

J A E R I - M
82-212

GPCのデータ処理システム

1983年1月

林 香苗・来島 利幸*

日本原子力研究所
Japan Atomic Energy Research Institute

JAERI-M レポートは、日本原子力研究所が不定期に公刊している研究報告書です。
入手の問合せは、日本原子力研究所技術情報部情報資料課（〒319-11茨城県那珂郡東海村）あて、お申しこしください。なお、このほかに財団法人原子力弘済会資料センター（〒319-11 茨城県那珂郡東海村日本原子力研究所内）で複写による実費頒布をおこなっております。

JAERI-M reports are issued irregularly.

Inquiries about availability of the reports should be addressed to Information Section, Division of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken 319-11, Japan.

©Japan Atomic Energy Research Institute, 1983
編集兼発行 日本原子力研究所
印 刷 いばらき印刷(株)

GPC のデータ処理システム

日本原子力研究所大阪支所

林 香苗・来島 利幸*

(1982年12月17日受理)

GPC (Gel Permeation Chromatography, ゲル透過クロマトグラフ) を使用した高分子の平均分子量ならびに分子量分布測定に関するデータ処理システムを作成した。すなわち, GPC の各検出器出力を一定溶出カウント数(又は一定時間)ごとに磁気テープに記録し, これをパソコン・コンピュータでオフライン処理して平均分子量を計算し, かつ log(分子量)を横軸とした分子量分布曲線が得られるものである。

このシステムの利点は, 1) 従来の GPC のデータ処理に伴なう煩雑な作業から解放されること, 2) 測定条件の変化(特にカラムの老化)にもとづく分布曲線の変形が生じなくなることとしたがって測定月日の異なる分布曲線間の比較が可能となった。3) 同一カウント数で溶出する標準ポリマーと別種の試料ポリマーの分子量間の関係がわかっている場合, そのポリマーの絶対分子量にもとづく分布曲線が得られる。4) データの保存, 再処理が容易であること, などである。

* 大阪電気通信大学

GPC Data Processing System

Kanae HAYASHI and Toshiyuki KIJIMA*

Osaka Laboratory for Radiation Chemistry, JAERI

(Received December 17, 1982)

A data processing system for gel permeation chromatography (GPC) was completed to obtain average molecular weight and molecular weight distribution (MWD) curve of polymers directly from the GPC measurements. In this system, signal outputs from GPC detectors are recorded on a magnetic tape and processed with a desk top computer to calculate the average molecular weights and to display the MWD in log(molecular weight) scale.

The present system has the following advantages. First, it greatly reduces the laborious work in data reading and calculation processes which are inevitable in ordinary GPC measurements. Second, direct comparison among the results obtained by GPC measurements on different days is possible on the basis of MWD converted from GPC curves which are influenced by slight change of experimental conditions, such as aging of the column materials. Third, a MWD in unit of its absolute molecular weight(MW) can be obtained when a relationship between MW's of the standard polymer and those of the polymer in study eluted at the same elution volume is once established. Finally, it is easy to store data and to reprocess them at any time upon request.

Key words: Gel Permeation Chromatography(GPC), Average Molecular Weight, Molecular Weight Distribution, Molecular Weight Calibration, Data Recording System, Smoothing, Baseline Treatment, Plotter.

* Osaka Electro-Communication University

目 次

1. まえがき	1
2. システムの概要	4
2.1 ハードウェア	4
2.2 ソフトウェア	5
2.2.1 データ集録プロセス	6
2.2.2 コード変換プロセス	7
2.2.3 前処理プロセス	8
2.2.4 計算処理プロセス	10
2.2.5 プロッティング・プロセス	14
3. 使用法	23
3.1 データ集録プロセス	23
3.1.1 スタート操作	23
3.1.2 データ集録	24
3.2 コード変換プロセス	24
3.3 前処理プロセス	25
3.3.1 スタート操作	25
3.3.2 処理の選択	26
3.3.3 データの読み込み	26
3.3.4 標準データの処理	27
3.3.5 測定データの処理	27
3.3.6 データの修正	28
3.3.7 テープ内容のプリンタ出力	29
3.3.8 プリセット値の変更	29
3.3.9 処理の終了	30
3.3.10 データの表示, コピー, クリア	30
3.4 計算処理プロセス	31
3.4.1 スタート操作	31
3.4.2 MW 調正条件の設定	31
3.4.3 MW 調正曲線の計算	31
3.4.4 MW 調正データの削除と付加	33
3.4.5 間接調正	34
3.4.6 MWD の展示 (ディスプレイ)	34
3.5 プロッティング・プロセス	36
3.5.1 スタート操作	36

3.5.2 MWDの規格化	36
3.5.3 プロッター出力	38
4. サービス・プログラムとエラー	51
4.1 サービス・プログラム	51
4.1.1 データテープの作成	51
4.1.2 D2テープのコピー、リスト	52
4.1.3 D3テープのカタログ	56
4.2 測定条件の変更に際して留意すべきこと	56
4.2.1 カラムの変更	56
4.2.2 標準ポリスチレンのMW値の変更	57
4.2.3 プロッター・ペンの色の変更	57
4.3 エラーの発生	57
4.3.1 データ集録中のエラー	57
4.3.2 コンピュータ処理中のエラー	58
5. あとがき	61
付 錄 データ集録装置仕様	62

CONTENTS

1. Preface	1
2. The outline of the system	4
2.1 Hardware	4
2.2 Software	5
2.2.1 Data recording process	6
2.2.2 Code-conversion process	7
2.2.3 Pre-treatment process	8
2.2.4 Calculation process	10
2.2.5 Plotting process	14
3. Operations	23
3.1 Data recording process	23
3.1.1 Start	23
3.1.2 Data recording	24
3.2 Code-conversion process	24
3.3 Pre-treatment process	25
3.3.1 Start	25
3.3.2 Selection of operations	26
3.3.3 Data reading process	26
3.3.4 Treatments of standard MW data	27
3.3.5 Treatments of data	27
3.3.6 Retouching	28
3.3.7 Printing out of tape contents	29
3.3.8 Changes of preset values	29
3.3.9 End of process	30
3.3.10 Display, copy, clearing of data	30
3.4 Calculation process	31
3.4.1 Start	31
3.4.2 Selection of MW calibration conditions	31
3.4.3 Calculation of MW calibration conditions	31
3.4.4 Elimination and addition of MW calibration data	33
3.4.5 Indirect calibration	34
3.4.6 Display of MWD	34
3.5 Plotting process	36
3.5.1 Start	36

3.5.2 Normalization of MWD	36
3.5.3 Output onto plotter	38
4. Service programs and Errors	51
4.1 Services programs	51
4.1.1 Initializing of tapes	51
4.1.2 D2 tape-copy and list	52
4.1.3 D3 tape-copy and list	56
4.2 Remarks to change measurement conditions	56
4.2.1 Changing of columns	56
4.2.2 Changing of standerd MW values of polystyrene	57
4.2.3 To exchange colour of plotter pen	57
4.3 Propable errors	57
4.3.1 Error in data recording process	57
4.3.2 Errors in computer treatment	61
5. Postscript	61
Appendix Specification of data recording system	62

1. まえがき

多孔性ポリマー・ゲルを用いた液体クロマトグラフすなわちゲル透過クロマトグラフ（以下 GPC と記す）は 1960 年代中頃より普及はじめ、短時間で高分子物質の分子量分布（MWD）を測定できる唯一の方法として重合反応、高分子物性の研究のみならず製造現場における検査、工程管理にも広く使用されるに至った。その後測定の高速化と水系、混合溶媒あるいは高温での使用など測定対象の拡大さらに検出器の多様化、分析操作の自動化などの改良も行われ現在では高分子の研究を行う上で必要不可欠の装置となっている。

このように高分子のキャラクテリゼーションの方法として GPC の有用性は極めて高いが、その一方特に研究用の分析装置として使用する場合いくつかの不便がある。その主なものは次の 3 つである。

- (1) データの厳密な意味での再現性にやや問題がある。
- (2) データ処理にかなりの手間を要する。
- (3) 一般に絶対分子量による MWD が得られない。

(1) は測定中における溶媒の流速、室温の変化、ゲルの老化などにより溶出体積（Elution Volume ; EV）と分子量（MW）の関係が多数回の測定を重ねる間にしだいに変化し、したがって測定日の異なる分布曲線の間の厳密な比較は一般に困難である点である。このような必要性は重合又は高分子反応の研究、高分子の品質管理などにおいてしばしば生ずるが、特に試料が微量であったりあるいは変質しやすい高分子の場合すでに測定ずみの GPC 曲線間の比較を行いうれば好都合である。そこで使用したゲル・カラムに対する MW 較正曲線（EV-MW の関係）を使用して分布曲線の横軸を EV でなく MW（ふつう $\log(MW)$ の方が好都合である）に変換した MWD の形で結果が得られればこの問題は解消する。この場合用いる較正曲線は必ずしも試料ポリマーに対するものである必要はなく通常 MW 較正の標準に用いるポリマーに対するものでよい。このような $\log(MW)$ を横軸とした MWD は通常用いられている不等間隔に MW 値を入れた EV を横軸にとった分布曲線にくらべてはるかに見やすくかつ MWD の正しい形を伝えているものといえよう。

また、通常の GPC のデータ処理は i) MW 較正曲線の作成、ii) 一定間隔の EV との分布曲線における信号強度の読み取り、iii) 平均分子量の計算、iv) 分布曲線の転写の作業から成り iii) の過程にはコンピュータを用いるとしても i), ii), iv) は完全に手作業で時間と労力を要しかつ誤りを生じやすい。このためには全過程を一括して計算機処理を行えばよいわけで、i) ~ iii) までの過程についてはいくつかのメーカーがオンライン処理のシステムを市販している。しかし iv) に関しては従来と同じレコーダー出力のみで前述した $\log(MW)$ ベースの MWD を与えるシステムは知られていない。

(3) の問題は、(1), (2) よりさらに本質的でいわば GPC の泣き所ともいいうべき点である。すなわち、GPC による分別の機構が溶媒中に単分子分散したポリマー分子の loose coil の占める hydrodynamic volume によるものである以上、EV と MW の関係すなわちポリマーの MW

較正曲線 (MW calibration curve) は当然ポリマーの種類ごとに異なるはずである。すなわち GPC で得られる MWD は同一種の試料間の相対的な比較のためには非常に有用であるが、一般には絶対分子量による MWD は得られない。現実には分布巾のごくせまい、MW の測定値を付した標準ポリマーが市販されており、このポリマーによる MW 較正曲線を予め作成し、これを一応の MW の目やすとすることが一般に行われている。現在標準ポリマーとしてはポリスチレン ($MW = 300 \sim 10^7$)¹⁾、ポリイソブレン、ポリエチレンオキシド (水系; $MW = 2.4 \times 10^4 \sim 1.3 \times 10^5$)¹⁾、ポリパラースチレンスルホン酸ナトリウム (水系; $MW = 1,800 \sim 6.0 \times 10^5$)²⁾、プルラン (水系; $MW = 5,300 \sim 7.6 \times 10^4$)³⁾ などが市販されている。これ以外のポリマーではたとえば非水系ではポリスチレンによる MW 較正が便宜的に用いられることが多い。

このような GPC 測定に伴ういくつかの問題点を補うため我々は GPC のデータ処理システムを試作した。すなわちデータを一旦磁気テープに記録しこれをパーソナル・コンピュータで画像処理ならびに計算を行い、最終的には $\log(MW)$ ベースの MWD と平均分子量をプリント並びにテープ出力を行った。このシステムにより前述の a, b の問題点はほぼ解消されるに至った。また、このシステムではオリジナル、中間処理後ならびに最終データをカセットテープに記録、保存するため、任意の段階のデータをとり出して種々の処理を行うことが可能でありかつデータの保存も容易となった。

GPC の測定結果より当該ポリマーの絶対分子量による MWD を得る方法として次の 3 つがある。

- i) ユニバーサル・キャリブレーション法
- ii) GPC-LALLS 法 (又は GPC-低角度レーザー光散乱法)
- iii) 二重較正法

i) は Benoit の式⁴⁾ すなわち同一 EV で溶出するポリマー A と B の分子量、 M_A 、 M_B の間に次の方程式が成立する事実にもとづく。

$$M_A [\eta]_A = M_B [\eta]_B \quad (1.1)$$

ここで $[\eta]_A$ 、 $[\eta]_B$ はそれぞれのポリマーの極限粘度数である。一方、 $[\eta]$ と MW との間には Mark-Houwink-桜田の式⁵⁾ が成立することが知られている。

$$[\eta] = K [\eta]^a \quad (1.2)$$

したがって (1.1)、(1.2) 式より

$$K_A M_A^{a_A+1} = K_B M_B^{a_B+1} \quad (1.3)$$

が得られる。したがって GPC の測定条件 (同一溶媒、温度) における標準ポリマーと試料ポリマーの粘度パラメーター、 K_A 、 a_A 、 K_B 、 a_B が既知の場合 $M_A \rightarrow M_B$ への変換が可能となる。

この方法を用いるためには次の 2 つの点に十分留意する必要がある。第一に 2 組の粘度パラメーターはいずれも GPC の測定と同じ条件での値でなければならず、第二にこの方法により計算を行いうる MW の範囲はそれぞれの粘度式の適用範囲内に限られることである。これまで多くのポリマーについて種々の条件下での粘度パラメーターが報告されている⁶⁾ が、多くの場合 MW 数万以上の 5 ~ 10 種の分別試料を用いて得られたものでありこれらの値を MW 1 万以下のいわゆるオリゴマー領域に適用することにはかなり問題があると思われる⁷⁾。しかし現実にはこの方法はかなり安易に乱用されているきらいがあり、上述の 2 条件が厳密に満たされた範囲にのみ限定し

て i) の方法が使用されている例はむしろ少ない。

ii) の方法は GPC のカラムを通過して分別された試料溶液を LALLS (低角度レーザー光散乱装置) へ導き各 EV ごとの絶対分子量を測定するものである⁸⁾。この方法は原理上は非常にすぐれた方法であり超高分子量域 ($MW > 10^6$) のポリマーの分析などには威力を発揮しているが、低分子量域では LALLS の感度が低下し測定が困難となる。その理由は LALLS の信号強度は GPC の信号強度と MW の積に比例した量であるため、GPC と LALLS 双方で解析可能な程度の信号強度を得るためにには双方の検出器が高感度でかつ非常に広いダイナミックレンジにわたり入、出力信号の強度の間に直線性が成立しなければならないからである。一方試料濃度をある程度以上高めることはポリマー間の相互作用が生じ GPC, LALLS いずれの測定においても正しいデータが得難くなる。これらの理由で GPC-LALLS 法の適用もオリゴマー領域ではあまり適当でない。またこの方法で MW の較正を行うためには単分散試料を用いた拡散巾の補正が必要であり、巾をあらわす分布曲線の形により結果に一定程度の影響を与えることになる。

iii) は予め分取用 GPCなどを用いて対象とするポリマーの分布巾のせまい分別試料を数種類必要な MW の範囲にわたって得ておき、GPC-LALLS を用いてこれらの分布曲線のピークの分子量 M_B を測定し標準ポリマー (A とする) の較正曲線と比較して同一 EV 値における M_A と M_B の比較表を作つておく。一度この表が得られればその後は標準ポリマーを用いて MW の較正を行い $M_A \rightarrow M_B$ の変換をすれば絶対分子量による MWD が得られる。この方法は分取操作に手間がかかるが、分布巾のせまい分別試料が得られれば MW 約 1000 程度までは GPC-LALLS により MW の測定は可能である。なお GPC-LALLS により拡散巾の考慮なしにピーク MW を決定するためには分布がピークを中心としてほぼ左右対称でなければならない。

我々は当面平均分子量 (1-3) $\times 10^3$ のオリゴマーを主として取扱うため絶対分子量を求める方法としては iii) の方法を採用した。また ii) の粘度パラメーターがすべて既知の場合、 M_A と M_B の関係を予め計算で求めて表にしておけば iii) の方法がそのまま適用できることはいうまでもない。

参考文献

- 1) 東洋曹達 KK 製品
- 2) Pressure Chemical 社 製品
- 3) 昭和電工 KK 製品
- 4) Z. Grubisic, P. Rempp, and H. Benoit, J. Polym. Sci., B5, 753 (1967).
- 5) Polymer Handbook, second edition, J. Brundrup and E.H. Immergut eds., Interscience, New York, 1975, p.IV-1
- 6) 5) と同じ, p.N-6 ~ 33
- 7) J. Busnel, Polymer, 23, 137 (1982)
- 8) Chromatix 社 application note LS-2 p.1

2. システムの概要

2.1 ハードウェア

本システムの機器構成の写真および概略を Fig. 2.1.a ~ 2.1.c に示す。システムの構成と仕様を定めるにあたりもっとも重視し最初に検討を行ったのはデータ処理用のパソコン・コンピュータの選定であった。装置全体の稼動性を高めかつデータ処理の方法に多様性をもたせるため、データ集録部はデータ処理装置とは別に設けることにした。データ処理装置に対する主な要求は、
 1. グラフィック表示ならびに画像処理のソフトウェアが十分に用意されていること、2. 外部記憶媒体の記憶容量が1日分(6.5時間以上とする)の測定データを収納しうること、3. プログラミング作成が容易で、種々のユーティリティー・ルーチンが豊富に開発されていること、5) プロッタ、グラフィック・タブレットなど周辺装置の付加が可能でそれらが一元的に命令制御できること、などであった。

データ処理装置が選定され、一方GPC本体と検出器からの出力の仕様は各社大同小異であるため、データ集録装置に関しては入口と出口の仕様はほぼ定まってしまったことになる。さらに主に使いやすさの面から生じたいくつかの要求を加えると、これらを満足する適当な市販の装置は見当らず特注品を製作せざるを得ないことになった。

GPC本体に関しては非水系、単一溶媒を想定し、オリゴマー部に高い分解能をもつカラムを備えた。検出器は示差屈折計二種(本体付属のもの、RI 1ならびに高感度示差屈折計、RI 2)、可変波長紫外分光度計(UV)、低角度レーザー光散乱装置(LALLS-以下LSと略記する)をそろえた。これは比較的低濃度でのGPC、GPC-LS測定や共重合体、ポリマー末端基の定量など将来の必要を考慮したためである。

以下個々の機器の主な仕様を記す。

a. GPC本体

東洋曹達KK HLC-802UR(但し紫外吸収検知器を除く)

送液系；シングル・プランジャーポンプ(耐圧350 kg/cm²、最大吐出容量7.6 ml/min)、ドロップカウンター式流量モニター、圧力センサー(0~300 kg/cm²) 恒温槽系；カラム槽 約70°C、精度±0.2°C、検出部 40±10°C可変、精度±0.2°C
 カラム；21.5 mm ID×60 cm カラム 4本、通常サンプルカラムとしてTSKG 2000H10、G4000H10各1本を使用、レファレンスカラム2本。
 示差屈折計(RI 1)；フレネル反射型(シリンドリカルレンズ、測定屈折率範囲1.30~1.70、最高検出範囲1×10⁻⁷ RIU、フローセル容積3 μl、出力100 mV。

b. 紫外可変波長流動光度計(UV)

東洋曹達KK UV-8；波長範囲200~350 nm、シングルビーム、最高検出範囲0.005ABS.

c. 高感度示差屈折計(RI 2)

東洋曹達KK RI-8；フレネル反射型(シリンドリカルレンズ、測定屈折率範囲1.30~1.70、

最高検出範囲 1×10^{-8} RIU, フローセル容積 $10 \mu\ell$, 出力 100 mV.

d. 低角度レーザー光散乱光度計 (LALLS ; LS)

東洋曹達KK LS-8; He-Ne レーザー (6328A), 5mW, 測定散乱角 5° , フローセル容積 $30 \mu\ell$, 出力 100 mV.

e. データ集録装置

マイコン部; インテル SBC 80/10 B, AD変換部; アナログデバイス RT 1202-OA 09, CRTディスプレイとキーボード; ビクター DP-570, VG-570, データ記録部; HP9875 A, コントロル・ユニットの設計と製作, 及び制御用ソフトウェアの製作; 旭計器, 仕様は付録1 参照。

f. データ処理装置

横河ヒューレット・パッカード (YHP) KK 9845 T デスクトップ・コンピューター; 192 Kバイトメモリー, 12インチCRT (560 × 455 ドット), 感熱式ライン・プリンタ, デュアル・カートリッジ・ユニット付, I/O 制御ならびにグラフィックス ROM付加, HPIBインターフェース付加。

g. プロッタ

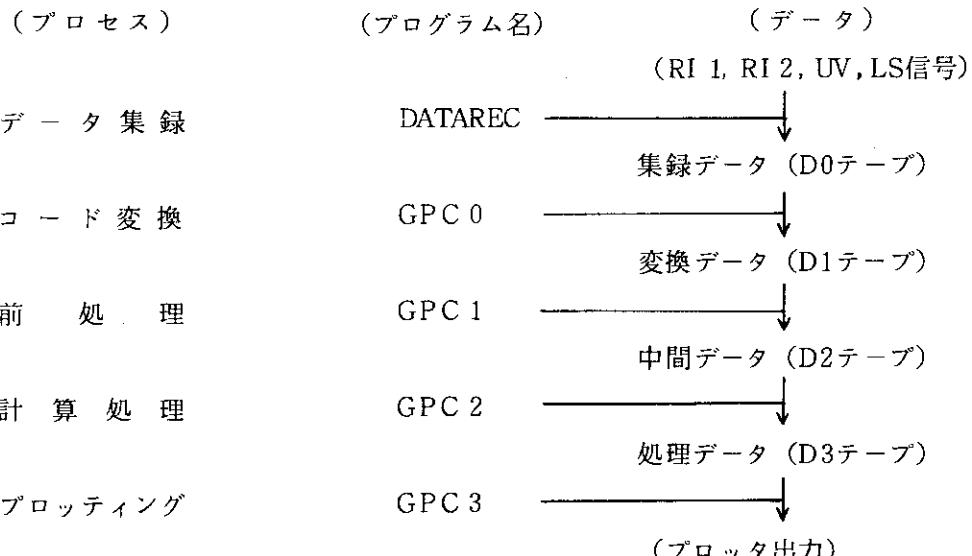
YHP KK 7225 A プロッタ; 203 × 285 mm (A4判), プロット確度 ± 0.25 mm, 再現性 0.1 mm, HPIBインターフェース。

h. グラフィック・タブレット

YHP KK 9111 A グラフィック・タブレット; 有効ディジタイズ領域 218.5×300.8 mm, 分解能 0.100 mm, 精度 ± 0.600 mm (20 °C), データ転送速度 1~60組の座標/秒 (プログラムブル), HPIBインターフェース。

2.2 ソフトウェア

GPC測定/データ収録よりプロッターによるMWDの描き出しに至るまでの過程を次の5つに大別してプログラミングを行った。それぞれのプロセスとデータテーブとの関係は以下の通りである。



それぞれのプロセスにおける主な処理内容ならびに D 0～D 3 の内容は次のようである。

プログラム	使用言語	媒 体	主 な 処 理 内 容
DATAREC	アセンブラー	R OM	ドロップ信号又は一定時間ごとのデータの記録（3 チャンネル），キー入力した情報の記録，D 0への出力。
GPC 0	ベーシック	テープ	任意の 2 チャンネルのデータのバイナリー→ASCII コードへの変換，測定番号とデータ番号の対応，D 1への出力。
GPC 1	ベーシック	テープ	任意の 1 チャンネルのデータを選択し，MW較正用データの読み取り，MWD のベースライン処理，D 2への出力。
GPC 2	ベーシック	テープ	MW較正曲線の作成，MWD と平均分子量の計算，MWD（試料の情報を含む）のプリンタ出力，D 3への出力。
GPC 3	ベーシック	テープ	MWD の規格化，重ね描き，プロッタ出力。

テープ	記述形式	記 述 の 内 容
D 0	バイナリー	4 種の検出器の信号のうち任意の 3 チャンネルのデータ；測定条件や試料に関する情報
D 1	ASCII I I	D 0 のうち任意の 2 チャンネルのデータ，データのディレクトリー。
D 2	ASCII I I	画像処理後の信号，MW較正用データ，試料に関するデータ。
D 3	ASCII I I	MWD データ，測定条件，試料に関する情報など。

以下それぞれのプログラムの内容について記す。

2.2.1 データ集録プロセス (DATAREC)

この部分のプログラミングはメーカー側で行われたためその詳細は明らかでないが，Fig. 2.2 にその概略を示す。

(1) 1 次データに関する処理

a. スパイクノイズ処理

$$\begin{aligned} |\ell_i - \ell_{i-2}| &\leq |\ell_{i-1} - \ell_{i-2}| \text{ が成立するとき,} \\ \ell_{i-1} &= (\ell_{i-2} + \ell_i) / 2 \end{aligned} \quad (2.1)$$

とする。 ℓ_i はクロマトグラムのデータ集録開始より i 番目の信号データ（1次データ）である。

b. スムージング処理

(1) 得られたデータに対し下式によりスムージングを行う。

$$\ell_i = (3\ell_{i-2} + 12\ell_{i-1} + 17\ell_i + 12\ell_{i+1} + 3\ell_{i+2}) / 35 \quad (2.2)$$

ここで強度因子 (3, 12, 17 ; 35) はキーボード入力により変更することができる。

c. 平均化

(2) 得られたデータを指定された回数， n ごとの平均をとり 1 個の出力データ（2 次データ）とする。

$$\ell_K = \sum_{i=1}^n (\ell_i / n) \quad (2.3)$$

3次データは3つのチャンネルからの2次データ各1個から成り、3次データ10個づつ出力エリアに転送し、256バイトを1レコード単位としてD0テープに記録する。（集録データ）このとき極力データの集録密度を高めるためすべてのデータはバイナリー形式で記録している。

D0テープの集録データ総数（3次データ）は23400データ／チャンネルであり、0.5秒間隔でサンプリングし平均化回数（n）を4としたとき13時間の連続記録が可能となる。

(2) 試料、測定条件に関する情報

測定月日、測定条件、試料名などキーボードより入力したデータ（IDデータ）はすべてASCIIコードで記録する。GPC装置に試料が注入された時又はコントロールユニットのWRITEボタンが押されたときこれらの情報が出力エリアに転送される。転送後試料名をクリアし測定番号を更新する。他のデータは変わらない。

(3) テープのイニシャライズ

新しいカートリッジテープに対して使用前にイニシャライズ処理を行わねばならない。テープに780個のレコード単位（256バイトから成る）の作成、ディレクトリの設定およびテストを行う。

2.2.2 コード変換プロセス (GPC 0)

このプログラムはデータ集録装置で記録されたD0テープの内容を10進数に変換したASCIIコードとしてD1テープに出力する。また次の前処理プロセスにおいてランダムアクセスができるように、測定番号（運転開始よりの試料の注入回数に対応する番号）に対応する試料注入時のデータ番号（測定開始より停止までの3次データの個々に付された累積番号）のファイルおよびID（コメント）データのファイルを作成する。フローチャートをFig. 2.3に示す。個々のプロセスの中での処理内容を以下に述べる。

(1) S IF IN

SIF (Standard Interchange Format) で記録されたファイルをHP 9845で読込むためのシステムプログラム。

(2) INPUT

D0テープに記録された3チャンネルの中からD1テープに出力するチャンネル番号の指定および処理を開始するデータ番号を指定する。

チャンネル番号 CNO $1 \leq CNO \leq 3$ (2チャンネル)

データ番号 DNO $0 \leq DNO \leq 13399$

(3) D0 READ

D0テープの内容を読込む。各データフォーマットの先頭にある識別コードによっておのおのの処理に分岐する。

識別コード ; Ø 信号データ

1 IDデータ

(4) CONV

2進数のデータを10進数に変換する。試料注入時のインジェクション信号によってインジェクションフラグがセットされたデータに対応するデータ番号のファイルを作成する。

(5) WRITE 1

変換されたデータをD1テープに出力する。

(6) IDFILE

D0テープに記録されたIDデータを抽出しファイルを作成する。

(7) WRITE 2

インジェクション信号の生じたデータ番号およびIDデータのファイルをD1テープに、インジェクション信号の生じたデータ番号のリストをプリンタに出力する。

D0テープのフォーマットについてはFig.A.5参照。

2.2.3 前処理プロセス (GPC 1)

このプログラムは標準試料のクロマトグラムからMW較正用データを作成するプロセスと一般試料のクロマトグラムに対してベースライン補正するプロセスから成る。

標準データプロセスではD1テープより入力した標準試料による較正用データからピークの読み取り、MWの割付けを行いMW較正用のリストを作成する。測定データプロセスではD1テープより入力した測定試料のデータのベースラインの補正、スムージング、IDデータの附加を行う。ともに結果(中間データ)をD2テープに出力する。フローチャートをFig.2.4に示す。個々のプロセスの中での処理内容を以下に述べる。

(1) GPLOT

このプログラムで使用するCRTの表示用画面を作成する。作成した画面のデータはストアされ以下の各プロセスにおいて随時使用する。

(2) MAIN

CRT画面のデジタイジング(座標読取)およびグラフィクス・タブレットの入力操作を管理している。すべての処理プロセスはこのプロセスから分岐する。

(3) READ

D1テープからデータを読み込みメモリにストアする。a～cのサブプロセスから成る。

a. D1READ

D1テープに記録された2チャンネルのデータを読み込む。データ数 ≥ 1350 となるまで読み込み、データの最大値、最小値を検出して画面表示のスケール調整を行う。

b. SMOOTH

読み込んだデータのスムージングを行う。スムージングの方法は各種考えられるが効果、能率の点で本プロセスでは次式による単純平均としている。

$$h'_i = \frac{\sum_{i=-n}^n h_i}{n} \quad (n=2) \quad (2.4)$$

c. TCONT

D1テープから読み込むデータの順番を変更する。テープの前進、後退、巻きもどしの機能を行

う。

(4) STAND

集録データから MW較正用リストを作成し D 2 テープに出力する。a～c のサブプロセスから成る。

a. MWSET

MW既知の標準試料によるデータについてそれぞれのピーク位置の試料注入（インジェクト）時からのデータ数を CRT画面から読み取り、その試料の MW 値と対応させたリストを作る。この場合データの集録時におけるサンプリングのタイミングは溶出カウント数（E C）または溶出時間（E T）のどちらでも良い。最大 17 種類の MW 値が定義できる。同一の標準試料が複数個のクロマトグラムにあらわれる場合、そのうち任意の一個を選択することができる。

b. PLOT

CRT に縦軸にデータ数、横軸に MW（対数表示）として MW較正リストをプロットし較正曲線の概形を表示する。誤入力による設定の誤りを防止する。

c. WRITE 1

D 2 テープに MW較正用データを出力し、プリンタに内容を出力する。

(5) SAMPL

データにベースライン補正を行い I D データを付加して D 2 テープに出力する。a～d のサブプロセスから成る。

a. BASE

測定データによる分布曲線の前後の信号のあらわれていない領域に 2 個ずつの基準点をとって直線のベースラインを設定し、この 2 本の直線の間の変化を曲線で補間する。曲線部分は現実のベースラインの変化に適合したカーブが望ましいがすべての要因を満足させることは極めて困難である。本プロセスでは実用的に次の方法を利用している。

入力指示点を A, B, C, D (ただしデータ番号で A < B < C < D) とし、点 A, B による直線を y_1 および点 C, D による直線を y_2 とするとき

(a) 点 A, B 間および点 C, D 間は直線 y_1 および y_2

(b) 点 B, C 間は直線 y_1 および y_2 が

I. 点 B, C 間で交点を持つとき、直線 y_1 および y_2 に内接する円の円弧でかつ y_1 , y_2 と連続な接点をもつもの

II. 点 B, C 間で交点を持たないとき、直線 y_1 および y_2 について点 B, C から各 $BC/4$ 内側に延長して得られた点 E_1 , E_2 を結ぶ直線 y_3 と直線 y_1 および y_2 に内接する円のその両端 (E_1 , E_2) において連続な円弧

III. I および II の方法で解が求まらない (コンピュータによる数学上のエラーが発生する) とき、点 B, C を結ぶ直線 y_4

CRT に表示されたベースラインの適否を判断する。ベースラインの設定後次式によるデータとなる。

$$\begin{aligned} h_i &= h_i - base_i & (h_i \geq base_i) \\ h_i &= 0 & (h_i < base_i) \end{aligned} \quad (2.5)$$

b. TRIM

ベースラインが設定されたデータについて横軸方向前後のデータの限界点を指定し、データの上限下限を定める。範囲外のデータはすべて0になる。また必要に応じデータのスムージングを行う。スムージングの方法は(3) bと同じである。結果がD2テープへの出力データとなる。

c. IDENT

データ集録時に入力したコメントデータの中からD2テープへの出力データにIDデータとして付加するものを指定する。

d. WRITE 2

D2テープに前処理されたデータを出力し、プリンタに記録する。

(6) EDIT

データの修正を行う。CRT画面に表示された分布曲線を見ながら画面上のカーソルポイント(タブレットペンの動きに追従する)を移動させて新しい曲線を入力する。集録した分布曲線から一部の分布曲線のぬき出し、および不用な分布曲線の消去などに用いる。

(7) LIST

D1テープに書かれた内容をプリンタに出力する。

(8) PRESET

プログラムのスタート時に設定されている動作、数値などの変更を行う。a～cのサブプロセスからなる。

a. CLEAR

出力データのD2テープへ書込むレコード番号を1にセットする。変更しなければ前のデータの続々に記録される。またD1テープの第2チャンネル側のデータの読み込み時にレコード番号の更新を行わないようにする指定ができる。

b. AREA

D1テープから読み込むデータの間隔およびD2テープへのデータ書出し点を変更する。変更しなければ読み込むデータの間隔は1(D1テープのデータのまま)、D2テープへのデータの書出し点は読み込まれたデータ数で試料注入時(インジェクト)から325点目となる。また書出し点より540データがD2テープへの出力データである。

c. LTYPE

CRTに表示するデータのラインタイプを変更する。通常はデータを点で表示するドット表示を行う。他に点線または実線による表示ができる。

(9) END

すべてのファイルをクローズしてプログラムを終了する。

2.2.4 計算処理プロセス(GPC 2)

このプログラムは前半のMW較正プロセス(Calibration Process)と後半のMWD展示プロセス(Display Process)から成る。前半部ではD2テープよりMW較正用データを読み取り、ECとMWの関係を適当な代数曲線で近似する。後半部では前半部で得られたMW較正曲線を用いて数、重量平均分子量(M_N , M_W)と多分散比(M_W/M_N)ならびに $\log M$ をベースと

したMWDを計算してこれらの結果をプリンタならびにテープ(D 3)出力する。全体のフローチャートをFig. 2.5に示す。個々のサブ・プロセス中の処理の内容を以下に述べる。

(1) PRESET

MW較正曲線を得るに際しこの種々の条件の設定を行う。

a. データ処理のベース

データ集録装置において信号のサンプリング・モードとして溶出カウント(EC)と溶出時間(ET)のいずれかを選択しうることになっているため、データ処理過程もそれに応じて若干異なる。一般にカウント・ベースの方がGPCの送液ポンプの吐出量の変動を受けにくい利点がある。又、本システムのGPC装置はドロップカウンターによるECを溶出体積(EV)のメジャーに用いるように作られており、したがって以下の記述はとくに断らぬ限りECベースとする。

b. 単一／二重較正

通常のGPC測定では測定の最初と最後に数種類の標準ポリマーの混合溶液を注入してMWの較正を行うことが多い。もしこの2組のデータ間でごく僅かの変動しかない場合には両データの平均値でMWの較正を行う。この場合すべての測定結果に対して单一の較正曲線を適用することになり、単一較正(single calibration)と呼ぶこととする。

一方、2組のデータ間に有意の差がある場合、二重較正(double calibration)を行う。まず測定開始時、終了時に對応する2本の較正曲線、

$$\log M = f_j(z) \quad (2.6)$$

$$\log M = f_f(z) \quad (2.7)$$

を定める。したがって測定の開始、終了におけるある特定のEC, z_j に対応するMWをそれぞれ M_i , M_f とすれば、これらは z_j をそれぞれ(2.6), (2.7)式に代入して得られる。ここであるECにおいて溶出するポリマーのMWの変化が時間に比例して起こると仮定する。いま t_i , t_f をそれぞれ測定の開始ならびに終了に当って標準ポリマー溶液を注入した時刻、 t_p を試料pの注入した時刻とすれば、試料pのクロマトグラムにおいてあるEC値、 z_j に溶出するポリマーのMW、 M_p は

$$\log M_p = \log M_i + (\log M_f - \log M_i) \times \frac{t_s - t_i}{t_f - t_i} \quad (2.8)$$

で与えられる。

c. 直接／間接較正

標準ポリマー以外のポリマーを測定する場合、予め同じEC値で溶出する標準ポリマーと試料ポリマーのMWの間の関係が表の形でプログラム中におさめられていれば、標準ポリマーによる較正曲線を試料ポリマーのそれに変換できる。これを間接較正(indirect calibration)とよぶ。これに対し標準ポリマーによる較正を直接較正(direct calibration)とする。間接較正を行うためには予め直接較正を行わねばならないことはいうまでもない。

(2) READ 1

MW較正用のデータ2組をD 2テープより読みとり、ECと、MWの関係を表ならびにグラフとして表示する。これらを見て单一／二重較正のいずれかを選択する。

単一較正の場合同一 MWに対する 2 組の EC 値の平均値をとり、再度 EC と MW の関係を表とグラフの形で CRT 上に表示する。二重較正の場合 1 回目（測定開始時）のデータを表示する。1 回目のデータに対する較正曲線を得たのち再度このプロセスへ戻り 2 回目（測定終了時）のデータを取扱う。

(3) CALIB. CURVE

EC (又は ET) と MW の関係を代数曲線で近似する。ここで $x = \log M$ であり、Z は次の通りである。

$$\text{ECベース (100 カウント単位)} z_i = \frac{i_0 + n \cdot i}{100} \quad (2.9)$$

$$\text{ETベース (分単位)} z_i = \frac{j_0 + 0.1n \cdot j}{60} \quad (2.10)$$

但し i_0, j_0 はそれぞれ試料注入時から数えたオフセット・カウント又は時間（秒単位）であり、したがって i, j はオフセット経過後のカウント数、時間である。n は平均化回数（2.2.1 の(1) C 項参照）である。

MW較正曲線の代数近似法は次の 3つより選ぶ。

a. 多項式近似

$$x = \sum_{i=0}^n A_i z_i^i \quad (2.11)$$

b. 混合近似

$$M \geq M_p, \quad x = f_0(z) = B_{01}z + B_{00} \quad (2.12)$$

$$M_p > M > M_{p+1} \quad x = f_1(z) = B_{13}z^3 + B_{12}z^2 + B_{11}z + B_{10} \quad (2.13)$$

$$M \leq M_{p+1} \quad x = f_2(z) = B_{21}z + B_{20} \quad (2.14)$$

M_p, M_{p+1} は標準とするポリマーの中高分子量側よりそれぞれ p, p+1 番目の試料の MW である。また (2.13) 式はその両端で (2.12), (2.14) 式と連続となるよう係数 B_{1i} ($i = 0 \sim 3$) が定められている。すなわち接合点 (x_0, z_0) と (x_1, z_1) でそれぞれ F が成立しなければならない。 $f'(z)$ は df/dz である。

$$x_0 = \log M_p = f_0(z_0) = f_1(z_0) \quad (2.15)$$

$$x_1 = \log M_{p+1} = f_1(z_1) = f_2(z_1) \quad (2.16)$$

$$f'_0(z_0) = f'_1(z_0) \quad (2.17)$$

$$f'_1(z_1) = f'_2(z_1) \quad (2.18)$$

c. 折線近似

それぞれのデータの座標を単に直線で結ぶ。（データ数）～1 個の 1 次式から成る。

なお、(2.11), (2.12), (2.14) 式の係数は最小自乗法により定める。

通常 a 又は b のいずれかを用いる。特性のかなり異なる 2 種のカラムを組合せて用いる場合 b がよく適合する。c はデータがばらついて a, b の適用がむづかしい場合に用いるがこれを用いて得られた MWD はスムーズな曲線とはならない。

いずれの近似法においても MW 較正範囲を越えた MWD のスケーリング部分についてはもっとも近い部分の曲線の外挿線が適用されるため、MWD の全体が較正範囲内にあるようカラムならびに標準ポリマーの選択を行うことが重要である。

(4) DATA ADD/ELIM

(2) で得た較正曲線とデータの適合に不満足な場合、再度別のパラメーターあるいは近似法で計算を行うが、その前にデータの一部を最小自乗法による計算から除外したりあるいは架空のデータを加えて計算を行うことができる。

(5) IND. CALIB.

間接較正を行う場合試料ポリマーの MW と EC の関係を示すデータが必要である。すなわち同一カウント値で溶出する標準(s)ならびに試料(p)ポリマーの MW, $M_s - M_p$ の関係をプログラムに内蔵されたリストより呼び出し、その M_s に対応する EC 値を較正曲線から計算する。こうして得た $EC(z) - M_p$ の表を用意して(2)のプロセスへ飛ぶ。

(6) READ 2

D 2 より測定試料の MWD データを 1 個ずつ読みとり分布の立ち上り点（高分子量側）と立ち下り点（低分子量側）を定める。前者は EC の増加にしたがい分布の高さがその最大値の 1/500 を連続して 3 回以上こえたとき、後者は最大値の 1/100 を連続して 3 日以上下廻ったとき、いずれもその最初のデータの EC 値とした。次にこれらの EC に対応する MW が計算され MWD の範囲が 10 の整数べきの形で表示される。

(7) MWD CALC

Fig. 2.6 に log M ベースの MWD の計算の原理を示す。(a) は通常のカウント(Z), ベースのクロマトグラムであり、

$$y = h_1(z) \quad (2.19)$$

であらわされる。(b) は MW 較正曲線であり

$$x = \log M = f(z) \quad (2.20)$$

とする。(a) の分布の横軸(Z)を(b) の較正曲線を用いて x に変換を行えば(c) の MWD が得られ、

$$y = h_2(x) = a \cdot h_1(z) / f'(z) \quad (2.21)$$

であらわされる。a は規格化定数である。

一方、数ならびに重量平均分子量、 M_n , M_w ならびに多分散比、R は (2.19), (2.20) 式より直接計算される。

$$M_n = \frac{\sum_{i=i_0}^{i_t} h_1(z_i)}{\sum_{i=i_0}^{i_t} [h_1(z_i) / M_i]} \quad (2.22)$$

$$M_w = \frac{\sum_{i=i_0}^{i_t} h_1(z_i) \cdot M_i}{\sum_{i=i_0}^{i_t} h_1(z_i)} \quad (2.23)$$

$$R = M_w / M_n \quad (2.24)$$

$h_i (Z_i)$, M_i はそれぞれ i 番目のデータに対応する h_i , MW 値であり, i_0 , i_{t-1} はそれぞれ h_i の分布の立ち上り, 立ち下り点のデータ番号である。

なお (2.19) 式の計算で得られた MWD はその最大ピーク値が 10 となるよう規格化され一旦 CRT に表示される。

(8) COMMENT

MWD とともにプリンタ出力する試料, GPC 測定, データ処理条件などに関するコメントをキー入力する。また CRT の画面の中にコメントの出力エリアを設定する。

(9) PRINT OUT

コメントを付した MWD がドットプリンタより出力される。

(10) TAPE OUT

(8) の計算結果ならびに D 2 から得られた種々のコメント情報, 本プログラム実行中に生じた種々のデータ情報, コメントなどが D 3 テープへ出力される。

2.2.5 プロッティング・プロセス (GPC 3)

2.2.4 の計算処理プロセスにより D 3 テープに記録した MWD に関するデータをいくつか重ね描きしてプロッタ出力を行う。処理の流れの概略を Fig. 2.7 に示す。

(1) PRESET

このプログラムで同一画面に重ね描きできる MWD は最大 6 個である。はじめに描くべき MWD の数(N)を入力する。入力の順番にしたがって自動的にラインタイプ (実線, 破線, 鎖線など) がきめられる。

(2) READ

a. MWD データの読み込み

1 ~ N 番目のデータを D 3 テープのデータ番号を指定して 1 組ずつ読み込む。

b. 面積, 立上り, 立下り点の log M 値計算

それぞれのデータについて, MWD の占める面積,

$$S = \sum_{i=i_0}^{i_{t-1}} h(z_i) \cdot (z_{i+1} - z_i) \quad (2.25)$$

立上り, 立下り点に対応する log M 値を計算する。

(これらの値はすでに GPC 2つの READ 2 と MWD CALC. の部分で計算し D 2 上に記録されている筈であるが, 初期のデータの一部に対してはプログラム・ミスのためこの部分が誤っているものがあったため再度計算を行うこととした。)。ついで N 個のデータ中での sum の最小値 (S_{min}) と MWD 中の log M の最少, 最大値を定めて CRT 上に S_{min} と MWD の占める範囲を 10 のべき乗 (整数値) で表示する。

c. MWD レンジ設定

b で N 個の MWD をおさめうる log M の範囲が表示された。この範囲をそのまま出力画面の横軸の範囲にする (自動設定) かあるいはこれと異なる範囲を設定する (手動設定) かを選択する

ことができる。ただし後者の範囲は必ず前者の範囲より同じか広いことを要する。最終的に設定された MW範囲と Smin が CRT 上に表示される。

(3) NORM. BY AREA

N 個の MWD の出力に際し 2 通りの規格化の方法の一つを選ぶことができる。第一はすべての MWD の占める面積を一定にする方法であり、第二は MWD の中の最大値を一定にする方法である。面積による規格化を行う場合 Smin の値を参考にオーバースケールをしないよう面積の規格値を選ぶ。

(4) NORM. BY MAX. PK HT.

MWD のタテ軸はベースラインの位置が 0, 図の内ワクの上端が 12 と定められている (Fig. 3.17 参照)。したがって 0 から 12 の間の適当な数を設定すればその値がそれぞれの MWD の最大値とした分布曲線が得られる。

(5) GRAPHICS

重ね描きされた N 個の MWD が CRT とプリンターに出力される。

(6) RECALC.

出力結果を見てもし不適当な MWD があればその分布のみ規格化の計算をやり直すことができる。この場合規格化方法の選択はこれまでと同じである必要はない。満足な画面が得られたら次のステップへ進む。

(7) COM. INPUT

プロッター出力に先立ち、試料のコード名、カラム名、検出器の種類、MW 較正法、日付の入力を行う。

(8) PLOTTER

プロッターに一定の型式で MWD とコメントが出力される。ステップ(2)へ戻り同様な操作をくり返す。すべての処理が終ったときには N として 999 を入力すれば停止する。

本データ処理プロセスにおけるプログラムとデータ・テープの関係を Fig. 2.8 に示した。又 Fig. 2.9 は処理のアウトラインをわかり易く示したものである。

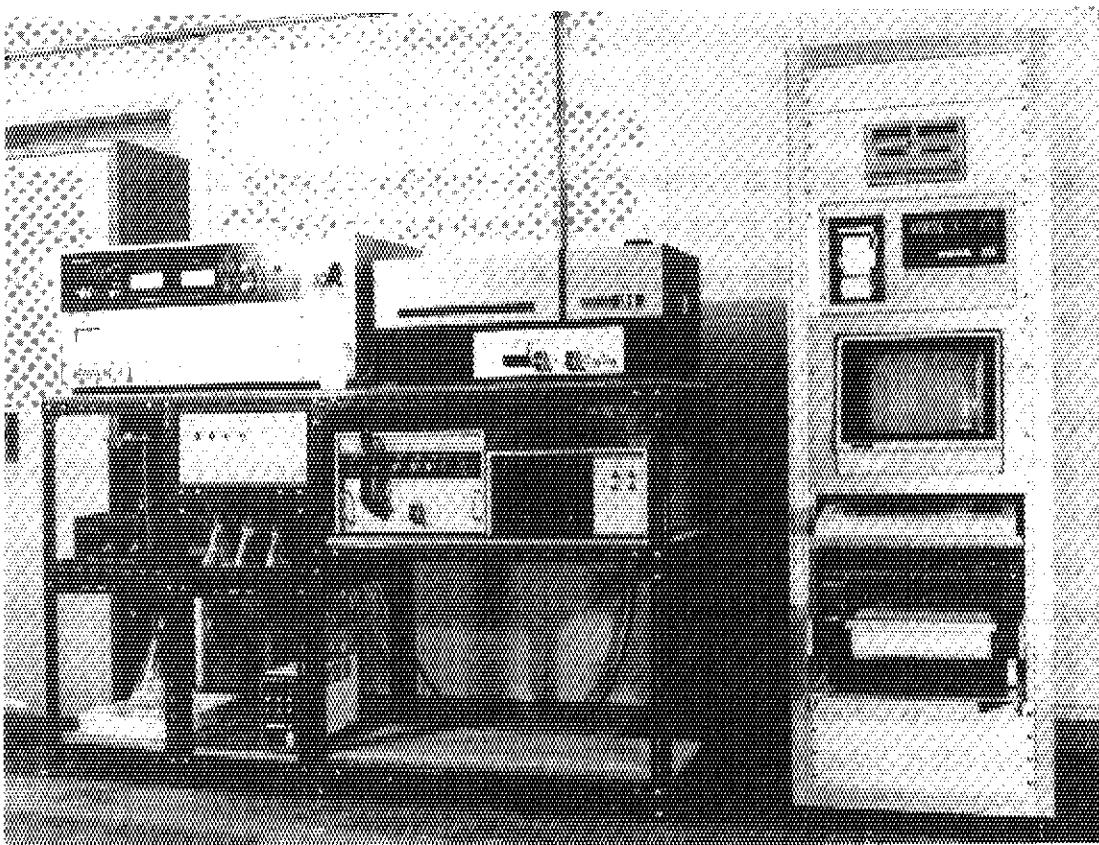


Fig. 2.1.a Photograph of GPC and data recording systems.
GPC system in the left rack: GPC (top left), LALLS (top right), spectrophotometer and high sensitivity
refractophotometer (left and right, respectively,
under the LALLS). Data recording system in the
right rack.

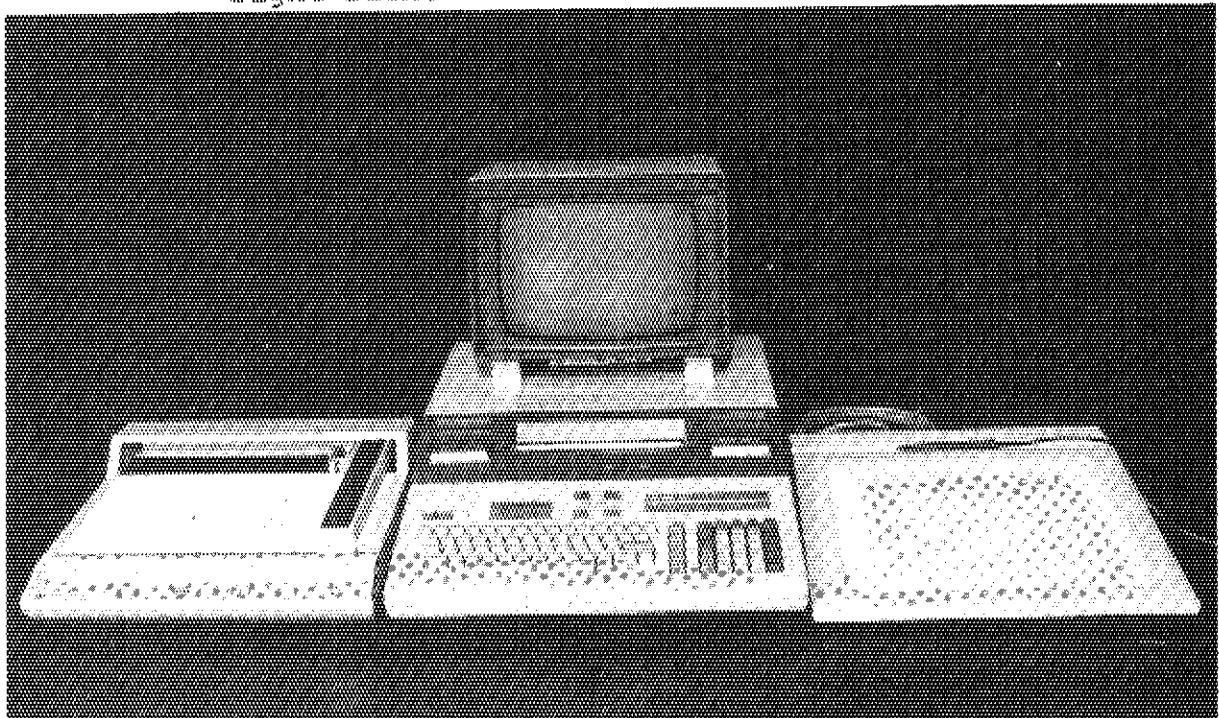


Fig. 2.1.b Photograph of data processing system. From left to
right: plotter, computer, and graphics tablet.

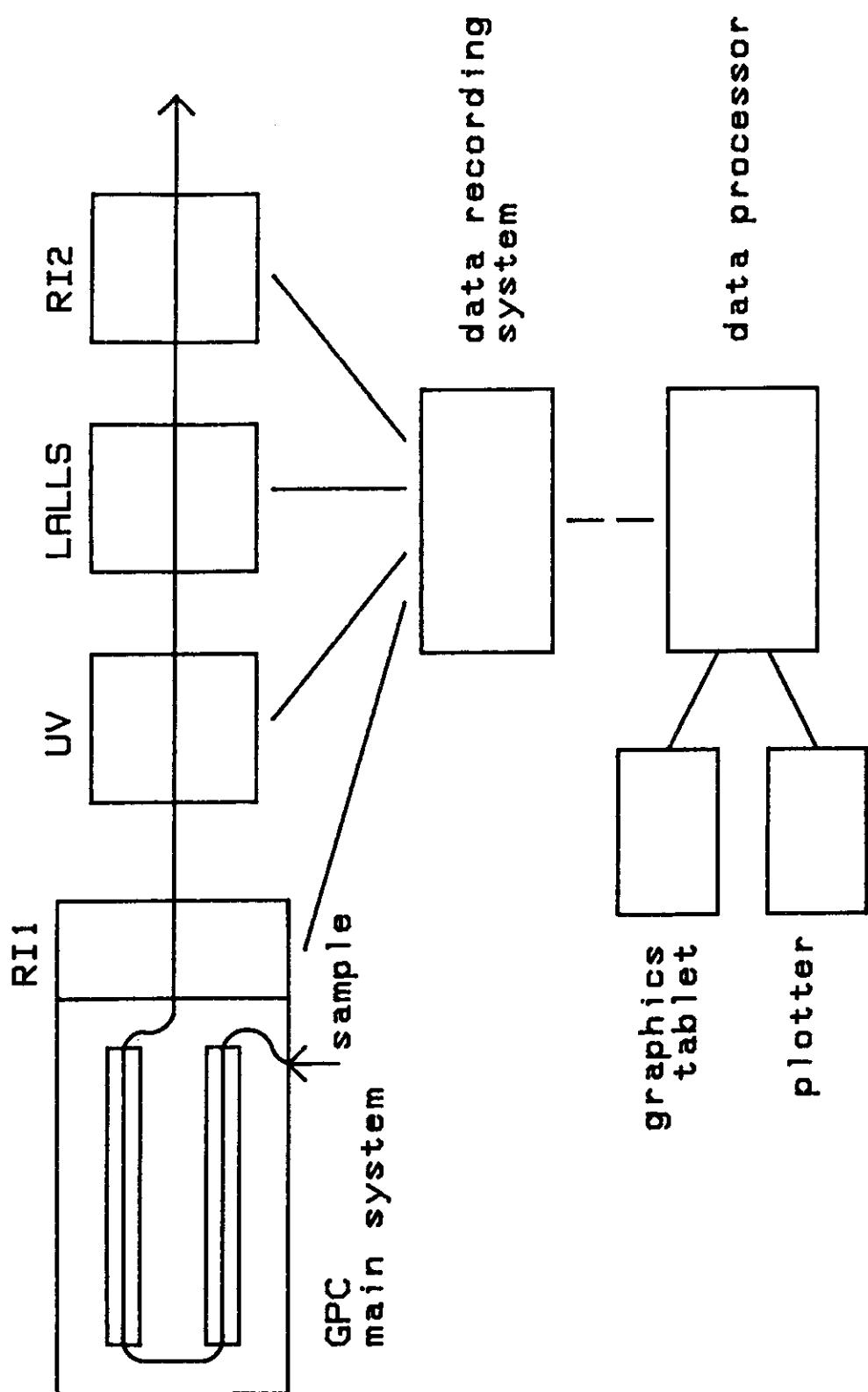


Fig. 2.1.c Schematic diagram of the present GPC data processing system.

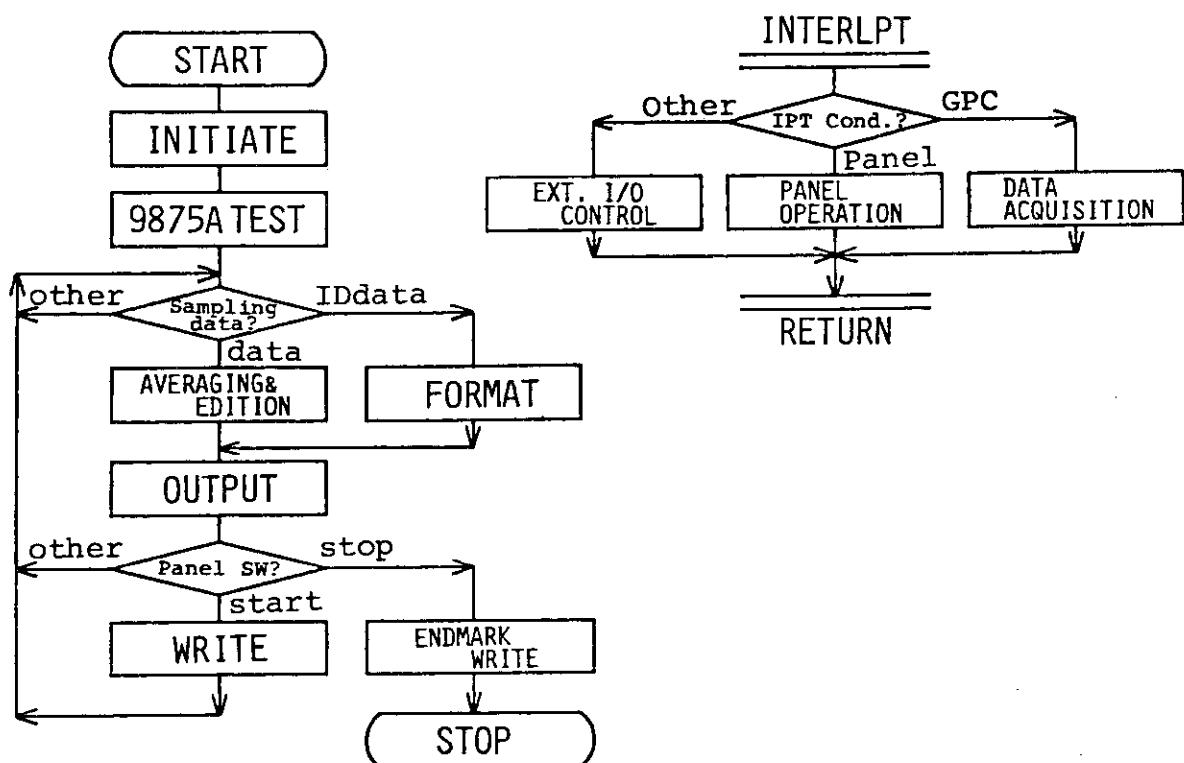


Fig. 2.2 Flow chart of the "Data Recording Process".

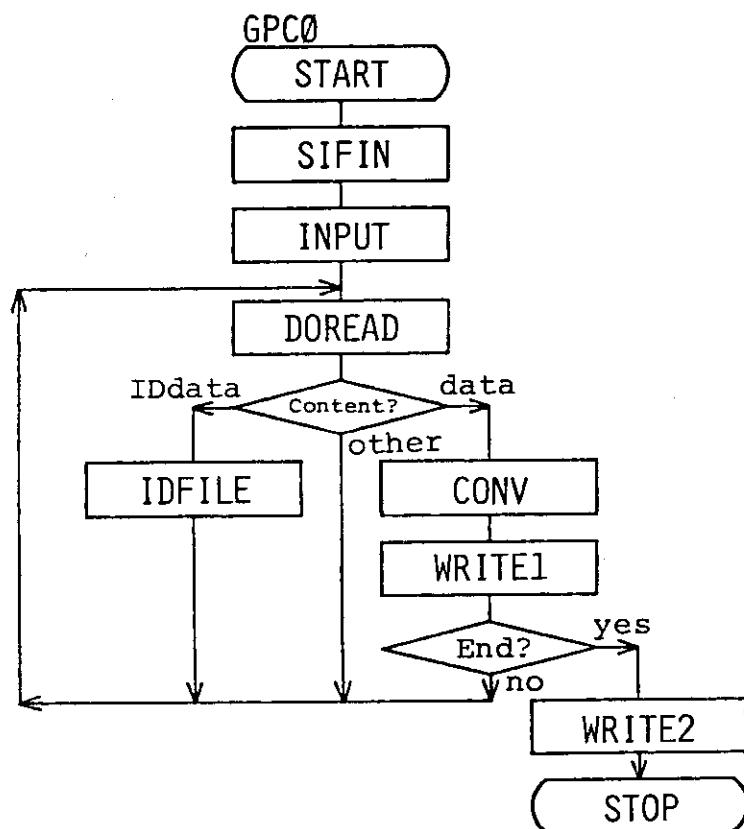


Fig. 2.3 Flow chart of the "Code-conversion Process".

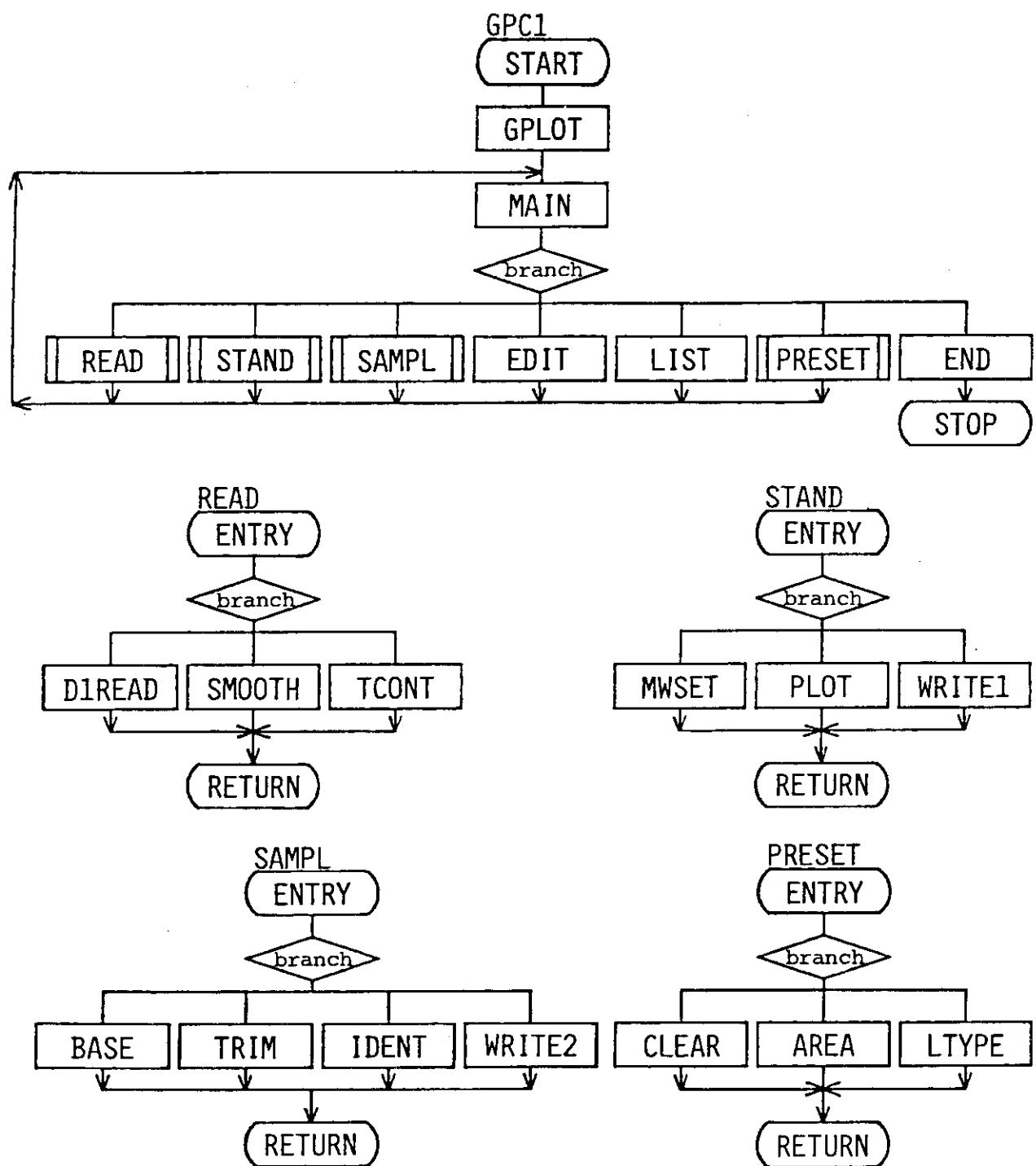


Fig. 2.4 Flow chart of the "Pre-treatment Process".

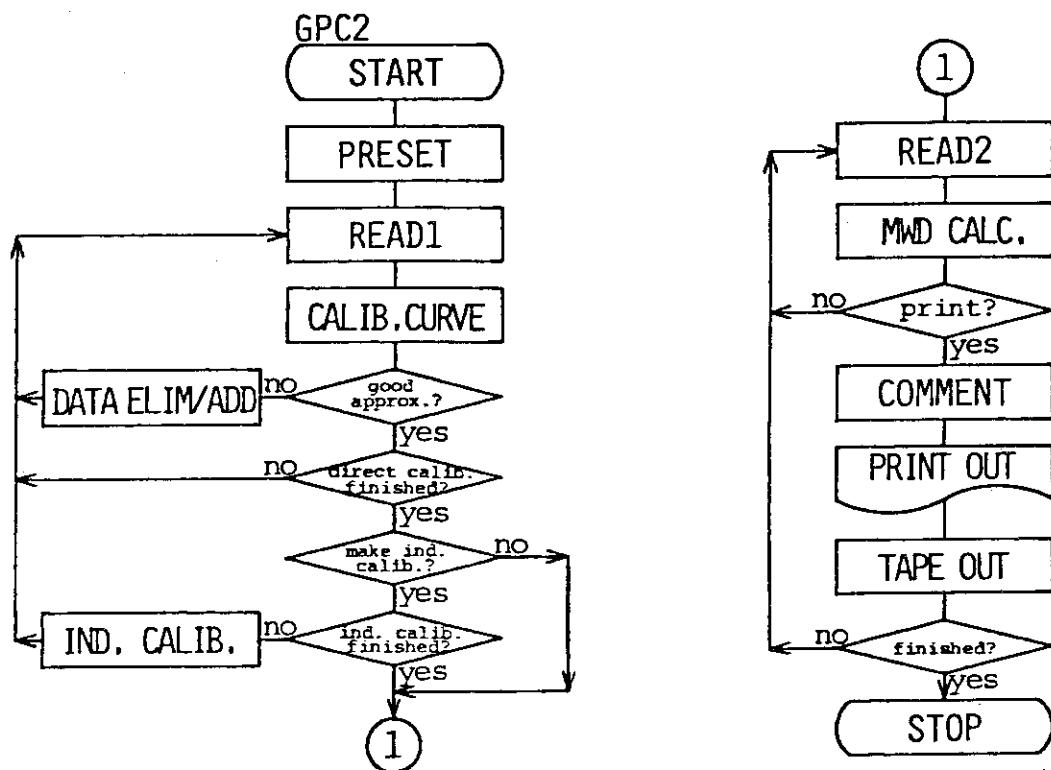


Fig. 2.5 Flow chart of the "Calibration Process".

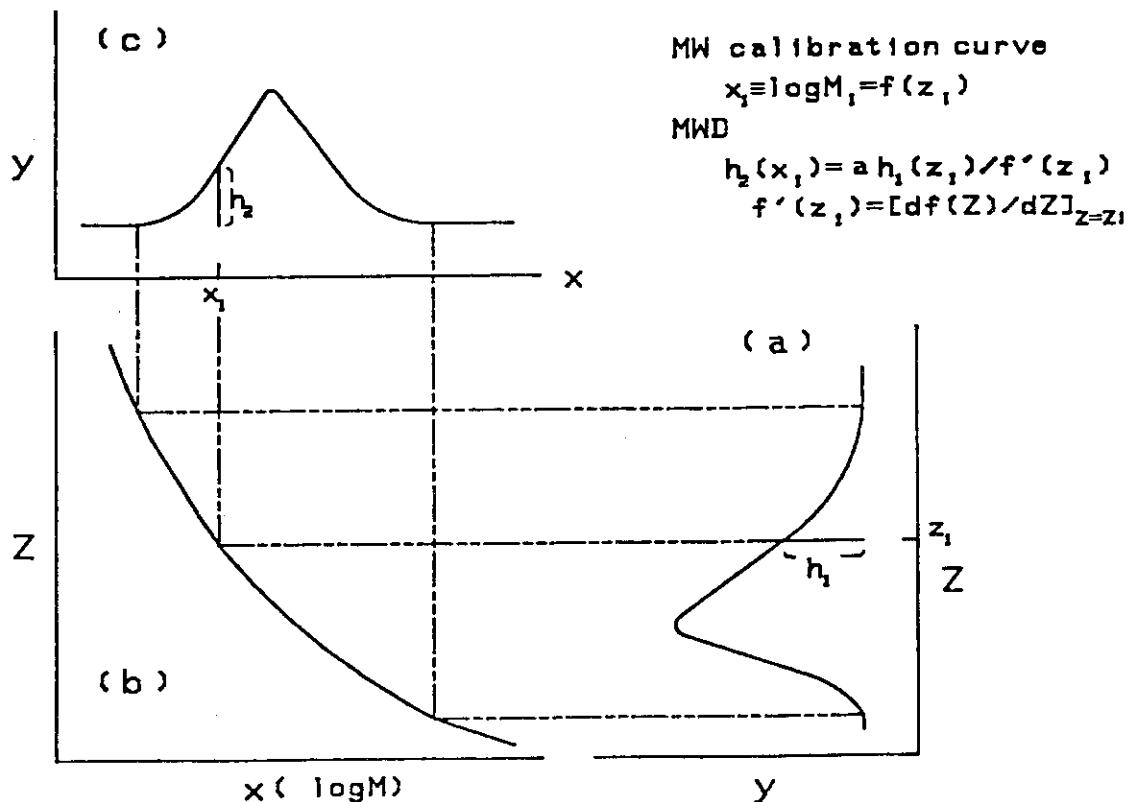


Fig. 2.6 Principle of obtaining MWD in log M unit.

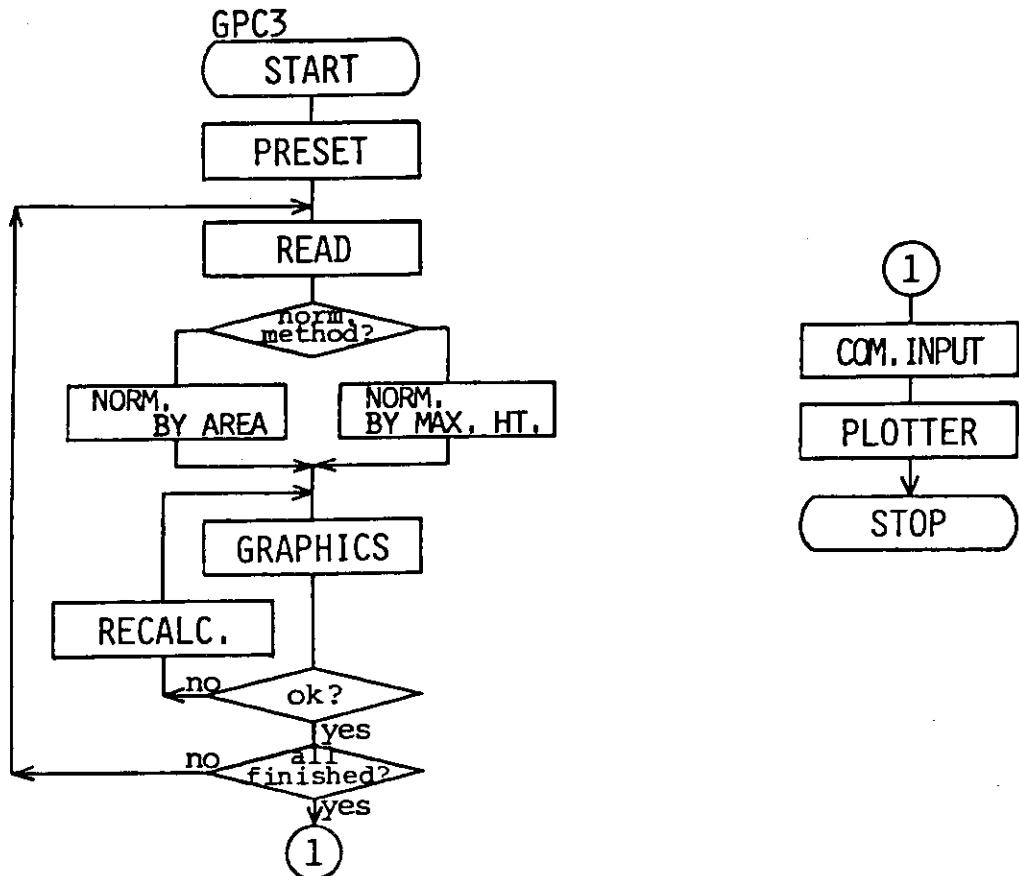


Fig. 2.7 Flow chart of the "Plotting Process".

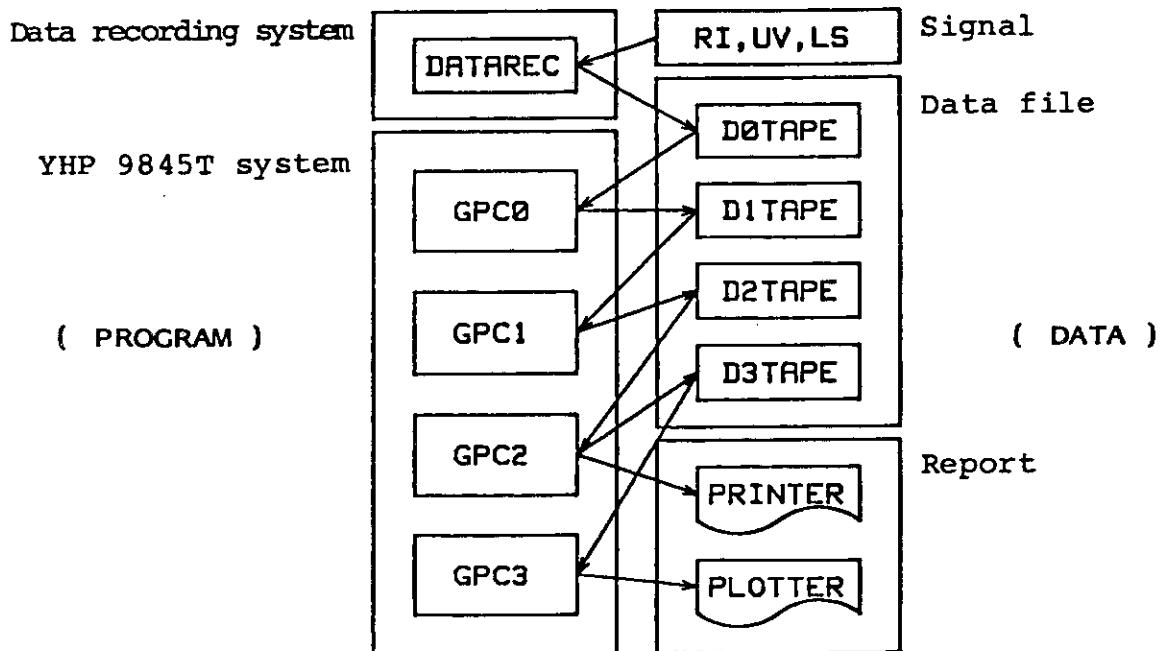


Fig. 2.8 Relation between the programs and data.

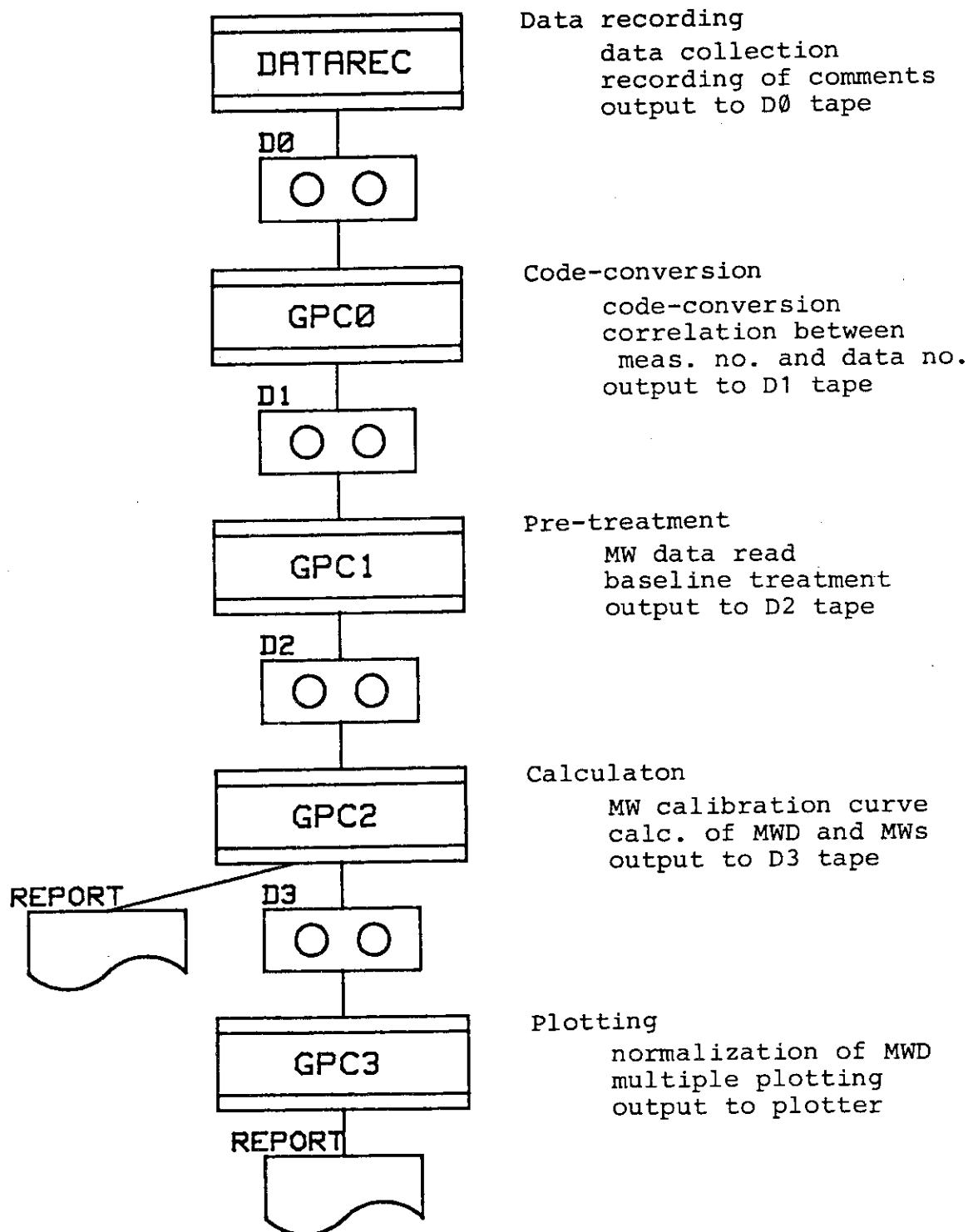


Fig. 2.9 Total system flow.

3. 使用法

3.1 データ集録プロセス

3.1.1 スタート操作

- (1) カートリッジテープユニットの左側の窓口（ドライブ0）にD0テープをセットする。
新しいテープを使用する場合、特にテープの末端を示す小穴より内側にテープが繰出されていることを確めて使用する。外側にあると最初のリワインド動作のときに巻き切られることがある。
- (2) ペンレコーダ、カートリッジテープユニット、CRTディスプレイの電源スイッチをONにし、最後にコントロールユニットの電源スイッチをONにする。
- (3) カートリッジテープユニットに対するテストが行われCRTに結果が表示される。このときエラーの有無を示す数字がすべて0であれば正常である。もし0以外の表示を示すときは装置に異常がある。Fig.3.1に表示例を示す。
- (4) テープのイニシャライズをするか、しないかを指示する。新しくD0テープとして使用するときはキーボードから“Y”を入力する。テープが動き出し実行が確認できる。イニシャライズを行わないときは“Y”以外のキーを入力する。入力は文字キーをタイプ後ENTERキーを押すことで行う。
- (5) データ集録の条件をコントロールユニットの各スイッチで設定する。通常はMODEスイッチをEXT（ドロップカウント信号によるサンプリング）に、TIMES OF AV.を4（サンプリングデータ4個の平均値を1つのデータとしてテープに記録）とする。
- (6) ペンレコーダの感度を100mVに設定し、信号入力ゼロの状態でチャート左端にペンが来るようにゼロシフトつまみを調節する。次に検出器の信号を入れてレコーダの指示が10～15mVになるように検出器のBALANCE つまみを調整する。測定中に検出器のレンジを変えたときはレコーダのゼロレベルの再調整を行う。
- (7) FUNCTIONボタンの1を押すとCRTにテープに出力される状態のデータがリアルタイムで表示される。GPCの試料注入バルブのハンドルをINJECTIONの位置にしたとき、DS（データステータス）の位置が2になったデータが表示されることを確認する。（MODEスイッチがINTのときは3が表示される）
インジェクション操作でデータにDSがセットされない場合はC15Eシステム（分取ならびにGPC／LS制御システム；本システムとは独立しているが信号ラインを共用している）のインターフェイス部の電源スイッチがONになっていること、または接続されていないことをチェックする。Fig.3.2に表示例を示す。
- (8) サンプリングデータのスムージングに使用している係数（(2.2)式参照）を変更するときはFUNCTIONボタンの3を押す。CRTに $\ell_{i-2} \sim \ell_{i+2}$ に対する各係数が表示されてキーボードから新しい数値を入力することができる。通常は変更を必要としない。Fig.3.3に表示例を示す。

3.1.2 データ集録

- (9) コントロールユニットのSTARTボタンを押す。所定の処理（2.2.1の(1)～(3)参照）をしたデータがテープに出力される。出力データのモニター表示をしているときは一画面ごとにテープが作動するのが確認できる。
- (10) FUNCTIONボタンの2を押すと画面に日付、試料名など試料に関する情報の項目（付録3.3.5参照）が表示される。キーボードより各項目ごとにデータを入力しENTERキーを押す。これらのデータはGPCに試料が注入された（DSがセットされた）とき、またはWRITEボタンを押したときにテープに出力される。Fig. 3.4にCRTの表示例を示す。またキーボードよりCTRLキーおよび“X”を同時に押すとCRTの内容がプリンタに出力される。Fig. 3.5に出力例を示す。
- (11) データのテープ出力を一時中断したい場合、HOLDボタンを押す。その時点で集録中のデータを書き出した後テープへの出力は停止する。HOLDボタンのランプが押下時の点滅から点灯に変わり、テープ出力の停止したことが確認できる。HOLDボタンを押すときは測定試料が充分検出器を通過し、安定なベースラインにもどってから行うことが必要である。再度HOLDボタンを押せばテープへの出力が再開される。長時間にわたって一時測定を中断するような場合テープの無駄を防ぐ目的でホールドを行うのが望ましい。ホールド中のデータは読み捨てられる。
- (12) データの集録を停止するときはSTOPボタンを押す。テープにエンドマークが記録されて集録動作が終わる。データの最後にエンドマークが書かれていないとコンピュータで処理をするときにエラーを生ずる。したがって測定が終了したときは必ずSTOPボタンを押してからカートリッジテープユニットからテープを取り出すようにする。
- (13) ペンレコーダ、カートリッジテープユニット、CRTディスプレイおよびコントロールユニットの電源スイッチをOFFにする。

3.2 コード変換プロセス

- (1) コンピュータの電源スイッチをONにする。メモリーチェックが行われて異常なければCRTに
9845B READY FOR USE.
と表示される。
- (2) プログラム・テープをコンピュータの1次テープトランSPORT（T15）に挿入しキーボードから
LOAD "GPC0"
とタイプしEXECUTEキーを押す。プログラムが読み込まれる。
- (3) RUNキーを押す。CRTに
TAPE [D0=T14, D1=T15] SET OK?
と表示される。D0テープを左側、D1テープを右側のテープトランSPORTへ挿入する。CONTキーを押す。

(4) CRT の表示が

D0 READ DATA (NO.1, NO.2) ? (1=CH. 1, 2=CH. 2, 3=CH. 3)

となる。D0テープに記録された3チャンネルのデータのうち、コード変換してD1テープに出力するチャンネル番号をキーボードから入力する。2チャンネル指定する。(例; 1チャンネルと2チャンネルのとき1, 2とタイプする)このとき先に指定した方がD1テープのチャンネル#1、後に指定した方がチャンネル#2に入る。CONTキーを押す。

(5) CRT の表示が

START DATA №? (0<=NO. <=23399)

となる。D0 テープから変換を開始するデータ番号を入力する。通常は0となる。0以外を入力したときはその個数のデータを空読みした後、通常の処理に入る。D0 テープの途中から処理したいときはこの方法により時間が短縮できる。CONTキーを押す。以後、D0 テープからデータを入力しコード変換されてD1テープに出力される。データの終りまで続けられる。

(6) 終了するとプリンタにそれぞれの試料が注入された時点でのデータ番号のリストを出力してプログラムは停止する。注入した試料数と一致しているか確認する。Table 3.1に出力例を示す。

3.3 前処理プロセス

3.3.1 スタート操作

(1) コンピュータおよびグラフィクス・タブレットの電源スイッチをONにする。コンピュータのメモリ・チェックが行われて異常がなければ

(CRT) 9845B READY FOR USE.

と表示される。タブレットはERRORランプが点灯しないことを確認する。

(2) プログラム・テープをコンピュータの1次テープトランスポート(T15)に挿入しキーボードから

LOAD "GPC1"

とタイプしEXECUTEキーを押す。プログラムが読み込まれる。

(3) RUNキーを押す。

(CRT) WAIT FOR INITIALIZE, PLEASE

と表示され画面のイニシャライズが行われる。約60秒要する。この動作は本プログラムがメモリにあるあいだは一度だけ行われる。

(4) 表示が

(CRT) TAPE [D1=T14, D2=T15] SET OK?

となる。D1テープを左側、D2テープを右側のテープトランスポートへ挿入する。CONTキーを押す。

(5) Fig. 3.6 に示す画面が表示される。以後、タブレットペンと画面のカーソルは一致して移動し入力指示はすべてタブレットペンを用いて行う。指示したい位置に画面のカーソルを移動させ、ペン先(スタイルス)を押すことによって同位置に示された動作の指定または数値等の入力ができる。

画面はデータ表示部と操作指示部を持ち、操作指示部は上から第1指示ライン、第2指示ライン、

第3指示ラインとする。

3.3.2 処理の選択

(6) 前処理の手順を Fig. 3.7に示す。流れに従って処理を選択する。CRT の第2指示ラインに

READ STAND SAMPL EDIT LIST PRESET END

が表示される。処理の内容によっていずれかにとぶ。

- a. D1 テープよりデータを読み込むとき READ を指示する。3.3.3 へ。
- b. 標準データとして処理するとき STAND を指示する。3.3.4 へ。
- c. 測定データとして処理するとき SAMPL を指示する。3.3.5 へ。
- d. データを修正したいとき EDIT を指示する。3.3.6 へ。
- e. D1 テープの記録内容をプリンターに出力したいとき LIST を指示する。3.3.7 へ。
- f. プリセット値を変更するとき PRESET を指示する。3.3.8 へ。
- g. 処理を終るとき END を指示する。3.3.9 へ。

CRT の第1指示ラインについては 3.3.10 参照

3.3.3 データの読み込み

(7) CRT の第2指示ラインに

READ#1 READ#2 SMOOTH (BACK) (REWIN) (SKIP) ESCAPE

が表示される。処理の内容によっていずれかにとぶ。

- a. D1 テープから第1チャンネルに記録されたデータを読み込むとき(8)へ。
- b. D1 テープから第2チャンネルに記録されたデータを読み込むとき(9)へ。
- c. データのスムージングを行うとき(11)へ。
- d. D1 テープから次に読み込むデータのレコード番号を変更するとき(12)へ。
- e. 処理をぬけ出すとき(13)へ。

(8) READ#1を指示する。D1 テープより第1チャンネルに記録されたデータを読み込みスケールが調整される。第1指示ラインにあるレコード番号の表示が+1だけ更新される。(10)へ。

(9) READ#2を指示する。D1 テープより第2チャンネルに記録されたデータを読み込みスケールが調整される。第1指示ラインにあるレコード番号の表示が+1だけ更新される。(ただし D1STOP が指示されているときは更新しない。(10)参照)(10)へ

(10) 画面を見て完全に破線のワク内に分布が正しく入っているかどうかを判定する。(Fig. 3.8 参照) 分布範囲が正しくワク内にあってスムージングを必要とするときは(11)へ、なければ(13)へ。次のデータの読み込みに進むとき(8)または(9)へ。次のレコード番号以外のデータを読み込むとき(12)へ。入力条件を変更するときは 3.3.8 参照。

(11) SMOOTHを指示する。読み込まれたデータのスムージングを行う。画面を見ながら過度のスムージングにならない範囲で(11)をくり返すことができる。(13)へ。

(12) レコード番号を前進させるときは (SKIP) , 後退させるときは (BACK) , 先頭にもどすときは (REWIN) を指示する。第1指示ラインにあるレコード番号の表示が変更される。くり返して指示できる。(8)または(9)へ。

⑬ ESCAPE を指示する。(6)へ。

3.3.4 標準データの処理

⑭ CRT の第 2 指示ラインに

SELE MWSET PLOT WRITE - ESCAPE

が表示される。処理の内容によっていざれかにとぶ。

- a. ピークを読み取り分子量を定義するとき⑮へ。
- b. 定義したデータのプロット表示をするとき⑯へ。
- c. D2 テープにデータを記録するとき⑰へ。
- d. ストアされているデータを呼出ししたいとき⑱へ。（データは STAND を指示したときにメモリにストアされる）
- e. 処理をぬけ出すとき⑲へ。

⑮ MWSET を指示する。クロスカーソルが表われる。画面に表示されているデータの中からピーカー 1 点を指示する。このときデータの最高点より分布の波形がほど左右対称となる点をピーカーとした方が良い。次に CRT の第 3 指示ラインに表示された数値の中から対応する分子量のものをカーソルで指示する。CHANGE を指示すると第 3 指示ラインの内容は順次入替わる。ピーカーの読み取り値と分子量の対応は常に 1 対 1 でなければならない。（Fig. 3.9）入力したピーカーまたは分子量に誤りを発見した場合、ピーカー入力時に当該ピーカーを再指示することによって先に指示したピーカーおよび分子量の定義はクリアされる。直前に指示したピーカーの誤りについては分子量の入力の際に RESET を指示すれば良い。

まだ読み込む標準データがあるときは⑮へ、なければ⑯へ。

⑯ PLOT を指示する。⑮で設定したピーカー値と $\log MW$ の関係が画面にプロット表示される。

（Fig. 3.10）表示された画面をながめて誤入力による異常なデータがないかチェックする。異常なければ⑰へ。修正するときは⑱へ。

⑰ WRITE を指示する。D2 テープの CA ファイルにデータが出力され記録したレコード番号と内容をプリントする。（Table 3.2）⑲へ。

⑱ SELE を指示する。呼出すデータを第 3 指示ラインからカーソルで指示する。データは STAND 処理を行った順番にメモリにストアされている。またストアされたデータは WRITE を指示した時点でクリアされる。

⑲ ESCAPE を指示する。(6)へ。

3.3.5 測定データの処理

⑳ CRT の第 2 指示ラインに

BASE TRIM SMOOTH IDENT WRITE - ESCAPE

が表示される。処理の内容によっていざれかにとぶ。

- a. ベースラインを設定するとき⑳へ。
- b. データの上限下限を決定するとき㉑へ。
- c. データのスムージングを行うとき㉒へ。

- d. ID データを付加するとき(25)へ。
 - e. D 2 テープに出力するとき(26)へ。
 - f. 処理をぬけ出すとき(27)へ。
- (21) BASE を指示する。(ただし SAMPL を指示した直後は直ちにこの処理に入っているので、あらためて BASE を指示する必要はない) クロスカーソルが表われる。画面を見ながらベースラインを決定する。
- 処理する分布曲線を中心にその左側の直線部分（前）2点および右側の直線部分（後）2点の計4点を指示する。指示する順序は左側から右側に向って行う。各点の関係が正常でないときは受け付けられない。(Fig. 3.11. a) (22)へ。
- (22) 画面を見てベースラインの良否を判定する。良好なとき(23)へ、ベースラインを引きなおしたいとき(21)へ。
- (23) TRIMを指示する。クロスカーソルが表われる。データの左端1点および右端1点を指示する。このとき左端および右端の各点が画面上の破線で示されたワク内になければならない。指示した外側の部分のデータは切り捨てられて0になる。処理後のデータが表示される。(Fig. 3.11. b) 良好なとき(24)へ、領域指示をやりなおすときは(23)をくり返す。
- (24) SMOOTHを指示する。データのスマージングが行われる。結果を見ながら過度のスマージングにならない範囲で(24)をくり返す。同一シリーズの測定に対してはスマージング回数は同数であることが望ましい。(25)へ。
- (25) IDENT を指示する。D 1 テープに書かれた ID データについてデータ番号と試料名を表示し、クロスカーソルが表われる。(Fig. 3.12) 出力データに付加する ID データを指示する。指示しないときは直前に D 2 テープに出力したデータの ID データと同じものが付加される。(26)へ。
- (26) WRITE を指示する。D 2 テープの D 2 ファイルにデータが出力され記録したレコード番号と試料名をプリントする。(Table 3.3) (27)へ。
- (27) ESCAPE を指示する。(6)へ。

3.3.6 データの修正

(28) CRT の第2指示ラインに

EDITD 1	EDITD 2	—	—	—
— ESCAPE				

が表示される。処理の内容によっていずれかにとぶ。

- a. D 1 テープから読込まれたデータを修正するとき(29)へ。
 - b. D 2 テープに書き出すデータを修正するとき(31)へ。
 - c. 処理をぬけ出すとき(33)へ。
- (29) EDITD 1を指示する。新しい分布曲線（又はその一部）を CRT 画面を見ながらペンを用いて入力する。ペンを押しながら移動した部分が入力される。ペンはあまり速く移動させない方が良い。変更部分の修正は再入力することによって行う。(30)へ。
- (30) EDITD 1を指示して変更後の分布曲線を確認する。続けて修正するときは(29)の入力、(30)をくり返す。終了するときは(33)へ。

B1) EDITD 2を指示する。新しい分布曲線（又はその一部）をCRT画面を見ながらペンを用いて入力する。ペンはあまり早く移動させない方が良い。変更部分の修正は再入力することによって行う。

*この操作によって出力データを直接修正できる。ただし修正によるデータに異常があつても検出されないので取扱いに注意すること。B2)へ。

B2) EDITD 2を指示して変更後の分布曲線を確認する。続けて修正するときはB1)の入力、B2)をくり返す。終了するときはB3)へ。

B3) ESCAPE を指示する。(6)へ。

3.3.7 テープ内容のプリンタ出力

B4) CRT の第 2 指示ラインに

DUMP #1	DUMP #2	—	—	—
—		ESCAPE		

が表示される。処理の内容によっていずれかにとぶ。

- a. D1 テープの第 1 チャンネルに記録されたデータのグラフィクス・ダンプを行うときB5)へ。
- b. D1 テープの第 2 チャンネルに記録されたデータのグラフィクス・ダンプを行うときB6)へ。
- c. 処理をぬけ出すときB7)へ。

B5) DUMP #1 を指示する。D1 テープの第 1 チャンネルに記録されたデータを読み込み、スムージング 1 回を行ったのち画面表示したものをプリンタに出力する。記録されたすべてのデータについて行われる。B4)またはB7)へ。

B6) DUMP #2 を指示する。D1 テープの第 2 チャンネルに記録されたデータを読み込み、スムージング 1 回を行ったのち画面表示したものをプリンタに出力する。記録された全てのデータについて行われる。B4)またはB7)へ。

B7) ESCAPE を指示する。(6)へ。

3.3.8 プリセット値の変更

B8) このプログラムではいくつかの動作および数値については設定値を変更できるようにしている。このうち試料の注入時からのオフセットするデータ数、およびD1テープからデータをサンプリングする間隔は前処理後D2テープに書出す範囲（データの読み込み時にCRTに破線のワクで表示）を設定するのに影響を与える。

CRT の第 2 指示ラインに

D2CLEA	D1STOP	OFFSET	INTERV	L.	TYPE	—	ESCAPE
--------	--------	--------	--------	----	------	---	--------

が表示される。処理の内容によっていずれかにとぶ。

- a. D2 テープの内容をクリアするときB9)へ。
- b. D1 テープの第 2 チャンネル側の読み込み時にレコード番号の更新を行わないときB10)へ。
- c. 試料の注入時からオフセットするデータ数を変更（D2 テープに出力を開始する点の変更）するときB11)へ。
- d. データをサンプリングする間隔を変更するときB12)へ。

e. CRTにデータを表示するラインタイプを変更するとき(43)へ。

f. 処理をぬけ出すとき(44)へ。

(39) D2CLEA を指示する。D2 テープの MA ファイルの内容をクリアし、レコード番号を 1 にもどす。(38)または(44)へ。

※ 指示しなければ以前のデータの続きに出力される。

(40) D1STOP を指示する。READ#2 によるデータの読み動作においてレコード番号の更新が行われなくなる。再指示で元にもどる。(38)または(44)へ。

※ 指示しなければ READ#2 の動作によってレコード番号は更新される。

(41) OFFSET を指示する。CRT の第 3 指示ラインに表示された数値の中から選択する。処理中のデータは保障されない。次のデータ処理は D1 テープの読み動作から始める。(38)または(44)へ。

※ 指示しなければ 325 点目に設定されている。

(42) INTERV を指示する。D1 テープに記録されたデータを読みむ時にサンプリングする問題を指定する。CRT の第 3 指示ラインに表示された数値の中から選択する。処理中のデータは保障されない。次のデータ処理は D1 テープの読み動作から始める。(38)または(44)へ。

※ 指示しなければ 1 点間隔 (D1 テープのデータのまま) に設定されている。

(43) L. TYPE を指示する。CRT の第 3 指示ラインに表示された中から選択する。DOT のときドット, DASH のとき破線, LINE のとき実線でデータを表示する。(Fig. 3.13) 取扱うデータの種類によって見やすい表示になるものを選ぶ。(38)または(44)へ。

※ 指示しなければ ドット表示に設定されている。

(44) ESCAPE を指示する。(6)へ。

3.3.9 処理の終了

(45) END を指示する。プリンタに

[GPC 1 FINISHED END.]

と出力してプログラムは停止する。

3.3.10 データの表示, コピー, クリア

(46) CRT の第 1 指示ラインに

DISPD1 DISPD2 - [] - DUMP CLEAR

が表示されている。これらの動作はいつでも行うことができる。処理の内容によっていずれかにとぶ。

a. D1 テープから読み込んだデータを表示するとき(47)へ。

b. D2 テープに出力されるデータを表示するとき(48)へ。

c. 画面の内容をプリンタにコピーするとき(49)へ。

d. データに対して行った処理をクリアするとき(50)へ。

※ [] の中は処理中のレコード番号が表示される。

(47) DISPD1 を指示する。D1 テープから読み込んだ状態のデータを CRT に表示する。(51)へ。

(48) DISPD2 を指示する。D2 テープに出力する状態のデータを CRT に表示する。(51)へ。

- (49) DUMP を指示する。CRTに表示されているデータ表示部の内容をプリンタにコピーする。
 (50) CLEARを指示する。処理中のデータをクリアしD1テープから読み込まれた状態のデータにもどす。
 (51) 以前の処理の続きにもどる。またはESCAPE を指示して(6)へ。

3.4 計算処理プロセス

3.4.1 スタート操作

- (1) パーソナル・コンピュータの電源ON.
- (2) システム・テープをT15にセットする。LOAD " GPC 2"とタイプしEXECUTEキーを押す。プログラムの読み込みに約3分要する。
- (3) T14にD2, T15にD3テープをセットする。
- (4) STOP, RUNキーを押す。
- (5) CRT上にDate?と表示される。データ処理を行った年月日を入力。<例> 82・07・01;
CONT

3.4.2 MW較正条件の設定

- (6) [CRT] COUNT BASE OR TIME BASE? 0 = COUNT ; 1 = TIME
D1テープへのサンプリング・モードに従い0又は1を入力する。
- (7) [CRT] METHOD OF CALIBRATION? 0 = DIRECT ; 1 = INDIRECT
標準ポリマーによるMW較正のみを行うとき0,他のポリマーとMWの変換を行うとき1を入力する。前者を直接較正(Direct calibration),後者を間接較正(Indirect calibration)とよぶ。

3.4.3 MW較正曲線の計算

- (8) [CRT] RECORD NUMBERS OF CALIB. DATA ON D2 TAPE? N1, N2
D2テープに記録されたMW較正用データのレコード番号(2個)を入力する。較正データが一セットしかない場合は同一番号を2回入力する。(例 5, 5 CONT)
 - (9) D2よりデータを読み取り,結果をMWの順にプリント出力する。(Table 3.4)もしもあるMWに対するEC値が一方のファイルにしか存在しないとき他方のファイルに対応するEV値ならびにEV値間の差の欄には***が出力される。
 - (10) CONTキーを押すと表の結果がCRT上に片対数プロットされついでプリント出力される。
(Fig. 3.14) 図中+, ×印はそれぞれLコード番号N1, N2のデータであることを示す。
 - (11) これらの表ならびに図よりMW較正用データにおけるEV値の再現性あるいは経時変化の程度を調べる。EC値の差がすべてのMWについて±0.1以内にあれば検量線は1本化してよい。
(単一較正, single calibration)
- [CRT] MW-EL. CT. RELATIONSHIP, SINGLE OR DOUBLE?

0=SINGLE ; 1=DOUBLE

0又は1を入力する。

⑫ 単一較正の場合 2個のECの平均値、二重較正の場合には1回目はN1, 2回目はN2に対応するECとMWの関係データがCRT上に表示される。(Table 3.5)

⑬ CONTキーを押す。

[CRT] GO STRAIGHT OR CHANGE THE DATA ? 0=GO ; 1=CHANGE

0を入力すると⑭のステップへ進みTable 3.5のデータを用いてMWの検量線を作る。1を入力すると⑮以下のステップを経てもとのデータの変更が可能となる。

⑭ CONTキーを押せばTable 3.5のデータの片対数プロットがCRT上に表示される。

⑮ 再度CONTキーを押す。

[CRT] SELECT METHOD OF APPROXIMATION.

0=POLYNOMIAL ; 1=HYBRID (LINEAR-CUBIC-LINEAR) ; 2=POINT TO POINT

0を入力すると全体を一つの多項式で近似する。

[CRT] Degree ?

(データ数-3)以下の任意の次数を選びうるが実用的には4-6程度が適当である。

1を入力すると2本の直線とその中間部分を3次曲線で近似する。(混合近似)

[CRT] APPROX. MW OF DEFLEXION ?

このMW値の直近上位と下位のデータの間が3次曲線で結ばれる。

2を入力した場合隣接データ間を直線で結ぶ。(折線近似)

二重較正の際に多項式近似を用いる場合1回目と2回目は必ずしも同一次数でなくともよいが、混合近似における折れ曲り点のMWは1, 2回目とも同じでなければならない。

なお二重較正の際に1, 2回目の近似方法が同じであることは要さない。

⑯ 選択した近似法により計算された曲線がCRT上に描かれ次いでプリント出力される。Fig. 3.15は混合近似を適用した例である。

⑰ さらに個々のデータに対するMWの計算値と誤差、標準偏差、近似式の係数がプリント出力される。(Table 3.6) MWの計算値、 M_{calc} はEV値を較正式に代入して計算した。

$$\text{DEVIATION (\%)} = \frac{\log(M_{i, \text{data}}) - \log(M_{i, \text{calc}})}{\log(M_{i, \text{data}})} \times 100 \quad ⑯$$

$$\text{STANDARD DEVIATION (\%)} = \left\{ \frac{\sum_{i=1}^N [\log(M_{i, \text{data}}) - \log(M_{i, \text{calc}})]^2}{N} \right\}^{1/2} \quad ⑰$$

Nは較正用データの数である。多項式近似の場合係数は $A_n(m)$ で表わされる。nはn次の係数を意味する。m=0, 1にしたがいそれぞれ1, 2回目の較正曲線を示す。単一較正の場合は0のみである。混合近似では3個の式の係数を意味する。MW範囲を付して $B_n(m)$ の型で出力される。折線近似ではやはりMWを限定したN-1個の1次式の係数が $C_0(m)$, $C_1(m)$ と出力される。なお折線近似ではMWのデータ値と計算値は一致するため比較表ならびに標準偏差値の出力は行われない。

⑯ [CRT] IS THIS OK ? 0 = YES ; 1 = NO

得られた近似曲線で満足ならば 0 , 不満足ならば 1 を入力する。

0 のときすでに単一較正が⑮で指示されているときは 2 番目のデータを用いて⑯以下のプロセスがくりかえされる。単一較正の場合⑰で 0 が指定されているとき⑯以下のディスプレー・プロセスへ , 1 のときは⑲以下の間接較正のプロセスへとぶ。

1 のときは⑲へ移る。

3.4.4 MW較正データの削除と付加

⑯ [CRT] DATA NO. TO BE ELIMINATED ?

ADDITION = NEGATIVE NO. ; ESCAPE = 99

のメッセージと Table 3.7 が表示される。左側の 3 列は Table 3.5 と同じオリジナル・データであり , この中から近似曲線の計算プロセスから除外したいデータのデータ番号をキーより入力すればそのデータは右側の欄に移動する。一方 , 右側にあるデータを左側へ戻すためにはそのデータ番号に負号をつけて入力する。(たとえば -3) ただし 0 番目のデータについては -0 ではなく -0.X (X は 1~9 の中の任意の数) を入力しなければならない。データの移動を終えたら 99 を入力する。

⑰ データとよく適合した較正曲線を得るためにさらに適当な架空のデータを付け加えて近似曲線の計算を行うことができる。

[CRT] DATA TO BE ADDED

ELUTION COUNT ? ELIMINATE = NEGA -
TIVE ; ESCAPE = 999

付加すべきデータの EC 値を入力する。

[CRT] MOL. WT. ?

対応する MW 値を入力する。この操作を必要なだけくりかえす。一旦入力したデータを除くためには EC 入力時にそのデータ番号に負号をつけて入力する。0 番のときは⑯と同様にする。終了後 999 を入力する。

⑱ Table 3.7 の左側の欄のデータと⑰で付加したデータを MW の順に並べかえて MW-EC の表を CRT 上に表示する。CONT により⑯以下のプロセスがくり返される。たゞし⑯で出力される画面においてオリジナルデータの中左欄にあるものは * , 右欄へ移されたものは + , 新たに付加されたデータは □ で表示される。較正曲線を得るための計算には * と □ のデータが用いられる。たゞし Table 3.6 の計算は当初入力されたデータのすべてに対して行われる。

⑲ ⑯-⑱ のプロセスを満足な較正曲線が得られるまでくり返す。較正曲線が得られた後はそれぞれ次のプロセスへとぶ。

較正法の組合せ	すでに得た較正曲線		その後の処理
	直接較正	間接較正	
直接 - 単一	1	-	(6)へとぶ
" - 二重	1	-	もう一度(12-21)のステップをくりかえす。
	2	-	(6)へとぶ
間接 - 単一	1	0	もう一度(12-21)のステップをくりかえす。
	1	1	(6)へとぶ
" - 二重	1	0	もう一度(12-21)のステップをくりかえす。
	2	0	{(23-25)のステップを通過後(12-21)をくりか えす。
	2	1	
	2	2	(6)へとぶ

3.4.5 間接較正

23) MW較正の標準に用いられるポリマー（非水系ではふつうポリスチレン，PS）に対する較正曲線が得られ、一方、同一EVで溶出する試料とするポリマー（たとえばポリブタジエン，PB）とPSのMWの間の関係が得られているとき、PSに対する較正曲線をPBに対するものに変換出来る。

[CRT] LIST-1 OLIGO BUTADIENE 300-10,000
 LIST-2 (空白)
 LIST-3 (空白)

必要とするリスト番号を入力するとCRT上に M_{PS} と M_{PB} の関係が表示される。（Table 3.8）

24) CONTキーを押せば M_{PS} と直接較正曲線の式からそれぞれの M_{PS} を与えるECが計算されTable 3.9の形式でプリント出力される。単一較正の場合第2列のEC値はすべて0となるが、二重較正の場合第1，第2の較正曲線に対応するEC値がそれぞれ第1，2列に出力される。

25) CONTキーを押せばTable 3.8のEC値と M_{PB} を用いて(11-22)のステップがくりかえされる。間接較正が単一又は二重のいずれのモードで行われるかは直接較正のモードと一致するようきめられている。較正曲線の計算の際の近似法はPSとPBで同じである必要はない。

必要な数の較正曲線が得られた26)へとぶ。

3.4.6 MWDの展示（ディスプレイ）

26) [CRT] RECORD NO. OF DATA ?

MWDを得たい試料のデータのD2テープにおけるレコード番号を入力する。D2テープが回転しデータが読み取られる。分布の低，高分子側の立下り，立下り点をきめる。

27) [CRT] METHOD OF MW-CALIBRATION ? 0 = DIRECT ; 1 = INDIRECT
 MWの較正を直接較正曲線で行うときは0，間接較正曲線を使用するときは1を入力する。

[CRT] DIRECT (or INDIRECT) CALIBRATION

10En TO 10Em

INITIAL DROP NO. = 1300
 SAMPLING INTERVAL IN DROPS
 (or SECONDS) = 4

第2行はMWDの占める分子量範囲($n < m$; 整数), 第3行, 第4行はそれぞれD2テープに記録された先頭データに対応するサンプリング・データ数(ドロップ信号でデータ集録したときはドロップカウント数と同じ), サンプリング間隔である。

まず, \bar{M}_n , \bar{M}_w , Rを計算し有効数字3桁に4捨5入する。次いでMWDの計算を行いMWDがCRT上に展示される。

②8) CONTキーを押す。

[CRT] DUMP GRAPHICS ? 0 = YES ; 1 = NO

0を入力すれば②9へ, 1のときは②6へ戻る。0が入力されたときには自動的に③4でテープ出力もなされる。

②9) CRT上にTable 3.10のパターンが表われる。下部の1~9の部分にはD2より読み込まれたコメント情報が表示されている。これらを上部のワク内に再記入する。たとえば1を入力するとTable 3.10のパターンの下部に

EDITLINE NO. (1~10), (0 = END) =

(30文字分の空白)■

と印字される。カーソルを適当に動かして■印より左側の空白にコメントを付加しCONTキーを押せばその内容が上のワク内の最上欄のsample:のあとに記入される。変更を要さぬ場合その欄の番号を入力して一旦CRTの下部へ読み出し再度CONTキーを押せばワク内の該当箇所に記入できる。各欄に対してはそれぞれ字数に制限があり■印の位置をこえることはできない。

この操作は1回目は1~10のすべての欄について行わねばならないが2回目以降では前回の記述内容がそのままワク内に残っているので必要箇所のみ書き換えればよい。5の欄は○D(p)+△I(q)の型で記録される。D, Iの文字は直接較正/間接較正を意味し, 前半部は直接較正, 後半は間接較正の方法を示す。

○ならびに△欄は単一較正/二重較正に応じS又はDが記述される。p, qは近似法を示す。直接較正のみの場合には+以下の記述は省略される。6の欄は使用した検出器のレンジの値が入っているので, 検出器の略号(RI, UV, LSなど)を補足する。7の欄は01~09; 01~01のように記述され, 前半はD2のテープ番号とその中のレコード番号, 後半はD3テープについての同じ情報である。8は前半がGPC測定, 後半がデータ処理を行った年月日である。9は \bar{M}_n , \bar{M}_w , Rを記録する。10は追加コメント欄である。すべてのデータの記入後0を入力する。

③0) MWDがCRT上に再びあらわれる。図の左上スミに小さな矩形のコメント・エリアが描かれている。CONTを押す。

[CRT] IS FRAME POSITION OK ? 0 = YES ; 1 = NO

コメント欄が適正であれば0を入力すれば③1)へとぶ。

③1) ③0で1を入力するとMWDの図の上部に

$\Leftarrow k 0, \uparrow k 1, \Downarrow k 9, \Rightarrow k 2$ [END] k 15

の文字があらわれる。k0, 1, 2, 9のキーを用いてコメント・エリアを図中の適当な位置へ移動

する。（全体の大きなフレームの外へは出られない）最後に k15 を押す。

(32) CRT 上に MWD が表われ、(31)で指定したコメント・エリア内に(29)で記入したコメントが書き込まれる。

(33) CONTキーを押して図のハードコピーをとる。(Fig. 3.16) ミシン目入りのプリント用紙を使用する場合、A4 判当り 2 枚の MWD が outputされる。

[CRT] "IS ALL FINISHED ? 0 = YES ; 1 = NO "

0 のときは停止、1 のときは(26)へ戻る。

(34) 次いで D3 テープに次の内容が outputされる。

$N_{no}(0)$; D2 テープにおけるそのデータのレコード番号

$N_{eo}(0)$; D3 テープにおけるレコード番号

$N_d(0)$; MWD の立ち上り～立ち下り点間の有効データ数

$L_1(0)$; 立ち上り点に対応する $\log M$ の値（二重較正の場合は小さい方の値）

$L_2(0)$; 立ち下り点に対応する $\log M$ の値（二重較正の場合は大きい方の値）

$S_0(0)$; MWD の面積

$E_0(0)$; 直接較正における近似の方法 (1~3)

$E_1(0)$; 間接 " (")

$\bar{M}_{n-a}(0)$; 数平均分子量

$\bar{M}_{w-a}(0)$; 重量平均分子量

$R(0)$; R 値

$L_{mw}(I)$; I 番目のデータに対応する $\log M$ の値

$H_t(I)$; " 分布の高さ

Sample S(0); データ集録プロセスで入力したコメント情報

Date S(0); GPC 測定ならびにデータ処理を行った年月日

Label 2S(0); (28)のプロセスで書き直したコメント情報

(35) [CRT] "IS ALL FINI SHED ? 0 = YES ; 1 = NO "

0 ならばストップ、1 ならば(25)へ戻る。

3.5 プロッティング・プロセス

3.5.1 スタート操作

- (1) パーソナル・コンピュータ (HP 9845T) とプロッター (HP 7225A) の電源を入れる。
- (2) システムテープを T15 にセットし、LOAD " GPC3" とタイプし EXECUTE キーを押す。
- (3) プログラムを読み取り後、T15 を D3 テープに入れかえる。RUN キーを押す。

3.5.2 MWD の規格化

(4) [CRT] HOW MANY MWD'S TO BE PLOTTED ? 999=STOP

1~6 の整数、N を入力する。CRT ならびにプロッター出力される MWD のラインタイプはデータの入力順に次のように定められている。

番 号	ライ ン タ イ プ	$\frac{1}{\%}$ イ ン チ 当 りの く り 返 し 単 位 の 数
1	実 線	-
2	1点鎖線	1
3	2点鎖線	1
4	3 : 1 破線	4
5	3 : 1 破線	2
6	3 : 1 破線	$\frac{4}{3}$

(5) [CRT] RECORD NO. ON D3 TAPE ? 999=REPLACE THE D3 TAPE

D3 上のデータのレコード番号を1組ずつ読みとる。もし別のD3テープの内容を読む場合には一旦999を入力し、テープを入れ換え、CONTキーを押して上記のメッセージがあらわれてから試料のレコード番号を入力する。

1～N番目の入力データのそれについて、入力番号、データの立上り、立下り点の $\log M$ 値、MWDの面積などをCRT上に表示する。さらにN組のデータ中のMWの最小、最大値のケタ数が表示される。(m<nの正の整数)

[CRT] MW RANGE : 10 Em - 10 En

(6) [CRT] CHANGE THE MW RANGE TO BE PLOTTED ? 0=YES ; 1=NO

1のときは(5)で定められたMWの範囲に出力される画面の横軸の目盛りが自動設定され(7)へとぶ。0のとき

[CRT] THE LOWEST LIMIT OF MWD IN ORDER OF MAGNITUDE ?

下限の値(正の整数)m'を入力する。ただし $m' \leq m$ でなければならない。

[CRT] THE HIGHEST LIMIT OF MWD IN ORDER OF MAGNITUDE ?

上限の値n'を入力する。ただし $n' \geq n$ でなければならない。

(7) 設定されたMWDの範囲が表示される。

[CRT] MW RANGE TO BE PLOTTED = 10 Em (or m') TO 10 En (or n')

MIN. AREA = (S_{min} の値)

METHOD OF NORMALIZATION ? 0 = AREA ; 1 = MAX. PEAK HT.

0又は1を入力する。0のとき(8)へ、1のとき(9)へとぶ。

(8) [CRT] AREA ?

MWDの面積の規格化値を入力する。この際D3テープのデータは各々その最大値が10となるような規格化が行われているため、 S_{min} より小さい値を入力する。0へとぶ。

(9) [CRT] MAX. PEAK HT. ?

10以下の数を入力する。

(10) N個のMWDの重ね描きした結果がCRT上に表示され、ついでプリンターにプリントされる。

[CRT] ARE THESE OK ? 0=YES ; 1=NO

0ならば(13)へ、1ならば(11)のステップを行う。

再計算

(11) [CRT] NO. OF INPUT ORDER OF DATA TO BE RECALCULATED?

再計算すべきデータの入力順番号（1～6）を入力する。その面積とピーク強度の値が表示される。

[CRT] (40字分空白) AREA =

MAX HT. =

NORMALIZATION BY AREA(0) OR MAX. HT(1)?

0のとき [CRT] NEW AREA?

1のとき [CRT] NEW MAX. PEAK HT?

(12) [CRT] ANY MORE RECALCS? 0 =YES ; 1 =NO

0ならば(11)へとび再計算されたMWDを含むMWDの重ね描きが表示、出力される。1ならば(11)へとぶ。

3.5.3 プロッター出力

(13) [CRT] COMMENT WITH MWD DATA ON THE SHEET?

1～6 ; SAMPLE NAME , 7 ; DATE , 8 ; COLUMN

9 ; SOLVENT , 10 ; DETECTOR , 11 ; CALIB.

MWDと共にシートに書きこむ文字を入力する。1～6番は試料コード、7番以下は描き出しを行った年月日、使用カラム、溶媒、検出器（レンジ）、MW較正法（3.3ステップ28参照）でありいずれも英数字又は記号で10字以内でなければならない。（出力画面のスペースによる制限）

(14) プロッター・シートおよびペンを点検する。このときシートのそり返えり、ペンのキャップの外し忘れに注意すること。

(15) CONTキーを押せばプロッターが動作を開始しFig. 3.17 のような画面を作図する。作図終了後(4)へ戻る。すべての操作を終ったときにはここで999を入力し停止する。

***** DATA ACQUISITION SYSTEM *****
 TRY TEST HP9875A
 ERROR= 0, 0, 0, 0, 0
 TRY MARK FILE YES OR NO ?

Fig. 3.1 Message when tape test is finished.

FILE NO-0003 RECORD NO-216 TAPE DRIVE-0
 TIME-0032542 TIMES OF AV-02

NO	DS	CH1	CH2	CH3	NO	DS	CH1	CH2	CH3
00	00	010.59	000.00	000.00	15	00	010.21	000.00	000.00
01	00	010.60	000.00	000.00	16	00	010.57	000.00	000.00
02	00	010.79	000.00	000.00	17	00	010.43	000.00	000.00
03	00	010.98	000.00	000.00	18	00	010.67	000.00	000.00
04	00	010.81	000.00	000.00	19	00	010.32	000.00	000.00
05	00	010.59	000.00	000.00	20	00	010.55	000.00	000.00
06	00	010.50	000.00	000.00	21	00	010.21	000.00	000.00
07	00	010.34	000.00	000.00	22	00	010.33	000.00	000.00
08	00	010.59	000.00	000.00	23	00	010.77	000.00	000.00
09	00	010.49	000.00	000.00	24	00	010.56	000.00	000.00
10	00	010.32	000.00	000.00	25	00	010.49	000.00	000.00
11	00	010.79	000.00	000.00	26	00	010.37	000.00	000.00
12	00	010.55	000.00	000.00	27	00	010.68	000.00	000.00
13	00	010.81	000.00	000.00	28	00	010.74	000.00	000.00
14	00	010.53	000.00	000.00	29	00	010.54	000.00	000.00

Fig. 3.2 The data to be recorded on D0 tape.

PRESET PARAMETER

01	X1	03
02	X2	12
03	X3	17
04	X4	12
05	X5	03

Fig. 3.3 Parameters for smoothing the acquired data.

IDENTIFICATION DATA

01	FILE NO	0001
02	DATE	82.08.17
03	OPERATOR	K.HAYASHI
04	SOLVENT	THF
05	FLOW-RATE	1.0
06	COLUMN	2000+4000
07	RANGE(RI)	64
08	RANGE(UV)	64
09	UV-WAVE	254
10	RANGE(LS)	0
11	SAMPLE	ES-103
12	DATA NO	0001

Fig. 3.4 An example of comments added to each sample appeared on CRT.

12 DATA NO 0001
 11 SAMPLE ES-103
 10 RANGE(LS) 0
 09 UV-WAVE 254
 08 RANGE(UV) 64
 07 RANGE(RI) 64
 06 COLUMN 2000+4000
 05 FLOW 1.0
 04 SOLVENT THF
 03 OPERATOR KH
 02 DATE 82.08.17
 01 FILE NO 0001
 IDENTIFICATION DATA

Fig. 3.5 Hard copy of the comments shown in Fig. 3.4.

Table 3.1 Table of serial data numbers when samples are injected.

[D1]	DATA#1= CH.2,	DATA#2= CH.3,	START DATA NO.= 0	
[DATA NO. OF INJECTION POINT] -----				
40	1018	2118	3218	4316
5423	6537	7868	9037	10135
11217	12319	13239	0	0
0	0	0	0	0
0	0	0	0	0
0	0	0	0	0

LIMITS OF DATA [TIME=31222, DATA NO.=14600]
 RUN END

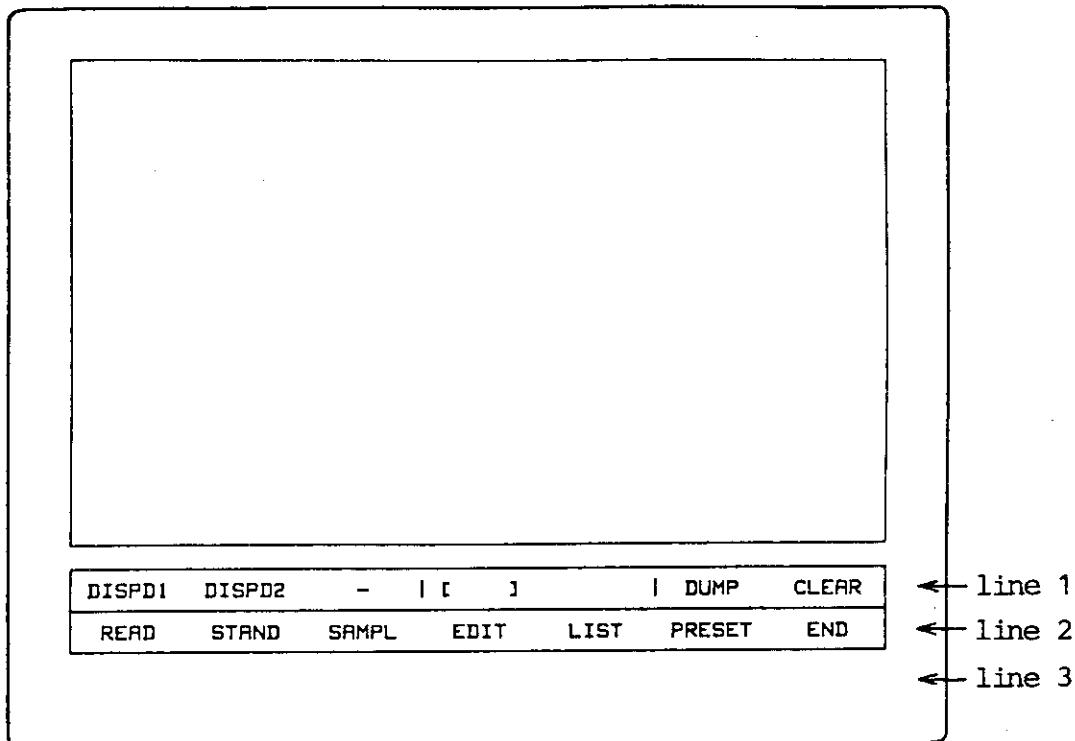


Fig. 3.6 CRT display for operation control.

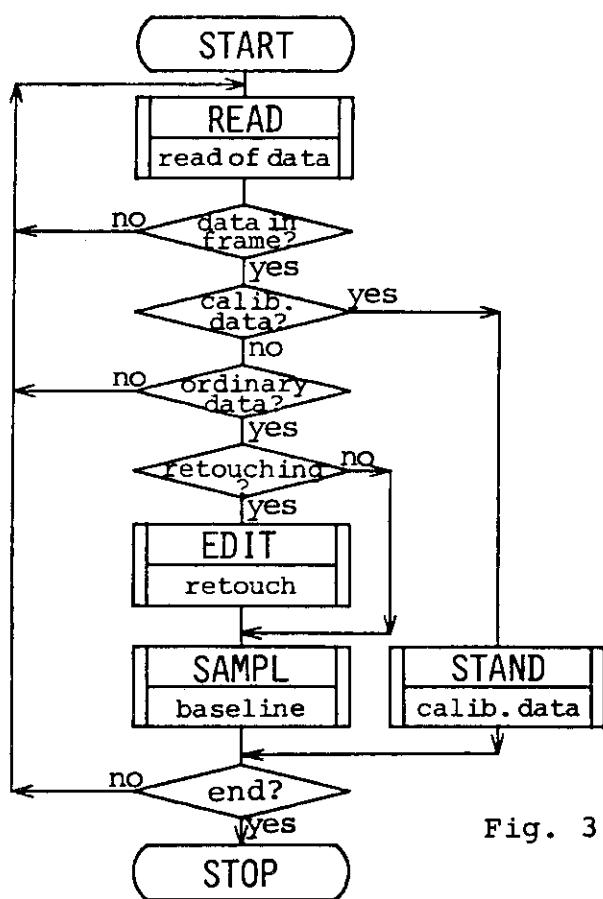


Fig. 3.7 Outline of treatments in the pre-treatment process. (continue)

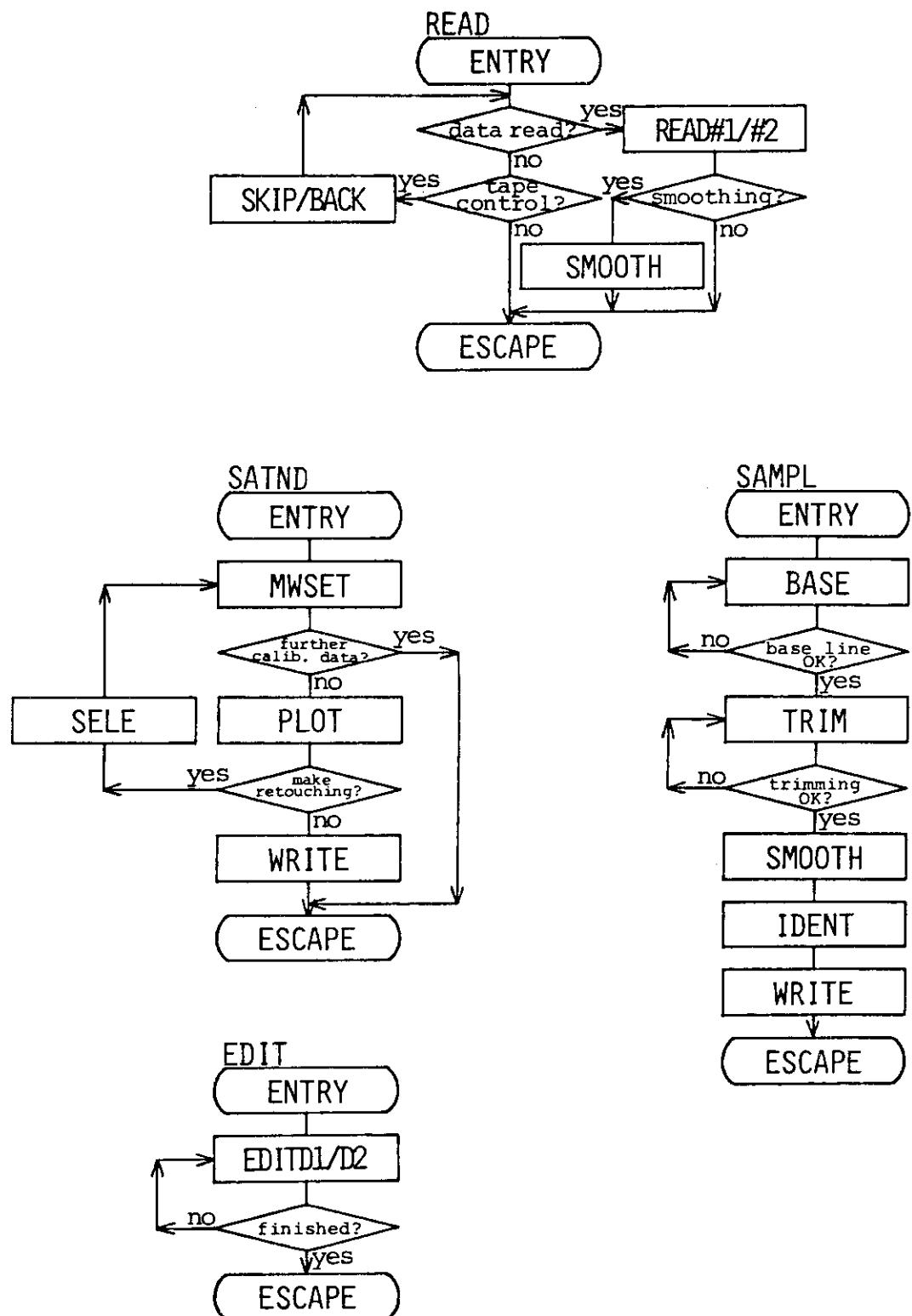
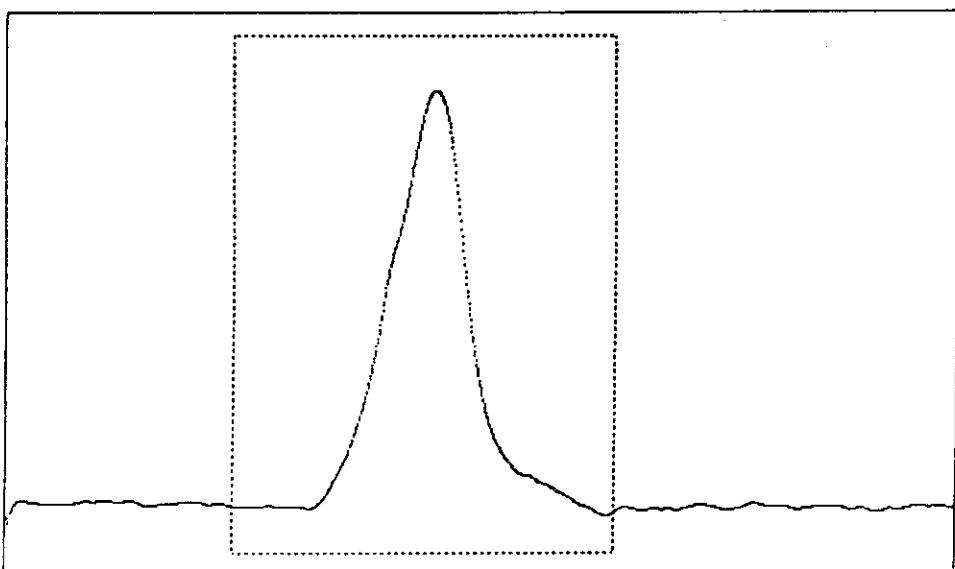
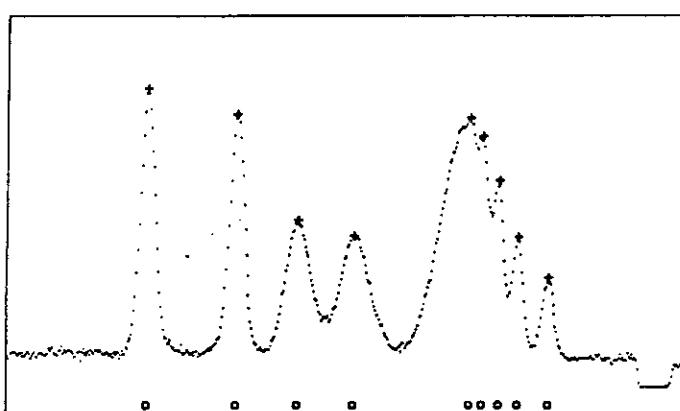


Fig. 3.7 Outline of treatments in the pre-treatment process.
(continued)



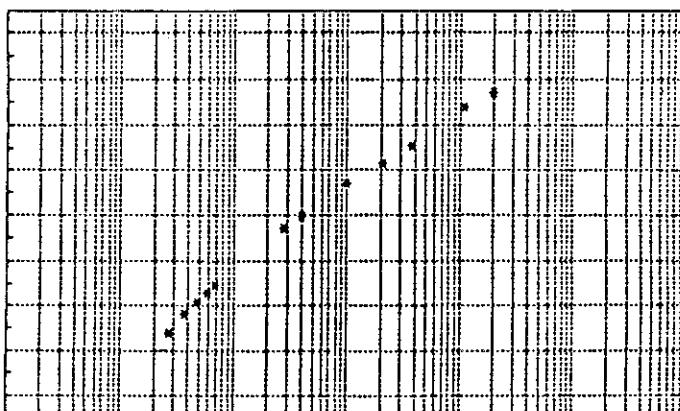
DISPD1	DISPD2	-	[03]	DUMP	CLEAR
READ#1	READ#2	SMOOTH	(BACK)	(REWIND)	(SKIP) ESCAPE

Fig. 3.8 An example of chromatogram after READ#1 process.



DISPD1	DISPD2	-	[01]	DUMP	CLEAR	
SELE	MWSET	PLOT	WRITE	-	-	ESCAPE

Fig. 3.9 An example of chromatogram of standard polymer mixture after the peak MWs were assigned.



DISPD1	DISPD2	-	[01]	DUMP	CLEAR	
SELE	MWSET	PLOT	WRITE	-	-	ESCAPE

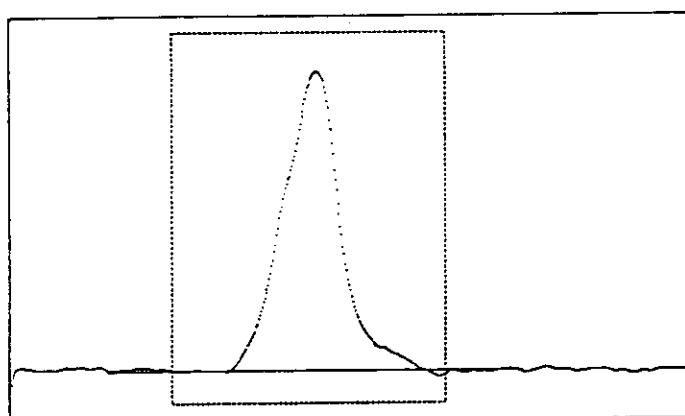
Fig. 3.10 A MW-elution count relation-
ship.

Table 3.2 Table of elution count and molecular weight.

[D2(Cano)= 1]

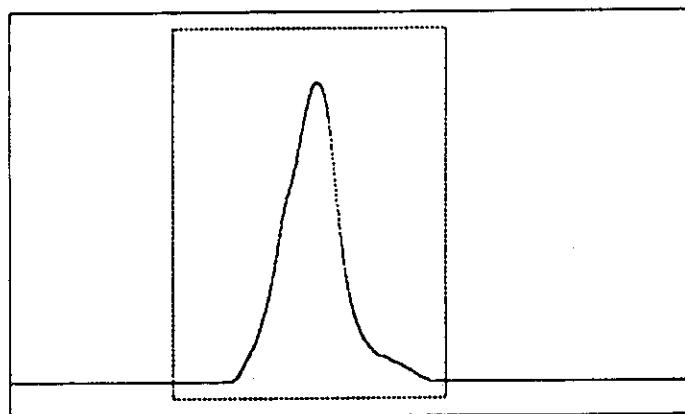
ELUTION COUNT			
1730.7	1803.96	2007.34	2104.87
2210.53	2389.22	2450.18	2747.36
2788.1	2832.89	2902.41	3008.35
0	0	0	0
0	0	0	0

MOLECULAR WEIGHT			
200000	110000	37000	20400
10000	4000	2800	682
578	474	370	266
0	0	0	0
0	0	0	0



DISP1	DISP2	-	[[03]]		DUMP	CLEAR
(BASE)	TRIM	SMOOTH	IDENT	WRITE	-	ESCAPE

Fig.3.11.a A chromatogram with baseline.



DISP1	DISP2	-	[[03]]		DUMP	CLEAR
(BASE)	TRIM	SMOOTH	IDENT	WRITE	-	ESCAPE

Fig.3.11.b A chromatogram after trimming.

(NO)	----- SAMPLE -----	(NO)	----- SAMPLE -----
0001	PST-1		
0002	PST-2		
0003	E-100		
0004	E-101		
0005	E-102		
0006	E-103		
0007	SC-100		
0008	SC-101		
0009	SC-102		
0010	SC-103		
0011	PST-1		
0012	PST-2		

DISP01	DISP02	-	[03]	DUMP	CLEAR	
(BASE)	TRIM	SMOOT	IDENT	WRITE	-	ESCAPE

Fig. 3.12 An example of comment data display.

Table 3.3 An example of typeout when D2 tape is recorded.

[Dnom= 37] NO= 0003 SAMPLE= ES-103

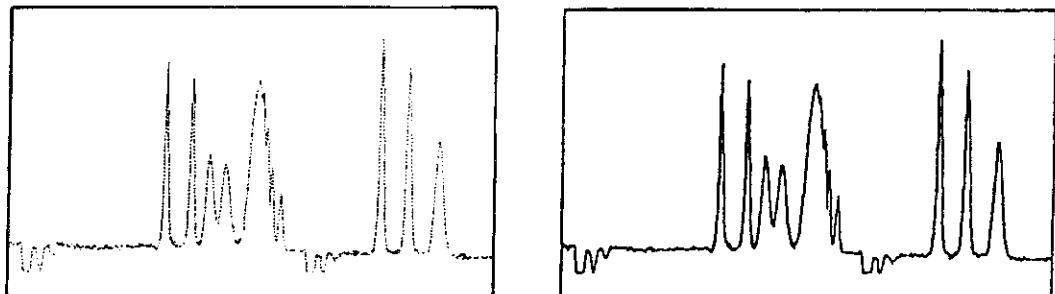


Fig. 3.13 Chromatograms drawn with dashed or solid lines.

Table 3.4 Data table for MW calibration.

MOLECULAR WEIGHT	ELUTION COUNT		
	FIRST	SECOND	DIFFERENCE
200,000	17.31	17.31	+0.00
110,000	18.04	18.04	+0.00
37,000	20.07	20.11	-.04
20,400	21.05	21.05	+0.00
10,000	22.11	22.11	+0.00
4,000	23.89	23.89	+0.00
2,800	24.50	24.50	+0.00
682	27.47	27.51	-.04
578	27.88	27.88	+0.00
474	28.33	28.37	-.04
370	29.02	29.06	-.04
266	30.08	30.08	-.04

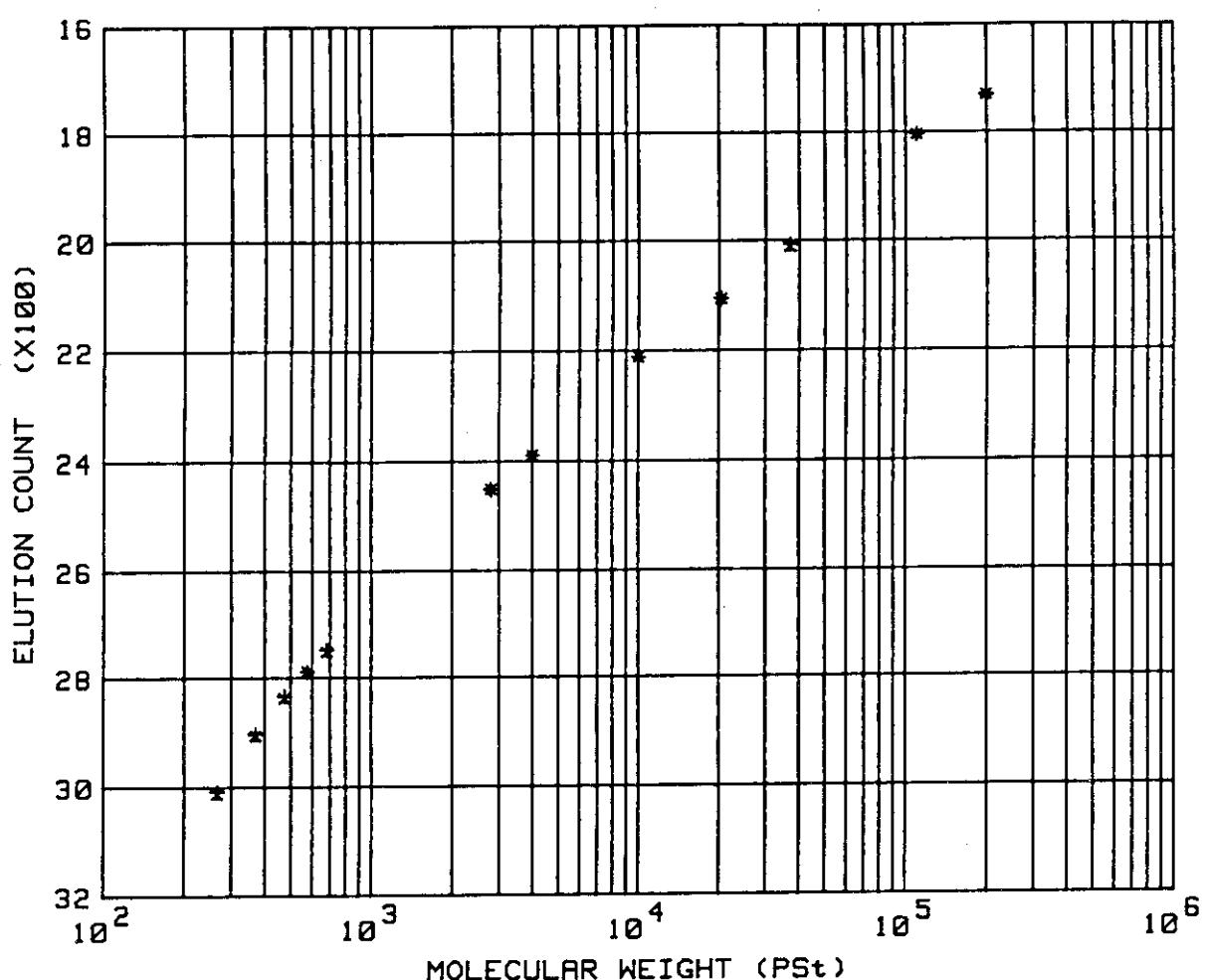


Fig. 3.14 MW-elution count relationship for MW calibration.

Table 3.5 Data table used for MW calibration curve.

DATA NO.	ELUTION COUNT	MOL. WEIGHT
0	17.31	200.000
1	18.04	110,000
2	20.09	37,000
3	21.05	20,400
4	22.11	10,000
5	23.89	4,000
6	24.50	2,800
7	27.49	682
8	27.88	578
9	28.35	474
10	29.04	370
11	30.10	266

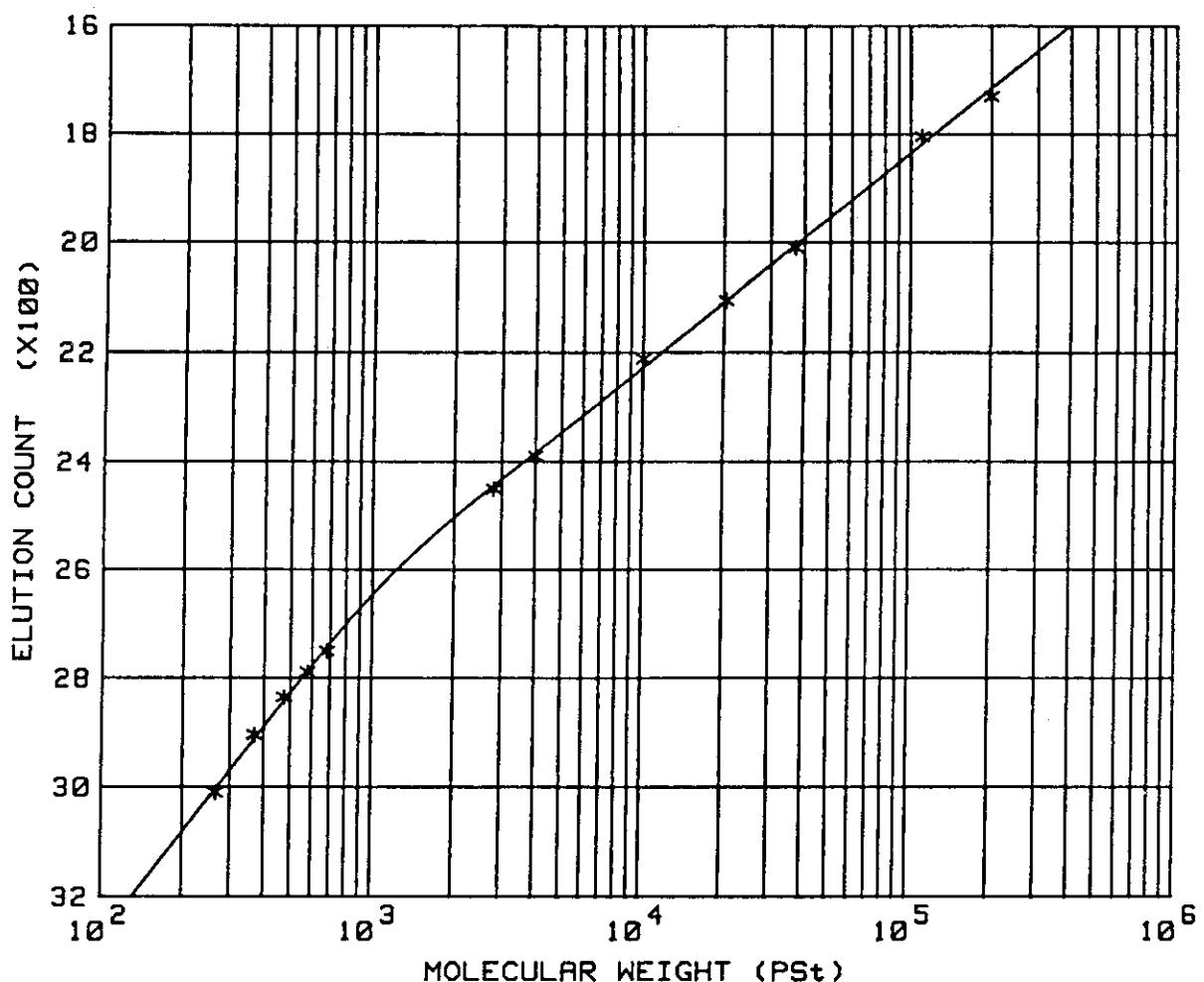


Fig. 3.15 Calculated MW calibration curve by hybrid approximation.

Table 3.6 Comparison of the actual and the calculated MWs and parameters of the equations. (hybrid approximation)

DATA NO.	ELUTION COUNT	MOL. WEIGHT	CALC. MOL. WT.	DEVIATION(%)
0	17.31	200,000	183,000	8.50
1	18.04	110,000	119,000	-8.18
2	20.09	37,000	35,900	2.97
3	21.05	20,400	20,500	-.49
4	22.11	10,000	11,000	-10.00
5	23.89	4,000	3,870	3.25
6	24.50	2,800	2,710	3.21
7	27.49	682	663	2.79
8	27.88	578	577	.17
9	28.35	474	487	-2.74
10	29.04	370	380	-2.70
11	30.10	266	260	2.26

STANDARD DEVIATION (0) = .0227

MW. RANGE	B(0)	B(1)	B(2)	B(3)
2,800- 200,000	9.66555	-.25437		
682- 2,800	23.72224	-1.54760	.03532	-.00024
266- 682	7.12578	-.15655		

Table 3.7 Table for exclusion and/or addition of the data.

DATA ORIGINAL	NO.	EL. CT.	MOL WT.	DATA ORIGINAL(ELIMINATED)	NO.	EL. CT.	MOL WT.
	0	17.31	200,000		0	0.00	1
	1	18.04	110,000		1	0.00	1
	2	20.09	37,000		2	0.00	1
	3	21.05	20,400		3	0.00	1
	4	22.11	10,000		4	0.00	1
	5	23.89	4,000		5	0.00	1
	6	24.50	2,800		6	0.00	1
	7	27.49	682		7	0.00	1
	8	27.88	578		8	0.00	1
	9	28.35	474		9	0.00	1
	10	29.04	370		10	0.00	1
	11	30.10	266		11	0.00	1

ADDITIONAL

Table 3.8 MWs of polystyrene and polybutadiene eluted at the same count.

LIST 1

MW(PSt)	MW
12,500	12,200
6,900	6,910
5,300	3,430
1,250	720
610	544
520	417

Table 3.9 Data table for indirect calibration.

EL. CT.(0)	EL. CT.(1)	MW(PSt)	MW(PB)
23.09	0.00	12,500	12,200
24.04	0.00	6,900	6,910
24.48	0.00	5,300	3,430
27.07	0.00	1,250	720
28.59	0.00	610	544
28.97	0.00	520	417

Table 3.10 Table for comment description on figure.

SAMPLE:
C:
S: ; ml/min.
CALIB:
DET:
TAPE:

1. SAMPLE = E-103	7. TAPE = -09;XX-XX
2. COLUMN = 2000+4000	8. DATE = 82.08.02;82.08.07
3. SOLVENT = THF	9. M.WEIGHT= 841, 1450, 1.7
4. FLOW = 1.0	10. REMARK =
5. CALIB. = SD(0)	
6. DETECTOR= 64 64 0 0	

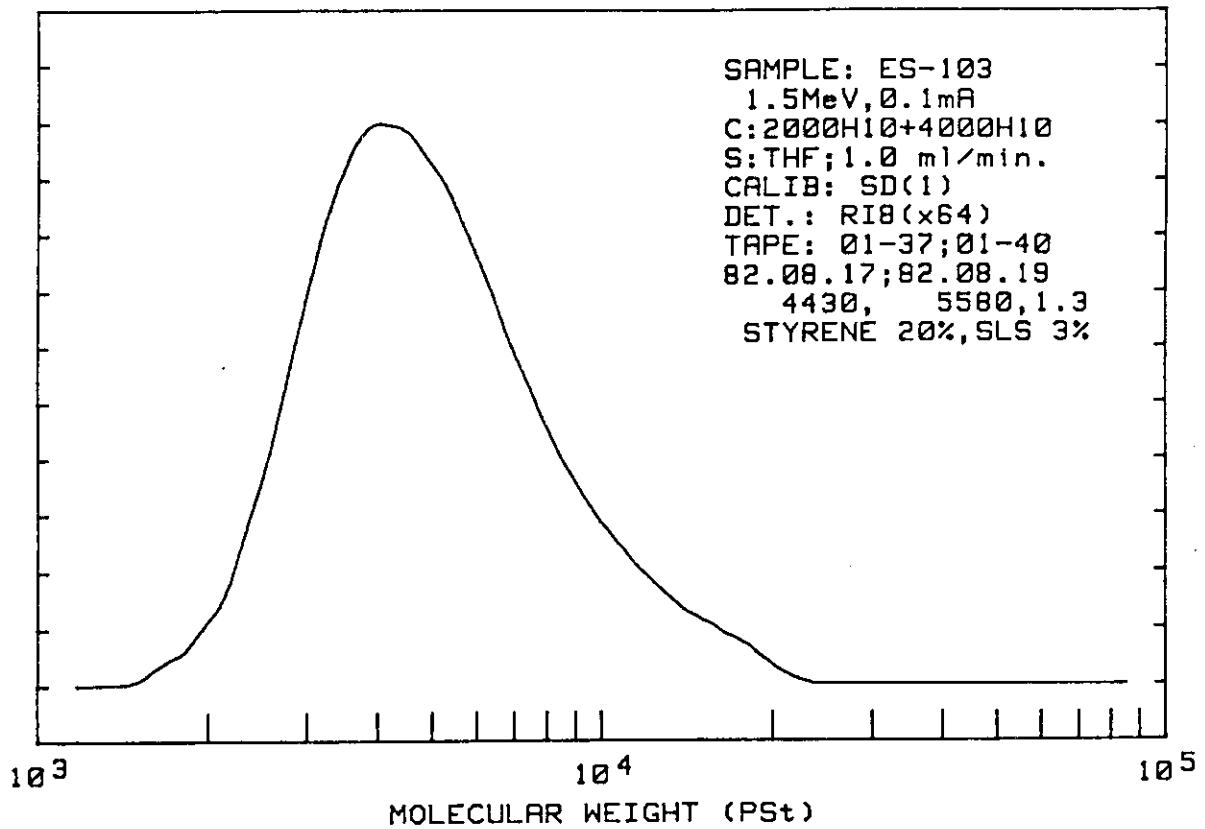


Fig. 3.16 An example of MWD curve in log MW as an abscissa.

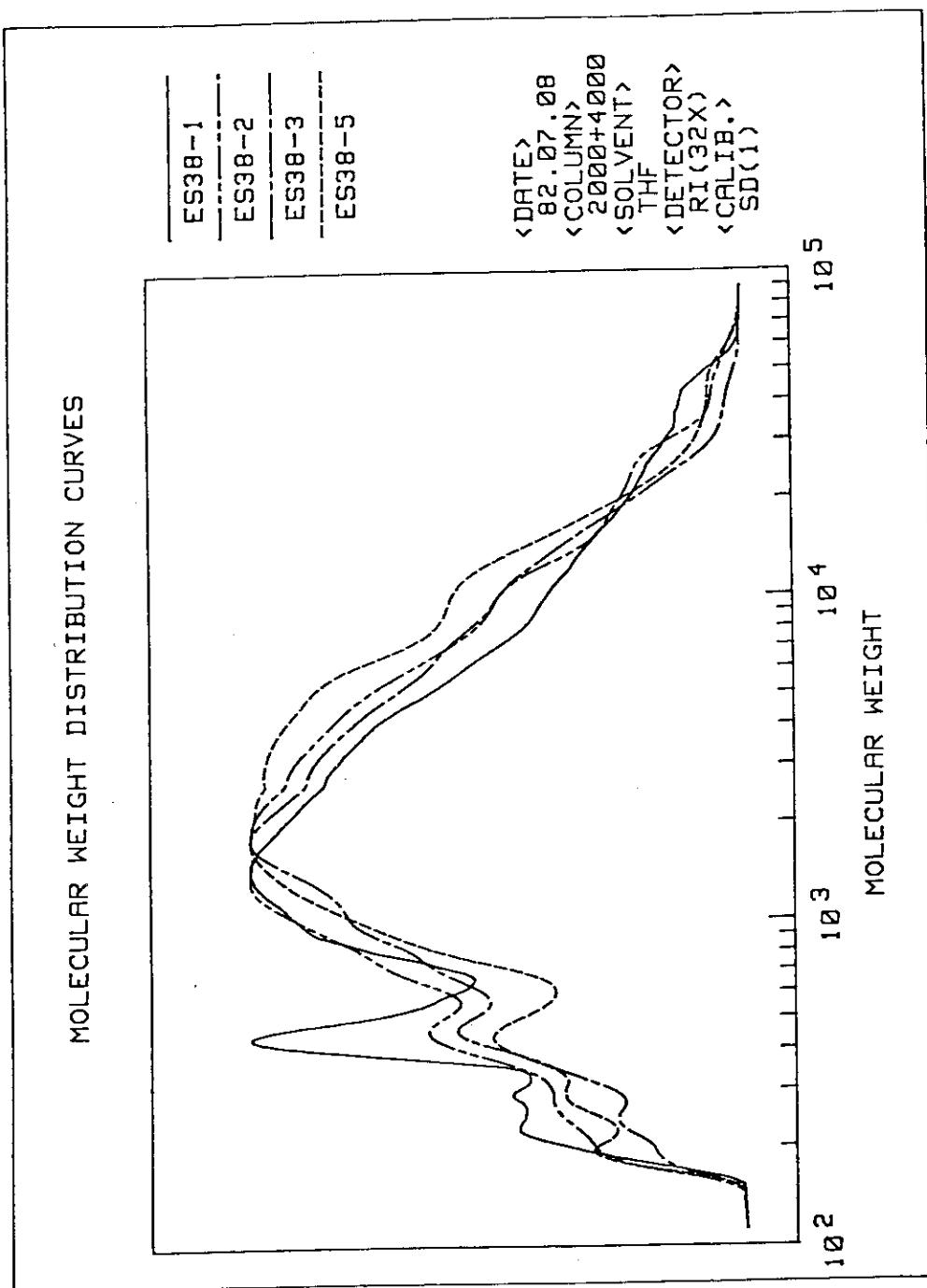


Fig. 3.17 An example of MWDs plotted in a sheet.

4. サービス・プログラムとエラー

4.1 サービス・プログラム

本システムでは本来のデータ処理とは別に日常のデータの管理のためにいくつかのサービス・プログラムを作成した。

4.1.1 データテーブの作成

(1) 内容

このプログラムは新しいテープ・カートリッジにデータテーブとして使用するためのイニシャライズ操作を行う。D0, D1, D2, D3 それぞれのテープとしてのハードウェア的なイニシャライズおよびソフトウェア的な初期設定を行う。この操作によっておのおののテーブに確保されるファイルの物理的な大きさを次に示す。

テーブ名	ファイル名	レコード数	レコードあたりの バイト数
D 0	D 0	780	256
D 1	D 1	2544	84
	I D	1	3072
D 2	MA	1	256
	CA	30	256
	CB	30	40
	D 2	80	2560
	I D	1	2816
D 3	MAIN	1	256
	D 3	44	4864

また初期値として次の値を記録する。

テーブ	ファイル名	データ数	初期値
D 2	MA	3	0
	I D	1	スペース
D 3	MAIN	1	0

Table 4.1 に D0～D3 テープに記録されるファイルの名前と内容を、また Fig. 4.1 にファイルとデータ番号およびレコード番号の関係を示す。

(2) 使用法

- 1) コンピュータの電源スイッチをONにする。
- 2) プログラム・テープをコンピュータの1次テープトランSPORT (T 15) に挿入しキーボードから

```
LOAD "GPCS0"
```

 とタイプし EXECUTE キーを押す。プログラムが読み込まれる。
- 3) RUN キーを押す。
 [CRT] TAPE SET OK ?
 と表示する。新しいテープ・カートリッジを1次テープトランSPORT (T 15) に挿入する。
 CONT キーを押す。
- 4) CRT に
 [CRT] CREATE TAPE =? (D 0, D 1, D 2, D 3)
 と表示される。作成したいテープ名 (D 0 ~ D 3 のいずれか1つ) をタイプし CONT キーを押す。テープ・カートリッジが動き出しイニシャライズ動作が始まる。つづいて各テープ別にファイルのクリエイト動作を行い最後に必要なファイルに初期値を記録して終了する。
 終了後 CRT に
 [CRT] CREATE END.
 と表示してプログラムは停止する。
- 5) 引き続き他のテープ・カートリッジについてイニシャライズ操作を行う場合は 3) から実行する。

4.1.2 D 2 テープのコピー、リスト

(1) 内容

このプログラムは前処理プロセスで作成した D 2 テープのデータを選択、分類して保存するために D 2 テープの内容を自己または他の D 2 テープにコピーする。このとき D 2 ファイルのデータを除きその内容を修正することもできる。また各ファイルの内容をプリンタに出力することができる。さらにこのプログラムを使用して D 2 テープにカタログ (コメント情報) を記録しておくことができる。

(2) 使用法

- 1) コンピュータの電源スイッチをONにする。
- 2) プログラム・テープをコンピュータの1次テープトランSPORT (T 15) に挿入しキーボードから

```
LOAD "GPCS2"
```

 とタイプし EXECUTE キーを押す。プログラムが読み込まれる。
- 3) RUN キーを押す。
 [CRT] D 2 TAPE SET OK ? (CONT)
 と表示する。D 2 テープを1次 (T 15) または2次 (T 14) のいずれかのポートまたは両方にセットする。CONT キーを押す。
- 4) CRT に

[CRT] * INPUT TAPE = ? UNIT, FILE, NO. (14, 15) (MA, CA, CB, D2, ID) (1~)

と表示する。入力したい側のテープトランSPORT番号, ファイル名, データの番号をタイプする。例えば2次トランSPORT (T14) 側からCAファイルの7番目を入力するときは14, CA, 7とタイプする。ただしMAおよびIDファイルのときのデータの番号は入力した値によらず1となる。CONTキーを押す。以下表示したいファイル名の指定によって次のいずれかにとぶ。

- a. MA を指定したとき 5) へ。
- b. CA を指定したとき 7) へ。
- c. CB を指定したとき 10) へ。
- d. D2 を指定したとき 13) へ。
- e. ID を指定したとき 16) へ。

このとき何もしないでCONTキーを押せば,

[CRT] PROGRAM END.

と表示してプログラムは停止する。

5) 指定したMAファイルからデータを読み込みCRTに内容が表示される。続いてCRTに

[CRT] CHANG DATA = ? (0 = Cano, 1 = Cbon, 2 = Dnom) (CONT)
と表示する。修正するデータがあれば該当する数字をタイプしCONTキーを押す。該当したデータが点滅しCRTに

[CRT] NEW DATA = ?

と表示する。新しいデータをタイプしCONTキーを押す。データは入替り点滅はとまる。
5) の初めの表示にもどる。さらに修正するデータがあれば5)をくり返す。なければそのままCONTキーを押す。6) へ。

6) CRTに

[CRT] OUTPUT TAPE = ? UNIT (14, 15) (CONT)

と表示する。出力するテープトランSPORT番号(14または15)をタイプしCONTキーを押す。指定したテープトランSPORT側に出力される。出力しないときはそのままCONTキーを押す。4) へ。

7) 指定したCAファイルからデータを読み込みCRTに内容が表示される。続いてCRTに

[CRT] CHANGE DATA = ? (0 = Elct, 1 = Cmw, 2 = Time, 3 = Number) (CONT)

と表示する。修正するデータがあれば該当する数字をタイプしCONTキーを押す。0または1を指定したときは該当するタイトル部分が白黒逆転表示されて、さらに

[CRT] DATA NO = ? (0~19) (CONT)

と表示する。修正するデータの番号をタイプしCONTキーを押す。該当するデータが点滅しCRTに

[CRT] NEW DATA = ?

と表示する。新しいデータをタイプしCONTキーを押す。データは入替り点滅はとまる。

CRT の表示は再び

[CRT] DATA NO = ? (0 ~ 19) (CONT)

にもどる。指定した 0 または 1 の中でさらに修正したいデータがあればデータの番号からくり返す。なければそのまま CONT キーを押す。タイトル部分はもとにもどる。7) の始めの表示にもどる。

2 または 3 を指定したときは該当したデータが点滅し CRT に

[CRT] NEW DATA = ?

と表示する。新しいデータをタイプし CONT キーを押す。データは入替り点滅はとまる。7) の始めの表示にもどる。

さらに修正するデータがあれば 7) をくり返す。なければそのまま CONT キーを押す。

8) へ。

8) CRT に

[CRT] OUTPUT TAPE = ? UNIT, NO (14, 15) (1 ~ 30) (CONT)

と表示する。出力するテープトランSPORT番号 (14 または 15), データの番号 (1 ~ 30) をタイプし CONT キーを押す。指定したテープトランSPORT側に出力される。出力しないときはそのまま CONT キーを押す。9) へ。

9) CRT に

[CRT] LIST PRINT OUT = ? UNIT (14, 15) (CONT)

と表示する。テープトランSPORT番号 (14 または 15) をタイプし CONT キーを押す。指定したテープトランSPORT側から CA ファイルを読み記録されているデータすべてをプリンタに出力する。出力しないときはそのまま CONT キーを押す。4) へ。

10) CHANGE DATA = ? (0 ~ 7) (CONT)

と表示する。修正するデータがあれば該当する数字をタイプし CONT キーを押す。該当したデータが点滅し CRT に

[CRT] NEW DATA = ?

と表示する。新しいデータをタイプし CONT キーを押す。データは入替り点滅はとまる。

10) の始めの表示にもどる。

さらに修正するデータがあれば 10) をくり返す。なければそのまま CONT キーを押す。

11) へ。

11) CRT に

[CRT] OUTPUT TAPE = ? UNIT, NO (14, 15) (1 ~ 30) (CONT)

と表示する。出力するテープトランSPORT番号 (14 または 15), データの番号 (1 ~ 30) をタイプし CONT キーを押す。指定したテープトランSPORT側に出力される。出力しないときはそのまま CONT キーを押す。12) へ。

12) CRT に

[CRT] LIST PRINT OUT = ? UNIT (14, 15) (CONT)

と表示する。テープトランSPORT番号 (14 または 15) をタイプし CONT キーを押す。指定したテープトランSPORT側から CB ファイルを読み記録されているデータはすべて

をプリンタに出力する。出力しないときはそのまま CONT キーを押す。4) へ。

13) 指定した D 2 ファイルからデータを読み込み CRT に内容がグラフィスクで表示される。

CONT キーを押す。CRT に

[CRT] DATA SMOOTHING = ? (0 = YES) (CONT)

と表示する。データのスムージングを行うときは 0 をタイプして CONT キーを押す。行わないときはそのまま CONT キーを押す。14) へ。

14) CRT に

[CRT] OUTPUT TAPE = ? UNIT, NO (14, 15) (1~80) (CONT)

と表示する。出力するテープトランスポート番号 (14 または 15), データの番号 (1~80) をタイプし CONT キーを押す。指定したテープトランスポート側に出力される。出力しないときはそのまま CONT キーを押す。15) へ。

15) CRT に

[CRT] D 2 DUMP PRINT OUT = ? UNIT (14, 15) (CONT)

と表示する。テープトランスポート番号 (14 または 15) をタイプし CONT キーを押す。指定したテープトランスポート側から D 2 ファイルを読み記録されているデータすべてをプリンタに出力する。出力しないときはそのまま CONT キーを押す。4) へ。

16) 指定した ID ファイルからデータを読み込んだ後 CRT にタイトル部分を表示した後

[CRT] D 2 DATA NO. = ? (1~80) (CONT)

と表示する。コメント情報を記録または修正したいデータの番号 (1~80) をタイプし CONT キーを押す。CRT に指定したデータの番号を含む表示領域 (表示領域はデータの番号 1~29, 30~59, 60~80 の 3 つに分かれている) のデータが表示される。該当するデータの番号が白黒逆転表示する。CRT に

[CRT] NEW DATA = ?

と表示され合計 30 文字分の入力が行える。タイプしたもののがそのまま記録される。通常は標準データ用ファイルの名称 (CA または CB) 2 文字, 及び同ファイルのデータの番号 (1~30 の数字を 1 つまたは 2 つ) 4 文字, 試料名およびコメント情報 16 文字, 日付 8 文字をタイプする。CONT キーを押す。データは記録または入替り点灯部分は消える。16) の始めの表示にもどる。

さらに記録または修正するデータがあれば 16) をくり返す。なければそのまま CONT キーを押す。17) へ。

17) CRT に

[CRT] OUTPUT TAPE = ? UNIT (14, 15) (CONT)

と表示する。出力するテープトランスポート番号 (14 または 15) をタイプし CONT キーを押す。指定したテープトランスポート側に出力される。出力しないときはそのまま CONT キーを押す。18) へ。

18) CRT に

[CRT] LIST PRINT OUT = ? UNIT (14, 15) (CONT)

と表示する。テープトランスポート番号 (14 または 15) をタイプし CONT キーを押す。

指定したテープトランSPORT側から ID ファイルを読みプリントに出力する。出力しないときはそのまま CONT キーを押す。4) へ。

4.1.3 D 3 テープのカタログ

(1) 内容

このプログラムは D 3 テープに記録されたすべてのデータについてその内容のうち試料名、日付、コメントをプリンタに出力する。D 3 テープのカタログがとれる。

(2) 使用法

1) コンピュータの電源スイッチを ON にする。

2) プログラム・テープをコンピュータの 1 次テープトランSPORT (T15) に挿入しキーボードから

LOAD "GPCS 3"

とタイプした EXECUTE キーを押す。プログラムが読み込まれる。

3) RUN キーを押す。

[CRT] TAPE SET OK ?

と表示する。D 3 テープを 1 次テープトランSPORT (T15) に挿入する。CONT キーを押す。

4) D 3 テープからデータを読みながらプリンタに出力する。CRT に

[CRT] D3 LIST END.

と表示してプログラムは停止する。

4.2 設定条件の変更に際して留意すべきこと

4.2.1 カラムの変更

使用しているカラムを変更したときは一般に溶出量と MW の関係が変化する。したがってデータを集録しコンピュータで処理する場合でも集録条件を適切に保ち集録データの点数が無用に多過ぎたり、あるいは少なすぎてデータの質を落すことのないようにする。データの集録は前処理プロセスで D 1 テープからデータを読み取り CRT に表示したときに分布曲線が中央に表示されかつ前後にベースラインが確認できるように選ぶ。したがって使用しているカラムの信号出力時間帯が 20 ~ 35 分である場合、信号出力後に 10 分間のベースラインの確認時間を入れて試料注入時から 45 分間を CRT の表示範囲とするには $45(\text{分}) \times 60 \div 1350(\text{メモリ点数}) = 2(\text{秒})$ 間隔で信号を集録すると良い。実際は GPC 装置のドロップカウンタによるサンプリングを行っている場合、集録間隔は 1 ~ 2 秒の間で設定することになる。

またこのとき前処理プロセスにおいて、D 2 テープへ出力するデータの範囲 (D 1 テープからデータを読み込んだ時に点線のワクで表示される (Fig. 3.8 参照)) をチェックし信号出力時間帯が完全に D 2 テープに書き出されることを確認する。もしそうでなければワク内に信号が納まるようデータの集録間隔およびオフセットするデータ数を設定する。このうちオフセットするデータ数の変更は前処理プロセスでのプリセット値の変更 (3.3.8 参照) で行うが、系の変更による

プリセット値の恒常的な変更はプログラムを変更するのがよい。変更する手順を次に示す。

- (1) プログラム "GPC 1" を通常の方法で読み込む。
- (2) EDITLINE Maininitial とタイプし EXECUTE キーを押す。(EDITLINE はキーボード右上のファンクションキーを押してもよい)
- (3) CRT に表示された命令文の中から Wstart = の項目についてキーボードの操作で数値を入れ替える。STORE キーを押す。
- (4) 一度プログラムを実行させて異常がなければ RESTORE "GPC 1" とタイプし EXECUTE キーを押す。プログラムが更新される。

4.2.2 標準ポリスチレンの MW 値の変更

前処理プロセスのプログラムでは通常標準試料として使用する分子量は定数としてストアしている。これらの値以外の分子量をもつポリスチレンを購入使用するときは定数として追加または変更する必要がある。変更の手順を次に示す。

- (1) プログラム "GPC 1" を通常の方法で読み込む。
- (2) EDITLINE Pattern とタイプし EXECUTE キーを押す。(EDITLINE はキーボード右上のファンクションキーを押してもよい。以下同じ)
- (3) CRT に表示された DATA 文の中から変更したい分子量を見つけてキーボードの操作で数値を入れ替える。STORE キーを押す。
- (4) EDITLINE Maininitial とタイプし EXECUTE キーを押す。
- (5) (3)と同じ操作を行う。
- (6) 一度プログラムを実行させて異常がなければ RESTORE "GPC 1" とタイプし EXECUTE キーを押す。プログラムが更新される。

4.2.3 プロッター・ペンの色の変更

YHP 9872A プロッターのペンは當時 1 本しか装着できない。したがって数種類の色を使用して作図したい場合にはブロッティング・プロセスでスタート操作(3.5.1 参照)後, Pause = 1 とタイプし EXECUTE キーを押す。その他は通常と同じ操作を行って作図する。このとき 1 本の MWD を書き終るごとにプロッターは停止する。希望する色のペンに交換し CONT キーを押せばよい。

4.3 エラーの発生

4.3.1 データ集録中のエラー

このプロセスでは人為的なミスを除けばすべてハードウェアにもとづくエラーの発生である。したがってヒューズの切断など原因が明確で装置自体には異常がないことが確認された場合のみ初めからデータの集録をやり直すことができる。通常はメーカーに点検修理を依頼することになる。集録中に誤ってテープを取り出した場合など原因が明らかな場合にかぎって集録したデータは保障される。ただしデータの終りにエンド・マークが記録されていないために後続の処理でエ

ラーが発生するから対処しなければならない。(4.3.2(4)a参照)

4.3.2 コンピュータ処理中のエラー

HP 9845 T システムで処理中にエラーが発生した場合、CRT またはプリンタのいずれかにエラーメッセージ（エラー番号およびエラーが発生したプログラムの行番号）が表示されてプログラムは停止する。一般的には HP 9845 T のエラーメッセージ表を参照してエラーとなった原因を推定することになる。次に通常このシステムの使用中に起りやすいエラーと処置の方法を述べる。

(1) 本体のエラー

表示されやすいエラー番号とその原因および処置を次に示す。

エラー番号	原因および処置
56	プログラム名がおかしい。綴りが誤っていないかチェックする。データテープならテープカートリッジがちがう。
59, 60	出力するファイルが一杯になった。新しいデータテープを作成しなければならない。
80	テープカートリッジがない又はドアが開いている。テープカートリッジをセットする。
81, 87 ~ 90	読み取りエラー又はテープカートリッジユニットの故障。読み取りヘッドをクリーニングする。引き続きエラーが発生するようなら YHP のサービスに点検修理を依頼する。
85, 86	テープカートリッジがおかしい。正しいカートリッジを使用しているかチェックする。

(2) I/O 機器のエラー

表示されやすいのはプリンタにプリント用紙がなくなった場合で最初に次のメッセージがでる。

(CRT) I/O ERROR ON SELECT CODE 0

この状態が続くとコンピュータは断続的に発信音を発生し、次のメッセージが表示される。

(CRT) I/O TIMEOUT ON SELECT CODE 0

プリント用紙を入れてキーボードから READY # 0 とタイプし EXECUTE キーを押す。中断されていたプリンタ出力から開始する。

その他のエラーについては HP 9845 T のエラーメッセージ表を参照のこと。

(3) コンピュータのリセット

コンピュータや周辺装置 (I/O) の誤操作のためにコンピュータの動作を制御できなくなつた場合にはリセットする必要がある。CONTROL キーを押しながら STOP キーを押すとコンピュータはリセットされて全て準備の状態にもどる。ただしこのリセット操作はハードウェア上の操作であってアクセス中のデータおよびメモリの内容が全部失われる（クリアされる）ことがあるので注意すること。特別の場合以外は STOP キーを使うようにする。

(4) プログラム別エラーと処置

a. コード変換プロセス

このプログラムでは一般的なエラーの外に SIF で記録されたカートリッジ・テープを使用

するために発生するエラーがある。

エラー番号 原因および処置

203 D 0 テープの読みで読むデータがなかった。データ集録の終了時に STOP ボタンを押さなかった場合に発生する。CONT End とタイプして EXECUTE キーを押す。

他のエラーが発生した場合でも CONT End とタイプして EXECUTE キーを押せばその時点で終了処理をしてプログラムは停止する。この場合それまでに処理された D 1 テープの内容は保障される。ただしエラー 203 など特別な場合を除いて通常このプロセスではエラーが発生したときは最初からやり直すのが望ましい。

b. 前処理プロセス

このプログラムでの最終結果は D 2 テープに出力されたものとなる。したがってこのプロセスではエラーが発生したデータのみ無効と考えればよい。エラーの発生または STOP キーを押したことによりプログラムが停止した場合は、D 2 テープに出力していないデータから再処理する。STOP キー、RUN キーを押して最初からスタートさせる。

c. 計算処理プロセス

前半の MW 較正曲線を得るまでの間にエラーが発生した場合には原則として最初からやり直す。すなわちエラーの原因をとりのぞいた後、STOP、RUN キーを押してスタートする。

後半の MWD 曲線の計算処理プロセスでは D 2 テープよりデータを 1 組毎に読み取り、プリンター出力し、D 3 へ記録を行うため、エラーを生じたデータのひとつ前までの処理はエラーの影響を受けない。したがってエラーを生じたデータから再度処理を行う。キーボードより CONT "Mwd_treatments" とタイプし EXECUTE キーを押して 3.4.6 以下の処理を行う。

d. ブロッティングプロセス

このプログラム実行中にエラーが生じた場合、その原因を除いた後最初から処理をやり直す。STOP キー、RUN キーを押して 3.5.2 以下の処理を行う。

Table 4.1 Contents and names of the tapes.

tape name	file name	content
D0	D0	signal/comment data
D1	D1 ID	signal data comment data
D2	MA CA CB D2 ID	No. of recorded data calibration data MWD data catalogue data
D3	MAIN D3	No. of recorded data MWD data

File

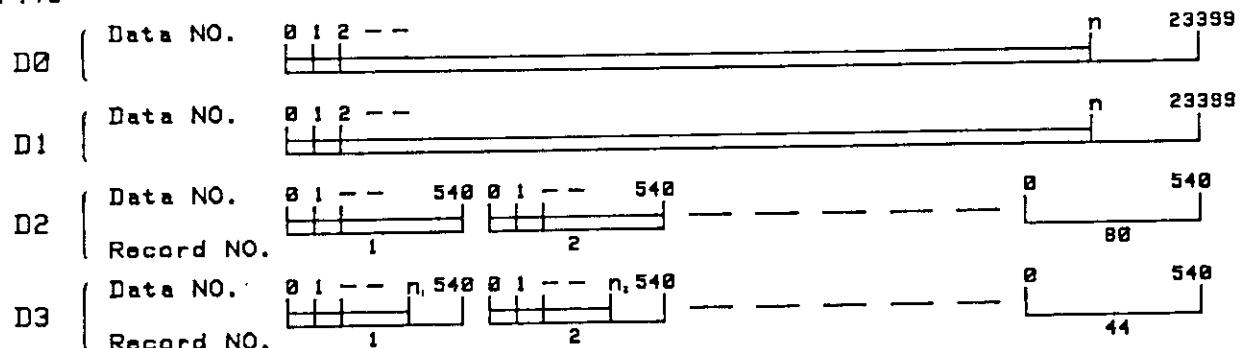


Fig. 4.1 File name, record number and data number in recorded tapes.

5. あとがき

本システムは反応性オリゴマー自動分取解析装置として昭和55年度認可予算でみとめられた装置の中の一部として製作された。すなわち分取用には別個の大型 GPC の装置を購入し、オリゴマーの分子量ならびに分子量分布測定用の装置として試作されたものである。

本システムの全体の構成ならびに仕様の決定はすべて原研側が独自に行った。また集録システムを除く GPC 0, 1, 2, 3 のプログラミングは林と来島が分担して行った。システムのハード、ソフト双方が一応完成したのは56年春頃であり、その後約1年の試用を通じて主としてソフトウェアに関する改訂を行った。ちなみにベーシックで記述されたプログラムのステップ数は GPC 1 で約 1200, GPC 2 で約 1400, GPC 3 で約 300 である。

本システムはその構想より完成に至るまで約2年経過したが筆者の知る限り現在においてもこのような機能をもつ装置は知られていない。このような装置のニードが現在どの程度あるものか明らかでないが、データ集録と処理に単一のマイコンを使用し専用機化すれば量産により2～300万円程度のものになり得るであろう。ガスクロの自動分析装置が最近になってやっと普及してきたことを考えるとこの方面におけるデータ処理の自動化に関してそのニードと充足の間にかなりのギャップがあるようと思われる。

最後に本レポートの作成を促して下さった岡村誠三（客員研究員）、栗山 将（大阪支所長）両博士ならびに本稿の査読をしていただいた畠田元義博士（主任研究員）に感謝の意を表します。

付録 データ集録装置仕様

1. 目的

分析用 GPC 装置の検出器および光散乱測定装置よりの出力信号、およびキーボードから入力した情報をテープカートリッジに記録し、測定データの精度向上と保存を行い、かつデータ処理を可能にする。

2. システムの概要

本装置は分析用 GPC 装置よりの RI-1, 2, CV 検出器の出力信号ならびに光散乱測定装置 (LS) よりの出力信号をデジタル化し、簡単なデータ処理を行った後 HP 規格のテープカートリッジに記録する。またデータの集録条件の設定や情報の入力はコントロールパネルおよびCRT ディスプレイのキーボードから行う。また全体の制御にマイクロコンピュータを使用しプログラムは ROM に内蔵する。Fig. A. 1 に装置概観を、Fig. A. 2 に装置全体の構成図を示す。

3. ハードウェア

本装置の入出力に関する規格ならびにコントロールユニットならびにキーボード操作の方法を次のように定める。ただし GPC の各種検知器およびテープカートリッジユニットのインターフェースはそれぞれの機器の規格にしたがう。

3.1 入力信号

GPC および 3 種の検出器の出力から次の信号を受ける。

a. アナログ信号 3 チャンネル

分析用 GPC 装置 RI 1 検出器出力 100 mV

“ RI 2 “ 100 mV

“ UV “ 100 mV

光散乱測定装置検出器出力 100 mV

上記の信号の中から 3 種類を選択する。

b. デジタル信号 2 チャンネル

分析用 GPC 装置インジェクション信号 接点

“ ドロップカウント信号 接点

AD 変換器の精度は S + 11 ビット、変換速度 1 秒当たり 30 回以上、データの取り込みタイミングは最高 0.1 秒間隔とする。

3.2 出力データ

処理したデータを次のテープカートリッジに記録する。

ヒューレット・パッカード（HP）社標準テープカートリッジ 98200 A またはスリーエム社ミニテープカートリッジ DC 100 A

テープカートリッジ・ユニットとしては HP 9875 A (デュアルタイプ) を使用し HPIB インターフェースとする。記録方式はデスクトップコンピュータ HP 9845 T のマストレージ装置でアクセスする目的で HP 社 SIF (Standard Interchange Format) とする。

3.3 データの入力、表示

キーボードを持つ CRT ディスプレイを使用し次のような機能をもたせる。この中で a～d はキーボードよりの操作とする。

- a. テープカートリッジのイニシャライズの指示
- b. 測定条件など試料に関するコメント情報の入力
- c. プリンタに上記情報のハードコピーの指示
- d. スムージングパラメータの変更
- e. 出力データのモニター表示

3.4 コントロールユニット

マイクロコンピュータを内蔵しデータの集録条件の設定および集録開始、終了等の指示を行う各種のスイッチをそなえる。Fig. A. 3 にコントロールユニットの前面を示す。

3.4.1 POWER

電源スイッチ。ON でプログラムは自動スタートする。

3.4.2 CONTROL

(1) START

テープカートリッジに出力データの記録を開始する。

(2) STOP

テープカートリッジにエンドマークを出力し、出力データの記録を停止する。

(3) HOLD

処理中のデータをテープカートリッジに出力後、記録を休止する。休止中のデータは読み捨てる。再押下でテープカートリッジへの記録を再開する。

(4) WRITE

CRT ディスプレイのキーボードより入力したコメント情報をテープカートリッジに出力する。

3.4.3 MODE

測定データのサンプリング方式を指定する。

(1) EXT

GPC よりのドロップカウント信号の入力ごとにサンプリングする。

(2) INT

0.1 sec 間隔でオートサンプリングする。

3.4.4 TIMES OF AV.

いくつかのサンプリングデータの算術平均をとり 1 つの出力データとする。平均する個数を指定する。デジタルスイッチで 1 ~ 99 まで指定できる。

3.4.5 FUNCTION

(1) [1]

出力データのモニター表示を行う。(3.1 表示例参照)

(2) [2]

CRT ディスプレイのキーボードから測定条件ならびに試料に関するコメントを入力する際の項目を表示する。表示の項目に合せて必要な部分をキーボードから入力する。(3.1 表示例参照)

(3) [3]

サンプリングデータのスムージングを行うときのパラメータを表示する。新しいパラメータの値をキーボードから入力できる。(3.1 表示例参照)

(4) [4]

機能なし。

4. ソフトウェア

コントロールユニットにおける各スイッチの機能を満たすほか次の処理を行う。

4.1 測定データの演算処理

サンプリングデータについて次の処理を行う。

- (1) スパイクノイズ処理
- (2) スムージング処理
- (3) 単純平均化

それぞれの処理の方法については 2.2.1 参照。

4.2 測定データの編集

前項の処理を行った信号データ(3 チャンネル)にインジェクション信号およびサンプリング方式の情報を附加したものを 1 データとし、10 データに対し先頭データに対応するスタート錠押下時よりの積算時刻(0.1 秒単位)および平均化回数の情報等を付けて 80 バイトのデータとする。なお信号データはバイナリ形式で 2 バイトで表現する。識別コードとして先頭バイトは 0 とする。データフォーマットを Fig. A. 4 に示す。

4.3 試料に関するデータ

CRT ディスプレイのキーボードから入力したコメントはすべて ASCII コードとして取り扱い全長で 80 バイトのデータとする。識別コードとして先頭バイトは 1 とする。このデータは

GPC 装置よりのインジェクション信号の入力またはコントロールユニットの WRITE ボタンを押下したときに出力する。データフォーマットを Fig. A. 4 に示す。

4.4 テープカートリッジへの出力

測定データおよび試料に関するデータの組み合せで 256 バイトの固定長データとしてテープカートリッジに出力する。測定データのうち情報がすべて 0 としたものをエンドマークとする。テープの巻き戻し、テープドライブの変更、書き込みエラー検出による再試行などテープカートリッジに対するデータの出力待ちが起きる場合でも最大 30 秒の間、発生するデータを保障する。

4.5 テープのイニシャライズ

新しいテープカートリッジについて、256 バイト長の物理的な記録領域（レコード）を 780 個作成し、ディレクトリの設定およびテストを行う。

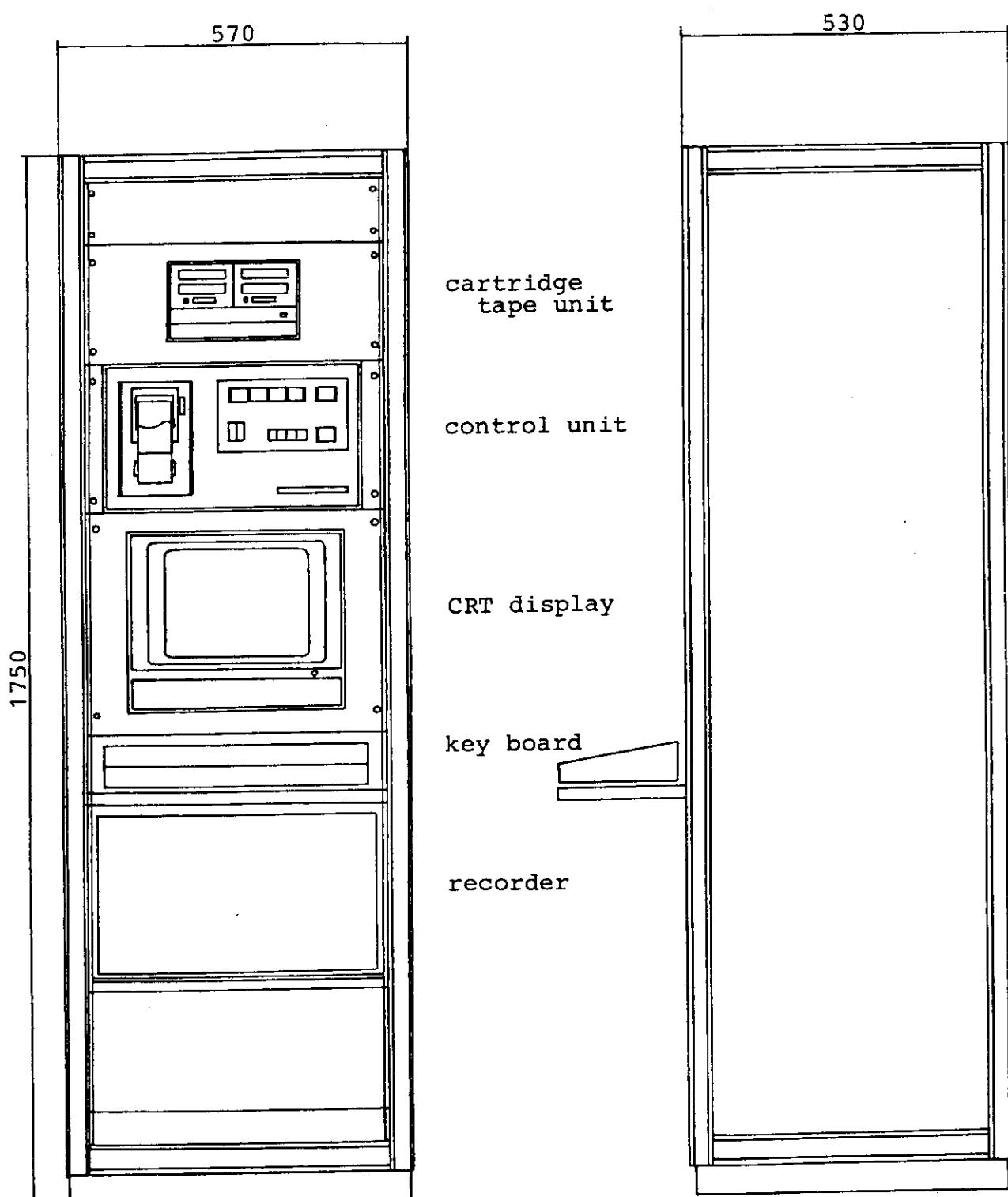


Fig. A.1 The outlook of the data recording system.

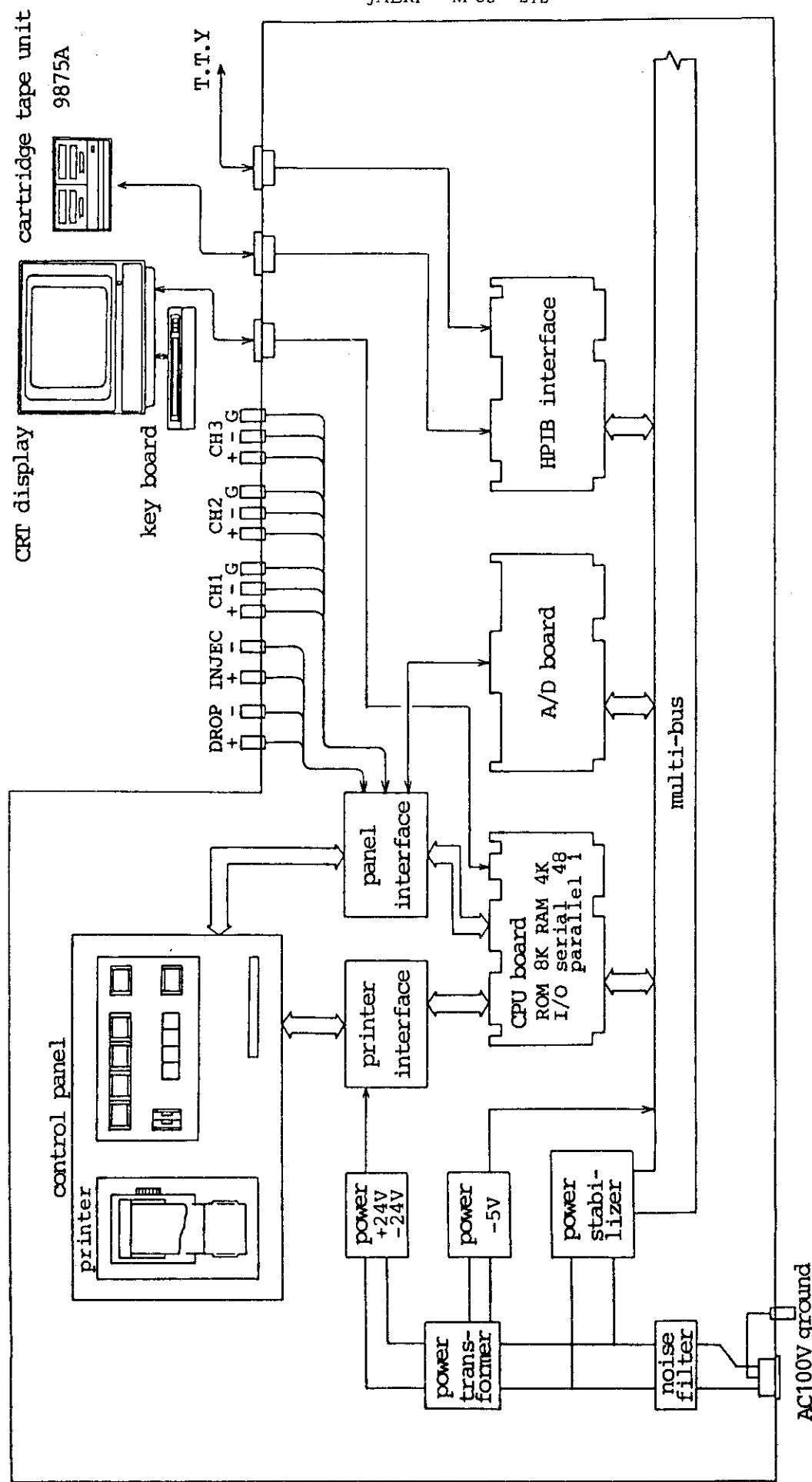


Fig. A.2 Block diagram of the data recording system.

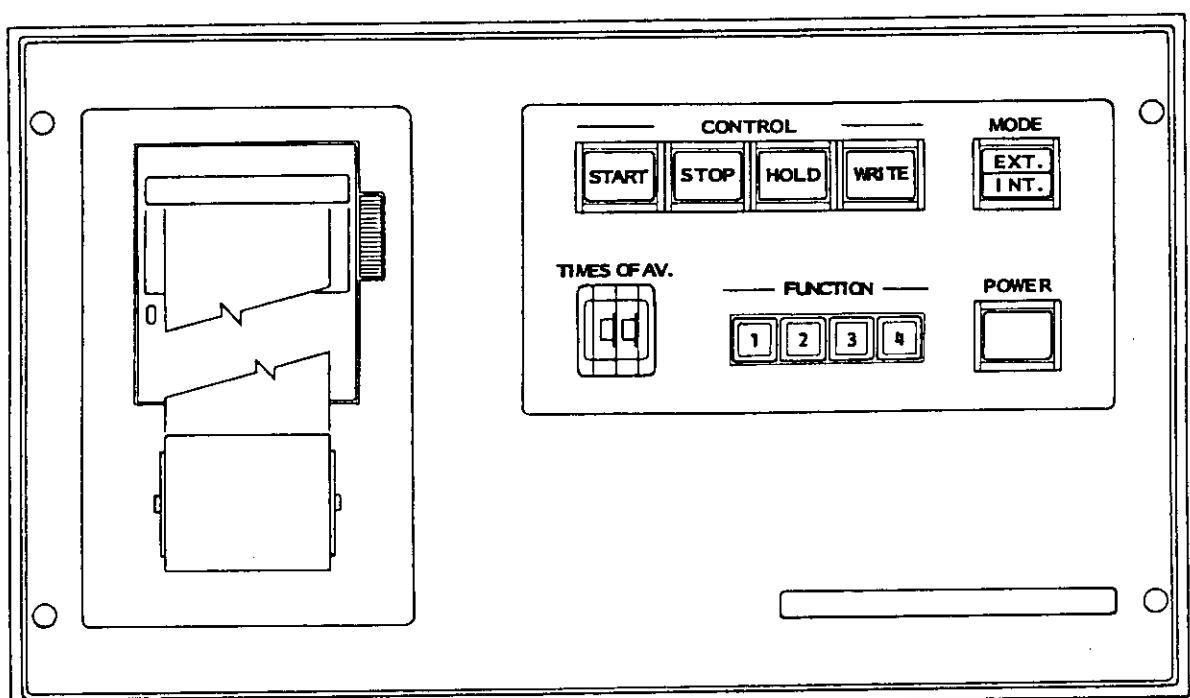
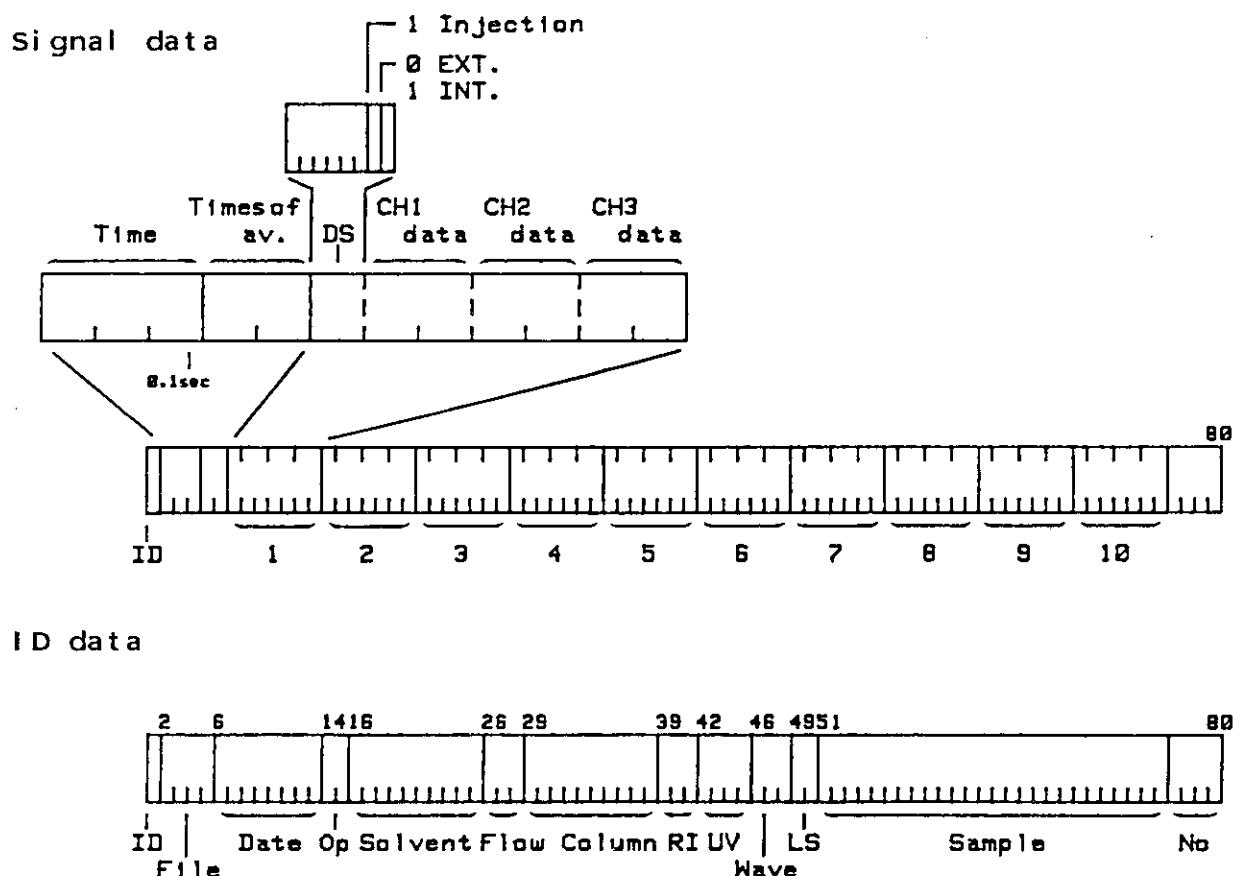


Fig. A.3 Front panel of the control unit.

1. Record format



2. Output format on tape

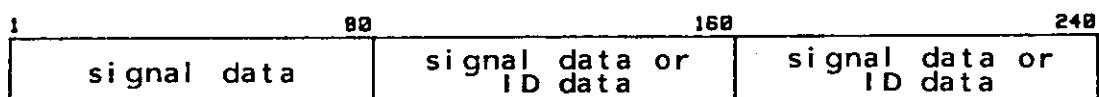


Fig. A.4 D0 tape format.