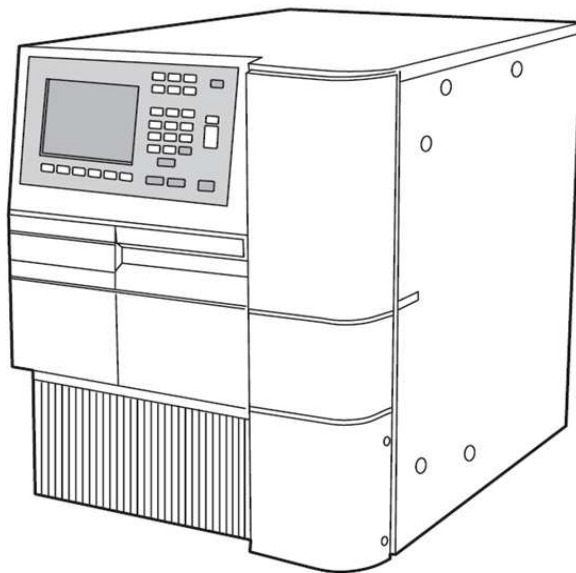


alliance™

e2695 Separations Module



日本ウォーターズ株式会社

ALLI03-01 Rev:1

TEL : 0120-800-299

FAX : 03-3471-7118

iRequestWeb サポート : <http://www.waters.com/irequest>

Web : <http://www.waters.com/jp>

トラブルシューティング操作ガイド集

Empower : http://www.waters.com/japan_empower_tips

MassLynx : http://www.waters.com/japan_masslynx_tips

おことわり

本書の内容は永久的なものでなく、予告なしに変更される場合があります。本資料は、発行時点においては完全で正確なものと確信しておりますが、もし万一誤りがあった場合には、日本ウォーターズは責任を負いかねますので御了承下さい。いかなる場合においても、本資料の使用に関連するまたは本資料の使用から発生する偶発的または間接的な損害に対して、日本ウォーターズは責任を負いません。

発行者の文書による許諾なしには、いかなる形でも本書の全部または一部を複製することはできません。

Alliance, Millennium, PIC, および Waters は、Waters Corporation の登録商標です。また、LAC/E、PerformancePLUS、SAT/IN、SCC、Synchronized Composition Control は、Waters Corporation の商標です。

Micromass は Micromass Ltd. の登録商標であり、MassLynx、MassLynx NT は Micromass Ltd. の商標です。

その他の商標や登録商標はすべて各社の独占的所有物です。

目次

第 1 章	Alliance e2695 の性能	1-1
	送液	1-2
	ダイアルミックスの性能	1-3
	グラジェント性能及び精度	1-4
	直線性	1-6
第 2 章	Alliance e2695 の構成 - ソルベントマネジメントシステム	2-1
	構成	2-2
	特徴	2-4
第 3 章	Alliance e2695 の構成 - サンプルマネジメントシステム	3-1
	構成	3-2
	特徴	3-4
	流路 - 分析時	3-7
	流路 - 溶媒置換機能	3-9
第 4 章	分析手順	4-1
	分析前準備	4-2
	分析実行	4-11
第 5 章	Alliance e2695 使用時の注意事項及びトラブル対策	5-1
	Alliance e2695 使用時の注意事項	5-2
	エラー及び対策	5-4
	トラブル - 送液されない	5-6
	トラブル - 注入再現性がない	5-7
	トラブル - 前のサンプルからコンタミする	5-8
第 6 章	Appendix	6-1
	Alliance e2695 の画面構成	6-2
	System Prep(システム準備機能)	6-8
	ラインへの呼び水方法	6-9
	ニードルウォッシュ時間の設定	6-12
	バイアルセンサーの ON/OFF	6-14
	ヘッド、シール洗浄アセンブリ及びプランジャの取り外し	6-15
	シール及びプランジャの交換	6-17
	チェックバルブの交換	6-21
	インラインフィルタの交換	6-22
	フリッツの交換	6-24
	シリンジの交換	6-25
	Alliance e2695 保守部品	6-29



第 1 章 Alliance e2695 の性能

この章では Alliance e2695 セパレーションモジュールの性能について、実測データを用いて紹介します。

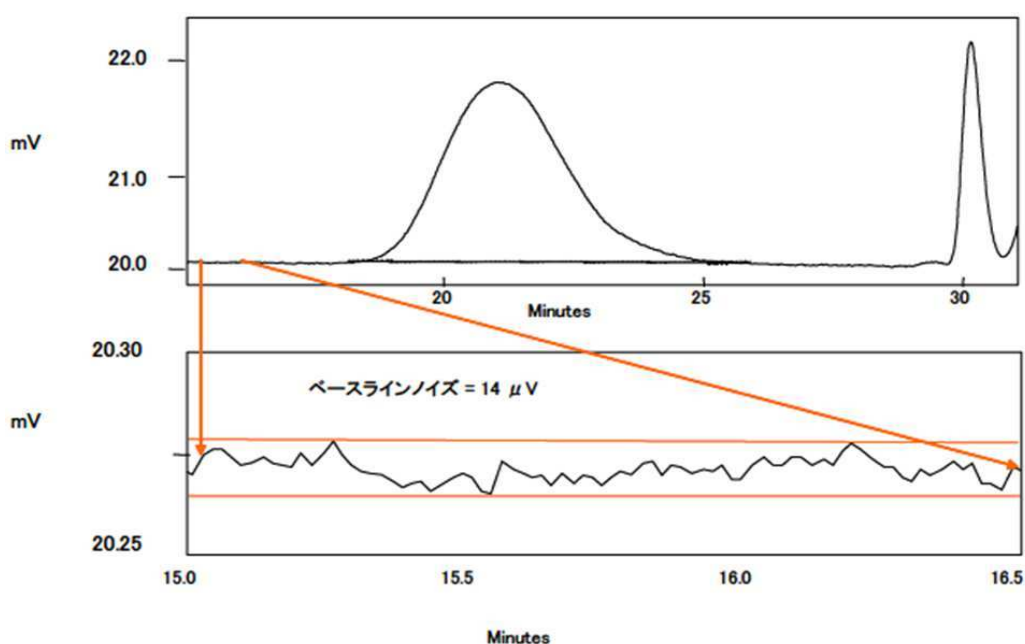
1. 送液

ノイズの少ない送液による検出感度 (S/N 比) の向上

高速液体クロマトグラフィー (HPLC) では、性能の良いポンプ、インジェクタが求められます。

示差屈折計や電気伝導度計では、溶媒の流れや圧力の変動によりベースラインが影響を受けやすいため、システム由来の圧力変動がベースラインノイズの原因となります。Alliance e2695 は、2 つの圧力トランスデューサーを採用し、2 つのピストンドライブの独立制御によって送液の適正化を行うため、従来型ポンプと比較して送液変動の少ない優れた性能を示します。よって、パルスダンパーを必要としません。

図 1. ノイズが少なく再現性のある送液



-分析条件-

システム: 2690アライアンスGPCシステム(2690+2410+Millennium)

カラム: StyragelHR5E×2, HR2×1

溶離液: THF 1.0mL/min

注入量: 300 μL

分析温度: 40°C

★Key Point★

良いポンプ、インジェクタとは

1. 脈流が少ない
2. 安定した送液ができる
3. グラジエント精度が高い
4. 注入精度が高い

2. ダイアルミックスの性能

溶媒混合誤差の軽減

従来、機器による自動溶媒混合は精度及び正確度が不十分であったため、混合溶媒を移動相に使用する場合はあらかじめ溶媒を混合しておく方法（プレミックス法）を用いるのが一般的でした。しかし、分析者間の変動、あるいはメスシリンダーなどによる誤差を考えると、プレミックス法を用いて分析するより、Alliance e2695 の自動溶媒混合（ダイアルミックス法）を用いて分析するほうがより精度の高いデータを得ることが出来ます。

図 2. アイソクラティック分析（9分）：100回注入

カラム内径 C18 (mm)	流速 (μ L/min)	保持時間 標準偏差 (min)				N
		PeakA	PeakB	PeakC	PeakD	
3.9	1000	0.003	0.005	0.01	0.022	100
2.1	300	0.003	0.005	0.008	0.018	100
2.1	200	0.003	0.009	0.018	0.035	100
2.1	100	0.004	0.009	0.024	0.096	100
1.0	50	0.014	0.023	0.061	0.118	100

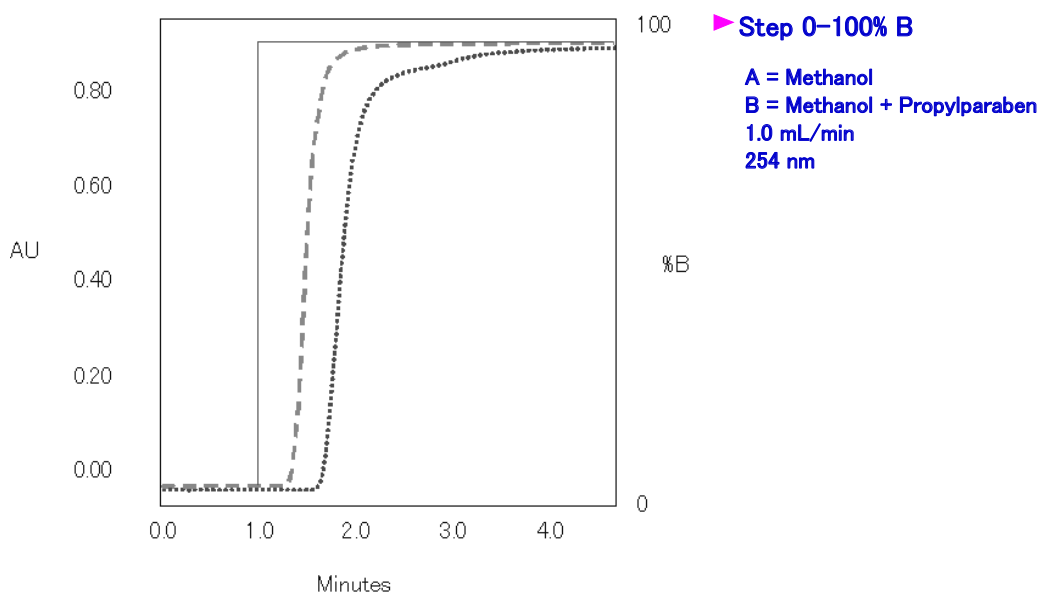
3. グラジエント性能及び精度

Alliance e2695 のシステム容量

ミキサーとダンパーが必要なく、最小限の内部配管によりシステム容量が $650 \mu\text{L}$ 以下と最小化（通常は数 mL）されています。

ミキサーやダンパーが必要ない理由については 2-6 ページの「事前加圧の効果」を参照してください。

図 3. グラジエント正確度及び精度 -1



低流量の条件では、システム容量を少なくすることによって分析時間を短縮できません。

システム容量が大きいと、流路中（カラム中）での拡散を招き、グラジエントカーブを変形させてしまいます。

★Key Point★

システム容量の影響

システム容量が大きくなるほど、液がカラムに到達する時間が長くなります。流速 $1\text{mL}/\text{min}$ であればシステム容量が 1.5mL あったとするとシステム内の溶媒を置換するのにかかる時間は 1.5 分。特に大きな問題にはなりません。流速が $50 \mu\text{L}/\text{min}$ という条件ではかかる時間は 30 分となり、無視できなくなります。

(グラジエント条件の平衡化には一般的にシステム容量の 3 倍量 + カラムの 5 倍量を加えた容量が必要です。)

★Key Point★

ミキサーを必要としないポンプ

ミキサーを用いない構造は最もシステム容量が少なくなりますが、一般に保持時間の再現性が悪くなり、ベースラインが「波打ち (Ripple) 現象」を起こしやすくなります。Alliance e2695 は GPV 部で計量した溶媒をポンプヘッド内で加圧し、ミキシングします。よって従来のポンプにおけるミキサーを必要としません。

図 4. グラジェント正確度及び精度 -2

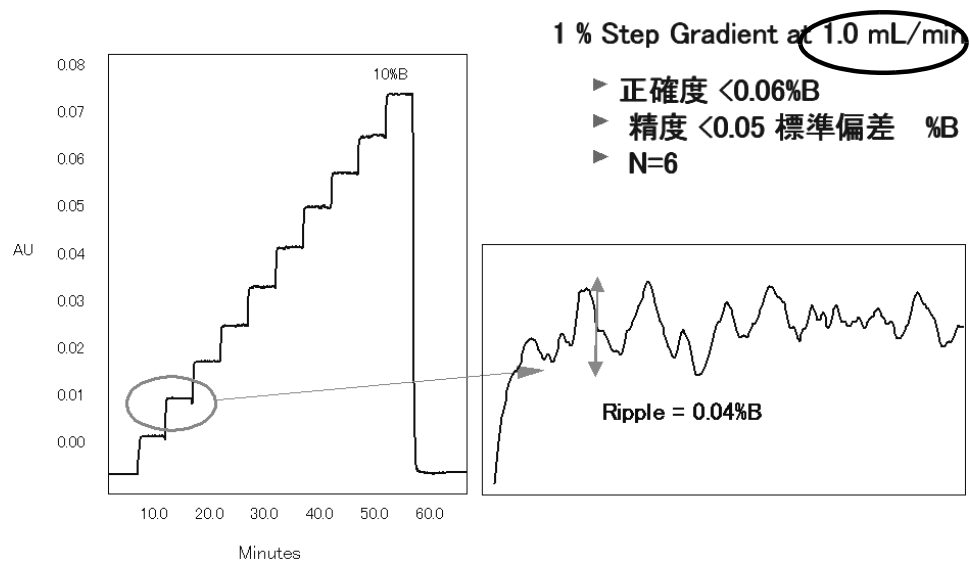
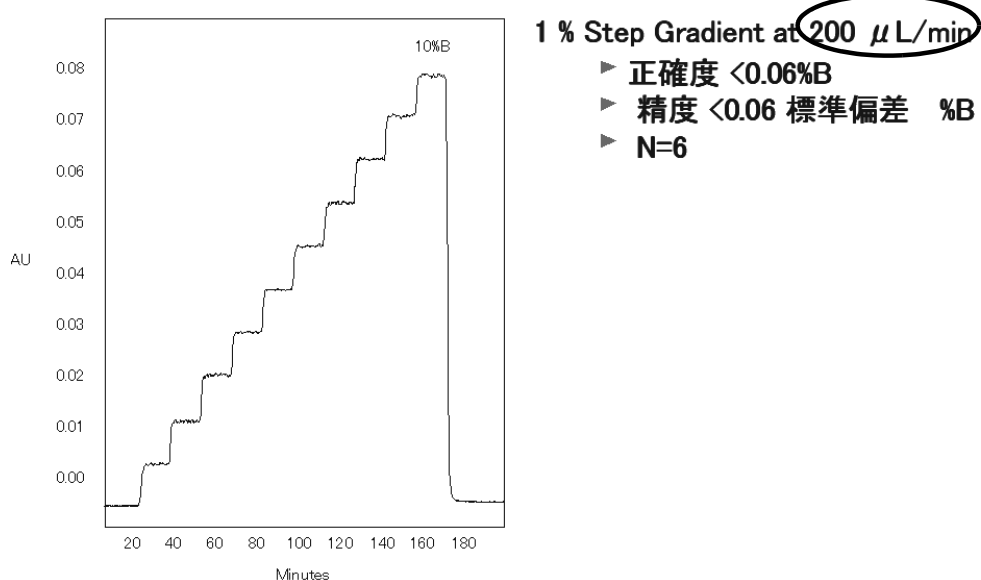


図 5. グラジェント正確度及び精度 -3

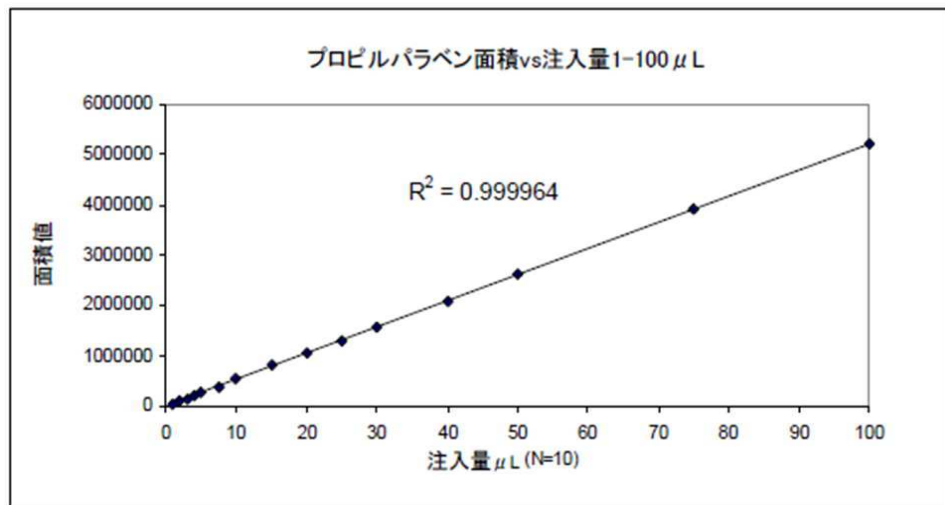


4. 直線性

注入直線性

注入量の変更に伴って面積値が比例的に増加すると注入直線性があると考えられます。注入量対面積値の直線性がよく、一次式に適合しているかどうかは相関係数または決定係数 (R^2) で確認できます。このデータでは、1 から 100 μL まで注入容量を変えた場合の注入直線性を示しています。ピーク面積の平均値 (N=10) を求め、注入量に対してプロットしています。

図 6. 注入直線性



- サンプルマネジメント構成
 - シリンジ：250 μL (標準仕様)
 - サンプルループ：100 μL (標準仕様)
- 分析条件
 - システム：2695/2487 (UV 検出器 257nm)
 - カラム：Symmetry C18 3.9 \times 150mm 5 μm 35 $^{\circ}\text{C}$
 - 移動相：水 / メタノール = 40/60 ダイアルミックス
 - サンプル：プロピルパラベン 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ in 移動相
 - 注入条件：各注入量 10 回