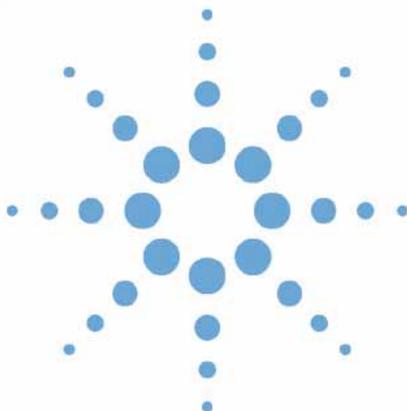




Agilent 1200 シリーズ
蛍光検出器
G1321A



ユーザーマニュアル



Agilent Technologies

注意

© Agilent Technologies, Inc. 2006

本マニュアルは米国著作権法および国際著作権法によって保護されており、Agilent Technologies, Inc.の書面による事前の許可なく、本書の一部または全部を複製することはいかなる形式や方法（電子媒体による保存や読み出し、外国語への翻訳なども含む）においても、禁止されています。

マニュアル番号

G1321-96010

エディション

02/06

Printed in Germany

Agilent Technologies
Hewlett-Packard-Strasse 8
76337 Waldbronn

マニュアル構造

ユーザーマニュアル G1321-90010 (英語) とそのローカライズされたバージョンには、サービスマニュアルのサブセットが含まれており、印刷物として検出器と一緒に出荷されます。

サービスマニュアル G1321-90110 (英語) には、Agilent 1200 シリーズ蛍光検出器についての詳細な情報が含まれています。これは Adobe Reader ファイル (PDF) でのみ入手できます。

保証

このマニュアルに含まれる内容は「現状のまま」提供されるもので、将来のエディションにおいて予告なく変更されることがあります。また、Agilent は、適用される法律によって最大限に許可される範囲において、このマニュアルおよびそれに含まれる情報に関して、商品性および特定の目的に対する適合性の暗黙の保証を含みそれに限定されないすべての保証を明示的か暗黙的かを問わず一切いたしません。Agilent は、このマニュアルまたはそれに含まれる情報の所有、使用、または実行に付随する過誤、または偶然的または間接的な損害に対する責任を一切負わないものとします。Agilent とお客様の間に書面による別の契約があり、このマニュアルの内容に対する保証条項がこの文書の条項と矛盾する場合は、別の契約の保証条項が適用されます。

技術ライセンス

このマニュアルで説明されているハードウェアおよびソフトウェアはライセンスに基づいて提供され、そのライセンスの条項に従って使用またはコピーできます。

安全に関する注意

注意

注意は、危険を表します。これは、正しく実行しなかったり、指示を順守しないと、製品の損害または重要なデータの損失にいたるおそれがある操作手順や行為に対する注意を喚起します。指示された条件を十分に理解し、条件が満たされるまで、注意を無視して先に進んではなりません。

警告

警告は、危険を表します。これは、正しく実行しなかったり、指示を順守しないと、人身への傷害または死亡にいたるおそれがある操作手順や行為に対する注意を喚起します。指示された条件を十分に理解し、条件が満たされるまで、警告を無視して先に進んではなりません。

本書の内容

1 蛍光検出器の概要

この章では、検出器、機器の概要、そして内部コネクタの概要を示します。

2 設置について

この章では、環境要件、物理的仕様、そして性能仕様についての情報を示します。

3 検出器の設置

この章では、検出器の設置を説明します。

4 検出器のスタートアップ

この章では、検出器のスタートアップについて説明します。

5 検出器の最適化

この章では、検出器の最適化についての情報を示します。

6 トラブルシューティングとテスト機能

この章では、トラブルシューティングおよび診断機能、そしてさまざまなユーザーインターフェースについての概要を示します。

7 メンテナンスと修理

この章では、検出器のメンテナンスおよび修理に関する一般的な情報を示します。

8 メンテナンス

この章では、検出器のメンテナンスと必要なテストを説明します。

9 メンテナンス用部品と器材

この章では、メンテナンス用部品についての情報を示します。

10 付録

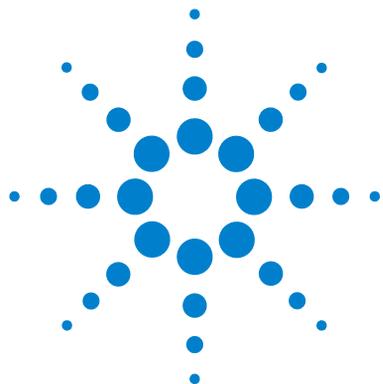
この章では、安全および一般情報を提供します。

目次

| | | |
|----------|---------------------------|-----------|
| 1 | 蛍光検出器の概要 | 7 |
| | 検出器の概要 | 8 |
| | 検出器の動作原理 | 9 |
| | ラマン効果 | 12 |
| | 光学ユニット | 13 |
| | 1次データの分析情報 | 19 |
| | 電氣的接続 | 24 |
| | 機器レイアウト | 26 |
| | アーリーメンテナンスフィードバック機能 (EMF) | 27 |
| 2 | 設置について | 29 |
| | 設置について | 30 |
| | 物理的仕様 | 33 |
| | 性能仕様 | 34 |
| 3 | 検出器の設置 | 37 |
| | 検出器の開梱 | 38 |
| | システムスタック構成の最適化 | 41 |
| | 検出器の設置 | 44 |
| | 検出器への配管 | 47 |
| 4 | 検出器のスタートアップ | 51 |
| | 始める前に | 52 |
| | 最適化の概要 | 53 |
| | スタートアップとチェックアウト | 55 |
| | メソッド開発 | 59 |
| | 例：複数化合物に対する最適化 | 72 |
| 5 | 検出器の最適化 | 79 |
| | 最適化の概要 | 80 |
| | 最適化に役立つ機能 | 81 |
| | 最適な波長を検出する | 82 |
| | 最適なシグナル増幅を検出する | 84 |

| | | |
|---|--------------------------|------------|
| キセノンフラッシュランプのフラッシュ周期を変更する 最適なレスポンスタイムを選択 | 87 | 85 |
| 迷光の削除 | 88 | |
| 6 | トラブルシューティングとテスト機能 | 89 |
| 検出器のインジケータとテスト機能の概要 | 90 | |
| ステータスインジケータ | 91 | |
| ユーザーインタフェース | 93 | |
| Agilent LC 診断ソフトウェア | 94 | |
| 7 | メンテナンスと修理 | 95 |
| 蛍光検出器修理の概観 | 96 | |
| 警告と注意 | 97 | |
| 検出器のクリーニング | 99 | |
| 静電気防止ストラップの使用法 | 100 | |
| 8 | メンテナンス | 101 |
| メンテナンスの概要 | 102 | |
| フローセルの交換 | 103 | |
| キュベットの使用方法 (ビデオクリップ) | 107 | |
| フローセルのフラッシュ | 108 | |
| リークの処理 | 109 | |
| リーク処理システム部品の交換 | 110 | |
| インタフェースボードの交換 | 112 | |
| 検出器ファームウェアの交換 | 113 | |
| テストおよびキャリブレーション | 114 | |
| ランプ強度テスト | 115 | |
| 波長のベリフィケーションとキャリブレーション | 117 | |
| 波長キャリブレーションの手順 | 119 | |
| 9 | メンテナンス用部品と器材 | 123 |
| メンテナンス部品の概要 | 124 | |
| キュベットキット | 125 | |
| スペア部品 | 126 | |
| アクセサリキット | 127 | |

| | | | |
|-----------|--------------------------------|------------|-----|
| 10 | 付録 | 129 | |
| | 安全に関する一般的な情報 | | 130 |
| | リチウム電池に関する情報 | | 133 |
| | 無線妨害 | 134 | |
| | 騒音レベル | 135 | |
| | 紫外線放射 (UV ランプのみ) | | 136 |
| | 溶媒について | 137 | |
| | Agilent Technologies の Web サイト | | 139 |



1 蛍光検出器の概要

| | |
|---------------------------|----|
| 検出器の概要 | 8 |
| 検出器の動作原理 | 9 |
| ラマン効果 | 12 |
| 光学ユニット | 13 |
| リファレンスシステム | 18 |
| 1 次データの分析情報 | 19 |
| 蛍光検出 | 19 |
| 燐光検出 | 20 |
| 生データの処理 | 20 |
| 電気的接続 | 24 |
| 機器レイアウト | 26 |
| アーリーメンテナンスフィードバック機能 (EMF) | 27 |
| EMF カウンタ | 27 |
| EMF カウンタの使用方法 | 28 |

この章では、検出器、機器の概要、そして内部コネクタの概要を示します。



1 蛍光検出器の概要

検出器の概要

検出器の概要

本検出器は、優れた光学的性能を発揮し、GLP に準拠し、保守が容易に行えるように設計されています。本検出器には、次のような特長があります。

- 最高の強度と低ノイズによる高感度検出を実現するフラッシュランプ
- オンラインスペクトル採取可能なマルチ波長モード
- スペクトル取込とマルチシグナルの同時検出
- キュベット (オプション) を使ったオフライン測定
- フローセル前面への容易なアクセスにより、迅速な交換が可能
- 波長正確さベリフィケーションを標準搭載

仕様については、「性能仕様」[34 ページ](#) を参照してください。

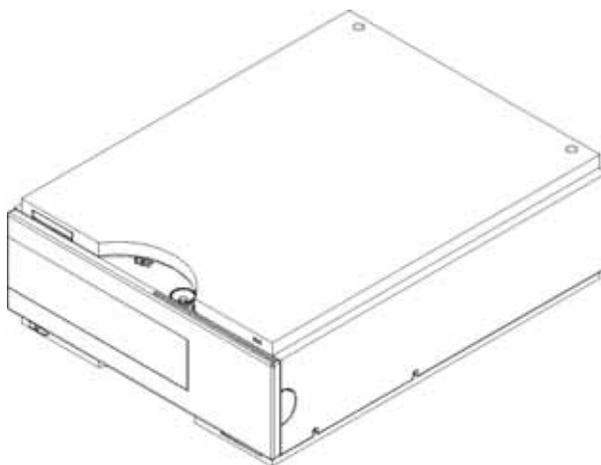


図 1 Agilent 1200 シリーズ蛍光検出器

検出器の動作原理

ルミネッセンス検出

ルミネッセンス、つまり発光は、分子が励起状態から基底状態に移るときに起こります。分子はさまざまな形のエネルギーによって励起され、その各々に独自の励起プロセスがあります。たとえば、励起エネルギーが光の場合、そのプロセスを光ルミネッセンスと呼びます。

基本的に、発光は吸光の逆の現象です(9ページ 図2を参照)。たとえば、ナトリウム蒸気の場合、吸光と発光のスペクトルは同一波長の1本の線スペクトルになります。溶液中の有機分子の吸光と発光のスペクトルは、線ではなく帯域になります。

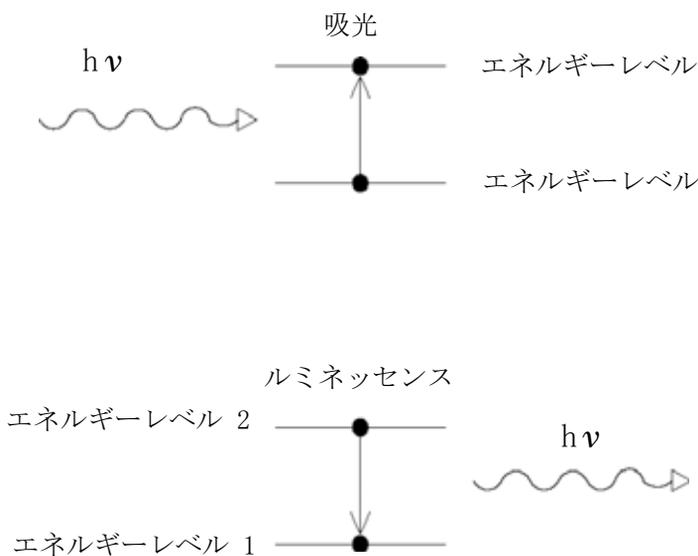


図2 吸光と発光

より複雑な分子が、基底エネルギー状態から励起状態に遷移するとき、吸収されたエネルギーはさまざまな振動および回転のサブレベルに分散します。この同分子が基底状態に戻るとき、この振動回転エネルギーは、まず放射を伴わない緩和によって失われます。次に、分子は、このエネルギーレベルから、基底状態の振動サブレベルおよび回転サブレベルのうちのいずれかに遷移し、光を放出します(10ページ 図3を参照)。ある物質の最大吸光度が λ_{EX} 、最大発光強度が λ_{EM} となります。

1 蛍光検出器の概要 検出器の動作原理

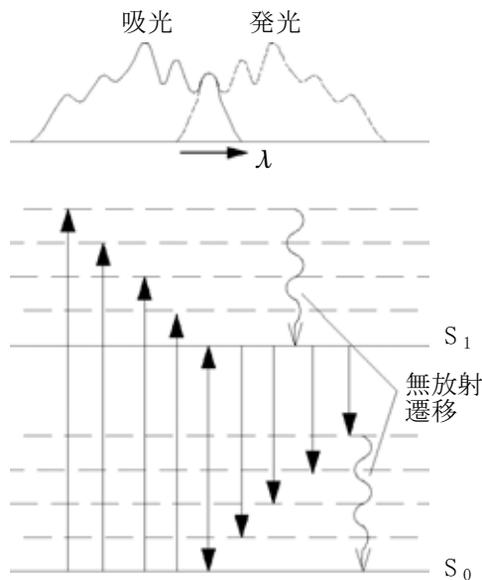


図 3 励起波長と蛍光波長の関係

光ルミネッセンスは、**蛍光**と**燐光**の2つの現象の総称です。この2つの現象は励起後の発光の遅延という特性において相互に異なります。分子に光が当たってから 10^{-9} 秒 ~ 10^{-5} 秒で発光する場合、その過程は**蛍光**です。分子に光が当たってから 10^{-3} 秒以上たって発光する場合、その過程は**燐光**です。

燐光の過程が長いのは、励起状態の電子の1つが、溶媒の分子と衝突した場合などに、スピンの方向を変えるためです。これが起きると、励起された分子はいわゆる**3重項状態 (T)** になります (11 ページ 図 4 を参照)。

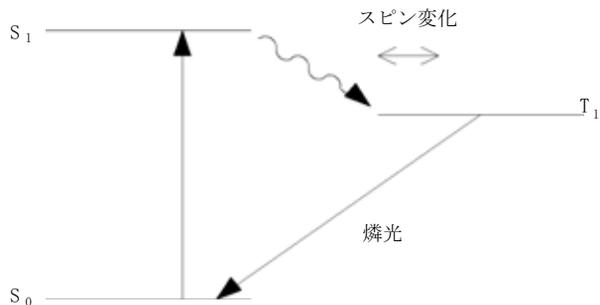


図 4 燐光エネルギーの遷移

分子は、スピンの再び元の状態に戻らなければ基底状態に戻ることができません。他の分子と衝突して変化に必要なスピンの得られる機会は限られているため、しばらくの間分子は3重項状態のままになります。2度目のスピン変化の最中に、分子は放射を伴わない緩和によってさらにエネルギーを失います。したがって、燐光時の発光は、蛍光よりもエネルギーが低く、波長が長くなります。

$$\text{式} : E = h \times \nu$$

この式で、

E はエネルギー

h はプランク定数

λ は波長です。

1 蛍光検出器の概要 ラマン効果

ラマン効果

ラマン効果は、入射光がサンプル内の分子を励起し、続いてそれらの分子が光を散乱させるときに起きます。この散乱光の大部分は入射光と同じ波長ですが、一部は異なる波長で散乱します。この違う波長の散乱光を、ラマン散乱と呼びます。これは分子の振動が変わることによって生じる現象です。

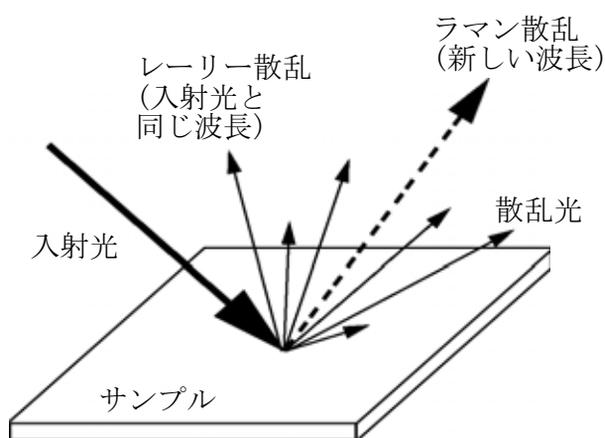


図 5 ラマン

入射光 (E_i) とラマン散乱光 (E_s) のエネルギーの差は、分子の振動状態を変化させるエネルギー (つまり、分子を振動させるエネルギー E_v) と等しくなります。このエネルギー差は、ラマンシフトと呼ばれます。

$$E_v = E_i - E_s$$

通常、数種類のラマンシフトされたシグナルが観察され、それぞれが、サンプル内の分子のさまざまな振動運動または回転運動に関連しています。特定の分子とその環境によって、観察されるラマンシグナルが決まります (該当する場合)。

ラマンシフトに対するラマン強度のプロットが、ラマンスペクトルです。

光学ユニット

13 ページ 図 6 に示した光学系のすべての構成部品は、検出器コンパートメント内部の金属ケースに収納されています。これには、キセノンフラッシュランプ、EX 集光レンズ、EX スリット、ミラー、EX 回折格子、フローセル、EM 集光レンズ、カットオフフィルタ、EM スリット、EM 回折格子、光電子増倍管が含まれます。蛍光検出器には、回折格子/回折格子光学系があり、励起波長と蛍光波長の選択が可能です。フローセルには、蛍光検出器の正面からアクセスできます。

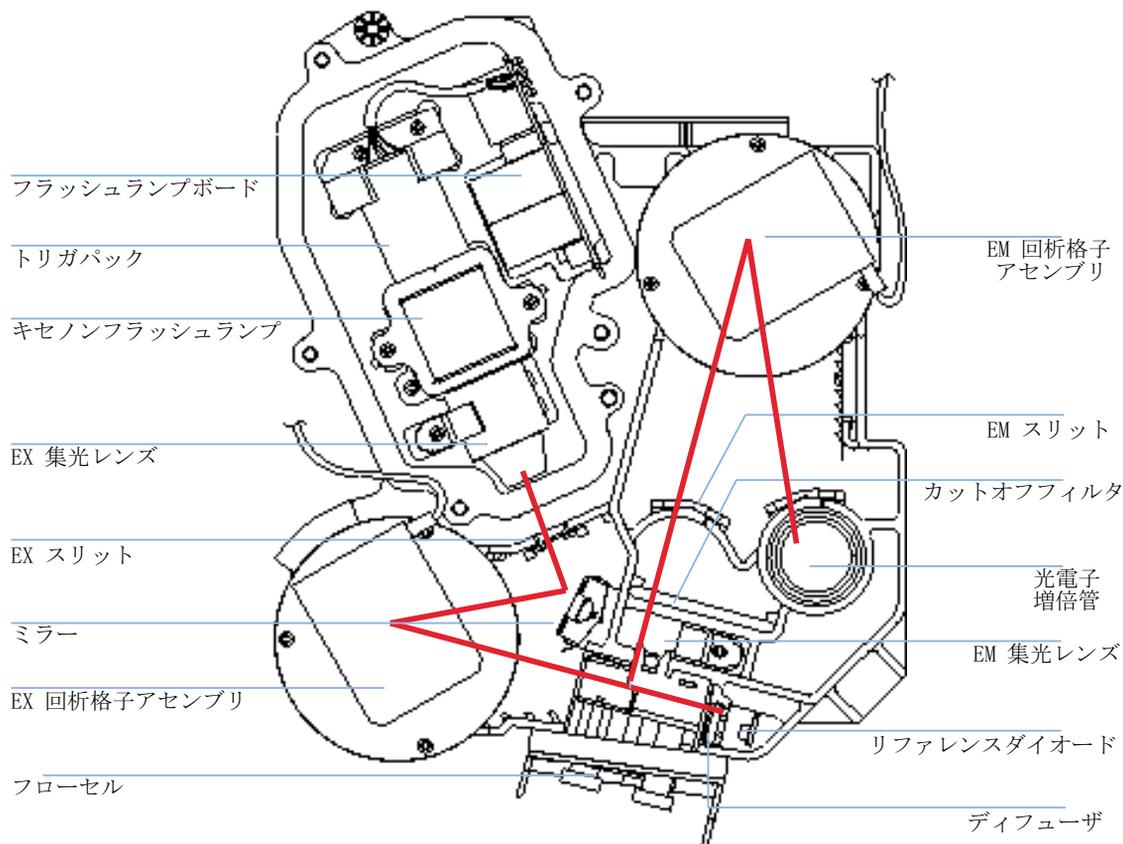


図 6 光学ユニット

1 蛍光検出器の概要 光学ユニット

光源はキセノンフラッシュランプです。3 μ s のフラッシュによって 200 nm から 900 nm までの光の連続スペクトルが得られます。光の出力分布は 100 nm 間隔でパーセンテージ表示されます (14 ページ 図 7 を参照)。ランプは、要求される感度によって異なりますが、通常は数千時間使用できます。キーボードの設定値を使い自動分析時にランプを分析時のみ点灯させることができ、経済的です。ランプは点灯しなくなるまで使用できますが、ノイズのレベルは使用時間が長くなるに従い増大します。

特に 250 nm より短い波長での紫外線は、可視波長範囲に比較してかなり早めに光量が低下します。一般に、分析時のみランプオンに設定するか、またはエコノミーモードを使用すると、ランプの寿命をかなり延ばすことができます。

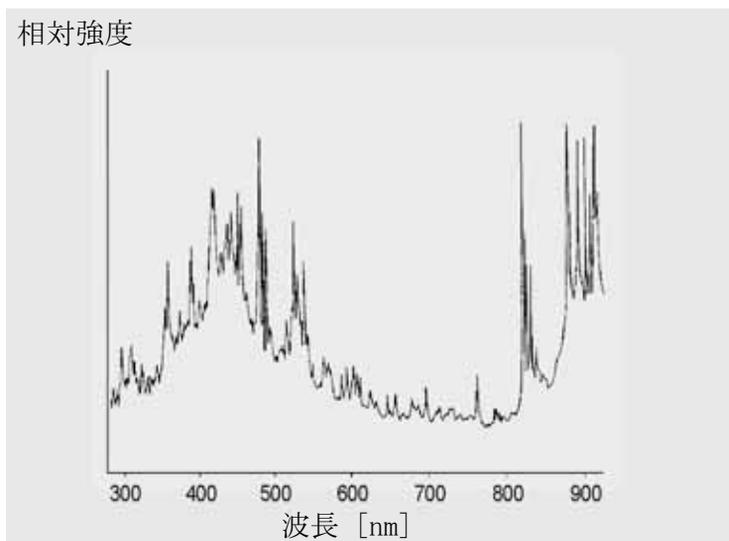


図 7 ランプのエネルギー分布 (バンダーデータ)

ランプによって放出された放射光は、EX モノクロメータ回折格子によって分散、反射され、セル入口スリットに入ります。

ホログラフィ凹面回折格子は、このモノクロメータの主要部分であり、入射光を分散、反射させます。回折格子の表面には 1 mm あたり 1200 本の多数の細かい溝が切られています。回折格子には、可視領域で効率を高めるブレースがあります。

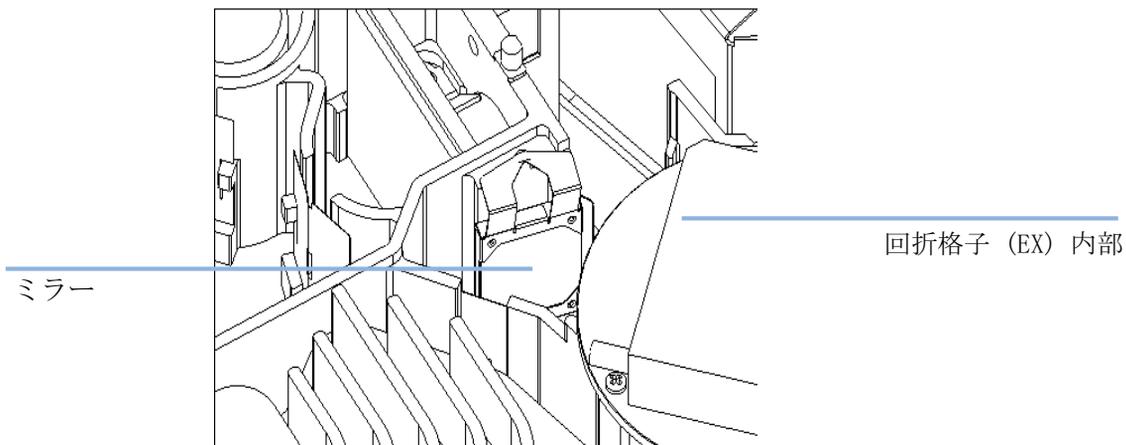


図 8 ミラーアセンブリ

溝の形状は、ほとんどすべての入射光を 1 次反射し、約 70% の効率で紫外線領域で分散するように最適化されています。入射光の残りの 30% の大半は、ゼロオーダーで反射して、分散しません。16 ページ 図 9 は、回折格子の表面における光路を示しています。

1 蛍光検出器の概要 光学ユニット

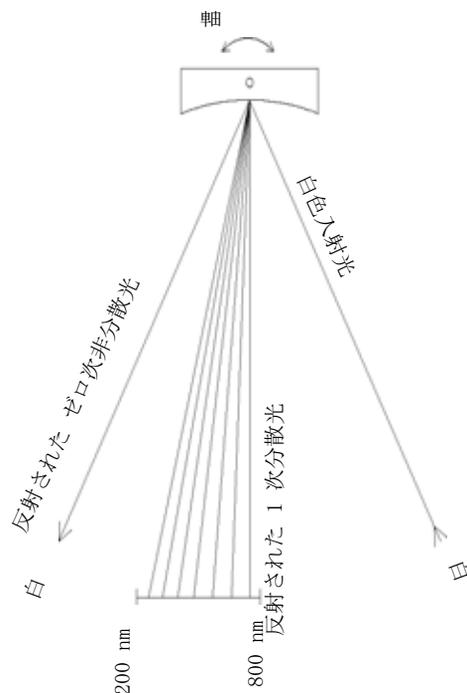


図 9 回折格子による光の分散

回折格子は、3相のブラシレス DC モータで回転し、回折格子の位置によって、フローセルに入る光の波長または波長範囲が決まります。回折格子は、測定中にその位置を変更し、波長が変わるようにプログラムできます。

スペクトル取込とマルチ波長検出の場合、回折格子は 4000 rpm で回転します。

EX 回折格子と EM 回折格子の設計は同じですが、ブレード波長が異なります。EX 回折格子は 1 次光のほとんどを 250 nm 付近の紫外線領域で反射しますが、EM 回折格子は 400 nm 付近の可視領域で反射効率がよくなります。

フローセルは、石英製で、耐圧は 20 bar です。過度の背圧がかかると、セルは破損します。廃液の近くでは、検出器を低い背圧で操作することをお勧めします。スリットは石英本体に一体化されています。

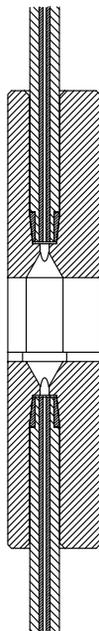


図 10 フローセルの断面

フローセル内のサンプルのルミネッセンスは、第2のレンズによって入射光に対して直角に集められ、第2のスリットを通過します。ルミネッセンスがEMモノクロメータに到達する前に、カットオフフィルタがある波長より短い光を除去し、1次散乱および2次迷光によるノイズを減らします。を参照してください。

選択された波長の光は、反射されて、光学ユニットの光電子増倍管の隔壁にあるスリットに入ります。出射光のバンド幅は 20 nm です

入射光子は、光電陰極 (18 ページ 図 11) で電子を生成します。これらの電子は、複数の円弧形ダイノード間の電場によって加速されます。ダイノードのペア同士の電圧差によっては、入射電子はさらに多くの電子を発生させ、それらの電子が加速して次のダイノードに向かいます。アバランシェ効果によって、最終的に非常に多くの電子が発生するので、電流が測定できます。増幅度はダイノードの電圧の関数であり、マイクロプロセッサで制御されます。PMTGAIN 機能で増幅度を設定できます。

1 蛍光検出器の概要 光学ユニット

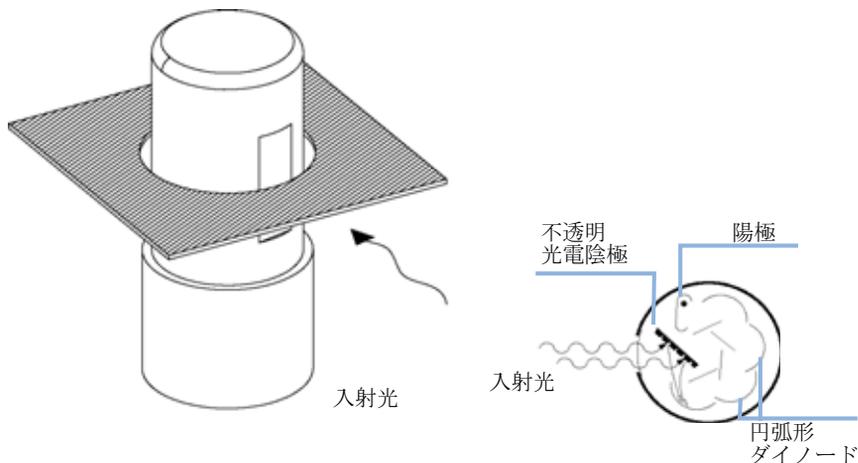


図 11 光電子増倍管

このいわゆるサイドオン光電子増倍管は、高速レスポンスを保証できるようにコンパクトに設計されており、短い光路(13 ページ 図 6 を参照)での利点が活かされています。

PMT は特定の波長の範囲に合わせて設計されています。標準の PMT では、200 ~ 600 nm で最適感度が得られます。これ以上の波長範囲では、赤に対して高感度な PMT を使用すると性能を向上させることができます。その他の種類の PMT については、「スペア部品」126 ページを参照してください。

リファレンスシステム

フローセルの後ろにあるリファレンスダイオードは、フローセルによって透過された励起 (EX) 光を測定し、フラッシュランプの揺らぎと長期の強度ドリフトを補正します。ダイオードの出力は非線形のため(励起波長によって異なる)、測定データは正規化されます。

ディフューザはリファレンスダイオードの前にあります(13 ページ 図 6 を参照)。ディフューザは石英製で、減光するとともに、光の積分測定を行います。

1 次データの分析情報

これまでの説明で、サンプルの 1 次データが光学ユニット内にどのように取り込まれるかを説明しました。このデータの分析化学における情報としてどのように利用するかについて説明します。蛍光検出器によって測定されたルミネッセンスは、アプリケーションの化学的性質によって特性が異なります。サンプルに関する知識から、どの検出モードを使用するかを判断する必要があります。

蛍光検出

ランプが点滅すると、ほとんど同時にサンプル中の蛍光化合物が発光します (19 ページ 図 12 を参照)。ルミネッセンスは持続時間が短いため、蛍光検出器はランプが点滅してから短時間で測定する必要があります。

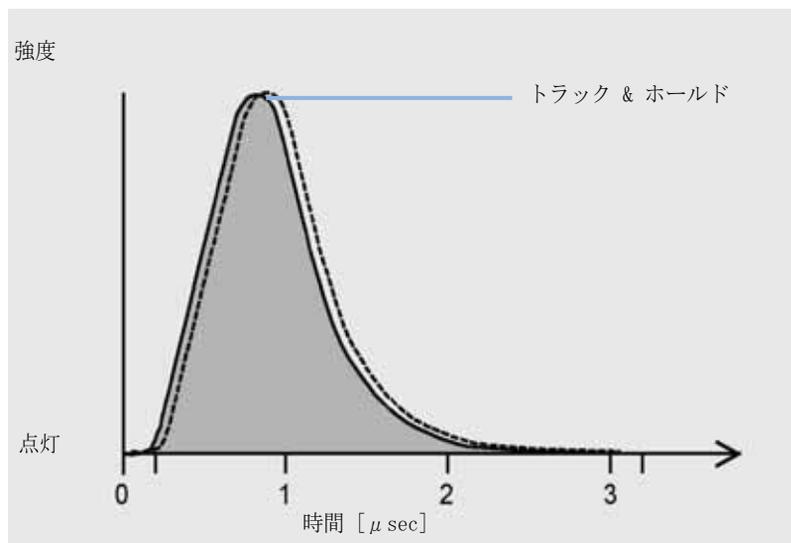


図 12 蛍光の測定

1 蛍光検出器の概要

1 次データの分析情報

燐光検出

燐光検出モードを選択するとすぐに、適切なパラメータセットが指定されます ([FLD parameter settings] (FLD のパラメータ設定) - [special setpoints] (スペシャルセットポイント))。

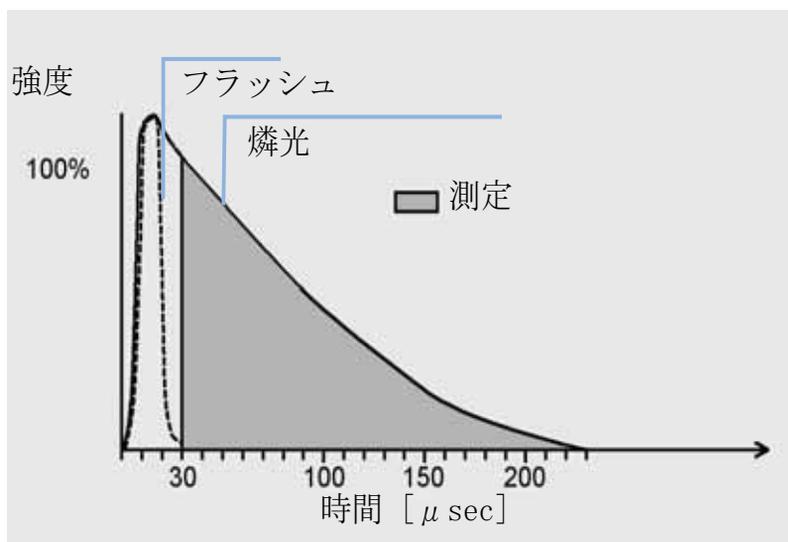


図 13 燐光の測定

生データの処理

高電圧、単一波長でランプがフラッシュする場合の蛍光データの取込速度は、296 Hz になります。つまり、サンプルは 1 秒間に 296 回照射され、カラムから溶出された成分による発光は 1 秒間に 296 回測定されます。

「エコノミー」モードまたはマルチ波長モードに設定した場合、フラッシュ周波数は 74 Hz になります。

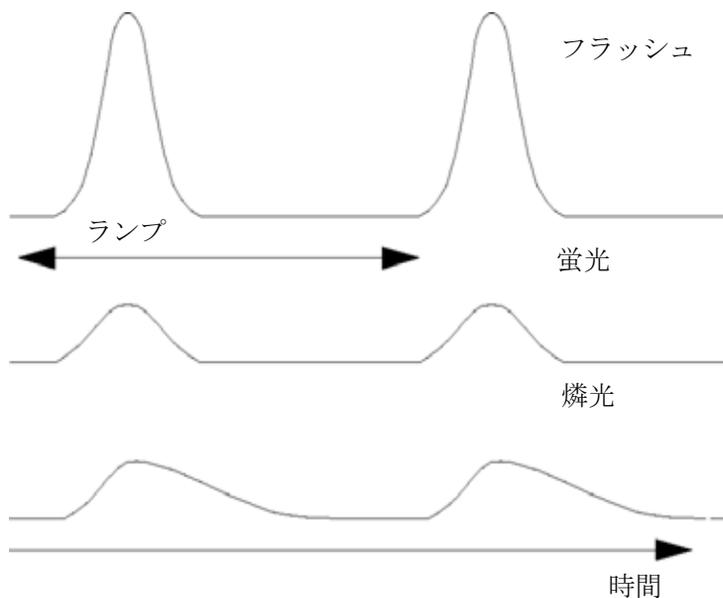


図 14 ランプ：フラッシュ、蛍光、燐光の周波数

「エコノミー」モードをオフにすることによって、S/N 比の特性を向上させることができます。

ノート

「エコノミー」モードをオフにすると、ランプの寿命は大幅に短くなります。ランプの寿命をできるだけ長くするため、分析終了後にはランプを消すようにしてください。

データ分解能は、4 秒（これはデフォルト値で、この値は時定数 1.8 秒と等価で、標準的なクロマトグラフ条件に適しています）のレスポンスタイムで 20 ビットになります。弱いシグナルは、分解能が不十分なために定量化で誤差を生じることがあります。PMTGAIN の推奨値を確認してください。値が設定した値と大きくかけ離れている場合は、メソッドを変更するか、または溶媒の純度をチェックしてください。

PMTGAIN を使用してシグナルを増幅できます。光電子増倍管に当たった光子ごとに、倍数の電子が発生します。何倍になるかは設定した PMTGAIN によって決まります。測定中の PMTGAIN の変更をタイムテーブルに加えることによって、同じクロマトグラムで大きなピークと小さなピークを定量化することができます。

1 蛍光検出器の概要

1 次データの分析情報

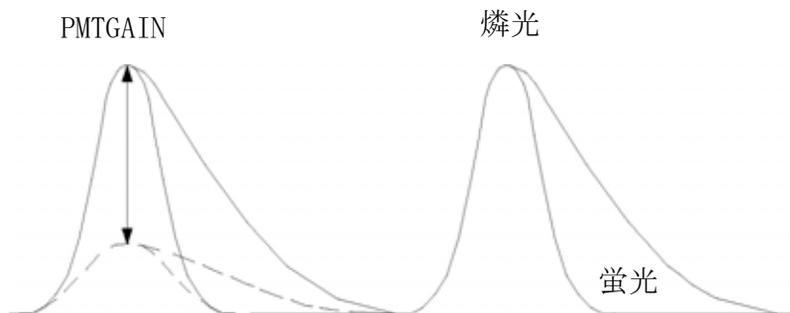


図 15 PMTGAIN : シグナルの増幅

PMTGAIN の推奨値を確認してください。偏差が 2 PMT ゲインを超えている場合は、メソッドで補正します。

PMTGAIN が 1 ステップ上がるごとに、シグナルの強さは約 2 倍になります (0 ~ 18 の範囲)。最大の発光でピークの増幅を最適化するには、最良の S/N 比になるまで PMTGAIN の設定値を上げていきます。

光子が電気シグナルに変換されて増幅されると、そのシグナル (この時点ではアナログ) は光電子増倍管の範囲を超え、トラック & ホールド回路で演算されます。演算後、そのシグナルは AD コンバータによって変換され、1 つの生データポイント (デジタル) になります。データ処理の第 1 段階として、このようなデータポイント 11 個をひとつにまとめます。これによって、S/N 比が改善されます。

次に、まとめられたデータ (23 ページ 図 16 で大きな黒い点として示されている) が、ボックスカーフィルタによってフィルタ処理されます。このデータは、いくつかのポイントの平均をとることによって、削減されることなく平滑化されます。同一のデータポイント群から最初の点を取り除いて、代わりに次の点を加えるというような形を繰り返して平均をとり、最初にまとめたポイントと同じ数のポイントがひとつにまとめられ、フィルタ処理されます。RESPONSETIME 関数を使うと、ボックスカーフィルタ要素の長さを定義できます。RESPONSETIME が長くなればなるほど、平均をとるデータポイントの数が多くなります。RESPONSETIME を 4 倍にする (たとえば、1 sec を 4 sec にする) と、S/N 比は 2 倍になります。

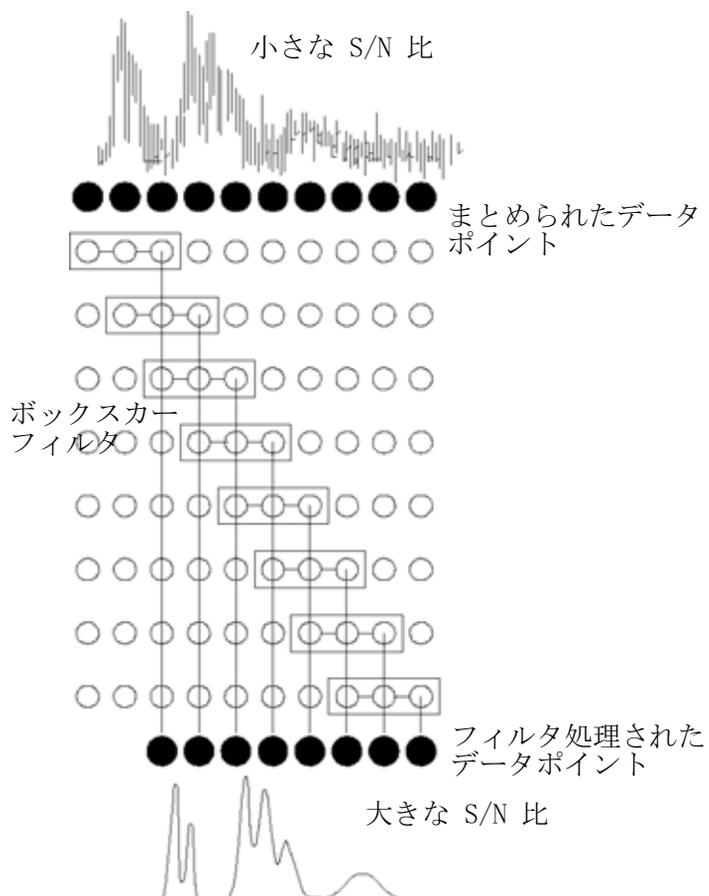


図 16 RESPONSETIME : S/N 比

電気的接続

- GPIB コネクタを使用して、検出器とコンピュータを接続します。GPIB コネクタの隣にあるアドレス / コントロールスイッチモジュールを使用して、検出器の GPIB アドレスを指定します。スイッチはデフォルトアドレスにあらかじめ設定されており、電源投入時にこのアドレスが認識されます。
- CAN バスは、高速データ転送機能を持つシリアルバスです。CAN バス用の 2 つのコネクタを使用して、Agilent 1200 シリーズモジュールの内部モジュールデータ転送と同期化を行います。
- 2 つの独立したアナログ出力が、インテグレータまたはデータ処理システムにシグナルを提供します。
- インタフェースボードスロットは、外部接点と BCD ボトル番号出力、または LAN 接続に使用されます。
- 開始、停止、共通シャットダウンや準備などの機能を利用したい場合は、REMOTE コネクタを他の Agilent Technologies 製分析機器と組み合わせて使用してください。
- 適切なソフトウェアを使用すれば、RS-232 コネクタを使って、コンピュータから RS-232 接続を介してモジュールをコントロールすることができます。RS-232 コネクタは、GPIB コネクタの隣にあるコンフィギュレーションスイッチを使って有効にし、設定することができます。詳細については、ソフトウェアのマニュアルを参照してください。
コントロールモジュールと RS-232C を使用して、接続されたプリンタに画面を出力することができます。
- 電源ケーブルコネクタは、AC 100 ~ 240 V ± 10% の入力電圧 (電源周波数 50 または 60 Hz) に対応しています。最大消費電力は 220 VA です。電源は広範囲にわたる入力電圧に対応しているため、検出器には電圧セレクトはありません。また、電源部には自動電子ヒューズが装備されているため、外部のヒューズは必要ありません。電源が接続された状態では、電源入力ソケットの安全レバーにより、検出器のカバーは開きません。

警告

安全基準または EMC 規格への準拠を保証できるよう、Agilent Technologies 製以外のケーブルは使用しないでください。

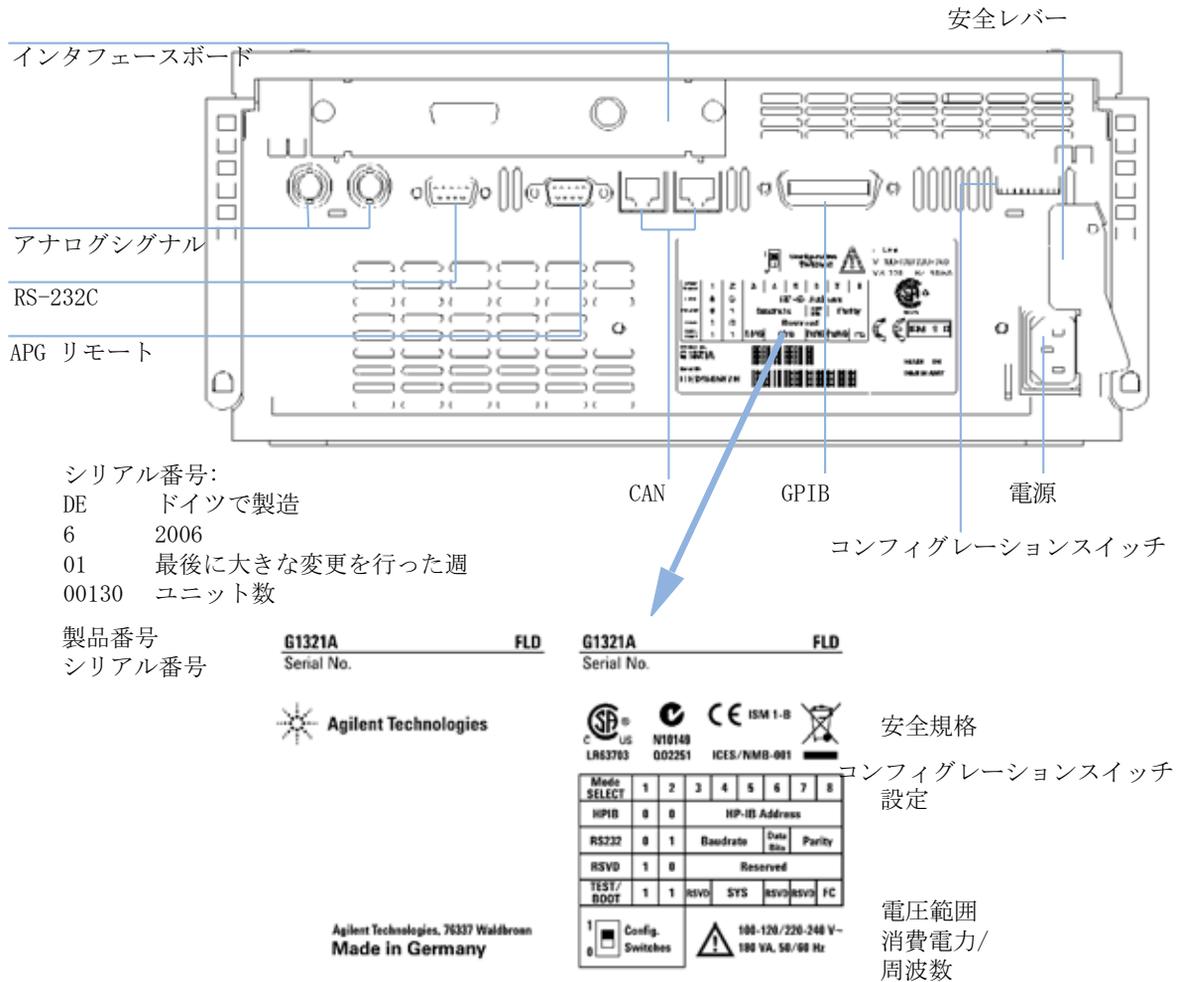


図 17 電氣的接続

機器レイアウト

検出器の工業デザインには、いくつかの革新的な特徴が含まれています。ボードとアセンブリのパッケージングに、Agilent の E-PAC コンセプトが活用されています。このコンセプトの基本は、複数の発泡ポリプロピレン (EPP) 層からなる発泡プラスチックスペーサを使用して、その中に検出器の機械的コンポーネントと電子回路ボードコンポーネントを納めることです。このバックが金属製内部キャビネットに組み込まれ、さらにプラスチック外装キャビネットで覆われます。このパッケージ技術の利点として、以下のような点があります。

- コンポーネント数を減らし、固定ネジ、ボルト、またはワイヤーを事実上の排除し、取り付け / 取り外しが迅速に行える。
- 冷却エアが必要な位置に正確に導入されるように、プラスチック層内にエアチャンネルが成形されている。
- このプラスチック層は、物理的なショックから、電子部分と機械部分を保護する。
- 金属製内部キャビネットによって、内部電子回路ボードを電磁妨害から遮蔽し、機器自体からの無線周波放出を減少または排除する。

アーリーメンテナンスフィードバック機能 (EMF)

本機器のメンテナンスとして、機械的摩耗する流路内の部品を交換する必要があります。部品を交換する時期は、あらかじめ定義した期間ではなく、検出器の使用頻度と分析条件に基づいて決定するのが理想的です。Early maintenance feedback 機能 (EMF) は、機器内の各部品の使用状態をモニタリングし、ユーザー設定可能なリミットを超えた時点でユーザーにフィードバックする機能です。この機能は、ユーザーインタフェースの表示によって、メンテナンス作業が必要な時期であることを知らせます。

EMF カウンタ

検出器には、ランプ用の 3 つの EMF カウンタが装備されています。カウンタは、ランプが使用されるたびに増分されます。カウンタの上限値を指定しておき、その限度を超えた時点でユーザーインタフェースにフィードバックすることができます。メンテナンスの終了後、各カウンタをゼロにリセットできます。本検出器は、以下の EMF カウンタを装備しています。

- ・ フラッシュ回数 (低電力モード、1000 フラッシュの倍数)
- ・ フラッシュ回数 (高電力モード、1000 フラッシュの倍数)
- ・ フラッシュランプの寿命 (0 ~ 100% の値、高電力フラッシュと低電力フラッシュを組み合わせた予想寿命から計算される推定寿命率)

28 ページ 図 18 に、入力エネルギーに対するフラッシュ回数に基づいたランプの寿命が示されています。ランプのフラッシュ周波数/エネルギーは、次のようなモードに変更できます。

表 1 フラッシュランプのモード

| | | |
|--------------------------|---------------------|-----------------|
| 位置 | 296 Hz (標準)、560 V | 63 mJ (18.8 W) |
| | 74 Hz (エコノミー)、560 V | 63 mJ (4.7 W) |
| 回転 (マルチ励起 (Ex)/ 蛍光 (EM)) | 74 Hz (標準)、950 V | 180 mJ (13.3 W) |
| | 74 Hz (エコノミー)、560 V | 63 mJ (4.7 W) |

1 蛍光検出器の概要

アーリーメンテナンスフィードバック機能 (EMF)

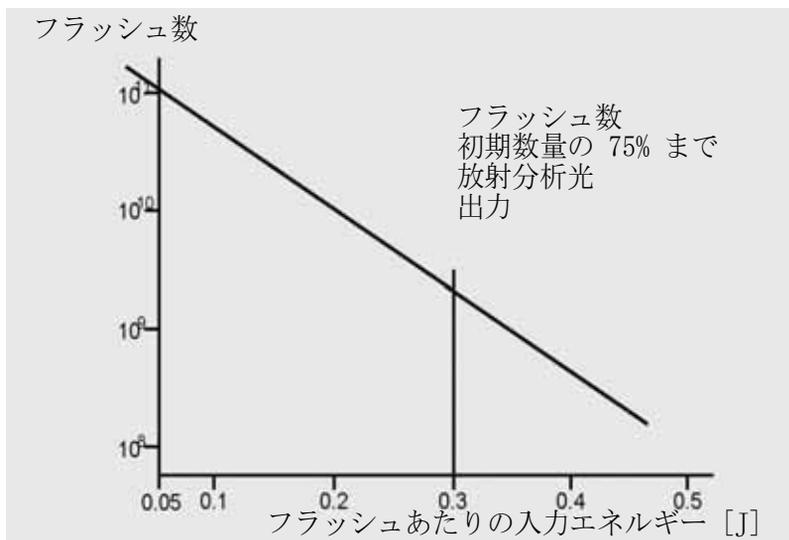


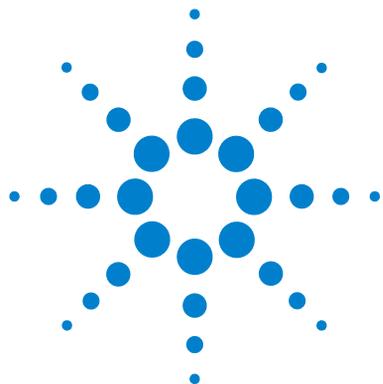
図 18 ランプの寿命

EMF カウンタの使用法

EMF カウンタの EMF リミット値はユーザー側で設定可能なため、ユーザーの必要性に合わせて EMF 機能を調整できます。ランプの有効点灯時間は、分析の条件（高感度検出、低感度検出、波長など）によって異なります。したがって、定義する最大リミット度は、機器の操作条件に基づいて決定する必要があります。

EMF リミット値の設定

EMF リミット値の設定を最適化するには、1 回または 2 回のサイクルでメンテナンス状況を観察する必要があります。最初は、EMF リミット値を設定しないでください。性能の低下によってメンテナンスが必要であることがわかった時点で、ランプカウンタの表示値を書き留めておいてください。これらの値（または表示された値より多少小さい値）を EMF リミット値として入力し、EMF カウンタをゼロにリセットします。次回に、EMF カウンタがこの EMF リミット値を超えると、EMF フラグが表示され、メンテナンスが必要な時期であることを知らせます。



2 設置について

| | |
|--------|----|
| 設置について | 30 |
| 物理的仕様 | 33 |
| 性能仕様 | 34 |

この章では、環境要件、物理的仕様、そして性能仕様についての情報を示します。



設置について

設置について

検出器が最適な性能で動作するためには、適切な環境に設置する必要があります。

電源について

本検出器の電源は、広範囲にわたる入力電圧に対応しており、33 ページ 表 2 に記載の範囲のいずれの入力電圧でも使用可能です。したがって、検出器の背面に電圧スイッチはありません。また、電源内に自動電子ヒューズが装備されているため、外部のヒューズはありません。

警告

電源を切っても、機器は部分的に通電しています。

正面パネルの電源スイッチをオフにしても、電源では電力を消費しています。

- ・ 検出器を電源から切り離すには、電源コードのプラグを外してください。

警告

検出器の不正な入力電圧

機器を仕様よりも高い入力電圧に接続すると、感電の危険性や機器が損傷を受ける恐れがあります。

- ・ 使用する検出器は、指定された入力電圧に接続してください。

注意

アクセスできない電源プラグ

非常時のために、電源ラインから機器の接続をいつでも切り離せる状態であればなりません。

- 機器の電源コネクタの差し込みと取り外しは簡単に行えるようにしてください。
- ケーブルを取り外せるように、機器の電源ソケットの後ろには十分なスペースをとってください。

電源コード

検出器には、オプションとして各種の電源コードが用意されています。どの電源コードも、メス型側の形は同一です。電源コードのメス型側を、検出器の背面にある電源ケーブルコネクタに差し込みます。電源コードのオス型側はコードによって異なり、各使用国または各地域のコンセントに合わせて設計されています。

警告

感電

接地しなかった、指定外の電源コードを使用すると、感電や回路短絡が発生することがあります。

- この機器を作動する際は、アースの付いていない電源を使用しないでください。
- また、使用する地域に合わせて設計された電源コード以外は、決して使用しないでください。

警告

指定外ケーブルの使用

Agilent Technologies が供給したものではないケーブルを使用すると、電子部品の損傷や人体に危害を及ぼすことがあります。

- 安全基準または EMC 規格への準拠を保証できるよう、**Agilent Technologies** 製以外のケーブルは使用しないでください。

作業台スペース

本検出器の寸法と重量 (33 ページ 表 2 を参照) は、ほぼすべての実験作業台に検出器を設置できるように設計されています。空気の循環と電気接続のために、本機器の周囲には両側に 2.5 cm (1.0 インチ)、背面に約 8 cm (3.1 インチ) の空間が必要です。

作業台上に Agilent 1200 シリーズシステム全体を設置する場合は、作業台がすべてのモジュールの重量に耐えるように設計されているかどうか確認してください。

検出器は必ず水平位置に設置して作動させてください。

環境条件

本検出器は、33 ページ 表 2 に記載した周囲温度および相対湿度の仕様の範囲内で動作します。

ASTM ドリフトテストを行う場合は、1 時間の温度変化が 2 滴 / 時間 (3.6 滴 / 時間) 未満である必要があります。弊社のドリフト仕様標準値 (「性能仕様」34 ページも参照) はこれらの条件に基づいています。周囲温度変化が大きくなると、ドリフトも大きくなります。

ドリフト性能は、温度変化をコントロールすることで改善できます。最高の性能を実現するには、温度変化の変動を最小にし、温度変化の幅が 1 °C / 時間 (1.8 滴 / 時間) より低くなるようにします。1 分程度の変動であれば無視してかまいません。

注意

検出器内の結露

結露によってシステムの電気回路が損傷することがあります。

- 温度変化によって検出器内に結露が発生する可能性がある環境条件では、本検出器の保管、輸送、使用は行わないでください。
- 寒冷な天候下で検出器が配達された場合は、結露が発生しないように、検出器を梱包箱に入れたまま、ゆっくり室温まで上げてください。

物理的仕様

表 2 物理的仕様

| タイプ | 仕様 | 説明 |
|----------------------|---|-------------|
| 重量 | 11.5 kg (26 lbs) | |
| 寸法 (幅 × 奥行き × 高さ) | 345 × 435 × 140 mm (13.5 × 17 × 5.5 インチ) | |
| 入力電圧 | 100 ~ 240 VAC、± 10% | 広範囲の電圧に対応 |
| 電源周波数 | 50 または 60 Hz、± 5% | |
| 消費電力 | 180 VA / 70 W / 239 BTU | 最大 |
| 操作周囲温度 | 0 ~ 40 °C (32 ~ 104 澇) | |
| 保管周囲温度 | -40 ~ 70 °C (-4 ~ 158 澇) | |
| 湿度 | < 95%、25 ~ 40 °C (77 ~ 104 澇) にて | 結露なし |
| 操作高度 | 最高 2,000 m (6500 フィート) | |
| 保管高度 | 最高 4,600 m (14950 フィート) | 検出器を保管できる高度 |
| 安全規格 : IEC、CSA、UL、EN | 設置クラス II、汚染度 2 室内使用専用 | |

性能仕様

表 3 Agilent 1200 シリーズ蛍光検出器の性能仕様

| タイプ | 仕様 | 説明 |
|----------------|--|--|
| 検出器タイプ | 高速オンラインスキキャン機能とスペクトルデータ解析分析機能を装備した、マルチシグナル蛍光検出器 | |
| 性能仕様 | 10 fg アントラセン、Ex=250 nm、Em=400 nm ラマンシングル波長 (H ₂ O) > 500、Ex=350 nm、Em=397 nm、暗電流値 450 nm、標準フローセル 時定数 =4 秒 (8 秒のレスポンスタイム) ラマンドュアル波長 (H ₂ O) > 300、Ex=350 nm、Em=397 nm、暗電流値 450 nm、標準フローセル 時定数 =4 秒 (8 秒のレスポンスタイム) | この表の下にある注を参照 『サービスマニュアル』を参照 『サービスマニュアル』を参照 |
| 光源 | キセノンフラッシュランプ、標準モード 20 W、エコノミーモード 5 W | |
| パルス周波数 | シングルシグナルモードで 296 Hz スペクトルモードで 74 Hz | |
| EX モノクロメータ | 範囲：200 nm ～ 700 nm 及びゼロオーダー バンド幅：20 nm (固定) モノクロメータ：ホログラフィ凹面回折格子、F/1.6、ブレード化：300 nm | |
| EM モノクロメータ | 範囲：280 nm ～ 900 nm 及びゼロオーダー バンド幅：20 nm (固定) モノクロメータ：ホログラフィ凹面回折格子、F/1.6、ブレード化：400 nm | |
| リファレンスシステム | インライン励起測定 | |
| タイムテーブルプログラミング | 最大 4 つのシグナル波長、レスポンスタイム、PMT ゲイン、ベースライン処理作 (補正 (接続)、補正なし、ゼロ補正)、スペクトルパラメータ | |

表 3 Agilent 1200 シリーズ蛍光検出器の性能仕様

| タイプ | 仕様 | 説明 |
|-----------------|--|----|
| スペクトル取込 | <p>励起スペクトルまたは蛍光スペクトル スキャン速度：データポイントにつき 28 ms (たとえば、0.6 秒/スペクトル 200 ~ 400 nm、10 nm ステップ) ステップサイズ：1 ~ 20 nm スペクトル保存：すべて</p> | |
| 波長特性 | <p>再現性 ± 0.2 nm 精度 ± 3 nm 設定</p> | |
| フローセル | <p>標準：容量 8 µL、耐圧 20 bar (2 Mpa)、クォーツ オプション： オフラインスペクトル測定用の蛍光キュベット、1 mL シリンジ付き、容量 8 µL、クォーツ</p> | |
| コントロールおよびデータの評價 | <p>LC 用 Agilent ChemStation、Agilent インスタントパイロット G4208A、または Agilent コントロールモジュール G1323B (スペクトルデータ解析機能とスペクトル印刷に制限あり)</p> | |
| アナログ出力 | <p>レコーダ/インテグレータ：100 mV または 1 V、出力範囲 > 10² LU (luminescence units)、2 つの出力</p> | |
| 通信 | <p>コントローラエリアネットワーク (CAN)、GPIB、RS-232C、LAN、APG リモート：Ready、Start、Stop、Shutdown の各シグナル</p> | |
| 安全とメンテナンス | <p>拡張診断、エラー検出と表示 (インスタントパイロット G4208A、コントロールモジュール、および ChemStation による)、リーク検出、安全リーク処理、ポンプ処理システムのシャットダウン用リーク出力シグナル。主要なメンテナンス領域における低電圧。</p> | |

2 設置について

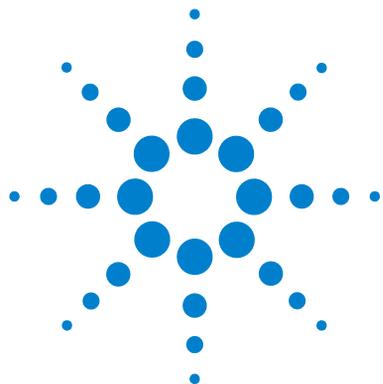
性能仕様

表 3 Agilent 1200 シリーズ蛍光検出器の性能仕様

| タイプ | 仕様 | 説明 |
|--------|--|----|
| GLP 機能 | Early maintenance feedback (EMF) 機能 : ユーザーが設定可能なリミット値とフィードバックメッセージによって、ランプ点灯時間で機器の使用を継続的に追跡する。メンテナンスとエラーの電子的記録。水のラマンバンドを使用した波長ベリフィケーション。 | |
| ハウジング | 全材料リサイクル可能 | |
| 環境 | 0 ~ 40 °C の一定温度、湿度 < 95% (結露なし) | |
| 寸法 | 140 mm x 345 mm x 435 mm (5.5 x 13.5 x 17 インチ) (高さ x 幅 x 奥行き) | |
| 重量 | 11.5 kg (25.5 lbs) | |

ノート

基準条件 : 標準セル 8 μ L、レスポンスタイム 4 秒、流量 0.4 mL/min、LC グレードのメタノール、2.1 x 100 mm ODS カラム



3 検出器の設置

| | |
|----------------|----|
| 検出器の開梱 | 38 |
| 検出器アクセサリキットの内容 | 39 |
| システムスタック構成の最適化 | 41 |
| 検出器の設置 | 44 |
| 検出器への配管 | 47 |

この章では、検出器の設置を説明します。



検出器の開梱

損傷したパッケージ

梱包箱の外観に破損などがある場合は、弊社の営業所 / サービスオフィスまで速やかにご連絡ください。サービス担当者に、検出器が輸送中に損傷を受けた可能性があることをご通知ください。

ノート

検出器に破損が見られる場合は、検出器の設置を中止してください。

梱包明細リスト

検出器と一緒にすべての部品と器材が納品されたことを確認してください。梱包チェックリストを下に示します。不足品または破損品があった場合は、お近くの **Agilent Technologies** の営業 / サービスオフィスまでご連絡ください。

表 4 検出器明細リスト

| 説明 | 数量 |
|---------------------------|--------|
| 検出器 | 1 |
| 電源ケーブル | 1 |
| CAN ケーブル | 1 |
| フローセル | 1 (内蔵) |
| フローセル / キュベット (オプション) | オプション |
| ユーザーマニュアル | 1 |
| アクセサリキット (39 ページ 表 5 を参照) | 1 |

検出器アクセサリキットの内容

表 5 アクセサリキットの内容 (部品番号 G1321-68705)

| 説明 | 部品番号 | 数量 |
|---|--------------------------|-------|
| テフロンチューブ、内径 0.8 mm、(フローセル ~ 廃液)、再注文の場合は 5 m | 5062-2462 | 2 m |
| 波形廃液チューブ、再注文の場合は 5 m | 5062-2463 | 1.2 m |
| 継ぎ手、オス PEEK | 0100-1516 | 2 |
| キャピラリ (カラム ~ 検出器)、片側は設置済み長さ 380 mm、内径 0.17 mm (以下を含む) | G1315-87311 | 1 |
| フロントフェラル、SST | 0100-0043 | 1 |
| バックフェラル、SST | 0100-0044 | 1 |
| 継ぎ手、SST | 79814-22406 | 1 |
| 六角レンチセット (1 ~ 5 mm) | 8710-0641 | 1 |
| 六角ドライバ (4 mm、長さ 100 mm) | 5965-0027 | 1 |
| 六角ドライバ (2.5 mm、長さ 100 mm) | 5965-0028 | 1 |
| ニードルシリンジ | 9301-0407 | |
| ガラスシリンジ | 9301-1446 | |
| キャリブレーションサンプル (グリコーゲン) | 5063-6597 | |
| サンプルフィルタ、直径 3 mm、孔径 0.45 μ m | 5061-3367 (100 個 / パック) | 5 |
| 両口スパナ (1/4 - 5/16 インチ) | 8710-0510 | 1 |

3 検出器の設置 検出器の開梱

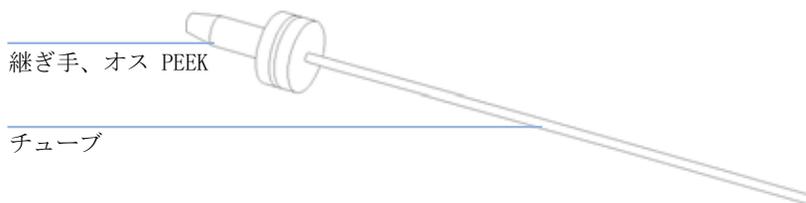


図 19 廃液チューブ部品

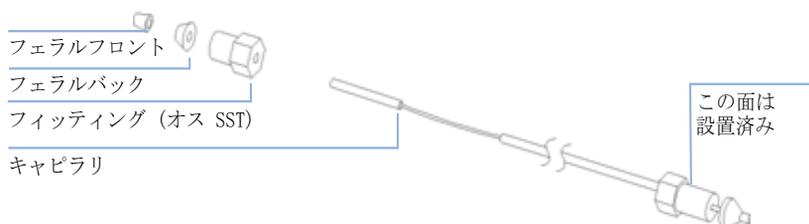


図 20 インレットキャピラリ (カラム ~ 検出器) 部品

システムスタック構成の最適化

本検出器を、Agilent 1200 シリーズシステムの一部として使用する場合は、システムスタックの構成を次のようにすることで、最適な性能を得ることができます。この構成によってシステムの流路が最適化され、ディレイボリュームを最小限に抑えることができます。

3 検出器の設置

システムスタック構成の最適化

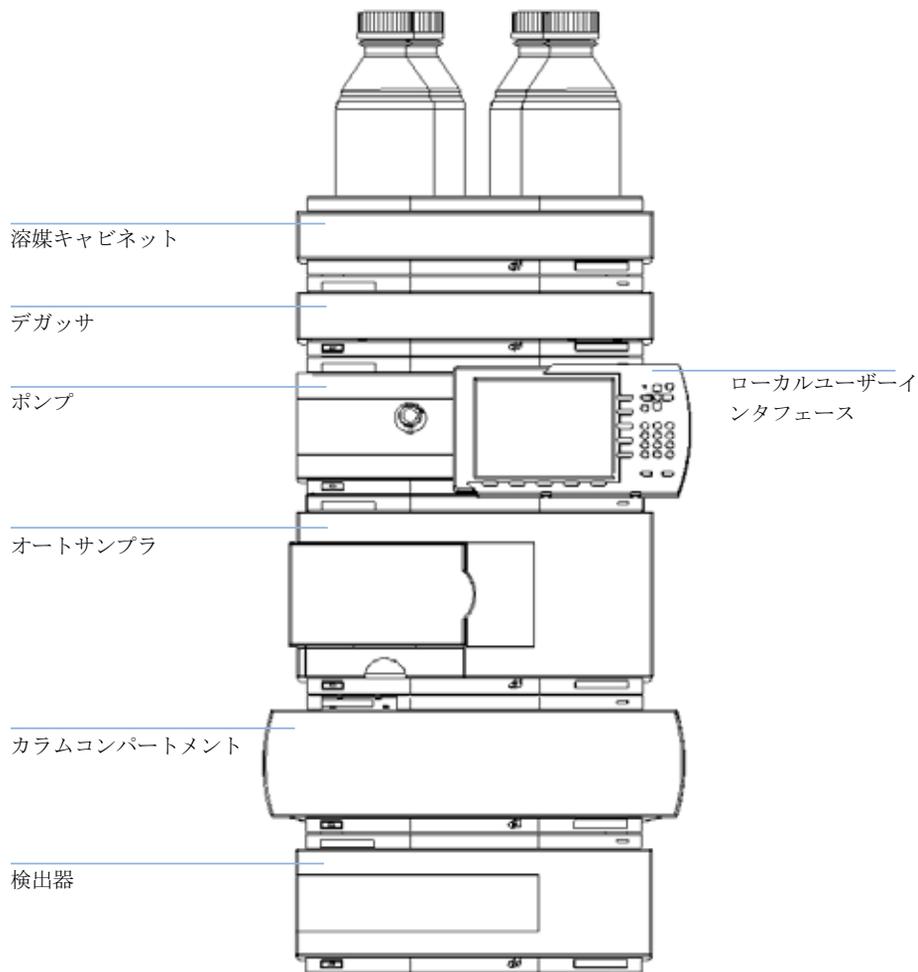


図 21 推奨システムスタック構成 (前面図)

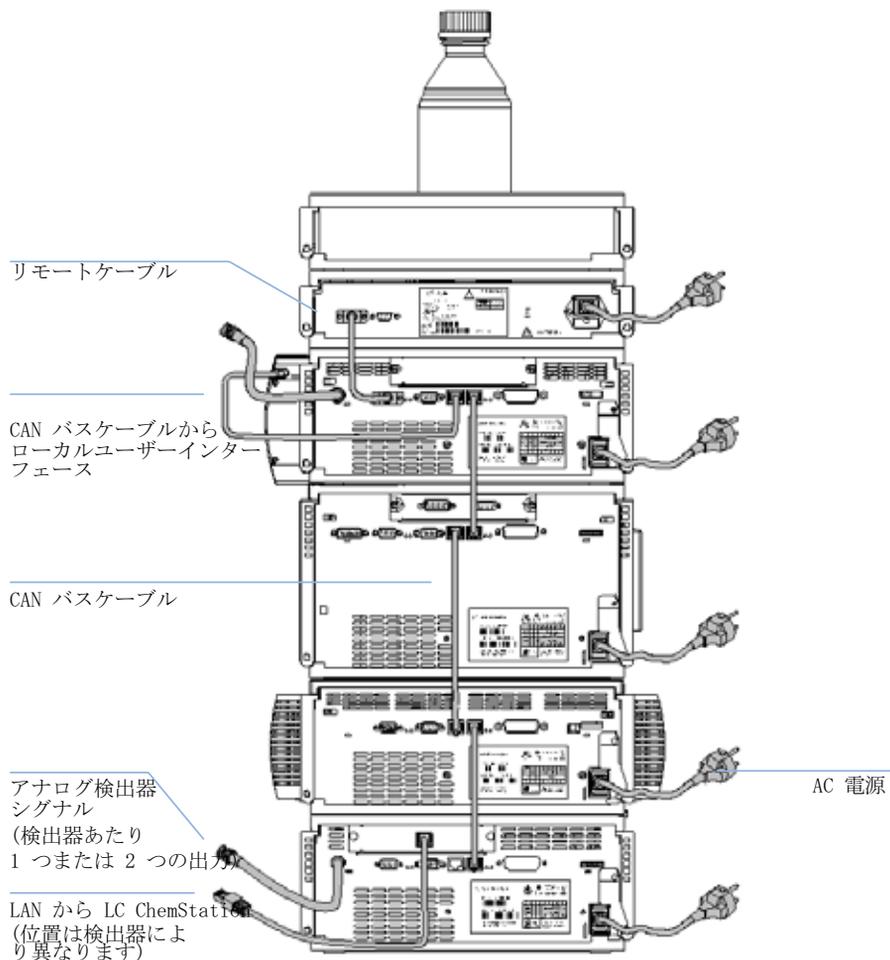


図 22 推奨システムスタック構成 (背面図)

3 検出器の設置

検出器の設置

検出器の設置

必要な部品：

電源コード、その他のケーブルについては、以下の説明を参照してください。

必要なソフトウェア：

Agilent ChemStation および / またはインスタントパイロット G4208A またはコントロールモジュール G1323B

必要な準備：

作業台スペースの決定

電源接続の準備

検出器の開梱

警告

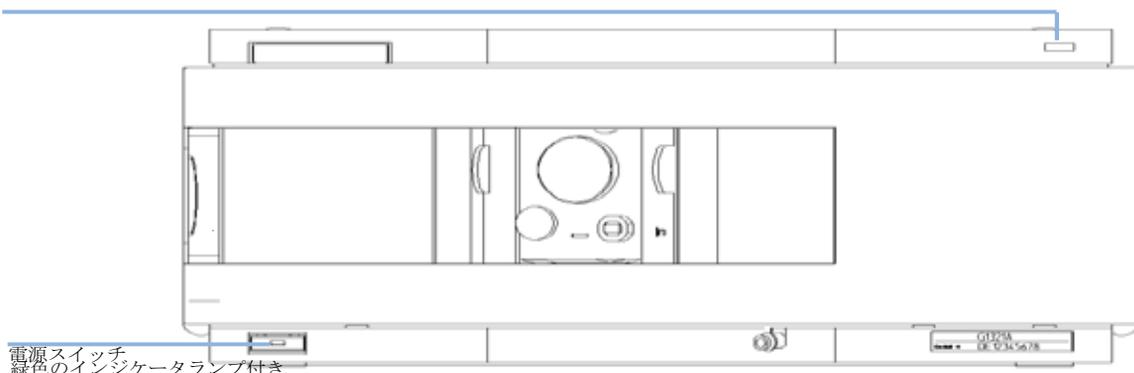
電源を切っていても、機器は部分的に通電しています。

正面パネルの電源スイッチをオフにしても、電源では電力を消費しています。

- ・ 検出器を電源から切り離すには、電源コードのプラグを外してください。

- 1 検出器に LAN インタフェースボードを取り付けます (必要な場合のみ)。
「インタフェースボードの交換」 [112 ページ](#) を参照してください。
- 2 検出器を、システムスタックまたは作業台の上に水平に置きます。
- 3 検出器の正面にある電源スイッチがオフになっていることを確認してください。

ステータスインジケータ
 緑/黄/赤



電源スイッチ
 緑色のインジケータランプ付き

図 23 検出器の前面図

- 4 検出器の背面にある電源コネクタに電源ケーブルを接続します。
- 5 CAN ケーブルを他の Agilent 1200 シリーズモジュールに接続します。
- 6 Agilent ChemStation をコントローラとして使用する場合は、次を接続します。
 - LAN コネクタを検出器の LAN インタフェースに接続

ノート

Agilent 1200 DAD/MWD/FLD がシステム内にある場合は、LAN を DAD/MWD/FLD に接続する必要があります (データ負荷が大きいため)。

- 7 アナログケーブル (オプション) を接続します。
- 8 Agilent 1200 シリーズ以外の機器の場合は、APG リモートケーブル (オプション) または、外部接点出力ボードおよび外部接点ケーブル (オプション) を利用して接続します。
- 9 検出器の左下のボタンを押して電源をオンにします。ステータス LED が緑に点灯します。

3 検出器の設置

検出器の設置

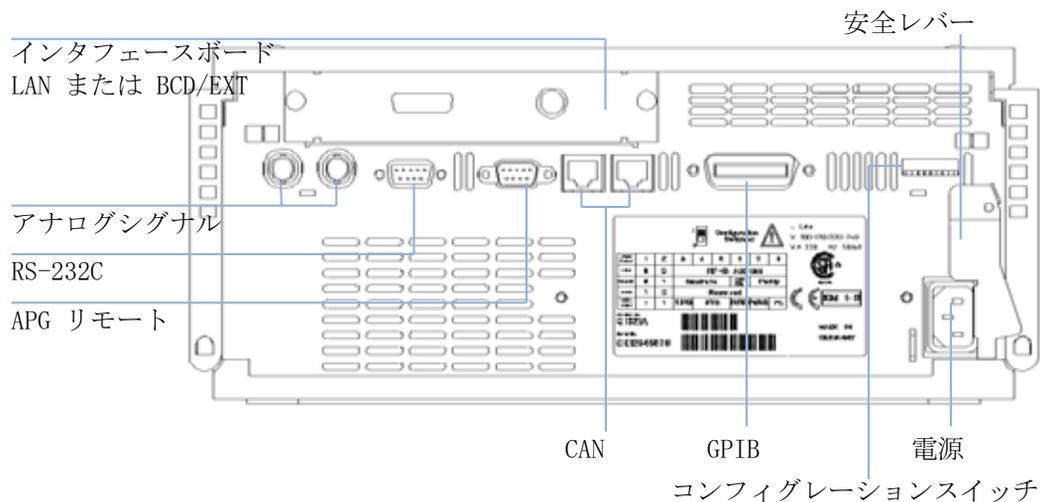


図 24 検出器の背面図

ノート

電源スイッチを押し、緑色のインジケータランプが点灯されると、検出器がオンになります。電源スイッチが飛び出し、緑色のインジケータランプが消灯していれば検出器の電源は切れています。

ノート

検出器は、デフォルトのコンフィグレーション設定で出荷されています。

検出器への配管

必要なツール:

キャピラリー接続用のスパナ、1/4 - 5/16 インチ (2 本)

必要な部品:

アクセサリキットの部品、「検出器アクセサリキットの内容」[39 ページ](#)を参照してください。

必要な準備:

検出器を LC システムに設置する。

警告

有毒および有害な溶媒

溶媒と試薬の取り扱いには健康に対してリスクを伴うことがあります。

- ・ 特に、有毒または有害な溶媒を使用する場合は、試薬メーカーによる物質の取り扱いおよび安全データシートに記載された安全手順 (保護眼鏡、安全手袋、および防護衣の着用など) に従ってください。

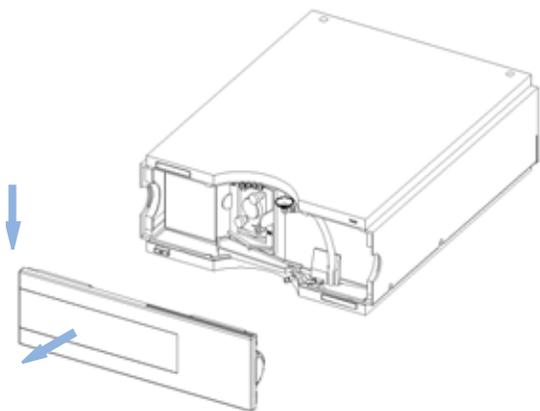
ノート

フローセルは、イソプロピルアルコールが充填された状態で出荷されます (機器またはフローセルを他の場所に輸送する場合も推奨)。これによって、周囲温度以下になった場合の機器の破損を防ぎます。

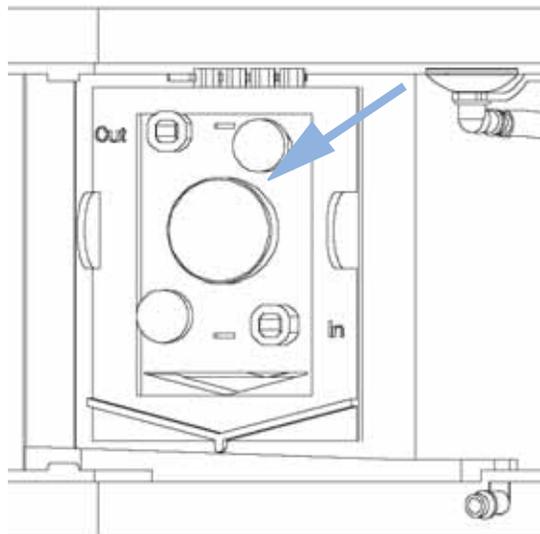
3 検出器の設置

検出器への配管

1 リリースボタンを押して前面カバーを外し、フローセル領域にアクセスできるようにします。



2 フローセルの位置を確認します。



3 アクセサリキットのカラム ~ 検出器間のキャピラリを接続します。一端は出荷時に固定接地済みです。



4 アクセサリキットの廃液チューブを接続します。



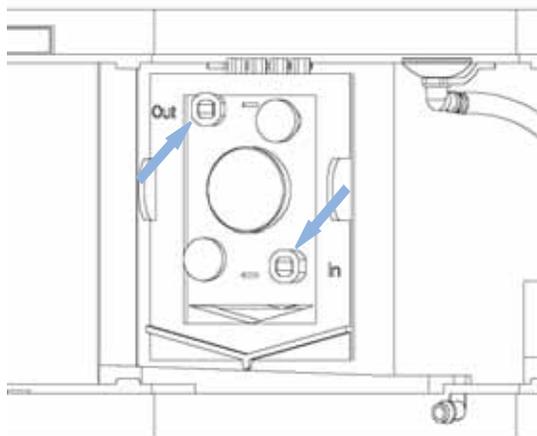
ノート

蛍光検出器は、必ずシステムの最後に接続します。クォーツセルへの過圧 (最大 20 bar) を防止するために、他の検出器は蛍光検出器 (FLD) の前に設置します。

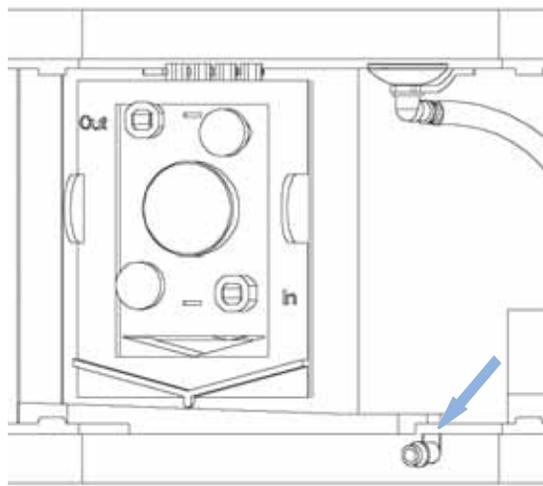
(ユーザーの責任において) FLD の後に検出器を接続する場合は、次のような方法で本検出器の背圧を判断するようにしてください。

- カラムと最後の検出器を取り外し、適用流量におけるシステム圧を測定します。
- 最後の検出器を接続し (カラムと FLD は取り外した状態で)、流量でシステム圧を測定します。
- 測定圧力の差異は、最後の検出器が生成した背圧によるもので、FLD が受ける圧力です。

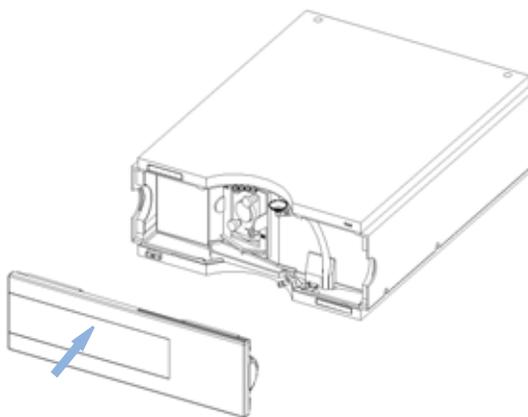
- 5 フローセルを挿入し、キャピラリをフローセルに取り付けます (上側がインレット、下側がアウトレットです)。



- 6 廃液チューブを下部の廃液用継ぎ手に接続します。



- 7 前面カバーを元に戻します。



- 8 溶媒を流し、リークが生じていないか確認します。

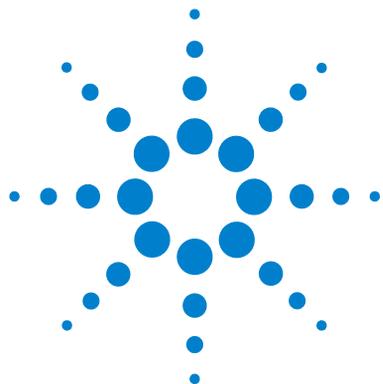
これで、検出器の設置は完了です。

3 検出器の設置

検出器への配管

ノート

検出器は、外部からの強い通風からフローセルを守るため、必ず前面カバーを付けた状態で動作させてください。



4 検出器のスタートアップ

| | |
|-------------------------|----|
| 始める前に | 52 |
| 最適化の概要 | 53 |
| スタートアップとチェックアウト | 55 |
| 検出器のスタートアップ | 55 |
| クロマトグラフ条件の設定 | 56 |
| 等高線プロットによる最大値の観察 | 58 |
| メソッド開発 | 59 |
| ステップ 1 LC システムの不純物のチェック | 59 |
| ステップ 2 検出感度と選択性の最適化 | 60 |
| ステップ 3 ルーチンメソッドの設定 | 69 |
| 例：複数化合物に対する最適化 | 72 |

この章では、検出器のスタートアップについて説明します。



4 検出器のスタートアップ

始める前に

始める前に

ほとんどの場合、LC グレードの溶媒で良好な結果が得られます。しかし、経験的にと、溶媒の不純物によりベースラインノイズが大きくなります (S/N 比が低下する)。

感度をチェックする前に、溶媒送液システムを最低 15 分間フラッシュしてください。ポンプに複数のチャンネルがある場合は、未使用のチャンネルもフラッシュする必要があります。

最適化の概要

- 適切な PMT 値の設定

ほとんどの用途で、設定値 10 で対応可能です。G1321A A/D コンバータは、広範囲で優れた直線性があるため、PMT の変更は、ほとんどの場合不要です。たとえば、高物質サンプル分析でピークが切断された場合は、PMT 設定値を下げてください。PMT 設定値を下げると、S/N 比が低下します。

内蔵 PMT ゲインテストでは、検出器のパラメータを使用します。PMT ゲインテストを使用する場合、波長設定とランプのエネルギーモード (マルチ波長モードとエコノミーランプモードによる) によってゲイン算出値が変わります。

ノート

1 つまたは複数のパラメータを変更した場合は、**[OK]** を押して FLD に新しい設定を書き込む必要があります。次に FLD シグナルを再入力し、PMT ゲインテストを開始します。

- 適切なレスポンスタイムを使用する

ほとんどの用途では、設定値 4 で対応可能です。高速分析 (高流量で短いカラムを使用) の場合は、設定値を下げてください。レスポンスタイムが非常に早いと、早いピークは面積が若干小さく、幅が広がったように見えますが、リテンションタイムとピーク面積は依然正しく、再現性にも影響はありません。

- 最適波長を検出する

蛍光性活性分子のほとんどが 230 nm で光を吸収します。励起波長を 230 nm に設定し、蛍光スペクトルをオンラインでスキャンします (マルチ蛍光モード)。次に、スペクトルから得られた蛍光波長を設定し、マルチ励起スキャンを行って (マルチ励起モード)、最適な励起波長を見つけます。

- 蛍光スペクトルを評価する

ダイオードアレイによる紫外検出器は、ピーク頂点のスペクトルから、ベースラインにおけるリファレンススペクトルを差し引くことで UV スペクトルを評価しますが、正確な蛍光スペクトルは、ピーク頂点のスペクトルから変曲点付近のリファレンスを差し引いて採取します。ベースラインでは光がないため、リファレンススペクトルには非常にノイズが多く、評価の対象とするのには適していないためです。

4 検出器のスタートアップ

最適化の概要

- 分析時のみランプをオンにする

最高感度で検出する必要がある場合、分析中のみ点灯することによってランプの寿命を伸ばすことができます。他の LC 検出器とは異なり、G1321A 蛍光検出器はランプを点灯してから数秒以内に平衡に達します。

ノート

最高の再現性と直線性を得るには、ランプの設定を (常にオン) にします (デフォルトでは、分析中のみ点灯に設定)。

最初に機器を 1 時間ウォームアップすることをお勧めします。

- 検出器のクォーツフローセルを過圧しないでください

他の検出器やフラクシオンコレクタのような他の機器を取り付ける場合は、フローセル以降の機器の背圧が **20 bar** を超えないように注意してください。紫外検出器を設置する場合は、G1321A 蛍光検出器の前に接続してください。

ノート

蛍光励起スペクトルを DAD スペクトルまたは文献中の吸光度スペクトルと直接比較する場合は、使用する光学系のバンド幅 (FLD=20 nm) における相違を考慮する必要があります。この違いによって、評価している化合物の吸光度スペクトルによっては最大波長がシフトする場合があります。

スタートアップとチェックアウト

本章では、Agilent 1200 シリーズ蛍光検出器のチェックアウトについて説明します。チェックアウトには、Agilent アイソクラティックチェックアウト用サンプルを使用します。

検出器のスタートアップ

日時:

検出器のチェックアウトを行う場合

必要なツール:

G1321A FLD を組み込んだ LC システム

必要な部品:

5063-6528

スタートアップキット、内容

LC カートリッジ Hypersil ODS (5 um、125 x 4 mm、CIS カートリッジホルダ付き)

01080-68704

Agilent アイソクラティックチェックアウトサンプル

5021-1817

フィッティング

キャピラリー、長さ 150 mm、内径 0.17 mm

1 検出器をオンにします。

2 ランプをオンにします。

初めてランプをオンにすると、機器は、内部チェックとキャリブレーションチェックを実行します。キャリブレーションチェックには約 5 分かかります。

3 これで検出器の設定を変更する準備ができました。

4 検出器のスタートアップ

スタートアップとチェックアウト

クロマトグラフ条件の設定

- 1 次のようなクロマトグラフ条件でシステムを設定し、ベースラインが安定するまで待ちます。

表 6 クロマトグラフ条件

| | |
|-----------------|--|
| 移動相 | A = 水 = 35 % B = アセトニトリル = 65 % |
| カラム | OSD-Hypersil カラム (内径 125 mm × 4 mm、 粒子径 5 μm) |
| サンプル | アイソクラティック標準サンプル (メタ ノールで 1/10 に希釈) |
| 流量 | 1.5 mL/min |
| 圧縮率 A (水) | 46 |
| 圧縮率 B (アセトニトリル) | 115 |
| ストローク A および B | 自動 |
| 終了時間 | 4 分 |
| 注入量 | 5 μL |
| オープン温度 (1200) | 30 清 |
| FLD 励起 / 蛍光波長 | EX = 246 nm、EM = 317 nm |
| FLD PMT ゲイン | PMT = 10 |
| FLD レスポンスタイム | 4 秒 |

- 2 [57 ページ](#) [図 25](#) に従って FLD の設定を行います (ローカルコントロールモジュール G1323B では、この情報は複数の画面に分割されて表示されます)。

この例では
 追加励起
 波長 (B、C、D) が
 使用されます。これにより
 スキャンが増加し
 性能が低下する
 ことがあります。

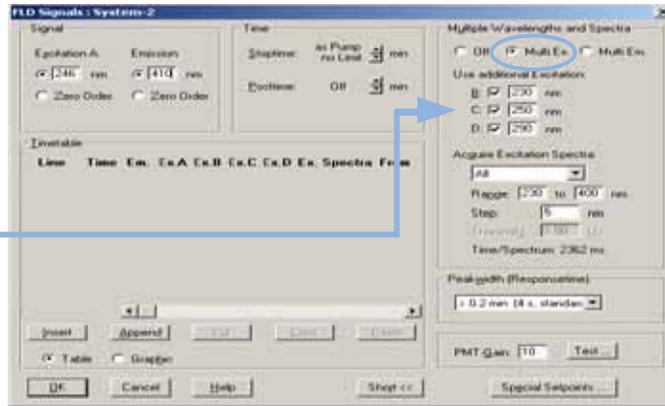


図 25 FLD パラメータ

3 分析を開始します。

分析の結果得られるクロマトグラムは以下のとおりです。

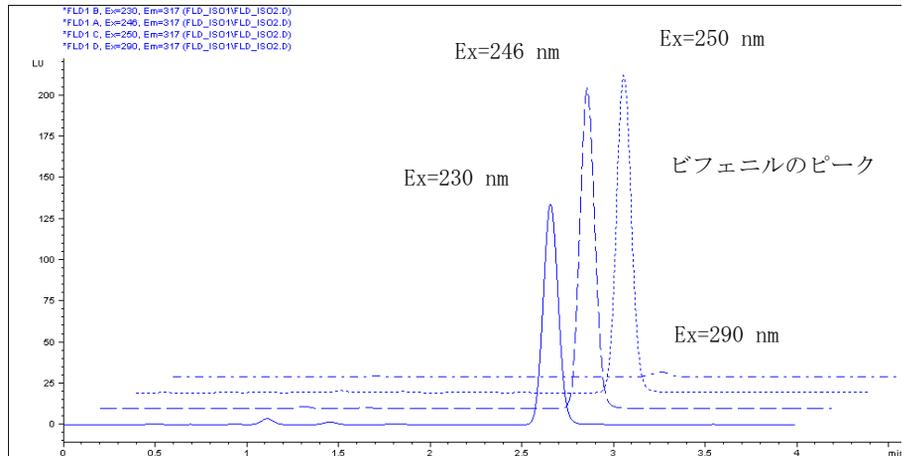


図 26 異なる励起波長でのビフェニルのピーク

最大励起波長は 250 nm 付近です。

4 検出器のスタートアップ

スタートアップとチェックアウト

等高線プロットによる最大値の観察

- 1 データファイル ($\lambda_{EX} = 246 \text{ nm}$ 、 $\lambda_{EM} = 317 \text{ nm}$) を読み込み、等高線度プロットを開きます。
- 2 250 nm 付近に最大 λ_{EX} 波長があります。

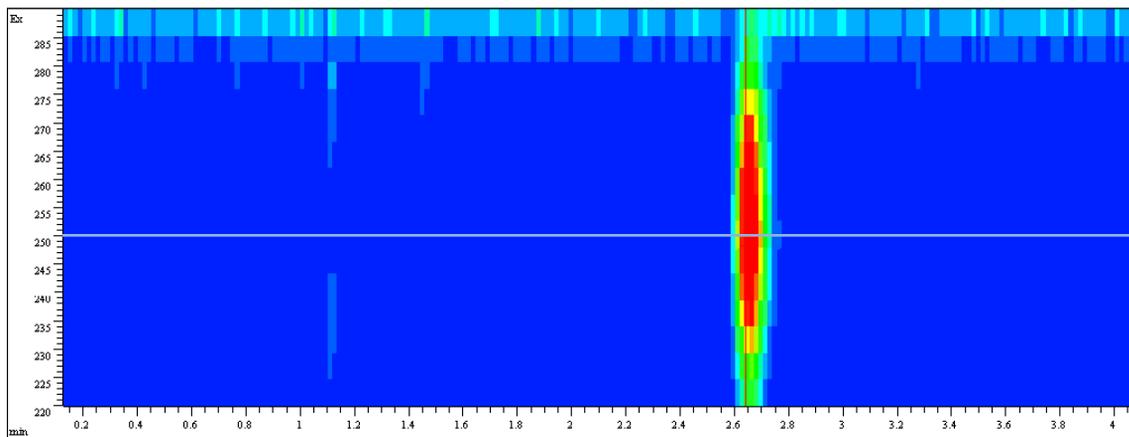


図 27 等高線プロット

メソッド開発

液体クロマトグラフィでより高い検出感度と選択性が必要な場合に、蛍光検出器を使用します。スペクトル取込を含めた万全なメソッド開発を行うことが、良い結果を得るための基礎となります。この章では、Agilent 1200 シリーズ蛍光検出器が提供する 3 つの異なるステップについて説明します。59 ページ 表 7 は、これらのステップの動作モードから得られる利点をまとめたものです。

表 7 完全なメソッド開発のステップ

| | ステップ 1 システムの チェック | ステップ 2 検出感度と選 択性の最適化 | ステップ 3 ルーチンメ ソッドの設定 |
|------------------------|------------------------|--|---|
| 蛍光スキャン | (溶媒や試薬内の) 不純物 の検出 | 単一化合物の励起波長 (EX) スペクトルと蛍光波 長 (EM) スペクトルの同 時決定 | |
| シグナルモード | | 波長切り替えの実施 | 検出下限の使用 |
| スペクトルモード / マル チ波長検出 | | 1 回の分析で分離された 全化合物の励起 / 蛍光ス ペクトルを取得 最大 4 波長による同時検 出 | オンラインスペクトルの 収集、ライブラリ検索実 行、ピーク純度測定 波長切り換えの不実施 |

ステップ 1 LC システムの不純物のチェック

微量サンプルの蛍光検出を行う場合は、蛍光汚染のない LC システムを使用することが不可欠です。ほとんどの汚染物質は、溶媒の不純物に起因します。蛍光スキャンを使用することで、数分で溶媒の質をチェックすることができます。たとえば、FLD キュベットに溶媒を直接充填し、クロマトグラフ分析を行う前に、オフライン測定を行うことができます。結果は、蛍光等高線プロットまたは 3 次元プロットとして表示できます。また強度は、色別に表示されます。

60 ページ 図 28 は、移動相に使用する水の不純物がサンプルに混在していることを示しています。水の不純物の蛍光領域は、迷光領域の間、つまり、1 次と 2 次のレイリー散乱光とラマン散乱光の間に観察されます。

4 検出器のスタートアップ

メソッド開発

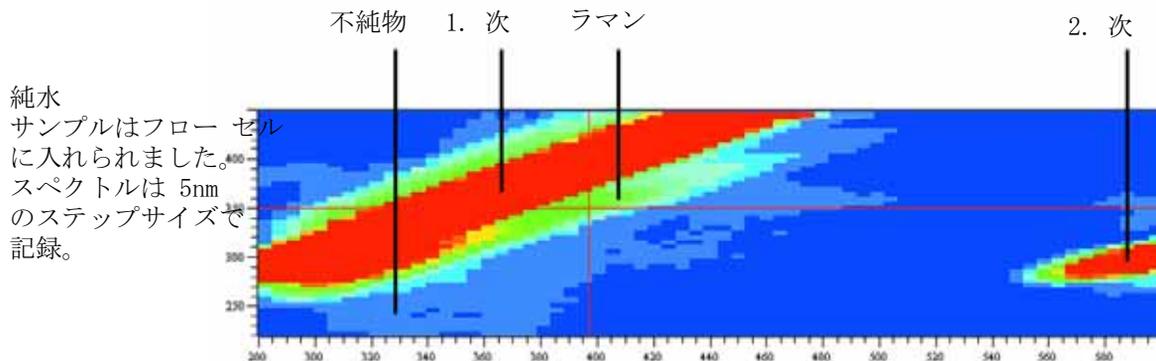


図 28 移動相の蛍光等高線プロット

レイリー散乱光の励起波長と蛍光波長は同じであるため、1次レイリー散乱光領域は、図の左上に観察されます。水のラマンバンドは、1次レイリー散乱光の下に見られます。カットオフフィルタにより 280 nm 以下の光は遮断されるため、2次レイリー散乱光は、560 nm 以上の波長から始まります。

散乱光 (迷光) には、バックグラウンドノイズの原因である不純物と同じような作用があります。共に、ノイズレベルが大きくなり、検出感度が下がります。つまり、高感度測定を行う場合は、散乱光 (迷光) バックグラウンドが高くなる波長から設定を離す必要があります。

ステップ 2 検出感度と選択性の最適化

検出感度と選択性を最適化するには、分析対象となる化合物の蛍光特性を調べる必要があります。検出感度と選択性を最適化する励起波長と蛍光波長を選択することができます。一般的に、異なる機器で得た蛍光スペクトルでは、使用したハードウェアやソフトウェアによって、かなりの相違が見られます。

通常は、蛍光励起スペクトル (61 ページ 図 29 を参照) と似た UV スペクトルから適切な励起波長を抽出し、蛍光スペクトルを取得するというアプローチが取られます。最適な蛍光波長が決定したら、励起スペクトルを取得します。

波長 [nm]
スペクトル
440 nm、発光
キニジン 1 μ g/mL の
250 nm で励起する
スペクトル。
検出器の設定：
ステップサイズ 5 nm、励起
レスポンスタイム 4 秒。

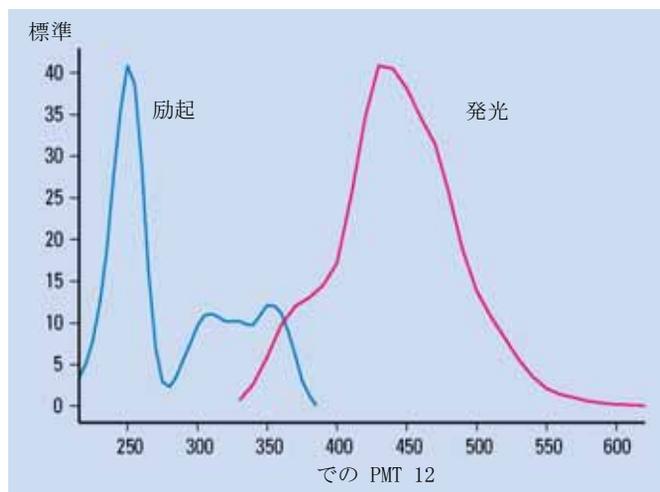


図 29 キニジンの励起 / 蛍光スペクトル

蛍光分光光度計を使用したり、LC でストップフローモードを利用し、各成分のスペクトルを採取するためにこのような作業を繰り返す必要があります。よって、化合物ごとに異なる分析が必要となります。この結果、各化合物の励起 / 蛍光スペクトルが取得できます (60 ページ 図 28 を参照)。この手順は手間がかかるため、分析する化合物の数が少ない場合のみ適用します。

Agilent 1200 シリーズ LC では、化合物の蛍光特性に関する完全な情報を取得するために、3 つの異なる方法を提供します。

手順 I - 上記の説明にあるように、各成分に対して個々に蛍光スキャンをオフラインで実行します。これは単一の化合物が利用できる場合にのみマニュアルの FLD キュベットで行うことをお勧めします。

手順 II - Agilent 1200 シリーズ FLD で LC 分析を 2 回実施し、既知の条件下で混合化合物の分離を行い、蛍光スペクトルと励起スペクトルを各々に取得。

手順 III - Agilent 1200 シリーズ FLD/DAD の組合せを使い、DAD で紫外 / 可視スペクトル (励起スペクトルと同等) を、FLD で蛍光スペクトルを 1 回の分析で取得します。

手順 I - 蛍光スキャンの実施

蛍光スペクトルは、これまでの LC 蛍光検出器では簡単に取得できなかったため、未知の化合物に関してスペクトル情報が必要な場合は、標準の蛍光分光光度計を使用していました。しかし、このアプローチでは LC 検出器と専用蛍光分光光度計の間、あるいは検出器間の光学システム設計の相違により、最適化に限界がありました。これらの相違によって励起波長と蛍光波長の最適値に差異が生じる可能性があります。

4 検出器のスタートアップ

メソッド開発

Agilent 1200 シリーズの蛍光検出器に装備されている蛍光スキャン機能により、LC 蛍光検出器としてだけでなく、これまで標準の蛍光分光光度計で取得していたスペクトル情報をすべて確保できます。63 ページ 図 30 に、Agilent 1200 シリーズ FLD とマニュアルキュベットによる単一のオフライン測定によるキニジンの分析結果を示します。励起波長と蛍光波長の最大値は、3 次元プロットで最大値の座標として抽出することができます。プロット中央の 3 つの最大値から 1 つを選択し、励起波長を決定します。選択は、クロマトグラフ分析で分析したい化合物によって変わります。また選択の際は、250 nm、315 nm、350 nm の波長でのバックグラウンドノイズの差も考慮します。蛍光の最大波長は 440 nm で観察されます。

詳細は、63 ページ 図 30 を参照してください。

キニジンの励起 / 蛍光スペクトル (1 µg/mL) をグラフに示します。蛍光強度が、励起波長と蛍光波長に対してプロットされています。

検出器の設定：ステップサイズ 5 nm、PMT 12、レスポンスタイム 4 秒

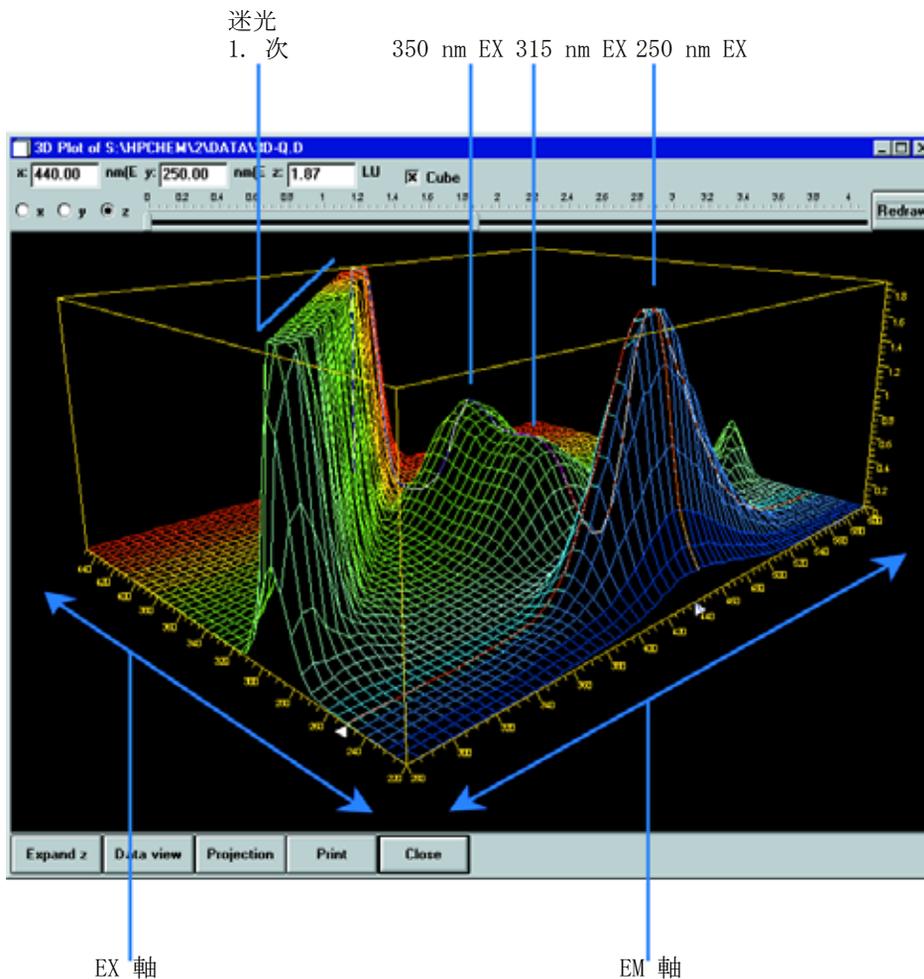


図 30 蛍光スキャンで得た単一化合物の特性

手順 II - FLD で LC 分析を 2 回実施する

PNA の有機化合物の分離条件については、一般的な EPA や DIN の標準メソッドに記載されています。最高感度の検出を行うには、すべての化合物について最適な励起波長と蛍光波長のチェックする必要があります。しかし、蛍光スキャンだけでこれを行うと、かなり手間のかかる作業になります。この場合は、分析中にすべての化合物のスペクトルをオンラインで取り込む方法が効率的です。これによって、メソッド開発もスピードアップされます。最適化には分析を 2 回行うだけです。

4 検出器のスタートアップ

メソッド開発

最初の分析では、励起波長に対して、UV 領域の低波長を 1 つと、蛍光波長に対してスペクトル範囲の波長を 1 つ選択します。ほとんどの蛍光成分では、これらの波長で強い吸光が見られ、量子収率が高くなります。励起は、蛍光スペクトルを取得するために十分です。

65 ページ 図 31 には、15 成分の種類の PNA 混合サンプルによる 1 回の分析で得た全蛍光スペクトルを示しています。このスペクトルデータを使用して、全化合物についての最適蛍光波長タイムテーブルを設定します。

蛍光等高線プロットの個々の化合物スペクトルから、15 成分の PNA をすべて最適化して検出するには、少なくとも 3 つの蛍光波長が必要であることがわかります。

表 8 PNA 分析のタイムテーブル

| | | |
|--------|--------|---------------------------|
| 0 分 | 350 nm | ナフタレン ~ フェナントレン |
| 8.2 分 | 420 nm | アントラセン ~ ベンゾ (g,h,l) ペリレン |
| 19.0 分 | 500 nm | インデノ (1,2,3-cd) ピレン |

2 番目の分析では、蛍光波長の 3 つの設定値をタイムプログラムに入力し、励起スペクトルを取得します (図 8 を参照)。強度の高い領域 (赤) は、蛍光スペクトルが励起波長と重なったための迷光によるものです。これは、スペクトル範囲の自動適合によって回避することができます。260 nm の励起波長は、すべての PNA に適しています。

表 9 下図における PNA 分析の最適化条件

| | |
|--------|---|
| カラム | Vydac 2.1 x 200 mm、PNA 5 μ m |
| 移動相 | A = 水、B = アセトニトリル (50:50) |
| グラジエント | 3 分、60% 14 分、90% 22 分、100% |
| 流量 | 0.4 mL/min |
| カラム温度 | 18 清 |
| 注入量 | 5 μ L |
| FLD 設定 | PMT = 12 レスポンスタイム 4 秒、 ステップサイズ 5 nm |

これは、
波長 (260 nm) で
15 種類の PNA
固定励起
等蛍光プロットを
(5 μ g/mL)
について取得した
示したものです。

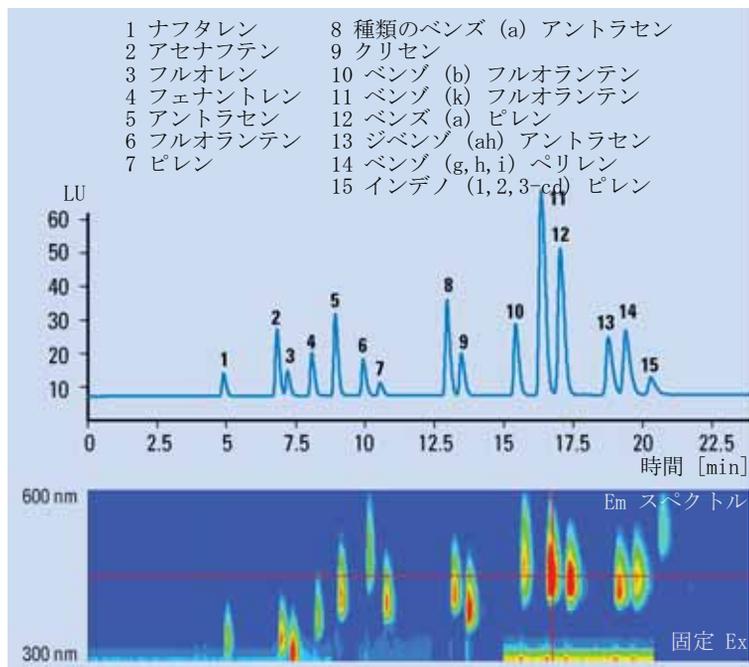


図 31 蛍光波長タイムプログラムの最適化

4 検出器のスタートアップ メソッド開発

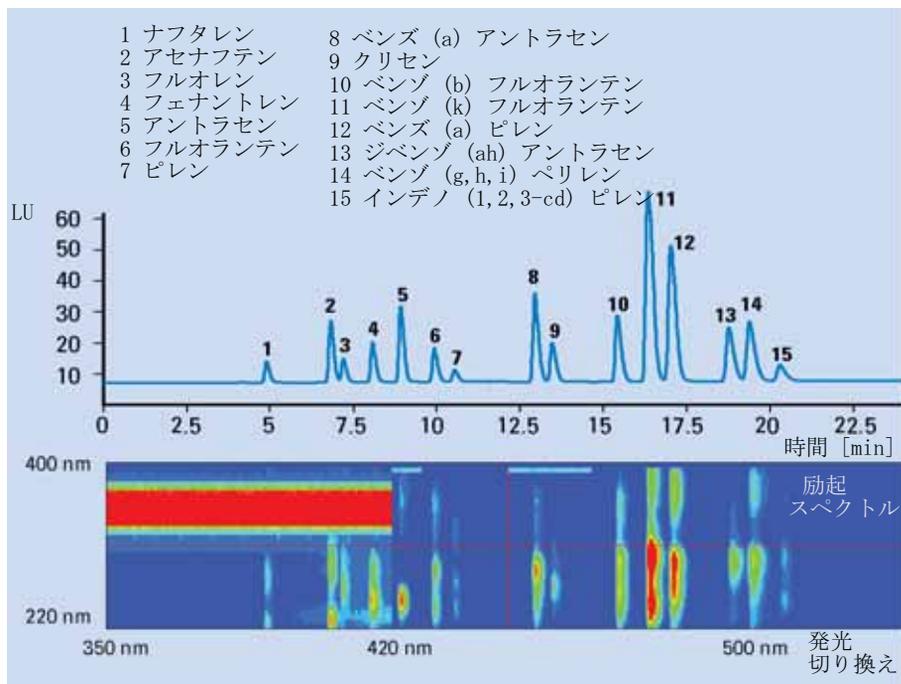


図 32 励起波長タイムプログラムの最適化

取得したデータを組み合わせて、励起波長のタイムテーブルを設定し、検出感度と選択性の最適化を行います。この例の最適化するためのイベント切り替えを、66 ページ 表 10 にまとめます。

表 10 15 成分の PNA 分析用タイムテーブル

| 時間 [min] | 励起波長 [nm] | 蛍光波長 [nm] |
|----------|-----------|-----------|
| 0 | 260 | 350 |
| 8.2 | 260 | 420 |
| 19.0 | 260 | 500 |

このタイムテーブルは、2つのクロマトグラフ分析の結果に基づく最適な検出条件を示すものです。

手順 III - Agilent 1200 シリーズ DAD/FLD を組み合わせて 1 回の分析を行う

ほとんどの有機化合物では、ダイオードアレイ検出器で得る UV- スペクトルは、蛍光励起スペクトルとほぼ同じになります。スペクトルの差異は、スペクトルの分離能や光源など検出器の特性によるものです。

実際に、ダイオードアレイ検出器を蛍光検出器と併用すれば、1 回の分析でいくつかの化合物について、最適な励起・蛍光波長の取得に必要な完全なデータを得ることができます。ダイオードアレイ検出器で得られる UV/ 可視/ 励起スペクトルを使って、UV 領域での低波長を固定励起波長にして蛍光スペクトルを取得するよう蛍光検出器を設定します。

例は、カルバミン酸塩の品質管理データです。サンプルとして不純物である 2,3- ジアミノフェナジン (DAP)、2- アミノ -3- ヒドロキシフェナジン (AHP) を分析しました。DAP と AHP のリファレンスサンプルについては、ダイオードアレイ、蛍光両検出器で分析を行っています。図 9 は、DAP について両検出器で取得したスペクトルを示しています。DAP の励起スペクトルはダイオードアレイ検出器で取得した UV 吸収スペクトルと非常に似ています。68 ページ 図 34 は、カルバミン酸塩サンプルと DAP/AHP の純粋な混合リファレンスに、同メソッドを適用した成功例です。カラムには、既知の不純物である AHP および DAP がわかるように、蛍光特性のないカルバミン酸塩 (2- ベンゾイミダゾールカルバミン酸メチルエステル/MBC) をオーバーロードさせています。

これはカルバミン酸塩の不純物です。
2 回目の分析の励起スペクトルは UV スペクトルと蛍光励起スペクトルを示します。
265 nm の励起波長は、発光スペクトルを取得するために使用され、540 nm の発光波長は励起スペクトルを取得するために使用されました。

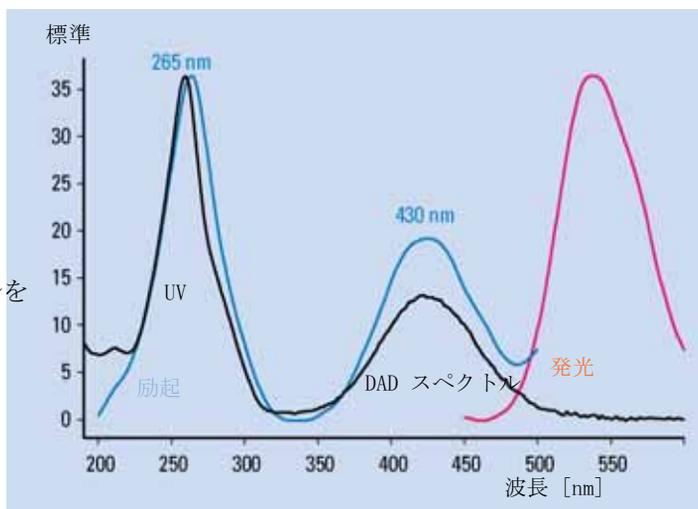


図 33 2,3- ジアミノフェナジン (DAP) の UV- スペクトルと蛍光スペクトル

4 検出器のスタートアップ メソッド開発

上部の 2 つの
トレースは、2 つの
異なる
励起波長を
用いて取得した物です。
下部のトレースは、
既知の不純物の
標準です。

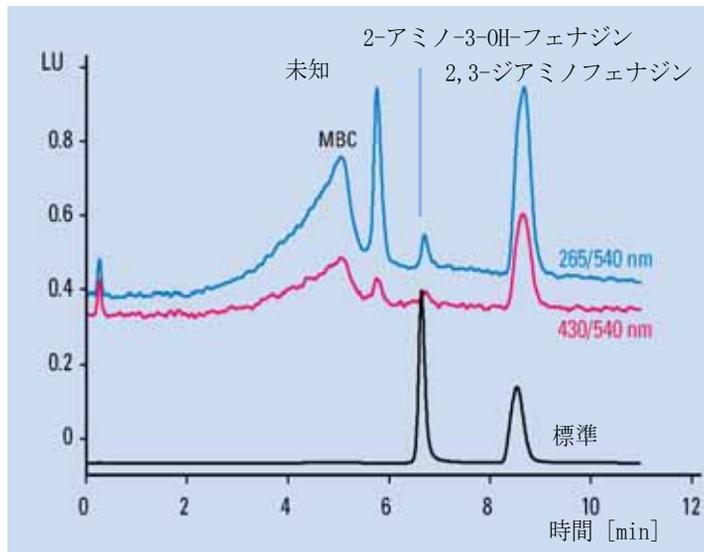


図 34 MBC (2-ベンゾイミダゾールカルバミン酸メチルエステル) と不純物の定性分析

表 11 上図における DAP および MBC 分析の最適化条件

| | |
|--------|--|
| カラム | Zorbax SB 2 x 50 mm、PNA 5 μ m |
| 移動相 | A = 水、B = アセトニトリル |
| グラジエント | 0 分、5% 10 分、15% |
| 流量 | 0.4 mL/min |
| カラム温度 | 35 清 |
| 注入量 | 5 μ L |
| FLD 設定 | PMT = 12 レスポンスタイム 4 秒、 ステップサイズ 5 nm EX 265 nm および 430 nm Em 540 nm |

ステップ3 ルーチンメソッドの設定

ルーチン分析では、サンプルのマトリックスのリテンションタイムが重要な影響を及ぼします。信頼性の高い結果を得るには、サンプル調製を念入りに行い、頑強な LC メソッドを使用する必要があります。複雑なマトリックスの場合は、タイムテーブルによる波長の切り換えを行うより、マルチ波長同時検出の方が信頼性は高まります。Agilent 1200 シリーズ FLD では、さらに、検出シグナルを取得する間に蛍光スペクトルを取得して、定量分析に利用することもできます。つまり、定性データを使って、ルーチン分析でピークの確認や純度のチェックが行えるようになります。

マルチ波長検出

タイムテーブルによる波長の切り換えは、通常、ルーチン定量分析で検出感度を向上させ、選択性を高めるために使用されています。蛍光波長を変更する必要があるが、化合物の溶出が接近している場合は、このような切り換えが困難です。波長の切り換えが化合物溶出中に起こると、ピークが歪んでしまい、定量分析が不可能になります。これはマトリックスが複雑な場合によくみられ、化合物のリテンションに影響します。

Agilent 1200 シリーズ FLD のスペクトルモードでは、異なるシグナルを最大 4 つまで同時に取り込めるようになっています。このすべてを定量分析で使用することができます。複雑なマトリックスの他、波長を追加して不純物を監視するような場合にも有利です。最適波長により、感度と選択性の向上を常に検討できる利点もあります。比較するシグナルモードにも寄りますが、シグナルごとに取得するデータポイント数が減るために、シグナルの検出感度は下がります。

上述の PNA 分析の場合でも、波長切り換えの代わりにマルチ波長検出を実行することが可能です。4 つの異なる蛍光波長を使って、15 成分の PNA すべてをモニタできます (70 ページ 図 35)。

表 12 マルチ波長同時検出による PNA- 分析条件 (下図を参照)

| | |
|--------|---------------------------------------|
| カラム | Vydac 2.1 x 250 mm、PNA 5 μm |
| 移動相 | A = 水、B = アセトニトリル (50:50) |
| グラジエント | 3 分、60 % 14.5 分、90 % 22.5 分、95% |
| 流量 | 0.4 mL/min |
| カラム温度 | 22 清 |
| 注入量 | 2 μL |
| FLD 設定 | PMT = 12 レスポンスタイム 4 秒 |

4 検出器のスタートアップ メソッド開発

上部のトレースは、
従来の波長
切り換えによる
ものです。

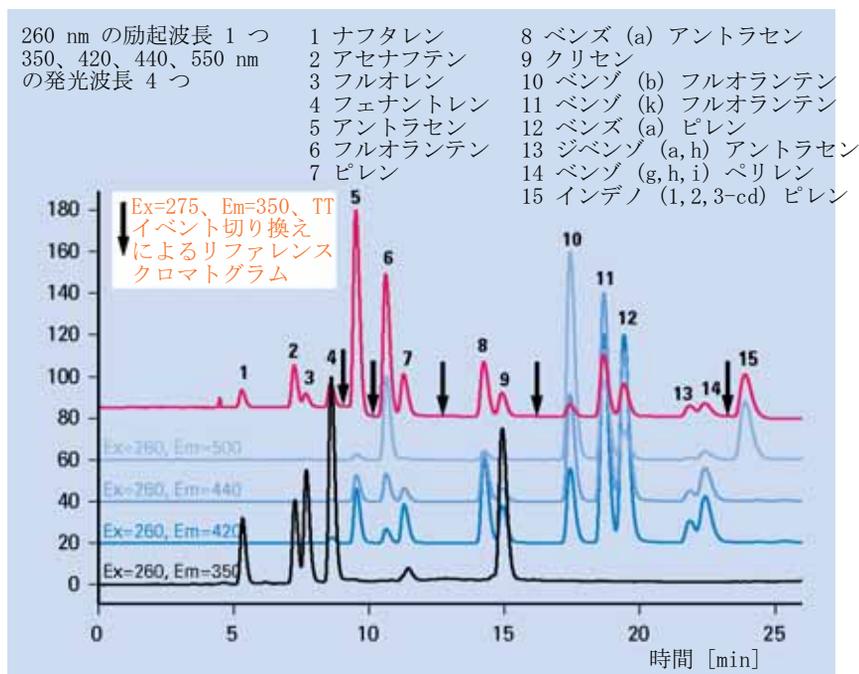


図 35 マルチ波長同時検出による PNA- 分析

以前は、オンラインでスペクトル情報を取得し、リテンションタイムでの同定の確認を行えるのは、ダイオードアレイ検出器と質量分析検出器のみでした。

これからは、さらに蛍光検出器を使って、自動ピーク確認と純度のコントロールを行えるようになります。定量分析の後に追加分析を行う必要もありません。

メソッド開発においては、リファレンスになる標準サンプルの励起/蛍光スペクトルを収集し、固有のライブラリを作成することができます。未知のサンプルから取得したスペクトルデータはすべて、ライブラリにあるデータと自動的に比較することができます。表 3 は、PNA 分析における例を示しています。各ピークについて報告されるマッチファクタによって、リファレンススペクトルとピークから取得したスペクトルの類似度がわかります。マッチファクタが 1,000 の場合は、同一スペクトルになります。

さらに、1 つのピーク内で取得したスペクトルを比較し、ピークの純度を調べることもできます。ピークの純度結果がユーザー定義の純度リミット内にあれば、純度ファクタは、純度リミット内にある全てのスペクトルの純度値を意味します。

純度の信頼性とマッチファクタは、取得したスペクトルの質に左右されます。蛍光検出器では、取得できるデータポイント数が少ないため、化合物が同一の場合でも、ダイオードアレイ検出器のマッチファクタと純度データと、結果が異なる場合があります。

71 ページ 表 13 は、PNA リファレンスサンプルの蛍光スペクトルに基づくライブラリの自動検索を示しています。

表 13 蛍光スペクトルライブラリによるピーク確認

| 測定リテン ションタイム | ライブ ラリ | CalTbl | シグナル | アマウント | 純度 | # | マッチ | ライブラリ名 |
|-----------------|-----------|--------|------|------------|------|---|------|----------------------------|
| [min] | [min] | [min] | | [ng] | ファクタ | | | |
| 4.859 | 4.800 | 5.178 | 1 | 1.47986e-1 | - | 1 | 993 | Naphthalene@em |
| 6.764 | 7.000 | 7.162 | 1 | 2.16156e-1 | - | 1 | 998 | Acenaphthene@em |
| 7.137 | 7.100 | 7.544 | 1 | 1.14864e-1 | - | 1 | 995 | Fluorene@em |
| 8.005 | 8.000 | 8.453 | 1 | 2.56635e-1 | - | 1 | 969 | Phenanthrene@em |
| 8.841 | 8.800 | 9.328 | 1 | 1.76064e-1 | - | 1 | 993 | Anthracene@em |
| 9.838 | 10.000 | 10.353 | 1 | 2.15360e-1 | - | 1 | 997 | Fluoranthene@em |
| 10.439 | 10.400 | 10.988 | 1 | 8.00754e-2 | - | 1 | 1000 | Pyrene@em |
| 12.826 | 12.800 | 13.469 | 1 | 1.40764e-1 | - | 1 | 998 | Benz(a)anthracene@em |
| 13.340 | 13.300 | 14.022 | 1 | 1.14082e-1 | - | 1 | 999 | Chrysene@em |
| 15.274 | 15.200 | 16.052 | 1 | 6.90434e-1 | - | 1 | 999 | Benzo(b)fluoranthene@em |
| 16.187 | 16.200 | 17.052 | 1 | 5.61791e-1 | - | 1 | 998 | Benzo(k)fluoranthene@em |
| 16.865 | 16.900 | 17.804 | 1 | 5.58070e-1 | - | 1 | 999 | Benz(a)pyrene@em |
| 18.586 | 18.600 | 19.645 | 1 | 5.17430e-1 | - | 1 | 999 | Dibenz(a,h)anthracene@em |
| 19.200 | 19.100 | 20.329 | 1 | 6.03334e-1 | - | 1 | 995 | Benzo(g,h,i)perylene@em |
| 20.106 | 20.000 | 21.291 | 1 | 9.13648e-2 | - | 1 | 991 | Indeno(1,2,3-c,d)pyrene@em |

4 検出器のスタートアップ

例：複数化合物に対する最適化

例：複数化合物に対する最適化

例：複数化合物に対する最適化

この例では、サンプルとして PNA を使用して、スキャン機能を説明します。

クロマトグラフ条件の設定

この例では、次のような分析条件を使用します（検出器の設定は、73 ページ 図 36 を参照してください）。

表 14 クロマトグラフ条件

| | |
|-----------------|--|
| 移動相 | A = 水 = 50% B = アセトニトリル = 50% |
| カラム | Vydac-C18-PNA: 250 mm × 内径 2.1 mm、粒子径 5 μm |
| サンプル | PAH 0.5 ng |
| 流量 | 0.4 mL/min |
| 圧縮率 A (水) | 46 |
| 圧縮率 B (アセトニトリル) | 115 |
| ストローク A および B | 自動 |
| タイムテーブル | 0 分 %B=50 3 分 %B=60 14.5 分 %B=90 22.5 分 %B=95 |
| 終了時間 | 26 分 |
| ポストタイム | 8 分 |
| 注入量 | 1 μL |
| オープン温度 (1200) | 30 清 |

表 14 クロマトグラフ条件

| | |
|--------------|----------|
| FLD PMT ゲイン | PMT = 15 |
| FLD レスポンスタイム | 4 秒 |

低い UV
(230 ~ 260 nm) 範囲の
励起波長を選択
します。これで
サンプル中の
ほとんどすべての
蛍光が網羅されます。
追加の蛍光波長
(B、C、D) を選択
しないでください。
波長を追加すると、
スキャン時間が
増え、性能が
低下します。

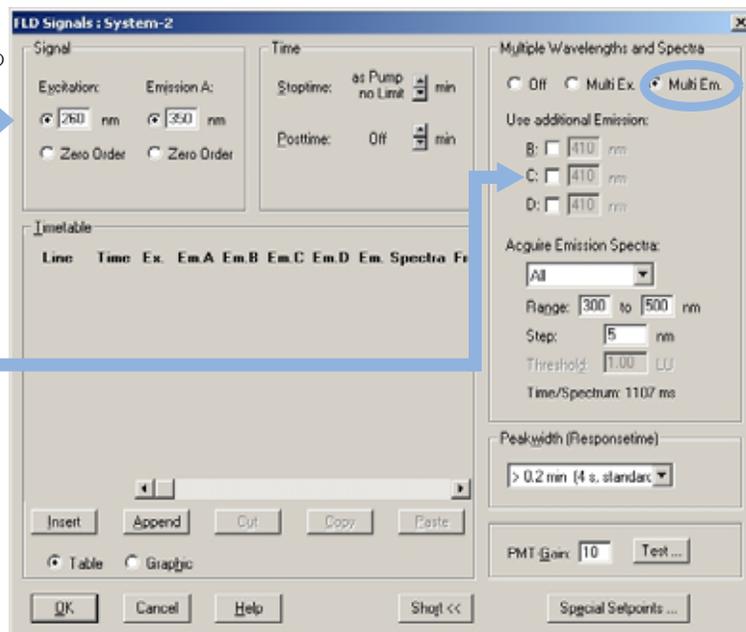


図 36 蛍光スキャンの検出器の設定

- 1 ベースラインが安定するまで待ちます。分析を行います。
- 2 シグナルを読み込みます (この例では、13 分間のデータが表示されています)。

4 検出器のスタートアップ 例：複数化合物に対する最適化

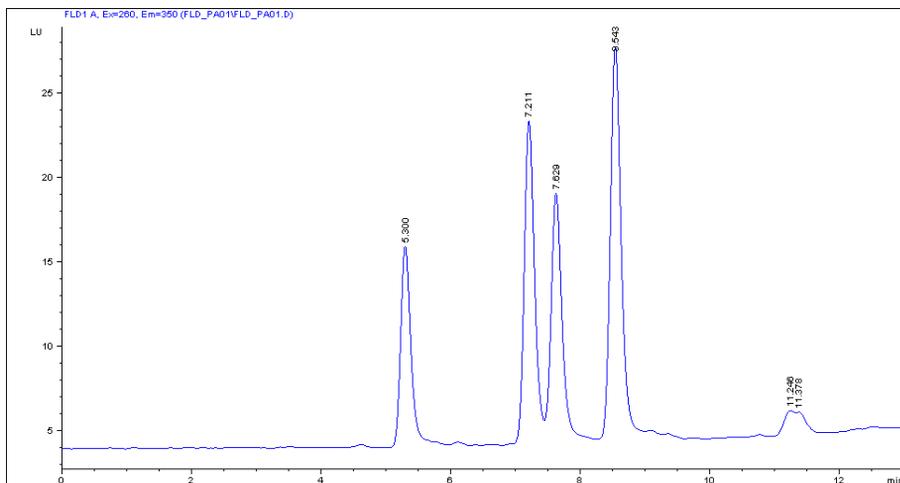


図 37 発光スキャンによるクロマトグラム

3 等高線度プロットを使用して、最適な蛍光波長の評価を行います。下の表を参照してください。

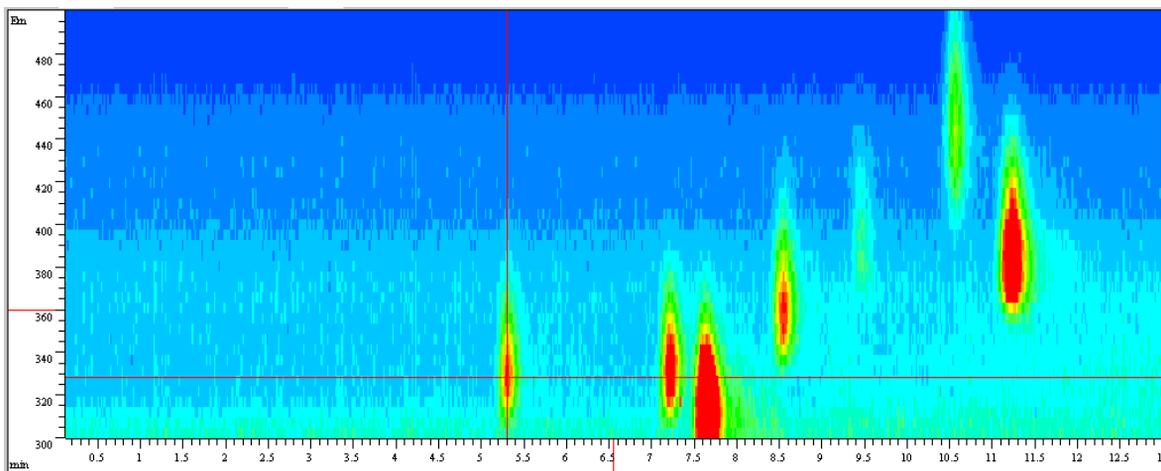


図 38 蛍光スキャンによる等高線プロット

表 15

| ピーク番号 | 時間 | 蛍光波長 |
|-------|---------|--------|
| 1 | 5.3 分 | 330 nm |
| 2 | 7.2 分 | 330 nm |
| 3 | 7.6 分 | 310 nm |
| 4 | 8.6 分 | 360 nm |
| 5 | 10.6 分 | 445 nm |
| 6 | 11.23 分 | 385 nm |

- 4 これらの設定とタイムテーブル(前ページ参照)を使って、最適な励起波長の評価を行うため、2度目の分析を行います。75 ページ 図 39 を参照してください。

追加の蛍光波長 (B、C、D) を選択しないでください。波長を追加すると、スキャン時間が増え、性能が低下します。

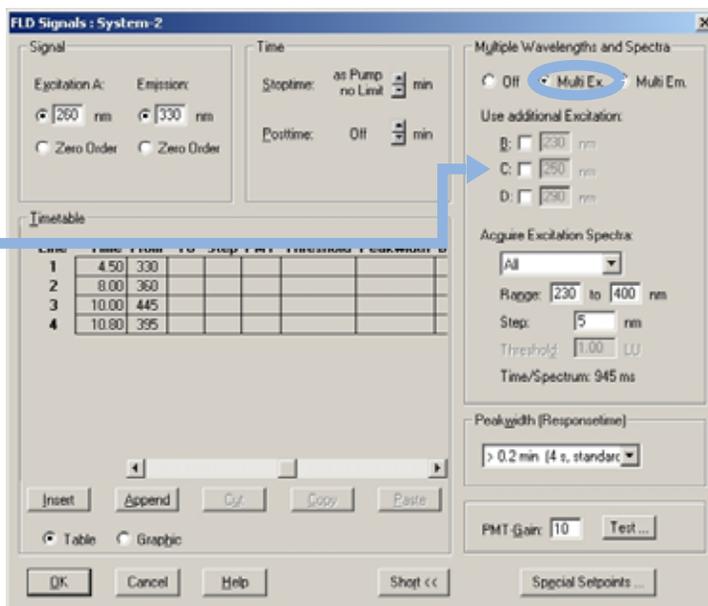


図 39 励起スキャンの検出器設定

- 5 ベースラインが安定するまで待ちます。分析を開始します。

4 検出器のスタートアップ

例：複数化合物に対する最適化

6 シグナルを読み込みます。

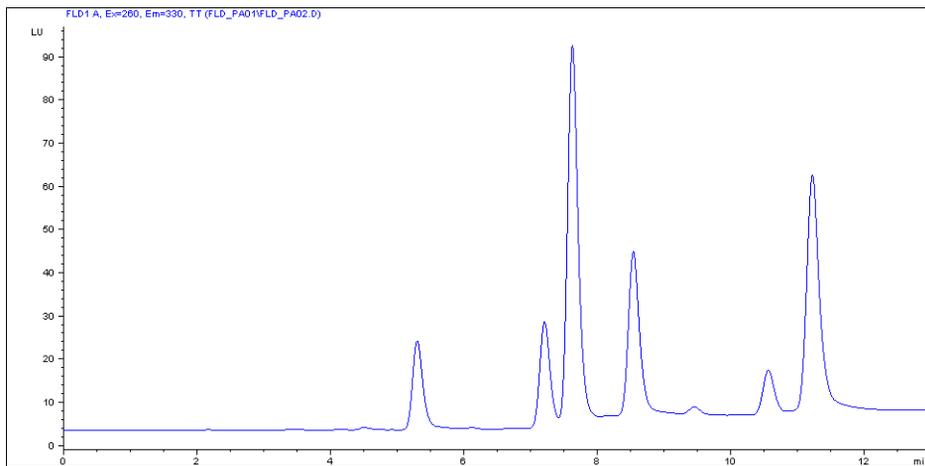


図 40 クロマトグラム – リファレンス波長 260/330nm での励起スキャン

7 等高線プロットを使用して、最適な励起波長を評価します (この例では、13分間のデータが表示されています)。

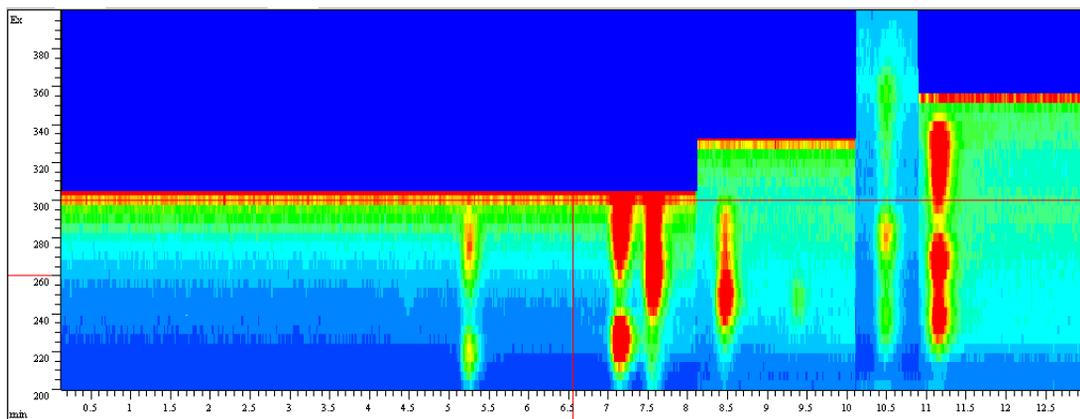


図 41 等吸光度プロット – 励起

下の表は、蛍光波長 (74 ページ 図 38) と励起波長の最大値に関する情報をすべてまとめたものです。

表 16

| ピーク番号 | 時間 | 蛍光波長 | 励起波長 |
|-------|--------|--------|------------|
| 1 | 5.3 分 | 330 nm | 220/280 nm |
| 2 | 7.3 分 | 330 nm | 225/285 nm |
| 3 | 7.7 分 | 310 nm | 265 nm |
| 4 | 8.5 分 | 360 nm | 245 nm |
| 5 | 10.7 分 | 445 nm | 280 nm |
| 6 | 11.3 分 | 385 nm | 270/330 nm |

システムバックグラウンドを評価する

下記の例では水を使用します。

- 1 溶媒をシステム内にポンプで送ります。
- 2 [FLD special setpoints] (FLD スペシャルセットポイント) で蛍光スキャン範囲を適宜設定します。

ノート

範囲を大きくすると、スキャン時間が増えます。デフォルト値では、スキャンの所要時間は約 2 分です。

- 3 PMT ゲインを 16 に設定します。

4 検出器のスタートアップ

例：複数化合物に対する最適化

波長範囲とステップ数でスキャン時間が決まります。最大範囲を使用した場合、スキャンには約 10 分かかります。

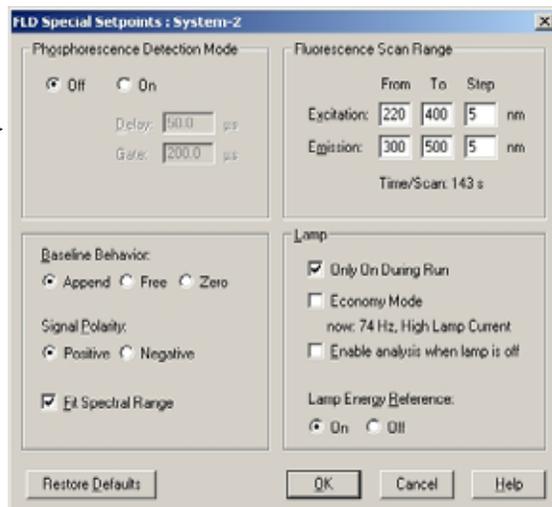


図 42 FLD special settings (FLD スペシャル設定)

- 4 データファイル名を定義し、蛍光スキャンを行います。スキャン完了後、等高線スキャン結果が表示されます。78 ページ 図 43 を参照してください。

ノート

バックグラウンドが低くなると、S/N 比は向上します。「迷光の削除」88 ページを参照してください。

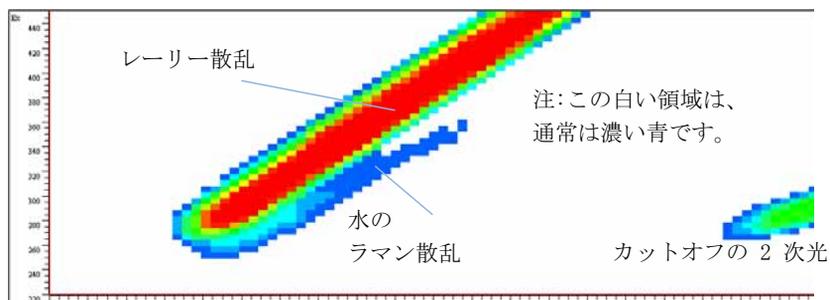
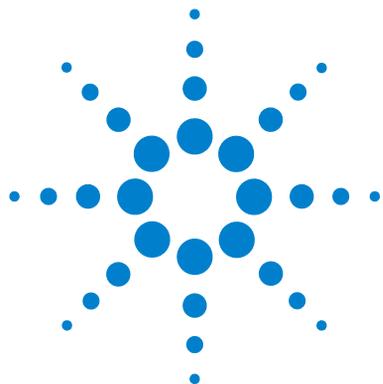


図 43 水の蛍光スキャン



5 検出器の最適化

| | |
|---------------------------|----|
| 最適化の概要 | 80 |
| 最適化に役立つ機能 | 81 |
| 事前の性能チェック | 81 |
| 最適な波長を検出する | 82 |
| 実際例 | 82 |
| 最適なシグナル増幅を検出する | 84 |
| キセノンフラッシュランプのフラッシュ周期を変更する | 85 |
| ランプ寿命の延長 | 86 |
| 最適なレスポンスタイムを選択 | 87 |
| 迷光の削除 | 88 |

この章では、検出器の最適化についての情報を示します。



5 検出器の最適化

最適化の概要

最適化の概要

詳細については、「最適化の概要」[53 ページ](#)を参照してください。

最適化に役立つ機能

Agilent 1200 蛍光検出器には、検出の最適化に役立ついくつかの機能が搭載されています。

| | |
|--------------|----------|
| PMTGAIN | 増幅係数 |
| LAMP | フラッシュ周期 |
| RESPONSETIME | データ取得の間隔 |

事前の性能チェック

本検出器の使用を開始する前に、弊社が公開している仕様に従って機器の性能をチェックする必要があります。

ほとんどの場合、LC グレードの溶媒で良好な結果が得られますが、これまでの経験によると、蛍光グレードの溶媒を使用する場合より LC グレード溶媒を使用したほうがベースラインノイズが大きくなる場合があります。

感度をチェックする前に、溶媒送液システムを最低 15 分間フラッシュしてください。ポンプに複数のチャンネルがある場合は、未使用のチャンネルもフラッシュする必要があります。

5 検出器の最適化

最適な波長を検出する

最適な波長を検出する

蛍光検出で最適化を行う上で最も重要なパラメータは、励起波長と蛍光波長です。一般に、最も良い励起波長は、分光蛍光計で取り込まれた励起スペクトルから得られると想定されます。また、特定の機器で最適な励起波長が検出されたら、その波長をその他の機器にも適用できると想定されます。

しかし、これらの想定は両方とも誤っています。

最適な励起波長は、化合物の吸光度によって異なります。さらに、ランプのタイプや回折格子などの、機器の特性によっても異なります。ほとんどの有機分子は紫外線領域で最も吸光度が高まるため、Agilent 1200 蛍光検出器では 210 nm ~ 360nm のスペクトル範囲で最適な S/N 比が得られるように設計されています。最高の感度を達成するためには、サンプル分子の吸収波長が機器の波長範囲と合っている必要があります。つまり、励起波長が紫外線領域内にあるということです。Agilent 1200 蛍光検出器には広範囲の励起波長が備わっていますが、より高い感度を得るためには、紫外線領域の波長 (250 nm 付近) を選択してください。

低い紫外線領域で効率が下がる設計上の要因として、キセノンフラッシュランプと回折格子があげられます。フラッシュタイプのランプは、最適波長を低波長範囲へとシフトさせるため、Agilent 1200 蛍光検出器の場合は、最大波長が 250 nm になります。励起波長回折格子は、300 nm で最大効率となるようにブレイズ化されています。

実際例

アミノ酸アラニンの誘導体であるオルトフタルアルデヒドの励起波長は、文献値では 340 nm となっていますが、Agilent 1200 蛍光検出器でこれをスキャンすると、220 nm と 240 nm の間で最高感度を示します (83 ページ 図 44 を参照)。

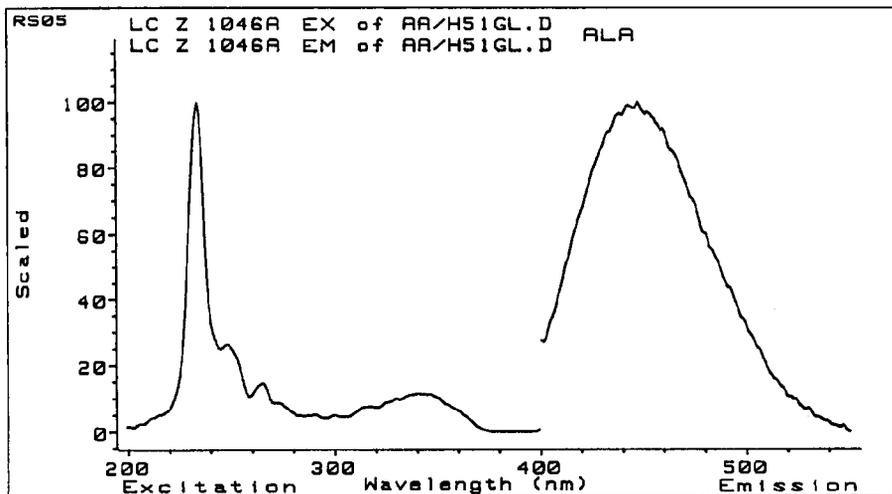


図 44 アラニンのオルトフタルアルデヒド誘導体のスキャン

スキャンを行って波長を求める場合は、波長範囲全体をスキャンします。この例が示すように、まったく違う波長範囲で最高感度が見つかることがあります。

ノート

蛍光励起スペクトルを DAD スペクトルまたは文献中の吸光度スペクトルと直接比較する場合は、使用する光学系のバンド幅 (FLD=20 nm) における相違を考慮する必要があります。この違いによって、評価している化合物の吸光度スペクトルによっては最大波長がシフトする場合があります。

5 検出器の最適化

最適なシグナル増幅を検出する

最適なシグナル増幅を検出する

PMTGAIN を上げると、シグナルとノイズが増加します。ある定数までは、シグナルの増加がノイズの増加を上回っています。

ゲイン間のステップは定数 2 と等しくなります (HP 1046A FLD と同様)。

84 ページ 図 45 では、PMTGAIN を 4 から 11 まで徐々に上げています (このピークは 1000 倍に希釈したアイソクラティックサンプルです)。10 までは、PMTGAIN が上がるにつれて、S/N 比の改善が見られます。10 を超えると、シグナルに比例してノイズが増加し、S/N 比の改善はありません。

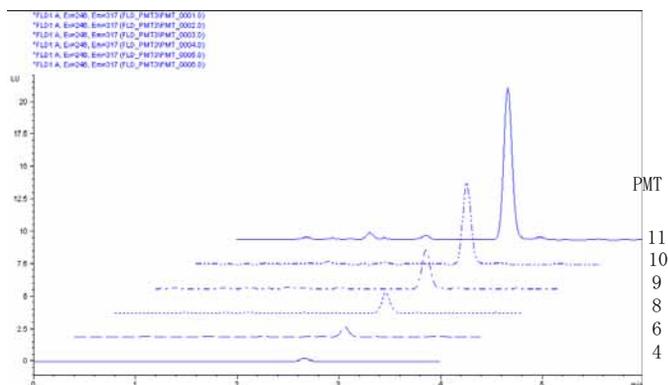


図 45 ビフェニルの最適な PMTGAIN を検出する

この理由は、ベースラインの定量化 (特に低いバックグラウンドレベルにおける) にフィルタメソッドが統計に十分に作用しないためです。最適なゲインを得るには、溶媒を流して自動ゲイン (auto-gain) 機能でチェックします。過度に高い蛍光シグナルが出るため、必要ない場合は、システムが提示する値より高い値を使用しないでください。

設定値を自動的に決めるには、PMT テストを実行します。

キセノンフラッシュランプのフラッシュ周期を変更する

モード

ランプのフラッシュ周期は次のようなモードに変更できます。

表 17 フラッシュランプのモード

| | | |
|--------------------------|---------------------|-----------------|
| 定位置 | 296 Hz (標準)、560 V | 63 mJ (18.8 W) |
| | 74 Hz (エコノミー)、560 V | 63 mJ (4.7 W) |
| 回転 (マルチ励起 (Ex)/ 蛍光 (EM)) | 74 Hz (標準)、950 V | 180 mJ (13.3 W) |
| | 74 Hz (エコノミー)、560 V | 63 mJ (4.7 W) |

最高の感度は、[**economy**] (エコノミーモード) 以外で得られます。85 ページ 図 46 を参照してください。

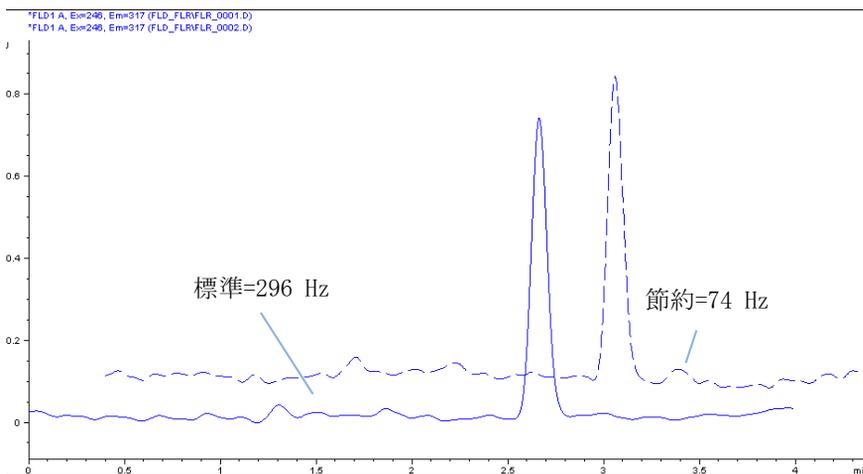


図 46 キセノンフラッシュランプの周期

5 検出器の最適化

キセノンフラッシュランプのフラッシュ周期を変更する

ランプ寿命の延長

ランプの寿命を伸ばすには、次の 3 つの方法があります。

- [**Lamp on during run**] (分析中のみ点灯) に切り換えると、感度は損なわれません。
- [**economy**] モードに切り換えると、感度が下がります。
- 上の 2 つを組み合わせます。

最適なレスポンスタイムを選択

RESPONSETIME 機能を使用してデータポイントを減らすことで、S/N 比が大きくなります。

例は、87 ページ 図 47 を参照してください。

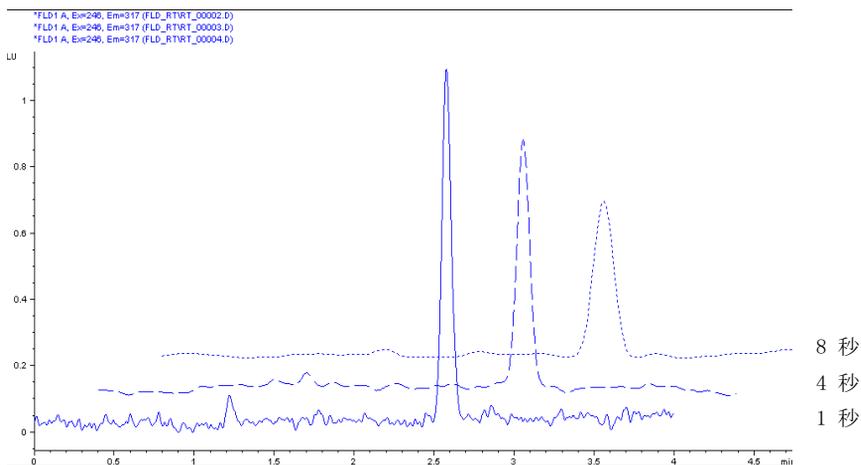


図 47 最適なレスポンスタイムを検出する

LC 蛍光検出器では、通常、2 秒または 4 秒のレスポンスタイムで分析します。Agilent 1200 蛍光検出器のデフォルト値は 4 秒です。感度を比較するには、同じレスポンスタイムを使用する必要があります。レスポンスタイム 4 秒 (デフォルト値) は時定数 1.8 秒と等しく、標準的なクロマトグラフ条件に適しています。

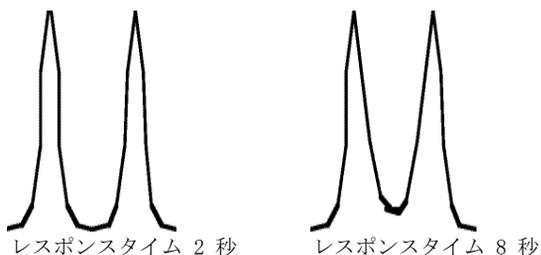


図 48 レスポンスタイムを使用したピークの分離

迷光の削除

カットオフフィルタを使って、カットオフポイントより波長の長い光を透過させる一方で、それより短い光の透過をほぼ完全に遮断することで、迷光や2次光以上の迷光を取り除きます。フィルタは励起波長と蛍光波長回折格子の間に配置し、蛍光測定中に、励起光の迷光が光電子倍增管に到達するのを防止します。

蛍光波長と励起波長が接近していると、散乱によるひずみによって感度が制限されます。蛍光波長が励起波長の2倍の場合は、2次光が制限要因になります。このような高次の光の影響は、検出器をオンにしサンプルがフローセル内に溶出していない状態で確認します。

ランプは、100万個の光子をフローセルに送ります(ここでは波長280 nmを例に取ります)。フローセル表面の散乱と溶媒中の分子による散乱によって、この光の0.1%が入射光に対して直角にセルのウィンドウから出ていきます。カットオフフィルタがない場合は、これらの1000個の光子が蛍光側の回折格子に到達します。90%は全反射され光電子倍增管に届きません。残りの10%は280 nm(1次光)と560 nm(2次光)で分散します。この迷光を取り除くために、約280 nmのカットオフフィルタを使用する必要があります。

既知の用途に基づき、本検出器には、295 nmのカットオフフィルタが内蔵されており、560 nmまでのアプリケーションに問題なく使用できるようになっています(88ページ 図49を参照)。

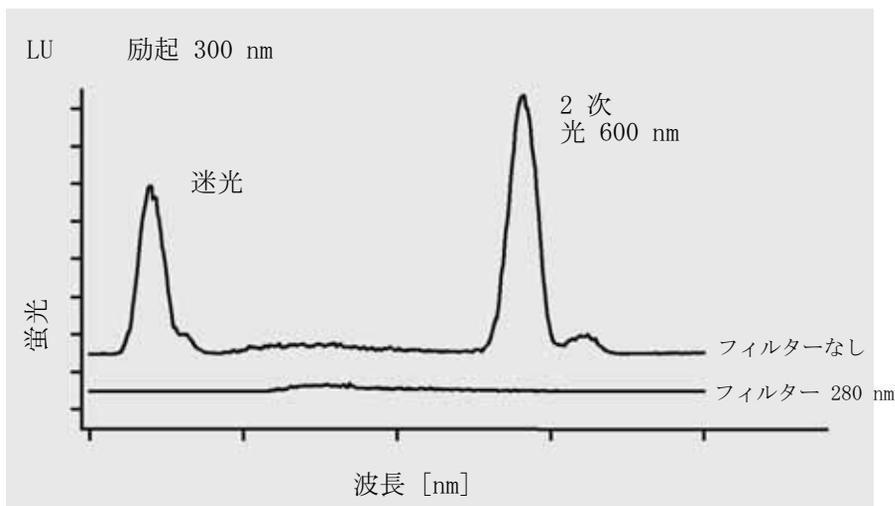
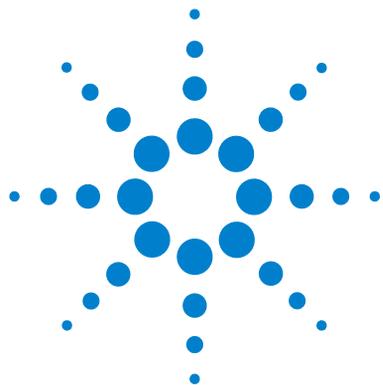


図 49 迷光の削除



6 トラブルシューティングとテスト機能

| | |
|---------------------|----|
| 検出器のインジケータとテスト機能の概要 | 90 |
| ステータスインジケータ | 91 |
| 電源インジケータ | 91 |
| 検出器ステータスインジケータ | 91 |
| ユーザーインターフェース | 93 |
| Agilent LC 診断ソフトウェア | 94 |

この章では、トラブルシューティングおよび診断機能、そしてさまざまなユーザーインターフェースについての概要を示します。



検出器のインジケータとテスト機能の概要

ステータスインジケータ

検出器は、検出器の稼動ステータス（プレラン、ラン（測定中）、およびエラー）を表示する2つのステータスインジケータを装備しています。ステータスインジケータによって、検出器の動作状態を一目で確認できます（「ステータスインジケータ」[91 ページ](#)を参照）。

エラーメッセージ

検出器の電子回路、機械部品、または流路系統に障害が発生した場合は、ユーザーインタフェースにエラーメッセージが表示されます。各メッセージについて、障害の簡単な説明、その原因、および対策を示します（『サービスマニュアル』の「エラー情報」を参照）。

波長のリキャリブレーション

内部部品の修理後は、検出器が正しく動作することを確認するために、波長リキャリブレーションを行うことをお勧めします。キャリブレーションには固有の励起/蛍光特性を使用します（『サービスマニュアル』の「波長のベリフィケーションとキャリブレーション」を参照）。

テスト機能

トラブルシューティングと内部部品交換後の動作検証に利用できる一連のテスト機能があります（『サービスマニュアル』の「テスト機能」を参照）。

ステータスインジケータ

検出器の前面には、2 個のステータスインジケータがあります。左下のインジケータは電源状況を表示し、右上のインジケータは検出器の稼動状況を表示します。

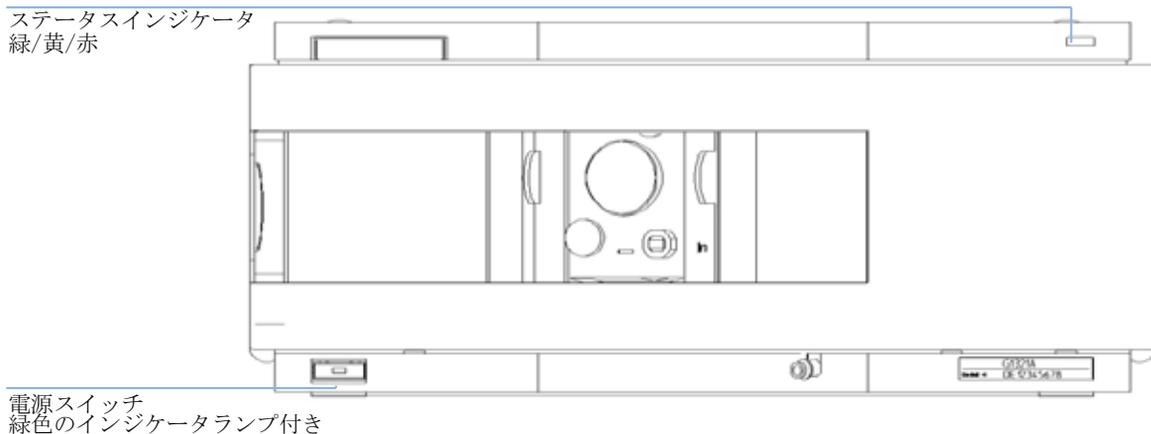


図 50 ステータスインジケータの位置

電源インジケータ

電源インジケータは、主電源スイッチに組み込まれています。このインジケータが点灯（緑）しているときは、電源がオンになっています。

検出器ステータスインジケータ

検出器ステータスインジケータには、次の 4 つの検出器状態が示されます。

- ・ ステータスインジケータが消灯している（電源ランプは点灯）場合は、検出器がブレラン状態になっており、分析を開始する準備が完了しています。
- ・ 緑のステータスインジケータは、検出器が分析を実行中であることを示します（ラン（測定中）モード）。

6 トラブルシューティングとテスト機能

ステータスインジケータ

- 黄色のステータスインジケータは、ノットレディ状態を示します。特定の状態への到達または特定の状態の完了を待機しているとき（設定値を変更した直後など）、または自己診断手順の実行中は、検出器はノットレディ状態になります。
- ステータスインジケータが赤になっている場合は、エラーが発生しています。エラー状態は、検出器の正常な動作に影響を与える内部の問題（リークや内部部品の不良など）が検出されたことを示します。通常、エラーが発生した場合は、何らかの処置が必要です。エラーが発生した場合は、分析は中断されます。

ユーザーインターフェース

ユーザーインターフェースによって利用できるテストが変わります。すべてのテストの説明は、ユーザーインターフェースとして **Agilent ChemStation** に基づいています。説明の中には、『サービスマニュアル』の中にもみ説明されているものもあります。

表 18 テスト機能 vs ユーザーインターフェース

| テスト | ChemStation | インスタントパイロット G4208A | コントロールモジュール G1323B |
|--------------|-------------|---------------------------|---------------------------|
| D/A コンバータ | いいえ | いいえ | はい |
| クロマトグラムのテスト | はい (C) | いいえ | はい |
| 波長のキャリブレーション | はい | はい (M) | はい |
| ランプ強度 | はい | いいえ | はい |
| 暗電流 | はい | いいえ | いいえ |

- C コマンド経由
- M 「メンテナンス」セクション
- D 「診断」セクション

ノート

Agilent コントロールモジュール (**G1323B**) はいずれの計算も行いません。そのため、合格 / 不合格の情報を含むレポートは作成されません。

Agilent LC 診断ソフトウェア

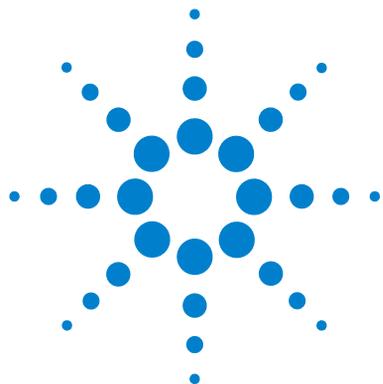
Agilent LC 診断ソフトウェアは、Agilent 1200 シリーズモジュールに対するトラブルシューティング能力を提供するアプリケーション独自のツールです。このソフトウェアにより、すべての 1200 シリーズ LC に対して、標準的な HPLC 現象の最初の誘導診断が可能となり、Adobe Acrobat pdf または印刷可能なファイルとして保存されたステータスレポートが提供され、ユーザーの機器ステータス評価をアシストします。

以下のモジュールに関するキャリブレーションやインジェクタステップ、メンテナンス位置等を含めたモジュールテストをソフトウェアが完全にサポートしています。

- Agilent 1200 シリーズバイナリポンプ SL (G1312B)
- Agilent 1200 シリーズ高性能オートサンブラ SL (G1367B)
- Agilent 1200 シリーズカラムコンパートメント SL (G1316B)
- Agilent 1200 シリーズダイオードアレイ検出器 SL (G1315C)

診断ソフトウェアは今後、すべての Agilent 1200 シリーズ HPLC モジュールを完全にサポートする予定です。

診断ソフトウェアでは、このマニュアルの説明とは異なるテストおよび診断機能が提供されます。詳細については、診断ソフトウェアと一緒に提供されるヘルプファイルを参照してください。



7 メンテナンスと修理

| | |
|-----------------|-----|
| 蛍光検出器修理の概観 | 96 |
| 警告と注意 | 97 |
| 検出器のクリーニング | 99 |
| 静電気防止ストラップの使用方法 | 100 |

この章では、検出器のメンテナンスおよび修理に関する一般的な情報を示します。



蛍光検出器修理の概観

簡単な修理

検出器は、簡単に修理できるように設計されています。フローセルの交換などの最も頻繁に行う修理は、検出器をシステムスタックに接続したまま、検出器の正面から実施できます。これらの修理については、「メンテナンス」[101 ページ](#)で説明します。

内部部品の交換

修理によっては、欠陥のある内部部品を交換する必要があります。内部部品（フラッシュランプを含む）を交換するには、検出器をスタックから取り外して、カバーを外し、検出器を分解する必要があります。電源コネクタの安全レバーにより、電源ケーブルが接続されたままでは検出器のカバーを取り外すことはできません。これらの修理については、『サービスマニュアル』の「修理」で説明します。

警告と注意

警告

人身障害

検出器の修理作業により人身障害に至る恐れがあります。たとえば、検出器カバーが開いていて機器が電源に接続されている場合の感電などです。

- ・ 検出器のカバーを外す前に電源ケーブルを抜いてください。
 - ・ カバーが取り外されている間は、電源ケーブルを検出器に接続しないでください。
-

警告

尖った金属の先端

機器の尖った先端部分が怪我の原因になることがあります。

- ・ 人身障害を防ぐために、尖った金属部分に触れる際には注意してください。
-

警告

有毒および有害な溶媒

溶媒と試薬の取り扱いには健康に対してリスクを伴うことがあります。

- ・ 特に、有毒または有害な溶媒を使用する場合は、試薬メーカーによる物質の取り扱いおよび安全データシートに記載された安全手順（保護眼鏡、安全手袋、および防護衣の着用など）に従ってください。
-

注意

電子ボードと部品での静電気放電

内部部品には、静電気放電 (ESD) に敏感なものがあります。

- ・ 損傷を防止するために、内部部品を取り扱う際は、必ず静電気防止キット（アクセサリキットの中の静電気防止ストラップなど）を使用してください（「静電気防止ストラップの使用方法」[100 ページ](#)を参照）。
-

7 メンテナンスと修理

警告と注意

注意

ハードウェアの損傷

カバーを外して機器を動作させると、過熱によってハードウェアが損傷する危険性があります。

- ・ 機器は必ず、カバーを付けた状態で操作してください。
-

警告



検出器光線による目に対する障害

本製品が使用するキセノンフラッシュランプを直視すると、目を傷める可能性があります。

- ・ 必ずキセノンランプをオフにしてから取り外してください。
-

検出器のクリーニング

検出器のケースは、清潔に保つ必要があります。クリーニングする際は、少量の水または弱い洗剤を水で薄めた溶液に浸した柔らかい布を使用してください。大量の液体を含んだ布を使用すると、液体が検出器内に滴下することがあります。

警告

検出器内の液体

検出器内に液体があると、感電事故の原因になったり、検出器を損傷することがあります。

- ・ 検出器内に液体が滴下しないように注意してください。
-

静電気防止ストラップの使用方法

電子ボードは、静電気 (ESD) に敏感です。電子ボードおよび部品を取り扱う際は、静電気による損傷を防ぐため、必ず静電気防止ストラップを着用してください。

- 1 バンドの端にある二重になっている部分を広げて、吸着面を手首にしっかりと巻き付けます。
- 2 バンドの残りの部分をほどき、反対の端にある銅箔からライナーをはがします。
- 3 銅箔を、適当な電氣的接地に接続します。

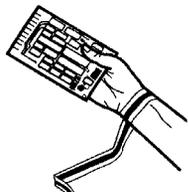
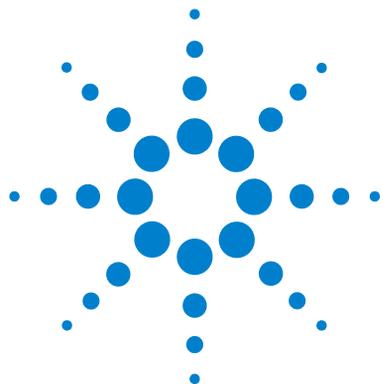


図 51 静電気防止ストラップの使用方法



8 メンテナンス

| | |
|------------------------|-----|
| メンテナンスの概要 | 102 |
| フローセルの交換 | 103 |
| キュベットの使用方法 (ビデオクリップ) | 107 |
| フローセルのフラッシュ | 108 |
| リークの処理 | 109 |
| リーク処理システム部品の交換 | 110 |
| インタフェースボードの交換 | 112 |
| 検出器ファームウェアの交換 | 113 |
| テストおよびキャリブレーション | 114 |
| ランプ強度テスト | 115 |
| 波長のベリフィケーションとキャリブレーション | 117 |
| 波長キャリブレーションの手順 | 119 |
| グリコーゲンキャリブレーションサンプルの調製 | 119 |
| フローセルの準備 | 119 |
| 波長のキャリブレーション | 120 |

この章では、検出器のメンテナンスと必要なテストを説明します。



メンテナンスの概要

以降のページでは、メインカバーを開かなくても行うことができる修理について説明します。

表 19 簡単な修理

| 手順 | 通常の実行時期 | 注 |
|--------------|--|--|
| フローセルの交換 | 別のタイプのフローセルが必要になった場合、またはフローセルに欠陥が生じた場合 | アSEMBリ全体交換後、波長キャリブレーションチェックを行います。 フローセルを取り外して取り付けた場合は、クイックキャリブレーションチェックを行います。不合格の場合は、波長リキャリブレーションを行う必要があります。「波長のバリフィケーションとキャリブレーション」 117 ページ を参照してください。 |
| フローセルのフラッシュ | フローセルが汚れた場合 | |
| リークセンサの乾燥 | リークが発生した場合 | リークがないかチェックします。 |
| リーク処理システムの交換 | 破損または腐蝕した場合 | リークがないかチェックします。 |

フローセルの交換

日時:

別のタイプのフローセルが必要になった場合、またはフローセルに欠陥が生じた(リークがある)場合

必要なツール:

キャピラリ接続用の 1/4 インチスパナ 2 本

必要な部品:

G1321-60005

標準フローセル (8 μ L、20 bar)

G1321-60007

オフライン測定用キュベット (8 μ L、20 bar) の詳細については、「キュベットの使用方法 (ビデオクリップ)」 [107 ページ](#) を参照してください。

必要な準備:

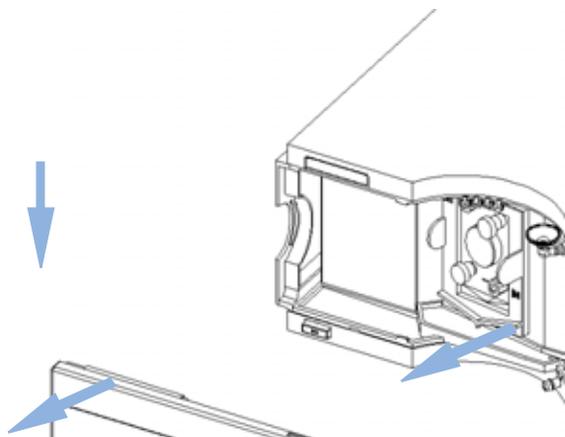
流量をオフにします。

ノート

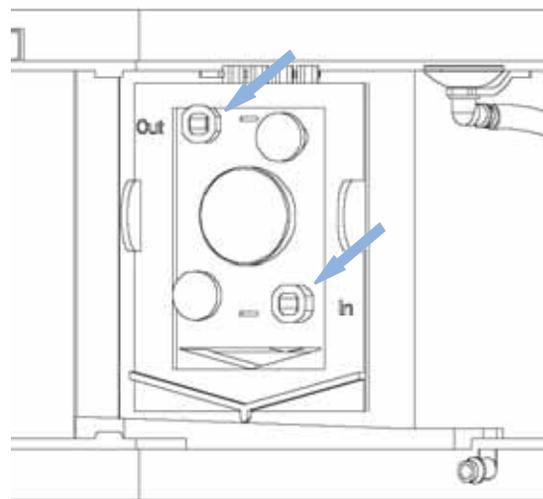
インレットキャピラリをフローセルの出口接続部に取り付けしないでください。性能の低下につながります。

8 メンテナンス フローセルの交換

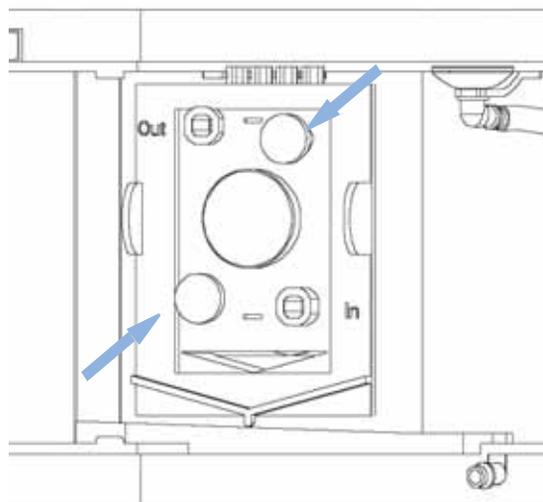
1 リリースボタンを押して前面カバーを外し、フローセル領域にアクセスできるようにします。



2 キャピラリをフローセルから取り外します。



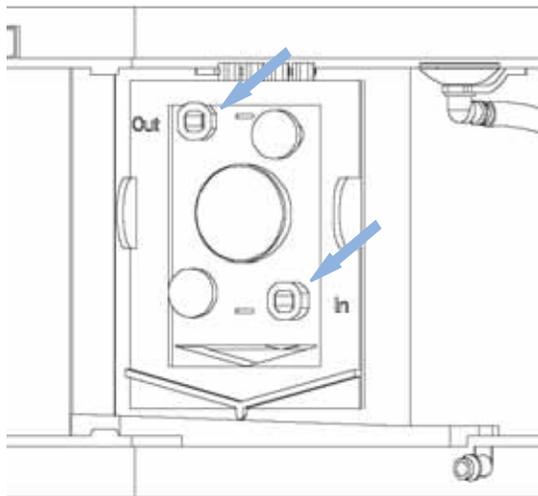
3 つまみネジを緩め、フローセルをコンパートメントから引き出します。



ノート

フローセルのラベルには、部品番号、セルボリューム、および最大圧力に関する情報が記載されています。セルのタイプは自動的に検出されます。フローセルには交換できる部品はありません。欠陥がある（リークがある）場合は、フローセル全体を交換する必要があります。

- 4 フローセルを挿入し、つまみネジを締めます。キャピラリをフローセルに再接続します。インレットキャピラリをフローセルの出口接続部に取り付けないでください。性能の低下や損傷につながります。



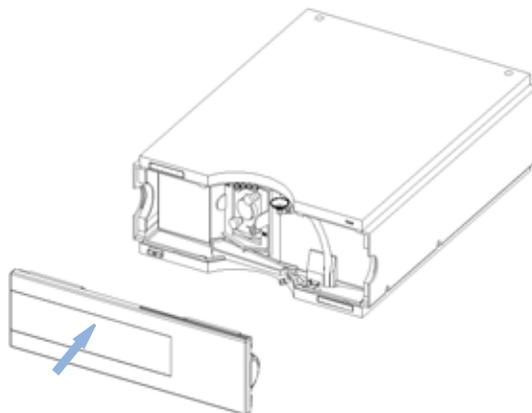
ノート

システムに他の検出器が組み込まれている場合は、蛍光検出器を流路内の最後に設置します(ただし、LC-MSDのような成分の蒸発が伴う検出器の場合を除く)。蛍光検出器が最後になると、他の検出器の背圧によって蛍光検出器クォーツフローセルに負荷がかかりすぎ、セルの破損につながります。最大圧力は20 bar (2 MPa) となっています。アクセサリキットに用意されているアウトレットキャピラリセットを必ず使用してください。

ノート

リークをチェックするには、溶媒を流し、フローセル(セルコンパートメントの外で)とすべてのキャピラリ接続部を確認します。

- 5 前面カバーを元に戻します。



8 メンテナンス

フローセルの交換

ノート

「波長のベリフィケーションとキャリブレーション」[117 ページ](#)の説明に従って波長ベリフィケーションを行い、フローセルが正しく取り付けられているかを確認します。。

キューベットの使用方法 (ビデオクリップ)

キューベットはオフライン測定で使用します (送液システム不要)。基本的には標準フローセルと同じですが、以下のような違いがあります。

- シリンジで簡単に注入を行えるように内径が口径が太いキャピラリー接続になっている。
 - セル自動認識システム用の識別レバーが備わる。
- 1 標準フローセルの代わりにキューベットを取り付けます。
 - 2 廃液用チューブをキューベットの出口に接続します。
 - 3 シリンジで化合物を注入します (「キューベットキット」[125 ページ](#) を参照)。
 - 4 蛍光スキャン用のパラメータを設定します ([Special Setpoints] (スペシャルセットポイント) の中)。
 - 5 ユーザーインタフェースで [Take Fluorescence Scan] (蛍光スキャンの実行) を選択し、オフライン測定を開始します。

フローセルのフラッシュ

日時:

フローセルが汚れた場合

必要なツール:

ガラスシリンジ、アダプタ

必要な部品:

蒸留水、硝酸 (65%)、廃液用チューブ

注意

危険な濃度の硝酸

硝酸によるフラッシュは、汚れたセルに対する絶対確実な解決方法というわけではありません。新しいセルに交換をする前に、セルを回復させる最後の手段として行います。セルは消耗品であるということを念頭に入れておいてください。

- 安全性には十分注意を払ってください。

ノート

フローセル内の水性溶媒は、藻が繁殖される可能性があります。藻は蛍光を発します。このため、フローセル内に水系溶媒を長期間入れたままにしないでください。有機溶媒(たとえば、~5%のアセトニトリルまたはメタノール)を数%加えてください。

- 1 蒸留水でフラッシュします。
- 2 ガラスシリンジを使用して硝酸 (65%) でフラッシュします。
- 3 この溶媒をセル内に入れたまま、1 時間ほど放置します。
- 4 蒸留水でフラッシュします。

ノート

20 bar (0.2 MPa) の圧力限界値を超えないようにしてください。

リークの処理

日時：

フローセル領域またはキャピラリの接続部にリークが発生した場合

必要なツール：

ティッシュペーパー

キャピラリ接続用の 1/4 インチスパナ 2 本

必要な部品：

なし

- 1 前面カバーを取り外します。
- 2 ティッシュペーパーを使用して、リークセンサ領域とリーク受けを拭取り乾燥させます。
- 3 キャピラリ接続部とフローセル領域にリークがないか確認し、必要な場合は処置を施します。
- 4 前面カバーを元に戻します。

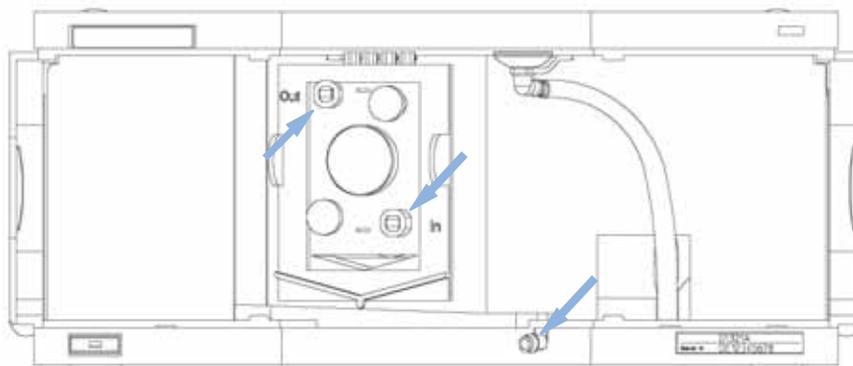


図 52 リークの確認

8 メンテナンス

リーク処理システム部品の交換

リーク処理システム部品の交換

日時：

部品が腐食したか破損した場合

必要なツール：

なし

必要な部品：

5041-8389

漏斗

5061-3356

漏斗ホルダ

0890-1711

リークチューブ (120 mm)

- 1 前面カバーを取り外します。
- 2 漏斗を漏斗ホルダから外します。
- 3 漏斗をチューブとともに外します。
- 4 漏斗をチューブとともに正しい位置に挿入します。
- 5 漏斗を漏斗ホルダに挿入します。
- 6 前面カバーを元に戻します。

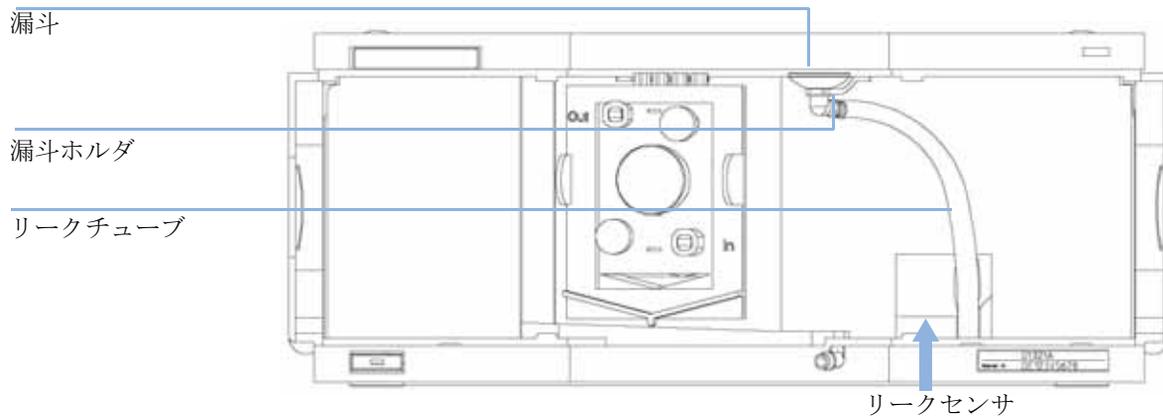


図 53 リーク処理システム部品の交換

インタフェースボードの交換

日時：

検出器内部のすべての修理、またはボードを取り付ける場合

必要なツール：

なし

必要な部品：

- 1 G1351-68701 外部接点および BCD 出力のあるインタフェースボード (BCD)
- 1 G1351-68701 外部接点および BCD 出力のあるインタフェースボード (BCD)
- 1 G1369A または LAN 通信インタフェースボード
G1369-60001

- 1 インタフェースボードを交換するには、2 つのネジを緩めてボードを外し、新しいインタフェースボードを挿入し、ネジでボードを固定します。

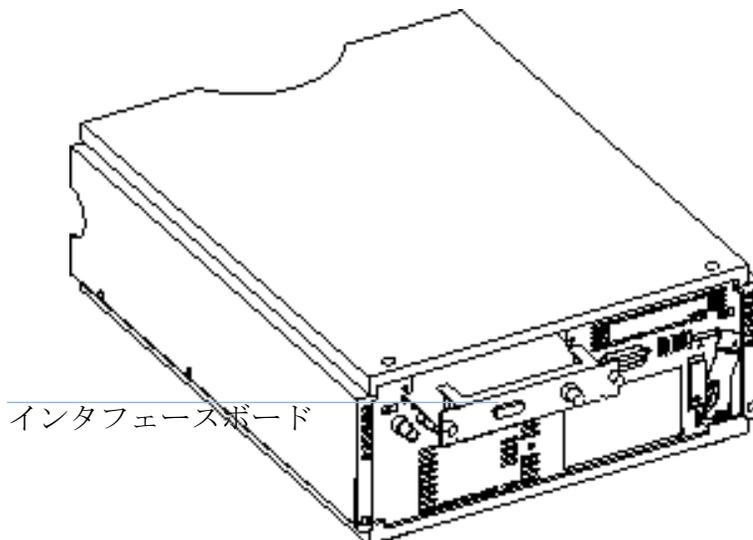


図 54 インタフェースボードの位置

検出器ファームウェアの交換

次の場合に、古いファームウェアをインストールする必要があります。

- すべてのシステムを同じ (バリデーション済み) リビジョンに保つ場合
- サードパーティ製ソフトウェアに特別なバージョンが必要な場合

日時:

新しいバージョンにより、現在インストールされているバージョンの問題が解決されていたり、あるいは交換した検出器メインボード (FLM) のバージョンが以前使用していたボードよりバージョンが古かった場合

必要なツール:

LAN/RS-232 ファームウェア更新ツール、または
インスタントパイロット G4208A またはコントロールモジュール G1323B

必要な部品:

Agilent ホームページからのファームウェア、ツール、およびドキュメント

必要な準備:

ファームウェア更新ツールに付属するドキュメントをお読みください。

検出器のファームウェアを更新する場合は、必ず以下のステップに従って作業してください。

- 2 モジュールのファームウェア、LAN/RS-232 FW 更新ツールリビジョン 2.10 以降とドキュメントを Agilent ホームページからダウンロードします。
 - http://www.chem.agilent.com/scripts/cag_firmware.asp.
- 3 ドキュメントに記載の通り、ファームウェアを検出器に読み込みます。

8 メンテナンス

テストおよびキャリブレーション

テストおよびキャリブレーション

ランプとフローセルのメンテナンス後には、以下のテストが必要です。

- 「ランプ強度テスト」 [115 ページ](#) .
- 「波長のベリフィケーションとキャリブレーション」 [117 ページ](#) .

ランプ強度テスト

| | |
|-------|--------------------|
| 必要な場合 | フローセルまたはランプを交換した場合 |
| 必要な工具 | なし |
| 前提条件 | フラッシュされた清潔なフローセル |

強度テストでは、リファレンスダイオード (1 nm のステップで 200 ~ 1200 nm) を使用して強度スペクトルをスキャンし、それを診断バッファに保存します。スキャンはグラフィックウィンドウに表示されます。これ以上の評価は行いません。

このテストの結果は、ランプ履歴に保存されます (日付コードと強度)。

```
Instrument:      G1321A
Serial Number:   DE92001563
Operator:        Wolfgang
Date:           09.01.2006
Time:           11:26:30
File:           C:\CHEM32\2\DIAGNOSE\FLD_INT.DGR
```

Intensity Plot

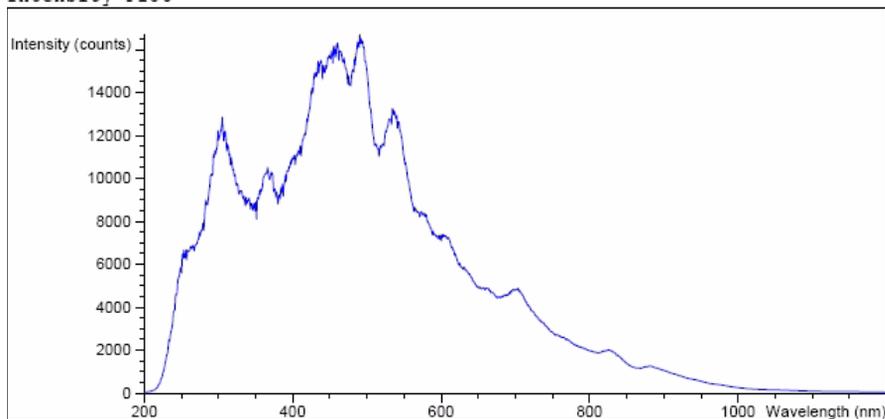


図 55 ランプ強度テスト (レポート)

8 メンテナンス ランプ強度テスト

ノート

プロファイルは機器によって異なります。ランプの寿命やフローセル内の溶媒の状況 (新しい水を使用しているか) などの要因に影響されます。

特に 250 nm より短い波長での紫外線は、可視波長範囲に比較してかなり早めに光量が低下します。一般に、分析中のみ点灯に設定するか、またはエコノミーモードを使用すると、ランプの寿命をかなり延ばすことができます。

ランプ強度の履歴

ランプ強度テストの結果は、最終テストから 1 週間以上経過している場合、ランプ履歴 (日付コード、250 nm、350 nm、450 nm、600 nm の 4 種類の波長の強度) としてバックアップに保存されます。データ/プロットは、診断画面から検索でき、時間軸に沿った強度データを提供します。

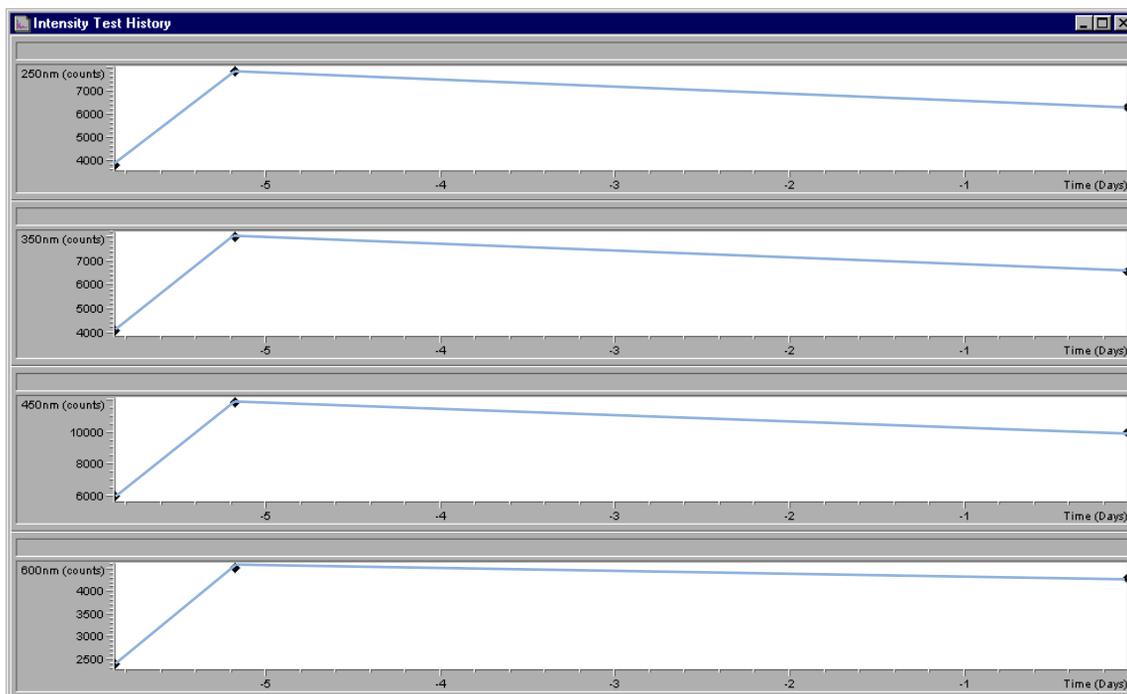


図 56 ランプ強度の履歴

波長のベリフィケーションとキャリブレーション

波長キャリブレーションはグリコーゲン溶液で行います。この溶液は、強力な弾性光散乱体として作用します (ASTM テストメソッド E388-72-1993 を参照)。グリコーゲン溶液をフローセル内に入れ、内蔵波長キャリブレーション機能を使用します。

アルゴリズムは、回折格子のさまざまな次数の評価と、基本的な回折格子方程式を適用した励起側と発光側両方のモノクロメータの波長スケールの計算に基づいています。

ノート

波長キャリブレーションの所要時間は約 15 分で、それにキャリブレーションのサンプルとシステムのセットアップ時間が加わります。このスキャンで検出された最大強度に応じて、PMT ゲインが自動的に変更されますが、この変更にはスキャン 1 回につき 1 分を要します。

励起側回折格子と発光側回折格子のキャリブレーションは、フローセルまたはキュベットから発生するレイリー散乱光を光電子増倍管で測定して行います。

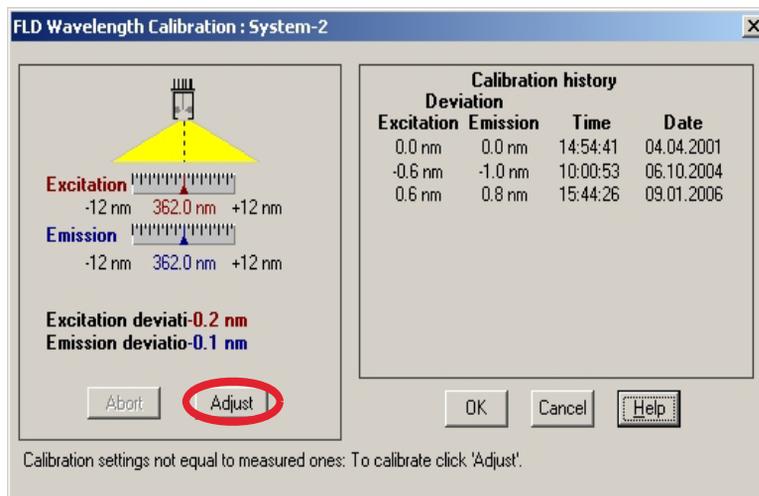


図 57 波長のキャリブレーション

8 メンテナンス

波長のベリフィケーションとキャリブレーション

ノート

ランプがオフになっていると、キャリブレーションがステップ 1 か 2 の間に停止し、" 波長キャリブレーションの失敗 " のメッセージが表示されます。

波長キャリブレーションの手順

日時:

キャリブレーションが必要になった場合、またはフローセルやランプの交換後

必要なツール:

化学天秤

必要な部品:

アクセサリキットのグリコーゲンキャリブレーションサンプル、シリンジ、ニードル、サンプルフィルタ、PEEK 継ぎ手(「アクセサリキット」[127 ページ](#)を参照)

- 1 グリコーゲンキャリブレーションサンプルの調製
- 2 フローセルの準備
- 3 波長のキャリブレーション

グリコーゲンキャリブレーションサンプルの調製

- 1 10 mg のグリコーゲンサンプルを使用して 10 mL のキャリブレーション溶液を作ります (許容範囲は $\pm 20\%$ となっていますが、それほど厳密ではありません)。
- 2 適当なボトルまたはバイアルに調製したサンプルを入れます。
- 3 10 mL の蒸留水をバイアルに入れて振ります。
- 4 5 分待って、もう一度振ってください。10 分後に溶液ができあがります。

フローセルの準備

- 1 フローセルを水でフラッシュします。
- 2 フローセルからインレットキャピラリを取り外します。
- 3 シリンジアダプタにニードルを取り付けます。

8 メンテナンス

波長キャリブレーションの手順

- 4 約 1.0 mL のキャリブレーションサンプルをシリンジで計量します。
- 5 シリンジを水平に保ちます。
- 6 ニードルを取り外します。
- 7 シリンジにフィルタを付けて、フィルタにニードルを取り付けます。

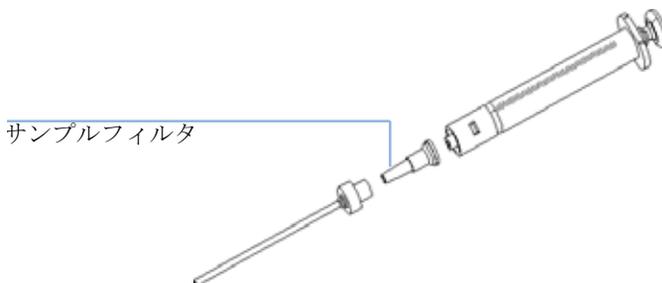


図 58 サンプルフィルタを付けたシリンジ

- 8 ニードルの先端を上に向けて、注意しながらサンプルを約 0.5 mL 排出し、シリンジ内の空気を除きます。
- 9 PEEK 継ぎ手をニードルの先端に付け、フローセルの入口に取り付けます。

ノート

サンプルフィルタなしでキャリブレーションサンプルを注入しないでください。

- 10 約 0.2 mL をゆっくり注入し、およそ 10 秒待ってから、さらに 0.1 mL を注入します。こうすると、セルが確実にサンプルで満たされます。

波長のキャリブレーション

- 1 ユーザーインターフェースで、FLD 波長キャリブレーションを開始します。
Agilent ChemStation の場合：[診断]-[メンテナンス]-[FLD キャリブレーション]、
インスタントパイロット G4208A の場合：[メンテナンス]-[FLD]-[キャリブレーション]、
コントロールモジュール G1323B の場合：[システム]-[テスト]-[FLD]-[キャリブレーション]

ノート

波長キャリブレーションが失敗した場合は、『サービスマニュアル』の「Wavelength Calibration Failed (波長キャリブレーションの失敗)」を参照してください。

2 偏差が表示されたら、校正 - を押します。履歴テーブルが更新されます。

ノート

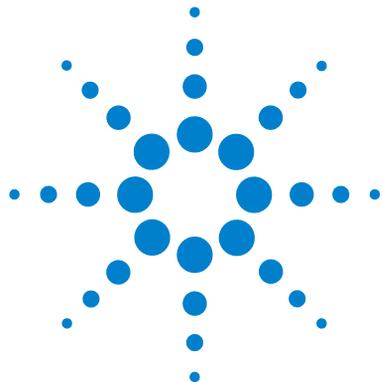
履歴テーブル (ChemStation) を見るには、波長キャリブレーションを開始してからすぐに中断します。この時点ではキャリブレーションは変更されていません。

ノート

最低 1.5 mL/min の純水でフローセルを洗浄し、セルとキャピラリからグリコーゲンを取り除きます。洗浄を行わずに有機溶媒を使用すると、キャピラリが詰まることがあります。

8 メンテナンス

波長キャリブレーションの手順



9 メンテナンス用部品と器材

| | |
|-------------|-----|
| メンテナンス部品の概要 | 124 |
| キュベットキット | 125 |
| スペア部品 | 126 |
| アクセサリキット | 127 |

この章では、メンテナンス用部品についての情報を示します。



メンテナンス部品の概要

表 20 メンテナンス部品

| 説明 | 部品番号 |
|---|----------------------------|
| コントロールモジュール G1323B または インスタントパイロット G4208A | G1323-67001 G4208-67001 |
| 標準フローセル (8 μ L、20 bar) 注入口 (内径 80 mm、長さ 0.17 mm)、出口 (内径 80 mm、長さ 0.25 mm) | G1321-60005 |
| キュベット (8 μ L、20 bar、「キュベットキット」 125 ページ を参照) 注入口 (内径 80 mm、長さ 0.5 mm)、出口 (内径 80 mm、長さ 0.5 mm) | G1321-60007 |
| ニードルシリンジ | 9301-0407 |
| ガラスシリンジ | 9301-1446 |
| 波長キャリブレーション用部品については、「アクセサリキット」 127 ページ を参照 | |
| 前面カバー | 5062-8592 |
| 漏斗 | 5041-8388 |
| 漏斗ホルダ | 5041-8389 |
| クリップ | 5041-8387 |
| 波型廃液チューブ、長さ 120 mm、再注文用 5 m | 5062-2463 |
| テフロンチューブ、内径 0.8 mm (フローセルから廃液系まで) | 5062-2462 |
| CAN ケーブル、Agilent 1200 シリーズモジュールへの接続用 (0.5 m) | 5181-1516 |
| CAN ケーブル、Agilent 1200 シリーズモジュールへの接続用 (1 m) | 5181-1519 |
| LAN 通信インタフェースボード (G1369A) | G1369-60001 |
| クロスオーバーネットワークケーブル (シールド、長さ 3 m) (ピアツーピア接続用) | 5023-0203 |
| ツイストペアネットワークケーブル (シールド、長さ 7 m) (ハブ接続用) | 5023-0202 |
| アナログケーブル (BNC から汎用、スペードラグ) | 01046-60105 |
| インタフェースボード BCD (BCD/ 外部接点) | G1351-68701 |

キュベットキット

表 21 キュベットキット

| 説明 | 部品番号 |
|---------------------------------|-------------|
| FLD キュベットキット (8 μ L、20 bar) | G1321-60007 |
| 内容 | |
| 配管用チューブ (1 m) | |
| 継ぎ手 (SST \times 1) | 79814-22406 |
| フロントフェラル (SST \times 1) | 0100-0043 |
| バックフェラル (SST \times 1) | 0100-0044 |
| 継ぎ手 (PEEK \times 1) | 0100-1516 |
| ニードルシリンジ | 9301-0407 |
| ガラスシリンジ | 9301-1446 |

スペア部品

下記のスペア部品を使って、特定のニーズに合うよう、標準ハードウェア構成に変更を加えることができます (HP 1046A 蛍光検出器と同様)。

ノート

このような部品を設置することで検出器の性能が変わり、機器仕様と満たさなく場合もあります。

表 22 スペア部品

| 説明 | 部品番号 |
|---|------------------------------------|
| カットオフフィルタキット : 389 nm、408 nm、450 nm、500 nm、550 nm | 5061-3327 |
| カットオフフィルタキット : 380 nm、399 nm、418 nm、470 nm、520 nm | 5061-3328 |
| カットオフフィルタキット : 280 nm、295 nm、305 nm、335 nm、345 nm | 5061-3329 |
| カットオフフィルタ 370 nm | 1000-0822 |
| 光電子増増管 (PMT) R928HA (185 ~ 900 nm) | 浜松ホトニックスの代理店 にお問い合わせ してください。 |
| 光電子増増管 (PMT) R3788HA (185 ~ 750 nm) | |

アクセサリキット

このキットには、検出器の設置と修理/キャリブレーションに必要なアクセサリと工具が含まれています

表 23 アクセサリキット部品

| 品目 | 説明 | 部品番号 |
|----|---|------------------------|
| | アクセサリキット | G1321-68705 |
| | 内容 | |
| | 波型廃液チューブ、長さ 120 mm、再注文用 5 m | 5062-2463 |
| 1 | テフロンチューブ、内径 0.8 mm、(フローセル～廃液)、再注文の場合は 5 m | 5062-2462 |
| 2 | 継ぎ手 (オス PEEK × 2) | 0100-1516 |
| 3 | キャピラリカラム～検出器 (長さ 380 mm、内径 0.17) 品目 4、5 および 6 を含む (未組立) | G1315-87311 |
| 4 | フロントフェラル (SST × 1) | 0100-0043 |
| 5 | バックフェラル (SST × 1) | 0100-0044 |
| 6 | 継ぎ手 (SST × 1) | 79814-22406 |
| | 六角ドライバ (4 mm、長さ 100 mm) | 5965-0027 |
| | 六角ドライバ (2.5 mm、長さ 100 mm) | 5965-0028 |
| | ニードルシリンジ | 9301-0407 |
| | ガラスシリンジ | 9301-1446 |
| | キャリブレーションサンプル (グリコーゲン) | 5063-6597 |
| | サンプルフィルタ (直径 3 mm、ポアサイズ 0.45 μm、× 5) | 5061-3367(100 個 / パック) |
| | 六角レンチセット (1 ~ 5 mm) | 8710-0641 |
| | 両口スパナ (1/4 - 5/16 インチ) | 8710-0510 |

9 メンテナンス用部品と器材
アクセサリキット

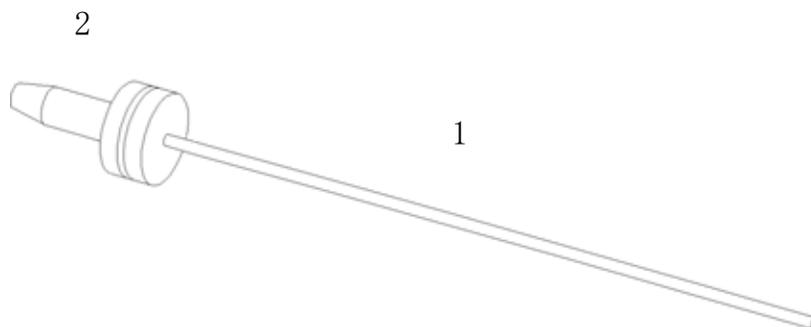


図 59 廃液チューブ部品

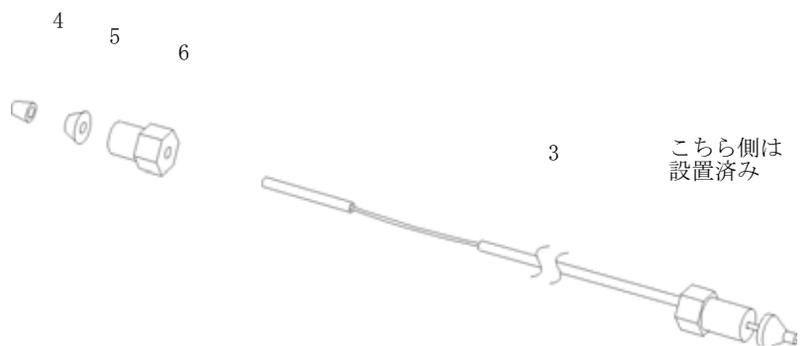
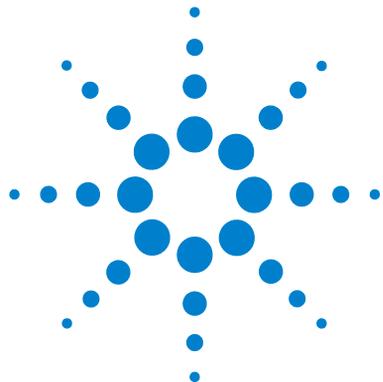


図 60 インレットキャピラリ (カラム～検出器) 部品



10 付録

| | |
|--------------------------------|-----|
| 安全に関する一般的な情報 | 130 |
| リチウム電池に関する情報 | 133 |
| 無線妨害 | 134 |
| 騒音レベル | 135 |
| 紫外線放射 (UV ランプのみ) | 136 |
| 溶媒について | 137 |
| Agilent Technologies の Web サイト | 139 |

この章では、安全および一般情報を提供します。



安全に関する一般的な情報

安全に関する一般的な情報

以下の安全に関する一般的な注意事項は、本機器の操作、サービス、および修理のすべての段階で遵守するようにしてください。以下の注意事項またはこのマニュアルの他の箇所に記載されている警告に従わないと、本機器の設計、製造、および意図された使用方法に関する安全基準に違反することになります。ユーザーがこれらの要件を守らなかった場合、弊社では本製品の信頼性を保証することはできません。

一般

本製品は、国際安全基準に従って製造および試験された、安全クラス I 機器（保護接地用端子付き）です。

本機器は、研究および日常的な用途で使用する汎用実験機器として、設計、保証されています。医用または診断用途での使用は保証されていません。

操作

電源を入れる前に、設置方法に準拠していることを確かめます。さらに、以下の注意を守ってください。

操作中に機器のカバーを取り外さないでください。機器のスイッチをオンにする前に、本機器に接続されているすべての保護接地端子、拡張コード、自動変圧器、およびデバイスを、接地コネクタを介して保護接地に接続してください。保護接地がどこかで途切れていると、感電によって人体に重大な危害を及ぼすことがあります。保護が無効になっている可能性がある場合は、機器のスイッチをオフにして、機器の操作ができないようにしてください。

ヒューズを交換する際は、必ず指定されたタイプ（正規ブロー、緩動など）と定格電流のヒューズだけを使用してください。修理したヒューズを使用したり、ヒューズホルダを短絡させることは避けてください。

注意

機器の正しい使用法を確保してください。

機器により提供される保護装置は正常に機能しないことがあります。

- この機器のオペレータは、このマニュアルで指定された通りの方法で機器を使用することを勧めます。

このマニュアルで説明した調整作業には、機器に電源を入れた状態で、保護カバーを取り外して行うものがあります。その際に、危険な箇所に触れると、感電事故を起こす可能性があります。

機器に電圧を印加した状態で、カバーを開いて調整、メンテナンス、および修理を行うことは、できるだけ避けてください。どうしても必要な場合は、経験のある担当者が感電に十分に注意して実行するようにしてください。内部サービスまたは調整を行う際は、必ず応急手当てと蘇生術ができる人を同席させてください。電源ケーブルを接続した状態で、部品を交換してはなりません。

本機器を、可燃性ガスや有毒ガスが存在する環境で操作しないようにしてください。このような環境で電気機器を操作すると、引火や爆発の危険があります。

本機器に代替部品を取り付けたり、本機器を許可なく改造することは避けてください。

本機器を電源から切り離しても、機器内のコンデンサはまだ充電されている可能性があります。本機器内には、人体に重大な危害を及ぼす高電圧が存在します。本機器の取り扱い、テスト、および調整の際には、十分に注意してください。

10 付録

安全に関する一般的な情報

安全記号

132 ページ 表 24 に、装置およびこのマニュアルで使用されている安全記号を示します。

表 24 安全記号

| 記号 | 説明 |
|---|---|
|  | 装置を損傷から保護するため、ユーザーが指示マニュアルを参照する必要がある場合に、装置にはこの記号が付きます |
|  | 危険電圧を示します。 |
|  | 保護接地端子を示します。 |
|  | 本製品が使用するキセノンフラッシュランプを直視すると、目を傷める可能性があります。機器の側面にある金属製ランプドアを開く前に、必ずキセノンランプを消してください。 |

警告

警告は、

装置に損傷を与えたり、人体に危害を及ぼす可能性がある状況に対して注意を促します。

- ・ 指示された条件を十分に理解してそれらの条件を満たしてから、その先に進んでください。

注意

注意は、

データが失われたり装置が損傷する可能性がある状況に対して注意を促します。

- ・ 指示された条件を十分に理解してそれらの条件を満たしてから、その先に進んでください。

リチウム電池に関する情報

警告

電池の交換方法が不適切な場合、電池が爆発する危険があります。

爆発の危険性

- ・ 装置の製造業者が推奨するものと同じか、それに相当するタイプの電池だけを使用してください。リチウム電池は、家庭用廃棄物として廃棄できないことがあります。使用済みのリチウム電池については、**IATA/ICAO、ADR、RID、IMDG** によって規制されている運送業者による輸送が禁止されています。使用済みのリチウム電池は、使用済み電池に関する国の廃棄規則に従って、使用地において処分してください。
-

無線妨害

安全基準または EMC 規格への準拠を保証できるよう、Agilent Technologies 製以外のケーブルは使用しないでください。

テストおよび測定

テストおよび測定装置を、未遮蔽のケーブルを使用して操作する場合や、野外の設置場所での測定に使用する場合は、このような操作条件下でも上記の無線妨害条件に適合していることを、ユーザー側で確認する必要があります。

騒音レベル

製造業者による宣言

本製品は、ドイツ騒音条例 (German Sound Emission Directive、1991 年 1 月 18 日) の条件に適合しています。

本製品の音圧レベル (オペレータの位置) は、70 dB 未満です。

- 音圧 L_p 70dB (A) 未満
- オペレータの位置
- 通常動作時
- ISO 7779:1988/EN 27779/1991 (タイプテスト) に準拠

10 付録

紫外線放射 (UV ランプのみ)

紫外線放射 (UV ランプのみ)

本製品からの紫外線放射量 (200 ~ 315nm) は、オペレータやサービス要員の皮膚や目に直接さらされた場合の放射が、米国産業衛生専門家会議 (American Conference of Governmental Industrial Hygienist) による下記のスレッシュホルド (TLV) 以下になるよう制限されています。

表 25 紫外線放射量の限界値

| 1 日当たりの照射 | 有効放射照度 |
|-----------|-------------------------------|
| 8 時間 | 0.1 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$ |
| 10 分 | 5.0 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$ |

通常の放射量は、これらのスレッシュホルドを大幅に下回ります。

表 26 紫外線放射量の標準値

| 位置 | 有効放射照度 |
|---------------------|------------------------------------|
| ランプ設置場所から 50 センチの距離 | 平均 0.016 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$ |
| ランプ設置場所から 50 センチの距離 | 最大 0.14 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$ |

溶媒について

溶媒を使用するときは、以下の注意に従ってください。

フローセル

pH 9.5 超のアルカリ溶媒はクォーツに損傷を与え、フローセルの光学性能を劣化させるため使用を避けてください。

緩衝液が結晶化しないようにしてください。結晶化によって、フローセルの詰まりや損傷を引き起こします。

フローセルを 5℃ より低い温度で輸送する場合は、必ずセルにアルコールを満たしてください。

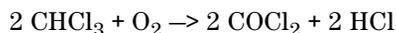
フローセル内の水性溶媒は、藻が繁殖される可能性があります。そのため、フローセル内に水性溶媒を残さないでください。少量の有機溶媒を加えてください（～5%のアセトニトリルやメタノールなど）。

溶媒

褐色のガラス容器は藻の成長を抑えます。

溶媒は必ず濾過してください。そうしないと、微粒子によってキャピラリが永続的に詰まることがあります。また、次の鋼鉄腐食性の溶媒は使用しないでください。

- ・ アルカリハロゲン化物およびその酸の溶液（ヨウ化リチウム、塩化カリウムなど）。
- ・ 特に高温の場合は、硝酸、硫酸など高濃度の無機酸（使用するクロマトグラフメソッドで可能であれば、ステンレスに対する腐食性の低いリン酸またはリン酸緩衝液に変更します）。
- ・ ラジカルまたは酸、あるいはその両方を発生するハロゲン化溶媒または混合液。例：



乾燥プロセスによって安定剤のアルコールが除去された場合、通常はステンレスを触媒として、乾燥したクロロホルムでこの反応が急速に発生します。

- ・ 過氧化物（THF、ジオキサン、ジイソプロピルエーテルなど）を含む可能性がある、クロマトグラフクラスのエーテル。このようなエーテルは、過酸化物を吸着する乾性アルミニウム酸化物を使用して濾過してください。

10 付録

溶媒について

- 有機溶媒中の有機酸溶液（酢酸、蟻酸など）。たとえば、メタノール中の酢酸 1% 溶液は、鋼鉄を腐食します。
- 錯化剤（EDTA（エチレンジアミン四酢酸）など）を含む溶媒。
- 四塩化炭素と 2-プロパノールまたは THF の混合溶液。

Agilent Technologies の Web サイト

製品とサービスに関する最新情報については、以下の弊社 Web サイトをご覧ください。

<http://www.agilent.com>

[**Products**] (製品) - [**Chemical Analysis**] (化学分析) を選択します。

このサイトでは、ダウンロード用の Agilent 1200 シリーズモジュールの最新のファームウェアも提供しています。

索引

A

Agilent の Web サイト 139, 139

E

early maintenance feedback 機能 (EMF) 27

EM スリット 13

EM モノクロメータ 16

EM 回折格子 13

EM 集光レンズ 13

EMF (early maintenance feedback 機能) 27

EMF の使用 27

ESD (静電気防止) ストラップ 100

EX スリット 13

EX モノクロメータ 14

EX 回折格子 13

EX 集光レンズ 13

G

GLP 機能 36

P

PMT

ゲイン 17

ゲインテスト 53

光電子増倍管 17

範囲 22

R

RESPONSETIME 22

ア

アクセサリキット 39

アクセサリキット部品 127

イ

インターネット 139, 139

インタフェースボード (BCD/LAN) の交換 112

オ

オフライン測定 8

カ

カットオフフィルタ 13

その他のタイプ 126

キ

キセノンフラッシュランプ 14, 13

キャリブレーションサンプル 119

キューベット 8

キューベットの使用方法 107

キューベット
使用方法 107

グ

グリコーゲン 119

シ

システムスタック構成 41

前面図 41

ス

スペア部品

カットオフフィルタ 126

スペクトルの波長シフト 54

スペクトル波長のシフト 54

テ

テスト

PMT ゲインテスト 53

ランプ強度の履歴 116

テスト機能 90

ト

トラブルシューティング

エラーメッセージ 90

ステータスインジケータ 90, 91

フ

フローセル 16, 13

マ

マルチ波長検出 69

ミ

ミラー 13

メ

メソッド開発

1 - LC システムの不純物の
チェック 59

2 - 検出感度と選択性の最適
化 60

3 - ルーチンメソッドの設
定 69

索引

- マルチ波長検出 69
- 蛍光スキャンの実施 61
- モ**
- モジュール前面図 44
- モノクロメータ
 - EM 16, 13
 - EX 14, 13
- ラ**
- ラマン 12
- ランプ強度の履歴 116
- リ**
- リーク
 - 処理 109
- リファレンスシステム 18, 18
- リファレンスダイオード 18
- ル**
- ルミネッセンス 9
- 仕**
- 仕様
 - GLP 機能 36
 - アナログ出力 35
 - パルス周波数 34
 - フローセル 35
 - モノクロメータ 34
 - 安全とメンテナンス 35
 - 性能 34
 - 波長精度 34
 - 通信 35
- 作**
- 作業台スペース 32
- 修**
- 修理
 - フローセルの交換 103
 - リークの処理 109
 - リーク処理システムの交換 110
 - 定義 96
 - 検出器の 95, 101
 - 概観 96
 - 機器のクリーニング 99
 - 警告と注意 96
 - 静電気防止ストラップの使用 方法 100
- 光**
- 光ルミネッセンス 9
- 光学ユニットの概要 13
- 光電子増倍管
 - PMT の場所 13
 - PMT 17
- 入**
- 入力電圧と電源周波数 33
- 安**
- 安全情報
 - リチウム電池に関する 規格 133
- 寸**
- 寸法と重量 33
- 性**
- 性能仕様 34
- 情**
- 情報
 - リチウム電池に関する 133
- 操**
- 操作温度 33
- 最**
- 最適化
 - 例 72, 72
- 梱**
- 梱包明細リスト 38
- 検**
- 検出器の動作 9
- 検出器の動作原理 9
- 検出器の概要 8
- 機**
- 機器レイアウト 26
- 機能
 - 安全とメンテナンス 35
- 波**
- 波長のリキャリブレーション 90
- 波長
 - リキャリブレーション 90
- 波長精度 34
- 消**
- 消費電力 33
- 湿**
- 湿度 33
- 燐**
- 燐光検出 20

索引

物

| | |
|----------|----|
| 物理的仕様 | 33 |
| 入力電圧と周波数 | 33 |
| 安全規格 | 33 |
| 操作温度 | 33 |
| 消費電力 | 33 |
| 湿度 | 33 |
| 重量と寸法 | 33 |

環

| | |
|------|----|
| 環境条件 | 32 |
|------|----|

紫

| | |
|--------|---------|
| 紫外線の劣化 | 116, 14 |
| 紫外線劣化 | 116, 14 |

藻

| | |
|-------|-----|
| 藻 | 108 |
| 藻について | 137 |

蛍

| | |
|-------|----|
| 蛍光と燐光 | 10 |
| 蛍光検出器 | 19 |

設

| | |
|------------------|--------|
| 設置 | |
| アクセサリキット | 39 |
| 設置について | 30, 30 |
| 設置 | |
| フローセルとキャピラリ の | 47 |
| 作業台スペース | 32 |
| 梱包明細リスト | 38 |
| 検出器の | 44 |
| 物理的仕様 | 33 |
| 環境条件 | 32 |
| 設置について | 30, 30 |
| 配管 | 47 |
| 開梱 | 38 |

| | |
|--------|----|
| 電源コード | 31 |
| 電源について | 30 |

部

| | |
|----------|-----|
| 部品の識別 | 123 |
| アクセサリキット | 127 |
| 概要 | 124 |

重

| | |
|-------|----|
| 重量と寸法 | 33 |
|-------|----|

開

| | |
|----|----|
| 開梱 | 38 |
|----|----|

電

| | |
|-------------|-----|
| 電気接続 の説明 | 24 |
| 電池 安全情報 | 133 |
| 電源コード | 31 |
| 電源について | 30 |

www.agilent.com

本書の内容

本書には、Agilent 1200 シリーズ蛍光検出器に関する技術的リファレンス情報が記載されています。

本書では次の項目について説明します。

- 概要と仕様
- 設置
- 使用と最適化
- トラブルシューティング
- メンテナンス
- 部品の識別
- 安全保護と関連情報

© Agilent Technologies 2006

Printed in Germany
02/06



G1321-96010