

## スーパーシステムコントローラと8010シリーズ装置の開発

榎	部		誠
大	田	和	彦
宝	迫	敬	一
深	町		充
松	崎		充

### Development of Super System Controller and 8010 Series System

Makoto KASHIBE  
Kazuhiko OHTA  
Keiichi HOUSAKO  
Mitsuru FUKAMACHI  
Mitsuru MATSUZAKI

Super System Controller and CCP & 8010 series HPLC system based on a new concept have been developed. All CCP & 8010 series equipments can be connected to Super System Controller through communication interfaces and are subject to remote control of integrated data processing function of the latter system.

Super System Controller has a versatile data processing function and performs analyses based on the data processing and control conditions downloaded from a host computer, uploading the results of analyses to the host through a RS232C communication interface.

#### 1. はじめに

機器開発室では、昭和59年10月 CCP & 8000 シリーズを上市し本格的に汎用液体クロマトグラフィー分野に参入した。今回これらの全商品について高機能化、高感度化、リモートコントロール機能の付加、コストダウンを目的とし全面モデルチェンジを行ない、CCP & 8010 シリーズとして商品化を終了した。加えて全自動分析を意識し、これらの装置をシリアル通信で接続し集中的に管理・制御を行ない同時にデータ処理を行なうスーパーシステムコントローラ (SC-8010) を新規に開発し、商品化を終了したのでその概要を報告する (Photo. 1)。

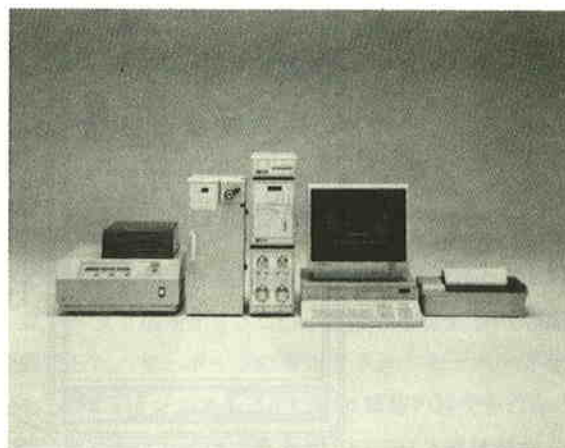


Photo. 1 Outward of CCP & 8010 series system

## 2. 開発コンセプト

近年液体クロマトグラフィー分野において多くのメーカーが、分析の自動化（LA化）のための装置の開発に力を注いでいる。

液体クロマトグラフィーにおいて分析の自動化を行なう場合その頭脳となる制御装置には、

- 1) あらゆるシステム構成に対応できること。  
(分析対象によりシステム構成が異なる)
- 2) すべての装置を集中的に制御・管理できること。
- 3) 何らかの原因である装置にトラブルが発生した場合、すべての装置に対して最適な処置を行なうこと。
- 4) 外部の機器（コンピュータ等）と情報の授受が可能であること。
- 5) データ処理機能を有すること。
- 6) ユーザ固有の問題が発生した場合、解決する手段を有すること。

が必要であると考え、これらに重点を置きシステムコントローラの開発を進めた。

また3.5インチのFDDを内蔵させ、システムプログラムのフロッピーディスクでのユーザーへの供給、ユーザーが設定したパラメータ・分析結果の保存・読出を可能とし専用システム化・個人用システム化に対処した。

一方汎用装置は、

- 1) 上記システムコントローラと接続し、システムコ

ントローラからのリモートコントロール機能を持つこと。

- 2) 同様にパーソナルコンピュータと接続しリモートコントロールできること。
- 3) 高機能化を行なうこと。
- 4) 高感度化を行なうこと。（検出器）
- 5) 徹底的なコストダウンを行なうこと。

に重点を置き開発を進めた。

## 3. 8010シリーズ商品の概要

今回のモデルチェンジにより、すべての8010シリーズ商品にマイクロコンピュータを搭載した。マイクロコンピュータには、既にCCPシリーズのポンプ及びポンプコントローラで実績のあるインテル社の8031を採用した。このマイクロコンピュータによりキーによって設定される、あるいは通信によって受け取った指令・パラメータを取り込み装置を制御しLEDの表示を行なう（Fig. 1）。

通信インターフェースにはRS232C及びRS422の二つのインターフェースを装備した。RS232Cインターフェースは、コンピュータと接続するためのインターフェースでコンピュータと一対一で接続しリモートコントロールを可能とする。RS422インターフェースは、システムコントローラと接続するためのインターフェースで最大14台の装置をシステムコントローラに接続し制御

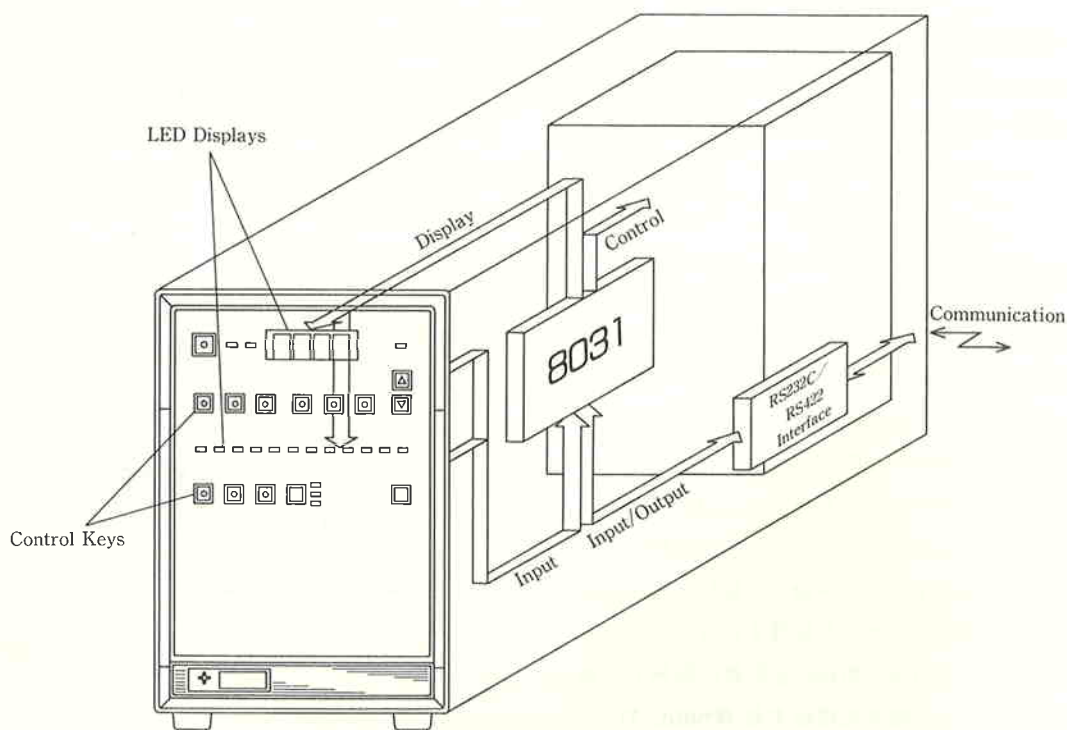


Fig. 1 Schematic Diagram of 8010 Series Equipment.

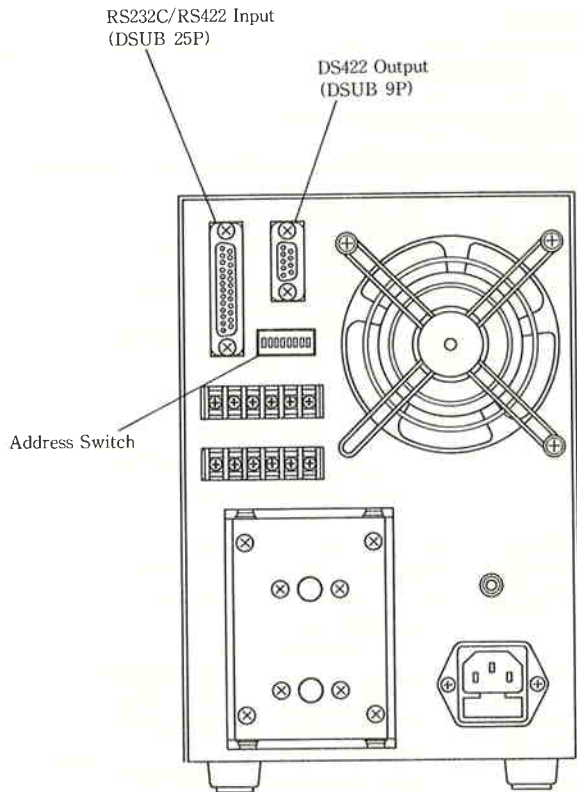


Fig. 2 Rear View of UV-8010

Table 1 CCP & 8010 Series Equipments

UV-8010	UV detector
RI-8010	Refractometer
RI-8012	Refractometer
FS-8010	Fluorescence detector
EC-8010	Electrochemical detector
AS-8000	Auto sampler
CO-8011	Column oven
RE-8010	Reactor
PX-8010	CCP controller
SV-8010	Value unit
MV-8010	Value unit
MV-8011	Valve unit
IF-8010	Interface unit
IF-8011	Interface unit
PS-8010	Power control unit
FC-8000	Fraction collector

できる。Fig. 2 に紫外可視検出器 (UV-8010) の背面を示す。アドレススイッチはシステムコントローラが接続された装置を識別するためのスイッチで、すべての通信はここで設定されるアドレスを基準に行なわれる。システムコントローラに接続されている装置のアドレスはすべて独立でなければならない。DSUB 25P コネクタは、パーソナルコンピュータ (RS232C) あるいはシステムコントローラ (RS422) と接続するためのコネクタで、

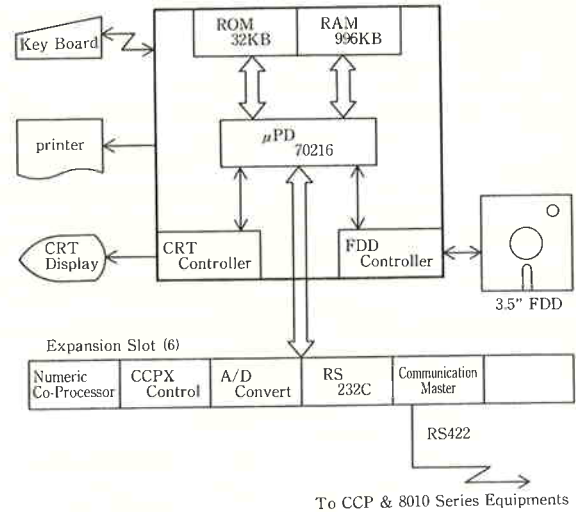


Fig. 3 Block Diagram of SC-8010

RS232C/RS422 切替はアドレススイッチの第5ビットで行なう。DSUB 9P コネクタは、システムコントローラと接続されている場合次の装置へ信号を渡すためのコネクタである。

Table 1 に8010シリーズ装置の一覧を示す。

次に8010シリーズの代表的な装置の特徴を紹介する。

(1) 紫外可視検出器 (UV-8010)

- ・重水素・ハロゲンの二つのランプの採用
- ・波長範囲の拡大 195[nm]-700[nm]  
(従来は 195[nm]-600[nm])
- ・通信インターフェースの搭載
- ・約6%のコストダウン

(2) 示差屈折計 (RI-8010)

- ・操作性の向上 (リファレンスストップ機能)
- ・ノイズレベルの向上 (従来の約4倍)
- ・通信インターフェースの搭載
- ・約18%のコストダウン

(3) 蛍光検出器 (FS-8010)

- ・通信インターフェースの搭載
- ・自社生産による約16%のコストダウン

4. システムコントローラの概要

(1) ハードウェア

システムコントローラは、本体、キーボード・CRT ディスプレイ・プリンタプロッタより構成される。Fig. 3 にブロック図を示す。CPU には日本電気  $\mu$ PD70216 を採用した。キーボードは専用フラットキーボードを使用し、本体とはシリアル通信により情報の授受を行なう。CRT ディスプレイは市販されている日本電気製のものを採用した。補助記憶には3.5インチ 2HD タイプのフ

Table 2 Option Cards

Card name	Description
Numeric co-processor	A card to perform high speed calculation for acquired data
RS232C	An Interface card to receive parameters and commands for analysis from a computer or to transmit the result of the analysis to the computer
A/D convert	An interface card to convert analog signal of a detector to digital data
CCP control	An interface card for CCP series pumps to control by System Controller
Communication master	A communication interface (RS422) card to control 8010 series equipments

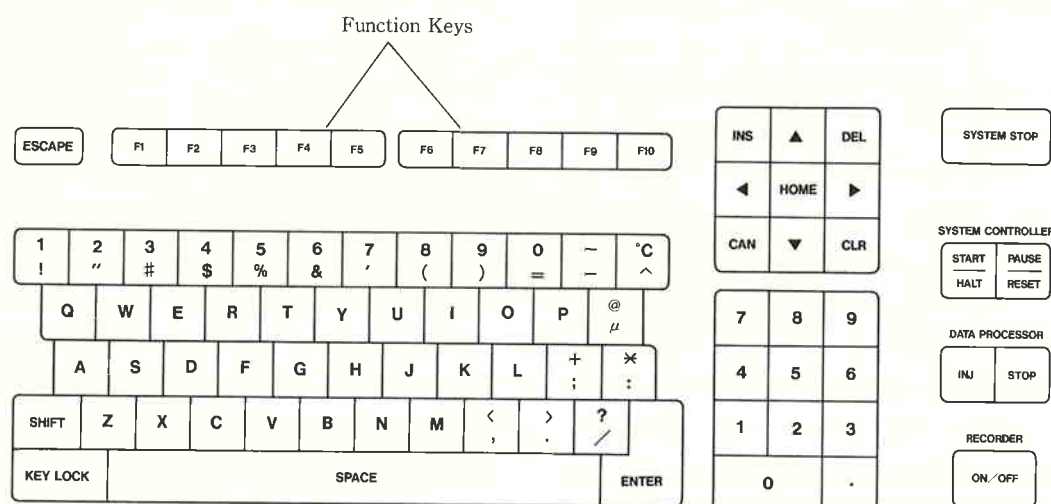


Fig. 4 Key Board

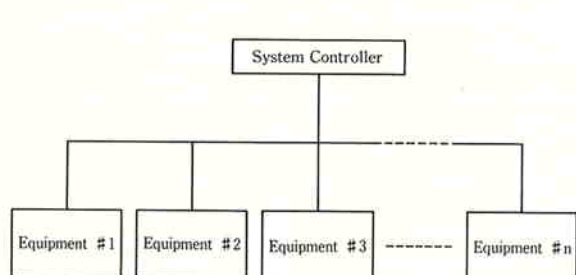


Fig. 5 Bus Connection

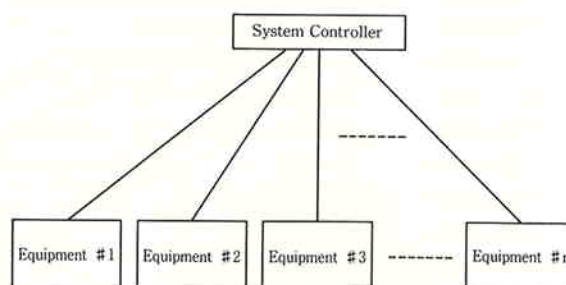


Fig. 6 Star Connection

ロッピーディスクを採用し、プログラムの読出、分析・制御パラメータ及び収集したデータの保存、読出しを可能とした。ドライブは標準で1台を装備し、最大で4台までの増設が可能である。メモリーは ROM 32 KByte, RAM 992 KByte を装備している。収集するデータが非常に多い場合は、RAM を最大 1.8 MByte まで増設できるように設計されている。プリンタプロッタはセントロニクスインターフェースで本体と接続され分析結果の出力等を行なう。

本体背面には6個のスロットを設けオプションボードを内蔵できるよう設計した。オプションボードの名称及

び機能を Table 2 に示す。

専用フラットキーボードはフルキー配列を採用している。また特殊キーを採用し化学式や数式の入力が可能となっている。更にキーロック機能を有し、誤ってキーに触れて事故につながることを防ぐ。システムストップキーは、システムが危険な状態に陥った場合システム全体を停止あるいは電源の遮断を行なう機能を有す。CRT ディスプレイの最下段には常にその場の操作に必要な10個のソフトキーが表示されており、ユーザがそれに対応するファンクションキーを入力することにより迷うことなく操作できるよう配慮した。システムコント

Aug 31 '88  
18:23

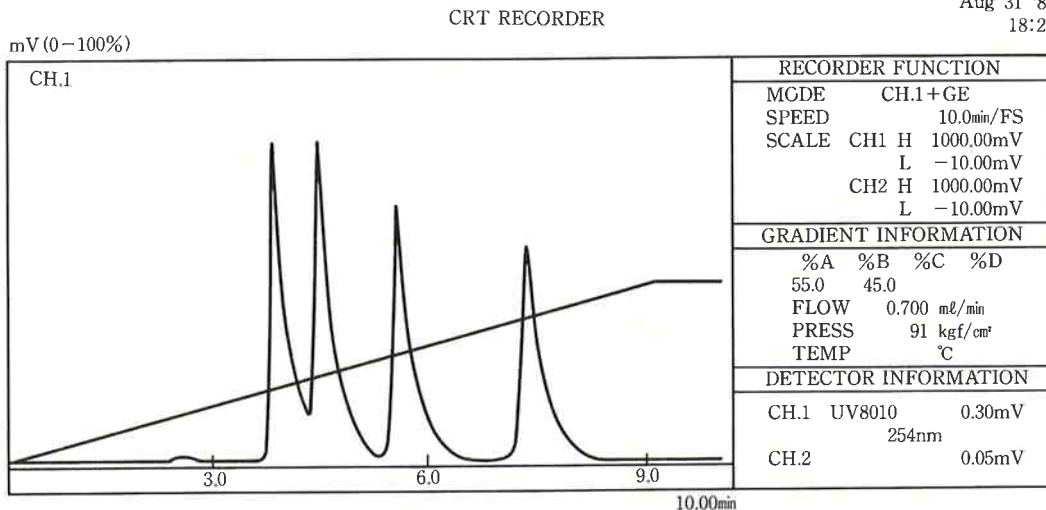


Fig. 7 CRT Recorder

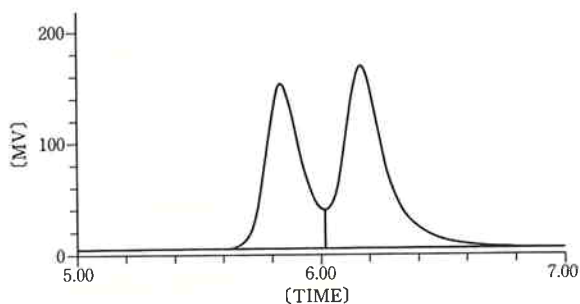


Fig. 8 Horizontal Baseline Processing

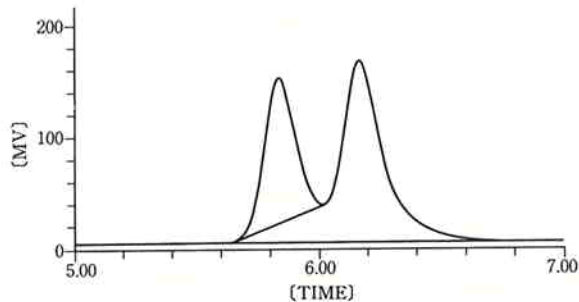


Fig. 9 Tangential Skimming

ロールキーはシステムコントロールの開始、停止、一時停止、続行を指示する。データ処理キーはデータ収集の開始、終了を指示する。レコーダキーは、プリンタプロッタをレコーダとして使用する場合にレコードの開始、終了を指示する (Fig. 4)。

システムコントローラと各装置はシリアル通信により接続し情報の授受を行なう。接続方法には Fig. 5 に示すようなバス方式と Fig. 6 に示すようなスター方式等があり、それぞれ長所・短所を有している。スター方式は直接システムコントローラと各装置の通信が可能であり効率の良い通信を行なうことができる。しかし各装置に対するインターフェースがシステムコントローラに必要となりハードウェアが複雑になる。一方バス方式では、通信方式はスター方式に比べ複雑になるがハードウェアは簡素化できる。今回はコストダウンの目的からバス方式を採用した。

**(2) データ処理機能**

データ処理部においては CP-8000 (CCP & 8000 シリーズのデータ処理装置) の豊富なデータ処理機能をベースとし、更にカラーグラフィックの機能を生かし機

能・操作性の向上を図っている。

**(1) CRT レコーダ機能**

CRT ディスプレイをレコーダとして使用しクロマトグラムを表示する。同時に流量、検出器の出力電圧、検出器の設定波長 (UV-8010, FS-8010)、検出器の印加電圧 (EC-8010) を表示しグラジエント比率率、圧力、温度を表示またグラフとしてクロマトグラムと同時に描くことができる。(Fig. 7)。

**(2) マニュアル波形処理機能**

CRT ディスプレイ上に得られたクロマトグラムを表示しカーソル移動キーとファンクションキーを用いて操作し、ベースラインの引き直し、ピーク分割を自由に行なうことができ、その結果をレポートとして出力する機能。

**(3) 波形分離機能**

従来、不分離ピークが得られた場合縦切処理 (Fig. 8) あるいはスキミング処理 (Fig. 9) が行なわれていた。今回これに非線形最小二乗法を用いピークをガウス分布曲線

$$f(t) = h \cdot \exp\{-\ln 2 (t - R_i)^2 / W^2\}$$

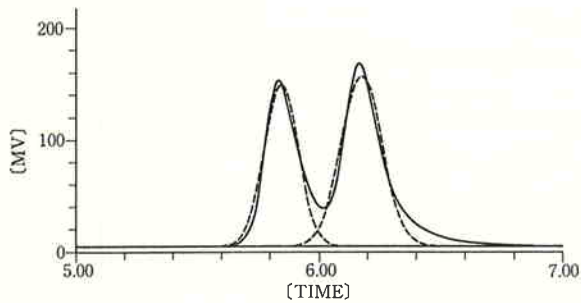


Fig. 10 Peak Separation by Using Nonlinear Least Squares Method

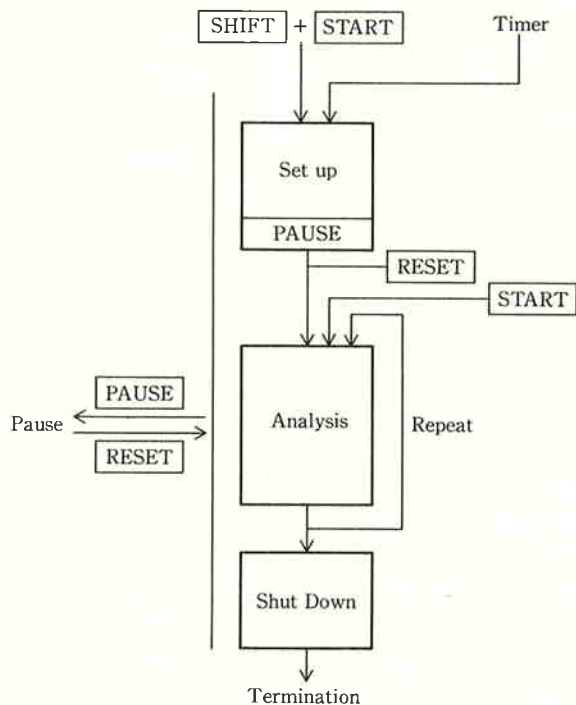


Fig. 11 Control Flow

- $h$  : ピーク高さ  
 $R_i$  : ピークの溶出時間  
 $W$  : ピーク半値幅/2

で近似し、得られた面積比により全体の面積を分配する機能を追加した (Fig. 10)。

### 〔3〕システムコントロール機能

システムコントロールは、

- 1) セットアップ処理 (装置の電源投入を含み、分析に先立ちシステムの初期化を行なう。)
- 2) 分析処理
- 3) シャットダウン処理 (分析終了後の後処理、電源の遮断を含む。)

の3工程で行ない、それぞれ SUP, CTL, SDW と呼ばれるファイルで管理し、操作性の向上を図っている。

Table 3 Status of System Control

Status	Description
STOP	Stop of system control
RUN	Running of system control
PAUSE	Temporary stop of system control
EVENT WAIT	Waiting for a termination of action

UNIT#	DEVICE	No	08:00	08:10	SUP#
-	SC8010	-			1
1	CCPX	1			
2	AS48	1	08:10	08:10	START TIME 08:00
3	UV8010	1	08:10	08:10	
4	R18010	1			
5	----	*			
6	----	*			
7	----	*			
8	----	*			

WEEKLY SCHEDULE	
Sun	OFF
Mon	ON
Tue	ON
Wed	ON
Thu	ON
Fri	ON
Sat	OFF

SUP# TIME WEEK FILE POWER EXIT

Fig. 12 Timer Control

Fig. 11 にキーボードの操作と制御の流れを示す。システムコントロールには Table 3 に示すように4つの状態が存在する。STOP 状態で **SHIFT**+**START** キーを入力すると RUN 状態となりセットアップ処理を開始する。セットアップ処理の終了で自動的に PAUSE 状態になる。この状態で **RESET** キーを入力すると RUN 状態となり分析処理を開始する。サンプル数だけ分析処理を行ない、シャットダウン処理を行なった後 STOP 状態になる。この間いつでも **PAUSE**, **RESET** キーの入力により一時中断、再開を指示することができる。

システムコントロール機能の特長としては、

#### 1) 24時間タイマー機能

1日単位で1週間のセットアップ処理の開始時刻の設定を行なうことができる。この時、電源ユニット (PS-8010) が接続されていれば各装置の電源投入順序を CRT ディスプレイ上で確認することができる (Fig. 12)。

#### 2) エラー処理機能

システムコントローラに接続可能な全装置の全ての発生しうるエラー及びエラーが発生した場合の処理の登録を行っており、エラーが発生した場合その時に接続されている全ての装置に対して最適な処理を行なうことができる。

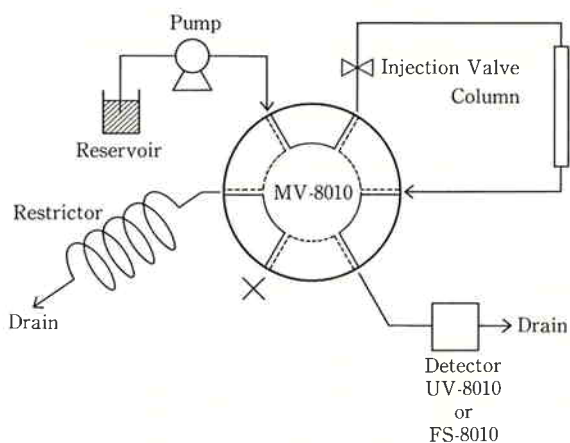
Table 4 に発生するエラーとエラー処理の関係を示

Table 4 Troubleshooting

Equipment	Error	Pump	Gradient	CO-8011/RE-8010	EC-8010	Auto sampler	Trouble shooting
CCP	Mechanical error Imperature error Pressure error	Stop	Stop	Stop	Stop	Stop	3
AS-48	Overrun error	Continue	Hold at initial state	Hold	Hold	Wait	1
AS-8000	Overrun error	Continue	Hold at initial state	Hold	Hold	Wait	1
CO-8011	Leak error	Stop	Stop	Power off	Stop	Stop	3
	Temperature error	Continue	Hold at intial state	Power off	Hold	Wait	2
RE-8010	Temperature error	Cantinue	Hold at intial state	Power off	Hold	Wait	2
EC-8010	Leak error	Stop	Stop	Power off	Stop	Stop	3
	Auto zero error	Continue	Hold at initial state	Hold	Hold	wait	1
RI-8010 RI-8012	Over range error Temperature error Auto zero error	Continue	Hold at intial state	Hold	Hold	Wait	1
UV-8010	Leak error	Stop	Stop	Power off	Stop	Stop	3
	Lamp error	Continue	Hold at intial state	Hold	Hold	Wait	1
	Auto zero error Overrun error						
FS-8010	Leak error	Stop	Stop	Power off	Stop	Stop	3
	Auto zero error	Continue	Hold at intial state	Hold	Hold	Wait	1
	Overrun error						

Troubleshooting

- 1 : Continues analysis for current sample then performs Shut Down process if "RECOVER" is not done.
- 2 : Waits 30 minutes then performs Shut Down Process.
- 3 : Stops all controls.



(\*) Dashed lines are used for Spectrum Measurement

Fig. 13 Flow Diagram for Spectrum Measurement

す。

3) 波長スキャン機能

UV-8010 又は FS-8010 を用い Fig. 13 に示すような配管を行ない、目的のピーク (成分) を検出器の

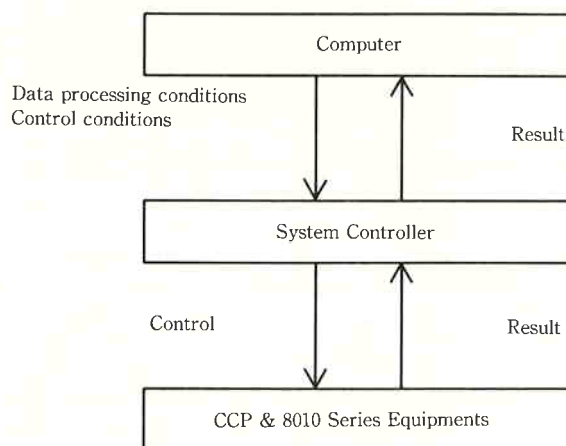


Fig. 16 Automatic Analysis System by Computer

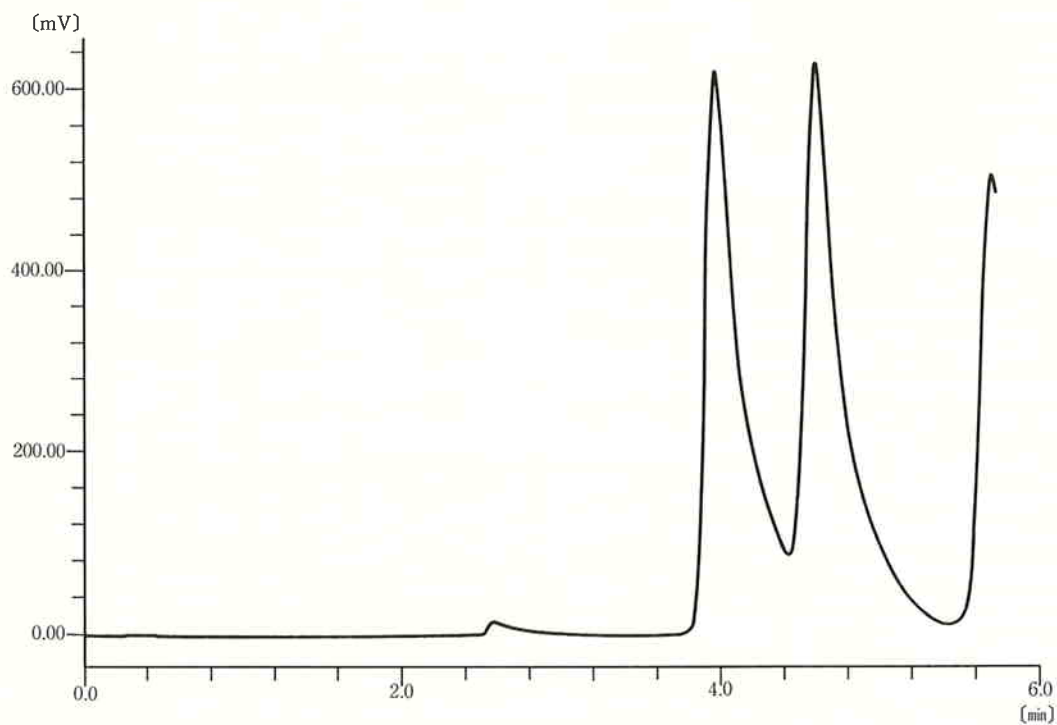
セル内に閉じ込め波長を変化させ、それに対する出力を得てレポートを作成する機能 (Fig. 14)。

Fig. 15 にシステムコントローラ及び8010シリーズの装置を用いてタンパク質構成アミノ酸の分析<sup>1)</sup>を行なった場合の分析条件、配管、ファイル設定例を示す。

## CHROMATOGRAM

DETECTOR : UV8010  
WAVE LENGTH : 254(nm)  
PUMP STOP TIME : 5.6

Aug 31 '88  
17:37



## SPECTRUM

DETECTOR : UV8010  
WAVE LENGTH RANGE : 195-369(nm)  
INTERVAL WAVE LENGTH : 2(nm)

Aug 31 '88  
17:38

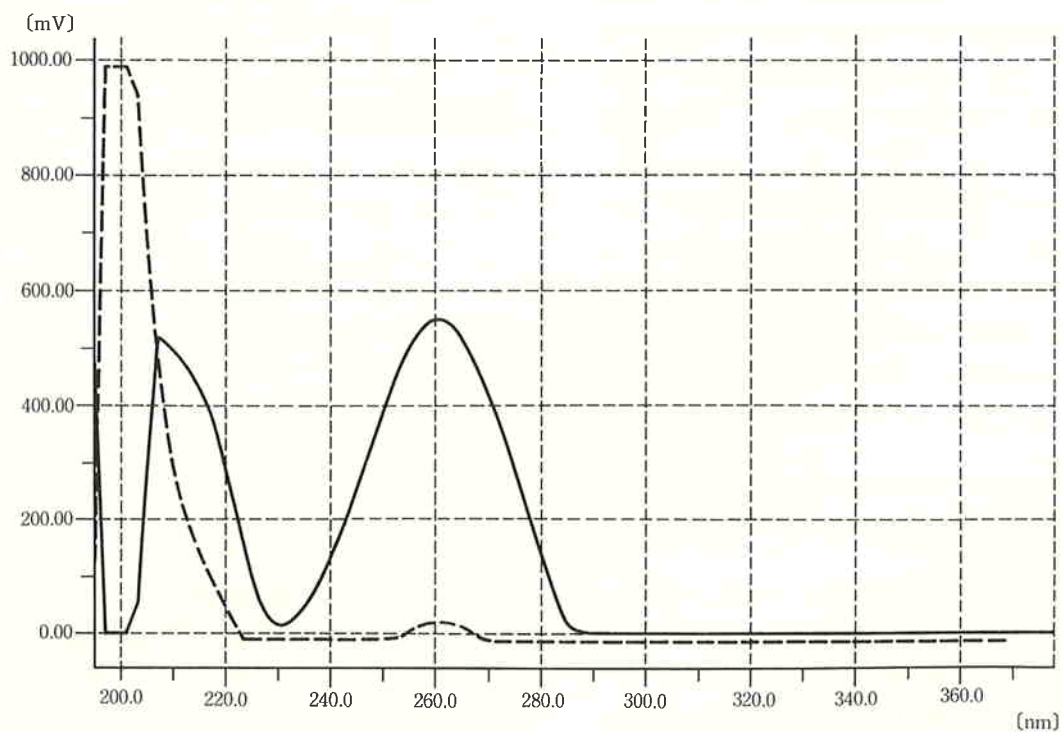
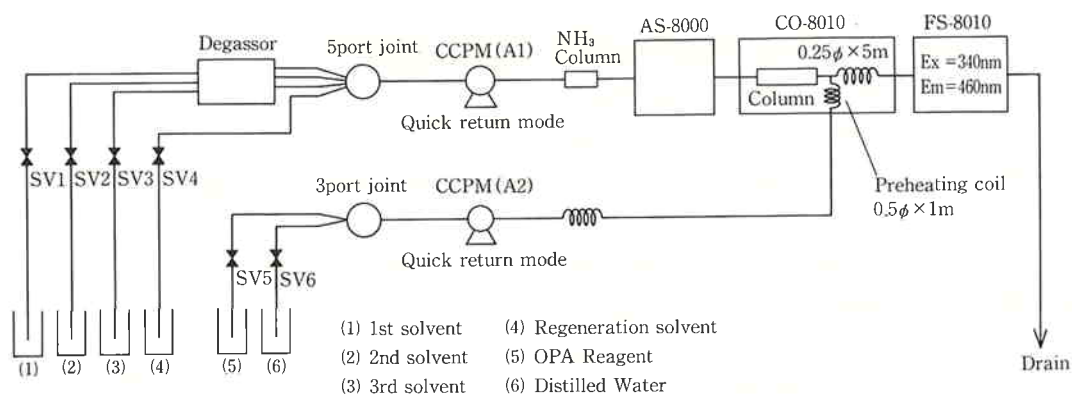


Fig. 14 Spectrum Measurement Report





Flow Diagram

1. Initialize

1st solvent : 10 minutes  
 2nd solvent : 10 minutes  
 3rd solvent : 10 minutes  
 Regeneration solvent : 30 minutes  
 1st solvent : 30 minutes

2. Analytical Conditions

Flow rate : 0.4 ml/min  
 Flow rate of OPA reagent : 0.4 ml/min  
 Column temperature : 55°C  
 Reaction temperature : 55°C  
 Wave length : Ex=340 nm  
 Em=460 nm

3. Gradient Program

1st solvent : 0-11 min  
 2nd solvent : 11-22 min  
 3rd solvent : 22-45 min  
 Regeneration solvent : 45-50 min  
 1st solvent : 50-80 min

Conditions

SUP FILE NO. 1

RNO.	TIME	DEVICE	NO.	COMMAND	DATA
1	0.00	PS8010	1	ON	ALL
2	1.00	CCPX	1	RS	
3	1.00	CCPX	1	PM	1.Q
4	1.00	CCPX	1	PM	2.Q
5	1.00	CCPX	1	FL	1,0.2
6	1.00	CCPX	1	FL	2,0.4
7	1.00	FS8010	1	EX	340
8	1.00	FS8010	1	EM	460
9	1.00	CO8010	1	TP	55
10	1.00	VALVE	1	S1	ON
11	1.00	VALVE	1	S2	OFF
12	1.00	VALVE	1	S3	OFF
13	1.00	VALVE	1	S4	OFF
14	1.00	VALVE	1	S5	ON
15	1.00	VALVE	1	S6	OFF
16	2.00	CCPX	1	ST	1
17	2.00	CCPX	1	ST	2
18	2.00	CO8010	1	TC	ON
19	12.00	VALVE	1	S1	OFF
20	12.00	VALVE	1	S2	ON
21	22.00	VALVE	1	S2	OFF
22	22.00	VALVE	1	S3	ON
23	32.00	VALVE	1	S3	OFF
24	32.00	VALVE	1	S4	ON
25	62.00	VALVE	1	S4	OFF
26	62.00	VALVE	1	S1	ON
27	62.00	CCPX	1	FL	1,0.4
28	92.00	SC8010	1	NX	

SUP File

CTL FILE NO. 1

RNO.	TIME	DEVICE	NO.	COMMAND	DATA
1	0.00	AS8000	1	IJ	
2	11.00	VALVE	1	S1	OFF
3	11.00	VALVE	1	S2	ON
4	22.00	VALVE	1	S2	OFF
5	22.00	VALVE	1	S3	ON
6	45.00	VALVE	1	S3	OFF
7	45.00	VALVE	1	S4	ON
8	50.00	VALVE	1	S4	OFF
9	50.00	VALVE	1	S1	ON
10	80.00	SC8010	1	NX	

CTL File

SDW FILE NO. 1

RNO.	TIME	DEVICE	NO.	COMMAND	DATA
1	0.00	CCPX	1	FL	1,0.2
2	0.00	VALVE	1	S5	OFF
3	0.00	VALVE	1	S6	ON
4	0.00	CO8010	1	TC	OFF
5	60.00	CCPX	1	SP	1
6	60.00	CCPX	1	SP	2
7	60.00	PS8010	1	OF	ALL

SDW File

Fig. 15 Separation of Amino acid by Using CCP & 8010 Series Equipments