

2998 フォトダイオードアレイ検出器

概要およびメンテナンスガイド

一般情報

著作権情報

© 2015 – 2017 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には、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。また、Waters Corporation および日本ウォーターズ(株)の責任を示すものではありません。本書は、発行時点においては完全で正確なものと確信しておりますが、万一誤りがあった場合には、Waters Corporation および日本ウォーターズ(株)は責任を負いかねますのでご了承ください。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 Waters Corporation および日本ウォーターズ(株)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

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

PEEK は Victrex plc の商標です。

TWEEN は、ICI Americas Inc. の商標です。

Tygon は Saint-Gobain Performance Plastics Corporation の登録商標です。

その他すべての商標は、各所有者が所有権を有します。

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。

皆様からいただいたご意見は慎重に検討させていただきます。担当窓口は tech_comm@waters.com です。

Waters へのお問い合わせ

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

Waters の連絡先情報

問い合わせ方法	情報
インターネット	世界各国の Waters の連絡先情報については、Waters の Web サイト www.waters.com をご覧ください。
電話およびファックス	電話：フリーダイヤル 0120-800-299 ファックス：東京 03-347-7118、大阪 06-6300-1734
郵送	日本ウォーターズ株式会社 〒140-0001 東京都品川区北品川 1 丁目 3 番 12 号 第 5 小池ビル

安全に関する注意事項

Waters の装置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書ならびに地域の安全要件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。

2998 フォトダイオードアレイ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。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) このデバイスは有害な電磁波干渉を引き起こしませんが、(2) このデバイスは誤動作の原因になる干渉を含むあらゆる干渉を受ける可能性があります。

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

装置が製造業者により指定された方法以外で使用された場合は、装置の設計に組み込まれている事故防止のための保護が無効になる場合があります。





安全上の注意









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

このデバイス进行操作する際は、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 	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、Waters 2998 フォトダイオードアレイ (PDA) 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。

2998 フォトダイオードアレイ検出器の使用目的

Waters は様々な種類の化合物を分析、モニターするために、2998 PDA 検出器を開発しました。2998 PDA 検出器は、体外診断用途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

化合物の濃度が通常の値よりも低いレベル、通常濃度、および通常よりも高いレベルの 3 つの品質管理 (QC) サンプルを定期的に分析してください。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、分析毎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な場合があります。これらのデータは、装置が適切に実行されることが確認されるまで、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、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 : +44-161-946-2400
ファックス : +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
2998 フォトダイオードアレイ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
安全上の注意	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
2998 フォトダイオードアレイ検出器の使用目的.....	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 2998 PDA 検出器の光学系の原理	15
1.1 検出器の光学系	15
1.1.1 吸光度の計算	16
1.2 フローセルの動作原理	17
1.3 スペクトルデータの分解	18
1.4 フォトダイオードアレイでの光の測定	19
1.4.1 シグナル対ノイズ比の最適化.....	19
1.4.2 適切なサンプリングレートの選択	20
1.4.3 データのフィルタリング	20

1.5	吸光度データポイントの計算	22
1.5.1	暗電流	23
1.5.2	レファレンススペクトル	23
1.5.3	データの平均化	23
1.5.4	レファレンス波長の補正	25
2	検出器のセットアップ	27
2.1	開始する前に	27
2.2	開梱と点検	27
2.3	実験室の場所の選定	28
2.4	システムモジュールの積み重ね	28
2.5	電源への接続	29
2.6	シグナルケーブルの接続	30
2.6.1	Ethernet ケーブルの接続	32
2.6.2	ネットワークインストールのガイドライン	33
2.6.3	他のデバイスへの接続	35
2.7	2998 PDA 検出器の配管	40
2.7.1	検出器のガス供給への接続	41
2.8	2998 PDA 検出器の起動とシャットダウン	42
2.8.1	検出器の起動	42
2.8.2	LED のモニター	42
2.8.3	検出器のシャットダウン	43
2.9	キュベットの使用	44
2.9.1	開始する前に	44
2.9.2	キュベット測定手順	45
3	検出器のメンテナンス	47
3.1	Waters テクニカルサービスへの連絡	47
3.2	メンテナンス時の注意事項	48
3.2.1	安全性と取り扱い	48
3.2.2	スペアパーツ	48
3.3	定期メンテナンス	48
3.4	フローセルのメンテナンス	49
3.4.1	フローセルのフラッシュ洗浄	49
3.4.2	フローセルの交換	50

3.5	ランプの交換	52
3.6	ヒューズの交換	54
4	診断テストおよびトラブルシューティング	57
4.1	診断テスト	57
4.1.1	検出器キャリブレーションの確認	57
4.1.2	ランプエネルギーを読み取る方法	58
4.1.3	エルビウムキャリブレーションの実行	58
4.1.4	キャリブレーション値を読み取る方法	59
4.1.5	背面パネルのインターフェース接続の表示	59
4.1.6	背面パネルのインターフェース接続の変更	60
4.2	一般的なトラブルシューティング	61
4.2.1	ランプのトラブルシューティング	61
4.2.2	電源サージ	61
4.2.3	フローセルからの気泡の取り除き	62
4.2.4	検出器のトラブルシューティング	62
5	スペクトルコントラスト理論	65
5.1	吸光度スペクトルの比較	65
5.2	ベクトルによるスペクトルの表示	66
5.2.1	2つの波長から生成されたベクトル	66
5.2.2	複数の波長から生成されたベクトル	67
5.3	スペクトルコントラストアングル	67
5.3.1	異なる形状のスペクトル	67
5.3.2	同一化合物のスペクトル間の違い	69
5.4	望ましくない影響	70
5.4.1	検出器のノイズ	70
5.4.2	光度測定エラー	70
5.4.3	溶媒の変化	71
5.4.4	許容差アングル	71
A	安全上の注意	73
A.1	警告記号	73
A.1.1	特定の警告	74
A.2	注意	75
A.3	「ボトル使用禁止」記号	75

A.4	必要な保護	75
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	76
A.6	ヒューズ交換に関する警告	76
A.7	電気記号および取り扱い記号	77
A.7.1	電気記号	77
A.7.2	取り扱い記号	78
B	仕様	79
B.1	物理的仕様	79
B.2	使用環境仕様	79
B.3	電氣的仕様	80
B.4	パフォーマンス仕様	80
B.5	光学系部品の仕様	82
B.6	フローセルの仕様	82
C	溶媒取り扱い時の注意	85
C.1	はじめに	85
C.1.1	清浄な溶媒	85
C.1.2	溶媒の品質	85
C.1.3	溶媒調製のチェックリスト	85
C.1.4	水	85
C.1.5	バッファの使用	86
C.1.6	テトラヒドロフラン	86
C.2	溶媒の混和性	86
C.2.1	混和性番号の使用法	88
C.3	バッファ溶媒	88
C.4	溶媒ボトルの位置	88
C.5	チューブの最小曲げ半径	89
C.6	溶媒の粘度	89
C.7	移動相の溶媒の脱気	90
C.7.1	気体の溶解性	90

C.8	溶媒の脱気方法	91
C.8.1	スパージ	91
C.8.2	真空脱気	91
C.8.3	溶媒脱気に関する注意事項	91
C.9	波長の選択	92
C.9.1	一般的な溶媒に対する UV カットオフ	92
C.9.2	混合移動相.....	93
C.9.3	発色団検出のための波長選択.....	94
C.9.4	移動相の吸光度	95

1

2998 PDA 検出器の光学系の原理

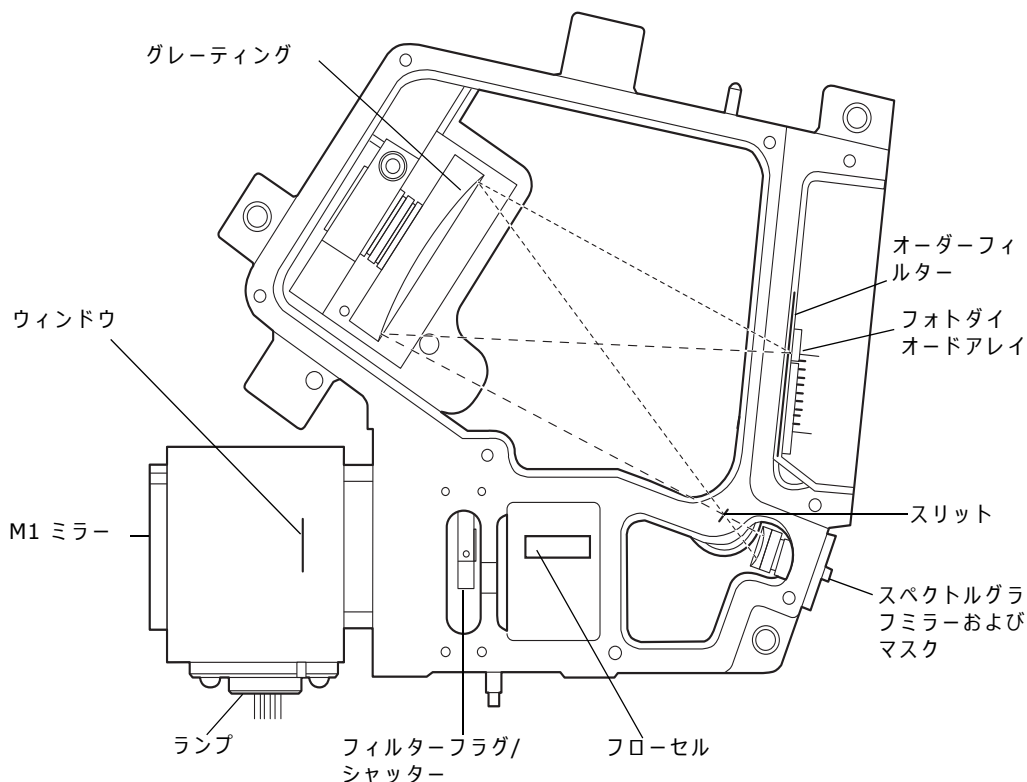
2998 フォトダイオードアレイ (PDA) 検出器を効果的に使用するために、検出器の操作の基礎となる光学系および電気系の原理を理解する必要があります。

1.1 検出器の光学系

この検出器は、紫外/可視 (UV/Vis) 分光光度計です。512 個のフォトダイオードからなるフォトダイオードアレイが装備されており、1.2 nm/ピクセルの光学解像度で、190 ~ 800 nm の範囲で動作します。

検出器の光学アセンブリ内の光路を次の図に示します。

図 1-1: 光学アセンブリの光路



次の表では、光学アセンブリの構成部品について説明します。

表 1-1: 光学アセンブリの構成部品

構成部品	機能
ランプ	重水素ソースランプ
M1 ミラー	重水素ソースランプからの光を集光します。
ウィンドウ	ランプハウジングへの空気の侵入を最小限にするために使用します。
フィルターフラグ/ シャッター	開（サンプル）および閉（暗）ビームエネルギー測定的位置、および波長確認の第 3 の位置にフラグを付けます。
フローセル	分光されていない光線が通過する光路部分（溶離液とサンプルを含む）です。
スペクトルグラフミ ラーおよびマスク	ミラーにより、フローセルを通過して入口のスリットに伝送される光が、光学系のスペクトルグラフ部分に集光されます。ミラーマスクにより、グレーティングでのビームのサイズが定義されます。
スリット	フォトダイオードに当たる光の波長解像度と強度が決定されます。スリットの幅は 50 μm です。
グレーティング	光を波長の範囲に分解し、フォトダイオードアレイの平面に集光します。
オーダーフィルター	可視波長（370 nm 以上の波長）で測定される光の強度に対する紫外線（370 nm 未満の波長）の二次回折の関与を減らします。
フォトダイオード アレイ	512 個のフォトダイオードの直線配列。ダイオードの幅（50 μm ）と 50 μm のスリットにより、1.2 nm のシングル波長解像度が生成されます。

1.1.1.1 吸光度の計算

検出器は、レファレンススペクトル（レファレンスエネルギー）と取り込んだスペクトル（サンプルエネルギー）から、暗電流（23 ページの「暗電流」を参照）を差し引くことによって、吸光度を算出します。吸光度は、ベールの法則の原理に基づきます。

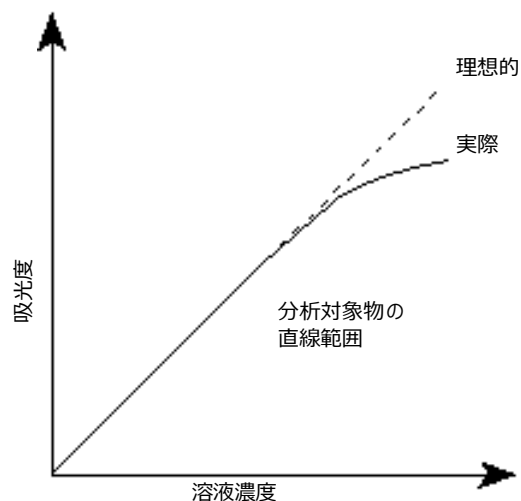
1.1.1.1.1 ベールの法則

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

- A = 吸光度単位で測定される無次元量
- ϵ = モル吸光係数として知られている比例定数係数
- l = 光路長(cm)（検出器の通常のフローセルでは 1.0 cm）
- c = 濃度（モル/リットル）

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

図 1-2: 濃度と吸光度の関係

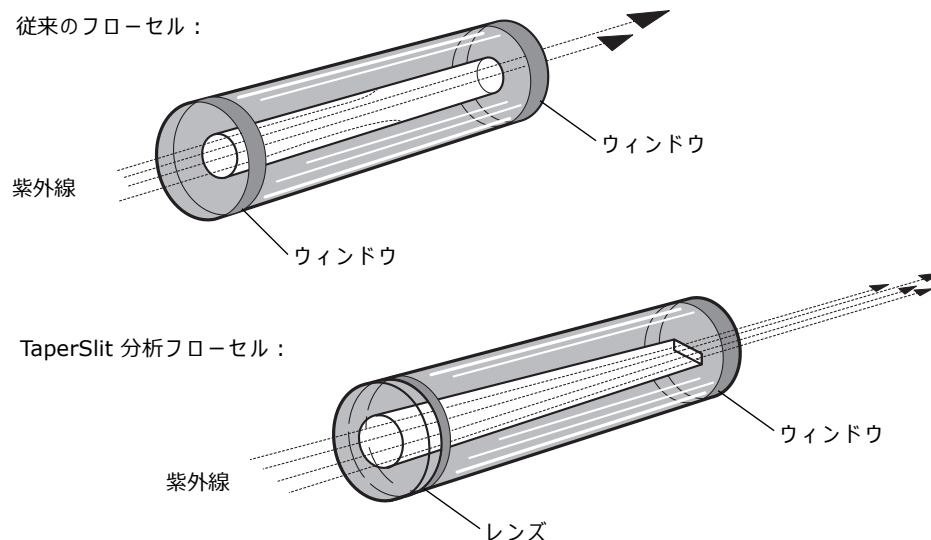


1.2 フローセルの動作原理

PDA 検出器で使用されている Waters® TaperSlit™ フローセルは、移動相屈折率 (RI) の変化によるベースラインへの影響を最小限に抑えます。RI の変化は、グラジェント分析中に、または温度やポンプが原因の圧力変動の結果として発生します。

RI の影響を低減するため、球面ミラー、フローセルの入口のレンズ、およびテーパ型フローセルを組み合わせ、フローセルの内壁に光線が当たらないようにします。Waters TaperSlit フローセルの名前の由来にもなっているもう一つの特徴は、フローセルの出口面の形状であり、これはスペクトルグラフスリットの形状に一致します。円柱形の従来のフローセルと比較して、この PDA 検出器は TaperSlit セル設計によりスペクトル解像度に必要な大きな光量を実現します。

図 1-3: フローセルの特性の比較 :



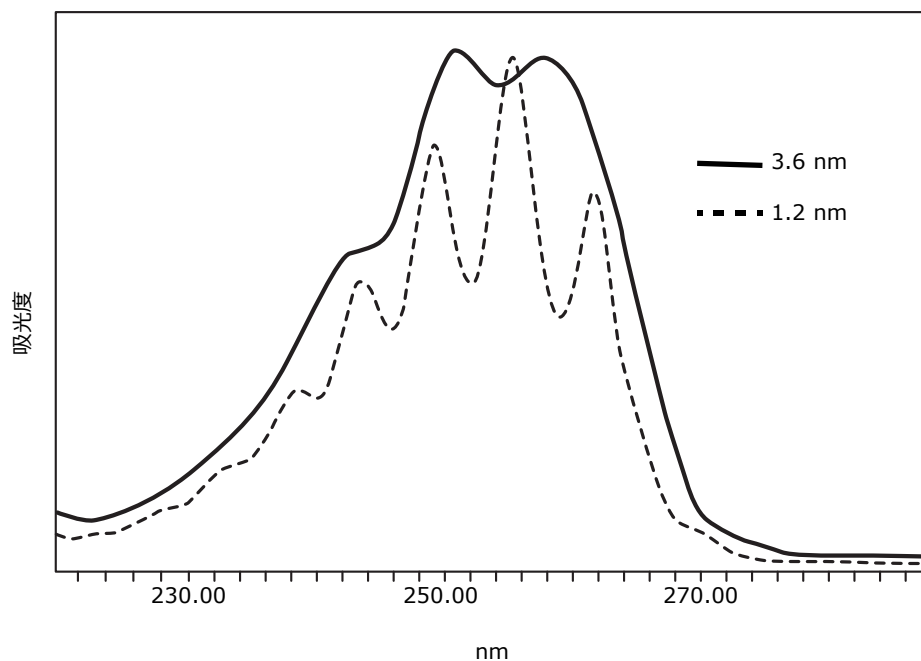
1.3 スペクトルデータの分解

フォトダイオードの間隔と 50 μm のスリットによって、フォトダイオードアレイに当たる光量とバンド幅が決定されます。バンド幅を縮小すると、検出器の分離能力が向上し、類似したスペクトルをより効果的に区別できるようになります。

グレーティングにより、スリットの像がフォトダイオードアレイに投影されます。グレーティングからの回折の角度によって、アレイ内の特定のフォトダイオードに当たる波長が決定されます。

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

図 1-4: 異なる解像度のベンゼンのスペクトル



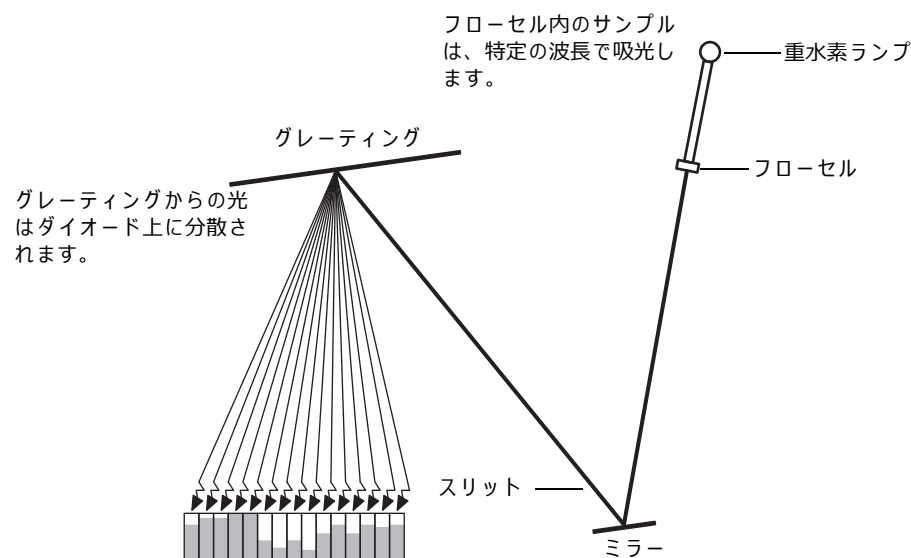
1.4 フォトダイオードアレイでの光の測定

検出器は、フォトダイオードアレイに当たる光量を計測して、フローセル内のサンプルの吸光度を測定します。

アレイは、512 個のフォトダイオードの列から構成されます。各フォトダイオードは、最初、固定量の電荷を保持するコンデンサーとして機能します。

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

図 1-5: 光によって放電するフォトダイオード



検出器は、各フォトダイオードを再充電するために必要な電流量を測定します。充電量は、ダイオード露出時間で指定された期間中に、フローセルに到達した光量に比例します。

1.4.1 シグナル対ノイズ比の最適化

シグナル対ノイズ比を最適化するには、対象とする波長のみを含む取り込み波長範囲を選択します。移動相の吸収が最小である範囲が単一であることも重要です。スペクトル解像度の値を大きくすると、シグナル対ノイズ比を向上することもできます。例えば、1.2 nm ではなく、3.6 nm の解像度で動作するように選択できます。シグナル対ノイズ (SN) 比は、フィルターのタイムコンスタントやサンプリングレートの影響も受けます。

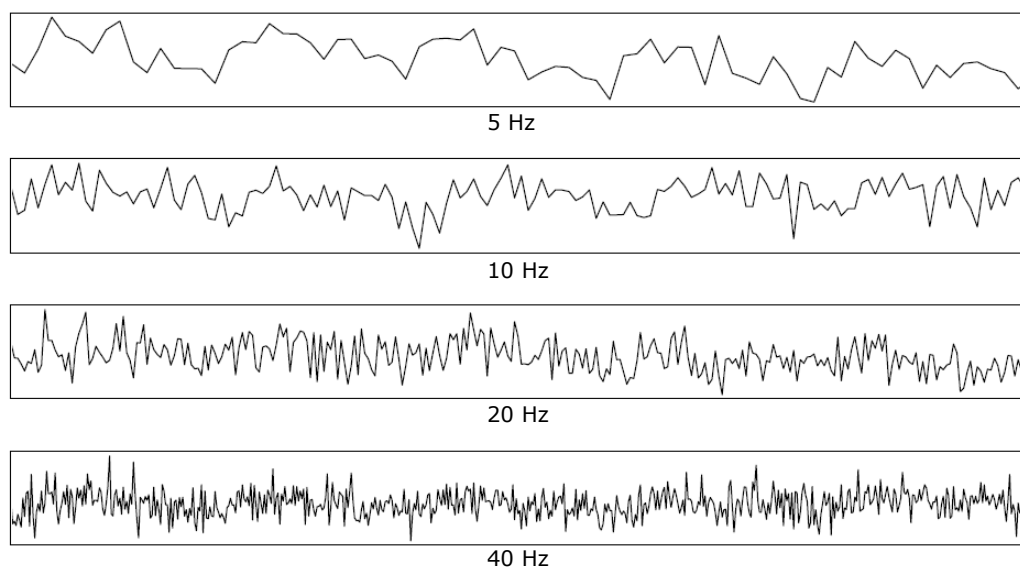
1.4.2 適切なサンプリングレートの選択

ポイント数が十分であれば、正しい形状のピークが得られます。このため、非常に低いサンプリングレートでは、最適なピーク形状が得られません。Empower® では、終了時刻から開始時刻を差し引き、クロマトグラム中の波形解析されたピークのピーク内のポイント数の値が計算されます。

ヒント：ピーク内のポイント数の値は、[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。[ピーク内のポイント数] チェックボックスをクリアし、[OK] をクリックします。

対象とする最も狭いピークのピーク内のポイント数の値が 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します。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します。

図 1-6: サンプリングレートが高くなるとベースラインノイズが増加する例



1.4.3 データのフィルタリング

PDA の [装置メソッドエディター] の [全般] タブで、取り込んだデータに対してオプションのノイズフィルターを適用できます。

関連項目： Empower または MassLynx® のオンラインヘルプ。

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

フィルターのパフォーマンスは、選択するフィルタータイムコンスタントによって決まります。フィルタータイムコンスタントを高くすると、ベースラインノイズが低下し、シグナル対ノイズ (SN) 比が改善されます。ただし、タイムコンスタントを高くしすぎると、ピークが不自然に広くなり、クロマトグラフィーの分離度が低下します。

フィルター時間をプログラムする際に、右記のオプションから選択できます：[高速]、[低速]、[通常]、[その他]。[高速]、[低速]、または[通常]フィルター時間を選択すると、サンプリングレートによってフィルター定数が決まるので、値を指定する必要はありません。[その他]オプションを選択した場合は、任意の値を入力できます。ただし、入力した値は、サンプリングレートに基づく値に切り上げ/切り下げられます。[その他]を選択して 0.0 の値を入力すると、フィルタリングがすべて無効になります。

以下の表は、使用できるデータレートに適用されるデジタルフィルター設定です。

表 1-2: データレートのデジタルフィルター設定

サンプリング レート	低速	通常	高速
1	4.000	2.000	1.000
2	2.000	1.000	0.500
5	0.800	0.400	0.200
10	0.400	0.200	0.100
20	0.200	0.100	0.050
40	0.100	0.050	0.025
80	0.050	0.025	0.0125

フィルターの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、ピーク幅の小さな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になる場合があります
- ベースラインノイズの除去率が低下します

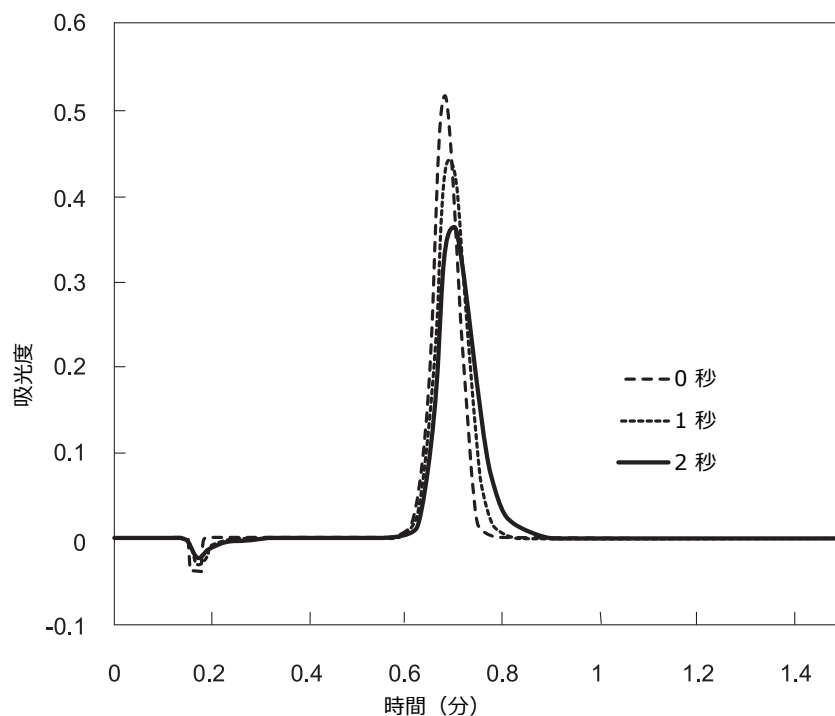
フィルターのタイムコンスタントの設定値を大きくした場合：

- 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、幅が広がります

分離度を最高にするには、適切なサンプリングレートを選択し、フィルターのタイムコンスタントを高速にします。感度を最高にするには、適切なサンプリングレートを選択し、フィルターのタイムコンスタントを通常にします。

下図は、フィルターのタイムコンスタントと吸光度の関係を示しています。

図 1-7: フィルターのタイムコンスタントの比較



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

1.5 吸光度データポイントの計算

吸光度データポイントは、検出器によって算出された後、データベース（MassLynx または Empower ソフトウェア）に転送されます。

吸光度の計算は以下のとおりです。

$$\text{吸光度}_{t,\lambda} = \text{Log}_{10} \left[\frac{R_{\lambda} - D_{\lambda}}{S_{t,\lambda} - D_{\lambda}} \right]$$

ここで

S = サンプルエネルギー

D = 暗電流エネルギー

R = レファレンスエネルギー

t = 注入開始からの経過時間

λ = 波長

その後、この値が指定したとおりにフィルタリングされます。

1.5.1 暗電流

フォトダイオードは、露光されていないときでも放電します。この放電を暗電流と呼びます。シャッターが閉じて、暗電流が更新され、各ダイオードの暗電流測定値が取り込まれます。更新後、検出器はシャッターを開き、暗電流値を差し引きます（上の方程式を参照）。

1.5.2 レファレンスペクトル

レファレンスペクトルは、最初の状態でのランプ強度と移動相吸光度の指標となります。検出器は、注入が開始されるたびにレファレンスペクトルを記録します。そのスペクトル値の計算には、吸光度データと同じフィルタータイムコンスタントが使用されます。

1.5.3 データの平均化

検出器がデータベース（Empower または MassLynx）にレポートするデータは、複数のデータポイントの平均である場合があります。吸光度の計算後に、検出器は要求されたスペクトル解像度に基づいて吸光度値を平均します。

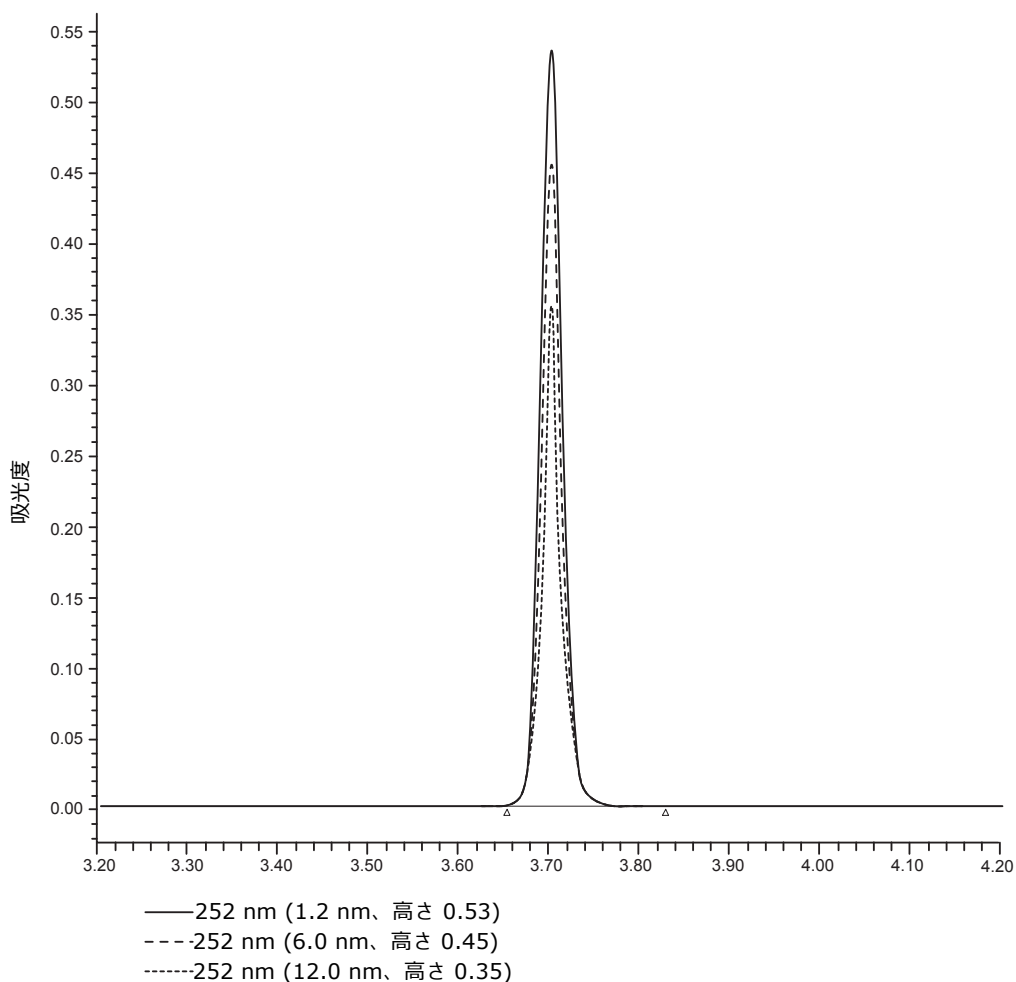
1.5.3.1 平均スペクトル解像度

検出器は、右記の 2 種類のデータチャンネルを同時に収集できます：スペクトル (3D) とクロマトグラム (2D)。ライブラリーとの照合とピーク純度分析で最善の結果を得るには、3D 解像度を 1.2 nm に設定します。

クロマトグラム (2D データ) の場合は、信号振幅、ベースラインノイズ、ダイナミックレンジの直線性が最適化されるように、解像度を選択します。分析対象物のモニター波長がピークのラムダマックスに一致している場合、バンド幅を高くすると、ピーク高さ、ベースラインノイズ、ダイナミックレンジの直線性が低下します。

ヒント：多くの分析対象物では、4.8 nm の解像度が効果的です。

図 1-8: アントラセンの解像度の比較



1.5.3.2 平均クロマトグラフサンプリングレート

サンプリングレートは、1 秒間に取り込まれるデータポイント数です。サンプリングレート間隔中のフォトダイオードの読み込み回数は、露出時間によって決まります。例えば、露出時間が 25 ミリ秒で、サンプリングレートが 20 Hz の場合、サンプルあたりの露出は以下ようになります。

$$20 \text{ サンプル/秒} = \frac{(1000 \text{ ミリ秒/秒})}{(20 \text{ サンプル/秒}) (25 \text{ ミリ秒/露出})} = 2 \text{ 露出/サンプル}$$

読み取り値は平均化され、単一のデータポイントとしてレポートされます。露出数/サンプルが増えるとベースラインノイズが減ります。

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

1.5.4 レファレンス波長の補正

レファレンス波長を補正することにより、既知の分析対象物がないスペクトル領域で、バンド幅の広い吸光度データが収集されます。レファレンス波長を補正することにより、波形解析の品質に影響する検出器のドリフトや揺らぎを低減できます。

検出器は、選択した波長範囲の吸光度値を平均化することによって、補正値を算出します。その後、以下のように、吸光度値から補正値が差し引かれます。

$$\text{Abs-Comp}(t) = \text{Abs}(t) - \text{CRef}(t)$$

ここで

Abs-Comp = 吸光度-補正

Abs = 吸光度値

CRef = 補正レファレンス

t = 注入開始からの経過時間

補正レファレンスは、開始波長と終了波長によって定義されます。CRef バンド幅は ≥ 40 nm および ≤ 100 nm で、190 ~ 800 nm の範囲内になければなりません。

ヒント: 補正レファレンス範囲は、分析対象物が表示されない範囲で選択します。レスポンスは吸光度値から差し引かれるため、レスポンスが補正レファレンス範囲内にある場合は、定量データに間違った影響を与えることがあります。

2 検出器のセットアップ

この章では、2998 PDA 検出器のセットアップに必要な情報を提供します。

2.1 開始する前に

必要条件：2998 PDA 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。

- 必要な構成部品が揃っていること
- 出荷時の箱や開梱された製品に損傷がないこと

2.2 開梱と点検



警告：事故防止のため、Waters では、2998 PDA 検出器を 2 人で持ち運ぶことをお勧めします。

検出器が梱包されていた箱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）
- 2998 PDA 検出器
- 『2998 フォトダイオードアレイ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

輸送用の箱の開梱時には、同梱品目が梱包リストと一致していることを確認します。

推奨事項：将来の移動や輸送に備えて、輸送用カートンを保管します。

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

破損や不良品がある場合、日本のお客様は日本ウォーターズ(株) (0120-800-299) 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、あるいは <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のお申し出についての詳細は、『Waters 使用許諾・保証・サポート サービス』を参照してください。

背面パネルのネームプレートまたはフロントドア内側にあるシリアル番号が、装置のバリデーション証明書に記載されているものと一致していることを確認してください。

2.3 実験室の場所の選定

検出器の信頼性の高い操作を確保するためには、以下の注意事項を守ってください。

- 冷暖房の通風口の下に置かない
- 接地されている AC、100 ~ 240 Vac の電源に接続する
- 換気のために、裏側に少なくとも 12.7 cm (5 インチ) の間隔をあける

! **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。

バンドの拡大によってクロマトグラムの分離度が低下するのを防ぐために、カラム出口の近くに検出器を配置して、接続チューブを最短にします。

必要条件： 検出器は水平面に置き、廃液システム（廃液チューブ）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リザーバーを接続できます。

2.4 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。

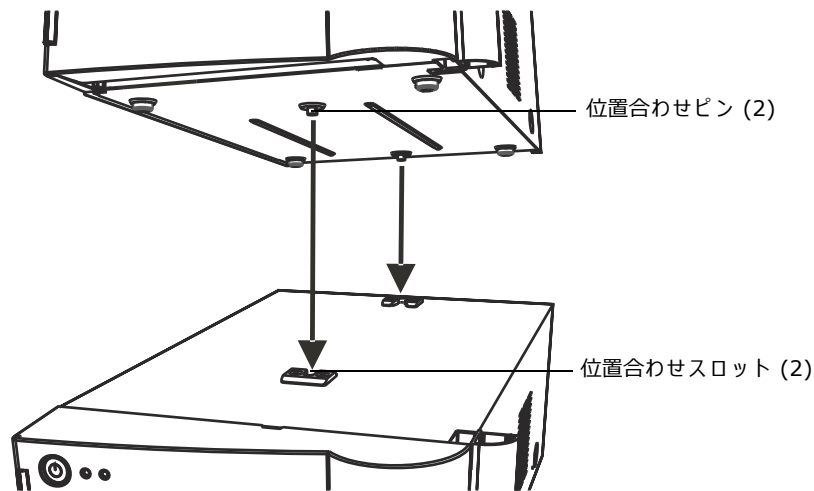


警告： モジュールをシステムスタックに取り付ける際は、モジュールの下やモジュールの間に指を挟まないように、特に注意してください。

モジュールを積み重ねるには：

1. モジュールの背面の脚を以前にシステムスタックに追加したモジュールの上に配置し、背面の位置合わせピンがモジュールの背面の位置合わせスロットに収まるまで後方にスライドします。

図 2-1: ピンとスロットの位置合わせ



2. 前面の位置合わせピンが、以前に追加されたモジュールの位置合わせスロットに収まるように、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。

2.5 電源への接続

2998 PDA 検出器には、接地されている電源が必要です。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：感電を防止するため、以下の注意事項を厳守してください。

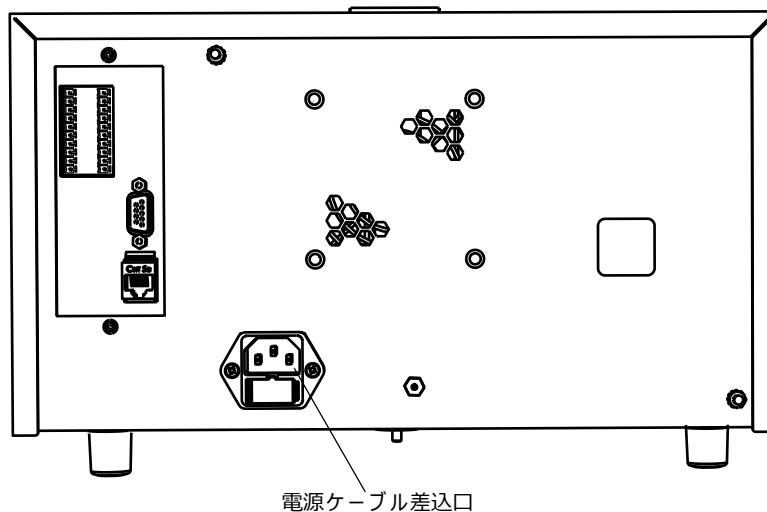
- 米国では SVT 型、ヨーロッパでは HAR 型（またはそれ以上）の電源コードを使用してください。その他の国では、最寄りの Waters の営業所にお問い合わせください。
- 検出器の電源を切り、プラグを抜いてから、装置のメンテナンスを行ってください。
- 検出器を他の装置と共通のアースに接続します。

電源に接続する方法：

推奨事項：電源に接続する際は、最適な長期入力電圧を維持するため、ラインコンディショナー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。

図 2-2: 検出器の背面パネルにある電源ケーブル差込口の位置



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. フロントドアのオン/オフスイッチを押して、検出器に電源を入れます。

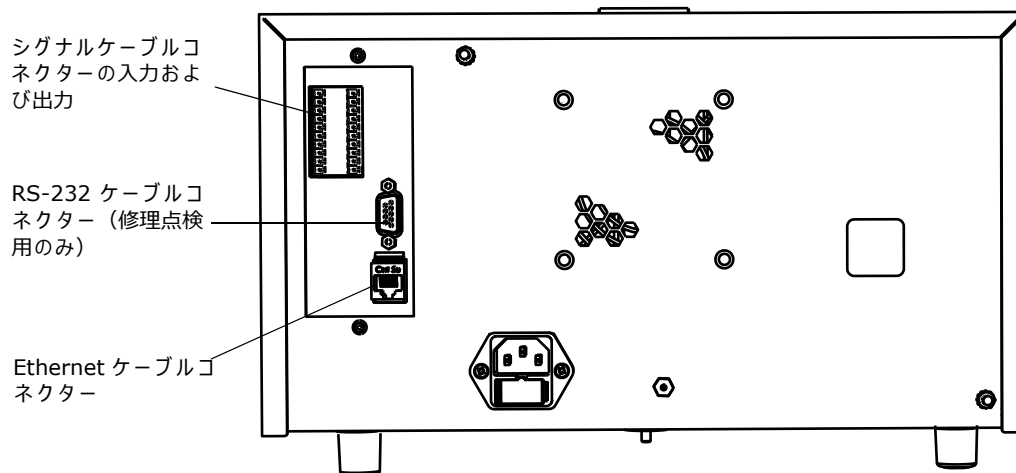
結果：検出器が一連のスタートアップ診断テストを実行し、ランプ LED が緑色に点滅します。ランプ LED が緑色に点灯している場合、ランプは点灯されています。

2.6 シグナルケーブルの接続

関連項目：『Waters Ethernet 装置入門ガイド』。

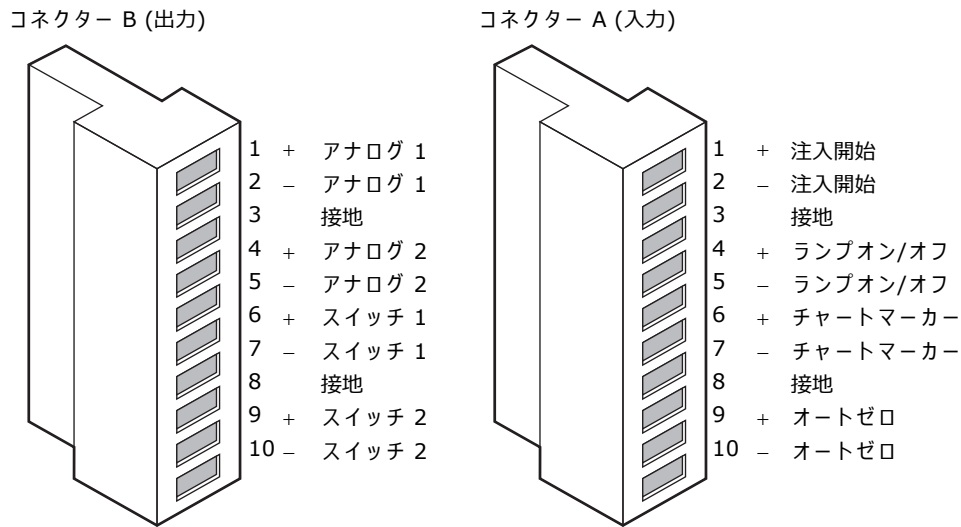
下図には、2998 PDA 検出器を外部デバイスと共に使用するために、コネクタを接続する背面パネルの位置が示されています。

図 2-3: 2998 PDA 検出器背面パネルのコネクタの位置



接続が必要なケーブルは、システムに含まれたその他の装置で利用可能な接続によって決まります。

図 2-4: 2998 PDA 検出器背面パネルのアナログ出力/イベント入力コネクタ



次のテーブルは、検出器の I/O 接続についてまとめたものです。

表 2-1: 2998 PDA 検出器のアナログ出力/イベント入力接続

シグナル接続	説明
注入開始	実行時間のクロックの開始をトリガーし、タイムイベントを作動させます。
ランプオン/オフ	入力が有効な場合、ランプは消灯します。新しいメソッドを検出器に送信した場合、ランプボタンを使用した場合、または検出器を再起動した場合のみ、ランプは点灯します。
チャートマーカ	アナログ出力チャンネルにチャートマーカを入れることができます(フルスケールの 10%)。アナログ出力のシグナル出力 1 とシグナル出力 2 の片方もしくは両方に設定可能です。
オートゼロ	サンプルシグナルに加えてベースラインシグナルをゼロにするオフセット値を計算します。
アナログ 1 およびアナログ 2	プログラム可能なアナログ出力。 最小出力電圧範囲：-0.1 ~ 2.1 Vac、 10、20、40、または 80 Hz のサンプリングレートでは、この出力は選択されたサンプリングレートで実行されます。 1、2、または 5 Hz のサンプリングレートでは、この出力は固定の 10 Hz で実行されます。
スイッチ 1	タイムイベントやスレッシュホールドレベルをコントロールします。ユーザーがプログラム可能な補助出力です。
スイッチ 2	タイムイベントやスレッシュホールドレベルをコントロールします。ユーザーがプログラム可能な補助出力です。

必要なツールおよび器材

- 小型のマイナスドライバー
- ケーブルの絶縁被覆を剥ぎ取る工具

2998 PDA 検出器背面パネルの A および B の端子に他の HPLC システムデバイスからのシグナルケーブルを接続するには：

1. 端子 A と B を取り外します (31 ページを参照)。
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 3 mm (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. 端子を再度差し込みます。
7. しっかりと押し込み、端子が正しく接続されたことを確認します。

2.6.1 Ethernet ケーブルの接続

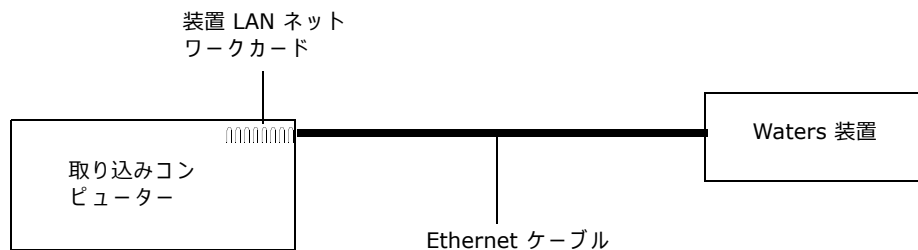
Waters の装置は、専用のローカルエリアネットワーク (LAN) を介して、取り込みコンピューターと通信します。取り込みコンピューターでは、装置用のネットワークカードが、装置との通信に必要なインターフェースを提供します。

コンピューターが Waters の装置をコントロールするためには、Waters の装置ソフトウェア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。装置コントロールソフトウェアに付属しているソフトウェアインストールマニュアルの説明を、参照してください。

2.6.1.1 単一の Waters 装置の接続

単一の Waters 装置システム構成では、接続ハードウェアには、スタートアップキットに同梱されている標準 Ethernet ケーブル 1 本のみが必要です。

図 2-5: 単一の Waters 装置の接続



2.6.1.2 複数の Waters 装置の接続

複数の Waters Ethernet 装置を使用するシステム構成では、Waters 装置と取り込みコンピューター間で複数の信号を送受信するための Ethernet スイッチが必要です。

接続には、各 Waters 装置あたり 1 本の標準 Ethernet ケーブルと、ネットワークスイッチと取り込みコンピューター間を接続する標準 Ethernet ケーブル 1 本が必要です。

コンピューターが Waters の装置をコントロールするためには、Waters の装置コンポーネント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。ソフトウェア装置ドライバーディスクに付属しているソフトウェアインストールマニュアルの説明を、参照してください。

2.6.2 ネットワークインストールのガイドライン

複数の Waters 装置を構成するための専用 LAN ネットワークは、以下のガイドラインに基づいて設計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）であること

必要条件：複数の Ethernet 製品を使用する場合、ネットワークスイッチを使用する必要があります。ネットワークハブはサポートされません。

図 2-6: IEEE および Ethernet 装置の混合システム：

注入開始トリガーが 2998 PDA 検出器に必要です。

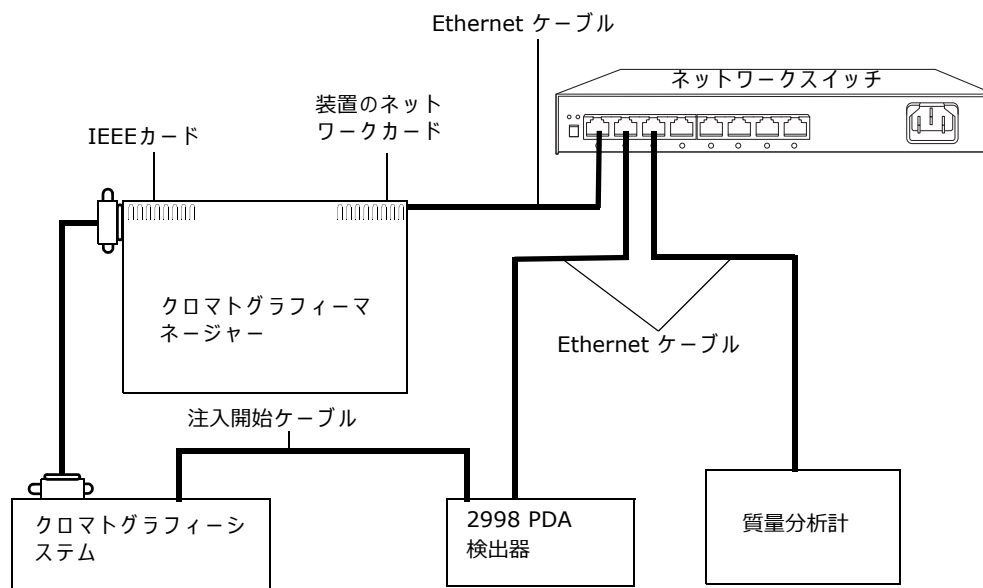
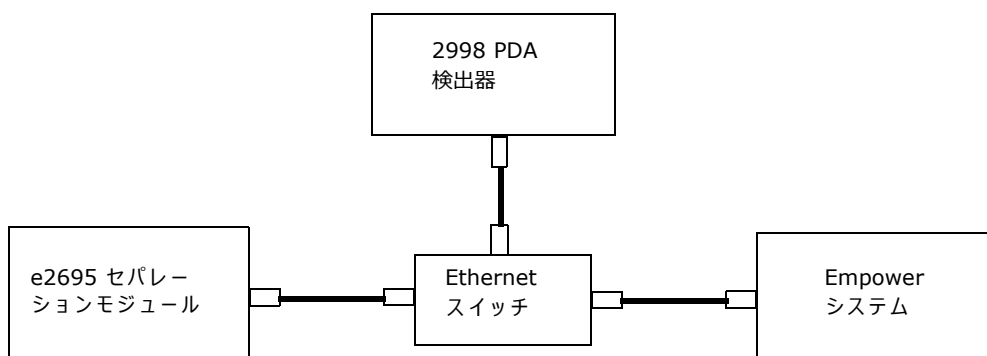


図 2-7: すべて Ethernet のシステム

注入開始トリガーは不要です。



2.6.2.1 注入開始シグナルの接続

2998 PDA 検出器で Ethernet データシステムを使用する場合、データシステムまたはコントローラーは、マニュアルインジェクターから注入開始信号を受け取り、データ収集および時間ベースのプログラムを開始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信号の配線を示します。

表 2-2: 2998 検出器の注入開始信号の配線

注入開始出力ソース	注入開始入力接続 (2998 PDA 検出器、コネクター A)
Waters Alliance® セパレーションモジュール	注入開始 +/-
Waters マニュアルインジェクター、または他社のマニュアルインジェクター	注入開始 +/-

必要条件: インジェクターが Ethernet モードで動作している e2695 セパレーションモジュールである場合、注入開始ケーブルを接続してはなりません。ただし、インジェクターが IEEE モードで動作している e2695 セパレーションモジュールである場合、注入開始ケーブルを接続する必要があります。

2.6.2.2 マニュアルインジェクターへの接続

マニュアルインジェクターを使用する場合は、次の表に示すように、シグナルケーブルを 2998 PDA 検出器の背面パネルコネクタからインジェクターに接続します。

表 2-3: 2998 PDA 検出器のマニュアルインジェクターへの接続

2998 PDA 検出器 (コネクタ A)	マニュアルインジェクター
注入開始 + (赤)	U 字型注入開始端子 1 組
注入開始 - (黒)	

2.6.3 他のデバイスへの接続

このセクションでは、2998 PDA 検出器の背面パネルと以下のデバイスとのシグナル接続について説明します。

- Waters Alliance セパレーションモジュール
- Waters eSAT/IN™ モジュール
- 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
- 他社製インテグレーターまたは A/D インターフェースデバイス



警告: 感電を防止するため、電気系統の接続を行う前に、デバイスの電源をオフにしてください。

必要条件: この装置の性能に影響を及ぼす可能性がある外部の電氣的障害の免責に関する法的要件を満たすために、I/O コネクタに接続するときに、3 メートルを超えるケーブルを使用しないでください。また、ケーブルのシールドは 1 つの装置だけで接地接続していることを、確認します。

検出器を他のデバイスに接続するには、2 つのアナログ出力 / イベント入力 (I/O) コネクタおよび背面パネルの対応するコネクタを使用します。

2.6.3.1 注入開始機能の生成

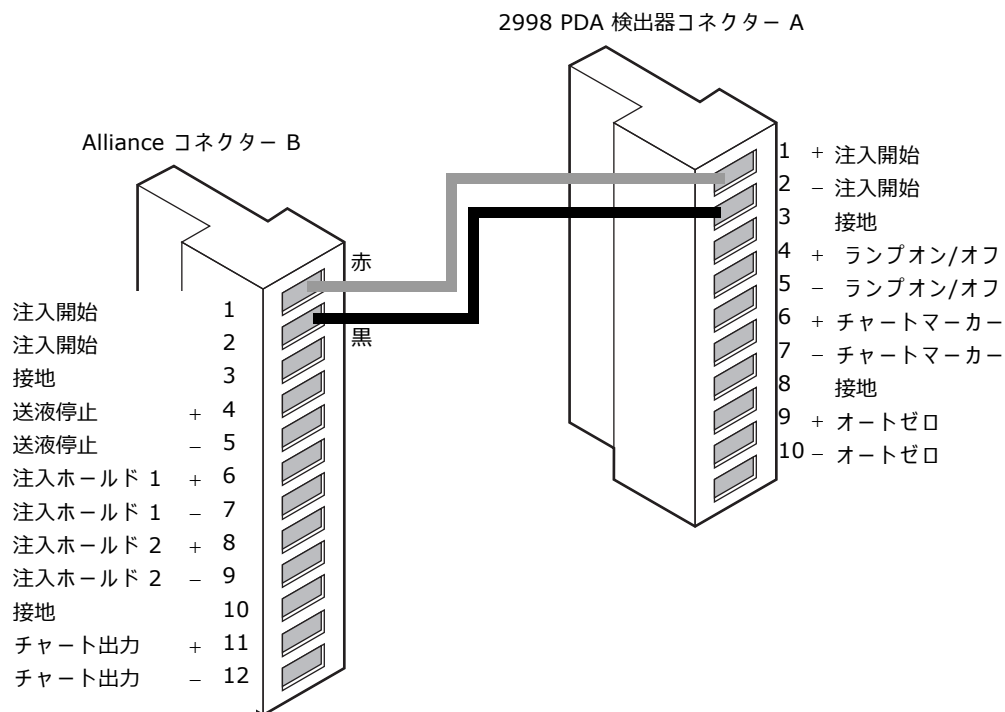
検出器の注入開始機能を注入開始時に生成するには、以下の表および図に示すようにケーブルを接続します。

ヒント：ファームウェアのデフォルトは注入時にオートゼロです。

表 2-4: 2998 PDA 検出器と Alliance セパレーションモジュールの接続

Alliance セパレーションモジュール (コネクタ B)	2998 PDA 検出器 (コネクタ A)
ピン 1 注入開始 (赤)	ピン 1 注入開始 + (赤)
ピン 2 注入開始 (黒)	ピン 2 注入開始 - (黒)

図 2-8: Alliance セパレーションモジュールと 2998 PDA 検出器の注入開始接続



2.6.3.2 送液停止シグナルの生成

検出器にはプログラム可能で、スレッシュホールドまたはタイムイベントで制御されたスイッチ出力が取り付けられています。

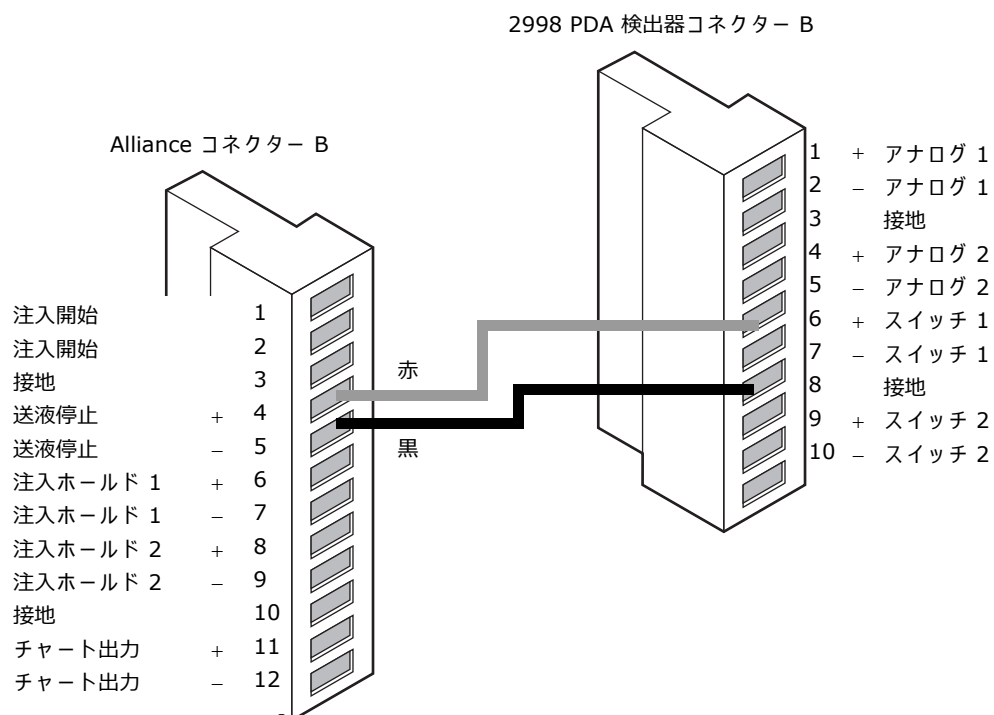
送液停止の生成を可能にするには、以下の表および図に示されているようにケーブルを接続します。

必要条件: エラー発生時やハードウェア障害の発生時にシステム内の溶媒送液を自動停止するには、送液停止信号をシステムのポンプに送信する必要があります。

表 2-5: 2998 PDA 検出器と Alliance セパレーションモジュールの接続

Alliance セパレーションモジュール (コネクタ B)	2998 PDA 検出器 (コネクタ B)
ピン 4 送液停止 + (赤)	ピン 6 スイッチ 1 + (赤)
ピン 5 送液停止 - (黒)	ピン 7 スイッチ 1 - (黒)

図 2-9: Alliance セパレーションモジュールと 2998 PDA 検出器の送液停止接続



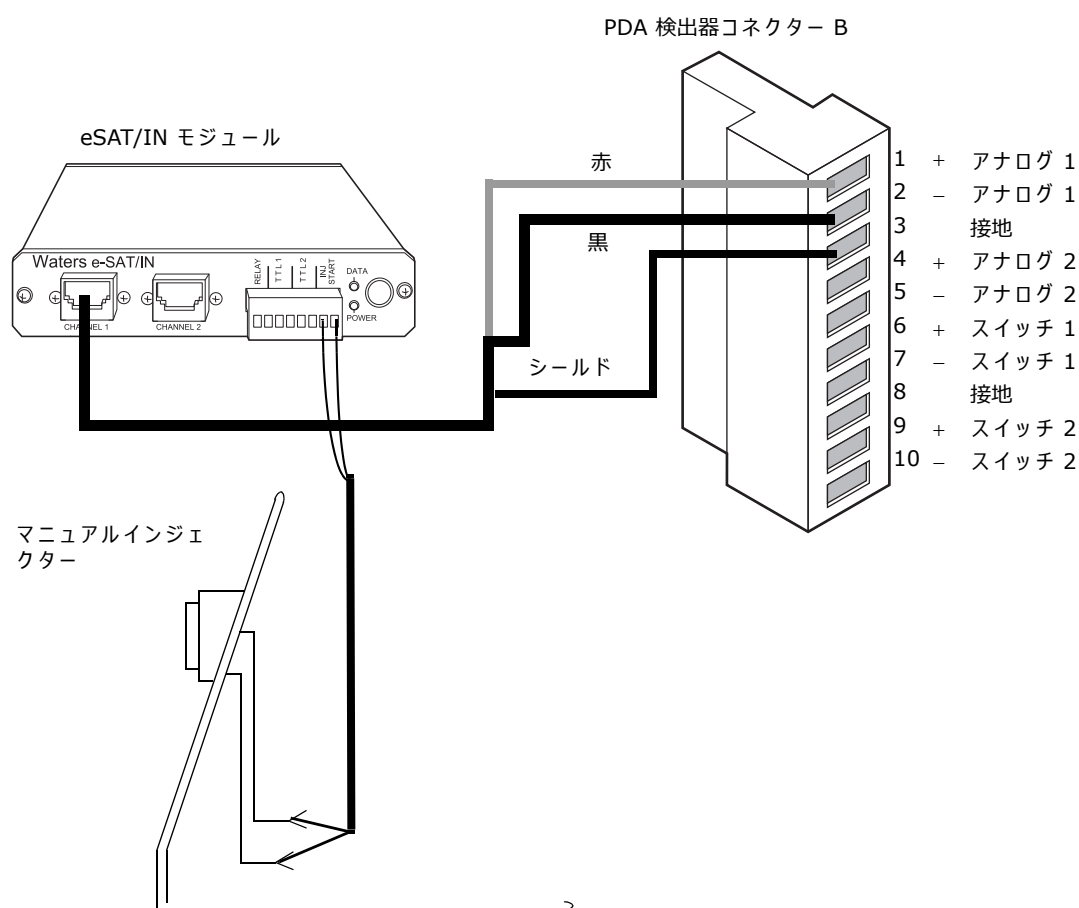
2.6.3.3 eSAT/IN モジュール経由での Empower または MassLynx データシステムへの接続

インテグレーターアナログ出力信号 (-0.1 ~ +2.1 V) を、2998 PDA 検出器から Empower または MassLynx システム (2 チャンネル eSAT/IN モジュール経由) に送信するには、以下の表および図に示すようにケーブルを接続します。

表 2-6: 2998 PDA 検出器と eSAT/IN モジュールの接続

eSAT/IN モジュールのコネクター	2998 PDA 検出器 (コネクター B)
チャンネル 1	ピン 1 信号出力 + (白)
	ピン 2 信号出力 - (黒)

図 2-10: eSAT/IN モジュールへのアナログ出力接続



2.6.3.4 注入トリガーシグナルの接続

検出器は、以下の注入トリガーシグナルをマニュアルインジェクターから受信します。

- 注入するたびに接点リレーからの注入開始シグナル
- 注入するたびに検出器のゼロオフセットを調整するオートゼロシグナル

インジェクターからのシグナルを受け取るたびに、検出器は対応するオートゼロまたは注入開始機能を実行します。

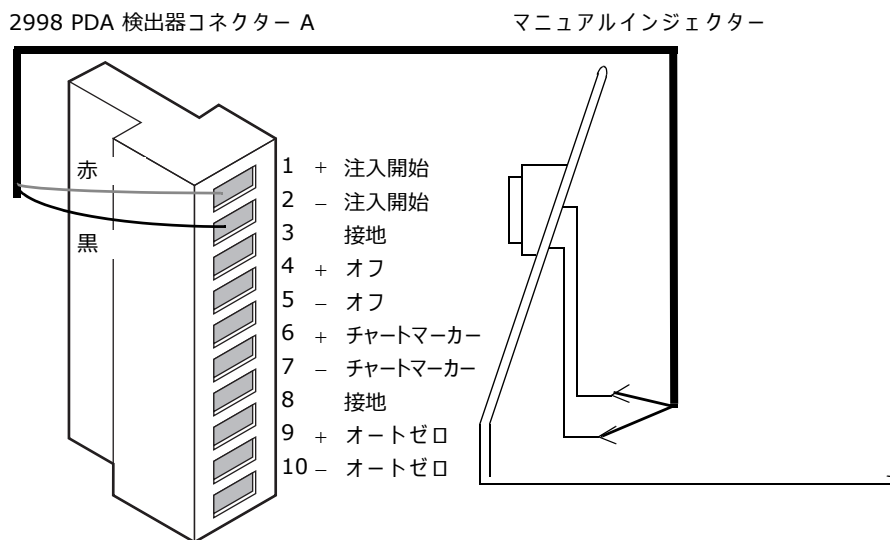
インジェクターから検出器にオートゼロまたはチャートマーカースイグナルを送信するには、以下の表および図に示すようにケーブルを接続します。

ヒント：ファームウェアのデフォルトは注入時にオートゼロです。

表 2-7: インジェクターへの注入開始接続 (パルス期間は 0 ~ 10 秒)

2998 PDA 検出器 (コネクター A)	インジェクターコネクター
ピン 1、注入開始 + (赤)	端子コネクター
ピン 2、注入開始 - (黒)	

図 2-11: インジェクターへの注入開始接続



2.7 2998 PDA 検出器の配管

例外 : ACQUITY Arc® または ACQUITY Arc Bio システムをセットアップしている場合は、このセクションを無視できます。

関連項目 : 89 ページの「チューブの最小曲げ半径」。



警告 :

- 薬品による危険性を回避するため、システムを操作する際は、優良試験所基準 (GLP) を必ず遵守してください。溶媒の使用に関しては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。



注意 : 汚染を防ぐため、検出器の配管を行う場合には、パウダーフリーで非ラテックスの手袋を着用してください。

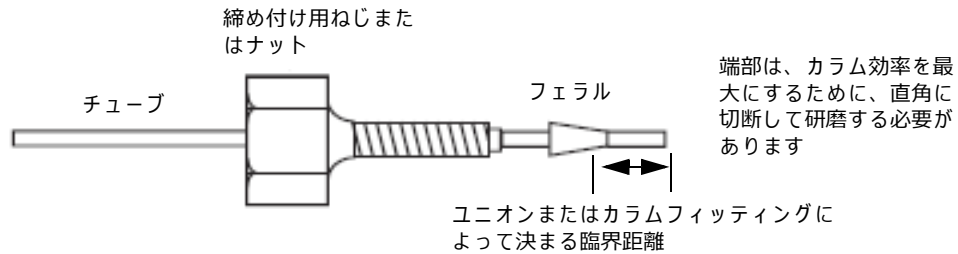
必要なツールおよび器材

- 5/16 インチのスパナ
- Alliance HPLC システム用の内径 0.009 インチ (0.23 mm) のステンレス製チューブ (スタートアップキットに同梱)
- ステンレス製チューブカッターまたはやすり
- プラスチックまたは布で覆ったペンチ
- 締付け用ねじアセンブリー (x3)

検出器へ配管するには :

1. カラムアウトレットを検出器のインレットに接続するために必要なチューブの長さを測定します。
ヒント : 試料のバンドの広がりを防ぐため (ブロードなピークを防ぐため)、このチューブの長さはできるだけ短くします。
2. 検出器のアウトレットを廃液ボトルに接続するために必要なチューブの長さを測定します。
ヒント : フローセル内で気泡が発生しないよう、このチューブの長さは少なくとも 30 ~ 60 cm (1 ~ 2 フィート) にします。
3. 2 本のチューブを以下のように切断します。
 - a. Waters 1/16 インチステンレス製チューブカッターまたは切り刃の付いたやすりを使用して、目的の切断点でチューブの周囲に切り目を入れます。
 - b. 切り目を入れた両端を、(表面を傷つけないようにするため) 布またはプラスチックで覆われたペンチでつかみ、切断されるまでチューブを前後にゆっくりと動かします。

- c. デッドボリュームとバンドの広がりを最小化するため、チューブの先端にやすりをかけて滑らかにします。



4. カラムアウトレットラインの両側および検出器アウトレットラインの一方の側に、再利用可能な手締めフィッティングを取り付けます。
5. カラムアウトレットチューブの一端をカラムアウトレットのフィッティングにはめ込み、再利用可能な手締めフィッティングを可能な限りしっかり締めた後、さらに 1/4 回転回します。
6. カラムアウトレットチューブのもう一方の端を検出器インレットのフィッティングにはめ込み、ステップ 5 と同様に、再利用可能な手締めフィッティングを締めます。
7. 検出器アウトレットチューブの一端を、再利用可能な手締めフィッティングで検出器アウトレットフィッティングに固定し、可能な限りしっかり締めた後、さらに 1/4 回転回します。
8. 検出器アウトレットチューブのもう一方の端を廃液容器に差し込みます。

！ **注意：** フローセルの損傷を防ぐため、最大許容圧力 6895 kPa (69 bar、1000 psi) (70 kg/cm²) に近づかないようにしてください。

9. スタートアップキット付属の外径 3/8 インチの Tygon[®]チューブを、ドリップトレイに付いているバード廃液フィッティングの上にはめ込み、適切な廃液容器に配管します。

ヒント： 複数検出器用のドリップトレイの取り付け手順については、ドリップトレイ付属の設置手順書を参照してください。

2.7.1 検出器のガス供給への接続

検出器を窒素源に接続すると、短い波長での操作が改善されます。

必要条件： 乾燥し、油分を含まない、フィルタリング済みの窒素のみを 28 ~ 41 kPa (28 ~ 41 bar、4 ~ 6 psi) の圧力で一定量で使用します。



警告： 爆発および火災を避けるため、可燃溶媒の発火の可能性があるガスは使用しないでください。常に不活性ガスを使用してください。

検出器をガス供給に接続する方法：

1. プラスチック製チューブの一端を窒素源に接続します。
ヒント： 窒素源とプラスチック製チューブの間にアダプターが必要になる場合があります。
2. 窒素フィッティングの別の一端を検出器の背面パネルに接続します。

2.8 2998 PDA 検出器の起動とシャットダウン



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。

起動手順には 1 分もかかりません。手順に従って、起動後分析を実行するまでに、少なくとも 1 時間ウォームアップする必要があります。信頼性の高い検出器性能が得られるように、このセクションで紹介する手順に従ってください。

2.8.1 検出器の起動

検出器を起動するには：

1. 装置メソッドで、溶媒送液システムまたはポンプを、10 mL の HPLC グレードのメタノールまたは移動相を送液するように設定します。

ヒント： 詳細については、Empower または MassLynx のオンラインヘルプを参照してください。

ガイドライン：

- 十分に脱気された HPLC グレードの溶媒のみを使用してください。移動相のガスがフロースセル内で気泡を作り、検出器のレファレンスエネルギー診断テストに失敗する可能性があります。
 - 溶媒の組成、グレード、システム内の溶媒との混和性があるか等の必要事項を確認してください。すべての溶媒ボトルにフィルターを使用し、プライムに必要な量の溶媒を用意してください。
2. 検出器の電源を入れます。
 3. 検出器の前面ドアにあるランプおよび電源 LED を確認します。LED は以下のように変化します。
 - 初期化中、電源 LED は緑色に点滅します。
 - 検出器の電源が正常に投入されると、電源およびランプ LED が緑色に点灯します。
 4. データの取り込み前に検出器を安定させるために 1 時間待機します。

注： 検出器が安定しない場合は、[第 4 章](#)を参照してください。

2.8.2 LED のモニター

検出器前面の LED は、装置の状態を示します。

2.8.2.1 電源 LED

電源 LED は、2998 PDA 検出器の前面ドアに配置されており、装置の電源がオンかオフかを示します。装置が正常に動作している場合は、緑色に点灯します。

2.8.2.2 ランプ LED

ランプ LED は電源 LED の左隣にあり、ランプの状態を示します。



警告：感電を防ぐため、ランプ LED が赤色に点滅している場合は、ランプコネクタに触れないでください。ランプコネクタに触れる前に、検出器の電源を切り、電源コードをコンセントから抜いてください。

以下の表は、各 LED モードとそれに対応する検出器ランプの状態を示します。

表 2-8: 2998 PDA 検出器 LED 表示

LED のモードと色	説明
消灯	検出器ランプが消灯していることを示します。
緑色に点灯	検出器ランプが点灯していることを示します。
緑色に点滅	検出器が初期化中またはキャリブレーション中であることを示します。
赤色に点滅	エラーによって検出器が停止したことを示します。コンソールでエラーに関する情報を確認してください。
赤色に点灯	検出器の不具合によって、後続動作が阻止されていることを示します。検出器の電源を一旦オフにして、再度オンにします。LED が赤く点灯している場合は、Waters テクニカルサービスに問題を報告してください。

2.8.3 検出器のシャットダウン

検出器のシャットダウン方法：

1. 移動相がバッファーを含む場合は、溶媒送液システムまたはポンプを 10 mL の HPLC グレードの水を送液するように設定し、移動相がバッファーを含まない場合は 10 mL の脱気したメタノールを送液するように設定します。
2. 検出器の電源を切ります。

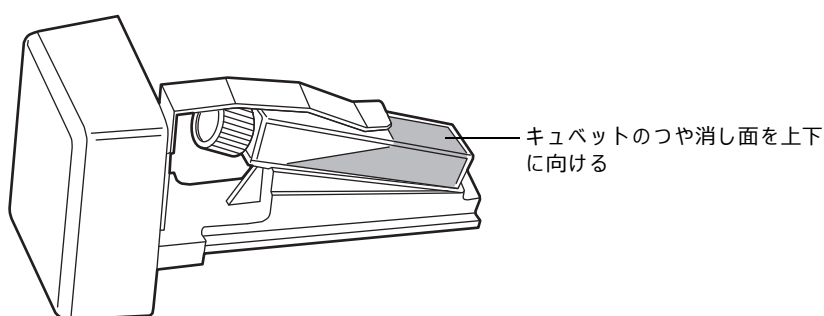
2.9 キュベットの使用

2998 PDA 検出器のキュベットオプションを使用すると、以下の操作を簡単に実行できます。

- サンプルの取り扱い
- 装置の確認と適格性評価
- ベンチトップ分光光度計の手順

検出器では、標準 10 mm の光路長の分光光度計セル（石英キュベット）を使用します。つや消し面を上に向けてキュベットホルダーにキュベットを差し込み、フローセルアセンブリーに設置します。

図 2-12: キュベットが差し込まれたキュベットホルダー



制限事項: 測定はキュベットとフローセルの組み合わせによって実行されるため、キュベット測定は、同じフローセル条件で実行する必要があります。スペクトルを保存して、減算用に新しいスペクトルを取り込む場合、フローセルの条件に差がある際には注意する必要があります。

理想的には、同じフローセル条件で、HPLC 装置がアイドル状態または静止状態で作動中のときに、キュベットを使用してゼロ測定とサンプル測定の両方を行うことを推奨します。

- ! **注意:** キュベットはつや消し面だけを掴んで、丁寧に取り扱いってください。透明な石英に指紋が付くと、光路の妨げになり、キュベット測定の整合性が損なわれます。

2.9.1 開始する前に

推奨事項: 正確な結果を得るため、ゼロ測定およびサンプル測定では、石英キュベットの同じ製造ロットのマッチしたペア（10 mm 光路長）を使用します。

キュベットを使用して測定を開始する前に、以下の手順を実行します。

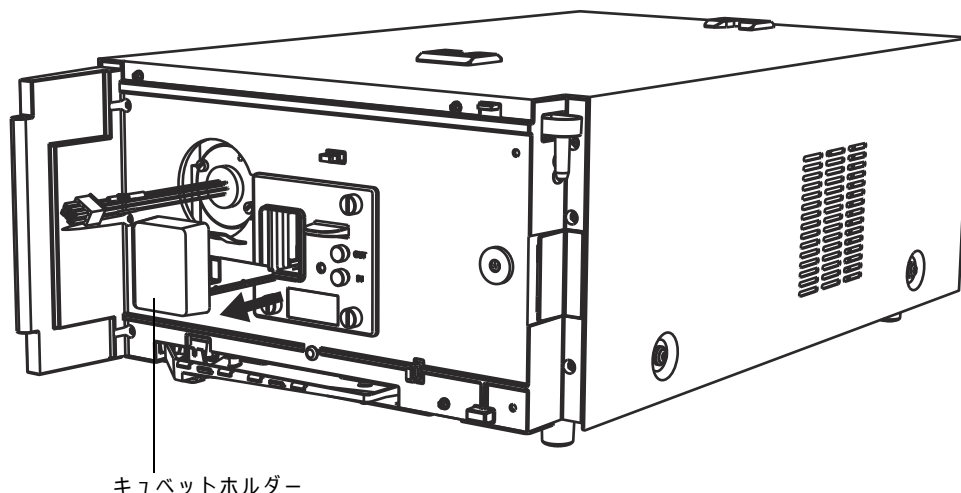
1. キュベット測定手順で使用するものと同じ溶媒 10 mL でフラッシュしてフローセルを充填します。
2. キュベットの透明な部分を研磨剤の含まれていない、糸くずの出にくい布で拭きます。

2.9.2 キュベット測定手順

キュベット測定を開始するには：

1. 検出器のドアを開きます。
2. キュベットホルダーを手前に引き出し、取り外します。

図 2-13: キュベットホルダーの場所



3. スプリングガイドを手前に向けた状態で、キャップを上に向け（ホルダーの方向）、キュベットのつや消し面を上に向けて、ガイドに沿ってキュベット（溶離液入り）をゆっくり差し込みます（44 ページの図を参照）。

推奨事項：

- ホルダーに差し込まれたときに、キュベットホルダーのアパーチャーを通して液体が見えるように（つまり、アパーチャーが液体に完全に覆われるように）、キュベットには十分な溶液（3 mL）を入れてください。
 - キュベットホルダーは傾いているため、親指や人差し指を使用して、キュベットをスロット内にしっかりと固定して、前にスライドしないようにしてください。
 - キュベットホルダーの交換時にキュベットが外れないようにしてください。
4. ホルダーがしっかりと所定の位置に収まるまで、フローセルアセンブリーにキュベットホルダーをゆっくりと戻します。
 5. ドアを閉じます：
 - 正しいクロマトグラフ結果を得るため、キュベット測定の実行後は、検出器からキュベットを取り外し、空のホルダーを取り付けてください。
 - 最適なシステム性能を維持するため、通常の操作を再開する前にドアを閉じてください。
 6. ブランクの移動相を入れたレファレンスキュベットを差し込み、ゼロ測定を実行します。
 7. レファレンスキュベットを移動相に溶けた分析対象物を含むキュベットと交換し、サンプル測定を実行します。
 8. 保存、確認、減算、再生の機能を使用し、取得したデータを分析します。

3

検出器のメンテナンス

本章では、2998 PDA 検出器を良好な状態に維持するために定期的実施する必要がある手順を説明しています。

3.1 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 Waters 支社に連絡してください。弊社の Web サイトには、各国の Waters 営業所の電話番号と電子メールアドレスが記載されています。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
- Empower または MassLynx 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のお申し出についての詳細は、『Waters 使用許諾・保証・サポートサービス』を参照してください。

3.2 メンテナンス時の注意事項

3.2.1 安全性と取り扱い

2998 PDA 検出器をメンテナンスする場合は、ここで解説する警告および注意事項を順守してください。



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：感電防止のため、

- 検出器のカバーを開けないでください。検出器にはユーザーが修理可能なコンポーネントは含まれていません。
- 検出器の電源を切り、プラグを抜いてから、装置のメンテナンスを行ってください。



注意：電子部品の損傷を防止するため、装置やデバイスが電源に接続されている状態で、電気アSEMBリーの接続を切らないでください。検出器の電源を完全に切るには、検出器の電源スイッチを「オフ」にします。次に、電源コードをユニットの背面パネルまたは壁のコンセントから外して接続を切ります。アSEMBリーを取り外す場合は、電源を切った後、10 秒以上待機してください。

3.2.2 スペアパーツ

Waters では、本書に記載されている部品のみを交換するよう推奨いたします。スペアパーツの詳細については、以下を参照してください。

- Waters Web サイトの [Services/Support] ページにある Waters Quality Parts[®] Locator
- 2998 PDA 検出器スペアパーツリスト (品番 71500121906)

3.3 定期メンテナンス

2998 PDA 検出器には、最小限の定期メンテナンスが必要です。

最適なパフォーマンスを維持するため、下記の手順を実行してください。

- 溶媒リザーバーフィルターを定期的に交換します。
- 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。
- 検出器をシャットダウンするたびに、バッファー系移動相を HPLC グレードの水で洗い流し、さらに 5 ~ 10% のメタノール溶液によって洗浄します。この操作により、以下の問題が防げます。
 - 溶媒ラインおよびフローセルの目詰まり
 - 検出器構成部品の損傷
 - 細菌の繁殖

3.4 フローセルのメンテナンス

以下の事象が発生した場合は 2998 PDA 検出器のフローセルにメンテナンスが必要です。

- レファレンススペクトルが変化した場合。
- セルが液漏れを起こし廃液チューブから流れて出ている場合。
- 検出器が初期化できないが、ランプは使用できる場合。
- 検出器によって高い背圧が発生する場合。

ヒント: フローセルの汚れ以外にも、ランプ強度を減少させる原因があります。詳細については、[第 4 章](#)を参照してください。

フローセルのメンテナンスには以下のタスクがあります。

- フラッシュ洗浄
- 取り外し
- 分解およびクリーニング
- 交換用部品の取り付け

3.4.1 フローセルのフラッシュ洗浄

必要なツールおよび器材

- HPLC グレードの水
- HPLC グレードのメタノール

フローセルのクリーニングが必要な場合は、最初に溶媒でフラッシュ洗浄します。

フローセルをフラッシュ洗浄するには：

1. 使用していたサンプルおよび移動相に適合する溶媒を選択します。バッファーを使用していた場合は、HPLC グレードの水 10 mL でセルをフラッシュ洗浄した後、メタノールなどの表面張力の弱い溶媒 10 mL でフラッシュ洗浄します。

必要条件: 使用溶媒と以前使用した移動相が混和するか確認してください。

2. エネルギーの読み取り診断テストを実施し、エネルギーをテストします ([57 ページ](#)を参照)。

注: 診断テストが不合格で、ランプの購入時からまだ 2000 時間または 1 年以上 (どちらか早い方) 使用していない場合は、Waters テクニカルサービスにご連絡ください ([47 ページ](#)を参照)。

3.4.2 フローセルの交換

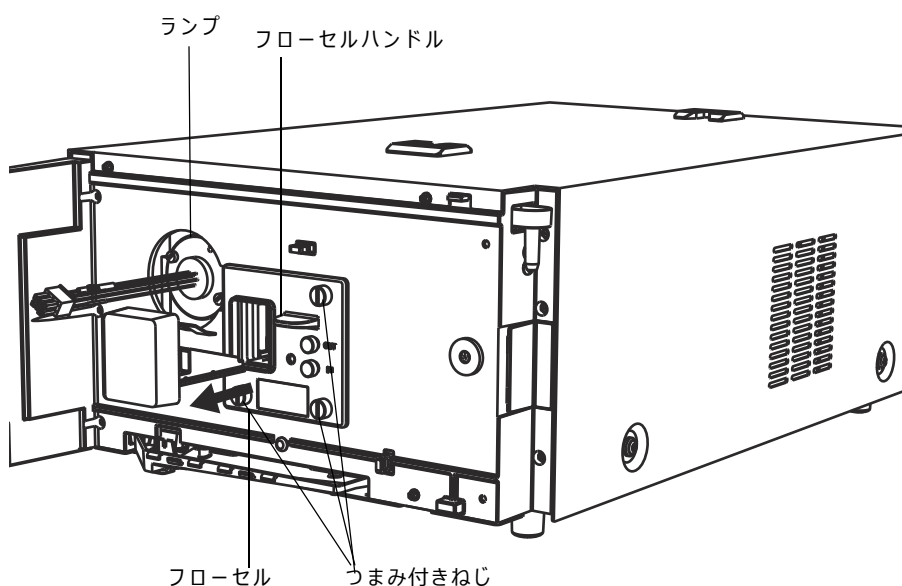
必要なツールおよび器材

- 1/4 インチのマイナスドライバー
- フローセル

フローセルを交換するには：

1. 検出器の電源を切ります。
2. 溶媒の送液を停止します。
3. ドアを開きます。
4. カラムアウトレットチューブを、フローセルのインレットから外します。
5. 廃液ラインをフローセルのアウトレットから外します。

図 3-1: 2998 PDA 検出器の分析フローセル：

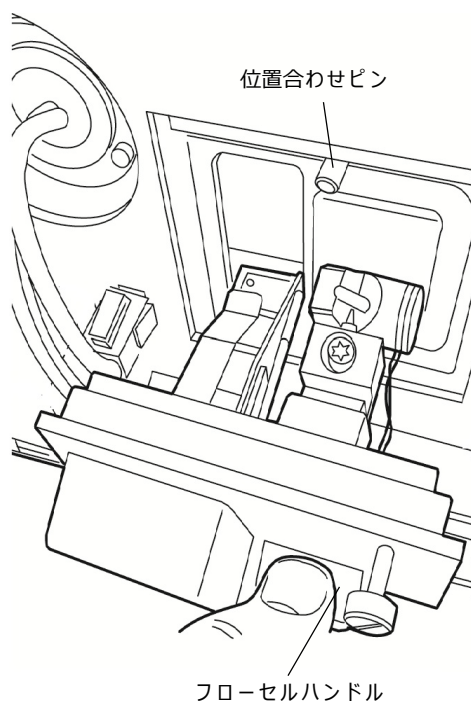


6. 以下の方法で、フローセルを取り外します。
 - 1/4 インチのマイナスドライバーを使用して、フローセルアセンブリの前面プレートにある 3 本のつまみ付きねじを緩めます。
 - ハンドルを握ってゆっくり手前に引き、フローセルアセンブリを取り外します。
7. 新しいフローセルを開梱して、不備がないか確認します。
8. フローセルアセンブリを開口部に合わせて、光学系ベンチに挿入します。

ヒント： 光学系ベンチの位置合わせピンを使用してフローセルを正しい位置に配置します。

9. 正面の位置合わせピンの正しい位置に来るようにゆっくりとアセンブリーの正面を押し
ます。

図 3-2: 分析フローセルアセンブリーの取り付け:



10. フローセルを挿入し続け、3 本つまみ付きねじをバルクヘッドの穴に合わせます。
注: 固定ねじの締め付けとフローセルを押し込む動作を交互に行い、フローセルを締め付け過ぎることなく、バルクヘッドに正しく取り付けます。
11. つまみ付きねじを可能な限り手で締めてから、1/4 インチのマイナスドライバーでさらにしっかりと締めます。
12. カラムアウトレットチューブを、フローセルのインレットに接続します。
13. 廃液ラインをフローセルのアウトレットに接続します。
14. ドアを閉じます。
15. 検出器の電源を入れる前に、システムをプライムしてフローセルに溶媒を充填し、気泡を追い出してください。

3.5 ランプの交換

ランプの点灯に繰り返し失敗する場合や、2998 PDA 検出器のキャリブレーションに失敗する場合は、ランプの交換が必要です。

検出器のソースランプは、購入日から 2000 時間または 1 年間（どちらか早い方）、正しく点灯し、起動時の診断テストに合格することが保証されています。



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



警告：紫外線が目に入らないよう、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. ランプの電源を切ります。
2. 検出器の電源を切り、電源ケーブルを背面パネルから抜きます。
3. 30 分間ランプを冷却します。

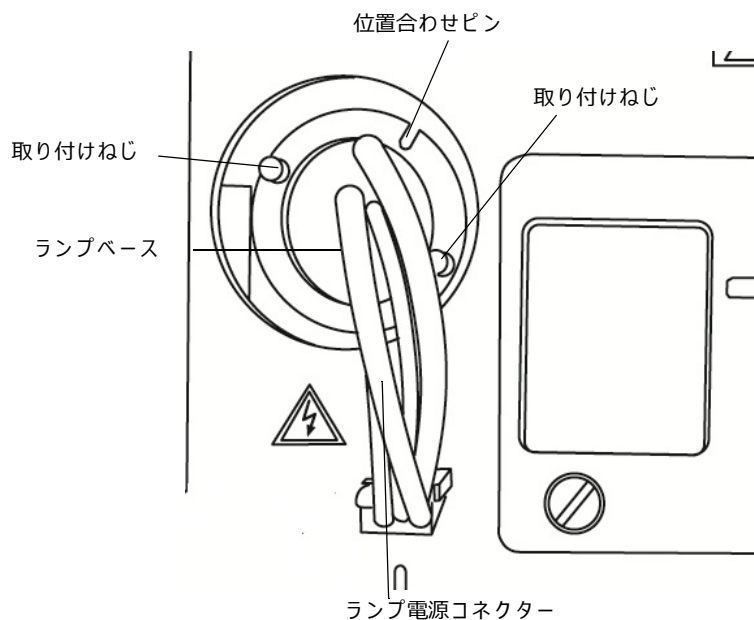


警告：ランプおよびランプハウジングは、高温になる可能性があります。検出器の電源を切った後、冷えるまで 30 分待ってから、これらの構成部品に触れるようにしてください。

4. ドアを開きます。

5. ランプの電源コネクターを検出器から外します。

図 3-3: ランプコンポーネント



警告： ランプの内部は、大気圧よりわずかに低圧のガスで充填されています。ランプを廃棄する際は、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。

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

ランプの取り付け方：

注意： ランプの効果を損なわないように、電球に触れないでください。ランプ表面をクリーニングする場合は、毛羽立ちの無いティッシュを用いて、エタノール溶液で優しく拭き取ってください。研磨ティッシュは使わないでください。強い力をかけないようにしてください。

1. ガラス面を手で触れないよう注意し、新しいランプを梱包材から取り出します。
2. 新しいランプおよびランプハウジングを確認します。
3. ランプのベースプレートの切れ込みが 1 時の位置になり、ランプハウジングの位置合わせピンに揃うように、ランプの位置を合わせます。
4. 慎重にランプを奥まで押し込み、ランプが光学系ベンチに対して正しい位置にあることを確認します。

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

5. 2 本の取り付けねじを締めてから、ランプの電源コネクターを接続します。

6. ドアを閉じます。
7. 検出器の電源を入れ、ランプが温まるまで 1 時間待ってから操作を再開します。
ヒント : 検出器の電源を一旦切って入れなおすことで、確認手順が実行されます。
8. コンソールで [メンテナンス] > [ランプの交換] の順に選択します。
9. [ランプの交換] 診断ボックスで、[新しいランプ] をクリックします。
10. [新しいランプ] ダイアログボックスで、新しいランプのシリアル番号 (ランプコネクタのワイヤーに付いているラベルを参照) を入力して、[OK] をクリックします。

3.6 ヒューズの交換



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

2998 PDA 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。

下記のような症状が現れた場合、ヒューズの切断または不良が疑われます。

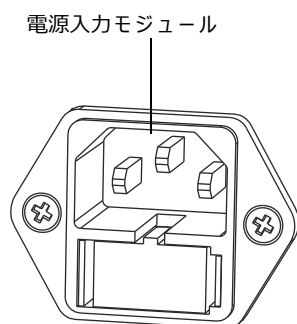
- 検出器の電源がオンにならない
- ファンが回転しない

ヒューズを交換するには :

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

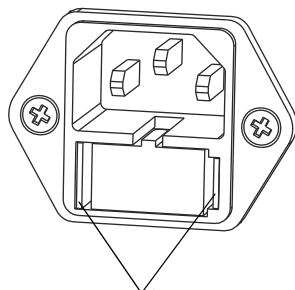
1. 検出器の電源をオフにして、電源コードを電源入力モジュールから外します。

図 3-4: 電源入力モジュール



2. 検出器の背面パネル上の電源入力モジュールの下部にある、スプリング式ヒューズホルダーの両側をつまみます。

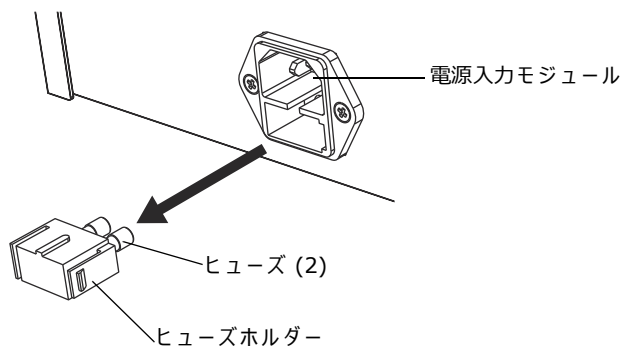
図 3-5: スプリング式ヒューズホルダーの側面



ヒューズホルダーの側面

3. 最小限の力を加えて、スプリング式ヒューズホルダーを取り外します。

図 3-6: ヒューズホルダーの取り外し



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

4 診断テストおよびトラブルシューティング

本章では、2998 PDA 検出器のトラブルシューティングについて説明します。ただし、この検出器は、システム全体での判定しかなしに留意してください。したがって、検出器に問題があると思われても、クロマトグラフィーや他のシステム装置が原因である場合があります。

4.1 診断テスト

検出器は、起動時に一連の内部診断テストを自動的に実施します。検出器の前面にあるインジケータ LED およびクロマトグラフィーデータソフトウェアのワークステーションのメッセージでテスト結果を示します。

検出器の動作中に問題の原因を判断する必要がある場合は、クロマトグラフィーデータソフトウェアのワークステーションから同じ内部診断テストを実行できます。検出器のパフォーマンスの詳細な情報は、[PDA コンソール] 画面でも確認できます。クロマトグラフィーデータソフトウェアからこの画面にアクセスします。

4.1.1 検出器キャリブレーションの確認

フローセルの交換後は、検出器のキャリブレーションを確認してください。検出器の電源を入れる前に、システムをプライムしてフローセルに溶媒を充填し、気泡を追い出してください。検出器を正しく調整し、キャリブレーションするためには、検出器の電源を入れる前にフローセルに溶媒を充填します。フローセルが空の場合、キャリブレーションエラーが発生します。

推奨事項：フローセルが汚れていると、波長検証の結果に影響が及びます。キャリブレーションを行う前に、フローセルが清浄な状態であることを確認してください。

検出器のキャリブレーションを確認するには：

1. 使用していたサンプルおよび移動相に適合する溶媒を選択します。

必要条件：バッファを使用していた場合は、HPLC グレードの水 10 mL でフラッシュ洗浄した後、メタノールなどの表面張力の弱い溶媒 10 mL でフラッシュ洗浄します。溶媒は前回の移動相と混和性がある必要があります。

2. コンソール画面で、システムツリーから [2998 PDA 検出器] を選択します。
3. PDA 検出器の情報画面で、[メンテナンス] > [キャリブレーションの検証] > [開始] の順にクリックします。

結果：テスト時間は、[実行時間] 棒グラフに表示されます。

4. [結果] ペインのテスト結果を確認して、検出器がテストに合格したことを確認します。
規則 : 合格するには、最大偏差が標準キャリブレーションの ± 1 nm 以内になければなりません。
ヒント : テスト結果が不合格である場合は、フローセルをフラッシュ洗浄して、この手順を再度実行します。
5. [閉じる] をクリックします。

4.1.2 ランプエネルギーを読み取る方法

推奨事項 : フローセルが汚れていると、ランプエネルギーの読み取りに影響します。ランプエネルギーを読み取る前に、フローセルが清潔であることを確認してください。

ランプエネルギーを読み取る方法 :

1. コンソール画面で、システムツリーから [2998 PDA 検出器] を選択します。
2. PDA 検出器の情報画面で、[メンテナンス] > [エネルギーの読み取り] > [読み取り] をクリックします。
結果 : [エネルギーの読み取り] ダイアログボックスが表示されます。
3. [閉じる] をクリックします。

4.1.3 エルビウムキャリブレーションの実行

推奨事項 : フローセルが汚れていると、波長キャリブレーションの結果に影響が及びます。キャリブレーションを行う前に、フローセルが清潔であることを確認してください。

この手順を開始する前に、第 2 章で説明されているように検出器をセットアップして構成する必要があります。

起動時の確認シーケンス中に、2998 PDA 検出器はエルビウムキャリブレーションを実行します。この手順は手動で開始することもできます。

注 :

- この手順を実行すると、スペクトルのライブラリー照合およびピーク純度キャリブレーションに悪影響が及ぶ場合があります。
- キャリブレーション手順を実行するたびに、スペクトルのライブラリー照合をやり直す必要がある場合があります。詳細については、第 5 章を参照してください。

エルビウムキャリブレーションの確認を手動で開始するには :

1. コンソール画面で、システムツリーから [2998 PDA 検出器] を選択します。
2. PDA 検出器の情報画面で、[トラブルシューティング] > [エルビウムキャリブレーション] をクリックします。
3. [エルビウムキャリブレーション] ダイアログボックスで、[露出の最適化] をクリックし、[開始] をクリックします。

結果 : 検出器のフィルターがエルビウム位置に移動し、256.5、378.9、521.4 nm のエルビウム吸光度ピークと、656.1 および 486.1 nm の重水素輝線が示されます。

必要条件 : 最大偏差が ± 1 nm 以内であることが必要です。

4. [停止] をクリックします。
結果 : エルビウムフィルターが元の位置に戻ります。
5. [保存] > [OK] > [閉じる] をクリックします。

4.1.4 キャリブレーション値を読み取る方法

キャリブレーション定数を読み取るには :

1. コンソール画面で、システムツリーから [2998 PDA 検出器] を選択します。
2. [トラブルシューティング] > [キャリブレーション値] をクリックします。
3. [キャリブレーション値] ダイアログボックスで、[読み取り] をクリックしてから閉じます。

4.1.5 背面パネルのインターフェース接続の表示

検出器の背面パネルの入出力信号接続または接点は、コンソール画面から確認できます。ここでは、装置の信号接続に関する状況がリアルタイムで表示されます。緑色 LED が点灯している場合は、シグナルケーブルが接続されていることを示します。赤色 LED が点灯している場合は、シグナルケーブルが接続されていないことを示します。



2998 PDA 検出器背面パネルのインターフェース接続を表示するには :

1. コンソール画面で、システムツリーから [2998 PDA 検出器] を選択します。
2. PDA 検出器の情報画面で、[トラブルシューティング] > [背面パネル] をクリックします。
結果 : [PDA 検出器背面パネル] ダイアログボックスが表示されます。

下記の表は、2998 PDA 検出器の I/O 接続をまとめたものです。


表 4-1: 2998 PDA 検出器のアナログ出力/イベント入力接続

シグナル接続	説明
アナログ 1 (出力)	プログラム可能なアナログ出力。
アナログ 2 (出力)	プログラム可能なアナログ出力。
スイッチ 1 (出力)	タイムイベントやスレッシュホールドレベルをコントロールします。ユーザーがプログラム可能な補助出力です。
スイッチ 2 (出力)	タイムイベントやスレッシュホールドレベルをコントロールします。ユーザーがプログラム可能な補助出力です。
注入開始 (入力)	実行時間のクロックの開始をトリガーし、タイムイベントを起動させます。
ランプオン/オフ (入力)	入力がトリガーされると、ランプは消灯します。
チャートマーカー (入力)	アナログ出力チャンネルにチャートマーカーを入れることができます(フルスケールの 10%)。アナログ出力のシグナル出力 1 とシグナル出力 2 の片方もしくは両方に設定可能です。
オートゼロ (入力)	サンプルシグナルに加えてベースラインシグナルをゼロにするオフセット値を計算します。

4.1.6 背面パネルのインターフェース接続の変更

背面パネルの表示画面で、特定の出力接続の開閉を設定できます。システム接続のトラブルシューティングが必要な場合は、出力接続の開閉が便利な場合があります。

2998 PDA 検出器背面パネルのインターフェース接続を変更するには：

1. コンソール画面で、システムツリーから [2998 PDA 検出器] を選択します。
2. PDA 検出器の情報画面で、[トラブルシューティング] > [背面パネル] をクリックします。
3. 切断された接続の記号  をクリックして、接続を閉じると、LED が赤色から緑色に変わります。必要に応じて逆の操作をします。

制限事項： [PDA 検出器背面パネル] ダイアログボックスで、スイッチ 1 およびスイッチ 2 出力だけが変更できます。

4.2 一般的なトラブルシューティング

このセクションでは、エラーの原因と対処方法について説明します。一見、検出器のトラブルと思われるような場合でも、クロマトグラフィー自身やシステム内の他の装置が原因になっている場合があります。

ほとんどの検出器のトラブルは比較的対処が簡単です。問題に対応する診断機能を実行し、検出器のトラブルシューティングを行った後でも問題が改善されない場合は、Waters のテクニカルサービスにお問い合わせください。

4.2.1 ランプのトラブルシューティング

フローセル中に気泡がある場合や、ランプの取り付けが不適切な場合、明らかなランプ関連の問題を引き起こす場合があります。ランプを交換する前に、検出器のセルが溶媒で満たされており、気泡がなく、現在のランプが正しく取り付けられていることを確認してください。

検出器の使用時間が 2000 時間を超えていない場合は、フローセルをフラッシュ洗浄すると、ランプの強度低下が解決できる場合があります。

移動相の吸光度は見かけ上のランプの強度に影響します。例えば、水やアセトニトリルの透過性は、220 nm 未満の波長ではメタノールより高くなります。

4.2.2 電源サージ

電源サージ、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。検出器に供給されている電源が正しく接地され、これらの問題が生じないことを確認してください。

4.2.2.1 電源 LED

電源 LED は、検出器の前面ドアに配置されており、装置の電源がオンかオフかを示します。装置が正常に動作している場合は緑色に点灯しています。

4.2.2.2 ランプ LED

ランプ LED は電源 LED の左隣にあり、ランプの状態を示します。

表 4-2: ランプ LED 表示

LED のモードと色	説明
消灯	検出器ランプが消灯していることを示します。
緑色に点灯	検出器ランプが点灯し、検出器が一連の起動時診断テストに合格したことを示します。
緑色に点滅	検出器が初期化中または波長キャリブレーションの確認中であることを示します。
赤色に点滅	エラーによって検出器が停止したことを示します。操作フェイルを引き起こすエラーについての情報はコンソールのログに記録されます。 関連項目: 2998 PDA 検出器オンラインヘルプ

表 4-2: ランプ LED 表示 (続き)

LED のモードと色	説明
赤色に点灯	検出器の不具合によって、後続動作が阻止されていることを示します。検出器の電源を、一旦切って入れ直します。それでも LED が赤色に点灯し続ける場合は、最寄りの Waters サービス担当者にお問い合わせください。

4.2.3 フローセルからの気泡の取り除き

ランプの点灯失敗またはレファレンススペクトルの変化を引き起こす低エネルギーは、フローセルに気泡が発生する原因になります。気泡はスパイクやドリフトなどのベースライン異常を引き起こすことがあります。

フローセルから気泡を取り除くには：

脱気したアセトニトリルまたはメタノールが、この後の分析で使用する流量で検出器のフローセルに送液されるように設定します。

4.2.4 検出器のトラブルシューティング

表 4-3: 2998 PDA 検出器のトラブルシューティング

症状	考えられる原因	対処法
LED が両方とも消灯	電源がない	1. 電源コードの接続を確認します。 2. 電力供給用のコンセントを確認します。
	ヒューズの切断(寿命)または不良	ヒューズを交換します (54 ページを参照)。
レファレンススペクトルの変動	移動相に気泡または不純物がある	新しい移動相を用意し、十分に脱気します。
	フローセル内に気泡がある	フローセルを付け直し、位置が合っていることを確認します。 フローセルをフラッシュ洗浄 (49 ページを参照) するか、検出器の廃液用アウトレットに 207 ~ 345 kPa (2 ~ 3 bar、30 ~ 50 psi) の弱い背圧をかけます。たとえば、長さ 30 ~ 60 cm、内径が 0.009 インチ (0.23 mm) のチューブを検出器の廃液ラインに接続します。
検出器から継続的に音がする	検出器の故障	検出器の電源を、一旦切って入れ直します。

表 4-3: 2998 PDA 検出器のトラブルシューティング (続き)

症状	考えられる原因	対処法
検出器がコンソールに応答しない	ケーブルの接続不良または断線	ケーブルの接続を確認し、コネクタを確実に締めるか、ケーブルを交換します。
	設定上の問題	Ethernet の設定を確認します。詳細については、Empower オンラインヘルプを参照してください。
ランプが緑色に点滅し、電源ランプが緑色に点灯している	検出器が初期化中	対処は不要です。初期化が完了する（両ランプが緑色に点灯する）まで待ちます。
ランプが赤色に点滅し、電源ランプが緑色に点灯している	起動時の診断テストに失敗	フローセルを付け直し、位置が合っていることを確認します (51 ページを参照)。 フローセルをフラッシュ洗浄します (49 ページを参照)。
	フローセルが汚れているためシャッター診断テストが不合格になる	フローセルをフラッシュ洗浄します (49 ページを参照)。
	気泡により、フォトダイオードアレイへ到達するエネルギーが不十分	フローセルをフラッシュ洗浄 (49 ページを参照) するか、検出器の廃液用アウトレットに 207 ~ 345 kPa (2 ~ 3 bar、30 ~ 50 psi) の弱い背圧をかけます。たとえば、長さ 30 ~ 60 cm、内径が 0.009 インチ (0.23 mm) のチューブを検出器の廃液ラインに接続します。
	ランプの光量不足	ランプを交換します (52 ページを参照)。
シャッターの障害を告げるメッセージ	シャッターの障害	1. フローセルから気泡を取り除きます (62 ページを参照)。 2. 検出器の電源を、一旦切って入れ直します。
廃液ラインに溶媒が流れ出る	フローセルガスケットからのリーク	フローセルを交換します (50 ページを参照)。
	フローセルのインレットおよびアウトレットからのリーク	フィッティングが締めすぎまたは緩んでいないかを確認し、必要に応じて交換します。

5

スペクトルコントラスト理論

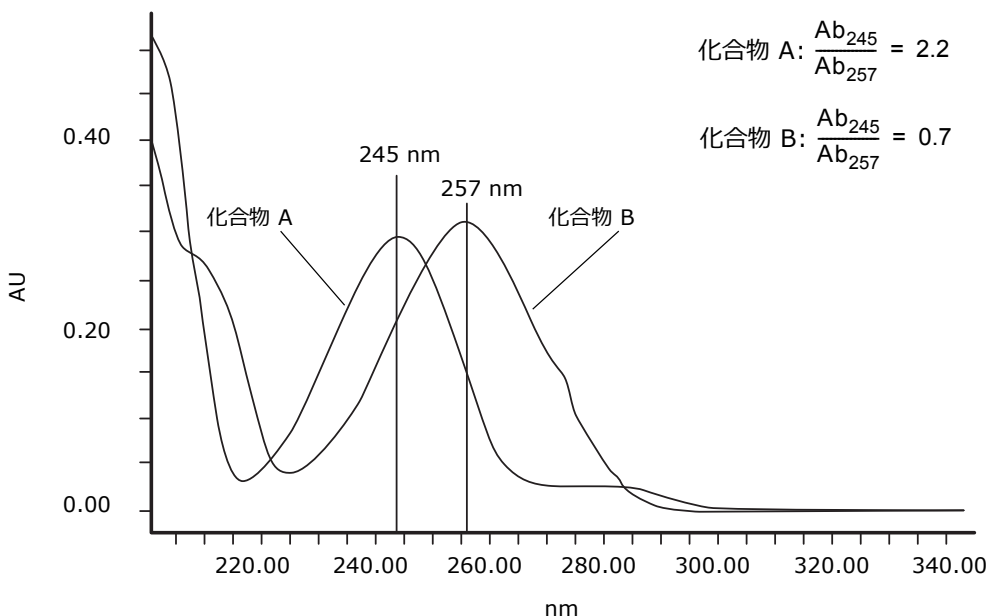
スペクトルコントラストアルゴリズムは、検出器が収集するサンプルの UV/Vis 吸光度スペクトルを比較するための手法です。本章では、アルゴリズムのベースとなっている理論と、吸光度スペクトルの形状の違いを利用する方法について説明します。また、スペクトルコントラストがこれらのスペクトルをベクトルとして表し、これらのベクトル間の違いが、同じピーク内の複数の化合物（同時溶出物）の存在により発生したものか、ノイズ、光度測定エラー、溶媒の影響などの適切でない条件から発生したものかを判断する方法も、説明します。

5.1 吸光度スペクトルの比較

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

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

図 5-1: 2 種類の化合物のスペクトルの比較



5.2 ベクトルによるスペクトルの表示

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

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

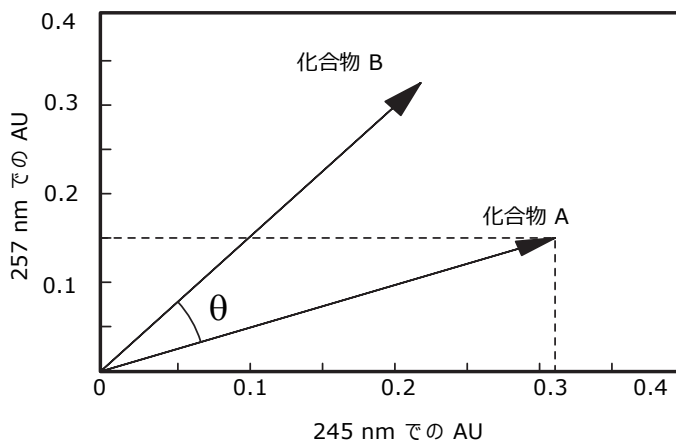
方向は吸光度化合物のスペクトルの関数であるため、ベクトルの方向は化合物の識別に寄与します。スペクトルのベクトルが化合物を区別する能力は、スペクトルの解像度によって決まります。波長範囲とスペクトル解像度の両方が増加すると、スペクトルに対するベクトルの精度が高まります。検出器で生成されたベクトルには、190 ~ 800 nm の範囲の吸光度が含まれます。スペクトルの感度を改善するには、解像度を 1.2 nm に設定します。

ヒント : 分析対象物の吸光度が得られない波長を組み込まないようにします。

5.2.1 2 つの波長から生成されたベクトル

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

図 5-2: 2 つのスペクトルのベクトルのプロット



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

化合物 B のベクトルは化合物 A とは異なる方向を示します。スペクトルコントラストアングル (θ) で表されるこの差は、波長 245 nm および 257 nm での 2 つの化合物の吸光度比の差を反映します。スペクトルコントラストアングルがゼロより大きい場合は、スペクトル間に形状の差があることを示します（67 ページの「[スペクトルコントラストアングル](#)」を参照）。

最終的には、ベクトルの長さは濃度に比例します。

5.2.2 複数の波長から生成されたベクトル

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

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

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

5.3 スペクトルコントラストアングル

形状が同一のスペクトルのベクトルは、同じ方向を指します。形状が異なるスペクトルは、異なる方向を指すベクトルを持ちます。2 つのスペクトルの 2 つのベクトル間の角度（スペクトルコントラストアングル）は、2 つのスペクトルのスペクトルベクトル間の方向の違いを示します。

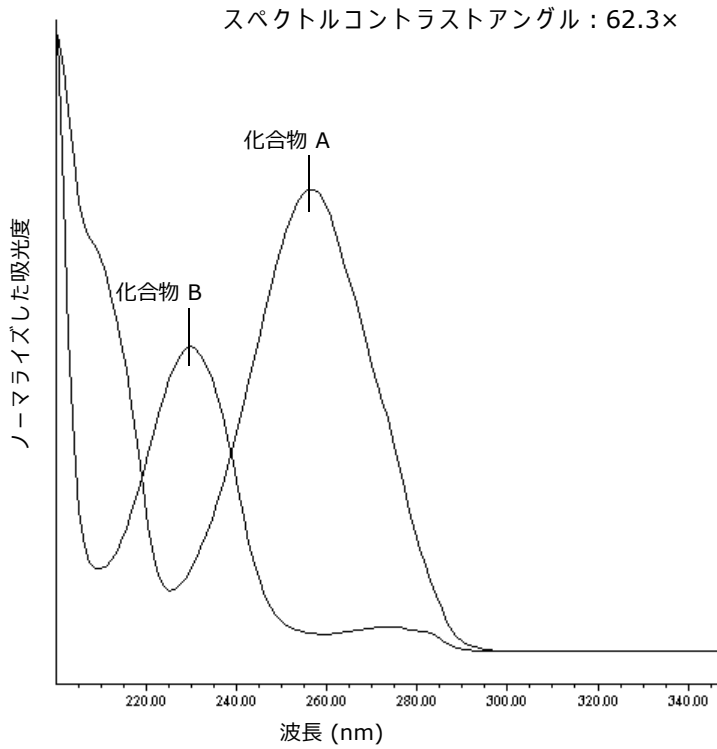
スペクトルコントラストアングルは、 $0^\circ \sim 90^\circ$ で変化します。 0° に近いスペクトルコントラストアングルは、比較されたスペクトル間の形状の違いがほとんどないことを示します。同一スペクトルを比較すると完全にスペクトルコントラストアングルは 0° になります。最大スペクトルコントラストアングル 90° は、2 つのスペクトルがどの波長でも重ならないことを示します。

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

5.3.1 異なる形状のスペクトル

以下の図では、化合物 A および B の吸光度スペクトルは明らかに異なっています。このため、スペクトルコントラストアングルは大きい値 (62.3°) になります。

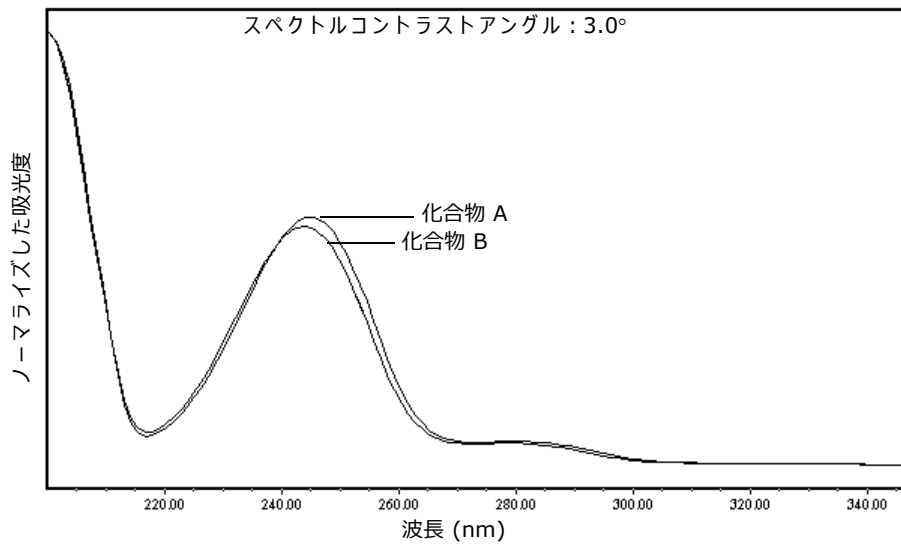
図 5-3: スペクトルコントラストアングルが大きいスペクトル



5.3.1.1 類似する形状のスペクトル

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

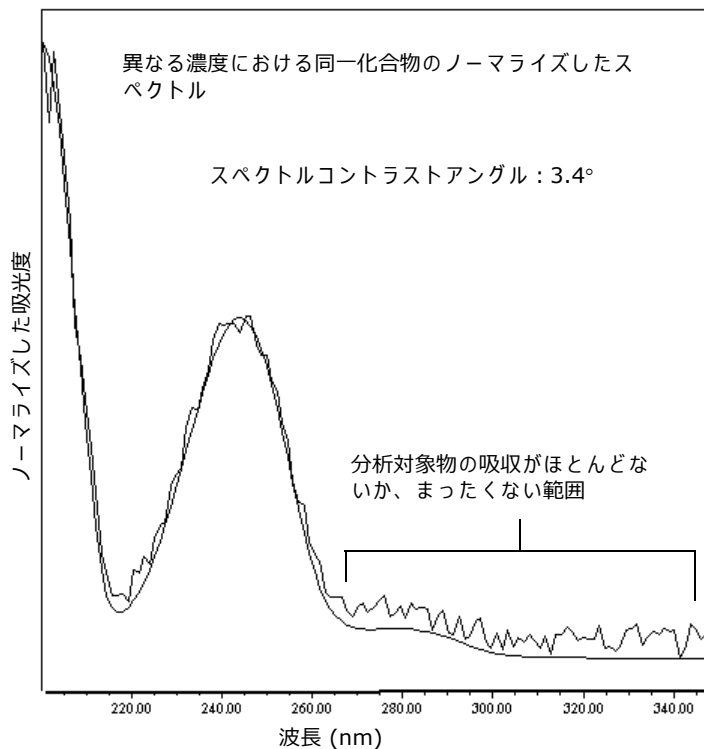
図 5-4: スペクトルコントラストアングルが小さいスペクトル



5.3.2 同一化合物のスペクトル間の違い

異なる化合物の吸光度プロパティ以外の要因が原因で、吸光度スペクトルにわずかではあるが重要な差異が生じる場合があります。たとえば、同一化合物の複数のスペクトルが、検出器のノイズ、光度測定エラー、高濃度のサンプル、または溶媒条件の変動によりわずかな差異を示すことがあります。たとえば、次の図のスペクトルは、2種類の異なる濃度（高、低）で、装置ノイズが1つの化合物のスペクトル形状にどのように影響するかを示しています。同一化合物のこれらのスペクトル間のスペクトルコントラストアングルは 3.4° です。

図 5-5: 2種類の濃度における同一化合物のノーマライズした吸光度スペクトル



5.4 望ましくない影響

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

- 検出器のノイズ
- 高いサンプル濃度による光度測定エラー
- 溶媒組成の変動

これらのスペクトルを変動させる因子により、化学的に純粋なベースライン分離されたピークが、小レベルのスペクトルの不均質性を示すことがあります。スペクトルコントラストアングルを許容差アングルと比較することで、スペクトルの形状の違いを評価できます (71 ページを参照)。

5.4.1 検出器のノイズ

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

5.4.2 光度測定エラー

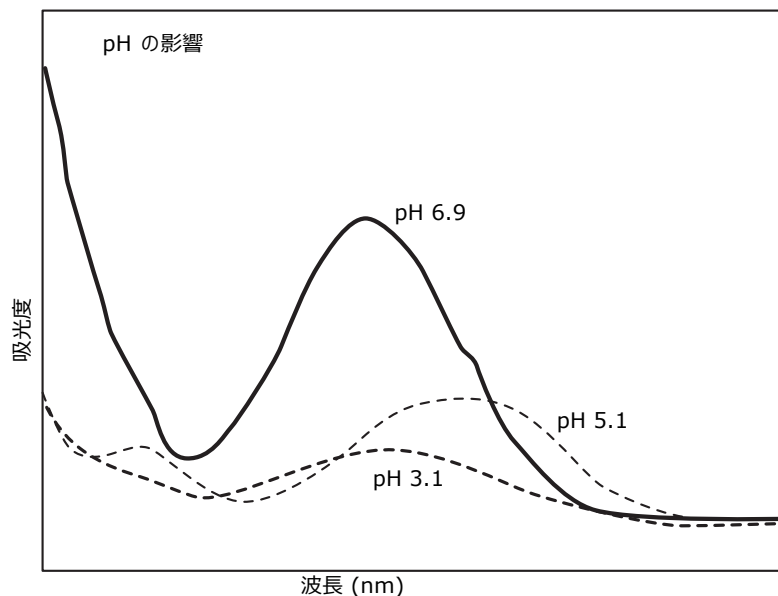
高い吸光度 (一般に 1 AU より大) では、様々の影響によって光度測定エラーが起こり、ベールの法則からのわずかな逸脱 (約 1%) が起こることがあります。このレベルでの光度測定エラーは、定量にごくわずかな影響しか与えませんが、スペクトルの差が起こる顕著な原因となることがあります。すべてのスペクトルコントラスト操作に対する光度測定エラーの影響を最小化するには、化合物の最大スペクトル吸光度を 1 AU 未満にする必要があります。移動相の吸光度は、ダイナミックレンジの直線性を各波長での移動相吸光度の量だけ低減することに注意してください。移動相吸光度の例については、付録 C を参照してください。

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

5.4.3 溶媒の変化

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

図 5-6: *p*-アミノ安息香酸の吸光度スペクトルに対する pH の影響



5.4.4 許容差アングル

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

スペクトルコントラストアングルとその許容差アングルを比較すると、スペクトル間の形状の違いが顕著かどうかを判断するうえで役に立ちます。通常、許容差アングルよりもスペクトルコントラストアングルが小さいことは、形状の違いが理想的でない現象のみによるものであり、スペクトル間の差異はないことを示します。許容差アングルよりもスペクトルコントラストアングルが大きいことは、スペクトル間の重大な差異が原因となって形状の違いが生じていることを示します。スペクトルコントラストの比較を自動化する場合は、スペクトルの最大吸光度が 1 AU 以下である必要があります。










A 安全上の注意

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 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、デバイスの装置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、該当する使用説明書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：** (腐食性物質への接触の危険性。)



警告：(有毒物質に晒される危険性。)



警告：(レーザー光線被曝の危険性。)



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 破裂に関する警告

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性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、非金属性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 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*』の最新版を参照してください。

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ときは、注意事項が表示されます（臨床サンプルの完全性が損なわれる可能性がある場合、警告記号が示されます）。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トルトレイの中に置いてください。

A.4 必要な保護

防護めがねの使用および保護手袋の着用記号は、身体防護用具の要件を警告しています。所属する組織の標準操作手順に従って適切な防護用具を選択してください。



必要条件：溶媒ボトルを再充填または交換する場合は防護めがねを使用します。



必要条件：サンプルを取り扱う際には、清浄で耐薬品性のあるパウダーフリーの手袋を必ず着用してください。

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

この装置を操作する際は、標準品質管理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。



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記載する情報が、常にではなく時々装置またはデバイスに表示されます。

装置またはデバイスにその情報が表示される場合に、ヒューズの種類および定格を見つける



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。

装置またはデバイスにその情報が表示されない場合に、ヒューズの種類および定格を見つける















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

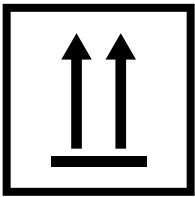


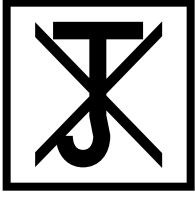
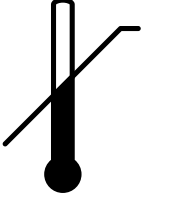
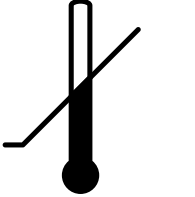
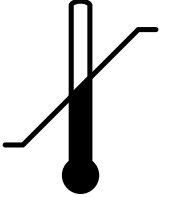
A.7.1 電気記号

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
	スタンバイ
	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
	温度上限
	温度下限
	温度限界

B 仕様

この付録には、2998 PDA 検出器の動作仕様の一覧が記載されています。

注：性能試験を実行する前に、最低でも 2 時間、検出器が温まって、平衡状態（ベースラインの安定）に達するようにしてください。

B.1 物理的仕様

以下の表は、2998 PDA 検出器の物理的仕様の一覧です。

表 B-1: 物理的仕様

属性	仕様
高さ	20.8 cm (8.2 インチ)
幅	34.3 cm (13.5 インチ)
奥行き	61.0 cm (24.0 インチ)
重量	14.5 kg (32.0 ポンド)

B.2 使用環境仕様

以下の表は、2998 PDA 検出器の使用環境仕様の一覧です。


表 B-2: 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
騒音 (装置生成)	≤58 dBA

B.3 電氣的仕様

以下の表は、2998 PDA 検出器の電氣的仕様の一覧です。

表 B-3: 電氣的仕様

属性	仕様
保護クラス ^a	クラス I
過電圧カテゴリー ^b	II
汚染レベル ^c	2
湿気防止 ^d	標準 (IPXO)
 線間電圧、公称	接地された AC
AC 線間電圧	100 Vac~240 Vac、標準
周波数	50 ~ 60 Hz
ヒューズ	ヒューズ 2 個： 100 ~ 240 Vac、50 ~ 60 Hz F 3.15 A、250-V 高速ブロー、5x20 mm (IEC)
消費電力	195 VA、標準

- a. **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。
- b. **過電圧カテゴリー 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。
- c. **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。
- d. **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

以下の表は、2998 PDA 検出器のパフォーマンス仕様の一覧です。

表 B-4: パフォーマンス仕様

属性	仕様
波長範囲	190 ~ 800 nm
バンド幅	1.2 nm
フォトダイオード	512
デジタル解像度	1.2 nm/ピクセル
波長正確度	±1.0 nm（特許取得済みのエルビウム ^a フィルター経由）
波長再現性	±0.1 nm
デジタルフィルター	サンプリングレートにより可変

表 B-4: パフォーマンス仕様 (続き)

属性	仕様
2次フィルター	371 nm ~ 800 nm で固定
ベースラインノイズ、UV (ドライセル) ^b	$\leq 10 \times 10^{-6}$ AU、ピーク対ピーク フィルター = 1 秒、30 秒セグメント 波長 = 254 nm バンド幅 = 3.6 nm (3 ピクセルバンチ) フローセル = ドライ分析用、10 mm サンプリングレート = 2 ポイント/秒
ベースラインノイズ、UV (ウェット ^c) ^b	$\leq 10 \times 10^{-6}$ AU、ピーク対ピーク フィルター = 1 秒、30 秒セグメント 波長 = 254 nm バンド幅 = 3.6 nm (3 ピクセルバンチ) フローセル = 分析用、10 mm サンプリングレート = 2 ポイント/秒 流量 = 0.5 mL/分 溶媒 = 水/アセトニトリル (90:10)
ドリフト、UV (ドライセル) ^b	$\leq 1.0 \times 10^{-3}$ AU/時 フィルター = 1 秒、30 秒セグメント 波長 = 254 nm バンド幅 = 3.6 nm (3 ピクセルバンチ) ウォームアップ時間 = 60 分 使用環境の安定性 = ± 2 °C/時 フローセル = ドライ分析用、10 mm サンプリングレート = 2 ポイント/秒
直線性 ^b	2.0 AU で < 5%、プロピルパラベン系列、257 nm、分析フローセル
サンプリングレート	1、2、5、10、20、40、および 80 Hz

a. 米国特許番号 6,423,249 および 6,783,705

b. その他報告された逸脱は ASTM 1657-98 に従う。

c. 230 nm での酸素の影響を最小限に抑えるため、ウェットテストには 90:10 水 / アセトニトリル溶液を使用してください。適切な溶媒コンディショニングを施した場合は、90:10 水 / メタノール溶液で代用することもできます。

B.5 光学系部品の仕様

以下の表は、2998 PDA 検出器の光学系部品仕様の一覧です。

表 B-5: 光学系部品の仕様

属性	仕様
光源	重水素アークランプ、2000 時間または 1 年間保証（先に到達した方）、フロントアクセス可能
フローセルの設計	TaperSlit™ ^a
窒素パージ	シャーシ背面にあるパージフィッティングに接続
光路長	10 mm（分析フローセル）
セル容量	8.4 µL（分析フローセル）
圧力限界	6895 kPa (69 bar、1000 psi)
接液面の材料	<ul style="list-style-type: none"> 標準：316 ステンレススチール、フルオロポリマー、熔融シリカ、PEEK™ ACQUITY Arc® Bio：フルオロポリマー、熔融シリカ、MP35N、PEEK、チタン

a. 米国特許番号 5,883,721

B.6 フローセルの仕様

以下の表は、2998 PDA 検出器のフローセル仕様の一覧です。ACQUITY Arc システムでは、低分散分析用フローセルが標準装備です。ACQUITY Arc Bio システムでは、不活性の、低分散分析用フローセルが標準装備です。Alliance® HPLC システムでは、分析用フローセルが標準装備であり、自動精製、マイクロポア、およびセミ分取用のオプションのフローセルがあります。

表 B-6: 2998 PDA 検出器のフローセル仕様

説明	容量 (µL)	光路長 (mm)	チューブ内径 (インチ)		定格圧力 (kPa/bar/psi)
			インレット	アウトレット	
分析用	8.4	10	0.010	0.010	6895/69/1000
低分散分析用	8.4	10	0.005	0.005	6895/69/1000
不活性、低分散分析	8.4	10	0.005	0.005	6895/69/1000
自動精製 • 分析用 • 分取用	12.3	0.5	0.010 0.040	0.040	13,790/138/2000

表 B-6: 2998 PDA 検出器のフローセル仕様 (続き)

説明	容量 (μL)	光路長 (mm)	チューブ内径 (インチ)		定格圧力 (kPa/bar/psi)
			インレット	アウトレット	
マイクロボア	2.7	8.0	0.005	0.005	6895/69/1000
セミ分取用	16.3	3.0	0.020	0.020	6895/69/1000
キュベット	該当なし	10.0	該当なし	該当なし	該当なし

C

溶媒取り扱い時の注意

この付録には、2998PDA 検出器の操作および保守の際に考慮すべき溶媒の取り扱い時の注意が、記載されています。



警告：薬品による危険性を回避するため、システムを操作する際は、優良試験所基準 (GLP) を必ず遵守してください。

C.1 はじめに

C.1.1 清浄な溶媒

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

汚れた溶媒は、ベースラインのノイズとドリフトの原因になることがあります。溶媒フィルターが粒子状物質で目詰まりする可能性もあります。

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。溶媒は使用前に、0.45 μm フィルターを用いてろ過して下さい。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離度を得るために、以下のガイドラインに従って溶媒を調製してください。

- 0.45 μm のフィルターで溶媒のろ過を行う。
- 溶媒を脱気および/またはスパージする。
- 必要に応じて、バッファーおよび混合移動相を攪拌する。
- ドラフトの近くや衝撃のある場所に置かないようにする。

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。水システムでろ過された水が供給されない場合は、使用前に 0.45 μm メンブランフィルターでろ過してください。

C.1.5 バッファーの使用

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

安定剤を含まないテトラヒドロフランを用いる場合は、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。開封済みのテトラヒドロフランには汚染物質として過酸化物が含まれるため、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、高濃度化または乾固すると爆発する危険性があります。

C.2 溶媒の混和性

溶媒を交換する際には、事前に下記の表を参照して、使用する溶媒の混和性を確認してください。溶媒の変更時には、次の混和性の原則に注意してください。

- 混和性がある 2 つの溶媒間で変更する場合は、そのまま変更できますが、混和性のない 2 つの溶媒間で変更する場合（クロロホルムから水への変更など）は、イソプロパノールなどの中間溶媒が必要です。
- 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、蒸留水を用いてシステムからバッファーを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	塩化メチレン	0.44	39.8	20	245
3.7	塩化エチレン	0.79	83.5	20	--
3.9	ブチルアルコール	3.00	117.7	---	--
3.9	ブタノール	3.01	177.7	15	--
4.2	テトラヒドロフラン	0.55	66.0	17	220
4.3	酢酸エチル	0.47	77.1	19	260
4.3	1-プロパノール	2.30	97.2	15	210
4.3	2-プロパノール	2.35	117.7	15	---
4.4	酢酸メチル	0.45	56.3	15, 17	260
4.5	メチルエチルケトン	0.43	80.0	17	330
4.5	シクロヘキサノン	2.24	155.7	28	210
4.5	ニトロベンゼン	2.03	210.8	14, 20	--
4.6	ベンゾニトリル	1.22	191.1	15, 19	--
4.8	ジオキサソ	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	190
6.2	酢酸	1.26	117.9	14	--
6.4	ジメチルホルムアミド	0.90	153.0	12	--
6.5	ジメチルスルホキシド	2.24	189.0	9	--
6.6	メタノール	0.60	64.7	12	210
7.3	ホルムアミド	3.76	210.5	3	--
9.0	水	1.00	100.0	--	--

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 (86 ページを参照)。

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、15 °C の条件下で、任意の比率で混和できます。
- 差が 16 の場合、25 °C ~ 75 °C が臨界共溶温度で、50 °C が最適温度です。
- 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、親油性の度合いが両極端にある溶媒に対して、不親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 数は 0 と 32 です。また 2 つの M 番号を持つ液体同士は、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、0.45 µm フィルターでろ過します。

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。液体が通過する部分すべてを HPLC グレードの水で洗浄してから、システムを停止してください。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% HPLC グレードの水と 10% メタノールの混合溶液で洗浄してください)。スパージシステムの場合には最低 15 mL、インラインデガッサー等脱気装置では最低 45 mL を使用します。


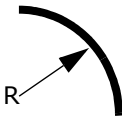
C.4 溶媒ボトルの位置

溶媒リザーバーは 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)。

C.5 チューブの最小曲げ半径

チューブを曲げる場合は、下表を参考にしてください。チューブの曲げ半径は、示されている値以上でなければなりません。スケールは 1:1 であるため、図をテンプレートとして使用できます。

図 C-1: ステンレススチールチューブの最小曲げ半径

チューブサイズ (OD)	最小半径
1/16 インチ以下のチューブ	1/4 インチ 
1/8 インチチューブ	1/2 インチ 

C.6 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、チャート出力端子を使用して分析中の圧力を監視してください。

C.7 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 未満の波長では、脱気済みの溶媒を使用することが重要です。

脱気により以下のような効果が得られます。

- 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

C.7.1 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

組成、温度、または移動相にかかる圧力の変化によって脱気される場合があります。

C.7.1.1 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.7.1.2 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.7.1.3 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、溶解する気体の量も減少します。

C.8 溶媒の脱気方法

このセクションでは、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.8.1 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こと、または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.8.2 真空脱気

インラインバキュームデガッサーはヘンリーの法則に従って、溶媒から溶存気体を除去します。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部の気相におけるそのガスの分圧に比例することになります。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.8.3 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。溶存ガスを迅速に除去するために、以下の点に注意してください。

C.8.3.1 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、大気中のガスの再吸収が防止されます。この方法を使用すると、テトラヒドロフランやその他の過酸化物を生成する溶媒では、酸化が抑制されます。

C.8.3.2 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、バキューム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個以上のバキュームチャンバーを直列に接続します。

C.9 波長の選択

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.9.1 一般的な溶媒に対する UV カットオフ

下表は、一部の一般的なクロマトグラフィー溶媒の UV カットオフ値（溶媒の吸光度が 1 AU と等しくなる波長）をまとめたものです。カットオフの近傍またはカットオフより低い波長で計測すると、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
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
クロロフォルム	245	塩化メチレン	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.9.2 混合移動相

下表では、その他の溶媒、バッファー、界面活性剤、移動相でのカットオフ波長の近似値を示しています。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。他の濃度の吸光度を使用する場合は、吸光度は濃度に比例するため、ベールの法則を用いて近似値を算定してください。

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
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	

C.9.3 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。

下表は、一般的な発色団と、該当する検出波長 (λ_{\max})、各グループのモル吸光率 (ϵ_{\max}) をまとめたものです。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。特定の分析での最適な波長を求めるために、波長範囲のスキャンが必要な場合があります。

表 C-4: 発色団の検出のための波長範囲 *

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		
アジド	>C=N—	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		
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		
ニトリル	—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(ショルダール)	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		

表 C-4: 発色団の検出のための波長範囲 (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		

*Willard, H. H. など著。Instrumental Methods of Analysis, 6th ed. Litton Educational Publishing, Inc., 1981. Wadsworth Publishing Co., Belmont, California, 94002 の許可により転載。

C.9.4 移動相の吸光度

ここでは、よく使用される移動相について、各種の波長に対する吸光度を一覧で示します。ベースラインノイズを抑制するには、十分考慮した上で移動相を選択する必要があります。

最適な移動相とは、測定に用いる波長に対して透明なものです。そのような移動相を使用すると、すべての吸光度はサンプルの物性のみ起因したものとなります。また移動相の吸光度の影響として、「オートゼロ」機能で排除される吸光度の量だけ、検出器のダイナミックレンジの直線性も低下します。吸光度には、移動相の波長、pH、濃度が関与します。下記の表は、各種の移動相の値を例示したものです。

ヒント: 下表の吸光度は、10 mm の光路長に基づいています。

表 C-5: 空気または水に対して測定した移動相の吸光度

	特定の波長 (nm) における吸光度									
	200	205	210	215	220	230	240	250	260	280
溶媒										
アセトニトリル	0.05	0.03	0.02	0.01	0.01	<0.01	—	—	—	—
メタノール (未脱気)	2.06	1.00	0.53	0.37	0.24	0.11	0.05	0.02	<0.01	—
メタノール (脱気済み)	1.91	0.76	0.35	0.21	0.15	0.06	0.02	<0.01	—	—
イソプロパノール	1.80	0.68	0.34	0.24	0.19	0.08	0.04	0.03	0.02	0.02
安定剤を含まないテトラヒドロフラン (THF) 新品	2.44	2.57	2.31	1.80	1.54	0.94	0.42	0.21	0.09	0.05

表 C-5: 空気または水に対して測定した移動相の吸光度 (続き)

	特定の波長 (nm) における吸光度										
	200	205	210	215	220	230	240	250	260	280	
安定剤を含まないテトラヒドロフラン (THF) 開封済	>2.5	>2.5	>2.5	>2.5	>2.5	>2.5	>2.5	>2.5	>2.5	2.5	1.45
酸および塩基											
酢酸、1%	2.61	2.63	2.61	2.43	2.17	0.87	0.14	0.01	<0.01	—	
塩化水素(塩酸)、0.1%	0.11	0.02	<0.01	—	—	—	—	—	—	—	
リン酸、0.1%	<0.01	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
トリフルオロ酢酸	1.20	0.78	0.54	0.34	0.22	0.06	<0.02	<0.01	—	—	
リン酸二アンモニウム、50 mM	1.85	0.67	0.15	0.02	<0.01	—	—	—	—	—	
トリエチルアミン、1%	2.33	2.42	2.50	2.45	2.37	1.96	0.50	0.12	0.04	<0.01	
バッファーおよび塩											
酢酸アンモニウム、10 mM	1.88	0.94	0.53	0.29	0.15	0.02	<0.01	—	—	—	
重炭酸アンモニウム、10 mM	0.41	0.10	0.01	<0.01	—	—	—	—	—	—	
EDTA、二ナトリウム、1 mM	0.11	0.07	0.06	0.04	0.03	0.03	0.02	0.02	0.02	0.02	
HEPES、10 mM、pH 7.6	2.45	2.50	2.37	2.08	1.50	0.29	0.03	<0.01	—	—	
MES、10 mM、pH 6.0	2.42	2.38	1.89	0.90	0.45	0.06	<0.01	—	—	—	
リン酸カリウム、一塩基 (KH ₂ PO ₄)、10 mM	0.03	<0.01	—	—	—	—	—	—	—	—	
リン酸カリウム、二塩基、(K ₂ HPO ₄)、10 mM	0.53	0.16	0.05	0.01	<0.01	—	—	—	—	—	
酢酸ナトリウム、10 mM	1.85	0.96	0.52	0.30	0.15	0.03	<0.01	—	—	—	
塩化ナトリウム、1 M	2.00	1.67	0.40	0.10	<0.01	—	—	—	—	—	

表 C-5: 空気または水に対して測定した移動相の吸光度 (続き)

	特定の波長 (nm) における吸光度									
	200	205	210	215	220	230	240	250	260	280
クエン酸 ナトリウム、 10 mM	2.48	2.84	2.31	2.02	1.49	0.54	0.12	0.03	0.02	0.01
ギ酸ナトリウム、 10 mM	1.00	0.73	0.53	0.33	0.20	0.03	<0.01	—	—	—
リン酸 ナトリウム、 100 mM、pH 6.8	1.99	0.75	0.19	0.06	0.02	0.01	0.01	0.01	0.01	<0.01
トリス HCl、 20 mM、pH 7.0	1.40	0.77	0.28	0.10	0.04	<0.01	—	—	—	—
トリス HCl、 20 mM、pH 8.0	1.80	1.90	1.11	0.43	0.13	<0.01	—	—	—	—
Waters® PIC® 試薬										
PIC A、 1 バイアル/L	0.67	0.29	0.13	0.05	0.03	0.02	0.02	0.02	0.02	<0.01
PIC B6、 1 バイアル/L	2.46	2.50	2.42	2.25	1.83	0.63	0.07	<0.01	—	—
PIC B6、低 UV、 1 バイアル/L	0.01	<0.01	—	—	—	—	—	—	—	—
PIC D4、 1 バイアル/L	0.03	0.03	0.03	0.03	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.01
界面活性剤										
BRIJ 35、1%	0.06	0.03	0.02	0.02	0.02	0.01	<0.01	—	—	—
CHAPS、0.1%	2.40	2.32	1.48	0.80	0.40	0.08	0.04	0.02	0.02	0.01
SDS、0.1%	0.02	0.01	<0.01	—	—	—	—	—	—	—
Triton® X-100、0.1%	2.48	2.50	2.43	2.42	2.37	2.37	0.50	0.25	0.67	1.42
TWEEN™ 20、 0.1%	0.21	0.14	0.11	0.10	0.09	0.06	0.05	0.04	0.04	0.03

