

Technical Report

フォトダイオードアレイ検出器SPD-M40の Advanced TC-Opticsによる室温変動の影響の排除 ～ベースライン安定性と分析精度の向上～

Eliminating the effects of room temperature fluctuations using the Advanced TC-Optics function in the SPD-M40 photodiode array detector - improving baseline stability and analytical precision

寺田 英敏¹、渡邊 真人¹

Abstract:

フォトダイオードアレイ検出器は検出原理上、装置を設置している環境の影響を受け、室温変化とともにベースラインの変動を起こすことがあります。SPD-M40は室温変動の影響を排除するために、検出器セル、光源ランプと分光器をそれぞれ個別に温調する三重温度調節機能 (Advanced TC-Optics) を採用しています。これにより、室温変動が大きな場合でも、安定したベースラインが得られ、高感度分析や長時間分析においても高い精度で分析を実施することができます。

Keywords: フォトダイオードアレイ検出器、三重温度調節機能、Advanced TC-Optics

1. フォトダイオードアレイ検出器の 周囲温度変動による影響

フォトダイオードアレイ検出器 (以下PDA検出器) はシングルビーム方式^{*1)}のため、原理上デュアルビーム方式^{*2)}のUV-VIS検出器よりも測定時の温度変動の影響を受けやすくなります。

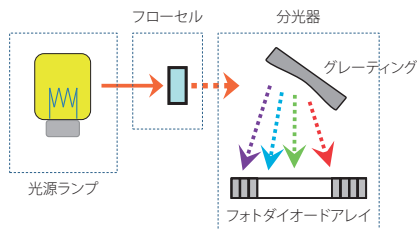


Fig. 1 フォトダイオードアレイ検出器の検出イメージ

*1) シングルビーム方式: 光源からの光がそのままセルに入射され、検出部に入る。
*2) ダブルビーム方式: 光源からの光を分岐し試料光と参照光に分け、試料光はセルへ入射、参照光は装置に起因するドリフトの補正に用いる。

PDA検出器において設置環境の周囲温度変動により、測定波長での吸光度が変化するため、ベースラインの安定性に支障をきたします。要因としては以下が挙げられます。

- ①光源ランプの光量変化
- ②セル内の移動相や目的成分の吸光度変化^{*3)}
- ③分光スペクトルの (波長方向) シフトによる変化

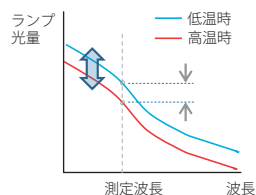


Fig. 2 光源ランプ光量の温度影響のイメージ

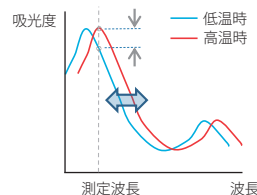


Fig. 3 分光スペクトルの温度影響のイメージ

*3) セル内の移動相や目的成分自体の吸収スペクトルが、温度変動によって、強度方向あるいは波長方向、場合によっては両方に変化することがあります。

2. SPD-M40の温調方式について

SPD-M40では、従来製品で実施していたセル温調に加え、周囲の温度変動の影響を受ける光源ランプと分光器についても個別に温調する三重温度調節機能 (Advanced TC-Optics) を採用しました。(Fig. 4)



Fig. 4 SPD-M40の三重温調箇所

それぞれを温調することで得られる効果をTable 1にまとめます。いずれの効果も周囲温度変動に伴う検出器の吸光度変動の低減に寄与し、仮に周囲温度が変動しても、安定したベースラインでHPLC分析を実施できます。

Table 1 温調箇所とその効果

温調箇所	効果
① 光源ランプ	光源ランプの光量の安定化
② セル	移動相や目的成分の温度変化による吸収スペクトルの変化を抑制
③ 分光器	分光スペクトルのシフトによる吸光度変化を抑制

また、発熱量の大きい光源ランプ由来の熱を、独自の排熱機構を用いて熱交換することで、さらなるベースラインの安定化と低ノイズ化を実現しました。

3. 周囲温度の変動によるベースラインへの影響

恒温槽にて周囲温度を意図的に変化させた際のPDA検出器のベースラインの変動をFig. 5に示します。Table 2に分析条件と周囲温度設定条件を示します。SPD-M40の他に、当社従来製品であるSPD-M20Aと他社製のPDA検出器も同様に検証しました。

SPD-M40は三重温度調節機能により、周囲温度の10℃の変化に対して、ベースラインの変動は0.2 mAU以下と非常に小さく、優れたベースライン安定性が得られました。装置を設置する部屋の室温が変動した場合でも、うねりの小さい安定したベースラインでHPLC分析を実施いただけます。

Table 2 分析条件

カラム	: なし
移動相	: MeOH
流速	: 1.0 mL/min
検出	: 260 nm
セル温度	: 40℃
周囲温度	: 20～30℃ (Fig. 5にプロファイルに記載)

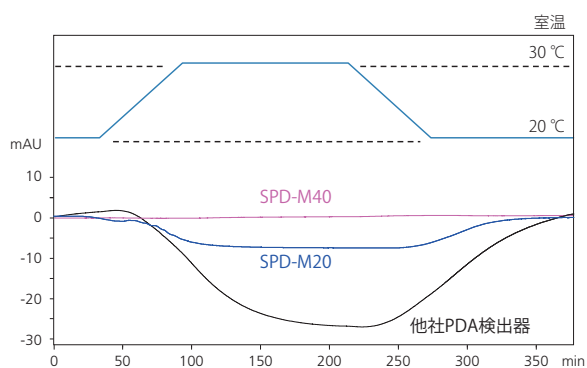


Fig. 5 周囲温度変化によるベースライン変動

4. 周囲温度変動による定量性への影響

ベースライン変動の定量精度への影響を確認するために、周囲温度を5℃ずつ変動させながら、サンプルを連続注入して繰り返し分析を行いました。Table 3に分析条件と周囲温度設定条件を示します。

Table 3 分析条件

移動相	: 70% MeOH
流量	: 0.2 mL/min
カラム	: Shim-pack HRC-ODS (3.0mmI.D.×250mmL.)
カラム温度	: 40℃
検出	: 273 nm
セル温度	: 40℃
サンプル	: 5 mg/L Caffeine
注入量	: 1 μL
周囲温度	: 20～25℃ (Fig.6にプロファイルに記載)

Fig. 6に得られたクロマトグラムを示します。

ベースラインが室温変動の影響を受けないSPD-M40は、ほぼ平坦な安定したベースラインでピークを検出します。一方、ベースライン変動が大きい場合には、ベースラインがドリフトした状態でピークを検出することになります。

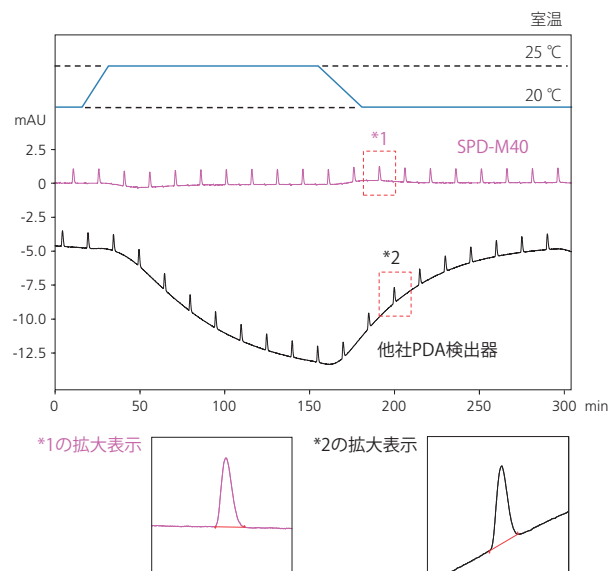


Fig. 6 周囲温度変化によるピーク波形処理への影響

Table 4に上記のクロマトグラム上で検出されているピーク面積値の再現性を示します。SPD-M40は安定したベースラインが正確な波形処理を可能にし、室温変動があっても良好な再現性が得られます。

Table 4 周囲温度変動時のピーク面積再現性

	SPD-M40	他社製PDA
ピーク面積値再現性 (%RSD, n=20)	0.62	1.87

5. 結論

- SPD-M40は装置を設置する部屋の室温変動による影響を最小限に抑える検出器セル、光源ランプと分光器の三重温度調節機能 (Advanced TC-Optics) を採用しています。
- Advanced TC-Opticsは、装置を設置している部屋の室温が変動した場合であっても、ベースラインの変動を非常に小さく抑えます。
- 室温が変動した場合でも、安定したベースライン上でピークの検出ができ、精度の高い分析が実施可能です。特に、微量の目的成分の定量分析や長時間分析に有効です。