

ACQUITY UPLC エバポレイティブ 光散乱検出器 入門ガイド

71500109303_JA / リビジョン D

Waters

THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™

Copyright © Waters Corporation 2007–2014
All rights reserved

おことわり

© 2007–2014 WATERS CORPORATION. 米国およびアイルランドにて印刷。著作権保有。発行者の文書による許諾がない限り、いかなる形でも本書の全部または一部を複製することはできません。

本書の内容は予告なしに変更される場合があります。また、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、発行時点においては完全で正確なものと確信しております。本書の使用に関連して、または本書の使用結果として発生する偶発的または結果的な損害に対して、弊社は責任を負いません。

商標

ACQUITY UPLC および Waters は Waters Corporation の登録商標です。Empower および MassLynx は Waters Corporation の商標です。

Afrin は Schering-Plough HealthCare Products, Inc. の登録商標です。

Teflon は、E.I DuPont de Nemours & Company の登録商標です。

TORX は、Textron Inc. の登録商標です。

Visine L.R. は Johnson & Johnson の登録商標です。

他のすべての登録商標または商標は、商標所有の各社に所有権があります。

お客様のご意見について

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

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



ウォーターズへのお問い合わせ

Waters® 製品へのご要望、使用、輸送、取り外し、または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

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

安全に関する注意事項

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

メソッドを開発する場合は、"Protocol for the Adoption of Analytical Methods in the Clinical Chemistry Laboratory"、(*American Journal of Medical Technology*, 44、1、30-37 (1978)) に従ってください。このプロトコルには、システムおよびメソッドの性能を検証するために必要な操作手順および技法が記載されています。






安全勧告

総合的な警告および注意の一覧については、[付録 A](#) を参照してください。

本装置の操作

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。

適用記号

記号	定義
	EC (欧州共同体) の正式代表者
	製造された製品が、該当するすべての欧州共同体指令に準拠していることが確認されています。
 ABN 49 065 444 751	オーストラリアの C-Tick EMC 規格
	製造された製品が、該当するすべての米国およびカナダの安全要求事項に準拠していることが確認されています。
	本製品は、CAN/CSA-C22.2 No. 61010-1、修正 1 を含む第 2 版か、同レベルのテスト要件を取り入れた同じ基準の以降のバージョンの要件についてテストされています。

対象読者および目的

本書は、ACQUITY UPLC[®] エバポレイティブ散乱 (ELS) 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。

ACQUITY UPLC ELS 検出器の使用目的

Waters では、多くの化合物を分析できるように ACQUITY UPLC ELS 検出器を設計しました。

キャリブレーション

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

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

品質管理

化合物の濃度が通常値よりも低いレベル、通常濃度、および通常よりも高いレベルの 3 つの品質管理 (QC) サンプルを定期的に分析してください。QC サンプル結果が許容範囲内であることを確認し、毎日、分析毎に精度を評価してください。QC サンプルが範囲外の場合に収集されたデータは無効な場合があります。装置が満足に機能していることを確認するまで、これらのデータをレポートしないでください。

ISM 分類

ISM 分類 : ISM グループ 1、クラス B

この分類は、CISPR 11 工業・科学・医療用 (ISM) 機器の要件に従って指定されています。グループ 1 の製品分類は、その機器の動作に必要な伝導的に結合された無線周波数エネルギーを生成するか、使用する製品に適用されます。クラス B の製品は、商業地域と住宅地域の両方での使用に適した製品で、低電圧電力網に直接接続できます。

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 (Quality manager)

目次

おことわり	ii
商標	ii
お客様のご意見について	iii
ウォーターズへのお問い合わせ	iv
安全に関する注意事項	iv
本装置の操作	v
ISM 分類	vi
EC の認定代理人	vii
1 ACQUITY UPLC ELS 検出器の光学原理	1-1
エバポレイティブ光散乱検出の原理	1-2
概要	1-2
検出器の機能	1-2
ELS 検出の過程	1-2
検出	1-4
ELS 検出での制限	1-6
検出器の説明	1-7
シグナル処理とノイズの計算	1-8
光電子増倍管 (PMT) のキャリブレーション	1-8
ノイズのフィルタリング	1-8
電子回路とデータ取り込み	1-8
ネブライザー	1-9
光学系	1-9
温度管理	1-10
起動時の診断	1-11
ランプエネルギーと性能	1-11
ACQUITY UPLC コンソール	1-12
背面パネル	1-14
参考文献	1-15
2 検出器の設定	2-1
はじめに	2-2

検出器の設置	2-3
ガス供給接続	2-5
ネブライザーアセンブリの設置	2-6
廃液システムへ接続	2-8
ドラフトチャンバーへの排気ホースの接続	2-8
閉じた廃液システムのサイフォン廃液へ接続	2-12
複数検出器の廃液トレイの設置	2-14
ネブライザーへの噴霧ガスの接続	2-16
検出器へのカラムの接続	2-16
2 番目の検出器の接続	2-16
Ethernet 接続	2-17
I/O シグナルコネクタ	2-17
電源への接続	2-19
3 検出器の準備	3-1
検出器の起動	3-2
検出器 LED のモニター	3-2
検出器のコントロールパネル	3-3
分析のためのセットアップ	3-5
重要なパラメータ	3-5
標準 UPLC 設定	3-7
ドリフトチューブの温度の設定	3-7
ネブライザーのパラメータ設定	3-9
PMT ゲインファクタを設定する	3-11
ガス圧力を設定する	3-12
送液停止出力スイッチ	3-13
ランプ寿命を長持ちさせるために	3-14
クロマトグラフィー条件の変更	3-15
検出器のシャットダウン	3-15
4 分析の実行	4-1
分析の準備	4-2
テストメソッドの作成	4-2

5 検出器のメンテナンス	5-1
ウォーターズテクニカルサービスへの連絡	5-2
メンテナンス時の注意事項	5-3
安全と警告への対応	5-3
基本的な操作手順	5-3
リークセンサーのメンテナンス	5-4
検出器のリークセンサーエラーの解消法	5-4
検出器のリークセンサーの交換	5-8
流路のクリーニング	5-10
ランプカートリッジの交換	5-10
必要な器材	5-10
ネブライザーの交換	5-14
必要な器材	5-14
超音波洗浄によるネブライザーのクリーニング	5-17
ドリフトチューブのクリーニング	5-20
蒸気トラップのメンテナンス	5-21
ノイズとドリフトのテスト	5-21
ヒューズの交換	5-22
装置外部のクリーニング	5-23
トラブルシューティング	5-23
6 検出の最適化と溶媒の調製	6-1
検出器性能の最適化	6-2
移動相の最適化	6-2
サンプルの前処理	6-2
カラムの取り扱い	6-2
溶媒の選択	6-3
最適な条件で分析するために	6-4
ネブライザーのガス圧力	6-4
ネブライザー温度	6-5
ドリフトチューブ温度	6-5
最適な温度の選択	6-5

A	安全に関する勧告	A-1
	警告記号	A-2
	作業固有の危険性に関する警告	A-2
	具体的な警告	A-3
	注意記号	A-4
	Waters 製品全般に適用される警告	A-5
	電气的取扱記号	A-6
	電气的記号	A-6
	取扱記号	A-7
B	仕様	B-1
	ACQUITY UPLC ELS 検出器の仕様	B-1
	索引	索引 -1

1

ACQUITY UPLC ELS 検出器の光学原理

検出器のオペレーティングソフトウェア（Empower™ または MassLynx™）を効果的に使用するには、検出器の光学および電子工学的な動作の基礎的原理を理解する必要があります。

内容：

トピック	ページ
エバポレイティブ光散乱検出の原理	1-2
検出器の説明	1-7
参考文献	1-15

エバポレイティブ光散乱検出の原理

概要

エバポレイティブ光散乱 (ELS) 検出では、液体クロマトグラフィー (LC) システムの溶出液フローが噴霧され、結果として生じる液滴をガスの流れに飛沫同伴します。その後、液滴の移動相は蒸発します。試料の揮発性が移動相よりも低い場合、試料は「乾燥」した溶質粒子としてガス流に残り、ELS 検出器へ運ばれます。検出器へ到達すると、粒子は光線を散乱します。散乱された光線の量が測定されます。この値は、溶出物の濃度と関連します。

検出器の機能

超高速液体クロマトグラフィー (UPLC[®]) 用に設計されていますが、ACQUITY UPLC[®] ELS 検出器は事実上、フローインジェクション分析を含むクロマトグラフィーの全てのモードに適合します。ELS は、その分析条件において、移動相と比較して十分不揮発性である化合物なら、あらゆる化合物を検出できます。ELS 検出のアプリケーションには、低分子化合物のコンビナトリアルライブラリ、天然抽出物とライブラリ、食品、および関連物質などが含まれます。UV/Vis にほとんど応答せず、質量分析できるほどイオン化しない化合物を検出する場合、ELS 検出器は、UPLC が糖、抗生物質、抗ウイルス剤、生体分子、および天然物を分析するのを補います。サンプルの純度または複雑度を明らかにするための定性分析ツールとして ELS 検出を適用し、質量分析計および吸光度検出器を含むシステム内で使用できます。本ガイドの後半で説明する、検量線プロットを行うことによって定量分析を行うことも可能です。ただし、ELS 検出器の応答は非線形なため、検量線は直線にはなりません。

ELS 検出は、様々な移動相および添加剤を使用した、アイソクラティックまたはグラジェント溶出で性能を発揮します。Waters は、質量分析計と適合する移動相を調製して使用することを推奨しています。ELS 検出器は屈折計 (RI 検出器) に比べて移動相組成の変化や温度変動の影響を受けにくいにも関わらず、同等の応答能を持っています。

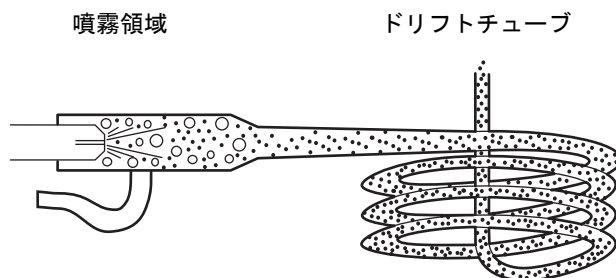
ELS 検出の過程

ELS 検出器は、噴霧領域、脱溶媒領域、検出領域の 3 つの領域から成り立ちます。すべての ELS 検出器では、クロマトグラフィーの溶出液が噴霧され、移動相が蒸発し、分析対象物だけから成る乾燥した溶質粒子が散乱チャンバーに送られ、散乱されるように、これらの 3 つの領域が適切な位置に配置されています。

低温度での噴霧

検出器の噴霧領域では、クロマトグラフィーの溶出液が細かいエアロゾルに変化します。同心チューブまたはフロー型ネブライザーでは、クロマトグラフィーの溶出液をキャリアガス（通常は窒素）と混合させ、エアロゾルを形成する一連の液滴にし、細いオリフィスドリフトチューブへ送ります。

噴霧領域およびドリフトチューブ



同心フローネブライザーでは、クロマトグラフィーの溶出液流量に対して、キャリアガスフローをコントロールできます。ガスフローが高いと液滴が小さくなり、溶媒の蒸発に必要な加熱が少なくて済みます。反対に、ガスフローが低いと液滴が大きくなり、溶媒を蒸発させるにはさらに加熱が必要です。

脱溶媒

蒸発領域では、移動相が蒸発して濃縮され、乾燥した溶質粒子がドリフトチューブの中に残ります。

ネブライザー内に存在するエアロゾルはドリフトチューブを通過するにつれて、粒子が小さくなっていきます。乾燥してエアロゾル化した溶質粒子は、キャリアガスによって装置の検出領域に押し流されます。

移動相の蒸発はキャリアガスの時間、温度、圧力の関数として表すことができます。そのため、容易かつ速やかに蒸発および脱溶媒される UPLC 移動相を使用することが重要になります。低沸点、低粘性の溶媒が最適です。UPLC 移動相としてよく使用される溶媒には、水、アセトニトリル、メタノール、およびエタノールがあります。高粘度/高沸点の溶媒は、検出段階に至るまでに溶質分子または化学種と完全に分離できない場合があります。また、バックグラウンドノイズの原因になったり、試料のシグナルレスポンスの低下につながり、感度（キャリブレーションプロットの傾き）が低くなったり、微量検出限界 (LOD) が高くなる原因になります。蒸発した UPLC 溶媒は凝縮され、推奨される溶媒トラップおよび排気の経路に捕集されます。ほとんどの蒸気は捕集されますが、少量の物質が残り、残存溶媒が研究室内に排出されないように、排気フードに排出してください。

検出

分析対象物の粒子が検出領域に入ると、光線が粒子に衝突します。当たった光は散乱し、光電子増倍管 (PMT) に集光されます。光電子増倍管では散乱光の強度が測定されます。

試料の粒子のサイズ (直径) によってどのように光が散乱するかが決まります。検出器では、偏光の影響と迷光を最小限に抑えるため、散乱光の強さを励起光に対して 60° の位置で測定します。粒子サイズが異なると、散乱光の角度分布が異なります。そして、サイズおよび形の異なる粒子は、光散乱の断面積も異なります。一般に粒子が大きいほど、より多くの光を散乱させ、より強いシグナルとピークレスポンスが得られます。

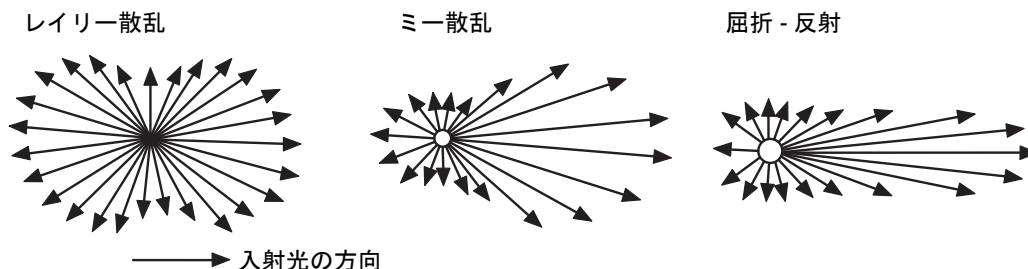
光電子増倍管 (PMT) では、散乱光シグナルが、記録および解析が可能な電圧に変換されます。散乱が強いほど、ELS 検出クロマトグラムでの最終的なシグナルは、強く現れます。この散乱光量は、クロマトグラフィピークによって表される物質の大まかな質量を表します。この「質量」応答は、ある程度まで、化合物に依存しない値と言えます。ただし、質量応答には多くの因子 (とりわけ、小さな乾燥粒子状の分析対象物の密度) が影響します。ポップコーンに例えた場合、はじけたとうもろこしの密度は、はじける前のとうもろこしの粒の密度よりも低くなります。そしてはじけて大きくなった粒子は、より多くの光を散乱させます。つまり、ELS 検出器で生成する粒子の大きさは試料の分子量に直接関係せず、散乱光の強度も分子量とは直接の関係はありません。あくまでも散乱光の強度を決定するのは生成する乾燥粒子の大きさです。

光散乱の種類

光散乱には、以下の 3 つの様式が考えられます。

- ・ レイリー散乱
- ・ ミー散乱
- ・ 屈折 - 反射

光散乱の方向



平均液滴直径 D_0 を生成するネブライザーの場合、生成される乾燥試料粒子の平均直径は以下の式で求められます。

$$D = D_0(c/p)^{1/3} \quad \text{ここで}$$

D_0 = 平均液滴直径

c = 分析対象物濃度

p = 乾燥分析対象物粒子の密度

どのような分析対象物のピークであっても、ELS 検出器のレスポンスは 3 つの光散乱パターンの中のいずれかになります。光散乱の種類は光と相互作用する粒子サイズに依存します。入射波長 λ に対する粒子直径 D の比または $\frac{D}{\lambda}$ は、どの種類の光散乱が生じるかを決定します。

- 最も小さな粒子で生じるレイリー散乱では、 $\frac{D}{\lambda} < 0.1$ となり、粒子による散乱光は D^6 に比例し、散乱シグナルは c^2 に比例します。
- ミー散乱は、 $0.1 < \frac{D}{\lambda} < 1.0$ の粒子の場合に発生します。散乱光は D^4 に比例し、散乱シグナルは $c^{4/3}$ に比例します。
- 屈折 - 反射散乱は、粒子が $\frac{D}{\lambda} > 1.0$ の場合に発生します。散乱光は D^2 に比例し、散乱シグナルは $c^{2/3}$ に比例します。
- クロマトグラフィーのピークがカラムから溶出すると、分析対象物の濃度が変化します。具体的には、カラム効率や注入量、保持時間、および注入したときのサンプル濃度に応じて、濃度がベースラインのゼロ付近から、最大濃度まで変化します。そして濃度は、最大レベルからゼロ付近まで戻ります。濃度が十分高ければ、乾燥分析対象物粒子は大小さまざまなものが生じ、レイリー、ミー、屈折 - 反射の 3 つの散乱様式すべての光散乱が生じることとなります。ELS 検出における検量線プロットが、直線にならないのはこのためです。

ELS 検出での制限

グローバル ELS 検出分離メソッドを実行する場合は、以下の制限を考慮してください。

- ELS 検出では、濃度が広範囲に渡る場合、線形性を欠きます。検出器を分析に使用する場合は、直線、二次、両対数など様々な関数式を検討し、分析対象化合物に「最適」なものを選択する必要があります。予想される濃度範囲に応じて、検量線の適用濃度範囲を検討してください。
- ELS 検出は、破壊法による分析技術で、光散乱粒子を生成するために分析対象物が失われてしまいます。そのため、理想的には、ELS 検出器を検出手続きの最後に使用してください。あるいは、ELS 検出器を他の検出器の上流に配置し、カラム溶出液をスプリット（分流）して、ELS 検出器が LC から独自の分流を受け取るように接続してください。
- 検出器は、すべての粒子に対して同じように応答するため、グレードの低いクロマトグラフィー溶媒など、あらゆる粒子がサンプルシグナルを妨害する可能性があります。この非選択性によって、バックグラウンドノイズの問題が生じる可能性があります。
- 粒子に対する検出器の感度によりノイズが増大し、結果として、移動相の品質の差が大きくなり、任意のメソッドでのシグナル/ノイズ比が悪くなります。さらに、カラムから浸出する固相試料に由来する微粒子が、サンプルフローに影響を与える場合もあります。
- LC 溶出液および装置のキャリアガスをフィルターすることにより、望ましくない粒子のロードを減らすことができます。
- ELS 検出では、移動相と同じような揮発性を持つ化合物は検出できません。分析対象物と移動相が同程度の揮発性の場合、分析対象物を蒸発させずに移動相だけを液滴から蒸発させることが不可能だからです。
- 多くの場合、検出器は、LC 分離におけるグラジエント変化によるベースラインドリフトを最小限にしか感知しないようになっています。しかし、溶媒組成の変更による影響から完全に独立しているとはいえません。なぜなら、溶媒組成の変更は、ネブライザーの液滴を形成する能力および液滴のサイズに影響を与えるためです。

検出器の説明

ピークの検出は以下のようにして行われます。

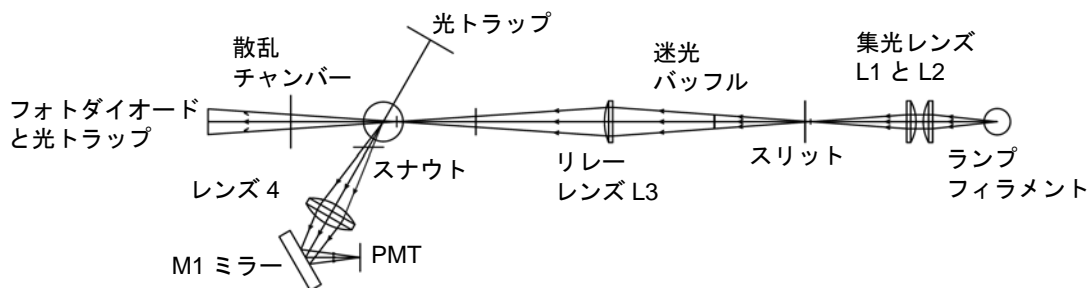
1. カラムからの溶出液がネブライザーへ流れ込むと、安定したガス供給によって溶出液は細かいエアロゾルに変化します。ガスフローと流量を慎重に調節することによって、エアロゾル中での溶出液の液滴の大きさが決まります。



警告: 火災・爆発の危険。移動相に可燃性物質が含まれる場合は、空気をキャリアガスとして使用しないでください。

2. 蒸発用ドリフトチューブ内で溶媒が蒸発し、ガスおよび蒸発した溶媒中に浮かんだ粒子が柱状になって上昇し、光散乱チャンバーの中心に達します。
3. 2つの集光レンズ(L1とL2)が、光源ランプの光を集光し、光はスリットを通ります。

ACQUITY ELS の検出過程 (代表例)



4. レンズ L3 がスリットからの光を散乱チャンバーの中心に送り込みます。スリットとリレーレンズの間のバッフルは、迷光が散乱チャンバーに達するのを最小限にする働きをしています。
5. 入射光に対して 60° の方向で散乱させた光だけが、スナウトと集光レンズ L4 を通ります。スナウトのデザインと位置、2つの光トラップの補助によって、迷光が検出されることを最小限に抑えます。第一の光トラップはフォトダイオードが収められており、ランプ強度の変動をモニタリングすることによって、入射光の迷光の一部を遮断します。第二の光トラップは受光側と反対方向の迷光を最小限に抑えています。
6. 集光レンズが M1 ミラーに光を集光し、光の方向を変えてから、光電子増倍管 (PMT) に光を集めます。
7. PMT は光を電氣的シグナルに変換します。
8. 残っている気化溶媒は排気されます。

シグナル処理とノイズの計算

電源の変動は、検出器出力においてノイズを発生させ、高シグナルレベルでのノイズの主な原因となる場合があります。電源の変動による影響を補正するために、レファレンスシグナルがランプの変動をモニタリングし、この変動からサンプル (PMT) シグナルを補正します。

光電子増倍管 (PMT) のキャリブレーション

装置のフルスケール感度は GAIN 設定によって調節します。GAIN 設定によって、PMT の電圧を上げてレスポンスを増幅することができます。装置のゲインは PMT への高電圧供給を調節することによって行われます。ただし PMT の応答は直線的ではないので、ユニット毎にキャリブレーションを行って、各ゲイン値を得るために必要な電圧設定を決定しておかなくてはなりません。PMT のキャリブレーションは、検出器の組み立て / 調整のあと、および PMT や PC の交換の後には必ず、Waters によって行われます。

ノイズのフィルタリング

ELS の [装置メソッド編集] の [全般] タブで (詳細は、Empower または MassLynx のオンラインヘルプを参照)、取得したデータに対して任意のノイズフィルター (時定数パラメータ) を適用できます。

電子回路とデータ取り込み

検出器の電子回路は、以下のコンポーネントを制御します。

- 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シグナルを集めて処理し、さらにマイクロプロセッサに送り、シグナルのデータ処理を行います。データ処理ではサンプルシグナルとレファレンスシグナルが積分され、A/D 変換が同時に行われます。これにより、2 つのビームに共通するノイズが排除されて、非常にノイズの少ないベースラインが得られることになります。
- コントロールボード – プリアンプボード、キーボード、外部イベントからの入力を受けます。
- CPU ボード – デジタルシグナルプロセッサ、通信ポート、不揮発性 RAM (バッテリーバックアップ)、ファームウェアが格納されているフラッシュ RAM が備わっています。
- Ethernet 通信インターフェース – 検出器と Waters クロマトグラフィーワークステーションの通信を行います。
- ランプパワーサプライ – コントロールボードがタングステンハロゲンランプの動作を安定させます。
- DC パワーサプライ – アナログおよびデジタル回路に電圧供給します。検出器の DC 電源です。

ネブライザー

ネブライザーは、UPLC 性能に合わせて最適化されています。

光学系

検出器の光学系は、以下の 4 つの主要システムで構成されています。

- 発光
- 脱溶媒
- 光散乱チャンバー
- 集光

発光システム

発光システムでは、以下のコンポーネントを使用して、ランプの広帯域の光を光散乱チャンバーに導きます。

- タングステンハロゲンランプ
- エントランスマスク
- 集光レンズの役割を果たす 2 つの凸レンズ (L1 と L2)
- スリット
- バッフル
- 凸リレーレンズ L3

光散乱チャンバー

光散乱チャンバーは、他の検出器のフローセルに相当します。ガスフロー中のサンプルに入射光が当たる場所です。チャンバーは、以下のコンポーネントから構成されます。

- 2 つの光トラップ
- レファレンス用フォトダイオード

チャンバーの壁や光学系の表面に溶媒や分析対象物が凝縮するのを防ぐため、チャンバーは 50 °C (122 °F) に加熱されており変更できません。温度制御のためのサーミスタと過熱防止スイッチがヒーティング回路に組み込まれています。

集光システム

集光システムでは、散乱チャンバーからの散乱光を集光し、光を電気シグナルに変換する光電子増倍管 (PMT) に送ります。以下のコンポーネントから構成されます。

- スナウト
- 両凸面レンズ、L4
- ミラー M1
- PMT

温度管理

溶媒を蒸発させるために、ネブライザーとドリフトチューブは可変コントロールヒーターによって加熱されます。

ネブライザー

このネブライザーヒーターは電力の関数として表すことができ、サンプル溶液を加熱して、ドリフトチューブ内により多くのサンプルを送り込むことができます。電力の関数によってネブライザーヒーター回路で使用する電力を示します。メタノールおよびアセトニトリルなど 100% 有機溶媒の場合、移動相の噴霧過程は吸熱反応になります。この場合、他の溶出液よりも多くの電力を必要とします。Waters はネブライザーを加熱する機能だけでなく、平衡化時間を短くする必要がある場合にネブライザーを冷却する機能を追加しました。

ドリフトチューブ

ドリフトチューブでは、残留溶媒を蒸発させるために、100 °C (212 °F) まで温度設定することが可能です。RTD (抵抗温度検出器) センサーでは、ヒーターコントロールに温度のフィードバックを行い、設定温度を維持することができます。RTD は、ドリフトチューブの終端に置かれています。ここは温度が最も高い位置なので、分析対象物粒子を露出する最も高い温度を正確にフィードバックすることができます。このことは半揮発性の物質の場合、特に重要です。

起動時の診断

検出器の起動時に、さまざまな電子装置やコンポーネントの有無が確認されます。自己キャリブレーションを行う装置の場合は、この時に実行されます。起動時の診断には、以下のテストがあります。

- 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 (ファームウェア)
- ランプテスト
- フォトダイオードテスト
- PMT テスト

ランプのシグナルが測定され、それに応じて、ランプエネルギー強度変動を補償するように、正規化定数を調整することができます。これによって検出シグナルのレベルに対するランプエネルギーの強度の影響を最小限に抑えることができます。指定されているヒーターの設定温度とガスフローを除くすべての設定は、検出器の電源をオフにした時点の値が保存されています。

推奨事項: 週に 1 度は電源を切ってからオンにしてランプの劣化を補正することをお勧めします。

ランプエネルギーと性能

従来の ELS 検出器の設計では、装置のシグナル/ノイズ性能は、装置へのランプエネルギーの入力に直接的に比例します。以下の要因は検出器へのランプエネルギーの入力に影響します。

- ランプの寿命とエネルギー効率
- 光学系/フローセルのメンテナンスの不備
- 光学系部品の自然な劣化 (PMT を含む)

光学系コンポーネントは時間と共にゆっくりと劣化します。従来型の ELS 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。しかしながら、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。ランプエネルギーが落ちると、ピークレスポンスも落ちます。ランプ強度が減少すると、ピークレスポンスも減少し、ノイズが増加します。通常の使用の場合、レファレンスエネルギーが、ユーザー設定による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。ランプの有効寿命は、使用するメソッドに固有な、ノイズに対する要求度によって異なります。最終的に、検出器の性能が許容できない状態になれば、ランプの交換が必要です。

推奨事項: ランプを交換する際には、正常時の検出器の状態を調べてください。

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は、単純にレファレンスエネルギーが不十分であるかどうかに基づいて予測します。各ユーザーの分析によって要求される感度は異なります。レファレンスエネルギーだけを確認して性能を評価する場合は、ランプがみな、同じ寿命と同じ劣化パターンを持っていることを前提としています。そのため、ウォーターズでは、検出器をできる限りランプの出力に依存しないで使用できるように設計しています。しかし、結局のところ、検出器の性能はそれぞれのアプリケーションの要求によって異なります。

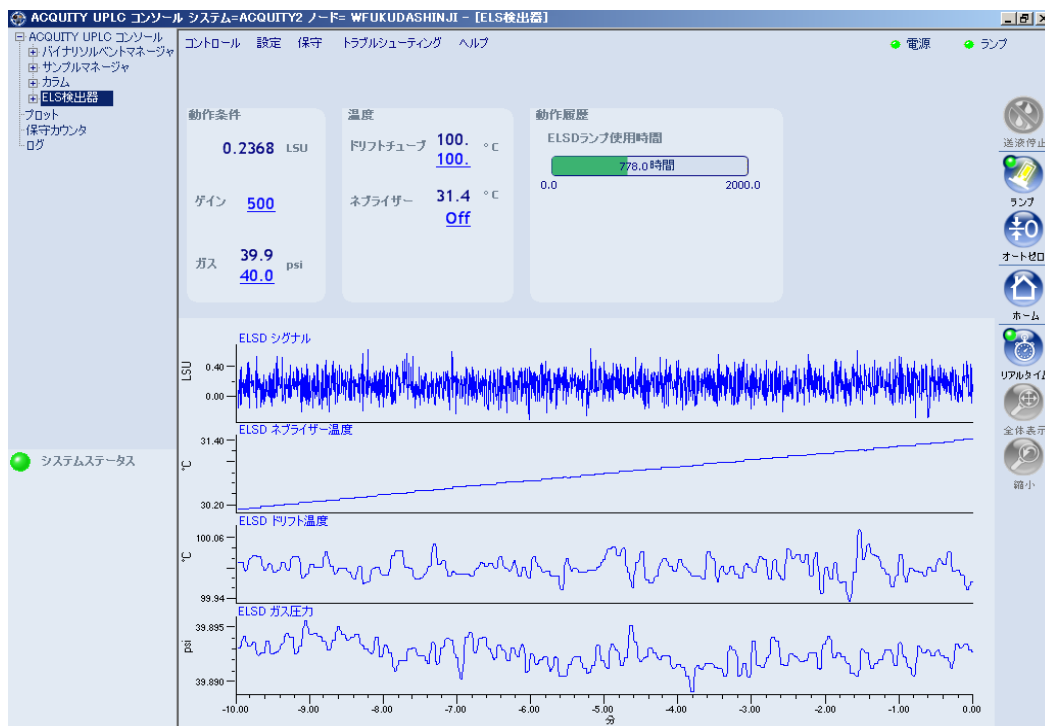
シグナル対ノイズ比の測定は、性能を評価し、許容できる感度限界を設定するのに最適な方法です。ウォーターズでは、**2,000**時間のランプ寿命、または購入日より1年間（どちらか先に達するまで）を保証しています。

ACQUITY UPLC コンソール

ACQUITY UPLC システムコンソールは、設定、パフォーマンスのモニター、診断テストの実行、およびシステムとそのモジュールのメンテナンスを簡単に行うソフトウェアアプリケーションです。このソフトウェアは、従来、システム装置の前面に配置されていたキーパッドと小型の画面表示装置に置き換わるものです。ACQUITY UPLC コンソールは、**Empower** および **MassLynx** からは独立して機能し、データシステムの認識や制御は行いません。

コンソールのインターフェースから、個々の装置やそのコンポーネントのビジュアル表示を迅速に切り替えることができます。また、相互接続を表示したり、トラブルシューティング用の診断ツールを提供したりする、対話式の図も表示できます。詳細については、コンソールのヘルプを参照してください。

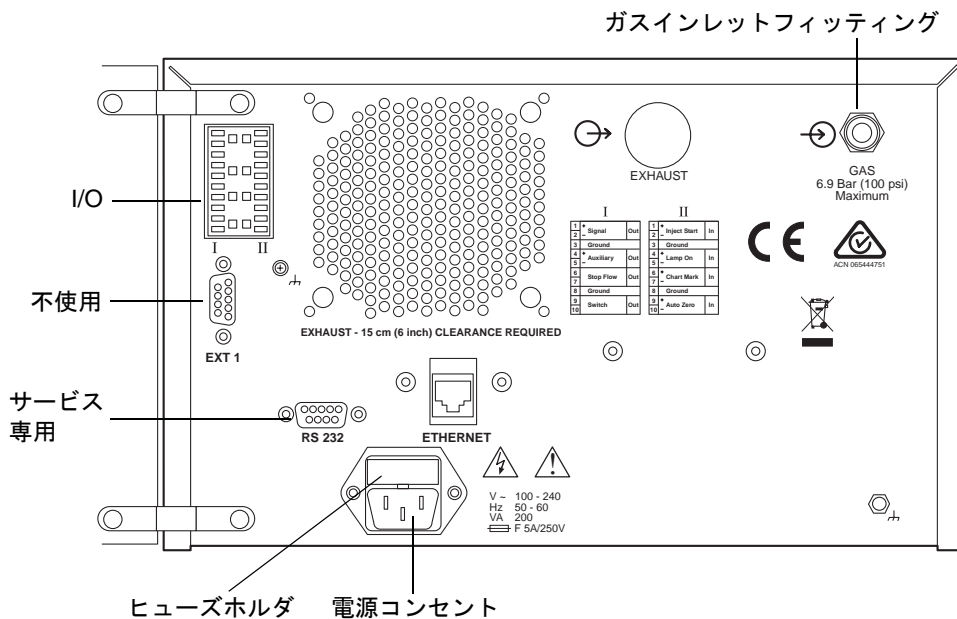
ACQUITY UPLC コンソールウィンドウ



背面パネル

以下の図は、検出器を外部デバイスと接続するためのコネクタの背面パネルにおける位置を示しています。

ACQUITY UPLC ELS 検出器の背面パネル



参考文献

- J.R. Rubinson and K.A. Rubinson, *Contemporary Chemical Analysis*, Simon & Schuster, Prentice-Hall, Inc., New Jersey, 2005, 2nd ed.
- K.A. Rubinson and J.F. Rubinson, *Contemporary Instrumental Analysis*, Simon & Schuster, Prentice-Hall, Inc., New Jersey, 2000.
- G.D. Christian, *Analytical Chemistry, Sixth Edition*, John Wiley & Sons, Inc. New York, 2003.
- C.G. Enke, *The Art and Science of Chemical Analysis*, John Wiley & Sons, Inc., New York, 2004.
- Handbook of Instrumental Techniques for Analytical Chemistry*, Edited by F.A. Settle, Prentice-Hall, Inc. New Jersey, 1997.
- HPLC Methods for Pharmaceutical Analysis*, Edited by G. Lunn and N.R. Schmuff, Wiley-Interscience Publishers, J. Wiley & Sons, New York, 1997. (CD-ROM)
- C.F. Poole and S.K. Poole, *Chromatography Today*, Elsevier Science Ltd., Amsterdam and New York, 1991.
- High Performance Liquid Chromatography*, Edited by P.R. Brown and R.A. Hartwick, Wiley-Interscience, New York, 1989.
- A Century of Separation Science*, Edited by H.J. Issaq, Marcel Dekker, Inc., New York, Chapter 44, pp. 693-709, 2001.
- Detectors for Liquid Chromatography*, Edited by E.S. Yeung, J. Wiley & Sons, New York, 1986.
- B.A. Bidlingmeyer, *Practical HPLC Methodology and Applications*, Wiley-Interscience, New York, 1993
- U.D. Neue, *HPLC Columns, Theory, Technology, and Practice*. Wiley-VCH Publishers, New York, 1997.
- L.R. Snyder, J.J. Kirkland, and J.L. Glajch, *Practical HPLC Method Development, Second Edition*, Wiley-Interscience Publishers, New York, 1997.
- Reaction Detection in Liquid Chromatography*, Edited by I.S. Krull, Marcel Dekker, New York, 1986.
- Liquid Chromatography Detectors*, Edited by T.M. Vickrey, Marcel Dekker, New York, 1983.
- S. Ahuja, *Selectivity and Detectability in HPLC*. J. Wiley-Interscience, New York, 1989.
- R.P.W. Scott, *Liquid Chromatography Detectors*, Elsevier Scientific Ltd., Amsterdam, The Netherlands, 1986, 2nd ed.

HPLC Detection, Newer Methods, Edited by G. Patonay, VCH Publishers, Weinheim, Germany, 1993.

Element-Specific Chromatographic Detection by Atomic Emission Spectroscopy, Edited by P.C. Uden, ACS Symposium Series 179, American Chemical Society, Washington, DC, 1992.

M. Dreux and M. Lafosse, "Evaporative light scattering detection of carbohydrates in HPLC.", Chapter 13, In *Carbohydrate Analysis, High Performance Liquid Chromatography and Capillary Electrophoresis*, Edited by Z. El Rassi, Elsevier Science Ltd., Amsterdam, The Netherlands, 1995.

A. Stolyhwo, H. Colin, and G. Guiochon, "Use of light scattering as a detector principle in liquid chromatography." *J. Chromatogr.*, 265A, 1 (1983).

G. Guiochon, A. Moysan, and C. Holley, "Influence of various parameters on the response factors of the evaporative light scattering detector for a number of non-volatile compounds." *J. Liq. Chromatogr.*, 11 (12), 2547 (1988).

J.A. Koropchak, L.E Magnusson, M. Heybroek, S. Sadain, X. Yang, L.E Magnusson, M. Heybroek, and M.P. Anisimov, "Fundamental aspects of aerosol-based light-scattering detectors for separations." *Advances in Chromatography*, Volume 40, Edited by P.R. Brown, E. Grushka, and Marcel Dekker, Inc., New York, 2000, Chapter 5.

2 検出器の設定

内容：

トピック	ページ
はじめに	2-2
検出器の設置	2-3
ガス供給接続	2-5
ネブライザーアセンブリの設置	2-6
廃液システムへ接続	2-8
ネブライザーへの噴霧ガスの接続	2-16
検出器へのカラムの接続	2-16
2 番目の検出器の接続	2-16
Ethernet 接続	2-17
電源への接続	2-19

はじめに

必要条件: 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している必要があります。

ヒント: このガイドは ACQUITY UPLC システムのマニュアルおよびオンラインヘルプと共に使用します。

検出器を設置する前に、以下のことを確認してください。

- 温風または冷却通風装置の下には設置しないこと
- 必要なコンポーネントが揃っていること
- 出荷時の箱や開梱された製品に損傷がないこと

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

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

輸送中の破損および (あまり良い表現ではないように思います。) についての詳細は、『Waters 使用許諾・保証・サポートサービス』を参照してください。

検出器の設置

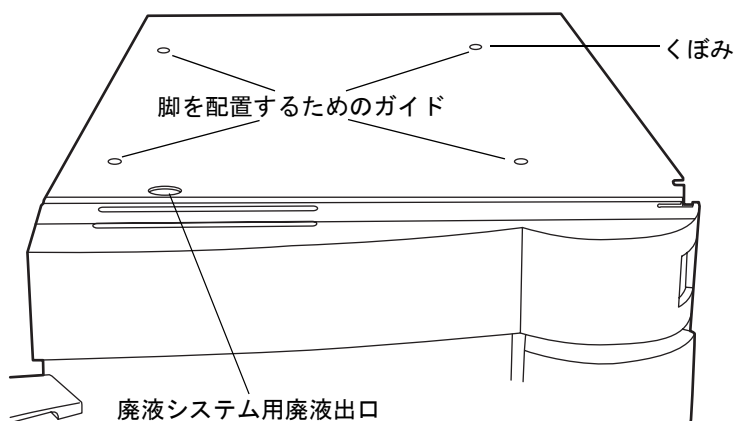
ACQUITY UPLC ELS 検出器の設置方法



警告：一人で検出器を設置する場合にはリフト装置を使用してください。

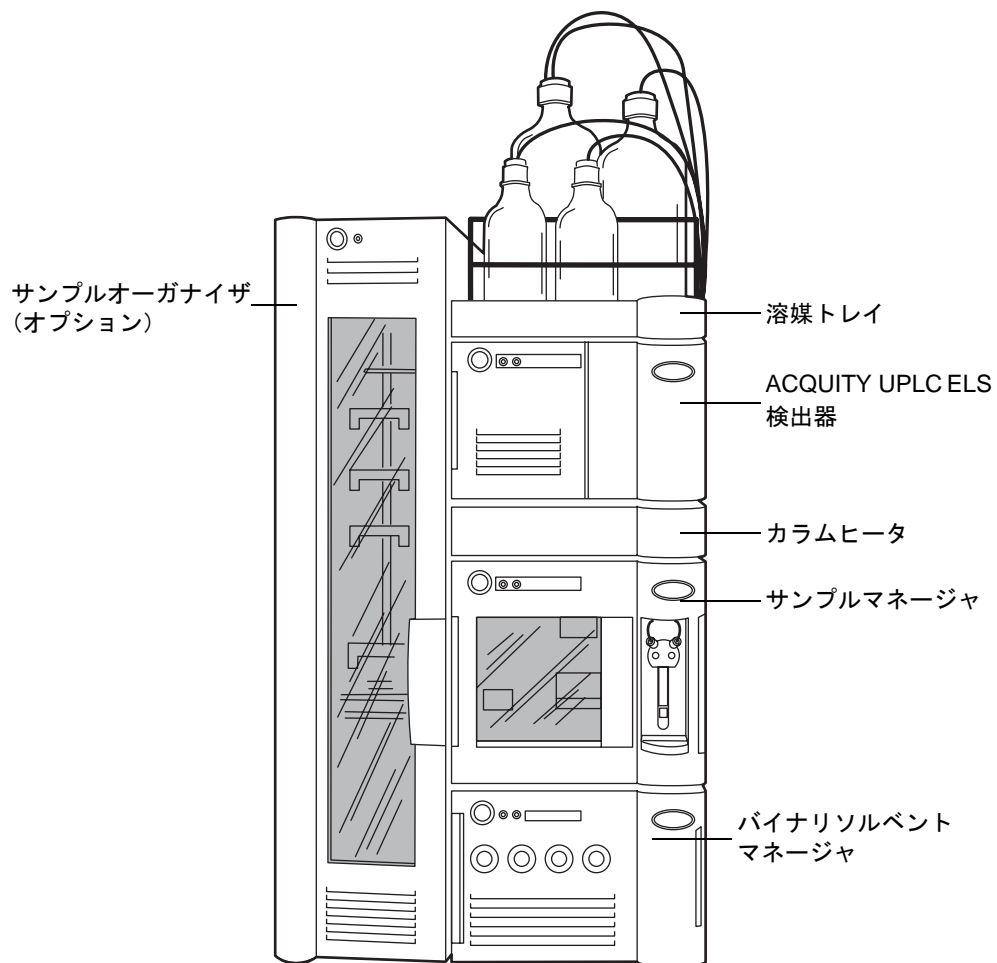
1. カラムマネージャの上部に検出器を置き、カラムマネージャのくぼみに検出器の脚が正しく配置されていることを確認します。これにより、カラムマネージャの左上で廃液出口の上に検出器の廃液トレイが揃います。

廃液システムの正しい配置



2. 検出器の上に溶媒トレイモジュールを置きます。

ACQUITY UPLC システムに取り付けられた ACQUITY UPLC ELS 検出器の例



ガス供給接続

必要条件: 検出器が動作するには、乾燥したオイルフリーのろ過窒素（またはゼログレード、オイルフリー、ろ過エア）が一定供給される（レギュレータで 450 ~ 700 kPa (4.5 ~ 6.9 bar、65 ~ 100 psi)）必要があります。



警告: 可燃性溶媒で発火の可能性があるガスは使用しないでください。常に不活性のガスを使用するようにしてください。



注意: 圧力除去バルブが設置されており、入力ガス圧が高すぎる場合は、ガスを排出して検出器を保護します。リリースバルブからガスが漏れている音が聞こえたら、ガスを浪費しないよう、供給ガス圧を下げてください。

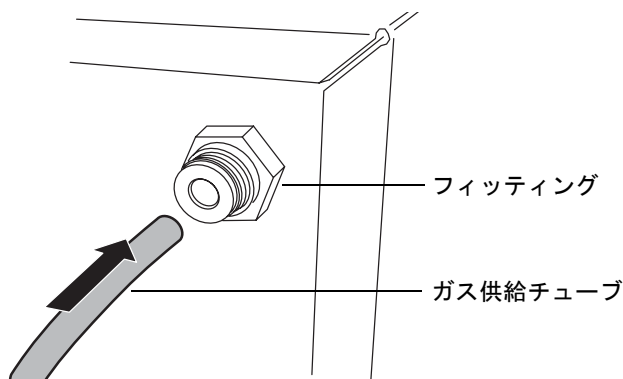
ヒント: ガスの消費が速いので、検出器を長時間使用するには、ガスシリンダーの使用は推奨しません。たとえば、ネブライザーフローを標準 170 kPa (1.7 bar、25 psi) にして使用する窒素タンク (300 立方フィート) の場合、40 数時間しか運転できません。

検出器は、ユニット背面のフィッティングを使用して、6 mm のプラスチックチューブ (スタートアップキット付属) でガス供給口に接続します。

ガス供給に接続する方法

1. 6 mm のチューブを直角に切断します。
2. チューブをフィッティングに底まで挿し込みます。

ガス供給チューブの挿入



3. チューブを引っ張ってみて、フィッティングのグラブリングから外れないことを確認します。

ネブライザーアセンブリの設置

ヒント： Waters 2420 ELS 検出器の高流量用ネブライザーと低流量用ネブライザーは ACQUITY UPLC ELS 検出器と互換性がありません。

以下の表には、ACQUITY UPLC ELS 検出器のネブライザーについてガス流量に対するおおよその圧力が示されています。

ガス流量に対するおおよそのガス圧

圧力	流量 (L/分) ^a
140 kPa (1.4 bar、20 psi)	1.5
210 kPa (2.1 bar、30 psi)	2.0
280 kPa (2.8 bar、40 psi)	2.5
350 kPa (3.5 bar、50 psi)	3.0
410 kPa (4.1 bar、60 psi)	3.5

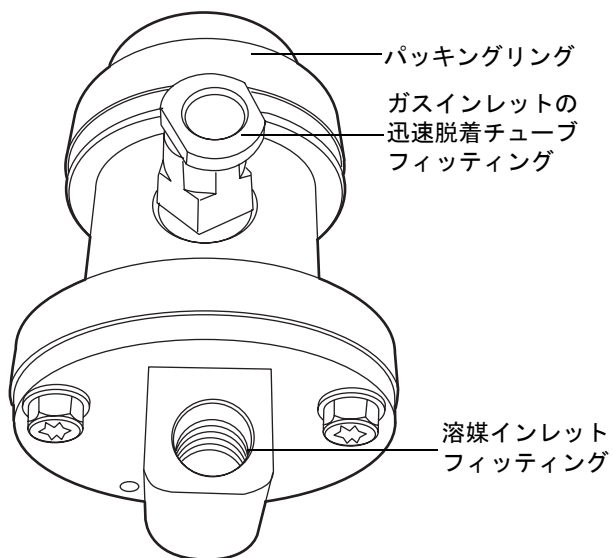
a. ネブライザーのメーカー設定に準じた、窒素の標準的流量

ネブライザーアセンブリの設置方法

1. ネブライザーアセンブリを箱から取り出します。
2. ネブライザーアセンブリにパッキングリングを取りつけます。
3. ネブライザーアセンブリから保護キャップを取り外します。

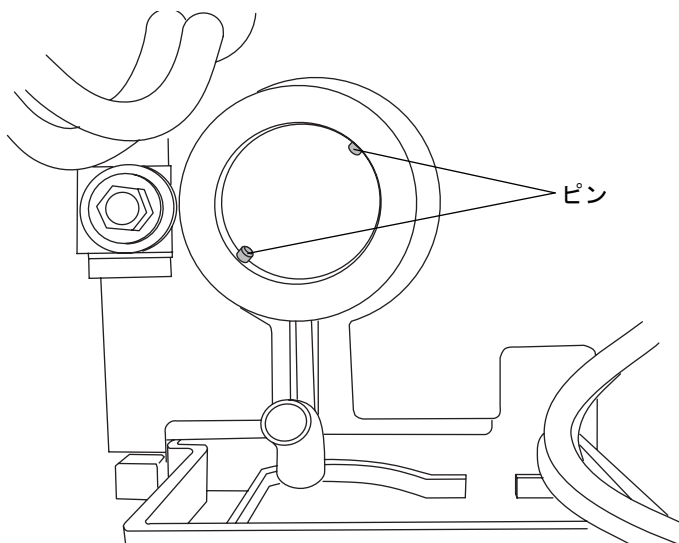
4. ネブライザーチューブの端についている保護キャップを取り外します。

パッキングリングが取り付けられたネブライザーアセンブリ



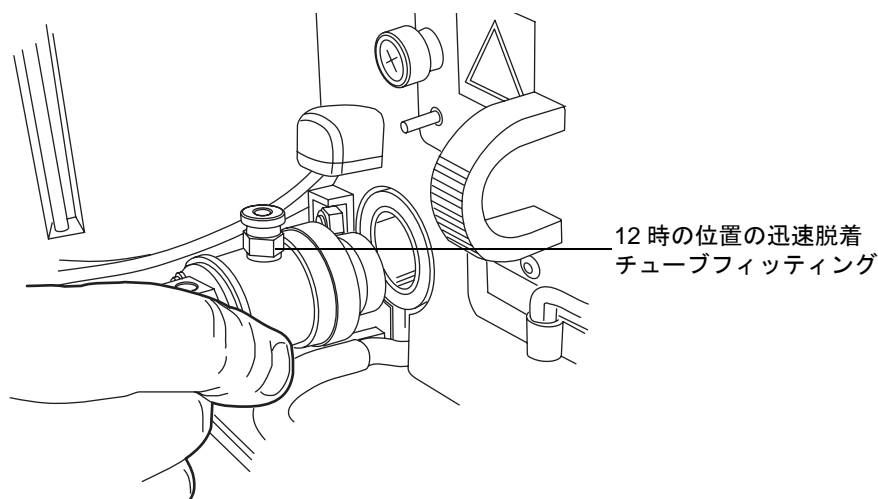
5. ネブライザーのミズを使用して噴霧室内に2つのピンを配置します。

噴霧室内にピンを刺します



迅速脱着チューブフィッティングが 12 時の位置になります。

ネブライザーの設置



6. ネブライザーを噴霧室のほうに押し込み、かちっと嵌るまで時計回りの方向に回します。

廃液システムへ接続

ELS 検出器の廃液は蒸気排気ホースおよびサイフォン廃液チューブから排出されます。

ドラフトチャンバーへの排気ホースの接続

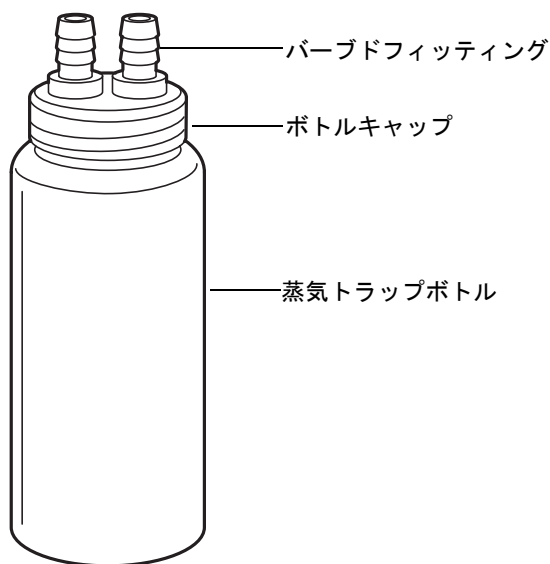


注意：ドラフトチャンバーからの排気が検出器に入ると、不純物が運ばれ、汚染される可能性があります。

装置背面の排気ラインをドラフトチャンバーに接続します。ドラフトチャンバーが検出器からガスを確実に捕集できるようにします。検出器とドラフトチャンバーの間には、正の圧力差が必要です。

排出蒸気を適切に廃液処理するために、蒸気トラップ排気ボトルが用意されています（スタートアップキット）。この容器は、検出器からの排出蒸気を凝縮したものをトラップします。

蒸気トラップボトル



注意：

- 蒸気トラップを使用しないと、減圧が進みすぎてドリフトチューブからの蒸気の流れに悪影響を及ぼします。この結果、ベースラインに過度の高周波ノイズが発生するだけでなく、検出器の感度も低下します。
- 凝縮物が検出器に逆流して故障しないように、装置の排気ホースを設置場所に向けて垂直に伸ばしてください。61 cm (24 インチ) 以上の長さです。

排気の必要条件

次の排気の必要条件が、検出器を1台備えているACQUITY UPLCシステムに該当します。

必要条件: 装置の排気ホースが設置場所のほうにまっすぐ伸びていることを確認してください。61 cm (24 インチ) が最短の長さです。

- 蒸気トラップボトルを排気ホースの一端に接続します。
- 蒸気トラップボトルの排気ホースを排気源の近くに置きます。ただし、真空にしないでください。
- 検出器からの排気は直接ドラフトチャンバーか排気口につなぐようにしてください。
- いずれのホースにも制約がないことを確認してください。

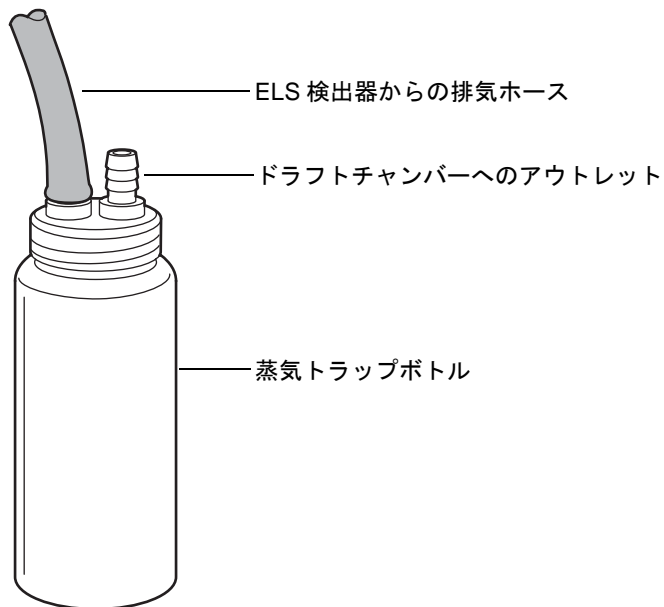


警告: 吸入の危険性があります。検出器からの排気の実験室の空气中に排出されないようにしてください。

蒸気トラップの接続方法

1. 検出器の背面から伸びた排気ホースの一端を蒸気トラップボトルのバードフィッティングの一端に直接接続します。

蒸気トラップボトルおよび排気ホース

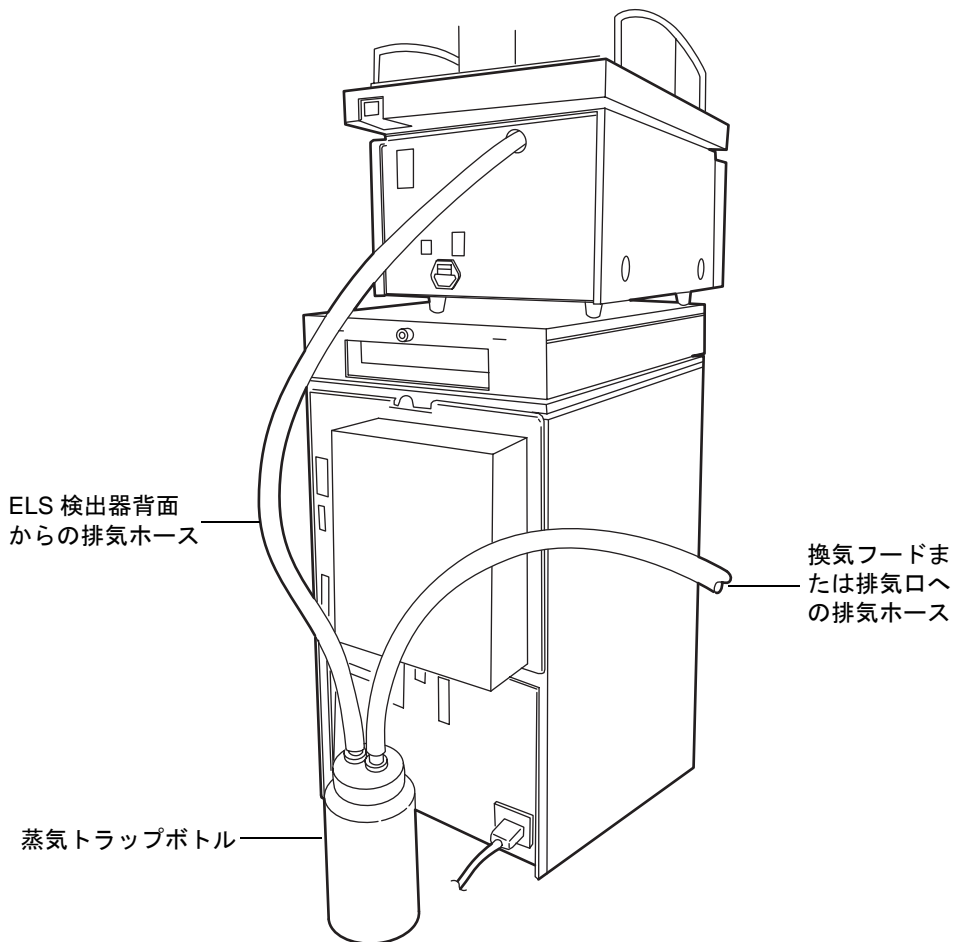


注意：

- 過度の電子的なノイズを避けるため、排気ホースをねじらないでください。そうしないと、思わぬトラップができてしまいます。検出器から出たホースは鋭く曲げないで下方に傾斜してください。
 - 装置の運転上支障がでないようにするため、排気ホースをあまり短く切りすぎないでください。
2. 1.5 m のホースを使用して、チューブの一端をボトルキャップの残りのフィッティングに接続します。

- チューブの他端を実験室の緩く減圧している排気システムに対して垂直になるように配置します。検出器と実験室の排気システムとの間の最小の負の圧力差は -0.21 kPa (-0.00 bar 、 -0.03 psi) である必要があります。

排気ホースの正しい位置



注意：過度な検出器のノイズまたはサンプルのロスを防ぐために、検出器から排出されたガスの減圧を強くしないでください。排気ホースの一端を排気口に緩く接続してください。

閉じた廃液システムのサイフォン廃液へ接続

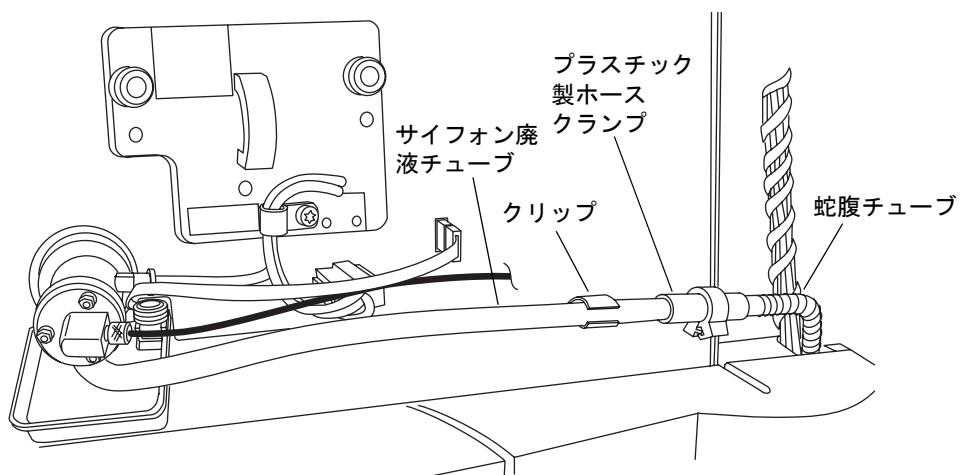
閉鎖廃液システムでは、一次または二次の装置スタックから廃液容器にサイフォン廃液チューブがつながられています。

推奨事項：初期設定の段階でサイフォンに水か移動相を充填してください。そうしなければ、検出器を安定して使用できるまでの時間が長くなってしまいます。

サイフォン廃液を廃液容器につなぐ方法

1. 検出器が一次 UPLC 装置スタックにある場合、サイフォン廃液チューブをスタックの右側につなぎます。

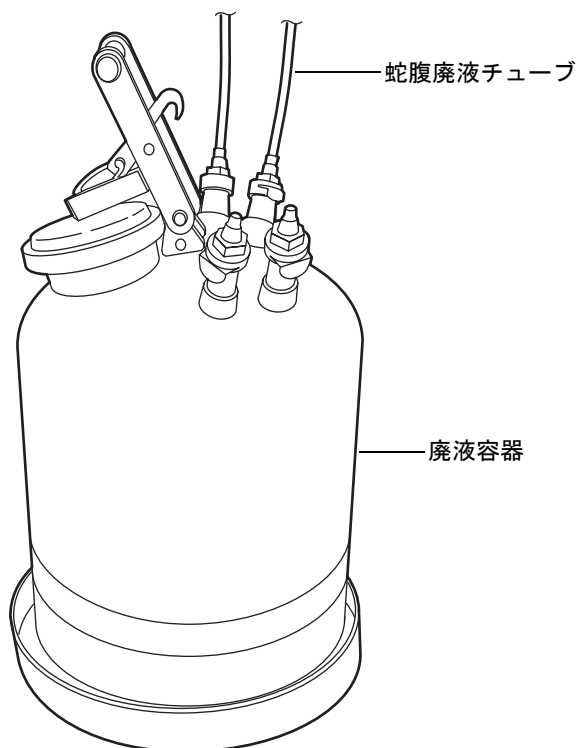
一次スタックにある検出器で構成するためのサイフォン廃液チューブの位置




2. サイフォン廃液チューブをクリップに挟みます。
3. サイフォン廃液チューブの支えは検出器の扉にもあります。検出器を動作させる前には確実に扉を閉じてください。
4. 蛇腹チューブの終端を熱で形成されるサイフォン廃液チューブに挿入します。

5. 蛇腹チューブを廃液容器に接続します。

廃液容器のサイフォンチューブ接続

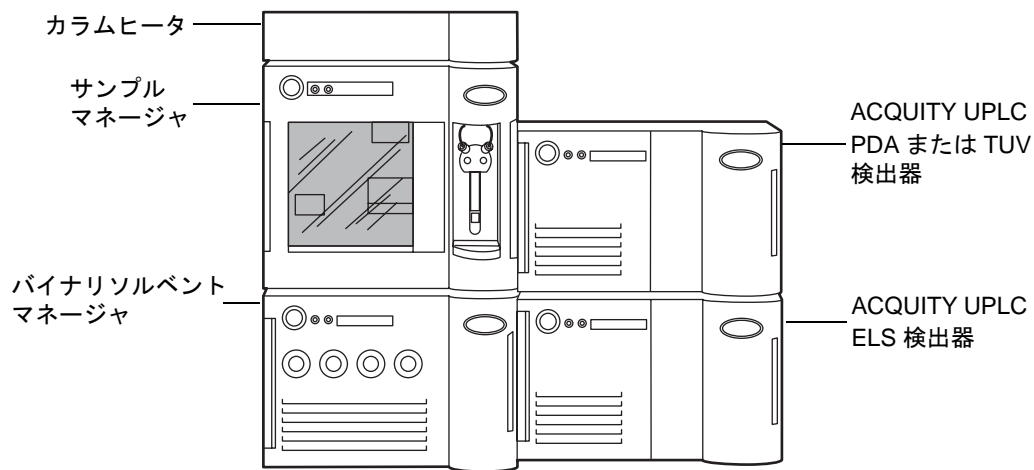


 **注意：**過度な検出器のノイズとドリフトチューブの液漏れを防ぐために、サイフォンチューブが廃液溶媒に浸かっていることを確認してください。

複数検出器の廃液トレイの設置

ACQUITY UPLC システムに複数の検出器が備えられている場合、複数検出器の廃液トレイを設置する必要があります。

スプリット ACQUITY UPLC システムに設置されている ACQUITY UPLC ELS 検出器

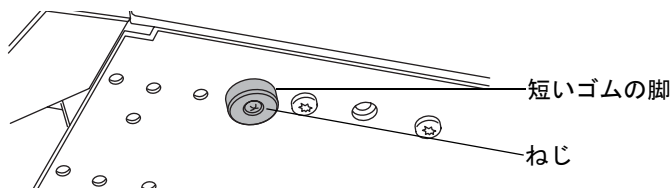


必要な器材

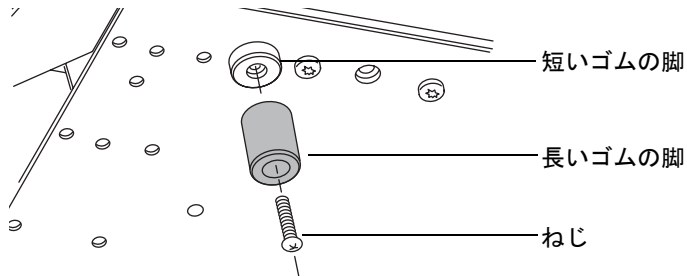
- 複数検出器の廃液トレイキット
- T20 TORX® ドライバ

廃液トレイを取り付けるには

1. 左側に配置されるように ACQUITY UPLC ELS 検出器の向きを変えます。
2. T20 TORX ドライバを使用して、4本の短いゴムの脚を検出器下部に固定しているねじを外します。

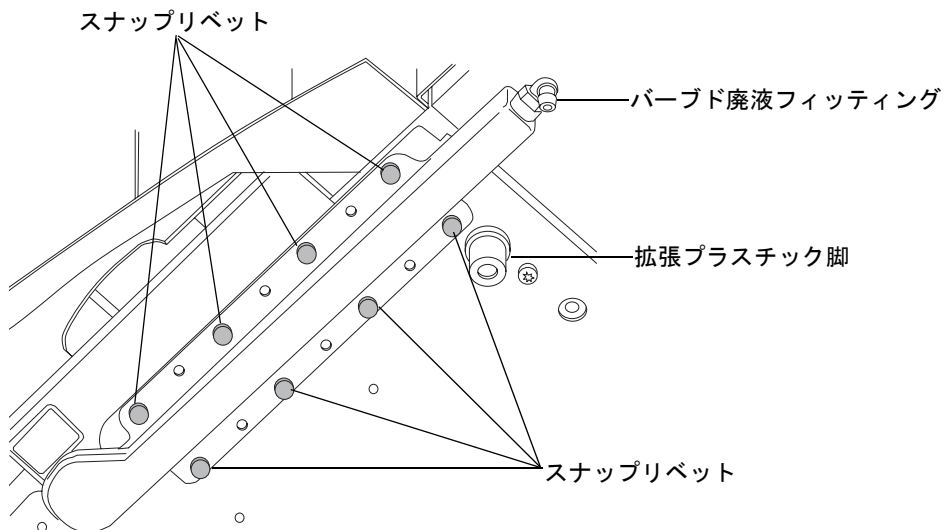


3. T20 TORX ドライバと 30 mm のねじを使用して、検出器の下部に短いゴムの脚と長いゴムの脚を固定します。



4. 検出器の底板の穴にスナップリベットを差し込んで廃液トレイを検出器の下部に取り付けます。

ヒント: 廃液トレイを固定するのにリベットがすべて必ず必要であるとは限りません。使用するリベット数は固定する検出器の種類により異なります。



5. ELS 検出器を通常の向きに戻します。
6. ACQUITY PDA または TUV 検出器を ELS 検出器の上の元の位置に戻します。
7. 廃液ラインを廃液トレイの右側にあるバード廃液フィッティングに接続し、適切な廃液容器に通します。

ネブライザーへの噴霧ガスの接続

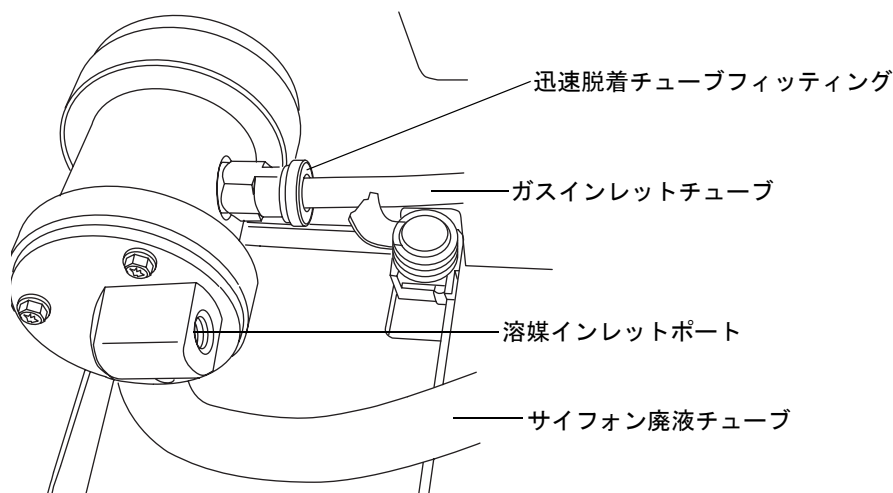


注意： 検出器が汚れないように、稼働中に ACQUITY UPLC システムを接続してください。ネブライザーのガスフローにより、検出器のインレットポートから溶剤またはほこりを吸収する真空が少し生成されます。

ネブライザーの右側の迅速脱着チューブフィッティングにテフロンガスインレットチューブを挿入します。

ヒント： ACQUITY ELS 検出器には、ACQUITY UPLC システムの流量範囲全体に対して 1 つのネブライザーが必要です。

ガスインレットチューブの接続



検出器へのカラムの接続

15 cm (6 インチ) チューブ (スタートアップキットに付属) をネブライザーの溶剤インレットポートからカラムに接続します。

2 番目の検出器の接続

35.6 cm (14 インチ) チューブ (スタートアップキットに付属) を光学検出器のアウトレットから ELS 検出器のインレットに接続します。

Ethernet 接続

Ethernet 接続を行うには

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

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

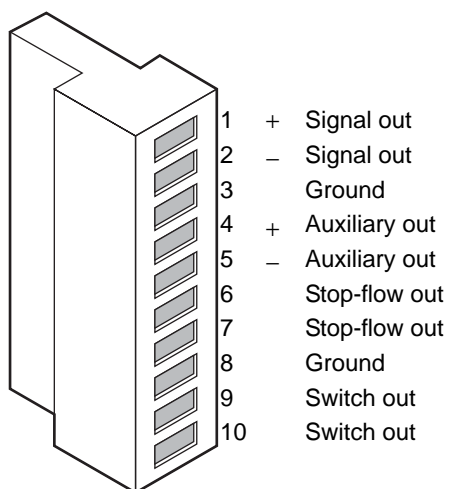
3. Ethernet ケーブルの端を検出器に接続して、反対側の端をネットワークスイッチに接続します。

I/O シグナルコネクタ

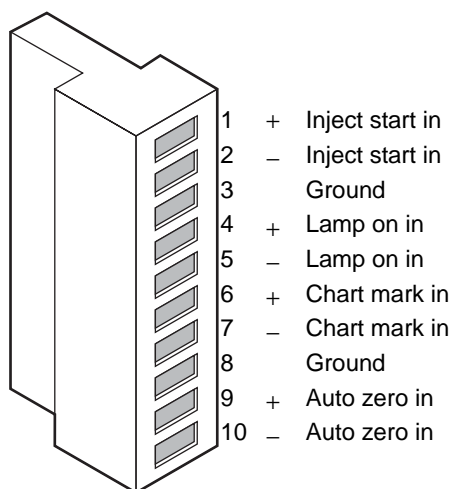
検出器の背面パネルには、I/O シグナル用のねじの端子を固定する取り外し可能な 2 つのコネクタが付いています。これらのコネクタはシグナルケーブルが一方向にしか挿入されないようになっています。

I/O シグナルコネクタ

コネクタ I



コネクタ II



次の表のすべての機能が ACQUITY UPLC システムに実装されています。

ACQUITY UPLC ELS 検出器のアナログ出力 / イベント入力接続

信号接続	説明
Signal out	サンプルシグナルの出力を高解像度にします。 出力電圧範囲：-0.1 ~ 2.1 VDC。ユーザーはオフセットを適用して、分析中のドリフトによって負の信号が発生しないようにできます。
Auxiliary out	ネブライザの温度、ドリフトチューブの温度、ガス圧をモニターする出力を高解像度にします。 出力電圧範囲：-0.1 ~ 2.1 VDC。
Stop flow out	低流量の入力ガス条件などの安全性の問題、または温度制御の問題が発生した場合には、クロマトグラフィーシステムへの送液を停止します。
Switch out	タイムイベントやしきい値レベルをコントロールします。ユーザープログラムが可能な出力です。(外部機器制御などに使用)
Inject start in	実行時間のクロックの開始をトリガし、タイムイベントを作動させます。
Lamp on in	起動時に、ランプを点灯または消灯します。
Chart mark in	起動時にアナログ出力チャンネルとデータシステムに送信されるデジタルデータの両方の値を一定期間増加させます。
Auto zero in	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。

電源への接続

ACQUITY UPLC ELS 検出器には、別に接地された電源が必要です。コンセントのアース接続は共通にして、システムの近くに接続する必要があります。



警告：感電を防止する方法

- 米国では SVT 型の電源コードを使用し、ヨーロッパでは HAR 型の電源コード（あるいはそれよりも優良なもの）を使用してください。これ以外の国で使用するコードについては、各国のウォーターズの営業所に問い合わせてください。
- 検出器の電源を切り、プラグを抜いてから、装置の保守を行ってください。
- HPLC システムのコンポーネントはすべて共通のアースに接続してください。

電源に接続するには

推奨事項：最適な長期入力電圧を維持するために、ラインコンディショナ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を検出器の背面パネルにある差し込み口に接続します。
2. オス型の電源コードの端を適切な壁のコンセントに接続します。

代替手段：システムにオプションの FlexCart が備えられている場合には、Flexcart の電源ケーブル（スタートアップキットに付属）のメス型の端を各検出器の背面パネルの取り付け口に接続します。FlexCart の電源ケーブルのフードの付いたオス型の端をカート後ろのテーブルタップに接続します。最後に、テーブルタップをコンセントに接続して独自の回線を使用するようにします。

3

検出器の準備

内容：

トピック	ページ
検出器の起動	3-2
分析のためのセットアップ	3-5
ランプ寿命を長持ちさせるために	3-14
クロマトグラフィー条件の変更	3-15
検出器のシャットダウン	3-15

検出器の起動

検出器を起動するには、検出器とシステムを構成する各装置に個別に電源を入れるだけでなく、ACQUITY ワークステーションにも電源を入れる必要があります。さらに、オペレーティングソフトウェア（Empower または MassLynx）も起動する必要があります。起動の初期化には 1 分もかかりません。起動完了後、分析を実行する前に、検出器を少なくとも 1 時間かけてウォームアップする必要があります。

関連項目： ACQUITY UPLC システムオペレーターズガイド。

検出器の起動方法

1. ガス供給をオンにします。
2. ワークステーションの電源をオンにします。
3. 各装置のドアの左上にある電源スイッチを押します。各システム装置でピープ音が鳴り、一連のスタートアップテストが実行されます。
電源とステータス LED は次のように変化します。
 - 各システム装置の電源 LED は緑色に点灯します。
 - 初期化中に、各システム装置のステータス LED は緑色に点滅します。
 - 装置の電源が正常にオンになると、各装置の電源 LED は緑色に点灯したままになります。バイナリソルベントマネージャの送液 LED とサンプルマネージャの分析 LED は消灯したままです。検出器のランプ LED は緑色に点灯します。
4. ランプが緑色に点灯してから、Empower または MassLynx を起動し、装置メソッドまたはインレットメソッドをダウンロードします。ACQUITY コンソールで、メッセージと LED の状態をモニターできます。
5. ACQUITY コンソールでドリフトチューブ、ネブライザー、およびガス圧のパラメータを設定します。「[分析のためのセットアップ](#)」(3-5 ページ) を参照してください。

検出器 LED のモニター

検出器の LED で、動作状態が確認できます。

電源 LED

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

ランプ LED

ランプ LED は電源 LED の右隣にあり、ランプの状態を示します。

ステータス LED の表示

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

検出器のコントロールパネル

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



ACQUITY UPLC ELS 検出器のコントロールパネル



検出器のコントロールパネルは、光散乱値、PMT ゲインファクタ、ガス圧、ネブライザー温度、およびドリフトチューブ温度を表示します。システムがアイドル状態のときに、下線表示されている値をクリックして、これらの値を編集することができます。システムがサンプルを処理している間は、検出器のパラメータは編集できません。

以下の表は、検出器のコントロールパネルに表示される項目の一覧です。

検出器のコントロールパネルの項目

コントロールパネルの項目	説明
ランプオン/オフLED	検出器の前面パネルにある実際のランプオン/オフLEDを模倣しています。この画像は、検出器との通信が失われない限り、実際のランプオン/オフLEDのモードを反映します。
ステータス	現在の動作の状態を表示します。
光散乱値	現在の光散乱ユニット(測定値)を表示します。
ゲイン	光電子増倍管(PMT)ゲインファクタを表示します。
ガス圧	現在のガス圧を表示します(単位psi)。
ネブライザー温度	現在のネブライザーの温度を表示します。
ドリフトチューブ温度	現在のドリフトチューブの温度を表示します。
 (ランプオン)	検出器のランプを点灯させます。
 (ランプオフ)	検出器のランプを消灯させます。

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

検出器のコントロールパネルのその他の機能

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

分析のためのセットアップ

ヒント: 別のメーカーの ELS 検出器からメソッドを転送する場合、最高の性能を実現するため、操作条件を最適化する必要があります。これらの条件には、ドリフトチューブ、ネブライザーパワーレベル、PMT ゲイン、およびガス圧パラメータが含まれています。



注意: ネブライザーの損傷を避けるために、最低でもカラム容量の 10 倍の移動相を使用して、カラムを事前にフラッシュ洗浄してから、ネブライザーに接続してください。例えば、 $2.1 \times 50 \text{ mm}$ のカラムの場合、 0.5 mL/分 の流速で 10 分間フラッシュ洗浄します。

分析を開始する前に、操作パラメータを指定してセットアップを行い、すべての温度を安定化させる必要があります。

分析のセットアップ方法

1. ドリフトチューブの温度を設定します。
2. ネブライザーパラメータを設定します。
3. PMT ゲインとガス圧を設定します。
4. 約 1 時間、検出器の平衡化を行います。

重要なパラメータ

ゲイン – ゲインでは、PMT ゲインファクタを 1 ~ 1,000 の間で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。各ゲイン設定は実際の光散乱シグナル強度と直線関係が成り立ちます。

ガス圧 – ガス圧は気体コントロールシステムによってネブライザーでコントロールされます。

フィルター時定数 – 適切なシグナル対ノイズ比が得られるように、ノイズフィルター（時定数）を調節します。

分析中に実行したい機能に応じて、他のパラメータをいくつかプログラムする必要があります。

ACQUITY UPLC ELS 検出器のメソッドパラメータ

パラメータ	デフォルト	範囲
データレート (Data rate)	10 Hz	1、2、5、10、20、40、または 80 Hz
PMTゲイン (PMT gain)	500	0~1000
フィルター時定数 (Filter time constant)	速い (Fast)	遅い (Slow)、通常 (Normal)、速い (Fast)、オフ (Off)

ACQUITY UPLC ELS 検出器のメソッドパラメータ (続き)

パラメータ	デフォルト	範囲
サンプルフルスケール (Sample full-scale)	2000	10~2000
サンプルオフセット (Sample offset)	0 mVDC	±2000 mVDC
ランプ状態 (Lamp state)	オン (On)	オン (On)、オフ (Off)
ネブライザーのガス圧力 (Nebulizer gas pressure)	280 kPa (2.8 bar、 40 psi)	オフ、140~410 kPa (1.4~4.1 bar、20~60 psi)
インジェクション時のオートゼロ (Auto zero on inject)	はい (Yes)	はい、いいえ (Yes), (No)
ゲイン変更時のオートゼロ (Auto zero on gain change)	無効 (Disable)	無効 (Disable)、ゼロ (Zero)、 ベースライン (Baseline)
ネブライザーヒーターのパワーレベル (Nebulizer heater power level)	オフ (Off)	加熱 (Heating) (0~100%)、 オフ (Off)
ネブライザークーラーのパワーレベル (Nebulizer cooler power level)	冷却 (Cooling)	冷却 (Cooling)、オフ (off)
ドリフトチューブヒーター設定温度 (Drift tube heater set-temp)	50 °C (122 °F)	オフ (Off)、5~100 °C (41~212 °F)
ドリフトチューブヒーターアラーム設定 (Drift tube heater alarm band)	±25°C (±45°F)	5~25 °C (41~77 °F)
補助出力 (Auxiliary output)	ネブライザー (Nebulizer)	ドリフトチューブ (Drift Tube)、 ネブライザー温度 (Nebulizer Temperature)、ガス圧 (Gas Pressure)
電圧オフセット (Voltage offset)	0 mVDC	±2000 mVDC
しきい値レベル (Threshold level)	1.0 LSU	±2.0 LSU
しきい値スイッチモード (Threshold switch mode)	オフ (Off)	オン (On)、オフ (Off)、パルス (Pulse)、矩形波 (R.Wave)、 変更なし (No Change)
パルススイッチモード周期 (Pulse switch mode period)	0.1秒	0.1~60.0秒
矩形波スイッチモード周期 (Rect Wave switch mode period)	0.2秒	0.2~60.0秒

標準 UPLC 設定

以下の表には、検出器の標準 UPLC の操作設定の一覧が示されています。

標準 UPLC 設定

パラメータ	設定
Drift tube(ドリフトチューブ)	50 °C (122 °F)
Nebulizer(ネブライザー)	Cooling(冷却)
Gas pressure(ガス圧)	280 kPa (2.8 bar, 40 psi)
Gain(ゲイン)	500

ドリフトチューブの温度の設定

必要条件: ドリフトチューブの温度はすべての溶媒を除去できるほど高温でなければなりません。この温度が十分でないと検出器にノイズが生じます。

ヒント:

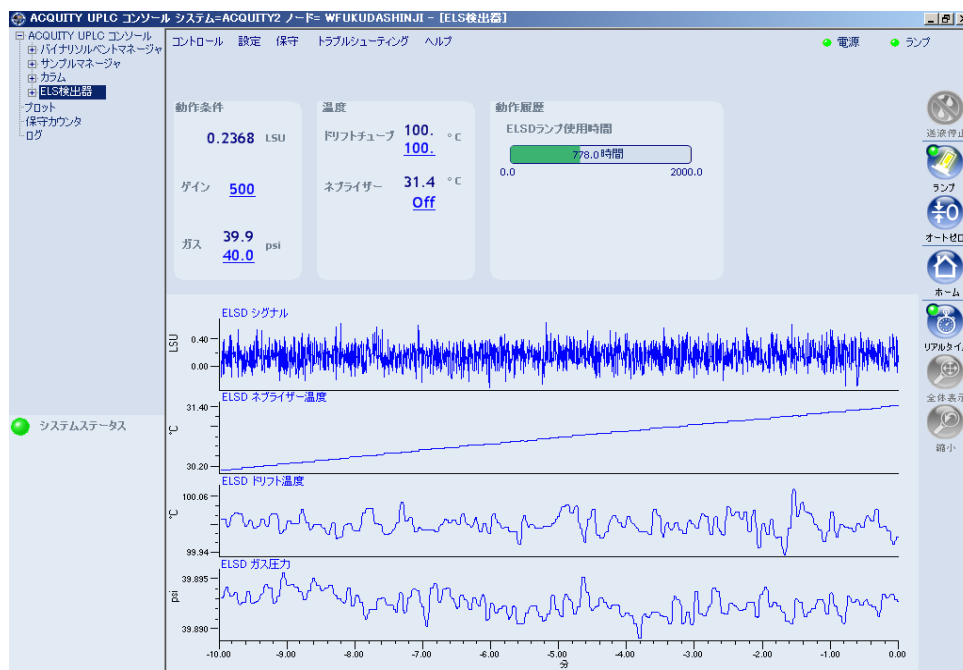
- ドリフトチューブの温度が高すぎると、サンプルの蒸発により、感度が下がることになります。
- ドリフトチューブの温度設定が低すぎると、検出器にノイズが生じ、検出器の液漏れを引き起こす可能性があります。
- 逆相クロマトグラフィーの場合、50 °C (122 °F) のドリフトチューブ温度で開始してください。

ドリフトチューブの温度の設定方法

1. コンソール画面で、システムツリーから [ELS 検出器] を選択します。

関連項目: 「ACQUITY UPLC コンソール」 (1-12 ページ)

ACQUITY UPLC コンソールウィンドウ



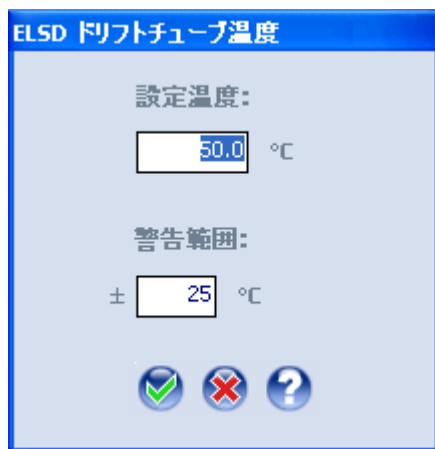
2. 温度エリアで、下線表示された設定値が含まれている [ドリフトチューブ] (Drift Tube) フィールドをクリックします。


代替手段: ドリフトチューブの温度を

- EmpowerまたはMassLynx 検出器のコントロールパネルで設定できます(3-3 ページを参照)。
- Empower または MassLynx メソッドエディタで設定できます。

規則: 設定値が下線表示されていないときには、システムは Empower または MassLynx ソフトウェアによって制御されています。ソフトウェアによる処理が完了してシステムの制御から解放されるまで、コンソールによるシステム機能の制御および変更はできません。

[ELSD ドリフトチューブの温度] ダイアログボックス



- ドリフトチューブのヒーター温度の設定値と上限を入力し、[OK]  をクリックします。



警告： 化学物質の引火点とは、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。液体の蒸気圧によって決まります。濃度が十分に高くならない限り、蒸気では燃焼に至りません。

ネブライザーのパラメータ設定

ネブライザーには3つの設定（加熱 (heating)、冷却 (cooling)、およびオフ (Off)）があります。

ネブライザーヒーターはヒーターのパワーレベル設定によって制御されています。このヒーターはネブライザーの熱交換器内に収められています。ネブライザーヒーターは、噴霧サンプルをさらにドリフトチューブに入れることができます。

ヒント： ドリフトチューブに入れる物質の分量を増やすと、ドリフトチューブの温度を上げて補正する必要が生じる場合があります。

ネブライザークーラーはオン/オフ設定によって制御されており、逆相液体クロマトグラフィーのネブライザー温度を低下させます。

必要条件： ネブライザー温度は 5 °C (9 °F) 以上、ドリフトチューブの温度以下である必要があります。

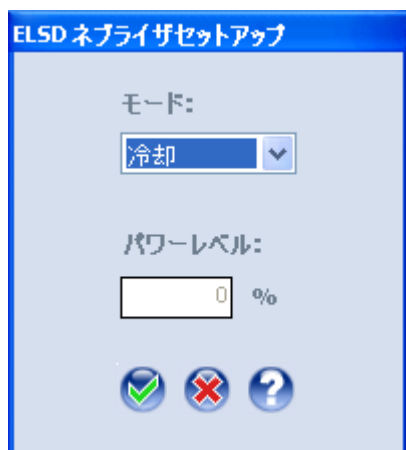
ネブライザーのパラメータ設定方法

1. コンソール画面で、システムツリーから[ELS検出器]を選択します。
2. 温度エリアで、下線表示された設定値が含まれている[ネブライザー] (Nebulizer) フィールドをクリックします。

代替手段: 設定値は

- Empower または MassLynx 検出器のコントロールパネルで設定できます(3-3 ページを参照)。
- Empower または MassLynx メソッドエディタで設定できます。


[ELSD ネブライザーの設定] ダイアログボックス



3. ドロップダウンリストからネブライザーモードを選択します。加熱と冷却は同時に選べません。

ネブライザーモード

モード	説明
冷却 (Cooling)	ネブライザーのクーラーをオンにして、[電力レベル] (Power Level) テキストボックスを非アクティブにします。
オフ (Off)	ネブライザーのヒーターおよびクーラーをオフにして、[電力レベル] (Power Level) テキストボックスを非アクティブにします。
加熱 (Heating)	ネブライザーのヒーターをオンにして、[電力レベル] (Power Level) テキストボックスをアクティブにします。

4. ネブライザーモードドロップダウンリストから [加熱] (Heating) を選択した場合は、ネブライザーの電力パーセントレベルを入力して [OK]  をクリックします。



警告： 化学物質の引火点とは、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。液体の蒸気圧によって決まります。濃度が十分に高くならない限り、蒸気では燃焼に至りません。

PMT ゲインファクタを設定する

PMT ゲインファクタは、1 ~ 1,000 までの間で設定値を決めることで、検出器のフルスケール感度を制御します。

ヒント： ゲイン設定は 500 から開始し、クロマトグラムのすべてのピークがスケールに収まるように表示します。次に、該当のソフトウェアでクロマトグラムを拡大して、すべてのミラーピークが確認できるようにします。

PMT ゲインファクタの設定方法

1. コンソール画面で、システムツリーから [ELS 検出器] を選択します。
2. 条件エリアで、下線表示されたゲインファクタ値が含まれている [ゲイン] (Gain) フィールドをクリックします。


代替手段： ゲインファクタは

- Empower または MassLynx 検出器のコントロールパネルで設定できます ([3-3 ページ](#)を参照)。
- Empower または MassLynx メソッドエディタで設定できます。

規則： ゲインファクタが下線表示されていないときには、システムはソフトウェアによって制御されています。ソフトウェアによる処理が完了してシステムの制御から解放されるまで、コンソールによるシステム機能の制御および変更はできません。

[ELSD ゲイン] ダイアログボックス



3. [ゲイン] (Gain) フィールドに PMT ゲインファクタを入力します。ゲインファクタを入力すると、PMT がアクティブになります。[OK]  をクリックします。

ガス圧を設定する

ガス圧の設定でネブライザーでのガスフローの状態をモニタリングします。ネブライザーの最高ガス圧は 410 kPa (4.1 bar、60 psi) です。

推奨事項：ガス圧は、以下の状況が生じないように十分に高くする必要があります。

- ・ ドリフトチューブエリア内のサンプルの暴露時間の長期化。ガス圧が低すぎると、サンプルが分散しすぎて、感度が損なわれる結果となります。
- ・ 検出器のノイズの原因となる大きな粒子の形成。

ヒント：推奨される開始圧力は 280 kPa (2.8 bar、40 psi) です。

以下の表には、ネブライザーについてガス流量に対するおおよその圧力が示されています。

ガス流量に対するおおよそのガス圧

圧力	流量 (L/分) ^a
140 kPa (1.4 bar、20 psi)	1.5
210 kPa (2.1 bar、30 psi)	2.0
280 kPa (2.8 bar、40 psi)	2.5
350 kPa (3.5 bar、50 psi)	3.0
410 kPa (4.1 bar、60 psi)	3.5

a. ネブライザーのメーカー設定に準じた、窒素の標準的な流量

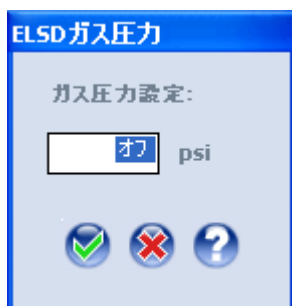
ガス圧の設定方法

1. コンソール画面で、システムツリーから [ELS 検出器] を選択します。
2. 条件エリアで、下線表示されたガスフロー値 (単位 psi) が含まれている [ガス] (Gas) フィールドをクリックします。

代替手段：ガス圧は Empower または MassLynx 検出器のコントロールパネルで設定できます。

規則：ガス圧の値 (単位 psi) が下線表示されていないときには、システムはソフトウェアによって制御されています。ソフトウェアによる処理が完了してシステムの制御から解放されるまで、コンソールによるシステム機能の制御および変更はできません。

[ELSD 検出器のガス圧] ダイアログボックス



3. ガス圧（単位 psi）の値を指定します。値を入力すると、ガス圧の値がアクティブになります。


必要条件：ガスレギュレータをアクティブにするには、450 kPa（4.5 bar、65 psi）以上の外部圧の供給が必要です。

4. ガスバルブをオフにするには、psi フィールドに 0 またはオフ（Off）を入力します。



注意：検出器への浸水を防ぐため、ガスの値をゼロに指定している場合は、検出器に液体が流れ込まないようにしてください。

推奨事項：窒素ガスジェネレーターなどの無制限にガスが供給される場合、装置がアイドル状態のときには、ガスフローを低くすることを推奨します。

5. [OK]  をクリックします。


送液停止出力スイッチ

検出器には、ドリフトチューブヒーター、ネブライザーヒーター/クーラー、またはガス圧にエラーが発生した場合にアクティブになる内部専用スイッチ出力があります。送液停止出力スイッチは、ELS 検出器への送液を停止するようにネットワークを介して、バイナリソルベントマネージャにシグナルを伝達します。エラーの原因が取り除かれると、前に問題のあった検出器機能を再開するか、コントロールパネルで右クリックして [リセット ELSD] を選択することによって、スイッチをリセットできます。

ランプ寿命を長持ちさせるために


検出器をシャットダウンさせずにタングステン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、タングステンランプのみを消灯します。

システムをオフにせずにランプ寿命を長持ちさせるには、次の操作を行います。

- サンプルを分析していないときにコンソールのランプを消灯します。
- ランプ  をクリックしてコントロールパネルのランプを消灯します。
- タイムイベントをプログラムしてサンプルを分析していないときにランプを消灯します。

推奨事項: ランプ寿命を伸ばすには、サンプル分析を 4 時間以上実行する予定がない場合に、ランプを消灯してください。

ランプの点灯方法と消灯方法

1. コンソール画面で、システムツリーから[ELS検出器]を選択します。
2. [ランプ]  をクリックします。
3. [ランプ]ダイアログボックスで、[はい]をクリックします。

ランプの累積点灯時間の確認法

1. コンソール画面で、システムツリーから[ELS検出器]を選択します。
2. パフォーマンスエリアのランプ寿命ステータスバーに、ランプ取り付け後の累積点灯時間が表示されます。

ヒント: ランプ寿命ステータスバーが黄色になっている場合は、ランプの使用時間がユーザーによって設定されたランプ寿命のメンテナンス用しきい値を超過しています。

クロマトグラフィー条件の変更

検出器がクロマトグラフィーシステムに接続されている状態で、バッファー条件や移動相の pH を変えている間に、流路からバッファー系移動相を除去する必要があります。



注意：新しい条件にする前にバッファー系移動相を除去しなければ、析出が生じ、ネブライザーのつまりの原因になります。

推奨事項：『ACQUITY UPLC システム操作ガイド』を参照してから、この手順を実行してください。

クロマトグラフィー条件の変更方法

1. ドリフトチューブ温度を適切な脱溶媒温度に設定します。
ヒント：ほとんどの溶媒では 50 °C (122 °F) が脱溶媒に適切な温度です。
2. 検出器の流路からバッファー系移動相を除去するには、バッファー系移動相を 100% HPLC グレードの水に交換して、システムのフラッシュ洗浄を 280 kPa (2.8 bar、40 psi)、0.5 mL/min で 30 分間行います。
3. 100% HPLC グレードの水を新しい移動相に交換して、280 kPa (2.8 bar、40 psi)、0.5 mL/min で 30 分間平衡化を行います。

検出器のシャットダウン

検出器の電源をオフにする前に、流路に残っているバッファー系移動相は除去しておく必要があります。




注意：カラムの傷みを防ぐため、検出器の電源をオフにする前にカラムからすべてのバッファーを完全に除去しておいてください。

検出器のシャットダウン方法

1. システムに非バッファー系移動相を流し込んで、カラムと検出器からバッファーを完全に除去します。
2. ポンプをオフに設定します。
3. ネブライザーガスを10分間検出器に通し、ドリフトチューブおよび検出チャンバーの溶媒抜きをします。
4. ガスフローを停止します。
5. 検出器の電源を切ります。

ヒント：

- 装置を使用しない状態で夜間に検出器の電源をオンのままにしておいても問題はありません。ランプの寿命を延ばすには、ランプ  をクリックして消灯します。
- 移動相ポンプが停止している場合、または溶媒フローがゼロに設定されている場合は、ネブライザーガスを設定値以下の流量で流したままにすることをお勧めします。



注意：検出器の浸水を防ぐ方法

- ガスフローがない場合は、溶媒が流れ続けないようにしてください。
- 溶媒およびガス圧が許可されている場合には、ドリフトチューブヒーターをオフにしないでください。

4 分析の実行

内容：

トピック	ページ
分析の準備	4-2
テストメソッドの作成	4-2

この章には、エバポレイティブ光散乱検出器を使用して分析を実行する方法が示されています。

この手順を開始する前に、[第 2 章](#)および[第 3 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。

分析の準備

検出器が Empower または MassLynx のいずれのデータシステムでコントロールされていても準備は同じです。

分析の準備方法



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には必ず実験室安全基準 (SLP) を順守してください。使用する溶媒とテスト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。使用する溶媒とテスト溶液の化学物質安全性データシートを参照してください。

1. 0.05% TFA の HPLC グレード水の移動相を準備します。
2. 0.05% TFA/水混合液が充填されているリザーバボトルにライン A1 を浸漬します。この移動相は「A」と呼ばれます。
3. 0.05% TFA のアセトニトリルの移動相を準備します。
4. 0.05% TFA/アセトニトリル混合液が充填されているリザーバボトルにライン B1 を浸漬します。この移動相は「B」と呼ばれます。
5. ACQUITY システムをプライムします。
6. ACQUITY システムがプライムされた後、95:5 の A/B 移動相で ACQUITY UPLC 2.1 × 50 mm BEH C18 カラムを平衡化します。

テストメソッドの作成

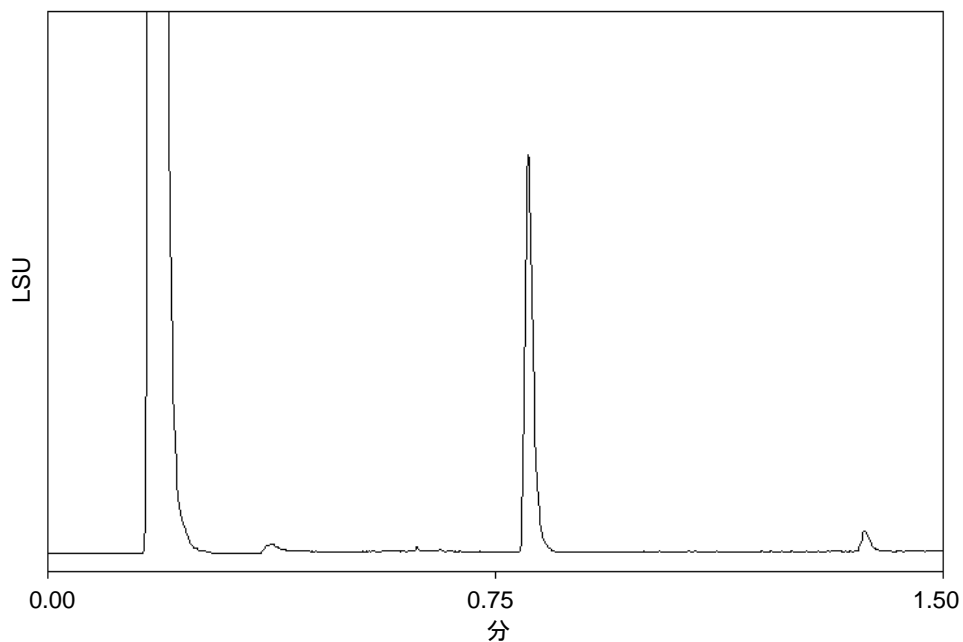
この実験で使用されるサンプルはオキシメタゾリンです。0.025 ~ 0.05% の濃度範囲の鬱血除去剤オキシメタゾリンを含む点眼液または噴霧点鼻液を使用してください。これらの製品は通常、一般名およびブランド名の両方で世界中の薬局で見つかります。ブランド名の製品は、Visine L.R.[®] または Afrin[®] です。

次のパラメータを使用して、5% B ~ 95% B の 90 秒間のグラジエント分析をセットアップします。

- 流量：0.84 mL/分
- 注入量：2 µL
- ネブライザー：冷却
- ゲイン：500
- ドリフトチューブ温度：50 °C (122 °F)
- ガス圧：

次の図は、前述の溶液のうちの1つについて代表的な ELS 検出器のクロマトグラムを示しています。

ELS 検出器のクロマトグラム



速い溶出ピークは、点眼液に使用されている調合剤に該当します。0.75 分以降の強い溶出ピークがオキシメタゾリンです。

5

検出器のメンテナンス

内容：

トピック	ページ
ウォーターズテクニカルサービスへの連絡	5-2
メンテナンス時の注意事項	5-3
リークセンサーのメンテナンス	5-4
流路のクリーニング	5-10
ランプカートリッジの交換	5-10
ネブライザーの交換	5-14
超音波洗浄によるネブライザーのクリーニング	5-17
ドリフトチューブのクリーニング	5-20
蒸気トラップのメンテナンス	5-21
ノイズとドリフトのテスト	5-21
ヒューズの交換	5-22
装置外部のクリーニング	5-23
トラブルシューティング	5-23

ウォーターズテクニカルサービスへの連絡

お客様が日本にお住まいの場合は、誤動作やその他の問題については日本ウォーターズ株式会社 (0120-800-299) までご連絡ください。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。弊社の Web サイトには、世界のウォーターズ事務所の電話番号と電子メールアドレスが記載されています。www.waters.com をご覧ください。

ただし、ウォーターズテクニカルサービスに連絡する際には、検出器のシリアル番号と一緒に次の情報をお手元にご用意ください。

- エラーメッセージ (あれば)
- 症状の特徴
- 装置のシリアル番号
- 流量
- ガス圧
- 溶媒の種類
- 検出器の設定 (感度および波長)
- カラムの種類とシリアル番号
- サンプルの種類
- Empower 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
- ACQUITY ワークステーションのモデルおよびオペレーティングシステムのバージョン

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

メンテナンス時の注意事項

安全と警告への対応

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



警告: 事故防止の観点から、溶媒の処理、チューブの交換、およびシステムの操作を行う場合は、優良試験所基準 (GLP) に必ず従ってください。使用する溶剤の物理的および化学的な性質を確認してください。使用する溶媒については、製品安全データシート (MSDS) で確認してください。



警告: 感電事故防止のため、電源部分のカバーは開かないでください。電源部分にユーザーが修理できる部分はありません。



注意: 故障防止の観点から、検出器の電源が入っている間は、アセンブリへの電力供給を切らないでください。検出器への電力供給を完全に切断するには、電源スイッチを[オフ]にしてから、AC電源からプラグを抜きます。アセンブリを取り外す場合は、電源切断後10秒以上待機してください。

基本的な操作手順

システムを効率的に運用するには、[第2章](#)の操作手順およびガイドラインに準拠してください。

スペアパーツ

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

ヒント: 検出器の上面カバーは取り外さないで下さい。この内部には、ユーザーによるメンテナンスを必要とする部分はありません。カバーを開いた場合は、通常のオペレーションを行う前に、必ずカバーを正しく閉じて下さい。

推奨事項: ランプの寿命を延ばすため、検出器が運転中であっても、アイドル状態が続く場合にはランプを消灯します。ただし、4時間以上消灯する場合のみ、ランプを消灯するように注意してください。

リークセンサーのメンテナンス

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

検出器のリークセンサーエラーの解消法

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



警告：リークセンサーおよびリザーバーは、バイオハザード物質または有害物質によって汚染される可能性があります。以下の手順を実行する際には、清浄で耐薬品性のあるパウダーフリーの手袋を必ず着用してください。



注意：リークセンサーの傷や故障を防ぐには、以下に注意します。

- バッファー系溶媒がセンサーの上に貯まったり、センサーの上で乾燥したりしてはいけません。
- センサーを洗浄槽に浸してはいけません。

必要な器材

- 清浄で耐薬品性のあるパウダーフリーの手袋
- 綿棒
- 表面に傷をつけず糸くずが出ない布

検出器のリークセンサーエラーを解消するには

1. ACQUITY UPLC コンソールの[リークセンサー] (Leak Sensors) ダイアログボックスで、リークセンサーによってリークが検出されていることを確認します。

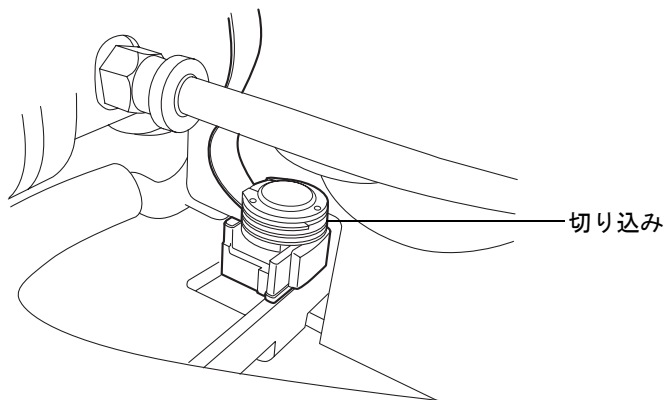
ヒント：リークが検出されている場合は、「リークが検出されました」 (“Leak Detected”) というエラーメッセージが表示されます。

2. 検出器の扉の右端をゆっくり引いて、手前に扉を開きます。
3. リークの発生箇所を特定し、リークを止めるために必要な処置を実施します。



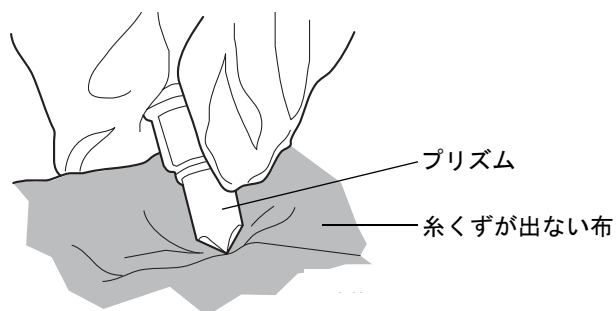
注意：リークセンサーの損傷を防止するため、リボンケーブルでリークセンサーを引っ張らないでください。

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

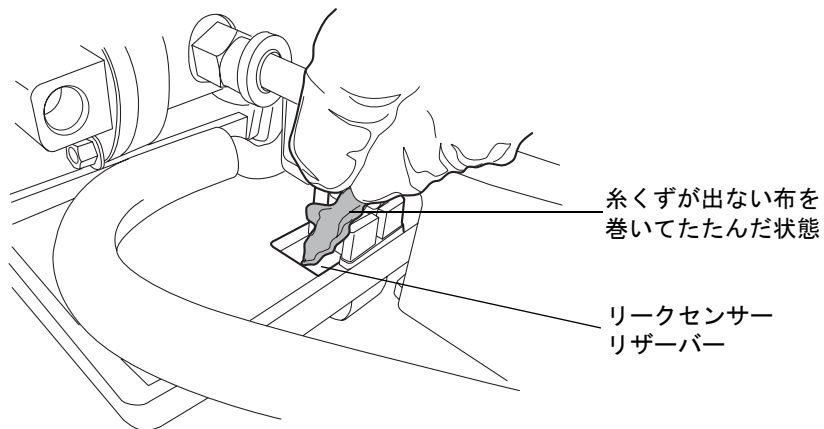


ヒント: リザーバーから取り外した後にリークセンサーを容易に操作できない場合、装置の前面からコネクタを取り外します (5-8 ページを参照してください)。

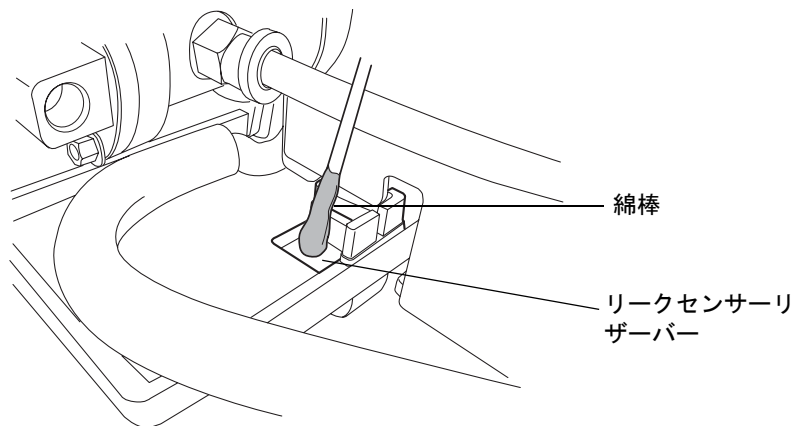
5. 表面に傷をつけず糸くずが出ない布で、リークセンサープリズムを拭きます。



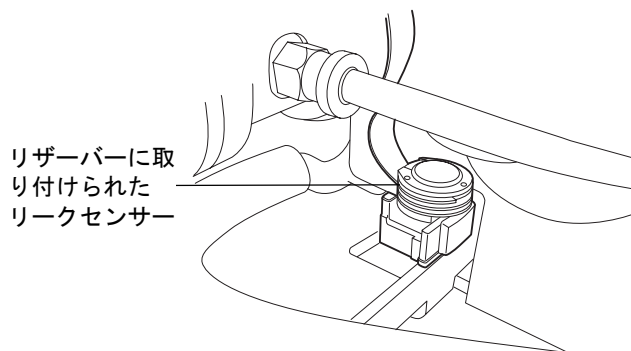
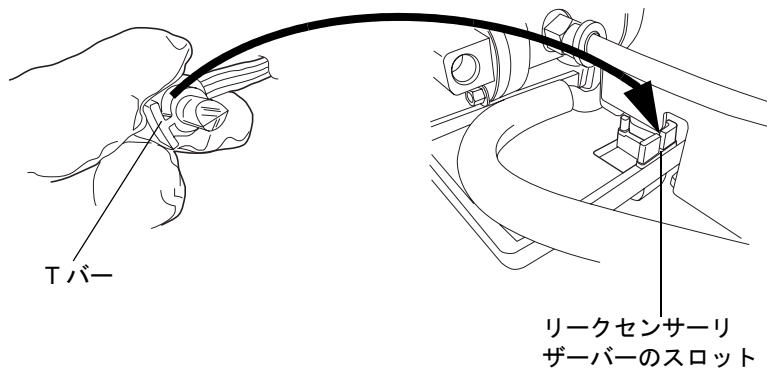
6. 表面に傷をつけず糸くずが出ない布を巻いてたたみ込み、リークセンサーリザーバーと周囲に貯まった液体を吸い取ります。



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



- リークセンサーのTバーをリークセンサーリザーバー側面のスロットに合わせ、リークセンサーをスライドさせて所定の位置に取り付けます。



- 装置前面にあるコネクタを取り外し、再度取り付けます。
- ACQUITY UPLCコンソールのシステムツリーからお使いの検出器を選択します。
- 検出器の情報ウィンドウで、[コントロール](Control) > [リセット](Reset) をクリックし、検出器をリセットします。

検出器のリークセンサーの交換



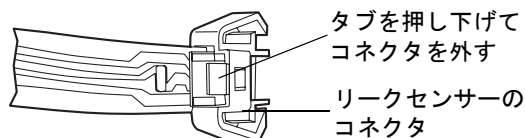
警告：リークセンサーおよびリザーバーは、バイオハザード物質または有害物質によって汚染される可能性があります。以下の手順を実行する際には、清浄で耐薬品性のあるパウダーフリーの手袋を必ず着用してください。

必要な器材

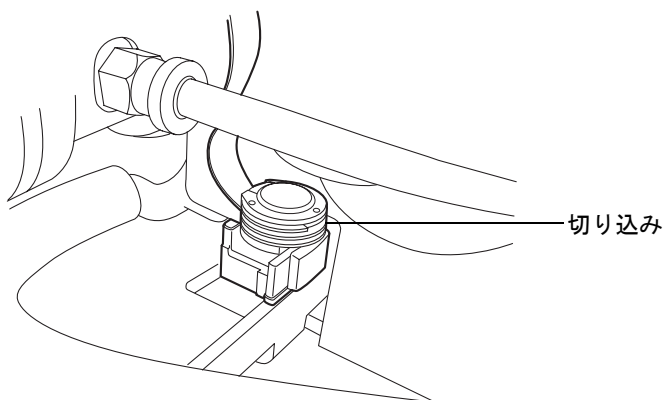
- ・ 清浄で耐薬品性のあるパウダーフリーの手袋
- ・ リークセンサー

検出器のリークセンサーを交換するには

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

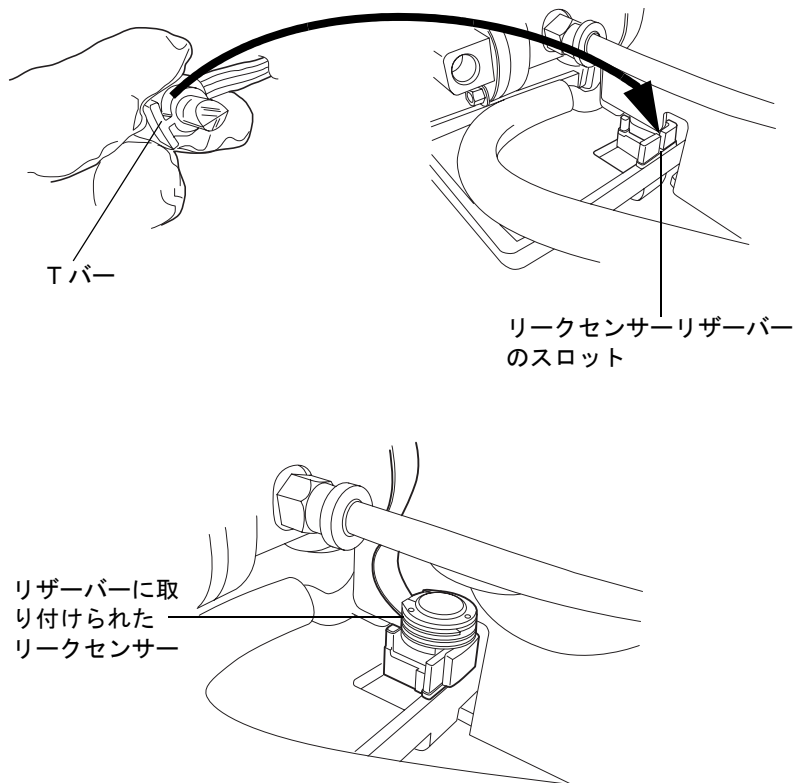


3. 切り込み部分を持ってリークセンサーを上を引き上げて、リザーバーから取り外します。



4. 新しいリークセンサーを開梱します。

5. リークセンサーのTバーをリークセンサーリザーバー側面のスロットに合わせ、リークセンサーをスライドさせて所定の位置に取り付けます。



6. リークセンサーのコネクタを装置前面に差し込みます。
7. ACQUITY UPLCコンソールのシステムツリーからお使いの検出器を選択します。
8. 検出器の情報ウィンドウで、[コントロール](Control) > [リセット](Reset) をクリックし、検出器をリセットします。

流路のクリーニング

検出器を最良の性能で使用するために、検出器が長期間アイドル状態のままになる場合には常に流路から移動相を除去することをお勧めします。



注意：カラムの傷みを防ぐため、流路から移動相を除去する前にカラムを外しておいてください。

流路のクリーニング方法

- ドリフトチューブ温度を適切な脱溶媒温度に設定します。
ヒント：ほとんどの溶媒では 50 °C (122 °F) が脱溶媒に適切な温度です。
- バッファ系移動相を 100% HPLC グレードの水に置換して、280 kPa (2.8 bar, 40 psi)、0.5 mL/minで30分間平衡化を行います。


ランプカートリッジの交換

推奨事項：検出器を適切に運用するためには、ランプカートリッジの位置合わせが重要になります。このため、Waters の調整済みランプカートリッジの使用をお奨めします。

必要な器材

- プラスドライバー #2
- ランプカートリッジ

ランプのカートリッジを交換する手順

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

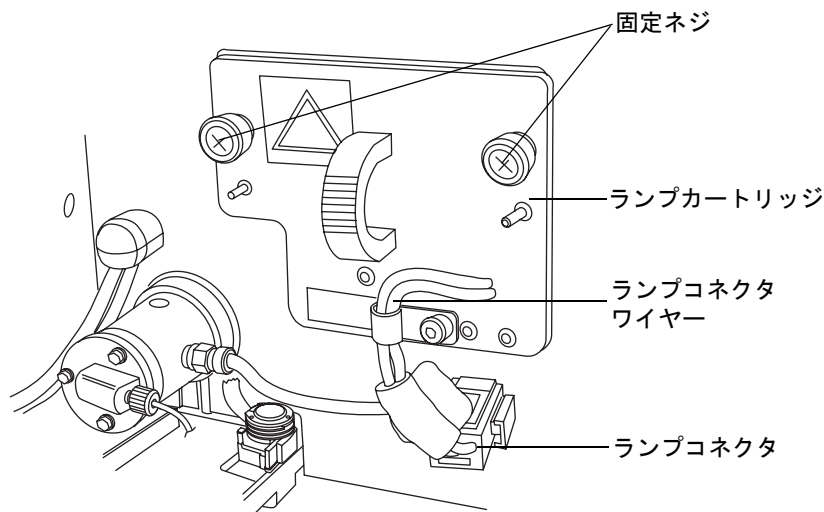
代替手段：時間を節約するには、ランプの電源を切った後、15 分間検出器の電源を入れたままにしてください。そうすると、ファンがランプに冷却した空気を吹き付けるので、より迅速に冷却されます。





警告：ランプおよびランプハウジングが熱くなっている場合があります。30 分間（ファンが動作している場合は 15 分間）待機し、冷却してから、これらの構成部品に触れてください。

3. ランプを30分間(ファンが動作している場合は15分間)放置して温度を下げてから、検出器の扉を開け、右側の突起を静かに手前に引きます。
4. プラスドライバーを使用して、2本の固定ネジを完全にゆるめ、ランプの接続ワイヤーに無理な力がかからないようにするため、アセンブリを少しだけ引き出します。

ランプカートリッジの取り外し/交換

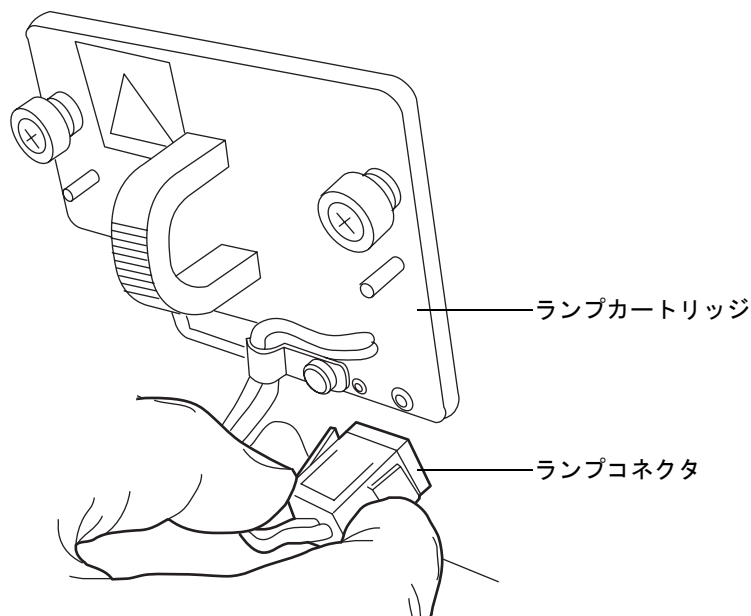


 **警告：** 感電防止のため、ランプの電源コネクタを検出器から外す前に、検出器の電源をオフにして電源コードのプラグを抜いてください。

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

5. フロントパネルからランプコネクタを外します。

ランプコネクタの取り外し



6. ランプカートリッジアセンブリを外し、新しいものと交換します。
7. ランプコネクタをつけ直します。




注意：

- 素手で新しいランプに触らないでください。手の皮脂によってランプ寿命が非常に短くなります。指紋がランプについた場合には、エタノールに浸した繊維の出ない柔らかいティッシュペーパーで拭き取ります。
- ランプの位置合わせがずれてしまうので、ランプの高さ調節レバーには触れないようにしてください。

8. アセンブリをはめ込み、プラスドライバーで2本の固定ネジを締めます。
9. 検出器の扉を閉じます。
10. 検出器の電源を入れ、検出器が暖まるまで約30分待ってから操作を再開します。
ヒント： 検出器の電源をオフにしてからオンにすると、検証プロシージャが始まります。
11. コンソールで、[保守] (Maintain) > [ランプ交換] (Change Lamp) と選択します。

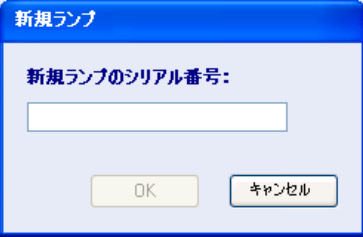
[ランプ交換] ダイアログボックス



インストール日時	シリアル番号	時間
27-Apr-05	1234567890	478.08
		1185.98
		0.12
		0.07
		147.40
		13.32

12. [新規ランプ] (New Lamp) をクリックします。

[新規ランプ] ダイアログボックス



13. 新しいランプのシリアル番号を入力して(ランプコネクタのワイヤに付いているラベルを参照)、[OK] をクリックします。

ネブライザーの交換

必要な器材

- 5/16 インチスパナ
- ACQUITY ネブライザー
- ネブライザーパッキングリング

ネブライザーを交換する手順

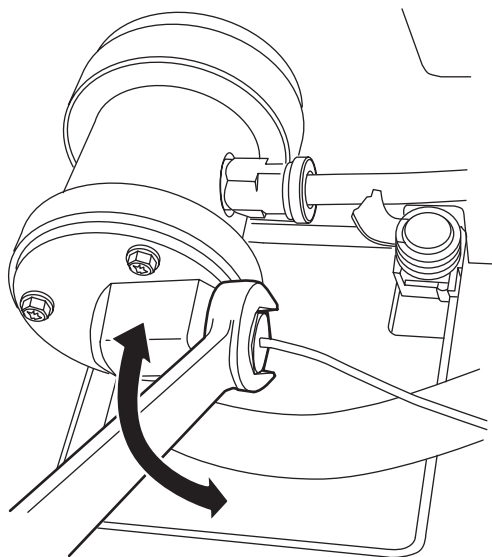
1. 送液を停止し、溶媒のインレットラインを外します。
2. 検出器の電源を切り、電源ケーブルを背面パネルから抜きます。



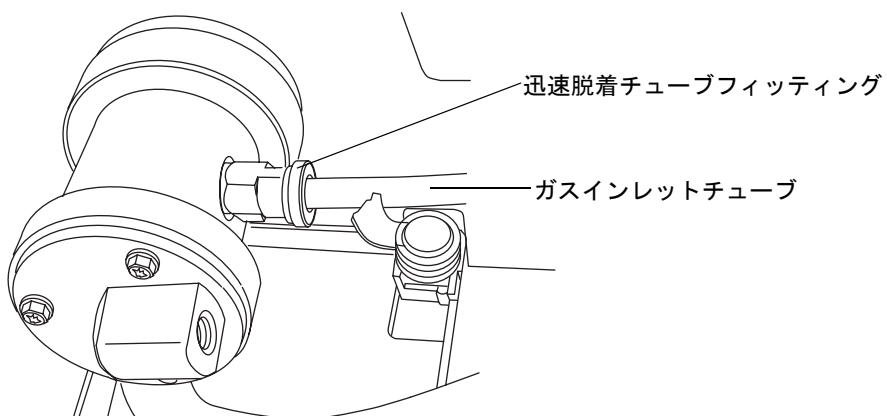
警告：火傷の恐れがあるため、コンソールに表示されているように、温度が 30 °C 未満に冷却されるまでネブライザーに触らないようにしてください。温度が 30 °C を超えたら、触れる前に以下の 2 つの方法のいずれかでネブライザーを冷却してください。

- 検出器の電源をオフにしてから 30 分間待機します。
 - ELSD ネブライザー設定ダイアログボックスで冷却を指定後、10 分間待機します ([3-10 ページ](#)を参照)。
3. 検出器の扉の右端をゆっくり引いて、手前に扉を開きます。
 4. 5/16 インチレンチを使用して、ネブライザー前面でインレットチューブを支えている締付け用ねじを緩めてから、溶媒インレットチューブを外します。

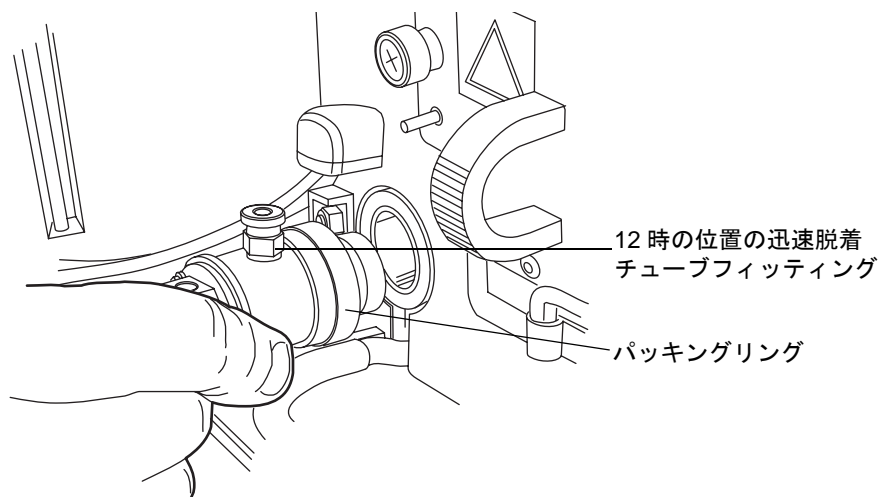
レンチを使用した溶媒インレットチューブの取り外し



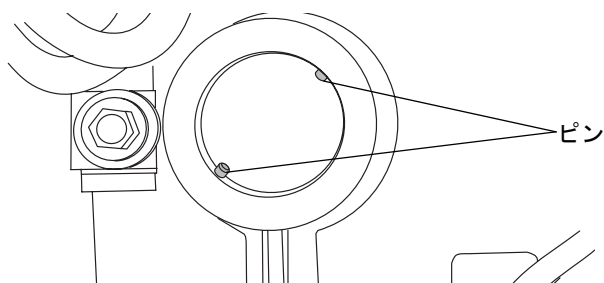
5. ガスフローを停止します。
6. ネブライザーの右側面にある迅速脱着チューブフィッティングを押し込んで、ガスインレットチューブを引き出します。



7. ネブライザーを押し込み、反時計回りに回転させて、クイック脱着チューブフィッティングが時計の12時の位置にくるようにします。ネブライザーを噴霧室から取り外します。



8. 古いネブライザーからパッキングリングを外し、新しいネブライザーに取り付けます。パッキングリングがダメになっている場合は、新しいものと交換してください。
9. 脱溶媒チャンバーの内側にある2本のピンを新しいネブライザーの溝に合わせます。迅速交換式チューブフィッティングが12時の位置になります。



10. ネブライザーを噴霧室のほうに押し込み、かちっと嵌るまで時計回りの方向に回します。
11. ネブライザーの右側の迅速交換式チューブフィッティングにガスインレットチューブを挿入します。
12. ネブライザー前面に溶媒インレットチューブを接続します。
13. 検出器の電源をオンにします。

超音波洗浄によるネブライザーのクリーニング

超音波洗浄によるネブライザーのクリーニング方法（超音波脱気）

1. 送液を停止し、溶媒のインレットラインを外します。
2. 検出器の電源を切り、背面パネルから電源ケーブルを外します。

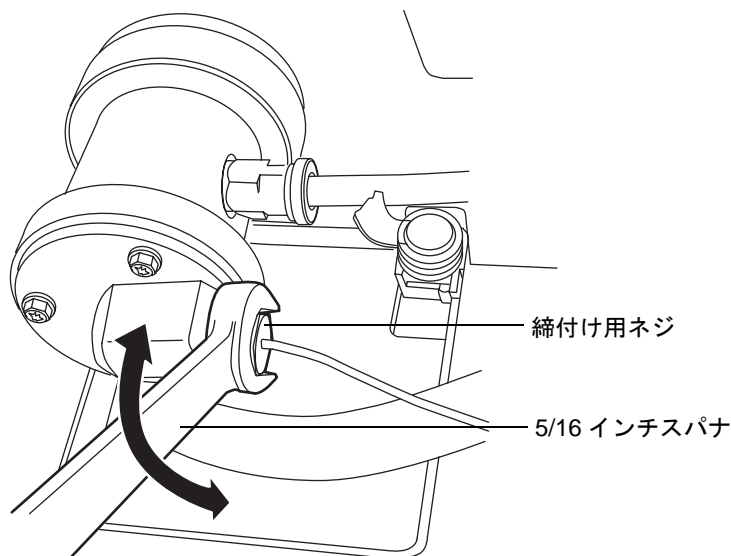


警告：火傷の恐れがあるため、コンソールに表示されているように、温度が 30 °C 未満に冷却されるまでネブライザーに触らないようにしてください。温度が 30 °C を超えたら、触れる前に以下の 2 つの方法のいずれかでネブライザーを冷却してください。

- ・ 検出器の電源をオフにしてから 30 分間待機します。
- ・ ELSD ネブライザー設定ダイアログボックスで冷却を指定後、10 分間待機します（3 ～ 9 ページを参照）。

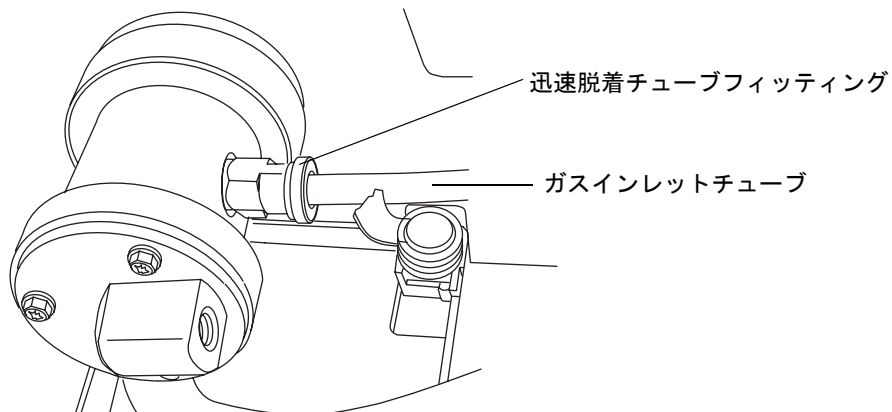
3. 検出器の扉の右端をゆっくり引いて、手前に扉を開きます。
4. 5/16 インチレンチを使用して、定位置でインレットチューブを支えている締付け用ねじを緩めてから、溶媒インレットチューブを外します。

レンチを使用した溶媒インレットチューブの取り外し

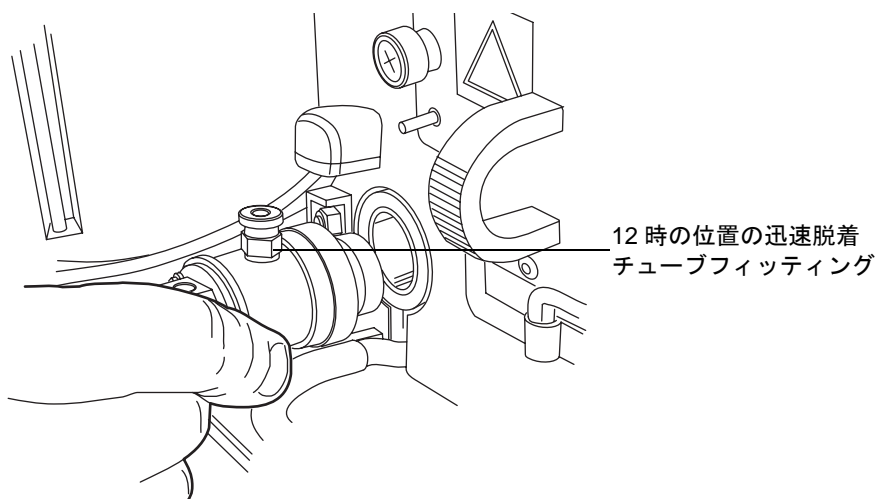


- a. ネブライザーから溶媒インレットチューブを外します。
5. ガスフローを停止します。

6. ネブライザーの右側面にある迅速脱着チューブフィッティングを押し込んで、ガスインレットチューブを引き出します。

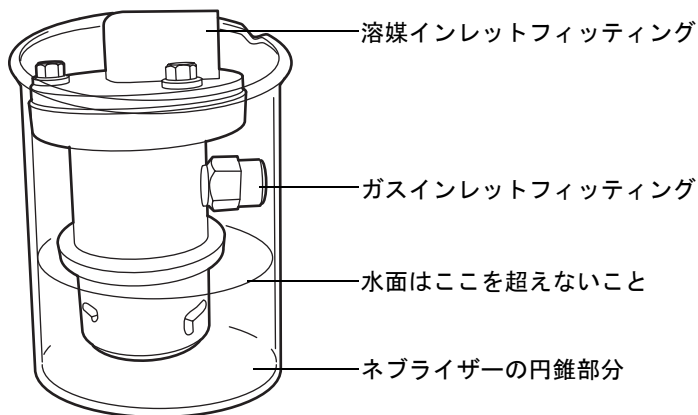


7. ネブライザーを押し込み、反時計回りに回転させて、迅速脱着チューブフィッティングが時計の 12 時の位置にくるようにします。そのあとネブライザーを噴霧室から取り外します。



8. ネブライザーから赤色のパッキングリングを外します。
9. 溶媒インレットフィッティングが立つように、ネブライザーを縦にしてビーカーに入れます。
10. ビーカーに100% HPLCグレードの水または移動相と互換性のある有機溶媒の混合液を入れます。この時、ガスインレットフィッティングまたは溶媒インレットフィッティングは水につからないようにしてください。


ビーカーにネブライザーを入れた状態



11. ビーカーごとに10～15分間、超音波洗浄機にかけます。
12. 超音波洗浄器からビーカーを取り出します。
13. ネブライザーをビーカーから取り出します。
14. ネブライザー右側面のクイック脱着チューブフィッティングにガスインレットチューブを差し込み、乾いたビーカーにネブライザーを立てて入れます。
15. ガスを410 kPa (4.1 bar、60 psi) で5～10分間流し、ネブライザーについた液体を吹き飛ばします。
16. ネブライザーを元の位置に付け直します。「[ネブライザーアセンブリの設置](#)」(2-6ページ)を参照してください。
17. システムを運転条件にリセットし、クロマトグラフィーで評価します。

ドリフトチューブのクリーニング

ドリフトチューブをクリーニングする手順

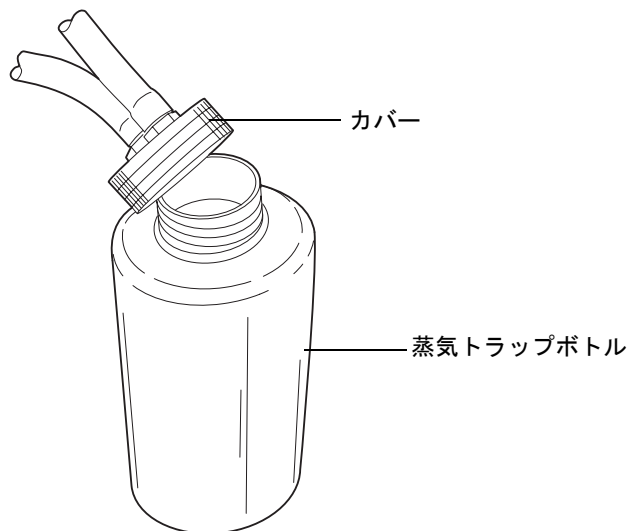
1. コンソール画面で、システムツリーから[ELSD検出器]を選択します。
2. 温度エリアで、下線表示された設定値が含まれている[ネブライザー] (Nebulizer) フィールドをクリックします。[ELSD ネブライザーの設定] (ELSD Nebulizer Setup) ダイアログボックスが表示されます。
3. ネブライザーモードのドロップダウンリストからオンを選択します。
4. ネブライザーの電力パーセントレベルに75%を入力します。
5. 温度エリアで、下線表示された設定値が含まれている[ドリフトチューブ] (Drift Tube) フィールドをクリックします。[ELSD ドリフトチューブの温度] (ELSD Drift Tube Temperature) ダイアログボックスが表示されます。
6. ドリフトチューブのヒーター温度の設定値に100 °C (212 °F)を入力し、[OK]  をクリックします。
7. カラムを外します。
8. 100% HPLCグレードの水または移動相と互換性のある有機溶媒の混合液でシステムを60分間、1 mL/分で洗浄します。
9. システムを運転状態にリセットします。
10. カラムを元の位置に付け直します。
11. クロマトグラフィーを評価します。

蒸気トラップのメンテナンス

蒸気トラップのメンテナンス方法

1. 蒸気トラップのフタを取り、中身を適切な廃液容器に捨てます。

蒸気トラップのフタを外す



2. フタを元に戻します。

ノイズとドリフトのテスト

検出器のノイズとドリフトのテスト方法

1. コンソール画面で、システムツリーから[ELS検出器]を選択します。
2. [トラブルシューティング](Troubleshoot) > [ノイズおよびドリフト](Noise and drift)をクリックします。
3. [テストパラメータ](Test Parameters)で、[ノイズテスト](Noise Test)を選択してから[開始](Start)をクリックします。

ヒント: [結果](Results)をクリックして、途中の読み取り値を表示します。

4. 結果が表示されたら、テストのデータが正しいことを確認します。

ヒント: 一定時間、複数のテストを実行してから、適切な値を決定することができます。

5. [テストパラメータ](Test Parameters)では、[ドリフトテスト](Drift Test)を選択してから[開始](Start)をクリックします。

ヒューズの交換



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

検出器は、100～240 VAC、50～60 Hz、F 5.0 A、250 V FAST BLO、5×20 mm (IEC) のヒューズを2本使用しています。

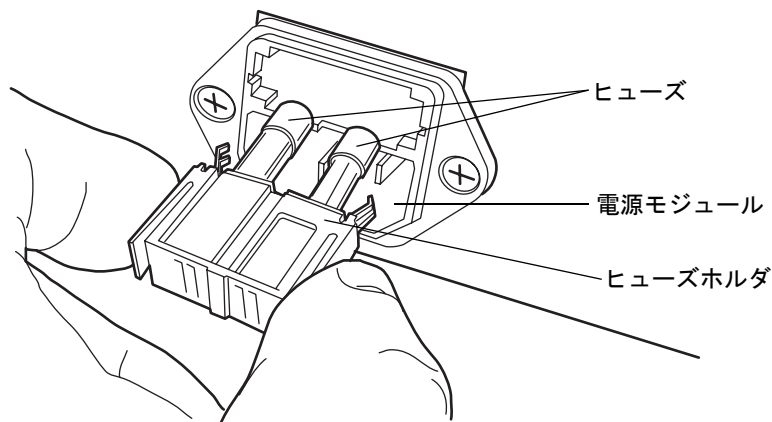
下記のような症状が現れた場合、ヒューズの切断または不良が疑われます。

- ・ 検出器の電源がオンにならない
- ・ ファンが回転しない

ヒューズを交換するには

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

1. 検出器の電源をオフにして、電源コードを電源モジュールから外します。
2. 検出器の背面パネルにある電源モジュールの上部に、スプリング仕掛けで固定されているヒューズホルダの側面をつまみます。最小限の力を加えて、スプリング仕掛けのヒューズホルダを取り外してください。



3. 古いヒューズを取り外して捨てます。
4. 新しいヒューズが規格にあった同格のものであることを確認します。ヒューズをホルダに取り付け、次にホルダを電源モジュールに取り付けます。ホルダは、所定の位置でロックされるまでしっかりと挿入します。
5. 電源モジュールに、電源コードを接続します。

装置外部のクリーニング

検出器の外部のクリーニングには、水に浸した柔らかい布を用いてください。

トラブルシューティング

以下の表は、ELS 検出器のハードウェアに関する一般的なトラブルの一覧です。

ELS 検出器のトラブルシューティング

症状	考えられる原因	対処方法
LED が両方とも消灯	電源が入らない	電力供給用のコンセントを確認する
	ケーブルの緩みまたは不良	電源コードの接続を確認する
	ヒューズの切断（寿命）または不良	ヒューズを交換する（「 5-22 ページ 」を参照）

6

検出の最適化と溶媒の調製

適切な溶媒を選び、適切な方法で調製することは、ドリフト、ノイズ、不安定なベースラインなどのベースライン変動を避けるために、エバポレイティブ光散乱検出器では非常に重要です。この章では以下のことについて説明します。

- 検出器の性能
- 一般的な溶媒の問題
- 溶媒の選択
- 溶媒の脱気



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 (safe laboratory practices) を順守してください。溶媒の使用に関しては物質安全性データシート (Material Safety Data Sheet: MSDS) を参照してください。

内容 :

トピック	ページ
検出器性能の最適化	6-2
溶媒の選択	6-3
最適な条件で分析するために	6-4

検出器性能の最適化

移動相の最適化

移動相に微粒子が含まれるとバックグラウンドおよびノイズが高くなります。多くの場合、蒸留水およびHPLCグレードの溶媒を使用するので十分です。溶媒を比較する場合、最も重要なパラメータは蒸発後の残留物の量で、残留物は1 ppm以下でなければいけません。

移動相には、リン酸、硫酸、リン酸塩、硫酸塩などの不揮発性の溶媒添加剤は使用できません。 CF_3COOH (トリフルオロ酢酸) および CH_3COOH (酢酸) などの MS に適合する揮発性の溶媒添加剤は、ELS検出器で使用できます。

サンプルの前処理

サンプルに粒子が含まれる場合には、0.2 μm または 0.45 μm のフィルターでろ過してからインジェクションを行うことをお奨めします。

カラムの取り扱い

クロマトグラフィーカラムの中には分析化合物を分離するための充填剤（微粒子）がパッキングされています。ある種の条件下では、カラム充填剤が化学的あるいは物理的に壊れる可能性があり、この結果、ELS 検出器に粒子が入り、ノイズが高くなる場合があります。

カラム充填剤の耐久性は、粒子径、カラム種類、カラムメーカー、移動相の性質などによって異なります。例えば、シリカベースカラムの充填剤は高 pH でダメージを受けます。



注意：ネブライザーの損傷を避けるために、最低でもカラム容量の 10 倍の移動相を使用して、カラムを事前にフラッシュ洗浄してから、ネブライザーに接続してください。例えば、2.1 × 50 mm のカラムの場合、0.5 mL/分の流速で 10 分間フラッシュ洗浄します。

溶媒の選択

理想的な溶媒とは、分析サンプルに対して高溶解性を示し、ノイズが許容範囲内である溶媒です。

溶媒の品質

スペクトル分析用または HPLC 用の溶媒を使用してください。結果に再現性が得られ、装置のメンテナンスが少なくすみます。

汚れた溶媒や不純物を含む溶媒は、以下のトラブルの原因になります：

- ・ ベースラインノイズおよびドリフト
- ・ カラムの目詰まり
- ・ 流路の目詰まり

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を得るために、以下のガイドラインに従って溶媒調製を行ってください：

- ・ 0.45 μm のフィルターで溶媒のろ過を行う
- ・ 溶媒の脱気/スパージを行う
- ・ 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

水

超純水精製装置によって精製された水を必ず使用してください。ろ過された水を用意できない場合は、使用前に 0.45 μm のメンブレンフィルターでろ過を行ってください。有機炭素含有率はできる限り低いものが望ましいです (<5 ppb)。

バッファーとの相溶性

検出器では、塩を含むバッファー溶液のような不揮発性溶媒は使用できません。酢酸やギ酸アンモニウム等の揮発性添加剤は使用することができます。

マススペクトロメトリーで使用されるような移動相添加剤（例えば、酢酸アンモニウム、炭酸水素アンモニウム、ギ酸アンモニウムなど）は、0.01 M または 0.1% (v/v %) よりも低い濃度であればエバポレイティブ光散乱検出器にも使用可能です。移動相の不揮発性化合物の濃度が高いと、ベースラインノイズ、低感度、ネブライザーや細径チューブの目詰まりの原因になります。沸点が低く、純度の高い移動相を使用することをお奨めします。



注意：不揮発性のバッファを使用しないでください。ノイズの原因となり、また検出器のコンポーネントを塞ぐことがあります。

有機溶媒との相性

ELS 検出器は、逆相および順相有機溶媒を含む標準のクロマトグラフィー溶媒に完全に対応しています。ご使用のクロマトグラフィーシステムの制限が、検出器溶媒の制限となります。

テトラヒドロフラン (THF)

安定剤無添加の THF を使用する場合には、常に新しい溶媒を使用してください。以前に開封した THF には過酸化物が生成しており、ベースラインドリフトの原因になります。



警告: THF の汚染物質 (過酸化物) は濃縮または蒸発により乾固する場合、爆発する可能性があります。



警告: 火災・爆発の危険性。移動相に可燃性物質が含まれる場合は、空気をキャリアガスとして使用しないでください。

最適な条件で分析するために

検出器のベストパフォーマンスを得るためには各パラメータ設定を的確に行わなければなりません。ネブライザーガス流量、ネブライザー温度、ドリフトチューブ温度、これら3つのパラメータはすべて良い結果を得るために重要です。

ネブライザーのガス圧力

ネブライザーガスの流量が多いと、生成する液滴がより小さくなるため、光の散乱も少なくなり、シグナルレスポンスが減少することになります。ガス流量が少ない方が、ガスの消費が少ない、良好な感度が得られるという点で、より好ましいと言えます。しかしある条件では、溶媒の霧化が不完全になってしまい、液滴が大きくなり、その結果ベースラインが大きくなるので、低流量であることの長所が相殺されてしまいます。液滴が大きくなると光散乱のメカニズムが複雑になり、検出器の性能を十分に活かすことができません。送液量を減らす場合には、ネブライザーガスの流量も下げて液滴の大きさが最適になるようにしなければなりません。170 kPa (1.7 bar、25 psi) 以下に窒素ガス流量を減少しないでください。

ネブライザー温度

ネブライザーの温度を下げると、検出器の立ち上げ時間はより短くなります。また、温度を上げると、粘性が低くなり、液滴の表面温度が下がります。しかし、ネブライザー温度を高くしすぎると、溶媒がネブライザー内で沸騰し、クロマトグラムが悪化する原因となるので注意してください。クロマトグラムの悪化は、スパイクノイズが増えることによるベースラインのノイズの増加によって確認できます。

推奨事項: ネブライザー温度が高くなると、それだけ多くの量の物質が霧化されてドリフトチューブに導入されることになり、ドリフトチューブもより高い温度にする必要が生じます。このため、ネブライザーの温度は低めの設定をお勧めします。

噴霧室を加熱すると、ドリフトチューブ内の試料の蒸気量が増えます。試料の量が増えればシグナルレベルも大きくなりますが、一方でドリフトチューブの温度も高くする必要があります。このため、ドリフトチューブの温度を最小限に抑える必要のあるサンプルでは問題が発生する場合があります。

ドリフトチューブ温度

ドリフトチューブの温度の変更はネブライザーガスの流量を変えるほどの効果はありません。しかし、ドリフトチューブ温度は溶媒が十分蒸発し、乾燥したサンプル粒子の流体が形成され、かつサンプルに悪影響を与えない程度に高い温度に設定しなければなりません。ドリフトチューブの温度が低すぎると、溶媒がチューブ内に満たされ、スパイクノイズや高ノイズの原因になります。ドリフトチューブ温度が高すぎると、サンプルも蒸発してしまい、サンプルレスポンスが小さくなってしまいます。

最適な温度の選択

システムをセットアップする際、逆相クロマトグラフィを使用している場合には、ドリフトチューブの温度を 50 °C (122 °F) に設定します。この値はメソッド最適化中に調節できます。

試料が熱に弱い場合には温度を下げることで熱による試料の損失が最小限に抑えられ、検出感度を向上させることができます。しかしながら、ある溶媒と流量では、溶媒が蒸発しないために、クロマトグラムノイズが急激に増加する場合があります。流量が大きい場合には、ノイズを抑えるために、より高い温度にする必要があります。

A 安全に関する勧告

Waters 製品には危険記号が表示されています。これは、装置を操作およびメンテナンスする際の隠れた危険性について警告するためのものです。各装置のユーザーガイドにも、危険記号の説明とその回避方法が示されています。本付録では、Waters の全製品に適用されるすべての安全記号および説明について記載しています。

内容：

トピック	ページ
警告記号	A-2
注意記号	A-4
Waters 製品全般に適用される警告	A-5
電氣的取扱記号	A-6

警告記号

警告記号は、装置の使用または誤使用に伴う死亡、傷害、または非常に有害な生理的反応の危険性を警告します。Water 製品の設置、修理、操作を行う際にはすべての警告に留意してください。Waters は、装置の設置、修理、操作の担当者が安全に関する注意事項に従わなかった場合の障害については責任を一切負わないものとします。

作業固有の危険性に関する警告

以下の警告記号は、装置または装置コンポーネントの操作・メンテナンスで生じる可能性がある危険を知らせます。こうした危険には、火傷、感電、紫外線照射などがあります。

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



警告：（一般的な危険性。この記号が装置に示されているときは、該当する使用説明書で安全に関する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：（機械の移動で負傷する危険性。）



警告：（紫外線照射の危険性。）



警告：（腐敗性物質への接触の危険性。）



警告：（有毒物質への暴露の危険性。）



警告：（レーザー光線照射の危険性。）



警告：（重大な健康被害を引き起こす可能性のある生物因子への暴露の危険性。）

具体的な警告

以下の警告は、特定の装置のユーザーマニュアルに記載されており、装置自体またはそのコンポーネントパーツにも貼り付けられています。

爆発の警告

この警告は、非金属チューブが装着された Waters 製品に適用されます。



警告： 加圧した非金属チューブやポリマーチューブは爆発する可能性があります。こうしたチューブの付近で作業するときは、以下の注意事項を守ってください。

- ・ 防護メガネを着用してください。
- ・ 付近の火はすべて消してください。
- ・ 応力やねじれを受けたチューブは使用しないでください。
- ・ テトラヒドロフラン (THF)、濃硝酸、あるいは濃硫酸等の不適合試料に非金属チューブが触れないようにしてください。
- ・ 塩化メチレンやジメチルスルホキシドなどの試料は非金属チューブを膨張させ、チューブの破断圧力を大幅に低下させる可能性があるため、注意してください。

質量分析計可燃性溶媒に関する警告

この警告は、可燃性溶媒を取り扱う装置に適用されます。



警告： 十分な量の可燃性溶媒を使用する場合は、密閉空間での発火防止のため、イオン源への窒素の移動相を送り込む必要があります。

可燃性溶媒を使用する分析では、窒素供給圧が 690 kPa (6.9 bar、100 psi) を絶対に下回らないようにしてください。また、窒素の供給に失敗した場合に、LC 溶媒送液が停止するように、LC システムへのガス障害接続が行われていることも確認してください。

質量分析計感電の危険性

この警告は、すべての Waters 質量分析計に適用されます。



警告： 感電防止の観点から、質量分析計の保護パネルは外さないでください。保護パネルによって被われているコンポーネントは、ユーザーによるメンテナンスを必要としません。

この警告は、特定の装置が操作モード状態のときに適用されます。



警告： 装置が操作モードの場合は、質量分析計の外面の一部に高電圧がかかっていることがあります。非致命的な感電防止のために、この高電圧警告記号の付いた領域に触れる場合は、その前に装置が待機モードであることをまず確認してください。

生物学的有害物質に関する警告

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



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

化学的有害物質に関する警告

この警告は、腐敗性物質、有毒性物質、可燃性物質、またはその他の種類の有害物質を処理する Waters 製品に適用されます。



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

注意記号

注意記号は、装置の使用または誤使用により装置を損傷したりサンプルの完全性が損なわれたりすることを示します。以下の記号とそれに関する記述は、装置またはサンプルに損傷を与える危険性を警告する種類の典型的なものです。



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

Waters 製品全般に適用される警告

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



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



警告：圧力のかかったポリマーチューブを扱うときは、注意してください。

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



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



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

電氣的取扱記号





電氣的記号

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

	電源オン
	電源オフ
	待機
	直流
	交流
	接地
	フレーム、またはシャーシ、アース
	ヒューズ
	リサイクル記号：一般廃棄物として処理しないでください。

取扱記号

これらの取扱記号とそれに関する記述は、Waters 製品およびコンポーネントの出荷時の梱包箱の外側に貼り付けられたラベルに記載されています。

	天地無用
	水ぬれ防止
	ワレモノ注意
	手かぎ禁止

B 仕様

ACQUITY UPLC ELS 検出器の仕様

物理仕様

属性	仕様
高さ	21.6 cm (8.5 インチ)
奥行	51.8 cm (20.4 インチ)
幅	34.3 cm (13.5 インチ)
重量	14.7 kg (32.5 ポンド)

環境仕様

属性	仕様
動作温度	4 ~ 30 °C (39.2 ~ 86 °F)
動作時の湿度	<90%、結露しないこと
出荷および保管温度	-30 ~ 60 °C (-22 ~ 140 °F)
輸送時および保管時の湿度	<90%、結露しないこと

電氣的仕様

属性	仕様
保護クラス ^a	クラス I
過電圧カテゴリ ^b	II
汚染レベル ^c	2
湿気防止 ^d	標準 (IPXO)

電氣的仕様（続き）

属性	仕様
 電源電圧、標準	接地された AC
入力電圧範囲	85 ~ 264 VAC
入力周波数範囲	47 ~ 63 Hz
ヒューズ	100 ~ 240 VAC、50 ~ 60 Hz、 F 5.0 A、250 V FAST BLO、 5 × 20 mm (IEC)
最大 VA 入力	200 VA

- a. **保護クラス I** – 感電を防止するために装置は絶縁されています。保護クラス I は、帯電部（ワイヤ）と露出した導電部（金属パネル）間の単一の絶縁レベルを指定するクラスです。露出した導電部は、接地システムに接続されています。この接地システムは、電源コードプラグの 3 番目のピン（接地ピン）に接続されます。
- b. **過電圧カテゴリ II** – 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. **汚染レベル 2** – 電気回路の汚れの基準で、絶縁耐力または表面抵抗率を減少させる場合があります。レベル 2 は、通常の高伝導性の汚れのことを指しています。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 (IPX0) – IPX0** は、漏れや吹き出した水の進入防止がないことを意味しています。X は、ほこりに対する保護を表すブレースホルダです。

動作の仕様

項目	仕様
ネブラライザー	前面取り付け、はめ込み設計
温度制御噴霧室	ヒーター 0 ~ 100%、温度調節、クーラーオン / オフ
ガス	窒素ガス供給量、490 kPa (4.9 bar、65 psi) 以上
温度範囲ドリフトチューブ	0.1 °C 刻み、フィードバックの正確度 (0.1 °C)
最大送液量	水 100% (2 mL / 分)
フィルターの設定	ハミング、0 ~ 5.0 秒 (0.1 秒刻み)
自動運転	リークセンサ、コンソールソフトウェアによって取得された完全診断データ

光学系部品の仕様

項目	仕様
光学系	光学ベンチの加温（定数 50 °C [122 °F]）
光源	多色タングステンハロゲン、前面取り付け、調整済み、ユーザーが設置可能
ランプ較正	経時的なランプの劣化を補正する PMT 較正/ノーマライズ
ランプのノーマライズ	必要に応じた診断および起動時の診断によりランプ信号の出力低下を補正
検出器	光電子増倍管
PMT 較正	個々の PMT がベース
電圧範囲	0 ~ 1250 VDC

データの仕様

項目	仕様
範囲	0.1 ~ 2000 光散乱ユニット（フルスケール）
アナログ出力	2 つの LS ユニットとネブライザー、ドリフトチューブ
アナログデータ出力 信号範囲	-0.1V ~ +2.0 VDC（完全減衰）
減衰設定	10 ~ 2000 LSU（フルスケール）、10 ~ 2000 mV
RS232 出力	サービス診断およびファームウェアのアップデートに使用
デジタルデータ	24 ビットデジタルデータ、80 Hz（イーサネット接続）
アナログ出力	2 つの完全プログラム可能な出力、片方の ELS 検出器信号と温度では、ユーザーが設定できる電圧またはデータオフセットにより、片方のネブライザーの温度、ドリフトチューブ 0 ~ 2 ボルトをモニターします。

索引

A

- ACQUITY UPLC ELS 検出器
 - I/O シグナルコネクタ 2-17
 - インストール 2-3
 - 開始 3-2
 - コントロールパネル、使用 3-3
 - シグナルコネクタ 2-17
 - シャットダウン 3-15
 - 蒸気トラップのメンテナンス 5-21
 - 説明 1-7
 - 電源 LED 3-2
 - トラブルシューティング 5-23
 - ドリフトチューブのクリーニング 5-20
 - ネブラライザー、交換 5-14, 5-17
 - 背面パネル 1-14
 - ヒューズ、交換 5-22
 - ランプ 3-3
 - カートリッジ、交換 5-10
 - 冷却時間 5-11

C

- CPU ボード 1-8

D

- DC パワーサプライ 1-8

E

- EC の認定代理人 vii
- Ethernet 接続、実行 2-17
- Ethernet 通信インターフェース 1-8

I

- I/O シグナルコネクタ 2-17
- ISM 分類 vi

L

- LED
 - ACQUITY UPLC ELS 検出器 3-4
 - 電源 3-2
 - モニター 3-2
 - ランプ 3-3

P

- PMT キャリブレーション 1-8
- PMT ゲインファクタ 3-5
 - 設定 3-11
 - 表示 3-3

W

- Waters テクニカルサービス、問い合わせ 2-2
- Waters テクニカルサービスへの連絡 2-2

あ

- 安全
 - 注意事項、メンテナンス 5-3
- 安全に関する勧告 A-1

い

- 移動相、準備 4-2
- インストール
 - ACQUITY UPLC ELS 検出器 2-3
 - 複数検出器のドリフトトレイ 2-14

う

- ウォーターズテクニカルサービスへの連絡 5-2
- ウォーターズテクニカルテクニカルサービス、問い合わせ 5-2

え

- エバポレイティブ光散乱
 - 検出過程 1-2
 - 制限 1-6

お

- オートゼロコントロール 3-4
- 温度
 - コントロール 1-10
 - ドリフトチューブ 6-5

か

化学的有害物質に関する警告 [A-4](#)

可燃性溶媒 [A-3](#)

環境仕様 [B-1](#)

ガス

圧力 [3-5](#)

設定 [3-12](#)

表示 [3-3](#)

接続、供給 [2-5](#)

必要条件 [2-5](#)

き

記号

警告 [A-2](#)

注意 [A-4](#)

電氣的 [A-6](#)

取扱 [A-7](#)

起動、診断 [1-11](#)

キャリブレーション

PMT [1-8](#)

光電子増倍管 [1-8](#)

く

クリーニング、流路 [5-10](#)

クロマトグラフィー条件、変更 [3-15](#)

け

警告記号 [A-2](#), [A-5](#)

検出 [1-4](#)

検出器

仕様

光学系部品 [B-3](#)

操作 [B-2](#)

データ [B-3](#)

蒸気トラップのメンテナンス [5-21](#)

ドリフトチューブ [5-20](#)

ネブライザー交換 [5-14](#), [5-17](#)

検出器のシャットダウン [3-15](#)

こ

光学系 [1-9](#)

光学系部品の仕様 [B-3](#)

光電子増倍管のキャリブレーション [1-8](#)

コンソール、概要 [1-12](#)

コントロールパネル [3-3](#)

コントロールボード [1-8](#)

さ

最適化 [6-4](#)

最適な温度、選択 [6-5](#)

サイフォンドレイン、接続 [2-12](#)

し

シグナル処理 [1-8](#)

システムのセットアップ [2-2](#)

質量分析計感電の危険性 [A-3](#)

集光システム [1-10](#)

仕様

環境 [B-1](#)

電氣的 [B-1](#)

物理 [B-1](#)

使用目的 [v](#)

診断、起動 [1-11](#)

蒸気トラップ、メンテナンス [5-21](#)

す

ストップフロー出力スイッチ [3-13](#)

スペアパーツ [5-3](#)

せ

生物学的有害物質に関する警告 [A-4](#)

設定

PMT ゲインファクタ [3-11](#)

ガス圧力 [3-12](#)

ドリフトチューブ温度 [3-7](#)

ネブライザーパラメータ [3-9](#)

接続

2 番目の検出器 [2-16](#)

Ethernet、実行 [2-17](#)

検出器ヘカラム [2-16](#)

電源 [2-19](#)

ネブライザーへのネブライザーガス
[2-16](#)

廃液ボトルへのサイフォンドレイン
[2-12](#)

接続、廃棄ライン [2-8](#)

た

対象読者および目的 v
脱溶媒 1-3

ち

注意記号 A-4

て

テストメソッド、作成 4-2
データ取り込み 1-8
データの仕様 B-3
電氣的記号 A-6
電氣的仕様 B-1
電源
 DC 1-8
 ランプ 1-8
電源、接続 2-19
電源オフ 3-15
電源を入れる 3-2
電子回路 1-8

と

トラブルシューティング 5-23
取扱記号 A-7
動作の仕様 B-2
ドリフトチューブ
 温度 6-5
 設定 3-7
 表示 3-3
 クリーニング 5-20

ね

ネブライザー 1-9
 温度 6-5
 温度、表示 3-3
 ガス流量 6-4
 交換 5-14, 5-17
 ネブライザーガスへの接続 2-16
 パラメータ、設定 3-9

の

ノイズ
 計算 1-8
 フィルタリング 1-8
ノイズのフィルタリング 1-8

は

ハードウェア、準備 3-1
廃液システム、正しい配置 2-3
廃液出口 2-3
排気
 通気条件 2-9
 ライン、接続 2-8
背面パネル 1-14
破損、レポート 2-2, 5-2
発光システム 1-9
爆発の警告 A-3

ひ

光散乱
 種類
 屈折 - 反射散乱 1-4
 ミー散乱 1-4
 レイリー散乱 1-4
 チャンバー 1-9
 ユニット、表示 3-3
必要条件
 ガス 2-5
 排気の通気 2-9
ヒューズ、交換 5-22
ヒューズの交換 5-22

ふ

フィルター、時定数 3-5
フィルター時定数 3-5
複数検出器のドリフトトレイ、設置 2-14
噴霧 1-3
物理仕様 B-1
分析、準備 4-2
プリアンプボード 1-8

ほ

本装置に関するガイドライン [v, A-5, 5](#)

め

メンテナンス

安全に関する注意事項 [5-3](#)

注意事項 [5-3](#)

リークセンサー [5-4](#)

も

目的および対象読者 [v](#)

モニター、システム装置 [LED 3-2](#)

よ

溶媒

選択 [6-1](#)

調製 [6-1](#)

理想的 [6-3](#)

ら

ランプ

[LED 3-4](#)

エネルギー [1-11](#)

オフ [3-14](#)

カートリッジ、交換 [5-10](#)

電源 [1-8](#)

パフォーマンス [1-11](#)

ランプ寿命を長持ちさせるために [3-14](#)

ランプ寿命を長持ちさせるために [3-14](#)

り

リークセンサー

交換 [5-8](#)

メンテナンス [5-4](#)

リセットコントロール [3-4](#)

流路、クリーニング [5-10](#)