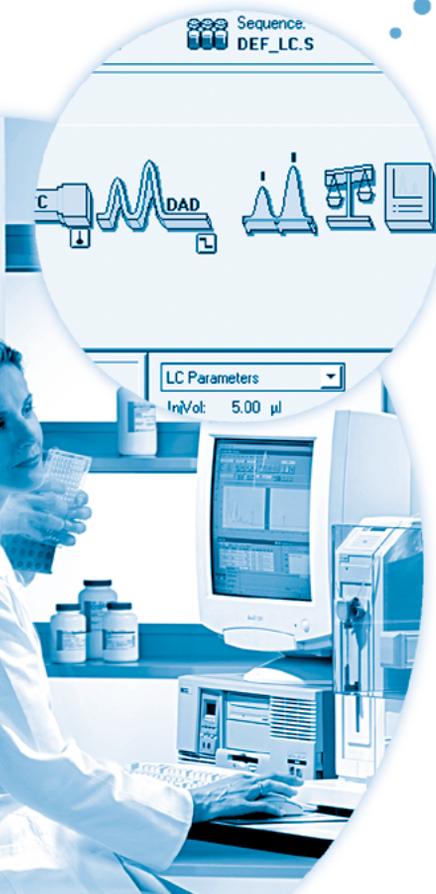


# Agilent LC ケミステーション



始めましょう LC ケミ  
ステーション

# 注意

© Agilent Technologies, Inc

このマニュアルは米国著作権法および国際著作権法によって保護されており、Agilent Technologies, Inc. の書面による事前の許可なく、このマニュアルの一部または全部を電子的な格納と取得、外国語への翻訳などのいかなる方法によっても複製することは禁止されています。

Microsoft® Microsoft Microsoft は Microsoft Corporation の米国登録商標です。

## マニュアル部品番号

G2170-96200

## エディション

6/2003

Printed in Germany

Agilent Technologies, Deutschland GmbH  
Hewlett-Packard-Strasse 8  
76337 Waldbronn

## ソフトウェアリビジョン

本書は、Agilent LC ケミステーションの A.10.xx リビジョンに有効です。ここで、x はソフトウェアのマイナーリビジョンを表す数字で、本書の技術的な正確さに影響するものではありません。

## 告知

Microsoft® および Windows® は Microsoft Corporation の米国登録商標です

## 保証

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

## 技術ライセンス

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

## 安全に関する注意

### 注意

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

### 警告

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

## このガイドについて

この入門用ガイドは、あなたが Agilent ケミステーションを始めて使う際の詳細な手引きを提供します。順を追って章を進めることにより、ケミステーションの基本的操作のすべてを習得し、あなたは自分のサンプルを分析できるようになります。個々の章で特定のタスクを習得することもでき、またそれらのタスクを確認するのにも使用できます。

### 1 システムを平衡化させる

Agilent 1100 システムをケミステーションで操作する最初のステップを演習します。

### 2 メソッドをセットアップしてチェックアウトサンプルを分析する

シングルサンプルを分析してクロマトグラムを得るためのセットアップ方法を習得します。

### 3 シグナルを積分する

良好なクロマトグラムが得られたら、この章で述べる手順に従って、シグナルを読み込み、それを積分します。

### 4 キャリブレーションをセットアップする

一連のデモンストレーションデータファイルを使用して、各種キャリブレーションをセットアップします。

### 5 分析を自動化する

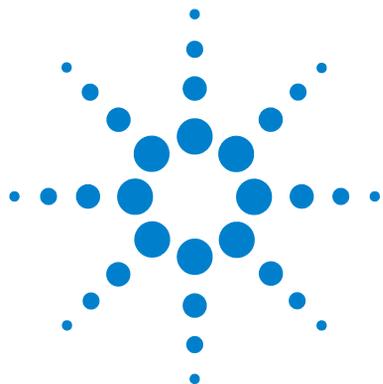
シーケンスをセットアップして分析を自動化するプロセスを習得します。



# 目次

<b>1</b>	<b>システムを平衡化させる</b>	<b>7</b>
	演習を始める前に	7
	ユーザインタフェースをコンフィグレーションする	9
	デフォルトメソッドをロードします	11
	オンラインプロットをコンフィグレーションする	11
	ポンプをパージする	13
	平衡条件をセットする	14
<b>2</b>	<b>メソッドをセットアップしてチェックアウトサンプルを分析する</b>	<b>15</b>
	演習を始める前に	15
	インジェクタをセットアップする	17
	ポンプをセットアップする	18
	カラムサーモスタットをセットアップする	19
	検出器をセットアップする	20
	DAD または MWD の場合	20
	VWD の場合	20
	メソッドを保存する	21
	メソッドを実行する	22
<b>3</b>	<b>シグナルを積分する</b>	<b>23</b>
	シグナルを積分する	24
	イニシャルイベントを変更する	26
	シグナルの選択領域をズームインする	26

	タイムイベントをセットする	27
<b>4</b>	<b>キャリブレーションをセットアップする</b>	<b>29</b>
	シングルレベル ESTD キャリブレーションをセットアップする 未知試料を定量する	30 33
	ESTD キャリブレーションに第 2 レベルと第 3 レベルを追加する 未知試料を定量する	34 35
	キャリブレーションカーブタイプを変更する	36
	レベルのリキャリブレーション	37
	シングルレベル ISTD キャリブレーションのセットアップ	38
<b>5</b>	<b>分析を自動化する</b>	<b>41</b>
	演習を始める前に	41
	シーケンスパラメータをセットアップする	42
	シーケンステーブルのセットアップ	45
	シーケンスを実行する	47



# 1 システムを平衡化させる

この演習では、あなたの Agilent 1100 LC システムを平衡化させる手順について学びます。この演習では、以下のタスクを実行します：

9 ページ「ユーザインタフェースをコンフィグレーションする」

13 ページ「ポンプをパージする」

14 ページ「平衡条件をセットする」

## ノート

以下の演習では Agilent アイソクラティックサンプル、部品番号 01080-68702 を使用した平衡化の手順を記述します。これと異なったサンプルを使う場合は、そのサンプルに合うよう条件を調整します。

## 演習を始める前に

この演習を始める前に、以下のことをご確認ください：

- 演習に使用する Agilent 1100 モジュールは正しく接続されセットアップされている。詳細は、システムに付属するハードウェアマニュアルを参照ください。
- 適当なカラムが取り付けられている。Agilent アイソクラティックサンプルでは、Sorbax Eclipse XDB C-8, 150 mm x 4.6 mm, 5 mm, 部品番号 993967-906 を推奨します。
- すべてのモジュールで電源が On になっている。
- ケミステーションが正しくコンフィグレーションされている。コンフィグレーションエディタおよびケミステーションのオンラインヘルプを参照ください。



## 1 システムを平衡化させる

- 溶媒ボトルが満杯になっている（チャンネル A には水が、チャンネル B にはアセトニトリルが入っている）。

## ユーザインタフェースをコンフィグレーションする

ケミステーションのメソッド&ランコントロール表示 ( 図 1 ) では、装置およびランパラメータを、表示してコントロールできます。

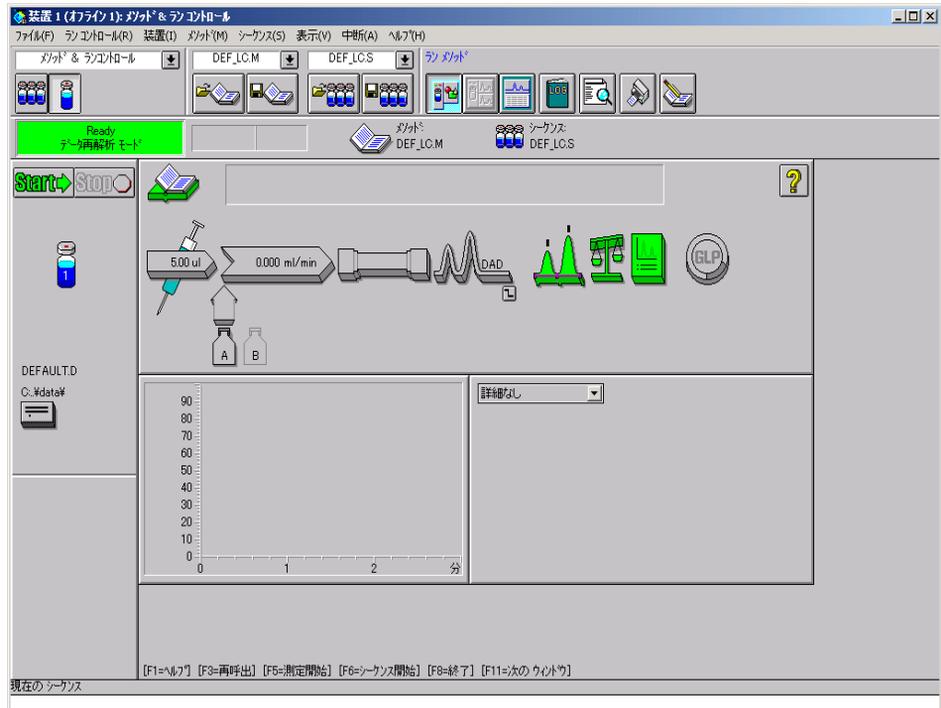


図 1 ケミステーションのメソッド&ランコントロール表示

- もしそうなっていないなら、メソッド&ランコントロール表示に切り替えます:

表示 > メソッド&ランコントロール ( 図 2 参照 )

## 1 システムを平衡化させる ユーザインタフェースをコンフィグレーションする

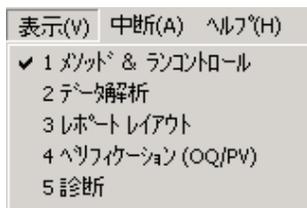


図 2 メソッド&ランコントロール表示に切り替える

- 2 ランメソッドツールバーで  をクリックします。
- 3 必要なら、フルメニューに切り替えます：

**表示 > フルメニュー**

### ノート

表示メニューのこの項目は、現在のメニューの状態によって、フルメニューとショートメニューのどちらかが表示されています。

- 4 まだ表示されていない場合は、サンプリングダイアグラムを表示します：

**表示 > サンプリングダイアグラム**

- 5 まだ表示されていない場合は、システムダイアグラムを表示します：

**表示 > システムダイアグラム**

## デフォルトメソッドをロードします

- 1 **メソッド読み込み**ダイアログボックスを表示します：  
    **ファイル > 読み込み > メソッド**
- 2 メソッドのリストから `def_1c.m` を選択します。
- 3 **OK** をクリックしてダイアログボックスを閉じると、そのメソッドがロードされます。

### ノート

アクティブな（ロードされた）メソッドの名前はメインツールバー最上部の中央のコンボボックスに表示されています。

## オンラインプロットをコンフィグレーションする

- 1 シグナルウインドウを表示します：  
    **表示 > シグナル表示 > シグナルウインドウ 1**
- 2 オンラインプロット ウインドウで**切り替え**をクリックし、**シグナルプロット編集**ダイアログボックスを表示します (図 3 参照)。

## 1 システムを平衡化させる ユーザインタフェースをコンフィグレーションする



図 3 シグナルプロットの編集ダイアログボックス

- 3 **利用可能なシグナル**パネルから、あなたがコンフィグレーションした検出器 (DAD 1A、MWD 1A、VWD A の何れか) を選択し、**追加**をクリックします。
- 4 **利用可能なシグナル**パネルから、あなたがコンフィグレーションしたポンプ (バイナリ / クォータナリの何れか) を選択し、**追加**をクリックします。
- 5 **選択されたシグナル**パネルで、ポンプ圧力を選択します。
  - a **ウィンドウ**グループで、**x 軸範囲**を 10 分にセットします。
  - b **ポンプ圧力**グループで、**範囲**を 200bar にセットします。
- 6 **選択されたシグナル**パネルで、検出器シグナルを選択します。
- 7 **y 軸範囲**を 1000 mAU にセットします。
- 8 **OK** をクリックします。

## ポンプをパージする

- 1 手作業でポンプ上のパージバルブを開いてください。詳細については、ポンプに付属するハードウェアマニュアルを参照します。
- 2 システムダイアグラムで、ポンプ上の  をクリックして、そしてメニューから **ポンプ設定** を選択します。
- 3 **コントロール**グループで、**流量**を 5 ml/min にセットします。
- 4 **溶媒**グループで、50% B (バイナリまたはクォータナリポンプ) をセットします。
- 5 **OK** をクリックしてダイアログボックスを閉じます。
- 6 システムダイアグラムで  をクリックし、ポンプをそのまま 10 分間パージします。

### ノート

システムダイアグラムで On や Off ボタンが表示されていない場合は、オンラインプロットウィンドウに移動すると、それらが表示されます。

- 7 10 分間パージしたら、 をクリックして、パージをストップします。

## 1 システムを平衡化させる 平衡条件をセットする

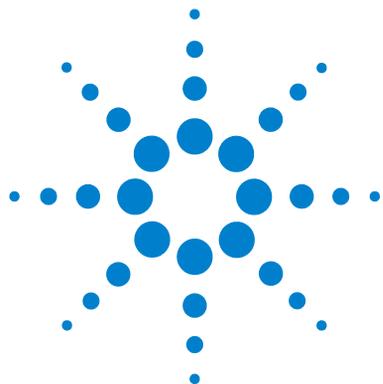
### 平衡条件をセットする

- 1 システムダイアグラムで、ポンプ上の  をクリックして、メニューから **ポンプ設定** を選択します。
  - a **コントロール**グループで、流量を 1 ml/min にセットします。
  - b **溶媒**グループで、80% B（バイナリまたはクォータナリポンプ）をセットします。

#### ノート

もしあなたが Agilent アイソクラティックサンプル（部品番号 01080-68702）以外のサンプル場合は、分析の初期条件についてパラメータを調整します。

- c **OK** をクリックしてダイアログボックスを閉じます。
- 2 5分経過後に、オンラインプロットに表示されたポンプ圧力をチェックします。
  - 3 オンラインプロットを見てベースラインが安定していれば、少なくとも 15 分間通液してシステムを平衡化させます。



## 2 メソッドをセットアップして チェックアウトサンプルを分析する

この演習では、どのようにしてメソッドをセットアップし標準サンプルを分析しデータを取り込むかを学びます。この章では以下のタスクを実行します：

- 17 ページ「インジェクタをセットアップする」
- 18 ページ「ポンプをセットアップする」
- 19 ページ「カラムサーモスタットをセットアップする」
- 20 ページ「検出器をセットアップする」
- 21 ページ「メソッドを保存する」
- 22 ページ「メソッドを実行する」

### ノート

これらの操作手順は Agilent アイソクラティックサンプル（部品番号 01080-68702）を分析するメソッドをセットアップする場合を説明しています。これと異なったサンプルを使用する場合は、分析条件をそのサンプルに適したものに調整してください。

## 演習を始める前に

この演習を始める前に、以下のことをご確認ください：



## 2 メソッドをセットアップしてチェックアウトサンプルを分析する

- 適当なカラムが取り付けられている。Agilent アイソクラティックサンプルでは、Sorbax Eclipse XDB C-8, 150 mm x 4.6 mm, 5 mm, 部品番号 993967-906 を推奨します。
- システムがページされ平衡化されている。第 1 章「システムを平衡化させる」を参照ください。
- 溶媒ボトルが満杯になっている（チャンネル A には水が、チャンネル B にはアセトニトリルが入っている）。
- 2ml バイアルに入れてセプタムキャップでシールしたサンプルが準備されている。
- デフォルトメソッドの def\_1c.m がロードされている。

## インジェクタをセットアップする



- 1 システムダイアグラムで、インジェクタ上の  をクリックし、そしてメニューから**インジェクタ設定**を選択します。
  - a **注入グループ**で、**標準注入**を選択し、そして注入量を  $5.0\mu\text{l}$  にセットします。
  - b **OK** をクリックして、**インジェクタ設定**ダイアログボックスを閉じます。

## 2 メソッドをセットアップしてチェックアウトサンプルを分析する ポンプをセットアップする

### ポンプをセットアップする

- 1 システムダイアグラムで、ポンプ上の  をクリックして、そしてメニューから **ポンプ設定** を選択します。
- 2 **コントロールグループ** で、**流量** を 1 ml/min にセットします。
- 3 **ストップタイム** を 6 min にセットします。
- 4 **ポストタイム** を 2 min にセットします。
- 5 **溶媒グループ** で、80% B（バイナリまたはクォータナリポンプ）をセットします。
- 6 **タイムテーブル** で、**追加** をクリックします。
- 7 **時間** を 2 min に、**%B** を 80 にセットします。
- 8 再び **追加** をクリックして、そして **時間** を 6 min に、**%B** を 100 にセットします。

#### ノート

もしあなたが Agilent アイソクラティックサンプル（部品番号 01080-68702）以外のサンプルを分析する場合は、分析の初期条件についてパラメータを調整します。

- 9 **OK** をクリックしてダイアログボックスを閉じます。
- 10 システムダイアグラムで、溶媒ボトル上の  をクリックし、そしてメニューから **溶媒量** を選択します。
- 11 溶媒の実際の容積を A と B に入力します。
- 12 **レベルが低下すれば分析をしない** と **溶媒がなくなったらポンプを止める** がチェックされていることを確認します。
- 13 **OK** をクリックしてダイアログボックスを閉じます。

## カラムサーモスタットをセットアップする

- 1 システムダイアグラムで、カラム上の  から **カラムサーモスタット設定** を選択します。

### ノート

カラムスイッチングバルブが取り付けられている場合は、バルブポジションの位置が適切なカラムを使用するようにセットされていることを確認します。

- 2 **温度** を 25 °C にセットします。
- 3 **OK** をクリックしてダイアログボックスを閉じます。

## 2 メソッドをセットアップしてチェックアウトサンプルを分析する 検出器をセットアップする

### 検出器をセットアップする

#### DAD または MWD の場合



- 1 システムダイアグラムで、検出器上の  をクリックして、そしてメニューから **DAD シグナル設定**（または **MWD シグナル設定**）を選択します。
- 2 **シグナル**グループで、**保存波長**に A と B を選択します。
- 3 A 行で、**サンプル**を 205 nm、**Bw** を 10 nm に、**リファレンス**を 400 nm、**Bw** を 80 nm に指定します。
- 4 B 行で、**サンプル**を 280 nm、**Bw** を 10 nm に、**リファレンス**を 400 nm、**Bw** を 80 nm に指定します。
- 5 **ランプ**グループで、**UV** と **Vis** の両方を選択します。
- 6 **ピーク幅（レスポンスタイム）**グループで、ドロップダウンリストを表示し、**>0.1 min (2 s)** を選択します。
- 7 **スリット**グループで、ドロップダウンリストを表示し、**4 nm** を選択します。
- 8 **自動バランス**グループで、**プレラン**を選択します。
- 9 **OK** をクリックしてダイアログボックスを閉じます。

#### VWD の場合



- 1 システムダイアグラムで、検出器上の  をクリックして、そしてメニューから **VWD シグナル設定**を選択します。
- 2 **シグナル**グループで、**波長**を 254nm に指定します。
- 3 **ピーク幅（レスポンスタイム）**グループで、ドロップダウンリストを表示し、**>0.1 min (2 s)** を選択します。
- 4 **OK** をクリックしてダイアログボックスを閉じます。

## メソッドを保存する

- 1 名前を付けて保存ダイアログボックスを表示します：

**ファイル >名前を付けて保存> メソッド**

- 2 **ファイル名**フィールドで、ファイル名 `testmeth` を入力し、**OK** をクリックしてダイアログボックスを閉じます。
- 3 **メソッド保存**ダイアログボックスには、フィールドにコメント（チェックアウトサンプル分析用メソッド、など）を入力し、そして**OK** をクリックしてダイアログボックスを閉じます。

## 2 メソッドをセットアップしてチェックアウトサンプルを分析する メソッドを実行する

### メソッドを実行する

- 1 サンプルバイアルをオートサンプルトレイのポジション 11 に置きます。

#### ノート

ウェルプレートサンプラを使用している場合は、適切な位置（例えば 1A1）を使ってください。詳細はオンラインヘルプを参照。

- 2 ツールバーにある**シングルサンプル**ボタン  をクリックします。
- 3 **サンプル情報**ダイアログボックスを表示します：  
ランコントロール > サンプル情報
- 4 あなたの名前を**オペレーター名**フィールドに入力します。
- 5 **データファイル**グループで
  - a **プレフィックス / カウンタ**を選択
  - b **サブディレクトリ** test に入り、Enter を押します。  
サブディレクトリが存在しない場合は、警告メッセージが表示されます。
- 6 **サンプルパラメータ**グループで
  - 1 **ロケーション**フィールドに 11 を入力。
  - c **サンプル名**フィールドに、Test Sample を入力。
  - d Test Sample のコメントをコメントフィールドに入力。
- 7 **OK** をクリックしてダイアログボックスを閉じます。
- 8 サンプリングダイアグラムで、 をクリックします。

#### ノート

メソッドの開始は、サンプル情報ダイアログボックスで**メソッド実行**をクリックしても、あるいはキーボード上の **F5** キーを押すことによっても、実行できます。

- 9 分析が完了したら、システムダイアグラムで  をクリックし装置を Off にします。シャットダウンを確認するため **Yes** をクリックします。

## 3 シグナルを積分する

この演習ではシグナルを積分するプロセスを学びます。この演習では、以下のタスクを実行します：

24 ページ「シグナルを積分する」

26 ページ「イニシャルイベントを変更する」

27 ページ「タイムイベントをセットする」

この演習では、[第2章](#)「メソッドをセットアップしてチェックアウトサンプルを分析する」で取り込んだデータファイルを使用します。しかし、もしご希望なら、`HPCHEM\h\data\demo` フォルダにあるデモンストレーションデータファイル `DEMODAD.D` を使用することもできます。



### 3 シグナルを積分する シグナルを積分する

## シグナルを積分する

- 1 もしそうになっていないなら、**データ解析**表示に切り替えます：

**表示** > **データ解析** (図 4 参照)

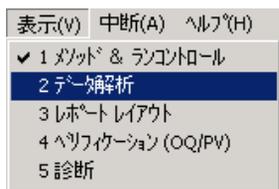


図 4 データ解析表示に切り替える

- 2 データ解析ツールバーで、 をクリックし、積分ワークスペースに切り替えます。
- 3 第 2 章「メソッドをセットアップしてチェックアウトサンプルを分析する」の演習で取り込んだデータファイルを読み込みます。

**ファイル** > **シグナル読み込み**

- 4 **シグナル読み込み**ダイアログボックスで、**TEST** フォルダに切り替え、ファイルを選択します。
- 5 積分 / レポートツールバーで、 をクリックし、積分イベントテーブルに切り替えます。
- 6 積分イベントテーブルで、下向き三角をクリックして利用可能なシグナルのリストを表示し、**VWD1 A** シグナル、**DAD1 A** シグナルあるいは **MWD1 A** シグナル（データ取り込みに使用した検出器による）を選択します。  
利用可能なシグナルについての詳細な情報は、オンラインヘルプを参照ください。

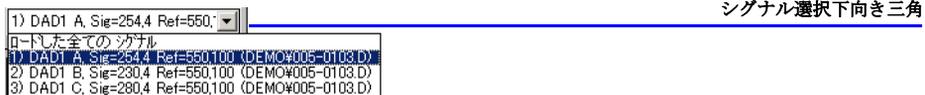


図 5 シグナルを選択する

### 3 シグナルを積分する イニシャルイベントを変更する

## イニシャルイベントを変更する

- 1 シグナルウインドウの下にある積分結果テーブルを調べ、積分ピークの面積に関する情報を集めます。
- 2 積分したい最も小さいピークの面積を決めます。
- 3 積分イベントテーブルで、**Area Reject** イベントの**値**列をクリックし、積分したい最も小さいピークの面積より小さい値を指定します。
- 4 積分 / レポートツールバーで、 をクリックしシグナルを再積分します。

## シグナルの選択領域をズームインする

シグナルの選択した部分を拡大して、積分ベースラインをチェックすることができます。

- 1 ツールバーで、 をクリックし、ズームカーソルに切り替えます。
- 2 シグナルウインドウで、拡大したい領域の左下端（例えば、最小ピークの左側でシグナルベースラインの下）にカーソルの十字を置きます。
- 3 マウスの左ボタンをクリックし、左ボタンを押したまま、十字を選択領域の右上隅に移動します。
- 4 マウスボタンを放すと選択領域がシグナルウインドウに拡大して表示されます。
- 5 ツールバーで、 をクリックすると、ズームアウトして元のスケールに戻ります。

### ノート

シグナルの特定の部分を繰り返しズームインして拡大することができます。その場合ズームアウトツールをクリックするたびに、拡大率は前の値に戻りません。

## タイムイベントをセットする

- 1 ツールバーで、下向き三角をクリックし積分イベントのリストを表示します (図 6 参照)。

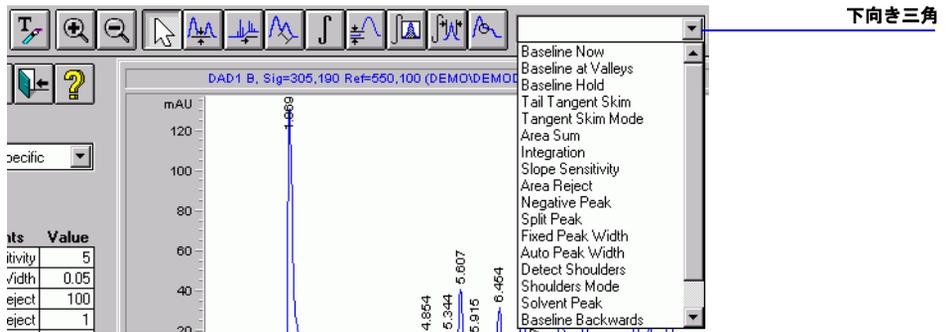


図 6 積分イベントのリストを表示

- 2 リストから Integration を選択します。
- 3 シグナルウィンドウで、溶媒のピークの左手にカーソルを置き、マウス左ボタンをクリックします。

イベントが Integration、値が **OFF**、カーソル位置で選択したタイム、の行が積分イベントテーブルに追加されます。

- 4 カーソルを溶媒のピークの右手の新しい位置に移動し、マウス左ボタンをクリックします。

値が **ON**、新しいカーソル位置で選んだタイムの Integration イベントの行が積分イベントテーブルに追加されます。

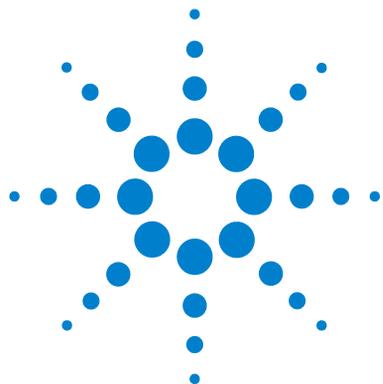
- 5 積分 / レポートツールバーで  をクリックしシグナルを再積分します。

溶媒のピークがもはや積分されなくなったことに注意してください。そして積分結果テーブルにも表示されません。

### 3 シグナルを積分する タイムイベントをセットする

利用可能な積分イベントの詳細については、オンラインヘルプを参照ください。

- 6 積分ワークスペースツールバーで  をクリックし、修正した積分イベントテーブルを保存して、積分ワークスペースを閉じます。
- 7 ツールバーで  をクリックし、**メソッド保存**ダイアログボックスを表示します。
- 8 **メソッド保存**ダイアログボックスで、コメント（例えば、修正した積分イベント）をフィールドに入力し、そして **OK** をクリックしてダイアログボックスを閉じます。



## 4 キャリブレーションをセットアップする

この演習ではキャリブレーションをセットアップするプロセスについて学びます。この演習では、以下のタスクを実行します：

30 ページ「シングルレベル ESTD キャリブレーションをセットアップする」

33 ページ「未知試料を定量する」

34 ページ「ESTD キャリブレーションに第2レベルと第3レベルを追加する」

37 ページ「レベルのリキャリブレーション」

38 ページ「シングルレベル ISTD キャリブレーションのセットアップ」

この演習では、HPCHEM¥n¥DATA¥DEMO フォルダ（ここで n は装置番号）にあるデモンストレーションデータファイルを使います。



## 4 キャリブレーションをセットアップする

シングルレベル ESTD キャリブレーションをセットアップする

# シングルレベル ESTD キャリブレーションをセットアップする

- 1 もしそうになっていないなら、データ解析表示に切り替えます：

表示 > データ解析 (図 7 参照)

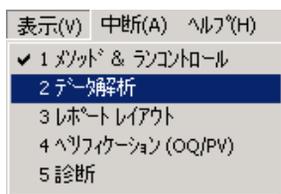


図 7 データ解析表示に切り替える

- 2 データ解析ツールバーで、 をクリックし、キャリブレーションワークスペースに切り替えます。
- 3 最初のデータファイル 005-0101.D にある Signal A を読み込みます。
  - a **ファイル > シグナル読み込み**
  - b シグナル読み込みダイアログボックスで、HPCHEM¥n¥DATA¥DEMO フォルダに行きます（ここで n は装置番号）。
  - c データファイル 005-0101.D を選択します。
  - d **フル >>** ボタンをクリックし、シグナル情報を表示します (31 ページ図 8 を参照)。
  - e 最初のシグナル DAD1 A を選択して、**OK** をクリックします。
  - f **読み込み後、積分します** がチェックされることを確認します。  
これは各成分が 100ng を含むキャリブレーションサンプルです。



図 8 シグナル読み込みダイアログボックス (フルサイズ)

- 4 キャリブレーションダイアログボックスを表示します (32 ページ図 9 参照) :
- キャリブレーション > 新しいキャリブレーションテーブル

#### 4 キャリブレーションをセットアップする

シングルレベル ESTD キャリブレーションをセットアップする

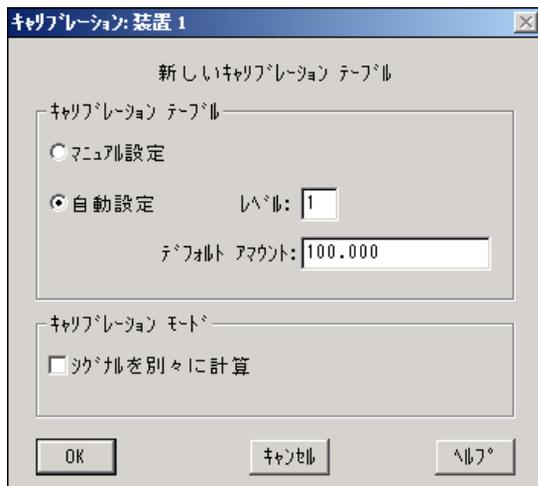


図 9 キャリブレーションダイアログボックス（新しいキャリブレーションテーブルを作る場合）

- 5 **キャリブレーションテーブルグループ**で：
  - a **自動設定** オプションを選択。
  - b **レベル** を 1 にセット。
  - c **デフォルトアマウント** を 100 にセット。
- 6 **OK** をクリックして、ダイアログボックスを閉じ、キャリブレーションテーブルをセットアップします。
- 7 キャリブレーションテーブルの**化合物**列では、4つの化合物の化合物名を入力します（例えば、Compound 1, Compound 2, Compound 3, Compound 4）。

## 未知試料を定量する

- 1 **レポート条件**ダイアログボックスを表示します：  
レポート > レポート条件
- 2 **出力先**グループで、**プリンタ**と**スクリーン**を選択します。
- 3 **定量方法**グループで：
  - a **計算**コンボボックスの下向き三角をクリックして、リストから **ESTD** を選択します。
  - b **カウント法**が**面積**に、**表示順**が**シグナル**にセットされていることを確認します。
  - c **OK** をクリックしてダイアログボックスを閉じます。
- 4 **レポートスタイル**グループで、**クロマトグラム出力の追加**が選択されていることを確認します。
- 5 **OK** をクリックして**レポート条件**ダイアログボックスを閉じます。
- 6 メソッドを testcal.m の名前で保存します：  
ファイル > 名前を付けて保存 > メソッド
- 7 **DEMO** フォルダにあるデータファイル 005-0102.D からシグナル DAD1 A を読み込みます。  
方法の詳細は 30 ページ「**シングルレベル ESTD キャリブレーションをセットアップする**」の **ステップ 3** を参照ください。
- 8 定量レポートをスクリーンとプリンタへ出力します：  
レポート > レポート印刷

#### 4 キャリブレーションをセットアップする

ESTD キャリブレーションに第 2 レベルと第 3 レベルを追加する

## ESTD キャリブレーションに第 2 レベルと第 3 レベルを追加する

- 1 **DEMO** フォルダにあるデータファイル 006-0201.D からシグナル DAD1 A を読み込みます。

方法の詳細は 30 ページ「シングルレベル ESTD キャリブレーションをセットアップする」の [ステップ 3](#) を参照ください。

このファイルは各成分が 200ng を含むキャリブレーションサンプルです。

- 2 新しいレベルを追加する **キャリブレーションダイアログボックス** を表示します (図 10) 参照) :

キャリブレーション>レベル追加

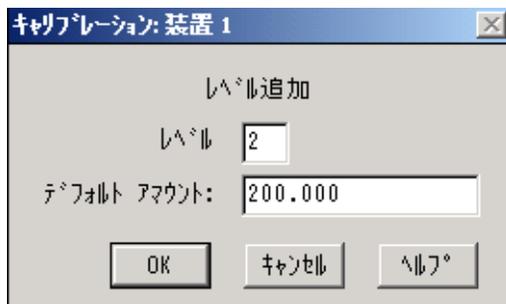


図 10 キャリブレーションダイアログボックス (レベルを追加する場合)

- 3 **レベル**が 2 にセットされていることを確認します。
- 4 **デフォルトアマウント**フィールドに 200 を入力します。

それぞれの化合物に新しいレベルが追加され、キャリブレーションテーブルが自動的に更新されることに注意してください。

- 5 **DEMO** フォルダにあるデータファイル 007-0301.D からシグナル DAD1 A を読み込みます。

方法の詳細は 30 ページ「シングルレベル ESTD キャリブレーションをセットアップする」の [ステップ 3](#) を参照ください。

このファイルは各成分が 300ng を含むキャリブレーションサンプルです。

- 6 さらにもうひとつレベルを追加する**キャリブレーション**ダイアログボックスを表示します (図 10 参照) :

**キャリブレーション > レベル追加**

## 未知試料を定量する

- 1 **DEMO** フォルダにあるデータファイル 005-0102.D からシグナル DAD1 A を読み込みます。

方法の詳細は 30 ページ「**シングルレベル ESTD キャリブレーションをセットアップする**」の **ステップ 3** を参照ください。

- 2 この定量のレポートをスクリーンとプリンタへ出力します :

**レポート > レポート印刷**

#### 4 キャリブレーションをセットアップする

ESTD キャリブレーションに第 2 レベルと第 3 レベルを追加する

### キャリブレーションカーブタイプを変更する

1 キャリブレーション設定ダイアログボックスを示します (図 11 参照) :

キャリブレーション > キャリブレーション設定

キャリブレーション設定: 装置 1

タイトル

使用する サンプルデータ データファイルから

サンプル デフォルト値

アmount 0.000 I# 化合物名 ISTD アmount

アmount単位 ng/ul

倍率 1.000

希釈率 1.000

入力

デフォルト RT ウィンドウ

分 %

リファレンスピーク 0.00 + 5.00

その他の ピーク 0.00 + 5.00

デフォルト検量線

タイプ 直線

原点 原点含

重付け 均等

アンカリブレーション ピークの計算

シグナル: DAD1 A, Sig=254,4 Ref=550

既存化合物使用 None

レスポンスファクタ固定 0.000

ISTD 使用 None

該当 ピークがない場合

部分 キャリブレーション

全ての RT 修正

図 11 キャリブレーション設定ダイアログボックス

2 デフォルト検量線グループで、タイプをべき乗にセットします。

キャリブレーションカーブの変更に注意。

3 OK をクリックしてダイアログボックスを閉じます。

4 未知試料を再定量します。定量結果の変化に注意。

レポート > レポート印刷

## レベルのリキャリブレーション

- 1 **DEMO** フォルダにあるデータファイル005-0103.Dからシグナル DAD1 Aを読み込みます。

方法の詳細は 30 ページ「シングルレベル ESTD キャリブレーションをセットアップする」の ステップ 3 を参照ください。

- 2 リキャリブレーションダイアログボックスを表示します (図 12 参照) :

キャリブレーション > リキャリブレーション

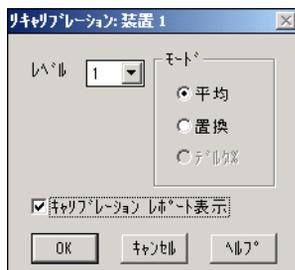


図 12 リキャリブレーションダイアログボックス

- 3 リキャリブレーションダイアログボックスで、**レベル**を 1 に、そして**モード**を**平均**にセットします。
- 4 **OK** をクリックしてダイアログボックスを閉じます
- 5 **キャリブレーションレポート**表示を選択します。
- 6 レポートが表示されたら、変更された箇所にご注意してください。それからレポートを閉じ、リキャリブレーションを受け入れます。
- 7 **DEMO** フォルダにあるデータファイル005-0102.Dからシグナル DAD1 Aを読み込みます。

方法の詳細は 30 ページ「シングルレベル ESTD キャリブレーションをセットアップする」の ステップ 3 を参照ください。

- 8 定量レポートをスクリーンとプリンタへ出力します :

レポート > レポート印刷

## 4 キャリブレーションをセットアップする

### シングルレベル ISTD キャリブレーションのセットアップ

# シングルレベル ISTD キャリブレーションのセットアップ

この演習では ESTD キャリブレーションで使用したのと同じデータファイルを使いますが、2 番目のピークを内部標準として識別します。

- 1 デフォルトメソッド def\_lc.m を読み込みます：

**ファイル > 読み込み > メソッド**

- 2 **DEMO** フォルダにあるデータファイル 005-0101.D からシグナル DAD1 A を読み込みます。

方法の詳細は 30 ページ「シングルレベル ESTD キャリブレーションをセットアップする」の **ステップ 3** を参照ください。

- 3 **キャリブレーション** ダイアログボックスを表示します (34 ページ  を参照)：

**キャリブレーション > 新しいキャリブレーションテーブル**

- 4 **キャリブレーションテーブル** グループで：

- a **自動設定** オプションを選択
- b **レベル** を 1 にセット
- c **デフォルトアマウント** を 100 にセット

- 5 **OK** をクリックしてダイアログボックスを閉じ、キャリブレーションテーブルをセットアップします。

- 6 キャリブレーションテーブルの **化合物名** 列には、3 つの化合物と内部標準の化合物名を入力します (例えば、Compound 1, IntStd, Compound 3, Compound 4)。

- 7 ピーク 2 の **ISTD** 列をクリックして、下向き三角を選択し、そして **Yes** を選択して、**キャリブレーションテーブル** の別のどこかをクリックして、キャリブレーションテーブルダイアログボックスを表示します ( 参照)。



図 13 キャリブレーションテーブルダイアログボックス

8 キャリブレーションテーブルダイアログボックスで

- a ISTD # を 1 にセットする
- b ISTD アマウントを 200 にセットする
- c OK をクリックしてキャリブレーションテーブルダイアログボックスを閉じる

9 ピーク 2 の Amt 列で、内部標準の量を 200 にセットします。

10 レポート条件ダイアログボックスを示します：

レポート > レポート条件

11 出力先グループで、プリンタとスクリーンを選択します

12 定量方法グループで：

- a 計算コンボボックスの下向き三角をクリックして、リストから ISTD を選択
- b カウント法が面積になっており、表示順 がシグナルになっていることを確認します

13 このメソッドを testcal2.m の名前で保存します：

ファイル > 名前を付けて保存 > メソッド

14 DEMO フォルダにあるデータファイル005-0102.Dからシグナル DAD1 Aを読み込みます。

方法の詳細は 30 ページ「シングルレベル ESTD キャリブレーションをセットアップする」の ステップ 3 を参照ください。

15 定量レポートをスクリーンとプリンタへ出力します：

レポート > レポート印刷

#### 4 キャリブレーションをセットアップする

シングルレベル ISTD キャリブレーションのセットアップ

## 5 分析を自動化する

この演習では、シーケンスをセットアップするプロセスについて学びます。この演習では、以下のタスクを実行します：

42 ページ「シーケンスパラメータをセットアップする」

45 ページ「シーケンステーブルのセットアップ」

47 ページ「シーケンスを実行する」

### 演習を始める前に

この演習を始める前に、以下のことをご確認ください：

- 自動分析をする幾つかのサンプルが準備されている。
- これらのサンプルは、すべて同じクロマトグラフ条件（カラム、溶媒システム）で分析する。



## 5 分析を自動化する

シーケンスパラメータをセットアップする

# シーケンスパラメータをセットアップする

- 1 もしそうっていないなら、メソッド&ランコントロール表示に切り替えます:

**表示 > メソッド&ランコントロール** (図 14) 参照)

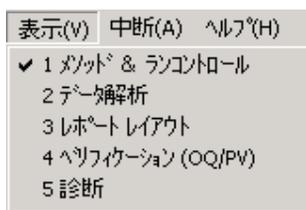


図 14 メソッド&ランコントロール表示に切り替える

- 2 メインツールバーで  をクリックし、シーケンスパネルに切り替えます。
- 3 デフォルトシーケンス def\_1c.s を読み込みます:  
**ファイル > 読み込み > シーケンス**
- 4 **シーケンスパラメータ** ダイアログボックスを表示します (図 15 参照):  
**シーケンス > シーケンスパラメータ**



図 15 シーケンスパラメータダイアログボックス

- 5 シーケンスパラメータダイアログボックスで、あなたの名前をオペレーター名フィールドに入力します。
- 6 データファイルグループで：
  - a プリフィックス / カウンタを選択
  - b プリフィックス名、例えば Seq を入力
  - c カウンタは、デフォルト値 (0001) のままにしておく
  - d サブディレクトリ名を入力、例えば TestSeq を入力して、ダイアログボックスの他のどこかをクリック。メッセージボックスで OK をクリックし、サブディレクトリを作成。

これらのパラメータにより、あなたのシーケンスサンプルのデータファイル名は、Seq0001、Seq0002、...、Seq000n のように自動的に命名され、新しいサブディレクトリに置かれます。

- e シャットダウングループで、ポストシーケンスコマンド / マクロ を選択
- f 下向き三角をクリックして、STANBAY を選択

## 5 分析を自動化する

### シーケンスパラメータをセットアップする

**g nRdy タイムアウト**を 15 分にセット

これにより、エラー状態になった場合、15 分の非稼動の後システムはクリーンにシャットダウンするようになります。

**7 OK** をクリックして**シーケンスパラメータ** ダイアログボックスを閉じます。

## シーケンステーブルのセットアップ

1 シーケンステーブルを表示します (図 16 を参照) :

シーケンス > シーケンステーブル

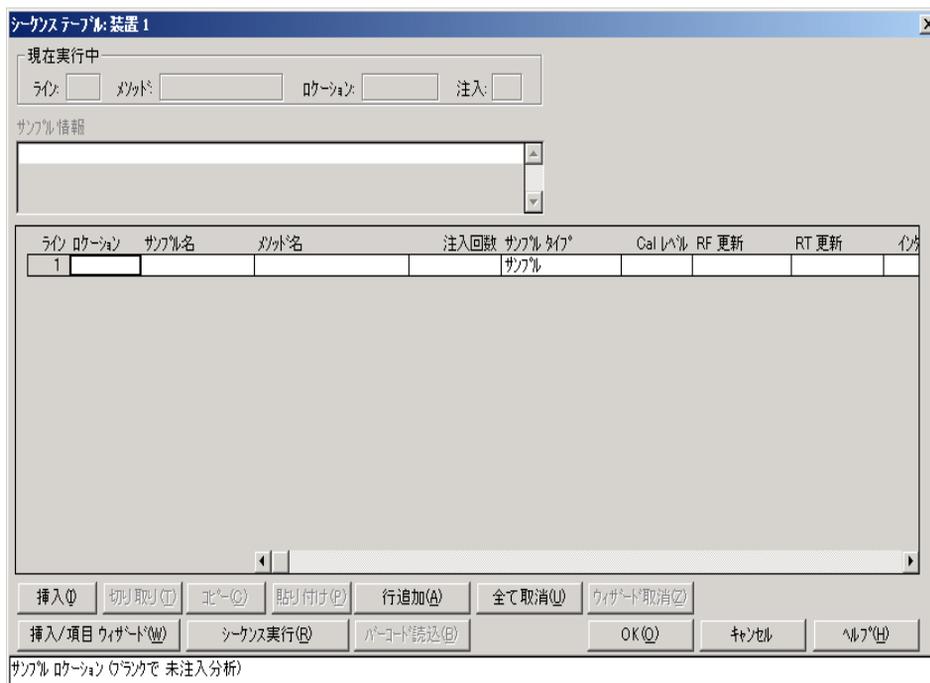


図 16 シーケンステーブル

2 シーケンステーブルの最初の行に、必須の情報を全て記入します :

- a ロケーションを入力
- b メソッド名セルをクリックして、ドロップダウンリストを表示し、メソッドを選択
- c この位置のサンプルを注入する回数を入力

## 5 分析を自動化する

### シーケンステーブルのセットアップ

同様にして他のフィールドを選択し記入することもできます。水平スクロールバーがテーブルの右側にあり、これを使って列項目にアクセスできます。詳細な情報についてはオンラインヘルプおよび「ケミステーションの解説」マニュアルをご覧ください。

- 3 **行を追加**をクリックし、テーブルに新しい行を追加して、上記と同様にして情報を記入します。
- 4 **シーケンステーブル**でそれぞれのサンプルについて行への記入が完了したら、**OK** をクリックして**シーケンステーブル**を閉じます。
- 5 新しい名前を付けてシーケンスを保存します：

**シーケンス > 名前を付けてシーケンスを保存**

## シーケンスを実行する

- 1 あなたのサンプルが**シーケンステーブル**で入力したとおりオートサンプルトレイの正しい位置にあることを確認します。
- 2  をクリックしてシーケンスをスタートします。

## 5 分析を自動化する

### シーケンスを実行する



## 本書について

この入門用ガイドは、あなたが Agilent ケミステーションを始めて使う際の手順を提供します。以下のタスクについて説明します：

- システムの平衡化
- メソッドをセットアップしてチェックアウトサンプルを分析する
- シグナルを積分する
- キャリブレーションのセットアップ
- 分析を自動化する

© Agilent Technologies, Deutschland GmbH 2003

Printed in Germany  
6/2003



G2170-96200



**Agilent Technologies**