

ACQUITY UPLC

フォトダイオードアレイ および $e\lambda$ フォトダイオード アレイ検出器

操作概要およびメンテナンスガイド

リビジョン A

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™

Copyright © Waters Corporation 2010
All rights reserved

著作権表示

© 2010 WATERS CORPORATION. 米国およびアイルランドにて印刷。著作権保有。発行者の文書による許諾がない限り、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。

本書の内容は予告なしに変更される場合があります、また弊社の責任を示すものではありません。本書に万一誤りがあった場合、Waters Corporation は責任を負いかねますのでご了承ください。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。本書の使用に関連して、または本書の使用結果として発生する偶発的または結果的な損害に対して、弊社は責任を負いません。

商標

ACQUITY、ACQUITY UPLC、UPLC、Waters PIC および Waters は Waters Corporation の登録商標です。Empower、MassLynx および「THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.」は Waters Corporation の商標です。

PEEK は、Vitrex Corporation の商標です。

Teflon は、E. I. du Pont de Nemours and Company の登録商標です。

TRITON は、Union Carbide Corporation の商標です。

他のすべての登録商標または商標は、商標所有の各社に所有権があります。

お客様のご意見について

本マニュアルの誤りや、本マニュアルの改善に関するその他のご意見は、Waters テクニカルコミュニケーション部にお知らせください。お客様の本書に対するご要望をより良く理解し、今後も本書の正確さと使いやすさを向上してゆくことができるように、ご協力をお願いいたします。

お客様より頂いたご意見は、慎重に検討させていただきます。担当窓口は tech_comm@waters.com です。

Waters へのお問い合わせ

Waters[®] 製品へのご要望、または使用、輸送、取り外し、および廃棄に関する技術的なご質問は、Waters までお問い合わせください。インターネット、電話、または郵便でお問い合わせいただけます。

Waters の連絡先情報

問い合わせ方法	情報
インターネット	世界各国の Waters の連絡先情報については、Waters のウェブサイト www.waters.com をご覧ください。
電話およびファックス	電話：フリーダイヤル 0120-800-299 ファックス：東京 03-3471-7118、大阪 06-6300-1734
住所	日本ウォーターズ株式会社 〒140-0001 東京都品川区北品川1丁目3番12号 第5小池ビル

安全に関する注意事項

Waters の装置とデバイスで使用する試薬およびサンプルの中には、化学的、生物学的、および放射線学的な危険性を引き起こすものもあります。ご使用になられるすべての物質に対して、潜在的な危険有害性を把握しておく必要があります。必ず優良試験所基準 (GLP) に従い、組織の安全担当者から適切なガイダンスを受けてください。

ACQUITY PDA/eλPDA 検出器に固有の注意事項

高電圧による危険



警告：感電防止のため、PDA/eλPDA 検出器の保護パネルは外さないでください。内部の構成部品は、ユーザーによるメンテナンスが不要です。

安全に関する勧告

警告および注意事項の包括的なリストについては、[ページ 70](#)の「安全に関する勧告」のセクションを参照してください。

ACQUITY PDA/eλPDA 検出器の操作

この装置を操作する際は、標準の品質管理 (QC) 手順とこのセクションのガイドラインに従ってください。

適用される記号

記号	定義
 Waters Corporation 34 Maple Street Milford, MA 01757 U.S.A.	製造者
 Waters Corporation Floats Road Wythenshawe Manchester M23 9LZ United Kingdom	EC (欧州共同体) の認定代理人
	製造された製品が、該当するすべての欧州共同体指令に準拠していることが確認されています。
 ABN 49 065 444 751	オーストラリアの C-Tick EMC 規格
	製造された製品が、該当するすべての米国およびカナダの安全要求事項に準拠していることが確認されています。
	使用方法を参照してください。

対象読者および目的

このガイドは、ACQUITY PDA/eλPDA 検出器の設置、操作、およびメンテナンスを行うユーザーを対象としています。このガイドでは、装置のテクノロジーと操作の概要を説明しています。

ACQUITY PDA/eλPDA 検出器の使用目的

Waters の ACQUITY PDA/eλPDA 検出器は研究専用であり、診断用ではありません。

キャリブレーション

LC システムのキャリブレーションを行うには、少なくとも 5 つの標準試料を使用して条件に合ったキャリブレーションメソッドに従い、検量線を作成します。標準試料の濃度範囲は、QC サンプル、典型的な試料、および非典型的な試料の全範囲を含むように設定してください。

質量分析計をキャリブレーションするときには、キャリブレーションする装置のオペレーターズガイドのキャリブレーションのセクションを参照してください。オペレーターズガイドではなく、概要およびメンテナンスガイドが装置に付属している場合、キャリブレーションの手順については、装置のオンラインヘルプシステムをご覧ください。

品質管理

化合物の濃度が通常の値よりも低いレベル、通常濃度、および通常よりも高いレベルの 3 つの品質管理 (QC) サンプルを定期的に分析してください。QC サンプル結果が許容範囲内であることを確認し、毎日、分析のたびに精度を評価してください。QC サンプルが範囲外のときに収集されたデータは、無効となる場合があります。装置が適切に実行されることが確認されるまで、これらのデータをレポートしないでください。

ISM 分類

ISM 分類 : ISM グループ 1 クラス B

この分類は、CISPR 11、工業・科学・医療用 (ISM) 機器の要件に従って指定されています。グループ 1 の製品分類は、その機器の動作に必要な伝導的に結合された無線周波数エネルギーを生成するか、使用する製品に適用されます。クラス B の製品は、商業用および家庭用の両方に適しており、低電圧の電源供給ネットワークに直接接続することができます。

EC の認定代理人



Waters Corporation (Micromass UK Ltd.)
Floats Road
Wythenshawe
Manchester M23 9LZ
United Kingdom

電話番号 : +44-161-946-2400
ファックス番号 : +44-161-946-2480
連絡窓口 : 品質管理マネージャ (Quality manager)

目次

著作権表示	ii
商標	ii
お客様のご意見について	iii
Waters へのお問い合わせ	iii
安全に関する注意事項	iv
ACQUITY PDA/eλPDA 検出器に固有の注意事項	iv
安全に関する勧告	iv
ACQUITY PDA/eλPDA 検出器の操作	v
適用される記号	v
対象読者および目的	v
ACQUITY PDA/eλPDA 検出器の使用目的	v
キャリブレーション	vi
品質管理	vi
ISM 分類	vi
ISM 分類 : ISM グループ 1 クラス B	vi
EC の認定代理人	vii
概要	1
検出器の光学系	1
吸光度の計算	3
光誘導型フローセルの動作原理	4
スペクトルデータの分解能	6
フォトダイオードアレイでの光の測定	7
吸光度データポイントの計算	10
フローセルのオプション	15
ご使用の前に	16
検出器の設置	17
検出器の配管	18
多重検出器のドリフトトレイの設置	22

Ethernet の接続	23
I/O シグナルコネクタ	24
電源への接続	24
検出器の起動	25
検出器 LED のモニター	27
検出器のコントロールパネル	28
検出器のシャットダウン	29
システムのシャットダウン時間が 24 時間未満の場合	29
システムのシャットダウン時間が 24 時間以上の場合	30
検出器のメンテナンス	31
Waters テクニカルサービスへの連絡	31
メンテナンス時の注意事項	32
基本的な操作手順	32
リークセンサーのメンテナンス	34
検出器のリークセンサーの交換	38
フローセルのメンテナンス	40
ランプの交換	49
ヒューズの交換	52
装置外部のクリーニング	52
スペクトルコントラスト理論	53
吸光度スペクトルの比較	53
ベクトルによるスペクトルの表示	54
スペクトルコントラストアングル	55
望ましくない影響	59
エラーメッセージおよびトラブルシューティング	62
起動時のエラーメッセージ	62
エラーメッセージの回避手順	65
検出器のトラブルシューティング	68
安全に関する勧告	70
警告記号	70
注意記号	73
Waters のすべての装置に適用される警告	73
電気および取り扱いに関する記号	74
仕様	76
ACQUITY UPLC PDA 検出器の仕様	76
ACQUITY UPLC eλPDA 検出器の仕様	78

溶媒の取り扱い時の注意	81
はじめに	81
溶媒の混和性	82
波長の選択	85
移動相の吸光度	87

概要

Waters ACQUITY UPLC® フォトダイオードアレイ (PDA) 検出器および eλ フォトダイオードアレイ (eλPDA) 検出器は、ACQUITY UPLC H-Class または bioACQUITY などの ACQUITY UPLC® システムファミリー用に設計された紫外/可視 (UV/Vis) 分光光度計です。当検出器は LC/MS および LC アプリケーション用の Empower™、MassLynx™、またはサードパーティ製ソフトウェアで制御され、システムの一部として動作します。

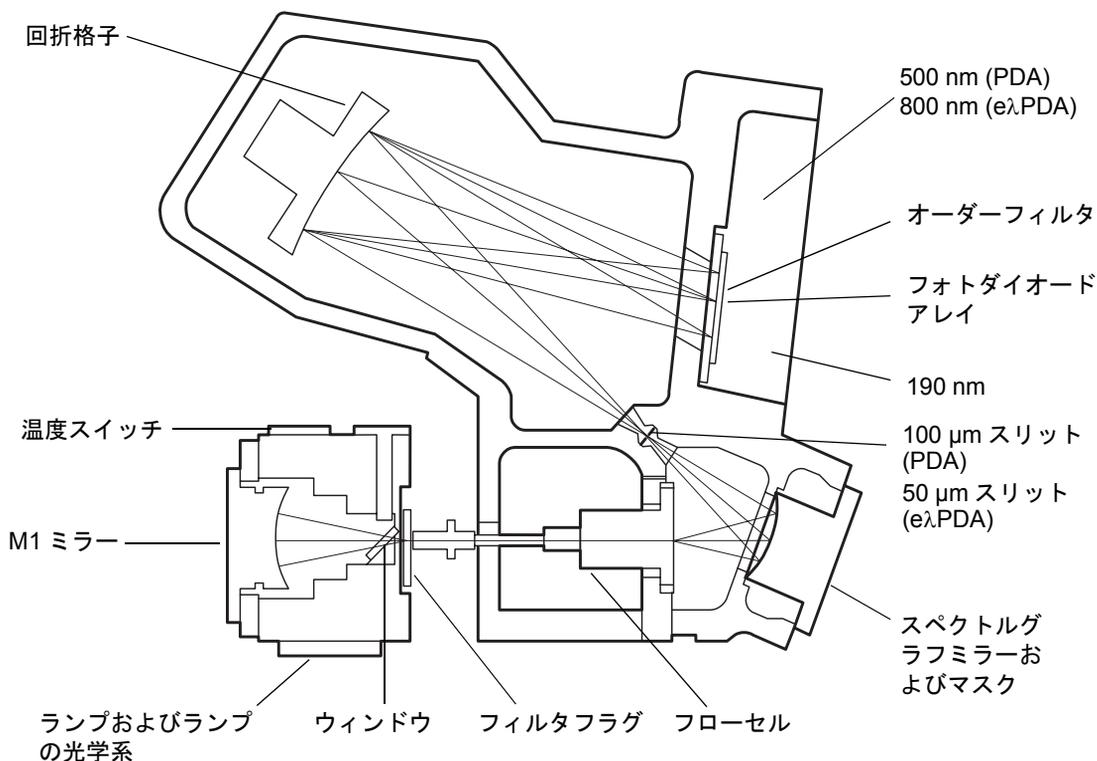
当検出器には 512 個のフォトダイオードで構成されるフォトダイオードアレイが装備されており、光学解像度が 1.2 nm で、PDA は 190 ~ 500 nm の範囲で、eλPDA は 190 ~ 800 nm の範囲で動作します。

検出器のオペレーティングソフトウェアを効果的に使用するためには、検出器の光学系および電子系の動作の基礎的原理を理解する必要があります。

検出器の光学系

検出器の光学アセンブリ内の光路を次図に示します。

光学アセンブリの光路



以下の表で、光学アセンブリの構成部品について説明します。

光学アセンブリの構成部品

構成部品	機能
温度スイッチ	温度が許容範囲外まで上昇した場合、ランプへの電源が切断されます。
M1 ミラー	ランプからフローセルに光を照射する軸外楕円ミラー
ランプおよびランプの光学系	高輝度重水素 (D_2) ランプからの光を集めて、ミラーによって光をビームスプリッタに通して、フローセルに導きます。
ウィンドウ	ランプハウジングへの空気の侵入を最小限にするために使用します。
フィルタフラグ	フローセルに入る光に影響します。フラグ設定は以下の通りです。 <ul style="list-style-type: none"> • Shutter (シャッター) – フローセルに光が入らないようにします。シャッターの位置の各ピクセルで暗電流が測定された後、測定値より差し引かれて、実際の吸光度が得られます。 • Open (オープン) – フローセルに光が入るようにします。これは、分析を実行するときの標準設定です。 • Erbium (エルビウム) – 波長キャリブレーションをチェックまたは更新できるようにするエルビウムフィルタを光線に挿入します。 • UV ブロックフィルタ – UV ブロックフィルタを光線に挿入し、約 210 nm 未満の波長の光を最小限にします。
フローセル	分光されていない光線が通過する光路部分 (溶離液とサンプルを含む) です。
分路 (図には表示されていません)	送液しないで光の透過率をエミュレートするため、光誘導型フローセルの代わりに使用されている診断ツールです。
スペクトルグラフミラーおよびマスク	ミラーにより、フローセルを通過して入口のスリットに伝送される光が、光学系のスペクトルグラフ部分に集光されます。ミラーマスクにより、回折格子でのビームのサイズが定義されます。
スリット	フォトダイオードに当たる光の波長解像度と強度が決定されます。スリットの幅は 100 μm (PDA の場合)、または 50 μm (e λ PDA の場合) です。
回折格子	光を波長の範囲に分散し、フォトダイオードアレイの平面に集光するブレード、ホログラフィック、回折格子です。

光学アセンブリの構成部品（続き）

構成部品	機能
オーダーフィルタ	可視波長(PDA の場合 340 nm 以上、eλPDA の場合 370 nm 以上)で測定される光の強度に対する、UV 光(PDA の場合 340 nm 未満、eλPDA の場合 370 nm 未満)の 2 次回折の関与を低減します。
フォトダイオードアレイ	512 ピクセルのフォトダイオードが直線的に配置されています。ダイオードの幅 (50 μm) と 100 μm (PDA 場合) または 50 μm (eλPDA 場合) のスリットにより、1.2 nm の単一波長解像度が得られます。

吸光度の計算

検出器により、取り込んだスペクトルから暗電流(11 ページの「暗電流」を参照)とレファレンススペクトルを差し引くことによって、吸光度が算出されます。吸光度は、ベールの法則の原理に基づきます。

ベールの法則

フォトダイオードに到達した特定の波長の光量と、フローセルを通過するサンプルの濃度の関係は、ランベルト・ベールの法則(一般にベールの法則と呼ばれます)で説明されます。ベールの法則は、 $A = \epsilon lc$ で表されます。

A = 吸光度単位で測定される無次元量

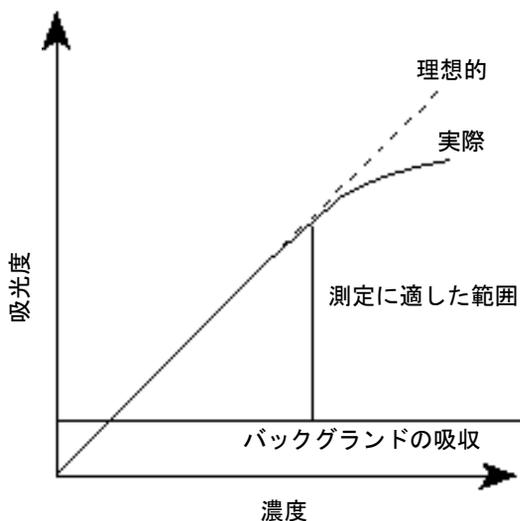
ϵ = モル吸光係数として知られている比例定数係数

l = 光路長、cm (検出器の通常フローセルで 1.0 cm)

c = 濃度 (モル/L)

ベールの法則は、平衡状態の希釈溶液にのみ適用されます。試料の屈折率が一定であること、光が単色であること、および迷光が検出器の要素に到達しないことが前提です。濃度が高くなると、ベールの法則の化学的要件および装置要件が満たされず、結果として(吸光度対濃度が)直線性から逸脱することがあります。移動相の吸光度によって、87 ページの「移動相の吸光度」に示す量だけ直線範囲が減少することがあります。

濃度と吸光度の関係

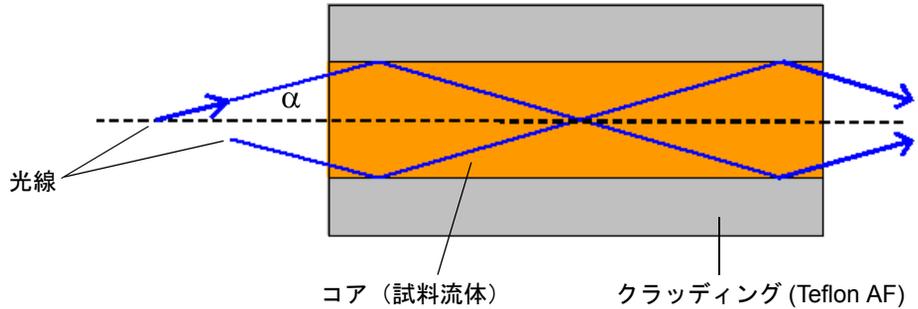


光誘導型フローセルの動作原理

UPLC で使用されているカラムのように、小口径で高性能のカラムで低容量のピークが生成されます。拡散を防いで幅の狭いピークを維持するには、フローセル容量はそれに応じて低くしなければなりません。経験に基づいた規則では、容量をピーク容量の 10 分の 1 以下に維持します。従来の吸光度検出器フローセルで目的とする容量低減を達成するには、光スルーットが顕著に低下しないように、光路長を短くする必要があります。光路長を短くすると、ベールの法則で予測されるように分析感度が低下しますが、高いシグナル対ノイズ比を維持するには、高い光のレベルが必要です。

最適な光路長と高い光スルーットで設計された低容量の光誘導型フローセルを用いて、問題を解決します。このようなフローセルは光ファイバーと同じように機能します。ここで、コアは注入サンプルで、クラディングは Teflon[®] AF の固有で化学的に不活性な非結晶性のフッ素重合体 (DuPont 製) です。Teflon AF の屈折率は、水や他の HPLC 移動相の屈折率を下回ります。円錐部分の半分角度 α 以下で液体のコアに入る光線は、Teflon AF の限界を満たす場合、内部で反射されます。これらの光線は、サンプルによる吸収を除くと、理論的には損失することなく、フローセルを通過して伝送されます。

光誘導型フローセルを通過する光の伝送



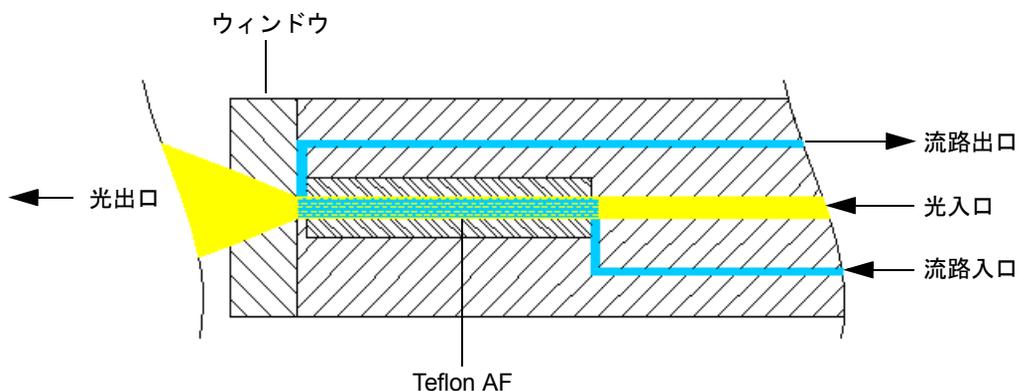
この情報は、前述の図を補っています。

- 光誘導のコアは、屈折率が n_1 の注入サンプルです。
- クラディングは、屈折率が n_2 の Teflon AF 製のチューブです。屈折率は、 $n_2 < n_1$ です。
- チューブの断面積は A 、長さは d です。セル容量は Ad です。

前述の図では、2本の光線がコアとクラディングの境界面からの反射を示しています。フローセルでの「反射」回数は Teflon AF チューブの長さ、内径（ルーメン）、および光線の角度「 α 」によって決まります。光線（セルを通過して伝達されるエネルギーを表します）は、このような多数の光線で構成されており、その角度はコアとクラディングの屈折率によって理論的に設定される最大値までになります。ACQUITY UPLC PDA 検出器のこの角度は、異なる移動相を使用することによる屈折率の変動が伝達エネルギーの効率に大きな影響を与えないように、フローセルの外部にある構成部品によって機械的に制御されています。

次のフローセルの概略図には、セルアセンブリ内にあるセルの光誘導部分が示されています。

フローセルの光誘導部分



注入された試料は PEEK™ チューブを通してフローセルから出てゆきます。ランプハウジングのプローブの放射光は、フローセルの一端を形成する光ファイバーの入力面に集められます。光は、Teflon AF チューブの内径によって定義される送液チャンネルに到達するまでは、この光ファイバーを進みます。次に、光ファイバーを出た光は液体で満たされた Teflon AF チューブに入ります。光はこのチューブを通過するので、サンプルの流れと相互作用します。液体による吸収は、光の強度を弱めます。後で、この強度の低下は吸光度に変換されます。光は、スペクトルグラフのスリットに投影する溶融シリカウインドウを通過してフローセルを出ます。凹型回折格子は光を分散させて、フォトダイオードアレイに投影します。

ヒント：光線がセルの内壁に当たらない他のフローセルの設計とは異なり、光誘導は Teflon AF チューブの内壁の内部反射に依存しています。そのため、[31 ページの「検出器のメンテナンス」](#)に記載されている推奨手順に従って、フローセルを清浄に保つ必要があります。このような手入れを行っている装置およびフローセルでは、連続的に感度の高い検出を行えます。

必要条件：セルが正しく設置およびキャリブレーションされていることを確認するため、検出器の電源を入れる前に、フローセルに溶媒を流して下さい。フローセルが空の場合、キャリブレーションエラーが発生します。詳細情報については、[31 ページの「検出器のメンテナンス」](#)に記載されている推奨手順を参照してください。

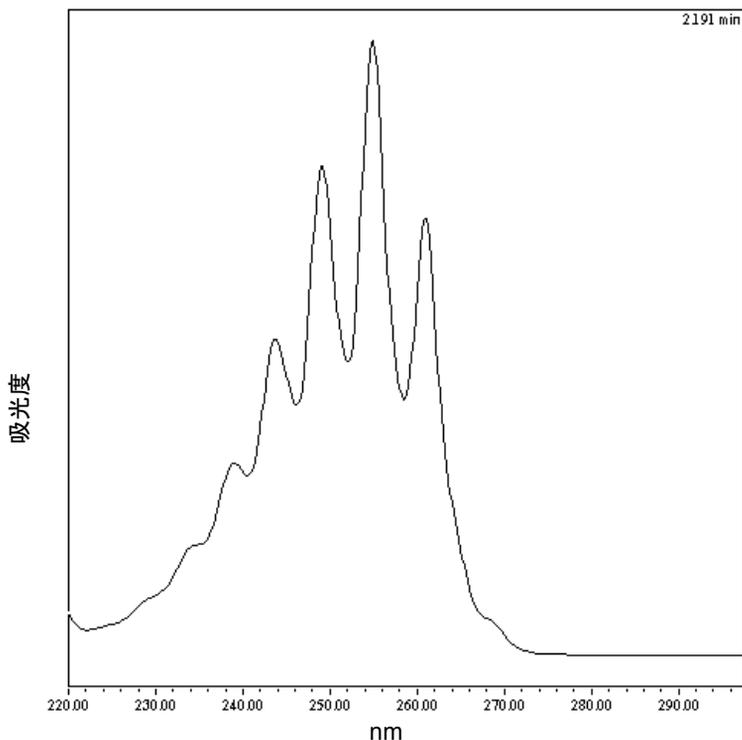
スペクトルデータの分解能

フォトダイオードの間隔と検出器の 100 μm 幅のスリットによって (e λ PDA 用では 50 μm 幅)、フォトダイオードアレイに当たる光量とバンド幅が決定されます。強度とバンド幅の変動により、よく似たスペクトルを区別することができます。

回折格子により、スリットの像がフォトダイオードアレイに投影されます。回折格子の角度によって、アレイ内の特定のフォトダイオードに当たる波長が決定されます。

次の図は、ベンゼンの吸光度スペクトルを示しています。波長解像度は5つの主要な吸収ピークを識別するために十分であることに、注意してください。

1.2 nm の解像度でのベンゼンのスペクトル



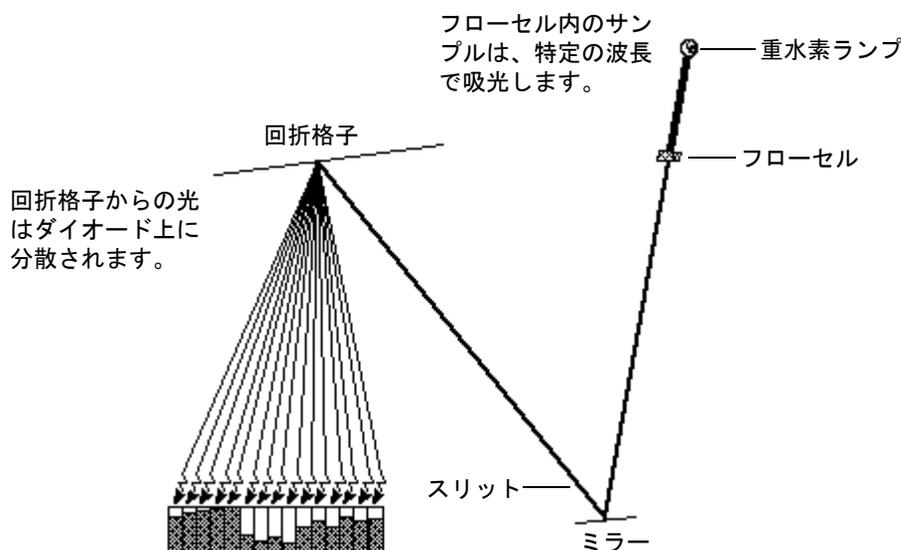
フォトダイオードアレイでの光の測定

フォトダイオードアレイ検出器により、フォトダイオードアレイに当たる光量を測定して、フローセル内のサンプルの吸光度を求めます。

アレイは、1つの列に並んだ512個のフォトダイオードで構成されています。各フォトダイオードは、固定された電荷量を保持するコンデンサーとして機能します。

フォトダイオードに光が当たると、ダイオードが放電します。放電の大きさは、フォトダイオードに当たる光量によって決まります。

光によって放電されるフォトダイオード



検出器により、各フォトダイオードを再充電するために必要な電流量が測定されます。電流は、ダイオード露出時間によって指定された間隔にフローセルを通過して伝送された光量に比例します。

露出時間

検出器により、各ダイオードが再充電され、一度に1つのダイオードの再充電電流の値が読み取られます。各ダイオードの2つの読み取り値の間隔が、露出時間です。検出器がアレイ内のすべてのダイオードを順番に読み取ってデータを処理するために必要な時間は、5ミリ秒未満です。最短露出時間は5ミリ秒です。露出時間は5～500ミリ秒に設定することができます。

たとえば、露出時間を500ミリ秒に設定すると、検出器では以下の処理が行われます。

1. ダイオード1を再充電して、ダイオード1の再充電に必要な電流の値を読み取ります。
2. ダイオード2を再充電して、ダイオード2の再充電に必要な電流の値を読み取ります。
3. 順番に再充電を行い、残りの510個の全フォトダイオードの再充電に必要な電流の値を読み取ります。
4. ダイオード1で再充電と読み取りのシーケンスを開始する前、すべてのダイオードで再充電と読み取りを行った後には、約45ミリ秒待機します。

PDAの装置メソッド編集画面の [全般] タブで、露出時間を指定します。[Auto Exposure (自動露出)] または [Exposure Time (露出時間)] のいずれかを指定できます。詳細については、Empower または MassLynx のオンラインヘルプを参照してください。

ヒント: シグナル対ノイズ比の性能を高めるには、波長範囲を調整し、自動露出計算を最適化します。詳細については、Empower または MassLynx のオンラインヘルプを参照してください。

自動露出の使用

自動露出機能を使用して、ランプエネルギー、ランプスペクトル、移動相吸光度、単一重水素ランプ (PDA の場合は 190 ~ 500 nm で波長選択可能。eλPDA の場合は 190 ~ 800 nm) で選択した波長範囲に基づいて、ダイオードの再充電に必要な最適露出時間を計算できます。検出器のノイズを最小限に抑えるには、[Auto Exposure (自動露出)] パラメータで露出時間を、選択した波長範囲内で最高のシグナル強度を生成するダイオードのフルスケールの約 85% に調整します。

[Auto Exposure (自動露出)] を有効にすると、検出器は以下のように動作します。

- 過剰露出にならないように、可能な限り最高の信号を生成する
- 選択した波長範囲内で最高の光の強度に基づいて、サンプルセットの開始時に露出時間を計算する
- 指定の波長範囲内のダイオードが約 85% を超えて放電されないように、露出を制限する
- 分析毎に、最適なシグナル対ノイズ比とダイナミックレンジを設定する

サンプリングレート、波長範囲、またはフィルタ時定数の設定の組み合わせによっては、自動露出時間設定は十分な性能が得られない場合があります。この場合は、装置メソッド編集画面で露出時間を手動で設定できます。

露出時間の使用

露出時間機能を使用して、読み取り前のフォトダイオードの時間の長さを手動で設定できます。サポートされている範囲は 5 ~ 500 ミリ秒です。

ヒント: サンプルセット内で露出時間を変更すると、ベースラインノイズが変化することがあります。

露出時間が増加すると、フォトダイオードが飽和し、特定の波長で検出器のシグナルが低下する可能性があることに、注意してください。シグナルの低下を回避するには、分析を行う波長範囲で最適なシグナル対ノイズ比を実現する設定となるように、露出時間の値を選択します (次のセクション「シグナル対ノイズ比の最適化」を参照)。

シグナル対ノイズ比の最適化

シグナル対ノイズ比を最適化するには、対象となる波長のみを含む取り込み波長範囲を選択します。移動相のバックグラウンド吸収が最小である範囲を選択することも重要です(87 ページの「移動相の吸光度」を参照)。スペクトル分解能の値を大きくすると、シグナル対ノイズ比を向上することもできます。たとえば、1.2 nm ではなく、3.6 nm の解像度で動作するように選択できます。

フィルタ時定数の最適化

フィルタ時定数は、ピーク強度に影響します。感度を高めるには、フィルタ時定数の値(フィルタ時間)を小さく設定します。

適切なサンプリングレートの選択

ポイント数が十分であれば、正しい形状のピークが得られます。このため、非常に低いサンプリングレートでは、最適なピーク形状が得られません。Empower では、終了時間に最も近いデータポイントから開始時間に最も近いデータポイントを減算し、クロマトグラム上の波形解析されるピーク毎にピーク内のポイント数を計算します。

ヒント: [ピーク内のポイント数] 値は、[レビューのメイン] 画面の下部にある [ピーク] テーブルに表示されます。[ピーク内のポイント数] フィールドが表示されない場合は、テーブル内を右クリックし、[テーブルのプロパティ] をクリックします。[列] タブをクリックしてから下にスクロールして、[ピーク内のポイント数] フィールドを探します。チェックボックスをオフにし、[OK] をクリックします。

対象となる最も幅の狭いピークの [ピーク内のポイント数] の値が 15 未満である場合、装置メソッドでより高いサンプリングレートを指定する必要があります。値が 30 より大きい場合は、装置メソッドでより低いサンプリングレートを指定する必要があります。

サンプリングレートは、最も狭いピークで 15 以上のポイントを達成するために必要な最も低い値に設定します。サンプリングレートを高くしすぎると、必要以上のデータが取り込まれ、システムの性能が低下することがあります。

吸光度データポイントの計算

検出器では、データをデータベース (Empower または MassLynx) に転送する前に吸光度値が計算されます。検出器では、吸光度は以下のように計算されます。

- 暗電流とレファレンススペクトルを使用して、各ダイオードでの吸光度を計算します(3 ページの「吸光度の計算」を参照)。
- スペクトル/秒サンプルレートで取り込まれた特定の波長での吸光度を平均し、平均値を単一のデータポイントとしてレポートします(12 ページの「解像度」を参照)。
- また、吸光度を計算するときにフィルタを適用することもできます(13 ページの「データのフィルタリング」を参照)。

暗電流

フォトダイオードは、露出していないときでも熱励起電荷を生成します。生成される熱励起電荷の量を暗電流と呼びます。

暗電流の更新が必要な場合、検出器ではシャッターが閉じて、各ダイオードの暗電流が読み取られます。露出時間の計算後にシャッターが閉じ、露出時間と同じ間隔だけ閉じられたままになります。

検出器では、サンプルとレファレンススペクトルの両方について、吸光度測定中に記録された電流値から暗電流値が引かれます。

レファレンススペクトル

暗電流測定の後、成分が溶出する前に、検出器ではレファレンススペクトルが記録されます。レファレンススペクトルでは、ランプ強度と移動相吸光度が確認できます。シャッターが開いた状態では、レファレンススペクトルは露出時間で指定した間隔で測定されます。

ヒント：

- ・ 最適な結果を得るには、レファレンススペクトルで初期の移動相を示す必要があります。
- ・ 非常に長い露出時間を設定した場合には、暗電流とレファレンススペクトルの読み取りが終了するまで数秒かかることがあります。

吸光度

検出器では、各露出時間の終わりに、以下の式を使用して各ダイオードの吸光度が計算されます。

$$\text{吸光度}_n = \log \left[\frac{(S_n - D_n)}{(R_n - D_n)} \right]$$

ここで

S = サンプル分析中に得られた信号

D = 暗電流テスト中に得られた信号

R = レファレンススペクトルから得られた信号

n = ダイオード数

解像度

検出器がデータベース（Empower、MassLynx、またはサードパーティ製）にレポートするデータは、データポイント数の平均値の場合があります。吸光度の計算後に、検出器ではスペクトル解像度およびサンプリングレートに基づいて、吸光度値を平均します。

解像度に基づくスペクトルデータの平均

スペクトル解像度（またはバンド幅）は、取り込んだスペクトル内のデータポイント間の波長間隔（ナノメートル単位）です。検出器の最小解像度設定は 1.2 nm です。たとえば、3D モードでは、スペクトル解像度がソフトウェアで 3.6 nm に設定されている場合、検出器では各波長について 3 つの隣接ダイオードで吸光度を平均します。2D モードでは、吸光度値はバンド幅設定に基づいて計算されます。

サンプリングレートに基づくクロマトグラフィデータの平均

サンプリングレートは、1 秒間に取り込まれるデータポイント数です。サンプリングレート間隔中のフォトダイオードの読み込み回数は、露出時間によって決まります。たとえば、露出時間が 25 ミリ秒で、サンプリングレートが 20 Hz の場合、データポイント当たりの読み取りは以下のとおりです。

$$\frac{1 \text{ 秒}}{20 \text{ サンプル}} \times \frac{1 \text{ 露出}}{25 \text{ ミリ秒}} \times \frac{1000 \text{ ミリ秒}}{1 \text{ 秒}} = 2 \frac{\text{露出}}{\text{サンプル}}$$

読み取り値は平均化され、単一のデータポイントとしてレポートされます。

スペクトル解像度とサンプリングレートの組み合わせ

スペクトル解像度のパラメータとサンプリングレートの値を高く設定すると、ノイズおよびスペクトルに反対の影響があります。通常、解像度の高いスペクトルを得るには、スペクトル解像度のパラメータの値を小さく設定します。

ヒント：データ保存間隔は、波長範囲、スペクトル解像度、およびサンプリングレートに基づきます。これらのパラメータ値は、PDA の [装置メソッド編集] の [全般] タブで指定します。詳細については、Empower または MassLynx のオンラインヘルプを参照してください。

データのフィルタリング

PDA の [装置メソッド編集] の [全般] タブで (詳細は、Empower または MassLynx のオンラインヘルプ、または ACQUITY UPLC コンソールのオンラインヘルプを参照)、取り込んだデータに対して ([デジタルフィルタ] パラメータで) 任意のノイズフィルタを適用できます。以下の表は、許容されるデータレートに適用されるデジタルフィルタ設定です。

データレートのデジタルフィルタ設定

データレート	低速	普通	高速
1	10.000	4.000	1.000
2	5.000	2.000	0.500
5	2.000	0.800	0.200
10	1.000	0.400	0.100
20	0.500	0.200	0.050
40	0.250	0.100	0.025
80	0.125	0.050	0.0125

ノイズのフィルタリング

検出器にはノイズを最小限にするハミングフィルタが使用されています。このハミングフィルタはデジタル有限インパルス応答フィルタで、これによりピーク高さは低くなりますが、高周波ノイズの除去は強化されます。

フィルタの挙動は、選択したフィルタタイムコンスタント、またはフィルタ時定数によって決まります。フィルタ時定数は、高速、低速、標準、その他に設定できます。高速、低速、または標準を選択した場合は、値を入力する必要はありません。フィルタ時定数は、データレートによって決まります。その他を選択した場合は、任意の値を入力できます。ただし、入力した値は、データレートに基づいて切り上げ/切り下げられます。

フィルタ時定数を調整することで、最適なシグナル対ノイズ (SN) 比のデータを得ることができます。その他を選択して 0.0 の値を入力すると、フィルタリングが無効になります。

フィルタ時定数の設定値を小さくした場合：

- ピーク幅のより小さなピークでもピークのひずみと時間の遅れが少ないピークが得られます。
- より小さなピークではベースラインノイズとの区別が困難な場合があります。
- ベースラインノイズの除去率が低下します。

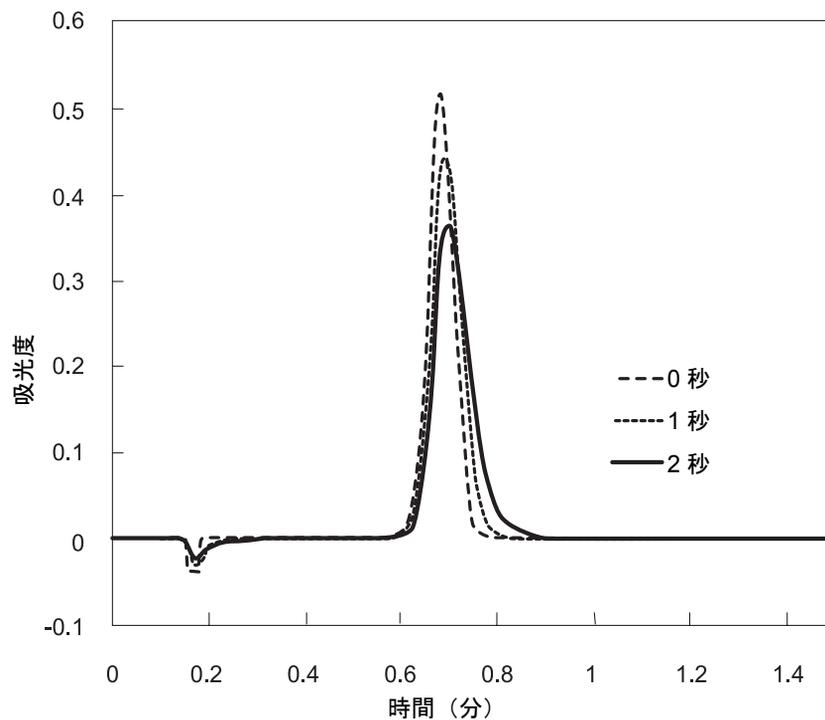
フィルタ時定数の設定値を大きくした場合：

- ・ ベースラインノイズがより大きく減少します。
- ・ ピークの高さが小さくなり、幅が広がります。

ソフトウェアでは、「高速」または「標準」のフィルタ時定数は各データレートによって決められており、それぞれ高速または高感度のアプリケーションに適しています。

下図は、フィルタ時定数と吸光度の関係を示したものです。

フィルタ時定数の比較



ヒント: 異なるタイムコンスタントのフィルタによってピーク形状の一部がひずみ、保持時間が遅れますが、ピーク面積は同じままです。

メジアンベースラインフィルタ

メジアンベースラインフィルタは、ベースラインの曲率を減らすことにより、検出器のベースライン安定性を高め、波形解析メソッドを容易に開発できるようにします。フィルタの主要な目的は、段階的な組成の変化を示す移動相のグラジエント分離の影響を、減らすことにあります。階段状の急激なグラジエントの変化が明らかな場合には、適用できないことに注意してください。

フィルタは通常、ピーク面積、ピーク高さ、ピーク幅、または保持時間を大幅に変化させることはありません。ただし、非常に幅の広いピークの周囲にベースラインのひずみが発生する可能性があり、このひずみがピーク面積に影響を与えることがあります。そのため、ピーク幅(5%の高さで測定される幅)が分析時間の5%を上回る場合にはお勧めしません。

ACQUITY UPLC PDA 検出器では、フィルタは 2D チャンネルのみで機能します。3D または拡張 2D チャンネルには適用できません。1つのチャンネルに対して MBF データモードを選択すると、リアルタイムのデータ表示プロットに存在するデータが、分析時間の割合 (~25%) だけ遅れます。装置コントロールパネル内のカウントダウンクロックは、遅延時間を示します。

フローセルのオプション

検出器には 2 つの基本的で主要なフローセルのオプションがあります。容量が 500 ナノリットル (nL) で光路長が 10 mm の分析フローセル、および容量が 2.4 マイクロリットル (μL) で光路長が 25 mm の高感度フローセルです。両方とも、特許取得済みの光誘導型フローセル技術を利用して設計されています。本ガイドは、光誘導型フローセルの動作原理および定期保守手順について説明しています。

検出器は、PDA では 190 nm ~ 500 nm の波長範囲で、e λ PDA では 190 ~ 800 nm で動作します。検出器は、最大で 1 秒当たり 80 データポイントまでサンプリングできます。

検出器には以下の機能が備わっています。

- 完全 3 次元スペクトルデータ – クロマトグラム全体の完全なスペクトル範囲にわたって収集できます。
- 個別の 2D チャンネル – 1 つから 8 つの個別の波長の吸光度がモニターされます。
- 波長検定レファレンスフィルタ – 波長の精度を確認します。
- 固定の 2 次フィルタ – 340 nm (PDA) または 370 nm (e λ PDA) を超える、UV 波長がフィルタリングされます。
- 自己診断機能 – 機能と性能を最適化する内蔵の診断ツールがあります。

- 1つの接点リレー出力–検出器には1つの設定可能なスイッチがあり、最高±30 VDC、1.2 Aの電流容量、および0.5 Aの電流切替に対応できます。スイッチは、時間や吸光度のしきい値または比の基準に従って、フラクションコレクターおよび他の外部装置をトリガできます。
- 波長の補正 – 屈折率または他の動的要因から起こるベースラインの揺らぎを抑制するため、基準値として使用されるスペクトル領域を定義します。
- 温度の安定性管理 – 周囲温度の変化によって温度が不安定にならないよう、絶縁によって光学系ベンチのエアフローが改善されているほか、必要に応じて高速または低速で動作する速度可変ファンが備わっています。通常は温度変化に応じてファンの速度が変わります。この機能は、2つの平均温度ゾーンに対して最適化することも可能ですし、光学系やフローセルの冷却を最大にするために無効にすることも可能です。
- メジアンベースラインフィルタ (MBF) – MBFはデータモードの一つであり、クロマトグラムのベースラインに対するグラジエント分離の影響を低減させます。曲率を小さくすることで検出器のベースラインの安定性が高まり、波形解析メソッドを簡単に開発できるようになります。

ご使用の前に

必要条件: 検出器を設置するには、実験装置およびコンピュータ制御装置の設定方法と操作方法、溶媒の安全な取り扱い方法を全般的に理解する必要があります。

ヒント: ACQUITY UPLC システムのマニュアルおよびオンラインヘルプと共にこのガイドを参照してください。

検出器を設置する前に、以下を確認してください。

- ヒーターやクーラーの通風口の下方に設置されていないこと。
- 必要な部品が揃っていること。
- 出荷時の箱や開梱された製品に損傷がないこと。

同梱品の確認の際に損傷または不具合等を発見した場合は、運送会社およびお近くの Waters 支社まで直ちにご連絡ください。

破損や不良品がある場合、日本のお客様は日本ウォーターズ (株) (0120-800-299) にご連絡ください。その他の地域のお客様は、Waters 支社または Waters Corporation 本社 (34 Maple St., Milford, Massachusetts 01757, U.S.A) にお問い合わせいただくか、<http://www.waters.com> にアクセスしてください。

輸送中の破損およびクレームお申し出についての詳細は、『Waters 使用許諾・保証・サポートサービス』を参照してください。

検出器の設置

ACQUITY UPLC PDA/eλPDA 検出器を設置する方法

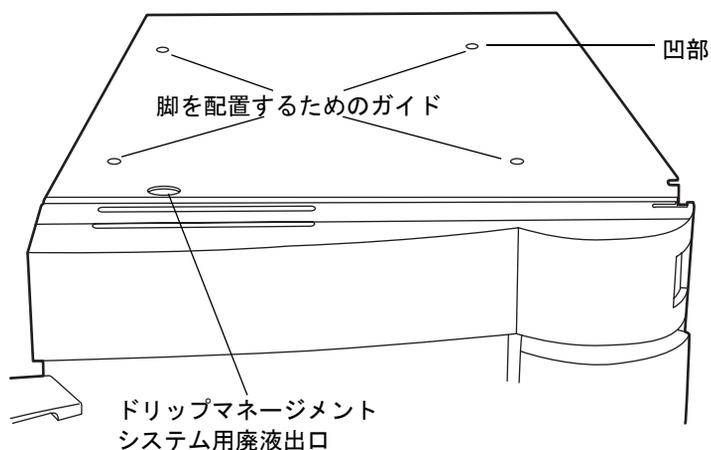


警告：1人で検出器を設置する場合、事故防止のため、リフト装置を使用してください。

1. カラムマネージャの上部に検出器を置き、カラムマネージャの凹部に検出器の脚が正しく配置されていることを確認します。

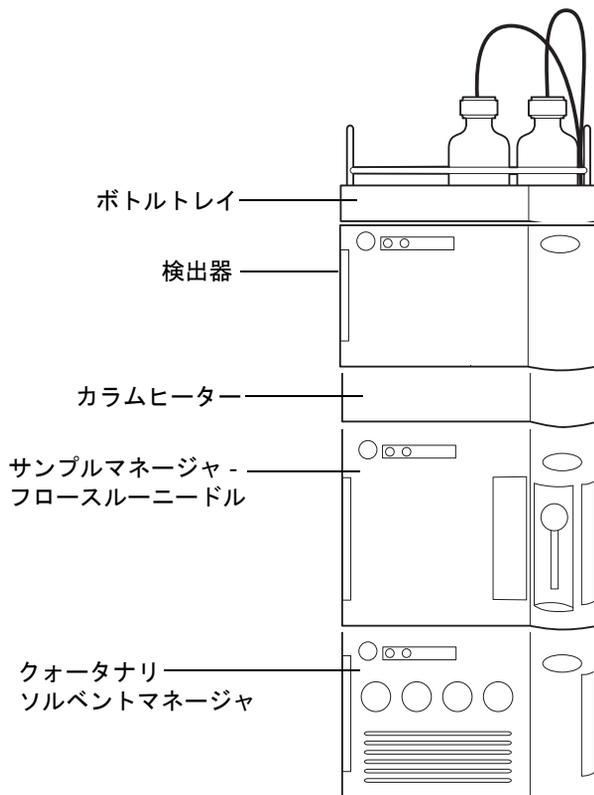
ヒント：これにより、カラムマネージャの左上の廃液出口の上に、検出器のドリップトレイの位置が揃います。

ドリップマネージメントシステムの正しい配置



2. 検出器の上に溶媒トレイモジュールを置きます。

ACQUITY UPLC H-Class システムに設置された ACQUITY UPLC PDA/eλPDA 検出器



検出器の配管



警告：不適切な溶媒を使用すると、怪我をしたり、装置に重大な障害が発生する場合があります。詳細については、81 ページの「溶媒の取り扱い時の注意」を参照してください。

検出器の配管では、必要に応じてフローセルを接続し、背圧レギュレータを取り付けます。インラインデガッサによって溶媒からのガス（エア）は取り除かれますが、パーシャルループ注入時に多少のガスが再度取り込まれます。圧力がかかっている場合、このガスは溶液中に残ります。ただし、通常カラムの後にかかる圧力はカラムの前にかかる圧力よりもかなり低くなるため、カラムの後の溶液から溶存ガスが生じ予想外の大きなスパイクが発生し、ベースラインを不安定にする可能性があります。

背圧レギュレータがカラム後の最低圧力 1724 kPa (17 bar、250 psi) を維持して、カラム後の気泡発生を抑制し、なめらかなベースラインにします。

必要条件: ACQUITY PDA/eλPDA 検出器がシステム内の最後の検出器である場合、性能を向上するため、背圧レギュレータが必要です。しかしながら、質量分析計または他の検出器をその検出器の下位に接続する場合、背圧レギュレータを設置する必要はありません。質量分析計または他の検出器に接続するチューブの長さは、フローセルの背圧の維持に関係があります。

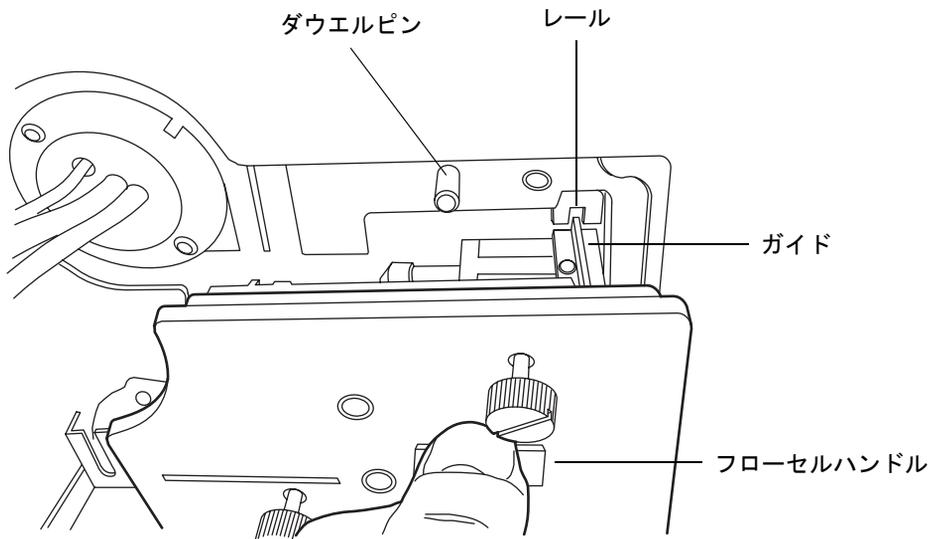
推奨事項: フローセルの汚染を防止するため、検出器に接続するカラムを接続する前にフラッシュ洗浄してください。

関連項目: ACQUITY UPLC システムマニュアル CD または ACQUITY UPLC H-Class システムマニュアル CD。

検出器を配管するには

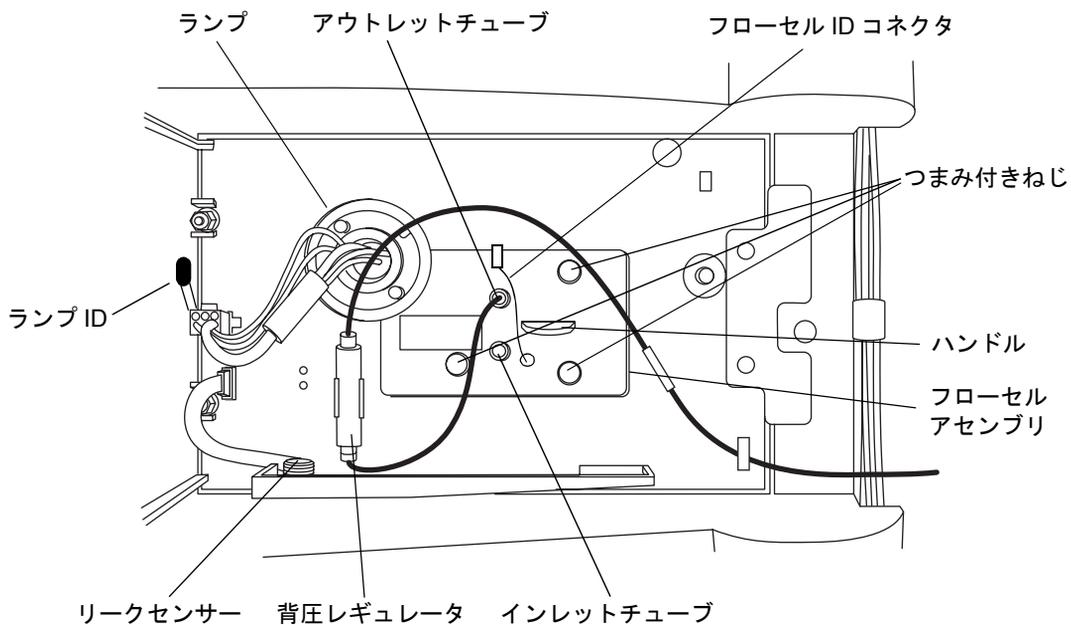
推奨事項: 検出器の電源がすでにオンの場合、コンソールのシステムツリーから PDA/eλPDA 検出器を選択し、 (ランプオフ) をクリックして、ランプをオフにします。

1. 検出器の前面ドアを開き、フローセルアセンブリを置いてから、開口部に対して直角にして、フローセルフランジの前部分のガイドがサンプルセルコンパートメントのレールにはまるようにゆっくりと差し込みます。



2. フランジをレールにはめた後に、検出器のダウエルピンがセルホルダーの対応する穴にはまるまで、引き続きフローセルを差し込みます。
3. フローセルを挿入し続け、3本のつまみ付きネジをバルクヘッドの穴にはめ込みます。

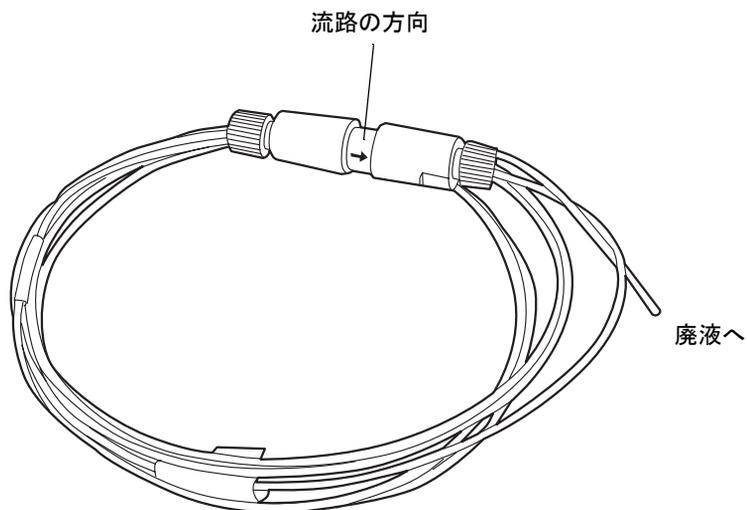
4. 手でつまみ付きねじを締め付けて、ドライバを使用してねじが固定されていることを確認します。



5. PEEKセルのインレットチューブから保護カバーを取り外してフローセルの入口に接続します。チューブのラベルを確認して、検出器およびフローセルのタイプがシステムに合っていることを確認します。

6. 背圧レギュレータからの短いアウトレットチューブを、フローセル出口に取り付けます。

背圧レギュレータ



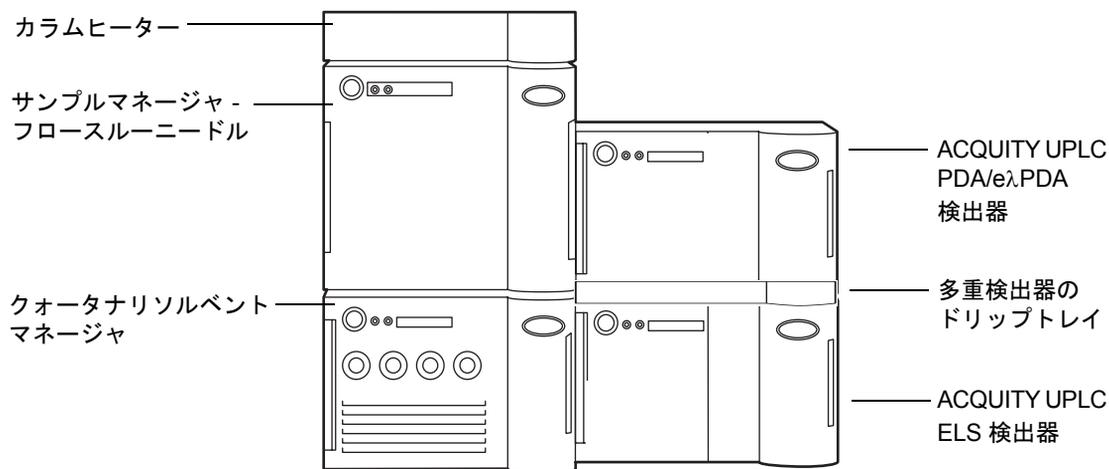
7. 背圧レギュレータの長いアウトレットチューブの端を、システム前面の右側に付いているチャンネルクリップに通して、廃液容器につなぎます。

ヒント: 質量分析計または他の検出器をその検出器の下位に接続する場合、背圧レギュレータを設置する必要はありません。質量分析計または他の検出器に接続するチューブの長さは、フローセルの背圧の維持に関係があります。

多重検出器のドリフトレイの設置

ACQUITY UPLC システムに複数の検出器が備えられている場合、多重検出器のドリフトレイを設置する必要があります。

スプリット ACQUITY UPLC H-Class システムに設置された ACQUITY UPLC PDA/eλPDA 検出器



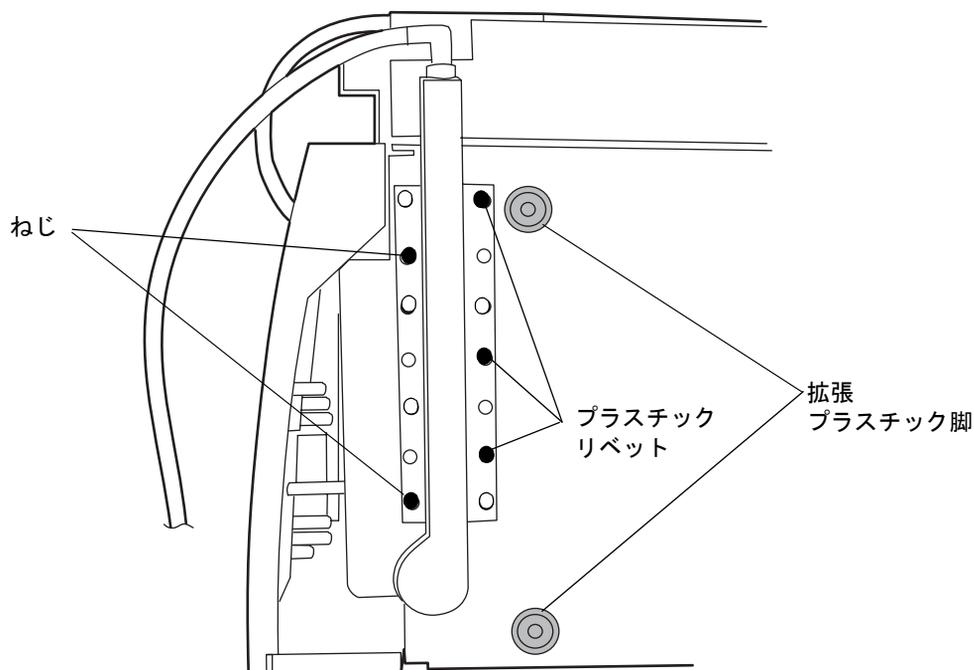
必要な器材

多重検出器のドリフトレイキット

ドリフトレイを取り付けるには

1. 左側に配置されるように、ACQUITY PDA/eλPDA 検出器の向きを変えます。
2. 検出器の底部に拡張プラスチック脚をカチッとはめ、さらに拡張プラスチック脚に滑り止めパッドを取り付けます。
3. 多重検出器のドリフトレイキットに付属しているねじとプラスチックリベットで、ドリフトレイを検出器の底部に取り付けます。
 - a. 2本のねじを取り外し、ドリフトレイを所定の位置に移動してからねじを締め直してトレイを固定します。
 - b. 3つのプラスチックリベットを取り付けて、トレイの固定を確実にします。

多重検出器のドリフトレイの設置（底面図）



4. ACQUITY PDA/eλPDA 検出器を、元の位置である他の検出器の上に戻します。

Ethernet の接続

Ethernet 接続を行うには

1. 既に設定されている ACQUITY ワークステーションを開梱し、インストールします。
2. Ethernet ケーブルの端をネットワークスイッチに接続し、反対側の端を ACQUITY ワークステーションの Ethernet カードに接続します。

ヒント: 設定済みのシステムでは、Ethernet カードは装置 LAN カードとして認識されます。

3. Ethernet ケーブルの一端を検出器の背面に接続し、もう一端をネットワークスイッチに接続します。

I/O シグナルコネクタ

検出器の背面パネルには、I/O シグナル用のねじの端子を固定する取り外し可能なコネクタが付いています。このコネクタはシグナルケーブルが一方向にしか挿入されないようになっています。

PDA/eλPDA の I/O シグナル接続

	1	+	Inject Start (注入開始)
	2	-	
	3	+	Event Out (イベント出力)
	4	-	
	5	+	Analog Out (アナログ出力)
	6	-	

ACQUITY UPLC PDA/eλPDA 検出器のアナログ/イベント接続

シグナル接続	説明
Inject Start (注入開始)	注入を開始します
Event Out (イベント出力)	外部デバイスを始動する出力スイッチ
Analog Out (アナログ出力)	アナログチャート出力

電源への接続

ACQUITY UPLC PDA/eλPDA 検出器には、独立したアース電源が必要です。コンセントのアース接続は共通で、システムの近くに接続する必要があります。



警告：感電防止のため、以下の注意事項を守ってください。

- 米国では SVT 型の電源コードを使用し、ヨーロッパでは HAR 型の電源コード（あるいはそれよりも優良なもの）を使用してください。その他の国では、各国の Waters の営業所にお問い合わせください。
- 検出器の電源を切り、プラグを抜いてから、装置の保守を行ってください。
- ACQUITY UPLC システムの装置はすべて共通のアースに接続してください。

電源に接続するには

推奨事項 : 最適な長期入力電圧を維持するために、ラインコンディショナと無停電電源装置 (UPS) を使用します。

1. メス型の電源コードを検出器の背面パネルにある差し込み口に接続します。
2. オス型の電源コードの端を適切な壁のコンセントに接続します。

代替手段 : オプションの FlexCart をご使用の場合は、FlexCart の電源ケーブル (スタートアップキットに同梱) のメス型の端を装置の背面パネルに接続します。FlexCart の電源ケーブルのフードの付いたオス型の端をカート後ろのテーブルタップに接続します。最後に、テーブルタップをそれぞれ別のコンセントに接続して個別の回線を使用するようにします。

検出器の起動



警告 : 不適切な溶媒を使用すると、怪我をしたり、装置に重大な障害が発生する場合があります。詳細については、81 ページの「溶媒の取り扱い時の注意」を参照してください。

検出器を起動するには、検出器とシステムを構成する各装置に個別に電源を入れるだけでなく、ACQUITY ワークステーションにも電源を入れる必要があります。さらに、オペレーティングソフトウェア (Empower、MassLynx またはサードパーティ製) を起動します。



注意 :

- 光誘導型フローセルの寿命を延ばし、適切な検出器の初期化を行うため、検出器の電源を入れる前に、よく脱気された溶離液を確実に送液しておきます。
- フローセルの内壁に付着する可能性のある汚染を最小限にするには、フローセルに接続する前に新しいカラムを 15 分間フラッシュ洗浄してください。

溶離液を送液する前に検出器の電源を入れる必要がある場合にはランプを消灯します。イベントテーブルでランプオフイベントを指定すると、装置メソッド編集 (Empower、MassLynx、またはサードパーティ製) でこの操作を行えます。以下の方法のいずれかでランプを消灯できます。

- Empower ソフトウェアによりシステムを制御している場合には、[サンプルの分析] 画面の下部にあるコントロールパネルで  (ランプオフ) をクリックします。
- MassLynx ソフトウェアによりシステムを制御している場合には、[Inlet Editor] 画面の下部にあるコントロールパネルで  (ランプオフ) をクリックします。
- コンソールのシステムツリーから PDA/eλPDA 検出器を選択し、 (ランプオフ) をクリックします。

関連項目 : ACQUITY UPLC システムマニュアル CD または ACQUITY UPLC H-Class システムマニュアル CD。

検出器を起動するには

1. ワークステーションの電源をオンにします。
2. ソルベントマネージャ(QSM/BSM)のドアおよびサンプルマネージャのドアの左上にある電源スイッチを押します。

結果: 各システム装置でピープ音が鳴り、一連のスタートアップテストが実行されます。

電源 LED とランプ LED は次のように変わります。

- 各システム装置の電源 LED は緑色に点灯します。
- 初期化中に、各システム装置のステータス LED は緑色に点滅します。
- 装置の電源が正常に投入されると、すべての LED が緑色に点灯します。ソルベントマネージャの送液 LED とサンプルマネージャの分析 LED は消灯したままです。

3. Empower、MassLynx、またはサードパーティ製ソフトウェアを起動します。ACQUITY コンソールで、メッセージと LED の状態をモニターできます。
4. ろ過、脱気、およびスパージ済みの HPLC グレードのメタノールまたはアセトニトリルをシステムに流します。
5. コンソールで、ソルベントマネージャを設定し、システムのフローセルに適切な流量を流します。
ヒント: 十分に脱気された HPLC グレードの溶媒のみを使用してください。移動相のガスがフローセル内で気泡を作り、検出器のレファレンスエネルギー診断テストに失敗する可能性があります。
6. 移動相を 15 分以上送液します。
7. 検出器のセルが溶媒で満たされ、気泡がないことを確認します。



注意: セルに空気が含まれていると、検出器は正常に初期化できないことがあります。光誘導型フローセルの損傷を避けるため、セルに溶媒が流れていない場合やセルが乾燥している場合には検出器のランプを点灯しないでください。

8. 前面パネルの電源スイッチを押して、検出器の電源をオンにします。
結果: 検出器で一連のスタートアップ診断テストが実行され、ランプ LED が緑色に点滅します。ランプ LED が点灯している場合は、ランプは緑色のままになります。
9. ランプ LED が緑色に点灯したら、Empower、MassLynx、またはサードパーティ製ソフトウェアを起動し、装置またはインレットメソッドをダウンロードします。
結果: ACQUITY コンソールにメッセージと視覚的な信号が表示されます。
10. 最適な結果を得るには、データの取り込み前に 1 時間待機して検出器を安定させます。

検出器 LED のモニター

検出器前面の LED は、装置の状態を示します。

電源 LED

電源 LED は、検出器の前面パネル左に配置されており、検出器の電源がオンかオフかを示します。

ランプ LED

ランプ LED は電源 LED の右隣にあり、ランプの状態を示します。

ランプ LED 表示

LED のモードと色	説明
消灯	検出器ランプが消灯していることを示しています。
緑色の点灯	検出器ランプが点灯していることを示しています。
緑色の点滅	検出器は初期化中またはキャリブレーション中です。
赤色の点滅	エラーによって検出器が停止したことを示しています。不具合を発生させたエラーに関する情報は、コンソールで確認することができます。
赤色の点灯	検出器の不具合によって、後続動作が妨げられていることを示しています。検出器の電源を一旦オフにして、再度オンにします。LED がまだ赤色に点灯し続ける場合は、Waters のサービスにお問い合わせください。

検出器のコントロールパネル

Empower ソフトウェアによりシステムを制御している場合には、検出器のコントロールパネルが [サンプルの分析] 画面の下部に表示されます。MassLynx ソフトウェアによりシステムを制御している場合には、検出器のコントロールパネルが [Inlet Editor] 画面の下部に表示されます。

検出器のコントロールパネル



検出器のコントロールパネルには、取り込みのステータス（検出器を実行中の場合）およびシャッターの位置が表示されます。システムがサンプルを処理している間は、検出器のパラメータは編集できません。

以下の表は、検出器のコントロールパネルに表示される項目の一覧です。

コントロールパネルで変更可能な項目

コントロールパネルの項目	説明
ランプオン/オフ LED	検出器との通信が失われない限り、検出器の前面パネルに実際のランプオン/オフ LED が表示されます。
ステータス	現在の動作の状態を表示します。（検出器を実行している場合にだけ表示）
シャッター	シャッターの位置（開、閉、エルビウム、または UV ブロック）が表示されます。
 (ランプオン)	検出器のランプを点灯させます。
 (ランプオフ)	検出器のランプを消灯させます。

検出器のコントロールパネル上の任意の場所を右クリックして、その他の機能にアクセスできます。

検出器のコントロールパネルのその他の機能

コントロールパネル機能	説明
自動ゼロ設定	検出器のオフセットをリセットします。
PDA のリセットまたは eλPDA のリセット	エラー状態の時、現状の検出器をリセットします。
ヘルプ	コンソール画面のヘルプを表示します。

検出器のシャットダウン

システムのシャットダウン時間が 24 時間未満の場合

必要条件：短周期（24 時間未満）のアイドル時間の場合、溶媒の流量を維持してフローセルを清浄に保ちます。

次の注入まで数時間待機する場合には、一時的に数 10 分の 1 の量に流量を減らして溶媒を節約します。この間、検出器の操作、およびカラムヒーターの温度管理は維持されています。

24 時間未満の間検出器をシャットダウンする場合

1. カラムに初期移動相条件の混合溶媒を流し続けます。これにより、フローセル内での汚染物質の蓄積が防止され、保持時間の良好な再現性に必要なカラムの平衡が維持されます。
2. ランプ寿命を長くするには、検出器のコントロールパネルで （ランプオフ）をクリックして、検出器のランプを消灯します。

必要条件：検出器を MassLynx の制御で運転している場合、シャットダウンメソッドの自動シャットダウン機能が無効であることを確認してください。

システムのシャットダウン時間が 24 時間以上の場合

必要条件: 長いアイドル時間 (24 時間以上) の場合、フローセルポートをつないでフローセルを清浄に保ちます。

24 時間以上検出器をシャットダウンする場合

1. 検出器のコントロールパネルで  (ランプオフ) をクリックして、検出器のランプを消灯します。
2. 水で洗浄してバッファの塩や添加剤を取り除きます。
3. 100% の有機溶媒でカラムとフローセルを洗浄します。

関連項目: Waters ACQUITY UPLC BEH カラム維持管理情報または ACQUITY UPLC HSS カラム維持管理情報。



警告: 感電の危険性。システムの各装置の電源スイッチは、その装置の基本的な動作状態をコントロールしています。しかし、装置のスイッチを切っても、装置の一部は通電しています。システム装置への電源供給を完全に中断するには、電源スイッチをオフにして AC 電源から装置の電源コードを外します。

4. システムの電源を切ります。

代替手段: システムの電源を入れたままにする場合、カラムヒーターをオフにするか、カラムヒーター温度を 40 °C (104 °F) に下げます。



注意: シャットダウンしたシステムまたは装置を使用する前に、推奨される条件下で、新しい移動相および溶媒が推奨される保存溶媒、水/メタノール、水/アセトニトリルと混和性があることを確認します。新しい移動相および溶媒が推奨される保存溶媒と直接的な混和性がない場合、両方の保存溶媒および新しい分析用の溶媒と混和性がある中間溶媒を使用して、システムから保存溶媒をフラッシュ洗浄します。

5. フローセルインレットとアウトレットポートにキャップをかぶせます。

検出器のメンテナンス

Waters テクニカルサービスへの連絡

日本のお客様は、製品の不備やその他の問題については日本ウォーターズ株式会社 (0120-800-299) までご連絡ください。日本以外にお住まいのお客様は、Waters Corporation 本社 (Milford, Massachusetts, USA) にお電話いただくか、お近くの Waters 支社にお問い合わせください。弊社の Web サイトには、世界のウォーターズ事務所の電話番号と電子メールアドレスが記載されています。弊社の Web サイト www.waters.com にアクセスし、[Waters Division] をクリックしてください。

Waters に連絡する際には、次の情報をお手元にご用意ください。

- 何かあった場合の、エラーメッセージの記録
- 症状の特徴
- 装置のシリアルナンバー
- 流量
- 操作時の圧力
- 溶媒の種類
- 検出器の設定（感度および波長）
- カラムの種類とシリアル番号
- サンプルの種類
- Empower、MassLynx、またはサードパーティ製ソフトウェアのバージョンおよびシリアル番号
- ACQUITY ワークステーションのモデルおよびオペレーティングシステムのバージョン

輸送中の破損およびクレームお申し出についての詳細は、『Waters 使用許諾・保証・サポートサービス』を参照してください。

メンテナンス時の注意事項

安全と警告への対応

検出器をメンテナンスする場合は、ここで解説する警告および注意事項に目を通してから実施するようにしてください。



警告：事故防止の観点から、溶媒の処理、チューブの交換、およびシステムの操作を行う場合は、実験室安全基準に定められている正しい手順に必ず従ってください。使用する溶剤の物理的および化学的な性質を確認してください。使用する溶媒については、製品安全データシート (MSDS) で確認してください。



警告：感電を防止するため、検出器の上部カバーは取り外さないでください。この内部には、ユーザーによるメンテナンスを必要とする部分はありません。



注意：

- 故障防止の観点から、検出器の電源が入っている間は、アセンブリへの電力供給を切らないでください。検出器への電力供給を完全に切断するには、電源スイッチを [オフ] にしてから、AC 電源からプラグを抜きます。アセンブリを取り外す場合は、電源切断後10秒以上待機してください。
- 静電気放電による電子回路の損傷を防ぐため、手作業による調節の必要のない集積回路チップその他のシステム装置には手を触れないでください。

基本的な操作手順

システムを効率的に使用するには、[25 ページの「検出器の起動」](#)に記載されているシステムの操作手順およびガイドラインに従ってください。

スペアパーツ

本書に言及されているパーツのみを交換します。スペアパーツの詳細については、Waters の Web サイトの [Services/Support] ページから「Quality Parts Locator」を参照してください。

推奨事項：

- 最適なベースラインの安定性を得るために、常に検出器のドア閉めておいてください。
- カラム寿命の延長、圧力変動の抑制、ベースラインノイズの低減のため、溶媒のフィルタリングおよび脱気処理を行います。
- ランプ寿命を延長するため、検出器がアイドル状態になった場合はランプを消灯します。ただし、4 時間以上消灯する場合のみ、ランプを消灯するように注意してください。

- 緩衝液を移動相として使用する場合は、電源を切る前に検出器を洗浄することで、以下の不適切な動作条件を回避できます：
 - 溶媒ラインおよびフローセルの詰まり
 - 装置構成部品の損傷
 - 細菌の繁殖



注意：

- 光誘導型フローセルの性能を最大限に引き出すため、検出器の電源を入れる前から溶離液を流しておきます。ただし、溶離液を送液する前に検出器の電源を入れる必要がある場合には、通信を確立後、ランプを消灯します。
- 光誘導型フローセルを一定の期間使用しない場合、クリーンな移動相（水/アセトニトリルの混合液または水/メタノールの混合液）で洗浄し、フローポートにキャップをするか、純粋な窒素または純粋なヘリウムで5～10分間フローセルを乾燥させます。
- 検出器やカラムの損傷を防止するため、システムを洗浄する場合は、事前にカラムを取り外して、検出器の接続も外しておきます。

検出器のフラッシュ洗浄

検出器をフラッシュ洗浄する方法



注意： 検出器の損傷を防止するため、フローセル内の圧力は 6895 kPa (69 bar、1000 psi) を超えないようにします。

1. システムからカラムを取り外します。
2. 100% の HPLC グレードの水を使用して、1.0 mL/分の流量で 10 分間システムをフラッシュ洗浄します。
3. 90:10 のメタノール/水の混合溶液で 10 分間システムをフラッシュ洗浄します。

リークセンサーのメンテナンス

ドリフトトレイのリークセンサーは絶えず検出器のリークをモニターしています。センサーはリザーバ周囲にリークしてたまった液体を検出すると、システムを停止し、ACQUITY UPLC コンソールに問題を説明するエラーメッセージを表示します。

検出器のリークセンサーエラーの解消法

リークセンサーリザーバに約 1.5 mL の液体がたまると、アラームが鳴り、リークセンサーによってリークが検出されたことが示されます。



警告：リークセンサーおよびリザーバは、生物学的有害物質および有毒物質によって汚染されている可能性があります。以下の手順を実行する際には、清浄で耐薬品性のあるパウダーフリーの手袋を必ず着用してください。



注意：リークセンサーの損傷や故障を防ぐには

- バッファ溶媒がセンサーの上にたまったり、センサーの上で乾燥しないようにしてください。
- センサーを洗浄槽に浸さないでください。

必要な器材

- 清浄で耐薬品性のあるパウダーフリーの手袋
- 綿棒
- 糸くずが出ない柔らかい布

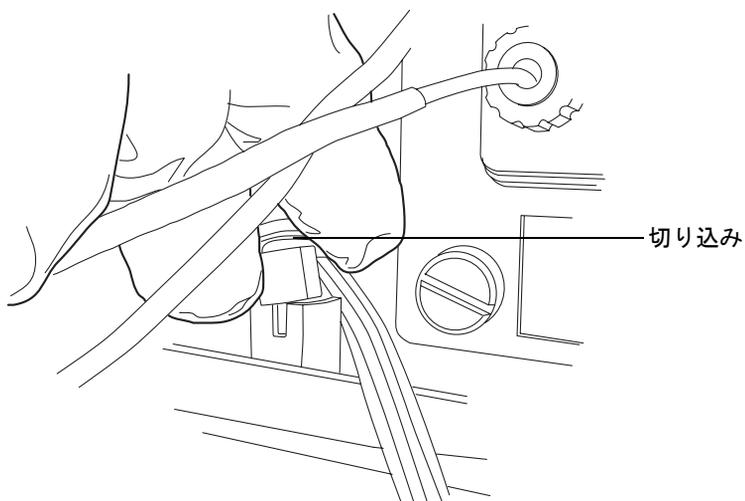
検出器のリークセンサーエラーを解消するには

1. ACQUITY UPLC コンソールの [リークセンサー] ダイアログボックスで、リークセンサーによってリークが検出されていることを確認します。
ヒント：リークが検出されている場合は、「リークが検出されました」というエラーメッセージが表示されます。
2. 検出器の扉の右端をゆっくり引いて、手前に扉を開きます。
3. リークの発生箇所を特定し、リークを止めるために必要な処置を実施します。



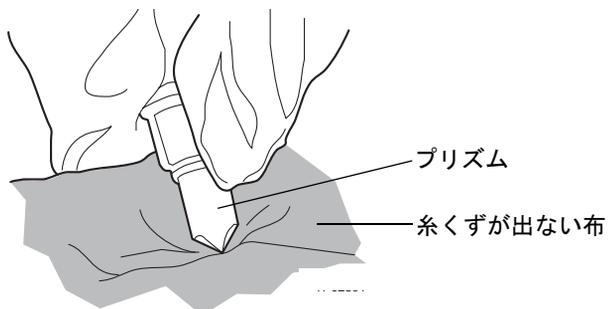
注意：リークセンサーの損傷を防止するため、リボンケーブルでリークセンサーを引っ張らないでください。

4. 切り込み部分を持ってリークセンサーを上引き上げて、リザーバから取り外します。

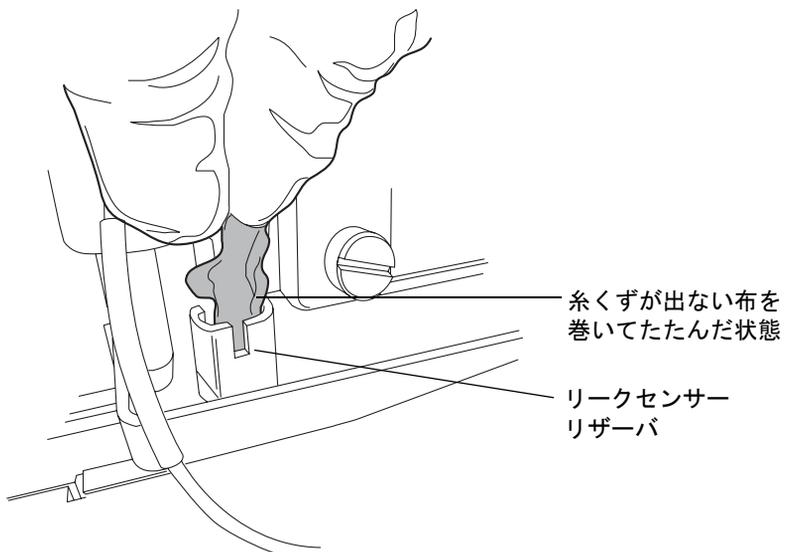


ヒント: リザーバから取り外した後にリークセンサーを容易に操作できない場合、装置の前面からリークセンサーコネクタを取り外します (38 ページの「[検出器のリークセンサーの交換](#)」を参照)。

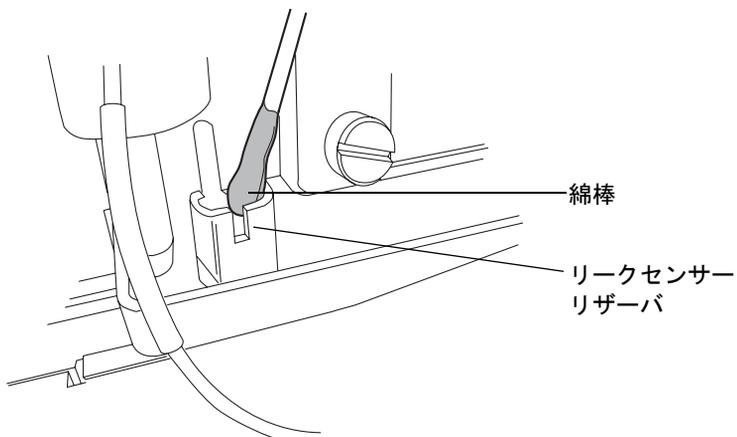
5. 糸くずが出ない柔らかい布で、リークセンサープリズムを拭きます。



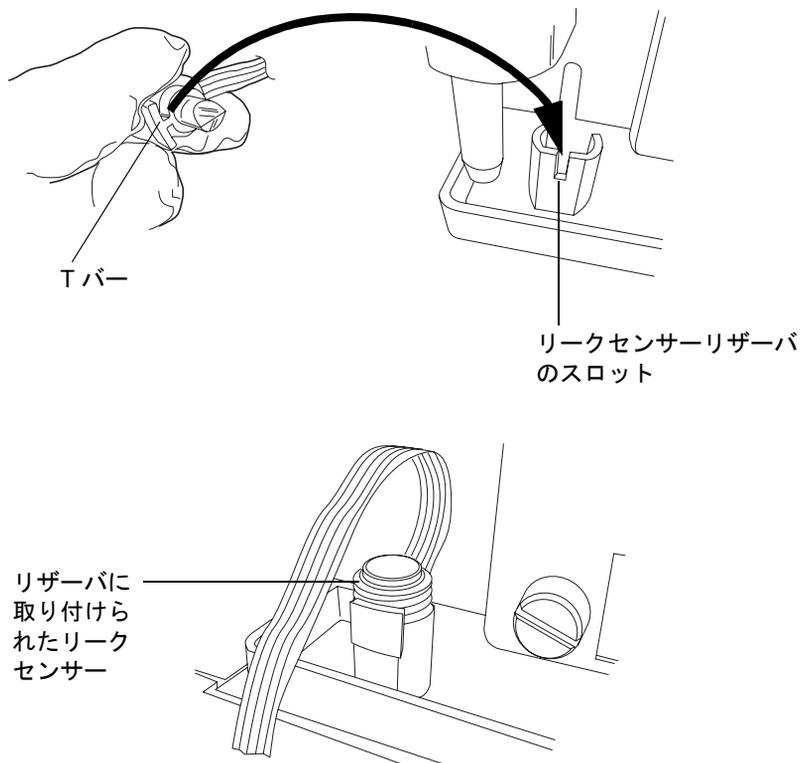
6. 表面に傷をつけず糸くずが出ない布を巻いてたたみ込み、リークセンサーリザーバと周囲にたまった液体を吸い取ります。



7. リークセンサーリザーバの隅やその周囲に残っている液体を、綿棒で吸い取ります。



8. リークセンサーの T バーをリークセンサーリザーバ側面のスロットに合わせ、リークセンサーを所定の位置にスライドさせます。



9. 装置前面にあるリークセンサーコネクタを取り外していた場合は、再度取り付けます。
10. ACQUITY UPLC コンソールのシステムツリーから、使用中の検出器を選択します。
11. 検出器の情報画面で、[コントロール]>[リセット]をクリックし、検出器をリセットします。

検出器のリークセンサーの交換



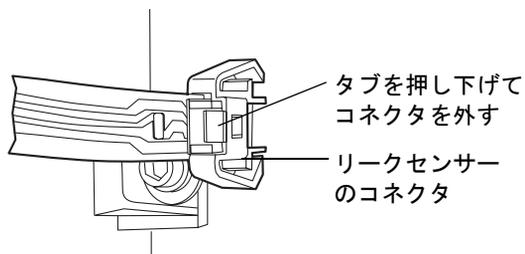
警告：リークセンサーおよびリザーバは、生物学的有害物質および有毒物質によって汚染されている可能性があります。以下の手順を実行する際には、清浄で耐薬品性のあるパウダーフリーの手袋を必ず着用してください。

必要な器材

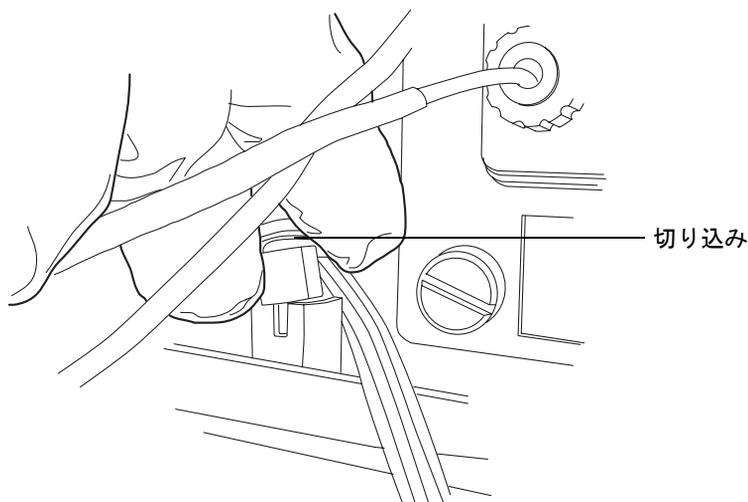
- ・ 清浄で耐薬品性のあるパウダーフリーの手袋
- ・ リークセンサー

検出器のリークセンサーを交換するには

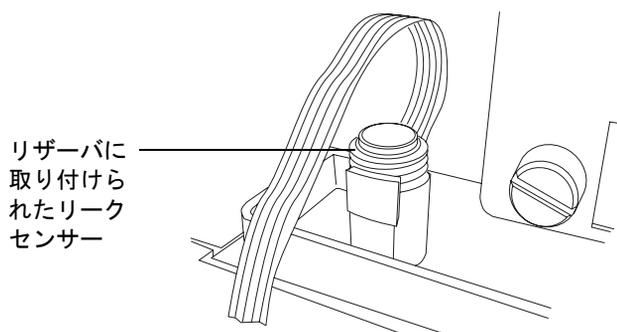
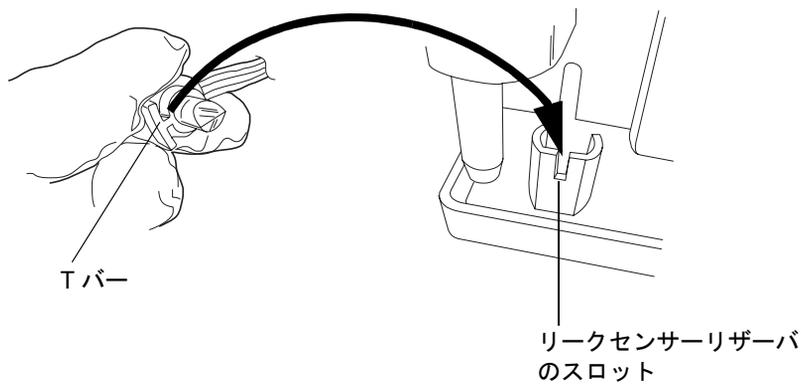
1. 検出器の扉の右端をゆっくり引いて、手前に扉を開きます。
2. タブを押し下げて、装置前面にあるリークセンサーのコネクタを取り外します。



3. 切り込み部分を持ってリークセンサーを上を引き上げて、リザーバから取り外します。



4. 新しいリークセンサーを開梱します。
5. リークセンサーの T バーをリークセンサーリザーバ側面のスロットに合わせ、リークセンサーを所定の位置にスライドさせます。

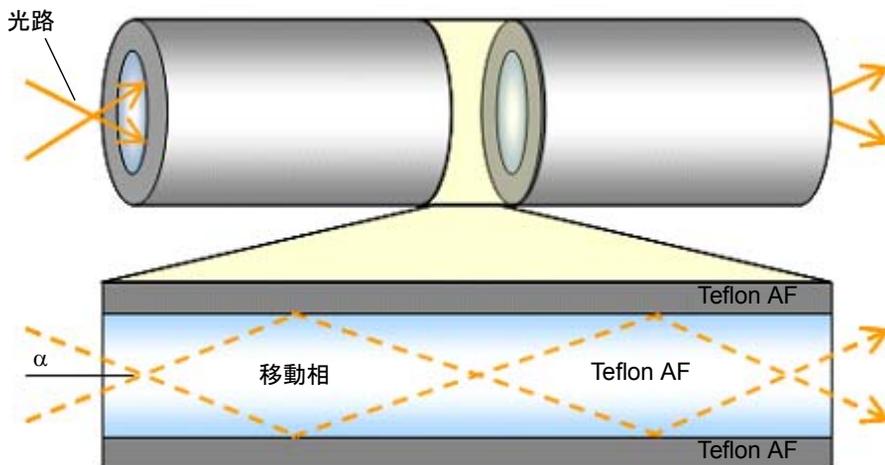


6. リークセンサーのコネクタを装置前面に差し込みます。
7. ACQUITY UPLC コンソールのシステムツリーから、使用中の検出器を選択します。
8. 検出器の情報画面で、[コントロール]>[リセット] をクリックし、検出器をリセットします。

フローセルのメンテナンス

Waters 製の光誘導型フローセルでは、光とサンプルが Teflon AF チューブを通して移動します。チューブは低容量フローセルを経由してエネルギーを伝達するので、分析感度が向上します。液体の屈折率が Teflon チューブの材質の屈折率を上回るため、光が流路内に残ったままになる内部全反射 (TIR) として知られているメカニズムにより、光は効率的にチューブを通過します。

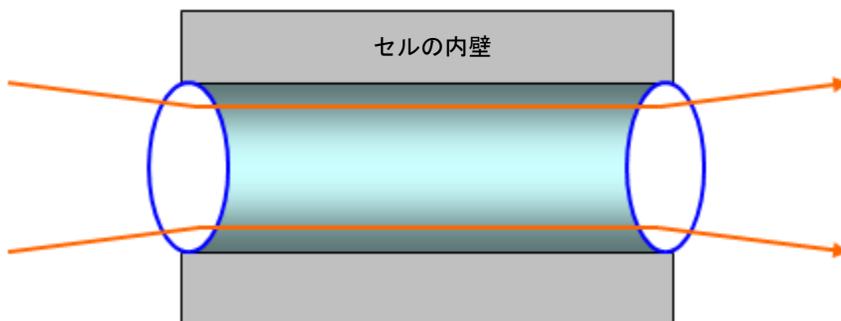
光誘導型フローセルを通過する光の伝送



上図で、セルを通過する光路は、セルの内壁で反射する 1 組の光線 (破線) で表されます。光線によって伝達されるエネルギーは反射後も一定に保たれます。光が 100 パーセント反射するので、「内部全反射」と言います。Teflon AF チューブは、フローセルの光路の有効な構成部品です。

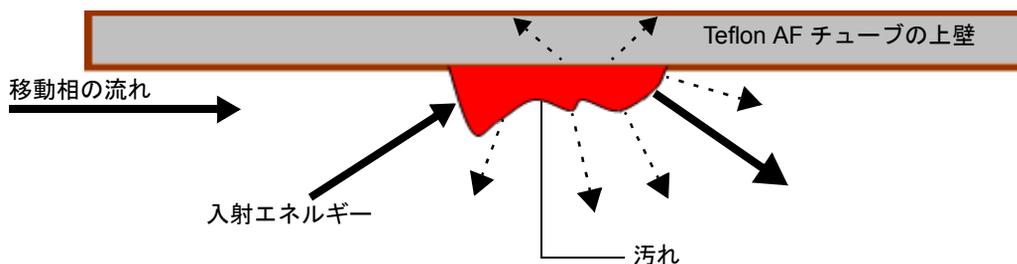
光誘導型フローセルとは異なり、従来のセルは通常、両端にレンズが付いた金属製のものです。

従来のフローセルを通過する光の伝送



従来のフローセルを通過する光路は、セルの内壁に当たらないように設計されています。これは主に、内壁に当たる光線が測定されるシグナルに影響を与えないようにするためです。逸脱した光線に関連するエネルギーは、移動相の組成、内壁の仕上げの品質（100%の反射にはならない）、またはゆっくりとした汚染の蓄積によっては、大幅に変化します。ただし、Teflon AF 表面は、鏡に似ており、しっかりとメンテナンスされたセルに関しては比較的屈折率に依存しないため、無視することができます。次図に赤色の不規則な形の図形で表現されている表面の汚れは、散乱（破線の矢印）や吸収（灰色、太字の矢印）などの不要な光線効果をもたらす可能性があります。いずれも、入射光線（黒色、太字の矢印）のエネルギーを低下させます。

光誘導型フローセルの不要な光線効果



セルの内壁との相互作用により光を伝送する光誘導型の手法と、このような相互作用を回避している従来の手法の操作の違いは、液体のコアとなるフローセルをメンテナンスする実際の処置にあります。

- 新しいセルの特性決定に使用される条件と同様の条件でフローセルの輸送が行われているかどうかを、定期的を確認します（これを定期的に行うと、クリーンな移動相でセル輸送が行われているかどうかを確認することになります）。
- オンラインで新しいカラムを購入したりして、上流のシステム構成部品を交換または変更することにより、フローセルが汚れないようにしてください。

フローセルの洗浄

前回の分析の残留物でフローセルが汚れた場合、および検出器をシャットダウンした後は、フローセルを洗浄してください。フローセルが汚れていると、ベースラインノイズの発生、サンプルエネルギーのレベル低下、キャリブレーションの失敗、およびその他の問題の原因となります。

これらの問題が発生した場合は、最初の対策として必ず移動相でフローセルを洗浄してください。その後、改善されない場合は、100%のアセトニトリルなど純度の高い有機溶液でフローセルを洗浄します。問題が解消されない場合には、1%のギ酸で30分間フローセルを洗浄してから、ギ酸が除去されるか、pHが中性になるまで、水で洗浄してください。1%のギ酸溶液でのフラッシュ洗浄にも失敗する場合には、システム酸洗浄フラッシュを実施してください（44ページの「システム酸クレンジング洗浄の実施」を参照）。それでも問題が解決しない場合は、Waters テクニカルサービスにご連絡ください。



注意：フローセルの破損防止のため、フローセルの許容圧力である 6895 kPa (69 bar、1000 psi) を超える背圧を発生させるおそれのあるチューブやデバイスは接続しないでください。

フローセル内の圧力は 6895 kPa (69 bar、1000 psi) を超えないようにします。通常は流量を上げると圧力も上がります。一般的に液体の粘度が高いとフローセル内の圧力が上がるため、流量を低くする必要があります。流量の許容範囲は、それぞれのフローセルが耐えられる圧力の限界によって決まります。



警告：液漏れ防止のため、定期的に廃液容器を空にしてください。

規則：常によく脱気された清浄な溶離液を使用します。

必要な器材

- 1% ギ酸
- 清浄で耐薬品性のあるパウダーフリーの手袋
- 水（バッファの洗浄用）
- 移動相と水の双方に混和性のある中間溶媒
- ステンレス製ユニオン（洗浄中にカラムを交換する場合）
- カラムの取り外しと交換に適したレンチ

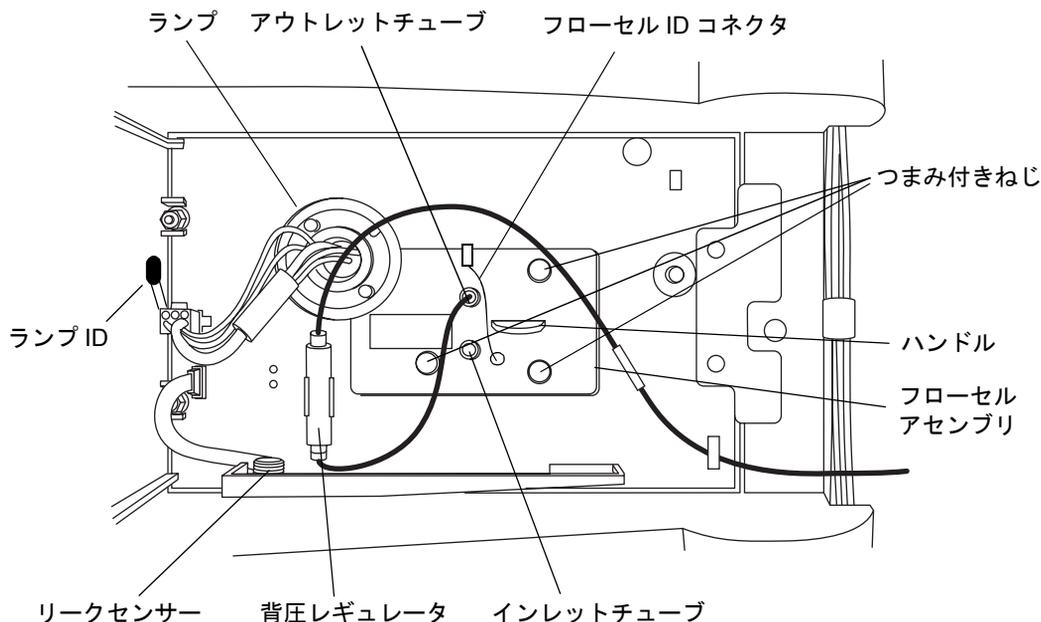
フローセルを洗浄するには

1. 検出器のコントロールパネルで、（ランプオフ）をクリックします。
2. 送液を停止し、カラムを取り外します。
3. カラムを取り外し、その部分にユニオンまたはチューブを接続します。

4. フローセルの出口の下流に別の装置がある場合、洗浄時にはその装置への接続を外して、アウトレットチューブを廃液側につなげてください。



注意：質量分析計に接続している間は、フラッシュ洗浄してはいけません。



5. 検出器を、HPLC グレードの水で洗浄します。
必要条件：移動相が水に溶けない場合は、まず中間溶媒で洗浄します。
6. 水に 1.0% ギ酸、または 90% の水と 10% の有機溶媒の組成の酸洗浄溶液を送液します。
7. 4 時間以上、0.05 ~ 0.1 ml/min の流量でフローセルを洗浄します。
必要条件：6895 kPa (69 bar、1000 psi) を超えないように注意してください。
8. システムから他の検出器または装置をすべて取り外します。
9. pH が中性になるまで、HPLC グレードの水で検出器を洗浄します。
ヒント：移動相が水に溶けない場合は、まず中間溶媒で洗浄します。
10. カラムを取り付けます。
11. 移動相の送液を開始します。
ヒント：水と混和性のない移動相の場合は、最初に中間溶媒で洗浄してください。

システム酸クレンジング洗浄の実施



注意：質量分析計が動作している場合は、システム酸クレンジング洗浄は行わないでください。代わりに、Waters テクニカルサービスに連絡してください。

一般的なシステムの汚れがフローセルに広がる場合があります。システムが汚染したら、システム酸クレンジング洗浄を実施し、ソルベントマネージャ、サンプルマネージャ、およびフローセルを洗浄してください。

溶媒を調整するには

- 50:50(v/v) のメタノール/水の混合液を調製します。
 - 500 mL の水をメスシリンダーで測り入れます。
 - 別のメスシリンダーで、500 mL のメタノールを測ります。
 - メタノールを水に加えて 5 分間混和します。
- 30:70(v/v) のリン酸/水の混合液を調製します。
 - 700 mL の水をメスシリンダーで測ります。
 - 別のメスシリンダーで、300 mL のリン酸を測ります。
 - リン酸を水に加えて 5 分間混和します。
- 1 L の移動相リザーバを 100% の水で満たします。
- 1 L の移動相リザーバを 100% のイソプロパノールで満たします。
溶媒を調整した後、クレンジング手順には約 6 時間かかります。

システム酸クレンジング洗浄を実施するには



注意：ボトルフィルタを取り外さないと流路を汚染します。

- サンプルおよびソルベントマネージャのボトルフィルタを取り外します。
- A1、A2、B1、B2 のシール洗浄、ニードル洗浄弱溶媒、ニードル洗浄強溶媒すべてのラインを 50:50 のメタノール水溶液に入れます。
- 各溶媒ラインを 5 分間プライムします。
- シール洗浄ラインをプライムします。
- 洗浄シリンジとサンプルシリンジを 4 回プライムします。
- インジェクタの後の流路に圧カリストリクタを接続し、システムに 13,800 kPa (138 bar、2000 psi) の背圧をかけます。

7. 1 mL の移動相をオートサンプラーバイアルに移し、位置 1:A,1 にバイアルを置きます。
8. 以下のパラメータ設定で装置メソッドを作成します。
 - 流量 = 0.5 mL/min
 - グラジェント組成、50% A1:50% B1
 - フルループ注入
9. 移動相の入ったバイアルでフルループ注入を 30 回実行します。
10. 分析実行時間は 0.5 分に設定します。

ヒント : この手順には約 30 分かかると想定されています。
11. 溶媒に 100% のイソプロパノールを使用して、手順 1 ~ 8 を繰り返します。

必要条件 : この洗浄手順では溶出物を光学検出器に通さないでください。リストリクタを廃液容器まで通します。
12. 溶媒に 100% の水を使用して、手順 1 ~ 8 を繰り返します。

必要条件 : リン酸洗浄を実施する前に、移動相のボトルからシール洗浄ラインを取り出してください。
13. 溶媒に 30:70(v/v) のリン酸水溶液を使用して、手順 1 ~ 8 を繰り返します。
14. リン酸水溶液を引き続き 3 時間送液します。
15. 溶媒に 100% の水を使用して、手順 1 ~ 8 を繰り返します。
16. 溶媒として 50:50(v/v) のメタノール水溶液を使用して、手順 1 ~ 8 を繰り返します。
17. サンプルおよびソルベントマネージャのボトルフィルタを交換します。

フローセルの交換方法



注意 :

- フローセルの汚染を防ぐため、取り扱い、取り外し、または交換を行う際には、清浄で耐薬品性のあるパウダーフリーの手袋を必ず着用してください。
- フローセルは、傷をつけないよう注意深く扱ってください。フローセルを分解してはいけません。

関連項目 : Waters の Web サイト (www.waters.com) の『*Controlling Contamination in Ultra Performance LC/MS and HPLC/MS Systems*』 (品番 715001307)。

必要な器材

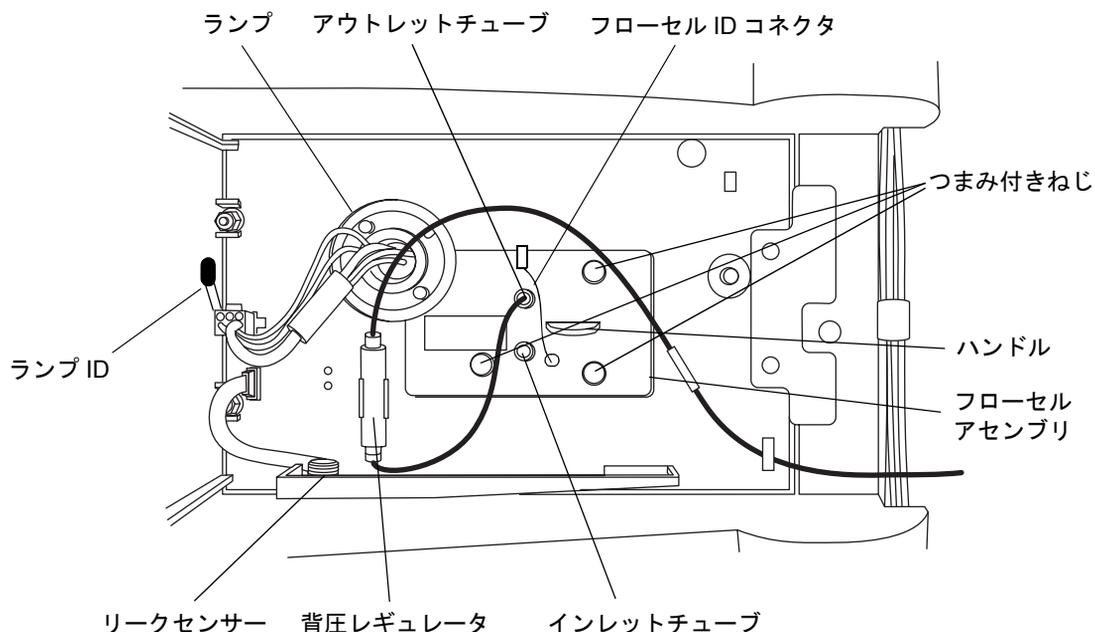
- 1/4 インチのマイナストライバ
- 清浄で耐薬品性のあるパウダーフリーの手袋
- フローセル

フローセルを交換するには

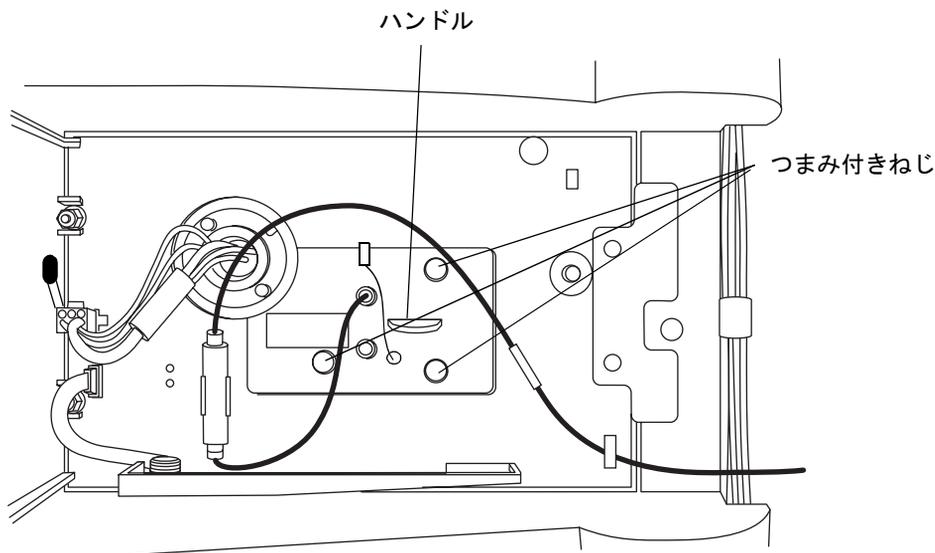


注意：電気部品の破損を防止するために、装置の電源がオンになっている間は、電気アセンブリを取り外さないでください。装置への電力供給を完全に切断するには、電源スイッチをオフにしてから、AC 電源からプラグを外します。アセンブリを取り外す場合は、電源切断後10秒以上待機してください。

1. 検出器の電源を切ります。
2. 溶媒の送液を止めます。
3. 検出器の扉の右端をゆっくり引いて、手前に扉を開きます。
4. 検出器のアウトレットおよびインレットのチューブを、メインのカラム接続から外します。



5. フローセル ID コネクタを取り外します（接続されている場合）。
6. 以下の方法で、フローセルを取り外します。
 - 1/4 インチのマイナスドライバを用いて、フローセルアセンブリの前面プレートにある 3 本のつまみ付きねじを緩めます。
 - ハンドルを握って、ゆっくりアセンブリを手前に引き出します。

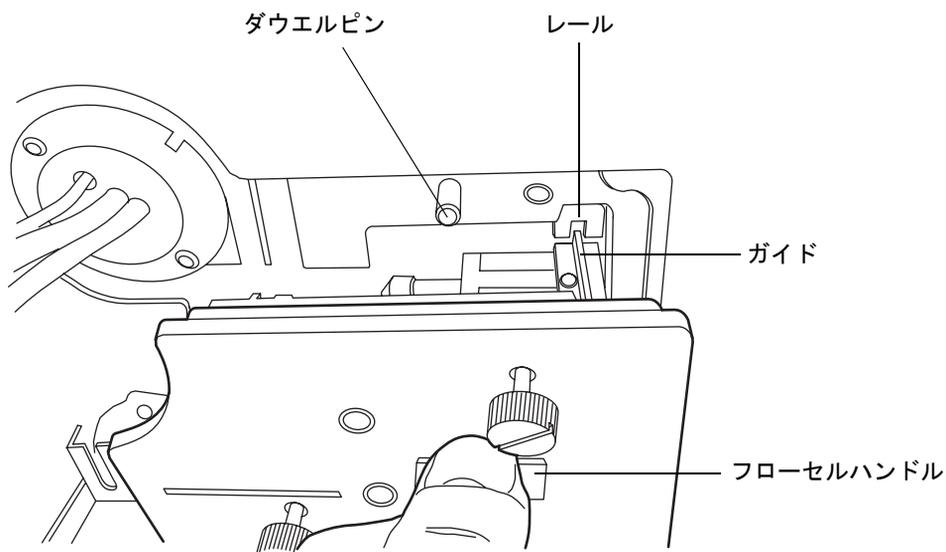


! **注意：**キャピラリーチューブの損傷を防止するため、手を触れないようにしてください。

7. 新しいフローセルを開梱して確認し、フローセルの種類がアプリケーションに適していることを確認してください。

ヒント：フローセルの交換時に、フローセルのインレットチューブも、新しいフローセルに付属しているチューブと交換します（18 ページの「検出器の配管」を参照）。

- 開口部の前面にフローセルアセンブリを揃えてから、セルフフランジの前面にあるガイドが同じセルコンパートメント内のレールにはまるようにゆっくりと差し込みます。



- フランジをレールにはめた後に、装置のダウエルピンがセルホルダーの対応する穴にはまるまで、引き続きフローセルを差し込みます。
- フローセルを挿入し続け、3本のつまみ付きネジをバルクヘッドの穴にはめ込みます。
- つまみ付きねじを手で締めます。ドライバを使用してねじが固定されていることを確認します。
- インレットチューブをメインのカラム接続およびフローセルインレットにつなぎ、アウトレットチューブをフローセルアウトレットにつなぎます。
- フローセル ID コネクタを再接続します（接続されている場合）。
- 検出器の扉を閉じます。
- 検出器の電源を入れる前に、フローセルが脱気された透明な溶媒（アセトニトリルまたは水）で満たされていることと、気泡がないことを確認します。

フローセルから気泡を取り除く

フローセル内の気泡を取り除くには、以下の操作を行います。

1. フローセルの出口に圧力レギュレータが取り付けられていることを確認します。
必要条件: 圧力レギュレータに側管が取り付けられている場合は、与えられた流量と移動相に対して最低で 1724 kPa (17 bar、250 psi)、最高で 6895 kPa (69 bar、1000 psi) の圧力を保証するデバイスを、検出器の出口側に接続します。
2. 脱気されたアセトニトリルまたはメタノールを、分析時の流量で検出器フローセルに送液します。

ランプの交換

ランプの点灯に繰り返し失敗する場合や、検出器のキャリブレーションに失敗する場合には、ランプの交換が必要です。

ヒント: ACQUITY PDA/eλPDA ランプをインストールすると、ソフトウェアが自動的に検知して、そのシリアル番号と設置日が自動的にランプ交換記録テーブルに記録されます。

Waters は、2000 時間のランプ使用時間、または購入日から 1 年のうち、どちらか早い方をランプ寿命として保証します。



警告: 火傷事故防止のため、ランプを取り外す際には、30 分以上の冷却時間を設けてください。稼働中のランプハウジングは、非常に高温になります。



警告: 紫外線が目に入ると危険ですので、下記の注意事項を遵守して下さい。

- ランプを交換する際には、検出器の電源を切ってください。
- 紫外線フィルタの付いた防護メガネを着用してください。
- 装置の稼働中は、ランプをハウジングから出さないでください。

ランプを取り外すには

1. 以下の手順でランプの電源を切ります。
 - 手動操作でランプの電源を切るには、コンソールの左側のツリー表示で PDA/eλPDA 検出器をクリックしてから、 をクリックします。コンソールに表示される緑色の LED および、扉にあるランプ LED が消えます。
 - 時間イベントの 1 つとしてランプの電源を切る方法については、Empower、MassLynx、またはサードパーティのオンラインヘルプを参照して下さい。

2. 検出器の電源を切り、背面パネルから電源ケーブルを外します。

代替手段：時間を節約するには、ランプの電源を切った後、15分間検出器の電源を入れたままにしてください。そうすると、ファンがランプに冷却した空気を吹き付けるので、より迅速に冷却されます。15分間経ってから、確実に検出器の電源を切り、背面パネルから電源ケーブルを取り外してください。



警告：ランプおよびランプハウジングは、高温になる可能性があります。30分間（ファンが動作している場合は15分間）待機し、冷却してから、これらの構成部品に触れてください。

3. ランプを30分間（ファンが動作している場合は15分間）放置して温度を下げた後、検出器の扉を開け、右側の突起を静かに手前に引きます。

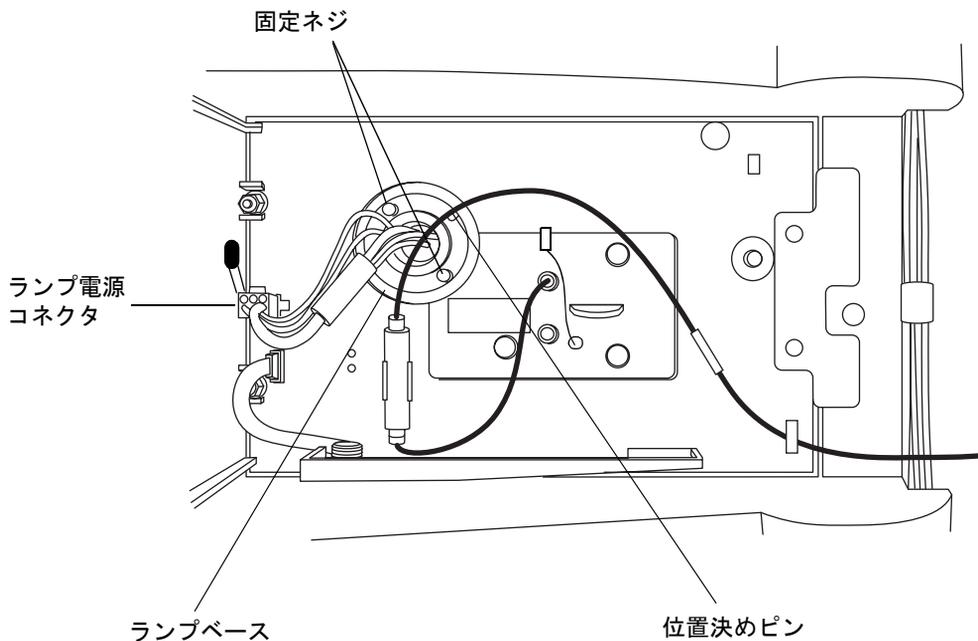


警告：感電防止のため、ランプの電源コネクタを検出器から外す前に、検出器の電源をオフにして電源コードのプラグを抜いてください。



注意：装置の電子回路の破損を防ぐため、ランプの電源コネクタを検出器から外す前に、検出器の電源をオフにして電源コードのプラグを抜いてください。

4. ランプの電源コネクタを検出器から外します。





警告：ランプの内部は、大気圧よりわずかに低圧のガスで充填されています。ランプを廃棄する際には、ガラスを割らないよう注意してください。



注意：新しいランプのガラス面は、手で直接触れないでください。指紋などの汚れが付くと、検出器の動作に悪影響が及びます。ランプ表面をクリーニングする場合は、毛羽立ちの無いティッシュを用いて、エタノール溶液で優しく拭き取ってください。研磨ティッシュは使わないでください。また、強い力をかけないようにしてください。

5. ランプベースにある 2 本の取り付けねじを緩めます。ランプハウジングからランプをゆっくりと引き出します。

ランプを取り付けるには

1. ガラス面を手で触れないよう注意し、新しいランプをパッケージから取り出します。
2. 新しいランプおよびランプハウジングを確認します。
3. ランプベースプレートの切れ込みが 1 時の方向に来るようランプの位置を合わせて、ランプハウジングの位置決めピンと一致させてから、慎重にランプを奥まで押し込みます。光学ベンチに対して正しい位置にあることを確認します。



注意：ネジの締め付けとランプを押し込む動作を交互に行い、締め付け過ぎることなく、ランプハウジングを正しく取り付けてください。

4. 2 本の取り付けねじを締めてから、ランプの電源コネクタを接続します。
5. 検出器の電源を入れ、ランプが暖まるまで約 1 時間待ってからオペレーションを再開します。

ヒント：検出器の電源をオフにしてからオンにすると、検証手順が始まります。

結果：ランプのシリアル番号と設置日が自動的にランプ交換記録テーブルに入力されます。

ヒューズの交換



警告：感電防止のため、ヒューズを交換する前に、検出器の電源をオフにしてプラグを抜きます。火災防止の観点から、交換するヒューズの種類とグレードは、交換前と同じものを使用してください。

検出器は、100～240 VAC、50～60 Hz、F 3.15 A、250 V FAST BLO、5×20 mm (IEC) のヒューズを2本使用しています。

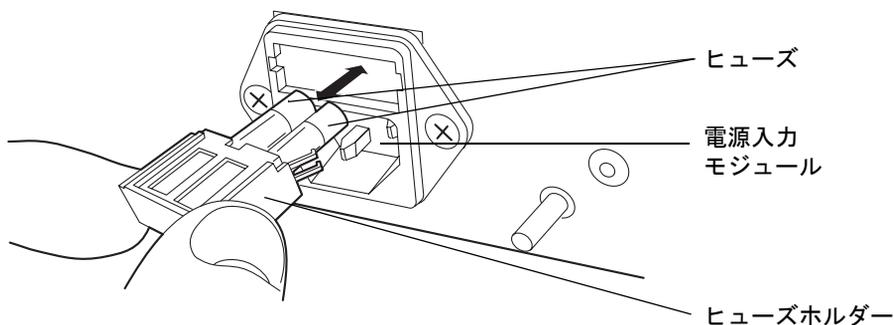
下記のような症状が現れた場合、ヒューズの切断または不良が疑われます。

- ・ 検出器の電源がオンにならない
- ・ ファンが回転しない

ヒューズを交換するには

必要条件：片方のヒューズのみで切断または不良が疑われる場合でも、ヒューズは両方まとめて交換してください。

1. 検出器の電源をオフにして、電源コードを電源入力モジュールから外します。
2. 検出器の背面パネル上の電源入力モジュールの上部にある、スプリング式ヒューズホルダーの両側をつまみます。最小限の力を加えて、スプリング式ヒューズホルダーを取り外してください。



3. 古いヒューズを取り外して捨てます。
4. 交換用ヒューズのグレードが適したものであることを確認してから、ヒューズをホルダーに取り付け、次にホルダーを電源入力モジュールに取り付けます。ホルダーは、所定の位置でロックされるまでしっかりと挿入します。
5. 電源入力モジュールに、電源コードを接続します。

装置外部のクリーニング

検出器の外部のクリーニングには、水に浸した柔らかい布を用いてください。

スペクトルコントラスト理論

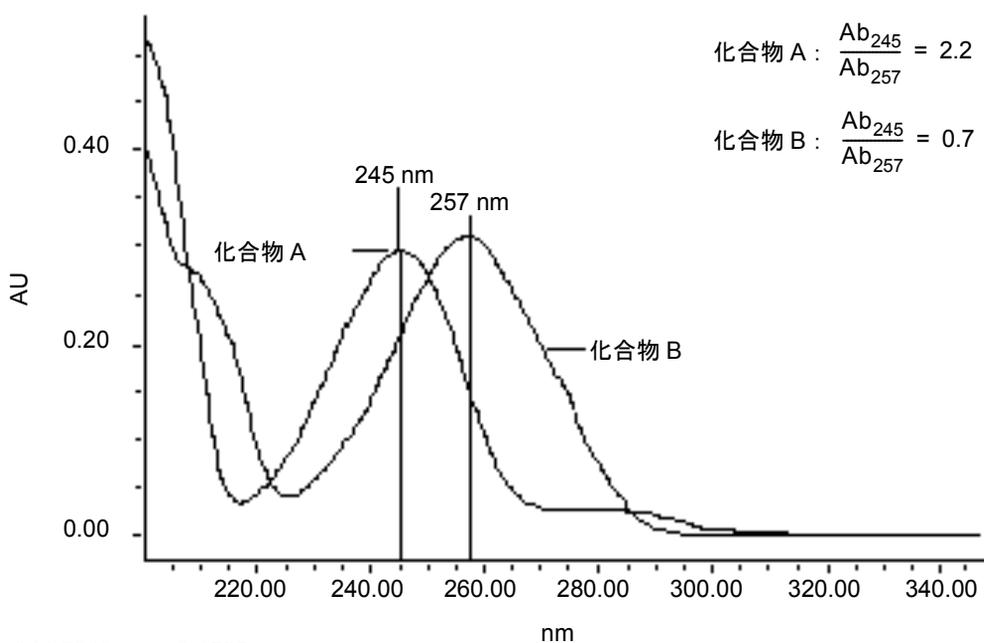
スペクトルコントラストアルゴリズムは、検出器が収集するサンプルの UV/Vis 吸光度スペクトルを比較するための手法です。本章では、アルゴリズムのベースとなっている理論と、吸光度スペクトルの形状の違いを利用する方法について説明します。また、スペクトルコントラストがこれらのスペクトルをベクトルとして表し、これらのベクトル間の違いが同じピーク内の複数の化合物（同時溶出物）の存在により発生したものか、ノイズ、光度測定エラー、溶媒の影響などの適切でない条件から発生したものかを判断する方法も、説明します。

吸光度スペクトルの比較

特定の溶媒および pH 条件で測定した場合、化合物の吸光度スペクトルの形状は化合物に固有のものとなります。測定する波長範囲での UV/Vis 吸光度の変化によって、固有のスペクトル形状が生成されます。

以下の図は、2つの化合物 A および B の吸光度スペクトルを示しています。245 nm での吸光度と 257 nm での吸光度の比は、化合物 A で約 2.2、化合物 B で 0.7 です。この単一波長ペアの吸光度比の比較によって、化合物に関する情報はほとんど得られないことに注意してください。さらに情報を得るために、複数の波長ペアの比を比較する必要があります。

2種類の化合物のスペクトルの比較



ベクトルによるスペクトルの表示

スペクトルコントラストアルゴリズムでは、ベクトルを使用してスペクトルの形状の違いを定量化します。ベースライン補正されたスペクトルをベクトルに変換してから、ベクトル同士を比較します。スペクトルのベクトルには以下の2つの要素があります。

- 長さ – 分析対象物質の濃度に比例します。
- 方向 – すべての波長での分析対象物質の相対吸光度（吸光度スペクトル）によって決定されます。方向は、測定された波長範囲における 1.0AU 未満のピークの濃度には依存しません。

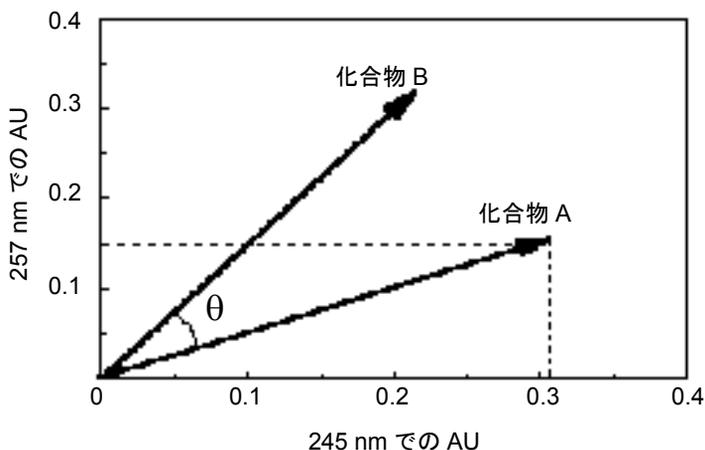
方向は吸光度化合物のスペクトルの関数であるため、ベクトル方向は化合物の識別に寄与します。スペクトルのベクトルが化合物を区別する能力は、スペクトルの解像度によって決まります。波長範囲とスペクトル解像度の両方が増加すると、スペクトルに対するベクトルの精度が高まります。検出器で生成されたベクトルには、190 ~ 500 nm の範囲の吸光度が含まれます。スペクトルの感度を改善するには、解像度を 1.2 nm に設定します。

ヒント: 検出器のノイズを防ぐために、分析対象物の吸収がほとんどないかまったくない波長は含めないでください。

2つの波長から生成されたベクトル

スペクトルコントラストアルゴリズムでは、ベクトルを使用してスペクトルを評価します。ベクトルの原理を理解するために、以下の図の2つのベクトルについて考えます。これらは前の図で示したスペクトルに基づいています。

2つのスペクトルのベクトルのプロット



この図では、各軸は前の図の吸光度比の計算に使用される 2 つの波長の吸光度単位を表します。化合物 A のベクトルの先端は、各軸で表される 2 つの波長での（化合物 A の）吸光度値の交点にあります。もう一方のベクトルは、同様に化合物 B のスペクトルから生成されます。

化合物 B のベクトルは、化合物 A とは異なる方向を指します。スペクトルコントラストアングル (q) で表されるこの差異は、波長 245 nm および 257 nm での 2 つの化合物の吸光度比の差異を反映します。スペクトルコントラストアングルがゼロより大きい場合は、スペクトル間に形状の差があることを示します（55 ページの「[スペクトルコントラストアングル](#)」を参照）。

最終的には、ベクトルの長さは濃度に比例します。

複数の波長から生成されたベクトル

吸光度比が 2 つの波長に限定される場合は、多くの波長の吸光度比を比較する場合よりも、2 つの異なるスペクトルが同じ吸光度比を持つ可能性が高くなります。したがって、スペクトルコントラストアルゴリズムは、複数の波長からの吸光度を使用して n 次元ベクトル空間にベクトルを形成します。ここで、 n はスペクトルからの波長の数です。

2 つのスペクトルを比較するために、スペクトルコントラストアルゴリズムは n 次元空間に各スペクトルのベクトルを形成します。2 つのスペクトルベクトルは、スペクトルコントラストアングルを計算するために数学的に比較されます。

2 つの波長の比較と同様に、 n 次元空間のスペクトルコントラストアングルがゼロの場合は、対応する波長における全ての吸光度比が一致していることを意味します。反対に、比の値が一致しない場合は、対応するベクトルが異なる方向を指していることになります。

スペクトルコントラストアングル

形状が同一のスペクトルは、同じ方向を指すベクトルを持ちます。形状が異なるスペクトルは、異なる方向を指すベクトルを持ちます。2 つのスペクトルの 2 つのベクトル間の角度（スペクトルコントラストアングル）により、スペクトル間の形状の差異の大きさが定量化されます。スペクトルコントラストアングルは、2 つのスペクトルのスペクトルベクトル間の方向の違いを表します。

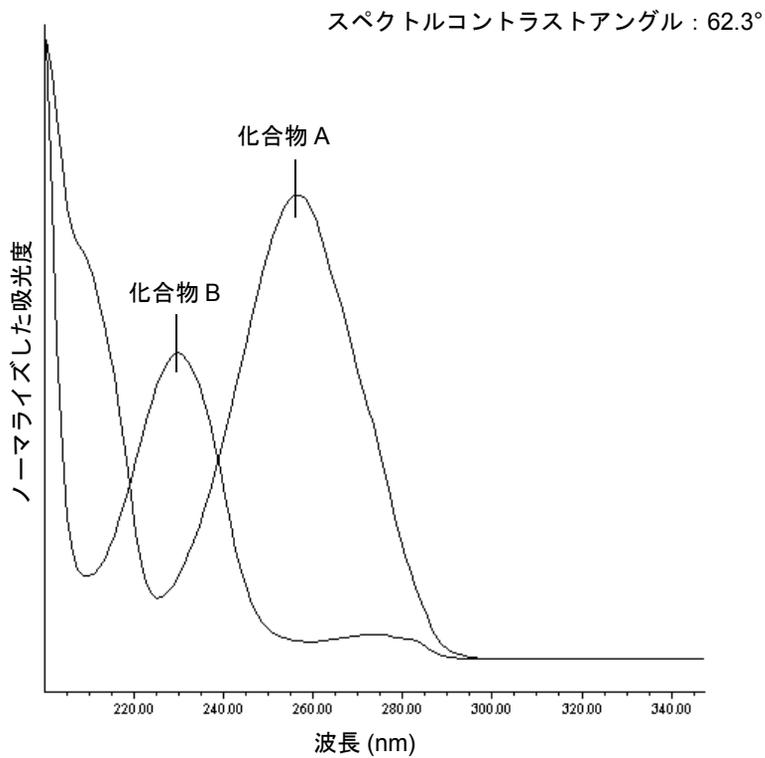
スペクトルコントラストアングルは、 $0^\circ \sim 90^\circ$ で変化します。 0° に近いスペクトルコントラストアングルは、比較されたスペクトル間の形状の違いがほとんどないことを示します。同一スペクトルを比較すると、スペクトルコントラストアングルは完全に 0° になります。最大スペクトルコントラストアングル (90°) は、2 つのスペクトルがどの波長でも重ならないことを示します。

スペクトルコントラストアングルとスペクトル形状の差異の関係を示すために、以下の 3 つの図に示すスペクトルのペアについて考えます。

異なる形状のスペクトル

以下の図では、化合物 A および B の吸光度スペクトルは明らかに異なります。したがって、スペクトルコントラストアングル (62.3°) は大きな値となります。

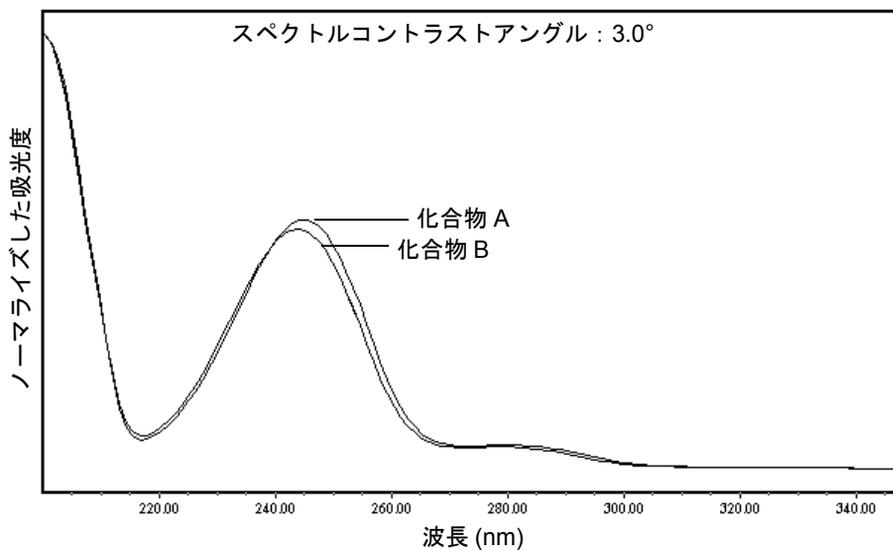
スペクトルコントラストアングル (62.3) が大きいスペクトル



類似する形状のスペクトル

以下の図では、2つの化合物 A および B の吸光度スペクトルが似ています。したがって、スペクトルコントラストアングルは小さな値 (3.0°) になります。

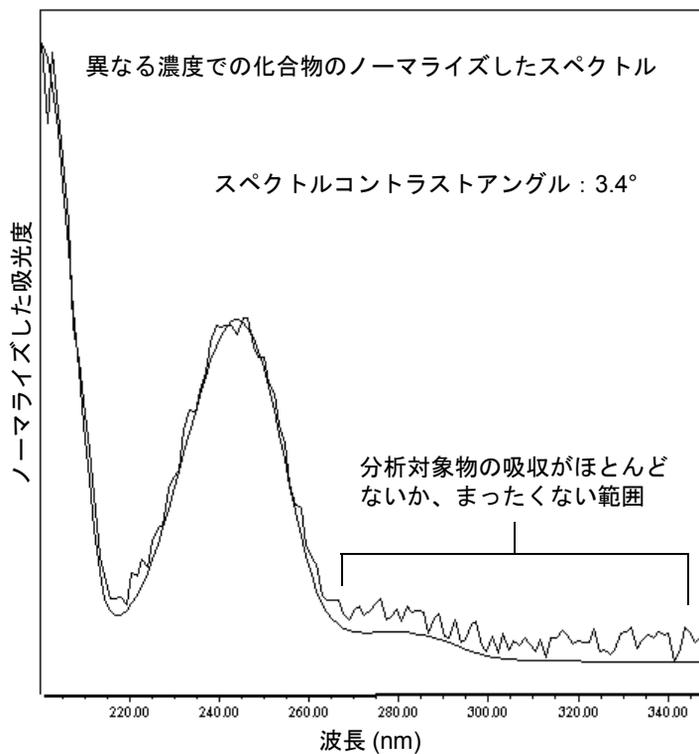
スペクトルコントラストアングルが小さいスペクトル



同一化合物でのスペクトルの違い

異なる化合物の吸光度以外が原因で、吸光度スペクトルにわずかであるが重要な差異が生じる場合があります。たとえば、同じ化合物の複数のスペクトルが、検出器のノイズ、光度測定エラー、高濃度のサンプル、または溶媒条件の変動によりわずかな差異を示すことがあります。たとえば、以下の図のスペクトルは、ある化合物のスペクトル形状に装置ノイズがどのように影響するかを示しています。この影響は、シグナル対ノイズ比が小さい低濃度のピークで発生する可能性が高くなります。同じ化合物のこれらの吸光度スペクトル間のスペクトルコントラストアングルは 3.4° です。

2種類の濃度における化合物の吸光度スペクトル



望ましくない影響

吸光度スペクトル間の形状の違いは、以下の望ましくない影響の1つ以上が原因となっている場合があります。

- 検出器のノイズ
- 高濃度サンプルによる光度測定エラー
- 溶媒組成の変動

これらのスペクトルを変動させる因子により、化学的に純粋なベースライン分離されたピークにおいてスペクトルに小さなレベルで差が出る場合があります。スペクトルコントラストアングルを許容差アングルと比較することで、スペクトルの形状の違いを評価できます（[60 ページの「許容差アングル」](#)を参照）。

検出器のノイズ

静電気および温度の変動は、検出器の吸光度測定に電子的なノイズを加えます。これらのベースラインの変動として発生するノイズは、ベースラインノイズと呼ばれます。静電気および温度の変動を原因とする吸光度の変動の大きさは、クロマトグラムのベースライン領域の装置ノイズから予測できます。

光度測定エラー

高い吸光度（一般に 1 AU 超）では、様々な影響があるために光度測定エラーが起こり、ベールの法則からのわずかな逸脱（約 1%）が起こることがあります。このレベルでの光度測定エラーは、定量化にごくわずかな影響しか与えませんが、スペクトルの差が起こる顕著な原因となることがあります。すべてのスペクトルコントラスト操作に対する光度測定エラーの影響を最小化するには、化合物の最大スペクトル吸光度を 1 AU 未満にする必要があります。移動相の吸光度は、ダイナミックレンジの直線性を各波長での移動相吸光度の量だけ低減することに注意してください。移動相吸光度の例については、[87 ページの「移動相の吸光度」](#)を参照してください。

関連項目：光度測定エラー曲線の影響の詳細については、『*Principles of Instrumental Analysis*』（第 3 版、Douglas A. Skoog、Saunders College Publishing、1985、168 – 172 ページ）を参照してください。

溶媒の変化

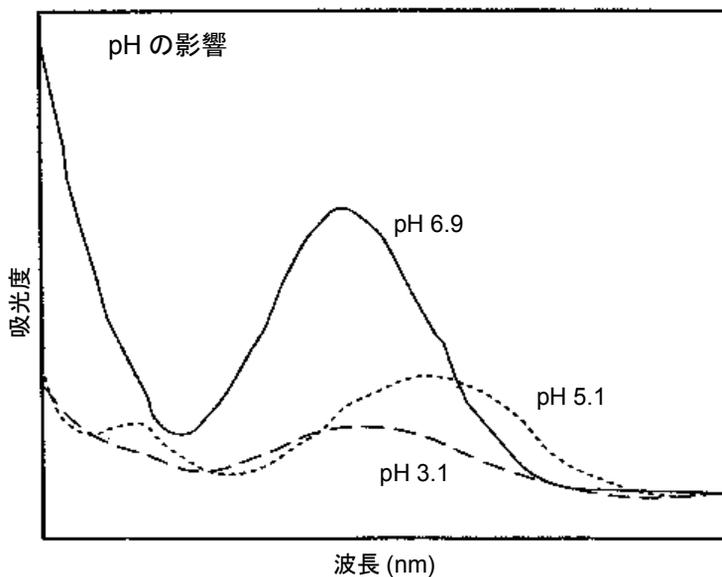
溶媒濃度と組成が変化しないかぎり（アイソクラティック）、溶媒ごとのバックグラウンド吸光度（存在する場合）は一定です。一方、グラジエントで発生するような溶媒の pH または組成の変化は、化合物の固有なスペクトル形状に影響することがあります。（[ページ 60](#) の図を参照）。

許容差アンゲル

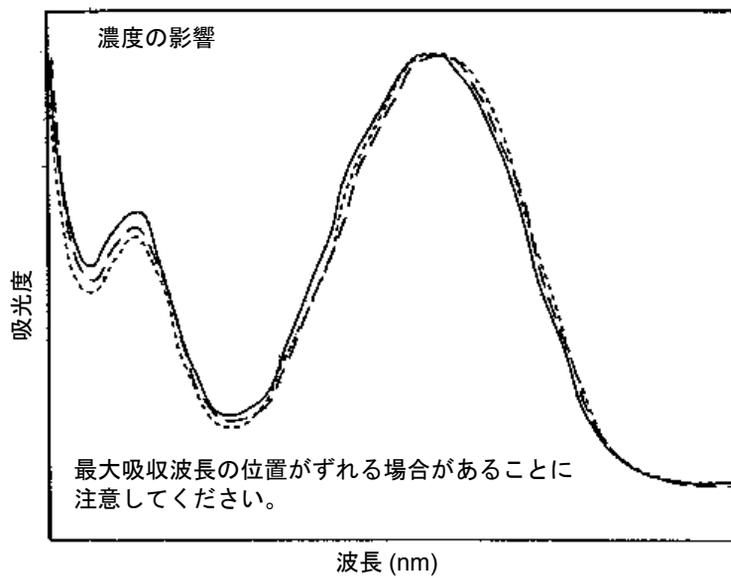
スペクトルコントラストアンゲルの計算に加えて、スペクトルコントラストアルゴリズムでは許容差アンゲルも計算されます。許容差アンゲルは、理論では想定できない現実的な影響を加味した最大スペクトルコントラストアンゲルです。

スペクトルコントラストアンゲルとその許容差アンゲルを比較すると、スペクトル間の形状の違いが本当のものかどうかを判断する役に立ちます。一般に、許容差アンゲルよりもスペクトルコントラストアンゲルが小さい場合は、形状の違いが理想的でない現象のみによるものであり、スペクトル間の差異はないことを示しています。許容差アンゲルよりもスペクトルコントラストアンゲルが大きい場合は、スペクトル間の差異から形状の違いが生じていることを示しています。スペクトルコントラストの比較を自動化する場合は、スペクトルの最大吸光度が 1 AU 以下である必要があります。

p アミノ安息香酸の吸光度スペクトルに対する pH の影響



p アミノ安息香酸の吸光度スペクトルに対する溶媒濃度の影響



エラーメッセージおよびトラブルシューティング

本検出器は、システムの問題のトラブルシューティングをお手伝いするエラーメッセージを提供します。

このセクションでは、下表のエラーメッセージについて説明します。

- 対処が必要なメッセージであり、起動時および運転中に表示されるメッセージも含まれます。
- 電源の再投入が必要なメッセージ。エラーが解決しない場合は **Waters** テクニカルサービス担当者に連絡してください ([31 ページの「Waters テクニカルサービスへの連絡」](#)を参照)。これらのエラーの大部分は起動時に発生します。
- 症状、可能性のある原因、その対処方法の説明など、全般的なトラブルシューティングに関する問題。

起動時のエラーメッセージ

検出器の電源をオンにすると、起動時の診断テストが自動実行されます。これらの診断では検出器の電子システムが正しく動作しているかどうかを確認します。診断項目が1つでも失敗すると、検出器は警告音を鳴らし、エラーメッセージが表示されます。重大なエラーの場合、コントロールパネルとコンソールに「エラー」という単語が表示されます。

ヒント: エラーの可能性を低くするために、フローセルが脱気された吸収のない溶媒（メタノールまたは水）で満たされていること、および前面カバーがしっかり取り付けられていることを確認します。

下表に、起動時、および操作時のエラーのメッセージ、説明、および問題を解決するための推奨する対処法が示されています。メッセージがコンソールログに表示されます。

起動時および操作時のエラーメッセージ

エラーメッセージ	説明	対処法
15-Volt fuse failed (15 ボルトヒューズが故障しています)	ヒューズの故障が検出されました	1. 検出器の電源を入れ直します。 2. Waters テクニカルサービスに連絡してください。
24-Volt fuse failed (24 ボルトヒューズが故障しています)	ヒューズの故障が検出されました	1. 検出器の電源を入れ直します。 2. Waters テクニカルサービスに連絡してください。
Alarm Dsp transfer failed (アラーム DSP の転送に失敗)	デジタルシグナルプロセッサとの電子的通信に失敗。	1. 検出器の電源を入れ直します。 2. それでも問題が解決しない場合は、 Waters テクニカルサービスに連絡してパーソナリティカードを交換してください。

起動時および操作時のエラーメッセージ（続き）

エラーメッセージ	説明	対処法
Command received while initializing. Unable to process. (初期化中にコマンドを受信。処理できません。)	装置の初期化中に、データシステム (Empower、MassLynx、サードパーティ製) が装置と通信しようとしています。	<ol style="list-style-type: none"> 1. データシステムを閉じて、両方のフロントパネル LED が緑色になるまで待ちます (点滅ではなく点灯)。 2. データシステムに再接続または再起動。
Communication error. Possible data point loss. (通信エラー。データポイントを失う可能性。)	データシステム PC またはパーソナリティカードに問題がある可能性。	<ol style="list-style-type: none"> 1. 検出器およびデータシステム PC 両方の電源を入れ直す。 2. 問題が解決されない場合には、Waters テクニカルサービスに連絡してください。
Configuration not found, defaults set (設定が見つかりません。デフォルトに設定)	装置の CPU バッテリーが作業を停止した。	CPU のバッテリーを交換する。
Delta between previous and current timestamp is incorrect (前回と今回のタイムスタンプの差が間違っています)	パーソナリティカードの電子的エラー。	<ol style="list-style-type: none"> 1. 検出器の電源を入れ直します。 2. それでも問題が解決しない場合は、Waters テクニカルサービスに連絡してパーソナリティカードを交換してください。
Ethernet cable disconnected. (Ethernet ケーブルが接続していません。)	Ethernet ケーブルが接続されていません	<ol style="list-style-type: none"> 1. Ethernet ケーブルを接続 (または再接続) する。 2. コントロールパネルまたはコンソールからのコミュニケーションをリセットする。
Flow cell memory device not detected (フローセルメモリデバイスが検出されません)	フローセルと電子的に通信できません	フローセル ID ケーブルを接続します。
Lamp data not found, defaults set (ランプのデータが見つかりません。デフォルトに設定。)	保存されているランプデータは無効です。	検出器の電源を入れ直します。この操作によりエラーが解除されます。

起動時および操作時のエラーメッセージ（続き）

エラーメッセージ	説明	対処法
Lamp energy low (ランプエネルギー低下)	エネルギーレベルが低い。	<ol style="list-style-type: none"> 1. フローセルをきれいにしてフローを作る。 2. ステップ 1 が上手くいかない場合は、ランプを交換する。 3. 問題が解決されない場合には、Waters テクニカルサービスに連絡してください。
Lamp hours counter exceeded (ランプ時間カウンターが超過)	ランプ使用時間が設定の限度を超えました。	ランプを交換します。
Lamp memory device not detected (ランプのメモリデバイスが検出されません)	ランプメモリ装置と電子的に通信できません。	メモリ装置が付随しているランプと交換します。
Leak detector Enabled (リークセンサーが有効)	リークセンサーが有効でした。	情報メッセージ。必要に応じてリークセンサーを有効または無効にする。
Leak detector Disabled (リークセンサーが無効)	リークセンサーが無効でした。	情報メッセージ。必要に応じてリークセンサーを有効または無効にする。
Method not found, defaults set (メソッドが見つかりません。デフォルトに設定。)	保存されているメソッドデータは無効です。	検出器の電源を入れ直します。この操作によりエラーが解除されます。
Serial number was modified (シリアル番号が変更されました。)	装置のシリアル番号がユーザーによって変更されました。	情報メッセージ。何の操作も必要ありません。
Vcc fuse failed (Vcc ヒューズが故障しています)	ヒューズの故障が検出されました。	<ol style="list-style-type: none"> 1. 検出器の電源を入れ直します。 2. Waters テクニカルサービスに連絡してください。

エラーメッセージの回避手順

初期化および操作中、検出器のコントロールパネルには「<Error>」という文字が表示されることあります。この表示は検出器が正しく動作していないことを意味します。

このようなエラーが生じた場合には、以下を確認します。

- ・ フローセルが清潔である。
- ・ 前面ドアがしっかりと閉まっている。

検出器の電源を入れ直します。エラーが解決されない場合には、Waters テクニカルサービスに連絡して下さい。

装置エラーメッセージ

エラーメッセージ	説明	対処法
Both lamp and flow cell memory devices are blank. (ランプもフローセルメモリも共に空です。)	ランプもフローセルメモリもプログラムされていません。	1. 検出器の電源を入れ直します。 2. 問題が解決されない場合には、Waters テクニカルサービスに連絡してください。
Communications with the Dsp failed. Dsp firmware is not running. (DSP とのコミュニケーションが失敗。DSP ファームウェアは実行していません。)	パーソナリティカードの電子的問題。	1. 検出器の電源を入れ直します。 2. 問題が解決されない場合には、Waters テクニカルサービスに連絡してください。
Energy level too low. (エネルギーレベルが低すぎる。)	エネルギーレベルが低すぎる。	1. フローセルをきれいにしてフローを作る。 2. ステップ 1 が上手くいかない場合は、ランプを交換する。 3. 問題が解決されない場合には、Waters テクニカルサービスに連絡してください。
Flow cell memory device not detected. (フローセルメモリデバイスが検出されません。)	フローセルと電子的に通信できません	フローセル ID ケーブルを接続します。

装置エラーメッセージ（続き）

エラーメッセージ	説明	対処法
Flow cell memory device not programmed. (フローセルメモリデバイスがプログラムされていません。)	フローセルメモリデバイスがプログラムされていませんでした。	<ol style="list-style-type: none"> 1. 検出器の電源を入れ直します。 2. 問題が解決されない場合には、Waters テクニカルサービスに連絡してください。
Lamp failure (ランプの故障)	ランプが点灯するべき状態でオフになっている場合に表示されます。	<ol style="list-style-type: none"> 1. ランプのアイコンをチェックします。 2. 検出器の電源を入れ直します。 3. ランプを交換します。
Lamp lighting failure (ランプのライトの故障)	ランプの点灯に失敗した場合に表示されます。	<ol style="list-style-type: none"> 1. 検出器の電源を入れ直します。 2. ランプ電源の接続をチェックします。 3. ランプを交換します。
Lamp memory device not detected. (ランプのメモリデバイスが検出されません。)	ランプと電子的に通信できません	ランプを交換します。
Leak detected (リークが検出された)	検出器の漏れ	ページ 34 の検出器のリークセンサーエラーを解消する手順に従う。
Leak Detector not present (リークセンサーがありません。)	リークセンサーがありません。または接続されていません。	<ol style="list-style-type: none"> 1. リークセンサーを接続する。 2. Waters テクニカルサービスに連絡してください。
Shutter failed to home (シャッターが元に戻りません)	シャッターをホーム位置に復帰できません。	<ol style="list-style-type: none"> 1. フローセルをフラッシュ洗浄します。 2. フローを作る。 3. コントロールパネルまたはコンソールからのコミュニケーションをリセットする。 4. Waters テクニカルサービスに連絡してください。

装置エラーメッセージ（続き）

エラーメッセージ	説明	対処法
Temperature controller A/D failed (温度コントローラ A/D 失敗)	パーソナリティカードの電子的エラー。	Waters テクニカルサービスに連絡して、パーソナリティカードを交換してください。
Temperature sensor hardware fault (温度センサーのハードウェア障害)	センサーエラー。	<ol style="list-style-type: none"> 1. 温度センサーの交換。 2. それでも問題が解決しない場合は、Waters テクニカルサービスに連絡してパーソナリティカードを交換してください。
Thermal controller disabled (温度コントローラが使用できません)	温度コントローラが無効でした。	<ol style="list-style-type: none"> 1. 検出器の電源を入れ直します。 2. Waters テクニカルサービスに連絡してください。
Wavelength outside of allowed range (許可範囲外の波長)	装置メソッドの設定エラー。	<ol style="list-style-type: none"> 1. 装置メソッドを変更する。波長終了が 500nm より低いことを確かめる。
Wavelength verification failure (波長確認失敗)	装置が電源入力開始時の波長確認ステップに失敗。	<ol style="list-style-type: none"> 1. フローを作って装置をリセットする。 2. ステップ 1 が失敗したら、エルビウム計算を実行する。

検出器のトラブルシューティング

検出器のトラブルシューティング

症状	考えられる原因	対処法
Both LEDs unlit (LED が両方とも点灯しない)	電源が入らない	<ol style="list-style-type: none"> 1. 電源コードの接続を確認する。 2. 電力供給用のコンセントを確認する。
	ヒューズの切断 (寿命) または不良	ヒューズを交換する (ページ 52 を参照)。
Change in reference spectrum (レファレンススペクトルが変動)	移動相に気泡または不純物がある	新しい移動相を用意し、十分に脱気する。
	フローセル内に気泡がある	<ul style="list-style-type: none"> • フローセルをリセットして調整する (ページ 40 を参照)。 • フローセルを洗浄するか (ページ 41 を参照)、検出器の廃液用アウトレットに弱い背圧をかける。 • 背圧レギュレータが検出器のアウトレットに接続されていることを確認する。
Communication problems (通信に問題発生)	設定上の問題	Ethernet または MassLynx の設定を確認する。
	不適切または欠陥のある Ethernet ケーブル	そのケーブルをシールド付き Ethernet ケーブルと交換する。
Detector not responding to ACQUITY UPLC Console (ACQUITY UPLC コンソールに検出器が反応しない)	ケーブルの接続不良または断線	ケーブルの接続を確認し、コネクタを確実に締めるか、ケーブルを交換する。
	設定上の問題	Ethernet または MassLynx の設定を確認する。詳細については、Empower または MassLynx オンラインヘルプを参照。
Leak detected (リークが検出された)	検出器の漏れ	ページ 34 の検出器のリークセンサーエラーを解消する手順に従う。

検出器のトラブルシューティング（続き）

症状	考えられる原因	対処法
Shutter failure message (シャッター障害のメッセージ)	シャッターの障害	<ol style="list-style-type: none"> 1. フローセルから気泡を取り除く（ページ 49 を参照）。 2. PDA 検出器の電源をいったん切り、再度投入する。
Solvent in drain line (廃液ラインに溶媒が流れ出る)	フローセルガスケットからの漏れ	フローセルを交換する（ページ 45 を参照）。
	フローセルのインレットおよびアウトレットからのリーク	フィッティングの締め付けが締めすぎまたは緩んでないかを確認し、必要に応じて交換する。
Status light blinks and lamp light is off (ステータスライトが点滅し、ランプが消灯)	検出器は診断テストを実行中	対処は不要。テストが終わるまでお待ちください。
Status light blinks and lamp light is on (ステータスライトが点滅し、ランプが点灯)	起動時の診断テストに失敗	<ul style="list-style-type: none"> • フローセルをリセットして調整する（ページ 40 を参照）。 • フローセルを洗浄する（ページ 41 を参照）。
	フローセルが汚れているためシャッター診断テストが不合格になる	フローセルを洗浄する（ページ 41 を参照）。
	気泡により、フォトダイオードアレイへ到達するエネルギーが不十分	気泡の発生を防止するため、長さが 30 ~ 60 cm (1 ~ 2 フィート)、内径が 0.009 インチ (0.23 mm) のチューブが検出器の廃液用アウトレットに接続されているかチェックする。
	ランプの光量不足	ランプを交換する（ページ 49 を参照）。

安全に関する勧告

Waters の装置には、装置の操作と保守にかかわる隠れた危険性を警告するための危険記号が表示されています。装置の各ユーザーガイドにも危険記号が表記されており、危険の説明と回避方法が記載されています。このセクションでは、Waters の製品全体に適用されるすべての安全記号とその内容について説明します。

警告記号

警告記号は、装置の使用または誤使用に伴う死亡、傷害、または非常に有害な生理的反応の危険性を警告します。Waters 装置の設置、修理、および操作を行うときには、すべての警告に注意してください。Waters では、装置の設置、修理、または操作を行う作業者が安全注意事項に従わなかったために生じる障害について、一切責任を負わないものとします。

作業中の危険警告

以下の警告記号は、装置または装置構成部品の操作・メンテナンスで生じる可能性がある危険を知らせます。このような危険には、火傷、感電、紫外線被曝などが含まれます。

以下の記号が、マニュアルの説明または手順に表示された場合には、それに付随する記述で、その固有の危険性を特定し、防止方法について説明します。



警告：（一般的な危険性。この記号が装置に示されているときは、該当する使用説明書で安全に関する情報について調べてから装置を使用してください。）



警告：（高温表面への接触による火傷の危険性があります。）



警告：（感電する危険性があります。）



警告：（出火の危険性があります。）



警告：（針による刺傷の危険性があります。）

警告：（装置の移動による事故の危険性があります。）



警告：（紫外線照射の危険性があります。）



警告：（腐食性物質に接触する危険性があります。）



警告：（有毒物質にさらされる危険性があります。）



警告：(レーザー光線照射の危険性があります。)



警告：(健康に深刻な悪影響を与える可能性がある生物因子にさらされる危険性があります。)

具体的な警告

以下の警告は、特定装置のユーザーマニュアルに記載されていたり、装置やその構成部品に貼付されたラベルに表示されている場合があります。

破裂に関する警告

この警告は、非金属チューブを装備する Waters の装置に適用されます。



警告：圧力が加えられた非金属（ポリマー）チューブは、破裂する可能性があります。このようなチューブの周囲で作業する場合は、以下の注意事項に留意してください。

- 保護メガネを着用してください。
- 近くにある火を消してください。
- 応力を受けたり折れ曲がっている、あるいは以前そのような状態にあったチューブは使用しないでください。
- 非金属チューブには、テトラヒドロフラン (THF)、硝酸、硫酸など、チューブを損傷する化合物を付着させないでください。
- 塩化メチレンやジメチルスルホキシドなど一部の化合物は非金属チューブを膨張させることがあり、その場合チューブは極めて低い圧力で破裂することに注意してください。

質量分析計の可燃性溶媒に関する警告

この警告は、可燃性溶媒を使用する装置に適用されます。



警告：大量の可燃性溶媒を使用する場合は、密閉された空間での発火の危険性を防ぐため、イオンソースに連続して窒素を流し込む必要があります。

加熱性溶媒を使用する分析では、窒素供給圧が 690 kPa (6.9 bar、100 psi) を絶対的に下回らないようにしてください。また、窒素を供給できなかった場合に LC 溶媒送液が停止するように、LC システムへのガス障害接続が行われていることも確認してください。

質量分析計による感電の危険性

この警告は、Waters のすべての質量分析計に適用されます。



警告：感電防止の観点から、質量分析計の保護パネルは外さないでください。保護パネルで覆われている構成部品をユーザーがメンテナンスすることはできません。

この警告は、運転モード状態にある特定の装置に適用されます。



警告：装置が運転モードのときには、質量分析計の特定の外面が高電圧になることがあります。非致命的な感電防止のために、この高電圧警告記号の付いた領域に触れる場合は、その前に装置が待機モードであることをまず確認してください。

生物学的有害物質に関する警告

この警告は、以下のような生物学的有害物質が含まれる物質を処理する際に使用する Waters 装置に適用されます。人体に悪影響を及ぼす可能性のある生物因子を含む物質。



警告：Waters 装置およびソフトウェアを使用して、感染のおそれのある人体からの生成物、不活性微生物、およびその他の生物学的物質を分析または処理できます。これらの因子からの感染を防止するために、すべての生体液に感染性があることを想定し、優良試験所基準 (GLP) に定められている正しい手順に従い、組織の生物学的有害物質の安全担当者に適切な使用法と取り扱いを相談してください。(米国) 国立衛生研究所 (NIH) 発行、*Biosafety in Microbiological and Biomedical Laboratories* (BMBL) の最新版に具体的な予防措置が掲載されています。

化学的有害物質に関する警告

この警告は、腐食性、有毒性、可燃性、その他のタイプの有害物質を処理できる Waters の装置に適用されます。



警告：Waters 装置を使用して、危険性のある物質を分析または処理できます。これらの物質による事故を防止するために、物質とその危険性をよく理解し、優良試験所基準 (GLP) に従い、組織の安全担当者に適切な使用法と取り扱いを相談してください。米国学術研究会議発行、*Prudent Practices in the Laboratory: Handling and Disposal of Chemicals* の最新版にガイドラインが掲載されています。

注意記号

注意記号は、装置の使用または誤使用により装置を損傷したりサンプルの完全性が損なわれたりすることを示します。次の記号とその内容説明は、装置またはサンプルが損傷するおそれがあることを示す警告の例です。



注意： 損傷を防ぐために、装置のケースのクリーニングに研磨剤や溶媒を使用しないでください。

Waters のすべての装置に適用される警告

本装置を操作する際は、標準の品質管理手順とこのセクションの装置に関するガイドラインに従ってください。



注意： 規制機関から明確な承認を受けずに本装置の変更や改造を行うと、本装置のユーザーとしての承認が無効になる可能性があります。



警告： 圧力のかかったポリマーチューブを扱うときは、注意してください。

- 加圧されたポリマーチューブの付近では、必ず保護メガネを着用してください。
- 近くにある火を消してください。
- 著しく変形した、または折れ曲がったチューブは使用しないでください。
- 非金属チューブには、テトラヒドロフラン (THF) や高濃度の硝酸または硫酸などを流さないでください。
- 塩化メチレンやジメチルスルホキシドは、非金属チューブの膨張を引き起こす場合があります、その場合、チューブは極めて低い圧力で破裂します。



警告： ユーザーは、製造元により指定されていない方法で機器を使用すると、機器が提供している保護が損なわれる場合があるということを承知しているものとします。

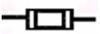


警告： 火災予防のために、ヒューズ交換では機器ヒューズカバー脇のパネルに記載されているタイプおよび定格のヒューズをご使用ください。

電気および取り扱いに関する記号

電気記号

これらの記号は、装置のユーザーマニュアルおよび装置の前面または背面パネルに表示されていることがあります。

	電源オン
	電源オフ
	スタンバイ
	直流
	交流
	接地端子
	フレーム、またはシャーシ、アース
	ヒューズ
	リサイクル記号：自治体の一般廃棄物として処分しないでください。

取り扱いに関する記号

これらの取り扱い関連の記号および関連テキストは、Waters 装置および構成部品の出荷時の外装に添付されたラベルに表示されることがあります。

	天地無用
	湿気厳禁
	ワレモノ注意
	吊り下げ禁止

仕様

このセクションには、ACQUITY UPLC PDA 検出器および ACQUITY UPLC eλPDA 検出器の個別仕様一覧が記載されています。

ACQUITY UPLC PDA 検出器の仕様

物理的仕様

属性	仕様
高さ	20.6 cm (8.1 インチ)
奥行き	61.0 cm (24.0 インチ)
幅	34.3 cm (13.5 インチ)
重量	13.6 kg (30.0 ポンド)

使用環境仕様

属性	仕様
運転温度	4 ~ 40 °C (39.2 ~ 104 °F)
運転時の湿度	<90%、結露しないこと
輸送時および保管時の温度	-30 ~ 60 °C (-22 ~ 140 °F)
輸送時および保管時の湿度	<90%、結露しないこと
音響ノイズ (装置生成)	<58 dBA

電氣的仕様

属性	仕様
保護クラス ^a	クラス I
過電圧カテゴリ ^b	II
汚染レベル ^c	2
湿気防止 ^d	標準 (IPXO)
 線間電圧、公称	接地された AC
電圧範囲	100 VAC ~ 240 VAC、標準

電氣的仕様（続き）

属性	仕様
周波数	50 ~ 60 Hz
ヒューズ	100 ~ 240 VAC、50 ~ 60 Hz、F 3.15 A、250 V FAST BLO、5 × 20 mm (IEC)
消費電力	185 VA、標準

- a. 保護クラス I – 感電を防止するために装置は絶縁されています。クラス I は、充電部（導線）と露出している導電部（金属製パネル）間の単独の絶縁レベルを定義します。露出している導電部は接地システムに接続されます。この接地システムは、電源コードプラグの 3 番目のピン（接地ピン）に接続されます。
- b. 過電圧カテゴリ II – コンセントなどの地域レベルから電力供給を受ける機器に関係があります。
- c. 汚染レベル 2 – 電気回路の汚れの基準で、絶縁耐力または表面抵抗率を減少させる場合があります。レベル 2 は、通常为非導電性の汚れのみを指します。場合によっては、結露によって発生する一時的な導電性も予想されます。
- d. 湿気防止一標準 (IPXO) – IPXO は、漏れや吹き出した水の進入防止対策がないことを意味しています。X は、該当する場合、ほこりに対する保護を表すプレースホルダです。

性能仕様

項目	仕様
データレート	1、2、5、10、20、40、および 80 Hz
デジタルフィルタ	データレートにより可変
デジタル解像度	1.2、2.4、3.6、4.8、6.0、7.2、8.4、9.6、10.8、12.0 nm
ドリフト ^a （ダミーセル）	1000 μ AU/時、1 秒の時定数、230 nm で 30 秒間隔、3.6 nm のデジタル解像度、2 Hz、120 分のウォームアップタイム 環境の安定性： ± 2 °C/時。 分析フローセル条件 0.4 mL/分、10/90 のアセトニトリル/水。
直線性	2.0 AU \leq 5% の偏差、257 nm のプロピルパラベン系列、10 mm の分析フローセル
窒素パージ	光学系ベンチと背面パネルにあるパージフィッティングに接続
ノイズ ^b （3D チャンネル；10 m 分析フローセル）	9 μ AU、ピーク間、1 秒の時定数、230 nm で 30 秒間隔、3.6 nm のデジタル解像度、2 Hz、0.4 mL/min、10/90 のアセトニトリル/水、120 分のウォームアップタイム

性能仕様（続き）

項目	仕様
ノイズ ^b (2D チャンネル ; 10 m 分析フローセル)	6 μ AU、ピーク間、2 秒の時定数、230 nm で 30 秒間隔、3.6 nm のデジタル解像度、2 Hz、0.4 mL/min、10/90 のアセトニトリル/水、120 分のウォームアップタイム、波長の補正 310 nm から 410 nm。
光学解像度	1.2 nm (通常)
オーダーフィルタ	340 nm ~ 500 nm で固定
光検出器	512 フォトダイオードアレイ
波長精度	± 1.0 nm
波長キャリブレーションフィルタ	エルビウムフィルタ、起動時または必要に応じて使用
波長範囲	190 ~ 500 nm
波長再現性	± 0.1 nm

- a. ASTM ドリフトテストには、1 時間の間に 2 °C/時 (3.6 °F/時) 未満の温度変化が必要です。周囲温度が大きく変化すると、大規模なドリフトが発生します。ドリフトの性能向上は、温度変動の制御によって決まります。最高の性能を達成するには、温度変動の頻度と幅を最小限にして 1 °C/時 (1.8 °F/時) 未満にします。1 分以下の乱れは無視できます。
- b. 酸素の影響を 230 nm で最小限に抑えるため、ウェット試験には水/アセトニトリル (90/10) を使用してください。適切な溶媒コンディショニングを施した場合は、水/メタノール (90/10) で代用することもできます。

ACQUITY UPLC e λ PDA 検出器の仕様

物理的仕様

属性	仕様
高さ	20.6 cm (8.1 インチ)
奥行き	61.0 cm (24.0 インチ)
幅	34.3 cm (13.5 インチ)
重量	13.6 kg (30.0 ポンド)

使用環境仕様

属性	仕様
運転温度	4 ~ 40 °C (39.2 ~ 104 °F)
運転時の湿度	<90%、結露しないこと
輸送時および保管時の温度	-30 ~ 60 °C (-22 ~ 140 °F)
輸送時および保管時の湿度	<90%、結露しないこと
音響ノイズ (装置生成)	<58 dBA

電氣的仕様

属性	仕様
保護クラス ^a	クラス I
過電圧カテゴリ ^b	II
汚染レベル ^c	2
湿気防止 ^d	標準 (IPXO)
 線間電圧、公称	接地された AC
電圧範囲	100 VAC ~ 240 VAC、標準
周波数	50 ~ 60 Hz
ヒューズ	100 ~ 240 VAC、50 ~ 60 Hz、F 3.15 A、 250 V FAST BLO、5 × 20 mm (IEC)
消費電力	185 VA、標準

- a. 保護クラス I – 感電を防止するために装置は絶縁されています。クラス I は、充電部 (導線) と露出している導電部 (金属製パネル) 間の単独の絶縁レベルを定義します。露出している導電部は接地システムに接続されます。この接地システムは、電源コードプラグの 3 番目のピン (接地ピン) に接続されます。
- b. 過電圧カテゴリ II – コンセントなどの地域レベルから電力供給を受ける機器に関係があります。
- c. 汚染レベル 2 – 電気回路の汚れの基準で、絶縁耐力または表面抵抗率を減少させる場合があります。レベル 2 は、通常非導電性の汚れのみを指します。場合によっては、結露によって発生する一時的な導電性も予想されます。
- d. 湿気防止一標準 (IPXO) – IPXO は、漏れや吹き出した水の進入防止対策がないことを意味しています。X は、該当する場合、ほこりに対する保護を表すブレースホルダです。

性能仕様

属性	仕様
データレート	1、2、5、10、20、40、および 80 Hz
デジタルフィルタ	データレートにより可変
デジタル解像度	1.2、2.4、3.6、4.8、6.0、7.2、8.4、9.6、10.8、12.0 nm
ドリフト ^a (ダミーセル)	1000 μ AU/時、1 秒の時定数、230 nm で 30 秒間隔、3.6 nm のデジタル解像度、2 Hz、120 分のウォームアップタイム 環境の安定性： ± 2 °C/時。 分析フローセル条件 0.4 mL/分、10/90 のアセトニトリル/水。
直線性	2.0 AU \leq 5% の偏差、257 nm のプロピルパラベン系列、10 mm の分析フローセル
窒素パージ	光学系ベンチと背面パネルにあるパージフィッティングに接続
ノイズ ^b (3D チャンネル；10m 分析フローセル)	9 μ AU、ピーク間、1 秒の時定数、230 nm で 30 秒間隔、3.6 nm のデジタル解像度、2 Hz、0.4 mL/min、10/90 のアセトニトリル/水、120 分のウォームアップタイム
ノイズ ^b (2D チャンネル；10m 分析フローセル)	6 μ AU、ピーク間、2 秒の時定数、230 nm で 30 秒間隔、3.6 nm のデジタル解像度、2 Hz、0.4 mL/min、10/90 のアセトニトリル/水、120 分のウォームアップタイム、波長の補正 310 nm から 410 nm。
光学解像度	1.2 nm (通常)
オーダーフィルタ	固定、370 ~ 800 nm
光検出器	512 フォトダイオードアレイ
波長精度	± 1.0 nm
波長キャリブレーションフィルタ	エルビウムフィルタ、起動時または必要に応じて使用
波長範囲	190 ~ 800 nm
波長再現性	± 0.1 nm

a. ASTM ドリフトテストには、1 時間の間に 2 °C/時 (3.6 °F/時) 未満の温度変化が必要です。周囲温度が大きく変化すると、大規模なドリフトが発生します。ドリフトの性能向上は、温度変動の制御によって決まります。最高の性能を達成するには、温度変動の頻度と幅を最小限にして 1 °C/時 (1.8 °F/時) 未満にします。1 分以下の乱れは無視できます。

b. 酸素の影響を 230 nm で最小限に抑えるため、ウェット試験には水/アセトニトリル (90/10) を使用してください。適切な溶媒コンディショニングを施した場合は、水/メタノール (90/10) で代用することもできます。

溶媒の取り扱い時の注意



警告：薬品による事故を防止するため、システムの操作、溶媒の取り扱い、または配管類の交換にあたっては、必ず優良試験所基準 (GLP) を遵守してください。製品安全データシート (MSDS) で、使用している溶媒について確認してください。

はじめに

汚染防止

汚染防止に関する情報については、Waters の Web サイト (www.waters.com) の『*Controlling Contamination in Ultra Performance LC/MS and HPLC/MS Systems*』 (品番 715001307) を参照してください。

清浄な溶媒

清潔な溶媒を使うことで、再現性のある分析結果が得られ、装置のメンテナンスの必要性が最小限に抑えられます。

不純物を含む溶媒はベースラインノイズやドリフト、溶媒ボトルのフィルタ、インレットフィルタおよびキャピラリチューブの詰まりの原因となる可能性があります。

溶媒の品質

最良の結果を得るには MS グレードの溶媒を使用してください。少なくとも HPLC グレード以上の溶媒を使用する必要があります。適切なメンブランフィルタで溶媒をろ過してください。

推奨事項：メンブランフィルタの製造元および供給会社の推奨する溶媒を選択するようにしてください。

溶媒の調製

事前のろ過処理など、溶媒の調製を正しく行っておくことは、各種の送液関連のトラブル防止につながります。

推奨事項：細菌の繁殖を抑制するために、褐色ガラス容器を使用してください。

水

高純度水精製装置によって精製された水を必ず使用してください。水のろ過機能がない場合は、使用前に 0.45 μm メンブランフィルタでろ過を行ってください。



注意：100% 水を使用すると、細菌が繁殖する恐れがあります。100% 水の溶液は毎日交換することをお勧めします。少量の有機溶媒 (~10%) を添加することで、細菌の繁殖を防げます。

バッファ（緩衝液）の使用

水溶性バッファの pH を調整します。バッファをろ過して不溶物を除去し、次に適切な有機溶媒と混合します。バッファの使用後は、システム容量の最低 5 倍量の HPLC グレードの蒸留水または脱イオン水を用いてウェットプライムを実施し、ポンプからバッファを洗い流してください。

システムを 1 日以上シャットダウンしておく場合は、細菌の繁殖防止用に、20% メタノール/水溶液を用いてポンプを洗浄してください。



注意：バッファによっては、質量分析計で使用できないものもあります。使用できるバッファについては、装置に付属しているマニュアルを参照してください。

ヒント：塩の析出を防止するため、不揮発性バッファの濃度は 100 mM を超えないようにしてください。

バッファ溶媒

バッファを用いる場合は、高品質の試薬を選択し、0.2 μm メンブレンフィルタで試薬をろ過してください。

推奨事項：細菌の繁殖を抑えるためには、100% 水溶性移動相を毎日交換します。

関連項目：『*Controlling Contamination in Ultra Performance LC/MS and HPLC/MS Systems*』（品番 715001307）。

溶媒の混和性

溶媒を交換する際には、事前に下記のテーブルを参照して、使用する溶媒の混和性について確認してください。溶媒の変更時には、以下の点に注意してください。

- 変更する 2 つの溶媒間に混和性がある場合は、そのまま変更できます。混和性のない 2 つの溶媒間で変更する場合（たとえばクロロホルムから水への変更）は、中間溶媒（イソプロパノールなど）が必要です。
- 溶媒の混和性には、温度も関係します。分析を高温で実施する場合は、高温が溶媒の溶解性に与える影響を考慮してください。
- 水に溶解しているバッファは、有機溶媒と混合した際に析出することがあります。

強バッファを有機溶媒に置換する場合は、蒸留水を用いてフラッシュ洗浄してから、有機溶媒に置換してください。

溶媒の混和性

極性インデックス	溶媒	粘度 CP、 20 °C	沸点 °C (1 atm)	混和性番号 (M)	λ カット オフ (nm)
-0.3	N-デカン	0.92	174.1	29	—
-0.4	イソオクタン	0.50	99.2	29	210
0.0	N-ヘキサン	0.313	68.7	29	—
0.0	シクロヘキサン	0.98	80.7	28	210
1.7	ブチルエーテル	0.70	142.2	26	—
1.8	トリエチルアミン	0.38	89.5	26	—
2.2	イソプロピルエーテル	0.33	68.3	—	220
2.3	トルエン	0.59	100.6	23	285
2.4	P-キシレン	0.70	138.0	24	290
3.0	ベンゼン	0.65	80.1	21	280
3.3	ベンジルエーテル	5.33	288.3	—	—
3.4	塩化メチレン	0.44	39.8	20	245
3.7	塩化エチレン	0.79	83.5	20	—
3.9	ブチルアルコール	3.00	117.7	—	—
3.9	ブタノール	3.01	177.7	15	—
4.2	テトラヒドロフラン	0.55	66.0	17	220
4.3	酢酸エチル	0.47	77.1	19	260
4.3	1-プロパノール	2.30	97.2	15	210
4.3	2-プロパノール	2.35	117.7	15	—
4.4	酢酸メチル	0.45	56.3	15, 17	260
4.5	メチルエチルケトン	0.43	80.0	17	330
4.5	シクロヘキサノン	2.24	155.7	28	210
4.5	ニトロベンゼン	2.03	210.8	14, 20	—
4.6	ベンゾニトリル	1.22	191.1	15, 19	—
4.8	ジオキサン	1.54	101.3	17	220
5.2	エタノール	1.20	78.3	14	210
5.3	ピリジン	0.94	115.3	16	305

溶媒の混和性（続き）

極性インデックス	溶媒	粘度 CP、 20 °C	沸点 °C (1 atm)	混和性番号 (M)	λ カット オフ (nm)
5.3	ニトロエタン	0.68	114.0	—	—
5.4	アセトン	0.32	56.3	15, 17	330
5.5	ベンジルアルコール	5.80	205.5	13	—
5.7	メトキシエタノール	1.72	124.6	13	—
6.2	アセトニトリル	0.37	81.6	11, 17	190
6.2	酢酸	1.26	117.9	14	—
6.4	ジメチルホルムアミド	0.90	153.0	12	—
6.5	ジメチルスルホキシド	2.24	189.0	9	—
6.6	メタノール	0.60	64.7	12	210
7.3	ホルムアミド	3.76	210.5	3	—
9.0	水	1.00	100.0	—	—

混和性番号の使用法

混和性番号（M 番号）は、液体の標準溶媒に対する混和性を予測する際に使用します（82 ページの「溶媒の混和性」を参照）。

2 つの液体の混和性を推測するには、大きい方の M 数の値から小さい方の M 数の値を引き算します。

- M 数の差が 15 以下である 2 つの液体は、温度 15 °C (59 °F) の条件下において、任意の比率で混合できます。
- 差が 16 の場合は、25 °C ~ 75 °C (77 ~ 167 °F) の範囲で混和性があり、50 °C (122 °F) が最適温度となります。
- 差が 17 以上の場合、2 つの液体は混和性がないか、または 75 °C (167 °F) 以上で混合できます。

溶媒の中には、親油性の度合いが両極端にある溶媒に対して、非混和性を示すものもあります。こうした溶媒には、2 通りの M 数が与えられています。

- 1 番目の番号は常に 16 より小さい値であり、これは高親油性溶媒との混和性を示します。
- 2 番目の番号は、逆端に対する値です。この両者の値の差が大きい液体は、非常に限られた混和性しか持ちません。

たとえば、フルオロカーボン（フッ化炭素）類の中には、すべての標準溶媒と非混和性を示すものがあり、これらの M 数は 0 および 32 です。また 2 つの M 番号をもつ液体同士は、通常相互に混和し合います。

M 数の体系では、一連の標準溶媒に対する混和性をテストすることで個々の液体を分類しています。その後、混和性のカットオフポイントに対して、15 単位を補正項として加算または減算しています。

波長の選択

このセクションでは以下の UV カットオフ範囲を示します。

- 一般的な溶媒
- 一般的な混合移動相
- 発色団

一般の溶媒に対する UV カットオフ

下表は、一部の一般的なクロマトグラム用溶媒の UV カットオフ値（溶媒の吸光度が 1 AU と等しくなる波長）をまとめたものです。カットオフの近傍またはカットオフより低い波長で計測を行うと、溶媒の吸光度に起因してベースラインノイズが増加します。

一般的なクロマトグラフィ溶媒における UV カットオフの波長

溶媒	UV カットオフ (nm)	溶媒	UV カットオフ (nm)
1-ニトロプロパン	380	エチレングリコール	210
2-プトキシエタノール	220	イソオクタン	215
アセトン	330	イソプロパノール	205
アセトニトリル	190	塩化イソプロピル	225
アミルアルコール	210	イソプロピルエーテル	220
塩化アミル	225	メタノール	205
ベンゼン	280	酢酸メチル	260
二硫化炭素	380	メチルエチルケトン	330
四塩化炭素	265	メチルイソブチルケトン	334
クロロホルム	245	塩化メチレン	233
シクロヘキサン	200	n-ペンタン	190
シクロペンタン	200	n-プロパノール	210
ジエチルアミン	275	n-塩化プロピル	225

一般的なクロマトグラフィ溶媒における UV カットオフの波長（続き）

溶媒	UV カットオフ (nm)	溶媒	UV カットオフ (nm)
ジオキサン	215	ニトロメタン	380
エタノール	210	石油エーテル	210
酢酸エチル	256	ピリジン	330
エチルエーテル	220	テトラヒドロフラン	230
硫化エチル	290	トルエン	285
二塩化エチレン	230	キシレン	290

移動相混合液

下表は、その他の溶媒、バッファ、界面活性剤、移動相でのカットオフ波長の近似値を示したものです。溶媒の濃度については、最もよく使用される値を掲載しています。他の濃度の吸光度を使用する場合は、吸光度は濃度に比例するため、ベールの法則を用いて近似値を算定してください。

移動相のカットオフ波長

移動相	UV カットオフ (nm)	移動相	UV カットオフ (nm)
酢酸、1%	230	塩化ナトリウム、1M	207
酢酸アンモニウム、10 mM	205	クエン酸ナトリウム、10 mM	225
重炭酸アンモニウム、10 mM	190	ドデシル硫酸ナトリウム	190
BRIJ 35、0.1%	190	ギ酸ナトリウム、10 mM	200
CHAPS、0.1%	215	トリエチルアミン、1%	235
リン酸二アンモニウム、50 mM	205	トリフルオロ酢酸、0.1%	190
エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム、1 mM	190	TRIS HCl、20 mM、pH 7.0、pH 8.0	202, 212
HEPES、10 mM、pH 7.6	225	Triton-X™ 100、0.1%	240
塩化水素（塩酸）、0.1%	190	Waters PIC® 試薬 A、1 バイアル/リットル	200
MES、10 mM、pH 6.0	215	Waters PIC 試薬 B-6、1 バイアル/リットル	225

移動相のカットオフ波長（続き）

移動相	UV カットオフ (nm)	移動相	UV カットオフ (nm)
リン酸水素ナトリウム 一塩基、10 mM 二塩基、10 mM	190 190	Waters PIC 試薬 B-6、 低 UV、1 パイアルリットル	190
酢酸ナトリウム、10 mM	205	Waters PIC 試薬 D-4、 1 パイアルリットル	190

発色団検出のための波長選択

光を選択的に吸収する大部分の化合物には、特定の官能基があります。これらは発色団と呼ばれ、サンプル分子の検出を分類するために用いることができます。サンプルでの多様性により、特定の用途での最適な波長を求めるために、波長範囲のスキャンを推奨いたします。

関連項目：溶媒の推奨事項、一般的な溶媒の特性、溶媒の安定剤、および溶媒の粘度の詳細については、ACQUITY UPLC システムマニュアル CD または CQUITY UPLC H-Class システムマニュアル CD を参照してください。

移動相の吸光度

このセクションでは一般的に用いられている移動相について、各種の波長に対する吸光度を一覧表示します。ベースラインノイズを抑制するには、慎重に移動相を選択する必要があります。

アプリケーションに最適な移動相には、選択した検出波長では吸収がありません。そのような移動相を選択すると、計測されるすべての吸光度はサンプルの物性のみ起因したものととなります。また移動相の吸光度の影響としては、「オートゼロ」機能で排除される吸光度の分だけ、検出器のダイナミックレンジの直線性が損なわれる点が挙げられます。吸光度には、移動相の波長、pH、および濃度が関与します。以下の表は、複数の移動相の値を例示したものです。

空気および水に対して測定した移動相の吸光度

	特定の波長 (nm) における吸光度									
	200	205	210	215	220	230	240	250	260	280
溶媒										
アセトニトリル	0.05	0.03	0.02	0.01	0.01	<0.01	—	—	—	—
メタノール (未脱気)	2.06	1.00	0.53	0.37	0.24	0.11	0.05	0.02	<0.01	—
メタノール (脱気済み)	1.91	0.76	0.35	0.21	0.15	0.06	0.02	<0.01	—	—
イソプロパノール	1.80	0.68	0.34	0.24	0.19	0.08	0.04	0.03	0.02	0.02
安定剤を含まない テトラヒドロフラン (THF、新品)	2.44	2.57	2.31	1.80	1.54	0.94	0.42	0.21	0.09	0.05
安定剤を含まない テトラヒドロフラン (THF、開封済)	>2.5	>2.5	>2.5	>2.5	>2.5	>2.5	>2.5	>2.5	2.5	1.45
酸および塩基										
酢酸、1%	2.61	2.63	2.61	2.43	2.17	0.87	0.14	0.01	<0.01	—
塩化水素 (塩酸)、 0.1%	0.11	0.02	<0.01	—	—	—	—	—	—	—
リン酸、0.1%	<0.01	—	—	—	—	—	—	—	—	—
トリフルオロ酢酸	1.20	0.78	0.54	0.34	0.22	0.06	<0.02	<0.01	—	—
リン酸二アンモニウム、 50 mM	1.85	0.67	0.15	0.02	<0.01	—	—	—	—	—
トリエチルアミン、 1%	2.33	2.42	2.50	2.45	2.37	1.96	0.50	0.12	0.04	<0.01
バッファおよび塩										
酢酸アンモニウム、 10 mM	1.88	0.94	0.53	0.29	0.15	0.02	<0.01	—	—	—
重炭酸アンモニウム、 10 mM	0.41	0.10	0.01	<0.01	—	—	—	—	—	—

空気および水に対して測定した移動相の吸光度（続き）

	特定の波長 (nm) における吸光度									
	200	205	210	215	220	230	240	250	260	280
エチレンジアミン 四酢酸二ナトリウム、 ジソジウム、 1 mM	0.11	0.07	0.06	0.04	0.03	0.03	0.02	0.02	0.02	0.02
HEPES、10 mM、 pH 7.6	2.45	2.50	2.37	2.08	1.50	0.29	0.03	<0.01	—	—
MES、10 mM、 pH 6.0	2.42	2.38	1.89	0.90	0.45	0.06	<0.01	—	—	—
リン酸カリウム、 一塩基 (KH ₂ PO ₄)、 10 mM	0.03	<0.01	—	—	—	—	—	—	—	—
リン酸カリウム、 二塩基、 (K ₂ HPO ₄)、10 mM	0.53	0.16	0.05	0.01	<0.01	—	—	—	—	—
酢酸ナトリウム、 10 mM	1.85	0.96	0.52	0.30	0.15	0.03	<0.01	—	—	—
塩化ナトリウム、 1 M	2.00	1.67	0.40	0.10	<0.01	—	—	—	—	—
クエン酸ナトリウム、 10 mM	2.48	2.84	2.31	2.02	1.49	0.54	0.12	0.03	0.02	0.01
ギ酸ナトリウム、 10 mM	1.00	0.73	0.53	0.33	0.20	0.03	<0.01	—	—	—
リン酸ナトリウム、 100 mM、pH 6.8	1.99	0.75	0.19	0.06	0.02	0.01	0.01	0.01	0.01	<0.01
トリス HCl、 20 mM、pH 7.0	1.40	0.77	0.28	0.10	0.04	<0.01	—	—	—	—
トリス HCl、 20 mM、pH 8.0	1.80	1.90	1.11	0.43	0.13	<0.01	—	—	—	—

空気および水に対して測定した移動相の吸光度（続き）

	特定の波長 (nm) における吸光度									
	200	205	210	215	220	230	240	250	260	280
Waters® PIC® 試薬										
PIC A、 1 バイアル/L	0.67	0.29	0.13	0.05	0.03	0.02	0.02	0.02	0.02	<0.01
PIC B6、 1 バイアル/L	2.46	2.50	2.42	2.25	1.83	0.63	0.07	<0.01	—	—
PIC B6、低UV、 1 バイアル/L	0.01	<0.01	—	—	—	—	—	—	—	—
PIC D4、 1 バイアル/L	0.03	0.03	0.03	0.03	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.01
界面活性剤										
BRIJ 35、1%	0.06	0.03	0.02	0.02	0.02	0.01	<0.01	—	—	—
CHAPS、0.1%	2.40	2.32	1.48	0.80	0.40	0.08	0.04	0.02	0.02	0.01
SDS、0.1%	0.02	0.01	<0.01	—	—	—	—	—	—	—
Triton® X-100、0.1%	2.48	2.50	2.43	2.42	2.37	2.37	0.50	0.25	0.67	1.42
Tween™ 20、0.1%	0.21	0.14	0.11	0.10	0.09	0.06	0.05	0.04	0.04	0.03

索引

数字

2次フィルタ 15

E

Ethernet 接続、実行 23

I

I/O シグナルコネクタ、検出器 24

L

LED

電源 27

モニター 27

ランプ 27, 28

W

Waters テクニカルサービスへの連絡 16

Waters テクニカルテクニカルサービス、問い合わせ 16

あ

安全に関する勧告 70

安全に関する注意事項、メンテナンス 32

暗電流 11

い

移動相、波長 87

う

運転仕様 77

え

エラー

起動 62

重大 65

エラーメッセージ 62-65

お

オートゼロコントロール 29

汚染、防止 45, 81, 82

か

界面活性剤 90

概要

検出器 1

化学的有害物質に関する警告 72

可燃性溶媒 71

環境仕様 76, 79

き

記号

警告 70

注意 73

電気 74

取り扱い 75

気泡を取り除く、フローセルから 49

吸光度

検出器の計算 10

光度測定エラー 59

最大 59

重大なエラーによる停止 65

スペクトル、比較 53

吸光度画面

エラーメッセージ 65

許容差アングル 59

く

クリーニング、フローセル 41

け

警告記号 70, 73

検出器

I/O シグナルコネクタ 24

暗電流 11

概要 1

起動 25

吸光度の計算 10

コントロールパネル、使用 28

シグナルコネクタ 24

仕様

運転 77

洗浄 33
電源 LED 27
トラブルシューティング 68-69
取り付け 17
配管 18
ヒューズ、交換 52
フォトダイオードアレイの概要 7
フローセル
 気泡を取り除く 49
フローセル、交換 46
ランプ 27
 LED 28
 オン/オフコントロール 28
 交換 49
 取り付け 51
 取り外し 49
 冷却時間 50
レファレンススペクトル 11

こ

交換

 ヒューズ 52
 フローセル 46
 ランプ 49

光度測定エラー 59

コントロールパネル、検出器 28

さ

最大吸光度 59

酸 88

し

システム

 シャットダウン 29, 30
 セットアップ 16

システム酸クレンジング洗浄、実施 44

質量分析計による感電の危険性 72

自動2次フィルタ 15

自動露出パラメータ 9

試薬 90

シャットダウン

 24時間以上 30
 24時間未満 29

純度アングル、光度測定エラーの影響 59
仕様

 環境 76, 79

 性能 80

 電気 76, 79

 物理 76, 78

診断テスト

 失敗 62

す

スペアパーツ 32

スペクトル

 同じ形状 57

 異なる形状 56

 差 58

 スペクトル形状の違い 59

 生成されたベクトル 55

 ベクトル 54

スペクトルコントラスト

 スペクトル形状の違い 59

 生成されたベクトル 55

 アングル 55

 ベクトル 54

スペクトルマッチ、スペクトル形状の違い
59

せ

背圧レギュレータ 21

 説明 18

 ピクチャ 21

生成されたベクトル 55

性能仕様 80

生物学的有害物質に関する警告 72

接続

 Ethernet、実行 23

 電源 25

洗浄、検出器のフローセル 26, 33

そ

装置に関するガイドライン 73

装置メソッド

 自動露出パラメータ 9

 露出時間パラメータ 9

た

多重検出器のドリフトトレイ、設置 22

ち

注意記号 73

て

データ、フィルタリング 13

データ取り込み

自動露出パラメータ 9

露出時間パラメータ 9

電気記号 74

電氣的仕様 76, 79

電源、完全に切る 30

電源、接続 25

電源を入れる 25

と

動作原理 4-14

動作の理論 4-14

トラブルシューティング

検出器 68-69

取り扱いに関する記号 75

取り込み

自動露出パラメータ 9

露出時間パラメータ 9

取り付け

検出器 17

多重検出器のドリフトトレイ 22

ランプ 51

ドリップマネージメントシステム、正しい

配置 17

取り外し

フローセル、検出器 47

ランプ 49

の

ノイズの影響 59

ノイズのフィルタリング 13

望ましくない影響、形状の違い 59

は

廃液出口 17

配管 18

破損、レポート 16

波長

移動相の吸光度 87

生成されたベクトル 55

選択 85-87

バッファ溶媒 82

破裂に関する警告 71

ひ

ヒューズ、交換 52

ふ

フィルタ

2次 15

ノイズ 13

フォトダイオードアレイ 7

物理的仕様 76, 78

フローセル

クリーニング 41

検出器

気泡を取り除く 49

交換 46

光誘導型、原理 4

汚れ 41

へ

ベールの法則 3, 59

ベクトル

スペクトルコントラスト 54

スペクトル、表現 54

複数の波長からの生成 55

ま

マッチアングル、光度測定エラーの影響 59

め

メジアンベースラインフィルタ 15

メンテナンス

安全に関する注意事項 32

注意事項 32

リークセンサー 34

も

モニター、システム装置 LED 27

よ

溶媒

UV カットオフ 85-87

一般的注意 81-82

混和性 82-85

調製 81

バッファ 82

品質についてのガイドライン 81

溶媒アングル、光度測定エラーの影響 59

溶媒の混和性 82-85

溶媒の変化 59

汚れたフローセル 41

ら

ランプ

LED 28

オン/オフコントロール 28

交換 49

取り付け 51

取り外し 49

り

リークセンサー

交換 38

メンテナンス 34

リセットコントロール、検出器 29

れ

レギュレータ、背圧 21

レファレンススペクトル 11

ろ

露出時間パラメータ 9