

2475 マルチ λ 蛍光検出器

概要およびメンテナンスガイド

715004756JA/リビジョン A

Waters

THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.®

Copyright © Waters Corporation 2015
All rights reserved

一般情報

著作権情報

©2015 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承諾なしでは、いかなる形でも本書の全部または一部を複製することはできません。

本書の内容は、予告なしに変更される場合があります。当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。本書は、発行時点において完全で正確なものと確信しております。本書の使用に関連する、または使用から発生する偶発的または間接的な損害に対して、いかなる場合も当社は責任を負うものではありません。本書の最新版については、Waters の Web サイト (waters.com) を参照してください。

商標

ACQUITY、Alliance、「THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.」、Waters Quality Parts、および Waters は、Waters Corporation の登録商標です。ACQUITY Arc、Empower、LAC/E、および MassLynx は Waters Corporation の商標です。

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

Windows、および Windows NT は Microsoft Corporation の登録商標です。

他の登録商標または商標は、個々の所有者に権利があります。

お客様のご意見について

本書の誤りや、本書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。お客様がこのドキュメントに対するご要望をより良く理解し、今後もこのドキュメントの正確さと使いやすさを向上してい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、真摯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、または輸送、取り外し、および廃棄に関する技術的な質問は、Waters までお問い合わせください。インターネット、電話、または手紙でお問い合わせください。

Waters のお問い合わせ先情報

お問い合わせ方法	情報
インターネット	世界各国の Waters へのお問い合わせについては、Waters の Web サイトをご覧ください。www.waters.com をご覧ください。
電話およびファックス番号	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
郵送	日本ウォーターズ株式会社 グローバルサポートサービス 〒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 の装置および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、または放射線学的な危険性（またはこれらの組み合わせ）を引き起こすものがあります。使用するすべての物質に対して、潜在する有害な影響を把握していただく必要があります。必ず優良試験所基準 (GLP) に従い、所属する組織の標準操作手順を参照してください。

危険標識記号に関する通知



記号が使われているあらゆる場合に、文書を参照して、危険を引き起こす可能性がある原因の本質および実施する必要があるアクションを明確にする必要があります。

2475 マルチ入蛍光検出器に固有の注意事項

電源コードの交換に関する危険性



警告：感電を防止するため、米国では SVT 型、ヨーロッパでは HAR 型（またはそれ以上）の電源コードを使用してください。主電源コードは、適切な定格のものとのみ交換してください。その他の国で使用するコードについては、各国の Waters 代理店にお問い合わせください。

FCC 放射線放出に関する通知

規制機関から明確な承認を受けずに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。この装置は FCC 規則のパート 15 に適合しています。このデバイスの操作は、以下の 2 つの条件の対象となります。(1) このデバイスが有害な干渉の原因とならないこと、(2) このデバイスが、望ましくない動作の原因となる干渉を含め、いかなる干渉も許容すること。

電源の安全性に関する通知

電源コードの接続を外しにくい位置に、装置を置かないでください。

装置の誤使用に関する通知

装置がメーカーによって指定されていない方法で使用される場合、装置の設計に固有の人身傷害に対する保護が無効になることがあります。





安全に関する勧告








警告および注意の総合一覧については、[付録 A](#) を参照してください。

この装置の操作

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
	製造者
	製造日
	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を公式に表明します

記号	定義
 または ABN 49 065 444 751 	オーストラリアの EMC に準拠しています
	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を公式に表明します
	使用方法を参照してください
	交流
	この記号が付いている電気および電子機器には有害物質が含まれていることがあり、一般廃棄物として廃棄してはなりません。廃電気・電子製品に関する欧州連合の指令 (WEEE) 2012/19/EU に準拠するための正しい廃棄とリサイクル手順については、Waters Corporation にお問い合わせください。
	シリアル番号
	部品番号およびカタログ番号

対象読者および目的

本書は、2475 マルチ λ 蛍光検出器の設置、運転、および保守を行う担当者を対象にしています。

2475 マルチ λ 蛍光検出器の使用目的

2475 マルチ λ 蛍光検出器は、高速液体クロマトグラフィー (HPLC) アプリケーションでサンプルを分析するために設計されました。2475 マルチ λ 蛍光検出器は、診断アプリケーションでの使用を目的としたものではありません。

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、標準的な試料、および標準的でない試料の全範囲を含むように設定してください。

品質管理

通常よりも低い濃度、通常濃度、および通常よりも高い濃度の化合物を代表する 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。サンプルトレイが同じまたは非常に似ている場合は、QC サンプルのトレイ内の位置を変えます。QC サンプル結果が許容範囲内であることを確認し、毎日および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。装置が適切に機能していることが確認できるまで、これらのデータをレポートしないでください。

EMC に関する注意事項

カナダ - スペクトル管理エミッション通知

このクラス A デジタル装置は Canadian ICES-001 に準拠しています。

Cet appareil numérique de la classe A est conforme à la norme NMB-001.

ISM 分類 : ISM グループ 1 クラス B

この分類は、IEC 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 の製品は、意図的に生成および/または使用される、装置の内部機能に必要な導電結合無線周波エネルギーに、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
Stamford Avenue
Altrincham Road
Wilmslow SK9 4AX UK

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ー (Quality manager)

目次

一般情報	iii
著作権情報	iii
商標	iii
お客様のご意見について	iii
Waters へのお問い合わせ	iv
安全に関する注意事項	iv
危険標識記号に関する通知	iv
2475 マルチ λ 蛍光検出器に固有の注意事項	iv
FCC 放射線放出に関する通知	v
電源の安全性に関する通知	v
装置の誤使用に関する通知	v
安全に関する勧告	v
この装置の操作	v
適用される記号	v
対象読者および目的	vi
2475 マルチ λ 蛍光検出器の使用目的	vi
キャリブレーション	vi
品質管理	vii
EMC に関する注意事項	vii
カナダ - スペクトル管理エミッション通知	vii
ISM 分類 : ISM グループ 1 クラス B	vii
EC の認定代理人	vii
1 動作理論	17
1.1 蛍光の理論について	17
1.2 蛍光検出	18
1.2.1 概要	18
1.2.2 励起光源	18
1.2.3 光源の種類	18
1.2.4 励起波長の選択	18
1.2.5 サンプルの励起	18
1.2.6 フローセル	18
1.3 蛍光の測定	19
1.3.1 定量	19
1.3.2 蛍光波長の選択	19

1.3.3	光電子増倍管	19
1.3.4	スキャンニング	19
1.3.5	マルチチャンネル操作	19
1.3.6	蛍光データ	19
1.3.7	参考文献	20
1.4	検出器の説明	21
1.4.1	機能	21
1.5	動作原理	22
1.5.1	検出器の光学系	22
1.5.2	光学アセンブリーの光路	23
1.5.3	光電子増倍管 (PMT) のキャリブレーション	24
1.5.4	PMT 感度	24
1.5.5	フィルタータイムコンスタント	24
1.5.6	電気系	25
1.5.7	波長の検証とテスト	25
1.6	動作モード	26
1.6.1	シングルチャンネルモード	26
1.6.2	マルチチャンネルモード	27
1.7	スペクトルのスキャン	27
1.8	ランプエネルギーと性能	28
1.9	ゲインの自動最適化	29
1.9.1	メソッドの最適化	29
1.9.2	メソッド開発のアプローチ例	30
1.9.3	各ピークに対するゲインの最適化	31
1.10	起動時の診断テスト	32
1.11	移動相溶媒の脱気	32
1.12	波長の選択	32
2	検出器のセットアップ	33
2.1	開始する前に	33
2.2	開梱と点検	33
2.3	実験室の場所の選定	34
2.4	検出器の設置	34
2.5	システムモジュールの積み重ね	35
2.6	電源への接続	36

2.7	検出器の配管	36
2.7.1	HPLC システムでのカラムの接続	36
2.7.2	ACQUITY Arc システムでのカラムの接続.....	37
2.7.3	フィッティングの組み立て (HPLC システムのみ).....	37
2.7.4	HPLC システムでチューブを接続する	38
2.7.5	ACQUITY Arc システムでチューブを接続する	38
2.8	シグナルの接続	38
2.8.1	コンポーネントの接続の概要.....	39
2.8.2	Ethernet ケーブルの接続	40
2.8.3	シグナル接続の選択.....	42
2.8.4	I/O シグナル接続	43
2.8.5	シグナル接続.....	44
2.8.6	Alliance e2695 セパレーションモジュールの接続	45
2.8.7	RS-232 装置の接続.....	49
2.9	他の装置への接続	51
2.9.1	ケーブルの接続	51
2.9.2	eSAT/IN モジュールを使用したデータシステムの接続	51
2.9.3	Waters フラクシオンコレクターの接続	54
3	検出器の使用	57
3.1	検出器の起動	57
3.1.1	検出器の初期化	57
3.1.2	起動時の障害	58
3.1.3	アイドルモード	59
3.2	操作用インターフェースの使用	59
3.2.1	ディスプレイの使用.....	59
3.2.2	蛍光とメッセージのアイコン	60
3.2.3	キーパッドの使い方.....	62
3.2.4	ユーザーインターフェースの使い方.....	66
3.2.5	ホーム画面の切り替え方法.....	67
3.3	分析開始の準備	69
3.3.1	分析のセットアップ.....	69
3.3.2	一次および二次機能へのアクセス	69
3.3.3	トレースおよびスケール機能の操作.....	72
3.3.4	検出器の設定	74
3.3.5	イベント入力と接点リレーの設定	75
3.3.6	パルスの長さの設定.....	76
3.3.7	ディスプレイのコントラストの設定.....	76
3.3.8	システム情報の表示.....	77
3.3.9	オンラインヘルプの使用	77

3.4	検出器の動作	78
3.4.1	2つの動作モード	78
3.4.2	スタンドアロン動作	78
3.4.3	RS-232 を介した 474 エミュレーションモードのリモート制御運転	78
3.4.4	2475 装置コントロールソフトウェアによる Ethernet 接続を 介したリモートコントロール	82
3.4.5	検出器の検証	82
3.4.6	手動の波長キャリブレーション	82
3.4.7	エミッション単位のノーマライズ	83
3.4.8	シングルチャンネルモードでの検出器の操作	84
3.4.9	マルチチャンネルモードでの検出器の動作	85
3.4.10	ゲインと EUFS の設定	86
3.5	メソッドおよびイベントのプログラミング	89
3.5.1	メソッドの保存	89
3.5.2	タイムイベントのプログラミング	90
3.5.3	感度イベントのプログラミング	92
3.5.4	メソッドの保存	93
3.5.5	メソッドの呼び出し	94
3.5.6	メソッド内のイベントの確認	94
3.5.7	メソッドのリセット	95
3.5.8	イベントの消去	95
3.6	スペクトルのスキャン	96
3.6.1	スキャンの種類	96
3.6.2	開始する前に	96
3.6.3	新しいスペクトルのスキャン	100
3.6.4	サンプルスキャンおよびゼロスキャンに使用するパラメーター	100
3.6.5	ゼロスキャンのプログラミング	101
3.6.6	サンプルスキャンの実行	102
3.6.7	スタティックフローセル使用時のスキャン	105
3.7	結果の管理	106
3.7.1	スペクトルの保存	106
3.7.2	保存されているスペクトルの情報の表示	106
3.7.3	保存されているスペクトルの確認	107
3.7.4	差スペクトルの作成 (スペクトルの減算)	107
3.7.5	スペクトルの再生	108
3.8	ランプ寿命を長持ちさせる	108
3.8.1	ランプの手動消灯	108
3.8.2	ランプの手動点灯	109
3.8.3	ランプ動作を設定するタイムイベントメソッドの使用	110
3.9	検出器のシャットダウン	110

4	メンテナンス手順	111
4.1	Waters テクニカルサービスへの連絡	111
4.2	メンテナンス時の注意事項	111
4.2.1	安全性と取り扱い.....	111
4.2.2	スペアパーツ	112
4.3	定期メンテナンス	112
4.4	フローセルの点検、クリーニング、交換	113
4.4.1	フローセルのフラッシュ洗浄および表面安定化処理	113
4.4.2	フローセルアセンブリーの取り外し.....	114
4.4.3	フローセルの交換.....	115
4.5	ランプの交換	116
4.5.1	ランプの交換時期.....	116
4.5.2	ランプの取り外し.....	117
4.5.3	新しいランプの取り付け	118
4.5.4	新しいランプのシリアル番号の記録.....	119
4.6	ヒューズの交換	120
4.7	装置外部のクリーニング	121
5	エラーメッセージ、診断テスト、 トラブルシューティング	123
5.1	起動時のエラーメッセージ	123
5.2	運転時のエラーメッセージ	123
5.3	ユーザー選択による診断テストおよび設定	124
5.3.1	診断テストと設定の概要	124
5.3.2	サンプルエネルギーおよびレファレンスエネルギーの診断テスト.....	127
5.3.3	ラマンのシグナル対ノイズ比 (S/N 比) 診断テスト.....	127
5.3.4	入出力診断テストと設定	128
5.3.5	ランプの交換機能.....	130
5.3.6	キーパッドのテスト.....	131
5.3.7	ディスプレイのテスト	131
5.3.8	他の診断テストと設定	132
5.3.9	テストピークの生成.....	132
5.3.10	光学フィルターの設定をオーバーライドする方法 :	133
5.3.11	PMT 感度の低減	133
5.4	トラブルシューティング	134
5.4.1	はじめに	134
5.4.2	Waters へのお問い合わせ時に必要な情報.....	134
5.4.3	診断テスト.....	135

5.4.4	電源サージ	135
5.4.5	ハードウェアのトラブルシューティング	135
A	安全に関する勧告	137
A.1	警告記号	137
A.1.1	特定の警告	138
A.2	注意	139
A.3	「ボトル使用禁止」記号	139
A.4	必要な保護	139
A.5	Waters のすべての装置およびデバイスに適用される警告	140
A.6	ヒューズ交換に関する警告	140
A.7	電気記号および取り扱い記号	141
A.7.1	電気記号	141
A.7.2	取り扱い記号	142
B	仕様	143
B.1	物理的仕様	143
B.2	使用環境仕様	143
B.3	電氣的仕様	144
B.4	パフォーマンス仕様	145
C	溶媒取り扱い時の注意	147
C.1	はじめに	147
C.1.1	清浄な溶媒	147
C.1.2	溶媒の品質	147
C.1.3	溶媒調製のチェックリスト	147
C.1.4	水	147
C.1.5	バッファー	148
C.1.6	テトラヒドロフラン (THF)	148
C.2	溶媒の混和性	148
C.2.1	混和性番号の使用法	150
C.3	バッファー溶媒	150
C.4	溶媒ボトルの位置	151
C.5	溶媒の粘度	151

C.6	移動相の溶媒の脱気	151
C.6.1	気体の溶解性	151
C.6.2	溶媒の脱気方法	152
C.6.3	溶媒脱気に関する注意事項	152
C.7	波長の選択	153
C.7.1	一般的な溶媒に対する UV カットオフ	153

1 動作理論

この章では、Waters® 2475 マルチ λ 蛍光検出器の動作をサポートする理論およびテクノロジーについて説明します。装置の機能についても説明します。

1.1 蛍光の理論について

蛍光は特定の分子が固有の波長の光を吸収する場合に発生し、分子をより高いエネルギー状態に高めます。分子が通常のエネルギー状態に戻る際に、「励起された」分子が吸収したエネルギーを光子として放出します。

多くの有機化合物は光を吸収しますが、蛍光を発するものはわずかです。蛍光検出が可能な HPLC システムでは、多環芳香族炭化水素、アフラトキシン、ビタミン、アミノ酸などが効果的に同定されます。化学誘導体化により、カーバメイト系農薬など一部の非蛍光性の化合物も蛍光検出が可能になります。

蛍光検出には適切な励起波長と蛍光波長の両方の選択が必要であり、これにより高い選択性と感度が得られます。このため、この方法は低い検出限界を必要とする分析（特に複雑なマトリクス）で便利です。

化合物の蛍光能力は、以下の条件で妨げられることがあり、その場合には分析感度が低下します。

- pH の変化 – プロトンの喪失または獲得およびそれに伴う電荷の増減は、分析対象成分の電子構造に影響を及ぼすため、蛍光が増減する場合があります。
- 温度変化 – サンプルの温度が上がると、蛍光は減少します。
- 溶存酸素量の変化 – 一部の分子では、溶存酸素が存在していると、蛍光が消滅（減少）します。

蛍光検出器は、「化学発光」の測定に応用できます。化学発光では励起エネルギーにさらされない分子が強度の低いシグナルを発します。このタイプの検出では、光源をオフにするか、（2475 検出器の場合のように）シャッターをオンにして、励起光がフローセルに到達するのを防ぎます。

蛍光検出のプロセスには、励起光源と以下のプロセスが関与します。

- 光源のフィルタリング
- フィルタされた光によるサンプルの励起
- 放出された蛍光の捕集とフィルタリング
- 放出された蛍光の測定
- 放出されたシグナルの増幅

1.2 蛍光検出

1.2.1 概要

スキヤニング蛍光検出器では、バンド幅の狭い強度の高い光がサンプルに照射されます。次に検出器はサンプルによって発せられる低レベルの蛍光を測定します。放出された光は、フィルタリングされて増幅された後、電気シグナルに変換されて記録/分析が可能な形になります。

1.2.2 励起光源

蛍光検出に使用される通常のエネルギー源は、UV および可視範囲で安定した強いスペクトルが得られるランプです。結果として生じる蛍光強度は励起スペクトルの強度に直接関係しています。そのため、高感度検出器では可能な限り高強度の励起光源を使用しています。

1.2.3 光源の種類

キセノンランプは、汎用蛍光検出器に望ましい光源です。

1.2.4 励起波長の選択

励起波長の選択には光源のフィルタリングが必要です。最近の検出器では、同じ目的に通常はモノクロメーターが使用されます。

モノクロメーターは、広い範囲のスペクトルで波長を選択するために使用する調整可能な装置です。グレーティングモノクロメーターでは、狭い範囲、つまり狭いバンド幅の波長のみを通す回折格子が使用されています。回折格子を動かすことによって、特定の波長範囲内で波長を選択できます。グレーティングモノクロメーターは、選択された波長のフラクショナルまたは高次のものも通します。たとえば、600 nm の光エネルギーを通すようにモノクロメーターを設定すると、300 nm の 2 次波長のエネルギーも通します。ロングパスフィルターは、モノクロメーターによって生成される高次エネルギーの吸収に使用されます。励起光はモノクロメーターによって選択され、蛍光（放射エネルギー）も選択されます。励起用及び蛍光用モノクロメーターを備えている検出器は、一方のモノクロメーターを一定の設定のままにして、その間にもう一方のモノクロメーターの設定を変化させることによって、スキヤンを実行することができます。このような手法は、混合試料の評価や化学構造の分析の際に必要です。

1.2.5 サンプルの励起

ランプからの広いバンド幅の高強度の光は、フィルターまたはモノクロメーターを通過し、狭いバンド幅の波長が選択されます。この狭いバンド幅の光は、分析対象成分を励起するフローセルに向かいます。励起波長は多くの場合、分析対象成分の吸光度の波長に一致します。

1.2.6 フローセル

石英フローセルは、測定に影響を与える迷光量を最小限に抑え、蛍光シグナルを最大限にします。サンプルコンパートメントは、蛍光エネルギーが励起（ランプ）光に対して垂直な角度で集められるように配置されています。この配置により、バックグラウンドとなるレイリー散乱の影響が最小に抑えられます。

1.3 蛍光の測定

フローセルの蛍光を測定するには、検出器で、高い選択性（特定の蛍光波長を識別する）のノイズと高い感度（低い蛍光強度を測定する）のノイズのバランスをとる必要があります。

1.3.1 定量

蛍光は低濃度では線形ですが、高濃度では非線形を示す場合があります。

1.3.2 蛍光波長の選択

モノクロメーターは、蛍光波長を選択するために使用します。

1.3.3 光電子増倍管

光電子増倍管 (PMT) によって、フローセル内の分子が放射する光子の流れに比例した電流が生成されます。

1.3.4 スキャンング

励起用及び蛍光用モノクロメーターを備えている検出器では、励起波長または蛍光波長のスキャンが可能です。波長の変更では、モノクロメーターの設定を変更します。スキャン時には、片方のモノクロメーターの設定が一定に保たれ、もう一方のモノクロメーターで選択した波長範囲をスキャンします。

1.3.5 マルチチャンネル操作

励起用および蛍光用モノクロメーターを備えている検出器は、励起波長と蛍光波長の設定を変更できます。マルチチャンネル操作では、両方のモノクロメーターが選択された一組の波長間を迅速に移動し、複数のクロマトグラムを得ることができます。複数チャンネルの出力により、一回の分析からより多くの情報が得られる場合があります。

1.3.6 蛍光データ

検出器は蛍光強度（エミッション）またはエネルギーの単位でデータをレポートします。さらに 2475 検出器では、各検出器間のばらつきと経時劣化によるランプ強度の低下を補正するノーマライズした単位を使用して、強度をレポートします。ノーマライズされた単位を使用すると、ゲインの変化によりシグナル対ノイズ比が改善されますが、ピークレスポンスは変化しません。これにより、蛍光シグナル測定における装置間での再現性が向上します。

1.3.6.1 エミッション単位とノーマライズ

2475 検出器には、エミッションおよびエネルギーという 2 種類の出力単位があります。エミッション単位は水に対してノーマライズされ、その大きさはできる限り PMT ゲインに左右されなくなります。ランプや光学系の劣化など、一般に蛍光強度に影響を及ぼす変動は、定期的に水を用いてノーマライズすることによって補正できます。ノーマライズにより、検出器間の蛍光強度の変動が最小限に抑えられます。

以下の式によって各時間 (t) のエミッション単位値 (EU) が計算されます。

$$EU_t = (\text{PMTカウント}_t / \text{ゲイン}_t) \times (\text{ゲイン}_{\text{ラマン}} / \text{カウント}_{\text{ラマン}}) \times 100$$

ここで

ゲイン_{ラマン} および カウント_{ラマン} = 直近のノーマライズ実行時の値

PMTカウント_t および ゲイン_t = データ収集時の値

エミッション単位のノーマライズでは、E_x 350nm/E_m 397nm の水/ラマンシグナル強度が 100 エミッション単位となります。キセノンスペクトル出力は検出器の動作範囲で一定ではなく、低 UV 波長はノーマライズ波長よりも早く劣化することがあります。

1.3.6.2 エネルギー単位

エミッション単位に代わるものとしてエネルギー単位がありますが、これは従来の HPLC 蛍光検出器によって用いられている単位とよく似ています。エネルギー単位は PMT の陽極電流と直接関係があるので、ゲイン設定によって直接的に左右されます。ランプ強度、光学系の効率、ゲインなどのすべての装置変数は蛍光シグナル強度に直接影響を与えます。そのため、エネルギー単位の信頼性は低くなります。それでも、作成されたプロトコルに準拠するためにエネルギー単位を計算する必要がある場合は、次の式を使用します。

$$EU = \text{PMTカウント} \times K \times (\text{レファレンスカウント}_0 / \text{レファレンスカウント}_t)$$

K は検出可能な最大蛍光シグナルを 10,000 単位にスケールリングします。

1.3.7 参考文献

蛍光検出に関する詳細については、以下の文献を参照してください。

Ichinose, N., Schwedt, G., Schnepel, F. M., および K. Adachi. 『*Fluorometric Analysis in Biomedical Chemistry*』、第 5 章。Wiley-Interscience: New York、1991 年。

Yeung, E. S. 編集。『*Detectors for Liquid Chromatography*』、第 5 章。Wiley: New York、1986 年。

Seitz, W. R. 『*Treatise on Analytical Chemistry*』、第二版。Elving, P. J., Meehan, E. J., および Kolthoff, I.M. 編集。Part I, Vol. 7、第 4 章。Wiley: New York、1981 年。

Lakowicz, J. R. 『*Principles of Fluorescence Spectroscopy*』。Plenum: New York、1983 年。

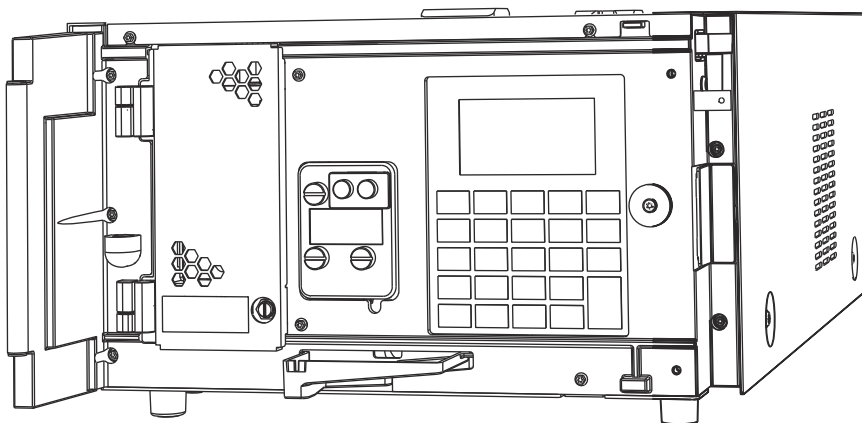
Schulman, S. G. 『*Fluorescence and Phosphorescence Spectroscopy: Physicochemical Principles and Practice*』。Pergamon Press: New York、1977 年。

Winefordner, J. D., Schulman, S. G., および O'Haver, T. C. 『*Luminescence Spectroscopy in Analytical Chemistry*』。Wiley-Interscience: New York、1972 年。

1.4 検出器の説明

2475 マルチ λ 蛍光検出器は、高速液体クロマトグラフィー (HPLC) 用に設計されたマルチチャンネルのチューナブル蛍光検出器です。

図 1-1: 2475 マルチ λ 蛍光検出器



1.4.1 機能

この検出器は 200 nm ~ 900 nm で動作します。この検出器では、LC 用に最適化された光学系が使用されています。以下の機能により光のスループットおよび感度が向上するため、シグナル対ノイズ比 (SN 比) が全体的に増加します。

- スタンドアローンのプログラム機能 - ユーザー定義プログラム (またはメソッド) を最大 10 個保存でき、それぞれに最大 48 個のタイムイベントおよび 2 つのプログラマブルスイッチを設定できます。
- シングルまたはマルチチャンネルモード - 単一波長ペアまたは複数の波長ペアで蛍光をモニターします。
- 内蔵エルビウムキャリブレーションレファレンス - 波長の正確度を保証します。
- 自動二次フィルター - 400 nm 以上の波長の場合に自動的に適用され、399 nm 以下の波長の場合には適用されません。
- スペクトルのスキャンと保存の表示 - 標準的なチューナブル蛍光検出器の機能だけでなく、スペクトルのスキャン、表示、および減算をサポートします。
- 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。
- データ通信およびコントロール - Empower™ ソフトウェアと MassLynx が使用されます。
- プログラム可能な 2 つの接点リレー出力 - 2 つの設定可能なスイッチがあり、それぞれが最大 +30 V および 1 A に対応できます。これらのスイッチ (SW1 および SW2) は、フラクショナルコレクターおよびその他の外部デバイスをトリガーできます。時間と蛍光強度でスイッチを設定できます。
- ノーマライズされたエミッション単位 - 装置間の再現性が高まります。
- アイドルモード - シャッターを閉じて光学系の劣化を防ぎます。

1.5 動作原理

検出器を効果的に使用するには、検出器の光学系や電気系、および動作の理論と原理を理解することをお勧めします。

- 光学系
- 波長の検証とテスト
- フローセル
- 電気系

1.5.1 検出器の光学系

光学系は一組のチューナブルモノクロメーターを基にしており、以下のパーツから構成されています。

- キセノンアークランプ
- 2つの楕円ミラーと1つのパラボラミラー
- シャッター、波長キャリブレーションフィルター、および二次フィルター
- 入口スリット
- 出口スリット
- ブレード、平面、凹型ホログラフィック回折格子
- 光電子増倍管 (PMT)
- 軸方向照射フローセル

以下の図は、光学系アセンブリーの光路および構成部品を示しています。

図 1-2: 励起用モノクロメーター光学系アセンブリー

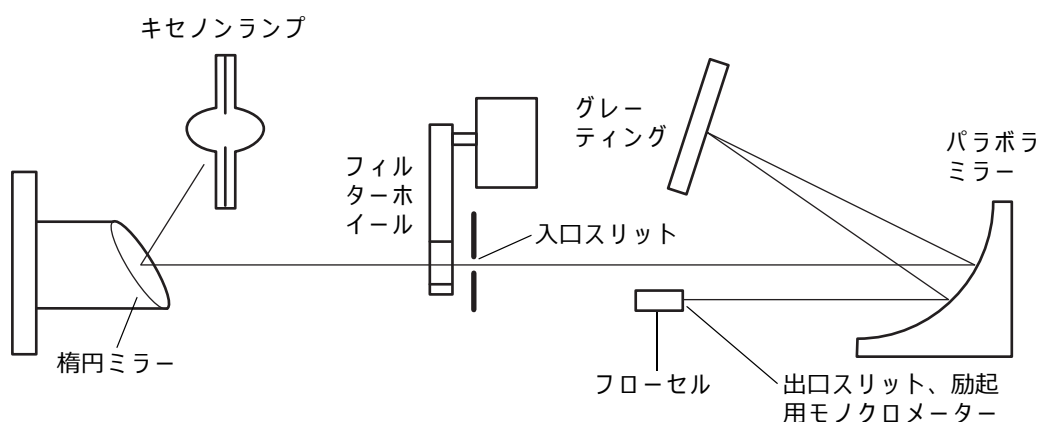
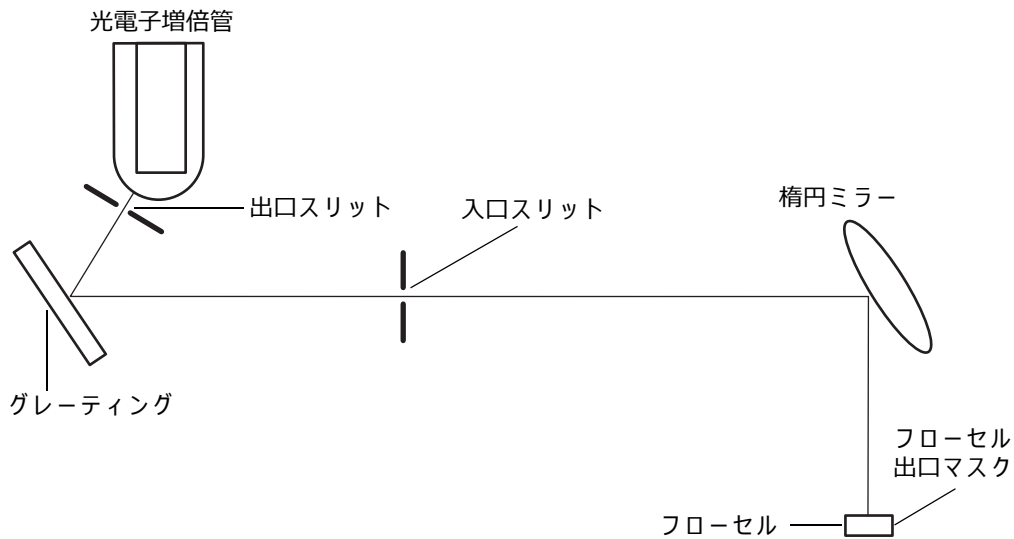


図 1-3: 蛍光用モノクロメーター光学系アセンブリー



1.5.2 光学アセンブリーの光路

検出器は、いくつかの特徴的な設計により、優れた性能を示します。そのフローセルの設計により、バックグラウンドの迷光が最小限になり、低レベルのシグナルの検出能力が向上します。光学系を単純なものにして、シグナルの損失を最小限に抑え、スループットを最大化します。

1.5.2.1 光源

光強度の高い 150W のキセノンアークランプを光源として使用しています。ランプからの光は励起モノクロメーターを通して、フローセルのアーチャーを照らします。ランプからの光は、ランプの背後にある楕円ミラー（曲率中心がランプの高輝度スポットに向いている）によって集光されます。

1.5.2.2 励起用モノクロメーター

検出器では、適切な励起波長を選択するためにモノクロメーターを使用しています。グレーティングはすばやく動作し、複数の励起波長やスキャンに対応します。

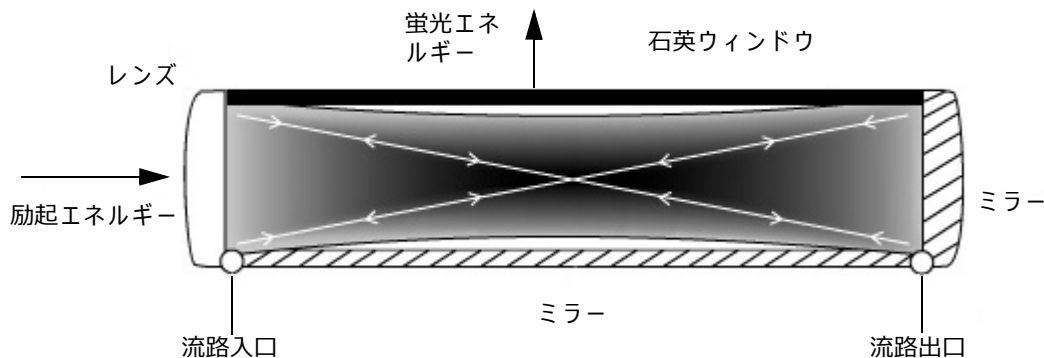
1.5.2.3 蛍光用モノクロメーター

サンプルから発せられる蛍光はフローセルの上部から蛍光用の光学系に進みます。蛍光用の光学系は、迷光が PMT に到達するのを最小限に抑えるために、励起光源に直交する位置に配置されています。蛍光用モノクロメーターは適切な蛍光波長を選択します。

1.5.2.4 軸方向照射フローセル

軸方向に光が照射される溶融石英フローセルを採用しています。

図 1-4: 軸方向照射フローセル



励起エネルギーは、励起エネルギーの入口レンズを反対向きにしたものと形状が幾何学的に一致するミラー（入口レンズの反対側のレンズ）に集まります。励起エネルギーはフローセルの軸に沿って反射して戻るので、セルの光路長が効果的に 2 倍になります。光路長が増加することにより、従来の蛍光検出器と比較して優れた感度が得られます。

1.5.3 光電子増倍管 (PMT) のキャリブレーション

検出器の感度はゲイン設定によって調節されます。ゲイン設定によって、PMT の電圧を上げてレスポンスを増幅できます。ゲインは PMT への高圧電源を調節することによって達成されます。検出器の組み立ておよび調整の後、および PMT または PC ボードを交換した後は必ず、Waters の担当者が装置の診断機能を使用して PMT のキャリブレーションを行います。

1.5.4 PMT 感度

PMT のキャリブレーション後、クロマトグラフィーの注入を行う前に、PMT のゲイン設定を選択する必要があります。サンプル濃度が高い場合、または使用する移動相のバックグラウンドが高い場合に発生する飽和状態は、PMT ゲイン設定が最低レベルの際にも常に問題になります。検出器の [ゲインの自動最適化] 診断機能を使用して、ゲインの精度を調整できます。

1.5.5 フィルタータイムコンスタント

検出器は、ノイズを最小限に抑えるためにデジタルフィルターを使用します。

タイムコンスタントの設定値を小さくした場合：

- ピークのひずみと時間の遅れが少ない、幅の狭いピークが得られます。
- 非常に小さい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があまり除去されません。

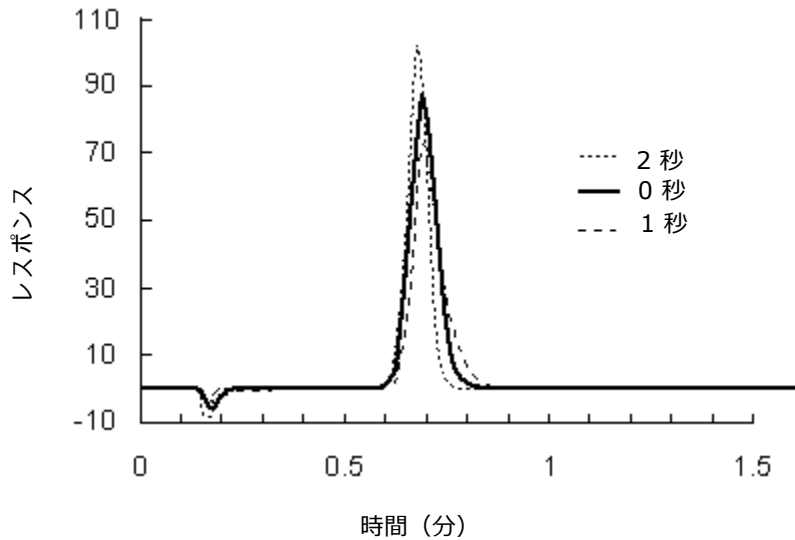
タイムコンスタントの設定値を大きくした場合：

- ベースラインノイズが大幅に減少します。
- ピークの高さが小さくなり、ブロードなピーク形状になります。

ソフトウェアには、高速分析または高感度分析などの用途に適した各データレートについて、「高速」、「標準」、または「低速」のタイムコンスタントが用意されています。

下図は、タイムコンスタントの増加とピーク形状の関係を示しています。

図 1-5: フィルタータイムコンスタントの影響



1.5.6 電気系

電気系には、以下の構成部品があります。

- プリアンプボード - PMT およびフォトダイオードからアナログ入力信号を集めて処理し、さらにマイクロプロセッサに送り、信号のデータ処理を行います。データ処理ではサンプル信号とレファレンス信号が統合され、A/D 変換が同時に行われます。このコンポーネントにより、2 つのビームに共通するノイズが除去されて、きれいなベースラインが得られます。
- パーソナリティボード - プリアンプボードおよび外部イベントからの入力を受け付けます。また、光学系のポジショニングを行うサブシステムやランプの電源供給のコントロールも行います。
- CPU ボード - デジタル信号プロセッサ、通信ポート、不揮発性（バッテリーバックアップ）RAM、およびファームウェアが保存されているフラッシュ RAM が装備されています。
- Ethernet 通信インターフェース - 検出器とデータシステムソフトウェアの通信を可能にします。
- ランプ電源供給 - 安定したキセノンランプの動作が得られます。
- DC 電源供給 - 検出器のアナログおよびデジタル回路に電圧を供給します。

1.5.7 波長の検証とテスト

キセノンアークランプと内蔵エルビウムフィルターは、透過スペクトルの既知の波長にピークを示します。起動時に、キセノンランプのウォームアップと安定化のため、検出器は 5 分間待機します。検出器は、メモリー内に保存されているキャリブレーションデータとこれらのピークの位置を比較し、検証を行います。この検証結果と保存されているキャリブレーションデータとの差が ± 2.0 nm を超える場合、検出器は波長検証失敗のメッセージを表示します。このメッセージは波長の手動キャリブレーションが必要であることを示します。検出器はフローセルの残留物質による誤差を回避するため、起動時には再キャリブレーションではなく、検証を行います。キャリブレーションは清浄なフローセルと移動相で行います。手動の波長キャリブレーションをいつでも開始して、前回のキャリブレーションデータを新しいデータと置き換えることができます。

ヒント： 検出器の総合的な波長正確度仕様は ± 3.0 nm ですが、各グレーティングの波長正確度は ± 2.0 nm に保持されます。

検出器が継続して実行される場合、検出器への電源を切ってから入れ直して、波長検証を毎週実行する必要があります。または、コンソールから波長キャリブレーション機能を実行します。検証テストでは、ランプのウォームアップと安定化に 5 分間必要です。

1.6 動作モード

検出器はシングルまたはマルチチャンネルモードで動作できます。またフローセルを用いたスペクトルのスキャンも可能で、さらに差プロットおよび MaxPlot の機能もあります。

1.6.1 シングルチャンネルモード

検出器のデフォルトはシングルチャンネルモードで、このモードでは励起/蛍光波長のペアのシングルチャンネルがモニターされます。チャンネル A の励起波長を 200 ~ 890 nm の範囲で指定できます。

シングルチャンネルモードでは、検出器は 400 nm 以上の励起波長に二次フィルターを自動的に適用し、399 nm 以下の波長には適用しません。二次フィルターは光学フィルターであり、400 nm 以上の蛍光検出を妨害する不要な紫外線 (UV) 光が回析格子に届かないようにブロックします。

1.6.1.1 適切なサンプリングレートの選択

正しい形状のピークを得るには、十分な数のデータポイントが必要です。このため、非常に低いサンプリングレートでは、正しいピーク情報が得られません。クロマトグラフィーデータソフトウェアでは、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、クロマトグラム上で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] の値は、[レビューメイン] 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方にスクロールして、[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。

対象となる最も狭いピークのピーク内のポイント数値が 25 未満の場合は、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 50 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を、最も幅の狭いピーク内で 25 もしくはそれ以上のポイントを得るために必要な最も低い値に設定してください。サンプリングレートが高すぎると、ベースラインノイズが大きくなります。

1.6.2 マルチチャンネルモード

マルチチャンネルモード、つまりマルチ波長モードでは、複数の励起/蛍光波長のペアがモニターされます。サンプリングレートの設定範囲が限られるため、このモードの使用は、ピーク幅があまり狭くない標準的なクロマトグラフィーに限定されます。マルチ波長モードを使用することにより、差プロットまたは MaxPlot の取り込みが可能のため、分析対象成分についてさらなる情報を得ることができます。検出器では、200 ~ 890 nm の範囲から最大 4 つの励起波長、210 ~ 900 nm の範囲から最大 4 つの蛍光波長を選択できます。シグナル対ノイズ比を最適にするために、電子部品の動的範囲を最大にするゲインを指定します。高すぎるゲインではプリアンプが過負荷になるため、平頂なピークと警告アラームが発生します。

1.6.2.1 MaxPlot

検出器を使用して、マルチチャンネルモードで MaxPlot を取得できます。MaxPlot 機能は、選択した複数の励起/蛍光波長ペアで蛍光をモニターし、サンプル成分ごとに蛍光シグナルの最大値をプロットします。MaxPlot では、選択したチャンネルのうち蛍光シグナルの大きい方を出力します。

1.6.2.2 差プロット

検出器を使用して、マルチチャンネルモードで差プロットを取得できます。差プロット機能は、ユーザーが選択した複数の励起/蛍光波長ペアで蛍光をモニターし、それらのシグナル値の差をプロットします。

1.7 スペクトルのスキャン

蛍光光度計のように、スペクトルを取得してファイルに保存することができます。この検出器とダブルビーム分光光度計の最も大きな違いは、サンプルとレファレンスのフローセルのペアを同時に測定するのではなく、単一のフローセルのみで測定する点です。検出器は、次の種類のスキャンを実行して、蛍光スペクトルを得ます。

- ゼロスキャン - 溶媒のベースラインスペクトルをキャラクタライズします。
- 励起波長サンプルスキャン - ゼロスキャンを差し引いたサンプル励起スペクトルのみが表示またはチャート出力されます。
- 蛍光波長サンプルスキャン - ゼロスキャンを差し引いたサンプル蛍光スキャンのみが表示またはチャート出力されます。

サンプルの励起または蛍光スペクトルのいずれかを取得するには、ゼロスキャン実行後に適切なサンプルスキャンを実行します。通常は純粋な溶媒を使用してゼロスキャンを実行します。サンプルスキャンは、この溶媒に溶解した分析対象物で行われます。

1.8 ランプエネルギーと性能

従来の蛍光検出器では、装置のシグナル/ノイズ比は、装置に入射されるランプエネルギーに比例していました。ランプエネルギーは、以下の影響を受けます。

- ランプのそれまでの使用時間と効率
- 光学系やフローセルの不適切な取り扱い
- 光学系部品の自然な劣化（PMT を含む）

光学系部品は時間と共にゆっくりと劣化します。従来型の蛍光検出器では、PMT ゲインを上げることで、レスポンスを増加させています。ただし、サンプルのレスポンスはエネルギースループットによって変化します。励起エネルギーが低下すると、ピークレスポンスも低下します。励起光の強度が低下すると、ピークレスポンスも低下し、ノイズが増加します。

通常の使用の場合、特定の波長設定におけるレファレンスエネルギーが、初期値に対するユーザー設定しきい値を下回ったときにランプを交換するのが一般的です。ランプ寿命は、ユーザーのノイズに対する要求度によって異なります。

ヒント：ランプ交換時には、検出器の全体的な状態を確認することをお勧めします。

検出器の性能が許容できないレベルまで低下する時期について、単にレファレンスエネルギーに基づいて予測することは不十分です。各ユーザーの分析によって、要求される感度のレベルは異なります。ランプがみな同じ寿命、同じ劣化パターン、同じスペクトル出力特性であるとすれば、性能評価はレファレンスエネルギーの確認のみで可能です。この不確実性を軽減するため、Waters は、検出器をできる限りランプの状態に依存しないで使用できるように、設計しています。モノクロメーターのキャリブレーションの検証後、スペクトルにおける複数の特徴的領域で装置のエネルギーレベルが評価されます。フロントエンド電子回路の取り込み時間が調整され、これらの領域内でシグナルが最大になります。これは、高いシグナル対ノイズ比を維持し、ノイズの少ないシグナルを得るためです。これにより、事実上は装置の感度はランプエネルギーに依存しないと考えられます。

最終的には、検出器の性能はそれぞれのアプリケーション固有の要件によって異なります。シグナル対ノイズ比の測定は、性能を評価し、許容できる感度限界を設定するための、最もよい方法です。

2475 検出器の光源ランプは、購入日から 2000 時間または 1 年間（どちらか短い方）、正しく点灯し、起動時の診断テストにも合格することが保証されています。検出器のオンボード診断を使用して、ランプの使用状況を記録し、ランプのシリアル番号をレポートすることができます。

1.9 ゲインの自動最適化

適切なゲインを指定することにより、フルスケールの限界を超えない範囲で、内部アナログデジタルコンバーターでの最大限のシグナルを得ることができます。ゲインが高すぎると、蛍光強度が電子部品の許容範囲を超えてしまいます。ゲインが低すぎると、蛍光シグナルに対する感度が低くなり、シグナル対ノイズ比も低下します。したがって、サンプルを注入する前に PMT に対するゲイン設定を正しく行う必要があります。しかし、注入前に蛍光シグナルの大きさは分からないため、従来ユーザーは、複数の注入を行って適切なゲイン設定を確認したり、タイムイベントでゲインや波長を変更するといった、手間のかかるプロセスで、この問題を解決していました。

ゲインの自動最適化診断機能では、1 回の試し分析のみで検出器が最適なゲイン値を示します。レポートされた値は、PMT およびその関連する電子回路の過負荷、および高濃度のサンプルの蛍光強度の変動に備えて、2 倍の余裕を持たせるアルゴリズムを基にしています。タイムイベントでゲインや波長を変更する場合、タイムイベントの各領域に対して最適なゲイン値がレポートされます。メソッドのパフォーマンスを最適化するには、レポートされたゲイン値をメソッド（およびそのタイムイベントテーブルも含める）に取り入れます。

検出器は分析全体の最大蛍光シグナルレベルをモニターすることもできます。データ取り込み中にアナログ出力を使用する場合、全クロマトグラムに適用される最小の EUFS 値が表示されます。最適なゲイン値と同様に、EUFS 値には、蛍光強度の変動を考慮して、2 倍のマージン（余裕）があります。このレポートに基づいて、メソッドのパフォーマンスを最大にするように、イベントテーブルも含めてメソッド内のゲイン値を調整します。

検出器は分析全体の最大蛍光シグナルレベルをモニターすることもできます。これによって最小 EUFS 値の推奨値がわかります。最小 EUFS 値はデータ取り込み中にアナログ出力を使用する場合、全クロマトグラムに適用されます。この値もエラーに備えて 2 倍のマージンを取って計算されています。

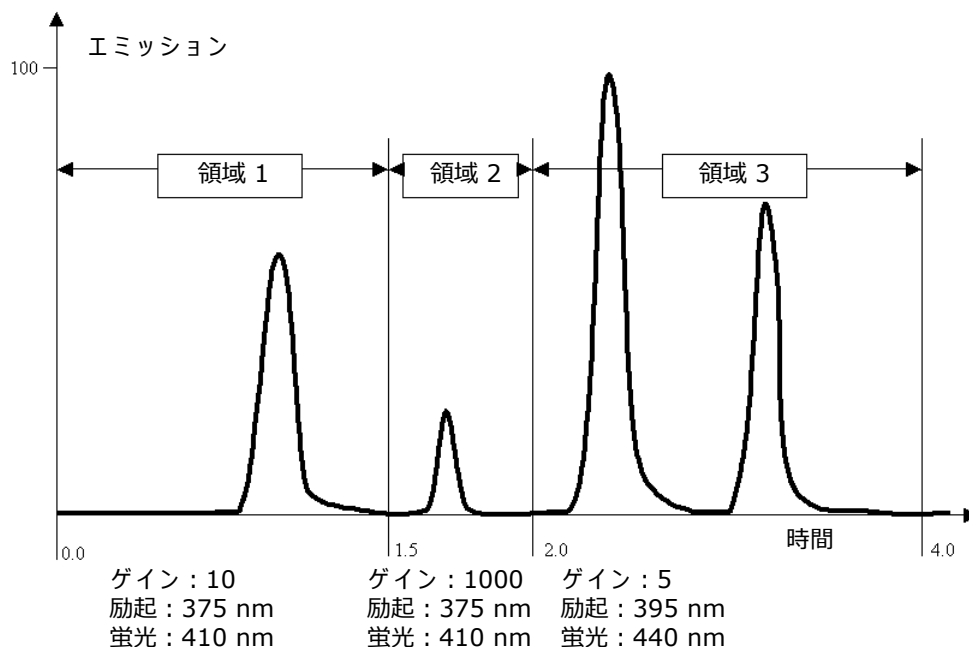
1.9.1 メソッドの最適化

タイムイベントの変更が含まれているメソッドをダウンロードできます。タイムイベントの変更は、ゲイン、励起波長、または蛍光波長を変更し、きわめて重要な「光の条件」の変更であり、シグナルピークの最大検索を更新するポイントです。十分な感度を得るために、ピークが溶出する位置の直前でゲインを変更する必要があります。つまり、ピークの面積計算を妨げないように、保持時間の境界となる位置でゲイン変更を行うことが目的です。ゲインの自動最適化診断機能を実行する前に、初期条件を指定する必要があります。タイムイベントは絶対に必要なわけではありませんが、これを省略すると、クロマトグラムのすべてのピークに対して 1 つの推奨ゲイン設定値が表示されます。

1.9.2 メソッド開発のアプローチ例

以下に示すクロマトグラムは、タイムイベントによりゲインを 2 回変更するメソッドで最適化されます。

図 1-6: ゲインを最適化したクロマトグラム



最初のゲイン設定変更は、ゲイン 1000 で最適に検出される小さなピークの直前に、1.5 分の位置で行われます。2.0 分の位置での次の変更は、必要な波長ペアの変更です。初期ゲイン設定や条件は重要ではありません。最初のタイムイベントで必要とされるのは、ゲイン設定の変更が生じることだけです。最適化前のメソッドテーブルは以下のようになります。

表 1-1: メソッド開発の例

時間 (分)	イベント
初期 (0.0)	励起波長 = 375nm、蛍光波長 = 410nm、ゲイン = 100
1.5	ゲイン = 1
2.0	励起波長 = 375 nm、蛍光波長 = 410 nm (ここではゲインの変更は不要です)

ゲインの最適化診断機能の実行後、検出器には推奨ゲイン値が表示されます。

表 1-2: 推奨ゲイン値

EUFS : 2000 イベント時間 (分)	最適ゲイン
0.0 (初期)	10
1.5	1000
2.0	5

ヒント :

- 前の表には、予測できない蛍光シグナルの変動によるエラーに備えて、2 倍のマージンで最適化されたゲイン値が示されています (キャパシティの半分でゲインを最適化)。
- エミッション単位はゲインに依存しないので、ゲインの変更はエミッション単位の値には影響を与えません。ただし、サンプルエネルギー単位を使用する場合は、ゲインの変更は出力シグナルの大きさに影響を及ぼします。

1.9.3 各ピークに対するゲインの最適化

図「ゲインを最適化したクロマトグラム」(30 ページ) を参照してください。タイムイベント (ピーク 3 および 4 の検出のため、2 分で波長ペアの変更) を 1 つだけ使用する場合、推奨されるゲイン表は次のとおりです。

表 1-3: 1 回のタイムイベント変更での推奨ゲイン値

EUFS : 2000 イベント時間 - 分	最適ゲイン
0.0 (初期)	10
2.0	5

領域 2 のゲインは、領域 1 の最大シグナルレベルによって決まります。このため、ゲイン 10 が時間 0.0 ~ 2.0 で使用されます。ただし、小さなピークは、この設定で十分に分析されないことがあります。この小さなピークが検出できたとしても、ベースラインノイズが高いためにピーク面積が正しく計算できない場合があります。クロマトグラムの重要なポイントでゲイン変更を実行しないと、メソッド開発にとって効果的でないアプローチになります。

1.10 起動時の診断テスト

検出器は起動時に一連の診断テストを実行し、不合格の結果が返されるとエラーメッセージが表示されます。起動時の診断テストには以下のものがあります。

- 中央処理装置 (CPU) テスト
- シリアル通信インターフェース (SCI) テスト
- EEPROM テスト
- RAM テスト
- アプリケーションプログラムのチェックサム検証
- ランプテスト
- フォトダイオードテスト
- PMT テスト
- 光学系テスト/波長確認

1.11 移動相溶媒の脱気

液体クロマトグラフィーのトラブルのほとんどは移動相が原因です。特に 220 nm 未満の励起波長では、脱気された溶媒を使用することが重要です。フローセルの気泡は検出器の性能に悪影響を与えます。脱気には以下の利点があります。

- 蛍光レスポンスの再現性が得られる
- ベースラインが安定し感度が上がる
- 溶出ピークの保持時間の再現性が得られる
- 定量での注入量の再現性が得られる
- ポンプ動作の安定性が高まる

1.12 波長の選択

蛍光検出器において、励起モノクロメーターが移動相の UV カットオフ値未満に設定されると、溶媒は励起光の一部を吸収します。これにより、サンプルの蛍光レスポンスが減少します。一般的な溶媒および一般的な混合移動相の UV カットオフ範囲の完全なリストについては、[付録 C](#) を参照してください。



警告：不適切な溶媒を使用すると、装置に重大な障害が発生したり、オペレーターが負傷したりする場合があります。

2 検出器のセットアップ

2.1 開始する前に

要件：2475 FLR 検出器を設置するには、一般的な実験装置およびコンピューター制御装置の設定方法と操作方法、溶媒の取り扱い方法を理解する必要があります。

検出器を設置する前に、以下を確認してください。

- 加熱または冷却ベントの下に設置されていない
- 必要な構成部品が揃っている
- 出荷時の箱や開梱された製品に損傷がない

2.2 開梱と点検

検出器の段ボールには以下のものが含まれています。

- Certificate of Structural Integrity (設計および開発のバリデーションの証明書)
- 2475 FLR 検出器
- 2475 マルチ λ 蛍光検出器概要およびメンテナンスガイド (本書)
- スタートアップキット
- リリースノート

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。

損傷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) までご連絡ください。日本以外のお客様は、Waters 支社または Waters Corporation 本社 (Milford, Massachusetts, USA) にお問い合わせいただくか、<http://www.waters.com> にアクセスして [Offices] をクリックしてください。

輸送中の損傷およびクレーム申請についての詳細は、『Waters 使用許諾・保証・サポートサービス』のマニュアルを参照してください。

2.3 実験室の場所の選定

検出器の高信頼度の動作を確保するには、

- 冷房、暖房の通風口の下に置かないでください
- 接地されている AC、100 ~ 240 Vac の電源に接続してください
- 換気のために、裏側に少なくとも 12.7 cm (5 インチ) の隙間を空けてください

! **注意** : 検出器の損傷を避けるために、検出器の上に 18.1 kg (40 ポンド) 以上のものを置かないようにしてください。

表 2-1: 使用環境仕様

属性	仕様
動作温度範囲	4 ~ 40 °C (39 ~ 104 °F)
動作時相対湿度	20 ~ 80%、結露なし
輸送時および保管時の温度範囲	-30 ~ 60 °C (-22 ~ 140 °F)
輸送時および保管時の湿度範囲	20 ~ 85%、結露なし

2.4 検出器の設置



警告 : 事故防止のため、Waters では、2475 検出器を 2 人で持ち運ぶことをお勧めします。



警告 : 出火の危険性。過熱を防止し、ケーブル接続用のスペースを確保するために、検出器の背面に 12.7 cm (5 インチ) 以上の隙間を空けてください。

2475 検出器を設置するには、水平面に置いて、廃液システム（ドレインチューブ）が正常に機能するようにします。廃液システムには、フローセルからの液漏れを受ける廃液リザーバーを接続できます。

2.5 システムモジュールの積み重ね

この手順は、インターロック機能が装備されているシステムモジュールに適用されます。



警告：背骨や筋肉の傷害を避けるため、システムモジュールを 1 人で持ち上げようとししないでください。

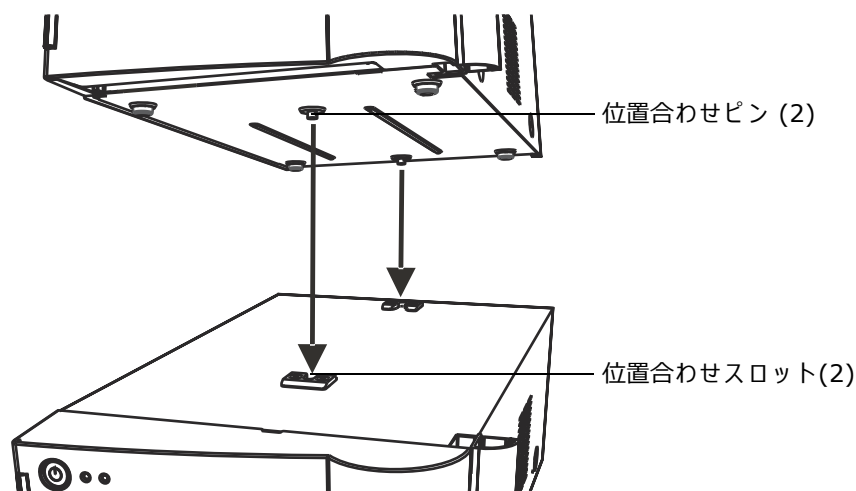


警告：モジュールをシステムスタックに取り付ける際は、モジュールの下やモジュールの間に指を挟まないように、特に注意してください。

モジュールを積み重ねるには：

1. システムスタックで、追加するモジュールの後脚を前回追加したモジュールの上に置いて、その後部位置合わせピンが前回追加したモジュールの後部位置合わせスロットに収まるまで、後方にスライドさせます。

図 2-1: ピンとスロットの位置合わせ



2. 前部の位置合わせピンが、前回追加したモジュールの位置合わせスロットに収まるように、追加するモジュールの前面を下げます。
3. 残りのシステムモジュールに対して、ステップ 1 ~ 2 を繰り返します。

2.6 電源への接続

2475 検出器には、独立したアース付き電源が必要です。電気コンセントのアース接続を共通にして、システムの近くに接続する必要があります。



警告：感電を防止するには：

- 米国では SVT 型、ヨーロッパでは HAR 型（またはそれ以上）の電源コードを使用してください。その他の国では、最寄りの Waters の営業所にお問い合わせください。
- 装置のメンテナンスを行う前に、検出器の電源を切り、プラグを抜いてください。
- 検出器を他の装置と共通のアースに接続します。

電源に接続する方法：

推奨事項：最適な長期入力電圧を維持するため、安定化電源または無停電電源装置 (UPS) を使用します。

1. メス型の電源コード端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端を適切な壁のコンセントに接続します。
3. 前面ドアの左上にある電源スイッチを押して、検出器に電源を入れます。

結果：検出器が一連の起動時診断テストを実行し、ランプ LED が緑色に点滅します。ランプ LED が緑色に点灯している場合、ランプは点灯されています。

2.7 検出器の配管



注意：フローセルの破損を防止するために、フローセルの最大許容圧力 1000 kPa (10 bar、145 psi)、および下記の流量を超えないでください。

- ACQUITY® Arc™ システムを使用している場合、流量 5 mL/分。
- Alliance HPLC システムでは流量 10 mL/分。

2.7.1 HPLC システムでのカラムの接続



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、常に優良試験所基準 (GLP) を遵守してください。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、化学物質安全性データシート (MSDS) で確認してください。

検出器への配管接続部分は、フローセルアセンブリーの正面右側にあります。

HPLC システムでインレットおよびアウトレットチューブを接続するには：

1. 締め付け用フィッティングとフェラル（スタートアップキットに同梱）を、インレットチューブに取り付けます。
2. インレットチューブをカラムアウトレットに接続し、チューブが確実に接続されたことを確認して締め付け用ねじを締めてください。

！ **注意：**こぼれ出た溶媒による装置の損傷を避けるため、液体容器を、漏れた溶媒用のトレイなしで装置またはデバイスの上に直接置かないでください。

3. Teflon[®] チューブをフローセルのアウトレットチューブに接続し、廃液容器まで配管します。

2.7.2 ACQUITY Arc システムでのカラムの接続



警告：事故防止の観点から、溶媒の処理、チューブの交換、およびシステムの実行を行う場合は、常に優良試験所基準 (GLP) を遵守してください。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、化学物質安全性データシート (MSDS) で確認してください。

検出器への配管接続部分は、フローセルアセンブリの正面右側にあります。

注：チューブアセンブリは、適切なシステム流路キットに含まれています。

ACQUITY Arc システムでインレットおよびアウトレットチューブを接続するには：

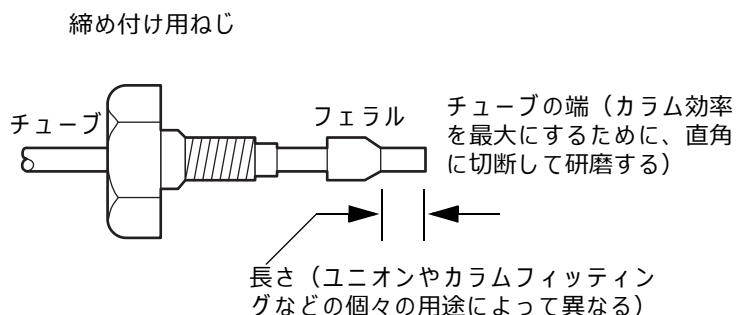
1. インレットチューブをカラムアウトレットに接続し、さらにフローセルインレットに接続します。

！ **注意：**こぼれ出た溶媒による装置の損傷を避けるため、液体容器を、漏れた溶媒用のトレイなしで装置またはデバイスの上に直接置かないでください。

2. アウトレットチューブをフローセルのアウトレットに接続し、廃液容器まで配管します。

2.7.3 フィッティングの組み立て（HPLC システムのみ）

チューブの端に締め付け用ねじを通します。次に、フェラルの細い方がチューブの端に向くようにフェラルを取り付けます。



2.7.4 HPLC システムでチューブを接続する

HPLC システムでチューブを接続するには：

1. カラムアウトレット、検出器インレット、または検出器アウトレットフィッティングに各チューブ端を取り付けます。
2. 締め付け用ねじを手で締めた後、スパナでさらに 1/2 回転回し、フェラルを固定します。

ヒント：設置時に正確な検証を行うために、脱気およびフィルタリング済みの新鮮な 100% の水を、電源投入前にフローセルにポンプで送液します。

2.7.5 ACQUITY Arc システムでチューブを接続する

ACQUITY Arc システムでチューブを接続するには：

1. カラムアウトレット、検出器インレット、または検出器アウトレットフィッティングに各チューブ端を取り付けます。
2. 締め付け用ねじを手で締め付けて、各フェラルを固定します。

ヒント：設置時に正確な検証を行うために、脱気およびフィルタリング済みの新鮮な 100% の水を、電源投入前にフローセルにポンプで送液します。

2.8 シグナルの接続

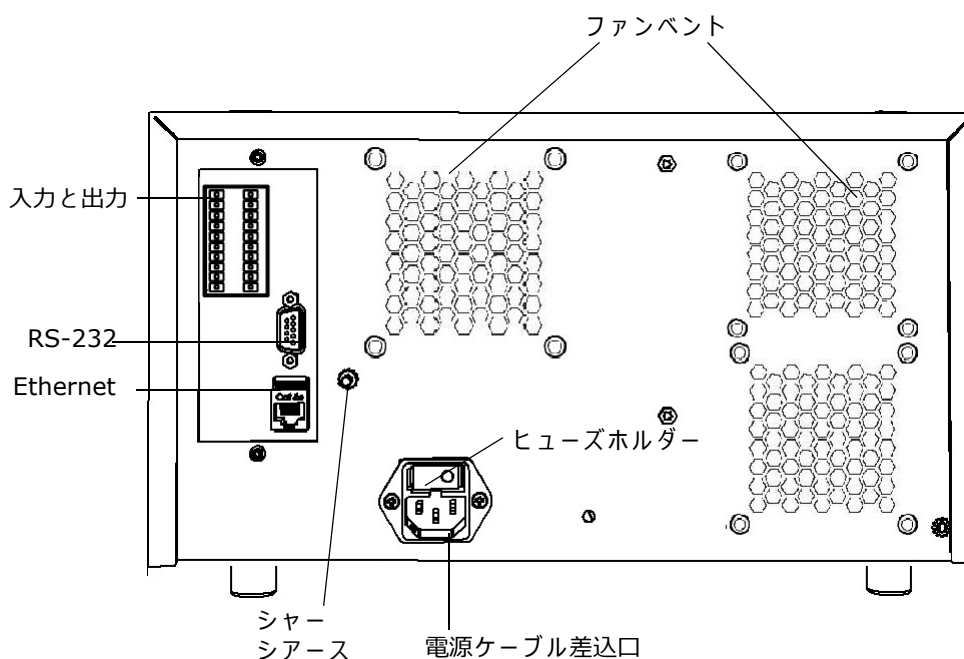


警告：感電防止のため、検出器の電源をオフにして、AC 電源から接続を外します。

関連項目：『Ethernet 装置入門ガイド』。

以下の図は、検出器を外部デバイスと接続して操作するためのコネクターの、背面パネルでの位置を示しています。

図 2-2: 2475 検出器の背面パネル



2.8.1 コンポーネントの接続の概要

推奨事項: Ethernet 接続で 2475 検出器をデータシステムコンポーネントに接続することをお勧めします。

下表に、2475 検出器と HPLC または UHPLC システムとの接続に使用するシグナル接続のまとめを示します。

表 2-2: コンポーネントのコネクタの種類

コネクタの種類	コンポーネント
Ethernet 接続	クロマトグラフィーデータソフトウェアのコントロール下で実行中のシステムに、Ethernet を使用して接続します。
アナログ出力	eSAT/IN モジュール
イベント入力	<ul style="list-style-type: none"> システムコントローラー (Alliance e2695 セパレーションモジュールとともに使用) Waters のマニュアルインジェクター、または他社製インジェクター
RS-232	474 エミュレーションモードの Empower からのリモートコントロールおよび直接データ取り込みを可能にします。

2.8.2 Ethernet ケーブルの接続

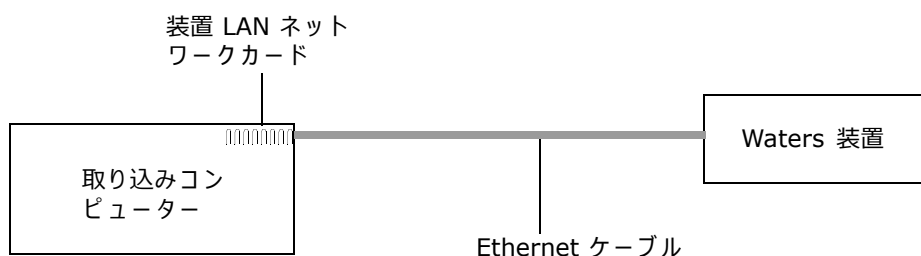
Waters 装置は、専用のローカルエリアネットワーク (LAN) を介して取り込みコンピューターと通信します。取り込みコンピューターでは、装置用のネットワークカードで装置と通信します。

コンピューターから Waters の装置をコントロールするには、Waters の装置コントロールソフトウェア (ICS) ドライバーを取り込みコンピューターにインストールする必要があります。(詳細については、装置コントロールソフトウェアに付属のソフトウェアインストール方法を参照してください)。

2.8.2.1 単一の Waters 装置の接続

単一の Waters 装置のシステム構成では、接続ハードウェアとしては 1 本の Ethernet ケーブル (スタートアップキット) だけが必要です。

図 2-3: 単一の Waters 装置の接続



2.8.2.2 複数の Waters 装置の接続

複数の Waters 装置を組み込んだシステム構成では、Waters 装置と取り込みコンピューター間を Ethernet スイッチで通信します。

接続ハードウェアには、各 Waters 装置あたり 1 本の標準 Ethernet ケーブル、およびネットワークスイッチと取り込みコンピューターの間標準 Ethernet ケーブル 1 本が必要です。

コンピューターで Waters の装置をコントロールするには、Waters の装置コントロールソフトウェアを取り込みコンピューターにインストールする必要があります。(ドライバーディスクに付属のソフトウェアインストール方法を参照してください)。

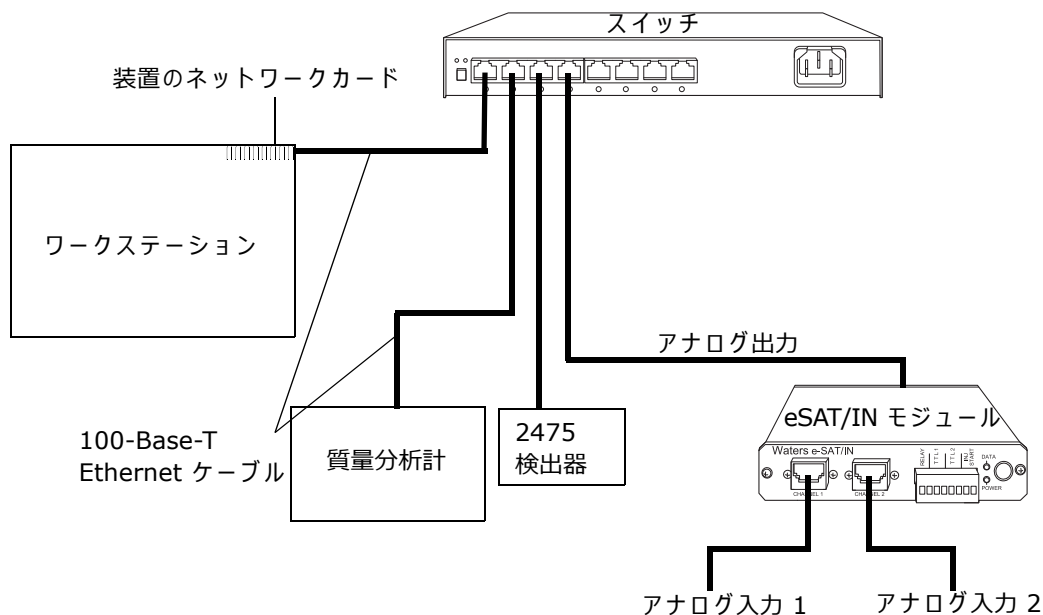
2.8.2.3 ネットワークインストールのガイドライン

複数の Waters 装置の構成は、専用ローカルエリアネットワーク (LAN) を使用します。以下の図を参照してください。LAN は、以下のガイドラインに従って接続する必要があります。

- Ethernet ケーブル
- 最長 100 メートル (328 フィート)

ヒント: 複数の Ethernet 装置を使用する場合、ネットワークスイッチを使用する必要があります。ネットワークスイッチの代わりにネットワークハブを使用する場合のサポートはしていません。

図 2-4: 複数の Waters Ethernet 装置の接続



2.8.2.4 注入開始シグナルの接続

Ethernet でコントロールされているシステムでは、注入開始シグナルは不要です。ただし、Ethernet コントロールではない場合、2475 検出器は、データ収集および時間ベースのプログラムを開始するために、オートサンプラーまたはマニュアルインジェクターから注入開始シグナルを受信する必要があります。

次の表に、さまざまなシステム構成についての注入開始シグナルの接続を示します。

表 2-3: 2475 検出器の注入開始シグナルの接続

注入開始出力ソース	注入開始入力の接続 (2475 検出器、コネクター I)
Waters マニュアルインジェクター、または他社製マニュアルインジェクター/オートサンプラー	Inject start +/-

ヒント: 2475 検出器へのピン接続については、[図「I/O シグナル入力および出力」\(43 ページ\)](#)を参照してください。

2.8.3 シグナル接続の選択

推奨事項 : 2475 検出器は、Ethernet を使用して Alliance HPLC システムの他の装置と接続することをお勧めします。

背面パネルには、2 つのアナログコネクタと、外部装置によって検出器を操作するための RS-232 通信ポートがあります。他の装置をこれらのコネクタで検出器に接続して、次のシグナルを使用できます。

- **アナログ出力** – 2 つの減衰したアナログチャンネル出力 [検出器出力 1] と [検出器出力 2] があります。外部装置またはデータシステムへの 1 V 出力をサポートします。入力/出力の電圧と電流の仕様については、[付録 B](#) を参照してください。チャンネル A とチャンネル B の 1 V 出力は、各チャンネルの EUFS（エミッション/エネルギー単位のフルスケール）設定に基づいてスケーリングされます。検出器を使用して、EUFS を個別に各チャンネルの出力に指定できます。1 V 出力の V/EU は以下のように計算されます。

$$\text{出力電圧} = \text{蛍光度} \times 1 \text{ V/EUFS}$$

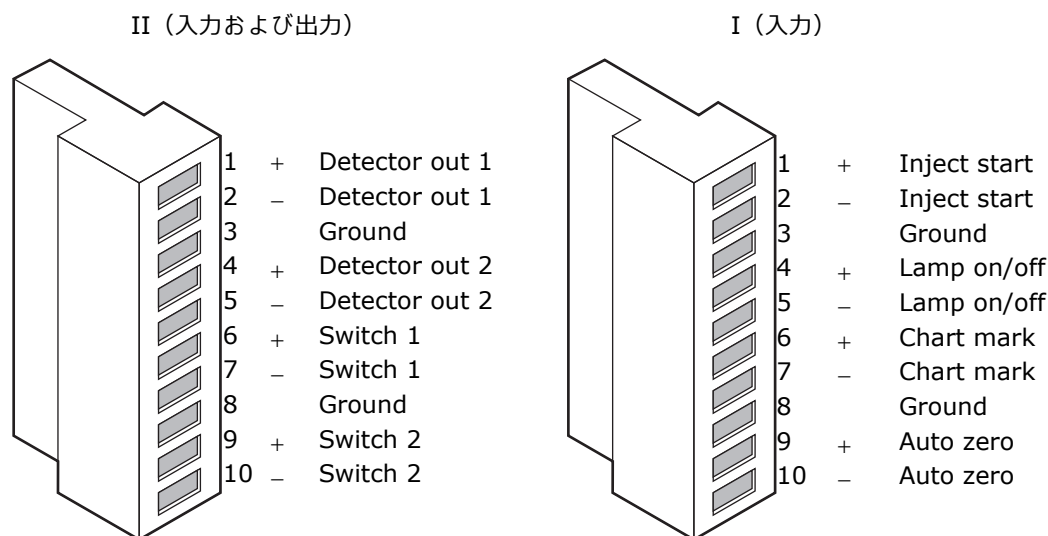
たとえば、EUFSを 10,000 に設定すると、従来の 0.0001V/EU で出力されます。EUFS を 100,000 に設定すると、10,000 EU を超えるクロマトグラフィーをサポートする 0.00001 V/EU で出力されます。

- **シャーシのアーススタッド** – アナログ接続のシールドをここに接続します。
- **出力の切り替え** – 2 つの接点リレーがあります。オン、オフ、トグルが選択でき、指定された期間に 1 回パルスを出したり繰り返してパルスを出すように設定できます。
- **イベント入力** – 検出器の I（入力）端子の 4 つの汎用 TTL 接点リレーが、以下の機能をサポートします（[71 ページのタイトル「一次および二次機能（メソッド）のパラメーター」の表](#)を参照）。
 - リモートまたは注入開始
 - ランプオン/オフ
 - チャートマーカ入力
 - オートゼロ

2.8.4 I/O シグナル接続

背面パネルには、I/O シグナル用のピンを保持している 2 つの取り外し可能なコネクタがあります(下図を参照)。これらのコネクタ (I、II) は一方向にしか挿入できないようになっています。

図 2-5: I/O シグナル入力および出力



下表では、I/O コネクタで使用できる各シグナルについて説明しています。各シグナルの電気的仕様については、[付録 B](#) を参照してください。

表 2-4: 検出器の I/O シグナル

シグナル	説明
Inject start ¹	TTL 接点リレー。時間設定イベントのシーケンスを開始する、設定可能な入力です。分析の開始（通常は注入）を指定し、検出器の内部時計を 0.00 分にリセットして開始します。初期条件がすぐに適用されます。
Lamp On/Off	設定可能な入力で、外部装置によってキセノンランプのオフ/オンを切り替えることができます。
Chart Mark	設定可能な入力で、アナログ出力チャンネル（検出器出力 1 および検出器出力 2）のいずれかまたは両方に、（フルスケールの 10% で）チャートマーカを入れます。
Auto Zero	設定可能な入力で、両方のチャンネル（検出器出力 1 および検出器出力 2）をオートゼロにします。
Detector Out 1 ²	チャンネル A を 1 V フルスケールでアナログ出力します（現在設定されている EUFS 値にスケールされます）。
Detector Out 2	チャンネル B を 1 V フルスケールでアナログ出力します（現在設定されている EUFS 値にスケールされます）。

表 2-4: 検出器の I/O シグナル (続き)

シグナル	説明
Switch 1 (2)	感度イベントおよびタイムイベントでコントロールできます。
Switch 2 (2)	感度イベントおよびタイムイベントでコントロールできます。

1. 注入開始、チャートマーカ、オートゼロ、およびランプの入力が設定できます。2 番目の設定画面を使用して、該当するパラメーターを [Low] に設定します (75 ページを参照)。
2. 42 ページを参照。

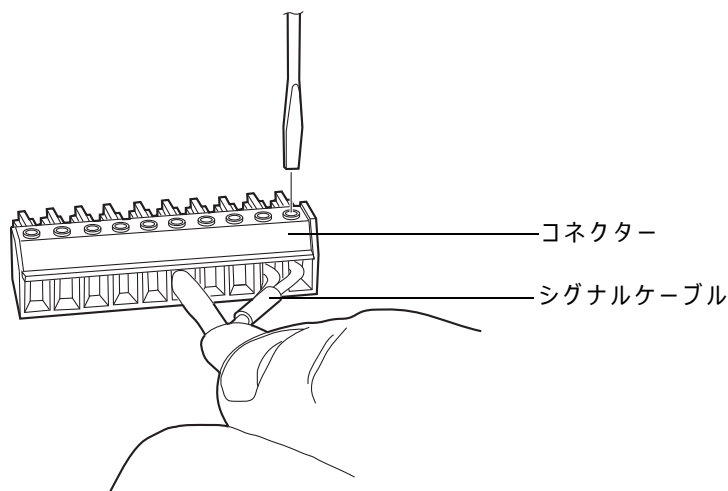
2.8.5 シグナル接続

装置の背面パネルにあるシルクスクリーンラベルでシグナル接続の場所を確認します。

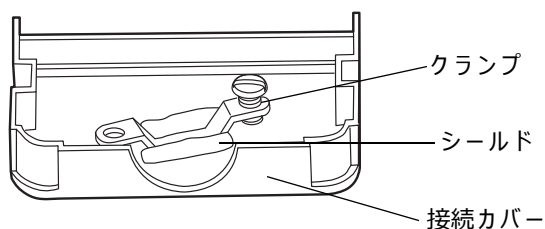
要件: 外部電気障害を防止するために、シグナルコネクタの上に接続カバーを取り付けてください。

シグナル接続を行う方法:

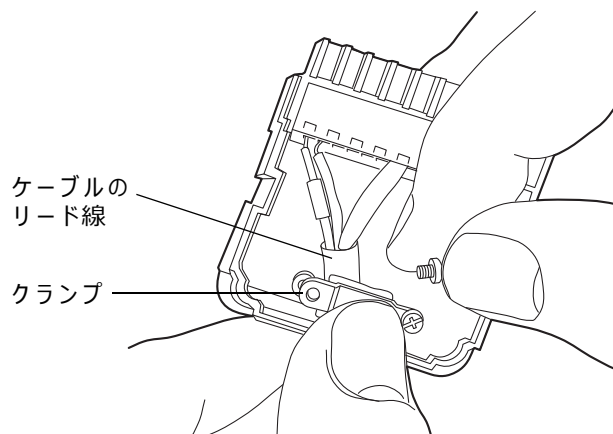
1. シグナルケーブルの正と負のリード線をコネクタに取り付けます。



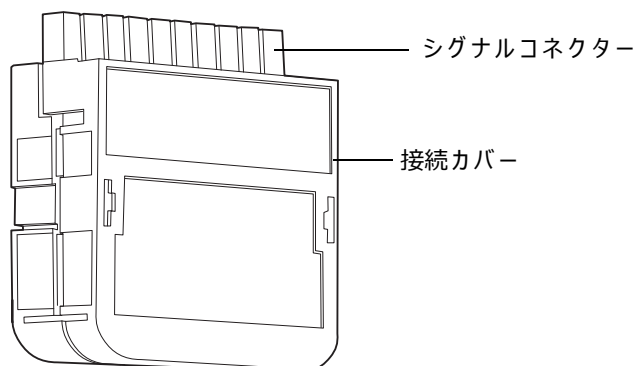
2. (曲がっている側を下向きにして) クランプを保護シールドに滑り込ませます。
3. (曲がっている側を下向きにして) クランプとシールドを接続カバーに差し込み、片方のセルフタッピングねじで緩く締めます。



- シグナルケーブルを接続済みのコネクタを接続カバーに差し込み、クランプをケーブルのリード線の上にかぶせてから、もう一方のセルフタッピングねじでクランプを締め付けて固定します。



- もう 1 つの接続カバーを最初のカバーの上にはめ込みます。



2.8.6 Alliance e2695 セパレーションモジュールの接続

要件 : Alliance e2695 セパレーションモジュールを接続するには、2475 FLR 検出器が IEEE 接続を使用して（推奨されている Ethernet 接続ではなく）接続されている必要があります。

Alliance e2695 セパレーションモジュールは、以下の機能を実行します（検出器が Empower ソフトウェアのコントロール下でない場合）。

- 注入時のオートゼロシグナルの生成
- 注入時のチャートマーカの生成
- メソッドの開始
- ランプのオン/オフ

2.8.6.1 注入開始時のオートゼロの生成

Alliance e2695 セパレーションモジュールから、注入開始時に検出器でオートゼロを実行する方法：

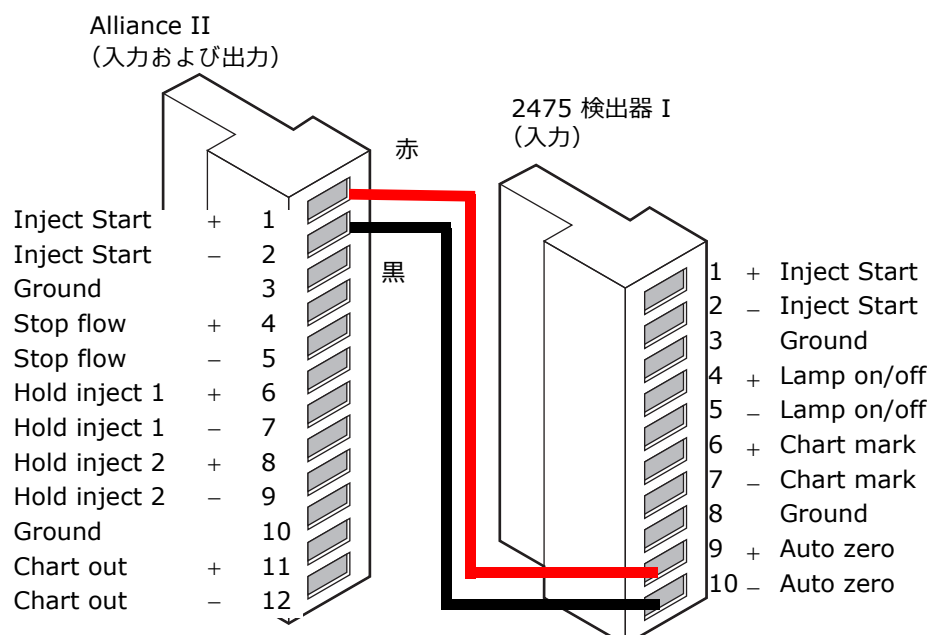
- 以下の表および図のように配線します。

表 2-5: 注入開始時にオートゼロを生成するための接続

Alliance e2695 セパレーションモジュール (II 入出力)	2475 検出器 (I 入力)
ピン 1 Inject Start	ピン 9 Auto Zero +
ピン 2 Inject Start	ピン 10 Auto Zero -

- 検出器の前面パネルで、オートゼロシグナルを設定します。デフォルトのオートゼロの設定は [Low] です (75 ページを参照)。

図 2-6: 注入時のオートゼロ用の接続



2.8.6.2 注入開始時のチャートマーカの生成

Alliance e2695 セパレーションモジュールから、注入開始時にチャートマーカを生成する方法：

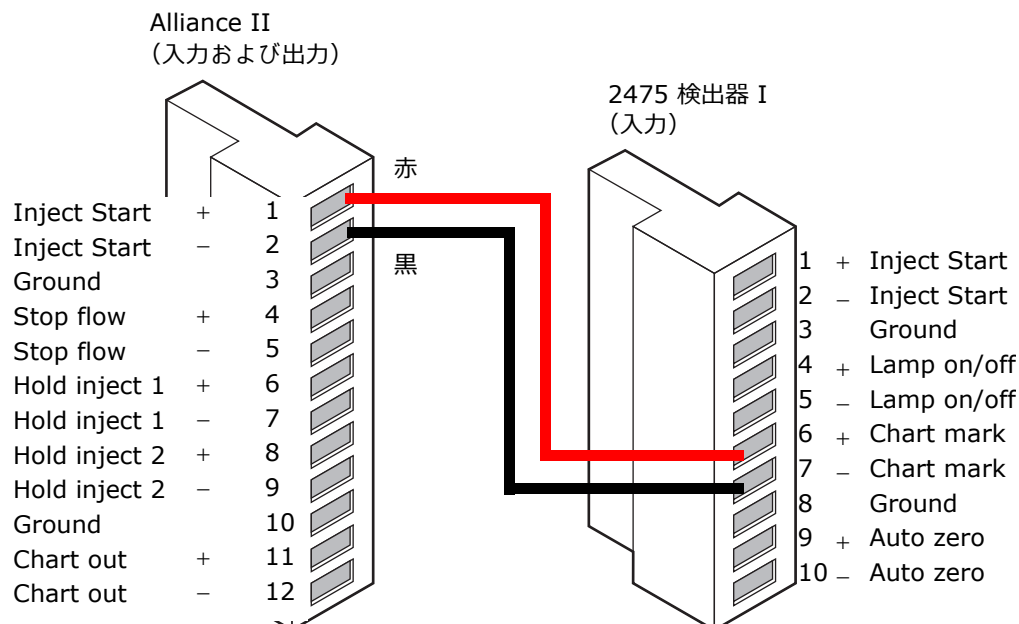
- 以下の表および図のように配線します。

表 2-6: 注入開始時にチャートマーカを生成するための接続

Alliance e2695 セパレーションモジュール (II 入出力)	2475 検出器 (I 入力)
ピン 1 Inject Start	ピン 6 Chart Mark +
ピン 2 Inject Start	ピン 7 Chart Mark -

- 検出器の前面パネルで、チャートマーカシグナルを設定します。デフォルトのチャートマーカシグナルは [Low] です (75 ページを参照)。

図 2-7: 注入開始時のチャートマーカ用の接続



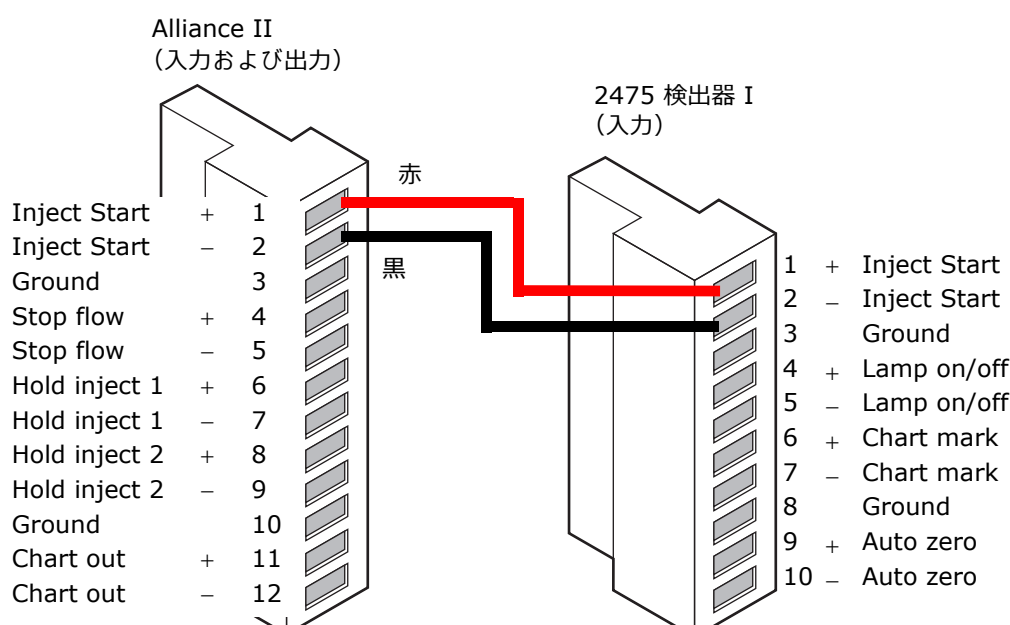
2.8.6.3 メソッドの開始

Alliance e2695 セパレーションモジュールからの注入開始時に検出器がメソッドを開始するには、以下の表と図に示すように配線します。

表 2-7: メソッドを開始するための接続

Alliance e2695 セパレーションモジュール (II 入出力)	2475 検出器 (I 入力)
ピン 1 Inject Start	ピン 1 Inject Start +
ピン 2 Inject Start	ピン 2 Inject Start -

図 2-8: 注入開始時にメソッドを開始するための接続



2.8.6.4 ランプのオン/オフの切り替え

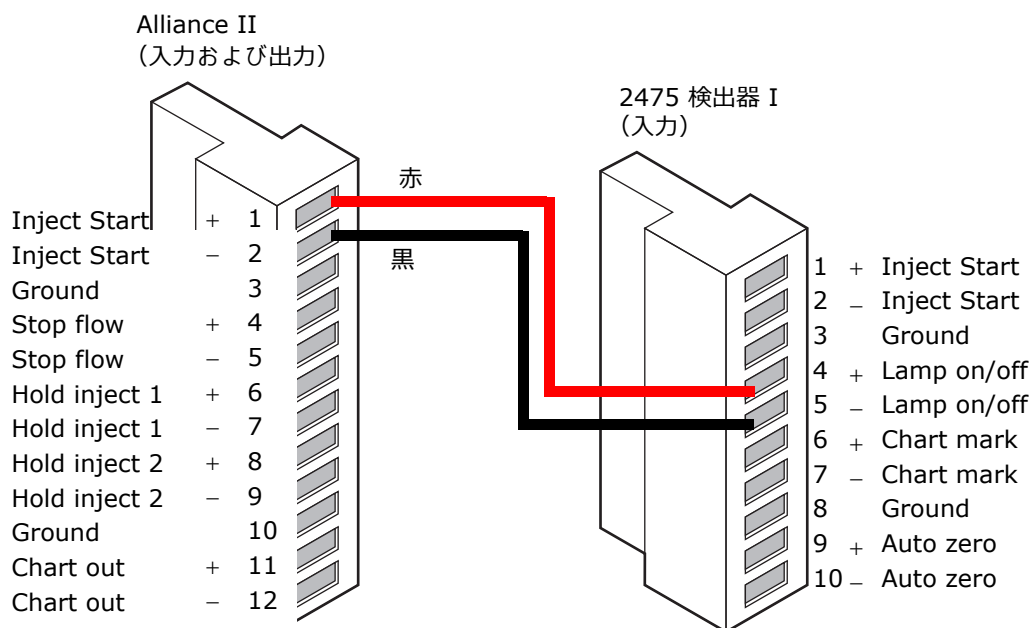
Alliance e2695 セパレーションモジュールからランプをオン/オフにする方法：

1. 検出器の前面パネルで、デフォルトのランプ設定パラメータの設定を [Ignore] から [High] または [Low] に変更して、ランプのオン/オフシグナルを設定します (75 ページを参照)。
2. 以下の表および図のように配線します。

表 2-8: 検出器のランプをオン/オフにするための接続

Alliance e2695 セパレーションモジュール (I 出力)	2475 検出器 (I 入力)
ピン 1 Switch 1	ピン 4 Lamp On/Off +
ピン 2 Switch 1	ピン 5 Lamp On/Off -

図 2-9: ランプをオン/オフするための接続



2.8.7 RS-232 装置の接続

推奨事項: 検出器が 474 エミュレーションモードのときは、RS-232 インターフェースコネクタを使用します。

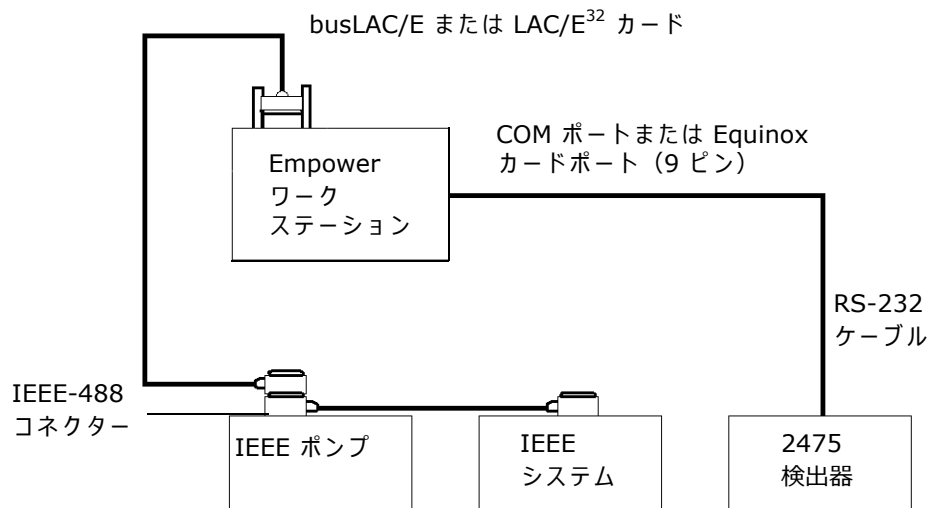
デジタル信号用の RS-232 インターフェースコネクタが背面パネルにあります。Empower ソフトウェアのコントロール下で実行しているクロマトグラフィーシステムワークステーションの RS-232 通信ポートなどの RS-232 装置と、検出器を接続するために使用します (下図を参照)。この RS-232 コネクタは標準 RS-232 ケーブルと接続します。

! 注意:

- 機器の破損を防ぐために、RS-232 コントロールバスにすでに接続している装置すべての電源を切ってから、RS-232 インタフェースケーブルを追加の装置に接続してください。
- システム上の RS-232 デバイス間をつなぐケーブルの長さの最大合計は、65 フィート (20 メートル) です。2 台の RS-232 デバイス間のケーブルの長さは、10 フィート (3 メートル) 以内にお奨めします。上記のケーブル長さ (合計) を超えた場合、RS-232 接続上の通信が断続的に切断されるトラブルが発生する恐れがあります。

ヒント: RS-232 ケーブルを接続すると、検出器はリモートモードで動作します。Empower ソフトウェアのコントロール下で実行しているシステムに接続するとき、マルチチャンネル動作に対して [474 のエミュレーション] オプションを有効にする必要があります。

図 2-10: Empower ソフトウェアのコントロール下で実行しているシステムでの IEEE-488 および RS-232 接続



ヒント : RS-232 通信は、マルチチャンネルモードをサポートしません。

ヒント : 検出器を Waters のデータシステムに接続する場合、データシステムで設定できない検出器パラメータはすべて検出器本体の設定に従います。

RS-232 装置を検出器に接続するには :

1. RS-232 ケーブル（検出器に付属）の一端を、RS-232 デバイスに接続します。
注 : このようなデバイスには、Empower ソフトウェアのコントロール下で実行しているシステムでの、RS-232 通信ポートや Equinox カードが該当します。
2. ケーブルの他端を検出器の背面パネルにある RS-232 コネクターに接続します。
3. RS-232 ケーブルのねじが確実に締まっていることを確認します。
4. 入出力がすべて正しく接続されていることを確認します（49 ページの「RS-232 装置の接続」を参照）。
5. 検出器を RS-232 通信用に設定し、リモートモードで実行します。
6. 注入開始ケーブルを接続します（48 ページの「メソッドの開始」を参照）。

2.9 他の装置への接続

検出器には、下記を含むさまざまな装置を接続できます。

- Empower ソフトウェアのコントロール下で、eSAT/IN モジュールを使用して実行しているクロマトグラフィースystemワークステーション
- Waters フラクションコレクター

必要なツールおよび器材

検出器の背面パネルにある端子にケーブルを接続するには、以下の工具が必要です。

- 小型のマイナスイヤードライバー（スタートアップキット）
- ケーブルの絶縁被覆を剥ぎ取る工具

2.9.1 ケーブルの接続

他の Alliance HPLC システム装置から検出器の背面パネルにある I および II の端子まで、ケーブルを接続する方法：

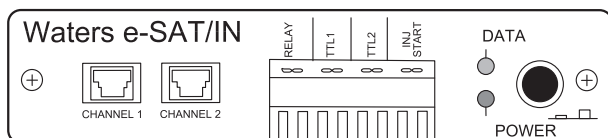
1. 端子 I または II (図「I/O シグナル入力および出力」(43 ページ) を参照) を取り外します。
2. 接続ピンの端子のねじを緩めます。
3. 工具を使用して、ケーブルの端から 1/8 インチほどワイヤーの絶縁被覆を剥ぎ取ります。
4. 剥ぎ取ったケーブルを適切なコネクタに差し込みます。
5. ワイヤーが所定の位置に固定されるまでねじを締め付けます。
6. 端子を差し込みます。
7. 端子をしっかりと押し込み、正しく接続されたことを確認します。

2.9.2 eSAT/IN モジュールを使用したデータシステムの接続

eSAT/IN モジュールを使用して (RS-232 ではなく)、Empower ソフトウェアのコントロール下で実行しているシステムで、サードパーティー検出器からデータを取り込みます (51 ページを参照)。この方法を使用するには、検出器とサテライトインターフェース (eSAT/IN) モジュールとを接続する必要があります。

eSAT/IN モジュールは、検出器からのアナログ信号をデジタル信号に変換します。

図 2-11: eSAT/IN モジュール (前面パネル)



Empower ソフトウェアのコントロール下で実行しているシステムを検出器に接続するには：

1. eSAT/IN モジュールを、Empower ソフトウェアのコントロール下で実行しているシステムの Ethernet カードに、『Waters eSAT/IN モジュールインストールガイド』の手順に従って、接続します。

！ 注意：

- 『Waters eSAT/IN モジュールインストールガイド』に記載されているすべての手順を完了するまでは、eSAT/IN モジュールを起動しないでください。適切な手順を踏まずに起動した場合は、装置に損傷を与える恐れがあります。またこの場合には、保証は無効になります。
 - モジュールの損傷を防止するために、モジュールへの電源接続部の取り付けまたは取り外しをする前に、必ずコードをコンセント（または電源装置）から抜いてください。
2. eSAT/IN モジュールを、検出器の背面パネルにある II（入出力）端子に接続します。
 - a. チャンネル A（[図「eSAT/IN モジュールチャンネル 1 と検出器の接続」](#)（53 ページ）と[図「I/O シグナル入力および出力」](#)（43 ページ）を参照）：
 - 白色のワイヤーを B のピン 1 に接続します（Detector out 1 + [+1 V]）。
 - 黒色のワイヤーを B のピン 2 に接続します（Detector out 1 - [-1 V]）。
 - b. チャンネル B（[図「eSAT/IN モジュールチャンネル 2 と検出器の接続」](#)（53 ページ）と[図「I/O シグナル入力および出力」](#)（43 ページ）を参照）：
 - 白色のワイヤーを B のピン 4 に接続します（Detector out 2 + [+1 V]）。
 - 黒色のワイヤーを B のピン 5 に接続します（Detector out 2 - [-1 V]）。
 - c. ケーブルのもう一方の端を、eSAT/IN モジュール前面のチャンネル 1 またはチャンネル 2 のいずれかのコネクタに接続します。
 3. 『Empower ソフトウェア入門ガイド』に従って、eSAT/IN モジュールのシリアルポートを設定します。

! **注意：**測定に悪影響を与える接地ループの発生確率を最小限に抑えるため、ケーブルのシールドの一端のみをシャーシアースに接続します。

図 2-12: eSAT/IN モジュールチャンネル 1 と検出器の接続

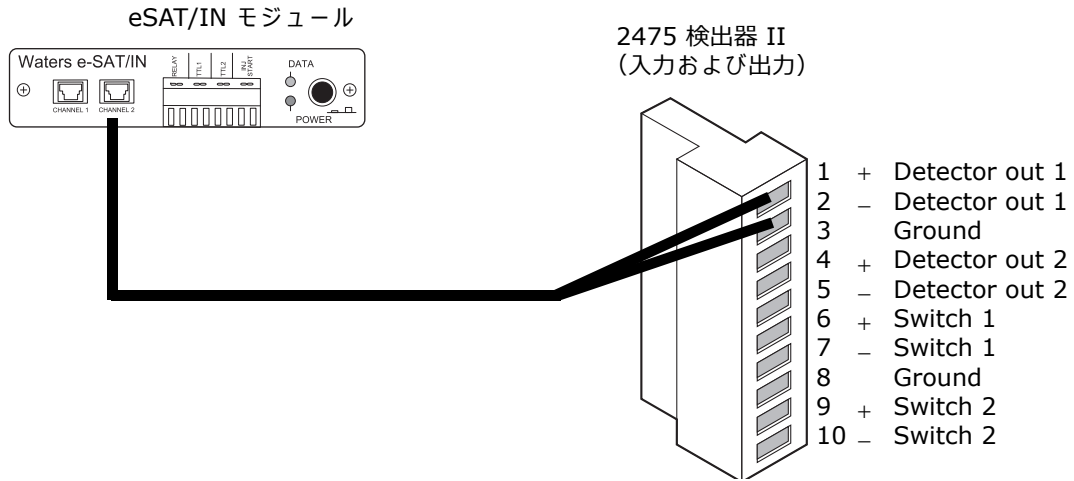


図 2-13: eSAT/IN モジュールチャンネル 2 と検出器の接続

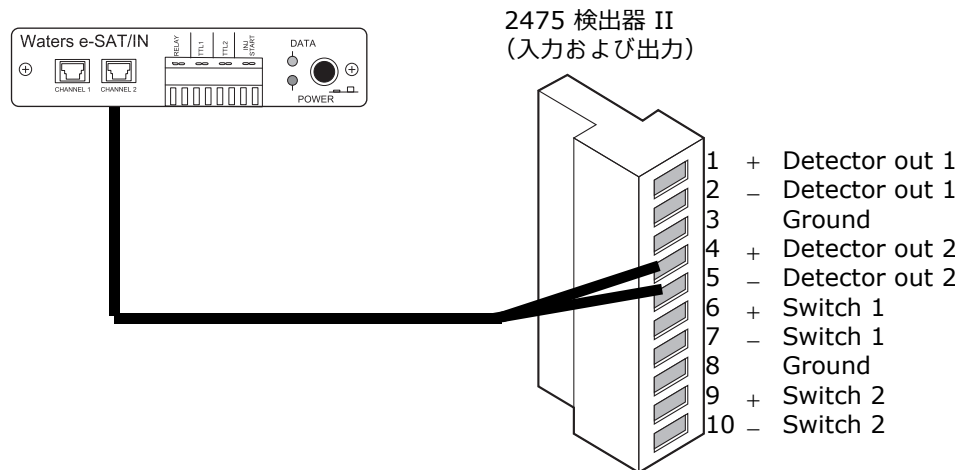


表 2-9: eSAT/IN モジュールと検出器の接続

eSAT/IN コネクタ	2475 検出器 (II 出力)
Channel 1 または 2	ピン1 Detector Out 1 + (白)
	ピン 2 Detector Out 1 - (黒)
Channel 1 または 2	ピン 4 Detector Out 2 + (白)
	ピン 5 Detector Out 2 - (黒)

2.9.2.1 チャートマーカ

以下の操作を行うと、検出器の前面パネルからチャートマーカを生成することもできます。

- 検出器のキーパッドの Chart Mark キーを押します。
- タイムイベントをプログラムして、チャートマーカを生成します。
- アナログのチャートマーカシグナル入力により、チャートマーカシグナルが生成されます。

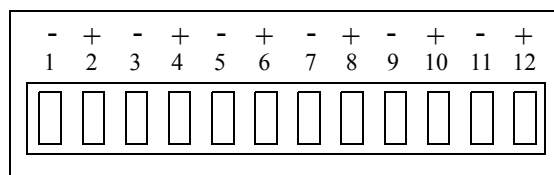
2.9.3 Waters フラクシオンコレクターの接続

使用している Waters フラクシオンコレクターは、I/O 端子を介して Alliance HPLC システムと通信します。I/O 端子は、2 部品（オス型/メス型）接続です。メス型コネクタは、フラクシオンコレクターの背面パネルに、恒久的に取り付けられています。I/O コネクタ（オス型）は、メス型端子にスナップ接続されます。入力および出力のリード線は、端子のオス型部に接続されます。

I/O シグナル接続をする方法：

1. 適切なシグナルケーブル（LC システムモジュールに付属）を選択し、適切な長さに切断します。
ヒント：シグナルケーブルは、干渉を最小限に抑えるため、できるだけ短くする必要があります。
2. 絶縁被覆剥ぎ取り器を使用して、シグナルケーブルの各導体の端から約 5 mm の絶縁被覆を取り除きます。
3. I/O 端子のオレンジ色の本体を掴んで、WFC III の背面パネルからオス型コネクタを強く引き外します。
4. 下図の I/O 端子図を確認してください。

ヒント：この図は、装置の背面パネルにも表示されています。ブロック図の個々の番号付きのスロットは、それぞれの番号付きのピンに対応します。



5. 端子ブロックで、接続するピンの場所を探します（各ピンのシグナルの説明については以下の表を参照）。
ヒント：正の接続は偶数番号の端子に、負の接続は奇数番号の端子に行います。
6. 対応するピンスロットの上方のねじを緩めます。リード線をスロットの奥まで挿入します。
7. ねじを締め付けて、接触するようにリード線を固定します。
8. すべての接続が完了したら、オス型コネクタをメス型コネクタに挿入（ねじが上向きになるように）します。
9. RFC-10 コネクタコアを I/O 端子接続コードに取り付けます。

要件：コアと端子コネクタの距離が 10 cm 未満であることを確認します。

スイッチやリレーなどの機械式接点の出力シグナルは、EXT START、EXT END、EXT COUNT 端子への入力の供給に使用できます。電氣的干渉を防止するため、これらの出力シグナルを他の装置に接続しないでください。

表 2-10: シグナル接続

ピン	シグナル	説明
1(-)/2(+)	SIGNAL	検出器からの出力に接続します。「条件」モードを使用して、検出器出力に適合するシグナルレベルを選択します。
3(-)/4(+)	EXT START	外部開始シグナルに接続します（例えばポンプコントローラー）。
5(-)/6(+)	EXT END	分取を一時停止するための終了シグナルを接続します。
7(-)/8(+)	EXT COUNT	分取用のカウントシグナルを接続します。
9(-)/10(+)	EVENT MARKER (1)	レコーダーの入力端子に接続します。分析後にポンプをオフにするために使用します。
11(-)/12(+)	EVENT MARKER (2)	開始後のドロップパーの移動中以外は、ステータスがオンになります。ドロップパー移動中にポンプをオフにすることで、クロマトグラフィーシステムの背圧を防止するために使用します。

コントローラーからのタイムイベント出力 (S1 ~ S4) にハードウェアのトリガーが必要な場合、シグナルケーブル（品番 62031）が必要な場合があります。シグナルケーブルを使用するには、短い黒色の接地線を WFC の端子に、白色の正極を WFC の S4 に接続します。長い黒色の負極リード線を S1 ~ S4 に、白色をコントローラーの +12 V に接続します。

下表に I/O 端子コネクターの仕様を示します。

表 2-11: I/O 端子コネクターの仕様

パラメーター	値
最大端子電圧	60 Vac
最大端子電流	0.3 A
最大スイッチワット数	10 W
最小抵抗容量	100 mA

レコーダーにマーカー入力端子がない場合、EVENT MARKER シグナルを、レコーダー入力シグナルと並列に接続して、場合によりイベントマーカーを作成することができます。

3 検出器の使用

検出器を設置したら、スタンドアローンの装置として、またはデータシステムの一部として、検出器を設定して使用する必要があります。

- スタンドアローンの装置として – Alliance HPLC システムなどのシステムや、ポンプ、インジェクター、インテグレーターと共にスタンドアローンの検出器として使用できます。クロマトグラフィーデータシステムからコントロールしない場合は、検出器の前面パネルから設定できます。
- ソフトウェアのコントロール下で実行しているシステムの一部として – Empower ソフトウェアまたは MassLynx のコントロール下で実行しているシステムで使用するように、検出器を設定できます。このためには、Empower のオンラインヘルプの手順に従って、検出器をコントロールするパラメーターを指定します。

3.1 検出器の起動



警告：

- この装置を使用する場合および溶媒とテスト溶液を用いて作業する場合は、優良試験所基準 (GLP) に必ず従ってください。使用する溶媒と試験溶液の化学的および物理的性質を理解しておく必要があります。使用する溶媒と試験溶液の化学物質安全性データシート (MSDS) を参照してください。
- 不適切な溶媒を使用すると、装置に重大な障害が発生したり、オペレーターが負傷したりする場合があります。詳細については、付録 C を参照してください。



警告：爆発の危険性。引火点は、可燃性物質の蒸気から液体表面に炎が広がる、最も低い温度のことです。化学物質の引火点は、液体の蒸気圧によって決まります。つまり、蒸気濃度が十分高い時のみ、溶媒蒸気が燃焼する可能性があります。

3.1.1 検出器の初期化

検出器の電源を入れる前に、検出器背面パネルから電源に正しく電源コードが接続されていることを確認してください。

電源を投入するには、検出器の左上にあるオン/オフスイッチを押します。

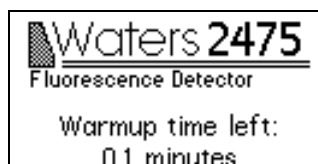
起動時に、検出器は 3 回ビープ音を発します。前面ドアの背後にあるキーパッドにより、「Booting System... Please Wait (Service Keypad Inputs Accessible for 6 sec.)」というメッセージが表示されて、一連の起動時自動診断テストが実行されます。

ヒント：サービスキーパッド入力は、トラブルシューティング時に Waters のサービスエンジニアだけが使用できるようにコード化されています。

以下のメッセージが表示されます。

1. グレーティング初期化中
2. システム初期化中
3. ランプ点灯
4. ウォームアップ終了までの時間(5 分からカウントダウン)

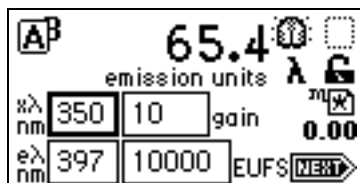
図 3-1: 2475 検出器の起動時画面



5. 光学フィルターをホーミング中
6. 0 次ピークを検索中
7. エルビウムキャリブレーションピークを検出中
8. 最後の設定をリストア中

初期化が終了すると、2475 検出器は蛍光ホーム画面を表示します。詳細については、[64 ページ](#)、および [67 ページ](#)を参照してください。

図 3-2: 蛍光ホーム画面



ヒント: 通常、使用を開始する前に少なくとも 60 分間、検出器のウォームアップを行ってください。

3.1.2 起動時の障害

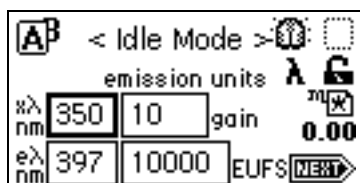
起動時の内部テストが 1 つ以上の不合格結果を返すと、検出器はビープ音を鳴らし、エラーメッセージが表示されます。重大なエラーの場合、ホーム画面の実行時エミッション単位の代わりに「<Error>」が表示されます。

起動時診断テストの失敗、エラーメッセージ、および推奨される対処方法の一覧については、[123 ページ](#)の「[起動時のエラーメッセージ](#)」を参照してください。オンラインヘルプに、運転時のエラーメッセージと推奨対処方法が表示されます。起動時診断の失敗のハードウェア関連の原因とその対処方法については、[135 ページ](#)の「[ハードウェアのトラブルシューティング](#)」を参照してください。

3.1.3 アイドルモード

検出器が正常に起動すると、アイドルモードになります（図「2475 検出器のアイドルモードの画面」(59 ページ) を参照）。シャッターを開く必要がある機能（ローカルメソッド、スキャン、ノイズテストなど）を実行していないときは、シャッターは閉じた状態で、検出器はアイドルモードでランプが点灯しています。シャッターが閉じていることにより、不要な紫外光が検出器の光学系に到達することを防ぎます。

図 3-3: 2475 検出器のアイドルモードの画面

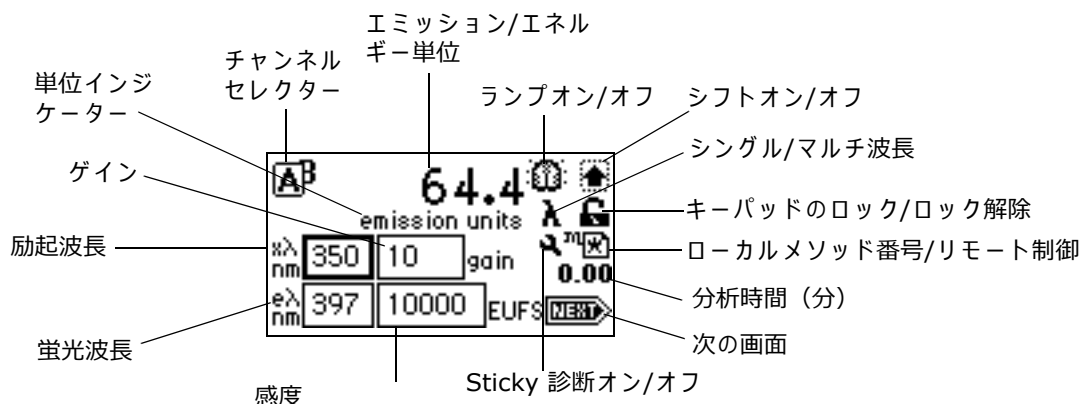


3.2 操作用インターフェースの使用

3.2.1 ディスプレイの使用

検出器の操作用インターフェースには、128×64 のビットマップグラフィックディスプレイ、および 24 キーから成るメンブレンキーパッド（前面ドアの背後にある）があります。下図のようなホーム画面が表示されます。

図 3-4: 蛍光ホーム画面でのパラメーターを見つける



HOME キーを押すと、いつでもホーム画面に戻ることができます。検出器の初回使用時は、ホーム画面に工場出荷時のデフォルト値が表示されます。その後は、検出器が最後にシャットダウンされる前に表示されていた設定が表示されます。ホーム画面の表示は、分析を継続するにつれて変化します。

リアルタイムで、検出器は 1 つ以上の波長ペアについて、蛍光をエミッション単位またはエネルギー単位でモニターします。同時に、60 ページのタイトル「2475 検出器のホーム画面およびメッセージ画面のアイコン」の表のパラメーター設定をすべて変更できます。A/B キーを使用して、チャンネル A と B のホーム画面を切り替えることができます。

3.2.2 蛍光とメッセージのアイコン

蛍光画面とメッセージ画面に、下表に示すアイコンまたはフィールドが表示されます。この表に示す機能のアイコンおよびフィールドの範囲とデフォルト値の一覧については、71 ページの [タイトル「一次および二次機能（メソッド）のパラメーター」の表](#) を参照してください。

! **注意：** 感度 (EUFS) 設定を変更すると、1 V 出力に影響します。たとえば、1 V 出力の感度を 500 EUFS に設定すると、500 EU/V となり、250 EU のシグナルは 0.5 V になります。

表 3-1: 2475 検出器のホーム画面およびメッセージ画面のアイコン


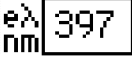












アイコン/フィールド	説明	機能
	励起波長	選択したチャンネルでモニターしているデジタル蛍光波長ペアを選択します。シングルチャンネルモードでは、チャンネル B で波長のペアを独立してコントロールすることはできません。
	蛍光波長	選択したチャンネルでモニターしているデジタル蛍光波長ペアを選択します。シングルチャンネルモードでは、チャンネル B で波長のペアを独立してコントロールすることはできません。
	ゲイン	PMT ゲインを設定します。
	感度 (EUFS)	選択したチャンネルについて、エミッション単位またはエネルギー単位のフルスケール (EUFS) でチャート感度を選択します (デジタルデータは影響を受けません)。
	チャンネルセクター	A/B キーを押すと、チャンネルが変更されません。選択されたチャンネルは、他のチャンネルの上に重なって表示されます。
	チャンネルオン	タイムイベントまたは感度イベントが設定されたチャンネルの [ON A] または [ON B] のアイコンが、表示されます。
	チャンネルトレース	TRACE を押すと、指定したチャンネル (A または B) について、蛍光強度 (エミッションとも呼ばれる) が表示されます。
数値フィールド (0.00)	エミッション単位またはサンプルエネルギー単位での蛍光レスポンス	ノーマライズされていない選択済みチャンネルについて、現在のノーマライズしたエミッション単位またはサンプルエネルギー単位が表示されます。 表示される単位は、操作用インターフェースの 2 番目の画面で選択した出力単位によって決まります。
エミッション単位	単位の表示	選択したデータ単位が表示されます。
エネルギー単位		
	ランプオン	ランプが点灯していることを表します。

表 3-1: 2475 検出器のホーム画面およびメッセージ画面のアイコン (続き)

アイコン/フィールド	説明	機能
	ランプがオフになっている	ランプが消灯していることを表します。
	シフトオフ	ブランク = シフトオフの状態
	シフトオン	キーを押す操作 1 回に対して、シフトが有効であることを示します。
	単一波長	検出器がシングルチャンネルモードで動作中であることを示します。
	マルチ波長	検出器がデュアルチャンネルモードで動作中であることを示します。
	トリプル波長	検出器が 3 チャンネルモードで動作中であることを示します。検出器が外部データシステムのコントロール下にある場合にのみ、アイコンが表示されます (リモートモードのみ)。
	クワッド波長	検出器が 4 チャンネルモードで動作中であることを示します。検出器が外部データシステムのコントロール下にある場合にのみ、アイコンが表示されます (リモートモードのみ)。
	3D 波長	検出器が 3D スキャンモードで動作中であることを示します。検出器が外部データシステムのコントロール下にある場合にのみ、アイコンが表示されます (リモートモードのみ)。
	キーパッドロック解除	キーパッド入力が制限されていないことを示します。
	キーパッドロック	パラメーターが変更不可であることを示します。検出器が外部データシステムのコントロール下にある場合にのみ、アイコンが表示されます (リモートモードのみ)。
	Sticky 診断オン	Sticky 診断の設定がアクティブの状態であることを示します。Sticky 診断の設定については、 125 ページ を参照してください。
	ローカルメソッド番号	2475 検出器がデータシステムによってコントロールされていないことを示します。筆記体の「m」の文字と現在のメソッド番号またはアスタリスク (*) が表示されます。アスタリスクマークは現在の条件がメソッドとして保存されていないことを示します。
	RS-232 コントロール	2475 検出器がデータシステムによってコントロールされていることを示し、リモートコントロールアイコンが表示されます。

表 3-1: 2475 検出器のホーム画面およびメッセージ画面のアイコン (続き)

アイコン/フィールド	説明	機能
	Ethernet コントロール	2475 検出器がデータシステムによってコントロールされていることを示し、リモートコントロールアイコンが表示されます。
数値フィールド (0.00)	分析時間 (分)	Run キーを押してから、または注入開始信号を受信してからの経過時間が表示されます。
	次へ	Next キーを押すと次の画面が表示されることを示します。
	メッセージ画面のアイコン	エラーメッセージを示します。
	メッセージ画面のアイコン	質問を示します。
	メッセージ画面のアイコン	警告メッセージを示します。
	メッセージ画面のアイコン	情報が表示されていることを示します。
	メッセージ画面のアイコン	待機の指示です。

3.2.3 キーパッドの使い方

キーパッド (図「2475 検出器のキーパッド」(63 ページ) を参照) は、以下の機能を持つ 24 キーで構成されています。

- 数字キー - 0~9 の数字と小数点です。
- 全体的な機能 - Enter、Shift、CE (エントリーの消去)、Next (次へ)、および ? (ヘルプ) があります。
- ナビゲーション - ▲ および ▼ (ナビゲーションのみに使用。▲ を押すと前の列に移動することもでき、▼ を押すと後続の列に移動することもできます)。スクロールリストのある画面では、これらのキーを使用して強調表示を上 (リストの先頭に向かって) または下 (リストの末尾に向かって) に移動して、スクロールすることができます。
- A/B - チャンネル A と B を切り替えます。
- 特定画面への直接アクセス - HOME、METHOD、CONFIGURE、DIAG (診断)、TRACE、および SCAN があります。
- 一次機能 - Chart Mark、Auto Zero、および Run/Stop があります。一次機能キーはパラメータ入力などを必要とせず、押すと直ちに機能します。
- 二次機能 - SCAN、 $\lambda/\lambda\lambda$ (シングルまたはマルチチャンネル)、Reset (クロック)、Lamp、Lock、Calibrate、System Information、Contrast、Previous、Cancel、+/-、および Clear Field があります。二次機能キーを押した後、パラメータフィールドに情報を入力し、その機能を有効にするために Enter キーを押す必要があります。

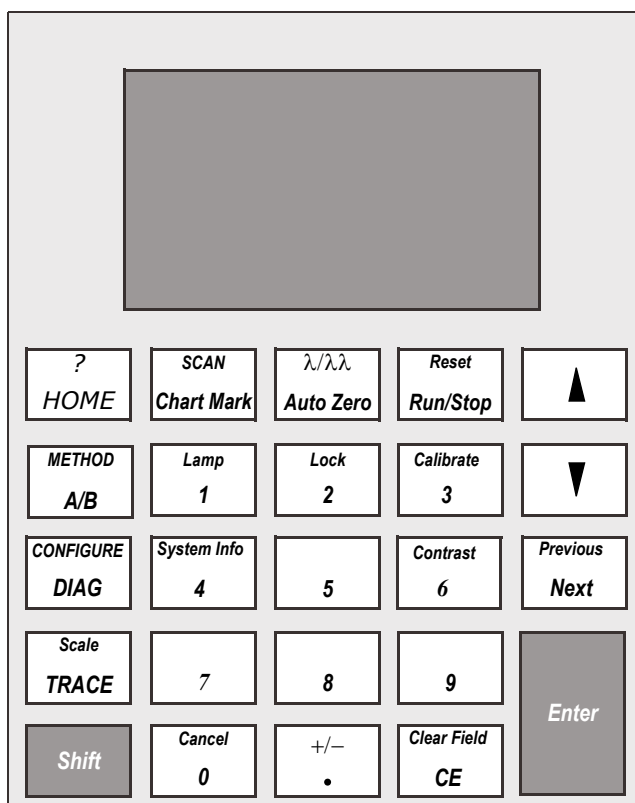
すべて大文字で表示されているキー（HOME、METHOD、CONFIGURE、DIAG、TRACE、および SCAN）は、大部分の画面で直接機能を表示します。

リストやメニューで、番号付きのエントリーを選択するには、以下の操作を行います。

- リストまたはメニューで、1～9の番号が付いたエントリーについて、選択する項目に対応する数字を押してから Enter を押します。
- 番号 10 の場合は、0 を押してから Enter を押します。
- 選択リストの最後に移動するには、• を押します。
- 番号 11 または 12 のエントリーの場合、▲ キーまたは ▼ キーを押してリスト内の必要な項目にスクロールしてから、Enter を押します。

ヒント：▲ キーおよび ▼ キーを使用してフィールドの値を増減することはできません。フィールドの値を変更するには、数字キーを使用してください。

図 3-5: 2475 検出器のキーパッド



以下の表に、一次および二次キーの機能を示します。二次機能キーを使用するには、まず Shift キーを押してから該当するキーを押します。

表 3-2: 2475 検出器のキーパッドの説明


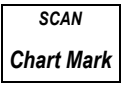
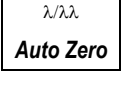
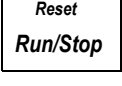
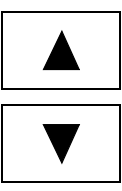
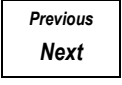
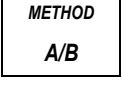
キー	説明	
	シフトなし	先に Shift キーを押した場合
	HOME - ホーム画面を表示します。ホーム画面には、アイコン、励起波長と蛍光波長、EUF5、およびゲインのフィールドがあります。	? - 使用可能な場合にコンテキストセンシティブなヘルプが表示されます。
	Chart Mark - アナログ出力 (A と B、指定された設定により異なる) に瞬間的なパルスを送ります。チャートマーカ機能は両チャンネルで無効の場合、このキーは無効です。 ¹	SCAN - スペクトルの生成や処理を行うオプションのリストが表示されます。
	Auto Zero - アナログ出力 (A と B、指定された設定により異なる) が 0 EU の値を示すように蛍光オフセットを設定します。オートゼロが両チャンネルで無効な場合、このキーは無効です。ホーム画面の 4 ページ目でオートゼロ機能の有効と無効を切り替えることができます (図「ホーム画面の二次機能」(68 ページ) を参照)。	λ/λ - ホーム画面でこのキーを使用して、シングルチャンネルモードとマルチチャンネルモードを切り替えます。現在のモードがディスプレイのアイコンによって示されます。
	Run/Stop - 分析時間クロックを開始または停止 (フリーズ) し、スキャンを開始します。経過時間は、ホーム画面の右下付近に表示されます。アイドルモード機能が有効なときに Run キーを押すと、シャッターが開きます。	Reset - 検出器の分析時間クロックを 0 分にリセットします。検出器は現在のメソッドの初期条件に戻ります。アイドルモードが有効な場合は、シャッターを閉じてアイドルモードを表示します。
	▲ および ▼ - 入力フィールド (編集、チェックボックス、またはリスト) がある画面では、アクティブなフィールドが太線で囲まれます。別のフィールドをアクティブにするには、矢印キーを使用します。(▲ は上または左に、▼ は下または右に移動させます。) スクロールリストのある画面では、これらのキーを使用して強調表示を上 (リストの先頭に向かって) または下 (リストの末尾に向かって) に移動して、スクロールすることができます。これ以外の画面では、▲ キーおよび ▼ キーの使用について、特別な指示がある場合があります (例えばディスプレイのコントラストの画面)。	
	Next - 現在の画面に関連する他のオプションを含む画面を表示します。このキーを繰り返して押すと、操作を開始した画面に常に戻ります。このキーが使用できる画面では、ディスプレイの右下に NEXT の矢印が表示されます。	Previous - Next キーが使用できる場合、Previous キーを押すと画面が逆順に変わります。
	A/B - [A/B] アイコンが左上隅に表示される画面では、このキーはチャンネル A とチャンネル B のパラメーターを切り替えます。	METHOD - タイムイベントや感度イベントの作成やクリア、およびメソッドの保存、呼び出し、リセットを行うためのオプションリストが表示されます。

表 3-2: 2475 検出器のキーパッドの説明 (続き)

キー	説明	
	シフトなし	先に Shift キーを押した場合
CONFIGURE DIAG	DIAG - 診断プログラムのリストが表示されます。	CONFIGURE - [Configuration] 画面の 1 ページ目を表示します。
Scale TRACE	TRACE - チャンネル A または B の蛍光モニタートレースが表示されます。	Scale - 波長トレース画面またはスペクトル画面が表示されているとき、この機能により、X (時間または波長) と Y (蛍光) の次元で表示範囲を変更できます。
Shift	Shift - シフト機能 (大部分のキーの上側に書かれています) を使用可能にします。シフト状態は一時的なもので (1 回のキー操作のみ)、再度キーを押すとシフト状態は解除されます。	
0-9	0-9 - 現在のフィールドへの数字の入力に使用します。 また、リスト内の対応する項目にカーソルを移動します (0 = 10 番目の項目)。リストから、一致する番号を選択します。	0-9 - 各数字キーのシフト機能の説明を参照してください。
Lamp 1	1 - 上記 0-9 を参照してください。	Lamp - 現在取り付けられているランプの使用時間の統計を表示すると共に、ランプをオン/オフにすることができます。ランプの状態はホーム画面にアイコンで表示されます。
Lock 2	2 - 上記 0-9 を参照してください。	Lock - ホーム画面が表示されているときに、キーパッドをロック/ロック解除します。ロックしておくと、検出器の設定を不注意に変更してしまうことはありません。現在のロック状態は、ホーム画面でアイコンによって表示されます。
Calibrate 3	3 - 上記 0-9 を参照してください。	Calibrate - 波長キャリブレーションルーチンを開始します。
System Info 4	4 - 上記 0-9 を参照してください。	System Info - ソフトウェアバージョン、チェックサム、装置シリアル番号などのシステム情報を表示します。
Contrast 6	6 - 上記 0-9 を参照してください。	Contrast - 液晶ディスプレイのコントラスト (視角) を調節できます。

表 3-2: 2475 検出器のキーパッドの説明 (続き)

キー	説明	
	シフトなし	先に Shift キーを押した場合
<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: fit-content; margin: 0 auto;"> Cancel 0 </div>	0 - 上記 0-9 を参照してください。	Cancel - 一部のモードでは、Cancel により、タスクを完了せずに、そのタスクを取り消すことができます。メッセージ領域の右下付近に、キャンセルが可能なことを示す [Cancel] が表示されます。
<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: fit-content; margin: 0 auto;"> +/- • </div>	• - 小数点を入力します。また、リストではカーソルを最後のエントリーに移動させます。	+/- - 一部の編集フィールドに負の数値を入力できます。アクティブなフィールドの数値の符号を反転するには、この機能を使用します。
<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: fit-content; margin: 0 auto;"> Clear Field CE </div>	CE - 変更内容を消去し、フィールドの内容を前の値に戻します。フィールドによっては、1つのコマンドに対応している場合もあります。たとえば、電圧オフセットの診断では、オフセット値を数値で入力することも、CE を押してオフに変更することもできます。	Clear Field - 新しい値を入力する前にフィールドを空白にします。
<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: fit-content; margin: 0 auto;"> Enter </div>	Enter - 編集フィールドの入力を確定します。▼ が押された場合と同様に、アクティブなフィールドを移動させる働きもします (ホーム画面での波長編集後を除く)。エラーメッセージやその他のプロンプトを確認したら、Enter を押します。このような場合、メッセージ領域の右下付近に、入力を要求することを示す「Enter」が表示されます。	

1. チャートマーカーとオートゼロは、レファレンスエネルギーの出力には影響しません。

3.2.4 ユーザーインターフェースの使い方

Enter または ▲ および ▼ を押して、編集可能なフィールドを移動します。アクティブなフィールドは太線で囲まれます。入力を完了したら、Enter を押して次のアクティブフィールドに進みます。

間違えて入力した場合は、CE (エントリーの消去) を押して入力を元に戻し、アクティブな入力フィールドに戻ります。

リストを含むアクティブフィールドには、太線で囲まれたフィールドの右側に番号が表示されます。リストを表示するには、Enter を押してから、以下のいずれかの操作を行います。

- 対応する数字キーを押して、直ちに項目を選択する。
- ▲ および ▼ を使用してリストをスクロールし、次に Enter を押す。

選択する項目の番号が分かっている場合は、Enter を押さずに最初から番号を直接押すことができます。

▲ キーおよび ▼ キーを使用して、数値フィールドのエントリーを増減することはできません。フィールドの値を変更するには、数字キーを使用してください。

3.2.5 ホーム画面の切り替え方法

ほとんどの画面で、HOME を押してホーム画面を表示できます。ホーム画面から、いくつかの二次機能を選択できます。ホーム画面の二次機能画面に移動するには、Next を押します。二次機能には、以下のものがあります。

- フィルターの種類
- アナログ出力の仕様
- タイムコンスタント
- データ単位の選択
- 電圧オフセット
- チャートの極性
- いくつかの入力の有効化/無効化
- 外部イベントの有効化/無効化

二次機能フィールドに指定した値と設定は、現在のメソッド条件の一部になり、メソッド保存時に保存されます（[89 ページ](#)を参照）。

Next を押すと、検出器は、「2/4」、「3/4」、「4/4」とラベル表示された 3 つの追加ホーム画面を表示します（[図「ホーム画面の二次機能」（68 ページ）](#)を参照）。

3.3 分析開始の準備

蛍光の測定を開始する前に、分析を設定する必要があります。分析を開始するには、Run/Stop キーを押すか、背面パネルの注入開始端子から、検出器の作動をトリガーします。分析を開始すると、シャッターが自動的に開き、検出器はオートゼロ機能を実行します(オートゼロ機能が有効な場合)。

検出器でオートゼロを自動実行するには、[注入開始時のオートゼロ] を選択する必要があります(71 ページを参照)。

クロマトグラフィーデータソフトウェアからコントロールされている場合(78 ページを参照)、分析が完了するとシャッターが閉じ、分析タイマーが停止してリセットされます。検出器を手動で実行する場合は、Reset を押してシャッターを閉じることも、分析が終了するまで待機することもできます。

シャッターの自動開閉を防ぐために、[Configuration] 画面の [Selection] ボックスをオンにして、アイドルモードを無効にできます(59 ページを参照)。

3.3.1 分析のセットアップ

分析用に検出器をセットアップする前に、チャンネルモード (λ または $\lambda\lambda$) を選択し、以下のパラメーター設定を設定します。

- 動作時の波長ペア
ヒント: 蛍光 λ の設定 ($e\lambda$) は、励起 λ の設定 ($x\lambda$) よりも 10 nm 以上大きくする必要があります。
- ゲイン
- 出力感度 (EUFS)
- フィルターの種類
- タイムコンスタント
- アナログ出力の種類
- データ単位

3.3.2 一次および二次機能へのアクセス

ホーム画面から、または Next キーを押して、一次機能および二次機能にアクセスできます。

- 励起波長 - 分析時のチャンネルの励起 ($x\lambda$) 波長を指定します。
- 蛍光波長 - 分析時のチャンネルの蛍光 ($e\lambda$) 波長を指定します。
- EUFS (エミッション単位またはサンプルエネルギー単位のフルスケール) - 蛍光シグナルレスポンス (EU) とアナログ出力電圧の関係を定義します。蛍光が EUFS 値に到達すると、出力電圧がフルスケールになります。

! **注意:** 感度 (EUFS) 設定を変更すると、1 V 出力のみが影響を受けます。Ethernet および RS-232 コネクタのデジタル出力には影響しません。

- ゲイン - PMT ゲイン係数 1 ~ 1000 を定義することによって、検出器のフルスケール感度をコントロールします。それぞれのゲイン設定には、実際の蛍光シグナルと線形関係がある必要があります。
- フィルターの種類 - ノイズフィルターを選択します (デフォルトは Hamming フィルター)。
- データ単位 - データ単位を指定します。
- エミッション - 検出器の標準クロマトグラフィーモード。エミッション単位の出力を標準的な水でノーマライズします。エミッション単位は、PMT ゲインとは独立した光の計測値です。通常の使用で検出器の光学系は経年劣化するので、時間と共に計測値が変化します。エミッション単位を使用することで、光学系の劣化を測定変数から解消できます。エミッション単位を使用する場合、さまざまな 2475 検出器間で計測値は完全な互換性があります。
- エネルギー - エネルギー単位には、ノーマライズの利点がありません。これらの従来の計測単位は、現在確立されている試験メソッドに適合します。ただし、結果は PMT ゲインに大きく依存します。
- アナログ出力 (シングル λ ペア)
 - エミッション - 選択したデータ単位に対応する蛍光出力。
 - レファレンスエネルギー - 励起光学系に配置された基準フォトダイオードからのランブエネルギーをチャートに記録します。基準スケーリングは 10,000 単位/V に固定されています。
 - 出力オフ - 0 ボルトに設定された出力。
- アナログ出力 (マルチ λ) - シングル λ に対する選択に加えて、別の励起波長と蛍光波長のペアについて他のチャンネルで同じパラメーターをチャート出力できます。さらに、以下のパラメーターもチャート出力できます。
 - MaxPlot - シングルデータチャンネルで、異なる励起波長と蛍光波長のペアで異なる蛍光値を持つ複数の化合物の蛍光を、チャート出力できます。MaxPlot のスケーリングは、チャート出力される蛍光がチャンネル A、B、C、D の蛍光の最大値である点を除いて、蛍光のスケーリングと同じです。検出器では、値が大きいチャンネルとは関係なく、選択した蛍光チャンネルの EUFS、データオフセット、および電圧オフセットが使用されます。
出力電圧 = 大きい方の蛍光度 (A または B) \times 1 V/EUFS (選択したチャンネル)
 - 差プロット (A - B、B - A) - 2 つの異なる波長ペアの蛍光度の差をチャート出力します。差プロットのスケーリングは、チャート出力される蛍光度がチャンネル A および B で測定された 2 つの蛍光度の値の差であること以外は、エミッションまたはサンプルエネルギーの選択肢と同じです。検出器は、スケーリングに選択したチャンネルの EUFS、エミッションオフセット、電圧オフセットを使用します。
出力電圧 = 蛍光度の差 (A - B または B - A) \times 1 V / EUFS
- タイムコンスタント - 感度設定を変更することなく最適なシグナル対ノイズ比 (S/N 比) を実現するには、ノイズフィルター (タイムコンスタント) を調整します (24 ページを参照)。
- 電圧オフセット - チャート上のアナログ出力シグナルを調整します。電圧オフセットは mV 単位で入力し、1 V シグナルを調整します。これは、微調整や、検出器と接続する外部データシステムとの間でオフセットの除去に役立ちます。
- チャートの極性 - アナログ出力のクロマトグラムを上下反転します。プラス (+) を入力すると通常のクロマトグラムが、マイナス (-) を入力すると上下反転されたクロマトグラムが、アナログ出力チャンネルで作成されます。

- 注入開始時のオートゼロ – デフォルトで選択され、このパラメーターは検出器が注入開始シグナルを受信するたびにオートゼロ動作を指定します。このパラメーター設定を無効にするには、いずれかの数字キーを押して、どちらかまたは両方のチャンネルのフィールドをクリアします。
- λ およびゲインの変更時のオートゼロ – 波長変更またはゲインの変更が要求されるたびにオートゼロを実行します。この機能を無効にすると、それぞれの波長変更後の蛍光度測定値に大きな変化があることがあります。[to zero] を選択すると、シグナルレベルがゼロに設定されます。[to baseline] を選択すると、ゲインまたは波長を変更しても前のベースラインレベルが維持されます。[to baseline] はデフォルトの設定です。
- キーパッドとイベント入力のチャートマーカーの有効化 – デフォルトで選択され、このパラメーター設定は要求のたびにチャートマーカーを出力します。このパラメーターを無効にするには、いずれかの数字キーを押してどちらかまたは両方のチャンネルのフィールドをクリアします。チャートマーカーはアナログチャンネルでのみ機能します。

表 3-3: 一次および二次機能 (メソッド) のパラメーター

機能	画面	種類	単位	範囲	既定値
$x\lambda$ (励起波長)	ホーム	数字	nm	整数 200 ~ 890 nm	350 nm
$e\lambda$ (蛍光波長)	ホーム	数字	nm	整数 210 ~ 900 nm	397 nm
ヒント: 蛍光 λ の設定は、励起 λ の設定より必ず 10 nm 以上長くする必要があります。					
ゲイン	1	数字	エミッション/ エネルギー 単位	0 ~ 1,000	0
EUFS	1	数字	EUFS	1 ~ 100,000	10,000
フィルターの 種類	2 (2/4)	選択	なし	<ul style="list-style-type: none"> • Hamming • RC • なし 	Hamming
アナログ出力 (シングル λ)	2 (2/4)	選択	なし	<ul style="list-style-type: none"> • エミッション A • レファレンス エネルギー A • 出力オフ 	エミッション A
アナログ出力 (マルチ $\lambda\lambda$)	2 (2/4)	選択	なし	<ul style="list-style-type: none"> • エミッション A • MaxPlot A、 B、C、D • 差 (A-B) • 差 (B-A) • レファレンス エネルギー A • 出力オフ 	エミッション A

表 3-3: 一次および二次機能 (メソッド) のパラメーター (続き)

機能	画面	種類	単位	範囲	既定値
タイムコンスタント	2 (2/4)	数字	秒	<ul style="list-style-type: none"> Hamming (λ): 0.1 ~ 5.0 Hamming ($\lambda\lambda$): 1 ~ 50 RC(λ): 0.1 ~ 99 RC($\lambda\lambda$): 1 ~ 99 フィルターを無効にするには 0 に設定 	1.5
データ単位	3 (3/4)	選択	なし	<ul style="list-style-type: none"> エミッション エネルギー 	エミッション
電圧オフセット	3 (3/4)	数字	mV	-1000 ~ +1000 の整数	0
チャートの極性	3 (3/4)	選択	なし	+ -	+
注入時にオートゼロ	4 (4/4)	チェックボックス	なし	チェックマーク付き 未チェック	チェックマーク付き
λ 変更時のオートゼロ	4 (4/4)	選択	なし	<ul style="list-style-type: none"> ベースラインへ ゼロへ 無効 	ベースラインへ

3.3.3 トレースおよびスケール機能の操作

トレース機能は、検出器が動作した直近 n 分 (最大 60 分) の蛍光信号を表示します。

- デフォルト設定では、TRACE キーを押すと、過去 30 分間に取り込まれた蛍光が表示されます。トレースは 20 秒間に 1 度更新されます。
- Scale キー (Shift、TRACE) を押すと、デフォルト設定では T1 (終了時刻) を含むようにスケールされたトレースが表示されます (過去 30 分間のトレースを表示する場合は -30 と設定)。

終了時刻は 3 ~ 60 の数値に変更できます。Scale 機能を使用して、トレースの特定部分を拡大できます。

3.3.3.1 スケールパラメーターの表示

スケールパラメーターを表示する方法：

1. Scale を押します。
2. Next を押し、T2（開始時間）を表示します。

初期設定：0

3. Next をもう一度押して、EU1（開始蛍光度または低蛍光度）を表示します。デフォルト値は [auto（自動）] です。

既定値：自動

4. Next を押して、EU2（終了蛍光度または高蛍光度）を表示します。デフォルト値は [auto（自動）] です。

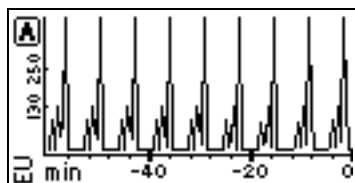
既定値：自動

4 つのスケールパラメーターボックスに適切な時間と蛍光度の値を入力して、実行中の蛍光度トレースの一部を拡大できます。

- EU1 と EU2 では、CE を押すと [auto] にリセットされます。
- T1 は、トレースの左側、または終了時刻を示します（デフォルトは -30）。
- T2 は、トレースの右側、または開始時刻を示します（デフォルトは 0）。

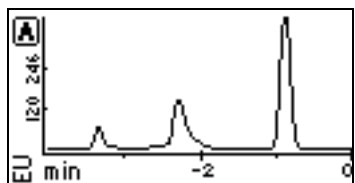
下図に、励起波長を 240 nm、蛍光波長を 355 nm に設定してサリチル酸とナプロキセンを連続注入した場合の 60 分間のトレースを示します。

図 3-7: T1 を -60 とした場合の連続注入のトレース



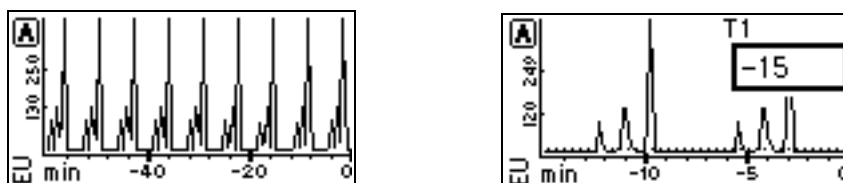
下図は、前の図に示す 60 分間の連続注入のうち、4 分間のトレースを拡大したものです。T1 は -4 に変更しています。T2 は 0 に変更しています。EU1 および EU2 は [auto] のままです。

図 3-8: T1 を -4 とした場合の 4 分間のトレース



下図では、チャンネル A の 60 分のトレースのうち最後の 15 分を拡大しています。T1 は -15 に変更しています。

図 3-9: T1 を -15 とした場合のトレース



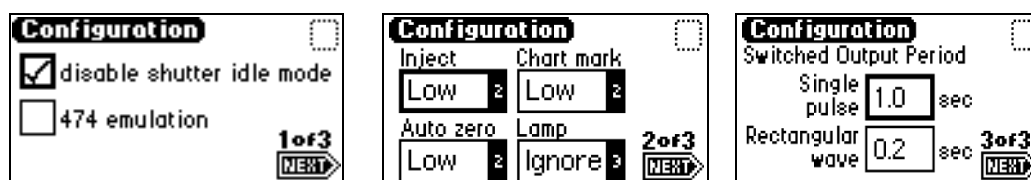
スケール機能を使って出力を変更しても、2424 ELS 検出器の出力表示はリアルタイムで続行されます (両チャンネル、片チャンネル共)。

3.3.4 検出器の設定

Waters 474 検出器の通信プロトコルをエミュレートするように、[Configuration] 画面で検出器を設定できます。CONFIGURE (Shift、DIAG) を選択します。3 つの [Configuration] 画面のうち最初の画面が表示されます。[474 emulation] を選択します。

ヒント: イベント入力の指定やパルス間隔の有効化などのその追加機能も、[Configuration] 画面で実行できます。

図 3-10: [Configuration] 画面



[Configuration] 画面 1/3

[Configuration] 画面 2/3

[Configuration] 画面 3/3

3.3.4.1 シャッターのアイドルモードの無効化

最初の [Configuration] 画面でシャッターのアイドルモードを無効にできます。無効を選択すると、分析終了後にシャッターが閉じず、検出器の光学系が保護されません (59 ページを参照)。

3.3.5 イベント入力と接点リレーの設定

CONFIGURE を使って、イベント入力の編集や接点リレー出力の設定を指定することもできます。Enter と数字キーパッド、または ▲ と ▼ を使用して、適切なエントリを選択します。

2 番目の [Configuration] 画面には、4 つの編集可能な入力フィールドがあります。

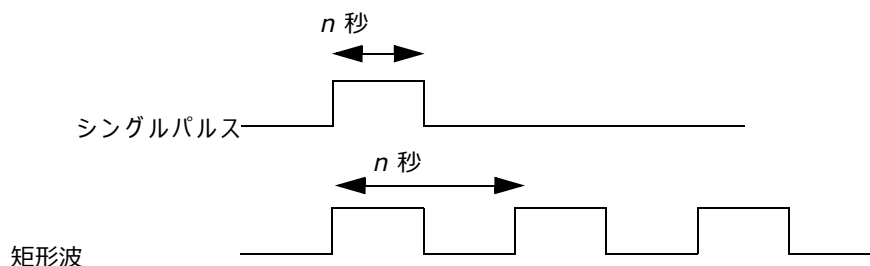
- Inject – 分析開始（つまり分析時間クロックをリセットしてメソッドの初期条件をただちに適用するイベント）を示す注入開始入力を指定できます。
 - High – 接点リレーがオフ（開）からオン（閉）に変わると分析を開始します。
 - Low（デフォルト）– 接点リレーがオン（閉）からオフ（開）に変わると分析が開始されます。
 - Ignore – 注入開始入力を無視します。
- Chart mark – チャンネル A、チャンネル B、または両方にチャートマーカを作成するチャートマーカ入力を指定できます。チャンネルのレスポンスを測定するには、チャートマーカ機能を有効にします（71 ページのタイトル「一次および二次機能（メソッド）のパラメーター」の表および 68 ページの「ホーム画面の二次機能」を参照）：
 - High – 接点リレーがオフ（開）からオン（閉）に変わるとチャートマーカが作成されます。
 - Low（デフォルト）– 接点リレーがオン（閉）からオフ（開）に変わるとチャートマーカが作成されます。
 - Ignore – チャートマーカ入力を無視します。
- Auto Zero – オートゼロ入力を設定して、チャンネル A および/またはチャンネル B の蛍光度の指示値をオートゼロにできます。チャンネルのレスポンスを測定するには、オートゼロ機能を有効にします（71 ページのタイトル「一次および二次機能（メソッド）のパラメーター」の表および 68 ページの「ホーム画面の二次機能」を参照）。
 - High – 接点リレーがオフ（開）からオン（閉）に変わるとチャンネルのオートゼロが実行されます。
 - Low（デフォルト）– 接点リレーがオン（閉）からオフ（開）に変わるとチャンネルのオートゼロが実行されます。
 - Ignore – オートゼロ入力を無視します。
- Lamp – 外部装置からの信号でキセノンランプをオン / オフにするランプ入力レベルを設定できます。
 - High – 接点リレーがオン（閉）のとき、ランプがオンになります。
 - Low – 接点リレーがオフ（開）のとき、ランプがオンになります。
 - Ignore（デフォルト）– 応答なし。

3.3.6 パルスの長さの設定

3 ページ目の [Configuration] 画面 (図「[Configuration] 画面」(74 ページ) を参照) を使用して、パルス幅を設定するか、SW1 または SW2 の矩形波をアクティブにします。図「SW1 または SW2 のパルスの長さまたはシグナル幅の設定」(76 ページ) に、シングルパルスと矩形波を示します。

- シングルパルス (単位: 秒) – タイムイベントや感度イベントでパルスが発生するように SW1 または SW2 を設定している場合、このフィールドで信号の周期 (シングルパルス幅、範囲は 0.1 ~ 60 秒) を指定します。
- 矩形波 (単位: 秒) – タイムイベントや感度イベントで矩形波が発生するように SW1 または SW2 をプログラムしている場合、このフィールドに信号の周期 (矩形波または連続パルスの 1 つのパルス周期の幅、範囲は 0.2 ~ 60 秒) を指定します。

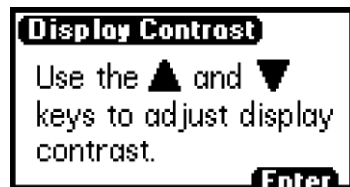
図 3-11: SW1 または SW2 のパルスの長さまたはシグナル幅の設定



3.3.7 ディスプレイのコントラストの設定

コントラスト機能を使用して、検出器のディスプレイ画面のコントラストを調整します。Contrast (Shift、6) を押すと、[Display Contrast] 画面が表示されます。▲ および ▼ を使用して、ディスプレイのコントラストを調整してから、Enter キーを押します。

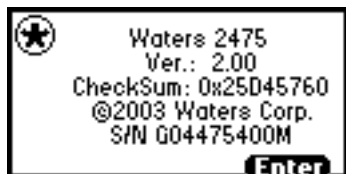
図 3-12: [Display Contrast] 画面



3.3.8 システム情報の表示

System Info (Shift、4) を押すと、該当するシリアル番号、ソフトウェアバージョン、チェックサム、バージョン日付などの情報が表示されます。Enter を押すと、ホーム画面に戻ります。

図 3-13: [System Info] 画面の例

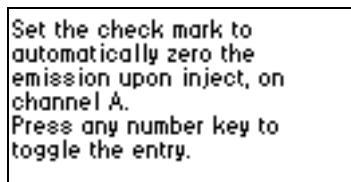


ヒント : 2475 検出器のリリースノートにも、チェックサムとバージョンが含まれています。

3.3.9 オンラインヘルプの使用

2475 検出器にはコンテキストヘルプが用意されています。ヘルプ画面に関連するプログラムのポイントで「?」(Shift、HOME) を選択すると、ヘルプ画面が表示されます。オンラインヘルプが用意されていない画面の場合、「?」を選択しても反応しません。Enter を押すと、ホーム画面に戻ります。

図 3-14: オンラインヘルプ画面の例



3.4 検出器の動作

- 外部データシステムから制御して検出器を使用する場合、外部システムから制御しないパラメーターは、外部システムからの制御を開始する前に検出器の前面パネルでプログラムすることができます。
- 溶存酸素の再吸収を防ぐため、検出器の運転時には、継続的にスパージ脱気するか、デガッサーを稼働させることを推奨します（付録 C を参照）。

3.4.1 2つの動作モード

検出器は、200 ~ 900 nm の範囲でシングルチャンネルまたはマルチチャンネルモードで使用できます。検出器のデフォルトのモードは、装置の電源が最後に切れたときの動作モードです。

検出器がシングルチャンネルモードで動作しているとき、アナログ出力をチャンネル B に設定できます。シングルチャンネルモードでは、検出器はチャンネル A および B の両方で、シングル波長を追跡します。チャンネル B を以下の目的に使用できます。

- 別の EUFS における蛍光度 (EU) の追跡
- サンプルおよびレファレンスエネルギー出力のモニター
- 異なるタイムコンスタントの指定

3.4.2 スタンドアローン動作

検出器をスタンドアローンで使用する場合、最大 10 個のメソッドを保存できます。各メソッドには、最大 48 個のタイムイベントと最大 2 個の感度イベントを設定できます（89 ページを参照）。ホーム画面のメソッド番号フィールドのアスタリスク (*) は、保存済みのメソッドではなく、分析時の条件を示しています。

3.4.3 RS-232 を介した 474 エミュレーションモードのリモート制御 運転

推奨事項： Ethernet 接続で、2475 検出器をデータシステムコンポーネントに接続することをお勧めします。

外部データシステムが検出器をコントロールしているときは、ホーム画面にリモートコントロールアイコンが表示されます（59 ページのタイトル「[蛍光ホーム画面でのパラメーターを見つける](#)」の表と 60 ページのタイトル「[2475 検出器のホーム画面およびメッセージ画面のアイコン](#)」の表を参照）。Empower ソフトウェアからのコントロールによる 474 エミュレーションでは、RS-232 コネクタを使用して（49 ページを参照）、リモートアイコン内に「R」が表示されます。[474 のエミュレーション] オプションが有効でシングルチャンネルモードで動作しているときは、「R」が 474 検出器として busLAC/E データシステムの設定画面に表示されます。

検出器を Alliance HPLC システムに接続する方法については、39 ページを参照してください。検出器を外部システムに接続する方法については 41 ページを参照してください。

3.4.3.1 装置のセットアップ

装置をセットアップする方法：

1. [Configuration] 画面 (Shift、DIAGの順に押す) で、474 エミュレーションモードで動作するように検出器を設定します。
2. 標準 RS-232 ケーブルを使用して、検出器を Empower ソフトウェアワークステーションの空いている任意の COM ポートに接続します。
3. オペレーティングシステムのデバイスマネージャーで、検出器を接続した COM ポートが使用可能であることを確認します。

ヒント：同じパラメーターが 474 検出器に適用されます。

表 3-4: リモート制御用のコンピューターの設定

パラメーター	値
ボーレート	4,800
ストップビット	2
パリティ	なし
データ長	8 ビット
フロー制御	Xon/Xoff

3.4.3.2 メソッドパラメーター

メソッドの初期条件は、クロマトグラフィーデータソフトウェアの蛍光メソッドエディターの [General (全般)] タブに指定します。

ヒント：2475 検出器と 474 検出器は、一部のメソッドパラメーターを別の意味に解釈します。

表 3-5: メソッドパラメーターの例

パラメーター	値
励起 λ (nm)	350
蛍光 λ (nm)	397
バンド幅 (nm)	18
フィルターの種類	デジタル
フィルターのレスポンス	10
ランプオフ時間 (時間)	1.0
サンプリングレート	2
オフセット (mV)	0
ゲイン	1
減衰	64
オートゼロ	自動
極性	+

- 励起 (xλ または Ex) と蛍光 (eλ または Em) λ (nm) – 2 つのモノクロメーターの波長設定点。検出器の励起範囲は 200 ~ 890 nm、蛍光範囲は 210 ~ 900 nm です。蛍光波長は、励起波長より 10 nm 以上長く指定する必要があります。

ヒント: 上記のいずれかの条件を無視すると、検出器のエラーが発生し、サンプルセットが一時停止するおそれがあります。

- バンド幅 (nm) – 検出器で調整可能なパラメーターではないので、このフィールドの値は無視されます。ただし、検出器の静的バンド幅は 20 nm なので、このフィールドに 18 nm を入力すると、メソッドの実際の値に近い値が記録されます (クロマトグラフィーデータソフトウェアでのサンプル情報の記録目的)。
- フィルターの種類 – デジタル (Hamming) フィルターまたは RC フィルター。デジタルフィルターは、標準的な RC フィルターよりも歪みの小さいピークを生成する傾向があります。RC フィルターは、確立された測定方法を使用する場合のニーズに対応しています。
- フィルターのレスポンス – タイムコンスタント (時定数) の設定 (3、5、10、20、および 40)。474 検出器は、これらの数値を秒数として解釈します。ただし、この大きさの値はクロマトグラフィーには高すぎるので、2475 検出器はこれらの入力をその 1/10 として解釈します。

フィルターの種類として RC を選択した場合、3 つのレスポンスオプションだけ (高速、標準、低速) が選択できます。これらの選択項目には、以下のタイムコンスタント (時定数) が対応します。

- 高速 : 0.5 秒
- 標準 : 1.5 秒
- 低速 : 4.0 秒

表 3-6: タイムコンスタントの設定

ソフトウェアの選択	2475 のタイムコンスタント (秒)
3	0.3
5	0.5
10	1.0
20	2.0
40	4.0

- ランプオフ時間 (時間) – 注入開始からランプをオフにするまでの時間を指定します。各注入開始時に、タイマーがリセットされます。通常、この機能を、注入実行時間よりも十分に長い時間に設定できます。たとえば、分析の最大時間が 30 分の場合、ランプオフ時間として 2 時間を選択します。アイドルの「ランプオン」時間を 90 分残すことにより、ランプが再度ウォームアップするまで待たずに、次のサンプルセットの分析を容易に開始することができます。

ヒント: ランプをオフにするのは、すべての分析が完了したときのみです。4 時間以上検出器を使用しないことが予測される場合にのみ、ランプをオフするように設定 (またはランプを手動でオフに) すべきです。

- サンプリングレート – 検出器がクロマトグラフィーデータソフトウェアに送信する 1 秒あたりのデータポイント数。
- オフセット – チャンネル A のアナログ出力のみに適用されるオフセットのレベル (ミリボルト単位)。このパラメーターは、RS-232 を経由してクロマトグラフィーデータソフトウェアに送信されるデジタルデータには影響しません。

- ゲイン – PMT に適用されるゲイン値。オプションは、1、10、100、および 1000 です。
- 減衰 – EUFS と類似しています。474 検出器からの値は、下表に従って変換されます。このパラメーターは、チャンネル A のアナログ出力のデータにのみ影響します。RS-232 接続を経由する Empower ソフトウェアへのデータ出力には影響しません。

表 3-7: 474 と 2475 の減衰値

474 の減衰設定	2475 の EUFS 設定
S (短時間)	1
1	1
2	10
4	50
8	100
16	500
32	1,000
64	5,000
128	10,000
256	100,000

- オートゼロ – 注入時、またはゲインや波長の変更時の自動オートゼロの有効化（自動）および無効化（手動）に直接対応します。これらの設定は、2475 の操作インターフェースの 4 ページ目にあるボックスで変更できます。手動を選択した場合、タイムイベント、前面パネルのボタン、または背面パネル（端子ブロック）の接点リレーのいずれかの方法で直接コマンドを入力した場合にのみ検出器はオートゼロを実行します。自動を選択した場合、注入開始時、または波長やゲインの変更時に検出器がオートゼロを実行します。
- 極性 – アナログ出力についてのみ極性を指定します。

3.4.3.3 動作の詳細

- 注入開始 – 背面パネルのチャートマーカ端子への接点リレーシグナル入力で設定します。シグナル入力により注入分析タイマーが開始されます。背面パネルの注入開始端子に配線することもできます。
- Waters 474 検出器との互換性 – 2475 検出器と 474 検出器のセパレーションメソッドは、ゲイン値を除いて互換性があります。69 ページの「エミッション (A および B)」および「サンプルエネルギー (A および B)」を参照してください。2475 検出器のフローセルの感度が高いほど、大幅に高いシグナルが得られます。したがって、474 検出器用に最適化されたゲイン値を 2475 検出器に適用すると、計測値が飽和し、歪みが大きくなることがあります。このため、474 検出器用に作成したメソッドを使用する場合、2475 検出器のゲイン設定を 1/10 に低減する必要があります。2475 検出器では多くの場合、ゲイン設定 1 で十分なシグナル対ノイズ比 (S/N 比) を得ることができます。
- サンプルエネルギー単位またはエミッション単位 – Empower ソフトウェアは、サンプルエネルギー単位またはエミッション単位を受け入れることができます。使用する単位を記録する Empower の装置メソッドを作成するとき、[Channel Description] データフィールドを編集して、4 つのホーム画面の 2 ページ目の [Analog Out] フィールドから単位を選択することができます。

- 実行時間 – 検出器の実行時間は、Empower ソフトウェアの実行時間と同期されません。ただし、実行時間（およびプログラムしたタイムイベント）は、Empower ソフトウェアでクロマトグラムに記録された時間軸と同期されます。

3.4.4 2475 装置コントロールソフトウェアによる Ethernet 接続を介したリモートコントロール

この動作モードは Ethernet 接続を使用し、Empower ソフトウェアの [設定] 画面に 2475 検出器として表示されます。また、検出器のホーム画面（図「[蛍光ホーム画面](#)」（58 ページ）を参照）に、中央に「E」の文字があるリモートコントロールアイコンが表示されます（60 ページのタイトル「[2475 検出器のホーム画面およびメッセージ画面のアイコン](#)」の表を参照）。この動作モードでは、Empower の [設定] 画面から [474 のエミュレーション] オプションを無効にする必要があります。

3.4.5 検出器の検証

テストを実行して、波長の正確度を検証し、エミッション単位を最適化します。これにより、フローセルの化合物が 379 nm と 522 nm のエルビウム光に干渉しないことが確認されます。これらの手順を完了すると、検出器の光学系と電気系が正常に動作します。

ヒント：システムに溶媒または移動相を送液する前に、ろ過、脱気、およびスパージした HPLC グレードの水で配管を洗浄します。次に、混和性の問題がない場合は、1 mL/分で最低 15 分間移動相を送液します。

3.4.6 手動の波長キャリブレーション

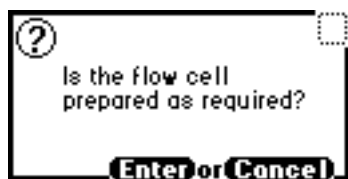
検出器の動作中、または起動時にキャリブレーションエラーが発生したときはいつでも、キーパッドの手動キャリブレーションキーを押して検出器の再キャリブレーションができます。波長のキャリブレーションに成功した後は検出器を再起動する必要はありません。

ヒント：システムに溶媒または移動相を送液する前に、ろ過、脱気、およびスパージした HPLC グレードの水で配管を洗浄し、1 mL/分で流し続けます。

手動で波長のキャリブレーションを行う方法：

1. キーパッドで [Calibrate] (Shift、3) を選択します。

図 3-15: 波長キャリブレーションのメッセージ

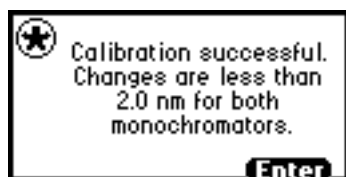


2. フローセルが準備されていることを確認してから、Enter を押します。

結果：検出器でキャリブレーション手順が実行され、起動時とよく似た一連の初期化メッセージが一時的に表示されます。キャリブレーションに成功すると、ピープ音が 3 回鳴ります。

最大誤差が 2.0 nm を超えると、検出器により、前回のキャリブレーションから最も離れたキャリブレーションシフトの最大誤差が表示されます。

図 3-16: キャリブレーション成功メッセージ



3. Enter を押します。

結果: 「Calibration complete (キャリブレーション完了)」のメッセージが少しの間、表示されます。ホーム画面に戻る前に、「Optimizing system performance (システムパフォーマンスを最適化中)」や「Restoring last setup (最後の設定をリストア中)」などの他のメッセージが表示される場合があります。

4. キャリブレーションが正常に実行されなかった場合、ステップ 1 ~ 3 を繰り返します。
5. それでもキャリブレーションに失敗する場合は、検出器をシャットダウンして、再起動します。
6. 検出器のノーマライズ診断テストを実行します。

要件: このテストに失敗した場合は、テストを繰り返してください。

3.4.7 エミッション単位のノーマライズ

2 ページ目の [Output] フィールドから、エミッション単位またはエネルギー単位を選択できます(70 ページを参照)。エミッション単位を選択した場合は、測定したシグナル強度が他の 2475 検出器で測定した強度とできる限り一致するように、月に一度、標準的な水を基準にしてノーマライズを行います。

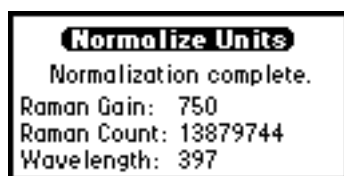
ヒント: システムに溶媒または移動相を送液する前に、ろ過、脱気、およびスパージした HPLC グレードの水で配管を洗浄します。次に、混和性の問題がない場合は、1 mL/分で最低 15 分間移動相を送液します。

エミッション単位をノーマライズする方法:

1. 検出器の電源を入れ、少なくとも 1 時間ウォームアップと安定化を行います。
2. 脱気した清浄な水を 1 mL/分 (または気泡の生成を回避できる流量) でフローセルに送液します。
3. DIAG を押してから、[1 Normalize Units] を押します。

結果: 検出器で PMT ゲインが調整され、励起モノクロメーターの波長が 350 nm に設定されます。蛍光モノクロメーターにより 390 ~ 405 nm の波長でスキャンされ、水のラマンシグナル (397 nm) が検出され、ノーマライズ定数のずれにより発生する波長の正確度エラーが最小になります。蛍光モノクロメーターでこの単一ピークが検出された後、PMT ゲインが最適化され、ノーマライズの定数が表示されます。

図 3-17: 完了時のノーマライズ値



エミッション単位の式では、上記の値を使用します (26 ページを参照)。ランプおよび光学系の使用時間と共に、ラマンゲインは最高 1000 まで徐々に増加し、ラマンカウントの値は減少する可能性があります。水のラマンピークが 397 nm から 3 nm の範囲内である場合、ノーマライズした単位が検出器のメモリー内に組み込まれます。水のラマンピークがその範囲外である場合、検出器にその値は保存されず、代わりに前の定数が保持されます。

ヒント: ラマン信号が 397nm から 3nm の範囲にない場合、通常、純粋な水以外のものがフローセル内にあるか、フローセルが汚れています。

3.4.8 シングルチャンネルモードでの検出器の操作

検出器は、既定の動作モードであるシングル波長 (λ) での動作に最適化されます。

検出器がマルチチャンネルモードのときにシングルチャンネルモードを指定する方法:

1. ホーム画面で、 $\lambda/\lambda\lambda$ (Shift、Auto Zero) を押します。

結果: 検出器には、シングルチャンネル動作に切り替え中であることを示すメッセージが表示されます。

2. ホーム画面で、波長、ゲイン、感度を指定します。
3. 二次パラメーター、タイムイベント、または感度イベントを入力します (68 ページの「ホーム画面の二次機能」、および 71 ページのタイトル「一次および二次機能 (メソッド) のパラメーター」の表、92 ページの「感度イベントの「To」パラメーター」を参照)。

ヒント: 感度 (EUFS) 設定を変更すると、1 V 出力に影響します。

4. シングルチャンネルモードのときに別の感度設定を選択するには、A/B を押してチャンネル B の画面で適切な EUFS を指定します。

ヒント: チャンネル A でシングルチャンネルが追跡し、チャンネル B は別の EUFS 設定で蛍光のモニターに使用できます。EUFS で指定されたメインの蛍光測定をチャンネル A で実行しているときに、チャンネル B でエネルギー設定を使用することもできます。例えば、シングルチャンネルモードで動作しているときに、別のチャンネルで EUFS 500 を設定し、チャンネル B の 1 V 出力で異なるスケール係数を指定できます。

検出器は、400 nm を超えるすべての励起波長に対して二次フィルターをかけます。

測定結果をエミッション単位またはエネルギー単位で表示するように、検出器を設定できます (69 ページを参照)。

3.4.9 マルチチャンネルモードでの検出器の動作

マルチチャンネル ($\lambda\lambda$) モードでは、様々なチャート出力項目を使用して、検出器を操作できます。次の機能があります。

- エミッション(A および B)
- サンプルエネルギー (A および B)
- レファレンスエネルギー (A および B)
- MaxPlot
- 差(A - B)または(B - A)

これらの機能の詳細については、[69 ページ](#)と [71 ページ](#)のタイトル「一次および二次機能 (メニュー) のパラメーター」の表を参照してください。

3.4.9.1 シングルチャンネルモードからマルチチャンネルモードへの切り替え

シングルチャンネルモードからマルチチャンネルモードに切り替える方法：

1. シングルチャンネルモード (λ) のホーム画面で、 λ/λ (Shift、Auto Zero) を選択します。
結果：このキーによりシングルチャンネルモードとマルチチャンネルモードが切り替えられ、マルチチャンネル動作の設定中であることを示すメッセージが表示されます。
2. $x\lambda$ フィールドにモニターする励起波長を指定して、Enter を押します。
3. $e\lambda$ フィールドにモニターする蛍光波長を指定して、Enter を押します。
4. 必要に応じて他の動作パラメーター、タイムイベント、または感度イベントを指定します。
5. ゲインを指定します。
6. A/B キーを押してチャンネルを切り替えます。
結果：他のチャンネルのホーム画面が表示されます。
7. モニターする 2 番目の励起波長と蛍光波長のペアに対して、必要に応じて、ゲイン、タイムイベント、感度イベントなどの動作パラメーターを指定します。

シングルチャンネルモードでの検出器の操作の詳細については、[84 ページ](#)を参照してください。

タイムイベントと感度イベントのプログラミングに関する詳細情報については、[90 ページ](#)を参照してください。

ヒント：マルチチャンネルモードでは、各チャンネルに個別にゲインを設定しないでください。

3.4.9.2 MaxPlot または差プロットの取得

各サンプル成分の最大蛍光度のプロットと同時に、選択した 2 つの波長の蛍光をモニターして、MaxPlot または差プロットを取得できます。検出器がマルチチャンネルモードであることを確認します。

MaxPlot またはプロットの差を取得する方法：

1. ホーム画面から Next を押します。

結果：画面の 2/4 ページが表示されます（図「ホーム画面の二次機能」（68 ページ）を参照）。

2. 最初のフィールドで、フィルターの種類を選択して Enter を押します。

初期設定：Hamming

3. 2 番目のフィールド（アナログ出力）から、以下のオプションのいずれかを選択します。

- 3, maxplot A,B
- 4, difference A-B
- 5, difference B-A

4. Enter を押して、MaxPlot 機能を選択します。

5. Home キーを押します。

3.4.10 ゲインと EUFS の設定

サンプルの注入前に PMT のゲイン設定を選択することは、PMT を使用する検出器で蛍光を測定するために重要な項目です。シグナル対ノイズ比（S/N 比）を最適にするために、電気系のダイナミックレンジを最大にするゲインを指定します（29 ページを参照）。ゲインが高すぎるとプリアンプが過負荷になり、エミッション/エネルギー単位のフィールドに値 -9999.9 が表示されます。

図 3-18: ゲイン設定が高すぎる（蛍光強度が -9999.9 EU に固定される）

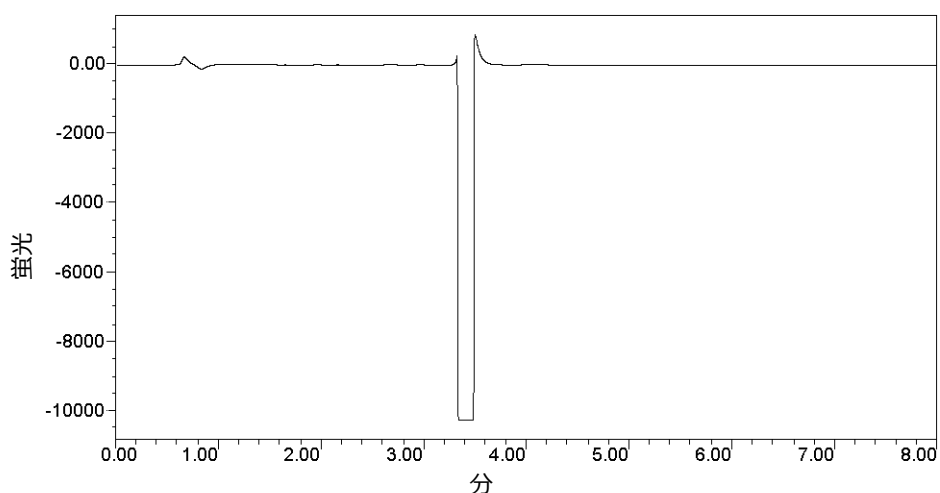


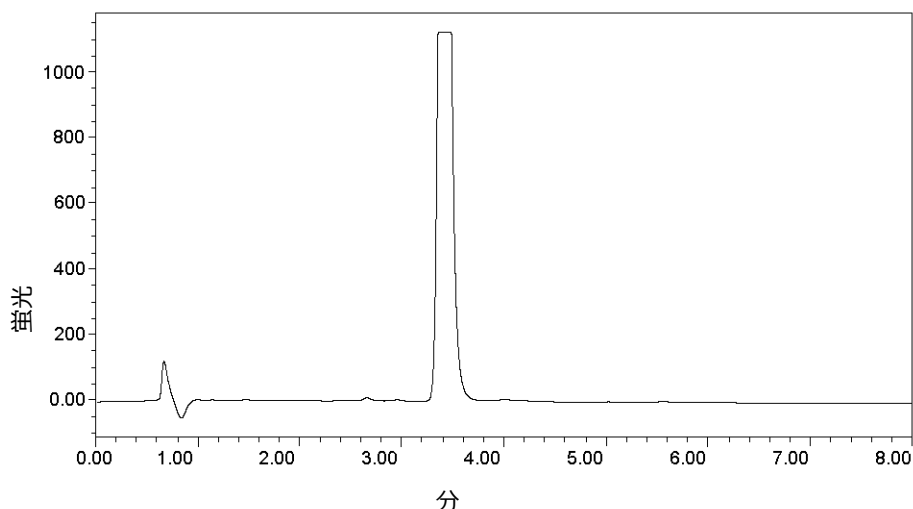
図 3-19: ゲイン設定が高すぎる警告メッセージ



エミッション/エネルギー単位のフィールドの値 -9999.9EU と警告メッセージは、ゲイン設定が高すぎる場合と EUFS 設定が低すぎる場合で異なります。EUFS 設定が低すぎる場合は、出力範囲の上限を超えるので平頂ピークが表示されます。

ヒント : EUFS が範囲外になる状況は、アナログ出力を使用する場合にのみ発生します。

図 3-20: EUFS 設定が低すぎる(ピーク頂点がフラットになる)



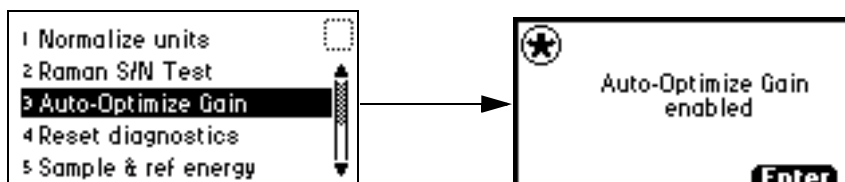
3.4.10.1 ゲインおよび EUFS の自動最適化

ゲインの自動最適化診断テストでは、クロマトグラムの試行が 1 回実行され、シグナルを収集する電子回路のダイナミックレンジを最適化する理想的なゲイン値が提示されます。試し分析のセパレーションメソッドを設定する必要があります。この設定は、保存したメモリーから以前に作成したメソッドを呼び出すか、キーパッドを使用して検出器にメソッドを入力することによって行うことができます。

Empower ソフトウェアを使用している場合は、メソッドをメソッドエディターに入力する必要があります。その後、注入時にメソッドが 2475 検出器にダウンロードされます。

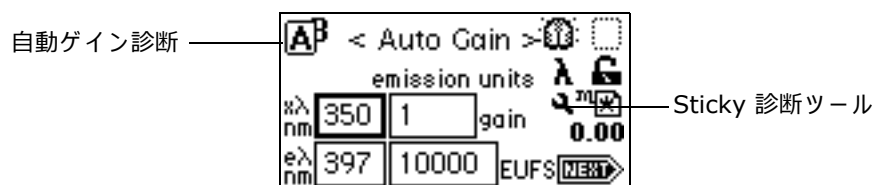
2475 検出器 (あるいは Empower のエディター) でメソッドを作成したら、DIAG を押して、[3 Auto-Optimize Gain] を選択します。

図 3-21: ゲインの自動最適化診断テストの選択



[Auto-Optimize Gain] を選択すると、次の注入時に実行される診断の準備が行われます。Sticky 診断のアイコン（スパナのアイコン）が前面パネルに、<Auto Gain> がエミッションフィールドに表示されます。

図 3-22: ゲインの自動最適化診断テストの実施



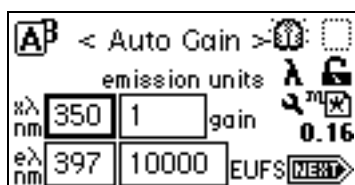
診断に開始パルストリガーを設定したら、注入を開始できます。この開始パルストリガーは、インジェクター入力から検出器背面パネルの注入イベント端子に送信されます。また、サンプル注入と同時に前面パネルの Run/Stop キーを押してもかまいません。

ヒント: タイムイベントがピークに対して正確な時刻に発生するように、クロマトグラフィーと開始トリガーを同期させる必要があります。

Empower ソフトウェアでコントロールしている場合や、その他のデバイス (Alliance e2695 セパレーションモジュールなど) で注入を開始する場合は、[Make Injection] を選択します。

ヒント: ゲインの自動最適化の実行中は、ゲイン設定が 1 と表示されます。

図 3-23: ゲインの自動最適化の実行中は、ゲインが自動的に 1 に設定される



設定されたタイムイベントが検出器で実行され、実行の最後に理想的なゲイン表が表示されます (下図を参照)。矢印キーを使用して、表内を移動します。

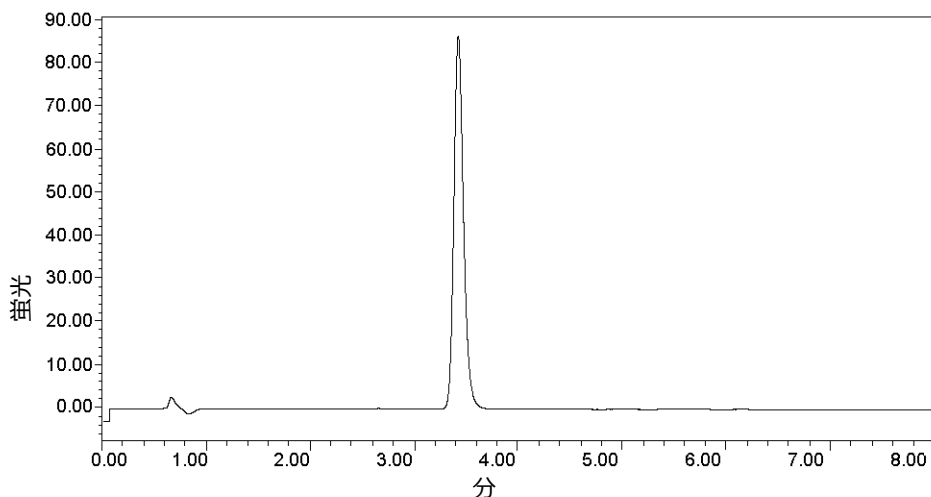
分析タイマーは、Empower ソフトウェアのコントロール下で実行しているとき、自動的に停止してリセットされます。スタンドアロンモードでは検出器の実行期間は指定されないため、検出器の前面パネルの Run/Stop を押し、次に Reset (Shift、Stop) を押して実行を停止する必要があります。

図 3-24: 自動最適化で得られたゲイン表

Auto-Optimize Gain		
EUFS: 23946		
Evt. Time	Best Gain (Mil. Gain)	
0.00	400	100
1.00	3	1

HOME を押して画面をクリアすると、ゲインの自動最適化診断テストは自動的に終了します。メソッドに適切なゲインと EUFS の値を指定すると、クロマトグラムは適切にスケールされます。

図 3-25: ゲインおよび EUFS の最適な設定



3.5 メソッドおよびイベントのプログラミング

3.5.1 メソッドの保存

最大 10 個のメソッドの保存と呼び出しができます。検出器は保存されているメソッドを番号 1 ~ 10 で示します。保存したメソッドを使用している場合は、ホーム画面にメソッド番号が表示されます (図「[蛍光ホーム画面でのパラメーターを見つける](#)」(59 ページ) を参照)。メソッドアイコン (60 ページのタイトル「[2475 検出器のホーム画面およびメッセージ画面のアイコン](#)」の表を参照) にアスタリスク (*) が表示されている場合、その条件は保存されていないことを示します。

波長や EUFS などのパラメーターを編集する場合、現在の条件 (メソッド*) を編集していることとなります。このメソッドを保存する場合は、10 番までの保存スロットの空いている場所に保存するか、以前保存したメソッドを現在のメソッドで上書きします。以前保存したメソッドを呼び出すと、現在のメソッド条件の代わりに保存したメソッドが表示されます。

ホーム画面に表示されるメソッド番号は呼び出されたメソッドの番号で、メソッドを変更するまで変わりません。現在呼び出したメソッドのパラメーター (例: 波長または EUFS) を変更すると、呼び出した元のメソッドとは違うものと認識されるため、メソッド番号がアスタリスク (*) に変わります。

起動時に、前回検出器をシャットダウンしたときの動作パラメーターが呼び出されます。しかし、メソッドに関連するタイムイベントや感度イベントは、起動時には作動しません。したがって、起動時は常に、ホーム画面のメソッドアイコンにアスタリスク(*)が表示されます。

検出器が Empower ソフトウェアによってリモートコントロールで動作しているときは、リモートアイコンが表示されます (60 ページのタイトル「2475 検出器のホーム画面およびメッセージ画面のアイコン」の表を参照)。

3.5.2 タイムイベントのプログラミング

最大 48 個のタイムイベントを 0.01 分刻みで設定できます。タイムイベントを指定すると、タイムイベントリストの一番下の行に新しいイベントが表示されます。タイムイベントは時間の順番に入力しなくてもかまいません。Next を押すとタイムイベントリストが自動ソートされます。下表に 12 個のタイムイベントを示します。

表 3-8: タイムイベントのパラメーター

番号	イベント	単位	範囲または既定値	チャンネルの指定
1	励起波長	nm	200 ~ 890	はい
2	蛍光波長	nm	210 ~ 900	はい
ヒント: 蛍光 λ の設定は、励起 λ の設定よりも必ず 10 nm 以上長くする必要があります。				
3	タイムコンスタント	秒	0: フィルター無効 Hamming: (λ) 0.1 ~ 5.0, ($\lambda\lambda$) 1 ~ 50 RC: (λ) 0.1 ~ 99 秒 RC: (λ) 1 ~ 99 秒	はい
4	ゲイン		0 ~ 1000	はい
5	感度	EUFS	1 ~ 100,000	はい
6	チャートマーカー (フルスケールの 10%)	該当なし	該当なし	はい
7	極性	1. - 2. +	+	はい
8	オートゼロ	該当なし	該当なし	はい
9	ランプ	1. オフ 2. オン	オフ	いいえ
10	スイッチ 1	1. 高 2. 低 3. パルス 4. 矩形波	低	いいえ

表 3-8: タイムイベントのパラメーター (続き)

番号	イベント	単位	範囲または既定値	チャンネルの指定
11	スイッチ 2	1. 高 2. 低 3. パルス 4. 矩形波	低	いいえ
12	しきい値	EU	-100.0 ~ 1100.0 EU、 または出力の設定 に応じて可変	はい

新しいタイムイベントをプログラミングする方法 :

1. METHOD (Shift、A/B) を押します。

図 3-26: メソッドリスト



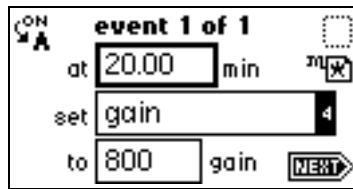
2. メソッドリストから [1 Timed events] を選択します。

結果 : イベントの時間を指定するアクティブなフィールドが表示されます。

3. イベントの時間を指定します。

ヒント : 操作を開始すると、その他のフィールドも表示されます。

図 3-27: タイムイベント画面



4. Enter を押します。
5. [Set] フィールド (イベントリスト) に移動するには、▼ を押します
6. Enter キーをもう一度押して、リストを表示します。

ヒント : イベント番号がわかっている場合は、その番号を押します (90 ページのタイトル「タイムイベントのパラメーター」の表を参照)。

7. [To] フィールドが表示されたら、適切な値を入力します。

ヒント : 両チャンネルに同じイベントを設定するには、合計 2 つ (チャンネル A とチャンネル B に 1 つずつ) のイベントを指定する必要があります。

8. A/B を押して、もう一方のチャンネルのしきい値を設定します。

ヒント: ON A または ON B は、イベントが設定されたチャンネルを示します。すべてまたは一部のイベントをチャンネル A に、あるいはすべてまたは一部のイベントをチャンネル B に設定できます。イベントの設定はチャンネル別ではなく、時間別に行います。

9. Next キーを押して、新しいタイムイベントを設定します。

10. タイムイベントを削除するには、タイムフィールドがアクティブな状態で CE キーを押して、[OFF] に変更します。

11. HOME キーを押すとホーム画面に戻ります。Run/Stop を押してメソッドを開始します。

12. Reset (Shift、Run/Stop) を押して、分析時間のクロックを 0 にリセットします。

ヒント: 検出器が外部装置と共に使用するよう設定されている場合、これらの装置で設定された注入開始シグナルによりメソッドが開始されます。

注: リアルタイムで作業しているとき、現在の条件 (メソッド*の状態) で、タイムイベントや感度イベントをメソッドとして保存していない場合、停電やシャットダウンによってすべてのイベントが失われます (89 ページを参照)。

3.5.3 感度イベントのプログラミング

フラクションコレクターの使用時などに、チャンネル A とチャンネル B の感度イベントを設定して、スイッチ接点リレー出力を制御できます。チャンネルに設定した出力 (蛍光度 /EU、エネルギーなど) が指定したしきい値を上回ったときにスイッチが切り換えられるように、設定します。下表に、設定可能な接点リレースイッチを示します。

表 3-9: 感度イベントの「Set」パラメーター

番号	イベント
1	スイッチ 1 の設定
2	スイッチ 2 の設定

指定されたしきい値未満では、スイッチのパラメーターを下表に示されているように設定します。

表 3-10: 感度イベントの「To」パラメーター

番号	設定	しきい値未満での スイッチの状態
1	On	オフ
2	Off	オン
3	Pulse	オフ
4	Rect wave (矩形波)	オフ

パルス周期、または周波数を指定する方法については、76 ページを参照してください。

感度イベントをプログラミングするには：

1. キーパッドの METHOD (Shift、A/B) を押します。

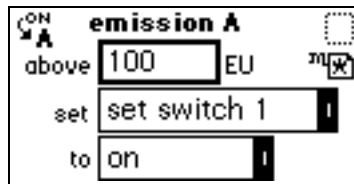
結果：メソッドリストが表示されます。

2. メソッドリストから [2 Threshold events] を選択します。

結果：しきい値 (EU) を入力するフィールドがアクティブになります。EU フィールドへの数値の入力を開始すると、その他のフィールドも表示されます。

ヒント：感度イベントを使用して、蛍光シグナルの強度が指定値を超えた場合にスイッチをトリガーするしきい値 (EU) を指定できます。

図 3-28: 感度イベント画面



3. Enter を押して [Set] フィールドに進むか、▲ および ▼ を押して 3 つのフィールドの間を移動します。
4. [Set] フィールドがアクティブな状態で Enter を押し、感度イベントリストを表示します。または、設定するイベントに対応する番号を押します (92 ページのタイトル「感度イベントの「Set」パラメーター」の表を参照)。
5. [To] フィールドがアクティブな状態で Enter を押し、オプションを表示します (92 ページのタイトル「感度イベントの「To」パラメーター」の表を参照)。
代替手段：設定するしきい値パラメーターに対応する番号を押します。
6. A/B を押してもう一方のチャンネルにしきい値を設定し、手順を繰り返します。

3.5.4 メソッドの保存

メソッドは、ホーム画面および関連画面上で設定可能なすべてのパラメーター、およびタイムイベント、感度イベントから構成されます。

1 ~ 10 の番号を選択して、現在のメソッドを保存できます。

メソッドを保存するには：

1. METHOD (Shift、A/B) を押します。
2. メソッドリストから [4 Store method *] を選択します。

結果：メソッド番号フィールドが表示されます。

ヒント：別のメソッドがすでに保存されているメソッド番号を選択しても、警告メッセージは表示されません。番号を指定して Enter を押すと、その番号のスロットに保存されているメソッドは上書きされて失われます。

図 3-29: メソッド番号の指定



3. 1 ~ 10 の番号を 1 つ指定して、Enter を押します。

結果:「Storing * as method *n*」というメッセージが表示され、指定したメソッド番号がメソッドアイコン内に表示されます。別のメソッドを呼び出すか、検出器を初期条件(メソッド*) にリセットしない限り、そのメソッドはアクティブです。

3.5.5 メソッドの呼び出し

メソッドを呼び出す方法:

1. METHOD (Shift、A/B) を押します。
2. メソッドリストから、[3 Retrieve a method] を選択します。

結果:メソッド番号スロットボックスに、最後に呼び出したメソッドまたは保存されたメソッドの番号が表示されます。

3. 呼び出したいメソッド番号を指定し、Enter を押します。

結果:「Retrieving method *n*」というメッセージが表示され、指定したメソッド番号がメソッドアイコン内に表示されます (60 ページのタイトル「2475 検出器のホーム画面およびメッセージ画面のアイコン」の表を参照)。

3.5.6 メソッド内のイベントの確認

メソッド内のイベントを確認する方法:

1. メソッドを呼び出します (94 ページを参照)。
2. タイムイベントを確認するには 1 を、感度イベントを確認するには 2 を押します。

ヒント:メソッドのタイムイベントや感度イベントを変更すると、メソッド番号アイコンにアスタリスク (Method *) が表示されます。これはそのメソッド (*) がステップ 1 で呼び出したメソッドとは同じではなくなっていることを示します。イベントを変更したメソッドは、呼び出したメソッドと同じメソッド番号 (または異なる番号) に保存できます。

3.5.7 メソッドのリセット

保存したメソッドをリセットする手順には、2つのステップがあります。最初に現在の条件をデフォルトにリセットし、次にこのデフォルト条件を保存スロットに保存します。

メソッドをリセットする方法：

1. METHOD (Shift、A/B) を押します。
2. メソッドリストから [5 Reset method *] を選択します。

結果：現在の条件を工場出荷時のデフォルト値に設定してよろしいかどうかを尋ねるメッセージ画面が表示されます。71 ページのタイトル「一次および二次機能 (メソッド) のパラメーター」の表には、パラメーターの既定の設定が示されています。Enter を押すと、以下のアクションがソフトウェアで行われます。

- すべてのタイムイベントが削除されます。
- すべての感度イベントが無効になります。
- その他パラメーター (xλ、eλ、EUFS など) はデフォルト値に戻ります。

Cancel (Shift、0) を押すと、メソッドリストが表示されます。

ヒント：現在の条件を残す場合、メソッドを消去する前に、保存スロットに保存します。保存スロットを消去すると、前の条件を復元できます。

3. [4 Store method] を押して、保存場所番号を指定します。
4. ステップ 2 を繰り返して、他の保存メソッドも消去することができます。
5. Home キーを押します。

結果：メソッド番号アイコンにはアスタリスクが付いています。

3.5.8 イベントの消去

アクティブなタイムイベントまたは感度イベントをすべて消去するには：

1. METHOD (Shift、A/B) を押します。
2. メソッドリストから [6 Clear events] を選択します。

結果：アクティブなイベントをすべて消去してよろしいかどうかを尋ねるメッセージが表示されます。Enter を押すと、以下のアクションがソフトウェアで行われます。

- メソッド内のすべてのタイムイベントと感度イベントが消去されます。
- メソッド内のその他のパラメーター (λ、EUFS など) は影響を受けません。

Cancel (Shift、0) を押すと、メソッドリストが表示されます。

3. Home キーを押します。

結果：メソッド番号アイコンにはアスタリスクが付いています。

3.6 スペクトルのスキャン

3.6.1 スキャンの種類

検出器は、励起スペクトルまたは蛍光スペクトルのサンプルスキャンを取り込むことができます。最初にゼロスキャンを実行することをお勧めします。

- ゼロスキャン – フローセル内の溶媒の蛍光スペクトルの特性を示すレファレンススキャンです。
- サンプルスキャン – 溶媒内の分析対象物の励起スキャンまたは蛍光スキャンで、(溶媒のゼロスキャンを減算して) サンプルの実際のスペクトルが得られます。

検出器では、スキャン手順でフローセルを使用してサンプルのスペクトルを測定できます (105 ページを参照)。

3.6.2 開始する前に

スペクトルスキャンを実行する前に、以下のパラメーター設定を指定する必要があります。

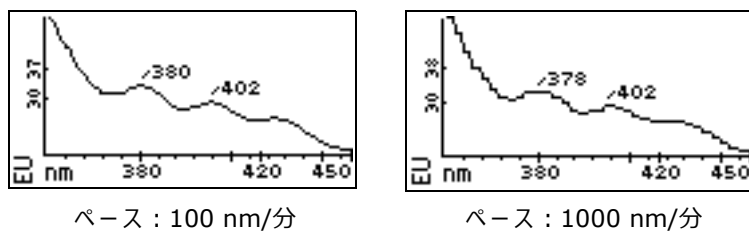
- $\lambda 1$ – 開始波長。スキャンはこの波長で開始します。
- $\lambda 2$ – 終了波長。スキャンはこの波長で終了します。
- ゲイン – PMT のゲイン設定。サンプル濃度が低いときには、この値の増加が必要な場合があります。
- スキャンの種類 – スキャンの種類 (励起または蛍光)。
- $\lambda other$ – 固定モノクロメーターの波長設定。
- ペース – スキャン速度 (nm/分)。ペース値により、スキャン実行およびデータ取り込みの速度が決まります。スキャンデータは、設定したペースに対して可能な最高の分解能で測定されます。前の表に示すように、ペース値が高くなるほど分解能が低くなります。

表 3-11: ペースとサンプリング分解能の例

ペース (nm/分)	蛍光サンプリング分解能 (nm)	励起サンプリング分解能 (nm)
100 以下	0.7	0.9
200	1.4	1.8
400	2.8	3.6

次の図に、アントラセンの 2 つの蛍光スキャンを示します。2 番目のスキャン (右) は 1000nm/分のペースで、スキャン数が減少しています。したがって、ペースが 100 nm/分の元のスキャン (左) よりも分解能が低くなっています。

図 3-30: アントラセンのスキャン (100 nm/分と 1000 nm/分の比較)



- チックマーク - 指定した波長間隔でチックマークを生成します。チャートデータの解釈に役立ちます。図「水のスキャン、チックマークなし」(97 ページ) に、キュベットを用いた標準的な水のスキャン (波長: 390 nm ~ 455 nm、ペース: 200 nm/分、チックマークなし) を示します。図「水のスキャン、チックマークあり」(97 ページ) に、20 nm ごとにチックマークを持つ同じスキャンを示します。
- EUFS - チャート上のスペクトルをスケーリングするための感度設定。

図 3-31: 水のスキャン、チックマークなし

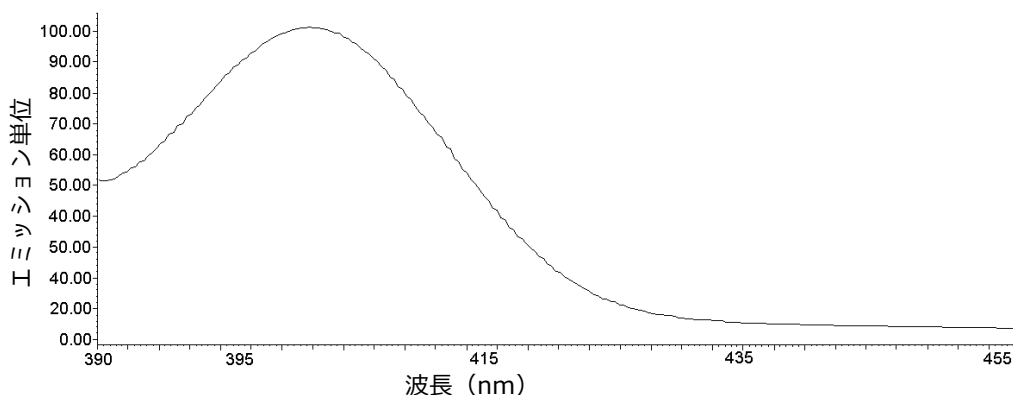
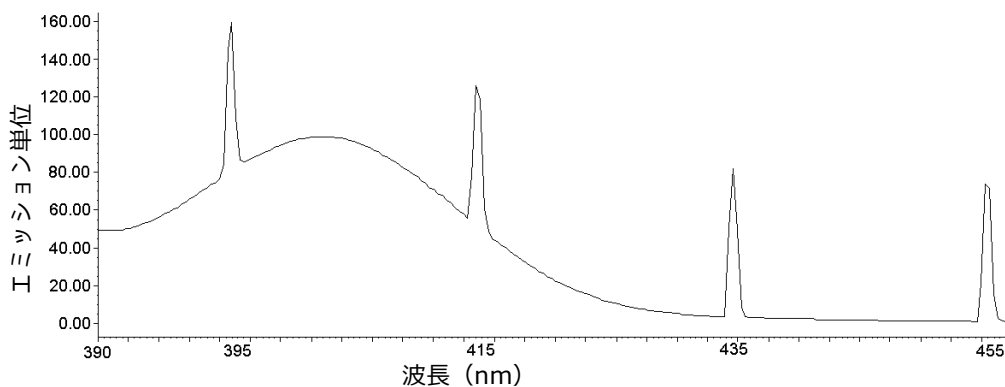


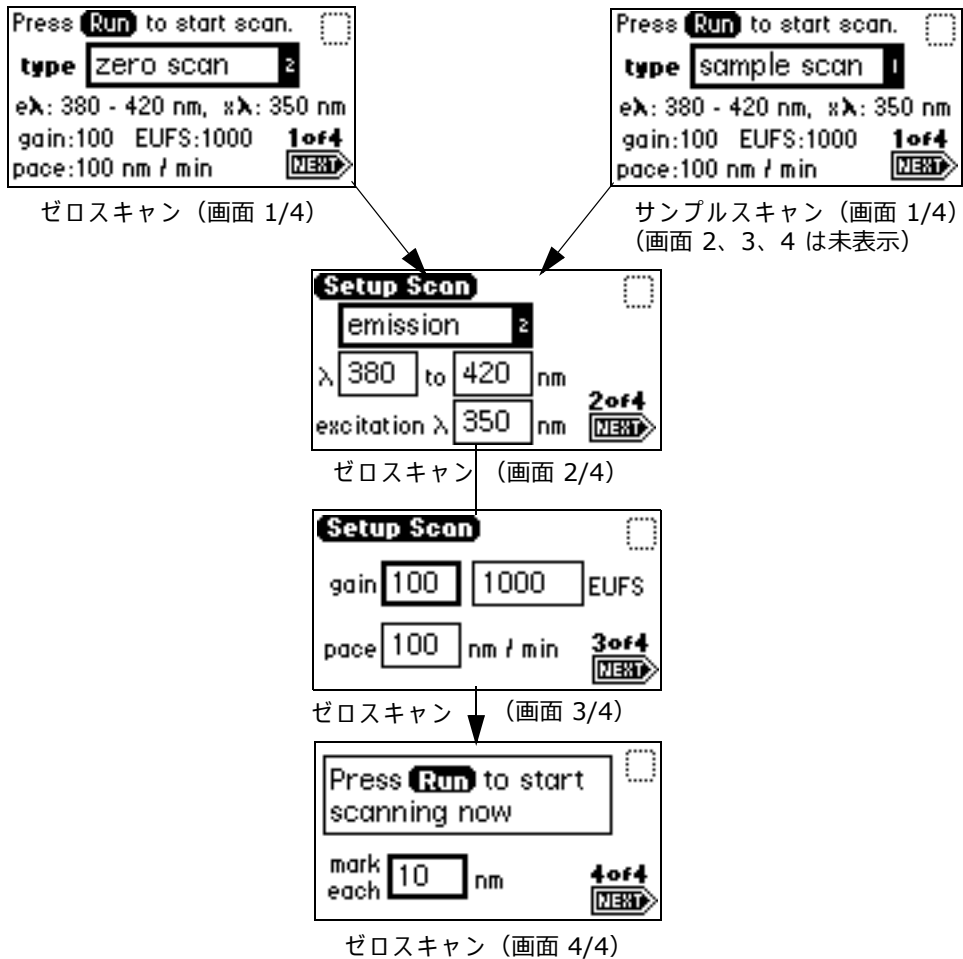
図 3-32: 水のスキャン、チックマークあり



スキャンの種類 (ゼロスキャンまたはサンプルスキャン) を選択するときに、スキャンパラメータを入力します。検出器のスキャン機能を使用して、新しいゼロスキャンまたはサンプルスキャンの実行、保存、確認、減算、スキャン情報の取得、および表示ができます。

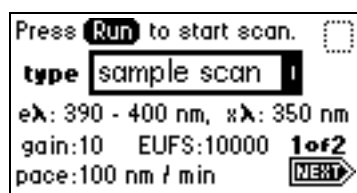
サンプルスキャンまたはゼロスキャンを選択すると、検出器にさらに 3 つの画面が表示されます。これらの画面で、開始波長と終了波長、ペースなどのパラメータをすべて変更できます。

図 3-33: ゼロスキャンおよびサンプルスキャンの画面

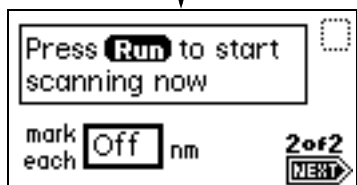


ゼロスキャンの実行後にサンプルスキャンを選択すると、検出器に次の画面 (2/2) が表示されま
す。開始波長、終了波長、およびペースのパラメーターを変更することはできないことに注意し
てください。

図 3-34: ゼロスキャン後のサンプルスキャン画面



サンプル
スキャン (画面 1/2)



サンプルスキャン (画面 2/2)

ゼロスキャン実行時に、ゼロスキャンとその後に実行するサンプルスキャンについて、開始波長、終了波長、その他の波長、ペース、チェックマーク、および感度を指定します。ベースラインゼロスキャンを実行した 15 分以内にサンプルスキャンを実行する必要があります。

ヒント: 別のスキャンを実行したり呼び出すか、ゼロスキャンを消去するまでは、最後に実行したゼロスキャン、または読み込んだゼロスキャンが残っています。ゼロスキャンは、引き続き実行するサンプルスキャンに対応している必要があります。サンプルスキャンでは、最新のゼロスキャンの開始波長、終了波長、およびペースの値を使用します。これらのパラメーターがゼロスキャンとサンプルスキャンで同一の場合のみ、ゼロスキャンを差し引くことができます。

ゼロスキャン中、データは、検出器のアナログチャンネル A を介して出力されます。同時に、レファレンスエネルギーは、チャンネル A で指定した EU でチャンネル B を介して出力されます。

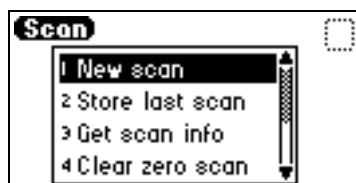
サンプルスキャン中、指定した EUFS 設定を使用して、データが検出器のアナログチャンネル A からチャート出力されます。同時に、チャンネル B からレファレンスエネルギーがチャート出力されます。

3.6.3 新しいスペクトルのスキャン

新しいスペクトルをスキャンする方法：

1. SCAN (Shift、Chart Mark) を押します。

図 3-35: スキャンリスト



2. スキャンリストで [1 New scan] を選択するか、▲ および ▼ を使用してリストをスクロールします。

結果： 検出器に 4 つのパラメーター画面のうち最初の画面が表示されます。

3. Next を押して、[New scan] パラメーター画面に移動します。

4. 1 番目の [New Scan] 画面で、スキャンの種類を指定します。

- サンプルスキャンの場合は 1 を押します。または Enter を押してリストを表示します。
- ゼロスキャンの場合は 2 を押します。または Enter を押してリストを表示します。

検出器に 3 つの追加画面が表示されます。ゼロスキャンとサンプルスキャンの両方とも、1 番目の [New Scan] 画面にすべてのパラメーターが表示されます。[Run] 画面で Next を押して、画面 1 に戻ってスキャンの種類のパラメーターを確認できます。

ヒント： いずれの [New Scan] 画面でも Run/Stop を押すことができます。

5. Run/Stop を押します。

3.6.4 サンプルスキャンおよびゼロスキャンに使用するパラメーター

下表に、ゼロスキャンとサンプルスキャンのすべてのパラメーターについて、デフォルト値と範囲を示します。

表 3-12: サンプルスキャンおよびゼロスキャンのパラメーター

パラメーター	画面	単位	範囲または既定値
種類	1	なし	サンプルスキャン：1 ゼロスキャン：2 初期設定：1
λ 範囲	2	nm	範囲：200 ~ 900 nm 初期設定：200 または 210 nm
ペース	3	nm/分	範囲：30 nm/分 ~ 1000 nm/分 初期設定：100 nm/分

表 3-12: サンプルスキャンおよびゼロスキャンのパラメーター (続き)

パラメーター	画面	単位	範囲または既定値
EUFS	3	EU	範囲：1 ~ 100,000 初期設定：最後に入力した数字
チックマーク(間隔の単位：nm)	4	nm	範囲：10 ~ 100 初期設定：最後に入力した数字
ゲイン	2	なし	範囲：1 ~ 1,000
λ その他	2	nm	初期設定：200 または 210 nm
モノクロメーターのスキャンの種類	2	なし	励起または蛍光

3.6.5 ゼロスキャンのプログラミング

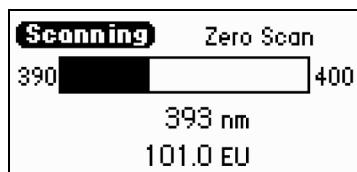
ゼロスキャンを設定する方法：

- SCAN (Shift、Chart Mark) を押します。
- [1 New Scan] を押し、次に [2 Zero Scan] を押します。
- Next キーを押します。
結果：2 番目のゼロスキャンパラメーター画面が表示されます。
- 以下のゼロスキャンパラメーター設定を指定します。
 - ゼロスキャンの種類を選択します。
 - ゼロスキャンの開始波長を入力して、Enter を押します。
 - ゼロスキャンの終了波長を入力して、Enter を押します。
 - 固定モノクロメーターの波長を入力して、Enter を押します。
 - Next キーを押します。
- ゲイン値を指定して、Enter を押します。
- EUFS 値を指定して、Enter を押します。
- [Pace] フィールドで、指定された波長範囲を検出器がスキャンする速度の値を指定します。
ヒント：デフォルト値は 100 nm/分で、指定できる範囲は 30 ~ 1000 nm です。[☒ 「アントラセンのスキャン \(100 nm/分と 1000 nm/分の比較\)」 \(97 ページ\)](#) に、100 nm/分と 1000 nm/分のアントラセンの 2 つの蛍光スキャンを示します。[Pace] フィールドに入力する数値が大きくなるほど、スキャンの分解能は低くなります。
- Next キーを押します。
結果：4 番目のゼロスキャンパラメーター画面が表示されます。
- チックマークを指定する場合、10 ~ 100 nm の数値を指定して、Enter を押します ([☒ 「水のスキャン、チックマークなし」 \(97 ページ\)](#) と [☒ 「水のスキャン、チックマークあり」 \(97 ページ\)](#) を参照)。

10. チックマークを無効にする場合は、CE を押します。
11. Run/Stop を押してゼロスキャンを開始するか、Next を押して 1 番目のゼロスキャンパラメーター画面に戻り、パラメーターを確認してから Run/Stop を押します。

結果：スキャン画面に進行状況バーと瞬間的なエネルギー (EU) が表示されます。

図 3-36: ゼロスキャンの進行状況バー



ゼロスキャンが完了すると、ソフトウェアによってスキャンリストが表示されます。

3.6.6 サンプルスキャンの実行

サンプルスキャンを実行する方法：

注：サンプルと移動相が脱気されていることを確認してください。

ヒント：ゼロスキャンを実行してから、サンプルスキャンを実行してください。フローセルと溶媒の条件を同じにするために、ゼロスキャンの実行後 15 分以内にサンプルスキャンを実行してください。

1. ゼロ (レファレンス) スキャンを設定して実行します (101 ページを参照)。
2. 1 番目の [New scan] 画面に戻り、[1 Sample Scan] を押します。

結果：ゼロスキャン時に入力した波長範囲、EUF5、ペース、および固定モノクロメーターの波長 (チェックマーク) のパラメーターが表示されます。

3. Next を押して、2 番目のサンプルスキャン画面に移動します。

ヒント：必要に応じて、[Mark] フィールドの入力を変更できます。

4. Run/Stop を押して、サンプルスキャンを実行します。

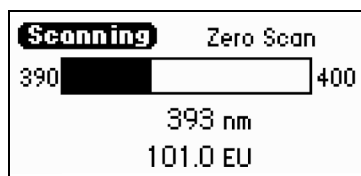
結果：「Initializing」のメッセージが表示され、スキャン画面にスキャンの進行状況がナノメートル単位で表示されます。進行状況バーに、蛍光度がエミッション単位またはエネルギー単位 (EU) で表示されます。

図 3-37: サンプルスキャンの進行状況バー



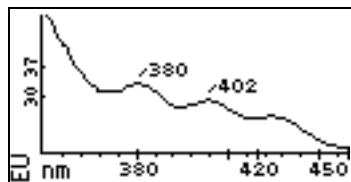
ヒント：サンプルスキャンの前にゼロスキャンを実行した場合、進行中のサンプルスキャンからゼロスキャンが減算されていることが示されます。

図 3-38: ゼロスキャンの減算を示す進行状況バー



スキャン完了後、検出器にサンプルスキャンのグラフが表示されます。

図 3-39: アントラセンのサンプルスキャンのグラフ



- Next を押して、指定範囲内でスキャンされたピークのうち、高いほうから最大 3 つのピークのパラメーターを表示します。

図 3-40: アントラセンのサンプルスキャンの最大ピーク 3 つ

λ Range: 350-450 nm	
nm	EU
1 380	33.4017
2 402	29.4665
3 422	25.6281

Next

- Next を押してグラフに戻ります。
- Scale (Shift、TRACE) を押して、スケールを変更し、スペクトルの一部（アーチファクト）を拡大表示します。

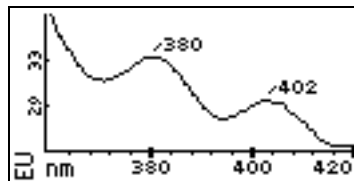
ヒント: スペクトルのスケールは EUFS 設定の影響を受けます。以下の 4 つのスケールパラメーターを変更できます。

- λ_1 - 表示する最小波長。
- λ_2 - 表示する最大波長。
- EU1 - 表示する最小蛍光。(デフォルトは自動)。
- EU2 - 表示する最大蛍光。(デフォルトは自動)。

8. Next を押して、4 つのスケールパラメーターを移動します。

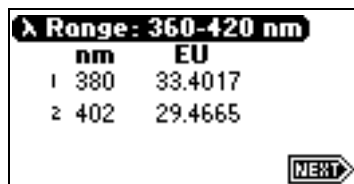
注：下図に、波長パラメーターを 225 ～ 420 nm にスケールした、[図「アントラセンのスキアン（100 nm/分と 1000 nm/分の比較）」（97 ページ）](#)のサンプルを示します。

図 3-41: λ_2 を 420 nm に変更したアントラセンのスキアン



9. スケールパラメーター 1 つ以上を変更したら、Enter を押してグラフを再フォーマットします。
10. Next を押して、スケール後のスキンの最大ピークのプロパティを表示します。

図 3-42: スケール後のアントラセンのスキンの最大ピーク



11. Next を押して、サンプルスキアン表示に戻ります。

ヒント：ソフトウェアのスケール機能の使い方を示すために、[図「アントラセンのスキアン（100 nm/分と 1000 nm/分の比較）」（97 ページ）](#)に、アセトニトリルに溶解したアントラセンの一連のスキアンを示します。ゼロスキアンは表示されていません。

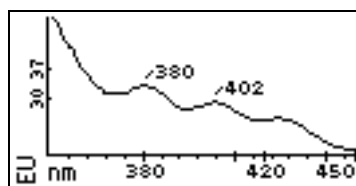
スケールパラメーター EU1 と EU2 のデフォルト値は auto（自動）です。スペクトルの蛍光を基にして EU パラメーターを変更できます。デフォルト値の Auto に戻すには、CE を押します。

12. サンプルスキンのグラフ画面の操作を完了したら、SCAN (Shift、Chart Mark) を押します。

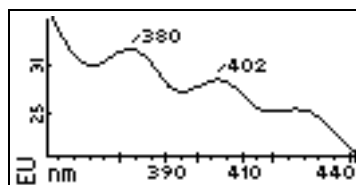
結果：スキアンリストが表示されます。

ヒント：スキンの保存方法については、[106 ページ](#)を参照してください。

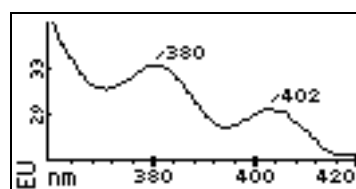
図 3-43: アセトニトリル中のアントラセンの 3 つのスキャン



サンプル蛍光スキャン
350 ~ 460nm
励起波長：249 nm
アントラセン



サンプル蛍光スキャンの拡大
350 ~ 440 nm
20 ~ 35 EU
励起波長：249 nm
アントラセン
λ2 は 440 nm に変更



サンプル蛍光スキャンの拡大
360 ~ 420 nm
励起波長：249 nm
アントラセン
λ1 は 360 nm に変更
λ2 は 420 nm に変更
EU1 および EU2 は自動

3.6.7 スタティックフローセル使用時のスキャン

スタティックフローセルを使用してスキャンする方法：

1. シリンジを使用してフローセルに、サンプルが溶解している移動相または溶媒を満たし、圧力を 145 psi 未満に維持して、フローセルに過度の圧力がかからないようにします。
2. ゼロスキャンを実行します (101 ページを参照)。
3. シリンジを使用して、分析対象物をフローセルに入れます。
4. フローセルに過度の圧力がかからないように圧力を 145 psi 未満に維持して、サンプルスキャンを実行します。
5. 保存、確認、減算、再生の機能を使用して、スキャンしたデータを比較します。

3.7 結果の管理

スタンドアローンモードで、スペクトルの分析後に、確認、減算、または再表示をするためにスペクトルを保存できます。最大 5 つのスペクトルを保存できます (106 ページを参照)。スキャンリストから [Review] 機能を選択して、5 つの保存スロットのいずれかからスペクトルを呼び出すことができます (107 ページを参照)。複数のスペクトルを保存している場合には、差スペクトルを作成することができます (107 ページを参照)。

ヒント : 差スペクトルは、現在のスペクトルから、保存番号を入力して読み込んだ保存スペクトルを差し引いて作成されます。

スキャンリストのリアルタイム再生機能を使用して、現在のスペクトルまたは保存スペクトルをリアルタイムで再生できます。検出器では、検出器のディスプレイと、アナログ検出器出力 1 を経由したチャートシステムまたはデータ収集システムの両方で、選択したスペクトルがリアルタイムで再生されます。再生用にスペクトルを読み込むと、検出器によってグラフで表示されます。

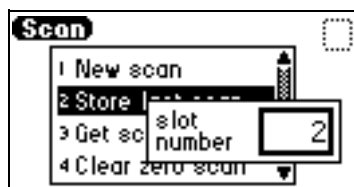
3.7.1 スペクトルの保存

スペクトルを保存する方法 :

1. サンプルスキャンのグラフ画面から、SCAN (Shift、Chart Mark) を押します。
2. [2 Store last scan] を押します。

ヒント : [Store last scan] を選択すると、ゼロスキャンとサンプルスキャンが 1 組で保存されます。

図 3-44: スロット番号ボックス



3. スロット番号ボックスに、1 ~ 5 の値を指定します。
4. Enter を押して、最後のサンプルスキャンをゼロスキャンとペアで保存します。

3.7.2 保存されているスペクトルの情報の表示

保存されているスペクトルの情報を表示する方法 :

1. SCAN (Shift、Chart Mark) を押します。
2. [3 Get scan info] を押します。

結果 : スロット番号ボックスが表示されます。デフォルトは [Last] (直前に保存したスペクトル) です。

3. Enter を押して、最後に保存したスペクトルの情報を表示します。

代替手段: 情報を取得する保存スペクトルの番号 (1 ~ 5) を押して、Enter を押します。以下の情報を含む画面が表示されます。

- 保存スロット番号 – 選択したスキンの保存スロット番号 (または「最後のスキン」) が表示されます
- スキンの種類 – 選択した実行済みスキンの種類が表示されます
- λ の範囲 – 選択されたスペクトルの波長範囲が表示されます
- λ その他 – 固定モノクロメーターの波長設定が表示されます
- ペース – 選択されたスペクトルのペースが表示されます
- ゲイン – PMT のゲイン設定が表示されます (サンプルの濃度が低いときは、ゲイン値を増加する必要がある場合があります)

4. Enter を押して、スキンリストに戻ります。

3.7.3 保存されているスペクトルの確認

保存されているスペクトルを確認する方法:

1. SCAN (Shift、Chart Mark) を押します。
2. [4 Review] を押します。

ヒント: [Review] を選択すると、ゼロスキンとサンプルスキンの両方が呼び出されます。

3. 確認するスペクトルの保存スロット番号 (1 ~ 5) を指定して、Enter を押します。

ヒント: 「Retrieving spectrum n 」のメッセージが表示され、次に保存スペクトルが表示されます。保存スペクトルのグラフが表示でき、必要に応じて波長と EU の範囲を調節できます。また、呼び出したゼロスキンを基に新しいサンプルスキンを実行することもできます。

3.7.4 差スペクトルの作成 (スペクトルの減算)

差スペクトルを作成する方法:

1. SCAN (Shift、Chart Mark) を押します。
2. [5 Subtract & Review] を押します。

ヒント: 1 つのスペクトルからもう一方のスペクトルを差し引くには、両スペクトルの開始波長と終了波長 (λ_1 および λ_2)、およびペースが同一でなければなりません。

3. 現在のスペクトル (または取得したスペクトル) から差し引くスペクトルの保存スロット番号 (1 ~ 5) を入力します。

ヒント: メッセージ 「Subtracting spectrum n 」が表示されます。検出器で確認を行って現在のスペクトルから指定されたスペクトルを差し引くと、差スペクトルが表示されます。5 つの保存スロットのうちの 1 つにその結果を保存できます。

3.7.5 スペクトルの再生

スペクトルを再生するには：

1. SCAN (Shift、Chart Mark) を押します。
2. [6 Real-time replay] を押します。
3. 再生するスペクトルの保存スロット番号 (1 ~ 5) を指定して、Enter を押します。

初期設定：最後に取り込んだスペクトル

結果：選択したスペクトルを読み込んだ後、検出器はアナログ接続された機器にスペクトルを再生し、その後スペクトルのグラフが表示されます。

3.8 ランプ寿命を長持ちさせる

検出器をシャットダウンせずにランプ寿命を長持ちさせるには、装置をオンの状態にしたまま、以下の方法でキセノンランプをオフにします。

- 手動
- タイムイベントのプログラミング
- 外部接点リレーの使用

検出器をリモートコントロールで動作している場合には、検出器の前面パネルからではなく、制御装置のプログラミングでランプをオフにすることができます。

ヒント：ランプを 4 時間以上消灯しておく場合のみ、ランプをオフにすべきです。

ランプを手動でオン/オフするには、Lamp キーを使用します。ランプがオフになると、ホーム画面に「Lamp off」のメッセージが表示され、ランプアイコンに X 印が付加されます。

Lamp (Shift、1) キーを押すと、ランプが手動で消灯または点灯し、ランプの使用統計が表示されます。

3.8.1 ランプの手動消灯

ランプを手動で消灯する方法：

1. Lamp (Shift、1) を押します。

結果：[Lamp Control] 画面が表示されます。

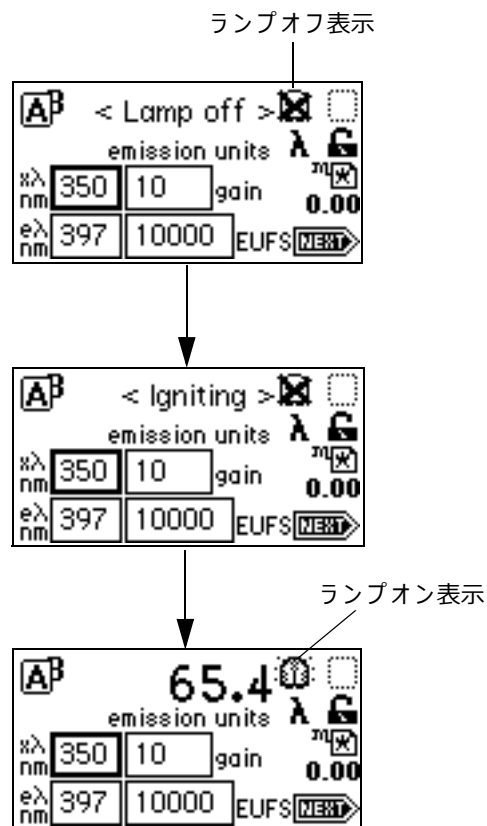
図 3-45: [Lamp Control] 画面



- 再度 Lamp (Shift、1) を押して、ランプを点灯します。

結果：ホーム画面のランプ表示アイコンに X 印が付き、「Lamp off」のメッセージが表示されます。

図 3-46: ランプオフからオンへのシーケンス



3.8.2 ランプの手動点灯

ランプを手動で点灯する方法：

- Lamp (Shift、1) を押します。

結果：[Lamp Control] 画面が表示され、[Lamp has been on] フィールドが 0 時間 00 分になります。

- 再度 Lamp (Shift、1) を押して、ランプを点灯します。

ヒント：ランプが点灯するとホーム画面のランプアイコンの X 印が消えます。

3.8.3 ランプ動作を設定するタイムイベントメソッドの使用

夜間などにはタイムイベントメソッドを使用してオン/オフを行うと、ランプの寿命が長持ちします。ランプを設定するには、メソッドリストからタイムイベントを選択するか、または外部接点リレーを使用するように設定します。タイムイベントを使用した、ランプのオン/オフのプログラミングの詳細は、89 ページの「メソッドおよびイベントのプログラミング」および 90 ページのタイトル「タイムイベントのパラメーター」の表を参照してください。外部接点リレーを使用したランプの設定の詳細は、75 ページの「イベント入力と接点リレーの設定」を参照してください。

3.9 検出器のシャットダウン

検出器をシャットダウンする前に、流路に残っているバッファー移動相を除去する必要があります。

！ 注意: カラムの損傷を防ぐため、カラムを取り外してから、以下の手順を実行してください。

検出器のシャットダウン方法：

1. 流路からバッファー移動相を除去し、100% HPLC グレードの水と置換して、3 mL/分で 10 分間システムをフラッシュ洗浄します。
2. 水の移動相を 90:10 のメタノール/水の溶液に交換して、システムのフラッシュ洗浄を 2 mL/分で 10 分間行います。
3. インジェクターのパーズとポンプのプライムについては、メーカーの推奨手順に従ってください。
4. 検出器をシャットダウンするには、検出器前面の左上隅にあるオン/オフスイッチを押します。

4 メンテナンス手順

4.1 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が発生した場合、日本ウォーターズ株式会社 (0120-800-299) までご連絡ください。それ以外のお客様は、Waters Corporation 本社 (米国マサチューセッツ州、Milford) または最寄りのウォーターズ支社に連絡してください。Waters の Web サイトには、世界中の Waters 所在地の電話番号と電子メールアドレスが記載されています。www.waters.com にアクセスし、[About Waters] > [Worldwide Offices] をクリックしてください。

Waters に連絡する際は、以下の情報をお手元にご用意ください。

- 症状の特徴
- 装置のシリアル番号
- 溶媒
- メソッドパラメーター (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
- クロマトグラフィーデータソフトウェアのバージョンおよびシリアル番号

輸送中の損傷およびクレーム申請についての詳細は、『Waters 使用許諾・保証・サポートサービス』のマニュアルを参照してください。

4.2 メンテナンス時の注意事項

4.2.1 安全性と取り扱い

検出器のメンテナンスを行うときには、以下の警告および注意事項を遵守してください。



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、常に優良試験所基準 (GLP) を遵守してください。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、化学物質安全性データシート (MSDS) で確認してください。



警告：感電を防止する方法：

- 検出器カバーを開けないでください。保護パネル内のコンポーネントをユーザーが保守することはできません。
- 装置のメンテナンスを行う前に、検出器の電源を切り、プラグを抜いてください。

! **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、アセンブリー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遮断するには、電源スイッチを押してから、AC 電源からプラグを抜きます。アセンブリーを取り外す場合は、電源切断後 10 秒以上待機してください。



警告：不適切な溶媒を使用すると、装置に重大な障害が発生したり、オペレーターが負傷したりする場合があります。詳細については、[付録 C](#) を参照してください。

4.2.2 スペアパーツ

本書で指示されたコンポーネントのパーツだけを交換します。Waters の Web サイトの [Service & Support] ページで [Waters Quality Parts[®] Locator] を参照してください。

4.3 定期メンテナンス

性能を維持するために、2475 検出器には最小限の定期メンテナンスが必要です。

1. Alliance HPLC システムの溶媒リザーバーのフィルターを定期的に交換します。
2. 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。
3. ランプ最適化ソフトウェアルーチンを、少なくとも週に 1 回実行します。

検出器の電源を切って 10 秒間待ってから、検出器の電源を入れます。初期化ルーチンでは、エルビウムフィルターによって、グレーティングのキャリブレーションが検証されます。365 nm の水銀ラインは 2 番目のキャリブレーションポイントとして機能します。

4. 検出器をシャットダウンするたびに、バッファ移動相を HPLC グレードの水でフラッシュ洗浄し、さらに 90/10 のメタノール/水溶液で洗浄します。

ヒント：フラッシュ洗浄により、以下の問題の発生が防止されます。

- 溶媒ラインおよびフローセルの詰まり
- さまざまな部品の損傷
- 細菌の繁殖

4.4 フローセルの点検、クリーニング、交換



警告：吸入を含む、溶媒の人体への接触による有害な影響を防止するため、溶媒を取り扱うときは、優良試験所基準 (GLP) を遵守してください。使用する溶媒について、化学物質安全性データシート (MSDS) を参照してください。

！ 注意：フローセルの寿命を延ばすため、および検出器を適切に初期化するため、検出器の電源を入れる前に、十分に脱気した溶離液を確実に送液します。

！ 注意：フローセルの不具合を防止するには：

- フローセルを分解したり改造したりしないでください。
- FLR 検出器のフローセル内の圧力は、1000 kPa (10 bar、145 psi) を超えないようにします。流量を適切に調整してください。
- フローセルの最大圧力定格を超える背圧がかかる可能性があるチューブや機器を、接続しないでください。

流量の実際の範囲は、溶媒の粘度とフローセルの背圧に影響されます。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。検出器のフローセルが破損しないようにするために、フローセルの全体圧力が最大圧力の上限をけっして超えないようにしてください。

フローセルが汚れていると、ベースラインにノイズが生じる、サンプルのエネルギーレベルが低下する、キャリブレーションが失敗する、などの問題が起こることがあります。このセクションでは、以下の手順について説明します。

- フローセルのフラッシュ洗浄
- フローセルの取り外しとクリーニング
- フローセルの交換

4.4.1 フローセルのフラッシュ洗浄および表面安定化処理

セルが汚れている疑いがある場合は、フローセルをフラッシュ洗浄します。

フローセルをフラッシュ洗浄および表面安定化処理する方法：

1. 移動相の送液を停止します。
2. カラムを外します。
3. 検出器のチューブをインジェクターのアウトレット（カラムを取り外した位置）に取り付けます。
4. 親和性のある溶媒と水（移動相と水が親和性がある場合）で検出器内の移動相を洗い流します。
5. HPLC グレードの水で検出器を洗浄し、流路から汚染物を取り除きます。

！ 注意：フローセルの損傷を防止するため、フローセル内に酸が付着しないようにします。

6. 6N 硝酸溶液または 30% のリン酸をフローセルに送液し、内部流路を洗浄して堆積した酸化物を除去（表面安定化処理）します。

7. フローセルの pH が中性になるまで、HPLC グレードの水でフラッシュ洗浄します。
8. カラムを取り付けます。
9. 移動相の送液を再開します。

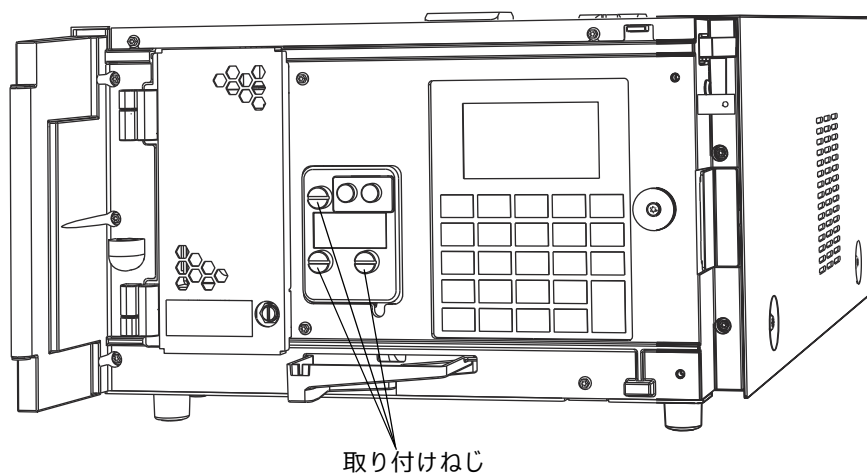
要件：水と親和性のない移動相を使用している場合は、最初に中間溶媒を送液します。

4.4.2 フローセルアセンブリーの取り外し

フローセルアセンブリーを取り外す方法：

1. 検出器をシャットダウンします。
2. フローセルをフラッシュ洗浄（113 ページを参照）した後、インレットおよびアウトレットから LC チューブを外してキャップを取り付けます。
3. ドアを開きます。
4. 1/4 インチのマイナスドライバーを用いて、フローセルアセンブリーの前面プレートにある 3 本の取り付けねじを緩めます。

図 4-1: 前面プレートの取り付けねじの場所



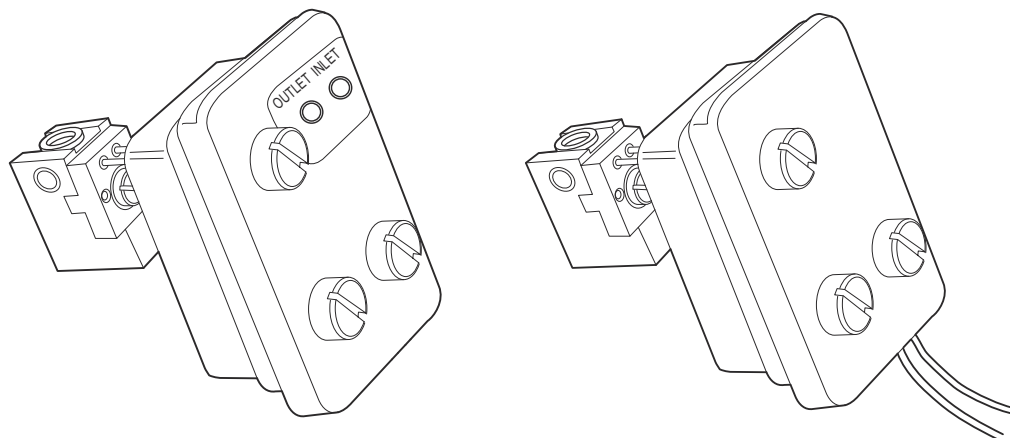
- セルマスクを破損しないように、セルの下側を上へ傾けて、アセンブリーをゆっくりと手前に引き出します。

注：取り外した後、マスクと保持リングがセルの上部にあることを確認します。

図 4-2: 2475 検出器のフローセルアセンブリー

低分散分析用フローセル (ACQUITY Arc 2475 FLR で標準装備)

分析用フローセル (HPLC 2475 FLR で標準装備)



- フローセルアセンブリーを平らで清潔な場所に置きます。
- フローセルを一定の期間 (週末など) 使用しない場合は、水/アセトニトリル混合液などの未使用の移動相で洗浄します。

推奨事項：移動相の有機溶媒混合比率は 10% 以上をお勧めします。

- フローセルを保管するには、セル流路の出入り口に密栓をします。

4.4.3 フローセルの交換

検出器は、分析用フローセル付きで出荷されます (図「2475 検出器のフローセルアセンブリー」(115 ページ) のシステム固有のフローセル記号表示を参照)。フローセルが損傷した場合は、交換します。

始める前に：

- フローセルに接続する前に、最低でもカラム容量の 10 倍の移動相でカラムを洗浄します。例えば、2.1 × 50 カラムの場合は 10 分間推奨流量で洗浄します。

関連項目：『Ultra Performance LC/MS および HPLC/MS システムにおける汚染の管理』。

- 新しいフローセルを開梱して、検品します。
- 検出器をシャットダウンします。
- ドアを開きます。
- 検出器のアウトレット/インレットのチューブのメインカラムからの接続を外し、キャップを付けます。

フローセルを交換するには：

1. 1/4 インチのマイナスドライバーを用いて、フローセルアセンブリーの前面プレートにある 3 本の取り付けねじを緩めます（図「前面プレートの取り付けねじの場所」（114 ページ）を参照）。
2. アセンブリーをゆっくりと手前に引き出します。
3. 新しいフローセルアセンブリーを検出器に挿入します。
4. 取り付けねじを締めます。
5. フローセルが正しい位置に固定されたことを確認します。
6. インレット/アウトレットのチューブを接続します。
7. 検出器を起動します。
8. 検出器のキャリブレーション（82 ページを参照）とノーマライズ（83 ページを参照）を実行します。

4.5 ランプの交換

このセクションでは、キセノンランプの取り外しおよび交換の手順について説明します。

2475 検出器の光源ランプは、購入日から 2000 時間または 1 年間（どちらか短い方）、正しく点灯し、起動時の診断テストにも合格することが保証されています。



警告： 傷害を防止するため、ランプの交換時には、常に防護メガネを使用してください。

ヒント： ランプを交換するたびに、必ず 82 ページの手動波長キャリブレーション手順を実行します。

4.5.1 ランプの交換時期

下記のいずれかに該当する場合は、ランプの交換が必要です。

- 起動時に点灯しない場合。
- ランプのエネルギーレベルが原因で感度が低下して、使用している LC アプリケーションに対してベースラインのノイズが過大になった場合。

性能の要件と許容範囲はアプリケーションによって異なります。特定のアプリケーションに対して適切なシグナル対ノイズ比 (S/N 比) が得られなくなった場合は、ランプを交換してください。

4.5.2 ランプの取り外し



警告： ランプが作動中のランプハウジングは、非常に高温になります。火傷を防ぐため、以下の指示に従ってください。

- ランプドアを開くとランプが消えますが、冷却ファンは動作状態のままになり、冷却プロセスを促進できます。
- ランプを取り外す際には、60 分以上の冷却時間を設けてください。
- ランプを取り扱う際は、ランプをハウジングから出さないでください。



警告： 紫外線が目に入らないよう、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。
- 紫外線フィルター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。

ランプを取り外す方法：

1. 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。



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。火傷を防ぐため、検出器の電源を切ってから 60 分待ち、装置が冷えてから作業を行ってください。

2. 検出器のドアを開きます。
3. ランプが冷えるまで 60 分間以上待ちます。
4. 小型のマイナスドライバーでランプのアクセスドアを開けます。



注意： コネクターやケーブルの損傷を防止するため、コネクターを接続されているワイヤーで掴まないでください。

5. ランプの電気接続を以下のように切断します。
 - a. 上のコネクターをゆっくりと、まっすぐに引き出します。
 - b. 下のコネクターは、ロック機構を指でつまんでから引き出します。
6. ランプハウジングにある 2 本の取り付けねじを緩めます。

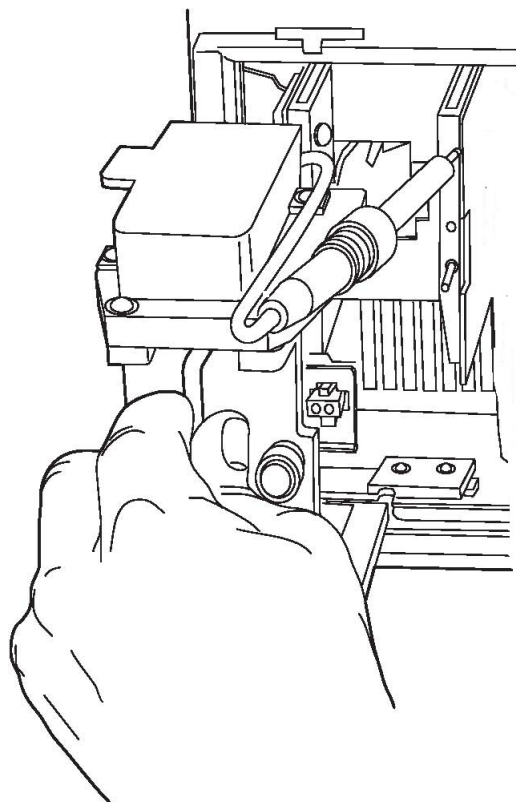


警告：

- 事故防止のため、ランプを取り外す際にはランプを顔の方に向けしないでください。
- ランプガスは大気圧以下です。ランプを廃棄する際は、ガラスを割らないよう注意してください。Waters は、交換した新しいランプの梱包材に古いランプを入れてランプを廃棄することを推奨します。

7. ゆっくりとランプを取り出します。

図 4-3: ランプアセンブリーの取り外し



4.5.3 新しいランプの取り付け



警告：有害な紫外線から目を守るために、紫外光フィルター付きの防護メガネを着用し、稼働中はハウジングからランプを取り出さないでください。



注意：ランプの損傷を防止するため、新しいランプのガラス球に触れないでください。ガラス面に皮脂や汚れが付くと、検出器の動作に影響します。ランプを清掃する必要がある場合は、レンズティッシュを用いて、エタノールでガラス面を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。

始める前に：

1. 新しいランプを箱から取り出します。
2. 119 ページの手順に従って、ランプのコネクターのワイヤーに付いているラベルに記載されているシリアル番号を記録します。



警告：感電を防止するため、検出器の電源がオフになっていることと、電源コードの接続が切られていることを確認してください。

新しいランプを取り付けるには：

1. ランプカートリッジの位置を合わせて、ハウジングに差し込みます。
ヒント：その他の調整は必要ありません。
2. 慎重にランプを奥まで押し込みます。
3. 2 個の取り付けねじを締めます。
4. ランプの電源コネクタを接続します。
ヒント：下のコネクタを所定の位置で固定します。
5. 装置のアクセスドアを閉じて固定します。
6. 検出器のドアを閉じてください。
7. 電源コードを接続し、検出器の電源を入れます。
8. 少なくとも 60 分間ランプのウォームアップを行ってから、運転を再開します。
9. 新しいランプのシリアル番号を記録します（次のセクションを参照）。

4.5.4 新しいランプのシリアル番号の記録

ヒント：コンソールに新しいランプのシリアル番号を記録しない場合、その前のランプの取り付け日が検出器のメモリーに残っているため、新しいランプの保証が無効になります。

検出器のソフトウェアを使用して、ランプの使用時間と点灯回数をモニターできるように、新しいランプのシリアル番号と取り付け日を記録して保存できます。

新しいランプのシリアル番号を記録するには：

1. 装置をウォームアップしたら、DIAG キーを押します。
2. [4 Lamp、display & keypad] を押します。
3. [1 Change lamp] を押します。
ヒント：この手順では、必ずランプのシリアル番号を入力します。入力するのは、ランプの品番ではありません。
4. アクティブなフィールドに新しいランプのシリアル番号を入力します。
ヒント：このフィールドは数値入力のみ可能です。

図 4-4: [Change Lamp] 画面

The screenshot shows a terminal-style interface for changing a lamp. At the top, it says 'Change Lamp' in a bold box. Below that, it asks for the 'serial number of new lamp:' and shows the number '12046' entered in a text field. Underneath, it asks for the 'date installed:' and shows a date picker with 'Jul' selected for the month, '04' for the day, and '01' for the year.

5. Enter を押して、シリアル番号を保存し、[Date installed] フィールドに移動します。
6. リストから、現在の月を選択します。
7. Enter キーを 2 回押して月を更新し、[day] フィールドに移動します。

- ランプを取り付けた日付を入力したら、Enter キーを押して、[year] フィールドへ移動します。
- 年（西暦の最後の 2 桁のみ）を入力して、Enter を押します。
- Home キーを押します。

結果：メッセージ「OK to store」が表示されます。

図 4-5: ランプシリアル番号の「OK to Store」メッセージ



- 新しいランプのシリアル番号と取り付け日が正しいことを確認したら、Enter を押します。
- 確認メッセージが表示されたら、Enter を押します。
- 手動での波長キャリブレーションを実行します（82 ページを参照）。
- ノーマライズ手順を実行します（83 ページを参照）。

4.6 ヒューズの交換



警告：感電防止のため、ヒューズを点検する前に、2475 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定格は、交換前と同じものを使用してください。

検出器には、100 ~ 240 Vac、50 ~ 60 Hz、F 3.15 A、250 V（高速ブロー）、5 × 20 mm (IEC) ヒューズが 2 本必要です。

一般に、下記のような症状が現れた場合、ヒューズが切れているか不良です。

- 検出器の電源がオンにならない
- ディスプレイに何も表示されない
- ファンが動作しない

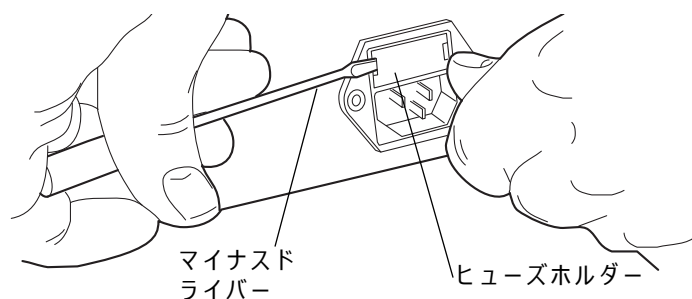
ヒューズを交換するには：

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。

- 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。
- 検出器背面パネルのヒューズホルダースロットに小型のマイナスインスライバを差し込みます。

3. ヒューズホルダーはスプリングで固定されているので、最小限の力を加えて背面パネルからヒューズホルダーを取り外します。

図 4-6: 背面パネルのヒューズの取り外しおよび交換



4. 古いヒューズを外して捨てます。
5. 新しいヒューズが規格に合ったものであることを確認します。
6. 新しいヒューズをヒューズホルダーに差し込みます。
7. ヒューズホルダーを差込口に挿入し、検出器背面パネルの正しい位置に納まるまで静かに押し込みます。
8. 検出器を起動します。

4.7 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。

5

エラーメッセージ、診断テスト、 トラブルシューティング

システムの問題を解決するために、検出器によって、ユーザー診断およびサービス診断の両方を行うことができます。

サービス診断機能は、Waters のサービス担当者だけが使用できます。

- エラーメッセージ – 起動、キャリブレーション、その他のエラーについて、メッセージが表示されます。推奨する対処方法についても説明します。
- 診断テスト – トラブルシューティングおよび検出器の設定を行うためのユーザー診断テストについて説明します。

5.1 起動時のエラーメッセージ

診断テストにより、検出器の電気系が正しく動作しているかどうかを確認されます。内部診断テストが 1 つ以上の不合格結果を返すと、検出器はビープ音を鳴らし、エラーメッセージを表示します。深刻なエラーの場合、ホーム画面に分析時間の代わりに <Error> が表示されます。

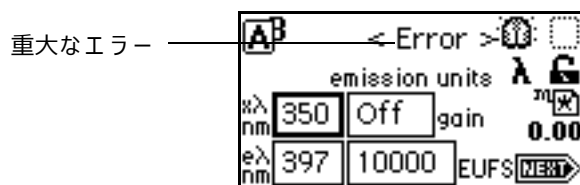
ヒント： 起動時のエラーを防ぐため、フローセルに脱気された透明な溶媒（メタノールまたは水）が 1 ml/分で流れていること、および左前面パネルカバーが正しく取り付けられていることを確認します。

関連項目： 警告メッセージのオンラインヘルプのトピック。

5.2 運転時のエラーメッセージ

初期化時、キャリブレーション時、および運転時に、ホーム画面に <Error> が表示されることがあります。この種のエラーは通常重大で、検出器が操作できなくなり、蛍光出力が停止し、画面が停止状態になります。多くの場合、電源を再投入（シャットダウン後 10 秒待ってから再起動）することで、エラーを解消できます。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お問い合わせいただく必要があります（[111 ページ](#)を参照）。

図 5-1: 重大なエラーが生じた場合のホーム画面



重大なエラーが発生した場合：

1. フローセルが清潔であることを確認します。
2. ランプのアクセスドアがしっかりと閉まっていることを確認します。
3. 検出器の電源を、一旦切って入れ直します。
4. それでも重大なエラーが解消されない場合は、Waters テクニカルサービスにお問い合わせください（[111 ページ](#)を参照）。

5.3 ユーザー選択による診断テストおよび設定

ヒント：検出器には、ユーザが選択できる診断テストとサービス担当者が実施する診断テストがあります。サービス診断テストは、資格のある Waters のサービス担当者しかアクセスできません。

5.3.1 診断テストと設定の概要

検出器のトラブルシューティングを行い、検出器の電気系と光学系が適切に動作していることを確認するために、いくつかの診断テストと設定にアクセスできます。

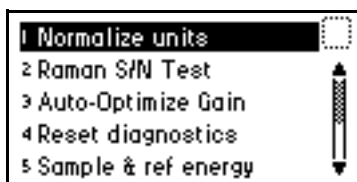
5.3.1.1 テストの実行と設定の変更

テストを実行する方法と設定を変更する方法：

1. キーパッドで、DIAG を押します。

結果：診断リストが表示されます。

図 5-2: テストと設定のリスト



2. ▲ または ▼ を使用して、実行するテスト、または変更する設定を選択し、Enter を押します。

代替手段：1 ~ 8 の数字を押します。

ヒント：その他の選択肢がある項目には >> マークが付いています（[125 ページのタイトル「2475 検出器の診断テストと設定」](#)の表を参照）。

5.3.1.2 Sticky 診断の設定

Sticky 診断の設定は、無効にしない限り有効です。Sticky 診断テストがアクティブになっている場合、ホーム画面にスパナのアイコンが表示されます。アクティブなテストがない場合は、ホーム画面にスパナのアイコンは表示されません。

図 5-3: Sticky 診断の設定がアクティブなことを示すホーム画面



- 特定の Sticky 診断の設定を無効にするには、デフォルト設定にリセットします。
- すべてのアクティブな Sticky 診断を無効にするには、DIAG を押し、次に [4 Reset diagnostics] を押します。
- 検出器をシャットダウンすると、すべての Sticky 診断の設定が無効になります。

以下の Sticky 診断の設定を選択できます。

- ゲインの自動最適化
- EU の固定（蛍光入力の固定（設定））
- 電圧の固定（電圧出力の固定（設定））
- テストピークの生成
- 光学フィルタの無効化

ヒント : Sticky 診断機能を終了しても Sticky 診断の設定は有効で、結果に影響することがあります。電圧出力または蛍光入力の変更内容を消去するか、手動で光学フィルターを変更するには、テストリストから [4 Reset diagnostics] を選択するか、検出器をシャットダウンします。

下表に、番号別に、診断テストと設定、および簡単な説明を示します。

表 5-1: 2475 検出器の診断テストと設定






診断テスト	説明
1 Normalize Units (単位のノーマライズ)	標準的で清浄な水を基準にして、検出器のエミッション単位を 100 EU にノーマライズします。
2 Raman S/N Test (ラマン S/N テスト)	水を使用して 15 分間シグナル対ノイズ比 (S/N 比) テストを実行します。
3 Auto-Optimize Gain (ゲインの自動最適化) 	試行のサンプル注入に基づいて、メソッドの推奨ゲイン設定の表を表示します。
4 Reset diagnostics (診断をリセット)	すべての診断テストを既定にリセットします。Sticky 診断が無効になり、スパナアイコンの表示が消えます。
5 Sample & ref energy (サンプルおよびレファレンスエネルギー)	チャンネル A または B のサンプルおよびレファレンスエネルギーを表示できます (ナノアンペアで表示)。

表 5-1: 2475 検出器の診断テストと設定 (続き)

診断テスト	説明
6 Input & output >> (入力および出力 >>)	4 個の接点リレー入力および 2 個のスイッチ出力を制御する以下の診断テストを表示します。 1 Auto-zero offsets (オートゼロオフセット) 2 Fix EU (固定 EU)  3 Fix voltage (固定電圧)  4 Contact closures & events (接点リレーおよびイベント) 5 Previous choices << (前の選択肢 <<)
7 Lamp, display & keypad >> (ランプ、ディスプレイ、キーパッド >>)	ランプ、ディスプレイ、およびキーパッドの機能の診断テストを表示します。 1 Change lamp (ランプの交換) 2 Test keypad (キーパッドのテスト) 3 Test display (ディスプレイのテスト) 4 Previous choices << (前の選択肢 <<)
8 Other diagnostics >> (その他の診断 >>)	テストピークを生成して波長正確度を確認することや、デフォルトのフィルター設定を無効にすることができるテストです。 1 Generate test peaks (テストピークの生成)  2 Optical filter override (光学フィルターオーバーライド)  3 Previous choices << (前の選択肢 <<)
9 Service (サービス)	Waters のサービス担当者が実施する診断テストです。

5.3.1.3 単位ノーマライズの設定

19 ページと 83 ページを参照してください。

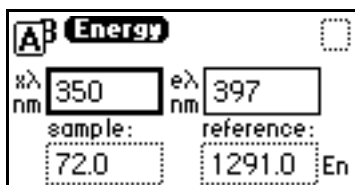
5.3.1.4 ゲインの自動最適化テスト

29 ページと 86 ページを参照してください。

5.3.2 サンプルエネルギーおよびレファレンスエネルギーの診断テスト

サンプルエネルギーおよびレファレンスエネルギーのテストを実行して、アナログチャンネルの出力をプロットし、ノイズの変動を調べることや、EU タイムトレース（経時記録）と比較することができます。現在のサンプルエネルギーおよびレファレンスエネルギーの読み取り値は、1～10,000 のエネルギー単位で表示されます。

図 5-4: サンプルエネルギーおよびレファレンスエネルギーのテスト



サンプルエネルギーおよびレファレンスエネルギーのテストを実行する方法：

1. DIAG を押して、[5 Sample & ref energy] を押します。
2. 新しい波長を指定して、Enter を押します。

結果：新しい波長が左へシフトすると、対応するサンプルおよびレファレンスエネルギーが表示されます。

3. マルチチャンネルモードで検出器を使用している場合に、別の波長のサンプルエネルギーおよびレファレンスエネルギーを表示するには、A/B キーを押します。

5.3.3 ラマンのシグナル対ノイズ比 (S/N 比) 診断テスト

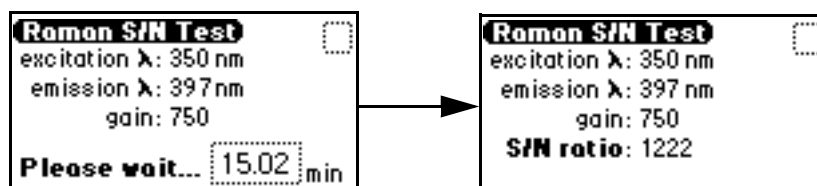
ラマンシグナル対ノイズ比 (S/N 比) テストは、検出器の S/N 比の性能を評価します。テストを実行する前に、ノーマライズを実行してください (83 ページを参照)。S/N 比テストを開始すると、検出器では励起波長が 350 nm に、蛍光波長およびゲインがノーマライズで保存された値に設定されます。

このテストでは、脱気した清浄な水がフローセルを流れている必要があります。

ラマンシグナル対ノイズ比 (S/N 比) 診断テストを実行する方法：

1. DIAG を押してから、[2 Raman S/N Test] を押します。
2. Enter を押して、脱気された清浄な水が存在することを確認します。
3. 検出器が結果を表示するまで 15 分間待機します。

図 5-5: ラマン S/N 比テストの画面



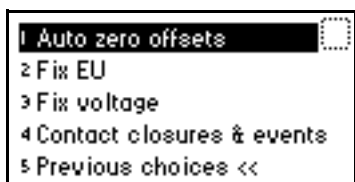
5.3.4 入出力診断テストと設定

入出力テストと設定は以下の目的で使用します。

- オートゼロオフセットの表示とリセット
- EU 固定
- 1 V 出力での電圧の固定
- 接点リレーのモニターとイベントスイッチの切り替え
- テストピークの生成
- 光学フィルターのオーバーライド

いずれかの入出力テストを実行するか設定を変更するには、[6 Input & output] を選択します。4 つの診断テストと設定のリストが表示されます。

図 5-6: 入出力診断テストと設定

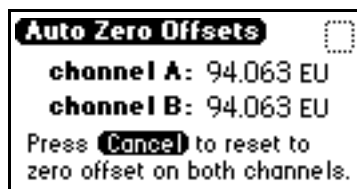


5.3.4.1 オートゼロオフセットの表示

オートゼロオフセットを表示する方法 :

1. 入出力リストから、[1 Auto zero offset] を選択します。

図 5-7: [Auto zero offset] 画面



2. 両方のチャンネルのオフセットを 0 にする場合は、Cancel (Shift、0) を押します。

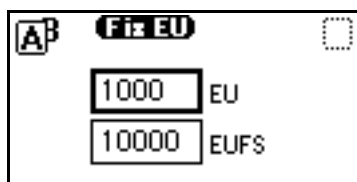
5.3.4.2 固定 EU 値の設定

この機能は、現在の EUFS 設定に基づいて、アナログ出力チャンネルの電圧を設定します。

固定 EU 値を設定する方法：

入出力リストから、[2 Fix EU] を押して、チャンネル A またはチャンネル B の固定蛍光度値を設定します。可能な範囲は -100.0 AU ~ +1000 AU です。感度を EUFS 単位で指定することもできます。使用できる範囲は、10 ~ 100,000 EUFS です。

図 5-8: [Fix EU] 画面



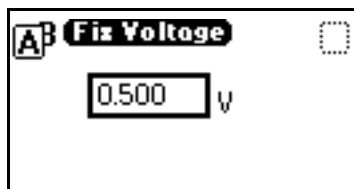
5.3.4.3 固定出力電圧の設定

この機能は、選択したアナログチャンネル (A または B) に電圧を印加します。

固定電圧出力を設定する方法：

入出力選択リストから [3 Fix voltage] を選択して、アナログ出力の電圧を設定します。両方の出力チャンネルの電圧を -0.10 V ~ +1.10 V の範囲で設定できます。

図 5-9: [Fix voltage] 画面

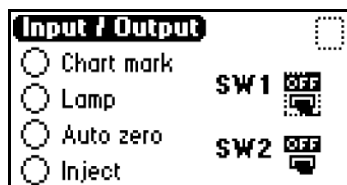


5.3.4.4 接点リレーのモニターとスイッチの設定

接点リレーのモニターとスイッチの設定を行うには：

1. 入出力リストから [4 Contact closures & events] を選択して、4 つの接点リレー入力のモニターと 2 つのスイッチ出力のコントロールを行います。

図 5-10: [Contact closures & events] 画面



ヒント：接点リレー入力の状態をリアルタイムでモニターできます。黒丸は、接点リレーが閉じていること（ON = High）を示します。白丸は、接点リレーが開いていること（OFF = Low）を示します。

2. 出力（SW1 および SW2）の場合：
 - a. Enter を押して、アクティブスイッチを表示します（点線で囲まれています）。
 - b. いずれかの数字キーを押して、スイッチの状態を切り替えます（オンからオフへ、またはオフからオンへ）。
 - c. Enter を押して、2 番目のスイッチを選択します。

5.3.5 ランプの交換機能

ランプの交換時には常にこの機能を実行して、新しいシリアル番号と取り付け日を入力します。ランプの交換手順の詳細については、[118 ページ](#)および [119 ページ](#)を参照してください。

ヒント：[118 ページ](#)と [119 ページ](#)の手順に従って新しいランプのシリアル番号を記録しない場合、交換前のランプの取り付け日が検出器のメモリー内に残ったままになり、新しいランプの保証が無効になります。

！ 注意：検出器の損傷を避けるため、ランプを交換する前に電源を遮断します。

シリアル番号と日付を入力する方法：

1. DIAG を押し、次に [7 Lamp, display & keypad >>] を押します。
2. [1 Change lamp] を押します。

図 5-11: [Change Lamp] 画面



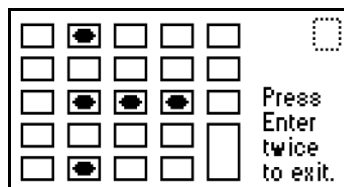
3. [Change Lamp] 画面で、シリアル番号を指定して Enter を押します。
ヒント：ランプの品番ではなく、シリアル番号を入力してください。
4. 新しいランプの取り付け日を指定して、Enter を押します。

5.3.6 キーパッドのテスト

キーパッドをテストする方法：

1. DIAG を押し、次に [7 Lamp, display & keypad >>] を押します。
2. [2 Test keypad] を押します。

図 5-12: キーパッドのテスト



3. いずれかのキーを押してテストを開始し、次にすべてのキーを 1 つずつ押します。
ヒント：キーパッドが正しく機能していれば、キーの位置が黒く反転し、次のキーを押すと表示が元に戻ります。押しても反応しないキーがある場合は、Waters のサービス担当者にお問い合わせください。
4. Enter を 2 回押して、キーパッドテストを終了します。

5.3.7 ディスプレイのテスト

ディスプレイをテストする方法：

1. DIAG を押し、次に [7 Lamp, display & keypad >>] を押します。
2. [3 Test display] を押します。

結果：ディスプレイが上から下へ、そして右から左に反転して黒く表示されます。その後、[Lamp, display & keypad] リストに戻ります。水平方向、垂直方向のいずれか 1 つでもすべて反転しなかった場合は、Waters のサービス担当者にご連絡ください。

3. 4 を押して、診断リストに戻ります。

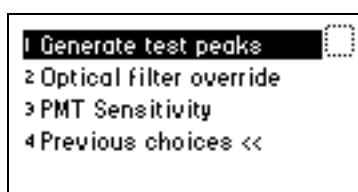
5.3.8 他の診断テストと設定

他の診断テストと設定の画面には、以下の 3 つの診断機能があります。

- テストピークの生成 – テストピークを生成し、データシステムをキャリブレーションします。
- 光学フィルターの手動オーバーライド – 検出器の通常の動作モードとは異なるフィルターを選択します。
- PMT 感度 – 蛍光度の高いサンプルや移動相での飽和を防ぐために、PMT 感度を 1/10 または 1/100 に低減します。

DIAG を押し、次に [8 Other diagnostics] を押します。テストピークの生成 (132 ページを参照)、または光学フィルタの無効化 (133 ページを参照) ができます。

図 5-13: 他の診断テストと設定



5.3.9 テストピークの生成

テストピークの生成機能では、リストの最初の項目が「Disable test peaks (テストピークの無効化)」になっています。

テストピークを生成するには、以下の操作を行います。

1. DIAG を押し、次に [8 Other diagnostics] を押します。
2. [1 Generate test peaks] を押します。

ヒント: 100 秒ごとに、検出器によって標準偏差 10 秒の 100 EU ピークが生成され、トレース、チャートまたはデータシステムのディスプレイに表示されます。テストピークの振幅は、フィルタータイムコンスタントの影響を受けます。ゲインは自動的に 1000 に設定されます。

図 5-14: テストピークの生成のメッセージ



ヒント: テストピークの生成機能は、手動で停止する必要があります。

3. [1 Disable test peaks] を押して、テストピークの生成を停止します。

5.3.10 光学フィルターの設定をオーバーライドする方法：

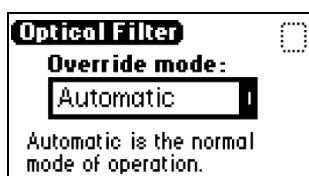
通常、検出器はフィルターが「自動」位置にある状態で動作します。この機能を使用して、デフォルト設定を無効にします。

光学フィルターの設定を無効にする方法：

1. DIAG を押し、次に [8 Other diagnostics] を押します。
2. [2 Optical filter override] を選択して、検出器の自動フィルターの選択を手動でオーバーライドにします。

結果： [Optical Filter] 画面が表示されます。

図 5-15: 光学フィルターの設定画面



3. Enter を押します。

自動	1
二次	2
なし	3
エルビウム	4
シャッター	5

4. フィルターリスト内のフィルターに対応する番号を入力するか、デフォルトのフィルターの選択（自動）のままにします。
5. DIAG を押して、1 を押すか、デフォルトのフィルターとして [Automatic] を選択します。

5.3.11 PMT 感度の低減

検出器は検出限界を低下させるように設計されていますが、場合によっては、高い蛍光シグナルにより光電子増倍管が過負荷になることがあります。利用可能な線形ゲイン範囲 1 ~ 1000 を保持したまま、光電子増倍管の感度を一定の係数によって低減できます。この機能は、サンプルまたは移動相溶媒が PMT シグナルを飽和する高い蛍光度を示すが濃度を低減できない場合に、使用することを目的にしています。PMT 感度が、ユーザーの選択した係数 10 または 100 で除算されます。

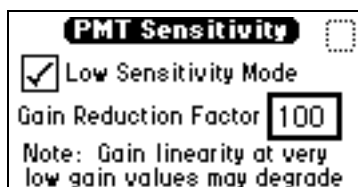
通常の PMT ゲイン範囲 1 ~ 1000 とは異なり、低減した PMT 感度では非線形になるので、通常のゲイン変更の代わりとしてこの機能を使用しないでください。

PMT 感度を低減する方法：

1. DIAG を押し、次に [8 Other diagnostics] を押します。
2. [3 PMT Sensitivity override] を押して、指定した係数で感度を低減します。

結果： [PMT Sensitivity] 画面が表示されます。

図 5-16: [PMT Sensitivity] 画面



3. [Low Sensitivity Mode] チェックボックスをオンにします。
4. 低減値 10 または 100 を入力します。

5.4 トラブルシューティング

5.4.1 はじめに

このセクションでは、エラーの原因とトラブルシューティングの推奨操作について説明します。一見、検出器のトラブルと思われるものも、クロマトグラフィー自体や他の装置が原因となっている場合があることに注意してください。

ほとんどの検出器のトラブルは比較的対処が簡単です。問題に適用可能なユーザー診断の実行後も、問題や不良な条件を解決できない場合は、Waters テクニカルサービスに連絡してください ([111 ページ](#)を参照)。

5.4.2 Waters へのお問い合わせ時に必要な情報

修理/点検の要望に迅速にお応えできるよう、Waters テクニカルサービスにお問い合わせいただくときは、以下の情報を手元にご用意ください。

- 2475 検出器のシリアル番号
- 問題となっている症状
- 動作波長のペア
- EUFS または測定範囲
- 流量
- フィルターの設定
- カラムの種類
- 動作圧力
- 溶媒
- システム構成 (他の装置)

5.4.3 診断テスト

本検出器では、ユーザー選択による診断テストを実施することにより、システム上の基本的な問題をトラブルシューティングすることができます。(診断の説明および実行については、124 ページの「診断テストと設定の概要」を参照してください。) 検出器の起動時および使用中に表示されるエラーメッセージと対処方法に関しては、125 ページのタイトル「2475 検出器の診断テストと設定」の表および 135 ページのタイトル「一般的なハードウェアのトラブルシューティング」の表を参照してください。

5.4.4 電源サージ

急激な電圧上昇、ラインスパイク、および過渡的な電源供給などは検出器の動作に悪影響を与えることがあります。電源が正しく接地され、これらの問題が発生しないことを確認してください。

5.4.5 ハードウェアのトラブルシューティング

以下の表に、ハードウェアに関する一般的なトラブルシューティングを示します。

表 5-2: 一般的なハードウェアのトラブルシューティング

現象	考えられる原因	対処法
アナログ出力が不正確	EUFS設定が変更された	EUFS 設定をリセットします。
起動時のキャリブレーション またはエネルギーエラー	フローセルに気泡または紫外線吸収物質がある	フローセルをフラッシュ洗浄します。
	出力単位の選択が正しくない	出力モードを確認します。 (ホーム画面の 2 ページ目)
検出器が動作しない	ヒューズが切れている	前面パネルのディスプレイが操作可能であることを確認します。 必要に応じて AC 背面パネルのヒューズを交換します。
	電源が供給されていない	正常に動作する別の装置を同じ電源に接続し、動作するかどうかを確認します。
前面パネルディスプレイが点灯しない	電源が接続されていない	電源の接続を検査します。
	ヒューズが切れている	ヒューズを確認し、必要に応じて交換します。
	LCD またはコントロールボードの故障	Waters テクニカルサービスにお問い合わせください。
前面パネルに変な文字が表示される	EPROM の故障または LCD コントロールボードの故障	Waters テクニカルサービスにお問い合わせください。

表 5-2: 一般的なハードウェアのトラブルシューティング (続き)

現象	考えられる原因	対処法
キーパッドが機能しない	キーパッドが故障している	<ol style="list-style-type: none"> 1. 電源を一度切って、再び入れます。 2. キーパッド診断テストを実行します。 3. 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ください。
サンプルおよびレファレンスエネルギーが得られない	ランプの寿命が切れている	<ol style="list-style-type: none"> 1. Lamp (Shift、1) を押して、ランプが再点灯するかどうかを確認します。 2. ランプを交換します。
	ランプがオフになっている	<ol style="list-style-type: none"> 1. ランプのアイコンを確認します。 2. サンプルエネルギーとレファレンスエネルギーの診断テストを実行します。
RS-232 の問題	RS-232 設定が無効になっている	[Configuration] 画面で正しく設定します。
	RS-232 ケーブルの不良	RS-232 ケーブルを確認し、必要に応じて交換します。
キセノンランプが点灯しない	ランプの不良	ランプを交換します。
	ランプコネクターが差し込まれていない	ランプをコネクターに正しく取り付けます。
	ランプ用電源が故障している	Waters テクニカルサービスにお問い合わせください。
	ランプスイッチがオフになっている	背面パネルの接続を確認します。











A 安全に関する勧告

Waters の装置およびデバイスには、製品の操作およびメンテナンスに関連する隠れた危険を警告するために、危険記号が表示されています。これらの記号は製品のマニュアルにも記載されており、あわせて危険性やその回避方法が説明されています。この付録には、Waters が提供する全製品に適用される安全記号および説明が記載されています。

A.1 警告記号

警告記号は、装置またはデバイスの誤使用に伴う死亡、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 装置またはデバイスの設置、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 は、装置またはデバイスの設置、修理、操作の際に、安全予防措置を遵守しなかったことから生じた傷害または物的損害に対して、一切の責任を負いません。

以下の記号は、Waters の装置またはデバイス、あるいは装置またはデバイスの構成部品を、操作またはメンテナンスする際に発生することがある危険性を警告します。以下の記号のいずれかがマニュアルの説明または手順に表示されている場合、それに付随する説明で該当するリスクを特定し、その回避方法を説明しています。

-  **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、該当するユーザーマニュアルで安全に関する重要な情報について調べてから、装置を使用してください。)
-  **警告：**(高温の表面への接触による火傷の危険性。)
-  **警告：**(感電の危険性。)
-  **警告：**(出火の危険性。)
-  **警告：**(ニードルで刺す危険性。)
-  **警告：**(手を挟まれて負傷する危険性。)
-  **警告：**(機械類の動作による傷害の危険性。)
-  **警告：**(紫外線被曝の危険性。)
-  **警告：**(腐食性物質に接触する危険性。)
-  **警告：**(有毒物質に晒される危険性。)



警告：(レーザー光線照射の危険性。)



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晒される危険性。)



警告：(転倒の危険性。)



警告：(爆発の危険性。)



警告：(高圧ガス放出の危険性。)

A.1.1 特定の警告

以下の警告（記号とテキストの両方）が、特定の装置およびデバイス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。

A.1.1.1 破裂の警告

この警告は、非金属チューブが装備されている Waters の装置およびデバイスに適用されます。



警告：圧力が加えられた非金属製チューブの周辺で作業する場合は、破裂による傷害を防止するために、次の点に注意してください。

- 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。
- 加圧されているまたは折れ曲がっているチューブ、あるいは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、硝酸、硫酸などの、チューブを化学的に損傷する化合物を、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の一部の化合物は、非金属製チューブを膨張させることがあり、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。

A.1.1.2 生物学的有害物質に関する警告

この警告は、生物学的有害物質を含む物質（人体に有害な影響を及ぼす可能性のある生物学的因子を含む物質）の処理に使用できる Waters の装置またはデバイスに適用されます。



警告：人体からの感染のおそれのある生成物、不活性微生物、およびその他の生物学的物質による感染を防止するため、取り扱うすべての生体液には感染性があると想定してください。

(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。

特に有害物質を取り扱う場合は、常に優良試験所基準 (GLP) に定められている正しい手順に従い、所属する組織の生物学的有害物質の安全担当者に、感染性物質の適切な使用方法と取り扱いについて相談してください。

A.1.1.3 生物学的有害物質および化学的有害物質に関する警告

これらの警告は、生物学的有害物質、有毒物質、または腐食性物質が含まれる物質を処理することがある Waters 装置およびデバイスに適用されます。



警告：生物学的有害物質、有毒物質、または腐食性物質による人体への汚染を防ぐため、これらの危険物質の取り扱いに関連する危険性を理解する必要があります。

このような物質の適切な使用および取り扱いに関するガイドラインは、米国学術研究会議発行の『*Prudent Practices in the Laboratory: Handling and Management of Chemical Hazards*』の最新版に記載されています。

特に有害物質を取り扱う場合は、優良試験所基準 (GLP) に定められている正しい手順に従い、所属する組織の安全担当者にこのような物質を扱う際のプロトコルについて相談してください。

A.2 注意

装置またはデバイスの使用または誤使用により、装置またはデバイスが損傷したり、非臨床サンプルの完全性が損なわれたりする可能性がある場合、注意勧告が表示されます（臨床サンプルの完全性へのリスクには警告記号が伴います）。感嘆符記号および関連する説明によって、そのような危険性があることが警告されます。

！ **注意：**装置のケースの損傷を防ぐために、研磨剤や溶剤を使用してクリーニングしないでください。

A.3 「ボトル使用禁止」記号

「ボトル使用禁止」記号は、溶媒のこぼれによる装置損傷の危険を警告するものです。



禁止：こぼれ出した溶媒による装置の損傷を防ぐために、リザーバーボトルを装置またはデバイスの上や前面の棚に直接置かないでください。その代わりに、こぼれた場合には二次的な抑制手段として使用するボルトトレイの中に置いてください。

A.4 必要な保護

防護メガネ使用および保護手袋着用記号は、個人保護具の必要性を警告します。所属する組織の標準操作手順に従って、適切な保護具を選択してください。




要件：溶媒ボトルに補充または溶媒ボトルを交換するときは、保護メガネを使用してください。




要件：サンプルを取り扱うときは、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。


A.5 Waters のすべての装置およびデバイスに適用される警告

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証が無効になる可能性があることに注意して下さい。


A.6 ヒューズ交換に関する警告

以下の警告は、ユーザーが交換可能なヒューズを装着した装置およびデバイスに関係します。ヒューズの種類および定格を説明する情報は、(常にではないが)時には装置またはデバイスに表示されます。

ヒューズの種類および定格を、装置またはデバイスに表示される情報から入手

 **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。









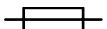


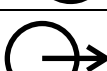
ヒューズの種類および定格を、その情報が装置またはデバイスに表示されない場合に入手

 **警告：**火災予防のために、ヒューズ交換ではメンテナンス項目の「ヒューズの交換」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。

A.7 電気記号および取り扱い記号

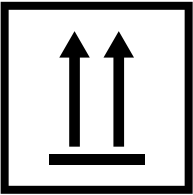


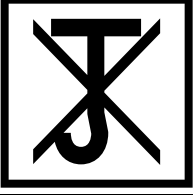
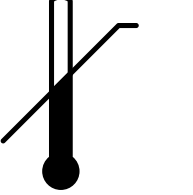
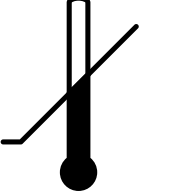
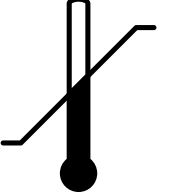
A.7.1 電気記号

以下の電気記号および関連する説明が、装置のマニュアルや装置前面または背面のパネルに表示されています。

記号	説明
	電源オン
	電源オフ
	待機
	直流
	交流
	交流 (3相)
	安全アース
	フレーム、またはシャーシ、端子
	ヒューズ
	機能アース
	入力
	出力

A.7.2 取り扱い記号

以下の取り扱い記号およびその関連する説明が、装置、デバイス、および構成部品の出荷梱包に添付されたラベルに、表示されることがあります。

記号	説明
	天地無用
	湿気厳禁
	ワレモノ注意
	吊り下げ禁止
	温度の上限
	温度の下限
	温度制限

B 仕様

この付録には、2475 マルチ λ 蛍光検出器の個々の動作仕様の一覧が記載されています。

注：全てのパフォーマンス仕様は 1 時間のウォームアップ後に、 $\Delta T \leq \pm 2 \text{ }^\circ\text{C/時間}$ で測定されました。

B.1 物理的仕様

以下の表には、2475 マルチ λ 蛍光検出器の物理的仕様の一覧が記載されています。

表 B-1: 物理的仕様

属性	仕様
幅	34.3 cm (13.5 インチ)
高さ	20.8 cm (8.2 インチ)
奥行き	61.0 cm (24.0 インチ)
重量	18.1 kg (40 ポンド)

B.2 使用環境仕様

以下の表に、2475 マルチ λ 蛍光検出器の使用環境仕様の一覧が記載されています。


表 B-2: 使用環境仕様

属性	仕様
動作温度範囲	4 ~ 40 °C (39 ~ 104 °F)
動作時の湿度範囲	20 ~ 80%、結露なし
輸送時および保管時の温度範囲	-30 ~ 60 °C (-22 ~ 140 °F)
輸送時および保管時の湿度範囲	20 ~ 85%、結露なし
騒音 (装置生成)	<58 dBA

B.3 電氣的仕様

以下の表に、2475 マルチ λ 蛍光検出器の電氣的仕様の一覧が記載されています。

表 B-3: 電氣的仕様

属性	仕様
保護クラス ¹	クラス I
過電圧カテゴリ ²	II
汚染レベル ³	2
湿気防止 ⁴	標準 (IPXO)
 線間電圧	接地 AC 電源、100~240 Vac
最大高度	2000 m (6561.6 フィート)
電源の要件	100 ~ 240 VAC
ライン周波数	50 Hz ~ 60 Hz
ヒューズ規格	ヒューズ 2 個 : 100Vac~240Vac、 50Hz ~60Hz F 3.15 A、250 V 高速ブロー、 5 × 20 mm (IEC)
消費電力	280 W (通常)
2 つのアナログ出力チャンネル:1 VFS	減衰範囲 : 1 ~ 100,000 EUFS 1 V 出力範囲 : -0.1 ~ +1.1 V
2 つのイベント出力	種類 : 接点リレー 電圧 : +30 V 電流 : 1 A
4 つのイベント入力	入力電圧 : +30 V (最大) 100ms (最小周期)

- 1. 保護クラス I** - 感電から保護するために装置に用いられる絶縁スキームです。クラス I は、電気が流れている部品 (導線) と露出している伝導性部品 (金属製パネル) 間の単一レベルの絶縁を特定します。露出している伝導性部品は接地システムに接続されます。さらに、この接地システムは、電源コードのプラグの 3 番目のピン (接地ピン) に接続されます。
- 2. 過電圧カテゴリ II** - 壁のコンセントなどのローカルレベルから電力を供給される装置を対象にしています。
- 3. 汚染度 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、通常の非伝導性の汚れを指しています。場合によっては、結露によって発生する一時的な伝導性も予想されます。
- 4. 湿気防止 - 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ます。該当する場合、X はほごりから保護されていることを示すブレースホルダーです。

B.4 パフォーマンス仕様

以下の表に、2475 マルチ λ 蛍光検出器のパフォーマンス仕様の一覧が記載されています。

表 B-4: パフォーマンス仕様

属性	仕様
波長範囲	励起 : 200 ~ 890 nm 蛍光 : 210 ~ 900 nm
バンド幅	20 nm
波長正確度	± 3 nm (特許取得済みのエルビウムフィルター経由)
波長再現性	± 0.25 nm
感度	シングル λ モード 励起 : 350 nm 蛍光 : 397 nm (水のラマンピークのシグナル対ノイズ比 (S/N 比) ≥ 1000 。Hamming フィルターのタイムコンスタント = 1.5 秒)
測定範囲	0.001 ~ 100,000.000 エミッション単位 (デフォルト)
フィルタータイムコンスタント	シングル λ モード : 0.1 秒 ~ 5.0 秒、Hamming (既定) 0.1 秒 ~ 99.0 秒、(オプション RC) マルチ λ モード : 1 秒 ~ 50.0 秒、Hamming (既定) 1 秒 ~ 99.0 秒、(オプション RC)
データチャンネル	最大 4 つの 2D チャンネルまたは 1 つの 3D チャンネル
サンプリングレート	シングル (波長) モードで最大 20 ポイント/秒 3D モードで 1 ポイント/秒
光学系部品の仕様 :	
光源	キセノンアークランプ (150 W) 保証 : 2000 時間または 1 年間 (先に到達した方)
フローセルの設計	軸方向照射
フローセル容量 (照射)	13 μ L (分析用標準セル)
圧力限界	1000 kPa (10 bar、145 psi)
接液面の材料	316 ステンレススチール、石英ガラス、Teflon [®]

C 溶媒取り扱い時の注意

C.1 はじめに



警告：薬品による事故防止の観点から、システムを操作する際には、実験室安全基準を順守してください。

C.1.1 清浄な溶媒

清浄な溶媒には、下記のメリットがあります。

- 結果の再現性の確保
- 装置のメンテナンス頻度の抑制

汚れた溶媒は、下記の原因となります。

- ベースラインノイズおよびドリフト
- 粒子状付着物による溶媒フィルターの目詰まり

C.1.2 溶媒の品質

最良の結果を得るには、HPLC グレードの溶媒を使用してください。使用前に、0.22 μm フィルターで濾過してください。通常、ガラス容器内で蒸留するとロット間で純度の差がなくなり、これを使用すると良好な結果が得られます。

C.1.3 溶媒調製のチェックリスト

安定したベースラインと良好な分解能を得るために、以下のガイドラインに従って溶媒を調製してください。

- 0.22 μm のフィルターで溶媒のろ過を行う。
- 溶媒を脱気/スパージする。
- 溶媒を攪拌する。
- 通風や衝撃のない場所に保存する。

C.1.4 水

高純度水精製システムによって精製された水のみを使用してください。ろ過された水を用意できない場合は、使用前に 0.22 μm のメンブレンフィルターでろ過を行ってください。

C.1.5 バッファー

バッファーを使用する場合、最初に塩を溶解して、pH を調整し、フィルターをかけて不溶性物質を除去します。

C.1.6 テトラヒドロフラン (THF)

安定剤を含まない THF を用いる場合は、新しい溶媒であることを確認してから使用してください。すでに開封されている THF 容器には、汚染物質として過酸化物が含まれているため、ベースラインドリフトの原因となります。



警告：テトラヒドロフランの汚染物質（過酸化物）は、濃縮または乾燥すると爆発する危険性があります。

C.2 溶媒の混和性

溶媒を交換する前に、下表を参照して、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、下記の点に注意する必要があります。

- 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ーは、有機溶媒と混合した際に析出することがあります。

強バッファーから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、有機溶媒を加えてください。

表 C-1: 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	--	--

表 C-1: 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)
3.4	メチレンクロライド	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
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	210
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	--	--

C.2.1 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。

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

- M 番号の差が 15 以下である 2 つの液体は、温度 15 °C 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、臨界共溶温度が 25 ~ 75 °C、最適温度が 50 °C です。
- 差が 17 以上の場合、2 つの液体は混和性がないか、臨界共溶温度が 75 °C を超えています。

溶媒の中には、親油性の度合いが極端な溶媒に対して、不混和性を示すものもあります。これらの溶媒には、2 通りの M 番号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、反対端に対する値です。この両者の値の差が大きい液体には、非常に限られた混和性しかありません。

たとえばフッ化炭素類の中には、すべての標準溶媒と混和性がないものがあり、これらの M 番号は 0 と 32 です。また 2 つの M 番号を持つ液体どうしは、通常混和性があります。

M 番号の体系では、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。

C.3 バッファー溶媒

バッファーを使用する場合は、高品質の試薬を用いて、0.22 µm フィルターでろ過してください。

使用後はバッファーを検出システムに入れたままにしないでください。すべての流路を HPLC グレードの水でフラッシュ洗浄してからシステムを停止し、システム内に残っている蒸留水はそのままにしておきます (1 日以上シャットダウンする場合は、90% の HPLC グレードの水と 10% のメタノールの混合溶液でフラッシュ洗浄してください)。スパージシステムの場合は最低 15 mL、インライン真空デガッサーを装備した装置では最低 45 mL を使用します。Waters Alliance[®] などの一部の最新システムでは、インラインデガッサーの容量と流速の下限により、それよりも少ない量で済むことがあります。

C.4 溶媒ボトルの位置

溶媒ボトルは HPLC より高い位置、またはポンプや検出器の上に置いてください（適切な漏れ防止対策も行います）。



警告：2475 検出器内には高圧電源があるので、すべての溶媒を検出器から絶縁する必要があります。

C.5 溶媒の粘度

一般に粘度は、単一溶媒または低圧力条件で分析をする限り、重要な要素ではありません。ただしグラジェントを分析しているとき、溶媒混合の過程で生じる粘度の変化により、圧力変動が起こる場合があります。たとえば水とメタノールを 1:1 で混合すると、水やメタノールを単独で使用する場合に対して、生じる圧力は 2 倍になります。

圧力変化の影響の程度が不明な場合、Chart Out 端子を使用して分析中の圧力を監視してください。

C.6 移動相の溶媒の脱気

移動相の問題がクロマトグラフィー問題のうちの 70% 以上を占めます。特に 220 nm 未満の励起波長では、脱気した溶媒を使用することが重要です。脱気には次の利点があります。

- ベースラインが安定し感度が上がる
- 溶出ピークの保持時間の再現性が得られる
- 定量の注入量の再現性が得られる
- ポンプ動作の安定性が高まる

このセクションでは、気体の溶解性、溶媒の脱気方法、および溶媒脱気に関する注意事項について説明します。

C.6.1 気体の溶解性

一定容量の液体に溶解する気体の量には限界があります。この量は以下によって異なります。

- 気体と液体の化学的な親和性
- 液体の温度
- 液体にかかる圧力

移動相の組成、温度、または圧力の変化はすべて、ガス放出の原因となることがあります。

C.6.1.1 分子間力の影響

無極性ガス (N_2 、 O_2 、 CO_2 、He) は極性溶媒よりも無極性溶媒によく溶解します。ガスは一般に、ガス分子同士に見られるのと同じような分子間引力の溶媒に、最もよく溶解します（「似たもの同士でよく溶ける」）。

C.6.1.2 温度の影響

温度はガスの溶解性に影響します。溶解熱に発熱を伴う場合、溶媒の温度を上げれば気体の溶解度は下がります。溶解熱が吸熱である場合、溶媒の温度が上昇すると気体の溶解度が上がります。たとえば、 H_2O に対する He の溶解度は、温度が上昇すると下がりますが、ベンゼンに対する He の溶解度は温度が上昇すると上がります。

C.6.1.3 分圧の影響

一定容量の溶媒に溶解する気体の質量は、溶媒の気相におけるその気体の分圧に比例します。気体の分圧が下がると、溶解する気体も減少します。

C.6.2 溶媒の脱気方法

ここでは、安定したベースラインを得るための溶媒の脱気方法について説明します。溶媒を脱気すると、再現性とポンプの性能も向上します。溶媒を脱気するには、以下のいずれかの方法を用いることができます。

- ヘリウムスパージ
- 真空脱気

C.6.2.1 スパージ

スパージは、溶媒中の溶存気体を不溶性の気体（通常はヘリウム）で置換することによって脱気します。スパージを十分に行った溶媒を使用するとポンプのパフォーマンスが向上します。ヘリウムスパージによって溶媒は平衡状態になり、この平衡状態は、緩やかにスパージを続けるか、溶媒の上をヘリウムで覆った状態にすることで維持されます。ヘリウムで覆うことによって大気中の気体が再溶解するのを防ぎます。

スパージによって混合移動相の組成が変化することがあります。

C.6.2.2 真空脱気

インライン真空デガッサーはヘンリーの法則に従って、溶媒から溶存ガスを除去します。ヘンリーの法則によると、液体に溶解するガスのモル分率は液体上方の気相におけるそのガスの分圧に比例します。液体表面の気体の分圧がたとえば排気などによって減少すると、それに比例した量の気体が溶媒から放出されます。

真空脱気によって移動相の組成が変化することがあります。

C.6.3 溶媒脱気に関する注意事項

アプリケーションにふさわしい脱気方法を選択してください。溶存気体を迅速に除去するため、スパージまたは真空脱気を検討してください。

C.6.3.1 スパージ

ヘリウムスパージによって超音波脱気よりも安定したベースラインと高い感度を得られ、大気中の気体の再吸収が防止されます。この方法を使用することで、THF やその他過酸化体の溶媒で、酸化を妨げます。

C.6.3.2 真空脱気

長く吸引するほど、多くの溶存ガスが除去されます。2 つの要因が溶媒脱気の総時間に影響を与えます：

- 流量 – 低流量では、真空チャンバーを通過する際にほとんどの溶存気体が除去されます。流量が大きくなるほど、溶媒の単位容量当たりのガスの除去量は少なくなります。
- 脱気メンブレンの表面積 – 各真空チャンバーの脱気メンブレンの長さは一定です。メンブレンを長くするには、2 個以上の真空チャンバーを直列に接続します。

Alliance HPLC システムでは、インラインデガッサーをオプションとして後から取り付けることも、工場出荷時に取り付けられた状態で納品することも可能です。

C.7 波長の選択

蛍光検出器において、励起モノクロメーターが移動相成分の UV カットオフ値未満に設定されると、溶媒は励起光の一部を吸収してしまいます。これにより、サンプルの蛍光レスポンスが減少します。

このセクションでは以下に対する 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

C.7.1 一般的な溶媒に対する UV カットオフ

下表に、いくつかの一般的なクロマトグラム用溶媒に対する UV カットオフ値（溶媒の吸光度が 1 AU と等しくなる波長）を示します。カットオフの近傍またはカットオフより低い励起波長で計測すると、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。

表 C-2: 一般的なクロマトグラフィー溶媒の UV カットオフ波長

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-ブトキシエタノール	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

表 C-2: 一般的なクロマトグラフィー溶媒の UV カットオフ波長 (続き)

溶媒	UV カットオフ (nm)	溶媒	UV カットオフ (nm)
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	メチレンクロライド	233
シクロヘキサン	200	<i>n</i> -ペンタン	190
シクロペンタン	200	<i>n</i> -プロパノール	210
ジエチルアミン	275	<i>n</i> -塩化プロピル	225
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

C.7.1.1 混合移動相

下表に、その他の溶媒、緩衝剤、界面活性剤、移動相について、カットオフ波長の近似値を示します。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。他の濃度を使用する場合は、蛍光は濃度に比例するので、ベールの法則を用いて近似値を計算してください。

表 C-3: さまざまな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、1 M	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

表 C-3: さまざまな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)
MES、10 mM、pH 6.0	215	Waters PIC 試薬 B-6、 1 バイアル/リットル	225
リン酸カリウム、 一塩基、10 mM 二塩基、10 mM	190 190	Waters PIC 試薬 B-6、 低 UV、1 バイアル/ リットル	190
酢酸ナトリウム、10 mM	205	Waters PIC 試薬 D-4、 1 バイアル/リットル	190

C.7.1.2 発色団検出のための波長選択

大部分の化合物に含まれている特定の官能基は、光を選択的に吸収します。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。下表に、一般的な発色団とそれらの検出波長 (λ_{\max})、および各グループのモル吸光率 (ϵ_{\max}) を示します¹。この情報は、特定の分析について最適な波長を選択するうえで役に立ちます。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、波長範囲をスキャンしなければならない場合があります。

表 C-4: 発色団検出のための波長選択

発色団	化学構成	λ_{\max} (nm)	ϵ_{\max} (L/m/cm)	λ_{\max} (nm)	ϵ_{\max} (L/m/cm)
エーテル	—O—	185	1000		
チオエーテル	—S—	194	4600	215	1600
アミン	—NH ₂	195	2800		
チオール	—SH	195	1400		
二硫化物	—S—S—	194	5500	255	400
臭化物	—Br	208	300		
ヨウ化物	—I	260	400		
ニトリル	—C≡N	160	—		
アセチリド	—C≡C—	175 ~ 180	6000		
スルホン	—SO ₂ —	180	—		
オキシム	—NOH	190	5000		
エチレン	—C=C—	190	8000		
ケトン	>C=O	195	1000	270 ~ 285	18 ~ 30
チオケトン	>C=S	205	強		
エステル	—COOR	205	50		

1. Willard, H. H. and others. *Instrumental Methods of Analysis*, 6th ed. Litton Educational Publishing, Inc., 1981. Reprinted by permission of Wadsworth Publishing Co., Belmont, California, 94002.

表 C-4: 発色団検出のための波長選択 (続き)

発色団	化学構成	λ_{\max} (nm)	ϵ_{\max} (L/m/cm)	λ_{\max} (nm)	ϵ_{\max} (L/m/cm)
アルデヒド	-CHO	210	強	280 ~ 300	11 ~ 18
カルボキシル	-COOH	200 ~ 210	50 ~ 70		
スルホキシド	>S→O	210	1500		
ニトロ	-NO ₂	210	強		
亜硝酸塩	-ONO	220 ~ 230	1000 ~ 2000	300 ~ 400	10
アゾ	-N=N-	285 ~ 400	3 ~ 25		
ニトロソ	-N=O	302	100		
硝酸塩	-ONO ₂	270 (シヨル ダー)	12		
アレン	-(C=C) ₂ - (非環式)	210 ~ 230	21,000		
アレン	-(C=C) ₃ -	260	35,000		
アレン	-(C=C) ₄ -	300	52,000		
アレン	-(C=C) ₅ -	330	118,000		
アレン	-(C=C) ₂ - (脂環式)	230 ~ 260	3000 ~ 8000		
エチレン/ アセチレン	C=C-C≡C	219	6,500		
エチレン/アミド	C=C-C=N	220	23,000		
エチレン/ カルボニル	C=C-C=O	210 ~ 250	10,000 ~ 20,000		
エチレン/ニトロ	C=C-NO ₂	229	9,500		