

高速液体クロマトグラフィー  
点検前確認

(別紙1)

No	確認項目	確認内容・条件	基準
1	設置条件		
	a.電源	電源:使用する電源電圧をテスターで確認する。	電圧が使用値を満たしていること(電圧:AC100～120 V以内)。
	b.使用環境	装置性能に影響をきたさない場所であることを確認する。 温度、湿度、直射日光、設置台の振動、腐食ガス、エアコンの風など (取扱説明書記載の設置場所要項参照)	仕様通りの使用環境であること。
	c.装置接続	各装置の配管・配線が確実に行われているかを確認する。	適正に接続されていること。

ワークステーションチェック

No	確認項目	確認内容・条件	基準
1	PC側の確認 (ハード) □LabSolutions	・パソコンに付属品、装置が確実に接続されていること。 *SCL、CBM、SPD-Mシリーズ *LCD *ハードディスク *キーボード、マウス *プリンタ	適正に据え付けられていること。
2	ソフトの起動確認	・プレインストールされた各種ソフトが正常に起動することを確認する。	正常に起動すること。
3	動作チェック	・LC装置のパラメータを設定し、装置の動作チェックを行う。  ・各WINDOWを開き、ソフトの動作チェックを行う。 ・文字の表示 ・ファイルの読み込み、保存 ・画面の切替え 等	正常に作動すること。  正常に作動すること。
4	ソフトウェアバージョン	・「プログラムの改ざんチェック」を実行する。	異常なきこと。

コンポーネントチェック

No	確認項目	確認内容・条件	基準
1	システムコントローラ □CBM-20A	・システム構成画面で接続されている各装置がLINK表示になること。または、CBMのWeb画面が立ち上がり、connectランプが点灯し、CBMと接続されている各ユニットのremoteランプが点灯することを確認する。	すべてLINK表示になること。または、Web画面の立ち上がりおよびランプの点灯が正常であること。
2	オンラインデガッサ □DGU-20A <sub>5R</sub>	・オンラインデガッサを接続している送液ポンプの電源を入れ、正しく作動することを確認する:赤色LEDが点滅の後消灯し、消灯と同時に、緑色LEDが点滅の後点灯する。	十秒間点滅した後、消灯すること、消灯と同時に「control」の緑色LEDが点灯すること。
3	流路切替えバルブ □FCV-20AH2	・システムコントローラ、ポンプ、ワークステーション、CTO-20A等のコントローラ側でパラメータを入力し流路を切り替え、動作チェックを行う。	スムーズに設定どおりに切り替わること。
4	送液ポンプ □LC-30AD 2台 (ポンプA、ポンプB)	・水を送液し、VALIDATION機能の脈動チェックのPULSE CHECKにて圧力変動幅を確認する。 (条件) 流量:1 mL/min 圧力:4～10 MPa COMP(圧縮率補正):0.45	脈動幅:≦0.15 MPa
5	カラムオープン □CTO-20A	・50℃設定で温調しREADYランプが点灯し、安定する事を確認する。  ・50℃温調時、ガスセンサ・リークセンサの確認を行う。 *メタノール100 μLをオープン右下の配管穴より内部に注入する。	・Readyになること。  ・Err Leak表示が出て温調がストップすること。
6	オートサンブラ □SIL-20AC	・サンプルラック、インジェクションポートにニードルが降りる位置を確認する。駆動部の動作をチェックする。  ・NDLE_FLUSHを実行後、2 mL/minにて送液を行う。  ・高圧バルブ内部リーク確認:ロードとインジェクトの切替時にニードル先端、バルブ周辺、ドレイン等から液漏れを確認する。	・位置ズレがないこと。  ・ドレインより送液される事(インジェクションポートより液が流れないこと)。 ・液漏れがないこと。

7	サンプルクーラ □SIL-20AC	・4℃設定で温調し、モニタ温度を確認する。	・モニタ値: 4±3℃
8	UV検出器 □SPD-20A  分析対象セル □UHPLC	・フローセルに水もしくはメタノールを封入し、WAVE CHECKにより波長チェックを行う。  ・波長220 nmにおけるREF ENの値を確認する。	・Check Goodが表示すること ・254 nm、656 nmにおける測定誤差: ±1.0 nm  220 nmR光量値 ≥ 400

#### システムチェック

No	確 認 項 目	確 認 内 容 ・ 条 件	基 準
1	流路洗浄	・保守作業終了後、IPAを送液し流路全体を十分に洗浄する。 * 状況によりIPA以外の洗浄も可。	1 mL/minで10 min以上
2	キーボード動作チェック	・各装置のキーボードを押し、正常に動作することを確認する。	正常に動作すること。
3	液漏れチェック	・抵抗管をカラムの代わりに接続し、流量を調整して圧力約18 MPaの状態ではIPAを送液する。	流路全体で液漏れがないこと。
4	UV検出器ベースラインチェック  (安定性チェック) □UHPLC □SPD-20A	・水又はメタノールを送液し装置の安定性を確認する。電源ONし安定後、15分間記録する。 (条件) ・抵抗管: φ0.1×4 m ・流量: 1 mL/min ・光源: D2ランプ ・波長: 250 nm ・レスポンス: 10(2 sec) ・サンプリング: 1 sec ・AUX RANGE: 2(1 AU/V)	ドリフト: $\leq 1.0 \times 10^{-3}$ AU/h ノイズ: $\leq 30.0 \times 10^{-5}$ AU
5	グラジエント性能チェック  □UHPLC  ○グラジエント □高圧G.E  ○ミキサ容量 □20 μL	グラジエント性能をチェックする。  (条件) ・抵抗管: 0.1 mmID×4 m ・流量: 1 mL/min ・波長: 272 nm、272±4 nm(PDA) ・スリット幅: 8 nm(PDA) ・Ref補正: OFF(PDA) ・レスポンス: 3(0.5 sec)、0.32 sec(PDA) ・サンプリングタイム: 100 ms、0.64 sec(PDA) ・AUX RANGE: 2(1 AU/V) ・A液: 水 ・B液: カフェイン水溶液(10 mg/L) ・初期パラメータ: BCONC 0.0 % ・セル温調: 40℃  安定後に下記タイムプログラムを実行する。 TIME FUNC VALUE 0.01 BCONC 50.0 5.00 BCONC 50.0 5.01 BCONC 100.0 10.00 BCONC 100.0 10.01 BCONC 0.0 15.00 STOP  注)オートサンブラを通さず、ミキサから抵抗管を挟み、直接検出器とつなぐこと。	BCONC 0 %時のレベルとBCONC 100 %時のレベルを基にBCONC 50 %の濃度誤差を求める。  高圧G.E濃度誤差: ±1.0 %

6	注入再現性チェック <input type="checkbox"/> UHPLC <input checked="" type="radio"/> サンプラー <input type="checkbox"/> SIL-30AC	・同一サンプルを同一バイアルまたは同一ウェルから繰り返し注入し、面積の再現性を確認する。 (条件) ・注入回数:6回 ・試料:カフェイン20 mg/L水溶液 ・移動相(脱気要):水:メタノール(7:3) ・流量:0.4 mL/min ・カラム:Shim-pack XR-ODSⅢ(150 mm×2.0 mmID) ・分析時間:3.0 min ・圧縮率:COMP(水)0.45、COMP(メタノール)1.25 ・カラム温度:40℃ ・クーラ温度:OFF ・波 長:272 nm (全量注入) ・注入量:5 μL/sec ・サンプル吸引速度:5 μL/sec (ループ注入) ・注入量: 2 μL/sec(5 μLループの時) 5 μL(20 μLループの時) ・サンプル吸引速度:5 μL/sec ・サンプル吐出速度:1 μL/sec  注1) Shim-pack_VP_ODSまたはLUNAC18(2)系で分離させてもよい。 ただし、この場合、移動相(脱気要):水:メタノール(6:4)、流量:1 mL/min、分析時間:5 minとする。 注2) Shim-pack_XR_ODS (50 mm×3.0 mmID) を使用する場合は、下記条件。 移動相(脱気要):水:メタノール(4:1)、注入量:10 μL 流量:1 mL/min 分析時間:3 min 注3) Shim-pack_XR_ODSⅡ(75 mm×3.0 mmID)を 使用する場合は、下記条件。 移動相(脱気要):水:メタノール(7:3)、注入量:10 μL 流量:1 mL/min 分析時間:2.5 min 圧縮率:COMP(水)0.45、COMP(メタノール)1.25	(CV値)面積; オートサンプリング/マニュアルINJ: ≤1.0 % SIL-30AC(ループ注入): ≤2.0 %
---	--	--	---

整備交換

No	確認項目	確認内容・条件	基準
1	整備交換部品の取替	・別紙3(表1)の部品を交換する。	適正に取り付けられていること。