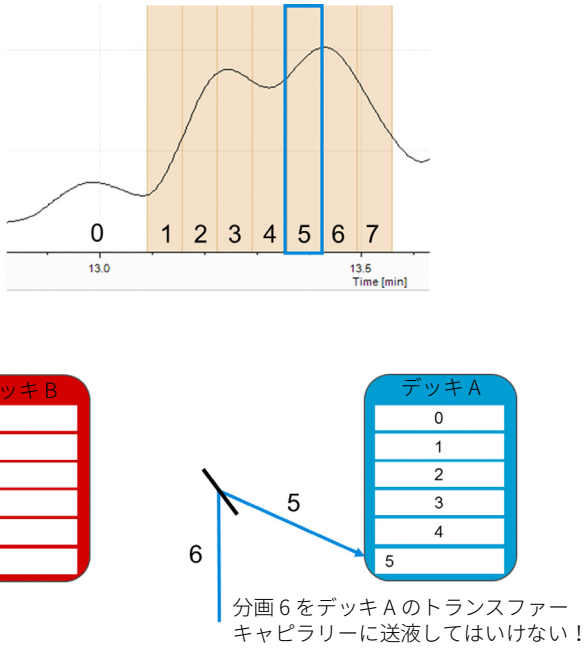


図 10　ハイレゾパーキングの原理

- 分画 5 の一部分がトランスファーライン内に留まり、^{2}D ですぐに分析されます。

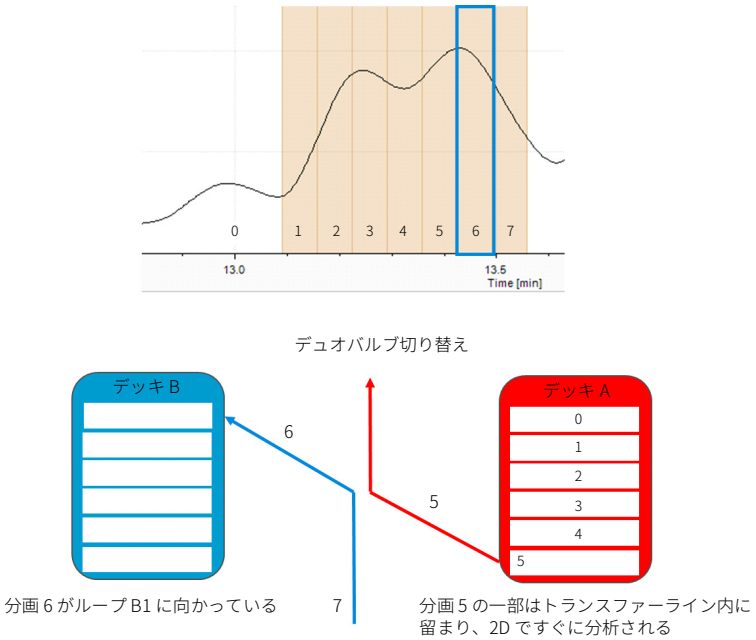


図 11　トランスファーラインの部分的な分画に関するハイレゾパーキングの原理

- 分画 6 をサンプルループに貯留するためには、分画をまず 2D-LC バルブからデッキバルブに移動する必要があります。

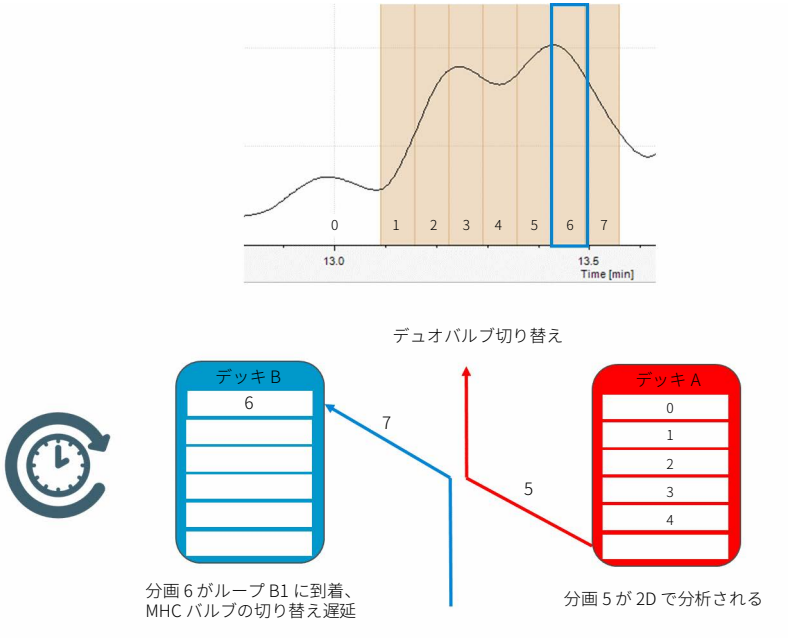


図 12　2D-LC バルブおよびデッキバルブに関するハイレゾパーキングの原理

- 分画 7 はループ B2 に貯留されます。

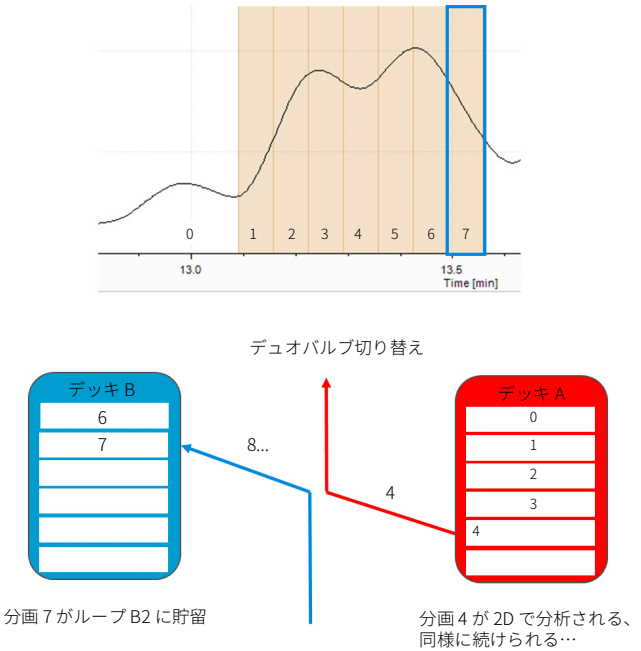


図 13　ループ B2 に貯留された分画 7 に関するハイレゾパーキングの原理

- 他のデッキで分析を実行している間は、フロースルー用に最後のループが必要です。分析中は、^{2}D グラジエントベースの溶媒がループに充填されます。

ハイレゾサンプリング（タイムベースモード）

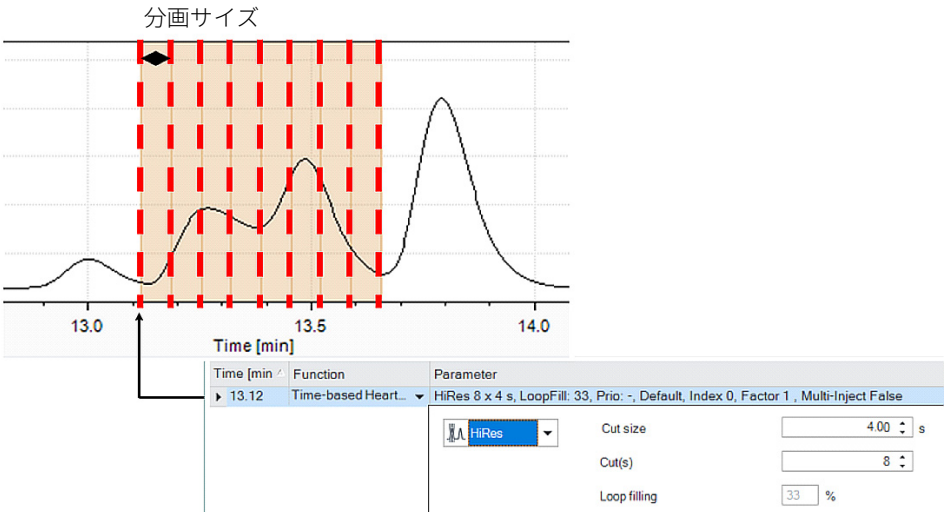


図 14　クロマトグラムとサンプリングテーブルのハイレゾサンプリングの比較

ハイレゾサンプリングでは、（開始）時間、分画サイズ（秒単位）、ピークまたは範囲の分画番号を設定できます。サンプリング時間は、80 % 未満のループ充填に対応する 1 つのサンプルループを充填するのに必要な時間より短くする必要があります。パラボリック流量プロファイルにより、充填率が 80 % を超えると、サンプルが無駄になります。

最小分画サイズは、2D-LC バルブとデッキバルブの間のトランスファーボリュームによって求められます。デッキの最後の分画は、2 番目のデッキに切り替えるとそのピークが二次元目に移行するように、トランスファーキャピラリーに保存されます。そのトランスファーボリュームより小さいボリュームを選択すると、2 つの分画が同じキャピラリー内に存在するため、分離度と再現性が失われます。

注記

ドライバーベースの 2D-LC ソリューションが発売されてから、**HiRes** をピークベースモードで使用できるようになりました。

コンプリヘンシブ 2D-LC（LCxLC）

コンプリヘンシブ 2D-LC（別名 LC×LC、包括的 2D-LC）では、同じサイズのサンプルループを 2 つ使用します。2 つのループをスイッチングバルブで交互に切り替えることにより、一次元目の溶離液をすべて二次元目のカラムに注入します。一次元目で 1 つめのループが充填されている間、二次元目では 2 つめのループの内容物が分析されます。次にバルブが切り替わり、2 つめのループを一次元目からのサンプリングに、1 つめのループを二次元目での分析に使用します。

二次元目でのグラジエント分析は、一次元目からの分画サイズ時間より短いか等しくなります。

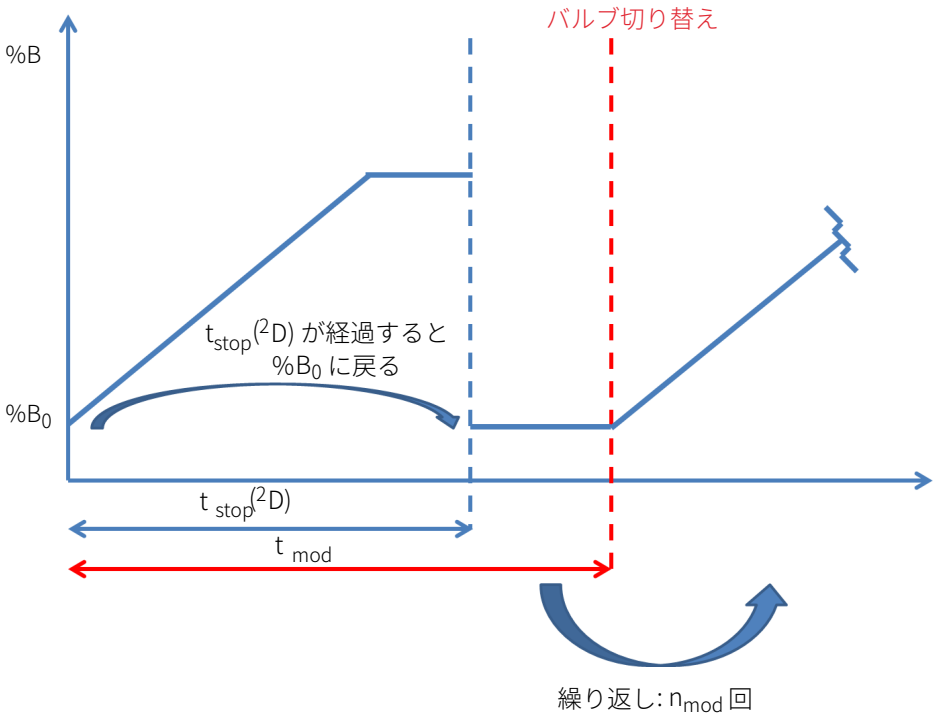


図 15　LCxLC の特性

標準 LCxLC

標準 LCxLC では、モジュレーションバルブを切り替えることにより 2 つのサンプリングループを交互に使用して、一次元目の溶離液をすべて二次元目のカラムに注入します。これを一次元目の分離の開始から終了まで繰り返されます。

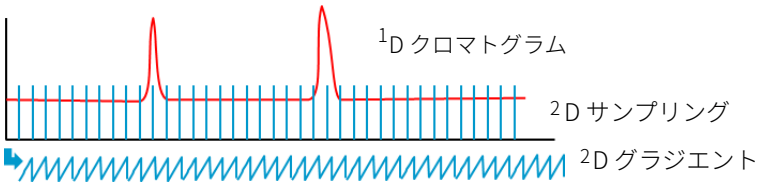


図 16　標準 LCxLC の原理

2D-LC のトリガー

ピークトリガーのコンセプト

ピークトリガー LC-LC

所定のレベルを上回る一次元目の 1 つまたは複数のピークは、^{2}D カラムに注入されます。二次元目のグラジエント時間中に ^{1}D カラムから溶出されるピークは無視されます。

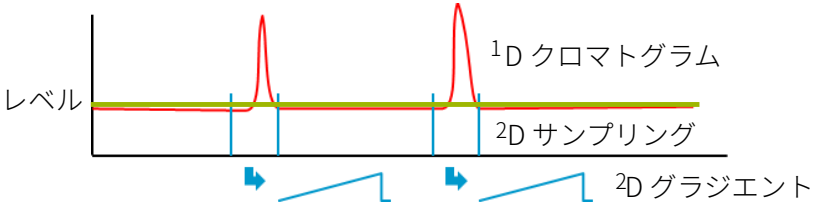
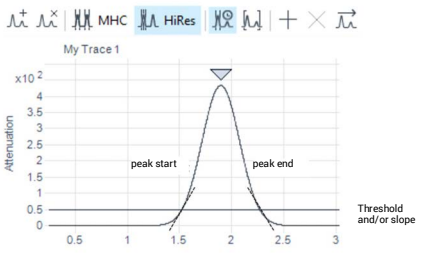


図 17　ピークトリガー LC-LC の原理

ピークトリガー関連のパラメータ

ピークトリガーのコンセプト

トリガーは、スレッショルドやスロープによるインテグレータの設定と同様に、詳細設定で行います。201 ページの「ピークトリガーの使用」 を参照してください。



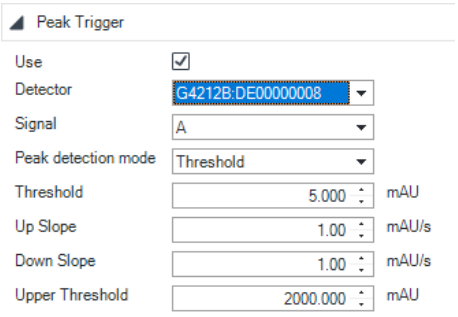


図 18　メソッドのピークトリガー

バルブは以下の条件で切り替わります（いずれか早い方）：

- **サンプリング時間**が経過した場合

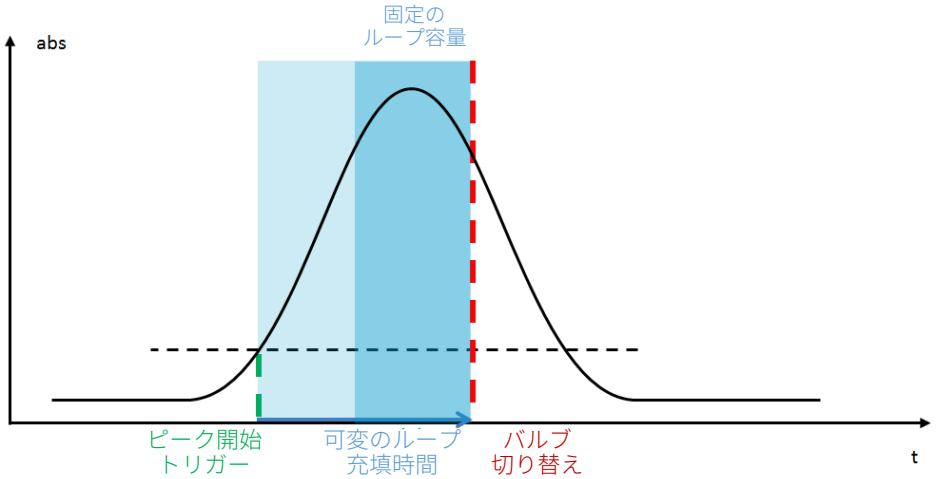


図 19　ピークトリガーのコンセプト（経過サンプリング時間）

- シグナルがスレッショルドまたはスロープを下回った場合。

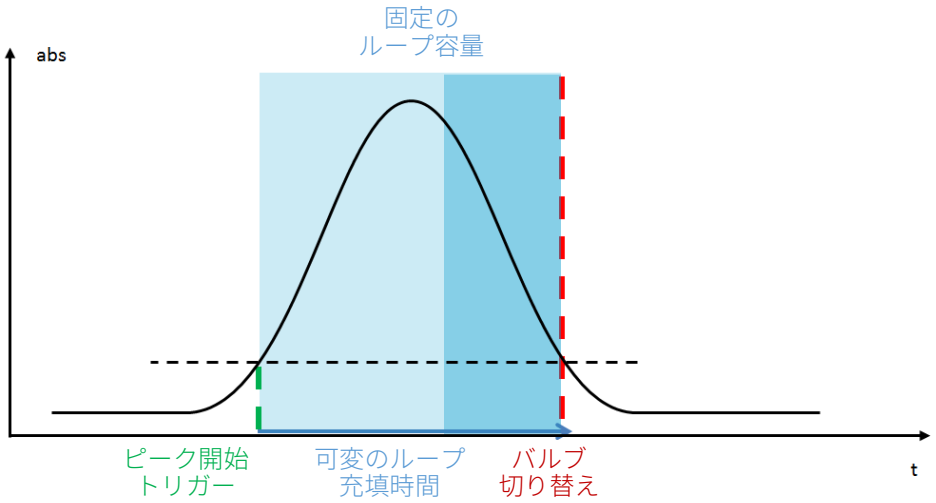


図 20　ピークトリガーのコンセプト（シグナルがスレッショルドまたはスループを下回る）

注記

ChemStation の 2D-LC アドオンと異なり、ドライバーベースの 2D-LC ソリューションでは、LCxLC のタイムトリガーモードのみ使用可能です。

タイムトリガーのコンセプト

タイムトリガー LC-LC

所定の時間枠内の一次元目の 1 つまたは複数の部分は、^{2}D カラムに直接注入されます。

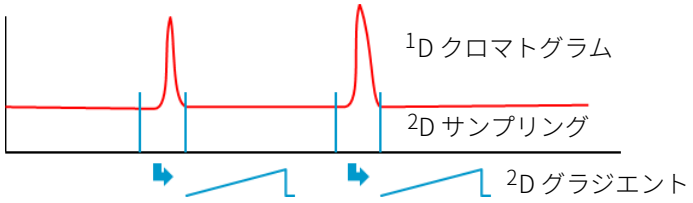


図 21　タイムトリガー LC-LC の原理

ASM（Active Solvent Modulation）

ASM（Active Solvent Modulation）の概要

従来の 2D-LC では、サンプルループの ^{1}D 溶媒は二次元目のカラムに注入されます。^{1}D 溶媒の ^{2}D カラムの溶離強度が高い場合は、二次元目の分離が低下します。このため、保持されずにピークが溶出し、ブロードになったり形状が歪んだりするため、分離が低下します（39 ページの図 24 を参照）。

ASM（Active Solvent Modulation）では、サンプリングループの内容物（サンプルと ^{1}D 溶媒）が ^{2}D カラムに到達する前に、^{2}D 溶媒で希釈されるため、二次元目での分離が向上します（39 ページの図 25 を参照）。

さまざまな ASM キャピラリーが用意されているので、希釈を最適化してさまざまなアプリケーションに対応することができます（44 ページの「ASM ファクタについて」 を参照）。

ASM ソリューションは主に、2D-LC モード（マルチハートカットとハイレゾサンプリング）向けに設計されています。2D-LC バルブ ASM は、標準 2D-LC バルブ G4236A と下位互換性があります。ASM が不要な場合、またはコンプリヘンシブ 2D-LC で使用する場合は、ASM 機能を無効にできます。

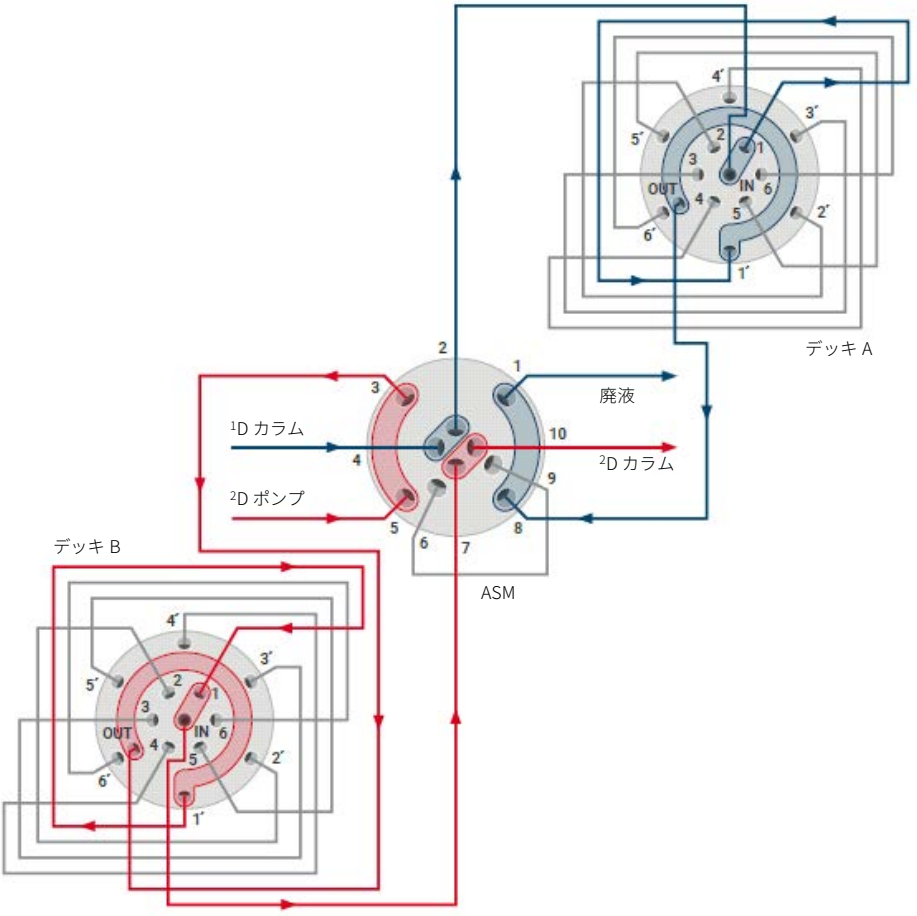


図 22　ASM 2D-LC バルブ（G4243A）（マルチハートカットを使用、向流）の流路図

例：1D で HILIC、2D で逆相を用いた ASM

この例では、HILIC 分離は一次元目で実行され、逆相分離は二次元目で実行されました。サンプル分画が二次元目に送られる場合、40 µL の高有機溶媒が逆相カラムに運ばれます。[1]

[1] 以下による殺虫剤の 1D 分析：1D：Zorbax RX-SIL（150×2.1 mm（内径）、5 µm）、A = 10 mM NH_4Ac（H_2O 中）；B = ACN、グラジエント：5 分間で 100 % から 95 %、500 µL/min。40 µL ループを用いた MHC。2D：Bonus RP（50×2.1 mm、1.8 µm）、H_2O/アセトニトリルのグラジエント（0.2 % ギ酸）、弱い溶媒 3 % のアセトニトリル、400 µL/min、従来の 2D-LC の EIC（無希釈）

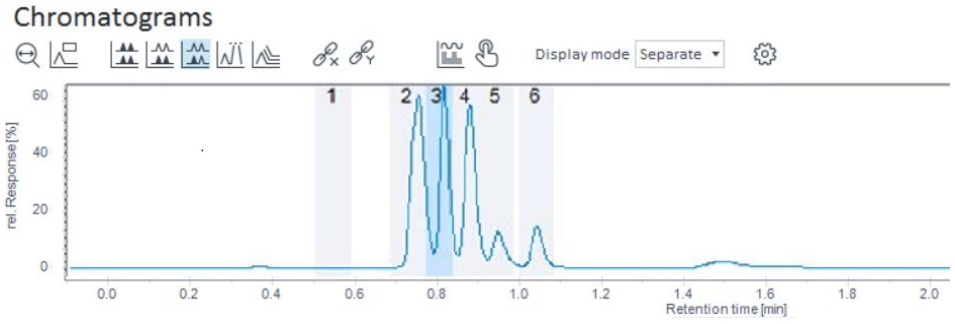


図 23 1D での高有機溶媒を使用した HILIC 分離による殺虫剤の分析

従来のバルブを用いた場合の 2D 分離度

分離強度の高い 1D 溶媒では、ピークがブロードになり歪むため、分離が悪くなります（左側の 2D クロマトグラム）。

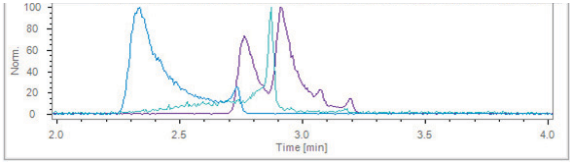


図 24 2D での逆相分離を使用した分画 3 の従来の分析

ASM バルブを用いた場合の 2D 分離度

右側の 2D クロマトグラムでは、従来の 2D-LC バルブの代わりに、2D-LC バルブ ASM が用いられています。ピークが分離され、感度が向上します。

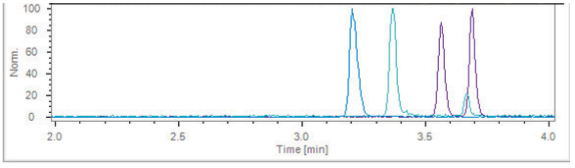


図 25 2D での逆相分離を使用した分画 3 の ASM 分析

動作原理

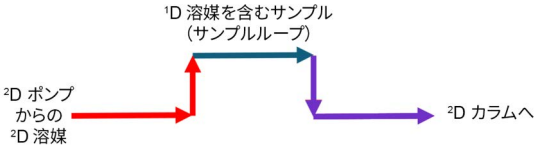


図 26　流路のサンプルループの動作原理（概略図）

サンプルループの ^{1}D 溶媒は、^{2}D ポンプからの ^{2}D 溶媒によって部分的に希釈されます。*

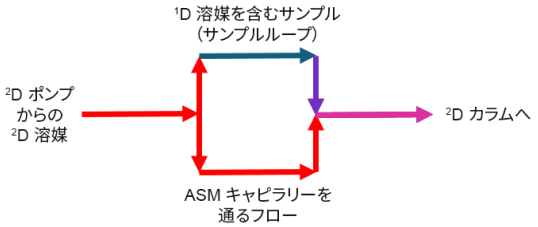


図 27　パラレル流路のサンプルループと ASM キャピラリーの動作原理（概略図）

ASM キャピラリーにパラレルフローを導入することにより、^{1}D 溶媒がより弱い ^{2}D 溶媒によってしっかり希釈されます。これらの溶媒条件では、^{2}D カラムのカラムヘッドでサンプル濃縮ができるため、良好な分離を実現できます。*

*赤：^{2}D ポンプからの ^{2}D 溶媒、青：サンプルループの ^{1}D 溶媒を含むサンプル

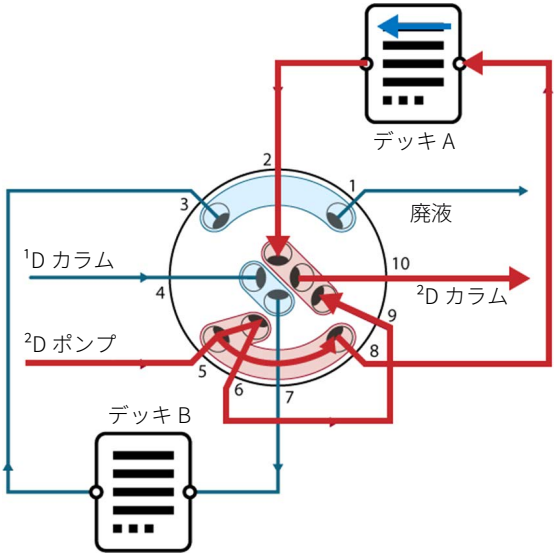


図 28　パラレル流路のサンプルループと ASM キャピラリーの動作原理

これは、同じ流路が 2D-LC バルブ ASM 内ではどのように見えるかを示しています。^{2}D ポンプからの流れは、バルブポート 10 で分かれます。一方はデッキ A のサンプルループを通って、貯留するサンプル分画と ^{1}D 溶媒を送液します。もう一方の ^{2}D 溶媒は、バルブポート 9 と 6 の間の ASM キャピラリーを通過します。流れはポート 5 で合流し、^{1}D 溶媒が ^{2}D カラムヘッドに到達する前に希釈されます。

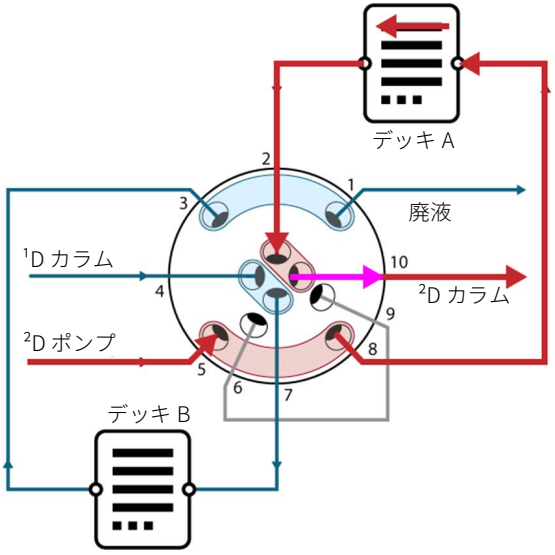


図 29　サンプルループ流路の動作原理

ASM フェーズ（設定可能なメソッドパラメータ）が完了すると、分析グラジエントが開始します。永続的なバイパスによる希釈とは対照的に、ASM キャピラリーはこの時点で流路内に存在せず、^{2}D グラジエント送液ははサンプルループを通してのみ行われます。

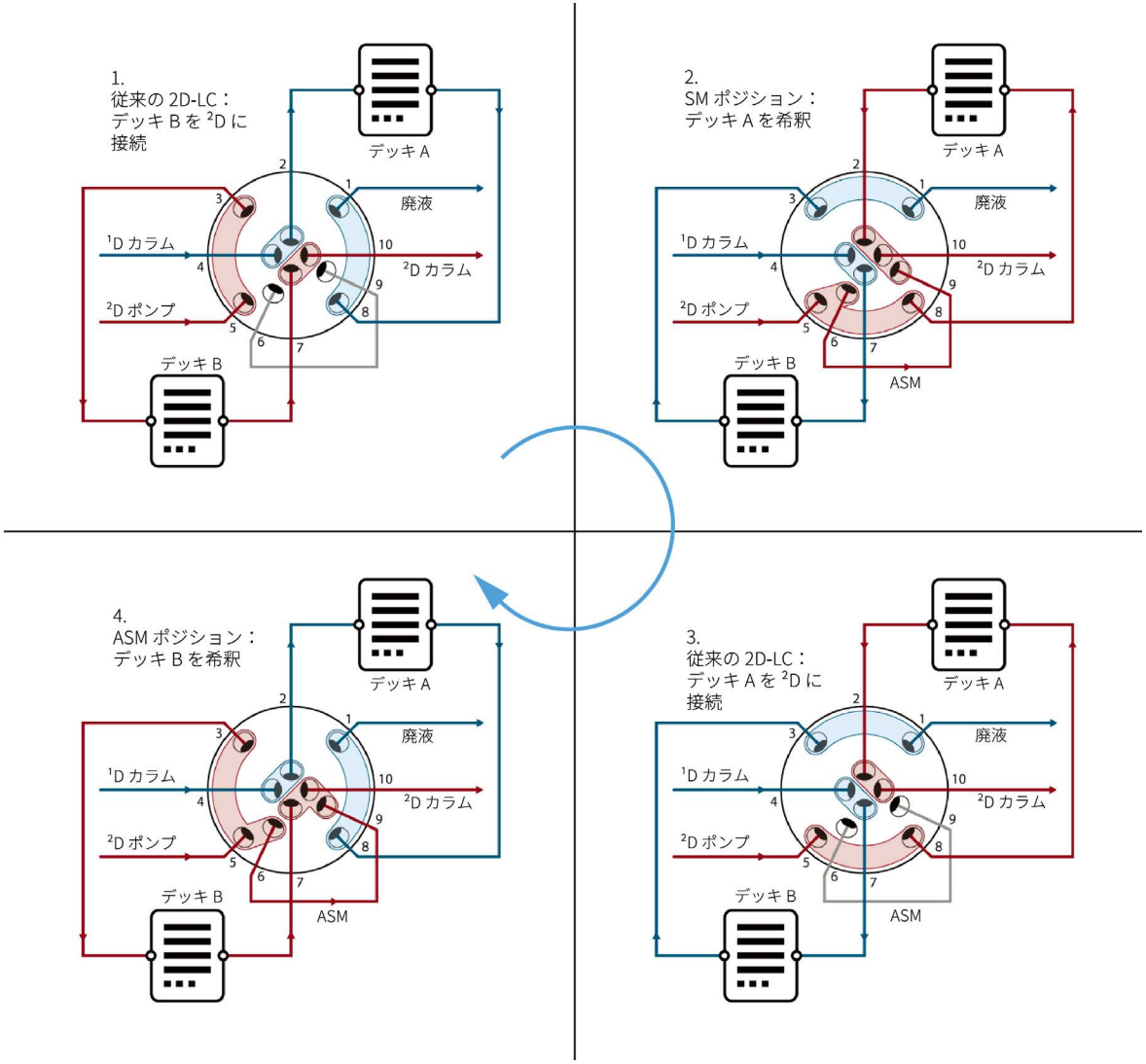


図 30　ASM バルブの切替サイクル（向流モード）

表 1　ソフトウェア（SW）の切替サイクルのポジション名

1 従来の 2D-LC：
^{2}D のデッキ B

Position Names

Valve Position	Description
Position 1	Port 1 -> 8
Position 2	Port 1 -> 8 ASM
Position 3	Port 1 -> 3 -> 8 ASM
Position 4	Port 1 -> 3 ASM
Position 5	Port 1 -> 3

2 ASM ポジション：
希釈用デッキ A

Position Names

Valve Position	Description
Position 1	Port 1 -> 8
Position 2	Port 1 -> 8 ASM
Position 3	Port 1 -> 3 -> 8 ASM
Position 4	Port 1 -> 3 ASM
Position 5	Port 1 -> 3

4 ASM ポジション：
希釈用デッキ B

Position Names

Valve Position	Description
Position 1	Port 1 -> 8
Position 2	Port 1 -> 8 ASM
Position 3	Port 1 -> 3 -> 8 ASM
Position 4	Port 1 -> 3 ASM
Position 5	Port 1 -> 3

3 従来の 2D-LC：
^{2}D のデッキ A

Position Names

Valve Position	Description
Position 1	Port 1 -> 8
Position 2	Port 1 -> 8 ASM
Position 3	Port 1 -> 3 -> 8 ASM
Position 4	Port 1 -> 3 ASM
Position 5	Port 1 -> 3

ASM バルブの全切替サイクルには 4 つのポジションがあります。ポジション 1 と 3 は、標準 2D-LC バルブ G4236A の場合と同じです。ASM バルブにはさらに 2 つのポジションがあります（ステップ 2 と 4）。どちらのステップでも、ASM キャピラリーは二次元目にあり、デッキ A と B でそれぞれ溶媒を希釈します。

注記

UI のポジション 3（ポート 1 > 3 > 8 ASM）を使用することにより、ASM バルブのすべてのラインをフラッシュできます。

ASM ファクタについて

ASM の原理は、^{1}D サンプルループ溶媒を ^{2}D 溶媒で希釈することです。

ASM ソリューションは、サンプルループと ASM キャピラリーを経由した溶媒のパラレルフローによって、こうした希釈を実現します。

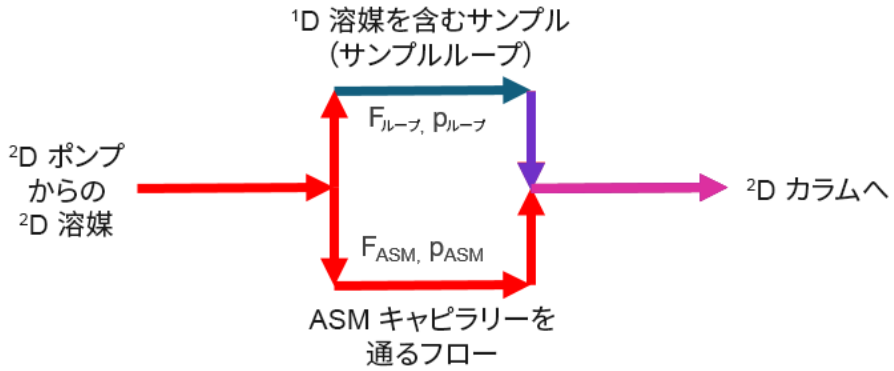


図 31　Active Solvent Modulation の原理（概略図）

これらのパラレルキャピラリーを通る流量 **F** は、使用するキャピラリーの背圧 **p** によって異なります。キャピラリーの背圧は、キャピラリーの長さ **l**、半径 **r** の 4 乗、および溶媒の粘性 η によって決まります。

$$p = \frac{8\eta l F}{\pi r^4}$$　ハーゲン・ポアズイユの式

ハーゲン・ポアズイユの式は、これらのパラメータの関係を表します。

ASM キャピラリーの長さは以下のパラメータに影響します。

- キャピラリーの背圧
- 希釈率
- 各種アプリケーションに最適な希釈率

スプリット比と ASM ファクタの計算例。

長いキャピラリーほど背圧が高いため、短いキャピラリーに比べて流量が低下します。

例：

ポート 7 と 3（2D-LC バルブからサンプルループおよび背面まで）のキャピラリーの背圧がポート 9 と 6 の間の ASM キャピラリーの背圧の 2 倍の場合、2 倍の量の溶媒が ASM キャピラリーを通って流れます。

このため、サンプルループの ^{1}D 溶媒が約 3 倍に希釈されます。これは ASM ファクタと呼ばれます。

注記

ASM キャピラリーキットを使用すると次のようになります。

- ASM ブランチとトランスファーブランチのキャピラリーの内径は同じです。
- 2 つのトランスファーキャピラリーは同じ長さです。
- ID_{loop} = 0.35 mm と $ID_{capillaries}$ = 0.12 mm の差が大きくなります。このため、ループの背圧はあまり上がりません（これは、半径が 4 の累乗でハーゲン・ポアズイユの式の一要素となるためです）。
- パラレル流路の溶媒の組成と粘性は予測できません。

ASM キャピラリーキットの推奨構成（上の注記を参照）では、スプリット比と ASM ファクタの計算式を次のように簡略化できます。

$$\text{スプリット比} = \frac{l_{ASM}}{(2l_{tc1,2})}$$

l_{ASM} = ASM キャピラリーの長さ

$l_{tc1,2}$ = トランスファーキャピラリー 1 または 2 の長さ

$$\text{ASM ファクタ} = 1 + \left(\frac{1}{\text{スプリット比}}\right)$$

注記

ソフトウェアによって計算された ASM ファクタは定数ではなく、メソッド開発の対象となる指針値と見なすべきです。

コンプリヘンシブ 2D-LC と Active Solvent Modulation

ASM バルブは、コンプリヘンシブ 2D-LC 測定を向上させるために使用することもできますが、主にマルチハートカット測定やハイレゾサンプリング測定用に最適化されています。

ASM フェーズはモジュレーションサイクルに寄与します。モジュレーション時間を一定に保つことにより、サイクルの分離フェーズに使用可能な時間が減少します。モジュレーション時間を増やすと、同じループ容量になるまで、場合によっては ^{1}D 流量を減らす必要があります。このため、^{1}D クロマトグラフィを変えることになります。

ASM ソリューションは、2D-LC バルブとマルチハートカットバルブの間にあるキャピラリーからの背圧を必要とします。このため、コンプリヘンシブ 2D-LC サンプルループを ASM バルブに直接取り付けることはできません。さらに、コンプリヘンシブ 2D-LC サンプルループには標準的なフィッティングが付属していますが、ASM バルブの M4 ポートには適合しません。

ASM バルブでは、標準 2D-LC バルブの 2 倍の切り替えが必要です。コンプリヘンシブ 2D-LC ではバルブを頻繁に切り替えるため、ASM ではお勧めできません。

注記

スターターもローターシールも定期的なメンテナンスが必要です。ASM バルブの摩耗は、圧力や溶媒（強い緩衝液）などのメソッドパラメータに大きく依存するため、Lab Advisor で定期的にバルブをチェックすることをお勧めします。

3 互換性一覧

OpenLab CDS 48
サポートされるオペレーティングシステム 49
利用可能な言語 50
PC の要件 50
ライセンス 52
サポートされるドライバー 53
サポートされるファームウェア 54

この章では、インストールおよび実行するための前提条件となる、ハードウェア、ファームウェア、オペレーティングシステムに関する情報を提供します。

OpenLab CDS

OpenLab CDS の以下のリビジョンが推奨されます。

- Agilent OpenLab CDS 2.7
- Agilent 2D-LC Software for OpenLab 1.1

注記

Agilent 2D-LC ソフトウェアを更新する場合は、正しいバージョンであることを必ず確認してください。必要なソフトウェアバージョンの詳細については、49 ページの「Agilent 2D-LC ソフトウェアと Agilent OpenLab CDS の互換性」を参照してください。

Agilent 2D-LC Software for OpenLab 1.1（OpenLab CDS 2.7 のすべてのコンフィグレーションをサポート）：

- Workstation（ファイルシステム搭載、オプションでセキュアな CDS ストレージパス搭載）
- Workstation Plus（Content Management 搭載）
- クライアント/サーバーシステム（OpenLab Server、OpenLab ECM XT または OpenLab ECM 3.x 搭載）

注記

OpenLab CDS 搭載の Agilent 2D-LC ソフトウェアは、GLP および 21 CFR Part 11 のコンプライアンス要件を満たしています。

Agilent 1290 Infinity II 2D-LC ソリューションのシングル四重極機能を使用するには、OpenLab CDS M8432AA の MS ライセンスが必要です。これにはさらに、スペクトルデータ評価用のライセンス M8413AA が必要です。

このソフトウェアは、12 の LC モジュールでテスト済みです。複雑なシステムでは OpenLab CDS のメモリー消費量が増えるため、システムの安定性が低下するおそれがあります。問題発生の可能性を低減するには、以下のことを実行してください。

- OpenLab CDS を時々（たとえば、複雑なシステムの場合は週 1 回またはそれ以上の頻度で）再起動する
- OpenLab CDS 機器のオフラインコピーで、データ解析、レポート作成、オンラインヘルプの表示を実行する
- 新しいタスクを開始する前にデータを保存する
- メソッドの変更、シグナルプロットの設定の変更などにより、分析中に高いレベルの双方向処理の実行を回避する

Agilent 2D-LC ソフトウェアと Agilent OpenLab CDS の互換性

表 2 Agilent 2D-LC ソフトウェアと Agilent OpenLab CDS の互換性

Agilent 2D-LC ソフトウェア	Agilent OpenLab CDS
バージョン 1.1 と互換：	バージョン 2.7
バージョン 1.0 と互換：	バージョン 2.6 のみ

- Agilent 2D-LC ソフトウェアのバージョン 1.0 がコンピューターにインストールされている場合は、1.1 に直接アップグレードできます
- Agilent 2D-LC ソフトウェアのバージョン 1.0 のライセンスをお持ちの場合、そのライセンスはバージョン 1.1 にも有効です
- バージョン 1.0 のすべての 2D データおよび 2D-LC 解析メソッドは、バージョン 1.1 でも使用できます

サポートされるオペレーティングシステム

サポートされるオペレーティングシステムは、対応する Agilent OpenLab CDS と同じです。

- Windows 11 Professional (64 bit) [21H2]
- Windows 10 Professional (64 bit) [21H1 以降]

詳細については、Agilent OpenLab CDS の要件に関するドキュメントを参照してください。

利用可能な言語

ユーザーインターフェイスは、以下の言語のオペレーティングシステムの言語で表示されます。

- 英語
- 中国語
- 日本語
- ブラジルポルトガル語
- ロシア語（Agilent 2D-LC ソフトウェア 1.0 と OpenLab CDS 2.6 Workstation の組み合わせのみ）

英語版の OpenLab CDS ソフトウェアは、オペレーティングシステムの地域設定が正しく設定されていれば、西欧言語のオペレーティングシステムでもサポートされます。

注記

Agilent 2D-LC ソフトウェアは、英語、中国語、日本語、ブラジルポルトガル語のオペレーティングシステム言語でのみサポートされています。

サポートされている機器ドライバーにはローカライズされていないドライバーがあります。それらドライバーは、ローカライズ版の OpenLab CDS を使用した場合も英語で表示されます。

注記

Agilent 以外のドライバーについては、場合によっては、ローカル設定をカスタマイズする必要があります。ドライバー付属文書のローカライゼーションに関する項目を確認してください。

PC の要件

Agilent OpenLab CDS Workstation には、以下の PC 仕様が推奨されます。

OpenLab CDS 用の推奨 PC（Agilent でテスト済み、Win 10（64 bit）用）：

- OpenLab CDS Workstation（ファイルシステムストレージ）：HP Z2 G4 Workstation：Intel Core i5 9500 3.0 GHz、8 GB RAM 搭載＋オプションで 8 GB 追加可能
- OpenLab CDS WS（Content Management）：HP Z2 G4 Workstation：Intel Core i5 9500 3.6 GHz、16 GB RAM 搭載

表 3 ワークステーション ハードウェア構成の最小要件

タイプ	OpenLab CDS ワークステーション	OpenLab CDS Workstation Plus
アジレントが提供するバンドル PC を推奨	Small Form Factor HP Z2 G5	HP Workstation HP Z4 G4
プロセッサ速度 (CPU)	3.0 GHz 以上、 4 コア	3.6 GHz 以上、 4 コア
物理メモリ (RAM)	最大 2 つの機器ポイント • 8 GB	16 GB
	3 つ以上の機器ポイント • 16 GB	
	Windows オペレーティングシステム用に最小で 4 GB が予約済みであることに注意してください。	
ハードディスク構成[1]	1×500 GB 7200 RPM SATA ドライブ（最小要件） より優れたパフォーマンスを得るには SSD ドライブを推奨	2 x 500 GB または 1 TB 7200 RPM SATA ドライブ（最小要件）[1] より優れたパフォーマンスを得るには SSD ドライブを推奨
グラフィック解像度	1600×900（最小）、1920×1080（推奨）	
RS-232 ポート	選択した機器がまだ RS-232 通信を使用している場合はシリアルポートが 1 つ必要。 詳細については、機器の仕様を参照。	
USB ポート	付属のメディア経由でのインストールには USB 2 が必要	
LAN カード	100 MB/1 GB LAN（機器の制御用） ラボのイントラネットに接続するには LAN カードがもう 1 枚必要	
Win 11	Microsoft では、Windows 11 特有のチップセット要件を定めています。 詳細については、Microsoft を参照	

[1] コンピューターにディスクアレイコントローラーが搭載されている場合は、2×1 TB（RAID1）を推奨

詳細については、ソフトウェア付属文書のそれぞれの使用上の注意および指示を参照してください。

ライセンス

使用するクロマトグラフィデータシステムには、デフォルトでは、1 つまたは複数のライセンスが必要です。

OpenLab CDS では、ライセンスエンタイトルメントの配布および追跡に、FlexNet Publisher（v. 11.12）を使用します。このソフトウェアは、OpenLab CDS のコンポーネントと一緒にインストールされます。

SubscribeNet でのライセンスファイルの作成方法、Control Panel でのライセンスのインストール方法など、ライセンスの詳細については、対応するソフトウェアの付属文書を参照してください。付属文書には、ライセンスをソフトウェアのコントロールパネルで作成してインストールする方法が記載されています。通常、対応するライセンス認証コードやライセンスは購入時の注文に含まれます。

また、Agilent 2D-LC ソリューションを有効にするには、USB ハードウェアドングルが必要です。

詳細については、129 ページの「ライセンスドングルによる 2D-LC システムドライバーのライセンス認証」 を参照してください。

サポートされるドライバー

表 4　サポートされるドライバー

ファームウェア	クロマトグラフィデータシステムのバージョン	LC/CE ドライバーのバージョン
A.07.02 B.07.35 C.07.30 D.07.35	MassHunter Workstation（TOF/QTOF 用）（バージョン 11 以降） MassHunter Workstation（TQ用）（バージョン12以降） OpenLab CDS 2.7 以降	3.5 以上

サポートされるファームウェア

ファームウェアは、Agilent 2D-LC Software USB フラッシュドライブの Firmware フォルダーにあります。

Agilent 2D-LC ソフトウェアは、以下のファームウェアリビジョンでテスト済みです。

表 5　サポートされるファームウェア

デバイス	ファームウェア
Agilent 1100 シリーズ、1200 シリーズ、1200 Infinity	A.07.02
Agilent 1200 シリーズ、1200 Infinity、1120 Compact LC	B.07.35
Agilent 1200 Infinity ホストモジュール	C.07.30
Agilent 1290 Infinity II モジュール	D.07.35
Agilent LC/MS シングル四重極機器（例：G6106A）	最新ファームウェア[1] 各機器の OpenLab CDS との互換性については、64ページ表7 を参照してください。

[1] 推奨される LCMS ファームウェア：常に、ドライバーパッケージに付属している最新のファームウェア・インストール・パッケージをご利用ください。

注記

- アジレントは、「ファームウェアセット」として LC のファームウェアアップデートをリリースしています。
- すべての Agilent LC 機器のファームウェアセットは、インストール済みのソフトウェア（CDS）に対して下位互換性があるように設計およびテストされています。
- 各セットに含まれる最新のモジュールファームウェアは、同じセットの他のすべてのモジュールファームウェアと完全に互換性があり、相互運用可能です。
- 相互運用性の問題を防ぐために、ファームウェアセットの最新のモジュール ファームウェアリビジョンを使用することを常に推奨しています。
- 通常、LC 機器のファームウェアを最新の状態に保つことを常に推奨しています。
- 異なるセットのファームウェアリビジョンを混合しないでください。Agilent は、新旧セットの混合ファームウェアリビジョンの動作については保証しません。

注記

ファームウェアは、以下のリンクから入手できます。

https://www.agilent.com/en-us/firmwareDownload?whid=69761

または、382 ページの「モジュールファームウェアの更新」 を参照してください。

4 インストール

1290 Infinity II 2D-LC システムのハードウェア据付　57
納品チェックリスト　57
オプション　58
機器の推奨セットアップ　65
1290 Infinity II Bio 2D-LC システムのハードウェアの据付　96
納品チェックリスト　96
オプション　101
Bio 2D-LC システム使用上の注意　105
2D-LC 機器のライセンス　128
ライセンスドングルによる 2D-LC システムドライバーのライセンス認証　129
2D-LC ソフトウェアを Agilent OpenLab CDS Workstation にインストール　131
OpenLab Help & Learning　132
Agilent OpenLab Data Analysis ソフトウェアに Agilent 2D-LC ソフトウェアのインストールと設定　136
コンフィグレーションダイアログの起動　140
HPLC 機器のコンフィグレーション　142
2D-LC クラスターのコンフィグレーション　143
デバイス UI のコンフィグレーション　147
メソッドのインポート　150
アジレントのウェブサイト　151

この章では、Agilent 1290 Infinity II 2D-LC ソリューションのハードウェアの取り付けとソフトウェアのインストールについて説明します。2D-LC 機器は、本書で説明しているソフトウェアと一緒に使用できます。インストール手順は、標準ハートカット、マルチハートカット、ハイレゾサンプリング、コンプリヘンシブ 2D-LC の各モードに有効です。

注記

2D-LC ソリューションは、2D-LC バルブが外部バルブドライブに取り付けられている機器セットアップのみサポートしています。65ページの「概要」を参照してください。

1290 Infinity II 2D-LC システムのハードウェア据付

納品チェックリスト

項目	部品番号	説明
1	G4243-90000	Agilent G4243A 2D-LC ASM Valve Guide Technical Note
2	5067-4266	2D-LC ASM バルブヘッド、 130 MPa
3	G4236-68000	2D-LC イージースターターキット（レガシー） 出荷時専用、再注文不可
4	G4236-68100	2D-LC イージースターターキット（ESZ サービス用） 出荷時専用、再注文不可
5	G1680-63721	ネットワーク LAN スイッチ
6	5500-1300	キャピラリー ST 0.12 mm x 85 mm M/M
7	5500-1301	キャピラリー ST 0.12 mm x 170 mm M/M
8	5500-1302	キャピラリー ST 0.12 mm x 340 mm M/M
9	5500-1303	キャピラリー ST 0.12 mm x 680 mm M/M
10	5500-1376	キャピラリー ST 0.12 mm x 170 mm M/M
11	5067-6171	キャピラリーキット 2D-LC、Infinity Classic（オプション） 出荷時専用、再注文不可
12	5067-6585	キャピラリーキット 2D-LC、1290 Infinity II 出荷時専用、再注文不可

キャピラリーキット 2D-LC、1290 Infinity II には以下の部品が含まれます。

個数	部品番号	説明
2	5043-0269	アダプタプロファイル Agilent 1290 バルブドライブ（G1170A）用
1	5067-4608	キャピラリー ST 0.17 mm x 280 mm SX/S
2	5067-4651	キャピラリー ST 0.12 mm x 280 mm SL/SX
1	5067-4669	キャピラリー ST 0.12 mm x 600 mm S/SL
1	5067-4670	キャピラリー ST 0.17 mm ID 600 mm （スエージ加工済み）
1	5500-1217	キャピラリー ST、0.17 mm x 900 mm SI/SX
1	5500-1227	キャピラリー ST 0.17 mm x 150 mm SL-SL
1	5500-1240	キャピラリー ST 0.17 mm x 105 mm SL/SL
2	5500-1245	キャピラリー ST 0.17 mm x 400 mm SI/SI
2	5500-1251	キャピラリー ST 0.12 mm x 400 mm SL/SL

注記

機器のセットアップによっては、機器のセットアップで追加の部品やキャピラリーが必要になる場合があります。これらの部品は別途購入するか、他のコンポーネント（2D-LC バルブや MHC バルブなど）に付属します。部品の原点および機能については、以下の機器のセットアップのセクションで説明します。

オプション

注記

Agilent 1290 Infinity II 2D-LC システムには、^{2}D ポンプとして、Agilent Infinity II ハイスピードポンプ G7120A、Agilent Infinity II Bio ハイスピードポンプ G7132A、または Agilent 1290 Infinity バイナリポンプ G4220A が含まれている必要があります。

これは、以下の機能を使用するために必要です。

- バルブ切り替えの同期
- ^{2}D カラムでの高速グラジエントの実行

表 6 推奨されるハードウェアコンフィグレーションの概要

機能	コンポーネント	製品番号	モジュール	備考
[1] D	ポンプ	G7120A	1290 Infinity II ハイスピードポンプ	
		G7132A	1290 Infinity II Bio ハイスピードポンプ	
		G7112B	1260 Infinity II バイナリポンプ	
		G7111B	1290 Infinity II クォータナリポンプ	
		G7104A	1290 Infinity II フレキシブルポンプ	
		G7104C	1260 Infinity II フレキシブルポンプ	
		G4220A/B	1290 Infinity バイナリポンプ	
		G4204A	1290 Infinity クォータナリポンプ	
		G1312B	1260 Infinity バイナリポンプ	
	サンプラ	G7129B	1290 Infinity II バイアルサンプラ	
		G7167B/ G7137A	1290 Infinity II マルチサンプラ/1290 Infinity II Bio マルチサンプラ	
	カラムコンパートメント	G7116B	1290 Infinity II マルチカラムサーモスタット	
		G1316C	1290 Infinity カラムコンパートメント	

表 6 推奨されるハードウェアコンフィグレーションの概要

機能	コンポーネント	製品番号	モジュール	備考
	検出器	G7117A/B/C	1260/1290 Infinity II ダイオードアレイ検出器	[1]D 流量をフローセルの圧力仕様に合わせて調整します。圧力リリースキットの備考も参照してください。 ピークトリガーとしてのマルチハートカットおよびハイレゾサンプリング、またはモニタリングに推奨。コンプリヘンシブ 2D-LC の場合オプション。 [1]D フローセルには、耐圧 6 MPa 以下のセルは利用できません（FLD 検出器と RID 検出器は 1D 検出器には使用不可）。
		G7114A/B	1260/1290 Infinity II 可変波長検出器	
		G7115A	1260 Infinity II ダイオードアレイ検出器 WR	
		G7165A	1260 Infinity II 多波長検出器	

注記

[1]D/[2]D 切り替えまたはタイムベースの測定の場合、一次元目でもマススペクトロメータの使用が必要な場合があります。詳細については、83 ページの「追加機能のための機器のその他の構成」 を参照してください。

注記

現時点では、MSD や ELSD などの CAN 非対応の検出器は、LC & CE ドライバーによって二次元目の検出器としてのみ設定可能です。

表 6 推奨されるハードウェアコンフィグレーションの概要

機能	コンポーネント	製品番号	モジュール	備考
インターフェイス	バルブドライブ	G1170A	1290 Infinity バルブドライブ	
	2D-LC バルブ	G4236A	2D-LC バルブキット、標準	2D-LC バルブヘッドを含む
		G4243A	2D-LC バルブキット、ASM	ASM（Active Solvent Modulation）機能を備えた 2D-LC バルブヘッドを含む
	MHC バルブ	G4236A #007 G4243A #007	マルチハート-カットキット	2 つの MHC バルブヘッドを含む
		G4242A	2D-LC マルチハートカット アップグレードキット	既存の 2D-LC システムに合わせて MHC バルブをアップグレードするためのキット
	圧力リリースキット（PRK）	G4236-60010	圧力リリースキット	^{1}D検出器を使用する場合は必須。このキットは圧力パルスの影響を軽減し、検出器のフローセルを保護します。
^{2}D	ポンプ	G7120A	1290 Infinity II ハイスピードポンプ	1290 Infinity または Infinity II バイナリポンプが必要。
		G7132A	1290 Infinity II Bio ハイスピードポンプ	
		G4220A	Infinity 1290 バイナリポンプ	
	カラムコンパートメント	G7116B	1290 Infinity II マルチカラムサーモスタット	オプション：^{1}D と ^{2}D の温度差が大きい場合は、カラムコンパートメントを2台使用します。これらのいずれも他のモジュールや以前のモジュールと同様にサポートされています。
		G1316C	1290 Infinity カラムコンパートメント	

表 6 推奨されるハードウェアコンフィグレーションの概要

機能	コンポーネント	製品番号	モジュール	備考
^{2}D	検出器	G7117A/B/C	1260/1290 Infinity II ダイオードアレイ検出器	
		G7114A/B	1260/1290 Infinity II 可変波長検出器	
		G7115A	1260 Infinity II ダイオードアレイ検出器 WR	
		G7165A	1260 Infinity II 多波長検出器	
		G1321B	1260 Infinity FLD	
		G4260A	1260 Infinity ELSD	
		G7102A	1290 Infinity II ELSD	
			Agilent シングル四重極検出器 LC/MSD	
			TOF/QTOF または TQ などのハイエンドのマススペクトロメータ	

注記

互換性のあるマススペクトロメータの概要については、64ページ表7 を参照してください。

注記

サードパーティー製検出器を UIB II G1390B A/D コンバータ経由で接続することができます。ただし、これらのサードパーティー製のモジュールについては、CDS で利用できる機能は限定されます。

注記

G7117A/B および G4212A/B フローセルは、テーリングが発生する可能性があるため、WCX や低塩濃度の SEC にはお勧めできません。

注記

UV 検出器（VWD、DAD WR、LSS など）で感光性の高いサンプルを分析するには、適切なフローセルおよび低い光強度が推奨されます。これは特に、一次元目の検出器では重要です。

Agilent 6100 シリーズ シングル四重極 LC/MS

以下の Agilent LC/MS 機器は、OpenLab CDS または ChemStation からコントロールできます。

表 7　OpenLab CDS/ChemStation によってコントロール可能な Agilent LC/MS 機器

製品番号	説明	互換性
61xxA	LC/MS ファミリー	ChemStation コントロールのみサポート
G6160A	InfinityLab LC/MSD iQ	OpenLab CDS コントロールのみサポート
61xxB	LC/MS ファミリー	ChemStation でサポート OpenLab CDS で利用するためにはスマートカードの更新が必要 61x0B から 61x0C へのアップグレードキット（G2735N：販売終了）が必要 61x5B から 61x5C へのアップグレードキット（G4934C：販売終了）が必要
G6150B	MS モジュール	ChemStation コントロールのみサポート
G6120C G6125C G6130C G6135C	MS モジュール LC/MSD MS モジュール LC/MSD XT	OpenLab CDS コントロールのみサポート チューニングには ESI または AJS ソースが必要
イオン源		
G1947B G1971B	APCI APPI（大気圧光イオン化）	
G1948B	ESI	
G1958B	シングル四重極用 Agilent Jet Stream	
G1978B	マルチモードイオン源	

機器の推奨セットアップ

概要

InfinityLab 2D-LC ソリューションにはいくつかの種類があり、InfinityLab シリーズや 1200 シリーズの Infinity モジュールの柔軟な HPLC の組み合わせが可能です。Agilent マススペクトロメータと組み合わせでは、2D-LC ソリューションの HPLC 部分を 2 スタック構成にする必要があります。2D-LC では、2 スタック構成が常に推奨されます。左側のスタックのモジュールの順番は下から上に、両方の次元用のポンプ、そしてバイアルサンプラまたはマルチサンプラです。

サンプラはポンプの上に置きます。右側のスタックは、1 ～ 2 のカラムコンパートメントと 1 ～ 2 の標準 UV 検出器で構成されます。

使用する溶媒の数によっては、どちらのスタックの場合も、溶媒キャビネットを上に配置することも可能です。



図 32　左：1290 Infinity II 2D-LC システムの推奨スタック構成
右：1290 Infinity II 2D-LC システムの設置スペース要件

注記

2D-LC の 2 段スタック構成では、97 x 62 cm（24.4 x 38.2 インチ）の空きスペース、縦方向の設置スペースが必要です。また、空気循環用および電気接続用のスペースとして、両側に 2.5 cm （1.0 インチ）、背後に約 8 cm（3.1 インチ）確保してください。

2D-LC バルブとオプションの MHC デッキの取り付け

外部バルブドライブの取り付け

1 つ以上の 1260 Infinity II または 1290 Infinity II ポンプで構成される InfinityLab 2D-LC 機器の場合、このポンプへのバルブドライブの取り付けにはバルブクランプキット IF II（5067-5685）を使用し、バルブドライブはアダプタプロファイル（5043-0269）で相互に接続します。2D-LC バルブ、および MHC デッキ（選択した場合）は、外部バルブドライブ（G1170A）に取り付けます。

#	ホルダー/コネクタ	接続	部品番号
3	1290 Infinity バルブドライブ（別途購入が必要）	バルブの取り付け	G1170A
1	クランプガイドキット IF II（G1170A に付属）	トップバルブをポンプへ	5067-5685
2	アダプタプロファイル（MHC デッキに付属）	G1170A ドライブ間	5043-0269

SHC コンフィグレーションの場合は、2D-LC バルブ（G4236A）はスタックの上側のポンプに取り付けます。MHC コンフィグレーションの場合は、上側の MHC デッキは上側のポンプに取り付けます。

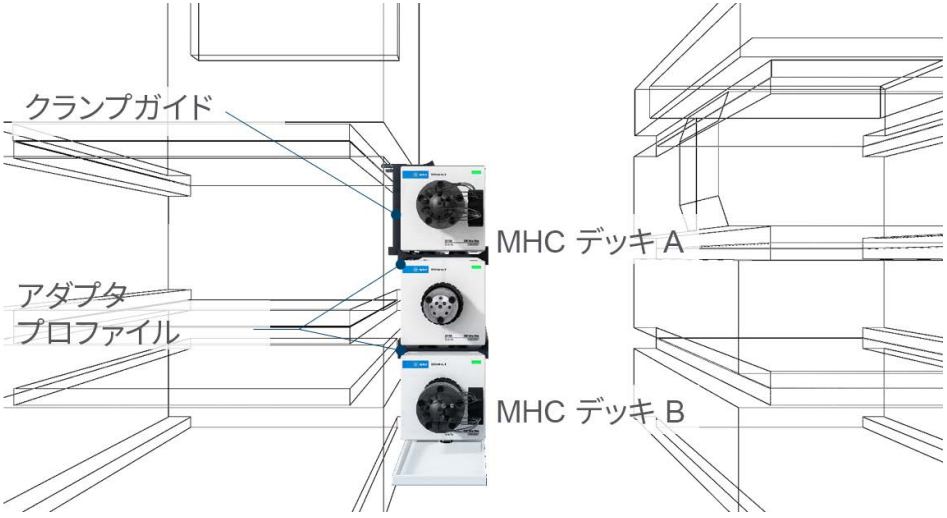


図 33　2D-LC バルブ、および MHC デッキ（オプション）の取り付け概略図

1 Infinity II ポンプの右側にクランプガイドを取り付けます。丸くへこんだ形のマークが本体ハウジングにあります。先のとがったドライバーで小さい穴を開け、3 個のセルフカッティング タッピングネジでクランプガイドを締め付けます。
2 バルブヘッドを G1170A 外部バルブドライブに取り付けます。
3 MHC バルブを上にして 1 番目の外部バルブドライブをクランプで固定します。
4 他の各外部バルブドライブにアダプタプロファイルを取り付け、66 ページの図 33 に示されている位置に各ドライブを搭載します。
5 一番下の外部バルブドライブの下にセンサー付きのリークトレイを取り付けます。
6 圧力リリースキットを取り付けます。94 ページの「圧力リリースキットの取り付け」 を参照してください。

バルブのコンフィグレーション

Agilent InfinityLab 2D-LC ソリューションの一般的なバルブコンフィグレーションは 2 種類あり、それによって機器で使用できる 2D-LC モードが決まります。シングルハートカット（SHC）コンフィグレーションではシングルハートカットとコンプリヘンシブ 2D-LC を利用できるのに対して、マルチハートカット（MHC）コンフィグレーションではさらにマルチハートカットとハイレゾサンプリング 2D-LC も利用できます。また、Active Solvent Modulation（G4243A）を使用できるのは、MHC コンフィグレーションだけです。使用可能なすべての 2D-LC モードの概要については、オプションのハードウェアコンフィグレーション を参照してください。(60ページ表6)

他のすべての LC モジュール（リファレンス）のスタックセットアップは、バルブコンフィグレーションから独立しているため変更ありません。

表 8 2D-LC システムのバルブコンフィグレーションに依存する 2D-LC モードの概要

バルブ	SHC コンフィグレーション	MHC コンフィグレーション
		
2D-LC バルブ、標準	✓	✓
2D-LC バルブ、ASM（Active Solvent Modulation）	X	✓
操作モード	**SHC コンフィグレーション**	**MHC コンフィグレーション**
コンプリヘンシブ（LCxLC）	✓	✓
シングルハートカット	✓	✓
マルチハートカット	X	✓
ハイレゾサンプリング	X	✓

シングルハートカット コンフィグレーション

シングルハートカット/コンプリヘンシブ 2D-LC 分析専用の 2D-LC 機器に必要なのは、標準 2D-LC バルブ（G4236A）だけです。バルブは、システム内のどの Infinity II ポンプにも取り付けることができます。SHC コンフィグレーションでは、MHC デッキが取り付けられていないため、トランスファーキャピラリー（6a/6b）は不要です。



図 34　サポートされているバルブを取り付けたシングルハートカット（SHC）コンフィグレーションの概略図。技術的な理由から、ASMバルブ（G4243A）は、シングルハートカットセットアップではサポートされていません。

マルチハート-カット コンフィグレーション

マルチハートカットまたはハイレゾサンプリング 2D-LC 用の 2D-LC 機器には、追加の MHC デッキが必要です。MHC コンフィグレーションでは、標準 2D-LC バルブ（G4236A）と ASM バルブ（G4243A）の両方がサポートされています。バルブは、スタック内のどの InfinityII ポンプにも取り付けることができます。使用するバルブヘッドに応じて、異なるトランスファーキャピラリー（6a/6b）を取り付ける必要があります。取り付けについては、以下のガイダンスに従ってください。

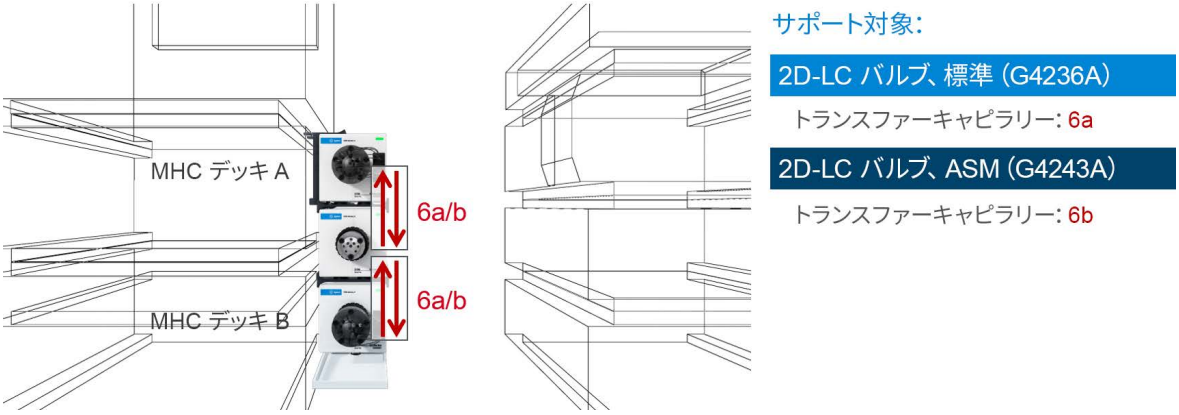


図 35　サポートされているバルブとトランスファーキャピラリーを取り付けたマルチハートカット（MHC）コンフィグレーションの概略図。

推奨のスタック構成

InfinityLab 2D-LC ソリューションでは、適用するカラムコンパートメントのコンセプトに応じて、3 つのバリエーションで 3 つの基本的なスタックセットアップが可能です。一次元目と二次元目に使用するポンプにより、基本的なスタック構成が異なります。二次元目には、1290 Infinity または 1290 Infinity II ハイスピードポンプが必須です。Agilent 1290 Infinity ポンプは常にスタックの一番下に設置します。キャピラリーキットは、推奨されるすべてのコンフィグレーションに対応します。以下のコンフィグレーションでは、システムの流路が最適化されるため、ディレイや拡散容量が最小限に抑えられます。

表 9　サポートされる機器コンフィグレーション（サポートされる LC ポンプの一覧）番号は推奨されるスタックセットアップ

#	^{1}D ポンプ	サポートされる ^{2}D ポンプ
1	**1290 Infinity II/1260 Infinity II Prime LC** 1260 Infinity II フレキシブルポンプ（G7104C） Agilent 1260 Infinity II Bio フレキシブルポンプ（G7131C） 1290 Infinity II フレキシブルポンプ（G7104A） Agilent 1290 Infinity II Bio フレキシブルポンプ（G7131A） 1290 Infinity II ハイスピードポンプ（G7120A） Agilent1290 Infinity II Bio ハイスピードポンプ（G7132A）	**1290 Infinity/1290 Infinity II** 1290 Infinity II ハイスピードポンプ（G7120A） Agilent1290 Infinity II Bio ハイスピードポンプ（G7132A） 1290 Infinity バイナリポンプ（G4220A） 参照： 78 ページの図 39
2	**1290 Infinity** 1290 Infinity クォータナリポンプ（G4204A） 1290 Infinity バイナリポンプ（G4220A）	**1290 Infinity II** 1290 Infinity II ハイスピードポンプ（G7120A） 参照： 80 ページの図 40
3	**1260 Infinity バイナリ/Infinity II バイナリ** 1260 Infinity II バイナリポンプ（G7112B） 1260 Infinity バイナリポンプ（G1312B）	**1290 Infinity II** 1290 Infinity II ハイスピードポンプ（G7120A） 参照： 82 ページの図 41

注記

このガイドラインは、1 つ以上の Infinity II モジュールを含むセットアップにのみ適用されます。1200 Infinity シリーズのモジュールだけで構成されるセットアップを導入する場合は、対応するキャピラリーキットを使用してください。

このセットアップに出てくる接続は以下のとおりです。

- シングルハートカット コンフィグレーションでの標準 2D-LC バルブ（G4236A）の並流方向

  73 ページの図 36を参照してください。

- マルチハート-カット コンフィグレーションでの ASM 2D-LC バルブ（G4243A）または標準 2D-LC バルブ（G4236A）の向流

  76 ページの図 38を参照してください。

指図表では、バルブポートへの接続は括弧で示されています（例： ASM バルブ（2）＝ASM バルブ、ポート 2）。

これらの推奨される 2D-LC セットアップとは別の方向で 2D-LC バルブを接続したい場合は、LCドライバーのオンラインヘルプの**「2D-LCバルブトポロジ」**に示されている流路図に従ってください。

2D-LC バルブ、標準（G4236A）の接続

2D-LC バルブのキャピラリー接続は、並流または向流コンフィグレーションが実現したかどうかによって異なります。標準 2D-LC バルブの場合、並流と向流の両方の操作が可能です。この章の流路図は、並流方向を示しています。

2D-LC バルブを別の方向で接続したい場合は、LC ドライバーのオンラインヘルプの**「2D-LC バルブトポロジ」**に示されている流路図に従ってください。

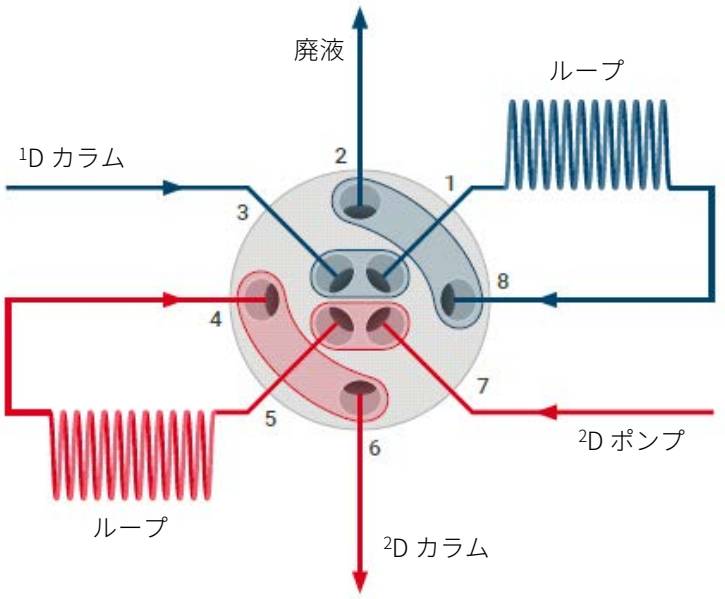


図 36　標準 2D-LC バルブ（G4236A）の流路図（並流）

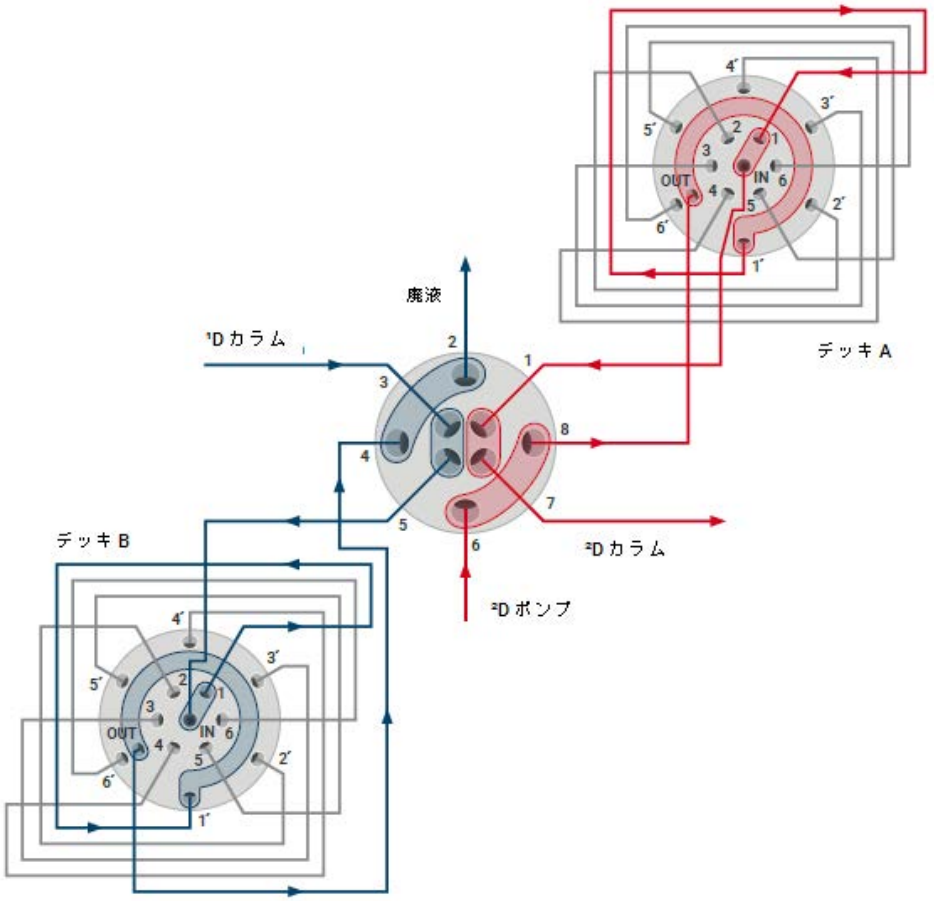


図 37　標準 2D-LC バルブ（G4236A）（MHC 130 MPa、向流）

ポート	キャピラリーの番号	接続	内径×長さ [mm]	部品番号	説明
1	6a	トランスファーキャピラリーから MHC バルブ（OUT）、デッキ A まで	0.12×170	5500-1270	キャピラリー ST 0.12x170 S/M
2	11	廃液ライン	0.7×セルフカット	0890-1713	フレキシブルチューブ 0.8/1.61 mm PTFE WT（UV 検出器に付属）

ポート	キャピラリーの番号	接続	内径×長さ [mm]	部品番号	説明
3	5	圧力リリースキットから；[1]D カラム、[1]D 検出器から	0.17×105 0.12×500	5500-1240 5500-1157	キャピラリー ST 0.17x105 SL/SL キャピラリー ST 0.12x500 SL/S
4	6a	トランスファーキャピラリーから MHC バルブ（IN）、デッキ B まで	0.12×170	5500-1270	キャピラリー ST 0.12x170 S/M
5	6a	トランスファーキャピラリーから MHC バルブ（OUT）、デッキ B まで	0.12×170	5500-1270	キャピラリー ST 0.12x170 S/M
6	7	[2]D カラムまで	0.12×400	5500-1251	キャピラリー ST 0.12x400 SL/SL
7	9	[2]D ポンプから	0.17×280	5067-4608	キャピラリー ST 0.17x280 SX/S
8	6a	トランスファーキャピラリーから MHC バルブ（IN）、デッキ A まで	0.12×170	5500-1270	キャピラリー ST 0.12x170 S/M

2D-LC バルブ、ASM（G4243A）の接続

標準 2D-LC バルブ（G4236A）とは異なり、ASM モードで操作する場合は、ASM 2D-LC バルブ（G4243A）には向流コンフィグレーションを用いることをお勧めします。このセクションでは、ASM バルブの向流コンフィグレーションのセットアップについて説明します。並流セットアップについては、2D-LC ソフトウェアの ASM 2D-LC バルブの並流コンフィグレーションを参照してください。OpenLab ChemStation では、**［機器］** > **［2D-LC のコンフィグレーション］**を選択すると、**［バルブトポロジ］**設定画面が表示されます。OpenLab CDS および MassHunter については、LC ドライバーのオンラインヘルプの **［2D-LC バルブトポロジ］**を参照してください。

2D-LC システムの設置は、どの 2D-LC モードにどのモジュールを使用するかによって異なります（上の説明を参照）。接続方式は、［2D-LC コンフィグレーション］のグラフィカルユーザーインターフェイスに、**［2D-LC バルブトポロジ］**:として表示されます。

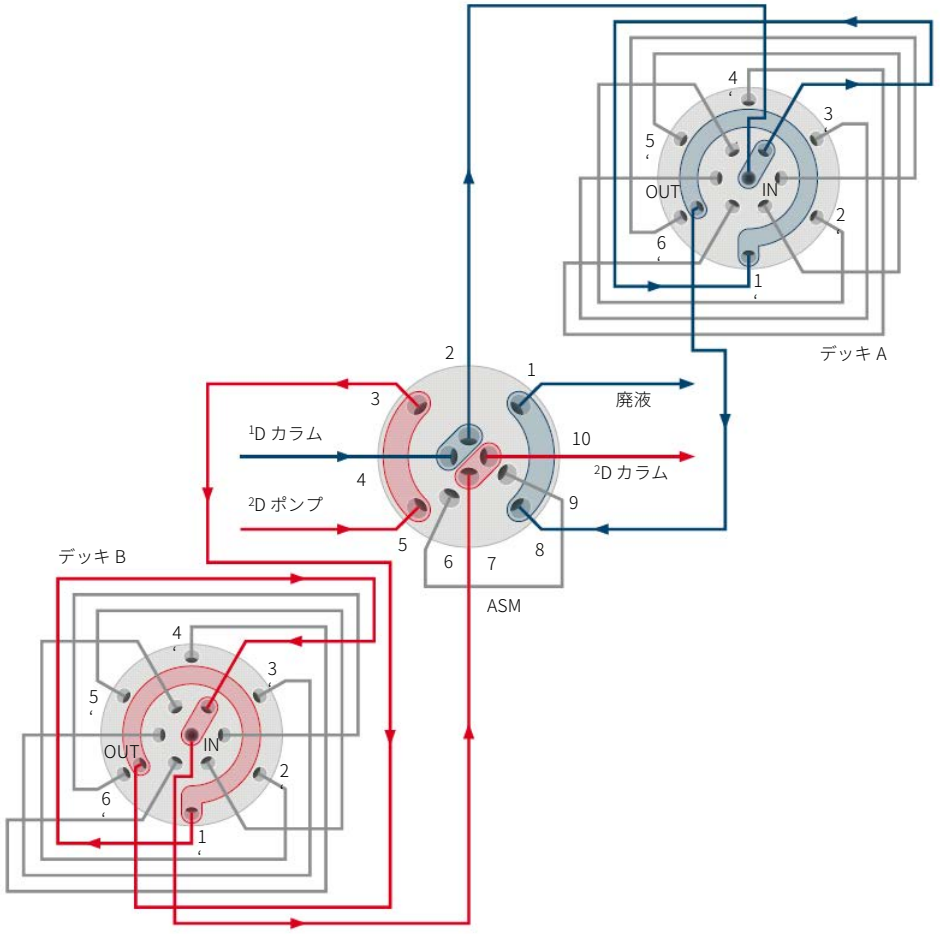


図 38　ASM 2D-LC バルブ（G4243A）の流路図（向流）

注記

上図に示されている例とは対照的に、異なる対称性を持つ 120 MPa MHC バルブの場合は、接続は OUT/IN です。

ポート	キャピラリーの番号	接続	内径×長さ [mm]	部品番号	説明
1	11	廃液ライン	0.7×セルフカット	0890-1713	フレキシブルチューブ 0.8/1.61 mm PTFE WT（UV 検出器に付属）
2	6b	トランスファーキャピラリーから MHC バルブ（IN）、デッキ A まで	0.12×170	5500-1376	キャピラリー ST 0.12x170 M/M
3	6b	MHC バルブ（OUT）、デッキ B からのトランスファーキャピラリー	0.12×170	5500-1376	キャピラリー ST 0.12x170 M/M
4	5 F3	圧力リリースキットから；^{1}D カラム、^{1}D 検出器から	0.17×105 0.12×500	5500-1240 5500-1157	キャピラリー ST 0.17x105 SL/SL キャピラリー ST 0.12x500 SL/S
5	9	^{2}D ポンプから	0.17×280	5067-4608	キャピラリー ST 0.17x280 SX/S
6	ASM1-4	アウトレットから ASM キャピラリーまで	0.12×長さ		以下のリストを参照
7	6b	トランスファーキャピラリーから MHC バルブ（IN）、デッキ B まで	0.12×170	5500-1376	キャピラリー ST 0.12x170 M/M
8	6b	MHC バルブ（OUT）、デッキ A からのトランスファーキャピラリー	0.12×170	5500-1376	キャピラリー ST 0.12x170 M/M
9	ASM1-4	ASM キャピラリーからのインレット	0.12×長さ		以下のリストを参照
10	7	^{2}D カラムまで	0.12×400	5500-1251	キャピラリー ST 0.12x400 SL/SL

どの ASM キャピラリーを使用するかは ASM ファクタによって異なります（使用するアプリケーション用に最適化します）。以下のキャピラリーから選択できます。

表 10 使用可能な ASM キャピラリーとプロパティ

キャピラリー部品番号	長さ（mm）	内径（mm）	容量（µl）	ASM ファクタ	スプリット比（ループ：ASM）
5500-1300	85	0.12	0.96	5	1:4
5500-1301	170	0.12	1.9	3	1:2
5500-1302	340	0.12	3.8	2	1:1
5500-1303	680	0.12	7.7	1.5	1:0.5



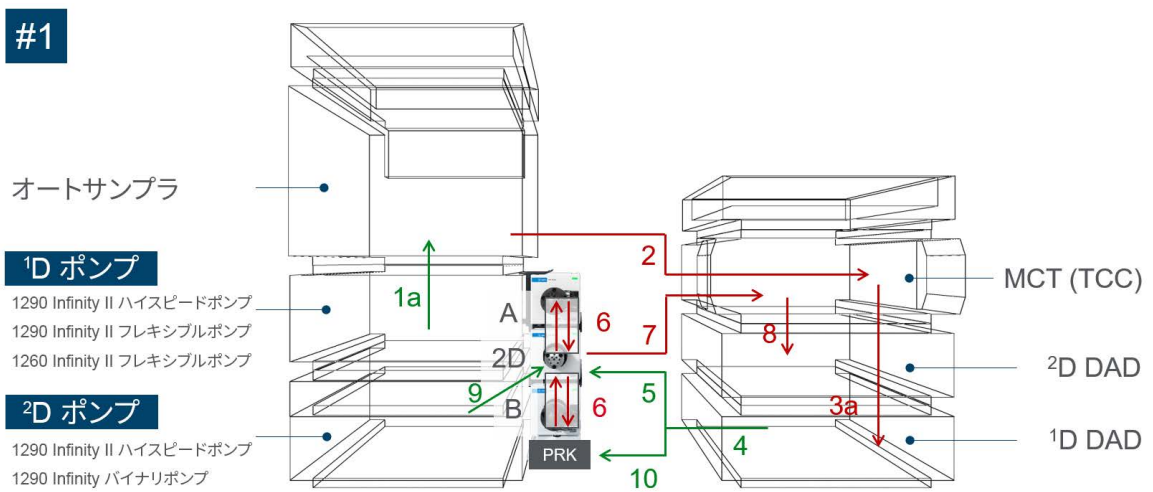


図 39 スタックセットアップ #1：両方のポンプが Infinity II モジュールまたは 2D ポンプが 1290 Infinity バイナリポンプの場合の推奨されるセットアップ

キャピラリーの番号	#	接続	内径×長さ [mm]	部品番号	説明
1a	1	^{1}D ポンプ（上部）からオートサンプラまで	0.17×400	5500-1245	キャピラリー ST 0.17x400 SI/SI
2	1	オートサンプラから ^{1}D カラム（MCT 内）まで	0.12×600	5067-4669	キャピラリー ST 0.12x600 S/SL
3a	1	^{1}D カラムから ^{1}D DAD まで	0.12×400	5500-1251	キャピラリー ST 0.12x400 SL/SL
4	1	^{1}D DAD から PRK の T ピースまで	0.17×400	5500-1245	キャピラリー ST 0.17x400 SI/SI
5	1	PRK の T ピースから標準 2D-LC バルブ（ポート 3）/ASM バルブ（ポート 4）まで	0.17×105	5500-1240	キャピラリー ST 0.17x105 SL/SL
6a	4	2D-LC バルブ（1）- デッキ（IN）–デッキ（Out）-2D-LC バルブ（8）2D-LCバルブ（5）-デッキ（IN）–デッキ（Out）- 2D-LC バルブ（4）	0.12×170	5500-1270	キャピラリー ST 0.12x170 S/M
6b	4	ASMバルブ（7）-デッキ（IN）– デッキ（Out）- ASM バルブ（3）ASMバルブ（2）-デッキ（IN）–デッキ（Out）-ASMバルブ（8）	0.12×170	5500-1376	キャピラリー ST 0.12x170 M/M（2D-LC バルブキット、ASM に付属）
7	1	2D-LC バルブ（6）/ASM バルブ（10）から ^{2}D カラム（MCT 内）まで	0.12×400	5500-1251	キャピラリー ST 0.12x400 SL/SL
8	1	^{2}D カラム（MCT 内）から ^{2}D DAD まで	0.12×280	5067-4651	キャピラリー ST 0.12x280 SL/SX
9	1	^{2}D ポンプから 2D-LC バルブ（7）/ASM バルブ（5）まで	0.17×280	5067-4608	キャピラリー ST 0.17x280 SX/S

キャピラリーの番号	#	接続	内径×長さ [mm]	部品番号	説明
10	1	PRK の T ピースからダンパーキャピラリーまで	0.17×150	5500-1227	キャピラリー ST 0.17x150 SL/SL
11	1	廃液ライン	0.7×セルフカット	0890-1713	フレキシブルチューブ 0.8/1.61 mm PTFE WT（UV 検出器に付属）

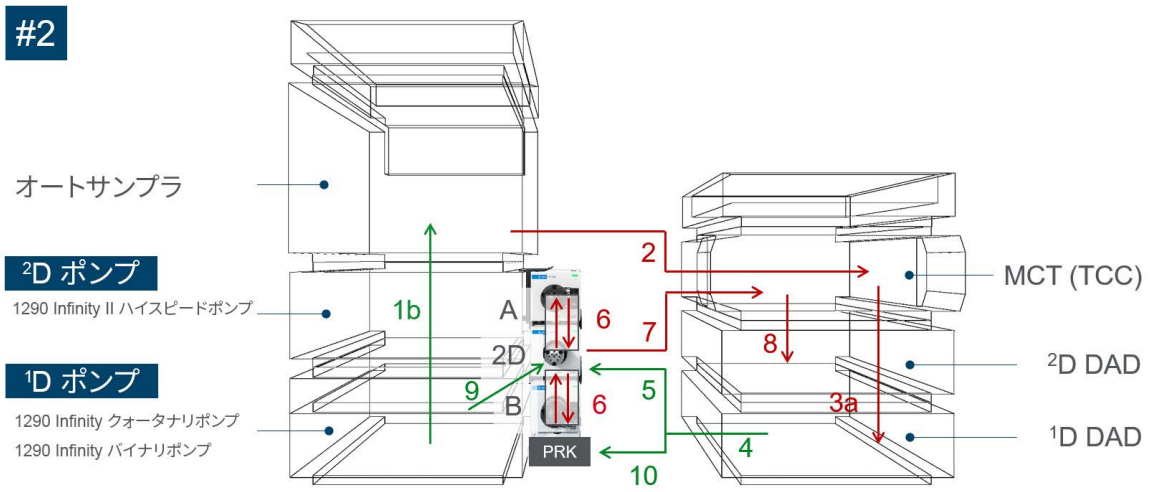


図 40　スタックセットアップ #2：1D ポンプが 1290 Infinity バイナリポンプまたは 1290 Infinity クォータナリポンプの場合の推奨セットアップ

キャピラリーの番号	#	接続	内径×長さ [mm]	部品番号	説明
1b	1	1D ポンプ（下部）からサンプラまで	0.17×600	5067-4670	キャピラリー ST 0.17x600 S/SH
2	1	オートサンプラから 1D カラム（MCT 内）まで	0.12×600	5067-4669	キャピラリー ST 0.12x600 S/SL
3a	1	1D カラムから 1D DAD まで	0.12×400	5500-1251	キャピラリー ST 0.12x400 SL/SL

キャピラリーの番号	#	接続	内径×長さ [mm]	部品番号	説明
4	1	^{1}D DAD から PRK の T ピースまで	0.17×400	5500-1245	キャピラリー ST 0.17x400 SI/SI
5	1	PRK の T ピースから標準 2D-LC バルブ（ポート 3）/ASM バルブ（ポート 4）まで	0.17×105	5500-1240	キャピラリー ST 0.17x105 SL/SL
6a	4	2D-LC バルブ（1）- デッキ（IN）–デッキ（Out）-2D-LC バルブ（8）2D-LCバルブ（5）-デッキ（IN）–デッキ（Out）- 2D-LC バルブ（4）	0.12×170	5500-1270	キャピラリー ST 0.12x170 S/M
6b	4	ASMバルブ（7）-デッキ（IN）– デッキ（Out）- ASM バルブ（3）ASMバルブ（2）-デッキ（IN）–デッキ（Out）-ASMバルブ（8）	0.12×170	5500-1376	キャピラリー ST 0.12x170 M/M（2D-LC バルブキット、ASM に付属）
7	1	2D-LC バルブ（6）/ASM バルブ（10）から ^{2}D カラム（MCT 内）まで	0.12×400	5500-1251	キャピラリー ST 0.12x400 SL/SL
8	1	^{2}D カラム（MCT 内）から ^{2}D DAD まで	0.12×280	5067-4651	キャピラリー ST 0.12x280 SL/SX
9	1	^{2}D ポンプから 2D-LC バルブ（7）/ASM バルブ（5）まで	0.17×280	5067-4608	キャピラリー ST 0.17x280 SX/S
10	1	PRK の T ピースからダンパーキャピラリーまで	0.17×150	5500-1227	キャピラリー ST 0.17x150 SL/SL
11	1	廃液ライン	0.7×セルフカット	0890-1713	フレキシブルチューブ 0.8/1.61 mm PTFE WT（UV 検出器に付属）

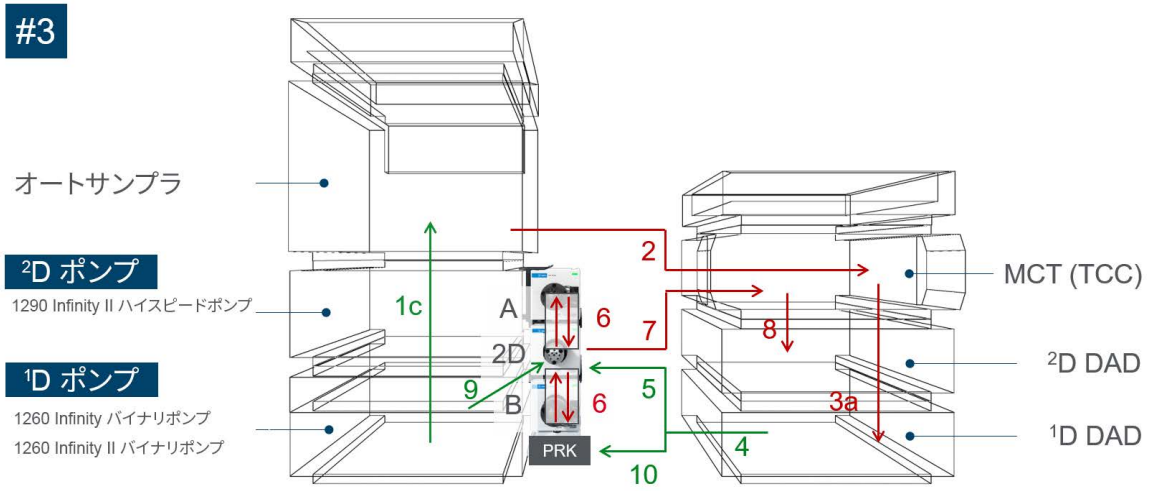


図 41　スタックセットアップ #3：1D ポンプが 1260 Infinity または 1290 Infinity バイナリポンプの場合の推奨セットアップ

キャピラリーの番号	#	接続	内径×長さ [mm]	部品番号	説明
1c	1	1D ポンプ（下部）からサンプラまで	0.17×900	5500-1217	キャピラリー ST 0.17x900 SI/SX
2	1	オートサンプラから 1D カラム（MCT 内）まで	0.12×600	5067-4669	キャピラリー ST 0.12x600 S/SL
3a	1	1D カラムから 1D DAD まで	0.12×400	5500-1251	キャピラリー ST 0.12x400 SL/SL
4	1	1D DAD から PRK の T ピースまで	0.17×400	5500-1245	キャピラリー ST 0.17x400 SI/SI
5	1	PRK の T ピースから標準 2D-LC バルブ（ポート 3）/ASM バルブ（ポート 4）まで	0.17×105	5500-1240	キャピラリー ST 0.17x105 SL/SL

キャピラリーの番号	#	接続	内径×長さ [mm]	部品番号	説明
6a	4	2D-LC バルブ（1）- デッキ（IN）–デッキ（Out）-2D-LC バルブ（8）2D-LCバルブ（5）-デッキ（IN）–デッキ（Out）- 2D-LC バルブ（4）	0.12×170	5500-1270	キャピラリー ST 0.12x170 S/M
6b	4	ASMバルブ（7）-デッキ（IN）– デッキ（Out）- ASM バルブ（3）ASMバルブ（2）-デッキ（IN）–デッキ（Out）-ASMバルブ（8）	0.12×170	5500-1376	キャピラリー ST 0.12x170 M/M（2D-LC バルブキット、ASM に付属）
7	1	2D-LC バルブ（6）/ASM バルブ（10）から ^{2}D カラム（MCT 内）まで	0.12×400	5500-1251	キャピラリー ST 0.12x400 SL/SL
8	1	^{2}D カラム（MCT 内）から ^{2}D DAD まで	0.12×280	5067-4651	キャピラリー ST 0.12x280 SL/SX
9	1	^{2}D ポンプから 2D-LC バルブ（7）/ASM バルブ（5）まで	0.17×280	5067-4608	キャピラリー ST 0.17x280 SX/S
10	1	PRK の T ピースからダンパーキャピラリーまで	0.17×150	5500-1227	キャピラリー ST 0.17x150 SL/SL
11	1	廃液ライン	0.7×セルフカット	0890-1713	フレキシブルチューブ 0.8/1.61 mm PTFE WT（UV 検出器に付属）

追加機能のための機器のその他の構成

機能を追加するために、標準的なスタックセットアップにバルブを追加してアップグレードすることができます。71ページ表9 に、標準的な 2D-LC 機器のサポートされているすべての変更の概要を示します。同時に、機器の正常な動作を確保するため、変更は 1 つのみにすることを勧めします。標準的なスタックセットアップでは、1 つのカラムコンパートメントに ^{1}D と ^{2}D の両方のカラムを取り付けます。

表 11 標準的な 2D-LC 機器コンフィグレーションでサポートされている変更の一覧

代替カラムコンパートメントのコンセプト		備考	ページ
A	^{1}D MCT/TCC にはカラムスイッチングバルブを取り付け可能	6 ポジション/14 ポートまたは 8 ポジション/18 ポートの InfinityLab クイックチェンジバルブを使用する場合、さらに 2 つのアダプタが必要（2×G1316-87326、別途購入が必要）	参照：85 ページの図 42
B	^{1}D と ^{2}D で個別に MCT/TCC をセットアップ		参照：86 ページの図 43
C	^{1}D カラムを一体型カラムコンパートメント（ICC）に取り付けるセットアップ	カラムのインレットのクイックコネクトフィッティング用の長いキャピラリー（5500-1170）または新しい 0.12×280 mm クイックコネクトフィッティング アセンブリ（5067-5960）が必要（別途購入が必要）	参照：87 ページの図 44
D	MS ダイバーターバルブを用いたセットアップ		参照：88 ページの図 45
E	^{1}D/^{2}D スイッチングバルブのセットアップ	^{1}D と ^{2}D で検出器を使用する場合。A ～ C の変更はサポートされません	参照：90 ページの図 46
F	^{1}D/^{2}D スイッチングバルブ。^{1}D 検出器なし	^{1}D 検出器がないセットアップ、たとえば、特定の LCxLC セットアップまたは QQQ マススペクトロメータを ^{2}D 検出器として使用するセットアップの場合。A ～ C の変更はサポートされません	参照：91 ページの図 47
G	シングルサンプルループ セットアップでのシングルハートカット コンフィグレーション	このセットアップでは、標準的な 2D-LC のポート 4 とポート 5 に 1 つのループを接続し、他のポジション（ポート 1 と 8）にバイパスキャピラリーを取り付け（例：ProtA-SEC アプリケーションキット（G4245A）を参照）	参照：91 ページの図 47

A

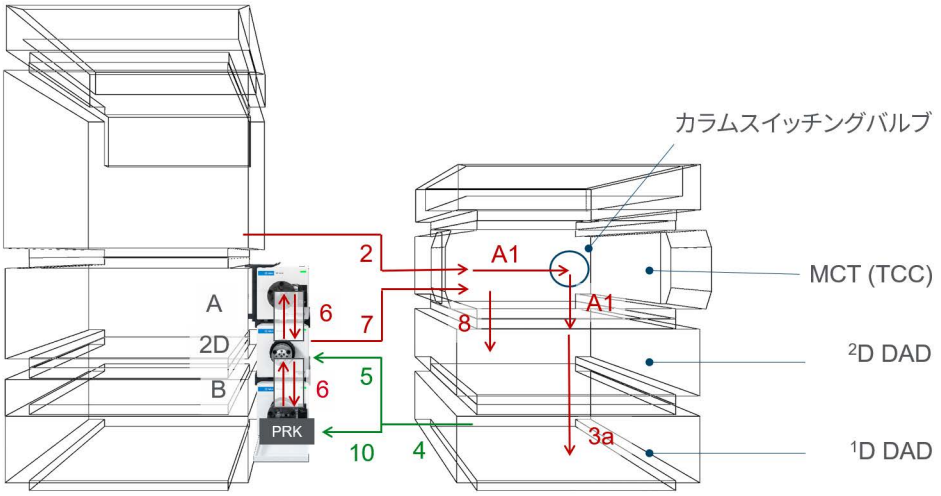


図 42　セットアップ A：カラムスイッチングバルブ（たとえば、6 ポジション/14 ポートの InfinityLab クイックチェンジバルブ）を使用する場合の推奨セットアップ。InfinityLab 2 ポジション/6 ポートのクイックチェンジバルブの場合、アダプタ A1 は不要

キャピラリーの番号	#	接続	内径×長さ [mm]	部品番号	説明
A1	2	アダプタ：キャピラリー 2 からカラムスイッチングバルブまで、（ポート IN）/アダプタのカラムスイッチングバルブ（ポート OUT）からキャピラリー 3a まで	0.12×75	G1316-87326	SST キャピラリー 0.12×75 mm、オス/メス、外径 0.8 mm（別途購入が必要）

他のすべてのキャピラリー/接続については、78 ページの図 39、80 ページの図 40、82 ページの図 41 を参照してください。

注記

6 ポジション/14 ポートの InfinityLab クイックチェンジバルブ、または 8 ポジション/18 ポート InfinityLab クイックチェンジバルブなどを使用する場合のみカラムスイッチングバルブのインレット、アウトレットにアダプタが必要です。

B

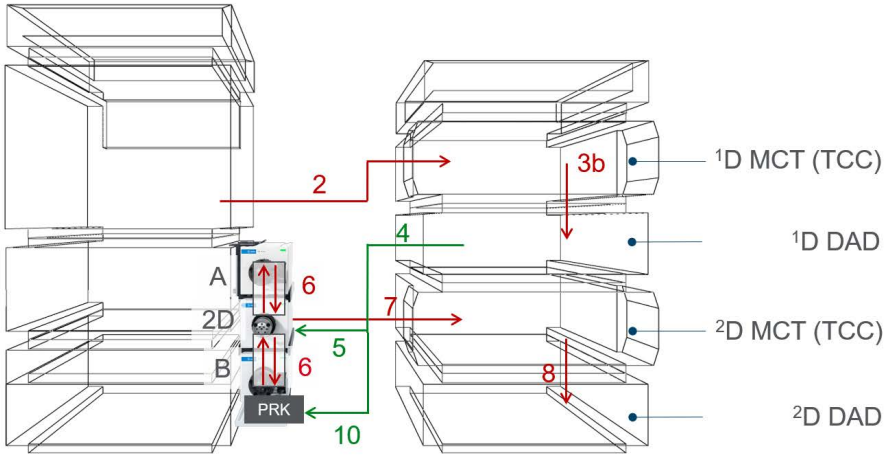


図 43　セットアップ B：¹D および ²D カラム用に個別の MCT/TCC が機器に搭載されている場合に推奨されるセットアップ

キャピラリーの番号	#	接続	内径×長さ [mm]	部品番号	説明
3b	1	¹D カラムから ¹D DAD まで	0.12×280	5067-4651	キャピラリー ST 0.12x280 SL/SX
8	1	²D カラム（²D MCT 内）から ²D DAD まで	0.12×280	5067-4651	キャピラリー ST 0.12x280 SL/SX（2D-LC キャピラリーキットの一部）

他のすべてのキャピラリー/接続については、78 ページの図 39、80 ページの図 40、82 ページの図 41 を参照してください。

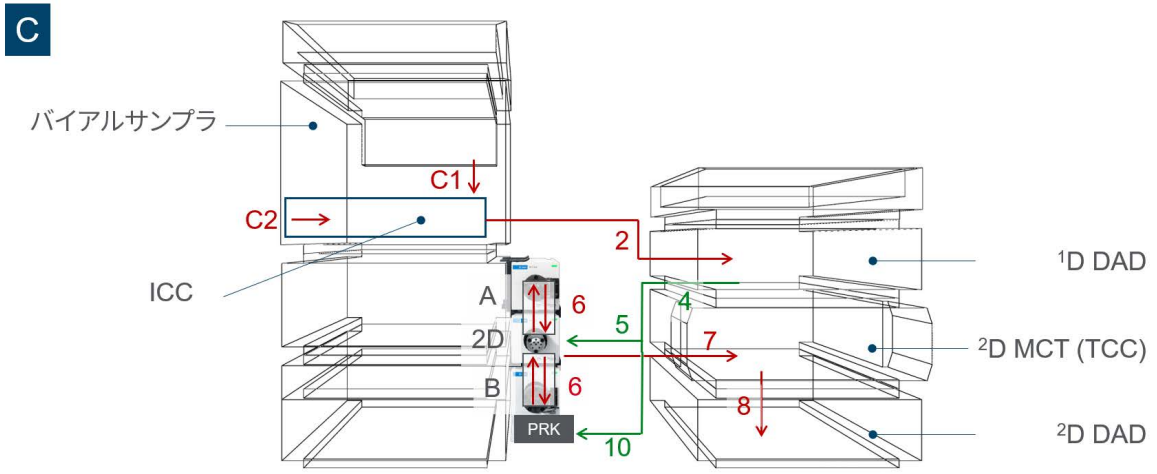


図 44　セットアップ C：1D カラムを一体型カラムコンパートメント（ICC）に取り付ける場合に推奨されるセットアップ

キャピラリーの番号	#	接続	内径×長さ [mm]	部品番号	説明
C1	1	注入バルブから ICC まで	0.12×105	5500-1238	キャピラリー ST 0.12x105 SL/SL（ICC に付属）
C2	1	熱交換器（Out）からカラム（InfinityLab クイックコネクトフィッティング）まで	0.12×280	5500-1170	キャピラリー ST 0.12x280（別途購入が必要）
8	1	2D カラム（2D MCT 内）から 2D DAD まで	0.12×280	5067-4651	キャピラリー ST 0.12x280 SL/SX（2D-LC キャピラリーキットの一部）

他のすべてのキャピラリー/接続については、78 ページの図 39、80 ページの図 40、82 ページの図 41 を参照してください。

ドライバーベースの 2D-LC ソリューションでは、特定のバルブのみを、たとえば効果的な脱塩ツールのダイバーターバルブとして構成できます。

サポートされているバルブについては、 71ページ表9 を参照してください。

詳細については、以下の各セクションをご覧ください：

- 177 ページの「メソッドパラメータ」
- 248 ページの「システムの実行」

項目	部品番号	説明
1	G4231A	2 ポジション/6 ポートバルブヘッド、80 MPa
2	G4231C	2 ポジション/6 ポートバルブヘッド、130 MPa
3	G4232C	2 ポジション/10 ポートバルブヘッド、80 MPa
4	G4232D	2 ポジション/10 ポートバルブヘッド、130 MPa

D

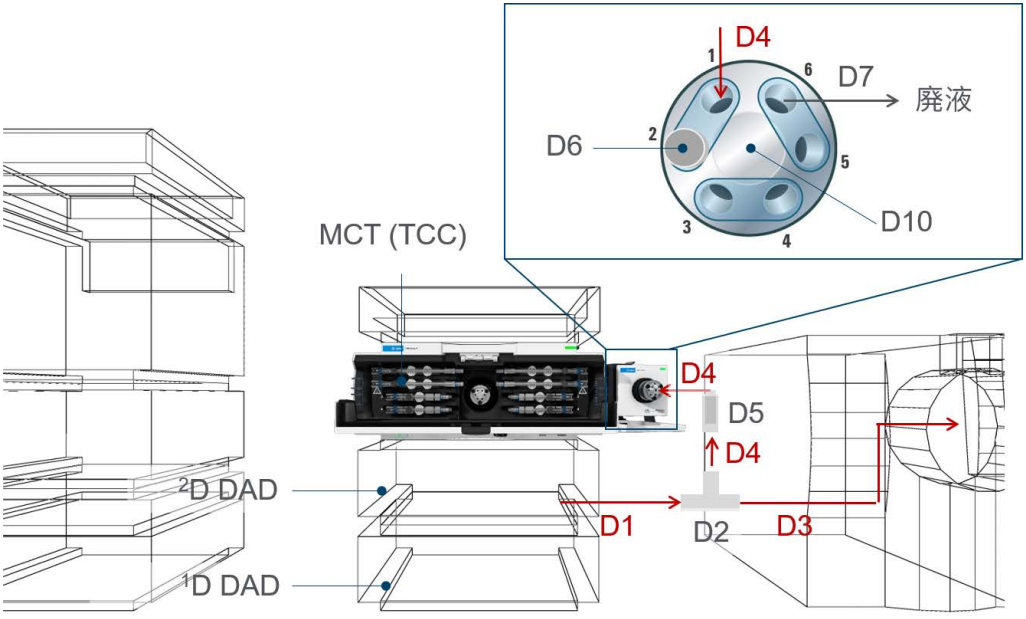


図 45　セットアップ D。MS ダイバーターバルブの推奨セットアップ

キャピラリーの番号	#	接続	内径×長さ [mm]	部品番号	説明
D1	1	^{2}D 検出器から T ピースまでのキャピラリー	0.12×400	5067-4606	キャピラリー ST 0.12x400 S/SH
D2	1	T ピース		0100-0969	1/16 インチ、ティー、低デッドボリューム
D3	1	MS から T ピースまでのキャピラリー（セルフカット）	0.12×400	0890-1915	キャピラリー PEEK、0.12x1250
D4	2	T ピースから圧力リリースキットまで；圧力リリースキットからダイバーターバルブまで	0.3×80	5500-1228	キャピラリー ST 0.3x80 SL/SL
D5	1	圧力リリースバルブ		G4212-60022	圧力リリースバルブ
D6	1	ブランクナット		01080-83202	ブランクナット 1/16（SST 内）
D7	1	ダイバーターバルブから廃液まで		5062-2462	PTFE チューブ 0.7 mm×5 m
D8	1	ピークフィッティング		5063-6591	PEEK 手締めフィッティング（1/16 インチ用）
D9	1	バルブドライブを MCT に取り付けるためのバルブホルダー		5067-6138	右バルブホルダーキット -IF-II-G
D10	1	ダイバーターバルブ		G4231A G4231C G4232A G4232C	2 ポジション/6 ポート、80 MPa 2 ポジション/6 ポート、130 MPa 2 ポジション/10 ポート、80 MPa 2 ポジション/10 ポート、130 MPa

他のすべてのキャピラリー/接続については、78 ページの図 39、80 ページの図 40、82 ページの図 41を参照してください。

^{1}D/^{2}D スイッチングバルブにより、1 台のマススペクトロメータを ^{1}D と ^{2}D の両方の分析に使用する場合などに有効で、^{1}D 分析のみを行う場合は、^{2}D 流路をバイパスすることができます。2 つの基本的なセットアップがサポートされています（セットアップ E と F）。^{1}D/^{2}D スイッチングバルブの推奨されるセットアップでは、ICC カラムコンパートメント、カラムスイッチングバルブ、または ^{1}D および ^{2}D で個別の MCT/TCC を使用することはサポートされていません。1D 分析を実行するには、^{2}D モードを無効にする必要があります。これは、2D-LC メソッド編集の UI で行う必要があります。181 ページの「オフ」 を参照してください。

E

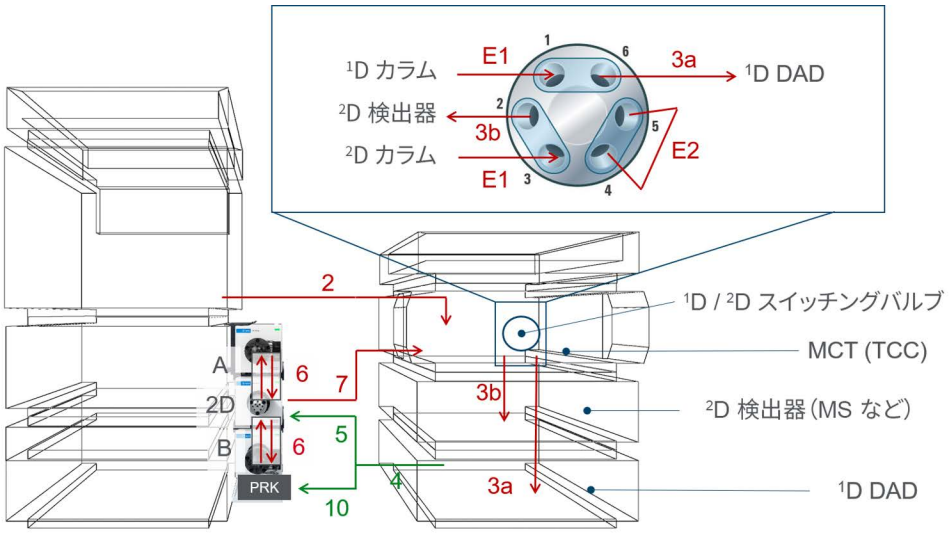


図 46　セットアップ E：^{1}D/^{2}D スイッチングバルブの推奨セットアップ

キャピラリーの番号	#	接続	内径×長さ [mm]	部品番号	説明
3a	1	MCT/TCC から ^{1}D DAD まで	0.12×400	5500-1251	キャピラリー ST 0.12x400 SL/SL
8	1	^{1}D MCT/TCC から ^{1}D DAD まで	0.12×280	5067-4651	キャピラリー ST 0.12x280 SL/SX

キャピラリーの番号	#	接続	内径×長さ [mm]	部品番号	説明
E1	2	^{1}D カラムから ^{1}D/^{2}D スイッチングバルブ（1）まで；^{2}D カラムから ^{1}D/^{2}D スイッチングバルブ（3）まで	0.12×120	5067-4652	キャピラリー ST 0.12x120 SX/SX
E2	1	^{1}D/^{2}D スイッチングバルブ（4）と（5）の接続キャピラリー	0.12×90	5067-4649	キャピラリー ST 0.12x90 SX/S

他のすべてのキャピラリー/接続については、78 ページの図 39、80 ページの図 40、82 ページの図 41 を参照してください。

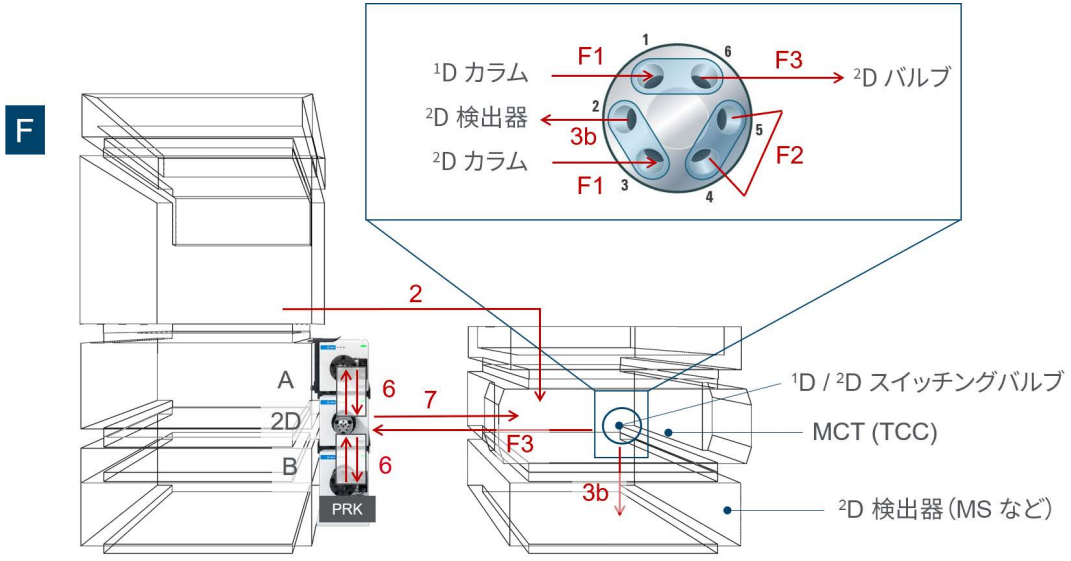


図 47　セットアップ F：^{1}D/^{2}D スイッチングバルブ（^{1}D 検出器なし）の推奨セットアップ

キャピラリーの番号	#	接続	内径×長さ [mm]	部品番号	説明
3b	1	^{1}D/^{2}D スイッチングバルブ（2）から ^{2}D DAD まで	0.12×280	5067-4651	キャピラリー ST 0.12x280 SL/SX
F1	2	^{1}D カラムから ^{1}D/^{2}D スイッチングバルブ（1）まで；^{2}D カラムから ^{1}D/^{2}D スイッチングバルブ（3）まで	0.12×120	5067-4652	キャピラリー ST 0.12x120 SX/SX
F2	1	^{1}D/^{2}D スイッチングバルブポート（4）と（5）の接続	0.12×90	5067-4649	キャピラリー ST 0.12x90 SX/S
F3	1	MCT/TCC から 2D-LC バルブ（6）/ASM バルブ（4）まで	0.12×500	5500-1157	キャピラリー ST 0.12x500 SL/S

他のすべてのキャピラリー/接続については、78 ページの図 39、80 ページの図 40、82 ページの図 41 を参照してください。

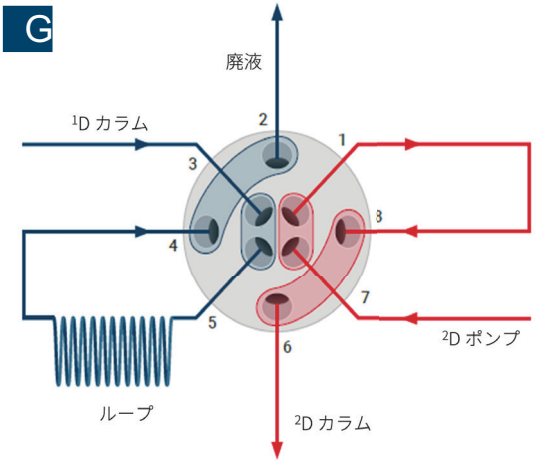


図 48　セットアップ G：シングルサンプルループ セットアップとしてのシングルハートカット コンフィグレーション

キャピラリーの番号	#	接続	内径×長さ [mm]	部品番号	説明
1	1	バイパスキャピラリー (OUT)	0.12×105	5500-1238	キャピラリー、ST 0.12x105 SL/SL
2	1	廃液ライン	0.7×セルフカット	0890-1713	フレキシブルチューブ 0.8/1.61 mm PTFE WT（UV 検出器に付属）
3	1	圧力リリースキットから；また以下から [1]D カラム、 [1]D 検出器	0.17×105 0.12×500	5500-1240 5500-1157	キャピラリー ST 0.17x105 SL/SL キャピラリー ST 0.12x500 SL/S
4		サンプルループ (IN)		5004-0036	180 µL 例として、ループ 2D-LC
5		サンプルループ (OUT)		5004-0036	180 µL 例として、ループ 2D-LC
6	1	[2]D カラムまで	0.12×400	5500-1251	キャピラリー ST 0.12x400 SL/SL
7	1	[2]D ポンプから	0.17×280	5067-4608	キャピラリー ST 0.17x280 SX/S
8		バイパスキャピラリー (IN)	0.12×105	5500-1238	キャピラリー、ST 0.12x105 SL/SL

他のすべてのキャピラリー/接続については、78 ページの図 39、80 ページの図 40、82 ページの図 41 を参照してください。

注記

ソフトウェアコンフィグレーションでデュアルループセットアップを選択した場合は（143 ページの「2D-LC クラスターのコンフィグレーション」を参照）、ポート 1 と 8 にサンプルループ、ポジション 4 と 5 にバイパスキャピラリーを左右反転して取り付けます。

圧力リリースキットの取り付け

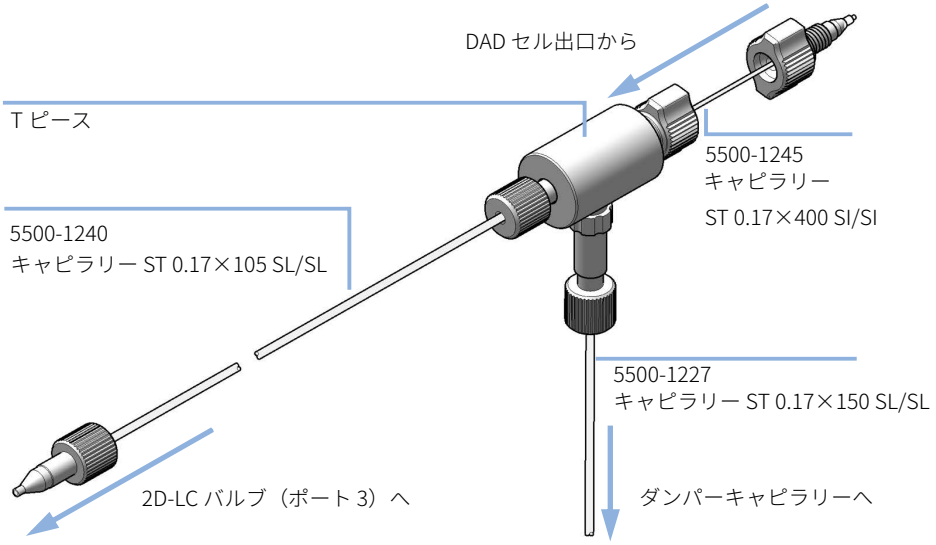
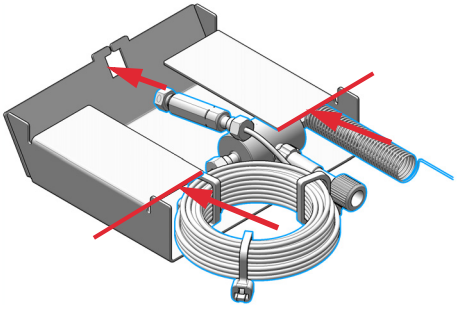


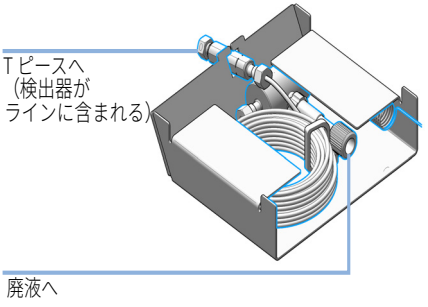
図 49　圧力リリースキットへの接続

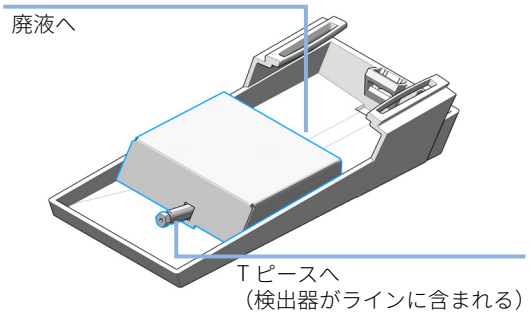
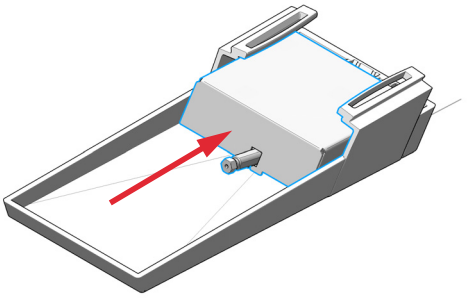
必要な部品:	番号	部品番号	説明
	1	G4236-60010	2D-LC 圧力リリースキット

1　圧力リリースバルブアセンブリをフレームに押し込みます。



2　向きが正しいか注意してください。



3 圧力リリースアセンブリを示されている方向にリークトレイに挿入します  	4 圧力リリースアセンブリを正しい位置に押し込みます。 
5 T ピースで接続します。94 ページの図 49 を参照してください。	

バルブヘッドの取り付けとキャピラリーの接続

バルブヘッドの取り付けおよびキャピラリーの接続方法については、421 ページの「バルブヘッドの交換（G1170A）」 を参照してください。

1290 Infinity II Bio 2D-LC システムのハードウェアの据付

納品チェックリスト



1290 Infinity II Bio LC モジュールの場合、必ずバイオ/バイオコンパチブル部品を使用してください。
1260 Infinity II バイオイナート LC モジュールと 1290 Infinity II Bio LC モジュール間で部品を共用しないでください。

InfinityLab Bio 2D-LC ASM バルブキット（G5643B）には以下の部品が含まれます。

個数	部品番号	説明
1	5005-0078	Agilent InfinityLab Bio 2D-LC ASM バルブ
1	5190-6895	2D-LC スターターサンプル × 1 2 mL
2	G5642-64000	バイオコンパチブル MHC ループアセンブリ SST
1	699968-301	Poroshell 120 Bonus-RP、3.0 x 50 mm、 2.7 µm
1	G4236-64000	2D-LC イージースタート USB メディアキット
1	5005-0077	InfinityLab Bio 2D-LC キャピラリーキット
1	G2453-85060	試薬グレードのギ酸 5 mL（5 cc）
1	685775-902	Poroshell SB-C18、2.1 x 100 mm、 2.7 µm
1	G1680-63721	ネットワーク LAN スイッチ
1		地域の電源コード

InfinityLab Bio 2D-LC キャピラリーキット（5005-0077）には以下の部品が含まれます。

個数	部品番号	説明
3	5500-1603	クイックターンキャピラリー MP35N 0.17 mm x 400 mm
1	5004-0031	キャピラリー MP35N 0.12 mm x 600 mm
2	G7116-60071	クイックコネクト Bio 熱交換器、標準流量
2	5500-1578	クイックコネクトキャピラリー MP35N 0.12 mm x 105 mm
2	5500-1597	クイックターンキャピラリー MP35N 0.12 mm x 400 mm
1	5500-1599	クイックターンキャピラリー MP35N 0.17 mm x 105 mm
1	5500-1600	クイックターンキャピラリー MP35N 0.17 mm x 150 mm
1	5500-1596	クイックターンキャピラリー MP35N 0.12 mm x 280 mm
2	5067-5965	InfinityLab クイックコネクト LC フィッティング
20	5067-5966	InfinityLab クイックターンフィッティング
1	0890-1713	チューブ、PTFE、ID/OD 0.8/1.6 mm
1	5063-6591	PEEK フィッティング 10 個入

バイオコンパチブル MHC ループアセンブリ SST（G5642-64000）には以下の部品が含まれます。

部品番号	説明
5043-0269	アダプタプロファイル（G1170A）
5067-4273	6 カラム切り替えバルブヘッド、 130 MPa
5004-0027	キャピラリー MP35N 0.35 mm x 420 mm M/M 40 µL（6×）6 カラム切り替えに取り付け済み

注記

機器のセットアップによっては、設置で追加の部品やキャピラリーが必要になる場合があります。これらの部品は別途購入するか、他のコンポーネントに付属します。部品の詳細および機能については、以下の機器のセットアップのセクション、2D-LC ユーザーマニュアル、または Bio LC デバイスのマニュアルで説明しています。

バイオ素材

1290 Infinity II Bio LC システムの流路（接液部）には、最高品質の材質を使用しています。最高品質の材質は生体サンプルに対して最適な不活性を示すことで知られ、共通のサンプルや溶媒と広い pH 範囲にわたって最高の互換性を確保するため、生命科学者は好んで使用します。超高圧クロマトグラフィを不活性を維持しながら行うために、ステンレススチールの代わりに MP35N 合金をシステム全体に使用します。

MP35N は、非磁性のニッケル–コバルト–クロム–モリブデン合金で、硫酸化、酸化、食塩水、およびほとんどの鉱酸に対する耐性に優れています。優れた特性を備え、UHPLC 条件下でも、信頼性の高い性能を発揮します。

バイオ部品の識別



注意

バイオイナート部品は、PEEK またはその他の低圧定格素材で作られており、60 MPa を超える高圧に対する耐性はありません。

バイオイナート部品は、1290 Infinity II Bio LC モジュールでは使用できません。

- ✓ **1290 Infinity II Bio LC モジュールの場合、必ずバイオ/バイオコンパチブル部品を使用してください。**
- ✓ **バイオイナートモジュールでは、バイオイナートの部品のみを、使用してください。**
- ✓ **1260 Infinity II バイオイナート LC モジュールと 1290 Infinity II Bio LC モジュール間で部品を共用しないでください。**

注記

ステンレス被覆 PEEK キャピラリー（バイオイナート）を取り付ける場合は、特別な取り扱いが必要です。詳細については、『ステンレス被覆 PEEK キャピラリーの取り付け。(G5611-90120)』（テクニカルノート）を参照してください。

1290 Infinity II Bio LC システムでバイオキャピラリーを使用するための重要なヒント

注意

流路の HNO_3 をベースとする手順やステンレススチール。

部品の損傷。

本来鉄を含まない流路に金属イオンが導入される可能性があります。

- ✓ **1290 Infinity II Bio LC システムでは、HNO_3 ベースの手順を用いないでください。**
- ✓ **バイオコンパチブル/標準ステンレス製のモジュール、部品、またはキャピラリーなどが混在するシステムを導入しないでください。**

注記

『Agilent LC システム使用上の注意』（テクニカルノート）には、取り付け手順、操作手順、メンテナンス手順など、1290 Infinity II Bio モジュールの使用上の注意が掲載されています。

バイオバルブのメンテナンス間隔は、操作モードや使用する各種溶媒（緩衝液濃度の高い溶媒など）によって異なります。

注記

Agilent 1290 Infinity II Bio LC システムの最適な生体適合性を確保するためには、

- 非バイオ標準モジュールや部品を流路に使用しないでください
- Agilent Bio とラベルの付いていない部品は使用しないでください

バイオ素材、バイオコンパチブル素材、バイオイナート素材の溶媒互換性については、Bio LC のユーザーマニュアルの溶媒/素材の互換性に関する一般情報を参照してください。

注記

1290 Infinity II Bio LC システムには、ステンレス製のキャピラリーを使用しないでください。キャピラリーの PTFE チューブのオレンジ色のストライプに注目してください。

塩の析出や詰まりを防ぐには、

- 溶媒を準備する場合、緩衝塩の溶解限度を超えたり、限度に近づけたりしないようにしてください
- アセトニトリル濃度が高い（60 % 以上）、50 mM 以上の塩濃度の緩衝液を使用しないでください

フィッティングに関する重要な注意点

Poroshell および AdvanceBio PEEK ライナー付きカラム

- 取り付け中に PEEK ライナー付きカラムが損傷しないように注意する必要があります。圧迫と回転を加えると、内部が損傷するおそれがあります。フェラルが一体となったフィッティング（PEEK 手締めフィッティング）はお勧めできません。
- Agilent のステンレス被覆の PEEK キャピラリー（1260 バイオイナート）か、クイックターンまたはクイックコネクトフィッティングを使用した MP35N キャピラリー（1290 バイオコンパチブル）を使用してください。
- バイオイナート機器のセットアップに最適なフィッティングとキャピラリーを選択するには、以下を参照してください：

  www.agilent.com/chem/bioinertfittings
- ステンレス製のシステムに最適なフィッティングとキャピラリーを選択するには、以下を参照してください：

  www.agilent.com/chem/fittings

オプション

注記

1290 Infinity II Bio 2D-LC システムには、Agilent Infinity II Bio ハイスピードポンプ（G7132A）を ^{2}D ポンプとして搭載する必要があります。

これは、以下を達成するために必要です。

- 2D-LC 機能の有効化
- ^{2}D カラムでの高速グラジエントの実行

表 12 推奨される Bio ハードウェア コンフィグレーションの概要

機能	コンポーネント	製品番号	モジュール	備考
1D	ポンプ	G7131A	1290 Infinity II Bio フレキシブルポンプ	
		G7131C	1260 Infinity II Bio フレキシブルポンプ	
		G7132A	1290 Infinity II Bio ハイスピードポンプ	
		G5654A	1260 Infinity II バイオイナート クォータナリポンプ	
	サンプラ	G7137A	1290 Infinity II Bio マルチサンプラ	
		G5668A	1260 Infinity II バイオイナートマルチサンプラ	
	サーモスタット	G7116A	1260 Infinity II マルチカラムサーモスタット	カラムコンパートメントの流路にバイオコンパチブル部品が必要。 G7116A には耐圧 80 MPa を超えるバルブは使用できません。
		G7116B	1290 Infinity II マルチカラムサーモスタット	
	検出器	G7165A	1260 Infinity II 多波長検出器	検出器の流路にバイオコンパチブル部品が必要。 1D 流量をフローセルの圧力仕様に合わせて調整します。圧力リリースキットの備考も参照してください。
		G7115A	1260 Infinity II ダイオードアレイ検出器 WR	
		G7114A	1260 Infinity II 可変波長検出器	
		G7114B	1290 Infinity II 可変波長検出器	
		G7117A	1290 Infinity II ダイオードアレイ検出器 FS	
		G7117B	1290 Infinity II ダイオードアレイ検出器	

表 12 推奨される Bio ハードウェア コンフィグレーションの概要

機能	コンポーネント	製品番号	モジュール	備考
インターフェイス	バルブドライブ	G1170A	1290 Infinity II バルブドライブ	
	Bio 2D-LC バルブ	G5643B	InfinityLab Bio 2D-LC ASM バルブキット	流路については、113 ページの「Bio 2D-LC ASM バルブ（MHC なし）の接続」 または 115 ページの「Bio 2D-LC バルブ、ASM（MHC使用）の接続」を参照してください。
	MHC バルブ		InfinityLab Bio マルチハートカットバルブ	これらのバルブは G5643B に含まれています。 ステンレス製バルブとバイオコンパチブルキャピラリー。
	圧力リリースキット（PRK）	G4236-60010	圧力リリースキット	^{1}D 検出器を使用する場合は必須。このキットは圧力パルスの影響を軽減し、検出器のフローセルを保護します。
^{2}D	ポンプ	G7132A	1290 Infinity II Bio ハイスピードポンプ	1290 Infinity II Bio ハイスピードポンプが必要。
	カラムコンパートメント	G7116A	1260 Infinity II マルチカラムサーモスタット	Bio 2D-LC システムにおいて、^{1}D と ^{2}D の温度差が大きい場合、2 番目のカラムコンパートメントの増設を推奨します。これらのいずれも他のモジュールや以前のバイオモジュールと同様にサポートされています。 流路にバイオコンパチブル部品が必要。 G7116A には耐圧 80 MPa を超えるバルブは使用できません。
		G7116B	1290 Infinity II マルチカラムサーモスタット	

表 12 推奨される Bio ハードウェア コンフィグレーションの概要

機能	コンポーネント	製品番号	モジュール	備考
	検出器	G7117A	1290 Infinity II ダイオードアレイ検出器 FS	流路にバイオコンパチブル部品が必要。
		G7117B	1290 Infinity II ダイオードアレイ検出器	
		G7117C	1260 Infinity II ダイオードアレイ検出器 HS	
		G7114A	1260 Infinity II 可変波長検出器	
		G7114B	1290 Infinity II 可変波長検出器	
		G7115A	1260 Infinity II ダイオードアレイ検出器 WR	
		G7165A	1260 Infinity II 多波長検出器	
		G7121B	1260 Infinity II Infinity 蛍光検出器スペクトル	
			Agilent シングル四重極検出器 LC/MSD	
			TOF/QTOF または TQ などのハイエンドのマススペクトロメータ	

表 12 推奨される Bio ハードウェア コンフィグレーションの概要

機能	コンポーネント	製品番号	モジュール	備考
				注記 互換性のあるマススペクトロメータの概要については、64 ページの「Agilent 6100 シリーズ シングル四重極 LC/MS」 を参照してください。 **注記** サードパーティー製検出器を UIB II G1390B A/D コンバータ経由で接続することができます。ただし、これらのサードパーティー製のモジュールについては、CDS で利用できる機能は限定されます。 **注記** G7117A/B および G4212A/B フローセルは、テーリングが発生する可能性があるため、WCX や低塩濃度の SEC にはお勧めできません。 **注記** UV 検出器（VWD、DAD WR、LSS など）で感光性の高いサンプルを分析するには、適切なフローセルおよび低い光強度が推奨されます。これは特に、一次元目の検出器では重要です。

Bio 2D-LC システム使用上の注意

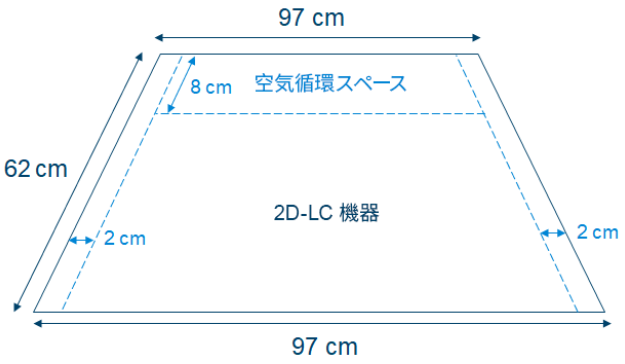
概要

1290 Infinity II Bio 2D-LC システムにはいくつかの種類があり、1290/1260 Infinity II Bio LC システムや Agilent 1260 Infinity バイオイナート LC の柔軟な HPLC の組み合わせが可能です。バイオコンパチブル 2D-LC システムの場合、2 スタックコンフィグレーションが必須です。左側のスタックのモジュールの順番は下から上に、両方の次元用のバイオポンプ、そしてバイオオートサンプラです。

サンプラはポンプの上に置きます。右側の推奨スタックは、カラムの温度差が大きい場合やカラムサイズによっては、より柔軟に対応するためにカラムコンパートメントを 2 台と 1 ～ 2 台の標準 UV 検出器で構成されます。

どちらのスタックの場合も溶媒キャビネットを上に配置することも可能です。

表 13 推奨スタック構成と必要な設置スペース

1290 Infinity II Bio 2D-LC システムの推奨スタック構成	1290 Infinity II Bio 2D-LC システムの設置スペース要件
	

注記

Bio 2D-LC の 2 段スタック構成では、97 x 62 cm（24.4 x 38.2 インチ）の空きスペース、縦方向の設置スペースが必要です。また、空気循環用および電気接続用のスペースとして、両側に2.5 cm （1.0 インチ）、背後に約 8 cm（3.1 インチ）確保してください。

Bio 2D-LC ASM バルブとMHC デッキ（オプション）の取り付け

外部バルブドライブの取り付け

1260 Infinity II または 1290 Infinity II シリーズの 1 つ以上のバイオポンプで構成される 2D-LC 機器の場合、このポンプへのバルブドライブの取り付けにはクランプガイドキット-IF-II (5067-5685)を使用し、バルブドライブはアダプタプロファイル (5043-0269)で相互に接続します。Bio 2D-LC バルブおよび MHC デッキは、外部バルブドライブ（G1170A）に取り付けます。

#	ホルダー/コネクタ	接続	部品番号
3	1290 Infinity バルブドライブ（別途購入が必要）	バルブの取り付け	G1170A
1	クランプガイドキット IF II（G1170A に付属）	トップバルブをポンプへ	5067-5685
2	アダプタプロファイル（MHC デッキに付属）	G1170A ドライブ間	5043-0269

SHC コンフィグレーションの場合は、Bio 2D-LC ASM バルブ（G5643B）はスタックの上側のポンプに取り付けます。MHC コンフィグレーションでは、上側の MHC デッキは上側のポンプに取り付けます。

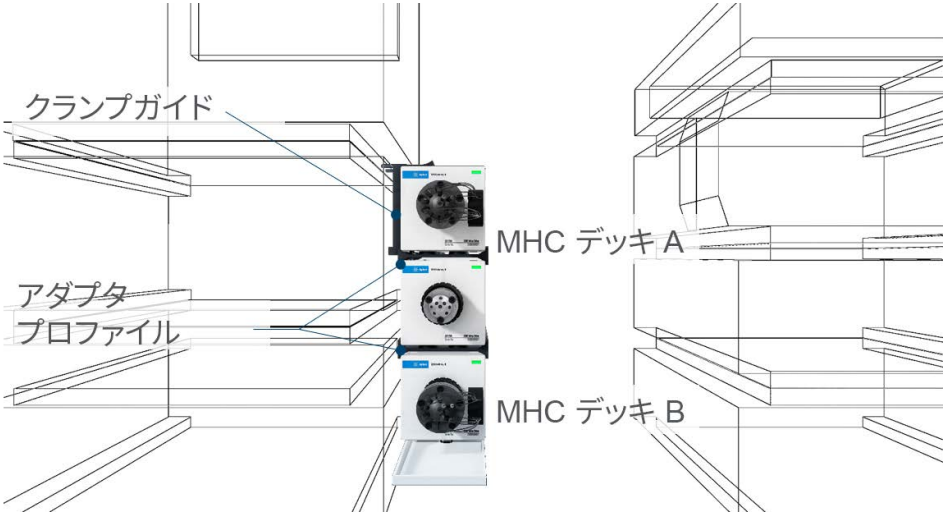


図 50　Bio 2D-LC バルブ、および MHC デッキ（オプション）の取り付け概略図

1 Infinity II ポンプの右側にクランプガイドを取り付けます。丸くへこんだ形のマークが本体ハウジングにあります。先のとがったドライバーで小さい穴を開け、3 個のセルフカッティング タッピングネジでクランプガイドを締め付けます。

2 バルブヘッドを G1170A 外部バルブドライブに取り付けます。

3 MHC バルブを上にして 1 番目の外部バルブドライブをクランプで固定します。

4 他の各外部バルブドライブにアダプタプロファイルを取り付け、107 ページの図 50 に示されている位置に各ドライブを搭載します。

5 一番下の外部バルブドライブの下にセンサー付きのリークトレイを取り付けます。

6 圧力リリースキットを取り付けます。124 ページの「圧力リリースキットの取り付け」 を参照してください。

バルブのコンフィグレーション



1290 Infinity II Bio LC モジュールの場合、必ずバイオ/バイオコンパチブル部品を使用してください。
1260 Infinity II バイオイナート LC モジュールと 1290 Infinity II Bio LC モジュール間で部品を共用しないでください。

Agilent 1290 Infinity II Bio LC システムの一般的なバルブコンフィグレーションは 2 種類あり、それによって機器で使用できる 2D-LC モードが決まります。シングルハートカット（SHC）コンフィグレーションではシングルハートカットとコンプリヘンシブ 2D-LC を利用できるのに対して、マルチハートカット（MHC）コンフィグレーションではさらにマルチハートカットとハイレゾサンプリング 2D-LC も利用できます。Active Solvent Modulation バルブは、SHC と MHC の両方のコンフィグレーションに使用できます。推奨される Bio 2D-LC モードの概要については、ハードウェアコンフィグレーション（111 ページの「推奨のバイオスタック構成」）を参照してください。

他のすべての LC モジュール（リファレンス）のスタックセットアップは、バルブコンフィグレーションから独立しているため変更ありません。

表 14 Bio 2D-LC システムのバルブコンフィグレーションに依存する 2D-LC モードの概要

バルブ	ASM バルブを用いた SHC コンフィグレーション	MHC コンフィグレーション
		
Bio 2D-LC バルブ、ASM（Active Solvent Modulation）	✓	✓
操作モード	**ASM バルブを用いた SHC コンフィグレーション**	**MHC コンフィグレーション**
コンプリヘンシブ（LCxLC）	✓	✓
シングルハートカット	✓	✓
マルチハートカット	X	✓
ハイレゾサンプリング	X	✓

シングルハートカット コンフィグレーション

BIO

1290 Infinity II Bio LC モジュールの場合、必ずバイオ/バイオコンパチブル部品を使用してください。
1260 Infinity II バイオイナート LC モジュールと 1290 Infinity II Bio LC モジュール間で部品を共用しないでください。

シングルハートカット/コンプリヘンシブ 2D-LC 分析をバイオコンパチブル 2D-LC システムで実施するには、2D-LC ASM バルブが必要です。バルブは、システム内のどの Infinity II ポンプにも取り付けることができます。SHC コンフィグレーションでは、MHC デッキがないため、トランスファーキャピラリーは不要です。

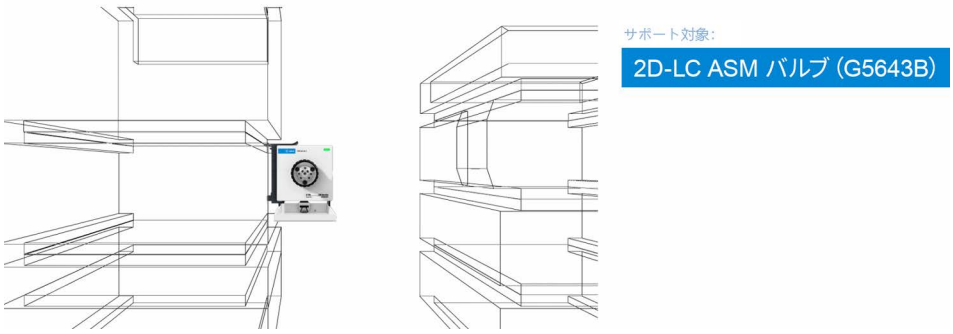


図 51　サポートされているバルブを取り付けたシングルハートカット（SHC）コンフィグレーションの概略図

注記

Bio 2D-LC セットアップ（シングルハートカット（SHC）、ASM バルブ使用）の場合、LC ドライバー 3.5 が必要です。

注記

摩耗が増えるため、SHC または MHC コンフィグレーションでのコンプリヘンシブ分析には、ASM バルブの利用はお勧めできません。

マルチハート-カット コンフィグレーション

BIO

1290 Infinity II Bio LC モジュールの場合、必ずバイオ/バイオコンパチブル部品を使用してください。
1260 Infinity II バイオイナート LC モジュールと 1290 Infinity II Bio LC モジュール間で部品を共用しないでください。

マルチハートカットまたはハイレゾサンプリング 2D-LC をバイオコンパチブル 2D-LC システムで行うには、追加の Bio MHC デッキが必要です。MHC コンフィグレーションでは、Bio ASM バルブヘッドがサポートされています。バルブは、スタック内のどのバイオポンプにも取り付けることができます。バルブヘッドに取り付ける場合は、バイオトランスファーキャピラリーを次のように取り付ける必要があります。

注記

Bio MHC バルブ SST（G5642-64000）は、高感度のバイオサンプルを保護するために、スターターや PEEK ローターの内側をバイオコンパチブルコーティングしたサンプルループを使用しています。

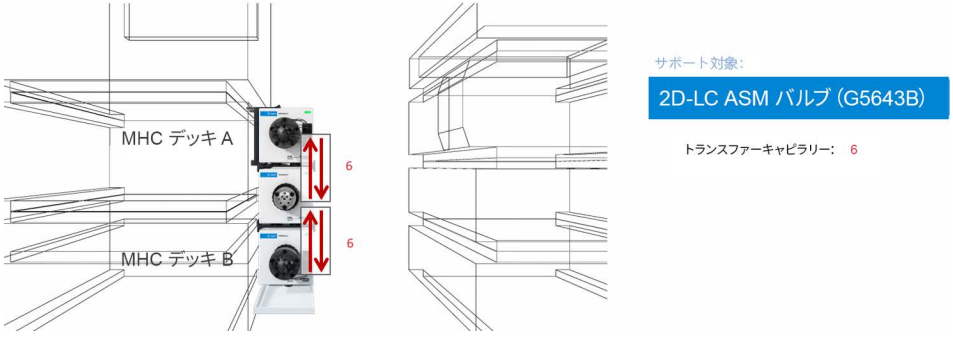


図 52　サポートされているバイオバルブとバイオトランスファーキャピラリーを取り付けたマルチハートカット（MHC）コンフィグレーションの概略図

推奨のバイオスタック構成

1290 Infinity II Bio 2D-LC システムでは、2 つの基本的なスタックセットアップが可能です。一次元目と二次元目に使用するポンプにより、基本的なスタック構成が異なります。二次元目には、1290 Infinity II Bio ハイスピードポンプが必須です。ポンプは常にスタックの一番下に設置します。他のバリエーション

は、適用するカラムコンパートメントのコンセプトによって異なります。バイオキャピラリーキットは、推奨されるすべてのコンフィグレーションに対応します。以下のコンフィグレーションでは、ディレイや拡散容量が最小限に抑えられるため、システムの流路が最適化されます。

表 15　サポートされる機器コンフィグレーション（サポートされる Bio LC ポンプの一覧）
番号は推奨されるバイオスタックセットアップを表します。

#	^{1}D ポンプ	サポートされる ^{2}D ポンプ
1	**1290 Infinity II/1260 Infinity II Prime LC** Agilent 1260 Infinity II Bio フレキシブルポンプ（G7131C） Agilent 1290 Infinity II Bio フレキシブルポンプ（G7131A） Agilent1290 Infinity II Bio ハイスピードポンプ（G7132A）	**1290 Infinity II** Agilent1290 Infinity II Bio ハイスピードポンプ（G7132A）
2	**1260 Infinity II バイナリ** Agilent 1260 Infinity II バイオイナート クォータナリポンプ（G5654A）	**1290 Infinity II** Agilent1290 Infinity II Bio ハイスピードポンプ（G7132A）

注記

このガイドラインは、Agilent 1290 Infinity II シリーズのバイオポンプを用いたセットアップにのみ適用されます。1200 Infinity シリーズの他のバイオモジュールを用いたセットアップの場合は、バイオキャピラリーを追加する必要があります。

このセットアップに出てくる接続は以下のとおりです。

- シングルハートカット コンフィグレーションでの Bio 2D-LC ASM バルブの並流方向

  113 ページの図 53を参照してください。

- マルチハートカット コンフィグレーションでの Bio 2D-LC ASM バルブの向流

  116 ページの図 54を参照してください。

これらの推奨される 2D-LC セットアップとは別の方向で Bio 2D-LC バルブを接続したい場合は、LC ドライバーのオンラインヘルプの**「2D-LC バルブトポロジ」**に示されている流路図に従ってください。

Bio 2D-LC ASM バルブ（MHC なし）の接続

BIO

1290 Infinity II Bio LC モジュールの場合、必ずバイオ/バイオコンパチブル部品を使用してください。
1260 Infinity II バイオイナート LC モジュールと 1290 Infinity II Bio LC モジュール間で部品を共用しないでください。

2D-LC バルブのキャピラリー接続は、並流コンフィグレーションを使用するか向流コンフィグレーションを使用するかによって異なります。Bio ASM バルブの場合、並流と向流の両方の操作が可能です。この章の流路図は、並流方向を示しています。

Bio ASM バルブを別の方向で接続したい場合は、LC ドライバーのオンラインヘルプの**「2D-LC バルブトポロジ」**に示されている流路図に従ってください。

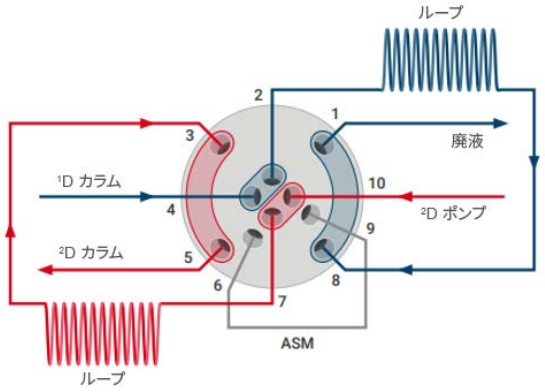


図 53　MHC なしの Bio 2D-LC ASM バルブの流路図（並流）

注記　シングルループセットアップの ASM 機能については、トランスファーキャピラリーの取り付けをお勧めします。

注記　MHC なしの Bio 2D-LC ASM バルブには、LC ドライバー 3.5 が必要です。

ポート	キャピラリーの番号	接続	内径×長さ [mm]	部品番号	説明
1		廃液ライン	0.7×セルフカット	0890-1713	フレキシブルチューブ 0.8/1.61 mm PTFE WT（UV 検出器に付属）
2		サンプルループ（青）（IN）	0.35×831	5004-0028	キャピラリー MP35N 0.35x831 M/M 80 µl。ポート 8 を参照（これは一例で、他の任意のサンプルループに置き換えることができます）
3		サンプルループ（赤）（OUT）	0.35×831	5004-0028	キャピラリー MP35N 0.35x831 M/M 80 µl。ポート 7 を参照（これは一例で、他の任意のサンプルループに置き換えることができます）
4		圧力リリースキットから；^{1}D カラム、^{1}D 検出器から	0.12×170	5500-1603	クイックターンキャピラリー MP35N 0.17x400 M/M
5		^{2}D カラム（熱交換器）へ	0.12×170	5500-1597	クイックターンキャピラリー MP35N 0.12x400 M/M
6		ASM キャピラリー（例：ASM f-3）	0.12×170	5004-0022	キャピラリー MP35N 0.12x170 M/M。ポート 9 を参照
7		サンプルループ（赤）（IN）	0.35×831	5004-0028	キャピラリー MP35N 0.35x831 M/M 80 µl。ポート 3 を参照（これは一例で、他の任意のサンプルループに置き換えることができます）
8		サンプルループ（青）（OUT）	0.35×831	5004-0028	キャピラリー MP35N 0.35x831 M/M 80 µl。ポート 2 を参照（これは一例で、他の任意のサンプルループに置き換えることができます）

ポート	キャピラリーの番号	接続	内径×長さ [mm]	部品番号	説明
9		ASM キャピラリー（例：ASM f-3）	0.12×170	5004-0022	キャピラリー MP35N 0.12x170 M/M。ポート 6 を参照
10		^{2}D ポンプから	0.17×400	5500-1603	クイックターンキャピラリー MP35N 0.17x400

Bio 2D-LC バルブ、ASM（MHC 使用）の接続



1290 Infinity II Bio LC モジュールの場合、必ずバイオ/バイオコンパチブル部品を使用してください。
1260 Infinity II バイオイナート LC モジュールと 1290 Infinity II Bio LC モジュール間で部品を共用しないでください。

SHC コンフィグレーションの Bio 2D-LC ASM バルブとは異なり、MHC コンフィグレーションの Bio 2D-LC ASM バルブには向流セットアップを用いることをお勧めします。このセクションでは、Bio 2D-LC ASM バルブの向流コンフィグレーションのセットアップについて説明します。並流セットアップについては、2D-LC ソフトウェアの ASM 2D-LC バルブの並流コンフィグレーションを参照してください。OpenLab ChemStation では、**［機器］** > **［2D-LC のコンフィグレーション］**を選択すると、**［バルブトポロジ］**設定画面が表示されます。OpenLab CDS および MassHunter については、LC ドライバーのオンラインヘルプの **［2D-LC バルブトポロジ］**を参照してください。

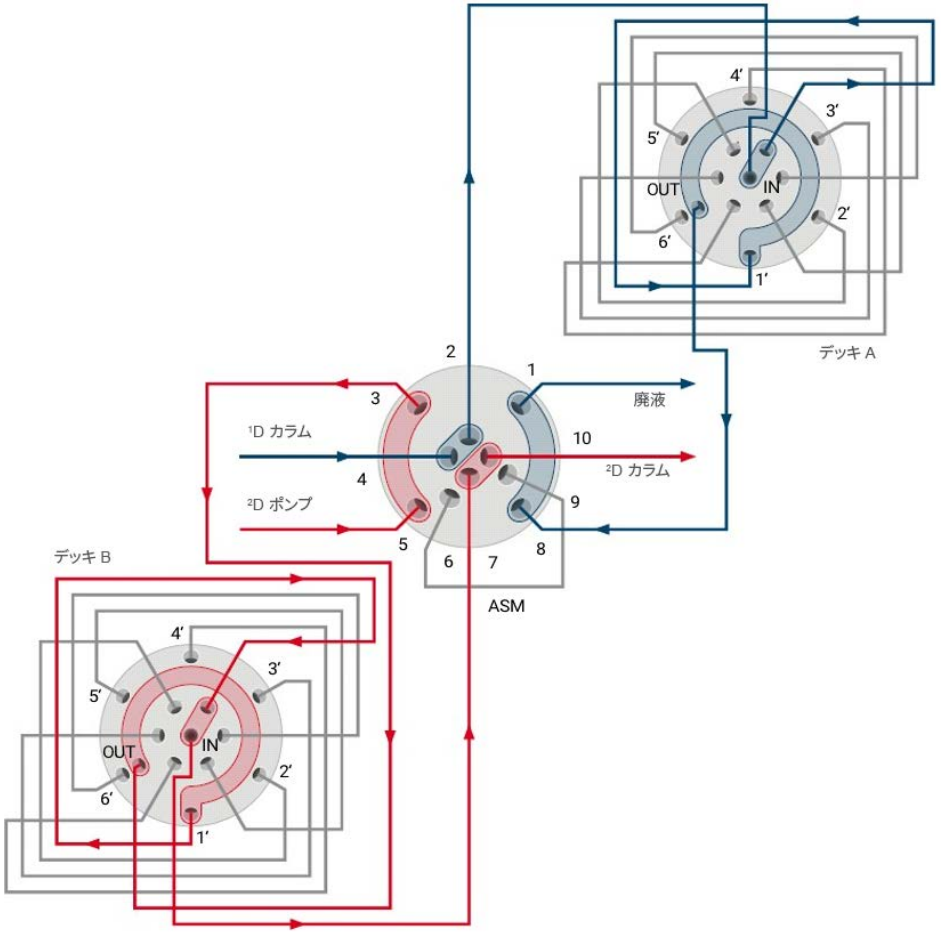


図 54　Bio 2D-LC ASM バルブの回路図（向流）

注記

上図に示されている例とは対照的に、異なる対称性を持つ 120 MPa MHC バルブの場合は、接続は OUT/IN です。

ポート	キャピラリーの番号	接続	内径×長さ [mm]	部品番号	説明
1	11	廃液ライン	0.7×セルフカット	0890-1713	フレキシブルチューブ 0.8/1.61 mm PTFE WT（UV 検出器に付属）
2	6	バイオトランスファーキャピラリーから MHC バルブ（IN）、デッキA まで	0.12×170	5004-0020	キャピラリー MP35N 0.12x170 M/M
3	6	MHC バルブ（OUT）、デッキ B からのバイオトランスファーキャピラリー	0.12×170	5004-0020	キャピラリー MP35N 0.12x170 M/M
4	5 F3	圧力リリースキットから[1]D カラム、[1]D 検出器から	0.17×400	5500-1603	クイックターンキャピラリー MP35N 0.17x400 M/M
5	9	[2]D ポンプから	017×400	5500-1603	クイックターンキャピラリー MP35N 0.17x400 M/M
6	ASM1-4	アウトレットから Bio ASM キャピラリーまで	0.12×長さ		以下のリストを参照
7	6	バイオトランスファーキャピラリーから MHC バルブ（IN）、デッキB まで	0.12×170	5004-0020	キャピラリー MP35N 0.12x170 M/M
8	6	MHC バルブ（OUT）、デッキ A からのバイオトランスファーキャピラリー	0.12×170	5004-0020	キャピラリー MP35N 0.12x170 M/M
9	ASM1-4	Bio ASM キャピラリーからのインレット	0.12×長さ		以下のリストを参照
10	7	[2]D カラムまで	0.12×400	5500-1597	クイックターンキャピラリー MP35N 0.12x400 M/M

どの Bio ASM キャピラリー（MP35N）を使用するかは ASM ファクタによって異なりますが、アプリケーションに合わせて最適化可能です。以下のキャピラリーから選択できます。

表 16　使用可能な ASM キャピラリーとプロパティ

バイオキャピラリー部品番号	長さ（mm）	内径（mm）	容量（µl）	ASM ファクタ	スプリット比（ループ：ASM）	
5004-0021	85	0.12	0.96	5	1:4	
5004-0022	170	0.12	1.9	3	1:2	
5004-0023	340	0.12	3.8	2	1:1	
5004-0024	680	0.12	7.7	1.5	1:0.5	

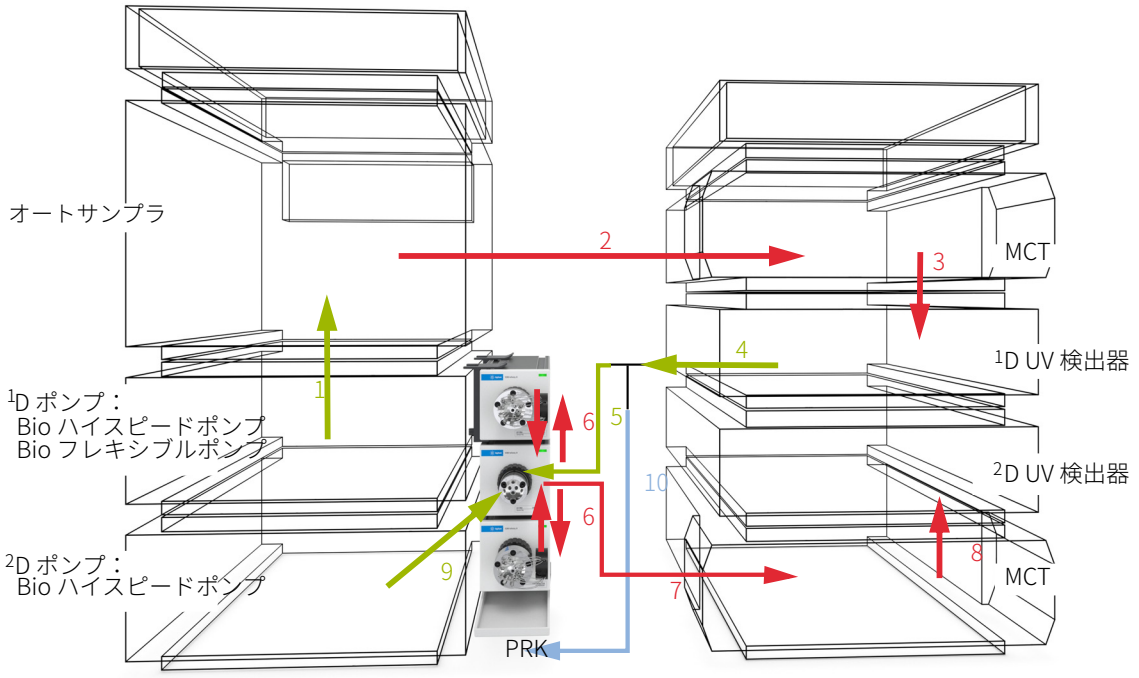


図 55　両方の Bio ポンプが Infinity II モジュール、または 2D ポンプが 1290 Infinity Bio ハイスピードポンプの場合に推奨されるセットアップ。

キャピラリーの番号	#	接続	内径×長さ [mm]	部品番号	説明
1	1	1D ポンプ（上部）からオートサンプラまで	0.17×400	5500-1603	クイックターンキャピラリー MP35N 0.17 x 400 M/M
2	1 1	オートサンプラから Bio クイックコネクト熱交換器、 標準流量（MCT1 内）まで Bio クイックコネクト熱交換器、標準流量から 1D カラム（MCT1 内）まで	0.12×600 0.12×105	5004-0031 5500-1578	キャピラリー MP35N 0.12 x 600 クイックコネクトキャピラリー MP35N 0.12x105 M/M

キャピラリーの番号	#	接続	内径×長さ [mm]	部品番号	説明
3	1	^{1}D カラムから ^{1}D 検出器まで	0.12×400	5500-1597	クイックターンキャピラリー MP35N 0.12 x 400 M/M
4	1	^{1}D 検出器から PRK の T ピースまで	0.17×105	5500-1599	クイックターンキャピラリー MP35N 0.17 x 105 M/M
5	1	PRK の T ピースから Bio 2D-LC ASM（ポート 4）まで	0.17×400	5500-1603	クイックターンキャピラリー MP35N 0.17 x 400 M/M
6	4	Bio 2D-LC ASM バルブ（ポート 7） - デッキ (IN)、デッキ (Out) - Bio 2D-LC ASM バルブ（ポート 3） Bio 2D-LC ASM バルブ（ポート 2） - デッキ (IN)、デッキ (Out) - Bio 2D-LC ASM バルブ（ポート 8）	0.12×170	5500-1376	キャピラリー ST 0.12x170 M/M（2D-LC バルブキット、ASM に付属）
7	1	Bio 2D-LC ASM バルブ（ポート 10）から Bio クイックコネクト熱交換器、標準	0.12×400	5500-1597	クイックターンキャピラリー MP35N 0.12 x 400 M/M
	1	流量（MCT1 または 2）まで Bio クイックコネクト熱交換器、標準流量から 2D カラム（MCT1 または 2 内）まで	0.12×105	5500-1578	クイック-コネクトキャピラリー MP35N 0.12x105 M/M
8	1	^{2}D カラム（MCT1 または 2 内）から ^{2}D 検出器まで	0.12×280	5500-1596	クイックターンキャピラリー MP35N 0.12 x 280 M/M
9	1	^{2}D ポンプから Bio 2D-LC ASM（ポート 5）まで	0.17×400	5500-1603	クイックターンキャピラリー MP35N 0.17 x 400 M/M
10	1	PRK の T コネクタからダンパーキャピラリーへ	0.17×150	5500-1600	クイックターンキャピラリー MP35N 0.17 x 150
	1	Bio 2D-LC ASM バルブ（ポート 1）から廃液まで（表示なし）	0.7×セルフカット	0890-1713	フレキシブルチューブ 0.8/1.61 mm1.61 mm

注記

InfinityLab クイックターンフィッティングには、この表に指定されているキャピラリーが必要です。

追加機能のための機器のその他の構成



1290 Infinity II Bio LC モジュールの場合、必ずバイオ/バイオコンパチブル部品を使用してください。
1260 Infinity II バイオイナート LC モジュールと 1290 Infinity II Bio LC モジュール間で部品を共用しないでください。

ドライバーベースの Bio 2D-LC ソリューションでは、特定のバルブのみを、たとえば効果的な脱塩ツールのダイバーターバルブとして構成できます。

詳細については、以下の各セクションをご覧ください：

- 177 ページの「メソッドパラメータ」
- 248 ページの「システムの実行」

表 17　サポートされるバルブ

説明	部品番号
2 ポジション/6 ポートバルブヘッド、60 MPa、バイオイナート	5067-4148
2 ポジション/10 ポートバルブ、Bio 130 MPa、PEEK、MP35N	5067-6682

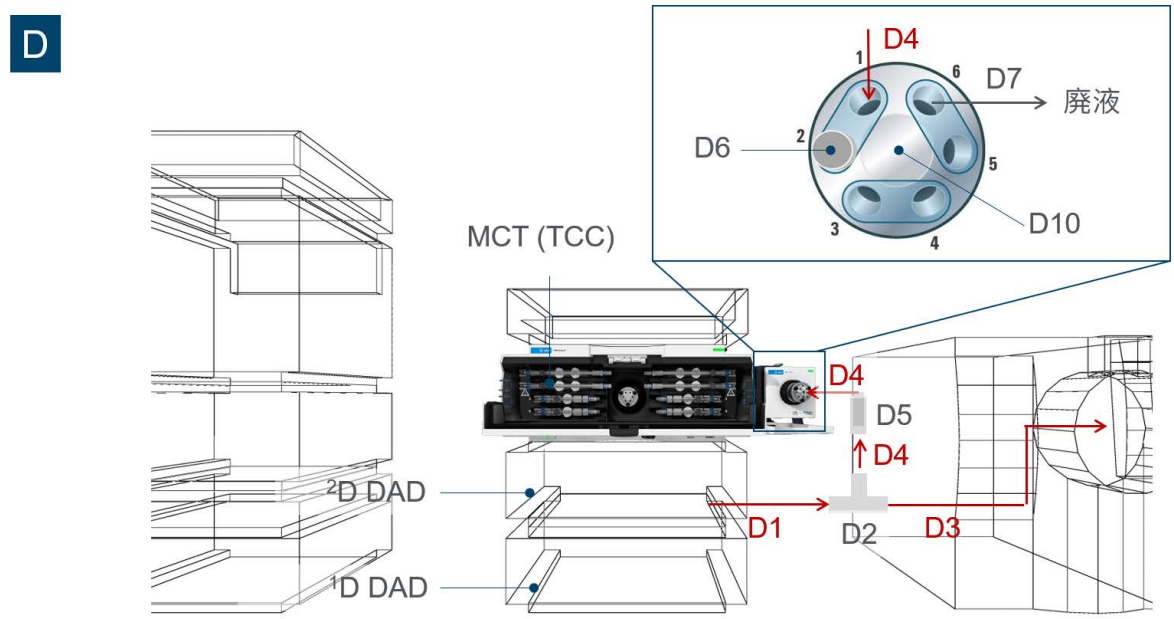


図 56　MS ダイバーターバルブの推奨セットアップ

表 18　使用可能なキャピラリー

キャピラリーの番号	#	接続	内径×長さ [mm]	部品番号	説明
D1	1	2D 検出器から T ピースまでのキャピラリー	0.12×400	5500-1597	クイックターンキャピラリー MP35N 0.12x400
D2	1	T ピース（フィッティングを含めた PEEK）		5022-2144	1/16 インチ、ティー、低デッドボリューム
D3	1	MS から T ピースまでのキャピラリー（セルフカット）	0.12×400	0890-1915	キャピラリー PEEK、0.12x1250
D4	2	T ピースから圧力リリースキットまで；圧力リリースキットからダイバーターバルブまで	0.3×80	5500-1473	キャピラリー MP35N 0.3x80 SL/SL

表 18 使用可能なキャピラリー

キャピラリーの番号	#	接続	内径×長さ [mm]	部品番号	説明
D5	1	圧力リリースバルブ		G4212-60022	圧力リリースバルブ
D6	1	ブランクナット		5043-0277	ロングブランクナット 10-32
D7	1	ダイバーターバルブから廃液（廃液ライン）まで		0890-1713	フレキシブルチューブ 0.8/1.61 mm PTFE WT
D8	1	ピークフィッティング		5063-6591	PEEK 手締めフィッティング（1/16 インチ用）
D9	1	バルブドライブを MCT に取り付けるためのバルブホルダー		5067-6138	右バルブホルダーキット -IF-II-G
D10	1	ダイバーターバルブ		G5631A	2 ポジション/6 ポートバルブヘッド、60 MPa、バイオイナート
				G5641A	2 ポジション/10 ポートバルブ、バイオ 130 MPa、PEEK、MP35N

他のすべてのキャピラリー/接続については、以下を参照してください：

- 78 ページの図 39
- 80 ページの図 40
- 82 ページの図 41

注記

ドライバーベースの 2D-LC ソリューションのダイバーターバルブとして認識させるために、ダイバーターバルブを外部バルブドライブ（G1170A）に取り付ける必要があります。

圧力リリースキットの取り付け

BIO

1290 Infinity II Bio LC モジュールの場合、必ずバイオ/バイオコンパチブル部品を使用してください。
1260 Infinity II バイオイナート LC モジュールと 1290 Infinity II Bio LC モジュール間で部品を共用しないでください。

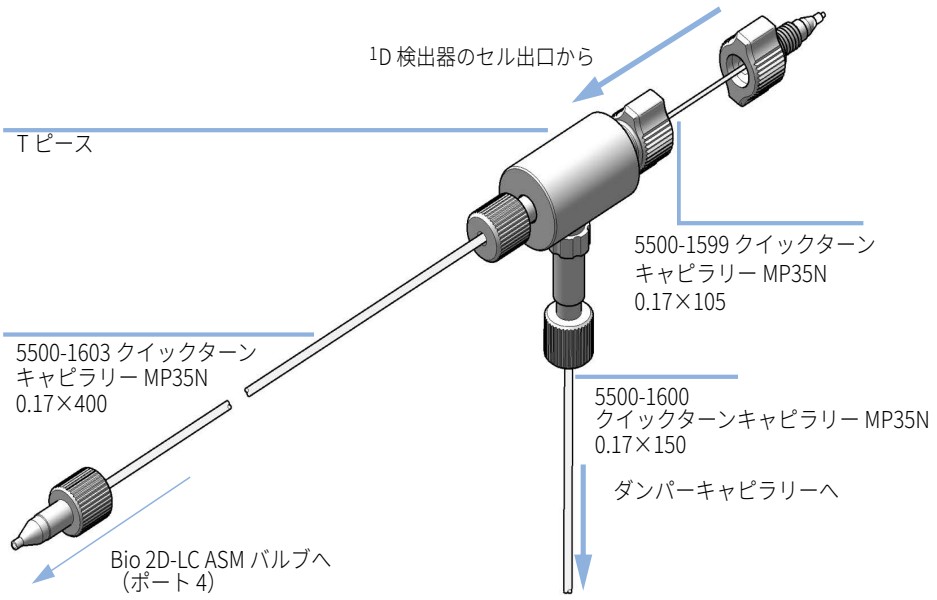


図 57　圧力リリースキットへの接続

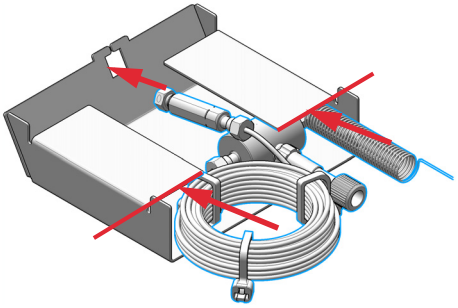
必要な部品:	番号	部品番号	説明
	1	G4236-60010	2D-LC 圧力リリースキット

注記

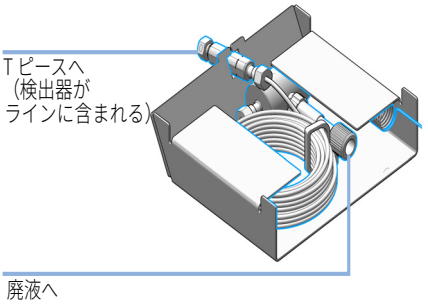
Bio 2D-LC システムには T コネクタ（PEEK）が付属していますが、バイオコンパチブル対応にするには交換する必要があります。

注記 T コネクタ（PEEK）を流路に使用すると、この時点で、60 MPa の圧力リミットが適用されます。

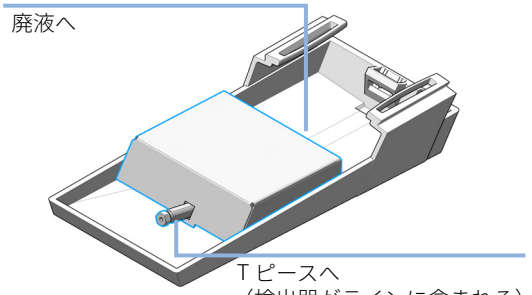
1 圧力リリースバルブアセンブリをフレームに押し込みます。



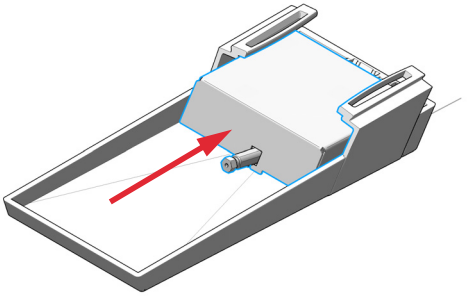
2 向きが正しいか注意してください。



3 圧力リリースアセンブリを示されている方向にリークトレイに挿入します



4 圧力リリースアセンブリを正しい位置に押し込みます。



5 T ピースで接続します。124 ページの図 57 を参照してください。

バルブヘッドの取り付けとキャピラリーの接続

バルブヘッドの取り付けおよびキャピラリーの接続方法については、ユーザーマニュアルを参照してください。

注記 追加の機能を備えた機器の代替セットアップについては、2D-LC ユーザーマニュアルまたは標準クイックインストールガイドを参照してください。概要を紹介しています。

バイオコンパチブルおよびバイオイナートシステム使用上の注意

- すべての消耗品（フィッティング、キャピラリー、インラインフィルター、カラムなど）がバイオイナート/バイオコンパチブルであることを確認します。
  - バイオアプリケーションに使用されているカラムはカラムボディがステンレス製になっている場合があり、鉄やその他の金属イオンが流路に流入することがあります。流路にこうした材質が存在すると、リン酸化ヌクレオチドなどの敏感なサンプルの吸着につながることがあります。この場合には、PEEK ライナー付きカラムの使用を推奨します。
- 塩を含む溶媒またはサンプルでシステムを使用した後は、水で十分にフラッシュして、塩の析出により生じる詰まりを防止します。
- 分析中、圧力が 2 MPa を下回る場合、1290 ポンプの信頼性の高い動作は保証できません。最適な結果を得るためには、圧力が継続的に 5 MPa 以上になっている必要があります。このため、背圧の低いカラムを使用する場合（<5 MPa、1290 LC システムでの SEC カラムなど）、ポンプとサンプラの間にリストリクションキャピラリーを取り付けて、5 MPa 以上になるようにします。
- マルチウォッシュオプションが取り付けられている場合、マルチサンプラを毎日水でフラッシュします（『Agilent LC システム使用上の注意（テクニカルノート）』を参照してください）。

注意

Agilent バイオイナートおよび Bio LC システムでは、不動態化や同様の処理を行わないでください。

システムの内部表面に回復不可能な損傷が生じることがあります。

✓ **バイオイナートおよびバイオコンパチブルシステムで不動態化や同様の処理を行わないでください。**

フラッシュ手順

✓ この手順は、塩を含む移動相を使用する場合に定期的に実行してください。溶媒と接する流路や表面から塩の析出物を除去するには、定期的に手順を繰り返します。少なくとも週に一度、または長時間のスタンバイやオフにする前に、手順を繰り返してください。システムをシャットダウンする前の準備については、Bio LC ユーザーマニュアルの「システムのシャットダウン」のセクションを参照してください。

✓ この手順は、塩を含む移動相から逆相のアプリケーション（または有機物を多く用いて実行するアプリケーション）へ切り替える場合に必ず実行してください。このような場合に発生する塩の析出を防止します。

- 推奨される保管用溶媒でカラムをフラッシュします。この溶媒が現在の移動相と適合しており、析出が生じないことを確認してください。
- カラムをユニオンと交換し、塩を含む溶媒ボトルを室温の HPLC グレード水の新しいボトルと交換します。
- リントフリーワイプを使用してボトルヘッドアセンブリを清掃し、残留している塩が新しい水のボトルへ入る量を最小限にします。
- オートサンプラ：水で 15 分以上パージします。この測定では、マルチウォッシュオプションの場合はニードル洗浄とシートバックフラッシュ両方が実行され、すべてのラインから塩の残留物が除去されます。ニードル/シート/洗浄ポートに塩の残留がないか目視で確認し、必要に応じてニードル/シート/洗浄ポートをマニュアルで清掃します。
- バッファを使用した各ポンプチャンネルを、5 mL/min で 10 分以上個別にパージします。
- システムの流路全体を 2 mL/min の水で 10 分以上フラッシュします。この手順の実行中に、注入バルブとカラム選択バルブ（取り付けられている場合）の位置を 1 分間隔で切り替えます。すべての位置が 5 回以上選択されるまでこれを繰り返します。
- 塩のキャリーオーバーを最小限に抑えるには、水のボトルを新しい溶媒ボトルと交換します。

2D-LC 機器のライセンス

ドライバーベースの 2D-LC ソリューションを使用するには、次のライセンスが必要です：

- DA プラグインライセンス
- 2D-LC USB ハードウェアドングル

詳細については、OpenLab CDS のドキュメントを参照してください。

ライセンスドングルによる 2D-LC システムドライバーのライセンス認証

Agilent ドライバーベース 2D-LC ソフトウェアをアジレントから購入すると、2D-LC ドングルライセンスを含む USB が 1 本付属します。システムを実行して機能を使用するには、^{2}D ポンプを作動させる必要があります。デバイスを物理的に 2D-LC ポンプの背面にある USB ポートに接続します。これにより、LC ドライバーの 2D-LC 測定機能がアクティブ化されて有効になり、Agilent 2D-LC ソフトウェアを CDS で使用できるようになります。

必要な部品:

説明

USB ドングル
このドングルは、非常に有用なソフトウェアライセンスです。ドングルの紛失または破損は交換の対象外です。安全な所に保管しておいてください。このドングルでライセンス認証されるモジュールのシリアル番号を書き留めてください。



必要なハードウェア:

^{2}D ポンプには、1290 Infinity I または II のバイナリポンプが必要です。

LC ドライバーの Agilent 2D-LC 測定機能のライセンス認証

1 モジュールの電源をオフにします。

2 USB ドングルを ^{2} D ポンプモジュールの背面に差し込みます。

3 モジュールの電源をオンにします。

4 再起動すると、2D-LC ライセンスがライセンス認証されるため、USB ドングルを取り外して安全な場所に保管することができます。

注記 ドングルは、メインボードの交換後に 2D-LC ライセンスを再度ライセンス認証するのに必要です。

注記 2D-LC ドライバーは、機器に接続すると、ライセンスが使用可能か確認します。使用可能なライセンスがない場合は、ドライバーはオフラインのままになります。CDS のダッシュボードの 2D-LC UI にマウスカーソルを合わせると、ツールチップに次のようにテキストが表示されます：**No 2D-LC license available（使用可能な 2D-LC ライセンスがありません）**。

ライセンス認証の無効化（Lab Advisor での無効化手順）

2D-LC ポンプのライセンスの認証の無効化には（たとえば、別の 2D-LC ポンプでライセンスを使用する場合）、LabAdvisor診断ソフトウェアを使用する必要があります。

1 ^{2}D ポンプの背面に USB ドングルを差し込みます。

2 **［機器コントロール］** > **［ポンプ］** > **［スペシャルコマンド］** > **［ライセンスドングル］** でライセンス認証の無効化します。

3 ポンプ背面の USB ドングルを取り外し、安全な場所に保管します。

詳細については、366 ページの「Agilent Lab Advisor ソフトウェア」 を参照してください。

2D-LC ソフトウェアを Agilent OpenLab CDS Workstation にインストール

必須要件

- オペレーティングシステムを更新して、準備ツールを使用できるようにする必要があります。
- OpenLab CDS ソフトウェアと LC ドライバーを完全にインストールするために必要なライセンスが用意されています。

準備

1 詳細については、OpenLab CDS の要件ガイドをご覧ください。

2 システム準備ツールを実行します。

インストール

1 ソフトウェア検証を含め、インストールウィザードを実行します。

2 インストール後：自動印刷を有効にするためのアカウントを設定します。

（オプション） 3 オフラインマシンのパフォーマンス上でのパフォーマンスを高めます。

ライセンスの取得

1 SubscribeNet でライセンスを取得します。

2 ライセンスをインストールします。

設定

1 認証

2 プロジェクト（監査証跡の設定を含む）

詳細については、『OpenLab CDS Workstation Installation and Configuration』（CDS_WorkstationGuide.pdf）の「Installation Workflow Overview」のセクションを参照してください。このドキュメントは、CDS のインストールメディアの doc フォルダーにあります。

注記

詳細なアップグレードインストール手順については、インストールメディアの Setup\Docs\EN にある『OpenLab CDS Workstation Installation and Configuration guide』（CDS_WorkstationGuide.pdf）の第 9 章「Upgrade OpenLab CDS」（93 ページ）を参照してください。

OpenLab Help & Learning

OpenLab CDS では、ご使用のシステムに関するマニュアル、ビデオ、入門レッスン、ユーザーアプリケーション、メソッド開発ツールなどの資料一式を用意しています

OpenLab Help & Learning の開始手順

以下のいずれかを実行します。

F1

ペイン、ウィンドウ、またはダイアログボックスの詳細情報を表示するには、目的のウィンドウまたはダイアログボックス上にカーソルを置いて、**[F1]** を押します。［OpenLab Help & Learning］が開きます。



プログラムのタイトルにあるこのボタンをクリックすると、基本的なタスク、ユーザーインターフェイス、リファレンス情報が収録された OpenLab Help and Learning が開きます。



デスクトップ上のこのアイコンをクリックします。**［スタート］** > **［すべてのプログラム］** > **［Agilent Technologies］** > **［OpenLab Help and Learning］** をクリックすることもできます。

カリキュラム

［入門ガイド］ の **［カリキュラム］** のトピックの 1 つをクリックすると、対話形式のカリキュラムにアクセスできます。各カリキュラムには、OpenLab CDS 用の高度な対話形式のオンデマンドトレーニングモジュールが含まれています。いつでも好きな時に、自分のペースで機能について簡単に学ぶことができます。モジュールによって、OpenLab CDS ソフトウェアの詳細な使用手順が表示されます。

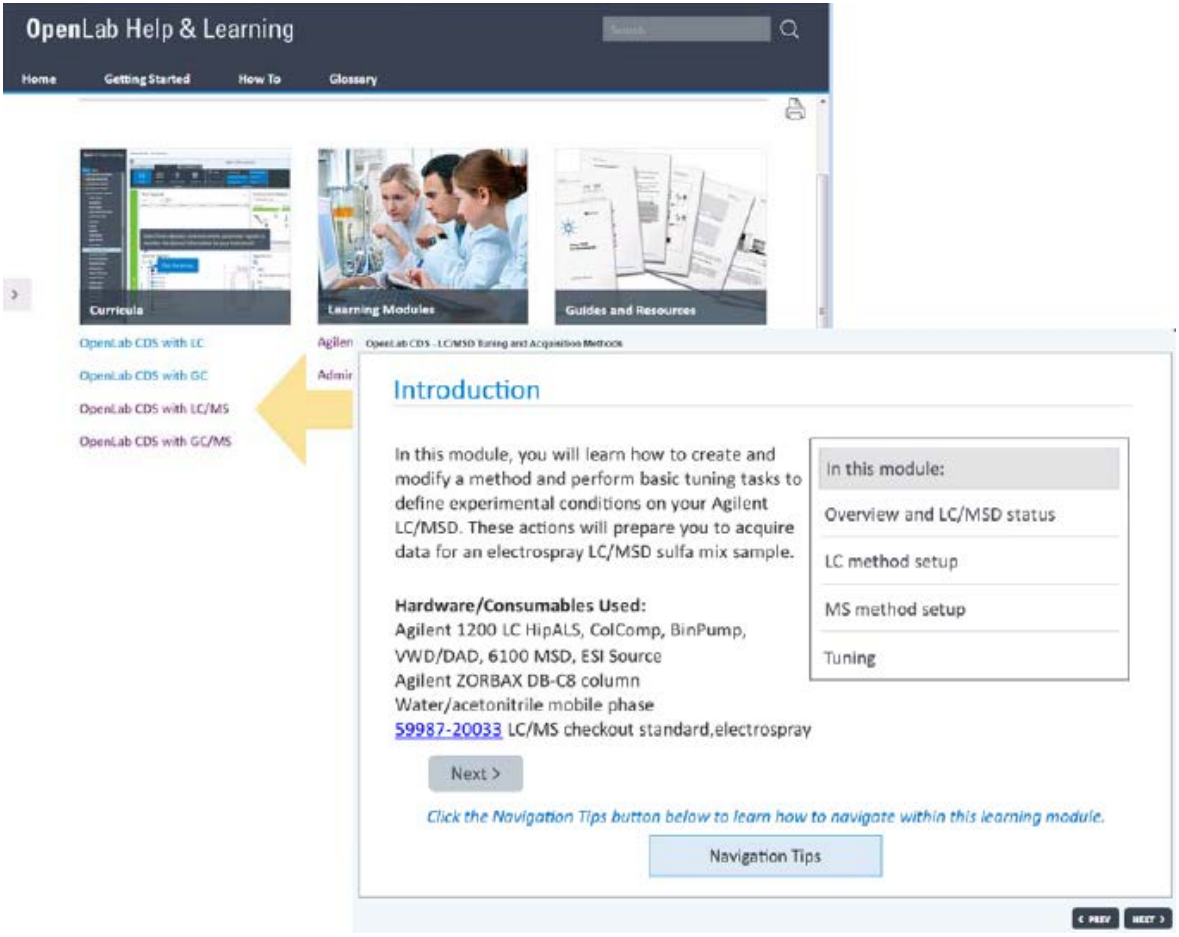


図 58　LC/MS に関する対話形式のカリキュラムの開始

操作手順

［**OpenLab Help & Learning**］の［**操作手順**］では、日常的なタスクの詳細な手順を説明する複数のトピックが表示されます。再生ボタン付きのトピックには、ソフトウェアのデモンストレーションビデオが収録されています。

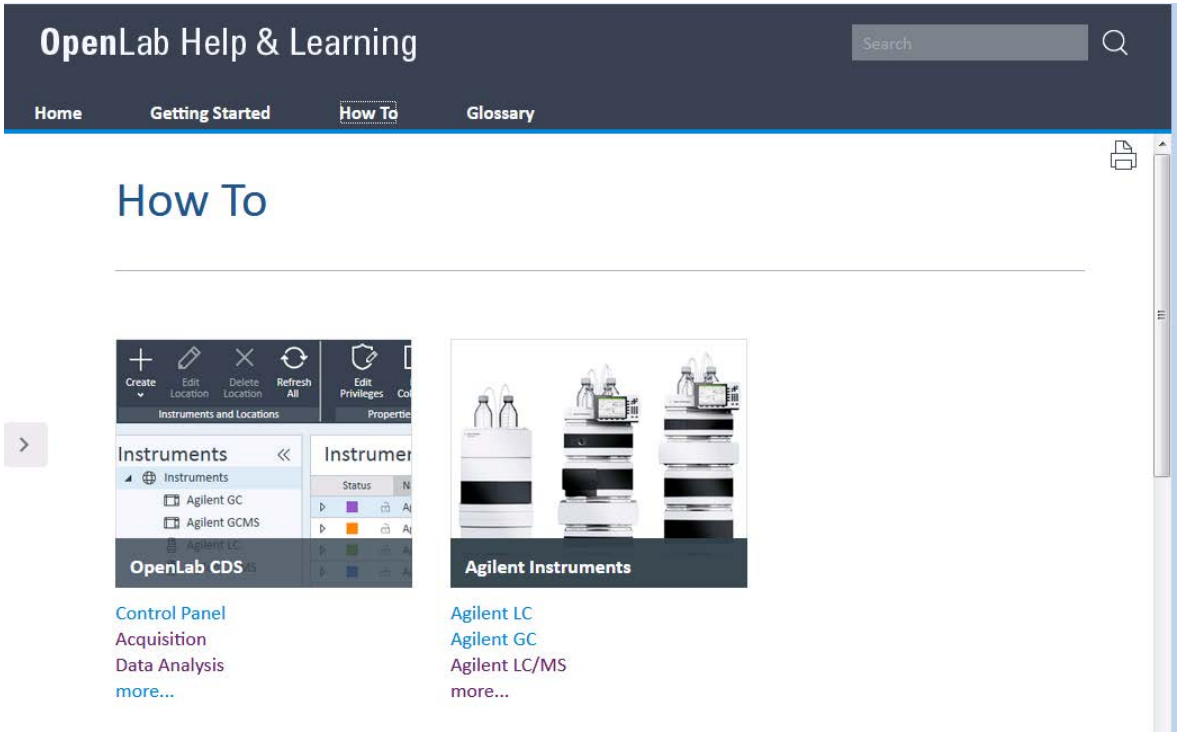


図 59　Help & Learning の［操作手順］セクション

インストール

OpenLab CDS ソフトウェアを使用していない PC に OpenLab CDS Help and Learning 教材をインストールするには、OpenLab CDS ソフトウェアのインストールディスクから **ドキュメント** > **OpenLab Help and Learning のみインストール**を選択します。

Help & Learning の **［入門ガイド］**には、OpenLab CDS 用の高度な対話形式のオンデマンドトレーニングツールが含まれています。このツールを使用すれば、いつでも好きな時に、自分のペースで新機能について簡単に学ぶことができます。モジュールによって、Agilent InfinityLab LC/MSD シリーズおよび 6100 シリーズ LC/MS ソフトウェアの詳細な使用手順が表示されます。

Help & Learning の **［操作手順］**では、日常的なタスクの詳細な手順を説明する複数のトピックが表示されます。再生ボタン付きのトピックには、ソフトウェアのデモンストレーションビデオが収録されています。

システム据付および設置準備の詳細については、以下を参照してください。

- Agilent OpenLab Data CDS Requirements Guide

- Agilent OpenLab CDS ワークステーションガイド（2D-LC のデータ解析など）
- Agilent OpenLab CDS Client and AIC Guide
- OpenLab CDS チュートリアルシリーズ：

  https://www.youtube.com/watch?v=RL6Im4bKBlEandlist=PLThrdl2ragolKzO3h-k_y3lWy_UpkW5aQandindex=27

Agilent OpenLab Data Analysis ソフトウェアに Agilent 2D-LC ソフトウェアのインストールと設定

必須要件

- 互換性のある CDS をインストールする必要があります。詳細については、OpenLab CDS に付属の文書を参照（CDS_WorkstationGuide.pdf）
- 2D-LC ソフトウェアを完全にインストールするために必要なライセンス

ソフトウェアのインストール

1 データメディアのフォルダー \OpenLab\Install からデータ解析ソフトウェアを選択します。

2 Agilent.OpenLab.2D-LCSoftware.msi をダブルクリックします。

3 **Shared Services のホスト名の選択**手順が表示されるまでソフトウェアのインストール手順の指示に従い、**［ホスト名］**としてたとえば `localhost` と入力します。

（オプション）

4 内部ユーザーの名前とパスワードを入力します（必要な場合）。

5 登録を完了するには、**［登録］**ボタンをクリックします。

［登録結果］ウィンドウが表示されます。

6 確定するには、 **[OK]** をクリックします。

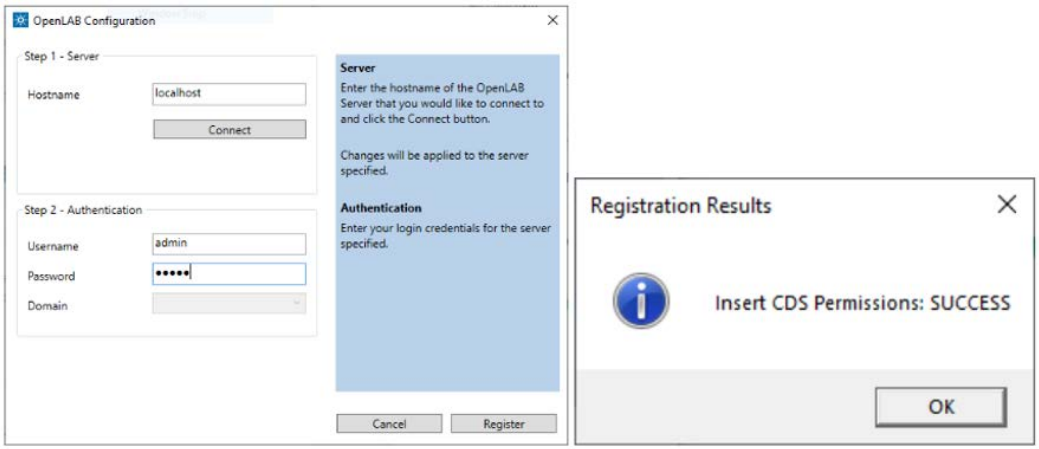


図 60 DA インストール時に Shared Services ホスト名の登録に成功した場合の表示

注記 最新の 2D-LC ソフトウェアバージョンをアップグレードするためには、最初に CDS を最新バージョンにアップグレードします。CDS をアップグレードする際には、インストールディスクに含まれている『OpenLab CDS Workstation インストールおよびコンフィグレーション』ガイド（CDS_WorkStationGuide_ja.pdf）に記載されている手順を参照してください。

注記 2D-LC Data Analysis アドオンのバージョン 1.1 は OpenLab CDS 2.6 と互換性がありません。

注記 Data Analysis OpenLab 2D-LC ソフトウェア バージョン 1.0 のライセンスは、バージョン 1.1 でも有効です。

注記 OpenLab CDS 2.6 の Data Analysis Add-On for 2D-LC Software 1.0 で作成された 2D-LC の解析メソッドおよび結果セットは、OpenLab CDS 2.7 用の新しい 2D-LC アドオン 1.1 と互換性があります。

2D-LC ライセンスのシステムへの追加

1 デスクトップ上のコントロールパネルのショートカットを起動します。

または

［スタート］ > ［すべてのプログラム］ > ［Agilent Technologies］ > ［OpenLab Shared Services］に移動し、［コントロールパネル］をクリックします。

2 ナビゲーションペインで［管理］ > ［ライセンス］に移動します。

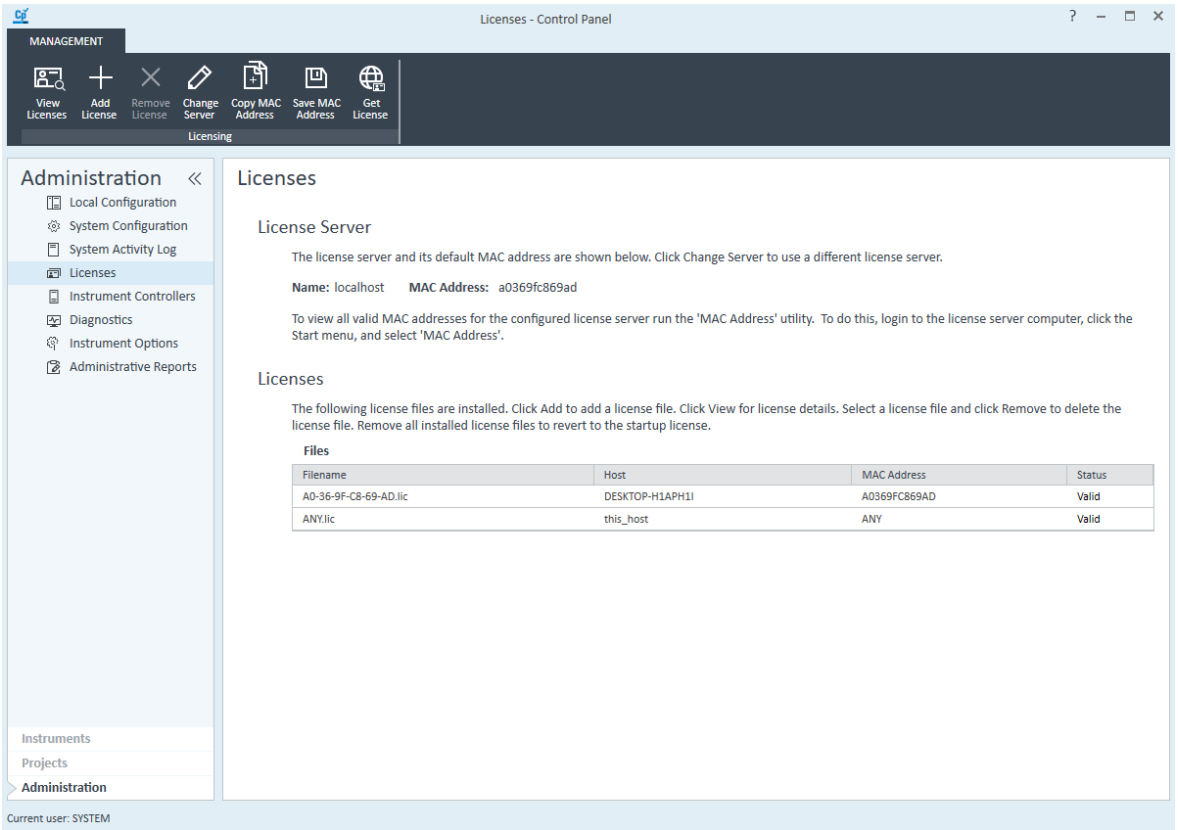


図 61　ライセンスコントロールパネル

3 リボン内の［ライセンスの追加］をクリックします。

4 ライセンスをインストールするには、［ライセンスファイルの選択］オプションを使用して SubscribeNet のライセンス作成プロセスで保存したライセンスファイル（.lic）を参照して開きます。

または

［ライセンスファイルコンテンツの貼り付け］オプションを選択し、受信したテキストファイルからライセンステキストを所定のフィールドにコピーします。

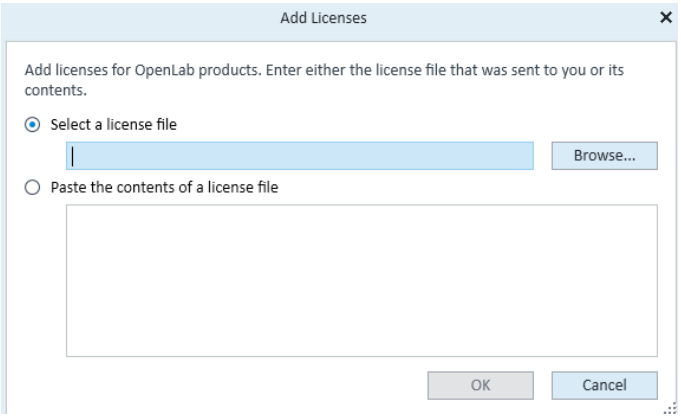


図 62　［ライセンスの追加］表示

5　**［OK］**をクリックします。

コントロールパネルの［管理］インターフェイスには、インストールしたライセンスのステータスが表示されます。

注記

ライセンスをすぐに有効にするには、完全に再起動する必要があります。

コンフィグレーションダイアログの起動

必須要件

2D-LC ハードウェアは正しくセットアップされており、システムコンフィグレーション、プロジェクト設定、ほとんどの機器設定はすでに定義されています。

1 コントロールパネルを開きます。

2 **［機器のコンフィグレーション］**をダブルクリックします。



または

［機器のコンフィグレーション］を右クリックして選択します。

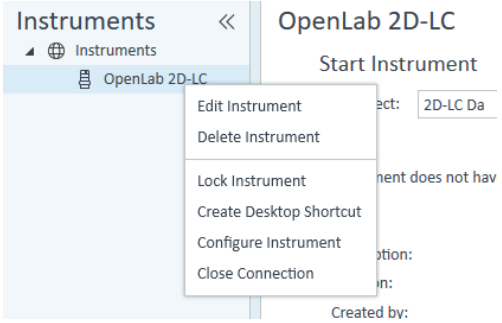


図 63　コントロールパネルの機器コンフィグレーション表示

［機器コンフィグレーション］が開きます。

3 **［自動コンフィグレーション］**を選択します。

［自動コンフィグレーション］ダイアログが開きます。

4 Agilent LC システムの正しい IP アドレスを指定します。LC 機器のデフォルトの IP アドレスは、192.168.254.11 です。

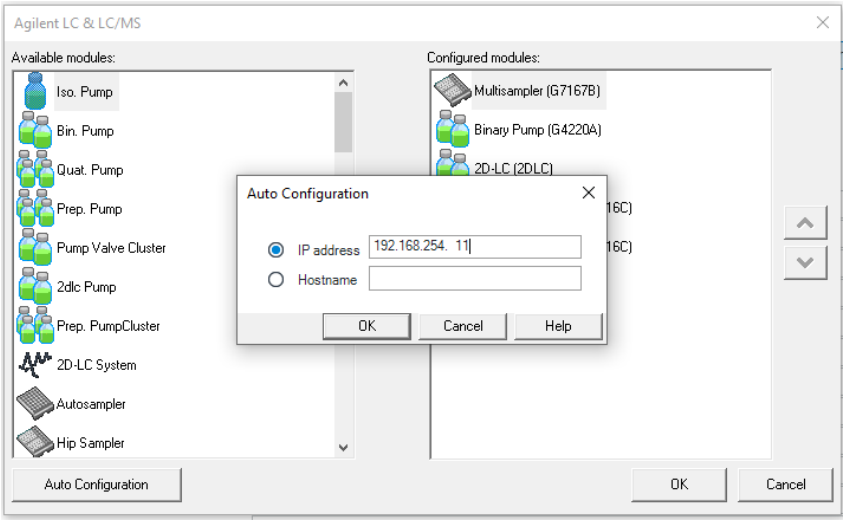


図 64　デフォルトの IP アドレスでの［自動コンフィグレーション］

5 **［OK］**をクリックします。

［ポスト自動コンフィグレーション］ダイアログが開きます。

HPLC 機器のコンフィグレーション

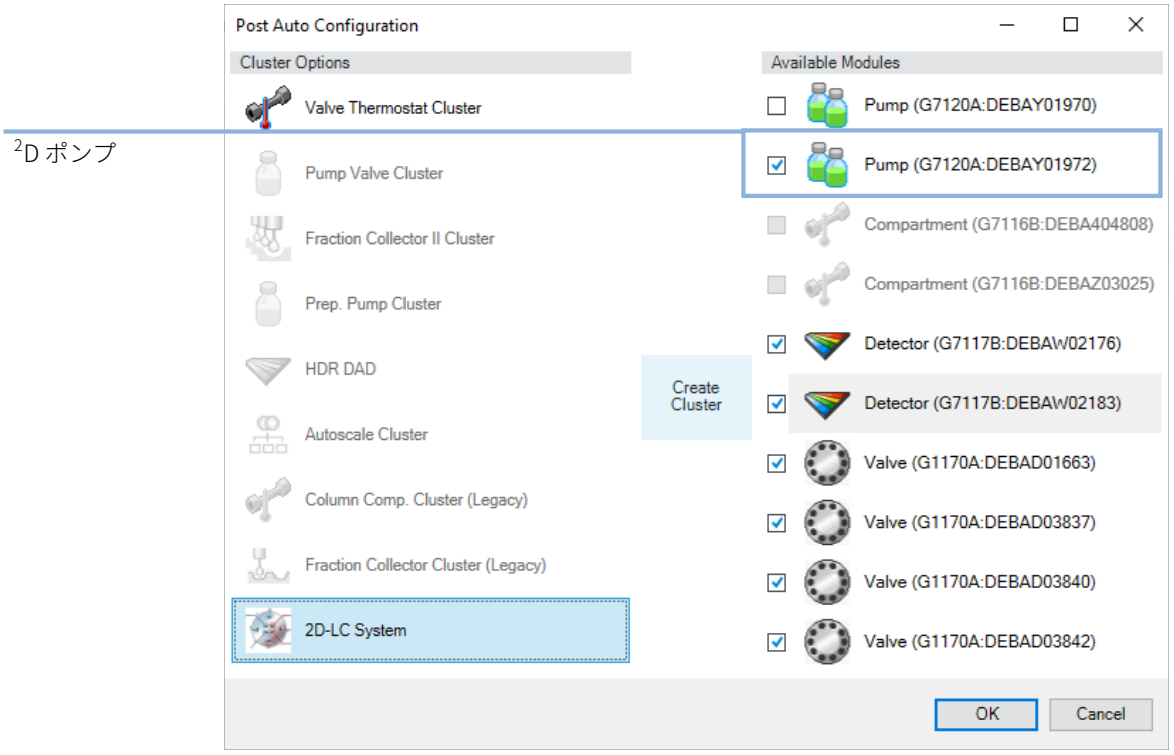


図 65　2 つの MHC バルブと 1 つのダイバーターバルブを備えたフル 2D-LC ソリューションの［自動コンフィグレーション］ウィンドウ

1　**［クラスターオプション］**の**［2D-LC システム］**を確認/選択します。

2　2 つのバイナリポンプ（たとえば、G4220A/B、G7120A、または G7132A）が存在する場合は、**［使用できるモジュール］**で[1]D ポンプは、チェックを外します。

3　クラスターを作成するには、**［クラスターの作成］**ボタンをクリックします。

［2D-LC クラスターのコンフィグレーション］ウィンドウが開きます。

2D-LC クラスターのコンフィグレーション

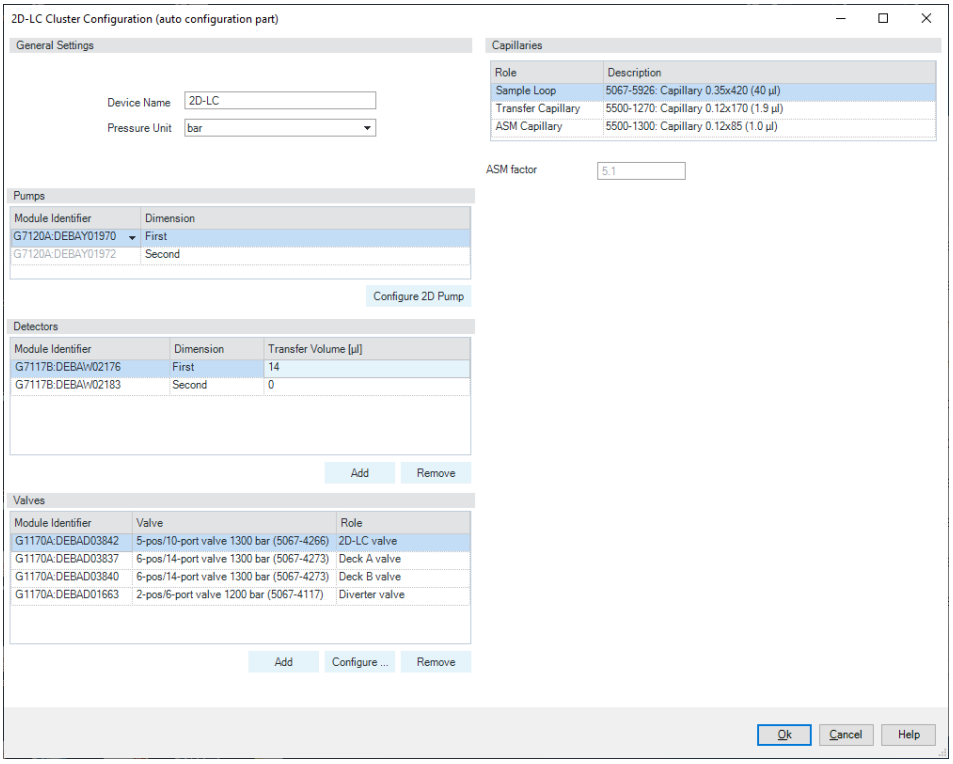


図 66　2D-LC クラスターのコンフィグレーション（ASM バルブ、MHC バルブ、ダイバーターバルブの場合）

2D-LC ソフトウェアのコンフィグレーションウィンドウでは以下のことが可能です。

- ^{1}D および ^{2}D ポンプのコンフィグレーションの確認
- ^{2}D ポンプのコンフィグレーション
- ^{1}D および ^{2}D 検出器の追加/選択、トランスファーボリュームの定義
- 2D-LC バルブヘッド、MHC デッキ（複数のバルブヘッドが使用可能な場合）、ダイバーターバルブなど、さまざまなバルブのコンフィグレーション
- サンプルループ、トランスファーキャピラリー、ASM キャピラリーなどのキャピラリー接続
- ASM ファクタの定義（ASM バルブが使用可能な場合）

注記

［2D-LC クラスターのコンフィグレーション］ウィンドウの表示は、取り付けられているデバイスのセットアップの種類によって異なります。たとえば、シングルサンプルループ セットアップの場合、追加のチェックボックスが表示されます。

（オプション）

1 デバイス名、接続設定、圧力単位を変更するには、対応するフィールドに入力します。

2 正しい ^{1}D および ^{2}D ポンプのコンフィグレーションを確認するには、**［ポンプ］**の設定を確認します。

注記

さまざまなポンプが使用可能な場合、^{1}Dポンプとしてドロップダウンメニューから選択できます。

注記

この操作によって、ポンプの名前が変更されることはありません。機器コンフィグレーションでの機器の初期セットアップ時にわかりやすい名前を入力してください。

詳細については、142 ページの「HPLC 機器のコンフィグレーション」 を参照してください。

［2D ポンプのコンフィグレーション］ボタンにより、溶媒タイプなどの ^{2}D ポンプの設定が可能です。

3 ［検出器］で、^{1}D および ^{2}D 検出器を選択します。

注記

この操作によって、検出器の名前が変更されることはありません。機器コンフィグレーションでの機器の初期セットアップ時にわかりやすい名前を入力してください。142 ページの「HPLC 機器のコンフィグレーション」 を参照してください。

必要に応じて、3 台以上の検出器（LC/MS シングル四重極など）をコンフィグレーション/選択することもできます。

ピークの ^{1}D 検出器から 2D-LC バルブの切り替えまでの時間を決定するトランスファーボリュームの ^{1}D 設定は、ハードウェアのセットアップによって異なります。2 つの DAD を備えた標準的な 2D-LC の場合、トランスファーボリュームは約 14 µL です。

ボリュームを計算するには、検出器フローセルの半分の容量に、検出器フローセルと 2D-LC バルブの間の容量を加算します。

^{2}D 検出器のトランスファーボリュームによって、2D-LC バルブと二次元目の検出器フローセルの間の容量が決まります。この結果は、2D-LC OpenLab DA プラグインのディレイ計算に対して設定されています。サン

プルループと検出器の間の ^{2}D オフセットにより、分画クロマトグラムの開始と終了が正しく位置合わせ/表示されます。

注記

以下の方法でトランスファーボリューム（^{1}D 検出器から 2D-LC バルブまで）を実際の分析でより正確に検証することができます。

- 一次元目のサンプルピークの 1 つでタイムベースのハイレゾ分析（複数の分画）を実行します。最大アバンダンスを持つ分画はピークの頂点に対応します。ピークが前または後ろにシフトしている場合には、容量差を計算し、トランスファーボリュームを調整することができます。
- または、2D-LC バルブに接続されているトランスファーキャピラリーを取り外して、^{1}D 検出器のインレットに接続します。次に、検出器を直列に接続します。この状態で分析し、ピークのオフセットからトランスファーボリュームを計算することができます。

注記

トランスファーボリュームとトランスファー時間の詳細については、165 ページの「一次元目のトランスファーボリュームを分析から検証」 および 166 ページの「二次元目の空隙量（トランスファー時間）を分析またはグラフィックスから決定」 を参照してください。

注記

最大 4 つの CAN 対応の検出器が各次元でサポートされています。

注記

構成対象のすべての検出器がコンフィグレーションウィンドウに自動的に表示されるとは限りません。より多くの検出器を構成したい場合は、アドオンボタンを使用して手動で行う必要があります。以下のフォーマットに従ってください：モジュール番号、コロン、シリアル番号の順（例：G1390B:US12345678）。

後で問題が発生しないように、正しいフォーマットで検出器を入力する必要があります。2D-LC のコンフィグレーション画面の検出器情報がダッシュボードのモジュール情報 **[i]** と一致していることを確認してください。

注記

検出器テーブルには、1 台以上の検出器が含まれている必要があります。SQ 検出器しかない 2D-LC システムの場合は、G6135C:SN12345678 や LC/MSD iQ:SN12345678 といった情報を手動で入力する必要があります。^{2}D 検出器をコンフィグレーションせずに、システムをセットアップすることはできません。

4 **[値]** を確認します。取り付けられている 2D-LC バルブに応じて、標準 2D-LC バルブ（G4236A）、ASM 2D-LC バルブ（G4243A）、または Bio ASM 2D-LC バルブ（G5643B）が自動的に表示されます。

（オプション）

a システムにマルチハートカットデッキが含まれている場合は、デッキ A または B に対応するバルブヘッドを指定します。

（オプション）

b システムにダイバーターバルブが含まれる場合は、ここでバルブの役割を指定します。メソッドでさらにダイバーターバルブの設定を定義することができます。196 ページの「ダイバーターバルブの切替時間の指定」 を参照してください。

5 **[キャピラリー]** を確認します。取り付けられているキャピラリーをクリックして選択します。トランスファーキャピラリーのループサイズと長さが正しいか確認します。ASM 2D-LC バルブを使用する場合は、ASM キャピラリーを指定します。これによりスプリット比が決まります。37 ページの「ASM（Active Solvent Modulation）の概要」 を参照してください。

- **[サンプルループ]** を指定します（デフォルトの 40 µL サンプルループ p/n 5067-5926（MHC の場合）や p/n 5067-5425（SHC の場合）など）
- **[トランスファーキャピラリー]** を指定します（デフォルトのキャピラリー 0.12x170 (1.9 µL）p/n 5500-1270（標準バルブの場合）やキャピラリー 0.12x170（1.9 µL）p/n 5500-1376（ASM バルブの場合）など）
- **[ASM キャピラリー]** を指定します（デフォルトのキャピラリー 0.12x170（1.9 µL）p/n 5500-1301（ASM バルブ、ASM ファクタ 3 の場合）など）

注記

ASM キャピラリーの選択によって ASM ファクタが決まります。37 ページの「ASM（Active Solvent Modulation）の概要」 を参照してください。

このため、測定メソッドでは、ASM ファクタの値を変更することはできません。

注記

汎用キャピラリーも使用できますが、ここに表示される前にまず Lab Advisor で設定する必要があります。371 ページの「2D-LC キャピラリーのコンフィグレーションツール」 を参照してください。

6 完了するには、2D-LC クラスターのコンフィグレーションを終了して次のウィンドウに移動し、 **[OK]** をクリックします。

デバイス UI のコンフィグレーション

1 モジュールの名前（デバイス名）を定義します。

たとえば、以下のオプションが可能です。

- サンプラ
- ^{1}D バイナリポンプ
- 2D-LC
- ^{1}D MCT、
- ^{2}D MCT、
- ^{1}D DAD、
- ^{2}D DAD

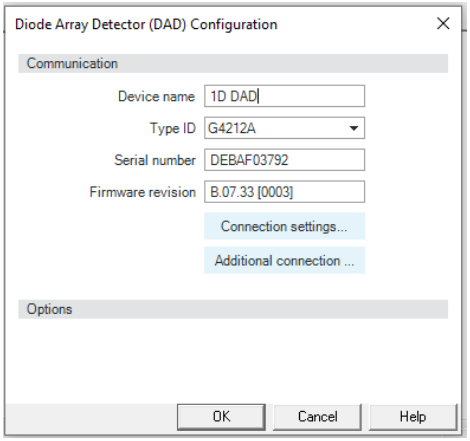


図 67　^{1}D DAD コンフィグレーション（例）

2 カラムコンパートメントと検出器の順番を変更するには、右側の矢印を使用します。

注記

ダッシュボードやシグナルの命名の概要については、意味のある順番が有用です（定性分析では、さらに左側の検出器はシグナル 1 として命名されます（例：DAD1））。

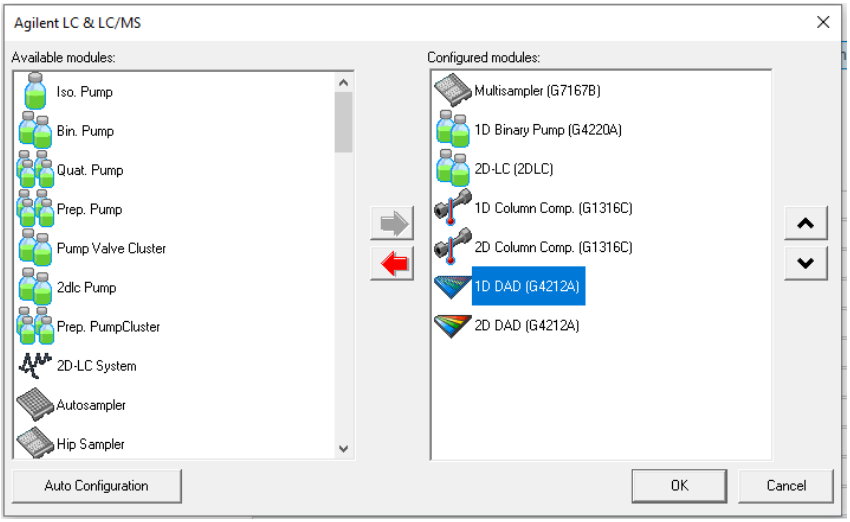


図 68　[1]D 検出器のデバイスコンフィグレーションでの命名

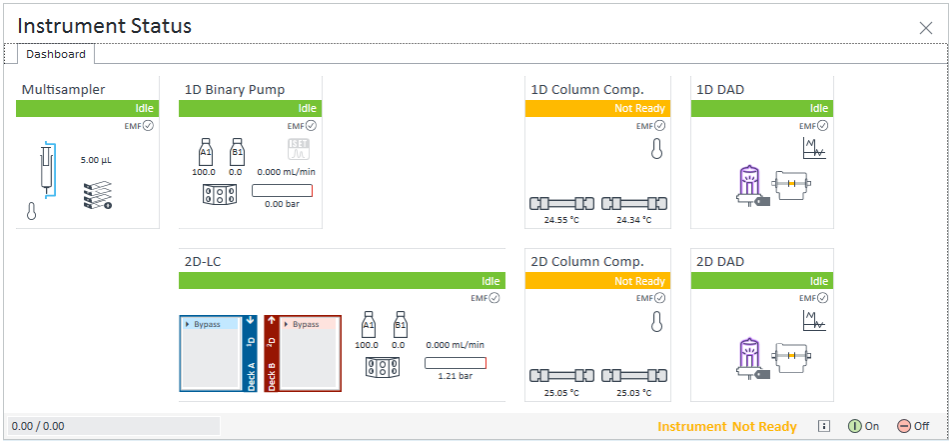


図 69　ダッシュボードのモジュール UI の配列

注記

同じタイプのモジュールがある場合は特に、メソッド互換性の理由からモジュールの推奨順序に従う必要があります。

3　各検出器の取込速度を向上させるには、[1]D と [2]D の両方の検出器を LAN に接続することをお勧めします。2 番目の検出器を LAN 接続用に構成するに

は、UI で検出器を選択し、 **[追加接続...]** をクリックします。次に、2 番目の LAN アドレスを入力し、［Aux 接続を使用］をチェックします。

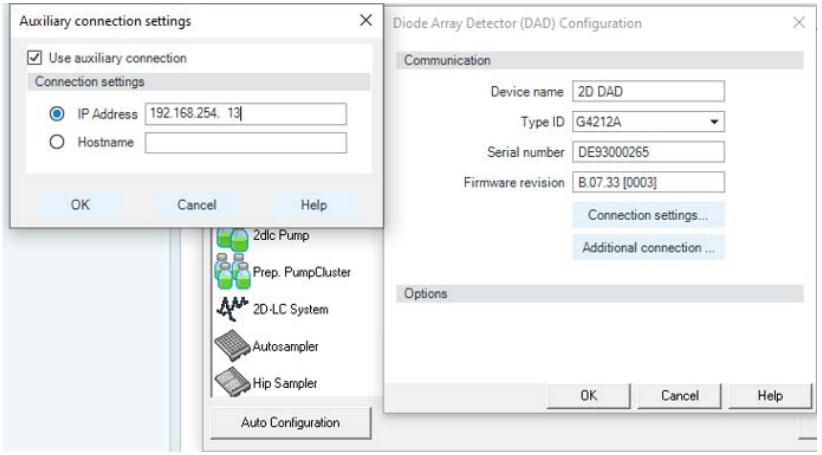


図 70　2 番目の検出器のもう 1 つの LAN 接続のセットアップ

注記

2 つの検出器を備えた 2D-LC システムが正常に機能するためには、ハブやスイッチなどの追加デバイスまたは 2 枚目の LAN カードが少なくとも 1 枚以上 PC に必要です。

4　コンフィグレーションが完了したら、 **[OK]** をクリックします。

5　機器が正常にコンフィグレーションされたら、 **[OK]** をクリックします。

注記

2D-LC クラスターコンフィグレーションを後で変更したい場合は、CDS のダッシュボードにある 2D-LC UI を右クリックします。

メソッドのインポート

2D-LC ChemStation から OpenLab CDS へのメソッドの移管方法については、556 ページの「OpenLab 用 2D-LC Method Import プラグイン」 を参照してください。

アジレントのウェブサイト

- オンライントレーニング、クラスルームトレーニング、およびオンサイトトレーニングについては、トレーニングとイベント（**https://www.chem-agilent.com/customertr/**）にアクセスしてご確認ください。トレーニングの担当者が直接お客様と一緒に、最適なトレーニングを決定するお手伝いをすることも可能です。
- **Agilent Resource Center** ウェブページは、**https://www.agilent.com/en-us/agilentresources** からアクセスしてください。以下のトピックが利用できます。
  - Sample Prep and Containment（サンプル前処理およびサンプル容器）
  - Chemical Standards（標準物質/標準試料）
  - Analysis（分析）
  - Service and Support（サービスとサポート）
  - Application Workflows（アプリケーションワークフロー）
- **Agilent Community** は、質問の回答を得たり、アプリケーションやアジレント製品について他のユーザーと連携したり、アジレントの技術関連の詳細なドキュメントやビデオを検索したりできる便利なサイトです。以下にアクセスしてください： **https://community.agilent.com/welcome**
- 機器の設置に必要となる準備のビデオも利用できます。**Agilent YouTube** チャンネルを検索してご覧ください：
  https://www.youtube.com/user/agilent
- **カストマコンタクトセンターへのお問い合わせ：**
  https://explore.agilent.com/ContactUs-jp

5 2D-LC のデータ測定

OpenLab CDS での 2D-LC のデータ測定 153
データ測定ソフトウェアの起動 153
OpenLab CDS の 2D-LC の概要 155
機器ステータス 157
2D-LC ユーザーインターフェイス 158
一次元目のトランスファーボリュームを分析から検証 165
二次元目の空隙量（トランスファー時間）を分析またはグラフィックスから決定 166
2D-LC ユーザーインターフェイスでの 2D-LC バルブのオンラインモニター 166
機器の詳細 168
機器のログ情報 170
2D-LC オンラインヘルプ 175
アジレントのウェブサイト 176

この章では、OpenLab CDS での 2D-LC のデータ測定について説明しています。

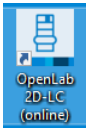
OpenLab CDS での 2D-LC のデータ測定

データ測定ソフトウェアの起動

必須要件

機器を起動するには、以下が必要です。

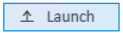
- コンフィグレーション済みの機器
- 機器に関連する CDS プロジェクト
- ［機器の実行］許可（機器のユーザー、機器の管理者、またはすべてのロール（認証を選択した場合）に付属）

1 データ採取を開始するには、［2D-LC OpenLAB（オンライン）］アイコン 

をダブルクリックします。

または

データ採取を開始するには、コントロールパネルアイコン 

をダブルクリックし、コントロールパネルの機器メニューの起動ボタン 

をクリックします。

Data Acquisition ソフトウェアを最初に起動した時には、メインウィンドウが表示されます。



図 71　OpenLab CDS ソフトウェアのスタート画面

メインアプリケーションウィンドウは、次の 2 つの部分で構成されます。(1) リボンと (2) ワークスペース。下の図には、主なワークスペースウィンドウが示されています。

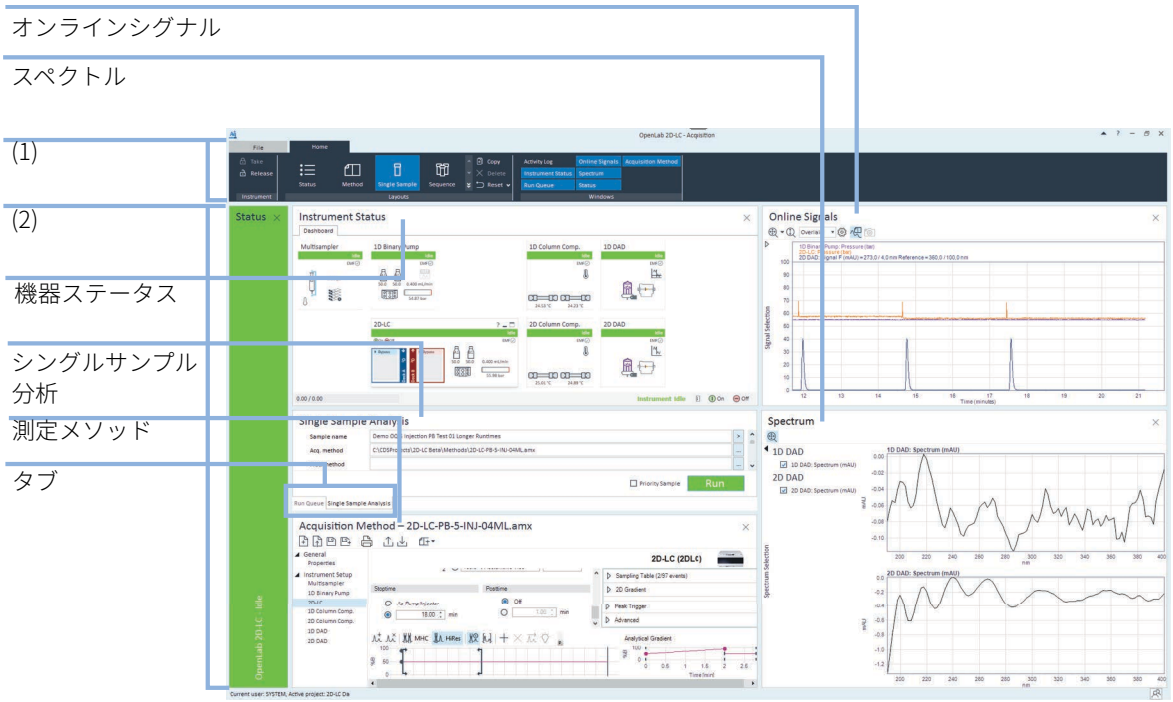


図 72　Agilent Acquisition OpenLab CDS のウィンドウの概要

OpenLab CDS の 2D-LC の概要

リボン

リボンは、プログラムの上部にあり、次の 3 つのグループで構成されます。

- 機器
- レイアウト
- ウィンドウ

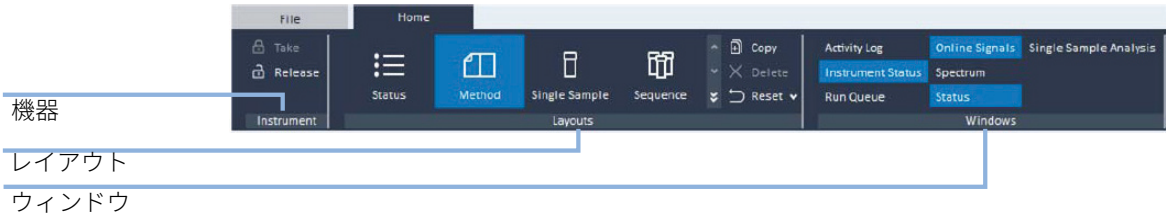


図 73　OpenLab CDS のリボン表示

機器　このグループのボタンを使用して、機器をコントロール/コントロールから解放します。通常、このオプションは変更しません。

レイアウト　**このグループのレイアウトを選択すると、タスクに通常必要なウィンドウが自動的に表示されます。たとえば、［メソッド］ボタンをクリックすると、メソッドの編集時に必要なウィンドウが自動的に表示されます。デフォルトでは、4 つのレイアウトを選択できます。レイアウトには、Acquisition の各ウィンドウのサイズと位置に関する情報が含まれます。レイアウトごとに常に表示されるウィンドウは異なります。レイアウトごとに、デフォルトで表示される他のさまざまなウィンドウがあります。レイアウトをコピーし、コピーを変更することができます。**

- **［ステータス］**レイアウト - **［機器ステータス］**ウィンドウが常に表示されます。
- **［メソッド］**レイアウト - **［測定メソッド］**ウィンドウが常に表示されます。
- **［シングルサンプル］**レイアウト-**［シングルサンプルの分析］**ウィンドウが常に表示されます。
- **［シーケンス］**レイアウト - **［シーケンス］**ウィンドウが常に表示されます。

ウィンドウ 選択したレイアウトの一部のウィンドウを表示または非表示にすることができます。現在表示されているウィンドウの背景は青になっています。

［メソッド］レイアウトには、これらのウィンドウがデフォルトで表示されます。これらのボタンをクリックすることにより、これらのいずれのウィンドウも表示または非表示にすることができます。

- **測定メソッド**

  常に表示されているため、**［ウィンドウ］**セクションには表示されていません
- **機器ステータス**
- **オンラインシグナル**
- **ステータス**

ワークスペース

ワークスペースは、さらに多くのウィンドウに分かれています。

- 測定メソッド
- 機器ステータス
- オンラインシグナル
- スペクトル

測定メソッド ［測定メソッド］ウィンドウでは、メソッドを編集できます。このウィンドウのユーザーインターフェイスは、使用する機器タイプによって異なります。既存の 2D-LC メソッドまたは作成する新しい 2D-LC メソッドの 2D-LC パラメータの詳細については、177 ページの「メソッドパラメータ」 を参照してください。

注記

Agilent OpenLab CDS を使用する場合の LC/MS の詳細については、『Agilent OpenLab CDS for InfinityLab LC/MSD Series and 6100 Series LC/MS Quick Start Guide』またはG1960-90106_InfinityLAB_LCMSD_Installation_OpenLAB.pdf を参照してください。

機器ステータス

［機器ステータス］ウィンドウには、機器の各構成モジュールのステータスが表示されます。下の図には、ステータスの見込まれる値が示されています。LC モジュールと MS 機器のメソッド以外のコントロールパラメータやコンフィグレーションパラメータも設定します。

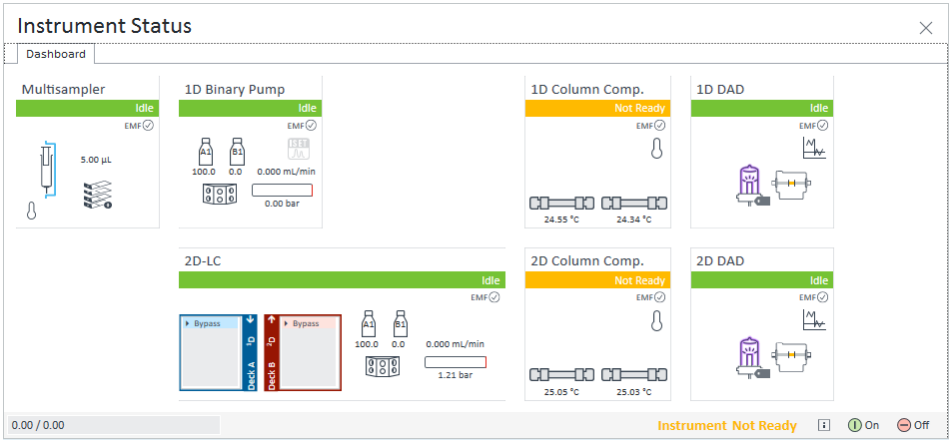


図 74　UV 検出機能を備えたフル 2D-LC ソリューションの［機器ステータス］

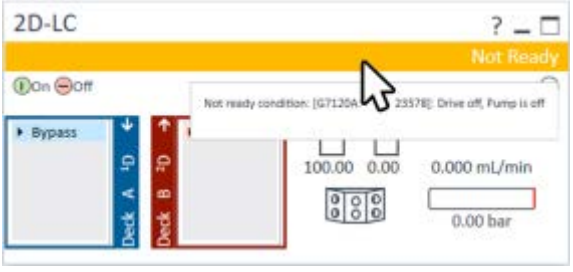
モジュールごとにショートカットメニューを使用できます。このウィンドウには、各モジュールのステータスがテキスト表示と色分け表示の両方で示されます。



図 75　ステータスのカラーコード

2D-LC ユーザーインターフェイス

機器ステータスウィンドウには、各デバイスの現在のステータスが表示されます。この例では、2D-LC デバイスはノットレディ状態にあります。任意のデバイスのボタンをクリックすると、そのデバイスに関するヘルプが表示されます。マウスカーソルを合わせると、アイコンや情報ボックスが表示されます。この場合、バイナリポンプのデバイスはオフです。緑色の［**オン**］ボタンをクリックすると、ポンプがオンになります。



2D-LC ユーザーインターフェイスのその他の情報

機器ダッシュボードには、いくつかの追加設定や追加情報を表示できます。

2D-LC UI の全体表示には、実測値のボックスが表示されます。この追加表示は、パネルにマウスカーソルを置き、インターフェイスの右上にある四角形を

クリックすることにより表示できます。さらに、流量や圧力などいくつかの機器シグナルが表示されます。コーナーをもう一度クリックすれば、このステップを取り消すことができ、ボックスは消えます。

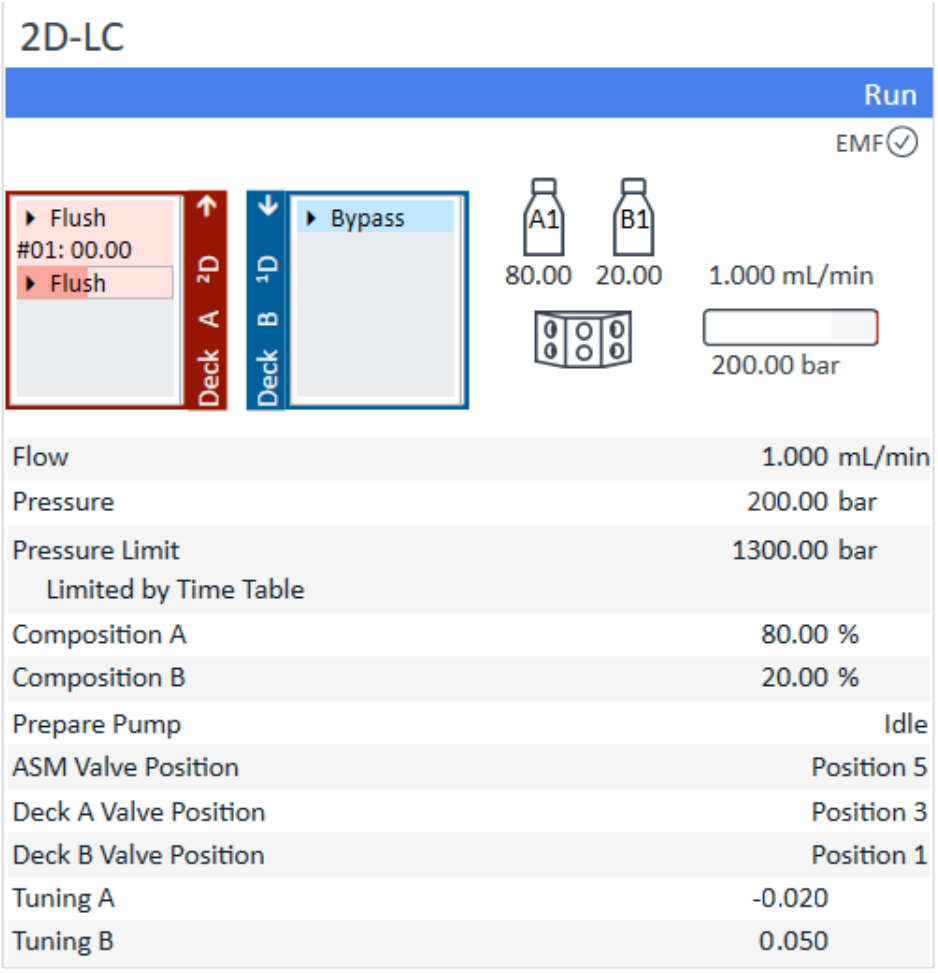


図 76　2D-LC UI の全体表示

流量　現在の溶媒の流量（mL/min）

圧力　現在のポンプ圧力（bar、psi または MPa）

圧力リミット　現在の最大圧力リミット

組成 A:B	現在の溶媒組成溶媒選択バルブが取り付けられている場合、チャンネルがグラフィック表示されます。
ポンプの準備	現在のポンプステータスを表します。
2D-LC バルブポジション	現在の 2D-LC バルブステータスを表します。現在のセットアップでは、ASM バルブ（ポジション 1 ～ 5）が取り付けられています。75 ページの「2D-LC バルブ、ASM（G4243A）の接続」 を参照してください。
デッキ A バルブポジション	現在の MHC バルブステータス デッキ A（ポジション 1 ～ 6）を表します。
デッキ B バルブポジション	現在の MHC バルブステータス デッキ B（ポジション 1 ～ 6）を表します。
ダイバーターバルブのポジション	この情報は、現在のバルブポジション（ポジション 1 → MSD へ、ポジション 2 → 廃液へ）を表します。
チューニング	このシグナルは、現在のシステムステータスを維持するためにポンプドライブが現在実行する必要があることを表します。

注記 詳細については、ポンプのユーザーマニュアルを参照してください。

詳細および設定オプションについては、コンテキストメニューを使用してください。たとえば、［変更］でモジュールコントロール設定やキャピラリー設定にアクセスできます。コンテキストメニューを表示するには、右クリックします。表示されるメニューには、次のようないくつかのハードウェア関連の機能があります。

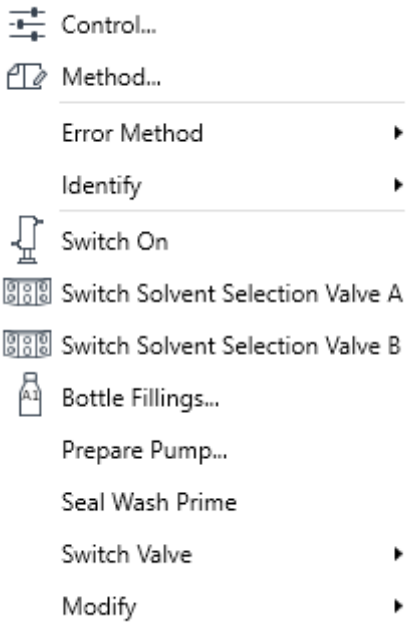


図 77　2D-LC クラスターのコンテキストメニュー/制御インターフェイス

コントロール	ポンプの［コントロール］ダイアログボックスを表示します。
メソッド	ポンプの［メソッド設定］ダイアログボックスは、OpenLab のみで表示されます。MassHunter では、設定は**［メソッドエディタ］**タブに表示されます。
エラーメソッドを設定	ハードウェアで現在使用可能なメソッドにエラーが発生した場合に読み込まれるメソッドを設定します。
デバイスの認識	モジュール前面の LED が数秒間点滅します。
ポンプをオン/オフに切り替え	ポンプのステータス（オン/オフ）を切り替えます。
溶媒選択バルブ A に切り替え	チャンネル A の溶媒ラインをインレットライン 1 から 2 に切り替えることができます。
溶媒選択バルブ B に切り替え	チャンネル B の溶媒ラインをインレットライン 1 から 2 に切り替えることができます。

溶媒ボトル容量

［溶媒ボトル容量］ダイアログボックスを表示します。

ポンプの準備

パージ、コンディショニング、またはプライミング機能をコントロールできます。

- パージ：

  LC ポンプをパージします。システムに新鮮な溶媒や異なる溶媒を流します。ポンプのユーザーガイドに記載されているポンプのパージ手順に従ってください。

- コンディショニング：

  カラムをコンディショニングまたは平衡化します。ポンプのパージ後に、カラムをコンディショニングまたは平衡化するように設定します。

  a メソッド編集メニューで LC パラメータを入力し、［適用］をクリックしてメソッドパラメータを LC にダウンロードするか、

  b LC コンディショニングメソッドを選択するには、データ測定ウィンドウの上部にある［メソッド］リストからメソッドを選択します。

注記

コンディショニングは、エアーの除去にも使用できます。その場合は、適切な流量（1.5 mL/min など）と組成設定（たとえば、A：50 % B：50 % など）、および背圧（> 20 MPa）を使用して、すべてのポンプヘッドから効率的に気泡を除去できるようにしてください。詳細については、テクニカルノート『Agilent LC システム使用上の注意』の説明を参照してください。

- プライミング：

  15 分のコンディショニングでポンプヘッドから気泡を除去できない場合は、プライミング機能が役立ちます。モジュールはすべてのポンプドライブを同時に使って高速で溶媒を 20 回吸引し、それを自動パージバルブの廃液ポジションに流します。プライム機能は、バルブとローターシールに負荷をかけます。このため、ポンプヘッドにシリンジで強制的に充填したりポンプヘッドを修理したりする前の最後の手段として実行してください。

サンプルループのフラッシュ

すべての 2D サンプルループをフラッシュするためのグラジエント開始条件を採用し、メソッドで定義されたフラッシュグラジエントを用いて 2D の流路をフラッシュします。

注記

フラッシュ処理のバルブ切り替え時に、少量の 1D 溶媒が二次元目の流路に流れ込みます。

シールウォッシュのプライミング

シールウォッシュ溶媒を変更したら、シールウォッシュラインに補充できます。

バルブの切り替え

ASM バルブなどさまざまなバルブを選択し、バルブポジションを変更することができます。

変更

2D-LC キャピラリーとトランスファーボリュームを設定/変更することができます。

キャピラリーの変更

［キャピラリーの変更］ダイアログボックスを表示します。このウィンドウでは、サンプルループ、トランスファーキャピラリー、ASM キャピラリーをコンフィグレーションできます。143 ページの「2D-LC クラスターのコンフィグレーション」 を参照してください。

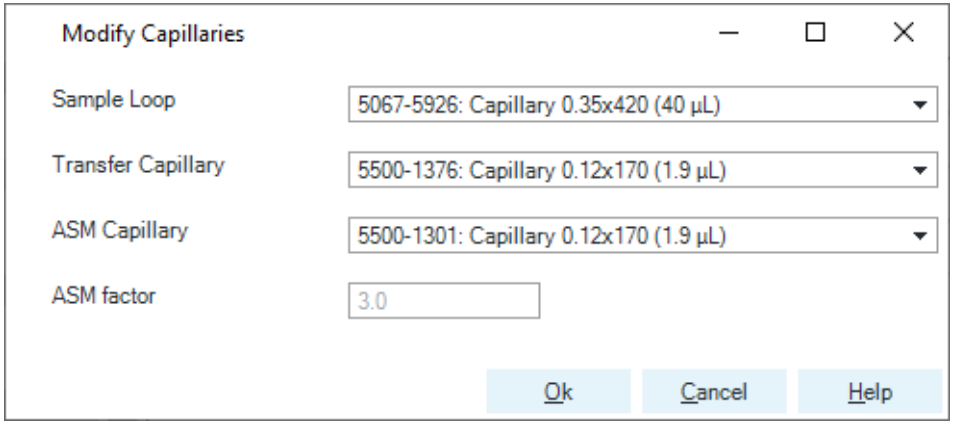


図 78　［キャピラリーの変更］ウィンドウでは、サンプルループ、トランスファーキャピラリー、ASM キャピラリーをコンフィグレーションできます

トランスファーボリュームの変更

［トランスファーボリュームの変更］ダイアログボックスを表示します。このウィンドウでは、[1]D 検出器と [2]D 検出器のトランスファーボリュームを設定できます。

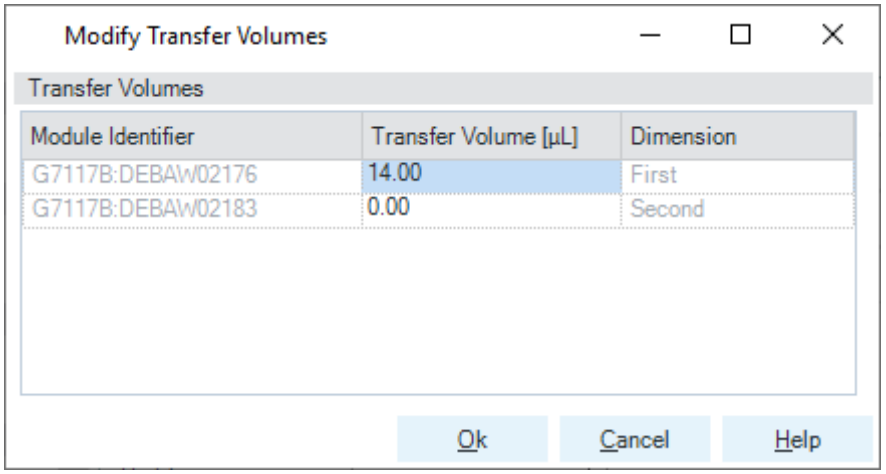


図 79　［トランスファーボリュームの変更］ウィンドウでは、トランスファーボリュームを設定できます

トランスファーボリューム（[1]D 検出器）

ピークの [1D] 検出器から 2D-LC バルブの切り替えまでの時間を決定するトランスファーボリュームの [1D] 設定は、ハードウェアのセットアップによって異なります。2 つの DAD を備えた標準的な 2D-LC の場合、トランスファーボリュームは約 14 µL です。ボリュームを計算するには、検出器フローセルの半分の容量に、検出器フローセルと 2D-LC バルブの間の容量を加算する必要があります。

注記

2 番目の [1]D 検出器が取り付けられている場合は、一次元目のボリュームの 2 つの検出器間のトランスファーボリュームも、リファレンスクロマトグラムの選択シグナルに入力する必要があります。177 ページの「メソッドパラメータ」 を参照してください。

トランスファーボリューム（[2]D 検出器）

[2]D 検出器のトランスファーボリュームの容量によって、2D-LC バルブと二次元目の検出器フローセルの間の容量が決まります。これは、2D-LC OpenLab

CDS プラグインでのディレイ計算用のセットです。サンプルループと検出器の間の ^{2}D オフセットにより、分画クロマトグラムの開始と終了が正しく位置合わせ/表示されます。

一次元目のトランスファーボリュームを分析から検証

1 トランスファーボリューム（1/2 の検出器の容量＋2D-LC バルブまでのキャピラリー容量）を計算します。
2 計算したトランスファーボリュームをコンフィグレーションウィンドウに入力します。
3 逆相高速液体クロマトグラフィ（RP-HPLC）を使用するために、カフェインなどの定義済みピークを用いて ^{1}D メソッドを設定します。データメディアのメソッドを参照してください。
4 カフェイン標準サンプルを用いて測定を実行し、対応する ^{1}D リファレンスクロマトグラムを読み込みます。
5 カフェインピークの 3 または 5 分画の 2D-LC HiRes 分析を定義します。
6 新しい 2D パラメータを用いて測定を繰り返し、リファレンスクロマトグラムのピーク頂点の最大値が分析の HiRes分画と一致しているか確認します。必要に応じて、理論値（リファレンスクロマトグラム）と実測値（注入結果）の差分を減算または加算することによって、トランスファーボリュームを補正します。

^{1}D トランスファーボリューム計算

流量 0.1 mL/min -> 1.67 µL/s

推定トランスファーボリューム = 14 µL

カフェインピーク頂点の理論値（リファレンスクロマトグラム）-> RT 0.97 min

カフェインピーク頂点の実測値（注入結果）-> RT 1.00 min

ディレイタイム = 時間の理論値 - 時間の実測値 = 1.0 min - 0.97 min = 0.03 min -> 1.8 s

差分ボリューム = 流量 * ディレイタイム = 1.67 µL/s * 1.8 s = 3 µL

分析結果 = トランスファーボリュームの理論値 + 差分ボリューム = 14 µL + 3 µL = 17 µL

二次元目の空隙量（トランスファー時間）を分析またはグラフィックスから決定

液体クロマトグラフシステムの空隙量（V_0）は、完全に保持されない化合物が ^{2}D サンプルループと ^{2}D 検出器の間を行き来する量です。これには、粒子内量（カラム充填剤の細孔）、カラム空隙量（カラム粒子間の量）、サンプルループと検出器の間のチューブおよびその他のコンポーネントの量が含まれます。

空隙量はさまざまな方法で割り出すことができます。

- 概算では、^{2}D カラムの V_0 を使用して、トランスファー時間を計算します。
- 逆相については、たとえば、ウラシルの保持されないピーク分析を実行して、ピークのリテンションタイム（RT）だけでなく、V_0 も定義することができます。
- 二次元目の分析において、バルブ切り替えから検出器での検出までの間の圧力パルスの時間遅延（RT）を定義します。
- 等高線プロットの分画シフトのグラフ決定（RT）

  $V_0 = Rt \times f$

  計算

  ここで、

V_0	空隙量
Rt	リテンションタイム
f	流量

2D-LC ユーザーインターフェイスでの 2D-LC バルブのオンラインモニター

［オンラインモニター］には、2D-LC バルブのステータスが表示されます。操作中に発生していることを常に確認できるように、下図にいくつかの例を示します。

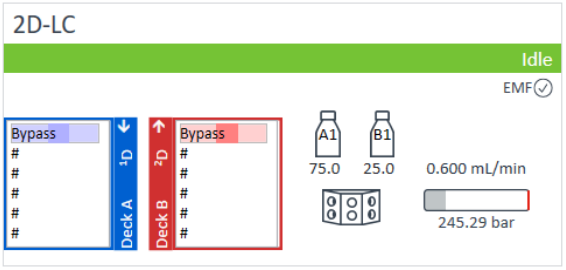


図 80　各デッキのループを通ってサンプリングされた/貯留する分画、移動相がない状態（バイパス表示）

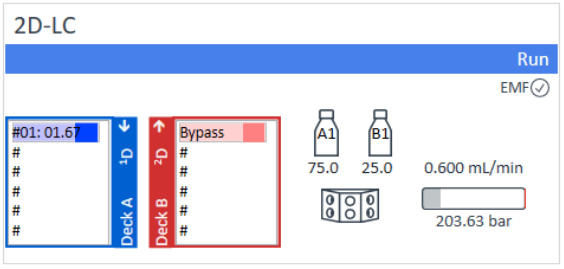


図 81　青いインジケーターは分画番号、時間（分単位）ハートカットサンプリング/パーキングを示しています

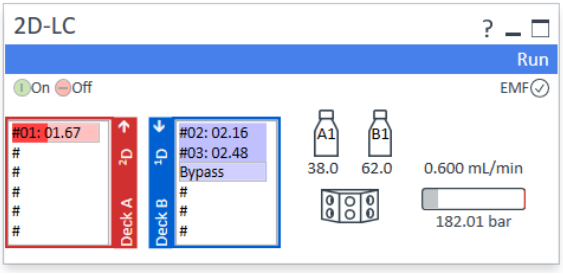


図 82　赤いインジケーターは ^{2}D 分析をしている状態を示しています

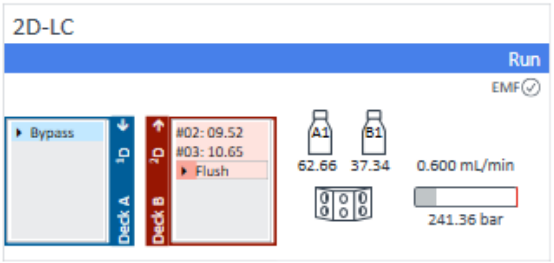


図 83　赤いインジケーターはフラッシュしていることを示しています

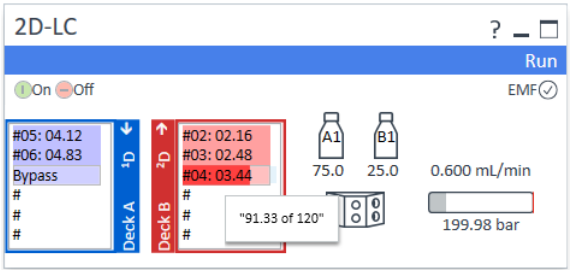


図 84　分析ループにマウスカーソルを合わせると経過時間と残りの時間が表示されます（秒単位）

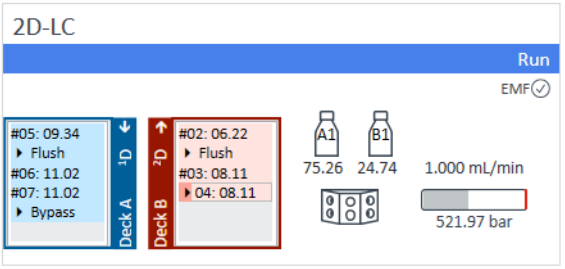


図 85　HiRes シリーズでは同じ貯留時間が設定されます（ここでは、分画 3 と 4、6 と 7）

機器の詳細

場合によっては、ファームウェアバージョンやドライバーバージョンなどさまざまな詳細を確認する必要があります。

この情報を入手するためのオプションとして以下があります。

- 169 ページの「モジュールリストを使用して機器の詳細を取得」

注記

アップグレードが必要な場合は、47ページの「互換性一覧」を参照するか、アジレントの営業所までお問い合わせください。

モジュールリストを使用して機器の詳細を取得

1 Data Acquisition プログラムを起動します。

2 ダッシュボードの右下にある **i** アイコンをクリックします。

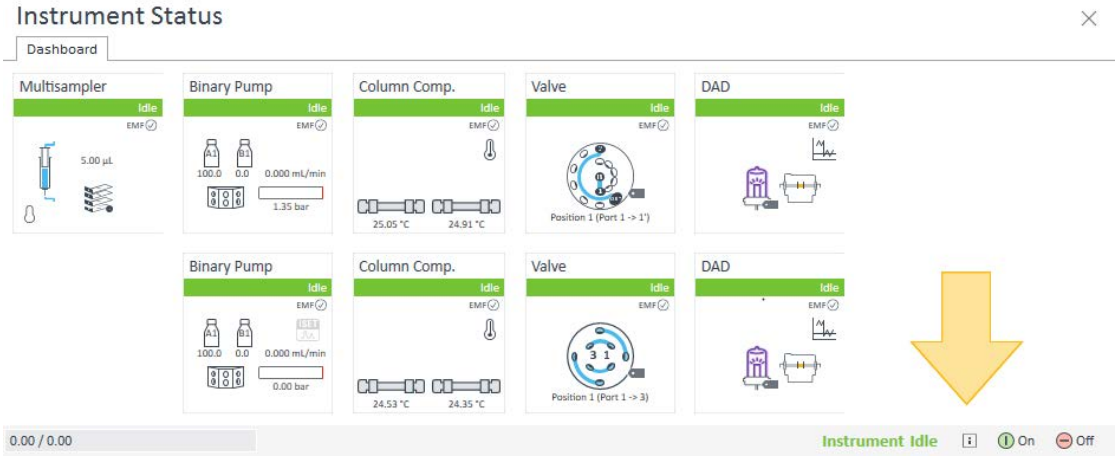


図 86　［機器ステータス］表示

［モジュールリスト］画面が表示されます。

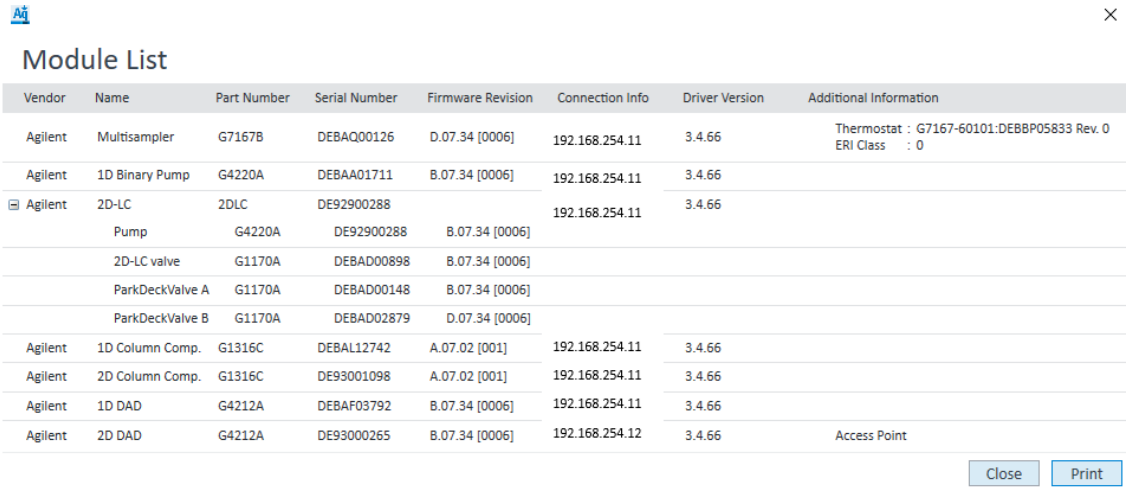


図 87　［モジュールリスト］表示のモジュールの詳細

3　**［印刷］**または**［閉じる］**をクリックします。

機器のログ情報

InfinityLab LC/MSD 機器のプロセスはファイルに記録されます。場合によっては、アクティビティログファイルやインストールログファイルなどさまざまなログファイルをチェックする必要があります。

この情報を入手するためのオプションとして以下があります。

- OpenLab CDS のアクティビティログ
- OpenLab CDS のログ
- OpenLab CDS のシステムレポート

OpenLab CDS でのアクティビティログの表示

1　コントロールパネルからデータ採取を開始します。

2　リボン内の［ウィンドウ］メニューを確認します。

3　Logbook Viewer プログラムを起動するには、［ウィンドウ］レイアウトから**［アクティビティログ］**を選択します。
［アクティビティログ］ウィンドウが表示されます。

ログブック通知の設定

ログブックの通知の数を減らしたい場合は、表示される通知のタイプをフィルターにかけることができます。

1 タスクバーの［**フィルター**］をクリックします。

2 表示する通知のタイプを選択します。

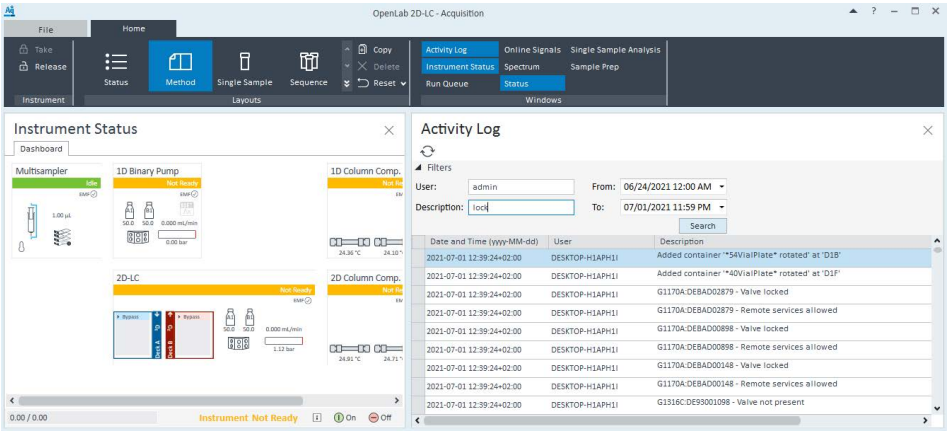


図 88　OpenLab Acquisition の［機器ステータス］および［アクティビティログ］の表示

機器アクティビティログには、すべての機器アクティビティ（日付/時間、ユーザー、アクティビティ）が記録されます。［アクティビティログ］には、1 ページに直近の 1000 件が表示されます。1000 件以上ある場合、ログは次のページに続きます。日付範囲には常に最後の週の日付範囲が表示されます。

アクティビティログは、ユーザーが CDS システム上に足跡を残したときに記録され、Shared Services データベースに保存されます。

分析ステータスの項目には、次のようなイベントがあります。

- 分析が開始および終了したとき
- 注入の開始と終了
- サンプルが前処理のためにキューに追加されたとき
- 分析またはシャットダウンメソッドがランキューに追加されたとき
- シングルサンプル分析がランキューに追加されたとき

［アクティビティログ］に表示可能なこの他のアクティビティとしては、ハードウェア警告やエラーのような直接制御情報などの機器情報がありま

す。また、メソッドが機器にアップロードまたはダウンロードされたときも表示されます。

OpenLab CDS のログ

1 ［コントロールパネル］ > ［管理］ > ［診断］に移動します。

2 Under ［ローカルログファイル］の［すべて選択］をクリックします。

3 ［ログを保存］ をクリックします。

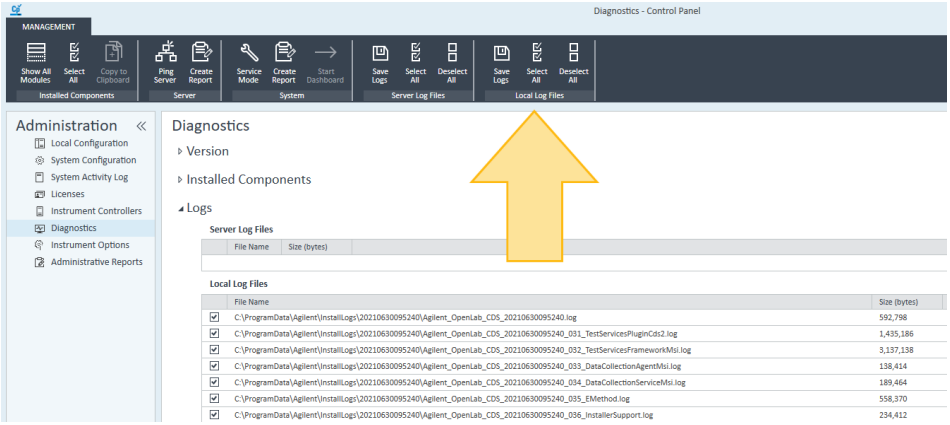


図 89　コントロールパネルの［診断］表示

［名前を付けて保存］ウィンドウが開くので、選択したアプリケーションログファイルを zip ファイルで保存します。

OpenLab CDS でのシステムレポートの作成

1 ［コントロールパネル］ >［管理］ >［管理レポート］に移動し、［システムレポート］を選択します。

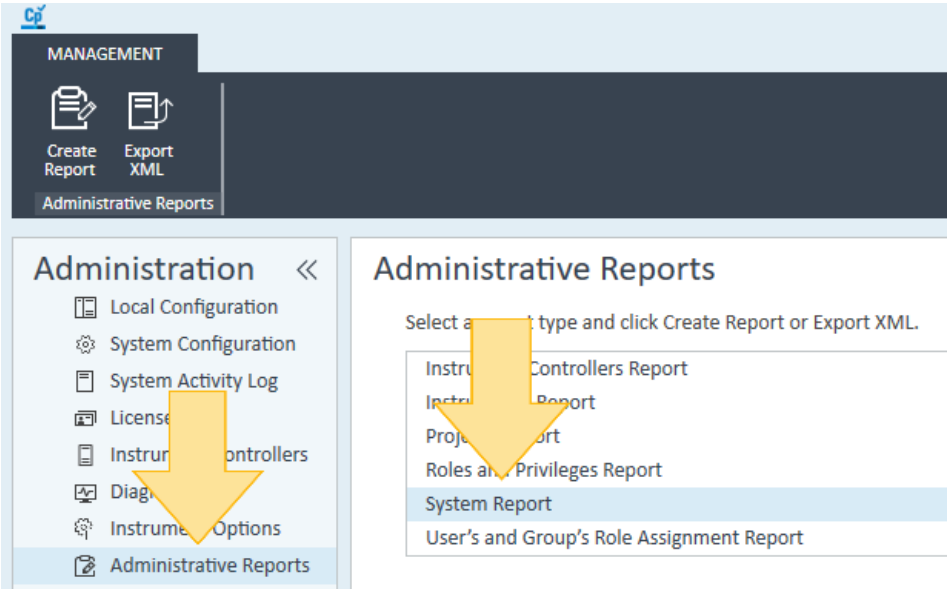


図 90 コントロールパネルの［管理レポート］表示

2 レポートをPDF、Excel、またはWordにエクスポートするには、**［レポートの作成］**をクリックします。

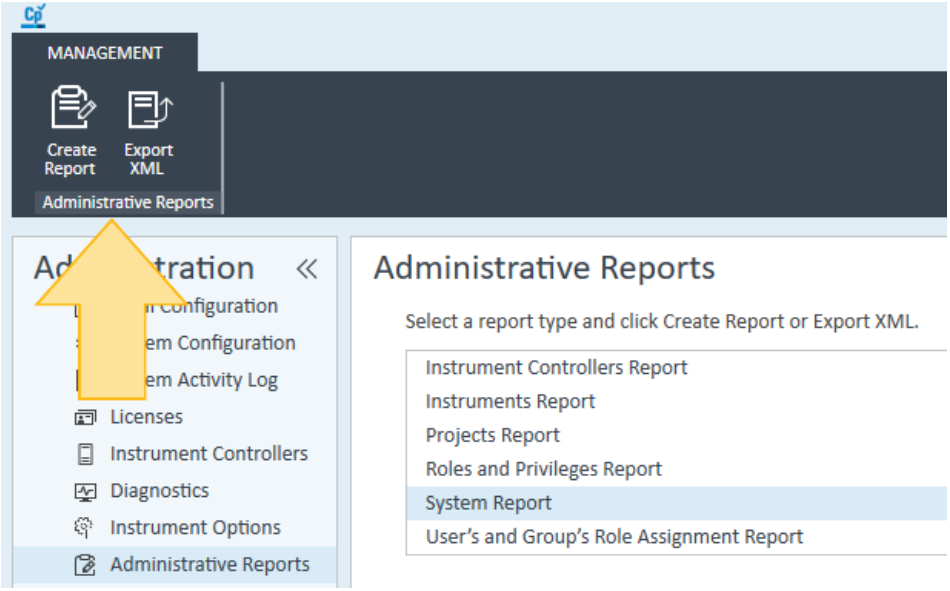


図 91　コントロールパネルの［管理レポート］表示

2D-LC オンラインヘルプ

1 ウィンドウやダイアログボックスの詳細情報を表示するには、目的のウィンドウまたはダイアログボックス上にカーソルを置いて、 **[F1]** を押します。

2 ［ヘルプ］メニューから、［操作手順］ヘルプおよびリファレンスヘルプにアクセスします。

アジレントのウェブサイト

- オンライントレーニング、クラスルームトレーニング、およびオンサイトトレーニングについては、トレーニングとイベント（https://www.chem-agilent.com/customertr/）にアクセスしてご確認ください。トレーニングの担当者が直接お客様と一緒に、最適なトレーニングを決定するお手伝いをすることも可能です。
- **Agilent Resource Center** ウェブページは、**https://www.agilent.com/en-us/agilentresources** からアクセスしてください。以下のトピックが利用できます。
  - Sample Prep and Containment（サンプル前処理およびサンプル容器）
  - Chemical Standards（標準物質/標準試料）
  - Analysis（分析）
  - Service and Support（サービスとサポート）
  - Application Workflows（アプリケーションワークフロー）
- **Agilent Community** は、質問の回答を得たり、アプリケーションやアジレント製品について他のユーザーと連携したり、アジレントの技術関連の詳細なドキュメントやビデオを検索したりできる便利なサイトです。以下にアクセスしてください：**https://community.agilent.com/welcome**
- 機器の設置に必要となる準備のビデオも利用できます。**Agilent YouTube** チャンネルを検索してご覧ください：**https://www.youtube.com/user/agilent**
- **カストマコンタクトセンターへのお問い合わせ：**
  https://explore.agilent.com/ContactUs-jp

6 メソッドパラメータ

2D-LC メソッド編集　178
2D-LC メソッドパラメータの設定　180
2D-LC 操作モード　180
1D ポンプ流量の設定　181
2D ポンプ流量の設定　182
2D 溶媒の設定　183
ストップタイムの設定　184
ポストタイムの設定　185
サンプリングテーブルの編集　186
2D グラジエントの設定　192
フラッシュグラジエントの使用　200
ピークトリガーの使用　201
2D ポンプの詳細設定の使用　206
プレビュー（2D-LC）　208
グラフィックスの詳細　216
ピークベース分析をグラフィカルに設定　223
2D グラジエントをグラフィカルに設定　228
グラフィカルユーザーインターフェイスを使用した二次元目グラジエントの設定　230
その他の情報　233
マルチ注入　233
ダイナミックピークパーキング　235

この章では、メソッドパラメータににについて説明しています。Agilent 1290 Infinity II 2D-LC ソリューションの標準ハートカット、マルチハートカット、ハイレゾサンプリング、コンプリヘンシブ 2D-LC の各モードでメソッドを最適化するのに役立ちます。

2D-LC メソッド編集

メソッド設定ダイアログは、2D-LC 固有のメソッドパラメータの編集に使用します。

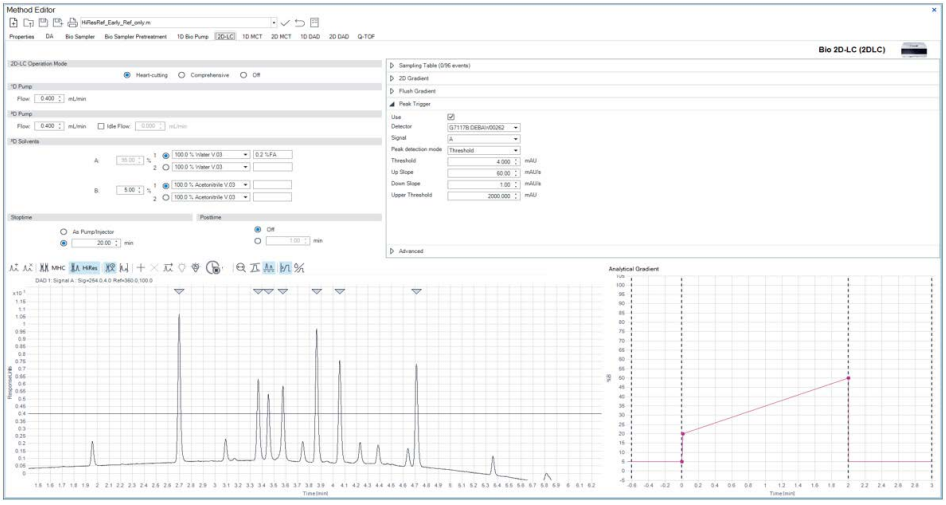


図 92　2D-LC メソッドの設定

以下のメソッドパラメータの設定が可能です。

- 2D-LC 操作モード： 180 ページの「2D-LC 操作モード」 を参照
- 溶媒： 183 ページの「2D 溶媒の設定」 を参照
- 流量設定： 184 ページの「ストップタイムの設定」 を参照
- ストップタイム： 184 ページの「ストップタイムの設定」 を参照
- ポストタイム： 185 ページの「ポストタイムの設定」 を参照
- サンプリングテーブル：186ページの「サンプリングテーブルの編集」を参照
- 2D グラジエント： 192 ページの「2D グラジエントの設定」 を参照
- フラッシュグラジエント：200ページの「フラッシュグラジエントの使用」を参照
- ピーク検出器のしきい値： 201 ページの「ピークトリガーの使用」 を参照
- 詳細設定： 206 ページの「2D ポンプの詳細設定の使用」 を参照

- リファレンスクロマトグラム：208ページの「プレビュー（2D-LC）」を参照
- 分析グラジエント/フラッシュグラジエントのプレビュー： 230 ページの「グラフィカルユーザーインターフェイスを使用した二次元目グラジエントの設定」 を参照

注記

詳細については、ソフトウェアのオンラインヘルプを参照してください。オンラインヘルプはソフトウェアで **[F1]** を押すと起動します。

2D-LC メソッドパラメータの設定

2D-LC 操作モード

モードの設定について紹介します。

ハート-カット（LC-LC）

ハートカットモードは、ハートカット（LC-LC）とハイレゾサンプリング（**HiRes**）の 2 つの 2D-LC アプリケーションを対象としてます。ハートカットモードを選択したら、どちらか一方のモードを使用するか、両方を一緒に使用するか、後でソフトウェアから指定できます。

ハートカットモードでは、^{1}D の関連する容量はカットされ、^{2}D ポンプを使用して ^{2}D カラムに注入されます。ピークトリガーまたはタイムウィンドウによって、^{2}D カラムに注入される容量が定義されます。ハートカットが開始されると、ループに目的のピークが充填されます。^{2}D への注入により、^{2}D ポンプのグラジエントの実行が開始されます。

このモードの設定方法の詳細については、19 ページの「ハートカット 2D-LC（LC-LC）」 を参照してください。

連続フロースルー方式を採用しているハートカットとは異なり、ハイレゾサンプリング（**HiRes**）では、ピークを貯留する前と後にマルチハートカット（**MHC**）バルブが切り替えられます。

測定をセットアップする際には、以下の一般的な注意事項に留意してください。

- 連続するカットの各ループの貯留サンプル容量は同じです。
- 最初と最後のループを貯留に使用することはできません。
- ^{1}D から ^{2}D への溶媒の移送が減少することがあります。
- 分画番号 5 全体をサンプルループに貯留することはできません。貯留されてしまうと、分画 6 の一部分がトランスファーキャピラリーに到達し、失われてしまうか、分画 5 を汚染させてしまいます。分画 5 の一部分がトランスファーライン内に留まり、^{2}D ですぐに分析されます。
- 分画 6 をサンプルループに貯留するためには、分画をまず 2D-LC バルブからデッキバルブに移動する必要があります。この新しい容量は、2D-LC システムのコンフィグレーションで設定しておく必要があります。

このモードの設定方法の詳細については、26 ページの「ハイレゾサンプリング - ピークパーキングの原理」 を参照してください。

コンプリヘンシブ 2D-LC（LCxLC）

コンプリヘンシブ 2D-LC を選択した場合、^{1}D の容量全体が ^{2}D カラムに注入されます（^{2}D ポンプを使用）。2 つの同じループが交互に使用されますが、一方のループは ^{1}D で充填され、もう一方のループは ^{2}D カラムによって分離されます。

モジュレーション時間は、^{2}D における 1 つの注入サイクル時間を反映しています。その後、溶媒組成グラジエントが繰り返されます。モジュレーション時間パラメータは、コンプリヘンシブモードでのみ使用されます。^{2}D グラジエントのストップタイムは、^{2}D における最大グラジエント時間を反映しています。最小値は 0.01 min です。その後、グラジエント前のパーセント B 値（または時間 = 0.0 のタイムテーブルエントリー）が復元されます。コンプリヘンシブ 2D-LC モードでは、グラジエントは遅くともモジュレーション時間に達すると停止します。

オフ

モードを **［オフ］** に設定すると、2D-LC 機能は無効になります。2D-LC 機器は標準的な 1D-LC 機器として使用されるため、^{1}D 分析を実行できます。

^{1}D ポンプ流量の設定

1 **^{1}D ポンプ流量**を設定します（推奨範囲の例 - LC-LC：0 – 1.0 mL/min 、LCxLC：0 – 0.2 mL/min）。

この設定は、2D-LC が有効な場合に使用される一次元目の流量を入力します。

2D-LC UI の［流量］パラメータの変更は、^{1}D ポンプのメソッドユーザーインターフェイスと自動的に同期されます。

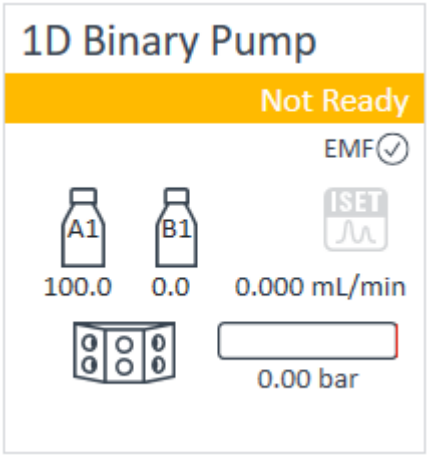


図 93　[1]D ポンプのメソッドユーザーインターフェイス

注記

溶媒の選択は、標準的なポンプメソッドのユーザーインターフェイスで行います。

注記

推奨する最大 [1]D 流量は 1 mL/min です。ただしこれは、使用する 2D-LC 操作モード（LCxLC など）によって、またフローセルの損傷を防ぐために、より低い数値に変更する必要があります（フローセルの耐圧を参照）。

[2]D ポンプ流量の設定

1　**[[2]D ポンプ流量]**（範囲：0 – 5.0 mL/min）を設定します。

この設定は、2D-LC が有効な場合に使用される二次元目の流量を定義します（モードが **[オフ]** でない [2]D タイムセグメントの範囲内）。

2　待機流量を設定して使用するには、**[待機流量]** チェックボックスを選択します。

待機流量を設定するフィールドが有効になります。

このフィールドの設定によって、2D-LC モードが **[オフ]** の場合に使用される二次元目の流量が設定されます（範囲：0 – 5.0 mL/min）。分画は分析されません。

注記

［待機流量］を選択しないと、^{2}D 分析が実行されない時にも ^{2}D 流量が使用されます。

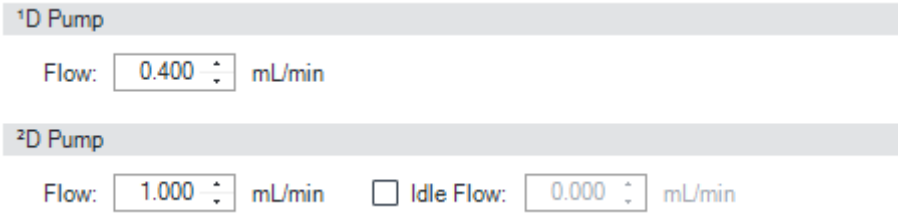


図 94　^{1}D ポンプと ^{2}D ポンプの流量設定用のインターフェイス

^{2}D 溶媒の設定

1 溶媒 B のパーセントを 0 – 100 % の範囲で設定します。0.01 % 単位で設定できます。

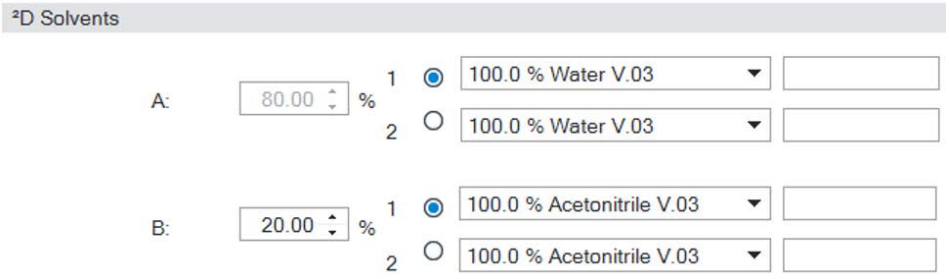


図 95　2D-LC 溶媒の設定

溶媒 A は常に残りのパーセントの容量になります。溶媒 B の割合をたとえば 20 % に設定した場合、溶媒 A は、計算式（%A = 100 - %B）に従い、80 % に自動的に設定されます。選択した溶媒と溶媒チャンネルの名前（A1: ... または A2: ... および B1: ... または B2: ...）が対応するテキストフィールドに表示されます。

2 各溶媒の下矢印をクリックし、ドロップダウンリストから溶媒タイプを選択します。隣接するフィールドに追加情報（バッファなどの情報）を入力することもできます。

ストップタイムの設定

^{2}D ポンプのストップタイムによって、2D-LC 測定の制限時間が設定されます。つまり、1D 分析の分析時間とすべての 2D 分画の分析時間を意味します。ストップタイム後は、すべてのグラジエントが停止され、ポンプパラメータは初期値に戻ります。

1 ストップタイムを設定するには、ラジオボタンを選択し、**［ストップタイム］**フィールドに入力します。

注記

ドライバーベースの 2D-LC ソリューションについては、ストップタイムがすべての ^{2}D 分析を含めるのに十分な長さであることを確認してください。分画が貯留したままの場合に、分析時間は自動的に延長されません。

注記

^{2}D ポンプは、2D-LC システムのストップタイムマスターです。システム内の他のすべてのモジュールのストップタイムを、**［ポンプと同期/インジェクタと同期］**に設定します。ただし、^{1}D ポンプモジュールは、ストップタイムモードを**［インジェクタと同期/制限なし］**に設定する必要があります。

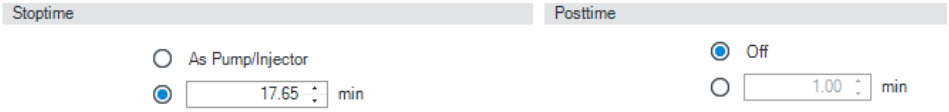


図 96　ストップタイムとポストタイムの設定

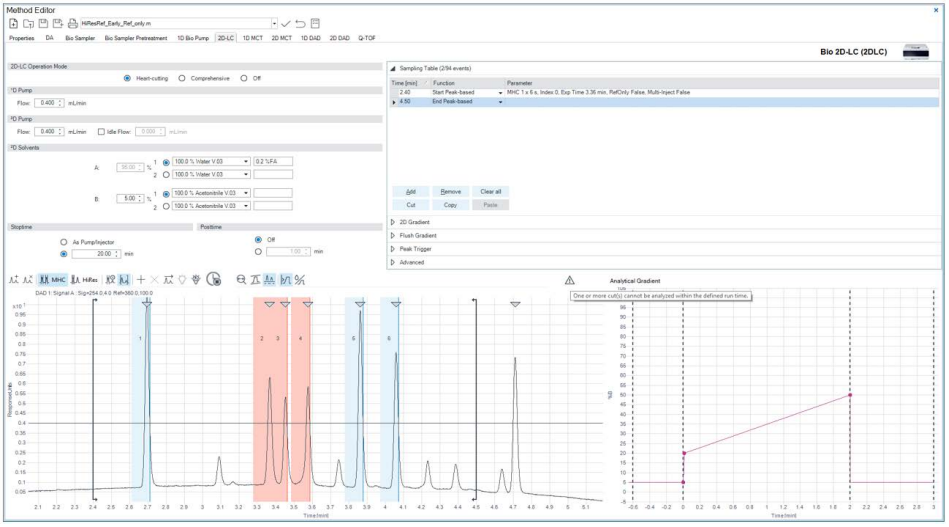


図 97　ストップタイムが ^{2}D 分析を完了させるのに不十分な場合は、通知する三角形がポップアップ表示されます

注記

クロマトグラムのプレビューに警告（三角形）がポップアップ表示されている場合は、シグナルにマウスカーソルを合わせると詳細が表示されます。^{2}D ポンプのストップタイムでは、すべての ^{2}D 分画を分析するには不十分であると思われます（上の図を参照）。正しいストップタイムに調整するには、停止アイコンをクリックするか、リファレンスクロマトグラムの灰色のストップタイムマーカーをダブルクリックします。これにより、ストップタイムが有効な数値まで延長されます。

ポストタイムの設定

溶媒組成変更後（たとえば、グラジエント溶出後）にカラムが平衡化されるようにするには、ポストタイムを使用します。

機器は、次の分析の開始を遅らせるために、ポストタイム中はポストラン状態のままになります。

1　**［ポストタイム］**ラジオボタンをチェックします。

　入力フィールドが編集可能になります。

2　入力フィールドにポストタイムを指定します。

　リミット：0.01 – 99999 min

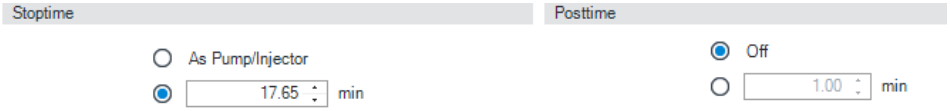


図 98　ストップタイムとポストタイムの設定

サンプリングテーブルの編集

サンプリングテーブルの内容によって、選択した 2D-LC モードがいつ有効になるか（一次元目の分析時間内）が指定されます。

1 サンプリングテーブルを手動で設定/編集するには、以下のいずれかのボタンをクリックします。

- **追加**
- **削除**
- **すべて消去**
- **切り取り**
- **コピー**
- **一時停止**

たとえば、**［追加］**ボタンを使用すると、1 つの分画の貯留イベントが生成されます。このイベント行には、時間、機能、パラメータなど、さまざまなパラメータを設定できます。通常、タイムベースでサンプリングテーブルに入力する場合、リファレンスクロマトグラムの**［サンプルすべて］**機能を使用すると、ピーク検出設定に応じて分画が作成されます。

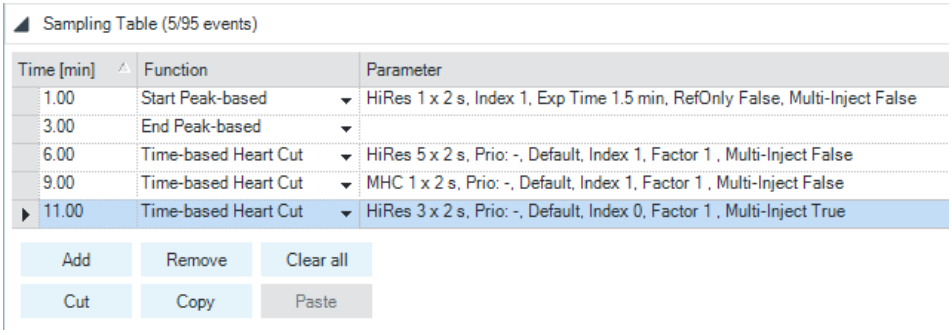


図 99　ピークベースのマルチハートカットイベントのサンプリングテーブル

表 19　サンプリングテーブルの説明

タイプ	説明
時間	分画の開始時間を設定します。
機能	サンプリングモードを設定します。 **別のモードを選択するには、下矢印を選択します。** • **タイムベースハートカット** サンプリングテーブルにタイムベースのハートカット分析（MHC または HiRes）を設定します。 • **タイムベースコンプリヘンシブ** サンプリングテーブルにタイムベースのコンプリヘンシブ分析（LCxLC）を設定します。 • **ピークベース開始** サンプリングテーブルにピークベースのハートカット分析（MHC または HiRes）の開始時間を設定します。プレビューにピークベース領域の開始時間を示すブラケットが表示されます。 • **ピークベース終了** サンプリングテーブルにピークベースのハートカット分析（MHC または HiRes）の終了時間を設定します。プレビューにピークベース領域の終了時間を示すブラケットが表示されます。 **注記** **［サンプリングテーブル］で選択した機能は、矛盾を回避するため、2D-LC 操作モード（ハートカットまたはコンプリヘンシブ）と一致している必要があります。**

2　［サンプリングテーブル］の **［パラメータ］** セルをクリックします。

ピークベースのハートカットのパラメータ設定

1　ピークベースのマルチハートカット（**MHC**）とハイレゾサンプリング（**HiRes**）を切り替えるには、下矢印をクリックします。

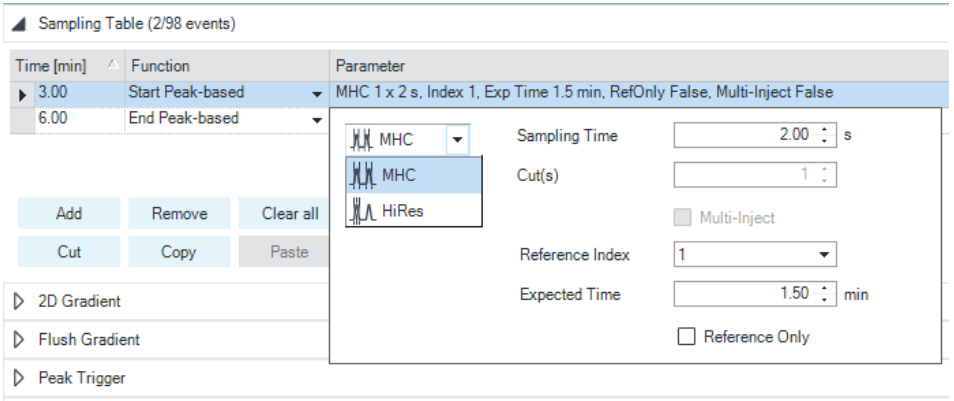


図 100　ピークベースの MHC/HiRes イベントのサンプリングテーブル

サンプリング時間（MHC）	ピーク検出器でピークの終了が検出されない場合、サンプリング時間が最大分画サイズ（秒単位 (t)）になります。ループ容量 (V) / 1D 流量 (F) t=V/F から算出されます。
分画サイズ（HiRes）	分画サイズ（秒単位 (t)）は、ループ容量 (V) / ^{1}D 流量 (F) t=V/F から算出されます。 MHC モードでは、サンプルループの分画サイズが自動的に計算されます。このため、このフィールドは使用できません。1 つの分画に対する数値は変更できません。 HiRes モードでは、分画サイズは、デフォルトでは、80 % のサンプルループ充填に対して計算されます。この計算はキャピラリーのサンプルプラグのパラボリック流量プロファイルを反映しており、サンプルループを 100 % まで充填することはできません。連続する断片の各ループのサンプル容量をまったく同じにするために、HiResの分画サイズの値を変更することができます。 t=(V*80 %)/F = 40 µL サンプルループ * 0.8 / 0.6 mL/min ^{1}D 流量 = 3.2 s
分画数	MHC モードでは、許容される分画数は 1 つだけです。このため、分画数は使用できません。 HiRes モードでは、連続する断片を得る必要があります。このため、分画数を変更できます。最大分画数は 10 です。
ループ充填	ループ充填係数は使用できません。 MHC モードでは、充填係数は読み取り専用で変更できません。 HiRes モードでは、充填係数は読み取り専用ですが、分画サイズの値に依存します。

マルチ注入	マルチ注入では、一度に注入されるHiResグループを定義できます。つまり、ループの内容物が ^{2}D カラムに送られてから、1 つの ^{2}D グラジエントが分析に使用されます。
リファレンス指数	内部 RT 標準（IRTS）のリファレンス指数値を定義します。これは、動的ピークパーキングを使用するのに必要です。235 ページの「ダイナミックピークパーキング」 を参照してください。
予想時間	内部 RT 標準（IRTS）の予想時間を定義します。
リファレンスのみ	このチェックボックスを選択した場合、IRTS は二次元目では分析されません。IRTS は一次元目でのみ検出され、タイムシフトは以降のすべてのタイムベースの分画に適用されます。

タイムベースのハートカットのパラメータ設定

1 マルチハートカット（**MHC**）とハイレゾサンプリング（**HiRes**）を切り替えるには、下矢印をクリックします。

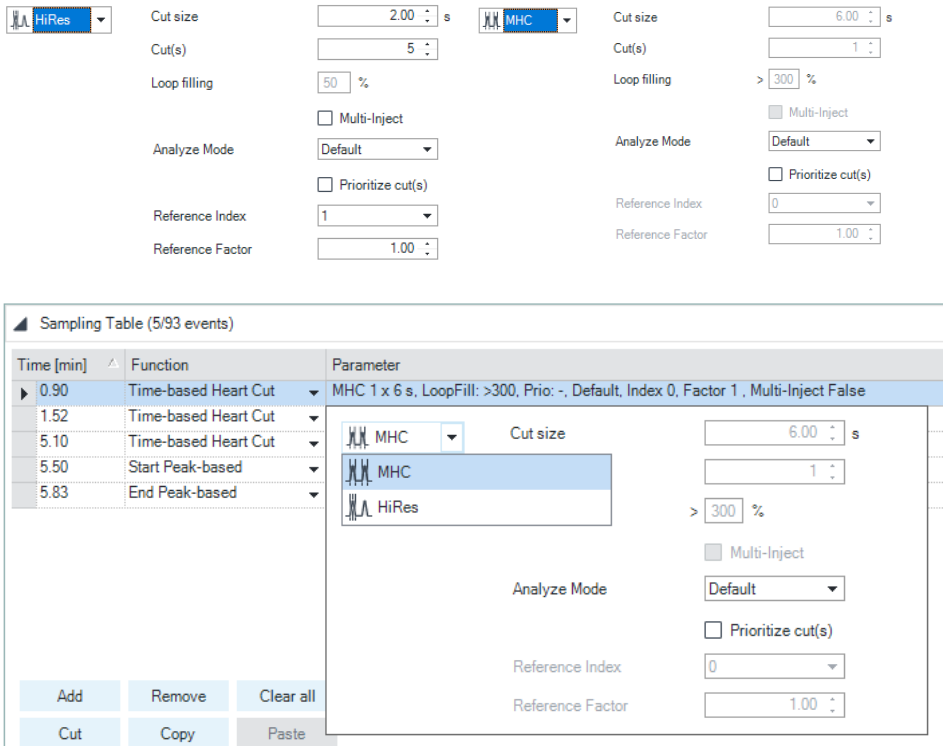


図 101　ハイレゾサンプリング（HiRes）設定とマルチハートカット（MHC）設定のサンプリングテーブルの［パラメータ］ウィンドウ

注記

リファレンスクロマトグラムで最適化機能を使用すると、サンプリングテーブルの分析モードを自動的に変更できます。

注記

1 回の 2D-LC 分析で MHC 測定と HiRes 測定を組み合わせることができます。

2　分析モードを選択するには、下矢印をクリックし、ドロップダウンリストをクリックして開きします。

- ［デフォルト］を選択：

  分画はできるだけ早く分析されます。

- ［遅延］を選択：
  使用可能なタイムスロットがあるまで、分析は遅延されます。
- ［無視］を選択：
  分画は分析されません。

注記

リファレンスクロマトグラムで最適化機能を使用すると、サンプリングテーブルの分析モードを自動的に変更できます。

3 1つまたは複数の分画の分析を優先するように指定するには、**［分画の優先順位付け］**チェックボックスをオンにします。

タイムベースのコンプリヘンシブのパラメータ設定

タイムベースのコンプリヘンシブのパラメータ

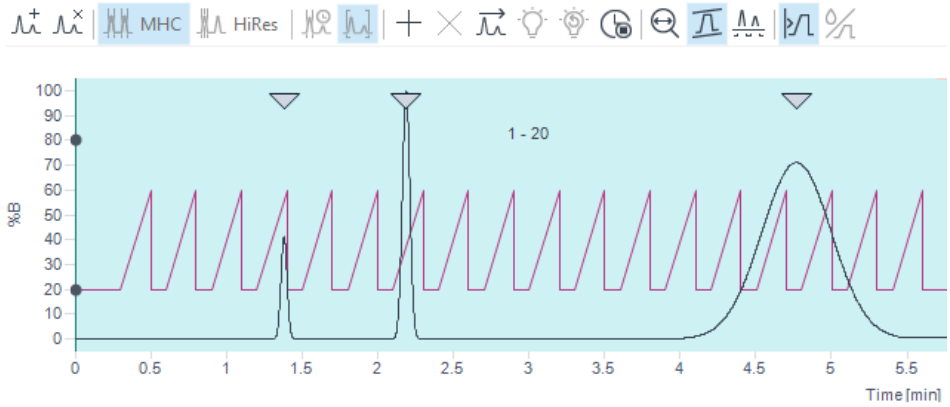


図 102 モジュレーション時間 0.3 min（=20 サイクル）のコンプリヘンシブプレビュー

1 システムが等間隔の分画を作成する絶対時間範囲を入力します。



図 103 サンプリングテーブルの時間範囲設定

コンプリヘンシブ分析は指定した時間に開始します。
モジュレーション時間によって分画サイズが決まります。

2 コンプリヘンシブ分析の終了時間を入力します。

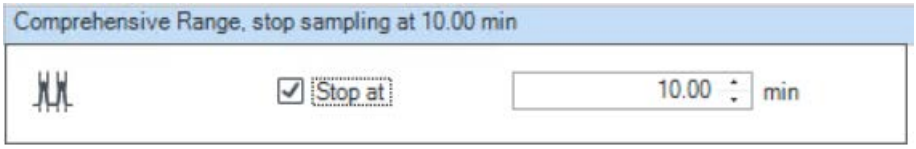


図 104 コンプリヘンシブの範囲の設定

コンプリヘンシブの範囲は、たとえば 10.0 min で停止します。

終了時間は、^{2}D ポンプのストップタイムと一致している必要があります。

注記 コンプリヘンシブでは、フラッシュグラジエントの機能は使用できません。

注記 サンプリングテーブルが空の場合は、2D-LC 操作は一切実行されません。

^{2}D グラジエントの設定

［2Dグラジエント］ウィンドウには、グラジエントメソッドを二次元目の分析に最適化するのに必要な重要な設定がすべてまとめて示されています。

グラジエントフェーズの指定

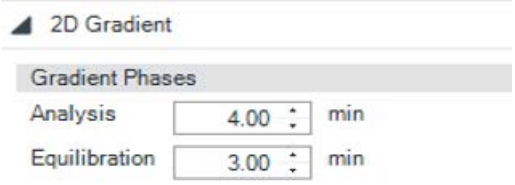


図 105 ［2D グラジエント］の［グラジエントフェーズ］表示

1 **［分析］**フィールドに、1つの分画の^{2}D分析時間（分単位）を指定します。

2 次の ^{2}D 分析のためにシステムを安定させるには、**［平衡化］**フィールドに平衡化時間を分単位で指定します。

分析時間と平衡化時間の合計が 2D-LC サイクルタイムです。「モジュレーション（2D-LC ^{2}D グラジエント）」のセクションを参照してください。

［^{2}D グラジエント］の［グラジエントフェーズ］の値は、画面右下の分析グラジエントの表示と同期されます。

注記

最初の行の異なる開始条件では、ステップグラジエントや RI の影響が発生する可能性があります（移動相の密度差によって、ベースラインの乱れが生じ、DAD 検出異常が生じる可能性があります）。

注記

コンプリヘンシブモードでパラメータを選択する場合は、常にモジュレーション時間とループ充填ステータスを考慮してください。内容物を二次元目に完全に送るためには、80 % の充填ステータスを超えないようにしてください。

ループのフラッシュと ASM（Active Solvent Modulation）の使用

2D-LC 機器に G4236A 2D-LC ASM バルブが装備されている場合、このメソッド開発機能を使用すれば、サンプルループ内の ^{1}D 溶媒の最適な希釈率を見つけることができます。ASM は、最小のサイクルタイムで最高の ^{2}D 分離度を実現します。

2D-LC メソッドパラメータの ASM 設定により、ASM 機能の使用のオン/オフを切り替えることができます。

- このオプションをオフにした場合、希釈なしの標準 2D-LC バルブとして機能します。
- このオプションをオンにした場合、ASM フェーズ中にサンプルループをフラッシュする頻度を設定できます。

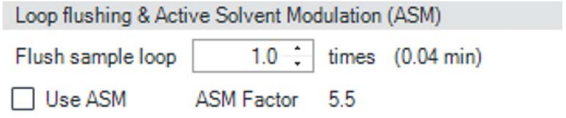


図 106　ループのフラッシュとASM（Active Solvent Modulation）の 設定

1　ASM を使用するには、［ASM］チェックボックスをオンにします。

注記

ASM フェーズは分析グラジエントグラフでチェックします。^{2}D 分析が開始する前に、ASM フェーズの影響が見られます。ASM によるグラジエントでは、サイクルタイム/モジュレーション時間が増加します。

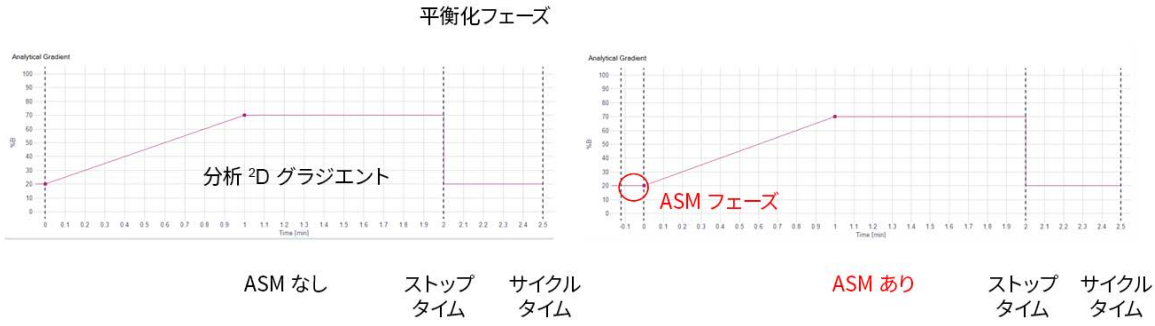


図 107　ASM フェーズがある場合とない場合の分析グラジエントの比較

この操作により、Active Solvent Modulation がアクティブ化されます。

［**ASM ファクタ**］は読み取り専用の値で、変更できません。

注記

ASM ファクタを変更するには、新しい ASM キャピラリーを取り付けて、2D-LC UI でコンフィグレーションする必要があります。371 ページの「2D-LC キャピラリーのコンフィグレーションツール」 を参照してください。

使用可能な ASM キャピラリーは 4 種類あります。結果を最適化するためのさまざまな ASM キャピラリーの取り付け/コンフィグレーションについては、75 ページの「2D-LC バルブ、ASM（G4243A）の接続」 を参照してください。

2　［**サンプルループのフラッシュ**］フィールドに、サンプルループのフラッシュ回数を指定します。

トータルフラッシュタイムが計算され、表示されます。

注記

通常は、サンプルループを 3 回フラッシュすれば十分です。これは推奨されるデフォルト値です。これより少なくても十分な場合もあり、最適化中に検証できます。ユーザーインターフェイスには、フラッシュにかかる時間が表示されます。

注記

ASM（Active Solvent Modulation）を使用する場合、バルブサイクルには、標準 2D-LC バルブの 2 倍の 4 つのスイッチがあります。注入あたりのスイッチ数が多くなると、ローターシールの寿命に影響するため、メンテナンス間隔に留意する必要があります。

モジュレーション

［**モジュレーション**］セクションには、2D-LC のサイクルタイム/モジュレーション時間が表示されます。これは、［グラジエントフェーズ］セクションで指定した分析時間と平衡化時間の合計です。

モジュレーション時間も、機器に組み込まれているサンプルループによって異なります。65ページの「機器の推奨セットアップ」を参照してください。これらの値は読み取り専用で編集できません。

ハートカット



サイクルタイム/モジュレーション時間 サイクルタイムは、二次元目の LC-LC 注入サイクル時間を反映しています。その後、次の分画の溶媒組成グラジエントが繰り返されます。

ループ容量 ループ容量はサンプルループ容量設定です。

注記 ハートカットのループ充填情報は、サンプリングテーブルに表示されます。

コンプリヘンシブ



サイクルタイム/モジュレーション時間 モジュレーション時間は、二次元目の LCxLC 注入サイクル時間を反映しています。その後、溶媒組成グラジエントが繰り返されます。

ループ容量 ループ容量はサンプルループ容量設定です。

ループ充填 ループ充填は実際のループ充填値を表しています。

注記 LCxLC のループ充填が 20 % 未満または 80 % 以上の場合は、通知三角形が表示されます。

注記 2D カラムに対する注入量（サンプルループのループ充填率 (%)）の最適な割合は、10 % 未満です。

ダイバーターバルブの切替時間の指定

ダイバーターバルブを使用することにより、各 ^{2}D 分析の開始時に ^{1}D 移動相からの塩またはバッファを廃液へ自動的に切り替えることができます。

このセクションは、ダイバーターバルブが 2D-LC クラスターコンフィグレーションに含まれている場合のみ有効です。



図 108　取り付けられているダイバーターバルブの表示

1 ダイバーターバルブの切り替えをオンにするには、**［ダイバーターバルブを使用］**チェックボックスをオンにします。

［切替時間］フィールドが有効になります。

2 **［切替時間］**フィールドに切替時間を指定します。

バルブは、^{2}D 分析開始後の指定の時間に検出器に切り替わり、^{2}D 分析が完了すると廃液に戻ります。

分析グラジエントのグラジエントタイムテーブルの設定

このセクションを使用して、^{2}D 分析の溶出グラジエントタイムテーブルを設定します。

1 **［時間 [min]］**フィールドに溶媒組成の変更時間を指定します。

注記 開始時の初期組成は、^{2}D 溶媒テーブルに定義されています。

2 チャンネル B が指定の時間に送る溶媒のパーセントを **B[%]** フィールドに指定します。

チャンネル A は常に、残りの容量、%A = (100 - %B) を送液します。溶媒組成は、1 つの設定値から次の設定値へ直線的に変化します。

3 **［シフト］**ボックスのチェックマークを外すには、まず分析グラジエントイベントを 1 つ選択し、**［^{1}D グラジエントシフト時間］**テーブルの対応する設定をクリアします。

4 **［分析グラジエント］**を手動で定義/編集するには、以下のいずれかのボタンをクリックします。

- **追加**
- **削除**
- **すべて消去**
- **切り取り**
- **コピー**
- **貼り付け**

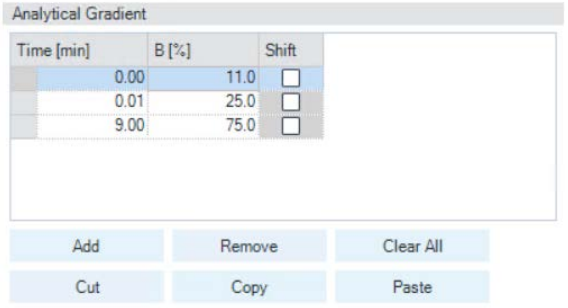


図 109　分析グラジエントのテーブル表示

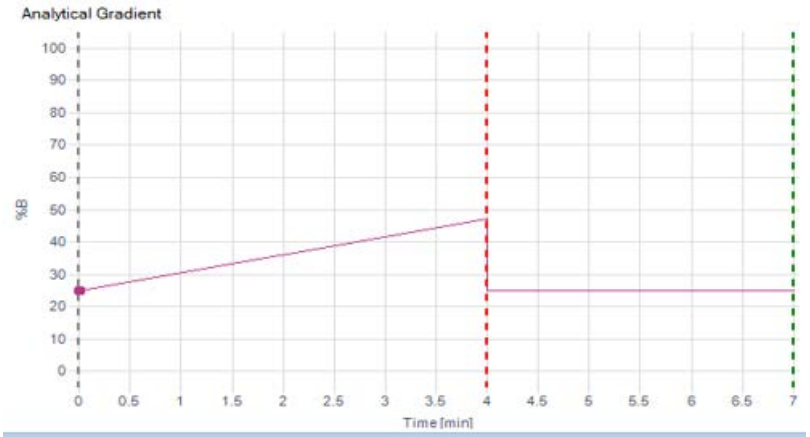
たとえば、**［追加］**ボタンをクリックすると、1 つの分析グラジエントイベントが作成されます。ここでは、変更時間や溶媒組成を設定できます。

注記

分析グラジエントを目視で確認するには、分析グラジエントグラフをチェックしてください。

注記

分析グラジエントの設定は、プレビューからグラフ上で実行することもできます。分析グラジエントは紫で表示されます。



^{2}D グラジエントの ^{1}D の分析時間全体にわたる溶媒組成の変更

このセクションを使用して、^{2}D グラジエントの一次元目の分析時間全体にわたる溶媒組成を変更します。［シフト］列にチェックマークが付いている **［分析グラジエント］** テーブルの各設定値については、グラジエントシフトをネストグラジエントとして設定できます。グラジエントシフトは、^{2}D グラジエント組成を ^{1}D グラジエント組成に合わせるために使用します。

テーブルを使用した ^{2}D シフトグラジエントの設定

1 シフトグラジエントを設定するには、 **［分析グラジエント］** テーブルの対応する行を選択します。

2 **時間 [min]** フィールドに溶媒組成の変更時間を指定します。

シフトグラジエント組成は、1 つの設定値から次の設定値へ直線的に変化します。溶媒組成を指定の時間に変更します。時間軸は ^{2}D ポンプのストップタイムに関連しています。ストップタイムよりも時間が長いと、^{2}D は無視されます。

3 **B[%]** フィールドに B のパーセントを指定します（範囲：0 – 100 %）。

溶媒組成を指定の時間に変更します。チャンネル A は常に、残りの容量、%A = (100 - %B) を送液します。溶媒組成は、1 つの設定値から次の設定値へ直線的に変化します。

注記 最初の行の異なる開始条件では、ステップグラジエントや RI の影響が発生する可能性があります（移動相の密度差によって、ベースラインの乱れが生じ、DAD 検出異常が生じる可能性があります）。

注記 ［分析グラジエント］ウィンドウの選択した［シフト］チェックボックスを無効にするには、［^{1}Dグラジエントシフト時間］ウィンドウの対応するイベントを削除する必要があります。

4 ^{2}D シフトグラジエントを手動で設定/編集するには、以下のいずれかのボタンをクリックします。

- **追加**
- **削除**
- **すべて消去**
- **切り取り**
- **コピー**
- **貼り付け**

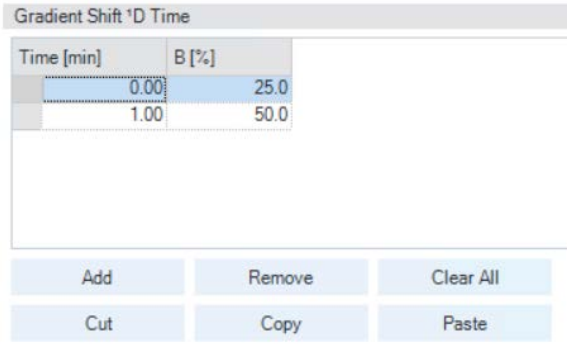


図 110　^{1}D グラジエントシフト時間テーブル

たとえば、**［追加］**ボタンをクリックすると、1 つのグラジエントシフトイベントが作成されます。ここでは、変更時間や溶媒組成を定義できます。

注記 ^{2}D グラジエントシフトの設定は、プレビューでグラフ上で実行することもできます。

フラッシュグラジエントの使用

［**フラッシュグラジエント**］を使用することにより、トランスファーキャピラリーとサンプルループをフラッシュできます。分析グラジエントを使用することも、カスタムフラッシュグラジエントを設定することもできます。フラッシュが必要な場合、システムが自動的に計算します。［**カスタムグラジエントを使用**］を選択した場合は、グラジエントの［**時間**］を指定します。［**平衡化**］時間は、［グラジエントフェーズ］セクションで設定した時間と同じです。

1 分析グラジエントをフラッシュグラジエントとして使用するには、［**分析グラジエントをフラッシュグラジエントとして使用**］ラジオボタンを選択します。

または

フラッシュグラジエントをカスタマイズするには、［**フラッシュグラジエントをカスタマイズ**］ラジオボタンを選択し、テーブルを使用してカスタムグラジエントを設定します。

c ［**時間**］フィールドに時間を指定します。

［平衡化］の値は読み取り専用で、［グラジエントフェーズ］設定で定義します。192 ページの「グラジエントフェーズの指定」 を参照してください。

d **時間 [min]** フィールドに溶媒組成の変更時間を指定します。

e チャンネル B が指定の時間に送る溶媒のパーセントを指定します。

チャンネル A は常に、残りの容量、%A = (100 - %B) を送液します。溶媒組成は、1 つの設定値から次の設定値へ直線的に変化します。

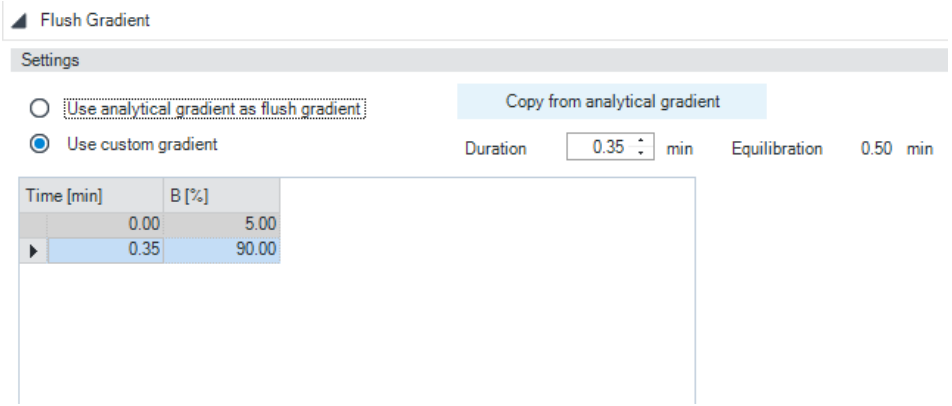


図 111　フラッシュグラジエントのテーブル表示

注記 ［フラッシュグラジエント］は、ハートカットモードでのみ使用します。コンプリヘンシブを選択した場合は、この機能は使用できません。

注記 ［フラッシュグラジエント］の設定は、プレビューでグラフ上で実行することもできます。［フラッシュグラジエント］はオレンジで表示されます。

ピークトリガーの使用

ピークトリガーのタイムベースモードでの設定

［使用］チェックボックスを選択すると、プレビューUIでのリファレンスクロマトグラム内の ^{1}D ピークの検出/マークに、ピーク検出設定が使用されます。このため、まず機器の既知の ^{1}D リファレンスクロマトグラムを読み込む必要があります。その後は、それを使用して、サンプルピークの正しい位置を検出して、完全な 2D-LC 測定を実現することができます。

1 検出された分画は、リファレンスクロマトグラムのプレビューでは灰色の三角形で表示されます。リファレンスクロマトグラムを参照してください。

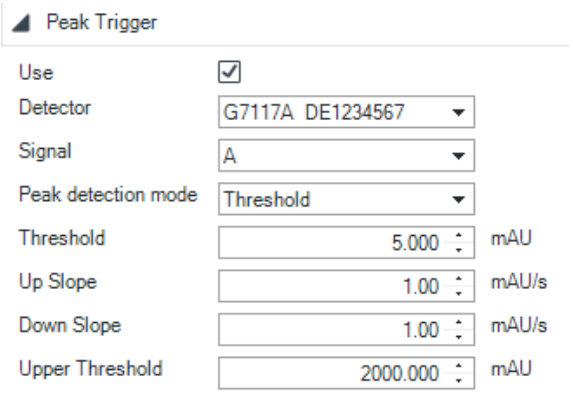


図 112　［ピークトリガー］表示

ピークトリガーのピークベースモードでの設定

［使用］チェックボックスを選択すると、一次元目からの分画のサンプリング/貯留の開始に、ピークトリガー設定が使用されます。このため、目的の領域をメソッドによってあらかじめ設定する必要があります（サンプリングテーブルを参照）。^{1}D 検出器でピークが表示され、スレッショルド（またはスロープ）

に達すると、2D-LC モジュレーターはサンプリングを開始し、検出されたピークが二次元目で貯留され分析されます。

1 [1]D 検出器のピークトリガーを有効/無効にするには、**［使用］**チェックボックスをオンにします。

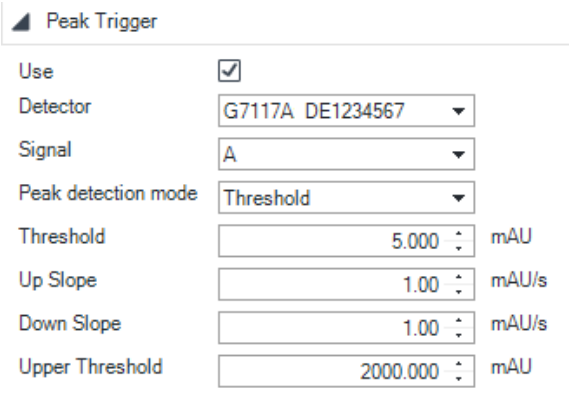


図 113　［ピークトリガー］表示

タイムベースモードでは、**［ピークトリガー］**設定に応じて、読み込んだリファレンスクロマトグラムのプレビューでピークをマークすることができます。

ピークベースモードでは、オンラインでのピークトリガー 2D-LC 操作に**［ピークトリガー］**設定を使用することができます。

2 ドロップダウンリストからピークトリガー**［検出器］**を選択します。

3 **［ピーク検出モード］**ドロップダウンリストからピークベースモード用のシグナルを選択します。

4 **［ピーク検出モード］**ドロップダウンリストから、**［スレッショルド］**、**［スロープ］**または**［スレッショルドとスロープ］**を選択します。

（オプション）

a **［スレッショルド］**を設定します。

［スレッショルド］モードでは、2D-LC バルブは、検出器シグナルのスレッショルドでトリガーされます。スレッショルド値は mAU 値として与えられます。UV シグナルがこの値を超えると、一定の遅れで 2D-LC バルブがトリガーされ、フラクションの分画に切り替わります。UV シ

グナルがこの値を下回るか、分画サイズ時間が経過すると、2D-LC バルブは次のポジションに切り替わります。

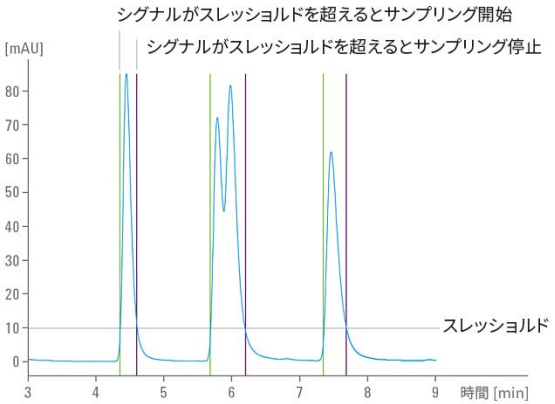


図 114　スレッショルド線が示されたクロマトグラム

（オプション）　b　または、**［スロープ］**を設定します。

［スロープ］モードでは、2D-LC バルブは、検出器シグナルのスロープで作動します。アップスロープとダウンスロープの適切な値を、対応するフィールドに指定することができます。この値は mAU/s として与えられます。アップスロープが指定された値を超えると、2D-LC バルブが切り替わります。スロープが最小値を超え、ダウンスロープ値を超えるか、分画サイズの時間が経過すると、分画は終了します。

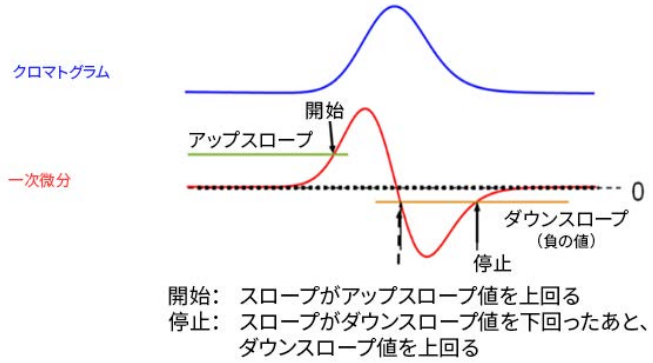


図 115　検出器のスロープのトリガー例

（オプション）

c または、**［スレッショルドとスロープ］**を設定します。

［スレッショルドとスロープ］モードでは、対応するスレッショルドとスロープの値に達すると、2D-LC 分画（ピークパーキング）がトリガーされます。検出器シグナルがスレッショルドと**［アップスロープ］**値の両方を超えると、フラクションの分画が開始されます。検出器シグナルが**［スレッショルド］**または**［ダウンスロープ］**値を下回ると、2D-LC バルブは、次のポジションへのバルブを切り替えることにより、フラクションの分画を停止します。

2 つのオーバーラップするピークなど、より複雑な問題に対応するために、スロープとスレッショルドの採取を組み合わせることができます。2 つのピークは、2 つの最大値間の極小値の周辺で大まかに 2 つの分画に分割されます。

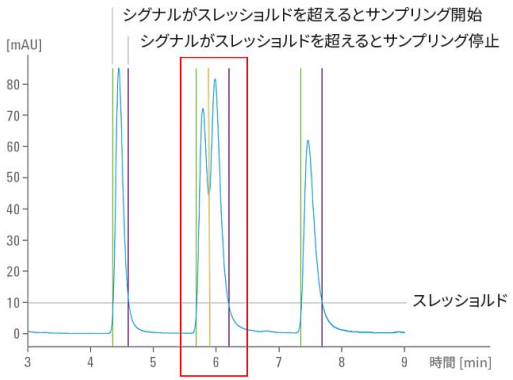


図 116　スレッショルドとスロープが設定されたクロマトグラム

- スレッショルド

このメソッドは、スレッショルド値のみに基づいてピークを検出します。ピークの高さによってピークカットが開始されます。デフォルト値を以下に示します： 20.000 mAu

- アップスロープ

  このメソッドは、アップスロープ値のみに基づいてピークを検出します。立ち上がりピークのスロープによってピークカットが開始されます。スロープ値は、シグナルの一次導関数に基づきます。デフォルト値は 1.00 mAu/s です。

- ダウンスロープ

  このメソッドは、ダウンスロープ値のみに基づいてピークを検出します。立ち下がりピークのスロープによってピークカットが開始されます。スロープ値は、シグナルの一次導関数に基づきます。デフォルト値は 1.00 mAu/s です。

- 上限スレッショルド

  このメソッドは、上限スレッショルド値のみに基づいてピークを検出します。ピークの高さにより、採取のオフが期待される場合がある飽和したシグナルでも、採取がオフに切り替わることはありません。UV シグナルが上限スレッショルドを超えると、スロープによる採取は無効になります。デフォルト値は 2000.000 mAu です。

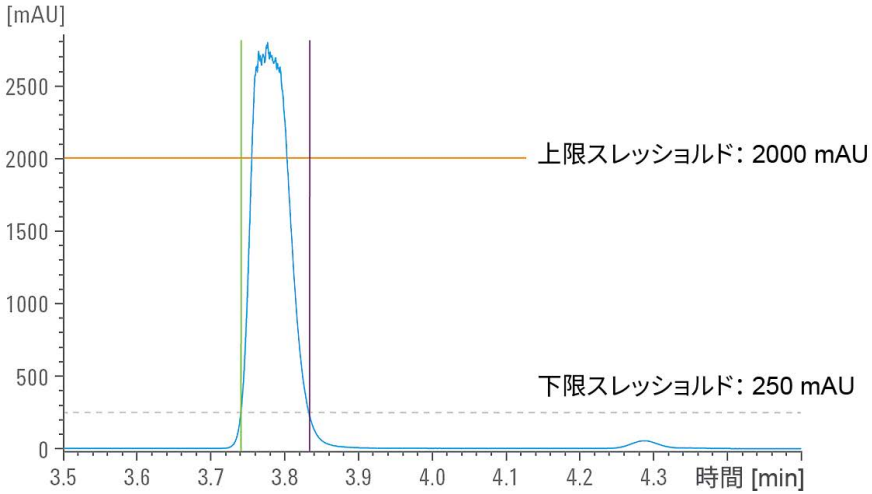


図 117　上限スレッショルドと下限スレッショルドが設定されたクロマトグラム

注記

2D-LC バルブは次の場合に切り替わります。

- サンプリング時間/分画サイズ時間が経過するか（サンプリング時間は分画の位置をコントロールします）、
- シグナルがスレッショルドまたはスロープを下回った場合（ピークベース）

いずれか早い方

^{2}D ポンプの詳細設定の使用

詳細設定では、^{2}D ポンプ設定用のポンプメソッドの［**詳細**］が開きます。

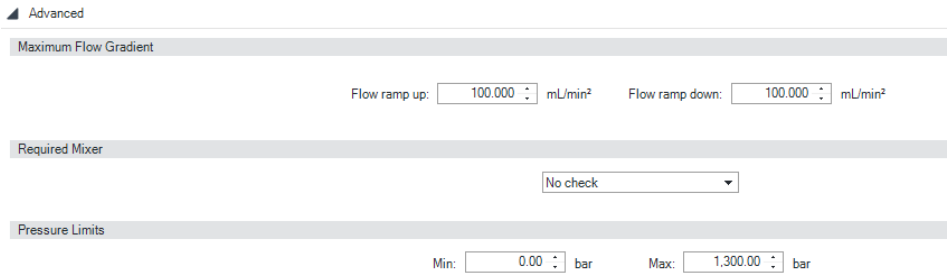


図 118　詳細 ^{2}D ポンプ設定

テーブルを使用して、追加の ^{2}D ポンプパラメータを設定します。

1　［**最大流量グラジエント**］を設定します。

溶媒流量の変化率のリミットを設定することにより、分析カラムを保護することができます。

G4220A/B バイナリポンプと G7120A ハイスピードポンプについては、［**流量グラジエント アップ**］と［**流量グラジエント ダウン**］に個別の値を設定できます。

（オプション）　2　［**必要なミキサー**］を選択します。

分析にミキサーが必要な場合、

- 下矢印をクリックし、
- ドロップダウンリストから必要なミキサーを選択します。

分析にミキサーが不要な場合、

- ドロップダウンリストから［**チェックなし**］を選択します。

注記 特定のミキサーを選択した場合、異なるミキサーが検出される（またはミキサーが検出されない）と、ポンプはノットレディ状態のままになります

（オプション） 3 ポンプの［**圧力リミット**］の最小値と最大値を設定します。

注記 デフォルト設定が推奨されます。これらの設定は、重大な正当な理由がある場合のみ変更してください。

- ［**最大値**］は、ポンプ自体がオフになる最大圧力リミットです。

  この最大圧力リミットにより、システムは過圧から保護されます。
- ［**最小値**］は、ポンプ自体がオフになる最小圧力リミットです。この状況は、溶媒ボトルが空の場合に発生する可能性があります。

  最小圧力リミットは、ポンプで空気を入れることによる損傷からシステムを保護します。

注記 詳細については、特に圧力リミットについては、ポンプのユーザーマニュアルを参照してください。

プレビュー（2D-LC）

プレビューパネルでは、読み込まれたリファレンスクロマトグラムと 2D-LC グラジエントプロファイルが 1 つまたは 2 つのウィンドウに表示されます。

- メインウィンドウは、常に表示され、分析全体にわたるリファレンスクロマトグラムの検出器シグナルと ^{2}D グラジエントプロファイルを表示することができます。また、ツールバーを使って対話形式で分画を編集することができます。
- 右側のウィンドウは、オン/オフを切り替えることができ、^{2}D グラジエントプロファイルまたはフラッシュグラジエントプロファイルを表示することができます。

どちらのグラジエントプロファイルも対話形式で編集できます。プレビューは ^{2}D メソッドパラメータと同期されるため、プレビューで行った変更はパラメータでも更新されます。またその逆も同じです。

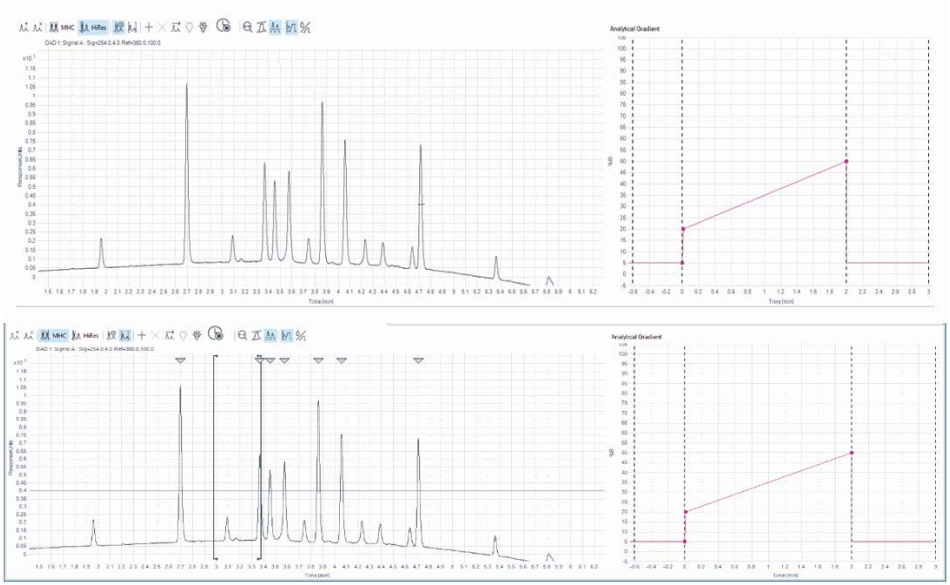
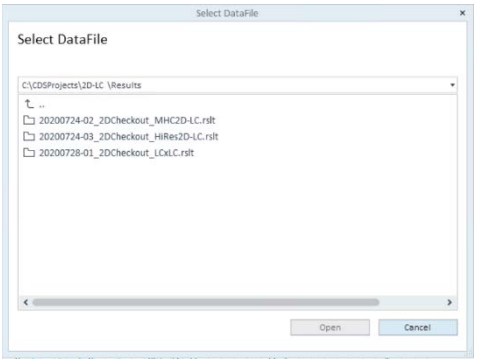


図 119　リファレンスクロマトグラムが読み込まれたプレビューパネル（上）と読み込まれたリファレンスクロマトグラムにスレッショルド設定と検出されたピークが表示されているプレビューパネル（下）

^{2}D メソッドパラメータをグラフ上で編集/変更するには、ツールバーの以下のツールを使用します。



データファイルの選択ボックスが表示されるので、次のステップで ^{1}D データファイルを選択することができます。



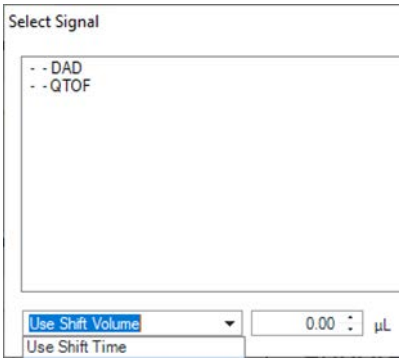


図 120　シフト容量またはシフト時間を選択する選択メニュー

最後に、プレビューで ^{1}D リファレンスクロマトグラムを表示するのに使用できるデータファイルをロードします。

リファレンスシグナルのメソッド画面への読み込みは、分画を取り込むクロマトグラムの位置を図示するのに役立ちます。

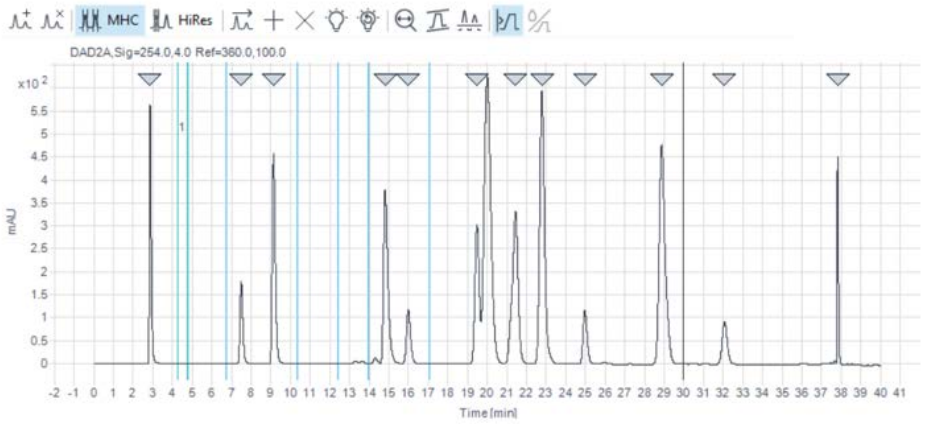


図 121　プレビューウィンドウに読み込まれた ^{1}D クロマトグラム

注記

ピークを正しく分画するには、リファレンスクロマトグラムが記録されたときの流量などの条件を維持する必要があります。

注記

リファレンスクロマトグラムとしてさらに ^{1}D 検出器を使用する場合は、それらの検出器に対応してトランスファーボリュームを補正する必要があります。そのためには、シフト量またはシフト時間を入力します。

1 つの ^{1}D 検出器だけをコンフィグレーションする場合、トランスファーボリュームはすでに 2D クラスターに定義されているので、ここで補正する必要はありません。

注記

シフト時間/シフト容量により、バルブでの分画時間から検出時間までを補正できます。この補正は、2D-LC クラスターに定義されているトランスファーボリュームが 2D-LC クラスターに読み込まれているリファレンスクロマトグラムに適合しない場合に必要になることがあります（2D-LC クラスターのページを参照）。例は、^{1}D/^{2}D の切り替えが可能なセットアップで、^{1}D の質量分析データがリファレンスクロマトグラムとして使用されています。

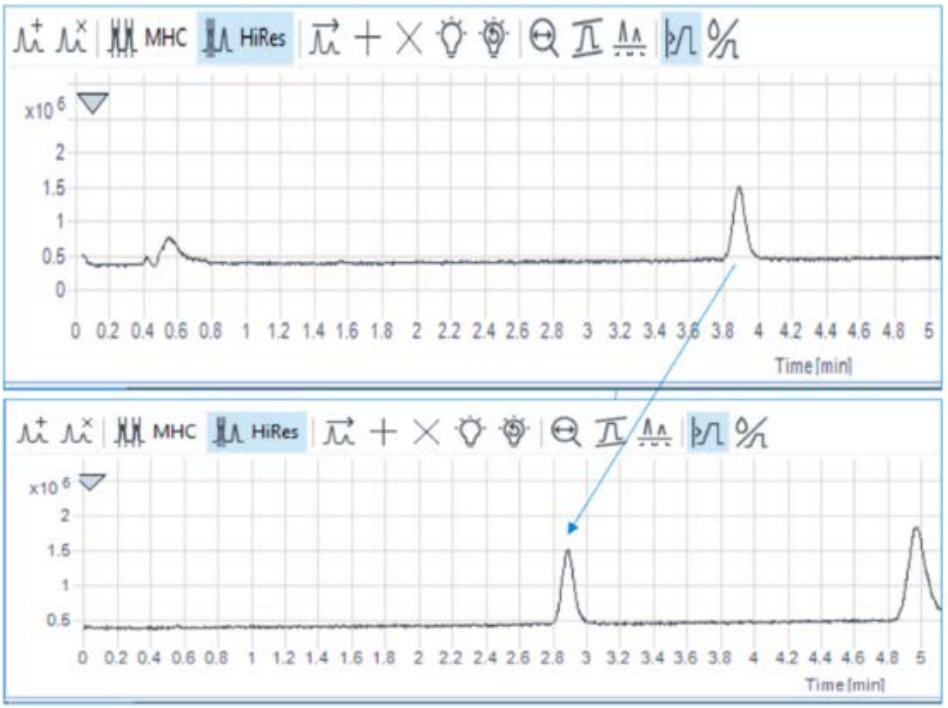


図 122　Q-TOF シグナルの読み込み例の比較。シフト容量が 0 µL に設定された場合と 100 µL に設定された場合



このツールは、プレビューから現在のリファレンスクロマトグラムを削除します。



このツールは、マルチハートカットモード（**MHC**）に切り替えます。このツールは、2D-LC 操作モードでハートカットを選択した場合にのみ使用できます。この機能は、［追加/削除］または［サンプルすべて］機能と一緒に使用します。



このツールは、ハイレゾサンプリングモード（**HiRes**）に切り替えます。このツールは、2D-LC 操作モードでハートカットを選択した場合にのみ使用できます。この機能は、［追加/削除］または［サンプルすべて］機能と一緒に使用します。



このツールは、ピークベースモードに切り替えます。

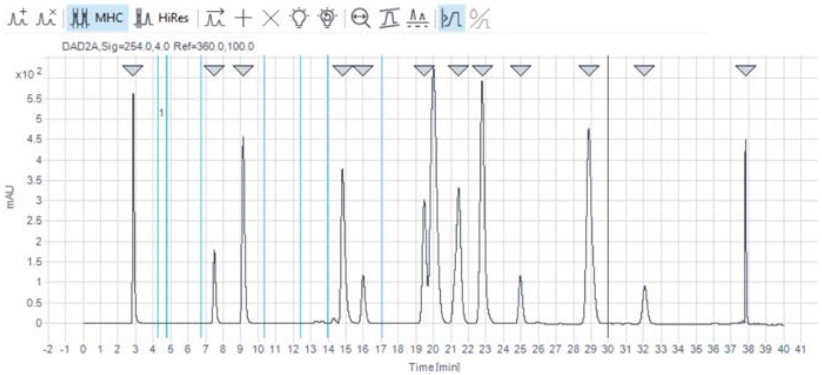


このツールは、タイムベースモードに切り替えます。

注記

1 回の 2D 分析で、**MHC** モードと **HiRes** モードの組み合わせが可能になりました。

このツールを使用すると、選択したモード（**MHC** または **HiRes**）に応じて、現在のピークトリガーパラメータを使用してクロマトグラム全体が自動的にサンプリングされ、検出されたすべての分画がサンプリングテーブルに入力されます。このツールは、［ピークトリガー］セクションの［使用］ボックスをチェックした場合にのみ使用できます。リファレンスクロマトグラムでは、灰色の三角形は検出されたすべてのピークを示します。



このツールでは、1 つの分画を手動で追加できます。追加した分画は、リファレンスクロマトグラムとサンプリングテーブルに表示されます。

注記

［+］ツールをダブルクリックすると、この機能は常にアクティブになります。このアクティブ化をキャンセルするには、［+］ツールを再度ダブルクリックします。

リファレンスクロマトグラムとサンプリングテーブルから 1 つの分画を削除するには、分画をマークしてからこのツールをクリックします。

注記

分画を追加/削除するもう 1 つの方法は、マウスの右ボタンを使用して［分画を追加］または ［選択した分画を削除］します。分画またはラインをマークし、キーボードの［Del］を押すこともできます。

この機能を使用すれば、分画の貯留を最適化できるので、使用可能な時間内に最大数を分析できます。サンプリングテーブルは、分析遅延が割り当てられた分画を表示するように更新されます。スマートピークパーキングは、リファレンスシグナルのすべてのタイムベースのピークの貯留を最適化します。

最適化の目標：

- できるだけ多くのピークを取り込み、必要に応じて分析時間を延長する
- できるだけ早くピークを分析する

それでも一部のピークを貯留できない場合は、サンプリングテーブルに重要なピークを定義する（優先順位を付ける）ことができます。

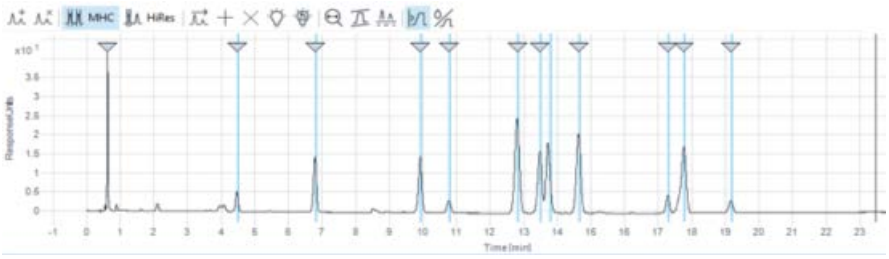


図 123　下の最適化が行われていない場合に対して、2D 分析の最適化が行われたピーク（青）はすべて分析されます

このツールは、現在の最適化をリセットし、スマートパーキングを無効にしますが、分析時間は延長されたままになります。

このツールは、実際の分析時間に合わせて終了時間を調整します。プレビューで縦の停止ラインをダブルクリックしても、同じことが行えます。

このツールは、拡大表示したすべてのグラフを通常の倍率にリセットします。ズームアウトします。ズームインする場合は、マウスの左ボタンを押し、拡大する領域上でドラッグします。

注記

少しずつズームアウトするには、マウスの左ボタンで 1 回ダブルクリックします。

このツールは、プレビューでのグラジエントの表示のオン/オフを切り替えます。この機能は、2D 分析グラジエントとフラッシュグラジエントを重ね描きします。プレビューでグラジエントの設定を手動で変更する場合は、196 ページの「分析グラジエントのグラジエントタイムテーブルの設定」 を参照してください。

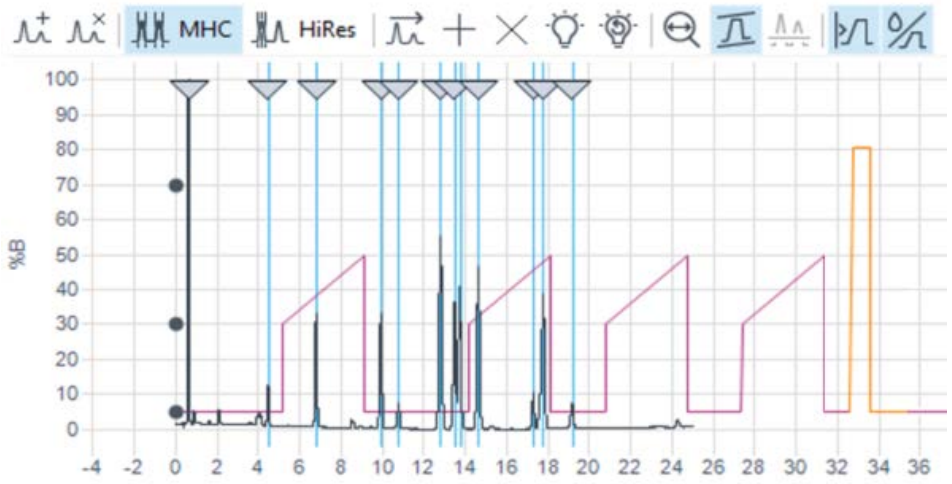
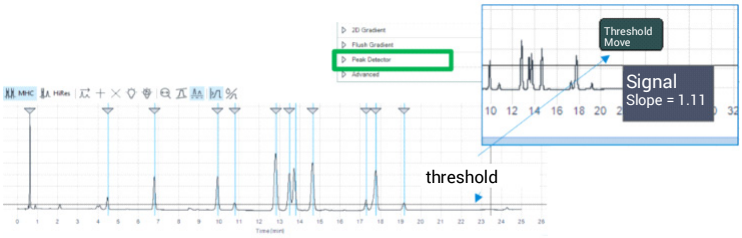


図 124　2D 分析グラジエント（紫）とフラッシュグラジエント（オレンジ）表示のプレビュー

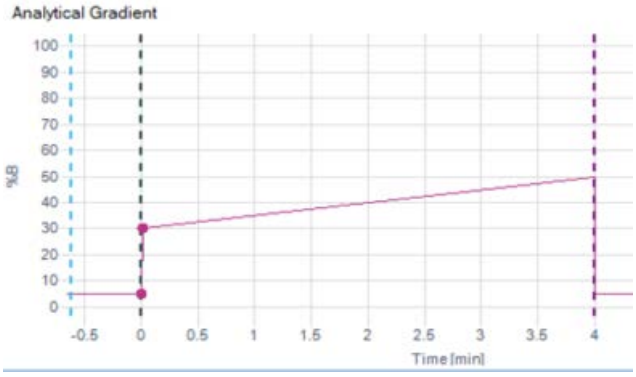
注記

メインウィンドウの 2D グラジエント表示を有効にした場合、Y 軸は %B を表します。

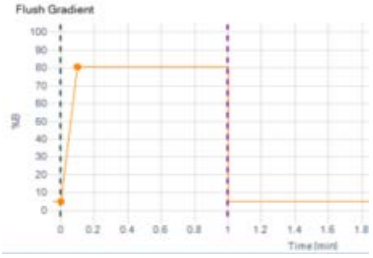
このツールは、プレビューのカーソル位置のスレッショルド値とスロープ値の表示を切り替えます。このツールは、メインパネルのグラジエントプレビューを無効にした場合にのみ使用できます。プレビューでスレッショルドの設定を手動で変更する場合は、以下を参照してください：



このツールを使用すると、プレビューの右側にある 2D 分析グラジエントパネルの表示が切り替わります。



右側パネルの分析グラジエントとフラッシュグラジエントを切り替えるには、このツールをクリックします。



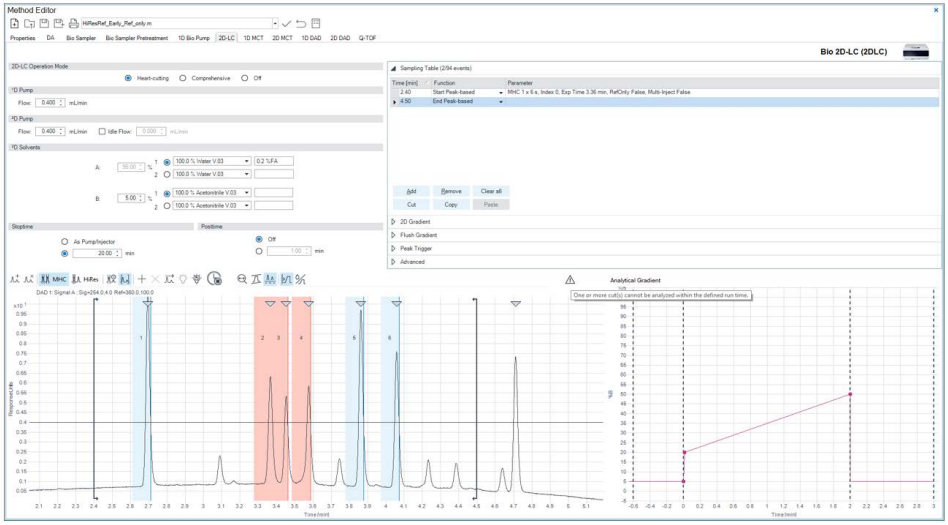
このツールは、分析グラジエントをフラッシュグラジエントとして使用している場合は使用できません。

グラフィックスの詳細

2D-LC プレビューウィンドウの詳細なグラフ解説：

灰色の三角形は、リファレンスクロマトグラムでピークトリガー設定によって検出されるピークを示します。分画を追加/削除するには、プレビューで灰色の三角形をダブルクリックします。

プレビューの灰色の線はストップタイムを示します。
以下の例では、すべての分画を分析するには［**ストップタイム**］が短すぎます。このため、^{2}D グラジエントによって示されるように、ストップタイムを 57 min に変更する必要があります。たとえば、最適化ツールを使用するか、灰色の線（緑色の矢印）をダブルクリックして、現在のストップラインをマークします。SW はストップタイムを自動的に調整して採用します。他に問題がなければ警告アイコンは消えます。

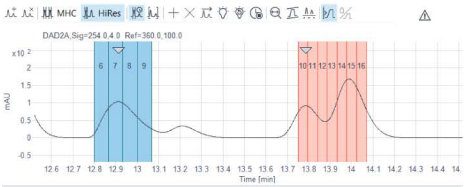


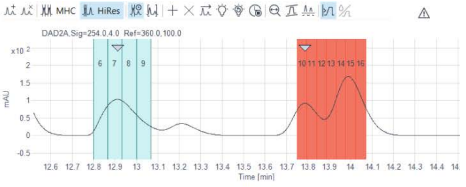
注記

警告アイコンにマウスのカーソルを合わせると、何が問題か示されます。

マークされた分画

［**マークされた分画**］は、紺青色のバー（分析可能）またはえんじ色のバー（分析不可）で表示されます。





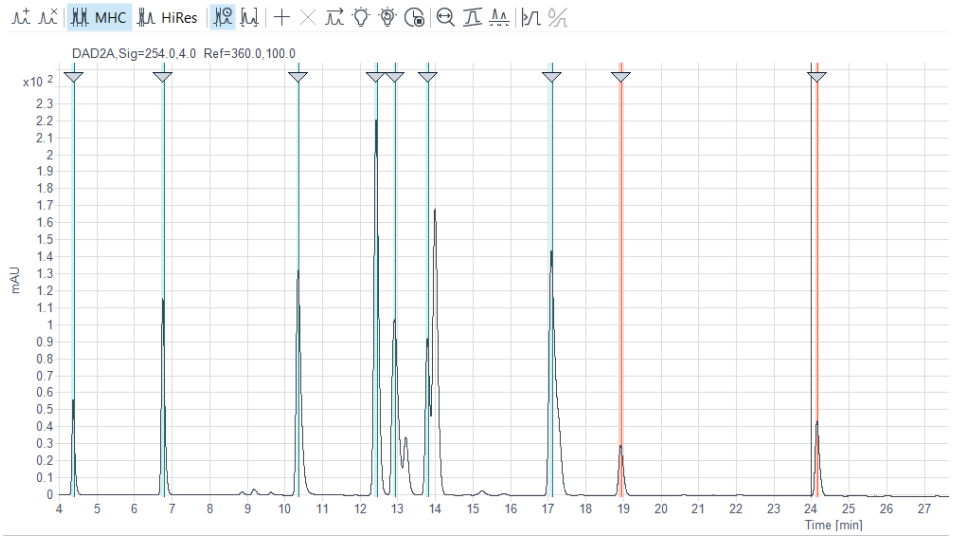


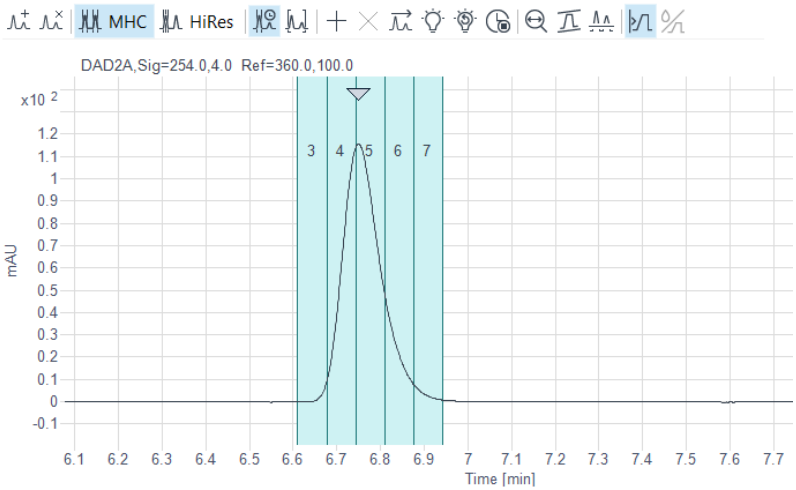
図 125　見逃されたピークが赤でマークされたクロマトグラム

MHC 分画（タイムベース）

この機能は連続フロースルー方式を採用しています。分画は薄緑色のバーで表示されます。バーの右端の濃い線は、2D-LC バルブの切り替え時間とピークの貯留の終了を示します。分画をマークして、プレビューウィンドウの別の位置に移動することができます。

HiRes 分画（タイムベース）

［**HiRes分画（タイムベース）**］は、薄緑色のバーで表示/マークされます。ピーク幅によって、分画は 2 分画から最大 10 分画までさまざまです。MHC とは異なり、HiRes 分画には、ピークの貯留の前後の切り替えを示す 2 本の濃い線があります（バーの左側に 1 本、右側に 1 本）。左側の濃い線は、1 つのハイレゾサンプリングイベントの開始時間を示します。

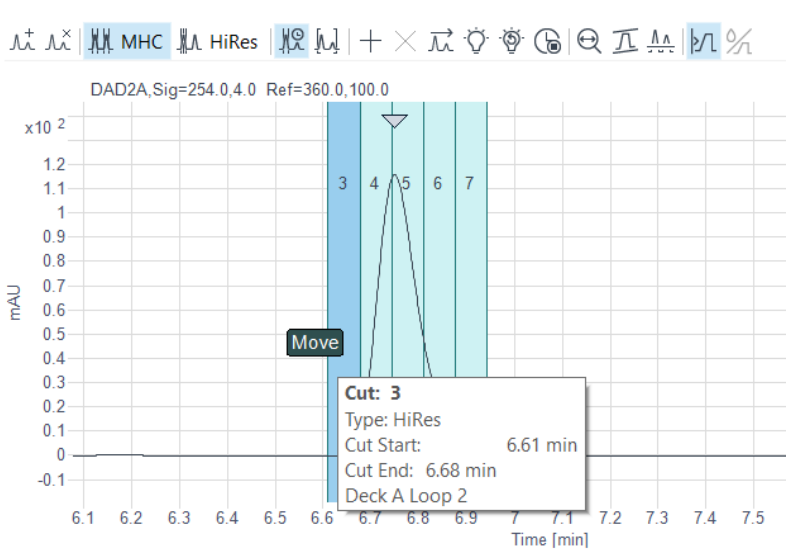


MHC 分画/HiRes 分画（ピークベース）

［**MHC 分画/HiRes 分画（ピークベース）**］は、青色のバーでグラフィック表示されます。

バーにマウスのカーソルを合わせると、HiRes サンプリングの移動オプションが表示されます。

分画を移動



以下を実行できます：

- 分画サイズを増減
- ハイライト表示された分画をドラッグして別の時間に移動

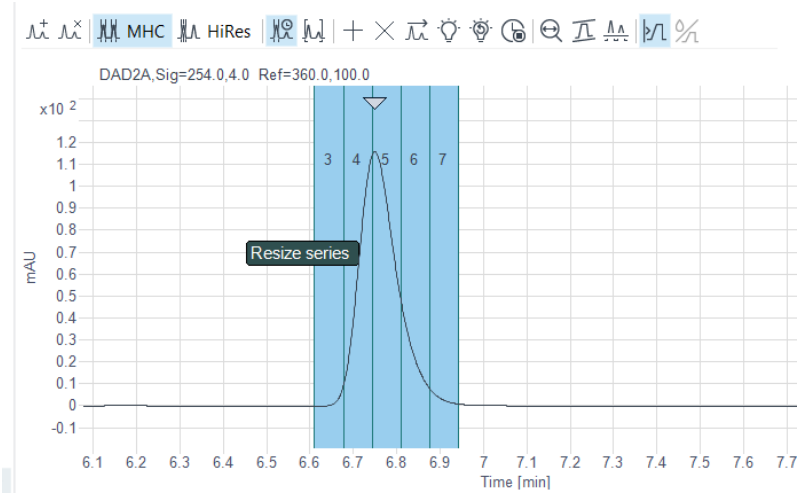
  サンプリングテーブルに新しい時間が取り込まれます。

HiRes 連続分画のサイズ変更

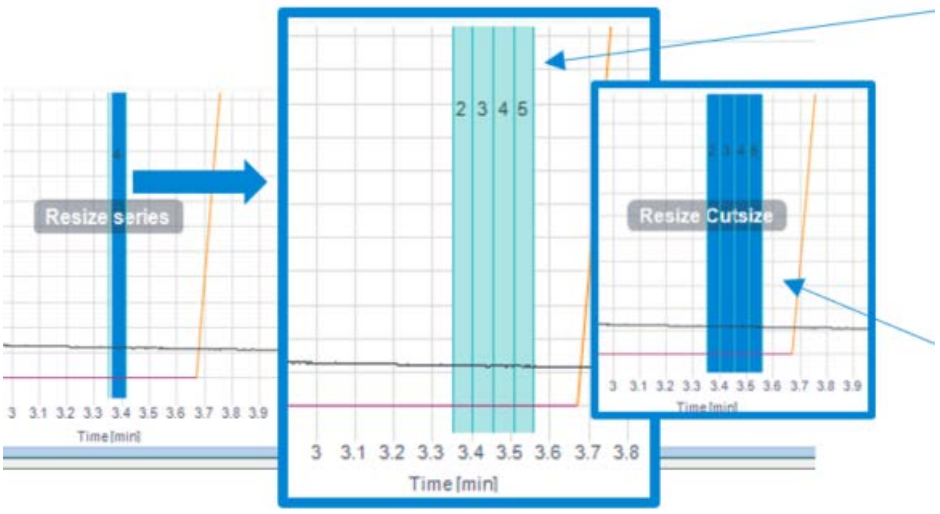
バーにマウスのカーソルを合わせると、連続分画の増減オプションが表示されます（緑色でハイライト表示）。

サイズ変更の手順：

- ハイライト表示された連続分画をクリックして端をドラッグする



- 内側の端の 1 つをドラッグする



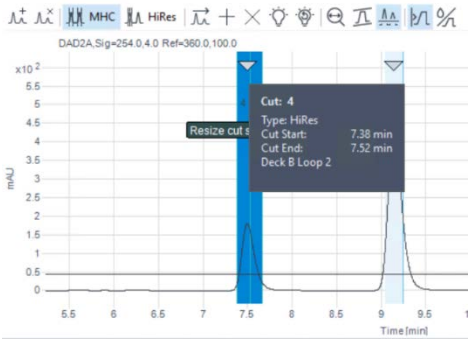
注記

HiRes の場合、これらの分画サイズや分画数の変更は、サンプリングテーブルでも行うことができます。

HiRes の場合、複数の分画がプログラムされていても、すべての分画が実行されるわけではありません。2 回目のスレッショルドに達すると、サンプリングは中断されます。

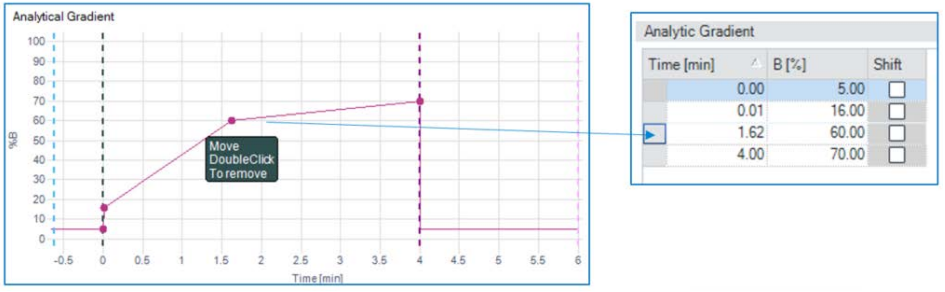
分画情報

ハイライト表示されたバーにマウスのカーソルを合わせると、分画番号、分画の開始時間/終了時間、分画が貯留されるデッキ/ループなど、詳細な分画情報が表示されます。^{2}D グラジエント/分析時間も示されます。

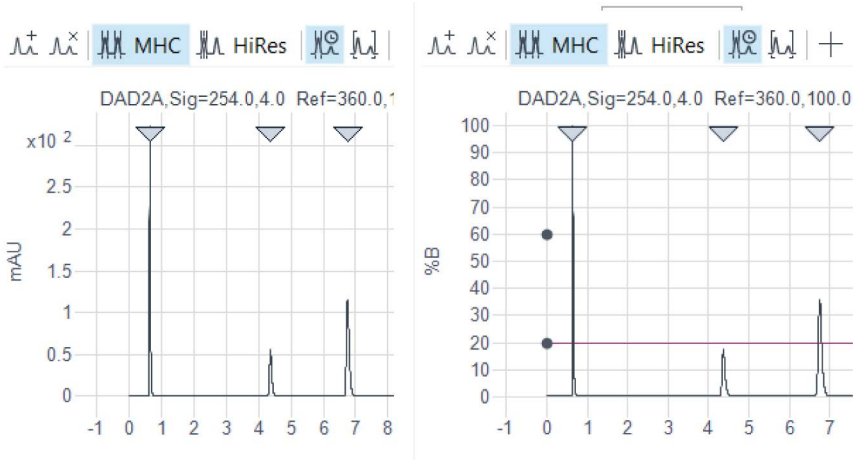


^{2}D グラジエントをグラフィカルに設定

［分析グラジエント］プレビューの初期 ^{2}D グラジエントの紫色の線をダブルクリックすると、紫色の丸が追加されるので、移動させて初期グラジエントを変更することができます。分析時間と平衡化時間は、プレビューで対応する線を移動させることによって調整できます。テーブルに変更が取り込まれます。

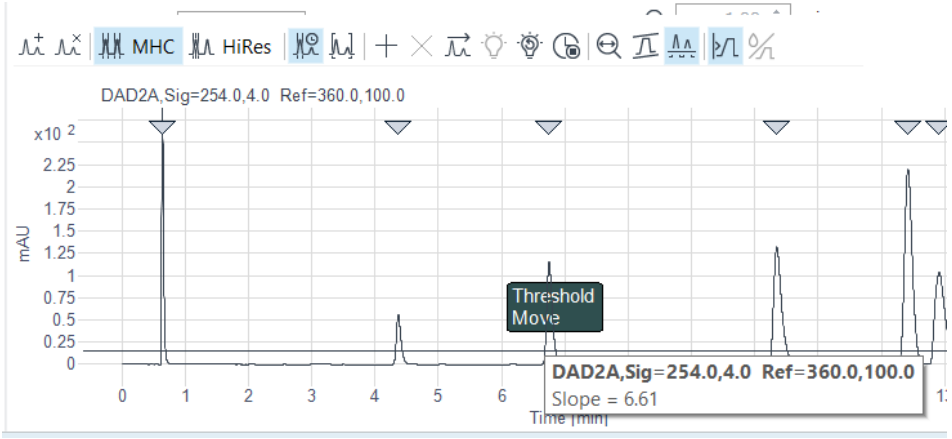


^{2}D グラジエント表示を有効にすると、Y 軸が %B 単位で表示されます。



スレッショルド

スレッショルドを有効にした場合は、この線を上下にドラッグしてスレッショルドを調整することができます。
これにより、**［ピークトリガー］**設定も更新されます。
スレッショルド線にマウスのカーソルを合わせると、ピークシグナルとの交点にスロープも表示されます。



ピークベース分析をグラフィカルに設定

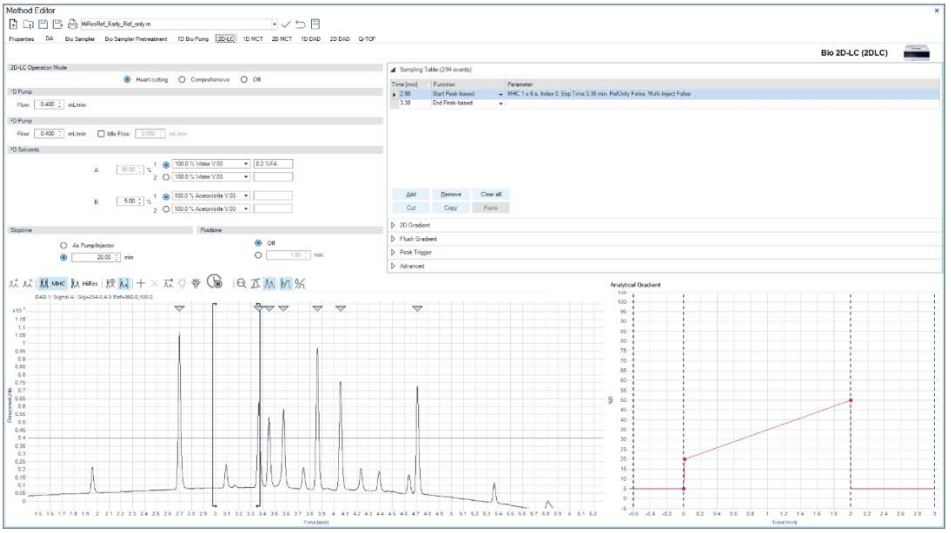


図 126　予測に基づいたピークベースの分析

ピークベースモードでは、[1]D 検出器は、UV スレッショルド（またはスロープ）に基づいて分画のサンプリング/貯留を開始します。検出器でピークが表示され、スレッショルドに達すると（ピークの開始）、2D-LC モジュレーターがサンプリングを開始します。サンプリング時間を定義できます。これにより、ピークベースの分画の最大サンプリング時間が決まります。サンプリング時間が終了する前にピークの終了が検出されると、サンプリングは停止されます。最初のイベントによって、ピークベースのサンプリング時間が定義されます。開始/終了ブラケットをつかんでプレビュー内を移動するか、サンプリングテーブル内の時間を調整することにより、ピークベースの領域を調整します。

1　クロマトグラムのプレビューへのアップロード

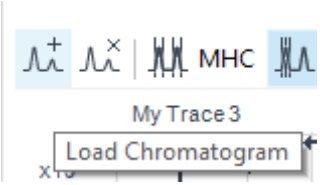


図 127　クロマトグラムの読み込み

2 UV スレッショルドを定義し、表示用にスレッショルド記号に  マークを付けます。

3 トリガーに使用する［検出器］と［シグナル］を選択します。

この例では、G7117A とシグナル A が選択されています。

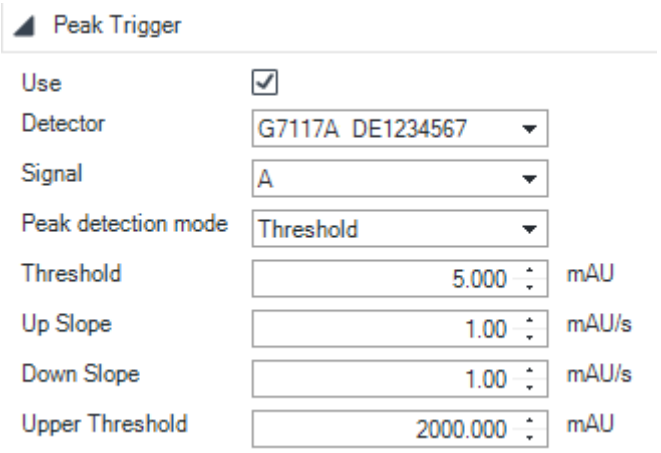


図 128　［ピークトリガー］表示

4 ［MHC］または［HiRes］を選択します。

このアイコンは、ピークベースの操作に対応しています。この例では、［MHC］が選択されています。

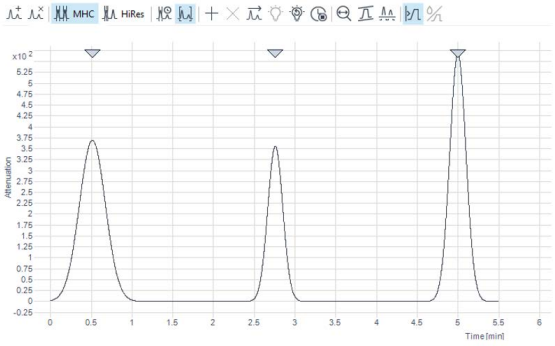


図 129　MHC クロマトグラム

5 クロマトグラムの上にある灰色の三角形の 1 つをダブルクリックします。

ブラケットが表示され、サンプリングテーブルに取り込むピークベース領域（ピークベース開始/終了）が示されます。

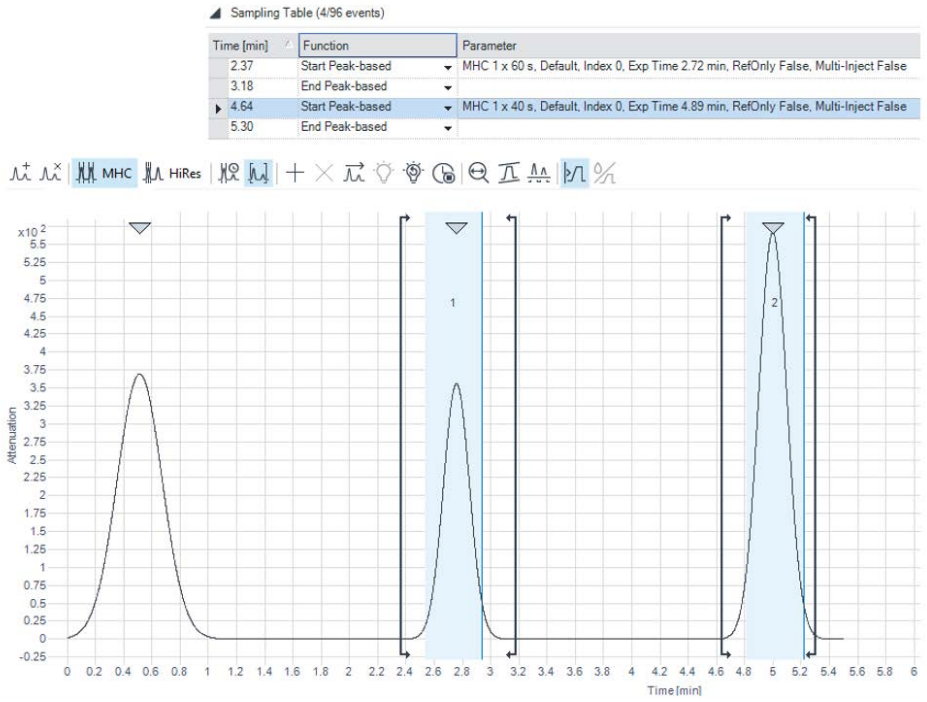


図 130　ピークベースモードの 2 つの選択したピークと対応するピークベースのサンプリングテーブル

注記

プレビューでピークベースのイベントを作成するには、追加アイコンを使用するか、プレビューのどこかを右クリックして、**［分画を追加］**を押します。

サンプリングテーブルで、ピークベース開始/終了イベントを追加することができます。201 ページの「ピークトリガーの使用」 を参照してください。

ピークベースの領域を調整するには、開始/終了ブラケットをつかんでプレビュー内を移動するか、サンプリングテーブル内の時間を調整します。

6　赤で示されているハイライト表示がある場合は、警告三角形にマウスのカーソルを合わせると、終了時間を調整する必要があることが示されます。終了時間を調整するには、ストップタイムボタンをクリックする必要があ

ります。ストップタイムが延長され、予想されるすべての分画を ^{2}D 分析できるようになります。

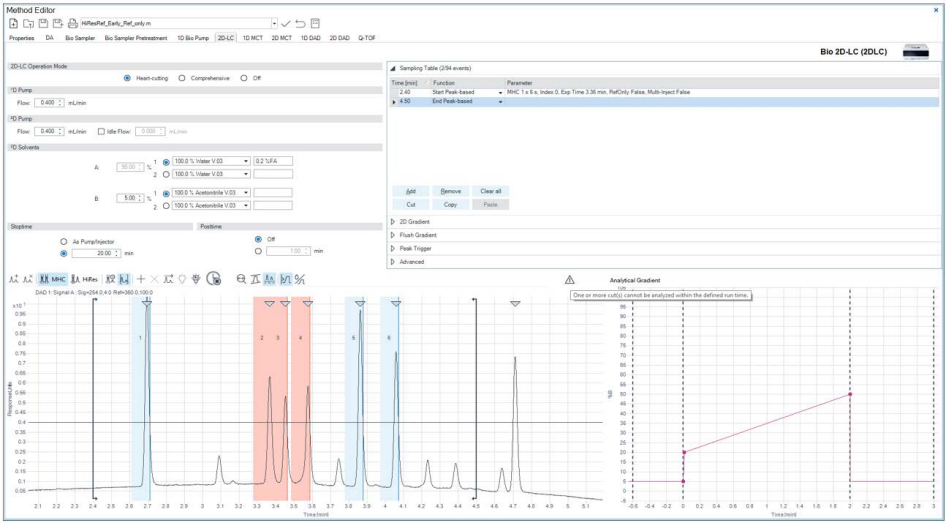


図 131　分画 3、4、5 が赤で示されています。警告三角形は、1 つまたは複数の分画が既定の分析時間内に分析できないことを示します

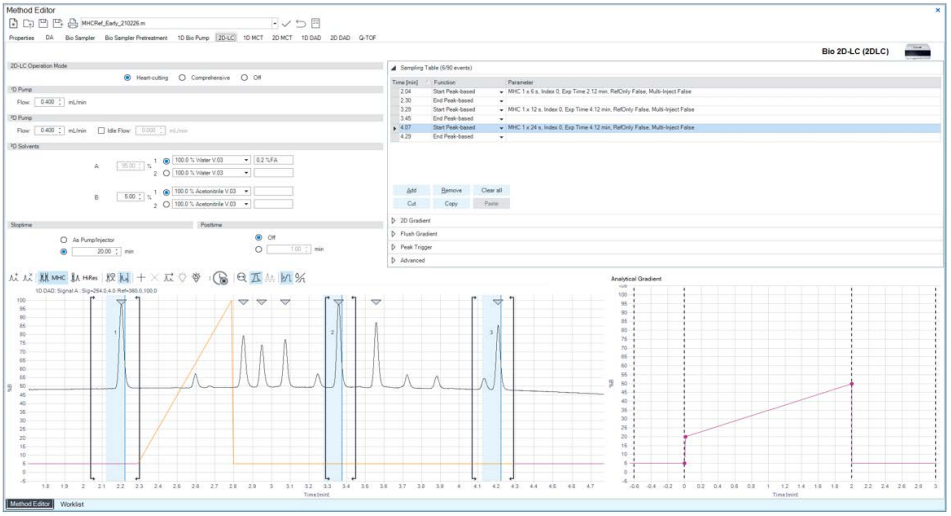


図 132　アップロードされたクロマトグラム（3つのピークベースの領域、MHC モード）の例

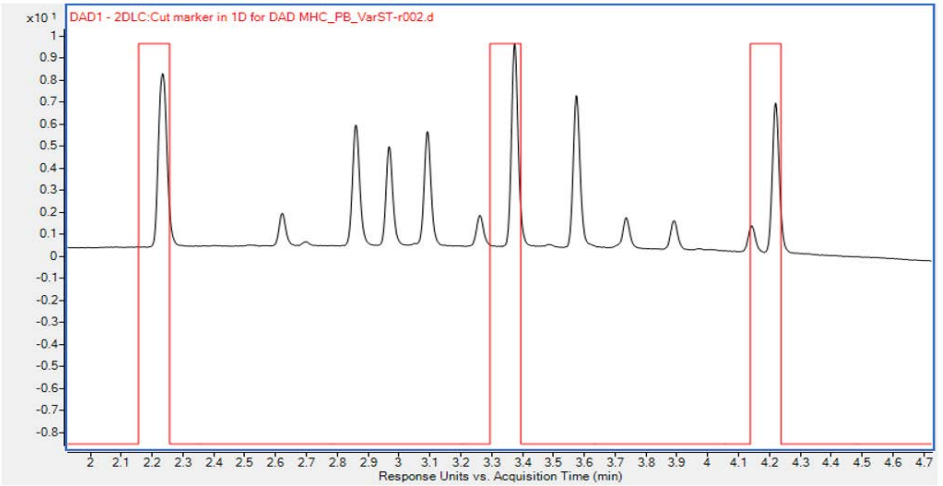


図 133　例では、MassHunter Qual の 1D クロマトグラムに表示された結果と分画マーカーを示しています

注記

この例は、予測に基づいています。結果が未知の測定（どのような結果になるかわからないケース）では、ストップタイムを長くする必要があります。

^{2}D グラジエントをグラフィカルに設定

1 ［分析グラジエント］プレビューに初期 ^{2}D グラジエントを読み込みます。

2 初期グラジエントを変更するには、紫色の線をダブルクリックします。

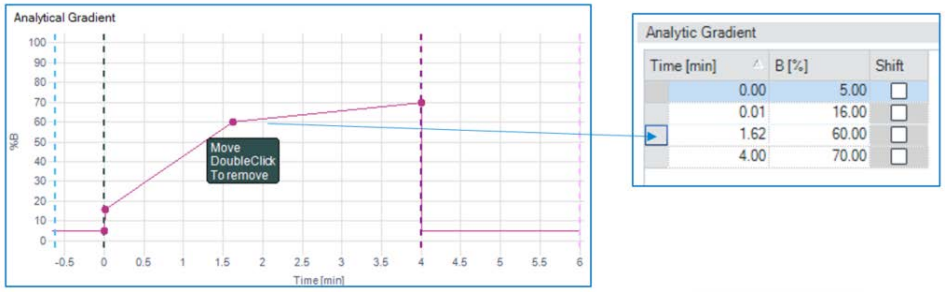


図 134　分析グラジエント

これにより、グラジエントポイントが線に追加されます（紫色のポイント）。このグラジエントポイントは移動できます。別のグラジエントポイントを追加するには、紫色の線を再度ダブルクリックします。

分析時間と平衡化時間を調整するには、対応する線を移動します。すべてテーブルによって取り込まれます。

3 Y 軸を %B 単位で表示するには、^{2}D グラジエント表示を有効にします。

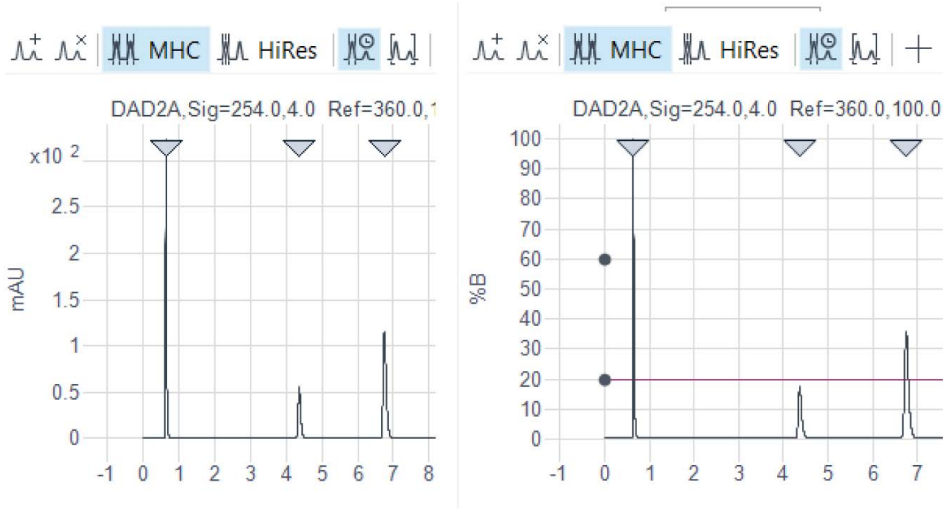


図 135　座標軸のラベル表示の変更

4  をクリックします。

これにより、スレッショルド線が有効になります。スレッショルドを調整するには、この線をつかんで上下にシフトします。これにより、ピークトリガー設定が更新されます。スレッショルド線にマウスのカーソルを合わせると、ピークシグナルとの交点にスロープも表示されます。

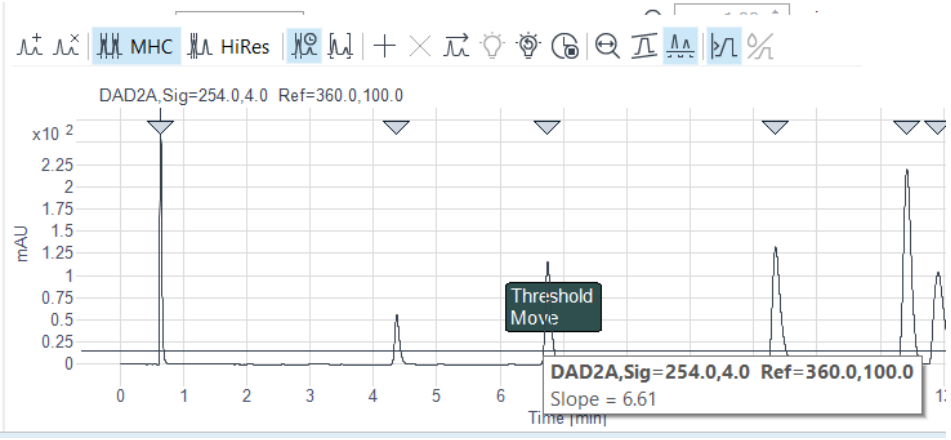


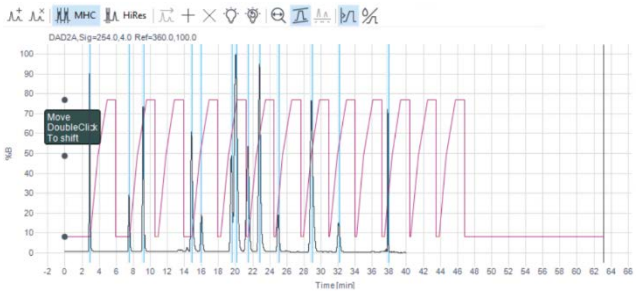
図 136　プレビューのスレッショルドの表示

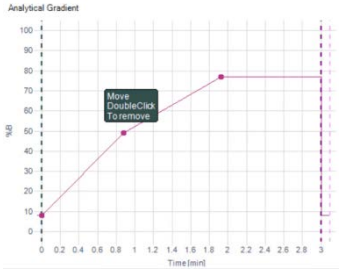
グラフィカルユーザーインターフェイスを使用した二次元目グラジエントの設定

グラフ上で、初期組成（%B）値、2^D ストップタイム、モジュレーション（繰り返し）時間など、^2D グラジエントを設定できます。

分析グラジエント

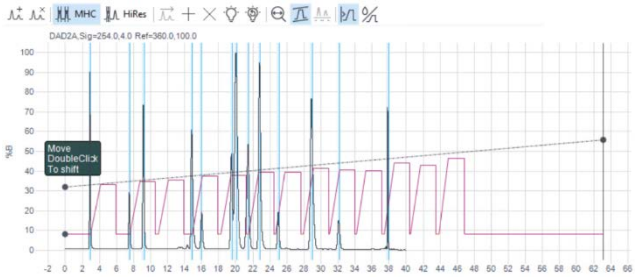
［分析グラジエント］の値をグラフ上で変更/調整することができます。プレビューで、マウスを使って黒丸の 1 つを選択し、上下に移動します。これらの変更により、テーブル内の**［分析グラジエント］**の設定が自動的に更新されます。**［分析グラジエント］**で線をダブルクリックすることにより、より多くのアンカーポイントを設定して、分析グラジエントを調整することができます。





^{1}D グラジエントシフト時間（^{2}D グラジエントをシフト）

シフトグラジエントの設定はグラフ上でも行えます。プレビューウィンドウの黒丸の 1 つをダブルクリックすると、点線が表示されます。これは、^{2}D シフトグラジエントを表します。黒丸を上下に移動することにより、^{2}D シフトグラジエントを ^{1}D 分析の異なる溶媒組成に合わせて調整できます。点線を再度ダブルクリックすることにより、より多くのアンカーポイントを設定して、シフトグラジエントを調整することができます。これらの変更により、テーブル内の［**^{1}D グラジエントシフト時間**］の設定が自動的に更新されます。

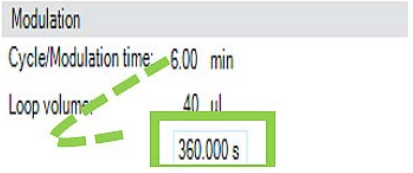


注記

［**HiRes**］連続分画内のシフトグラジエントは保護されますが、**HiRes** 続分画から連続分画へのシフトが可能です。

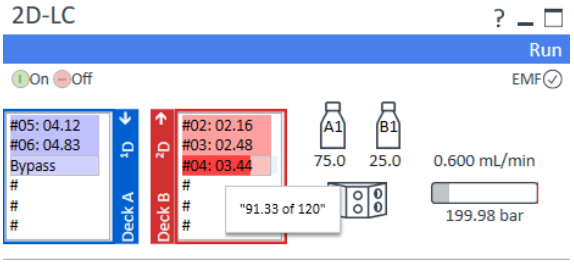
その他のモジュレーション情報

サイクルタイムや ASM フラッシュアウト時間にマウスのカーソルを合わせると、実際の時間が秒単位で表示されます（コンプリヘンシブモードの場合小数点以下 3 桁）。



2D-LC バルブのオンラインモニターの詳細

分析ループにマウスカーソルを合わせると経過時間と残りの時間が表示されます（秒単位）。オンラインの詳細については、166 ページの「2D-LC ユーザーインターフェイスでの 2D-LC バルブのオンラインモニター」 を参照してください。



その他の情報

マルチ注入

現在取り付けられているサンプリングループに適合しない広い 1D 領域（例：40 µL の容量）をサンプリングするには、HiRes が最適なメソッドです。これにより、^{2}D サイクル数が増加することを考慮に入れてください。マルチ注入では、一度に注入される HiRes グループを定義できます。つまり、ループの内容物が ^{2}D カラムに送られてから、1 つの ^{2}D グラジエントが分析に使用されます。

注記

HiRes 分画グループの最大数（タイムテーブルの 1 つの HiRes エントリーに対して実行できる分画数）は、マルチ注入かどうかにか関わらず、多くても 10 です。さらにデッキが空いた場合は、新しいグループの 5 つの HiRes 分画を確実に貯留することもできます。他のすべてはタイミング次第です。

1 HiRes グループを一度で注入するには、［マルチ注入］を選択します。

ループの内容物は、1 つの ^{2}D グラジエントが分析に使用される前に、^{2}D カラムに送られます。

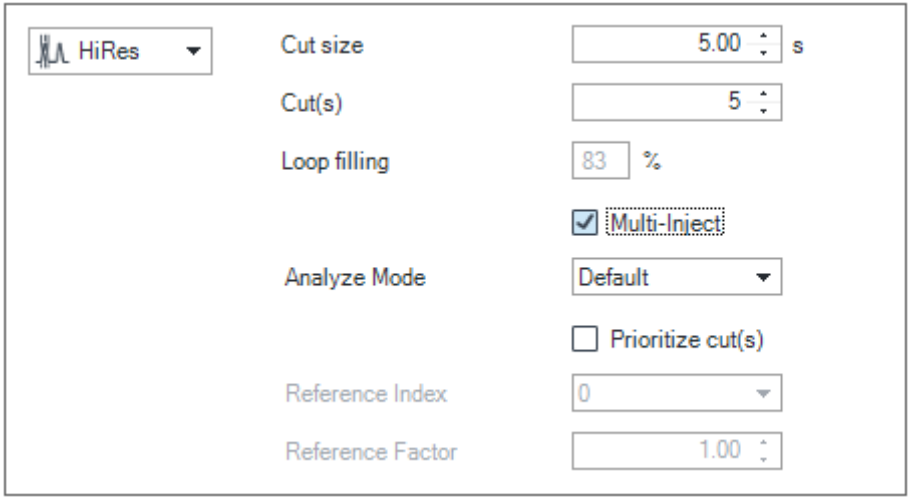


図 137　ハイレゾサンプリングのマルチ注入

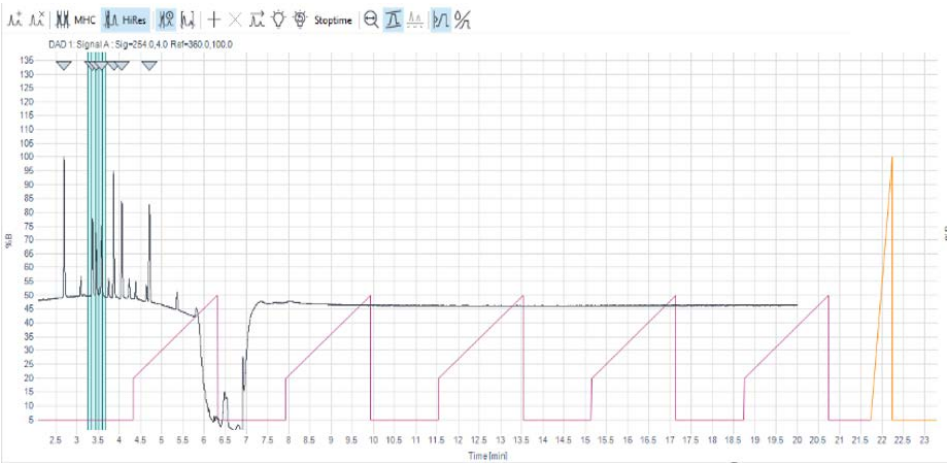


図 138　5 つの分析グラジエントを用いたハイレゾサンプリング（5 分画）の例

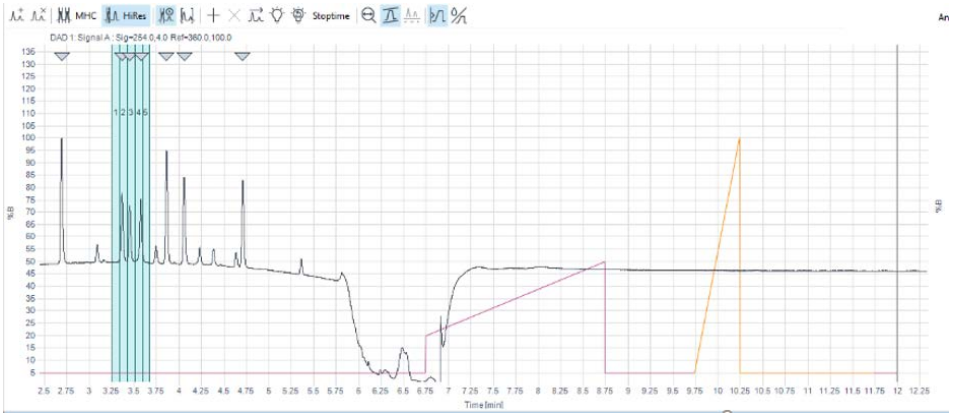


図 139　すべての分画に 1 つの分析グラジエントだけを用いたハイレゾサンプリング（5 分画）の例

注記

マルチ注入は、大きなサンプルループからの注入と同じように機能します。注入量が大きいと、^{2}D 分離に悪影響を及ぼす可能性があります。低いパーセントの B 溶媒から始めること、ASM を適用することによって、最適な ^{2}D リテンションを実現することを検討してください。このため、容量ベースのアイソクラティック（SEC など）にはマルチ注入はお勧めできません。

ダイナミックピークパーキング

場合によっては、パラメータの小さな変化がリテンションタイム（RT）の変化を左右する可能性があります。これは、たとえば、ペプチドなどの特定のタイプの分析対象物で発生する可能性があります。タイムベースの MHC 2D-LC 分析でのそのような影響を補正するためのソリューションとして、ダイナミックピークパーキングを使用します。「ダイナミックピークパーキング」では内部 RT 標準（IRTS）が使用されます。これは、ピークベースモードを使用して検出されます。この IRTS の「予想時間」が前または後にシフトすると、IRTS に結び付いている以降のタイムベースの分画も、それに応じて調整されます。

ハートカットモード用の IRTS 分析の設定

1 クロマトグラムをプレビューにアップロードします。

2 予想 IRTS がサンプリングされると予測されるように、UV スレッショルド（ピークトリガー）を定義します。「ピークベースの分析の設定方法」を参照してください。

3 この IRTS が予想されるピークベースの領域（ピークベースの開始/終了）を定義します。

これを実行するには、サンプリングテーブルを使用するか、プレビュー UI でアイコン（ピークベースプラスと MHC または HiRes）を選択し、目的のピーク（IRTS）の三角形をダブルクリックします。「ピークベースの分析の設定方法」を参照してください。

4 必要に応じて、開始/終了ブラケットをつかんでプレビュー内を移動するか、サンプリングテーブル内の時間を調整することにより、ピークベースの領域を調整します。

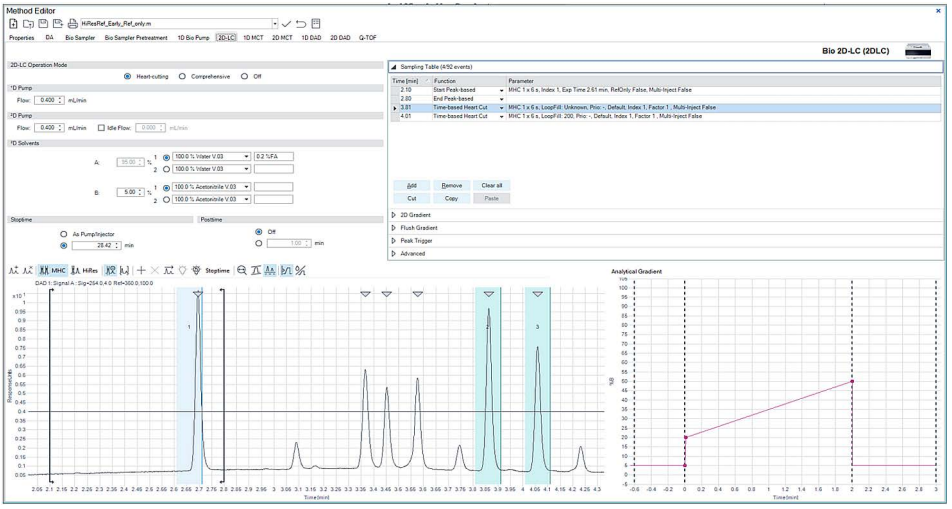


図 140　ピークベースのハートカット分析

5 サンプリングテーブルの IRTS の予想時間を確認します。これは、プレビューのピーク開始トリガーに対応します（スレッショルド線とピークのフロントの交点）。次に、IRTSのリファレンス指数値を定義します。これは、サンプルループテーブルに表示されます。この例のような最初の IRTS の場合、値は 1 です。

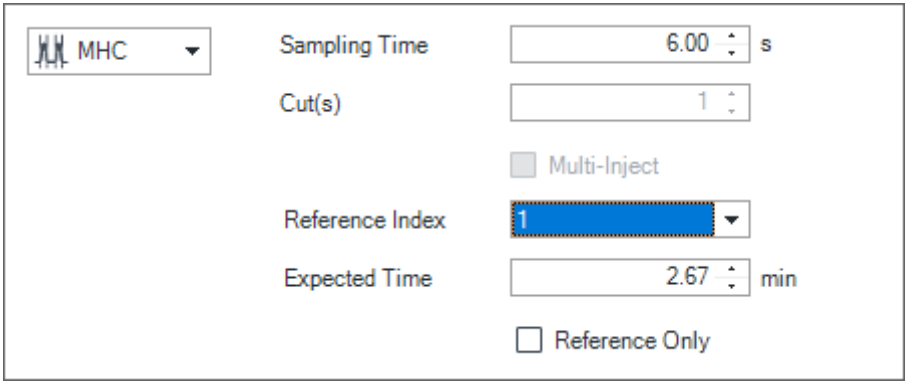


図 141　ピークベース MHC として定義された IRTS のパラメータ

注記 ［リファレンスのみ］フィールドをチェックしない限り、IRTS は 2D 分析されます。IRTS が検出され、タイムシフトが続くすべてのタイムベースの分画に適用されますが、IRTS は分析されません。

注記 IRTS を定義した後にスレッショルドを変更した場合は、予想時間を更新する必要があります。その場合、ピークベースの開始ブラケットをダブルクリックします。

注記 定義した領域の最初のピークが常にリファレンスピークとして使用され、**［リファレンスのみ］**を選択した場合には、範囲内にいくつあろうとピークは貯留されません。

6 IRTS に対してリファレンス指数を定義した場合は、続くすべてのタイムベースの分画はそのリファレンス指数値を自動的に取得し、この指数で IRTS に関連付けられます。

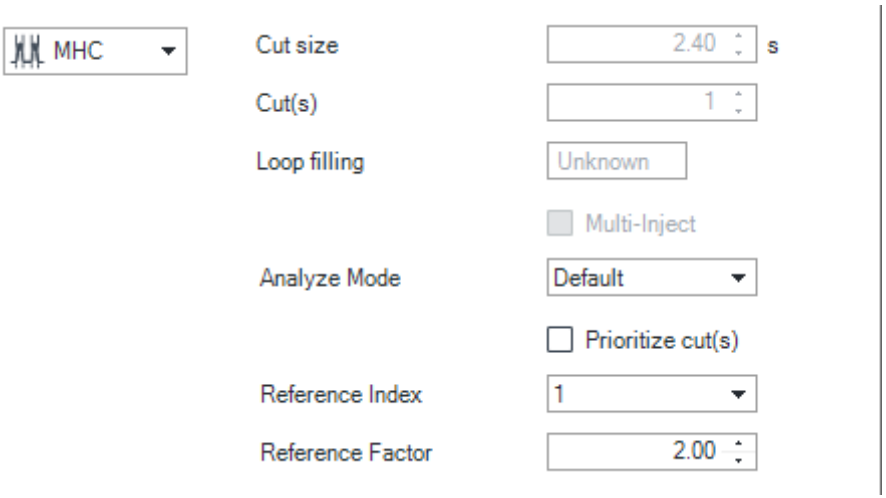


図 142　リファレンス指数 1、リファレンス係数 2 の場合のタイムベースの分画

リファレンス係数の標準値 1 は、単純な線形シフトに有効です。リファレンス係数をより正確に決定するためには、測定をする必要があります（たとえば、係数 2 で 1 min シフトすると、タイムベースのピークは 2 min シフトします）。

ダイナミックピークパーキングの設定例

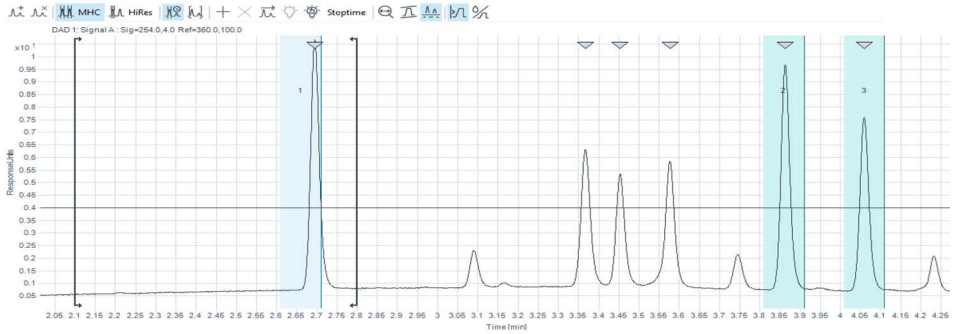


図 143　動的分画シフトの設定の例図

表 20　IRTS

ピークベースの開始：	2.10 min
ピークベースの終了：	2.80 min
予想時間：	2.67 min

IRTS の最大シフトは 0.57 min です。つまり、ピークベースの領域の終わりは 2.80 min で、IRTS に基づいた次のタイムベースの分画は 2.8 + 0.57 = 3.37 min に配置できます。

注記

タイムベースの分画がフロントにシフトし、ピークベースの領域（ブラケット）に入ると、動的分画シフトは機能しません。

IRTS と動的分画シフトによって分析中に発生する変動を補正する方法の例を以下に示します。

以下のクロマトグラムは、MassHunter 定量分析ソフトウェア から得た結果を示しています。一番上の 1D クロマトグラムは、メソッドのベースとなった元のリファレンスクロマトグラムです。真ん中の 1D クロマトグラムは、RF シフトを示しています。

下の分画マーカーの画像からは、タイムベースの分画がそれに応じて動的にシフトされたことがわかります。

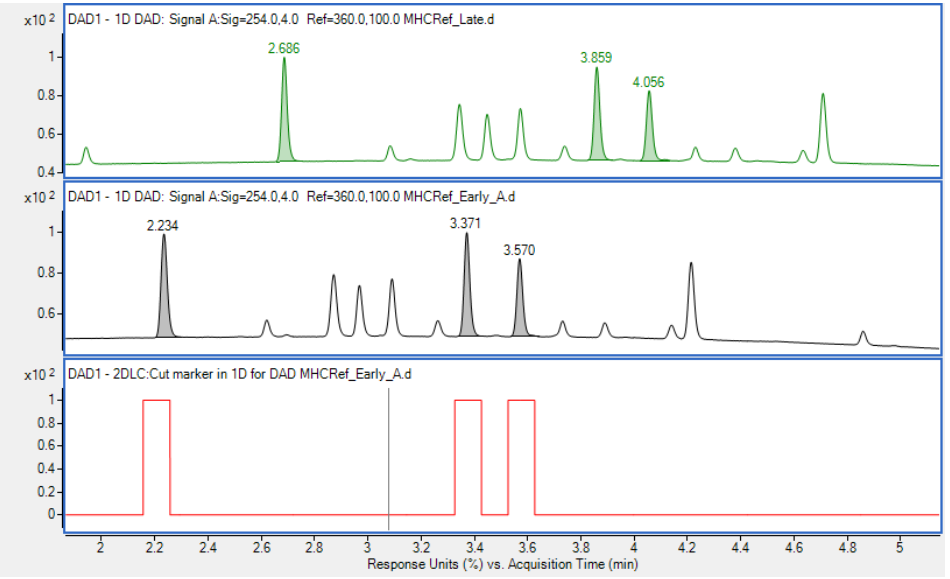


図 144　システムによって補正される IRTS（2.686 min）から先の RT（2.234 min）へのシフト

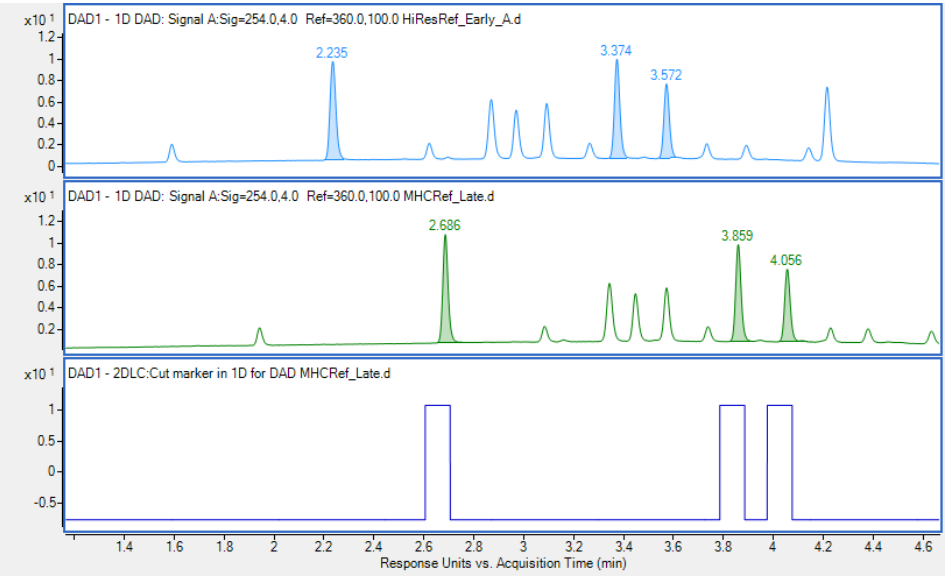


図 145　システムによって補正される IRTS（2.235 min）から後の RT（2.686 min）へのシフト

モジュレーション情報

サイクルタイムや ASM フラッシュアウト時間にマウスのカーソルを合わせると、実際の時間が秒単位で表示されます。コンプリヘンシブモードの場合、小数点以下 3 桁の表示になります。

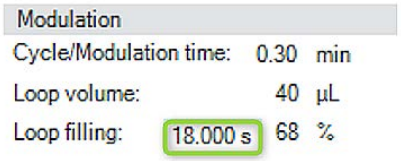


図 146　モジュレーション

注記

正確なモジュレーションタイム（LCxLC）をサードパーティー製のデータ解析システムに転送する際の丸め誤差を回避するためには、小数点以下 3 桁を使用します。

2D-LC バルブオンラインモニタリング

分析ループにマウスカーソルを合わせると経過時間と残りの時間が表示されます（秒単位）。

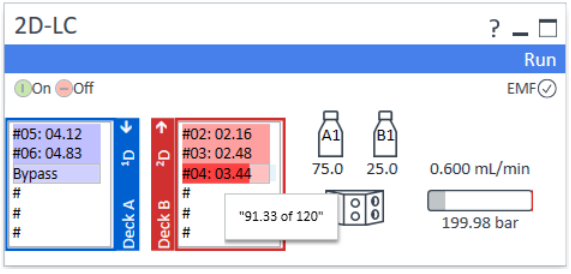


図 147　ユーザーインターフェイスでの 2D-LC オンラインモニター

7 ASM（Active Solvent Modulation）のメソッド開発

ASM（Active Solvent Modulation）のメソッド開発　242
メソッドパラメータ　243
ASM キャピラリーを使用して希釈率を最適化　244
サンプルループ フラッシュの最適化　245
ASM フェーズを 2D グラジエントへ組み込み　246
メソッド設定による希釈の最適化　247

この章では、ASM（Active Solvent Modulation）を使用する場合のメソッドの開発方法に関する情報を提供します。

ASM（Active Solvent Modulation）のメソッド開発

ASM メソッド開発は、最高の 2D 分離度を最小のサイクルタイムで実現するために、サンプルループの 1D 溶媒の最適な希釈率を見つけるのに役立ちます。

ASM 機能をオンにしたら（243 ページの「メソッドパラメータ」を参照）、以下の順序で手順を実行します。

- 244 ページの「ASM キャピラリーを使用して希釈率を最適化」
- 245 ページの「サンプルループ フラッシュの最適化」
- 246 ページの「ASM フェーズを 2D グラジエントへ組み込み」
- 247 ページの「メソッド設定による希釈の最適化」

メソッドパラメータ



図 148　ループのフラッシュと ASM（Active Solvent Modulation）

2D-LC メソッドパラメータの詳細設定により、ASM 機能の使用のオン/オフを切り替えることができます。

- このオプションをオフにした場合、希釈なしの標準 2D-LC バルブとして機能します。
- このオプションをオンにした場合、ASM フェーズ中にサンプルループをフラッシュする頻度を設定できます。

ASM キャピラリーを使用して希釈率を最適化

最高の結果を得るには、4 つの異なる ASM キャピラリーを適切に選択する必要があります。サンプルループの 1D 溶媒の希釈率は、長いキャピラリーでは低くなり、短いキャピラリーでは高くなります。さまざまな ASM キャピラリーを取り付けてコンフィグレーションしてください。結果を最適化するためには、75 ページの「2D-LC バルブ、ASM（G4243A）の接続」 を参照してください。

表 21　使用可能な ASM キャピラリーとプロパティ

キャピラリー部品番号	長さ（mm）	内径（mm）	容量（µl）	ASM ファクタ	スプリット比（ループ：ASM）
5500-1300	85	0.12	0.96	5	1:4
5500-1301	170	0.12	1.9	3	1:2
5500-1302	340	0.12	3.8	2	1:1
5500-1303	680	0.12	7.7	1.5	1:0.5



サンプルループ フラッシュの最適化

ソフトウェアで ASM をアクティブ化し、サンプルループのフラッシュを 3.0 回に設定します。



図 149　ループのフラッシュと ASM（Active Solvent Modulation）

注記

通常は、サンプルループを 3 回フラッシュすれば十分です。これは推奨されるデフォルト値です。これより少なくても十分な場合もあり、最適化中に検証できます。ユーザーインターフェイスには、これにかかる時間が表示されます。

ASM フェーズを ^{2}D グラジエントへ組み込み

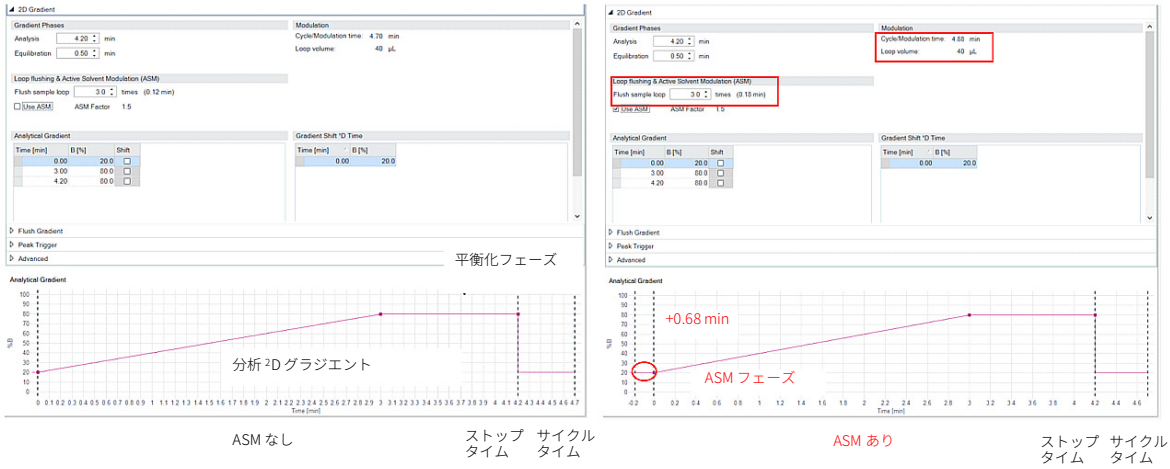


図 150　^{2}D グラジエントテーブルのプログラミング（例）

ASM フェーズ中の希釈には時間がかかります。そのため、ASM フェーズでは、分析グラジエントの開始がシフトされます。

たとえば、0.68 min の ASM フェーズ（選択した ASM キャピラリー、フラッシュ係数、^{2}D 流量に基づく）では、ASM なしの ^{2}D グラジエントと比べると、すべての時間が 0.68 min だけシフトされます。

- グラジエントはその後終了します
- ^{2}D サイクルタイムもそれに応じて増加します
- ［**ASM 使用**］によって ASM フェーズが自動的に追加されました
- 実際のグラジエントおよび ASM フェーズが発生する前に、ソフトウェアによって実行されます

このルールは、シフトグラジエント手順にも適用されます（該当する場合）。

メソッド設定による希釈の最適化

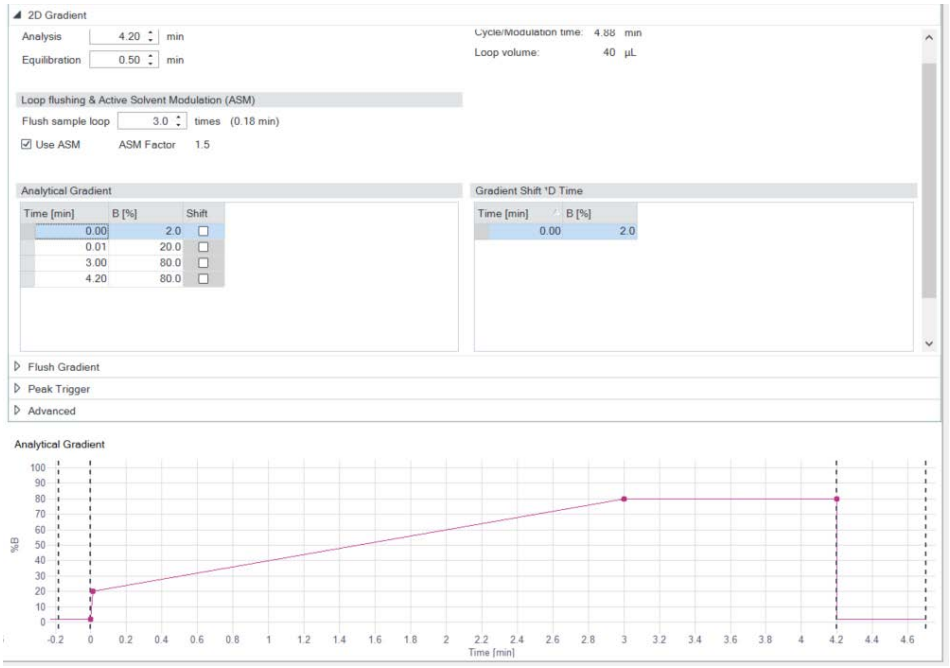


図 151　ASM フェーズとカラム平衡化フェーズの B のパーセントを低くすることによる分離の最適化（例）

^{2}D カラムの前に希釈率を上げるための元のグラジエントに対して、分離を最適化するために、ASM フェーズとカラム平衡化フェーズの B のパーセントを低くすることもできます。

たとえば元の分析グラジエントが 20 % B から始まる場合、たとえば 2 % B の ASM フェーズを使用することにより、^{1}D 溶媒を ASM フェーズ中によりしっかり希釈することもできます。そのためには、グラジエント開始条件を変更し、ASM フェーズ用に 2D グラジエントテーブルに 1 行追加します。分析グラジエントの開始点は変わりません。平衡化フェーズの溶媒組成は自動的に開始条件まで低減されます。

分画サイズの小さいハイレゾサンプリングを適用します。分画サイズが小さいと、^{1}D から ^{2}D への溶媒のトランスファーボリュームが減少するため、溶媒の適合性や 2D 分離度がさらに向上する可能性があります。

8 システムの実行

システムの測定開始手順の概要　249
2D-LC システムの準備　250
2D-LC システムのコンフィグレーション　251
チェックアウト手順　254
測定の準備　256
測定の実行　258
マルチハートカット（2D-LC）のチェックアウト手順の実行　258
ハイレゾ（LC-LC）のチェックアウト手順の実行　263
コンプリヘンシブ（LCxLC）のチェックアウト手順の実行　269

この章では、Agilent 1290 Infinity II 2D-LC ソリューションを、ドライバーベースの 2D-LC ソリューションを用いて、標準ハートカット、マルチハートカット、ハイレゾサンプリング、コンプリヘンシブ 2D-LC の各モードで実行する方法を説明します。

システムの測定開始手順の概要

手順では、システムの 2D-LC キャピラリーについて説明します。また、ユーザーが特定の分析作業のためメソッドを開始できるように支援します。また、最も重要な設定や分析機能について紹介します。

この手順で説明するサンプルの測定には、UV 検出器とマススペクトロメータを用いることができます。フルパッケージにはスターターサンプルを分析するためのメソッドが付属しているので、チェックアウト手順を確認でき、スムーズな導入が可能です。付属のメソッドでは、ピークは一次元目で共溶出し、二次元目で分離されます。

Agilent 1290 Infinity II 2D-LC ソリューションには、（マルチ）ハートカットやコンプリヘンシブ 2D-LC の導入に必要な部品がすべて付属しています。

注記

システムの準備やチェックアウトの実行に関するメソッドが Agilent 2D-LC ソフトウェアのデータメディアに収録されているので、推奨される Infinity II システムコンフィグレーションをご確認ください。考えられるすべてのコンフィグレーションをここで紹介できるわけではありません。このため、必要に応じて、これらのメソッドを他のコンフィグレーションやモジュールに適合させてください。

2D-LC システムの準備

LC 用の 2D-LC システムの準備

良い準備をするためのガイドとして、ヘルプの指示や“Good Laboratory Practice for HPLC”に書かれている提案を参照してください。

1 安定したシステムになるように、Agilent HPLC 機器をコンディショニングします。

2 詳細については、『Agilent LC システム使用上の注意』（SD-29000194 Rev. B）、または各モジュールのユーザーマニュアルを参照してください。

MS 用の 2D-LC システムの準備

イオン源パラメータは、使用する移動相の組成と流量によって異なります。このため、通常は、LC 条件を決定したら、マススペクトロメータを再チューニングするのが有用です。

1 オートチューニングを実行します。

2 測定を開始する前にイオン源をクリーンにし、LC 流路を洗い流すためには、LC-MS グレードの溶媒と試薬を使用します。

これにより、最適な感度を実現し、再現性を高め、多くの一般的な問題を回避することができます。

3 イオン源温度、ドライガス温度、ガス流量などの追加パラメータを確認します。

これらのパラメータは分析中に調整できますが、分析を開始する前に最適化しておいてください。

4 LC-MS の詳細については、各モジュールのユーザーマニュアル、ユーザーガイド、手順書などのドキュメントを参照してください。

2D-LC システムのコンフィグレーション

必須要件

ドライバーベースの 2D-LC ソリューション用です。少なくとも、2D-LC ソフトウェアは以下の CDS バージョンが必要です。

- Agilent OpenLab CDS 2.7

ファームウェアやドライバーなどの詳細については、47 ページの「互換性一覧」 を参照してください。

2D-LC ハードウェアのコンフィグレーション

2D-LC バルブとキャピラリー接続を確認してください。

1 2D-LC バルブポートの正しい配管については、73 ページの「2D-LC バルブ、標準（G4236A）の接続」、75 ページの「2D-LC バルブ、ASM（G4243A）の接続」、または 2D-LC オンラインヘルプを参照してください。

2D-LC バルブの推奨される配管は、シングルループを用いた 2D-LC セットアップとマルチハートカット（MHC）バルブを用いた2D-LCセットアップ、並流モードと向流モードとで異なります。

表 22　2D-LC モード用のハードウェアセットアップ

2D-LC モード	ハードウェアセットアップ
標準ハートカット	• 1 つのシングルループを備えた 2D-LC バルブ • 2 つのシングルループを備えた 2D-LC バルブ • 2 つの MHC バルブを備えた 2D-LC バルブ（それぞれ 6 つのサンプルループを搭載） • 2 つの MHC バルブを備えた 2D-LC ASM バルブ（それぞれ 6 つのサンプルループを搭載）
MHC または HiRes	• 2 つの MHC バルブを備えた 2D-LC バルブ（それぞれ 6 つのサンプルループを搭載） • 2 つの MHC バルブを備えた 2D-LC ASM バルブ（それぞれ 6 つのサンプルループを搭載）
コンプリヘンシブ	• 2 つのシングルループを備えた 2D-LC バルブおよび 2 つの MHC バルブを備えた 2D-LC バルブ（それぞれ 6 つのサンプルループを搭載） • 2 つの MHC バルブを備えた 2D-LC ASM バルブ（それぞれ 6 つのサンプルループを搭載）

注記 40 µL サンプルループは、データメディアのメソッドではデフォルトのセットアップの一部です。

注記 1 つのシングルループを備えた 2D-LC バルブのセットアップは、Bio ProtA-Sec キットなどの特別なアプリケーションにのみ使用します。

詳細については、バイオアプリケーションに関するドキュメントを参照してください。

注記 推奨されるシステムコンフィグレーションの準備およびチェックアウトの実行に関するメソッドは、Agilent 2D-LC ソフトウェアのデータメディアに収録されています。

考えられるすべてのコンフィグレーションをここで紹介できるわけではありません。このため、必要に応じて、これらのメソッドを他のコンフィグレーションやモジュールに適合させてください。

2D-LC ソフトウェアのコンフィグレーション

1 2D-LC ソリューションを **2D-LC クラスター**としてコンフィグレーションします。143 ページの「2D-LC クラスターのコンフィグレーション」 を参照してください。

2 サンプルループ、トランスファーキャピラリー、ASM キャピラリーなど（該当する場合）の個々コンポーネントが正しく選択されているか確認するには、コンテキストメニューの **[変更]** 機能を使用します。

必要に応じて選択を修正します。

3 付属のリファレンスメソッドを読み込みます。

注記 2D メソッドではなく、1D メソッドを読み込んで使用したい場合は、2D-LC モードが無効になっていることを確認します。

注記 推奨される Infinity II システムコンフィグレーションのシステムの準備およびチェックアウトの実行に関するメソッドは、Agilent 2D-LC ソフトウェアのデータメディアに収録されています。

その他のコンフィグレーションおよびモジュールには、メソッドを適用する必要があります。

4 分析を開始する前に、モード（ハートカットまたはコンプリヘンシブ）およびメソッドの他のすべての重要なパラメータを確認してください。

注記

ポンプ以外のすべてのユニットに対して、ストップタイムとしてポンプ設定を用いる必要があります。

チェックアウト手順

チェックアウト手順では、2D-LC スターターサンプル × 1 2 mL (5190-6895)が必要です。以下の成分が含まれています。

表 23　5190-6895 の成分

分析対象物	CAS#
アトラジン	001912-24-9
アトラジン-デスエチル	006190-65-4
クロロトルロン	015545-48-9
ジウロン	000330-54-1
ヘキサジノン	051235-04-2
リニュロン	000330-55-2
メタザクロール	067129-08-2
メタベンズチアズロン	018691-97-9
メトブロムロン	003060-89-7
メトクスロン	019937-59-8
ニフェジピン	021829-25-4
ニモジピン	066085-59-4
プロメトリン	007287-19-6
セブチラジン	007286-69-3
テルブチラジン	005915-41-3
セブチラジン-デスエチル	030125-63-4

ここで説明するメソッドパラメータは、以下のハードウェアコンフィグレーション向けに最適化されています。

表 24 最適なメソッドパラメータ向けのハードウェアコンフィグレーション

	^{1}D	2D-LC	^{2}D
LC	ALS	2D-LC ASM バルブと 2 つの MHC バルブを備えたユニバーサルドライバ	
	ポンプ		ポンプ
	MCT		MCT
	UV 検出器		UV 検出器
LC-MS			ハイエンドのマススペクトロメータ

測定の準備

必要な部品:

部品番号	説明
5190-6895	2D-LC スターターサンプル × 1 2 mL
G2453-85060	試薬グレードのギ酸 5 mL（5 cc）
685775-902	Poroshell SB-C18、2.1 x 100 mm、 2.7 µm [1]D（ESZ サービス用）
699968-301	Poroshell 120 Bonus-RP、3.0 x 50 mm、 2.7 µm [2]D（ESZ サービス用）

必要なハードウェア:

さまざまなハードウェアコンフィグレーションが可能です。58 ページの「オプション」 を参照してください。

必要な準備:

移動相用の以下の溶媒が使用可能であることを確認してください。

- 1D：
  - A＝水＋ 0.2 % 試薬グレードのギ酸 5 mL（ 5 cc） (G2453-85060)
  - B＝メタノール
- 2D：
  - A＝水＋ 0.2 % 試薬グレードのギ酸 5 mL（ 5 cc） (G2453-85060)
  - B＝アセトニトリル

注記

古いカラムには既存のセットアップを使用し、新しいカラムにはイージースタートキットを使用することをお勧めします。

標準 LC 用の 1.2 mL サンプル（1:10）の準備

1 1080 µL の希釈溶媒を準備するには、216 µL のメタノールを 864 µL の移動相 A に追加します。1080 µL の希釈溶媒（20 % のメタノールを含む移動相 A）が準備されます。

または

3600 µL の希釈溶媒を準備するには、720 µL のメタノールを 2880 µL の移動相 A に追加します。3600 µL の希釈溶媒（20 % のメタノールを含む移動相 A）が準備されます。

2 1.2 mL のサンプル（1:10）を準備するには、120 µL の 2D-LC スターターサンプルを 1080 µL の希釈溶媒に加えます。

または

4.0 mL のサンプル（1:10）を準備するには、400 µL の 2D-LC スターターサンプルを 3600 µL の希釈溶媒に加えます。

2D-LC Starter サンプルを 1:100 に希釈

1 100 µL 2D-LC サンプル（1:10）＋ 900 µL の希釈溶媒＝1000 µL（1:100）

2D-LC Starter サンプルを 1:1000 に希釈

1 100 µL 2D-LC サンプル（1:100）＋ 900 µL の希釈溶媒＝1000 µL（1:1000）

注記

2D-LC アドオンソフトウェア ソリューションについては、アドオンソフトウェアのユーザーマニュアルを参照してください。

測定の実行

マルチハートカット（2D-LC）のチェックアウト手順の実行

さまざまなハードウェア構成でチェックアウトが可能です。60ページ表6 を参照してください。オプションの一部を紹介しています。例として、ここでは255ページ表24 を使用します。

以下のパラメータは、この標準構成用に最適化されています。パラメータはご使用のシステムと多少異なる場合があります。測定を実行し、結果からご使用のセットアップに合わせてメソッドを編集または最適化します。

表 25　MHC 2D-LC の ^{1}D（HPLC）における推奨条件

パラメータ	値
^{1}D カラムコンパートメント（MCT）	
カラム	Poroshell SB-C18、 2.1 x 100 mm、 2.7 µm (685775-902)
カラム温度	40 °C
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし
^{1}D ポンプ	
移動相 A	水＋0.2 % ギ酸
移動相 B	メタノール
流量	0.5 mL/min
移動相のグラジエント：	0 min - 45 % B 7 min - 54 % B 8 min - 90 % B
オートサンプラ	
注入量	2 µL （標準 LC 1:10） 0.5 µL ポジティブモード（LCMS）、使用する LCMS に応じて 1:100 または 1:1000 に希釈

表 25 MHC 2D-LC の ^{1}D（HPLC）における推奨条件

パラメータ	値
ニードル洗浄	フラッシュポート、10 s、アセトニトリル/水（50/50）またはメタノール/水（50/50）
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし
^{1}D 検出器（DAD）	
ダイオードアレイ検出器シグナル A	254 nm、BW 4 nm、リファレンス 360 nm、BW 100 nm シグナルピーク幅 20 Hz
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし
ピークトリガー	
ピーク検出モード	スレッショルド
スレッショルド	100 mAU 1:10 のサンプルを使用する UV システムの場合は、他のサンプルについてもスレッショルドを相応に調整します

表 26 マルチハートカットの ^{2}D（HPLC）における推奨条件

パラメータ	値
2D-LC バルブ	
	MHC（40 µL のサンプル、トランスファーキャピラリーを使用、ASM ファクタなし）
^{2}D カラムコンパートメント（MCT）	
カラム	Poroshell 120 Bonus-RP、 3.0 x 50 mm、 2.7 µm (699968-301)
カラム温度	40 °C
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし
^{2}D ポンプ	
操作モード	ハートカット（ピークベース）

表 26 マルチハートカットの 2D（HPLC）における推奨条件

パラメータ	値
移動相 A	水＋0.2 % ギ酸
移動相 B	アセトニトリル
流量	1 mL/min
待機流量	使用しない
ストップタイム	10 min （2D のピークが検出されない場合、自動延長無し）
ポストタイム	3 min
サンプリングテーブル	2.7 min、ピークベース開始、MHC サンプリング時間： 6 s 3.7 min、ピークベース終了 分画時間（MHC）は、コンフィグレーションや使用するハードウェアによって多少異なります。
2D サイクルタイム	分析 1.50 min、平衡化 0.70 min
2D グラジエント	0 min - 10 %B シフト 7 min - 30 % B 1.50 min - 60 % B
フラッシュグラジエント	0 min - 10 %B 0.05 min - 80 % B 0.8 min - 80 % B 時間：0.8 min、平衡化： 0.7 min
2D検出器（DAD）	
ダイオードアレイ	254 nm、BW 4 nm、リファレンス 360 nm、BW 100 nm シグナルピーク幅 80 Hz
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし

表 27 ^{2}D (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
イオン源	大気圧エレクトロスプレー（デュアル AJS ESI）[1]
イオンモード	デュアル AJS ESI
イオン極性	ポジティブ
ストレージモード	両方またはセントロイド（推奨）
LCMS ストリーム	MS
測定モード	測定モード MS1、範囲 50〜500（m/z）、スキャン速度（スペクトル/秒） 3
機器パラメータ	**イオン源パラメータ**
ガス温度	250 °C
ガス流量	11 L/min
ネブライザー	40 psig
シースガス温度	350 °C
シースガス流量	12 L/min
スキャンセグメント	1
	スキャンイオン源パラメータ
Vcap	3500 V
ノズル電圧	300 V
フラグメンター	120
スキマー 1	45
オクタポール RF ピーク	750
	リファレンス質量
リファレンス質量有効	有効

表 27 2D (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
ボトル A リファレンスネブライザーを使用	True
リファレンスネブライザー	0 psig
	自動リキャリブレーション
平均スキャン	1
検出ウィンドウ（ppm）	100 ppm
最小高さ	1000 カウント
	リファレンス質量
	ポジティブ
	121.05087300
	922.00979800
	クロマトグラム
	クロマトタイプラベル、オフセットの Y 軸範囲
	TIC TIC 1510000000
	TIC TIC 1510000000
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし

1 デュアル AJS ESI 以外のイオン源については、流量の調整が必要な場合があります

表 28 2D シングル四重極 (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
ESI イオン源パラメータ	ハイエンドの MS パラメータと同様
ピーク幅	0.06 min

表 28 ^{2}D シングル四重極 (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
SCAN	m/z 100 – 500 ポジティブモード
ドウェルタイム	200 ms

1 2D-LC データメディアからメソッド［**Multiple Heart-Cutting Checkout**］を読み込み、ご使用のマルチハートカット コンフィグレーション向けに設定を変更します。
2 2D-LC スターターサンプル × 1 2 mL (5190-6895)を使用してメソッドを実行します（メタノール/水（20/80；v/v、0.1 % のギ酸を含む）で 1:10（UV チェックアウト用）、1:100（LCMS チェックアウト用）、または 1:1000（LCMS チェックアウト用）に希釈します）。
3 必要に応じて、続けてメソッドを編集または最適化します。

ハイレゾ（LC-LC）のチェックアウト手順の実行

さまざまなハードウェア構成でチェックアウトが可能です。60ページ表6 を参照してください。オプションの一部を紹介しています。例として、ここでは255ページ表24 を使用します。

以下のパラメータは、この標準構成用に最適化されています。パラメータはご使用のシステムと多少異なる場合があります。測定を実行し、結果からご使用のセットアップに合わせてメソッドを編集または最適化します。

表 29 HiRes 2D-LC の ^{1}D（HPLC）における推奨条件

パラメータ	値
^{1}D カラム コンパートメント（MCT）	
カラム	Poroshell SB-C18、 2.1 x 100 mm、 2.7 µm (685775-902)
カラム温度	40 °C
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし
^{1}D ポンプ	

表 29 HiRes 2D-LC の ^{1}D（HPLC）における推奨条件

パラメータ	値
移動相 A	水＋0.2 % ギ酸
移動相 B	メタノール
流量	0.5 mL/min
移動相の グラジエント：	0 min - 45 % B 7 min - 54 % B 8 min - 90 % B 10 min - 90 % B 10.1 min - 45 % B
オートサンプラ	
注入量	2 µL（標準 LC 1:10） 0.5 µL ポジティブモード（LCMS）、使用する LCMS に応じて 1:100 または 1:1000 に希釈
ニードル洗浄	フラッシュポート、10 s、アセトニトリル/水（50/50）またはメタノール/水（50/50）
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし
^{1}D検出器（DAD）	
ダイオードアレイ検出器シグナル A	254 nm、BW 4 nm、リファレンス 360 nm、BW 100 nm シグナルピーク幅 20 Hz
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし
ピークトリガー	
ピーク検出モード	スレッショルド
スレッショルド	100 mAU

表 30 HiRes 2D-LC の ^{2}D（HPLC）における推奨条件

パラメータ	値
2D-LC バルブ	
	MHC（40 µL のサンプル、トランスファーキャピラリーを使用、ASM ファクタなし）
^{2}D カラムコンパートメント（MCT）	
カラム	Poroshell 120 Bonus-RP、 3.0 x 50 mm、 2.7 µm (699968-301)
カラム温度	40 °C
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし
^{2}D ポンプ	
操作モード	ハートカット（タイムベース）
移動相 A	水＋0.2 % ギ酸
移動相 B	アセトニトリル
流量	1 mL/min
待機流量	使用しない
ストップタイム	18 min （2D のピークが検出されない場合、自動延長無し）
ポストタイム	オフ
サンプリングテーブル	3.22 min、タイムベースのハートカット、HiRes 5 x 3.8 s、ループ充填 79 % 分画時間（HiRes）は、コンフィグレーションや使用するハードウェアによって多少異なります。
^{2}D サイクルタイム：	分析 1.50 min、平衡化 0.70 min
^{2}Dグラジエント：	0 min - 10 %B シフト 7 min - 30 % B 1.50 min - 60 % B

表 30 HiRes 2D-LC の ^{2}D（HPLC）における推奨条件

パラメータ	値
フラッシュグラジエント	0 min - 10 %B 0.05 min - 80 % B 0.8 min - 80 % B 時間：0.8 min、平衡化： 0.7 min
^{2}D検出器（DAD）	
ダイオードアレイ	254 nm、BW 4 nm、リファレンス 360 nm、BW 100 nm シグナルピーク幅 80 Hz
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし

表 31 ^{2}D (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
イオン源	大気圧エレクトロスプレー（デュアル AJS ESI）[1]
イオンモード	デュアル AJS ESI
イオン極性	ポジティブ
ストレージモード	両方またはセントロイド（推奨）
LCMS ストリーム	MS
測定モード	測定モード MS1、範囲 50～500（m/z）、スキャン速度（スペクトル/秒） 3
機器パラメータ	**イオン源パラメータ**
ガス温度	250 °C
ガス流量	11 L/min
ネブライザー	40 psig
シースガス温度	350 °C
シースガス流量	12 L/min
スキャンセグメント	1

表 31 ^{2}D (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
	スキャンイオン源パラメータ
Vcap	3500 V
ノズル電圧	300 V
フラグメンター	120
スキマー 1	45
オクタポール RF ピーク	750
	リファレンス質量
リファレンス質量有効	有効
ボトル A リファレンスネブライザーを使用	True
リファレンスネブライザー	0 psig
	自動リキャリブレーション
平均スキャン	1
検出ウィンドウ（ppm）	100 ppm
最小高さ	1000 カウント
	リファレンス質量
	ポジティブ
	121.05087300
	922.00979800
	クロマトグラム
	クロマトタイプラベル、オフセットの Y 軸範囲

表 31 2D (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
	TIC TIC 1510000000
	TIC TIC 1510000000
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし

1 デュアル AJS ESI 以外のイオン源については、流量の調整が必要な場合があります

表 32 2D シングル四重極 (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
ESI イオン源パラメータ	ハイエンドの MS パラメータと同様
ピーク幅	0.06 min
SCAN	m/z 100 – 500 ポジティブモード
ドウェルタイム	200 ms

1 2D-LC データメディアからメソッド［**High-Resolution Checkout**］を読み込み、ご使用のマルチハートカット コンフィグレーション向けに設定を変更します。
2 2D-LC スターターサンプル × 1 2 mL (5190-6895)を使用してメソッドを実行します（メタノール/水（20/80；v/v、0.1 % のギ酸を含む）で 1:10（UV チェックアウト用）、1:100（LCMS チェックアウト用）、または 1:1000（LCMS チェックアウト用）に希釈します）。
3 必要に応じて、続けてメソッドを編集または最適化します。

コンプリヘンシブ（LCxLC）のチェックアウト手順の実行

さまざまなハードウェア構成でチェックアウトが可能です。60ページ表6 を参照してください。オプションの一部を紹介しています。例として、ここでは255ページ表24 を使用します。

特に LC/MS アプリケーションで、コンプリヘンシブモードで最適な感度を実現するために、通常、マススペクトロメータの前で LC フローをスプリットします。

以下のパラメータは、この標準構成用に最適化されています。パラメータはご使用のシステムと多少異なる場合があります。測定を実行し、結果からご使用のセットアップに合わせてメソッドを編集または最適化します。

表 33　MS パッシブスプリッターの設定例（比 1:2）

説明（PN）	用途
TEE、ST、1/16 インチ、低デッドボリューム (0100-0969)	T ピース
SS キャピラリー 340 x 0.12 ps-ns (5067-4659)	^{2}D 検出器を T ピースに接続
キャピラリー ST 0.075 mm x 500 mm、ロングソケット (5500-1205)	LCMS イオン源の注入口を T ピースの反対の端に接続
キャピラリー ST 0.075 mm x 250 mm、ロングソケット (5500-1206)	T ピースの残りの接続は廃液キャピラリーとして使用

表 34　コンプリヘンシブ 2D-LC の ^{1}D（HPLC）における推奨条件

パラメータ	値
^{1}D カラムコンパートメント（MCT）	
カラム	Poroshell SB-C18、 2.1 x 100 mm、 2.7 µm (685775-902)
カラム温度	40 °C
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし
^{1}D ポンプ	

表 34 コンプリヘンシブ 2D-LC の ^{1}D（HPLC）における推奨条件

パラメータ	値
移動相 A	水＋0.2 % ギ酸
移動相 B	メタノール
流量	0.1 mL/min
ストップタイム	40 min
ポストタイム	10 min
移動相の グラジエント：	0 min - 40 % B 34 min - 60 % B 34.5 min - 90 % B 40 min - 90 % B
オートサンプラ	
注入量	2 µL （標準 LC） 0.5 µL ポジティブモード（LCMS）
ニードル洗浄	フラッシュポート、10 秒、メタノール/水（50/50）
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし
^{1}D検出器（DAD）	
ダイオードアレイ 検出器シグナル A	254 nm、BW 4 nm、リファレンス 360 nm、BW 100 nm シグナルピーク幅 20 Hz
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし

表 35 コンプリヘンシブ 2D-LC の ^{2}D（HPLC）における推奨条件

パラメータ	値
2D-LC バルブ	
	2D-LC バルブ（40 µL または 60 µL サンプルループを搭載）
^{2}D カラム コンパートメント （MCT）	
カラム	Poroshell 120 Bonus-RP、 3.0 x 50 mm、 2.7 µm (699968-301)

表 35 コンプリヘンシブ 2D-LC の ^{2}D（HPLC）における推奨条件

パラメータ	値
カラム温度	50 °C
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし
^{2}D ポンプ	
操作モード	コンプリヘンシブ
移動相 A	水＋0.2 % ギ酸
移動相 B	アセトニトリル
流量	2.5 mL/min
待機流量	0.3 mL/min
ストップタイム	40 min
ポストタイム	10 min
サンプリング テーブル	開始 5 min、停止 40 min、ループ充填 80 %
^{2}D サイクル タイム	分析 0.25 min（60 µL サンプルループを使用した場合は 0.35 min）、平衡化 0.10 min
^{2}Dグラジエント：	0 min - 5 %B 0.25 min （60 µL サンプルループを使用した場合は 0.35 min）- 95 %B
^{2}D検出器（DAD）	
ダイオードアレイ	254 nm、BW 4 nm、リファレンス 360 nm、BW 100 nm シグナルピーク幅 80 Hz
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし

表 36 ^{2}D (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
イオン源	大気圧エレクトロスプレー（デュアル AJS ESI）
イオンモード	デュアル AJS ESI
イオン極性	ポジティブ
ストレージモード	両方またはセントロイド（推奨）
LCMS ストリーム	MS
測定モード	測定モード MS1、範囲 50～500（m/z）、スキャン速度（スペクトル/秒） 3
機器パラメータ	**イオン源パラメータ**
ガス温度	250 °C
ガス流量	11 L/min
ネブライザー	40 psig
シースガス温度	350 °C
シースガス流量	12 L/min
スキャンセグメント	1
	スキャンイオン源パラメータ
Vcap	3500 V
ノズル電圧	300 V
フラグメンター	120
スキマー 1	45
オクタポール RF ピーク	750
	リファレンス質量
高流量による LC/MS の問題を回避するためには、二次元目のカラムからの流出液をスプリットする必要があります。推奨されるスプリット比は 1:2 です	

表 36 ^{2}D (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
リファレンス質量有効	有効
ボトル A リファレンスネブライザーを使用	True
リファレンスネブライザー	0 psig
	自動リキャリブレーション
平均スキャン	1
検出ウィンドウ（ppm）	100 ppm
最小高さ	1000 カウント
	リファレンス質量
	ポジティブ
	121.05087300
	922.00979800
	クロマトグラム
	クロマトタイプラベル、オフセットの Y 軸範囲
	TIC TIC 1510000000
	TIC TIC 1510000000
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし
高流量による LC/MS の問題を回避するためには、二次元目のカラムからの流出液をスプリットする必要があります。推奨されるスプリット比は 1:2 です	

表 37 ^{2}D シングル四重極 (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
ESI イオン源パラメータ	ハイエンドの MS パラメータと同様
ピーク幅	0.06 min
SCAN	m/z 100 – 500 ポジティブモード
ドウェルタイム	200 ms

1 2D-LC データメディアからメソッド［**Comprehensive Checkout**］を読み込み、ご使用の［**コンプリヘンシブ**］コンフィグレーション向けに設定を変更します。

2 2D-LC スターターサンプル × 1 2 mL (5190-6895)を使用してメソッドを実行します（メタノール/水（20/80；v/v、0.1 % のギ酸を含む）で 1:10（UV チェックアウト用）、1:100（LCMS チェックアウト用）、または 1:1000（LCMS チェックアウト用）に希釈します）。

3 必要に応じて、続けてメソッドを編集または最適化します。

9 データ解析

OpenLab 2D-LC Data Analysis ソフトウェア 276
2D-LC ChemStation データのインポート 277
データ解析の構成 277
シグナルの位置合わせ 308
レポート 318
2D-LC のシンプルなデータ解析ワークフロー 324
GC Image の基本情報 343
概要 346
インストール 347
GC Image ソフトウェアの使用 348
異なる2D グラジエントを使用する効果 355

この章では、ソフトウェアで 2D-LC のデータを解析する方法を紹介します。

OpenLab 2D-LC Data Analysis ソフトウェア

OpenLab ソフトウェアには、個別のプログラムとして機能するメインコンポーネントがいくつかあります。OpenLab Data Analysis を使用して、測定データを解析およびレビューします。ここで実行される代表的なタスクのリストには、クロマトグラフィの確認、ピークの積分、スペクトルの抽出、ターゲット化合物の同定、ターゲット化合物の定量、レポートの作成などがあります。

このデータ解析ワークフローの例の説明を進めて行く中で最初にすべきことは、ソフトウェアの起動です。これにはさまざまな方法があります。1 つは、コントロールパネルの［プロジェクト］から直接 Data Analysis を起動する方法です。

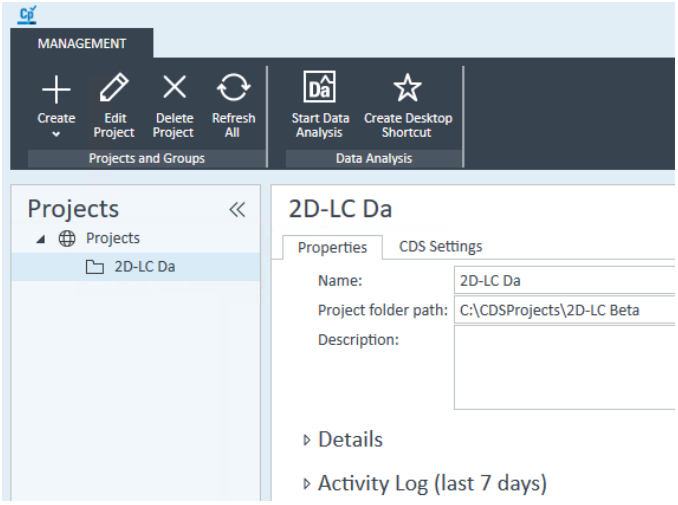


図 152　コントロールパネルの［プロジェクト］表示

もう 1 つの方法は、コントロールパネルを開く必要がなく、デスクトップのショートカットを使用します。デスクトップのショートカットは、最初にコントロールパネルで作成する必要がありますが、一度作成すれば、アイコンをダブルクリックするだけで、指定されたプロジェクトの Data Analysis を使用できます。



3 つ目は、Data Acquisition のランキューからデータ解析を起動する方法です。この場合、レビューしたいデータを選択できます。選択したデータは Data Analysis の起動時に自動的に読み込まれます。

2D-LC ChemStation データのインポート

ChemStation 2D-LC アドオンで測定された生データをインポートすることができます。.drvml ファイルが含まれる .D データフォルダーをインポートすることで、1 つまたは複数の注入データをインポートすることができます。データ解析では、これらの生データファイルから新しい結果セットを作成します。

前提条件

- データは、ChemStation 2D-LC アドオン、バージョン A.01.02 以降で保存されている必要があります。
- データがローカルファイルシステムに保存されている必要があります。

注記 OpenLab 2.x では、サンプルポジションおよび 1D/2D クロマトグラムが一部のデータで正しく認識されない可能性があります。

注記 2D-LC ChemStation データを表示する場合は、OpenLab 2D-LC Data Analysis ソフトウェアがインストールされているシステムを使用してください。

データ解析の構成

Data Analysis の基本的なレイアウトを以下に示します。

OpenLab Data Analysis のユーザーインターフェイスは、3 つの主な領域に分かれています。

- リボン

  使用可能なメニュー項目のほとんどが表示されています
- ナビゲーションペイン

  メソッドやデータを選択できます
- ワークスペース

  メインワークスペースは、現在の表示画面（データ選択、データ解析、レポート）やナビゲーションペインでの選択内容によって異なります。ワー

クスペースは、さまざまなウィンドウが表示されるユーザーインターフェイスのエリアです。ウィンドウ固有のツールバーを設定できます。

表示を変更することもできます。［データ選択］、［データ解析］、または［レポート］を選択できます。

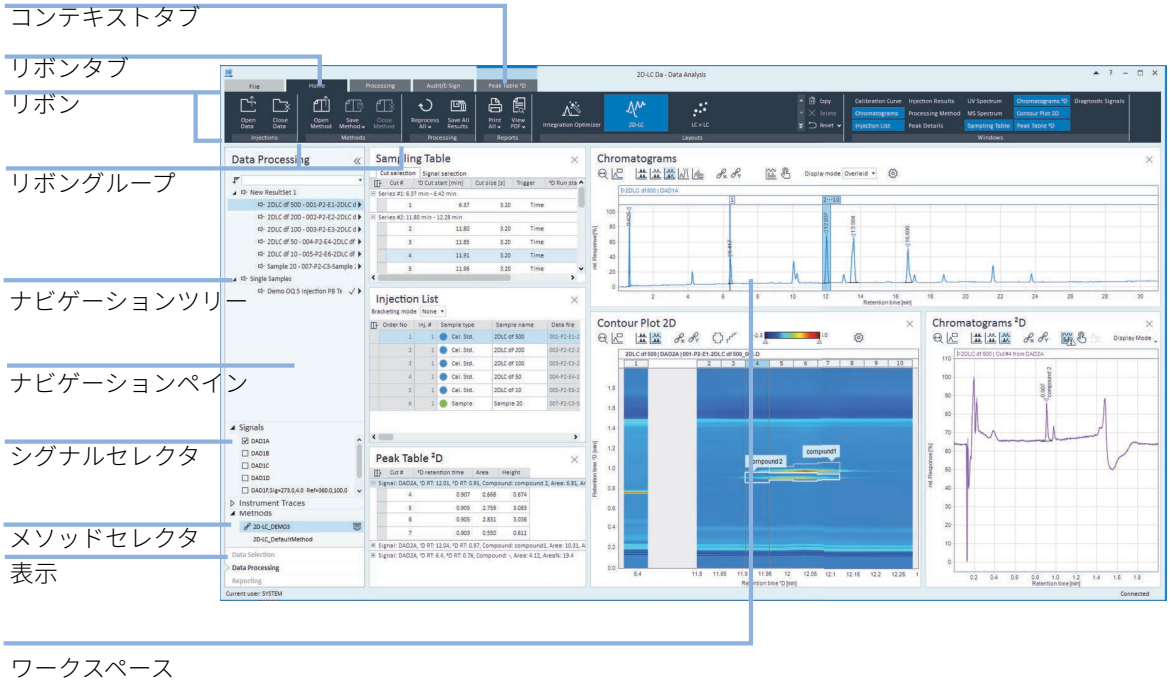


図 153　データ解析の構成の概要

注記

以前の 2D-LC ソフトウェアバージョンのすべての 2D データおよび 2D-LC 解析メソッドは、現在のバージョンと互換性があります。

ワークスペースのカスタマイズ

OpenLab Data Analysis では、すべてのウィンドウの表示設定、位置、サイズを変更できます。レイアウトを変更すると、アプリケーションは新しいレイアウトを記憶します。アプリケーションの次回起動時も、変更は有効です。

ウィンドウの表示/非表示

1 ウィンドウを非表示にするには、ウィンドウ右上の×印をクリックします。または［**ウィンドウ**］リボングループで、ウィンドウに対応するボタンをクリックします。

2 ウィンドウを表示するには、［**ウィンドウ**］リボングループ内の表示するウィンドウに対応するボタンをクリックします。

3 タブのウィンドウを表示するには、表示するウィンドウのタブを探し、タブを選択します。

ウィンドウのサイズ変更

1 マウスを２つのウィンドウの間に移動します。

2 ポインタが双方向の矢印になったら、ポインタをドラッグして分割線を移動します。

2D-LC レイアウト

このアプリケーションでは、さまざまなユーザータスクのレイアウトがいくつかあらかじめ設定されています。レイアウトは、ワークスペースに表示するウィンドウやそれらのウィンドウの配置を定義します。これらのレイアウトは変更することも、初期設定に戻すこともできます。2D-LC には、**マルチハートカット**レイアウト（［**2D-LC**］）と**コンプリヘンシブレイアウト**（［**LCxLC**］）を使用します。

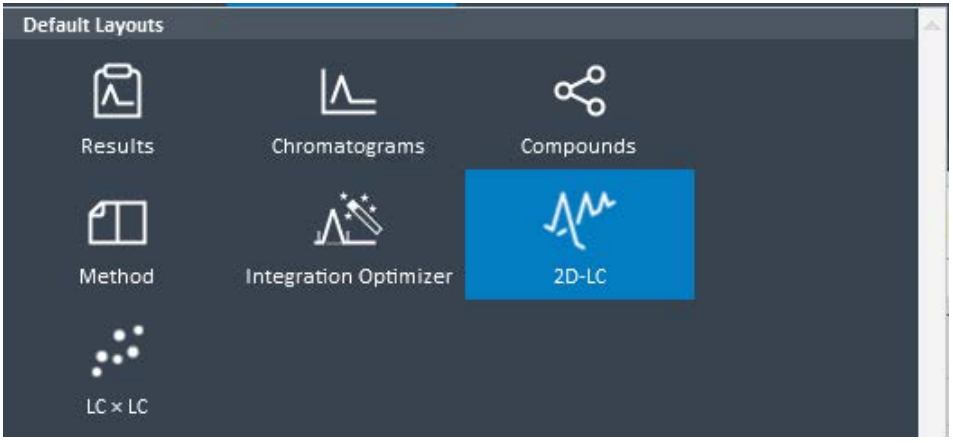


図 154　デフォルトレイアウト

ウィンドウ

メインワークスペースは、現在の表示画面（データ選択、データ解析、レポート）やナビゲーションペインでの選択内容によって異なります。ワークスペースは、さまざまなウィンドウが表示されるユーザーインターフェイスのエリアです。青でハイライト表示されている項目はすべて、ワークスペースに表示されます。

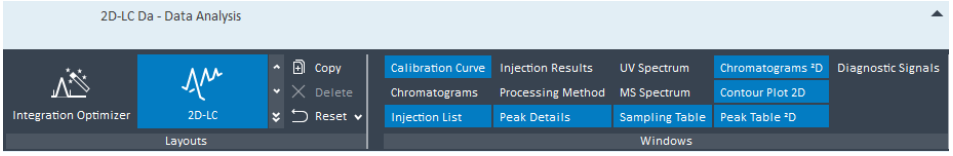


図 155　ナビゲーションペイン

次のページでは、2D-LC Data Analysis のさまざまなウィンドウ選択オプションについて説明します。

OpenLab 2D-LC ソフトウェアのヘルプ情報

2D-LC ソフトウェアにについての詳細なヘルプを利用できます。以下を参照してください。

- 132 ページの「OpenLab Help & Learning」
- **https://openlab.help.agilent.com/**

クロマトグラム（^{1}D）

2D-LC データの場合、このウィンドウに一次元目のシグナルが表示されます。2D シグナルが取り込まれた時間範囲（分画）が注釈表示されます。

［**クロマトグラム**］ウィンドウに表示される個々の分画の表示は、分画タイプにより異なります。

- **マルチハートカット（MHC）**

  ［**クロマトグラム**］ウィンドウでは、各分画の右側に境界線のあるハイライトとして表示されます。左側には境界線がありません。これにより、2D-LC バルブが切り替わるまで、フローが設定したサンプルループへ連続的に送られたことを示します。

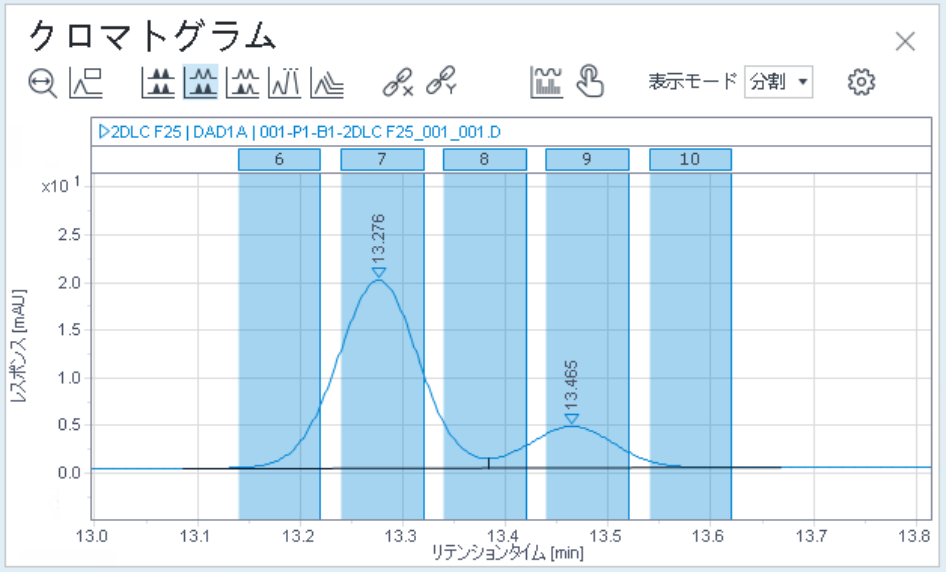


図 156　MHC クロマトグラムの例

- **ハイレゾサンプリング（HiRes）** および **コンプリヘンシブ 2D-LC**

  マルチハートカットとは異なり、これらの分画は左側と右側の両方に境界線付きで表示されます。これにより、2D-LC バルブが切り替わってサンプ

ルループへの充填が開始され、その後、再度バルブが切り替わって充填が停止されたことを示します。

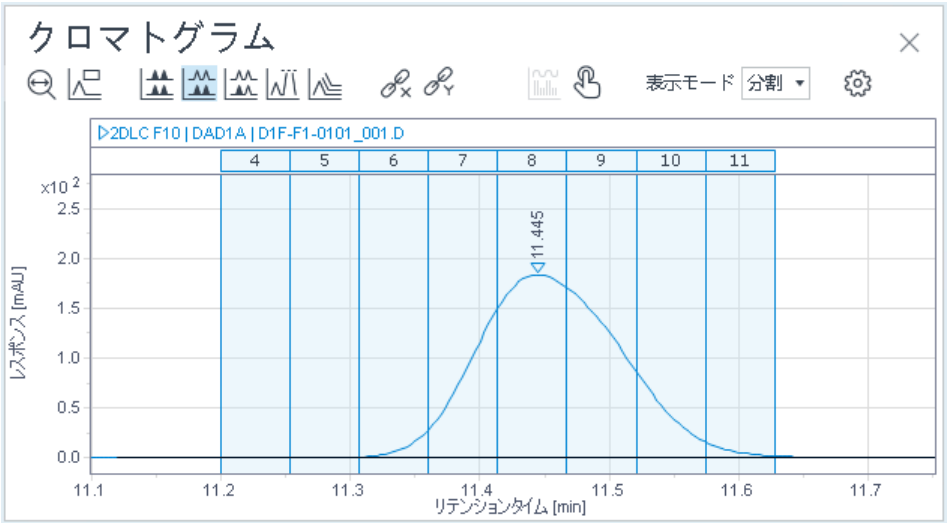


図 157　HiRes クロマトグラムの例

注記

ChemStation の 2D-LC アドオンによって測定されたコンプリヘンシブ 2D-LC データには、一次元目のシグナルに使用できる情報はありません。そのため、**［クロマトグラム］**ウィンドウに分画の注釈は表示されません。

注入リスト

［注入リスト］ウィンドウには、注入データ選択ツリーで選択されたアイテムのすべての注入データが表示されます。

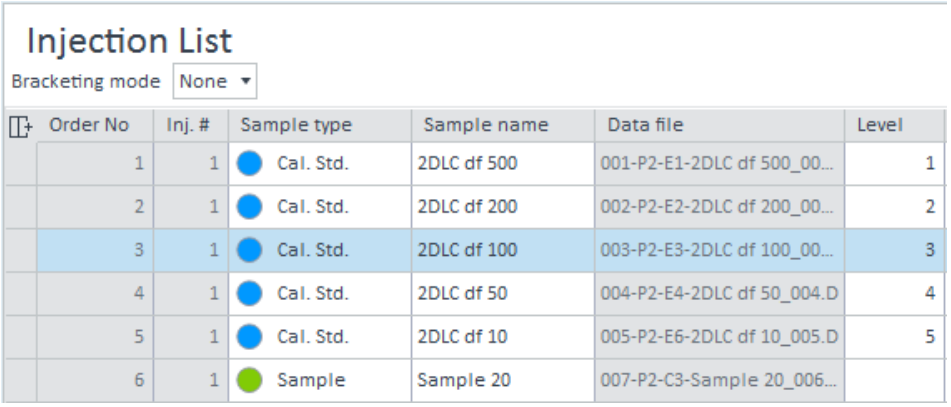
- **［結果セット］**を選択している場合、ウィンドウには結果セットのすべての注入データが表示されます。デフォルトで注入データのチェックボックスはオンになっています。結果セットは全体として読み込みます。結果セットの一部のみを読み込むことはできません。
- **シングル注入**を含むフォルダーを選択している場合、ウィンドウにはフォルダー内のすべてシングル注入が表示されます。デフォルトでは、注入データのチェックボックスはオフになっています。必要に応じて注入データを個別に選択できます。

利用可能な注入データの詳細はテーブルに表示されます。テーブルを並べ替えや、表示する列の選択、また注入リストをフィルターすることができます。ワークスペースの変更後、レイアウトは自動的に保存されます。ユーザー名と

パスワードを使用してデータ解析にログインしている場合、変更したレイアウトはログインしたユーザー用に保存されます。

［機器名］列には、データが取り込まれた機器の名前が表示されます。機器名の表示は OpenLab CDS 2.6 以降で取り込みおよび保存されたデータに対応しています。古いデータには表示されない場合があります。

選択した注入データを読み込むと、アプリケーションが［データ解析］ビューに切り替わり、既に使用可能なデータに結果セットと注入データが追加されます。



Order No	Inj. #	Sample type	Sample name	Data file	Level
1	1	Cal. Std.	2DLC df 500	001-P2-E1-2DLC df 500_00...	1
2	1	Cal. Std.	2DLC df 200	002-P2-E2-2DLC df 200_00...	2
3	1	Cal. Std.	2DLC df 100	003-P2-E3-2DLC df 100_00...	3
4	1	Cal. Std.	2DLC df 50	004-P2-E4-2DLC df 50_004.D	4
5	1	Cal. Std.	2DLC df 10	005-P2-E6-2DLC df 10_005.D	5
6	1	Sample	Sample 20	007-P2-C3-Sample 20_006...	

図 158　［注入リスト］の例

サンプリングテーブル - 分画の選択タブ

［**サンプリングテーブル**］ウィンドウの［**分画の選択**］タブに、一次元目の分画の詳細が表示されます。分画はこの後、二次元目でさらに分析されます。データに複数の注入データまたは一連の連続分画が含まれている場合、分画は名前によって並べられます。別セクションの［**ハートカット**］には、マルチハートカット注入データのすべての分画が含まれています。

セクションの展開または折りたたみは、⊞ または ⊟ アイコンをクリックするか、セクションを右クリックしてコンテキストメニューから［**展開**］または［**折りたたむ**］を選択します。



図 159　サンプリングテーブルの例

テーブルの各行は分画を表します。テーブルにある列は次のとおりです。

分画 #	分画の番号です。
分画サイズ [s]	一次元目の分画がサンプルループにロードされる時間（秒）です。
^{1}D 分画開始 [min]	一次元目の分画の開始時間です。
^{2}D ラン開始 [min]	二次元目の分析の開始時間です。
デッキ	サンプルが貯留されるデッキです。
ループ	サンプルが貯留されたループです。
トリガー	分画の実行モードです。タイムベースまたはピークベースのいずれかです。

ロスト理由 分画が貯留されなかった理由です。
この列を［列の選択］で選択しなかった場合でも、貯留されなかった分画が理由と共に一覧表示されます。

マルチ注入 マルチ注入モードでハイレゾデータを測定した場合：連続して注入される分画の分画番号範囲。
［列の選択］で列が選択されていない場合でも、分画番号範囲が表示されます。

サンプリングテーブル – ^{2}D 選択シグナルタブ

［サンプリングテーブル］の［選択シグナル］タブに、注入データで利用できるすべての ^{2}D 検出器シグナルが表示されます。複数の注入データ、連続分画または複数の分画を選択した場合、ツリー構造により各々の階層でシグナルを個別に選択することができます。

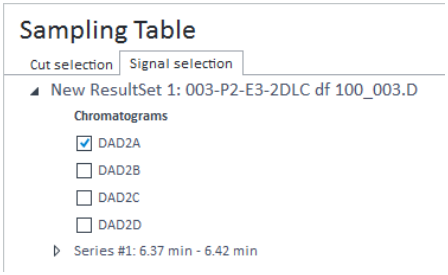


図 160　サンプリングテーブルのシグナル選択の例

注記

ナビゲーションペインの［**選択シグナル**］領域には、すべての ^{1}D 検出器シグナルが表示されます。

^{2}D ピークテーブル

［^{2}D ピークテーブル］ウィンドウには、選択された ^{2}D シグナルで指定された分画のすべてのピークがリスト表示されます。

すべての列の選択を使用するには、 アイコンをクリックします。

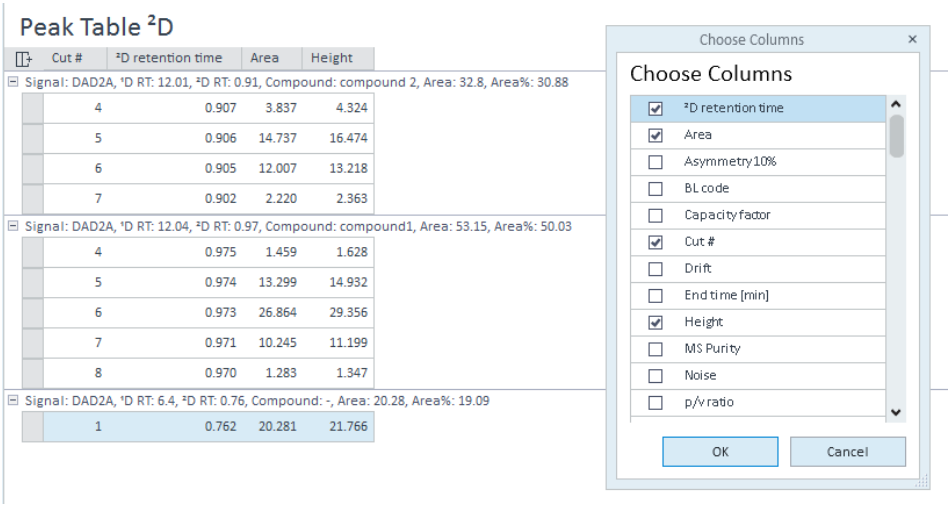


図 161　²D ピークテーブル

ピーク詳細

このウィンドウには、クロマトグラムで選択したピークの詳細が表示されます。ウィンドウのヘッダーには、サンプル名、データファイル名、シグナルが表示されます。ピークに関する詳細には、時間、面積、高さ、化合物名があります。ピークを拡大して、ピークの外観を簡単に確認することができます。

システムスータビリティ値を計算すると、タンジェントとピーク幅が［ピーク詳細］に表示されます。表示されるピーク幅は上から下に以下のとおりです：50 %、10 %、5 %、5 σ。

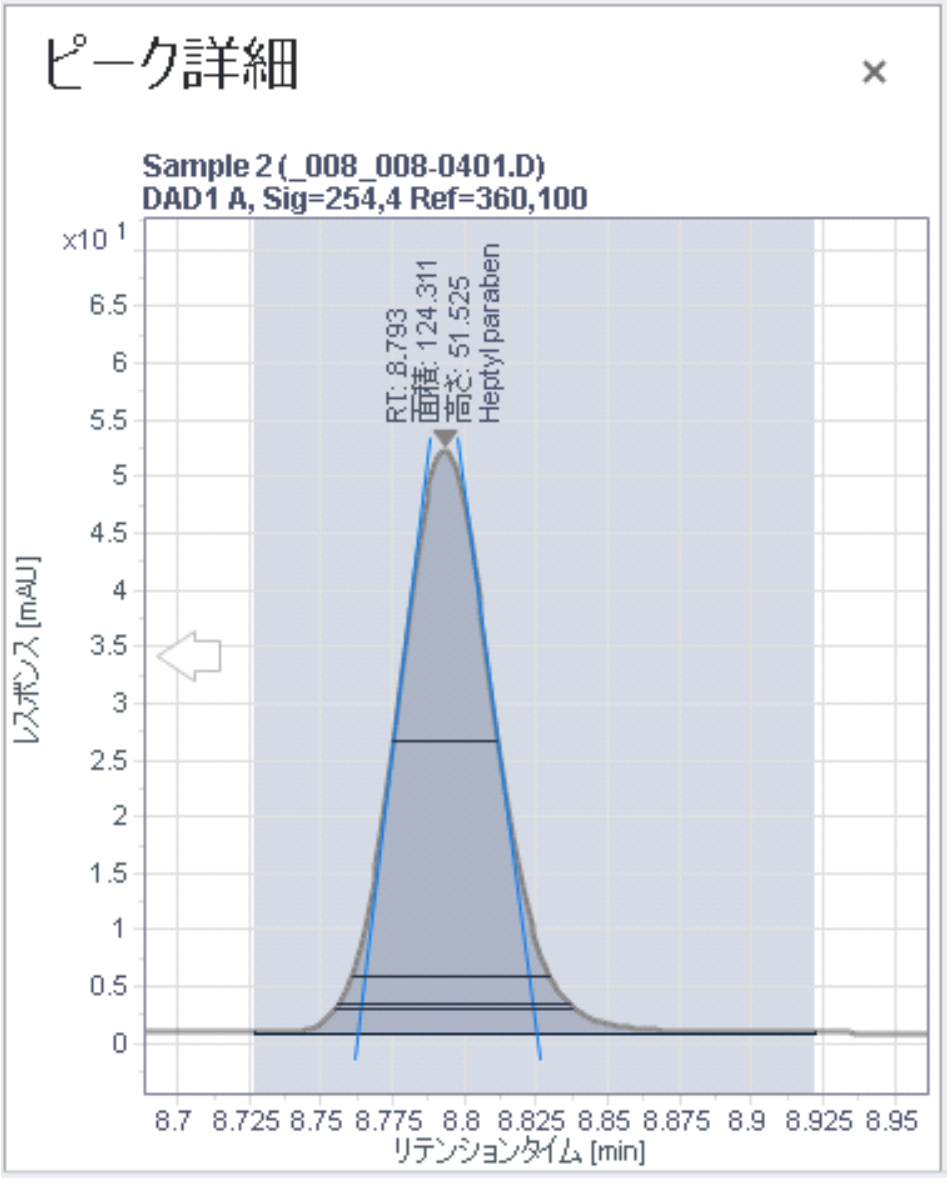


図 162　システムスータビリティ注釈表示のピーク詳細

ピークの左右にある矢印を使用して、クロマトグラムの前後のピークに移動することができます。ピーク選択は他のウィンドウでの選択と同期されます。

^{2}D クロマトグラム

［**^{2}Dクロマトグラム**］ウィンドウには、二次元目の検出器で分析された分画のシグナルが表示されます。

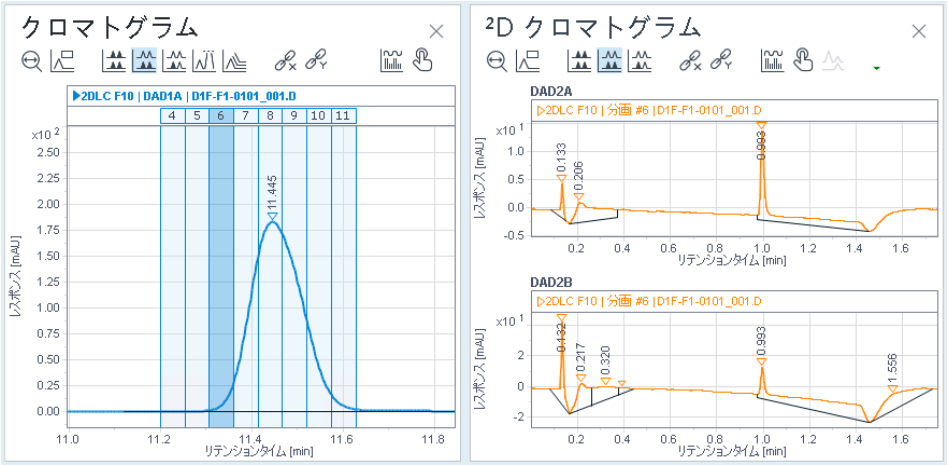


図 163　クロマトグラム（^{1}D）とクロマトグラム（^{2}D）間のリンク例

^{1}D クロマトグラムで使用できるすべての表示モードは、^{2}D クロマトグラムでも使用できます。さらに、^{2}D クロマトグラムでは、**分画番号**ごとに分割表示することができます。

シグナルの色　^{2}D シグナルをシグナルごとに分割ペインで表示すると、各々の分画は異なる色で表示されます。特定の分画はすべてのシグナルで同じ色になります。

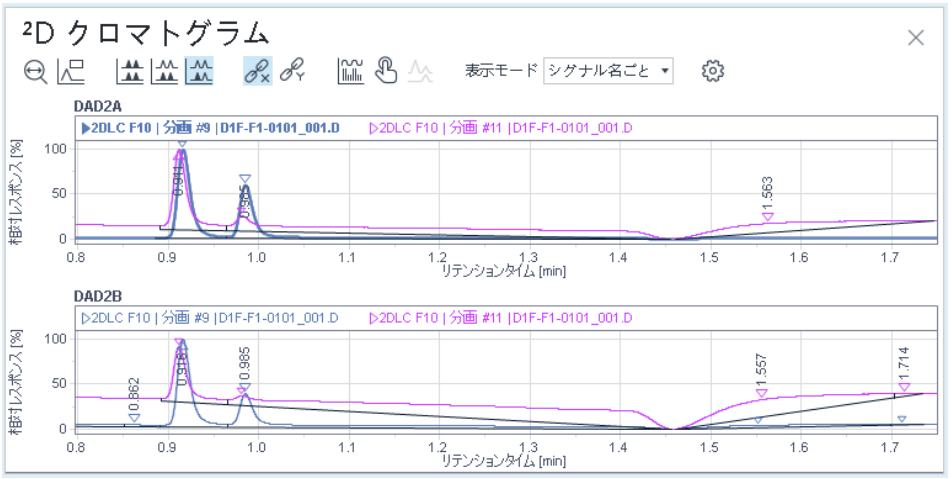


図 164　［表示モード］が［シグナル名ごと］の場合の 2D クロマトグラム

2D シグナルを分画番号ごとに表示すると、各シグナルは濃淡の異なる同じ（分画固有の）色で表示されます。

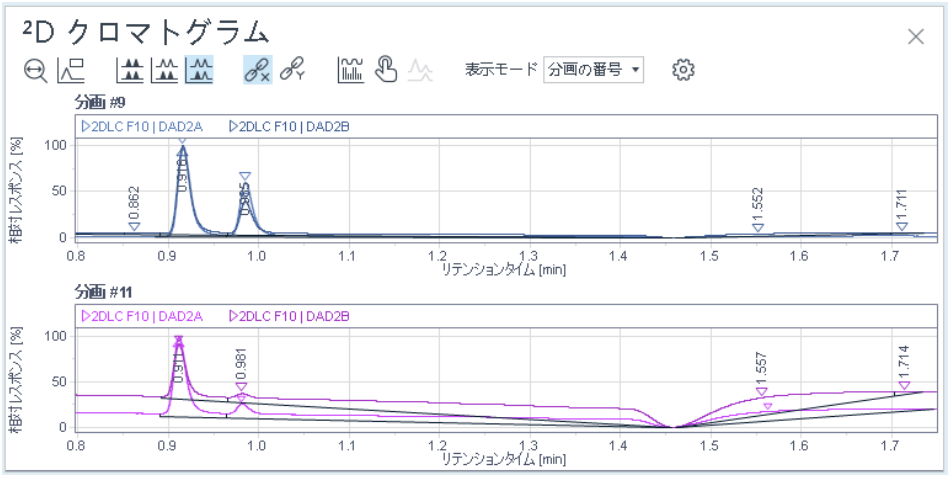


図 165　［表示モード］が［分画番号ごと］の場合の 2D クロマトグラム

2D 等高線プロットウィンドウ

等高線プロットには、一次元目と二次元目の検出器レスポンスが表示されます。

- X 軸には、一次元目のリテンションタイムが表示されます。

- Y 軸には、二次元目のリテンションタイムが表示されます。
- 色は、二次元目の検出器レスポンスを反映しています。

注記

スライダーで色情報を変更するには、該当するシグナルのタイトルを最初に選択してください。

Data Analysis アドオンの等高線プロット機能 （2D-LC ソフトウェア 1.1 以上用 ）

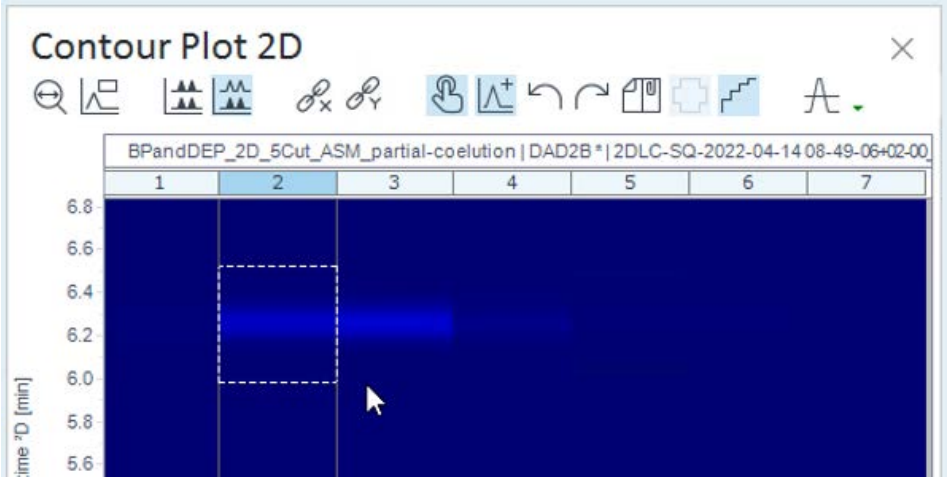


図 166　2D 等高線プロット


マニュアル積分を有効/無効


2D ピーク作成を有効/無効


マニュアル積分ステップを元に戻す/やり直し


マニュアル積分を関連付けた解析メソッドにコピー


2D ピークの範囲を表示



補間の有効/無効



純度ビューを有効/無効

2D 等高線プロットのプロパティ

分画の注釈や化合物ラベルなどの追加の表示オプションにアクセスするには、

 アイコンをクリックします。

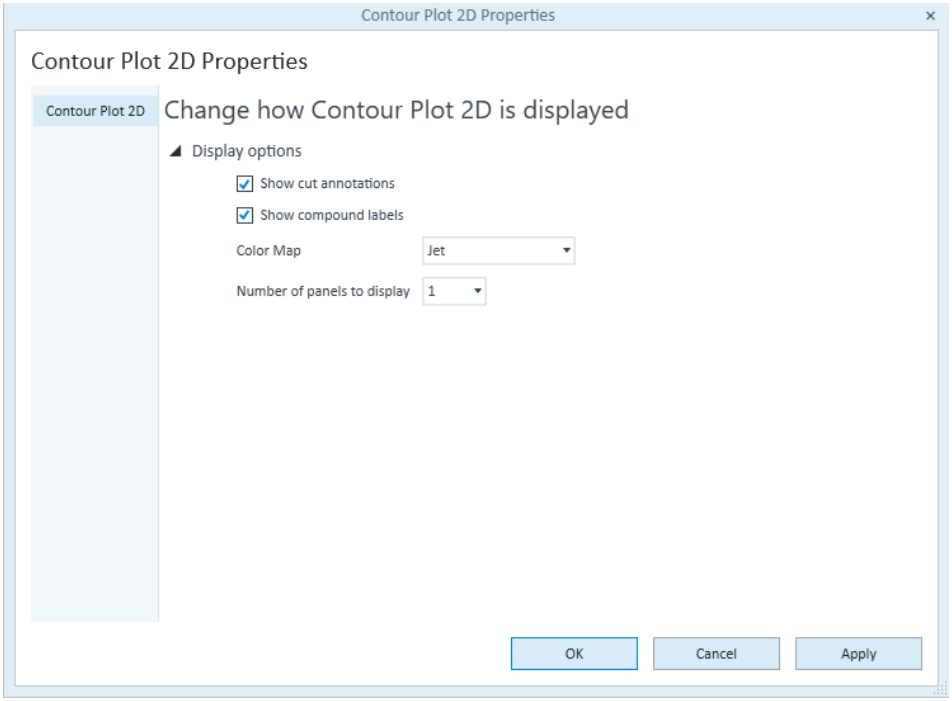


図 167　2D 等高線プロットのプロパティ

注記

白黒プリンタの場合、［**カラーマップ**］設定を［**Jet**］に設定するのが最適です。

2D 等高線プロットのコンテキストメニュー

コンテキストメニューにアクセスするには、エリア内で右クリックします

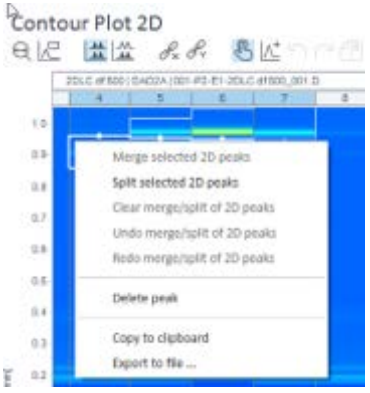


図 168　2D 等高線プロットのコンテキストメニュー

2D 等高線プロットの分画表示

X 軸には、複数の分画または連続分画がシフト表示され、見やすくなるようにギャップの間隔が調整されます。等高線プロットの表示は、データのタイプにより異なります。

- **ハイレゾサンプリング**：連続分画と別の連続分画の間には、X 軸上にギャップが表示されます。X 軸のスケールは不連続です。

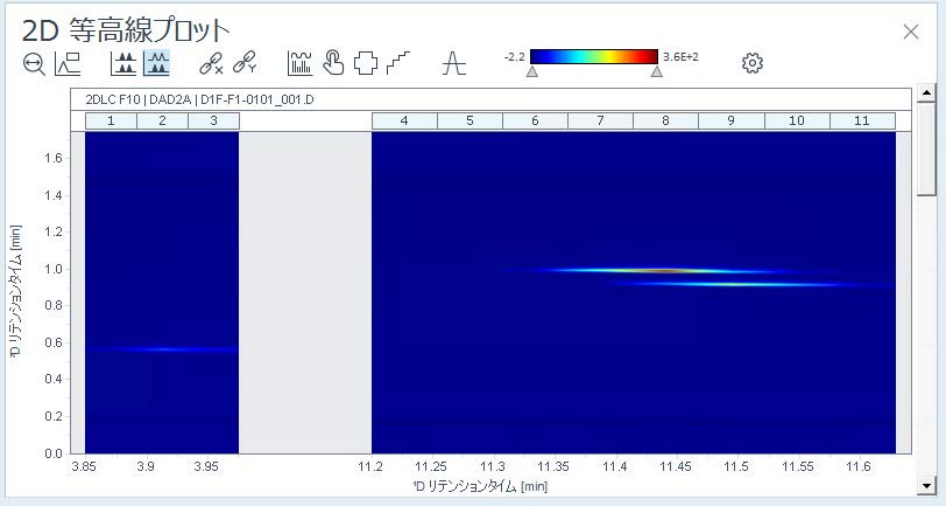


図 169　ハイレゾサンプリング 2D 等高線プロットの例

マルチ注入によって分析された連続分画の場合、分析グラジエントのすべての分画が 1 つの分画として 2D 等高線プロットに表示されます。分画の注釈には、マルチ注入に含まれる分画番号の範囲が表示されます。ツールチップには、**HiRes（マルチ注入）**と表示されます。

- **マルチハートカット**：各分画はギャップによって分割されて表示されます。スペースが十分ある場合は、X 軸のスケールは連続的になります。

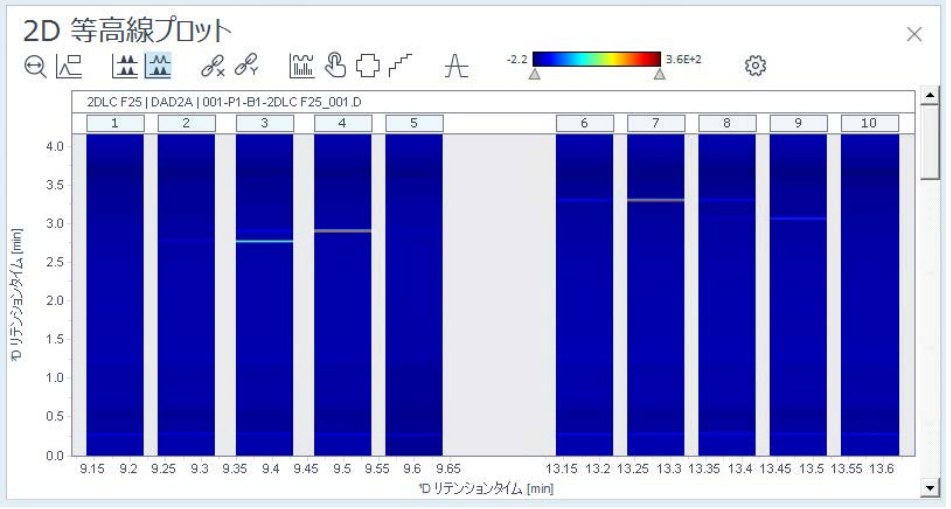


図 170　マルチハートカット 2D 等高線プロットの例

- **コンプリヘンシブ**：分画間にギャップは表示されません。

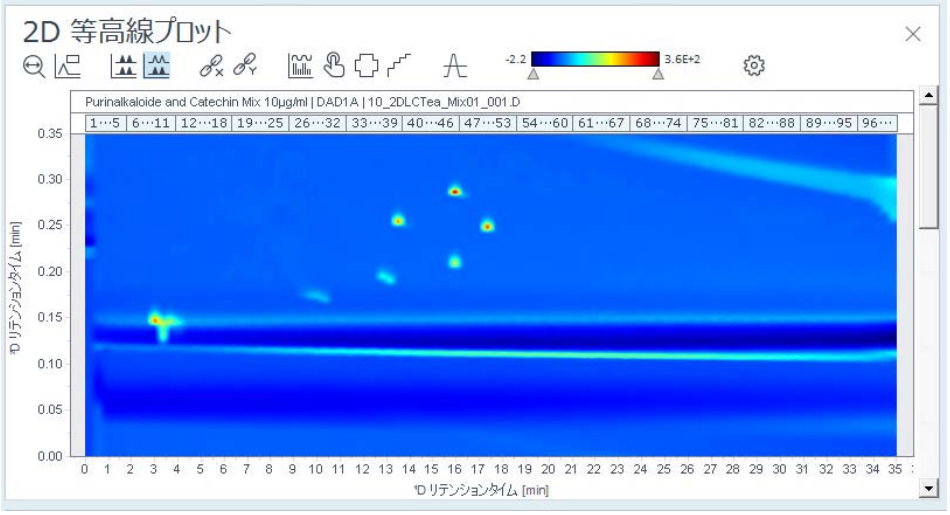


図 171　コンプリヘンシブ 2D 等高線プロットの例

2D-LC のマニュアル積分

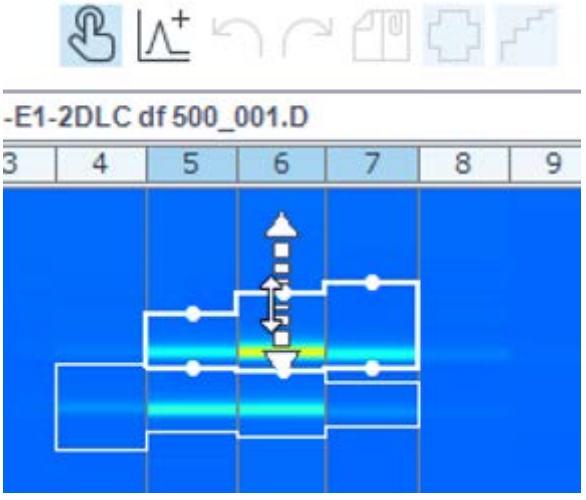


図 172　個別の分画のマニュアル積分

1 ^{2}Dクロマトグラムの積分を対話形式で変更するには、［^{2}Dクロマトグラム］ツールバーのマニュアル積分アイコン をクリックします。
マニュアル積分ツールは、一次元目のマニュアル積分と同じです。

2D ピークの追加/削除

2D ピークの追加

1 2D ピーク作成ツールを有効にするには、2D 等高線プロットのツールバーで をクリックします。
このアイコンはマニュアル積分が有効な場合にのみ表示されます。
2 2D 等高線プロットで、新しいピークを作成する領域にマウスを移動します。マウスをクリックし、ドラッグして新しいピークの領域を選択します。

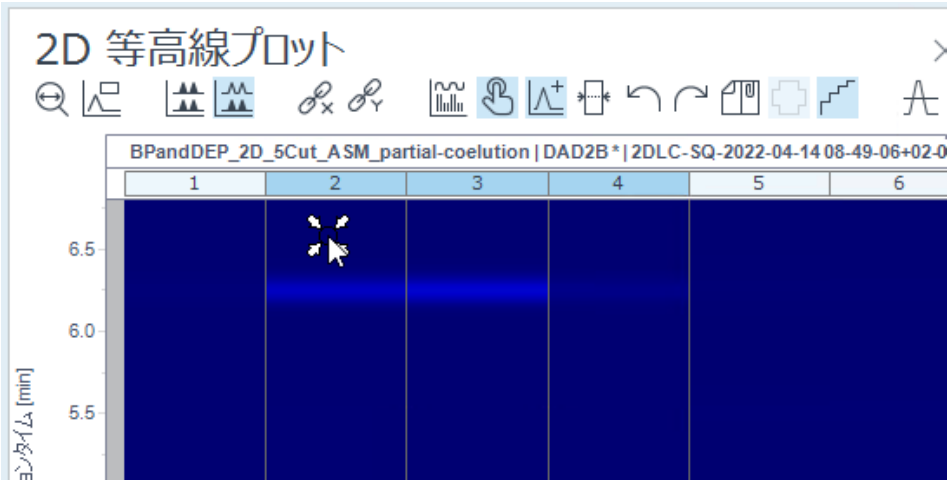


図 173　新規に 2D ピークを定義する方法

一度に選択できる分画は 1 つだけです。

2D ピークの削除

1 2D 等高線プロットの 2D ピークを右クリックし、**ピークの削除**を選択します。
または

^{2}D クロマトグラムのマニュアル積分を有効にし、クロマトグラム内の ^{2}D ピークを削除することもできます。

削除されたピーク範囲は、2D 等高線プロット内でハイライト表示されなくなります。対応する ^{2}D ピークは ^{2}D クロマトグラムから削除されます。

2D ピークの分割

1 分割する 2D ピークを選択します。

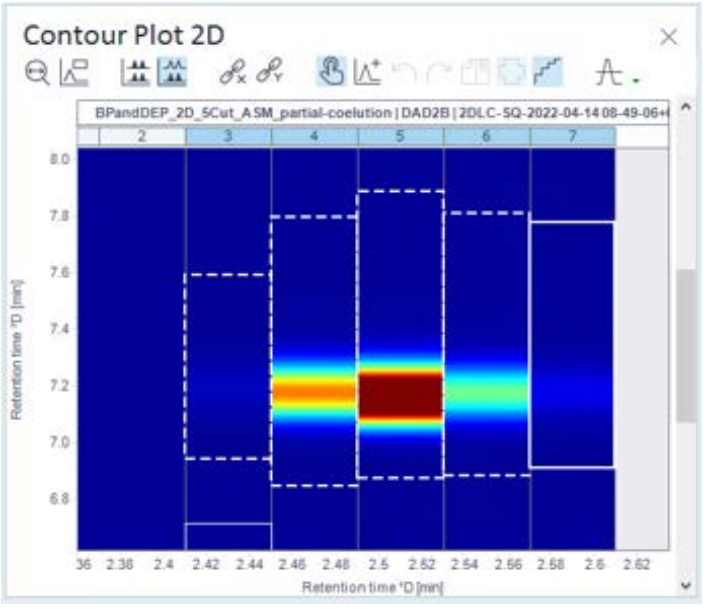


図 174　分割する分画を選択

2 つ以上の分画を含む 2D ピークを選択してください。

2 該当する 2D ピークを右クリックし、コンテキストメニューから**選択した 2D ピークを分割**を選択します。

分画ごとに 1 つの 2D ピークとして分割されます。それぞれの 2D ピークにはアスタリスク（*）が付きます。

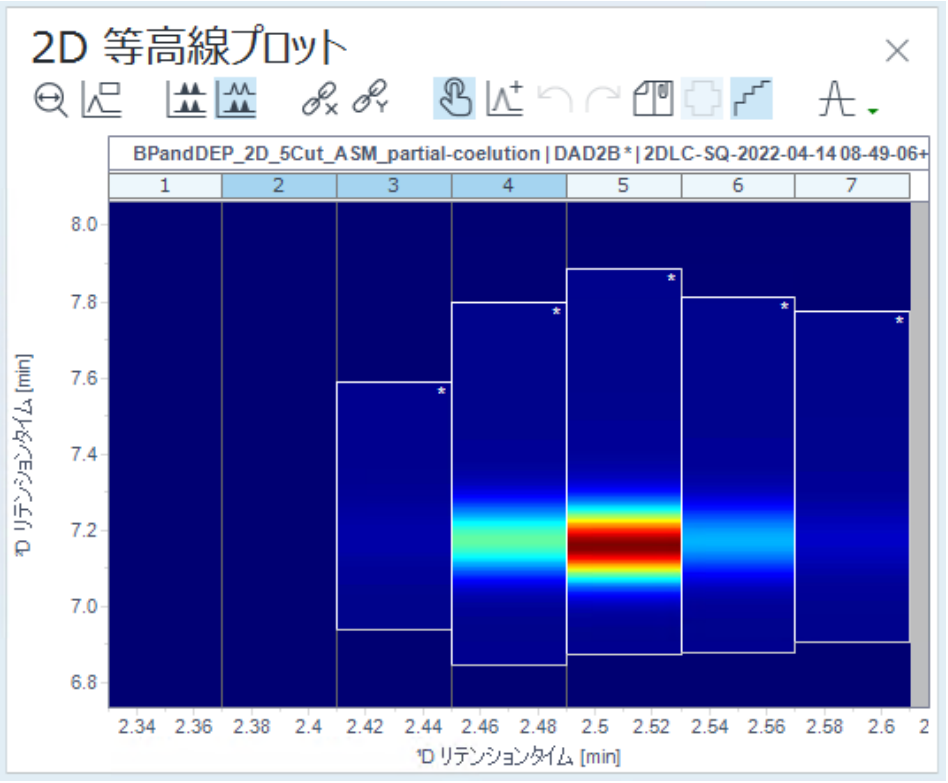


図 175　2D ピークの分割結果

異なる分画の 2D ピークのマージ

1　最初の ^{2}D または 2D ピークをクリックします。次に **Ctrl** を押しながら、マージする他のピークをクリックします。

注記

同じ連続分画内の、隣接する分画に含まれるピークを選択してください。ピークのマージは、コンプリヘンシブ 2D-LC データまたはハイレゾデータでのみサポートされています。

最後のピークを除き、選択されたピークは破線の枠で表示されます。

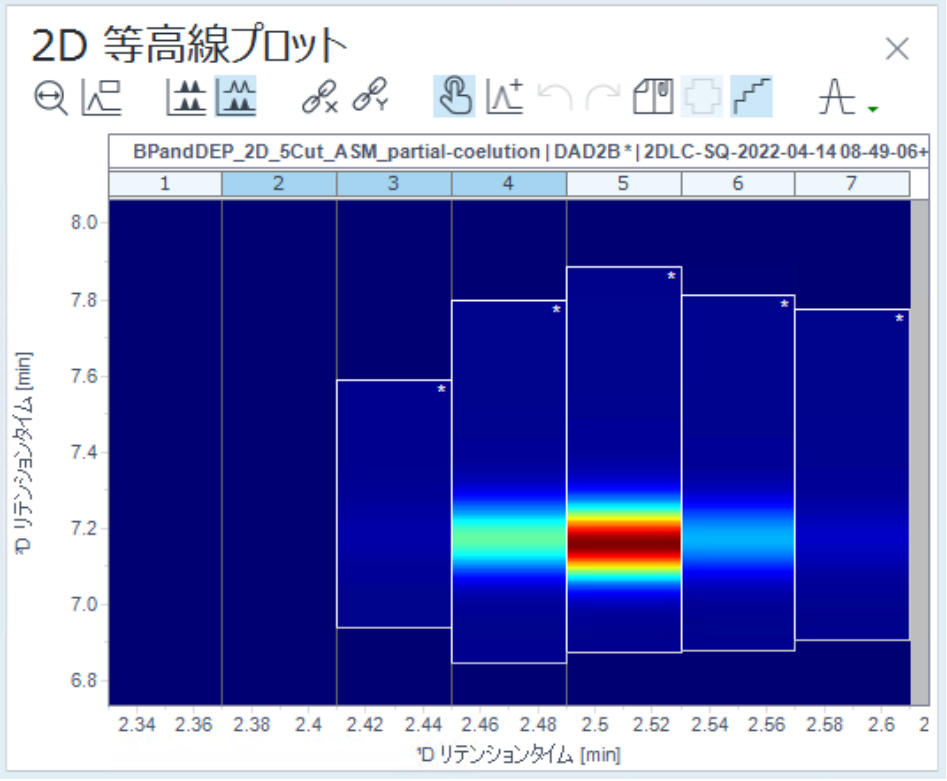


図 176　マージする複数の分画を選択

2 2D 等高線プロットを右クリックし、コンテキストメニューから**選択した 2D ピークをマージ**を選択します。
マージされたピークは、右上隅にアスタリスク（*）が付きます。

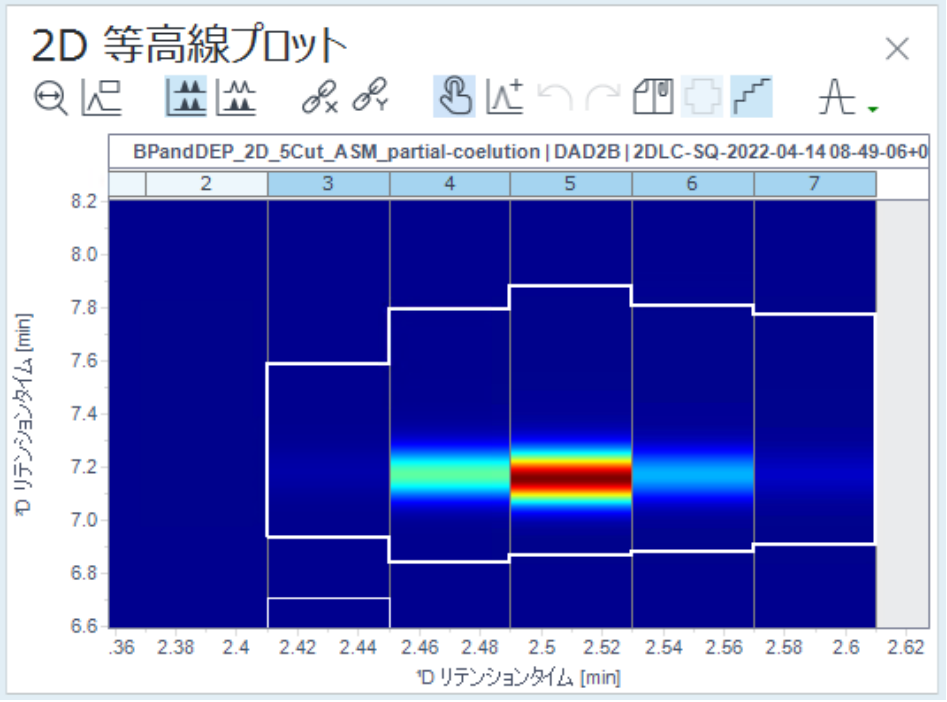


図 177　マージ処理後の 2D ピーク結果

解析メソッド

解析メソッド（.pmx ファイル）は、データ解析の手順とパラメータを定義します。

2D-LC の解析メソッドには、以下のパラメータを含めることができます。

- シグナルの位置合わせ
- ２D ブランク減算を追加
- 2D UV 純度 / 純度ビュー
- 2D-LC のカスタム計算
- 積分
- 同定
- クロマトグラムの抽出
- スペクトルの抽出

- キャリブレーション
- 自動レポート作成

Data Analysis でデータを再解析するには、このメソッドを特定の注入データまたは複数の注入データに関連付けます。注入データごとに独自のメソッドを関連付けることができます。

未解析の 2D-LC データを読み込む場合、**［新規解析メソッドの作成］**ダイアログがポップアップ表示されます。デフォルトの 2D-LC 解析メソッドを使用します。このメソッドは 2D-LC データ用に設計されています。

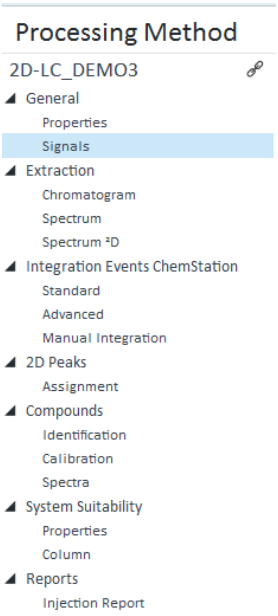


図 178　［解析メソッド］ダイアログ

注入結果

［注入結果］テーブルには、選択した注入の 1D と 2D（二次元目）のピークの計算結果が表示されます。

注記

個々の ^{2}D ピーク（二次元目のピーク）の計算結果は、^{2}D ピークテーブルに表示されます。

Data Analysis は、OpenLab ChemStation で取り込んだ生データをインポートして表示することができます。データ解析は、OpenLab Data Analysis 内の選

択した解析メソッドに準拠します。ChemStation の解析結果はインポートできません。使用できる値とレポートパラメータの詳細については、オンラインヘルプの OpenLab CDS で使用されるフィールドを参照してください。

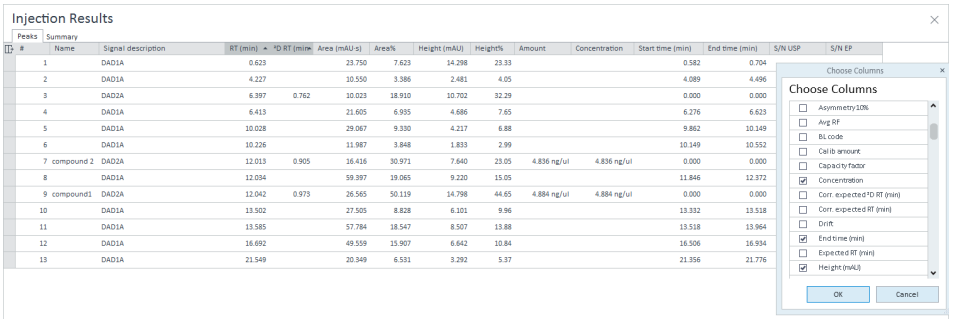


図 179　［注入結果］テーブル

化合物の［**アマウント**］と［**濃度**］を表示するには、データツリーまたは［**注入リスト**］ウィンドウで該当するサンプルを選択します。［**列の選択**］アイコンを使用して、目的の列を表示します。データをクリップボードまたは *.csv ファイルにエクスポートするには、テーブルを右クリックします。

UV 純度チェック

純度チェックでは、ピークが純粋か不純物を含んでいるかが評価されます。この評価は、ピークの溶出中に保存されたスペクトルの比較に基づいています。ベースライン補正の適用後、ピークトップのスペクトルと、ピーク内で記録されたすべての有意なスペクトルと比較されます。アプリケーションは、スペクトルの類似度を評価する一致ファクターを計算します。

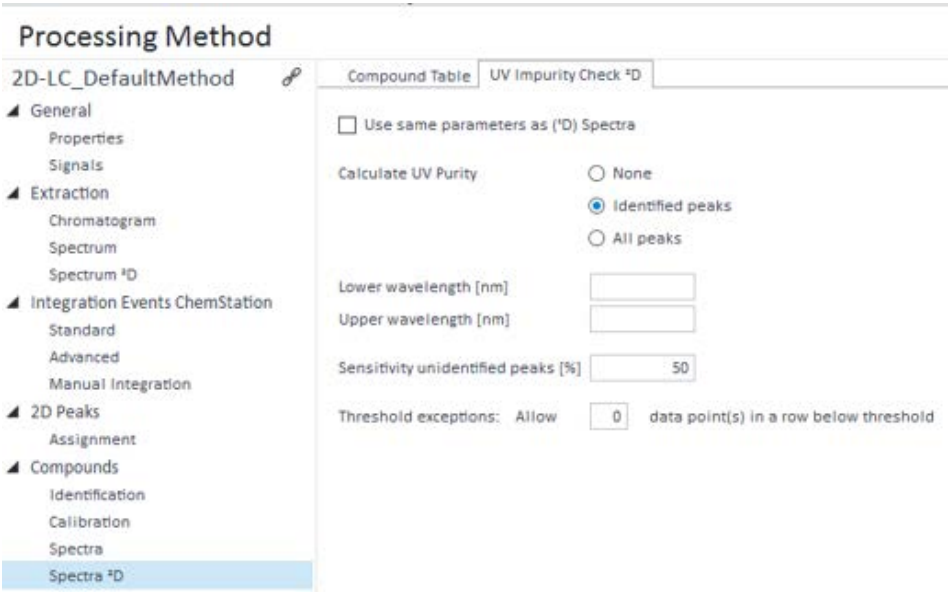


図 180　解析メソッドの ^{2}D UV 純度チェック

純度ビュー

^{2}D クロマトグラム

1　［^{2}D クロマトグラム］ウィンドウで⚙をクリックして、［^{2}D クロマトグラムのプロパティ］ダイアログを開きます。

2　［注釈］ページを選択します。

3　［UV/MS 純度チ 表示］チェックボックスを選択します。

UV/MS 純度チェックの結果の表示

1 ［2D 等高線プロット］ウィンドウで をクリックして、UV 純度チェックの結果を表示します。

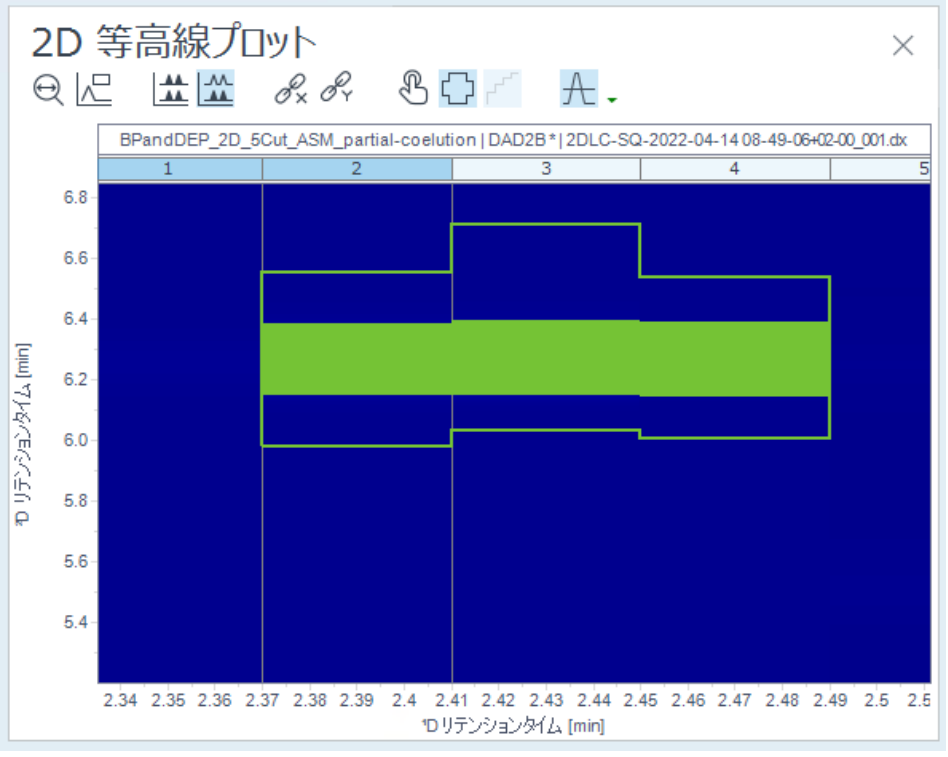


図 181　不純物のない純粋な 2D ピークが表示された UV 等高線プロット

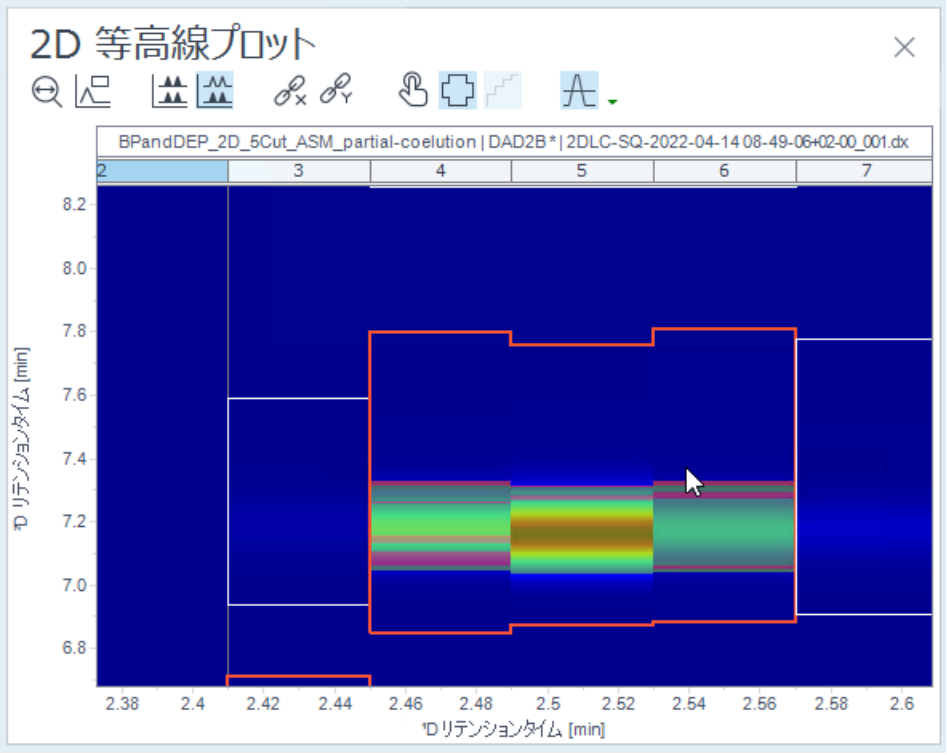


図 182　1 つの 2D ピークに含まれる個々の ^{2}D ピーク、不純物が含まれる UV 等高線プロット

^{2}D ピークテーブル

1　［^{2}D ピークテーブル］ウィンドウで、列の選択を使用して［UV 純度］列を表示します。



図 183　²D ピークテーブルには、1 つの 2D ピークに含まれる個々の ²D ピークの UV 純度の値が表示されます。

UV スペクトル

このウィンドウには、フォーカスしたデータやピン固定したデータの抽出された UV スペクトルが表示されます（ある場合）。選択したピークに関連付けられているスペクトルがハイライト表示されます（太線と太字フォント）。特定のスペクトルを表示/非表示にするには、**［サンプリングテーブル］**ウィンドウの**［選択シグナル］**タブの対応するチェックボックスを選択します。複数のスペクトルの表示方法は、選択した表示モードによって異なります。

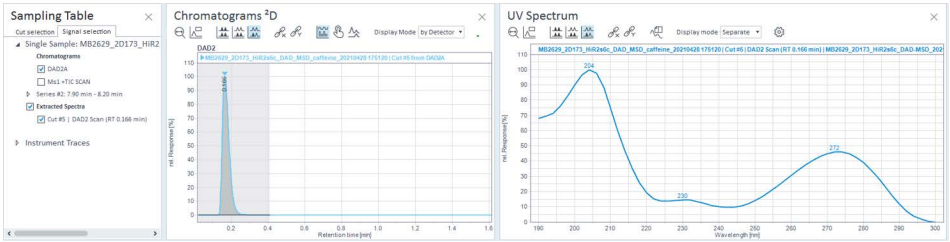


図 184　選択した ^{2}D ピークの UV スペクトルの例

MS スペクトル

このウィンドウには、指定したリテンションタイムで取り込まれたか、時間範囲で平均化された MS スペクトルが表示されます。測定メソッドの設定によって、スペクトルはセントロイドまたはプロファイルモードになります。スペクトルはバックグラウンド減算される場合があります。スペクトルタイプ（ピーク頂点または平均）およびバックグラウンド減算は解析メソッドの設定によって異なります。選択されたスペクトルは選択されたピークに関連付けられています（ **[クロマトグラム]** ウィンドウでなど）。

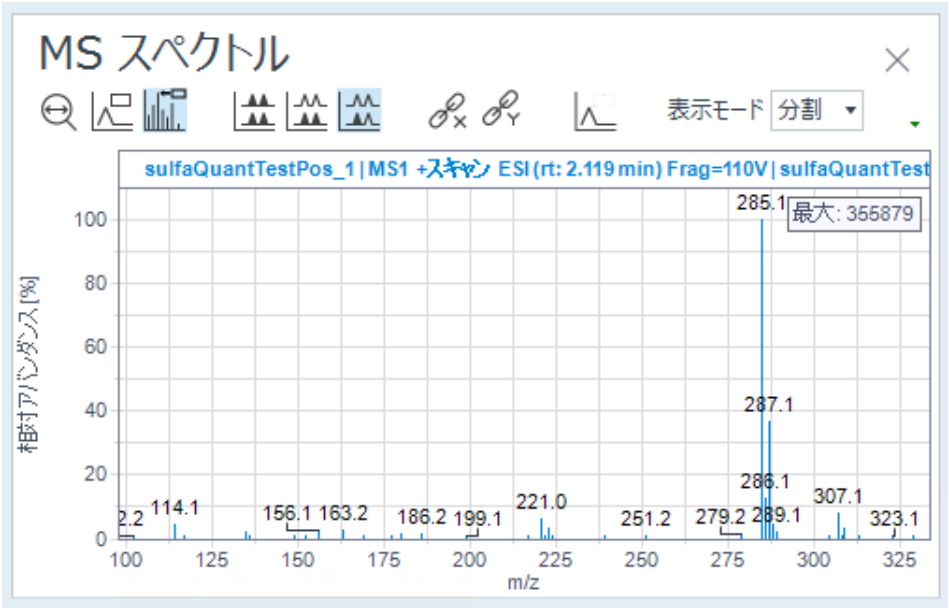


図 185　MS スペクトル、セントロイドモード

診断シグナルウィンドウ

診断の目的のために、^{2}D 検出器のクロマトグラム全体が**診断シグナル**ウィンドウに表示されます。分析時間全体にわたって連続的に記録される二次元目の機器トレースも表示されます（たとえば、流量、圧力、溶媒比率）。分画範囲が表示され、注釈として分画番号が付きます。診断シグナルの各分画セクションは、^{2}D クロマトグラムに対応しています。フラッシュ時間も表示され、分画ヘッダーに **F** 記号で示されます。

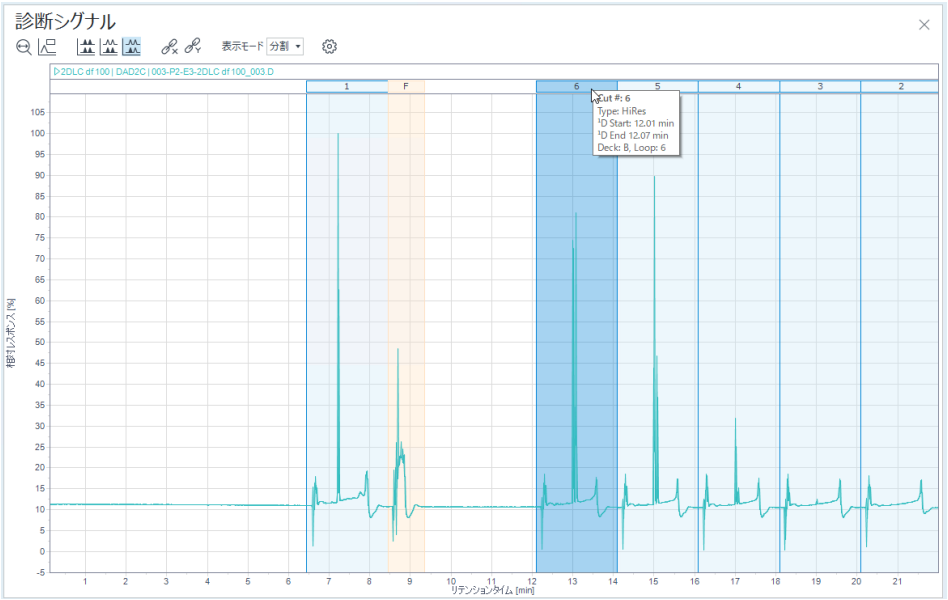


図 186　診断シグナル：検出器レスポンス

シグナルの表示および比較

デフォルトでは、診断シグナルは 1 つのグラフに個別にプロットされます。**サンプリングテーブル**の**選択シグナル**タブでシグナルを選択します。ここには**機器トレース**セクションも表示されます。

シグナルを適切に比較できるように、ペインの表示モードやスケールを調整します。

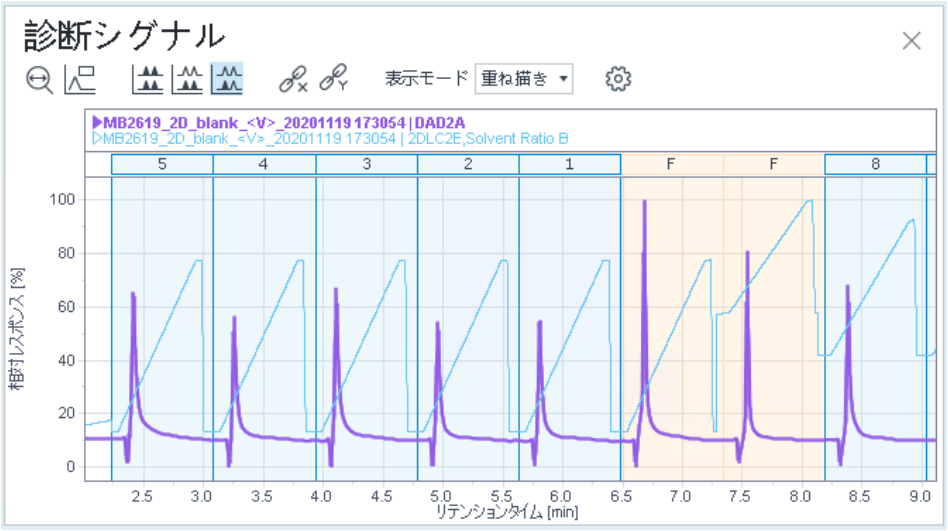


図 187　診断シグナル：検出器レスポンスと溶媒比率

シグナルの位置合わせ

2 D-LC におけるシグナルの位置合わせ

2D-LC では、シグナル位置合わせは以下の要領で実行します。

- 同じ次元の複数検出器からのシグナルの位置合わせにより、すべての検出器からのピークのリテンションタイムが同じになるようにします。
- 二次元目での分画時間のシフトにより、正しい分画クロマトグラムを取得できるようにします。

注記

シグナル位置合わせはリテンションタイムに影響します。そのため、解析メソッドで正確なシグナル位置合わせを最初に設定してから、データを再解析することをお勧めします。これにより、^{2}D 分析時間の短いコンプリヘンシブモード（LCxLC）では特に、すべてのウィンドウにシフトが確実に適用されるので、適正な情報を使用して、積分イベント（タイム）、予測化合物のリテンションタイムなどの時間に基づく設定を行うことができます。何らかのリテンションタイムに関連する設定を実行後に、シグナル位置合わせの設定を変更した場合は、適宜リテンションタイム関連の設定を確認し調整してください。

2D-LC 流路ダイアグラムおよびトランスファー時間

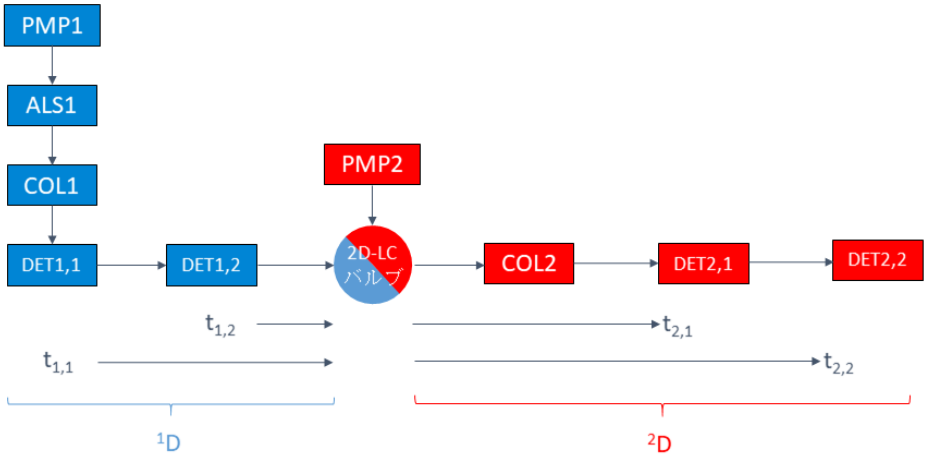


図 188　2D-LC 流路ダイアグラムおよびトランスファー時間

2D-LC システムには、各次元に複数の検出器が含まれている場合があります。一次元目には、検出器がない場合もあります。

例として、上の図（309 ページの図 188）に、各次元に 2 つの検出器を備えたシステムを示します。溶離液は一次元目のカラム COL1 によって分離されてから、一次元目の 1 番目の検出器 DET1,1 に到達し、その後 2 番目の検出器 DET1,2 に到達します。溶離液はさらに 2D-LC バルブへと送液され、そこで分画が貯留されます。2D-LC バルブ（オプションでマルチハートカットバルブを接続）は、二次元目のインジェクタとして動作します。2D-LC バルブの切り替えにより、分画は二次元目の流路に注入されます。これが ^2D 分析の開始時間となり、二次元目のリテンションタイム 0 分が定義されます。二次元目のポンプ PMP2 からのフローがその分画を二次元目のカラム COL2 に送液します。分画はこのカラムでさらに分離されます。フローは検出器へと流れます。
フローは最初に 1 番目の ^2D 検出器 DET2,1 に到達し、少し遅れて 2 番目の ^2D 検出器 DET2,2 に到達します。

上の図（309 ページの図 188）には、各検出器と 2D-LC バルブ間のトランスファー時間 t が記載されています。

表 38 トランスファー時間

トランスファー時間	流路
$t_{1,1}$	1 番目の ^{1}D 検出器から 2D-LC バルブまで
$t_{1,2}$	2 番目の ^{1}D 検出器から 2D-LC バルブまで
$t_{2,1}$	2D-LC バルブから 1 番目の ^{2}D 検出器まで
$t_{2,2}$	2D-LC バルブから 2 番目の ^{2}D 検出器まで

これらの時間はトランスファーボリューム V に対応します。流量 F と t を掛け合わせて V を計算することができます。

$$V = F \cdot t$$

2D-LC のコンフィグレーションで、これらのトランスファーボリュームを設定します。この量は、トランスファー時間の計算と、検出器によるシグナル検出後のバルブ切り替えのタイミング計算に使用されます。一次元目のトランスファー時間 $t_{1,2}$ のトランスファーボリュームは、デフォルトでは、検出器フローセルの半分の容量に、検出器フローセルと 2D-LC バルブの間の容量を加えたものとして計算されます。

^{2}D カラムの**システムスータビリティ**を確認するには：トランスファー時間を、カラムパラメータに入力する**空隙時間**として使用します（オンラインヘルプで「カラムパフォーマンスの確認」を参照するか、トランスファーボリュームの計算を確認してください。165 ページの「一次元目のトランスファーボリュームを分析から検証」 を参照）。

2D-LC バルブから 1 番目の ^{2}D 検出器までのオフセット

2D-LC のデータ解析では、追加補正のために 1 番目の ^{2}D 検出器までのトランスファー時間が必要です。2D-LC では、異なるサンプルループに貯留された複数の分画が、連続して注入される場合があります。そのため、^{2}D検出器では、連続した ^{2}D クロマトグラムが検出されます。



図 189　^{2}D 検出器の連続シグナル（診断シグナル）

連続した ^{2}D 分画クロマトグラムは、その後、個別のクロマトグラムに分割されます。

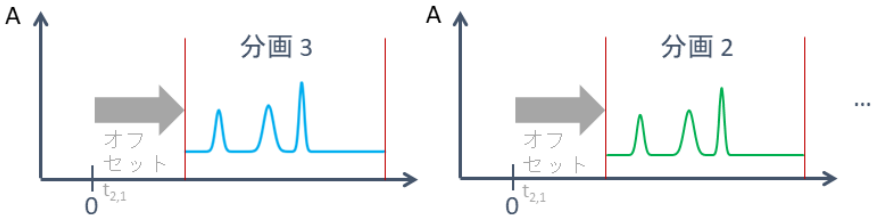


図 190　1 番目の ^{2}D 検出器のトランスファー時間を ^{2}D クロマトグラムの分割に使用

^{2}D クロマトグラムの開始と終了は、2D-LC バルブの切り替えに対応した垂直線によりマークされます。このオフセットを補正するには、1 番目 の ^{2}D 検出器のトランスファー時間が必要です。このオフセットは、^{2}D クロマトグラムのリテンションタイムに含まれていることに注意してください。したがって、二次元目のリテンションタイムは、一次元目のそれと同様に、流路への（2D-LCバルブによる）注入から（二次元目の）1番目の検出器までの時間として定義されます。ただし、リテンションタイム 0 分から 1 番目の ^{2}D 検出器のトランスファー時間までは利用できるデータはありません。

クロマトグラムが正しく分割されるためには、適正なトランスファー時間を設定することが重要です。1 番目の ^{2}D 検出器までのトランスファー時間が間違っていると、クロマトグラムが誤って分割され、異なるサンプルループからの溶離液が含まれてしまう場合があります。

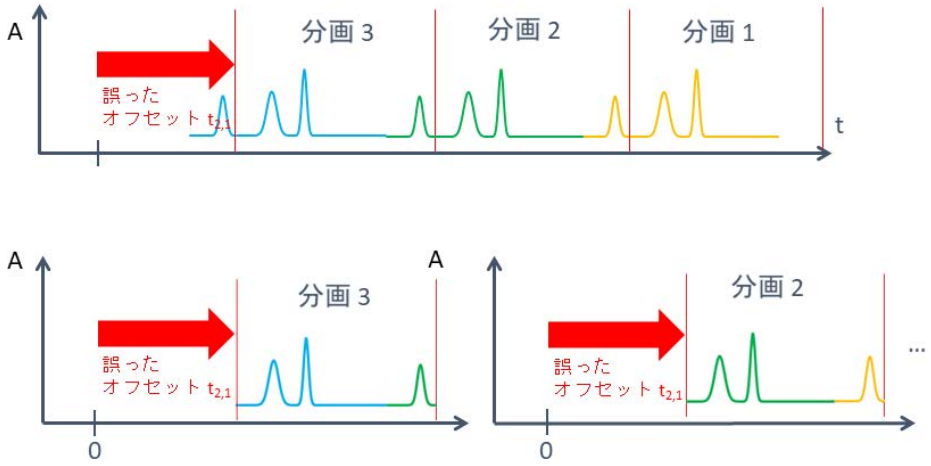


図 191　間違ったトランスファー時間によりシグナルの分割で誤りが発生

1 番目の ^{2}D 検出器のトランスファー時間が間違っていると、以下のように等高線プロットにも影響を及ぼします。

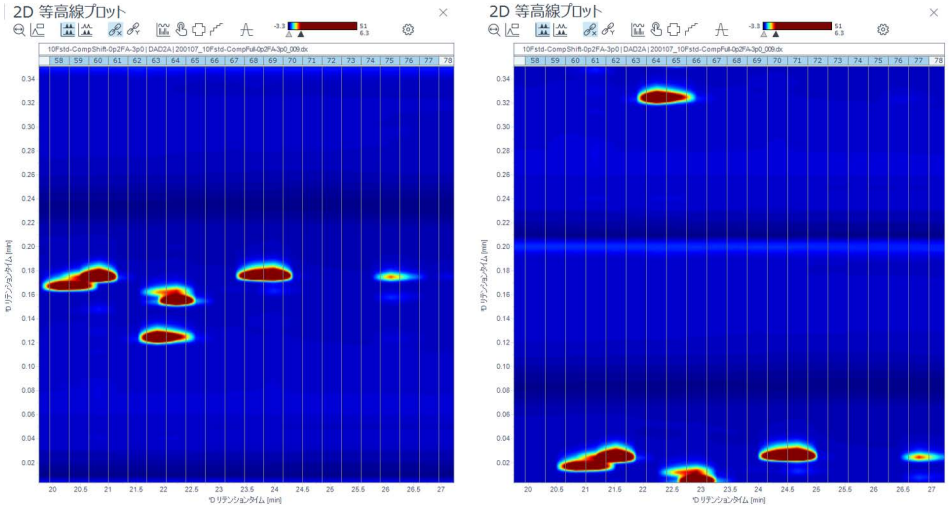


図 192　左の画像：正しいトランスファー時間でシグナルを位置合わせ、右の画像：位置合わせなし。

複数の検出器間のオフセット

一次元の測定と同様に、2 つの検出器間のオフセットによりシグナルのオフセットが生じます。これは、一次元目だけでなく二次元目にも当てはまります。

複数の検出器で検出される同じ化合物が同じリテンションタイムになるようにするには、2 番目以降の検出器のクロマトグラムを左にシフトさせて、シグナルの位置合わせを行う必要があります。すなわち、リテンションタイムは、いずれの次元でも常に流路の 1 番目の検出器で定義されます。オフセットは複数の検出器におけるトランスファー時間の差です。例：$d_1 = t_{1,1} - t_{1,2}$（309 ページの「2D-LC流路ダイアグラムおよびトランスファー時間」を参照してください）

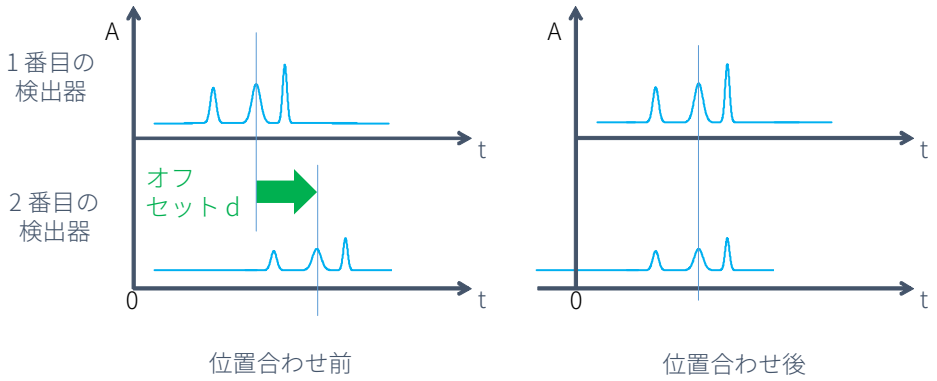


図 193　検出器間のトランスファー時間を用いたシグナルの位置合わせ

上の図は、^{1}D シグナルとフル ^{2}D シグナルの両方に当てはまります。2 番目の検出器シグナルが左側にシフトされると、2 番目の検出器シグナルは、シフトした長さだけ負の時間から始まります。2D-LC では、これが表示されるのはフル ^{2}D シグナル（**診断シグナル** ウィンドウに表示）だけです。個々の分画は、常に 1 番目の ^{2}D 検出器のディレイ後から始まり、分画の長さ（時間）が経過すると終了します。

機器コンフィグレーションのトランスファーボリューム

機器コンフィグレーションで、トランスファーボリュームを追加します。



図 194　2D-LC システムの検出器トランスファー時間のコンフィグレーション

デフォルトでは、検出器テーブルにリストされるのは CAN ベースの検出器のみです。MSD または ELSD 検出器を接続した場合には、それらの検出器とそのトランスファーボリュームを手動で検出器テーブルに追加する必要があります。

注記

必ず、正確なモジュール ID を使用してください（検出器名とシリアル番号をコロンで区切って入力）。正確に入力されていないと、検出器モジュールが識別されず、解析メソッドの［**データディレイ (min)**］が［**N/A**］として表示されます。この場合、解析メソッドでシグナルをマニュアルで位置合わせする必要があります（オンラインヘルプの「マニュアルによるシグナル位置合わせ」を参照）。

特に同じ検出器は、解析メソッドの **全般** > **シグナル** > **位置合わせ** にも一覧表示されます。

トランスファーボリュームとトランスファー時間

解析メソッドの［**データディレイ (min)**］は、機器コンフィグレーションの検出器トランスファーボリュームを各々のポンプ流量で割った値です。よって、このディレイタイムをトランスファー時間とみなすことができます。

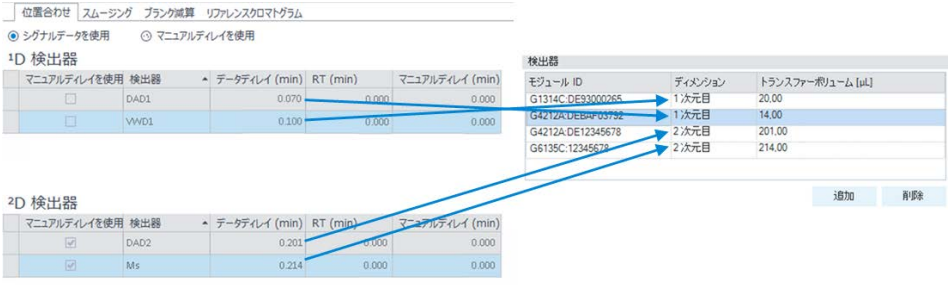


図 195　解析メソッドおよび機器コンフィグレーションの検出器

解析メソッドには、そのメソッドに関連付けられたデータで使用されるすべての検出器が一覧表示されます。メソッドが関連付けられていない状態で、別のトランスファーボリュームが含まれる別の機器コンフィグレーションからのデータを読み込むと、解析メソッドのテーブルの［**データディレイ (min)**］には［**その他**］が表示されます。

通常の (1D) データ解析との違い

通常の (1D) データ解析では、2 つの検出器間のディレイ（リテンションタイムの差）のみをシグナルの位置合わせで指定する必要があります。1 番目の ^{1}D 検出器の場合、この値は常にゼロです。**2D-LC** では、一次元目のトランスファー時間は、検出器から 2D-LC バルブまでの時間です。

シグナルデータによる自動シグナル位置合わせ

必須要件

- プロジェクトで「メソッド承認を適用」が設定されている場合、メソッドは［**一般**］ステータスである必要があります。詳細については、オンラインヘルプの「メソッド承認」を参照してください。
- データは、OpenLab CDS バージョン 2.6 以降で測定されている必要があります。
- 該当する機器コンフィグレーションで測定されたデータにメソッドが関連付けられている必要があります。

注記

関連付けられていないメソッドを編集し、別のトランスファーボリュームが含まれる別の機器コンフィグレーションからのデータを読み込むと、解析メソッドのテーブルの［**データディレイ (min)**］には［**その他**］が表示されます。異なるディレイが同じマニュアルディレイに置き換えられてしまうため、マニュアルでのシグナル位置合わせは推奨されません。

1 解析メソッドで、**全般** > **シグナル** ノードに移動します。

2 ［**位置合わせ**］タブを選択します。

3 ［**シグナルデータを使用**］を選択します。

システムによって計算されたデータディレイは、^{1}D 検出器および ^{2}D 検出器のテーブルに読み取り専用で表示されます。再解析時は、［**データディレイ (min)**］に表示される値が、関連付けられているすべての注入データに適用されます。

マニュアルによるシグナル位置合わせ

この機能では、一次元目と二次元目の検出器のディレイタイムをマニュアルで設定することができます。

必須要件

- 各次元のすべての検出器のトランスファー時間が既知である必要があります。

注記

通常の 1D データ解析のシグナル位置合わせとは異なり、すべての検出器の**トランスファー時間**が既知である必要があります。一次元目のトランスファーは、^{1}D 検出器から 2D-LC バルブまでで測定されます。309 ページの図 188を参照してください。

1 解析メソッドで、**全般** > **シグナル** ノードに移動します。

2 **［位置合わせ］**タブを選択します。

3 **［マニュアルディレイを使用］**を選択します。

4 該当する検出器の**［マニュアルディレイを使用］**チェックボックスを選択します。

メソッドがいずれの注入データにも関連付けられていない場合、メソッドは、読み込まれたすべての注入データからすべての検出器を一覧表示します。

5 シグナル位置合わせを実行する各次元に対して以下を行います。

- **［マニュアルディレイ(min)］**に、既知の**トランスファー時間**を入力します。
- すべての検出器で検出された 1 つのピークのリテンションタイムを入力します。

注記

一次元目では、流路の 1 番目の ^{1}D 検出器のトランスファー時間は、2 番目の ^{1}D 検出器よりも長くなります。

二次元目では、1 番目の ^{2}D 検出器のトランスファー時間は、2 番目の ^{2}D 検出器よりも短くなります。

309 ページの「2D-LC 流路ダイアグラムおよびトランスファー時間」 を参照してください。

その他のデータディレイ値の場合、異なる機器コンフィグレーションに同じディレイが適用されるため、マニュアルのシグナル位置合わせは推奨されません。

注記 異なる検出器コンフィグレーションが含まれる注入データにこのメソッドを再利用する場合は、注意してください。

レポート

デフォルトのレポートテンプレートのインポート

新しくプロジェクトを作成する場合、レポートテンプレートのデフォルトのフォルダーは、**<プロジェクト名>** > **Report Templates** です。レポートテンプレートを使用するには、デフォルトのテンプレートをこのディレクトリにインポートする必要があります。

1 **［データ選択］**表示の **［インポート / エクスポート］**タブで、**［デフォルトテンプレートのインポート］**を選択します。

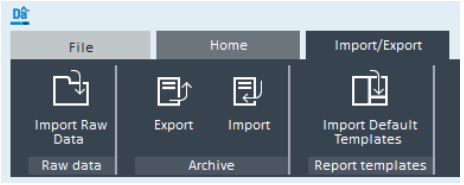


図 196　Data Analysis の［レポートテンプレート］表示

デフォルトのレポートテンプレートは、OpenLab Data Analysis に付属しています。これらのテンプレートは、必要に応じてコピー/変更ができます。下記は、デフォルトのレポートテンプレートのリストです。OpenLab 2.x のバージョンををアップグレードする場合、レポートディレクトリにある新しいフォルダーにこれらの新しいテンプレートが読み込まれるので、古いレポートテンプレートに加えた変更が上書きされることはありません。デフォルトテンプレートがシステムに追加されたので、使用することができます。

現在使用可能な 2D-LC のデフォルトテンプレートを以下に示します。

- 2D-LC Sequence Summary Report
- 2D-LC Single Injection Compounds Report
- 2D-LC Sequence Calibration Report

［レポート］表示には 2 つのウィンドウがあります。

- **レポートエディタ**
- **レポートプレビュー**

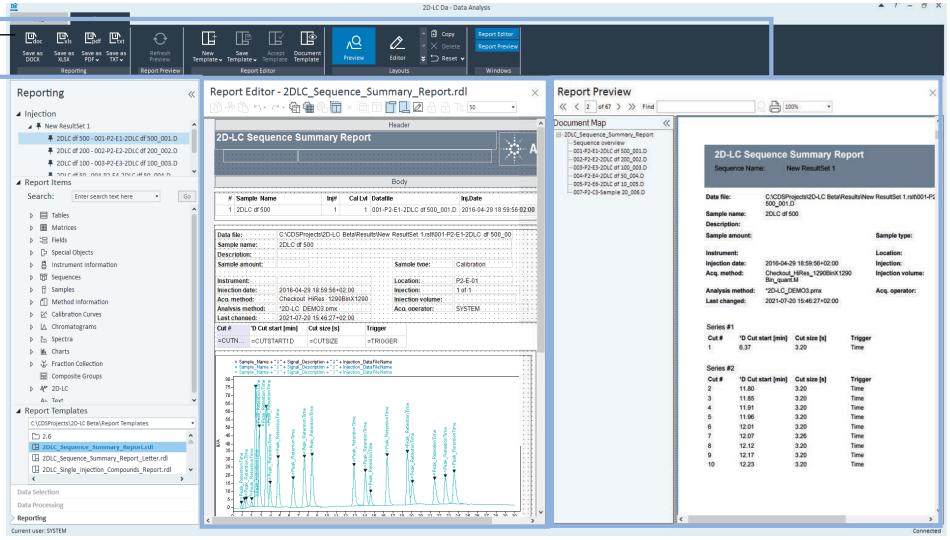


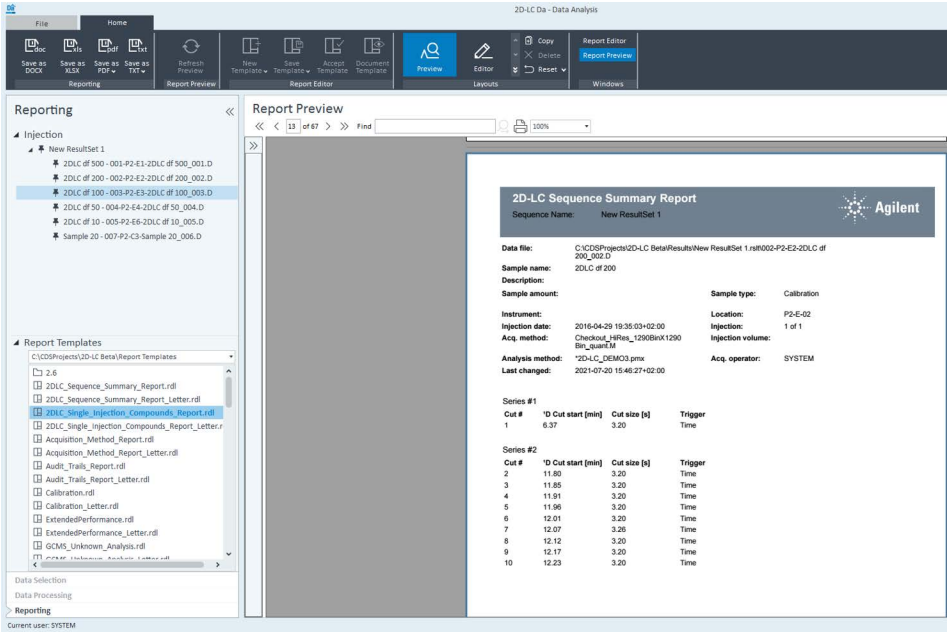
図 197　［レポート］表示

2 レポートのプレビュー手順：

a データが読み込まれ、データツリーにあることを確認します。1 つの注入データだけを表示するには、そのデータが選択されていることを確認します。

b 使用するレポートテンプレートをダブルクリックで選択します。

c **［プレビューの更新］**を選択すると［レポートプレビュー］画面にプレビューが表示されます。



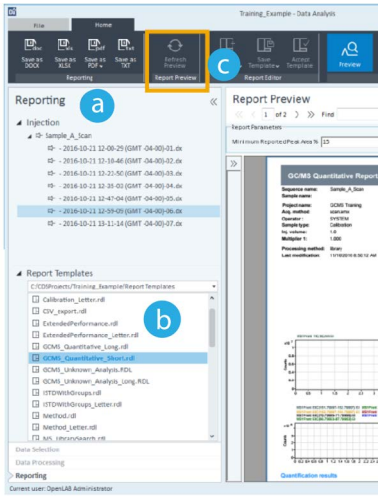


図 198　［レポートプレビュー］の例

または

デフォルトテンプレートに必要な情報が表示されない場合は、いつでもテンプレートを変更したり、新たに独自のテンプレートを作成したりすることができます。

d **リボン**から［**編集**］ボタンを選択すると、すべてのレポート項目が表示されます。また、［**レポートテンプレート**］を使って作業することができます。

［**レポート**］表示の上部には、**リボン**があります。このリボンからは、レポートテンプレートの新規作成などの機能にアクセスできます。ナビゲーションペインには、OpenLab Data Analysis で現在使用可能なレポートテンプレートのリストが表示されます（該当するパスに移動した場合）。

e ［**データツリー**］から使用する注入データを選択します。

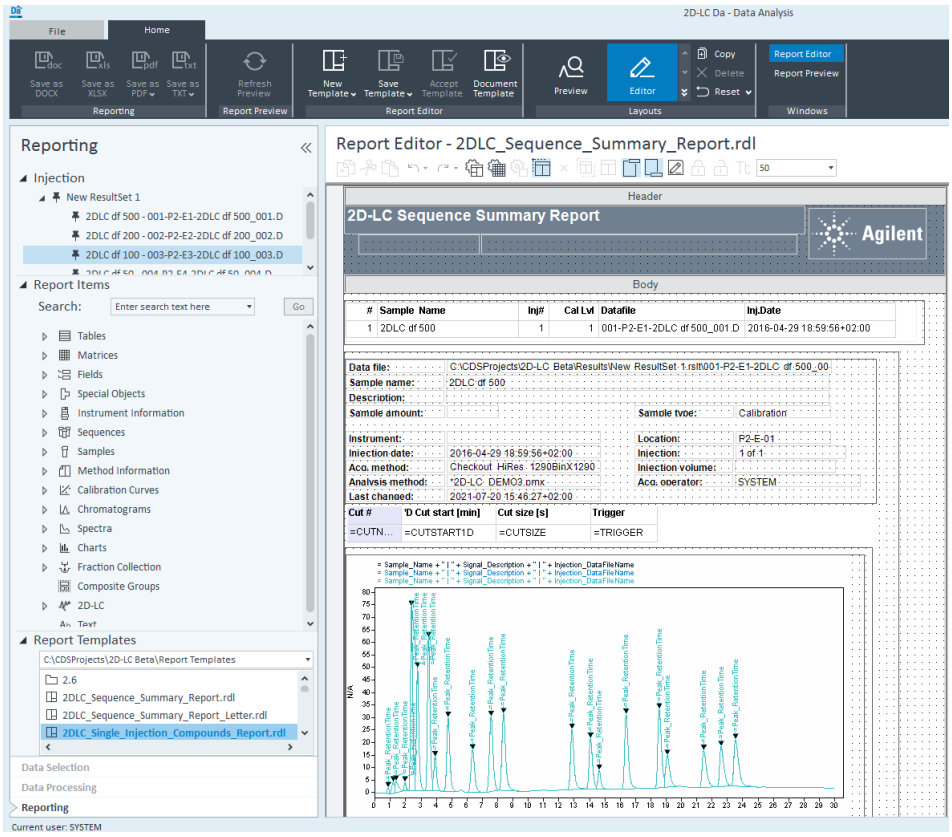
［**レポートアイテム**］セクションには、レポートに追加できるすべてのレポートアイテムが表示されます。

f ［**レポートテンプレート**］セクションから、変更する［**レポートテンプレート**］を選択します。

ワークスペースの［**レポートエディタウインドウ**］の上部には、レポートに使用可能な［**レポートエディタツール**］がすべて表示されます。

g ［**プレビューの更新**］をクリックします。

ワークスペースにレポートが表示されます。


2D-LC Da - Data Analysis
File
Home
Save as DOCX
Save as XLSX
Save as PDF
Save as TXT
Reporting
Refresh Preview
Report Preview
New Template
Save Template
Accept Template
Document Template
Report Editor
Preview
Editor
Copy
Delete
Reset
Layouts
Report Editor
Report Preview
Windows
Reporting
Injection
New ResultSet 1
2DLC df 500 - 001-P2-E1-2DLC df 500_001.D
2DLC df 200 - 002-P2-E2-2DLC df 200_002.D
2DLC df 100 - 003-P2-E3-2DLC df 100_003.D
Report Items
Search:
Enter search text here
Go
Tables
Matrices
Fields
Special Objects
Instrument Information
Sequences
Samples
Method Information
Calibration Curves
Chromatograms
Spectra
Charts
Fraction Collection
Composite Groups
2D-LC
Report Templates
C:\CDSProjects\2D-LC Beta\Report Templates
2.6
2DLC_Sequence_Summary_Report.rdl
2DLC_Sequence_Summary_Report_Letter.rdl
2DLC_Single_Injection_Compounds_Report.rdl
Data Selection
Data Processing
Reporting
Current user: SYSTEM
Report Editor - 2DLC_Sequence_Summary_Report.rdl
Header
2D-LC Sequence Summary Report
Agilent
Body
Sample Name Inj# Cal Lvl Datafile Inj.Date
1 2DLC df 500 1 1 001-P2-E1-2DLC df 500_001.D 2016-04-29 18:59:56+02:00
Data file: C:\CDSProjects\2D-LC Beta\Results\New ResultSet 1.rslt\001-P2-E1-2DLC df 500_00
Sample name: 2DLC df 500
Description:
Sample amount:
Sample type: Calibration
Instrument:
Injection date: 2016-04-29 18:59:56+02:00
Acq. method: Checkout HiRes 1290BinX1290
Analysis method: *2D-LC DEMO3.pmx
Last changed: 2021-07-20 15:46:27+02:00
Location: P2-E-01
Injection: 1 of 1
Injection volume:
Acq. operator: SYSTEM
Cut # 1D Cut start [min] Cut size [s] Trigger
=CUTN... =CUTSTART1D =CUTSIZE =TRIGGER
N/A

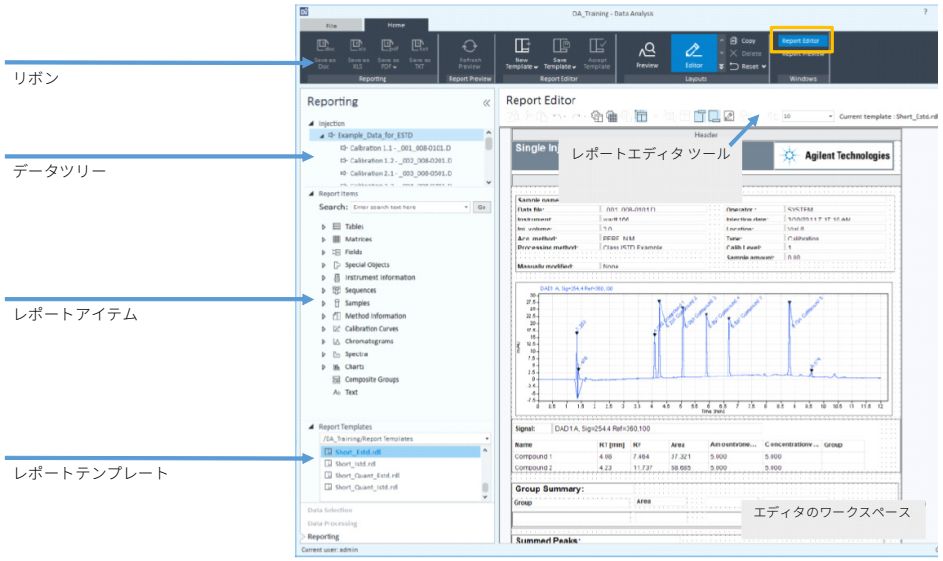


図 199　レポートワークスペースの例

レポートテンプレートを開いて編集

多くの場合、すでに用意されているテンプレートを少し変更することによって、目的に合ったオリジナルのレポートテンプレートを作成することができます。これにより、時間を大幅に短縮できるだけなく、すでに準備されているテンプレート例を見て学ぶこともできます。

1 テンプレートを読み込むには、テンプレート名をダブルクリックします。

2 **エディタワークスペース**内にあるアイテムをクリックします。

選択したアイテムの周囲に灰色のボックス、コーナーと両サイドの中央に使いやすいコントロールハンドルが表示されます。

3 オブジェクトのサイズを変更するには、ハンドルを選択してドラッグします。

または

境界ボックス上のどこか他の場所を選択すると、移動カーソルが表示されるので、アイテムをクリックして新しい位置にドラッグします。

または

すべてのオプションを表示して変更するには、境界ボックスを右クリックして［**プロパティ**］を選択します。

レポートのプレビュー

コンテンツを追加したり、レポートに変更を加えるたびにレポートを頻繁にプレビューして、追加した内容が意図しているとおりに機能しているか確認してください。

1 プレビューを開くには、［レポートプレビュー］ウインドウを表示してから[プレビューの更新]ボタンを選択します。

デフォルトプリンタの設定を使用したレポートがレポートプレビューウインドウに表示されます。

テンプレートの保存

満足のいくレポートが作成できたら、変更を保存する必要があります。

1 同じ名前の既存のテンプレートを上書きする場合は、**［テンプレートを保存］**を選択します。

または

テンプレートに新しい名前を付ける場合は、**［テンプレートに名前を付けて保存］**を選択します。

テンプレートは、プロジェクトのデフォルトのレポートテンプレートディレクトリに保存されます。

2D-LC のシンプルなデータ解析ワークフロー

2D-LC のデータ解析の代表的なワークフローは、以下のステップから構成されます。

- 325 ページの「解析メソッドの適用」
- 326 ページの「積分結果の最適化」
- 329 ページの「2D ピークの割り当て」
- 333 ページの「化合物の同定」
- 335 ページの「化合物のキャリブレーション」
- 338 ページの「再解析および変更した解析メソッドの保存」
- 338 ページの「結果のレビューおよび問題点の修正」
- 339 ページの「データ解析結果の保存」
- 340 ページの「レポートの作成」

以下の手順では、ハイレゾサンプリングで測定したデータについて、2 つの化合物のキャリブレーション/定量ワークフローを紹介します。

解析メソッドの適用

1 アイコンをダブルクリックします。



2 結果セットのデータを読み込むには、適切な結果セットを選択し、**［データ読み込み］**をクリックするか、結果セットをダブルクリックします。

または

シングルサンプル 分析のデータファイルを読み込むには、フォルダと注入データ（チェックボックス）を選択し、**［データ読み込み］**をクリックするか、注入データをダブルクリックします。

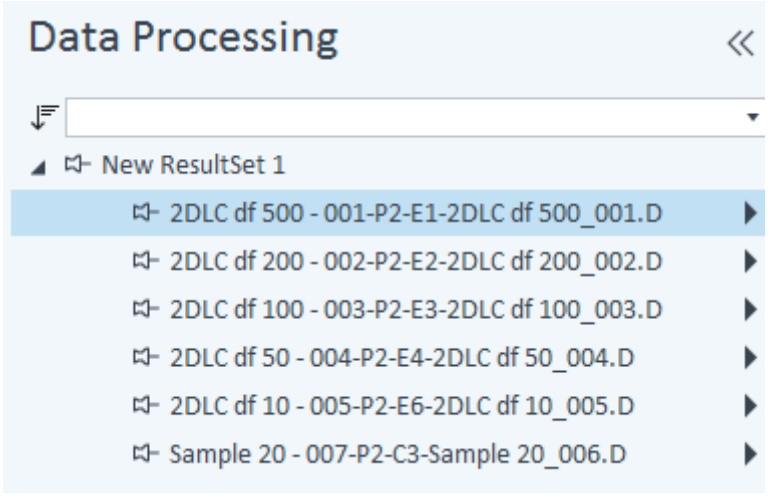


図 200　［データ解析］表示

初めて注入データを Data Analysis に読み込むときは、解析メソッドを選択する必要があります。

3 2D-LC メソッドを選択し、［**関連付け＆解析**］をクリックします。

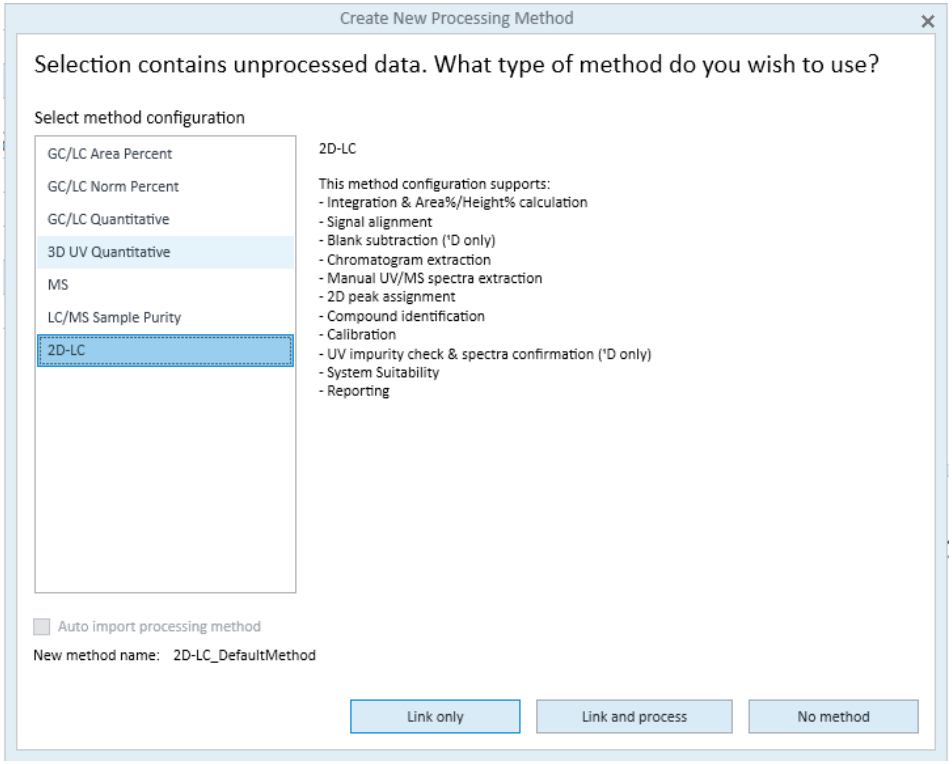


図 201　［新規解析メソッドの作成］表示

このメソッドタイプは、2D-LC 分析に必要な機能をすべて備えています。

積分結果の最適化

1 リボンから［2D-LC］レイアウトを選択します。

これは［**ハイレゾサンプリング/マルチハートカット 2D-LC**］レイアウトです。

2 ［**注入リスト**］を設定します。

a キャリブレーションサンプルの注入データに対して、［**サンプル名**］（例 **2DLC_f00**）、［**サンプルタイプ**］［**キャリブレーション**］、キャリ

ブレーションの［**レベル**］（例：**3**）を設定します。次の図を参照してください。

b サンプルの注入データに対して、［**サンプル名**］（例：**Sample 20**）、［**サンプルタイプ**］［**サンプル**］を設定します。

Injection List

Bracketing mode: None

Order No	Inj. #	Sample type	Sample name	Data file	Level
1	1	Cal. Std.	2DLC df 500	001-P2-E1-2DLC df 500_00...	1
2	1	Cal. Std.	2DLC df 200	002-P2-E2-2DLC df 200_00...	2
3	1	Cal. Std.	2DLC df 100	003-P2-E3-2DLC df 100_00...	3
4	1	Cal. Std.	2DLC df 50	004-P2-E4-2DLC df 50_004.D	4
5	1	Cal. Std.	2DLC df 10	005-P2-E6-2DLC df 10_005.D	5
6	1	Sample	Sample 20	007-P2-C3-Sample 20_006...	

図 202　［注入リスト］の例

3 解析メソッドを編集します。

［**ChemStation の積分イベント**］で、スロープ感度、最小ピーク高さ、最小ピーク面積などのパラメータを編集/レビューきます。［ChemStation の積分イベント］>［標準］では、シグナル固有のイベントを使用、またはすべてのシグナルに適用されるグローバルパラメータを設定できます。パラメータテーブルの横にある領域内で右クリックすることにより、タイムイベントを追加できます。

2D シグナルの積分結果の最適化

二次元目でのキャリブレーションにとりかかる前に、シーケンスの積分結果、特にキャリブレーションサンプルの積分結果を確認する必要があります。たと

えば、二次元目の化合物が、2 つのピークに分割されていないか確認します。積分を確認する場合は、常に等高線プロットを使用すると便利です。

1 等高線プロットのアイコン（2D ピークの範囲を表示）をクリックして、ピークが積分されている位置を確認します。

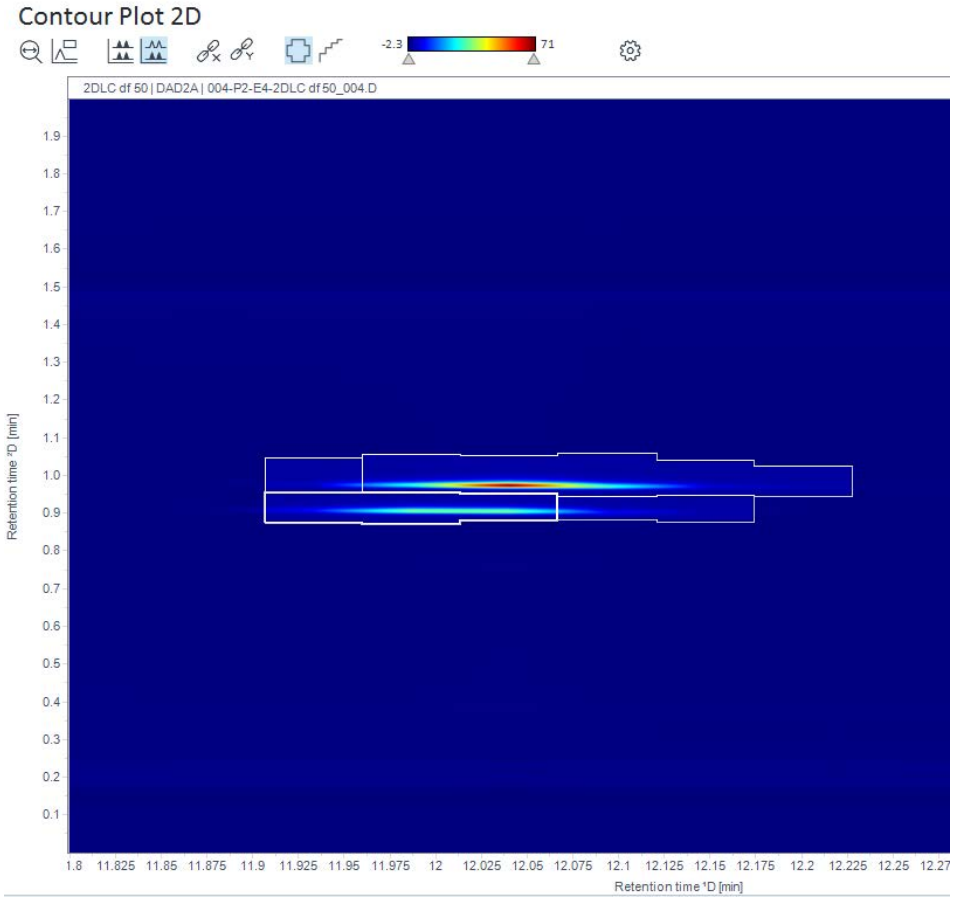


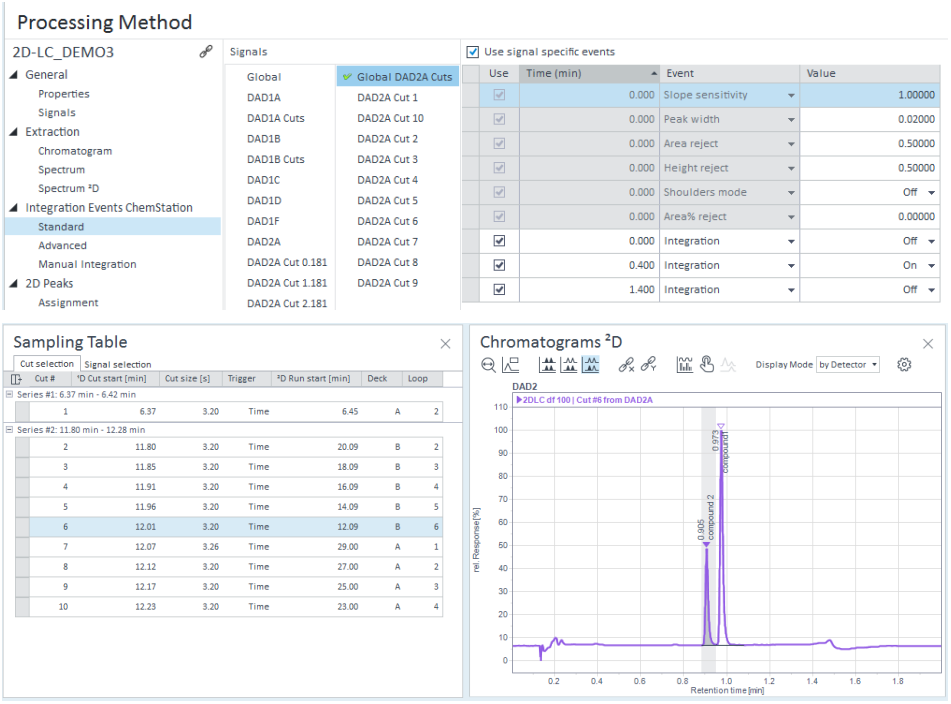
図 203　ピークが完全に検出（積分）されていない 2D 等高線プロットの例

この場合、面積リジェクトと高さリジェクトの値を小さくすることにより、低濃度のキャリブレーションサンプルの積分結果が改善します。

積分を実行する範囲を指定するタイムイベント（積分のオン/オフ）を追加して、最初の不要なピークを除外しています。これにより、目的のピークがフォーカスされ、他のピーク情報は無視されます。

2 現在の積分の状態を確認するために、データを再解析します。

再解析後、すべての目的ピークが積分および同定されている必要があります。



すべての ^{2}D ピークが積分された ^{2}D クロマトグラムの例

2D ピークの割り当て

［2D ピーク］では、すべての 2D ピークの割り当てのパラメータを編集/レビューできます。

1 ピークを割り当てます。

ピークの割り当ては、絶対リテンションタイムウィンドウと、相対リテンションタイムウィンドウ（%）に基づいています。ピークの割り当ての目的は、^{2}D 基準ピークと隣接するすべての ^{2}D ピークを 1 つの 2D ピークにまとめることです。

以下の 2D ピークの割り当てパラメータを設定できます。

- **^{2}D リテンションタイムウィンドウ**

  このパラメータでは、隣接する分画クロマトグラムの ^{2}D ピーク（二次元目のピーク）を相関させて、1 つの 2D ピーク（2D ピーク）を作成す

るために使用するリテンションタイムウィンドウを指定することができます。

- **^{2}D の予測リテンションタイムは、シフトグラジエントにより変化します。**

  測定メソッドで設定されている「シフトグラジエント」を使用して 2D データを測定した場合は、リテンションタイムは、分画により徐々にシフトすることが予想されます。ここでは、隣接する分画クロマトグラムの ^{2}D ピークの相関において考慮すべき、絶対および相対リテンションタイムのシフトを設定できます。

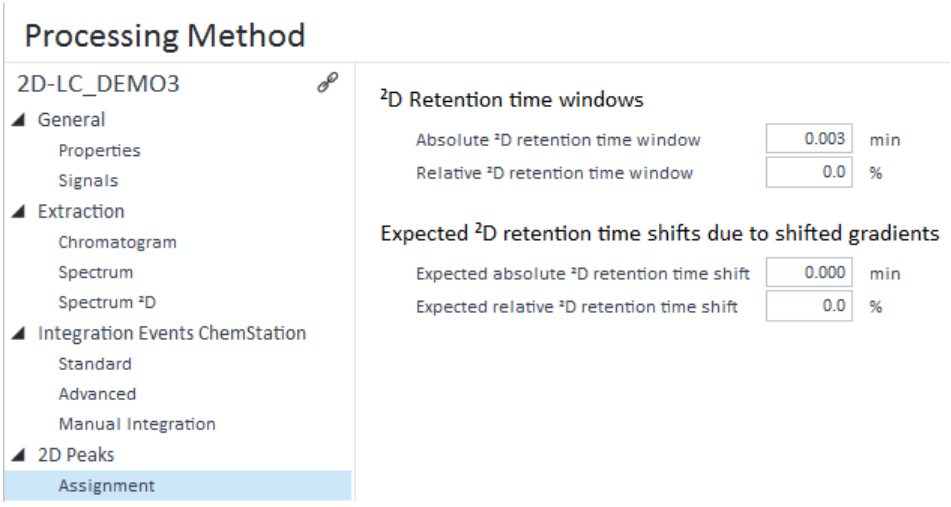


図 204　ピークの割り当てのパラメータ

注記

ピークの割り当ては、フローのすべてが二次元目に送られる連続分画で分析した場合のみ機能します。

2 割り当てられていない最大の ^{2}D ピークのリテンションタイムを基準として、絶対および相対リテンションタイムウィンドウ内で、かつ隣接する左右の分画までのすべての ^{2}D ピークを同じ ^{2}D ピークに割り当てます。リテンションタイムウィンドウは、解析メソッドの **2D ピーク** > **割り当て** で定

義されます。割り当ての結果、2D ピークの ^{1}D および ^{2}D リテンションタイムが計算されます。これは、ピーク/化合物の同定に必要です。

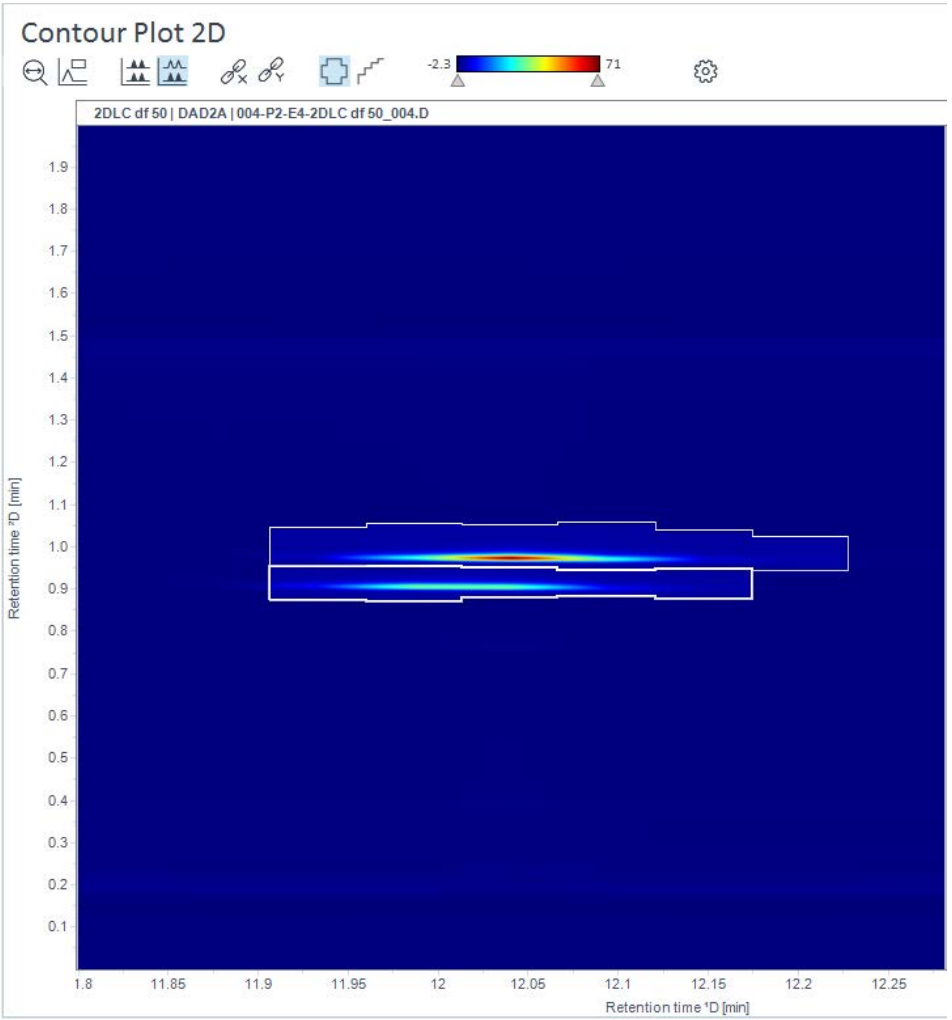


図 205　すべての 2D ピークが検出された 2D 等高線プロットの例

絶対 ^{2}D リテンションタイムウィンドウの値を大きくすることにより、目的の結果が得られました。次の等高線プロットの図を参照してください。ソフトウェアが 1 つの 2D ピークと認識している領域が、境界線で囲まれます。

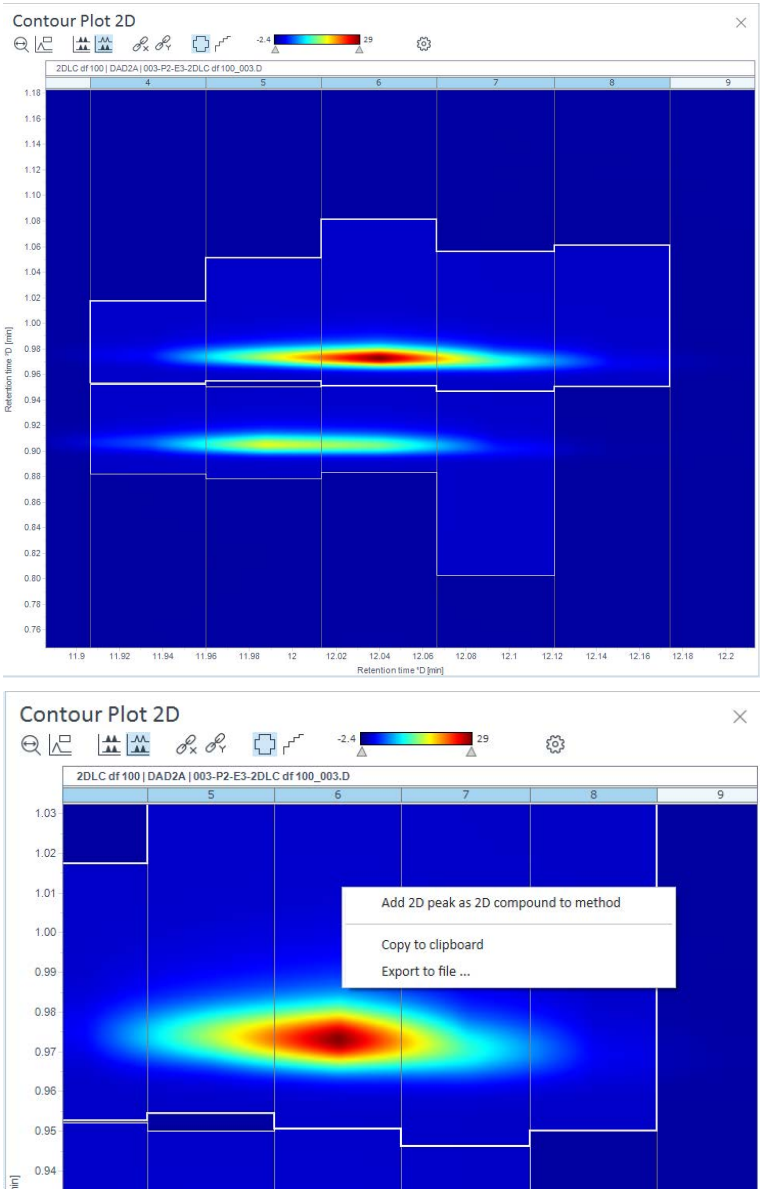


図 206　2D 等高線プロットの［2D ピークを 2D の化合物としてメソッドに追加］

化合物の同定

［**化合物**］では、化合物名、^{1}D および ^{2}D の予測リテンションタイム、または ^{1}D および ^{2}D リテンションタイムウィンドウなどすべての化合物固有のパラメータ、およびキャリブレーション情報を含む化合物テーブルを編集/確認できます。

1 2D ピークを 2D 化合物として解析メソッドに追加します。

2 等高線プロットで、追加する 2D ピークの領域を選択します。

3 選択した 2D ピークの範囲を右クリックし、**［2D ピークを 2D の化合物としてメソッドに追加］**を選択します。

2D 化合物が選択したメソッドの化合物テーブルに追加されます。

4 各化合物の正しい名前（一般的な化合物名）を入力します。

化合物テーブルには、化合物パラメータは以下のように設定されます。

表 39　化合物パラメータ

名前：	化合物名
シグナル：	選択したピークの 2D シグナル
予測^{1}D RT：	選択したピークの一次元目の予測リテンションタイム
^{1}D 絶対 RT ウィンドウ (min)：	一次元目のピークの予測リテンションタイム範囲（単位は分、デフォルトは 0）
^{1}D 相対 RT ウィンドウ (%)：	一次元目のピークの予測リテンションタイム範囲（単位は %、デフォルトは 1）
予測^{2}D RT：	選択したピークの二次元目の予測リテンションタイム
^{2}D 絶対 RT ウィンドウ (min)：	二次元目のピークの予測リテンションタイム範囲（単位は分、デフォルトは 0）
^{2}D 相対 RT ウィンドウ (%)：	二次元目のピークの予測リテンションタイム範囲（単位は %、デフォルトは 1）

2D 化合物

この例では、2 つの 2D 化合物が化合物テーブルに追加されています。

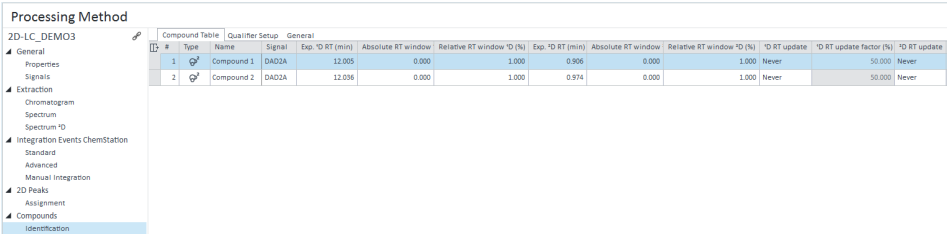


図 207　化合物テーブルの例

注記

アイコンは、外部標準、2D 化合物であることを示します。

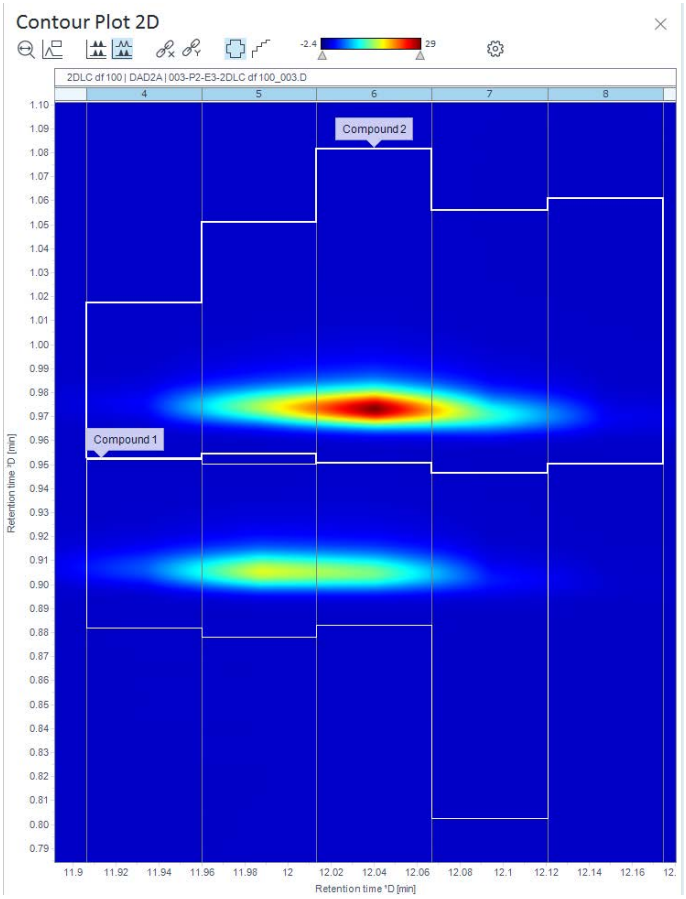


図 208　2D 等高線プロットの 2D 化合物

化合物のキャリブレーション

たとえば、化合物固有のキャリブレーション（ESTD、ISTD）で定量を実行できます。

通常の 1D 化合物のキャリブレーション/定量が 1D ピークの情報に基づいて解析されるのと同様に、2D ピークの情報に基づいて 2D 化合物のキャリブレーション/定量を行うことができます。

この例では、外部標準が用いられており、レベル数は 5 です。

1 解析メソッドの［化合物］>［キャリブレーション］の**［化合物テーブル］**では、すべての化合物固有のパラメータおよびキャリブレーション情報を含む化合物テンプレートを編集/確認します。

a 検量線の X 軸にラベルを付ける場合、**［アマウントの単位］**を設定します。

注記

［アマウントの単位］は、**［注入結果］**テーブルにも表示されます。

b たとえば、濃度および濃度単位を**［注入結果］**ウィンドウに表示するには、**［濃度単位］**を設定します。

このアクションにより、倍率と希釈率が濃度を計算するためのアマウントに適用されます。

c 各化合物の設定アマウントの単位と濃度単位を**［化合物テーブル］**に追加します。

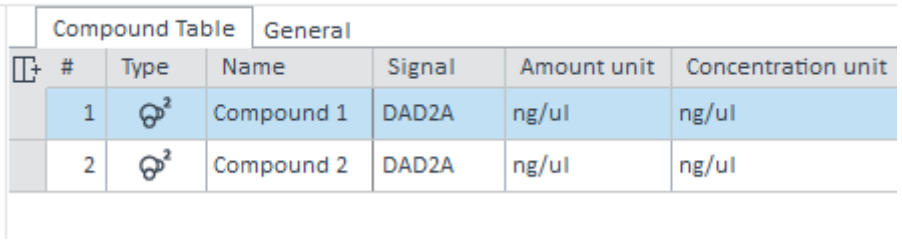


図 209　化合物テーブルのシグナル、アマウントの単位、濃度単位

2 [全般］タブのキャリブレーションレベルにレベル数を入力します。

注記

キャリブレーションの化合物アマウント列は、[化合物］タブのモードで[検量線]を選択した場合のみ編集できます。

a ［化合物］タブの各化合物のレベルにアマウントを追加します。

注記

キャリブレーションレベル数によって、検量線の計算に使用されるポイント数（アマウント、レスポンス）が定義されます。各レベルは、対応するキャリブレーションサンプルを解析することによって設定されます。

各化合物の検量線には、平均キャリブレーションポイント、平均値を計算するために使用された各ポイントが示されます。

Level 1	Level 2	Level 3	Level 4	Level 5
2.000000000	5.000000000	10.000000000	20.000000000	100.000000000
2.000000000	5.000000000	10.000000000	20.000000000	100.000000000

図 210　［化合物テーブル］の濃度レベル

化合物テーブルのいくつかの追加化合物パラメータを以下に示します。

検量線モデル：	検量線の計算モデルを定義します。この列は、［モード］列で［検量線］を選択した場合のみ編集できます。
レスポンス：	化合物のキャリブレーションおよび定量に使用するレスポンスを［面積］、［面積%］、［高さ］、または［高さ%］より選択します。
倍率：	特定の化合物または化合物グループの倍率。注入リストの倍率および希釈率とともに、濃度を補正するために使用します。
リファレンス補正：	別の化合物の検量線を使用する場合、レスポンス補正係数を適用します。
モード：	固定レスポンスファクタ（マニュアル RF）を使用することにより、化合物を検量線を使用して定量するか、別の化合物の検量線（リファレンス）を使用して定量するかを指定します。
検量線リファレンス：	定量に使用するキャリブレーション化合物を選択します。

マニュアル RF：	マニュアル RF（レスポンスファクタ）の値。この列は、モードで［マニュアル RF］を選択した場合のみ編集できます。 **マニュアル RF を使用して次のようにアマウントが計算されます。** • ESTD キャリブレーション：アマウント = マニュアル RF * レスポンス • ISTD キャリブレーション：アマウント = マニュアル RF * ISTD アマウント * レスポンス / ISTD レスポンス
重み付け：	キャリブレーションポイントの重み付けのための方法を選択できます。

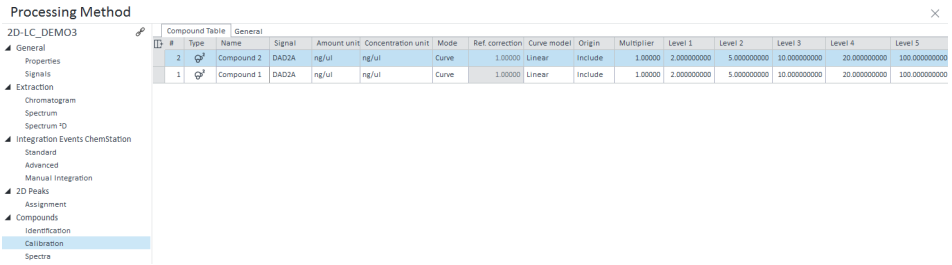


図 211　化合物テーブル

再解析および変更した解析メソッドの保存

1　指定のメソッドを使用してデータを解析します。

積分が実行され、化合物が解析メソッドに追加されています。

2　すべて再解析して、メソッドに矛盾がないか確認します。

更新されたメソッドを結果セットに保存し、必要に応じてマスターメソッドの更新に使用することができます。

結果のレビューおよび問題点の修正

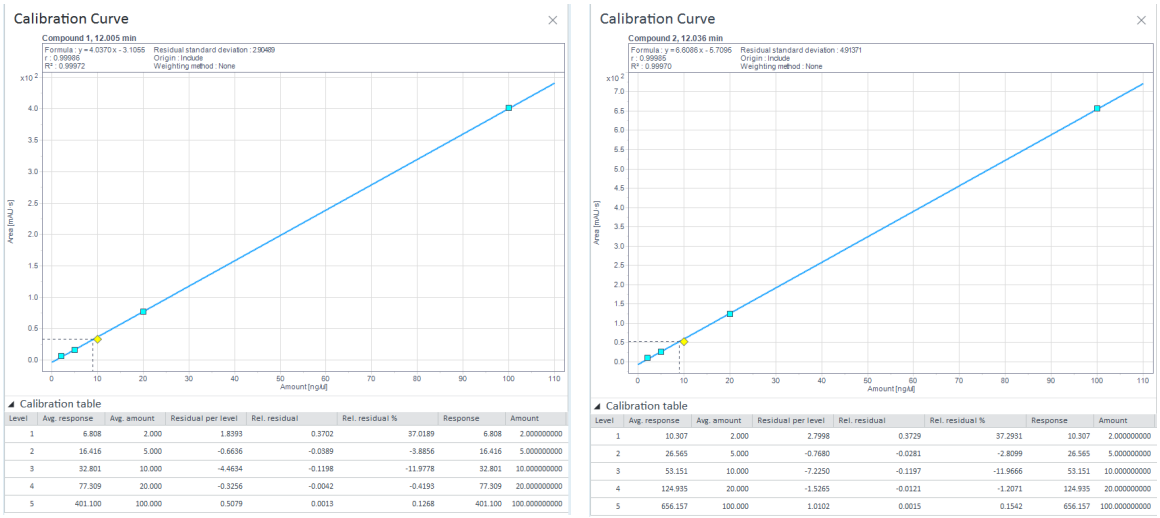
1　［注入結果］ウインドウを選択することにより、面積、高さ、アマウント（定量値）およびメソッドで定義されているさまざまなシステムスータビリ

ティを表示できます。ディレイタイムや空隙時間を再度確認するのにも適しています。

Injection Results

Peaks | Summary

#	Name	Signal description	RT (min)	²D RT (min)	Area (mAU·s)	Area%	Height (mAU)	Height%	Amount	Concentration	Corr. expected ²D RT (min)
3		DAD2A	6.397	0.762	20.281	19.091	21.766	32.20			
7	Compound 1	DAD2A	12.007	0.905	32.801	30.876	16.474	24.37	8.894 ng/ul	8.894 ng/ul	0.906
9	Compound 2	DAD2A	12.037	0.973	53.151	50.032	29.356	43.43	8.907 ng/ul	8.907 ng/ul	0.974
1		DAD1A	0.624		46.935	6.623	28.128	20.77			
2		DAD1A	4.227		21.144	2.983	4.953	3.66			
4		DAD1A	6.412		43.652	6.159	9.413	6.95			
5		DAD1A	10.022		58.528	8.258	8.602	6.35			
6		DAD1A	10.224		24.445	3.449	3.697	2.73			



Level	Avg. response	Avg. amount	Residual per level	Rel. residual	Rel. residual %	Response	Amount
1	6.808	2.000	1.8393	0.3702	37.0189	6.808	2.000000000
2	16.416	5.000	-0.6636	-0.0389	-3.8856	16.416	5.000000000
3	32.801	10.000	-4.4634	-0.1198	-11.9778	32.801	10.000000000
4	77.309	20.000	-0.3256	-0.0042	-0.4193	77.309	20.000000000
5	401.100	100.000	0.5079	0.0013	0.1268	401.100	100.000000000

Level	Avg. response	Avg. amount	Residual per level	Rel. residual	Rel. residual %	Response	Amount
1	10.307	2.000	2.7998	0.3729	37.2931	10.307	2.000000000
2	26.565	5.000	-0.7680	-0.0281	-2.8099	26.565	5.000000000
3	53.151	10.000	-7.2250	-0.1197	-11.9666	53.151	10.000000000
4	124.935	20.000	-1.5265	-0.0121	-1.2071	124.935	20.000000000
5	656.157	100.000	1.0102	0.0015	0.1542	656.157	100.000000000

図 212　注入結果と各化合物の検量線

データ解析結果の保存

再解析後に、解析結果がメソッドと一緒に自動的に保存されることはありません。ファイルの横のチェックマークは、結果は変更されたがデータファイルには保存されなかったことを示します。

1　結果をレビューします。

注記

これは、経験豊富なアナリストが行ってください。

2　問題がないことを確認します。

3 結果を保存します。

チェックマークが消去されます。

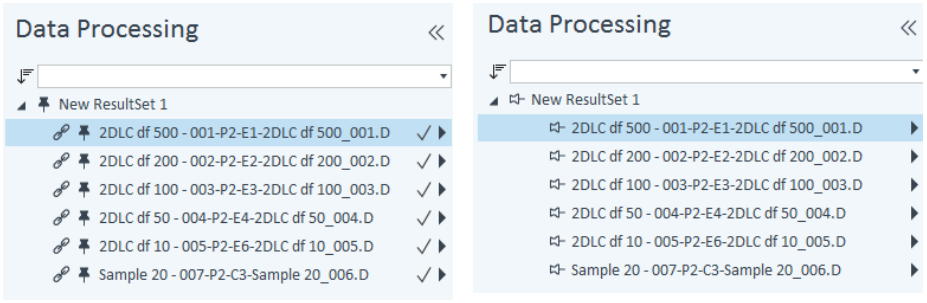


図 213 チェックマークが付いている場合と付いていない場合の［データ解析］

レポートの作成

解析メソッドの［注入レポート］では、シングル注入レポートの作成に使用するレポートテンプレートを選択できます。さらに、レポート出力先とファイル形式も指定する必要があります。必要に応じて、もう 1 つのレポートを作成することもできます。2 番目のレポートにも同様にパラメータを指定する必要があります。

［レポート］セクションのパラメータ設定

1 プロジェクト設定時に指定された**［レポートテンプレート］**フォルダー内の使用可能なすべてのレポートテンプレートから、必要なレポートテンプレートを選択します。

2 **［レポート出力先］**を指定するには、以下のいずれかのオプションを選択します。

- なし

  レポートは作成されません（デフォルト設定）
- プリンタ

レポートはシステムのデフォルトプリンタに送信されます

- ファイル

  レポートは結果セットの各注入のデータフォルダー内に保存されます。以下のいずれかの出力ファイル形式を選択できます。

  - PDF
  - XLSX
  - DOCX
  - TXT
  - CSV

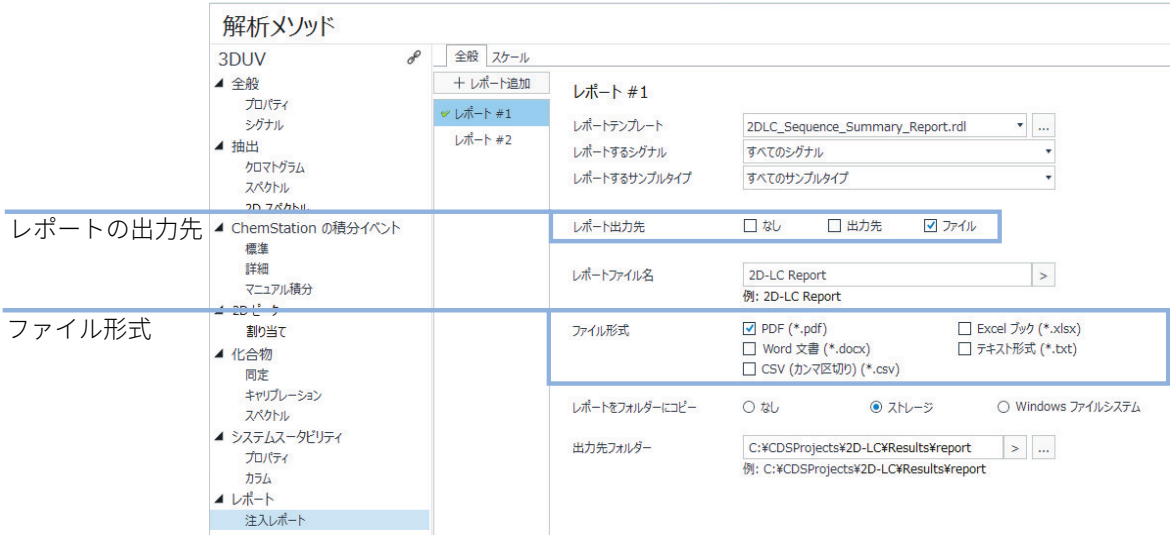
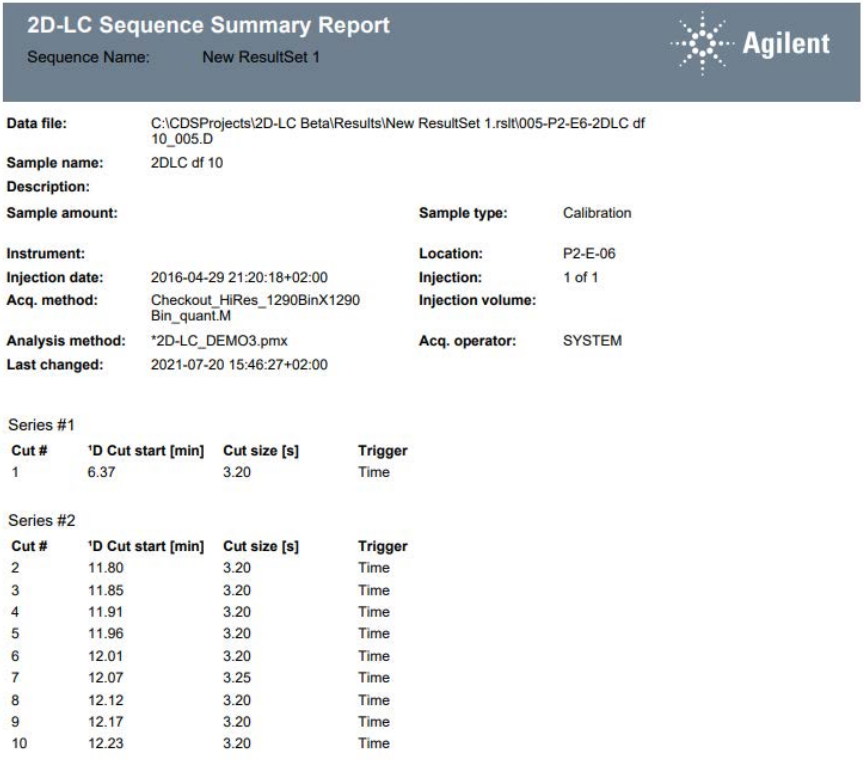


図 214　［解析メソッド］のレポートオプション



2D-LC Sequence Summary Report

Sequence Name: New ResultSet 1

Agilent

Data file:	C:\CDSProjects\2D-LC Beta\Results\New ResultSet 1.rslt\005-P2-E6-2DLC df 10_005.D		
Sample name:	2DLC df 10		
Description:			
Sample amount:		**Sample type:**	Calibration
Instrument:		**Location:**	P2-E-06
Injection date:	2016-04-29 21:20:18+02:00	**Injection:**	1 of 1
Acq. method:	Checkout_HiRes_1290BinX1290 Bin_quant.M	**Injection volume:**	
Analysis method:	*2D-LC_DEMO3.pmx	**Acq. operator:**	SYSTEM
Last changed:	2021-07-20 15:46:27+02:00		

Series #1

Cut #	1D Cut start [min]	Cut size [s]	Trigger
1	6.37	3.20	Time

Series #2

Cut #	1D Cut start [min]	Cut size [s]	Trigger
2	11.80	3.20	Time
3	11.85	3.20	Time
4	11.91	3.20	Time
5	11.96	3.20	Time
6	12.01	3.20	Time
7	12.07	3.25	Time
8	12.12	3.20	Time
9	12.17	3.20	Time
10	12.23	3.20	Time

図 215　レポート（例）

GC Image の基本情報

通常、非常に複雑なサンプルの分析に、コンプリヘンシブ二次元液体クロマトグラフィが用いられます。一次元目で共溶出した化合物が、二次元目で分離されます。Agilent OpenLab 2D-LC ソフトウェアでは常に、二次元分析の分析時間にわたって、1 つの大きなデータファイルが取り込まれます。例として、26 種類のポリフェノール標準化合物の混合物の 2D 分析結果を、一次元データ解析で表示したものを示します（344 ページの図 216 を参照）。OpenLab データは Agilent 2D-LC Software for OpenLab CDS を使って解析することができます。

ただし、多くのコンプリヘンシブ 2D-LC データの詳細なデータ解析、統計解析、優れた 3D ビジュアル表示を行うためには、専用のソフトウェアの使用をお勧めします。弊社では GC Image LLC 社（米国ネブラスカ州）の GC Image LCxLC Edition ソフトウェアをお勧めします。試用版およびオンラインマニュアルは、**www.GCImage.com** からダウンロードできます。GC Image LCxLC Edition ソフトウェアは、UV スペクトルデータやマススペクトルデータが保存されている Agilent 2D-LC データファイルを直接インポートできます。このソフトウェアは、モジュレーション時間に関する情報によってデータを抽出し、二次元目の各分画の分析を切り分けることができます。データは、リテンションタイムの二次元表示で再構成されます。これは、化合物ピークの二次元カラーマップで表示することができます（344 ページの図 217 を参照）。ベースライン補正後は、2D-LC データ解析ソフトウェアが持つピーク検出アルゴリズムによって、ピークを自動的に検出できます（345ページの図218を参照）。ピーク強度を三次元目のパラメータとしたデータの 3D プロットも可能です（345ページの図219を参照）。与えられたデータセットを用いれば、定性データや定量データの詳細な解析が可能です。

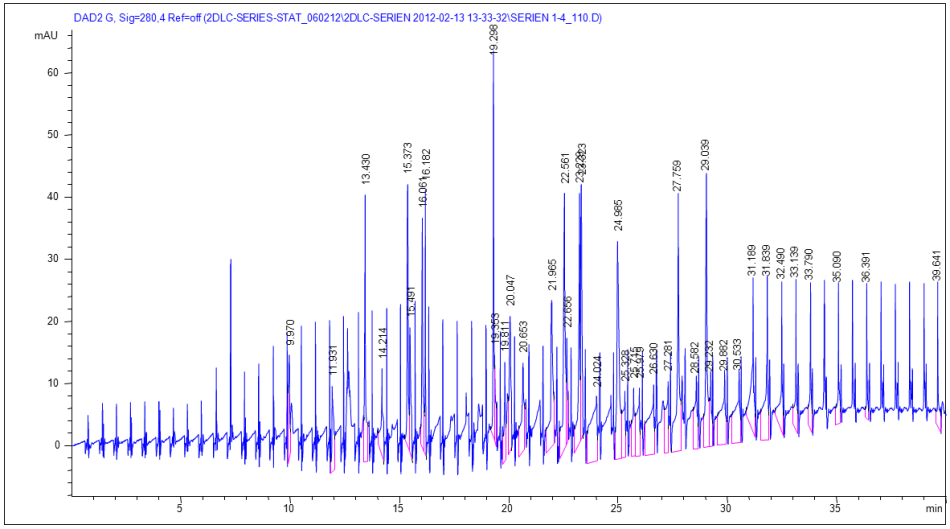


図 216　一次元データ解析ソフトウェアによる二次元 LC データの表示

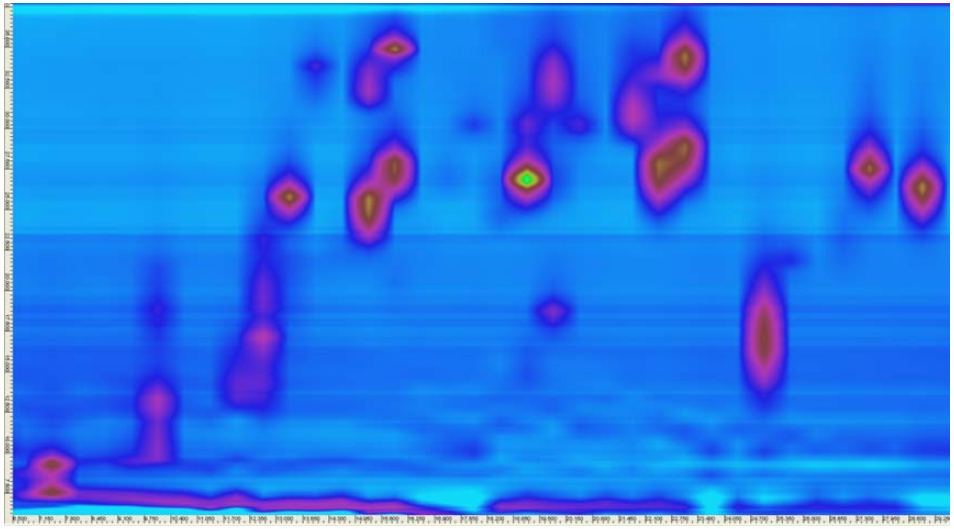


図 217　26 種類のポリフェノール化合物の最適化された分離の 2D-LC プロット

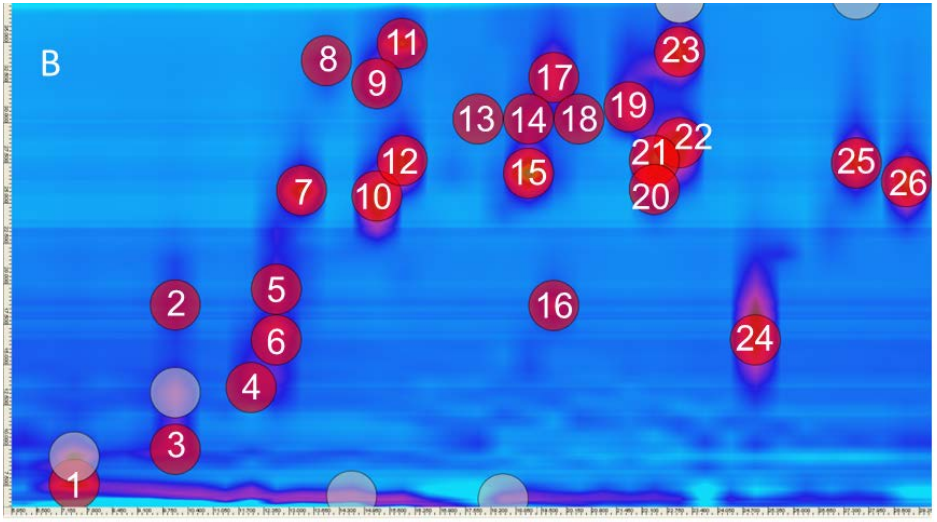


図 218　ソフトウェアによって検出されたピークの注釈が表示された、ベースライン補正後の 2D-LC プロット

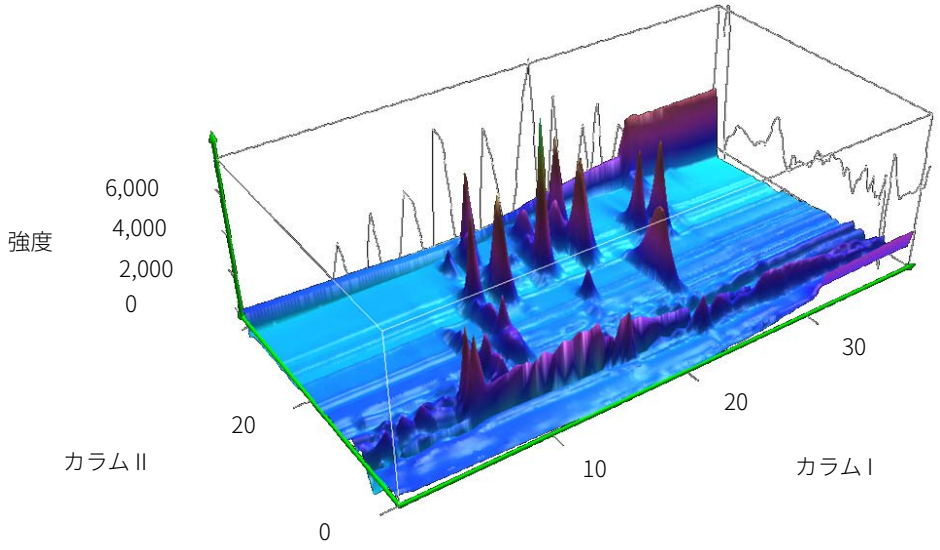


図 219　26 種類の標準混合物の分離の三次元表示。一次元目での分離時間は 40 分、二次元目での各分離時間は 39 秒です。バックサイドには作成された一次元目のクロマトグラムが表示され、どのピークが二次元目で共溶出し、分離されているかがわかります。

概要

GC Image LC x LC Edition（単に GC Image とも呼ばれる）は、フルコンプリヘンシブ二次元液体クロマトグラムの表示/データ解析用のソフトウェアです。

- M8700AA GC Image LCxLC Edition（UV/シングル四重極 MS データ用）
- M8710AA GC Image LCxLC-HRMS Edition（UV/高分解能 MS データ（Q-TOF）用）

インストール

必要な部品:

説明

ソフトウェアを収録した CD
ライセンスドングル（WibuKey）
アクティベーションコード

1 CD には次の 2 つの実行ファイルがあります。LCxLC2.9-MPr3-64bit.exe （以降）および LCxLC2.9-MPr3-HRMS-64bit.exe（以降）です。オペレーティングシステムに適したバージョンを選択してください。対応するバージョンは、UV のみの検出に使用できます。

2 選択した実行ファイルをダブルクリックし、画面に表示される指示に従ってください。

3 USB キーでソフトウェアをアクティブ化します。USB ドングルを挿入して待ちます。ドライバーが自動的にインストールされます。

4 Windows のスタートメニューで R2.9（以降）を起動します。

5 アクティベーションコード（ソフトウェアに付属）を入力します。

GC Image ソフトウェアの使用

GC Image は、表示、データ解析、化合物の同定、ライブラリ検索、ワークフローの自動化、レポート作成などの多くの高度な機能を備えた、高性能な専門ソフトウェアです。

このソフトウェアを活用するために必要な基礎知識は以下のとおりです。

- 2D ChemStation データファイルのインポート
- モジュレーションサイクルの設定
- カラーマッピングの選択
- ディスプレイ内での移動
- ディスプレイ内での移動
- ピーク（BLOB）の検出

必要な準備: GC Image ソフトウェアで作業する場合は、USB ドングルは常に挿入しておく必要があります。挿入しないと、挿入するように求められます。

基礎知識

1 LC Image を起動します。

LC Image では、パスワードで保護されたユーザー管理システムがオプションで提供されます。不要な場合は、［Login with system］をクリックします。この場合 Windows のユーザーアカウントが使用されます。

2 二次元目の検出器で取得した UV シグナルをインポートします。

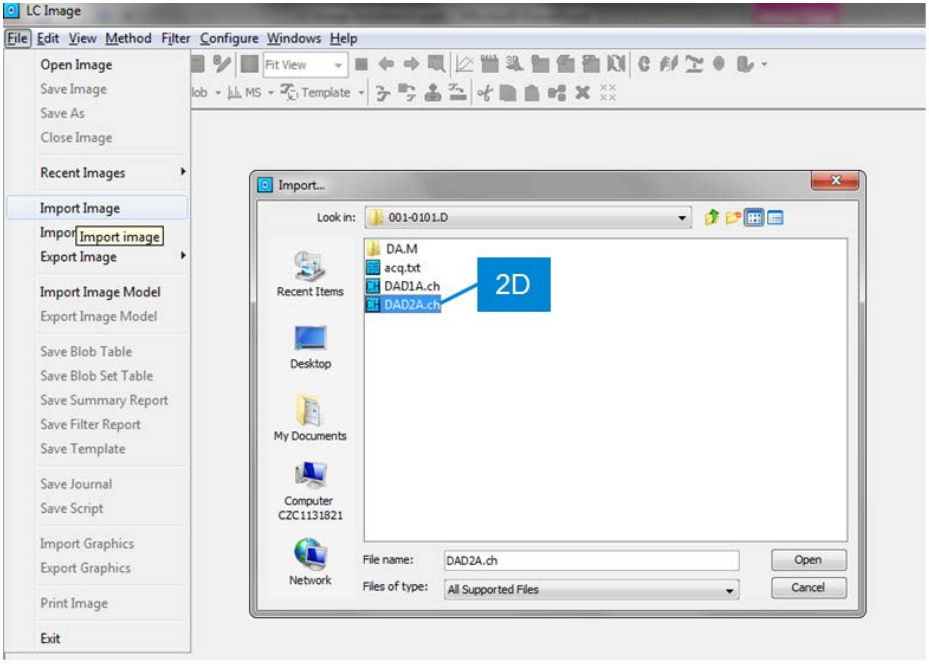


図 220 UV シグナルのインポート

注記

OpenLab または MassHunter の新しい 2D-LC ファイルタイプは、旧バージョンの GC Image ソフトウェアと互換性がありません。そのため、場合によっては、ファイルを AIA 形式（.cdf）などに変換して利用するソフトウェアで開けるようにする必要があります。

3 パラメータをインポートします。

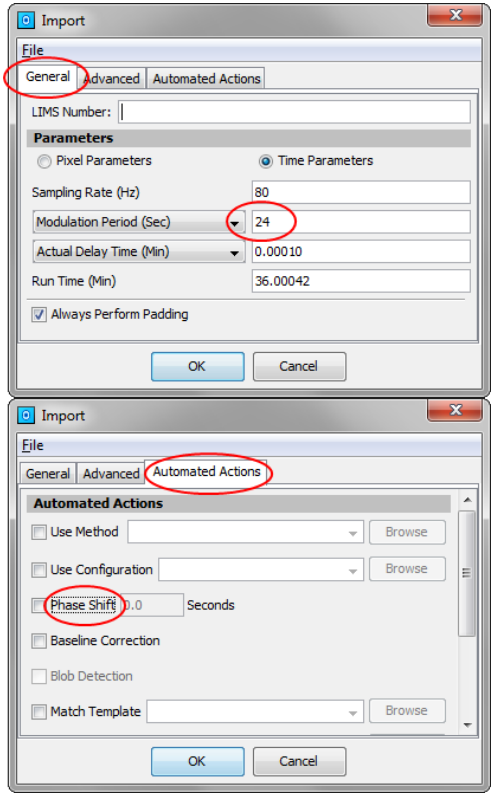


図 221 パラメータのインポート

4 表示を調整します。

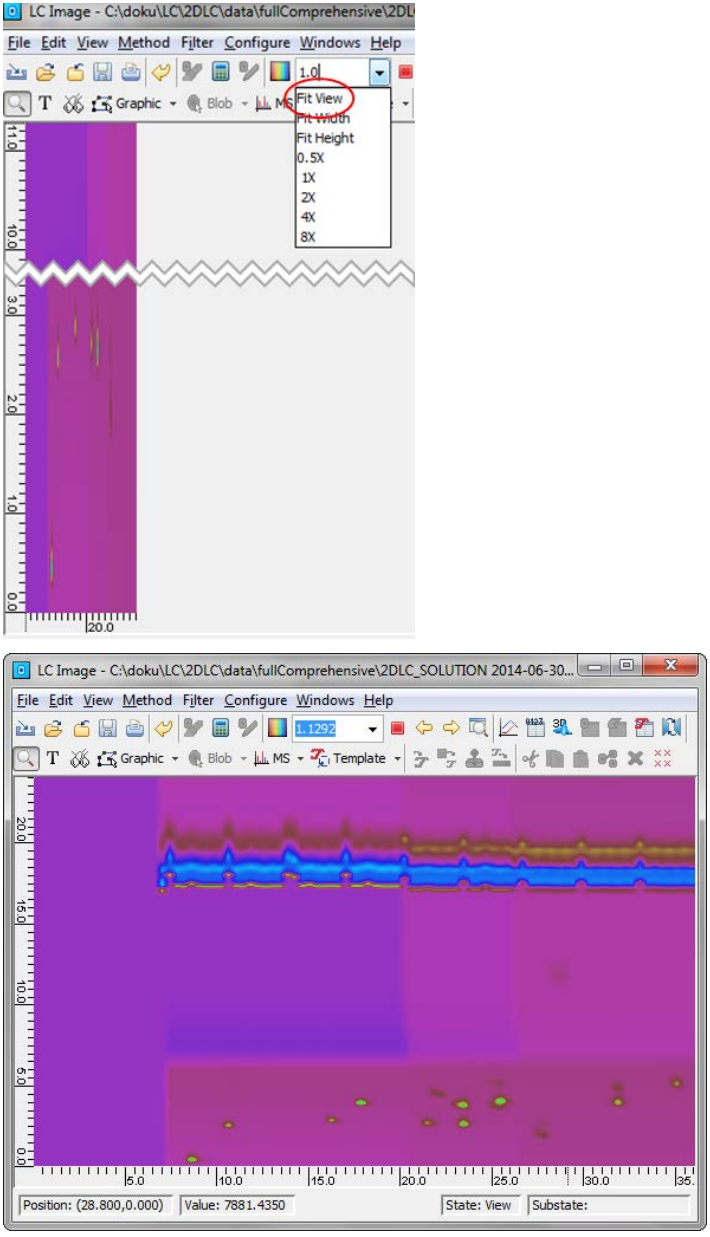


図 222　表示の調整

5 ベースラインを補正します。

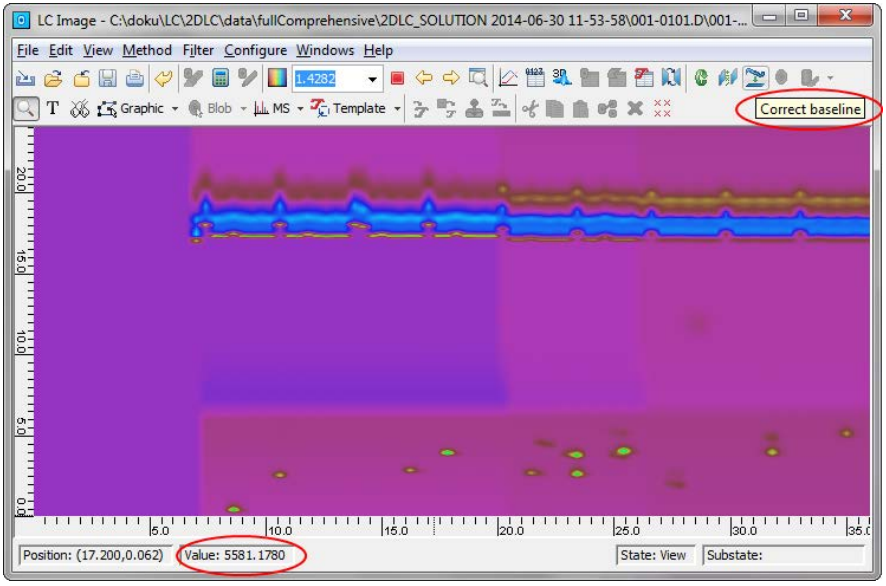


図 223　ベースライン補正

6 位相をシフトします。

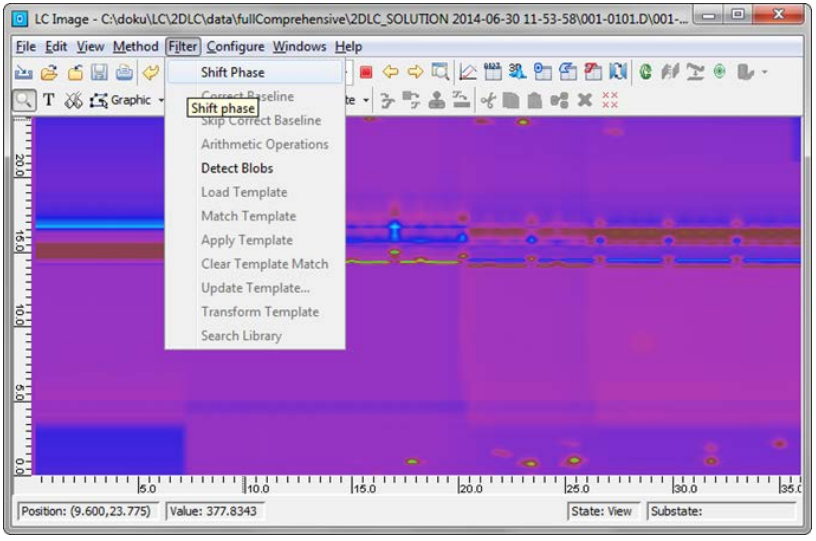


図 224　位相シフト

7 マウスの右ボタンを使用してディスプレイ上でドラッグすることにより、目的の領域を拡大します。

8 色を調整します：LC Image は、カラースケールの最適化に威力を発揮します。設定を変えることにより、コントラストが向上します。

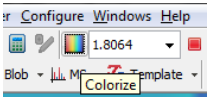


図 225　Colorize（カラー化）

9 データ範囲を選択します。

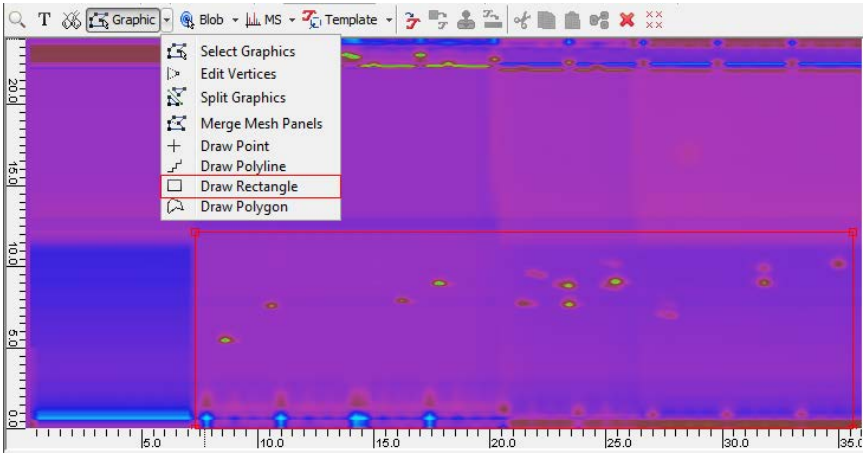


図 226　データ範囲の選択

10 ［Show 3D perspective］ボタンまたは対応するメニュー項目をクリックすることにより、カスタマイズ可能な 3D プロットを簡単に作成できます。

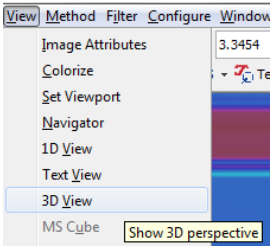


図 227　3D 表示オプション

11 シングル 2D クロマトグラムを表示します。

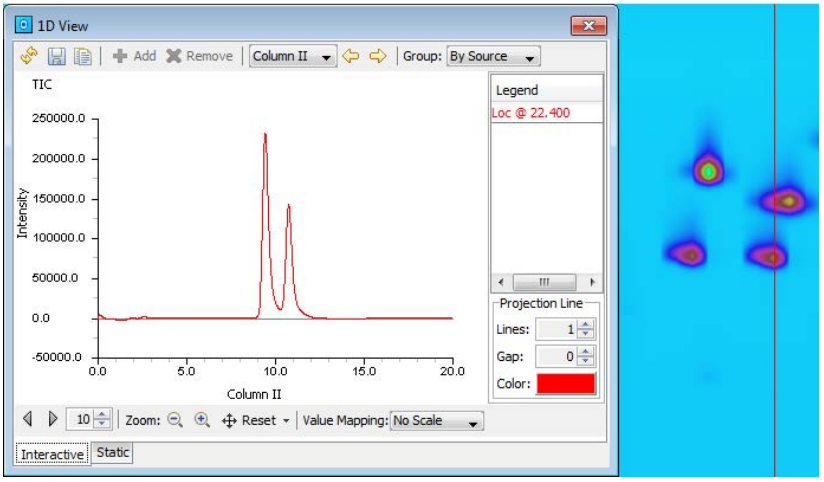


図 228　クロマトグラム表示

12 BLOB を選択します。

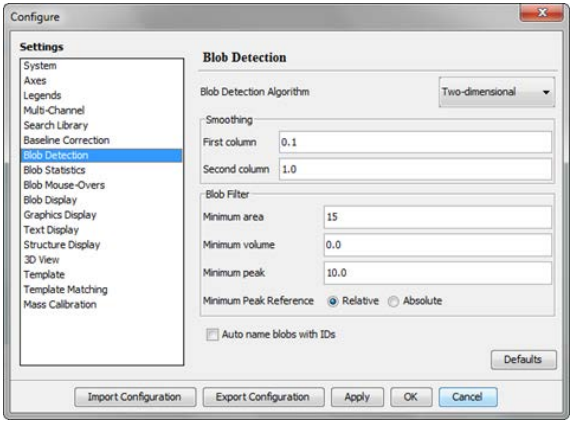


図 229　BLOB 検出

MS データ

1　MS データをインポートします：MS データのインポート機能は、UV 測定のインポート機能と類似しています。さらに、たとえば関心のある特定の質

量範囲（Range Limit）のフィルターを適用して解析を行うことができます。

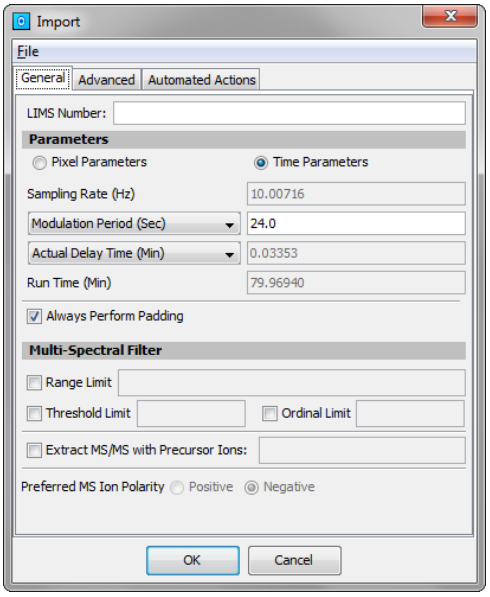


図 230　MS データのインポート

2　［Show 1D view］をクリックすると、その 2D スライスの TIC を表示できます。

3　2D 表示でデータポイントまたは BOLB をクリックすれば、対応するプロットの MS スペクトルを表示できます。

異なる^{2}D グラジエントを使用する効果

一次元目と二次元目で関連する分離機構を組み合わせて使用した場合（RPxRP と同様）、直交性は限定的です。そのため、使用可能な二次元分離空間の一部だけが占有されます。このような場合、二次元目でのシフトグラジエントを使用することにより、利用可能な二次元分離空間が拡大します。

1　二次元目でシフトグラジエントを使用することによる効果を調査するには、まず、二次元目のグラジエントを同じ 5 – 95 %B で繰り返すことにより、コンプリヘンシブ 2D-LC 分離を実行します。

^{1}D ポンプメソッドは、次のように設定します（以下を参照）：

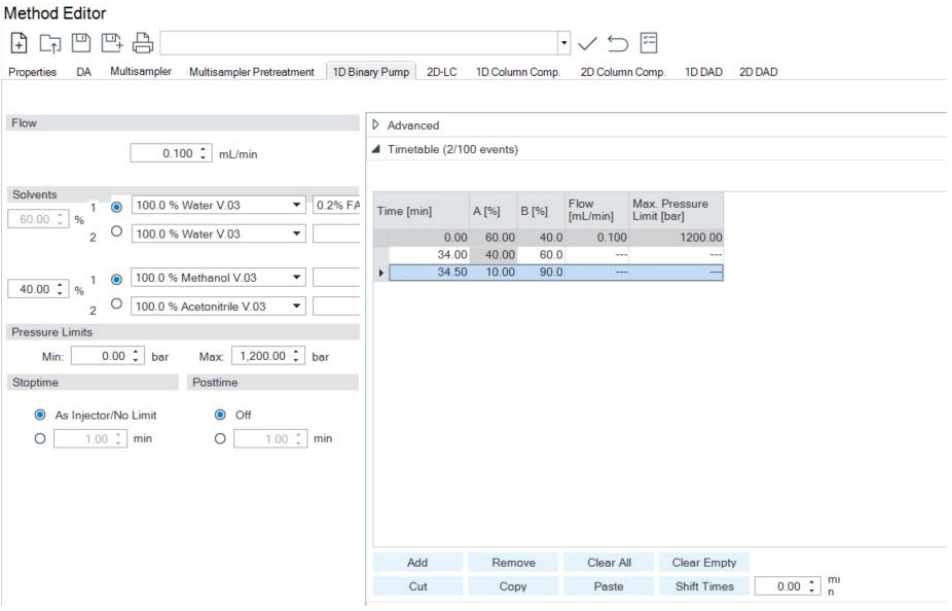


図 231　1D バイナリポンプ メソッド

2 ［2D-LC システム］>［^{2}D ポンプ］で、5 – 95 %B のグラジエントを繰り返す ^{2}D ポンプとモジュレーションメソッドを設定します（以下を参照）。

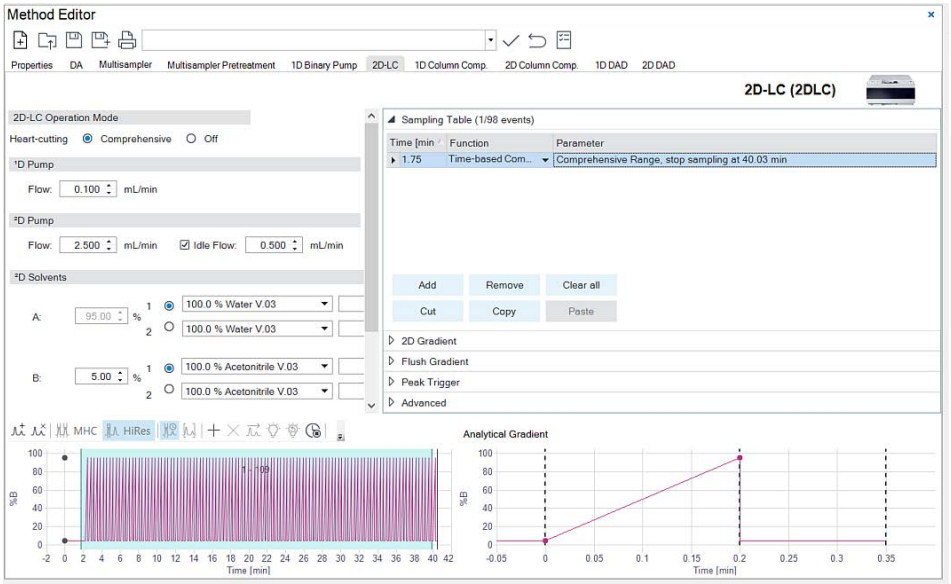


図 232　2D-LC メソッドのプロパティ

3 コンプリヘンシブ 2D-LC 分析を実行します。
その結果、以下に示すような分離が得られます。

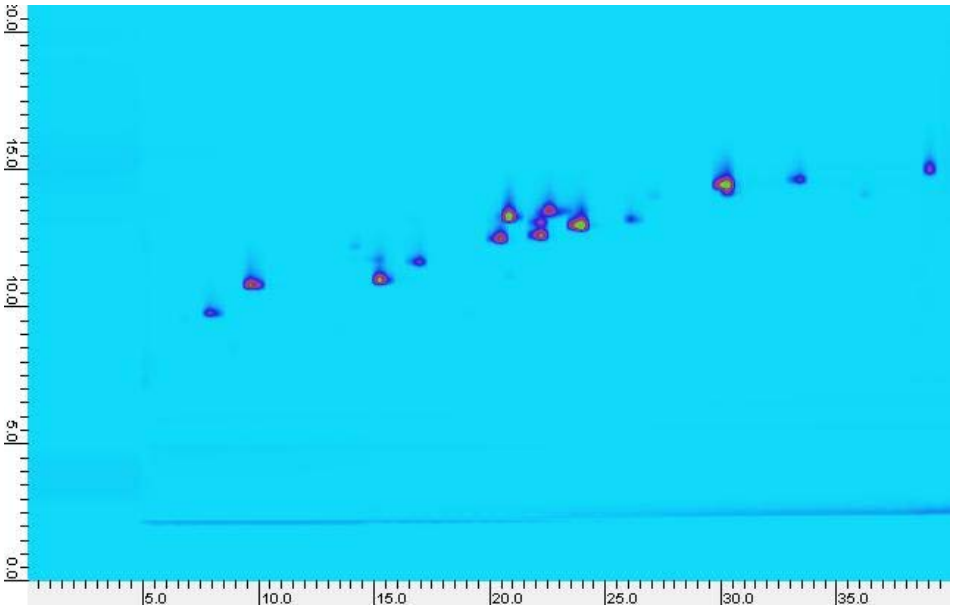


図 233　コンプリヘンシブ 2D-LC 分析の分離例

注記

ピークが対角線の周りにどのように分布しているかに注目してください。一次元目と二次元目の分離機構が関連していることがわかります。

4 ^{2}D での分離を向上させるために、より緩やかな ^{2}D グラジエント（例：25 – 75 %B）を使用することができます。この ^{2}D メソッドの設定を以下に

示します（これは説明のためだけに示されています。このメソッドを実行する必要はありません）：

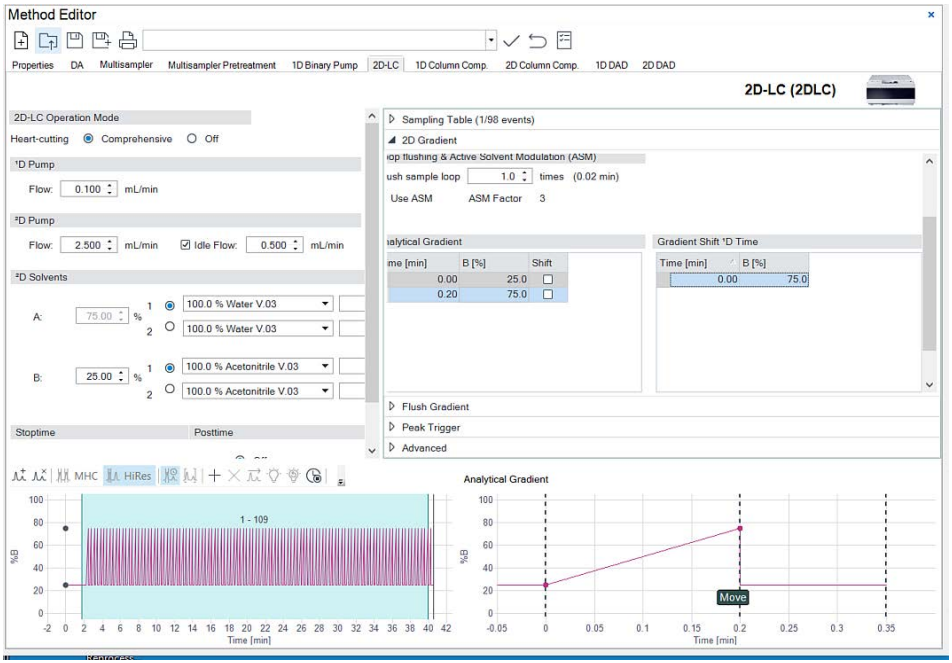


図 234　^{2}D 分離を向上させるための緩やかなグラジエント設定

二次元目で 25 – 75 %B のグラジエントを繰り返した場合の分離を以下に示します。

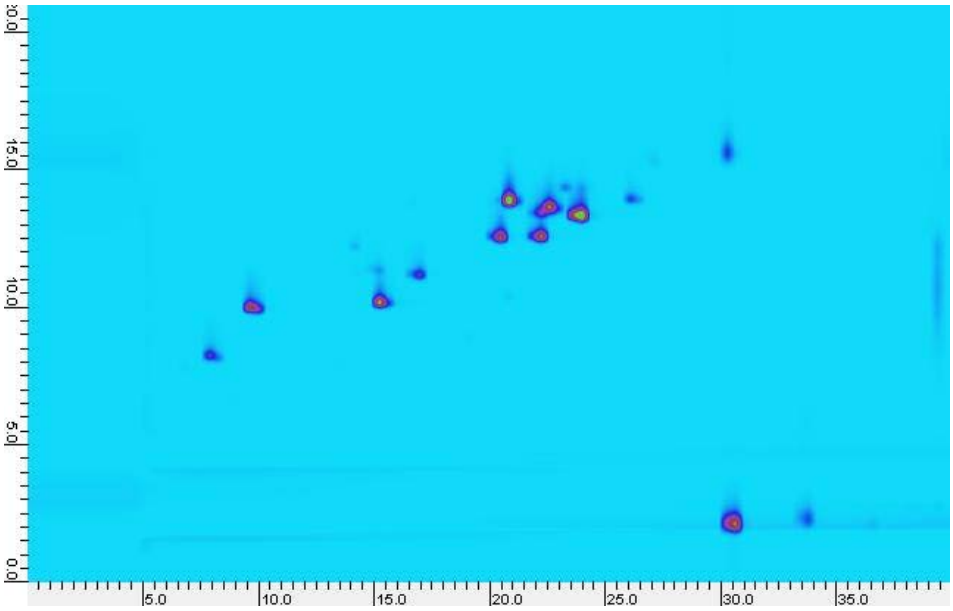


図 235　二次元目で同じグラジエントを繰り返した場合の分離

注記

5 – 95 %B のグラジエントを繰り返した場合と比べて、二次元目でピークの分離がわずかに進んでいることがわかります。また、一次元目のカラムから溶出している最後のピークが二次元目のカラムからの 1 回のモジュレーションサイクルでは溶出されていないことにも注目してください（ラップアラウンド、マークされている領域を参照）。

さらに分離を向上させるため、またラップアラウンドの発生を回避するためのさらに緩やかな 2D グラジエントを使用するために、（チェックアウト分析で行ったように）連続してシフトするグラジエントを二次元目に設定します。

5　同じ二次元目のグラジエント（5 – 95 %B、または 25 – 75 %B）を分析全体で繰り返した場合の分離と、チェックアウト分析で連続してシフトする二次元目のグラジエントを用いて得られた分離を比較します。

注記

シフトグラジエントを使用した場合、どのようにピークが分離空間全体により広く分布しているか（利用可能な二次元分離空間が拡大しているか）に注目してください。また、連続してシフトする二次元目のグラジエントが、同じ一次元目のピークの連続するフラクションの二次元目のリテンションタイムに及ぼす影響にも注目してください。

6　チェックアウト分析で行ったように、二次元目で連続してシフトするグラジエントを使用する以外に、二次元目のグラジエントを段階的にシフトさ

せることもできます。そのためには、同じバルブ/ループコンフィグレーションと 1D ポンプメソッドを維持してください。**［機器］ > ［2D-LC の設定］**で、段階的にシフトするグラジエントを用いて、^{2}D ポンプとモジュレーションメソッドを設定します（以下を参照）。

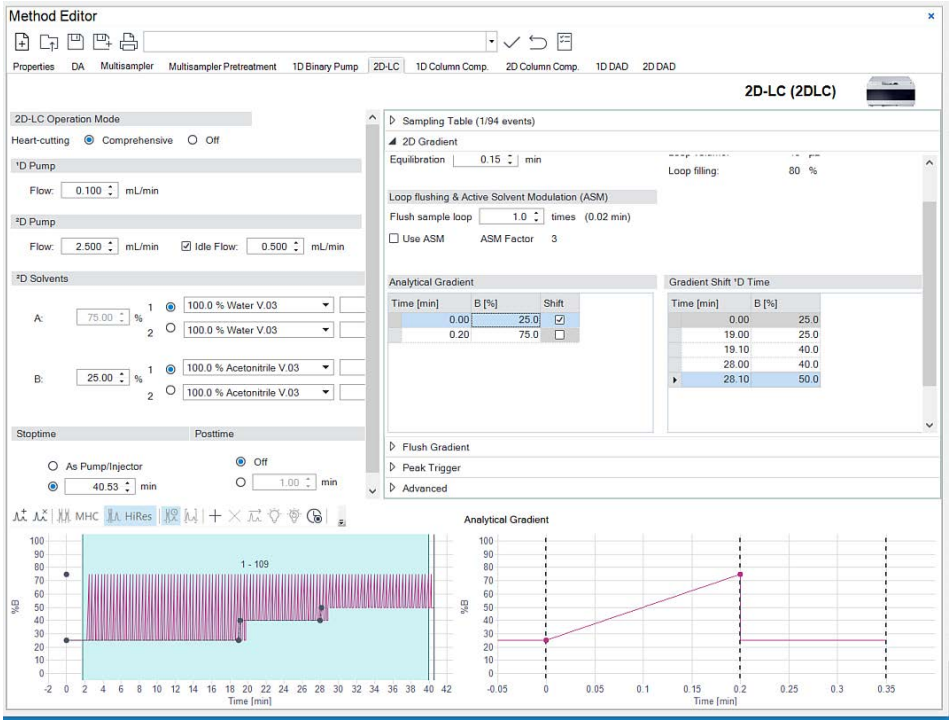


図 236　段階的にシフトするグラジエントのメソッド

7 二次元目で段階的にシフトするグラジエントを用いて、コンプリヘンシブ 2D-LC 分析を実行します。

その結果、以下に示すような分離が得られます。

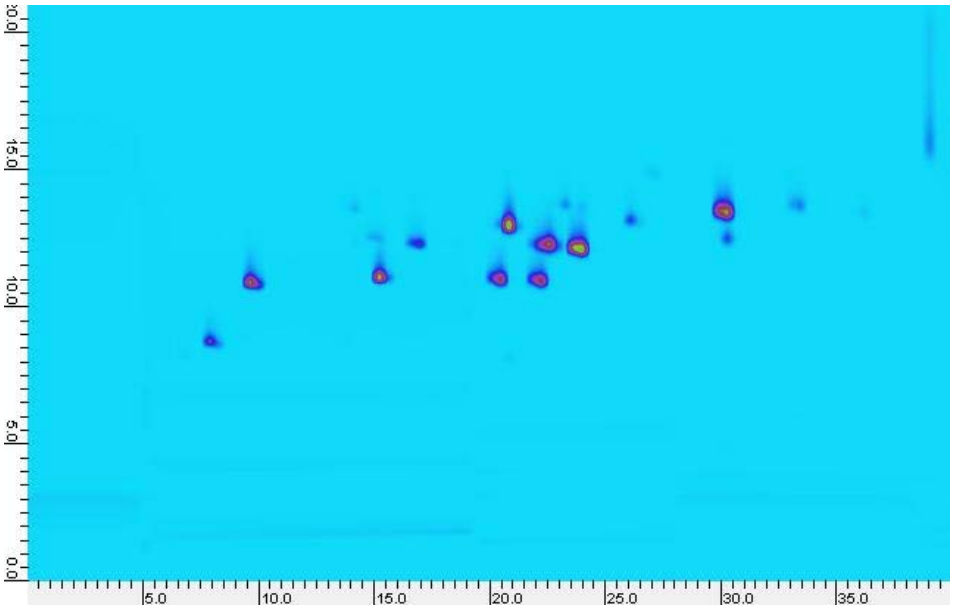


図 237　二次元目でグラジエントが段階的にシフトした場合の分離

注記

同じ一次元目のピークの連続するフラクションのリテンションタイムが二次元目でもまったく同じことがわかります。これは、二次元目でもまったく同じグラジエントが適用されるからです（1 つの一次元目のピークの連続するフラクションに二次元目ではわずかに異なるグラジエントが適用される、二次元目で連続してシフトするグラジエントを適用する場合とは対照的です）。ただし、注意してください。これは、一次元目のカラムからピークが溶出していないときに、二次元目のグラジエントの段階的なシフトが行われた場合にのみ当てはまります。

その結果、上記とは異なる分離が発生した場合：一次元目で別のポンプが使用されたため（上記の分離では、一次元目ではバイナリポンプが使用されています）、ピークの一次元目のリテンションタイムが異なる場合があります。分離で一次元目のカラムからピークが溶出した場合に、二次元目のグラジエントの段階的なシフトが実行されたかどうか確認し、これが同じ一次元目のピークの連続するフラクションの二次元目におけるリテンションタイムに与える影響を確認します。

10 トラブルシューティングと診断

モジュールのインジケータとテスト機能の概要 364
ユーザーインターフェイス 365
Agilent Lab Advisor ソフトウェア 366
Lab Advisor ソフトウェアに組み込まれている 2D-LC 機能 367
Lab Advisor の機器コントロール 368
2D-LC ハードウェアライセンスの取り扱い 368
2D-LC キャピラリーのコンフィグレーションツール 371
2D-LC クラスターの機器コントロール 373
Lab Advisor のサービス & 診断 375
2D-LC クラスターのクラスター解除 375
2D ポンプのポンプヘッドのリークテスト 377
2D ポンプのポンプリーク率テスト 378
2D ポンプのシステム圧力テスト 379
2D-LC キャピラリーのリークテスト 381
モジュールファームウェアの更新 382
トラブルシューティングの基本原則 384
過度の圧力上昇 387
圧力が上がらない 388
ピーク面積/ピーク高さの問題 389
リテンションタイムの問題 390
シグナルの直線性に問題 391
シグナルのドリフト 392
ノイズが高い 393
トラブルシューティングの最後に実行が推奨されるテスト 394

この章では、トラブルシューティング/診断機能およびさまざまなユーザーインターフェイスの概要を説明します。

モジュールのインジケータとテスト機能の概要

モジュールのインジケータとテスト機能の概要については、各モジュールのマニュアルを参照してください。

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、使用可能なテストや画面/レポートが異なる場合があります。
- トラブルシューティングや診断には、Agilent Lab Advisor ソフトウェアが最適なツールです。366 ページの「Agilent Lab Advisor ソフトウェア」 を参照してください。
- 現在の Agilent OpenLab ChemStation、Agilent OpenLab CDS、Agilent MassHunter ソフトウェアには、メンテナンス/テスト機能は搭載されていません。
- これらの手順で使用しているスクリーンショットは、Agilent Lab Advisor ソフトウェアをベースとしています。

Agilent Lab Advisor ソフトウェア

Agilent Lab Advisor ソフトウェア（基本ライセンス、Agilent LC ポンプに付属）はスタンドアロン製品で、クロマトグラフィデータシステムのあるなしに関わらず使用することができます。Agilent Lab Advisor を使用すれば、機器ステータス、EMF（Early Maintenance Feedback）カウンター、機器コンフィグレーション情報、診断テストを含め、接続されているすべての分析機器の詳細なシステム概要が得られるため、ラボを管理して高品質なクロマトグラム結果を得ることができます。ボタンを 1 つ押すだけで、詳細な診断レポートを作成できます。このレポートを Agilent に送信して、トラブルシューティング/修理プロセスの大幅な改善に役立てることもできます。

Agilent Lab Advisor ソフトウェアには、次の 2 つのバージョンがあります。

- Lab Advisor Basic
- Lab Advisor Advanced

Lab Advisor Basic は、すべての Agilent 1200 Infinity シリーズおよび Agilent InfinityLab LC シリーズのポンプモジュールに付属しています。

Lab Advisor Advanced の機能は、ライセンスキーの購入により利用できるようになります。機器の実測値、すべての機器シグナル、ステートマシンをリアルタイムでモニターすることができます。さらに、すべての診断テスト結果、キャリブレーション結果、測定されたシグナルデータを、共有ネットワークフォルダーにアップロードできます。Lab Advisor Advanced に組み込まれているレビュークライアントを使用すれば、どの装置で作成されたデータかに関わらず、アップロードされたデータを読み込んで調べることができます。これにより、分析システムの機器の履歴を追跡したい社内のサポートグループやユーザーに最適なツールとしてデータ共有可能です。

オプションの Agilent メンテナンスウィザード アドオンは、Agilent 1200 Infinity LC シリーズの機器のメンテナンス手順を説明する使いやすいマルチメディアガイドを提供します。

Agilent Lab Advisor ソフトウェアに搭載されているテスト/診断機能は、本書の説明と異なる場合があります。詳細については、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 ソフトウェアに組み込まれている 2D-LC 機能

このセクションでは、特殊な機能について紹介します。これらの機能により、2D-LC システムのより詳しい情報を得ることができます。診断バッファ、モジュール情報、ポンプパージなどの詳細については、各モジュールのマニュアルまたは Lab Advisor オンラインヘルプをご確認ください。

注記

一部の機能は、ドライバーベースの 2D-LC ソリューションのハードウェアドングル ライセンスがインストールされており、アクティブな場合にのみ使用可能です。

Lab Advisor の機器コントロール

2D-LC ハードウェアライセンスの取り扱い

日時:

2D-LC 機器の ^{2}D ポンプに USB ハードウェアドングルを用いてインストール/アンインストールを実施：

- ライセンスステータスの確認
- USB ドングルが正しくインストールされているかの確認
- ライセンスを別のポンプモジュールに転送するためなど、現在のモジュールのライセンスの無効化

必要な部品:

説明
USB ドングル

必要なソフトウェア:

Agilent Lab Advisor ソフトウェア（2.17 以上）

必要な準備:

以下をお読みください：

- Agilent Lab Advisor オンラインヘルプで提供されるドキュメント
- 2D-LC マニュアル

以下の手順に従います：

- Acquisition クライアントウィンドウを閉じます
- CDS のコントロールパネルから機器接続を閉じます

注記

^{2}D ポンプには、1290 Infinity I、II または 1290 Infinity II Bio バイナリポンプを使用してください。

2D-LC ハードウェアライセンスのインストール

1 USB ドングルおよびライセンスをインストールします。詳細については、128 ページの「2D-LC 機器のライセンス」 を参照してください。

2 2D-LC ソリューションを使用する場合は、以下の項目を確認してください。

- 2D-LC ライセンスがアクティブの場合：



図 238　2D-LC モードがアクティブ

- ハードウェアドングルがインストールされている
- 2D ポンプが 2D-LC クラスターとして設定される
- 2D-LC ソリューションが使用できる状態にある

- 2D-LC ライセンスが非アクティブ：



図 239　2D-LC モードが非アクティブの場合

- ハードウェアドングルがインストールされている
- 2D がドングルを認識する
- 2D ポンプがクロマトグラフィデータシステム（CDS）でコンフィグレーションされていない

  2D-LC ソリューションを使用するには、まず、2D-LC クラスターを設定します。143 ページの「2D-LC クラスターのコンフィグレーション」 を参照してください。

2D-LC ライセンスの削除および USB ドングルへのライセンス移動

1　USB ドングルを 2D ポンプの USB ソケットに差し込みます。

2　Lab Advisor ソフトウェアで、**［機器コントロール］** > **［2D ポンプ］** > **［コントロールセクション］** > **［スペシャルコマンド］**を選択します。

3　**［2D-LC ライセンス削除］**ボタンをクリックします。



図 240　2D-LC の［ライセンスドングルのステータス］情報の［2D-LC ライセンスが消費されます］

これによって以下の状態になります。

- 2D-LC ライセンスが USB ドングルに戻される
- 2D-LC ソリューションがシステムで使用できなくなる

2D-LC キャピラリーのコンフィグレーションツール

Agilent Lab Advisor の［**コンフィグレーション**］ツールは、デフォルトでは、標準キャピラリーでのコンフィグレーションが保存されています。2D-LC 固有のキャピラリー（サンプルループ、トランスファーキャピラリー、または ASM キャピラリー）を 2D-LC 機器に追加するには、これらのキャリブレーションをコンフィグレーションする必要があります。

日時: 2D-LC 固有のキャピラリーの取り付け

必要な部品:

説明

2D-LC セットアップに必要なすべてのキャピラリー

必要なソフトウェア: Agilent Lab Advisor ソフトウェア（2.17 以上）

必要な準備:

以下をお読みください：

- Agilent Lab Advisor オンラインヘルプで提供されるドキュメント
- 2D-LC マニュアル

すべてのキャピラリーが取り付けられており、それらの仕様が入手可能であることを確認してください。

1 AgilentLabAdvisorで、［**機器コントロール**］>［**2Dポンプ**］>［**コントロール**］>［**コンフィグレーション**］を選択します。

［**汎用キャピラリーの編集**］機能を使用できます。

2 ［**汎用サンプルループ**］、［**汎用トランスファーキャピラリー**］、［**汎用SMキャピラリー**］の特定のパラメータ［**長さ [mm]**］および［**内径 [mm]**］をフィールドに入力します。

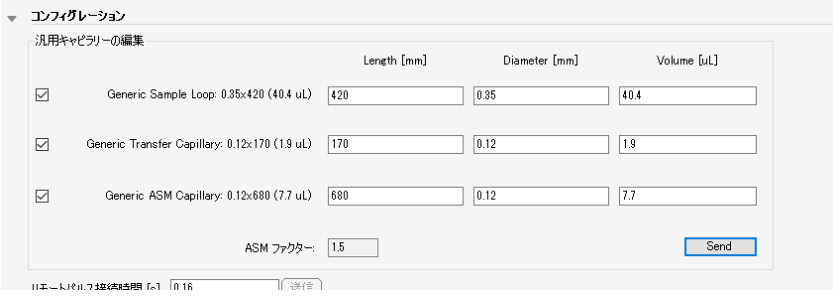


図 241　2D-LC 汎用キャピラリーのコンフィグレーション

指定したキャピラリーの容量 [µL] が自動的に計算されます。

3 ［送信］をクリックします。

［コンフィグレーション］ツールは、パラメータを2D-LCシステムに送信します。

指定したキャピラリーがクロマトグラフィデータシステムの**［キャピラリーの変更］**選択リストに表示されます。

2D-LC クラスターの機器コントロール

日時: ^{2}D ポンプと 2D-LC バルブの動作をコントロールします。

必要な
ソフトウェア: Agilent Lab Advisor ソフトウェア（2.17 以上）

必要な準備:

以下をお読みください：
- Agilent Lab Advisor オンラインヘルプで提供されるドキュメント
- 2D-LC マニュアル

以下の手順に従います：
- Acquisition クライアントウィンドウを閉じます
- CDS のコントロールパネルから機器接続を閉じます

注記

^{2}D ポンプの機器コントロールを使用するには、2D-LC ハードウェアライセンスがアクティブになっている必要があります。

1 ^{2}D ポンプ（2D-LC クラスター）の［**機器コントロール**］を選択します。

2 必要に応じて、^{2}D ポンプの設定を変更します。

3 バルブを認識するには、［**バルブ**］ドロップダウンリストから値を選択します。

以下の機器の設定が可能です。
- 1 つの 2D-LC バルブ
- 3 つのバルブ：
  - 1 つの 2D-LC バルブ
  - 2 つの MHC バルブ



図 242　1 つの 2D-LC ASM バルブと 2 つの MHC バルブを備えた 2D-LC 機器の例

4 バルブの位置を切り替えるには、ドロップダウンリストから目的の **[ポジション]** を選択します。



図 243　選択した MHC バルブ（デッキ A）を備えた 2D-LC 機器の例



図 244　選択した ASM バルブを備えた 2D-LC 機器の例

Lab Advisor のサービス & 診断

2D-LC クラスターのクラスター解除

このツールを使用すれば、LC デバイスのクラスター コンフィグレーション データ（^{2}D ポンプと 2D-LC バルブの間のリンクなど）を削除できます。

日時: クラスターパートナーの 1 つを交換

Agilent Lab Advisor ソフトウェア（2.17 以上）

必要な準備: **以下をお読みください：**
- Agilent Lab Advisor オンラインヘルプで提供されるドキュメント
- 2D-LC マニュアル

必要なソフトウェア: **以下の手順に従います：**
- Acquisition クライアントウィンドウを閉じます
- CDS のコントロールパネルから機器接続を閉じます

1 メニューから［**サービス & 診断**］を選択します。

2 ^{2}D ポンプを選択します。

3 ［**ファームウェアクラスター解除**］を選択します。

4 ［**クラスターコンフィグレーションデータをクリア**］するには、［**実行**］ボタンを押します。

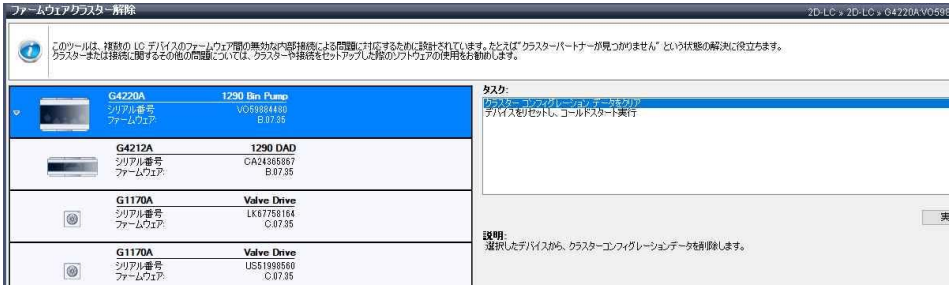


図 245　2D-LC 1290 バイナリポンプの［ファームウェアクラスター解除］

注記

2つのモジュール間のリンクを再確立するには、**[自動コンフィグレーション]** およびクラスターとしての選択を再実行します。

2D ポンプのポンプヘッドのリークテスト

このテストは、各ポンプヘッドの漏れを判定します。

この 2D-LC テストは、ドライバーベースの 2D-LC ソリューションにのみ有効です。

日時: 2D ポンプの診断。

必要なソフトウェア: Agilent Lab Advisor ソフトウェア（2.17 以上）

必要な準備:

以下をお読みください：

- Agilent Lab Advisor オンラインヘルプで提供されるドキュメント
- 2D-LC マニュアル

以下の手順に従います：

- Acquisition クライアントウィンドウを閉じます
- CDS のコントロールパネルから機器接続を閉じます

1 メニューから［**サービス & 診断**］を選択します。

2 2D ポンプを選択します。

3 ［**ポンプヘッドリーク テスト**］を選択します。

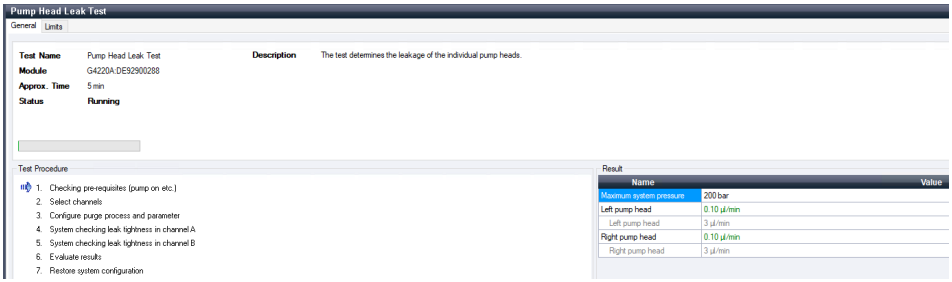


図 246　2D-LC 1290 バイナリポンプの［ポンプヘッドリーク テスト］

4 ［**実行**］ボタンを押し、ソフトウェアの指示に従います。

2D ポンプのポンプリーク率テスト

このテストは、プライマリおよびセカンダリポンプチャンバのリーク率をコンポーネントレベルで測定し診断します。

この 2D-LC テストは、ドライバーベースの 2D-LC ソリューションにのみ有効です。

日時: 2D ポンプの診断。

必要なソフトウェア: Agilent Lab Advisor ソフトウェア（2.17 以上）

必要な準備:

以下をお読みください：

- Agilent Lab Advisor オンラインヘルプで提供されるドキュメント
- 2D-LC マニュアル

以下の手順に従います：

- Acquisition クライアントウィンドウを閉じます
- CDS のコントロールパネルから機器接続を閉じます

1 メニューから［**サービス & 診断**］を選択します。

2 2D ポンプを選択します。

3 ［**ポンプリーク率テスト**］ を選択します。

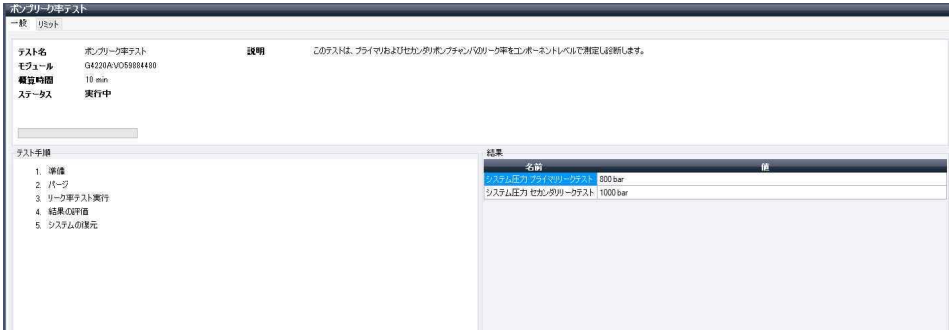


図 247　2D-LC 1290 バイナリポンプの［ポンプリーク率テスト］

4 ［**実行**］ボタンを押し、ソフトウェアの指示に従います。

^{2}D ポンプのシステム圧力テスト

このテストは、ポンプとブランクナット間のシステムのリーク気密性を判定します。

この 2D-LC テストは、ドライバーベースの 2D-LC ソリューションにのみ有効です。

日時: 高圧流路内のリーク。

必要なツール:

説明
レンチ、1/4 インチ × 1/5 インチ

必要な部品:

説明
ブランクナット

必要なソフトウェア: Agilent Lab Advisor ソフトウェア（2.17 以上）

必要な準備:

以下をお読みください：

- Agilent Lab Advisor オンラインヘルプで提供されるドキュメント
- 2D-LC マニュアル

以下の手順に従います：

- Acquisition クライアントウィンドウを閉じます
- CDS のコントロールパネルから機器接続を閉じます

1 メニューから［**サービス & 診断**］を選択します。

2 ^{2}D ポンプを選択します。

3 ［システム圧力テスト］を選択します。

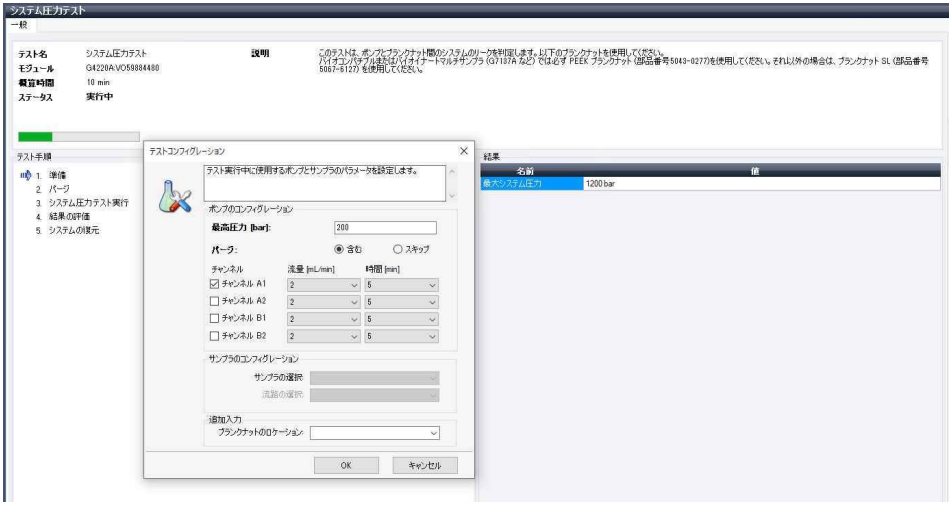


図 248　2D-LC 1290 バイナリポンプの［システム圧力テスト］

4 ［実行］ボタンを押し、ソフトウェアの指示に従います。

2D-LC キャピラリーのリークテスト

二次元目の流路内の ^{2}D ポンプを用いた 2D-LC バルブのリーク/機密性チェック。

この 2D-LC テストは、ドライバーベースの 2D-LC ソリューションにのみ有効です。

日時: 2D-LC バルブのリーク。

必要なツール:

説明
レンチ、1/4 インチ × 1/5 インチ

必要な部品:

説明
ブランクナット

必要なソフトウェア: Agilent Lab Advisor ソフトウェア（2.18 以上）

必要な準備:

以下をお読みください：

- Agilent Lab Advisor オンラインヘルプで提供されるドキュメント
- 2D-LC マニュアル

以下の手順に従います：

- Acquisition クライアントウィンドウを閉じます
- CDS のコントロールパネルから機器接続を閉じます

1 メニューから［**サービス & 診断**］を選択します。

2 ^{2}D ポンプを選択します。

3 ［**2D-LC キャピラリー リークテスト**］を選択します。

4 ［**実行**］ボタンを押し、ソフトウェアの指示に従います。

モジュールファームウェアの更新

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
Agilent ラボアドバイザソフトウェア

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:

以下をお読みください：

- Agilent Lab Advisor オンラインヘルプで提供されるドキュメント
- 2D-LC マニュアル

以下の手順に従います：

- Acquisition クライアントウィンドウを閉じます
- CDS のコントロールパネルから機器接続を閉じます

注記

異なるファームウェアセット間でファームウェアファイルを混合しないでください。

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、以下の手順を実行します。

1 Agilent の Web サイトから、必要なモジュールファームウェア、最新の Lab Advisor ソフトウェア、ドキュメントをダウンロードします。

http://www.agilent.com/en-us/firmwareDownload?whid=69761

2 ファームウェアをモジュールに読み込む場合

a ファームウェアパッケージが保存されているフォルダーを選択します。

b Lab Advisor ソフトウェアを 2D-LC 機器に接続します。

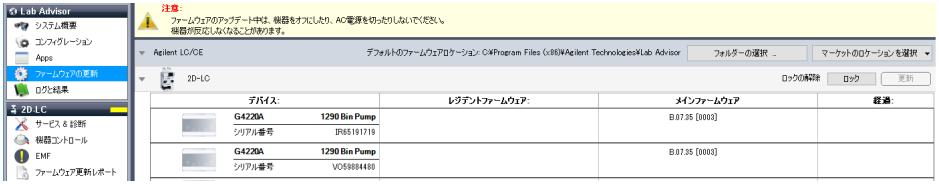


図 249　ファームウェアの更新

c **［ロック］**ボタンを押します。

システムがロックされます。

d 必要なファームウェアバージョンのレジデントファームウェアとメインファームウェアを選択します。

e 機器のファームウェアを更新するには、**［更新］**ボタンを押します。

更新には多少時間がかかります。

注記

この手順を実行している間は、デバイスと PC の電源を切らないでください。

注記

問題を回避するために、接続されているモジュールのファームウェアファイルのみを選択し、LC Companion が追加でインストールされないようにしてください。

トラブルシューティングの基本原則

トラブルシューティングの主な概念 - 分割統治

以下のトラブルシューティングに関する概念は、2D-LC クロマトグラフィの問題へのアプローチ方法を見本として紹介しています。

以下の説明の大部分は、標準的な LC での問題の切り分けや、原因の特定にも利用できます。

トラブルシューティングの基本アプローチは、2D-LC で発生している問題点を段階的に解決していくことです。最初のステップとして、エラーの原因が以下のどれにあたるのかを特定します。

- アプリケーションメソッド、または
- 2D-LC 機器

問題の原因を特定するためのアプローチについては、下の図を参照してください。記号については下記テーブルで説明します。

表 40　トラブルシューティングのフロー図で用いられる記号の説明

記号	説明
	2D-LC システムにおける問題の説明。問題解決に導く一連のアクションおよび決定の第一歩を示します。
	ユーザーは観察により得られた情報が意味することを確認し、どちらのトラブルシューティングの方向へ進むべきか決定する必要があります。
	ユーザーは原因究明のための操作を実行し、次のステップに進むか、解決策を導き出すかを検討します。

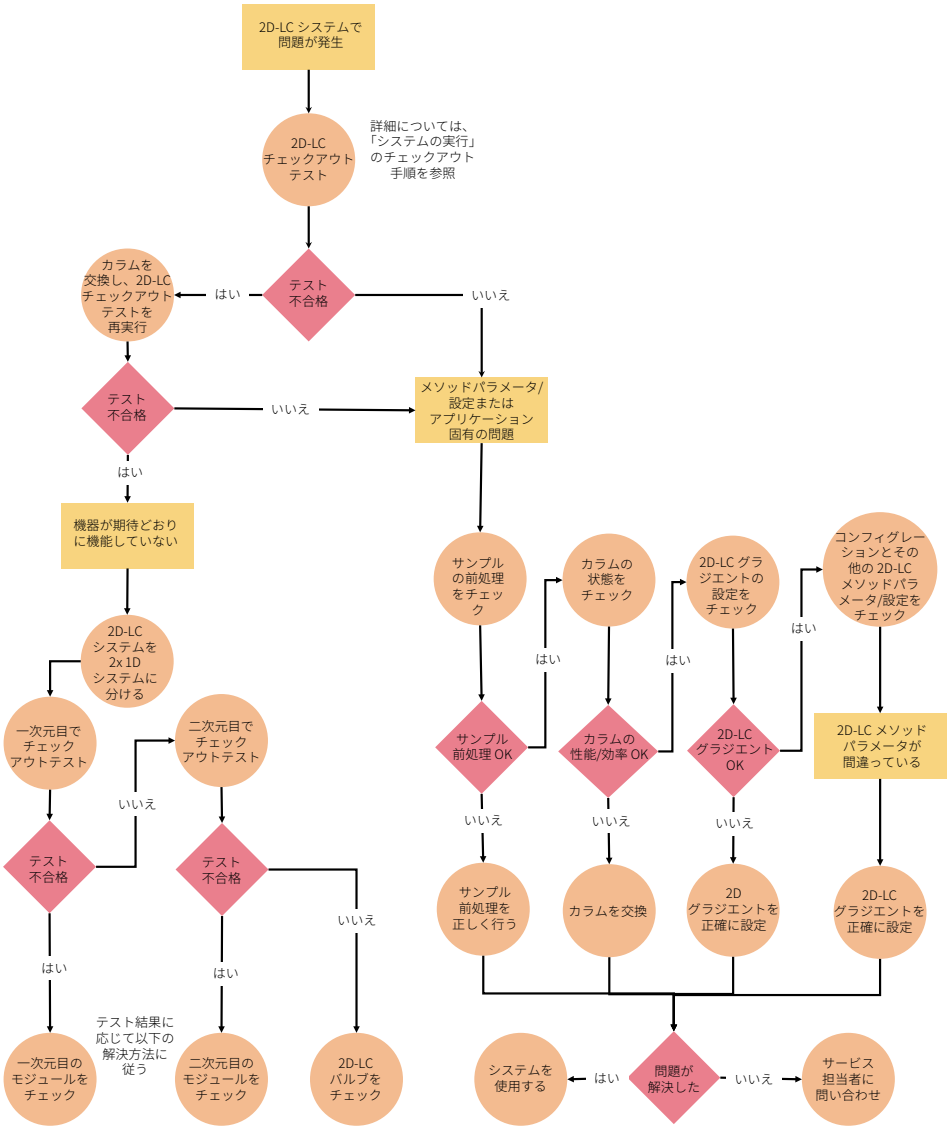


図 250　2D-LC クロマトグラフィの問題の根本原因がアプリケーションメソッドまたは機器のどちらにあるかを特定するための方法例

アプリケーションメソッドが問題の原因ではないと判断できたら、2D-LC 機器のハードウェアの問題として根本原因を探します。

一般的な HPLC ハードウェアの問題を、各問題のトラブルシューティング手順の掲載場所と共に下に示します。

- 387 ページの「過度の圧力上昇」
- 388 ページの「圧力が上がらない」
- 389 ページの「ピーク面積/ピーク高さの問題」
- 390 ページの「リテンションタイムの問題」
- 391 ページの「シグナルの直線性に問題」
- 392 ページの「シグナルのドリフト」
- 393 ページの「ノイズが高い」

過度の圧力上昇

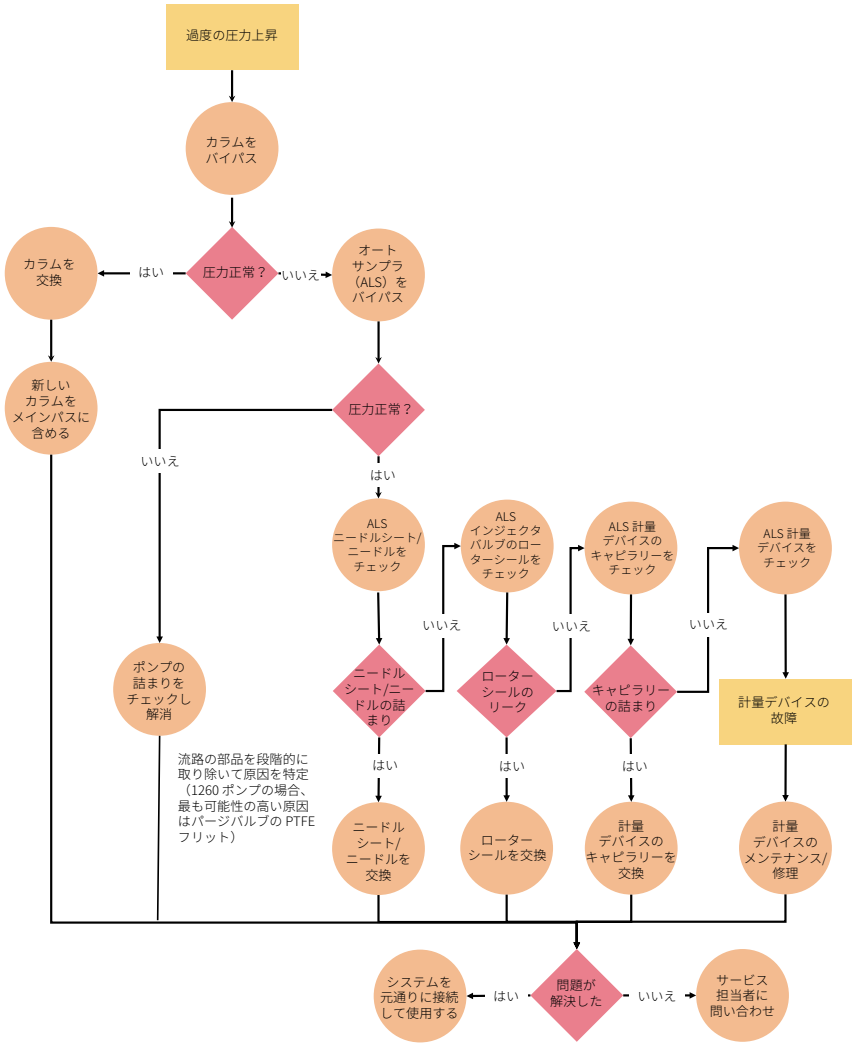


図 251　2D-LC のシステム圧力が高すぎる場合の問題を解決するための方法例

圧力が上がらない

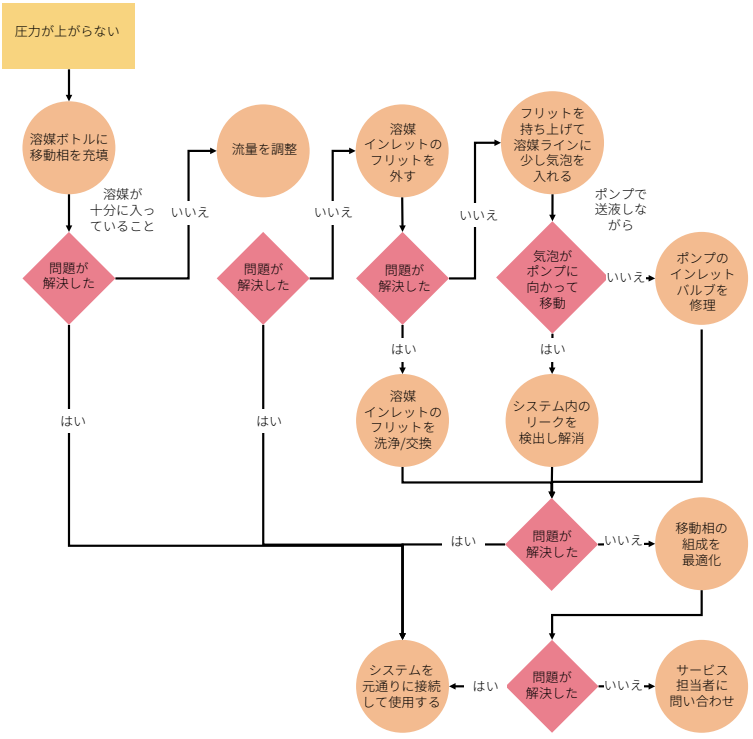


図 252　2D-LC のシステム圧力が低すぎる場合の問題を解決するための方法例

ピーク面積/ピーク高さの問題

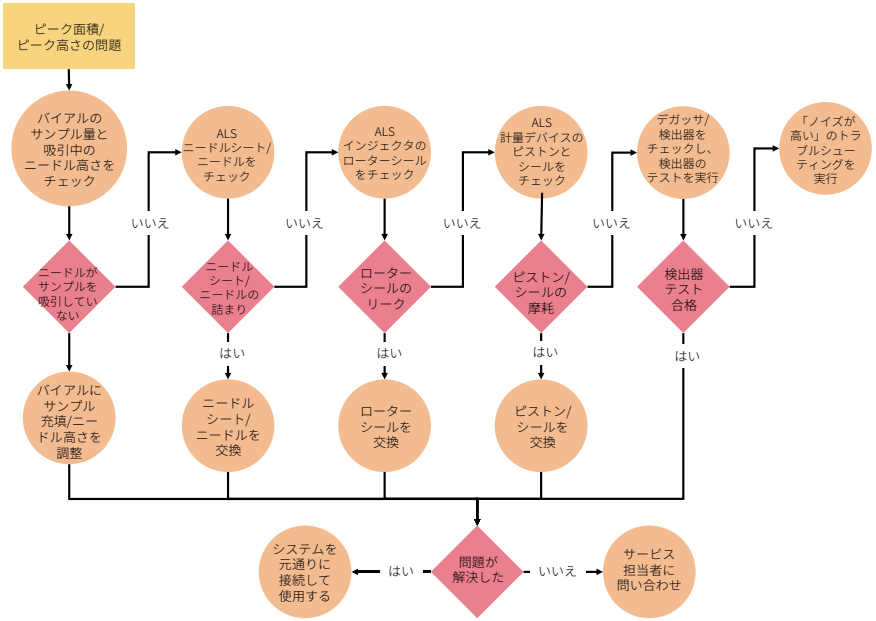


図 253　2D-LC システムのピークに関連する問題を解決するための方法例

リテンションタイムの問題

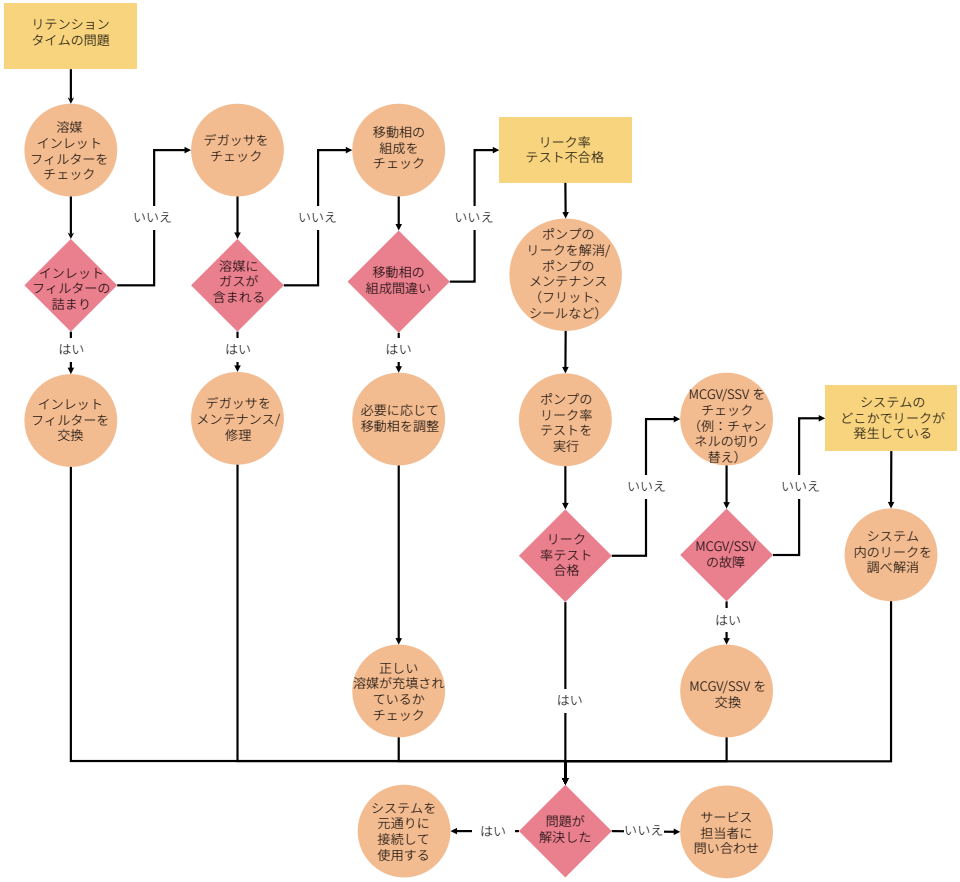


図 254　2D-LC システムのリテンションタイムに関連する問題を解決するための方法例

シグナルの直線性に問題

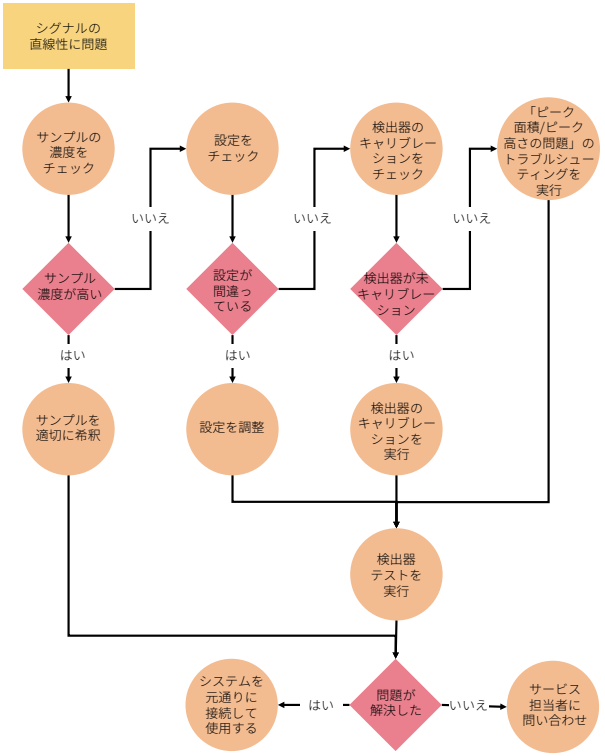


図 255　2D-LC システムのシグナルの直線性に関連する問題を解決するための方法例

シグナルのドリフト

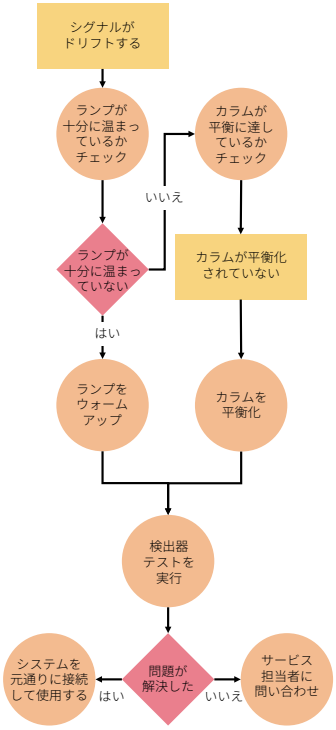


図 256　2D-LC システムのシグナルのドリフトに関連する問題を解決するための方法例

ノイズが高い

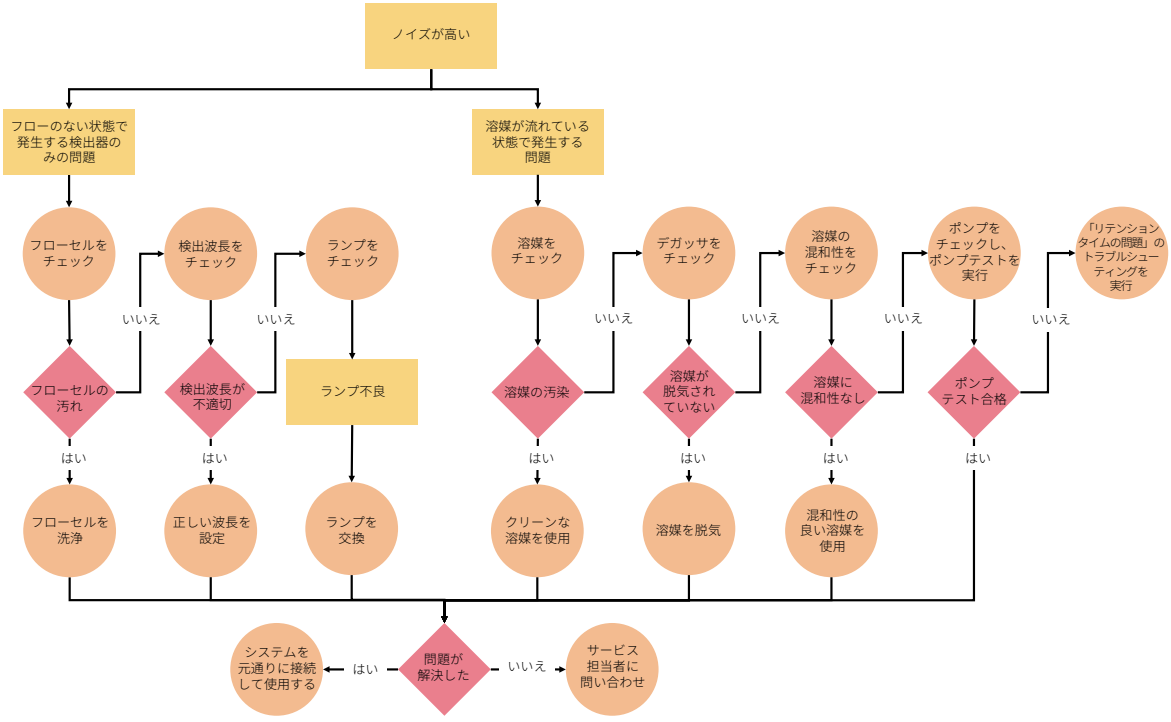


図 257　2D-LC システムのシグナルに関連する問題を解決するための方法例

トラブルシューティングの最後に実行が推奨されるテスト

下表に、トラブルシューティングの完了を確認するための最も重要なテストを示します。

- 詳細については以下を参照してください。
  - 各モジュールのマニュアルのメンテナンス情報
  - トラブルシューティングガイド（ポスター 5994-0709EN）
  - Agilent LC システム使用上の注意（01200-90090）
- さらにサポートが必要な場合は、Agilent Technologies サービス担当者までお問い合わせください。

表 41 2D-LC システムのトラブルシューティングに推奨されるテスト

ポンプ	カラムコンパートメント	オートサンプラ	バルブ	検出器	2D-LC 機器
圧力テスト リークテスト	サーモスタットテスト 圧力テスト（カラム切り替えバルブがある場合）	圧力テスト 標準サンプルの注入。注入量を変える、ブランク注入	バルブポジションの切り替え/圧力測定値のチェック 圧力テスト キャピラリーリークテスト（2D-LC バルブのみ）	ランプ強度テスト 波長キャリブレーション さらに、検出器固有のテストを実施	チェックアウト実行 **2D-LC 機器の場合** • 1D-LC の圧力テスト • 2D-LC の圧力テスト
ポンプ性能 • ポンプの脈流（1260ポンプ） • チューニング（1290ポンプ）					

11 エラー情報

エラーメッセージの内容 397
一般的なエラーメッセージ 398
Timeout 398
Shutdown 398
Remote Timeout 399
Lost CAN Partner 400
Leak Sensor Short 401
Leak Sensor Open 401
Compensation Sensor Open 402
Compensation Sensor Short 402
Fan Failed 403
Leak 404
モジュール固有のエラーメッセージ 405
Initialization of Valve Failed 405
Valve Switching Failed 406
Valve Tag Violation 406
Pressure Cluster Partner Missing 407
Position Cluster Partner Missing 408
External Valve falls into resident mode 408

この章では、エラーメッセージの意味を説明し、考えられる原因と対策、エラー状態から回復する方法を説明します。

エラーメッセージの内容

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ー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。

メソッド実行中ではない時にエラーが生じた場合、このエラー情報はその他のモジュールに伝わりません。メソッド実行中にエラーが生じた場合、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、次の分析を開始できます。1 回のみの問題と思われるエラーは、ユーザーインターフェースから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、メソッドが実行中ではない時に発生した場合でも、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/ERI リモートケーブルを通じて伝達されます（APG/ERI インターフェースの文書を参照）。

一般的なエラーメッセージ

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	対策
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。	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。
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。	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で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のステータスシグナルを常時モニターしています。リモートコネクタのピン 4 に LOW シグナルが入力されると、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。	真空デガッサがエラー状態ではないか確認します。デガッサまたはデガッサを内蔵したポンプについては、『**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	対策
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。	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。
2 リモートケーブルの故障。	リモートケーブルを交換します。
3 ノットレディ状態になっている機器の部品の故障。	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	対策
1 CAN ケーブルの断線。	• 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。
2 CAN ケーブルの不具合。	CAN ケーブルを交換します。
3 別モジュールのメインボード故障。	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 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	対策
1 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。
2 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 サービス担当者までお問い合わせください。

Leak Sensor Open

Error ID: 0083

リークセンサーが開いています

モジュールのリークセンサーの故障（オープン回路）。

リークセンサーを流れる電流は温度によって変化します。溶媒によってリークセンサーが冷却され、リークセンサー電流が定義されたリミット値内で変化すると、リークが検出されます。電流が下限を下回ると、このエラーメッセージが生成されます。

考えられる原因	対策
1 リークセンサーがメインボードに接続されていません。	Agilent サービス担当者までお問い合わせください。
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。

Compensation Sensor Open

Error ID: 0081

補正センサーが開いています

モジュールのメインボード上にある周囲温度補正センサー（NTC）の故障（オープン回路）。

メインボード上の温度補正センサー（NTC）全体の抵抗は、室温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、室温の変化を補正します。センサー全体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	対策
1 メインボードの故障。	Agilent サービス担当者までお問い合わせください。

Compensation Sensor Short

Error ID: 0080

補正センサーがショートしています

モジュールのメインボード上にある周囲温度補正センサー（NTC）の故障（オープン回路）。

メインボード上の温度補正センサー（NTC）全体の抵抗は、室温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、室温の変化を補正します。センサー全体の抵抗が下限値を下回った場合は、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　メインボードの故障。	Agilent サービス担当者までお問い合わせください。

Fan Failed

Error ID: 0068

ファンの動作不良

モジュールの冷却ファンの故障。

メインボードでファンシャフト上のホールセンサーを使用して、ファン速度をモニターします。ファン速度がリミットをある特定の時間下回ると、この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、モジュール内部が過熱しないように、アセンブリ（検出器のランプなど）がオフになります。

考えられる原因	対策
1　ファンケーブルの断線。	Agilent のサービス担当者に連絡してください。
2　ファンの故障。	Agilent サービス担当者までお問い合わせください。
3　メインボードの故障。	Agilent サービス担当者までお問い合わせください。

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（リークセンサーと基板に実装された温度補正センサー）からのシグナルを使用して、リークが存在しているかどうか判断します。リークが発生すると、リークセンサーは漏れた溶媒によって冷却されます。これによりリークセンサーの抵抗が変化し、メインボード上のリークセンサー回路によって検出されます。

考えられる原因	対策
1　フィッティングの緩み。	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。
2　キャピラリーの破損。	破損したキャピラリーを交換します。

モジュール固有のエラーメッセージ

モジュール固有のエラーメッセージの詳細については、該当するモジュールのマニュアルを参照してください。

Initialization of Valve Failed

Error ID: 24000

バルブの初期化が失敗しました

初期化中に、バルブドライブのモーターは、使用しているバルブヘッドに応じて特有の位置に移動します。このプロセスが失敗した場合は、移動が正常に実行されなかったか、センサーが正しく認識しなかったことを意味します。

考えられる原因	対策
1 機械的な問題。摩擦が大きすぎる、またはバルブドライブのモーター/バルブヘッドの詰まり。	• バルブヘッドが正しく取り付けられているか確認します。 • 可能であれば別のバルブヘッドを取り付けて、トラブルの原因を特定してください。 • Agilent サービス担当者までお問い合わせください。
2 バルブドライブモーターのセンサー故障。	• バルブヘッドが正しく取り付けられているか確認します。 • 可能であれば別のバルブヘッドを取り付けて、トラブルの原因を特定してください。 • Agilent サービス担当者までお問い合わせください。

Valve Switching Failed

Error ID: 24001

バルブ切り替えに失敗

バルブドライブがバルブヘッドを正しく操作できませんでした。機械的な理由または移動が正しく検出されませんでした。

考えられる原因	対策
1 機械的な問題。摩擦が大きすぎる、またはバルブドライブのモーター/バルブヘッドの詰まり。	• バルブヘッドが正しく取り付けられているか確認します。 • 可能であれば別のバルブヘッドを取り付けて、トラブルの原因を特定してください。 • Agilent サービス担当者までお問い合わせください。
2 バルブドライブモーターのセンサー故障。	• バルブヘッドが正しく取り付けられているか確認します。 • 可能であれば別のバルブヘッドを取り付けて、トラブルの原因を特定してください。 • Agilent サービス担当者までお問い合わせください。

Valve Tag Violation

Error ID: 24006

バルブタグの違反

バルブドライブが、初期化中に前回識別したものとは異なるバルブヘッドを識別しました。

考えられる原因	対策
1 バルブドライブの電源が入っているときにバルブヘッドを交換した。	バルブヘッドを交換します。新しいバルブヘッドを取り付ける場合は、取り付ける前か後に 10 s 以上バルブの電源をオフにすることが重要です。

注記

バルブドライブの電源を切ります。

バルブドライブの電源を入れ直して再起動する場合は必ず、10 秒以上電源をオフにする必要があります。

Pressure Cluster Partner Missing

圧力クラスターパートナーが見つかりません

バルブドライブと指定の圧力クラスターパートナー間の接続が失われました。

考えられる原因	対策
1 通信の問題。	モジュールの CAN ケーブルの接続を確認します。
2 コンフィグレーションの不一致。	必要に応じて、指定の圧力クラスターパートナーのバルブコンフィグレーションおよび存在を確認し、修正します。

Position Cluster Partner Missing

ポジションクラスターのパートナーが見つかりません

考えられる原因	対策
1 通信の問題。	モジュールの CAN ケーブルの接続を確認します。
2 コンフィグレーションの不一致。	• 必要に応じて、指定のポジションクラスターパートナーのバルブコンフィグレーションおよび存在を確認し、修正します。 • モジュールを別の LC スタックに移動した場合は、Lab Advisor の［サービス & 診断］で［ファームウェアクラスター解除］を実行します。

External Valve falls into resident mode

Error ID: Flashing status indicator

外部バルブがレジデントモードになる

バルブドライブが正しく動作しませんでした。

考えられる原因	対策
1 通信の問題。	• モジュールの CAN ケーブルの接続を確認します。 • ホストモジュールが存在しているか確認します。
2 コンフィグレーションの不一致。	• スタック全体のファームウェアが同じファームウェアセットになっているか確認します。 • 各ホストモジュールがホストモジュールの制限 3 を超えていないか確認します。 • DIP スイッチの設定が正しいか確認します。 • スタック全体のファームウェアが最新バージョンであるか確認します。

12 メンテナンス

メンテナンスの概要　411
警告と注意　412
メンテナンスの概要　414
モジュールのクリーニング　415
リークの処理　416
リークの処理（G7116B）　416
リークの処理（G1170A）　417
バルブヘッドの交換　418
バルブヘッドの交換（G7116B）　418
バルブヘッドの交換（G1170A）　421
バルブヘッドの部品交換　424
Infinity バルブドライブのヒューズの交換　427

この章では、2D-LC ソリューションのメンテナンスについて説明します。

メンテナンスの概要

2D-LC ソリューションは、簡単にメンテナンスできるように設計されています。頻度の高いメンテナンスは、システムスタックにモジュールを設置したまま正面から行うことができます。ニードル、ニードルシート、ローターシール、バルブヘッドのメンテナンスや、熱交換器の交換などです。

警告と注意

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。

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

尖った金属の先端

機器の尖った先端部分が怪我の原因になることがあります。

- ✓ 人身障害を防ぐために、尖った金属部分に触れる際には注意してください。

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

熱交換器が熱くなっています 

カラムコンパートメントには 2 つの熱交換器があり、これらが熱くなる可能性があります。

✓ 修理を開始する前に冷却します。

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メンテナンス手順（簡単な修理）について説明します。

表 42　メンテナンス手順

手順	通常の頻度	注記
モジュールのクリーニング	必要に応じて	
リークの処理	リークが発生したとき	リークのチェック
カラム切り替えバルブのメンテナンス	バルブでリークが発生したとき	
バルブヘッドの交換	バルブにリークや摩耗の兆候が見られる場合	
バルブヘッドの部品交換	リークセンサーが故障したとき	
Infinity バルブドライブのヒューズの交換	ヒューズが正常に機能しない場合	
モジュールファームウェアの更新	必要に応じて	

モジュールのクリーニング

モジュール ケースをきれいに保つには、少量の水、または水で薄めた中性洗剤で湿らせた柔らかい布をご使用ください。クリーニングには有機溶媒を使用しないでください。有機溶媒を使用すると、プラスチック部分が損傷するおそれがあります。

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。**

注記

モジュールの流路を洗浄する場合は、イソプロパノール 70 %、水 30 % の溶液を使用します。

リークの処理

リークの処理（G7116B）

日時: 熱交換器、キャピラリー接続部またはカラムスイッチングバルブで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
ピペット
1/4 〜 5/16 inchスパナ (キャピラリ接続用)

1 ドアを取り外します。

2 ピペットとティッシュペーパを使用して、リークセンサ領域を拭いて乾かします。

3 キャピラリ接続部とカラムスイッチングバルブ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 ドアを元どおりに取り付けます。

リークの処理（G1170A）

日時: 漏れがキャピラリー接続またはバルブで発生した場合。

必要なツール:

説明
ティッシュペーパー
ピペット
1/4 ～ 5/16 inchスパナ (キャピラリー接続用)

1 ピペットとティッシュペーパを使用して、リークセンサ領域を拭いて乾かします。

2 キャピラリー接続やバルブにリークがないか確認し、必要に応じて対応します。

バルブヘッドの交換

バルブヘッドの交換（G7116B）

バルブヘッドには、オプションのバルブヘッドが何種類かあり、簡単に取り付けや交換が可能です。

必要な部品:	説明
	Agilent クイックチェンジバルブヘッド

注意

バルブアクチュエータには高感度な光学部品が含まれているため、埃やその他の汚染物質から保護する必要があります。これらの部品が汚染されるとバルブポートが正しく選択されなくなる恐れがあり、そのため誤った測定結果になります。

- ✓ **操作中だけでなく保管する際にも、バルブヘッドは常に取り付けておきます。アクチュエータを保護するため、ダミーのバルブヘッド（輸送用ロックキット (G1316-67001) に含まれます）をバルブの代わりに使用してください。アクチュエータ内部の部品には触れないでください。**

注意

カラムの損傷や間違った測定結果

バルブを誤ったポジションに切り換えると、カラムを損傷したり、間違った測定結果が得られたりする可能性があります。

- ✓ **バルブが間違いなく正しいポジションに切り換えられるように、溝に突起を合わせます。**

注意

バルブの損傷

低圧バルブを高圧下で使用すると、バルブを損傷する可能性があります。

- ✓ **メソッド開発ソリューションの一部として複数のカラムコンパートメントを使用している場合は、高圧バルブヘッドがオートサンプラに接続され、低圧バルブヘッドが検出器に接続されていることを確認します。**

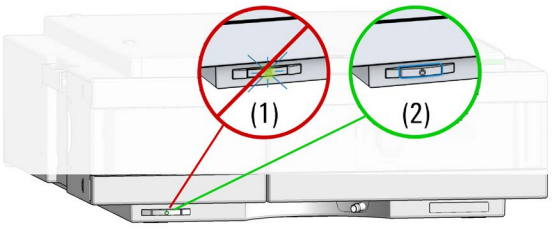
警告

有毒、可燃性および有害な溶媒、サンプル、試薬

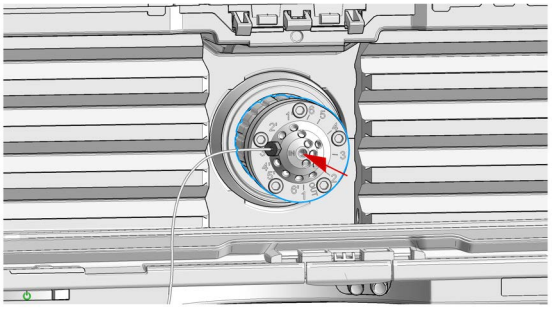
溶媒、サンプル、および試薬の取り扱いは、健康や安全性を脅かす危険性が伴うことがあります。

- ✓ **溶媒の含まれる配管をバルブヘッドから取り外す際には、溶媒が接続部から流れ落ちないように注意してください。**
- ✓ **これらの物質を取り扱う場合は、製造者が提供する物質の取り扱いおよび安全データシート（MSDS）に記載された適切な安全手順（保護メガネ、安全手袋、および防護服の着用など）に従ってください。**

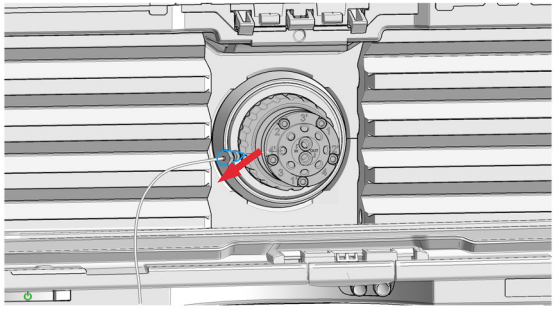
1 モジュールの電源をオフにします。



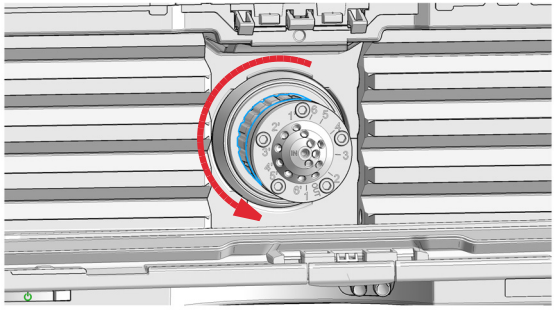
2 バルブヘッドを押して、外側のポジションにします。



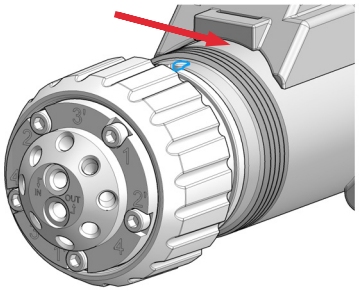
3 すべてのキャピラリー接続をバルブヘッドから取り外します。



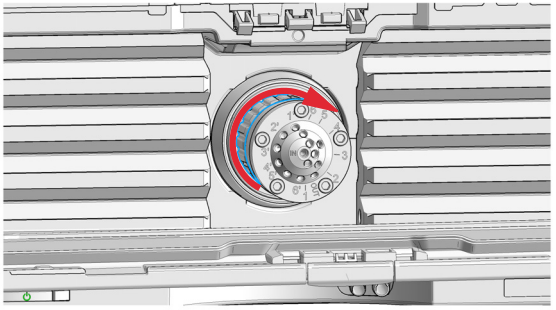
4 ナットを緩めてバルブヘッドを取り外します。



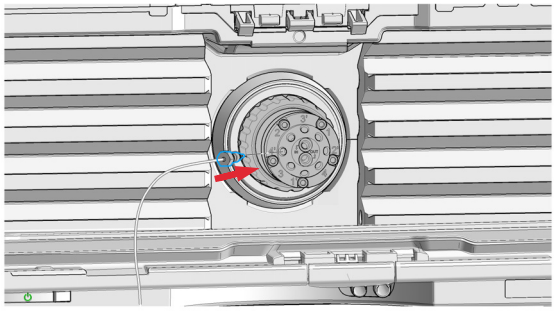
5 突起が溝に合うように、バルブドライブの上にバルブヘッドを置きます。



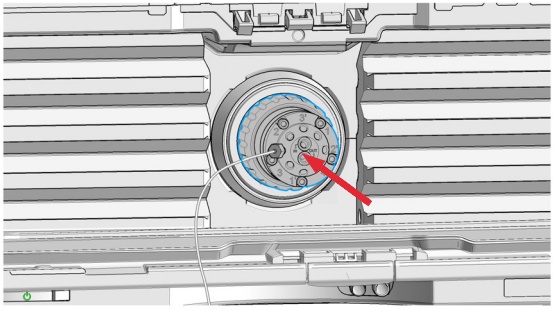
6 ユニオンナットを用いて、バルブドライブにバルブヘッドをネジ留めします。



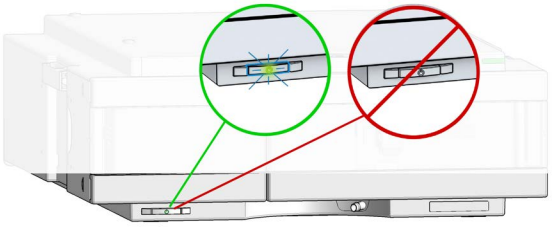
7 必要なすべてのキャピラリーをバルブに接続します。



8 パチンという音がするまでバルブヘッドユニットを押して、後ろのポジションにきちんとはめます。



9 モジュールの電源をオンにします。



バルブヘッドの交換（G1170A）

以下では、取り付け手順を紹介します。バルブの取り外しは、逆の手順を行います。

注記 以下の手順では、バルブヘッドの取り付けについて説明します。正しいキャピラリー接続については、GUI の［**バルブトポロジ**］を参照してください。

注意 **バルブアクチュエータには高感度な光学部品が含まれているため、埃やその他の汚染物質から保護する必要があります。これらの部品が汚染されるとバルブポートが正しく選択されなくなる恐れがあり、そのため誤った測定結果になります。**

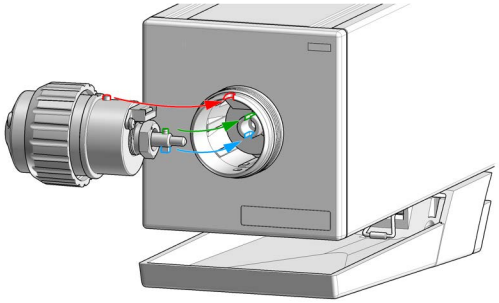
✓ **操作中だけでなく保管する際にも、バルブヘッドは常に取り付けておきます。アクチュエータを保護するため、ダミーのバルブヘッドをバルブの代わりに使用してください。アクチュエータ内部の部品には触れないでください。**

注記 バルブヘッドを正しく取り付けるためには、外側のピン（赤）をバルブドライブのシャフトの外側の溝に完全にはめ込む必要があります。バルブヘッドの 2 つのピン（緑と青）がバルブドライブのアクチュエータの軸上の対応する溝にはまれば、正しく取り付けられます。マッチするかどうかは、ピンと溝の内径によります。

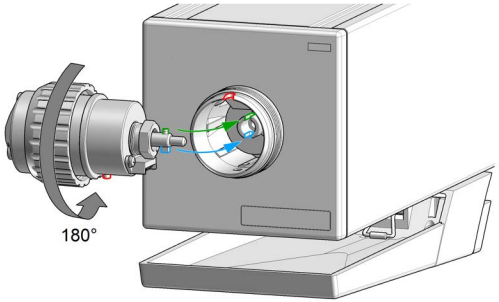
注記 バルブヘッドの情報は、タグリーダーによってモジュールの初期化中にバルブヘッドの RFID タグから読み取られます。モジュールの電源が入っている状態でバルブヘッドが交換されると、バルブ情報は更新されません。機器にバルブ情報が読み取られていない場合、バルブポートポジションの選択に失敗する可能性があります。

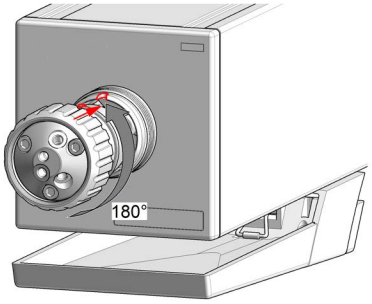
注記 バルブを正しく識別できるようにするには、モジュールの電源を 10 秒以上オフにします。

1 バルブヘッドをバルブシャフトに挿入します。

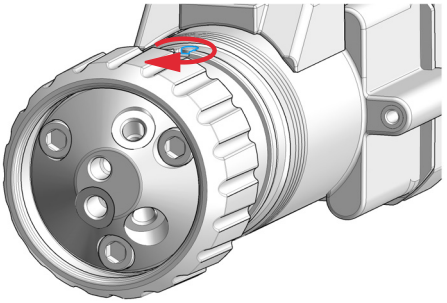


または
外側のピンが外側の溝に合わない場合は、2 つのピンが溝にはめ込まれるまで、バルブヘッドを回す必要があります。ピンが溝にはめ込まれるまでバルブヘッドを回し続けていると、バルブドライブからの抵抗が強くなることでわかります。



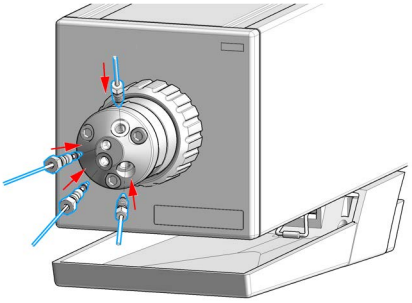


2 外側のピンが溝にはまったら、ナットを手動でバルブヘッドにはめ込みます。



注記

5043-1767 バルブ取り外しツールを使ってナットを締めます。

3 必要なすべてのキャピラリーをバルブに接続します。 	4 モジュールの電源をオンにするか入れ直して、モジュールの初期化でバルブヘッドが認識されるようにします。

バルブヘッドの部品交換



バイオイナートモジュールでは、バイオイナートの部品のみを使用してください。



1290 Infinity II Bio LC モジュールの場合、必ずバイオ/バイオコンパチブル部品を使用してください。
1260 Infinity II バイオイナート LC モジュールと 1290 Infinity II Bio LC モジュール間で部品を共用しないでください。

日時: バルブでリークが発生したとき

必要なツール:

説明

六角レンチ、9/64 inch
六角レンチ、3/32 inch
レンチ、1/4 inch
六角ドライバー SW-6.35 スリット入り
六角ドライバー SW-4 スリット入り

1 キャピラリーをポートから取り外します。
2 各ステーターの固定ネジを交互に 2 回転ずつ回して緩めます。ヘッドからネジを取り外します。
3 ステーターヘッド（該当する場合はステータフェースも）を取り外します。
4 ステーターリングを取り外します。
5 ローターシール（消耗や汚染がある場合は、アイソレーションシールも）を取り外します。

6 （必要な場合は）新しいアイソレーションシールを取り付けます。金属スプリングがバルブ本体に向いているか確認してください。

7 新しいロータ シールを取り付けます。

8 ステーターリングを取り付けます。ステーターリングがバルブ本体にピッタリはまっているか確認します。

9 （必要に応じて）新しいステータフェースをステーターヘッドに取り付けます。ステーターヘッドを取り付けます。

10 ステーターネジをステータヘッドに挿入します。ステーターヘッドが安定するまで、ネジを交互に 2 回転ずつ回して締めます。

11 ポンプのキャピラリーをバルブポートに接続します。

注意

システム圧力テストの方法を間違えると、バルブを損傷する恐れがあります。

✓ **テストでは、適切な圧力リミットを必ず選択してください。耐圧が設定されているコンポーネントの最大圧力を超えないようにしてください。たとえば、80 MPa クイックチェンジバルブヘッドが取り付けられている場合は最大圧力 を 80 MPa に設定してください。**

12 **システム圧力テスト** を行い、バルブに漏れがないことを確認します。

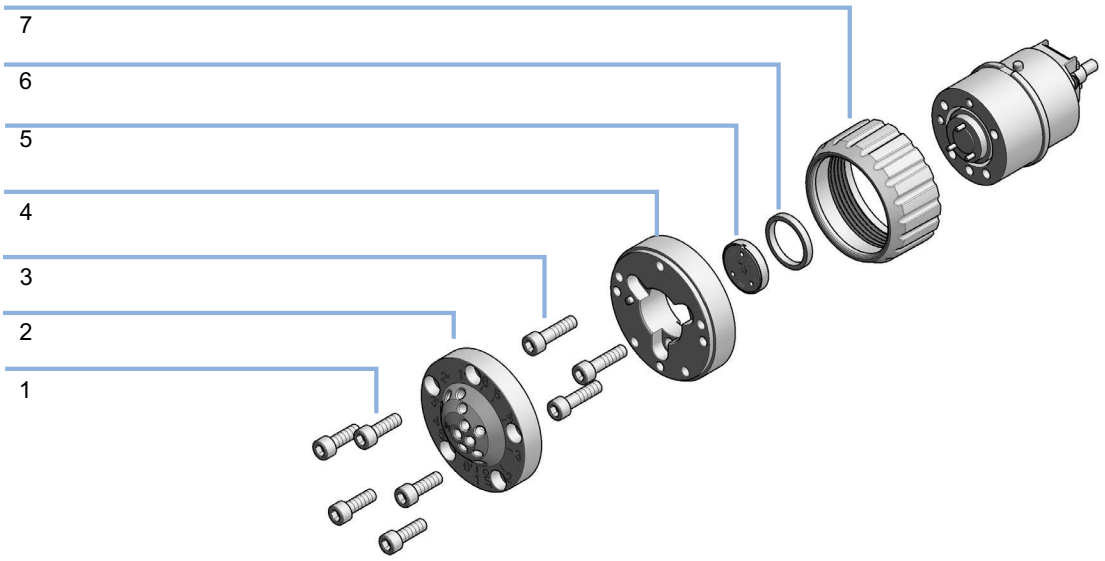


図 258　バルブヘッドの部品（例）

1	ステーターネジ
2	ステーターヘッドアセンブリ
3	ステーターリングのネジ（図にはありません）
4	ステーターリング（サービス専用部品）
5	ローターシール
6	ベアリングリング
7	スパナナット（サービス専用に利用可）

注記

425 ページの図 258 に、例として、6 カラム切り替えバルブのバルブヘッド交換部品を図示しています。バルブの外観は異なる可能性があります。表示されている部品の一部は含まれない場合があります。また、お手持ちの消耗部品がすべてのタイプのバルブに利用できるとは限りませんのでご注意ください。

Infinity バルブドライブのヒューズの交換

日時: フローモジュールが反応を示さない場合。

必要なツール:

説明
プラスドライバー

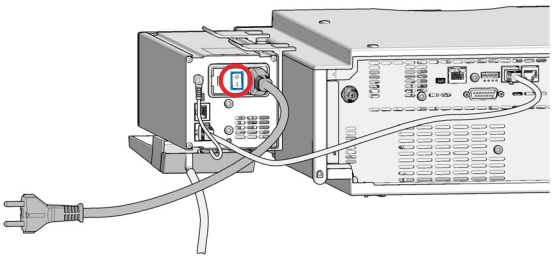
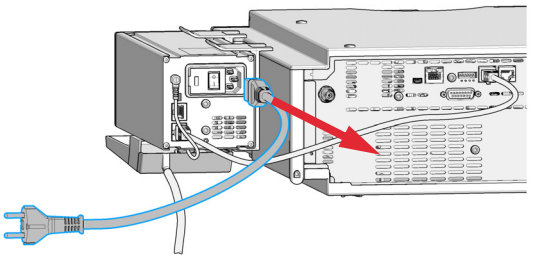
必要な部品:

個数	部品番号	説明
2	2110-1486	ヒューズ 2 AT250 V

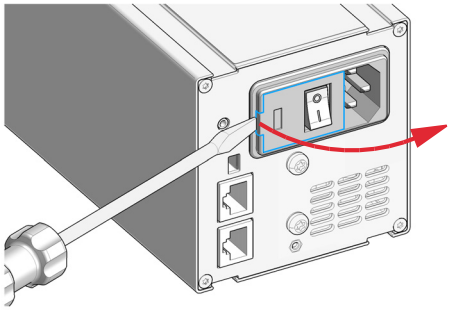
警告

感電

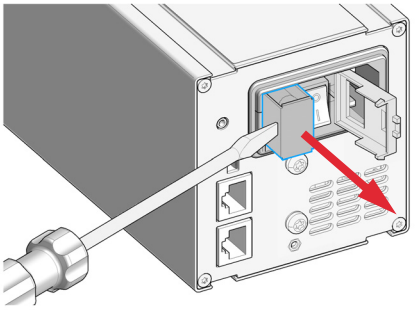
- ✓ **ヒューズを交換したり、電源入力ソケットのカバーを開ける場合は、その前に電源ケーブルをモジュールから取り外してください。**
- ✓ **電源入力ソケットを閉じる前に、電源を再接続しないでください。**

1 機器の電源をオフにします。電源スイッチはモジュールの背面にあります。 	2 電源入力ソケットから電源ケーブルを取り外します。 

3 ヒューズドロワーにアクセスするには、マイナスドライバーを使って電源インレットの外側のプラスチックハウジングをそっと持ち上げます。

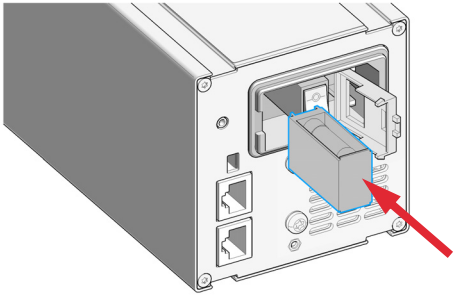


4 図のように、ヒューズドロワーを引き抜きます。

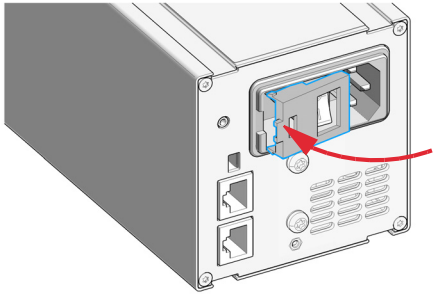


5 問題のあるヒューズを交換します。

6 ヒューズドロワーを滑り込ませ、しっかりはまるまで押し込みます。



7 最後に、ヒューズドロワーハウジングを閉じ、機器を電源に再接続してオンにします。



13 メンテナンス部品

1290 Infinity II 2D-LC システム用部品 430
2D-LC ループ 430
2D-LC キャピラリー 431
ASM キャピラリー 432
圧力リリースキット 433
2D-LC イージースターターキット 434
バルブドライブの部品 435
バルブドライブの部品 Infinity II 436
バルブヘッドの部品 438
バルブオプションの概要（2D-LC 用） 439
MS ダイバーターバルブ 443
バルブオプションの概要（G7116B 用） 446
ヒーターデバイスの追加 447
アクセサリと消耗品（G7116B 用） 448
InfinityLab クイックコネクト/クイックターンフィッティング 450
キャピラリーキット 453
1290 Infinity II Bio 2D-LC システム用部品 455
バイオコンパチブルキャピラリーの特長 455
フィッティング 458
Bio 2D-LC ループ 459
Bio 2D-LC キャピラリー 459
圧力リリースキット 463
バルブオプションの概要（Bio 2D-LC 用） 464
各種 Bio-LC モジュールの他のバイオコンパチブルスペア部品の概要 470
1290 Infinity II Bio LC カラムの選択 481

この章では、問題の解決に必要な部品の材料について説明します。

1290 Infinity II 2D-LC システム用部品

2D-LC ループ

標準 2D-LC 用の 2D-LC ループ

部品番号	説明
5067-5440	2D-LC 用のキャリブレーション済みループキット 弊社内部部品番号、注文不可
5067-5446	ループハウジングキット
5067-5424	20 µL 2D-LC ループ
5067-5425	40 µL 2D-LC ループ
5067-5437	60 µL 2D-LC ループ
5067-5426	80 µL 2D-LC ループ
5004-0036	180 µL 2D-LC ループ
5500-1238	キャピラリー ST 0.12 mm x 105 mm SL/SL （バイパスキャピラリー）

MHC バルブフィッティング M4 用の 2D-LC ループ

部品番号	説明
5067-6643	キャピラリー ST 0.35x104 mm、M/M 10 µL
5067-6644	キャピラリー ST 0.35x208 mm、M/M 20 µL
5067-5926	キャピラリー ST 0.35x 420 mm M/M 40 µL
5067-6645	キャピラリー ST 0.35x831 mm、M/M 80 µL

部品番号	説明
5067-6646	キャピラリー ST 0.35x1247 mm、M/M、 120 µL
5067-6647	キャピラリー ST 0.35x1870 mm、M/M、 180 µL
5067-6141	M4 ブランクナット
5023-2504	六角ドライバー SW-4 スリット入り

2D-LC キャピラリー

1200 Infinity シリーズ 2D-LC キャピラリーキット

部品番号	説明
5021-1820	フレックスキャピラリー、0.12 mm x 105 mm、フィッティングなし
G1316-87321	キャピラリーカラム熱交換器、長さ 105 mm、内径 0.17 mm
5021-1822	キャピラリー 0.12 mm x 280 mm
5021-1823	キャピラリ、カラムから検出器まで、SST 長さ 400 mm、内径 0.12 mm
5021-1819	キャピラリー ST 0.17 mm x 400 mm S/S
5065-9964	キャピラリー ST 0.12 mm x 500 mm
5067-4609	キャピラリー ST 0.17 mm x 500 mm SX/-
5067-4669	キャピラリー ST 0.12 mm x 600 mm S/SL
01078-87305	キャピラリー、0.17 mm x 80 cm、オスフィッティング
5065-4454	フィッティングネジ、ロング、フロント/バックフェラル 10 個入り

部品番号	説明
G1316-60005	低拡散熱交換器ダブルアセンブリ
G7116-60015	クイックコネクト熱交換器、標準
5500-1188	クイックターンキャピラリー ST 0.12 mm x 105 mm、ロングソケット

InfinityLab 2D-LC キャピラリーキット（レガシー）

部品番号	説明
5067-4651	キャピラリー ST 0.12 mm x 280 mm SL/SX
5067-4669	キャピラリー ST 0.12 mm x 600 mm S/SL
5500-1245	キャピラリー ST 0.17 mm x 400 mm SI/SI
5500-1251	キャピラリー ST 0.12 mm x 400 mm SL/SL
5500-1240	キャピラリー ST 0.17 mm x 105 mm SL/SL
5500-1227	キャピラリー ST 0.17 mm x 150 mm SL-SL
5500-1217	キャピラリー ST、0.17 mm x 900 mm SI/SX
5067-4608	キャピラリー ST 0.17 mm x 280 mm SX/S
5067-4670	キャピラリー ST 0.17 mm ID 600 mm（固定済み）

ASM キャピラリー

ASM バルブキャピラリー交換キット

部品番号	説明
5500-1300	キャピラリー ST 0.12 mm x 85 mm M/M（ASM ファクタ 5）
5500-1301	キャピラリー ST 0.12 mm x 170 mm M/M（ASM ファクタ 3）
5500-1302	キャピラリー ST 0.12 mm x 340 mm M/M（ASM ファクタ 2）
5500-1303	キャピラリー ST 0.12 mm x 680 mm M/M（ASM ファクタ 1.5）
5500-1376	キャピラリー ST 0.12 mm x 170 mm M/M

圧力リリースキット

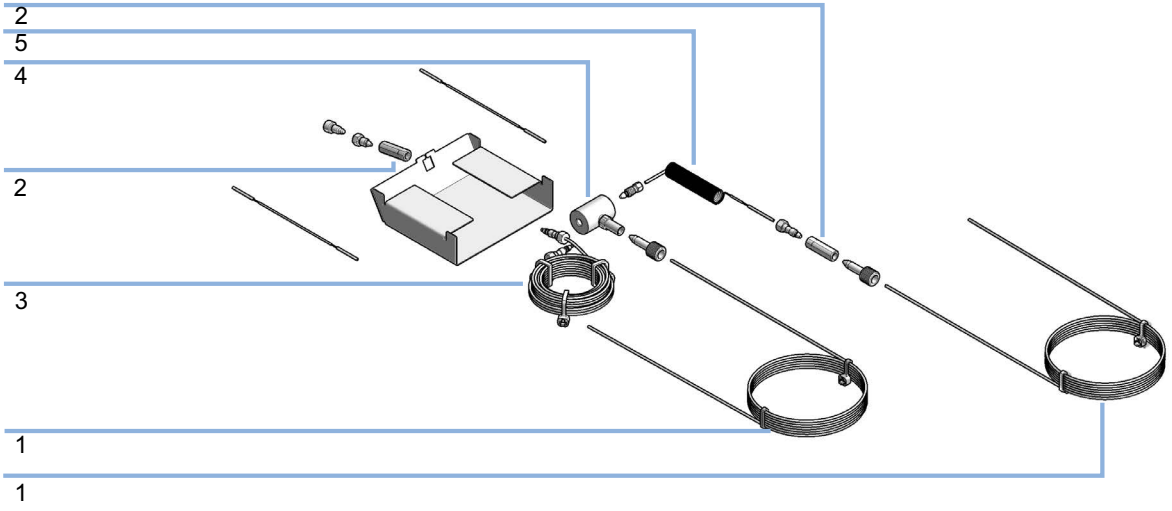


図 259　圧力リリースキット、部品

番号	部品番号	説明
	G4236-60010	2D-LC 圧力リリースキット
	0100-0969	TEE、ST、1/16 インチ、低デッドボリューム 表示なし
1	5021-1816	キャピラリー 内径0.17 mm、 105 mm 長
2	5022-2184	ユニオン、標準 LC フロー、フィッティングなし
3	G7167-87307	500 µL 拡張ループ
4	G4212-60022	圧力リリースバルブ
5	5067-5939	スプリッターキャピラリー、内径 0.05、長さ 1000 mm

2D-LC イージースターターキット

2D-LCイージースターターキット（ESZサービス用）(G4236-68100)注文不可、弊社内部部品番号

番号	部品番号	説明
1	5190-6895	2D-LC スターターサンプル × 1、2 mL
2	G2453-85060	試薬グレードのギ酸 5 mL（5 cc）
3	685775-902	Poroshell SB-C18、2.1 x 100 mm、 2.7 µm
4	699968-301	Poroshell 120 Bonus-RP、3.0 x 50 mm、 2.7 µm

2D-LC イージースターターキット（レガシー） (G4236-68000) 注文不可、弊社内部部品番号

部品番号	説明
5190-6895	2D-LC スターターサンプル × 1、2 mL
G2453-85060	試薬グレードのギ酸 5 mL（5 cc）
858700-902	RRHD SB-C18、2.1x100 mm, 1.8 µm、 120 MPa
857768-901	RRHD Bonus-RP、2.1x50 mm, 1.8 µm、 120 MPa
959757-302	RRHD Eclipse Plus C18、3.0x50 mm、 1.8 µm

バルブドライブの部品

番号	部品番号	説明
1	5043-0275	クランプガイド バルブ取り付け用レールアセンブリ
2	5067-4792	リークセンサーアセンブリ 外部リークセンサー
3	5043-0271	リークプレーンホルダー
4	5043-0270	リークプレーン
5	5068-0106	スパナナット
	2110-1486	ヒューズ 2 AT250 V
6	5067-4634	バルブレールアセンブリ
7	5067-1510	カラムオーガナイザ用レールアセンブリ

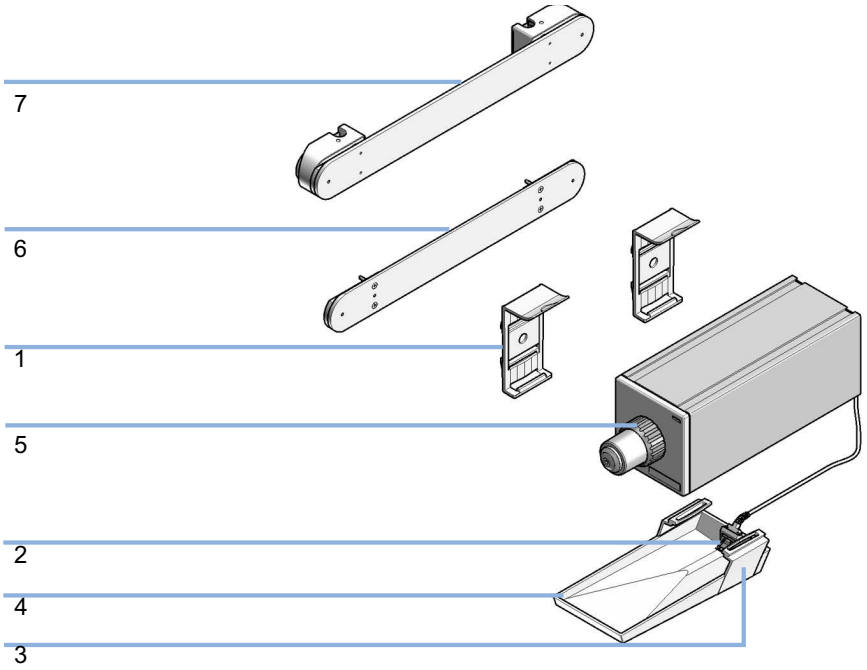


図 260　1290 Infinity バルブドライブ用部品

バルブドライブの部品 Infinity II

番号	部品番号	説明
1	5067-6138	右バルブホルダーキット-IF-II-G G7116A/B 用
	5067-6139	左バルブホルダーキット-IF-II-G G7116A/B 表示（表示なし）
2	5067-5685	クランプガイドキット-IF-II
3	5067-4792	リークセンサーアセンブリ 外部リークトレイ
4	5043-0271	リークプレーンホルダー
5	5043-0270	リークプレーン

番号	部品番号	説明
6	2110-1486	ヒューズ 2 AT250 V
7	5063-6527	チューブ、シリコンラバー、1.2 m、内径/外径 6/9 mm
8	5181-1519	CAN ケーブル、Agilent モジュール間、 1 m
9	5500-1156	T 字型チューブコネクタ、内径 6.4
10	5043-0269	アダプタプロファイル G1170A 用（複数のバルブドライブをアダプタプロファイルで接続可能）

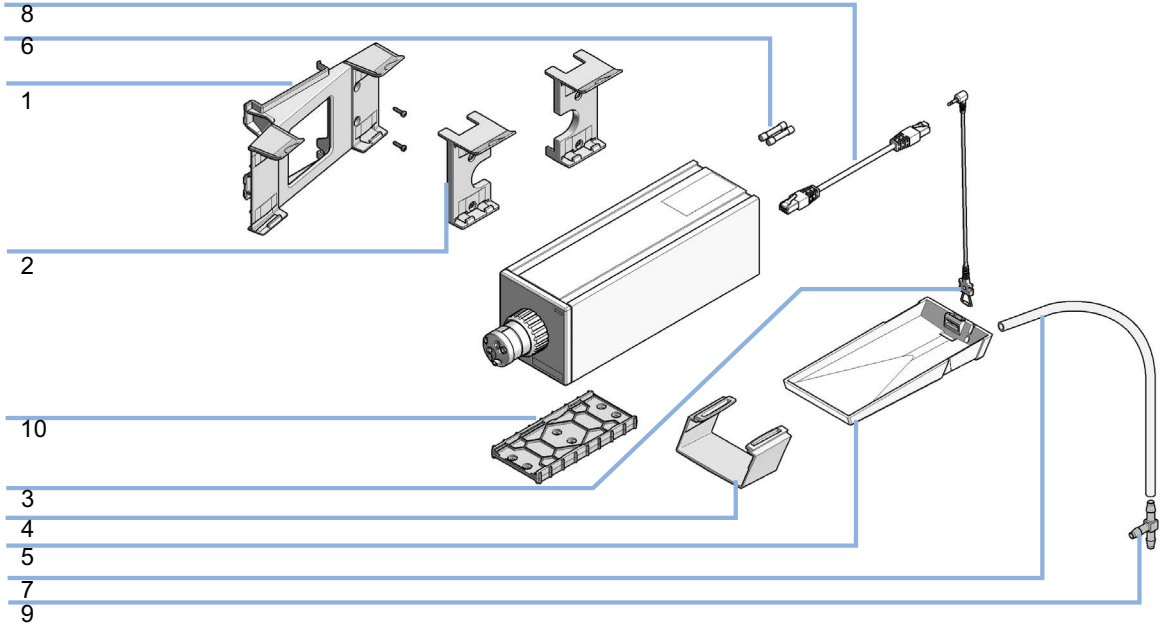


図 261　1290 Infinity II バルブドライブ用部品

バルブヘッドの部品

注記

下図に、12 ポジション/13 ポート切り替えバルブのバルブヘッド交換部品を例として示しています。バルブの外観は異なる可能性があります。表示されている部品の一部は含まれない場合があります。また、お手持ちの消耗部品がすべてのタイプのバルブに利用できるとは限りませんのでご注意ください。

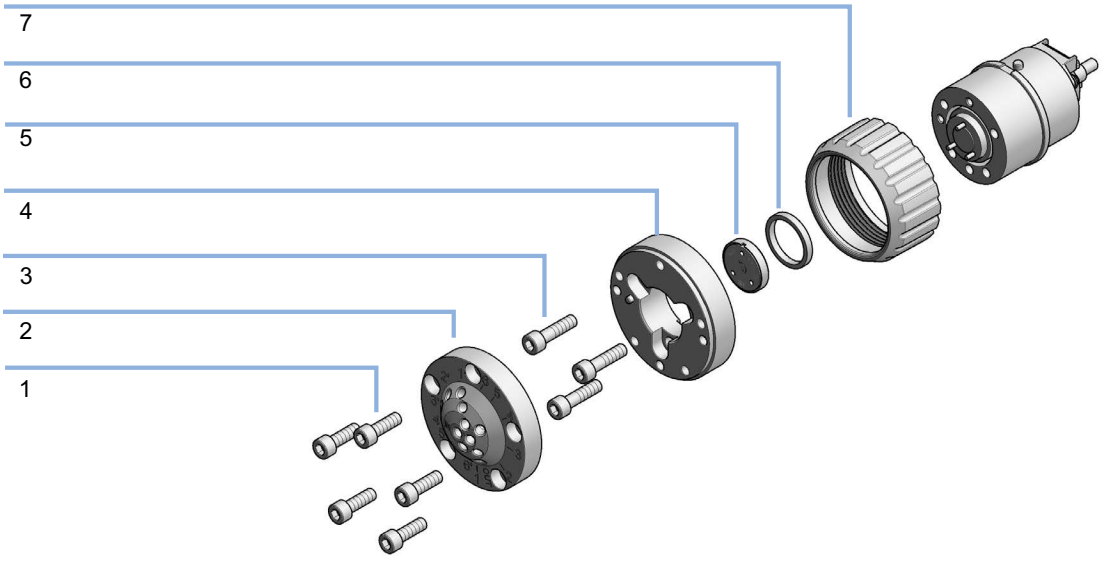


図 262　バルブヘッドの部品（例）

1	ステーターネジ
2	ステーターヘッドアセンブリ
3	ステーターリングのネジ（図にはありません）
4	ステーターリング（サービス専用部品）
5	ローターシール
6	ベアリングリング
7	スパナナット（サービス専用に利用可）

技術仕様

表 43 技術仕様

最大圧力：	130 MPa
接液部材質：	ステンレススチール、PEEK
接続：	10-32 オス型ネジ/ M4 フィッティング

ツール

追加フィッティング用ツール

部品番号	説明
8710-2462	六角ドライバ、3/32 インチ
5023-2504	六角ドライバー SW-4 スリット入り M4 フィッティング用
5067-6141	M4 ブランクナット 未使用のバルブポートの差し込み用
5067-6127	ブランクナット SL

バルブオプションの概要（2D-LC 用）

130 MPa の InfinitLab クイックチェンジバルブは、120 MPa バルブと下位互換性があります。

注記

ステーターの耐用年数は、2D-LC バルブにかかる圧力によって異なります。このため、メンテナンス中に表面を目視で調べることが非常に重要です。点検中に傷または重摩耗を確認できた場合は、ステーターを交換する必要があります。

G4136A 2D-LC バルブキット、標準

個数	部品番号	説明
1	5067-4244	2D-LC バルブヘッド、 130 MPa
1	5067-5440	2D-LC 用のキャリブレーション済みループキット
1	5067-6171	キャピラリーキット 2D-LC、Infinity Classic（オプション） 出荷時専用、再注文不可
1	G4236-68100	2D-LC イージースターターキット（ESZ サービス用） 出荷時専用、再注文不可
2		マルチハートカットバルブ
1	5067-6585	キャピラリーキット 2D-LC、1290 Infinity II 出荷時専用、再注文不可
1	G1680-63721	ネットワーク LAN スイッチ

5067-4244 2D-LC バルブヘッド、 130 MPa

個数	部品番号	説明
3	1535-4857	ステーターネジ、10 個入
1	1535-4045	ベアリングリング
1	5068-0214	ローターシール（VHP）
1	5068-0120	ステータリング
1	5068-0115	ステーター

G4243A 2D-LC バルブキット、ASM

個数	部品番号	説明
1	5067-4266	2D-LC ASM バルブヘッド、 130 MPa
1	G4236-68100	2D-LC イージースターターキット（ESZ サービス用）出荷時専用、再注文不可
1	G1680-63721	ネットワーク LAN スイッチ
1	5500-1300	キャピラリー ST 0.12 mm x 85 mm M/M
1	5500-1301	キャピラリー ST 0.12 mm x 170 mm M/M
1	5500-1302	キャピラリー ST 0.12 mm x 340 mm M/M
1	5500-1303	キャピラリー ST 0.12 mm x 680 mm M/M
4	5500-1376	キャピラリー ST 0.12 mm x 170 mm M/M（トランスファーキャピラリー）

5067-4266 2D-LC ASM バルブヘッド、 130 MPa

部品番号	説明
5068-0019	ステータネジ
5068-0257	ベアリングリング
5068-0240	ローターシール（VHP）
5068-0239	ステーター
5023-3150	ZDV ユニオン M4（付属しません）

マルチハートカットバルブ

個数	部品番号	説明
1	5067-4273	6 カラム切り替えバルブヘッド、130 MPa
6	5067-5926	キャピラリー ST 0.35x 420 mm M/M 40 µl
2	5500-1270	キャピラリー ST 0.12 mm x 170 mm S/M（トランスファーキャピラリー）
1	5043-0269	アダプタプロファイル

5067-4273 6 カラム切り替えバルブヘッド、 130 MPa

個数	部品番号	説明
5	5068-0089	ステータネジ
1	1535-4045	ベアリングリング
1	5068-0242	ローターシール（PEEK）
1	5068-0241	ステーターヘッド

廃止バルブヘッド

以下の 120 MPa バルブヘッドはご注文いただけなくなりました。

5067-4214 2D-LC バルブ 120 MPa（レガシー）

部品番号	説明
5068-0186	ローターシール（Vespel）
5068-0115	ステーター
1535-4857	ステーターネジ、10 個入り
1535-4045	ベアリングリング

マルチハートカットバルブ（レガシー）

個数	部品番号	説明
1	5067-4142	バルブヘッド 6 カラムセレクタ (120 MPa)
6	5067-5926	キャピラリー ST 0.35x 420 mm M/M 40 µl
1	5974-0197	キャピラリーカバーラベル
2	5067-5113	キャピラリー ST 0.17 mm x 250 mm SL/M
2	5067-6188	キャピラリー ST 0.17 mm x 500 mm SL-M

5067-4142 6 カラム切り替えバルブ 120 MPa（レガシー）

部品番号	説明
5068-0077	ステータヘッド
5068-0067	ローターシール（Vespel）
5068-0089	ステータネジ
1535-4045	ベアリングリング

MS ダイバーターバルブ

G4231A 2 ポジション/6 ポートバルブヘッド、 80 MPa

部品番号	説明
5067-4282	2 ポジション/6 ポートバルブヘッド、 80 MPa
5067-4730	2/10 キャピラリーキット 0.17 mm
5067-4249	2/6 キャピラリーキット 0.12 mm、QC-HEx を含む

部品番号	説明
5067-4250	2/6 キャピラリーキット 0.12 mm、LD-HEx を含む
5067-6597	2/6 キャピラリーキット 0.17 mm、QC-HEx を含む

代替ダイバーターバルブ（2 ポジション/6 ポート、PEEK ローターシール）

部品番号	説明
5067-4137	2 ポジション/6 ポートバルブヘッド、 60 MPa
5067-4282	2 ポジション/6 ポートバルブヘッド、 80 MPa
0101-1409	ローターシール（PEEK）

代替ダイバーターバルブ（2 ポジション/10 ポート、PEEK ローターシール）

部品番号	説明
5067-4145	2 ポジション/10 ポートバルブヘッド、 60 MPa
5067-4283	2 ポジション/10 ポートバルブヘッド、 80 MPa
0101-1415	ローターシール（PEEK）

代替ダイバーターバルブ（2 ポジション/6 ポート、Vespel ローターシール）

部品番号	説明
5067-4117	2 ポジション/6 ポート超高耐圧バルブヘッド、 120 MPa
5068-0008	ローターシール（Vespel）

代替ダイバーターバルブ（2 ポジション/10 ポート、Vespel ローターシール）

部品番号	説明
5067-4118	2 ポジション/10 ポート超高耐圧バルブヘッド、120 MPa
5068-0012	ローターシール（Vespel）

MS ダイバーターバルブ用の追加部品

部品番号	説明
G4212-60022	圧力リリースバルブ
5067-4606	キャピラリー ST 0.12 mm x 400 mm SX/-
0890-1915	キャピラリー PK 0.13 mm x 150 cm
5500-1228	キャピラリー ST 0.3 mm x 80 mm SL-SL
5063-6591	PEEK フィッティング 10 個入
0100-0969	TEE、ST、1/16 インチ、低デッドボリューム
5067-6127	ブランクナット SL
5062-2462	PTFE チューブ 0.7 mm x 5 m、外形 1.6 mm

バルブオプションの概要（G7116B 用）

バルブオプションの概要（G7116B）

表 44　G7116B 用の交換部品の標準バルブヘッド

バルブヘッド	ローターシール	ステーターヘッド	ステーターネジ	ステーターリング
5067-4233 8 ポジション/18 ポートバルブ 130 MPa	5068-0200（PEEK）	5068-0199	5068-0089	該当なし
5067-4241 2 ポジション/6 ポートバルブ 130 MPa	5068-0207（PEEK）	5068-0006	1535-4857	5068-0120
5067-4240 2 ポジション/10 ポートバルブ 130 MPa	5068-0205（PEEK）	5068-0011	5068-0019	該当なし
5067-4273 6 ポジション/14 ポートバルブ 130 MPa	5068-0242（PEEK）	5068-0241	5068-0089	該当なし
5067-4284 6 ポジション/14 ポートバルブ 80 MPa	5068-0298（PEEK）	5068-0241	5068-0089	該当なし
5067-6682 2 ポジション/10 ポートバルブ、バイオ 130 MPa	5068-0205（PEEK）	5068-0286	5068-0019	該当なし
5067-4237 8 ポジション/9 ポートバルブ 130 MPa	5068-0202（PEEK）	5068-0001	1535-4857	5068-0120

廃止バルブヘッド

以下の 120 MPa バルブヘッドはご注文いただけなくなりました。

表 45　G7116B 廃止バルブヘッド 用交換部品

バルブヘッド	ローターシール	ステーターヘッド	ステーターネジ	ステーターリング
5067-4121 8 ポジション/9 ポートバルブ 120 MPa	5068-0002（Vespel）	5068-0001	1535-4857	5068-0127
5067-4117 2 ポジション/6 ポートバルブ 120 MPa	5068-0008（Vespel）	5068-0006	1535-4857	5068-0127
5067-4118 2 ポジション/10 ポートバルブ 120 MPa	5068-0012（Vespel）	5068-0011	5068-0019	該当なし
5067-4142 6 ポジション/14 ポートバルブ 120 MPa	5068-0067（Vespel）	5068-0077	5068-0089	該当なし

ヒーターデバイスの追加

表 46　熱交換器の概要

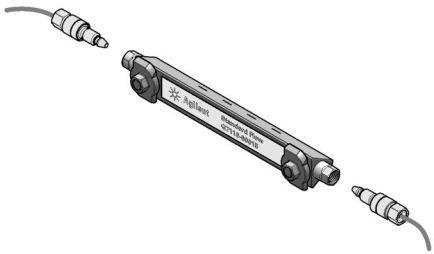
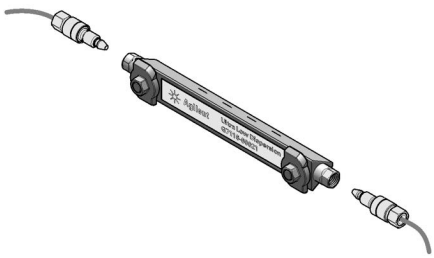
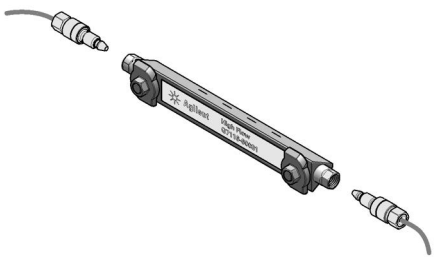
流量	0.075 mm （内径）キャピラリー	0.12 mm （内径）キャピラリー
< 2 mL/min	**超低拡散** G7116-60021 （内部容量：1.0 µL）	**標準流量** G7116-60015 （内部容量：1.6 µL）
> 2 mL/min		**高流量** G7116-60031 （内部容量：3.0 µL）

詳細については、448ページ表47を参照してください。

ヒーターデバイス（G7116B 用）の追加

ヒーターアセンブリ（キャピラリー/フィッティングなし）

表 47　InfinityLab クイックコネクト熱交換器

項目	説明
	クイックコネクト熱交換器、標準 (G7116-60015)
	クイックコネクト熱交換器、超低拡散 (G7116-60021) **注記** **InfinityLab クイックターンフィッティングを使用して、超低拡散のクイックコネクト熱交換器に接続します。**
	クイックコネクト熱交換器、高流量 (G7116-60031)

アクセサリと消耗品（G7116B 用）

G7116-68705 アクセサリキット（G7116B 用）

アクセサリキット（G7116B 用）には、取り付けおよびメンテナンスに必要なアクセサリやツールが含まれています。

部品番号	説明
5181-1516	CAN ケーブル、Agilent モジュール間、 0.5 m
5063-6527	チューブ、シリコンラバー、1.2 m、内径/外径 6/9 mm
5500-1191	InfinityLab クイックターンキャピラリー ST 0.12 mm x 280 mm、ロングソケット
5067-5966	InfinityLab クイックターンフィッティング
5067-5957	InfinityLab クイックコネクトアセンブリ ST 0.12 mmx 105 mm
G7116-60015	クイックコネクト熱交換器、標準
G7116-68003	カラムホルダー、薄板、2 個入（G7116-60015 の一部として付属）
5043-0915	フィッティング取り付けツール
G7116-60006	ディバイダアセンブリ MCT
5022-2184	ユニオン、標準 LC フロー、フィッティングなし ダブルドレインコネクタ

利用可能な消耗品（G7116B 用）

部品番号	説明
G7116-68003	カラムホルダー、薄板、2 個入
G7116-68004	カラムホルダークランプ、2 個入
5500-1191	InfinityLab クイックターンキャピラリー ST 0.12 mm x 280 mm、ロングソケット カラムのアウトレットから DAD までのキャピラリー、フィッティングなし。

部品番号	説明
G7116-60006	ディバイダアセンブリ MCT 左側ヒーターエレメントと右側ヒーターエレメントの間の調温ゾーンの分離用。
5067-5917	InfinityLab カラム ID タグ 空のカラム ID タグ（カラム ID タグリーダーキットが必要）
G7116-60013	InfinityLab 熱平衡デバイス

ナンバーキット

部品番号	説明
5067-6654	ナンバーキット、1 ～ 8 色 カラム情報（赤、青、緑、黄色、黒、白、灰色）

InfinityLab クイックコネクト/クイックターンフィッティング

詳細については、消耗品カタログまたは 151 ページの「アジレントのウェブサイト」 を参照してください。

InfinityLab クイックコネクトフィッティング

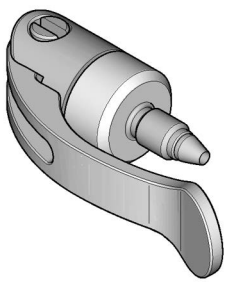


図 263　InfinityLab クイックコネクトフィッティング

部品番号	説明
5067-5965	InfinityLab クイックコネクト LC フィッティング（キャピラリーがプレインストールされていないフィッティング）
5043-0924	クイックコネクト/ターンフィッティング用フロントフェラル
5067-5961	InfinityLab クイックコネクトアセンブリ ST 0.075 mm x 105 mm
5067-6163	InfinityLab クイックコネクトアセンブリ ST 0.075 mm x 150 mm
5067-6164	InfinityLab クイックコネクトアセンブリ ST 0.075 mm x 220 mm
5067-6165	InfinityLab クイックコネクトアセンブリ ST 0.075 mm x 280 mm
5067-5957	InfinityLab クイックコネクトアセンブリ ST 0.12 mmx 105 mm
5067-5958	InfinityLab クイックコネクトアセンブリ ST 0.12 mm x 150 mm
5067-5959	InfinityLab クイックコネクトアセンブリ ST 0.12 mm x 220 mm
5067-5960	InfinityLab クイックコネクトアセンブリ ST 0.12 mm x 280 mm
5067-6166	InfinityLab クイックコネクトアセンブリ ST 0.17 mm x 105 mm
5067-6167	InfinityLab クイックコネクトアセンブリ ST 0.17 mm x 150 mm
5067-6168	InfinityLab クイックコネクトアセンブリ ST 0.17 mm x 220 mm
5067-6169	InfinityLab クイックコネクトアセンブリ ST 0.17 mm x 280 mm

InfinityLab クイックコネクトフィッティングの交換用キャピラリー

部品番号	説明
5500-1174	InfinityLab キャピラリー ST 0.075 mm x 105 mm
5500-1175	InfinityLab キャピラリー ST 0.075 mm x 150 mm
5500-1176	InfinityLab キャピラリー ST 0.075 mm x 220 mm
5500-1177	InfinityLab キャピラリー ST 0.075 mm x 250 mm
5500-1178	InfinityLab キャピラリー ST 0.075 mm x 280 mm
5500-1173	InfinityLab キャピラリー ST 0.12 mm x 105 mm
5500-1172	InfinityLab キャピラリー ST 0.12 mm x 150 mm
5500-1171	InfinityLab キャピラリー ST 0.12 mm x 220 mm
5500-1170	InfinityLab キャピラリー ST 0.12 mm x 280 mm
5500-1179	InfinityLab キャピラリー ST 0.12 mm x 400 mm
5500-1180	InfinityLab キャピラリー ST 0.12 mm x 500 mm
5500-1181	InfinityLab キャピラリー ST 0.17 mm x 105 mm
5500-1182	InfinityLab キャピラリー ST 0.17 mm x 150 mm
5500-1183	InfinityLab キャピラリー ST 0.17 mm x 220 mm
5500-1230	InfinityLab キャピラリー ST 0.17 mm x 280 mm
5500-1231	InfinityLab キャピラリー ST 0.17 mm x 500 mm
5500-1259	InfinityLab キャピラリー ST 0.25 mm x 150 mm
5500-1260	InfinityLab キャピラリー ST 0.25 mm x 400 mm

InfinityLab クイックターンフィッティング



図 264　InfinityLab クイックターンフィッティング

部品番号	説明
5067-5966	InfinityLab クイックターンフィッティング
5043-0924	クイックコネクト/ターンフィッティング用フロントフェラル

キャピラリーキット

注記

その他のキャピラリーキットについては、『Agilent 1290 Infinity Valve Drive and Valve Heads User Manual』または Web ページをご覧ください。

表 48 共通キャピラリーキット

部品番号	接続	数量
キャピラリー ST 0.12 mm x 340 mm S/SX (5067-4647)	オートサンプラからバルブまで	1
キャピラリー ST 0.17 mm x 700 mm S/SX (5067-4648)	^{2}D ポンプからバルブまで	1
キャピラリー ST 0.12 mm x 90 mm S/SX (5067-4649)	バルブから熱交換器まで	2
キャピラリー ST 0.12 mm x 150 mm SL/SX (5067-4650)	ショートカラムからバルブまで	2
キャピラリー ST 0.12 mm x 280 mm SL/SX (5067-4651)	ロングカラムからバルブまで	2
キャピラリー ST 0.12 mm x 120 mm SX/SX (5067-4652)	バルブからバルブまで	1
キャピラリー ST 0.12 mm x 200 mm S/SX (5067-4653)	バルブから検出器まで	1
廃液チューブ 2 m (0890-1713)	バルブから廃液まで	2 m
廃液チューブ、FEP、外径 1.6 mm、内径 0.8 mm (G1375-87326) （M4 PEEK フィッティングを含む）	バルブから廃液まで	1
プラスチック製フィッティング (0100-1259)		4
ビニール袋 (9222-0518)		1

1290 Infinity II Bio 2D-LC システム用部品

バイオコンパチブルキャピラリーの特長



1290 Infinity II Bio LC モジュールの場合、必ずバイオ/バイオコンパチブル部品を使用してください。
1260 Infinity II バイオイナート LC モジュールと 1290 Infinity II Bio LC モジュール間で部品を共用しないでください。

バイオコンパチブルキャピラリーの詳細：

- バイオコンパチブルキャピラリーは、材質 MP35N でできています。
- キャピラリーは標準的なステンレス製キャピラリーとよく似ています。
- MP35N キャピラリーは、PTFE チューブにオレンジ色のストライプで示されています。
- 他の色の PTFE チューブは、内径をコード化しています。

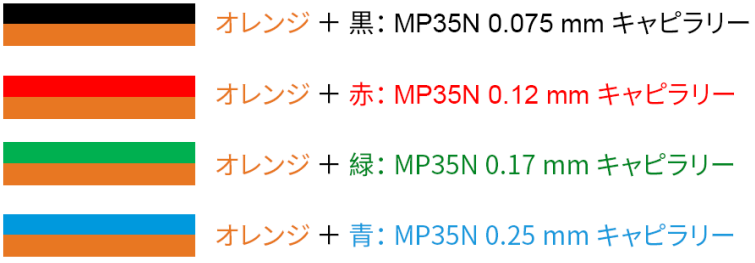


図 265　バイオコンパチブルキャピラリーのカラーコード

キャピラリーコネクタを正確に取り付けるためには、適切なフィッティングを選択することが重要です。553 ページの「キャピラリーの説明と仕様」 を参照してください。

注意

MP35N はステンレススチールより強固です。

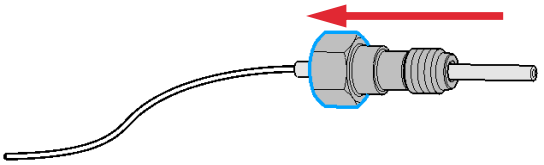
金めっきのフェラルに損傷を与えます。

✓ **キャピラリーを締め過ぎないでください（手締め＋キーで最初の抵抗＋キーで 1/4 回転）。**

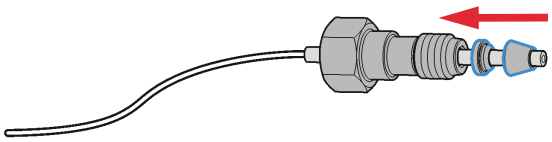
1 使用するフィッティングに十分な長さのナットを選択してください。



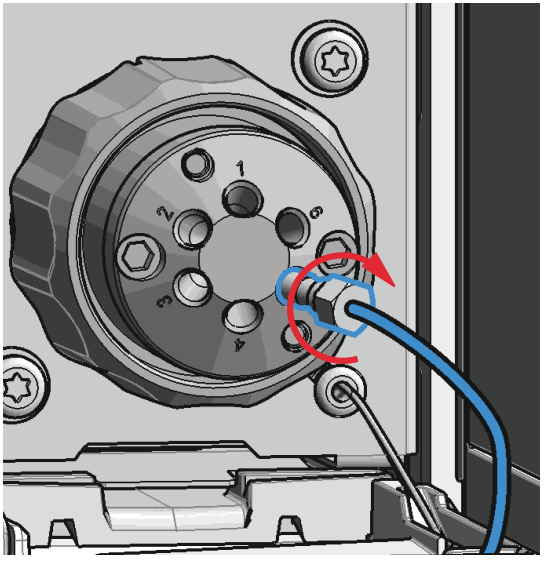
2 チューブまたはキャピラリーの端にナットを差し込みます。



3 バックフェラル、フェラルの順で慎重に配管にスライドさせ、配管の先端がフィッティングの奥に突き当たっている状態で、ナットを手締めします。

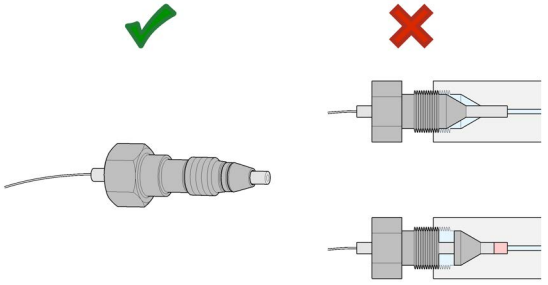


4 カラムまたは注入バルブを使用して、フェラルを配管/キャピラリーに固定するため、フィッティングを少しずつ締めます。



注記

締めすぎに注意してください。締めすぎるとフィッティングの寿命が短くなります。

5 ナットを緩めて外し、フェラルが配管/キャピラリーに正しく固定されていることを確認します。 	

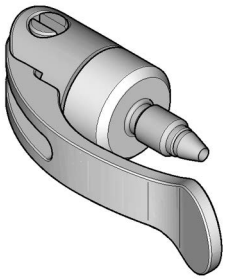
注記

カラムまたは注入バルブに Swagelock フィッティングを初めて使用するときに、フェラルの位置が固定されます。カラムや注入バルブに接続していたフィッティングを反対に取り付けてしまうと、フィッティングに隙間ができ、リークが発生したり、バンド幅が拡大して分離の品質が低下する場合があります。

フィッティング

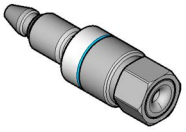
注記

InfinityLab クイックコネクトフィッティング



InfinityLab クイックコネクトフィッティングは、「手締め」できる UHPLC 用の再利用可能なフィッティングです。リークフリーで 130 MPa まで対応可能です。（ツールを使用せずに）指でレバーを閉じるだけで、高耐圧の接続に利用できます。このフィッティングは、カラムのインレットに最適です（レバーを閉じることで、レンチ1回転分、フィッティングを締めたことになります）。

InfinityLab クイックターンフィッティング



InfinityLab クイックターンフィッティングを用いれば、手締めで接続することも（リークフリーで 40 MPa まで対応可能）、または UHPLC 接続することも可能です（リークフリーで、80 MPa（取り付けツール p/n 5043-0915 使用時）、130MPa（レンチ1/4回転時））。スプリング式の設計で、ゼロデッドボリュームを実現できるので、カラムのアウトレットや検出器での接続に最適です。

詳細については、『Agilent InfinityLab: Making Great Connections – Less stress, more reliable fittings』（**https://www.agilent.com/en/products/liquid-chromatography/lc-supplies/capillaries-fittings/infinitylab-fittings/agilent-infinitylab-fittings-video**）を参照してください。

Bio 2D-LC ループ



1290 Infinity II Bio LC モジュールの場合、必ずバイオ/バイオコンパチブル部品を使用してください。
1260 Infinity II バイオイナート LC モジュールと 1290 Infinity II Bio LC モジュール間で部品を共用しないでください。

SHC/MHC バルブフィッティング M4 用の Bio ループ

部品番号	説明
5004-0025	キャピラリー MP35N 0.35 mm x 104 mm M/M 10 µL
5004-0026	キャピラリー MP35N 0.35 mm x 208 mm M/M 20 µL
5004-0027	キャピラリー MP35N 0.35 mm x 420 mm M/M 40 µL
5004-0028	キャピラリー MP35N 0.35 mm x 831 mm M/M 80 µL
5004-0029	キャピラリー MP35N 0.35 mm x 1247 mm M/M 120 µL
5004-0030	キャピラリー MP35N 0.35 mm x 1870 mm M/M 180 µL

Bio 2D-LC キャピラリー



1290 Infinity II Bio LC モジュールの場合、必ずバイオ/バイオコンパチブル部品を使用してください。
1260 Infinity II バイオイナート LC モジュールと 1290 Infinity II Bio LC モジュール間で部品を共用しないでください。

InfinityLab Bio 2D-LC キャピラリーキット（5005-0077）

番号	部品番号	説明
3	5500-1603	クイックターンキャピラリー MP35N 0.17 mm x 400 mm
1	5004-0031	キャピラリー MP35N 0.12 mm x 600 mm
2	G7116-60071	クイックコネクト Bio 熱交換器、標準流量
2	5500-1578	クイックコネクトキャピラリー MP35N 0.12 mm x 105 mm
2	5500-1597	クイックターンキャピラリー MP35N 0.12 mm x 400 mm
1	5500-1599	クイックターンキャピラリー MP35N 0.17 mm x 105 mm
1	5500-1600	クイックターンキャピラリー MP35N 0.17 mm x 150 mm
1	5500-1596	クイックターンキャピラリー MP35N 0.12 mm x 280 mm
2	5067-5965	InfinityLab クイックコネクト LC フィッティング
20	5067-5966	InfinityLab クイックターンフィッティング
1	0890-1713	チューブ、PTFE、ID/OD 0.8/1.6 mm
1	5063-6591	PEEK フィッティング 10 個入

注記

InfinityLab クイックコネクトフィッティングは、「手締め」できる UHPLC 用の再利用可能なフィッティングです。リークフリーで 130 MPa まで対応可能です。

ツールは不要です。指でレバーを閉じるだけで、高耐圧の接続に利用できます。このフィッティングは、カラムのインレットに最適です（レバーを閉じることで、レンチ 1 回転分、フィッティングを締めたことになります）。

InfinityLab クイックターンフィッティングを用いれば、手締めで接続することも（リークフリーで 40 MPa まで対応可能）、または UHPLC 接続することも可能です（リークフリーで、80 MPa（フィッティング取り付けツール (5043-0915) 使用時）、130 MPa（レンチ 1/4 回転時））。スプリング式の設計で、ゼロデッドボリュームを実現できるので、カラムのアウトレットや検出器での接続に最適です。

追加のバイオコンパチブルキャピラリー

BIO

1290 Infinity II Bio LC モジュールの場合、必ずバイオ/バイオコンパチブル部品を使用してください。
1260 Infinity II バイオイナート LC モジュールと 1290 Infinity II Bio LC モジュール間で部品を共用しないでください。

部品番号	説明
5500-1596	クイックターンキャピラリー MP35N 0.12 mm x 280 mm ショートカラム用
5500-1598	クイックターンキャピラリー MP35N 0.12 mm x 500 mm ロングカラム用
5500-1597	クイックターンキャピラリー MP35N 0.12 mm x 400 mm
5500-1599	クイックターンキャピラリー MP35N 0.17 mm x 105 mm
5500-1603	クイックターンキャピラリー MP35N 0.17 mm x 400 mm

部品番号	説明
5500-1578	クイックコネクトキャピラリー MP35N 0.12 mm x 105 mm
5500-1279	キャピラリー MP35N 0.12 mm x 500 mm SI/SI
5500-1419	キャピラリー MP35N 0.17 mm x 500 mm SI/SI
5004-0031	キャピラリー MP35N 0.12 mm x 600 mm
5500-1376	キャピラリー ST 0.12 mm x 170 mm M/M
5500-1227	キャピラリー ST 0.17 mm x 150 mm SL-SL
5500-1283	キャピラリー MP35N 0.25 mm x 80 mm 圧力センサーからアウトレットフィルターへ、ポンプヘッドへ、多目的バルブへ
5500-1284	キャピラリー MP35N 0.17 mm x 120 mm SI/SX
5004-0041	キャピラリー MP35N 0.17 x 130 mm SI/SX
5005-0046	キャピラリー MP35N 0.12 mm x 2 m
5500-1593	クイックターンキャピラリー MP35N 0.12 mm x 105 mm
5067-5966	InfinityLab クイックターンフィッティング
5043-0277	ロングブランクナット 10-32、PEEK

注記

InfinityLab クイックターンフィッティングには、この表に指定されているキャピラリーが必要です。

注記

InfinityLab クイックコネクトフィッティングは、「手締め」できる UHPLC 用の再利用可能なフィッティングです。リークフリーで 130 MPa まで対応可能です。

ツールは不要です。指でレバーを閉じるだけで、高耐圧の接続に利用できます。このフィッティングは、カラムのインレットに最適です（レバーを閉じることで、レンチ 1 回転分、フィッティングを締めたことになります）。

InfinityLab クイックターンフィッティングを用いれば、手締めで接続することも（リークフリーで 40 MPa まで対応可能）、または UHPLC 接続することも可能です（リークフリーで、80 MPa（フィッティング用取り付けツール (5043-0915)使用時）、130 MPa（レンチ 1/4 回転時））。スプリング式の設計で、ゼロデッドボリュームを実現できるので、カラムのアウトレットや検出器での接続に最適です。

圧力リリースキット

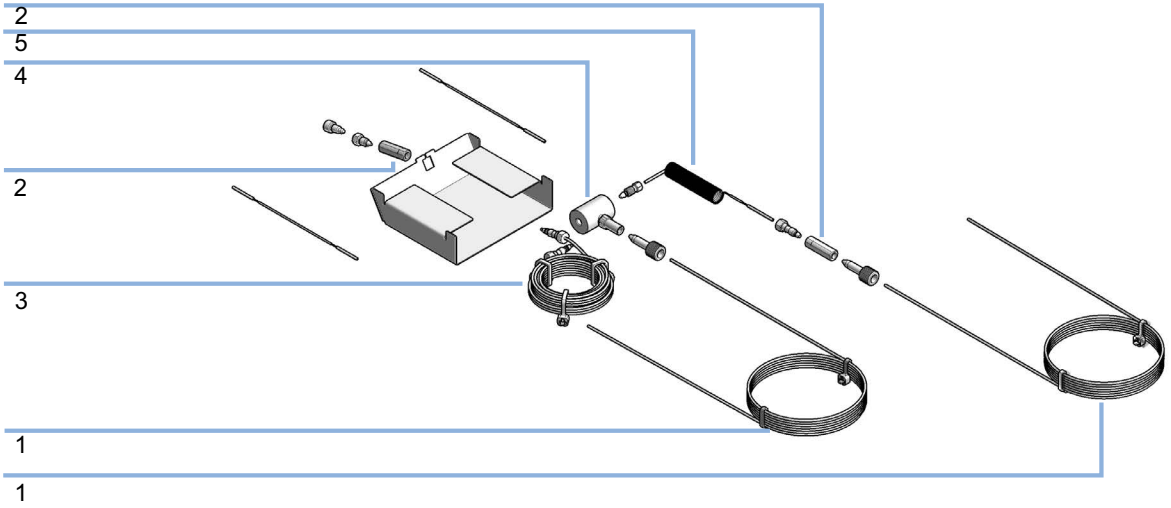


図 266　圧力リリースキット、部品

番号	部品番号	説明
	G4236-60010	2D-LC 圧力リリースキット
	0100-0969	TEE、ST、1/16 インチ、低デッドボリューム 表示なし
1	5021-1816	キャピラリー 内径0.17 mm、 105 mm 長
2	5022-2184	ユニオン、標準 LC フロー、フィッティングなし
3	G7167-87307	500 µL 拡張ループ
4	G4212-60022	圧力リリースバルブ
5	5067-5939	スプリッターキャピラリー、内径 0.05、長さ 1000 mm
	5022-2144	T-コネクタ、PEEK、1/16 インチ、スイープ容量 0.57 µL

バルブオプションの概要（Bio 2D-LC 用）

Bio 2D-LC バルブキット ASM

BIO

1290 Infinity II Bio LC モジュールの場合、必ずバイオ/バイオコンパチブル部品を使用してください。
1260 Infinity II バイオイナート LC モジュールと 1290 Infinity II Bio LC モジュール間で部品を共用しないでください。

InfinityLab Bio 2D-LC ASM バルブキット（G5643B）

部品番号	説明
5005-0078	Agilent InfinityLab Bio 2D-LC ASM バルブ
5190-6895	2D-LC スターターサンプル × 1 2 mL
G5642-64000	バイオコンパチブル MHC ループアセンブリ SST
699968-301	Poroshell 120 Bonus-RP、3.0 x 50 mm、 2.7 µm
G4236-64000	2D-LC イージースタート USB メディアキット
5005-0077	InfinityLab Bio 2D-LC キャピラリーキット
G2453-85060	試薬グレードのギ酸 5 mL（5 cc）
685775-902	Poroshell SB-C18、2.1 x 100 mm、 2.7 µm
G1680-63721	ネットワーク LAN スイッチ
	地域の電源コード

注記

Bio 2D-LC ASM バルブが含まれる InfinityLab Bio 2D LC ASM バルブキット（G5643B）は、部品番号 5067-4266 のバルブが含まれていた InfinityLab Bio 2D LC ASM バルブキット（G5643A）の後継キットです。

Bio 2D-LC ASM バルブヘッド（130 MPa）

BIO

1290 Infinity II Bio LC モジュールの場合、必ずバイオ/バイオコンパチブル部品を使用してください。
1260 Infinity II バイオイナート LC モジュールと 1290 Infinity II Bio LC モジュール間で部品を共用しないでください。

Agilent InfinityLab Bio 2D-LC ASM バルブ (5005-0078)

部品番号	説明
5320-0017	Bio 2D-LC ASM バルブヘッド、 130 MPa
5004-0021	キャピラリー MP35N 0.12 mm x 85 mm M4/M4 (ASM ファクタ 5)
5004-0022	キャピラリー MP35N 0.12 mm x 170 mm M4/M4 (ASM ファクタ 3)
5004-0023	キャピラリー MP35N 0.12 mm x 340 mm M4/M4 (ASM ファクタ 2)
5004-0024	キャピラリー MP35N 0.12 mm x 680 mm M4/M4 (ASM ファクタ 1.5)
5004-0020	キャピラリー MP35N 0.12 mm x 170 mm M4/M4 (トランスファーキャピラリー)
0890-1713	チューブ、PTFE、ID/OD 0.8/1.6 mm
5005-0064	ブランクナット、バイオコンパチブル、MP35N、M4 ポート用 (付属しません)
0100-2441	ZDV ユニオン、PEEK フィッティング付き (付属しません)

ASM バルブヘッド（バイオ）



1290 Infinity II Bio LC モジュールの場合、必ずバイオ/バイオコンパチブル部品を使用してください。
1260 Infinity II バイオイナート LC モジュールと 1290 Infinity II Bio LC モジュール間で部品を共用しないでください。

番号	部品番号	説明
1	5068-0257	ベアリングリング
1	5068-0240	ローターシール（VHP）
5	5068-0019	ステータネジ
1	5299-0005	スターター 5-10 PD CF 130 MPa BIO

マルチハートカットバルブ



1290 Infinity II Bio LC モジュールの場合、必ずバイオ/バイオコンパチブル部品を使用してください。
1260 Infinity II バイオイナート LC モジュールと 1290 Infinity II Bio LC モジュール間で部品を共用しないでください。

番号	部品番号	説明
1	5067-4273	6 カラム切り替えバルブヘッド、 130 MPa
6	5004-0027	キャピラリー MP35N 0.35 mm x 420 mm M/M 40 µL トランスファーキャピラリー
1	5043-0269	アダプタプロファイル

注記

この MHC バルブの最新のバージョンでは、バイオコンパチブルなサンプルループとバイオコンパチブルなバルブヘッドが用いられています。

2 ポジション/10 ポート、バイオ（130 MPa）



1290 Infinity II Bio LC モジュールの場合、必ずバイオ/バイオコンパチブル部品を使用してください。
1260 Infinity II バイオイナート LC モジュールと 1290 Infinity II Bio LC モジュール間で部品を共用しないでください。

2 ポジション/10 ポートバルブ、Bio 130 MPa (G5641A) PEEK、MP35N

部品番号	説明
5067-6682	2 ポジション/10 ポートバイオバルブヘッド、 130 MPa
5068-0286	スターター MP35N
5068-0205	ローターシール（PEEK）
5068-0019	ステータネジ
5013-0002	Bio 2/10 キャピラリーキット 130 MPa （別途注文可能）

12 ポジション/13 ポート切り替えバルブヘッド、バイオイナート（21 MPa）



バイオイナートモジュールでは、バイオイナートの部品のみを使用してください。

12 ポジション/13 ポートバルブヘッド、21 MPa、バイオイナート (5067-4159)

番号	部品番号	説明
4	5068-0059	ステータネジ
1	1535-4045	ベアリングリング
1	0101-1288	再組立キット (ロータシールとステータフェース)
1	5068-0097	バイオイナートステータヘッド

2 ポジション/6 ポートバルブ、バイオイナート（60 MPa）



バイオイナートモジュールでは、バイオイナートの部品のみを使用してください。

2 ポジション/6 ポートバルブヘッド、 60 MPa、バイオイナート (5067-4148)

部品番号	説明
5068-0060	バイオイナートステータヘッド
0101-1409	ローターシール（PEEK）
0100-1851	ステータフェース、セラミック
1535-4045	ベアリングリング
5068-0020	ステータネジ、10 本入

4 カラム切り替えバルブ、バイオイナート（60 MPa）



バイオイナートモジュールでは、バイオイナートの部品のみを使用してください。

4 カラム切り替えバルブヘッド、 60 MPa、バイオイナート (5067-4134)

番号	部品番号	説明
1	5068-0045	バイオイナートローターシール、PEEK
1	5068-0044	バイオイナートステータヘッド
1	5068-0093	ステータフェースアセンブリ
5	5068-0059	ステータネジ
1	1534-4045	ベアリングリング

各種 Bio-LC モジュールの他のバイオコンパチブルスペア部品の概要

1290 Infinity II Bio ハイスピードポンプ（G7132A）バイオコンパチブル部品



1290 Infinity II Bio LC モジュールの場合、必ずバイオ/バイオコンパチブル部品を使用してください。
1260 Infinity II バイオイナート LC モジュールと 1290 Infinity II Bio LC モジュール間で部品を共用しないでください。

1290 Infinity II Bio ハイスピードポンプ（G7132A）バイオコンパチブル部品

部品番号	説明
G7132-60002	バイオコンパチブルキャピラリー MP35N 0.17 mm x 300 mm パージバルブから Jet Weaver へ
5500-1421	バイオコンパチブルキャピラリー MP35N 0.25 mm x 130 mm パージバルブから圧力センサーへ
5500-1420	バイオコンパチブルキャピラリー MP35N 0.25 mm x 250 mm パージバルブからポンプヘッドアセンブリのチャンネル A および B へ
5500-1419	キャピラリー MP35N 0.17 mm x 500 mm SI/SI Jet Weaver からマルチサンプラまで（標準的な Bio-LC セットアップ）

この他のバイオポンプ部品については、ユーザーマニュアルを参照してください。

1290 Infinity II Bio フレキシブルポンプ（G7131A/C）バイオコンパチブル部品

BIO

1290 Infinity II Bio LC モジュールの場合、必ずバイオ/バイオコンパチブル部品を使用してください。
1260 Infinity II バイオイナート LC モジュールと 1290 Infinity II Bio LC モジュール間で部品を共用しないでください。

1290 Infinity II Bio フレキシブルポンプ（G7131A/C）バイオコンパチブル部品

部品番号	説明
G7131-20009	シール、バイオコンパチブル
G7131-60004	アウトレットフィルター、フレックス、バイオコンパチブル
5500-1283	キャピラリー MP35N 0.25 mm x 80 mm 圧力センサーからアウトレットフィルターへ、ポンプヘッドへ、多目的バルブへ たとえば、ポンプヘッドから圧力センサーまで
5500-1419	キャピラリー MP35N 0.17 mm x 500 mm SI/SI パージバルブ/Jet Weaver からマルチサンプラまで
5500-1284	キャピラリー MP35N 0.17 mm x 120 mm SI/SX 多目的バルブの内部接続
5004-0041	キャピラリー MP35N 0.17 x 130 mm SI/SX Jet Weaver 間
0905-1731	バイオイナート洗浄シール
5320-0048	ポンプアウトフィルター用フリット、バイオコンパチブル、2 個入
5065-4445	PharMed チューブ付きペリスタルティックポンプ
5720-0020	1290 Infinity II Bio インラインフィルターキット

この他のバイオポンプ部品については、ユーザーマニュアルを参照してください。

1290 Infinity II Bio マルチサンプラ（G7137A）バイオコンパチブル部品



1290 Infinity II Bio LC モジュールの場合、必ずバイオ/バイオコンパチブル部品を使用してください。
1260 Infinity II バイオイナート LC モジュールと 1290 Infinity II Bio LC モジュール間で部品を共用しないでください。

1290 Infinity II Bio マルチサンプラ（G7137A）バイオコンパチブル部品

部品番号	説明
G7137-87201	ニードル、バイオコンパチブル
G7137-87012	高耐圧シートアセンブリ 0.12 mm、バイオコンパチブル
5320-0010	ローターシール 130 MPa（PEEK）
G7137-20003	計量シール 1290 Bio 2 mm、ピストン、 40 µL
5065-4445	ペリスタルティックポンプカートリッジ
5067-6739	2 ポジション/6 ポート注入バルブ、Bio 130 MPa
5068-0281	ステーターフェース、MP35N
G7137-60300	サンプルループ MP35N 20 µL、右（赤/オレンジコード）
G7137-60400	サンプルループ MP35N 40 µL、右（緑/オレンジコード）
G7137-60500	サンプルループ MP35N 100 µL、右（青/オレンジコード）

標準

部品番号	説明
5500-1278	キャピラリー MP35N 0.17 mm x 100 mm SL/SL 分析ヘッドから注入バルブまで
5500-1279	キャピラリー MP35N 0.12 mm x 500 mm SI/SI 注入バルブから MCT のクイックコネクト熱交換器まで
5500-1419	キャピラリー MP35N 0.17 mm x 500 mm SI/SI Jet Weaver からマルチサンプラまで

マルチウォッシュ

部品番号	説明
5500-1278	キャピラリー MP35N 0.17 mm x 100 mm SL/SL 分析ヘッドから注入バルブまで
5500-1280	キャピラリー MP35N 0.17 mm x 250 mm SL-SL フラッシュヘッドから注入バルブまで
5500-1279	キャピラリー MP35N 0.12 mm x 500 mm SI/SI 注入バルブから MCT のクイックコネクト熱交換器まで（標準的な Bio-LC セットアップ）
5500-1419	キャピラリー MP35N 0.17 mm x 500 mm SI/SI Jet Weaver からマルチサンプラまで（標準的な Bio-LC セットアップ）

この他のサンプラ部品については、ユーザーマニュアルを参照してください。

1260 Infinity II Bio マルチサンプラ（G5668A）バイオイナート部品



バイオイナートモジュールでは、バイオイナートの部品のみを使用してください。

1260 Infinity II Bio マルチサンプラ（G5668A）バイオイナート部品

部品番号	説明
G5668-87200	ニードル、バイオイナートサンプラ用
5068-0209	ローターシール（PEEK）
G5668-87017	バイオイナート用シート、ID 0.17
G5668-60500	バイオイナート サンプルループ 100 µL
5067-4263	2 ポジション/6 ポート注入バルブ、バイオイナート 60 MPa
5068-0060	バイオイナートステータヘッド
G5611-60500	キャピラリー 400 x 0.17 mm、チタン（バイオイナート）ポンプからインジェクタまで（標準的な Bio-LC セットアップ）
G5611-60502	キャピラリー Ti 0.17 mm x 900 mm、L（バイオイナート）ポンプからサーモスタット付きオートサンプラまで（標準的な Bio-LC セットアップ）
5043-0277	ロングブランクナット 10-32、PEEK

注記

ステンレス被覆 PEEK キャピラリー（バイオイナート）の取り付けには注意してください。これらのキャピラリーは、通常の LC キャピラリーとは取り扱いが異なり特に注意する必要があります。詳細については、テクニカルノート『Installation of stainless steel cladded PEEK capillaries (G5611-90120)』を参照してください。

標準

部品番号	説明
5500-1278	キャピラリー MP35N 0.17 mm x 100 mm SL/SL 分析ヘッドから注入バルブまで
5500-1256	キャピラリー Ti 0.17 mm x 100 mm SL/SL

部品番号	説明
5500-1279	キャピラリー MP35N 0.12 mm x 500 mm SI/SI 注入バルブから MCT のクイックコネクト熱交換器まで
5500-1419	キャピラリー MP35N 0.17 mm x 500 mm SI/SI Jet Weaver からマルチサンプラまで

マルチウォッシュ

部品番号	説明
5500-1278	キャピラリー MP35N 0.17 mm x 100 mm SL/SL 分析ヘッドから注入バルブまで
5500-1280	キャピラリー MP35N 0.17 mm x 250 mm SL-SL フラッシュヘッドから注入バルブまで
5500-1279	キャピラリー MP35N 0.12 mm x 500 mm SI/SI 注入バルブから MCT のクイックコネクト熱交換器まで（標準的な Bio-LC セットアップ）
5500-1419	キャピラリー MP35N 0.17 mm x 500 mm SI/SI Jet Weaver からマルチサンプラまで（標準的な Bio-LC セットアップ）
5500-1257	キャピラリー Ti 0.17 mm x 250 mm SL/SL 注入バルブからフラッシュポンプヘッドまで
5500-1256	キャピラリー Ti 0.17 mm x 100 mm SL/SL

この他のサンプラ部品については、ユーザーマニュアルを参照してください。

1260/1290 Infinity II MCT（G7116A/B）バイオコンパチブル部品

BIO

1290 Infinity II Bio LC モジュールの場合、必ずバイオ/バイオコンパチブル部品を使用してください。
1260 Infinity II バイオイナート LC モジュールと 1290 Infinity II Bio LC モジュール間で部品を共用しないでください。

1260/1290 Infinity II MCT（G7116A/B）バイオコンパチブル部品

部品番号	説明
G7116-60071	クイックコネクト Bio 熱交換器、標準流量 1.6 µL
G7116-60081	クイックコネクト Bio 熱交換器、高流量 3.0 µL
G7116-60091	クイックコネクト Bio 熱交換器、超低拡散 1.0 µL

この他の MCT バイオ部品については、ユーザーマニュアルを参照してください。

1260/1290 Infinity II MCT（G7116A）バイオイナート部品



バイオイナートモジュールでは、バイオイナートの部品のみを使用してください。

1260/1290 Infinity II MCT（G7116A）バイオイナート部品

部品番号	説明
G7116-60009	クイックコネクト熱交換器、バイオイナート 標準流量

この他の MCT バイオ部品については、ユーザーマニュアルを参照してください。

1260/1290 Infinity II DAD（G7117A/B）バイオコンパチブル部品



1290 Infinity II Bio LC モジュールの場合、必ずバイオ/バイオコンパチブル部品を使用してください。
1260 Infinity II バイオイナート LC モジュールと 1290 Infinity II Bio LC モジュール間で部品を共用しないでください。

1260/1290 Infinity II DAD（G7117A/B）バイオコンパチブル部品

部品番号	説明
G7117-60020	Max-Light カートリッジセル LSS （10 mm、V(σ) 1.0 µL） MP35N、PEEK、フューズドシリカ
G7117-60101	アパーチャ

注記

アパーチャは、他の Max-Light カートリッジと互換性がありません。

感光性のサンプルは、光分解を受ける可能性が高いため、分析するためにはアパーチャを取り付け必要があります。詳細については、『AgilentInfinityLab LC シリーズ ダイオードアレイ検出器ユーザーマニュアル』を確認してください。

1260/1290 Infinity II DAD（G7117A/B）バイオイナート部品



バイオイナートモジュールでは、バイオイナートの部品のみを使用してください。

1260/1290 Infinity II DAD（G7117A/B）バイオイナート部品

部品番号	説明
G5615-60018	Max-Light カートリッジセルバイオイナート (10 mm、V(σ) 1.0 µL) （内径 1.5 m、 0.18 mm の PEEK キャピラリー (0890-1763) および PEEK フィッティング 10/PK (5063-6591) を含む）

この他の検出器部品については、ユーザーマニュアルを参照してください。

1260 Infinity II DAD（G7115A）/1260 Infinity II MWD（G7165A）バイオイナート部品



バイオイナートモジュールでは、バイオイナートの部品のみを使用してください。

1260 Infinity II DAD（G7115A）/1260 Infinity II MWD（G7165A）バイオイナート部品

部品番号	説明
G5615-60022	標準フローセル、バイオイナート、10 mm、13 µL、120 bar (12 MPa)、MWD/DAD 用、0890-1763（0.18 x 1500 mm PEEK キャピラリー）および 5063-6591（PEEK フィッティング）付属

この他の検出器部品については、ユーザーマニュアルを参照してください。

1260/1290 Infinity II VWD（G7114A/B）バイオコンパチブル部品



1290 Infinity II Bio LC モジュールの場合、必ずバイオ/バイオコンパチブル部品を使用してください。
1260 Infinity II バイオイナート LC モジュールと 1290 Infinity II Bio LC モジュール間で部品を共用しないでください。

1260/1290 Infinity II VWD（G7114A/B）バイオコンパチブル部品

部品番号	説明
G1314-60189	バイオミクロフローセルVWD、3 mm、セル容量2 µl、サファイア、MP35N サファイア、MP35N
G1314-60188	バイオ標準フローセルVWD、10 mm、セル容量14 µl、サファイア、MP35N サファイア、MP35N

この他の検出器部品については、ユーザーマニュアルを参照してください。

1290 Infinity II FLD（G7121A）バイオイナート部品



バイオイナートモジュールでは、バイオイナートの部品のみを使用してください。

1290 Infinity II FLD（G7121A）バイオイナート部品

部品番号	説明
G5615-60005	バイオイナートフローセル、8µL、2MPa（pH1–12）、キャピラリーキット、フローセル、BIO (G5615-68755) および PEEK フィッティング付属

この他の検出器部品については、ユーザーマニュアルを参照してください。

1290 Infinity II Bio LC カラムの選択



1290 Infinity II Bio LC モジュールの場合、必ずバイオ/バイオコンパチブル部品を使用してください。
1260 Infinity II バイオイナート LC モジュールと 1290 Infinity II Bio LC モジュール間で部品を共用しないでください。

部品番号	説明
653750-902	AdvanceBioペプチドマッピング 120 Å,2.1 mmx150 mm。2.7 µm ペプチドマッピング（逆相クロマトグラフィ）。
PL1912-1502	PLRP-S 1000 Å, 2.1 mm x 50 mm, 5 µm ペプチド、タンパク質、タンパク質複合体の分析/分取/分離（逆相クロマトグラフィ）
PL1980-3201PK	AdvanceBio SEC 200 Å, 2.1 mm x 150 mm, 1.9 µm、PEEK 凝集/フラグメント分析（サイズ排除クロマトグラフィ）

その他の情報：

- 653750-902（AdvanceBio ペプチドマッピング、2.1×150 mm）は、高分解能ペプチドマッピングに使用される標準ステンレス製カラムです。以下の 2D-LC アプリケーションノート『Fully Automated Characterization of Monoclonal Antibody Charge Variants Using 4D-LC/MS』で例として使用されています。
- PL1912-1502（PLRP-S 1000Å、2.1×50 mm）も標準ステンレス製カラムですが、PEEK ライナー付きバージョンも使用可能です（PL1912-1502PK）。以下の 2D-LC アプリケーションノート『Characterization of Antibody-Drug Conjugates (ADCs) Using 2D-LC and Native MS』で例として使用されています。

詳細については、Application Finder で 2D-LC のアプリケーションノートをご覧ください。

https://www.agilent.com/en/promotions/applicationfinder

14 理論的背景

2D-LC 理論の基礎 484
直交性 485
分離度 485
ピークキャパシティ 488
検出器としての 2D 492
成功するモードの組み合わせ 494
溶媒溶出モード 495
現実的な問題 500

この章では、2D-LC の理論的背景を紹介し、Agilent 1290 Infinity II 2D-LC のシステムコンポーネント（ソフトウェアとハードウェア）について説明します。

2D-LC 理論の基礎

2D-LC では、クロマトグラフィシステム（一次元目）からのフラクションは、2 番目のクロマトグラフィ分離システム（二次元目）に送られます。このため、2D-LC は、2 つの独立した液相システムでサンプルを分離することをベースとしています。2D-LC は主に、分離度と感度の向上、または分析時間の短縮を目的として使用されます。

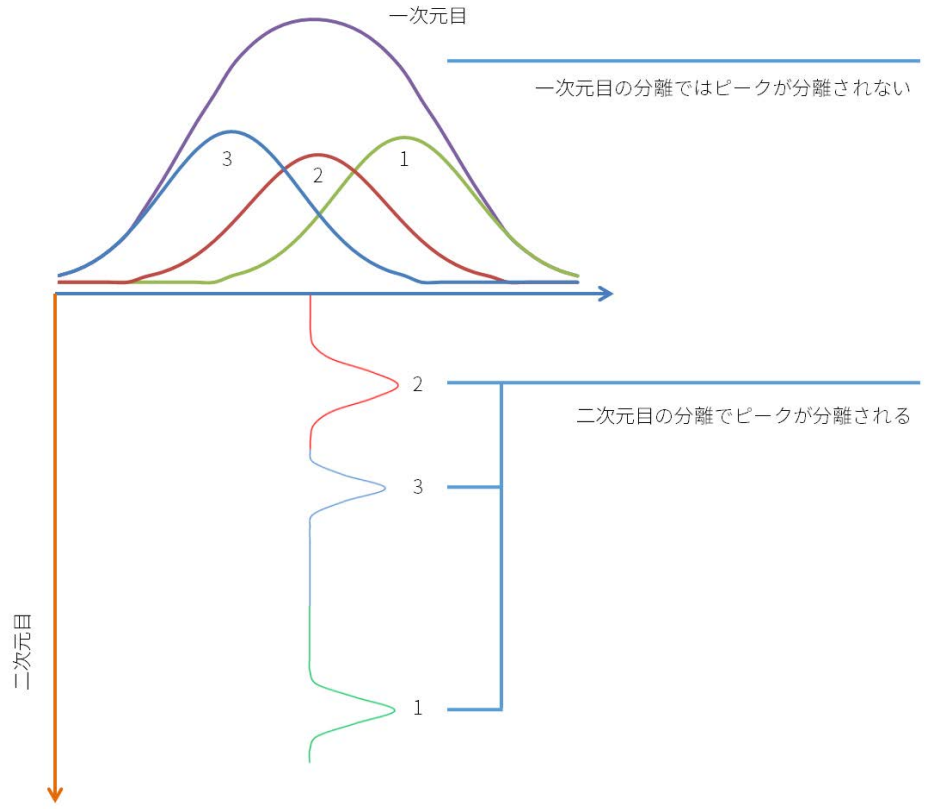


図 267　直交する一次元目と二次元目のピークキャパシティ間の関係

1D-LC を上回る 2D-LC の最も重要な利点は、分解能の向上で、複雑なサンプルを扱う場合には特に重要です。

1D-LC と 2D-LC の主な違いの概要については、以下のトピックを参照してください。

- 485 ページの「直交性」、
- 485 ページの「分離度」、および
- 488 ページの「ピークキャパシティ」

2D-LC には次のさまざまなメソッドがあります。

- ハートカット（LC-LC）

  一次元目の流出液の目的の部分だけが二次元目に送られます。
- コンプリヘンシブ（LCxLC）

  一次元目の流出液全体が二次元目に連続して送られます。

直交性

2D-LC の分離力は、分離段階の異なる 2 種類の選択性機構が可能な限り異なることが分離力向上につながります。これらの機構がまったく異なり、独立している場合、2 つの分離は、**オーソゴナル（直交型）**と呼ばれます。

選択性機構間の相関により、直交性が低下し、2D-LC システムの効率が下がります。

最大の直交性を実現するための方法については、494ページ表50 および 498 ページ表51 を参照してください。

分離度

クロマトグラフィ分離は、粒子の粒径、孔径、形態、カラムの長さ/直径、溶媒速度、温度など、HPLC カラムの物理的パラメータに基づいて最適化できます。さらに、分離の熱力学を考慮し、溶媒や固定相/移動相のプロパティ（有機溶媒のパーセント、イオン強度、pH）を操作して、最短のリテンションタイムと最高の感度を実現することができます。

1D-LC **分離度（R_S）は、次の 3 つのパラメータの関数であると言われています：**

- カラム効率または理論段数（N）、
- 選択性（α）、
- 保持係数（k）。

$$R_s = \frac{\sqrt{N}}{4}\left[\frac{\alpha - 1}{\alpha}\right]\left[\frac{k'_2}{k'_2 + 1}\right]$$

図 268　分離度の計算式

つまり、分離を成功させるには、適切な移動相/固定相のプロパティおよび温度を選択することが重要です。

一次元目分離の分離度は通常、以下の式によって求められます。

$$R = \frac{\Delta t}{4\sigma}$$

R = 分離度
Δt = 2 つの成分のリテンションタイムの最大値の差
σ = 2 つのガウス分布のピークの平均標準偏差

この方程式の以下の結果は実際に重要です。

- R > 1.5

  ピークは完全にベースライン分離されます。

- R > 1

  リテンションタイムの差がピークの拡散より大きいため、個別の成分ゾーンを区別できるだけのピーク間隔があります。

- R < 0.5

  ピークは完全に重なります。

2D-LC　2D-LC では、以下で説明するように、分離動作はより複雑です。

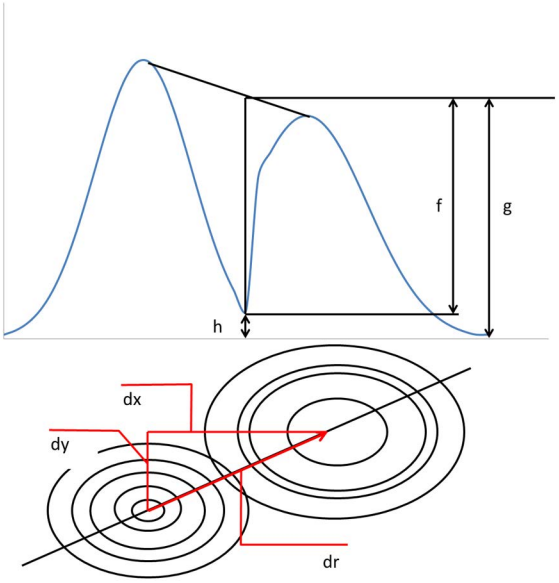


図 269　^{2}D 分離度測定のブロック図：分離度（上）と 2D 等高線プロット（下）のスライス

等高線プロットの 2 つのスポット間の距離は、ピタゴラスの方程式で計算されます：

$$dr = \sqrt{dx^2 + dy^2}$$

各次元の軸沿いの分離度については、以下が当てはまります：

$$R_1 = \frac{dy}{4\sigma_1}$$

および

$$R_2 = \frac{dy}{4\sigma_2}$$

このため、2 つの次元の分離度は以下のように計算されます：

$$R_{2D} = \frac{dr}{4\sigma} = \sqrt{\left(\frac{dx}{4\sigma}\right)^2 + \left(\frac{dy}{4\sigma}\right)^2}$$

図 270　^{2}D 分離度（ピタゴラスの関係）

または、σ_1 と σ_2 の平均で近似、測定しやすいピーク谷比（P=f/g）を使用し、ピークはガウス分布であると仮定します：

$$Rs = \sqrt{-\frac{1}{2} ln\left(\frac{1-P}{2}\right)}$$

図 271　^{2}D 分離度（ピーク谷比）

表 49　定義

記号	意味
R	分離度
Δt	2 つの成分のリテンションタイムの最大値の差
σ	ガウス分布のピークの平均標準偏差
dr	平面内の 2 つのスポット間の距離
P	ピーク谷比
f	谷における振幅の差、h および g
h	谷
g	ピーク最大値の平均

ピークキャパシティ

ピークキャパシティは次のように異なる定義が可能です：

- 利用可能な分離空間で分離可能なピークの最大数（**形状定義**）、または
- クロマトグラムの総面積と任意のゾーンの分離度に必要な面積の比（**一般的な定義**）

形状定義　ピークキャパシティは、利用可能な分離空間で分離可能なピークの最大数と定義できます。このため、ピークキャパシティ n_c は、理論段数 N と関係しています。

$$n_c = \mathrm{P}N^{1/2}$$

（P はリテンションタイムの範囲によって決まります）

実際には、ピークは通常、クロマトグラム全体にランダムに分布するのではなく、多くの場合はオーバーラップします。すなわち、実際には、ピークが利用可能な分離空間を均一に埋め尽くすことはありません。これは、1D-LC において検出可能なサンプルの成分数が比較的少ないためです。

2D-LC 分離では、n_c が増加する別の可能性があります：直交する保持機構は 1 つの分離面を生成します。このため、2D-LC のピークキャパシティは、個々のカラムのピークキャパシティの積となります。1 次元目と 2 次元目でのピークの拡散により、2D-LC の成分は、保持面に 2 次元の楕円形として表示されます。

n_c の計算方法はメソッドによって決まります。

- コンプリヘンシブ 2D-LC の場合：

$$n_c = \frac{L_1 L_2}{ab} = n_{c1} n_{c2}$$

L＝次元の分離空間
ab＝分離面上の楕円に外接する長方形の面積

- ハートカット 2D-LC の場合：

$$n_c = \sum_{i=i}^{k} n_{ci}$$

一般的な定義

ピークキャパシティは、クロマトグラムの総面積 A と任意のゾーンの分離度に必要な面積 A_0 の比として定義することもできます。

$$n_{c,alternat} = \frac{A}{A_0}$$

そのようにして定義された n_c は、以下の係数による形状定義と関係します。

$$n_c = \frac{\pi}{4} n_{c,alternat} \approx 0.79 n_{c,alternat}$$

2D-LC のピークキャパシティのリミット

理想的な条件下（**直交性**）では、全体のピークキャパシティ（$n_{c,2D}$）が一次元目と二次元目の分離の個々のピークキャパシティの積と等しくなるはずです（^1n_c and ^2n_c）

$$n_{c,2D} = {}^1n_c \times {}^2n_c$$

実際には、ピークキャパシティの増加は、ピークの分離能力の向上に正比例しません。

考えられる理由：

- 1D-LC では、単一成分のピークのベースライン幅が $x_0 = 6\sigma$ の場合、ピークがベースライン分離されるようにするには、最大値の両側に x_0 単位の自由空間が必要です。
- 2D-LC では、単一成分のゾーンは $A_0 = 2\pi r^2$ で、成分自由空間の面積は $\pi(2r)^2$ です。
- 結果：1 次元の 2 つの成分自由幅ごとに、2 次元では 4 つの成分自由面積が必要です。

2D-LC に関する結論：

観測するピークの数に比べて観測可能なピークの数が少な過ぎるため、複雑な混合物の分離には 1D-LC では不十分です。1 つの理論モデル（オーバーラップの統計モデル＝SMO）は、実環境下での観測、予測とよく相関しています。クロマトグラフ上のピークとして現れる全ピークキャパシティの最大フラクションは 37 % で、単一のピークではわずか 18 % です。これは、実現が極めて難しい多数の成分を含む複雑なサンプルを分離するには、非常に大きなピークキャパシティが必要であることを示唆しています。

1D-LC 分離と比べて、2D-LC で観測可能なピークの数を予測するのは困難です。たとえば、あるピークキャパシティと含まれている成分数では、分離の 2 つの軸の縦横比は、2 つの分離の効果に影響を及ぼします。

実用的な観点から、1D-LC と 2D-LC の性能を、以下の側面を考慮して比較する必要があります。

- ピークキャパシティ
- 測定されたクロマトグラムで観測されたピーク数

理想の ^{2}D ピークキャパシティ

2D-LC の 1 つの重大な問題は、^{2}D でのサンプリングプロセスにより、^{1}D の分離度が低下することです。決定的要因：

- ^{2}D 分離のグラジエントタイムは、^{1}D 分離のサンプリング間隔を超えることはできない
- 2 次元空間の 2 つのピークの分離度は、ピタゴラスの平均値として、一次元目と二次元目での分離度に関係します（487 ページの図 270 を参照してください）。

^{2}D クロマトグラムは、2 番目のカラムで得られた一連の連続クロマトグラムを表示する唯一の方法で、2 番目のカラムと検出器で、1 番目のカラムからの流出物を化学的かつ選択的に検出します。（492 ページの「検出器としての 2D」を参照）。2 番目のカラムで観測されたピーク幅は、^{1}D で使用されたサンプリング時間とは独立しています。

このため、成分の混合物の動作に関して、2 つの極端なシナリオが得られます。

- 未分離混合物は 2 番目のカラムに注入され、2 番目のカラムで分析対象物が完全に分離されます。

  $R_{s,2D}$ は、^{1}D での取込速度とは関係ありません。

- 部分的に分離した混合物は 2 番目のカラムに注入され、分析対象物も 2 番目のカラムに注入されます。

  $R_{s,2D}$ は、一次元目の取込速度に大きく依存します。

  このため、分離度の低下を防ぐには、^{1}D の流出液をサンプリングする頻度に留意することが非常に重要です。

注記

理想の ^{2}D ピークキャパシティの理論上のリミットは、Murphy-Schure-Foley 基準（M-S-F サンプリング基準）によって定義されます。この基準によると、流出液は、一次元目の 8σ のピーク幅わたって、3 – 4 回以上サンプリングする必要があります。

検出器としての ^{2}D

機能上、2D-LC の ^{2}D は、^{1}D カラムから溶出するピークに対して化学的に感度を持った検出器として機能します。このため、2D-LC は 3 段階のプロセスと解釈することができます。

- ^{1}D 分離 (1)
- ^{1}D のサンプリング (2)
- ^{2}D 分離と検出 (3)

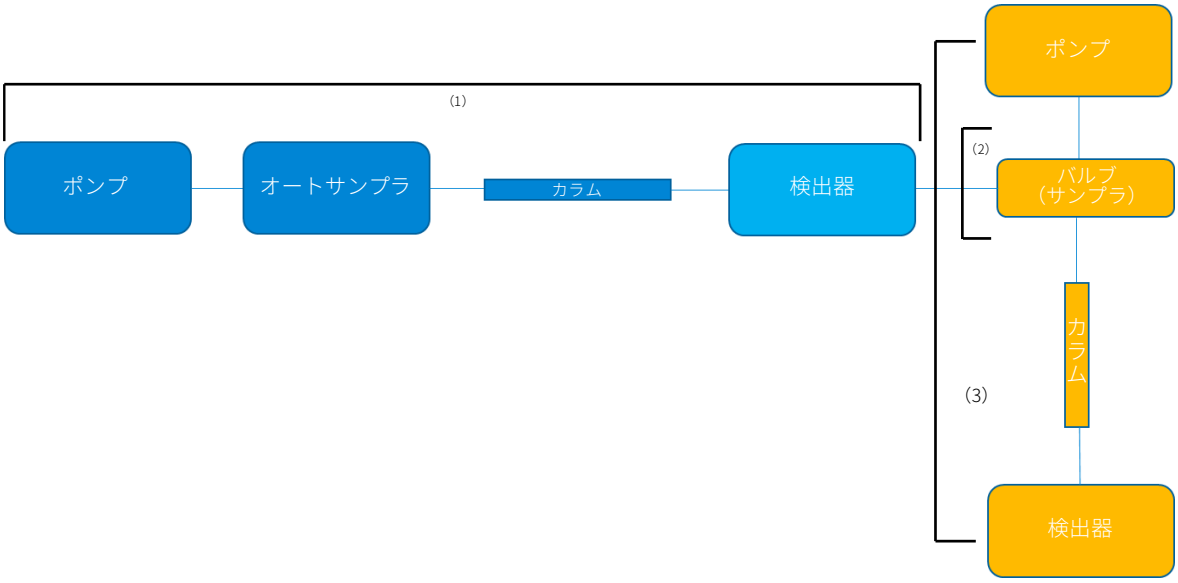


図 272　2D-LC の機器のブロック図

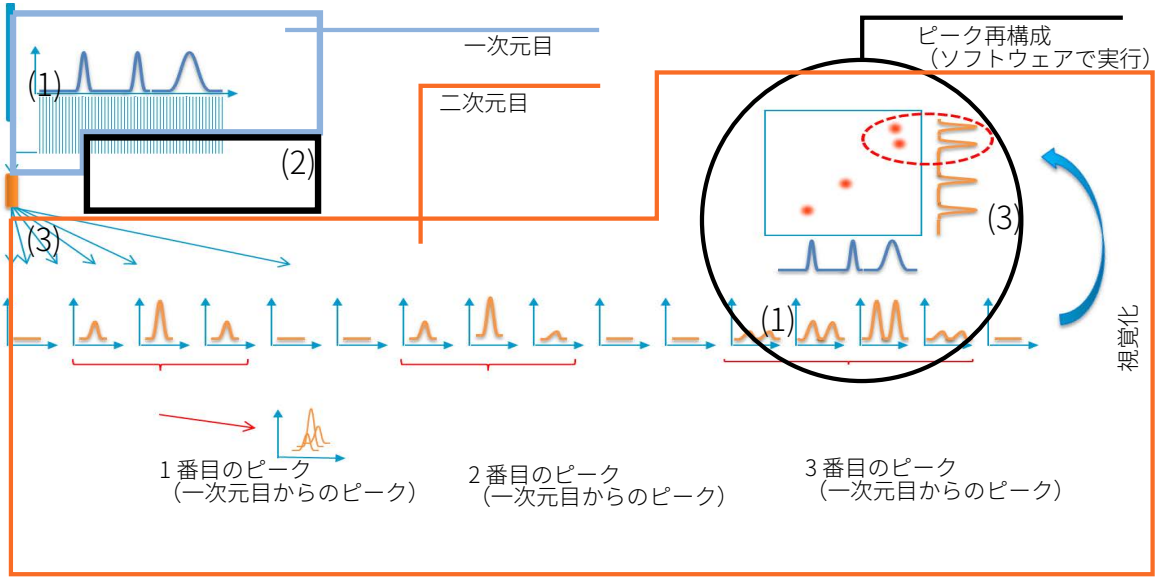


図 273　2D-LC の原理（LCxLC の例）：1 番目のカラムの流出液 (1) がサンプリングされ (2)、2 番目のカラムに注入されます (3)。2 番目のカラム分離のピークが検出され、再構成されます。

(1)	一次元目の分離
(2)	一次元目のサンプリング
(3)	二次元目の分離

成功するモードの組み合わせ

2 段に関与する選択性機構の相違が大きいほど、2D-LC 分離の効果は高くなります。まったく異なる独立した機構は、直交していると言われます。選択性機構間の相関により、直交性が低下し、2D-LC システムの効率が下がります。

このため、固定相と移動相の最適な組み合わせを選択することは、2D-LC メソッドを改善するための重要な課題です。494ページ表50 に、2D-LC 操作での順相（NP）、逆相（RP）、イオン交換（IEC）、サイズ排除クロマトグラフィ（SEC）の組み合わせの利点と欠点をまとめて示します。

表 50　2D-LC（LCxLC）におけるモードの組み合わせ

組み合わせ	直交性	ピークキャパシティ	アプリケーション	備考
RP x RP	1	++[2]	ペプチドミクス、メタボロミクス、医薬品、食品、化粧品	混和性溶媒、最も幅広い用途、高速、両方の次元でのグラジエント溶出
IEC と RP	+[3]	-	プロテオミクス、ペプチドミクス	
SEC と RP	+	[4]-	ポリマー、プロテオミクス	
NP と RP	+		ポリマー、医薬品、油	溶媒の不適合性、限定用途
アフィニティーと RP	+	-	プロテオミクス	
SEC と NP	+	-	ポリマー	
SEC と IEC	+	-	プロテオミクス	

1 直交性はカラムの選択または移動相の選択によって異なります

2 非常に良い

3 良い

4 あまり良くない

溶媒溶出モード

498ページ表51 は、^{2}D 分離用の溶出モードの効果に重点を置いています。

^{2}D 分離には一般的に、以下の溶出モードが用いられます。

- グラジエント

  二次元目での分離のための溶媒 A と溶媒 B の標準的なグラジエントは、一次元目での分離全体をとおして繰り返されます。

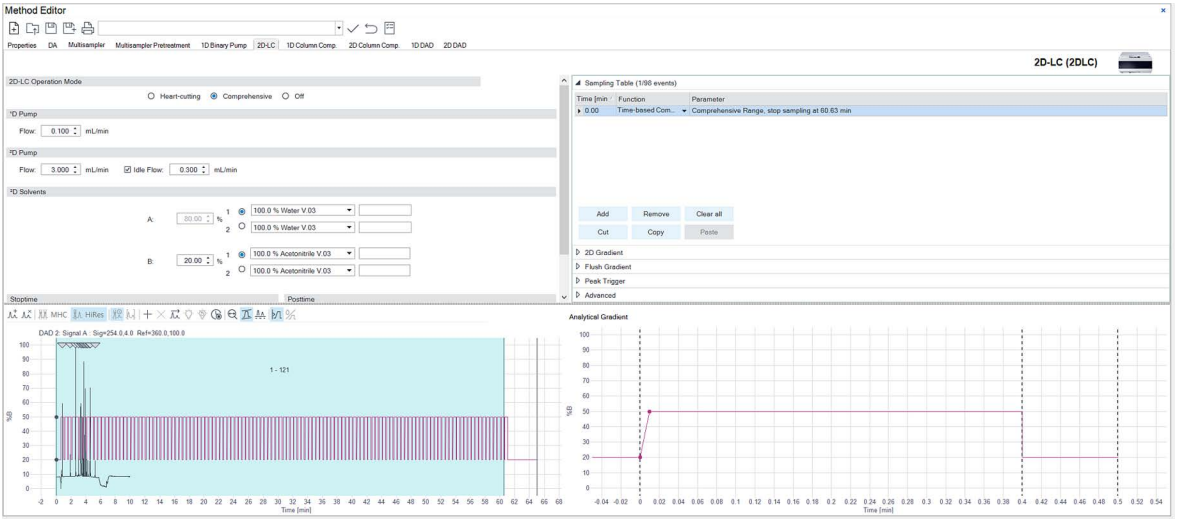


図 274　標準グラジエントモード

- シフトグラジエント

  各 ^{2}D 分離から次の分離まで、個々の ^{2}D グラジエントの開始 %B と終了 %B の値は定義された方法で増加します。さらに、各 ^{2}D グラジエントから次のグラジエントまでのグラジエントスパンも増加します。

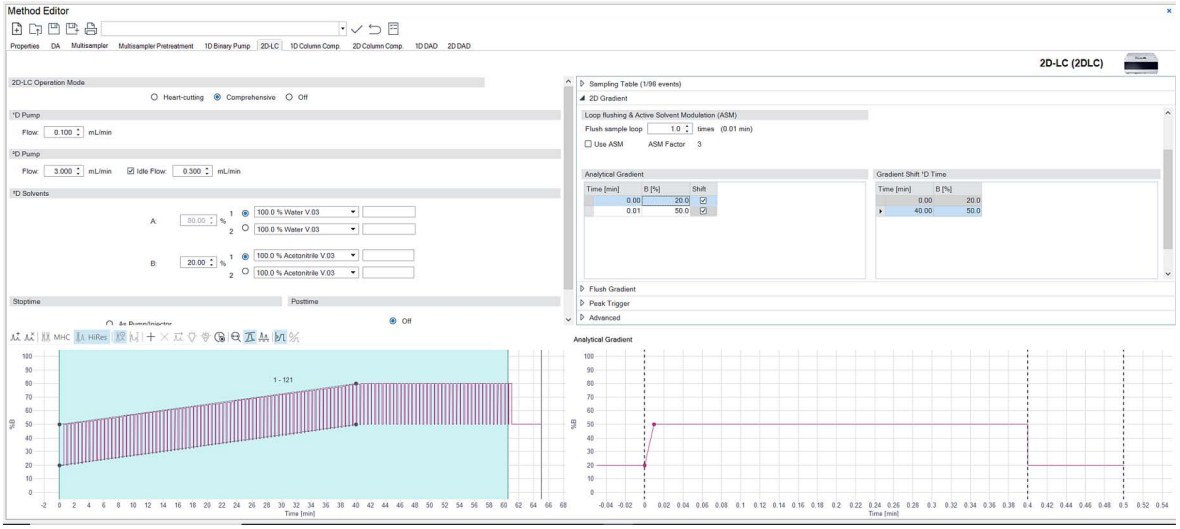


図 275　シフトグラジエントモード（開始 %B の増加）

- イソクラティック
  二次元目のすべての分離がイソクラティックモードで実行されます。

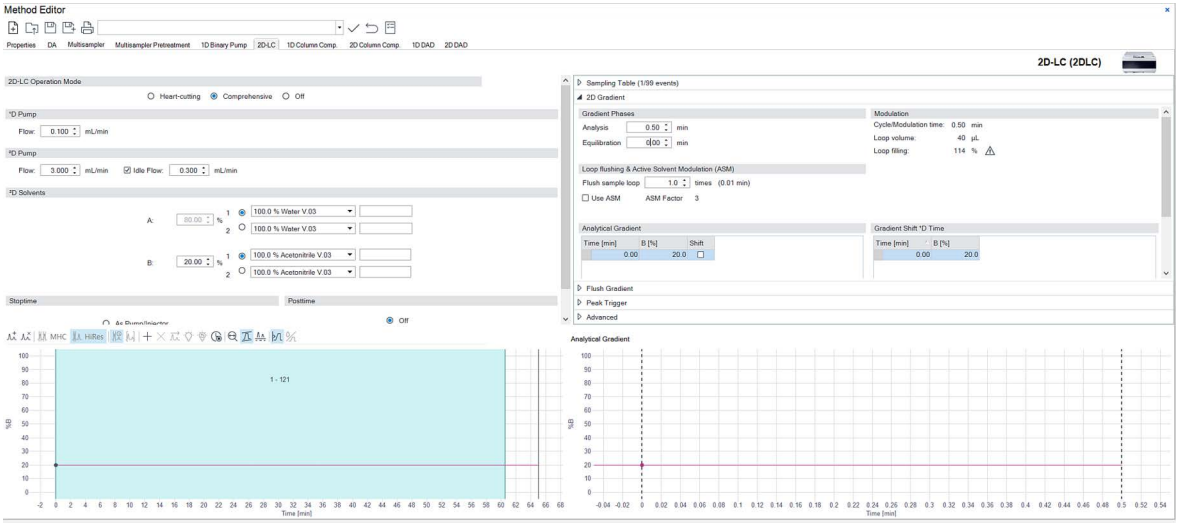


図 276　イソクラティックモード

- Advancingイソクラティック

  ^{2}D 分離ではほぼ一定の条件が用いられますが、連続する各分析の溶媒の強度はわずかに上昇します。

  ^{2}D ポンプシステムには、^{2}D 分離を通じて緩やかなグラジエントの溶離液の組成で送液されます。

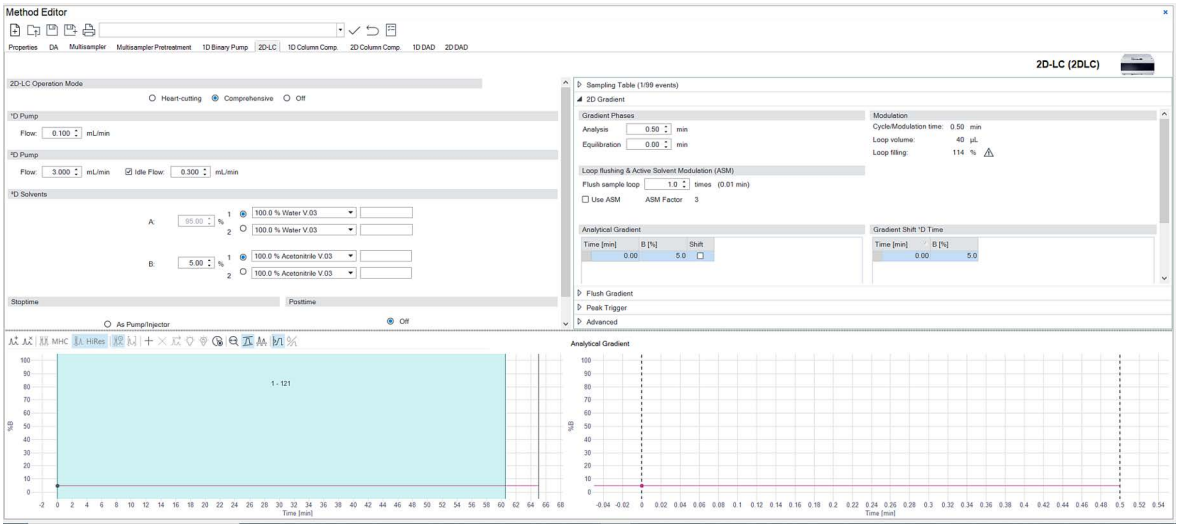


図 277　Advancing イソクラティックモード

表 51 ^{2}D のさまざまな溶出モード（長所と短所）

基準	グラジエント/ シフトグラジエント	イソクラティック/ Advancing イソクラティック
ピークキャパシティ	優れている	劣っている
サンプルの多様性 （複雑なサンプル）	優れている	劣っている
ベースライン性能 （感度）	劣っている （溶媒グラジエントによるベースラインドリフト）	優れている
圧力ストレス （カラム寿命）	劣っている （二次元目のグラジエントごとに大きく変動）	優れている （イソクラティックでは圧力の変化なし、Advancing イソクラティックでは徐々に変化）

Agilent 2D-LC Acquisition ソフトウェアを用いることにより、すべてのモードを簡単に使用できます。

各モードには利点と欠点があります。1 つのモードが 2D-LC のすべてのアプリケーションに適してはいません。

^{2}D におけるシフトグラジエント溶出モードの効果

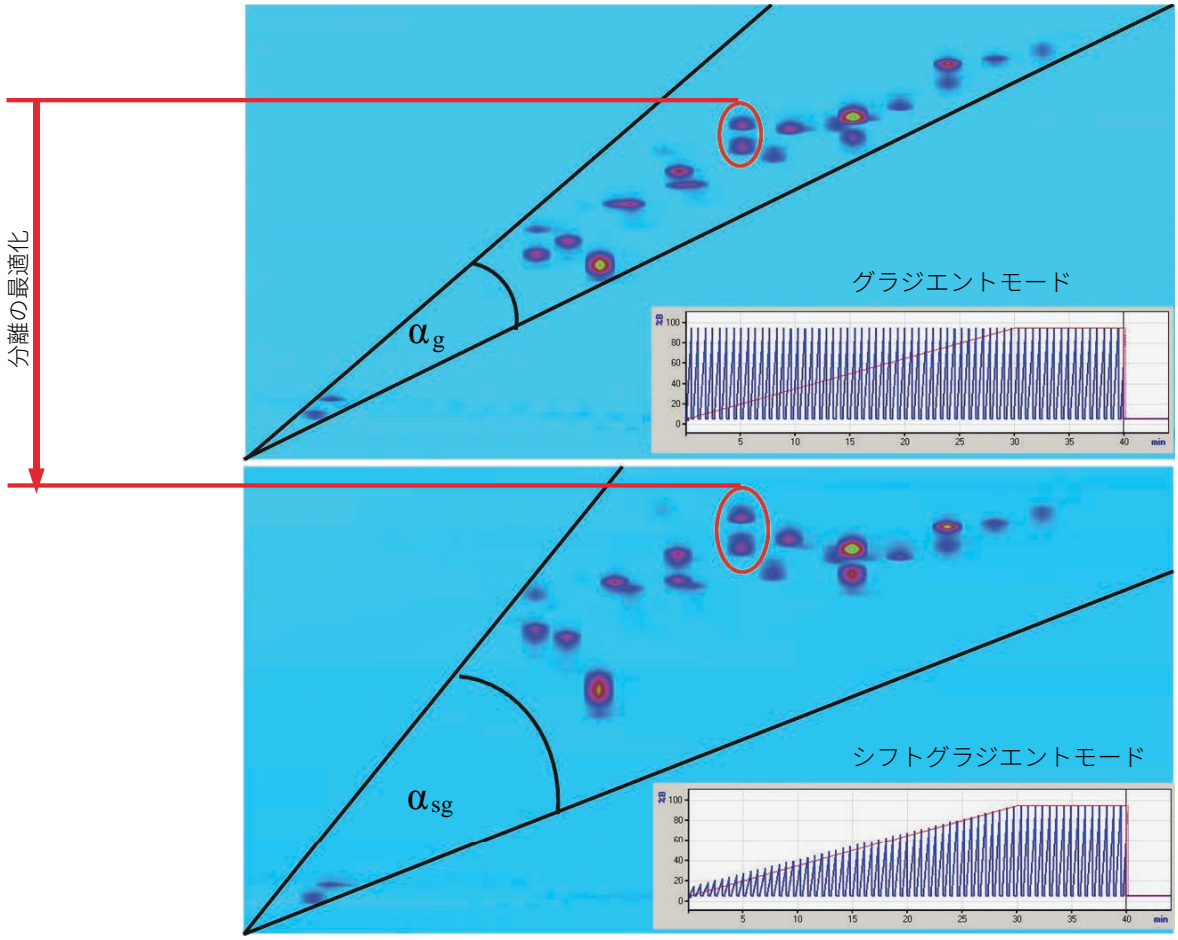


図 278　イソクラティックモードと比較した ^{2}D グラジエントモード、およびその分離度への影響

シフトグラジエントモードで得られる α_{sg} は、標準グラジエント溶出モードで得られる α_g より大きくなります。このため、ピーク検出の向上と分離の向上を実現できます。

参照：D. Li および O. J. Schmitz 著、『Use of Shift Gradient in the Second Dimension to Improve the Separation Space in Comprehensive Twodimensional Liquid Chromatography』、Anal. Bioanal. Chem. 405, 6511-6517 (2013)

現実的な問題

下表に、2D-LC で考慮する必要のある現実的な問題の概要を示します。

表 52　2D-LC の検討課題

課題	理論的根拠	備考
一次元目のカラム内径の選択	二次元目カラムでの各分析に対して、一次元目の流量との二次元目のカラムに注入されるサンプルの量の最適化はトレードオフの関係にあります。	二次元目の分離をグラジエント溶出することで、イソクラティック溶出の場合よりピークキャパシティが向上します。 グラジエント溶出は、ピークフォーカスを実現するのに最適な方法です。
一次元目と二次元目のカラム内径の比	分析対象物の希釈率の影響	
分析メソッドの目的	**分析において重要なパラメータを選択：** • できるだけ多くの構成成分を分離する • 特定の構成成分の分離度と定量に重点を置く	
固定相およびカラム仕様の選択	**一次元目、二次元目とも逆相分離の場合、二次元目のカラムの保持力を、一次元目のカラムの保持力よりも強くする必要があります。** • 比較的大量のサンプルが、2 番目のカラムに注入されるため • ピークの拡散を最小限に抑えるために、サンプルを 2 番目のカラムヘッド部分で濃縮させる必要があるため	

理論に基づいて、ほとんど場合、最高の 2D-LC を実現するための以下の方法の実施を推奨します。

- 手法

  コンプリヘンシブ 2D-LC では、一次元目での UV 検出は必ずしも必要ではなく、[1]アセトニトリルまたはメタノール以外の溶離液を使用できます。つまり、一次元目に一般的ではない有機溶媒を使用する可能性を意味します。

[1] ピークトリガー/タイムトリガーで二次元目の分離を行う場合（Agilent 1290 Infinity 2D-LC ソリューションではオプションで可能）、一次元目のカラムとモジュレーションバルブの間に UV 検出器が必要です。

注記

これまでに使用したことのない有機溶媒を使用する場合は、機器との適合性に注意してください。確認には、モジュールのドキュメントを参照するか、Agilent までお問い合わせください。

- 機器

  グラジエントディレイが小さく高速の二次元目グラジエントを実現するには、Agilent 1290 Infinity LC のような非常に低ディレイボリュームグラジエントの高流量ポンプシステムの使用が重要です。

- カラム

  効果的な位相の組み合わせが比較的少ないため、完全な直交性を実現することは困難です。

- 検出メソッド

  質量分析と比べて、DAD ベースの UV 検出器は高速で、安価で、高い再現性での検出が可能です。一方、質量分析では、MS 領域の分離空間を拡大することができるため、ピークキャパシティをさらに増やすことが可能です。一次元目のピークが二次元目の分離で希釈されるため、高感度の UV 検出器が推奨されます。フローセルが 60 mm の Agilent 1260 または 1290 Infinity ダイオードアレイ検出器は、二次元目の検出器として理想的です。

- データ解析

  2D-LC データは複雑です。特別なソフトウェアの使用をお勧めします。

15 従来のチェックアウト

チェックアウト手順　503
測定の準備　505
測定の実行　507
標準ハートカット 2D-LC（LC-LC）のチェックアウト手順の実行　507
マルチハートカット（2D-LC）のチェックアウト手順の実行　513
ハイレゾ（LC-LC）のチェックアウト手順の実行　518
コンプリヘンシブ（LCxLC）のチェックアウト手順の実行　524
ASM マルチハートカット（MHC）のチェックアウト手順の実行　530
ASM コンプリヘンシブ（ASM オフ）のチェックアウト手順の実行　536

この章では、ドライバーベースの 2D-LC ソリューションを用いた、Agilent 1290 Infinity II 2D-LC ソリューションの標準ハートカット、マルチハートカット、ハイレゾサンプリング、コンプリヘンシブ 2D-LC の各モードでのチェックアウトについて説明します。

チェックアウト手順

チェックアウト手順では、2D-LC スターターサンプル × 1 2 mL (5190-6895)が必要です。以下の成分が含まれています。

表 53　5190-6895 の成分

分析対象物	CAS#
アトラジン	001912-24-9
アトラジン-デスエチル	006190-65-4
クロロトルロン	015545-48-9
ジウロン	000330-54-1
ヘキサジノン	051235-04-2
リニュロン	000330-55-2
メタザクロール	067129-08-2
メタベンズチアズロン	018691-97-9
メトブロムロン	003060-89-7
メトクスロン	019937-59-8
ニフェジピン	021829-25-4
ニモジピン	066085-59-4
プロメトリン	007287-19-6
セブチラジン	007286-69-3
テルブチラジン	005915-41-3
セブチラジン-デスエチル	030125-63-4

ここで説明するメソッドパラメータは、以下のハードウェアコンフィグレーション向けに最適化されています。

表 54 最適なメソッドパラメータ向けのハードウェアコンフィグレーション

	^{1}D	2D-LC	^{2}D
LC	ALS	2D-LC ASM バルブと 2 つの MHC バルブを備えたユニバーサルドライバ	
	ポンプ		ポンプ
	MCT		MCT
	UV 検出器		UV 検出器
LC-MS			ハイエンドのマススペクトロメータ

測定の準備

必要な部品:

部品番号	説明
5190-6895	2D-LC スターターサンプル × 1 2 mL
G2453-85060	試薬グレードのギ酸 5 mL（5 cc）
858700-902	RRHD SB-C18、2.1x100 mm, 1.8 µm、 120 MPa 1D
857768-901	RRHD Bonus-RP、2.1x50 mm, 1.8 µm、 120 MPa 2D、ハートカット（LC-LC）およびハイレゾ（HiRes）
959757-302	RRHD Eclipse Plus C18、3.0x50 mm、 1.8 µm 2D、コンプリヘンシブ 2D-LC（LCXLC）

必要なハードウェア:

さまざまなハードウェアコンフィグレーションが可能です。58 ページの「オプション」 を参照してください。

必要な準備:

移動相用の以下の溶媒が使用可能であることを確認してください。

- 1D：
  - A＝水＋ 0.2 % 試薬グレードのギ酸 5 mL（5 cc） (G2453-85060)
  - B＝メタノール
- 2D：
  - A＝水＋ 0.2 % 試薬グレードのギ酸 5 mL（5 cc） (G2453-85060)
  - B＝アセトニトリル

注記

古いカラムには既存のセットアップを使用し、新しいカラムにはイージースタートキットを使用することをお勧めします。

標準 LC 用の 1.2 mL サンプル（1:10）の準備

1 1080 µL の希釈溶媒を準備するには、216 µL のメタノールを 864 µL の移動相 A に追加します。1080 µL の希釈溶媒（20 % のメタノールを含む移動相 A）が準備されます。

または

3600 µL の希釈溶媒を準備するには、720 µL のメタノールを 2880 µL の移動相 A に追加します。3600 µL の希釈溶媒（20 % のメタノールを含む移動相 A）が準備されます。

2 1.2 mL のサンプル（1:10）を準備するには、120 µL の 2D-LC スターターサンプルを 1080 µL の希釈溶媒に加えます。

または

4.0 mL のサンプル（1:10）を準備するには、400 µL の 2D-LC スターターサンプルを 3600 µL の希釈溶媒に加えます。

2D-LC Starter サンプルを 1:100 に希釈

1 100 µL 2D-LC サンプル（1:10）＋ 900 µL の希釈溶媒＝1000 µL（1:100）

2D-LC Starter サンプルを 1:1000 に希釈

1 100 µL 2D-LC サンプル（1:100）＋ 900 µL の希釈溶媒＝1000 µL（1:1000）

注記

2D-LC アドオンソフトウェア ソリューションについては、アドオンソフトウェアのユーザーマニュアルを参照してください。

測定の実行

標準ハートカット 2D-LC（LC-LC）のチェックアウト手順の実行

さまざまなハードウェア構成でチェックアウトが可能です。60ページ表6 を参照してください。オプションの一部を紹介しています。例として、ここでは504ページ表54 を使用します。

以下のパラメータは、この標準構成用に最適化されています。パラメータはご使用のシステムと多少異なる場合があります。測定を実行し、結果からご使用のセットアップに合わせてメソッドを編集または最適化します。

表 55　SHC 2D-LC の 1D（HPLC）における推奨条件

パラメータ	値
	^{1}D カラムコンパートメント（MCT）
カラム	RRHD SB-C18、2.1x 100 mm, 1.8 µm、 120 MPa (858700-902)
カラム温度	40 °C
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし
	^{1}D ポンプ
移動相 A	水＋0.2 % ギ酸
移動相 B	メタノール
流量	0.6 mL/min
ポストタイム	6 min
移動相の グラジエント：	20 % B 0.00 min 100 % B 50 min
	オートサンプラ
注入量	2 µL（標準 LC 1:10） 0.5 µL ポジティブモード（LCMS）、使用する LCMS に応じて 1:100 または 1:1000 に希釈
ニードル洗浄	フラッシュポート、10 秒、アセトニトリル/水（50/50）

表 55 SHC 2D-LC の 1D（HPLC）における推奨条件

パラメータ	値
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし
	^{1}D 検出器（DAD）
ダイオードアレイ検出器シグナル A	254 nm、バンド幅 4 nm
リファレンス波長	360 nm
リファレンスバンド幅	100 nm
ピーク幅	20 Hz
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし

表 56 標準マルチハートカットの 2D（HPLC）における推奨条件

パラメータ	値
	2D-LC バルブ
	SHC または MHC（40 µl のサンプル、トランスファーキャピラリーを使用、ASM ファクタなし）
	^{2}D カラムコンパートメント（MCT）
カラム	RRHD Bonus-RP、2.1x 50 mm, 1.8 µm、 120 MPa (857768-901)
カラム温度	40 °C
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし
	^{2}D ポンプ
	ハートカット（タイムまたはピークベース）
移動相 A	水＋0.2 % ギ酸
移動相 B	メタノール
流量	1.0 mL/min

表 56 標準マルチハートカットの 2D（HPLC）における推奨条件

パラメータ	値
待機流量	使用しない
ストップタイム	40 min （2D のピークが検出されない場合、自動延長無し）
ポストタイム	6 min
サンプリングテーブル	開始4.35 min、最低3分画必要（タイムベースまたはピークベース）、分画サイズ 4.0

Sampling Table (9/91 events)

Time [min	Function	Parameter
4.35	Time-based Heart...	MHC 1 x 4 s, LoopFill: >300, Prio: -, Default, Index 0, Factor 1 , Multi-Inject False
6.72	Time-based Heart...	MHC 1 x 4 s, LoopFill: >300, Prio: -, Default, Index 0, Factor 1 , Multi-Inject False
10.32	Time-based Heart...	MHC 1 x 4 s, LoopFill: >300, Prio: -, Default, Index 0, Factor 1 , Multi-Inject False
12.39	Time-based Heart...	MHC 1 x 4 s, LoopFill: >300, Prio: -, Default, Index 0, Factor 1 , Multi-Inject False
12.88	Time-based Heart...	MHC 1 x 4 s, LoopFill: >300, Prio: -, Default, Index 0, Factor 1 , Multi-Inject False
13.75	Time-based Heart...	MHC 1 x 4 s, LoopFill: >300, Prio: -, Default, Index 0, Factor 1 , Multi-Inject False
17.05	Time-based Heart...	MHC 1 x 4 s, LoopFill: >300, Prio: -, Default, Index 0, Factor 1 , Multi-Inject False
18.89	Time-based Heart...	MHC 1 x 4 s, LoopFill: >300, Prio: -, Default, Index 0, Factor 1 , Multi-Inject False
24.11	Time-based Heart...	MHC 1 x 4 s, LoopFill: >300, Prio: -, Default, Index 0, Factor 1 , Multi-Inject False

図 279 タイムベース

Sampling Table (2/98 events)

Time [min	Function	Parameter
3.00	Start Peak-based	MHC 1 x 9 s, Default, Index 0, Exp Time 0 min, RefOnly False, Multi-Inject False
20.00	End Peak-based	

図 280 ピークベース

分画時間（SHC）は、コンフィグレーションや使用するハードウェアによって多少異なります。

2D グラジエント：	分析 1.25 min、平衡化 0.50 min
	分析グラジエント - シフトグラジエント シフト 1D：
	10 % B 0.00 min - 60 % B 1.25 min　30 % B 20 min

表 56 標準マルチハートカットの 2D（HPLC）における推奨条件

パラメータ	値
フラッシュグラジエント	使用しない
	^{2}D 検出器（DAD）
ダイオードアレイ	254 nm、バンド幅 4 nm
リファレンス波長	360 nm
リファレンスバンド幅	100 nm
ピーク幅	80 Hz
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし

表 57 ^{2}D (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
イオン源	大気圧エレクトロスプレー（デュアル AJS ESI）[1]
イオンモード	デュアル AJS ESI
イオン極性	ポジティブ
ストレージモード	両方またはセントロイド（推奨）
LCMS ストリーム	MS
測定モード	測定モード MS1、範囲 50～500（m/z）、スキャン速度（スペクトル/秒） 3
機器パラメータ	**イオン源パラメータ**
ガス温度	250 °C
ガス流量	11 L/min
ネブライザー	40 psig
シースガス温度	350 °C

表 57 ^{2}D (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
シースガス流量	12 L/min
スキャン セグメント	1
	スキャンイオン源パラメータ
Vcap	3500 V
ノズル電圧	300 V
フラグメンター	120
スキマー 1	45
オクタポール RF ピーク	750
	リファレンス質量
リファレンス質量有効	有効
ボトル A リファレンス ネブライザーを使用	True
リファレンス ネブライザー	0 psig
	自動リキャリブレーション
平均スキャン	1
検出ウィンドウ（ppm）	100 ppm
最小高さ	1000 カウント
	リファレンス質量
	ポジティブ
	121.05087300

表 57 2D (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
	922.00979800
	クロマトグラム
	クロマトタイプラベル、オフセットの Y 軸範囲
	TIC TIC 1510000000
	TIC TIC 1510000000
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし

1 デュアル AJS ESI 以外のイオン源については、流量の調整が必要な場合があります

表 58 2D シングル四重極 (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
ESI イオン源パラメータ	ハイエンドの MS パラメータと同様
ピーク幅	0.06 min
SCAN	m/z 100 – 500 ポジティブモード
ドウェルタイム	200 ms

1 2D-LC データメディアからメソッド［**Standard Heart-Cutting Checkout**］を読み込み、ご使用の標準ハートカットコンフィグレーション向けに設定を変更します。
2 2D-LC スターターサンプル × 1 2 mL (5190-6895)を使用してメソッドを実行します（メタノール/水（20/80；v/v、0.1 % のギ酸を含む）で 1:10（UV チェックアウト用）、1:100（LCMS チェックアウト用）、または 1:1000（LCMS チェックアウト用）に希釈します）。
3 必要に応じて、続けてメソッドを編集または最適化します。

マルチハートカット（2D-LC）のチェックアウト手順の実行

さまざまなハードウェア構成でチェックアウトが可能です。60ページ表6 を参照してください。オプションの一部を紹介しています。例として、ここでは504ページ表54 を使用します。

以下のパラメータは、この標準構成用に最適化されています。パラメータはご使用のシステムと多少異なる場合があります。測定を実行し、結果からご使用のセットアップに合わせてメソッドを編集または最適化します。

表 59　MHC および HiRes 2D-LC の 1D（HPLC）における推奨条件

パラメータ	値
	^{1}D カラムコンパートメント（MCT）
カラム	RRHD SB-C18、2.1x 100 mm, 1.8 µm、 120 MPa (858700-902)
カラム温度	40 °C
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし
	^{1}D ポンプ
移動相 A	水＋0.2 % ギ酸
移動相 B	メタノール
流量	0.6 mL/min
ポストタイム	6 min
移動相の グラジエント：	20 % B 0.00 min 100 % B 50 min
	オートサンプラ
注入量	2 µL（標準 LC 1:10） 0.5 µL ポジティブモード（LCMS）、使用する LCMS に応じて 1:100 または 1:1000 に希釈
ニードル洗浄	フラッシュポート、10 秒、アセトニトリル/水（50/50）
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし
	^{1}D 検出器（DAD）

表 59 MHC および HiRes 2D-LC の 1D（HPLC）における推奨条件

パラメータ	値
ダイオードアレイ検出器シグナル A	254 nm、バンド幅 4 nm
リファレンス波長	360 nm
リファレンスバンド幅	100 nm
ピーク幅	20 Hz
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし

表 60 マルチハートカットの 2D（HPLC）における推奨条件

パラメータ	値
	2D-LC バルブ
	MHC（40 µl のサンプル、トランスファーキャピラリーを使用、ASM ファクタなし）
	^{2}D カラムコンパートメント（MCT）
カラム	RRHD Bonus-RP、2.1x 50 mm, 1.8 µm、 120 MPa (857768-901)
カラム温度	40 °C
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし
	^{2}D ポンプ
	ハートカット（タイムまたはピークベース）
移動相 A	水＋0.2 % ギ酸
移動相 B	アセトニトリル
流量	1 mL/min
待機流量	使用しない
ストップタイム	40 min （2D のピークが検出されない場合、自動延長無し）

表 60 マルチハートカットの 2D（HPLC）における推奨条件

パラメータ	値	
ポストタイム	6 min	
サンプリングテーブル	開始 4.35 min、最低 5 分画必要（タイムベースまたはピークベース）、分画サイズ 4.0	

Sampling Table (9/91 events)

Time [min	Function	Parameter
4.35	Time-based Heart...	MHC 1 x 4 s, LoopFill: >300, Prio: -, Default, Index 0, Factor 1 , Multi-Inject False
6.72	Time-based Heart...	MHC 1 x 4 s, LoopFill: >300, Prio: -, Default, Index 0, Factor 1 , Multi-Inject False
10.32	Time-based Heart...	MHC 1 x 4 s, LoopFill: >300, Prio: -, Default, Index 0, Factor 1 , Multi-Inject False
12.39	Time-based Heart...	MHC 1 x 4 s, LoopFill: >300, Prio: -, Default, Index 0, Factor 1 , Multi-Inject False
12.88	Time-based Heart...	MHC 1 x 4 s, LoopFill: >300, Prio: -, Default, Index 0, Factor 1 , Multi-Inject False
13.75	Time-based Heart...	MHC 1 x 4 s, LoopFill: >300, Prio: -, Default, Index 0, Factor 1 , Multi-Inject False
17.05	Time-based Heart...	MHC 1 x 4 s, LoopFill: >300, Prio: -, Default, Index 0, Factor 1 , Multi-Inject False
18.89	Time-based Heart...	MHC 1 x 4 s, LoopFill: >300, Prio: -, Default, Index 0, Factor 1 , Multi-Inject False
24.11	Time-based Heart...	MHC 1 x 4 s, LoopFill: >300, Prio: -, Default, Index 0, Factor 1 , Multi-Inject False

図 281 タイムベース

Sampling Table (2/98 events)

Time [min	Function	Parameter
3.00	Start Peak-based	MHC 1 x 9 s, Default, Index 0, Exp Time 0 min, RefOnly False, Multi-Inject False
20.00	End Peak-based	

図 282 ピークベース

分画時間（MHC）は、コンフィグレーションや使用するハードウェアによって多少異なります。

2D グラジエント：	分析 1.25 min、平衡化 0.50 min	
	分析グラジエント -	シフトグラジエント シフト 1D：
	10 % B 0.00 min -	30 % B 20 min
	60 % B 1.25 min	
フラッシュグラジエント	使用しない	
	^{2}D 検出器（DAD）	

表 60 マルチハートカットの 2D（HPLC）における推奨条件

パラメータ	値
ダイオードアレイ	254 nm、バンド幅 4 nm
リファレンス波長	360 nm
リファレンスバンド幅	100 nm
ピーク幅	80 Hz
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし

表 61 ^{2}D (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
イオン源	大気圧エレクトロスプレー（デュアル AJS ESI）[1]
イオンモード	デュアル AJS ESI
イオン極性	ポジティブ
ストレージモード	両方またはセントロイド（推奨）
LCMS ストリーム	MS
測定モード	測定モード MS1、範囲 50～500（m/z）、スキャン速度（スペクトル/秒） 3
機器パラメータ	**イオン源パラメータ**
ガス温度	250 °C
ガス流量	11 L/min
ネブライザー	40 psig
シースガス温度	350 °C
シースガス流量	12 L/min
スキャンセグメント	1

表 61 ^{2}D (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
	スキャンイオン源パラメータ
Vcap	3500 V
ノズル電圧	300 V
フラグメンター	120
スキマー 1	45
オクタポール RF ピーク	750
	リファレンス質量
リファレンス質量有効	有効
ボトル A リファレンスネブライザーを使用	True
リファレンスネブライザー	0 psig
	自動リキャリブレーション
平均スキャン	1
検出ウィンドウ（ppm）	100 ppm
最小高さ	1000 カウント
	リファレンス質量
	ポジティブ
	121.05087300
	922.00979800
	クロマトグラム
	クロマトタイプラベル、オフセットの Y 軸範囲

表 61 ^{2}D (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
	TIC TIC 1510000000
	TIC TIC 1510000000
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし

[1] デュアル AJS ESI 以外のイオン源については、流量の調整が必要な場合があります

表 62 ^{2}D シングル四重極 (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
ESI イオン源パラメータ	ハイエンドの MS パラメータと同様
ピーク幅	0.06 min
SCAN	m/z 100 – 500 ポジティブモード
ドウェルタイム	200 ms

1 2D-LC データメディアからメソッド［**Multiple Heart-Cutting Checkout**］を読み込み、ご使用のマルチハートカット コンフィグレーション向けに設定を変更します。
2 2D-LC スターターサンプル × 1 2 mL (5190-6895)を使用してメソッドを実行します（メタノール/水（20/80；v/v、0.1 % のギ酸を含む）で 1:10（UV チェックアウト用）、1:100（LCMS チェックアウト用）、または 1:1000（LCMS チェックアウト用）に希釈します）。
3 必要に応じて、続けてメソッドを編集または最適化します。

ハイレゾ（LC-LC）のチェックアウト手順の実行

さまざまなハードウェア構成でチェックアウトが可能です。60ページ表6 を参照してください。オプションの一部を紹介しています。例として、ここでは504ページ表54 を使用します。

以下のパラメータは、この標準構成用に最適化されています。パラメータはご使用のシステムと多少異なる場合があります。測定を実行し、結果からご使用のセットアップに合わせてメソッドを編集または最適化します。

表 63 MHC および HiRes 2D-LC の 1D（HPLC）における推奨条件

パラメータ	値
	^{1}D カラムコンパートメント（MCT）
カラム	RRHD SB-C18、2.1x 100 mm, 1.8 µm、 120 MPa (858700-902)
カラム温度	40 °C
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし
	^{1}D ポンプ
移動相 A	水＋0.2 % ギ酸
移動相 B	メタノール
流量	0.6 mL/min
ポストタイム	6 min
移動相の グラジエント：	20 % B 0.00 min 100 % B 50 min
	オートサンプラ
注入量	2 µL（標準 LC 1:10） 0.5 µL ポジティブモード（LCMS）、使用する LCMS に応じて 1:100 または 1:1000 に希釈
ニードル洗浄	フラッシュポート、10 秒、アセトニトリル/水（50/50）
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし
	^{1}D 検出器（DAD）
ダイオード アレイ検出器 シグナル A	254 nm、バンド幅 4 nm
リファレンス 波長	360 nm

表 63 MHC および HiRes 2D-LC の 1D（HPLC）における推奨条件

パラメータ	値
リファレンス バンド幅	100 nm
ピーク幅	20 Hz
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし

表 64 ハイレゾの 2D（HPLC）における推奨条件

パラメータ	値
	2D-LC バルブ
	MHC（40 µl のサンプル、トランスファーキャピラリーを使用、ASM ファクタなし）
	^{2}D カラムコンパートメント（MCT）
カラム	RRHD Bonus-RP、2.1x 50 mm, 1.8 µm、 120 MPa (857768-901)
カラム温度	40 °C
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし
	^{2}D ポンプ
	ハートカット（タイムベース）
移動相 A	水＋0.2 % ギ酸
移動相 B	アセトニトリル
流量	1 mL/min
待機流量	使用しない
ストップタイム	40 min （2D のピークが検出されない場合、自動延長無し）
ポストタイム	6 min

表 64 ハイレゾの 2D（HPLC）における推奨条件

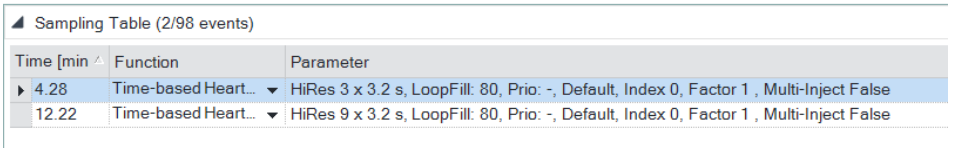
パラメータ	値
サンプリングテーブル	開始 4.28 min、最低 6（2*3）の HiRes 分画が必要、分画サイズ 3.2
	
	図 283 HiRes
	分画時間（HiRes）は、コンフィグレーションや使用するハードウェアによって多少異なります。
2D グラジエント：	分析 1.25 min、平衡化 0.50 min
	分析 シフトグラジエント シフト 1D： グラジエント -
	10 % B 30 % B 20 min 0.00 min -
	60 % B 1.25 min
フラッシュグラジエント	80 % B 0.00 min + 2 * カラムのボイドボリューム ほぼ以下に相当します： 0.21 min
	^{2}D 検出器（DAD）
ダイオードアレイ	254 nm、バンド幅 4 nm
リファレンス波長	360 nm
リファレンスバンド幅	100 nm
ピーク幅	80 Hz
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし

表 65 ^{2}D (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
イオン源	大気圧エレクトロスプレー（デュアル AJS ESI）[1]
イオンモード	デュアル AJS ESI
イオン極性	ポジティブ
ストレージモード	両方またはセントロイド（推奨）
LCMS ストリーム	MS
測定モード	測定モード MS1、範囲 50～500（m/z）、スキャン速度（スペクトル/秒） 3
機器パラメータ	**イオン源パラメータ**
ガス温度	250 °C
ガス流量	11 L/min
ネブライザー	40 psig
シースガス温度	350 °C
シースガス流量	12 L/min
スキャンセグメント	1
	スキャンイオン源パラメータ
Vcap	3500 V
ノズル電圧	300 V
フラグメンター	120
スキマー 1	45
オクタポール RF ピーク	750
	リファレンス質量
リファレンス質量有効	有効

表 65 2D (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
ボトル A リファレンス ネブライザーを使用	True
リファレンス ネブライザー	0 psig
	自動リキャリブレーション
平均スキャン	1
検出ウィンドウ（ppm）	100 ppm
最小高さ	1000 カウント
	リファレンス質量
	ポジティブ
	121.05087300
	922.00979800
	クロマトグラム
	クロマトタイプラベル、オフセットの Y 軸範囲
	TIC TIC 1510000000
	TIC TIC 1510000000
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし

1 デュアル AJS ESI 以外のイオン源については、流量の調整が必要な場合があります

表 66 2D シングル四重極 (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
ESI イオン源パラメータ	ハイエンドの MS パラメータと同様
ピーク幅	0.06 min

表 66 ^{2}D シングル四重極 (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
SCAN	m/z 100 – 500 ポジティブモード
ドウェルタイム	200 ms

1 2D-LC データメディアからメソッド［**High-Resolution Checkout**］を読み込み、ご使用のマルチハートカット コンフィグレーション向けに設定を変更します。
2 2D-LC スターターサンプル × 1 2 mL (5190-6895)を使用してメソッドを実行します（メタノール/水（20/80；v/v、0.1 % のギ酸を含む）で 1:10（UV チェックアウト用）、1:100（LCMS チェックアウト用）、または 1:1000（LCMS チェックアウト用）に希釈します）。
3 必要に応じて、続けてメソッドを編集または最適化します。

コンプリヘンシブ（LCxLC）のチェックアウト手順の実行

さまざまなハードウェア構成でチェックアウトが可能です。60ページ表6 を参照してください。オプションの一部を紹介しています。例として、ここでは504ページ表54 を使用します。

特に LC/MS アプリケーションで、コンプリヘンシブモードで最適な感度を実現するために、通常、マススペクトロメータの前で LC フローをスプリットします。

以下のパラメータは、この標準構成用に最適化されています。パラメータはご使用のシステムと多少異なる場合があります。測定を実行し、結果からご使用のセットアップに合わせてメソッドを編集または最適化します。

表 67 MS パッシブスプリッターの設定例（比 1:2）

説明（PN）	用途
TEE、ST、1/16 インチ、低デッドボリューム (0100-0969)	T ピース
SS キャピラリー 340x0.12 ps-ns (5067-4659)	^{2}D 検出器を T ピースに接続

表 67 MS パッシブスプリッターの設定例（比 1:2）

説明（PN）	用途
キャピラリー ST 0.075 mm x 500 mm、ロングソケット (5500-1205)	LCMS イオン源の注入口を T ピースの反対の端に接続
キャピラリー ST 0.075 mm x 250 mm、ロングソケット (5500-1206)	T ピースの残りの接続は廃液キャピラリーとして使用

表 68 コンプリヘンシブ 2D-LC の 1D（HPLC）における推奨条件

パラメータ	値
	^{1}D カラムコンパートメント（MCT）
カラム	RRHD SB-C18、2.1x 100 mm, 1.8 µm、 120 MPa (858700-902)
カラム温度	40 °C
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし
	^{1}D ポンプ
移動相 A	水＋0.2 % ギ酸
移動相 B	メタノール
流量	0.1 mL/min
ストップタイム	40 min
ポストタイム	10 min
移動相のグラジエント：	40 % B 0.00 min
	60 % B 34 min
	90 % B 34.5 min
	オートサンプラ
注入量	2 µL（標準 LC） 0.5 µL ポジティブモード（LCMS）
ニードル洗浄	フラッシュポート、10 秒、アセトニトリル/水（50/50）
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし

表 68 コンプリヘンシブ 2D-LC の 1D（HPLC）における推奨条件

パラメータ	値
	^{1}D 検出器（DAD）
ダイオードアレイ検出器シグナル A	254 nm、バンド幅 4 nm
リファレンス波長	360 nm
リファレンスバンド幅	100 nm
ピーク幅	20 Hz
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし

表 69 コンプリヘンシブ 2D-LC の 2D（HPLC）における推奨条件

パラメータ	値
	2D-LC バルブ
	MHC（40 µl のサンプル、トランスファーキャピラリーを使用、ASM ファクタなし）
	^{2}D カラムコンパートメント（MCT）
カラム	RRHD Eclipse Plus C18、3.0x 50 mm、 1.8 µm (959757-302)
カラム温度	40 °C
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし
	^{2}D ポンプ
	コンプリヘンシブ
移動相 A	水＋0.2 % ギ酸
移動相 B	アセトニトリル
流量	2.5 mL/min

表 69　コンプリヘンシブ 2D-LC の 2D（HPLC）における推奨条件

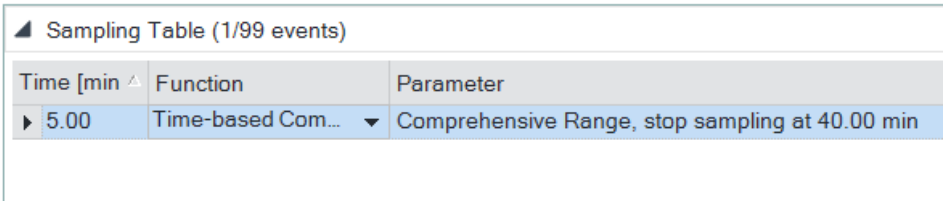
パラメータ	値	
待機流量	使用しない	
ストップタイム	約 43 min（2D のピークが検出されない場合、自動延長無し）	
ポストタイム	6 min	
サンプリングテーブル	開始 5 min、終了 40 min	
		
	図 284　コンプリヘンシブ	
2D グラジエント：	分析 0.2 min、平衡化 0.15 min	
	分析グラジエント -	シフトグラジエント シフト 1D：
	25 % B 0.00 min	25 % B 5 min 50 % B 40 min
	50 % B 0.2 min	50 % B 5 min 75 % B40 min
	^{2}D 検出器（DAD）	
ダイオードアレイ	254 nm、バンド幅 4 nm	
リファレンス波長	360 nm	
リファレンスバンド幅	100 nm	
ピーク幅	80 Hz	
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし	

表 70 ^{2}D (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
イオン源	大気圧エレクトロスプレー（デュアル AJS ESI）
イオンモード	デュアル AJS ESI
イオン極性	ポジティブ
ストレージモード	両方またはセントロイド（推奨）
LCMS ストリーム	MS
測定モード	測定モード MS1、範囲 50～500（m/z）、スキャン速度（スペクトル/秒） 3
機器パラメータ	**イオン源パラメータ**
ガス温度	250 °C
ガス流量	11 L/min
ネブライザー	40 psig
シースガス温度	350 °C
シースガス流量	12 L/min
スキャンセグメント	1
	スキャンイオン源パラメータ
Vcap	3500 V
ノズル電圧	300 V
フラグメンター	120
スキマー 1	45
オクタポール RF ピーク	750
	リファレンス質量
高流量による LC/MS の問題を回避するためには、二次元目のカラムからの流出液をスプリットする必要があります。推奨されるスプリット比は 1:2 です	

表 70 ^{2}D (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
リファレンス質量有効	有効
ボトル A リファレンスネブライザーを使用	True
リファレンスネブライザー	0 psig
	自動リキャリブレーション
平均スキャン	1
検出ウィンドウ（ppm）	100 ppm
最小高さ	1000 カウント
	リファレンス質量
	ポジティブ
	121.05087300
	922.00979800
	クロマトグラム
	クロマトタイプラベル、オフセットの Y 軸範囲
	TIC TIC 1510000000
	TIC TIC 1510000000
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし
高流量による LC/MS の問題を回避するためには、二次元目のカラムからの流出液をスプリットする必要があります。推奨されるスプリット比は 1:2 です	

表 71 ^{2}D シングル四重極 (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
ESI イオン源パラメータ	ハイエンドの MS パラメータと同様
ピーク幅	0.06 min
SCAN	m/z 100 – 500 ポジティブモード
ドウェルタイム	200 ms

1 2D-LC データメディアからメソッド［**Comprehensive Checkout**］を読み込み、ご使用の［**コンプリヘンシブ**］コンフィグレーション向けに設定を変更します。
2 2D-LC スターターサンプル × 1 2 mL (5190-6895)を使用してメソッドを実行します（メタノール/水（20/80；v/v、0.1 % のギ酸を含む）で 1:10（UV チェックアウト用）、1:100（LCMS チェックアウト用）、または 1:1000（LCMS チェックアウト用）に希釈します）。
3 必要に応じて、続けてメソッドを編集または最適化します。

ASM マルチハートカット（MHC）のチェックアウト手順の実行

さまざまなハードウェア構成でチェックアウトが可能です。60ページ表6 を参照してください。オプションの一部を紹介しています。例として、ここでは504ページ表54 を使用します。

以下のパラメータは、この標準構成用に最適化されています。パラメータはご使用のシステムと多少異なる場合があります。測定を実行し、結果からご使用のセットアップに合わせてメソッドを編集または最適化します。

表 72 1D（HPLC）、ASM/MHC における推奨条件

パラメータ	値
	^{1}D カラムコンパートメント（MCT）
カラム	RRHD SB-C18、2.1x 100 mm, 1.8 µm、 120 MPa (858700-902)
カラム温度	40 °C

表 72 1D（HPLC）、ASM/MHC における推奨条件

パラメータ	値
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし
	^{1}D ポンプ
移動相 A	水＋0.2 % ギ酸
移動相 B	メタノール
流量	0.6 mL/min
ストップタイム	40 min
ポストタイム	6 min
移動相のグラジエント：	45 % B 0.00 min
	54 % B 6.00 min
	80 % B 7.00 min
	オートサンプラ
注入量	2 µL（標準 LC） 0.5 µL ポジティブモード（LCMS）
ニードル洗浄	フラッシュポート、10 秒、アセトニトリル/水（50/50）
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし
	^{1}D 検出器（DAD）
ダイオードアレイ検出器シグナル A	254 nm、バンド幅 4 nm
リファレンス波長	360 nm
リファレンスバンド幅	100 nm
ピーク幅	20 Hz
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし

表 73 ASM MHC 2D-LC の 2D（HPLC）における推奨条件

パラメータ	値
	2D-LC バルブ
	MHC（40 µl のサンプル、トランスファーキャピラリー、ASM ファクタ 3）
	^{2}D カラムコンパートメント（MCT）
カラム	RRHD Bonus-RP、2.1x 50 mm, 1.8 µm、 120 MPa (857768-901)
カラム温度	40 °C
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし
	^{2}D ポンプ
サンプリングテーブル	開始 4.35 min、最低 5 分画必要（タイムベースまたはピークベース）、分画サイズ 4.0
移動相 A	水＋0.2 % ギ酸
移動相 B	アセトニトリル

Sampling Table (9/91 events)

Time [min	Function	Parameter
4.35	Time-based Heart...	MHC 1 x 4 s, LoopFill: >300, Prio: -, Default, Index 0, Factor 1 , Multi-Inject False
6.72	Time-based Heart...	MHC 1 x 4 s, LoopFill: >300, Prio: -, Default, Index 0, Factor 1 , Multi-Inject False
10.32	Time-based Heart...	MHC 1 x 4 s, LoopFill: >300, Prio: -, Default, Index 0, Factor 1 , Multi-Inject False
12.39	Time-based Heart...	MHC 1 x 4 s, LoopFill: >300, Prio: -, Default, Index 0, Factor 1 , Multi-Inject False
12.88	Time-based Heart...	MHC 1 x 4 s, LoopFill: >300, Prio: -, Default, Index 0, Factor 1 , Multi-Inject False
13.75	Time-based Heart...	MHC 1 x 4 s, LoopFill: >300, Prio: -, Default, Index 0, Factor 1 , Multi-Inject False
17.05	Time-based Heart...	MHC 1 x 4 s, LoopFill: >300, Prio: -, Default, Index 0, Factor 1 , Multi-Inject False
18.89	Time-based Heart...	MHC 1 x 4 s, LoopFill: >300, Prio: -, Default, Index 0, Factor 1 , Multi-Inject False
24.11	Time-based Heart...	MHC 1 x 4 s, LoopFill: >300, Prio: -, Default, Index 0, Factor 1 , Multi-Inject False

図 285 タイムベース

Sampling Table (2/98 events)

Time [min	Function	Parameter
3.00	Start Peak-based	MHC 1 x 9 s, Default, Index 0, Exp Time 0 min, RefOnly False, Multi-Inject False
20.00	End Peak-based	

図 286 ピークベース

分画時間（MHC）は、コンフィグレーションや使用するハードウェアによって多少異なります。

表 73 ASM MHC 2D-LC の 2D（HPLC）における推奨条件

パラメータ	値
流量	1.0 mL/min
ストップタイム	約 40 min（2D のピークが検出されない場合、自動延長無し）
ポストタイム	6 min
2D グラジエント	分析 1.50 min、平衡化 0.50 min、サイクルタイム 2.12、ASM オンおよび ASM ファクタ 3
	分析グラジエント - シフトグラジエント シフト 1D：
	3 % B 0.00 min 3 % B 0.37 min 10 % B 0.38 min 30 % B 6 min 60 % B 1.62
	^{2}D 検出器（DAD）
ダイオードアレイ	254 nm、バンド幅 4 nm
リファレンス波長	360 nm
リファレンスバンド幅	100 nm
ピーク幅	80 Hz
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし

表 74 ^{2}D (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
イオン源	大気圧エレクトロスプレー（デュアル AJS ESI）[1]
イオンモード	デュアル AJS ESI
イオン極性	ポジティブ
ストレージモード	両方またはセントロイド（推奨）

表 74 ^{2}D (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
LCMS ストリーム	MS
測定モード	測定モード MS1、範囲 50～500（m/z）、スキャン速度（スペクトル/秒） 3
機器パラメータ	**イオン源パラメータ**
ガス温度	250 °C
ガス流量	11 L/min
ネブライザー	40 psig
シースガス温度	350 °C
シースガス流量	12 L/min
スキャンセグメント	1
	スキャンイオン源パラメータ
Vcap	3500 V
ノズル電圧	300 V
フラグメンター	120
スキマー 1	45
オクタポール RF ピーク	750
	リファレンス質量
リファレンス質量有効	有効
ボトル A リファレンスネブライザーを使用	True
リファレンスネブライザー	0 psig
	自動リキャリブレーション

表 74 2D (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
平均スキャン	1
検出ウィンドウ（ppm）	100 ppm
最小高さ	1000 カウント
	リファレンス質量
	ポジティブ
	121.05087300
	922.00979800
	クロマトグラム
	クロマトタイプラベル、オフセットの Y 軸範囲
	TIC TIC 1510000000
	TIC TIC 1510000000
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし

1 デュアル AJS ESI 以外のイオン源については、流量の調整が必要な場合があります

表 75 2D シングル四重極 (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
ESI イオン源パラメータ	ハイエンドの MS パラメータと同様
ピーク幅	0.06 min
SCAN	m/z 100 – 500 ポジティブモード
ドウェルタイム	200 ms

注記

ASM スプリット比の調整

メソッドのASMスプリット比を最適化して、最高の分離度（高い希釈率）、または最小のサイクルタイム（低い希釈率）を実現するために、さまざまなASM キャピラリーが用意されています。

チェックアウトメソッドでは ASM ファクタ 3 を使用します。44 ページの「ASM ファクタについて」 を参照してください。

1 2D-LC データメディアからメソッド［**ASM Multiple Heart-Cutting Checkout**］を読み込み、ご使用のマルチハートカット コンフィグレーション向けに設定を変更します。

2 2D-LC スターターサンプル × 1 2 mL (5190-6895)を使用してメソッドを実行します（メタノール/水（20/80；v/v、0.1 % のギ酸を含む）で 1:10（UV チェックアウト用）、1:100（LCMS チェックアウト用）、または 1:1000（LCMS チェックアウト用）に希釈します）。

3 必要に応じて、続けてメソッドを編集または最適化します。

ASM コンプリヘンシブ（ASM オフ）のチェックアウト手順の実行

さまざまなハードウェア構成でチェックアウトが可能です。60ページ表6 を参照してください。オプションの一部を紹介しています。例として、ここでは504ページ表54 を使用します。

特に LC/MS アプリケーションで、コンプリヘンシブモードで最適な感度を実現するために、通常、マススペクトロメータの前で LC フローをスプリットします。以下のパラメータは、この標準構成用に最適化されています。パラメータはご使用のシステムと多少異なる場合があります。［**ASM オフ**］で測定を実行し、結果からご使用のセットアップに合わせてメソッドを編集または最適化します。

表 76　MS パッシブスプリッターの設定例（比 1:2）

説明（PN）	用途
TEE、ST、1/16 インチ、低デッドボリューム (0100-0969)	T ピース
SS キャピラリー 340x0.12 ps-ns (5067-4659)	^{2}D 検出器を T ピースに接続

表 76 MS パッシブスプリッターの設定例（比 1:2）

説明（PN）	用途
キャピラリー ST 0.075 mm x 500 mm、ロングソケット (5500-1205)	LCMS イオン源の注入口を T ピースの反対の端に接続
キャピラリー ST 0.075 mm x 250 mm、ロングソケット (5500-1206)	T ピースの残りの接続は廃液キャピラリーとして使用

表 77 1D（HPLC）、ASM コンプリヘンシブにおける推奨条件

パラメータ	値
	^{1}D カラムコンパートメント（MCT）
カラム	RRHD SB-C18、2.1x 100 mm, 1.8 µm、 120 MPa (858700-902)
カラム温度	40 °C
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし
	^{1}D ポンプ
移動相 A	水＋0.2 % ギ酸
移動相 B	メタノール
流量	0.1 mL/min
ストップタイム	40 min
ポストタイム	6 min
移動相のグラジエント：	20 % B 0.00 min
	100 % B 50 min
	80 % B 7.00 min
	オートサンプラ
注入量	2 µL（標準 LC） 0.5 µL ポジティブモード（LCMS）
ニードル洗浄	フラッシュポート、10 秒、アセトニトリル/水（50/50）
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし

表 77 1D（HPLC）、ASM コンプリヘンシブにおける推奨条件

パラメータ	値
	1D 検出器（DAD）
ダイオードアレイ検出器シグナル A	254 nm、バンド幅 4 nm
リファレンス波長	360 nm
リファレンスバンド幅	100 nm
ピーク幅	20 Hz
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし

表 78 ASM コンプリヘンシブ 2D-LC の 2D（HPLC）における推奨条件

パラメータ	値
	2D-LC バルブ
	MHC（40 µl のサンプル、トランスファーキャピラリーを使用、ASM ファクタなし）
	2D カラムコンパートメント（MCT）
カラム	RRHD Eclipse Plus C18、3.0x 50 mm、 1.8 µm (959757-302)
カラム温度	40 °C
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし
	2D ポンプ

表 78　ASM コンプリヘンシブ 2D-LC の 2D（HPLC）における推奨条件

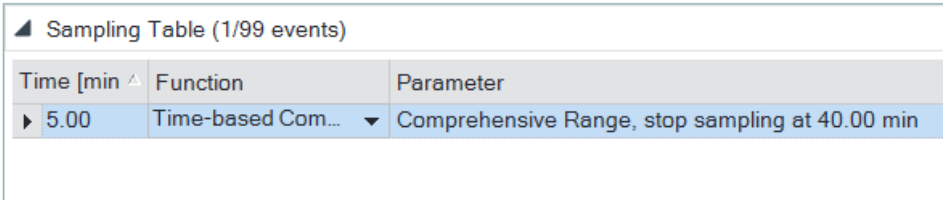
パラメータ	値
	コンプリヘンシブ  **図 287　コンプリヘンシブ**
移動相 A	水＋0.2 % ギ酸
移動相 B	メタノール
流量	2.5 mL/min
ストップタイム	40 min （2D のピークが検出されない場合、自動延長無し）
ポストタイム	6 min
2D グラジエント	分析 0.2 min、平衡化 0.1 min、**ASM オフ**
	分析グラジエント　シフトグラジエント シフト 1D： -
	25 % B 0.00 min　25 % B 5 min 50 % B 40 min 50 % B 0.20 min　50 % B 5 min 75 % B 40 min
	^{2}D 検出器（DAD）
ダイオードアレイ	254 nm、バンド幅 4 nm
リファレンス波長	360 nm
リファレンスバンド幅	100 nm
ピーク幅	80 Hz
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし

表 79 ^{2}D (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
イオン源	大気圧エレクトロスプレー（デュアル AJS ESI）
イオンモード	デュアル AJS ESI
イオン極性	ポジティブ
ストレージモード	両方またはセントロイド（推奨）
LCMS ストリーム	MS
測定モード	測定モード MS1、範囲 50～500（m/z）、スキャン速度（スペクトル/秒） 3
機器パラメータ	**イオン源パラメータ**
ガス温度	250 °C
ガス流量	11 L/min
ネブライザー	40 psig
シースガス温度	350 °C
シースガス流量	12 L/min
スキャンセグメント	1
	スキャンイオン源パラメータ
Vcap	3500 V
ノズル電圧	300 V
フラグメンター	120
スキマー 1	45
オクタポール RF ピーク	750
	リファレンス質量
高流量による LC/MS の問題を回避するためには、二次元目のカラムからの流出液をスプリットする必要があります。推奨されるスプリット比は 1:2 です	

表 79 ^{2}D (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
リファレンス質量有効	有効
ボトル A リファレンスネブライザーを使用	True
リファレンスネブライザー	0 psig
	自動リキャリブレーション
平均スキャン	1
検出ウィンドウ（ppm）	100 ppm
最小高さ	1000 カウント
	リファレンス質量
	ポジティブ
	121.05087300
	922.00979800
	クロマトグラム
	クロマトタイプラベル、オフセットの Y 軸範囲
	TIC TIC 1510000000
	TIC TIC 1510000000
ストップタイム	ポンプと同期/制限なし
高流量による LC/MS の問題を回避するためには、二次元目のカラムからの流出液をスプリットする必要があります。推奨されるスプリット比は 1:2 です	

表 80 ^{2}D シングル四重極 (LCMS) の推奨条件

パラメータ	値
ESI イオン源パラメータ	ハイエンドの MS パラメータと同様
ピーク幅	0.06 min
SCAN	m/z 100 – 500 ポジティブモード
ドウェルタイム	200 ms

注記

切り替えサイクルが多いとバルブの摩耗が著しく増加するため、コンプリヘンシブアプリケーションでは ASM を有効にすることはお勧めできません。

1 2D-LC データメディアからメソッド［**ASM Comprehensive Checkout**］を読み込み、ご使用のコンフィグレーション向けに設定を変更します。
2 2D-LC スターターサンプル × 1 2 mL (5190-6895)を使用してメソッドを実行します（メタノール/水（20/80；v/v、0.1 % のギ酸を含む）で 1:10（UV チェックアウト用）、1:100（LCMS チェックアウト用）、または 1:1000（LCMS チェックアウト用）に希釈します）。
3 必要に応じて、続けてメソッドを編集または最適化します。

16 付録

一般的な安全性に関する情報 544
一般的な安全性に関する情報 544
安全規格 544
全般 544
電源投入前 545
機器の接地 545
爆発性雰囲気内で使用しないでください 545
機器のカバーを取り外さないでください 546
機器を改造しないでください 546
損傷した場合 546
溶媒 547
安全上の記号 548
電気電子機器廃棄物（WEEE）指令 550
無線妨害 551
騒音レベル 552
キャピラリー コーディングガイド 553
キャピラリーの説明と仕様 553
カラーコード一覧 555
OpenLab 用 2D-LC Method Import プラグイン 556
前提条件 556
OpenLab 用 2D-LC Method Import プラグイン 556
2D-LC Method Import プラグインの機能 556
互換性一覧 556
2D-LC Method Import プラグインのインストール 558
2D-LC ChemStation 測定メソッドのインポート 559
溶媒について 562
その他の情報 563
アジレント・テクノロジーのウェブサイト 564

この章では、安全性、法令、Web に関する追加情報を提供します。

一般的な安全性に関する情報

一般的な安全性に関する情報

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 は免責とさせて頂きます。

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。

全般

メーカーによって指定されている方法以外で本製品を使用しないでください。メーカー指定の方法以外で使用すると、機器の安全保護機能が損なわれるおそれがあります。

電源投入前

警告

電圧、周波数、または配線に誤りがあると、

人身への危害や機器の破損が生じる恐れがあります

- ✓ 電源の電圧範囲および周波数が、個々の機器の電源仕様を満たしていることを確認してください。
- ✓ 安全規格やEMC規格に適合し、正常に動作することを確実にするため、必ずアジレント製のケーブルを使用してください。
- ✓ 電源を供給する前に、ユニットのコネクタをすべて接続してください。

注記

機器の外部マーキングは、548 ページの「安全上の記号」 で説明されています。

機器の接地

警告

電気的接地の欠如

感電

- ✓ 機器の電源プラグにアース線が付いている場合は、感電を防ぐために、機器の筐体とカバーを接地する必要があります。
- ✓ 必ず、アース線をコンセントのアース端子にしっかり差し込んでください。アース線が途切れていたり、アース端子に接続していないと、感電する可能性があります。

爆発性雰囲気内で使用しないでください

警告

可燃性のガスや煙の存在

爆発の危険

- ✓ 本機器を可燃性のガスや煙のある場所で使用しないください。

機器のカバーを取り外さないでください

警告

機器のカバーが外れている

感電

- ✓ **機器のカバーを取り外さないでください**
- ✓ **カバーの取り外しは、Agilent Technologies の承認を受けた技術者だけが行ってください。機器のカバーを取り外す前に、必ず、電源ケーブル、および他の外付けケーブルをすべて抜いてください。**

機器を改造しないでください

本機器に別の部品を装着したり、許可なく改造したりしないでください。安全保護機能が損なわれないように、機器の点検と修理は、必ず、Agilent Technologies の販売店またはサービス店に依頼してください。

損傷した場合

警告

モジュールの損傷

身体の損傷（感電、中毒など）

- ✓ **万一、機器が故障または破損した場合は、適切な技術者によって修理されるまで、機器が許可なく使用されることのないように、安全な場所に保管してください。**

溶媒

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、製造者が提供する物質の取り扱いおよび安全データシート（MSDS）に記載された適切な安全手順（保護メガネ、安全手袋、および防護服の着用など）に従ってください。**
- ✓ **自然発火温度が 200 °C（392 °F）未満の溶媒は使用しないでください。沸点が 56 °C（133 °F）未満の溶媒は使用しないでください。**
- ✓ **蒸気が高濃度にならないようにしてください。使用する溶媒の沸点を 40 °C（72 °F）以上下回るように溶媒の温度を保ってください。サンプルコンパートメント内の溶媒温度にも注意してください。メタノール溶媒とエタノール溶媒については、沸点を 25 °C（45 °F）以上下回るように溶媒温度を保ってください。**
- ✓ **爆発性雰囲気内で機器を使用しないでください。**
- ✓ **IEC 60079-20-1 による発火クラス IIC の溶媒は使用しないでください（二硫化炭素など）。**
- ✓ **サンプルの量は分析に最低限必要な量にしてください。**
- ✓ **溶媒キャビネットの溶媒が最大許容量（8 L）を超えないようにしてください。溶媒キャビネットの使用ガイドラインで指定された最大許容量を超えるボトルは使用しないでください。**
- ✓ **廃液コンテナを接地してください。**
- ✓ **廃液ボトルの液量を定期的に確認してください。廃液ボトルの空き容量が廃液を回収するのに十分であることを確認してください。**
- ✓ **最大限の安全性を確保するため、チューブが正しく取り付けられているか定期的に確認してください。**

注記

詳細については、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。溶媒キャビネットには、ガイドラインの印刷版が付属しています。電子版は Agilent 情報センターまたはインターネット経由で入手できます。

安全上の記号

表 81 記号

	危害のリスクからオペレータを保護するため、また機器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、機器にこの記号が付けられます。
	高電圧で危険なことを示します。
	保護接地端子を示します。
	表面が高温の場合に、機器にこの記号が付けられます。加熱されている場合はユーザーはその場所に触れないでください。
	サンプルクーラーユニットは、蒸気圧縮冷蔵システムとして設計されています。京都議定書に指定されている、フッ素化温室効果ガス（冷媒）が含まれています。 冷媒、電荷容量、二酸化炭素換算値（CDE）、および地球温暖化係数（GWP）の仕様については、機器ラベルをご覧ください。
	可燃物 可燃性の冷媒を使用しているサンプルサーモスタットについては、機器の設置前やメンテナンス前に必ず Agilent Information Center/ユーザーマニュアルをお読みください。すべての安全上の注意事項を遵守してください。
	製造された製品が、該当するすべての欧州共同体による指令に準拠していることを示します。欧州の適合性宣言は、以下のウェブサイトで閲覧することができます。 http://regulations.corporate.agilent.com/DoC/search.htm
	製造日を示します。
	電源のオン/オフを示します。 電源スイッチがオフになっている場合でも、機器は主電源から完全には切断されていません。

表 81 記号

	ペースメーカー 磁石は、ペースメーカーや埋め込み型心臓除細動器の機能に影響を与える可能性があります。 ペースメーカーが、テストモードに切り替わり、疾病の原因になることがあります。心臓除細動器が作動を停止する場合があります。これらのデバイスを装着している場合は、磁石から少なくとも 55 mm 離れてください。周囲にこれらのデバイスを装着している方がいれば、磁石に近づきすぎないよう注意を促してください。
	磁場 磁石は、広範囲にわたり強力な磁場を生成します。磁石は、テレビ、ノートパソコン、コンピュータのハードドライブ、クレジットカード、ATM カード、データ記録メディア、機械式時計、補聴器、スピーカーなどに損傷を与える場合があります。強力な磁場によって損傷を受ける可能性があるデバイスや物体は、磁石から少なくとも 25 mm 離してください。
	挟まれたり押しつぶされたりする危険性があることを示します。
	刺さって穴が開いたり切断されたりする危険性があることを示します。

警告

警告

人身への傷害または死亡に至るおそれのある状況を警告します。

✓ **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まないでください。**

注意

注意

データの損失や機器の破損に至るおそれのある状況を警告します。

✓ **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まないでください。**

電気電子機器廃棄物（WEEE）指令

本製品は、欧州の WEEE 指令に準拠しており、要件が表示されています。製品の警告ラベルには、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。



注記

家庭用廃棄物として捨てることはできません。

製品が不要になった場合は、最寄りのアジレント営業所にお問い合わせいただくか、アジレントのホームページ（**https://www.agilent.com**）で詳細をご確認ください。

無線妨害

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

テストと測定

選別していない機器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したりする場合、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

音圧

DIN EN ISO 7779 準拠音圧 Lp <70 db(A)

Schalldruckpegel

Schalldruckpegel Lp <70 db(A) nach DIN EN ISO 7779

キャピラリー コーディングガイド

キャピラリーの説明と仕様

下表は、キャピラリーの正確な仕様を確認するための指標です。すべてのキャピラリーについて、寸法は、内径（mm）、長さ（mm）、該当する場合は容量（µL）で示されています。キャピラリーを受け取ると、これらの凡例がパッケージに印刷されています。

ガイドの使用方法：このフィッティングは、Swagelok、PEEK、手締めの場合は、SPF としてコード化されています。

表 82　キャピラリー コーディングガイド

タイプ **タイプは、ループや接続キャピラリーなど、主要機能に関するいくつかの指標を提供します。**		**材質** **材質は、使用されている原材料を表します。**		**フィッティング左/フィッティング右** **フィッティング左/フィッティング右は、キャピラリーの両端に使用するフィッティングを示します。**	
キー	**説明**	**キー**	**説明**	**キー**	**説明**
キャピラリー	接続キャピラリー	ST	ステンレススチール	W	Swagelok＋内径 0.8 mm ポート
ループ	ループキャピラリー	Ti	チタン	S	Swagelok＋内径 1.6 mm ポート
シート	オートサンプラニードルシート	PK	PEEK	M	Metric M4＋内径 0.8 mm ポート
チューブ	チューブ	FS/PK	PEEK 被覆フューズドシリカ[1]	E	Metric M3＋内径 1.6 mm ポート
熱交換器	熱交換器	PK/ST	ステンレス被覆 PEEK[2]	U	Swagelok ユニオン
		PFFE	PTFE	L	ロング

表 82 キャピラリー コーディングガイド

タイプ タイプは、ループや接続キャピラリーなど、主要機能に関するいくつかの指標を提供します。		材質 材質は、使用されている原材料を表します。		フィッティング左/フィッティング右 フィッティング左/フィッティング右は、キャピラリーの両端に使用するフィッティングを示します。	
キー	**説明**	**キー**	**説明**	**キー**	**説明**
		FS	フューズドシリカ	X	エキストラロング
		MP35N	ニッケル-コバルト-クロム-モリブデン合金	H	ロングヘッド
				G	スモールヘッド SW 4
				N	スモールヘッド SW 5
				F	フィンガータイト（手締め）
				V	120 MPa
				B	バイオ
				P	PEEK
				I	中間

1 接液部のフューズドシリカ

2 ステンレス被覆 PEEK

カラーコード一覧

キャピラリーの色で、キャピラリーの内径がわかります。

表 83　Agilent キャピラリーチューブのカラーコード

内径（mm）		カラーコード
0.015		オレンジ
0.025		黄色
0.05		ベージュ
0.075		黒
0.075	MP35N 	黒にオレンジのストライプ
0.1		紫
0.12		赤
0.12	MP35N 	赤にオレンジのストライプ
0.17		緑
0.17	MP35N 	緑にオレンジのストライプ
0.20/0.25		青
0.20/0.25	MP35N 	青にオレンジのストライプ
0.3		灰色
0.50		白

ヒント

低容量で高効率のカラムを使用する際には、従来の HPLC 機器用の内径の太いチューブではなく、内径の細いチューブを使用する必要があります。

OpenLab 用 2D-LC Method Import プラグイン

前提条件

- 2D-LC Software for OpenLab CDS を PC に インストールします（最小バージョン要件：2D-LC Software for OpenLab CDS 1.1 および OpenLab CDS 2.7）。
- 2D-LC システムを接続して、ソフトウェアで設定します。本ユーザーガイドのインストールの章を参照してください。
- 2D-LC ChemStation データのバックアップコピーを保存し、OpenLab CDS 2.7 がインストールされているコンピューターにデータを転送します。

OpenLab 用 2D-LC Method Import プラグイン

プラグインは、2D-LC ソフトウェアのインストールメディアにあります。

不具合の修正については、\OpenLab\Docs\EN フォルダーにある『Software Status Bulletin (SSB)』（ソフトウェアステータス情報）および『Software Release Bulletin (SRB)』（ソフトウェアリリース情報）を参照してください。

2D-LC Method Import プラグインの機能

- Method Import プラグインを使用することにより、シームレスなメソッド転送が可能です。
- 機器のメソッドを OpenLab CDS プラットフォームに短時間で転送できます。

互換性一覧

互換性一覧では、インストールおよび実行要件となる、ハードウェア、ファームウェア、オペレーティングシステムに関する情報を提供します。機器のモデルおよびハードウェアが OpenLab CDS のハードウェア/ソフトウェアバー

ジョンの要件を満たしていることを確認してください。インストールメディアに収録されているドキュメントを確認してください。

サポートされるオペレーティングシステム

以下のオペレーティングシステムがサポートされています。

- Windows 10 (32-bit/64-bit)
- Windows 11 (64-bit)

サポートされる LC & CE Drivers

このバージョンの Agilent 2D-LC ソフトウェアは、以下でサポートされています。

- LC/CE ドライバー Rev. 3.5

Agilent LC/CE ドライバーは、Windows のデフォルトのフォントサイズに合わせて最適化されています（100 %）。フォントサイズを大きくすると、ウィンドウサイズを大きくする必要があったり、文字欠けが発生する場合があります。

サポートされるクロマトグラフィデータシステム

以下の OpenLab CDS と Agilent 2D-LC ソフトウェアの組み合わせがサポートされています。

表 84　サポートされるクロマトグラフィデータシステム

クロマトグラフィデータシステム	バージョン
OpenLab CDS	2.7
2D-LC ソフトウェア	1.1

推奨ファームウェア

2D-LC ソフトウェアバージョン 1.1 では、以下のファームウェアリビジョンを使用してください。

表 85 推奨ファームウェア

機器	推奨ファームウェア
Agilent 1100 シリーズ、1200 シリーズ、1200 Infinity	A.07.01 以上
Agilent 1200 シリーズ、1200 Infinity、1120 Compact LC	B.07.35 以上
Agilent 1200 Infinity ホストモジュール	C.07.30 以上
Agilent 1260/1290 Infinity II モジュール	D.07.35 以上

注記

新しいモジュールだけでなく（たとえば、新しい検出機能を使用するためにフラクションコレクタだけを更新するなど）、スタック内のすべてのモジュールに対して A/B/C/D.07.01 セットのファームウェアの更新が必要です。

ファームウェアの互換性

互換性のあるリビジョンより古いバージョン番号のファームウェアが必要な場合でも、この新しいファームウェアは以前のファームウェアバージョンと 100 % 下位互換性があります。このため、CDS に影響することはありません。ファームウェアの更新に対して、LC モジュールまたはシステムの再適格性評価は不要です。ファームウェアのリリースに関するドキュメント（**https://www.agilent.com** から入手可能）内にある弊社のファームウェア互換性に関する項目を参照してください。

注記

詳細については、LC/CE ドライバーおよび CDS の対応するリリースノートを参照してください。

2D-LC Method Import プラグインのインストール

1 2D-LC Software for OpenLab CDS のデータメディアの \OpenLab\Method-Import フォルダーを開きます。

2 Install フォルダーにある **Agilent2D-LCMethodImportPlugInForOpenLab.msi** をダブルクリックします。

3 ライセンス契約の条項に同意し、**［インストール］**をクリックし、ソフトウェアのインストール手順の説明に従います。

4 インストールを完了させるには、［**完了**］をクリックします。

スタート > **設定** > **アプリ** > **アプリと機能** を選択すると、新しくインストールされたアプリケーションに関する情報が表示されます。

2D-LC ChemStation 測定メソッドのインポート

1 インポートする ChemStation の測定メソッドが以下のいずれかの方法で利用できることを確認します。

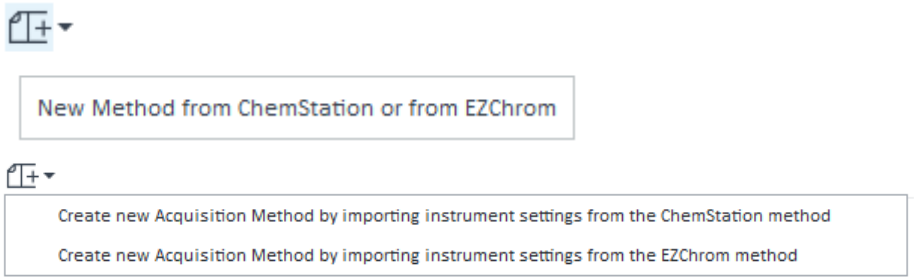
- ChemStation からメソッドファイルをコピーした USB ドライブ
- OpenLab CDS がインストールされているコンピューターのファイルシステム内のフォルダー

2 OpenLab CDS コントロールパネルで、2D-LC 機器をコンフィグレーションします。すべての測定パラメータを確実に移行するためには、コンフィグレーションが元の ChemStation の機器コンフィグレーションと完全に一致していることを確認します。一致しない場合は、OpenLab CDS は、測定メソッドを現在の機器コンフィグレーションに合わせて変更します。詳細については、オンラインヘルプの「メソッド変換の動作について」を参照してください。

3 コントロールパネルから機器を起動します。

4 OpenLab CDS の測定画面に移動します。

5 左上にある［**ファイル**］タブ、または測定メソッドウィンドウのアイコンから直接メソッドをインポートします。



6 ［**ChemStation メソッドから新規メソッド作成**］を選択します。

7 ［**ディレクトリの選択**］ダイアログボックスが表示されたら、メソッドが保存されている USB ドライブまたはコンピューターのファイルシステムに移動し、インポートするメソッドファイル（**.M**）を開きます。

ファイルがインポートされます。

注記 OpenLab CDS の機器のコンフィグレーションが ChemStation と異なる場合は、メソッド変換が開始されるので、必要な選択を行ってください。ChemStation メソッドのインポートおよびメソッド変換方法に関しては、オンラインヘルプを参照してください。

注記 転送したパラメータが 1 つでも無効な場合は、ターゲットシステムのすべてのパラメータがデフォルト値に設定されます。

注記 560 ページの「メソッドの移行に関する制限と必須のマニュアル操作」 に記載されている場合は、パラメータは OpenLab CDS に完全に転送されません。いずれの場合でも、常にメソッドパラメータをレビューするようにしてください。移行したメソッドで分析を行い、一致する結果が得られることを確認してください。

注記 すべての警告情報は、アクティビティログに記録されます。

メソッドの移行に関する制限と必須のマニュアル操作

新しい OpenLab CDS プラットフォーム用と ChemStation 用の 2D-LC ソフトウェアでは、ユーザーが認識しておく必要のある機能の違いがいくつかあります。分析時間の延長など、新しいプラットフォームではサポートされていない機能は転送できません。

このセクションでは、このような重大な違いを説明します:

- 上述のように、新しいシステムとそのコンフィグレーションは、元のシステムと一致している必要があります。ChemStation の機器と一致するモジュールがない場合は、デフォルトのメソッドパラメータが OpenLab のドライバーに設定されます。メソッド変換エラーや警告に注意して、移行したメソッドをレビューします。ログブック/アクティビティログをチェックし、エラー、警告、およびメソッド移行に関するヒントを確認してください。
- OpenLab CDS では、**分析時間の延長**はサポートされていません。

  ChemStation で作成されたピークベースのメソッドでは、貯留されたすべての分画を分析するために、必要に応じて分析時間が自動的に延長されます。OpenLab CDS では、移行したピークベースのメソッドの分析時間を、計算して設定する必要があります。たとえば、リファレンス測定に基づいて分析時間を推定することによって、この計算を行います。

  タイムベースのメソッドの場合、OpenLab CDS は分析時間を確認し、計算することができます。

- **フラッシュグラジエント**：ChemStation では、フラッシュグラジエントの所要時間は、^{2}D カラム容量の関数として設定できます。この情報は OpenLab CDS では利用できないため、^{2}D カラムのフラッシュ/平衡化に十分な時間を、所要時間として手動で設定する必要があります。

  分析グラジエントの初期溶媒組成を、フラッシュグラジエントの初期溶媒組成として設定します。

  ユーザーにて、溶媒組成も確認する必要があります。
- **シフトグラジエント**：シフトグラジエントの定義および挙動が異なります。OpenLab CDS では、上側と下側の開始点が時間ゼロ（0）として関連付けられます。このため、メソッドを移行した場合、組成はそのままで、最初のシフトグラジエントの開始時間が Time ＝ 0 に設定されます。この自動設定ではスロープが変更されるため、移行後に、シフトグラジエントを検証することをお勧めします。

  シフトグラジエントを移行する前に、次のメッセージが表示されます。**The shifted gradient in this method has been slightly modified for the new 2D-LC software.（新しい 2D-LC ソフトウェアでは、このメソッドのシフトグラジエントが若干変更されています。）Please validate, if method runs give expected results.（メソッドを実行し、期待される結果が得られるかどうかを確認してください。）**
- ChemStation メソッドの MSD 部分を OpenLab CDS にインポートすることはサポートされていません。**MSD メソッド パラメータ**はデフォルト値で初期設定されます。MSD は、OpenLab では二次元目の検出器としてのみ設定可能です。
- **外部溶媒選択バルブ**（ポンプバルブクラスター、PVC）は、^{1}D でのみサポートされています。二次元目で PVC を使用する ChemStation メソッドは、OpenLab CDS ドライバーで ^{2}D ポンプに割り当てることはできません。このため、^{2}D ポンプドライバーにはデフォルトのメソッドパラメータが適用されます。
- **ピーク検出器シグナル**は、デフォルトでシグナル A に設定されます。異なるシグナルを使用する場合は、手動で調整してください。

  ピーク検出器は手動で選択する必要があります。
- **ピークベースのコンプリヘンシブ 2D-LC（LCxLC）**は、OpenLab CDS 用の 2D-LC ソフトウェアでは実行できないため、これらのメソッドは移行できません。

溶媒について

溶媒を使用するときは、次の注意に従ってください。

- 茶色のガラスは藻の繁殖を防ぐことができます。
- 以下の腐食性溶媒は使用しないでください。
  - ハロゲン化アルカリ化合物およびその酸溶液（例、ヨウ化リチウム、塩化カリウムなど）、
  - 特に高温の硫酸や硝酸などの高濃度の無機酸（クロマトグラフィメソッド上可能であれば、ステンレスに対する腐食性の低いリン酸またはリン酸バッファに変更して下さい）。
  - 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。以下はその一例です。

    $2CHCl_3 + O_2 \rightarrow 2COCl_2 + 2HCl$

    乾燥プロセスによって安定剤のアルコールが除去された場合、通常はステンレスを触媒として、乾燥クロロホルムでこの反応が急速に発生します。
  - 過酸化物（THF、ジオキサン、ジイソプロピルエーテルなど）を含む可能性がある、クロマトグラフィグレードのエーテルは、過酸化物を吸着する酸化アルミニウムを使用して濾過してください。
  - 強力なキレート試薬（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。
- ジメチルホルムアミド（DMF）を使用しないでください。ポリフッ化ビニリデン（PVDF）がリークセンサーに使用されていますが、DMF に対する耐性がありません。

その他の情報

その他の情報については、以下をご覧ください。

- ソフトウェア DVD の Documents フォルダー
  - Document Primer 2D-LC 5991-2359EN.pdf では、二次元液体クロマトグラフィの原理、実用化、アプリケーションについて紹介しています。
- ドライバー CD の Documents フォルダー
  - ソフトウェアステータス情報（SSB）

    SSB は定期的に更新されています。最新バージョンについては、以下のウェブサイトをご覧ください。

    https://www.agilent.com/cs/library/support/Patches/SSBs/M84xx.html
  - ソフトウェアリリース情報（SRB）

    SRB は、各リビジョンで修正された問題を SSB から抜粋したリストです。
- ファームウェアおよびファームウェアのドキュメントは、**https://www.agilent.com/en-us/firmwareDownload?whid=69761** からダウンロードできます。
- ソフトウェアのユーザーインターフェイスで［**F1**］を押すと、コンテキストに応じたオンラインヘルプが表示され、詳細を確認できます。
- アプリケーションについては、InfinityLab Application Finder をご覧ください：**https://www.agilent.com/en/promotions/applicationfinder?s=learnmore**
- Agilent のハードウェアおよびソフトウェアについては、以下のアジレントウェブサイトをご覧ください：**http://www.agilent.com**

アジレント・テクノロジーのウェブサイト

製品およびサービスの最新情報については、以下のアジレントウェブサイトをご覧ください。

https://www.agilent.com

本書の内容

マニュアルには以下の項目が含まれます。

- はじめに
- インストール
- コンフィグレーション
- 使用方法
- データ解析
- 安全情報とリファレンス

www.agilent.com

© Agilent Technologies Inc. 2023

エディション : 2023 年 6 月

文書番号: D0034022 Rev. A

Agilent