



Agilent 6890N ガスクロマトグラフ

ユーザ情報

目次

- ▶ 基本操作
- ▶ メソッドとシーケンス
- ▶ 注入口
- ▶ 検出器
- ▶ オープンとカラム
- ▶ オートサンブラ
- ▶ バルブのコントロール
- ▶ メッセージ
- ▶ トラブルシューティング
- ▶ メンテナンス
- ▶ 全索引
- ▶ 全目次
- ▶ サイトプレパレーション と 据え付け
- ▶ 安全上の注意 & 出版履歴



Agilent Technologies



Released: APR 2001
Part No. G1530-96210

基本操作







- ▶ 基本操作
- ▶ 詳細情報
- ▶ キーボードとディスプレイ

- ▶ 流量と圧力のコントロール
- ▶ シグナル処理
- ▶ バルブのコントロール

メソッドとシーケンス

-  分析メソッド
-  分析シーケンス

関連項目

-  装置の自動化
-  流量と圧力のコントロール
-  オートサンブラ
-  カラムオープン
-  シグナル処理
-  バルブのコントロール

注入口

- ▶ 注入口について
- ▶ スプリット / スプリットレス注入口
- ▶ パックドカラム注入口
- ▶ クールオンカラム注入口
- ▶ プログラマブル加熱気化注入口
- ▶ ボラタイルインレット
- ▶ ニューマティック コントロールモジュール
- ▶ マニュアル注入口

検出器

 検出器の使用法

 水素炎イオン化検出器 (FID)

 熱伝導度検出器 (TCD)

 窒素リン検出器 (NPD)

 マイクロセル 電子捕獲検出器

 炎光光度検出器 (FPD)

サイトプレパレーション

 サイトプレパレーション

 据え付け

 SWAGELOK 接続方法

トラブルシューティング

流量と圧力の問題

EPC キャリブレーションのメンテナンス

手順：流量センサと圧力センサのゼロ点調整

流量の測定

流量計の読みの解釈

ガスの圧力または流量が設定値に達しない

ガスの圧力または流量が設定値を超える

注入口の圧力または流量が変動する

測定された流量の値が表示された流量と異なる

シグナルの問題

テストプロット

メソッドの問題

メソッドの不適合

注入口の問題

スプリット / スプリットレス注入口

手順：ガス配管部の漏れテスト

手順：EPC スプリット / スプリットレス注入口の漏れテスト

手順：マニュアルスプリット / スプリットレス注入口の漏れテスト

手順：漏れの修正

パージパックド注入口

手順：ガス配管部の漏れテスト

手順：EPC パージパックド注入口の漏れテスト

手順：マニュアルパージパックド注入口の漏れテスト

手順：漏れの修正

手順：注入口のクリーニング

クールオンカラム注入口

クールオンカラム注入口のハードウェアの問題

注入口の冷え方が非常に遅い

注入口の温度が設定値に達しない

注入中にシリンジのニードルが曲がる

手順：クールオンカラム注入口の漏れテスト

手順：漏れの修正

プログラマブル加熱気化注入口

手順：ガス配管部の漏れテスト

手順：PTV 注入口の漏れテスト

漏れの修正

ボラタイルインレット

手順：ガス配管部の漏れテスト

手順：システムの漏れテスト

手順：漏れテスト用インタフェースの準備

手順：漏れの修正

ニューマティックコントロールモジュール

手順：ガス配管部の漏れテスト

検出器の問題

水素炎イオン化検出器

検出器の動作を妨げる要因

検出器のシャットダウン

チェックアウトの諸条件とクロマトグラム

熱伝導度検出器

検出器の動作を妨げる要因

TCD 性能問題の修正

手順：サーマルクリーニング

チェックアウトの諸条件とクロマトグラム

窒素リン検出器

NPD の動作を妨げる要因

チェックアウトの諸条件とクロマトグラム

マイクロセル電子捕獲検出器

チェックアウトの諸条件とクロマトグラム

炎光光度検出器 (FPD)

検出器の動作を妨げる要因

手順：FPD の操作

炎の点火に関する問題

漏れテスト

チェックアウトの諸条件とクロマトグラム

メンテナンス

一般的なメンテナンス情報

- ヒューズとバッテリー
- メンテナンス計画

オープンのハードウェアとカラムの交換

- カラムとトラップの取り付け
- 高速クロマトグラフィ用オープンインサートの使用

注入口ハードウェアの交換

- スプリット / スプリットレス注入口
- パッキンカラム注入口
- クールオンカラム注入口
- プログラマブル加熱気化注入口
- ボラティルインレット
- マニュアル注入口

検出器ハードウェアの交換

- 水素炎イオン化検出器 (FID)
- 熱伝導度検出器 (TCD)
- 窒素リン検出器 (NPD)
- マイクロセル 電子捕獲検出器
- 炎光光度検出器 (FPD)

電子圧力制御

- 手順：補助チャネルフリットの変更
- EPC キャリブレーションのメンテナンス
- 手順：流量センサと圧力センサのゼロ点調整

流量の測定

- 石鹼膜流量計による流量の測定
- 流量の測定箇所
- 手順：石鹼膜流量計によるガス流量の測定
- 流量計の読みの解釈

オープンとカラム



カラムとトラップ



カラムオープン

全目次

第 1 章. 一般情報

コントロールテーブル類	25
コントロールテーブルの使用	26
詳細情報	28
ガスコントロール	28
カラム	28
シグナル	28
オートメーション	28
メソッドとシーケンス	28
バルブ	29
ヒント	29
メンテナンス情報	30
ヒューズおよびバッテリー	30
メンテナンススケジュール	30
一般的な警告	32
GC の内部では多くの部分で危険な高電圧がかかっています：	32
静電気による放電は GC のエレクトロニクスを損傷します。	32
多くの部分が高温で危険です	33
GC をシャットダウンするには	33
一週間未満の場合	33
一週間より長い期間の場合	34

第 2 章. キーボードとディスプレイ

ディスプレイ	37
ステータスボード	40
キーボード	41
インスタントアクションキー [Start], [Stop], および [Prep Run]	42
ファンクションキー	42
ショートカットキー [Temp], [Pres], [Flow], [Det Control], [Ramp #]	44
[Temp], [Pres], [Flow]	44
[Det Control]	45
[Ramp #]	47
[Info]	48
[Status]	49
レディ / ノットレディステータステーブル	49
設定値ステータステーブル	50
手順：設定値ステータステーブルの設定	50

その他のキー	51
[Time]	51
手順：時間と日付の設定	51
手順：ストップウォッチの使用法	52
手順：[Post Run] の設定	52
[Run Log]	53
[Options]	54
[Config]	56
拡張キー	58
[Mode/Type]	58
[Clear]	59
[Delete]	59
[.]	60
[-]	60
保存キーと自動化キー	61
デフォルトパラメータ	62
手順：デフォルトパラメータの読み込み	62

第 3 章． 流量と圧力のコントロール

水素シャットダウン	65
カラムシャットダウン	65
ガス流量のオン / オフ	66
EPC コントロールの流量	66
マニュアルコントロールの流量	66
エレクトロニックニューマティックコントロール	67
流量と圧力読み取り値の解釈	67
コンフィグレーション	68
カラムと注入口	68
カラムコンフィグレーション	70
手順：キャピラリカラムのコンフィグレーション	71
カラムのコンフィグレーションに関する補足	72
キャリアガスのコンフィグレーション	73
手順：キャリアガスのコンフィグレーション	73
カラムモードの選択	74
カラムモードの選択	74
圧力モード	74
手順：カラムモードの選択	75
初期流量、初期圧力、または平均線速度の入力	76

手順：初期流量、初期圧力、または平均線速度の設定	77
流量プログラムまたは圧力プログラムの入力（オプション）	78
手順：カラム圧力または流量のプログラミング	78
その他の注入口パラメータの入力	80
手順：その他の注入口パラメータの設定	81
検出器	83
ガスコンフィグレーション	86
メークアップガス	86
Aux チャンネル	87
手順：Aux チャンネルフリットの交換	90
EPC キャリブレーションのメンテナンス	91
流量センサ	91
圧力センサ	91
ゼロ調整の条件	91
手順：流量と圧力センサのゼロ調整	92
マニュアル コントロール	93
注入口	93
セプタムパージ	93
流量を測定する	94
石鹼膜流量計による流量測定	94
流量の測定箇所	95
流量測定用アダプタ	95
手順：石鹼膜流量計によるガス流量の測定	96
流量計の読み取り値を解釈する	97
流量と圧力の問題を解決するには	98
ガスが設定圧力または流量に達しない	98
ガスが設定圧力または流量を超える	99
注入口の圧力または流量が変動する	99
測定した流量が表示されている流量と一致しない	100
第 4 章． カラムオープン	
オープンの機能	102
オープンの安全保護	103
オープンのコンフィグレーション	104
手順：定温分析のセットアップ	104
温度プログラム分析	106
オープン温度プログラミングの設定値	107

オープンランプ速度	108
手順：一段昇温プログラムの設定	108
手順：多段昇温プログラムの設定	109
急速加熱クロマトグラフィー	111
急速加熱オープン	111
オープンをコンフィグレーションする	111
急速加熱クロマトグラフィー用オープンインサートを使用する	112
オープンインサートを取り付ける	112
インサートを取り外す	114
低温操作	115
低温コントロール設定値	115

第 5 章. カラムとトラップ

キャピラリカラム	118
カラムハンガー	118
手順：キャピラリカラムの準備	118
手順：スプリット / スプリットレス注入口へのキャピラリカラムの取り付け ...	120
手順：クールオンカラム注入口へのキャピラリカラムの取り付け	122
手順：パージパケット注入口へのキャピラリカラムの取り付け	123
手順：PTV 注入口およびボラタイルインレットへの キャピラリカラムの取り付け	126
手順：NPD または FID 検出器にキャピラリカラムを取り付ける	126
手順：TCD 検出器にカラムを取り付ける	129
手順： μ -ECD 検出器へのキャピラリカラムの取り付け	130
手順：FPD 検出器にキャピラリカラムを取り付ける	132
キャピラリカラム接続用のフェラル	136
グラフィットフェラルとグラフィット入り Vespel フェラル	136
Vespel フェラル	136
ステンレスカラム	137
概要：ステンレスカラムを取り付ける	137
フィッティング	138
ステンレスカラムの準備	139
手順：テフロンチューブからスペーサを作る	139
手順：フェラルをメタルカラムに取り付ける	141
手順：検出器接続部へのアダプタの取り付け	142
手順：ステンレスカラムの取り付け	143
ステンレスカラム用フェラル	144

ガラスパックドカラムの取り付け	146
概要：ガラスパックドカラムの取り付け	147
手順：ガラスパックドカラムの取り付け	149
ガラスパックドカラム用のフェラルと O-リング	151
カラムのコンディショニング	152
手順：カラムコンディショニングの予備手順	152
手順：キャピラリカラムのコンディショニング	153
手順：パックドカラムのコンディショニング	154
ケミカルトラップのコンディショニング	155
キャピラリカラムをキャリブレーションする（オプション）	156
キャリブレーションモード	156
カラムキャリブレーションの手順	157
手順：溶出時間から、カラムの長さまたは内径を推定する	157
手順：実測した流量からカラム長さまたは内径を推定する	159
手順：カラム長さとかラム内径をどちらも推定する	161
第 6 章． シグナル処理	
シグナルコントロールテーブルの使用法	164
シグナルタイプ	164
シグナル値 (Value)	164
アナログ出力の設定 - ゼロ調整、レンジ、およびアッテネーション	168
アナログゼロ調整	168
手順：シグナル出力のゼロ調整	168
レンジ - アナログ出力専用	169
アッテネーション (Attenuation) - アナログ出力専用	170
データレート	170
手順：高速ピークを選択	171
デジタルデータ処理	171
デジタルゼロ調整	171
ベースラインレベルのシフト	171
Cerity\ChemStation	172
カラム補償	175
手順：カラム補償プロファイルの作成	176
手順：カラム補償を使用した分析	176
手順：保存されているカラム補償プロファイルのプロット	177
テストプロット	178

第 7 章． 装置の自動化

分析中のイベントの実行	182
ランタイムプログラミング	182
ランタイムイベントの使用法	183
手順：ランタイムイベントのプログラミング	184
ランテーブル	185
手順：ランテーブルへのイベントの追加	185
手順：ランテーブル内のイベントの編集	186
手順：ランタイムイベントの削除	186
クロックタイムプログラミング	187
クロックタイムイベントの使用法	188
手順：クロックタイムイベントのプログラミング	188
手順：クロックテーブルへのイベントの追加	191
手順：クロックタイムイベントを編集	191
手順：クロックタイムイベントの削除	192

第 8 章． 分析メソッド

メソッドとは何か	194
メソッドの操作	194
メソッドの作成	195
手順：メソッドの保存	196
手順：保存したメソッドの読み込み	197
手順：デフォルトメソッドの読み込み	198
メソッドの不適合	199
ユーザ入力のコンフィグレーションの変更	199
ハードウェアコンフィグレーションの変更	199
手順：保存されたメソッドの修正	200
手順：保存されたメソッドの削除	200
メソッドのリスト	200

第 9 章． オートサンブラ

インジェクタコントロールテーブル	203
手順：インジェクタ設定値の編集	204
インジェクタのコンフィグレーション	205
手順：8本のサンプルバイアルタレット付き インジェクタのコンフィグレーション	206

手順：3本のサンプルバイアルタレット付き インジェクタのコンフィグレーション	206
サンプルトレイ設定値	207
手順：サンプルトレイ設定値の編集	207
手順：バーコードリーダーのコンフィグレーション	207
インジェクタ設定値の保存	208

第 10 章. バルブのコントロール

バルブボックス	210
バルブの加熱	210
バルブ温度プログラミング	211
Aux 加熱ゾーンのコンフィグレーション	211
バルブコントロール	212
バルブドライバ	212
内蔵バルブドライバ	212
外付けバルブドライバ	213
バルブのコンフィグレーション	214
手順：バルブのコンフィグレーション	215
バルブコントロール	216
手順：キーボードからのバルブのコントロール	216
ランタイムテーブルまたはクロックタイムテーブルからのコントロール	216
バルブコントロールの例	217
単純なバルブ - カラムセレクション	217
ガスサンプリングバルブ	217
マルチポジションストリーム選択バルブとサンプリングバルブ	219

第 11 章. 分析シーケンス

シーケンスとは何か	222
シーケンスの操作	222
シーケンスの設定	224
割り込みシーケンス	224
サブシーケンス	225
ポストシーケンス	225
手順：シーケンスの作成	225
手順：サンプルサブシーケンスの作成	226
手順：バルブサブシーケンスの作成	226
手順：ポスト・シーケンス・イベントの設定	228

手順：シーケンスの保存	228
手順：保存したシーケンスの読み込み	229
手順：保存したシーケンスの修正	230
手順：シーケンスの削除	230
シーケンスコントロール	231
シーケンスステータス	232
手順：シーケンスの開始／実行	232
手順：シーケンスの停止／再開	233
手順：シーケンスの終了	233
シーケンスの強制中断	234
インテグレートタ使用時の注意点	236

第 12 章. メッセージ

Not Ready	238
Method Mismatches (メソッドの不適合)	238
Warning (警告)	238
Shutdown (シャットダウン)	239
Faults (フォルト)	239
Bad mainboard (メインボードの不良) と Fatal error メッセージ (致命的エラーメッセージ)	239
Not Ready メッセージ	241
Temperature zone not ready	244
Pressure and/or flow not ready	245
Detector not ready	245
Valve not ready	247
その他の Not Ready メッセージ	247
Shutdown メッセージ	249
警告メッセージ	255
Fault メッセージ	259

第 13 章. 注入口について

注入口タイプ	269
水素使用上の注意	269
手順：圧力単位の選択 — psi、kPa、bar	272
注入口コントロールテーブルとカラムコントロールテーブル	273
カラムコントロールテーブル	274

カラムコントロールテーブル - 定義済みキャピラリカラム	274
カラムコントロールテーブル - パックドカラムまたは 未定義のキャピラリカラム	276
ガスセーバとは何か	278
手順：ガスセーバーの使用	279
Pre Run と Prep Run	279
[Prep Run] キー	280
手順：オート Prep Run	280
セプタムパージ	280

第 14 章. スプリット/スプリットレス注入口

スプリット/スプリットレス注入口の使用	283
標準仕様と高圧仕様	283
セプタムを締める	283
ライナ	284
手順：ライナの交換	284
スプリットモードの流路	286
コントロールテーブル - スプリット操作	287
手順：カラム定義済みの場合のスプリットモードの使用	287
手順：カラム未定義の場合のスプリットモードの使用	288
スプリットレスモード流路	290
コントロールテーブル - スプリットレス操作	291
操作パラメータ	292
手順：カラム定義済みの場合のスプリットレスモードの使用	292
手順：カラム未定義の場合のスプリットレスモードの使用	293
パルスドスプリットモードとスプリットレスモード	295
コントロールテーブル - パルスドスプリットモード	296
手順：パルスドスプリットモードの使用	297
コントロールテーブル - パルスドスプリットレス操作	298
手順：パルスドスプリットレスモードの使用	298
スプリット/スプリットレス注入口のメンテナンス	300
セプタムの交換	301
手順：セプタムの交換	301
0-リングの交換	304
手順：0-リングの交換	305
注入口ベースシールの交換	307
手順：注入口ベースシールの交換	307
スプリットベントトラップフィルターカートリッジの交換	309

手順： ガス配管の漏れテスト	310
手順： EPC 注入口の漏れテスト スプリット / スプリットレス注入口	312
手順： 漏れテスト EPC でない注入口 スプリット / スプリットレス注入口	314
手順： 漏れを止める	315
手順： 注入口のクリーニング	316

第 15 章． パックドカラム注入口

パックドカラム注入口の使用	319
ライナとインサート	320
手順： ライナの取り付け	321
手順： ガラスインサートの取り付け	323
コントロールテーブル	326
パックドカラムまたは未定義カラムの場合	326
定義済みキャピラリカラムの場合	326
手順： パックドカラムと未定義キャピラリカラムの使用	327
手順： 定義済みキャピラリカラムの使用	327
パックドカラム注入口のメンテナンス	328
手順： セプタムの交換	328
手順： O-リングの交換	332
手順： 漏れテスト（ガス配管システム）	334
手順： 漏れテスト（EPC パックドカラム注入口）	334
手順： 漏れテスト（マニュアルパックドカラム注入口）	337
手順： 漏れの修正	338
手順： 注入口のクリーニング	339

第 16 章． クールオンカラム注入口

クールオンカラム注入口の使用	342
ハードウェア	342
セプタムナット使用時の自動注入またはマニュアル注入	345
セプタムナット	345
セプタム	346
冷却タワーとダックビルセプタム使用時のマニュアル注入	347
手順： セプタムナットまたは冷却タワーとセプタムの交換	347
手順： インサートの取り付け	348
手順： ニードルとカラムのサイズ確認	349
手順： セプタムナット使用時のマニュアル注入	350
手順： 冷却タワー使用時のマニュアル注入	351

リテンションギャップ	352
注入口温度	352
CryoBlast (オプション)	352
トラックオープンモード	352
温度プログラミングモード	352
低温冷却操作時の注意事項	353
設定値の範囲	353
手順：温度のプログラミング	353
手順：クールオンカラム注入口の操作	354
クールオンカラム注入口のメンテナンス	356
クールオンカラム注入口のハードウェアに関する問題	358
注入口の温度がなかなか下がらない	358
注入口温度が設定値に達しない	358
注入時にシリンジニードルが折れ曲がる	358
手順：ヒューズドシリカシリンジニードルの交換	359
手順：ヒューズドシリカニードルの取り付け	360
セプタムの交換	361
手順：セプタムの交換	362
手順：注入口のクリーニング	363
手順：ガス配管部の漏れテスト	367
手順：クールオンカラム注入口の漏れテスト	367
手順：漏れの修正	369
第 17 章. プログラマブル加熱気化注入口	
PTV について	372
操作モード	372
システム条件	372
システム構成	372
サンプリングヘッド	373
注入口の加熱	374
その他の温度プログラム	375
注入口の冷却	376
PTV のコンフィグレーション	376
シャットダウン動作	377
スプリットモードの使用	379
フローパターン	379
温度に関する注意事項	380

コールドスプリット注入	380
ホットスプリット注入	380
コントロールテーブルのパラメータ … スプリットモード操作	381
手順：カラム定義済みの場合のスプリットモードの使用	381
手順：カラム未定義の場合のスプリットモードの使用	382
パルスドモード	384
コントロールテーブルのパラメータ … パルスドスプリットモード	385
手順：カラム定義済みの場合のパルスドスプリットモードの使用	386
手順：カラム未定義の場合のパルスドスプリットモードの使用	388
スプリットレスモードの使用	389
フローパターン	389
温度に関する注意事項	392
コールドスプリットレス注入	392
ホットスプリットレス注入	392
コントロールテーブルのパラメータ … スプリットレス操作	393
初期値	393
手順：カラム定義済みの場合のスプリットレスモードの使用	395
手順：カラム未定義の場合のスプリットレスモードの使用	396
パルスドスプリットレスモードの操作	397
コントロールテーブルのパラメータ … パルスドスプリットレス操作	397
手順：カラム定義済みの場合のパルスドスプリットレスモードの使用	398
手順：カラム未定義の場合のパルスドスプリットレスモードの使用	399
ソルVENTベントモードの使用	400
フローパターン	400
温度、圧力、流量に関する注意事項	402
操作シーケンス	403
タイムテーブル	405
Start Run のタイミング	406
コントロールテーブルのパラメータ … ソルVENTベント操作	406
手順：カラム定義済みの場合のソルVENTベントモードの使用	408
手順：カラム未定義の場合のソルVENTベントモードの使用	409
大量注入	410
ケミステーションの条件	410
計算値	412
考えられる調整方法	415
PTV のメンテナンス	418
注入口アダプタ	418
手順：注入口アダプタの交換	418

手順： カラムの取り付け	418
セプタムレスヘッド	420
手順： セプタムレスヘッドの取り外し	420
手順： セプタムレスヘッドのクリーニング	421
手順： テフロンフェラルの交換	423
セプタムヘッド	424
手順： セプタムヘッドの取り外し	424
手順： セプタムの交換	426
注入口ガラスライナ	427
手順： ライナの交換	428
スプリットベントトラップフィルターカートリッジの交換	430
手順： ガス配管の漏れテスト	431
手順： PTV 注入口の漏れテスト	431
漏れを止める	435
潜在的な漏れ箇所	435
消耗品および交換部品	436

第 18 章. ボラタイルインレット

ボラタイルインレットの使用	440
スプリットモード	441
流路について	442
コントロールテーブルの使用	442
操作パラメータ	444
スプリット比	444
手順： カラム定義済みの場合のスプリットモードの使用	445
手順： カラム未定義の場合のスプリットモードの使用	446
スプリットレスモード	447
流路について	447
コントロールテーブルの使用	448
操作パラメータ	451
手順： スプリットレスモードの使用	452
ダイレクトモード	453
流路について	453
ボラタイルインレットでダイレクトサンプル注入を行うためのセットアップ	455
手順： スプリットベントラインの取り外し	455
手順： ダイレクト注入のコンフィグレーション	459
コントロールテーブルの使用	459
操作パラメータ	461

手順：ダイレクトモードの使用	461
ボラティルインレットのメンテナンス	462
手順：カラムの取り付け	462
手順：インタフェースの交換とクリーニング	468
スプリットベントトラップフィルターカートリッジの交換	471
手順：ガス配管部の漏れテスト	472
手順：システムの漏れテスト	472
手順：漏れテストのためのインタフェースのセットアップ	474
手順：漏れの修正	474
外部ガスサンプラとの接続	476
手順：7694 ヘッドスペースサンプラの接続	476
第 19 章. マニュアル注入口	
ページパッキング注入口	481
スプリット / スプリットレス注入口 … スプリットモード	481
スプリット / スプリットレス注入口 … スプリットレスモード	481
コンフィグレーション	481
手順：マニュアル注入口のコンフィグレーション	482
注入口コントロールテーブル	483
カラムコントロールテーブル	484
手順：ページパッキング注入口のキャリア流量の設定	484
手順：スプリットモード注入口の流量の設定	485
手順：スプリットレスモードの流量の設定	486
第 20 章. ニューマティックコントロールモジュール	
ニューマティックコントロールモジュール	491
PCM の操作	493
注入口での使用	493
バルブまたは他のデバイスでの使用	494
コントロールテーブル	494
パッキングカラムまたは未定義のカラム	494
定義済みのキャピラリカラム	495
手順：パッキングカラムや未定義のカラムの使用	495
手順：定義済みのキャピラリカラムの使用	496
PCM のメンテナンス	496
手順：ガス配管部の漏れテスト	496
用意するもの：	497

第 21 章. 検出器の使用法

水素の使用法	499
手順: 検出器コントロールテーブルの設定	500
メイクアップガス流量	503
メイクアップガス	503
手順: メイクアップガスの定義	504
手順: メイクアップガス流量モードの変更	505
最大流量	506
[Det Control] ショートカットキー	507

第 22 章. 水素炎イオン化検出器 (FID)

一般情報	509
水素炎イオン化検出器 (FID) の流路	509
特に注意が必要な事柄	510
検出器の動作を妨げる状態	510
検出器のシャットダウン	510
ジェット	511
自動再点火 - 点火オフセット (Lit offset)	512
手順: 自動再点火設定値の変更	512
エレクトロメータ	513
データ転送速度	513
手順: 高速ピークの使用法	513
FID の操作	514
ガスの圧力	515
FID コントロールテーブル —	
EPC (エレクトロニックニューマティクスコントロール)	516
手順: FID の操作	517
チェックアウトの各条件とクロマトグラム	518
FID チェックアウトの各条件	518
FID チェックアウトの典型的なクロマトグラム	520
水素炎イオン化検出器のメンテナンス	521
FID ハードウェアに関する問題の修正	522
ジェットの交換またはクリーニング	522
手順: ジェットの取り外しと点検	523
手順: ジェットのクリーニング	526
手順: ジェットの取り付け	527

コレクタのクリーニング	529
手順：コレクタの取り外し	530
手順：コレクタのクリーニング	532
手順：検出器の再組み立て	533
手順：FID イグナイタの交換	534
ニッケル触媒チューブ	538
ガス流量	538
温度	539
触媒の交換	539

第 23 章． 熱伝導度検出器 (TCD)

一般情報	545
TCD ニューマティクス	547
検出器の動作を妨げる状態	547
フィラメントの不動態化	548
キャリアガス、リファレンスガスおよびメイクアップガス	548
ネガティブ極性	549
水素の分析	549
TCD の操作	550
ガス圧力	551
TCD の操作	552
手順：TCD の操作	553
チェックアウトの各条件とクロマトグラム	554
TCD チェックアウトの各条件	554
TCD チェックアウトの典型的なクロマトグラム	556
熱伝導度検出器のメンテナンス	557
TCD 性能に関する問題の修正	557
手順：サーマルクリーニング	557

第 24 章． 窒素リン検出器 (NPD)

一般情報	561
ソフトウェア必要事項	561
窒素リン検出器 (NPD) の流路	562
NPD 検出器の動作を妨げる状態	562
ガス純度	562
ビード	563

Adjust offset (オフセット調整)	563
オフセット調整の中断	565
検出器の OFF	565
クロックテーブルでのオフセット調整の設定	565
安定時間について	565
手順：安定時間の変更	566
溶媒ピーク溶出中、水素は OFF にします。	566
分析と分析の間の水素の OFF	566
ビード電圧	566
ビードの寿命を延ばす方法	567
温度プログラミング	567
エレクトロメータ	568
データレート	568
手順：NPD のデータレートの設定	568
ジェット コレクタ	569
NPD の操作	570
ガス圧力	571
NPD コントロールテーブル - EPC	572
手順：NPD の操作	573
マニュアル仕様の NPD の操作	574
手順：マニュアル仕様の NPD の操作	574
チェックアウトの各条件とクロマトグラム	577
NPD チェックアウトの各条件	577
NPD チェックアウトクロマトグラム	579
窒素リン検出器のメンテナンス	580
NPD IPB	580
NPD ハードウェアに関する問題の修正	581
手順：ビードアセンブリの交換	584
手順：検出器とコレクタのクリーニング、 およびインシュレータとリングの交換	589
ジェットの交換またはクリーニング	597
手順：ジェットの取り外しと点検	598
手順：ジェットのクリーニング	600
手順：ジェットの交換および検出器の再組み立て	601

第 25 章. マイクロセル電子捕獲検出器

概説	603
63Ni 同位元素	604
ECD ライセンス	604
特別なライセンス (Specific License)	604
一般的なライセンス (General License)	604
ECD 警告	605
安全保護 ECD を取り扱う際の注意事項	607
一般情報	608
直線性	609
ガス	609
温度	609
エレクトロメータ	609
ECD の操作	610
ガス圧力	611
EPC 仕様の ECD の使用	612
手順: マニュアル仕様の ECD の操作	613
マニュアル仕様の ECD の操作	614
手順: マニュアル仕様の ECD の操作	615
チェックアウトの各条件とクロマトグラム	617
ECD チェックアウトの各条件	617
ECD チェックアウトの典型的なクロマトグラム (日本以外)	619
検出器のメンテナンス	620
性能に関する問題の修正	621
ガス漏れの点検	624
サーマルクリーニング	627
ワイプテストの実行 (放射能漏洩テスト)	629

第 26 章. 炎光光度検出器 (FPD)

一般情報	631
直線性	631
クエンチング現象	632
PMT 飽和	633
光フィルタ	633
ヒューズドシリカライナ	633
検出器が動作しない状況	633
検出器シャットダウン	634

互換性に関する要件	634
デュアル波長 FPD (USA のみ)	634
検出器の使用	636
検出器 温度の考慮	636
ヒーターコンフィグレーション	636
点火オフセット	637
手順：点火オフセット設定値の変更	637
フレーム点火手順	638
点火フレーム	639
エレクトロメータ on/off	639
エレクトロメータデータレート	640
手順：高速ピークの仕様	640
FPD 操作	641
手順： FPD の使用	643
チェックアウトの各条件とクロマトグラム	644
FPD チェックアウトの各条件	644
FPD チェックアウトの典型的なクロマトグラム	647
検出器のメンテナンス	648
フレーム点火におけるトラブル	648
波長フィルタの交換	650
ガス漏れのテスト	651
部品の識別	652
ウィンドウ、フィルタ、シールのクリーニング / 交換	656
ジェットのクリーニング / 交換	658
トランスファラインヒューズドシリカライナの交換	660
交換光電子増倍管チューブ	664
第 27 章． 基本操作	
サンプル	667
GC でのサンプル分析の準備	667
サンプルの分析—マニュアル注入	667
サンプルの分析— GC ALS またはバルブ注入	668
メソッド	669
メソッドの作成	669
カラム流量または圧力の設定	670
シーケンス	671
シーケンスの作成	671

シーケンスの開始 / 終了 / 停止	673
メンテナンス	674
カラムの変更	674
性能のチェック	676

第 28 章. サイトプレパレーション

温度および湿度範囲	680
通気について	680
オープンの排気	680
有毒ガスあるいは有害ガスの排気	681
ベンチスペースについて	681
供給電源について	684
GC の接地	684
電源電圧	684
MSD のための GC の設定	686
供給ガスについて	687
パッキドカラム用ガス	687
キャピラリカラム用ガス	688
ガス純度	690
ガスの配管	691
キャリアガスおよび検出器ガスの配管	693
2 段式圧力調整器	693
圧力調整器のガス配管	694
トラップ	694
低温冷却装置について	696
冷媒の選択方法	696
液化二酸化炭素の使用法	696
液化窒素の使用法	698
バルブ駆動エアの供給	700

第 29 章. 据え付け

ステップ 1. GC を開梱する	706
ステップ 2. GC システムをベンチに設置する	707
ステップ 3. 電源を ON にする	708
ステップ 4. ガス供給源への配管	710
ステップ 5. ガス配管ラインへのトラップ取り付け	711
ステップ 6. SWAGELOK T 継ぎ手の配管	712

ステップ 7.	注入口マニホールドへの配管	713
ステップ 8.	検出器マニホールドへの配管	714
	6890 EPC	714
ステップ 9.	漏れのチェック	715
ステップ 10.	冷媒供給ラインの取り付け	716
	液化二酸化炭素の接続方法	716
	液体窒素の接続方法	717
ステップ 11.	バルブ駆動エアーの取り付け	719
ステップ 12.	供給圧力の設定	721
ステップ 13.	ケーブルの接続	722
配線図		727
	汎用アナログケーブル	727
	リモートスタート / ストップケーブル	728
	2 進化 10 進コードケーブル	729
	外部イベントケーブル	730
ステップ 14.	GC の設定	731
	手順 : LAN コンフィグレーションの設定	731

第 30 章 . SWAGELOK 接続方法

すべての権利は留保されています。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく本書の複製、翻案、翻訳をすることは法律で禁じられています。

部品番号 G1530-96307

First edition, JUN 2001

Printed in USA

このマニュアルは「G1530-90305 サイトプレバレーションと据え付けマニュアル」の改訂版です。

リプレース番号は、G1530-96307、G1530-96447、G1530-96457、G1530-96467 です。

HP® は、Hewlett-Packard 社の登録商標です。

Microsoft®、Windows®、Windows NT® は、Microsoft 社の登録商標です。

ご注意

1. 本書に記載した内容は、予告なしに変更することがあります。
2. 本書は、内容について最新の注意をもって作成しましたが、万一ご不審な点や誤り、記載もれ等、お気づきの点がございましたら当社までお知らせください。
3. 当社では、下記の項目を補償の対象から除外いたします。
 - ・ ユーザの誤った操作に起因する機器などの損傷、性能上のトラブル、損害
 - ・ 本装置の本来の用途以外の使用に起因する機器などの損傷、性能上のトラブル、損害
 - ・ 本装置の不適切なユーティリティや使用環境に起因する機器などの損傷、性能上のトラブル、損害
 - ・ 当社が指定した業者以外で本装置の修理や改造をしたことに起因する機器などの損傷、性能上のトラブル、損害
 - ・ 当社提供外のソフトウェアの使用による信頼性、聴きなどの損傷、性能上のトラブル、損害
 - ・ 分析結果に基づく損失

4. 本書の内容の一部または全部を無断で複写、転載したり、他のプログラム言語に翻訳することは法律で禁止されています。複写、転載などの必要性が生じた場合は、当社にお問い合わせください。
5. 本製品パッケージとして提供した本マニュアル、フレキシブル・ディスク、テープ、カードリッジまたは CD-ROM 等の媒体は本製品用にだけお使いください。プログラムをコピーする場合はバックアップ用だけにしてください。プログラムをそのままの形で、あるいは変更を加えて第三者に販売することは固く禁じられています。

安全上の注意

6890 ガスクロマトグラフは、以下の IEC（国際電気技術委員会）規格において Safety Class 1、Transient Overvoltage Category II、Pollution Degree 2 に適合します。

本装置は承認された安全基準に従って設計されテストされており、屋内で使用される装置として設計されています。この装置が製造業者によって指定される方法で使われない場合は、装置によって供給される安全機構は損なわれるおそれがあります。Agilent 6890 の安全保護が危険にさらされたときは必ず、装置からすべての電源を取り外し、予期しない操作に対して装置を安全に保ってください。

資格を持ったサービスエンジニアにサービスを依頼してください。この装置に対して部品を置き換えたり、あるいは認められていない改造を施すことは危険をもたらすおそれがあります。カバーを取り外す場合はその前に、AC 電源コードを取り外してください。お客様はこの装置ではバッテリーやヒューズを交換すべきではありません。この装置に取り付けられている電池はリサイクル可能です。

安全シンボル

マニュアル上あるいは装置上の警告は、本装置の運転操作、サービシ、修理のすべての過程で観察され読まなければならないではありません。これらの注意事項を無視したり従わない場合は、設計の安全基準と装置の意図した使用に違反します。

アジレントテクノロジー社はこれらの要求に従わないお客様に対して責任を負いません。

警告

警告は、身体を損傷するおそれのある状態や状況について注意を喚起します。

注意

注意は、装置または作業を破壊するおそれのある状態や状況について注意を喚起します。

より詳しい情報は、一緒に書いている説明をお読みください。

表面が高温であることを示します。

高電圧で危険なことを示します。

接地（アース）端子を示します。

放射性同位元素の危険を示します。

爆発の危険を示します。



電磁波障害について

この装置は、CISPR11（国際無線干渉特別委員会）規格に適合します。操作は次の 2 つの条件に従うものとします：

- 1 この装置が不要な電磁波の原因とならないこと。
- 2 この装置が誤作動の原因となる干渉を含め不要な電磁波を許容できること。

この装置が有害な電磁波の原因となり、ラジオまたはテレビ受信を妨害しているかどうかは、装置の電源を ON/OFF して直接確かめることができます。以下にリストした、ひとつまたは複数の測定方法をお試しください：

1. ラジオまたはテレビアンテナの向きを変える。
2. この装置をラジオまたはテレビから遠ざける。
3. 装置の電源を別の電源系統から取り出し口から取り、装置の電源系統をラジオまたはテレビと分離する。
4. すべての周辺機器についても同様に確認する。
5. 装置と周辺機器が適切なケーブルを使って接続されていることを確認する。
6. 装置の販売業者、Agilent Technologies 社、または経験を持つ技術者に相談する。
7. Agilent Technologies 社により明白に承認されていない変更や改造は、使用者が装置を使用する権利を保障するものではありません。

Sound Emission Certification for Federal Republic of Germany

音圧レベル Lp < 65 dB(A)

通常使用時

操作者の位置において

ISO 7779 (Type Test) に準拠

冷媒冷却バルブオプションが取り付けられている 6890 の運転時で、冷却バルブ操作中に短い噴射パルスの音圧は 74.6 dB(A) です。

Schallemission

Schalldruckpegel LP < 65 dB(A)

Am Arbeitsplatz

Normaler Betrieb

Nach DIN 45635 T. 19 (Typprüfung)

Bei Betrieb des 6890 mit Cryo Ventil Option treten beim Öffnen des Ventils impulsförmig Schalldrucke Lp bis ca. 74.6 dB(A) auf.

1 一般情報

コントロールテーブル類
コントロールテーブルの使用
詳細情報

- ガスコントロール
- カラム
- シグナル
- オートメーション
- メソッドとシーケンス
- バルブ

ヒント

メンテナンス情報

- ヒューズおよびバッテリー
- メンテナンススケジュール

一般的な警告

- GC の内部では多くの部分で危険な高電圧がかかっています
- 静電気による放電は GC のエレクトロニクスを損傷します
- 多くの部分が高温で危険です

GC をシャットダウンするには

- 一週間未満の場合
- 一週間より長い期間の場合

6890 シリーズガス クロマトグラフ

本書では、6890 シリーズガスクロマトグラフを「GC」と呼びます。

コントロールテーブル類

GCは、一連の多数の設定値（温度、時間、シグナルの選択など）によってコントロールされます。設定値はコントロールテーブルにまとめられ、各コントロールテーブルに一連の関連する設定値が記録されます。一般的なオープンコントロールテーブルの例を次に示します。

OVEN		
Temp	24	50
Init time	5.00	
Rate 1	10	<
Final temp 1	150	
Final time 1	5	
Rate 2 (off)	0.00	

コントロール テーブル タイトル

画面に表示されている設定値

現在画面に表示されていない設定値

- ・ コントロールテーブルタイトル - この行はテーブルの名前を示します。テーブルのタイトル以外の部分を上下に移動しても、タイトル行は動きません。
- ・ 画面に表示されている設定値 - ディスプレイには4行が表示されます。1行はタイトルに使用され、残りの3行に設定値が表示されます。Temp 行には現在の実測値も表示されています。
- ・ 現在画面に表示されていない設定値 - このテーブルには、6行の設定値があります。下の3行は、必要に応じて表示ウィンドウ内に移動できます。

インストールされた機器

装置に表示されるものは、実際に存在するアイテムのコントロールテーブルだけです。インストールされていない注入口、検出器、または他のデバイスのコントロールテーブルを表示することはできません。

[Status] や [Config] など、多数の装置の機能を表示するコントロールテーブルは、インストールされているアイテムだけを表示します。したがって、本書の表示例の多くは、ご使用の装置の実際の表示とは多少異なります。

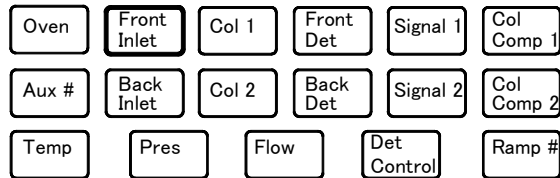
コントロールテーブルの使用

装置を設定するための一般的な手順を以下に示します。

1. キーを押して必要なコントロールテーブルを呼び出します。コントロールテーブルがディスプレイに表示されます。1行目はテーブルの名前を示すタイトルです。
2. テーブル内の設定値を確認します（長いテーブルの場合は、テーブルを上下にスクロールする必要があります）。
3. テーブル内の選択した設定値を編集します。
4. 他のテーブルでもこの手順を繰り返して、希望する値に設定します。
5. サンプルを分析します。

テーブル方式の利点は、関連する設定値をグループにまとめることができることです。このため、各設定値についてキーシーケンスを実行しなくても、設定値を迅速かつ簡単に確認し、値を変更できます。

例えば、フロント注入口の設定を行うには、[Front Inlet] を押します。



フロント位置の注入口タイプのコントロールテーブルがディスプレイに表示されます。[図 1.](#) に、エレクトロニックニューマティックコントロール (EPC) を使った 3 種類の注入口コントロールテーブルを示します。

クールオンカラム

FRONT INLET (COC)		
Mode:	Track oven	
Temp	53	53 <
Pressure	10.0	10.0 <

ページパックド

FRONT INLET (PP)		
Temp	250	250 <
Pressure	10.0	10.0
Total flow	5.0	

スプリット / スプリットレス

Mode:	Split	
Temp	250	250 <
Pressure	10.0	10.0
FRONT INLET (S/SL)		
Split ratio	100	
Split flow	76.6	
Tot flow	80.4	80.4
Gas saver	On	
Saver flow	20.0	
Saver time	2.0	

テーブルの最上部。スクロールキーを使用して、ディスプレイの中に移動できます。

タイトル行は移動しません。

ディスプレイ内にはテーブル内の3行を表示できます。

テーブルの最下部。スクロールキーを使用して、ディスプレイの中に移動できます。

図 1. 各種の注入口コントロールテーブル

スクロールキー（▲ および ▼）を使用して、カーソル（<）を変更したい行に移動して新しい値を入力し、[Enter] を押します。テーブルが希望の内容となるまで、この手順を繰り返します。

テーブルの内容は、選択したモードと装置のコンフィグレーションによって異なります。個々のユーザのテーブルは、上に示した例とは少し違っているかもしれません。

詳細情報

ガスコントロール

EPC 仕様の GC は、EPC (Electronic Pneumatic Control) を使用して、キーボードからすべてのガスの流量 - 注入口、検出器、および 3 つの Aux 流量 - をコントロールできます。EPC によって、流量と圧力の設定ができるだけでなく、各種のプログラムモードも使用できます。

マニュアル仕様の注入口と検出器は、流量コントローラ、圧力調整器、および外部の流量計を使用して、従来の方法で操作します。キーボードから使用できるのは、ON/OFF コントロールのみです。

カラム

定流量、流量プログラム、定圧力または圧力プログラムを指定して、カラム内のキャリアガスの状態をコントロールすることができます。EPC 注入口システムでは、温度プログラムを実行中でも、常に設定した状態を維持します。

カラムの設定を行ってから、注入口の設定を行ってください。

シグナル

シグナルとは、他のデバイスに処理させるために GC から送信されるデータです。アナログとデジタルの多種類のシグナルを選択できます。

オートメーション

ランタイムテーブルは、注入時からの指定された時間にコマンドを実行します。クロックタイムテーブルは、指定された日時の時間にコマンドを実行します。

メソッドとシーケンス

アクティブメソッドとは、現在 GC をコントロールしている、一連のコントロールテーブルと設定値です。アクティブメソッドを含めて最大 5 つまでのメソッドをメモリに保存できます。

シーケンスとは、サンプル位置と、サンプルの分析に使用されるメソッドのリストです。最大 5 つまでのシーケンスを保存できます。サンプルは、液体オートサンプラから得られたものでも、ストリームセレクトバルブを使用してサンプリングバルブから得られたものでもかまいません。急ぎのサンプルを分析したいときは、シーケンスを中断できます。

バルブ

スイッチングバルブによって、複数のカラムを用いた分析を実行できます。ガスサンプリングバルブは、マニュアルで使用することも、マルチポジションストリームセレクションバルブと併用することもできます。マルチポジションバルブを使用する場合は、シーケンスと組み合わせて、サンプルの選択と分析をコントロールできます。

ヒント

本装置は、一連のコントロールテーブルによってコントロールされます。各コントロールテーブルには、関連する設定値のグループが含まれています。GC をコントロールするには、分析の必要性に応じて、コントロールテーブルを表示し、編集します。その際のヒントを次にいくつか示します。

- 多くのテーブルの内容は、現在インストールされている機器によって異なります。GC は装置の構成要素の多くを自動的に認識しますが、一部の情報（使用するキャリアガスの種類など）はユーザが入力しなければなりません。装置を使用する前に、必ず装置の構成要素をコンフィグレーション（定義）してください。
- 分析条件の設定を行うときは、最初にキャリアガス、次にカラムモード、最後に注入口を設定してください。検出器はいつでも設定できます。
- [Config] キーを使用して、コンフィグレーションの内容を定期的に確認してください。
- [Info] キーを使用して、設定値の範囲、次に実行する操作、およびその他のアドバイスを示すヘルプを表示できます。
- 多くの設定値は、ユーザが選択リストから選択する必要があります。[Mode/Type] キーを使用して、選択リストを表示できます。設定値に数値や [On]/[Off] 以外の値を入力する必要がある場合は、[Mode/Type] キーを押して、選択メニューがあるかどうか確かめてください。

メンテナンス情報

ヒューズおよびバッテリー

GC が正しく動作するには、ヒューズおよびバッテリーが必要となります。ヒューズおよびバッテリーは、必ずサービス担当者より入手してください。

表 1. メインボードヒューズおよびバッテリー

ヒューズ仕様	ヒューズの定格とタイプ
F1, F2, F3, F4	8A、250 Vac、IEC 127 タイプ F (タイムディレイなし)、ガラスボディ
バッテリー仕様	バッテリーの定格とタイプ
BT1	3V リチウムバッテリー、パナソニック BR3032

表 2. AC ボードヒューズ

ヒューズ仕様	電源電圧	ヒューズの定格とタイプ
F1, F2	120 V	20A、AC250V、IEC 127 タイプ F (タイムディレイなし)、セラミックボディ
F1, F2	200V ~ 240V	15A、AC250V、IEC タイプ F (タイムディレイなし)、セラミックボディ
F3, F4	全電圧	8A、AC250V、IEC タイプ F (タイムディレイなし)、ガラスボディ

メンテナンススケジュール

メンテナンスの周期は以下の要因により異なります：

- ・ GC を使用する頻度
- ・ 注入するサンプルの種類
- ・ マニュアルで注入されているか、自動で注入されているか
- ・ 装置は複数のアプリケーションで使用されているか、専用機として使用されているか
- ・ ほこり、外気温度など、その他の環境による要因

表 3. メンテナンススケジュール

メンテナンスの頻度	項目
毎日	セプタム交換、キャリブレーションサンプル分析、カラムナット1とライナの気密をチェック ¹
毎週	ガラスライナとOリングの交換(できることなら)
毎月	スプリット/スプリットレス注入口ベントライントラップをクリーニング 水素の漏れチェック。ガス供給源からのすべての接続をチェック。注入口およびカラム接続(注入口と検出器)の漏れチェック
3ヶ月毎	ガスポンベの交換 ²
半年毎	検出器の清掃。
毎年	内蔵および外付けのトラップ類やケミカルフィルタの再生または交換

¹ 温度プログラミング分析で Vespel あるいはグラファイト入り Vespel フェラルを使用する場合は非常に重要です

² 通常の使用では、A サイズのポンベでは 2 台のデュアルチャンネルガスクロマトグラフを、およそ 3 カ月間を使用できるでしょう。圧力が 500 psig より低くなったら、ポンベを交換します。

一般的な警告

GC の内部では多くの部分で危険な高電圧がかかっています：

GC に電源が接続されていると、電源スイッチを OFF にした状態でも、以下の部分には危険な電圧がかかっています：

- ・ 検出器電源コードから電源スイッチまでの配線
- ・ GC 電源コードから AC 電源までの配線、AC 電源自体。および AC 電源から電源スイッチまでの配線。

GC の電源スイッチが ON になっていると、以下の部分には危険な電圧がかかっています：

- ・ 装置内にあるすべての電子回路ボード
- ・ これらのボードを接続している内部配線やケーブル

警告

これらすべての部品はカバーに覆われて遮蔽されています。カバーは定まった位置に正しく取り付けて、危険な電圧に接触する事故が起こらないようにしてください。特に指示のない限り、検出器、注入口、オープン電源を Off にしない場合は、決してカバーを取り外さないでください。

電源コードが絶縁不良になったり、古くなってきたら、コードを交換する必要があります。ご担当の弊社サービスエンジニアにご連絡ください。

静電気による放電は GC のエレクトロニクスを損傷します。

静電気による放電は GC 内部のプリント回路 (PC) 基板に損傷を与えるおそれがあります。必ずしも必要でない限り、これらのボードに触ってはいけません。これらのボードを取り扱う場合は必ず接地したリストストラップを着用し、ボードはその両端を持ってください。エレクトロニクスサイドパネルを取り外す必要がある場合も、必ず接地したリストストラップを着用します。

多くの部分が高温で危険です

稼働中に GC は多くの部分が高温になっており、火傷の危険があります。高温になる部品には以下のものがありますが、この限りではありません：

- ・ 注入口
- ・ オープン
- ・ 検出器
- ・ カラムを注入口や検出器に取り付けているカラムナット

これらの部分で作業する場合は、必ず、GC のこれらの高温表面を室温に冷却します。より速やかに冷却するには、加熱ゾーンの温度を室温にセットします。設定温度に達した後、ゾーンを OFF にします。高温の部品でメンテナンスを実施しなくてはならない場合は、レンチを使用し、手袋を着用してください。メンテナンス作業をするときはいつでも、作業の前にできる限り作業する部分を冷却しておいてください。

警告

装置の背面で作業をする場合は気を付けてください。オープンの冷却サイクル中は、GC から高温の排気ガスが放出され火傷のおそれがあります。

注入口、検出器、バルブボックスや断熱カップ周辺の断熱材は耐火性セラミックファイバーで作られています。ファイバー粒子の吸引を避けるため、以下の予防措置をお勧めします：作業エリアを換気します。長袖の服、手袋、安全眼鏡と使い捨てのダスト/ミスト呼吸器を着用します。不用になった断熱材は密閉したプラスチック袋に入れて処分します。断熱材を扱う作業を終えたら、低刺激性の石鹼と冷水で手を洗います。

GC をシャットダウンするには

一週間未満の場合

GC を使用していない場合も常にスイッチは入れておくことができます。GC を使用しない期間が一週間未満の場合は、以下のようにしてガスや電気を節約します：

- ・ 検出器、注入口、カラム温度を 150 ~ 200 °C に下げ、消費電力を節約します。
- ・ 酸素や水素などの、腐蝕性または潜在的に危険性のあるガスを供給源で OFF にします。
- ・ キャリアガスやメークアップガスの流量を少なくします。
- ・ 冷却用冷媒をその供給源で OFF にします。

警告

GC を長期間、無人で放置する場合は、可燃性ガスを流したままにしないでください。可燃性ガスが漏れると火災または爆発のおそれがあり危険です。

装置を低温に維持し、キャリアガスとメイクアップガスの流量を減らすことにより、カラム、注入口、検出器内に不純物が発生するのを防ぎます。

一週間より長い期間の場合

1. すべての加熱ゾーンを室温にセットし、検出器サポートガスを OFF にします。キャリアガスは流したままにしておきます。
2. GC が室温まで冷却されたら、GC の電源を OFF にします。
3. すべてのガス供給と冷却冷媒を、その供給源で止めます。
4. カラムを取り外し、その両端をキャップして汚染を防ぎます。カラムは涼しい乾燥した場所に保管します。
5. 汚染を避けるため、注入口と検出器のカラム取り付け口にキャップを取り付けます。
6. GC からガス供給配管を取り外す場合は、GC の背面パネルと注入口マニホールドのガス取り入れ口にキャップを取り付けます。
7. 必要に応じて、スプリットベントトラップのフィルターカートリッジを交換しておきます（取り付けられている場合）。

2 キーボードとディスプレイ

ディスプレイ

ステータスボード

キーボード

インスタントアクションキー [Start],
[Stop], および [Prep Run]

ファンクションキー

ショートカットキー [Temp], [Pres],

[Flow], [Det Control], [Ramp #]

[Temp], [Pres], [Flow]

[Det Control]

[Ramp #]

[Info]

[Status]

レディ / ノットレディステータステー
ブル

設定値ステータステーブル

手順：設定値ステータステーブルの
設定

その他のキー

[Time]

手順：時間と日付の設定

手順：ストップウォッチの使用法

手順：[Post Run] の設定

[Run Log]

[Options]

[Config]

拡張キー

[Mode/Type]

[Clear]

[Delete]

[.]

[-]

保存キーと自動化キー

デフォルトパラメータ

手順：デフォルトパラメータの読み
込み

キーボードとディスプレイ

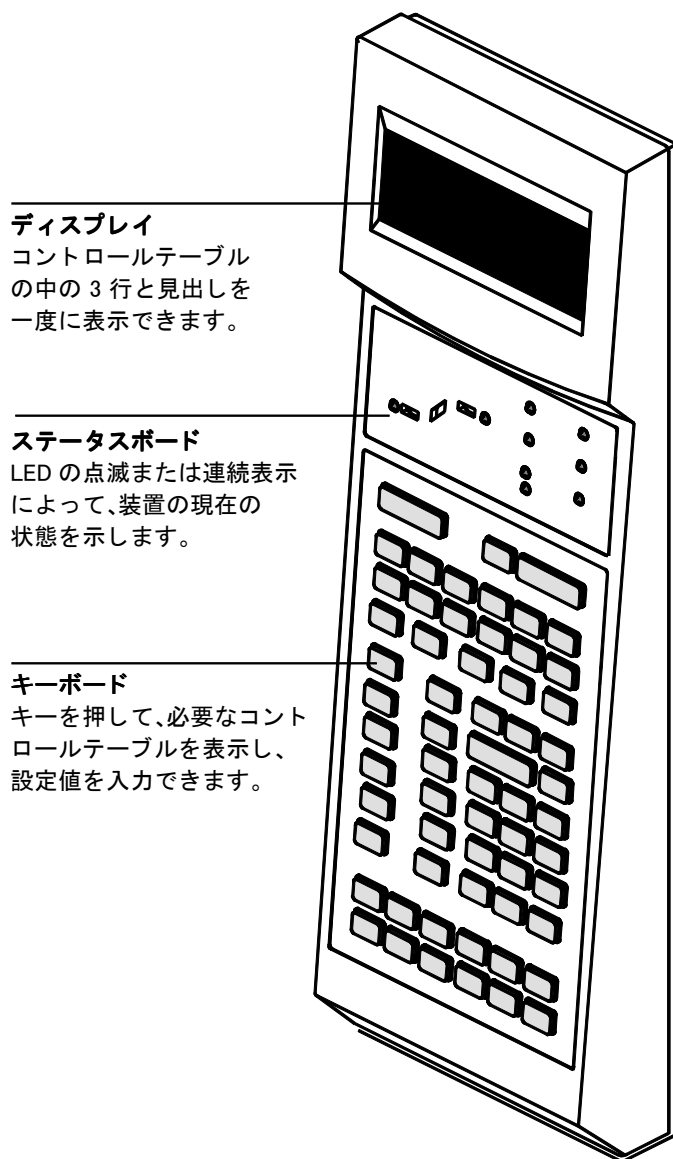


図 2. GC コントロール

ディスプレイ

ディスプレイは、コントロールテーブルを表示するためのウィンドウです。1行目はタイトルを表示し、その他の行はテーブルの内容を表示します。テーブルが3行を超える場合は、スクロールキーを使用して、隠れた行を表示できます。

スクロールキー (▲、▼)

コントロールテーブルをディスプレイウィンドウで上下に移動させます。

カーソル (<)

編集位置にある行を示します。キーボードから行われた変更は、「カーソルのある」行に適用されます。

アスタリスク (*)

点滅するアスタリスクは、[Enter] を押して設定値を保存するか、または [Clear] を押して入力をキャンセルします。それが行われるまでは他の作業を実行できません。

COLUMN 1			
Dim	10.0 m	320 u	
Pressure	0.0	Off	
Flow			1 *
Velocity		0.0	
Mode: Constant flow			

このアスタリスクが点滅している場合は、[Enter] または [Clear] を押すまでは他の操作はできません。

Mode/Type テーブルの左側にあるアスタリスクは、現在選択されているモード/タイプを示します。

COLUMN 1			
Dim	10.0 m	320 u	
Pressure	0.0	Off	
Flow			1 <
Velocity		0.0	
Mode: Constant flow			

[Mode/Type] を2回押します。

COLUMN 1 MODE		
Constant pressure		<
*Constant flow		
Ramped pressure		
Ramped flow		

装置の警告音

ガスの流量が設定値に達しない場合は、装置は断続的な警告音を発します。1～2分後に、ガスの流れが遮断されます。

水素がシャットダウンされるか、またはサーマルシャットダウンが発生した場合は、装置は連続的な警告音を発します。警告音を止めるには、[Clear]を押します。

その他のタイプのフォルト、警告、またはシャットダウンの場合は、装置は1回の警告音を発します。

設定値の点滅

ガス、マルチポジションバルブ、またはオープンがシステムによってシャットダウンされた場合、コントロールテーブルの該当する行で Off が点滅します。これによって、問題が発生した箇所を確定できます。

流路のシャットダウンが発生した場合、またはTCD フィラメントなどの検出器の他の部分に障害が発生した場合は、検出器の ON/OFF 行が点滅します

実測値と設定値

コントロールテーブル内の1行に2つの値がある場合は、常に左の値が実測値、右の値が設定値です。値が1つだけの場合は、テーブルによって実測値または設定値のいずれかです。コントロールテーブルによっては - 例えばカラムコントロールテーブルの場合 - 一番右の値が実測値と設定値の両方を示すこともあります。

FRONT INLET (PP)		
Temp	250	250 <
Pressure	10.0	10.0
Total flow	5.0	

実測値
設定値
実測値

COLUMN 1		
Dim	30.0 m	320 u
Pressure	10.0	10.0
Flow	1.7	
Velocity	51	
Mode: Constant pressure		

実測値
設定値
設定値と実測値

メッセージ

Caution は、装置が正しく設定されていないことを示すメッセージです。Caution は、次の場合に表示されます。

- ・ [Column 1] と [Column 2] の両方が 1 つの注入口または 1 つの検出器に設定されている。
- ・ Aux 流量チャンネルを注入口として使用する場合に、Aux キャリアガスタイプが空気に設定されている。空気をキャリアガスとして使用することはできません。

Caution:

```
CAUTION:
Column 1 & 2 are
connected to the
same detector
```

Caution を消去するには、[Clear] を押します。この場合は、必要に応じて装置を再設定することも、現在のコンフィグレーションで作業を続けることもできます。

ERROR メッセージは、次の場合に表示されます。

- ・ 入力した設定値が許容範囲外である。
- ・ 要求した動作をサポートするハードウェアが装置上に存在しない。

ERROR メッセージ:

```
ERROR:Out of Range
0 to 120 deg C/min
0=Off
```

ERROR メッセージを消去するには、[Clear] を押します。この場合は、作業を続ける前に、新しい設定値を入力するか、ハードウェアを変更するか、または装置を再設定しなければなりません。

SHUTDOWN、Fault、または Warning が発生した場合には、**ポップアップ**メッセージが表示されます。このメッセージは、エラーのタイプとエラーについての簡単な説明を示します。エラーの詳細については、[「Warning \(警告\)」](#)を参照してください。

ポップアップメッセージ:

```
SHUTDOWN (# 6):

Back inlet
flow shutdown
```

ポップアップメッセージを消去するには、[Clear] を押します。

ステータスボード

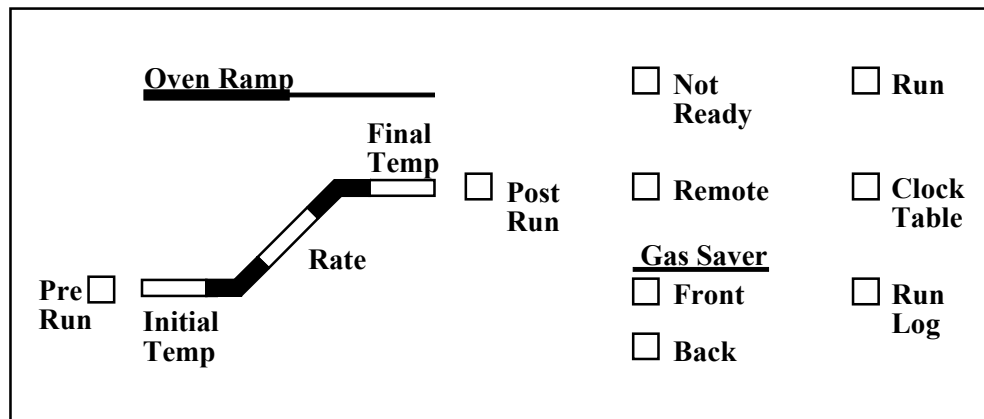


図 3. ステータスボード

表 4. 表示 LED

LED	説明
Pre Run	GC がプレラン状態のとき ([Prep Run] を押した後) に点灯します。詳細については、 279 ページ を参照してください。
Oven Ramp LEDs	オープン温度プログラムの進行状態を示します。オープンの温度がプログラムに従っていない場合は、Rate の LED が点滅します。
Post Run	装置がポストランを実行しているときに点灯します。
Not Ready	GC がまだ分析を実行する準備ができていないときに点灯します。装置に 1 つ以上のフォルト状態が発生した場合は、この LED が点滅します。[Status] キーを押して、どのパラメータが設定値になっていないのか、またどのようなフォルトが発生したのかを確認してください。
Run	装置が分析中である場合に点灯します。
Remote	リモートデバイスとの通信が設定されていることを示します。
Clock Table	クロックテーブルにエントリがあることを示します。
Gas Saver	フロントまたはバックの注入システム的气体セーバが ON になっていることを示します。
Run Log	ランログにエントリがあることを示します。この情報は、GLP (Good Laboratory Practice) 標準に使用できます。

キーボード

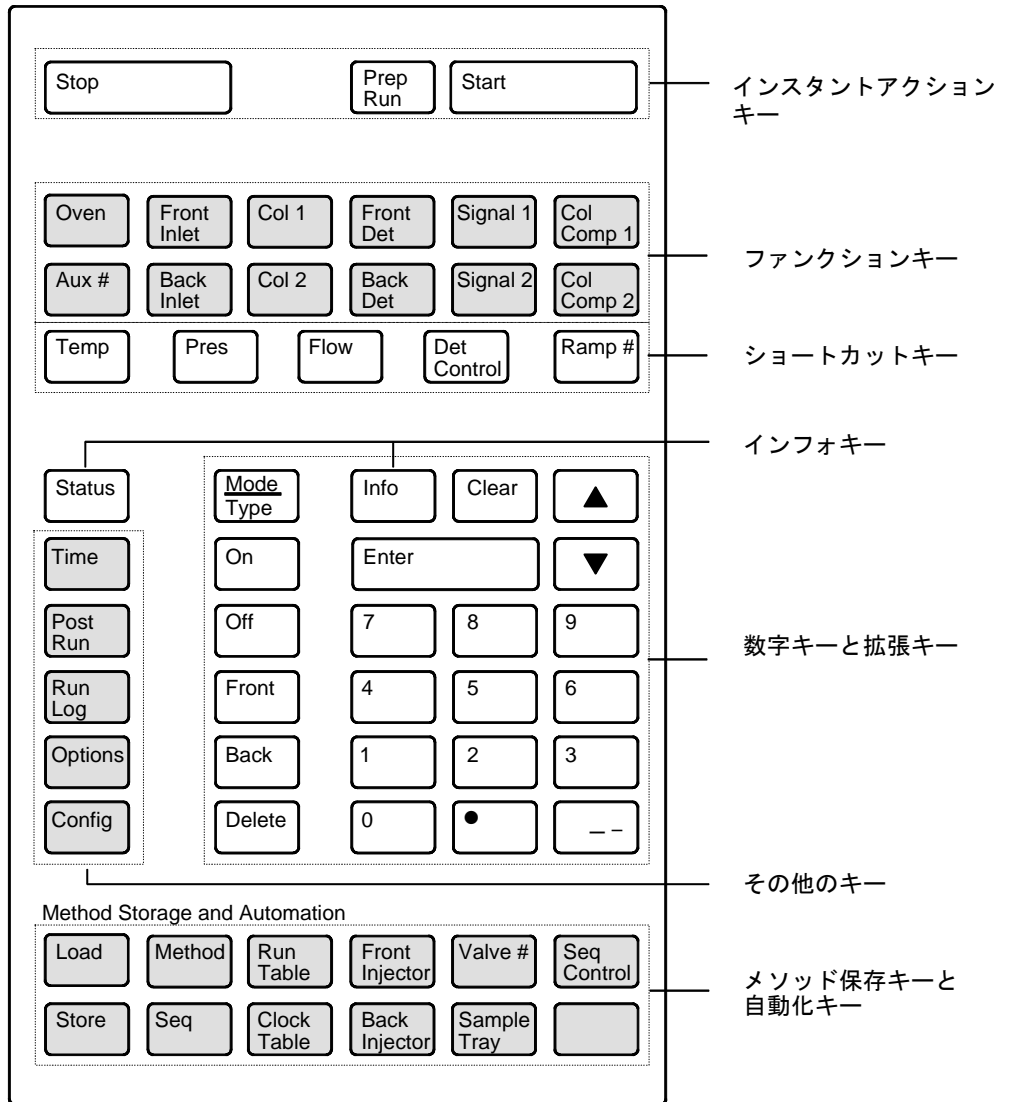


図 4. キーボード

インスタントアクションキー [Start], [Stop], および [Prep Run]

インスタントアクションキーは、装置に何らかの動作をただちに実行させます。

[Start] と [Stop]

あらゆるタイプの実行を開始および停止します。[Stop] は、プレラン、ポストラン、または停電回復をキャンセルし、ローカルシーケンスを中断します。

[Prep Run]

次のいずれかの機能を使用している場合は、[Prep Run] を押して分析開始の準備をする必要があります。

- ・ ガスセーバ - ガスセーブフローをキャンセルし、注入口流量を設定値まで上げます。
- ・ スプリットレス注入 - パージバルブを閉じます。
- ・ パルスドスプリットまたはパルスドスプリットレス注入 - 注入口圧力をパルスド設定値まで上げます。
- ・ ソルベントベント注入 - [Prep Run] によって、ベント圧力の設定値に対する注入圧力およびベント流量の設定値に対するスプリットベント流量が変更されます。

[Prep Run] を押すと、*Pre Run* ライトが点灯します。この LED が点滅している間は、装置は分析の準備中で、([Prep Run] に関連する設定値以外の) 設定値に達するのを待っている状態です。これらが設定値に達すると、この LED は点灯したままになり、プレランイベントが実行されます。6 秒の安定時間後に、装置は分析開始の準備が完了し、*Not Ready* ライトが消えます。

Pre Run ライトの点滅中に [Prep Run] キーを押すと、装置のすべての設定が設定値に達していない状態でも、LED の点滅が止まります。この時点で、スプリット/スプリットレス注入口のガスセーバ部とパージバルブ部は分析開始の準備ができています。

ほとんどの自動注入システムでは、[Prep Run] キーを使用する必要はありません。ただし、ご使用のサンプラまたは自動コントローラ（例えば、インテグレートまたはワークステーション）が Prep Run 機能をサポートしていない場合は、本装置を Auto Prep Run に設定しなければなりません。[56 ページの \[Config\]](#) の例を参照してください。

ファンクションキー

[表 5.](#) は、ファンクションキー、キーの使用法の簡単な説明、および参照箇所の一覧です。

表 5. ファンクションキー

キー	使用法	参照
[Oven]	オープン温度を設定する（定温分析と温度プログラム分析の両方）。	「カラムオープン」
[Aux #] [1] [Aux #] [2]	加熱バルブボックス、質量選択検出器、原子発光検出器のトランスファライン、または「unknown」デバイスなどの、温度ゾーンをコントロールする。温度プログラミングができる。	「バルブのコントロール」
[Aux #] [3], [Aux #] [4], [Aux #] [5]	注入口、検出器、または他のデバイスに、供給されるガスをコントロールする。圧力プログラミングができる。	「流量と圧力のコントロール」 および 「バルブのコントロール」
[Front Inlet] [Back Inlet]	注入口操作パラメータをコントロールする。	「スプリット / スプリットレス注入口」 、 「バックドカラム注入口」 、 「クールオンカラム注入口」 、 「プログラマブル加熱気化注入口」 、 「ボラタイルインレット」 、 「マニュアル注入口」 、 「ニューマティックコントロールモジュール」
[Col 1]、 [Col 2]	カラムの圧力、流量、または線速度をコントロールする。圧力または流量のプログラムを設定することができる。	「流量と圧力のコントロール」 、 「スプリット / スプリットレス注入口」 、 「バックドカラム注入口」 、 「クールオンカラム注入口」 、 「プログラマブル加熱気化注入口」 、 「ボラタイルインレット」 、 「マニュアル注入口」 、 「ニューマティックコントロールモジュール」 、 「水素炎イオン化検出器 (FID)」 、 「熱伝導度検出器 (TCD)」 、 「窒素リン検出器 (NPD)」 、 「マイクロセル 電子捕獲検出器」 、 「炎光光度検出器 (FPD)」
[Front Det]、 [Back Det]	検出器操作パラメータをコントロールする。	「水素炎イオン化検出器 (FID)」 、 「熱伝導度検出器 (TCD)」 、 「窒素リン検出器 (NPD)」 、 「マイクロセル 電子捕獲検出器」 、 「炎光光度検出器 (FPD)」
[Signal 1]、 [Signal 2]	通常はフロント検出器またはバック検出器にシグナルを割り当てる。	「シグナル処理」
[Col Comp 1]、 [Col Comp 2]	カラム補正プロファイルを作成する。	「シグナル処理」

ショートカットキー [Temp], [Pres], [Flow], [Det Control], [Ramp #]

テーブル内の設定値にすばやくアクセスします。

[Temp], [Pres], [Flow]

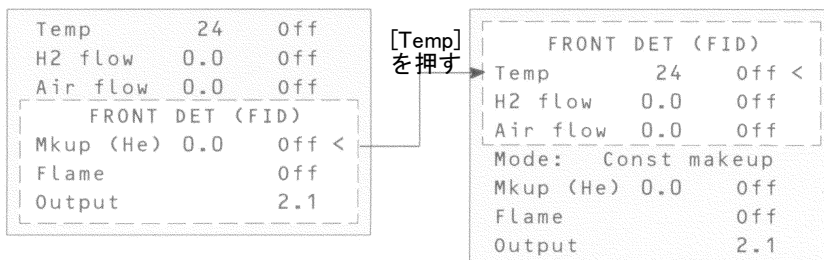
ディスプレイにコントロールテーブルが表示されていない場合、これらのショートカットキーを押すと、次の設定値が表示されます。

- [Temp] オープン温度
- [Pres] フロント注入口の圧力（フロント注入口が設置されていない場合は、バック注入口の圧力または Aux チャンネルの圧力）
- [Flow] 注入口が EPC 仕様の場合は、カラム 1 またはカラム 2 の流量。
注入口が EPC 仕様でない場合は、デフォルトによりフロント検出器またはバック検出器の流量。

表示中のコントロールテーブルにショートカットキーのパラメータが含まれている場合は、カーソルはその行にジャンプします。

[Front Det] テーブルが表示され、
カーソルが Mkup (He) 行にある

カーソルが Temp に移動



表示中のテーブルに必要なパラメータがない場合には、キーを使用して適切なテーブルを表示します。例えば、オープンコントロールテーブルが表示されているとき

キーボードとディスプレイ
ショートカットキー [Temp], [Pres], [Flow], [Det Control], [Ramp #]

に [Pres] を押すと、フロント注入口コントロールテーブルが表示され、Pressure の行にカーソルが表示されます。

[Oven] テーブルが開いている

OVEN		
Temp	24	50
Init time	5.00	
Rate 1		10 <
Final temp 1	150	
Final time 1	5	
Rate 2 (off)	0.00	

[Front inlet] テーブルが開く

FRONT INLET (S/SL)		
Mode:	Splitless	
Temp	24	Off
Pressure	0.0	Off <
Purge time	0.00	
Purge flow	0.0	
Total flow	0.0	
Gas saver	Off	

[Pres]
を押す

[Det Control]

検出器コントロールテーブルの表示中に [Det Control] を押すと、カーソルはその検出器の ON/OFF コントロールに移動します。

**[Front Det] テーブルが開いて、
カーソルが Temp 行にある**

FRONT DET (TCD)		
Temp	24	Off <
Ref flow	0.0	Off
Mkup (He)	0.0	Off
Filament	Off	
Output	2.1	
Negative polarity	Off	

[Det Control] を押すと

Temp	24	Off
Ref flow	0.0	Off
Mkup (He)	0.0	Off
FRONT DET (TCD)		
Filament	Off	<
Output	2.1	
Negative polarity	Off	

カーソルは Filament 行
(熱伝導度検出器の ON/OFF 行)
に移動

検出器テーブル以外のコントロールテーブルの表示中に、[Det Control] を押すと、フロント検出器 (フロント検出器が設置されていない場合はバック検出器) コント

キーボードとディスプレイ
ショートカットキー [Temp], [Pres], [Flow], [Det Control], [Ramp #]

ロールテーブルが表示されます。カーソルは、その検出器の ON/OFF コントロール行
に表示されます。

[Front Inlet]

FRONT INLET (S/SL)		
Mode:	Splitless	
Temp	24	Off <
Pressure	0.0	Off
Purge time	0.00	
Purge flow	0.0	
Total flow	0.0	
Gas saver	Off	

[Det Control]

Temp	24	Off
H2 flow	0.0	Off
Air flow	0.0	Off
Mode:	Const makeup	
Mkup (N2)	0.0	Off
FRONT DET (FID)		
Flame		Off <
Output (off)	0.0	

カーソルは Flame 行 (FID 検出器の ON/OFF コントロール行
に移動します。

[Ramp #]

温度、流量、または圧力のプログラムを含まないコントロールテーブルの表示中に [Ramp #] と数字キーを押すと、オープンコントロールテーブルが表示されます。プログラムが指定されていない場合は、カーソルは Rate 1 (off) 行に表示されます。

[Ramp # [2]] と押すと

```
OVEN
Rate 1 (off) 0.00 <
```

オープンコントロールテーブルが表示されます。このテーブルでは温度プログラムが設定されていないため、カーソルは Rate 1 (off) 行に表示

温度、流量、または圧力のプログラムを含むコントロールテーブルの表示中に [Ramp #] (1 ~ 6) と押すと、カーソルは指定したランプ番号の最初の行に移動します。指定したランプ番号が存在しない場合は、カーソルはそのコントロールテーブル内の最上のランプ番号に移動します。

[Col 1] テーブルが表示されて、
カーソルが Pressure 行にある

```
COLUMN 1
Dim 10.0 m 320 u
Pressure 10.0 10.0 <
Flow 1.7
Velocity 51
Mode: Ramped pres
Init Pres 10.0
Init time 2.0
Rate 1 10.0
Final pres 1 20.00
Final time 1 15.00
Rate 2 (off) 0.00
```

[Ramp #] [2] と押すと

```
Dim 10.0 m 320 u
Pressure 10.0 10.0
Flow 1.7
Velocity 51
Mode: Ramped pres
Init Pres 10.0
Init time 2.0
Rate 1 10.0
Final pres 1 20.0
Final time 1 15.0
COLUMN 1
Rate 2 (off) 0.00 <
```

カーソルは Rate 2 行に移動

[Info]

アクティブパラメータ（カーソルのある行）に関する情報を示す、語句／文脈対応のヘルプです。

情報メッセージは、次のいくつかの形式で表示されます。

- ・ 定義
- ・ 設定値の範囲
- ・ 次に実行する操作

表示されているコントロールテーブルに応じて、次のような場合があります。

[Info] を押してみてください。

定義:

```
SPLIT RATIO INFO
Split flow divided
by column flow.
0.1 to 7500
```

設定値の範囲:

```
ERROR: Out of range
0 to 999.99 minutes
```

次に実行する操作:

```
MODE/TYPE INFO
* is present mode.
Move cursor to new
mode and press ENTER
```

[Status]

[Status] キーには、2つのテーブルが関連付けられています。キーを押すことによって、2つのステータステーブルを切り換えることができます。

レディ / ノットレディステータステーブル

このテーブルは、*Not Ready* 状態のパラメータをリストするか、または *Ready for Injection* メッセージを表示します。フォルト、警告、またはメソッド不適合がある場合は、このテーブルに表示されます。ノットレディ、フォルト、および警告ステータスの表示の詳細については、[199 ページ](#) および [238 ページ](#) を参照してください。メソッド不適合表示については、[199 ページ](#) を参照してください。

Ready for injection 表示

```

STATUS
Ready for Injection
WARNING(S):
Sig 1 buffer full
    
```

Ready 表示 - 警告がないかどうか確認

Not ready 表示

```

STATUS - Not Ready
Oven temp
Back det shutdown
FAULT(S):
B TCD filament short
WARNING(S):
Sig 1 buffer full
METHOD MISMATCH(ES):
Oven maximum temp
    
```

Not ready 表示 - 準備ができていない項目
Not Ready が表示された場合は、
フォルトまたは警告がないか確認

Fault - ユーザの処置を必要とする問題。

警告 - 分析は実行できるが、
ユーザの注意を必要とする問題。

Method mismatch - メソッドの読み込み
または電源投入後、ハードウェアまたは
ユーザが入力したコンフィグレーション
に変更があった場合は、メソッド不適合
メッセージが表示される。

設定値ステータステーブル

このテーブルは、装置のアクティブなコントロールテーブルから集められた設定値をリストします。このテーブルを使用すれば、複数のコントロールテーブルを表示しなくても、必要な設定値を分析中にすばやく表示できます。

STATUS	
Oven temp	250 250
Sig 1 Back	30
Column 2 flow	0.8
B inlet P10.0	10.0
Time left	9.50

手順：設定値ステータステーブルの設定

リストの順番を変更できます。テーブルを開いたときに、最も重要な3つの設定値がウィンドウ内に表示されるようにします。

1. [Config] [Status] と押します。
2. 最初に表示させたい設定値にスクロールして、[Enter] を押します。指定した設定値がリストの一番上に表示されます。
3. 2番目に表示させたい設定値にスクロールして、[Enter] を押します。指定した設定値がリストの2番目のアイテムになります。
4. 同じ操作を繰り返して、リストを希望する順番に変えます。

[Config][Status] と押します。

a. Signal 1 にスクロールして [Enter] を押す。**b.** Signal 1 がリストの最初の項目になる。

CONFIGURE STATUS	
Oven temp	
Column 1 flow	
Signal 1	<
Signal 2	
Front inlet pres	
Time left	

CONFIGURE STATUS	
Signal 1	<
Oven temp	
Column 1 flow	
Signal 2	
Front inlet pres	
Time left	

その他のキー

[Time]

コントロールテーブルにはタイトルはありません。最初の行は常に現在の日付と時間を表示し、最後の行は常にストップウォッチを表示します。中間の2行の内容は、以下に示されるように変わります。

分析間の時間表示

10:00:29	18 Mar 95	—	実際の時間と日付
Last runtime	18.05	—	前回および次回のランタイムの表示(分単位)
Next runtime	80.00	—	
t=0:00.0	1/t= 0.00	<	ストップウォッチ

分析中の時間表示

Elapsed time	18.05	—	分析中に経過した時間をカウント
Time left	71.95	—	分析の残り時間をカウント

ポストラン中の時間表示

Last runtime	20.04	—	前回のランタイムの表示
Post time	8.77	—	ポストランの残り時間をカウント

手順：時間と日付の設定

[Config][Time] と押す

CONFIGURE TIME				
Time (hhmm)	0825	<	—	新しい時間を入力
Date (ddmmyy)	180395		—	新しい日付を入力

手順：ストップウォッチの使用法

ストップウォッチモードでは、時間（0.1 秒まで）と時間の逆数

（0.01 分⁻¹まで）の両方が表示されます。ストップウォッチは、石鹼膜流量計で流量を測定するときに使用します。

1. [Time] キーを押し、時間コントロールテーブルのストップウォッチ行にスクロールします。
2. [Enter] を押してストップウォッチをスタートします。
3. もう一度 [Enter] を押してストップします。
4. [Clear] を押してゼロに設定します。

ストップウォッチの計時中に他の機能にアクセスできます。もう一度 [Time] を押せば、ストップウォッチ表示に戻ります。

手順：[Post Run] の設定

このキーを使用して装置をプログラムし、分析後にカラムの焼き出しができます。ポストランの設定を行うには、次の手順を実行します。

1. [Post Run] を押します。



Time が 0.00 に設定されているときは、このコントロールテーブルの他の行は使用できません。

2. ポストラン（カラム焼き出し）時間を分単位で入力します。



Time の設定値を入力すると、コントロールテーブルの他の行が使用できるようになります。

3. オープン温度とカラム圧力を入力します。

```

POST RUN
Time          10.00
Oven temp     250 <
Column 2 pres 15.0
    
```

これで、装置は分析終了後 10 分間、オープン温度を 250 °C に保ち、カラム 2 のヘッド圧力を 15.0 psi にプログラムされました。

ポストラン中は、ステータスボード上の Post Run ライトが点灯します。
ポストラン中に [Time] を押すと、ポストランの残り時間が表示されます。

[Run Log]

前回の分析中に起こった、メソッドからの逸脱（キーボード入力によるものを含む）は、ランログテーブルにリストされます。ランログエントリは最大 50 個まで格納できます。ランログ情報は、GLP (Good Laboratory Practice) 標準に使用できます。ランログは、ワークステーションに読み込むことも、インテグレータ上でプリントアウトすることもできます。

[Run Log] を押します。

```

RUN LOG (1 of 3)
Not ready:
Multiposition valve
at runtime      0.00
RUN LOG (2 OF 3)
Not ready:
Oven temp       26
at runtime      0.00
RUN LOG (3 of 3)
Valve 4 setpt:
Valve           0N
at runtime      0.05
    
```

Run Log ライトが点灯している場合は、進行中の分析のランログに 1 つ以上のエントリが記録されています。ランログは、次の分析の開始時にクリアされます。

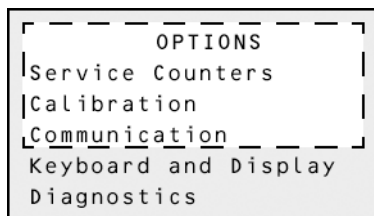
分析中にメソッドからの逸脱が記録されていない場合は、表示は次のようになります。



[Options]

オプションキーを使用して、装置パラメータの設定オプションにアクセスできます。

[Options] を押します。



表示を希望する行にスクロールして [Enter] を押し、関連するコントロールテーブルにアクセスします。

Calibration

キャリブレーションを実行できるパラメータのリストを表示します。キャリブレーションパラメータの表示については、*6890 Service Manual* を参照してください。

便利なキャリブレーションオプションとして、Auto flow zero (自動流量ゼロ) オプションがあります。このオプションを ON にすると、分析の終了後に、GC は注入口へのガスの流れをシャットダウンして、流量がゼロまで下がるのを待ち、流量センサの出力を測定して保存してから、ガスを再び ON にします。この動作には約 2 秒かかりますこのゼロオフセット値を使用して、その後の流量測定値を補正できます。このオプションを有効にするには、OPTIONS メニューで Calibration を選択して、Front inlet または Back inlet のいずれかを選択してから、Auto flow zero を ON にします。

Communication

通信設定値パラメータにアクセスできます。通信パラメータの表示については、[「据え付け」](#) を参照してください。

Diagnostics

診断パラメータは、サービス担当者が使用するためのものです。診断については、*6890 Service Manual* を参照してください。

キーボードとディスプレイ

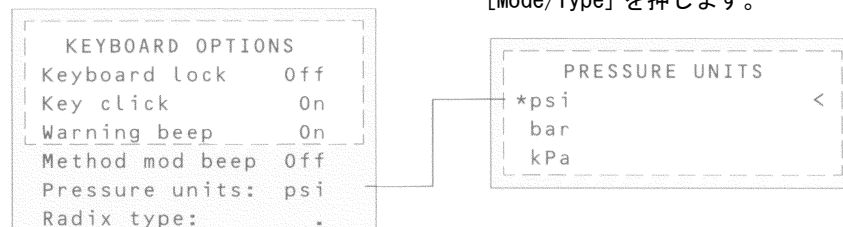
ユーザインタフェース設定値には、キーボード/ディスプレイコントロールテーブルでアクセスできます。[On] または [Off] キーを押して、次のパラメータの ON と OFF を切り換えることができます。

- Keyboard lock - キーボードロックが ON になっている場合、次のキーとファンクションは有効です
[Start], [Stop], および [Prep Run]
[Load][Method] と [Load][Seq]
[Seq] - 既存のシーケンスの編集
[Seq Control] - シーケンスの開始または停止
- Key click - キーを押したときのクリック音の ON と OFF を切り換えることができます。
- Warning beep - 警告音を ON にします。
- Method mod beep - メソッドの設定値が変更されたときの高音のブザーを ON にします。

[Mode/Type] を押すと、圧力単位と小数点表示を変更できます。

- Pressure units
psi - ポンド/平方インチ、 lb/in^2
bar - 絶対 cgs 圧力単位、 $dyne/cm^2$
kPa - mks 圧力単位、 $10^3 N/m^2$
- Radix type - 小数点表示のタイプ - 1. 00 または 1,00 を指定します。

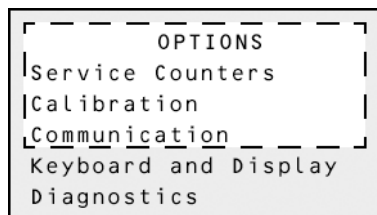
[Mode/Type] を押します。



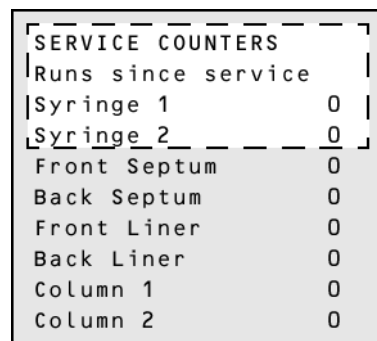
サービスカウンタ

各注入をカウントすることにより、シリンジ、セプタム、ライナの使用を追跡します (Front/Back または INJ タイプに無関係)。

1. キーボードで [Options] を押します。



2. オープンコントロールテーブルから Service Counters を選択し、[Enter] を押します。
3. 目的のカウンタまでスクロールし、[Clear] を押してカウンタを 0 にリセットします。



[Config]

[Config] キーを使用して、装置コントロール用のコンフィグレーションを設定します。EPC が正しく動作するためには、カラムモードとカラム寸法、注入口、およびメークアップガスタイプのコンフィグレーションが非常に重要です。

頻繁に変更しないパラメータについては、[Config] と他のキーを組み合わせで使用します。

[Config] [Oven] と押します。

CONFIGURE OVEN	
Maximum temp	450
Equib time	3.00
Cryo (N2)	Off
Quick cryo cool	Off
Ambient temp	25
Cryo timeout	Off
Cryo fault	Off

[Config] キーを押すと、設定可能なパラメータのリストが表示されます。

CONFIG	
Oven	
Front inlet	
Back inlet	
Column 1	
Column 2	
Front detector	
Back detector	
Signal 1	
Signal 2	
Aux #	
Status	
Time	
Valve #	
Front injector	
Back injector	
Sample tray	
Instrument	<

Instrument パラメータにスクロールして [Enter] を押すと、Config Instrument コントロールテーブルが表示される。表示されるタイプはインストールされている装置の種類によって決まります。

CONFIG INSTRUMENT	
Serial#US00100001	
Auto prep run	On <
F inlet type	None
B inlet type	PP

拡張キー

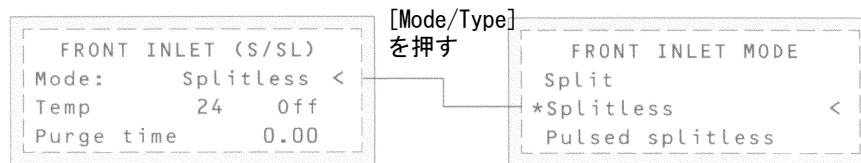
拡張キーを使用して、いくつかの設定値コントロールキーの機能を拡張します。

[Mode/Type]

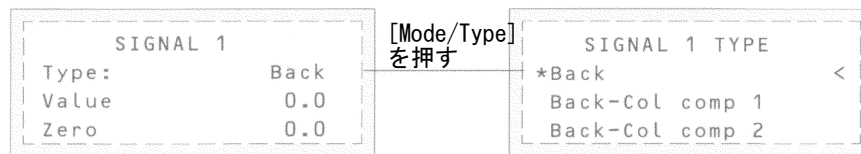
このキーを使用して、数値以外の設定値に関連する、選択可能なモードまたはタイプのリストを表示できます。モードまたはタイプを変更するには、希望する行にスクロールして [Enter] を押します。アスタリスク (*) は、現在選択されているモードまたはタイプを示します。

[Mode/Type] の機能の例を、次にいくつか示します。

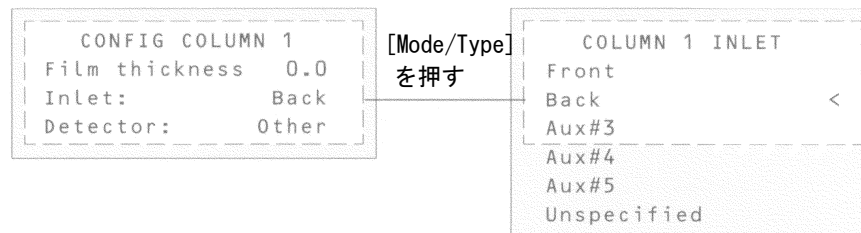
Mode:



Type:



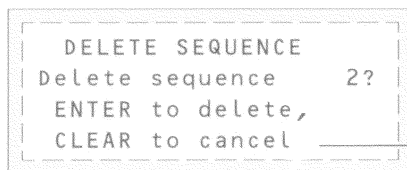
“Mode” または “Type” という言葉が表示されない例を次に示します。[Mode/Type] を使用できるかどうかわからない場合は、[Info] を押して確認してください。



[Clear]

[Clear] キーを使用して、次の操作を行ないます。

- ・ コントロールテーブルに誤って入力した設定値を、[Enter] を押す前 (* が点滅している間) にクリアする。
- ・ [Enter] を押す前に、Mode/Type の選択を打ち切る。
- ・ コントロールメニューで階層メニューになっている場合、上位のメニューに戻る。
- ・ ストップウォッチをゼロにクリアする。
- ・ 情報メッセージをクリアして前の表示に戻る。
- ・ エラーメッセージ (ポップアップメッセージ、設定値エントリのエラーなど) をクリアする。
- ・ シーケンス、メソッド、クロックテーブル、またはランテーブル内の機能をキャンセルし、シーケンスとメソッドの読み込みまたは保存をキャンセルする。

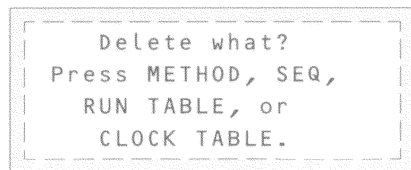


[Clear] を押してキャンセルします。

[Delete]

メソッドとシーケンスを削除します。または、ランテーブルとクロックテーブルのエントリを削除します。

[Delete] を押します。

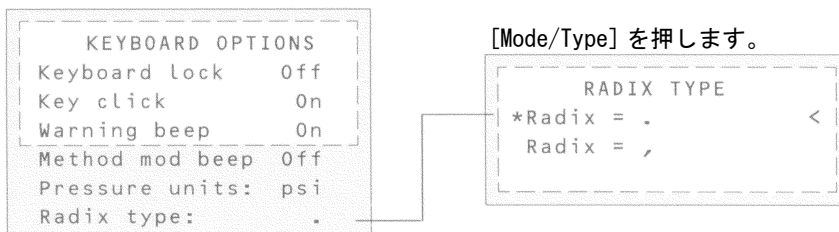


[Delete] を押すと、窒素リン検出器 (NPD) と電子捕獲検出器 (ECD) のオフセット調整プロセスを中断します。他の検出器パラメータには影響を与えません。

[.]

小数点を示しています。キーボードオプションコントロールテーブルで、小数点の種類を点からコンマに変更できます。このテーブルは Options コントロールテーブルの下に入っています。

[Options] を押します。



[Mode/Type] を押します。

[-]

ダッシュキーを使用して、数値の範囲を指定します（両端の値を含みます）。

サンプル範囲：1～3 [1] [-] [3] と押します。

ボトル#範囲：1～10 [1] [-] [1] [0] と押します。

このキーは、負の値を示すマイナス符号として使用することもできます。

-5 は、[-] [5] と押します。

保存キーと自動化キー

[表 6.](#) は、保存キーと自動化キー、各キーの使用法の簡単な説明、および参照箇所の一覧です。

表 6. メソッドとシーケンスの保存およびオートメーションに使用する各種キー

キー	使用法	参照
[Load]	最大 9 つの保存されたメソッドと最大 5 つの保存されたシーケンスを読み込む。	「分析メソッド」 「分析シーケンス」
[Store]	最大 9 つのメソッドと最大 5 つのシーケンスを保存する。保存された各メソッドとシーケンスには、番号と保存された日時が付けられる。	「分析メソッド」 「分析シーケンス」
[Method]	保存されたメソッドのテーブルを表示する。メソッドの読み込み、保存、削除、デフォルトメソッドの設定ができる。	「分析メソッド」
[Seq]	保存されたシーケンスのテーブルを表示する。[Seq] キーを押すと、保存シーケンスコントロールテーブルとシーケンス定義コントロールテーブルが切り換わる。	「分析シーケンス」
[Run Table]	イベントのテーブルと、イベントが発生したランタイムを表示する。	「装置の自動化」
[Clock Table]	24 時間クロックに基づいて、イベントのクロック時間テーブルを、イベントが発生した順番で表示する。読み込み、保存、または削除ができる。	「装置の自動化」
[Front Injector] または [Back Injector]	注入量、サンプルと溶媒の洗浄回数などのインジェクタコントロールパラメータを編集する。	「オートサンブラ」
[Valve#]	バルブ 1 ~ 8 の ON と OFF を切り換える。マルチポジションバルブの位置を設定する。	「バルブのコントロール」
[Sample Tray]	トレイのステータスを表示する。	「オートサンブラ」
[Seq Control]	シーケンスを開始、停止、中断、または再開する。シーケンスのステータスを表示する。	「分析シーケンス」

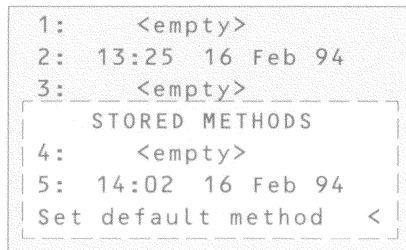
デフォルトパラメータ

ほとんどのパラメータは、ユーザが値を指定しない場合、GC ソフトウェアのデフォルト値が使用されます。これらのデフォルト値は、注入口と検出器にとって無理のない操作パラメータです。ユーザがパラメータを変更すると、そのパラメータのデフォルト値は消去されます。

デフォルトパラメータを後で再び読み込む必要が生じた場合は、次の手順を実行します。ユーザが保存したメソッドを除くすべてのカレントパラメータが消去され、デフォルトのパラメータで置き換えられます。

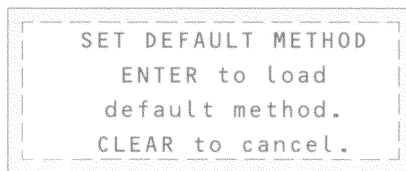
手順：デフォルトパラメータの読み込み

1. [Method] を押します。
2. Set default method 行にスクロールして、[Enter] を押します。



```
1:      <empty>
2:  13:25  16 Feb 94
3:      <empty>
  STORED METHODS
4:      <empty>
5:  14:02  16 Feb 94
Set default method  <
```

3. 次のメッセージが表示されます。



```
SET DEFAULT METHOD
  ENTER to load
  default method.
  CLEAR to cancel.
```

4. [Enter] を押して、デフォルトパラメータを読み込みます。

3 流量と圧力のコントロール

水素シャットダウン
カラムシャットダウン
ガス流量のオン / オフ

EPC コントロールの流量
マニュアルコントロールの流量

エレクトロニックニューマティクコントロール

流量と圧力読み取り値の解釈

コンフィグレーション

カラムと注入口

カラムコンフィグレーション

手順：キャピラリカラムのコンフィグレーション

カラムのコンフィグレーションに関する補足

キャリアガスのコンフィグレーション

手順：キャリアガスのコンフィグレーション

カラムモードの選択

カラムモードの選択

圧力モード

手順：カラムモードの選択

初期流量、初期圧力、または平均線速度の入力

手順：初期流量、初期圧力、または平均線速度の設定

流量プログラムまたは圧力プログラムの入力（オプション）

手順：カラム圧力または流量のプログラミング

その他の注入口パラメータの入力

手順：その他の注入口パラメータの設定

検出器 82

ガスコンフィグレーション

メーカーアップガス

Aux チャンネル

手順：Aux チャンネルフリットの交換
EPC キャリブレーションのメンテナンス

流量センサ

圧力センサ

ゼロ調整の条件

手順：流量と圧力センサのゼロ調整

マニュアル コントロール

注入口

セプタムパージ

流量を測定する

石鹼膜流量計による流量測定

流量の測定箇所

流量測定用アダプタ

手順：石鹼膜流量計によるガス流量の測定

流量計の読み取り値を解釈する

流量と圧力の問題を解決するには

ガスが設定圧力または流量に達しない

ガスが設定圧力または流量を超える

注入口の圧力または流量が変動する

測定した流量が表示されている流量と一致しない

流量と圧力のコントロール

6890 シリーズガスクロマトグラフ (GC) には 2 種類のコントロール方式があります。

- ・ EPC - Electronic Pneumatic Control。流量と圧力（注入口、検出器、3 つまでの AUX ガス流路）をキーボードで設定します。
- ・ マニュアル - 従来の流量/圧力コントロール方式。注入口のコントロールには、GC の左側にあるガスコントロールモジュール内の流量コントローラと圧力調整器を使用します。検出器のコントロールは、GC 上部の検出器の後部にあります。流量は石鹼膜流量計などの機器で測定します。

表 7. 検出器と注入口のコントロール

モジュールのタイプ	コントロールタイプ	コントロールの位置
注入口	EPC	内部、キーボードを使用
注入口	マニュアル	左側のモジュール
検出器	EPC	内部、キーボードを使用
検出器	マニュアル	上部カバー、検出器の後部
Aux	EPC	内部、キーボードを使用

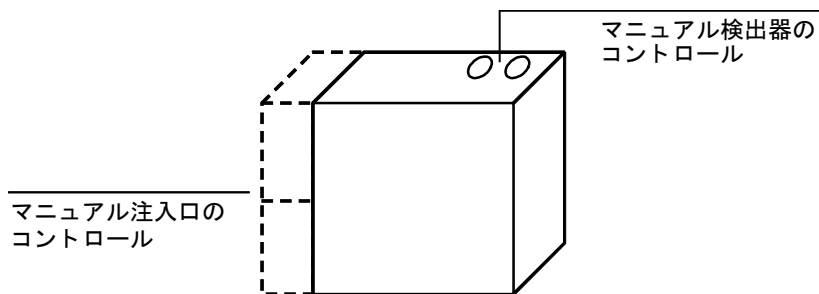


図 5. コントロールの位置

マニュアル注入口をインストールした場合は、ガスコントロールモジュール（破線で示した部分）が存在します。

水素シャットダウン

検出器によっては、キャリアガスまたは燃焼ガスとして水素を使用します。水素は空気と混ざると爆発性の混合気を形成し危険です。

GC は、注入口ガスと Aux ガスの流量を監視します。水素を使用するようコンフィグレーションされている流路で、流量または圧力がその設定値に到達できない場合は、GC は漏れが発生したのものとして、*hydrogen safety shutdown* を宣言し、以下のことを実行します。

- ・ 注入口へのキャリアガス供給バルブが閉じ、圧力および流量コントロールは OFF になります。
- ・ スプリット/スプリットレスおよび PTV 注入口内のスプリットバルブを開く。
- ・ オープンヒータとファンが OFF になり、背面のオープンフラップが全開になります。
- ・ 小型加熱ゾーンのヒータが OFF になります。

この状態を回復するには、シャットダウンの原因（ボンベのバルブが閉じている、重大な漏れ、その他）を修正します。装置を一度 OFF にし、再度 ON にします。

警告

GC は検出器でのガス流路の漏れそのものは検出できません。このため、FID、NPD、その他水素を使用する検出器のカラム接続部は、必ずカラムを接続しておくか、キャップまたは栓で塞いでおかなければなりません。また、流路で使用するガスの種類に水素をコンフィグレーションして、GC が認識できるようにしておく必要があります。

カラムシャットダウン

キャリアガスの供給源がシャットダウンされた場合は、オープンヒータが OFF になり、キャリアガスの流れない状態で、加熱されることによるカラムの損傷を防ぎます。背面のオープンフラップが半開になります。

この状態から復旧するには、シャットダウンの原因（ボンベのバルブが閉じている、重大な漏れ、その他）を修正します。オープンを再度 ON にし、障害の原因となった注入口または Aux チャンネルも ON にします。

ガス流量のオン / オフ

すべてのガス流量はキーボードから ON/OFF が可能で、流量や圧力の設定値はそのまままでガスを ON/OFF できます。ただし、Off コマンドの影響は、ガス流量が EPC でコントロールされているかどうかによって異なります。

EPC コントロールの流量

EPC ガスコントロールモジュールに使用されているバルブは、ガスの開閉操作ではなく、ガスの計測用にデザインされています。そのため、この種のバルブを Off にしても、0.2 mL/min 程度の少量のガスが流れています。ディスプレイには、Off の表示がある場合でもこのわずかな流量が示されます。ただし、これは内部の洩れであり、外部への洩れではない点に注意してください。

マニュアルコントロールの流量

マニュアルガスコントロールモジュールのバルブは、オン / オフ操作専用です。Off に設定すると、気密状態となりガスは洩れません。

エレクトロニックニューマティクコントロール

GC は、装置内のすべてのガスの流量と圧力を電子的にコントロールできます。EPC には次の機能があります。

- すべての注入口での流量および圧力のコントロール。カラムに流れるキャリアガスの流量や圧力をプログラミングできる
 - すべての検出器ガスで、固定リストリクタを圧力調整することによる間接的な流量コントロール
 - 3つの Aux チャンネルに対する圧力コントロール
 - ガスセーブモードでは、スプリット / スプリットレス注入口、PTV 注入口、ボラタイルインレットでのキャリアガスの消費を削減する
 - カラムが定義されている場合、スプリット比を直接入力できる
- コントロール用のハードウェアは、装置後上部に内蔵されています。設定値は、注入口、検出器、または Aux の各コントロールテーブルに入力します。

流量と圧力読み取り値の解釈

EPC コントロールボードは、大気圧センサと EPC コントロールモジュールの温度センサを使用して、リテンションタイムの変動の原因となる設置環境の変化の影響を除去します。

流量と圧力は、ある定義された状態に補正して表示されます。定義された状態とは NTP (Normal Temperature and Pressure 標準状態) であり、25 °C、1 気圧です。同様に、設定値についても設置環境の相違は NTP に補正されます。

したがって、装置上に表示される流量と石鹸膜流量計で測定した流量は一致しないことがあります。これは、石鹸膜流量計の読み取り値は NTP 状態ではなく個々の設置環境の値を表現しているためです。ただし、リテンションタイムは設置環境の影響を受けません。

重要

EPC 搭載の 6890 は、流量と圧力を絶え間なく測定します。このことは、ユーザが装置をセットアップする方法に大きな影響を与えます。本装置をセットアップする際の規則は、従来のガスクロマトグラフとは異なります。この相違点については、次の数ページで説明します。

コンフィグレーション

GC は、起動時、装置の構成をチェックして、EPC 注入口、EPC 検出器、およびその他のほとんどのデバイスを認識します。ただし、一部の情報はマニュアルで入力する必要があります。これをコンフィグレーションと呼びます。コンフィグレーションの必要な項目は次のとおりです。

- ・ カラムの定義（必須ではありませんが、キャピラリカラムを使用する場合はぜひ指定してください）。
- ・ マニュアル仕様の注入口と検出器（インストール済みの製品は、工場出荷時にコンフィグレーションされています）。
- ・ 使用するキャリアガス
- ・ 検出器ガスの種類（選択できる場合）

コンフィグレーション情報は、電源電力から独立した、バッテリーバックアップされたメモリに保存されます。

カラムと注入口

EPC 注入口を搭載した GC を使用する場合は、キャピラリカラムを流れるガス流量を直接指定できます。この機能を使用するには、次の手順を実行します。

1. カラムのコンフィグレーションを行います（長さ、内径、および膜厚を入力します）。
2. キャリアガスのコンフィグレーションを行います（使用するガスの種類を指定します）。

3. カラムモードを選択します（定流量、流量プログラム、定圧力、または圧力プログラム）。
4. 初期流量、初期ヘッド圧、平均線速度の何れかを入力します。
5. 必要に応じて流量プログラムまたは圧力プログラムを入力します。
6. その他の注入口パラメータを入力します。

本章のこれ以降の説明は、スプリット／スプリットレス注入口を使用することを前提にしています。その他の注入口を使用する場合は、一般的な説明は当てはまりますが、一部の詳細が異なります。本章の後半で例示されている手順は、いくぶん簡略化したものです。これらの手順は最も一般的な方法を示すもので、取りうるすべての方法が示されているわけではありません。詳細については、[「注入口について」](#) および [「検出器の使用法」](#) [「検出器の使用」](#) を参照してください。

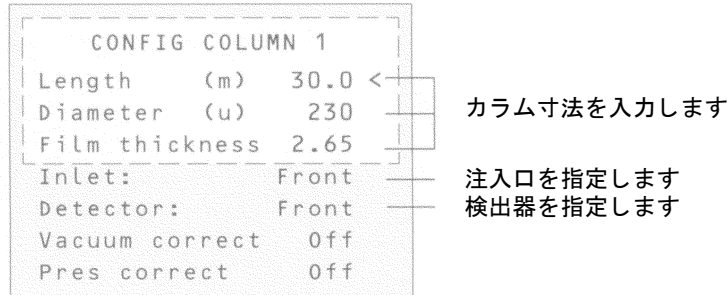
カラムコンフィグレーション

キャピラリカラムを定義（コンフィグレーション）するには、カラムの長さ、内径、膜厚を入力します。この情報を使用して装置はカラム流量を計算します。キャピラリカラムを使用する際に、これは大きな利点となります。以下のことが可能になります：

- ・ スプリット比を直接入力すると、その流量が自動的に計算され設定されます。
- ・ 流量、カラムヘッド圧、平均線速度の何れかを入力します。装置は指定した流量や線速度を達成するのに必要な圧力を計算してその値に設定し、3つの値をすべて表示します。
- ・ スプリットレス注入では、ガス流量を測定する必要はありません。
- ・ 流量モードは後述する4つのモードの中から選択できます。カラムを定義しない場合は、モードの選択は制限されます。モードは注入口のタイプによって異なります。

手順：キャピラリカラムのコンフィグレーション

1. [Config][Col 1] または [Config][Col 2] と押します。カラムコンフィグレーションスクリーンが表示されます。
2. 必要に応じて、▲キーと▼キーを使用してカーソルを Length 行に移動（スクロール）します。



3. カラム長さ（メートル単位）を入力して、[Enter] を押します。
 4. Diameter にスクロールして、カラム内径（マイクロメータ単位）を入力し、[Enter] を押します。
 5. Film thickness にスクロールして、膜厚（マイクロメータ単位）を入力し、[Enter] を押します。これでカラムが定義されました。
 カラム寸法がわからない場合 - 通常、カラム寸法はカラムに記載されている - または GC の計算機能を使用したくない場合は、長さまたは内径のいずれかに 0 を入力します。この場合はカラムは定義されません。
 6. Inlet にスクロールして、[Front] または [Back] を押し、カラムが接続される注入口を指定します。
 7. Detector にスクロールして、[Front] または [Back] を押し、カラムが接続される検出器を指定します。
- これでキャピラリカラムのコンフィグレーションは完了です。詳細については、[「注入口について」](#) および [「検出器の使用法」](#) を参照してください。

カラムのコンフィグレーションに関する補足

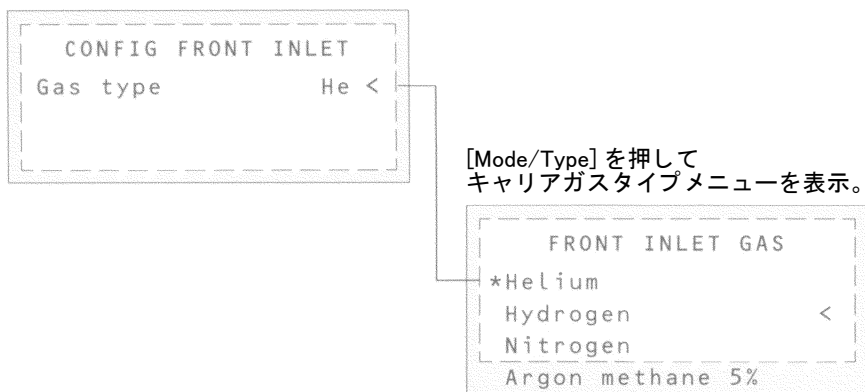
- Vacuum correct - 検出器出口が外気の場合は、このパラメータを OFF にします。質量選択検出器にカラムが直接接続されている場合は、このパラメータを ON にします。OFF の場合、GC は大気圧により補正します。ON の場合、GC は質量選択検出器内の真空により補正します。
- Pres correct - 原子発光検出器などの検出器は、大気圧でも真空でもない圧力で動作します。このパラメータによって、ユーザが適切な圧力値を入力できます。
- パックドカラムは、カラム長さまたはカラム内径のいずれかに 0 を入力、未定義カラムとして設定します。
- 両方のカラムのコンフィグレーションをチェックして、それぞれに別々の注入口が指定されていることを確認してください。カラムを 1 本だけ使用する場合でも、第 2 のカラムには（未定義カラムであっても）別の注入口を指定する必要があります。これを怠ると、流量の計算に誤差が生じることがあります。
アプリケーションによっては、インストールされたカラムを両方とも同じ注入口に指定することも可能です。
- EPC の設定値の中には、オープン温度によって、カラムの抵抗やガス粘度が変わるために、値が変わるものがあります。これによって、ユーザの中には、オープンの温度が変化した際に、EPC の設定値が変わったと誤解される方がいるかもしれませんが、カラム内の流量の条件は、カラムモード（定流量、定圧力、ランプ流量、ランプ圧力）およびイニシャル設定値によって指定されたときと変わっていません。

キャリアガスのコンフィグレーション

使用するキャリアガスの種類を GC に定義する必要があります。

手順：キャリアガスのコンフィグレーション

1. [Config][Front Inlet] または [Config][Back Inlet] と押します。
2. [Mode/Type] を押して、キャリアガスメニューを表示します。



3. 使用するガスにスクロールして、[Enter] を押します。

これでキャリアガスのコンフィグレーションは完了です。詳細については、[「カラムコントロールテーブル - パックドカラムまたは未定義のキャピラリカラム」](#)を参照してください。

カラムモードの選択

カラムモードの選択

流量は、NTP（標準温度と標準圧力、25 °C、1 気圧）に合わせて補正されます。詳細については、[67](#) および [97 ページ](#)を参照してください。

- **Constant flow(定流量)** - 分析中にカラム内のキャリアガスの流量を一定に保ちます。温度プログラムによりカラムの通気抵抗が変化した場合は、カラムヘッド圧力を調整して流量を一定に保ちます。これによって、分析時間をかなり短縮できます。
- **Ramped flow(ランプ流量)** - 入力したプログラムに従って、分析中にカラム流量を増加します。カラム流量プロファイルは、最大3つまでの傾きを指定できます。それぞれの傾きは、プログラムした増加率とホールド時間で構成されます。

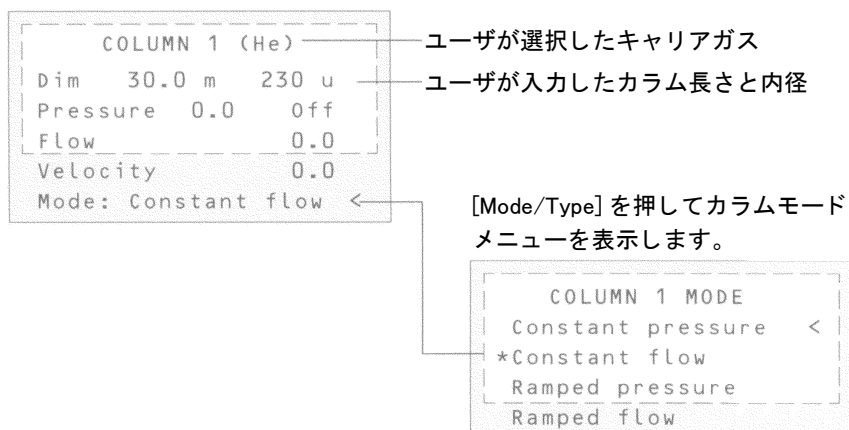
圧力モード

圧力は、ゲージ圧力（絶対圧力と大気圧の差）です。たいいていの検出器はカラム流量に対して通気抵抗が僅かなため、カラムヘッドのゲージ圧力は、カラムの入口から出口までの圧力差と同じになります。ただし、質量選択検出器と原子発光検出器は例外です。

- **Constant pressure(定圧力)** - 実行中にカラムヘッドのゲージ圧力を一定に保ちます。温度プログラムによりカラムの通気抵抗が変化した場合、ゲージ圧力は変化しませんが、流量は変化します。
- **Ramped pressure(ランプ圧力)** - ユーザが入力したプログラムに従って、分析中にカラムヘッドのゲージ圧力を上げます。カラム圧力プロファイルは、最大3つまでの傾きを指定できます。それぞれの傾きは、プログラムした増加率とホールド時間で構成されます。.

手順：コラムモードの選択

1. [Col 1] または [Col 2] を押します。
2. Mode 行にスクロールします。
3. [Mode/Type] を押してコラムモードメニューを表示します。



4. 希望するコラムモードにスクロールして、[Enter] を押します。
 これでコラムモードの選択は完了です。次に、分析中（定流量または定圧力モードを選択した場合）または分析開始時（流量プログラムまたは圧力プログラムモードを選択した場合）の注入口の初期流量、初期圧力、または平均線速度を入力する必要があります

初期流量、初期圧力、または平均線速度の入力

カラムが定義されている場合は、上の3つの項目のうちどれか1つを入力するだけで、GCが他の2つの値を自動的に計算して表示します。

例えば、カラムモードとして Constant pressure を選択し、開始条件としてカラム流量を指定した場合を考えます。この場合、GCは指定した流量を得るのに必要な圧力（および平均線速度）を計算して、分析中にこの圧力を一定に保ちます。

次に、カラムモードとして Constant pressure 初期条件としてカラム流量を指定した場合を考えます。この場合も、GCは指定した流量を得るのに必要な圧力を計算します。ただしこの場合、GCは必要に応じて圧力を調整して流量を一定に保ちます。

カラムが未定義の場合は、入力できるのは圧力だけです。定流量を指定することはできませんが、GCは流量を計算できません。

以下の表は、各種カラム直径についての推奨流量を示します。これらの流量は、様々な化合物の分析に使用してほぼ最適値が得られます。

表 8. カラムサイズおよびキャリアガス流量

カラムの種類	カラム内径	キャリアガス流量	
		水素	ヘリウム
充填カラム用	1/8 インチ		30
	1/4 インチ		60
キャピラリ用	50 μ m id	0.5	0.4
	100 μ m id	1.0	0.8
	200 μ m id	2.0	1.6
	250 μ m id	2.5	2.0
	320 μ m id	3.2	2.6
	530 μ m id	5.3	4.2

上記の流量は、NTP (25 °C、1 気圧) での mL/min 値で、すべてのカラムで推奨されます。

キャピラリカラムの流量は、カラム内径に比例し、ヘリウムの場合には水素よりも 20% 小さくなっています。

手順：初期流量、初期圧力、または平均線速度の設定

1. [Col 1] または [Col 2] を押します。

COLUMN 1			
Dim	50.0	m230 u	
Pressure	2.5	2.5	
Flow		10.0	
Velocity		74	
Mode: Constant flow <			

— カラム長さとお内径
 — 3つの値のうち1つを設定します。GCが他の2つの値を計算します。
 — カラムモード。以下を参照。

選択したカラムモードに応じて、コントロールテーブルの内容は次のいずれかになります。

```
Mode: Const flow <
```

```
Mode: Const pressure <
```

```
Mode: Ramped flow <
Init flow          4.0
Init time          2.0
Rate 1             0.5
Final flow         18.0
Final time         12.0
Rate 2 (Off)      0.00
```

```
Mode: Ramped pressure<
Init pressure10.0
Init time          1.0
Rate 1             1.0
Final pressure1 25.0
Final time         15.0
Rate 2 (Off)      0.00
```

2. Pressure、Flow または Velocity の行にスクロールします。
3. 希望する初期値を入力して、[Enter] を押します。GCは他の2つの値を計算して表示します。必要に応じて、手順2と3を繰り返して値を調整できます。ただし、どれか1つの値を変更すると、3つの値がすべて変化します。これでキャリアガス初期値の設定は完了です。

流量プログラムまたは圧力プログラムの入力（オプション）

圧力プログラムまたは流量プログラムのカラムモードを選択した場合は、カラムコントロールテーブルにプログラム設定用の項目が表示されます。

最初に初期値（Init Pres または Init Flow と Init time）を指定します。初期時間の終わりに Rate 1 が開始され、Final pres（または Final flow）に達するまで実行されます。その後

Final time 1 の間、圧力または流量はその値に保たれます。第1段目のプログラムを指定した後、第2段目、第3段目のプログラムを追加できます。それぞれのプログラムは、Rate、Final value（圧力または流量）、および Final time で構成されます。

0（OFF）に設定された Rate に達すると、プログラムは終了します。

流量または圧力プログラムの実行中は、一定状態の設定に使用した Pressure、Flow および Velocity の行は、プログラムの進行状況を表示します。

オープンプログラムは分析の長さを決定します。流量または圧力プログラムがオープンプログラムよりも早く終了した場合は、流量（または圧力）はプログラムの最後の Final 値に保たれます。

手順：カラム圧力または流量のプログラミング

1. [Col 1] または [Col 2] を押します。

COLUMN 1		
Dim	50.0 m	250 u
Pressure	10.0	10.0
Flow		0.0
Velocity		0.0
Mode:	Ramped pres	
Init Pres		10.0
Init time		1.5
Rate 1		0.5
Final pres 1		20.0
Final time 1		2.5
Rate 2 (Off)		0.00

Pressure(この例では圧力を選択)がコントロールされる設定値です。他の2つの値はレポート値です。

圧力プログラムモードを選択したため、傾きが圧力単位で表示されています。

2. Init Pres（または Init flow）にスクロールします。希望する値を入力して、[Enter] を押します。

3. 同じように、Init time の値を入力します。これでプログラムの初期（定圧力）部分の設定は完了です。
4. 傾きを開始するには、Rate 1 に正の値を入力します。上昇と下降のどちらをプログラミングする場合でも、レートは常に正の値を指定します。
5. Rate 1 が 0 の場合は、プログラムはここで終了します。他の値を入力した場合は、最初の傾きのための最終値ラインが現れ、カーソルがラインに移動します。
6. Final pres 1（または Final flow 1）と Final time 1 の値を入力します。これで第 1 段目のプログラムの設定は完了です。
7. 第 2 段目の（または第 3 段目の）プログラムを入力するには、該当する Rate 行にスクロールして、手順 5 と 6 を繰り返します。

要約

キャリアガスタイプの設定を除いて、これまでの説明はカラムテーブルに関連するものです。EPC 注入口搭載の 6890 を正しく操作するためには、次の順番を守らなければなりません。

最初に： カラムのセットアップ

次に： 装置のその他の部分のセットアップ

その他の注入口パラメータの入力

スプリット / スプリットレス注入口には、以下の 4 つの操作モードがあります：

- ・ スプリット - サンプルはカラムフローとベントフローに分割されます。
- ・ スプリットレス - サンプルは分割されません。サンプルのほとんどはカラムに入ります。ピーク幅の拡大と溶媒のテーリングを避けるため、少量のサンプルが注入口からパージされます。
- ・ バルルドスプリット - スプリットによく似ていますが、注入前と注入中に注入口圧力を上げ、指定した時間に通常の圧力に戻します。スプリット比が変わらないようにトータルフローも増加します。この特殊な「プログラミング」は、3 段の流量または圧力プログラミングとは関係ありません。
- ・ バルルドスプリットレス - バルルドスプリットと同様の動作をスプリットレスで行います。

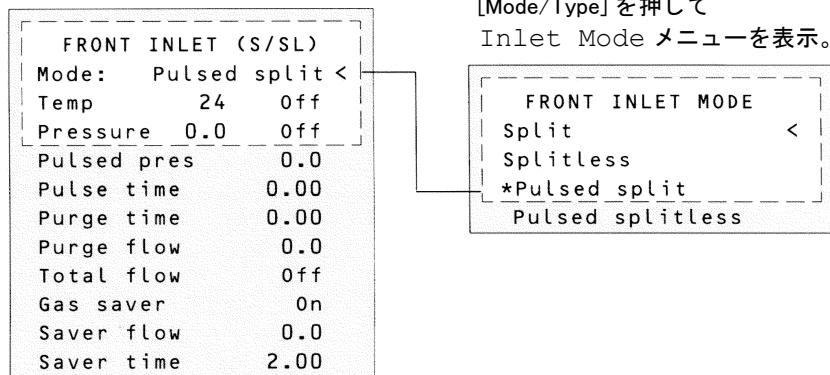
スプリット/スプリットレス注入口は、ガスセーブ機能を装備しています。この機能は、注入の完了後に、カラムを流れる流量は変えずに、注入口からスプリットベントに捨てられる流量のみを減少します。

すべての EPC 注入口で、セプタムパージ流量は自動的に設定されます。

もちろん注入口温度もコントロールできます。

手順：その他の注入口パラメータの設定

1. [Front Inlet] または [Back Inlet] を押します。
2. Mode 行にスクロールします。
3. [Mode/Type] を押して、注入口モードメニューを表示します。



4. 希望する注入口モードにカーソルを移動して、[Enter] を押します。注入口テーブルの内容は、ユーザの選択に応じて変わります。定義済みカラムの場合の注入口テーブルのさまざまな例を次のページに示します。
5. Temp にスクロールします。希望する温度を入力して、[Enter] を押します。
6. Split を選択した場合は、スプリット比を直接入力できます（カラムが定義されている場合）。

注入口パラメータの詳細については、[「注入口について」](#)を参照してください。

スプリット モード

FRONT INLET (S/SL)		
Mode:	Split	
注入口温度	Temp 24	Off <
	Pressure 0.0	Off
スプリット	Split ratio 100	
パラメータ	Split flow 0.0	
	Tot flow 0.0	Off
ガスセーバ	Gas saver 0n	
パラメータ	Saver flow 0.0	
	Saver time 2.00	

スプリットレスモード

FRONT INLET (S/SL)		
Mode:	Splitless	
注入口温度	Temp 24	Off <
	Pressure 0.0	Off
スプリットレス	Purge time 0.00	
パラメータ	Purge flow 0.0	
	Total flow Off	
ガスセーバ	Gas saver 0n	
	Saver flow 0.0	
	Saver time 2.00	

パルスモード

FRONT INLET (S/SL)		
Mode:	Pulsed Split	
注入口温度	Temp 24	Off <
	Pressure 0.0	Off
パルス	Pulsed pres 0.0	
パラメータ	Pulse time 0.00	
	Split ratio 100	
	Split flow 0.0	
	Tot flow 0.0	Off
ガスセーバ	Gas saver 0n	
	Saver flow 0.0	
	Saver time 2.00	

FRONT INLET (S/SL)		
Mode:	Pulse Splitless	
注入口温度	Temp 24	Off <
	Pressure 0.0	Off
パルス	Pulsed pres 0.0	
パラメータ	Pulse time 0.00	
	Purge time 0.00	
	Purge flow 0.0	
	Total flow Off	
ガスセーバ	Gas saver 0n	
	Saver flow 0.0	
	Saver time 2.00	

図 6. スプリット / スプリットレス注入口の各種コントロールテーブル

検出器

EPC 仕様の検出器は圧力調整機構を内蔵していますが、EPC が安定したガスの供給下で動作できるように、外部レギュレータも使用してください。

また、トラップを使用して、ガス供給源から汚染物質を除去することをお勧めします。トラップを使用する場合は、できるだけ GC の近くに取り付けてください。

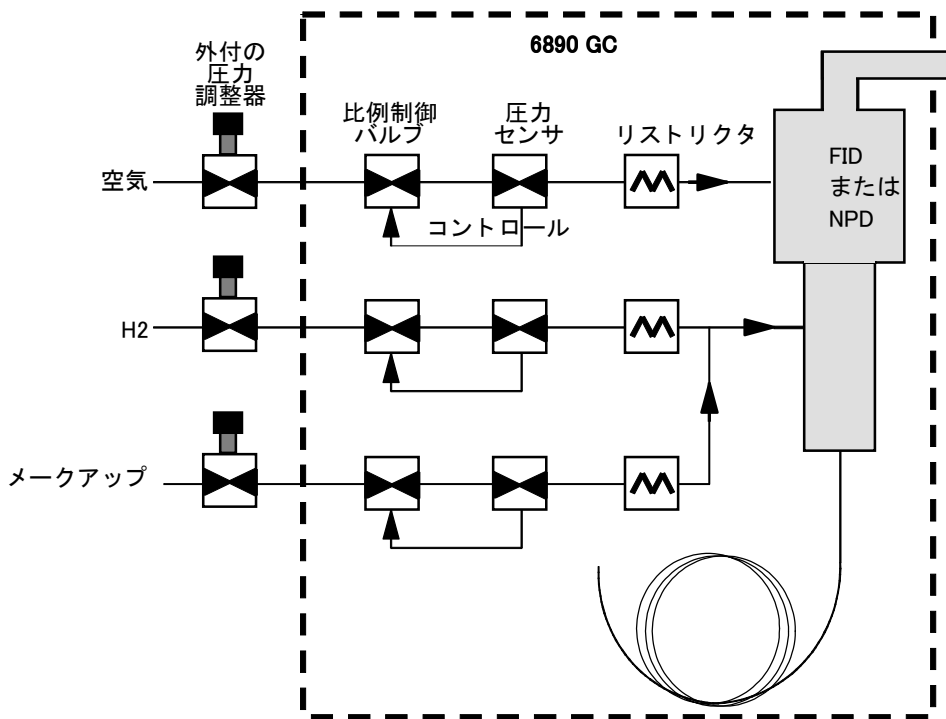


図 7. 内部および外部配管：EPC 仕様の FID と NPD

詳細については、[「水素炎イオン化検出器 \(FID\)」](#)、[「窒素リン検出器 \(NPD\)」](#) を参照してください。

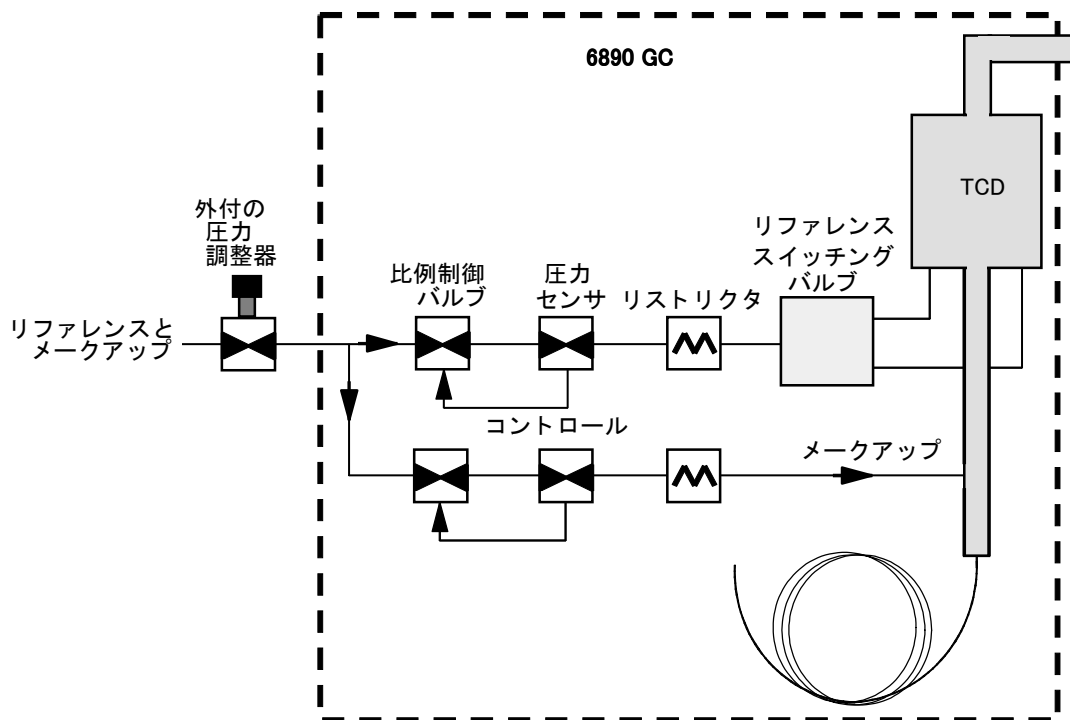


図 8. 内部および外部配管：EPC 仕様の TCD
詳細については、[「熱伝導度検出器 \(TCD\)」](#)を参照してください。

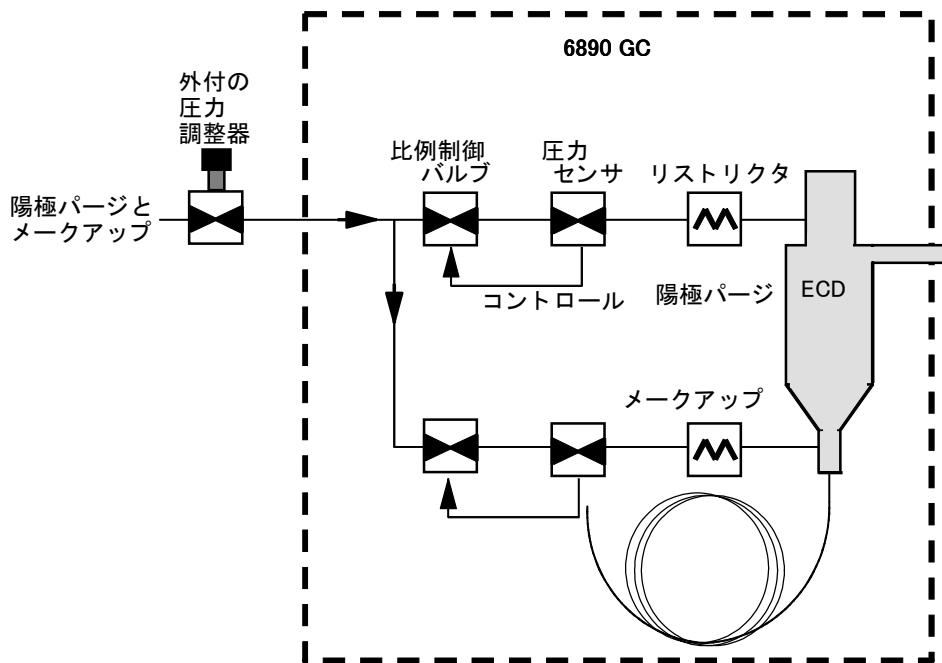


図 9. 内部および外部配管：EPC 仕様の ECD
 詳細については、[「マイクロセル 電子捕獲検出器」](#)を参照してください。

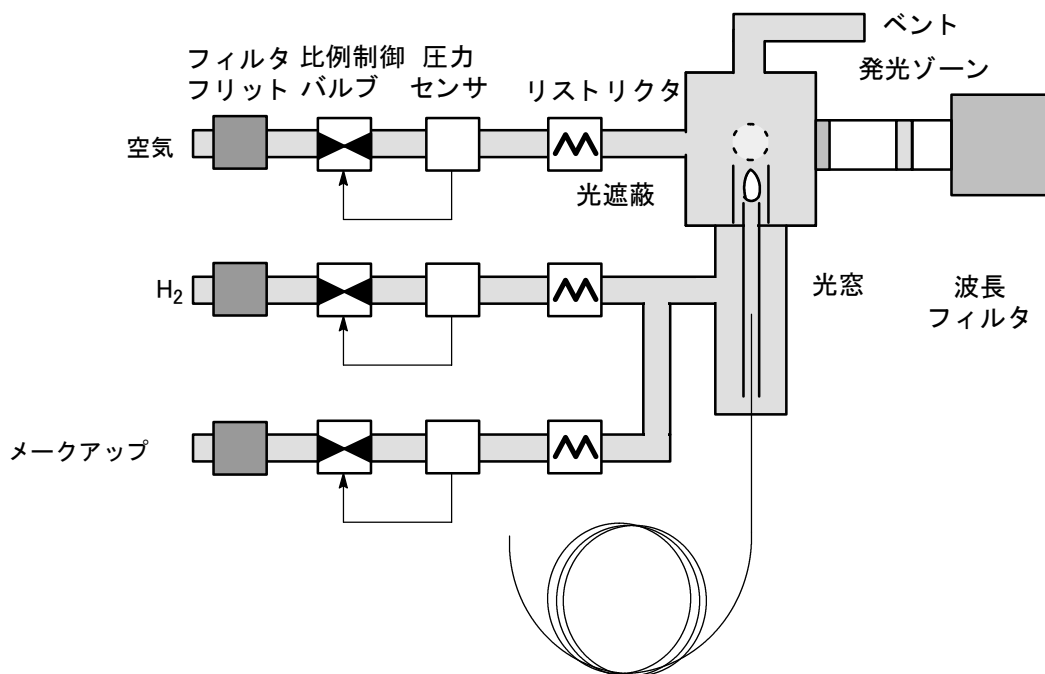


図 10. 内部および外部配管：FPD (EPC 付き)
 詳細については、[「炎光光度検出器 \(FPD\)」](#) を参照してください。

ガスコンフィグレーション

GC の FID、FPD、NPD の H₂ 接続位置に水素が配管され、空気接続位置に空気が配管されていることを前提にして動作します (EPC モジュール上のラベルを参照)。

ガスの種類を選択できる位置もあります。この場合 (ほとんどはメイクアップガス) は、[Config] にてガスを指定する必要があります。

メイクアップガス

ユーザの選択によって、メイクアップガスの流量を一定にすることも、(メイクアップ + カラム) の合計流量を一定にすることもできます。詳細は検出器によって異なるため、それぞれ、[「水素炎イオン化検出器 \(FID\)」](#)、[「熱伝導度検出器 \(TCD\)」](#)、[「窒素リン検出器 \(NPD\)」](#)、[「マイクロセル 電子捕獲検出器」](#)、[「炎光光度検出器 \(FPD\)」](#) を参照してください。

Aux チャンネル

オプションとして、3つの Aux 圧力コントロールチャンネルを追加できます。これらのチャンネルは、Aux 3、Aux 4、および Aux 5 テーブルでコントロールされます (Aux 1 と Aux 2 はヒータコントロールです)。

カラムコンフィグレーション時に Aux チャンネルを Inlet として指定した場合、そのチャンネルについては、3段のプログラムだけでなく、ランタイムプログラムも使用できます。この方法は、ガスサンプリングバルブでよく使用されます。

Aux チャンネルは、圧力設定値によってコントロールされます。正しく動作するためには、圧力センサの下流側の流量抵抗が適切でなければいけません。Aux チャンネルニューマティクスマニホールドによって、各チャンネルにフリットタイプのリストラクタが提供されます。以下の4種類のフリットが使用できます。

フリットのマーク	流量抵抗	部品番号
青のドット	高	19234-60660
赤のドット	中	19231-60770
茶色のドット	低	19231-60610
なし (黄銅管)	ゼロ	G1570-20540

装置の出荷時には、3つのチャンネルすべてに赤のドットのマークが付いたフリットが使用されています。

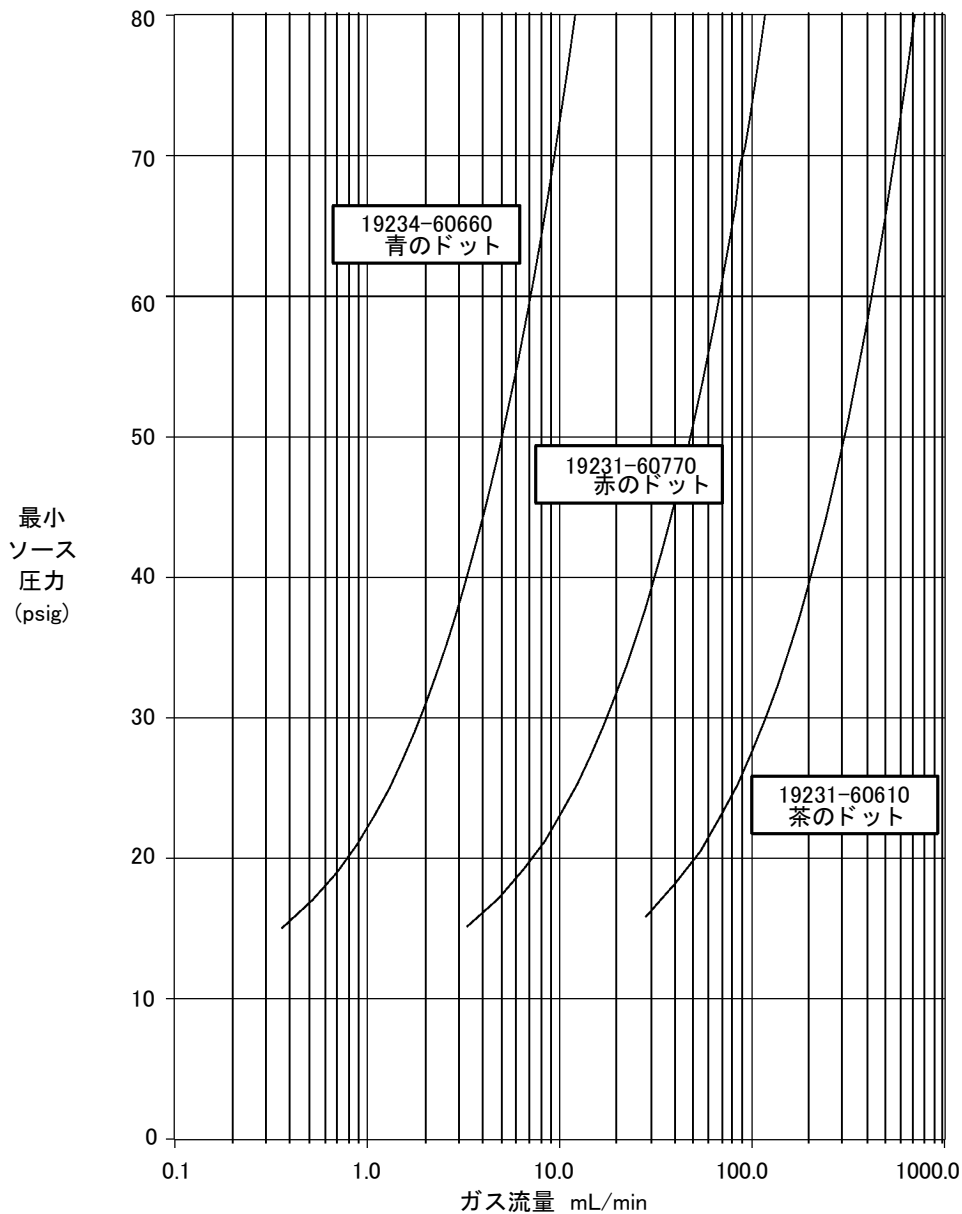
下記の2つのグラフは、フリットのダウンストリームに顕著な抵抗がないと仮定した場合の、3種類のドット付きフリットのおよその圧力と流量の関係を示します。

ゼロ抵抗のフリットをインストールした場合には、ユーザは、下流側に流量抵抗を与え、圧力と流量の関係を発生させる必要があります。

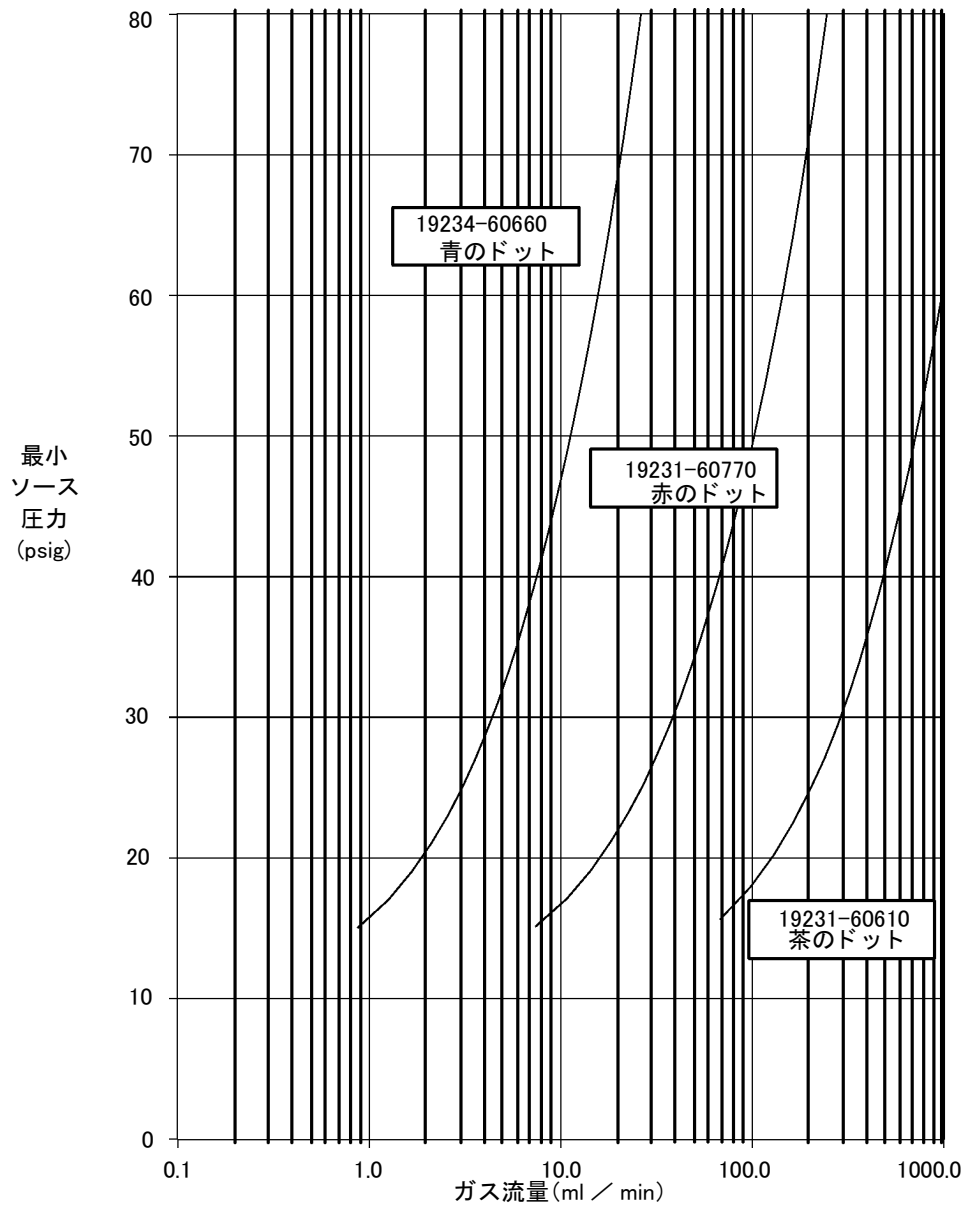
警告

水素を使用する場合には、供給管の下流側に十分な流量抵抗がないと、流量が異常に大きくなって危険な場合があります。水素を使用する場合には、必ず高抵抗 (青のドット) または中抵抗 (赤のドット) のフリットを使用してください。

空気、窒素またはヘリウムを使用した場合の
AUX EPC 流量リストリクタの必要圧力
(周囲条件: 25 °C、14.7 psia)

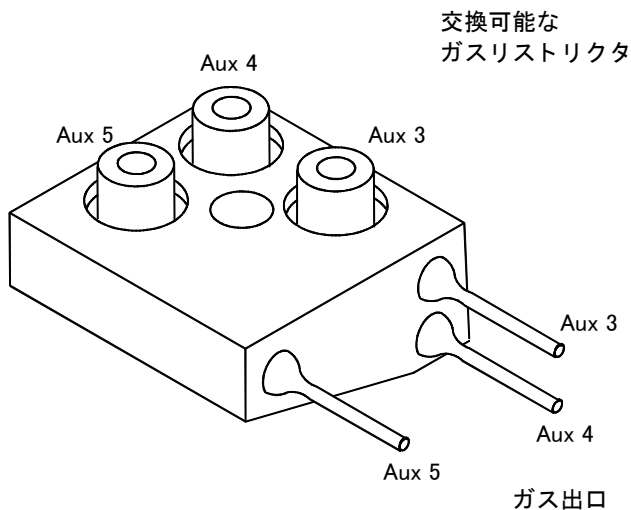


水素を使用した場合の
AUX EPC 流量リストラクタの必要圧力
(周囲条件: 25 °C、14.7 psia)



手順：Aux チャンネルフリットの交換

1. Aux チャンネルの 3 本のガス出口管をニューマチックモジュールに接続しているブロックを見つけます。
2. ブロックをニューマティクスモジュールに固定しているねじを外します。ブロックをモジュールから引き抜き、フリットが上部にくるように回転させます。



3. 交換するフリットをブロックから引き出します。フリットをシールしている O-リングも取り外します。
4. O-リングを新しいフリットに付けます。O-リングとフリットをブロックに取り付けます。
5. ブロックを再びニューマティクスモジュールに接続します。ねじをしっかりと締め付けます。

EPC キャリブレーションのメンテナンス

EPC ガスコントロールモジュールには、工場で調整済みの流量および／または圧力センサが装備されています。感度（曲線の勾配）は非常に安定していますが、ゼロオフセットの定期的な更新が必要となります

流量センサ

スプリット／スプリットレスおよびパージパックド注入口モジュールは、流量センサを使用します。Auto flow zero 機能 ([54 ページ参照](#)) がオンの場合には、1 回分析が終了するたびに流量は自動的にゼロに調整されます。この方法を採用することをお勧めしますが、マニュアルでゼロに設定することもできます。次ページを参照してください。-

圧力センサ

すべての EPC コントロールモジュールは、圧力センサを使用しています。グループで、または個別に、センサの値をゼロに調整することができます。圧力センサについては、自動ゼロ調整機能はありません。

ゼロ調整の条件

重要

流量センサは、キャリアガスが接続され、流れている状態でゼロに調整します。圧力センサは、ガスの供給管の接続をガスコントロールモジュールから外した状態でゼロに調整します。

表 9. 流量センサと圧力センサのゼロ調整をする周期

センサの種類	モジュールのタイプ	ゼロ調整をする周期
流量	すべてのカラム	Auto flow zero を使用
圧力	注入口	
	パックドカラム	1 年ごと
	細いキャピラリカラム (id 320 μ m or less)	1 年ごと
	太いキャピラリカラム (id > 320 μ m)	3 ヶ月目、6 ヶ月目、それ以後は 1 年ごと
	Aux チャンネル	1 年ごと
	検出器ガス	1 年ごと

手順：流量と圧力センサのゼロ調整

特定のモジュールの流量または圧力センサをゼロ調整する方法

1. [Options] を押し、Calibration にスクロールして、[Enter] を押します。
2. ゼロにするモジュールにスクロールして、[Enter] を押します。

```

CALIB FRONT DETECTOR
H2 zero          0.0 <
H2 flow          0.0
Oxidizer zero    0.0
Oxidizer flow    0.0
Makeup zero      0.0
Makeup flow      0.0
Factory calibration
    
```

注:ゼロ調整または 流量キャリブレーション後は、Factory Calibration 行に再キャリブレーションの日時が表示されます。Factory Calibration を復元したい場合には、日時の行を選択して [Delete] を押します。これによってユーザキャリブレーションはクリアされます。

3. zero 行にスクロールして、[Info] を押します。

```

CAL FLOW ZERO INFO
Press ON to zero.
Will momentarily
disrupt inlet flow.
    
```

または

```

CAL PRES ZERO INFO
Press ON to zero
after applied
pressure = 0
    
```

4. キャンセルするには [Clear] を押します。
5. 流量をゼロにするには、キャリアガスが接続され、オンになっていることを確認します。
6. ゼロにするには [On] を、キャンセルするには [Clear] を押します。
4. キャンセルするには [Clear] を押します。
5. 圧力をゼロにするには、ガスの供給管が接続されていないことを確認します。
6. ゼロにするには [On] を、キャンセルするには [Clear] を押します。

すべてのモジュールの全圧力センサをゼロ調整する方法

1. [Options] を押して、Diagnostics にスクロールし、[Enter] を押します。
2. Electronics にスクロールし、[Enter] を押します。
3. Pneumatics Board にスクロールし、[Enter] を押します。
4. Zero all p sensors にスクロールし、[Info] を押します。

```

ZERO P SENSORS INFO
Press ON to zero
all pres sensors,
when applied pres=0
    
```

5. キャンセルするには、[Clear] を押します。
6. ゼロにするには、すべてのモジュールからガス供給管の接続が外されていることを確認します。
7. ゼロにするには [On] を、キャンセルするには [Clear] を押します。

マニュアル コントロール

EPC でない仕様の注入口ガス用コントロールテーブルでは、ON/OFF コントロールは行えますが流量や圧力のコントロールは行えません。流量と圧力はマニュアルで設定し、石鹼膜流量計などを使用して流量を確認しなければなりません。石鹼膜流量計の操作については、[94 ページ](#)を参照してください。

注入口

EPC でない仕様の圧力調整器、流量コントローラ、およびその他の部品類は、GC の左側にあるモジュール内に搭載されています。操作の方法については、[「注入口について」](#)を参照してください。

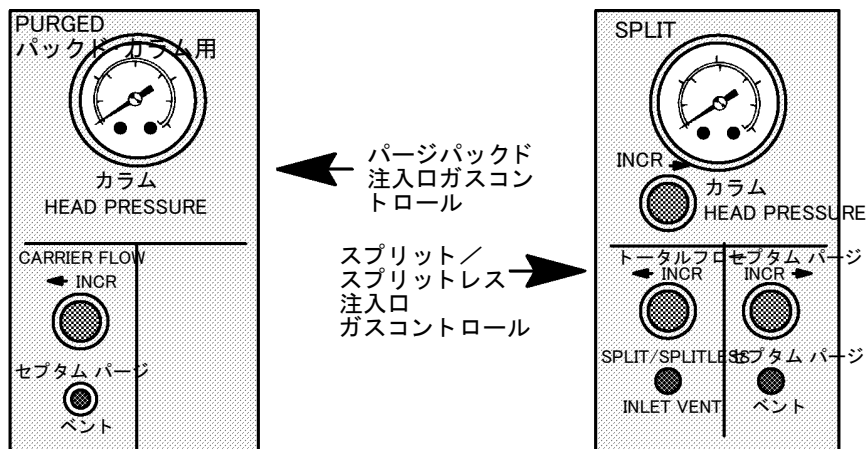


図 11. EPC でない注入口のガスコントロール

セプタムパージ

セプタムパージ流量は、マニュアルパージバックド注入口では自動的に設定され、フロントパネル上のベントで測定できます。マニュアルスプリット/スプリットレス注入口のセプタムパージはユーザが調整します。

流量を測定する

このセクションでは GC 各部の流量測定と、GC で使用できるように読み取った値を変換する方法を説明します。EPC 付きの GC を使用している場合、市販されている安価なフローメータよりも、GC に内蔵された流量センサや圧力センサの方が、たいいていの場合、より正確であることに留意してください。あなたが GC でキャリブレーションされた流量や圧力を確立できるなら、測定値が GC の表示と 2 ~ 3 パーセントの範囲内で一致している場合 (NPT に補正した値 ; [97 ページ](#)参照)、GC のマニホールドは正しく機能していることを示し、交換の必要はありません。

石鹼膜流量計による流量測定

石鹼膜流量計は、非常に基本的で信頼性の高い、ガス流量測定用ツールです。石鹼膜流量計は、ガスが流れる管内に石鹼膜を作ります。管内を流れるガスの速度は、この石鹼膜の動きによって表されます。ほとんどの石鹼膜流量計は異なる内径の管を持っているため、広範囲にわたる流量を簡単に測定できます。

1、10、および 100ml/min の流量範囲を持つ石鹼膜流量計は、少ない流量 (キャリアガスなど) の測定と多い流量 (FID 用の空気など) の測定のどちらにも使用できます。

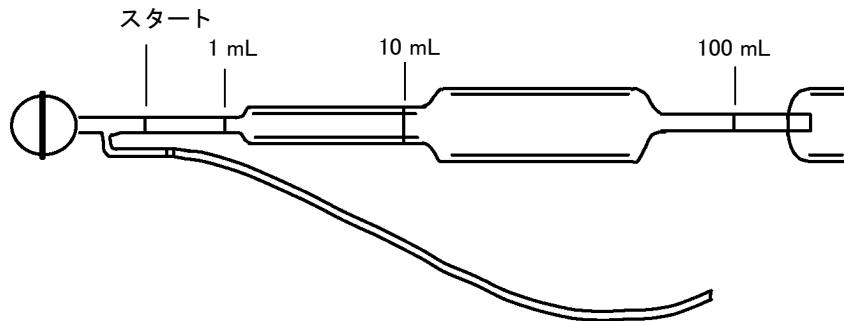
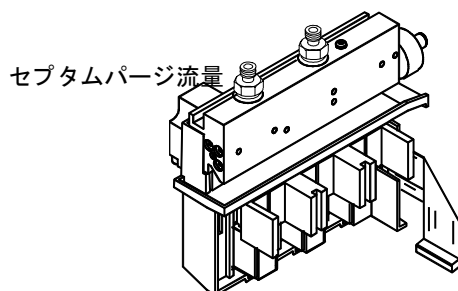


図 12. 三段階の計量容積を持つ石鹼膜流量計

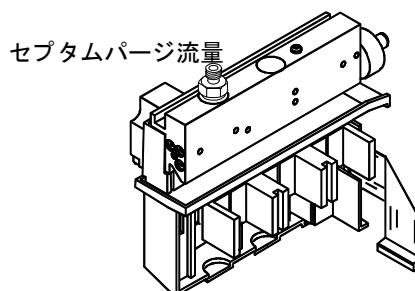
流量の測定箇所

EPC 注入口 - セプタムパージフローとスプリットベントフローが、GC 後上部にあるニューマティックスモジュールから排出されます。

スプリットベント



スプリット／スプリットレスおよび
PTV ニューマティックスモジュール



パージパックドおよびクールオンカラム
ニューマティックスモジュール

検出器 - キャリアガスを含むすべての流量を、検出器の排出口で測定します。

マニュアル注入口 - フローベントがフロントパネル上にあります。[図 11](#) を参照してください。

流量測定用アダプタ

ゴム製のアダプタチューブを、NPD、ECD、または TCD の排気ベントに直接取り付けます。



FID および同種の検出器には、別のアダプタが用意されています。アダプタを検出器の排気ベントにできるだけ深く差し込みます。アダプタの O-リングを検出器の排気ベントに押し込むと、抵抗を感じるはずですが、アダプタを回しながら押し込み、確実に密封します。



手順：石鹼膜流量計によるガス流量の測定

ツール：

- ・ 1、10、および 100mL の目盛りのある石鹼膜流量計。ゴム球は石鹼水で半分満たす。
- ・ 検出器またはベント用のアダプタ
- ・ GC の内部ストップウォッチ

警告

水素は空気や酸素と混合状態で測定しないでください。混合して測定すると爆鳴気を形成し、自動イグナイタにより引火して爆発することがあります。

この危険を避けるには、次のようにします。
作業を始める前に自動点火を OFF にします。
異なるガスは必ず別々に測定します。

1. 石鹼膜流量計のガスの入口を、流量を測定する接続部に取り付けます。必要に応じて、適切なアダプタを使用します。
2. 石鹼膜流量計を垂直に支えます。- ゴム球をつまんで離し、石鹼膜流量計内に石鹼膜を発生させます。測定を行う前に、これを数回行ってメータの側面を湿らせます。
3. [Time] を押してストップウォッチスクリーンを表示します。ゴム球をつまみまします。
4. 石鹼膜が石鹼膜流量計内の START（一番下の）ラインを通過するときに、[Enter] を押してストップウォッチをスタートさせます。
5. 石鹼膜が 1mL、10mL、または 100mL ラインを通過するときに、もう一度 [Enter] を押してストップウォッチを止めます。
6. $1/t$ の値から mL/min 単位の流量を計算します。
 - ・ 1mL ラインを使用した場合は、流量 (mL/min 単位) = $1/t$ です。
 - ・ 10mL ラインを使用した場合は、流量 (mL/min 単位) = $10 \times 1/t$ です。
 - ・ 100mL ラインを使用した場合は、流量 (mL/min 単位) = $100 \times 1/t$ です。
7. [Clear] を押して、ストップウォッチをリセットします。この測定を少なくとももう 1 回繰り返して、流量を検証します。

流量計の読み取り値を解釈する

石鹼膜流量計の測定値は、測定時の温度と気圧での流量を示すものです。電子式流量計は、25 °C 以外の温度、一気圧以外の圧力でキャリブレーションされていることがあります。ところが、GC ディスプレイには標準状態（NTP）の温度と圧力に補正された値が表示されます。流量計の読み取り値を NTP に補正しない場合、読み取り値は GC に表示される値と一致しないことがあります。

流量計の読み取り値を、NTP（25 °C、1 気圧）の値に変換するためには、以下のことが分かっているなければなりません：

- ・ 測定場所での大気圧、または電子式流量計をキャリブレーションした圧力
- ・ 測定時における石鹼膜流量計の温度、または電子式流量計をキャリブレーションした温度

変換式は以下の通りです：

$$\text{NTP での流量} = \frac{\text{流量}_{\text{測定時}} \times 298 \times \text{圧力}_{\text{測定時}}}{\text{温度}_{\text{測定時}}}$$

ここで：

NTP での流量	標準状態（25 °C、1 気圧）に補正した流量（mL/min 単位）。
流量 _{測定時}	石鹼膜流量計で測定した流量（mL/min 単位）。
温度 _{測定時}	測定時における石鹼膜流量計の温度、または電子式流量計をキャリブレーションした温度。温度単位は Kelvin（Kelvin = 摂氏温度 + 273）
圧力 _{測定時}	測定時における石鹼膜流量計の温度、または電子式流量計をキャリブレーションした温度。単位は atm です（1 atm = 1.01325 bars = 760 Torr = 760 mm Hg（0 °C） = 101.325 kPa = 14.7 psi）。

流量と圧力の問題を解決するには

ガスが設定圧力または流量に達しない

ガスがキーボードから入力した圧力に達しない。EPC 注入口が設定した圧力に達しない場合には、注入口のタイプによって決定されている時間が経過した後にシャットダウンします。

注入口のタイプ	シャットダウンまでの時間
パージパッキング、クールオンカラム	2 分間
スプリット / スプリットレス、PTV、ボラタイルインレット	5.5 分間
Aux	4 分間

- ・ ガス供給圧力が設定値に達するには低すぎます。供給圧力は、希望の設定値よりも最低でも 10 psi 以上大きくする必要があります。
- ・ システムのどこかに重大な漏れが生じています。電子式リークデテクタを使用して、漏れの発生箇所を発見し、修復してください。カラムが折れると大きな漏れが生じます。必ずカラムも点検してください。
- ・ ガスセーバを使用している場合には、ガスセーバの流量が分析に使用する最高カラムヘッド圧力を維持するのに十分な流量に設定されていることを確認します。
- ・ 使用しているカラムに対して流量が低すぎます。
- ・ カラムが詰まっているかカラムの取り付け不良です。
- ・ 注入口または検出器の圧力センサが正しく作動していません。ご担当のサービスエンジニアにご連絡ください。

スプリット / スプリットレス注入口、PTV 注入口、ボラタイルインレットを使用する場合：

- ・ スプリット比が低すぎます。スプリット流量を上げてください。
- ・ 汚染その他の原因で、注入口のプロポーショナルコントロールバルブが閉じたまま動かなくなっています。ご担当のサービスエンジニアにご連絡ください。

パージパッキングまたはクールオンカラム注入口を使用している場合

- ・ 汚染その他の原因で、注入口のコントロールバルブが閉じたまま動かなくなっています。ご担当のサービスエンジニアにご連絡ください。

ガスが設定圧力または流量を超える

- ・ そのデバイスの圧力センサが正しく動作していません。ご担当のサービスエンジニアにご連絡ください。

スプリット / スプリットレス注入口、PTV 注入口、ボラタイルインレットを使用する場合：

- ・ スプリット比が高すぎます。スプリット比を下げてください。
- ・ プロポーショナルコントロールバルブが閉じたまま動かなくなっています。ご担当のサービスエンジニアにご連絡ください。
- ・ スプリットベントライン上のトラップが汚染されています。ご担当のサービスエンジニアにご連絡ください。

パージパケットまたはクールオンカラム注入口を使用している場合

- ・ 汚染その他の原因で、注入口のコントロールバルブが開いたまま閉じたまま動かなくなっています。ご担当のサービスエンジニアにご連絡ください。

注入口の圧力または流量が変動する

注入口の圧力が変動すると、分析中に流量やリテンションタイムが変動する原因となります。

- ・ 流路系に小さな漏れがあります。電子式リークデテクタを使用して、漏れの発生箇所を発見し、修復してください。ガス供給配管の漏れも点検してください。
- ・ スプリット / スプリットレス注入口やPTV 注入口で、ライナーやスプリットベントの閉塞など、大きな通気抵抗がある。適正なライナーを使用していることを確認してください。デザインや充填剤の詰め過ぎなどにより大きな圧力降下を持っているライナーは交換します。問題の原因がライナーではないと思われる場合には、スプリットベントトラップが詰まっている場合があります。ご担当の弊社サービスエンジニアにご連絡ください。
- ・ 分析中に著しい室温の変化がありました。実験室の温度を安定させる措置を講じるか、または装置をより適切な場所に移動してください。
- ・ システムに大容積のガスが追加されました（サンプリングバルブを使用した場合に、この問題が生じることがあります）。サンプル容量を減らしてください。温度および圧力の変化を補正するEPC注入口を使用します。

測定した流量が表示されている流量と一致しない

石鹼膜流量計を使用して流量をチェックした場合、測定値を NTP 状態に補正しても、GC で計算し表示される流量と一致しないことがあります。

- ・ カラムの長さ、内径、またはガスタイプのコンフィグレーションが不適切です。正しい情報を入力してください。[Config] [Column 1] または [Config] [Column 2] を押して、カラムの仕様を入力します。[Config] [Front Inlet] または [Config] [Back Inlet] を押して、ガスタイプを入力します。キャピラリカラムを大幅に切ってしまった場合には、元の長さで実際の長さが違っている場合があります。実際の長さを入力してカラムをコンフィグレーションしてください。
- ・ 定流量モードの選択後、新しい圧力設定値が入力されていません。定流量モードをオン / オフするたびに、新しい圧力設定値を入力しなおしてください。
- ・ 短い (< 15m)、直径 0.58 ~ 0.75mm の WCOT カラムがスプリット / スプリットレスキャピラリ注入口とともに使用されています。トータルフローコントローラは、高流量用に設定されているため、注入口内に圧力が生じており、設定圧力がゼロの場合にもカラム流量が存在します。(この場合、設定値がゼロの場合でも実際の圧力がディスプレイに表示されることがあります。) 短い、530 ~ 750 μm のカラムでは、トータルフローをできるだけ低くしてください (20 ~ 30ml / min など)。より長い、抵抗の大きいカラム (15 ~ 30 m など) を取り付けてください。
- ・ スプリットベントラインが部分的に詰まっているために、実際の注入口の設定圧力よりも高くなっています。スプリットベントラインを交換してください。
- ・ 質量選択検出器が使用されていて、真空補償が選択されていません。

4 カラムオーブン

オーブンの機能

オーブンの安全保護

オーブンのコンフィグレーション

手順：定温分析のセットアップ

温度プログラム分析

 オーブン温度プログラミングの設定値

 オーブンランプ速度

手順：一段昇温プログラムの設定

手順：多段昇温プログラムの設定

急速加熱クロマトグラフィー

 急速加熱オーブン

 オーブンをコンフィグレーションする

急速加熱クロマトグラフィー用オーブン

 インサートを使用する

 オーブンインサートを取り付ける

 インサートを取り外す

低温操作

 低温コントロール設定値

オープンの機能

機能	範囲
温度範囲：	- 80 °C (液体 N ₂ 、オプション) または - 60 °C (CO ₂ 、オプション) ~ 450 °C
最大温度：	450 °C
温度プログラミング：	最大 6 段のプログラム設定可能
最大ランタイム：	999.99 分
昇温 / 降温速度：	装置のコンフィグレーションに応じて、0 ~ 120 °C /min

オープンには、注入口 2 つ、検出器 2 つ、オープン上部の加熱ボックス内にバルブ最大 4 個、オープン内部にバルブ 2 個、およびキャピラリカラムまたはパックドカラムを装着できます。

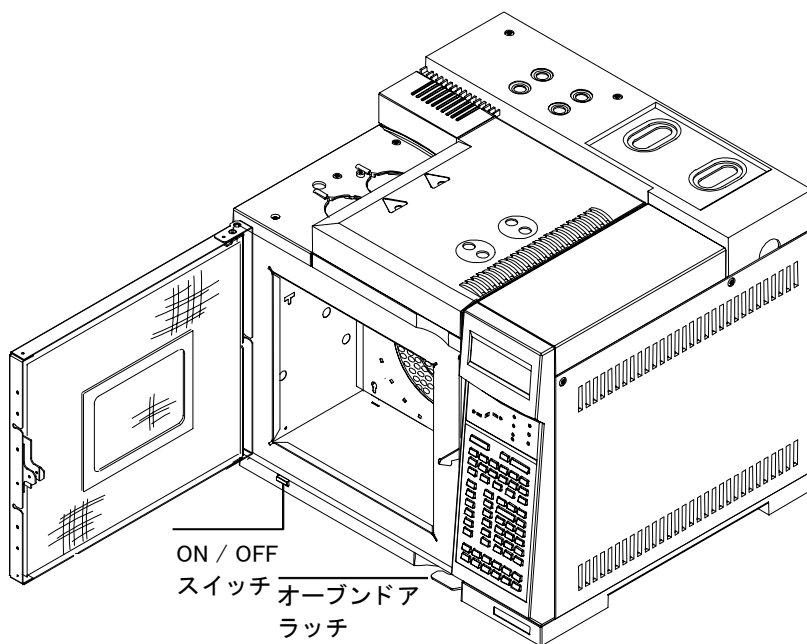


図 13. カラムオープン

オープンの安全保護

安全のため、オープンドアを開くと、オープンヒーター、ファン、冷却バルブ（取り付けられている場合）の電源は OFF になります。ただし、メモリ内の設定値は保存されています。

OVEN			
Temp	350	door	open
Init time		2.00	
Rate 1(off)		0.00	

オープンドアを閉じると、オープンは通常操作にもどります。

室温以上での通常操作時に、オープンが入力した設定温度に達しないか、またはその温度を維持できない場合は、何か問題があるとみなされ、オープンは OFF になります。

以下のような問題が考えられます：

- ・ オープンフラップが作動しない
- ・ オープンファン、ヒーター、温度センサが正しく機能してしない
- ・ 電子回路に問題がある

シャットダウンが発生した場合は、オープンコントロールテーブルの Off の行が点滅します。ユーザが [Oven][On] を押すか、またはオープンコントロールテーブルの Temp の設定値を編集して、オープンを再び ON にするまでは、オープンは OFF のままです。

オープンがシャットダウンされた場合は、次のメッセージが表示されます。

SHUTDOWN (#1):
Oven Shut Off

シャットダウンの詳細については、[\[Shutdown \(シャットダウン\)\]](#) を参照してください。

オープンのコンフィグレーション

オープンのコンフィグレーションでは、最高温度、安定時間、および低温設定値（冷却装置を取り付けた場合）を設定します。

[Config][Oven] を押します。最高温度の設定範囲: 70 ~ 450 °C

```
CONFIGURE OVEN
Maximum temp    450
Equip time      3.00 <
Cryo not installed
```

Maximum temp 設定できるオープン温度の上限値。バルブボックス、バルブ、およびカラムなどいくつかのアクセサリには、固有の最高使用温度があります。

Maximum temp を設定する際は、アクセサリ類が損傷しないように、これらの上限値を考慮に入れなければなりません。オープン温度の設定値は入力時に確認されます。入力した設定値と以前に設定した値が矛盾する場合は、メッセージが表示されます。

```
ERROR: Out of Range
-60 to 450 deg C
Current max: 300,
set with CONFIG OVEN
```

Equip time オープン温度変更後に温度が安定するために必要な時間。実測のオープン温度が設定値から 1 °C 以内になった時点で、安定時間の測定が開始されます。Equip time の設定値は、0 ~ 999.99 分の範囲です。

手順：定温分析のセットアップ

定温分析とは、オープンを一定温度に保って行う分析です。定温分析をするには、Rate 1 をゼロに設定します。

1. [Oven] を押して、オープン・コントロール・テーブルを表示します。

OVEN		
Temp	30	30 <
Init time		0.00
Rate 1 (off)		0.00

2. 定温分析のオープン温度を入力します。ユーザの実測値と設定値は、例に示す値とは異なることに注意してください。

OVEN		
Temp	35	50
Init time		0.00 <
Rate 1 (off)		0.00

3. Init time に、オープンをこの温度にしておきたい時間（分）を入力します。この時間が分析を持続する時間になります。

OVEN		
Temp	50	50
Init time		2.00
Rate 1 (off)		0.00 <

4. 定温分析をするときは、Rate 1 をゼロに設定します。

温度プログラム分析

オープン温度をプログラムして、イニシャル温度からファイナル温度までのオープン昇温プログラムを組むことができます。1 回の分析で 6 ランプまでの多段昇温が可能です。

シングルランプ（一段昇温）プログラムはオープン温度をイニシャル温度から指定されたファイナル温度まで、指定された速度で昇温し、指定された期間、ファイナル温度に保ちます。

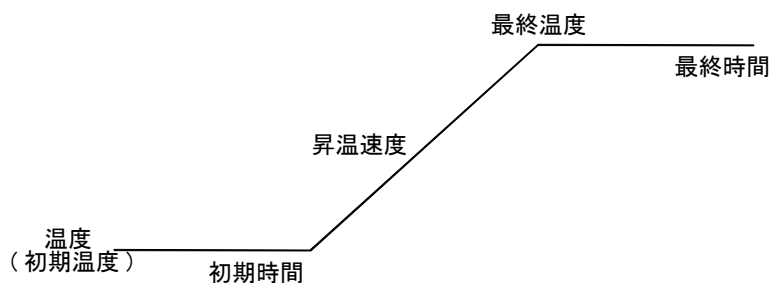


図 14. シングルランプ

マルチランプ温度プログラムもシングルランプと同様です。オープン温度をイニシャル温度からファイナル温度までプログラムしますが、その間に、多様な昇温レートやタイムを設定できます。マルチランプ温度プログラムでは、昇温と同様に降温も可能です。

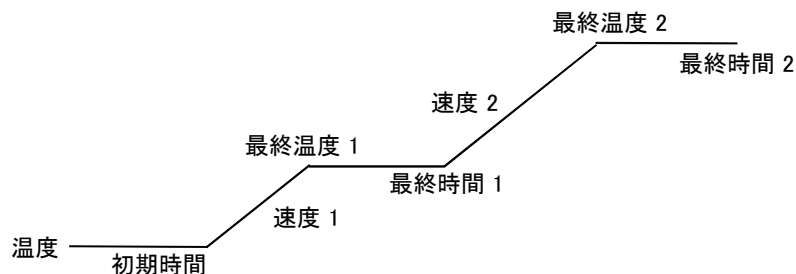


図 15. マルチランプ

オープン温度プログラミングの設定値

Temp 昇温プログラム分析の開始温度。プログラムの開始時に、この値は **Init temp** 設定値にコピーされます。分析の終了時に、**Temp** は **Init temp** 内に保存された値にリセットされ、オープンは開始時の温度に戻ります。

Init temp このパラメータは、昇温プログラムによる分析中を除けば、**Temp** と同じです (分析中、**Temp** はプログラムの命令に従って変化しますが、**Init temp** は一定のままです)。 **Init temp** の値を変更すると、次の分析の開始温度が変わります。 **Temp** の値を変更すると、現在の温度がただちに変化しますが、この値は次の分析のためには保存されません。

Init time プログラム分析の開始後にオープンが開始温度を保持する時間 (分単位)。

Rate オープンが加熱または冷却されるレート (°C /min 単位)。

Final temp 加熱または冷却レートの最後にオープンが達する温度。

Final time オープン温度が昇温プログラム・レートの最終温度に保たれる時間 (分単位)。

1 回の分析の時間は、そのオープン温度プログラムによって決まります。1 回の最長分析時間は 999.99 分です。この時間が経過した時点でプログラムがまだ実行中であっても、分析は終了します。

オープンランプ速度

高速オープンレート（240V 電源仕様に限ります）を使用するには、15Amp 以上で 200V 以上の電力を供給できる電源が必要です。

得られる最高レートは、多くの要因によって決まります。これらの要因には、室温、注入口と検出器の温度、オープン内のヒートマスの量（カラム、バルブなど）、およびその日の最初の分析かどうかなどがあります。急速加熱クロマトグラフィーで使用するオプションのオープンインサート（[112 ページ](#)参照）は、バック位置のカラムでオープンの昇温速度を増加します。一般的に可能なオープン昇温速度を[表 10](#)にリストします。

表 10 **オープンランプ速度**

温度範囲 (°C)	100/120 V オープン ランプ速度 (°C/分)		200/220/230/240 V オープン、 ランプ速度 (°C/分)	
	インサート なし	インサート あり (オプション)	インサート なし	インサート あり (オプション)
50 ~ 70	75	120	120	120
70 ~ 115	45	95	95	120
115 ~ 175	40	65	65	110
175 ~ 300	30	45	45	80
300 ~ 450	20	35	35	65

手順：一段昇温プログラムの設定

この例では、オープン温度を 50 °C から 150 °C まで 10 °C /min のレートで上げます。

1. [Oven] を押して、オープン・コントロール・テーブルを表示します。
2. 初期温度 (Temp) を入力します。

OVEN	
Temp	35 50 <
Init time	0.00
Rate 1 (off)	0.00

3. オープン温度を初期温度 (Temp) に保つ時間 (Init time) を入力します。

OVEN		
Temp	35	50
Init time		2.00
Rate 1 (off)		0.00 <

4. オープン温度を上げるレート (Rate 1) を入力します。

OVEN		
Temp	35	50
Init time		2.00
Rate 1		10.00 <
Final temp		00.0

5. 最終温度 (Final temp 1) を入力します。
6. オープン温度を Final temp 1 に保つ時間 (Final time 1) を入力します。

OVEN		
Final temp 1		150
Final time 1		5.00
Rate 2 (off)		0.00 <

7. Ramp 1 だけで昇温プログラムを終了するには、Rate 2 をゼロに設定します。

手順：多段昇温プログラムの設定

前ページで説明した方法で、最初のオープン昇温プログラムを設定します。

多段昇温プログラムでは、最初の Final time が次のプログラムの Init time になります。したがって、指定する Init time は最初の1つだけです。

1. 2段目のレート (Rate 2) を入力します。
2. 最終温度 (Final temp 2) を入力します。

3. オープン温度をこの最終温度に保つ時間、最終時間 (Final time 2) を分単位で入力します。

```
OVEN
Final temp 2      250
Final time 2     10.00
Rate 3 (off)     0.00 <
```

4. Ramp 2 で昇温プログラムを終了するには、Rate 3 をゼロに設定します。プログラムをさらに追加するには、上記の手順を繰り返します。

急速加熱クロマトグラフィー

サンプルの処理速度と回転効率を高めるため、6890 GC にはいくつかのオプションがあります。つまり、急速加熱オープン（国によりオプション）、急速加熱クロマトグラフィー用オープンインサート（[112 ページ](#)参照）、そして冷媒による冷却（[115 ページ](#)参照）です。

急速加熱オープン

急速加熱オープンを使用するには以下の要件が必要です：

- ・ GC の仕様が急速加熱オープンになっている。急速加熱オープンは、電源仕様が 200 ～ 240V のほとんどの GC で標準装備です。米国、カナダ、スイス、中国、オーストラリアでは、急速加熱オープンオプションとして注文するか、交換が必要です（弊社サービス担当者にご連絡ください）。
- ・ 供給電源は 200 V 以上で、15 アンペア以上が必要です。
- ・ 米国仕様では、供給電源は 240 V が必要です。

オープンをコンフィグレーションする

急速加熱オープン付きで注文された GC は、工場で適切にコンフィグレーションされています。通常のオープンを急速加熱オープンに変更し、適正な供給電源が使用できるようにした場合は、新しいオープンヒーターが正しく機能するよう GC をコンフィグレーションする必要があります。

警告

以下の作業手順は、上記「[急速加熱オープン](#)」でリストされた基準の**すべて**を満足しない場合は実行しないでください。通常のオープンから急速加熱オープンへの変更（または通常のオープンへの変更）は、資格を持った弊社サービス担当者による、オープンヒータ、内部ヒューズ、電源回路の交換が必要です。適切なハードウェア変更をしないで、キーパッドからオープンコンフィグレーションを実行すると、装置に損傷を与え、火災を引き起こすおそれがあります。

1. [Config] を押し、[Instrument] にスクロールして [Enter] を押します
2. オープンのタイプを変更するには、[.] [.] と押して [Mode/Type] を押します
3. 正しいオープンのタイプを選択し (fast または regular)、そして [Enter] を押します

急速加熱クロマトグラフィー用オープンインサートを使用する

6890 急速加熱クロマトグラフィー用オープンインサートは、オープンの実効容積を小さくし、カラムやサンプルがより急速に加熱されて、速やかな分離と高速のクロマトグラフィーが得られるようになります。そしてオープンの容積がより小さくなるため、フルサイズのオープンよりもより速やかに冷却され、分析全体のサイクルタイムを短縮します。

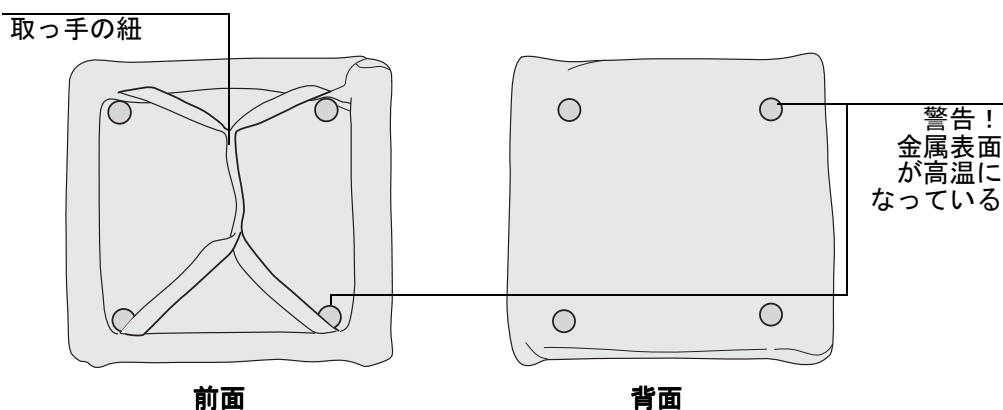


図 16. オープンインサート

オープンインサートは、バック位置に取り付けられた、どの注入口、カラム、検出器と組み合わせても使用できます。しかし、オープンのバック位置で場所を塞いだり、フロント注入口やオープンのフロント位置を使用するいかなるアクセサリとも一緒に使用できません。

オープンインサートを取り付ける

1. GC オープンを Off にして、冷えるまで待ちます。

注意

オープン内壁にある穴の切り口が鋭くなっていると、オープンインサートの布地を傷めます。

カラムオープン
急速加熱クロマトグラフィー用オープンインサートを使用する

- オープンインサートの向きを下の図 17 に示されるよう持ちます。インサートの上端を奥に入れて、フロント注入口 / 検出器のカラム取り付け口と、バックカラムハンガーの間に挿入します。

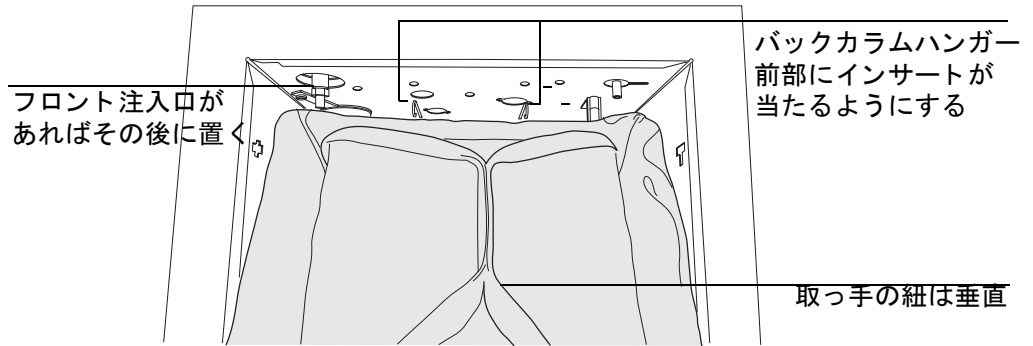


図 17. バックハンガーの前にインサートを取り付ける

- インサートの下部を押し込み、図 18 に示すように置きます。図のように、インサートが垂直になるよう取り付けてください。
- フロント検出器位置に TCD、ECD、 μ -ECD、NPD の何れかが取り付けられている場合は、メイクアップアダプタにキャップを取り付けて、パージフローを流します。

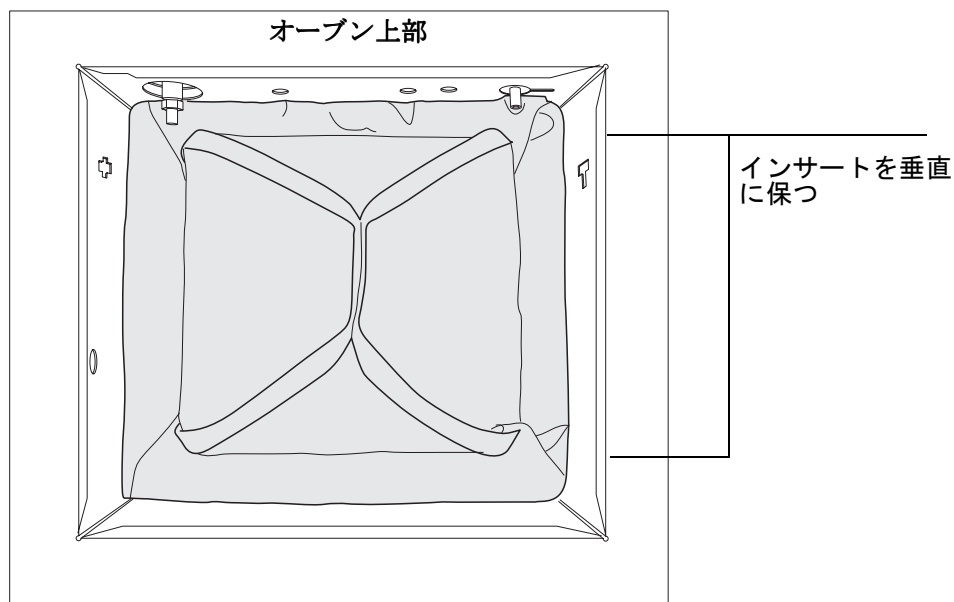


図 18. オープンに取り付けられたオープンインサート

インサートを取り外す

1. インサートを取り外すには、GC オープン、注入口、検出器加熱ゾーンを Off にし、冷えるまで待ちます。

警告

オープンが冷却された後も、オープンインサートの金属ファスナーは高温のままになっています。インサートの取り扱いは常に取っ手の紐を持つようにするか、耐熱性の手袋を着用します。

2. 取っ手の紐を使ってオープンインサートを取り外します、最初に下側から引き出します。

低温操作

冷却バルブを使用して、室温より低い温度でオープン进行操作できます。得られる最低オープン温度は、装備されているバルブのタイプによって決まります。

GCは、クライオ・バルブの有無とタイプを感知し、冷却バルブが装備されていない場合は低温の設定値を受け入れません。低温冷却が不要な場合や、冷媒が使用できない場合は、低温操作をOFFにしておいてください。これを怠ると、特に室温に近い温度で、適切なオープン温度コントロールができなくなることがあります。

冷却バルブの取り付けと冷媒についての詳細は、[「低温冷却装置について」](#)を参照してください。

低温コントロール設定値

[Config][Oven] と押します。

CONFIGURE OVEN	
Maximum temp	450
Equip time	3.00 <
Cryo (N2)	Off
Quick cryo cool	Off
Ambient temp	25
Cryo timeout	Off
Cryo fault	Off

低温オプションが搭載されていない装置表示の一部は次のようになります。

Equip time 3.00
Cryo not installed

Cryo 設定値

Cryo ONにすると、低温冷却機能が有効になります。OFFにすると無効になります。

Quick cryo cool（急速冷媒冷却）- この機能はCryoとは別の機能です。急速低温冷却は、分析後に通常より短時間でオープンを冷却します。この機能は、沢山の数のサンプルを短い時間で分析する場合に便利ですが、より大量の冷媒が必要となります。オープンが設定値に達すると、急速冷媒冷却は直ちにオフになり、必要に応じた通常の冷媒冷却機能に変わります。

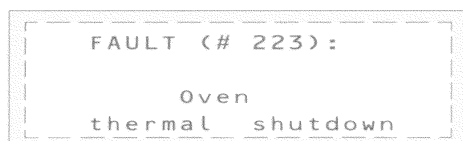
Ambient temp 外気の温度。この設定値によって、低温冷却が機能する温度は以下のようになります：

- ・ 通常の低温操作の場合、室温 + 25 °C。
- ・ 急速低温冷却の場合、室温 + 45 °C。

Cryo timeout (冷却タイムアウト) - このタイムアウト(時間切れ)が来るとオープンがシャットオフします。オープンの安定後、指定した時間(10 ~ 120 分)内に分析が開始されない場合です。Cryo Timeout を OFF にすると、この機能は無効になります。自動分析が途中で停止したりシーケンスの終了時に冷却タイムアウトにより冷媒を節約できるよう、この項目をオンにしておくことをお勧めします。

Cryo fault (冷却失敗) - 16 分間冷却操作を続けても、設定温度に達しない(安定に時間が掛かりすぎる)場合、オープンはシャットダウンされます。これは温度が設定値に達するまでの時間であり、設定値で安定してレディになるまでの時間ではありません。例えば、オープン・トラック・モードでクール・オンカラム注入口と冷却コントロール機能を使用する場合、オープンがレディになるまでに 20 ~ 30 分かかることがあります。

温度が最低許容温度(液体窒素の場合 - 90 °C、液体 CO₂ の場合 - 70 °C) 以下になった場合は、オープンはシャットダウンされ、次のメッセージが表示されます。



```
FAULT (# 223):  
  
Oven  
thermal shutdown
```

5 カラムとトラップ

カラムハンガー

- 手順：キャピラリカラムの準備
- 手順：スプリット / スプリットレス注入口へのキャピラリカラムの取り付け
- 手順：クールオンカラム注入口へのキャピラリカラムの取り付け
- 手順：パージバックド注入口へのキャピラリカラムの取り付け
- 手順：PTV 注入口およびボラマイルインレットへのキャピラリカラムの取り付け
- 手順：NPD または FID 検出器にキャピラリカラムを取り付ける
- 手順：TCD 検出器にカラムを取り付ける
- 手順： μ -ECD 検出器へのキャピラリカラムの取り付け
- 手順：FPD 検出器にキャピラリカラムを取り付ける

キャピラリカラム接続用のフェラル

- グラファイトフェラルとグラファイト入り Vespel フェラル
- Vespel フェラル

ステンレスカラム

- 概要：ステンレスカラムを取り付ける
- フィッティング
- ステンレスカラムの準備
- 手順：テフロンチューブからスペーサを作る
- 手順：フェラルをメタルカラムに取り付ける
- 手順：検出器接続部へのアダプタの取り付け
- 手順：ステンレスカラムの取り付け
- ステンレスカラム用フェラル

ガラスパックドカラムの取り付け

- 概要：ガラスパックドカラムの取り付け
- 手順：ガラスパックドカラムの取り付け
- ガラスパックドカラム用のフェラルと 0-

リング

カラムのコンディショニング

- 手順：カラムコンディショニングの予備手順
- 手順：キャピラリカラムのコンディショニング
- 手順：バックドカラムのコンディショニング

ケミカルトラップのコンディショニング キャピラリカラムをキャリブレーションする（オプション）

キャリブレーションモード

カラムキャリブレーションの手順

- 手順：溶出時間から、カラムの長さまたは内径を推定する
- 手順：実測した流量からカラム長さまたは内径を推定する
- 手順：カラム長さとおよびカラム内径をどちらも推定する

カラムとトラップ

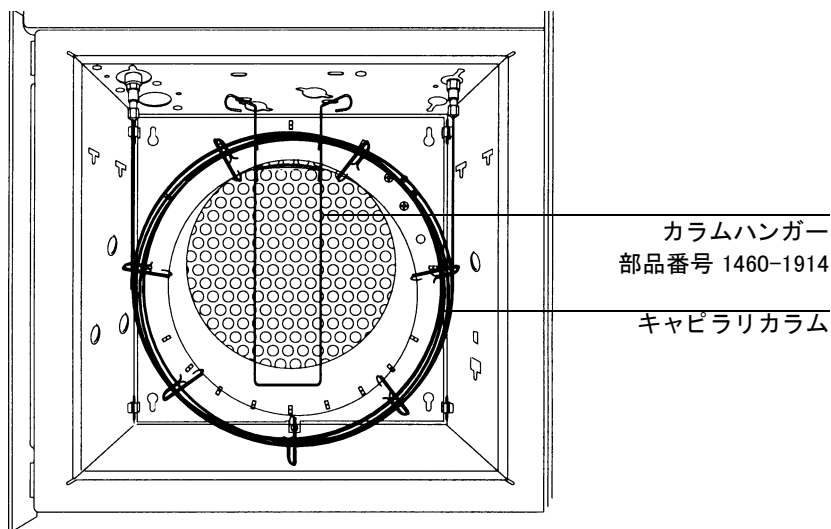
キャピラリカラム

本節では、キャピラリカラムを準備し、注入口と検出器に取り付ける方法について説明します。メタルパッキドカラムについては、[137](#) ページを参照してください。ガラスパッキドカラムについては、[146](#) ページを参照してください。

カラムハンガー

Agilent キャピラリカラムは、針金枠に巻かれており、オープン内壁の上面に取り付けられたカラムハンガーに掛けます。

カラムハンガーは2つの位置に取り付けます。カラムがオープン内の中央にくる方の位置を使用してください。カラムの端が注入口と検出器に滑らかな曲線で接続できるようにセットしてください。カラムがオープンの表面に接触してはいけません。



手順：キャピラリカラムの準備

取り付けの前に、キャピラリカラムを準備します。正しい方法で準備すれば、カラムの端にバリやぎざぎざができていたり、カラムがグラファイトなどの物質で汚れたりすることはありません。

警告

ガラスまたはヒューズドシリカキャピラリカラムを手で扱ったり、切り取ったり、取り付けるときは、飛び散る破片から目を保護するために安全眼鏡を着用してください。またこれらのカラムを手で扱うときは、刺し傷を負わないように注意してください。

必要なパーツ

カラムナットとフェラル

キャピラリカラム

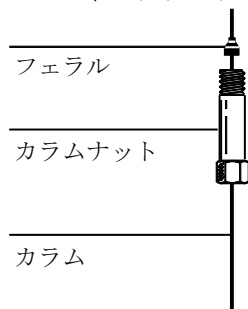
カラムカッター

拡大ルーペ

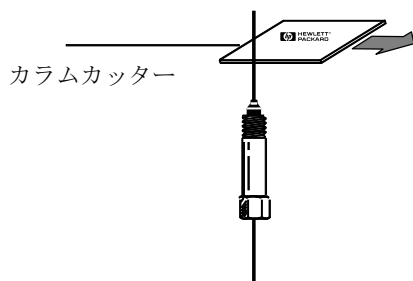
イソプロパノール

ティッシュペーパー

1. キャピラリカラムナットとフェラルをカラムに通します。



2. カラムカッターでカラムに刻み目を付けます。きれいな切断面になるよう直角に挽いてください。



手順：スプリット / スプリットレス注入口へのキャピラリカラムの取り付け

3. 切り込みを入れた反対側にカラムカッターの端を当て、カラムの端を持って、カラムを折り離します。拡大ルーペを使ってカラムの先にバリやぎざぎざのエッジが無いことを確認します。



4. イソプロパノールで湿らせたティッシュを使ってカラム外壁を拭い、指紋やほこりを取り除きます。



手順：スプリット / スプリットレス注入口へのキャピラリカラムの取り付け

注入口にカラムを取り付ける前に、適正なガラスライナが注入口に取り付けられていることを確認します。ライナを選択と取り付けの方法については「[ライナ](#)」を参照してください。

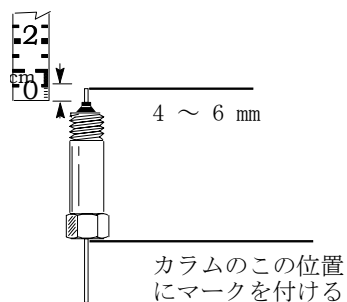
必要なパーツ

カラムナットとフェラル
カラムカッター
タイプライター修正液
1/4 インチレンチ
物差し

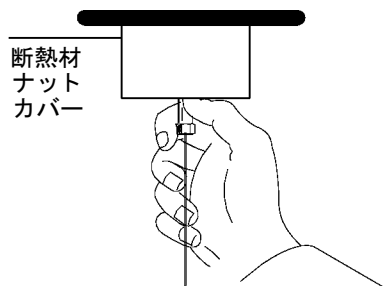
1. カラムを準備します。手順については、[118](#) ページを参照してください。

手順：スプリット/スプリットレス注入口へのキャピラリカラムの取り付け

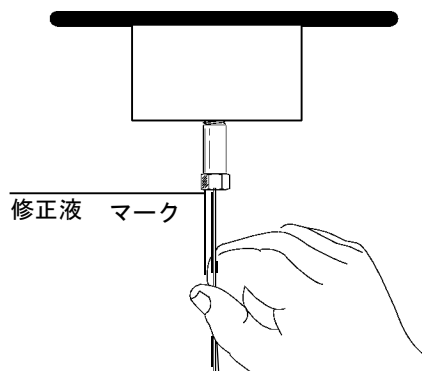
- フェラルの先からカラムが 4～6 mm 出るように位置決めします。カラムナットの位置に修正液でマークを付けます。



- カラム及びカラムナットとフェラルを注入口に差し込み、カラムが軽く固定するまで、カラムナットを指で締めます。

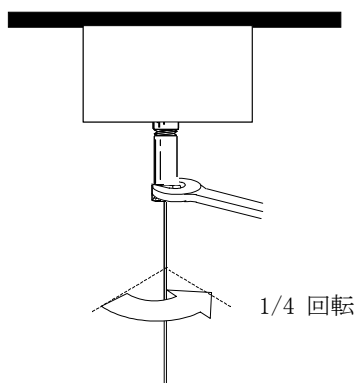


- カラムに付けた修正液マークがカラムナットの底と同じ高さになるよう、カラム位置を調整します。



手順：クールオンカラム注入口へのキャピラリカラムの取り付け

5. 更に1/4～1/2回転、カラムナットを締め、軽く引っ張ってもカラムが動かなくなるようにします。



6. カラムが注入口と検出器の両方に接続されたら、注入口に流れるキャリアガスの流量をセットします。オープン、注入口、検出器を使用する温度に加熱します。それらをもう一度冷却して、フィッティングを締め直します。

手順：クールオンカラム注入口へのキャピラリカラムの取り付け

カラムを注入口に取り付ける前に、注入口の中に正しいインサートがセットされていることを確認してください。詳細については、[「クールオンカラム注入口のハードウェア」](#)を参照してください。

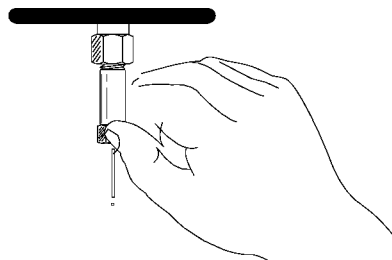
必要なパーツ

カラムナットとフェラル
カラムカッター
1/4 インチレンチ

1. カラムを準備します。手順については、[118](#) ページを参照してください。

手順：パージパックド注入口へのキャピラリカラムの取り付け

2. カラムを注入口の奥にいっぱいまでゆっくりと挿入します。カラムナットを注入口接続部に差し込み、指で締めます。



3. レンチでさらに 1/4 回転締めて、カラムが動かないようにします。
4. 250 μm または 320 μm カラムで自動注入システムを使用する場合は、あらかじめ、手でシリンジを注入口に押し込み、うまく入ることを確認してください。
5. カラムが注入口と検出器の両方に接続されたら、注入口に流れるキャリアガスの流量をセットします。オープン、注入口、検出器を使用する温度に加熱します。それらをもう一度冷却して、フィッティングを締め直します。

手順：パージパックド注入口へのキャピラリカラムの取り付け

注入口にカラムを取り付ける前に、適正なガラスライナが注入口に取り付けられていることを確認します。このハードウェアの選択と取り付けの方法については、[「ライナとインサート」](#)を参照してください。断熱カップが取り付けられていない場合は、ステップ 1 から、取り付けられている場合はステップ 4 から開始します。

必要なパーツ

カラムナットとフェラル

カラムカッター

タイプライター修正液

1/4 インチレンチ

物差し

断熱カップ

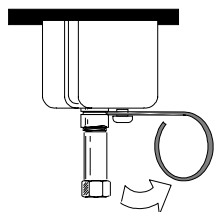
穴無しフェラル（断熱カップを取り付ける際の栓として使用）

手順： パージパックド注入口へのキャピラリカラムの取り付け

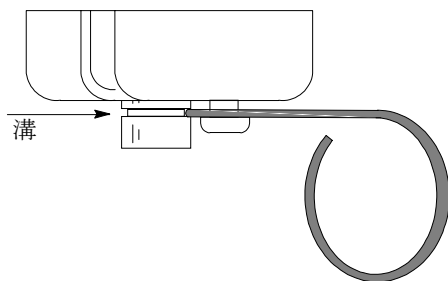
1. 注入口接続部に栓を取り付けます。



2. 必要に応じて、断熱カップを取り付けます。カップスプリングを右に押さえます。カップを注入口フィッティングにスライドさせ、カップ上端の断熱材がオーブン天井面に重なるようにします。



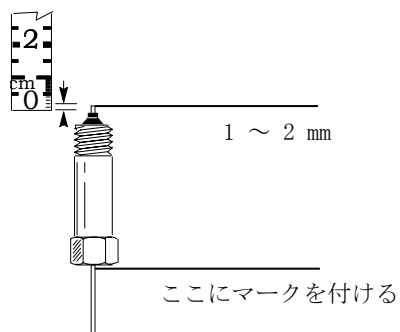
3. スプリングを注入口ライナの溝に合わせます。カラムナットと穴無しフェラルを取り外して脇に置きます。



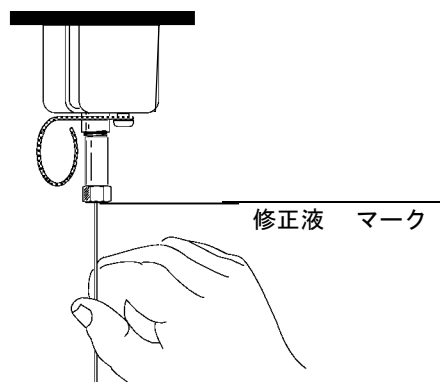
4. カラムを準備します。手順については、[118](#) ページを参照してください。

手順：パージパックド注入口へのキャピラリカラムの取り付け

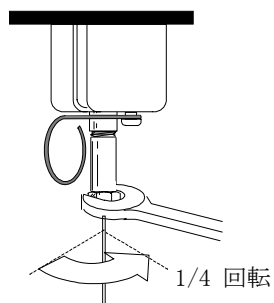
5. フェラルの先からカラムが 1～2 mm 出るように位置決めします。カラムナットの位置に修正液でマークを付けます。



6. カラムを 1 cm 押し上げて、注入口ライナへガイドします。カラム上でナットとフェラルを滑らせ、注入口ライナに取り付けます。カラムに付けた修正液マークがカラムナットの底と同じ高さになるよう、カラム位置を調整します。カラムが静止するまで、カラムナットを指で締めます。



7. 更に 1/4～1/2 回転、カラムナットを締め、軽く引っ張ってもカラムが動かなくなるようにします。



手順：PTV 注入口およびボラタイルインレットへのキャピラリカラムの取り付け

8. カラムが注入口と検出器の両方に接続されたら、注入口に流れるキャリアガスの流量をセットします。オープン、注入口、検出器を使用する温度に加熱します。これらを冷却して、もう一度フィッティングを締め直します。

手順：PTV 注入口およびボラタイルインレットへのキャピラリカラムの取り付け

これらの2種類の注入口へのカラムの取り付けには、それぞれ独特の手順が必要です。詳細については、[「手順：カラムの取り付け」](#)を参照してください。

手順：NPD または FID 検出器にキャピラリカラムを取り付ける

検出器にカラムを取り付ける前に、検出器に正しいジェットが取り付けられていることを確認します。検出器ジェットの選択と取り付けについての詳細は、本章の後半を参照してください。

NPD/FID 検出器フィッティングには2つのタイプがあります：

- ・ アダプタブル - 充填カラムとキャピラリカラムの両方で使用
- ・ キャピラリ専用 - キャピラリカラムのみで使用

アダプタブルフィッティングにキャピラリアダプタが取り付けられていない場合は、手順1から始めてください。キャピラリアダプタが既に取り付けられている場合は、手順5から始めてください。

必要なパーツ

両方のフィッティングタイプで：

カラムナットとフェラル

カラムカッター

1/4 インチレンチ

物差し

修正液

キャピラリアダプタ付きフィッティングのみで：

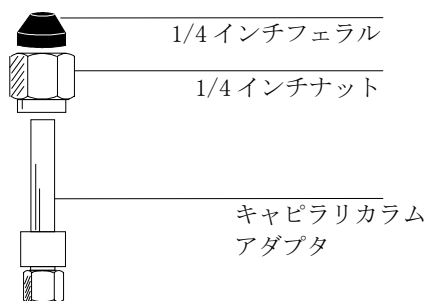
1/4 インチナットとフェラル

キャピラリカラムアダプタ

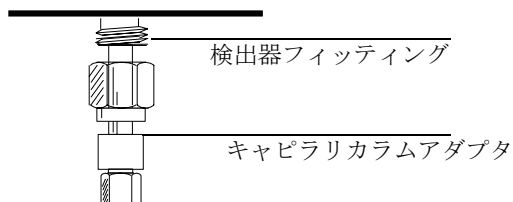
9/16 インチレンチ

手順：NPD または FID 検出器にキャピラリカラムを取り付ける

1. 真ちゅうナットとグラファイト入り Vespel フェラルをアダプタに通します。



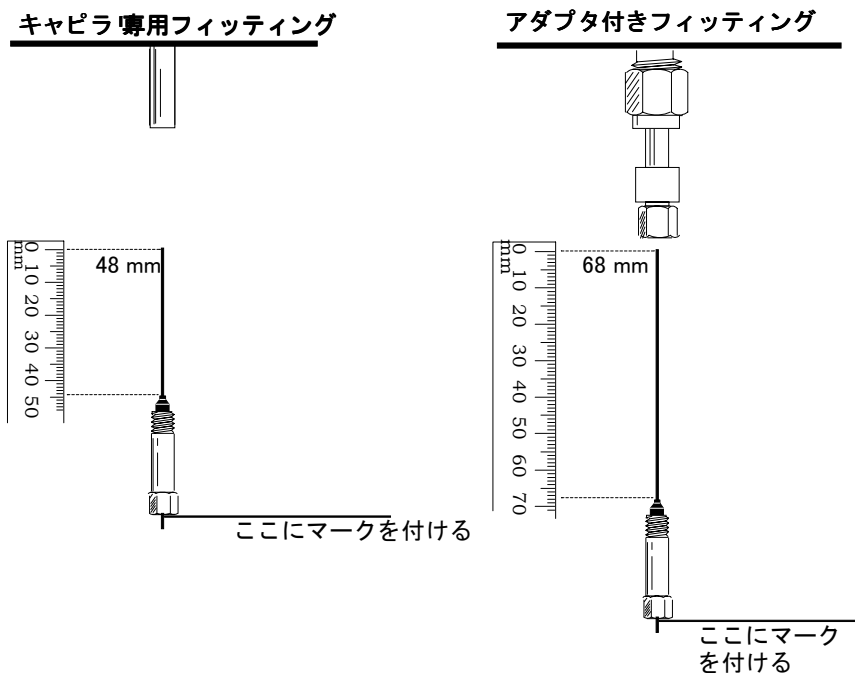
2. アダプタをまっすぐ、できるだけ奥まで検出器ベースに挿入します。この位置でアダプタを保持し、手でナットを締めます。レンチを使ってナットをもう 1/4 回転締めます。



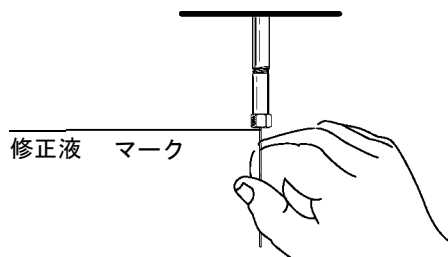
3. カラムを準備します（手順については、[118](#) ページを参照してください）。カラム内径が 100μ 以上の場合は、手順 7～9 に従います。カラム内径が 100μ より小さい場合は、まず手順 4～6 に従い、次に手順 8～9 に従います。

手順：NPD または FID 検出器にキャピラリカラムを取り付ける

4. カラム内径が 100μ 未満の場合：
 フェラルの先端からカラムの先が 48 mm（キャピラリ専用のフィッティング）または 68 mm（アダプタ付きフィッティング）出るように、カラムを差し込みます。修正液を使って、カラムナット底部でカラムに位置マークを付けます。



5. カラムを検出器の中に差し込みます。カラムにナットとフェラルを通し、検出器底部に取り付けます。カラムが静止するまで、カラムナットを指で締めます。
6. カラムに付けた修正液マークがカラムナットの底と同じ高さになるよう、カラム位置を調整します。手順 8 に進みます。



7. ゆっくりとカラムを検出器に挿入し当たるまで挿入します。力を掛けて無理に挿入しないでください。

手順：TCD 検出器にカラムを取り付ける

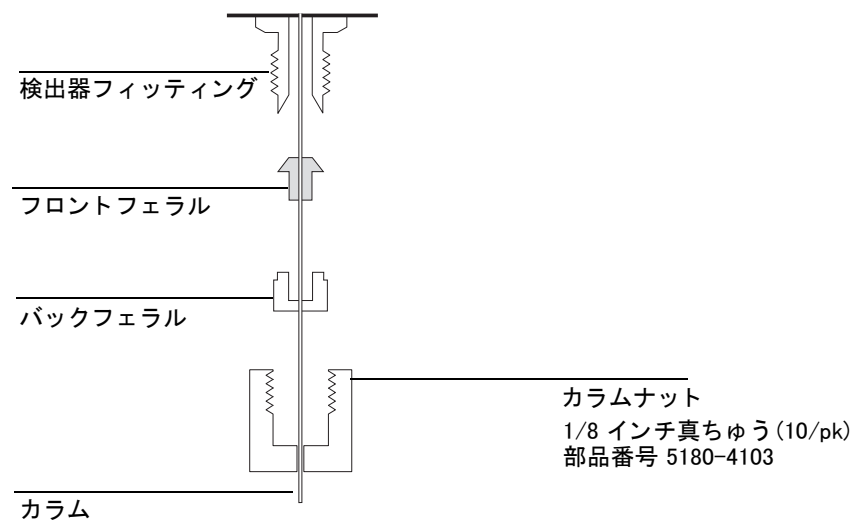
8. カラムを約 1mm 引き出します。レンチを使ってナットをもう 1/4 回転締めます。
9. カラムが注入口と検出器の両方に接続されたら、注入口に流れるキャリアガスの流量をセットします。オープン、注入口、検出器を使用する温度に加熱します。もう一度冷却してフィッティングを締め直します。

手順：TCD 検出器にカラムを取り付ける

必要なパーツ

キャピラリカラムアダプタ
 カラムナットとフェラルセット
 カラムカッター
 レンチ

1. 図に示すように、カラムに 1/8 インチの真ちゅうナットとフェラルを通して組み立てます。



適切なフェラルについては[表 11](#) を参照ください。カラムの中に入ったフェラルの破片を取り除くため、カラムの先を少しだけ切り除きます。

2. ゆっくりとカラムを検出器に挿入し当たるまで挿入します。力を掛けて無理に挿入しないでください。
3. カラムナットとフェラルを検出器フィッティングに、手で締めつけます。

手順： μ -ECD 検出器へのキャピラリカラムの取り付け

4. カラムを約 1 mm 下に引き戻します。レンチを使ってナットをもう 1/4 回転締めます。カラムが動かないことを確認します。

表 11. TCD 検出器で使用するフェラル

カラム外径	バックフェラル	フロントフェラル
0.8 mm	G1530-80400	G1530-80410
0.53 mm	G1530-80400	G1530-80420
0.45 mm	G1530-80400	G1530-80430
穴無しフェラル	G1530-80400	G1530-80440

手順： μ -ECD 検出器へのキャピラリカラムの取り付け

検出器はキャピラリカラムアダプタを取り付けた状態で出荷されます。このアダプタを取り外した場合は、キャピラリカラムを取り付ける前に、アダプタを取り付ける必要があります。

μ -ECD には、一方の端の部分が細くなっている、透明なインデントライナを使用する必要があります。

必要なパーツ

キャピラリカラムアダプタ

ヒューズドシリカライナ、段付き

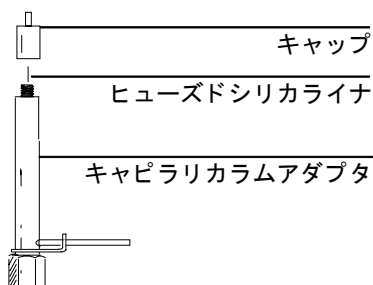
1/4 インチナットと 1/4 インチグラフィイト入り Vespel フェラル

カラムナットとフェラル

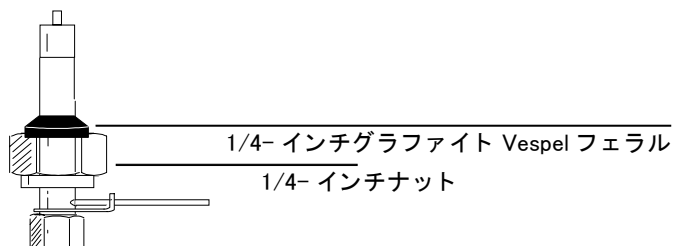
カラムカッター

1/4- インチと 9/16- インチ レンチ

1. アダプタのキャップを外して、ライナを確認します。ライナが割れている場合は、ライナを交換して、キャップを再度取り付けます。アダプタのキャップ側にライナの細くなった方を取り付けてください。

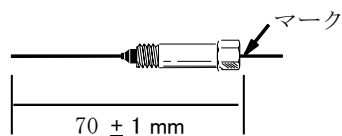


- アダプタに 1/4 インチナットとグラファイト Vespel フェラルを取り付けます。

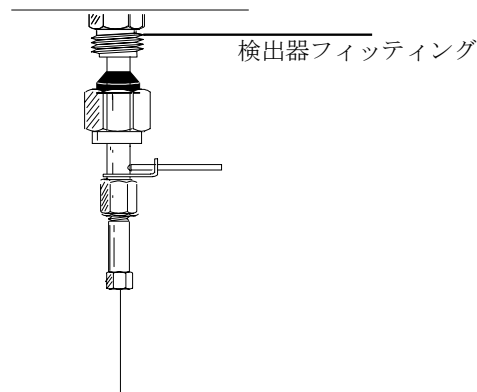


- カラムを準備します。手順については、[118](#) ページを参照してください。
- カラムの直径が $200\ \mu\text{m}$ 以上の場合には、カラムがライナの細くなった部分で止まるまでアダプタに押し込みます。その後、カラムを $1\sim 2\text{mm}$ 引き出し、カラムナットをしっかりと締め付けます。

直径が $200\ \mu\text{m}$ 未満の場合には、カラムの終端から $70 \pm 1\text{mm}$ のところにマークを付けます。マークがカラムナットの後部にくるところまでカラムとナットをアダプタに差し込み、カラムナットをしっかりと締め付けます。

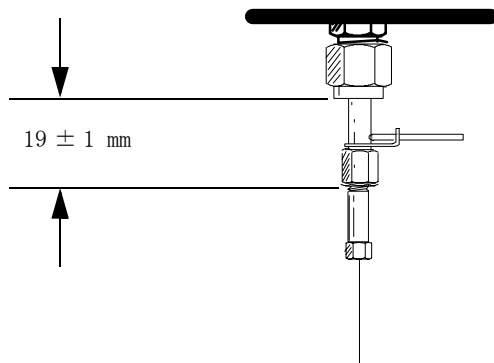


- アダプタを検出器の中に真っ直ぐゆっくりと差し込みます。アダプタが検出器フィッティングの奥までいっぱいには差し込まれるようにします。必要なら軽く上下に動かします。カラムの先端を折らないように注意してください。



手順：FPD 検出器にキャピラリカラムを取り付ける

アダプタが正しく取り付けられると、1/4 インチナットからアダプタの下端までの距離は 19 ± 1 mm になります。この距離が 22 ~ 23 mm の場合は、再度アダプタを検出器に取り付け直します。

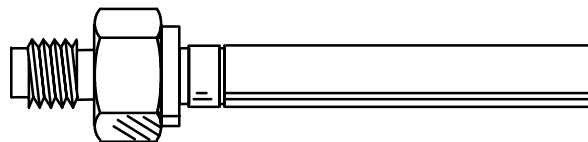


6. カラムナットとフェラルをカラムに通して検出器に取り付けます、手でナットを締めます。9/16 インチレンチを使用して、更に 1/4 回転ナットを締めます。
7. カラムが注入口と検出器の両方に接続されたら、注入口に流れるキャリアガスの流量をセットします。オープン、注入口、検出器を使用する温度に加熱します。それらをもう一度冷却して、フィッティングを締め直します。

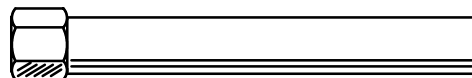
手順：FPD 検出器にキャピラリカラムを取り付ける

この FPD 検出器では、充填カラムとキャピラリカラムがどちらも使用できるよう、アダプタブルフィッティングを使用しています。お手持ちのアダプタブルフィッティングにキャピラリアダプタが取り付けられていない場合は、ステップ 1 から始めてください。キャピラリアダプタが、すでにアダプタブルフィッティングに取り付けられている場合は、ステップ 5 から始めてください。

この FPD 検出器では、キャピラリカラム接続用に、特別なアダプタを使用します。FPD キャピラリアダプタ（部分番号 19256-80570）は、内径 530mm までの熔融シリカカラムを取り付けることができ、FPD 炎の直下まで達するため、サンプルのテーリングや化学活性点による損失を極小にします。



19256-80590
FPD 1/8 インチアダプタ

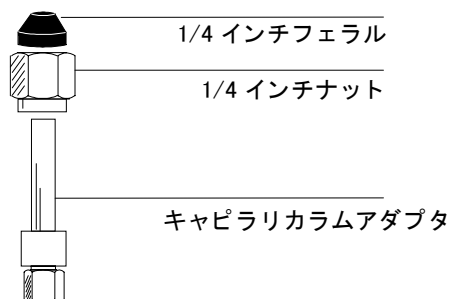


19256-80570
FPD キャピラリアダプタ

必要な器材

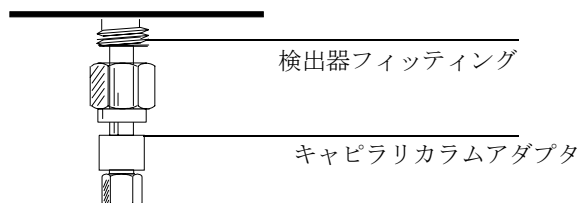
- カラムナットとフェラル
- FPD キャピラリカラムアダプタ
- 1/4 インチナットとフェラル
- カラムカッター
- 1/4 インチレンチ
- 9/16 インチレンチ
- 物差し
- 修正液

1. 真ちゅうナットとグラファイト入り Vespel フェラルをアダプタに通します。



手順：FPD 検出器にキャピラリカラムを取り付ける

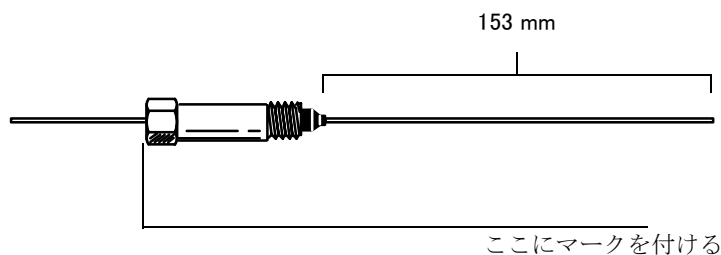
- アダプタをまっすぐできるだけ奥まで検出器ベースに挿入します。この位置でアダプタを保持し、手でナットを締めます。レンチを使ってナットをもう 1/4 回転締めます。



- カラムナット（部分番号 18740-20870）とグラファイトフェラル（内径 1.0 mm 部分番号 5080-8773、または 内径 0.5 mm 部分番号 5080-8853）をカラムに取り付けます。
- ナットとフェラルを取り付けた後で、カラムの先を少し切り取って、カラム先端を新しくします。手順については、[118 ページ](#)を参照して下さい。
- カラムの先端から約 153 mm の位置にフェラルを置きます。

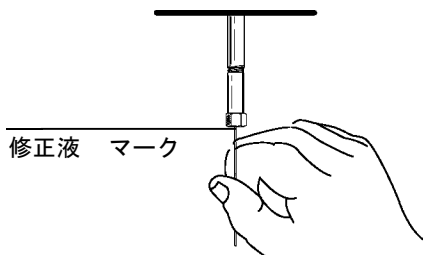
カラム先端の最適高さは、サンプルの性質とガスの流量に依存します。位置が高すぎると、カラム先端が炎にさらされます。位置が低すぎると、サンプルは加熱されたステンレス鋼に接触して、わずかにテーリングします。

カラムナット底部でカラムに位置マークを付けます。タイプライター修正液を使用します。



- カラムを検出器に挿入します。ナットとフェラルをカラム上でスライドさせ検出器底部に取り付けます。カラムが動かなくなるまで、カラムナットを指で締めます。

7. カラムに付けた修正液マークがカラムナットの底と同じ高さになるよう、カラム位置を調整します。そして、ステップ 8 に進みます。



8. カラムナットを手で締め、それから約 1 mm カラムを下に引き降ろします。レンチを使ってナットをもう 1/4 回転締めます。
9. カラムが注入口と検出器の両方に接続されたら、注入口に流れるキャリアガスの流量をセットします。オープン、注入口、検出器を使用する温度に加熱します。もう一度冷却してフィッティングを締め直します。

キャピラリカラム接続用のフェラル

[表 12.](#) キャピラリカラムに使用されるフェラル、注入口と検出器に使用されるライナとアダプタより詳細なリストについては [カラム・分析機器部品カタログ](#) を参照ください。

グラファイトフェラルとグラファイト入り Vespel フェラル

これらのフェラルは使用する前に空焼きし、グラファイトに吸着された有機化合物を除きます。フェラルを幾つかペトリ皿に置き、GC オープンを 250 ~ 300 °C にして、約 30 分間空焼きします。各種のフェラルを揃えたペトリ皿を GC オープンに置いておくと、汚染されていないフェラルがすぐに使用できます。

フェラルは、カラムに差し込むことができ、滑って落ちてしまわないサイズの良く合ったものを使用してください。フェラルのサイズが合っていれば、指で締めた状態からさらに 1/4 回転締めるだけで完全にシールされます。フェラルがゆるい場合には、カラムナットがカラムのまわりをフェラルが圧迫するようにカラムナットを調整する必要があります。柔らかいグラファイトフェラルを使用している場合にはこれでも問題ありませんが、硬いフェラルの場合には、かなりの力が必要となるため、注入口の接続部が曲がったり、ナットまたはフェラルが損傷する恐れがあります。硬いフェラルを使用する場合には、小さめの穴から始めて、カラムのサイズに合わせて穴を大きくすることをお勧めします。

Vespel フェラル

Vespel フェラルは、グラファイトより洩れに強く、温度の上限が低い製品です。2 ~ 3 回オープン昇温サイクルを繰り返した後に締め直します。

表 12. キャピラリカラムで使用される部品類

項目 *	一般的な用途	部品番号
1/4- インチ、グラファイト入り Vespel フェラル、10 個	注入口 / 検出器のライナ / アダプタ	5080-8774
1.0 mm グラファイトフェラル、10 個	キャピラリカラム	5080-8773
0.5 mm グラファイトフェラル、10 個	キャピラリカラム	5080-8853
カラムナット	カラムを注入口や検出器に接続	5181-8831
カラムカッター	キャピラリカラムのカット	5181-8836

* O-リングとフェラルの内径

ステンレスカラム

概要：ステンレスカラムを取り付ける

一般に使用されるステンレスカラムには、1/4 インチと 1/8 インチの 2 サイズがあります。この一般的な作業手順は、どちらのサイズのカラムにも利用できます。また、FPD で使用する PTFE カラムにも応用できます。

1. ステンレスカラムを準備します ([139](#) ページ)。
2. [表 13](#). または [表 14](#) を参考にして、必要なフィッティング部品を用意します。
3. 必要に応じて、アダプタを取り付けます ([142](#) ページ)。
4. カラムを取り付けます ([143](#) ページ)。
5. 注入口にキャリアガスを流します。オープン、注入口、検出器を使用する温度に加熱します。それらをもう一度冷却して、フィッティングを締め直します。

フィッティング

表 13. 1/4 インチおよび 1/8 インチステンレスカラム用のフィッティング部品

注入口あるいは検出器	1/4 インチ ステンレスカラム		1/8 インチ ステンレスカラム	
	取り付ける位置	説明	取り付ける位置	説明
ページパックド注入口	1/4 インチライナ	ライナの取り付け方法は「 手順：ライナの取り付け 」を参照。	1/8 インチライナ	ライナの取り付け方法は「 手順：ライナの取り付け 」を参照。
キャピラリパックド兼用の NPD*、FID または FPD	1/4- インチアダプタ (部品番号 19231-80530)	必要に応じて、アダプタの取り外しまたは取り付けを行う アダプタを取り付ける手順については、 142 ページを参照。	1/8- インチアダプタ (部品番号 19231-80520 (FID、NPD) 19256-80590(FPD))	アダプタを取り付ける手順については、 142 ページを参照。
ECD	検出器フィッティング	必要に応じてアダプタを取り外します。	1/8- インチアダプタ (部品番号 . 19301-80530)	アダプタを取り付ける手順については、 142 ページを参照。
TCD	1/4- インチアダプタ (部品番号 G1532-20710)	アダプタを取り付ける手順については、 142 ページを参照。	検出器フィッティング	必要に応じてアダプタを取り外します。

* カラムを接続して検出器を操作する準備ができるまで、NPD を塞いでいる栓を外さないでください。この簡単な手順を守らないと、最初に検出器を使用する際に、コレクタの効率が低下したり、ビードの安定時間が長くなることがあります

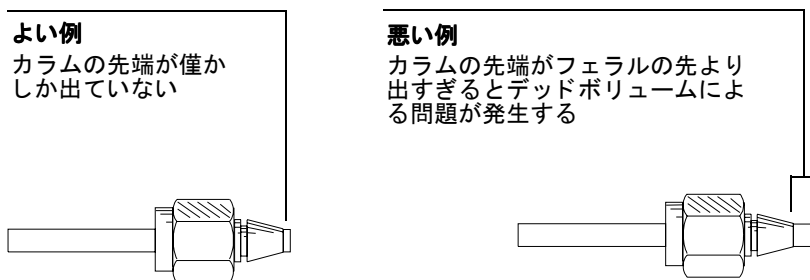
FPD 用 1/8 インチアダプタ (部分番号 19256-80590) を使用すると、FPD ヒューズドシリカライナを外筒にして PTFE カラムを取り付けて、加熱されたステンレス鋼にサンプルが接触するのを避けることができます。

表 14. PTFE カラムを使用する際の FPD のフィッティング

1/4-in PTFE カラム		1/8-in PTFE カラム	
取り付け場所	説明	取り付ける位置	説明
1/4- インチアダプタ (部品番号 19231-80530)	希望によりアダプタを取り付けるか取り外す アダプタを取り付ける手順については、 142 ページを参照。	1/8- インチアダプタ (部品番号 19256-80590)	アダプタを取り付ける手順については、 142 ページを参照。

ステンレスカラムの準備

ステンレスカラムを取り付ける前に、カラムの先端にフェラルを固定し、フェラルとカラムの先端を揃えておいてください。これによって、接続部内のデッドボリュウムによる問題を防止できます



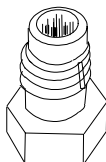
次の手順に従って、1/8 インチまたは 1/4 インチステンレスカラムに新しい SWAGELOCK ナットとフェラルを取り付けます。フェラルが既にカラムに取り付けられている場合は、アダプタの取り付け ([142](#) ページ) またはステンレスカラムの取り付け ([143](#) ページ) の手順に進みます。

手順: テフロンチューブからスペーサを作る

必要なパーツ

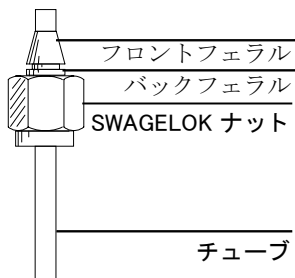
- 1/4 インチまたは 1/8 インチテフロンチューブ
- 1/4 インチまたは 1/8 インチナットとフェラルセット
- 万力
- オス SWAGELOCK フィッティング
- 9/16 インチまたは 7/16 インチレンチ
- カミソリまたはカッター

1. 万力に新しいオスの SWAGELOK フィッティングを固定します。

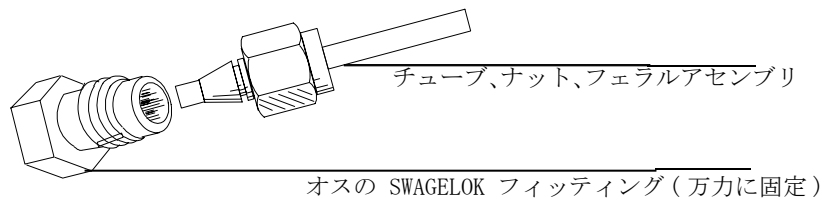


オスの SWAGELOK フィッティング

2. テフロンチューブの切れ端に、SWAGELOK ナット、バックフェラル、フロントフェラルを通します。チューブの先端が直角にカットされていないようなら、カミソリかカッターを使い、直角で平らな端面にします。



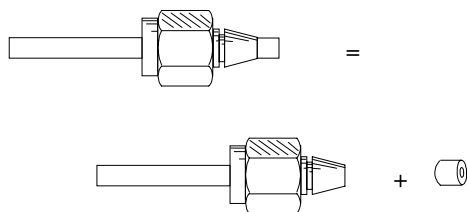
3. Teflon チューブ、フェラル、およびナットを、バイスで固定した SWAGELOCK プラグナットに差し込みます。ナットを手で締めた後、レンチで 3/4 回転締めて、フェラルをチューブに固定します。



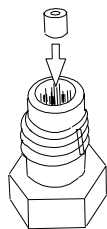
4. ナットを緩めて、チューブをオスの SWAGELOK フィッティングから外します。

手順：フェラルをメタルカラムに取り付ける

5. カミソリかカッターを使って、チューブのフェラルの外に突出している部分を切り離します。このチューブのピースがスペーサになります。



6. 万力に固定されたオスの SWAGELOK フィッティングにこのスペーサを挿入します。



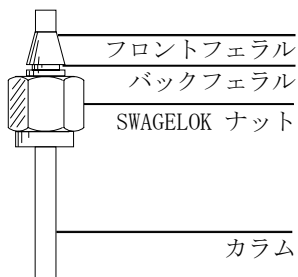
このスペーサーを入れたオスの SWAGELOK フィッティングは、カラムに新しいフェラルを取り付けるときいつでも使用できるように、常に手元に用意しておきます。

手順：フェラルをメタルカラムに取り付ける

必要なパーツ

- オス SWAGELOCK フィッティング (テフロンチューブスペーサ入り)
- SWAGELOK ナットとフェラルセット
- レンチ

1. カラムに新しい SWAGELOK ナットとフェラルを通します。

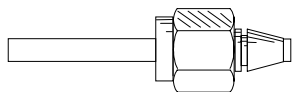


手順：検出器接続部へのアダプタの取り付け

- オスのフィッティングにテフロンチューブスペーサを取り付けます。このフィッティングを万力に固定し、ナットとフェラルを取り付けたカラムをこのフィッティングにいっぱい奥まで挿入します。手でナットを締めます。

レンチを使用して、1/4 インチカラムの場合はさらに 1-1/4 回転、1/8 インチカラムの場合は 3/4 回転だけナットを締めます。

- 万力に固定されたフィッティングから、ナットを緩めてカラムを外します。フェラルはカラムの正しい位置に固定されているでしょう。

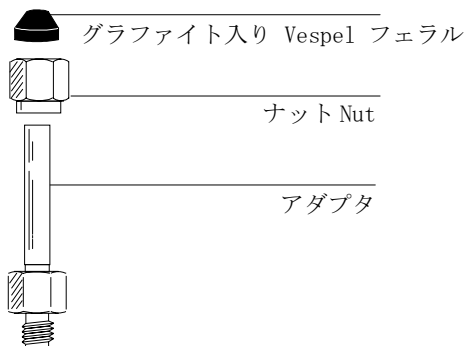
**手順：検出器接続部へのアダプタの取り付け**

以下の説明は、検出器フィッティングに各種のアダプタを取り付ける一般的な手順です。アダプタのパーツ番号に関しては[表 13](#) を参照してください。

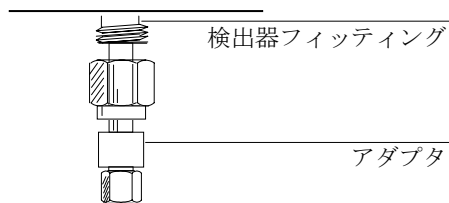
必要な器材

7/16 インチまたは 9/16 インチレンチ
 グラファイト入り Vespel フェラル
 ナット
 アダプタ

- 真ちゅうナットとグラファイト入り Vespel フェラルをアダプタに通します。



- アダプタをまっすぐできるだけ奥まで検出器ベースに挿入します。この位置でアダプタを保持し、手でナットを締めます。



1/4- インチカラムを使用する場合は、9/16 インチレンチを使用して、さらに 3/4 回転締めます。

1/8- インチカラムを使用する場合は、7/16 インチレンチを使用して、さらに 1/4 回転締めます。

- [143](#) ページの「ステンレスカラムの取り付け」に進みます。

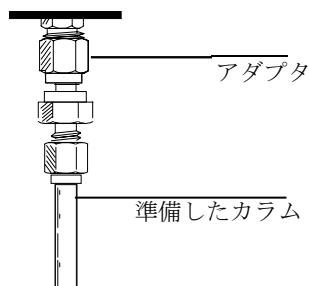
手順：ステンレスカラムの取り付け

この手順を実行する前に、アダプタまたはライナが取り付けられており（必要な場合）([142](#) ページ)、カラムが準備されている ([139](#) ページ) ことを確認してください。

必要なパーツ

フィッティング取付け済みステンレスカラム
 カラムアダプタ（必要な場合）
 レンチ

- カラムをアダプタ、検出器、注入口ライナに奥まで挿入します。手でナットを締めます。



2. カラムを検出器接続部に直接取り付ける場合は、次の手順を実行します。
1/4- インチカラムの場合は、9/16 インチレンチを使用して、さらに3/4回転締めめます。
1/8- インチカラムの場合は、7/16 インチレンチを使用して、さらに1/4回転締めめます。
3. アダプタを使用してカラムを取り付ける場合は、
2本のレンチを使用して、1本のレンチでライナまたはアダプタ本体を押さえて固定し、もう1本のレンチでカラムナットを締めめます。これにより、カラムナットを締めるとき、ライナやアダプタが空転するの防止できます。
1/4- インチカラムを使用する場合は、9/16 インチレンチを使用して、さらに3/4回転締めめます
1/8- インチカラムを使用する場合は、7/16 インチレンチを使用して、さらに1/4回転締めめます。
4. 注入口にキャリアガスを流します。オープン、注入口、検出器を使用する温度に加熱します。それらをもう一度冷却して、フィッティングを締め直します。

ステンレスカラム用フェラル

[表 15](#). ステンレスカラムに使用できるナットとフェラル詳細なリストについては [カラム分析機器部品カタログ](#) を参照ください。

不適切なフェラルの使用は、漏れや汚染の原因になります。これらの問題を避ける注意事項を以下に説明します。

グラファイトフェラルとグラファイト Vespel フェラル これらのフェラルは、使用する前にペトリ皿に入れてGCオープン内で250～300℃で30分間焼き、グラファイトに吸着した有機化合物を除去してください。各種のフェラルを揃えたペトリ皿をGCオープンに置いておくと、汚染されていないフェラルがすぐに使用できます。

Vespel フェラル Vespel フェラルは、グラファイトより洩れに強く、温度の上限が低い製品です。オープン昇温サイクル2～3回繰り返した後、もう一度締め直すとさらに良いなシールが得られます。使用するカラムのサイズに適合する正しい径のフェラルを使ってください。

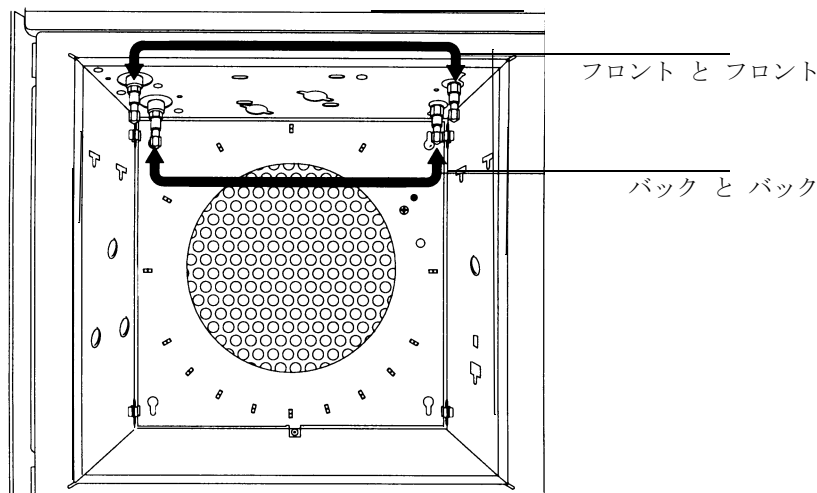
表 15. ステンレスカラムに使用されるナットとフェラル

アイテム*	一般的な用途	部品番号
1/4- インチ SWAGELOCK ステンレス、 各 20 個パック (ナット、フロントフェラル、バックフェラル)	1/4- インチ	5080-8753
1/8- インチ SWAGELOCK ステンレス、 各 20 個パック (ナット、フロントフェラル、バックフェラル)	1/8- インチ	5080-8751
1/4- インチ SWAGELOCK 真鍮製、各 20 個パック (ナット、フロントフェラル、バックフェラル)	1/4- インチ	5080-8752
1/8- インチ SWAGELOCK 真鍮製、各 20 個パック (ナット、フロントフェラル、バックフェラル)	1/8- インチ	5080-8750
1/4- インチグラファイト Vespel フェラ ル、 10 個パック	注入口 / 検出器のライ ナ / アダプタ 1/4- インチカラム	5080-8774
1/8- インチグラファイト Vespel フェラ ル、 10 個パック	1/8- インチカラム	0100-1107

* O-リングとフェラルの内径

ガラスパックドカラムの取り付け

ガラスパックドカラムは、注入口と検出器に同時に取り付けなければなりません。
また、オーブンドアに対して平行に取り付けなければなりません。



ガラスパックドカラムは、ページパックド注入口、 μ -ECD、アダプタブル NPD、FID、FPD 検出器のフィッティングに直接取り付けることができます。

3 種類の形状のガラスパックドカラムが販売されています。使用するカラムが、ご使用の注入口接続部と検出器に適合することを確認してください。[表 16](#) は、注入口と検出器に必要な接続部品と、適切なカラムコンフィグレーションについてまとめたものです。

概要：ガラスパックドカラムの取り付け

1. [表 16.](#) を参考にして、必要な接続部品とカラムコンフィグレーションを決定します。
2. 必要に応じて、アダプタを取り外すか、または取り付けます ([142](#) ページを参照)。
3. [149](#) ページのガラスカラムの取り付けの一般的な手順に従います。

表 16. ガラスパックドカラムの取り付け

注入口または検出器	取り付ける位置	カラムコンフィグレーション	備考
パージパックド注入口	注入口接続部 (ライナなし) または 1/4-インチライナ*	A または B (検出器のタイプによる) C (すべての検出器で有効)	挿入されたシリンジニードルがガラスウール栓やカラムパッキングに触れないように、カラムの入口側に少なくとも 50mm の空間が必要。
接続可能 NPD、FID あるいは FPD キャピラリー専用検出器では使用不可	検出器フィッティング	A	アダプタが取り付けられている場合は取り外す。 ジェットの管底がガラスウールプラグやカラム充填剤と接触しないよう、カラムの入り口側に少なくとも 40 mm の空間が必要。
μ -ECD	検出器フィッティング	A	キャピラリーカラムアダプタが取り付けられている場合は、アダプタを取り外す。
TCD	1/4-インチアダプタ (部品番号 G1532-20710)	B	アダプタの取り付けの手順については、 142 ページを参照。

* ライナの取り付け方法は「[手順：ライナの取り付け](#)」を参照してください。

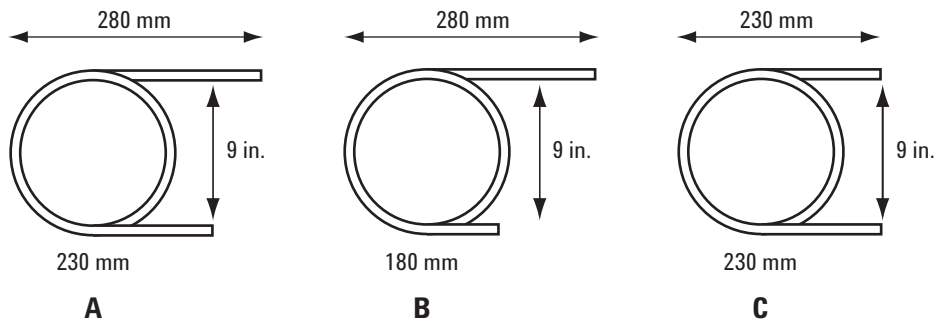


図 19. カラムコンフィグレーション

手順：ガラスパックドカラムの取り付け

必要なパーツ：

推奨パーツ：

1/4 インチグラファイト Vespel フェラル 2 個

1/4 インチナット 2 個

9/16 インチレンチ

代替パーツ：

O-リング 4 個

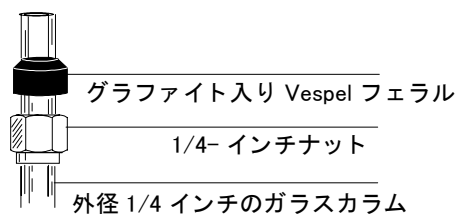
バックフェラル 2 個

1/4 インチナット 2 個

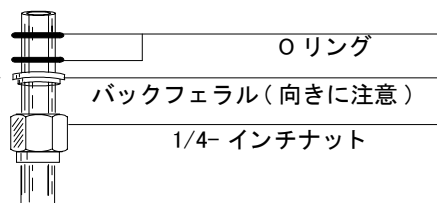
9/16 インチレンチ

1. カラム両端のそれぞれに真ちゅうナットとグラファイト入り Vespel フェラルを取り付けます。別の方法：1/4 インチナット、バックフェラル、および O-リング 2 個を、カラムの両端に取り付けます。
 ナットの下側に、追加の O-リングを取り付けると、ナットの落下が防止でき、カラムを保護します。

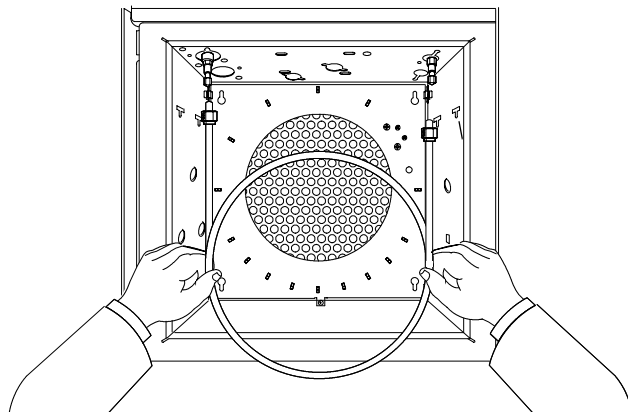
推奨



別の取り付け方法



2. カラムを注入口の奥にいっぱいまで挿入します。カラムを検出器接続部に差し込みます（無理に押し込まないでください）。カラムの長い方を注入口に差し込むには、カラムがオープンの下側に触れないよう短い方を手前にして斜めに入れて入れます。



3. 注入口と検出器の両方から、カラムを1～2mm引き出します。両方のカラムナットを、手で締めます。
4. レンチを使って、両方のカラムナットを1/4回転締めます。グラファイト Vespel フェラルを使用する場合は、手順5に進みます。O-リングを使用する場合は、手順6に進みます。

注意

カラムナットを締め過ぎたり、注入口や検出器のどちらでも底にいっぱいまで押し込むとカラムを破損するおそれがあります。

5. カラムに流す流量をセットし、注入口、検出器、オープンを操作温度まで上げます。それからオープンを室温まで冷却します。
6. レンチを使って、更に1/2回転ナットを締めます。必要に応じて、洩れを防ぐためにナットをさらに締めます

ガラスパックドカラム用のフェラルと O-リング

[表 17.](#) は、ガラスパックドカラムに使用されるフェラルと O-リングの一部を示しています。より詳細なリストについては [カラム](#)、[分析機器部品カタログ](#) を参照してください。

不適切なフェラルの使用は、漏れや汚染の原因になります。問題の発生を避けるために、グラファイト Vespel フェラルは、使用する前にペトリ皿に入れて GC オープン内で 250 ~ 300 °C で 30 分間焼き、グラファイトに吸着した有機化合物を除去してください。いつでも清浄なフェラルが使えるように、各種のフェラルをペトリ皿に入れて GC オープンに入れておいてください。

表 17. ガラスパックドカラムの消耗品

アイテム*	一般的な使用法	部品番号
1/4- インチグラファイト Vespel フェラル (10 個パック)	注入口 / 検出器ライナ、1/4- インチガラスパックドカラム	5080-8774
シリコン O-リング、6.00mm	1/4- インチガラスパックドカラム	0905-0322

* O-リングとフェラルの内径

カラムのコンディショニング

カラムのコンディショニングには、カラムを通じてのキャリアガスの流量の安定化、およびキャピラリカラムについては1.5時間、パックドカラムについては一晩の加熱が含まれます。これによって、汚染物質が除去され、カラムが分析に使用できるようになります。

新しいパックドカラムは、コーティングの過程で揮発性の汚染物質が付着している場合が多いため、コンディショニングが必要となります。エンドキャップまたはプラグを付けずにしばらく保管しておいた使用済みのカラムについても、コンディショニングが必要な場合があります。

キャピラリカラムについては、固定相の量が少ないので、コンディショニングはそれほど重要ではありません。

以下の手順には、予備的なステップおよび実際のコンディショニング手順が説明されています。パックドカラムとキャピラリカラムでは、それぞれ手順が異なります。

手順：カラムコンディショニングの予備手順

必要なパーツ：

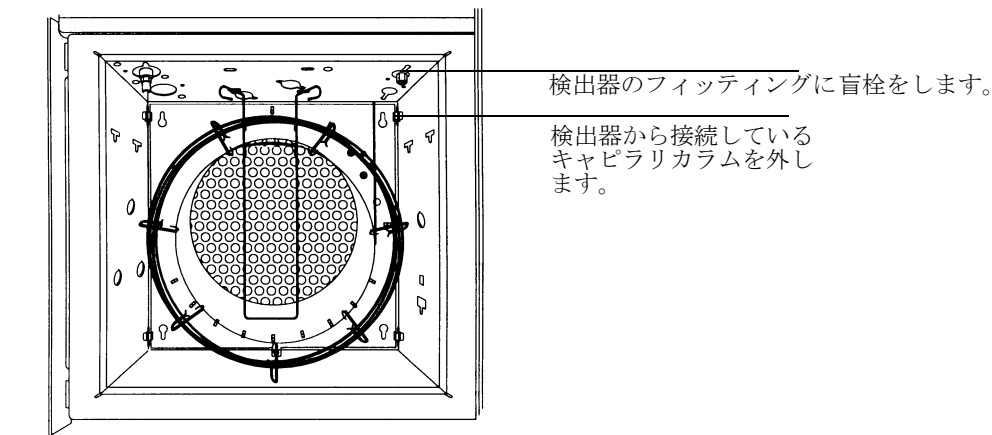
7/16 インチレンチ 2 本

穴無しフェラルとキャピラリナット（検出器接続用）

1. 検出器を OFF にします。検出器サポートガス（助燃ガスなど）を止めます。特に、水素は必ずシャットオフしてください。
2. コンディショニングを行うカラムがまだインストールされていない場合には、一方の端を使用可能な注入口に接続してください。カラムの取り付け方法がわからない場合には、本章の前半の説明を参照してください。カラムのもう一方は、接続してはいけません。
3. スプリット / スプリットレス注入口に取り付けられたキャピラリカラムをコンディショニングする場合には、適切なライナを取り付け、通常の方法でカラムを取り付けます。この際、カラムのフェラルの上（前）から約5～7mm カラムが出ていることを確認してください。

手順：キャピラリカラムのコンディショニング

4. 検出器のフィッティングに穴なしフェラルとカラムナットで盲栓をします。



手順：キャピラリカラムのコンディショニング

警告

コンディショニングでは、キャリアガスに水素を使用しないでください！ オープンに流入して爆発する危険があります。

1. カラムの長さおよび内径に合ったカラムのヘッド圧力を決定します。圧力（単位：psi および kPa）については、下の表を参照してください。

長さ m	カラム内径				
	0.10 mm	0.20 mm	0.25 mm	0.32 mm	0.53 mm
10	25 (170)	6 (40)	3.7 (26)	2.3 (16)	0.9 (6.4)
15	39 (270)	9 (61)	5.6 (39)	3.4 (24)	1.4 (9.7)
25	68 (470)	15 (104)	9.5 (65)	5.7 (40)	2.3 (16)
30	83 (570)	18 (126)	12 (80)	7 (48)	2.8 (19)
50		32 (220)	20 (135)	12 (81)	4.7 (32)
60		39 (267)	24 (164)	14 (98)	5.6 (39)

2. 適正な圧力を入力します。室温のままガスをカラムに 15 ～ 30 分間流し、カラム内の空気をガスに置き換えます。
3. オープンの温度を室温からカラムの最高温度にプログラムします。10 ～ 15 °C / min の割合で温度を上げ、30 分間最高温度に保ちます。

4. コンディショニングしたカラムをすぐに使用しない場合には、カラムをオープンから取り外します。空気や水分、その他の汚染物質がカラムに入らないように、両端にキャップをしておきます。

手順：パッキングカラムのコンディショニング

警告

コンディショニングでは、キャリアガスに水素を使用しないでください！ オープンに流入して爆発する危険があります。

1. [Co1 1] または [Co1 2] を押します。
2. 適切なカラム流量を入力します：
 - ・ 内径 2 mm のガラスカラムもしくは外径 1/8 のメタルカラムの場合は、流量は 20 ~ 30 mL/min に設定してください。
 - ・ 内径 4 mm のガラスカラムもしくは外径 1/4 のメタルカラムの場合は、流量は 50 ~ 60 mL/min に設定してください。
3. コンディショニングの温度は、カラムの最高使用温度を決して超えないようにしてください。通常、最高使用温度よりも 30 °C 低い温度で充分です。ゆっくりとオープン温度をコンディショニング温度まで上げてゆきます。

OVEN		
Temp	45	50
Init temp		50
Init time		5
Rate 1		15.00
Final temp 1		250
Final time 1		720.00
Mode: Constant flow		

4. 最終温度にして、コンディショニングをひと晩続けます。コンディショニングしたカラムをすぐに使うつもりがない場合は、カラムをオープンから取り外します。取り外したカラムは、空気、水分、その他の汚染物質からカラムを保護するため、両端をキャップします。

ケミカルトラップのコンディショニング

トラップがあらかじめコンディショニング済の場合には、使用前にコンディショニング手順を行う必要はありません。ただし、すべてのトラップは、1～4のガスシリンダを使用した後、または、最高純度のガスを使用しなかった場合など、定期的に再生または交換する必要があります。Agilent 水分トラップと活性炭トラップは再生できます。しかし、Agilent 酸素トラップについては、再コンディショニングできません。酸素トラップが汚染された場合には、交換する必要があります。トラップを再コンディショニングする手順については、製造業者の説明手順に従ってください。

モレキュラーシーブと活性炭トラップは中身を詰め替えることもできます。トラップの中身の詰め換えについての指示（英語）は各トラップの出荷時に添付されます。

表 18. Agilent 社製トラップのオーダ情報

アイテム	部品番号
水分トラップ（モレキュラーシーブ 5A、45/60 メッシュ充填）	5060-9077
コンディショニング済み水分トラップ （モレキュラーシーブ 5A、45/60 メッシュ充填）	5060-9084
活性炭トラップ	5060-9096
モレキュラーシーブ 5A（100 グラム、45/60 メッシュ）	5080-6759
活性炭（100 グラム、30/60 メッシュ）	5080-6751
トラップの先端用キャップ、1-8 インチ、6 個パック	5180-4124
レデューサートラップフィッティング	5062-3502

キャピラリカラムをキャリブレーションする（オプション）

準備

キャピラリカラムを使用するにつれ、カラムの一部を切り除いたりすると、カラムの長さが次第に短くなります。定義されたカラムを EPC 注入口で使用している場合は、内蔵されているキャリブレーションルーチンを使用して実際のカラム長さを推定できます。同様に、カラムの内径が不明か不正確な場合にも、関連する測定値からカラム内径を推定できます。

カラムをキャリブレーションする前に、以下を確認します：

- ・ キャピラリカラムは取り付けられて使用できる
- ・ カラムは定義されている
- ・ オープンランプはプログラムされていない
- ・ カラムへのガス供給（通常は注入口）は On になっていて、流量がゼロではない
また、カラム長さ補正值の計算結果が 5 m 以上の場合や、カラム内径補正值の計算結果が 20 μm 以上の場合、カラムのキャリブレーションに失敗することがあります。注意してください。

キャリブレーションモード

カラムの長さや内径をキャリブレーションするには 3 とおりの方法があります：

- ・ 実際に測定したカラム流量を使ってキャリブレーションする
- ・ 保持されないピークが出て来る時間（溶出時間）を使ってキャリブレーションする
- ・ 実際に測定したカラム流量と溶出時間を使って、長さや内径をどちらもキャリブレーションする

注意

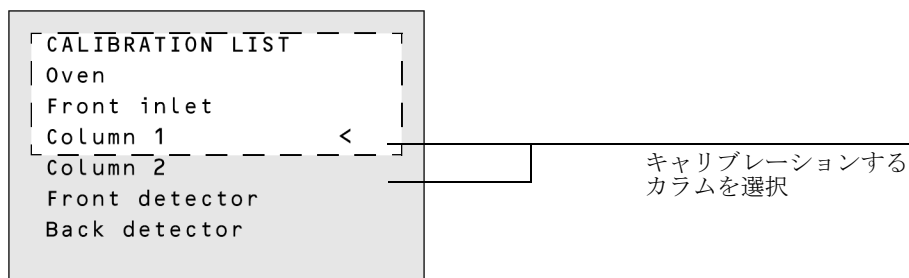
カラム流量を測定するときは、使用する測定機器が NTP でデータを出さない場合、測定値を標準状態温度と圧力（NTP）に必ず補正してください。補正していないデータを入力すると、キャリブレーションは間違った値になります。詳細については、[「石鹼膜流量計による流量測定」](#)を参照してください。

カラムキャリブレーションの手順

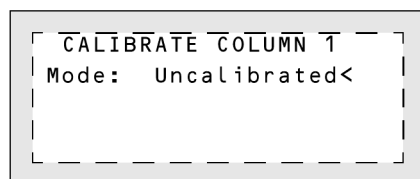
以下の手順は Column 1 を使った例として説明します。

手順：溶出時間から、カラムの長さまたは内径を推定する

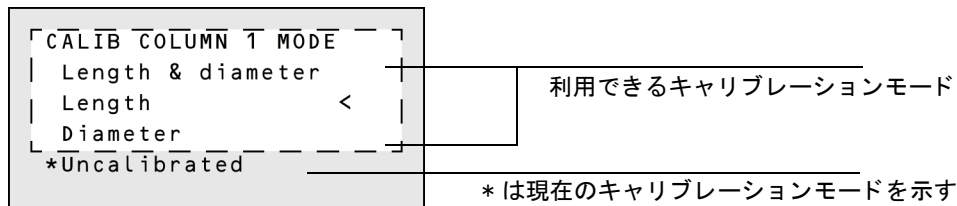
1. oven ramp 1 を 0.00 にセットし、次にカラムが定義されていることを確認します。詳細については、[「手順：定温分析のセットアップ」](#)または [「カラムコンフィグレーション」](#)を参照してください。
2. 保持されない化合物を分析して、その溶出時間を記録します。
3. [Options] を押して Calibration にスクロールし [Enter] を押します。
4. CALIBRATION LIST から、Column 1 または Column 2 を選択し [Enter] を押します。



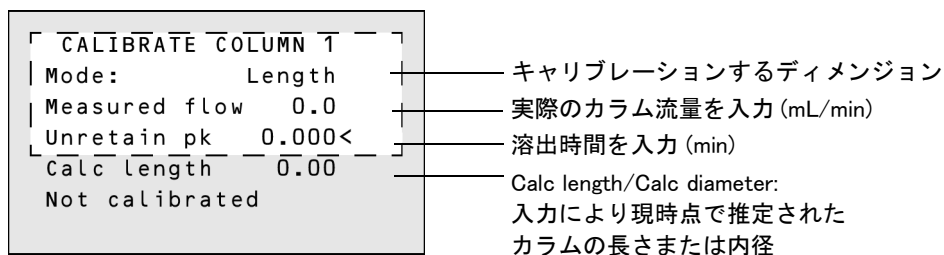
5. GC には、そのカラムで現在のキャリブレーションモードが表示されます。この例では、COLUMN 1 は Uncalibrated（キャリブレーションされていない）になっています。



6. 再キャリブレーションするか、キャリブレーションモードを変更するには、
[Mode/Type] を押し、カラムキャリブレーションモードメニューを表示します。



7. Length または Diameter にスクロールし、[Enter] を押します。下記のメニューが表示されます：



8. Unretain pk にスクロールして、上記で分析したピークから実際の溶出時間
を入力します。
9. [Enter] を押すと、入力した溶出時間に基づいてカラム長さまたはカラム内径が
推定されます。以降はすべての計算でこのデータが使用されます。

手順：実測した流量からカラム長さまたは内径を推定する

1. oven ramp 1 を 0.00 にセットし、次にカラムが定義されていることを確認します。詳細については、[「手順：定温分析のセットアップ」](#)または [「カラムコンフィグレーション」](#)を参照してください。
2. オープン、注入口、検出器温度を 35 °C にセットし、それらが室温に冷えるまで待ちます。
3. カラムを検出器から取り外します。

注意

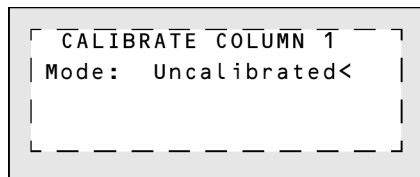
カラム流量を測定するときは、使用する測定機器が NTP でデータを出さない場合、測定値を標準状態温度と圧力（NTP）に必ず補正してください。補正していないデータを入力すると、キャリブレーションは間違った値になります。詳細については、[「石鹼膜流量計による流量測定」](#)を参照してください。

4. 石鹼膜流量計を使ってカラムに流れる実際の流量を測定します。測定した値を記録します。カラムを再び検出器に取り付けます。
5. [Options] を押して Calibration にスクロールし [Enter] を押します。
6. CALIBRATION LIST から、Column 1 または Column 2 を選択し [Enter] を押します。

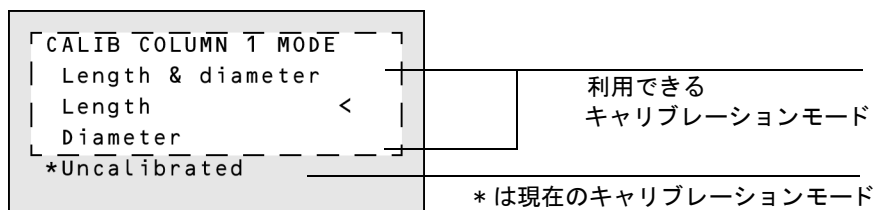
```
┌ CALIBRATION LIST ────┐
│ Oven                  │
│ Front inlet           │
│ Column 1              │
│ Column 2              │
│ Front detector        │
│ Back detector         │
└───────────────────┘
```

キャリブレーションする
カラムを選択

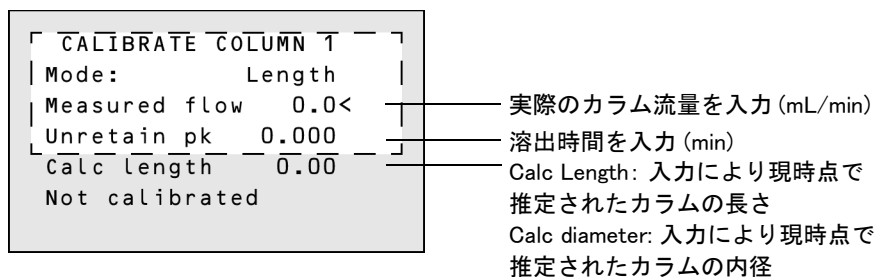
7. GC には、そのカラムで現在のキャリブレーションモードが表示されます。この例では、COLUMN 1 は Uncalibrated（キャリブレーションされていない）になっています。



8. 再キャリブレーションするか、キャリブレーションモードを変更するには、[Mode/Type] を押し、カラムキャリブレーションモードメニューを表示します。



9. Length または Diameter にスクロールし、[Enter] を押します。下記のメニューが表示されます：



10. Measured flow にスクロールし、上記で測定した NPT 補正済みカラム流量 (mL/min) を入力します。
11. [Enter] を押すと、入力したカラム流量に基づいてカラム長さまたはカラム内径が推定されます。以降はすべての計算でこのデータが使用されます。

手順：カラム長さとかラム内径をどちらも推定する

1. oven ramp 1 を 0.00 にセットし、次にカラムが定義されていることを確認します。詳細については、[「手順：定温分析のセットアップ」](#)または[「カラムコンフィグレーション」](#)を参照してください。
2. 保持されない化合物を分析して、その溶出時間を記録します。
3. オープン、注入口、検出器温度を 35 °C にセットし、それらが室温に冷えるまで待ちます。
4. カラムを検出器から取り外します。

注意

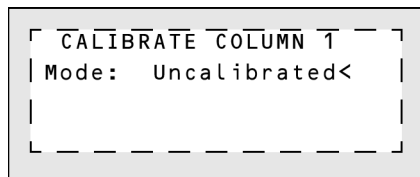
カラム流量を測定するときは、使用する測定機器が NTP でデータを出さない場合、測定値を標準状態温度と圧力（NTP）に必ず補正してください。補正していないデータを入力すると、キャリブレーションは間違った値になります。詳細については、[「石鹼膜流量計による流量測定」](#)を参照してください。

5. 石鹼膜流量計を使ってカラムに流れる実際の流量を測定します。測定した値を記録します。カラムを再び検出器に取り付けます。
6. [Options] を押して Calibration にスクロールし [Enter] を押します。
7. CALIBRATION LIST から、Column 1 または Column 2 を選択し [Enter] を押します。

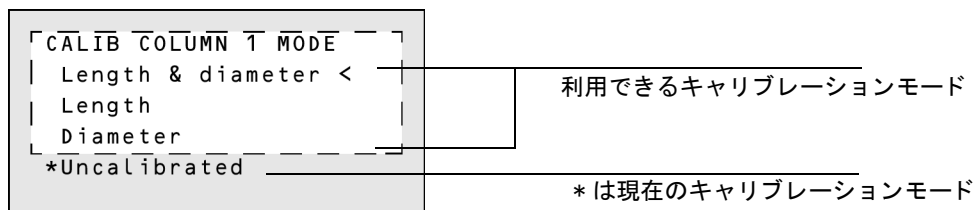
```
┌─── CALIBRATION LIST ───┐
│ Oven                    │
│ Front inlet             │
│ Column 1                │
│ Column 2                │
│ Front detector          │
│ Back detector           │
```

キャリブレーションする
カラムを選択

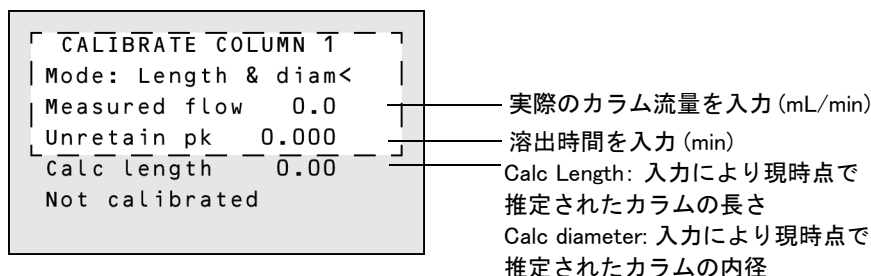
8. GC には、そのカラムで現在のキャリブレーションモードが表示されます。この例では、COLUMN 1 は Uncalibrated（キャリブレーションされていない）になっています。



9. 再キャリブレーションするか、キャリブレーションモードを変更するには、[Mode/Type] を押し、カラムキャリブレーションモードメニューを表示します。



10. Length または Diameter にスクロールし、[Enter] を押します。下記のメニューが表示されます：



11. Measured flow にスクロールし、上記で測定した NPT 補正済みカラム流量 (mL/min) を入力します。
12. Unretain pk にスクロールして、上記で分析したピークから実際の溶出時間を入力します。
13. [Enter] を押すと、入力した溶出時間に基づいてカラム長さまたはカラム内径が推定されます。以降はすべての計算でこのデータが使用されます。

6 シグナル処理

シグナルコントロールテーブルの使用法

シグナルタイプ

シグナル値 (Value)

アナログ出力の設定 - ゼロ調整、レンジ、およびアッテネーション

アナログゼロ調整

手順：シグナル出力のゼロ調整

レンジ - アナログ出力専用

アッテネーション (Attenuation) -

アナログ出力専用

データレート

手順：高速ピークの選択

デジタルデータ処理

デジタルゼロ調整

ベースラインレベルのシフト

Cerity\ChemStation

カラム補償

手順：カラム補償プロファイルの作成

手順：カラム補償を使用した分析

手順：保存されているカラム補償プロファイルのプロット

テストプロット

シグナル処理

シグナルとは、データ処理装置に送信される GC の出力（アナログまたはデジタル）です。取り出せるシグナルの種類には、検出器の出力、温度センサ、流量センサ、圧力センサからの出力があります。GC には 2 つのシグナル出力チャンネルを装備しています。

使用するデータ処理装置に応じて、アナログ出力またはデジタル出力が使用できます。アナログ出力は、2 種類の転送速度（高速レートと通常レート）が選択できます。高速レートは、最小 0.004 分までのピーク幅に対応します。通常レートは、最小 0.01 分までのピーク幅に対応します。アナログ出力レンジは、0 ~ 1V、0 ~ 10V、または 0 ~ 1mV です。

Cerity および ChemStation ソフトウェアへのデジタル出力は、0.1 Hz ~ 200 Hz の範囲で 11 段階のスピードが使用でき、0.001 ~ 2 分の幅を持つピークを処理する能力があります。このサンプリングレートは、Cerity および ChemStation ソフトウェアでセットします。

シグナルコントロールテーブルの使用方法

シグナルタイプ

出力に検出器シグナルを割り当てるには、[Mode/Type] キーにより Signal Type コントロールテーブルから選択します。または、キーを組み合わせで指定することもできます。[Front]、[Back]、[-]、[Col Comp 1]、および [Col Comp 2] を、それぞれ単独で、または組み合わせで指定します。例えば、[Back] キーは、バック検出器を示します。[Back] [-] [Front] と押せば、バック検出器からフロント検出器を差し引くことを示します。

検出器以外のシグナルは、テストプロットシグナル、サーマルシグナル、圧力流量シグナル、およびダイアグノスティックシグナルです。これらのシグナルにアクセスするには、[Mode/Type] を押します。ダイアグノスティックシグナルはサービス担当者用のもので、本書では詳しく説明しません。

シグナルタイプは、ランタイムイベントとしてプログラミングできます。詳細については、[「ランタイムプログラミング」](#)を参照してください。

シグナル値 (Value)

シグナルコントロールテーブルの Value 行の値（シグナル値）は、検出器コントロールテーブルの Output 行の値と同じ値になります（シグナルタイプが Front または Back の場合）。あるシグナルから別のシグナルを差し引くと（例えば、

Front - Back)、Value は2つのシグナルの差になります。Value を設定値として入力することはできません

シグナル値を解釈するには、変換ファクタが必要になることがあります。例えば、FID の1単位は1pA ですが、ECD の1単位は1Hz です。検出器シグナルとその他のシグナルの単位を次に示します。

表 19. シグナルの変換

シグナルタイプ	1 表示単位に相当する値
検出器シグナル :	
FID、NPD	1.0 pA (1.0×10^{-12} A)
FPD	150pA (150×10^{-12} A)
TCD	25 mV (2.5×10^{-5} V)
μ -ECD	1 Hz
アナログ入力ボード (GC に Agilent 製以外の検出器を接続した場合に使用)	15 μ V
検出器以外のシグナル :	
温度	1 °C
ガス :	
流量	1 mL/min
圧力	1 圧力単位表示 (psi、bar または kPa)
ダイアグノスティック	各種 (一部はスケーリングなし)

[Signal 1] または [Signal 2] を押します。

SIGNAL 1	
Type:	Front <
Value	0.0
Zero	0.0
Range	0
Attn	0

多数の選択肢があります。
 上記シグナルタイプの変更を参照。
 Value 行の値
 これらの行はアナログ出力シグナルのみ入力

シグナルタイプを変更するには、[Mode/Type] を押します。

SIGNAL 1 TYPE	
*Front	<
Back	
Front - col comp 1	
Front - col comp 2	
Back - col comp 1	
Back - col comp 2	
Col comp 1	
Col comp 2	
Test plot	
Thermal Signals	
Pneumatic Signals	
Diagnostic Signals	

検出器シグナル。
 適切なシグナルタイプに
 スクロールして、[Enter] を押します
 テストプロット
 検出器以外のシグナル。どれかの行にスクロール
 して [Enter] を押し、シグナルの詳細リストを
 表示します(次のページを参照)。

図 20. シグナルコントロールテーブル

```

SIGNAL 1 TYPE
Oven temp <
Front inlet temp
Front det temp
Aux 1 temp
    
```

圧力流量シグナル

```

SIGNAL 1 TYPE
Column 1 flow <
Column 2 flow
Column 1 pres
Column 2 pres
F inlet flow
F inlet pres
F det H2 pres
F det air pres
F det makeup pres
F det air flow
F det makeup flow
    
```

装置に取り付けられている機能の項目
だけがサブメニューにリストされます。

ダイアグノスティックシグナル

```

SIGNAL 1 TYPE
Test signal <
Atm pressure
+5V monitor
+24V monitor
+15V monitor
-15V monitor
Line sense
F det ignitor V
Raw ADC reading
ADC reading noise
Mux ADC noise
Mux ADC offset
Pneu 10 volts
Pneu adc offset
Attn out 1
Attn out 2
DAC out 1
DAC out 2
F det 1st order
F det 2nd order
B det 1st order
B det 2nd order
B TCD bridge V
B TCD valve V
F det data
B det data
F det offset
B det offset
Finl module temp
B inl module temp
F det module temp
B det module temp
Aux module temp
F inl gas voltage
Oven rtd reading
F det rtd reading
B det rtd reading
F inl rtd reading
B inl rtd reading
Aux 1 rtd reading
Aux 2 rtd reading
    
```


アナログ出力の設定 - ゼロ調整、レンジ、およびアッテネーション

アナログレコーダを使用する場合は、レコーダ上でうまくプロットできるようにシグナルを調整する必要があります。ここでは、シグナルコントロールテーブルの Zero、Range、Attn 行を使用します。

[Signal 1] または [Signal 2] を押します。

Type:	Front
Value	0.0
SIGNAL 1	
Zero	0.0 <
Range	0
Attn	0

ベースラインから差し引く値を入力します ([On] を押すと現在の出力値に Value が設定され [Off] を押すとキャンセルします)。

検出器から送信するデータをスケーリングします (有効な設定値は 0 ~ 13 で、検出器の種類により異なります)。

ペンレコーダへの出力値をスケーリングします (有効な設定値は 0 ~ 10 です)。

アナログゼロ調整

ベースラインの上昇またはオフセットの補正のために使用されます。一般に、バルブの操作の結果として生じたベースラインのシフトを補正するために使用されます。ゼロ調整後、アナログ出力信号は、コントロールテーブルの Value 行から、Zero 行に設定した値を差し引いた値になります。

Zero は、ランタイムイベントとしてプログラミングできます。詳細については、[「手順：ランタイムイベントのプログラミング」](#)を参照してください。

手順：シグナル出力のゼロ調整

1. 検出器が ON になっており、レディ状態になっていることを確認します。
2. [Signal 1] または [Signal 2] を押して、シグナルコントロールテーブルを表示します。

SIGNAL 1	
Type:	Front
Value	15
Zero	0.0 <
Range	0
Attn	0

[On] を押して現在のシグナル値 (この場合は 15) に設定するか、または新しい値を入力します。

3. Zero にスクロールします。

4. [0n] を押して、Zero を現在のシグナル値に設定します。
 または
 数値を入力します。入力できる範囲は- 500000 ~ + 500000 です。現在の Zero の値より小さい値を入力すると、ベースラインは上にシフトします。

レンジ - アナログ出力専用

Range は、ゲイン、チャートスケール、またはレコーダ出力とも呼ばれます。レンジは、検出器からアナログシグナル回路に送信される電圧の大きさを調整して、回路の過負荷（クランピング）を防ぎます。Range は、アナログシグナルのフルスケールの値を決定します（1mV、1V など）。

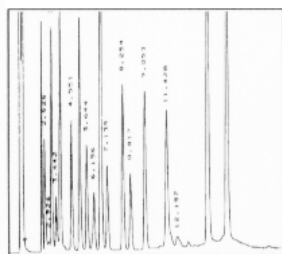
クロマトグラムが図 21. の A や B のような場合は、すべてのピークが認められるようデータのスケールを（C のように）調整する必要があります。

設定範囲は 0 ~ 13 で、 2^0 (1) ~ 2^{13} (8192) を表します。設定値を 1 変更すると、クロマトグラムのレンジ幅は 2 ファクター分変更されます。図 21. のクロマトグラムは、この例を示しています。積分誤差を小さくするためには、できるだけ小さい値を使用してください。

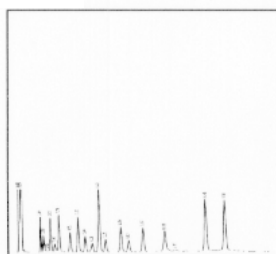
出力スケーリングについては、表 20. を参照してください。

表 20. 出力スケーリング

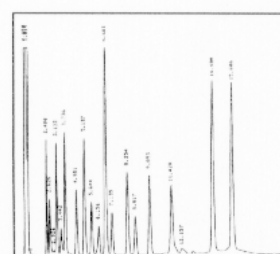
アナログ	1 表示単位に相当する値	デジタル	1 表示単位に相当する値
0 ~ 1 mV	$1\text{mV}/(2^{\text{Range}} \times 2^{\text{Attn}})$	Cerity および ChemStation ソフトウェア	1 高さカウント



A: Range = 0



B: Range = 3



C: Range = 1

図 21. クロマトグラムのレンジ設定の効果

アナログ出力の設定 - ゼロ調整、レンジ、およびアッテネーション

検出器の持つダイナミックレンジにより、使用できるレンジの設定が制限されます。次の表は、レンジの設定範囲を検出器ごとに示したものです。

検出器	レンジ設定範囲 (2 ^x)
FID	0 ~ 13
NPD	0 ~ 13
FPD	0 ~ 13
TCD	0 ~ 6
μ-ECD	0 ~ 6
アナログ入力	0 ~ 7

レンジは、ランタイムイベントとしてプログラミングできます。詳細については、[「手順：ランタイムイベントのプログラミング」](#)を参照してください。

アッテネーション (Attenuation) - アナログ出力専用

アッテネーション (Attn) は、0 ~ 1mV フルスケールレコーダ上のクロマトグラムの高さを調整します。設定範囲は 0 ~ 10 で、2⁰ to 2¹⁰ を表します。レンジと同様に、設定値を 1 だけ大きくすると、クロマトグラムの高さが半分になります。また設定値を 1 だけ小さくすると、クロマトグラムの高さが 2 倍になります。

アッテネーションの値はレンジに加算されます。したがって、合計したスケールングファクタは次のとおりです。

$$2^{\text{Range}} \times 2^{\text{Attenuation}}$$

アッテネーションは、ランタイムイベントとしてプログラミングできます。詳細については、[「手順：ランタイムイベントのプログラミング」](#)を参照してください。

データレート

使用するインテグレータまたはレコーダは、GC から受信するデータに追従できるスピードを持っていない限りなりません。インテグレータの処理速度が GC の送信速度に追いつかない場合は、データの欠落が発生します。この場合、通常はピーク幅の拡大と分解能の低下が起こります。

データ処理速度はサンプリングバンド幅として表現されます。レコーダまたはインテグレータには、測定するシグナルの 2 倍のバンド幅を持つ機器を使用してください。

GC では 2 種類の転送速度（高速レートと標準レート）を選択できます。高速レートは、FID、FPD、NPD でのみ使用でき、最小ピーク幅が 0.004 分のピーク（8 Hz バン

ド幅)まで処理できます。標準レートは、すべての検出器で使用でき、最小ピーク幅が 0.01 分のピーク (1.6 Hz バンド幅)まで処理できます。

高速ピーク機能を使用する場合は、インテグレータを約 15Hz で操作してください。

手順：高速ピークの選択

1. [Config][Signal 1] または [Config][Signal 2] と押します。



2. [On] を押します (FID のみ)。

デジタルデータ処理

デジタルゼロ調整

デジタルシグナル出力は、将来のすべての値からコマンド実行時のシグナルレベルを差し引くことによって、Zero コマンドに対応します。

ベースラインレベルのシフト

シグナル割り当ての変更またはバルブの切り替えなど、ランタイム操作の中には、シグナルベースラインの位置を大幅に変えてしまうものもあります。これによって、外部デバイスによるシグナルの処理が難しくなる場合があります。このような問題の発生をできるだけ避けるために、GC では 2 種類のランテーブルコマンドを用意しています。詳細については、[「手順：ランタイムイベントのプログラミング」](#)を参照してください。

Store signal value コマンド実行時のシグナルの値を保存します。

Sig zero - value 現在のシグナルの値から保存された値を差し引いて、新しいゼロを作成し、このゼロを将来のすべての値に適用します。

これらのコマンドがベースラインシフトコマンドを囲んだ結果、[図 22.](#) に示されるように、以前のレベルに新しいベースラインが移動します。

Store イベントは、ベースラインをシフトさせるイベントの前に行う必要があります。

また、zero - value イベントは、ベースラインがシフトしたレベルで安定した後に行う必要があります。

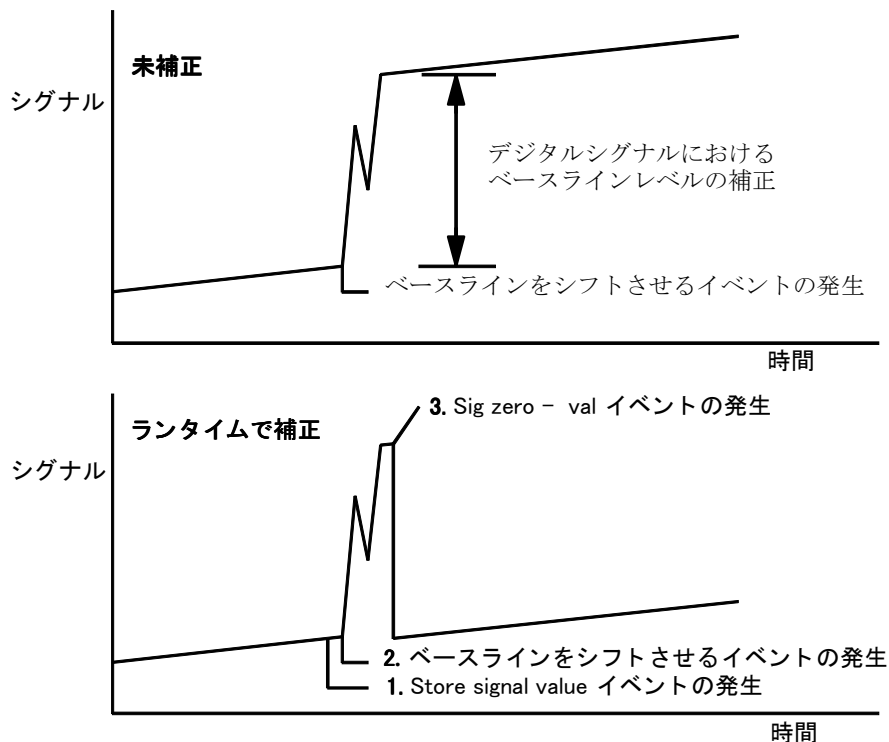


図 22. デジタルシグナルにおけるベースラインレベルの補正

Cerity\ChemStation

デジタルデータ処理では、11段階のデータレートでデータを伝送できます。各データレートにはそれぞれの最小ピーク幅が対応しています。下の表は、データレートの選択の影響を示します。

表 21. CeritylChemStation のシグナル処理

データレート (Hz)	最小ピーク幅 (分)	相対ノイズ	検出器	カラムの種類
200	0.001	3.1		ナローポア (50 μ m)
100	0.002	2.2	FID/FPD/NPD のみ	キャピラリ用
50	0.004	1.6		
20	0.01	1		
10	0.02	0.7		
5	0.04	0.5		変換後
2	0.1	0.3	全種類	
1	0.2	0.22		
0.5	0.4	0.16		
0.2	1.0	0.10		
0.1	2.0	0.07		パックド

分析中にデータレートを変更することはできません。

サンプリングレートをより高速にすると、相対ノイズも増加します。データレートを2倍にすると、得られるデータの量が2倍になりますが、相対ノイズも40%増加します。チャート上では、ノイズが増加したように見えますが、実際のS/N比は高速レートにより改善されています。

但し、データレートを上げてS/N比が改善されるのは、元のデータレートが低すぎたために、ピーク幅の拡大と分解能の低下が認められる場合に限られます。データレートとピーク幅（秒単位）の積が約10～20になるように、データレートを選択してください。

図 23. は、相対ノイズとデータレートの関係を示しています。データレートが約5Hzに達するまでは、データレートが下がるにつれてノイズが減少しています。サンプリングレートがさらに下がると、熱ノイズなどの他の要因のために、ノイズレベルが上がります。

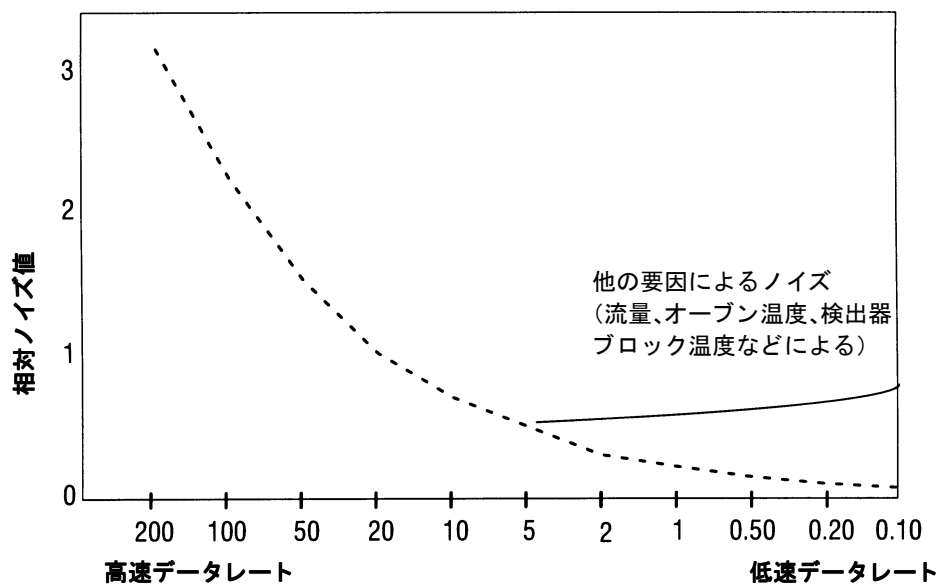


図 23. ノイズとデータレートの関係

カラム補償

平坦なベースラインで、ピークはより正確に再現性良く積分できます。カラム補償により、温度プログラミングでのベースライン上昇が補正されます。カラム補償を実行するには、ブランクラン（サンプルを注入しない分析）を行って、その結果を保存しておきます。これを実際の分析結果から差し引けば、平坦なベースラインが得られます。[図 24.](#) はその概略を示しています。

カラム補償ブランクランと実際の分析は、すべて同一のクロマトグラフ条件下で分析しなければなりません。同じ検出器とカラムを使用して、同じ温度とガス流量の条件下で操作します。2つまでのベースラインプロフィールを（[Col Comp 1] と [Col Comp 2] として）保存できます。

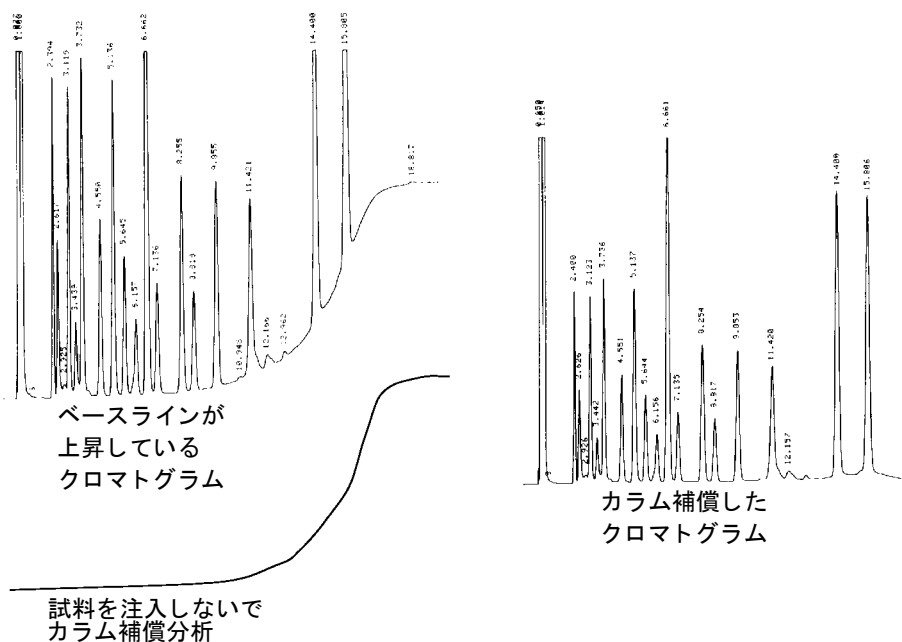
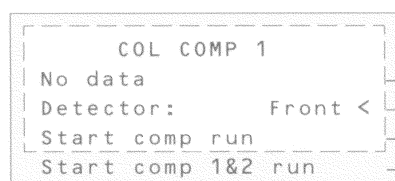


図 24. カラム補償

手順：カラム補償プロフィールの作成

1. 装置をセットアップします。
2. ブラン克蘭を実行し、ベースラインが乱れていないことを確認します。新しい条件で分析する場合や、GC が数時間使用されていない場合は、特に重要です。
3. [Col Comp 1] または [Col Comp 2] を押して、コントロールテーブルを表示します。
4. 使用する検出器に応じて、[Front] または [Back] を押します。



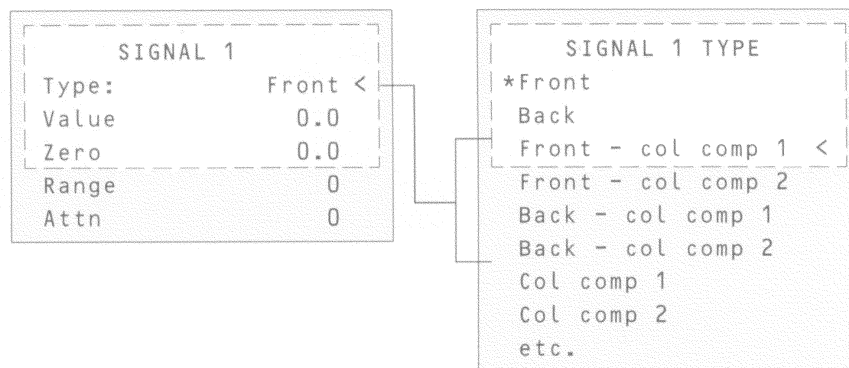
ステータスを示すメッセージ。
 ブラン克蘭が正常に終了すると、
Data ok
 と表示されます。検出器を変更するには、
 [Front] または [Back] キーを押します。
 [Enter] を押してブラン克蘭を開始します。
 [Enter] を押して2つのプロフィール
 (Col Comp 1 と Col Comp 2)
 を作成します。

5. Start comp run または Start comp 1&2 run を選択して、[Enter] を押します。
 - a. プロフィールを1つだけ作成する場合は、Start comp run を選択します。
 - b. 2つのプロフィールを作成する場合は、Start comp 1&2 run を選択します（同じオープン温度プログラムで、異なる検出器とカラムを使用）。
6. ブラン克蘭が正常に終了すると、コントロールテーブルの1行目に Data ok, と表示され、最下部に時間と日付が表示されます。

手順：カラム補償を使用した分析

1. クロマトグラフの条件を設定します。これは、保存されているカラム補償分析と同じ条件でなければなりません。ただし、オープンプログラムの最後の Final time は増減できます。
2. [Signal 1] または [Signal 2] を押して、シグナルコントロールテーブルを表示します。

3. Type: にスクロールして、[Mode/Type] を押します。
 [Signal 1] または [Signal 2] を押します。 [Mode/Type] を押します。



4. リストされた4つのカラム補償オプションの中から1つ（例えば、Front - col comp 1）を選択します。
5. 必要に応じて、Zero Range、Attn の設定値を入力します。
6. 分析を開始します。

手順：保存されているカラム補償プロファイルのプロット

1. [Signal 1] または [Signal 2] を押して、シグナルコントロールテーブルを表示します。
2. Type: にスクロールして、[Mode/Type] を押します。
3. Col comp 1 または Col comp 2 を選択します。

4. [Start] を押します。

SIGNAL 1	
Type:	Front <
Value	0.0
Zero	0.0
Range	0
Attn	0

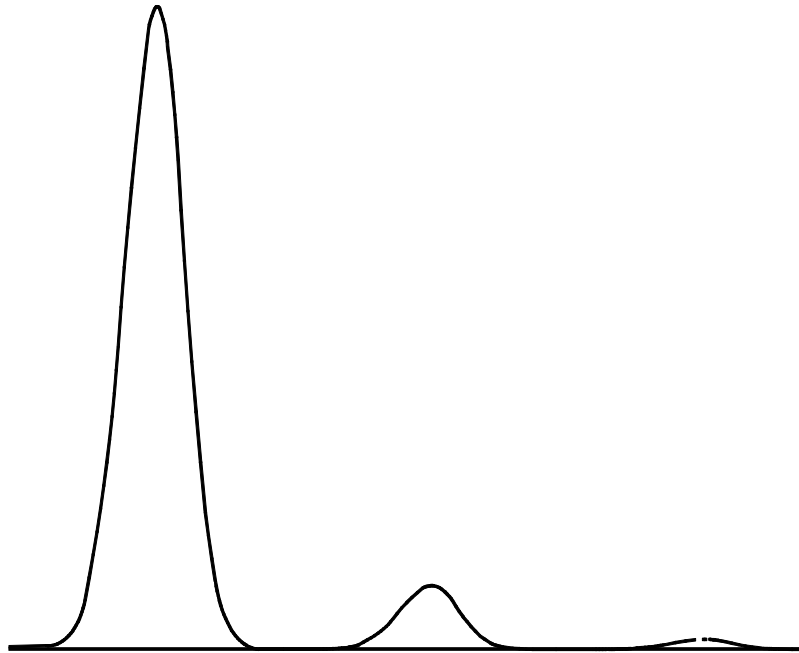
[Mode/Type] を押します。

SIGNAL 1 TYPE	
*Front	
Back	
Front - col comp 1	<
Front - col comp 2	
Back - col comp 1	
Back - col comp 2	
Col comp 1	
Col comp 2	
etc.	

テストプロット

Test plot は、シグナル出力チャンネルから取り出すことのできる、内蔵された「クロマトグラム」です。テストプロットは、ベースラインで分離した3つの繰り返しピークで構成されます。最大のピークの面積は約 1V-sec で、中間のピーク

は最大のピークの 0.1 倍、最小のピークの面積は最大のピークの 0.01 倍になります。



Test plot を使用すると、実際の分析をしないでも、外部データ処理装置の動作を検証できます。また、テストプロットシグナルを標準として使用し、複数のデータ処理装置から得られる処理結果を比較できます。

7 装置の自動化

分析中のイベントの実行

ランタイムプログラミング

ランタイムイベントの使用法

手順：ランタイムイベントのプログラミング

ランテーブル

手順：ランテーブルへのイベントの追加

手順：ランテーブル内のイベントの編集

手順：ランタイムイベントの削除

クロックタイムプログラミング

クロックタイムイベントの使用法

手順：クロックタイムイベントのプログラミング

手順：クロックテーブルへのイベントの追加

手順：クロックタイムイベントを編集

手順：クロックタイムイベントの削除

装置の自動化

分析中のイベントの実行

装置の自動化は、分析中に実行するイベントを時間でプログラムするランテーブルにより、または時刻でプログラムするクロックテーブルにより遂行できます。各テーブルについて 25 個までのタイムイベントを実行できます。

ランタイムプログラミング

ランタイムプログラミングは、クロマトグラフのランタイムの関数として、分析中に指定した項目の設定値を自動的に変更します。したがって、2分で行うようにプログラムされたイベントは、毎回、分析開始の 2 分後に実行されます。

ランタイムプログラムには以下の用途があります：

- ・ カラムスイッチングバルブまたは他のバルブのコントロール
- ・ シグナルの選択、ゼロ調整、レンジ、アッテネーションの変更
- ・ Aux 圧力チャンネルのコントロール
- ・ 熱伝導度検出器 (TCD) の極性の変更
- ・ 窒素リン検出器 (NPD) の水素の ON と OFF の切り換え
- ・ シグナル値の停止 (フリーズ) と再開

変更内容をランテーブルに入力するには、変更する項目、変更の時間、および新しい設定値を指定します。ランタイムテーブルによって変更された設定値のほとんどは、クロマトグラフ分析の終了時に元の値に戻ります。

バルブの状態もランタイムプログラミングできますが、分析の終了時に、バルブは自動的に開始時のポジションに戻りません。バルブをリセットしたい場合は、ランテーブル内にリセット操作をプログラムする必要があります。詳細については、[「バルブのコントロール」](#)を参照してください。

ランタイムイベントの使用法

[Run Table] キーを使用して、タイムイベントをプログラムします。

分析中に次のイベントがコントロールできます。

- ・ バルブ (1 ~ 8)
- ・ マルチポジションバルブ
- ・ シグナルタイプ ([164 ページ](#)参照)
- ・ アナログシグナルのゼロ調整、アッテネーション、およびレンジ
- ・ デジタルシグナルのゼロ調整およびベースラインレベルのシフト ([171 ページ](#)を参照)
- ・ AUX 圧力 (3、4、5)
- ・ TDC ネガティブ極性 (on/off)
- ・ NPD の水素流量 (on/off)
- ・ シグナル値の停止 (フリーズ) と再開

手順：ランタイムイベントのプログラミング

1. [Run Table] を押して、ランタイムコントロールテーブルを表示します。プログラム済みのエントリが存在しない場合は、次のメッセージが表示されます。

```
-----  
RUN TIME TABLE  
No entries in table.  
(Press MODE/TYPE  
to select new entry)  
-----
```

2. [Mode/Type] を押しランタイムイベントのタイプを表示します。

```
-----  
RUN TIME TABLE TYPE  
Valve  
Multipos valve  
Signal definition  
Signal zero  
Signal range  
Detector H2O flow  
Detector polarity  
Store Signal value  
Sig zero - value  
Freeze sig. value  
Resume sig. value  
-----
```

注：現在の装置のコンフィグレーションで使用できるイベントのタイプだけが表示されます。

3. プログラムするイベントのタイプにスクロールします。

```
-----  
RUN TIME TABLE TYPE  
RUN TABLE (1 of 1)  
Time: 0.00  
Type: Sig 1 zero  
Setpoint On  
-----
```

イベントを実行する時間
(ランタイム)
エントリ #1 のイベントタイプ
設定値パラメータ(イベント
タイプに応じて異なる)

4. Time : パラメータと Setpoint : パラメータの値を入力します。

ランテーブル

プログラムしたイベントは、ランテーブル内に実行時間の順番に配列されます。簡単な例を次に示します。

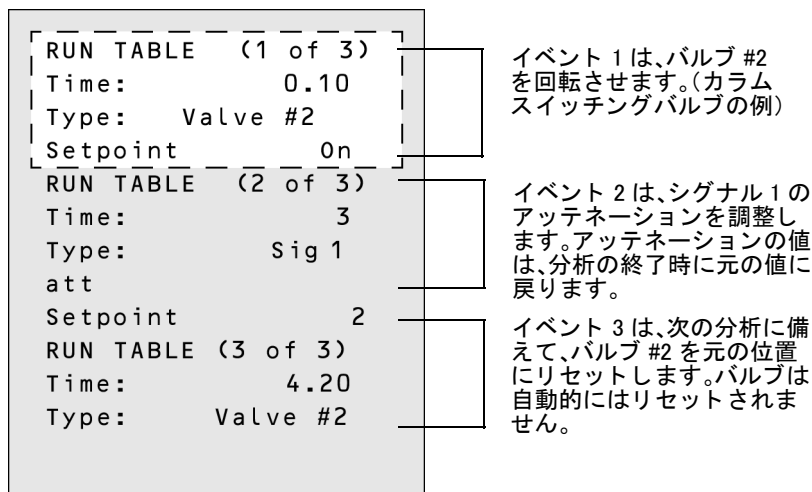


図 25. ランテーブルの例

手順：ランテーブルへのイベントの追加

1. ランテーブルに新しいイベントを追加するには、任意のエントリの Time : または Type : 行で [Mode/Type] を押します。
 2. イベントタイプを選択します。
 3. Time : パラメータと Setpoint : パラメータを設定します。
- この手順を繰り返して、すべての必要なエントリを追加します。追加したイベントは、自動的に実行時間の順番に配列されます。

手順：ランテーブル内のイベントの編集

1. [Run Table] を押します。
2. 変更したいイベントにカーソルを移動します。
3. イベントの時間を編集するには、カーソルを Time 行に移動します。希望する時間を入力して、[Enter] を押します。
4. イベントの設定値を編集するには、その設定値の項目にスクロールします。[On] または [Off] キーを押すか、またはその設定値の数値を入力して [Enter] を押します。

手順：ランタイムイベントの削除

1. [Run Table] を押して、ランタイムテーブルを表示します。
2. このテーブル内で [Delete] キーを押せば、ランタイムテーブルから任意のタイムイベントを削除できます。表示されているタイムイベントテーブル内で [Delete] を押すと、次のプロンプトが表示されます。

```
RUN TIME TABLE
Delete this event?
ENTER to delete
CLEAR to cancel
```

3. [Enter] を押すと、選択されているタイムイベントが削除されます。[Clear] を押すと、削除操作がキャンセルされます。

```
RUN TIME TABLE
Delete entire table?
ENTER to delete
CLEAR to cancel
```

クロックタイムプログラミング

クロックタイムプログラミングによって、1日24時間指定した時間に、特定の設定値を自動的に変更することができます。したがって、14:35に実行されるようにプログラムされたイベントは、午後2時35分に実行されます。実行中の分析またはシーケンスは、その時間に実行がプログラムされているすべてのクロックテーブルイベントに優先します。したがって、このようなイベントは実行されません。

以下に可能なクロックタイムイベントの例を示します。

- ・ バルブコントロール
- ・ メソッドおよびシーケンスの読み込み
- ・ シーケンスの開始
- ・ ブランクおよびプレップランの開始
- ・ カラム補償の変更
- ・ 検出器オフセットの調整

クロックタイムイベントの使用法

クロックテーブル機能により、1日の間に実行するイベントを24時間の時刻でプログラムできます。クロックタイムイベントが実行される予定の時刻に、分析またはシーケンスを実行中の場合は、そのイベントは無視されます。

例えば、クロックテーブルを使用して、あなたが出勤する前に分析を開始しておくことができます。

手順：クロックタイムイベントのプログラミング

1. [Clock Table] を押して、クロックタイムコントロールテーブルを表示します。何もイベントがプログラムされていない場合は、次のメッセージが表示されます。

```
CLOCK TIME TABLE
No entries in table
(Press MODE/TYPE
to select new entry
```

2. [Mode/Type] を押して、クロックタイムプログラムで使用できるイベントのタイプを表示します。

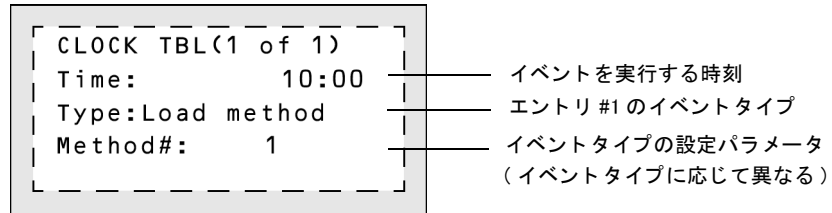
```
CLOCK TIME TABLE
TYPE
Valve
Multipos valve
Load method
Load sequence
Start sequence
Blank run
Prep run
Col comp 1
Col comp 2
Col comp 1&2
Adjust det offset
```

これらの行は、装置にバルブが取り付けられている場合にのみ表示されます。

3. スクロールしてプログラムするパラメータを選択します。

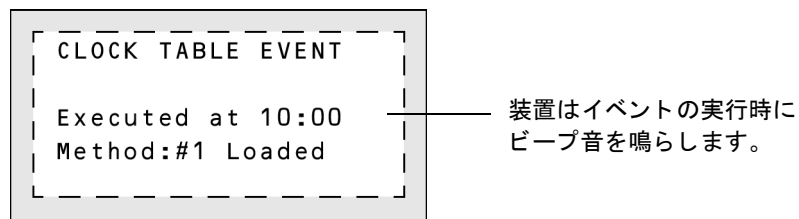
例えば、“Load Method” オプションをクロックタイムイベント #1 として選択した場合は、表示は次のようになります。

4. Time : と Method# : を編集し、このイベントの設定値とします。 .



このプログラムにより、GC は指定した時刻に所定のメソッドを読み込みます。

5. クロックイベントが実行されると、次の画面が表示されます。



Time	Type	Event
01:25	Multipos valve	イベント 1 of 9
03:00	Prep run	イベント 2 of 9
03:30	B det-polar	イベント 3 of 9
08:46	Blank run	イベント 4 of 9
10:25	Adjust offset	イベント 5 of 9
11:00	Start sequence	イベント 6 of 9
13:20	Load sequence	イベント 7 of 9
21:35	Col comp2	イベント 8 of 9
23:54	Valve#2	イベント 9 of 9

このクロックテーブルは、明日の午前 01:25 に、マルチポジションバルブイベントで再開されます。

図 26. クロックテーブルの例

注：以上の例はあまり実際的なクロックテーブルではありません。この例では、プログラムできるさまざまなイベントを紹介し、設定値の大きさがそのイベントのパラメータが要求するものにより異なることを示しています。

最大 25 個までのクロックタイムイベントをプログラムできます。

手順：クロックテーブルへのイベントの追加

1. [Clock Table] を押します。
2. クロックテーブルに新しいイベントを追加するには、
[Mode/Type] を押します。
3. イベントタイプを選択します。
4. 適切なパラメータを設定します。

エントリが追加されると、自動的に実行時間の順番に配列されます。この手順を繰り返して、すべての必要なエントリを追加します。

手順：クロックタイムイベントを編集

1. [Clock Table] を押して、プログラムされているすべてのイベントを表示します。
2. 変更したいイベントにスクロールします。
3. イベントの時刻を編集するには、カーソルを Time: とラベルされた行に移動し、希望する時刻をタイプ入力します。
4. 設定値を変更するには、カーソルを設定値項目に移動し、[On] または [Off] キーを押すか、設定する数値を入力します。

手順：クロックタイムイベントの削除

1. [Clock Table] を押し、削除するイベントにスクロールします。
2. [Delete] キーを押して、クロックタイムテーブルから表示されているタイムイベントを削除します。次のプロンプトが表示されます。

```
CLOCK TABLE EVENT
Delete this event?
ENTER to delete,
CLEAR to cancel
```

3. [Enter] を押すと表示されているタイムイベントが削除されます。[Clear] を押すと、削除操作がキャンセルされます。

クロックタイムイベントテーブル全体を削除するには、[Delete][Clock Table] と押します。次のメッセージが表示されます

```
CLOCK TABLE EVENT
Delete entire table?
ENTER to delete,
CLEAR to cancel
```

8 分析メソッド

メソッドとは何か

メソッドの操作

メソッドの作成

手順：メソッドの保存

手順：保存したメソッドの読み込み

手順：デフォルトメソッドの読み込み

み

メソッドの不適合

ユーザ入力のコfigurেশヨンの

変更

ハードウェアコfigurেশヨンの

変更

手順：保存されたメソッドの修正

手順：保存されたメソッドの削除

メソッドのリスト

分析メソッド

メソッドとは何か

分析メソッドとは、6890 シリーズ GC 上であるサンプルを分析するのに必要な設定値の集合、すなわち分析条件です。メソッドによって、すべての設定値を再入力しなくても、希望の条件を設定できます。

メソッドは、オープン温度プログラム、圧力プログラム、注入口温度などの情報を含む、完全なコントロールテーブルの集合と考えることができます。実際には、GC 内に常に 1 つのアクティブメソッドが存在します。アクティブメソッドは、現在装置をコントロールしている一連の条件です。メソッドはこれらの条件を番号付きメソッドとして保存（[Store] キーを使用）すると作成されます。

メソッドには次の 3 種類があります。

- ・ アクティブメソッド - 現在使用中のメソッド。
- ・ 保存されたメソッド - GC に保存可能な 5 つのメソッド。
- ・ デフォルトメソッド - GC のデフォルトパラメータを保存したメソッド。デフォルトメソッドはいつでも再読み込みできます。

メソッドの操作

メソッドでは、次の操作ができます。

- ・ メソッドを**作成**するには、GC を希望する条件に設定します。この設定がアクティブメソッドになります。
- ・ メソッドを**保存**するには、[Store] を押して、メソッドに 1 ～ 5 の識別番号を指定します。
- ・ メソッドを**読み込む**には、[Load] を押して、読み込むメソッドの番号を指定します。メソッドを読み込むと、アクティブメソッドの設定値は上書きされます。
- ・ メソッドを**修正**するには、そのメソッドを読み込み、希望する設定に変更してから、元の番号で保存します。古い内容は新しい内容で置き換えられます。

メソッドは、メソッドステータスコントロールテーブルに表示されます。このテーブルは、メソッドが保存された時刻と日付を表示します。このテーブルを表示するには、[Method] を押します。

STORED METHODS		
1:	<empty>	<
2:	13:25 16 Feb 94	
3:	<empty>	
4:	<empty>	
5:	14:02 16 Feb 94	
Set default method		

メソッドステータス <empty> と表示された場合は、メソッドが保存されていないという意味です。メソッドが保存されている場合は、最後に保存された時間と日付が表示されます。

Set default method アクティブメソッドをデフォルトの設定値で置き換えます。

メソッドの作成

メソッドは、分析に使用される設定値を記録した一連のコントロールテーブルです。したがって、メソッドは装置のコンフィグレーションによって異なります。メソッド作成時に設定値を保存できるパラメータのリストを以下に示します。

- ・ オープン
- ・ フロント / バック注入口
- ・ カラム 1 & 2
- ・ フロント / バック検出器
- ・ シグナル 1 & 2
- ・ AUX # 1 - 5
- ・ ポストラン
- ・ バルブ # 1-8
- ・ ランタイムテーブル
- ・ フロント / バックインジェクタ
- ・ サンプルトレイ

これらのパラメータは、GC を OFF にした時点で保存され、装置を再び ON にした時点で自動的に再読み込みされます。しかし、装置を OFF にした後でハードウェアを変更した場合は、メソッド内の設定値をすべて復元できないことがあります。

手順：メソッドの保存

メソッドを保存するには、次の手順を実行します。

1. [Method] を押して、使用するメソッド番号にスクロールします。

```
1:    <empty>
2:  13:25  16 Feb 94
3:    <empty>
   STORED METHODS
4:    <empty>
5:  14:02  16 Feb 94
Set default method <
```

2. [Store] キーを押します。保存するかどうか確認するメッセージが表示されます。

```
STORE METHOD
Store method 1?
ENTER to store,
CLEAR to cancel
```

3. [Enter] を押すと、選択した番号でメソッドが保存されます。[Clear] を押すと、メソッドは保存されずに、STORED METHODS ステータステーブルに戻ります。
4. 同じ番号のメソッドが既に存在する場合は、次の画面が表示されます。

```
STORE METHOD
Method 2 exists,
ENTER to overwrite,
CLEAR to cancel
```

- ・ [Enter] を押すと、既存のメソッドが新しいメソッドで置き換えられて、STORED METHODS ステータステーブルに戻ります。
- ・ [Clear] を押すと、メソッドは保存されずに、STORED METHODS ステータステーブルに戻ります。

手順：保存したメソッドの読み込み

保存したメソッドを読み込むには、次の手順を実行します。

1. [Method] を押して、STORED METHODS ステータスコントロールテーブルを表示します。
2. 読み込みたいメソッドにスクロールします。

```
1:      <empty>
2: 13:25  16 Feb 94
3:      <empty>
  -----
  STORED METHODS
  4:      <empty>
  5: 14:02  16 Feb 94
  Set default method  <
```

3. [Load] キーを押します。
[Enter] を押してメソッドを読み込むか、[Clear] を押して読み込みをキャンセルするか確認するメッセージが表示されます。
4. [Enter] を押すと、メソッドが読み込まれます。アクティブメソッドが選択したメソッドで置き換えられます。

```
LOAD METHOD

Method 1 loaded
```

[Clear] を押すと、読み込みは中止されて、STORED METHODS ステータステーブルに戻ります。

手順：デフォルトメソッドの読み込み

GC のデフォルトパラメータは、いつでも読み込むことができます。

1. [Method] を押します。
2. Set default method にスクロールします。

```
1:      <empty>
2: 13:25  16 Feb 94
3:      <empty>
  STORED METHODS
4:      <empty>
5: 14:02  16 Feb 94
Set default method <
```

3. [Enter] を押します。
詳細については、[「キーボードとディスプレイ」](#)を参照してください。

メソッドの不適合

読み込んだメソッドで、GCの現在のコンフィグレーションに一致しないパラメータが含まれている場合は、メソッド不適合メッセージが表示されます。この場合は、一致しない設定値は無視されます。

メソッド不適合の原因は、メソッドの保存後に行われた、ユーザによる変更（異なるキャリアガスを選択した場合など）またはハードウェアの変更（TCDをFIDで置き換えた場合など）です。

ユーザ入力のコンフィグレーションの変更

メソッドを保存した後アクティブメソッドで、コンフィグレーションがユーザ入力により変更されたことを示すメッセージが表示されます。変更されたパラメータについては、アクティブメソッドの設定値が使用されます。

```
LOAD METHOD
Method configuration
mismatch, press
STATUS for details
```

[Status] を押して、メソッド不適合の原因となったパラメータを確認します。

```
STATUS - Not Ready
Back det shutdown
Oven temp
METHOD MISMATCH(ES):
Oven maximum temp
Valve config
```

メソッドの不適合 - メッセージはハードウェアコンフィグレーションまたはユーザ入力のコンフィグレーションが変更された場合に表示されます。

ハードウェアコンフィグレーションの変更

ハードウェアが変更された場合は、読み込んだメソッドの一部が無視されることがあります。この場合は、メッセージが表示されます。例えば、フロントFIDを μ -ECDで置き換えた場合、FIDを使用したメソッドを読み込んだ場合、FIDの設定値は読み込まれません。FIDのパラメータは無視され、読み込む前の μ -ECDの設定値がそのまま使用されます。それ以外の読み込める設定値は、すべて読み込まれます。

手順：保存されたメソッドの修正

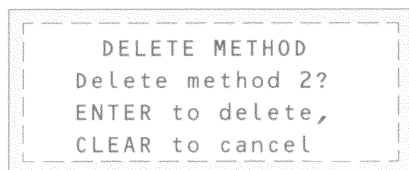
メソッドを読み込むと、アクティブメソッドがそのメソッドで置き換えられます。

保存されたメソッドを修正するには、次の手順を実行します。

1. 修正したいメソッドを読み込みます。
2. 希望どおりに変更します。
3. このメソッドを同じメソッド番号で保存（元のメソッドを上書き）します。あるいは別のメソッド番号で保存します。

手順：保存されたメソッドの削除

1. メソッドステータスコントロールテーブル内で、削除したいメソッドにスクロールして [Delete] を押します。次のようなプロンプトが表示されます。



2. 選択したメソッドを削除するには、[Enter] を押します。
3. メソッドの削除を中止するには、[Clear] を押します。

メソッドのリスト

6890 は、フォーマットされたメソッドのリストを外部デバイスに転送します。リストは、その時の温度に関係なく、初期（ランの開始時）のオープン温度に対するニューマティクス設定値を示します。

これによって、メソッドの内容のみに依存し、装置のその時の状態に影響されない安定したメソッドのリストが得られます。

結果的に、インテグレータ（またはフォーマットされたメソッドのリストを使用する他の製品）にリストアップされたニューマティクス設定値は、同じ時に 6890 のディスプレイに表示される設定値とは異なる場合があります。

9 オートサンプルラ

インジェクタコントロールテーブル

手順：インジェクタ設定値の編集

インジェクタのコンフィグレーション

手順：8本のサンプルバイアルタレット付きインジェクタのコンフィグレーション

手順：3本のサンプルバイアルタレット付きインジェクタのコンフィグレーション

サンプルトレイ設定値

手順：サンプルトレイ設定値の編集

手順：バーコードリーダーのコンフィグレーション

インジェクタ設定値の保存

オートサンプラ

この節では ALS のコンフィグレーションと使用の方法を説明します。

オートサンプラシステムは、シングルまたはデュアルのインジェクタタワー、バーコードリーダー、およびトレイで構成されます。GC キーボードから、インジェクタとトレイの設定値を入力し、簡単なシーケンスをコントロールできます。サンプラの基本構成は次のとおりです。

- ・ インジェクタタワー – サンプルを注入するシリンジが取り付けられています。デュアルのタワーを搭載して、両方の注入口に同時に注入することもできます。タワーを注入口から取り外して、GC の後部のポストにセットしておくこともできます。
- ・ サンプルトレイ – 最大 100 個までのサンプルバイアルをセットできます。
- ・ インジェクタタレット – サンプルバイアル、廃液バイアル、および洗浄バイアルをセットします。
- ・ バーコードリーダー – 数種類のバーコードを読み取って解読します。

オートサンプラについての詳細は、サンプラの **操作ガイド**（部品番号 G2612-90117）を参照してください。

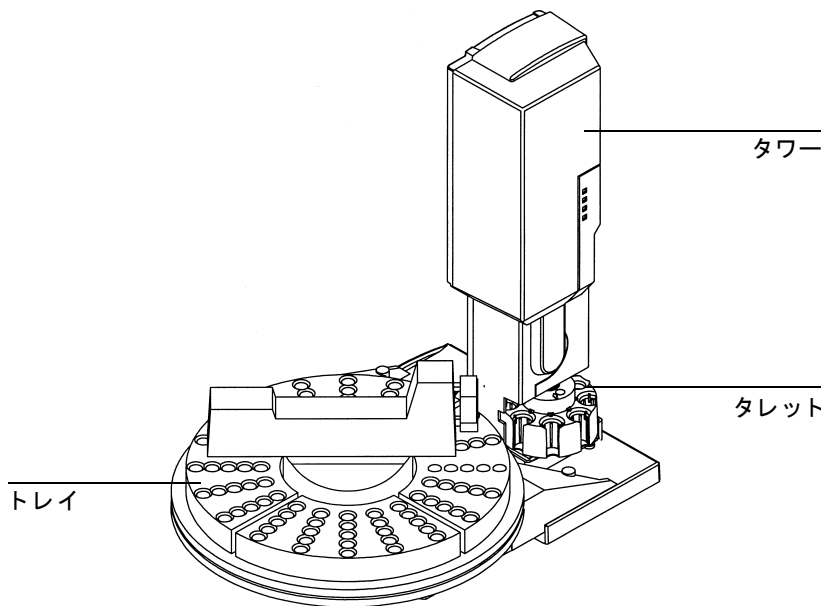


図 27 自動サンプラの構成

インジェクタコントロールテーブル

[Front Injector] または [Back Injector] を押します。

FRONT INJECTOR	
Injection vol	1.0<
#Sample pumps	1
Viscosity delay	1
#Sample washes	1
#Solv A washes	1
Stop plunger	Off
Pre dwell time	0.10
Post dwell	0.10
Sampling offset	2.0
#Solv A pre wash	2
#Solv B pre wash	2

Injection volume (注入量) - 注入するサンプルの容量。[Mode/Type] を押して選択します。選択可能な容量は設定したシリンジのサイズに依存します。詳細については、[205 ページの「インジェクタのコンフィグレーション」](#)を参照してください。

- ・ 選択肢はシリンジサイズの、2%、10%、20%、30%、40%、50% を表します。
- ・ インジェクタを無効にするには、注入量をオフにします。

Number of sample pumps (サンプル・ポンプ回数) - シリンジニードルをサンプルに挿入したままシリンジプランジャを上下する回数 (ポンピング回数)。シリンジ内の気泡を追い出し、注入の再現性が向上します。

Viscosity delay (粘性待ち時間 - プランジャが吸引/注入ストロークの最上部で停止する時間 (秒)。粘性の高いサンプルの場合、この待ち時間の間に、サンプルがシリンジ内にゆっくり流れ込みます。

Number of sample washes (サンプル洗浄回数) - 注入前にシリンジをサンプルで洗浄する回数。インジェクタは、ニードルをサンプル・バイアルの中に挿入し、シリンジを全容量の 8/10 まで満たしてから、サンプルを廃液ボトルに排出します。

Number of solvent A washes (溶媒 A 洗浄回数) - シリンジを溶媒 A ボトルの溶媒で洗浄する回数。

Number of solvent B washes (溶媒 B 洗浄回数) - シリンジを溶媒 B ボトルの溶媒で洗浄する回数。

Slow plunger (スロー注入) - 注入時のシリンジプランジャの速度。プランジャの平均速度を下げて、シリンジニードルが注入後 4 秒間注入口内にとどまるようにできます。Slow injection の設定を ON にすると、約 $5 \mu\text{l}/\text{sec}$ の速度 ($10 \mu\text{L}$ シリンジの場合) でプランジャを押します。OFF にすると、約 20 倍の速度になります。吸引時と廃液排出時のプランジャ速度は変わりません。

Dwell times (滞在時間) - 注入の前または後で、ニードルが注入口に留まる時間 (分)。

Sampling offset (注入深さ) - シリンジを注入する深さを加減できます。

手順: インジェクタ設定値の編集

インジェクタキーのどちらかを押して、注入量、サンプル洗浄回数、および溶媒洗浄回数などのインジェクタコントロール設定値を編集できます。

インジェクタ設定値を編集するには、次の手順を実行します。

1. [Front Injector] または [Back Injector] を押します。
2. 希望する設定値にスクロールします。
3. 設定値を入力するか、あるいは設定値を ON または OFF にします。
 - ・ シリンジサイズを選択するには、[Mode/Type] を押します。

インジェクタのコンフィグレーション

インジェクタタワー取り付け位置

インジェクタケーブルは、コントローラの INJ1 または INJ2 ポートのどちらかに接続されます。ここでの設定は、どちらの注入口 (Front または Rear) に、どちらのインジェクタ (INJ1 または INJ2) を取り付けしているかを指定します。インジェクタを 1 基だけ使用する場合は、タワーを移動するとき、ケーブルを付け外す必要はなく、タワーの取り付け位置を変更するだけですみます。

廃液ボトルモード

タレットの廃液ボトル位置は、[Mode/Type] キーを使用して選択します。

- ・ 2 本の廃液ボトルを交互に使用する場合は「Use both A and B」を選択します。
- ・ A ボトルのみを使用する場合は「Use only A bottle」を選択します。
- ・ B ボトルのみを使用する場合は「Use only B bottle」を選択します。

溶媒 B 2 本使用

このオプションを選択すると、溶媒 B の 4 mL バイアルを 2 本使用することができ、途中で溶媒を補充せずに、より多くのサンプルを分析できます。

- ・ ポジション B とポジション B2 には同じ溶媒を使います (このオプションでは、3 番目の溶媒は使用できません)。
 - ・ 3 サンプルバイアルポジションターレットを使用します。
 - ・ 洗浄に使用する溶媒の合計容量が 6 mL (溶媒 A、溶媒 B、溶媒 B2 に各 2mL) になるため、廃液バイアルは 2 本使用しなければなりません。上記の「[廃液ボトルモード](#)」を参照してください。
 - ・ それぞれのインジェクタは、個別にコンフィグレーションします。
- ノート：各注入で、溶媒 B の洗浄回数はバイアルによって変化しません。インジェクタは、単に 2 本の溶媒 B バイアルを交互に使用します。

手順：8本のサンプルバイアルタレット付きインジェクタのコンフィグレーション

1. [Config][Front Injector] または [Config][Back Injector] を押します。

```
┌───┐
│   CONFIG F INJECTOR   │
│ Front tower  INJ1     │
│ Use B2 wash   On     │
│ Waste bottle use 2   │
│ Nanoliter adapt On  │
└───┘
```

2. カーソルをタワーの行に移動し、[On] または [Off] キーを使用してタワー位置を INJ1 または INJ2 に設定します。
3. シリンジのサイズを μL 単位の値で入力します。
4. カーソルを Tower Fan に移動し、[On] または [Off] キーを使用して、ファンの使用を選択します。
 - ・ 通常は、ファンを On のままにしておきます。

手順：3本のサンプルバイアルタレット付きインジェクタのコンフィグレーション

1. [Config][Front Injector] または [Config][Back Injector] を押します。

```
┌───┐
│   CONFIG B INJ   │
│ Back Tower      INJ1 │
│ Use B2 wash     On  │
│ Waste Btle mode  A  │
│ Syringe size    10.0 │
│ Tower fan       Off  │
└───┘
```

2. B2 洗浄ボトルの使用を On または Off に設定します。
3. 廃液ボトルモードを選択するには、[Mode/Type] を押します。
4. Syringe size として、取り付けられたシリンジのサイズを μL 単位で入力します。

5. カーソルを Tower Fan に移動し、[On] または [Off] キーを使用して、ファンの使用を選択します。
 - ・ 通常は、ファンを On のままにしておきます。

サンプルトレイ設定値

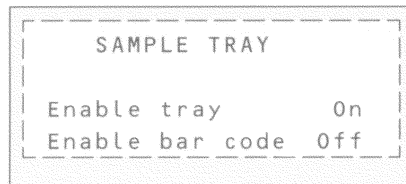
サンプルトレイは、指定したシーケンスパラメータに従って、サンプルバイアルをフロントインジェクタとリアインジェクタに運びます。各インジェクタについて、別々のシーケンスパラメータを指定できます。サンプルトレイは、バイアルをフロントインジェクタに運んでからリアインジェクタに運びます。保存されているシーケンスとバーコードの設定を呼び出して、サンプルバイアルをどの位置から取り出してどこへ運ぶか、サンプルトレイに指示できます。

Enable tray - トレイシーケンスを使用する場合は On にします。インジェクタタレット内のサンプルボトルを使用する場合は Off にします。

Enable bar code - バーコードリーダーを使用するかどうか指定します。

手順：サンプルトレイ設定値の編集

1. [Sample tray] を押して、サンプルトレイおよびバーコードリーダー設定値にアクセスします。

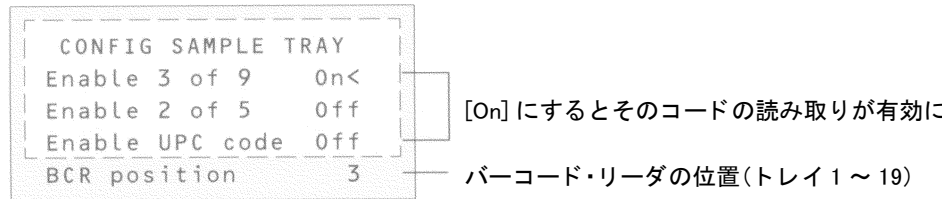


2. [On] または [Off] を押して、トレイの使用を有効 / 無効にします。
3. [On] または [Off] を押して、バーコードリーダーの使用を有効 / 無効にします。

手順：バーコードリーダーのコンフィグレーション

バーコードリーダーで読み取るバーコードラベルのコードの種類を指定できます。

1. [Config][Sample Tray] と押して、バーコードリーダーの設定を表示します。



2. [On] または [Off] を押して、以下のバーコード設定を指定します。

Enable 3 of 9 - コード 3 of 9 は、ラボでの使用で最も汎用性の高いコードです。英字と数字、若干の記号をコード化できます。メッセージ長は、コード化するデータの量と書き込めるスペースにより異なります。

Enable 2 of 5 - コード 2 of 5 は、数字だけしか表現できませんが、メッセージ長は可変です。

Enable UPC code - UPC (Universal Product Code) は、現在最もよく使われているコードです。UPC コードは数字のみで、メッセージ長は固定です。

3. バーコードリーダーがトレイの前面に取り付けられている場合は、バーコードリーダー位置 (BCR position) に 3 を入力します。

バーコードリーダーについての詳細は、バーコードリーダーに付属する操作マニュアルまたは設置マニュアルを参照ください。

インジェクタ設定値の保存

インジェクタ、サンプルトレイ、およびバーコードリーダーの設定が終了したら、[「手順：メソッドの保存」](#)の手順に従って、メソッドと共に設定値を保存します。このメソッドは、シーケンスの一部としてサンプルの分析に使用されます。

インジェクタシーケンスとシーケンスコントロールについての詳細は、[「分析シーケンス」](#)を参照してください。

10 バルブのコントロール

バルブボックス

- バルブの加熱

- バルブ温度プログラミング

- Aux 加熱ゾーンのコンフィグレーション

バルブコントロール

- バルブドライバ

- 内蔵バルブドライバ

- 外付けバルブドライバ

- バルブのコンフィグレーション

- 手順：バルブのコンフィグレーション

バルブコントロール

- 手順：キーボードからのバルブのコントロール

- ランタイムテーブルまたはクロックタイムテーブルからのコントロール

- バルブコントロールの例

- 単純なバルブ - カラムセレクション

- ガスサンプリングバルブ

- マルチポジションストリーム選択バルブ

- とサンプリングバルブ

バルブのコントロール

6890 シリーズ GC は、オープン上部の加熱バルブボックスに最大 4 つまでのバルブが取り付けられます。

これ以上のバルブが必要な場合は、カラムオープン内部のブラケットに 2 つまで取り付けることができます。

バルブボックス

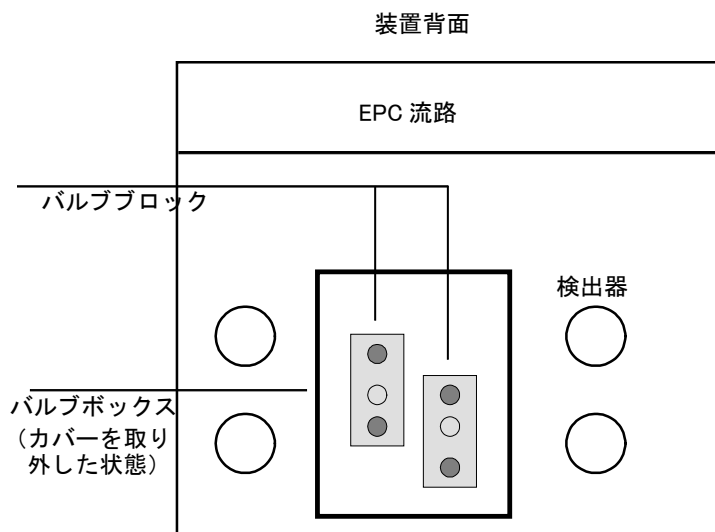


図 28. バルブボックス

バルブの加熱

バルブボックス内には、2 つの加熱ブロックがあります。各ブロックにはそれぞれ 2 つのバルブ取り付け位置があります (図の網掛けの部分)。各ブロックの中央の穴は、カラムオープンにチューブを通す際に使用します。

2 つのバルブを使用する場合は、2 つを同じブロックに取り付けます。こうすると、1 つのコントロールチャンネル (接続されているヒータにより、Aux 1 または Aux 2) で 2 つのバルブを加熱できます。バルブを 3 つ以上使用する場合は、Aux 1 と Aux 2 の両方のチャンネルを使用して 2 つのブロックを加熱します。2 つのブロックは同じ温度に設定してください。

バルブ温度プログラミング

バルブを使用するほとんどのアプリケーションは定温操作ですが、必要に応じて 3 段階までの温度ランプをプログラムできます。[Aux #] の次に [1] または [2] を押してプログラムを入力します。バルブの温度プログラミングは、オープンランプと同様です。詳細は 106 ページの温度プログラム分析 を参照ください。

AUX 1		
Temp	35	150
Init time		0.00
Rate 1		0.00
Final temp 1		00.0
Final time 1		0.00
Rate 2		0.00
Final temp 2		00.0
Final time 2		0.00
Rate 3		0.00
Final temp 3		00.0
Final time 3		0.00

Aux 加熱ゾーンのコンフィグレーション

Aux 1 または Aux 2 加熱ゾーンをコンフィグレーションするには、[Config] の次に [Aux #] を押します。[Mode/Type] 押して、加熱ゾーンでコントロールするデバイスのタイプを選択し、[Enter] を押します。

CONFIG AUX 1	
Valve box	
MSD transfer line	
AED transfer line	
Nickel catalyst	
Unknown	

バルブコントロール

バルブは、キーボードからマニュアルでコントロールできますが、クロックタイムまたはランタイムプログラムの一部としてコントロールすることもできます。ただし、分析中にバルブを切り換えた場合は、分析の終了時にバルブが自動的にリセットされることはありません（ガスサンプリングバルブとしてコンフィグレーションされているバルブはリセットされます）。ガスサンプリング以外のバルブは、プログラム内に必要なリセット操作を設定する必要があります。

バルブドライバ

バルブドライバとは、バルブまたは関連する機能をコントロールする、GC 内のソフトウェアと回路です。バルブ 1～バルブ 8 の 8 つのドライバがあります。

表 22. バルブドライバの仕様

バルブ番号	タイプ	電圧	電力または電流	用途
1、2、3、4	電流出力	24VDC	13 ワット	流路バルブコントロール
5、6	電流出力	24VDC	100 mA	リレーと低電力デバイス
7、8	接点出力	48VDC または 48VAC RMS		外部電力の開閉

内蔵バルブドライバ

バルブドライバ 1～4 は、通常、バルブボックス内に取り付けられた、空気圧駆動バルブのコントロールに使用します。これらのバルブの配線は、GC の右側カバー内部の一連のコネクタに接続します。

空気圧駆動バルブは、バルブアクチュエータに空気を送るソレノイドによってコントロールされます。

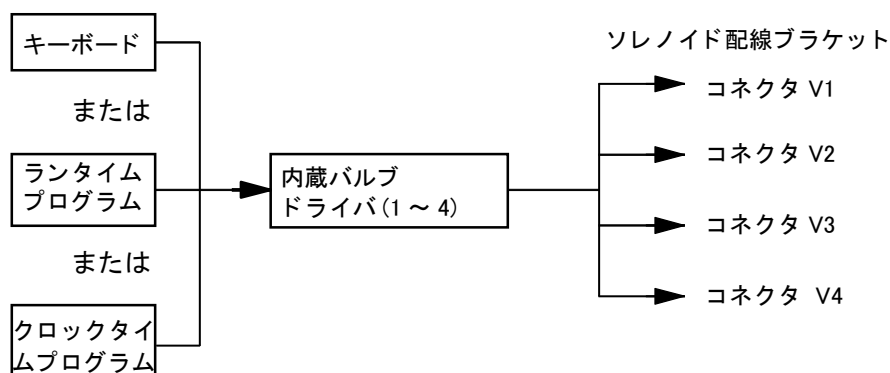


図 29. 内蔵バルブドライバ

バルブボックス内のバルブの位置と、コントロールするドライバの番号に直接の関係はありません。バルブとドライバの関係は、ソレノイドの配線とアクチュエータの配管によって決まります

外付けバルブドライバ

バルブドライバ 5 と 6 は、リレーなどの低電力デバイスを駆動する電流を供給します。バルブドライバ 7 と 8 は、外部電源からの電流を ON / OFF します。電気的な特性については、[212](#) ページの [表 22.](#) を参照してください。

これらの外付けバルブドライバで、特にバルブ 7 と 8 は、ストリームセレクションでモータ駆動マルチポジションバルブのコントロールに使用されます。

これら 4 つのドライバは、すべて GC 後部にある外部イベントコネクタ上に配線されます。

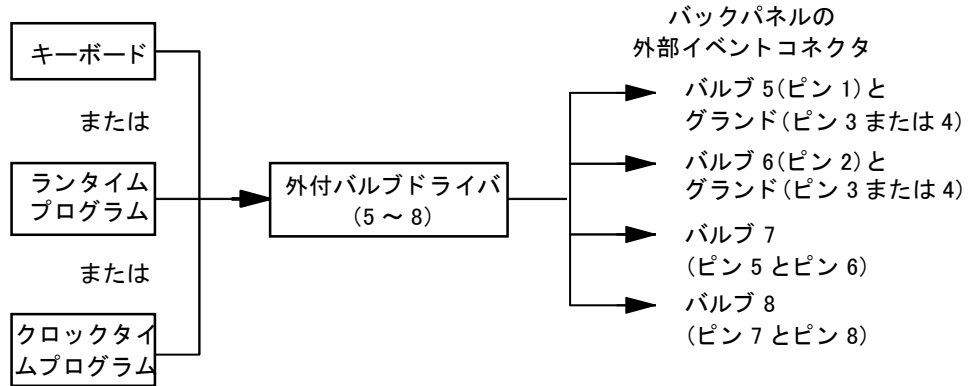


図 30. 外付けバルブドライバ

バルブのコンフィグレーション

バルブタイプには次の 5 種類があります。

- Gas sampling (ガスサンプリング) - 2 ポジション (ロードと注入) バルブ。ロードポジションでは、外部からのサンプルガスが、サンプリンググループを通過して排出されます。注入ポジションでは、サンプルガスで満たされたサンプリンググループが、キャリアガスの流路に挿入されます。バルブがロードから注入に切り換えられると、自動的に分析が開始されます (既に分析が進行中でない場合)。 [218 ページ](#) の例を参照してください。
- Switching (スイッチング) - 4 ポート、6 ポート、またはそれ以上のポートを持つ 2 ポジションバルブ。スイッチングバルブは、カラムセレクションやカラムアイソレーションなど多くの用途に使用される汎用バルブです。バルブコントロールの例については、 [217 ページ](#) を参照してください。
- Multiposition (マルチポジション) - ストリームセレクションバルブとも呼ばれます。通常は、多数のガスラインから 1 つを選択して、サンプリングバルブに送ります。マルチポジションバルブには、起動されるたびにバルブポジションを 1 つ先に進める特殊なアクチュエータを組合せたものと、モータ駆動方式のものが 있습니다。ストリームセレクションバルブとガスサンプリングバルブを組み合わせた例が、 [219 ページ](#) に記載されています。
- Other (その他) - 任意のバルブ。
- Not installed (取り付けられていない) - バルブが取り付けられていません。

手順：バルブのコンフィグレーション

1. [Config][Valve #] と押します。

```
CONFIG VALVE
Which valve? (1-8) <
```

2. 設定するバルブドライバを指定します。番号(この例では1)を入力して、[Enter]を押します。

3. 指定したドライバの現在のタイプが表示されます。

```
CONFIG VALVE 1
Type: Switching <
```

または

```
CONFIG VALVE 1
Type: Multiposition <
Switching time 1.0
Invert BCD On
```

または

```
CONFIG VALVE 1
Type: Gas sampling <
Loop volume 0.250
Load time 0.5
Inject time 1.00
Inlet: None
```

4. [Mode/Type] を押して、バルブタイプを表示します。

```
VALVE 1 TYPE
Gas sampling
Switching
* Multiposition <
Other
Not installed
```

5. バルブタイプを選択して、[Enter]を押します。

バルブコントロール

手順：キーボードからのバルブのコントロール

バルブ（マルチポジションバルブを除く）には、[On] キーと [Off] キーに対応した 2 つのポジションがあります。2 ポジションバルブ用のキーボードコマンドは次のとおりです。

[Valve #] < 目的のバルブにスクロール > [On] (バルブを一方の切り換え位置に回転する)

および

[Valve #] < 目的のバルブにスクロール > [Off] (バルブをもう一方の切り換え位置に回転する)

ランタイムテーブルまたはクロックタイムテーブルからのコントロール

Valve On コマンドと Valve Off コマンドは、ランタイムイベントまたはクロックタイムイベントとしてプログラムできます。詳細については、[「手順：ランタイムイベントのプログラミング」](#)または[「手順：クロックタイムイベントのプログラミング」](#)を参照してください。

ランタイムプログラミングによってバルブを駆動した場合、分析の終了時に、バルブが自動的に初期位置に戻るわけではありません。ユーザがリセット操作をプログラムする必要があります。

バルブコントロールの例

単純なバルブ - カラムセレクション

この例では、単独のバルブをスイッチングバルブとして配管した場合の流路を示します。2本のカラムからどちらかを選択して分析に使用します。コンフィグレーションパラメータはありません。

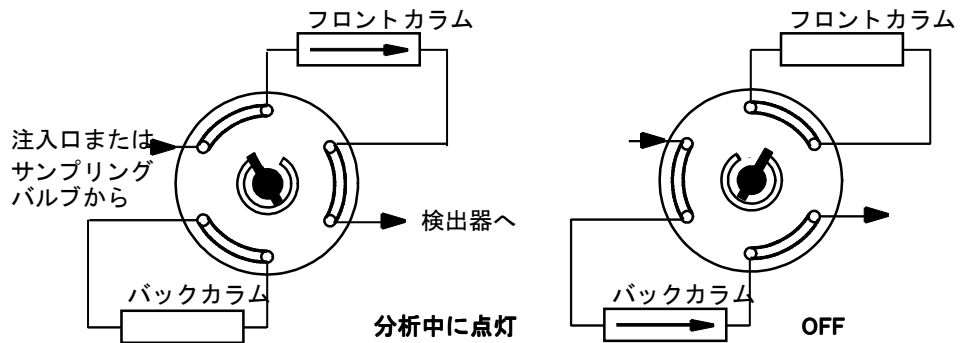


図 31. カラムセレクションバルブ

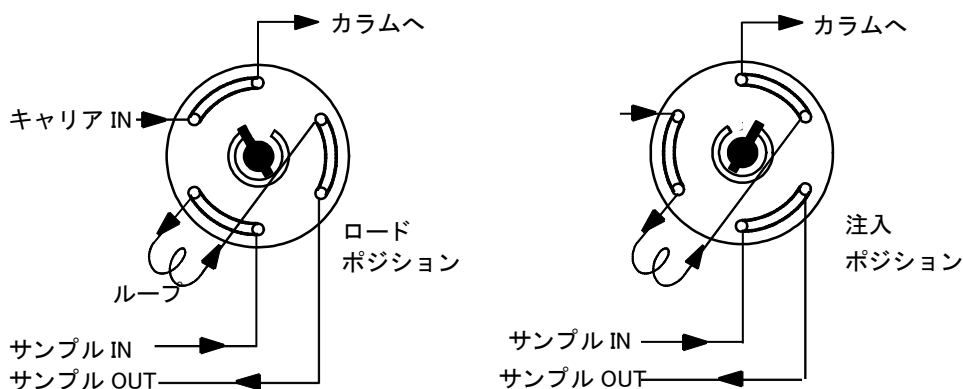
カラムを選択するには、[Valve #] を押してバルブ 2 にスクロールし、[On] (フロントカラムの場合) または [Off] (バックカラムの場合) を押します。次のランテーブルの設定では、分析の終了前にバルブを OFF の状態にリセットし、次の分析に備えます。

RUN TABLE (1 of 1)	
Time:	15.00
Type:	Valve #2
Setpoint:	Off

分析の終了前にバルブ
を OFF の状態にリセット

ガスサンプリングバルブ

ガスサンプリングバルブとして構成されたバルブでは、注入ポジションに切り換えられると、その時点で自動的に分析が開始されます。この切り換えは、キーボードからコマンドを入力して実行することも、サブシーケンスやクロックテーブルエントリに指定して実行することもできます。ガスサンプリングバルブは2つまで取り付けることができます。



ロードポジション - ループにはサンプルガスが流れます。カラムにはキャリアガスが流れます。

注入ポジション - サンプルガスで満たされたループが、キャリアガスの流路に挿入、されます。サンプルはカラムへ導入され分析が自動的に開始されます。

図 32. ガスサンプリングバルブ

キャリアガスは、(オプションの) Aux ガスチャンネルから供給することもできます。これを行うには、カラムをコンフィグレーションして、Aux #チャンネルを Inlet として指定します。これで、Aux #チャンネルを4つの操作モードでプログラムできます。

CONFIG VALVE 1	
Type:	Gas sampling <
Loop volume	0.250
Load time	0.5
Inject time	1.00
Inlet:	None

Loop volume と Inlet は
情報として入力/表示するだけです。
- 操作には影響を与えません。

バルブがレディになる前にロードポジ
ションにとどまる時間(分単位)。

バルブがロードポジションに戻る前に
注入ポジションにとどまる時間(分単位)。

サンプリングバルブのサイクルは次のとおりです。

1. サンプリングバルブがロードポジションに回転します。Load time(ロード時間)が始まります。バルブはノットレディ状態です。
2. Load time(ロード時間)が終了します。バルブはレディになります。
3. バルブ以外のすべての部分がレディであれば、GCはレディになります。レディになっていない部分がある場合は、次のように処理されます。

- ・ クロックテーブルまたはシーケンスコントロールを使用している場合は、GCはすべての部分がレディになるまで待ち、それからバルブ注入コマンドを実行します。
 - ・ クロックテーブルもシーケンスコントロールも使用していない場合は、キーボードからいつでもバルブ注入を実行できます。
4. サンプリングバルブは（キーボードコマンドまたはシーケンスコントロールによって）注入ポジションに回転します。Inject time が始まります。分析がスタートします。
 5. Inject time が終了すると、ステップ 1 に戻ります。

マルチポジションストリーム選択バルブとサンプリングバルブ

幾つかのメーカーから、マルチポジションストリーム選択バルブが市販されており、これらの中には、バルブドライバ1～4により駆動できるものがあります。マルチポジションバルブは1つだけ組み込むことができます。電気的な特性は、[212](#) ページの[表 22](#) を参照してください。

バルブが、マルチポジションバルブとして構成され、バルブのBCDポジション出力がGCに接続されている場合は、サンプリングするバルブポジションを直接選択できます。

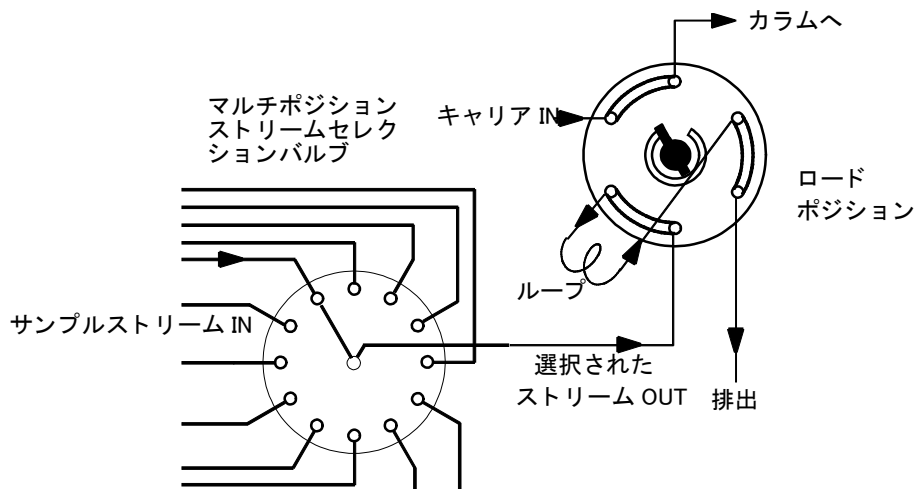


図 33. マルチポジションバルブとガスサンプリングバルブ

GCに組み込んだ1つのバルブをマルチポジションバルブとして構成し、もう1つのバルブをガスサンプリングバルブとして構成した場合、GCはバルブが[図 33](#)のように配管されているものとみなします。分析シーケンス内で、オートサンプラとサンプルトレイの代わりに、この「ダブルコンフィグレーション」を使用できます。そ

の場合は、マルチポジションバルブがサンプルトレイになり、ガスサンプリングバルブがインジェクタになります。詳細については、[「手順：バルブサブシーケンスの作成」](#)を参照してください。

次の2つのコンフィグレーションパラメータの設定によって、ほとんどのマルチポジションバルブアクチュエータとの機械的および電氣的な互換性が得られます。

CONFIG VALVE 1	
Type: Multiposition <	
Switching time 1.0	バルブが次のステップに切り換る時間
Invert BCD 0n	Onの場合 BCD 入力を反転します。

- Switching time (秒単位) は、アクチュエータ動作完了を待つ時間です。これは、アクチュエータが次の動作の準備をする時間です。
- Invert BCD は、BCD 入力を反転します。- すなわち、1 は 0 になり、0 は 1 になります。これによって、異なるメーカー間のコード方式の違いを解決できます。

11 分析シーケンス

シーケンスとは何か

シーケンスの操作

シーケンスの設定

 割り込みシーケンス

 サブシーケンス

 ポストシーケンス

手順：シーケンスの作成

 手順： サンプラサブシーケンスの作成

 手順： バルブサブシーケンスの作成

 手順： ポスト・シーケンス・イベントの設定

手順：シーケンスの保存

手順：保存したシーケンスの読み込み

手順：保存したシーケンスの修正

手順：シーケンスの削除

シーケンスコントロール

 シーケンスステータス

 手順：シーケンスの開始／実行

 手順：シーケンスの停止／再開

 手順：シーケンスの終了

 シーケンスの強制中断

インテグレータ使用時の注意点

分析シーケンス

シーケンスとは何か

シーケンスは、分析するサンプルと、各サンプルの分析に使用する保存されたメソッドを指定します。シーケンスは、共通のメソッドで分析するものをまとめたサブシーケンスに分割され、それに割り込みシーケンスとポストシーケンスイベントが追加されます。

シーケンスには1～5個のサブシーケンスが含まれます。シーケンスは、オートサンプルまたはバルブ注入のどちらでも実行できます。

シーケンスの操作

シーケンスでは、以下の操作ができます。

- ・ **作成**：シーケンスを作成するには、分析するサンプルとメソッド情報をキーボードから入力します
- ・ **保存**：シーケンスを保存するには、[Store][Seq] と押して、シーケンスに1～5の識別番号を指定します。
- ・ **読み込み**：シーケンスを読み込むには、[Load][Seq] と押して、シーケンス番号を指定します。
- ・ **修正**：シーケンスを修正するには、そのシーケンスを読み込み、希望どおりに変更してから、同じ番号で保存します。古い内容は新しい内容で置き換えられます。

ストアシーケンスコントロールテーブル (図 34.) は、シーケンスが保存された時間と日付を表示します。このテーブルを表示するには、[Seq] を押します。もう一度 [Seq] キーを押すと、ストアシーケンスコントロールテーブルとシーケンス設定コントロールテーブル (図 35.) が切り替わります。

シーケンス
番号
(1～5)

	STORED SEQUENCES	
1:	<empty>	<
2:	13:25 16 Feb 94	
3:	<empty>	
4:	<empty>	
5:	14:02 16 Feb 94	

シーケンスステータス
何も表示されない場合は、この番号のシーケンスはありません。
時間と日付が表示された場合は、シーケンスが保存されています。

図 34. ストアシーケンスコントロールテーブル

タイトル行 - タイトルは、コントロールテーブル内のカーソル位置に応じて変わります。

SEQUENCE (Priority)		
Priority meth#	0	<
Type:	Front Injector	
#Injections/vial	1	
Samples	1-1	
Use priority	0n	
-----Subseq 1-----		
Method #	0	
Type:	Front Injector	
#Injections/vial	1	
Samples	1-1	
-----Subseq 2-----		
Method #	1	
Type:	Valve	
#Injections	1	
-----Subseq 3-----		
Method #	0	
Type:	Both Injectors	
F#inj/vial	1	
F samples	2-2	
B#inj/vial	1	
B samples	3-3	
---Post Sequence---		
Method #	0	
Repeat sequence	Off	

割り込みシーケンス

サブシーケンス

ポストシーケンスイベント

図 35. シーケンス設定コントロールテーブル

シーケンスコントロールテーブル内で [Info] キーを押すと、該当するシーケンスパラメータの説明が表示されます。

シーケンスの設定

シーケンスは次の3つの部分で構成されています（どの部分も省略可能です）。

- ・ 割り込みシーケンス - カレントシーケンスを中断して緊急のサンプルを分析するための特別な機能です。
- ・ サブシーケンス - 各サブシーケンスは、保存されたメソッドの番号と、そのメソッドを使用して分析する一連のサンプルおよびキャリブレーションを定義する情報で構成されます。サブシーケンスは最大5つまで定義できます。
- ・ ポストシーケンス - 最後のサブシーケンスの最後の分析後に読み込まれ、実行されるメソッドを指定します。シーケンスを無限に繰り返すか、そこで終了するかを指定します。

割り込みシーケンス

割り込みシーケンスは、実行中のシーケンスを中断して、1つまたは複数の緊急サンプルを分析する機能です。割り込みシーケンスは、1つのサブシーケンス、サンプルまたはバルブタイプと特別な優先パラメータ（Use priority）で構成されます。

- ・ Use priority が Off になっている場合は、割り込みシーケンスは何も実行しません。割り込みシーケンスは、他のシーケンスが実行中であっても割り込みシーケンスを表示して値を Yes に変更すると割り込みシーケンスを実行します。
- ・ Use priority が On になっている場合は、次の動作が実行されます。
 1. 現在の分析が終了した時点で、現在のシーケンスは中断されます。
 2. 割り込みメソッドが読み込まれます。割り込みシーケンスで指定した方法で、割り込みサンプルが分析されます。
 3. Use priority パラメータが Off に変わります。
 4. 先に中断されたメインシーケンスが、中断されたところから再開されます。

サンプル

SEQUENCE (Priority)	
Priority meth #	0
Type: Front injector <	
#Injections/vial	1
Samples	1-1
Use priority	On

バルブ

SEQUENCE (Priority)	
Priority meth #	0
Type: Valve <	
#inj/position	1
Position rng	3-15
Times thru range	1
Use priority	On

図 36. 割り込みシーケンス**サブシーケンス**

サブシーケンスは、オートサンプラもサンプリングバルブもどちらも試料の注入に利用できます。サブシーケンスは、1つのメソッドを使用して、サンプルのグループを分析します。

ポストシーケンス

Post Sequence は、最後のサブシーケンスの後に実行される1組のイベントです。ポストシーケンスによって、シャットダウン用メソッド（通常はガスをシャットダウンして温度を下げる）を読み込むことができます。また、一連のサブシーケンスを繰り返すこともできます。

手順：シーケンスの作成

1. [Seq] を押して、シーケンスコントロールテーブルを開きます。
2. 必要なら、割り込みシーケンスを作成します。割り込みシーケンスは、1つのバルブサブシーケンスまたはサンプラサブシーケンスです。メソッド行では Priority meth # 指定します。Use priority 行を On または Off に設定します。
3. 1～5個のサブシーケンスを作成します。サブシーケンスは、サンプラサブシーケンス（次項）またはバルブサブシーケンス（[226](#) ページ）です。同じシーケンス内で、両方のタイプのサブシーケンスを併用できます。
4. 必要に応じて、ポストシーケンスイベントを変更します。
5. 完成したシーケンスを保存します。

手順：サンプラサブシーケンスの作成

サンプラサブシーケンスを作成するには、次の手順を実行します。

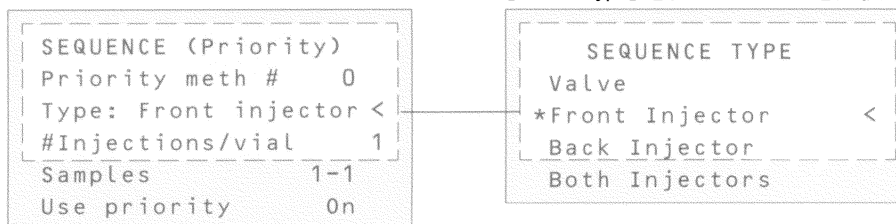
1. [Seq] を押してシーケンスコントロールテーブルを開きます。
2. サブシーケンスの Method # 行にスクロールします。そのサブシーケンスが割り込みシーケンスであれば、行の名前は Priority meth # です。
3. メソッド番号を入力します。現在のアクティブメソッドを使用する場合は0、保存されたメソッドを使用する場合は1～5、シーケンスを終了する場合は Off を入力します。

サブシーケンスで保存されたメソッドを使用すると、シーケンスの実行にともないアクティブメソッド (0) の内容が変更されます。したがって、割り込みシーケンスにメソッド 0 を選択できるのは、すべてのサブシーケンスでメソッド 0 を使用する場合だけです。

4. [Mode/Type] を押して、3つのインジェクタタイプから1つを選択します。

サンプリングシーケンス

[Mode/Type] を押してタイプを選択します。



5. その他のサブシーケンスパラメータを入力します。フロントとバックの両方のインジェクタを使用する場合は、2通りのパラメータが必要です。

- ・ #Injections/vial - 各バイアルからの繰り返し分析回数。サンプルを注入しない場合は0を入力します。
- ・ Samples - 分析するサンプルバイアルの範囲(最初の番号 - 最後の番号)

6. 作成したサブシーケンスが割り込みシーケンスであれば、Use priority を On に設定します。

7. 次のサブシーケンスまたは Post Sequence に進みます。

手順：バルブサブシーケンスの作成

ガスサンプリングバルブとマルチポジションバルブ (オプション) が取り付けられている場合は、バルブサブシーケンスを作成できます。

1. [Seq] を押してシーケンスコントロールテーブルを開きます。
2. サブシーケンスの Method # 行にスクロールします。そのサブシーケンスが割り込みシーケンスであれば、行の名前は Priority meth # です。
3. メソッド番号を入力します。現在のアクティブメソッドを使用する場合は0、保存されたメソッドを使用する場合は1～5、シーケンスを終了する場合はOffを入力します。

サブシーケンスで保存されたメソッドを使用すると、シーケンスの実行にともないアクティブメソッド (0) が変更されます。したがって、割り込みシーケンス

にメソッド0を選択できるのは、すべてのサブシーケンスでメソッド0を使用する場合だけです。

4. [Mode/Type] を押して、Valve を選択します。

マルチポジションバルブあり

```

SEQUENCE (Subseq 2)
-----Subseq 2-----
Method #           0
Type:              Valve<
#inj/position      1
Position rng       3-15
Times thru range   1
    
```

マルチポジションバルブなし

```

SEQUENCE (Subseq 2)
-----Subseq 2-----
Method #           0
Type:              Valve <
# injections        1
    
```

図 37. バルブサブシーケンス

5. バルブシーケンスパラメータを入力します（最初の3つのパラメータは、マルチポジションバルブが取り付けられている場合にのみ表示されます）。

#inj/position	各ポジションでの注入回数（0～99）
Position rng	サンプリングされるバルブポジションの範囲（1～32）
Times thru range	指定した範囲を繰り返す回数（1～99）
# injections	各サンプルの注入回数

手順：ポスト・シーケンス・イベントの設定

1. Post Sequence セクションにスクロールします。

```
SEQUENCE (Post Seq)
---Post Sequence---
Method #           0
Repeat sequence    Off
```

2. Method # は、シーケンスの終了時に読み込まれ、シーケンスの最後に1回だけ実行されるメソッドです。保存されたメソッドの場合は1～5を入力します。メソッドを読み込まない場合は0を入力します。
3. Repeat sequence - On にすると、シーケンスが繰り返されます。この機能は、バルブシーケンスの場合に便利です。Off にすると、シーケンスは終了時に停止します。Repeat sequence On または Off に設定してください。

手順：シーケンスの保存

1. Store Sequence コントロールテーブルを表示するには、[Store][Seq] を押します。

```
STORE SEQUENCE
Which Sequence? (1-5)
```

2. シーケンスの識別番号を入力します。

```
STORE SEQUENCE
Store sequence 1?
ENTER to store,
CLEAR to cancel
```

3. [Enter] を押して、シーケンスを保存します。

```
STORE SEQUENCE
Sequence 1 stored
```

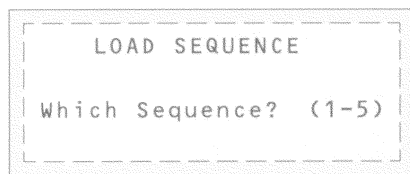
指定したシーケンス番号が既に存在する場合は、プロンプトに従って次のいずれかを実行します。

- ・ [ENTER] を押して既存のシーケンスを上書きします。既存のシーケンスは新しいシーケンスで置き換えられます。
- ・ [CLEAR] を押して保存をキャンセルします。STORED SEQUENCES ステータステーブルに戻ります。

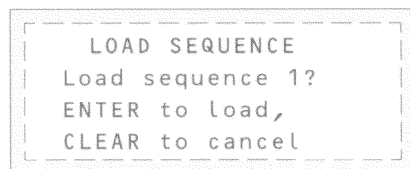
STORED SEQUENCES ステータス設定テーブルからシーケンスを保存することもできます。これを行うには、保存するシーケンス番号にカーソルをスクロールして、[Store] キーを押します。

手順：保存したシーケンスの読み込み

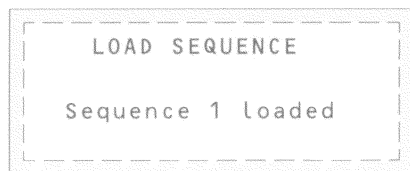
1. シーケンスを読み込むには、[Load][Seq] と押します。



2. 数字キーを押して、読み込むシーケンスを選択します。



3. [Enter] を押してシーケンスを読み込むか、または [Clear] を押してキャンセルします。
4. [Enter] を押すと、読み込みが確定されます。読み込まれたシーケンスがアクティブシーケンスになります。



指定したシーケンス番号が保存されていない場合は、次の ERROR: メッセージが表示されます。

```
ERROR:
sequence 1 empty,
no sequence loaded
```

手順: 保存したシーケンスの修正

1. 編集したいシーケンスを読み込みます。
2. シーケンスコントロールテーブルを開きます。編集したいサブシーケンスまたはポストシーケンス内のパラメータにスクロールします。

```
SEQUENCE (Priority)
Priority meth#    0 <
Type: Front Injector
#Injections/vial  1
Samples          1-1
Use priority     0n
-----Subseq 1-----
Method #        0
```

3. 希望どおりに変更します。
4. 編集したシーケンスを元の番号で保存します。

手順: シーケンスの削除

1. シーケンスを削除するには、[Delete][Seq] と押します。次のプロンプトが表示されます。

```
DELETE SEQUENCE

Which Sequence? (1-5)
```

2. 指示された範囲の数字キーのいずれかを押して、削除するシーケンスを（5つの中から）1つ選択します。

```
DELETE SEQUENCE
Delete sequence 1?
ENTER to delete,
CLEAR to cancel
```

3. シーケンスを削除するには、[Enter] を押します。次のメッセージが表示されます。

```
DELETE SEQUENCE

Sequence 1 deleted
```

シーケンスコントロール

シーケンスコントロールテーブルを表示するには、[Seq Control] キーを押します。このテーブルは、アクティブシーケンスのカレントステータスを表示します。

```
SEQUENCE CONTROL

Status:      Stopped
Start sequence  <
```


シーケンスステータス

シーケンスステータスモードには次の6種類があります。

- ・ Start/running (開始/分析中)
- ・ Ready wait (レディ待ち)
- ・ Paused/resume (停止/再開)
- ・ Stopped (終了)
- ・ Aborted (強制中断)
- ・ No sequence (シーケンスなし)

```
SEQUENCE CONTROL
Status:      Running
Pause sequence  <
Stop sequence
Priority      (fr inj)
Sample#      1
Injection    1 of 3
```

シーケンスコントロール-シーケンスのカルレントステータスを表示します。
現在アクティブになっているサブシーケンス、現在のサンプル番号またはバルブポジション、および複数分析のうち現在実行中の注入番号を示します。

手順：シーケンスの開始/実行

シーケンスを開始するには、Start sequence 行にスクロールして [Enter] を押します。

```
SEQUENCE CONTROL
Status:      Stopped
Start sequence  <
```

[Enter] を押すと、シーケンスステータスが Running に変わります。

```
SEQUENCE CONTROL
Status:      Running
Pause sequence  <
Stop sequence
```

すべてのサブシーケンスが実行されるか、または [234](#) ページで説明するイベントのいずれかが発生するまで、シーケンスが続行されます。

レディ待ち

シーケンスを開始しても、(オープン温度、安定時間などのために) 装置がまだレディになっていない場合は、装置のすべての設定値がレディになるまで、シーケンスは実行されません。

```
SEQUENCE CONTROL
Status:   Ready wait
Pause sequence   <
Stop sequence
```

手順：シーケンスの停止／再開

1. 実行中のシーケンスを停止するには、Pause sequence にスクロールして [Enter] を押します。[Enter] を押すと、シーケンスステータスが paused に変わります。停止したシーケンスは、再開することも、そこで終了することもできます。

```
SEQUENCE CONTROL
Status:      paused
Resume sequence <
Stop sequence
```

シーケンスを停止すると、現在分析中のサンプルの分析が完了してから停止します。

2. 停止したシーケンスを再開するには、Resume sequence にスクロールして [Enter] を押します。

再開したシーケンスは、次のサンプルから分析を開始します。

手順：シーケンスの終了

シーケンスを終了するには、Stop sequence にスクロールして [Enter] を押します。

シーケンスを終了すると、サンプルトレイはただちに停止します。終了したシーケンスは、シーケンスの最初からしか再開できません。

```
SEQUENCE CONTROL
Status:      stopped
Start sequence <
```

シーケンスは最後のアクティブサブシーケンスを終了すると自動的に終了します。ただし、ポストシーケンスイベントで Repeat sequence が On になっている場合は、シーケンスが繰り返されます。

シーケンスの強制中断

シーケンスが強制中断された場合は、シーケンスは現在の分析の終了を待たずにただちに停止します。シーケンスの強制中断は、次の場合に発生します。

[Stop] キーを押して分析を終了した場合。

```
SEQUENCE CONTROL
Status:           Aborted
Resume sequence   <
Stop sequence
```

サンプラエラーが発生して、エラーメッセージが表示された場合。

```
Sampler error,
sequence aborted:
no bottle in gripper
```

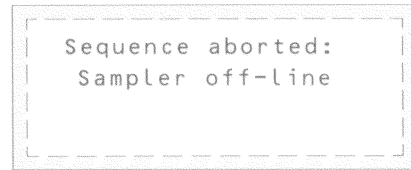
GC がメソッドの読み込み中にコンフィグレーションの不適合を検出した場合。

```
Sequence aborted:
configuration
mismatch in
method # 1
```

実行中のシーケンスが、空のメソッド # を読み込もうとした場合。

```
Sequence aborted:
Method #2 empty
no method load
```

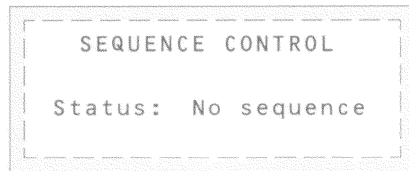
サンプラを OFF にした場合。



これらの問題を解決すれば、シーケンスを再開できます。シーケンスを再開すると、中断されたサンプルの分析がもう一度繰り返されます。

シーケンスなし

シーケンスが OFF になっているか、または設定されていない場合は、シーケンスコントロールステータスは No sequence と表示されます。



この状態を修正するには、[Seq] キーを押してシーケンスを設定するか、またはシーケンスパラメータを ON にします。

インテグレータ使用時の注意点

6890 シリーズ GC と 3396 インテグレータでは、シーケンスの設定方法が異なります。この GC/ インテグレータの組み合わせでシーケンスを使用する場合は、次の点に注意してください。

- ・ インテグレータには、サブシーケンス 1 つと割り込みシーケンスのみを設定できます。したがって、インテグレータシーケンス内で使用できる GC メソッドは 1 つだけです。
- ・ ALS メソッドパラメータは、6890 キーボードの [Front Injector] キーと [Back Injector] キーを使用して準備します。
- ・ サンプル情報テーブルは、インテグレータ上で準備します。
- ・ 注入シーケンスパラメータは、6890 キーボードの [Seq] キーを使って準備することも、3396 の [PREP][SEQ] ダイアログで準備することもできます。一方の装置でシーケンスパラメータを設定すると、両方の装置のシーケンスがどちらも変更されます。
- ・ GC のスタートシーケンス機能は無効になります。
- ・ シーケンスを開始するときは、インテグレータから [SEQ][START] を使用しなければなりません。
- ・ 2 つのストップキーは異なる機能を持ちます。インテグレータの [STOP] キーを押すと、現在の分析が終了し、シーケンスが中断されます。GC の [Stop] キーを押すと、現在の分析は終了しますが、シーケンスは GC がレディになるとただちに再開されます。

12 メッセージ

Not Ready

Method Mismatches (メソッドの不適合)

Warning (警告)

Shutdown (シャットダウン)

Faults (フォルト)

Bad mainboard (メインボードの不良)
と Fatal error メッセージ (致命的エラーメッセージ)

Not Ready メッセージ

Temperature zone not ready

Pressure and/or flow not ready

Detector not ready

Valve not ready

その他の Not Ready メッセージ

Shutdown メッセージ

警告メッセージ

Fault メッセージ

メッセージ

GC は、検出器、ガス流路系、オープン、PC ボード、およびその他のコンポーネントの状態を常にモニタリングします。コンポーネントに問題がある場合、GC は、メッセージ、ブープ音、または LED によってそのことを知らせます。人体に危害を及ぼすような問題が発生した場合は、GC は「安全状態」になります。

本章の説明のほか、本セクション、「注入口」セクション、および「検出器」セクションに、各装置固有のトラブルシューティングと保守の方法が記載されています。

6 種類のメッセージタイプがあります：

Not Ready

Not Ready メッセージは、GC のコンポーネントのどれかが分析を開始する準備ができていないことを示します。GC 全体が Not Ready になったときは、ディスプレイにポップアップメッセージは表示されず、Not Ready LED が点灯します。[STATUS] を押すと、GC の Not Ready の原因を説明するメッセージが表示されます。Not Ready メッセージは、ランログに記録されます。

Method Mismatches (メソッドの不適合)

このメッセージは、現在の GC のコンフィギュレーションと適合しないパラメータを含むメソッドをロードした場合に表示されます。メソッドとコンフィギュレーションが適合しない場合は、以下のいずれかの処置が実行されます。

- 適合しないパラメータをキーボードから設定した場合は、現在のパラメータがそのメソッドで上書きされ、現在のパラメータが置き換えられたことを示すメッセージが表示されます。例えば、現在設定されているガスタイプとメソッドで指定したガスタイプが異なる場合は、現在のガスタイプがメソッドのガスタイプで上書きされます。
- 適合しないパラメータがハードウェアに依存している場合は、そのメソッドは無視されて、現在の設定値がそのまま残り、メソッドのパラメータが無視されたことを示すメッセージが表示されます。例えば、フロント検出器として FID が取り付けられているとき、メソッドがフロント検出器として NPD を指定している場合は、メソッドの NPD 情報は無視され、現在の FID パラメータがそのまま残ります。

Warning (警告)

警告メッセージは、装置に問題が発生しているが、その問題は分析の実行を妨げないという意味です。GC はブープ音を 1 回鳴らし、ディスプレイに警告メッセージを表示します。この状態で、GC は分析を開始できます。分析が開始されると、警告は消えます。警告はランログに記録されません。

Shutdown (シャットダウン)

ハードウェアに関する問題のため、装置に損傷を与えたり、人体に危害を及ぼすおそれがある場合は、シャットダウンが発生します。GC は、シャットダウンの前に一連の警告ビープ音を発生します。コンポーネントごとに定められた一定の時間後に、問題のあるコンポーネントがシャットダウンされます。このとき、GC はビープ音を 1 回鳴らし、警告メッセージを表示します。この状態でも、GC はレディ状態のままになっています。[STATUS] キーを押しても、追加の情報は表示されません。シャットダウンエラーは、ランログに記録されません。

Faults (フォルト)

フォルトメッセージは、ハードウェアに関する問題のため、ユーザの処置が必要であることを示します。エラーのタイプによって、ビープ音が鳴らないときと 1 回鳴るときがあります。GC は分析を開始できないため、Not Ready LED が点灯し、エラーメッセージが表示されます。[STATUS] を押すと、説明が表示されます。フォルトエラーはランログに記録されます。

次の 2 つのフォルトが発生すると、GC 全体がシャットダウンされます。1 つは水素ガス用に設定されたコンポーネントの流路に関する問題で、もう 1 つは GC オープンの熱暴走状態です。これらの場合、[Clear] ボタンが押されるまで、GC は連続的にビープ音を鳴らします。

Bad mainboard (メインボードの不良) と Fatal error メッセージ (致命的エラーメッセージ)

これらのメッセージは、ほぼ常に、メインボードの誤動作のためにメインボードの交換が必要であることを示します。これらのメッセージには番号が付いていません。これらのメッセージは、通常は装置を初めて ON にしたときに表示されます。メッセージのリストについては、[表 23](#) を参照してください。表に記載されているいくつかの例外を除いて、Bad mainboard メッセージまたは Fatal error メッセージが表示された場合は、弊社のサービスオフィスに連絡してボードの交換を依頼する必要があります。

表 23. Bad mainboard (メインボードの不良) と Fatal error メッセージ (致命的エラーメッセージ)

ポップアップメッセージ	説明
BAD MAINBOARD	
Main FPGA Failure	ご担当のサービスエンジニアにご連絡ください。 詳細については、ご担当のサービスエンジニアにご連絡ください。
Static RAM Failure	
Boot ROM Checksum	
DMA FPGA Failure	
DRAM Failure	
FATAL ERROR	
Exception Vector	詳細については、ご担当のサービスエンジニアにご連絡ください。
Bus Error	
Address Error	
Illegal Instruction	
Divide by Zero	
No 512Hz Interrupt	

Not Ready メッセージ

Not Ready メッセージのリストを下記の表 24 に示します。

表 24. Not Ready メッセージ

ステータスメッセージ	Run log entry	説明
Temperature zone not ready メッセージ		
Oven temp	Not ready: Oven temp #####	244 ページ 参照。
Front inlet temp	Not ready: F inlet temp #####	
Back inlet temp	Not ready: B inlet temp #####	244 ページ 参照。
Front det temp	Not ready: Front det temp #####	
Back det temp	Not ready: Back det temp #####	
Aux 1 temp	Not ready: Aux 1 temp #####	
Aux 2 temp	Not ready: Aux 2 temp #####	
Pressure/flow Not Ready メッセージ		
Front inlet pressure	Not ready:	245 ページ 参照。
Front inlet flow	Not ready: F inlet flow ###	
Back inlet pressure	Not ready:	
Back inlet flow	Not ready: B inlet flow ###	
Front det H2 flow	Not ready:	
Front det gas 2	Not ready:	
F det makeup gas	Not ready:	
Back det H2 flow	Not ready:	

表 24, 続き

ステータスメッセージ	Run log entry	説明
Back det gas 2	Not ready:	
B det makeup gas	Not ready:	
Aux 3 pressure	Not ready:	245 ページ 参照。
Aux 4 pressure	Not ready:	
Aux 5 pressure	Not ready:	
Detector Not Ready メッセージ		
Front det waiting	Not ready: Front det on wait	245 ページ 参照。
Back det waiting	Not ready: Back det on wait	245 ページ 参照。
Front det igniting	Not ready: Front det ignite	245 ページ 参照。
Back det igniting	Not ready: Back det ignite	245 ページ 参照。
Front det adjusting	Not ready: Front det adjust	246 ページ 参照。
Back det adjusting	Not ready: Back det adjust	246 ページ 参照。
Front det equip time	Not ready: Front det equip	246 ページ 参照。
Back det equip time	Not ready: Back det equip time	246 ページ 参照。
Front det shutdown	Not ready: Front det shutdown	246 ページ 参照。
Back det shutdown	Not ready: Back det shutdown	246 ページ 参照。
F NPDBead slewing	Not ready: Front NPD slewing	246 ページ 参照。
F NPDBead slewing	Not ready: Back NPD slewing	246 ページ 参照。

表 24, 続き

ステータスメッセージ	Run log entry	説明
Inlet Not Ready メッセージ		
Gas saver	Not ready: Gas saver active	注入口がガスセーバーモードになっています。[Prep Run] を押して下さい。
Front inlet purging	Not ready: F inlet purge	注入口（スプリットモード）がパージ状態です。[Prep Run] を押して下さい。 248 ページ 参照。
Back inlet purging	Not ready: B inlet purge	注入口（スプリットモード）がパージ状態です。[Prep Run] を押して下さい。 248 ページ 参照。
F inl pulse inactive	Not ready: F inlet pres pulse	[Prep Run] を押して下さい。
B inl pulse inactive	Not Ready: B inlet pres pulse	[Prep Run] を押して下さい。
F inl VI flow idle	Not Ready: F inlet VI flow	[Prep Run] を押して下さい。
B inl VI flow idle	Not Ready: B inlet VI flow	[Prep Run] を押して下さい。
Need F inl Solv vent	Not Ready: F inlet Solv. vent	[Prep Run] を押して下さい。
Need B inl Solv vent	Not Ready: B inlet Solv. vent	[Prep Run] を押して下さい。
Valve not ready メッセージ		
24V pneu valve drive	Not Ready: 24V pneu valve drive	247 ページ 参照。
Multiposition valve	Not Ready: Multiposition valve	247 ページ 参照。
Gas sampling valve 1	Not Ready: Gas sampling valve 1	247 ページ 参照。
Gas sampling valve 2	Not Ready: Gas sampling valve 2	247 ページ 参照。

表 24, 続き

ステータスメッセージ	Run log entry	説明
Other not ready メッセージ		
Diagnostics mode	Not ready: Diagnostics active	247 ページ 参照。
Test in progress	Not ready: Test in progress	自己診断テストを実行中。 終わるまでお待ちください。
Front inj door open	Not ready: Front injector	
Back inj door open	Not ready: Back injector	
Host system	Not ready: Host system	248 ページ 参照。
External device		Remote Start コネクタに接続された機器がノットレディ
Power on in progress	Power-on restart: Blank run	248 ページ 参照。

Temperature zone not ready

Oven temp

オーブン温度を設定値 $\pm 1^{\circ}$ の範囲内に保った状態で安定時間が経過するまで、GCは分析を開始できません。また、オーブンはONになっていない場合は、GCは分析を開始できません。

オーブンは設定値に達しない場合は、GCのNot Ready状態が無期限に続きます。ただし、オーブン温度がオーブン温度レンジから外れた場合は、GCはシャットダウンされます。

その他の加熱ゾーン

GCには、オーブン以外にも、注入口、検出器、および補助 (Aux) ゾーンなど、多数の加熱ゾーンがあります。すべての加熱ゾーンが設定値 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ の範囲内になり、設定値の温度のまま30秒経過するまで、GCは分析を開始できません。OFFにされたゾーンは、レディ状態とみなされます。

温度ゾーンが設定値に達しない場合は、GC の Not Ready 状態が無期限に続きます。ただし、ゾーンの温度がそのゾーンの温度レンジから外れた場合は、GC はシャットダウンされます。

Pressure and/or flow not ready

すべての加圧エリアが設定値に達し、圧力設定値に 6 秒間保たれるまで、GC は分析を開始できません。加圧エリアの許容圧力レンジは、センサのタイプに応じて 0.05 ~ 0.5psi です。

同じように、流量が設定値 ± 1ml/min に達し、その範囲内に 6 秒間保たれるまで、GC は分析を開始できません。OFF にされた圧力ゾーンは、レディ状態とみなされません。

指定した時間内に圧力ゾーンの準備が完了しない場合は、GC はシャットダウンモードになります。詳細については、シャットダウンメッセージを参照してください。

圧力や流量がレディにならない場合は、ガス供給が 0n になっていて十分な圧力が供給されているかどうかチェックしてください。

Detector not ready

Front det waiting

Back det waiting

結露を防ぐために、FID と NPD の温度は、点火の前に 150 °C 以上になっていなければなりません。FPD を点火するには、その前に 120 °C 以上になっていなければなりません。TCD の温度は、フィラメント電流が ON になる前に 100 °C 以上になっていなければなりません。温度が最小値に達しない場合は、GC は分析を開始できません。

検出器が指定した最小温度に達しない場合は、GC の Not Ready 状態が無期限に続きます。

- 検出器の温度設定値が、動作可能な値になっていることを確認してください。設定温度が低すぎる場合は値を上げてください。
- 温度設定値は有効だが、検出器が設定値に達しない場合は、ヒータが故障しているか、センサまたはメインボードの不良があります。ご担当のサービスエンジニアにご連絡ください。

Front det igniting

Back det igniting

FID や FPD が一連のフレーム点火処理を実行している間は、GC は分析を開始できません。検出器を OFF にすると、メッセージはクリアされます。

FID や FPD が点火しない場合は、検出器がシャットダウンされます。詳細については、[「水素炎イオン化検出器 \(FID\)」](#) または [「炎光光度検出器 \(FPD\)」](#) を参照してください。

Front det adjusting

Back det adjusting

NPD または μ -ECD が、オフセット設定値 (FID) または出力設定値 (μ -ECD) に達するようにベースラインを調整しているため、GC はすぐには分析を開始できません。 μ -ECD の調整は通常は 30 秒以内に完了します。NPD の調整には約 1 時間かかります。

システム内が汚れていたり (例えば、ガスの純度が低い場合やビードが湿っている場合)、ビードが古くなっていると、NPD は設定値に達しません。NPD が設定値に達しない場合、エラーメッセージは表示されず、GC がレディ状態になりません。

検出器を OFF にすると、メッセージはクリアされます。

Front det equip time

Back det equip time

NPD のオフセット調整完了後、安定時間が終了するのを待っています。

システムが汚れていたり、ビードが古くなっていると、NPD は安定状態に達しません。また、室温の変化によっても安定状態が妨げられます。検出器を OFF にすると、GC はレディ状態になります。

安定時間は、検出器コントロールメニューから変更できます。

Front det shutdown

Back det shutdown

FID、FPD、NPD、TCD の流路系が故障した場合や、TCD のフィラメントに不具合が発生した場合は、検出器はシャットダウンされます。

故障した検出器を OFF にするまで、GC は Not Ready 状態のままになっています。FID や FPD を OFF にすると、点火、水素流量、および空気流量が OFF になります。NPD を OFF にすると、ビード電圧、水素流量、および空気流量が OFF になります。TCD を OFF にすると、フィラメント電圧とリファレンスガス流量が OFF になります。

F NPD bead slewing

B NPD bead slewing

NPD ビード電圧を新しい設定値に調整しています。

Valve not ready

24V pneu valve drive

このノットレディメッセージは、ニューマチックスバルブに供給する +24V 電圧が、実際は +16.6V 未満に低下したことを示します。誤作動を避けるためすべてのバルブ動作は無効になります。正常な電圧が供給されると、GC はレディになります。

この not ready 状態は、ハードウェア上に問題があることを示しています。

Gas sampling valve 1

Gas sampling valve 2

バルブのロードタイムまたは注入時間の経過中、GC は not ready 状態になります。指定されたロードタイムや注入時間が経過すると、レディになります。

Multiposition valve

マルチポジションバルブでは、以下の何れかの理由により、GC は not ready になります：

- マルチポジションバルブが、設定されたポジションにない。バルブが設定ポジションに達するまで、GC は not ready 状態になります。
- BCD ケーブルが無いかコネクタに正しく差し込まれていない。ケーブルが無い場合、バルブはレディになりません。
- バルブの BCD 出力極性に対して、BCD 設定が間違っている。バルブは、Illegal Position または Not Switching シャットダウンエラーによりシャットダウンされます。
- バルブがふさがれているかサンプルが粘性の場合、バルブを切り替えるにはスイッチングタイムが短かすぎます。スイッチングタイムを長くします。

その他の Not Ready メッセージ

Diagnostics mode

GC がダイアグノスティックモードの場合、not ready 状態になります。ダイアグノスティックコントロールテーブルから [Options] キーを押すと、装置はダイアグノスティックモードになります。

キーボードのダイアグノスティック セクションから出ると GC はレディになります。

External device

start/stop システムを構成している装置のひとつが、not ready 状態です。例えば、自動液体サンプラが注入を開始する準備ができていない場合があります。システム上の他の装置がすべてレディになると、GC はレディになります。

Host system

インテグレータ、ケミステーション、その他のコントローラが分析を開始する準備ができていないとき、GC は not ready 状態になります。これらのホストシステムがレディになると、GC はレディになります。

Front inlet purging

Back inlet purging

このメッセージは、スプリット/スプリットレス注入口の使用時にものみ表示されません。注入口パージバルブがスプリットモードになっているときに分析を開始しようとすると、このメッセージが表示されます。

[Prep Run] キーを押すまで、パージが続行され、注入口は準備中になっています。[Prep Run] を押すと、バルブが閉じます（また、ガスセーブモードの選択時には、ガスセーブモードが OFF になり、圧力パルス用の圧力が上がります）。

Power on in progress

このメッセージは以下の場合に表示されます：

- ・ 分析中に停電があった、または分析の前でオープンが On になっているときに停電があった後、電源が復旧された場合。
- ・ オープンが On のときに GC を Off にした後、再度 GC を On にした場合。
GC は他のすべての加熱ゾーンを加熱した後に、オープンを加熱します。オープン温度が設定温度に達して平衡時間が経過すると、GC はレディになります。

分析中に停電が起きると、電源復旧の際に、GC はすべての温度ゾーンとオープンを加熱し、自動的にブランクランを実行します。ブランクランが完了すると、GC はレディになります。

Shutdown メッセージ

GC のシャットダウン状態が発生すると、ディスプレイにポップアップメッセージが表示されます。ポップアップメッセージには番号が付いており、問題の簡単な説明を示します。本章では、GC または GC のコンポーネントのシャットダウンの原因となる問題について詳しく説明します。

表 25. Shutdown メッセージ

Shutdown no.	ポップアップメッセージ	説明
1	Oven shut off	250 ページ 参照。
2	Oven cryo shutdown	250 ページ 参照。
3	Front inlet pressure shutdown	251 ページ 参照。
4	Front inlet flow shutdown	251 ページ 参照。
5	Back inlet pressure shutdown	251 ページ 参照。
6	Back inlet flow shutdown	251 ページ 参照。
7	Front detector fuel gas shutdown	251 ページ 参照。
8	Front detector air/ref shutdown	251 ページ 参照。
9	Front detector makeup shutdown	251 ページ 参照。
10	Back detector fuel gas shutdown	251 ページ 参照。
11	Back detector air/ref shutdown	251 ページ 参照。
12	Back detector makeup shutdown	252 ページ 参照。
13	Pres aux 3 shutdown	252 ページ 参照。
14	Pres aux 4 shutdown	252 ページ 参照。
15	Pres aux 5 shutdown	252 ページ 参照。
16	Multiposition valve is not switching	252 ページ 参照。
17	Canit reach setpoint of multipos valve	252 ページ 参照。
18	Front inlet cryo shutdown	253 ページ 参照。
19	Back inlet cryo shutdown	253 ページ 参照。
20	Aux 1 cryo shutdown	253 ページ 参照。
21	Aux 2 cryo shutdown	253 ページ 参照。
22	Front inlet heating too slowly: temperature shut off	254 ページ 参照。
23	Back inlet heating too slowly: temperature shut off	254 ページ 参照。

Shutdown 1 - Oven shut off

オーブンの温度を設定値に保つために必要な電力が予想値を超えています。GC は分析を開始できません。オープンフラップが半分開きます（正常に動作している場合）。通常の動作に戻すには、GC を OFF にしてからもう一度 ON にするか、オープン温度の設定値を変更してください。この状態には、以下の原因が考えられます。

- ・ オープンフラップの誤動作。GC の背面にあるオープンフラップを点検してください。オープンフラップは、冷却時（温度 50 ~ 250 °C）には開き、温度を設定値まで上げるときは完全に閉じていなければなりません。フラップが全く動かなかったり、一部だけ開いている場合は、フラップは正常に動作していません。ご担当のサービスエンジニアにご連絡ください。
- ・ オープン内に熱漏れがないか（例えば、注入口または検出器の周囲の断熱材が欠けていないか、ドアに漏れがないか）点検してください。
- ・ オープン内の負荷が大きすぎないか点検してください（例えば、バックドカラムの径が大きすぎる場合）。
- ・ オープンヒータまたはヒータエレクトロニクスが正常に動作していません。ご担当のサービスエンジニアにご連絡ください。

Shutdown 2 - Oven cryo shutdown

GC オープンはシャットダウンされます。低温冷却シャットダウンは、GC が分析を開始できないときに液体冷却剤を節約します。Cryo シャットダウンは、低温冷却システムの誤動作を意味するわけではありません。このシャットダウンの原因は以下のいずれかです。

- ・ “cryo timeout” が発生しました。cryo timeout は、GC オープンが温度設定値に達した後、指定した cryo timeout 時間が経過しても分析が開始されない場合に発生します。

通常の動作に戻すには、オーブンを OFF にしてからもう一度 ON にするか、温度設定値を変更してください。その後、再びタイムアウトが発生するのを防ぐために、タイムアウトオプションを OFF にするか、タイムアウト時間を延長してください。

- ・ “cryo fault” が発生しました。低温冷却が 16 分以上 ON になっていたにもかかわらず、オーブンが温度設定値に達しませんでした。

低温冷却剤のレベルを点検してください。レベルが低すぎて正常に冷却できない場合は、供給元を交換してください。また、低温冷却バルブが開いた状態または閉じた状態で動かなくなっていないか確認してください。低媒供給に異常がない場合は、バルブの故障、またはバルブを制御するエレクトロニクスの誤動作が考えられます（これが原因であることはまれです）。ご担当のサービスエンジニアにご連絡ください。

Shutdown 3 - Front inlet pressure shutdown

フロント注入口が、所定の時間内に圧力設定値に達しませんでした。この時間は、注入口のタイプによって異なり、パージパックド注入口とクールオンカラム注入口の場合は2分、スプリット/スプリットレス注入口の場合は5.5分です。問題が解決され、注入口が圧力設定値に達するまで、GCは分析を開始できません。

Shutdown 4 - Front inlet flow shutdown

フロント注入口が、所定の時間内に流量設定値に達しませんでした。流量コントロールモードでは、2分たっても設定値に達しない場合は注入口がシャットダウンされます。問題が解決され、注入口が流量設定値に達するまで、GCは分析を開始できません。

Shutdown 5 - Back inlet pressure shutdown

バック注入口が圧力設定値に達しないか、設定値を維持できません。Shutdown 3を参照してください。

Shutdown 6 - Back inlet flow shutdown

バック注入口が流量設定値に達しないか、設定値を維持できません。Shutdown 4を参照してください。

Shutdown 7 - Front detector fuel gas shutdown

フロント検出器の燃料ガスが、所定の2分以内に圧力設定値に達しないか、設定値を維持できません。問題が解決され、検出器が設定値に達するまで、GCは分析を開始できません。

Shutdown 8 - Front detector air/ref shutdown

フロント検出器の空気またはリファレンスガスが圧力設定値に達しないか、設定値を維持できません。すべての検出器ガスが遮断され、GCは分析を開始できません。Shutdown 7を参照してください。

Shutdown 9 - Front detector makeup shutdown

フロント検出器のメイクアップガスが圧力設定値に達しないか、設定値を維持できません。すべての検出器ガスが遮断され、GCは分析を開始できません。Shutdown 7を参照してください。

Shutdown 10 - Back detector fuel gas shutdown

バック検出器の燃料ガスが圧力設定値に達しないか、設定値を維持できません。すべての検出器ガスが遮断され、GCは分析を開始できません。Shutdown 7を参照してください。

Shutdown 11 - Back detector air/ref shutdown

バック検出器の空気またはリファレンスガスが圧力設定値に達しないか、設定値を維持できません。すべての検出器ガスが遮断され、GC は分析を開始できません。Shutdown 7 を参照してください。

Shutdown 12 - Back detector makeup shutdown

バック検出器のメイクアップガスが圧力設定値に達しないか、設定値を維持できません。すべての検出器ガスが遮断され、GC は分析を開始できません。Shutdown 7 を参照してください。

Shutdown 13 - Pres aux 3 shutdown

流路 Aux 3 モジュールが圧力設定値を維持できません。すべての検出器ガスが遮断され、GC は分析を開始できません。Shutdown 3 を参照してください。

Shutdown 14 - Pres aux 4 shutdown

流路 Aux 4 モジュールが圧力設定値を維持できません。Shutdown 3 を参照してください。

Shutdown 15 - Pres aux 5 shutdown

流路 Aux 5 モジュールが圧力設定値を維持できません。Shutdown 3 を参照してください。

Shutdown 16 - Multiposition valve is not switching

マルチポジションバルブが切り換えに 2 回失敗しました。バルブはシャットダウンされ、Not Ready メッセージ（設定値にならない状態）が表示されます。このシャットダウン状態をクリアするには、新しい設定値を入力してください。この状態には、以下の原因が考えられます。

- バルブが接続されていないか、間違ったバルブドライバに接続されています。バルブを正しいバルブドライバに接続してください。
- バルブが動かなくなっています。
- 切り換え時間が短すぎて、バルブの動作速度に対応していません。バルブが多少動きにくくなっていたり、サンプルの粘性が高い場合、バルブの切り換えが通常より遅くなる場合があります。切り換え時間を長くしてください。

Shutdown 17 - Can't reach setpoint of multipos valve

バルブを設定値のポジションに切り換えることができません。あるいは、バルブが間違っただけのポジションに切り換えられています。この場合、バルブはシャットダウン

されます。このシャットダウン状態をクリアするには、新しい設定値を入力してください。この状態には、以下の原因が考えられます。

- バルブのポジションが不適當です。バルブに合わない設定値が入力されています。例えば、8 ポートのバルブに対してポジション 10 が入力されています。バルブポジションの正しい設定値を入力してください。
- [Invert BCD] の設定値が不適當です。ほとんどのバルブでは、反転を ON にする必要があります。BCD の設定値が既に ON になっているにもかかわらず、シャットダウンが発生する場合は、設定値を OFF にしてください。

Shutdown 18 - Front inlet cryo shutdown

Shutdown 19 - Back inlet cryo shutdown

注入口はシャットダウンされます。クライオシャットダウンは、GC が次の分析を開始できないとき、液体冷媒の消費を節約します。クライオシャットダウンは、冷媒冷却システムの故障を示しているものではありません。以下のような原因によるものです：

- “cryo timeout” が発生しました。この発生の原因は、GC 注入口は設定温度に達する前に cryo timeout で指定した時間が経過してしまったことです。

注入口を Off にし、再度 On にします。または、セットポイントを通常の操作に戻します。それから、タイムアウトオプションを Off にして、シャットダウンが繰り返されないようにするか、タイムアウトの期間をもっと長くします。

- “cryo fault” が発生しました。16 分間冷媒冷却しても、注入口は設定温度に達しませんでした。

液体冷媒の残量をチェックし、少なすぎる場合は交換します。クライオバルブが開いたままか、閉じたまま動かなくなっている可能性があります。冷媒の供給に問題が無い場合、バルブの故障、駆動電子回路に支障（ほとんど起こりません）の可能性あります。ご担当のサービスエンジニアにご連絡ください。

Shutdown 20 - Aux 1 cryo shutdown

Shutdown 21 - Aux 2 cryo shutdown

冷媒冷却機能の付属した Aux 温度ゾーンがシャットダウンされました。クライオシャットダウンは、GC が次の分析を開始できないとき、液体冷媒の消費を節約します。クライオシャットダウンは、冷媒冷却システムの故障を示しているではありません。以下のような原因によるものです：

- “cryo timeout” が発生しました。この発生の原因は、Aux 温度ゾーンが設定温度に達する前に cryo timeout で指定した時間が経過してしまったことです。

温度ゾーンを Off にし、再度 On にします。または、セットポイントを通常の操作に戻します。タイムアウトオプションを Off にして、シャットダウンが繰り返されないようにするか、タイムアウトの期間をもっと長くします。

- ・ "cryo fault" が発生しました。16 分間冷媒冷却しても、Aux 温度ゾーンは設定温度に達しませんでした。

液体冷媒の残量をチェックし、少なすぎる場合は交換します。クライオバルブが開いたままか、閉じたまま動かなくなっている可能性があります。冷媒の供給に問題が無い場合、バルブの故障、駆動電子回路に支障（ほとんど起こりません）の可能性あります。ご担当のサービスエンジニアにご連絡ください。

**Shutdown 22 - Front inlet heating too slowly:
temperature shut off**

**Shutdown 23 - Back inlet heating too slowly:
temperature shut off**

注入口のヒータはフルで長時間加熱しているが、注入口の温度は設定値に達しない。その加熱ゾーンの温度センサが壊れているか、またはそのヒータが壊れています。

警告メッセージ

[表 26](#) は、GC の警告メッセージを示しています。ほとんどの警告メッセージは、弊社のサービスを必要とします。ユーザが解決できる警告については、修理手順を示します。

表 26. 警告メッセージ

警告番号	ステータスメッセージ	ポップアップメッセージ	Run log entry	説明
100	Oven sensor missing	Oven sensor missing		
101	Invalid heater power	Invalid heater power for front detector, inlet, and aux 1		MSD を使用している場合は、AUX が MSD トランスファラインにコンフィグレーションされていることを確認してください。
102	Invalid heater power	Invalid heater power for front detector, inlet, and aux 2		
103	Sig 1 buffer full	Sig 1 buffer full	Possible data loss: Sig 1 buffer full	258 ページ 参照。
104	Sig 2 buffer full	Sig 2 buffer full	Possible data loss: Sig 2 buffer full	258 ページ 参照。
105	Analog out data loss	Analog out data loss	Possible data loss: Analog out data loss	ご担当のサービスエンジニアにご連絡ください。
106	Signal data loss	Non-recoverable data loss. Data corrupt.	Possible data loss: Signal data loss	ご担当のサービスエンジニアにご連絡ください。
107	F det config changed	Front det: config changed, method defaulted		メソッドが装置に適切かどうか確認してください。
108	B det config changed	Back det: config changed, method defaulted		メソッドが装置に適切かどうか確認してください。
109	F inl config changed	Front inlet: config changed, method defaulted		メソッドが装置に適切かどうか確認してください。
110	B inl config changed	Back inlet: config changed, method defaulted		メソッドが装置に適切かどうか確認してください。
111	Col 1 config changed	Column 1: config changed, method defaulted		メソッドが装置に適切かどうか確認してください。

表 26. 続き

警告番号	ステータスメッセージ	ポップアップメッセージ	Run log entry	説明
112	Col 2 config changed	Column 2: config changed, method defaulted		メソッドが装置に適切かどうか確認してください。
113	Aux 3 method changed	Aux 3 config changed Method defaulted		メソッドが装置に適切かどうか確認してください。
114	Aux 4 method changed	Aux 4 config changed Method defaulted		メソッドが装置に適切かどうか確認してください。
115	Aux 5 method changed	Aux 5 config changed Method defaulted		メソッドが装置に適切かどうか確認してください。
116			Log overflow	ログの容量は 50 です。
117	F inl calib deleted	F inl calib deleted		注入口モジュールをデフォルト設定に戻してください。
118	B inl calib deleted	B inl calib deleted		
119	F det calib deleted	F det calib deleted		検出器モジュールをデフォルト設定に戻してください。
120	B det calib deleted	B det calib deleted		
121	P aux calib deleted	P aux calib deleted		モジュールをデフォルト設定に戻して下さい。
122	Comm data overrun	Host communications: data overrun	Comm data overrun	ご担当のサービスエンジニアにご連絡ください。
123	Comm data error	Host communications: data error	Possible data loss: Comm data error	ご担当のサービスエンジニアにご連絡ください。
124	Comm abnormal break	Host communications: abnormal break	Possible data loss: Comm abnormal break	接続をチェックします。
125	Sampler data overrun	Sampler communications: data overrun	Possible data loss: Sampler data overrun	サンプルの設定をチェックしてください。ご担当のサービスエンジニアにご連絡ください。
126	Sampler data error	Sampler communications: data error	Possible data loss: Sampler data error	サンプルの設定をチェックしてください。ご担当のサービスエンジニアにご連絡ください。

表 26. 続き

警告番号	ステータスメッセージ	ポップアップメッセージ	Run log entry	説明
127	Sampler abnormal com	Sampler communications: abnormal break	Possible data loss: Sampler abnormal com	ケーブル接続を チェックしてください。
128	F inl flow cal fail	Front inlet flow sensor auto zero calib failed.		ご担当のサービスエンジニアにご連絡ください。
129	B inl flow cal fail	Back inlet flow sensor auto zero calib failed.		ご担当のサービスエンジニアにご連絡ください。
130	Aux 1 cryo disabled	Aux 1 & front inlet on same cryo valve drive: aux1 disabled		注入口もしくはクライオドライブを再コンフィグレーションしてください。
131	Aux 2 cryo disabled	Aux 2 & back inlet on same cryo valve drive: aux2 disabled		注入口もしくはクライオドライブを再コンフィグレーションしてください。
132		Chgd Col 1 Init time to ###.## ; avoids Sampling End problem		
133		Chgd Col 2 Init time to ###.## ; avoids Sampling End problem		
138	F inj/inlet mismatch	Front injector incompatible with front inlet		ボラタイルインレットにおいて設定値とサンプルエンドタイムが衝突している可能性があります。メソッドをチェックしてください。詳細については、「 ボラタイルインレット 」を参照してください。
138	b inj/inlet mismatch	Back injector incompatible with front inlet		
140		Chgd FI Saver time to ###.## ; avoids Sampling End problem		
141		Chgd BI Saver time to ###.## ; avoids Sampling End problem		
142		Chgd FI Purge time to ###.## ; avoids Sampling End problem		
142		Chgd BI Purge time to ###.## ; avoids Sampling End problem		

Warning 103 - Sig 1 buffer full**Warning 104 - Sig 1 buffer full**

通常、このエラーは、GC がデータ採取している間にデータ収集装置（たとえば、Cerity または ChemStation ソフトウェアを実行している PC など）がオフラインになった場合に発生します。

考えられる原因とその解決方法：

- PC 上の問題、PC への接続もしくは GC から PC へと接続しているローカルネットワークに問題があると考えられます。PC、GC と PC の接続とネットワークを確認してください。
- Cerity または ChemStation の装置セッションを閉じずに、PC の電源をオフにした場合。シグナルバッファ容量を越えるまで GC がリアルタイムデータを採取していた場合にこの警告は発生します。次に使用する際には、PC の電源を落とす前に装置オンライン部分を閉じて GC のデータ採取を正しく止めてください。
- PC が省電力モードになっていた場合。PC が省電力モードに入ると、そのプロセッサの処理速度が落ち、正常な通信速度でデータを採取することができません。よって警告が表示されます。たとえば、PC を一晩省電力モードにすると、GC 上にはエラーが表示されますが、Cerity または ChemStation ソフトウェアはレディ状態になっています。装置オンラインを閉じて、PC の省電力モードを解除してください。
- PC 上においてデータ採取を止めてしまうようなソフトウェア上の問題がある場合。
- GC においてハードウェア的な問題がある場合。このような問題が続くようであれば、担当のサービスに連絡してください。

Fault メッセージ

[表 27](#) は、GC のフォルトメッセージを示しています。ほとんどのフォルトメッセージは、弊社のサービスを必要とします。ユーザが解決できるフォルトについては、修理手順の参照ページ番号を示します。

表 27. Fault メッセージ

フォルト番号	ステータスメッセージ	ポップアップメッセージ	Run log	説明
200	Pneu board FPGA	Pneumatics shutdown: faulty pneumatics board	Not ready: Pneu board FPGA	
201	Pneumatics board	Pneumatics shutdown: faulty pneumatics board	Not ready: Pneumatics board	
202	Hydrogen shutdown	Hydrogen safety shutdown	Not ready: Hydrogen shutdown	265 ページ 参照。
203	Signal DSP faulty	Signal DSP faulty	Not ready: Signal DSP faulty	
204	Sig DSP ROM broken	Sig DSP ROM broke	Not ready: Sig DSP ROM broken	
205	Sig DSP RAM broken	Sig DSP RAM broken	Not ready: Sig DSP RAM broken	
206	Sig DSP registers	Sig DSP registers	Not ready: Sig DSP registers	
207	Sig DSP data corrupt	Sig DSP data corrupt	Not ready: Sig DSP data corrupt	
208	0-1 mV out #1	Signal path test failed	Not ready: 0-1 mV out #1	
209	0-1 mV out #2	Signal path test failed	Not ready: 0-1 mV out #2	
210	Analog out #1	Signal path test failed	Not ready: Analog out #1	

表 27. 続き

フォルト番号	ステータスメッセージ	ポップアップメッセージ	Run log	説明
211	Analog out #2	Signal path test failed	Not ready: Analog out #2	
212	F det electrometer	Front detector electrometer out of specification	Not ready: F det electrometer	
213	B det electrometer	Back detector electrometer out of specification	Not ready: B det electrometer	
214	Front det flame out	Front detector flame out	Not ready: Front det flame out	266 ページ 参照。
215	Back det flame out	Back detector flame out	Not ready: Back det flame out	266 ページ 参照。
216	F TCD filament open	Front TCD filament open	Not ready: F TCD filament open	266 ページ 参照。
217	B TCD filament open	Back TCD filament open	Not ready: B TCD filament open	266 ページ 参照。
218	F TCD filament short	Front TCD filament shorted	Not ready: F TCD filament short	267 ページ 参照。
219	B TCD filament short	Back TCD filament shorted	Not ready: B TCD filament short	267 ページ 参照。
220	Heater overcurrent	Heater overcurrent. Thermal shutdown.		
221	Thermal shutdown		Not ready:	267 ページ 参照。
222	Oven temp too hot	Oven thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	267 ページ 参照。
223	Oven temp too cool	Oven thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	267 ページ 参照。
224	Oven temp sensor	Oven thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	267 ページ 参照。
225	F det temp too hot	Front detector thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	267 ページ 参照。

表 27. 続き

フォルト番号	ステータスメッセージ	ポップアップメッセージ	Run log	説明
226	F det temp sensor	Front detector thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	267 ページ参照。
227	B det temp too hot	Back detector thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	267 ページ参照。
228	B det temp sensor	Back detector thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	267 ページ参照。
229	F inl temp too hot	Front inlet thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	267 ページ参照。
230	F inl temp sensor	Front inlet thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	267 ページ参照。
231	B inl temp too hot	Back inlet thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	267 ページ参照。
232	B inl temp sensor	Back inlet thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	267 ページ参照。
233	Aux 1 temp too hot	Aux 1 thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	267 ページ参照。
234	Aux 1 temp sensor	Aux 1 thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	267 ページ参照。
235	Aux 2 temp too hot	Aux 2 thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	267 ページ参照。
236	Aux 2 temp sensor	Aux 2 thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	267 ページ参照。
237	No line interrupt	No line interrupt thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	
238	Line interrupt	Faulty line interrupt thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	
239	No mux ADC response	Mux ADC thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	
240	Mux ADC offset value	Mux ADC thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	

表 27. 続き

フォルト番号	ステータスメッセージ	ポップアップメッセージ	Run log	説明
241	Invalid line sense	Line sense reading thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	
242	Aux3 faulty fact cal	Pneu aux module invalid constants from factory calibration	Not ready: Aux3 faulty fact cal	
243	Aux4 faulty fact cal	Pneu aux module invalid constants from factory calibration	Not ready: Aux4 faulty fact cal	
244	Aux5 faulty fact cal	Pneu aux module invalid constants from factory calibration	Not ready: Aux5 faulty fact cal	
245	F det module rev	Front det module: obsolete EEPROM	Not ready: F det module rev	
246	B det module rev	Back det module: obsolete EEPROM	Not ready: B det module rev	
247	F inlet module rev	Front inlet module: obsolete EEPROM	Not ready: F inlet module rev	
248	B inlet module rev	Back inlet module: obsolete EEPROM	Not ready: B inlet module rev	
249	Aux module rev	Pres aux module: obsolete EEPROM	Not ready: Aux module rev	
250	F det wrong module	Front det: non-det module	Not ready: F det wrong module	
251	B det wrong module	Back det: non-det module	Not ready: B det wrong module	
252	F inlet wrong module	Front inlet: non-inlet module	Not ready: F inlet wrong module	
253	B inlet wrong module	Back inlet: non-inlet module	Not ready: B inlet wrong module	
254	Aux wrong module	Non-aux module in pneu aux position	Not ready: Aux wrong module	

表 27. 続き

フォルト番号	ステータスメッセージ	ポップアップメッセージ	Run log	説明
255	F det invalid type	Front detector: invalid det module	Not ready: F det invalid type	
256	B det invalid type	Back detector: invalid det module	Not ready: B det invalid type	
257	F inlet invalid type	Front inlet: invalid inlet module	Not ready: F inlet invalid type	
258	B inlet invalid type	Back inlet: invalid inlet module	Not ready: B inlet invalid type	
259	F det type mismatch	Front detector: det board not the same as module	Not ready: F det type mismatch	新たに検出器を取り付けた場合は、取り付けた検出器の電子回路ボードがおよびモジュールが正しい位置に取り付けられていることを確認します。
260	B det type mismatch	Back detector: det board not the same as module	Not ready: B det type mismatch	
261	MIO board defective	Host communications: MIO board defective	Not ready: MIO board defective	
262	RS232 defective	Host communications: RS232 defective	Not ready: RS232 defective	
263	GPIB defective	Host communications: GPIB defective	Not ready: GPIB defective	
264	Sampler RS232 defect	Sampler communications: RS232 defective	Not ready: Sampler RS232 defect	
265	F inlet invalid pid	Front inlet: invalid pids		
266	B inlet invalid pid	Back inlet: invalid pids		
267	F det invalid pid	Front detector: invalid pids		
268	B det invalid pid	Back detector: invalid pids		
269	Pneu aux invalid pid	Pneu aux module: invalid pids		
270	F inlet bad cksum	Front inlet: invalid module checksum		

表 27. 続き

フォルト番号	ステータスメッセージ	ポップアップメッセージ	Run log	説明
271	B inlet bad cksum	Back inlet: invalid module checksum		
272	F det bad cksum	Front detector: invalid module checksum		
273	B det bad cksum	Back detector: invalid module checksum		
274	Pneu aux bad cksum	Pneu aux module: invalid module checksum		
275	F inlet bad fact cal	Front inlet: invalid constants from factory calibration		
276	B inlet bad fact cal	Back inlet: invalid constants from factory calibration		
277	F det bad fact cal	Front detector: invalid constants from factory calibration		
278	B det bad fact cal	Back detector: invalid constants from factory calibration		
279	P aux bad fact cal	Pneumatics aux invalid constants from factory calibration		
280	F inlet i/o failure			
281	B inlet i/o failure			
282	F det i/o failure			
283	B det i/o failure			
284	Pneu aux i/o failure			
285	F det adjust failure	Front detector offset adjustment failed	Not ready: F det adjust failure	
286	B det adjust failure	Back detector offset adjustment failed	Not ready: B det adjust failure	

表 27. 続き

フォルト番号	ステータスメッセージ	ポップアップメッセージ	Run log	説明
290	Zones not updating	Zones not updating	Not ready: Zones not updating	
293	Zone heater driver	Zone heater driver	Not ready: Zone heater driver	

Fault 202 - Hydrogen safety shutdown

水素ガスをコンフィグレーションした注入口が、2 分間以内で設定圧力に達しませんでした。水素ガスには爆発の危険があるため、以下の処置がとられます：

- ・ GC オープンファンとヒータが Off になります。
- ・ オープンフラップが全開になります。
- ・ 圧力と流量コントロールがどちらも Off になりコントロールパラメータを表示すると点滅します。
- ・ 検出器および注入口用の小型ゾーンヒータは Off になりコントロールパラメータを表示すると点滅します。
- ・ 警告ビープが鳴り続き、キーパッドで [Clear] を押すまで止まりません。
- ・ オープンは、一度装置の電源を落とさない限り、On にできません。GC の電源を Off にし、再度 On にして操作を再開します。

この一連の操作は、このフォルトが直されるまで続きます。フォルトを見つけるには、以下の考えられる原因をチェックします：

- ・ ガス供給圧力をチェックしてください。圧力が低すぎるために設定値に達しない場合は、初期圧力まで上げてください。
- ・ システム内に漏れがないかどうかチェックしてください。ガス供給管、注入口、および注入口と検出器のカラム取り付け金具の漏れテストを実行してください。漏れテストの手順については、各注入口および検出器の章を参照してください。
- ・ カラムが破損している可能性があります。漏れ検出器を使用して、カラムに漏れがないかどうか点検してください。破損したカラムを交換するか、破損した部分を切り取ってください。
- ・ 注入口のプロポーショナルコントロールバルブが、汚れなどのために、開いた状態または閉じた状態で動かなくなっている可能性があります。ご担当のサービスエンジニアにご連絡ください。

Fault 214 - Front detector flame out**Fault 215 - Back detector flame out**

このメッセージは FID や FPD が点火できないときや分析中に炎が消えてしまったときに表示されます。点火プロセス中または分析中に、検出器はフレームを 2 回点火しようとします。2 回とも点火に失敗すると、水素、空気、および点火器が OFF になり、エラーメッセージが表示されて、検出器が Not Ready 状態になります。

- 水素と空気が ON になっており、フレームの点火に十分な流量があることを確認してください。
- 電子漏れ検出器を使用して、検出器のカラム取り付け金具の周囲の漏れ箇所を突き止めて修理します。
- [「水素炎イオン化検出器 \(FID\)」](#) または [「炎光光度検出器 \(FPD\)」](#) の検出器の説明を参照し、ジェットがカラムに適合しているかどうかを確認してください。
- FID では Lit Offset を 0.5 に、FPD では Lit Offset を 0.2 に変更します (デフォルト値)。
- それでも問題が解決しない場合は、担当のサービスエンジニアまでご連絡ください。

Fault 216 - Front TCD filament open**Fault 217 - Back TCD filament open**

TCD フィラメントブリッジ電圧が、フィラメントの抵抗が高すぎる (つまり、電気的には「断線している」) ことを示しています。T フィラメントの抵抗の上昇には、フィラメントが劣化のために切れてしまったまたは細くなってしまった、TCD の配線が検出器ボードに接続されていないまたは、セル温度センサ (デルタセンサ) がショートしているなどの原因が考えられます。

この状態が修正されるまで、検出器は分析を開始できません。

- 検出器の配線が検出器ボードに接続されているかどうかチェックします。
- セル温度センサ (デルタセンサ) をチェックします。
- TCD セルを交換する必要があります。ご担当のサービスエンジニアにご連絡ください。

Fault 218 - F TCD filament shorted**Fault 219 - B TCD filament shorted**

TCD フィラメントブリッジ電圧が、フィラメントの抵抗が低すぎる（つまり、フィラメントが短絡している）ことを示しています。この状態には、フィラメントが疲労している、フィラメントがたるんでいる、TCD の配線が検出器ボードに正しく接続されていない、配線が相互に接触している、などの原因が考えられます

この状態が修正されるまで、検出器は分析を開始できません。

- ・ セルの配線が検出器ボードに正しく接続されているかどうか点検します。
- ・ TCD セルを交換する必要があります。ご担当のサービスエンジニアにご連絡ください。

Faults 221 ~ 236 - Thermal shutdown

これらのフォルトが発生すると、GC 全体がシャットダウンされます。サーマルフォルトは、オープンまたは他の加熱ゾーンが許容温度範囲から外れた場合（最小温度より 25 °C 以上低い場合または最大温度より 25 °C 以上高い場合）に検出されます。このエラーには、以下の原因が考えられます。

- ・ 装置への電力供給に関する問題。
- ・ 加熱ゾーン制御エレクトロニクスの誤作動。
- ・ 温度センサの短絡。
- ・ ヒータの短絡。

オープンおよびその他の加熱ゾーンへの電力が OFF になり、GC は Not Ready 状態になります。

サーマルシャットダウンが発生する可能性があるコンポーネントは、オープン、注入口、検出器、および Aux ゾーンです。また、サーマルシャットダウンは、メインボード上のエレクトロニクスの不良が原因で発生することもあります。

- ・ エラーの原因が電源の問題であれば、これでエラーメッセージは消え、装置は分析を開始できます。エラーが再び現れる場合は、メインボードまたはヒータ/センサアセンブリを交換する必要があります。ご担当のサービスエンジニアにご連絡ください。

13 注入口について

注入口タイプ

水素使用上の注意

手順：圧力単位を選択 — psi、kPa、
bar

注入口コントロールテーブルとカラムコ
ントロールテーブル

カラムコントロールテーブル

カラムコントロールテーブル - 定義

済みキャピラリカラム

カラムコントロールテーブル - パッ

クドカラムまたは未定義のキャピラリ

カラム

ガスセーバとは何か

手順：ガスセーバーの使用

Pre Run と Prep Run

[Prep Run] キー

手順：オート Prep Run

セプタムパージ

注入口について

注入口タイプ

6890 ガスクロマトグラフ (GC) には、5 タイプの注入口があります。Electronic Pneumatics Control (EPC) 仕様はこれらすべての注入口に対応し、マニュアル仕様の注入口はそのうちの2タイプに対応します。

表 28 注入口タイプ

注入口タイプ	ガスコントロール
スプリット / スプリットレス	EPC とマニュアル
パージパックド	EPC とマニュアル
クールオンカラム	EPC のみ
プログラマブル温度気化	EPC のみ
ボラタイルインレット	EPC のみ

水素使用上の注意

警告

キャリアーガスや燃焼ガスとして水素 (H₂) を使用する場合は、水素 (H₂) がオープンの中に流出すると爆発を引き起こすおそれがあることを念頭においてください。このため、すべての接続が完了するまでは決して水素ガスの供給を行なわないでください。また、装置に水素ガス (H₂) を供給するときは、必ず注入口と検出器のカラム接続部にカラムを接続するか、キャップでふさいでください。

警告

水素 (H₂) は可燃性ガスです。漏れたガスが閉鎖された空間に閉じ込められると火事や爆発を引き起こすおそれがあります。水素を (H₂) 使用するアプリケーションにおいて、装置を操作する前に、すべての接続部分、配管、バルブで漏れテストを実施してください。装置を使用する前に、必ず水素 (H₂) をその供給源で止めてください。

表 29 注入口について

注入口	カラム	モード	サンプル濃度	説明	カラムに入るサンプル量
スプリット/スプリットレス	キャピラリ	スプリット パルスドスプリット スプリットレス パルスドスプリットレス	高濃度 高濃度 低濃度 低濃度	大量注入時に有効 大量注入時に有効	非常に少量 非常に少量 ほぼ全量 ほぼ全量
クールオンカラム	キャピラリ	なし	低濃度、不安定	ディスクリミネーションと分解を最小限に抑える	全量
パージパックド	パックド ラージポア キャピラリ	なし なし	任意 任意	高い分解能を必要としない場合に適用	全量 全量
プログラムブル温度気化	キャピラリ	スプリット パルスドスプリット スプリットレス パルスドスプリットレス ソルベント	高濃度 高濃度 低濃度 低濃度 低濃度	注入を繰り返して溶媒を排出しながら分析対象成分を濃縮	非常に少量 非常に少量 全量 全量 ほぼ全量
ボラタイルインレット	キャピラリ	ダイレクト スプリット スプリットレス	低濃度 高濃度 低濃度	最小量のデッドボリュウム 最大トータルフロー = 100 mL/min	全量 非常に少量 ほぼ全量

表 30 カラムサイズとキャリアガス流量

カラムタイプ	カラムサイズ	キャリアガス流量	
		水素	ヘリウム
パッキング	1/8 インチ		30
	1/4 インチ		60
キャピラリ	50 $\mu\text{m id}$	0.5	0.4
	100 $\mu\text{m id}$	1.0	0.8
	200 $\mu\text{m id}$	2.0	1.6
	250 $\mu\text{m id}$	2.5	2.0
	320 $\mu\text{m id}$	3.2	2.6
	530 $\mu\text{m id}$	5.3	4.2

すべてのカラム温度で、上記の流量（単位 mL/min、標準温度と標準圧力条件下（25 °C、1 気圧））が推奨されます。キャピラリカラムの場合、流量はカラム内径に比例します。またヘリウムの流量は水素より 20% 少なくなります。

手順：圧力単位の選択 — psi、kPa、bar

圧力は、psi、bar、kPa のいずれかの単位で表示できます。使用されている単位を確認するには、カーソルをコントロールテーブルの Pressure 行に移動して、[Info] キーを押します。表示単位を変更するには、次の手順を実行します。

1 [Options] を押します。

2. Keyboard & Display にスクロールして、[Enter] を押します。

```

  O P T I O N S
  C a l i b r a t i o n
  C o m m u n i c a t i o n
  K e y b o a r d & D i s p l a y <
  D i a g n o s t i c s
  
```

3. Pressure units にスクロールして、[Mode/Type] を押します。

```

  K e y b o a r d l o c k      O f f
  K e y c l i c k            O n
  W a r n i n g b e e p     O n
  M e t h o d m o d b e e p  O f f
  K E Y B O A R D O P T I O N S
  P r e s s u r e u n i t s : p s i <
  R a d i x t y p e :       .
  
```

```

  P R E S S U R E U N I T S
  * p s i <
  b a r
  k P a
  
```

4. 新しい圧力単位を選択して、[Enter] を押します。


表 31 圧力単位の変換

変換前	変換後	換算係数
psi	bar	0.0689476
	kPa	6.89476
bar	psi	14.5038
	kPa	100
kPa	psi	0.145038
	bar	0.01

注入口コントロールテーブルとカラムコントロールテーブル

注入口テーブルとカラムテーブルは相互に関連付けられています。カラムコントロールテーブルで設定した圧力は、注入口コントロールテーブルでも同じ設定圧力になります。またその逆も成り立ちます。圧力等はカラムと注入口のどちらのコントロールテーブルからでも設定できますが、最初にカラムから設定したほうがよいでしょう。

COLUMN 1 (He)		
Dim	30.0 m	320 u
Pressure	10.0	10.0
Flow		0.7
Velocity		19
Mode:	Constant flow	



FRONT INLET (S/SL)		
Mode:	Splitless	
Temp	250	250 <
Pressure	10.0	10.0
Purge time		0.75
Purge flow		15
Total flow		??
Gas saver		Off

圧力の表示値（設定値と実測値の両方）は、カラムコントロールテーブルと注入口コントロールテーブルで同一になります。

カラムコントロールテーブル

カラムコントロールテーブルの内容は、カラムのコンフィグレーションによって異なります。ここから数ページにわたり、キャピラリとパックドの2タイプのカラムについて、カラムコントロールテーブルの詳細を説明します。

カラムコントロールテーブル - 定義済みキャピラリカラム

カラムが定義されている場合、コントロールテーブルは [図 38](#) のようになります。

タイトル この見出しは、カラム1またはカラム2を示し、注入口に設定されているキャリアガスのタイプを（カッコ内に）表示します。

Dim この行は、ユーザが指定した カラム寸法を表示します。カラムの長さはメートル単位 (m)、カラム内径はミクロン単位 (u) 表示されます。

圧力、流量、速度は相互に関係しています。カラムが定義されている場合は、どれか1つの値を入力すれば、GCが他の2つの値を自動計算して表示します。

Pressure 圧力の設定値は一番右に表示されます。左側の値は圧力の実測値です。圧力値を入力すると、流量と平均線速度の値が自動計算されて表示されます。

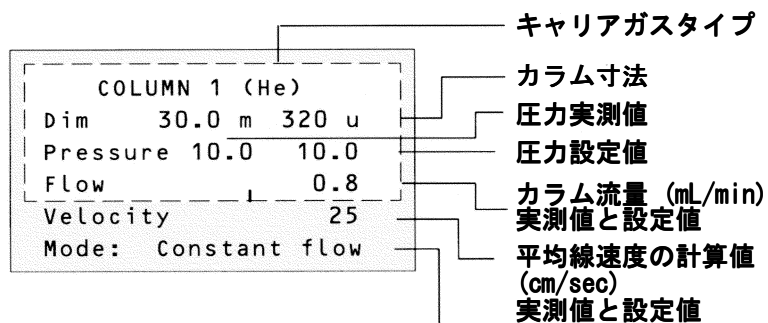
Flow ここに流量（単位 mL/min）を入力すると、圧力と線速度が自動計算されて調整されます。

Velocity 平均線速度（単位 cm/sec）を入力すると、圧力と流量が自動計算されます。

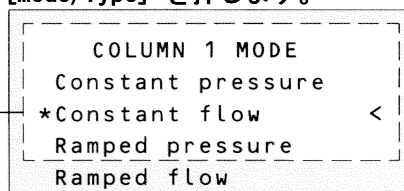
Mode: カラムモードには、定流量、定圧力、流量プログラム、圧力プログラムの4つがあります。カラムモードを変更するには、Mode: にスクロールして [Mode/Type] を押します。

圧力プログラムと流量プログラムの設定方法については、[「流量と圧力のコントロール」](#)を参照してください。

[Col 1] または [Col 2] を押します。



[Mode/Type] を押します。



Mode: モードの設定に応じて、コントロールテーブルに次のいずれかの内容が表示されます。

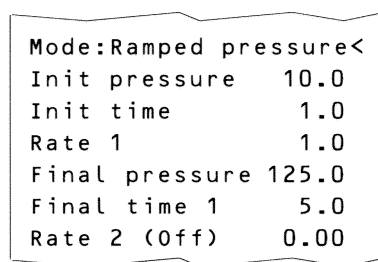
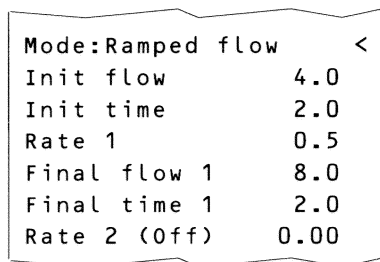
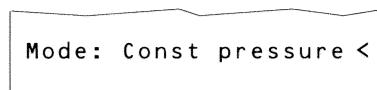
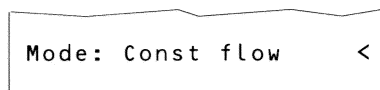


図 38 カラムディスプレイ - 定義されたカラム

カラムコントロールテーブル - パックドカラムまたは未定義のキャピラリーカラム

カラムをまだ定義していない場合、または注入口の選択が Unspecified になっている場合のカラムコントロールテーブルは、[図 39](#) のようになります。

タイトル この見出しは、カラム（カラム 1 またはカラム 2）を示し、注入口に設定されているキャリアガスのタイプを（カッコ内に）表示します。

Dimensions unknown この行は、カラムがまだ定義されていないことを示します。

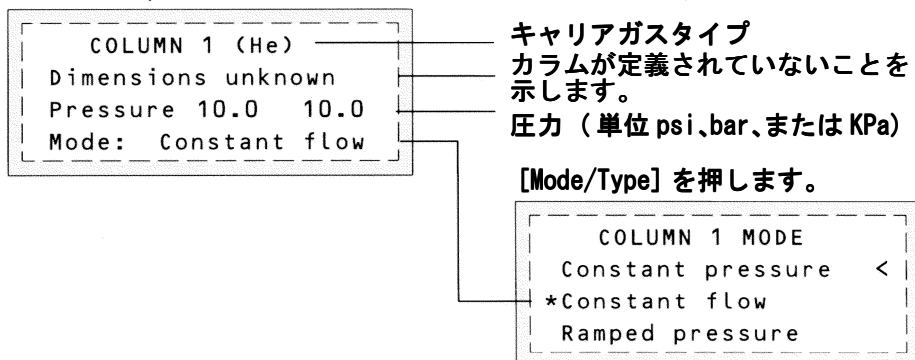
Pressure スプリット/スプリットレス注入口とクールオンカラム注入口は圧力コントロール方式になります。カラムが未定義であるため、流量と平均線速度を計算することはできません。

ページパックド注入口は流量コントロール方式になります。圧力の実測値が表示されますが、入力することはできません。

Mode: スプリット/スプリットレス注入口またはクールオンカラム注入口の使用时には、定圧力、定流量、および圧力プログラムの 3 つのモードから選択できます。パックド注入口を使用する場合、選択できるモードは定流量と流量プログラムの 2 つだけです。

圧力プログラムと流量プログラムの設定方法については、[「流量と圧力のコントロール」](#)を参照してください。

スプリット / スプリットレス注入口またはクールオンカラム注入口



パージパックド注入口

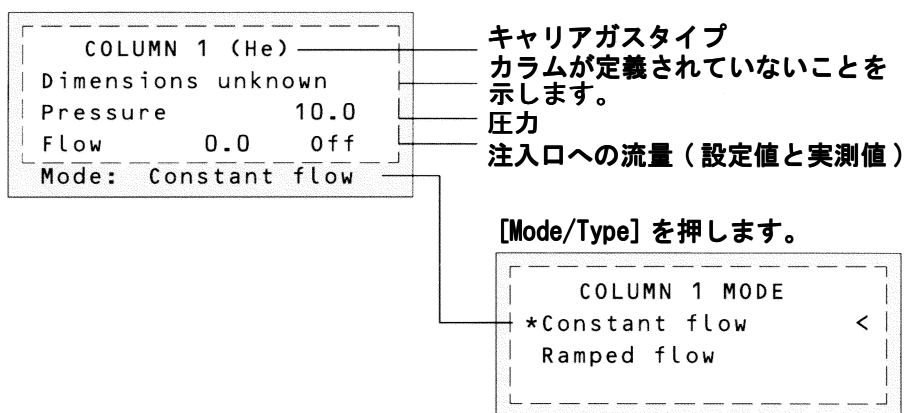


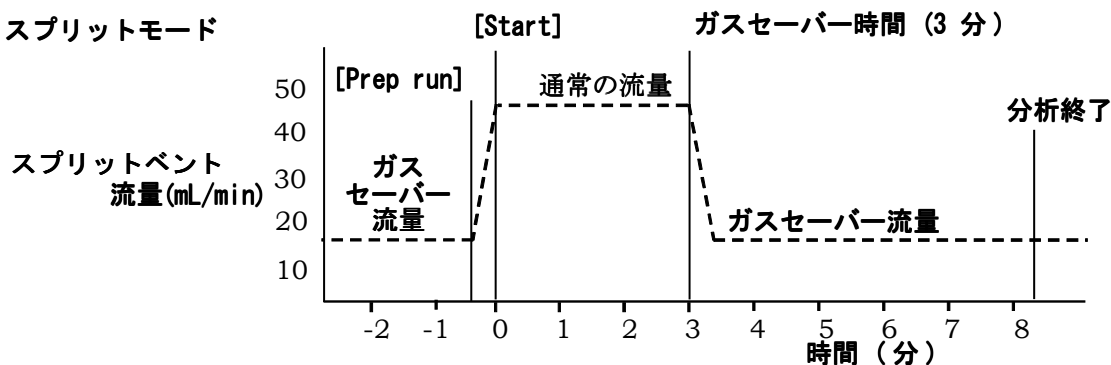
図 39 カラムテーブルの表示 - パックドカラムまたは未定義のキャピラリカラム

ガスセーバとは何か

ガスセーバは、サンプルをカラムに導入した後、スプリットベントからのガス流量を減らすものです。カラムヘッドの圧力と流量は一定に保たれますが、パージおよびスプリットベント流量は減少します。カラム流量以外の流量は、[Prep Run] が押されるまでその低いレベルにとどまります。

ガスセーバは、スプリット/スプリットレス注入口と PTV 注入口のすべての操作モード、およびボラタイルインレットのスプリットモードとスプリットレスモードで使用できます。

スプリットモード



スプリットレスモード

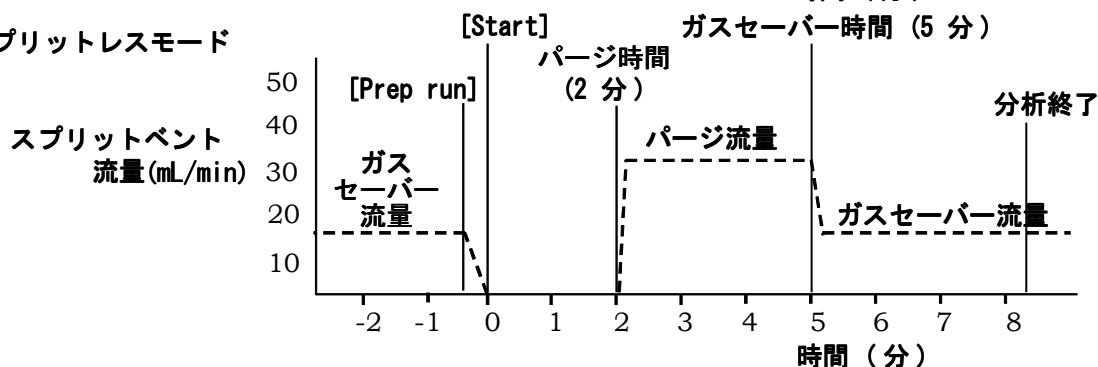


図 40 ガスセーバ操作

スプリット/スプリットレス注入口と PTV 注入口のパルスモードは、[Prep Run] の開始時とパルス時間の終了時にパルス圧力になることを除けば、これらとほぼ同様です。PTV のソルベントベントモードはこれよりも複雑です。詳細については、[「ソルベントベントモードの使用」](#)を参照してください。

手順：ガスセーバーの使用

[Front Inlet] または [Back Inlet] を押します。

Mode:	Split
Temp	24 Off
Pressure	0.0 Off
Split ratio	10
Split flow	0.0
Tot flow	0.0 Off
FRONT INLET (S/SL)	
Gas saver	On
Saver flow	20.0
Saver time	2.00

1 ガスセーバを ON にします。

2. 流量を設定します。カラム流量より
15mL/min 以上大きな値にします。

3. スプリットモードの場合は、
注入時間より後に設定します。
それ以外のモードでは、
ページ時間より後に設定します。

Pre Run と Prep Run

注入口タイプと操作モードによっては、分析中と分析の間では装置の設定値が異なる場合があります。注入のために設定値を元に戻すには、GC を Pre Run 状態にします。

次の場合は、装置を Pre Run 状態にする必要があります。

- ・ ガスセーバ使用時（全注入口）。
- ・ スプリットレスモード使用時（全注入口）。
- ・ 圧力パルスモード使用時（全注入口）。
- ・ ソルVENTベンTモード使用時 (PTV 注入口)。
- ・ ダイレクトまたはスプリットレスモード使用時（ボラタイルインレット）。

Pre Run を開始するには、実行前に手動で [Prep Run] キーを押す方法と、GC が自動的に Pre Run 状態になるように設定を行う方法の2つがあります。次のセクションで2つのメソッドを説明します。

Pre Run 状態への移行中は次のようになります。

- ・ Pre Run ライトが点滅し、Not Ready ライトが点灯します。

- ・ 設定値が注入に適した値に変わります。
 - ・ 注入口、検出器、オーブンの安定時間が開始します。
- すべての安定時間が経過すると、Pre Run ライトが点灯したままになります。実行基準がすべて満たされると、Not Ready ライトが消えます。この状態になれば、GC にサンプルを注入できます。

[Prep Run] キー

手動でサンプルを注入する前に、[Prep Run] キーを押してください。GC が Pre Run 状態になります。Pre Run ライトが点灯したままで Not Ready ライトが消えたら、サンプルを注入できます。

手順：オート Prep Run

ほとんどの自動注入システムの使用時には、[Prep Run] キーを使用する必要がありません。ご使用のサンプルまたは自動コントローラ（例：インテグレータやワークステーション）が [Prep Run] 機能をサポートしていない場合は、GC を Auto Prep Run に設定しなければなりません。その方法は次のとおりです。

1. [Config] キーを押して、設定可能パラメータのリストを表示します。
2. Instrument パラメータへスクロールし、[Enter] を押します。
3. Auto prep run ヘスクロールし、[On] を押します。

```

CONFIG INSTRUMENT
Serial#US00100001
Auto prep run      On <
F inlet type      None
B inlet type      PP
  
```

セプタムパージ

セプタムパージラインは、サンプルが注入されるセプタム付近にあります。このラインから少量のガスが排出されることにより、ブリードが除去されます。

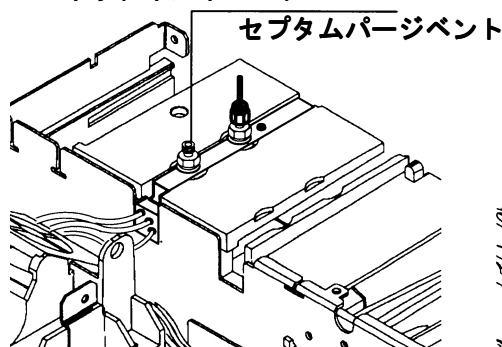
セプタムパージ流量は注入口のタイプによって異なります。EPC 注入口の場合は、GC が自動的にパージ流量を設定します。必要に応じて、フローマニホールドのセプタムパージメントからパージ流量を測定することもできます。

表 32 セプタムパージ流量

注入口	キャリア	セプタムパージ (mL/min)
スプリット / スプリットレス、 (全モード)	He、N ₂ 、Ar/5%Me	3
	H ₂	6
パージパックド	すべて	1 ~ 3
クールオンカラム	He、N ₂ 、Ar/5%Me	15
	H ₂	30
PTV	He、N ₂ 、Ar/5% Me	3
	H ₂	6
ボラタイルインレット	He、N ₂ 、Ar/5%Me	3
	H ₂	6

スプリット / スプリットレス注入口

PTV 注入口
ボラタイルインレット



パージパックド注入口

クールオンカラム注入口

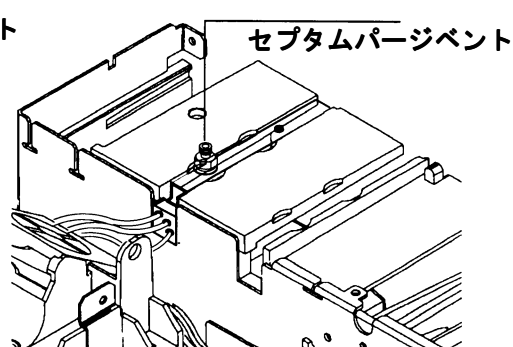


図 41 セプタムパージベント

14 スプリット / スプリット レス注入口

スプリット / スプリットレス注入口の使用

標準仕様と高圧仕様

セプタムを締める

ライナ

手順：ライナの交換

スプリットモードの流路

コントロールテーブル - スプリット操作

手順：カラム定義済みの場合のスプリットモードの使用

手順：カラム未定義の場合のスプリットモードの使用

スプリットレスモード流路

コントロールテーブル - スプリットレス操作

操作パラメータ

手順：カラム定義済みの場合のスプリットレスモードの使用

手順：カラム未定義の場合のスプリットレスモードの使用

パルスドスプリットモードとスプリットレスモード

コントロールテーブル - パルスドスプリットモード

手順：パルスドスプリットモードの使用

コントロールテーブル - パルスドスプリットレス操作

手順：パルスドスプリットレスモードの使用

スプリット / スプリットレス注入口のメンテナンス

セプタムの交換

手順：セプタムの交換

O-リングの交換

手順：O-リングの交換

注入口ベースシールの交換

手順：注入口ベースシールの交換
スプリットベントトラップフィルター
カートリッジの交換

手順：ガス配管の漏れテスト

手順：EPC 注入口の漏れテスト スプリット / スプリットレス注入口

手順：漏れテスト EPC でない注入口 スプリット / スプリットレス注入口

手順：漏れを止める

手順：注入口のクリーニング

スプリット / スプリットレス注入口

スプリット / スプリットレス注入口の使用

この注入口は、スプリット、スプリットレス、パルスドスプリット、またはパルスドスプリットレス分析に使用します。操作モードは、注入口コントロールテーブルから選択できます。一般にスプリットモードは主要成分の分析に使用し、スプリットレスモードはトレース分析に使用します。パルスドスプリットレスとパルスドスプリットモードは、それぞれスプリットモードまたはスプリットレスモードと同種の分析に使用しますが、より大量のサンプルを注入できます。

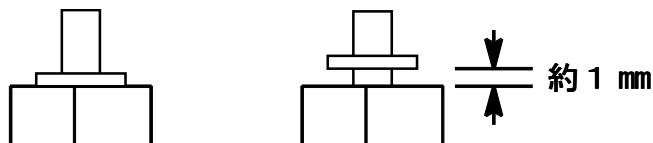
標準仕様と高圧仕様

標準のスプリット／スプリットレス注入口は、ガス供給継ぎ手類の定格圧力が120psi までであり、ほとんどのカラムに対応しています。高圧注入口の定格圧力は、170 psi までです。これはガス流量への抵抗が大きい、内径の非常に小さなキャピラリーカラムに適しています（日本国内では970KPa（142psi）以上に上げないで下さい）。

取り付けられている注入口の仕様を確認するには、[Front Inlet] または [Back Inlet] を押して Pressure 行にスクロールし、[Info] キーを押すと、注入口の圧力レンジが表示されます。標準仕様のときは1 to 100 psi、高圧仕様のときは1 to 150 psi と表示されます。

セプタムを締める

セプタムリテーナには、圧力をセプタムに加える内部スプリングがあります。注入口圧力が100psi 以下のときは、C-リングの位置が上面から約1 mm になるまでリテーナを締め付けます。たいいていの場合はこの場合で十分です。



注入口圧力が100psi を超える場合は、C-リングが回転しなくなるまで、つまりリテーナとセプタムが確実に接触するまでセプタムリテーナを締めます。それから更に1回転させて締め付けます

Merlin Microseal セプタムを使用する場合は、セプタムナットを止まるまで（緩くしないで）手で締めます。許容耐圧は、使用するセプタムによって変わります。

ライナ

これから分析する注入のタイプに従って、スプリットまたはスプリットレスのライナを選択します。多くのライナが用意されており、Agilent カラム分析機器部品カタログから注文できます。

手順：ライナの交換

必要な部品は次のとおりです。

- ・ ライナ、P/N 5183-4647 (スプリット) または、5062-3587 (スプリットレス)
- ・ ピンセット
- ・ セプタムレンチ (P/N 19251-00100)
- ・ Viton O-リング (P/N 5180-4182)

1. [Oven] を押して、オープン温度を 35 °C に設定します。温度が設定値に達したら、オープン を OFF にします。[Front Inlet] または [Back Inlet] を押して、注入口の温度と圧力を OFF にします。

警告

注入口は高温のため、触れるとやけどのおそれがあるので注意してください。

2. インサートリテーナナットを外します。必要に応じて、セプタムレンチを使用します。
3. ピンセットまたは類似の器具でライナを取り外します。ライナが割れないように注意してください。
4. 新しいライナをピンセットでつまみ、実行する注入モード (スプリットまたはスプリットレス) に適合するタイプであることを確かめます。
5. Viton O-リングをライナの上端から約 2 ~ 3 mm の位置にはめ込みます。
6. ライナを注入口の中に真っすぐに挿入します。

注意

注入口の最下部やライナの最下部に、O-リングなどのシールを追加しないでください。注入口を損傷し、ライナを破壊することがあります

7. インサートリテーナナットを取り付け、指でしっかり締めます。締めすぎないように注意してください。

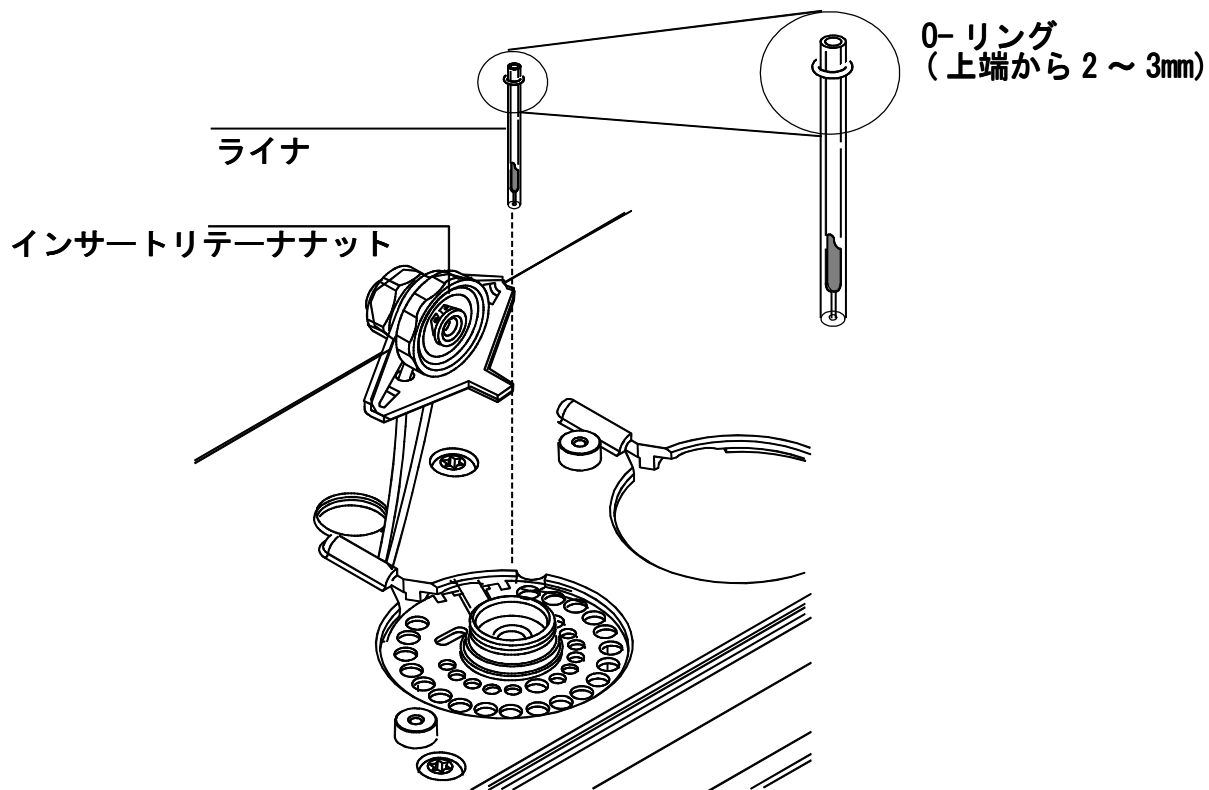


図 42 ライナの取り付け

スプリットモードの流路

スプリット注入時には、液体サンプルが高温の注入口に注入され、そこで急速に気化します。少量のサンプルだけがカラム内に入り、サンプルの大部分はスプリット / パージベントから排出されます。スプリット流量に対するカラム流量の比は、ユーザがコントロールします。スプリット注入は、サンプルの大部分がスプリット / パージベントから失われてもかまわないとき、主に高濃度のサンプルに使用されます。また、希釈できないサンプルにもスプリットモードを使用します。

図 43 は、スプリットモード操作の場合の注入口の流路を示しています。

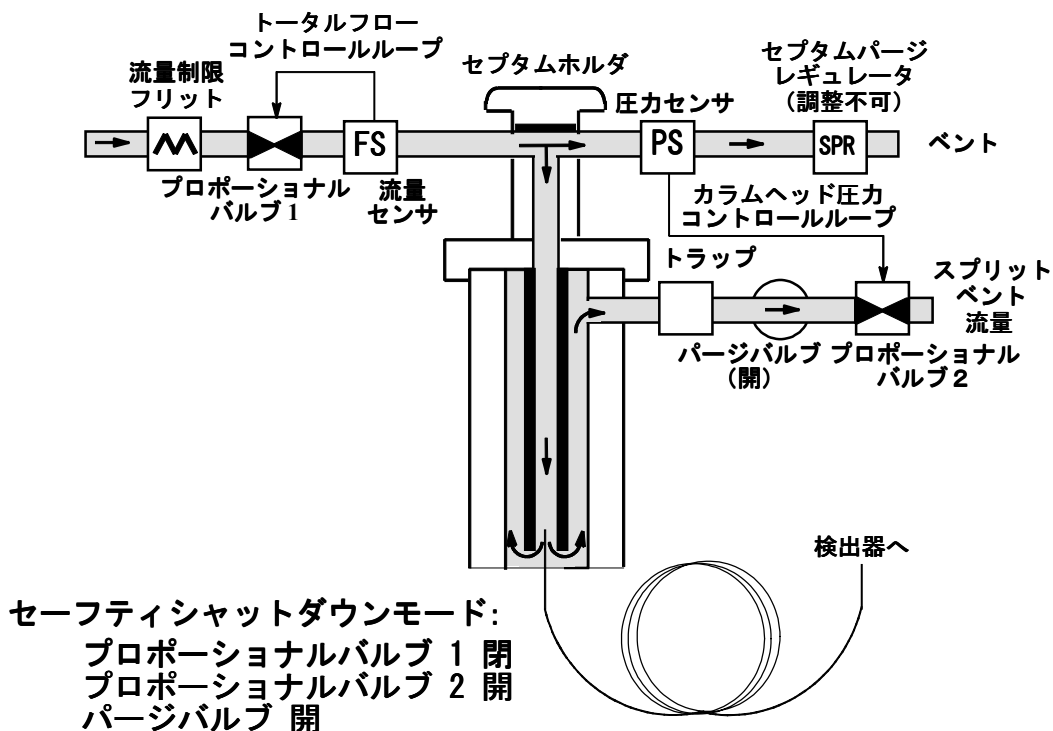


図 43 スプリットフロー流路図

コントロールテーブル - スプリット操作

Mode : ... 現在の操作モード - スプリット

Temp ... 注入口温度の実測値と設定値

Pressure ... 注入口圧力の実測値と設定値

Split ratio ... カラム流量に対するスプリット流量の比。カラム流量は Column 1 または Column 2 のコントロールテーブルで設定します。カラムが定義されていない場合、この行は表示されません。

Split flow ... スプリット / パージメントからの流量 (単位 mL/min)。カラムが定義されていない場合、この行は表示されません。

Total flow ... 注入口へのトータルフロー。この値は、スプリット流量、カラム流量、セプタムパージ流量の合計です。トータルフローを変更すると、スプリット比とスプリット流量が変化しますが、カラムの流量と圧力は変わりません。

FRONT INLET (S/SL)		
Mode:	Split	
Temp	250	250 <
Pressure	10.0	10.0
Split ratio	100	
Split flow	76.6	
Tot flow	80.3	80.3
Gas saver	On	
Saver flow	20.0	
Saver time	2.00	

[Mode/Type] を押します。

FRONT INLET MODE		
*Split		<
Splitless		
Pulsed splitless		

ガスセーバを使用する場合は、セーバ時間を注入時間より後に設定します。

手順：カラム定義済みの場合のスプリットモードの使用

1. カラム、キャリアガス、流量プログラムまたは圧力プログラム（使用している場合）が正しく設定されていることを確認します。詳細については、[「流量と圧力のコントロール」](#)を参照してください。
2. [Front Inlet] または [Back Inlet] を押します。
 - a. Mode: にスクロールして、[Mode/Type] を押します。Split を選択します。
 - b. 注入口温度を設定します。

スプリット比 =
スプリット流量
カラム流量

- c. 特定のスプリット比を使用したい場合は、Split ratio にスクロールして、その値を入力します。スプリット流量は自動計算されます。
- d. 特定のスプリット流量を使用したい場合は、Split flow にスクロールして、その値を入力します。スプリット比は自動計算されます。
- e. 必要に応じて、Gas saver を ON にします。注入後セーバを ON にする時間を Saver time で設定します。サンプルを手動で注入する前に、[Prep Run] キーを押します。(278 ページ参照)

FRONT INLET (S/SL)	
Mode:	Split
Temp	250 250 <
Pressure	10.0 10.0
Split ratio	100
Split flow	76.6
Tot flow	80.3 80.3
Gas saver	On
Saver flow	20.0
Saver time	2.00

[Mode/Type] キーを押します。

FRONT INLET MODE	
Split	<
*Splitless	
Pulsed split	
Pulsed splitless	

ガスセーバを使用する場合は、セーバ時間を注入時間より後に設定します。

手順：カラム未定義の場合のスプリットモードの使用

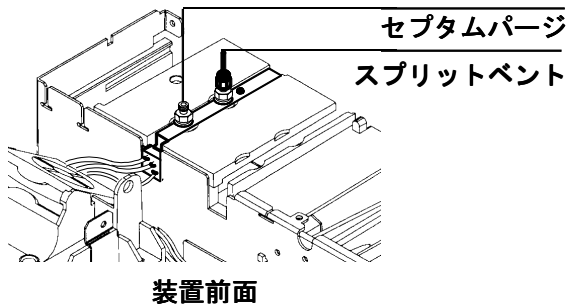
1. カラム、キャリアガス、流量プログラムまたは圧力プログラム（使用している場合）が正しく設定されていることを確認します。詳細については、「[流量と圧力のコントロール](#)」を参照してください。
2. [Front Inlet] または [Back Inlet] を押します。

FRONT INLET (S/SL)	
Mode:	Split
Temp	250 250 <
Pressure	10.0 10.0
Tot flow	79.1 79.1

- a. 温度を設定します。
- b. 注入口へのトータルフローを設定します。流量計を使用して、スプリットベントから排出される流量を測定します。

$$\text{スプリット比} = \frac{\text{スプリット流量}}{\text{カラム流量}}$$

- c. Total flow からスプリットベント流量とセプタムパージ流量を引き、カラム流量を求めます（各キャリアガスタイプの公称セプタムパージ流量については、[278](#) ページを参照してください）。
- d. スプリット比を計算し、必要に応じて調整します。



スプリットレスモード流路

このモードでは、注入時にパージバルブが閉じられ、サンプルがライナ内で気化されてカラムに流入します。注入後の指定した時間にパージバルブが開かれ、ライナ内に残ったサンプルをスプリットベントから排出します。これにより、注入口容積が大きくカラム流量が小さい場合に発生する溶媒テーリングを防止します。パージ時間とパージ流量は、注入口コントロールテーブルで指定します。

ガスセーバを使用する場合は、ガスセーバ時間をパージ時間より後に設定してください。

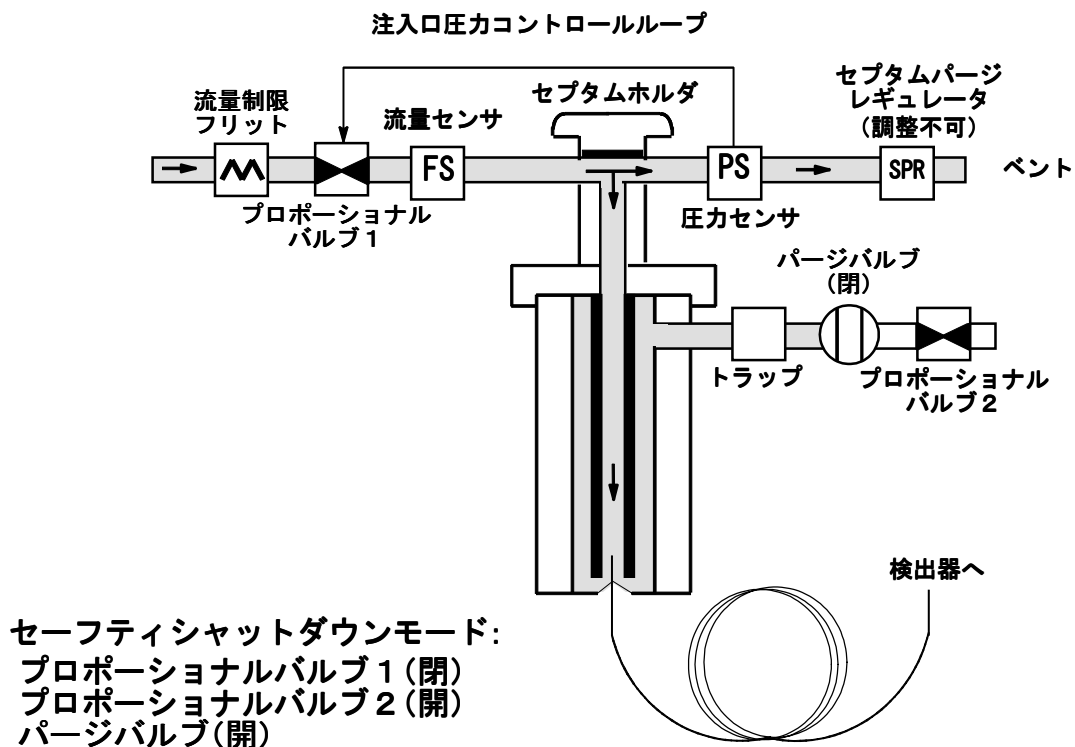


図 44 スプリットレス流路図 (プレランからパージ時間まで)

コントロールテーブル - スプリットレス操作

Mode : ... 現在の操作モード - スプリットレス

Temp ... 注入口温度の実測値と設定値

Pressure ... 注入口圧力の実測値と設定値 (単位 psi、bar、または kPa)

Purge time ... 分析を開始してからパージバルブを開くまでの時間

Purge flow ... Purge time 時点でのパージバルブからの流量 (単位 mL/min)。カラムを定義しないで操作している場合は、この値を指定できません。

Total flow ... Total flow 行は、プレラン中 (プレランライトが点滅ではなく点灯している間) と、分析開始からパージ時間までは、注入口への実測流量を表示します。この間は流量の設定値を入力できません。その他の時間では、Total flow 行は設定値と実測値の両方を表示します。

FRONT INLET (S/SL)		
Mode:	Splitless	
Temp	250	250 <
Pressure	10.0	10.0
Purge time	0.75	
Purge flow	15.0	
Total flow	77.6	
Gas saver	0n	
Saver flow	20.0	
Saver time	2.00	

ガスセーバを使用する場合は、セーバ時間をパージフロー時間より後に設定します。

操作パラメータ

スプリットレス注入の正しい手順は次のとおりです。

1. 加熱した注入口内でサンプルと溶媒を気化します。
2. 流量を小さく、オープン温度を低くして、カラムヘッドに溶媒凝縮ゾーンを発生させます。
3. カラムヘッドのこのゾーンでサンプルをトラップし、再濃縮します。
4. すべての（または少なくとも大部分の）サンプルがカラムに流入した後で、パージバルブを開き、注入口内に残ったサンプル（大部分は溶媒）を排出します。これによって、残留サンプルによって発生する長い溶媒テーリングを除去します。
5. オープン温度を上げて、まず溶媒を、次にサンプルをカラムヘッドから解放します。

操作条件を調整するために、少し実験を行う必要があります。重要なパラメータの初期値を[表 33](#)に示します。

表 33 スプリットレスモードの注入口パラメータ

パラメータ	指定可能な設定値の範囲	推奨初期値
オープン温度	クライオなし、24 °C ~ 450 °C CO2 クライオ、-60 °C ~ 450 °C N2 クライオ、-80 °C ~ 450 °C	溶媒の沸点より 10 °C 下
オープン初期時間	0 ~ 999.9 分	≥ 注入口パージ時間
注入口パージ時間	0 ~ 999.9 分	ライナ容積 / カラム流量 × 2
ガスセーバー時間	0 ~ 999.9 分	パージ時間より後
ガスセーバ流量	15 ~ 1000 mL/min	最大カラム流量より 15 mL/min 大きい値

手順：カラム定義済みの場合のスプリットレスモードの使用

1. カラム、キャリアガス、流量プログラムまたは圧力プログラム（使用している場合）が正しく設定されていることを確認します。詳細については、[「流量と圧力のコントロール」](#)を参照してください。

2. [Front Inlet] または [Back Inlet] を押します。
 - a. Mode : にスクロールして、[Mode/Type] を押します。Splitless を選択します。
 - b. 注入口温度 Temp をセットします。
 - c. パージ時間とパージ流量を入力します。
 - d. 必要に応じて、Gas saver を ON にします。セーバ時間がパージフロー時間より後に設定されているかを確認します。

[Modify/Type] を押します。

FRONT INLET (S/SL)	
Mode:	Splitless
Temp	250 250 <
Pressure	10.0 10.0
Purge time	0.75
Purge flow	15.0
Total flow	77.6
Gas saver	On
Saver flow	20.0
Saver time	2.00

FRONT INLET MODE	
Split	<
*Splitless	
Pulsed split	
Pulsed splitless	

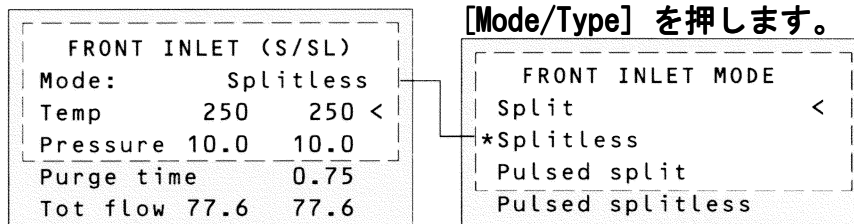
ガスセーバを使用する場合は、セーバ時間をパージフロー時間より後に設定します。

3. [Prep Run] キー ([279](#) ページ参照) を押してから、サンプルを手動注入します。

手順：カラム未定義の場合のスプリットレスモードの使用

1. カラム、キャリアガス、流量プログラムまたは圧力プログラム（使用している場合）が正しく設定されていることを確認します。詳細については、[「流量と圧力のコントロール」](#)を参照してください。
2. [Front Inlet] または [Back Inlet] を押します。
 - a. Mode : にスクロールして、[Mode/Type] を押します。Splitless を選択します。
 - b. 注入口温度 Temp をセットします。
 - c. パージ時間を入力します。

- d. カラム流量が適切になるように、トータルフローを、カラム流量にセプタムパーシ流量 (281 ページ参照) を加えた値より大きな値に設定します。



3. [Prep Run] キー (279 ページ参照) を押してから、サンプルを手動注入します。

パルスドスプリットモードとスプリットレスモード

圧力パルスモードは、分析開始直前に注入口圧力を上げ、指定した時間後に通常の値に戻します。圧力パルスにより、注入口からカラムへ、サンプルは速やかに移送されるため、注入口内でサンプルが分解する可能性は小さくなります。圧力パルスのためにクロマトグラフピークの形状が歪んだ場合は、リテンションギャップを使用すると、ピーク形状を回復できることがあります。

圧力パルスモードで手動注入するときは、注入の前に [Prep Run] キーを押しておきます。詳細については [279](#) ページを参照してください。

圧力パルスモードでは、カラム圧力とカラム流量のプログラミングを行うことができます。ただし、カラム圧力またはカラム流量のプログラムの値よりも、圧力パルスが優先されます。

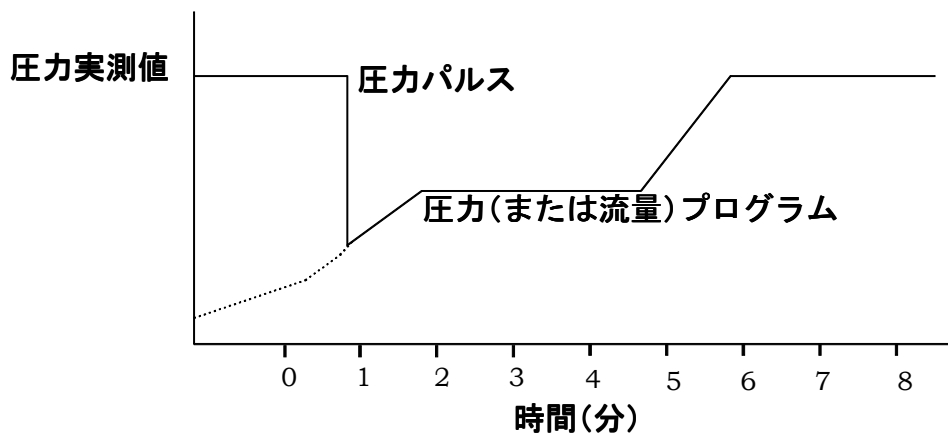


図 45 圧力パルスとカラム流量（またはカラム圧力）

コントロールテーブル - パルスドスプリットモード

Mode : ... 現在の操作モード - Pulsed split

Temp ... 注入口温度の実測値と設定値

Pressure ... 分析開始時の注入口圧力の実測値と設定値（圧力パルスの影響は無視）。初期値は、圧力プログラムの値（プログラムを使用しない場合は固定圧力）に設定されます。

Pulsed pres ... 分析開始時の注入口圧力。[Prep Run] を押すと圧力はこの設定値まで上昇し、Pulse time が経過するまで一定に保たれ、その後 Pressure の値に戻ります。

Pulse time ... 分析開始後この時間が経過すると、圧力は通常の設定値に戻ります。

Split ratio ... カラム流量に対するスプリット流量の比。カラム流量は Column 1 または Column 2 のコントロールテーブルで設定します。カラムが定義されていない場合、この行は表示されません。

Split flow ... スプリット / パージメントからの流量（単位 mL/min）。カラムが定義されていない場合、この行は表示されません。

Total flow ... 注入口へのトータルフロー。この値は、スプリット流量、カラム流量、セプタムパージ流量の合計です。トータルフローを変更すると、スプリット比とスプリット流量が変化しますが、カラムの流量と圧力は変わりません。圧力パルスを使用すると、スプリット比を一定に保つためにトータルフローが増加します。

FRONT INLET (S/SL)	
Mode:	Pulsed split
Temp	250 250 <
Pressure	10.0 10.0
Pulsed pres	30.0
Pulse time	1.0
Split ratio	100
Split flow	67.0
Tot flow	70.9
Gas saver	0n
Saver flow	20.0
Saver time	3.00

圧力パルス設定値

手順：パルスドスプリットモードの使用

1. カラム、キャリアガス、流量プログラムまたは圧力プログラム（使用している場合）が正しく設定されていることを確認します。詳細については、[「流量と圧力のコントロール」](#)を参照してください。
2. [Front Inlet] または [Back Inlet] を押します。
 - a. Mode: にスクロールして、[Mode/Type] を押します。Pulsed Split を選択します。
 - b. 注入口温度 Temp をセットします。
 - c. Pulsed Pres と Pulse time の値を入力します。
 - d. 特定のスプリット比を使用したい場合は、Split ratio にスクロールして、その値を入力します。カラムが定義済みの場合、スプリット比は自動計算されます。
 - e. 特定のスプリット流量を使用したい場合は、Split flow にスクロールして、その値を入力します。カラムが定義済みの場合、スプリット比は自動計算されます。
 - f. 必要に応じて、Gas saver を ON にします。セーブ時間が、Pulse time より後に設定されているかを確認します。

スプリット比 =
スプリット流量
カラム流量

<pre> FRONT INLET (S/SL) Mode: Pulsed split Temp 250 250 < Pressure 10.0 10.0 Pulsed pres 30.0 Pulse time 1.0 Split ratio 100 Split flow 67.0 Total flow 77.6 77.6 Gas saver Off </pre>	<p>[Mode/Type] を押します。</p> <table border="1" style="border-collapse: collapse; width: 100%;"> <tr> <td style="padding: 5px;"> <pre> FRONT INLET MODE Split < Splitless *Pulsed split Pulsed splitless </pre> </td> </tr> </table>	<pre> FRONT INLET MODE Split < Splitless *Pulsed split Pulsed splitless </pre>
<pre> FRONT INLET MODE Split < Splitless *Pulsed split Pulsed splitless </pre>		

3. [Prep Run] キー ([279](#) ページ参照) を押してから、サンプルを手動注入します。

コントロールテーブル - パルスドスプリットレス操作

Mode : ... 現在の操作モード - Pulsed splitless

Temp ... 注入口温度の実測値と設定値

Pressure ... 分析開始時の注入口圧力の実測値と設定値（圧力パルスの影響は無視）。初期値は、圧力プログラムの値（プログラムを使用しない場合は固定圧力）に設定されます。

Pulsed pres ... 分析開始時の注入口圧力。[Prep Run] を押すと圧力はこの設定値まで上昇し、Pulse time が経過するまで一定に保たれ、その後、Pressure の値に戻ります。

Pulse time ... 分析開始後この時間が経過すると、圧力は通常の設定値に戻ります。

Purge time ... 分析を開始してからパージバルブを開くまでの時間。パージ時間は、パルス時間より 0.1 ~ 0.5 分前に設定します。

Purge flow ... Purge time 時のパージメントからの流量（単位 mL/min）。この値を指定するには、カラムを定義しなくてはなりません。

Total flow ... 注入口へのトータルフロー。この値は、カラム流量とセプタムパージ流量の合計です。

FRONT INLET (S/SL)		
Mode:	Pulsed splitless	
Temp	250	250 <
Pressure	10.0	10.0
Pulsed pres	30.0] 圧力パルス設定値
Pulse time	1.6	
Purge time	1.5] 注入口パージ設定値
Purge flow	15.0	
Total flow	77.6	
Gas saver	0n	
Saver flow	0.0	
Saver time	3.00	

手順：パルスドスプリットレスモードの使用

1. カラム、キャリアガス、流量プログラムまたは圧力プログラム（使用している場合）が正しく設定されていることを確認します。詳細については、[「流量と圧力のコントロール」](#)を参照してください。

2. [Front Inlet] または [Back Inlet] を押します。
 - a. Mode : にスクロールして、[Mode/Type] を押します。 Pulsed Splitless を選択します。
 - b. 注入口温度 Temp をセットします。
 - c. Pulsed pres と Pulse time の値を入力します。
 - d. パージバルブを開く時間を Purge time に入力します。パージ時間は、Pulse time より 0.1 ~ 0.5 分前に設定します。
 - e. カラムが定義済みの場合は、Purge flow を入力します。
 - f. カラムが定義済みの場合は、必要に応じて Gas saver を ON にします。セーバ時間がパージフロー時間より後に設定されているかを確認します。

FRONT INLET (S/SL)	
Mode:	Pulsed Splitless
Temp	250 250 <
Pressure	10.0 10.0
Pulsed pres	30.0
Pulse time	1.0
Purge time	0.9
Purge flow	15.0
Total flow	77.6
Gas saver	On
Saver flow	0.0
Saver time	3.00

[Mode/Type] を押します。

FRONT INLET MODE	
Split	<
Splitless	
Pulsed split	
*Pulsed splitless	

パージ時間は、圧力パルス時間より
0.1 ~ 0.5 分前に設定します。

ガスセーバを使用する場合は、
**セーバ時間をパージフロー時間より後に
設定します。**

3. [Prep Run] キー ([279](#) ページ参照) を押してから、サンプルを手動注入します。

スプリット / スプリットレス注入口のメンテナンス

スプリット / スプリットレス注入口のメンテナンス

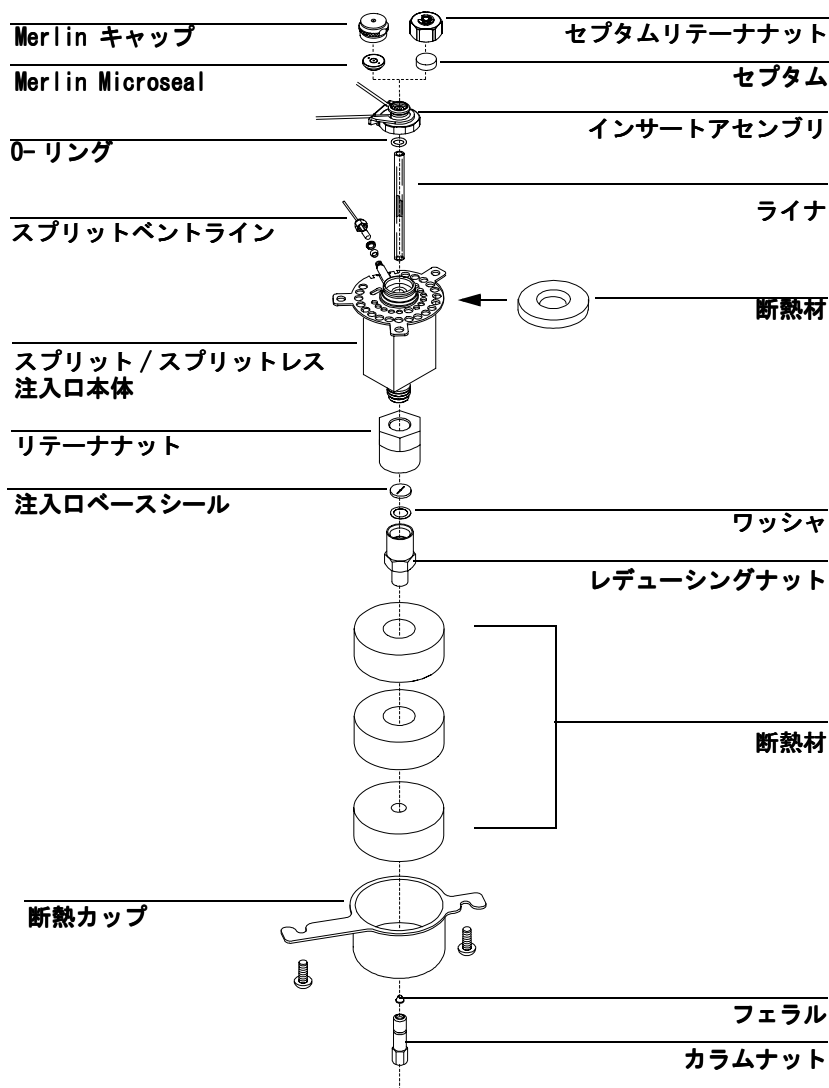


図 46 スプリット / スプリットレスキャピラリ注入口

セプタムの交換

セプタムに漏れがあると、リテンションタイムが長くなったりシフトしたり、レスポンスが少なくなったり、カラムヘッド圧が上がらなくなったりする現象を経験するでしょう。更に、シグナルノイズも増大します。

セプタムの使用寿命は、注入の頻度とニードルの品質によって左右されます。ニードルにバリ、縁のとがり、表面の凹凸などがあつたり、先端が鋭くないニードルを使用すると、セプタムの使用寿命が短くなります。装置を毎日コンスタントに使用する場合は、毎日のセプタム交換をお勧めします。

使用するセプタムの種類は、あなたが分析しようとするクロマトグラフ上のニーズによります。可能なもうひとつの選択は、Merlin Microseal セプタムです。7683 オートサンプラに推奨シリンジを付けて使用すると、このダックビルセプタムは低ブリードと長寿命が得られます。セプタムは弊社から直接購入できます。注文情報についてはカラム 分析機器部品カタログを参照ください。

表 34 スプリット / スプリットレス注入口で推奨されるセプタム

説明	部品番号
11 mm セプタム、低ブリード、赤	5181-1263
11mm セプタム一部穴空き、低ブリード、赤	5181-3383
11mm セプタム、低ブリード、灰	5080-8896
Merlin Microseal セプタム (30 psi)	5181-8815
11-mm 高温シリコンセプタム (350 °C以上)	5182-0739

警告

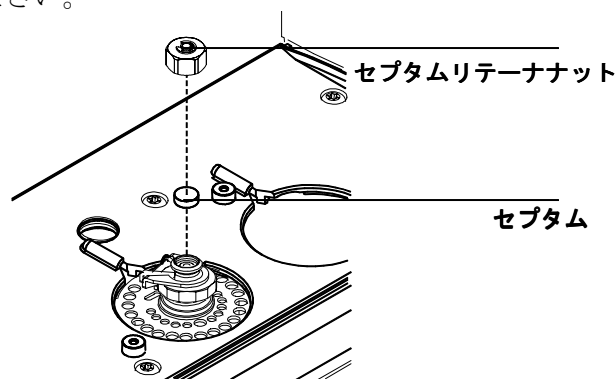
注意してください！ オープンや注入口が高温になっていると火傷します。

手順：セプタムの交換

必要な器材：

- ・ 手袋（注入口が高温の場合）
- ・ 新しいセプタム（部品番号については [301](#) ページの [表 34](#) 参照）
- ・ セプタムナットレンチ（部品番号 19251-00100）
- ・ 先の尖ったプラスチックまたは木製のツール；セプタムを注入口から取り除くのに使用

- ・ スチールウール (0- または 00- グレード) (オプション)
 - ・ ピンセット
 - ・ 圧縮およびフィルタ処理した乾燥空気または窒素 (必要に応じて)
1. あらかじめ以下のステップを完了しておきます：
 - ・ 現在設定されているパラメータのセットを失いたくない場合は、それらをメソッドとして保存しておきます。
 - ・ オープンと検出器をオフにします。
 - ・ オープンと注入口を室温まで下げます。
 - ・ 注入口圧力をオフにします。
 2. セプタムリテーナナットまたは Merlin キャップを取り外します。高温または固着している場合は、レンチを使用してナットを緩めます。古いセプタムまたは Merlin Microseal を取り除きます。セプタムが固着している場合は先の尖ったツールで突き刺して取り外します。すべてきれいに取り除いてください。セプタムヘッドの内壁を傷つけたり引っ掻いたりしないよう注意してください。

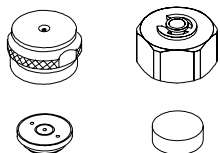


セプタムが外れにくい場合は、先端のとがった工具を使用します。セプタム周囲の金属を傷つけないように注意して、古いセプタム全体を取り外します。

3. セプタムの破片が取れない場合は、ロールアップの 0 または 00 クラスのスチールウールをピンセットで少量つまみ、リテーナナットとセプタムホルダに残っているセプタムの破片をこすり落とします。スチールウールやセプタムのくずを吹き飛ばすため、圧縮空気か窒素を使用します。
4. 新しいセプタムまたは Merlin Microseal を取り付けるには、ピンセットを使用します。受け皿の中にしっかりと押し込んでください。

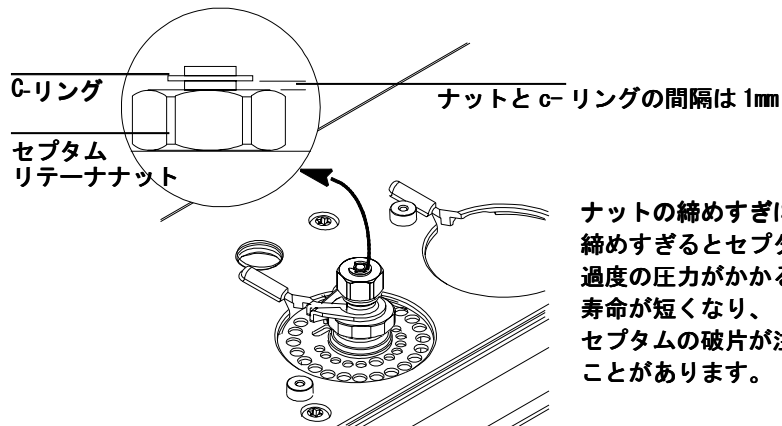
Merlin Microseal を取り付ける場合は、金属側が下向きになるよう（オープンに向くよう）取り付けます。

Merlin Microseal とキャップ



標準のセプタムとキャップ

5. セプタムリテーナナットまたは、Merlin キャップを取り付けて、手で締めます。標準のセプタムリテーナナットを使用する場合は、O-リングがナットの上に約 1 mm 浮き上がるまでナットを締めます。締め過ぎないように注意します。



ナットの締めすぎに注意してください。締めすぎるとセプタムに過度の圧力がかかるため、寿命が短くなり、セプタムの破片が注入口に落下することがあります。

6. 通常の操作条件に戻します。

O-リングの交換

O-リングは、ライナを交換するたび、またはO-リング自体が摩耗して注入口の漏れの原因になっている場合に交換する必要があります。O-リングが漏れの原因になっているかどうかを判断するには、スプリット / スプリットレス注入口の漏れテストを実施します。

O-リングには、弾性をもたせるための可塑剤が含まれています。O-リングは、注入口上部、注入口ベース、およびライナのシールに使用します。ただし、高温では可塑剤が焼け固まるため、O-リングが硬化しシールとしての効果がなくなります。

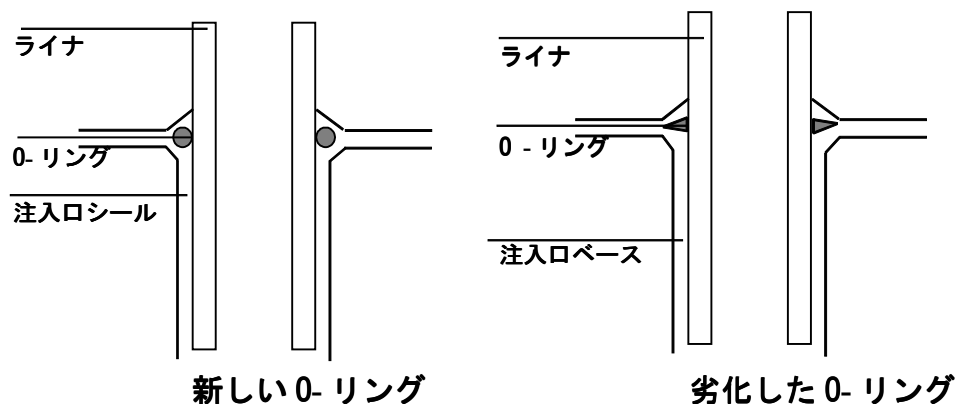


図 47 注入口、ライナ、O-リングの断面図

注入口を通常高温で使用する場合は、グラファイト製のO-リングを使用することも考えられます。確かに使用寿命は長くなりますが、これも最終的には硬化します。次の表を参考にして、注入口に使用しているO-リングが適切かを確認してください。

表 35. スプリット / スプリットレス注入口用O-リング

説明	部品番号
Viton O-リング (温度 350 °C以下)	5181-4182
スプリットライナ用グラファイトO-リング (温度 350 °C以上)	5180-4168
スプリットレスライナ用グラファイトO-リング (温度 350 °C以上)	5180-4173

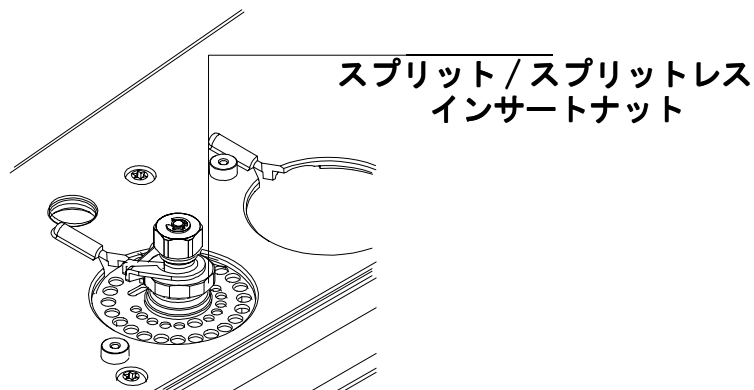
警告

注意してください！オープンや注入口が高温になっていると火傷します。注入口が熱い場合は、やけどしないように手袋を着用してください。

手順：O-リングの交換

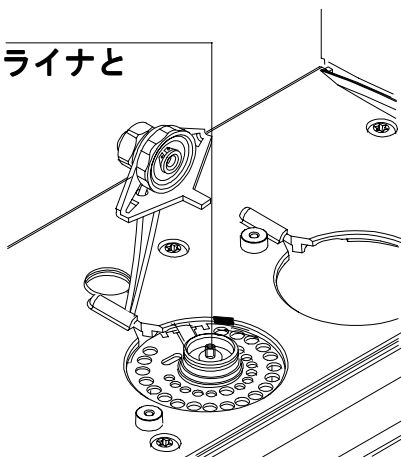
必要な器材：

- ・ 手袋（注入口が高温の場合）
 - ・ 新しい O-リング（[304](#) ページの [表 35](#) 参照）
 - ・ セプタムナットレンチ（部品番号 19251-00100）
 - ・ ピンセットまたは鉗子
1. あらかじめ以下のステップを完了しておきます：
 - ・ 現在設定されているパラメータのセットを失いたくない場合は、それらをメソッドとして保存しておきます。
 - ・ オープンと検出器をオフにします。
 - ・ オープンと注入口を室温まで下げます。
 - ・ 注入口圧力をオフにします。
 2. スプリット / スプリットレスインサートナットの位置を確かめ、必要であればレンチを使用してゆるめます。ライナを破損しないように注意しながら、ナットを真上の方向に取り外します。

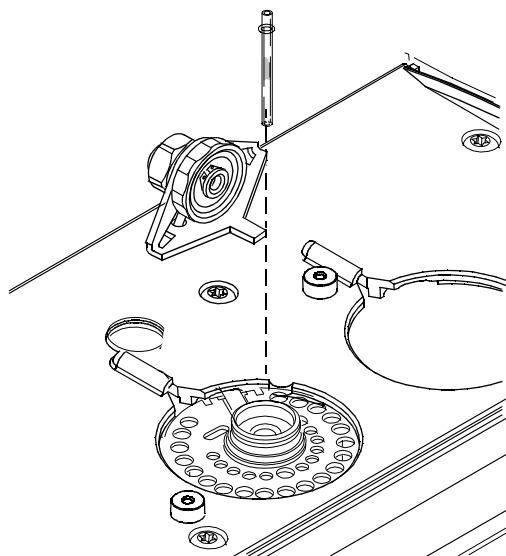


3. ライナ最上部の周囲にO-リングがあります。ピンセットでライナをつかんで引き抜きます。

注入口内のライナと
O-リング



4. 古いO-リングを新しいO-リングに交換します。
5. ピンセットを使ってライナを注入口に戻し、インサートアセンブリナットも元に戻した後、レンチを使ってナットをきちんと締めます。



6. インサートアセンブリナットも元に戻した後、レンチを使ってナットをきちんと締めます。

注入口ベースシールの交換

注入口ベースシールは、レデュースングナットをゆるめたり取り外した場合には、必ず交換しなくてはなりません。また、ゴーストピークのような異常がクロマトグラフに生じるときも、注入口ベースシールが汚れていることを示しているため、交換する必要があります。

3 種類の注入口ベースシールがあります：

- ・ 金メッキシール、部品番号 18740-20885
- ・ 金メッキシール、クロス、部品番号 5182-9652
- ・ ステンレスシール、部品番号 18740-20880

注入口ベースシールはオープンの内側から交換します、そこで最初にカラムを取り外す必要があります。カラムの取り付けと取り外しについては、[「カラムとトラップ」](#)を参照してください。

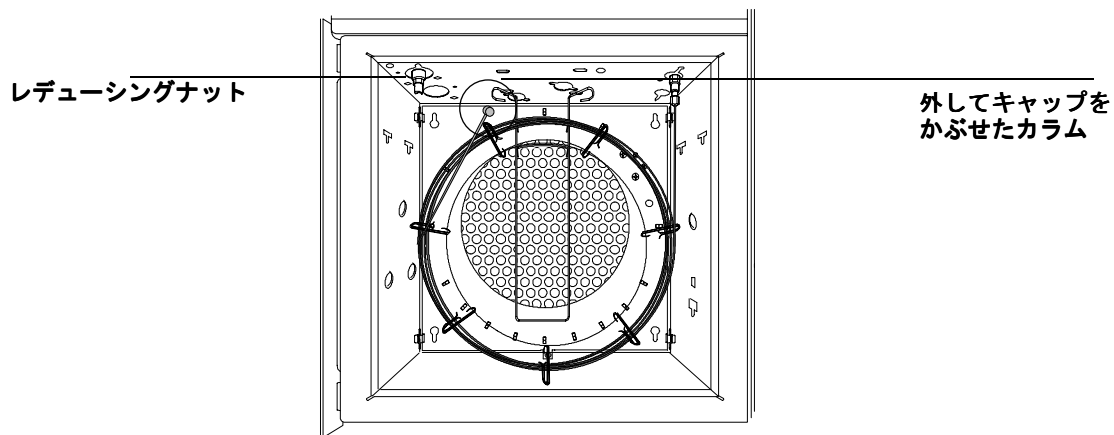
警告

注意してください！オープンや注入口が高温になっていると火傷します。

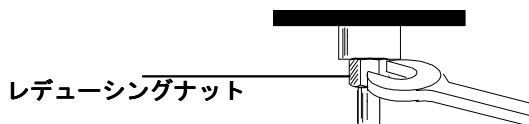
手順：注入口ベースシールの交換 必要な器材：

- ・ 清潔でけばのない、非ナイロン製手袋（シールを扱う場合に必ず着用）
 - ・ 新しいシール（部品番号リストを参照）
 - ・ 新しいワッシャ（部品番号 5061-5869）
 - ・ 1/4 インチ レンチ（カラム用）
 - ・ 1/2 インチ レンチ
1. あらかじめ以下のステップを完了しておきます：
 - ・ 現在設定されているパラメータのセットを失いたくない場合は、それらをメソッドとして保存しておきます。
 - ・ オープンと検出器をオフにします。

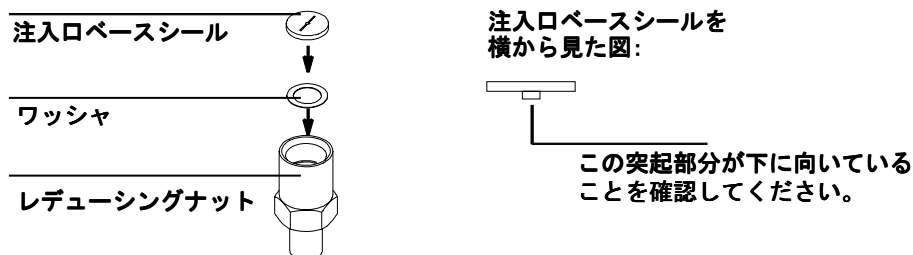
- ・ オープンと注入口を室温まで下げます。
 - ・ 注入口圧力をオフにします。
2. カラムを注入口から取り外します。汚れを防ぐため、カラムの開口部にキャップをかぶせます。注入口ベース付近に断熱カップが取り付けられている場合は外します。



3. 1/2 インチ レンチを使ってレデューシングナットをゆるめ、外します。ワッシャとシールがレデューシングナットの中にあります。それらを取り出します。注入口シールを交換する際には、ワッシャも交換したほうがよいかもしれません。



4. 手袋を着用し、注入口ベースシールとワッシャが汚れないようにします。ワッシャをレデューシングナットの中に置きます。その上に新しい注入口ベースシールを置きます。



5. レデューシングナットを元に戻します。1/2 インチレンチを使ってナットを締めます。断熱カップとカラムを取り付けます。カラムの取り付けが完了したら、通常の使用状態に戻れます。

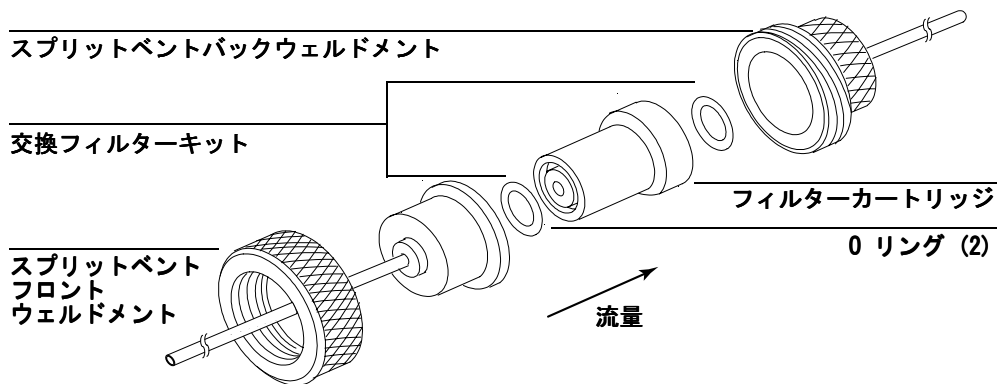
スプリットベントトラップフィルターカートリッジの交換

警告

オーブンを Off にし、スプリットベントトラップを使用する注入口も Off にして冷却します。キャリアガスの供給圧力を Off にします。

スプリットベントトラップには、GC で分析したサンプルや種々の化合物が残存して吸着されています。トラップフィルターカートリッジの交換作業でこれらの物質を扱う際は、適切な安全処置に従ってください。

1. オーブンを、注入口を OFF にし、それらに室温に冷却します。
2. GC 流量をゼロにします。
3. ニューマチックスカバーを取り外します。
4. フィルタートラップアセンブリをマウンティングブラケットから持ち上げ、フィルタートラップアセンブリのネジを外します。



5. 古いフィルターカートリッジとO-リングを取り出し、新しいものと交換します。
6. トラップを組み立てます。
7. 漏れをチェックします。

手順：ガス配管の漏れテスト

ガス配管に漏れがあると、クロマトグラフの結果は大きな影響を受けます。以下の手順では（注入口マニホールドを含まない）配管システムまでをチェックします。システムのこの部分で漏れが無いことが判明したら、次の手順として、注入口と注入口マニホールドをチェックします。

液体の漏れ検出液の使用は、特に清浄さが極めて重要な部分では、お勧めできません。

漏れ検出液を使用した場合には、直ちに液体を拭い石鹼膜を除去します。

警告

漏れ検出液を使用する場合には、感電の危険を避けるために、GC を OFF にし、メインの電源コードを外しておきます。電気の配線、特に検出器のリード線に漏れ検出液が掛からないよう気を付け細心の注意を払ってください。

必要な器材：

- ・ 使用するガスの種類を検出できる電子式リークデテクタまたは液体の漏れ検出液。液体の漏れ検出液を使用する場合は、テスト終了後、付着している液体を拭い去ってください。
 - ・ 7/16 インチレンチ、2本
1. リーク検出器を使って、接続した各接続箇所に漏れがないかをチェックします。
 2. 漏れを発見したら、接続部をしっかりと締めて漏れを止めます。もう一度接続の漏れをテストします；
すべての接続で漏れが無くなるまでこれを繰り返します。

手順：EPC 注入口の漏れテスト スプリット / スプリットレス注入口

注入口には漏れるおそれのある多くの箇所があります。この手順では、注入口全体で許容できない漏れがあるかどうかを決定します。

注入口が漏れている場合は、リークデテクターを使用して、漏れているコンポーネントを正確に指摘する必要があります。

警告

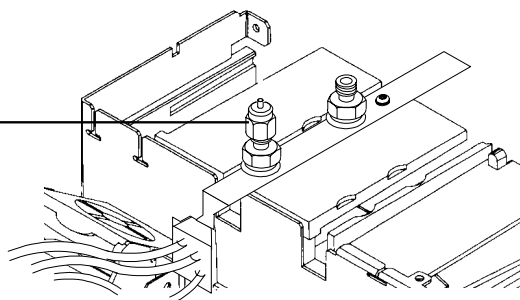
注意してください！ オープンや注入口が高温になっていると火傷します。

必要な器材：

- ・ 穴無しフェラル
 - ・ 7/16 インチレンチ
 - ・ 手袋（注入口が熱い場合）
 - ・ セプタムナットレンチ（Agilent 部品番号 19251-00100）
 - ・ 9/16 インチレンチ
 - ・ 1/8 インチ SWAGELOK キャップ
 - ・ 石鹼膜流量計
1. あらかじめ以下のステップを完了しておきます：
 - ・ 現在設定されているパラメータのセットを失いたくない場合は、それらをメソッドとして保存しておきます。
 - ・ オープンを OFF にします。
 - ・ 注入口とオープンを室温に冷却します。
 - ・ 注入口の圧力を OFF にします。
 - ・ カラムが取り付けられているならそれを取り外し、カラムフィッティングは、カラムナットと穴なしのフェラルで栓をします。
 - ・ 古いセプタムを取り除き、新しいセプタムに置き換えます。詳細については、[「セプタムの交換」](#)を参照してください。
 - ・ O-リングを点検し、硬化していたり、脆くなったり、ひび割れているなら、交換します。詳細については、[「O-リングの交換」](#)を参照してください。

2. セプタムパージフィッティングに 1/8 インチ SWAGELOK キャップを取り付けて塞ぎます。

セプタムパージフィッティングを
キャップで塞ぐ



3. オープンを通常の実作温度に設定します。
4. カラムの長さを 0 m としてカラムをコンフィグレーションします。
5. [Front Inlet] または [Back Inlet] を押して、注入口のコントロールテーブルを開きます。
 - ・ 注入口を通常の実作温度に設定します。
 - ・ 注入口の圧力を 25 psi に設定します、あるいは、通常もっと高い圧力で操作している場合はその圧力を入力します。キャリアガスの供給圧力は、注入口の圧力よりも常に 10 psi 以上大きくする必要があります。
 - ・ トータル流量を 60 mL/分にセットします。
 - ・ 注入口をスプリットモードにセットします。

圧力と流量が平衡に達するまでほんの少しの瞬間待ちます。圧力が設定値に到達できない場合は、配管に大きな漏れがあるか、ガス供給圧力が低すぎます。

6. 圧力または流量を Off にします。セプタムパージとカラムフィッティングにキャップで栓をしているため、ガスはシステムで捕捉され、圧力はほぼ一定のまま保たれるはずです。
7. 圧力の変化を 10 分間モニタします。0.5 psi 未満（約 0.05 psi/分）の圧力降下であれば許容されます。

圧力降下が許容される速度よりもかなり速い場合は、[「手順：漏れを止める」](#)を参照してください。

手順：漏れテスト EPC でない注入口 スプリット / スプリットレス注入口

注入口には漏れるおそれのある多くの箇所があります。この手順では、注入口全体で許容できない漏れがあるかどうかを決定します。

注入口が漏れを起こしている場合は、電子漏れ検出器を使用して、漏れている部品を特定します。

警告

注意してください！ オープンや注入口が高温になっていると火傷します。

必要な器材：

- ・ 穴無しフェラル
 - ・ 7/16 インチレンチ
 - ・ 手袋（注入口が熱い場合）
 - ・ セプタムナットレンチ（部品番号 19251-00100）
 - ・ 9/16 インチレンチ
 - ・ 1/8 インチ SWAGELOK キャップ
 - ・ 石鹼膜流量計
1. あらかじめ以下のステップを完了しておきます：
 - ・ 現在設定されているパラメータのセットを失いたくない場合は、それらをメソッドとして保存しておきます。
 - ・ オープン温度を室温まで下げてから、オープンを OFF にします。
 - ・ オープンが冷めたら、注入口圧力を OFF にします。
 - ・ カラムが取り付けられている場合は外して、カラムナットと無穴フェラルを使ってカラム取り付け金具をふさぎます。
 - ・ 古いセプタムを外して、新しいセプタムに取り換えます。セプタムの交換については、[301](#) ページを参照してください。

- ・ O-リングを点検して、つぶれていたり硬化してもろくなっていたり、ひびが入っていたら交換します。[304](#) ページを参照してください。
2. パージベントに 1/8 インチ SWAGelok キャップをつけます。
 3. オープンを通常の使用温度に設定します。
 4. 注入口を通常の使用温度に設定します。GC へのガスの供給圧力が、35psi 以上であるかを確認します。
 5. 注入口の圧力を 25 psi に設定します、あるいは、通常もっと高い圧力で操作している場合はその圧力を入力します。スプリット流量を 60 mL/分 にセットします。圧力と流量が平衡に達するまでほんの少しの瞬間待ちます。圧力が設定値に到達できない場合は、配管に大きな漏れがあるか、ガス供給圧力が低すぎます。
 6. 石鹸膜流量計を使って、スプリット流量が Off になっていることを確認します。
 7. 流量コントローラでキャリアガスを OFF にして、注入口への流量を 0 にします。次に、背圧レギュレータを右に 1/4 回転させます。
カラム圧力を約 10 分間監視します。圧力の降下が 0.5 psi 未満（約 0.05 psi/分）であれば、注入口システムは漏れが無いものとみなすことができます。
圧力降下が、許容される速度よりもかなり速い場合は、次のセクション「[手順：漏れを止める](#)」を参照ください。

手順：漏れを止める

必要な器材：

- ・ 電子漏れ検出器
 - ・ 接続部の締め付け工具
1. 電子漏れ検出器を使用して、注入口で漏れが発生しそうな箇所をすべて点検します。漏れの可能性がある箇所は：
 - ・ キャップを取り付けたパージベント
 - ・ 栓をしたカラム取り付け口
 - ・ セプタムとセプタムナット

- ・ 注入口でガスラインが配管されている所 - O-リング、O-リングナット、注入口ベースシール
2. 適切なサイズのレンチを使用して接続部を締め付け、漏れを修正します。漏れテストを再度行って、漏れないことを確認します。
- 圧力の降下が 0.03 psi/分以下になれば、注入口システムは漏れが無いものとみなすことができます。もし圧力がこれより速く下がるなら、漏れ箇所の探索を継続し、圧力テストを繰り返します。すべてのフィッティングで漏れが無いことが判明して、それでも注入口システムで圧力降下がまだ急速であるなら、注入口マニホールドを交換する必要があるかもしれません。担当のサービスエンジニアにご連絡ください。 .

手順：注入口のクリーニング

注入口を、ここで示す手順に従って頻繁にまた徹底的に掃除する必要はありません。しかし、注入したサンプルによる付着物がスプリット / スプリットレス注入口の内側に溜まることがあります。注入口を掃除する前に、汚れたカラムライナとインサートをきれいなものに交換してください。もしそれらを交換しても問題が解決されないようなら、注入口をクリーニングします。

必要な器材：

- ・ クリーニングブラシ - FID クリーニングキットには適切なブラシが含まれています (Agilent 部品番号 9301-0985)
 - ・ 注入口に堆積した化学物質をクリーニングするのに適した溶媒
 - ・ 圧縮乾燥清浄空気または窒素
1. あらかじめ以下のステップを完了しておきます：
- ・ 現在設定されているパラメータのセットを失いたくない場合は、それらをメソッドとして保存しておきます。
 - ・ 高温部分を室温まで冷やします。温度が下がったら OFF にします。
 - ・ 初期ガス供給量を調節して、注入口への流量をすべて 0 にします。
 - ・ GC を OFF にして、プラグを抜きます。
 - ・ ライナを外します。

- ・ カラムとカラムライナを外します。詳細については、[「カラムとトラップ」](#)を参照してください。
 - ・ 注入口ベースシールを外します。方法については、[307](#) ページを参照してください。
2. 適切な照明器具を使用してオーブンの内側から注入口内部を照らし、汚れや付着物がないかを調べます。注入口にブラシを差し込み、注入口の内壁を力強くこすって、すべての付着物を取り除きます。溶媒をひたした綿棒で注入口の内側をふき取ります。
 3. 組み立てを行う前に、圧縮空気または圧縮窒素を使って完全に乾かします。
 4. また、散らばった粒子を圧縮空気で吹き飛ばします。新しい注入口ベースシールを使用します。標準の操作状態に戻します。

15 パックドカラム注入口

パックドカラム注入口の使用

ライナとインサート

手順：ライナの取り付け

手順：ガラスインサートの取り付け

コントロールテーブル

パックドカラムまたは未定義カラムの場合

定義済みキャピラリカラムの場合

手順：パックドカラムと未定義キャピラリカラムの使用

手順：定義済みキャピラリカラムの使用

パックドカラム注入口のメンテナンス

手順：セプタムの交換

手順：O-リングの交換

手順：漏れテスト（ガス配管システム）

手順：漏れテスト（EPC パックドカラム注入口）

手順：漏れテスト（マニュアルパックドカラム注入口）

手順：漏れの修正

手順：注入口のクリーニング

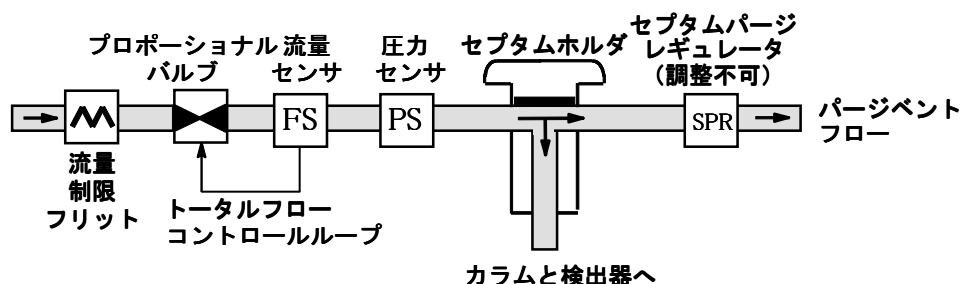
パックドカラム注入口

パックドカラム注入口の使用

この注入口は、高い効率での分離を必要としないパックドカラムに使用します。また、ワイドポアキャピラリを取り付けて、10mL/min以上の流量を流して使用することもできます。

キャピラリカラムを使用する場合、カラムが定義されていると、この注入口は圧力コントロールモードで使用することもできます。カラムが定義されていない場合（パックドカラムおよび未定義のキャピラリカラム）、注入口は流量コントロール方式になります。

流量コントロールモード（パックドカラムに適用）



圧力コントロールモード（キャピラリカラムに適用）

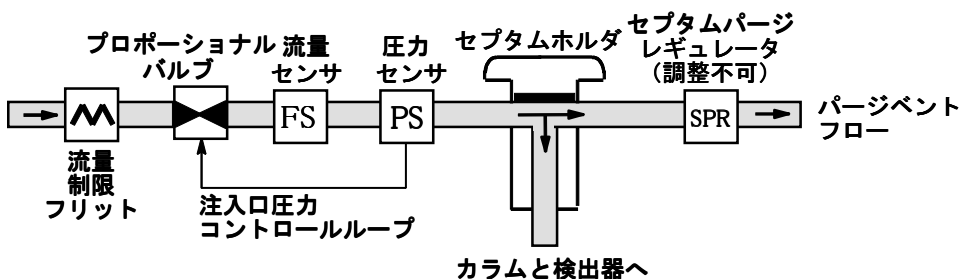


図 48 EPC 仕様のパックドカラム注入口

ライナとインサート

ライナ：ライナは、使用するカラムのタイプに応じて選択します。ワイドボアキャピラリカラム用、1/4 インチ パックドカラム用、そして1/8 インチ パックドカラム用のライナがあります。ライナは、カラムを注入口に接続するためのアダプタの機能を果たします。取り付け方法については、[321](#) ページを参照してください。

インサート：ガラスインサートは、多くの場合メタルライナとともに使用され、反応性を下げ、不揮発生成物をトラップする機能があります。インサートはキャピラリカラムを使用するときは必ず取り付けます。インサートは、カラムを取り付ける前に、注入口の上部から取り付けます。取り付け方法については、[323](#) ページを参照してください。

パックドカラム注入口は、キャピラリカラム用のライナと注入口を付けて出荷されています。(表 [36](#) 参照) 細い内径のキャピラリカラムは、この注入口での使用に適していません。パックドカラムを使用する場合は、[表 37](#) を参照してください。

表 36. ワイドボアキャピラリカラム用のライナとインサート

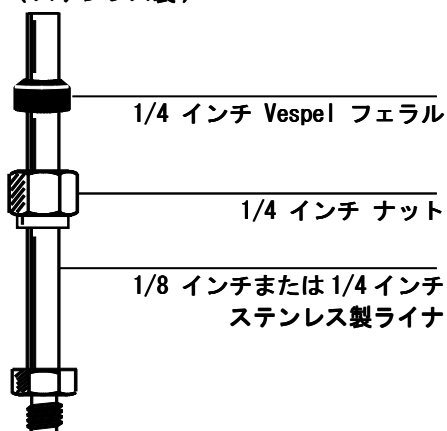
カラムタイプ	ライナ	インサート
530 μm または 320 μm	19244-80540 	5080-8732 または 5181-3382 (不活性化処理済み)

表 37 パックドカラム用のライナとインサート

カラムタイプ	ライナ	インサート
1/8 インチ ステンレス	1/8 インチ ステンレス製 19243-80510 19243-80530	なし 5080-8732 または 5181-3382*
1/4 インチ ステンレス	1/4 インチ ステンレス製 19243-80520 19243-80540	なし 5080-8732 または 5181-3382*
1/4 インチ ガラス	ライナは不要。 カラムの最初の部分をライナとして使用。 1/4 インチ メタルライナも使用可能。	不適

* 不活性化処理済み

1/4 または 1/8 インチ ライナ
(ステンレス製)



インサート



手順：ライナの取り付け

以下の手順は、すべての種類のライナに共通です。メタルフェラルを使用すると、ライナから外せなくなるおそれがあるので、グラファイト Vespel フェラルの使用をお勧めします。メタルフェラル使用時に漏れが発生すると、ライナ全体を交換する必要がありますからです。

用意するもの：

- ・ ライナ、真ちゅう製ナット、フェラル（[表 36](#) または [表 37](#) を参照）
 - ・ 清潔な布
 - ・ メタノール
 - ・ 9/16 インチレンチ
1. [Oven] を押して、オープン温度を 35 °C に設定します。温度が設定値に達したら、オープンを OFF にします。[Front Inlet] または [Back Inlet] を押して、注入口の温度と圧力を OFF にします。

警告

オープンと注入口は高温のため、触れるとやけどのおそれがあるので注意してください。

2. ライナの端を用意した布で拭い、指紋などの汚れを取り去ります。溶媒としてメタノールを使用します。
3. ライナに真ちゅう製ナットとグラフィイト入り Vespel フェラルを通します。
4. オープンドアを開き、注入口ベースからライナを真っ直ぐに一杯まで差し込みます。
5. この位置でライナを押さえ、ナットを指で締めます。
6. レンチを使ってナットを更に 1/4 回転締めます。
7. カラムを取り付けます。
8. 注入口にキャリアガスを流し、オープンと注入口を使用温度まで加熱します。再度オープンと注入口を冷却し、取り付け金具を締めなおします

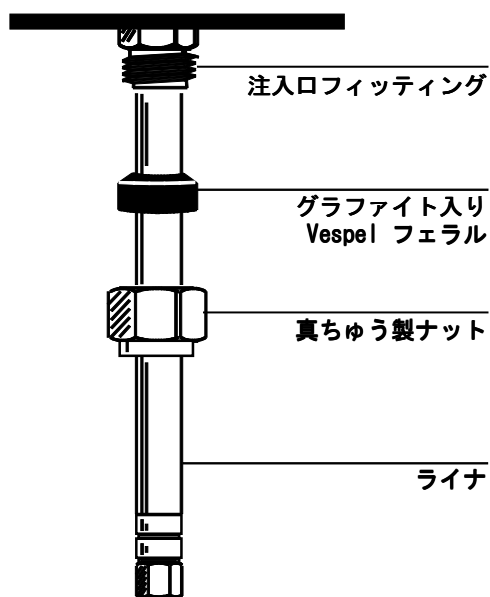


図 49 ライナの取り付け

手順：ガラスインサートの取り付け
用意するもの：

- ・ インサート (表 36 または表 37 参照)
 - ・ ピンセットまたはヘモスタット
 - ・ ワイヤ
1. [Oven] を押して、オープン温度を 35 °C に設定します。温度が設定値に達したら、オープンを OFF にします。[Front Inlet] または [Back Inlet] を押して、注入口の温度と圧力を OFF にします。

警告

注入口は高温のため、触れるとやけどのおそれがあるので注意してください。

2. 注入口上部のきざみ付きナットを外します。

3. 古いインサートを慎重に取り外します。注入口からインサートを持ち上げるには、細い針金（ペーパークリップなど）を使うと便利です。
4. ピンセットまたは類似の器具を使用してインサートの最上部をつかみ、開いた端を上にして注入口に差し込みます。
5. キャピラリカラムが取り付けられていて、インサートがうまく収まらない場合は、キャピラリカラムをいったん取り外し、インサートを取り付けた後で、カラムを再度取り付けます。
6. きざみ付きナットを取り付け、指でしっかり締めます。

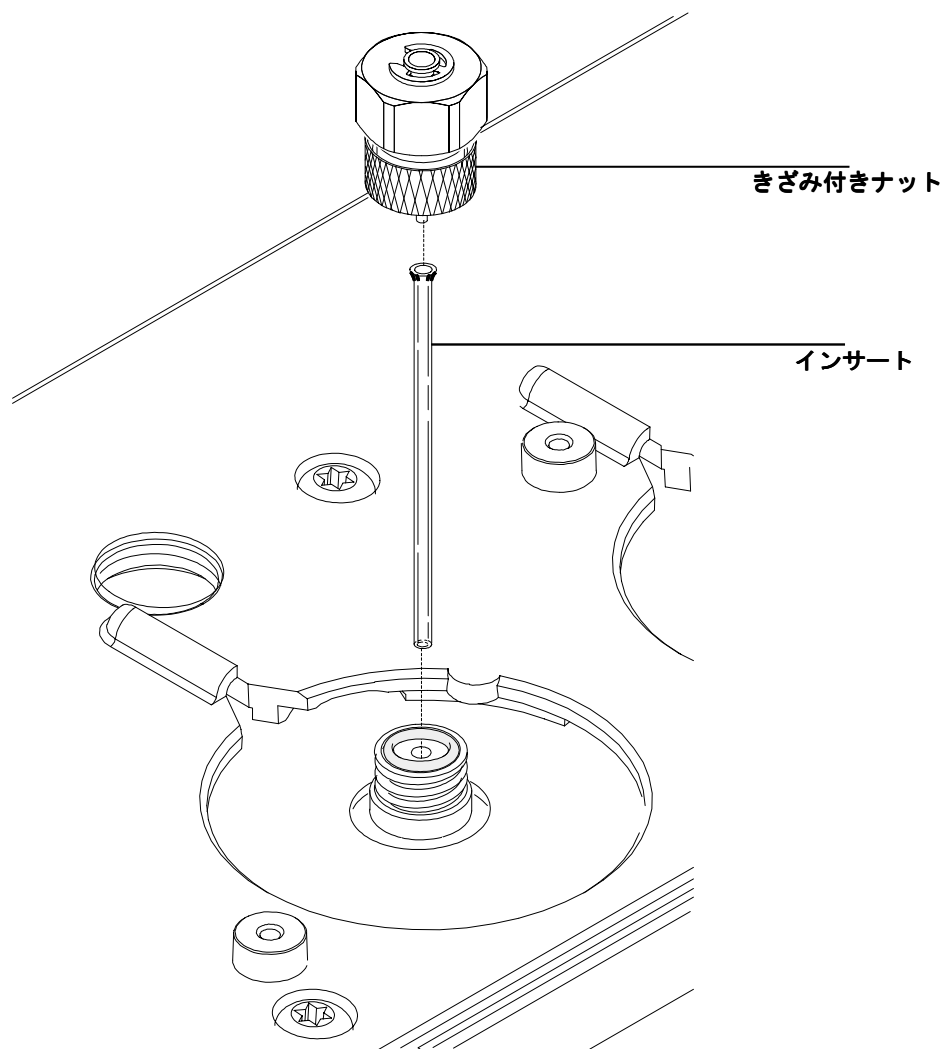


図 50 パッキンカラム注入口へのガラスインサートの取り付け

コントロールテーブル

パッキドカラムまたは未定義カラムの場合

(注入口)

FRONT INLET (PP)		
Temp	24	Off
Pressure		0.0
Tot flow	0.0	Off

(カラム)

COLUMN 1 (He)		
Dimensions unknown		
Pressure		0.0
Flow	0.0	Off
Mode: Constant flow		

Temp … 温度の設定値と実測値。

Pressure … 注入口に供給される圧力の実測値（単位 psi、bar、または kPa）。ここに設定値を入力することはできません。

Tot flow … ここに設定値を入力すると、実測値が表示されます。注入口はマスフローコントロール方式です。

定義済みキャピラリカラムの場合

(定義済みカラム)

FRONT INLET (PP)		
Temp	24	Off
Pressure	0.0	Off
Tot flow		0.0

Temp … 温度の設定値と実測値。

Pressure … 注入口は圧力コントロール方式です。ここに設定値（単位 psi、bar、または kPa）を入力すると、実測値が表示されます。

Tot flow … 注入口へのトータルフローの実測値。設定値ではありません。

手順：パックドカラムと未定義キャピラリカラムの使用

カラムが定義されていない場合は、流量コントロールモードしか使用できません。

1. カラム、キャリアガス、流量プログラムまたは圧力プログラム（使用している場合）が正しく設定されていることを確認します。詳細については、[「流量と圧力のコントロール」](#)を参照してください。
2. [Front Inlet] または [Back Inlet] を押して、温度を入力します（カラムの流量は、手順 4 で設定済みです）。

FRONT INLET (PP)		
Temp	24	Off
Pressure		0.0
Tot flow	0.0	Off

3. サンプルを注入します。

カラム流量はカラムテーブルで設定します。注入口テーブルに表示されるトータルフローは、カラム流量とセプタムパージ流量の合計です。

手順：定義済みキャピラリカラムの使用

1. カラム、キャリアガス、流量プログラムまたは圧力プログラム（使用している場合）が正しく設定されていることを確認します。詳細については、[「流量と圧力のコントロール」](#)を参照してください。
2. [Front Inlet] または [Back Inlet] を押して、温度を入力します。

FRONT INLET (PP)		
Temp	24	Off
Pressure	0.0	Off
Tot flow		Off

3. サンプルを注入します。

パックドカラム注入口のメンテナンス

パックドカラム注入口のメンテナンス

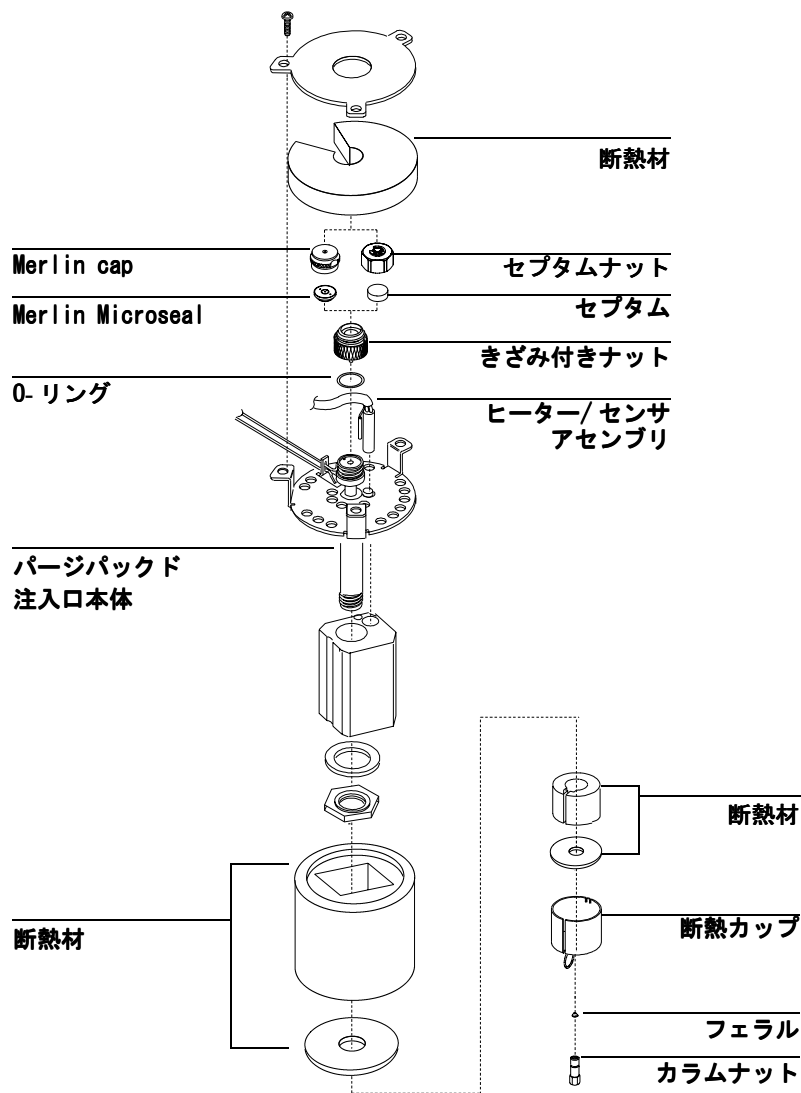


図 51 パージ付きパックド注入口
手順：セプタムの交換

セプタムから漏れが起これると、リテンションタイムの遅れやずれ、レスポンスの低下、カラムヘッドの圧力損失の発生といった異常が見られます。更に、検出器シグナルのノイズも増大します。

セプタムの使用寿命は、注入の頻度とニードルの品質によって左右されます。ニードルのバリ、縁のとがり、表面の凹凸、先端が鋭くないニードルの使用はセプタムの寿命を減少させます。装置を継続的に使用する場合は、セプタムを毎日交換することをお勧めします。

使用するセプタムの種類は、求めるクロマトグラフィーのニーズに依存します。Merlin Microseal セプタムという選択肢もあります。このダックビルセプタムは、7683 液体オートサンプラに推奨シリンジを付けて使用すると、低ブリードと長寿命が得られます。セプタムのご注文は弊社で直接承っております。注文の詳細については、『Analytical Columns and Supplies Catalog (部品カタログ)』を参照してください。

表 38. パッキドカラム注入口で推奨されるセプタム

説明	Agilent 部品番号
11 mm セプタム、低ブリード、赤	5181-1263
11mm セプタム一部穴空き、低ブリード、赤	5181-3383
11mm セプタム、低ブリード、グレー	5080-8896
Merlin Microseal セプタム (30 psi)	5181-8815
11-mm 高温シリコンセプタム (350 °C以上)	5182-0739

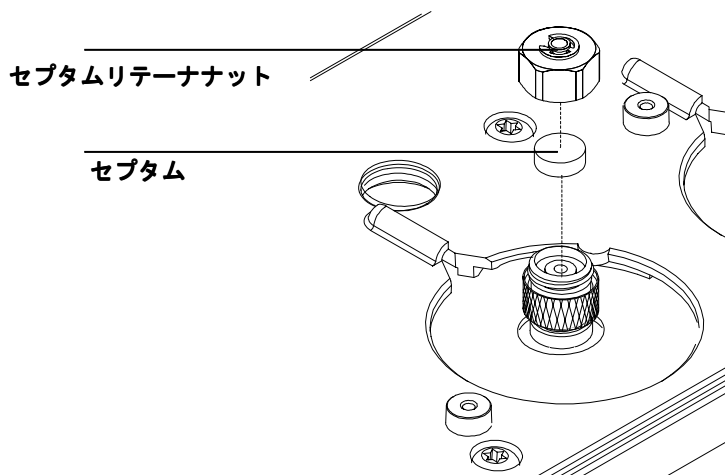
警告 オープンや注入口は高温のため、触れるとやけどのおそれがあるので注意してください。

注意 セプタムの交換中は、カラムフローが中断されます。高温条件下でカラムにキャリアガスが流れていないと、カラムは損傷します。この作業前は、オープンを室温まで冷却してください。

用意するもの：

- ・ 手袋（注入口が高温の場合）
 - ・ 新しいセプタム（部品番号については表 38 参照）
 - ・ セプタムナットレンチ（Agilent 部品番号 19251-00100）
 - ・ 先端のとがった非金属（プラスチックまたは木製）工具。セプタムを注入口から取り外すのに使用。
 - ・ 0 または 00 クラスのスチールウール（オプション）
 - ・ ピンセット
 - ・ 圧縮およびフィルタ処理した乾燥空気または窒素（オプション）
1. あらかじめ次の手順を行っておきます。
 - ・ 入力したパラメータを残しておきたい場合は、メソッドとして保存します。
 - ・ オープン温度を室温まで下げてから、オープンを OFF にします。
 - ・ 検出器を OFF にします。
 - ・ 注入口温度を室温まで下げます。
 - ・ 注入口圧力を OFF にします。
 2. 注入口が高温の場合は、やけどしないよう手袋をはめます。セプタムリテーナナットまたは Merlin キャップを取り外します。高温または固着し

ている場合は、レンチを使用してナットを緩めます。古いセプタムまたは Merlin Microseal を取り除きます。



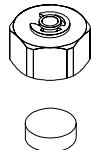
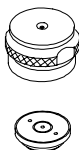
セプタムが外れにくい場合は、先端のとがった工具を使用します。セプタム周囲の金属を傷つけないように注意して、古いセプタム全体を取り外します。

3. セプタムの破片が外れない場合は、スチールウールの小片を丸めてピンセットでつまみ、リテーナナットとセプタムホルダから破片をこすり落とします。圧縮空気か窒素を使用して、スチールウールやセプタムのくずを吹き飛ばします。

ピンセットを使用して、新しいセプタムまたは Merlin Microseal を取り付けます。受け皿の中にしっかりと押し込みます。

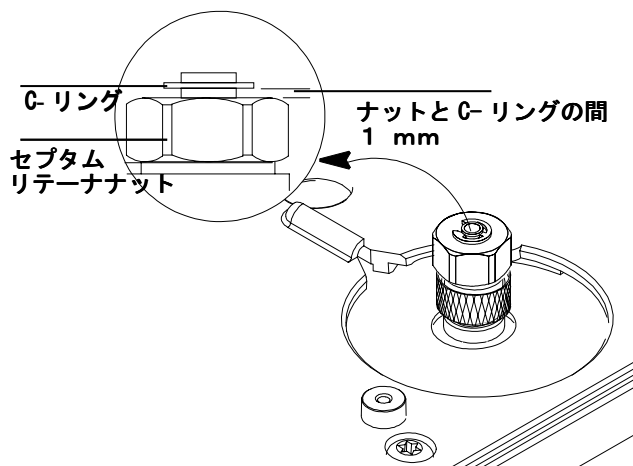
4. Merlin Microseal を取り付けの場合は、金属側が下向きになるよう（オープンに向くよう）取り付けます。

Merlin Microseal
とキャップ



標準セプタム
とキャップ

5. セプタムリテーナナットまたは、Merlin キャップを取り付けます。
 - ・ 標準のセプタムリテーナナットを取り付ける場合は、C リングがナットの上に 約 1 mm 浮き上がるまでナットを締めます。締め過ぎないように注意します。
 - ・ Merlin キャップを使用する場合は、ナットが止まるまで（緩くないように）手で締めます。



ナットは締め過ぎないで
ください！
セプタムを締めすぎると
圧力に関するエラーや
注入口にセプタムのくずが
たまる原因となります。

6. 通常の操作条件に戻します。

手順：O-リングの交換

O-リングは、摩耗すると注入口の漏れの原因となるので、定期的に交換する必要があります。O-リングが漏れを起こしているかどうかを判断するには、[「手順：漏れテスト \(EPC パックドカラム注入口\)」](#)の手順に従って漏れテストを実施します。

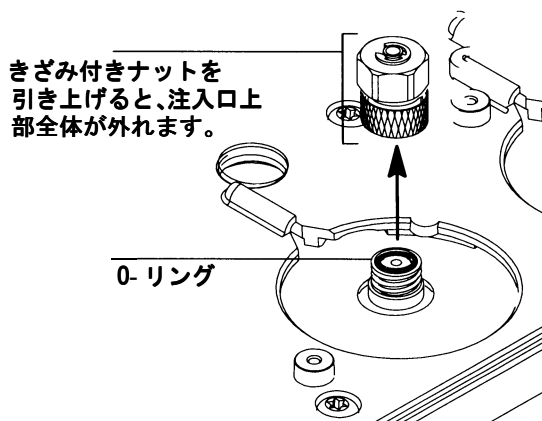
O-リングには、弾性をもたせるための可塑剤が含まれています。O-リングは注入口の上部と注入口ベースをシールしています。ただし、高温では可塑剤が焼け固まるため、O-リングが硬化しシールとしての効果がなくなります。注入口を高温で使用する場合は、O-リングを頻繁に交換する必要があります。

警告

オープンや注入口は高温のため、触れるとやけどのおそれがあるので注意してください。注入口が熱い場合は、やけどしないように手袋を着用してください。

用意するもの：

- ・ 手袋（注入口が高温の場合）
 - ・ 新しい Viton O-リング (Agilent 部品番号 5080-8898)
 - ・ セプタムナットレンチ (Agilent 部品番号 19251-00100)
 - ・ ピンセット（必要な場合）
1. あらかじめ次の手順を行っておきます。
 - ・ 入力したパラメータを残しておきたい場合は、メソッドとして保存します。
 - ・ オープン温度を室温まで下げてから、オープン を OFF にします。
 - ・ 検出器を OFF にします。
 - ・ 注入口温度を室温まで下げます。
 - ・ 注入口圧力を OFF にします。
 2. 注入口が高温の場合は、セプタムナットレンチを使用します。きざみ付きナットを完全にゆるめます。ナットを上を持ち上げて注入口の上部から取り外します。
古いO-リングが見えます。O-リングを取り外してください。ピンセットを使用すれば簡単につかむことができます。ピンセットを使って、新しいO-リングを差し込みます。



3. 注入口上部を元に戻し、きざみ付きナットをいっぱいまで締め付けます。
GC を通常の使用状態に戻します。

手順：漏れテスト（ガス配管システム）

ガス配管システムに漏れがあると、クロマトグラフィーの結果に重大な影響を及ぼします。以下の手順では（注入口マニホールドを含まない）配管システムまでをチェックします。システムのこの部分で漏れが無いことが判明したら、次の手順として、注入口と注入口マニホールドをチェックします。

液体の漏れ検出液の使用は、特に清浄さが重要な部分では使用しないで下さい。

それでも漏れ検出液を使用する場合は、使用後液をすぐに洗い流して石鹼膜を取り去ってください。

警告

漏れ検出液を使用する際は、感電のおそれがあるので、GC を OFF にして主電源コードを抜いてください。漏れた液体が、検出器ヒータの導線などの電気配線にこぼれないように注意してください。

用意するもの：

- ・ 電子式リークデテクタまたは液体の漏れ検出液。液体の漏れ検出液を使用する場合は、テスト終了後ただちに付着している液体を拭き取ってください。
- ・ 7/16 インチレンチ、2 本

1. 漏れ検出器を使用して、各接続部に漏れないかを確認めます。
2. 漏れがあれば、接続を締め直して漏れを止めます。もう一度接続の漏れをテストします、すべての接続で漏れが無くなるまでこれを繰り返します。

手順：漏れテスト（EPC パッキドカラム注入口）

以下の手順により、注入口に漏れがあるかどうか判断できます。O-リングは、温度が室温まで低下すると漏れを起こすことがあるので、注入口の漏れテストは通常の使用温度で行うようにしてください。

必要な器材：

- ・ 手袋（注入口が高温の場合）
- ・ セプタムナットレンチ（Agilent 部品番号 19251-00100）

- ・ 1/8 インチ SWAGelok キャップ (Agilent 部品番号 5180-4120)

キャピラリカラムを使用する場合：

- ・ 穴無しフェラル
- ・ 7/16 インチレンチ

パックドカラムを使用する場合：

- ・ 穴無し Vespel プラグ
- ・ 9/16 インチレンチ

1. あらかじめ次の手順を行っておきます。
 - ・ 入力したパラメータを残しておきたい場合は、メソッドとして保存します。
 - ・ オープン温度を室温まで下げてから、オープンを OFF にします。オープンが冷めたら、注入口圧力を OFF にします。
 - ・ カラムが取り付けられている場合、カラムを取り外しカラムフィッティングにキャップを取り付けます。キャピラリカラムを使用する場合は、カラムナットに穴無しフェラルを取り付け栓をします。パックドカラムを使用する場合は、Vespel プラグを使います。
 - ・ 古いセプタムを外して、新しいセプタムに取り換えます。詳細については、[「手順：セプタムの交換」](#)を参照してください。
 - ・ O-リングを点検し、硬化してもろくなっていたり、ひびが入っていたら交換します。詳細については、[332 ページの「手順：O-リングの交換」](#)を参照してください。
 - ・ ガス供給圧力が 35psi 以上であることを確認します。
 - ・ セプタムパージフィッティングに 1/8 インチ SWAGelok キャップを取り付けてふさぎます。
 - ・ キャピラリカラムを定義する場合、注入口を圧力コントロールモードにします。[Column 1] または [Column 2] を押し、任意の内径（320 など）と、長さに 0 を入力し、[enter] を押します。

2. [Front Inlet] または [Back Inlet] を押し、コントロールテーブルを開きます。

FRONT INLET (pp)		
Temp	150	150 <
Pressure	0.0	Off
Total flow		0.0

3. 注入口を通常の実作温度に設定します。
4. 注入口圧力を 25 psi にセットします。圧力と流量が平衡に達するまで 2 ～ 3 分間待ちます。平衡に達すると、圧力はわずかに設定値を超えることがあります。圧力が設定値に到達しない場合は、配管に大きな漏れがあるか、ガス供給圧力が低すぎる可能性があります。
5. 注入口の圧力を Off にします。カラム接続部をキャップしているため、圧力はほぼ一定に保たれます。

圧力の変化を 10 分間モニタします。0.3 psi 以下 (約 0.03 psi/分) の圧力降下であれば問題はありません。圧力降下が 0.7 psi (0.07 psi/分) を超える場合は、[338 ページの「手順：漏れの修正」](#)を参照してください。

手順：漏れテスト（マニュアルパックドカラム注入口）

以下の手順により、注入口に漏れがあるかどうか判断できます。漏れテストは通常の注入口の操作温度で実施することをお勧めします。室温に冷却すると O-リングから漏れが生じる可能性があります。

用意するもの：

- ・ 手袋（注入口が高温の場合）
- ・ セプタムナットレンチ (Agilent 部品番号 19251-00100)
- ・ 1/8 インチ SWAGelok キャップ (Agilent 部品番号 5180-4120)

キャピラリカラムを使用する場合

- ・ 穴無しフェラル
- ・ 7/16 インチレンチ

パックドカラムを使用する場合

- ・ ソリッド Vespel プラグ
- ・ 9/16 インチレンチ

1. あらかじめ次の手順を行っておきます。
 - ・ 入力したパラメータを残しておきたい場合は、メソッドとして保存します。
 - ・ オープン温度を室温まで下げてから、オープン を OFF にします。オープンが冷めたら、注入口圧力を OFF にします。
 - ・ カラムが取り付けられていれば、カラムを取り外し、カラムフィッティングにキャップを取り付けます。キャピラリカラムを使用する場合は、カラムナットに穴無しフェラルを挿入してから、ナットを金具に取り付けます。パックドカラムを使用する場合は、Vespel プラグを金具に取り付けます。
 - ・ 古いセプタムを外して、新しいセプタムに取り換えます。詳細については、[「手順：セプタムの交換」](#)を参照してください。

- ・ O リングを点検し、硬化してもろくなっていたり、ひびが入っていたら交換します。詳細については、[332 ページの「手順：O-リングの交換」](#)を参照してください。
 - ・ ガス供給源の圧力が 30 psi 以上であることを確認します。
2. 注入口を通常の操作温度に設定します。
 3. セプタムパージメントを 1/8 インチ SWAGelok キャップでふさぎます。
 4. 注入口へのガス供給を On にして、供給圧力を 30 psi に調整します。マスフローコントローラを時計方向へいっぱいにして、全開にします。平衡状態になるまで 2 分ほど待ちます。平衡に達するまで、2 分間待ちます。
 5. マスフローコントローラを、時計方向へいっぱいにして、注入口へのガス供給を OFF にします。締め過ぎるとバルブシートを損傷するおそれがありますので、締め過ぎに注意してください。
 6. 注入口へのガス供給を Off にします。圧力の変化を 10 分間モニタします。ここで、GC のストップウォッチ機能を使用できます。0.7 psi 以下（約 0.07 psi/分）の圧力降下であれば許容範囲内です。
圧力の降下が 0.7 psi (0.07 psi/分) 以下であれば、注入口システムは漏れが無いと判断して良いでしょう。
圧力降下が 0.7 psi (0.07 psi/分) を超える場合は、[「手順：漏れの修正」](#)を参照してください。

手順：漏れの修正

用意するもの：

- ・ ガスの種類に合ったリークディテクタ
 - ・ 注入口接続部を増し締めするための工具（漏れが検出された場合）
1. リークディテクタを使用して、注入口で漏れの可能性がある全ての箇所をチェックします。漏れの可能性がある箇所は：
 - ・ セプタムとセプタムナット
 - ・ 1/4 インチフェラル（ライナ使用時）
 - ・ O-リング

- ・ キャップを取り付けたパージベント
- ・ 栓をしたカラム接続部
- ・ きざみ付きナット
- ・ 注入口に接続されているガス配管付近

ライナを使用しない場合は、必ず 1/4 インチ SWAGelok キャップ、または類似の器具でカラムをふさぎます。

2. 必要に応じてゆるんでいる箇所をレンチで締め、漏れを止めます。漏れテストを再度行います。

圧力降下が 0.03psi/min 以下になれば、注入口に漏れがないと判断することができます。

圧力降下速度が許容範囲を超える場合は、漏れ箇所の点検を継続して、圧力テストを繰り返します。取り付け金具のすべてが漏れていないようなのに、それでも注入口の圧力降下が著しい場合は、注入口マニホールドを交換したほうがよいと考えられます。ご担当のサービスエンジニアにご連絡ください。

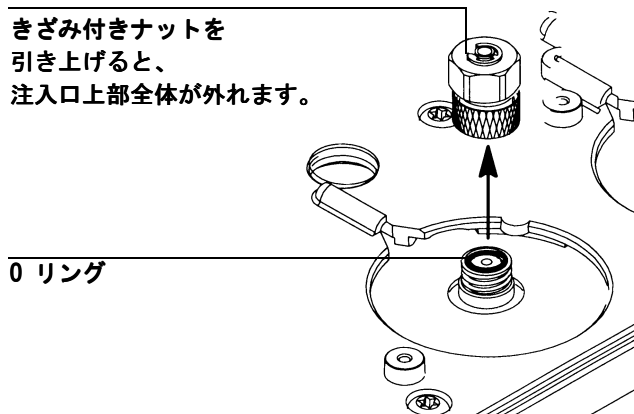
手順：注入口のクリーニング

注入口をここで示す手順に従って頻繁にクリーニングする必要はありません。しかし、注入したサンプルによる付着物がパージパックド注入口の内側に溜まることがあります。注入口をクリーニングする前に、汚れたカラムライナとインサートをきれいなものに交換してください。詳細については、[「手順：ライナの取り付け」](#)および[「手順：ガラスインサートの取り付け」](#)を参照してください。交換しても問題が解消されない場合は、注入口のクリーニングを実施してください。

用意するもの：

- ・ クリーニングブラシ … FID クリーニングキット（部品番号 9301-0985）から適切なブラシを選びます。
 - ・ 注入口内の付着物を除去するのに適した溶媒
 - ・ 圧縮、ろ過フィルタ処理した乾燥空気または窒素
1. あらかじめ次の手順を行っておきます。
 - ・ 入力したパラメータを残しておきたい場合は、メソッドとして保存します。

- ・ 高温部分の温度を下げます。
 - ・ 初期ガス供給量を調節して、注入口への流量をすべて0にします。
 - ・ GC を OFF にして、プラグを抜きます。
 - ・ セプタムが摩耗していたり、汚れている場合は交換します。詳細については、[「手順：セプタムの交換」](#)を参照してください。
 - ・ カラム、カラムライナ、インサートを外します。詳細については、[「カラムとトラップ」](#)を参照してください。
2. きざみ付きナットをゆるめてから引き上げます。O-リングを点検して、硬化してもろくなっていたり、ひびが入っていたら交換します。詳細については、[「手順：O-リングの交換」](#)を参照してください。



3. 適切な照明器具を使用してオーブンの内側から注入口内部を照らし、付着物が溜まっていないかを上から見て確かめます。
4. 注入口にブラシを差し込み、注入口の内壁を力強くこすって、すべての付着物を取り除きます。溶媒でブラシを湿らせる必要があるかもしれませんが、圧縮空気または圧縮窒素を使用して注入口を乾かし、付着している汚れを取り除きます。
5. 注入口上部を元に戻し、きざみ付きナットを締めます。カラムを元に戻します（この手順については[「手順：ガラスパックドカラムの取り付け」](#)を参照してください）。
6. GC の標準運転状態に戻してください。

16 クールオンカラム注入口

クールオンカラム注入口の使用

ハードウェア

セプタムナット使用時の自動注入または
マニュアル注入

セプタムナット

セプタム

冷却タワーとダックビルセプタム使用時
のマニュアル注入

手順：セプタムナットまたは冷却タワー
とセプタムの交換

手順：インサートの取り付け

手順：ニードルとカラムのサイズ確認

手順：セプタムナット使用時のマニユ
アル注入

手順：冷却タワー使用時のマニユアル注
入

リテンションギャップ

注入口温度

CryoBlast (オプション)

トラックオープンモード

温度プログラミングモード

低温冷却操作時の注意事項

設定値の範囲

手順：温度のプログラミング

手順：クールオンカラム注入口の操作

クールオンカラム注入口のメンテナンス

クールオンカラム注入口のハードウェア
に関する問題

注入口の温度がなかなか下がらない

注入口温度が設定値に達しない

注入時にシリンジニードルが折れ曲が
る

手順：ヒューズドシリカシリンジニード
ルの交換

手順：ヒューズドシリカニードルの取り
付け

セプタムの交換

手順：セプタムの交換

手順：注入口のクリーニング

手順：ガス配管部の漏れテスト

手順：クールオンカラム注入口の漏れテ
スト

手順：漏れの修正

クールオンカラム注入口

クールオンカラム注入口の使用

この注入口は、液体サンプルをキャピラリカラムに直接注入します。そのため、注入時に注入口とオープン両方が溶媒の沸点以下の温度でなければなりません。サンプルが注入口内でただちに気化することがないため、サンプルのディスクリミネーションや変質が最小限に抑えられます。クールオンカラム注入を適切に実行すれば、精度の高い分析結果を得ることができます。

クールオンカラム注入口は、トラックオープンモードで操作できます。このモードでは、注入口温度はカラムオープンの温度に追従します。また、最大3段までの温度プログラムを実行できます。低温冷却オプションにより、液体CO₂または液体N₂を使用して室温以下の温度にできます。

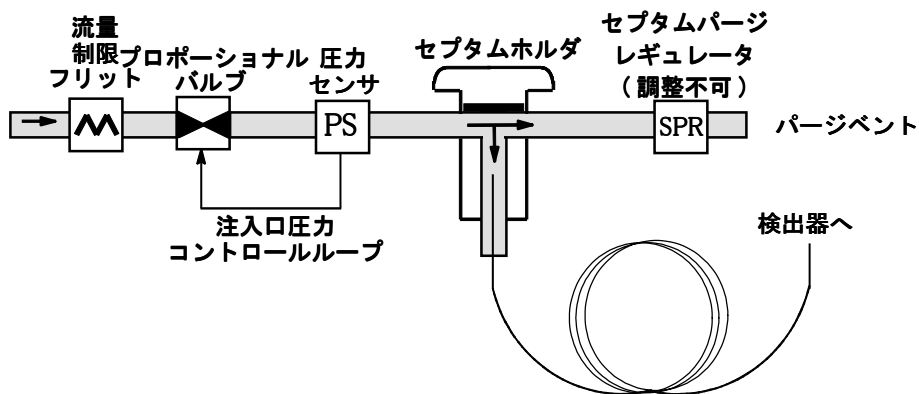


図 52 EPC 仕様のクールオンカラムキャピラリ注入口

ハードウェア

クールオンカラム注入口はサンプルを直接カラムに注入するため、必要なハードウェアのほとんどが、使用するカラムの内径によって決まります。また、注入法（手動または自動）も考慮に入れる必要があります。[表 39](#)は、ハードウェア選択のチェックリストです。部品の取り付け／交換とサンプルの注入についての参照箇所も記載しています。

250 μm や 320 μm のカラムに、7673 または 7683 ALS を使って自動注入する場合は、使用するオートサンプラをオンカラム用に調整しなければなりません。下記の表 39 にリストされたマニュアルを参照ください。

表 39. ハードウェアと部品の取り付け / 交換手順のチェックリスト

自動注入	マニュアル注入 (セプタムナット使用)	マニュアル注入 (冷却タワー使用)
ハードウェア		
部品番号は表 40 を参照	部品番号は表 40 を参照	部品番号は表 41 を参照
<input type="checkbox"/> セプタムナット <input type="checkbox"/> インサート <input type="checkbox"/> ステンレス製ニードル	<input type="checkbox"/> セプタムナット <input type="checkbox"/> ソリッドセプタム <input type="checkbox"/> インサート <input type="checkbox"/> ステンレス製ニードル	<input type="checkbox"/> 冷却タワー <input type="checkbox"/> ダックビルセプタム <input type="checkbox"/> インサート <input type="checkbox"/> ヒューズドシリカニードル (カラム \geq 200 μm) または <input type="checkbox"/> ステンレス製ニードル (カラム \geq 250 μm)
手順の参照箇所		
<input type="checkbox"/> インサートの取り付け (348 ページ) <input type="checkbox"/> セプタムナットまたは冷却タワーアセンブリの交換 (347 ページ) <input type="checkbox"/> ニードルとカラムのサイズ確認 (349 ページ) <input type="checkbox"/> 『Automatic Sampler Operating Manual』 (部品番号 G1513-90100) <input type="checkbox"/> 『7683 Automatic Liquid Sampler Operation Guide』 (部品番号 G2612-90110) <input type="checkbox"/> 『7683 Automatic Liquid Sampler Operation Guide』 (部品番号 G2612-90110)	<input type="checkbox"/> インサートの取り付け (348 ページ) <input type="checkbox"/> セプタムナットまたは冷却タワーアセンブリの交換 (347 ページ) <input type="checkbox"/> セプタムナットとステンレス製ニードル使用時のマニュアル注入法 (350 ページ上)	<input type="checkbox"/> インサートの取り付け (348 ページ) <input type="checkbox"/> セプタムナットまたは冷却タワーアセンブリの交換 (347 ページ) <input type="checkbox"/> 冷却タワー使用時のマニュアル注入法 (351 ページ下)、ヒューズドシリカシリンジニードルの交換 (359 ページ)

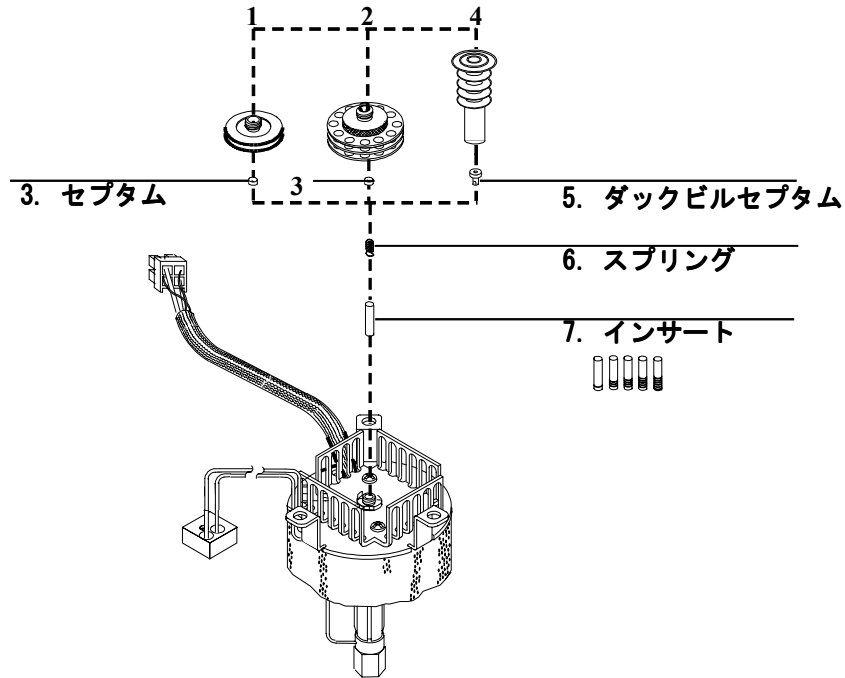


図 53 **クールオンカラム注入口のハードウェア**
セプタムナットとセプタム、マニュアル注入または自動注入用

1. セプタムナット（部品番号 19245-80521）、50 μm または 320 μm カラム用。必要なニードルサポートアセンブリについては、サンプルマニュアル参照。
2. セプタムナット（部品番号 G1545-80520）、530 μm カラム用
3. セプタム

冷却タワーとダックビルセプタム、マニュアル注入用

4. 冷却タワーアセンブリ（部品番号 19320-80625）
5. ダックビルセプタム（部品番号 19245-40050）200 μm かそれより太いカラム用

すべてのアプリケーション用：

6. スプリング。インサートの位置を固定します。

7. インサート。ニードルをカラム内にスムーズに誘導します。カラムをニードルの組み合わせにより選択します。[表 40](#) と [表 41](#) を参照。

セプタムナット使用時の自動注入またはマニュアル注入

使用するカラムの内径に応じて、ニードル、セプタムナット、およびインサートを選択します。[表 40](#) を参考にして、注入に使用するハードウェアを選択します。ダックビルセプタムを使用してマニュアル注入を行う場合は、[表 41](#) を参照してください。

セプタムナット



19245-80521



G1545-80520

表 40. ステンレス製ニードルを使用した自動注入またはマニュアル注入

カラムタイプと 内径	ニードル 部品番号 *	セプタムナット 部品番号	インサート 部品番号
ヒューズドシリカ			
530 μ m id	5182-0832**	G1545-80520	19245-20580 (線なし)
320 mm id	5182-0831	19245-80521	19245-20525 (5 本線)
250 mm id	5182-0833	19245-80521	19245-20515 (6 本線)
200 mm id	冷却タワーとダックビルセプタム を使用		19245-20510 (1 本線)
アルミニウム被覆			
530 μ m id	5182-0832	G1545-80520	19245-20780 (4 本線)
ガラスキャピラリー			
320 μ m id	5182-0831	19245-20670	19245-20550 (3 本線)
250 μ m id	5182-0833	19245-20670	19245-20550 (3 本線)

* ニードル交換型シリンジ (部品番号 5181-0836) をご注文ください。
マニュアル注入を行う場合は、プランジャボタン (部品番号 5181- 8866) も
ご注文ください。

** 530 μ カラムへの注入には、この他にも多くのニードルを使用できます。
詳細については、弊社の『Analytical Columns and Supplies (部品カタログ)』
を参照してください。

セプタム

マニュアル注入では穴無しセプタム (5181-1261) を、自動注入では穴あきセプタム
(5181-1260) を使用します。

冷却タワーとダックビルセプタム使用時のマニュアル注入

このタイプの手動注入を行う場合は、ヒューズドシリカまたはステンレススチール製交換ニードルを使用します。[表 41](#)を参考にして、適切なインサートとシリンジを選択してください。

表 41. マニュアル注入のハードウェア — 冷却タワーとダックビルセプタム

カラムタイプと内径	インサート (部品番号)
ヒューズドシリカ	
530 μm	19245-20580 (線なし)
320 μm	19245-20525 (5 本線)
250 μm	19245-20515 (6 本線)
200 μm	19245-20510 (1 本線)
アルミニウム被覆、530 μm	19245-20780 (4 本線)
ガラスキャピラリー	19245-20550 (3 本線)
シリンジとニードル	
ヒューズドシリカニードル用	
ヒューズドシリカニードルシリンジ	9301-0658
交換ニードル、ヒューズドシリカ、 0.18 mm (6 個入)	19091-63000
交換シリンジ用 Teflon フェラル	0100-1389
ステンレス製ニードル用	
取り外し可能なニードルシリンジ 10 mL	5182-9633
交換ニードル、0.23 mm (3 個入)	5182-9645

手順：セプタムナットまたは冷却タワーとセプタムの交換

インサートを交換する必要がある場合は、次のセクションの[「手順：インサートの取り付け」](#)も参照してください。

1. [Oven] を押して、オープン温度を 35 °C に設定します。温度が設定値に達したら、オープン を OFF にします。[Front Inlet] または [Back Inlet] を押して、注入口の温度と圧力を OFF にします。

警告

注入口は高温のため、触れるとやけどのおそれがあるので注意してください。

2. 注入口上部にあるセプタムナットまたは冷却タワーアセンブリを取り外します (図 53 参照)。冷却タワーを使用している場合は、3 つのリングをつかんでねじをゆるめます。セプタムナットを使用している場合は、きざみの部分をつかんでねじをゆるめます。
注入口ベースに小さいスプリングがあります。このスプリングがセプタムナットと一緒に外れた場合は、注入口ベースに戻します。
3. セプタムナットを使用する場合は、ピンセットやセプタムムーバーで古いセプタムを外します。ピンセットを使って新しいセプタムを取り付けます。きちんと固定するまで、セプタムをセプタムナットに押し込みます。
冷却タワーアセンブリを使用する場合は、ダックビルセプタムの「突起」の部分がコイルスプリングの内側に挿入されるように、注入口ベースに取り付けます。
4. セプタムナットまたは冷却タワーアセンブリを取り付け、しっかりと締め付けます。
5. 注入を行う前に、アセンブリ全体の位置を確認します。

手順：インサートの取り付け

1. インサートを選択します。インサートの選択方法については、表 40 または表 41 を参照してください。
2. [Oven] を押して、オープン温度を 35 °C に設定します。温度が設定値に達したら、オープン を OFF にします。[Front Inlet] または [Back Inlet] を押して、注入口の温度と圧力を OFF にします。
3. カラム、カラムナット、フェラルを取り外します。
4. 注入口上部にあるセプタムナットまたは冷却タワーアセンブリを取り外します。セプタムがセプタムナットの中に残っている場合やセプタムを

交換するとき以外は、セプタムを外さないでください。必要に応じて、既存のセプタムまたはダックビルを新しいものと交換します。詳細については、[「クールオンカラム注入口のメンテナンス」](#)を参照してください。取り外した注入口セプタムナットまたは冷却タワーアセンブリは脇に置いておきます。

5. 針金などを使用して注入口からスプリングを外し、脇に置いておきます。このスプリングは、新しいインサートを正しい位置に固定する際に使うので、紛失したり破損したりしないように注意してください。
6. 針金またはカラムの一部を使用して、既存のインサートを下からゆっくりと押し出し、注入口から取り外します。外したインサートは、次に使用するときのために保管しておきます。
7. 新しいインサートを、注入口の中に真上から落とします。
8. スプリングをインサートの上部に取り付けます。
9. セプタムナット、またはダックビルセプタムと冷却タワーアセンブリを取り付け、指で締めます。
10. カラム、ナット、フェラルを取り付けます。

手順：ニードルとカラムのサイズ確認

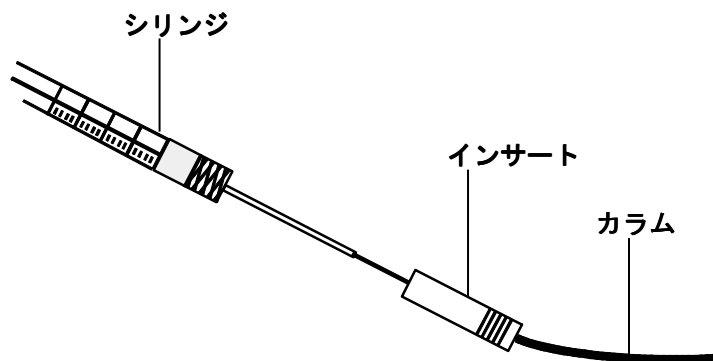
注意

この手順は、250 μ と 320 μ のカラムのみに適用されます。

インサート選択後、カラムを取り付ける前に、ニードルとカラムのサイズをチェックして、使用するニードルがカラムに対応することを確認します。内径の小さいカラムにニードルを挿入しようとする、ニードルが折れ曲がることがあります。シリンジニードルと同じサイズのインサートを使って、使用予定のカラムが正しいサイズであることを確認してください。

1. 正しいサイズのインサートを選びます。

2. 下図のように、インサートの一方の端にカラムを差し込みます。



3. インサートのもう一方の端にシリンジニードルを差し込み、更にカラムに差し込みます。ニードルがなかなかカラムの中に通らない場合は、インサートを逆にして、ニードルとカラムを反対の端に差し込んでみます。それでもニードルがカラムの中に通らない場合は、カラムの内径が不適切です。カラムをチェックしてラベルを確認し、別のカラムを試してください。

手順：セプタムナット使用時のマニュアル注入

注入を行う前に、正しいセプタムナットとセプタムが取り付けられているかを確認してください。

1. ニードルをサンプルに浸し、シリンジプランジャを上下させて、バレルとニードル内の空気を追い出します。
 2. サンプルをシリンジ内に吸引します。
 3. サンプルからニードルを引き上げ、約 $1\mu\text{L}$ の空気をシリンジに吸引します。
 4. ニードルが濡れている場合は、液を拭き取ります。
 5. ニードルをセプタムナットに真っ直ぐに差し込み、セプタムを貫通して注入口の底までいっぱい差し込みます。
 6. GC をスタートし、シリンジプランジャをできるだけすばやく押し下げて、注入口からニードルを引き抜きます。
- 上記の手順は、できるだけ速やかに実行してください。

手順：冷却タワー使用時のマニュアル注入

ヒューズドシリカまたはステンレス製交換ニードルを使用して注入を行う場合、冷却タワーアセンブリとダックビルセプタムが注入口に取り付けられていることを確認してください。初期圧力は 30psi 未満に設定してください。これより高い圧力に設定すると、ニードルが挿入しにくくなります。

1. ニードルをサンプルに浸し、シリンジプランジャを上下させて、バレルとニードル内の空気を追い出します。
2. サンプルをシリンジ内に吸引します。内径の小さなニードル内を液体が通過するのを待ちます。
3. ニードルをサンプルから引き上げ、約 1 μ L の空気をシリンジに吸引します。ニードルを溶媒で濡らしたティッシュで拭き取ります。
4. 鉛筆などを使って冷却タワーを上から押し下げ、ダックビルを開きます。

警告**冷却タワーは高温になっていることがあります。**

5. 冷却タワーを押さえて、ニードルを注入口内部にいっぱいまで挿入します。コントロールテーブル上の圧力の表示値が低下することを確認してください。

ニードルが途中で止まってしまう場合は、シリンジを回したり、冷却タワーを押さえる力を少しゆるめてください。

それでもニードルが入らない場合は、ダックビルの穴が詰まっていることがあります。ダックビルを取り外して手で穴を開け、再び取り付けてください。

6. ニードルがカラムの中に入ったら、冷却タワーを離し、ニードルを差し込んだ状態にします。ダックビルにかかる背圧によって、挿入したニードルの周りが密封されるまで 1 ~ 2 秒待ちます。
7. GC をスタートさせ、シリンジプランジャをできるだけすばやく押し下げ、注入口からニードルを引き抜きます。

リテンションギャップ

クールオンカラム注入口ではサンプルが直接カラムに注入されるので、必ずリテンションギャップ（ガードカラム）を使用して、カラムを保護してください。リテンションギャップとは、注入口と分析カラムの間に接続する不活性カラムです。リテンションギャップを使用する場合は、サンプル注入量 $1\mu\text{L}$ に対して、 1m 以上のリテンションギャップを取り付けます。リテンションギャップの注文方法については、弊社の『Analytical Columns and Supplies（部品カタログ）』を参照してください。

定義済みカラムでの操作時にリテンションギャップを使用する場合は、リテンションギャップの長さが、カラムを通過するサンプルの流量と速度の計算に影響を与えることがあります。リテンションギャップの内径とカラムの内径が同じであれば、リテンションギャップとカラムの長さを合算して、その値を Configure Column コントロールテーブルのカラム長さとして入力するのも 1 つの方法です。リテンションギャップの内径がカラムの内径より大きい場合、この手順は不要です。

注入口温度

CryoBlast（オプション）

CryoBlast は、分析を繰り返すときの冷却待ち時間を短縮します。CO₂ または N₂ 冷却バルブと cryoblast 機能を使用すれば、トラックオープンモードまたは温度プログラムモードのいずれかにより、注入口を -37°C まで冷却できます。

トラックオープンモード

Track oven モードでは、オープンプログラムの実行中、注入口温度が常にオープン温度より 3°C 高い温度に保たれます。温度は自動設定されるので、設定値を入力することはできません。CryoBlast 機能を使用する場合、注入口は -40°C までのオープン温度に追従します。CryoBlast 機能を使用しない場合、下限は室温によって決まります。

温度プログラミングモード

このモードでは、注入口コントロールテーブルに最大 3 段までの温度プログラムを入力して、注入口とオープンの温度をそれぞれ独立してプログラムできます。 -20°C 以下で分析を行う場合は、このモードをお勧めします。

このように非常に低いオープン温度で操作する場合、注入口はオープンより 20°C 以上高い温度にしてください。この温度であれば十分な溶媒フォーカシングを得ることができます。

室温より高い温度で操作する場合は、注入口温度を適切にコントロールできるように、常に注入口の温度をオープンより 3℃以上高くします。

オープン温度プログラムによって、全体の分析時間がコントロールされます。オープン温度プログラムの時間が注入口温度プログラムより長い場合、注入口はオープンプログラム（および分析）が終了するまで最終温度を保ちます。

低温冷却操作時の注意事項

低温冷却操作のオープン温度でトラックオープンモードを使用する場合は、他の注入口もすべてトラックオープンモードにするか、OFF にしておかなくてはなりません。

設定値の範囲

次の表は、注入口パラメータの設定値の範囲を示しています。

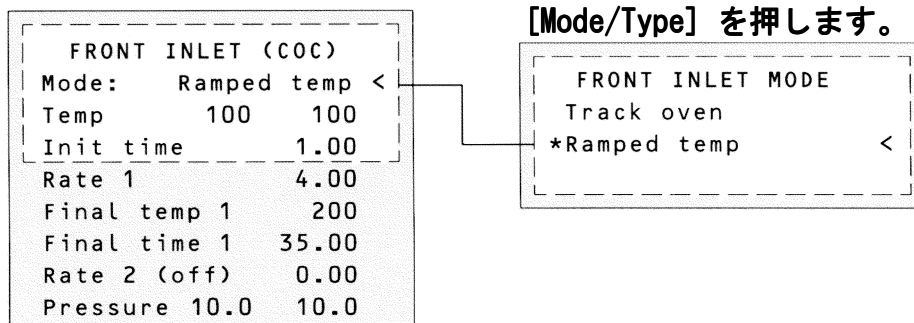
温度	設定値の範囲
トラックオープン	オープン温度より 3℃高い値（最高 450℃）。cryoblast を使用する場合、オープン温度の設定値の下限は CO ₂ で -60℃、N ₂ で -80℃ですが、注入口が維持できる温度は -40℃までです。
温度プログラム (cryoblast を使用しない 場合)	24 ~ 450℃
温度プログラム (cryoblast を使用する場 合)	-40 ~ 450℃

手順：温度のプログラミング

1. [Front Inlet] または [Back Inlet] を押します。

- [Mode/Type] を押して、Ramped temp を選択します。

温度プログラムモード



[Mode/Type] を押します。

- Temperature を入力します。これは初期温度の値です。
- Init time を入力します。これは分析を開始してから注入口が初期温度を保つ時間です。
- Rate を入力します。これは注入口が加熱または冷却される速度です。Rate に 0 を指定すると、ここでプログラミングは終了します。
- Final temp を入力します。これは第 1 段のプログラムの終了時の注入口温度です。
- Final time を入力します。これは注入口が Final temp を保つ時間（単位：分）です。
- 第 2 段（または第 3 段）のプログラムを入力して、該当する Rate 行にスクロールし、手順 5～7 を繰り返します。

手順：クールオンカラム注入口の操作

カラム、適切なインサート、およびセプタムナットまたは冷却タワーが取り付けられているかを確認します。使用するニードルがカラムの内径に合っているかを確認します。

- カラム、キャリアガス、流量プログラムまたは圧力プログラム（使用している場合）が正しく設定されていることを確認します。詳細については、[「流量と圧力のコントロール」](#)を参照してください。

圧力は、カラムテーブルと注入口テーブルのどちらからでも設定できます。定流量または流量プログラムモードでは、圧力が流量の設定値から自動的に決定されるため、流量だけを設定することをお勧めします。

トラックオープンモード

FRONT INLET (COC)			
Mode:	Track oven		
Temp	24	Off	
Pressure	10.0	10.0	

温度プログラムモード

FRONT INLET (COC)			
Mode:	Ramped temp		
Temp	100	100	
Init time	1.00		
Rate 1	4.00		
Final temp 1	200		
Final time 1	35.00		
Rate 2 (off)	0.00		
Pressure	10.0	10.0	

2. [Front Inlet] または [Back Inlet] を押します。
 - a. 温度モード (Track oven または Ramped temp) を選択します。
 - b. Ramped temp モードの場合は、温度プログラムを入力します ([353](#) ページ)。Track oven モードには設定値がありません。
3. サンプルを注入します。

クールオンカラム注入口のメンテナンス

クールオンカラム注入口のメンテナンス作業には、セプタムの交換、注入口部品のクリーニング、注入口系統の点検と漏れの修正などがあります。

クールオンカラム注入口のハードウェアは、マニュアルと自動のどちらで注入を行うか、および使用するニードルのタイプやカラムのサイズによって異なります。

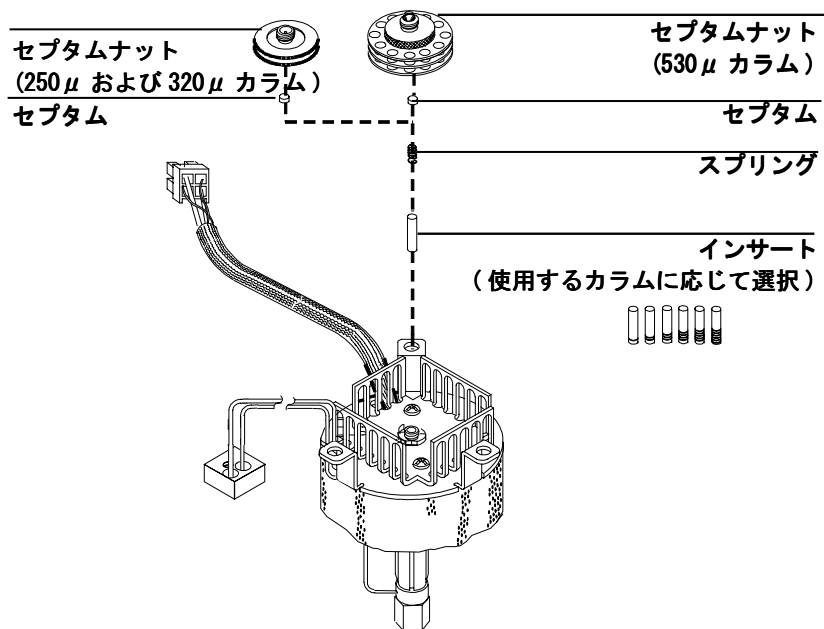


図 54 自動注入システムのクールオンカラム注入口

クールオンカラム注入口のメンテナンス

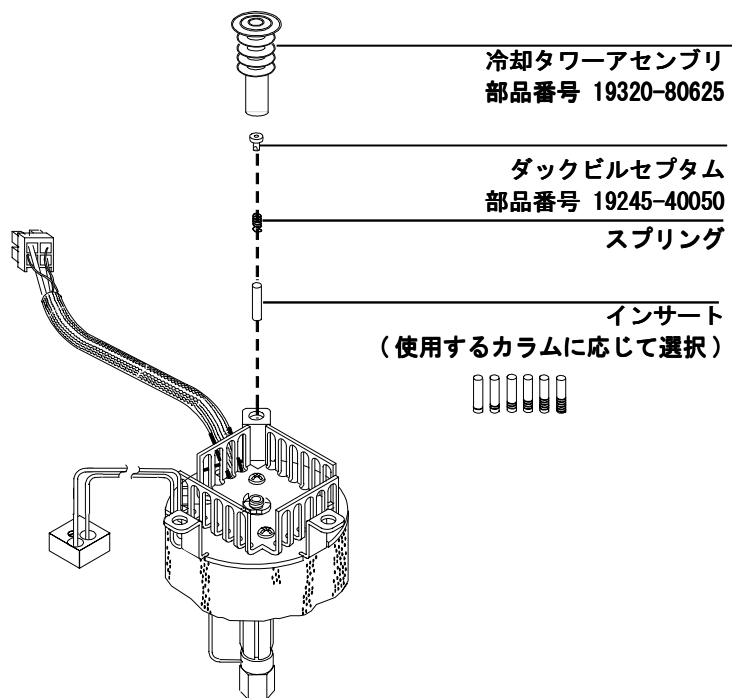


図 55 マニュアル注入システムのクールオンカラム注入口

クールオンカラム注入口のハードウェアに関する問題

注入口の温度がなかなか下がらない

- ・ 注入口ファンが作動していないか、注入口から外れています。ファンが作動しているかどうかを確認してください。作動していない場合は、弊社のサービス担当者にご連絡ください。

注入口温度が設定値に達しない

- ・ 温度の安定時間を確認します。安定時間が短すぎる場合は、注入口温度が変動することがあります。安定時間を長く設定してください。
- ・ 低温冷却機能が OFF になっているかを確認します。低温冷却機能を使用せずに ON にしていると、注入口とオープン部の温度が設定値に達しないことがあります。これは、設定値が室温に近い場合によく起こります。低温冷却機能を OFF にしても注入口の温度が設定値に達しない場合は、弊社のサービス担当者にご連絡ください。

注入時にシリンジニードルが折れ曲がる

- ・ 注入前に、ニードルが破損していた可能性があります。各シリンジについて、ニードルが真っ直ぐかどうかを確認してから注入を行ってください。
- ・ ニードルのサポートアセンブリが正しく取り付けられているかを確認します。
- ・ 適切なインサートが取り付けられているか、また正しく取り付けられているかを確認します。
- ・ 注入口のセプタムとセプタムナットの位置を確認します。
- ・ 注入口のセプタムホールがふさがっている可能性があります。セプタムを交換してください。

GC 自動液体サンプラ (GC ALS) を使用している場合

詳細については、GC ALS のマニュアルを参照してください。

- ・ サンプラバイアルのキャップが締めすぎの可能性がります。

- ・ ニードルガイドが摩耗していたり、破損していないかを確認します。必要に応じてニードルガイドを交換します。
- ・ 注入口とオートサンプラの位置を確認します。

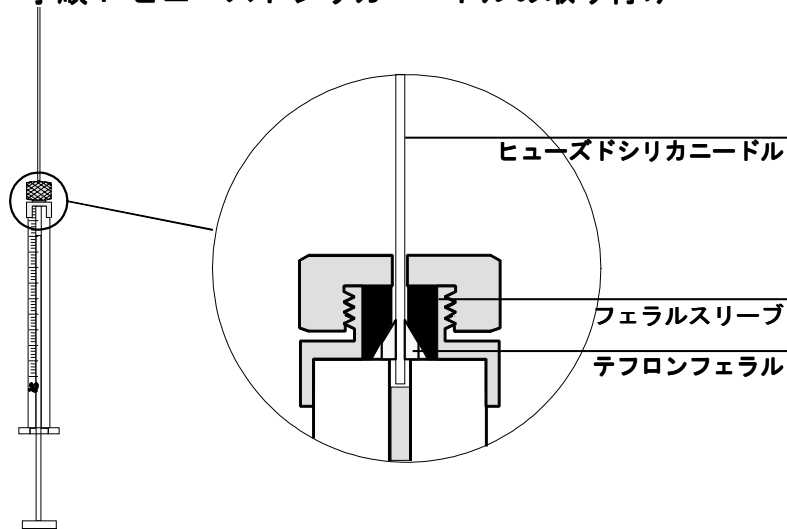
手順：ヒューズドシリカシリンジニードルの交換

1. シリンジを垂直に支えて、シリンジバレルの内側に見えるまで、ヒューズドシリカニードルを差し込みます。ヒューズドシリカニードルをシリンジバレルの中に差し込めない場合は、テフロンフェラル（部品番号 0100-1389）が詰まっていることがあります。この場合はフェラルを交換する必要があります。プランジャを底まで押し下げます。これでニードルはプランジャの端と同一面に揃います。
2. ニードルを差し込んだら、リテーナナットを指で固く締めます。ニードルをゆるく引っ張って、テフロンフェラルがニードルを密閉しているかを確認します。必要に応じて、リテーナナットを更に締め付けます。
3. リテーナナットをゆるめて、ニードルが再び自由に動くようにします。シリンジプランジャをゆっくり押して、ニードルをバレルの端まで押し込みます。次にリテーナナットを指で固く締め付けます。
4. 溶媒を吸引してシリンジを洗浄し、漏れたり詰まったりしていないかを確認します。
5. 漏れがある（気泡が除去されない）場合は、リテーナナットを更に締めてみます。詰まっている（または大きな漏れがある）場合、この手順をもう一度最初から繰り返す必要があります。

テフロンフェラルは、劣化すると密封性を失います。この場合は、まずリテーナナットを締めなおします。それでもシールが漏れを起こす場合は、新しいテフロンフェラルとニードルを取り付けます。

シリンジを使用しないときは、リテーナナットをゆるめておいてください。これによって、漏れの発生時期を延ばすことができます。

手順：ヒューズドシリカニードルの取り付け



ヒューズドシリカカラムの材料から直接交換ニードルを切って使用する場合は、次の手順に従います。

1. ニードルを作るのに使用するカラム材料の外径が、オンカラム注入口の内径 (0.23mm) と、取り付けるカラムの内径の両方よりも小さくなくてはなりません。
2. カラム材料は、洗浄して活性固定相を除去します。
3. カラム材料の先端から約 1/4 インチのところにしるしを付けます。先端部分を切り捨てます。更に 115 ± 5mm の長さのところにしるしを付けて切断し、それをシリンジニードルとして使用します。

セプタムの交換

セプタムが漏れを起こすと、保持時間の遅れやずれ、レスポンスの低下、カラムヘッドの圧力損失が発生するといった現象が見られます。更に、検出器シグナルのノイズも増大します。

セプタムの使用寿命は、注入の頻度とニードルの品質によって左右されます。ニードルにバリ、縁のとがり、表面の凹凸などがあつたり、先端が鋭くないニードルを使用すると、セプタムの使用寿命が短くなります。装置を連続的に使用する場合は、セプタムを毎日交換することをお勧めします。

使用するセプタムの選択は、クロマトグラフィーによって異なります。セプタムのご注文は弊社で直接承っております。注文の詳細については、『Consumables and Accessories Catalog（消耗品とアクセサリのカタログ）』を参照してください。

注意

セプタムの交換手順は、使用するクールオンカラム注入口に、冷却タワーアセンブリとセプタムナットのどちらが付いているかによって異なります。必ず、使用する注入口に合った正しい手順を行ってください。

表 42. クールオンカラム注入口で推奨されるセプタム

説明	部品番号
赤セプタム、マニュアルおよび自動注入用 (50 個入)	5181-1261
ダックビルセプタム、マニュアル注入のみ (25 個入)	5181-1260
高温対応 赤セプタム、(50 個入)	5182-0745
ダックビルセプタムはマニュアル注入のみ使用可能です。(必ずダックビル付き冷却タワーを使用) (10 個入)	19245-40050

警告

オープンや注入口は高温のため、触れるとやけどのおそれがあるので注意してください。

注意

セプタムの交換中は、カラムフローが中断されます。高温状態でキャリア流量が0になるとカラムが破損するおそれがあるので、オープンを室温に戻してからセプタムを交換してください。

手順：セプタムの交換**用意するもの：**

- ・ 新しいセプタム（部品番号については[表 42](#) 参照）
 - ・ ピンセット
 - ・ 細い針金（直径 0.2 インチ）。セプタムを注入口から外すのに使用。
1. あらかじめ次の手順を行っておきます。
 - ・ 入力したパラメータを残しておきたい場合は、メソッドとして保存します。
 - ・ オープン温度を室温まで下げてから、オープン を OFF にします。
 - ・ 注入口温度を室温まで下げてから、注入口を OFF にします。

分析と注入の方法に応じて、次に示すセプタムナットと冷却タワーアセンブリのどれかが注入口に取り付けられています。

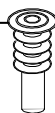
250 ~ 320 μ カラムへの注入用
セプタムナット



530 μ カラムへの注入用
セプタムナット

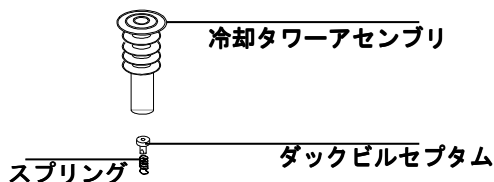


冷却タワーアセンブリ
(マニュアル注入のみ)



2. 冷却タワーアセンブリが取り付けられている場合
アセンブリを左回りに回して、取り外します。冷却タワー下のスプリングの内側にダックビルセプタムがあります。冷却タワーを取り外す際に、スプリングとセプタムが注入口から飛び出すことがあるので、なくさな

いように注意してください。スプリングとセプタムが飛び出さなかった場合は、細い針金を使って注入口から取り出します。



ダックビルセプタムをスプリングに挿入し、注入口に取り付けます。冷却タワーアセンブリを取り付け、指で締めめます。

3. セプタムナットが取り付けられている場合
きざみ部分を左回りに回して、セプタムナットを取り外します。セプタムナットにはセプタムが付いているはずですが、セプタムナットを外す際にスプリングが飛び出すことがあるので、なくさないように注意してください。セプタムがセプタムナットに付いていない場合は、ピンセットを使ってセプタムを取り外してください。



スプリングが注入口内にあることを確認します。ピンセットを使って、新しいセプタムをセプタムナットの下部に取り付けてから、セプタムナットを注入口に取り付けます。ナットをしっかりと締め付けます。

4. GC を通常の使用状態に戻します。

手順：注入口のクリーニング

多くの実験室では、ちりやほこりが冷却タワーやセプタムナットの上に溜まったり、注入口やシリンジニードルに取り付けたカラムに入り込んだりします。注入口内に粒子状のものがあると、シリンジニードルの通過性が悪くなります。カラム内部が汚れると、クロマトグラフィーにも影響を及ぼします。

次の手順に従って、ニードルガイド、スプリング、インサートの掃除を行ってください。

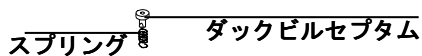
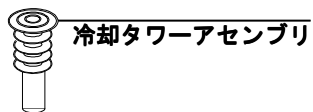
警告

オープンや注入口は高温のため、触れるとやけどのおそれがあるので注意してください。

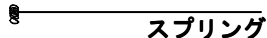
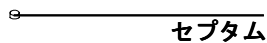
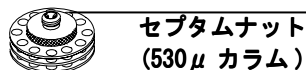
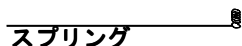
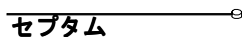
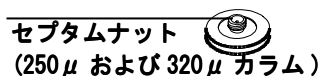
用意するもの

- ・ 9/16 インチレンチ
 - ・ 細い針金（直径 0.02 インチ）またはキャピラリカラム（直径 250 μ ）。スプリングとインサートを外すのに使用。
 - ・ 小型の超音波洗浄器および水性洗浄剤
 - ・ 蒸留水
 - ・ メタノール
 - ・ 圧縮およびフィルタ処理した乾燥空気または窒素
1. あらかじめ次の手順を行っておきます。
 - ・ 入力したパラメータを残しておきたい場合は、メソッドとして保存します。
 - ・ オープンと注入口の温度を下げます。
 - ・ 初期ガス供給量を調節して、注入口への流量をすべて 0 にします。
 - ・ GC を OFF にして、プラグを抜きます。
 - ・ カラムを外します。詳細については、[「手順：スプリット / スプリットレス注入口へのキャピラリカラムの取り付け」](#)を参照してください。
 2. 冷却タワーアセンブリが取り付けられている場合
アセンブリを左回りに回して、取り外します。冷却タワー下のスプリングの内側にダックビルセプタムがあります。冷却タワーを取り外す際に、スプリングとセプタムが注入口から飛び出すことがあるので、なくさな

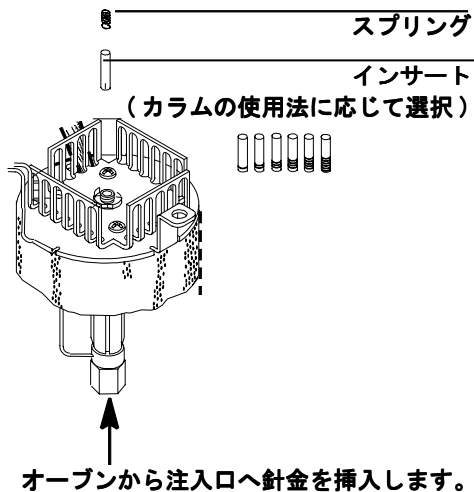
いように注意してください。スプリングとセプタムが出なかった場合は、
細い針金を使って注入口から取り出します。



3. セプタムナットが取り付けられている場合
きざみ部分を左回りに回して、セプタムナットを取り外します。セプタムナットにはセプタムが付いているはずですが、セプタムナットを外す際にスプリングが飛び出すことがあるので、なくさないように注意してください。



4. 細い針金（またはキャピラリカラム）をオープンから注入口内部へ挿入し、（インサートとスプリングがまだ外されていない場合は）インサートとスプリングを注入口上部から押し出します。



5. クリーニングの作業手順：
- a. 超音波洗浄器の洗浄槽に水性洗浄剤を注ぎ、スプリングとインサートをその中に浸します。超音波処理を1分間行います。
 - b. 水性洗浄剤を排出して、次に蒸留水を洗浄槽に注ぎます。超音波処理を1分間行います。
 - c. スプリングとインサートを洗浄槽から取り出し、水とメタノールでよくすすぎます。
 - d. 圧縮空気または圧縮窒素を吹き付けて、スプリングとインサートを乾かします。
6. インサートを取り付けます。セプタムナットを使用している場合は、スプリングを上にしてスプリングとインサートを挿入します。
7. セプタムナットの下に新しいセプタムを取り付けます。冷却タワーアセンブリを使用している場合は、新しいダックビルセプタムをスプリングに挿入してから、注入口に取り付けます。

- セプタムナットまたは冷却タワーを取り付け、指で締めます。カラムを取り付けて、通常の使用状態に戻します。

手順：ガス配管部の漏れテスト

ガス配管部に漏れがあると、クロマトグラフの結果に大きな影響を及ぼします。次の手順では、注入口フローマニホールドに到達するまでの流路システムをチェックします。流路システムのこの部分に漏れがないと判明した場合は、その次に示す手順によって、注入口と注入口マニホールドを点検してください。

液体漏れ検出器の使用は、特に清潔さが必要な部分ではお勧めできません。

それでも漏れ検出液を使用する場合は、終了後ただちに液体を洗い落として石鹼膜を除去してください。

警告

漏れ検出液を使用する際は、感電のおそれがありますので、GC を OFF にして主電源コードを抜いておきます。漏れた液体が、検出器ヒータの導線などの電気配線にこぼれないように注意してください。

用意するもの

- 使用するガスタイプを検出できる電子式リークディテクタまたは液体の漏れ検出液。漏れ検出液を使用する場合は、テスト終了後ただちに余分な液体を拭き取ってください。
 - 7/16 インチレンチ
- リークディテクタを使用して、各接続部に漏れがないかを確認めます。
 - 漏れのある接続部を増し締めして、再度チェックします。すべての接続部で漏れがなくなるまで、これを繰り返します。
 - セプタムパージベントに 1/8 インチ SWAGELOK キャップを取り付けてふさぎます。

手順：クールオンカラム注入口の漏れテスト

注入口には、漏れやすい箇所が多数あります。この手順を行えば、許容範囲を超える漏れが注入口で発生していないかをだいたい判断することができます。

注入口が漏れを起こしている場合は、電子式リークディテクタを使用して、漏れている部品を特定します。

用意するもの：

- 穴無しフェラル

- ・ 1/4 インチレンチ
 - ・ 手袋（注入口が高温の場合）
1. あらかじめ次の手順を行っておきます。
 - ・ 入力したパラメータを残しておきたい場合は、メソッドとして保存します。
 - ・ オープン温度を室温まで下げてから、オープン を OFF にします。
 - ・ オープンが冷めたら、注入口圧力を OFF にします。
 - ・ カラムが取り付けられている場合は外して、穴無しフェラルを取り付けたカラムナットを使ってカラム取り付け金具をふさぎます。
 - ・ 古いセプタムを外して、新しいセプタムに取り換えます。詳細については [362](#) ページを参照してください。
 - ・ ガス供給源の圧力が 35 psi 以上であることを確認してください。
 2. セプタムパージベントに 1/8 インチ SWAGELOK キャップを取り付けてふさぎます。
 3. [Oven] を押します。オープンを通常の使用温度に設定します。
 4. [Front Inlet] または [Back Inlet] を押します。
注入口を通常の使用温度に設定します。
圧力を 25psi に設定します。通常の使用圧力がこれより大きい場合は、その値を入力します。必ず、ガス供給圧力が注入口圧力よりも 10psi 以上大きくなるように設定してください。圧力が設定値に達しない場合は、配管に大きな漏れがあるか、ガス供給圧力が低すぎる可能性があります。
 5. システムが設定圧力に達した後、GC が安定するまで 2～3 分待ちます。平衡に達するまでに、圧力はわずかに設定値を超える可能性があります。
 6. 圧力を OFF にします。カラム接続部をキャップしているため、圧力はほとんど一定に保たれるはずです。
 7. 圧力の変化を 10 分間モニタします。
 - ・ 1.0 psi 以下（約 0.1 psi/分）の圧力降下であれば許容範囲内です。

圧力降下が 1.0 psi より大きい場合は、次のセクション「[手順：漏れの修正](#)」の手順を実行します。

手順：漏れの修正

用意するもの

- ・ ガスリークディテクタ
 - ・ 1/4 インチレンチ
1. ガスリークディテクタを使用して、注入口で漏れが発生しそうな箇所をすべて点検します。漏れは次の箇所で発生する可能性があります。
 - ・ ふさいであるカラム接続部
 - ・ セプタムナット（取り付けてある場合）
 - ・ 冷却タワーアセンブリ（取り付けてある場合）
 2. 必要に応じてレンチを使用して接続部を締め付け、漏れを修正します。漏れテストを再度行って、漏れないかを確認めます。
 3. 圧力降下が 0.03psi/min 以下になれば、注入口系統に漏れがないとみなすことができます。

圧力降下速度が許容範囲を超える場合は、漏れ箇所の点検を継続して、圧力テストを繰り返します。取り付け金具のすべてが漏れていないようなのに、それでも注入口系統の圧力降下が著しい場合は、注入口マニホールドを交換したほうがよいと思われます。弊社サービス担当者へご連絡ください。

17 プログラマブル加熱気化 注入口

PTV について

操作モード

システム条件

システム構成

サンプリングヘッド

注入口の加熱

その他の温度プログラム

注入口の冷却

PTV のコンフィグレーション

シャットダウン動作

スプリットモードの使用

フローパターン

温度に関する注意事項

コールドスプリット注入

ホットスプリット注入

コントロールテーブルのパラメータ…

スプリットモード操作

手順：カラム定義済みの場合のスプリットモードの使用

手順：カラム未定義の場合のスプリットモードの使用

パルスドモード

コントロールテーブルのパラメータ…

パルスドスプリットモード

手順：カラム定義済みの場合のパルスドスプリットモードの使用

手順：カラム未定義の場合のパルスドスプリットモードの使用

スプリットレスモードの使用

フローパターン

温度に関する注意事項

コールドスプリットレス注入

ホットスプリットレス注入

コントロールテーブルのパラメータ…

スプリットレス操作

初期値

手順：カラム定義済みの場合のスプリットレスモードの使用

手順：カラム未定義の場合のスプリットレスモードの使用

パルスドスプリットレスモードの操作

コントロールテーブルのパラメータ

…パルスドスプリットレス操作

手順：カラム定義済みの場合のパルスドスプリットレスモードの使用

手順：カラム未定義の場合のパルスドスプリットレスモードの使用

ソルベントベントモードの使用

フローパターン

温度、圧力、流量に関する注意事項

操作シーケンス

タイムテーブル

Start Run のタイミング

コントロールテーブルのパラメータ…

ソルベントベント操作

手順：カラム定義済みの場合のソルベントベントモードの使用

手順：カラム未定義の場合のソルベントベントモードの使用

大量注入

ケミステーションの条件

計算値

考えられる調整方法

PTV のメンテナンス

注入口アダプタ

手順：注入口アダプタの交換

手順：カラムの取り付け

セプタムレスヘッド

手順：セプタムレスヘッドの取り外し

手順：セプタムレスヘッドのクリーニング

手順：テフロンフェラルの交換

セプタムヘッド

手順：セプタムヘッドの取り外し

手順：セプタムの交換

注入口ガラスライナ

手順：ライナの交換

スプリットベントトラップフィルター

カートリッジの交換

手順：ガス配管の漏れテスト

手順：PTV 注入口の漏れテスト

漏れを止める

潜在的な漏れ箇所

消耗品および交換部品

プログラマブル加熱気化注入口

PTV について

操作モード

プログラマブル温度気化 (PTV) 注入口システムには、5つの操作モードがあります。

- ・ スプリットモードは通常、主要成分の分析に使用します。
- ・ パルスドスプリットモードは、スプリットモードと似ていますが、サンプル注入時に注入口へ圧力パルスをかけるので、物質を速くカラムへ送ることができます。
- ・ スプリットレスモードは、トレース分析に使用します。
- ・ パルスドスプリットレスモードでは、サンプル注入時に圧力パルスをかけることができます。
- ・ ソルベントベントモードは大量注入時に使用します。一度の分析で、シングル注入とマルチ注入のどちらかを行うことができます。

システム条件

PTV 注入口は、マニュアル注入と自動注入のどちらでも使用できます。

自動マルチ注入 (大量注入) を行う場合は、Agilent GC または MSD ケミステーションが必要です。この機能は、6890 コントローラだけでは使用できません。詳細については、[「ソルベントベントモードの使用」](#)を参照してください。

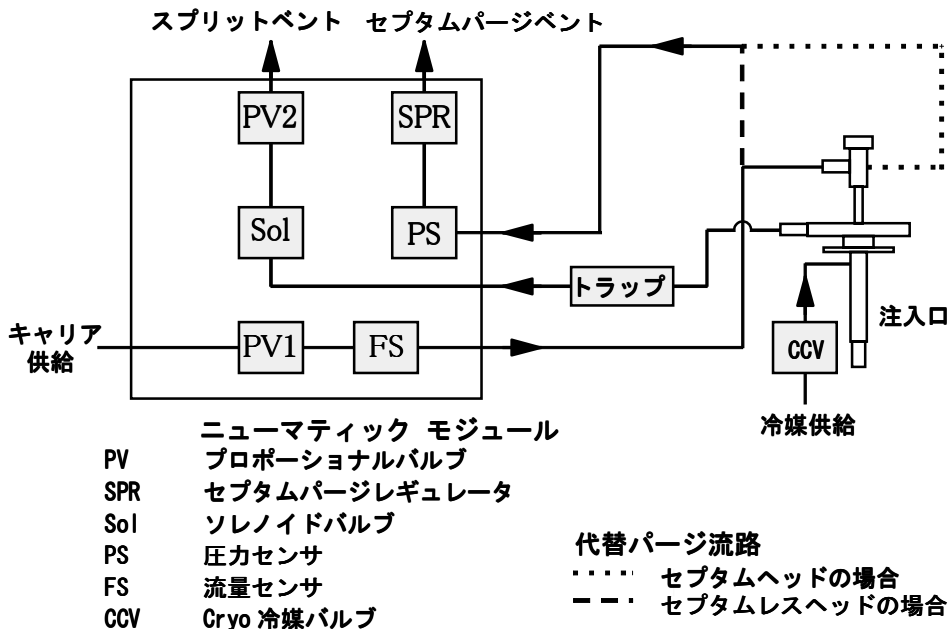
システム構成

1. ニューマティック モジュール … GC の上部背面にあります。
2. 注入口本体 … 常にフロント注入口の位置にあります。
3. トラップ … これはスプリットライン内の、GC 上部背面のキャリア流路の左側にあります。
4. クライオコントロールバルブ … 液体窒素の場合、このバルブはオープン外壁の左側にあります。液体二酸化炭素の場合は、キャリア流路内にあ

ります。これらのバルブには互換性がありません。したがって冷媒を交換した場合は、バルブや注入口ジャケットなど、クライオのすべての配管を変更する必要があります。

5. サーモカップル変換ボード … これは注入口のサーモカップルの表示値を変換して、GC で使用できるようにします。トラップ付近にあります。

図 56 PTV システム構成



サンプリングヘッド

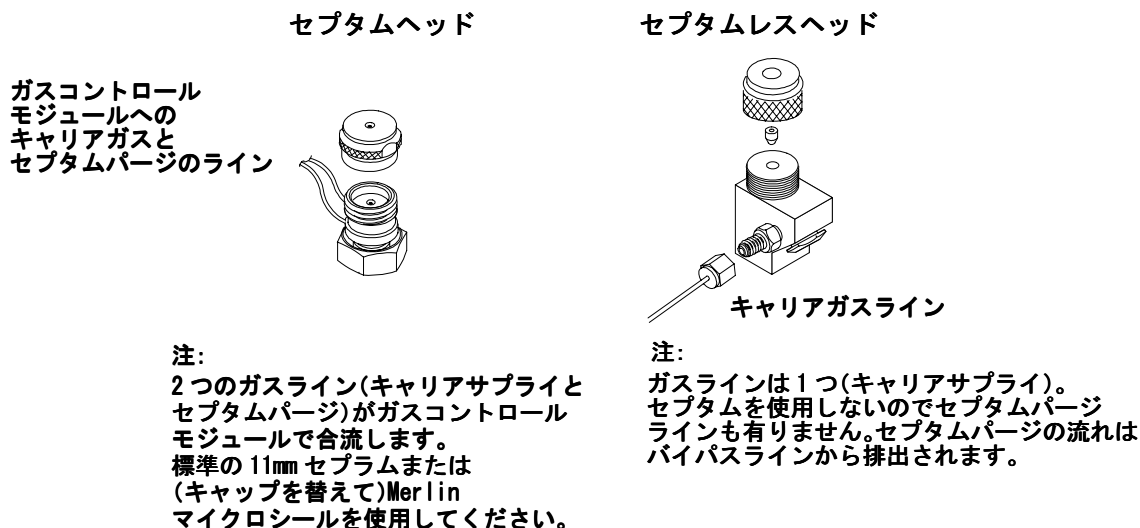
PTV 注入口には、2 種類のヘッドが用意されています。

- ・ セプタムヘッドは、標準のセプタムまたは Merlin マイクロシールを使用して、シリンジ出入口をシールします。流れ込んだガスがセプタムの内側を通過して、ニューマティックモジュールのセプタムパーズベントから排出されます。セプタムヘッドは、自動注入とマニュアル注入のどちらでも使用できます。

注意

注入口温度が、40℃未満のとき、Merlin マイクロシールは十分なシール効果を発揮できません。この場合は標準のセプタムを使用してください。

- セプタムレスヘッドは、セプタムの代わりにチェックバルブを使用して、シリンジ出入口をシールします。セプタムレスヘッドは、自動注入とマニュアル注入のどちらでも使用できます。

**図 57 サンプリングヘッド**

本書で以下に示す流路図は、セプタムヘッドを取り付けた場合のものです。セプタムレスヘッドの場合の配管図は別途表示します。

注入口の加熱

PTV 温度プログラミングのコントロールパラメータは、カラムオープンのコントロールパラメータと同様に、[Front Inlet] を押して設定します。温度は、初期温度と3段階までの昇温速度でプログラミングできます。昇温速度は、0.1～720℃/min の範囲で設定できます。詳細については、[「オープンのコンフィグレーション」](#)を参照してください。

注意

注入口の初期温度とオープンの初期温度が同程度の場合は、注入口が設定値を維持できないことがあります。注入口とオープンの温度のどちらが高い場合でも、6℃以上の温度差を設定することをお勧めします。

その他の温度プログラム

ほとんどの場合、PTV は、数回に分けたサンプル注入がすべて完了するまで、注入口ライナ内でサンプルを保持するように設計されています。注入が終わると PTV が急速に加熱されて、サンプルがカラムへ送り込まれます。このようなサンプル送出は、初期ホールド、一段昇温、最終ホールドによって行われます。

この他、2種類の温度プログラムを次の目的で使用することができます。

- ・ 注入口を高温に加熱してライナを熱洗浄し、次の分析に備えます。
- ・ 注入口温度が下降するようにプログラミングできます。設定方法は、最終温度をそれまでの温度より低くしてください。これによって、注入口への熱的なストレスが減少します。
- ・ 注入口の降温プログラミングを行うことによって、次回の分析に備えます。これによって、サンプル処理量が多い場合のサイクル時間を短縮できます。

注入口の冷却

サンプルは、冷却または加熱したチャンバに注入します。チャンバの初期温度は、 -60°C (CO₂ 冷却の場合) または -160°C (液体 N₂ 冷却の場合) まで下げることができます。

注意

注入口の初期温度とオープンの初期温度が同程度の場合は、注入口が設定値を維持できないことがあります。注入口とオープンの温度のどちらが高い場合でも、 6°C 以上の温度差を設定することをお勧めします。

6890 GC は、一度に1種類の冷媒しか使用できません。

ある冷媒を低温冷却装置に使用した場合は、カラムオープンなどすべての同様の装置で、それと同じ冷媒を使用しなくてはなりません。

GC は、オープンに使用されている冷媒のタイプを認識します。したがってオープン冷却がインストールされている場合は、その他のすべての冷却装置でも、同じ冷媒を使用する必要があります。

PTV のコンフィグレーション

PTV を設定するには、[Config][Front Inlet] を押します。注入口の設定が初めての場合は、次の画面が表示されます。

1. [Config][Front Inlet] を押します。

```

CONFIG FRONT INLET
Gas type           He
Cryo type          None <
  
```

2. 冷媒タイプへスクロールします。
3. [Mode/Type] を押します。

```

INLET CRYO TYPE
*None
N2 cryo
CO2 cryo <
  
```

4. 使用する冷媒へスクロールし、[Enter] を押します。

オープン冷却をインストールしている場合は、オープンで使用する冷媒または None のどちらかしか選択できません。オープン冷却をインストールしていない場合は、上の図に示した手順で冷媒を指定する必要があります。

Cryo タイプの選択が None 以外の場合は、その他にもいくつかのパラメータが表示されます。

CONFIG FRONT INLET	
Gas type	He
Cryo type	N2
Cryo	Off
Use cryo temp	25
Cryo timeout	30
Cryo fault	On

Cryo … [ON] にすると、カラムオープンが初期温度に達した後、ただちに注入口の低温冷却が行われます。[OFF] にすると冷却は行われません。

Use cryo temp … Cryo を ON にしている場合、この値は、注入口温度を設定値に保つために低温冷却を作動させる温度の上限を示します。設定値がこの上限よりも高い場合は、低温冷却を行って注入口温度を設定値まで下げますが、設定値に保つことはできません。

Cryo timeout … オープンが安定した後、分析が指定時間内 (5 ~ 120 分、デフォルトは 30 分) にスタートしない場合は、cryo timeout が発生し、注入口温度がシャットダウンします。cryo timeout を OFF にすれば、この機能は無効になります。cryo timeout は、一連の処理の最後または自動処理に失敗した場合に冷媒を節約できるので、ON にしておくことをおすすめします。Post Sequence メソッドを使用することもできます。

Cryo fault … 連続的な低温冷却操作から 16 分以内に注入口温度が設定値に達しない場合、注入口温度をシャットダウンします。これは設定値に達するまでの時間であり、設定値で安定して分析開始の準備ができるまでの時間ではありません。

シャットダウン動作

cryo timeout と cryo fault のどちらも、cryo シャットダウンが発生します。cryo シャットダウンが起きると、注入口ヒータが OFF になり、cryo バルブが閉じます。GC はアラームを鳴らして、次のメッセージを表示します。

SHUTDOWN (#18): Front inlet cryo shutdown

オーバーヒートを防ぐために GC は注入口ヒータをモニタリングします。ヒータは、2 分間以上最大パワーになっているとシャットダウンします。GC はアラームを鳴らして、次のメッセージを表示します。

```
SHUTDOWN (#22):  
Front inlet heating  
  too slowly;  
temperature shut off
```

上記の状態から正常に戻すには、どちらの場合も GC を OFF にしてから ON にするか、新しい設定値を入力します。

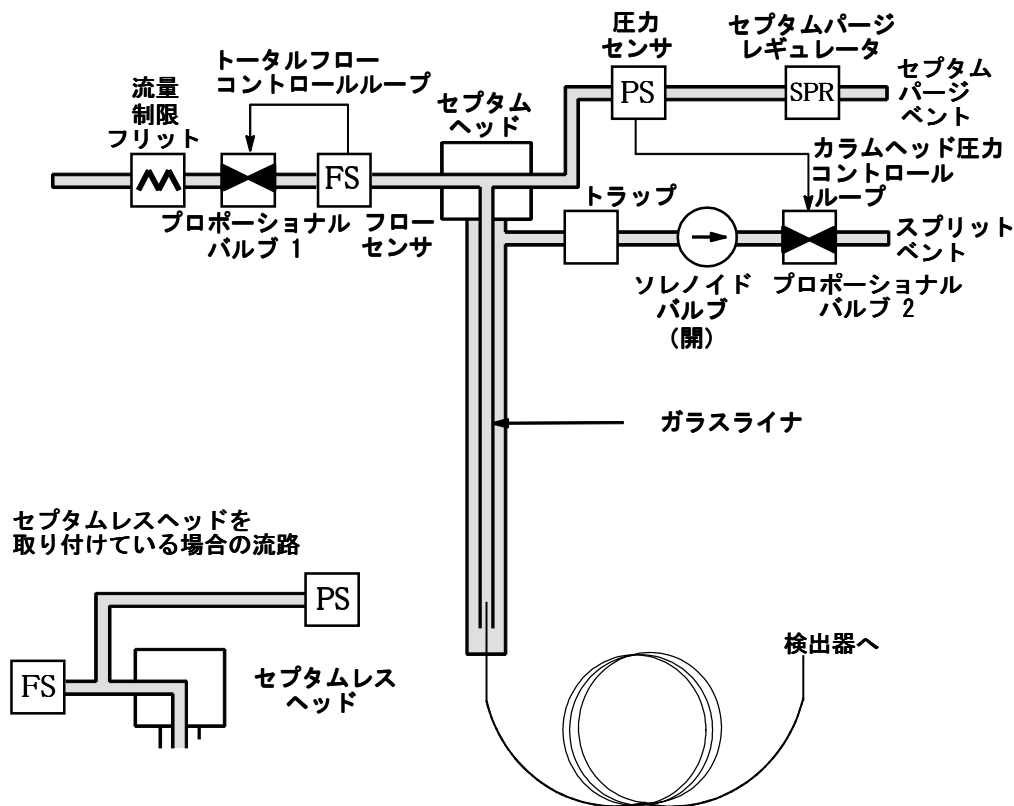
スプリットモードの使用

スプリットモードの使用

フローパターン

圧力パルスの有無によって区別される2つのスプリットモードにより、注入口に流れ込んだガスは、カラムフロー、ソレノイドバルブを経由したスプリットベントフロー、およびセプタムパージフローに分かれます。カラム流量に対するスプリットベント流量の割合をスプリット比と呼びます。

下の図は、セプタムヘッドを取り付けている場合の流路を示しています。セプタムレスヘッドを取り付けている場合の流路は、左下に示すようにセプタムパージフローがヘッドをバイパスしている点を除けば、セプタムヘッドの場合と同じです。



温度に関する注意事項

コールドスプリット注入

コールドスプリットのサンプル注入では、注入口の初期温度を溶媒の標準沸点より低く設定します。気化した溶媒がすべて収まるほどの容積がライナにある場合は、最初の注入口昇温プログラムを、0.1分間、高加熱速度（500 °C /min 以上）で開始します。最終温度は、最も質量の大きな分析対象成分がライナから揮発して、5分以上そのまま保たれる温度にします。最終温度を 350 °C、5分間に設定すると、C44を定量的に十分送出できることが分かっています。

大量注入を行う場合、または溶媒を除去する場合は、溶媒がスプリットベントから排出されるまでの間初期温度を維持し、その後最初の昇温プログラムを開始します。熱安定度の高い分析対象成分については、昇温速度を大きくします。昇温速度を小さくすると、注入口内の熱劣化を抑制することができます。

注入プロセスは、1段の温度プログラムで十分です。その他の温度プログラムは、ライナを浄化したり、次の注入に備えて注入口温度を下げておくために使用します。

ホットスプリット注入

ホットスプリット注入では、分析対象成分が十分に揮発するように、注入口の初期温度を設定します。分析中はずっと注入口の温度設定値が維持されるので、これ以外の温度パラメータは不要です。

ライナの容積が小さいため（約 120 μ L）、PTV がホットスプリット注入時に注入できる容量は限られています。ホットスプリットモードで 1 μ L を超える量を注入すると、注入口がオーバーフローして分析障害を起こします。コールドスプリット注入であれば、このような障害の心配はありません。

コントロールテーブルのパラメータ … スプリットモード操作

Mode : … 現在の操作モード — Split

Temp … 注入口温度の実測値と設定値

Init time … 注入口初期温度でのホールド時間

Rate # … 注入口温度プログラム 1、2、3 の温度プログラムの昇温速度

Final temp # … 温度プログラム 1、2、3 の注入口最終温度

Final time # … Final temp 1、2、3 でのホールド時間

Pressure … 注入口圧力の実測値と設定値

Split ratio … カラム流量に対するスプリット流量の比。カラム流量は Column 1 または Column 2 のコントロールテーブルで設定します。カラムが定義されていない場合、この行は表示されません。

Split flow … スプリット/パーズベントからの流量 (単位 mL/min)。カラムが定義されていない場合、この行は表示されません。

Total flow … 注入口へのトータルフローの実測値と設定値。この値は、スプリット流量、カラム流量、セプタムパーズ流量の合計です。トータルフローを変更すると、スプリット比とスプリット流量が変化しますが、カラムの流量と圧力は変わりません。

手順：カラム定義済みの場合のスプリットモードの使用

1. カラム、キャリアガス、流量プログラムまたは圧力プログラム（使用している場合）が正しく設定されていることを確認します。詳細については、[「流量と圧力のコントロール」](#)を参照してください。
2. [Front Inlet] を押します。
 - a. Mode: にスクロールして、[Mode/Type] を押します。Split を選択します。
 - b. 注入口温度と、必要に応じて温度プログラムを設定します。
 - c. 特定のスプリット比を使用したい場合は、Split ratio にスクロールして、その値を入力します。スプリット流量が自動計算され、設定されます。

スプリット比 =
スプリット流量
カラム流量

- d. 特定のスプリット流量を使用したい場合は、Split flow にスクロールして、その値を入力します。スプリット比が自動計算され、表示されます。
- e. 必要に応じて、Gas saver を ON にします。注入後セーバを ON にする時間を Saver time で設定します。

<pre> FRONT INLET (HP PTV) Mode: Split Temp 40 40 < Init time 0.1 Rate 1 600 Final temp 1 350 Final time 1 5.00 Rate 2 (off) Pressure 9.1 9.1 Split ratio 50.0 Split flow 100.0 Tot flow 104 104 Gas saver 0n Saver flow 20.0 Saver time 5.00 </pre>	<p>[Mode/Type] を押します。</p> <table border="1" style="border-collapse: collapse; width: 100%;"> <tr> <td style="padding: 5px;"> <pre> FRONT INLET MODE Solvent vent *Split < Splitless Pulsed split Pulsed splitless </pre> </td> </tr> </table> <p>この例では、速度を1つだけ 設定しています。 その他の速度は、 必要に応じて設定します。</p> <p>ガスセーバを使用する場合は、 注入後 ON にする時間を設定します。</p>	<pre> FRONT INLET MODE Solvent vent *Split < Splitless Pulsed split Pulsed splitless </pre>
<pre> FRONT INLET MODE Solvent vent *Split < Splitless Pulsed split Pulsed splitless </pre>		

- 3. ガスセーバを ON にしている場合は、サンプルを手動で注入する前に [Prep Run] キーを押します (279 ページ参照)。

手順：カラム未定義の場合のスプリットモードの使用

1. カラム、キャリアガス、流量プログラムまたは圧力プログラム（使用している場合）が正しく設定されていることを確認します。詳細については、[「流量と圧力のコントロール」](#)を参照してください。
2. [Front Inlet] を押します。
 - a. 温度を設定します。
 - b. 注入口へのトータルフローを設定します。流量計を使用して、スプリットベントとセプタムパージベントから排出される流量を測定します。
 - c. Total flow からセプタムパージ流量を引き、スプリット流量を求めます。

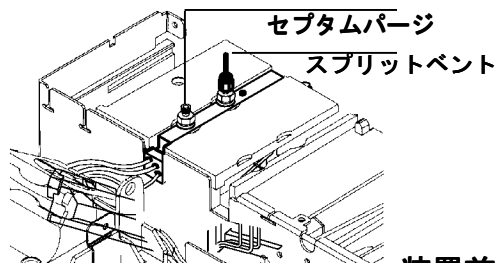
d. スプリット比を計算し、必要に応じて調整します。

FRONT INLET (HP PTV)	
Mode:	Split
Temp	40 40 <
Init time	0.10
Rate 1	600
Final temp 1	350
Final time 1	5.00
Rate 2 (off)	
Pressure	10.0 10.0
Tot flow	80.3 80.3

[Mode/Type] を押します。

FRONT INLET MODE	
Solvent vent	
*Split	<
Splitless	
Pulsed split	
Pulsed splitless	

この例では、昇温速度を1つだけ
設定しています。
その他の昇温速度は、
必要に応じて設定します。



装置前面

パルスモード

圧力パルスモード（スプリットとスプリットレス）は、分析開始直前に注入口圧力を上げて、指定した時間後に通常の値に戻します。圧力パルスによってサンプルが注入口からカラムへ高速で送られるため、注入口内でサンプルが分解する可能性が小さくなります。圧力パルスのためにクロマトグラフィーに影響を与えた場合は、リテンションギャップを使用するとピーク形状が回復します。

圧力パルスモードで手動注入するときは、注入の前に [Prep Run] キーを押します。

圧力パルスモードでは、カラム圧力とカラム流量のプログラミングを行うことができます。ただし、カラム圧力またはカラム流量のプログラムの値よりも、圧力パルスが優先されます。

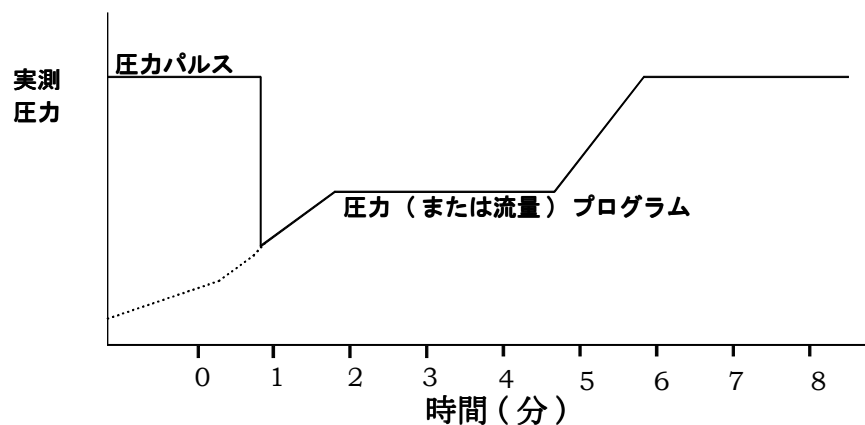


図 58 圧力パルスとカラム流量またはカラム圧力

コントロールテーブルのパラメータ … パルスドスプリットモード

Mode : … 現在の操作モード — Pulsed split

Temp … 注入口温度の実測値と設定値

Init time … 注入口初期温度でのホールド時間

Rate # … 注入口温度プログラム 1、2、3 の温度プログラムの昇温速度

Final temp # … 温度プログラム 1、2、3 の注入口最終温度

Final time # … Final temp 1、2、3 でのホールド時間

Pressure … 圧力パルス前後の注入口圧力の実測値と設定値。この値が圧力プログラムの初期値になります。プログラムを使用しない場合は、圧力が常時この値になります。

Pulsed pres … 分析開始時の注入口圧力。[Prep Run] を押すと圧力はこの設定値まで上昇し、Pulse time が経過するまで一定に保たれ、その後 Pressure の値に戻ります。

Pulse time … 分析開始後この時間が経過すると、注入口圧力が通常の設定値に戻ります

Split ratio … カラム流量に対するスプリット流量の比。カラム流量は Column 1 または Column 2 のコントロールテーブルで設定します。カラムが定義されていない場合、この行は表示されません。

Split flow … スプリット/パージメントからの流量 (単位 mL/min)。カラムが定義されていない場合、この行は表示されません。

Total flow … 注入口へのトータルフロー。この値は、スプリット流量、カラム流量、セプタムパージ流量の合計です。トータルフローを変更すると、スプリット比とスプリット流量が変化しますが、カラムの流量と圧力は変わりません。圧力パルスを使用すると、スプリット比を一定に保つためにトータルフローが増加します。

手順：カラム定義済みの場合のパルスドスプリットモードの使用

1. カラム、キャリアガス、流量プログラムまたは圧力プログラム（使用している場合）が正しく設定されていることを確認します。詳細については、[「流量と圧力のコントロール」](#)を参照してください。
2. [Front Inlet] を押します。
 - a. Mode: にスクロールして、[Mode/Type] を押します。Pulsed Split を選択します。
 - b. 注入口温度と、必要に応じて温度プログラムを設定します。
 - c. Pulsed Pres と Pulse time の値を入力します。
 - d. 特定のスプリット比を使用したい場合は、Split ratio にスクロールして、その値を入力します。スプリット流量が自動計算され、設定されます。
 - e. 特定のスプリット流量を使用したい場合は、Split flow にスクロールして、その値を入力します。スプリット比が自動計算され、表示されます。

スプリット比 =
スプリット流量
カラム流量

- f. 必要に応じて、Gas saver を ON にします。Pulse time より長い時間を設定します。

FRONT INLET (HP PTV)		
Mode:	Pulsed split	
Temp	40	40 <
Init time	0.1	
Rate 1	600	
Final temp 1	350	
Final time 1	5.00	
Rate 2 (off)		
Pressure	9.1	9.1
Pulsed pres	30.0	
Pulse time	1.0	
Split ratio	50.0	
Split flow	100.0	
Tot flow	104	104
Gas saver	0n	
Saver flow	20.0	
Saver time	5.00	

[Mode/Type] を押します。

FRONT INLET MODE		
Solvent vent		
Split		
Splitless		
*Pulsed split		<
Pulsed splitless		

3. [Prep Run] キー ([279](#) ページ参照) を押してから、サンプルをマニュアル注入します。

手順：カラム未定義の場合のパルスドスプリットモードの使用

1. カラム、キャリアガス、流量プログラムまたは圧力プログラム（使用している場合）が正しく設定されていることを確認します。詳細については、[「流量と圧力のコントロール」](#)を参照してください。
2. [Front Inlet] を押します。
 - a. Mode: にスクロールして、[Mode/Type] を押します。Pulsed Split を選択します。
 - b. 注入口温度と、必要に応じて温度プログラムを設定します。
 - c. Pulsed Pres と Pulse time の値を入力します。
 - d. 注入口へのトータルフローを設定します。流量計を使用して、スプリットベントとセプタムパージベントから排出される流量を測定します。
 - e. Total flow からセプタムパージ流量を引きます。
 - f. スプリット比を計算し、必要に応じて調整します。

```

FRONT INLET (HP PTV)
Mode: Pulsed split
Temp      40      40 <
Init time      0.1
Rate 1        600
Final temp 1   350
Final time 1   5.00
Rate 2 (off)
Pressure  9.1    9.1
Pulsed pres 30.0
Pulse time  1.0
Tot flow  104    104
            
```

[Mode/Type] を押します。

```

FRONT INLET MODE
Solvent vent
Split
Splitless
*Pulsed split <
Pulsed splitless
            
```

スプリットレスモードの使用

フローパターン

圧カパルスの有無によって区別される2種類のスプリットレスモードでは、サンプルの注入および気化中にソレノイドバルブが閉じられ、その状態でサンプルがカラムへ送り込まれます。注入後の指定した時間にパージバルブが開かれ、ライナ内に残った蒸気をスプリットメントから排出します。これにより、注入口容積が大きくカラム流量が小さい場合に発生する溶媒テーリングを防止します。

下の図は、セプタムヘッドを取り付けている場合の流路を示しています。セプタムレスヘッドを取り付けている場合の流路は、左下に示すようにセプタムパージローがヘッドをバイパスしている点を除けば、セプタムヘッドの場合と同じです。

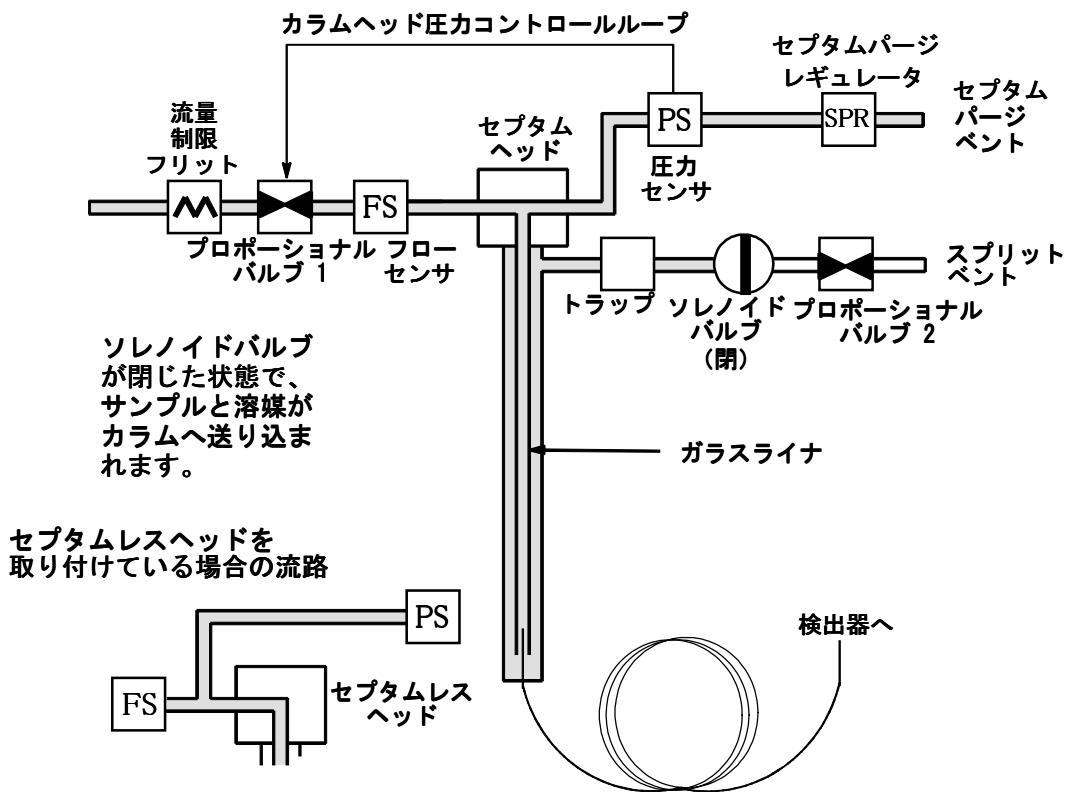


図 59 第1段階 サンプル注入

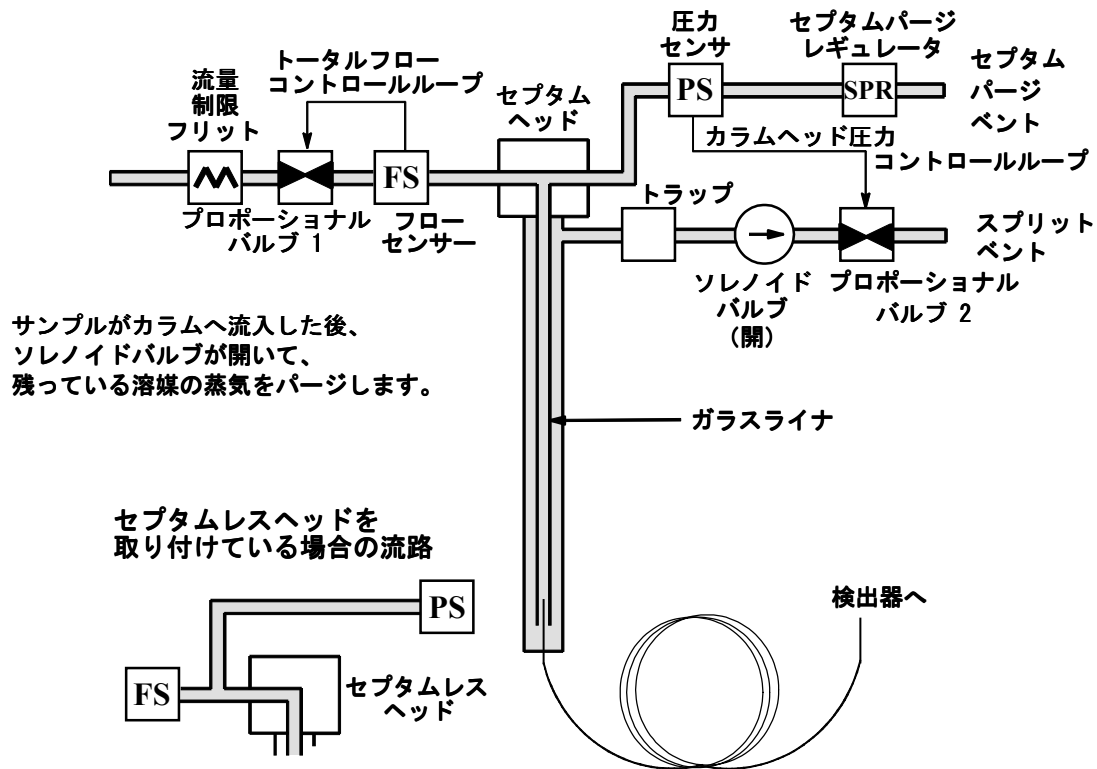


図 60 第2段階 パージ

スプリットレス操作

スプリットベント流量

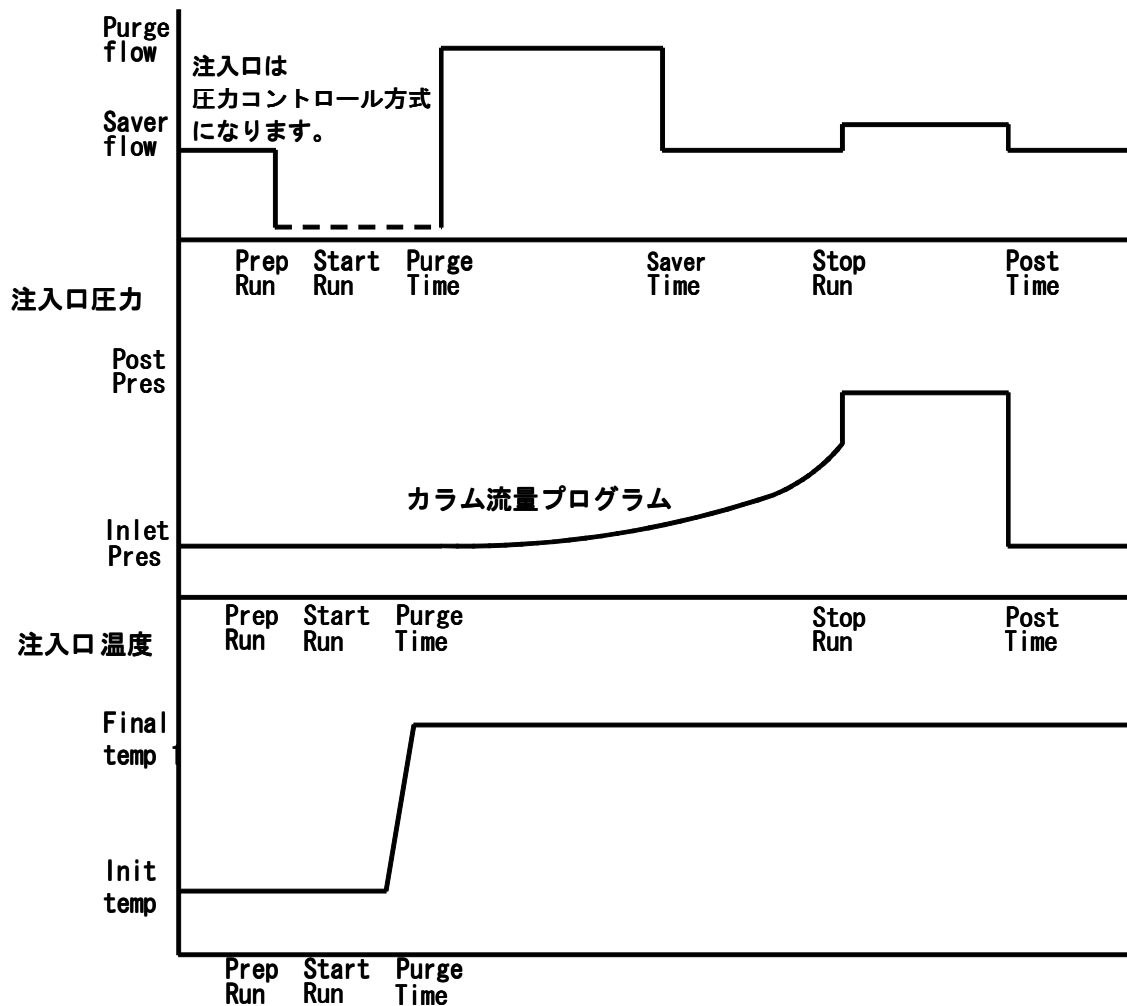


図 61 流量、圧力、および温度

温度に関する注意事項

コールドスプリットレス注入

コールドスプリットレスのサンプル注入では、注入口の初期温度を溶媒の標準沸点よりも低く設定します。ほとんどの溶媒では、最初の注入口温度プログラムを 0.1 分で開始すると、高い送出効果と再現性が得られます。熱安定度の高い分析対象成分の場合は、500 °C /min 以上のプログラム速度が適しています。最終温度を 350 °C にして 5 分間保持すると、C44 アルカンを定量的に送出できます。

温度プログラムの大きな長所は、取り扱いの難しい分析対象成分を送出するために、注入口温度を徐々に上昇させることができる点です。分析対象成分をカラムへ再フォーカシングするためにオープン初期温度を低くした場合は、注入口の加熱速度を遅くすることができます（例：120 °C /min）。これによって注入口からの熱劣化が抑制され、ピーク形状と分析量が向上します。

コールドスプリットレスのほとんどの用途では、1 種類の温度プログラムで十分です。その他の温度プログラムは、ライナを浄化したり、次の注入に備えて注入口温度を下げておくために使用します。

ホットスプリットレス注入

ホットスプリットレス注入では、分析対象成分が十分に揮発するように、注入口の初期温度を設定します。分析中はずっと注入口の温度設定値が維持されるので、これ以外の温度パラメータは不要です。

ライナの容積が小さいため（約 120 μ L）、大量の液体注入で発生する蒸気が PTV に収まりません。1 μ L を超える量を注入すると、注入口から蒸気がオーバーフローして分析結果に影響を与えます。コールドスプリットレス注入であれば、このような障害の心配はありません。

コントロールテーブルのパラメータ … スプリットレス操作

Mode : … 現在の操作モード — Splitless

Temp … 注入口温度の実測値と設定値

Init time … 注入口初期温度でのホールド時間

Rate # … 注入口温度プログラム 1、2、3 の温度プログラムの昇温速度

Final temp # … 温度プログラム 1、2、3 の注入口最終温度

Final time # … Final temp 1、2、3 でのホールド時間

Pressure … 注入口圧力の実測値と設定値 (単位 psi、bar、または kPa)

Purge time … 分析を開始してからパージバルブを開くまでの時間

Purge flow … Purge time 時点でのパージバルブからの流量 (単位 mL/min)。カラムを定義しないで操作している場合は、この値を指定できません。

Total flow … Total flow 行は、プレラン中 (プレランライトが点滅ではなく点灯している間) と、分析開始からパージ時間までは、注入口への実測流量を表示します。この間は流量の設定値を入力できません。その他の時間では、Total flow 行は設定値と実測値の両方を表示します。

初期値

スプリットレス注入の正しい手順は次のとおりです。

1. サンプルを注入し、気化するように注入口の温度プログラミングを行います。
2. カラム流量を小さく、オープン温度を低くして、カラムヘッドに溶媒飽和ゾーンを発生させます。
3. カラムヘッドのこのゾーンでサンプルをトラップし、再濃縮します。
4. すべての (または少なくとも大部分の) サンプルがカラムに流入した後で、パージバルブを開き、注入口内に残った蒸気 (大部分は溶媒) を排出します。これによって、残留蒸気によって発生する長い溶媒テーリングを除去します。
5. オープン温度を上げて、サンプルを分析します。

操作条件を調整するために、少しテストを行う必要があります。重要なパラメータの初期値を [表 43](#) に示します。

表 43 スプリットレスモード注入口パラメータ

パラメータ	指定可能な設定値の範囲	推奨初期値
オープン温度	冷却なし、室温 + 10 °C ~ 450 °C CO2 冷却、- 60 ~ 450 °C N2 冷却、- 80 ~ 450 °C	溶媒の沸点より 10 °C 下
オープン初期時間	0 ~ 999.9 分	≧注入口パージ時間
注入口パージ時間	0 ~ 999.9 分	$\frac{\text{ライナ容積}^*}{\text{カラム流量}} \times 5$
ガスセーバー時間	0 ~ 999.9 分	パージ時間より後
ガスセーバー流量	15 ~ 1000 mL/min	最大カラム流量より 15 mL/min 大きい値
注入口温度	冷却なし、オープン温度 + 10 °C CO2 冷却、- 50 ~ 450 °C N2 冷却、- 160 ~ 450 °C	溶媒の沸点より 10 °C 下で 0.1 分間の後、昇温

* ライナ容積は約 120 μL

手順：カラム定義済みの場合のスプリットレスモードの使用

1. カラム、キャリアガス、流量プログラムまたは圧力プログラム（使用している場合）が正しく設定されていることを確認します。詳細については、[「流量と圧力のコントロール」](#)を参照してください。
2. [Front Inlet] を押します。
 - a. Mode: にスクロールして、[Mode/Type] を押します。Splitless を選択します。
 - b. 注入口温度と、必要に応じて温度プログラムを設定します。
 - c. パージ時間とパージ流量を入力します。
 - d. 必要に応じて、Gas saver を ON にします。セーブ時間がパージフロー時間より後に設定されているかを確認します。

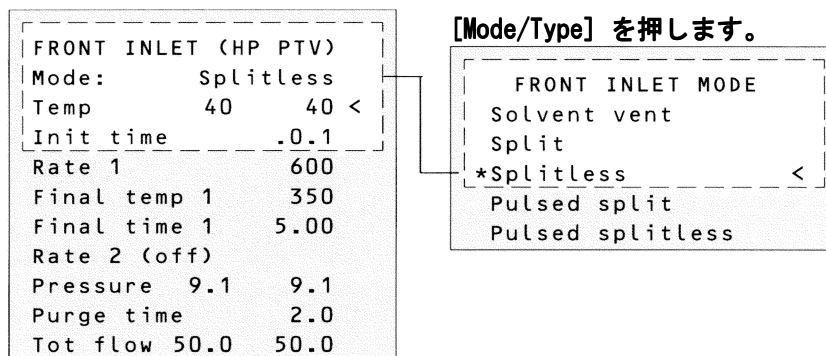
<pre> FRONT INLET (HP PTV) Mode: Splitless Temp 40 40 < Init time ----- 0.1 Rate 1 ----- 600 Final temp 1 350 Final time 1 5.00 Rate 2 (off) Pressure 9.1 9.1 Purge time 2.0 Purge flow 50.0 Total flow 24.1 Gas saver 0n Saver flow 20.0 Saver time 5.00 </pre>	<p>[Mode/Type] を押します。</p> <pre> FRONT INLET MODE Solvent vent Split *Splitless ----- < Pulsed split Pulsed splitless </pre>
----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

ガスセーバを使用する場合は、セーブ時間をパージフロー時間より後に設定します。

3. [Prep Run] ([279](#) ページ参照) を押してから、サンプルを手動注入します。

手順：カラム未定義の場合のスプリットレスモードの使用

1. カラム、キャリアガス、流量プログラムまたは圧力プログラム（使用している場合）が正しく設定されていることを確認します。詳細については、[「流量と圧力のコントロール」](#)を参照してください。
2. [Front Inlet] を押します。
 - a. Mode : にスクロールして、[Mode/Type] を押します。Splitless を選択します。
 - b. 注入口温度と、必要に応じて温度プログラムを設定します。
 - c. ページ時間を入力します。
 - d. カラム流量が適切になるように、トータルフローを、カラム流量にセプタムページ流量（約 3 ~ 6mL/min）を加えた値より大きな値に設定します。



3. [Prep Run] ([279](#) ページ参照) を押してから、サンプルを手動注入します。

パルスドスプリットレスモードの操作

圧力パルスモードの詳細については、[384](#) ページを参照してください。

コントロールテーブルのパラメータ … パルスドスプリットレス操作

Mode: … 現在の操作モード — Pulsed splitless

Temp … 注入口温度の実測値と設定値

Init time … 注入口初期温度でのホールド時間

Rate # … 注入口温度プログラム 1、2、3 の温度プログラムの昇温速度

Final temp # … 温度プログラム 1、2、3 の注入口最終温度

Final time # … Final temp 1、2、3 でのホールド時間

Pressure … 圧力パルス前後の注入口圧力の実測値と設定値。圧力プログラムの初期値（プログラムを使用しない場合は定圧力）が設定されます。

Pulsed pres … 分析開始時の注入口圧力。[Prep Run] を押すと圧力はこの設定値まで上昇し、Pulse time が経過するまで一定に保たれ、その後 Pressure の値に戻ります。

Pulse time … 分析開始後この時間が経過すると、圧力は通常の設定値に戻ります。

Purge time … 分析を開始してからパージバルブを開くまでの時間。パージ時間は、パルス時間より 0.1 ~ 0.5 分前に設定します。

Purge flow … Purge time 時のパージメントからの流量 (単位 mL/min)。この値を指定するには、カラムを定義しなくてはなりません。

Total flow … 注入口へのトータルフロー。この値は、カラム流量とセプタムパージ流量の合計です。

手順：カラム定義済みの場合のパルスドスプリットレスモードの使用

1. カラム、キャリアガス、流量プログラムまたは圧力プログラム（使用している場合）が正しく設定されていることを確認します。詳細については、[「流量と圧力のコントロール」](#)を参照してください。
2. [Front Inlet] を押します。
 - a. Mode: にスクロールして、[Mode/Type] を押します。Pulsed Splitless を選択します。
 - b. 注入口温度と、必要に応じて温度プログラムを設定します。
 - c. Pulsed Pres と Pulse time の値を入力します。
 - d. パージバルブを開く時間を Purge time に入力します。
 - e. Purge flow を入力します。
 - f. 必要に応じて Gas saver を ON にします。セーブ時間をパージフロー時間より後に設定します。

<pre>FRONT INLET (HP PTV) Mode: Pulse spltless Temp 40 40 < Init time 0.1 Rate 1 600 Final temp 1 350 Final time 1 5.00 Rate 2 (off) Pressure 9.1 9.1 Pulsed pres 30.0 Pulse time 1.0 Purge time 0.9 Purge flow 50.0 Tot flow 104 104 Gas saver 0n Saver flow 20.0 Saver time 5.00</pre>	<p>[Mode/Type] を押します。</p> <pre>FRONT INLET MODE Solvent vent Split Splitless Pulsed split *Pulsed splitless <</pre>
---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

パージ時間は、
圧力パルス時間より 0.1 ~ 0.5 分前に
設定します。

ガスセーバを使用する場合は、
セーブ時間をパージフロー時間より後に
設定します。

3. [Prep Run] ([279](#) ページ参照) を押してから、サンプルをマニュアル注入します。

手順：カラム未定義の場合のパルスドスプリットレスモードの使用

1. カラム、キャリアガス、流量プログラムまたは圧力プログラム（使用している場合）が正しく設定されていることを確認します。詳細については、[「流量と圧力のコントロール」](#)を参照してください。
2. [Front Inlet] を押します。
 - a. Mode: にスクロールして、[Mode/Type] を押します。Pulsed Splitless を選択します。
 - b. 注入口温度と、必要に応じて温度プログラムを設定します。
 - c. Pulsed Pres と Pulse time の値を入力します。
 - d. パージバルブを開く時間を Purge time に入力します。
 - e. Purge flow を入力します。

```

FRONT INLET (HP PTV)
Mode: Pulse spltless
Temp      40      40 <
Init time ----- 0.1
Rate 1          600
Final temp 1    350
Final time 1    5.00
Rate 2 (off)
Pressure  9.1    9.1
Pulsed pres  30.0
Pulse time   1.0
Purge time   0.9
Tot flow  104    104
    
```

[Mode/Type] を押します。

```

FRONT INLET MODE
Solvent vent
Split
Splitless
Pulsed split
*Pulsed splitless <
    
```

パージ時間は、
圧力パルス時間より 0.1～0.5 分前に
設定します。

3. [Prep Run] ([279](#) ページ参照) を押してから、サンプルをマニュアル注入します。

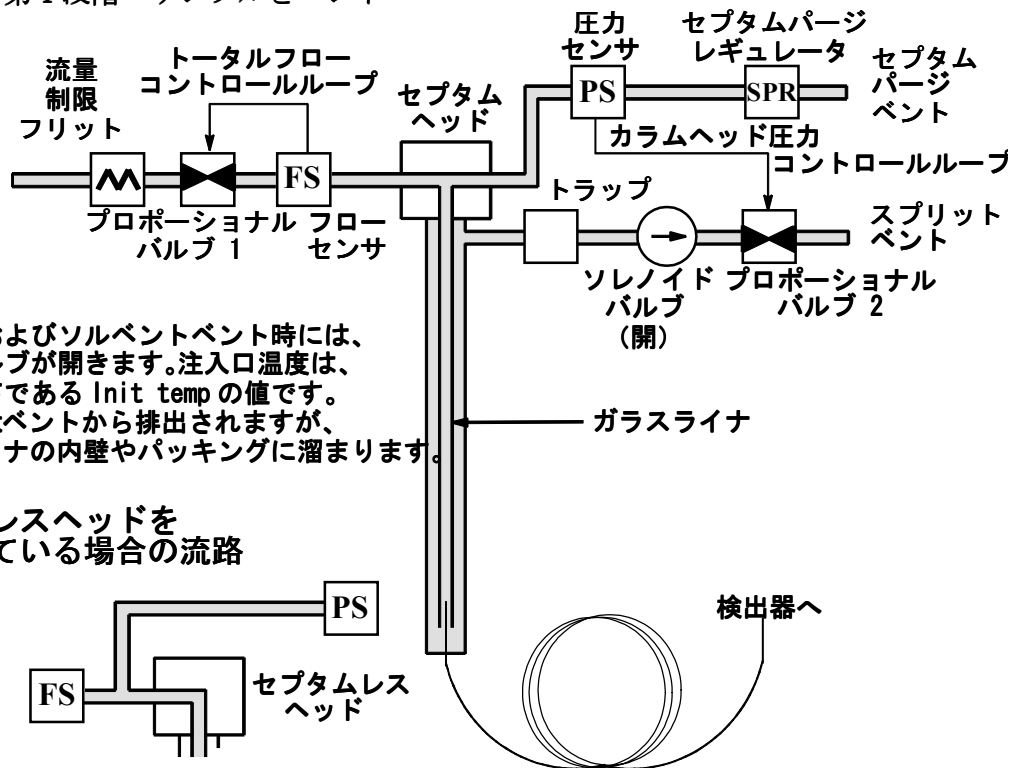
ソルベントベントモードの使用

フローパターン

サンプルは低温注入口へ注入されます。条件とサンプルが適切であれば、分析対象成分が注入口ライナに溜まり、溶媒は蒸発して排出されます。大量注入またはマルチ注入によって注入口内部で濃縮したサンプルを、カラムへ送り込んで分析することができます。

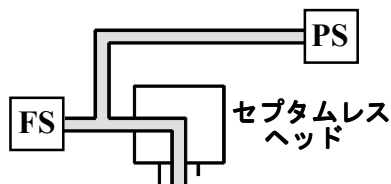
下の図は、セプタムヘッドを取り付けている場合の流路を示しています。セプタムレスヘッドを取り付けている場合の流路は、左下に示すようにセプタムパージフローがヘッドをバイパスしている点を除けば、セプタムヘッドの場合と同じです。

第1段階 サンプルとベント

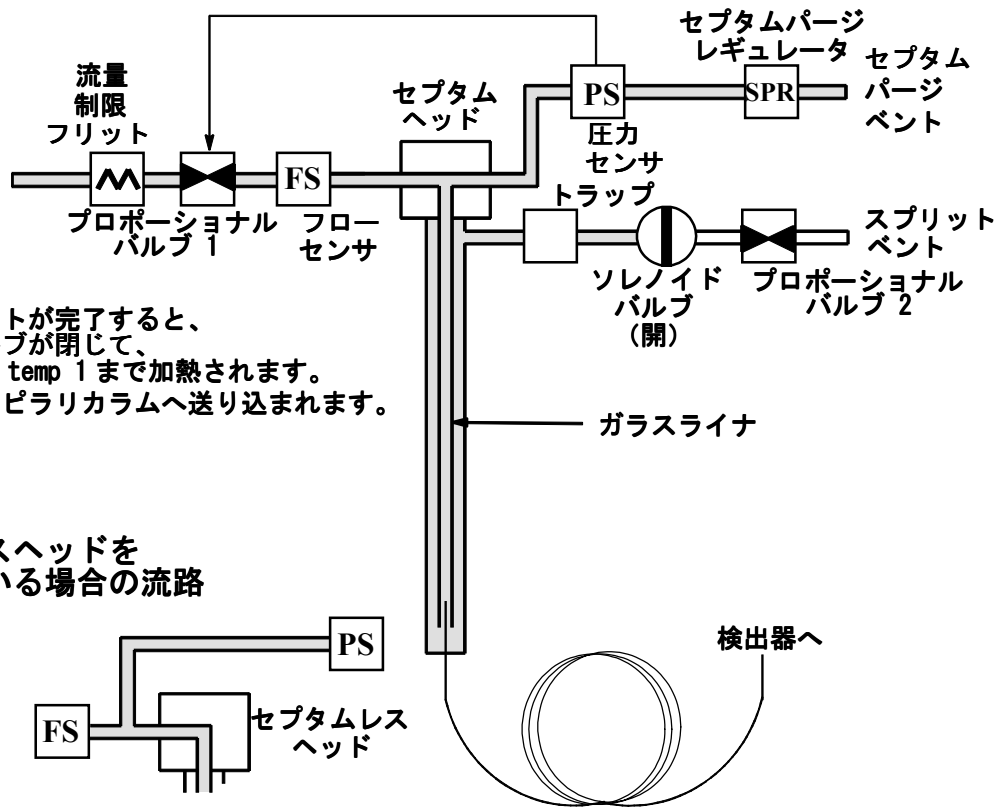


サンプル注入およびソルベントベント時には、ソレノイドバルブが開きます。注入口温度は、溶媒の沸点以下である Init temp の値です。気化した溶媒はベントから排出されますが、サンプルはライナの内壁やパッキングに溜まります。

セプタムレスヘッドを取り付けている場合の流路



第2段階 サンプルの送出



ソルベントベントが完了すると、
ソレノイドバルブが閉じて、
注入口が Final temp 1 まで加熱されます。
サンプルがキャピラリカラムへ送り込まれます。

セプタムレスヘッドを
取り付けている場合の流路

第3段階 パージと浄化

ソレノイドバルブが再び開き、システムが第1段階の設定に戻りますが、設定値が変わります。PTV 注入口がガスで置換されます。注入口を高温で浄化したり、サンプル送出後に注入口温度を下げるための温度プログラムもあります。これらを行うと、ライナの寿命を延ばすことができます。

温度、圧力、流量に関する注意事項

ソルベントベントモードでは、ソルベントベント、サンプル送出、ページの3種類のガスコントロールが行われます。ソルベントベント時には、注入口圧力とベント流量を調整して、溶媒除去を最適化します。サンプル送出は、従来のスプリットレス操作と同様のものであり、分析対象成分をライナからカラムへ送り込みます。ページモードを使用すれば、次の分析のために注入口を準備することができます。ソルベントベントモードの根本的な問題として、揮発性分析対象成分が溶媒とともに除去されてしまう点があげられます。これについては、いくつかの解決方法があります。

- ・ 注入口ライナのパッキングを、Tenax のような保持力の高い素材にします。それによって揮発性分析対象成分の回収率がかなり向上しますが、高沸点物質の回収にも影響を与える場合があります。
- ・ サンプル送出を開始する際に、溶媒の一部をライナ内に残しておきます。残った溶媒が固定相の役割を果たして揮発物質を保持しますが、溶媒ピークが大きくなります。
- ・ 注入口温度を低くします。これによって揮発性分析対象成分の蒸気圧が減少し、回収率が向上します。

溶媒除去時間を短縮するには、次のことを行います。

- ・ サンプル注入時の注入口圧力を小さくします (Vent pressure パラメータ)。
- ・ 注入口を通過する流量を大きくします (Vent flow パラメータ)。

上記を行うと PTV の操作が複雑になるのは確かですが、その反面柔軟性が増して、困難な問題も解決しやすくなります。

操作シーケンス

ソルベントベントモードを使用した一般的な分析の手順は、次のとおりです。

手順	パラメータ	値
1 注入前	スプリットベント 流量 注入口圧力	Purge flow または Saver flow コラム設定値から求めます。
		注入口が Purge flow (Saver flow が ON の場合は Saver flow) の状態で、システムは休止中。
2 Prep Run 開始	スプリットベント 流量 注入口圧力	Vent flow 設定値 Vent pressure 設定値
		注入に備えて設定値が変わります。GC が ready 状態になったら、サンプルを注入します。注入口とオープン温度プログラムの Init times が開始します。ソルベントベントと分析対象成分のトラップが開始します。
3 Vent end time 時	スプリットベント 流量 注入口圧力	なし、ソレノイドバルブ (閉) コラム圧力設定値
		ソルベントベントを終了し、注入口を加熱して分析対象成分の送出を開始します。
4 Purge time 時	スプリットベント 流量 注入口圧力	Purge flow 設定値 コラム圧力設定値
		ソルベントベントを終了し、注入口を加熱して分析対象成分の送出を開始します。
5 Saver time 時	スプリットベント 流量 注入口圧力	Saver flow 設定値 コラム圧力設定値
		分析を終了し、ガス流量を減らしてガスを節約します (Saver が ON の場合)。

重要事項

- ・ カラム流量は、注入口圧力によって決まります。分析処理中は、流量または圧力の設定値、あるいはカラムに関して入力したプログラムによって、この値をコントロールします。
- ・ 時間のコントロールは、Vent end time、Purge time、Saver time の順序で行います。
- ・ Vent end time は、注入口が加熱を開始して分析対象成分を放出する時間です。
- ・ Purge time は、オーブンが加熱を開始してサンプルをカラムへ送り込む時間です。

タイムテーブル

次の図では、時間が下へ向かって進行します。その他の値は、右へ行くほど大きくなります。

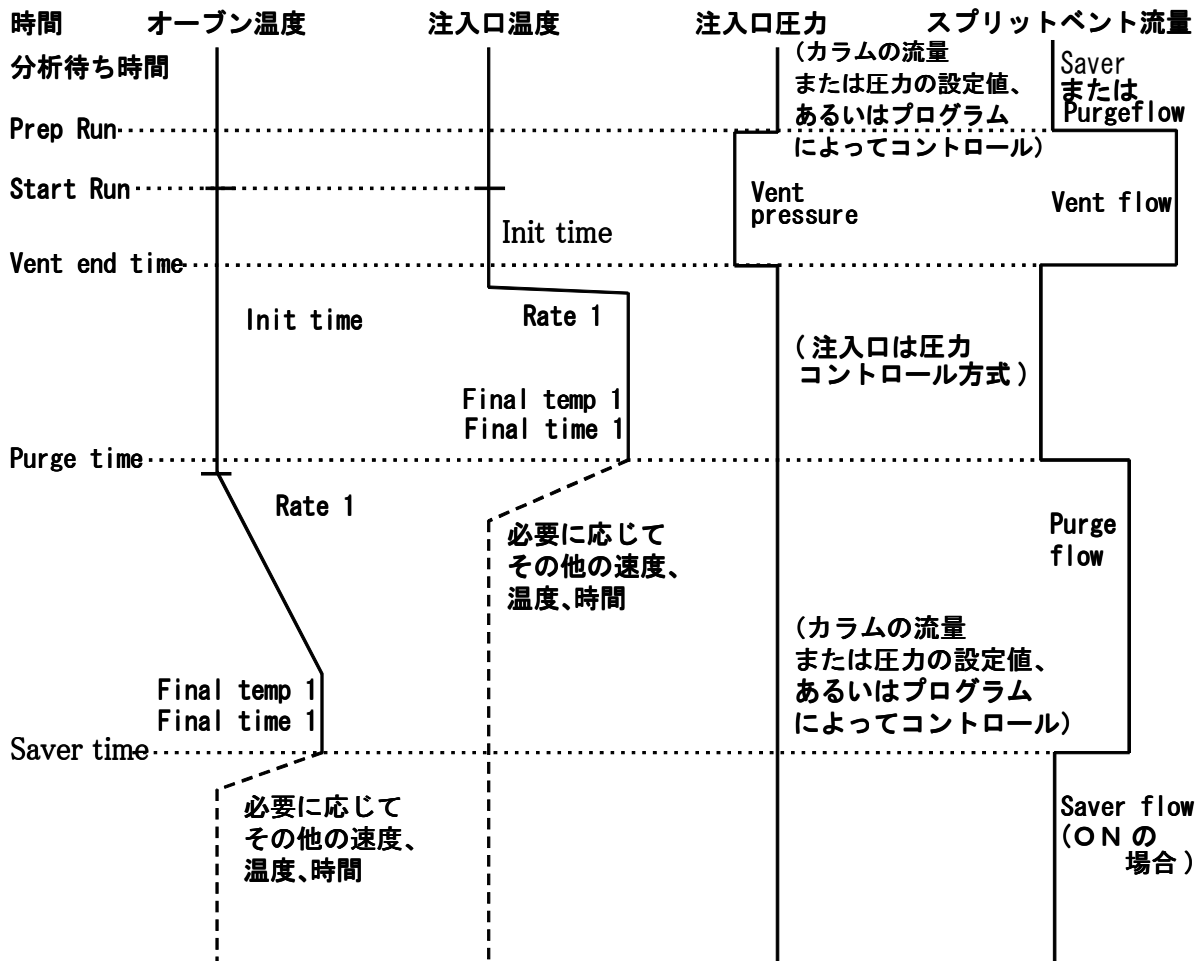


図 62 時間の関係

Start Runのタイミング

注入口とオーブンの温度プログラムは、どちらも Start Run で開始します。他のすべての時間（例：Purge time）も、Start Run からの時間で測定します。Start Run とは、次のタイミングを指します。

- サンプル注入が手動の場合は、ユーザが Start Run キーを押したときに Start Run が発生します。
- オートサンプラを使用して、1回の分析でシングル注入を行う場合は、シリンジキャリアが下へ移動して注入を実行する際に Start Run が発生します。
- オートサンプラを使用して、1回の分析でマルチ注入を行う場合は、シリンジキャリアが下へ移動して最初の注入を実行する際に Start Run が発生します。それ以降の注入については、Start Run シグナルがありません。

注入を繰り返す場合は、かなりの時間がかかります。注入口とオーブンの温度プログラム、特に Init time の値は、このことを考慮に入れて調整しなくてはなりません。これは、注入口操作をコントロールする各種の時間の値についても同様です。詳細については、[「大量注入」](#)を参照してください。

コントロールテーブルのパラメータ ... ソルベントベント操作

Mode: ... 現在の操作モード — solvent vent

Temp ... 注入口初期温度の実測値と設定値

Init time ... Start Run から注入口初期温度のホールド時間が終了するまでの時間。通常は、Vent end time より大きい値に設定します。

Rate # ... 注入口温度プログラム 1、2、3 の温度プログラムの昇温速度

Final temp # ... 温度プログラム 1、2、3 の注入口最終温度

Final time # ... Final temp 1、2、3 でのホールド時間。この時間は継続時間であり、Start Run から計測した値ではありません。

Pressure … 排出時間前後の注入口圧力の実測値と設定値。初期値は、カラムヘッド圧力に設定されます。

Vent pressure … 排出時間中の注入口圧力。排出時の注入口圧力を下げること
で、溶媒除去にかかる時間が短縮されます。また圧力を低くすると、排出時にカラム
へ流入するキャリアガスと気化溶媒の量が減少します。

0 ~ 100psig の範囲で値を設定します。0 を選択すると、注入口はそのときのベン
ト流量が保持可能な最小圧力を使用します。表 44 は、ヘリウムのベント流量を変え
て、それぞれに対応する最小圧力値を概算したものです。この表の値を下回る圧力
は、ベント流量を小さくしない限り使用できません。

表 44 可能な圧力最小値

ベント流量 (mL/min)	設定値を“0”psig にした 場合のベント圧力実測値	設定値を“0”kPa にした場 合のベント圧力実測値
50	0.7	5
100	1.3	10
200	2.6	18
500	6.4	44
1000	12.7	88

Vent flow … 排出時間中にスプリットベントから排出されるキャリアガスの流量。
流量を大きくすると、ライナから流出する速度が増して、溶媒除去時間を短縮する
ことができます。ほとんどのカラムでは、ベント流量を 100mL/min にすると、許容
範囲内の速度で溶媒を除去できますが、物質がカラムに残る量も非常に少なくなり
ます。

Vent end time … Start Run からソルベントベントが終了するまでの時間。大量
注入の場合、この時間は通常、注入が完了するのにかかる時間よりも長く設定しま
す。

Purge time … Start Run からサンプル送金が終了するまでの時間。これは Vent
end time から開始します。

Purge flow … Purge time から注入口へ流れ始めるキャリアガスの流量。

Total flow … Total flow には、注入口への流量実測値が表示されます。

手順：カラム定義済みの場合のソルベントベントモードの使用

1. カラム、キャリアガス、流量プログラムまたは圧力プログラム（使用している場合）が正しく設定されていることを確認します。詳細については、[「流量と圧力のコントロール」](#)を参照してください。
2. [Front Inlet] を押します。
 - a. Mode: にスクロールして、[Mode/Type] を押します。Solvent vent を選択します。
 - b. ベント圧力、ベント流量、ベント終了時間を入力します。
 - c. 注入口温度と、必要に応じて温度プログラムを設定します。
 - d. パージ時間とパージ流量を入力します。
 - e. 必要に応じて Gas saver を ON にします。セーブ時間がパージ時間より後に設定されているかを確認します。

<pre> FRONT INLET (HP PTV) Mode: Solvent vent Temp 50 50 < Init time 0.50 Rate 1 600 Final temp 1 400 Final time 1 5.00 Rate 2 (off) Pressure 10.0 10.0 Vent pressure 5.0 Vent flow 100 Vent end time 0.40 Purge time 1.50 Purge flow 50 Total flow 24.3 Gas saver 0n Saver flow 20.0 Saver time 2.00 </pre>	<p>[Mode/Type] を押します。</p> <table border="1" style="border-collapse: collapse; width: 100%;"> <tr> <td style="padding: 5px;"> <pre> FRONT INLET MODE *Solvent vent < Split Splitless Pulsed split Pulsed splitless </pre> </td> </tr> </table> <p>Init time より小さい値にします。 Vent end time より大きい値にします。</p> <p>Purge time より大きい値にします。</p>	<pre> FRONT INLET MODE *Solvent vent < Split Splitless Pulsed split Pulsed splitless </pre>
<pre> FRONT INLET MODE *Solvent vent < Split Splitless Pulsed split Pulsed splitless </pre>		

3. [Prep Run] ([279](#) ページ参照) を押してから、サンプルを手動注入します。

手順：カラム未定義の場合のソルベントベントモードの使用

1. カラム、キャリアガス、流量プログラムまたは圧力プログラム（使用している場合）が正しく設定されていることを確認します。詳細については、[「流量と圧力のコントロール」](#)を参照してください。
2. [Front Inlet] を押します。
 - a. Mode: にスクロールして、[Mode/Type] を押します。Solvent vent を選択します。
 - b. ベント終了時間とベント圧力を入力します。
 - c. 注入口温度と、必要に応じて温度プログラムを設定します。
 - d. パージ時間を入力します。ベント終了時間よりも大きい値を設定します。
 - e. カラム流量が適切になるように、トータルフローを、カラム流量にセプタムパージ流量（約 6mL/min）を加えた値より大きな値に設定します。

<pre>FRONT INLET (HP PTV) Mode: Solvent vent Temp 50 50 < Init time 0.50 Rate 1 600 Final temp 1 400 Final time 1 5.00 Rate 2 (off) Pressure 10.0 10.0 Vent pressure 5.0 Vent end time 0.40 Purge time 1.50 Tot flow 20.0 20.0</pre>	<p>[Mode/Type] を押します。</p> <table border="1" style="border-collapse: collapse; width: 100%;"> <tr> <td style="padding: 5px;"> <pre>FRONT INLET MODE *Solvent vent < Split Splitless Pulsed split Pulsed splitless</pre> </td> </tr> </table> <p>Init time より小さい値にします。</p> <p>Vent end time より大きい値にします。</p>	<pre>FRONT INLET MODE *Solvent vent < Split Splitless Pulsed split Pulsed splitless</pre>
<pre>FRONT INLET MODE *Solvent vent < Split Splitless Pulsed split Pulsed splitless</pre>		

3. [Prep Run] ([279](#) ページ参照) を押してから、サンプルをマニュアル注入します。

大量注入

ほとんどの気化注入口は、1～5 μ Lの液体を注入するように設計されています。大量注入を行うと、サンプルが気化したときに発生する蒸気が注入口からオーバーフローして、クロマトグラフィーに悪影響を与えます。PTV ライナの公称液体容量は、次の表のとおりです。

表 45 ライナの容量

ライナ	公称液体容量	不活性度
オープンバッフル	5 μ L	高
ガラスウールパッキング	25 μ L	低（表面積が大きい）

ソルベントベントモードでは、溶媒除去の際に、分析対象成分が熱によってライナにトラップされます。溶媒が排出されると、空いた分のライナ容積を使って次の注入が行われます。大量のサンプルから分析対象成分を濃縮するために、注入を数回繰り返すことができます。注入とソルベントベントが完了すると、分析対象成分がカラムへ送り込まれます。これにより、独立して濃縮処理を行う必要がなくなり、消失するサンプルも最小限に抑えられます。

PTV は、オートサンプラを使用してマルチ注入を行うことにより、大量注入を実現します。このプロセスはケミステーションでコントロールします。

ケミステーションの条件

大量注入を行うには、GC または MSD のケミステーションが必要です。これは、6890 GC のキーボードでは必要なパラメータを設定できないためです。

- GC ケミステーションソフトウェア リビジョン A. 04. 02 以降
またはソフトウェア リビジョン A. 04. 01、PTV ソフトウェアが付随していること
- MSD ケミステーションソフトウェア リビジョン A. 03. 00 以降

表 46 **コントロールパラメータ … インジェクタ設定画面**

パラメータ	設定可能範囲	デフォルト
Syringe size	0.1 ~ 100 μ L	10 μ L
Nanoliter adapter	Present または Not present	Not present
Multiple injections	Single または Multiple	Single

- Syringe size … シリンジの総容量。
- Nanoliter Adapter … チェックボックスでコントロールします。チェックした場合は、ナノリッターアダプタがインジェクタに付いていることを示します。チェックしない場合は、ナノリッターアダプタがインジェクタに付いていないことを意味します。G2613A インジェクタでは、ナノリッターアダプタが常に付属します。
- Multiple Injections … チェックボックスでコントロールします。チェックした場合は、1回の分析でサンプルが注入口へ、その他のパラメータに基づいてマルチ注入を行います。この場合は、最初の注入時にのみ Start Run コマンドを発行します。
何もチェックしない場合は、1回の分析でサンプルは1回だけ注入を行い、そのたびに Start Run コマンドを発生します。これがデフォルトの操作モードです。

表 47 **コントロールパラメータ … インジェクタ画面**

パラメータ	設定可能範囲	デフォルト
Inject X μ L Y times	X: 0.1 ~ 0.5 シリンジ容量 Y: 1 ~ 100	X: 0.1 シリンジ容量 Y: 1
Delay between injections	0 ~ 100 秒	0
Preinjection washes	0 ~ 15	0
Postinjection washes	0 ~ 15	0
Pumps	0 ~ 15	0

- Inject X μ L Y times … X は注入量を Y は注入回数を表します。インジェクタ設定画面で Nanoliter Adapter をチェックしている場合、設定可能範囲は 0.02 ~ 0.4 x シリンジ容量となります。
- Delay … 注入の合間の休止時間（単位：秒）。ハードウェアの最小サイクル時間に加算されます。
- Preinjection washes … 最初の注入の前に、溶媒やサンプルによってシリンジを洗浄する回数。マルチ注入の場合、2 回目以降の注入の前には洗浄が行われません。
- Postinjection washes … 最後の注入の後に、溶媒によってシリンジを洗浄する回数。マルチ注入の場合、洗浄が行われるのは最後の注入の後だけです。
- Preinjection pumps … 計量したサンプルを吸い込む前に、シリンジプランジャをポンピングする回数。マルチ注入の場合、ポンピングは最初の注入の前にしか行いません

計算値

ソフトウェアは次の値を計算して表示します。

- インジェクタ画面：Total … X (1 回の注入の容量) と Y (1 回の分析での注入回数) の積。
- 注入口画面：Estimated total injection time … 入力済みパラメータとサンプラの機械的なサイクル時間に基づいて算出した、マルチ注入全体にかかるおおよその合計時間（単位：分）。Delay between injections、注入前後のドゥエル時間、および粘性待ち時間を含みます。

例

ここに示す値は、広範囲な沸点を持つサンプルに使用したものです。

一般的なパラメータ	
パラメータ名	値
Sample	C10 ~ C44 炭化水素、ヘキサン使用
Mode	ソルベントベント
PTV liner	ガラスウールパッキング
Injection volume	10.0 μ L 注入1回 (25 μ L シリンジ)
Injection speed	高速
Column	30 m \times 320 μ m \times 0.25 μ m HP-5、p/n 19091J-413
Column flow	4mL/min 定流量

注入口パラメータ	
パラメータ名	値
Init temp	40 $^{\circ}$ C
Init time	0.3 min
Rate 1	720 - $^{\circ}$ C/min
Final temp 1	450 $^{\circ}$ C
Final time 1	5 min
Rate 2	100 $^{\circ}$ C /min
Final temp 2	250 $^{\circ}$ C
Final time 2	0 min
Rate 2 (off)	
Pressure	15.6 psig
Vent pressure	0.0 psig
Vent flow	100 mL/min
Vent end time	0.2 min
Purge time	2.0 min
Purge flow	50 mL/min

オープンパラメータ	
パラメータ名	値
Init temp	40 °C
Init time	2.5 min
Rate 1	25 °C /min
Final temp 1	320 °C
Final time 1	10.0 min
Rate 2 (off)	

検出器パラメータ	
パラメータ名	値
Detector	FID
Detector temp	400 °C
Hydrogen flow	40 mL/min
Air flow	450 mL/min
Makeup (N2)	45 mL/min

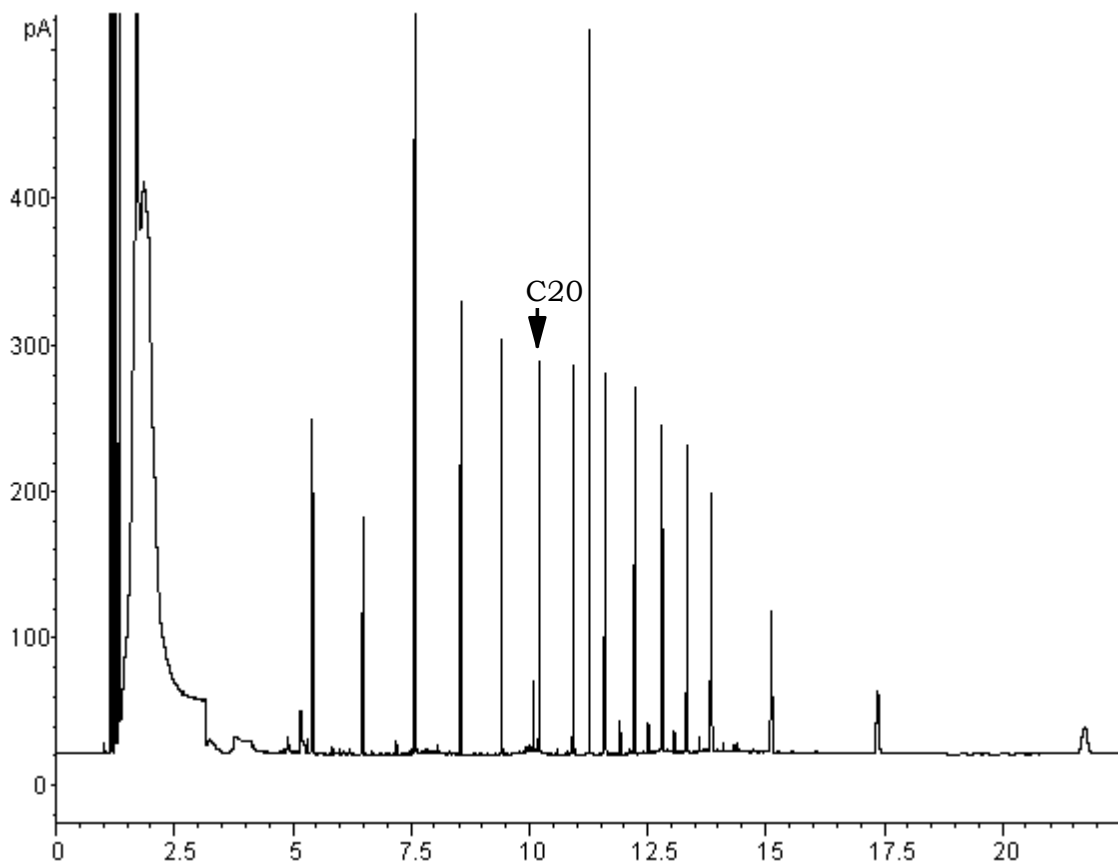


図 63 10 μ L 注入 1 回の場合のクロマトグラム

分析対象成分を 100% 回収可能なスプリットレス分析を同じサンプルで行った場合と、上記の結果を比較しました。データから、この条件下では C20 以上の化合物が完全に回収されており、回収率は注入量とは無関係であることがわかります。C20 以下の化合物については、一部溶媒とともに排出されています。

考えられる調整方法

目的に応じて、いくつかの調整方法が考えられます。

より多くの溶媒を排出するには

- ・ ベント終了時間、注入口初期時間、およびパージ時間を長くします。これが定量的にトラップされた分析対象成分に影響を与えることはありませんが、溶媒ピークは減少します。
- ・ 注入口のタイミングを変えずに、ライナから排出されるベント流量を大きくします。ベント流量を大きくすると、ベント圧力を0に設定している場合は圧力が増大します。そのためカラムへ送り込まれる溶媒の量は増えます。
- ・ 注入口初期温度を高くして、気化する溶媒の量を増やすことにより、排出される溶媒の量も増やします。この場合は揮発性分析対象成分の蒸気圧も増大するので、このような成分も多く失われます。

低沸点分析対象成分の回収率を向上させるには

- ・ 注入口温度を低くして分析対象成分の蒸気圧を下げ、分析対象成分を効率的にトラップします。この場合は溶媒の蒸気圧も低下するので、除去にかかる時間も長くなります。
- ・ ライナに保持力の高いパッキングを使用します。Tenax などの素材を使用すると揮発性分析対象成分の回収率は向上しますが、高沸点化合物を脱着しない場合があります。このような高沸点物質も測定したい場合は、この点を考慮する必要があります。
- ・ 溶媒をライナ内に残しておきます。残った溶媒が擬似固定相の役割を果たして揮発性分析対象成分を保持します。この分は、検出器が許容できる溶媒量を考慮する必要があります。

例（続き）

前の数ページで紹介したシングル注入の例から、ガラスウールパックドライナで10 μ L 注入を行っても過負荷にはならないということが分かります。これは、10 μ L のマルチ注入も可能であることを意味します。

一度の分析につき、1回10 μ L 容量の注入を10回行います。これによって分析感度がかなり向上するはずですが、この分析の目的は高沸点化合物の検出と測定を行うことなので、低沸点成分の回収率を上げるための調整は行いません。

ケミステーションで算出した概算によると、10回の注入にかかる時間は合計で1.3分です。タイミングの変更は次のとおりです。

パラメータ	変更前	変更後
Inlet Init time	0.3 分	1.6 分
Vent end time	0.2 分	1.5 分
Purge time	2.0 分	3.0 分
Oven Init time	2.5 分	3.0 分

結果を図 27 に示します。

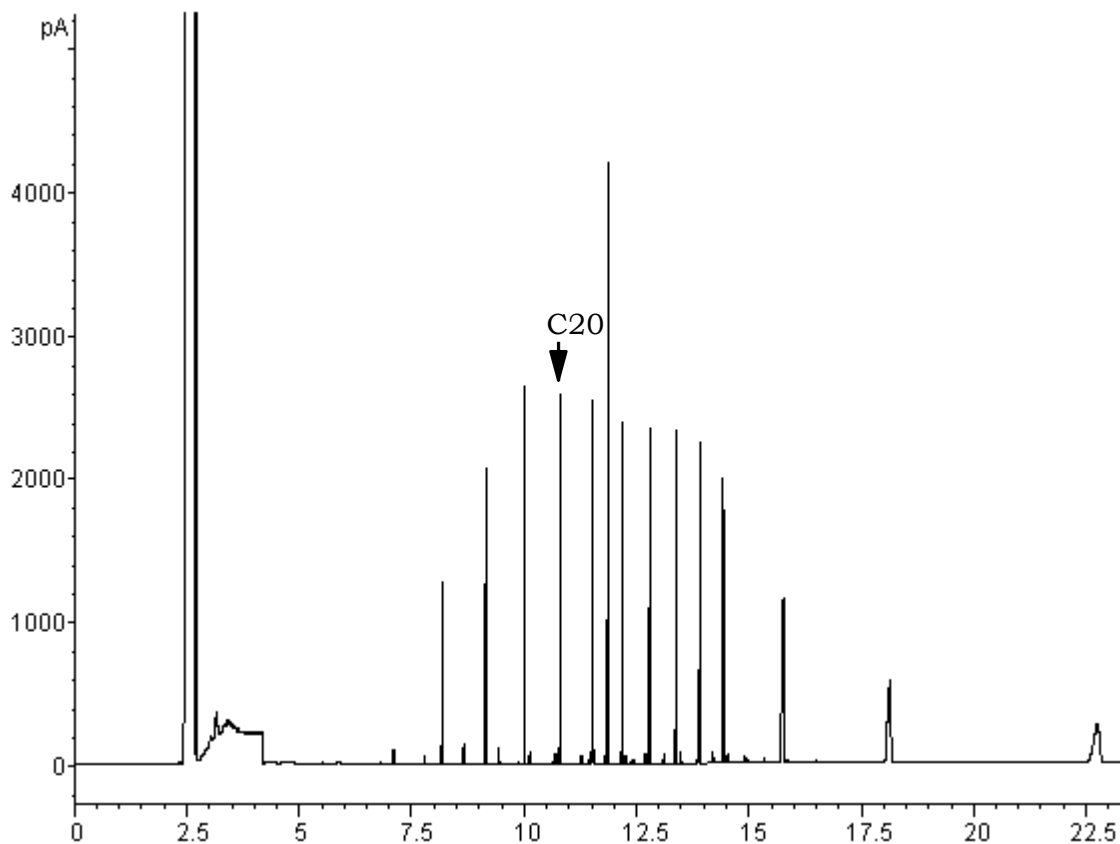


図 64 10 μ L 注入 10 回の場合のクロマトグラム

PTV のメンテナンス

注入口アダプタ

注入口底部にある Graphpack-2M コネクタ（注入口アダプタ）のサイズは、カラム直径に合わせます。直径の異なるカラムを取り付けるときは、アダプタを交換しなくてはなりません。

アダプタ番号はアダプタの側面に記されています。カラムに合った、最も小さい穴径のものを選択してください。

表 48 注入口アダプタ

カラム ID	注入口アダプタ番号	数量	部品番号
200 μm	31	1	5182-9754
250 μm	45	1	5182-9761
320 μm	45	1	5182-9761
530 μm	70	1	5182-9762

手順：注入口アダプタの交換

1. アダプタからカラムナットをゆるめて外します。注入口からナットとカラムを取り外します。
2. 6mm レンチを使って注入口アダプタを取り外します。その際に中にあるシルバーシールを紛失しないようにしてください。後日使用できるように、アダプタを保管しておきます。
3. カラムに対応した適切な注入口アダプタを選択します。新しいシルバーシール（部品番号 5182-9763、5 個入り）をアダプタに挿入し、注入口にアダプタを取り付けて、ナットを指で締めます。6mm レンチを使用して、ナットを更に 1/16 から 1/8 回転させ、アダプタを固定します。
アダプタを締めすぎないでください。アダプタに力がかかりすぎると、注入口が破損するおそれがあります。アダプタから漏れが発生する場合は、シルバーシールを点検し、必要に応じて交換してください。

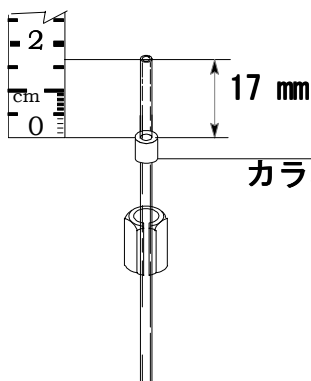
手順：カラムの取り付け

Graphpack-2M フェラルのサイズは、カラム外径に合わせます。

表 49 カラムとフェラル

カラム ID	Graphpak フェラルの穴径 ID	数量	部品番号
200 μm	0.31 mm	10	5182-9756
250 μm	0.40 mm	10	5182-9768
320 μm	0.45 mm	10	5182-9769
530 μm	0.70 mm	10	5182-9770

1. 適合する Graphpack フェラルをカラム注入口の末端にはめ込み、末端部分を 30mm 以上引き出します。
2. ガラスナイフまたはその他のヒューズドシリカカッタを使用して、カラム末端から約 10mm を切り捨てて、グラファイトの汚れを取り除きます。
3. カラム末端から 17mm のところにフェラルを置きます。フェラルの陰に小さなマークを付け（ホワイト修正液が便利）、カラムの位置が適切かどうかを確認してから、カラム末端をアダプタに差し込みます。



カラムのこの位置をマークします。

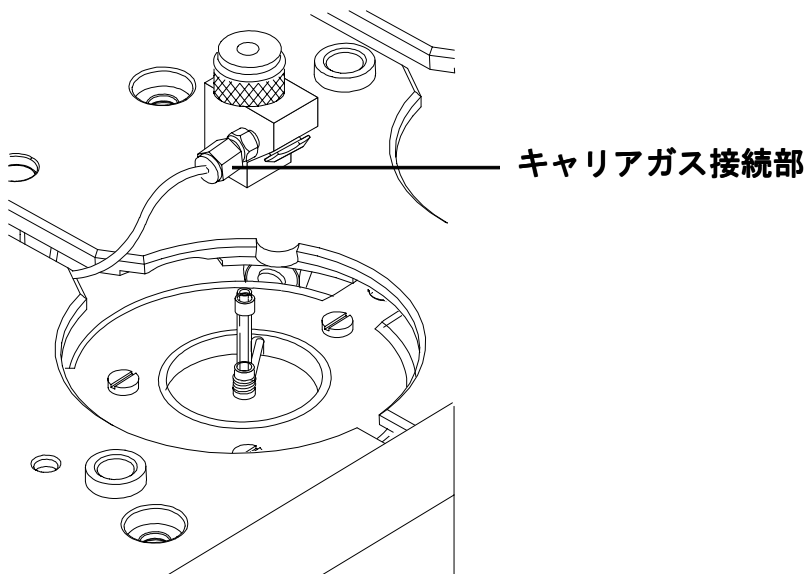
4. カラムナットを指で締めます。5mm レンチを使用して、カラムナットを 1/8 から 1/4 回転させて固定しますが、締めすぎないように注意してください。
5. 接続部から漏れがないかどうかを確認します。カラムアダプタから漏れている場合は、適合する両口レンチで少し締めてみてください。

セプタムレスヘッド

このサンプリングヘッドは、セプタムの代わりにチェックバルブを使用して、シリンジ出入口をシールします。このヘッドは、自動注入とマニュアル注入のどちらでも使用できます。シリンジには 23 ゲージのニードルが必要です（[「消耗品および交換部品」](#)を参照してください）。

手順：セプタムレスヘッドの取り外し

1. 注入口温度を室温まで下げます。
2. キャリアガスラインを外します。
3. セプタムレスヘッドを左回りに回してゆるめ、注入口から外します。
4. 新しいヘッドを注入口に取り付けます。指で更に 1/8 回転させて締め付けます。

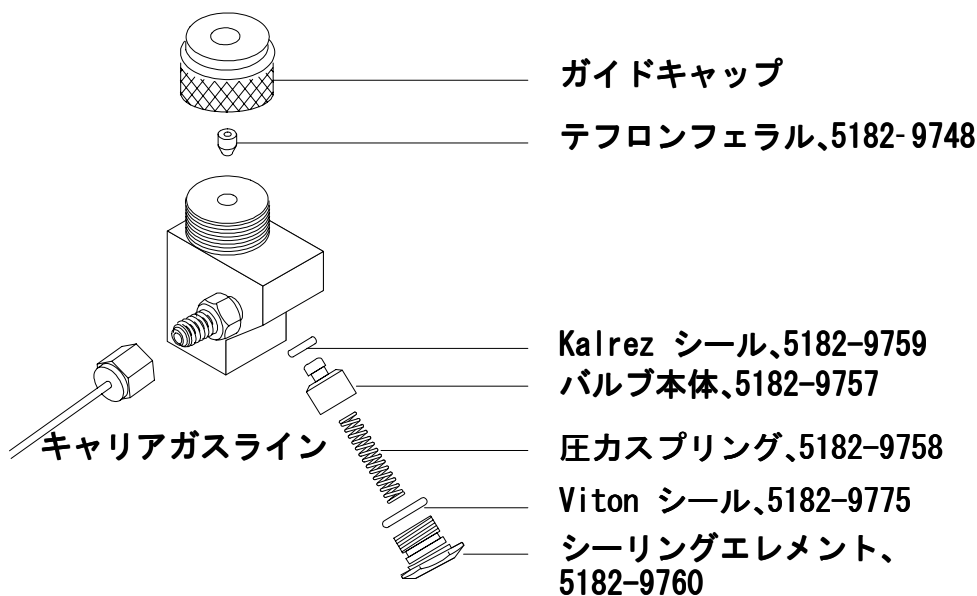


5. キャリアガスラインを再度接続します。
6. サンプリングヘッドのすべての接続部に漏れがないことを確認し、必要に応じて手で締めなおします。

手順：セプタムレスヘッドのクリーニング

サンプル混合物から生じるわずかな付着物がヘッドに溜まる場合があります。また、ほこりや摩耗物質の粒子がシリンジニードルとともに入り込んで、漏れを起こすこともあります。これらの為にも定期的なクリーニングをお勧めします。

1. 注入口温度を室温まで下げます。
2. キャリアガスラインを外し、ヘッドをゆるめて注入口から取り外します。
3. シーリングエレメントをゆるめてヘッドから外します。Viton シールと圧カスプリングを慎重に取り外します。



4. ガイドキャップをヘッドからゆるめて外し、テフロンフェラルを取り外します。

注意

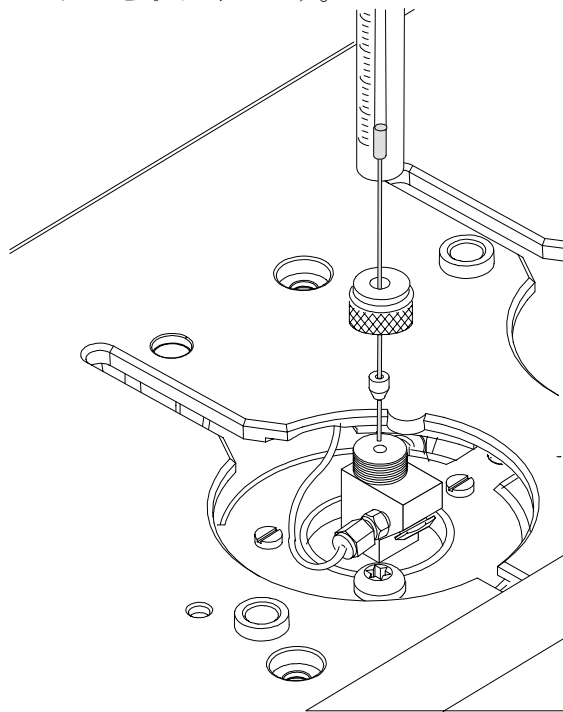
バルブ本体を引き出す際に、先のとがったものを使用しないでください。引っかき傷が原因で漏れが発生するおそれがあります。

5. 23 ゲージニードルの付いたシリンジを慎重にヘッドに挿入し、Kalrez シールの付いたバルブ本体をヘッドからわずかに押し出します。なめらかで平坦な台の上でヘッドを軽く叩き、バルブ本体を落として出すか、または指でつかめる位置にまですべり落とします。

6. バルブ本体からシールを外します。
7. すべての部品をヘキサンで慎重に洗浄します。
8. 分解したときの逆の順序でヘッドを組み立てます。作業は絶対に清潔な状態で行い、シールと圧カスプリングに傷を付けないよう注意してください。
9. この機会を利用してテフロンフェラルも点検します。交換が必要な場合は、[423](#) ページを参照してください。
10. システム全体に漏れがないかを再点検します。必要に応じて、シリンジニードルを差し込んでガイドキャップをわずかに締めなおしたり、Kalrez シールの交換を行います。
シリンジを挿入した際にヘッドが漏れる場合は、テフロンフェラルに問題があります。シリンジを挿入していないのにヘッドが漏れる場合は、シールを交換したほうがよいでしょう。

手順：テフロンフェラルの交換

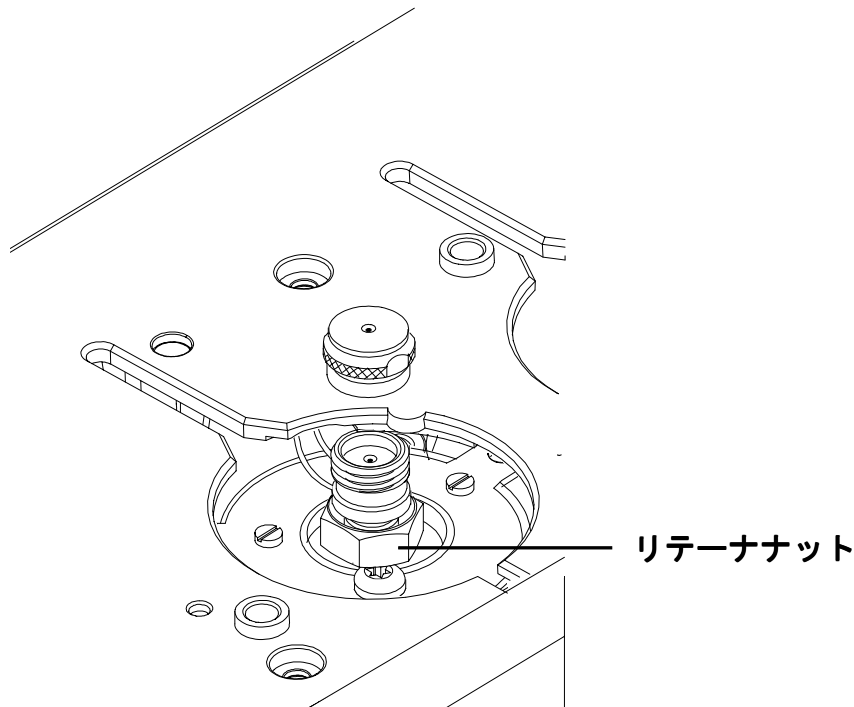
1. ガイドキャップをゆるめてセプタムレスヘッドから外し、テフロンフェラルを取り外します。



2. ガイドキャップと新しいテフロンフェラルをシリンジニードルにはめ込んで、ニードル先端を 10mm 以上出しておきます。
3. シリンジニードルの先端をセプタムレスヘッドに差し込んで、フェラルとセプタムレスヘッドを合わせます。
4. 手ごたえを感じるまでガイドキャップを締めます。
5. シリンジニードルを完全に差し込んだ状態で、漏れがないことを確認します。
6. 注入口に漏れがある場合は、ガイドキャップを慎重に締めて漏れを止めます。

セプタムヘッド

セプタムヘッドは、標準セプタムまたは Merlin マイクロシールを使用してシリンジ出入口をシールします。ガスはセプタムの内側を流れて、ニューマティックモジュールのセプタムパージベントから排出されます。



手順：セプタムヘッドの取り外し

セプタムヘッドは、自由に回転するリテーナナットによって注入口に接続されています。

1. 注入口温度を室温まで下げます。
2. 5/8 インチレンチを使用して、セプタムヘッドのリテーナナットをゆるめます。
3. 注入口からセプタムヘッドアセンブリを慎重に取り外します。1/16 インチラインを曲げすぎないように注意してください。作業を行いやすくす

るには、注入口のヘッドを持ち上げて、どちらか片方の側に押し込んでおきます。

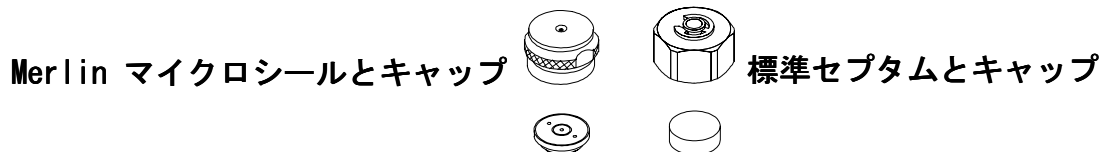
4. セプタムヘッドを元に戻す際は、ヘッドと注入口の位置を慎重に合わせて、注入口にリテーナナットを手で取り付けます。
ナットは注入口に簡単に取り付けられます。手ごたえを感じたら、ナットをゆるめてやりなおしてください。締めすぎると、注入口が破損して修復できなくなるおそれがあります。
5. リテーナナットを更に 1/2 回転締め付けます。
6. すべての接続部に漏れがないかを確認します。漏れがある場合は、リテーナナットを更に 1/4 回転締めて、漏れを止めます。

手順：セプタムの交換

セプタムヘッドには、標準セプタムまたは Merlin マイクロシールを使用します。

注入口温度が 40 °C 未満に設定されている場合は、Merlin マイクロシールのシール効果が発揮されません。温度が 40 °C 未満の注入口については、標準セプタムでシールを行ってください。

1. セプタムを交換するには、まず注入口温度を室温まで下げます。
2. 注入口用の工具あるいは手で、セプタムキャップまたは Merlin キャップを左回りにゆるめます。セプタムヘッドが回り始めたら、キャップが外れるまで手で押さえます。
3. セプタムヘッドの内側を傷つけないように注意しながら、セプタムまたは Merlin マイクロシールを取り外します。
4. 新しいセプタムまたは Merlin マイクロシールと、それに適合するキャップを取り付けます。Merlin マイクロシールを取り付ける際には、金属部が見える方の面を下向きにしてください。



5. キャップからの漏れがないかを確認し、必要に応じてキャップを締め付けます。

注入口ガラスライナ

ライナは、サンプル析出用チャンバの役割を果たします。ライナは3種類あります。

表 50. 注入口ライナ

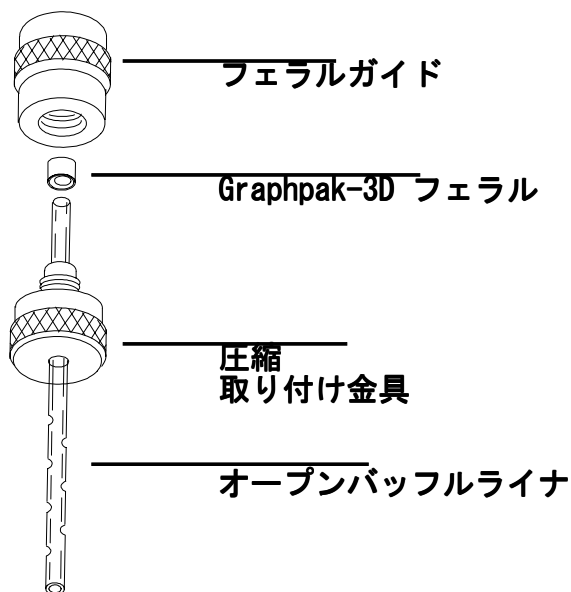
タイプ	注入容量	不活性度	数量	部品番号
オープンバッフルライナ	小	高	10	5182-9751
パックドライナ (silanized ガラスウール)	大	低	10	5182-9752
アンパックドライナ (ユーザパック仕様)	パックによる		10	5182-9753

タイプ	注入容量	ガラスタイプ	ガラスウールパッキング*	アプリケーション	部品番号
シングルバッフルライナ	180 μ L	ポロシリケートガラス	Yes	大量注入、極めて活性な化合物でないもの	5183-2038
シングルバッフルライナ	200 μ L	ポロシリケートガラス	No	一般	5183-2036
マルチバッフルライナ	150 μ L	ポロシリケートガラス	No	活性な化合物、農薬、薬物	5183-2037
フリットガラスライナ	150 mL	ポロシリケートガラス	No	大量注入、最も活性なもの以外の全ての化合物	5183-2041

*Silanized glass wool 10 gm (pesticide grade) 部品番号 5181-3317

手順：ライナの交換

1. 注入口からヘッドを取り外します。詳細については、[「手順：セプタムレスヘッドの取り外し」](#)または[「手順：セプタムヘッドの取り外し」](#)を参照してください。
2. Graphpak フェラルのところではライナをつかみます。ライナとフェラルを取り外します。
3. アセンブリツール（部品番号 G2617-80540）を、フェラルガイドと圧縮取り付け金具に分解します。



4. 新しいライナの長くて真っすぐな末端に、圧縮取り付け金具をはめ込みます。ねじ山はライナの末端側に向けます。
5. ライナの同じ末端に Graphpak-3D フェラルを取り付けます。グラフィエットの凹面を圧縮取り付け金具側に向けます。ライナがフェラルから約 2mm はみ出るまで、フェラルをずらします。
6. 圧縮取り付け金具を、フェラルの位置までずらします。フェラルガイドを指でゆっくりと回して、圧縮取り付け金具に固定します。

7. フェラルガイドをゆるめて取り外します。ライナのもう一方の端から、圧縮取り付け金具をずらして外します。これで、フェラルはライナの端から 1mm のところに位置しているはずですが、フェラル内部のグラファイトと、メタルカラー上部の位置が揃っているかを確認します。
8. ガラスライナを上から注入口に差し込みます。フェラルの非パッキン側が注入口上部に来るまで挿入します。
9. 必要に応じてサンプリングヘッドを交換し、ラインを再接続します。
10. すべての接続部に漏れがないかを確認し、必要に応じて手で締めなおします。

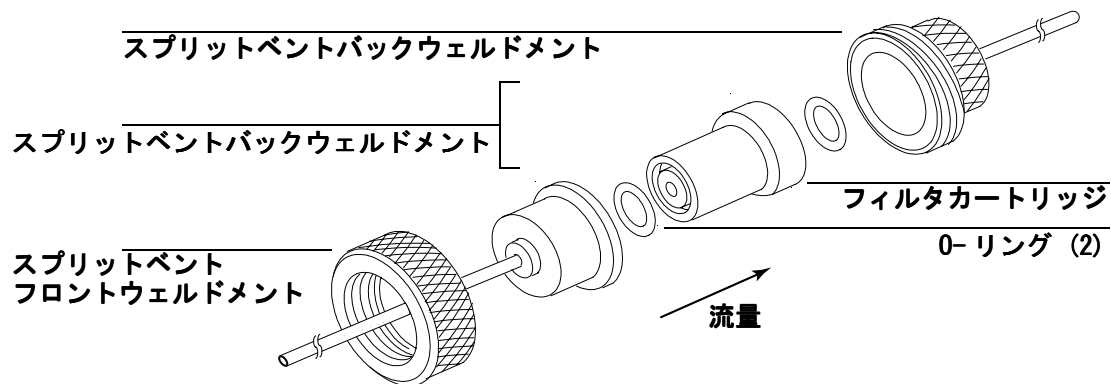
スプリットベントトラップフィルターカートリッジの交換

警告

オープン、スプリットベントトラップを使用する注入口を Off にして冷却します。キャリアガスの供給圧力を Off にします。

スプリットベントトラップには、GC で分析したサンプルや種々の化合物が吸着されています。トラップフィルターカートリッジの交換作業でこれらの物質を扱う際は、適切な安全処置に従ってください。

1. オープン、注入口を OFF にし、それらに室温に冷却します。
2. GC 流量をゼロにします。
3. ニューマティックスカバーを取り外します。
4. フィルタトラップアセンブリをマウンティングブラケットから持ち上げ、フィルタトラップアセンブリのネジを外します。 .



5. 古いフィルターカートリッジと O-リングを取り出し、新しいものと交換します。
6. トラップを組み立てます。
7. 漏れをチェックします。

手順：ガス配管の漏れテスト

ガス配管に漏れがあると、クロマトグラフィーの結果は大きな影響を受けます。以下の手順では、注入口マニホールドを除いた配管システムまでをチェックします。システムのこの部分で漏れが無いことが判明したら、次の手順として、注入口と注入口マニホールドをチェックします。

液体の漏れ検出液の使用は、清浄さが極めて重要な部分では、お勧めできません。漏れ検出液を使用する場合は、液をすぐに洗い流して石鹸膜を取り去ってください。

警告

液体の漏れ検出液を使用する場合は、感電による危険を避けるため、GC を OFF にし、電源コードの接続を外します。電気の配線、特に検出器のリード線に漏れ検出液が掛からないよう気を付けてください。

用意するもの：

- ・ 使用するガスの種類を検出できる電子式リークディテクタまたは液体の漏れ検出液。液体の漏れ検出液を使用する場合は、テスト終了後、付着している液体を拭き去ってください。
 - ・ 7/16 インチレンチ、2本
1. リークディテクタを使って、各接続箇所に漏れがないかを確認します。
 2. 漏れがあれば、接続を締め直して漏れを止めてください。もう一度接続の漏れをテストします；
すべての接続で漏れが無くなるまでこれを繰り返します。

手順：PTV 注入口の漏れテスト

注入口には漏れるおそれのある箇所が多々あります。この手順では、注入口全体で許容できない漏れがあるかどうかを判断します。注入口が漏れている場合は、リークディテクターを使用して、漏れているコンポーネントを正確に修正する必要があります。

警告

オープンや注入口が高温になっていると、やけどするおそれがありますので注意してください。

用意するもの：

- ・ 穴無しフェラル
 - ・ 7/16 インチレンチ
 - ・ 手袋（注入口が熱い場合）
 - ・ セプタムナットレンチ（部品番号 19251-00100）
 - ・ 9/16 インチレンチ
 - ・ 1/8 インチ SWAGelok キャップ
 - ・ 石鹼膜流量計
1. あらかじめ以下の作業を完了しておきます：
 - ・ 現在設定されているパラメータをメソッドとして保存しておきます。
 - ・ オープンを OFF にします。
 - ・ 注入口とオープンを室温に冷却します。
 - ・ 注入口の圧力を OFF にします。
 - ・ カラムが取り付けられているならそれを取り外し、カラムフィッティングは、カラムナットと穴なしのフェラルで栓をします。
 - ・ 古いセプタムを取り除き、新しいセプタムに置き換えます。詳細については、[「手順：セプタムの交換」](#)を参照してください。
 2. オープンの内側にある注入口フィッティングからカラムを取り外します。
 3. セプタムヘッド が取り付けられている場合、セプタム（またはマイクロシール）の品質や、ガラスライナ上の Graphpak-3D フェラルの品質が不明な場合は、ここで交換しておきます。
 4. 注入口のカラムフィッティングとセプタムパージベント（セプタムヘッドのみ）をキャップでふさぎます。穴なしの Vespel フェラル、1/8 インチ（部品番号 0100-1372）および 1/16 インチ（部品番号 5181-7458）と 1/8 インチ Swagelok ナット（部品番号 5180-4103）およびキャピラリカラムナットを使用します。
キャップでふさぐ別の方法として、セプタムパージベントには 1/8 インチの Swagelok キャップも使用できます。入口カラムフィッティングをふ

さぐには、キャピラリカラムナットと針金（金属ペーパークリップなど）と 0.5 mm ID グラファイトフェラルを組み合わせて取り付けます。

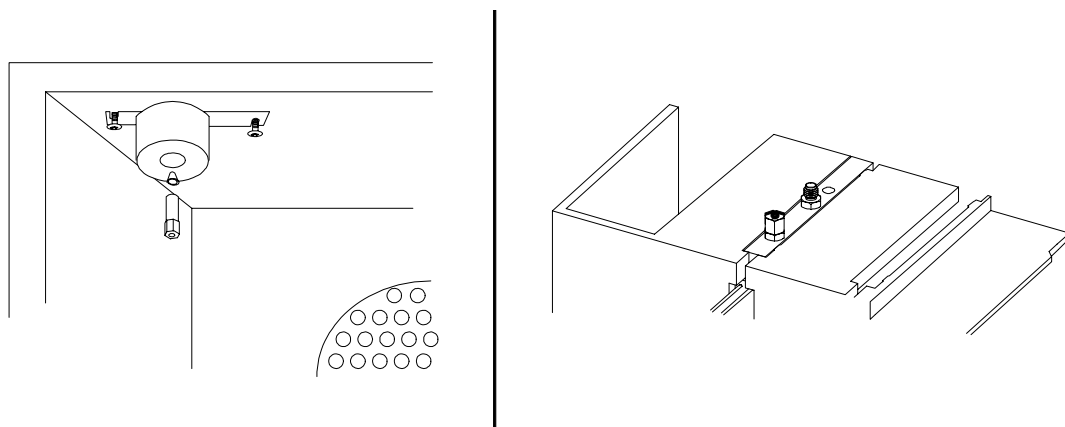


図 65 注入口の底部とセプタムパーズベントをキャップでふさぐ

5. ガス供給源の圧力が 35 psi 以上であることを確認しておきます。キャリアガスの供給圧力は、希望する設定値よりも常に 10 psi 以上大きくする必要があります。
6. テストができるよう、注入口をコンフィグレーションします。[Front Inlet]（または [Back Inlet]）を押し：
 - ・注入口を「スプリットモード」にセットします。
 - ・カラムの長さを 0 にコンフィグレーションします。[Config] [Column 1] または [Config] [Column 2] と押し、「Dim」フィールドの最初の列に「0」を入力します。
 - ・注入口のトータル流量を、60 mL/min にセットします。
 - ・注入口の圧力を、25psi にセットします。
 - ・注入口を通常の操作温度にセットします。
7. 圧力が平衡するまで、約 15 秒待ちます。
圧力が設定値に達しない場合は、システムに大きな漏れがあるか、供給圧力が充分高くないかのどちらかです。

8. 注入口の圧力を OFF にします。
[Front Inlet] (または [Back Inlet]) を押し、「Pressure」フィールドにスクロールして [Off] を押します。フローコントローラとバックプレッシャバルブは、どちらも閉じられます。
9. ディスプレイに表示される 「Actual」を見ながら、圧力を 10 分間モニターします。
 - ・ 圧力降下が 0.5 psi 未満であれば、システムは漏れが無いと判断できます。
 - ・ もし圧力降下が 0.5 psi よりかなり大きい場合は、漏れの箇所をみつけて漏れを止める必要があります。ところで、リークテストの時間は注入口の内部容積によって少し短縮できます。注入口の内部容積は、使用するライナにより異なります (容積が小さいとリークテストの時間は短くすることができます)。[「漏れを止める」](#)を参照してください。
10. システムに漏れが無いことが判明したら、ふさいでいたキャップを取り外し、カラムを再度取り付けて、キーボードからカラムの寸法をコンフィグレーションします。そして、使用する圧力と流量をセットします。

漏れを止める

電子式リークディテクタを使用して、注入口とガス配管で漏れの可能性がある全ての箇所をチェックします。

必要に応じて、緩んでいる箇所を締め漏れを止めます。再度漏れテストを繰り返して確認します。

圧力の降下が 0.5 psi 未満であれば、注入口システムは漏れが無いものと判断できます。もし圧力の降下が許容速度より速い場合、漏れ箇所の発見を続け、圧力テストを繰り返します。

潜在的な漏れ箇所

注入口システムの漏れをチェックするには、以下の箇所を調べます：

オープン内で

- ・ 注入口の底部がキャップでふさがれていることを確認してください。

注入口で

- ・ セプタム（セプタムヘッドのみ）
 - ・ 注入口底部にある下側注入口シール
 - ・ 注入口ライナに取り付けたフェラル
 - ・ キャリアガスやセプタムパージ（セプタムヘッドのみ）の接続部
- EPC モジュールで
- ・ ブロックの内側にある、O-リング（注入口の配管ラインがモジュールに接続されている）
 - ・ セプタムパージキャップ（セプタムヘッドのみ）
 - ・ ケミカルトラップの O-リング
 - ・ フィッティング内の O-リング

消耗品および交換部品

説明	数量	部品番号
セプタムレスヘッドアセンブリ	1	G2617-60507
サービスキット	1	5182-9747
バルブ本体	1	5182-9757
圧カスプリング	1	5182-9758
Kalrez シール	1	5182-9759
Teflon ガイド	1	5182-9748
シーリングエレメント	1	5182-9760
Graphpak-3D ライナ用フェラル	5	5182-9749
Graphpak-3D フェラル用 アセンブリツール	1	G2617-80540
シングルバツフルライナ	1	5183-2038
シングルバツフルライナ	1	5183-2036
マルチバツフルライナ	1	5183-2037
フリットグラスライナ		5183-2041
Graphpak-2M 注入口アダプタ、0.2 mm カラム id	1	5182-9754
Graphpak-2M 注入口アダプタ、0.32/0.25 mm カラム id	1	5182-9761
Graphpak-2M 注入口アダプタ、0.53 mm カラム id	1	5182-9762
Graphpak-2M 注入口アダプタ用 シルバーシール	5	5182-9763
Graphpak 注入口アダプタ用スプリットナット	5	5062-3525
Graphpak-2M 注入口アダプタ用フェラル、0.2 mm カラム id	10	5182-9756
Graphpak-2M 注入口アダプタ用フェラル、0.25 mm カラム id	10	5182-9768
Graphpak-2M 注入口アダプタ用フェラル、0.32 mm column id	10	5182-9769
Graphpak-2M 注入口アダプタフェラル、0.53 mm column id	10	5182-9770

続き >

説明	数量	部品番号
シリンジ		
5 μ L、23 ゲージニードル固定型	1	9301-0892
10 μ L、23 ゲージニードル固定型	1	9301-0713
10 μ L、Teflon-tipped プランジャ、23 ゲージニードル固定型	1	5181-8809
10 μ L、Teflon-tipped プランジャ、23 ゲージニードル交換用	1	5181-8813
25 mL、Teflon-tipped プランジャ、23 ゲージニードル固定型	1	5183-0316
25 μ L、Teflon-tipped プランジャ、23 ゲージニードル交換用	1	5183-0317
50 μ L、Teflon-tipped プランジャ、23 ゲージニードル固定型	1	5183-0318
50 μ L、Teflon-tipped プランジャ、23 ゲージニードル交換型	1	5183-0319
セプタムとシール		
Merlin Microseal スタータキット (キャップ + 1 microseal)	1	5182-3442
Merlin Microseal 交換用	1	5182-3444
11 mm Agilent セプタム、赤	25	5181-1263

18 ボラタイルインレット

ボラタイルインレットの使用

スプリットモード

流路について

コントロールテーブルの使用

操作パラメータ

スプリット比

手順： カラム定義済みの場合のスプリットモードの使用

手順： カラム未定義の場合のスプリットモードの使用

スプリットレスモード

流路について

コントロールテーブルの使用

操作パラメータ

手順： スプリットレスモードの使用

ダイレクトモード

流路について

ボラタイルインレットでダイレクトサンプル注入を行うためのセットアップ

手順： スプリットベントラインの取り外し

手順： ダイレクト注入のコンフィグレーション

コントロールテーブルの使用 457

操作パラメータ

手順： ダイレクトモードの使用

ボラタイルインレットのメンテナンス

手順： カラムの取り付け

手順： インタフェースの交換とクリーニング

スプリットベントトラップフィルターカートリッジの交換

手順： ガス配管部の漏れテスト

手順： システムの漏れテスト

手順： 漏れテストのためのインタフェースのセットアップ

手順： 漏れの修正

外部ガスサンプラとの接続

手順： 7694 ヘッドスペースサンプラの接続

ボラtailインレット

ボラtailインレットの使用

ボラtailインレットを使用すると、ヘッドスペース、パージアンドトラップ、または毒性ガスサンプラなどの外部装置から、GCヘガスサンプルを簡単にまた確実に流入させることができます。このインタフェースは容量が小さくて不活性度が高いので、トレースレベルの検出が必要とされる分析において高い感度と分解能が発揮されます。

インタフェースへのトータルフローを流量センサが測定した後、流路は2つに分かれます。流路の1つはセプタムパージレギュレータへ、もう1つはフリットブロックへ続いています。流路は更にフリットブロックで分かれます。1つめの流路はガスサンプラへ続いており、そこからインタフェースへ流れ込みます。圧力感知ラインと呼ばれる2つめの流路は、フリットブロックを通過して圧力センサで測定されます。この流路は、インタフェースへの小量流路にもなります。

ボラtailインレットには、スプリット、スプリットレス、ダイレクトの3つの操作モードがあります。流路は操作モードによって異なりますが、その詳細については「[スプリットモード](#)」、「[スプリットレスモード](#)」、および「[ダイレクトモード](#)」を参照してください。操作モードを選択する際の留意事項を[表 51](#)にまとめてあります。同時にインタフェースの仕様も示します。

表 51 ボラタイルインレットの概要

モード	サンプル タイプ (濃度)	カラムへのサン プル流入量	注釈
スプリット	高	少量、ほとんど が排出される	
スプリット レス	低	ほぼ全量	スプリットモードへ電子的に 切り換えが可能。
ダイレクト	低	ほぼ全量	スプリットベントを物理的に 切り離し、インタフェースに 栓をして、GC を再コンフィグ レーションする必要あり。サ ンプル回収率が最大化し、流 路系統が汚れる心配がない。

仕様

SilcosteelR 処理済み流路

容積： 32 μ L

内部寸法： 2 mm \times 10 mm

最大トータルフロー： 100 mL/min

スプリット範囲： カラム流量による。
通常はスプリット なし～
100:1

温度範囲： 室温 + 10 $^{\circ}$ C (室温のオーブ
ン) \sim 400 $^{\circ}$ C

推奨温度 \geq 外部サンプリング装置のト
ランスファライン温度

スプリットモード

スプリットモードでサンプルを注入すると、カラムに流入するサンプルは少量であり、大部分がスプリットベントから排出されます。カラム流量に対するスプリット流量の比は、ユーザがコントロールします。スプリットモードは主に、大部分がスプリットベントから排出されてもかまわないような高濃度のサンプルか、希釈できないサンプルの場合に使用します。

流路について

プレラン中、サンプリング中、およびサンプリング後は、インタフェースへのトータルフローが流量センサによって測定され、プロポーショナルバルブによってコントロールされます。カラムヘッドでの流量は、背圧によって調整されます。圧力は、プロポーショナルバルブよりも上流側で測定されます。

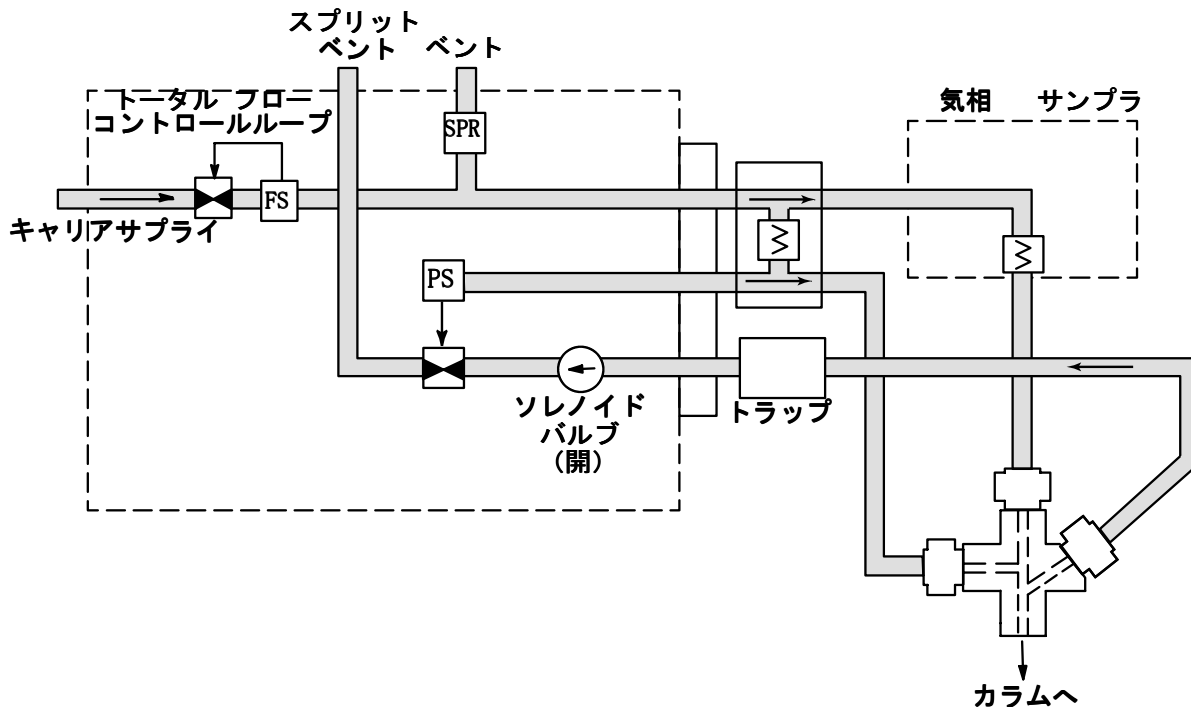


図 66 流路：スプリットモード
スプリットレスモード：アイドル時またはサンプリング終了後

コントロールテーブルの使用

Mode: ... 現在の操作モード - split

Temp ... インタフェース温度の実測値と設定値

Pressure ... インタフェース圧力の実測値と設定値

Split ratio ... カラム流量に対するスプリット流量の比。カラム流量はColumn 1 またはColumn 2 のコントロールテーブルで設定します。カラムが定義されていない場合、このパラメータは表示されません。

Split flow … スプリットベントからの流量（単位 mL/min）。コラムが定義されていない場合、このパラメータは表示されません。

Total flow … インタフェースへのトータルフロー。設定値と実測値の両方が表示されます。

コラム定義済みの場合

BACK INLET (VI)		
Mode:		Split
Temp	250	250 <
Pressure	10.0	10.0
Split ratio		100
Split flow		76.6
Tot flow	80.3	80.3
Gas saver		0n
Saver flow		20.0
Saver time		2.00

コラム未定義の場合

BACK INLET (VI)		
Mode:		Split
Temp	250	250 <
Pressure	10.0	10.0
Tot flow	79.1	79.1

設定値の中には、関連し合っているものもあります。ある設定値を変更した場合に、その値に応じて別の設定値も変更されることがあります。

表 52 スプリットモード流路の設定値

コラム定義済みの場合	
変更する値：	同時に変更される設定値：
Pressure	Column flow * Split flow Total flow
Column flow*	Pressure Split flow Total flow
Split flow	Split ratio Total flow
Split ratio	Split flow Total flow
Total flow	Split flow Split ratio

* この設定値はコラムコントロールテーブルに表示されます。

カラム未定義の場合

Column flow、Split flow、Split ratio の設定値は表示されません。

したがって、Total flow と Pressure の設定値を変更しても、他の設定値には影響しません。

操作パラメータ

[表 53](#) を参考にして、使用するインタフェースの操作条件を設定してください。

表 53 スプリットモードの操作パラメータ

パラメータ	指定可能な設定値の範囲	推奨初期値
オープン初期時間	0 ~ 999.9 分	カラムへのサンプリング後
インタフェース温度	室温 + 10 °C ~ 400 °C	≥ トランスファライン温度
ガスセーバー時間	0 ~ 999.9 分	カラムへのサンプリング後
ガスセーバー流量	15 ~ 100 mL/min	最大カラム流量より 15 mL/min 大きい値

スプリット比

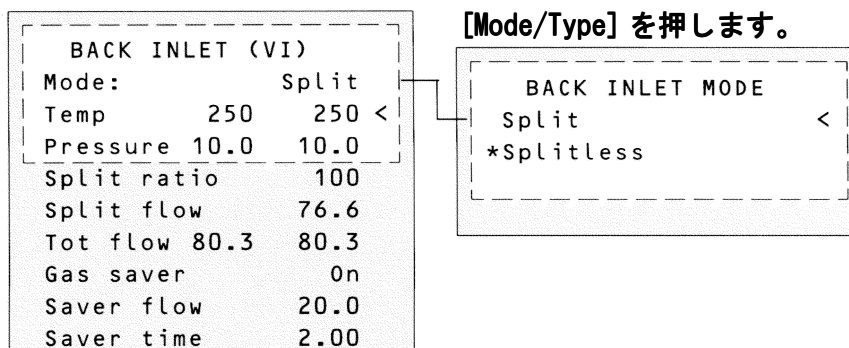
インタフェースの容積が小さいため、インタフェースへの最大トータルフローは 100mL/min です。このように最大流量が小さいことから、設定できるスプリット比が制限されます。

表 54 スプリット比

カラム内径 (μm)	カラム流量 (mL/min)	最大スプリット比	トータルフロー (mL/min)
200	1	100:1	100
530	5	20:1	100

手順：カラム定義済みの場合のスプリットモードの使用

1. スプリットベントラインとインタフェースが接続されているかを確認します。[Config][Inlet] コントロールテーブルに "split plumbed" と表示されているかを確認めます。
2. カラム、キャリアガス、流量プログラムまたは圧力プログラム（使用している場合）が正しく設定されていることを確認します。詳細については、[「流量と圧力のコントロール」](#)を参照してください。
3. [Front Inlet] または [Back Inlet] を押します。



- a. Mode: にスクロールして、[Mode/Type] を押します。Split を選択します。
- b. インタフェース温度を設定します。
- c. 特定のスプリット比を使用したい場合は、Split ratio にスクロールして、その値を入力します。スプリット流量が自動計算されて、設定されます。
- d. 特定のスプリット流量を使用したい場合は、Split flow にスクロールして、その値を入力します。スプリット比が自動計算されて、設定されます。
- e. 必要に応じて、Gas saver を ON にします。サンプル注入後セーバを ON にする時間を Saver time で設定します。

スプリット比 =
スプリット流量
カラム流量

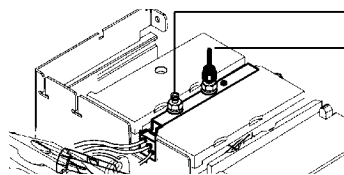
- f. ガスセーバをオンにした場合は、サンプルを注入する前に Auto preprun が On になっていることを確かめるか (279 ページ参照)、または [Prep Run] キーを押します。

手順：カラム未定義の場合のスプリットモードの使用

1. スプリットベントとインタフェースが接続されているかを確認します。
[Config][Inlet] コントロールテーブルに "split plumbed" と表示されているかを確認します。
2. カラム、キャリアガス、流量プログラムまたは圧力プログラム（使用している場合）が正しく設定されていることを確認します。詳細については、[「流量と圧力のコントロール」](#)を参照してください。
3. [Front Inlet] または [Back Inlet] を押します。

BACK INLET (VI)			
Mode:		Split	
Temp	250	250 <	
Pressure	10.0	10.0	
Tot flow	79.1	79.1	

- a. 温度を設定します。
- b. インタフェースへのトータルフローを設定します。流量計を使用して、スプリットベントから排出される流量を測定します。
- c. セプタムパージ流量を減算します（公称セプタムパージ流量については、[「セプタムパージ」](#)を参照してください）。
- d. スプリット比を計算し、必要に応じて調整します。



セプタムパージ
スプリットベント

GC 前面

スプリットレスモード

サンプルを注入する際、ソレノイドバルブは閉じた状態で、サンプルはインタフェースに流入して、カラムに送り込まれます。ソレノイドバルブは、サンプル注入後の指定した時間に開きます。

流路について

プレラン前、GC がサンプル注入を準備している間は、インタフェースへのトータルフローを流量センサが測定し、プロポーショナルバルブがコントロールします。カラム流量は背圧によって調整されます。[図 67](#) を参照してください。

サンプリング中、外部サンプリング装置でバルブを切り換えると生じる圧力変動によって、カラム流量も変化する場合があります。これを改善するため、サンプリング中はインタフェースを流量コントロール方式にします。サンプリング流量は、圧力設定値（サンプル注入開始後から有効）より計算します。この流量コントロールは、GC がプレラン状態になったとき（システムが自動化されているときはプレランライトが点灯したとき、また手動の場合は [Prep Run] キーを押したとき）に開始し、インタフェースの Sampling end 設定値の時間が経過したときに終了します。

ユーザが指定したサンプリング時間中は、ソレノイドバルブが閉じたままになります。インタフェースへの流量は、流量計が測定し、プロポーショナルバルブがコントロールします。[図 67](#) を参照してください。

サンプリング終了後、ソレノイドバルブが開きます。インタフェースへの流量が流量計によって再度測定され、プロポーショナルバルブによってコントロールされます。この間、カラム流量は背圧によって調整されます。ページ流量はユーザがコントロールします。必要に応じて、分析終了時にガスセーブを ON にします。[図 67](#) を参照してください。

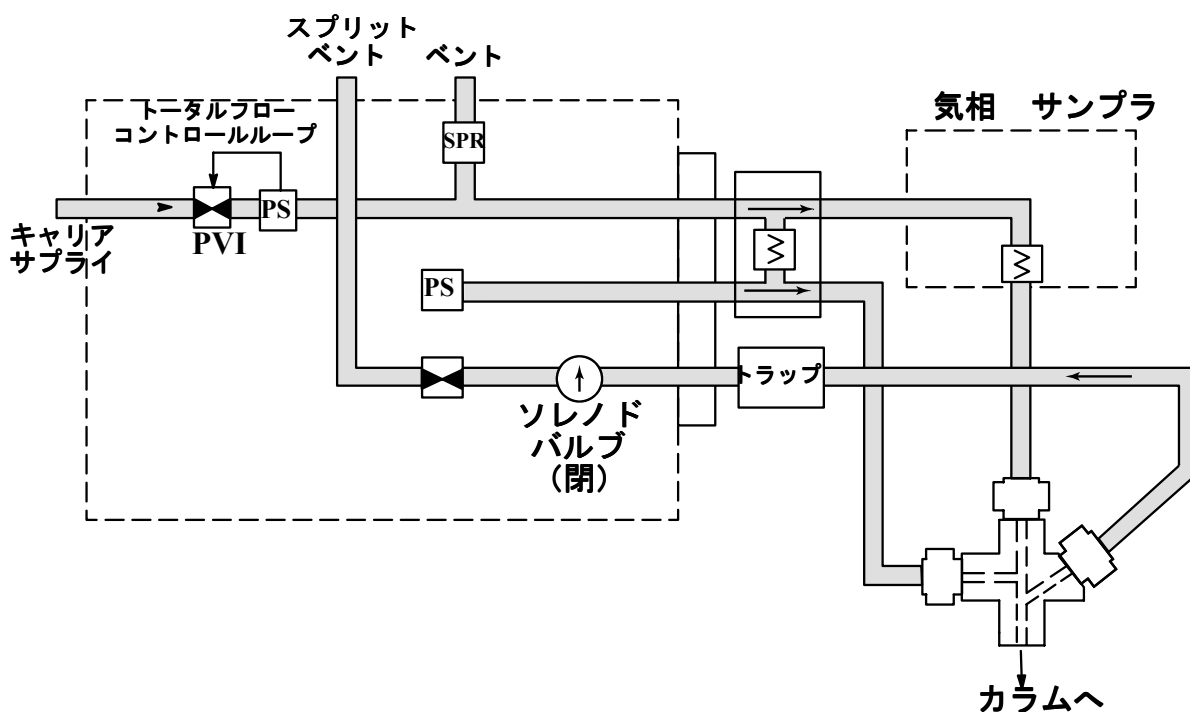


図 67 スプリットレスモードの流路：プレラン開始からサンプリング終了まで（サンプル注入実施中）

コントロールテーブルの使用

Mode: … 現在の操作モード — splitless

Temp … インタフェース温度の実測値と設定値

Samplig end … サンプルの注入間隔（単位：分）。流量は、サンプル注入開始時に有効になる圧力設定値から計算します。

Samplig end の設定値は、サンプラがサンプルの注入に要する時間よりも 0.2 分長く設定します。例えば、7694 ヘッドスペースサンプラには、バルブを注入ポジションにしておく時間をコントロールする Inject time パラメータというものがあります。Inject time が 1 分の場合は、Samplig end の設定値を 1.2 分にします。ページアンドトラップコンセントレータを使用している場合は、Desorb time パラメータよりも 0.2 分長い値を Samplig end の設定値とします。

カラムを定義済みで、そのカラムに流量プログラムまたは圧力プログラムを設定している場合は、Sampl'g end の設定値が経過してからでなければプログラムは開始しません。

Pressure … インタフェース圧力の実測値と設定値（単位 psi、bar、または kPa）

Purge time … 分析を開始してからページを再開するまでの時間。

Purge time は、Sampling end よりも大きな値を設定します。

Purge flow … Purge time 時点でのスプリットベントからの流量(単位 mL/min)。カラムを定義しないで操作している場合は、この値を指定できません。

Total flow … カラムが定義済みの場合、Total flow にはインタフェースへの実測流量が表示されます。設定値は入力できません。カラムが定義されていない場合、Total flow にはページ時間中の設定値と実測値が表示されます。その他の時間では、インタフェースへの実測流量が表示されます。

カラム定義済みの場合

BACK INLET (VI)	
Mode:	Splitless
Temp	250 250 <
Sampl'g end	1.00
Pressure	10.0 10.0
Purge time	4.00
Purge flow	15.0
Total flow	77.6
Gas saver	On
Saver flow	20.0
Saver time	8.00

カラム未定義の場合

BACK INLET (VI)	
Mode:	Splitless
Temp	250 250 <
Sampl'g end	1.50
Pressure	10.0 10.0
Purge time	0.75
Tot flow	77.6 77.6

流路系統の設定値の中には、関連し合っているものもあります。ある設定値を変更するとその値に応じて、別の設定値も変更されることがあります。

表 55 スプリットレスモード流路の設定値

コラム定義済みの場合	
変更する値 :	同時に変更される設定値 :
パージ :	
Purge flow	Total flow**
Pressure	Total flow** Column flow*
Column flow*	Pressure Total flow**
サンプリング前後、非パージ :	
Pressure	Column flow* Total flow**
Column flow*	Pressure Total flow**
サンプリング中 : サンプリング中は、圧力と流量の設定値を変更できません。	

* この設定値はコラムコントロールテーブルに表示されます。

** この値は実測値のみです。

コラム未定義の場合

パージ : Pressure と Total flow の設定値を変更できます。他の設定値には影響しません。

サンプリング前後、非パージ : Pressure の設定値を変更できます。他の設定値には影響しません。

サンプリング中 : サンプリング中は、圧力と流量の設定値を変更できません。

操作パラメータ

スプリットレス注入の正しい手順は次のとおりです。

1. 加熱したインタフェースにガスサンプルを注入します。
2. オープン温度を低くして、カラムヘッドにサンプルを流入させます。
3. すべてのサンプルがサンプルラから流出する時間を考慮して、サンプリング終了時間を設定します。
4. すべてのサンプルがカラムに流入したらページが開始されるように、ページ時間を設定します。
5. オープン温度プログラムを開始します。

表 56 スプリットレスモードの操作パラメータ

パラメータ	指定可能な設定値の範囲	推奨初期値
オープン初期時間	0 ~ 999.9 分	≥ インタフェースページ時間
インタフェース温度	室温 +10 °C ~ 400 °C	≥ トランスファライン温度
インタフェースサンプリング終了時間	0 ~ 999.9 分	注入時間より 0.2 分長い時間
インタフェースページ時間	0 ~ 999.9 分	
ガスセーバー時間	0 ~ 999.9 分	ページ時間より後
ガスセーバー流量	15 ~ 100mL/min	最大カラム流量より 15mL/min 大きい値

手順：スプリットレスモードの使用

以下の手順は、定義済みカラムと未定義カラムのどちらにも適用されます。

1. スプリットベントラインとインタフェースが接続されているかを確認します。[Config][Inlet] コントロール・テーブルに "split plumbed" と表示されているかを確認します。
2. カラム、キャリアガス、流量プログラムまたは圧力プログラム（使用している場合）が正しく設定されていることを確認します。
3. [Front Inlet] または [Back Inlet] を押します。
 - a. Mode: にスクロールして、[Mode/Type] を押します。Splitless を選択します。
 - b. インタフェース温度とサンプリング終了時間を設定します。

カラム定義済みの場合

BACK INLET (VI)		
Mode:	Splitless	
Temp	250	250 <
Sampl'g end	1.5	
Pressure	10.0	10.0
Purge time	1.75	
Purge flow	15.0	
Total flow	77.6	
Gas saver	On	
Saver flow	20.0	
Saver time	2.00	

カラム未定義の場合

BACK INLET (VI)		
Mode:	Splitless	
Temp	250	250 <
Sampl'g end	1.50	
Pressure	10.0	10.0
Purge time	0.75	
Tot flow	77.6	77.6

ガスセーバを使用する場合は、セーバ時間をページフロー時間より後に設定します。

- c. カラムが定義済みの場合は、ページ時間とページ流量を入力します。必要に応じて Gas saver を ON にします。ガスセーバ時間をページ時間より後に設定し、ガスセーバ流量を入力します。
- d. カラムが未定義の場合は、ページ時間を入力します（ページ流量は設定できません）。カラム流量が適切になるように、トータルフローを、カラム流量にセプタムパーズ流量（約 6mL/min）を加えた値より大きな値に設定します。

4. サンプルを注入する前に、Auto Prep Run が On になっていることを確かめるか ([279](#) ページ参照)、または [Prep Run] キーを押します。

ダイレクトモード

サンプルを直接注入すると、流路系統を汚すことなく、分析対象成分を定量的に送り込むことができます。分析対象成分が有毒ガスの場合に要求されるレベルの感度も達成されます。インタフェースのデッドボリウムがわずかなので、手入れの行き届いていない活性表面と溶質が相互作用を起こす心配がありません。

ダイレクトモードで操作するには、スプリットベントを物理的に切り離して、GC をコンフィグレーションしなおす必要があります。この手順の詳細については、[「外部ガスサンブラとの接続」](#)を参照してください。

流路について

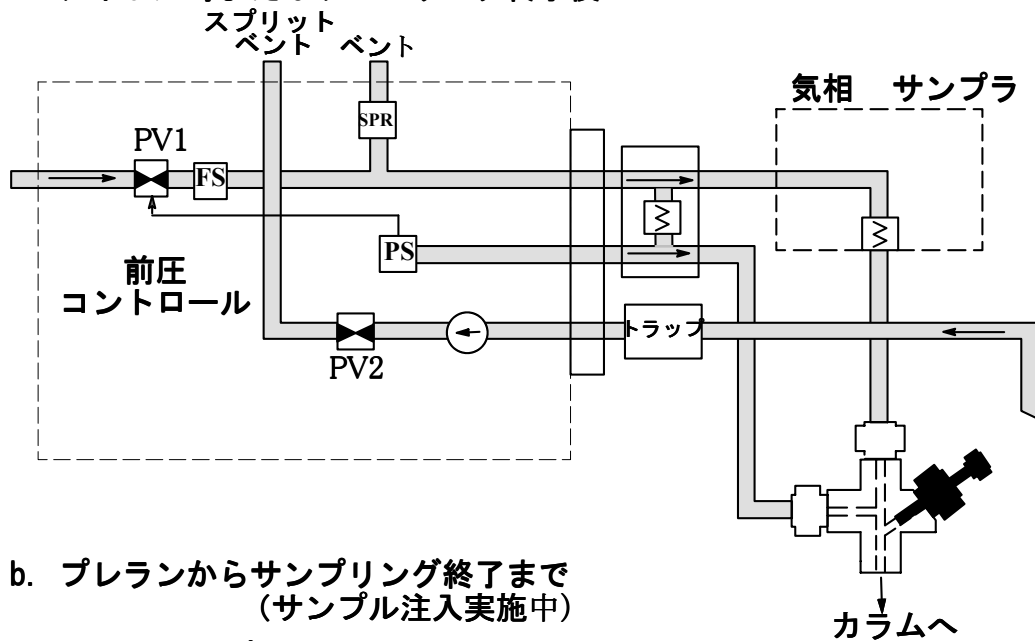
プレラン前、インタフェースは前圧コントロール方式です。圧力は、流量プロポーションバルブの下流側で感知されます。[図 68a](#) を参照してください。

サンプリング中、外部サンブラでバルブを切り換えると生じる圧力変動によって、カラム流量も変化する場合があります。これを改善するため、サンプリング中はインタフェースを流量コントロール方式にします。サンプリング流量は、圧力設定値（サンプル注入開始後から有効）より計算します。この流量コントロールは、GC がプレラン状態になったとき（システムが自動化されているときはプレランライトが点灯したとき、また手動の場合は [Prep Run] キーを押したとき）に開始し、インタフェースの Sampling end 設定値の時間が経過したときに終了します。

インタフェースへの流量は、流量計が測定し、プロポーションバルブがコントロールします。[図 68b](#) を参照してください。

サンプリング終了後、インタフェースは前圧コントロール方式になります。圧力は、プロポーションバルブの下流側で感知されます。[図 68a](#) を参照してください。

a. アイドル時またはサンプリング終了後



b. プレランからサンプリング終了まで
(サンプル注入実施中)

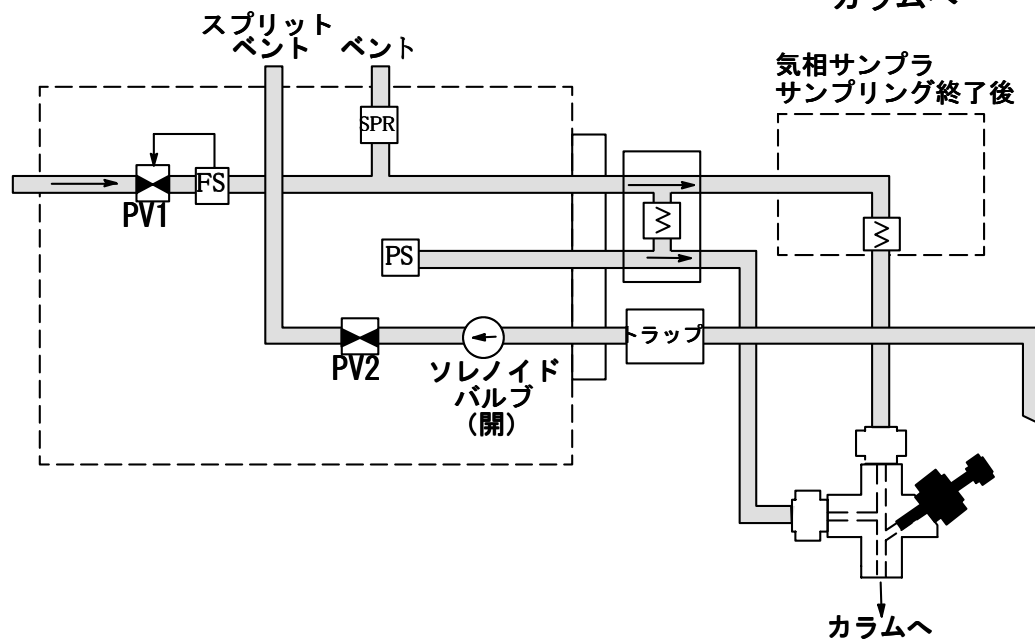


図 68 ダイレクトモードの流路

ボラタイルインレットでダイレクトサンプル注入を行うためのセットアップ

ボラタイルインレットをダイレクトモードで使用する前に、次のことを行う必要があります。

- ・ スプリットベントラインの取り外し
- ・ ダイレクト注入用に GC をコンフィグレーション

手順：スプリットベントラインの取り外し

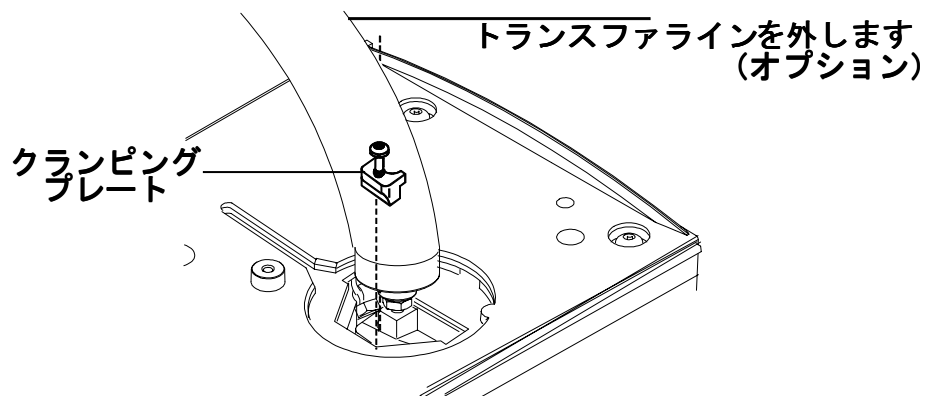
警告

インタフェースは高温のため、触れるとやけどのおそれがあるので注意してください。

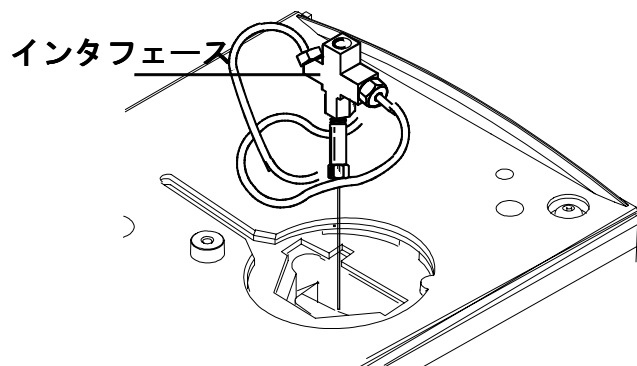
用意するもの：

- ・ ブランキングナット
 - ・ 1/4 インチレンチ
 - ・ 5/16 インチまたは自在レンチ
 - ・ T-20 Torx ドライバ
1. [Front Inlet] または [Back Inlet] を押して、インタフェース温度とインタフェース圧力を OFF にします。インタフェースの温度が下がるのを待ちます。
 2. 必要に応じて、1/4 インチスパナで六角ナットをゆるめて、トランスファラインを取り外します。固定しているねじを T-20 Torx ドライバで

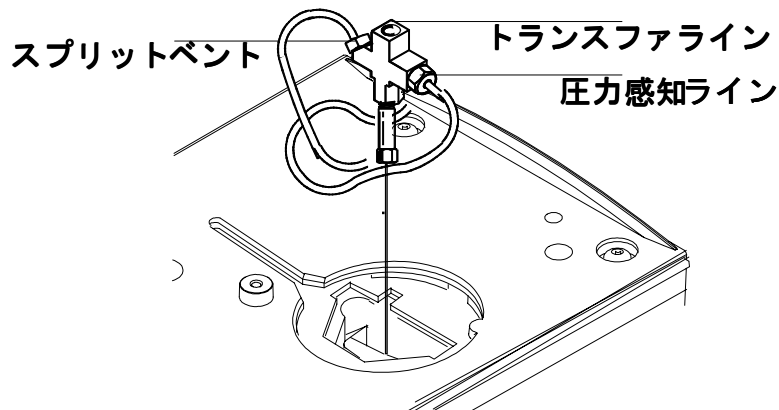
ゆるめて、クランピングプレートをインタフェースから外します。プレートを安全な場所に置いておきます。



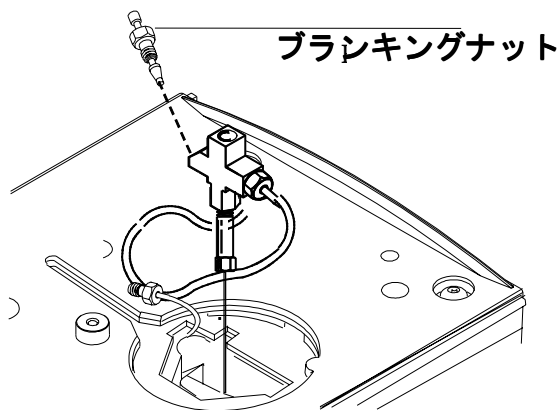
3. ヒータブロックからインタフェースを注意しながら持ち上げます。



4. スプリットベントラインとインタフェースを接続している六角ナットをゆるめて、ラインを取り外します。ラインを脇によけておきますが、プラグをする必要はありません。

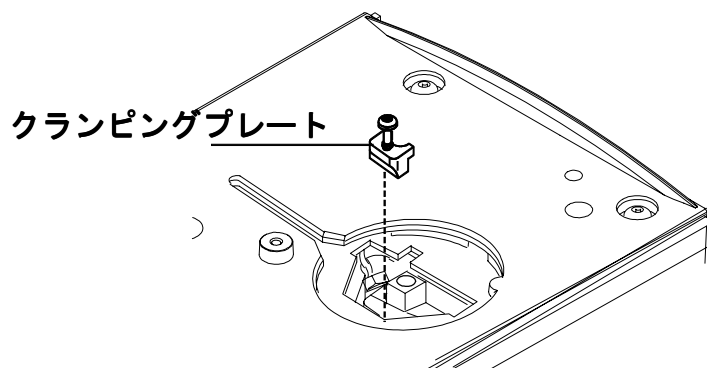


5. ブランキングナットをスプリットラインポートに取り付け、ナットを指で締めます。インタフェースには自在スパナ、ナットには1/4インチスパナを使用して、互いに反対方向へ更に1/4回転締め付けます。



6. インタフェースをヒータブロックにはめ込みます。手順2で外しておいたクランピングプレートを取り付け、ねじをしっかりと締めます。ただ

し、締めすぎないように注意してください。トランスファラインも外しておいた場合は、元に戻します。



7. GC を通常の使用状態に戻します。インタフェースの接続部分の漏れテストを行います。

手順：ダイレクト注入のコンフィグレーション

GCはスプリットベントの有無を認識できません。ベントを切断したり再接続する際には、流路が正常に機能するようにGCをコンフィグレーションする必要があります。

1. [Config][Back Inlet] または [Config][Front Inlet] を押します。
2. [Mode/Type] を押します。
3. Split removed を選択します。
4. [Back Inlet] または [Front Inlet] を押します。GCのコンフィグレーションが正しければ、次のように表示されます。

BACK INLET (VI)		
Direct injection		
Temp	250	250 <
Sampling end	0.05	
Pressure	10.0	10.0
Total flow	0.0	

インタフェースの
コンフィグレーションが
正しければ、
このように
表示されます。

コントロールテーブルの使用

Direct injection … GCのコンフィグレーションが正しければ、上の図のように表示されます。

Temp … インタフェース温度の実測値と設定値

Samplig end … サンプルの注入間隔 (単位: 分)。流量は、サンプル注入開始時に有効になる圧力設定値から計算します。

Sampling end の設定値は、サンプラがサンプルの注入に要する時間よりも 0.2 分長く設定します。例えば、7694 ヘッドスペースサンプラには、バルブを注入ポジションにしておく時間をコントロールする Inject time パラメータというものがあります。Inject time が 1 分の場合は、Sampling end の設定値を 1.2 分にします。ページアンドトラップコンセンレータを使用している場合は、Desorb time パラメータよりも 0.2 分長い値を Sampling end の設定値とします。

カラムを定義済みで、そのカラムに流量プログラムまたは圧力プログラムが設定されている場合は、Sampl'g end の設定値の経過後プログラムが開始されます。

Pressure … 分析前とサンプリング時間後のインタフェース圧力の実測値と設定値。

Total flow … インタフェースへの実測流量。これは表示される値であり、設定値ではありません。

カラムが定義済みの場合と 未定義の場合

BACK INLET (VI)		
Direct injection		
Temp	250	250 <
Sampl'g end	5.00	
Pressure	10.0	10.0
Total flow	20.0	

流路系統の設定値の中には、関連し合っているものもあります。ある設定値を変更するとその値に応じて、別の設定値も変更される場合があります。

表 57 ダイレクトモード流路の設定値

カラム定義済みの場合	
変更する値：	同時に変更される設定値：
サンプリング前後	
Pressure	Column flow* Total flow**
Column flow*	Pressure Total flow**
サンプリング中	
サンプリング中は、圧力と流量の設定値を変更できません。	
カラム未定義の場合	
サンプリング前後	
Column flow* の設定値は入力できません。	
Pressure の設定値を変更できます。他の設定値には影響しません。	
サンプリング中	
サンプリング中は、圧力と流量の設定値を変更できません。	
* この設定値はカラムコントロールテーブルに表示されます。	
** この値は実測値のみです。	

ダイレクトモード

操作パラメータ

表 58 を参考にして、使用するインターフェースの操作条件を設定してください。

表 58 ダイレクトモード操作パラメータ

パラメータ	指定可能な設定値の範囲	推奨初期値
オープン初期時間	0 ~ 999.9 分	≧インターフェースサンプリング終了時間
インターフェース温度	室温 +10 °C ~ 400 °C	≧トランスファライン温度
インターフェースサンプリング終了時間	0 ~ 999.9 分	実測サンプリング時間より 0.2 分長い時間

手順：ダイレクトモードの使用

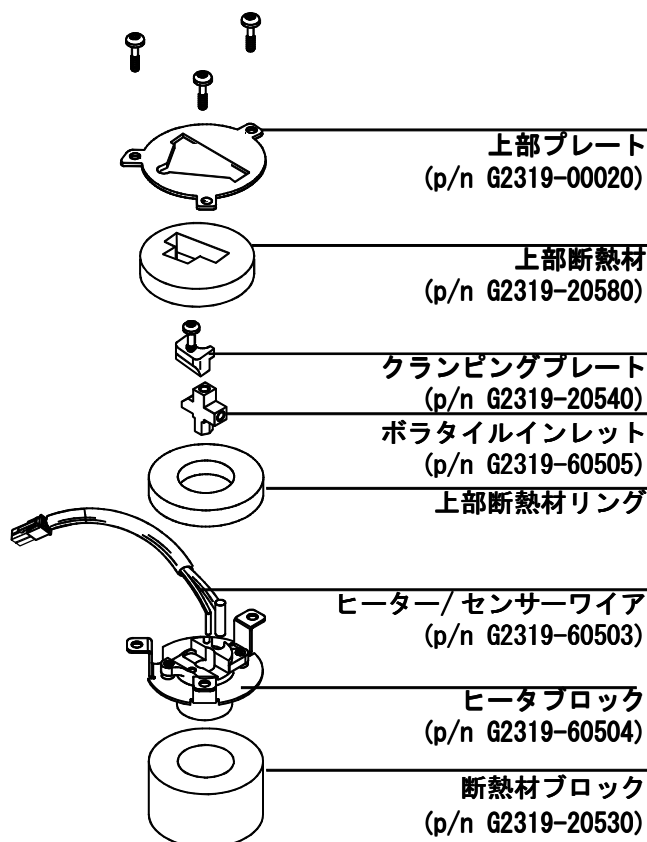
以下の手順は、定義済みカラムと未定義カラムのどちらにも適用されます。

1. カラム、キャリアガス、流量プログラムまたは圧力プログラム（使用している場合）が正しく設定されていることを確認します。詳細については、[「流量と圧力のコントロール」](#)を参照してください。
2. [Front Inlet] または [Back Inlet] を押します。
 - a. GC がダイレクト注入用に構成されているかを確認します。
 - b. インターフェース温度を設定します。
 - c. サンプリング終了時間を設定します。この値は、サンプル注入時間より 0.2 分長く設定します。

BACK INLET (VI)		
Direct injection		
Temp	250	250 <
Sampl'g end		0.05
Pressure	10.0	10.0
Total flow		0.0

3. サンプルを注入する前に、Auto Prep Run が On になっていることを確かめるか ([279](#) ページ参照)、または [Prep Run] キーを押します。

ボラタイルインレットのメンテナンス



その他: フローモジュール、p/n G2319-60500
流路取り付けフィッティングアセンブリ、p/n G2319-60501

図 69 ボラタイルインレットの分解図

手順: カラムの取り付け

警告

カラムの扱い、切断、取り付けなどの際には、飛び散ったかけらなどから目を守るために、防護眼鏡を着用してください。カラムを取り扱う際には、手を切ったりしないように注意してください。

警告

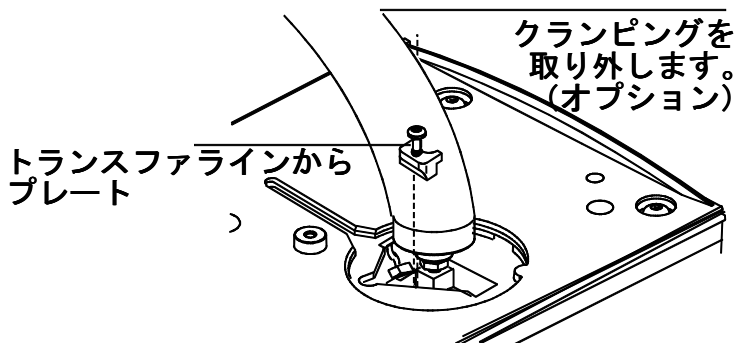
インタフェースは高温のため、触れるとやけどのおそれがあるので注意してください。 .

用意するもの：

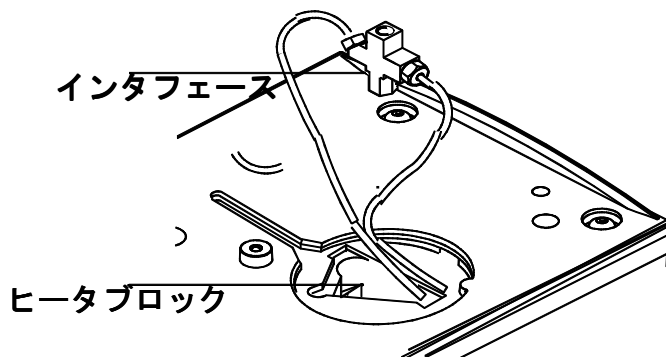
- ・ カラムナットとフェラル
- ・ カラムカッター
- ・ ティッシュペーパー
- ・ ホホワイト修正液
- ・ 1/4 インチレンチ
- ・ 5/16 インチまたは自在レンチ
- ・ メートル定規
- ・ T-20 Torx ドライバ

1. [Oven] を押して、オーブンを 35 °C に設定します。 [Front Inlet] または [Back Inlet] を押して、インタフェース温度とインタフェース圧力を OFF にします。インタフェースの温度が下がるのを待ちます。オーブン温度が設定値に達したら、オーブンを OFF にします。

- オープン温度が設定値に達したら、オープンを OFF にします。1/4 インチスパナでナットをゆるめて、ラインを取り外します。固定しているねじを T-20 Torx ドライバでゆるめて、クランピングプレートをインタフェースから外します。プレートを安全な場所に置いておきます。

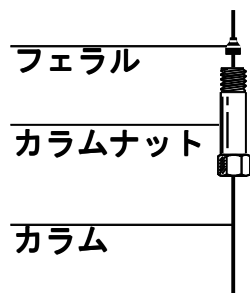


- ヒータブロックからインタフェースを持ち上げます。

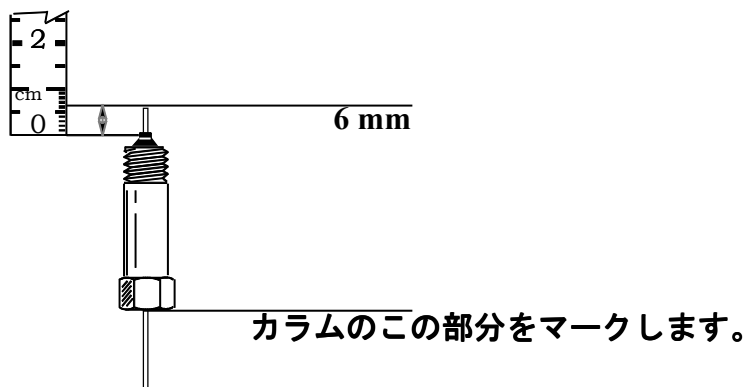


- オープンの内側から、オープントップの開口部へカラムを通します。

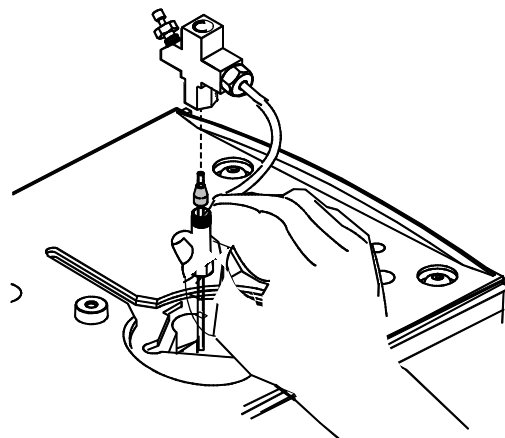
5. カラムナットとフェラルをカラムの端に通します。詳細については、[「手順：キャピラリカラムの準備」](#)を参照してください。



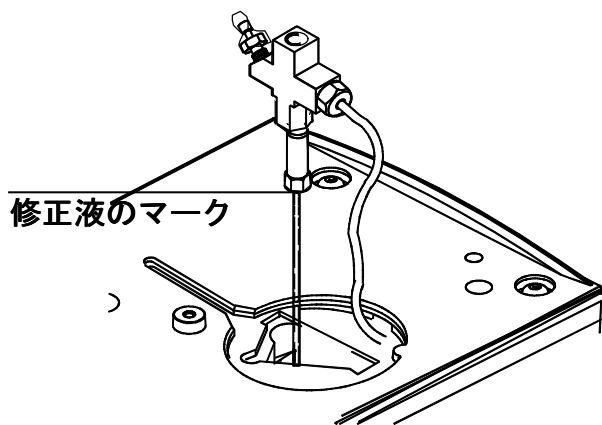
6. フェラルの端からカラムが6mm 出るように、カラムの位置を調整します。カラムナットの位置をホワイト修正液でマークします。



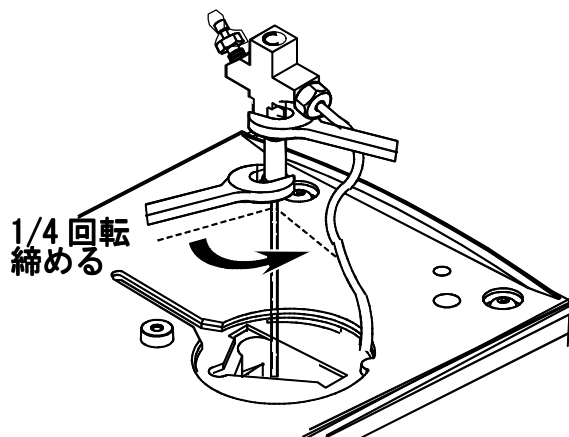
7. 準備が完了したカラムをインタフェースに差し込み、カラムナットを指で締めます。



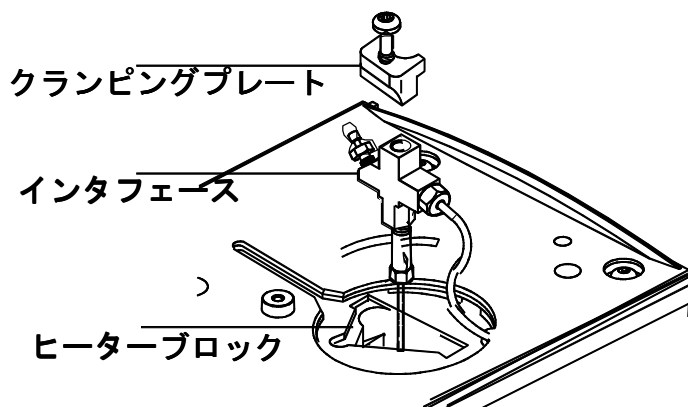
8. カラムに付けた修正液のマークがカラムナットの下部と合うように、カラムの位置を調整します。



- 2本のスパナを互いに反対方向に回して、カラム・ナットを更に1/4～1/2回転締め付けます。自在スパナでインタフェースを固定したまま、1/4インチスパナでカラムナットを締め付け、少々力を入れてカラムが取り付け金具から外れないようにします。



- インタフェースをヒータブロックに取り付けます。クランピングプレートを取り付け、ねじをしっかりと締めます。トランスファラインも外しておいた場合は、元に戻します。

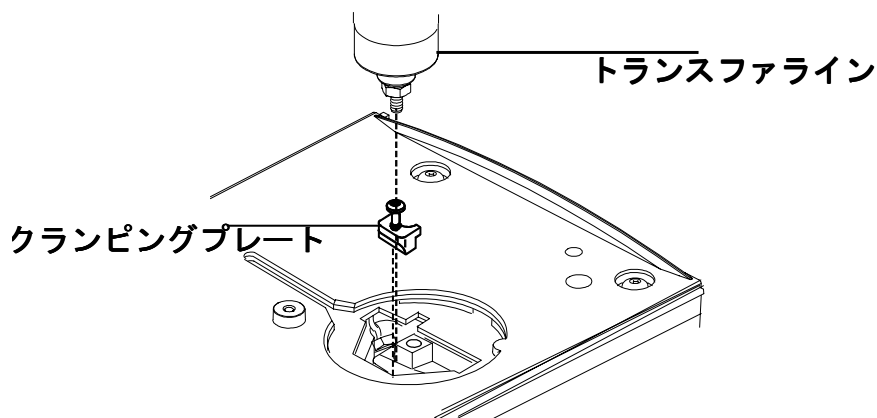


- カラムをインタフェースと検出器の両方に取り付けた後、キャリアガスをインタフェースに流し込みます。インタフェースを使用温度まで加熱します。必要に応じて取り付け金具を締めなおします。

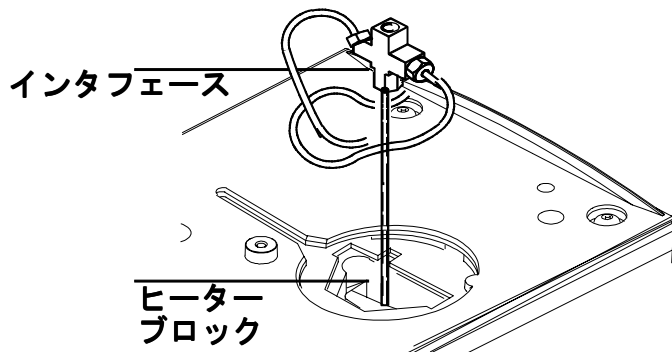
手順：インタフェースの交換とクリーニング

用意するもの：

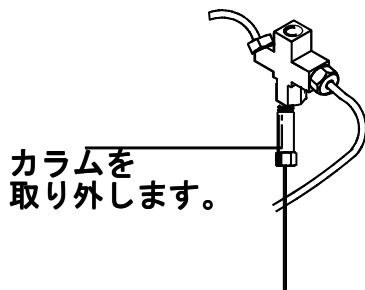
- ・ 1/4 インチまたは 7mm スパナ
 - ・ 超音波洗浄器または新しいインタフェース
 - ・ T-20 Torx ドライバ
1. 入力したパラメータを残しておきたい場合は、メソッドとして保存します。オープンとインタフェースの温度を下げます。初期ガス供給の流量をすべて OFF にするか、または注入口コントロールテーブルで流量を 0 に設定します。
 2. トランスファラインを取り外します。1/4 インチスパナでナットをゆるめて、ラインを取り外します。固定しているねじを T-20 Torx ドライバでゆるめて、クランピングプレートをインタフェースから外します。プレートを安全な場所に置いておきます。



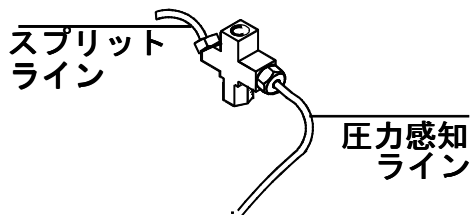
3. ヒータブロックからインタフェースを持ち上げます。



4. カラムが取り付けられている場合は取り外します。

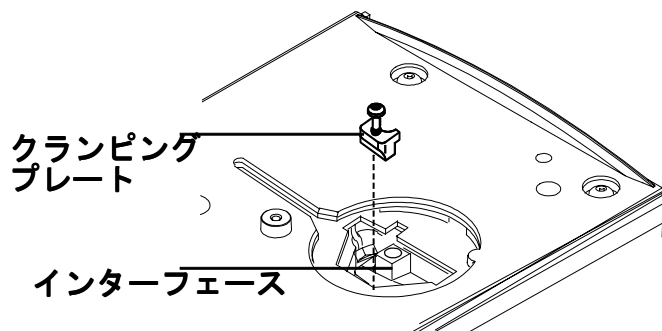


5. スパナを使用して六角ナットをゆるめ、スプリットラインと圧力感知ラインを取り外します。

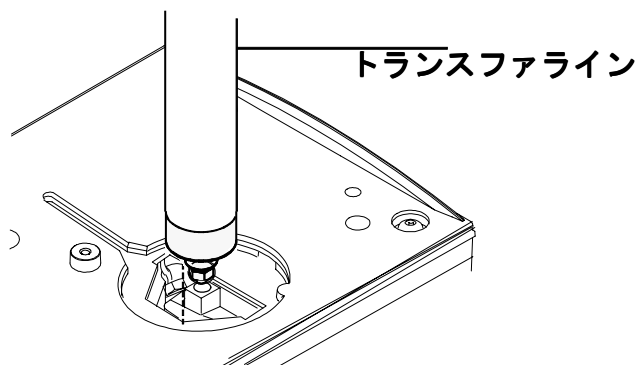


6. インタフェースを掃除または交換します。インタフェースを掃除する場合は、超音波洗浄を2回行った後、水洗いします。
スプリットラインと圧力感知ラインを取り付け、六角ナットを指で締めます。スパナを使って、六角ナットを更に1/4回転締めます。

7. カラムをインタフェースに取り付けます。詳細については、[「手順：カラムの取り付け」](#)を参照してください。
8. インタフェースをヒータブロックにはめ込みます。手順1で外しておいたクランピングプレートを取り付け、ねじをしっかりと締めます。ただし、締めすぎないように注意してください。



9. トランスファラインを取り付けます。指でナットを締めてから、スパナを使って更に1/4回転締め付けます。



10. カラムをインタフェースと検出器の両方に取り付けた後、キャリアガスをインタフェースに流し込み、10～15分間その状態に保ちます。漏れがないかを確認します。インタフェースを使用温度まで加熱し、必要に応じて取り付け金具を締めなおします。

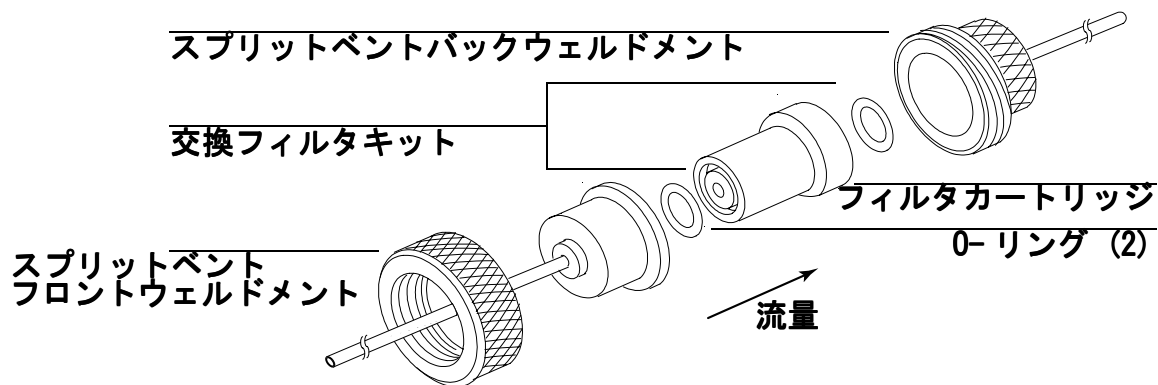
スプリットベントトラップフィルターカートリッジの交換

警告

オープン、スプリットベントトラップを使用する注入口を Off にして冷却します。キャリアガスの供給圧力を Off にします。

スプリットベントトラップには、GC で分析したサンプルや種々の化合物が吸着されています。トラップフィルターカートリッジの交換作業でこれらの物質を扱う際は、適切な安全処置に従ってください。

1. トラップフィルターカートリッジの交換作業でこれらの物質を扱う際は、適切な安全処置に従ってください。
2. GC 流量をゼロにします。
3. ニューマティックカバーを取り外します。
4. フィルタートラップアセンブリをマウンティングブラケットから持ち上げ、フィルタートラップアセンブリのネジを外します。



5. 古いフィルターカートリッジと O-リングを取り出し、新しいものと交換します。
6. トラップを組み立てます。
7. 漏れをチェックします。

手順：ガス配管部の漏れテスト

ガス配管部に漏れがあると、クロマトグラフィーの結果に大きな影響を及ぼします。次の手順では、インタフェースフローモジュールに到達するまでの流路系統を点検します。流路系統のこの部分に漏れがないと分かった場合は、その次に示す手順によって、インタフェースとインタフェースモジュールを点検してください。

液体漏れ検出器の使用は、特に清潔さが必要な部分ではお勧めできません。それでも漏れ検出液を使用する場合は、終了後ただちに液体を洗い落として石鹸膜を除去してください。

警告

漏れ検出液を使用する際は、感電のおそれがありますので、漏れた液体が検出器ヒータの導線などの電気配線にこぼれないように注意してください。

用意するもの：

- ・ 使用するガスのタイプを検出できる電子式リークディテクタ、または漏れ検出液。漏れ検出液を使用する場合は、テスト終了後ただちに余分な液体を拭き取ってください。
- ・ 7/16 インチ スパナ 2 本

1. 漏れ検出器を使用して、各接続部に漏れがないことを確かめます。
2. 漏れのある接続部をスパナを使って締め付け、再度テストします。すべての接続部で漏れがなくなるまで、これを繰り返します。

手順：システムの漏れテスト

インタフェース - サンプラシステムには、漏れやすい部分が数カ所あります。この手順を行えば、許容範囲を超える漏れがシステム内で発生していないかをおおよその範囲で判断することができます。漏れが発生している場合は、電子式リークディテクタを使用して、漏れている部品を特定します。

警告

オープンやインタフェースは高温のため、触れるとやけどのおそれがあるので注意してください。

用意するもの：

- ・ 穴無しフェラル
- ・ 7/16 インチレンチ

- ・ 1/8 インチ SWAGELOK キャップ 2 個
 - ・ 手袋（インタフェースが高温の場合）
 - ・ 1/4 インチまたは 7mm スパナ
1. あらかじめ次の手順を行っておきます。
 - a. 入力したパラメータを残しておきたい場合は、メソッドとして保存します。
 - b. オープン温度を室温まで下げてから、オープンを OFF にします。
 - c. オープンが冷めたら、キーボードを操作してインタフェース圧力を OFF にします。
 - d. カラムが取り付けである場合は外して、カラムナットと穴無しフェラを使ってカラム取り付け金具をふさぎます。
 2. フローモジュールにあるセプタムパージ取り付け金具とスプリットベント取り付け金具に、1/8 インチ SWAGELOK キャップをかぶせます。
 3. コントロールテーブル上で、[Front Inlet] または [Back Inlet] を押します。圧力設定値を 20 ~ 25psi の範囲で入力します。通常の使用圧力がこれより大きい場合は、その値を入力します。必ず、初期ガス供給圧力がインタフェース圧力よりも 10psi 以上大きくなるように設定してください。圧力が安定するまで数分間待ちます。
 4. 注入口圧力を OFF にします。セプタムパージ、スプリットベント、およびカラムの各取り付け金具にキャップがかぶせてあるので、ガスが流路内にトラップされ、圧力が常時一定になります。流路系統を完全に切り離したい場合は、供給元圧を OFF にします。
 5. 圧力のモニタリングを 10 ~ 15 分間続けます。最初の 1 ~ 2 分間の圧力降下は、通常で約 1psi です。最初に約 1psi 圧力が下がった後、0.03psi/min 以上の圧力降下はないはずですが、
圧力降下が 0.03psi/min 以下の場合は、インタフェース - ガスサンプリングシステムに漏れがないとみなすことができます。
圧力降下が許容範囲を上回るほど急速な場合は、インタフェースとサンプリングシステムを別々に点検して、漏れの原因を特定しなくてはなりません。

せん。[「手順：漏れテストのためのインタフェースのセットアップ」](#)を参考にし、流路システムを分離してから、もう一度このセクションの手順3～5を実行します。

インタフェースに漏れがある場合は、[「手順：漏れの修正」](#)を参照してください。

インタフェースに漏れがない場合は、サンプリング装置の圧力テストを行います。詳しい方法については、使用しているサンプラの操作マニュアルを参照してください。

手順：漏れテストのためのインタフェースのセットアップ

インタフェースの漏れテストをガスサンプリング装置と分離して行うには、インタフェースからサンプラを切り離して、インタフェース流路システムのみをテストしなくてはなりません。

警告

オープンやインタフェースは高温のため、触れるとやけどのおそれがあるので注意してください。

用意するもの：

- ・ 1/16 インチオス型 GC ナット
 - ・ グラファイト/Vespel フェラル
1. インタフェースからトランスファラインを外します ([476](#) ページ参照)。
 2. サンプラからキャリアラインを外します (ヘッドスペースサンプラを使用している場合は [476](#) ページを、ページおよびトラップコンセントレータを使用している場合は [477](#) ページを参照してください)。
 3. 1/16 インチオス型 GC ナットとグラファイト/Vespel フェラルを使用して、キャリアラインの末端処理を行います。
 4. インタフェースの、トランスファラインを外したところにキャリアラインを接続して、ナットを指で締めてから、1/4 インチスパナを使ってさらに 1/4 ～ 1/2 回転締め付けます。
 5. 「システムの漏れテスト」に戻り、手順3～5を繰り返します。

手順：漏れの修正

用意するもの：

- ・ 電子式リークディテクタ
 - ・ 漏れている取り付け金具の締め付け工具（1/4 インチ、5/16 インチ、または 7mm スパナ）
1. 電子式リークディテクタを使用して、インタフェースで漏れが発生しそうな箇所をすべて点検します。漏れは次の箇所で発生する可能性があります。
 - ・ キャップをかぶせたパージベント
 - ・ キャップをかぶせたスプリットベント
 - ・ 栓をしたカラム接続部
 - ・ ガスラインがインタフェースに配管されている箇所
 2. 適切なサイズのスパナを使用して接続部を締め付け、漏れを修正します。漏れテストを再度行って、漏れないことを確認します。

圧力降下が 0.03psi/min 以下になれば、インタフェース系統に漏れないとみなすことができます。

圧力降下速度がこの値を上回る場合は、漏れ箇所の点検を継続して、圧力テストを繰り返します。取り付け金具のすべてが漏れていないようなのに、それでもインタフェース系統の圧力降下が著しい場合は、インタフェースモジュールを交換したほうがよいと思われます。弊社サービス担当者へご連絡ください。

外部ガスサンプリングとの接続

ボラタイルインレットとガスサンプリング装置を接続した状態を [図 70](#) に示します。

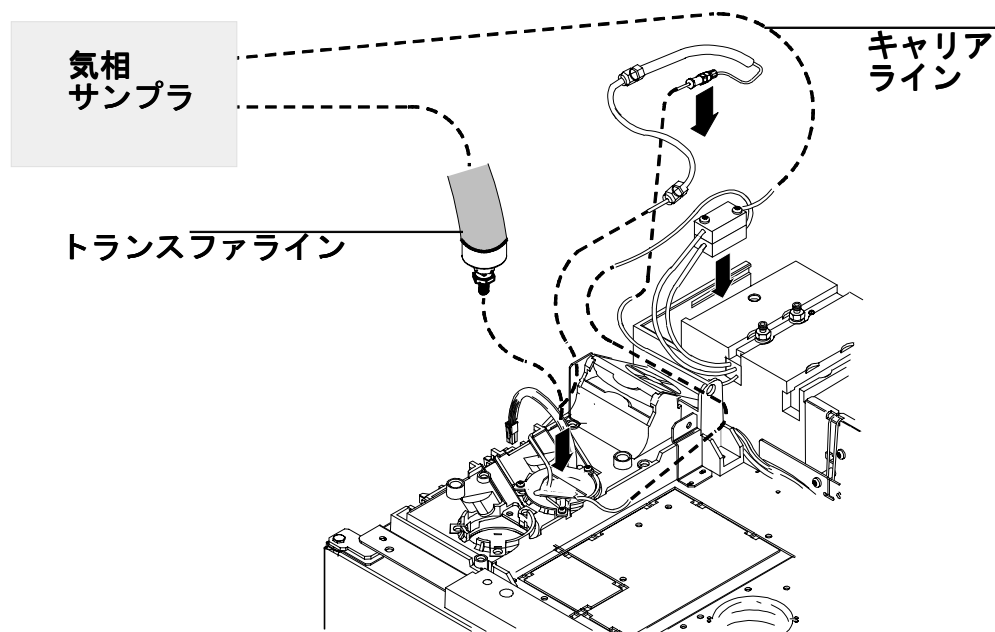


図 70 外部サンプリング装置の流路図

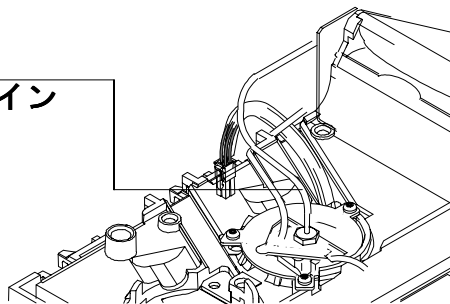
手順：7694 ヘッドスペースサンプリングの接続

用意するもの：

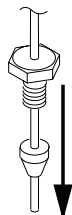
- ・ 1/8 インチ Swagelok ナット
- ・ 1/16 ～ 1/8 インチレジューサ
- ・ 1/8 インチフェラルセット
- ・ スパナ
 - 7/16 インチ (1 本)
 - 5/16 インチ (2 本)
 - 1/4 インチ (1 本)
 - 7mm (1 本)

1. ボラタイルインレットに接続されている、「supply」と明記された GC のキャリアラインを、1/4 インチスパナを使ってインタフェースから取り外します。

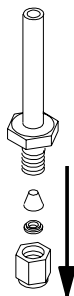
キャリアライン



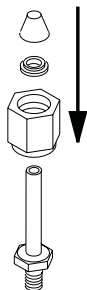
2. オス型取り付け金具と Vespel / グラファイトフェラルをキャリアラインから取り外します。フェラルは安全な場所に置いておきます。



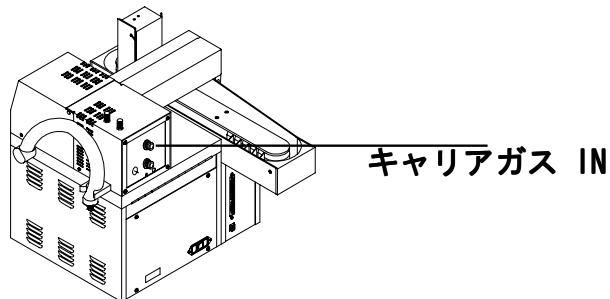
3. 1/16 ~ 1/8 インチレジャーサのメス型ナットと、金属製のフロントフェラルとバックフェラルを取り外します。メス型ナットは安全な場所に置いておきます。



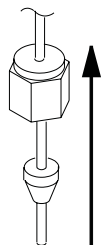
4. 1/8 インチメス型 SWAGELOK ナット、1/8 インチバックフェラル、および 1/8 インチフロントフェラルを、レギュレーサのねじ山の無い側にはめ込みます。



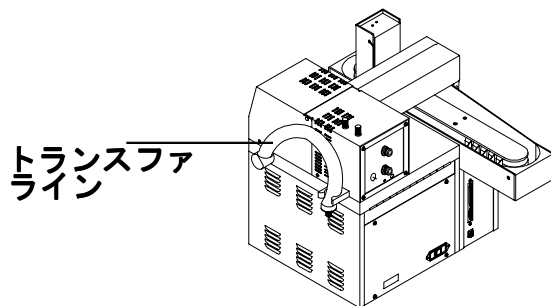
5. ヘッドスペースサンブラ背面の「Carrier」と明記されたガス供給ポートに、レギュレーサを接続します。1/8 インチメス型 SWAGELOK ナットを指で締めてから、更に 7/16 インチスパナでナットを 1/4 回転締め付けます。



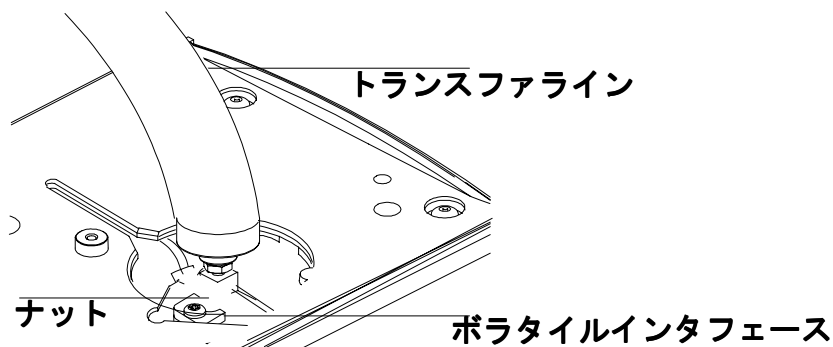
6. キャリアラインの末端に、手順3で外しておいた 1/16 インチメス型ナットと、手順2で外しておいた 1/16 インチ Vespel / グラファイトフェラルをはめ込みます。



7. キャリアラインをガス供給ポートに接続します。2本のスパナを使用して、1/16インチメス型 SWAGelok ナットを指で締めるよりも1/4回転強く締め付けます。締め過ぎに気を付けてください。取り付け金具が漏れる場合は、更に1/8回転締め付けてシールしてください。
8. ヘッドスペースサンブラのトランスファラインの位置を確認します。



9. トランスファライン（ナットとスチールフェラルを装着済み）をインターフェースに接続します。ナットを指で締めるよりも1/4回転分強く締め付けてください。締め過ぎに気を付けてください。ナットが漏れる場合は、更に1/8回転締め付けてシールしてください。



19 マニュアル注入口

ページパックド注入口

スプリット / スプリットレス注入口 …

スプリットモード

スプリット / スプリットレス注入口 …

スプリットレスモード

コンフィグレーション

手順： マニュアル注入口のコンフィ
グレーション

注入口コントロールテーブル

カラムコントロールテーブル

手順： ページパックド注入口のキャリア
流量の設定

手順： スプリットモード注入口の流量の
設定

手順： スプリットレスモードの流量の設
定

マニュアル注入口

EPC でない注入口のコントロールパネルは、GC の左側に取り付けられたガスコントロールモジュールにあります。

パージパック注入口

パックドカラム注入口では、カラムを流れるキャリアガス流量だけを調整できます。セプタムパージ流量は、ガス供給圧力に基づいて自動的に設定されます。パージ流量はフロントパネル上のベントで測定できます。

スプリット / スプリットレス注入口 … スプリットモード

キャリアガスは、流路の相対的な抵抗によって、カラムとスプリットベントに分かれます。少量のキャリアガスがセプタムの下側を通して、セプタムパージコントロールとベントから排出されます。

スプリット / スプリットレス注入口 … スプリットレスモード

スプリットレス注入では、[Prep Run] を押すとバルブが作動して、キャリアガスが注入口ライナの最下部から排出されなくなります。トータルフローは変わりませんが、ほとんどのガスはセプタムパージラインを通過します。ライナを通るキャリアガスはすべてカラムに送られます。すなわち、サンプルはスプリットされません。

設定されたパージ時間になると、再びバルブが切り換えられ、注入口内の残留蒸気を排出します。この時点でシステムはスプリット流路に戻り、パージフローと残留蒸気（大半は溶媒）がスプリットベントから排出されます。

コンフィグレーション

GC は、マニュアル注入口が取り付けられていることを自動的に認識します。ただし、ヒータ / センサが接続されていることは認識できますが、注入口のタイプまでは認識できません。この情報は、コンフィグレーションの際にユーザが入力しなくてはなりません。

手順： マニュアル注入口のコンフィグレーション

1. [Config] を押して、Instrument を選択し、[Enter] を押します。

```
CONFIG INSTRUMENT
Serial#  US00100001
Auto prep run    Off
F inlet type:    S/SL <
B inlet type:    S/SL
```

2. 注入口を選択して、[Mode/Type] を押します。

```
FRONT INLET TYPE
Purged packed
*Split/splitless
Cool on-column  <
Unknown
None
```

3. タイプを選択して、[Enter] を押します。

4. [Config][Front Inlet](または [Back Inlet])を押します。

```
CONFIG FRONT INLET
Gas type          He <
```

5. [Mode/Type] を押して、ガスを選択し、[Enter] を押します。

注入口コントロールテーブル

マニュアル注入口のコントロールテーブルは、EPC 注入口のコントロールテーブルとよく似ていますが、流量と圧力を設定できません。

バックドカラム注入口

FRONT INLET (He)		
Temp	150	150 <

スプリット/スプリットレス注入口(スプリットモード)

FRONT INLET (He)		
Mode:		Split <
Temp	150	150

スプリット/スプリットレス注入口(スプリットレスモード)

FRONT INLET (He)		
Mode:		Splitless <
Temp	150	150
Purge time		2.00

図 71 マニュアル注入口のコントロールテーブル

カラムコントロールテーブル

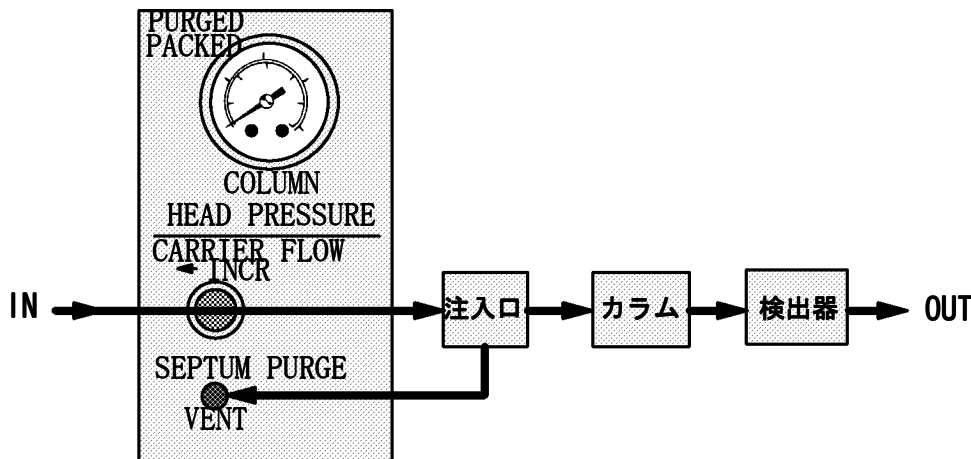
マニュアルのスプリット/スプリットレス注入口を定義済みカラムで使用する場合は、カラムコントロールテーブルが電卓代わりにになります。流量をキーボードからコントロールすることができなくても、設定される流量をこの電卓機能を使用して求めることができます。

Column 1 (He)			
Dim	30.0 m	320 u	
Pressure		0.0	
Calc flow		0.0	
Calc velocity		0	

圧力を入力すると、
 流量と平均線速度が計算され、
 表示されます。

手順：パージパックド注入口のキャリア流量の設定

装置内部の流路は次のとおりです。



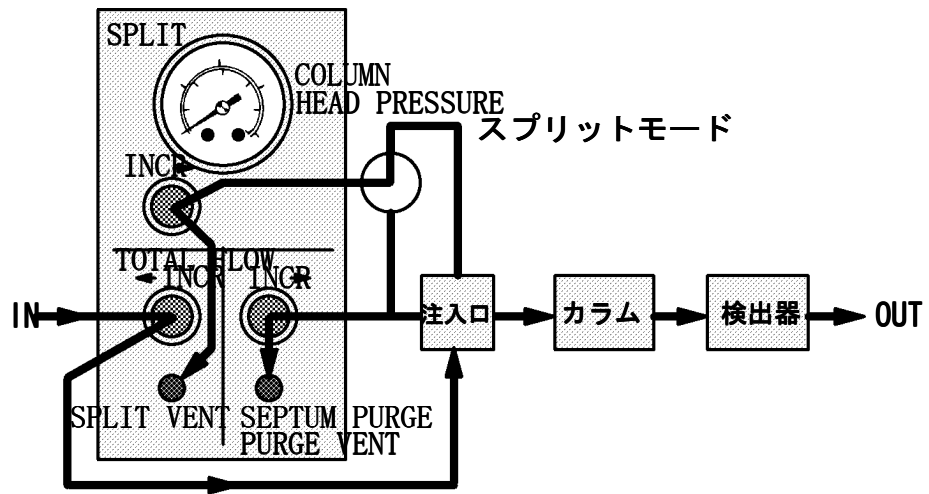
1. コントロールパネル上の CARRIER FLOW ノブを右回りにいっぱいまで回します。ノブを無理に回さないでください。いっぱいまで閉じると、ノブは軽く止まります。
2. キャリアガスボンベのバルブを開き、二次圧力を 410kPa (60psi) に設定します。キャリアガスライン内にレギュレータがある場合は、ボンベのレギュレータを 550kPa (80psi) に設定し、ライン内のレギュレータを 410kPa (60psi) に設定します。

3. 検出器の排出口に流量計を取り付けます。この時点では流量は0のほうです。検出器ガスがついていた場合はキーボードよりオフにしてください。
4. CARRIER FLOW ノブを← INCR の方向に回して、← キャリアガスを流します。希望の流量になるまで、流量の測定と調整を行います。必要に応じて供給元圧を上げます。

セプタムパージ流量は自動的に設定されます。

手順：スプリットモード注入口の流量の設定

装置内部の流路は次のとおりです。

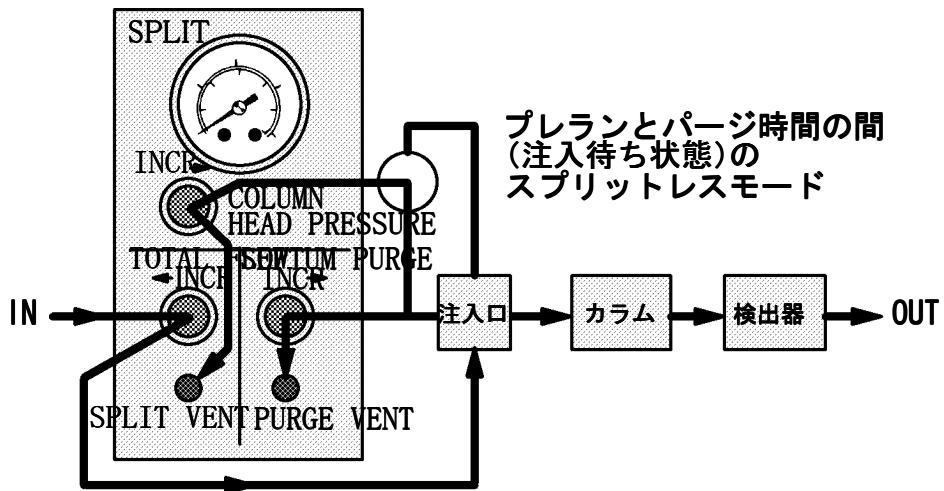


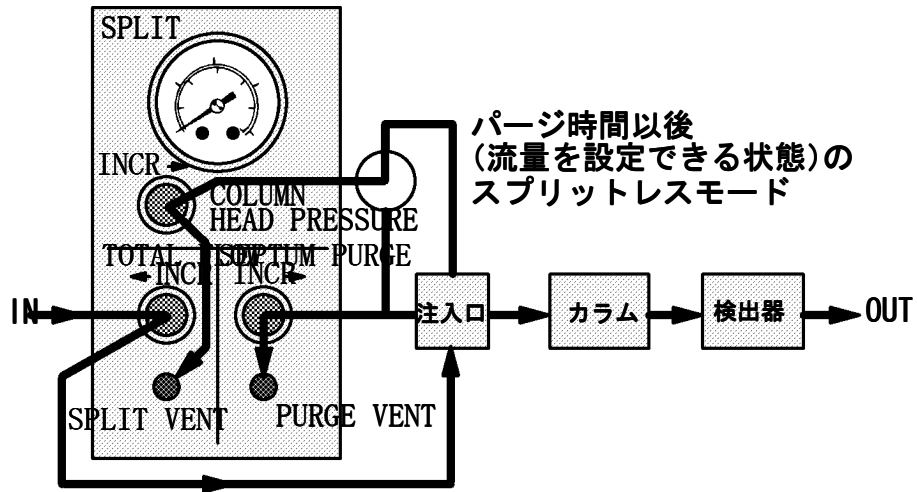
1. コントロールパネル上の TOTAL FLOW ノブを右回りにいっぱいまで回します。ノブを無理に回さないでください。いっぱいまで閉じると、ノブは軽く止まります。
2. 次に SEPTUM PURGE ノブを左回りに回して、流量を OFF にします。このノブにははっきりした停止位置がありません。ノブが空回りするようになったら（手ごたえがなくなったら）、流量は OFF になっています。
3. キャリアガスポンペのバルブを開き、二次圧力を 410kPa (60psi) に設定します。キャリアガスライン内にレギュレータがある場合は、ポンペのレギュレータを 550kPa (80psi) に設定し、ライン内のレギュレータを 410kPa (60psi) に設定します。スモールポアキャピラリカラムを使用する場合は、これより高めの圧力にする必要があります。

4. 検出器の排出口に流量計を取り付けます。この時点では流量は0のはずです。流量が測定された場合は、キーボードから検出器ガスの供給をOFFにします。
5. TOTAL FLOW ノブを← INCR の方向に回して、← キャリアガスを流します。
6. COLUMN HEAD PRESSURE ノブを INCR → の方向に回します。▶ 希望のカラム流量になるまで、流量の測定と調整を行います。希望する流量が得られない場合は、得られるまで TOTAL FLOW を上げます。TOTAL FLOW ノブで大まかに調整し、COLUMN HEAD PRESSURE ノブで微調整を行います。
7. 流量計を SPLIT VENT に取り付けます。希望のスプリット流量になるまで、TOTAL FLOW の測定と調整を行います。必要に応じて、供給元圧を上げます。
8. 流量計を PURGE VENT に取り付けます。希望のセプタムパージ流量になるまで、▶ SEPTUM PURGE ノブを INCR → の方向に回します。
9. すべての流量が適切になるまで、手順6、7、8を繰り返します。

手順：スプリットレスモードの流量の設定

装置内部の流路は次のとおりです。





1. コントロールパネル上の TOTAL FLOW ノブを右回りにいっぱいまで回します。ノブを無理に回さないでください。いっぱいまで閉じると、ノブは軽く止まります。
2. 次に SEPTUM PURGE ノブを左回りに回して、流量を OFF にします。このノブにははっきりした停止位置がありません。ノブが空回りするようになったら（手ごたえがなくなったら）、流量は OFF になっています。
3. キャリアガスボンベのバルブを開き、二次圧力を 410kPa (60psi) に設定します。キャリアガスライン内にレギュレータがある場合は、ボンベのレギュレータを 550kPa (80psi) に設定し、ライン内のレギュレータを 410kPa (60psi) に設定します。スモールボアキャピラリカラムを使用する場合は、これより高めの圧力にする必要があります。
4. 検出器の排出口に流量計を取り付けます。この時点では流量は 0 のはずです。流量が測定された場合は、キーボードから検出器ガスの供給を OFF にします。
5. TOTAL FLOW ノブを ← INCR の方向に回して、← キャリアガスを流します。
6. COLUMN HEAD PRESSURE ノブを → INCR → の方向に回します。希望のカラム流量になるまで、流量の測定と調整を行います。希望する流量が得られない場合は、得られるまで TOTAL FLOW を上げます。TOTAL FLOW ノブで大まかに調整し、COLUMN HEAD PRESSURE ノブで微調整を行います。

7. 流量計を SPLIT/SPLITLESS INLET VENT に取り付けます。希望のスプリット流量になるまで、TOTAL FLOW の測定と調整を行います。必要に応じて、供給元圧を上げます。
8. 流量計を SEPTUM PURGE VENT に取り付けます。希望のセプタムパージ流量になるまで、➡SEPTUM PURGE ノブを INCR → の方向に回します。
9. すべての流量が適切になるまで、手順 6、7、8 を繰り返します。

マニュアル注入口
手順：スプリットレスモードの流量の設定

20 ニューマティック コントロールモジュール

ニューマティックコントロールモジュール

PCM の操作

注入口での使用

バルブまたは他のデバイスでの使用

コントロールテーブル

パッキングカラムまたは未定義のカラム

定義済みのキャピラリカラム

手順：パッキングカラムや未定義のカラムの使用

手順：定義済みのキャピラリカラムの使用

PCM のメンテナンス

手順：ガス配管部の漏れテスト

用意するもの：

第 8 章

ニューマティックコントロールモジュール

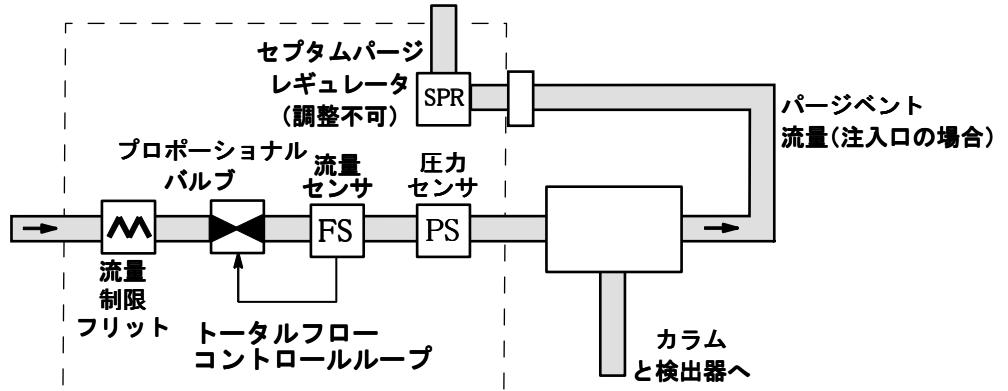
ニューマティックコントロールモジュール

ニューマティックコントロールモジュール (PCM) は、流量または圧力コントロールの 1 つのチャンネルを提供し、そのチャンネルの標準エレクトロニックフローコントロールモジュール (ECM) の代わりに使用します。PCM は、特種な注入口に接続されている必要はありません。

PCM は以下のような応用で、ガス流量またはガス圧力をコントロールします：

- ・ 標準ではない注入口への応用
- ・ 注入口を必要としないバルブアプリケーションへの応用。たとえば、ガスサンプリングバルブに接続されたカラムに流量コントロールまたは圧力コントロールを提供します。他のバルブ切り替えアプリケーションには、AUX ガス供給のコントロールがあり、特にパックドカラムで応用できます。
- ・ 前処理装置への応用。ヘッドスペースサンブラやパージ&トラップサンブラでは、流量や圧力のコントロールが可能なパージガス供給源を必要とします。
- ・ ニッケル触媒チューブなど、触媒チューブやその他の変換デバイスでの応用。これらのデバイスは、流量や圧力のコントロールが可能なメークアップや反応ガス供給源を必要とします。

流量コントロールモード
(パックドカラムおよび未定義のキャピラリカラムで使用)



圧力コントロールモード
(キャピラリカラムで推奨)

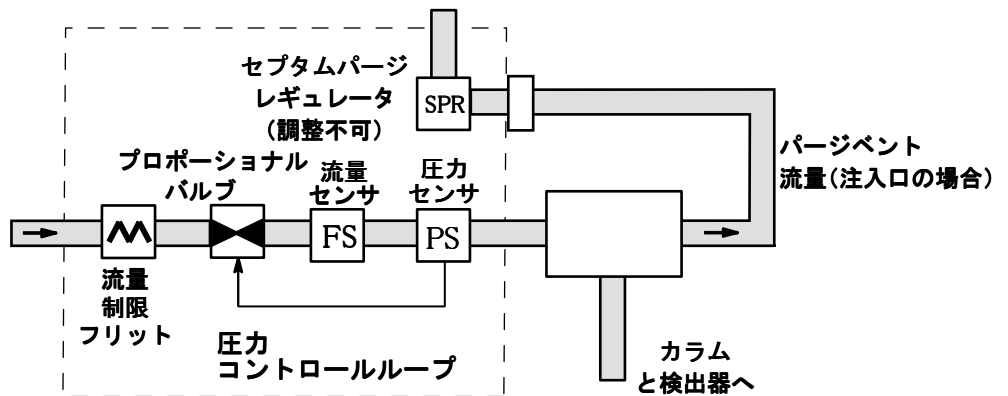


図 72 ニューマティックコントロールモジュール

PCM の操作

注入口での使用

ある注入口では、圧縮空気による冷却を利用して、加熱冷却のサイクルタイムを短縮しています。圧縮空気による冷却は使用の前にコンフィグレーションしておく必要があります。

圧縮空気による冷却をコンフィグレーションするには：

1. [Config] キーの次に [Front Inlet] キーを押します。ディスプレイには下図のような表示が現れます。

```

CONFIG FRONT INLET
Gas type           He<
Cooling type       Air
Air Cooling        Off
Coolant fault      On
  
```

2. Air Cooling が表示されている行にカーソルをスクロールし [ON] キーを押します。ディスプレイには下図のように変更されます。

```

CONFIG FRONT INLET
Gas type           He<
Cooling type       Air
Air Cooling        On
Coolant fault      On
  
```

Air Cooling が On になると、バックバルブコネクタから圧縮空気アクチュエータを駆動する電力が使用できるようになります。

3. これで注入口は空気冷却がコンフィグレーションされ、使用する準備ができました。

バルブまたは他のデバイスでの使用

PCM をバルブで使用する場合は、PCM をバルブ（またはデバイス）やカラムに連結して使用し、調整されたガスの流れを、バルブ（または他のデバイス）を経由してカラムに供給します。

コントロールテーブル

PCM では、注入口 / バルブ / デバイスに送る流量のコントロール、または接続したカラムで圧力のコントロールが可能です。カラムコンフィグレーションにより、PCM は圧力コントロール、または流量コントロールによるガス供給を一義的に決定します。キャピラリカラムを使用する場合、カラムが定義されていると、この注入口は圧力コントロールモードで使用することもできます。カラムが定義されていない（パックドカラムおよび未定義のキャピラリカラム）場合、この注入口は流量コントロールモードで使用します。

カラムのコンフィグレーション、圧力の設定、その他に関する作業手順の詳細については、[「流量と圧力のコントロール」](#)を参照してください。

パックドカラムまたは未定義のカラム

BACK INLET (PCM)		
Temp	24	Off
Pressure	0.0	
Tot flow	0.0	Off

Inlet

COLUMN 1 (He)		
Dimensions unknown		
Pressure	0.0	
Flow	0.0	Off
Mode: Constant flow		

Column

Temp … 加熱付き注入口 / デバイスが取り付けられている場合は、設定値と実測値が表示されます。

Pressure … 注入口に供給される圧力の実測値が（psi, bar, kPa のいずれか）で表示されます。圧力の設定値を入力することはできません。

Tot flow … ここに、圧力の設定値を入力します。実測値も表示されます。

定義済みのキャピラリカラム

BACK INLET (PCM)		
Temp	24	Off<
Init time	0.00	
Rate 1 (off)	0.00	
Pressure	0.0	
Total flow	0.0	Off

定義済みカラム

Temp 加熱付き注入口 / デバイスが取り付けられている場合は、設定値と実測値が表示されます。

Pressure 注入口は圧力でコントロールされています。ここに圧力の設定値 (psi、bar、kPa のいずれか) を入力します。実測値も表示されます。

Tot flow 注入口に流れる流量の実測値が表示されます。表示されるのみで入力はできません。

手順：パッキドカラムや未定義のカラムの使用

カラムが定義されていない場合は、流量モードのみが利用できます。

1. カラム、キャリアガス、流量または圧力プログラム（使用している場合）が正しく設定されていることを確認します。詳細については、[「流量と圧力のコントロール」](#) を参照してください。
2. 注入口が取り付けられている場合は、[Front Inlet] または [Back Inlet] を押して、温度を入力します。

BACK INLET (PCM)		
Temp	24	Off<
Init time	0.00	
Rate 1 (off)	0.00	
Pressure	0.0	
Total flow	0.0	Off

— 圧力（表示のみ）
— 流量を設定

未定義カラム

3. サンプルを注入します（またはバルブを切り替えます）。

手順：定義済みのキャピラリカラムの使用

以下の作業手順は、既に流量または圧力が設定されているものとして説明します。

1. カラム、キャリアガス、流量または圧力プログラム（使用している場合）が正しく設定されていることを確認します。詳細については、[「流量と圧力のコントロール」](#)を参照してください。
2. 注入口が取り付けられている場合は、[Front Inlet] または [Back Inlet] を押して、温度を入力します。

BACK INLET (PCM)		
Temp	24	Off<
Init time	0.00	
Rate 1 (off)	0.00	
Pressure	0.0	Off
Totalflow	0.0	

— 圧力を設定
— 流量（表示のみ）

定義済みのカラム

3. サンプルを注入します（またはバルブを切り替えます）。

PCM のメンテナンス

手順：ガス配管部の漏れテスト

ガス配管システムに漏れがあると、クロマトグラフィーの結果に大きな影響がでます。

液体の漏れ検出液の使用は、清浄さが極めて重要な部分では、お勧めできません。

漏れ検出液を使用する場合は、液をすぐに洗い流して石鹸膜を取り除いてください。

警告

液体の漏れ検出液を使用する場合は、感電による危険を避けるため、GC を OFF にし、電源コードの接続を外します。電気の配線、特に検出器のリード線に漏れ検出液が掛からないよう気を付けてください。

用意するもの：

- ・ 電子式漏れ検出器（推奨）または液体の漏れ検出液。液体の漏れ検出液を使用する場合は、テスト終了後、付着している液体を拭き取ってください。
- ・ 7/16 インチレンチ、2本

1. リークディテクタを使って、各接続箇所に漏れがないかをチェックします。PCM への入口と出口で接続をチェックします。
2. 漏れがあれば、接続を締め直して漏れを止めます。もう一度接続の漏れをテストします；
すべての接続で漏れが無くなるまでこれを繰り返します。

PCM 自体（接続部ではなく）に漏れがある場合は、サービス担当者にご連絡ください。

21 検出器の使用法

水素の使用法

手順： 検出器コントロールテーブルの設定

メイクアップガス流量

メイクアップガス

手順： メイクアップガスの定義

手順： メイクアップガス流量モードの変更

最大流量

[Det Control] ショートカットキー

検出器の使用法

6890 シリーズガスクロマトグラフ (GC) には、さまざまな検出器システムが用意されています。さらに他のシステムも将来には追加する予定です。最新システムの情報については、営業担当者にお問い合わせください。

名称	感度	検出対象	注釈
熱伝導度 (TCD)	普通	キャリアガス以外のすべての物質	すべての物質に使用できる「汎用検出器」
水素炎イオン化 (FID)	高い	ほぼすべての有機化合物	有機物用の「汎用検出器」
マイクロセル電子捕獲 (μ -ECD)	非常に高い	限られた範囲の化合物 (ほとんどはハロゲン化合物)	トレースレベルの農薬と除草剤の分析に広く使用される
窒素、リン (NPD)	非常に高い	窒素またはリンを含む化合物	製薬分析と環境分析に多用される
炎光光度 (FPD)	高い	硫黄またはリンを含む化合物	環境分析と生物科学に使用される

水素の使用法

警告

水素 (H₂) をキャリアガスまたは燃料ガスとして使用して、水素 (H₂) ガスがオープンに流入した場合、爆発が起こる危険があります。したがって、すべての接続が完了するまでは、必ず水素の供給元を OFF にしておいてください。また、水素 (H₂) ガスを装置に供給するときは、注入口と検出器カラムの接続部を必ずカラムに接続しておくか、キャップで塞いでおいてください。

警告

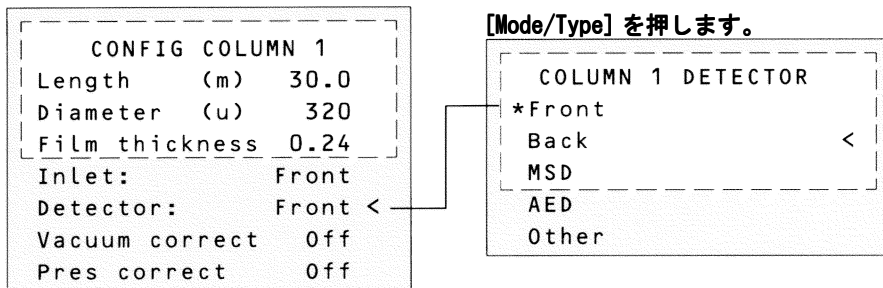
水素 (H₂) は可燃性ガスです。密閉された空間に水素が洩れると、火災または爆発を起こす危険があります。水素 (H₂) を使用するアプリケーションでは、装置を操作する前に、すべての接続部、ライン、バルブの漏洩試験を実行してください。装置の作業をする場合は、必ず水素 (H₂) の供給元を OFF にしてから取りかかってください。

手順：検出器コントロールテーブルの設定

ユーザが検出器を操作するためには、検出器のコントロールテーブルについてよく理解しておかなければなりません。あらゆるタイプの検出器を設定するときには、以下の3つの手順に従ってください。

1. カラムのコンフィグレーションを点検します。(通常この作業は、注入口を設定するときに行いますが、コンフィグレーション情報をもう一度調べても支障はありません)
 - ・ フロントまたはバックのどの検出器にカラムを接続するかを装置に入力する必要があります。検出器が1つだけの場合は、その検出器に2本のカラムを実際に接続する場合を除いて、カラムを1本だけ設定するようにしてください。
 - ・ キャピラリーカラムを使用し、メイクアップガス流量モードを選択する場合は、カラムの長さと同径を入力する必要があります。カラム寸法が入力された状態を「カラム定義済み」と呼びます。この各寸法を入力していない場合は、「カラム未定義」と呼ばれます。この場合は、コントロールテーブルの選択肢は制限されます。

1. [Config][Col 1] または [Config][Col 2] を押します。



2. Detector にスクロールします。
あるいは、[Mode/Type] を押して、[Front] または [Back] を選択します。
3. 必要な場合には、カラム寸法を入力します。

2. 検出器のコンフィグレーション（メイクアップガスタイプ）を点検します。

これを行う主な理由は、入力したメイクアップガス（ECD ではメイクアップガスとアノードガス、TCD ではリファレンス・ガスとメイクアップガス）が、使用している検出器に配管されているガスと同じであることを確認するためです。

この確認は、以下の理由により重要な作業です。

- ・ EPC 検出器の場合に、実際のガスタイプと設定したガスタイプが異なっていると、流量が正しく計算されず、流量が不安定になります。
- ・ 検出器によっては、ガスタイプのコンフィグレーションに応じて、電子回路の動作が変わるものがあります。このような検出器は、実際のガスタイプと、設定したガスタイプが異なる場合には正しく動作しません。
- ・ GLP (Good Laboratory Practice) 標準への対応のためには、ユーザは、使用したガスの記録を保存しておく必要があります。

ほとんどの検出器には、設定可能なアイテムが他にもあります。この各アイテムについては本節の後半で説明します。

3. 検出器コントロールテーブルを設定します。以下に、FID (Flame Ionization Detector、水素炎イオン化検出器) を使用する場合の各行の項目について、簡単に説明します。流量の設定値（右側の値）と実測値（左側の値）が表示されます。

[Front Det] または [Back Det] を押します。
EPC(カラム未定義)

FRONT DET (FID)		
Temp	250	250 <
H2 flow	40.0	40.0
Air flow	450.0	450.0
Mode:	Const makeup	
Mkup (N2)	50.0	50.0
Flame		0n
Output		15

FRONT DET (FID) …… 取り付けられている検出器の位置と検出器の種類を示すタイトルです。

Temp …… この項目で温度を設定します。設定値（右側の値）と実測値（左側の値）が表示されます。

H2 flow(水素流量)、Air flow(空気流量) …… この各項目は FID 用の検出器ガスです。

Mkup (N2) …… この項目でメイクアップ・ガス流量を設定します。ガスの種類がカッコ内に表示されます。表示される行の内容は、使用する装置のコンフィグレーションによって異なります。

Flame …… この項目は FID 用の ON/OFF コントロールで、検出器コントロール行ともいいます。各検出器にはそれぞれ独自のタイプの ON/OFF コントロールがあります。

Output …… この項目は検出器の実測出力値です。ここに設定値を入力することはできません。

メークアップガス流量

メークアップガスは、カラムの出口近くで検出器に入ります。メークアップガスの目的は、(特にキャピラリカラムの使用時に) 検出器を通過するピークを加速するためです。これにより、カラムによって達成されたピークの分離が、検出器内での再混合によって低下されないようにします。

メークアップガス

検出器コントロールテーブルのメークアップガスの行は、使用する装置のコンフィグレーションによって異なります。

カラム未定義の注入口を使用する場合は、メークアップの流量は一定です。検出器のコントロールテーブルは次のようになります。

Temp	24	Off
H2 flow	0.0	Off
FRONT DET (NPD)		
Air flow	0.0	Off
Mkup (He)	0.0	Off <
Adjust offset		Off
Output (Off)		0
Bead voltage	0.0	

流量を入力するか、
 または [0n] を押して
 デフォルトの流量にすることが
 できます。

定義済みのカラムを使用する場合は、2つのメークアップガスモードのいずれかを選択できます。

Const makeup モードでは、検出器に定流量のメークアップガスが供給されます。このモードを選択すると、コントロールテーブルは以下のようになります。

Temp	24	Off
Anode	6.0	Off
FRONT DET (ECD)		
Mode:	Const makeup	
Mkup (N2)	0.0	Off <
Adjust offset		Off
Output		0.0
Ref current	0.00	

流量を入力するか、
 または [0n] を押して
 デフォルトの流量にすることが
 できます。

Col+mkup=const モードでは、検出器に可変流量のメイクアップガスが供給されます。カラム流量が増加あるいは減少するにつれて、メイクアップ流量が変化し、一定の合計流量が検出器に供給されます。このオプションを選択した場合は、Combined flow（合計流量）行に値を入力します。Combined flow 行では、常に同じ値が表示されます。一方、コントロールテーブルの Mkup 行は、実際のメイクアップ流量の増減に応じて変化します。

Temp	24	Off
Anode	6.0	Off
FRONT DET (ECD)		
Mode:	Col+mkup=const	
Combined flow	5.0	<
Mkup (N2)	4.2	
Adjust offset	Off	
Output	0.0	
Ref current	0.00	

流量を入力するか、
 または [0n] を押して
 デフォルトの流量に
 することができます。
 この値は、カラムからの流量の
 増減に応じて変化します。

手順：メイクアップガスの定義

1. [Config][Front Det] または [Config][Back Det] を押します。
2. Mkup gas type にスクロールして、[Mode/Type] を押します。

CONFIGURE FRONT DET	
Mkup gas type	N2 <
Lit offset	0.5
Electrometer	0n

FRONT DET MAKEUP GAS	
Helium	<
*Nitrogen	
Argon	

3. 正しいガスにスクロールして、[Enter] を押します。

手順：メイクアップガス流量モードの変更

1. Mode にスクロールします。

Temp	24	Off
Anode	6.0	Off
FRONT DET (ECD)		
Mode:	Col+mkup=const	<
Combined flow	5.0	
Mkup (N2)	4.2	
Adjust offset	Off	
Output	0.0	
Ref current	0.00	

2. [Mode/Type] を押します。

F DET MAKEUP MODE
*Const makeup flow
Col+makeup=const <

3. 流量モードを選択して、
[Enter] を押します。

最大流量

EPC 検出器によって設定できる最大流量は、以下のとおりです。

検出器とガス	最大流量 (mL/min)
水素炎イオン化 (FID)	
水素	100
空気	800
メイクアップ (窒素、ヘリウム、アルゴン)	100
熱伝導度 (TCD)	
窒素	リファレンス 100、メイクアップ 10
ヘリウム	リファレンス 100、メイクアップ 12
水素	リファレンス 100、メイクアップ 18
アルゴン	リファレンス 100、メイクアップ 10
マイクロセル電子捕獲	
窒素	アノードパージ 12、メイクアップ 200
アルゴン / メタン	アノードパージ 12、メイクアップ 200
窒素 - リン	
水素	30
空気	200
メイクアップ (窒素、ヘリウム、アルゴン)	100
炎光光度	
水素	250
空気	200
メイクアップ (窒素、ヘリウム、アルゴン)	130

[Det Control] ショートカットキー

このキーを押して、検出器コントロールテーブルを表示することもできます。

[Front Det][Det Control] または [Back Det][Det Control] を押すと、検出器コントロールテーブルが表示されます。検出器が1つだけ取り付けられている場合は、[Det Control] を押すとそのコントロールテーブルが表示されます。

[Det Control] を使用すると、コントロールテーブルに使用する検出器の On/Off コントロール行が表示されます（例えば FID と FPD では Flame、TCD では Filament、NPD では Adjust offset）。

[Det Control] を押します。

Temp	24	Off <
H2 flow	0.0	Off
Air flow	0.0	Off
Mkup (N2)	0.0	Off
FRONT DET (FID)		
Flame		Off
Output		0.0

検出器を ON または OFF にします。

22 水素炎イオン化検出器 (FID)

一般情報

水素炎イオン化検出器 (FID) の流路
特に注意が必要な事柄

検出器の動作を妨げる状態

検出器のシャットダウン

ジェット

自動再点火 - 点火オフセット (Lit
offset)

手順：自動再点火設定値の変更

エレクトロメータ

データ転送速度

手順：高速ピークの使用法

触媒の交換

FID の操作

ガスの圧力

FID コントロールテーブル — EPC (エレ
クトロニックニューマティクスコント
ロール)

手順：FID の操作

チェックアウトの各条件とクロマトグラ
ム

FID チェックアウトの各条件

FID チェックアウトの典型的なクロマト
グラム

水素炎イオン化検出器のメンテナンス

FID ハードウェアに関する問題の修正

ジェットの交換またはクリーニング

手順：ジェットの取り外しと点検

手順：ジェットのクリーニング

手順：ジェットの取り付け

コレクタのクリーニング

手順：コレクタの取り外し

手順：コレクタのクリーニング

手順：検出器の再組み立て

手順：FID イグナイタの交換

ニッケル触媒チューブ

ガス流量

温度

水素炎イオン化検出器 (FID)

一般情報

水素炎イオン化検出器では、カラムから送られるサンプルとキャリアガスが、水素 - 空気フレイム (炎、flame) を通過します。水素 - 空気フレイムそれぞれ自体でイオンが発生することはほとんどありませんが、有機化合物が燃焼されると、発生するイオン数が増加します。イオンは、極性電圧によって、フレイムの近くにあるコレクタに吸引されます。これによって発生する電流は、燃焼中のサンプル量に比例します。この電流はエレクトロメータによって検知されてデジタル形式に変換され、出力デバイスに送信されます。

水素炎イオン化検出器 (FID) の流路

FID の流路を [図 73](#) に示します。

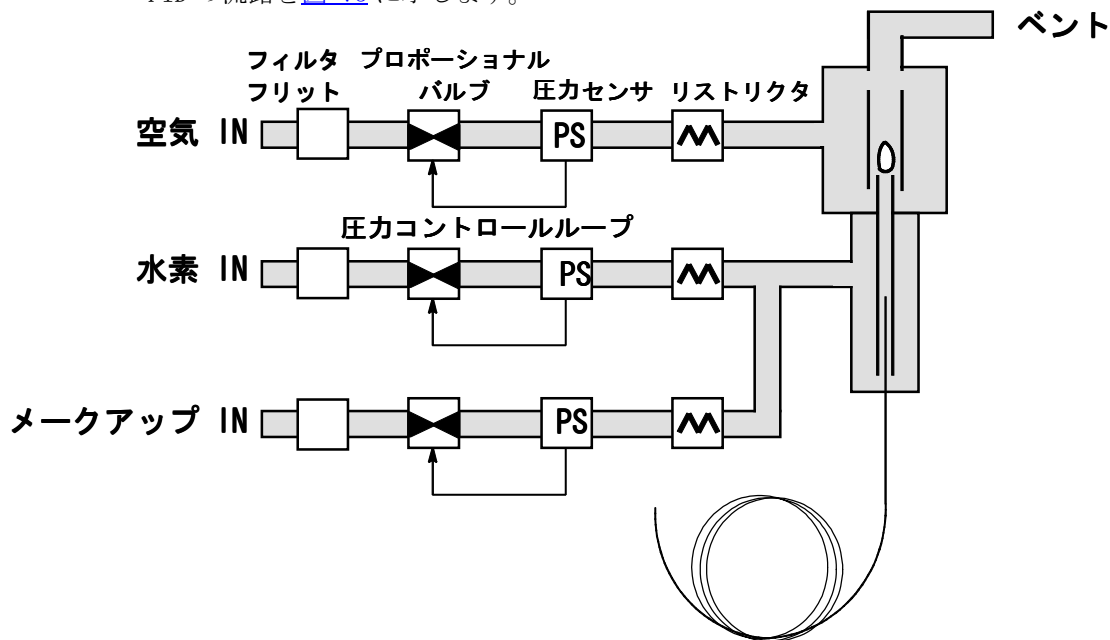


図 73 水素炎イオン化検出器の流路

特に注意が必要な事柄

検出器の動作を妨げる状態

- ・ 温度が 150 °C 未満に設定されている場合
- ・ 空気流量または水素流量が「off」あるいは「0.0」に設定されている場合
- ・ 点火不良の場合

検出器のシャットダウン

流路または点火不良のために検出器ガスがシャットダウンされた場合は、使用している検出器もシャットダウンします。この場合は、検出器の温度とメイクアップガス流量を除くすべてが OFF になります。

ジェット

2種類のFIDが用意されています。「キャピラリ専用」FIDは、キャピラリカラム専用です。「パッキド兼用」FIDはパッキドカラムに適していますが、キャピラリカラムにも適応できます。

キャピラリ専用
FIDの接続部分



パッキド兼用
FIDの接続部分

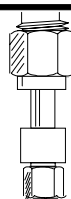


表 59 キャピラリ専用 FID 用ジェット

ジェットの種類	部品番号	ジェット先端部の内径
キャピラリ	G1531-80560	0.29 mm (0.011-inch)
高温 (石油蒸留 [SIM DIS] に使用)	G1531-80620	0.47 mm (0.018-inch)

表 60 パッキド兼用 FID のジェット

ジェットの種類	部品番号	ジェット先端部の内径
キャピラリ	19244-80560	0.29 mm (0.011-inch)
パッキド	18710-20119	0.47 mm (0.018-inch)
パッキドワイドボアカラム (高ブリードの特定用途 [high-bleed applications] に 使用)	18789-80070	0.030-inch
高温 (石油蒸留 [SIM DIS] に使用)	19244-80620	0.47 mm (0.018-inch)

この検出器は、キャピラリカラムジェットを取り付けて出荷されています。石油蒸留 (SIM DIS) での分析または高温での分析を実行する場合は、ジェットを交換しなければなりません。詳細については、[「ジェットの交換またはクリーニング」](#)を参照してください。

自動再点火 - 点火オフセット (Lit offset)

点火オフセット (Lit offset) とは、フレイムが点火された状態の FID 出力と、フレイムが OFF 状態の出力との間で予想される差の値を示します。出力値がこの値よりも下がると、FID は再点火を 2 回試みます。それでもこの値まで出力が増加しない場合は、温度とメイクアップガス流量を除いたすべての検出器機能がシャットダウンされます。

Lit offset 項目のデフォルト設定値は、2.0 pA です。きわめて清浄なガスとシステムで使用する場合を除いて、このデフォルト値を使用すれば十分です。以下の場合では、この設定値を変更することをお勧めします。

- ・ フレイムがまだ点火されているにも関わらず、検出器が再点火を試みるためシャットダウンが発生する場合。
- ・ フレイムが消えているにも関わらず、検出器が再点火を試みない場合。

手順：自動再点火設定値の変更

1. [Config] [Front Det] または [Config] [Back Det] を押します。

CONFIGURE FRONT DET	
Mkup gas type	N2
Lit offset	2.0 <
Electrometer	On

点火オフセット

2. Lit offset にスクロールして、値を入力します。
デフォルトは 2.0 pA です。
0 を入力すると、自動再点火機能は使用不能になります。
設定値の範囲は 0 ~ 99.9 pA です。

エレクトロメータ

Configure Detector のコントロールテーブルには、エレクトロメータ (Electrometer) の On/Off 設定値が含まれています。FID を操作しているときに、エレクトロメータの ON/OFF を切り換える必要はありません。エレクトロメータを OFF にしなければならないのは、検出器をクリーニングするときだけです。

注意

分析中にエレクトロメータを OFF にしないでください。OFF にすると、検出器の出力値がキャンセルされます。

データ転送速度

FID のアナログ出力では、2つの速度 (高速レートと標準レート) のいずれかで伝送することができます。高速レートを使用すると、最小 0.004 分のピーク幅に対応します。標準レートを使用すると、0.01 分のピーク幅に対応します。

手順：高速ピークの使用法

「高速ピーク」機能を使用している場合は、インテグレータの速度が、ガスクロマトグラフから送信されるデータを処理できる高速レートでなければなりません。15 Hz 以上のバンド幅を持っているインテグレータを使用することをお勧めします。高速ピークを使用するには、以下の操作を実行します。

1. [Config][Signal 1] または [Config][Signal 2] を押します。



2. [On] を押します。

ケミステーション (ChemStation) へのデジタル出力は、0.1 ~ 200 Hz の 11 の速度で伝送でき、0.001 ~ 2 分幅のピーク幅に対応します。詳細については、[「シグナル処理」](#)を参照してください。

高速ピーク機能はデジタル出力には適用されません。

FID の操作

表 61 を参考に、温度と流量を選択します。図 74 を参考に、最小の供給元圧力を選択してください。

表 61 推奨温度と流量 - FID

ガスの種類	流量範囲 (mL/min)	推奨流量 (mL/min)
キャリアガス (水素、ヘリウム、窒素)		
パッキドカラム	10 ~ 60	
キャピラリカラム	1 ~ 5	
検出器ガス		
水素	24 ~ 60*	40
空気	200 ~ 600*	450
カラムガス+キャピラリ 推奨：窒素 代替：ヘリウム	10 ~ 60	50

検出器温度

150 °C未満 - フレームは点火しません。結露を防止します。

検出器の温度は、オープン温度プログラムの最終温度よりも約 20 °C高い値にしてください。カラムの種類も考慮して設定温度を決めてください。

点火オフセット [Config][Front Det] または [Config][Back Det]

フレームが ON 時の検出器出力から、フレームが OFF 時の検出器出力を引いた値が、この設定値未満である場合は、FID が再点火を 2 回試みます。それでも出力がこの値まで増加しない場合は、検出器がシャットダウンされます。

2.0 pA が推奨の設定値です。

0.0 pA に設定すると、自動点火機能は使用不能になります。

* フレームを点火し続けるために、水素対空気の比率は 8 ~ 12 パーセントにしてください。

ガスの圧力

流量を選択し、それに対応する圧力を探します。流量の設定値を維持するために、その値よりも供給元圧力を 10 psi (70 kPa) 高く設定してください。

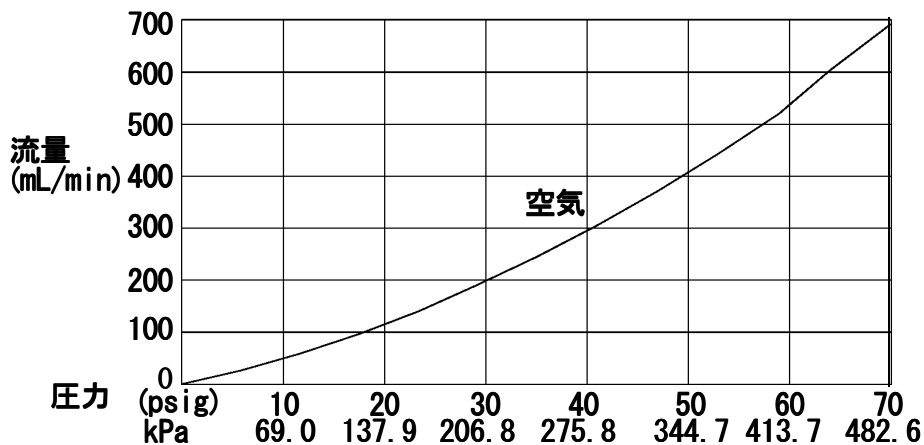
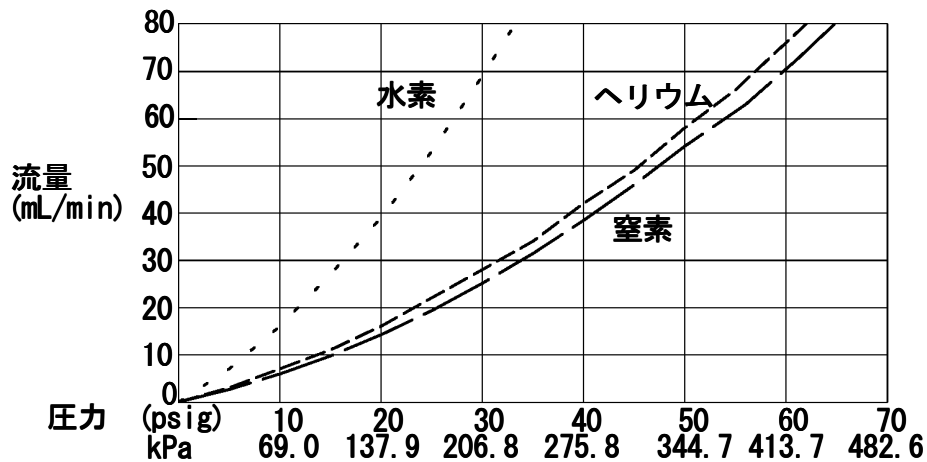


図 74 FID ガスの圧力と流量の一般的な関係 (25 °C、大気圧 1)

FID コントロールテーブル — EPC(エレクトロニックニューマティクスコントロール)

[Front Det] または [Back Det] を押します。

FRONT DET (FID)	
Temp	250 250 <
H2 flow	40.0 40.0
Air flow	450.0 450.0
Mkup (N2)	50.0 50.0
Flame	Off
Output	0.0

温度 (°C)

水素流量 (mL/min)

空気流量 (mL/min)

パックドカラムの場合は OFF にします。
キャピラリカラムの場合は、以下のメイクアップガス流量モードを参照してください。

メイクアップガスの種類

[On] を押してフレイムを点火します。

出力値が表示されます。

メイクアップガス流量モード
また、カラム寸法が指定されている状態で
EPC 注入口を使用する場合は、
さらにコントロールテーブルに以下のいずれかの項目が含まれます。

```
Mode: Const makeup <
Mkup flow 0.0 Off
```

```
Mode: Col+mkup=const
Combined flow 0.0
Makeup flow 0.0
```

メイクアップモードを変更するには、Mode: にスクロールしてから、[Mode/Type] を押します。
モードの選択をしてから適切な流量値を入力します。

```
F DET MAKEUP MODE
*Const makeup flow
Col+makeup=const <
```

メイクアップガスを表示する、
あるいは点火オフセットを変更するには、
[Config] [Front Det] または
[Config] [Back Det] を押します。

```
CONFIGURE FRONT DET
Mkup gas type N2 <
Lit offset 2.0
Electrometer On
```

メンテナンスの操作手順を実行する場合を除いて、
エレクトロメータの ON/OFF を切り換える必要はありません。

メイクアップガスの種類を変更するには、
[Mode/Type] を押します。

```
FRONT DET MAKEUP GAS
Helium <
*Nitrogen
```

適切なガスを選択します。

図 75 FID コントロールテーブル

手順：FID の操作

すべての検出器ガスが接続され、カラムが取り付けられ、そして適切なジェットが取り付けられていることを確認し、さらにシステムにガス洩れがないことを確認します。オープン時の温度、注入口温度、およびカラム流量を点検します。FID を操作するときは、[図 75](#) を参考にしてください。

警告

空気または水素を ON にする前に、カラムが取り付けられているか、または FID のカラム接続部が栓で塞がれていることを確認してください。空気と水素がオープンに洩れると、爆発が起こることがあります。

1. [Front Det] または [Back Det] を押して、FID コントロールテーブルを表示します。
2. 検出器温度を設定します。フレームに点火するためには、検出器温度を 150 °C より高い温度にしてください。
3. 水素流量を変更したい場合は、変更をしてから [Off] を押します。
4. 空気流量を変更したい場合は、変更をしてから [Off] を押します。
5. パックドカラムを使用している場合は、メイクアップガスを OFF にして、手順 [7](#) に進みます。
6. 「キャピラリカラム」を使用している場合は、以下の操作を行います。
 - a. メイクアップガスの種類が、使用している装置に配管されているガスの種類と同じであることを確認します (コントロールテーブルの Mkup の右隣)。必要な場合には、ガスの種類を変更します。
 - b. 使用するキャピラリカラムが「定義済み」で、EPC 注入口に接続されているときに流量モードを選択したい場合は、新しい流量モードを選択します。そして、メイクアップガス流量または合計流量を設定します。
 - c. 使用するキャピラリカラムが「未定義」であるか、またはマニュアルの注入口に接続されている場合は、メイクアップガス流量を入力します。この場合に利用できるのは定流量だけです。
7. Flame にスクロールして [On] を押します。これによって空気と水素が ON になり、点火シーケンスが始まります。点火後、通常はシグナルが 5 ~ 20 pA に増加します。鏡またはクロムメッキのレンチのような冷たく

**ショートカット
操作手順：
(正しい設定値
が保存されている
場合)**

1. 検出器コントロールテーブルを表示します。
2. 温度を ON にします。
3. 必要であれば、メイクアップガスを ON にします。
4. [Det Control] を押します。
5. [On] を押します。

光沢のある表面をコレクタ出口の上にかざして、フレイムが点火されていることを確認します。フレイムが点火されていれば、表面に一様に結露が付きます。

チェックアウトの各条件とクロマトグラム

この節では、サンプルクロマトグラムの典型的な例を紹介しています。装置の性能を検証する一般的な指針として、この例を使用してください。

各動作条件と一緒に記載されているそれぞれの注入量は、注入される絶対量を必ずしも示しているわけではありません。記載されている量の値は、単に標準の 10 μ L シリンジから読み取られた目盛りの値（プランジャの位置）にすぎません。加熱された注入口を使用する場合は、シリンジニードル内部から揮発するサンプルの容積分である 0.4 ~ 0.7 μ L も、実際のサンプル注入量に余分に含まれます。専用で（非加熱の）オンカラム注入口を使用すると、シリンジのプランジャ位置に、より正確で正しい注入量が反映されます。

また、以下の操作手順とそれぞれの結果は、注入口または検出器システム（あるいはその両方）が適切な機能を果たしている証拠を提供するためのものであることを忘れないでください。つまり、以下の各操作手順と結果が、所定のシステムの規格限界を試験するために適正なものではあるとは必ずしもいえません。

FID チェックアウトの各条件 カラムとサンプル

種類	HP-5 30m x 0.32mm x 0.25 μ m PN 19091J-413
サンプル	FID チェックアウト 18710-60170
注入量	1 μ L

注入口

温度	250 °C パージ/パッキングまたはスプリット/スプリットレス オープントラック、クールオンカラム 40 °C PTV（以下参照）
注入口圧力	25 psi（定圧、ヘリウム）
スプリット/スプリットレス	
モード	スプリットレス
パージ流量	60 mL/min
パージ時間	0.75 min

注入口、(続き)

PTV	
モード	スプリットレス
注入口温度	40 °C
初期時間	0.1 min
レート 1	720 - C/min
最終温度 1	350 - C
最終時間 1	2 分
レート 2	100 - C/min
最終温度 2	250 - C
最終時間 2	0 分
注入口圧力	25 psi (定圧)
パージ時間	0.75 min
パージ流量	60 mL/min

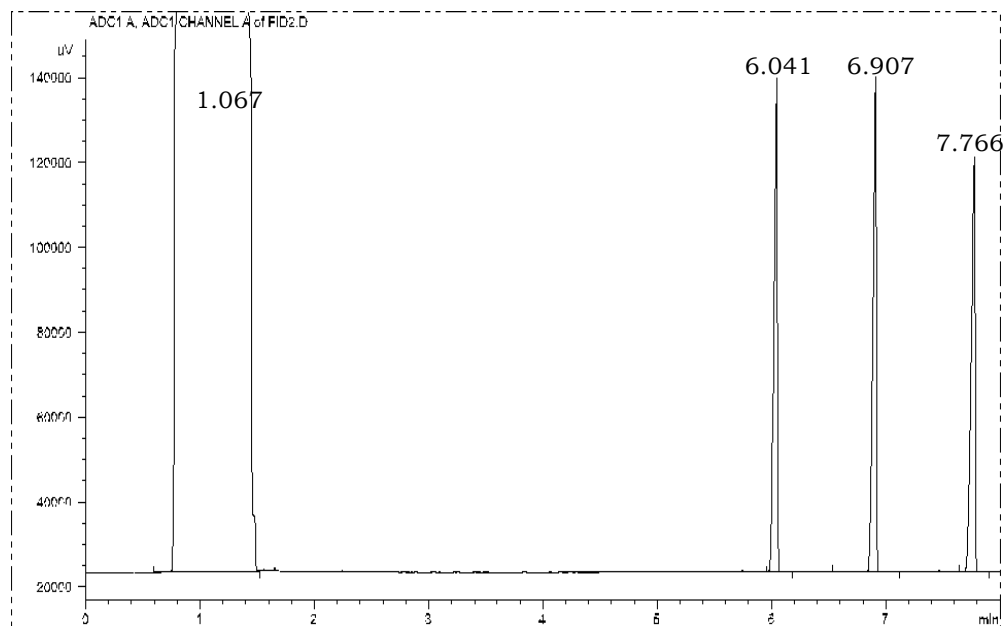
検出器

温度	300 °C
水素流量	30 mL/min
空気流量	400 mL/min
メイクアップ流量 (N2)	25 mL/min
オフセット	20 pA 未満であること

オープン

初期温度	40 °C
初期時間	0 分
レート 1	25 °C/min
最終温度	90 °C
最終時間	0 分
レート 2	15 °C/min
最終温度	170 °C
最終時間	2 分

FID チェックアウトの典型的なクロマトグラム



各ピークのリテンションタイムは異なりますが、ピーク形状は似ていなければなりません。

水素炎イオン化検出器のメンテナンス

警告

水素炎イオン化検出器は、水素ガスを燃料として使用します。水素流量が ON になっていて、検出器入口の接続部にカラムが接続されていない場合、水素ガスがオープンに流入して、爆発が起こる危険があります。常に、検出器の接続部をカラムに接続するか、または栓で塞いでおいてください。

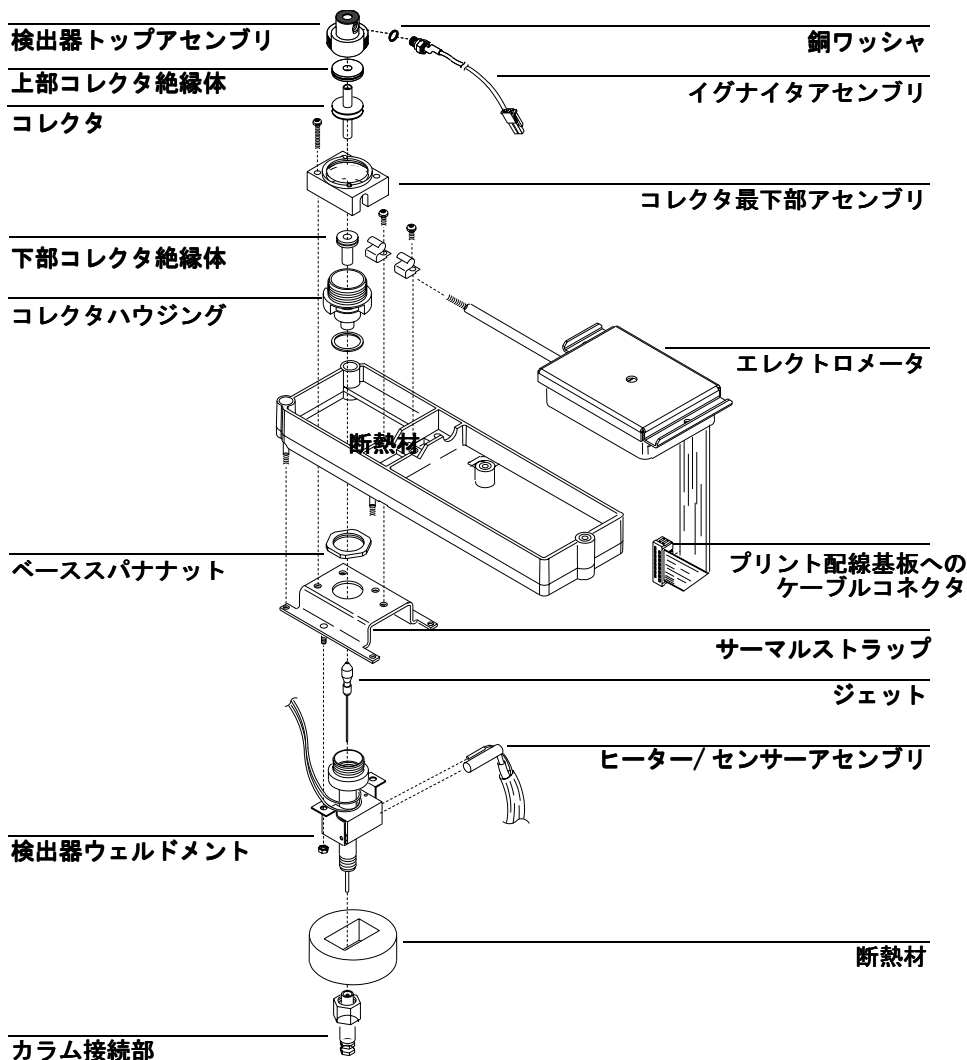


図 76 FID

FID ハードウェアに関する問題の修正

フレームが消えたり、あるいは点火されない場合は、以下の指示に従ってください。

- ・ カラム流量を点検してください。値が高すぎる可能性があります。カラム流量または圧力を下げてください。より大きな抵抗をもつカラム、例えばもっと長いカラムまたはもっと小さな内径のカラムに替えてください。大きい内径のカラムを使用しなければならない場合は、FID を点火できるだけの十分な時間、カラム流量を OFF にします。ジェットの部分めまたは完全なつまりがないかを点検してください。
- ・ 使用しているカラムに正しい種類のジェットが取り付けられていることを調べてください。ジェットの種類は [511 ページ](#) に掲載されています。
- ・ 芳香族溶媒を大量に注入すると、フレームが消えてしまうことがあります。非芳香族溶媒に替えてください。
- ・ 点火オフセット値が低すぎるか、または高すぎる可能性があります。値の調整を行ってください。

警告

水素炎イオン化検出器は、水素ガスを燃料として使用します。水素流量が ON になっていて、検出器入口の接続部にカラムが接続されていない場合、水素ガスがオープンに流入して、爆発が起こる危険があります。常に、検出器の接続部をカラムに接続するか、または栓で塞いでおいてください。

ジェットの交換またはクリーニング

ジェットは定期的にクリーニングをしたり、交換をしなければなりません。正常に使用しても、ジェット内に沈積物（通常は、カラムブリードからの白いシリカ、または黒い炭素質の煤）がたまります。このような沈積物は、感度を劣化させ、クロマトグラフのノイズとスパイクを発生させることとなります。ジェットの汚れをとることはできますが、通常の場合は、汚れたジェットを新しいジェットに交換することをお勧めします。ジェットのクリーニングするときは、ジェットを傷つけないように十分注意をしてください。

カラムまたは分析を変更するときに、ジェットを替えなければならないことがあります。例えば、パックドカラムがキャピラリーカラム以外のジェットを使用するよう

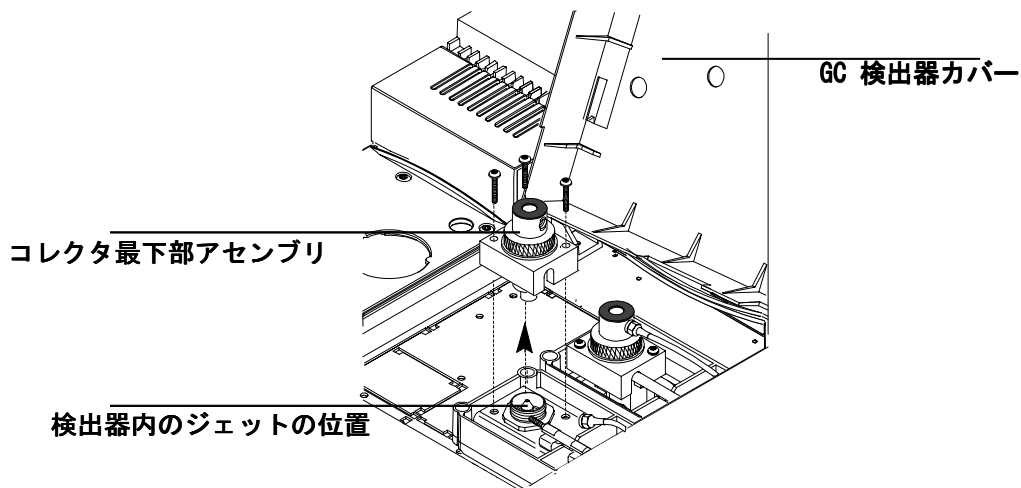
な場合がこれにあてはまります。カラムを替える前に、必ず適切なジェットを取り付けてください。

ジェットを替えるためには、まず初めに FID コレクタアセンブリを取り外す必要があります。この手順は、次の3つの部分に分かれています。1) ジェットの取り外しと検査、2) ジェットのクリーニング (もし必要なら)、3) ジェットの取り付け。

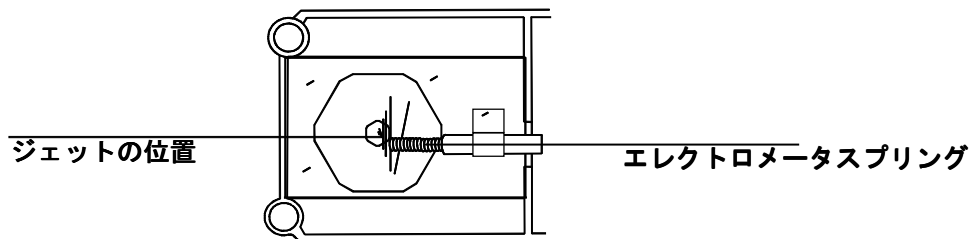
手順：ジェットの取り外しと点検 必要な機材：

- ・ 検出器が熱い場合に手を保護するための手袋
 - ・ T-20 Torx スクリュードライバー
 - ・ 1/4 インチ ナットドライバ
 - ・ ピンセット
1. 以下の予備手順を実行します。
 - ・ フレームを OFF にし、検出器を室温まで冷却させます。
 - ・ 検出器が室温まで冷えたら、GC キーボードでガスを OFF にします。
 - ・ エレクトロメータを OFF にします。[Config][Front Det] または [Config][Back Det] を押して、コントロールテーブルを表示します。
 - ・ 注入口を冷却してから、注入口ガスを OFF にします。
 - ・ オープンを冷却し、カラムを取り外して、カラム接続部を栓で塞ぎます。詳細については、[「カラムとトラップ」](#)を参照してください。
 - ・ FID を操作するために、ガスクロマトグラフ検出器カバーを開けます。

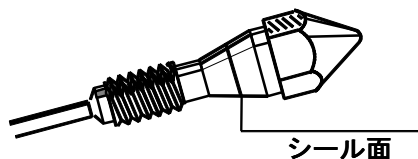
2. 検出器が熱い場合は、手袋を着けてください。コレクタの最下部アセンブリを所定位置に固定している3本のネジを外します。アセンブリを持ち上げて取り外します。アセンブリを持ち上げて取り外します。



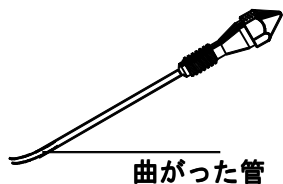
3. ナットドライバを使ってジェットをゆるめ、まっすぐ引き抜きます。ジェットをつかむためにピンセットを使用しなければならない場合があります。



4. ジェットのシール面に傷がないかどうかを検査します。シール面の周りがリング状になっているはずですが、それ以外の傷が付いている場合は、シール面は不良状態です。



5. ジェットの管を検査して、管が曲がったり、あるいは折れ曲がっていないことを確認します。ジェットに光を当てて中を覗き込んで、汚染がないか、または破損したカラムの欠片が入っていないかを検査します。汚染がなければ、問題はありません。



手順：ジェットのクリーニング

汚れたジェットをクリーニングするよりは、新しいジェットに交換した方がはるかに効率的です。特に、ジェットがかなり汚染されてしまっているときには、ジェットの交換をお勧めします。

ジェットをクリーニングする場合は、クリーニング・ワイヤの使用に注意してください。特に、ジェットの内部に傷を付けないようにしてください。傷が付いてしまうとジェットが使いものにならなくなってしまいます。ワイヤを使ってジェットをクリーニングしないで、水槽でクリーニングをすることもできます。

必要な機材：

- ・ 小型の超音波洗浄器
 - ・ 水性洗剤
 - ・ テフロン洗浄瓶内に入れた GC グレードのメタノール
 - ・ フレーム検出器クリーニングキット（部品番号 9301-0985）
 - ・ 乾燥したフィルターを通した圧縮空気あるいは圧縮窒素
 - ・ ピンセット
1. ジェットの最上端部からクリーニングワイヤを通します。ワイヤの動きが滑らかになるまでワイヤを2～3回往復させます。ジェットに傷を付けないように注意してください。
 2. 水を使ったクリーニング手順
 - a. 超音波洗浄器に水性洗剤を満たし、槽にジェットを入れます。5分間超音波をあてて音波処理をします。
 - b. ジェットリーマーを使用してジェットの内部を掃除します。
 - c. 5分間超音波をあてて音波処理をします。
以下の操作から、ピンセットだけを使用して部品を扱います。
 - d. ジェットを槽から取り出して、まず温かい水道水で十分にゆすぎ洗いをします。そして少量のメタノールで洗浄をします。
 - e. 圧縮空気あるいは圧縮窒素を吹き付けてジェットを乾かします。そしてジェットをペーパータオルの上に置いて、空気乾燥をします。

手順： ジェットの取り付け

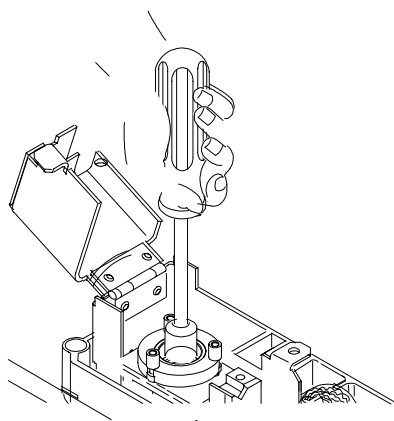
注意 ジェットをきつく締めないでください。締めすぎると、ジェットまたは検出器ベース（あるいはその両方）が変形したままになり、損傷してしまうことがあります。

注意 清潔なあるいは新しいジェットを扱うときは、ピンセットだけを使用して扱ってください。

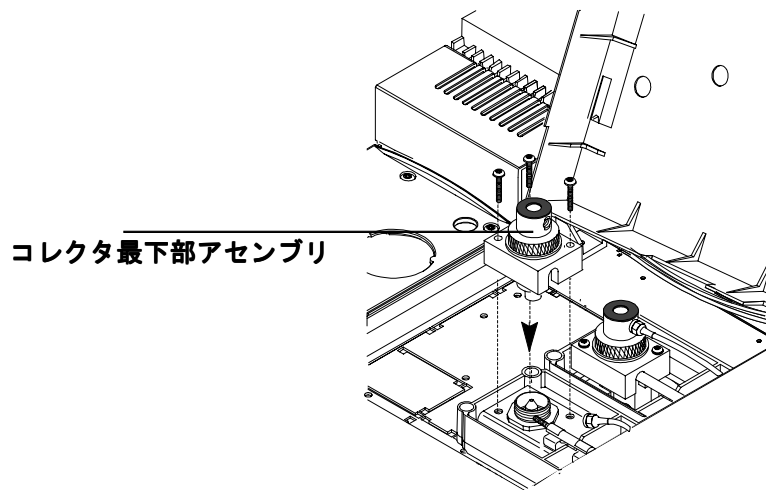
必要な機材：

- ・ 検出器が熱い場合に手を保護するための手袋
 - ・ ピンセット
 - ・ 1/4 インチ 六角ドライバ
 - ・ T-20 Torx スクリュードライバー
- ジェットの種類については [511 ページ](#) を参照してください。

1. ジェットを挿入して、ジェットがぴったり合うまで六角ドライバで締めます。



- コレクタアセンブリを元に戻します。3本のネジを締めてコレクタアセンブリを固定します。



- カラムを検出器に取り付け直します。これで、通常の動作状態を復元することができます。

コレクタのクリーニング

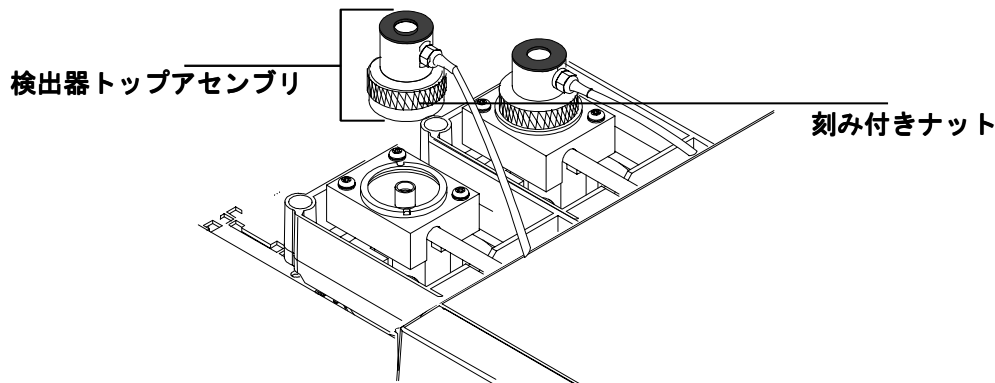
コレクタをときどきクリーニングして、沈積物（通常は、カラムブリードからの白いシリカ、または黒い炭素質の煤）を除去する必要があります。このような沈積物は、感度を劣化させ、クロマトグラフのノイズとスパイクを発生させることとなります。

ここで紹介しているクリーニングの操作手順は、超音波槽を使用して検出器のコレクタと他の部品を洗浄する方法です。ただし、コレクタの汚れがそれほどひどくない場合は、ナイロンのブラシを使って掃除して、圧縮空気または圧縮窒素を吹き付けて付着粒子を飛ばすだけで十分な場合があります。

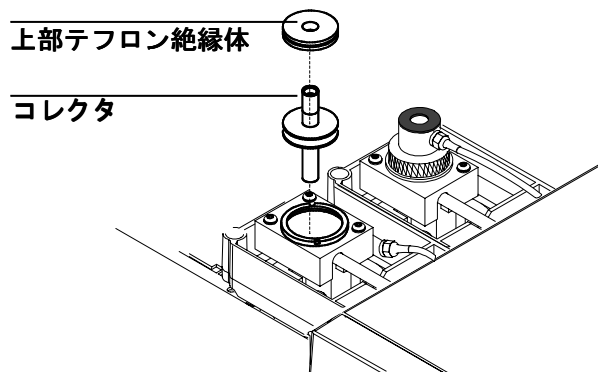
この手順は、次の3つの手順に分かれています。1) コレクタの取り外し、2) コレクタのクリーニング、3) 検出器の再組み立て。

手順：コレクタの取り外し**必要な機材：**

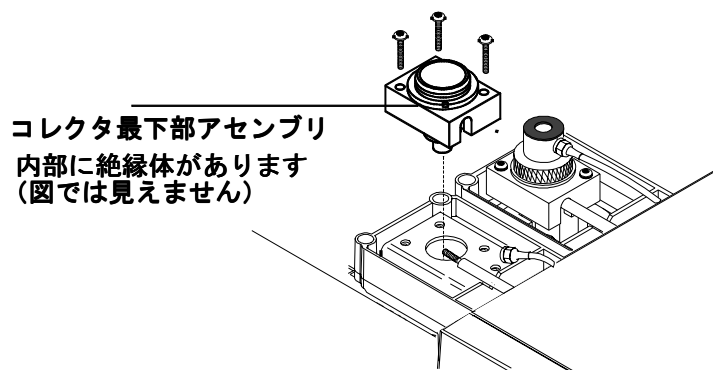
- ・ T-20 Torx スクリュードライバー
 - ・ 1/4 インチ ナットドライバ
 - ・ ピンセット
 - ・ 検出器が熱い場合に手を保護するための手袋
1. 以下の予備手順を実行します。
 - ・ フレームを OFF にし、検出器を室温まで冷却させます。
 - ・ 検出器が室温まで冷えたら、GC キーボードでガスを OFF にします。
 - ・ エレクトロメータを OFF にします。エレクトロメータコントロールは [Config Det] テーブルにあります。[Config][Front Det] または [Config][Back Det] を押して、コントロールテーブルを表示します。
 - ・ ガスクロマトグラフ検出器カバーを開いて FID を操作します。
 2. 検出器が熱い場合は、手袋を着けてください。刻み付きのナットをゆるめます。アセンブリをまっすぐ持ち上げて取り外します。上部テフロン絶縁体がコレクタの最下部に貼り付いてしまう場合があります。この絶縁体は取り出してください。



- コレクタを持ち上げて取り出します。上部絶縁体がコレクタに貼り付くことがあります。コレクタをつかむためにピンセットを使用しなければならない場合があります。



- コレクタ最下部アセンブリを所定位置に固定している3本のネジを外します。アセンブリを持ち上げて取り外します。下部絶縁体を最下部のアセンブリから取り外します。ジェットをつかむためにピンセットを使用しなければならない場合があります。



手順：コレクタのクリーニング

必要な機材：

- ・ 小型の超音波洗浄器
- ・ 水性洗剤
- ・ テフロン洗浄瓶内に入れたガスクロマトグラフクラスメタノール
- ・ フレーム検出器クリーニングキット（部品番号 9301-0985）
- ・ 乾燥したフィルターを通した圧縮空気あるいは窒素
- ・ ピンセット

クリーニングの手順：

1. 超音波洗浄器に水性洗剤を満たし、槽に2つの絶縁体とコレクタを入れます。5分間超音波をあてて音波処理をします。
2. ナイロンブラシを使ってそれぞれの掃除をします。
3. もう1度、5分間超音波をあてて音波処理をします。
以下の操作から、ピンセットだけを使用して部品を扱います。
4. ジェットを槽から取り出して、まず温かい水道水で十分にゆすぎ洗いをします。そして少量のメタノールで洗浄をします。
5. ジェットをペーパータオルの上に置いて、空気乾燥をします。

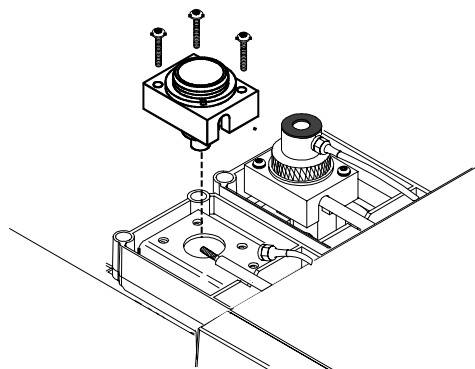
手順： 検出器の再組み立て

注意

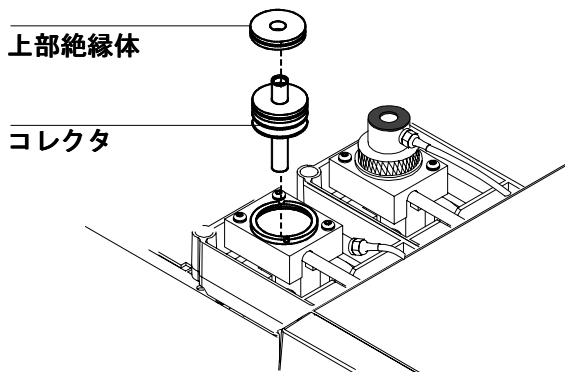
清潔なあるいは新しいジェットを扱うときは、ピンセットだけを使用してください。

必要な機材：

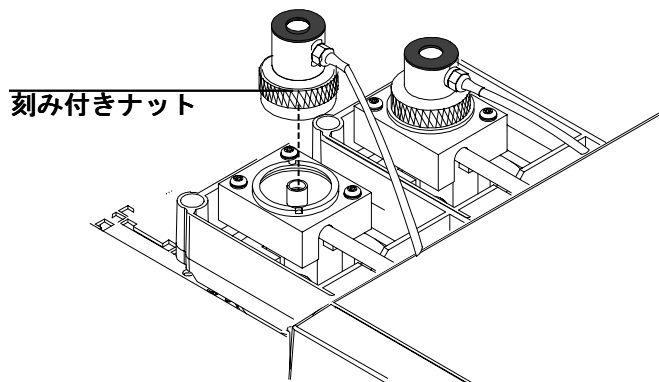
- ・ ピンセット
 - ・ T-20 Torx スクリュードライバー
1. 下部絶縁体を下部コレクタアセンブリに挿入します。下部コレクタアセンブリを取り付けて、3本のネジを締めます。



2. コレクタを元に戻して、上部テフロン絶縁体を取り付けます。



3. 上部コレクタアセンブリを取り付けて、刻み付きナットを指で締めます。



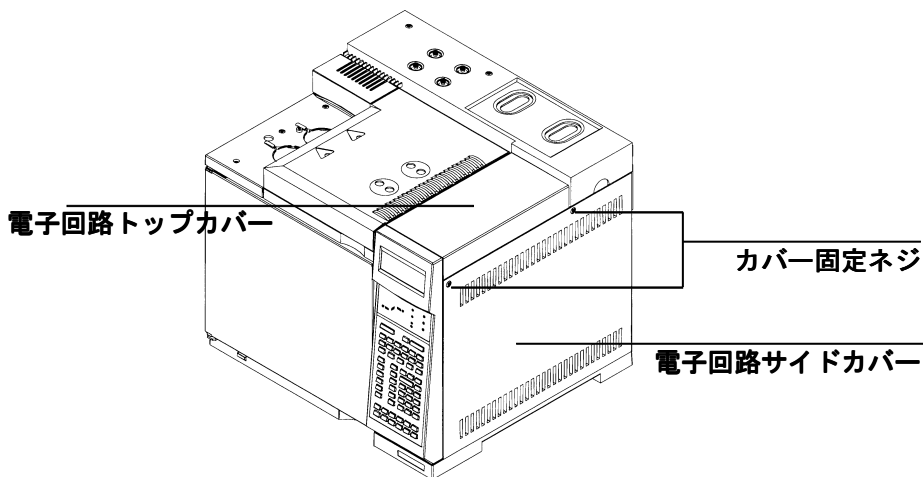
4. ガスクロマトグラフ検出器カバーを閉じます。これで、通常の状態を復元することができます。

手順：FID イグナイタの交換

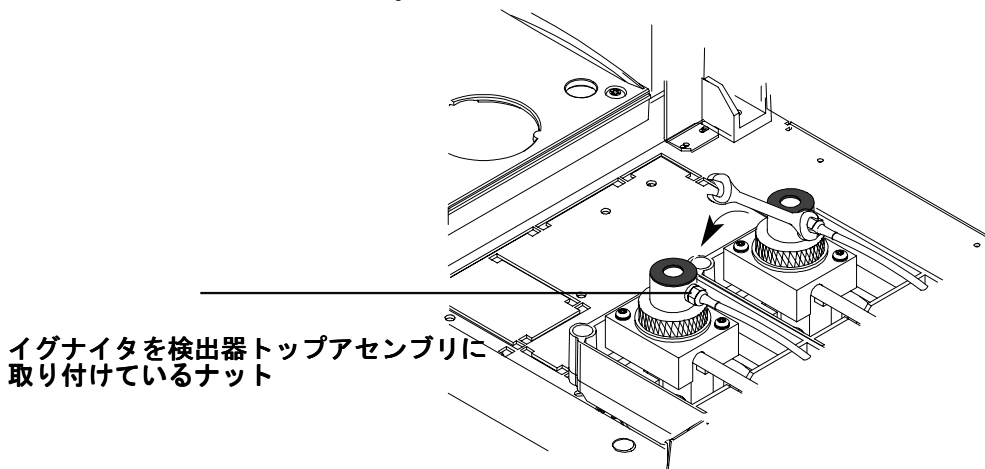
必要な機材：

- ・ 5/16 インチレンチ
 - ・ T-20 Torx スクリュードライバー
 - ・ 静電気リストストラップ
 - ・ 新しいイグナイタアセンブリ（部品番号 G1531-60680）
1. 以下の予備手順を実行します。
 - ・ 検出器を室温まで冷却させます。検出器が室温まで冷えたら、ガスクロマトグラフを OFF にします。
 - ・ FID を操作するために、ガスクロマトグラフ検出器カバーを持ち上げます。
 - ・ 電子回路トップカバーを取り外します。

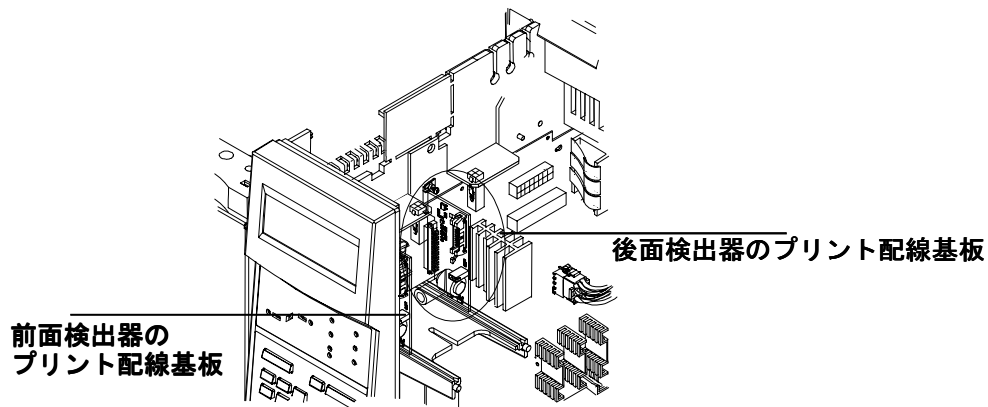
2. スクリュードライバを使って、電子回路のサイドカバーを固定している2本のネジを外して、カバーを取り外します。



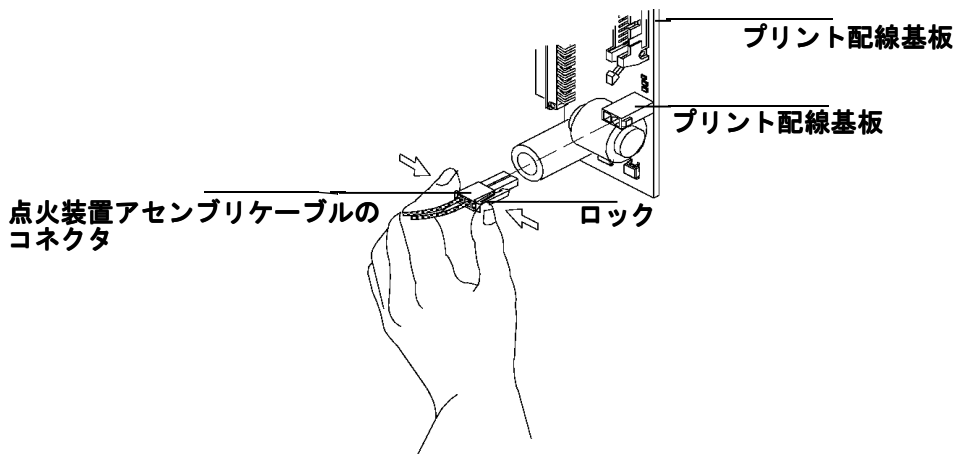
3. レンチを使用して、検出器トップアセンブリからイグナイタをゆるめめます。そしてワイヤの接続部を完全に外します。トップアセンブリとイグナイタの接続部の間にある小さな銅ワッシャをなくさないように注意してください。



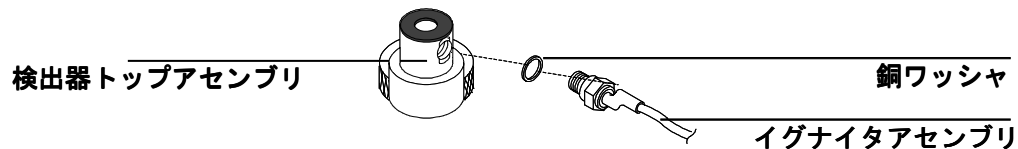
4. 点火ケーブルの片方が、検出器のプリント配線基板に接続されています。下記の図を参考にして、プリント配線基板の位置を探します。この作業をするときには、必ず静電気リストストラップを着けて、プリント配線基板の接地接続をしてください。



5. ケーブルの接続を外すには、ロックを強く握って慎重にコネクタを引き抜きます。ロックを強く握ってコネクタを溝に滑らせながら入れて、新しい点火装置ケーブルを取り付けます。



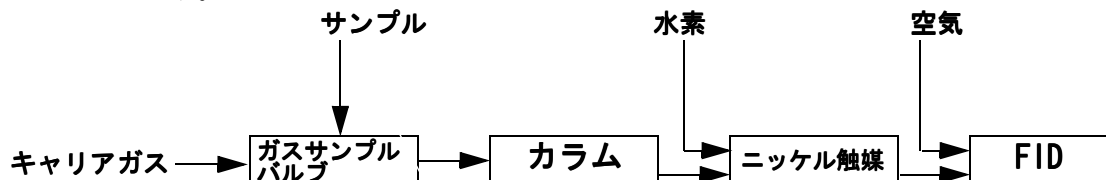
- 銅ワッシャを、点火ケーブルの片方に配置します。点火ケーブルの片方を検出器トップアセンブリに取り付けて、ネジがぴったり止まるまで指で締めます。次にスクレュードライバを使ってネジをしっかり締めます。



- 電子回路サイドカバーを元に戻して、3本のネジを元通りに締めます。同様に、電子回路最上部カバーを元に戻します。
- ガスクロマトグラフを ON にして、通常の動作状態に戻します。

ニッケル触媒チューブ

ニッケル触媒チューブアクセサリ G2747A は、CO や CO₂ の水素炎イオン化検出器を用いたトレース分析に使用されます。ガスサンプルはカラム内で分離され、水素が存在する熱い触媒の中を通過します。その際、CO や CO₂ のピークは、CH₄ に変換されます。



ガス流量

標準の FID 設置：

ガス	流量、mL/min
キャリア（ヘリウム）	30
FID 水素	30（注意参照）
FID 空気	400

TCD/FID が連結された設置：

ガス	流量、mL/min
キャリア（ヘリウム）	30
TCD 切り換え流量	25
FID 水素	45（注意参照）
FID 空気	500

注意

FID が既知の抵抗を持つ箇所では、水素流量は圧力制御されます。ニッケル触媒チューブは流量抵抗を増加させるので、キャリブレーションが効かなくなります。水素流量は石鹼膜流量計などの流量測定器で測定しなければなりません。詳細については、[「手順：石鹼膜流量計によるガス流量の測定」](#)を参照してください。

注意 ニッケル触媒は空気に触れるとダメージを受けます。

温度

ニッケル触媒チューブは通常バック注入口に取り付けられ、バック注入口温度設定値でコントロールされます。おおくの分析において、温度設定が必要となります。

- ・ ニッケル触媒チューブ 375 °C
 - ・ FID400 °C
-

触媒の交換

ニッケル触媒は空気にさらされたり、不純物の含まれたサンプルやガスによって劣化します。性能が著しく落ちた場合は、触媒チューブを交換して下さい。

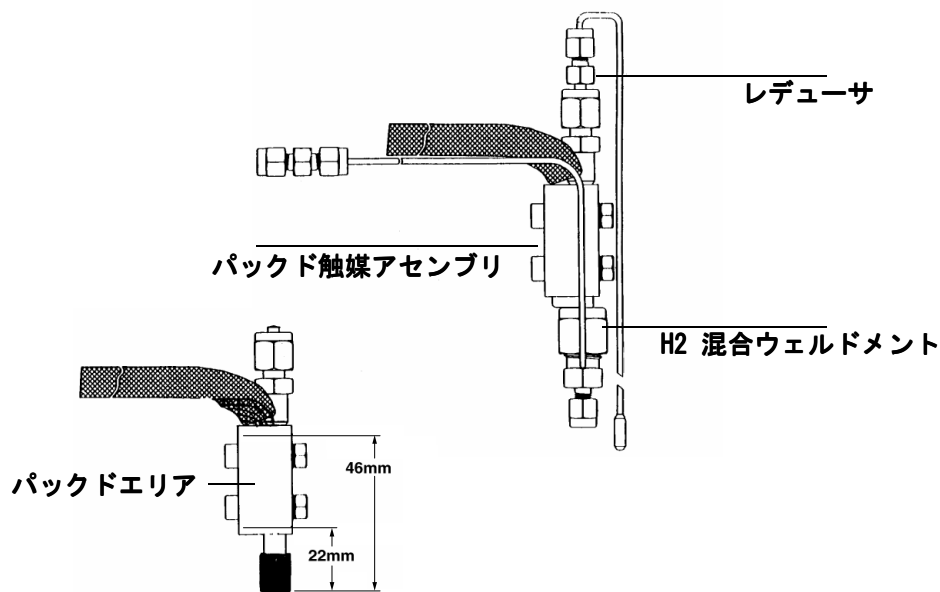
警告 水素 (H₂) は可燃性なので閉鎖された空間において空気と混在すると大変危険です。(例えば、オープンなど) 水素を用いたアプリケーションにおいては、装置を動かす前に水素を供給元から止めてください。

警告 ニッケル酸化物とシリコン含有物の中には発ガン性物質と考えられているものがあります。すべての作業は換気フード下で行い、手袋を着用してください。HEPA-タイプ真空クリーナーでこぼれたものを拭き取りほこりが立つのを避けて下さい。もしこぼした場合は周囲の人に注意を警告してください。

警告 皮膚炎防止のため使用後は手は石鹸を用いて洗浄してください。こぼれたものを掃除する際には長袖の着用をお勧めします。長袖の服を着用していない場合は代用可能な手袋を着用してください。

注意 この手順を行う前に、触媒に付属する MSDS:Material Safety Data Sheet の内容を確認してください。

1. バック注入口加熱部を冷却してください。他のすべてのヒーターを消してください。触媒チューブが室温まで冷却されたら、GC の電源を切り電源コードを抜いてください。残っている水素やキャリアガス圧力を抜いてください。
2. 触媒チューブのトップカバープレートの3つのネジを取り外します。プレート、NCT 周囲の断熱材を取り外します。
3. オープンの内側から断熱カップについている二つのネジをゆるめます。カップと断熱材を取り外します。
4. 2本のレンチを用いて、触媒アセンブリの底から H2 混合ウェルドメントを取り外してください。1/16 インチチューブに余分なストレスがかからないように注意してください。ストレスはウェルドメントにダメージを与えます。



5. 2本のレンチを用いて触媒アセンブリのトップレデューサを取り外します。
6. 注入口付近から触媒アセンブリを注意深く引き上げます。触媒チューブの両端はアクセスしやすくなっています。

7. チューブの底からガラスウールを取り外す器具を使用します。すべて取り除いたことを確認してください。
8. チューブから古い触媒を取り除き空にします。(ポイントツールで取り外してください) すべて取り除いたことを確認してください。
9. このロッドを使用してチューブからガラスウールプラグを押し上げます。
10. チューブ内部をメタノールを用いてクリーニングします。チューブの内側を扱う際は先の尖った器具を使用しないで下さい。綿棒を用いて良く洗浄されていることを確認します。チューブを乾かしてください。
11. この前の図はチューブを正しく取りつける方向を示しています。触媒が加熱部の外側にある場合は、CO の分析結果がテーリングが起きていないことを確認します。
綿棒や他のロッドやチューブを用いてゲージの奥を簡単に準備します。先の丸くなったところから 22mm と 46mm のところに印を付けてください。
12. 大きな固まりからおおよその量のガラスウールをとって丸めてください。これを 端から /4 インチほど押ししてしっかり固定させてください。チューブの端から 46mm ほどの深さまで、このガラスウールの深さを測定してください。必要であれば、ガラスウールを加えてください。測定中ガラスウールが若干圧縮するくらいが最も良い状態です。
13. 触媒アセンブリをひっくり返して触媒をゆっくり加えてください。軽くたたいてしっかり固定します。触媒が端から 22 mm ほどで触媒の追加を止めてください。深さの測定やつめている最中に触媒を壊さないように注意してください。
14. 端から 5mm 程度チューブの一部が残るまでシングルガラスウールを加えてください。このプラグはつめている最中にゆっくりと圧縮されます。

注意

触媒アセンブリをオープンに取り付ける前に、注意深く触媒の汚れを取り除いてください。

15. ステップ 1 から 6 までを逆にたどって組み立てを行ってください。注入口カバープレートと断熱カップを取り付ける前に断熱材がチューブの周りについていることを確認してください。
16. リークテストを実施してください。

警告

水素 (H₂) は可燃性であり閉鎖された空間内で空気と混在すると非常に危険です。(例えばオープン内など)

17. キャリアと水素流量を流してください。15 分間流してください。
18. ニッケル触媒を 375 °Cまで加熱して、30 分放置してください。これらの手順を踏むとアクセサリ使用の準備が整います。

23 熱伝導度検出器 (TCD)

一般情報

TCD ニューマティクス

検出器の動作を妨げる状態

フィラメントの不動態化

キャリアガス、リファレンスガスおよび

メイクアップガス

ネガティブ極性

水素の分析

TCD の操作

ガス圧力

TCD の操作

手順： TCD の操作

チェックアウトの各条件とクロマトグラム

TCD チェックアウトの各条件

TCD チェックアウトの典型的なクロマトグラム

熱伝導度検出器のメンテナンス

TCD 性能に関する問題の修正

手順： サーマルクリーニング

熱伝導検出器

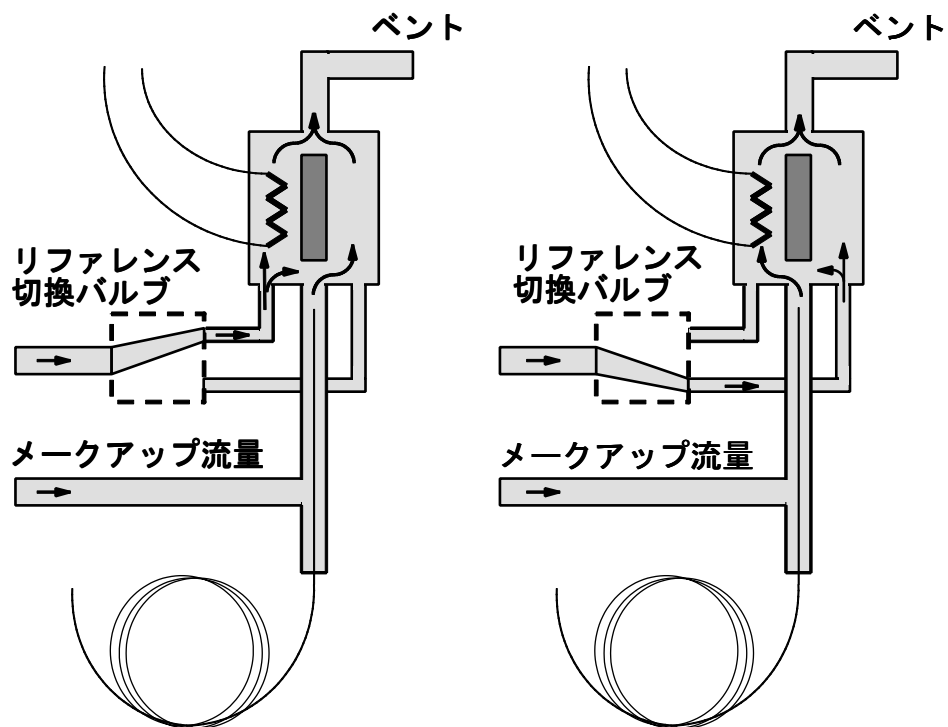
一般情報

TCD は、純粋なキャリアガス（リファレンスガス）と、サンプル成分を含むキャリアガス（カラム溶出ガス）の2つのガス流量の熱伝導度を比較します。

この TCD 検出器には、検出器本体よりも高い温度になるように電気的に加熱されるフィラメントが内蔵されています。リファレンスガスとカラム溶出ガスの流れがフィラメントを交互に通過する間、フィラメントの温度は一定に保たれます。サンプルが追加されると、フィラメントの温度を一定に保つのに必要な電力が変化します。フィラメントを通る2つのガスの流れは、1秒当たり5回ずつ切り換えられ、電力差が測定されて記録されます。

ヘリウム（または水素）をキャリアガスとして使用するとき、サンプルによって熱伝導度が低下します。窒素が使用されると、ほとんどの物質の熱伝導度は窒素よりも高いため、通常は熱伝導度が高くなります。

TCD 検出器は検出プロセス中にサンプルを破壊しないため、水素炎イオン化検出器あるいは他の検出器に TCD 検出器を直列に接続することができます。



カラム溶出ガスはバイパスチャンネルを流れます。
フィラメントの周りには
リファレンスガスが通過します。

カラム溶出ガスは
フィラメントチャンネルを流れます。
サンプルが存在すると、ガスの種類に応じて、
熱伝導度が上昇あるいは低下します。

図 77. TCD の概念的なダイアグラム

TCD ニューマティクス

TCD の流路を [図 78](#) に示します。

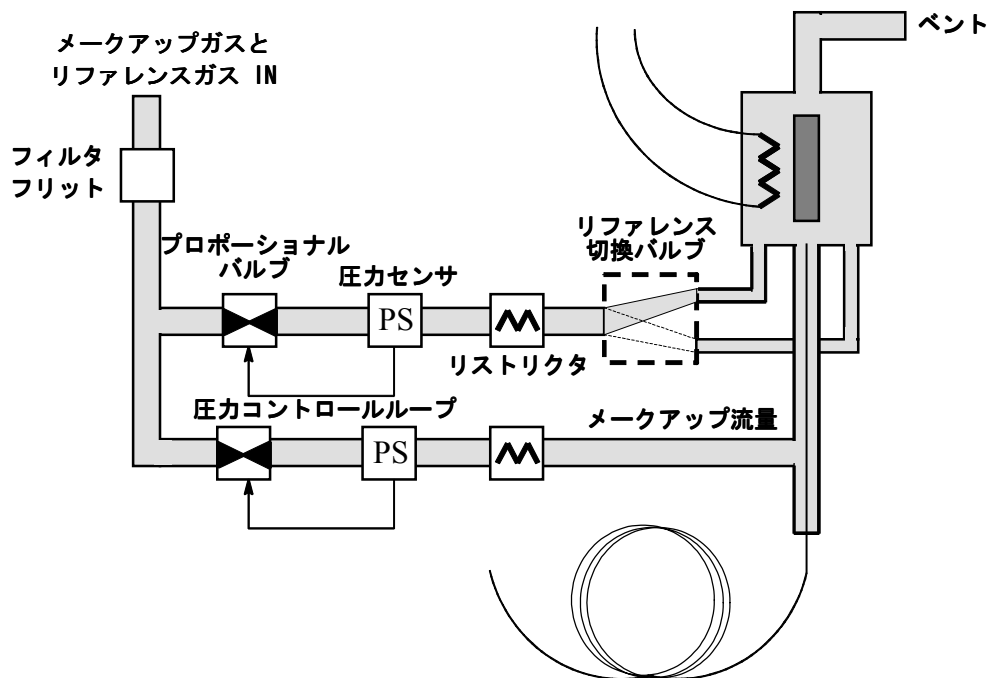


図 78. TCD の流路

検出器の動作を妨げる状態

- ・ 温度が 150 °C 未満に設定されている場合
- ・ フィラメントが切断あるいはショートしている場合
- ・ リファレンスガスの流量が「0」に設定されている場合

フィラメントの不動態化

タングステン - レニウム TCD フィラメントは酸化による損傷を防ぐために化学的に不動態化されています。しかしながら、酸やハロゲン化合物のような化学的作用を及ぼす化合物によってフィラメントがダメージを受ける場合があります。フィラメント抵抗に変化があると、検出器の感度が即座に変化してその状態がずっと続く症状が現れます。

可能な限り、このような化合物の分析は避けてください。不可能な場合は、フィラメントを頻繁に交換する必要があります。

キャリアガス、リファレンスガスおよびメイクアップガス

リファレンスガスとメイクアップガスは、キャリアガスと同じ種類でなければなりません。また、検出器の電子回路が正しく動作するためには、注入口と検出器コントロールテーブルの両方で、ガスの種類が指定されていなければなりません。

パックドカラムを使用する場合は、最適なピーク形状を得るために、少量のメイクアップガス流量 (2 ~ 3 ml/min) にすることをお勧めします。

[図 79](#) を参考にして、キャピラリカラムあるいはパックドカラムのいずれかのリファレンスガス流量の適切な値を選択してください。図示されている値の ± 0.25 パーセント内が適切な値です。

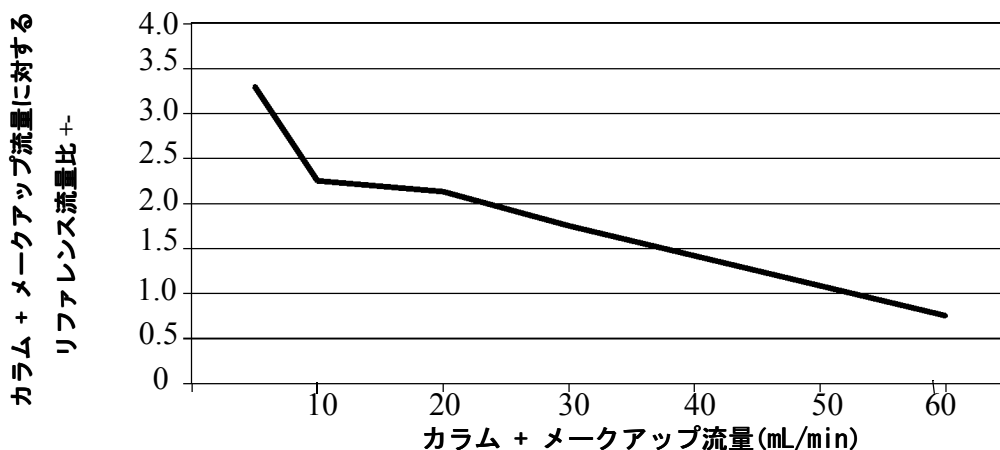


図 79. リファレンスガス流量の選択

ネガティブ極性

キャリアガスより高い熱伝導度を持つサンプル成分は、ネガティブピークを発生します。例えば、窒素またはアルゴンメタンをキャリアガスとして使用した場合、ヘリウムあるいは水素がネガティブピークを形成します。

Neg polarity を ON にするとネガティブピークが反転され、インテグレータまたはケミステーションがピークを測定できるようになります。Neg polarity は、ランテーブルエントリとして指定できます。詳細については、[「ランタイムプログラミング」](#)を参照してください。

水素の分析

水素は、ヘリウムより大きい熱伝導度を持つ唯一の元素です。また、中低温でヘリウム内に少量の水素（20 パーセント未満）を混合すると、単独のヘリウムまたは水素より小さい熱伝導度を示します。このため、ヘリウムキャリアガスを使って水素を分析する場合は、水素のピークがポジティブピーク、ネガティブピーク、またはスプリットピークのいずれかの形状で現れる可能性があります。

この問題には、2つの解決策があります。

- ・ 窒素あるいはアルゴンメタンをキャリアガスとして使用します。これによって、ヘリウムをキャリアガスとして使用するときが発生する固有の問題が解決されます。ただし、水素以外の成分に対する感度は低下します。
- ・ 200 ～ 300 °C の高温で検出器を操作します。

検出器の適切な動作温度は、既知の水素濃度範囲を分析しながら動作温度を上げると見つけることができます。水素のピークが通常の状態を示し、濃度に関係なく常に同じ向き（空気またはプロパンに対する通常のレスポンスに対してネガティブ）になった点が、適切な温度です。また、この温度を使用すると、高感度でリニアなダイナミックレンジが保証されます。

水素のピークはネガティブピークになるため、ピークがポジティブで表示されるように、適切な時間にネガティブ極性を ON にする必要があります。

TCD の操作

[表 62](#) を参考にして TCD の温度と流量を選択してください。[図 80](#) を使用して、最小の供給元圧力を探します。EPC 検出器を使用する場合は、図の供給元圧力に 10 psi (69 kPa) を加算してください。

表 62 推奨温度と流量 – TCD

ガスの種類	流量範囲
キャリアガス (水素、ヘリウム、窒素)	パッキド、10 ~ 60 ml/min キャピラリ、1 ~ 5 ml/min
リファレンス (キャリアガスと同じガスの種類)	15 ~ 60 ml/min 図 80 で値を選択します。
キャピラリメークアップ (キャリアガスと同じガスの種類)	5 ~ 15 ml/min (キャピラリカラム) 2 ~ 3 ml/min (パッキドカラム)
検出器温度	
150 °C未満 … フィラメントを ON にできません。 検出器温度は、オープン温度プログラムの最終温度よりも 30 ~ 50 °C 高い値にしてください。	

ガス圧力

流量を選択し、それに対応する圧力を探します。流量の設定値を維持するために、その値よりも供給元圧力を 10psi (70 kPa) 高く設定してください。

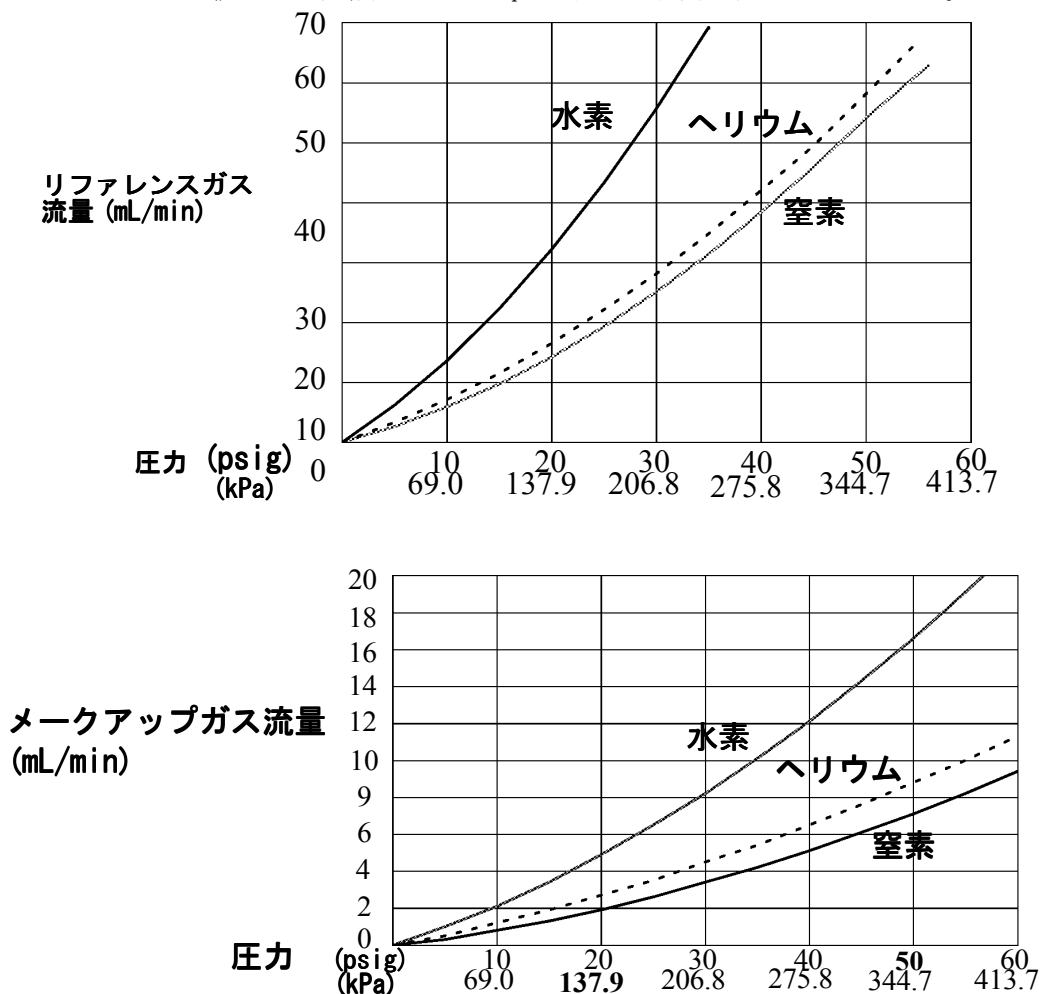


図 80. メイクアップガスとリファレンスガスの圧力 / 流量の一般的な関係 (25 °C、大気圧 1)

TCD の操作

[Front Det] または [Back Det] を押します。

FRONT DET (TCD)		
Temp	24	Off
Ref flow	0.0	Off
Mkup (He)	0.0	Off
Filament		Off <
Output	0.0	
Neg polarity		Off

温度(°C)または Off

リファレンスガス流量 (mL/min) または Off

キャピラリカラムの場合は、以下の
メイクアップガス流量モードを参照
してください。
パッキドカラム*の場合は OFF にします。

[On] または [Off] を押します。
出力値を表示します。

極性の反転.ON または OFF にします。

メイクアップガス流量モード：

キャピラリカラムがコンフィグレーションされている場合は、
さらにコントロールテーブルに以下のいずれかの項目が含まれます。

```
Mode: Const makeup <
Mkup flow 0.0 Off
```

```
Mode: Col+mkup=const
Combined flow 0.0
Makeup (He) 0.0
```

メイクアップモードを変更するには、Mode にスクロールして、[Mode/Type] を押します。
モードの選択を行い、適切な流量値を入力します。

```
F DET MAKEUP MODE
*Const makeup flow
Col+makeup=const <
```

メイクアップ/リファレンスガスを表示するには、
[Config] [Front Det] または
[Config] [Back Det] を押します。

```
CONFIGURE FRONT DET
Mkup/ref type He <
```

メイクアップ/リファレンスガス
を変更するには、
[Mode/Type] を押します。

```
F DET MAKEUP/REF GAS
Helium <
Hydrogen
Nitrogen
```

適切なガスを選択します。

* 2 ~ 3ml/min のメイクアップ流量で、最も良いピーク形状が得られます。

図 81. TCD コントロールテーブル

手順：TCD の操作

この操作手順は、検出器サポートガスが接続され、システムにガス洩れがなく、カラムが取り付けられていることを前提としています。検出器を操作する前に、オープン温度、注入口温度、および注入口 / カラム流量を設定します。

1. [Front Det] または [Back Det] を押して、検出器コントロールテーブルを表示します。
2. 検出器温度を設定します。カラムの一部は加熱ブロックを通過してセルの中に入るため、カラムの最高許容温度を超える値に設定しないでください。
3. 設定されているガスの種類が、使用している装置に配管されているガスの種類と同じであることを確認します (コントロールテーブルの Mkup の右隣)。必要に応じ、ガスの種類を変更します ([「メイクアップガス流量」](#) 参照)。

注意

検出器の電子回路が正しく動作するためには、ガスの種類が適切にコンフィグレーションされていなければなりません。

4. リファレンスガス流量を設定します。
5. パックドカラムを使用する場合は、メイクアップガスをオフに (または、手順 6 に進んで 2 ~ 3 mL/min を入力 [「キャリアガス、リファレンスガスおよびメイクアップガス」](#) 参照) し、[手順 7.](#) に進みます。
6. 「キャピラリカラム」を使用する場合は、以下の手順を実行します。
 - a 使用するキャピラリカラムが定義済みで、EPC 注入口に接続されている場合は、必要に応じて新しい流量モードを選択し ([「メイクアップガス流量」](#) 参照)、メイクアップガス流量または合計流量を設定します。
 - b カラムがマニュアル注入口に接続されている場合は、メイクアップガス流量を入力します。この場合に利用できるのは定流量だけです。
7. フィラメントを ON にします。温度が安定するまで 30 分間待ちます。最高の感度を得るためにはさらに長い時間が必要です。
8. 必要な場合には、Negative polarity を [On] にして、ネガティブピークを反転させます。ポジティブピークとネガティブピークの両方を示す成分がサンプルに含まれている場合は、Neg polarity の ON と OFF をタイムテーブルイベントとして分析中に切り換えることができます。

ショートカット
操作手順：
(正しい設定値
が保存されてい
る場合)

1. 検出器コントロールテーブルを表示します。
2. 温度を On にします。
3. 必要であれば、メイクアップガスを On にします。
4. [Det Control] を押します。
5. [On] を押します。

チェックアウトの各条件とクロマトグラム

この節では、サンプルクロマトグラムの典型的な例を紹介しています。装置の性能をチェックアウトする一般的な指針として、この例を使用してください。

各動作条件と一緒に記載されているそれぞれの注入量は、注入される絶対的な量を必ずしも示しているわけではありません。記載されている量の値は、単に、標準の 10 μ L シリンジから読み取られた目盛りの値（プランジャの位置）にすぎません。加熱された注入口を使用する場合は、シリンジニードルの内部から揮発するサンプルの容積分である 0.4 ~ 0.7 μ L も、実測のサンプル注入量に余分に含まれます。専用で（非加熱の）オンカラム注入口を使用すると、シリンジのプランジャ位置に、より精確で正しい注入量が反映されます。

また、以下の操作手順とそれぞれの各結果は、注入口または検出器システム（あるいはその両方）が適切な機能を果たしている証拠を提供するためのものであることを忘れないでください。つまり、以下の各操作手順と結果が、所定のシステムの規格限界を試験するために適正なものではあるとは必ずしも限りません。

TCD チェックアウトの各条件 カラムとサンプル

種類	HP-5 30m \times 0.32mm \times 0.25 μ m	PN 19091J-413
サンプル	FID チェックアウト	18710-60170
注入量	1 μ L	

注入口

温度	250 $^{\circ}$ C、ページ/パックドまたはスプリット/スプリットレス オープントラック、クールオンカラム 40 $^{\circ}$ C PTV（以下参照）
注入口圧力	25 psi（EPC 注入口は Constant Pressure、ヘリウム）
スプリット/スプリットレス	
モード	スプリットレス
ページ流量	60 mL/min
ページ時間	0.75 min

注入口、(続き)**PTV**

モード	スプリットレス
注入口温度	40 °C
最終時間	0.1 分
レート 1	720 °C /min
最終温度 1	350 °C
最終時間 1	2 分
レート 2	100 °C /min
最終温度 2	250 °C
最終時間 2	0 分
注入口圧力	25 psi (EPC 注入口は Constant Pressure、ヘリウム)
パージ時間	0.75 分
パージ流量	60 mL/min

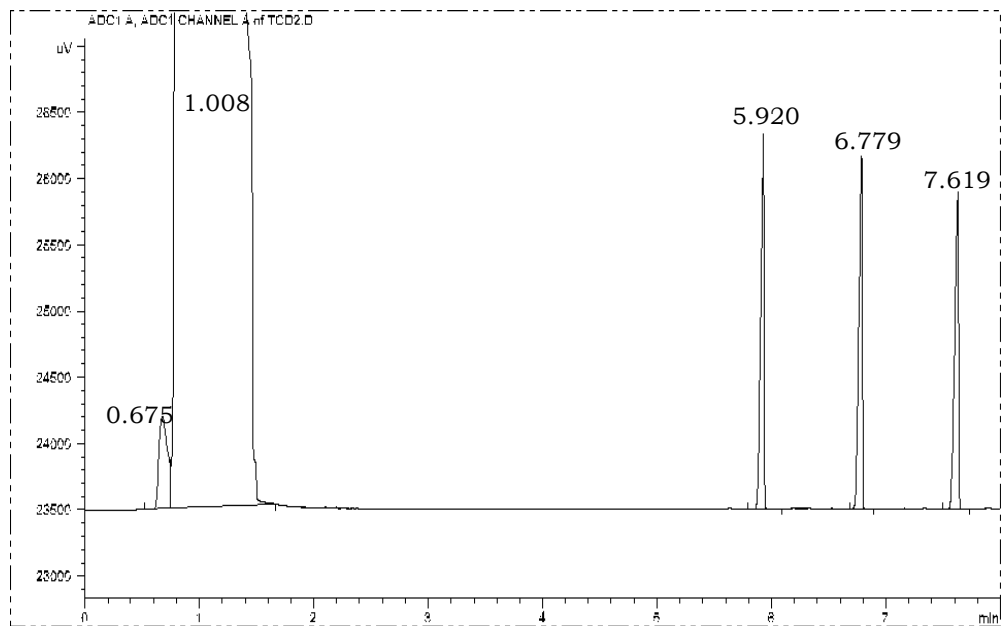
検出器

温度	300 °C
リファレンス流量 (He)	30 mL/min
メークアップ流量 (He)	2 mL/min
オフセット	30 pA 未満であること

オープン

初期温度	40 °C
初期時間	0 分
レート 1	25 °C /min
最終温度	90 °C
最終時間	0 分
レート 2	15 °C /min
最終温度	170 °C
最終時間	2 分

TCD チェックアウトの典型的なクロマトグラム



各ピークのリテンションタイムは異なりますが、この図のピーク形状に類似していれば問題はありません。

熱伝導度検出器のメンテナンス

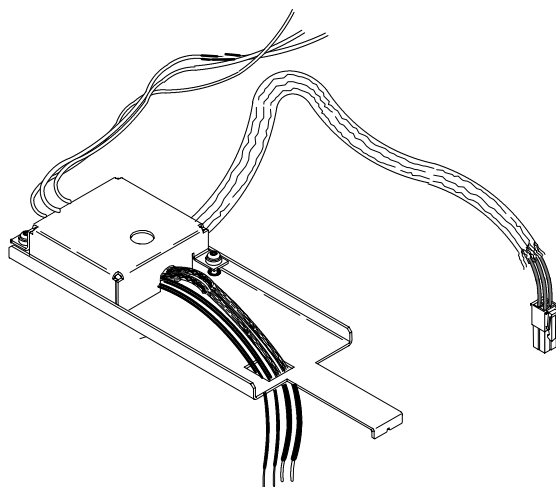


図 82. TCD

TCD 性能に関する問題の修正

ベースラインのふらつき、ノイズレベルの増加、またはチェックアウトクロマトグラムでのレスポンスの変化といった症状を TCD が示している場合は、TCD がカラムブリードまたは汚れたサンプルから流出する沈積物で汚染されている可能性があります。

TCD のクリーニングは、焼き出し (bake-out) というプロセスによって行います。焼き出しを実行するときは、必ずキャリアガスと流量システムの成分が漏洩したり汚染されていないことを確認してください。

注意

大量の空気が洩れているまま検出器の焼き出しを実行すると、フィラメントが破損する可能性があります。

手順：サーマルクリーニング

TCD のメンテナンスを行う手順で、必ず実行しなければならない共通の手順がサーマルクリーニングです。

TCD は、カラムブリードまたは汚れたサンプルから流出する沈積物で汚染される可能性があります。ベースラインのふらつき、ノイズレベルの増加、またはチェックア

ウトクロマトグラムでのレスポンスの変化といった問題が現れた場合には、TCD が汚染されていることを示しています。

サーマルクリーニングは、別名を 焼き出し (bake-out) ともいいます。焼き出しを実行するときは、必ずキャリアガスと流量システムの成分が漏洩したり汚染されていないことを確認してください。

注意

検出器に酸素が流入して、フィラメントへの修復不可能な損傷が発生しないようにするために、TCD を OFF にして検出器カラムの接続部を栓で塞いでください。

1. 検出器を OFF にします。
2. カラムを検出器から取り外して、検出器カラムの接続部を栓で塞ぎます。
3. リファレンスガス流量を 20 ~ 30 ml/min の範囲内に設定します。そして検出器温度を 400 °C に設定します。

FRONT DET (TCD)		
Temp	55	Off <
Ref flow	0.0	Off
Mode: Col + mkup = const		
Combined flow	0.0	Off
Makup flow		Off
Filament		Off
Output (off)		Off
Neg polarity		Off

4. サーマルクリーニングを 2 ~ 3 時間続けます。そして通常の動作温度までシステムを冷却します。

24 窒素リン検出器 (NPD)

一般情報

ソフトウェア必要事項

窒素リン検出器 (NPD) の流路

NPD 検出器の動作を妨げる状態

ガス純度

ビード

Adjust offset (オフセット調整)

オフセット調整の中断

検出器の OFF

クロックテーブルでのオフセット調整
の設定

安定時間について

手順：安定時間の変更

溶媒ピーク溶出中、水素は OFF にし
ます。

分析と分析間の水素の OFF

ビード電圧

ビードの寿命を延ばす方法

温度プログラミング

エレクトロメータ

データレート

手順：NPD のデータレートの設定

ジェット コレクタ

NPD の操作

ガス圧力

NPD コントロールテーブル - EPC

手順：NPD の操作

マニュアル仕様の NPD の操作

手順：マニュアル仕様の NPD の操作

チェックアウトの各条件とクロマトグラム

NPD チェックアウトの各条件

NPD チェックアウトクロマトグラム

窒素リン検出器のメンテナンス

NPD IPB

NPD ハードウェアに関する問題の修正

手順：ビードアセンブリの交換

手順：検出器とコレクタのクリーニング、およびインシュレータとリングの交換

ジェットの交換またはクリーニング

手順：ジェットの取り外しと点検

手順：ジェットのクリーニング

手順：ジェットの交換および検出器の再組み立て

窒素リン検出器 (NPD)

一般情報

NPD 検出器では、サンプルとキャリアガスは水素 / 空気プラズマ中を通過します。ジェットのすぐ上には、加熱されたセラミックソース (ビード) があります。水素 / 空気比が小さいためフラムは維持されず、炭化水素のイオン化は最小に抑えられます。一方、ビード表面のアルカリイオンによって、窒素有機化合物またはリン有機化合物のイオン化が促進されます。出力電流の大きさは、捕集されたイオン数に比例します。この出力電流をエレクトロメータによって検出し、デジタル信号に変換して、出力デバイスに送ります。

ソフトウェア必要事項

この解説においては以下のファームウェア / ソフトウェアが取り付けられていることを前提とします：

製品	ソフトウェア / ファームウェアリビジョン
6890 GC	A. 03. 03 もしくはそれ以降
GC ケミステーション	A. 05. 02 もしくはそれ以降
MSD ケミステーション	G1701AA もしくはそれ以降

これ以前のソフトウェア / ファームウェアにおいてはビードの寿命を縮めるおそれがあります。アップデートに関しては、YAN コールセンターにご相談ください。

窒素リン検出器 (NPD) の流路

NPD の流路を [図 83](#) に示します。

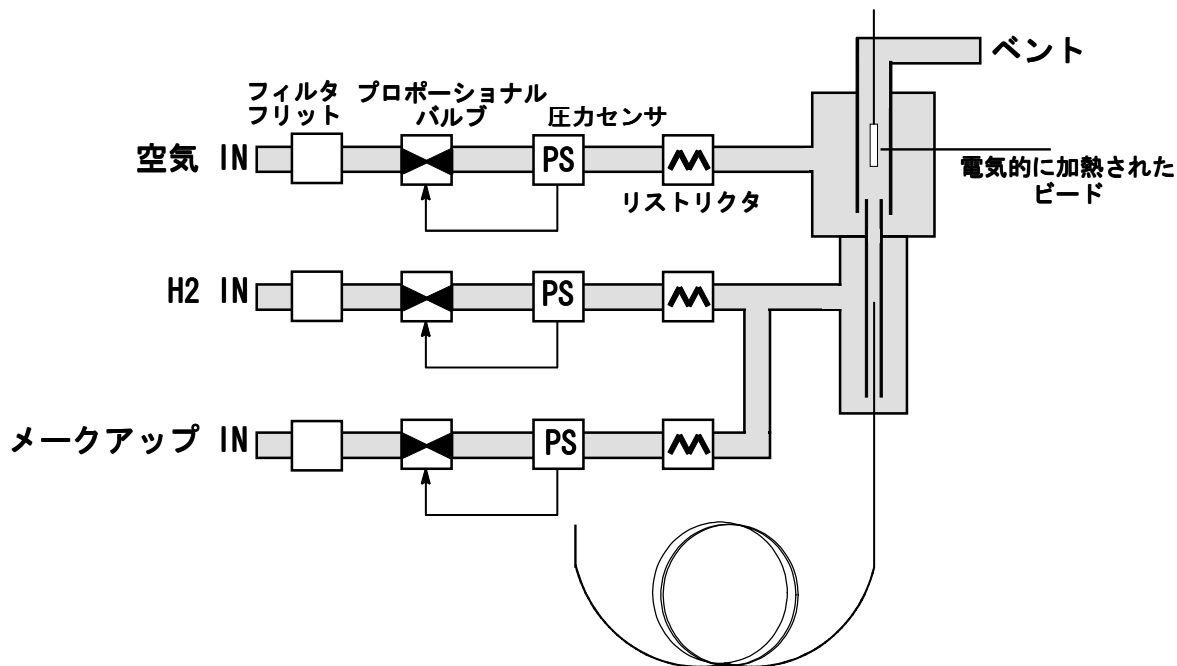


図 83 NPD の流路

NPD 検出器の動作を妨げる状態

- ・ 水素または空気の設定値が「0」に設定されている場合
- ・ 検出器温度が 150 °C 未満あるいはオープンが OFF になっている場合には、Adjust offset プロセスは始まりません。

ガス純度

高感度のためには、NPD は非常に高純度のガスを必要とします。キャリアガスやすべての検出器の水素、空気とメークアップガスに対して水分と酸素トラップの使用を強く推奨します。

ビード

ふたつのセラミックビードが使用できます。

ビードの色	部品番号	利点	欠点
白	G1530-60570	標準	リンのテーリング
黒	5183-2007	耐久性有り、リンのテーリングは無し	窒素の感度が低い、約 40%

この検出器を正しく操作するには、ビードとそのコントロールに関連する設定値 (Adjust offset、Bead voltage、Equib time) についてよく理解しておく必要があります。

Adjust offset (オフセット調整)

Adjust offset 行に値を入力するか、または [On] を押して保存されている値を使用すると、検出器にガスが流入し、ビードが加熱され、Output の値が安定します。Adjust offset には以下の 5 つの状態があります。

検出器 OFF：検出器が OFF のときは、Adjust offset は Off で、Output は初期値を表示し、Bead 電圧 は Off となります。

[Front Det][Det Control] または [Back Det][Det Control] を押します。

FRONT DET (NPD)	
Adjust offset	Off
Output	0.3
Bead voltage	Off

検出器 ON - 検出器温度 150 °C未満: Adjust offset 値を入力するか、または [On] を押したとき、検出器温度が 150 °C未満であった場合は、検出器ガスは OFF のままで、以下のメッセージが点滅表示されます。

FRONT DET (NPD)	
Adjust offset	30
Output	0.3
Bead voltage	wait

FRONT DET (NPD)	
Temp not ready	30
Output	0.3
Bead DetTemp	< 150

検出器 ON - オープンまたは検出器 (あるいはその両方) が設定温度と安定状態に達するまで検出器温度が 150 °C を超えると、水素流量と空気流量が ON になり、ビードの加熱が始まります。オープンと検出器の温度が設定値と安定状態に達するまでの間、以下のメッセージが点滅表示されます。

```

FRONT DET (NPD)
Adjust offset  30
Output        0.5
Bead voltage  2.500
    
```

```

FRONT DET (NPD)
Temp not ready 30
Output        0.5
Bead voltage  2.500
    
```

検出器 ON - オフセット調整と安定時間検出器とオープンの温度が設定値で安定状態に達した後、検出器はオフセット調整 (Adjust offset) プロセスを開始します。出力が Adjust offset 値に近い値になるまで、ビード電圧が調整されます。出力が Adjust offset 値に達した時点で、安定時間 ([「安定時間について」](#)参照) が始まります。オフセット調整と安定時間中は、以下のメッセージが点滅表示されます。

```

FRONT DET (NPD)
Adjust offset  30
Output        0.5
Bead voltage  2.500
    
```

```

FRONT DET (NPD)
Adjusting      30
Output        9.1
Bead voltage  2.750
    
```

検出器 ON および Ready 出力が Adjust offset 値に達し、所定の安定時間が経過すると、Adjust offset 行は Off になります。これで検出器は ON および Ready になります。

```

FRONT DET (NPD)
Adjust offset  Off
Output        30.1
Bead voltage  2.850
    
```

オフセット調整が終了すると Off が表示されます。
安定時間が長いほど、ドリフトは小さくなります。
多少ドリフトが発生することがあります。
ビード電圧は変化しません。

オフセット調整の中断

カーソルを Adjust offset 行に置いて、[Delete] を押します。これで、検出器ガスとビード電圧を OFF にすることなくオフセット調整がキャンセルされます。ビードの安定時間が経過する前に分析を開始したい場合は、この方法をお勧めします。

検出器の OFF

注意

Adjust offset を [Off] にすると、ビード電圧、水素、および空気の流量はすべて OFF になります。

クロックテーブルでのオフセット調整の設定

クロックテーブル機能を使って、指定した時刻に Adjust offset を ON にすることができます。詳細については、[「クロックタイムプログラミング」](#)を参照してください。

注意

分析と分析の間にオフセット調整を行うことはお勧めできません。オープンが初期設定値に達してシステムの温度が安定する前に、カラムブリードと残留ピークテーリングが、別の方法で安定したベースラインにかぶさってしまうことがあります。このようなオフセット調整は時間を無駄に費やすことになります。

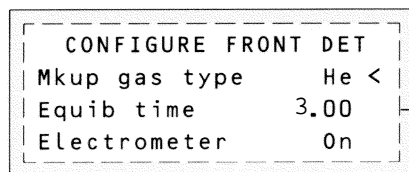
安定時間について

安定時間は、Output 値が Adjust offset 値に近づいた時点で始まります。安定時間中は、Output が測定され、Adjust offset 値と比較されます。安定時間全体にわたって Output が Adjust offset 値に近い値にとどまると、検出器は Ready になります。しかし、安定時間中のどこかで Output が上がりすぎたり、下がりすぎた場合は、オフセット調整プロセスに戻り、安定時間が再び始まります。

0.0 分の安定時間と自動オフセット調整プロセスを推奨します。ビードの中には自動プロセスによく対応しないものがあります。この場合 2.0V から開始して必要なオフセット値に達するまで、10mV ずつ徐々にビード電圧を上げてください。

手順：安定時間の変更

1. [Config][Front Det] または [Config][Back Det] を押します。



2. 安定時間の値(分)を入力します。
安定時間が長いほどビードの寿命は長くなります。

溶媒ピーク溶出中、水素は OFF にします。

NPD を使用する場合は、溶媒ピーク溶出後にベースラインがシフトし、安定するまで多少時間がかかることがあります。この溶媒による影響を最小限にするには、溶媒ピーク溶出の間は水素流量を OFF にして、溶媒が溶出した後で水素を再び ON にします。この方法によって、ベースラインは 30 秒未満で元の値に戻ります。また、ビードの寿命を延ばすこともできます。水素の ON/OFF は、ランテーブルの部分として自動的に切り換えることができます。詳細については、[「ランタイムプログラミング」](#)を参照してください。

分析と分析の間の水素の OFF

ビードの寿命を延ばすために分析と分析の間では水素を OFF にします。他のガス流量と検出器温度はそのままにしておきます。次の分析実行の際に水素流量を ON にします；ビードは即座に加熱されます。この手順はランテーブルに入力すると自動的に行うことが出来ます。

ビード電圧

Bead voltage 行には、ビードを加熱する電圧が表示されます。この行には、Adjust offset 値によって設定される実測値を表示できますが、ユーザが設定値を入力することもできます。

Bead voltage の設定値を入力するときには安定時間が使用されないため、ベースラインの安定性を評価することはできません。従って、Bead voltage を開始設定値として使用することはお勧めできません。

ビード電圧は、分析と分析の間での微調整に便利です。万一ベースラインドリフトが発生した場合は、安定時間が経過するまで待たなくても、1 回限りの微調整した電圧値を入力して、ドリフトを補正することができます。

通常、ビード電圧値の範囲は 2.5 ~ 3.7 V です。高い値はビードの寿命を短くします。

ビードの寿命を延ばす方法

- ・ 分析上問題が生じないのであれば、オフセット調整値（つまりビード電圧）をできるだけ低い値にします。
- ・ システムが汚染されにくいサンプルを分析します。
- ・ 使用しないときはビードを OFF にします。
- ・ メークアップガスを流し、検出器温度を高温に保ちます。(320 ~ 335 °C)
- ・ 溶媒ピークが溶出する間や分析と分析の間は、水素流量を OFF にします。
- ・ 高湿度の環境で NPD を長期間 off にすると、検出器が吸湿することがあります。この水分を乾燥させるには、メークアップガスを流し、以下の手順を実行します。
 - a. 検出器温度を 100 °C に設定して、30 分間その温度に保ちます。
 - b. 検出器温度を 150 °C 設定して、さらに 30 分間その温度に保ちます。

温度プログラミング

NPD は流量に敏感です。温度プログラミングを使用する場合は、装置を以下のようにセットアップしてください。

- ・ キャリアガスを定流量モードに設定します。検出器メークアップガスを Const makeup に設定してください。
- ・ 定圧モードで操作する場合は、メークアップガスを Col+mkup=const モードに設定してください。

エレクトロメータ

Configure Detector コントロールテーブルには、Electrometer (エレクトロメータ) の On/Off 設定値があります。NPD を操作しているときには、エレクトロメータの ON/OFF を切り換える必要はありません。

注意

分析中にエレクトロメータを OFF にしないでください。OFF にすると、検出器の出力値が OFF になってしまいます。

データレート

NPD のアナログ出力は、2つの速度 (高速レートと標準レート) のいずれかで伝送することができます。高速レートを使用すると、最小 0.004 分のピーク幅に対応します。標準レートを使用すると、0.01 分のピーク幅に対応します。

手順：NPD のデータレートの設定

「高速ピーク」機能を使用している場合は、インテグレータの速度が、ガスクロマトグラフから送信されるデータを処理できる高速レートでなければなりません。15 Hz 以上のバンド幅を持っているインテグレータを使用することをお勧めします。高速ピークを使用するには、以下の操作を実行してください。

1. [Config][Signal 1] または [Config][Signal 2] を押します。



2. [On] を押します。

ケミステーションへのデジタル出力は、0.1 ~ 200 Hz の 11 の速度で利用できます。そして、0.001 ~ 2 分幅のピーク幅に対応します。INET インテグレータへの出力は、20Hz で伝送できます。詳細については、[「シグナル処理」](#)を参照してください。

高速ピーク機能はデジタル出力には適用されません。

ジェット コレクタ

「キャピラリ専用」NPD は、キャピラリカラム専用です。標準のジェットとコレクタを取り付けて出荷されています。

表 63 キャピラリ専用 NPD 用ジェットとコレクタ

種類	部品番号	ジェット先端部の内径	標準のジェットと使用
標準のジェット	G1531-80560	0.29 mm	どちらか一方のコレクタ
拡張ジェット (オプション)	G1534-80580		どちらか一方のコレクタ
標準のコレクタ	G1534-20530	7 mm	
小さな内径のコレクタ (オプション)	G1534-20660	5 mm	

「パックド兼用」NPD はパックドカラムに適していますが、キャピラリカラムにも適応できます。キャピラリカラムジェットと標準のコレクタを取り付けて出荷されています。パックドカラムを使用する場合は、ジェットを交換しなければなりません。詳細については、[「ジェットの交換またはクリーニング」](#)を参照してください。

表 64 パックド兼用 NPD のジェットとコレクタ

種類	Agilent 部品番号	ジェット先端部の内径	キャピラリカラムジェットと使用
キャピラリカラムジェット	19244-80560	0.29 mm	どちらか一方のコレクタ
拡張ジェット	G1534-80590		どちらか一方のコレクタ
標準コレクタ	G1534-20530	7 mm	
小さな内径のコレクタ	G1534-20660	5 mm	

小さな内径のコレクタを使用して拡張ジェットを使用すると非常に極性の高い化合物のテーリングや加熱された金属に対するサンプルの露出が減少されます。

NPD の操作

[表 65](#) を参考にして温度と流量を選択してください。[図 84](#) を使用し、最小の供給元圧力を選択します。EPC 検出器を使用する場合は、[図](#)の供給元圧力に 10 psi (69 kPa) を加算してください。

表 65 流量、温度、およびビードの情報

ガスの種類	推奨流量
キャリアガス (ヘリウム、水素*、 窒素) 検出器ガス 水素 空気 キャピラリメイクアップ (ヘリウム、** 窒素)	キャピラリ、カラム寸法に基づいて最適流量を選択する 3 mL/min (最大流量は 5 mL/min) 60 mL/min 窒素: 5 ~ 10 mL/min ヘリウム: 5 mL/min 以下
温度 (デフォルトは 250 °C、範囲は室温 ~ 400 °C) 150 °C 未満では、オフセット調整 (Adjust offset) プロセスが開始されません。 325 ~ 335 °C の間をお勧めします。 検出器温度は、オープン最終温度より大きい値にしてください。 検出器温度が高いほど、ビード加熱電圧は少なくて済みます。	
Adjust offset (オフセット調整) (デフォルトは 30 pA、推奨動作範囲は 30 ~ 40 pA、許容範囲は 10 ~ 99 pA) 50 pA 以上にすると、感度が向上しますが、ビードの寿命は短くなります。 設定値が低いと感度が低下しビードの寿命が長くなります。ただし、設定値が低すぎると、溶媒通過後、ベースラインが復帰しない現象があらわれます。 Adjust offset を OFF にすると、検出器が Ready 状態になるまで 20 ~ 60 分かかります。	
Equip time (安定時間) (デフォルトは 5 分、範囲は 0 ~ 999.9 分) 推奨時間は 0.0 分です。	
Bead voltage (ビード電圧) (範囲は 0 ~ 4.095 V) 微調整に使用します。Equip time = 0.0、ビード電圧を 2.0 に設定します。ビードが点火するまで 0.01V ずつ電圧を増加させます。	

ガス圧力

流量を選択し、それに対応する圧力を探します。流量の設定値を維持するために、その値よりも供給元圧力を 10psi (70kPa) 高く設定してください。

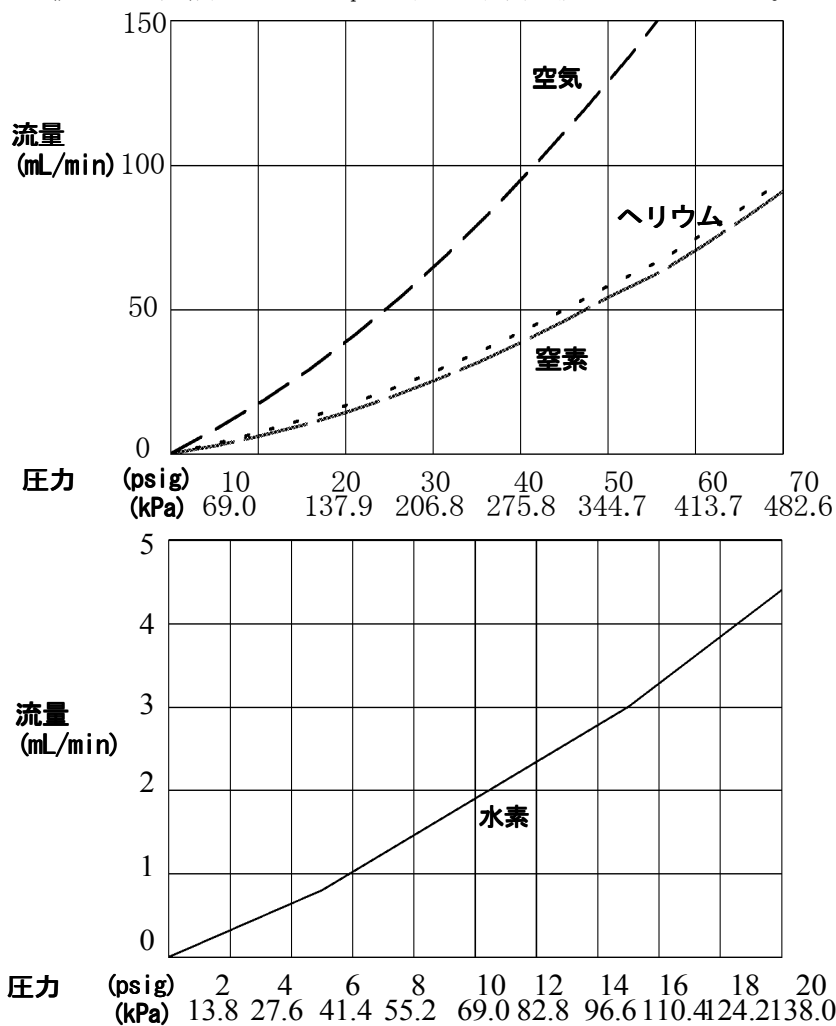


図 84 NPD ガスの圧力と流量の関係 (25 °C、大気圧 1)

NPD コントロールテーブル - EPC

[Front Det] または [Back Det] を押します。

FRONT DET (NPD)		
Temp	24	Off <
H2 flow	0.0	Off
Air flow	0.0	Off
Mkup flow	0.0	Off
Adjust offset		Off
Output	0.3	
Bead voltage		Off

温度(°C)
水素流量 (mL/min)
空気流量 (mL/min)
バックドカラムの場合は OFF にします。
キャピラリカラムの場合は、
以下のメークアップガス流量モードを参照。
安定した Output が得られるように、
ビード電圧を自動的に調整します
(10 ~ 99 pA)。
検出器出力の実測値(pA)
ビード加熱電圧(0 ~ 4.095 V)

メークアップガス流量モード

カラム寸法が指定されている状態で EPC 注入口を使用する場合は、
コントロールテーブルにさらに以下のいずれかの項目が含まれます。

```
Mode: Const makeup
Mkup flow 0.0 Off<
```

```
Mode: Col+mkup=const
Combined flow 0.0
Makeup flow 0.0 <
```

メークアップモードを変更するには、Mode: にスクロールしてから、[Mode/Type] を押します。
モードの選択をしてから適切な流量値を入力します。

```
F DET MAKEUP MODE
*Const makeup flow
Col+makeup=const <
```

メークアップガスの種類または安定時間を変更するには、[Config] [Front Det]
または [Config] [Back Det] を押します。
メークアップガスを変更するには、[Mode/Type] を押します。

```
CONFIGURE FRONT DET
Mkup gas type He <
Equip time 0.00
Electrometer On
```

```
FRONT DET MAKEUP GAS
Helium <
*Nitrogen
```

エレクトロメータの ON/OFF を
切り替える必要はありません。

適切なガスを選択します。

図 85 NPD コントロールテーブル

手順：NPD の操作

NPD を操作する前に、検出器ガスが接続され、カラムが取り付けられ、そして適切なジェットが取り付けられていることを確認し、さらにシステムにガス洩れがないことを確認します。オープン温度、注入口温度、およびカラム流量を設定します。コントロールテーブルを編集する際には、図 85 を参考にしてください。

警告

空気または水素を ON にする前に、カラムが取り付けられているか、または NPD のカラム接続部が栓で塞がれていることを確認してください。空気と水素がオープンに洩れると、爆発が起こることがあります。

1. [Config][Front Det] または [Config][Back Det] を押します。
 - a. メークアップガスを使用する場合は、設定されているメークアップガスの種類が、装置に配管されているガスの種類と同じであることを確認します。必要に応じ、ガスの種類を変更します (504 ページ)。
 - b. 安定時間を調べます。推奨される値は 0.0 です。
2. [Front Det] または [Back Det] を押して、NPD コントロールテーブルを表示します。
3. 検出器温度を設定します。推奨される範囲は、325 ~ 335 °C です。
4. 水素流量を変更したい場合は、変更をしてから [Off] を押します。(推奨値は 3.0)
5. 空気流量を変更したい場合は、変更をしてから [Off] を押します。(推奨値は 60)

**ショートカット
操作手順：(正しい設定値が保存されている場合)**

1. 検出器コントロールテーブルを表示します。
2. 温度を On にします。
3. 必要であれば、メークアップガスを ON にします。
4. [Det Control] を押します。
5. [On] を押します。

「パックドカラム」を使用している場合は、メークアップガスを OFF にして手順 7 に進みます。

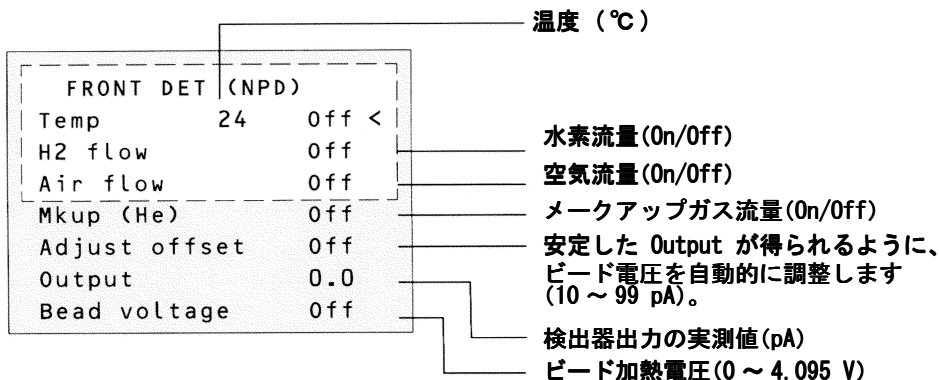
キャピラリカラムが定義済みで EPC 注入口に接続されている場合は、必要に応じて新しい流量モードを選択し (504 ページ)、メークアップガス流量を設定してください。カラムを定流量モードで設定した場合は、const makeup を選択します。カラムを定圧モードで設定した場合は、Col+makeup=const を選択します。

カラムが「未定義」であるか、またはマニュアル注入口に接続されている場合は、メークアップガス流量を入力します。この場合は、定流量モードだけが使用できます。

- 値を入力するか、[On] を押して、オフセット調整を行います。検出器温度が 150 °C に達すると、水素流量と空気流量が自動的に ON になります。

マニュアル仕様の NPD の操作

[Front Det] または [Back Det] を押します。



メークアップガスの種類または [Config] [Front Det] または 安定時間を変更するには、 [Config] [Back Det] を押します。

メークアップガスを変更するには、 [Mode/Type] を押します。

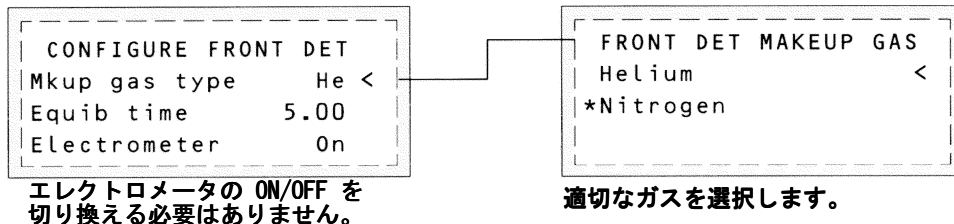


図 86 NPD コントロールテーブル マニュアル仕様

手順： マニュアル仕様の NPD の操作

検出器ガスが接続され、カラムが取り付けられ、そして適切なジェットが取り付けられていることを確認し、さらにシステムにガス洩れがないことを確認します。オープン温度、注入口温度、およびカラム流量を設定します。

石鹼膜流量計を NPD アダプタ (部品番号 G1584-60640) と使用して、流量を測定します。ビードを取り外して、アダプタをコレクタ内に押し込みます。ビードを取り外して、アダプタをコレクタ内に押し込みます。検出器ベントで測定をすると、迅速に計測することができます。トータルフローが 50 mL/min を超えた場合は、この測定の精度はほぼ 95 パーセントになります。

1. [Config][Front Det] または [Config][Back Det] を押します。
 - a. メークアップガスを使用する場合は、ガスの種類が、装置に配管されているガスの種類と同じであることを確認します。必要な場合には、ガスの種類を変更します ([504 ページ](#))。
 - b. 安定時間を調べます。必要であれば、新しい値を入力します。
2. [Front Det] または [Back Det] を押します。

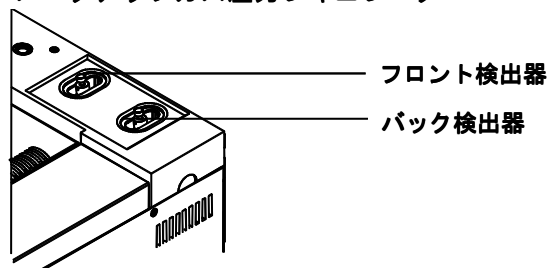
警告

爆発の危険を最小限に抑えるために、決して空気と水素を混合して測定しないでください。必ず別々に測定してください。
水素を ON にする前に、カラムが取り付けられているか、または NPD のカラム接続部が栓で塞がれていることを確認してください。水素がオープンにもれると、爆発が起こることがあります。

3. 水素流量を調整します。
 - a. 空気とメークアップガスが OFF になっていることを確認します。
 - b. 水素流量を ON にします。
 - c. 供給圧力を設定して、得られた流量を測定します。
 - d. 適切な水素流量が得られるまで、供給圧力を調整します。適切な水素流量が得られるまで、供給圧力を調整します。
 - e. 空気流量を測定するときは、コントロールテーブルから水素を OFF にします。
4. 空気流量を調整します
 - a. 水素とメークアップガスが OFF になっていることを確認します。
 - b. 空気流量を ON にします。
 - c. 供給圧力を設定して、得られた流量を測定します。
 - d. 適切な空気流量が得られるまで、供給圧力を調整します。カラムから通過する流量がある場合は、その流量をトータルフローから差し引いてください。
 - e. 空気流量を OFF にします。

5. 「パッキドカラム」を使用している場合は、メイクアップガスを OFF にして、手順 7 に進んでください。
6. 「キャピラリカラム」を使用している場合は、メイクアップガス流量を設定します。メイクアップガス流量を測定するときには、必ず水素流量と空気流量を OFF にしてください。
 - a. 供給圧力を設定します。
 - b. フローマニホールド上にある圧力調整器をコントロールするノブを探します。このノブを時計回りに回すと流量が増え、反時計回りに回すと流量が減ります。

メイクアップガス圧レギュレータ



- c. 流量計を使用して流量を測定します。
 - d. 流量計を使用して流量を測定します。カラムを通過する流量がある場合は、トータルフローからその流量を差し引いてください。
7. Adjust offset 値を入力するか、または [On] を押して、調整プロセスを開始します。検出器温度が 150 °C を超えると、水素流量と空気流量が自動的に ON になります。

チェックアウトの各条件とクロマトグラム

この節では、サンプルクロマトグラムの典型的な例を紹介しています。装置の性能を検証する一般的な指針として、この例を参考にしてください。

各動作条件と一緒に記載されている注入量は、注入される絶対量を示しているわけではありません。記載されている量の値は、単に標準の 10 μ L シリンジから読み取られた目盛りの値（プランジャの位置）にすぎません。加熱された注入口を使用する場合は、シリンジニードル内部から揮発するサンプルの容積分である 0.4 ~ 0.7 μ L も、実際のサンプル注入量に余分に含まれます。専用で（非加熱の）オンカラム注入口を使用すると、シリンジのプランジャ位置に、より精確で正しい注入量が反映されます。

また、以下の操作手順とそれぞれの各結果は、注入口または検出器システム（あるいはその両方）が適切な機能を果たしている証拠を提供するためのものであることを忘れないでください。つまり、以下の各操作手順と結果が、所定のシステムの規格限界を試験するために適正なものではあるとは必ずしも限りません。

NPD チェックアウトの各条件

カラムとサンプル

種類	HP-5 30m \times 0.32mm \times 0.25 μ m PN 19091J-413
サンプル	NPD チェックアウト 18789-60060
注入量	1 μ L

注入口

温度	200 $^{\circ}$ C、パージド / パックドまたはスプリット / スプリットレス
	オーブントラック、クールオンカラム
	60 $^{\circ}$ C PTV（以下参照）
注入口圧力	25psi (EPC 注入口は Constant Pressure、ヘリウム)
スプリット / スプリットレス	
モード	スプリットレス
パージ流量	60 mL/min
パージ時間	0.75 分

注入口 (続き)

PTV	
モード	スプリットレス
注入口温度	60 °C
初期時間	0.1 分
レート 1	720 °C /min
最終温度 1	350 °C
最終時間 1	2 分
レート 2	100 °C /min
最終温度 2	250 °C
最終時間 2	0 分
注入口圧力	25 psi (EPC 注入口は、Constant Pressure)
パージ時間	0.75 分
パージ流量	60 mL/min

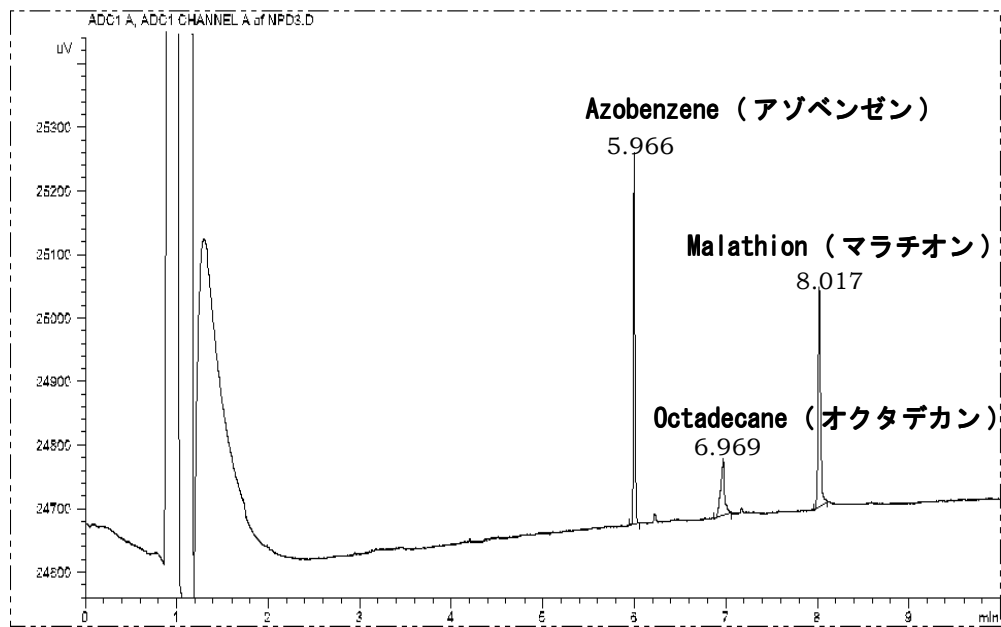
検出器

温度	300 °C (推奨温度 : 325 ~ 330 °C)
水素流量	3 mL/min
空気流量	60 mL/min
メイクアップ + カラム流量	10 mL/min (推奨ガス : 窒素)
オフセット	50 pA (推奨値 : 30 ~ 35)

オープン

初期温度	60 °C
初期時間	0 分
レート 1	20 °C /min
最終温度	200 °C
最終時間	3 分

NPD チェックアウトクロマトグラム



各ピークのリテンションタイムは異なりますが、この図のピーク形状に類似していれば問題はありません。

窒素リン検出器のメンテナンス

NPD IPB

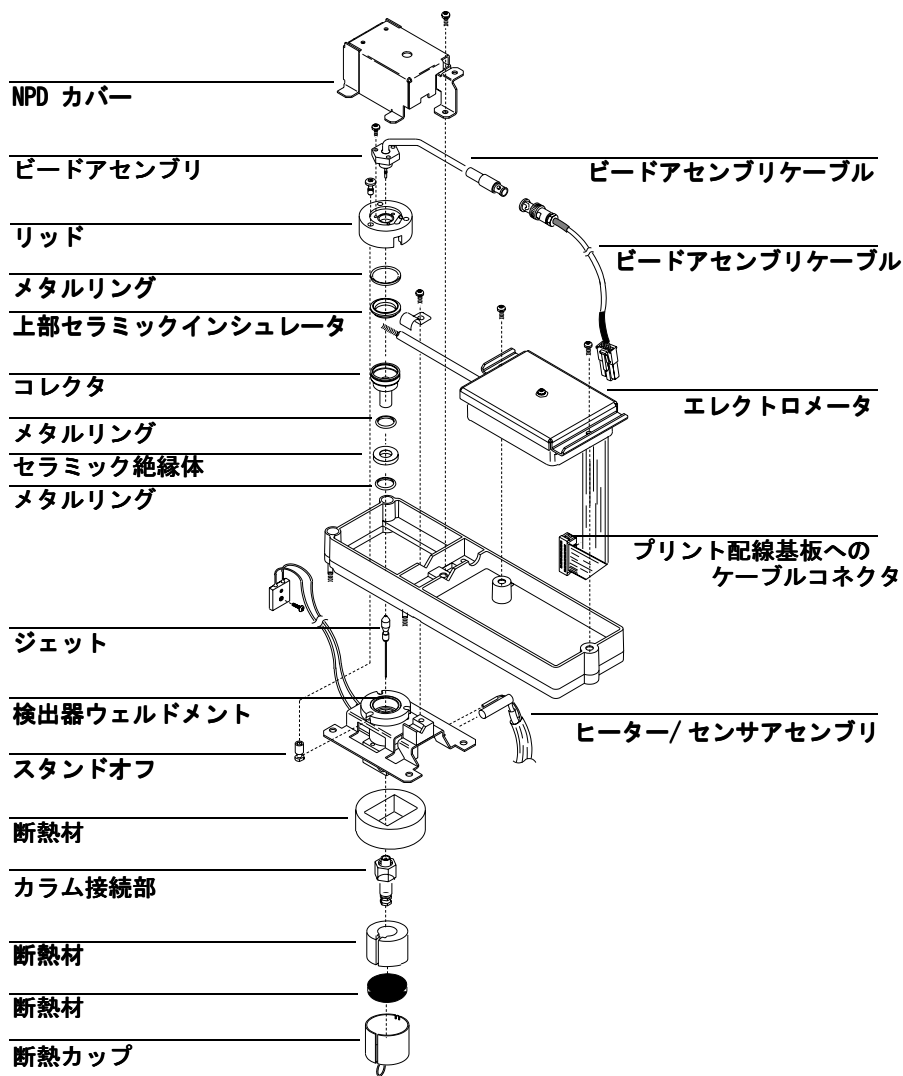


図 87 NPD

NPD ハードウェアに関する問題の修正

注入サンプルに対しての検出器レスポンスがない。このような場合は、以下の指示に従ってください。

- ・ 溶媒の濃度が大きいため、水素 / 空気プラズマが消えてしまった可能性があります。ビード電圧を上げてください。検出器を、もっと高いオフセット値（例えば、40 ~ 50 pA）で運転するか、または、5 ml/min の流量でメークアップガスを使用してください。
- ・ 水素が検出器に流れ込んでいるかを調べてください。水素が外部から供給されていることを確認し、キーボードから流量と圧力が ON になっているかどうかを調べてください。水素流量の範囲は 1.0 ~ 5.5 ml/min でなければなりません。
- ・ ビードがアクティブになっていない可能性があります。検出器のリッドのベント穴からのぞいて、ビードがオレンジ色の光を放っているかどうかを確かめてください。ビードが光っていない場合は、ビードに電流が十分に流れているかどうかを調べます。検出器のバックグラウンドシグナルを調べてください。ビード電圧を 0 V に下げて、リファレンスレベルを確認します。次に、ビード電圧を上げるにともない、出力が急激に上がる（つまり、点火が発生したことを示す）部分を探します。ビードに 4 V が供給されているのに点火しない場合は、ビードが破損された可能性があります。ビードを交換してください。
- ・ ビードの電源ケーブルが不良の可能性があります。YAN コールセンターにお問い合わせください。
- ・ 上部セラミックインシュレータが汚れている場合は、高いオフセット値（2 ~ 15 pA もしくはそれ以上）を示しビードが OFF になります。これは直接感度に影響を及ぼします。セラミックインシュレータを交換して下さい。

ベースラインがない。そして出力シグナルが 8,000,000 を超えている。

- ・ エレクトロメータのリボンケーブルがプリント配線基板に正しく取り付けられていません。ケーブルを取り付け直す必要がある場合は、ケーブルを取り付ける前に、必ずガスクロマトグラフを OFF にしてください。シグナルが通常のレベル (3 pA 未満) に下がらないときは、エレクトロメータを取り替える必要があります。YAN コールセンターにご連絡ください。
- ・ コレクタが検出器ハウジングにショートしている。インシュレータをチェックしてください。

ベースラインのレベルが 0.0 である。

- ・ エレクトロメータが壊れています。YAN コールセンターにご連絡ください。元のベースラインへの戻りが非常に遅く、正のベースラインのアプセットが大きい。
- ・ 溶媒に著しい濃度の塩素系炭化水素が含有されています。注入時に、水素が OFF になるタイムテーブルを作成してください。溶媒が検出器を通過し終わったときに、水素流量を前の作動レベルに戻してください。通常 NPD は、安定したベースラインにすばやく回復します。

溶媒ピークの後にベースラインが回復しない。

- ・ 注入時に、水素が OFF になるタイムテーブルを作成してください。溶媒が検出器を通過し終わったときに、水素流量を、前の作動レベルに戻してください。通常 NPD は、安定したベースラインにすばやく回復します。メイクアップガスを、5 ml/min の流量で追加します。

高濃度の溶媒によって、水素 / 空気プラズマが消えています。ビード電圧を上げてください。検出器を、もっと高いオフセット値 (例えば、40 ~ 50 pA) で運転してください。

オフセット調整 (Adjust offset) が正しい動作をしない (数百 pA のようにオフセットが高すぎるかまたは低すぎる値になっている) 場合は、

- ・ フレームがジェットの上端部で燃焼しています。水素流量の値が高すぎると、ジェットの先端部でだけフレームの燃焼が続けられます。水素流量を完全に OFF にしたあと、流量を減らしてください。決して、水素流量を 4.0 ml/min より大きい値に設定しないでください。

溶媒のシグナルが大きく、NPD のシグナルが小さすぎる。

- ・ 水素流量を調べてください。流量値が高すぎる場合は、フレームがジェットの先端部でだけ燃焼されることとなります。水素流量を完全に OFF にしたあと、流量を減らしてください。決して、水素流量を 4.0 ml/min より大きい値に設定しないでください。
- ・ コレクタが汚れている可能性があります。コレクタとセラミックインシュレータを交換してください。

ピークテーリングが起きる。

- ・ 良好なライナーやカラムが使用されていることを確認してください。
- ・ 極性のある化合物はメタルコレクタとの接触のためにテーリングが発生する場合があります。オプションの拡張ジェットの使用をお勧めします。
- ・ 化合物のなかには、特にリンを含有する化合物には、ピークテーリングを発生させるものがあります。リンを含む化合物の分析においては、オプションの黒いセラミックビードの使用をお勧めします。

オープン温度のプログラミング中にベースラインが（上向きに）大きくドリフトする。

- ・ 分析中にオープン温度が大きく（例えば、50 から 350 °C へと）上昇しているときは、10 ~ 15 pA の変更があっても問題はありません。しかし、ベースラインのドリフトが著しく度を越えたものである疑いがあるときは、オープン温度のプログラミング中の過剰なベースラインのドリフトを避けるために、注入口とオープンに 300 °C より高い温度で 60 分間加熱してください。

- ・ 検出器断熱材が破損していないか損傷していないか確認してください。

GC における高いベースラインは室温が原因の場合があります。

- ・ 検出器が（室温などの）低温状態にあるとき、検出器内の水分によって、ベースラインが数十または数百 pA になる可能性があります。検出器のガスを ON にして、検出器温度を 150 °C に設定してください。約 10 分間でベースラインが 1 pA 未満に下がらなければなりません。

ビード電圧が 0 のとき、シグナルのベースラインが 3 pA 未満に下がらない。

- セラミックインシュレータが汚れている可能性があります。NPD が十分な性能を発揮するためには、セラミックインシュレータがきわめて清潔な状態になければなりません。[589 ページ](#)のクリーニング操作手順「コレクタと検出器のクリーニング、絶縁体とリングの交換」を参照してください。

手順：ビードアセンブリの交換

(ソースともいう) ビードは、NPD が動作するときの核となる部分です。ビードはアセンブリとなっている部品で、コネクタに接続しているケーブルと、セラミックのビードを取り付けているメタルの六角ナットによって組み立てられています。コレクタの交換またはクリーニングをするためには、NPD のビードアセンブリを取り外す必要があります。

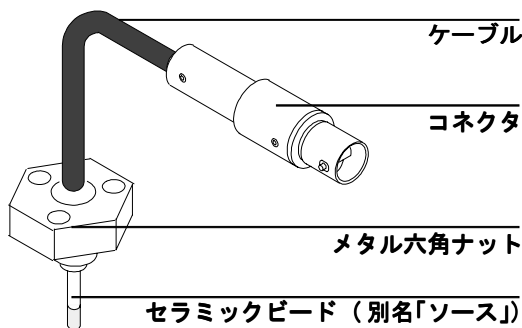


図 88 NPD ビードアセンブリ

注意

セラミックビードは繊細な部品であるため、破損したりまたは割ったりしないように注意してください。NPD のメンテナンスを実行するときは、ビードを指で触れないようにしてください。また、他の表面を触ったりしないでください。

注意

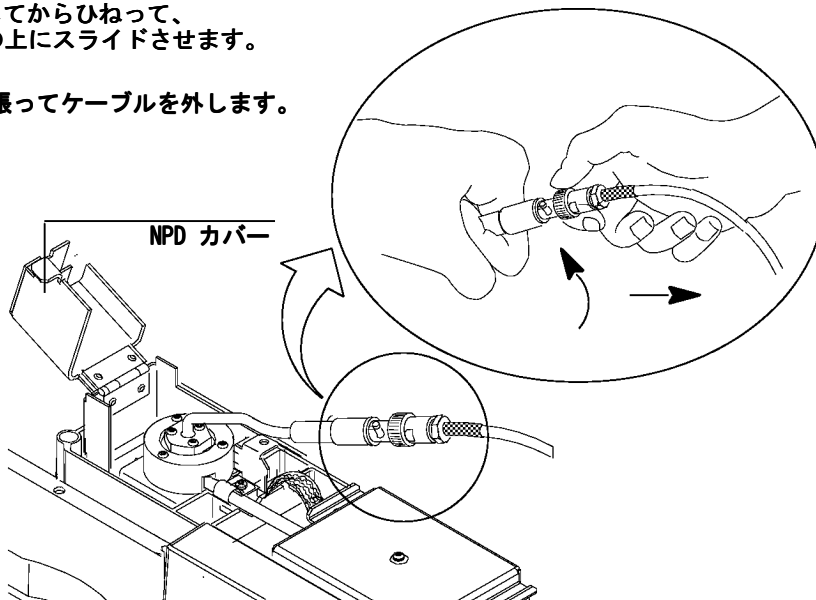
オープンまたは検出器接続部が加熱していて、やけどをすることがありますので、十分注意してください。

必要な器材：

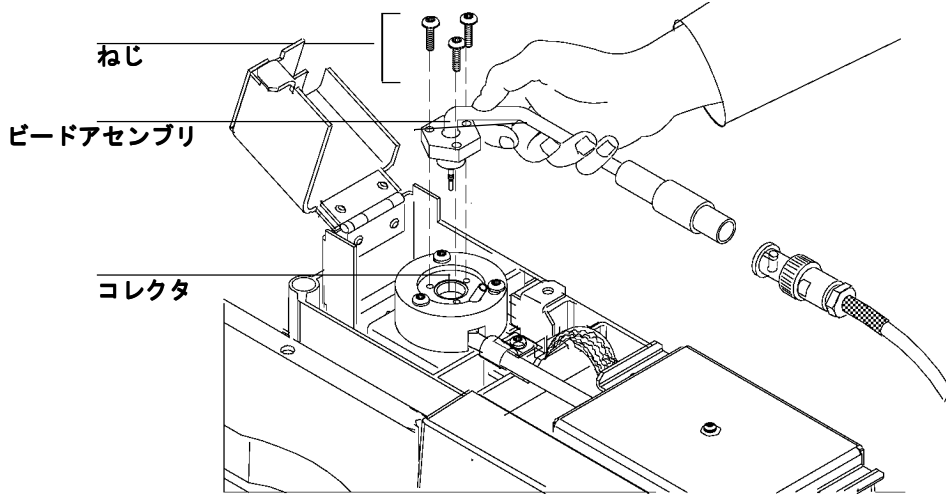
- ・ T-10 Torx のスクリュードライバ
 - ・ ビード用の栓 (cap)
1. 以下の予備手順を実行します。
 - ・ ビードを交換するためには、検出器を 100 °C 以下にまで冷却します。
 - ・ NPD カバーを開けると検出器が早く冷却されます (必要な場合)。
 - ・ 検出器を OFF にします。ビード電圧を 2.0V 以下に設定します。すべてのガスを 0n にしたままにしてください。
 - ・ GC のトップカバーとエレクトロニクストップカバーを取り外します。
 2. ケーブルの接続を外すには、リングを図のようにひねってから、両端を引っ張って離します。

1. ロックを押してからひねって、ボタンを溝の上にスライドさせます。

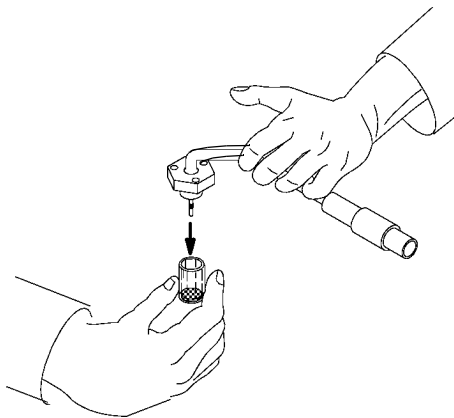
2. 両端を引っ張ってケーブルを外します。



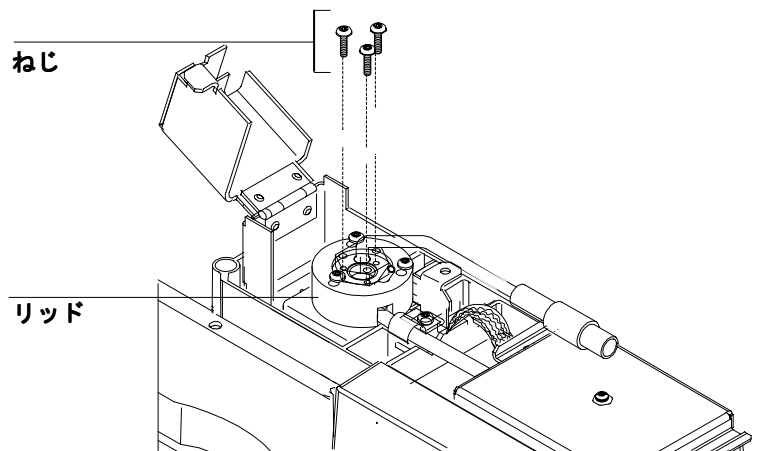
3. Torx スクリュードライバを使って、ビードアセンブリにある3本のネジを外します。ケーブルをそっと握って、ビードアセンブリをまっすぐ持ち上げます。コレクタの内側にビードをぶつけないようにしてください。



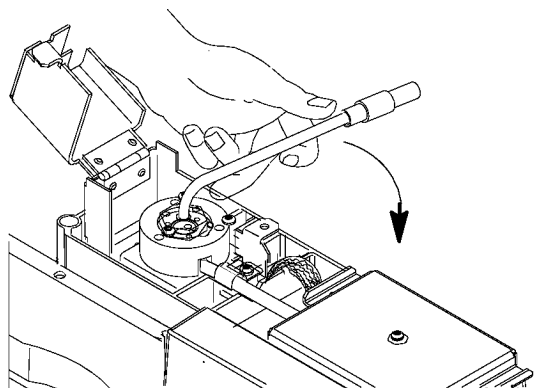
4. ケーブル側からキャップを押し、新しいビードのキャップを取ります。キャップの内側にビードをぶつけないようにしてください。



5. 新しいビードアセンブリを NPD のリッドに取り付けます。リッドやコレクタの内側にビードをぶつけないように注意してください。3本のネジを元通りに締めます。まず最初のネジを指で締める程度とし、他の2つのネジを普通に締めてから、最初のネジを完全に締めてください。



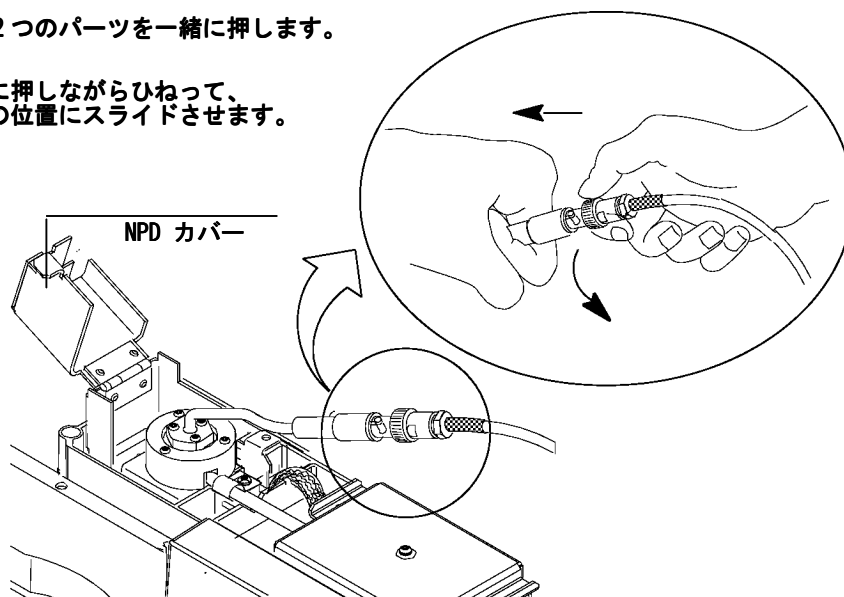
6. ビードアセンブリのケーブルを、慎重に90度の角度まで曲げます。必ず、下の図のようにビードを持ってください。



7. ビードアセンブリの電源ケーブルを NPD 電源ケーブルに接続しなおし、リングをひねって接続部を固定します。

1. ケーブルの2つのパーツを一緒に押しします。

2. リングを下に押しながらひねって、ボタンを元の位置にスライドさせます。



8. NPD カバーとガスクロマトグラフ検出器カバーを閉じます。エレクトロニクスストップカバーを元通りに取り付けます。安定した NPD ベースラインを得るために、この3つのカバーは必ず閉じてください。これによって通常の動作条件に戻すことができます。
9. 検出器を 150 °C で約 15 分間加熱して下さい。そして徐々に分析時の値に上げていきます。(推奨温度：325 ~ 335 °C) 15 分ほどの平衡時間が必要です。
10. 安定時間を 0.0 に設定します。または、Adjust offset を開始するか必要なオフセット値にベースラインが上昇するまで 0.01V ずつビード電圧を上げていきます。

手順： 検出器とコレクタのクリーニング、およびインシュレータとリングの交換

手順： 検出器とコレクタのクリーニング、およびインシュレータとリングの交換

時間の経過とともに、ビードまたはサンプルからの残留物がコレクタ内にたまり、ベースラインにトラブルを引き起こす原因となります。ビードを2～3回交換すると、コレクタのクリーニングが必要です。

安定したベースラインを提供するために重要なのは、セラミックインシュレータを清潔に保つことです。インシュレータを扱うときには、常に手袋を着けてください。清浄なインシュレータを使用している場合は、水素を Off にしたり、ビード電圧を0にした場合の出力値は1.0 pA 以下で、通常0.5 pA ほどの値を示します。

メタル製の C-リングは、2～3回の分解と組立には耐えるようになっていますが、何回かリングの組立と分解をすると（5回以上が目安）、リングの密閉性が劣化して、ベースラインが不安定になってしまう可能性があります。セラミックインシュレータとシールキットは、部品番号 5182-9722 より入手することが出来ます。シールとインシュレータのクリーニングの際には検出器は室温に近い温度にして下さい。

注意

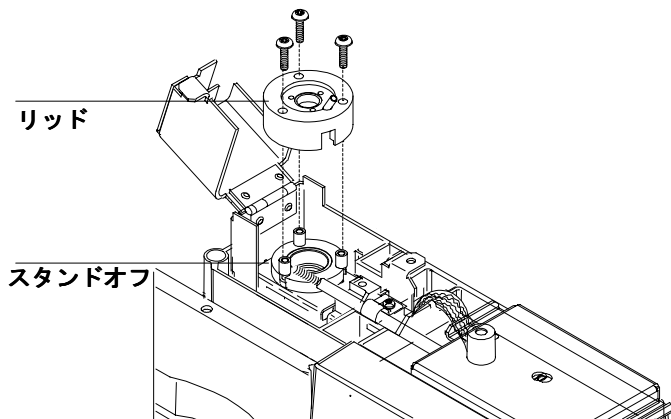
オープンまたは検出器接続部が加熱していて、やけどをすることがあります。十分注意してください。

必要な器材：

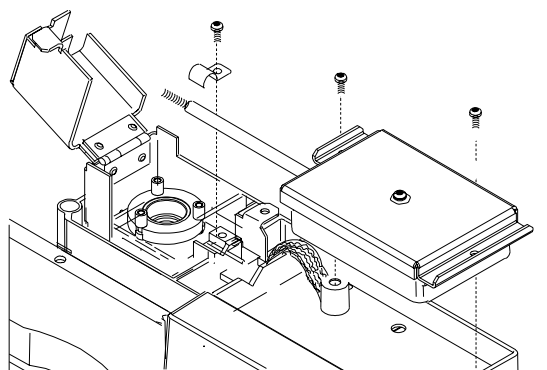
- ・ T-10 Torx、T-20 Torx スクリュードライバ
 - ・ ビード用の栓 (cap)
 - ・ 綿棒
 - ・ メタノールまたはアセトン
 - ・ 圧縮空気または圧縮窒素
 - ・ 糸くずの出ない清潔な手袋
 - ・ ピンセット
 - ・ 新しいメタルリングとセラミックインシュレータ
(キット部品番号 5182-9722)
1. 以下の予備手順を実行します。
 - ・ 検出器を 60 °C 以下にまで冷却します。検出器の冷却を早めるためには、ガスクロマトグラフの検出器カバーを上げて、ちょうつがいの付いた NPD カバーを開けてください。
 - ・ 温度、ガス、およびビード電圧を OFF にします。
 - ・ エレクトロメータを OFF にします。[Config][Front Det] または [Config][Back Det] を押します。Electrometer にスクロールして、[Off] を押します。
 - ・ エレクトロニクスストップカバーを取り外します。
 2. 静電気リストストラップを着けて、クリップをガスクロマトグラフの接地部分（塗装されていない薄板金あるいは検出器ガスライン）に取り付けます。検出器の部品に触れるときは、事前に糸くずの出ない手袋を着けてください。
 3. ビードを取り外します。[584 ページ](#)の操作手順の説明を参照してください。ビードにキャップをする際には特に注意して行ってください。

手順：検出器とコレクタのクリーニング、およびインシュレータとリングの交換

4. T-20 スクリュードライバを使って、リッドを留めている3本のねじを外し、リッドを取り外します。メタルリングとセラミックインシュレータがリッドに付いている場合があります。

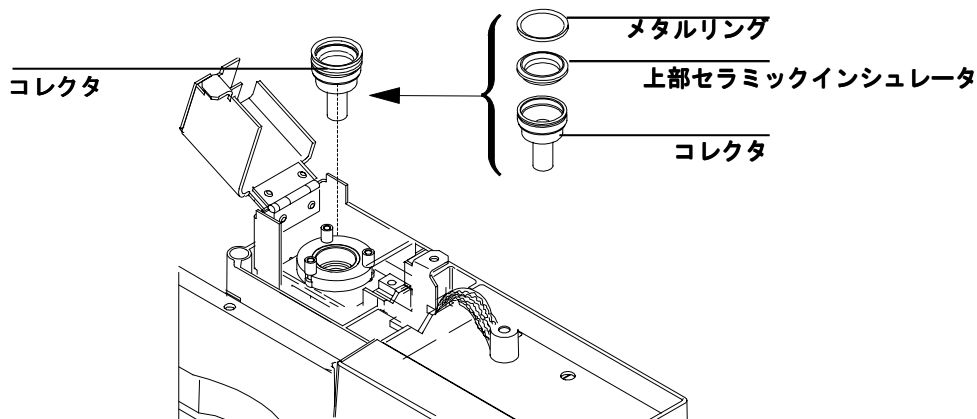


5. エレクトロメータとインターコネクトを固定している3本のネジを外します。インターコネクトを取り外すには、エレクトロメータを検出器から引き抜いてください。エレクトロメータを右方向に回して、作業空間を作ります。

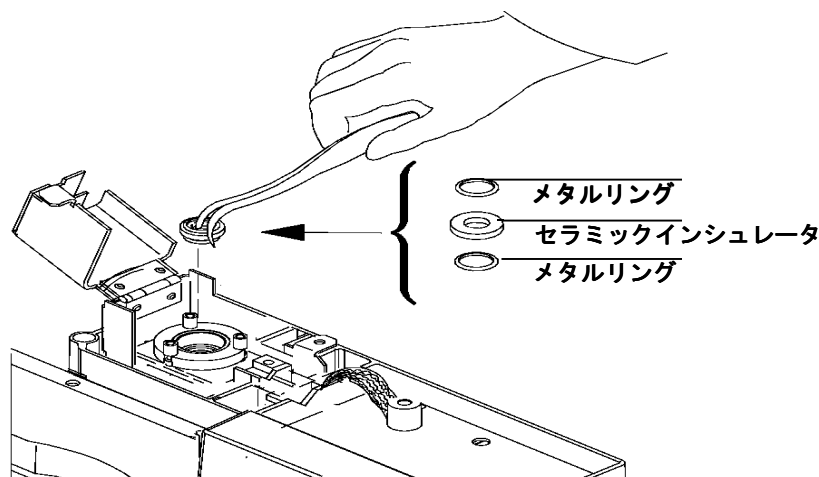


手順：検出器とコレクタのクリーニング、およびインシュレータとリングの交換

6. 大型のメタルリングと上部セラミックインシュレータがリッドに付いていない場合は、両方を取り外します。次にコレクタを取り外します。高温で検出器を操作しているときは、この各部品がシールによって検出器に貼り付いている場合があります。貼り付いた部品を押しながら小刻みに動かしてシールを剥がしてください。

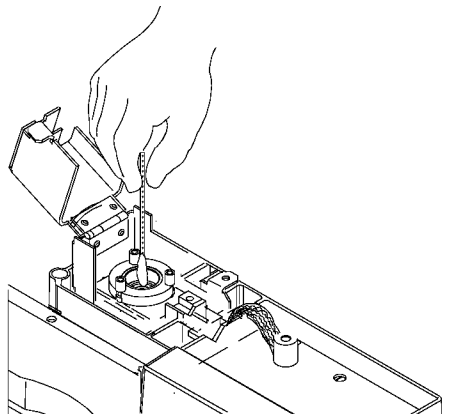


7. ピンセットを使って、下部のセラミックインシュレータと、このセラミックインシュレータの上下にある2本の小型メタルリングを取り外します。この3つの部品が貼り付いている場合は、引き離さないでください。3つの部品が貼り付いていない状態のときは、2つのメタルリングのどちらが絶縁体の上と下にあったかを忘れないようにしてください。再組立をするときに、同じ向きでこの部品を取り付けなければならないからです。



手順：検出器とコレクタのクリーニング、およびインシュレータとリングの交換

8. 溶媒で湿らせた綿棒を使って、コレクタの内側と「カップ」のまわりから残留物を取り除きます。またジェットを囲んでいる検出器ベースも綿棒で掃除します。

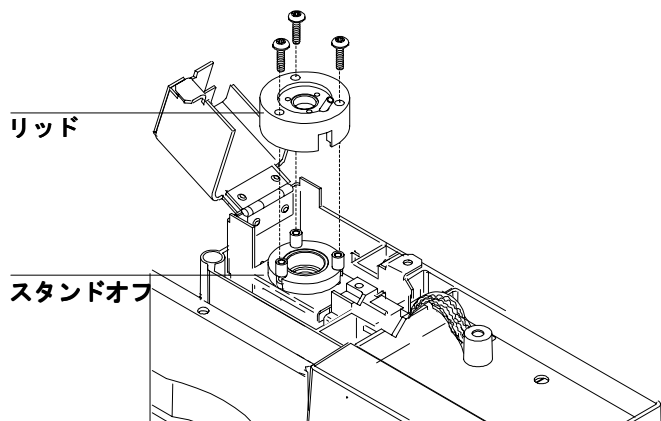


コレクタまたは上部セラミックインシュレータが非常に汚れている場合はクリーニングだけでは回復しません。新しい部品と交換して下さい。

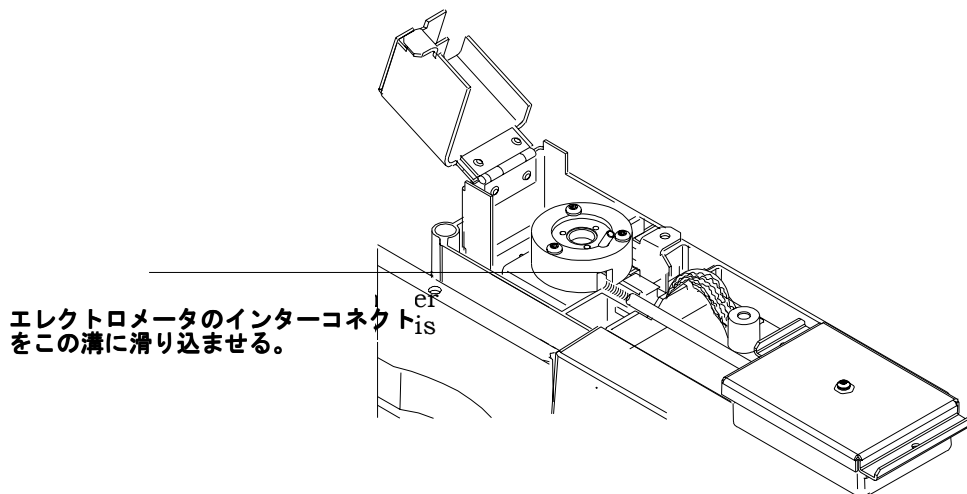
9. 古い最下部メタルリングを再度取り付けるか、または新しい最下部メタルリングや下部セラミックインシュレータ、および別のメタルリングを挿入します。汚れの付いていないまたは新しいコレクタを取り付けてください。古い最下部メタルリングを再度取り付けるか新しい上部セラミックインシュレータとコレクタトップの大きなメタルリングを挿入する

手順：検出器とコレクタのクリーニング、およびインシュレータとリングの交換

10. リッドを元通りに取り付けます。このとき、必ず3つのスタンドオフをそれぞれの溝の中に入れてください。3本のネジをがリッドに触れるまで1本ずつネジを締めながら、リッドを平らな状態にします。それぞれのネジは1回に半周ずつ回しながら締めてください。

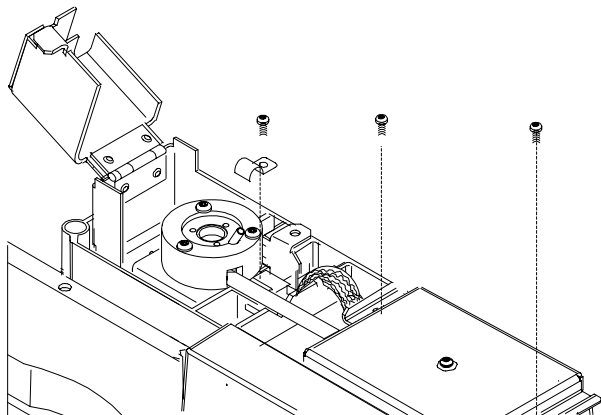


11. エレクトロメータのインターコネクトをリッドの溝に滑り込ませます。エレクトロメータを取り付けトレイ部まで降ろします。

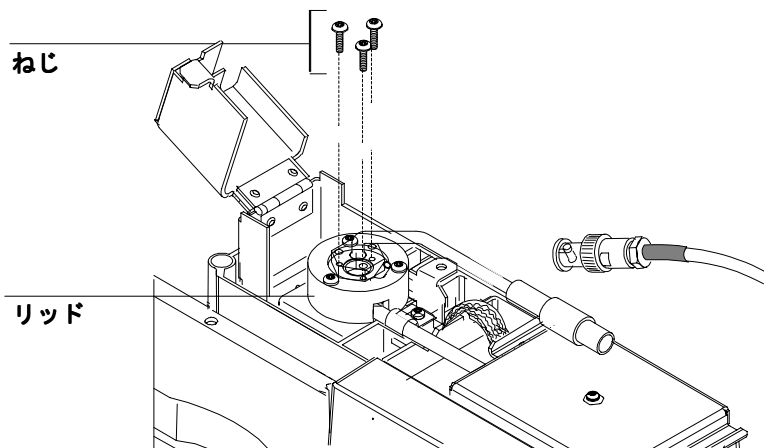


手順：検出器とコレクタのクリーニング、およびインシュレータとリングの交換

12. ブラケットを元の位置に取り付け、3本のネジを元通りに締めます。



13. ビードのキャップを外してビードを元の位置に取り付け、3本のネジを図のように締めます。3本のネジを図のように締めます。次に他の2本のネジを完全に締め付けて、この最初のネジをしっかりと締め付けてください。

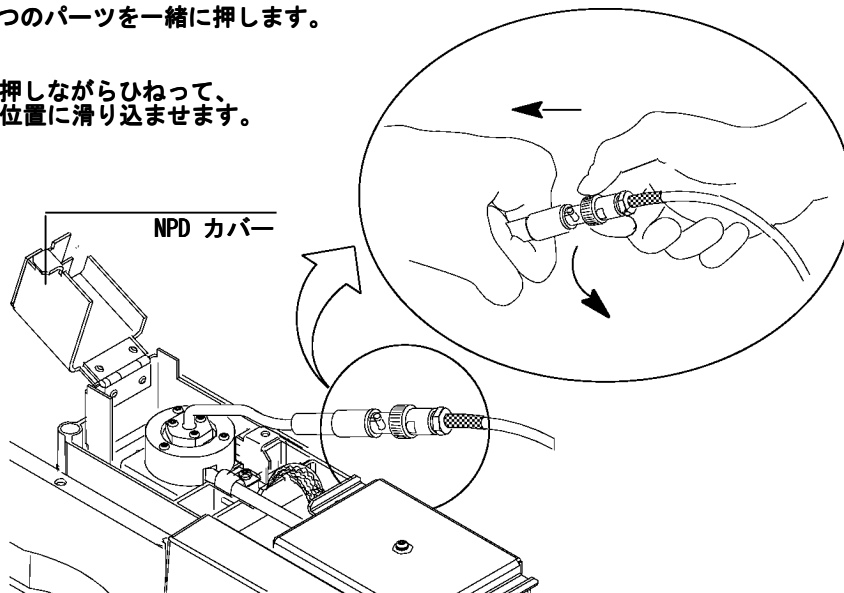


手順： 検出器とコレクタのクリーニング、およびインシュレータとリングの交換

14. ビードアセンブリのケーブルを電源ケーブルに再度接続し、リングをひねって接続部を固定します。NPD カバーとガスクロマトグラフの検出器カバーを閉じてから、電子回路のトップカバーを元の位置に取り付けます。これで通常の動作条件に戻すことができます。

1. ケーブルの2つのパーツを一緒に押し合います。

2. リングを下に押しながらひねって、ボタンを元の位置に滑り込ませます。



検出器の再組み立てをした後に、検出器の動作を点検してください。ガスを ON にしてから、ビード電圧を ON にして検出器動作を復帰させます。オフセットの表示値が、使用している検出器に適正なものであることを確認してください。表示値が適正なものでない場合は、エレクトロメータにあるバネが検出器に正しく接触していない可能性があります。また、カラムの接続部でガス洩れが発生していたり、あるいは検出器の再組み立てが正しく行われなかった可能性があります。

ジェットの交換またはクリーニング

NPD にはフレームが無いためジェットはシリカや単素質の汚れが溜まります。ジェットのクリーニングができる道具があっても、通常、汚れたジェットを新しいものと交換する方がもっと簡単です。ジェットをクリーニングする場合は、クリーニングワイヤ (部品番号 18765-20070) を使用し、ジェットの内部に傷を付けないように注意して掃除してください。超音波槽を使用してジェットのクリーニングをすることもできます。

[表 66](#) では、NPD ジェットを一覧表示しています。

表 66 NPD ジェット

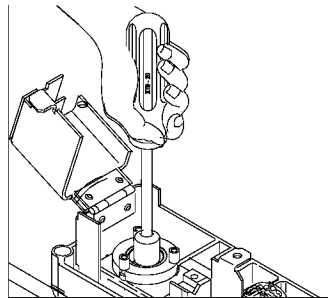
種類	部品番号	標準のジェットと使用
標準のジェット	G1531-80560	キャピラリ専用 NPD
拡張ジェット (オプション)	G1534-80580	キャピラリ専用 NPD
拡張ジェット (オプション)	G1534-80590	パッキド兼用 NPD

ジェットをクリーニングするには、以下の4つの手順が必要です。1) ジェットを取り外す。2) ジェットを点検して破損または摩滅がないかどうかを調べる。3) ジェットを掃除する (もし必要なら)。4) ジェットを交換して検出器の再組み立てをする。

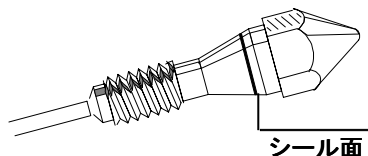
手順：ジェットの取り外しと点検**必要な器材：**

- ・ T-10 Torx、T-20 Torx スクリュードライバ
 - ・ 1/4 インチのナットドライバ
 - ・ ビード用のキャップ
 - ・ 糸くずの出ない清潔な手袋
 - ・ ピンセット
 - ・ 静電気リストストラップ
1. 以下の予備手順を実行します。
 - ・ トップカバーと NPD カバーを持ち上げます。検出器を 60 °C 以下に冷却させます。注入口ガスを OFF にします。
 - ・ 温度、ガス、およびビード電圧を OFF にします。
 - ・ [Config][Front Det] または [Config][Back Det] を押します。Electrometer にスクロールして、[Off] を押します。
 - ・ オープンを室温まで冷却します。カラムを検出器終端から取り外して、検出器カラムの接続部を栓で塞ぎます。
 - ・ ガスクロマトグラフ検出器カバーを開いて、エレクトロニクスストップカバーを取り外します。
 2. コレクタ、セラミックインシュレータとメタルリングを取り外します。
[589 ページ](#)からの操作手順を参照にしてください。

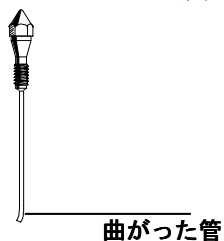
- ナットドライバを用いて、ジェットをゆるめます。ジェットを検出器からまずぐ引き抜きます。ジェットを取り外すためにピンセットを使用しなければならないことがあります。



- ジェットのシール面に傷が付いてないかどうかを点検します。シール面の周りがリング状になっているはずですが、それ以外の傷が付いている場合は、シール面は不良状態です。



- ジェットの管を検査して、管が曲がったり、あるいは折れ曲がっていないことを確認します。



- ジェットに光を当てて中を覗き込んで、汚染がないかを確認します。

注意

パックド専用ジェットはキャピラリ専用ジェットより長く、キャピラリ専用検出器には使用できません。

手順： ジェットのクリーニング

ひどく汚れたジェットのクリーニングより、新しいジェットへの交換をお勧めします。

注意

ジェットをクリーニングする場合は、クリーニングワイヤの使用に注意してください。特に、ジェットの内部に傷を付けないようにしてください。傷が付いてしまうとジェットが使いものにならなくなってしまいます。ワイヤを使ってジェットをクリーニングしないで、水槽でクリーニングをすることもできます。

必要な器材：

- ・ 小型の超音波洗浄器
 - ・ 水性洗剤
 - ・ テフロン洗浄瓶内に入れたガスクロマトグラフクラスのメタノール
 - ・ フレーム検出器クリーニングキット（部品番号 9301-0985）
 - ・ 乾燥したフィルターを通した圧縮空気あるいは圧縮窒素
1. ジェットの最上端部からクリーニングワイヤを通します。ワイヤの動きが滑らかになるまでワイヤを2～3回往復させます。ジェットに傷を付けないように注意してください。
 2. 水を使ったクリーニングの操作手順：
 - a. 超音波洗浄器に水性洗剤を満たし、槽にジェットを入れます。5分間超音波をあてて音波処理をします。
 - b. ジェットリーマーを使用してジェットの内部を掃除します。
 - c. 再度5分間ほど超音波をあてて音波処理をします。以下の操作から、ピンセットだけを使用して部品を扱います。
 - a. ジェットを槽から取り出して、まず温かい水道水で十分にゆすぎ洗いをします。そして少量のメタノールで洗浄をします。
 - b. 圧縮空気あるいは圧縮窒素を吹き付けてジェットを乾かします。そしてジェットをペーパータオルの上に置いて、空気乾燥をします。

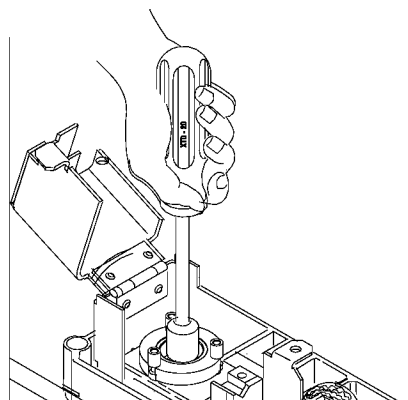
**手順： ジェットの交換および検出器の再組み立て
必要な器材：**

- ・ T-10 Torx、T-20 Torx スクリュードライバ
- ・ ビード用の栓
- ・ 静電気リストストラップ
- ・ 糸くずの出ない清潔な手袋

注意

パックド専用ジェットはキャピラリ専用ジェットより長く、キャピラリ専用検出器には使用できません。

1. ジェットを検出器本体に入れて、ジェットがぴったり合うまで六角ドライバで締めます。ジェットを締めすぎないでください。



2. 検出器の再組み立てをします。[593 ページ](#)からの操作手順を参照してください。

25 マイクロセル 電子捕獲検出器

概説

63Ni 同位元素

ECD ライセンス

特別なライセンス (Specific License)

一般的なライセンス (General License)

ECD 警告

安全保護 ECD を取り扱う際の注意事項

一般情報

検出器ニューマティクス

感度

直線性

ガス

温度

エレクトロメータ

オフセット調整

オフセット調整の中断

基準電流

出力 - パルス間隔

ECD の操作

ガス圧力

EPC 仕様の ECD の使用

手順： マニュアル仕様の ECD の操作

マニュアル仕様の ECD の操作

手順： マニュアル仕様の ECD の操作

チェックアウトの各条件とクロマトグラム

ECD チェックアウトの各条件 (日本以外)

ECD チェックアウトの典型的なクロマトグラム (日本以外)

検出器のメンテナンス

性能に関する問題の修正

ガス洩れの点検

サーマルクリーニング

ワイプテストの実行 (放射能漏洩テスト)

マイクロセル電子捕獲検出器

概説

この章では「標準」の電子捕獲検出器（ECD、Electron Capture Detector）について説明します。

電子捕獲検出器（ECD）は、放射性同位元素 ^{63}Ni でメッキされたセルを内蔵しています。 ^{63}Ni が放射する β 粒子は、キャリアガスの分子と衝突して、低エネルギー電子を放出します（ β 粒子 1 個につき、約 100 個の電子が放出されます）。この自由電子は、小さな電流（基準電流またはスタンディングカレント）を生成します。この電流が捕集されてパルス回路内で測定されます。

サンプル成分の分子が自由電子と接触すると、サンプル分子によって電子が捕獲され、負の電荷を持つイオンが発生します。セル電極に電圧パルスが印加されて、捕獲されていない自由電子を捕集します。重いイオンは電場の影響をあまり受けないため、キャリアガスとともに排気されます。

セル電流が測定され、基準電流と比較されます。パルスレートは、セル電流を一定に保つように自動的に調整されます。自由電子が多いほど、基準電流に一致させるために必要なパルス周波数が低くなります。電子を捕獲するサンプル成分がセルを通過すると、パルスレートが上昇します。このパルスレートが、電圧に変換されて記録されます。

63Ni 同位元素

セル内では、放射性同位元素 ^{63}Ni が使用されます。この物質は、セル本体の内面にメッキされています。クロマトグラフで使用する温度では、 ^{63}Ni は固体です。 ^{63}Ni の性質を [表 67](#) に示します。

表 67 ^{63}Ni の性質

半減期：	101.1 年
エミッション：	最大 65.87 keV max、 β 線放射
融点：	1453 °C
ECD 放射能体積：	内径： 1.2 cm 高さ： 1 cm
総放射能 (“標準の” ECD)：	最大 555 MBq (15 ミリキュリー)

ECD ライセンス

日本国内のお客様は、ECD の使用にあたっては、あらかじめ使用許可あるいは使用届が必要です。アメリカ合衆国内のお客様は下記のような一般的なライセンス (General License) や特別なライセンス (Specific License) を取得しなくてはなりません。それ以外のお客様はその地域の指導に従って下さい。

特別なライセンス (Specific License)

Specific license μ -ECDs require you to obtain a Materials License from the Nuclear Regulatory Commission (NRC) or the local state agency, permitting you to possess the amount and kind of radioisotope used in the detector. You can typically ship, sell, or transfer the μ -ECD to other Specific Licensees. If the license permits, you may also open the μ -ECD for cleaning.

一般的なライセンス (General License)

General License ECDs do not require a Materials License. You become a General Licensee automatically when you purchase a μ -ECD directly from Agilent Technologies. Some states may require that you register the μ -ECD with a state agency.

Certain restrictions apply to General Licenses:

1. Owners may not open the μ -ECD cell.
2. Owners shall not modify the cell in any manner.
3. Owners shall not use any solvent, including water, to internally clean the cell.
4. Owners shall not interfere with or attempt to defeat the overheat circuitry that may be supplied with the μ -ECD.
5. Owners shall not transfer the μ -ECD to another person or another location except as described in the applicable Regulations.
6. Owners must perform a radioactive leak test at least every 6 months.
7. Owners must maintain records as required by your local Agency (the NRC or, in certain states, a state agency).
8. Owners must notify the Agency in case of incidents or failures that might lead to a hazardous condition.

Additional information is available in the publication *Information for General Licensees*, part no. 5961-5664.

ECD 警告

このエネルギーレベルの β 粒子には、ほとんど貫通力はありません（皮膚の表面や数枚の紙でほとんど吸収されます）。しかし、この同位元素を飲み込んだり吸い込んだりすることは体に有害です。このため、セルを以下のように注意深く取り扱う必要があります。各国の法令に従って定期的に放射能漏洩テストを実行しなければなりません。検出器を使用しないときは、注入口と出口の接続部に栓をして塞いでください。検出器内に腐食性の化学物質を入れないでください。また、検出器からの溶出ガスは、実験室の外部に排気されなければなりません。

警告 以下の物質は、 ^{63}Ni 源と反応して揮発性物質を生成したり、メッキ膜を物理的に損傷する危険があるため、使用しないでください。これらの物質は酸化化合物、酸、湿ったハロゲンと硝酸、アンモニア水酸化物、硫化水素、PCB、一酸化炭素を含みます。このリストは消耗されますが、 ^{63}Ni 検出器のダメージの原因となる化合物を示しています。

警告 オープンと ECD 加熱部の両方が同時に「熱的暴走」（制御不能のため最高温度が $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ を超えること）を起こしたうえに、ECD が 12 時間を超えてこの状態に置かれることは、ほとんどありえません。しかし、万一このような事態が起こった場合は、法令に従って適切な措置をとったうえ、以下の手順を実行してください。

- ・ 主電源を切り、装置を冷却します。ECD の入口と排気ベントの穴に栓をして塞ぎます。使い捨てのプラスチック製手袋を着用して、通常の実験室の安全事項に従ってください。
- ・ 米国内ではライセンス確認書（部品番号 19233-90750）の指示に従って、交換のためにサービスに連絡してください。
- ・ 状態を示すメッセージを含めてください。

このようにきわめて異常な状況下でも、放射性物質がセルから洩れることはまずありません。しかし、セル内部の ^{63}Ni メッキが修復不可能な損傷を受けている場合がありますので、サービスに連絡してください。

警告 溶媒を使用して ECD のクリーニングを行わないで下さい。

警告 ユーザの地域の核物質規制機関の認可がない限り、検出器のセルを開かないでください。セルを固定する 4 個のソケットヘッドボルトを動かさないでください。このボルトを取り外すと危険です。また、このボルトを取り外したり動かしたりすると、米国内の一般ライセンス契約の違反になります。

安全保護 ECD を取り扱う際の注意事項

- ・ ECD を取り扱う際には飲食、喫煙などをしないでください。
- ・ ECD を開けたり、作業する際は保護めがねを着用してください。
- ・ GLP に従い保護服、保護めがね、手袋を着用してください。ECD 取扱い後は手をしっかりと洗浄してください。
- ・ ECD を使用していない間は、注入口と出口をしっかりとキャップでふさぎます。
- ・ ECD の排気ガスは、換気フードにつなぐか外部に排出されるようにして下さい。他の地域では最適な換気装備を施してください。
6 mm 以上の内径のラインチューブをお勧めします。この内径があれば長さは問題ありません。

一般情報

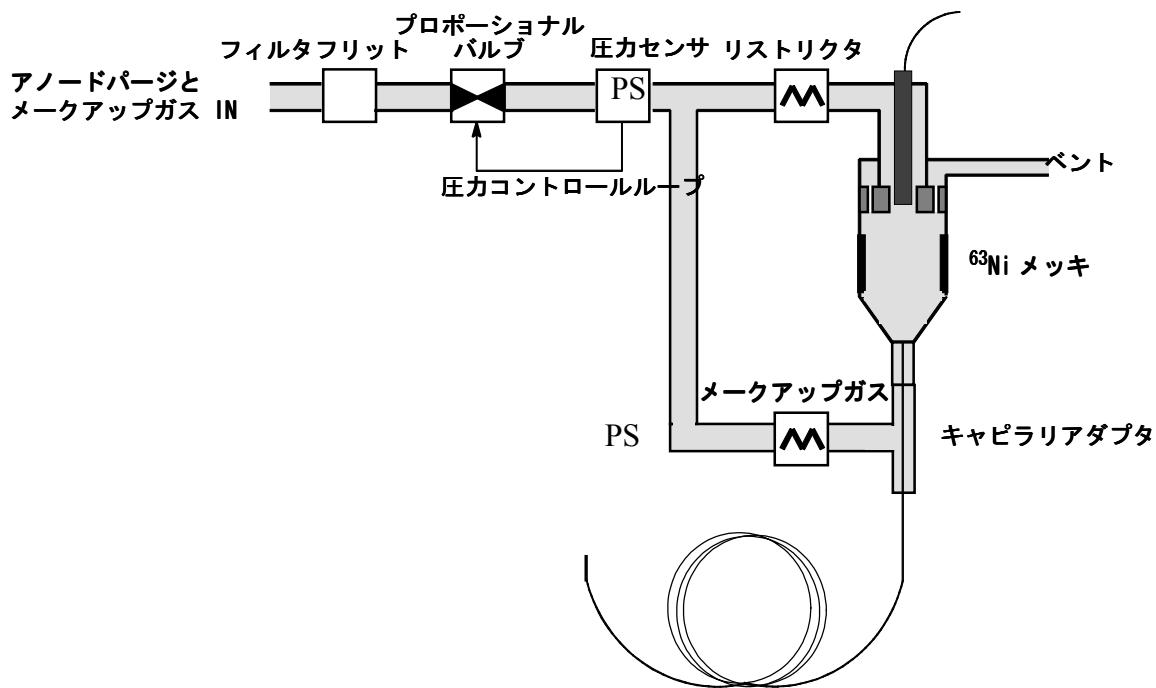


図 89 ECD ニューマティクス

直線性

濃度に対する ECD レスポンスファクタの関係を示すカーブは、リニアではありません。またカーブの形状は化合物によって異なります。したがって、マルチポイントキャリブレーションの使用をお勧めします。ケミステーションからキャリブレーションを実行する場合は、2次検量線を指定してください。Agilent インテグレータを使用する場合は、リニア以外の検量線を指定してください。

ガス

ECD は、メイクアップガスおよびアノードガスとして、窒素またはアルゴン / メタンを使用して動作します。

検出器の高感度を得るためには、キャリアガスとメイクアップガスに、酸素を含まない乾燥したガスを使用してください。キャリアガスとメイクアップガスの供給ラインには、飽和していない水分トラップ、ケミカルトラップ、および酸素トラップを取り付けてください。

温度

ピークテーリングを防ぎ、セルを清浄に保つために、検出器温度をオープン使用最高温度よりも高めに設定してください。日本では、350 °C以下で使用して下さい。設定値は、最後の化合物の溶出温度を基準にして決めてください。ただし、かなりの高温で操作しても、必ずしも分析結果が改善されるとは限りません。熱によりサンプルとカラムの分解が増加することがあります。

エレクトロメータ

Configure Detector のコントロールテーブルには、Electrometer の On/Off 設定値が含まれています。検出器を操作するときは、必ずエレクトロメータを ON のままにしておいてください。

ECD の操作

表 68 の情報を参考にして温度と流量を選択します。図 90 から最小の供給元圧力を選択してください。EPC 検出器を使用する場合は、図の供給元圧力に 10 psi (69 kPa) を加算してください。

表 68 操作パラメータ

ガスタイプ	流量範囲	推奨流量
キャリアガス バックドカラム (窒素またはアルゴンメタン)	30 ~ 60 mL/min	
キャピラリカラム (水素、窒素、またはアルゴンメタン)	0.1 ~ 20 mL/min (内径によって異なる)	
キャピラリメークアップ (窒素またはアルゴンメタン)	20 ~ 150 mL/min (通常は、50 ~ 60 mL/min。検量線をシフトするには増減調整する。)	60 mL/min
アノードガス (メークアップガスと同じ種類) EPC 検出器		
キャピラリカラム バックドカラム	メークアップガスの 10% 3 ~ 6 mL/min	6 mL/min
マニュアル検出器 キャピラリカラム バックドカラム	ユーザはコントロールできない。通常、流量はメークアップガス流量の 6 ~ 7%。 3 ~ 6 mL/min	
温度		
250 °C ~ 400 °C (日本では 350 °C まで)		
検出器の温度は、通常、オープン温度プログラムの最終温度より 25 °C 高い値にしてください。		
オフセット調整		
30 ~ 70 (設定範囲は 20 ~ 200)		
基準電流		
0.5 nA 以上 (設定範囲は 0.5 ~ 5.0 nA)		

ガス圧力

* マニュアル検出器を使用する場合は、流量を選択してから、この図を利用して始動用の供給元圧力を決めます。

EPC 検出器を使用する場合は、流量を選択してから、それに対応する圧力を探します。流量の設定値を維持するために、供給元圧力をその値よりも 10 psi 高く設定してください。

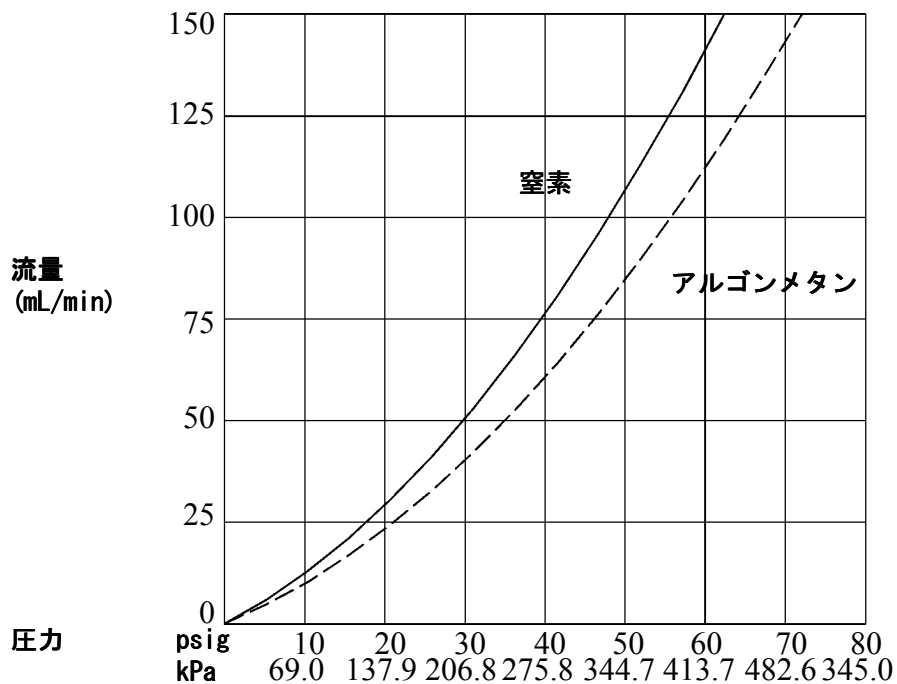


図 90 ECD 検出器とメイクアップガス * の圧力 / 流量の関係 (25 °C、大気圧 1)

EPC 仕様の ECD の使用

[Front Det] または [Back Det] を押します。 検出器温度(°C)

FRONT DET (ECD)		
Temp	250	250
Anode gas	6.0	6.0
Mkup (N2)	60.0	60.0 <
Adjust offset	Off	
Output	40	
Ref current	1.00	

アノードパージ流量(mL/min)
 パックドカラムの場合は OFF にします。
 キャピラリカラムの場合は、
 以下のメイクアップ/アノードガス
 流量モードを参照してください。
 初期ベースライン出力を
 コントロールします。
 出力の実測値
 基準電流値(nA)

メイクアップガス流量モード:

キャピラリカラムが設定されている場合は、
さらにコントロールテーブルに以下のいずれかの項目が含まれます。

```
Mode: Const makeup <
Mkup flow 60.0 60.0
```

```
Mode: Col+mkup=const
Combined flow 0.0
Makeup flow 0.0
```

メイクアップモードを変更するには、Mode: にスクロールしてから、[Mode/Type] を押します。
モードの選択をしてから適切な流量値を入力します。

```
F DET MAKEUP MODE
*Const makeup flow
Col+makeup=const <
```

メイクアップガス/アノードガスの種類を
変更するには、[Config] [Front Det] または
[Config] [Back Det] を押します。

メイクアップガスを変更するには、
[Mode/Type] を押します。

```
CONFIGURE FRONT DET
Mkup/anode type N2 <
Electrometer On
```

```
F DET MKUP/ANODE GAS
*Nitrogen <
Argon methane 5%
```

エレクトロメータの ON/OFF を切り替えないで下さい。

ガスを選択して、[Enter] を押します。

図 91 ECD コントロールテーブル - EPC (エレクトロニックニューマ
ティクスコントロール)

手順：マニュアル仕様の ECD の操作

ECD を操作する前に、検出器ガスが接続され、カラムが取り付けられ、そしてシステムにガス洩れがないことを確認します。オープン温度、注入口温度、およびカラム流量を設定します。使用しているキャリアガスの種類 ([Config][Inlet]) が、ガスクロマトグラフに配管されているガスの種類と同じであることを確認します。

1. [Front Det] または [Back Det] を押して、ECD コントロールテーブルを表示します。
2. 検出器温度を設定します。

注意

検出器の電子回路が正しく動作するためには、ガスの種類が適切にコンフィグレーションされていなければなりません。

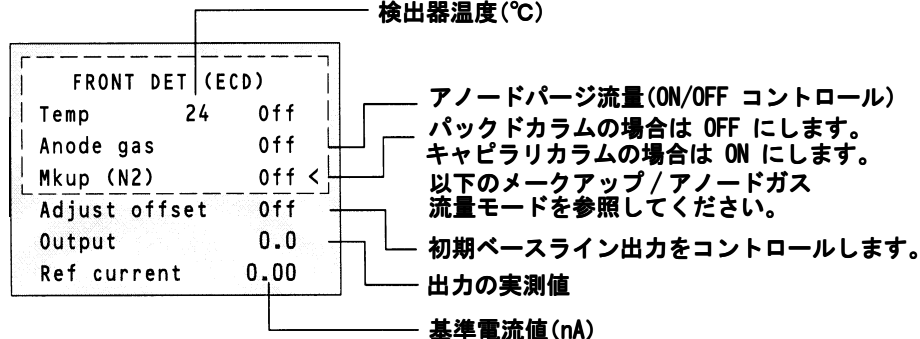
ショートカット
操作手順：(正しい流量が設定されていて、正しい設定値が保存されている場合)

1. 検出器コントロールテーブルを表示します。
2. 温度を ON にします。
3. 必要であれば、メイクアップガスを On にします。
4. [Det Control] を押して、出力値を点検します。

3. メイクアップ / アノードガスの種類が、使用している装置に配管されているガスの種類と同じであることを確認します。メイクアップ / アノードガスの種類が、使用している装置に配管されているガスの種類と同じであることを確認します。必要であれば、ガスの種類を変更します ([504 ページ](#))。
4. アノードガスの値を入力します。
5. メイクアップガスの値を入力します。
「パックドカラム」を使用する場合は、メイクアップガスを OFF にします。
使用するキャピラリカラムが定義済みの場合は、必要に応じて新しい流量モードを選択し、メイクアップ流量または合計ガス流量を設定します。
使用するキャピラリカラムが未定義の場合は、一定したメイクアップガス流量だけが使用可能です。メイクアップガス流量を入力してください。

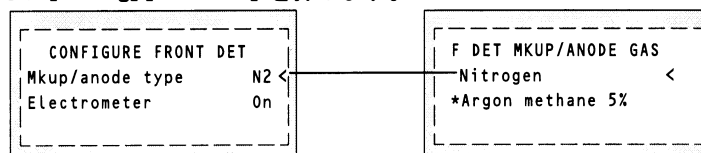
マニュアル仕様の ECD の操作

[Front Det] または [Back Det] を押します。
検出器温度(°C)



メイクアップ/アノードガスの種類を
変更するには、[Config] [Front Det]
または [Config] [Back Det] を押します。

メイクアップガスを変更するには、
[Mode/Type] を押します。



エレクトロメータの
ON/OFF を切り換えしないでください。

適切なガスを選択して、[Enter] を押します。

図 92 ECD コントロールテーブル - EPC

手順：マニュアル仕様の ECD の操作

ECD を操作する前に、検出器ガスが接続され、カラムが取り付けられ、そしてシステムにガス洩れがないことを確認します。オープン温度、注入口温度、およびカラム流量を設定します。使用しているキャリアガスの種類（[Config][Inlet]）が、ガスクロマトグラフに配管されているガスの種類と同じであることを確認します。

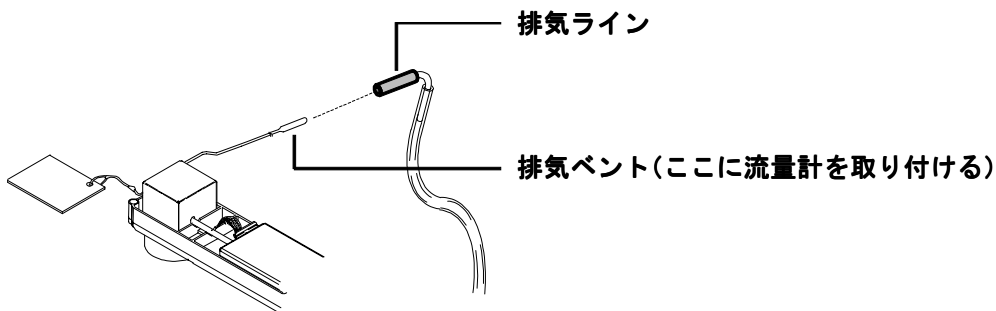
ECD アダプタと一緒に流量計を使用して流量を測定します。

1. [Front Det] または [Back Det] を押して、ECD コントロールテーブルを表示します。
2. 検出器温度を設定します。
3. メークアップ / アノードガスの種類が、使用している装置に配管されているガスの種類と同じであることを確認します。ガスの種類は、コントロールテーブルの Mkup 行の右隣にあるカッコ内に表示されます。必要であれば、ガスの種類を変更します ([504 ページ](#))。

注意

検出器の電子回路が正しく動作するためには、ガスの種類が適切にコンフィグレーションされていなければなりません。

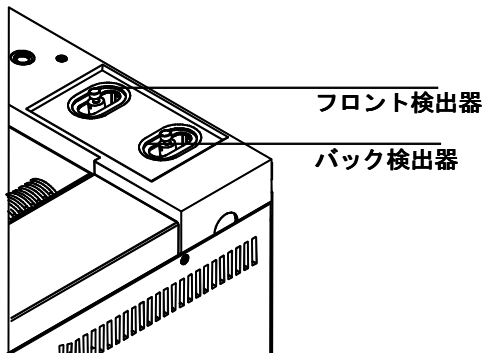
4. 流量計を取り付けられるように、検出器の排気ベントから排気ラインを取り外します。



5. 「パックドカラム」を使用する場合は、コントロールテーブルからメークアップガスを OFF にします。そしてアノードガス流量を以下の操作に従って設定します。
 - a. コントロールテーブルから アノードガス を ON にします。
 - b. 供給圧力を ON にします。

- c. ベント管から出る流量を測定します。
- d. ガスクロマトグラフの最上部にあるメイクアップ / アノードガス圧力調整器の位置を見つけます。時計回りに回すと流量が増え、反時計回りに回すと流量が減ります。
- e. 適切なアノードガス流量が得られるまで、圧力を調整します。カラムを通過する流量がある場合は、その流量をトータルフローから差し引いてください。

メイクアップ / アノードガス圧力調整器



ショートカット
操作手順：(正
しい流量が設定
されていて、正
しい設定値が保
存されている場
合)

1. 検出器コントロールテーブルを表示します。
2. 温度を ON にします。
3. 必要であれば、メイクアップガスを On にします。
4. [Det Control] を押して、出力値を点検します。

6. 「キャピラリカラム」を使用しているときは、コントロールテーブルからメイクアップ / アノードガスを ON にします。
 - a. 供給圧力を設定します。
 - b. ベント管から出る流量を測定します。
 - c. ガスクロマトグラフの最上部にあるメイクアップ / アノードガス圧力調整器の位置を見つけます。時計回りにまわすと流量が増え、反時計回りに回すと流量が減ります。
 - d. 適切なメイクアップガス流量が得られるまで、圧力を調整します。カラムを通過する流量がある場合は、その流量をトータルフローから差し引いてください。アノードガスの流量はメイクアップ流量の 10% です。
7. すべての流量測定が終了すると、検出器の排気ラインを検出器の排気ベントに再度接続します。

チェックアウトの各条件とクロマトグラム

この節では、サンプルクロマトグラムの典型的な例を紹介しています。装置の性能を検証する一般的な指針として、この例を使用してください。

各動作条件と一緒に記載されているそれぞれの注入量は、注入される絶対的な量を必ずしも示しているわけではありません。記載されている量の値は、単に標準の10 μ L シリンジから読み取られた目盛りの値（プランジャの位置）にすぎません。加熱された注入口を使用する場合は、シリンジニードル内部から揮発するサンプルの容積分である0.4～0.7 μ Lも、実測のサンプル注入量に余分に含まれます。専用で（非加熱の）オンカラム注入口を使用すると、シリンジのプランジャ位置に、正しい注入量がより精確に反映されます。

また、以下の操作手順とそれぞれの結果は、注入口または検出器システム（あるいはその両方）が適切な機能を果たしている証拠を提供するためのものであることを忘れないでください。つまり、以下の各操作手順と結果が、所定のシステムの規格限界を試験するために適正なものではあるとは必ずしも限りません。

ECD チェックアウトの各条件

カラムとサンプル

タイプ	HP-5 30m × 0.32mm × 0.25 μ m PN 19091J-413
サンプル	ECD チェックアウト 5183-0379
注入量	1 μ L

注入口

温度	250 $^{\circ}$ C、パージド / パックドまたはスプリット / スプリットレス
	オーブントラック、クールオンカラム
	80 $^{\circ}$ C PTV（以下参照）
注入口圧力	25psi（EPC 注入口は Constant Pressure、ヘリウム）
スプリット / スプリットレスのみ	
モード	スプリットレス
パージ流量	60 mL/min
パージ時間	0.75 分

注入口、続き

PTV	
モード	スプリットレス
注入口温度	80 °C
初期時間	0.1 分
レート 1	720 °C /min
最終温度 1	350 °C
最終時間 1	2 分
レート 2	100 °C /min
最終温度 2	250 °C
最終時間 2	0 分
注入口圧力	25psi (EPC 注入口は Constant Pressure、ヘリウム)
パージ時間	0.75 分
パージ流量	60 mL/min

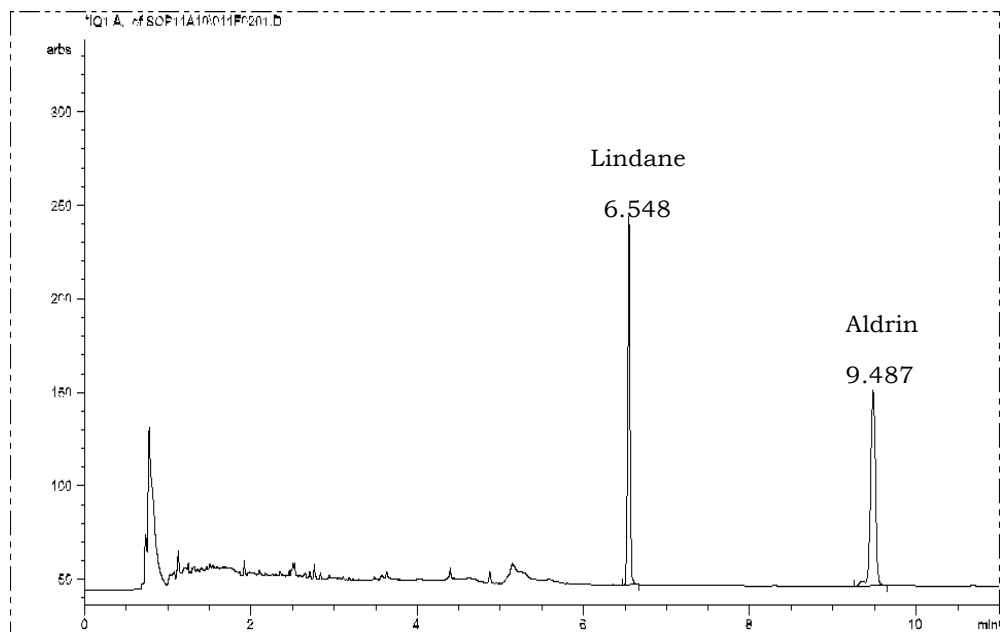
検出器温度

	300 °C
アノードパージ (N2)	60 mL/min
メイクアップ	6 mL/min
オフセット	70 表示カウント未満であること

オープン

初期温度	80 °C
初期時間	0 分
レート 1	15 °C /min
最終温度	180 °C
最終時間	10 分

ECD チェックアウトの典型的なクロマトグラム (日本以外)



リテンションタイムは異なりますが、各ピークが、この図のピーク形状に類似していれば問題はありません。

検出器のメンテナンス

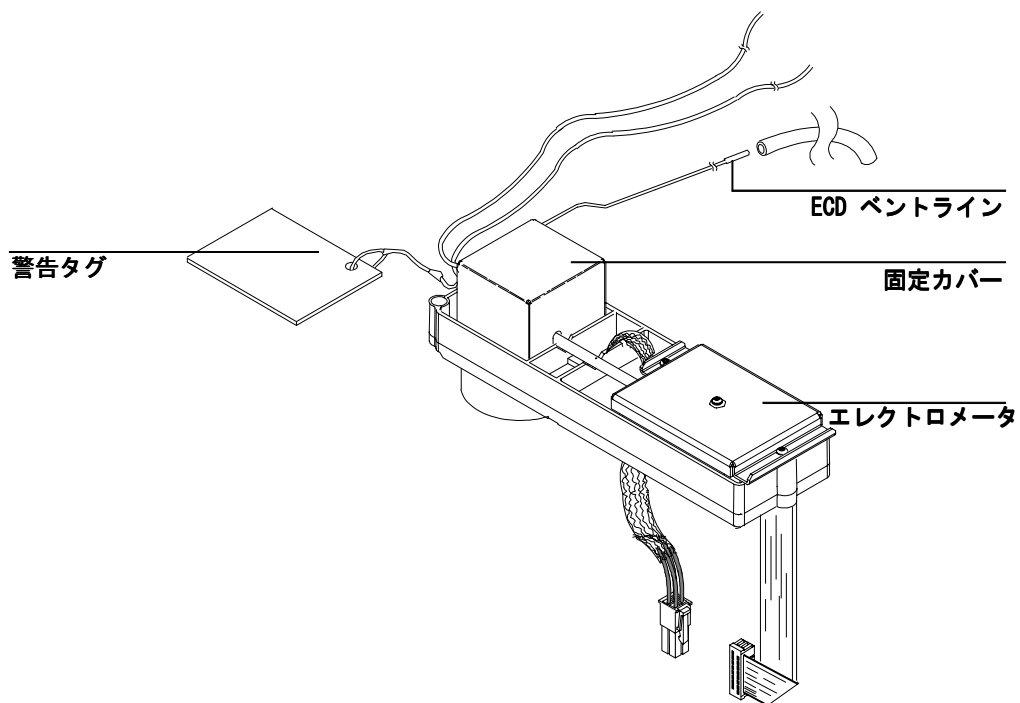


図 93 ECD

性能に関する問題の修正

出力の表示値が高すぎたり低すぎたり、あるいは十分なクロマトグラフの結果が得られない（例えば、ベースラインにノイズがある）といったような性能上の問題が、検出器内あるいはクロマトグラフシステムの他の部分で発生したガス洩れ、または内部に溜まった沈積物によって引き起こされることがあります。このような問題がどこに発生したかを確定するために、一連の手順によって構成されているテストを実行する必要があります。

検出器のテストを実行する前に、問題の性質を判断します。最近ガスクロマトグラフシステムの部品を交換したり何らかの変更を加えてから、現在出力レベルが高くなっていることが分かった場合は、その交換や変更によってシステム内に汚染物質が発生しているか、またはガスが漏洩していることがよくあります。例えば、ガス供給を切り換えた場合に、新しいガスに不純物が含有されていることがあります。あるいは、新たにカラムを取り付けた場合に、検出器の接続部でガス漏れが発生する可能性があります。

一方では、出力値またはノイズのレベルが徐々に上昇した場合は、沈積物が少しずつ溜まっていることが原因になっている可能性があります。例えば、検出器の中にカラム・ブリードからの汚染物質が含まれたり、トラップが飽和している場合があります。変更を徐々に行った場合や、最近ガスクロマトグラフシステムを修正したことがない場合は、汚染物質を点検することから始めてください。（注記：この操作手順で言及している汚染物質とは、カラムブリードまたは汚染されたサンプルからの非放射性沈積物のことを指します。）

1. 通常の状態で検出器が動作していて、最後の分析から少なくとも2時間は経過していることを確認してください。

検出器のコントロールテーブル内の出力値を調べます。出力値が通常出力レベルに比べてかなり異なる（つまり高いか低い）場合は、以下の操作手順に従って、ガス洩れまたは汚染を示す異常な出力値が表示された原因を確認します。

2. ガスリーク電子検出器を使用して、注入口と検出器、およびカラム接続部でガス漏れ箇所を調べます。ガス漏れ部分を修正して、出力レベルを点検してください。依然として異常な値を表示している場合は、手順3に進みます。

3. 出力値が依然として異常な表示値である場合は、検出器だけがガス漏れの発生源ではない可能性があるため、注入口でリークテストを実行してください。注入口のメンテナンス用具については、[「スプリット/スプリットレス注入口」](#)、[「パッキドカラム注入口」](#)、[「クールオンカラム注入口」](#)、[「プログラマブル加熱気化注入口」](#)、[「ボラタイルインレット」](#)を参照してください。

注入口でガス漏れがない場合は、手順4に進んで検出器内のガス漏れを調べてください。

注入口でガス漏れが発生している場合は、リーク箇所を修正して、出力レベルを調べます。依然として異常な値が表示されるときは、検出器からもガスが洩れている可能性があります。手順4に進んでください。

4. 検出器用のリークテストに従って検査を行います ([624 ページ](#))。

検出器でガス漏れがない場合は、リーク問題の原因は汚染物質によるものです。手順5に進んでください。

注入口でガス漏れが発生している場合は、リーク箇所を修正して、出力レベルを再度調べます。依然として異常な値が表示されるときは、手順5に進んでください。

5. 以下の手順に従って汚染物質を調べます。

- a. カラムを取り外して、検出器の接続部をキャップ（部品番号 19234-20650）とキャップナット（部品番号 19234-20570）を使って塞ぎます。

- b. 通常の動作条件で、そして検出器だけを通過して流れるメイクアップガスのみを使用して、検出器を動作させます。出力値を観察してください。使用している検出器の出力値が正常な場合は、ガスクロマトグラフィシステムの他の部分から汚染物質が流れています。この場合は手順6に進んでください。

- c. 出力値が異常な場合は、検出器が汚染されています。サーマルクリーニング（焼き出し、bakeout）を実行して、検出器の汚染物質を除去します。詳細については、[「サーマルクリーニング」](#)を参照してください。

6. ガスクロマトグラフシステムの残りの部品を1回に1つずつ、以下のよう
に交換して出力値を見ながら、汚染されている部品を調べます。
 - ・ カラムを空のカラムに交換して、出力表示値を比較します。
 - ・ (可能であれば) 他の注入口に切り換えて、出力値を比較します。
 - ・ 他のガス源に切り換えて、出力値を比較します。
 - ・ トラップを交換して、出力値を比較します。

ガス漏れの点検

検出器がガス漏れの発生源になることはほとんどありません。使用しているガスクロマトグラフシステムの中でガス漏れが発生している疑いがある場合は、ガスクロマトグラフへのガス配管部分、注入口、カラムの注入口、および検出器の接続部を調べて、ガスが漏れていないかを点検します。この各箇所のリークテストを実行しても問題がないのに依然としてガス洩れがある場合は、以下の操作手順に従って検出器をテストしてください。

以下のテストを実行するために、オープンと注入口を通常の動作温度にしてください。

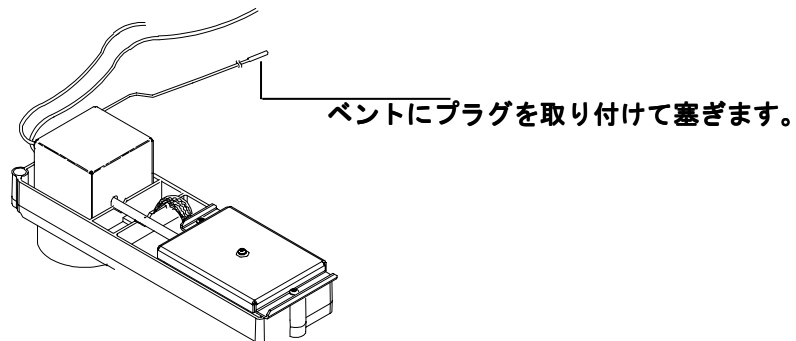
必要な機材：

- ・ ベントプラグ（部品番号 5060-9055）
 - ・ 使用するキャリアガスを検出できるガスリーク電子検出器
1. 注入口の圧力を OFF にします。しばらくガスのシステムをパージ（ガス抜き）します。
 2. アノードガス流量とメイクアップガス流量を OFF にします。

FRONT DET (u-ECD)		
Temp	150	150 <
Mkup flow	0.0	Off
Output	840000.0	

フローがない場合、最大の出力になります。出力は、アロゴン/メタン、窒素で、約 840,000 です。

3. ベントプラグを使って ECD 排気ベントを塞ぎます。



4. 注入口の圧力を 15 psi (103 kPa) に設定します。注入口からのシステム圧力を観察します。しばらくのあいだ (少なくとも 1 分間) 待って、システムに全圧をかけます。システムに全圧がかかると、圧力またはガスを OFF にします。マニュアル注入口を使用している場合は、初期供給で圧力を OFF にしてください。

10 ~ 15 分間圧力を観察します。

圧力が安定したり、0.2 または 0.3 psi/min 分だけ下がったときは、ECD にガス洩れはありません。圧力が下がった場合は、ガス洩れが発生しています。手順 5 に進んでください。

5. ガスリーク電子検出器を使用して、カラム接続部と栓で塞がれたベントでガス漏れがないかどうかを調べます。ガス洩れがある場合は、接続部を締めてリーク・テストを繰り返します。

他のシステム構成要素からのガス洩れがない場合は、ECD からガス洩れが発生している可能性があります。核物質規制委員会または州ライセンス機関協定 (Agreement State Licensing Agency) (米国内のみ) からの特別なライセンスがないと、ECD を分解することはできません。詳細については、サービスにお問い合わせください。

サーマルクリーニング

ベースラインにノイズがあったり、または出力値が異常に高いけれども、これらの問題の原因がガスクロマトグラフシステム内に発生したガス洩れによるものではないことが確かな場合は、カラムブリードからの汚染物質で検出器が汚れている可能性があります。汚染物質を取り除くためには、検出器のサーマルクリーニング（別名「焼き出し」）を実行する必要があります。

警告

サーマルクリーニング以外の操作手順で検出器の分解またはクリーニング（あるいはその両方）を実行するときは、必ず、放射性物質を適切に取り扱う訓練と認定を受けている人が作業してください。極微量の放射性同位元素⁶³Ni が、何らかの操作手順の間に漏れてしまう可能性があります。これにより β 線放射および x 線放射の被ばくの危険があります。

警告

放射性物質が含有されている領域からの有害な汚染を防ぐために、検出器の排気バントを常に排気フードに接続してください。あるいは以下の基準に従って廃棄してください。連邦規制法の第 20 部第 10 編の最新版、または核物質規制委員会が締結した協定に準拠した連邦規制法（米国内のみ）。米国外では、これに相当する必要条件について、適切な機関に問い合わせてください。

必要な機材：

- ・ 検出器接続部用のキャップ（部品番号 19234-20650）
 - ・ キャップ接続用ナット（部品番号 19234-20570）
1. 検出器とオープンを通常の操作温度にして、コントロールパネルの [Front Det] または [Back Det] を押してください。後の比較のために出力値をメモしておいてください。
 2. アノードパージ流量とメイクアップガス流量を OFF にします。
 3. 検出器からカラムを取り外します。接続されていない終端に必ずキャップをかぶせてください。検出器キャップとナットをカラムの検出器接続部に取り付けて、接続部を塞ぎます。

4. つぎの値を入力します。
 - ・ 温度 = 350 ~ 375°C
 - ・ メークアップガス = 60 mL/分。
5. オープン温度を 250°C に設定します。
6. サーマルクリーニングを数時間行います。そして通常の動作温度までシステムを冷却します。
7. コントロールテーブルで ECD 出力値を調べます。最初の表示値よりも低くなっていないかなりません。低くなっていない場合は、サービスにお問い合わせください。

ワイプテストの実行（放射能漏洩テスト）

米国内では放射線が洩れていないかを調べるために、少なくとも6ヶ月ごとに電子捕獲検出器をテストしなければなりません。テストの記録と結果を保存して、核物質規制委員会または責任のある州機関（あるいはその両方）によって行われる検査のために必要であれば、さらに頻繁にテストを行ってもかまいません。

テストに使用する手順を「ワイプテスト」といいます。ワイプテストキットは新しい検出器にそれぞれ付属しています。テストの実行手順については、ワイプテストキットに添付されている説明書を参照してください。

米国外では各国の法令に従って下さい。

26 炎光光度検出器 (FPD)

交換光電子増倍管チューブ

一般情報

直線性
クエンチング現象
PMT 飽和
光フィルタ
ヒューズドシリカライナ
検出器が動作しない状況
検出器シャットダウン
互換性に関する要件
デュアル波長 FPD (USA のみ)

検出器の使用

検出器 温度の考慮
ヒーターコンフィグレーション
点火オフセット
手順：点火オフセット設定値の変更
フレーム点火手順
点火フレーム
エレクトロメータ on/off
エレクトロメータデータレート
手順：高速ピークの仕様
FPD 操作
手順：FPD の使用

チェックアウトの各条件とクロマトグラム

FPD チェックアウトの各条件
FPD チェックアウトの典型的なクロマトグラム

検出器のメンテナンス

フレーム点火におけるトラブル
波長フィルタの交換
ガス漏れのテスト
部品の識別
ウィンドウ、フィルタ、シールのクリーニング / 交換
ジェットクリーニング / 交換
トランスファラインヒューズドシリカライナの交換

炎光光度検出器 (FPD)

一般情報

サンプルは水素が多く含まれたフラームで燃えますが、化学種の中には還元、励起されるものもあります。ガスの流れが励起された化学種をフラームの上方の冷えた放出ゾーンに運び、そこで化学種は基底状態の戻り、光を放出します。狭いバンドパスフィルタが1つの化学種に固有の光のみを透過し、強い炭素の発光は光電子増倍管 (PMT) に届かないようにします。

光が PMT の光電面に衝突し、光子により電子が放出され、この電子は、PMT 内部で最大 100 万倍に増幅されます。

PMT からの電流は、FPD ボードによって、増幅、デジタル化されます。この信号は、通信出力上のデジタル信号またはアナログ出力上の電圧信号になります。

FPD は 50 °C 以上の温度で保管しないで下さい。PMT のオリジナルの製造元の仕様に基づいてください。

直線性

硫黄の発光メカニズムにはいく通りかあります。励起された化学種は二原子であるため、発光の強度は原子の濃度の二乗にほぼ比例します。

リンモードの場合の励起された化学種は単原子であるため、発光の強度と原子の濃度の関係は直線になります。

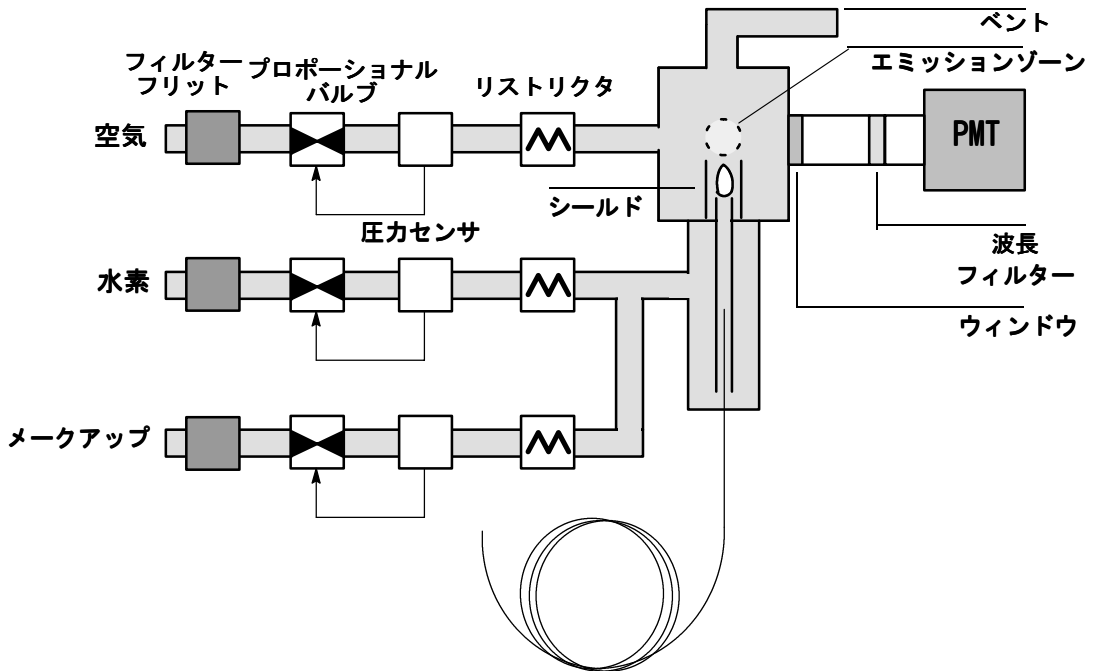


図 94 炎光光度検出器の流路図

クエンチング現象

フレームの中に、硫黄と同時に、炭化水素ピークからの高濃度の二酸化炭素が存在する場合、炭化水素クエンチング現象が発生します。この場合、硫黄によって発生した光の一部が、CO₂ 化学種によって吸収されます。

高濃度のヘテロ原子の場合、セルフクエンチング現象が発生します。いくつかの他の基底状態（非活動）の化学種が発光した光子を再び吸収し、光子が PMT に届かない場合があります。

これらの影響はクロマトグラフィの条件を改善することによって緩和されます。硫黄またはリンと、光を吸収するガスや吸収しないガスを含む混合物をカラムによってうまく分離する必要があります。注意深く、マルチレベルの校正を行うことをお勧めします。

レスポンスを一定に保つためには、検出器とガスを清浄にしておく必要があります。ほとんどの硫黄およびリン混合物は化学的に活性な部分を含むため、注入及びカラムシステムは非常に清潔に保つ必要があります。

PMT 飽和

光の強度が高すぎる場合、光電子増倍管が飽和することがあります。この場合、濃度が増加しても信号の増加がほとんどなく、ピーク部分が平らになります。飽和を防ぐには、サンプルを希釈する必要があります。

光フィルタ

フィルタの端には、透過波長が記されています。それぞれのフィルタには鏡面（こちら側をフレームに向けます）と色のついた面があります。

硫黄フィルタは青紫で、393 nm の波長を透過します。

リンフィルタは黄緑で、525 nm の波長を透過します。

ヒューズドシリカライナ

FPD のトランスファーラインには、不活性のヒューズドシリカインサートライナを使用します。これにより、530 μm ID までのヒューズドシリカカラムがフレームの下まで適切に挿入することができ、化学的に活性な部分によるサンプルテーリングまたはサンプル喪失を最小にします。このライナは、標準のパックドカラムに対しても使用できます。

検出器が動作しない状況

- ・ 温度が 120 °C 以下に設定されている。
- ・ 空気または水素の流量が off または 0.0 に設定されている。
- ・ 点火不良

検出器シャットダウン

流路または点火の障害によって検出器ガスがシャットダウンされた場合は、検出器もシャットダウンされます。この場合は、検出器温度とメイクアップガス流量を除くすべての機能が OFF になります。

互換性に関する要件

シングル波長 FPD をケミステーションで使用する場合、Agilent ケミステーションはバージョン 4.02 以降でなくてはなりません。

デュアル波長 FPD をケミステーションで使用する場合、Agilent ケミステーションはバージョン 5.01 以降でなくてはなりません。

デュアル波長 FPD (USA のみ)

これは、2つの PMT 部分（硫黄フィルタを持つ PMT とリンフィルタを持つ PMT）を持つ単一のバーナモジュールです。これらのそれぞれのエレメントに対する最適のガス流量は全く異なるため、この検出器の性能は必然的に制約を受けます。

検出器はバック位置に装着され、Back Det および AUX 2 ヒータによって加熱されます。AUX 2 設定値には、自動的に、Back Det 設定値が設定されます。

PMT 毎に1つずつ、全体で2つの信号チャンネルと2つのエレクトロメータボードが使用されます。Back Det に検出器のコントロールテーブルがあり、Front Det は特別な”信号専用”モードで動作します。デュアル波長 FPD の通常のテーブルは以下のようになります：

FRONT DET (FPD)	
Output	178 9

BACK DET (FPD)		
Temp	250	250
H2 flow	50 0	50 0
Air flow	60 0	60 0
Mode: Col+makup=const		
Combined flow	15	0
Mkup (N2)	50 0	50 0
Flame	Off	<
Output	119	2

加熱ゾーンが Front Det 位置に割り当てられると、”F det type mismatch”メッセージが表示されます。これを無効にするには、[Config] を押し、Instrument 行にスクロールし、[Enter] を押します。次に、F det 行にスクロールし、[Mode/Type] を押して、Sig only FPD を選択します。

検出器の使用

検出器 温度の考慮

FPD フレームでは、水蒸気が多量に発生します。結露を防ぐために、検出器の設定温度は 120 °C 以上でなければなりません。

しかし、必要以上に温度を高くすると、熱変性しやすい多くのリンおよび硫黄化合物の熱分解が発生する可能性があります。

検出器の温度は、硫黄の感度に大きな影響を与えます。高い沸点の混合物を分析する場合、検出器の温度は、250 °C を超えないかぎり、最終オープン温度より 25 °C 高い温度に設定します。

ヒーターコンフィグレーション

FPD バーナモジュールには 2 つの加熱ブロック（1 つは検出器本体の加熱ブロックで、もう 1 つはトランスファラインの加熱ブロック）があります。

シングル波長 FPD は、フロント位置かバック位置のどちらにも装着することができます。フロント位置の場合、Front Det および AUX 1 ヒーターを使用します。バック位置の場合、Back Det および AUX 2 ヒーターを使用します。この場合、2 番目の検出器（おそらく、もう 1 つの FPD）を未使用位置に装着することができます。

デュアル波長 FPD（硫黄とリンを同時に検出する：USA のみ）は、Back Det および AUX 2 ヒーターを使用するバック位置に装着しなければなりません。この場合、2 番目の検出器は装着できません。

ソフトウェアは自動的に、Det ヒータとして AUX ヒーターを同じ設定値にセットします。2 つの入力値を分けることは出来ません。

点火オフセット

点火オフセットとは、フレーム点火時の FPD 出力とフレーム OFF 時の FPD 出力の間の差の予想値です。これは、点火の成功の確認とフレーム OFF 状態の検出に使用されます。

フレーム ON 時の検出器出力とフレーム OFF 時の検出器出力の差がこの 点火オフセット より大きい場合、フレームが点火していると見なされます。

点火オフセット のデフォルト値は 2.0 pA です。非常に清浄なガスとシステムを使用する場合を除いて、このデフォルト値を使用すれば十分です。次の場合は、この設定値を変更することをお勧めします。

- ・ フレームがまだ点火されているのに検出器が再点火しようとしたため、シャットダウンが発生した場合。
- ・ フレームが消えているのに、検出器が再点火しようとしめない場合。

手順：点火オフセット設定値の変更

1. [Config][Front Det] または [Config][Back Det] を押します。

CONFIGURE	FRONT	DET
Mkup gas type		N2
Lit offset	2.0	<
Electrometer		On

2. Lit offset にスクロールして、値を入力します。デフォルトは 2.0pA です。
0 を入力すると、自動再点火機能は無効になります。
設定範囲は、0 ~ 99.9pA です。

フレイム点火手順

次ページのフレイム点火方法のいずれかを使用すると、FPD は次の手順を自動的に実行します。

1. すべての検出器ガス（空気、水素、メークアップ）を OFF にします。
キャリアガスは ON のままです。
2. 空気流量を 200mL/min に設定します。
3. イグナイタを ON にします。
4. 水素流量を 10 mL/min から 70 mL/min に増やします。
5. 空気流量を空気流量設定値に切り替えます。
6. 水素流量を水素流量設定値に切り替えます。
7. メークアップガスを ON にします。
8. シグナル値と 点火オフセット 値を比較します。値が 点火オフセット より大きい場合、フレイムが ON（点火）とし、小さい場合、フレイムが OFF（点火していない）とします。

この処理が有効に働くには、200 mL/min の流量を可能とするためにニューマティクスモジュールに対して十分な空気圧力が作用していなければなりません。90 psi (620kPa、6.3 kg/cm²) の供給圧力をお勧めします。

点火フレーム マニュアル

フレーム点火手順を開始するには、
[Front Det] または [Back Det] を押します。

FRONT DET (FPD)		
Temp	250	250
H2 flow	50.0	50.0
Air flow	60.0	60.0
Mode: Col+mkup=const		
Combined flow	15.0	
Mkup (N2)	50.0	50.0
Flame		Off <
Output		0.0

Flame にスクロールし、[On] を押します。

自動

フレーム点火時の FPD 出力が、フレーム OFF 時の出力と 点火オフセット 値の和より小さいとき、フレームが OFF の状態と見なされます。FPD は、フレームを再点火するために、フレーム点火手順を実行します。これが失敗すると、再びこの手順を実行します。2 番目の手順も失敗すると、検出器は温度及びメークアップガス流量を除くすべての機能をシャットダウンします。

エレクトロメータ on/off

[Configure Detector] コントロールテーブルには、[Electrometer On/Off] 設定値が含まれています。

On	高電圧およびシグナル処理回路が ON です。エレクトロメータ ON 時に光電子増倍管を外光にさらすと破損します。
Off	高電圧およびシグナル処理回路が OFF です。この場合、光電子増倍管を外光にさらしても問題ありません。

注意

PMT 部分を外す場合は、必ずエレクトロメータを OFF にして、光電子増倍管が破損しないようにしてください。

エレクトロメータデータレート

FPD のアナログ出力では、2 種類の伝送速度（高速レートと標準レート）のいずれかが使用できます。高速レートは、0.004 分の最小ピーク幅に追従できます。標準レートは、0.01 分のピーク幅に追従できます。

手順：高速ピークの仕様

Fast peaks（高速ピーク）機能を使用する場合は、ご使用のインテグレータが、GC から送信される高速データを処理できる速度を持っていないとなりません。15 Hz 以上のバンド幅を持つインテグレータの使用をお勧めします。高速ピークを使用するには、次の手順を実行します。

1. **[Config][Signal 1]** または **[Config][Signal 2]** を押します。



2. **[On]** を押します。

高速ピーク機能は、デジタル出力には適用されません。

FPD 操作

表 69 には、最大感度を得るための FPD フレーム還元炎を生成する適切な流量をあげています。特別な硫黄モードにおいてはこれらの流量設定ではフレームを付けるのは困難でしょう。キャリアまたはメークアップガスとしてヘリウムを使用している場合、点火温度より検出器ガス温度を下げてしまうかもしれません。ヘリウムより窒素の使用をお勧めします。

表 69 推奨温度と流量－FPD

	硫黄の場合の推奨流量 mL/min	リンの場合の推奨流量 mL/min
キャリア（水素、ヘリウム、窒素、アルゴン）		
パックドカラム	10 ~ 60	10 ~ 60
キャピラリカラム	1 ~ 5	1 ~ 5
検出器ガス		
水素	50	150
空気	60	110
キャリア + メークアップ	60	60

供給圧力

点火手順の間、空気の供給圧力は最低 90 psi でなくてはなりません。すべての他のガスに付いては、希望する流量を達成するために必要な供給圧力をかけます。

検出器温度

120 °C未満では、フレームは点火しません。

検出器温度は、オープン最高温度より約 25 °C高い値にしてください。ただし上限値は 250 °Cです。

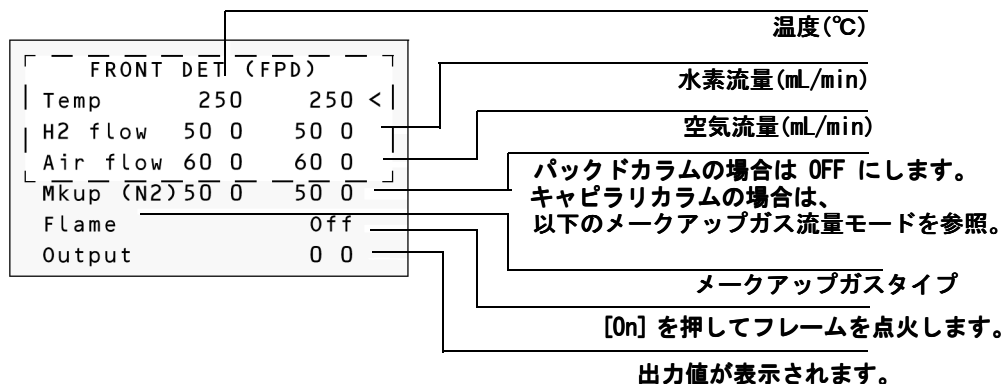
点火オフセット [Config] [Front Det] または [Back Det]

フレーム点火時の検出器出力とフレーム OFF 時の検出器出力の差がこの設定値以下の場合、FPD は再点火を 2 回試みます。それでも出力がこの値まで増加しない場合は、検出器はシャットダウンされます。

推奨設定は 2.0 pA です。0.0 pA または [Off] を設定すると、自動点火機能は無効になります。

フレームが示された硫黄モード流量で点火しなかった場合は、リンモードの値に変更してください。フレーム点火後、硫黄モード値になるよう徐々に流量を変更してください。お使いの検出器のために特別に最適な流量を見つけるにはいくつかの実験が必要です。

[Front Det] または [Back Det] を押します。

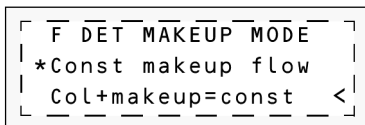


メイクアップガス流量モード :

カラムサイズが指定されている場合、コントロールテーブルには次のいずれかがあります。

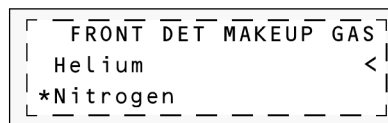
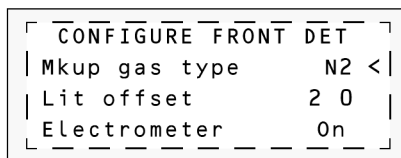
Mode:Const makeup	<	Mode:Col+mkup=const	
Mkup flow	0.0 Off	Combined flow	0.0
		Makeup flow	0.0

メイクアップモードを変更するには、Mode: にスクロールして、[Mode/Type] を押します。
モードの選択を行い、適正な流量値を入力します。



メイクアップガスを表示したい場合、
または点火オフセットを変更したい場合は、
[Config][Front Det] または [Config][Back Det] を押します。

メイクアップガスの種類を変更するには、
[Mode/Type] を押します。



適正なガスを選択します。

メンテナンスを行う場合を除いて、エレクトロメータの ON/OFF を切り替える必要はありません。

図 95. FPD コントロールテーブル

手順： FPD の使用

検出器のすべてのガスが接続され、カラムが取り付けられ、ガス漏れがないことを確認します。さらに、オープン温度、注入口温度、およびカラム流量を確認します。

警告

空気または水素を ON にする前に、カラムが取り付けられているか、もしくは FPD カラム接続部が線で塞がれていることを確認します。空気と水素がオープン内にもれると、爆発する危険があります。

1. [Front Det] または [Back Det] を押して、FPD コントロールテーブルを表示します。
2. 検出器温度を設定します。フレームが点火するためには、検出器温度は 120 °C 以上でなければなりません。
3. 必要に応じて水素流量を変更し、[Off] を押します。
4. 必要に応じて空気流量を変更し、[Off] を押します。
5. パックドカラムを使用する場合は、メイクアップガスを OFF にして、手順 7 に進みます。
6. キャピラリカラムを使用する場合は、次の手順を実行します。
 - a. 設定されているメイクアップガスの種類が、装置に実際に配管されているガスと同じであることを確認します (コントロールテーブルの Mkup 行) 必要に応じて、ガスの種類を変更します。
 - b. キャピラリカラムが定義済みの場合は、必要に応じて新しい流量モードを選択し、メイクアップガス流量または合計流量を設定します。
 - c. 使用するキャピラリカラムが未定義の場合は、メイクアップガス流量を入力します。
7. Flame にスクロールして、[On] を押します。これで空気と水素が ON になり、点火シーケンスが開始されます。点火後、シグナルが通常増加します。典型的なレベルは、硫黄モード時は 4 ~ 40pA に、リンモード時は 10 ~ 70pA に増加します。鏡やクロームメッキレンチなどの光沢のある冷たい表面を通気口の上にかざして、フレームが点火されたことを確認します。フレームが点火されていれば、鏡面が均一にくもります。

チェックアウトの各条件とクロマトグラム

この節では、サンプルクロマトグラムの典型的な例を紹介しています。装置の性能を検証する一般的な指針として、この例を使用して下さい。

各動作条件と一緒に記載されているそれぞれの注入量は、注入される絶対的な量を必ずしも示しているわけではありません。記載されている量の値は、単に標準の 10 μ L シリンジから読み取られた目盛りの値（プランジャの位置）にすぎません。加熱された注入口を使用する場合は、シリンジニードル内部から揮発するサンプルの容積分である 0.4 ~ 0.7 μ L も、実際のサンプル注入量に余分に含まれます。専用で（非加熱の）オンカラム注入口を使用すると、シリンジのプランジャ位置に、正しい注入量がより精確に反映されます。

また、以下の操作手順とそれぞれの結果は、注入口または検出器システム（あるいはその両方）が適切な機能を果たしている証拠を提供するためのものであることを忘れないでください。つまり、以下の各操作手順と結果が、所定のシステムの規格限界を試験するために適正なものではあるとは必ずしも限りません。

FPD チェックアウトの各条件 カラムとサンプル

タイプ	HP-5 30m × 0.32mm × 0.25 μ m	PN 19091J-413
サンプル	FPD チェックアウト	19305-60580
注入量	1 μ L	

注入口

温度	250 °C、ページ / パックドまたは スプリット / スプリットレス オーブントラック、クールオンカラム 80 °C、PTV（以下参照）
注入口圧力	25psi（EPC 注入口は Constant Pressure、ヘリウム）

スプリット / スプリットレス

モード	スプリットレス
ページ流量	60 mL/min
ページ時間	0.75 分

注入口、続き**PTV**

モード	スプリットレス
注入口温度	80 °C
初期時間	0.1 分
レート 1	720 °C /min
最終温度 1	350 °C
最終時間 1	2 分
レート 2	100 °C /min
最終温度 2	250 °C
最終時間 2	0 分
注入口圧力	25 psi (EPV 注入口定圧)
パージ時間	0.75 分
パージ流量	60 mL/min

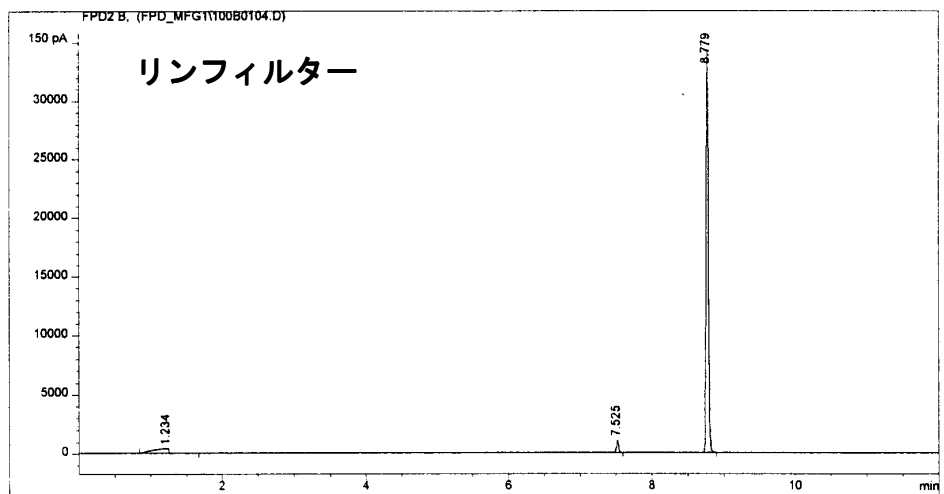
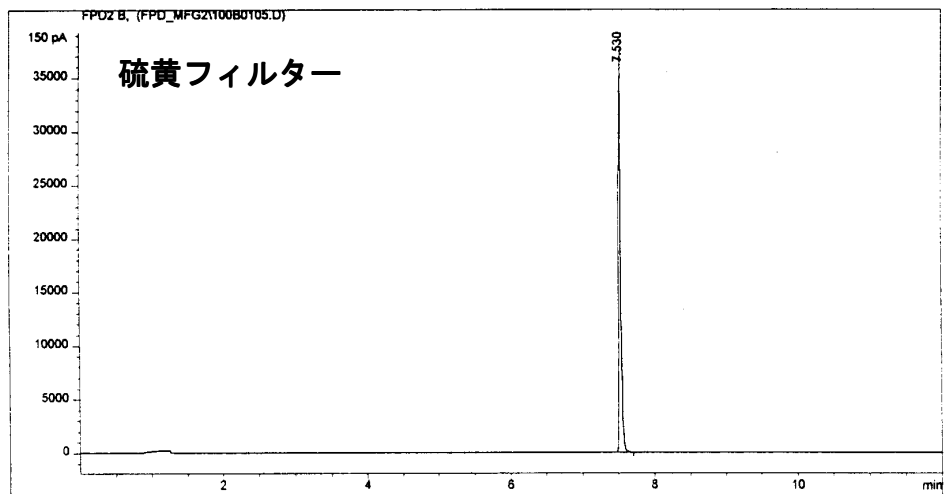
検出器

温度	200 °C
水素流量	75 ± 2mL/min
空気流量	100 ± 2mL/min
メイクアップ流量	60 ± 2mL/min, 窒素
オフセット、 流量 OFF (0-fa)	40 表示カウント未満であること
オフセット、 フレイム ON (0+fb)	[(0-fa) + 85 表示カウント] 未満であること

オープン

初期温度	60 °C
初期時間	0 分
レート 1	25 °C /min
最終温度	110 °C
最終時間	0 分
レート 2	10 °C /min
最終温度 2	170 °C
最終時間 1	3 分

FPD チェックアウトの典型的なクロマトグラム



リテンションタイムは異なりますが、各ピークが、この図のピーク形状に類似していれば問題はありません。

検出器のメンテナンス

注意 FPD を 50 °C 以上の温度で保管しないで下さい。PMT が損傷を受けるおそれがあります。

フレイム点火におけるトラブル

FPD フレイムが点火しないか、一度点火してもすぐに消えてしまう場合、以下をチェックして下さい。

1. 問題があることを確認します。フレイム点火の最善の確認方法は、鏡または光沢のある表面を排気管（ゴム製のドリップ管を取り除いて）の近くに置いて、そのくもり（フレイムが点火している場合、発生する）を観察することです。
2. Lit offset 値を確認します。それが 0 の場合、自動点火は OFF になります。その値が多すぎる場合、ソフトウェアはフレイムの点火を認識しないで、検出器をシャットダウンします。
3. ニューマティクスモジュールへの空気供給元圧を増加します。これは、フレイムの点火を容易にしますが空気流量設定値には影響しません。
4. フレイムが全く点火しない場合、グロープラグ回路が正常かどうか確認します。これは、フレイム点火時、ディスプレイ上のカウントが瞬間的に 65500 以上になるかどうか調べることによって簡単に確認できます。フレイム点火時、ディスプレイが変わらない場合、プリント回路ボードのピン接続とグロープラグのリード接続を確認し、さらに GC メインボードに適切な 5A ヒューズが取り付けられていることを確認します。グロープラグに問題がある場合、それを部品番号 0854-0141 と取り替えます。
5. フレイムの点火は、検出器の温度を上げると容易になります。
6. いくつかの操作条件の下では、ゴム製のドリップ管を取り除くと、フレイムの点火が容易になります。この場合、フレイム点火後、ドリップ管を再び取り付けます。
7. 上記のことを行ってもフレイムが点火しない場合、システムに大量のガス漏れが存在する可能性があります。この場合、測定流量と実際の流量

との間に大きな差が生じ、その結果、望ましくない点火条件が発生します。システム全体についてガス漏れがないか重文に確認してください。

8. 分析に影響を及ぼさない場合は、キャリアおよびメイクアップガスとしてヘリウム代わりに窒素を使用することをお勧めします。
9. 点火するまで水素と空気の流量を増やし、点火後、[表 69](#) の値まで減らして下さい。

波長フィルタの交換

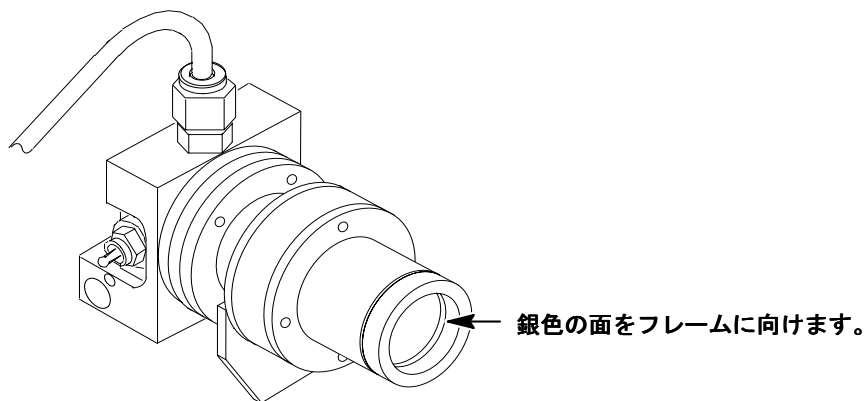
硫黄モードまたはリンモードの選択に従って、正しい光学フィルタを取り付けてください。硫黄モードの場合、393 ナノメータフィルタ（部品番号 19256-80000）を使用し、リンモードの場合、525 ナノメータフィルタ（部品番号 19256-80010）を使用します。

フィルタを交換するには、以下の手順に従います。

警告

オーブドアの左側にある主電源スイッチを OFF にします。電源が ON のまま、光電子増倍管が部屋光にさらされると、光電子増倍管は破損します。

1. 光電子増倍管の保持スプリングを外します。
2. 光電子増倍管を検出器本体から外します。この場合、光電子増倍管部分をねじると上手く外れます。
3. 現在のフィルタを取り外します。このとき、ティッシュで付いた指紋を拭き取ってください。
4. 上図に示す奥の方に、新しいフィルタを取り付けます。



5. PMT 部分を可能な限り奥の方に押し込みます。
6. 本体まわりの保持スプリングを取り付けます。
7. 電源を入れます。

ガス漏れのテスト

すべての供給ガスを OFF にします。検出器排気管を 1/4 インチ Swagelok プラグ (部品番号 0100-0196) とグラフィイト (40%) Vespel フェラル (部品番号 0100-1061) でふさぎます。

注意

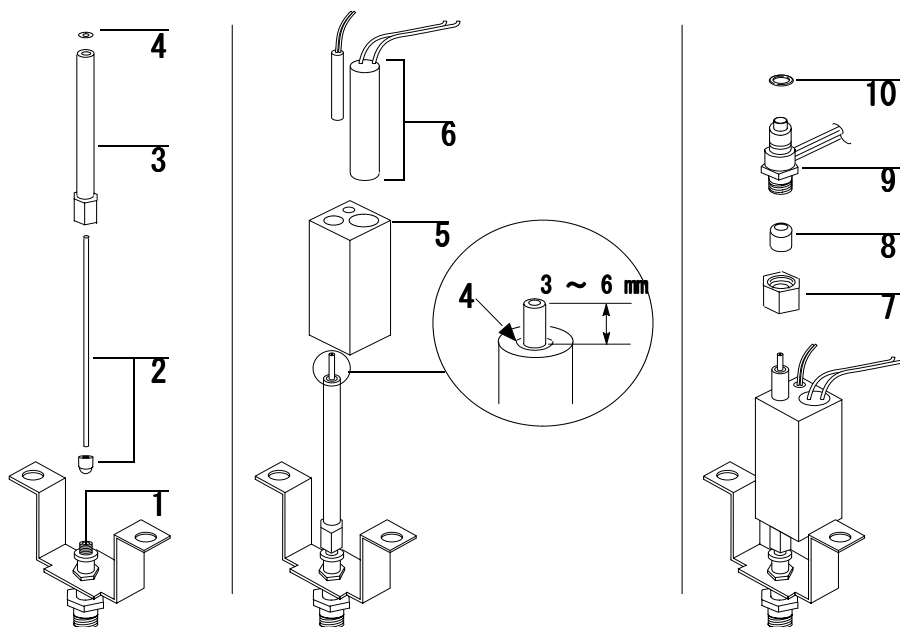
システムの流量を圧力をかけてテストするとき、その圧力は 210 kPa (30 psig) を超えてはいけません。高い圧力をかけると、検出器のブロック窓やシールが破損する場合があります。

数秒間、ガスのどれか1つを ON にした後、それを OFF にします。このとき、示される流量 (すなわち圧力) は一定であるか、ゆっくり下降する必要があります。そうでない場合にはシステムにガス漏れが存在します。ガス漏れ位置の確認を行い、ガス漏れがなくなったことを確認するために流量を調べます。

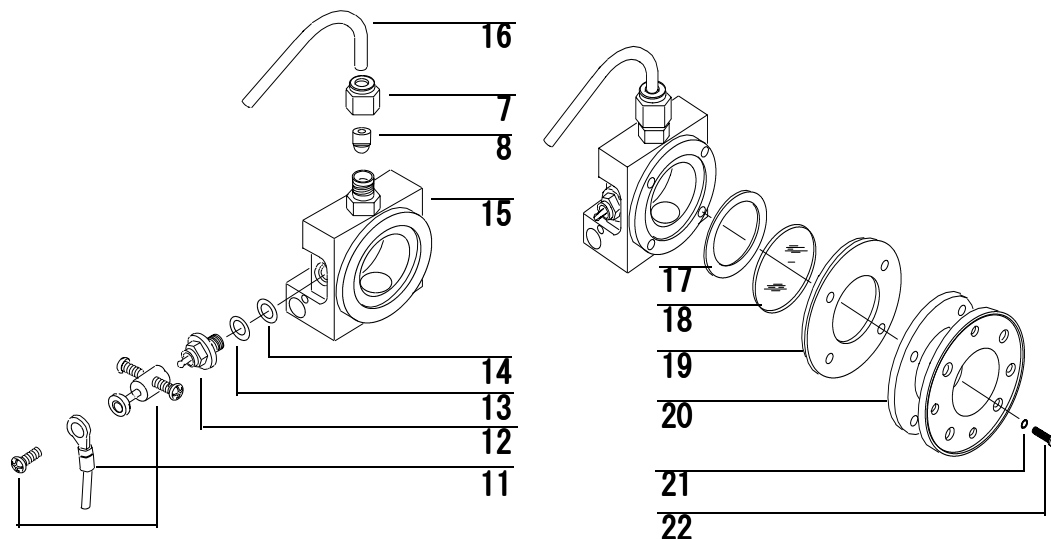
ガス漏れ位置としては、可能性が高い順番に以下のものがあります。

1. セプタム
2. カラム接続部
3. SWAGELOK 型供給配管接続部
4. 検出器ブロック O-リングまたは Vespel シール
5. 他のシステム配管

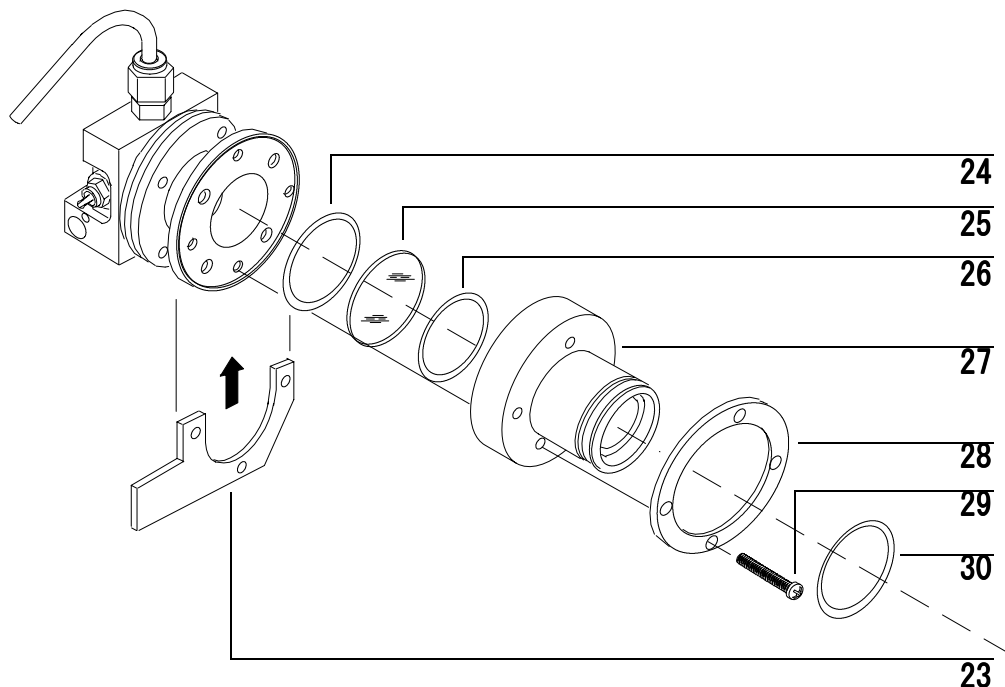
部品の識別



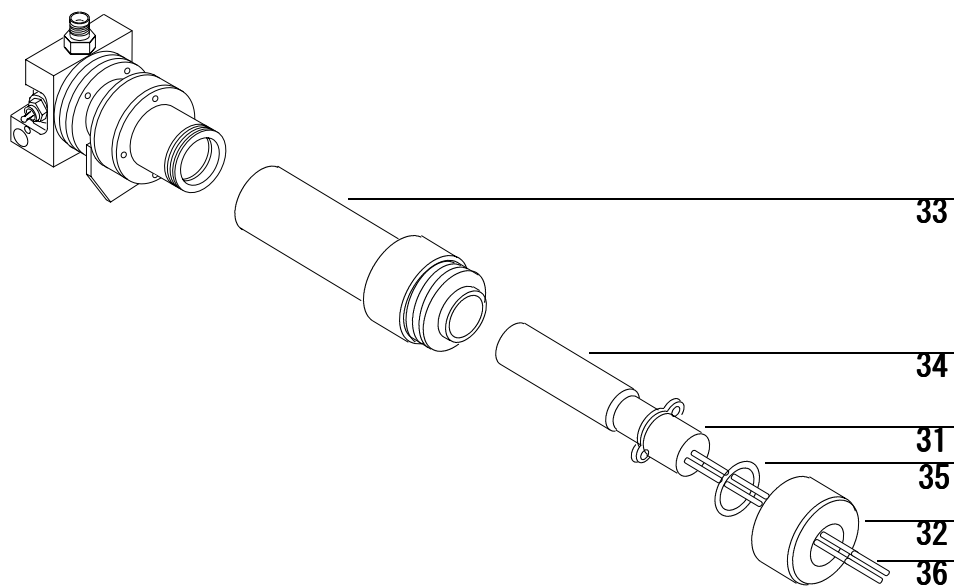
項目	説明	部品番号
1	ベースアセンブリウェルドメント	
2	ギガボアライナ / フェラルアセンブリ	19256-60590
3	トランスファチューブ	19256-80550
4	O-リング、Kalrez、トランスファチューブ	0905-1101
5	下部ヒーターブロック	
6	ヒーター / センサーアセンブリ	
7	真ちゅう製ナット、1/4 インチ	0100-0056
8	Vespel フェラル、1/4 インチ ID	5080-8774
9	ジェットカートリッジ	G1535-80500
10	O-リング、Kalrez、ジェットカートリッジ	0905-1103



項目	説明	部品番号
7	真ちゆう製ナット、1/4 インチ	0100-0056
8	VespeI フェラル、1/4 インチ ID	5080-8774
11	イグナイタケーブルアセンブリ	G1535-60600
12	グロープラグ	0854-0141
13	スペーサ、イグナイタ	19256-20590
14	O-リング、Kalrez、イグナイタ	0905-1102
15	ウェルドメント、ブロック	
16	チューブアセンブリ、アルミニウム チューブアセンブリ、ステンレス	19256-20700 19256-20705
17	ガスケット、ヘッドシールド	19256-80040
18	ウィンドウ、ファーストヘッドシールド	19256-80030
19	ディスク、ヘッドシールド	19256-20580
20	カップリング、ステンレス	19256-20550
21	ロックワッシャ (4つ必要)	2190-0108
22	ねじ、M3 x 12 (4つ必要)	0515-0911



項目	説明	部品番号
23	クランプ	19256-00090
24	O-リング、シリコン、0.926 インチ ID (オレンジ色)	0905-0955
25	ウィンドウ、セカンドヒートシールド	19256-80060
26	O-リング、シリコン、1.05 インチ ID (オレンジ色)	0905-1104
27	フランジアダプタ	
28	フランジリング	19256-00200
29	ねじ、M3 x 25 (4つ必要)	0515-0065
30	O-リング、Viton、1.239 インチ ID (茶)	0905-1100
	フィルタ (図では見えません)	
	硫黄モード	19256-80000
	リンモード	19256-80010



項目	説明	部品番号
31	チューブソケット	19256-20670
32	エンドキャップ	19256-20710
33	PMT チューブ本体	19256-20650
34	交換用光電子増倍管チューブ	
	PM チューブのみ	G1535-80050
	PM チューブと本体	19256-60510
35	PM チューブの O-リング	0905-1099
36	レジスタネットワークケーブルアセンブリ	19256-60580

ウィンドウ、フィルタ、シールのクリーニング / 交換

カラムからのブリードにより、検出器モジュールに最も近い最初のクォーツウインドウ（ヒートシールド）が汚れる場合があります。さらに、ほこり、指紋、汚れた空気によって、両方のクォーツウインドウ、フィルタ、光電子増倍管のウィンドウが汚れる場合があります。フレームと PMT との間の光の進行にそった部分に汚れがあると、検出器の感度が低下します。

1. エレクトロメータを OFF にします。
2. 検出器への水素、空気、および補助ガスの供給を OFF にしてから、検出器を OFF にします。ヒーターを OFF にします。検出器が冷えるまで待ちます。
3. 光電子増倍管のまわりのスプリングを取り外します。

注意

チューブの破損を避けるために、常に、エレクトロメータを OFF にしてから、PMT 部分を取り外してください。

注意

チューブからの光の損傷を防ぐために出来る限り PMT 本体の先端を覆ったままにしてください。

4. 検出器から PMT 部分を引き抜いた後、フィルタを取り外します。清潔なティッシュでフィルタの画面を拭いてください。PMT ケースの内側にある PMT ウィンドウをきれいにします。表面を傷つけたり、乾いたとき薄い膜が残るような洗浄液を使用してはいけません。
5. フィルタを点検します。光の進行にそった部分に欧損、傷、割れ目があると光が分散し、検出器の感度が低下します。必要に応じて、フィルタを交換します。

PMT ウィンドウに破損がないか点検します。必要に応じて、PMT を交換します。

- a. 4つのネジを外して、PMT アダプタフランジを取り外します。このとき、クォーツウインドウが露出し、外れてしまう場合があるため注意が必要です。清潔なティッシュでウィンドウを拭きます。
- b. 別の4つのネジを外して、ステンレス製カップリングを取り外します。カップリングを取り外す場合、残りのクォーツウインドウが抜け

落ちないように注意が必要です。清潔なティッシュでウィンドウを拭きます。

注意

フレームに最も近い方のウィンドウは、検出器が冷えている場合、くっついて離れないことがあります。検出器を暖めると取り外しが容易になりますが、焦がさないように注意してください。

6. 部品を分解するとき、使用されているシールの位置と種類を確認しておきます。再組み立て時、シールは新しいものと取り替える必要があります。
7. ウィンドウをすべて点検します。光の進行にそった部分に破損、傷、割れ目またはくもりがあると光が分散し、検出器の感度が低下します。必要に応じて、ウィンドウを交換します。
8. 分解と逆の順番で部品を組み立てます。このとき、すべてのシールについて種類が適切で正しい位置にセットされていることを確認します。ネジを一定の強さで固く締め、シールによるガスおよび光の密閉を確保します。フィルタに鏡面がある場合、それをフレームの方へ向けます (フィルタの端の矢印” > ” を PMT 側に向けます)。

ジェットのクリーニング / 交換

検出器の性能（感度、ノイズ、選択性）に問題がある場合、FPD ジェットに付着物がないか点検し、必要に応じて、クリーニングまたは交換を行います。ジェットを正しく保守するには、装置から検出器モジュールを取り外して、以下の手順を実行します。

1. ガスクロマトグラフの電源スイッチを OFF にして、主電源コードを外し、検出器カバーを取り除きます。検出器カバーを取り除きます。
2. 加熱ブロックが安全な温度まで冷えるのを待ってください。

注意

PMT の破損を避けるために、常に、エレクトロメータまたは主電源を OFF にしてから、PMT 部分を取り外してください。

注意

チューブからの光の損傷を防ぐために出来る限り PMT 本体の先端を覆ったままにしてください。

3. 検出器モジュールから光電子増倍管チューブアセンブリを取り外した後、フィルタを取り外します。この二つを安全な場所に置いておきます。
4. 排気管を取り外します。

5. シートメタルカバーを取り外します。シングル波長検出器の場合、上部と下部が2つのネジで固定され、デュアル波長検出器の場合、上部だけが2つのネジで固定されています。U クランプを固定しているネジを緩めます。さらにジェットの下部のトランスファータップ接続を緩め、ヒューズドシリカライナが破損しないようにトランスファラインチューブからバーナモジュールを注意深く持ち上げます。

配管、点火装置リード、ヒーター / センサを取り外す必要はありません。これらは全て接続されたままにして、トランスファラインチューブの1/4 インチタップ接合部から検出器ブロックを取り外し、ゆっくり持ち上げて、ジェットが見えるまで回転します。

6. ジェットを取り外して、点検します。ジェットは少しまわすと動かしやすくなります。また、ジェットは、FPD ブロックが暖かいうちの方が取り外すことが簡単です。針金やブラシを使用して、付着物を取り除きます。

7. ここで、グロープラグの点検 / クリーニング ([648 ページの「フレーム点火におけるトラブル」参照](#)) と、クォーツウィンドウの点検 / クリーニング ([「ウィンドウ、フィルタ、シールのクリーニング / 交換」参照](#)) を行うと良いでしょう。
8. 圧縮空気または窒素を使用して、ジェットや検出器モジュール本体から遊離した粒子を取り除きます。
9. ジェット口径部分に付着物がある場合、適当な針金でそれを取り除きます。ジェットが破損した場合、それを交換する必要があります。特に非常に高い感度が必要な場合は、そのクリーニングを行うよりも交換する必要があります。
10. ジェットを再びバーナ室に取り付ける場合には、新しい Kalrez O-リングを使用する必要があります。古い O-リングを再び使用しないで下さい。

注意

検出器を再び取り付けるとき、ヒューズドシリカライナを無理に押し込まないように注意して下さい。

11. 検出器モジュールのすべての部品を再び組み立て、モジュールを装置に取り付けます。トランスファチューブへ検出器モジュールを密閉するために、新しいベスペルフェラルを使用する必要があります。
12. PMT を検出器モジュールに再び取り付け、装置のガスを供給し、電源を入れます。

トランスファラインヒューズドシリカライナの交換

ときどき、カラムと FPD モジュールの間にあるトランスファラインヒューズドシリカの点検、クリーニング、交換を行う必要があります。

1. ガスクロマトグラフの電源スイッチを OFF にして、主電源コードを外し、検出器カバーを取り除きます。
2. 加熱ブロックが安全な温度まで冷えるのを待ってください。
3. オープン内部の FPD カラムを取り外します。

注意

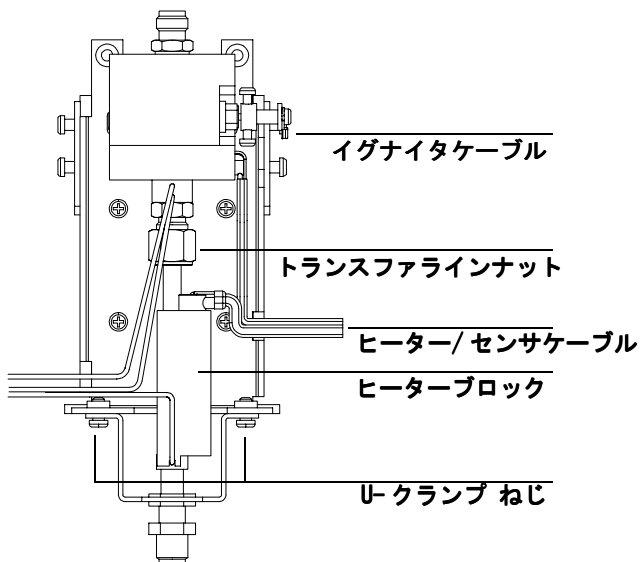
PMT の破損を避けるために、常に、エレクトロメータまたは主電源を OFF にしてから、PMT 部分を取り外して下さい。

注意

チューブからの光の損傷を防ぐために出来る限り PMT 本体の先端を覆ったままにしてください。

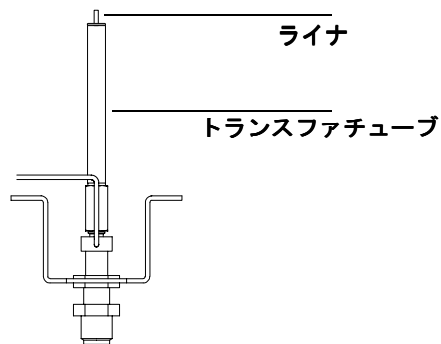
4. 検出器から PMT (複数の PMT) を引き出した後、フィルタ (複数のフィルタ) を取り外し、両方を安全な場所に置きます。

5. 検出器の側面に接続されているイグナイタケーブルをプリント回路ボードまでたどって、取り外します。



6. 排気管とシートメタルカバー（シングル波長検出器の場合、上部と下部が2つのネジで固定され、デュアル波長検出器の場合、上部だけが2つのネジで固定されています）を取り外します。
7. 検出器をオーブンの上部に固定している4つのネジ（それぞれの隅に1つずつ）を外し、GC から検出器を取り外します。
8. トランスファラインナットを緩めます。U クランプを検出器フレームに固定している2つのネジを外し、検出器下部から U クランプ及び付属部品を取り外します。

9. トランスファラインナットとそのフェラル、ヒータ / センサケーブル、加熱ブロックを取り外します。



10. スパナを使用して、検出器ベースとトランスファラインのネジを外します。トランスファチューブ（ヒューズドシリカライナを含む）を装置に対して垂直方向に持ち上げて、取り外します。ヒューズドシリカライナおよび 1/16 インチベスペルフェラルをトランスファチューブの下部から引っ張って取り外し、その点検を行います。
11. 必要に応じて、新しいヒューズドシリカライナとベスペルフェラルを取り付けます。トランスファチューブの上部で、ヒューズドシリカライナを Kalrez O-リングに通す場合、O-リングが破損しないように注意してください。
12. 検出器ベースへヒューズドシリカライナ、フェラル、トランスファチューブを注意深く取り付けます。ヒューズドシリカライナは、トランスファチューブ接合部の上部から 6 ~ 7mm (1/4 インチ) はみ出すようにする必要があります。スパナを使って、トランスファチューブをしっかりと固定します（指で締めた後、1/2 回転まわします）。
13. 加熱ブロック、ヒーター / センサケーブル、ナット、およびフェラルを取り付けます。加熱ブロックの下部のノッチは検出器接合部からの管と接合します。
14. U クランプのネジを締めた後、トランスファラインチューブのナットを締めます。
15. 装置の上部に検出器を置き、その向きを正しく調整して、4つのネジで検出器を固定します。次に、トップカバーと排気管を取り付けます。

16. イグナイタケーブルをプリント回路ボードに取り付けます。
17. PMT (複数の PMT) を取り付けます。
18. 通常の実作条件を設定します。

交換光電子増倍管チューブ

PMT が故障した場合（高電圧が ON でフレームが点火したときに、低シグナルが発生しないか、シグナルが発生せず、かつ、この原因がケーブル不良、光の漏れ、高濃度、シグナルボードの不良などでない場合です）、それを交換する必要があります。

1. ガスクロマトグラフの電源スイッチを OFF にして、主電源コードを外します。

注意

PMT の破損を避けるために、常に、エレクトロメータまたは主電源を OFF にしてから、PMT 部分を取り外して下さい。

2. サポートのクリップから、PMT へつながったケーブルを取り外します。ケーブルタイを使用してケーブルを数インチ、エンドキャップの方向に引き出します。エンドキャップと PMT を結合するネジを外して、キャップを PMT からずらします。
3. レジスタネットワークケーブル、光電子増倍管およびソケットを光電子管が 1 インチ露出するくらいまで、ケースからずらします。

注意

チューブからの光の損傷を防ぐために出来る限り PMT 本体の先端を覆ったままにしてください。

4. ソケットを PMT から引き離し、PMT を取り外して新しいものと交換します。
5. 新しい光電子管にソケットを取り付ける場合は、必ず、光電子管側のピンがかけている部分をソケット接触部のギャップ部分に対応させてください。
6. 逆の順番で組み立てます。検出器モジュールに面した PMT ウィンドウの油、指紋、ほこりなどを取り除いてください。さらに、PMT/レジスタブリッジネットワーク内の正しい位置に O-リングがセットされていることを確認してください。これは光の密閉のために必ず必要です。O-リングがなくなったか、破損した場合、新しいものと交換します。
7. エンドキャップと PMT を結合するネジを緩めます。ケーブルタイを引っ張って、PMT の端のたるみを除きます。ケーブルを PMT ケースサポートの横にあるクリップにはめます。

27 基本操作

サンプル

GC でのサンプル分析の準備

サンプルの分析—マニュアル注入

サンプルの分析— GC ALS またはバルブ注
入

メソッド

メソッドの作成

カラム流量または圧力の設定

シーケンス

シーケンスの作成

シーケンスの開始 / 終了 / 停止

メンテナンス

カラムの変更

性能のチェック

サンプル

GC でのサンプル分析の準備

1. ガスの供給と供給元圧力をチェックします。
 2. 電源の供給をチェックします。電源が落ちている場合は再投入します。
 3. GC、コンピュータ、通信システムの電源をオンにします。
 4. 取り付けられているカラムの ID をチェックします。
 5. 必要に応じ、カラムを変更します。詳細については、[「カラムの変更」](#)を参照してください。
 6. 分析するサンプルが使用できるかどうかをチェックします。
 7. 必要なシーケンスとメソッドを確認します。
-

サンプルの分析—マニュアル注入

1. **GC の準備をします。** 詳細については、[「GC でのサンプル分析の準備」](#)を参照してください。
2. 注入するサンプルを準備します。
3. **必要なメソッドをロードします。** [Load] [Method] を押して必要なメソッド番号を入力し、[Enter] を押します。詳細については、[「手順：保存したメソッドの読み込み」](#)を参照してください。
4. **Ready プロンプト**が表示されるのを待ちます。
5. シリンジをロードします。
6. **同時に**サンプルを注入し、[Start] を押します。
表示灯が点灯し、分析が完了するまで点灯状態を保ちます。

サンプルの分析－ GC ALS またはバルブ注入

1. **GCの準備をします。** 詳細については、[「GCでのサンプル分析の準備」](#)を参照してください。
2. 注入するサンプルを準備します。
3. ALSトレイに、またはGC ALSの場合はタレットに、**サンプルバイアルをロードします。** 各サンプルバイアルのタレットまたはトレイ位置を記録しておきます。
 - ・ 注入設定値を編集する場合は、[「手順：インジェクタ設定値の編集」](#)を参照してください。
 - ・ インジェクタの設定を行う場合は、[「インジェクタのコンフィグレーション」](#)を参照してください。
 - ・ サンプルトレイ設定値を編集する場合は、[「手順：サンプルトレイ設定値の編集」](#)を参照してください。
 - ・ バーコードリーダーの設定を行う場合は、[「手順：バーコードリーダーのコンフィグレーション」](#)を参照してください。
4. **必要なメソッドをロードします。** [Load] [Sequence] を押します。シーケンス番号を入力し、[Enter] を押します。
 - ・ シーケンスを作成する場合は、[「シーケンスの作成」](#)を参照してください。
 - ・ サンプラサブシーケンスの作成については、[「手順：サンプラサブシーケンスの作成」](#)を参照してください。
 - ・ バルブサブシーケンスの作成については、[「手順：バルブサブシーケンスの作成」](#)を参照してください。
 - ・ シーケンスを修正する場合は、[「手順：保存したシーケンスの修正」](#)を参照してください。
5. **シーケンスを開始します。** [Seq control] を押します。Start sequence にスクロールします。[Enter] を押します。

表示灯が点灯し、シーケンスが完了するまで点灯状態を保ちます。

メソッド

メソッドの作成

詳細については、[「分析メソッド」](#)を参照してください。

1. **オープンパラメータを設定します。** [Oven] を押し、スクロールダウンします。
 - ・ 定温分析を作成する場合は、[「手順：定温分析のセットアップ」](#)を参照してください。
 - ・ シングルランププログラムを作成する場合は、[「手順：一段昇温プログラムの設定」](#)を参照してください。
 - ・ 最大 6 ランプのオープンプログラムを作成する場合は、[「手順：多段昇温プログラムの設定」](#)を参照してください。
2. **カラムパラメータを設定します。** [Col 1] または [Col 2] と、[Enter] を押しします。
 - a. カラムの長さ（キャピラリカラム）を設定します。詳細については、[「手順：キャピラリカラムのコンフィグレーション」](#)を参照してください。
 - b. カラムモードが選択できる場合は選択します。詳細については、[「手順：カラムモードの選択」](#)を参照してください。
 - c. カラムヘッド圧力またはカラム流量を設定します。詳細については、[「手順：キャピラリカラムのコンフィグレーション」](#)、[「手順：カラムモードの選択」](#)または[「手順：初期流量、初期圧力、または平均線速度の設定」](#)を参照してください。
3. **注入口パラメータを設定します。** [Front Inlet] または [Back Inlet] を押しします。
 - ・ 注入口モードが選択できる場合は選択します。
 - ・ パラメータを入力します。たとえば、温度、圧力、スプリット比、スプリット流量、合計流量などを設定します。詳細については、[「スプリット / スプリットレス注入口の使用」](#)、[「パックドカラム注入口の使用」](#)、[「クールオンカラム注入口の使用」](#)、[「PTV について」](#)、または[「ボラタイルインレットの使用」](#)を参照してください。
4. **検出器パラメータを設定します。** [Front Det] または [Back Det] を押しします。
 - ・ パラメータを入力します。たとえば、温度、水素流量、空気流量、メイクアップガス流量などを設定します。詳細については、[「FID コントロールテー](#)

[ブルー EPC \(エレクトロニックニューマティクスコントロール\)](#)、[「TCD の操作」](#)、[「NPD の操作」](#)、[「手順：マニュアル仕様の ECD の操作」](#)、または [「検出器の使用」](#) を参照してください。

5. これらのパラメータをメソッドとして保存します。[Store] [Method] を押します。メソッド番号 (1 ~ 9) を入力し、[Enter] を押します。

カラム流量または圧力の設定

1. カラムコントロールテーブルに新しい値を設定します。詳細については、[「手順：初期流量、初期圧力、または平均線速度の設定」](#) を参照してください。
2. 変更した内容を保存するには、[Store] [Method] を押します。メソッド番号 (1 ~ 9) を入力し、[Enter] を押します。

シーケンス

シーケンスの作成

シーケンスを作成するには

1. [Seq] を押し、シーケンスコントロールテーブルを開きます。

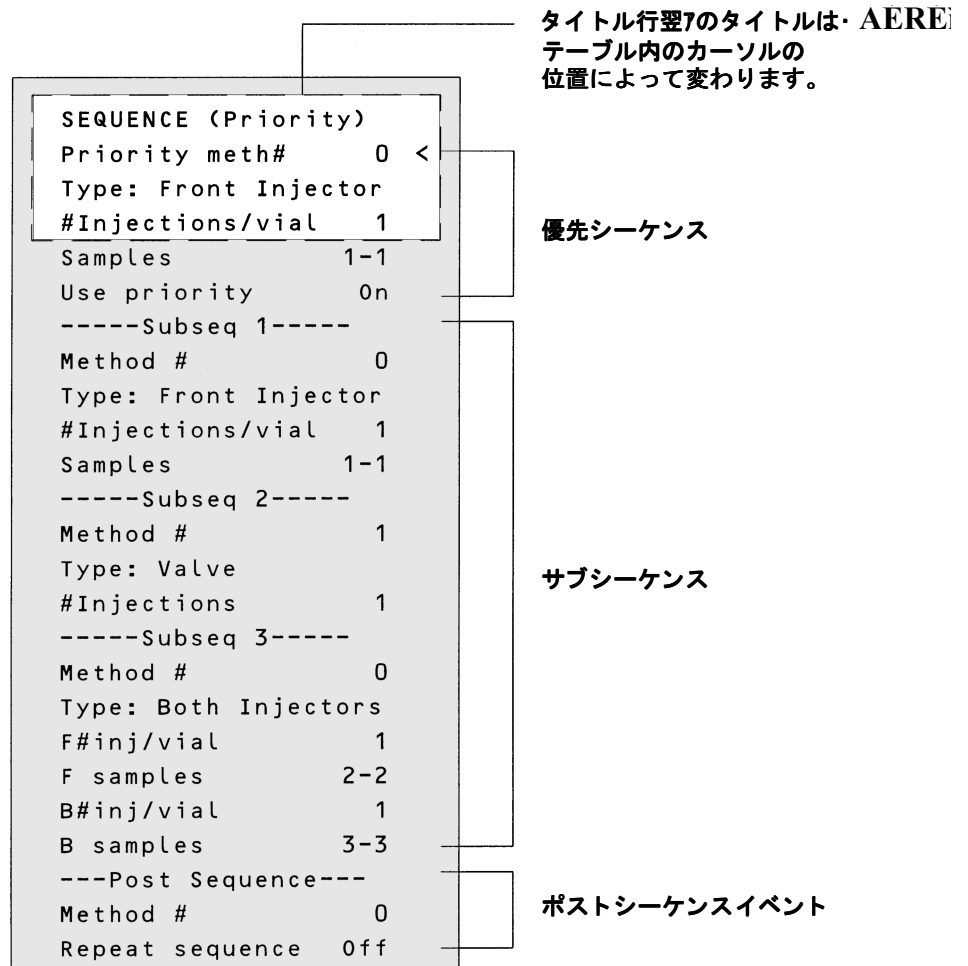


図 96. シーケンステーブルの例

2. SEQUENCE (Priority) にスクロールします。緊急のサンプル分析のために実行中のシーケンスを中断する場合に限って、優先シーケンスを使用します (On に設定)。そうでない場合は Off に設定します。詳細については、[「割り込みシーケンス」](#)を参照してください。
3. Subseq 1 にスクロールします。[Mode/Type] キーを使用してシーケンスの種類 (サンプラまたはバルブ) を設定します。分析するサンプル、その格納先、使用するメソッドを指定します。
 - ・ サンプラサブシーケンスの作成についての詳細は、[「手順： サンプラサブシーケンスの作成」](#)を参照してください。
 - ・ バルブサブシーケンスの作成についての詳細は、[「手順： バルブサブシーケンスの作成」](#)を参照してください。
 - ・ シーケンスについての一般的な情報は、[「分析シーケンス」](#)を参照してください。
4. **必要なサブシーケンスがあれば作成します。**
 - ・ 所定のメソッドを使用して分析を行うバルブまたは液体オートサンプラのサンプルセット用のサブシーケンスを、セットごとに作成します。
 - ・ 別のメソッドを必要とするサンプルセット用のサブシーケンスを、セットごとに作成します。
 - ・ 最大 5 つのサブシーケンスを作成することができます。
5. **必要なポストシーケンスイベントを設定します。** SEQUENCE (Post Seq) にスクロールします。
 - ・ ポストシーケンスメソッド番号を入力します。メソッドをロードしない場合は 0 を入力します。
 - ・ このシーケンスを無限に繰り返す場合は、Repeat Sequence を On にします。
 - ・ 詳細については、[「ポストシーケンス」](#)または [「手順： ポスト・シーケンス・イベントの設定」](#)を参照してください。
6. **完成したシーケンスを保存します。** 詳細については、[「手順： シーケンスの保存」](#)を参照してください。
また、[「分析シーケンス」](#)も参照してください。

シーケンスの開始 / 終了 / 停止

シーケンスの制御を行うには、[Seq Control] を押し、[「シーケンスコントロール」](#) テーブルを使用します。

処置	参照先
シーケンスを開始する	「手順：シーケンスの開始／実行」
現在の実行後にシーケンスを終了する	「手順：シーケンスの終了」
シーケンスを一時停止する	「手順：シーケンスの停止／再開」
先に優先サンプルを実行し、その後でシーケンスを続行する	「割り込みシーケンス」
シーケンスの実行をただちに終了する	現在の分析とシーケンスの実行をただちに終了するには、[Stop] キーを押します。詳細については、 「シーケンスの強制中断」 を参照してください。

メンテナンス

カラムの変更

カラムを変更するには

1. **フィッティングとアダプタを正しく選択します。**
 - ・ キャピラリカラムの場合は、[「キャピラリカラム接続用のフェラル」](#)を参照してください。
 - ・ パックドメタルカラムの場合は、[「フィッティング」](#)および[「概要：ガラスパックドカラムの取り付け」](#)を参照してください。
 - ・ パックドガラスカラムの場合は、[「ガラスパックドカラム用のフェラルとOリング」](#)を参照してください。
2. **カラムを準備します。**
 - ・ キャピラリカラムを使用する場合は、[「手順：キャピラリカラムの準備」](#)を参照してください。
 - ・ パックドメタルカラムを使用する場合は、[「ステンレスカラムの準備」](#)を参照してください。
3. **オープン、注入口、および検出器の温度を<40°Cに下げます。**
4. **ライナをチェックします。**正しいライナ（または注入口ハードウェア）が取り付けられていることを確認します。ライナの選択と取り付けについては、[「ライナ」](#)を参照してください。

注入口	参照先
スプリット / スプリットレス	「ライナ」
パージパックド	「ライナとインサート」
クールオンカラム	「ハードウェア」
プログラマブル加熱気化	「注入口アダプタ」

5. カラムを取り付けます。

カラムの種類	注入口または検出器	参照先
キャピラリ	スプリット / スプリットレス注入口	「手順：スプリット / スプリットレス注入口へのキャピラリカラムの取り付け」
	クールオンカラム注入口	「手順：クールオンカラム注入口へのキャピラリカラムの取り付け」
	パージパックド注入口	「手順：パージパックド注入口へのキャピラリカラムの取り付け」
	プログラマブル加熱気化注入口およびボラタイルインレット	「手順：PTV 注入口およびボラタイルインレットへのキャピラリカラムの取り付け」
	FID NPD	「手順：NPD または FID 検出器にキャピラリカラムを取り付ける」
	TCD	「手順：TCD 検出器にカラムを取り付ける」
	μ -ECD	「手順：μ-ECD 検出器へのキャピラリカラムの取り付け」
FPD	「手順：FPD 検出器にキャピラリカラムを取り付ける」	
パックドメタル	すべて	「手順：検出器接続部へのアダプタの取り付け」 および 「手順：ステンレスカラムの取り付け」
パックドガラス	すべて	「手順：ガラスパックドカラムの取り付け」

6. 必要に応じ、カラムを調整します。詳細については、[「手順：ガラスパックドカラムの取り付け」](#)を参照してください。
7. キャピラリカラムを使用する場合は、必要な設定（定義）を行います。詳細については、[「手順：キャピラリカラムのコンフィグレーション」](#)を参照してください。
- ここで注入口セプタムを点検し、必要なら交換します。

性能のチェック

GC の性能をチェックするには、下記の手順に従って、使用する検出器の種類に適合する推奨サンプルミクスチャの分析を実行します。

1. **チェックアウトカラムを取り付けます。** FID、TCD、NPD、 μ -ECD、FPD の場合は、HP-5、30 m x 0.32 mm x 0.25 μ m キャピラリカラム（部品番号 19091J-413）を使用します。
2. **必要なライナまたはインサートを取り付けます。**

注入口	ライナまたはインサート
スプリット / スプリットレス	ライナ、部品番号 5062-3587（スプリットレス）
パージパックド	ライナ、部品番号 5181-3382（非活動）
クールオンカラム	インサート、部品番号 19245-20525
プログラマブル加熱気化	バッフルドライナ、部品番号 5183-2037 320 μ m アダプタ、部品番号 5182-9761

3. GC にチェックアウトの諸条件を設定します。

検出器の種類	参照先
FID	「FID チェックアウトの各条件」
TCD	「TCD チェックアウトの各条件」
NPD	「NPD チェックアウトの各条件」
μ -ECD	「ECD チェックアウトの各条件」
FPD	「FPD チェックアウトの各条件」

4. **サンプルを準備します。**
5. GC の準備ができたなら、**注入を行い分析を実行します。**
 - ・ マニュアル注入を使用する場合は、[「サンプルの分析—マニュアル注入」](#)を参照してください。
 - ・ サンプラ注入を使用する場合は、[「サンプルの分析—GC ALS またはバルブ注入」](#)を参照してください。

6. 結果を標準クロマトグラムと比較します。

検出器の種類	参照先
FID	「FID チェックアウトの典型的なクロマトグラム」
TCD	「TCD チェックアウトの典型的なクロマトグラム」
NPD	「NPD チェックアウトクロマトグラム」
μ -ECD	「ECD チェックアウトの典型的なクロマトグラム (日本以外)」
FPD	「FPD チェックアウトの典型的なクロマトグラム」

標準クロマトグラムは典型的な例であって、一般的な指針に過ぎません。

28 サイトプレパレーション

温度および湿度範囲

通気について

 オーブンの排気

 有毒ガスあるいは有害ガスの排気

ベンチスペースについて

供給電源について

 GC の接地

 電源電圧

供給ガスについて

 パッキドカラム用ガス

 キャピラリカラム用ガス

 ガス純度

ガスの配管

 キャリアガスおよび検出器ガスの配管

 2 段式圧力調整器

 圧力調整器のガス配管

 トラップ

低温冷却装置について

 冷媒の選択方法

 液化二酸化炭素の使用法

 液化窒素の使用法

バルブ駆動エアの供給

サイトプレパレーション一覧

ガスクロマトグラフ (GC) 搬入の前に、実験室が、以下の環境、耐重量、電源、およびガスに関する必要条件を満たしていることを確認してください。また、本チェックリストを参照して、トラップやチューブなどの、GC を

操作するために必要な補給品をチェックしてください。サイトプレパレーションの詳細については、本章で説明します。

サイトプレパレーションチェックリスト

- ・ 現場は、十分換気されており、腐食性物質がなく、設置場所の上部に障害物がない。
- ・ 現場の温度は、推奨範囲内 (20 ~ 27 °C) である。
- ・ 現場の湿度は、推奨範囲内 (50 ~ 60 °C) である。
- ・ GC を設置するベンチスペースは十分余裕がある (EPC 仕様: 50cm × 58.5cm × 50cm)。GC を設置するベンチスペースは十分余裕がある (マニュアル仕様: 50cm × 68cm × 50cm)。
- ・ ベンチは、6890 システムの荷重に耐えられる。[683 ページ](#)参照。
- ・ 電源コンセントは接地が取られている。[684 ページ](#)参照。
- ・ 電源容量は、適切である。[684 ページ](#)参照。
- ・ 供給電圧量はオープンのタイプに適切である。標準のオープン: 2,250 VA。急速加熱型オープン: 2,950 VA。
- ・ 供給ガスは、カラムおよび検出器の要求事項を満足している。[687 ページ](#)参照。
- ・ 供給ガスは要求される純度を満足している。すべてクロマトグラフグレードである。純度 99.9995% 以上。エアは入手できる最良のもの。
- ・ 注入口および検出器ガス供給源用の、清浄化済み、1/8 インチ銅チューブが準備されている。[693 ページ](#)参照。
- ・ 注入口および検出器ガス供給源には、2 段式圧力調整器が取り付けられている (オプション)。

オプション補給品:

- ・ 注入口および検出器ガス供給源用のトラップが準備されている (モレキュラシーブトラップ、ハイドロカーボントラップ、および/または酸素トラップ)。
- ・ 低温冷却用液体窒素または液化二酸化炭素 (必要に応じて) が準備されている。
- ・ 液体窒素用 1/4 インチ断熱銅チューブ、または液化二酸化炭素用 1/8 インチ肉厚ステンレスチューブが準備されている。
- ・ 液体窒素チューブ用断熱材が準備されている。
- ・ バルブ駆動用エア供給源が準備されている。[700 ページ](#)参照。

サイトプレパレーション

サイトプレパレーションには、一般的に2つのステップがあります。すなわち、実験室を GC が使えるようにすること、および装置の据え付けに必要な補給品や工具を準備することです。必要な工具と補給品のリストは、[「据え付け」](#)の最初に記載されています。ほとんどの補給品は、Agilent Technologies から入手できます。補給品の説明および注文の方法については、『カラム分析機器部品カタログ』を参照してください。カタログは弊社および弊社代理店にお申し付けください。

温度および湿度範囲

GC は以下の推奨範囲内で運転してください。最適の装置性能と寿命が保証されます。

推奨温度範囲	許容温度範囲
20 ~ 27 °C	5 ~ 40 °C
推奨湿度範囲	許容湿度範囲
50 ~ 60 %	31 °C以下で 5 ~ 80%
	40 °Cで 5 ~ 50%
推奨高度範囲	
2000 m 以下	

GC を範囲外の温度または湿度にさらした場合は、推奨範囲に戻した後 15 分以上放置してください。

通気について

GC は自然対流により冷却されます。すなわち、外気がサイドパネルの通気孔および装置の下部から入ります。暖まった空気はトップパネル、リアパネルおよびサイドパネルのスロットから出て行きます。装置の周辺の空気の流通を妨げてはいけません。

注意

適切な冷却と一般的安全のために、操作中は必ず装置にカバーパネルを正しく取り付けてください。

オープンの排気

GC オープンからの熱気（最大 450 °C）は、後部ベントから排出されます。装置の後部には最低 20 cm のすきまを設けて、加熱された空気を放出してください。装置の後部には、熱い排気で損傷するものを置かないでください。

警告

熱い排気の吹出し口に温度の影響を受けやすいもの（ボンベ、吸着トラップ、レギュレータなど）を置かないでください。冷却サイクル中に装置の後ろで作業を行う際には、熱排気で火傷をしないように注意してください。

スペースが限られている場合には、オープン排気デフレクタ（部品番号 19247-60510）を使用してオープン冷却を改善できます。これは排気を装置から上方に放出します。10.2 cm 排気ダクトに接続して、排気フードに導くか、または直径 10.2 cm ダクトで建物の外に排出することもできます。

有毒ガスあるいは有害ガスの排気

多数の検出器および注入口付き GC の通常の操作に伴い、またスプリット / スプリットレス注入口のパージベントから、サンプルの若干量とキャリアガスが装置外に排出されます。サンプルの成分が有毒あるいは有害である場合、またはキャリアガスに水素を使用する場合には、排気は排気フードに排出しなければなりません。GC をフード内に置くか、または大口径の排気チューブを排気ベントに取り付け、適切な排気を行えるようにします。

有害ガスによる汚染を避けるためには、スプリットベントにケミカルトラップ（部品番号 G1544-60610）を取り付けることもできます。

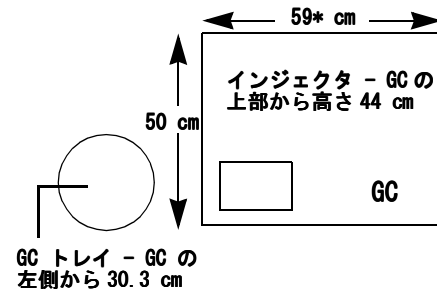
ベンチスペースについて

EPC 仕様の GC とマニュアル仕様の GC はサイズが異なります。EPC 仕様の GC は、幅が 59 cm (23 インチ) です。マニュアル仕様は幅が 68 cm (26.7 インチ) です。EPC 仕様もマニュアル仕様も、高さは 50 cm (21 インチ)、奥行は 50 cm (21 インチ) です。

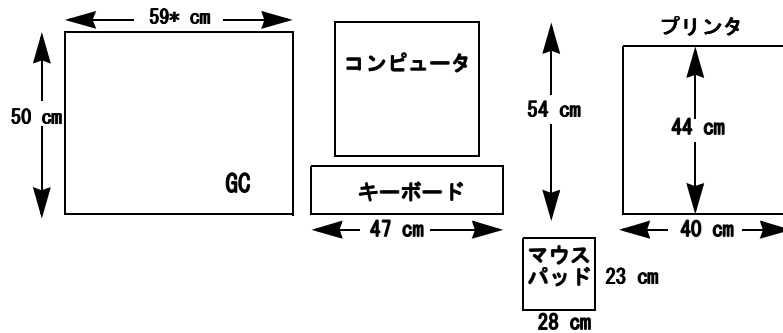
GC 上部には空間が必要です。GC の上に棚や障害物があると、装置の上面での作業が妨げられ、また冷却の妨げとなります。GC とともに他の装置を取り付けるために、スペースを余計に必要とする場合もあります。[図 97](#) に、いくつかの代表的な GC システム構成を示します。

[表 70](#) に、GC と、一般に GC とともに使用される Agilent 製装置の、寸法、電力、熱発生量、および重量を示します。据え付け前にこの表を参照して、システム全体に適切な空間と電源を確保してください。システムを配置する際には、適切な通気を行うために、装置の間は最低 10 cm 空けてください。GC に必要な電源電圧は、[表 71](#) および [表 72](#) を参照して下さい。

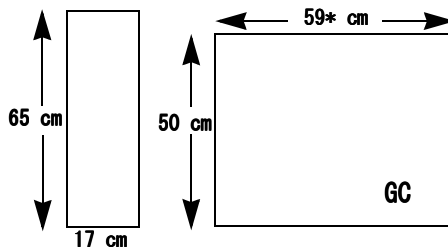
GC およびオートサンプラ (ALS)



GC およびケミステーション



GC および 5972A 質量検出器 (MSD)



* マニュアル仕様の場合は 68 cm。

図 97. 代表的な GC システム構成 - 上面図

表 70. 6890 GC システムコンポーネントの寸法、電力、熱発生量、重量

装置	高さ	幅	奥行	電力 (VA)	熱	重量
6890 ガスクロマトグラフ						
EPC 仕様	54 cm	59 cm	54 cm	2,250	8,100 Kジュール 7,681 Btu/hr	50 kg
Non-EPC version	51 cm	68 cm	54 cm	2,250	8,100 Kジュール 7,681 Btu/hr	56.8 kg
急速加熱オープン EPC および非 EPC 同様	—	—	—	2,950	10,620 K ジュール 10,071 Btu/hr	—
オートサンブラ (ALS)						
G2613A インジェクタ	GC の上部に 44cm					
G2614A トレイ	GC の左側に 30. cm					
コンピュータ*						
コンピュータとモニタ	54 cm	42 cm	39 cm	N/A	N/A	N/A
キーボード	5 cm	47 cm	18 cm	N/A	N/A	N/A
5973N 質量検出器 (MSD)	35 cm	17 cm	65 cm	最大 254	3,158 Btu/ hr, 3,000 Btu/hr (GC)	22.7 kg
7694 ヘッドスペースサンブラ	41 cm	30 cm	54 cm	最大 420	2,215 K ジュール 2,100 Btu/hr	39 kg
プリンタ						
レーザプリンタ	30 cm	42 cm	40 cm	最大 300	N/A	16.8 kg
インテグレータ						
3397 シリーズ、 3396 シリーズ III 及び 3395 インテグレータ	13 cm	46 cm	46 cm	50	135 K ジュール 120 Btu/hr	4.3 kg
35900C/D/E アナログ/ デジタルコンバータ	11 cm	33 cm	29 cm	40	216 K ジュール 205 Btu/hr	4.1 kg
* 中型デスクトップコンピュータの一般的な仕様						

供給電源について

GC の接地

注意

GC は、正しく接地されていなければなりません。

ユーザ保護のため、金属製の装置パネルおよびキャビネットは、IEC（国際電気標準会議）の規定に従った 3 線電源コードにより接地されていなければなりません。

3 線電源コードは、正しく接地の取られたコンセントに差し込まれた場合に、装置を接地し、感電の危険を最小にします。正しく接地の取られたコンセントとは、アースグラウンドに確実に接続されているコンセントです。コンセントが確実に接地されているかどうか確認が必要です。GC は、必ず専用のコンセントに接続してください。

注意

接地線の断線や電源コードの断線は感電の原因になり、人体に危険を及ぼす可能性があります。

電源電圧

GC は、発注された国の標準電圧に従って、[表 71](#) に示されている AC 電源電圧の何れかで動作します。GC は、指定された電圧でのみ動作するように設計されています。納入された GC の電圧オプションが設置する実験室の供給電圧に一致していることをご確認ください。GC の電圧の仕様は、電源コードアタッチメントのそばに表示されています。

表 71. 電源電圧の仕様

電圧	最大消費電力 (VA)	電源供給	オープンのタイプ
120 V (+ 5%、 - 10%)	2,250	20A、専用コンセント	遅速型
200 V (+ 5%、 - 10%)	2,950	15A、専用コンセント	急速加熱型
208 V (+ 5%、 - 10%)	2,950	15A、専用コンセント	急速加熱型
220 V (+ 5%、 - 10%)	2,950	15A、専用コンセント	急速加熱型
230 V (+ 5%、 - 10%)	2,950	16A、専用コンセント	急速加熱型
230 V (+ 5%、 - 10%)	2,250	10A、専用コンセント	遅速型
(スイスまたはデンマーク、最大供給量 10A)			
240 V (+ 5%、 - 10%)	2,950	13A または 16A、専用 コンセント	急速加熱型

全電圧の周波数の範囲は 47 ~ 63Hz です。

GC の急速加熱型オープンは、200V 以上の電圧を必要とします。ほとんどの国の標準電圧はこの要求事項を満足します。米国、デンマーク、およびスイスで使用するための GC は、電源オプション 002 として注文しない限り、遅速加熱型オープンを装備したものになります。電源オプション 002 を注文すると、急速加熱型オープンとなります。

その国の供給電圧に適合する GC が納入されるはずですが、納入された GC の電圧仕様を表 3 のリストと照合してください。もし注文した電圧オプションが据え付けに適合しない場合は、Agilent Technologies までご連絡下さい。

表 72. 国別電圧仕様

国	電圧	オープンのタイプ
オーストラリア、10A	240 V	高速型
オーストラリア、南アメリカ、インド	240 V	高速型
中国	220 V	遅速型
中国および香港	220 V	高速型
大陸部ヨーロッパ、二相	230 V	高速型
大陸部ヨーロッパ、単相	220 V	高速型
デンマークおよびスイス、10A	230 V	遅速型
デンマークおよびスイス、16A	230 V	高速型
イスラエル	220 V	高速型
日本	200 V	高速型
イギリス	240 V	高速型
アメリカ	120 V	遅速型
アメリカ	208 V	急速加熱型
アメリカ	240 V	高速型

MSD のための GC の設定

Agilent Mass Selective Detector の据え付けを行う場合は、熱転送ラインを適切に制御するために GC を設定する必要があります。

1. [Config] [Aux] を押し、MSD が前面に据え付けられている場合は [1] を、背面に据え付けられている場合は [2] を押します。
2. [Mode/Type] を押します。
3. スクロールキーを使用して MSD を選択し、Aux ゾーンタイプにします。
[Enter] を押します。

MSD の Aux ゾーンを設定しなかった場合、Warning 101、「Invalid heater power for front (back) detector, inlet, and aux 1(2)」が GC 画面に表示されます。加熱ゾーンは「未インストール」に設定されます。

供給ガスについて

パッキングカラム用ガス

使用するキャリアガスの種類は、検出器のタイプと分析で要求される感度によって異なります。[表 73](#)に、パッキングカラムで使用する場合の推奨ガスを示します。一般に、パッキングカラムを使用する場合はメーカーアップガスは必要ありません。

表 73. パックドカラム用推奨ガス

検出器	キャリアガス	コメント	検出希ガス、アノードパージガス、リファレンスガス
電子捕獲検出器 (ECD)	窒素	最大感度	窒素
	アルゴン / メタン	最大ダイナミックレンジ	アルゴン / メタン
水素炎イオン化検出器 (FID)	窒素	最大感度	水素とエア－ (検出器用)
	ヘリウム	代替可	
炎光光度検出器 (FPD)	水素		水素とエア－ (検出器用)
	ヘリウム		
	窒素		
	アルゴン		
窒素リン検出器 (NPD)	ヘリウム	最適性能	水素とエア－ (検出器用)
	窒素	代替可	
熱伝導度検出器 (TCD)	ヘリウム	汎用	リファレンスはキャリアと同じでなければならない
	水素	最大感度 (注 A を参照)	
	窒素	水素検出 (注 B を参照)	
	アルゴン	最大水素感度 (注 B を参照)	

注 A : ヘリウムより少し高感度です。化合物によっては分析できない場合があります。

注 B : 水素またはヘリウムを分析する場合に使用。他の化合物の感度は著しく低下。

キャピラリカラム用ガス

GC 検出器をキャピラリカラムとともに使用する場合、最適感度を得るためにはキャリアガスと独立したメークアップガスを必要とします。各検出器とキャリアガスに対して、最適のメークアップガスがあります。表 74 に、キャピラリカラム用推奨ガスを示します。

表 74. キャピラリカラム用推奨ガス

検出器	キャリアガス	最適のメイクアップガス	次の選択	検出器ガス、アノードパージガス、リファレンスガス
電子捕獲検出器 (ECD)	水素	アルゴン / メタン	窒素	アノードパージガスはメイクアップガスと同じでなければならない
	ヘリウム	アルゴン / メタン	窒素	
	窒素	窒素	アルゴン / メタン	
	アルゴン / メタン	アルゴン / メタン	窒素	
水素炎イオン化検出器 (FID)	水素	窒素	ヘリウム	水素およびエア（検出器用）
	ヘリウム	窒素	ヘリウム	
	窒素	窒素	ヘリウム	
炎光光度検出器 (FPD)	水素	窒素		水素およびエア（検出器用）
	ヘリウム	窒素		
	窒素	窒素		
	アルゴン	窒素		
窒素リン検出器	ヘリウム	窒素	ヘリウム **	検出器ガスとして水素およびエア（検出器用）
	窒素	窒素	ヘリウム **	
熱伝導度検出器 (TCD)	水素 *	キャリアガスおよびリファレンスガスと同じでなければならない。	キャリアガスおよびリファレンスガスと同じでなければならない。	リファレンスガスは、キャリアガス及びメイクアップガスと同じでなければならない。
	ヘリウム			
	窒素			

* 水素を熱伝導度検出器で使用する場合は、水素の蓄積を防ぐために検出器排気を排気フードから排出します。

** フローレート 5 mL/分 でヘリウムをメイクアップガスとすることはお勧めできません。5 mL/分以上のフローレートは検出器の寿命を縮めます。

ガス純度

ガス供給業者によっては、「機器分析用」または「クロマトグラフ用」として特にクロマトグラフ用の高純度ガスを供給しています。GC で使用する場合は、これらの等級のみの使用を強くお勧めします。

一般に、GC に供給するすべてのガスは、99.995% ~ 99.9995% の純度範囲のものを使用します。供給ガスは、微量 ppm レベル (0.5ppm 以下) の酸素および全炭化水素しか含まれていないものでなければなりません。オイルを使用しているコンプレッサーによるエアの供給は、大量の炭化水素を含むため、お勧めできません。

ポンペの圧力調整器の直後に高性能のモイスチャトラップおよびハイドロカーボントラップを接続することを強くお勧めします。トラップの使用法の詳細については、次の「ガスの配管」の項を参照してください。

表 75. 推奨されるガス純度

キャリアガスおよびキャピラリメークアップガス	
ヘリウム	99.9995%
窒素	99.9995%
水素	99.9995%
アルゴン / メタン	99.9995%
検出器サポートガス	
水素	99.9995%
エアー (乾燥)	入手できる最良のもの

表 76 注入孔および検出器の最大 / 最小圧力

検出器または注 入孔	ガスの種類	最大圧力		最小圧力	
		kPa	psi	kPa	psi
FID	H2	690	100	240	35
	空気	690	100	380	55
	メークアップ	690	100	380	55
NPD	H2	690	100	240	35
	空気	690	100	380	55
	メークアップ	690	100	380	55
TCD	メークアップ	690	100	380	55
	標準	690	100	380	55
ECD	メークアップ	690	100	380	55

FPD	H2	690	100	310	45
	空気	827	120	690	100
	メイクアップ	690	100	380	55
スプリット / スプリットレス	150 psi 100 psi	1172 827	170 120	全注入孔： メソッドで使用する 38 kPa (20 psi) 以上の圧力	
オンカラム		827	120		
パージバック		827	120		
PTV		827	120		

カラムの流量を維持するには、必要なカラムヘッド圧力に 20 psi 以上の圧力を加算する必要があります。

ガスの配管

警告

すべてのガスボンベは、固定されたボンベ台や壁に確実に固定してください。高圧ガスは、高圧ガス取締法に従って保管し取り扱ってください。

ガスボンベは、加熱されたオープン排気の吹出し口に置かないでください。

目の負傷を避けるために、高圧ガスを使用する際には、保護眼鏡を着用してください。

ガス供給配管は、一般的配管図に従って下さい。

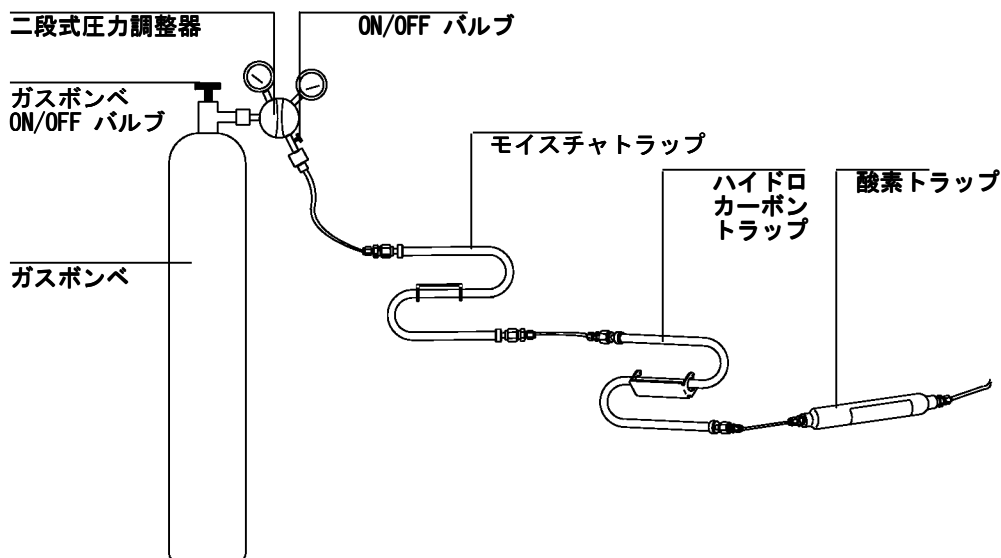


図 98. 一般的配管図

- ・ 圧力の変動を除去するために、2 段式調整器（1 段式調整器ではなく）の使用を強くお勧めします。特に、高品質のステンレスダイアフラムタイプ調整器の使用をお勧めします。
- ・ 2 段式調整器の出口側に ON/OFF バルブを取り付けることは、必ずしも必要ではありませんが大変便利です。通常は 2 段式調整器の出口側に取り付けます。バルブは、必ずステンレスのパックレスダイアフラムタイプを使用してください。
- ・ FID（水素炎イオン化検出器）や FPD（炎光光度検出器）および NPD（窒素リン検出器）には、専用のエア供給源が必要です。他の装置とエア供給源を共用すると、検出器動作が共用エアラインの圧力パルスの影響を受ける可能性があります。
- ・ 流量および圧力制御装置が、正しく動作するためには最低 138kPa（10 psi）の圧力差が必要です。このため、供給源の圧力および容量は、十分な余裕を持って（高めに）設定してください。
- ・ 補助圧力調整器は、GC のガス取入口の近くに接続します。これにより、供給源においてではなく装置の場所で供給圧力を測定できます。ガス供給ラインが長かったり細い場合には、供給源における圧力と異なることがあります。

キャリアガスおよび検出器ガスの配管

注意

電子捕獲検出器（ECD）に使用されるチューブの洗浄には、塩化メチレンなどのハロゲンを含む溶媒を使用しないでください。残留した溶媒がシステムから完全にパージされない限り、ベースラインの上昇や、検出器ノイズの原因になります。

ガス供給の配管には、洗浄された銅チューブ（部品番号 5180-4196）のみを使用してください。洗浄されていない銅チューブは、油や汚染物質を含むため使用しないでください。

注意

プラスチックチューブは、酸素やその他の汚染物質を透過するため、カラムや検出器に損傷を与えます。プラスチックチューブは GC に使用しないでください。

チューブ直径は、ガスの供給源から GC までの距離および供給ラインに流れるトータルフローによって異なります。供給ラインが 4.6 m 以下の場合には、1/8 インチ・チューブが適当です。

距離が 4.6 m を超える場合、または同じ供給源に複数の装置が接続される場合には、大きな直径のチューブ（1/4 インチ）を使用してください。また、供給ラインに流れる流量が多い場合（例えば水素炎イオン化検出器（FID）用のエアールの場合）にも、大きな直径のチューブが必要です。

配管の取り出し口から GC までのチューブの長さは、余裕を持たせてください。配管取り出し口から装置までのチューブを、比較的長いコイル状にしておけば、ガス配管を動かさずに GC の移動ができます。チューブの長さから適切な直径を決定する際には、このあそびの長さも考慮に入れてください。

2 段式圧力調整器

圧力変動を除去するために、各ガスボンベごとに 2 段式調整器を使用してください。ステンレスダイアフラムタイプ調整器をお勧めします。

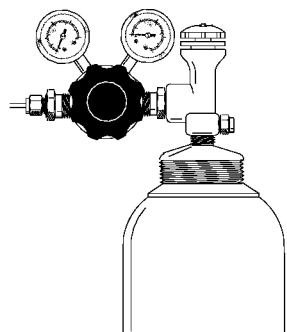


図 99. 2 段式圧力調整器

圧力調整器は使用するガスの種類とボンベの供給業者により種類が異なります。継手とガスの種類を確認して正しい圧力調整器を選択してください。また、『カラム分析機器部品カタログ』も参照してください。Agilent Technologies では、調整器を適切に据え付けるために必要なすべてのものをそろえた圧力調整器キットを提供しています。

圧力調整器のガス配管

圧力調整器の出口側には継手に変換するためのコネクタを取り付けます。この継手にガスチューブを接続します。テフロンテープを使用してシールします。インストルメントグレードテフロンテープ（部品番号 0460-1266）は、これらの揮発性成分を除去してあります。すべてのコネクタにこのテープをお勧めします。ねじのシールに液状のシール剤を使用しないでください。液状のシール剤には揮発性物質が含まれており、チューブを汚染します。

トラップ

クロマトグラフグレードのガスを使用するだけでシステムを清浄に保つことができます。ただし、高感度分析を行う場合には、水分その他による汚染を避けるために、トラップを使用する場合があります。トラップの取り付け後、ガス配管の漏れをチェックして下さい。

表 77. 推奨トラップ

摘要	部品番号
コンディショニング済みモイスチャトラップ。金属ケース、キャリアガス用 S 字型トラップ。モレキュラシーブ 5A、45/60 メッシュ、1/8 インチフィッティング付き。	5060-9084
ハイドロカーボントラップ。金属ケース、S 字型トラップ。40/60 メッシュ活性炭を充填、1/8 インチフィッティング付き。	5060-9096
酸素トラップ（キャリアガスおよび ECD ガス用）。金属ケース、1/8 インチ真鍮フィッティング付き。酸素トラップは再生不可。	3150-0414

キャリアガス中の水分は、カラムを傷めます。モレキュラシーブ 5A モイスチャトラップを供給側の調整器の後および他のタイプのトラップの前に使用することをお勧めします。

ハイドロカーボントラップは、ガスから有機物を除去します。ハイドロカーボントラップを、他のトラップとともに使用する場合には、モレキュラシーブトラップの後に、また酸素トラップの前に接続します。

酸素トラップは、ガス中の総酸素量の 99% を除去し、また微量の水分を除去します。これは、一連のトラップの最後に接続します。微量の酸素はカラムを傷め、電子捕獲検出器（ECD）の性能を低下させるため、キャリアガスおよび ECD ガスには酸素トラップを使用しなければなりません。水素炎イオン化検出器（FID）または窒素リン検出器（NPD）の燃焼ガスには酸素トラップを使用しないでください。

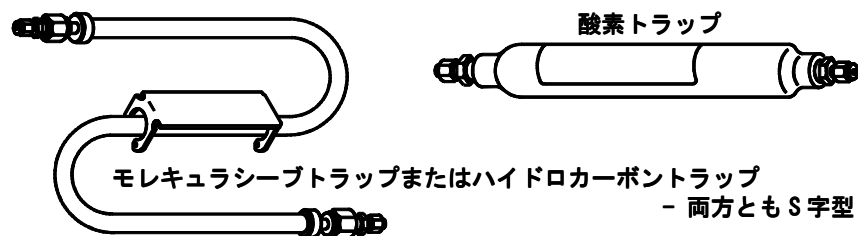


図 100. トラップ

低温冷却装置について

低温冷却装置により、オーブンを周囲温度以下に冷却できます。ソレノイドバルブにより、液体冷媒（液化二酸化炭素（CO₂）または液体窒素（N₂））を噴射し、オーブンを目的の温度に冷却します。

CO₂ と N₂ では、冷却のハードウェアが異なります。使用する冷媒の種類を変更するには、バルブアセンブリ全体を交換しなければなりません（液体 CO₂ バルブキットは部品番号 G1565-65510、液体 N₂ バルブキットは部品番号 G1566-65517）。

冷媒の選択方法

どちらの冷媒を使用するかは、以下の事項を考慮してください。

- ・ 必要とされる最低温度
- ・ 低温冷却を必要とする頻度
- ・ 入手可能な冷媒と価格
- ・ 実験室の大きさを考慮に入れた上での冷媒容器のサイズ
- ・ 液化窒素は -80 °C まで確実に冷却
- ・ 液化二酸化炭素は -40 °C まで確実に冷却

二酸化炭素は、低温冷却を**頻繁**に使用しない場合に好都合です。なぜなら、二酸化炭素は使用しない時に蒸発しないからです。また、二酸化炭素の方が窒素より安価です。ただし、ポンベ 1 本分の二酸化炭素は同量の窒素よりずっと冷却力が乏しく、同じ冷却効果を上げるには二酸化炭素の方が多量に必要となります。

液体窒素は使用頻度にかかわらず容器から蒸発しますが、通常液体窒素容器は大型で二酸化炭素ポンベより多量の冷媒が入っているため、頻繁な使用には適しています。

液化二酸化炭素の使用法

警告

高圧液化二酸化炭素は、危険です。高圧および低温から人体を保護する適切な予防処置をとらなければなりません。実験室の二酸化炭素濃度が高くなると、人体に有害なので、危険濃度に達するのを防止する適切な予防処置をとる必要があります。推奨安全処置および供給システム設計については、最寄りの供給業者にお問い合わせください。

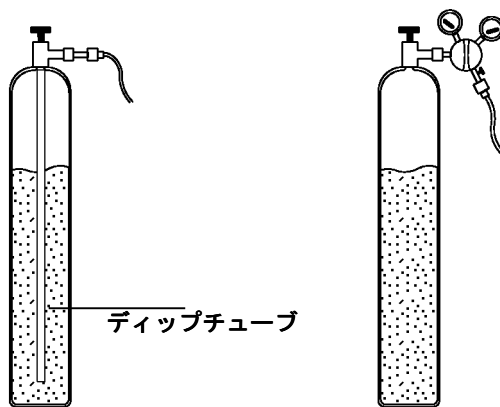
注意

液化二酸化炭素は、 -40°C より低い温度範囲の冷媒として使用することはできません。GC オープン内で膨張した液体が固体二酸化炭素（ドライアイス）を形成するからです。オープン内でドライアイスが形成されると、GC に重大な損傷を与えるおそれがあります。

液化二酸化炭素は、30 kg の液体入り高圧タンクとして入手できます。二酸化炭素は、微粒子物質だけでなく、オイルやその他の汚染物質も含まないものでなければなりません。これらの汚染物質は、吹出し口を詰まらせて、GC の正常な運転をできなくさせることがあります。

液化二酸化炭素システムには、この他に以下の必要事項があります。

- ・ 液化二酸化炭素が、ガス化せず、確実に液化二酸化炭素として送出されるよう、ポンベはサイホン式でなければなりません（[図 101](#) 参照）。
- ・ 液化二酸化炭素は、温度 25°C において 4826kPa (700 psi) ~ 6895kPa (1000 psi) の圧力で、GC に供給されなければなりません。
- ・ 供給チューブには、直径 $1/8$ インチの肉厚ステンレスチューブを使用する必要があります。チューブ長さは 1.5 m ~ 15 m とします。
- ・ 破断したチューブが散乱しないように、チューブの端部はコイル状に巻いて固定する必要があります。
- ・ 二酸化炭素ポンベには圧力調整器を取り付けてはいけません。取り付けると、二酸化炭素はオープン内ではなく圧力調整器内で気化し、圧力調整器が冷却されます。
- ・ 別のガスで加圧して送液する容器の使用はできません。



正しいコンフィグレーション 誤ったコンフィグレーション

図 101. 液化二酸化炭素ポンベのコンフィグレーション

警告

銅チューブまたは肉薄ステンレスチューブを液化二酸化炭素に使用しないでください。どちらもストレスがかかった部分が硬化し、破裂する可能性があります。

液体窒素の使用法

警告

液体窒素は危険物であり、適切に設計されていない供給システム内では超低温と高圧力が生じる可能性があります。

また、液体窒素は、気化した窒素が空気中の酸素と入れ代わる環境では、窒息性ガスとなり危険です。適切な安全処置および設計情報については、最寄りの供給業者にお問い合わせください。

液体窒素は、絶縁されたデュワータンク入りで供給されます。冷却の目的で使用するには、ディップチューブ（ガスではなく液体を運ぶため）および圧力上昇を防止する安全逃がし弁付きの低圧デュワーを使用してください。逃がし弁は、供給業者によって 20 ~ 25psi に設定されています。

警告

液体窒素がタンクの閉じた弁と GC のクライオバルブ間にたまると、圧力が著しく上昇して爆発する危険があります。このため、システム全体が圧力逃がし弁で保護されるように、タンクのデリバリバルブは開いたままにしてお

きます。

タンクを移動または交換する際には、まずデリバリバルブを閉じ、残留窒素を逃がすために慎重にラインの両端の接続を外します。

液体窒素システムに関して、この他に以下の必要事項があります。

- ・ 窒素は、138kPa (20 psi) ~ 207kPa (30 psi) の液体の状態で GC に供給される必要があります。
- ・ 液体窒素の供給チューブを使用してください。**断熱用**には、冷凍機や空調ラインに使用されるウレタンフォームチューブが適しています。圧力が低いので、**絶縁処理**された銅管を使用することができます。
- ・ 液体窒素が、ガスでなく確実に液体で供給されるように、容器は GC から 1.5m ~ 3m のなるべく近い位置に置く必要があります。

バルブ駆動エア어의供給

バルブの中には、駆動用の加圧エア어를必要とするものもあります（他のバルブは電気またはマニュアルで駆動します）。駆動用エア어は、オイル、水分、微粒子物質を含まないものでなければなりません。駆動用エア어は、ボンベエア어가適していますが、計装エア어あるいはエア어コンプレッサからも使用できます。

ほとんどのバルブは、動作するために 138kPa (20 psi) ~ 256kPa (40 psi) の圧力を必要とします。高圧バルブには 448kPa (65 psi) ~ 483kPa (70 psi) を必要とするものもあります。

[「バルブのコントロール」](#)を参照してください。

29 据え付け

LAN を用いた GC の使用法

- ステップ 1. GC を開梱する
- ステップ 2. GC システムをベンチに設置する
- ステップ 3. 電源を ON にする
- ステップ 4. ガス供給源への配管
- ステップ 5. ガス配管ラインへのトラップ取り付け
- ステップ 6. SWAGelok T 継ぎ手の配管
- ステップ 7. 注入口マニホールドへの配管
- ステップ 8. 検出器マニホールドへの配管

6890 EPC

6890 マニュアル仕様

- ステップ 9. 漏れのチェック
- ステップ 10. 冷媒供給ラインの取り付け
液化二酸化炭素の接続方法
液体窒素の接続方法
- ステップ 11. バルブ駆動エアの取り付け
- ステップ 12. 供給圧力の設定
- ステップ 13. ケーブルの接続

配線図

汎用アナログケーブル

リモートスタート / ストップケーブル

2 進化 10 進コードケーブル

外部イベントケーブル

- ステップ 14. GC の設定

手順 : LAN コンフィグレーションの設定

- ステップ 14. 7673 オートサンプルス
イッチ設定

- ステップ 15. GC のコンフィグレーション

Agilent GPIB ケミステーションの
コンフィグレーション

INET インテグレータのコンフィグ
レーション

据え付け一覧

据え付け用工具および付属品

据え付けを開始する前に、必要な工具および付属品がそろっていることを確認してください。

レンチ

- ・ 5/16 インチ、1 本
- ・ 3/8 インチ、1 本
- ・ 7/16 インチ、2 本
- ・ 9/16 インチ、1 本

ドライバ

- ・ T-10 Torx ドライバ
- ・ T-20 Torx ドライバ

チューブ

- ・ 1/8 インチ銅チューブ
- ・ 肉厚 1/8 インチ ステンレスチューブ（液化二酸化炭素用）
- ・ 肉厚 1/4 インチ ステンレス断熱チューブ（液体窒素用）
- ・ チューブカッター

フィッティング

- ・ 1/8 インチ SWAGELOK フィッティング
- ・ 1/4 インチ SWAGELOK フィッティング（液体窒素チューブおよびバルブ駆動エアータッチューブ用）
- ・ 1/8 インチ SWAGELOK T 継ぎ手
- ・ ナットおよびフェラル

トラップ（オプション）

- ・ モレキュラシーブ 5A モイスチャトラップ
- ・ ハイドロカーボントラップ
- ・ 酸素トラップ

その他

- ・ 小型マイナスインドライバ
- ・ 電子式リークディテクタ
- ・ 断熱材（液体窒素チューブ断熱用）

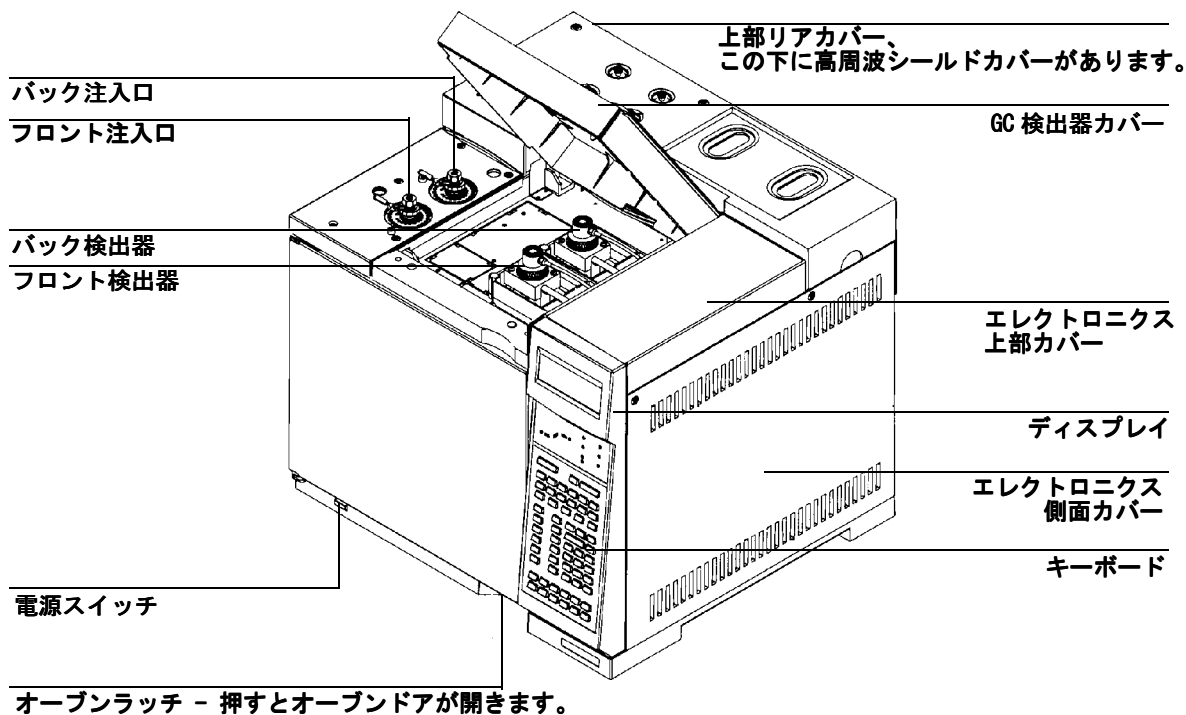


図 102. 正面から見た GC

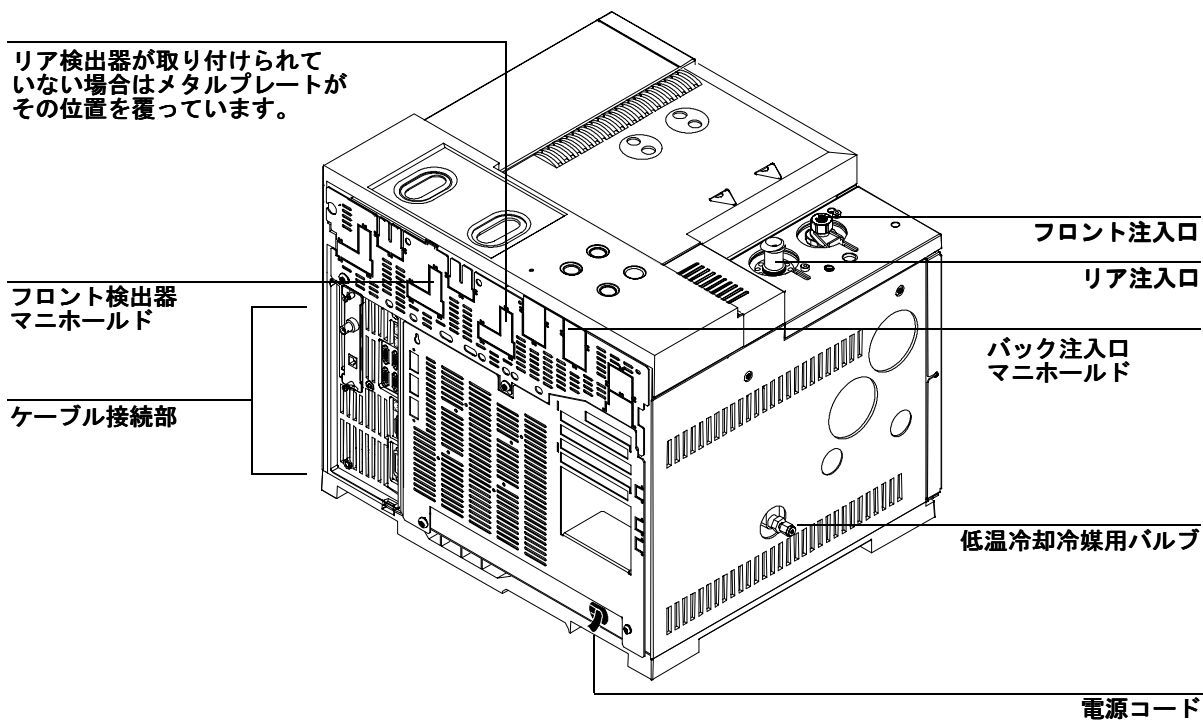


図 103. 後部から見た GC

据え付け

本章では、GCの据え付け手順について説明します。据え付け手順の殆どはすべてのGCシステムで共通ですが、低温冷媒の配管やバルブ駆動エア配管など、いくつかのオプションの項目もあります。また、一般的な6890システムでGCと組合せる他の装置とのケーブル接続についても説明します。さらに、GCおよび他の装置のコンフィグレーションについても説明します。

据え付けの主要部は、ボンベ、トラップ、マニホールドへのガス配管に関するものです。漏れのない接続を行うためにSWAGELOK フィッティングを使用します。SWAGELOKの接続方法がよく分からない場合には、[「SWAGELOK 接続方法」](#)を参照してください。

据え付けにはそれぞれのガス供給源に対し、1/8 インチのガス供給チューブが4.6 m以下が必要です。さらに長い据え付けの場合は、1/4 インチのチューブを使用し適切なハードウェアと径違いフィッティングを使用してください。

警告

水素は引火性ガスです。水素や他の引火性ガスを使用する場合には、定期的な漏れ検査を行う必要があります。すべての接続が完了するまでは水素供給源を閉じ、水素ガスを装置に接続している場合には、注入口フィッティングに必ずカラムを接続しておくか、キャップを取り付けておくようにしてください。

お客様による部品の交換や、定められていない装置の改造を行うと、危険な結果をもたらすことがあります。

注入口、検出器、バルブボックスおよび断熱カップの周囲の断熱材は、耐火セラミック繊維（RCF）です。RCF粒子の吸入を避けるために、以下の安全手順に従うことをお勧めします。作業場所を換気すること。長袖衣服、手袋、安全眼鏡、使い捨て防塵マスクを着用すること。断熱材を密封したポリ袋に入れて捨てること。RCFを取り扱った後は、手を石けんと冷水で洗うこと。

ステップ 1. GC を開梱する

1. 輸送コンテナが損傷していないか検査します。コンテナが損傷している場合、または手荒く扱われた形跡が認められる場合には、運送業者および納入した営業担当者に通知してください。

また、検査のために、すべての梱包資材は保存しておいてください。

2. 受領した品目を梱包明細リストと照合します。不一致がある場合には、直ちに納入した営業担当者にご通知ください。

内容がそろっていることをチェックし、装置の性能を確認するまでは、輸送コンテナを保存しておきます。

ステップ 2. GC システムをベンチに設置する

GC を設置するには、GC 本体および他の周辺装置の荷重に耐えられるベンチを準備します。[683 ページの表 70](#) に、関連情報が示されています。設置場所の上方には、冷却を妨げたり、あるいは装置上部での作業の妨げとなるような障害物があることはありません。

警告

GC を持ち上げる際には注意が必要です。GC は重いので、必ず 2 人で持ち上げてください。GC を移動する際には、後部の方が前部より重いことに注意してください。

必要な器材

- ・ オープン排気デフレクタ、部品番号 19247-60510（オプション）
1. GC を梱包から取り出します。
 2. GC をベンチに置きます。供給ガスおよび電源に接続可能であることを確認します。他の周辺装置を適宜 GC の近くに置きます。[275 ページの図 38](#) に示されている配置を参照してください。
 3. GC 後部のスペースが限られている場合には、下図に示されているように、GC 後部にオープン排気デフレクタを取り付けます。排気デフレクタには 4 カ所にフックが付いており、排気孔に引っ掛けて取り付けます。

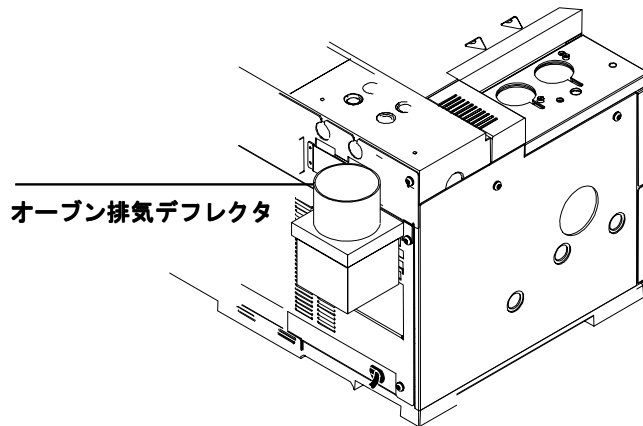


図 104. オープン排気デフレクタの正しい取り付け位置

ステップ 3. 電源を ON にする

GC の電源を ON にすると、一連の自己診断テストが実行されます。据え付けを始める前にこのテストを実行し、装置の電子回路が正しく動作することを確認します。

1. 電源スイッチをチェックして、OFF になっていることを確認します。

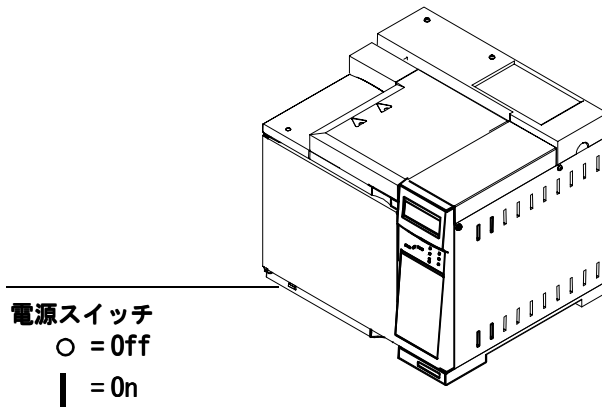


図 105. 電源スイッチの位置

2. 電源コードを電源コンセントと GC の背面に差し込み、GC のスイッチを ON にします。

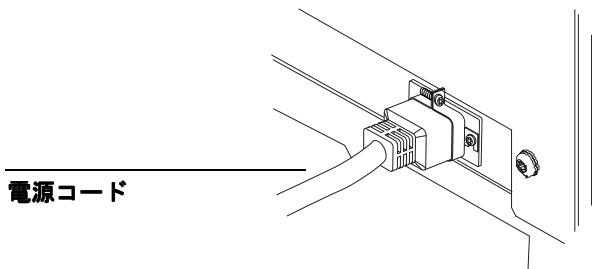


図 106. 電源コードの位置

3. 自己診断テストが自動的に実行されます。テストの終了を待って、[Oven][Temp][On] と押すと、パス／フェイルメッセージが表示されません。

スクリーンに **Power on successful** と表示された場合には、GC をオフにして、据え付け手順を続行してください。

このメッセージが表示されなかった場合には、GC をオフにして、YAN コールセンターに連絡してください。

ステップ 4. ガス供給源への配管

必要な器材

- ・ 1/8 インチ洗浄済み銅チューブ
 - ・ チューブカッター (部品番号 8710-1709)
 - ・ 1/8 インチ SWAGELOK ナット、フロントおよびバックフェラル
 - ・ 7/16 インチレンチ、2 本
1. すべてのガス供給の元栓を OFF にします。ガス供給源から GC のガス取り入れ口マニホールドまでの必要なチューブ長さを決定します。必要なトラップや T 継ぎ手の長さも考慮に入れます。
 2. できればチューブカッターを使用してチューブを適切な長さに切断します。

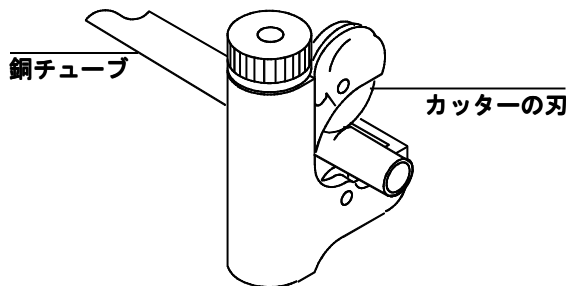


図 107. チューブカッター

3. SWAGELOK フィティングでガス出口にチューブを接続します。SWAGELOK の接続方法については [「SWAGELOK 接続方法」](#) を参照してください。

ステップ 5. ガス配管ラインへのトラップ取り付け

必要な器材

- ・ 1/8 インチ洗浄済み銅チューブ
 - ・ チューブカッター
 - ・ 1/8 インチ SWAGELOK フィティング、ナット、およびフェラル
 - ・ 7/16 インチレンチ 2 本と 1/2 インチレンチ 1 本
 - ・ トラップ
1. ガス配管ラインのトラップを取り付ける箇所を決定します。推奨されるトラップ取り付け順序については、[図 108](#) を参照して下さい。

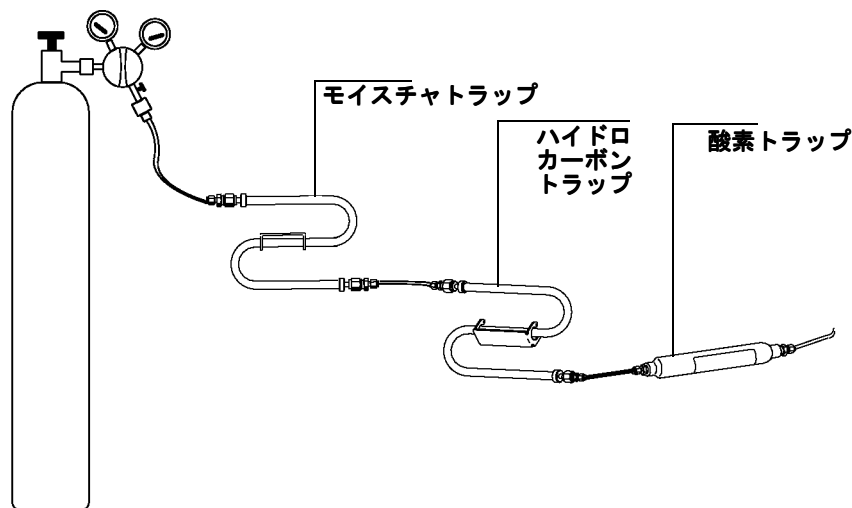


図 108. 配管図

2. チューブカッターを使用して、チューブを必要な長さに切断します。
3. トラップとチューブを接続します。

ステップ 6. SWAGELOK T 継ぎ手の配管

1 つのガス供給源から、2 つ以上の注入口または検出器モジュールに、ガスを分岐して供給する必要がある場合には、注入口または検出器マニホールドの近くで SWAGELOK T 継ぎ手を使用します。

必要な器材

- ・ 1/8 インチ洗淨済み銅チューブ
- ・ チューブカッター
- ・ 1/8 インチ SWAGELOK ナット、フロントおよびバックフェラル
- ・ 1/8 インチ SWAGELOK T 継ぎ手
- ・ 7/16 インチレンチ、2 本
- ・ 1/8 インチ SWAGELOK キャップ

1. T 継ぎ手を取り付けたい部分でチューブを切断します。SWAGELOK フィッティングでチューブと T 継ぎ手を接続します。図 109 を参照して下さい。

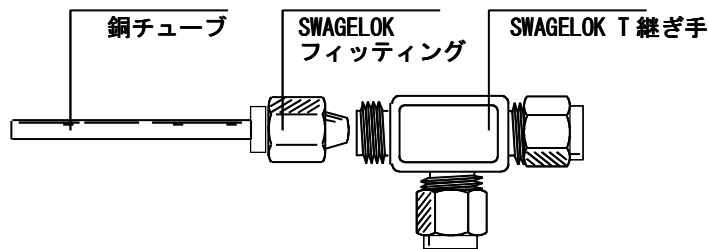


図 109. SWAGELOK T 継ぎ手の取り付け方

2. T 継ぎ手から GC 取り入れ口までの距離を測り、銅チューブを、SWAGELOK フィッティングを使用して、T 継ぎ手の開放端に接続します。
3. チューブをすぐに取り付ける予定がない場合には、T 継ぎ手の開放端に SWAGELOK キャップを取り付けておくこともできます。

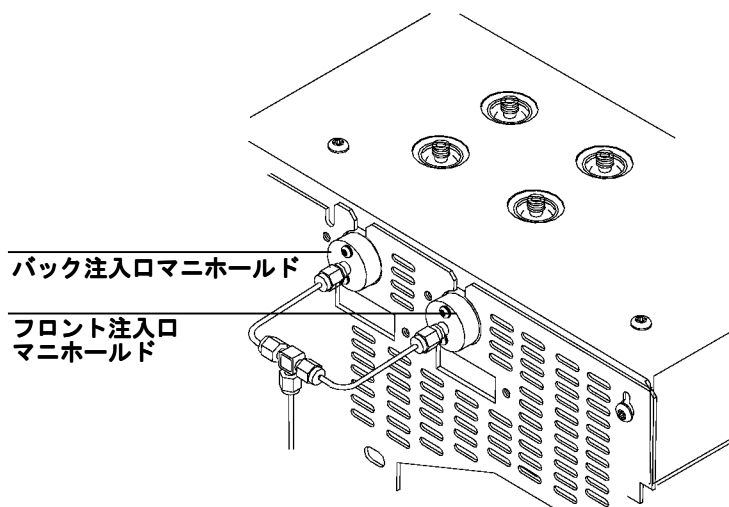
ステップ 7. 注入口マニホールドへの配管

EPC 仕様の注入口の場合には、装置の後部にあるマニホールドの入口に、供給ガスを配管します。マニュアル仕様の注入口の配管は、GC の左側のニューマティクスキャリアの内側に接続しています。

必要な器材

- ・ 1/8 インチ洗淨済み銅チューブ
- ・ 1/8 インチ SWAGELOK ナット、フロントフェラル、およびバックフェラル
- ・ 7/16 インチレンチ、2 本

1. キャリアガスの供給源を OFF にしてください。
2. ガス供給チューブに、SWAGELOK ナットを取り付け、注入口キャリアガスマニホールドに接続します。図 110 を参照して下さい。



本図の GC は、フロント注入口およびバック注入口マニホールドを同じキャリアガスに配管しています。

図 110. 注入口マニホールドへの配管

ステップ 8. 検出器マニホールドへの配管

検出器に接続するガスの種類は、検出器のタイプによって異なります。マニホールドには、検出器に必要なガスの種類と、チューブを取り付ける箇所が、表示されています。各検出器に必要なガスについては、[688 ページ](#)を参照して下さい。

本手順では、FID（水素炎イオン化検出器）へのガスの配管方法について説明します。他の検出器へのガスについても、すべて同様の方法で配管できます。

6890 EPC

検出器ガスのフィッティングは装置背面にあります。

1. 接続するガスの供給源を OFF にしてください。
2. 各検出器ガスフィッティングにラベルを付けます。SWAGELOK ナットを用いてそれぞれ対応したガスに正しく配管します。

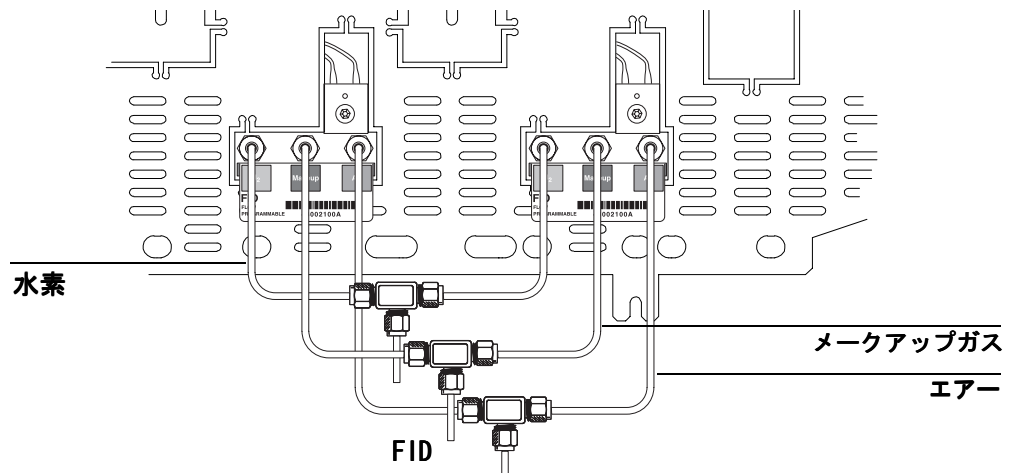


図 111. EPC 仕様の検出器への配管方法

必要な器材

- ・ 1/8 インチ洗浄済み銅チューブ
- ・ 1/8 インチ SWAGELOK ナット、バックおよびフロントフェラルセット、3つ
- ・ 7/16 インチレンチ、2本

ステップ 9. 漏れのチェック

漏れ検出液（Snoop など）の使用はお勧めできません。特に、清浄であることが非常に重要である箇所では使用を避けてください。漏れ検出液を使用した場合には、直ちに液体を洗浄して石鹸の膜を除去してください。

警告

漏れ検出液を使用する場合には、感電の危険を避けるために、GC を OFF にし、主電源コードを外します。漏れ検出液を電気のリード線の上にこぼさないようにご注意ください。

必要な器材

- ・ 電子式リークディテクタ（推奨）
 - ・ 漏れ検出液
1. キャリアガスの供給部（通常タンク）の調整器圧力を約 50psi に設定します。
 2. 検出器のガスの圧力を以下のように設定します。
 - ・ メークアップガス = 50 psi
 - ・ 水素 = 50 psi
 - ・ エアー = 50 psi
 - ・ TCD リファレンスガス = 50 psi
 3. リークディテクタまたは漏れ検出液を使用して、各配管の漏れをチェックします。
 4. 漏れを発見したら、接続部をしっかりと締めて漏れを止めます。再びテストを行い、すべての接続部の漏れがなくなるまで、締め付けを続けます。
 5. 注入口および検出器ガスを供給源側の元栓で OFF にします。

ステップ 10. 冷媒供給ラインの取り付け

低温冷却装置を使用すると、周囲温度以下に GC を冷却できます。ソレノイドバルブにより冷媒（液化 CO₂ または N₂）を適切な流量で噴射して、オープンを目的の温度に冷却します。

どの冷媒を使用するかは、主にどの程度の頻度で低温冷却を使用するかによって決まります。CO₂ と N₂ は、それぞれにバルブアセンブリが異なるため、別の冷媒に切り換えて使用することはできません。低温冷却装置の選択方法の詳細については、[「低温冷却装置について」](#)を参照してください。

一般にフレア式フィッティングまたは AN フィッティングを使用して、供給チューブを冷媒容器に接続します。配管を行う前に、冷媒容器供給業者に問い合わせて、容器とフィッティングの形状が一致しているかどうかを確認してください。

液化二酸化炭素の接続方法

警告

銅チューブまたは肉薄ステンレスチューブを使用してはなりません。どちらも、破裂の危険があります。

注意

CO₂ の供給源に Padded Tank（別のガスで加圧して送液する容器）を使用してはなりません。低温バルブは、Padded Tank が生成する高圧を処理するように設計されていません。

必要な器材

- ・ 1/8 インチ肉厚ステンレスチューブ
- ・ チューブカッター
- ・ 1/8 インチ SWAGELOK ナットおよびフェラル
- ・ 7/16 インチレンチ、2 本

1. GC の左側にある液化 CO₂ の接続口を確認します。供給ポンベからこの接続口まで届くのに十分な長さのチューブを用意します。図 112 を参照して下さい。

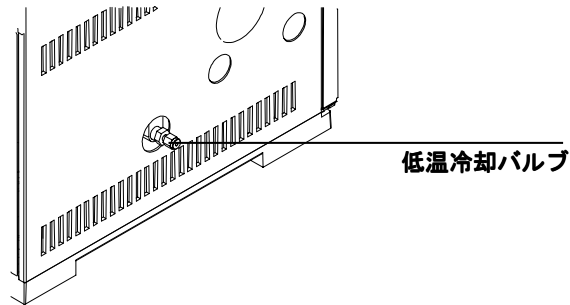


図 112. 低温冷却バルブの位置

2. 液化 CO₂ ポンベの出口に、供給業者の推奨するフィッティングを取り付けて供給チューブを接続します。
3. SWAGELOK フィッティングを取り付けて、GC の低温バルブに供給チューブを接続します。

液体窒素の接続方法

必要な器材

- ・ 1/4 インチ断熱用銅チューブ
- ・ チューブカッター
- ・ 1/4 インチ SWAGELOK フィッティング、ナット、およびフェラル
- ・ 9/16 インチレンチ、2 本

1. N_2 タンクは GC のできるだけ近くに置き、 N_2 が液体のままガス化せずに、確実に供給されるようにします。
2. N_2 タンクは GC のできるだけ近くに置き、 N_2 が液体のままガス化せずに、確実に供給されるようにします。 [図 113](#) を参照して下さい。

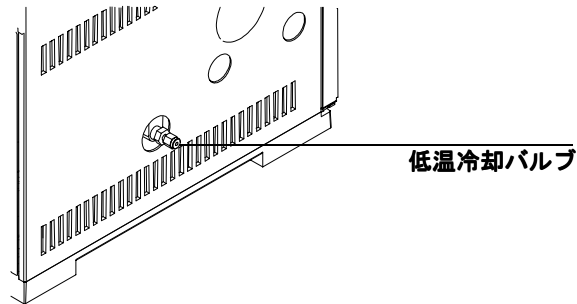


図 113. 低温冷却バルブの位置

3. 液体 N_2 容器の出口に、供給業者の推奨するフィッティングを使用して供給チューブを接続します。
4. SWAGELOK フィッティングを使用して、GC の低温バルブに供給チューブを接続します。

ステップ 11. バルブ駆動エア어의取り付け

バルブには、駆動エア어が必要です。バルブ専用のエア어供給源を用意してください。エア어供給源を分岐して検出器と共用することはできません。

バルブ駆動エア어は、1/4 インチプラスチックチューブで供給されます。GC にバルブが取り付けられている場合には、すでにアクチュエータにプラスチックチューブが取り付けられており、GC の後部から延びています。

注意

チューブをオープン排気口から離して下さい。プラスチックチューブが溶けるおそれがあります。

必要な器材

- ・ 1/4 インチ SWAGelok フィッティング、フロントフェラル、およびバックフェラル
- ・ 9/16 インチレンチ、2 本

エア어供給源を OFF にします。チューブを短くする必要がある場合には、ナイフで切断します。1/4 インチ SWAGelok ナットを取り付けてチューブをエア어供給源に接続します。[図 114](#) を参照して下さい。

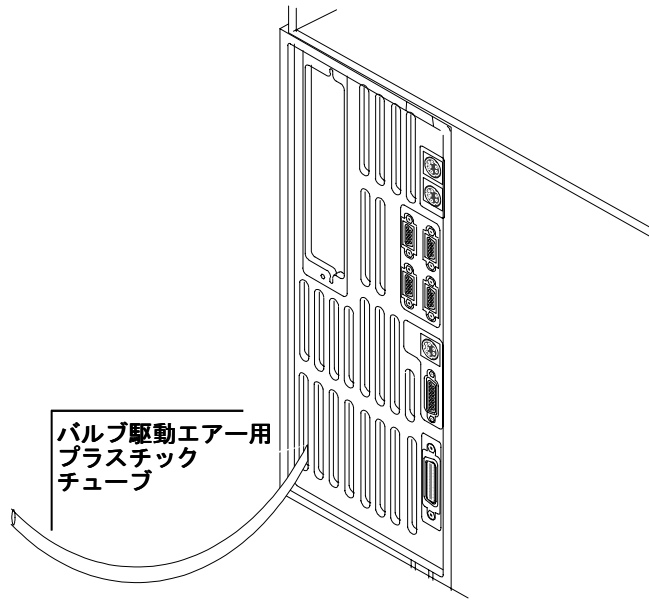


図 114. バルブ駆動エアチューブの位置

ステップ 12. 供給圧力の設定

タンク調整器の設定圧力は、以下の要因によって異なります。

- ・ 使用を予定している最高流量を得るために必要な圧力
圧力／流量の関係は、使用するカラムまたはデバイスによって異なります。中位の圧力レベルから始めて、必要に応じて設定圧力を上げていくという方法が最適でしょう。
- ・ 圧力および流量のセンサと制御装置が正しく作動するために起動する各装間の約 10psi (138kPa) の圧力差
この圧力の差異要件は、流量コントローラおよび圧力調整器を含むすべてのセンサおよびコントローラについてほぼ同じです。
- ・ 供給システムの一**番弱い**部分の圧力の上限
Swagelok フィッティングおよび銅管は、ガスクロマトグラフィーにおけるガスの最高圧力にも十分対応できます。
GC のニューマティクスモジュールは、250psi 以上の圧力に耐えることができますが、正しく機能しない場合があります。過度な磨耗および漏れを防ぐために、連続運転圧としては最高 170psi までをお勧めします。
トラップは、システムにおいて最も弱い部分となる場合が多いので、トラップ自体または付属文献に最高運転圧をラベル表示しておく必要があります。また供給圧力は、供給システム中で**一番低い**最高運転圧を超えてはいけません。

供給圧力の参考調整開始値

ガス	使用箇所	供給圧力
キャリア	パッキドカラム	410 kPa (60 psi)
	キャピラリカラム	550 kPa (80 psi)
エア	検出器	550 kPa (80 psi)
水素	検出器	410 kPa (60 psi)

注入孔および検出器の最大圧力と最小圧力については、[表 76](#) を参照してください。

ステップ 13. ケーブルの接続

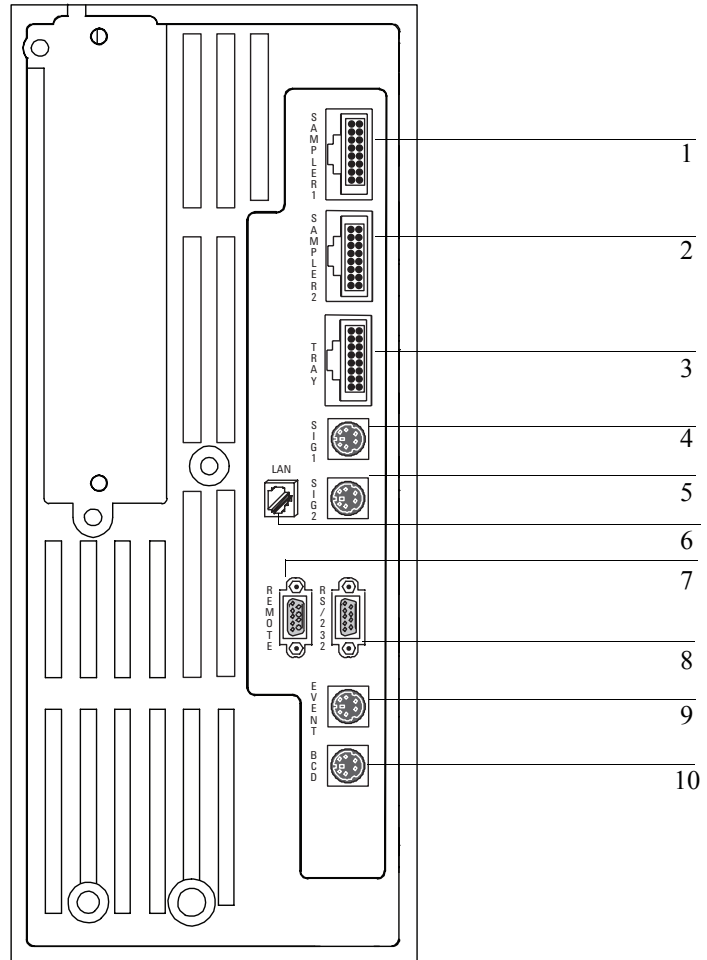
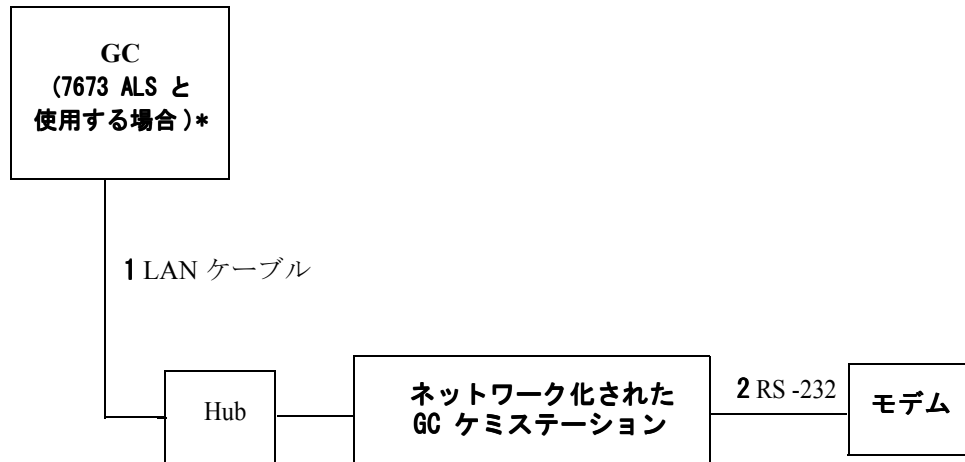


図 115. ケーブル接続部 (GC の後部) の概要

GC には、多様なコミュニケーションツールのセットが内蔵されています。

- ・ **1、2 サンプラ** … G2613A インジェクタの電源と通信接続。前面インジェクタ用にサンプラ 1 を使用します。
- ・ **3 トレイ** … G2614A トレイとの電源と通信接続。
- ・ **4、5 アナログシグナル出力** … GC には、2 チャンネルのアナログデータ出力があり、外部のシグナル処理装置に接続できます。各アナログ出力には 3 段階の電圧レンジがあります。
- ・ **6 LAN** … **LAN 通信**
- ・ **7 リモート** … 最大 10 までの装置でスタート/ストップを同期させるために使用できるリモートポート。
- ・ **8 モデム/RS-232C** … このポートは、モデム、コンピュータ、その他のコントローラデバイス用に使用できます。
- ・ **9 外部イベントコントロール** … 2 つの接点シグナルおよび 2 つの 24V 制御出力で、外部デバイスの制御用に使用できます。GC のバルブドライバ 5 ~ 8 に接続されます。
- ・ **10 BCD (2 進化 10 進コード) 入力** … このコネクタはストリームセレクションバルブにコントロールリレーと BCD 入力を提供します。データ処理装置で使用するために出力することはありません。

6890GC システムには多様なシステム構成が可能です。以下の図に 2 種類の一般的なシステム構成を示します。他の装置との組合せにおいて必要とされるケーブル接続については、[表 78](#) および [表 79](#) を参照してください。[図 116](#) を参照してください。



* 7683 コントローラは 6890 Plus GC に内蔵されています。
G2613A インジェクタと G2614 トレイは GC にダイレクトに接続します。

図 116. GC - GPIB GC ケミステーション - GC オートサンブラ

番号	部品番号および摘要
1	92268 B、LAN ケーブル、ツイスト 4 ペアケーブル
2	G1530-61120、RS-232/ モデムケーブル または、24540-80012、RS-232/ モデムケーブル

表 78. ケーブル接続要求事項

接続される装置	必要ケーブル	部品番号
7683 オートサンブラ	インジェクタケーブルはトレイケーブルの一部分	G2614-60610
GC ケミステーション	LAN (下記参照)	
7694 ヘッドスペースサンブラ	リモート、9 ピンオス型 / 6 ピンコネクタ	G1290-60570
7695 パージ&トラップサンブラ	リモート、25 ピン オス型 / 9 ピン オス型	G1500-60820
3395A インテグレータ	リモート、9 ピン / 15 ピン アナログ、2m、6 ピン	03396-61020 G1530-60570
3395B インテグレータ	リモート、9 ピン / 15 ピン アナログ、2m、6 ピン	03396-61010 G1530-60570
3396B インテグレータ	リモート、9 ピン / 15 ピン アナログ、2m、6 ピン	03396-61020 G1530-60570
3396C/3397 インテグレータ	リモート、9 ピン / 15 ピン アナログ、2m、6 ピン	03396-61010 G1530-60570
他社製インテグレータ	アナログ、2 m、6 ピン	G1530-60560
35900 C/D/E A/D コンバータ	リモート、9 ピンオス型 / 9 ピンオス型 アナログ、2 m、6 ピン	G1530-60930 G1530-60570
質量検出器 (MSD)	リモート、2m、9 ピンオス型 / 9 ピンオス型	G1530-60930
モデム	モデム、9 ピンメス型 / 9 ピンオス型 またはモデム、9 ピンメス型 / 25 ピンオス型	G1530-61120 または 24540-80012
他社製データシステム	汎用リモート、9 ピンオス型 / スペード型ラグ端子 外部イベント、8 ピン / スペード型ラグ端子	35900-60670 (2 m)、 35900-60920 (5 m)、 35900-60930 (0.5 m) G1530-60590
他社製装置、不特定の装置	外部イベント、8 ピン / スペード型ラグ端子	G1530-60590
ストリームセレクションバルブ、 ガスサンプリングバルブ	バルブに添付されている説明書を参照	
LAN	ツイスト 4 ペアケーブル	92268B

表 79. 6890 システムの他の装置の場合のケーブル接続事項

装置 1	装置 2	ケーブルのタイプ	部品番号
質量検出器 (MSD)	GC ケミステーション	LAN	10833A
GC ケミステーション	モデム	RS-232	24540-80012 または G1530-61120
7694 ヘッドスペース サンブラ	GC ケミステーション	RS-232、9 ピンメス 型 / ピンオス型	24542U
7694 ヘッドスペース サンブラ	インテグレータ	RS-232、15 ピンオス 型 / 9 ピンメス型	03396-60530
7694 ヘッドスペース サンブラ	不特定、他社製装置	2 進化 10 進コード ケーブル	03396-60570
質量検出器 (MSD)	パージ&トラップま たはヘッドスペース サンブラ	APG リモート用スプ リッタ ("Y") ケーブ ル オスコネクタ 1 つと メスコネクタ 2 つ	G1530-61200
		APG リモート用スプ リッタ ("H") ケーブ ルオスとメス コネ クタ 2 つずつ	35900-60800

配線図

GC を Agilent 以外の装置または 35900 の A ～ D までのコンバータに接続する場合には、各ワイヤおよびケーブルの機能を知っている必要があります。表 80 を参照して下さい。

汎用アナログケーブル

GC は、汎用アナログケーブルを使用して他社製インテグレータにシグナルを送ります。また、汎用ケーブルは、他社製検出器との通信にも使用されます。図 117 を参照して下さい。

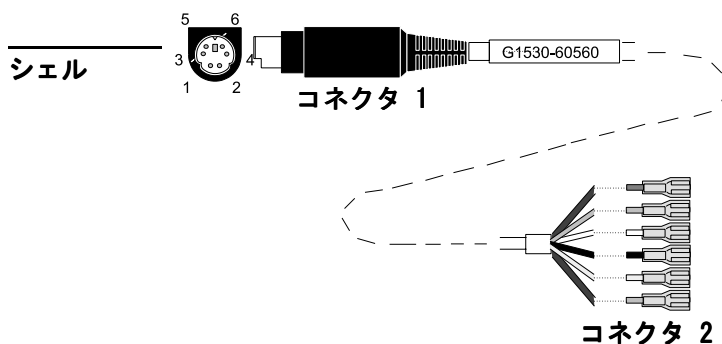


図 117. アナログケーブル、汎用（部品番号 G1530-60560）

表 80. アナログケーブル、汎用、出力接続部

コネクタ 1	コネクタ 2 - クイックコネクト端子	Signal
1	茶または紫	0 ~ 1 mV (-)
2	白	0 ~ 1 V、 0 ~ 10 V(-)
3	赤	0 ~ 1 mV (+)
4	黒	1 V (+)
6	青	10 V (+)
シェル	オレンジ	グラウンド

リモートスタート/ストップケーブル

ループ内の装置をリモートでスタートおよびストップさせる2系統のポートがあります。例えば、インテグレータ、オートサンブラ、およびガスクロマトグラフをリモートケーブルで接続できます。最大10までの装置を、リモートケーブルを使用してスタート/ストップを同期できます。[図 118](#) および [表 81](#) を参照してください。

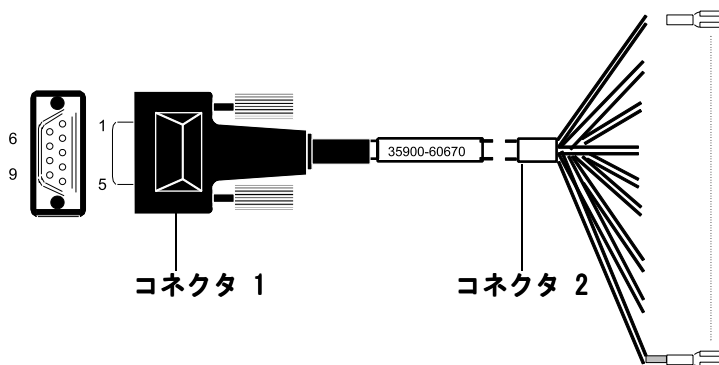


図 118. リモートスタート/ストップケーブル

表 81. リモートスタート/ストップ接続部

コネクタ 1 9 ピンオス型	コネクタ 2 スぺード型ラグ端子	シグナル名
1	黒	デジタルグラウンド
2	白	予約 (Low true)
3	赤	スタート (Low true)
4	緑	スタートリレー (スタート時閉)
5	茶	スタートリレー (スタート時閉)
6	青	回路開
7	橙	レディ (High true 入力)
8	黄	ストップ (Low true)
9	紫	回路開

2 進化 10 進コードケーブル

BCD ケーブルには、全 2 進化 10 進コードレベルを検出する 8 つの受動入力があります。図 119 と表 82 を参照して下さい。

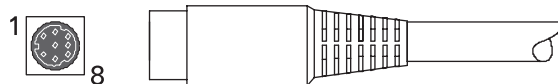


図 119. BCD 入力ケーブル、部品番号 G1530-60630

表 82. BCD 入力接続

ピン	機能	Maximum rating
1	Relay	48 V AV.DC, 250mA
2	Relay	48 V AC/DC, 250mA
3	LS digit 0	
4	LS digit 1	
5	LS digit 2	
6	LS digit 3	
7	MS digit 0	
8	GND	
シールド	シャーシ GND	

外部イベントケーブル

外部デバイスの制御用に、2つの受動リレー接点および2つの24V制御出力を使用できます。受動接点に接続されるデバイスは、別に供給される電源を持っていないければなりません。[図 120](#) および [表 83](#) を参照してください。

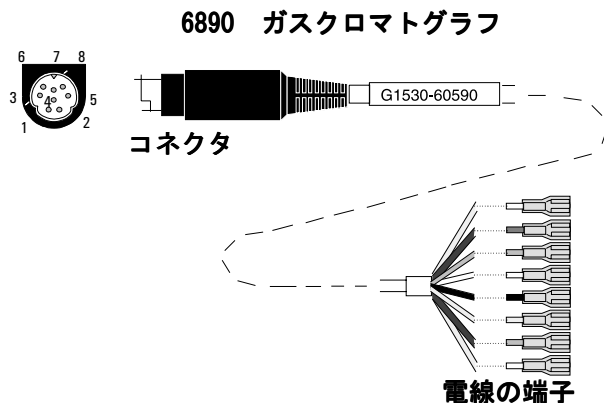


図 120. 外部イベントケーブル（部品番号 G1530-60590）

表 83. 外部イベント接続部

コネクタ	シグナル名	最大定格	電線の端子	対応バルブ番号
24V 制御出力				
1	24V 出力 1	75 mA 出力	黄	5
2	24V 出力 2	75 mA 出力	黒	6
3	グラウンド		赤	
4	グラウンド		白	
リレー接点（常時開）				
5	接点 1	48V AC/DC、250 mA	橙	7
6	接点 1		緑	7
7	接点 2	48 V AC/DC、250 mA	茶または紫	8
8	接点 2		青	8

ステップ 14. GC の設定

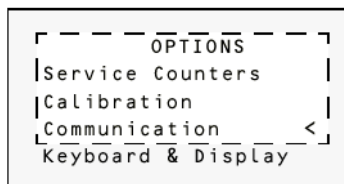
ネットワーク (LAN) 操作を行う場合は、事前に GC の設定が必要です。

GC が自動的に DHCP ネームサーバから TCP/IP アドレス情報を受信するように設定することも、キーボードを使用してアドレスを直接設定することもできます。

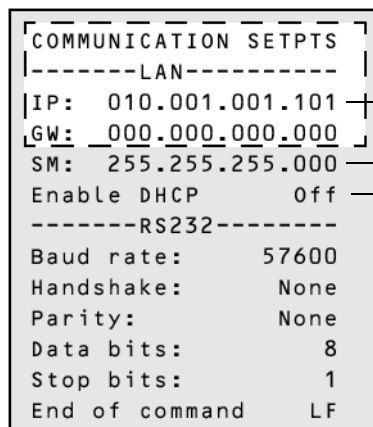
TCP/IP アドレス情報を正しく設定するには、使用しているデータシステムのマニュアルを参照するか LAN 管理者に相談してください。

手順 : LAN コンフィグレーションの設定

1. キーボードの [Options] を押します。



2. コントロールテーブルの Communication にスクロールし、[Enter] を押します。
3. **DHCP を使用して GC の LAN アドレスを設定するには**、Enable DHCP にスクロールして ON にします。TCP/IP アドレス情報の表示が消えます。新しい設定を有効にするには、表示に従って、いったん GC を OFF にし再び ON にします。

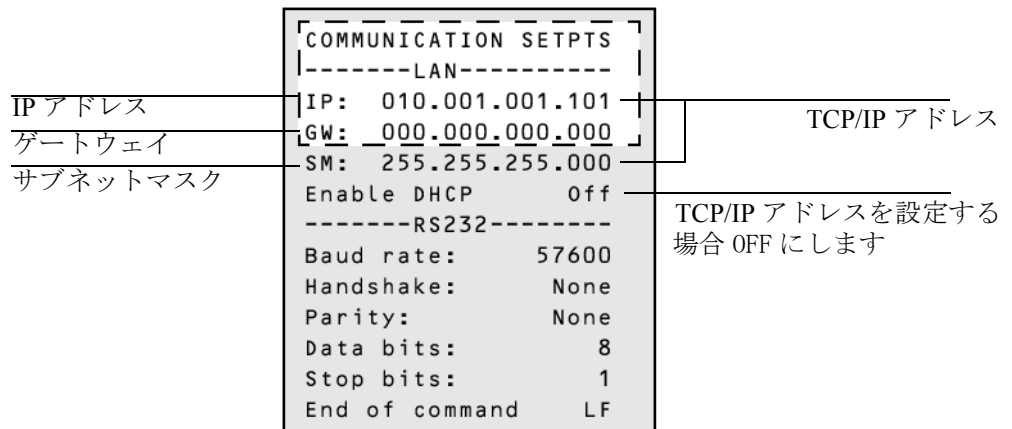


TCP/IP アドレス

DHCP を使用する場合は ON にします

4. GC 前面のキーボードから LAN アドレスを設定するには、Enable DHCP にスクロールして OFF にします。
- ・ TCP/IP アドレス情報を入力します。
 - ・ 各項目を入力するには [Enter] を、入力をキャンセルするには [Clear] を押します。
 - ・ 入力終了したら、指示に従って、いったん GC を OFF にして再び ON にします。指示メッセージを消去するには、任意のキーを押します。

すべての入力終了したら、いったん GC を OFF にして再び ON にし、新しい設定を有効にします。



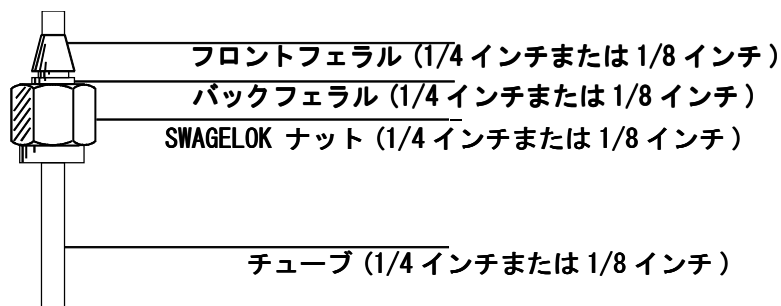
30 SWAGelok 接続方法

SWAGelok 接続方法

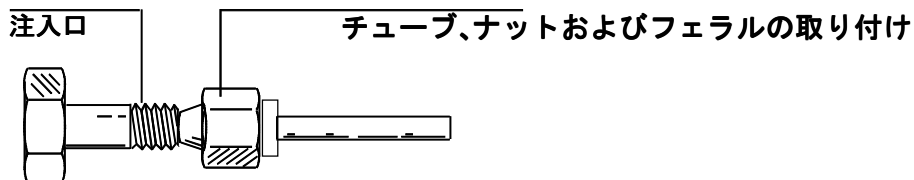
ガス供給チューブは、SWAGelok フィッティングを使用して接続します。SWAGelok 接続に慣れていない場合には、以下の手順をよくお読みください。この手順では、注入口マニホールド、検出器マニホールド、あるいはガス供給ボンベなどの接続口にチューブを接続する方法について説明します。

必要な器材

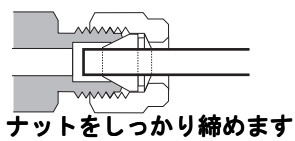
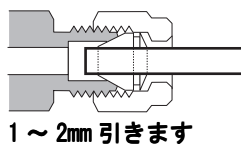
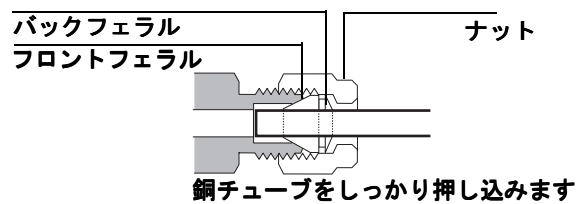
- ・ 1/8 インチ洗浄済み銅チューブ
 - ・ 1/8 インチ SWAGelok ナット、フロントフェラルおよびバックフェラル
 - ・ 7/16 インチレンチ、2本
1. 1/8 インチ SWAGelok ナット、バックフェラル、およびフロントフェラルをチューブに取り付けます。



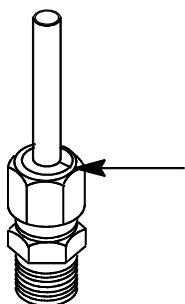
2. 確実にフェラルが接続口に接触するようにし、次に SWAGelok ナットをフェラルの上に被せて、手で十分に締め付けます。



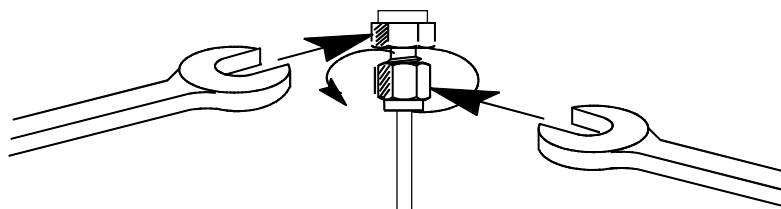
3. メス型フィッティングをしっかり押し込んだ後、1～2mm 引きます。



4. SWAGELOK フィッティングに鉛筆でマークの線を付けます。



5. 1/8 インチ SWAGelok フィッティングの場合には、1 本の 7/16 インチレンチでフィッティングを固定し、もう 1 本のレンチで 3/4 回転締め付けます。1/4 インチフィッティングの場合には、1 回転とさらに 1/4 回転締め付けます。



本手順に従って SWAGelok ナットを締め付けることにより、あらゆるチューブの接続部に漏れがなく、トルクのかからないシールが実現されます。

全索引

Numerics

- 2 段式圧力調整器, 693, 694
- 35900 アナログデジタルコンバータ, 683, 725
- 7694 ヘッドスペースサンブラ
 - インテグレータとの通信, 726
 - ケミステーションとの通信, 726
 - 仕様, 683
 - 不特定、他社製装置との通信, 726

A

- Agilent 以外のコンピュータ
 - 仕様, 683
- Ambient temp
 - オープン設定, 115
- APG リモート通信
 - リモートスタート / ストップ参照, 723
- Aux # キー, 43
- Aux 温度プログラミング, 211
- Aux チャンネル, 87

B

- Back Det キー, 43
- Back Injector キー, 61
- Back Inlet キー, 43
- BCD ケーブル
 - G1530-60630, 729
- Beep, 55

C

- Calibration
 - option, 54
- Caution メッセージ, 39
- Clear キー, 59
- Click
 - key, 55
- Clock Table
 - LED, 40
- Clock Table キー, 61
- Col Comp n キー, 43

- Col n キー, 43
- Communication
 - option, 54
- Config キー, 56
- Cryo
 - オープン設定, 115
- CryoBlast
 - クールオンカラム注入口, 352
- Cryo fault
 - オープン設定, 116
- Cryo shutdown, 116
- Cryo timeout
 - オープン設定, 116
- Cryo シャットダウン
 - PTV 注入口, 377

D

- Delete キー, 59
- Det Control キー, 45, 507
- Diagnostics
 - option, 55

E

- Electronic Pneumatic Control
 - 定義, 64
- EPC
 - キャリブレーション, 91
 - 定義, 64, 67
- EPC 注入口
 - 推奨ガス, 687, 688, 690
 - 配管接続, 713, 714

F

- Fast heating oven, 683
 - Final Temp
 - LED, 40
 - Final temp
 - オープンプログラミング, 107
 - Final time
 - オープンプログラミング, 107
-

全索引

Flow キー, 44
Front Det キー, 43
Front Injector キー, 61
Front Inlet キー, 43

G
Gas Saver
LED, 40

GC
On/Off スイッチ, 708
オープンの排気, 680
温度範囲, 680
湿度範囲, 680
重量, 683
寸法, 683
接地, 684
他の装置との接続、概要, 723
通気について, 680
電源電圧, 684
電源電圧の仕様, 685
電力, 683
熱発生量, 683
ベンチスペース, 681
有毒ガスあるいは有害ガスの排気, 681

GC システム
GC 装置間の通信, 726
ケーブル接続, 722, 725, 726
コンフィグレーション, 682
コンポーネントの仕様, 683
装置間の通信, 722

I
INET
通信ポート, 723
INET インテグレータ
ヘッドスペースサンブラとの通信, 726

Info キー, 48
Init temp
オーブンプログラミング, 107
Init time
オーブンプログラミング, 107
Initial Temp
LED, 40
I イグナイタ, FID

交換, 534

K

Key click, 55
Keyboard
lock, 55

L

LAN, 726
ケーブル, 725
Load キー, 61
Lock
keyboard, 55

M

Merlin マイクロシール, 426
Method キー, 61
Mode/Type キー, 58

N

Not Ready
LED, 40

O

Options キー, 54
Oven
Power requirements, 683
Oven キー, 43
O-リング
ガラス充填カラム, 151
O-リングの交換
スプリット / スプリットレス注入口, 304,
305
パッキドカラム注入口, 332

P

Post Run
LED, 40
セットアップ, 52
Pre Run
LED, 40

全索引

- Prep Run, 278, 279
 - オート, 280
 - キー, 280
 - Prep Run キー, 42
 - Pres correct, 72
 - Pres キー, 44
 - Procedure
 - Setting
 - Post Run events, 228
 - PTV inlet
 - ソルベントベントモード
 - 未定義のカラム, 409
 - PTV 注入口, 372, 418
 - cryo シャットダウン, 377
 - アダプタの交換, 418
 - 温度, 392
 - 加熱, 374
 - カラムの取り付け, 418
 - キャピラリカラムを取り付ける, 126
 - 交換部品, 436
 - コンフィグレーション, 376
 - サンプリングヘッド, 373
 - システム構成, 372
 - システム条件, 372
 - システムの漏れテスト, 431
 - スプリットモード, 379
 - 温度, 380
 - コントロールテーブル, 381
 - 定義されたカラム, 381
 - 未定義のカラム, 382
 - スプリットレスモード, 389
 - コントロールテーブル, 393
 - 初期値, 393
 - 定義されたカラム, 395
 - 未定義のカラム, 396
 - セプタムの交換, 426
 - セプタムヘッド, 424
 - 取り外し, 424
 - セプタムレスヘッド
 - クリーニング, 421
 - 取り外し, 420
 - ソルベントベントモード, 400
 - Start Run, 406
 - 温度、圧力、流量, 402
 - コントロールテーブル, 406
 - 操作の順序, 403
 - タイムテーブル, 405
 - 大量注入, 410
 - 定義されたカラム, 408
 - 大量注入
 - インジェクタコンフィグレーション, 411
 - インジェクタパラメータ, 411
 - ケミステーション 必要事項, 410
 - 例, 413
 - パルスドスプリットモード
 - コントロールテーブル, 385
 - 定義されたカラム, 386
 - 未定義のカラム, 388
 - パルスドスプリットレスモード
 - 定義されたカラム, 398
 - 未定義のカラム, 399
 - パルスドモード, 384
 - メンテナンス, 418
 - 漏れ箇所, 435
 - 漏れテスト, 431
 - 漏れを止める, 435
 - ライナ, 427
 - ライナの交換, 428
 - 冷却, 376
 - PTV 注入口 テフロンフェラル, 交換, 423
- ## Q
- Quick cryo cool
 - オープン設定, 115
- ## R
- Radix type, 55
 - Ramp # キー, 47
 - Ramped flow, 74
 - Rate
 - LED, 40
 - Remote LED, 40
 - RS-232, 724, 726
 - Run LED, 40
 - Run Log LED, 40

全索引

Run Log キー, 53
Run Table キー, 61
Run time
 最長, 107

S

Sample Tray キー, 61
Seq Control キー, 61
Seq キー, 61
Signal n キー, 43
Single シングルカラム補償, 175
Start Run
 PTV 注入口 ソルベントベントモード, 406
Status キー, 49
Stop キー, 42
Store キー, 61
SWAGelok フィッティング
 T 継ぎ手の配管, 712
 接続方法, 734
 漏れチェック, 715

T

Temp
 オーブンプログラミング, 107
Temp キー, 44
Time
 設定, 51
Time キー, 51

U

Units
 圧力, 55

V

Vacuum correct, 72
Valve
 コントロール
 ランテーブルまたはクロックテーブル,
 216
Valve # キー, 61

Z

Zero
 アナログ, 168
 シグナル出力, 168
 流量と圧力センサ, 91

あ

アスタリスク, 37
値
 実測値, 38
 設定値, 38
アダプタ
 検出器
 取り付ける, 142
 石鹼膜流量計, 95
アダプタ, PTV 注入口, 交換, 418
アッテネーション, 170
圧力
 Aux チャンネル, 87
 イニシャル, 76
 センサーキャリブレーション, 91
 ソルベントベントモード, 402
 単位の選択, 55
 単位の交換, 272
 定圧力, 74
 標準状態, 67
 プログラム, 78
 問題, 98
圧力調整器
 ガス配管接続, 694
 推奨, 693, 694
 配管接続, 694
アナログ
 zero, 168
 ケーブル G1530-60560, 727
 ケーブル G1530-60570, 725
 ケーブル G1530-60560, 接続, 727
 ケーブル G1530-60570, 725
アナログ出力
 アッテネーション, 170
 レンジ, 169
安全保護
 ECD, 607
安定時間

全索引

NPD, 565, 566

い

イニシャル圧力, 76

イニシャル流量, 76

インサート

クールオンカラム注入口, 345

パッキドカラム注入口, 320, 323

インジェクタ

コンフィグレーション

HP 7683, 206

インジェクタコンフィグレーション

大量注入, 411

インジェクタパラメータ

大量注入, 411

インテグレータ

GC との通信, 725

仕様, 683

え

液化窒素

低温冷却必要事項, 698

液化二酸化炭素

低温冷却必要事項, 696

液体窒素

GC への配管, 717

エラーメッセージ, 39

エレクトロメータ

ECD, 609

FID, 513

FPD, 639

NPD, 568

炎光光度検出器

エレクトロメータ, 639

温度, 636

ガス配管接続, 714

クエンチング, 632

互換性, 634

チェックアウトクロマトグラム, 647

チェックアウトの各条件, 644

直線性, 631

デュアル波長, 634

点火, 639

点火オフセット, 637

光電子増倍管の交換, 664

フィルタ, 633

飽和, 633

ライナ, 660

お

オート Prep Run, 280

オープン

安全, 103

急速加熱, 108

コンフィグレーション, 104

最高温度, 104

仕様, 102

定温, 104

平衡時間, 104

冷媒, 115

オープンシャットダウン, 103

オープン排気デフレクタ

GC に取り付ける, 707

温度

ECD, 609

FPD, 636

NPD, 570

PTV 注入口, 392

スプリットモード, 380

ソルベントベントモード, 402

TCD, 550

オープン最高, 104

許容温度範囲, 680

定温, 104

標準状態, 67

プログラム, 106

温度プログラミング

クールオンカラム注入口, 352, 353

か

カーソル, 37

外部イベント

ケーブル G1530-60590, 725, 730

ケーブル G1530-60590、接続, 730

コネクタ, 213

概要

GC システムコンポーネント, 683

ケーブル接続要求事項, 725

全索引

- ケーブル必要事項, 726
 - 後部から見た GC, 704
 - 正面から見た GC, 703
 - ガス
 - ECD, 609
 - on/off コントロール, 66
 - キャリアのコンフィグレーション, 73
 - キャリア流量とカラムサイズ, 76
 - メイクアップ, 503
 - ガス供給
 - 配管, 710
 - 配管接続, 710
 - 漏れチェック, 715
 - ガス供給源への配管
 - ガス供給接続, 710
 - チューブ長さ, 710
 - ガス供給配管
 - 検出器マニホールドへの接続, 714
 - 注入口マニホールドへの接続, 713
 - ガスサンプリングバルブ, 217
 - ガスセーバ, 278
 - ガスの配管
 - 概要, 691
 - 推奨, 691
 - ガス配管, 694
 - 2 段式圧力調整器, 693, 694
 - T 継ぎ手の配管, 712
 - トラップ取り付け, 711
 - 配管図, 711
 - 配管接続, 694
 - ガラスカラム
 - 取り付け, 149
 - ガラスパックドカラムを取り付ける, 149
 - カラム
 - PTV 注入口
 - 取り付け, 418
 - キャピラリ
 - 準備, 118
 - ハンガー, 118
 - フェラル, 136
 - コンディショニング, 152
 - コントロールテーブル, 274
 - コンフィグレーション, 70
 - サイズと流量, 76
 - ステンレス
 - スペーサを作る, 139
 - 取り付け, 143
 - フィッティング, 137
 - フェラル, 144
 - ステンレスカラム
 - 準備, 139
 - パックド
 - コンディショニング, 154
 - パックドガラス
 - 取り付け, 149
 - 補償, 175
 - プロフィールをプロット, 177
 - 分析をする, 176
 - 補償プロフィール, 176
 - ボラタイルインレット
 - 取り付け, 462
 - モード, 74
 - モード選択, 75
 - カラムシャットダウン, 65
 - カラムの取り付け
 - ボラタイルインレット, 462
 - PTV 注入口, 418
 - カラムモードの選択, 75
 - カラムを準備する, 118
 - カラムを取り付ける
 - ステンレス
 - フェラルを取り付ける, 141
- ## き
- キーボード, 41
 - キャピラリカラム
 - コンディショニング, 153
 - キャピラリカラムのコンディショニング, 153
 - キャピラリカラムを取り付ける
 - ECD および μ -ECD, 130
 - FPD, 132
 - NPD and FID, 126
 - PTV 注入口, 126
 - TCD, 129
 - 揮発物質インタフェース, 126
 - クールオンカラム注入口, 122
 - スプリット / スプリットレス注入口, 120
 - パージ付き充填注入口, 123
 - キャリブレーション

全索引

- EPC, 91
- キャリヤガス
 - NPD, 567
 - 注入口マニホールドへの配管, 713
- キャリヤガス, 流量とカラムサイズ, 271
- 供給ガス
 - 推奨ガス純度, 690
- 供給ガス配管
 - 推奨, 693
 - 寸法, 693
- 極性
 - TCD, 549

- く
- クールオンカラム注入口, 342
 - CryoBlast, 352
 - インサート, 345
 - インサートの取り付け, 348
 - 温度プログラミング, 352, 353
 - キャピラリカラムを取り付ける, 122
 - クリーニング, 363
 - 設定値の範囲, 353
 - セプタムナット, 347, 363, 365
 - セプタムナットでの注入, 345
 - セプタムの交換, 347, 361, 362
 - 操作, 354
 - ダックビルセプタム, 347
 - 低温冷却操作時の注意事項, 353
 - トラックオープンモード, 352
 - ニードル, 345
 - ニードルサイズの確認, 349
 - ハードウェア, 342
 - ハードウェアに関する問題, 358
 - ヒューズドシリカシリンジニードル, 359
 - ヒューズドシリカニードル, 360
 - マニュアル注入
 - セプタムナット, 350
 - メンテナンス, 356
 - 漏れテスト, 367
 - ガス配管部, 367
 - 漏れの修正, 369
 - 冷却タワー, 347, 362, 364
 - マニュアル注入, 351
- クエンチング

- FPD, 632
- 駆動エアー
 - 配管, 719
 - 必要事項, 700
- クリーニング
 - PTV 注入口
 - セプタムレスヘッド, 421
 - クールオンカラム注入口, 363
 - ジェット, NPD, 600
 - スプリット / スプリットレス注入口, 316
 - パージパッキド注入口, 339
 - ボラタイルインレット, 468
- クロックタイム
 - イベントを削除, 192
 - イベントを追加, 191
 - イベントを編集する, 191
 - プログラミング, 188, 189

- け
- 警告, 32
- ケーブル
 - 03396-60530, RS-232, 726
 - 03396-60570, BCD, 726
 - 03396-61010, リモート, 725
 - 03396-61020, リモート, 725
 - 03396-61020, リモート, 725
 - 10833A, GPIB, 726
 - 24540-80012, RS-232, 726
 - 24540-80012, RS-232/ モデム, 724
 - 24540-80012, モデム, 725
 - 24542U, RS-232, 726
 - 35900-60670, リモート、配線図, 728
 - 92268B, LAN, 725
 - G1530-60560, アナログ、配線図, 727
 - G1530-60570, アナログ, 725
 - G1530-60570, アナログ, 725
 - G1530-60590, 外部イベント、配線図, 730
 - G1530-60590, 外部イベント, 725, 730
 - G1530-60630, BCD, 729
 - G1530-60930, リモート, 725
 - G1530-61120, RS-232, 726
 - G1530-61120, RS-232/ モデム, 724
 - G1530-61120, モデム, 725
 - G1530-61200, APG, スプリッタ, 726

全索引

- G2614A-60610, 2619A トレイケーブル, 725
- GC 以外の装置のケーブル接続事項, 726
- 必要事項
 - GC 通信, 725
- ケミステーション
 - GC との通信, 725
 - オートサンプリングとの通信, 726
 - 外部のシグナル処理, 172
 - 質量検出器との接続, 726
 - 仕様, 683
 - モデムとの通信, 726
- 検出器
 - Det Control キー, 507
 - ECD
 - 配管, 85
 - ECD および μ -ECD
 - キャピラリカラムを取り付ける, 130
 - FID
 - キャピラリカラムを取り付ける, 126
 - FID と NPD
 - 配管, 83
 - FPD
 - キャピラリカラムを取り付ける, 132
 - NPD
 - キャピラリカラムを取り付ける, 126
 - TCD
 - キャピラリカラムを取り付ける, 129
 - 配管, 84
 - アダプタを取り付ける, 142
 - 概要, 499
 - コントロールテーブル, 500
 - 推奨ガス, 687, 688
 - マニホールドへの配管, 714
 - 流量速度, 506
- 検出器のシャットダウン
 - FID, 510
- こ
- 高速ピーク, 171
 - FID, 513
 - FPD, 640
 - NPD, 568
- コンディショニング
 - カラム, 152
 - 準備段階, 152
 - トラップ, 155
 - パッキンカラム, 154
- コントロールテーブル
 - ECD
 - EPC, 612
 - マニュアル, 614
 - FID
 - EPC, 516
 - NPD
 - EPC, 572
 - マニュアル, 574
 - PTV 注入口
 - スプリットモード, 381
 - スプリットレスモード, 393
 - ソルベントベントモード, 406
 - パルスドスプリットモード, 385
 - TCD
 - EPC, 552
 - カラム, 274
 - キーボードとディスプレイ, 55
 - 検出器, 500
 - シーケンス, 231
 - シーケンス定義, 222
 - シグナル, 164
 - 自動液体サンプリング
 - HP 7683, 203
 - 使用, 26
 - スプリット / スプリットレス注入口, 82
 - スプリットモード, 287
 - スプリットレスモード, 291
 - パルスドスプリットモード, 296
 - パルスドスプリットレスモード, 298
 - 定義, 25
 - パーシパッキン注入口, 326
 - パッキンカラム, 276
 - 保存されたシーケンス, 222
 - ボラタイルインレット
 - スプリットモード, 442
 - スプリットレスモード, 448
 - ダイレクトモード, 459
 - マニュアル注入口, 483, 484
 - 未定義のカラム, 276

全索引

パックドカラム注入口, 326
コンピュータ, 683
GC との通信, 725
質量検出器との接続, 726
仕様, 683
ヘッドスペースとの通信, 726
コンフィグレーション
PTV 注入口, 376
インジェクタ
HP 7683, 206
オープン, 104
カラム, 70
キャリアガス, 73
装置, 56
定義, 68
バルブ, 214
ボラタイルインレット
ダイレクトモード, 459
マニュアル注入口, 482
メークアップガス, 504

オ

サーマルクリーニング
ECD, 627
作業手順
イベントを追加
クロックテーブル, 191
ランテーブル, 185
パックドカラムを取り付ける
スペーサを作る, 139
カラムのコンディショニング
キャピラリカラム, 153
準備段階, 152
パックドカラム, 154
キーボードからバルブをコントロール,
216
キャピラリカラムの取り付け
カラムを準備する, 118
キャピラリカラムを取り付ける
ECD および μ -ECD, 130
FID, 126
FPD, 132
NPD, 126

PTV 注入口, 126
TCD, 129
揮発物質インタフェース, 126
クールオンカラム注入口, 122
スプリット / スプリットレス注入口,
120
ページ付き充填注入口, 123
交換
Aux チャンネルフリット, 90
コンフィグレーション
インジェクタ
HP 7683, 206
キャピラリカラム, 71
キャリアガス, 73
バーコードリーダー
HP 7683, 207
バルブ, 215
削除
クロックテーブルイベント, 192
保存されたメソッド, 200
保存したシーケンス, 230
ランテーブルイベント, 186
作成
サンプリングシーケンス, 226
シーケンス, 225
バルブサブシーケンス, 226
シーケンスの開始 / 実行, 232
シーケンスの終了, 233
シーケンスの中断と再開, 233
修正
保存したシーケンス, 230
使用法
石鹼膜流量計, 96
ステンレスカラムの取り付け
メタルカラム, 143
ストップウォッチの使用法, 52
スプリット / スプリットレス
スプリットイベントトラップカートリッ
ジ, 交換, 309
設定, 52
Post Run イベント, 52
イニシャル圧力, 77
イニシャル流量, 77

- 時間と日付, 51
- 設定値ステータステーブル, 50
- 注入口パラメータ, 81
- 平均線速度, 77
- ゼロ調整
 - 流量と圧力センサ, 92
- 選択
 - カラムモード, 75
- パックドカラムを取り付ける
 - ガラスカラム, 149
 - 検出器アダプタ, 142
 - ステンレスカラム用フェラル, 141
- プログラミング
 - カラム圧力, 78
 - カラム流量, 78
 - クロックテーブルイベント, 188, 189
 - ランテーブルイベント, 184
- 編集
 - インジェクタ設定値
 - HP 7683, 204
 - クロックタイムイベント, 191
 - サンプルトレイ設定値
 - HP 7683, 207
 - 保存されたメソッド, 200
 - ランテーブルイベント, 186
- 保存
 - シーケンス, 228
 - メソッド, 196
- 読み込み
 - シーケンスの保存, 229
 - デフォルトパラメータ, 62
 - デフォルトメソッド, 198
 - 保存されたメソッド, 197
- 削除
 - シーケンス, 230
 - メソッド, 200
- 作成
 - サンプルサブシーケンス, 226
 - シーケンス, 225
 - バルブサブシーケンス, 226
 - メソッド, 195
- サブシーケンス
 - サンプル
 - 作成, 226
 - 定義, 225
- 酸素トラップ
 - 取り付け, 711
- サンプルとの接続
 - ボラタイルインレット, 476
- サンプリングヘッド
 - PTV 注入口, 373
- し
- シーケンス
 - インテグレータ, 236
 - 開始と実行, 232
 - コントロールテーブル, 222, 231
 - 削除, 230
 - 作成, 225
 - サブシーケンス
 - 定義, 225
 - サンプルサブシーケンス
 - 作成, 226
 - 修正, 230
 - 終了, 233
 - 中断, 234
 - 中断と再開, 233
 - 定義, 222
 - コントロールテーブル, 222
 - バルブサブシーケンス
 - 作成, 226
 - ポスト, 224
 - ポスト・シーケンス, 228
 - 保存, 228
 - 読み込み, 229
 - 割り込み, 224
- シーケンスの開始, 232
- シーケンスの実行, 232
- ジェット
 - FID, 511
 - クリーニング, 526
 - 交換またはクリーニング, 522
 - 取り付け, 527
 - 取り外し, 523
 - FPD
 - クリーニング / 交換, 658
 - NPD, 569

全索引

- クリーニング, 600
- クリーニングまたは交換, 597
- 交換, 601
- 取り外しと点検, 598
- ジェットの取り付け
 - FID, 527
- シグナル
 - store digital, 171
 - アナログ, 168
 - 換算, 165
 - ケミステーション, 172
 - コントロールテーブル, 164
 - 出カスケーリング, 169
 - ゼロ調整, 168
 - タイプ, 164
 - 値, 164
- 自己診断テスト, 708
- システム
 - コンポーネントの仕様, 683
- システムコンフィグレーション
 - 概要, 682
- 実測値, 38
- 湿度
 - 許容湿度範囲, 680
- 自動液体サンブラ
 - HP 7673
 - コンポーネント, 202
 - HP 7683
 - インジェクタ設定値, 204
 - インジェクタをコンフィグレーションする, 206
 - コントロールテーブル, 203
 - バーコードリーダー, 207
- シャットダウン
 - cryo, 116, 377
 - オープン, 103
 - カラム, 65
 - 水素, 65
- 修正
 - シーケンス, 230
- 終了
 - シーケンス, 233
- 重量
 - GC, 681
 - GC システムコンポーネント, 681
- 出力
 - アナログ, 168
 - ゼロ調整, 168
- 仕様
 - 3395、3396 インテグレータ, 683
 - 35900 アナログ / デジタルコンバータ, 683
 - 7694 ヘッドスペースサンブラ, 683
 - GC, 683
 - オープン, 683
 - ケミステーション, 683
 - 高速オープン, 683
 - コンピュータ, 683
 - 質量検出器, 5972A, 683
- 昇温
 - fast 高速オープン, 108
- す
- 推奨ガス
 - ガス純度, 690
 - キャピラリカラム, 688
 - 検出器, 687, 688
 - パッキドカラム, 687
- 推奨範囲、GC
 - 温度, 680
 - 湿度, 680
- 水素, 269, 499
 - NPD, 溶媒ピーク溶出中の水素の ON/OFF, 566
 - 分析, 549
- 水素炎イオン化検出器, 509, 532
 - EPC, 517
 - コントロールテーブル, 516
 - FID イグナイタの交換, 534
 - 圧力と流量, 515
 - エレクトロメータ, 513
 - 温度, 514
 - 組み立て, 533
 - 高速ピーク, 513
 - コレクタ
 - クリーニング, 529
 - 取り外し, 530
 - ジェット, 511
 - クリーニング, 526

- 交換またはクリーニング, 522
- 取り付け, 527
- 取り外し, 523
- 自動再点火, 512
- シャットダウン, 510
- チェックアウトクロマトグラム, 520
- チェックアウトの各条件, 518
- データ転送速度, 513
- 点火オフセット, 512
- ハードウェアの問題, 522
- メンテナンス, 521
- 流量, 514
- 水素炎検出器
 - 配管接続, 714
- 水素シャットダウン, 65
- 水素の使用, 269
- 水素の使用法, 499
- 据え付け手順
 - GC システムをベンチに設置する, 707
 - GC を開梱する, 706
 - 液体窒素の接続方法, 717
 - オープン排気デフレクタの正しい取り付け位置, 707
 - ガス供給への配管, 710
 - ケーブルの接続, 722
 - 検出器マニホールドへの配管, 714
 - 検出器マニホールドへの配管接続, 714
 - 自己診断テスト, 708
 - 注入口マニホールドへの配管, 713
 - 低温冷却配管
 - 液体窒素, 717
 - トラップの取り付け, 711
 - バルブ駆動エアの取り付け, 719
- スクロール, 37
- ステータステーブル, 49
- ステンレスカラム
 - 取り付ける, 143
- ステンレスカラムの準備, 139
- ステンレスカラムの取り付け, 143
- ステンレスカラム用スペーサ, 139
- ストップウォッチ, 52
- ストリーム選択バルブ, 219
 - マルチポジション, 219
- スプリット / スプリットレス注入口, 283
 - 0 リングの交換, 304, 305
 - 圧力, 283
 - キャピラリカラムを取り付ける, 120
 - クリーニング, 316
 - スプリットベントトラップカートリッジ
 - 交換, 309, 430, 471
 - スプリットモード, 286
 - コントロールテーブル, 287
 - マニュアル, 485
 - スプリットレスモード, 290
 - コントロールテーブル, 291
 - 定義されたカラム, 292
 - パラメータ, 292
 - マニュアル, 486
 - 未定義のカラム, 293
 - セプタムの交換, 301
 - セプタムを締める, 283
 - 注入口の漏れテスト
 - EPC, 312
 - 注入口ベースシールの交換, 307
 - パルスドスプリットモード, 297
 - コントロールテーブル, 296
 - パルスドスプリットレスモード, 298
 - コントロールテーブル, 298
 - パルスドモード, 295
 - マニュアル, 484
 - メンテナンス, 300
 - 漏れテスト, 310
 - EPC でない, 314
 - 漏れを止める, 315
 - ライナ, 284
 - スプリットベントトラップフィルタカートリッジ, 交換
 - スプリット / スプリットレス注入口, 309, 430, 471
- スプリットベントライン
 - ボラタイルインレット
 - 切断, 455
- スプリットモード
 - PTV 注入口, 379
 - 定義されたカラム, 381
 - 未定義のカラム, 382
 - スプリット / スプリットレス注入口, 286
 - 定義されたカラム, 287
 - 未定義のカラム, 288

全索引

- ボラタイルインレット, 441
 - 定義済みのカラム, 445
 - パラメータ, 444
 - 未定義のカラム, 446
- スプリットレスモード
 - PTV 注入口, 389
 - 初期値, 393
 - 定義されたカラム, 395
 - 未定義のカラム, 396
 - スプリット / スプリットレス注入口, 290
 - 定義されたカラム, 292
 - 未定義のカラム, 293
 - ボラタイルインレット, 447, 452
 - パラメータ, 451

せ

- 石鹼膜流量計, 94
- 接地
 - GC, 684
- 設定
 - Post Run, 52
 - 時間と日付, 51
 - 設定値ステータステーブル, 50
- 設定値, 38
 - HP 7683
 - インジェクタ, 204
 - サンプルトレイ, 207
 - オーブンプログラミング, 107
 - クールオンカラム注入口, 353
 - ステータステーブル, 50
- セプタムナット
 - クールオンカラム注入口, 345, 363, 365
 - 交換, 347
- セプタムの交換
 - PTV 注入口, 426
 - クールオンカラム注入口, 347, 361, 362
 - スプリット / スプリットレス注入口, 301
 - パッドカラム注入口, 328
- セプタムページ, 280
 - nonEPC, 93
- セプタムヘッド
 - PTV 注入口, 424
 - 取り外し, 424

- セプタムレスヘッド
 - PTV 注入口
 - クリーニング, 421
 - 取り外し, 420
- セプタムを締める, 283
- ゼロ調整
 - デジタル, 171
- 線速度, 76

そ

- 速度
 - 平均線速度, 76
- ソルベントベントモード
 - PTV 注入口
 - コントロールテーブル, 406
 - 大量注入, 410
 - 定義されたカラム, 408
 - 未定義のカラム, 409
 - 大量注入
 - ケミステーション 必要事項, 410

た

- タイムテーブル
 - PTV 注入口 ソルベントベントモード, 405
- 大量注入
 - ケミステーション 必要事項, 410
 - 例, 413
- ダイレクトモード
 - ボラタイルインレット, 453, 461
 - コントロールテーブル, 459
 - パラメータ, 461
- 他社製インテグレータ, 725
- 他社製コンピュータ
 - ケーブル 35900-60920 (5 m), 725
- 他社製データシステム, 725
 - GC との通信, 725
 - ケーブル 35900-60670 (2 m), 725
 - ケーブル 35900-60930 (0.5 m), 725

ち

- 窒素
 - GC への配管, 717

全索引

- 低温冷却必要事項, 698
- 窒素
リン検出器, 561, 570, 689, 714
- EPC, 573
 - コントロールテーブル, 572
- Off, 565
- 圧力と流量, 571
- 安定時間, 565, 566
- インシュレータとリングの交換, 589
- エレクトロメータ, 568
- オフセット調整
 - 中断, 563, 565
- 温度, 570
- キャピラリカラムを取り付ける, 126
- キャリアとメークアップ流量, 567
- クリーニング, 589
- 再組み立て, 601
- ジェット, 569
 - クリーニング, 600
 - クリーニングまたは交換, 597
 - 取り外しと点検, 598
- ジェットの交換, 601
- 水素の OFF, 566
- チェックアウトクロマトグラム, 579
- チェックアウトの各条件, 577
- データレート, 568
- ハードウェアの問題, 581
- ビード, 563, 570
 - 交換, 584
 - 電圧, 566
- マニュアル, 574
 - コントロールテーブル, 574
- メンテナンス, 580
- 溶媒ピーク
 - 水素の OFF, 566
- 流量, 570
- チャンネル
 - auxiliary, 87
 - フリット交換, 90
- 注入口
 - nonEPC, 93
 - PTV
 - キャピラリカラムを取り付ける, 126
 - 概要, 270
 - 揮発物質インタフェース
 - キャピラリカラムを取り付ける, 126
 - クールオンカラム
 - キャピラリカラムを取り付ける, 122
 - スプリット / スプリットレス
 - キャピラリカラムを取り付ける, 120
 - コントロールテーブル, 82
 - セプタム, 283
 - ページ付き充填カラム
 - キャピラリカラムを取り付ける, 123
 - パラメータ, 80
 - マニュアル
 - コンフィグレーション, 482
 - 注入口の漏れテスト
 - スプリット / スプリットレス注入口
 - EPC, 312
 - 注入口マニホールド
 - キャリアガスの配管, 713
 - 直線性
 - ECD, 609
 - FPD, 631

つ

 - 通気について
 - GC, 680
 - 通信
 - BCD, 723
 - INET, 723
 - LAN, 723
 - アナログ, 723
 - リモートスタート / ストップ, 723

て

 - 定圧力, 74
 - 定温オーブン, 104
 - 低温冷却
 - 液化二酸化炭素, 696
 - 液体窒素の接続方法, 717
 - 窒素, 698
 - 必要事項, 696
 - ディスプレイ, 37
 - LED, 40
 - 点滅, 38
 - 定流量, 74

全索引

データ転送速度

FID, 513

データレート

NPD, 568

ケミステーション, 172

定義, 170

テーブル PTV 注入口

パルスドスプリットレスモード

コントロール, 397

テーブルコントロールテーブル

PTV 注入口

パルスドスプリットレスモード, 397

デジタル ゼロ調整, 171

手順

ECD

EPC 操作, 613

ガス漏れの点検, 624

サーマルクリーニング, 627

マニュアル仕様の操作, 615

FID

EPC 仕様の操作, 517

FID イグナイタの交換, 534

検出器の再組み立て, 533

高速ピークの使用法, 513

コレクタのクリーニング, 532

コレクタの取り外し, 530

ジェットのクリーニング, 526

ジェットの取り付け, 527

自動再点火設定値の変更, 512

取り外しと点検, 523

NPD

EPC 仕様, 573

安定時間の設定, 566

インシュレータとリングの交換, 589

検出器とコレクタのクリーニング, 589

検出器の再組み立て, 601

ジェットのクリーニング, 600

ジェットの交換, 601

ジェットの取り外しと点検, 598

データレートの設定, 568

ビードアSEMBリの交換, 584

マニュアル仕様, 574

PCM

ガス配管部の漏れテスト, 496

定義済みのキャピラリカラムの使用,
496

パッキンカラムや未定義のカラムの使
用, 495

PTV

カラムの取り付け, 418

スプリットモード, 定義されたカラム
, 381

スプリットモード, 未定義のカラム,
382

スプリットレスモード, 定義されたカ
ラム, 395

スプリットレスモード, 未定義のカラ
ム, 396

セプタムの交換, 426

セプタムヘッドの取り外し, 424

セプタムレスヘッドのクリーニング,
421

セプタムレスヘッドの取り外し, 420

ソルベントベントモード, 定義された
カラム, 408

ソルベントベントモード, 未定義のカ
ラム, 409

注入口アダプタの交換, 418

テフロンフェラルの交換, 423

パルスドスプリットモード, 定義され
たカラム, 386

パルスドスプリットモード, 未定義の
カラム, 388

パルスドスプリットレスモード, 定義
されたカラム, 398

パルスドスプリットレスモード, 未定
義のカラム, 399

漏れを止める, 435

ライナの交換, 428

PTV 注入口

ガス配管の漏れテスト, 431

TCD

EPC 仕様の TCD の使用, 553

サーマルクリーニング, 557

オート Prep Run, 280

- ガスセーバー, 279
- クールオンカラム
 - インサートの取り付け, 348
 - 温度のプログラミング, 353
 - ガス配管部の漏れテスト, 367
 - セプタムナット使用時のマニュアル注入, 350
 - セプタムナットの交換, 347
 - セプタムの交換, 347, 362
 - 操作, 354
 - 注入口のクリーニング, 363
 - 注入口の漏れテスト, 367
 - ニードルとカラムサイズの確認, 349
 - ヒューズドシリカシリンジニードルの交換, 359
 - ヒューズドシリカニードルの取り付け, 360
 - 漏れの修正, 369
 - 冷却タワー使用時のマニュアル注入, 351
 - 冷却タワーの交換, 347
- 検出器コントロールテーブルの設定, 500
- 作成
 - カラム補償プロフィール, 176
- 使用
 - カラム補償, 176
- スプリット / スプリットレス
 - EPC 注入口の漏れテスト, 312
 - O リングの交換, 305
 - ガス配管の漏れテスト, 310
 - スプリットベントトラップカートリッジ, 交換, 430
 - スプリットモード、定義されたカラム, 287
 - スプリットモード、未定義カラム, 288
 - スプリットレスモード、定義されたカラム, 292
 - スプリットレスモード、未定義のカラム, 293
 - セプタムの交換, 301
 - 注入口のクリーニング, 316
 - 注入口ベースシールの交換, 307
 - パルスドスプリットモード, 297
 - パルスドスプリットレスモード, 298
 - 漏れテスト EPC でない注入口, 314
 - 漏れを止める, 315
 - ライナの交換, 284
- スプリット / スプリットレススプリットベントトラップカートリッジ, 交換, 471
- ゼロ調整
 - アナログシグナル, 168
- 選択
 - 高速ピーク, 171
- ページパケット
 - ガラスインサートの取り付け, 323
 - セプタムの交換, 328
 - 注入口のクリーニング, 339
 - 定義済みキャピラリー・カラムの使用, 327
 - 未定義キャピラリーカラムの使用, 327
 - 漏れテスト (EPC 注入口), 334
 - 漏れテスト (ガス配管システム), 334
 - 漏れテスト (マニュアル注入口), 337
 - 漏れの修正, 338
 - ライナの取り付け, 321
- ページ・パケット
 - O-リングの交換, 332
- プログラミング
 - シングルランプオープン温度, 108
 - 定温オープン, 104
 - マルチランプオープン温度, 109
- プロットする
 - カラム補償プロフィール, 177
- ボラタイルインレット
 - インレットの交換とクリーニング, 468
 - ガス配管部の漏れテスト, 472
 - カラムの取り付け, 462
 - システムの漏れテスト, 472
 - スプリットベントラインの切断, 455
 - スプリットモード、定義済みのカラム, 445
 - スプリットモード、未定義のカラム, 446
 - スプリットレスモード, 452

全索引

- ダイレクト注入のコンフィグレーション, 459
 - ダイレクトモード, 461
 - ヘッドスペースサンブラの接続, 476
 - 漏れテストのためのインレットのセットアップ, 474
 - 漏れの修正, 474
 - マニュアルスプリット / スプリットレス
スプリットモード流量の設定, 485
 - スプリットレスモードの流量の設定, 486
 - マニュアル注入口
コンフィグレーション, 482
 - マニュアルパックドカラム
キャリア流量の設定, 484
 - メークアップガスの定義, 504
 - メークアップガス流量モードの変更, 505
 - テストプロット, 178
 - デフォルトパラメータ, 62
 - デフォルトメソッド, 198
 - テフロンテープ, 694
 - テフロンフェラル, PTV 注入口
交換, 423
 - 電圧
国別仕様, 686
 - 電圧仕様
電圧, 685
 - 点火
FID, 自動, 512
 - FPD, 639
 - 点火オフセット
FID, 512
 - FPD, 637
 - 電源電圧
国別電圧仕様, 686
 - 必要事項, 684
 - 電子捕獲検出器
EGD, 603
 - EPC, 613
 - コントロールテーブル, 612
 - 安全保護, 607
 - エレクトロメータ, 609
 - 温度, 609
 - ガス, 609
 - サーマルクリーニング, 627
 - チェックアウトクロマトグラム, 619
 - チェックアウト条件 (日本以外), 617
 - 直線性, 609
 - パラメータ, 610
 - マニュアル, 615
 - コントロールテーブル, 614
 - メンテナンス, 620
 - 洩れの点検, 624
 - 問題の修正, 621
 - ワイブテスト, 629
 - ガス配管接続, 714
 - キャピラリカラムを取り付ける, 130
 - 電池, 30
- ## と
- 銅チューブ
ガス供給源への配管, 710
 - 検出器マニホールドへの配管, 714
 - 注入口マニホールドへの配管, 713
 - 低温冷却接続, 717
 - トラックオープンモード
クールオンカラム注入口, 352
 - トラップ
概要, 694
 - ガス配管への接続, 711
 - コンディショニング, 155
- ## に
- ニードルサイズ
クールオンカラム注入口, 349
 - ニードル, ヒューズドシリカ
クールオンカラム注入口, 359, 360
 - 二酸化炭素
低温冷却用, 696
 - ニューマティックコントロールモジュール, 491
 - 概要, 491
 - 操作, 注入口, 493
 - 操作, バルブまたは他のデバイスでの使用, 494
 - 漏れテスト
ガス配管部, 496

ね

熱伝導度検出器

EPC, 553

 コントロールテーブル, 552

 温度, 550

 キャピラリカラムを取り付ける, 129

 キャリアガス, 548

 サーマルクリーニング, 557

 水素の分析, 549

 チェックアウトクロマトグラム, 556, 557

 チェックアウトの各条件, 554

 ネガティブ極性, 549

 配管接続, 714

 メイクアップガス, 548

 メンテナンス, 557

 問題の修正, 557

 リファレンスガス, 548

 流量, 550

 流量と圧力, 551

は

バーコードリーダー

HP 7683, 207

ページ付き充填注入口

 キャピラリカラムを取り付ける, 123

ページパックド注入口

 クリーニング, 339

漏れテスト

 マニュアル, 337

 漏れの修正, 338

ハードウェア

 クールオンカラム注入口, 342

配管, 712

排気について

 オープン, 680

 オープンの排気, 680

 検出器, 681

 スプリット / スプリットレス注入口, 681

ハイドロカーボントラップ

 取り付け, 711

パックドカラム注入口, 319

 O リングの交換, 332

 インサート, 320

 インサートの取り付け, 323

 キャピラリカラム, 327

 コントロールテーブル

 定義済みカラム, 326

 セプタムの交換, 328

 定義済みカラム, 327

 パックドカラム, 327

 コントロールテーブル, 326

 マニュアル, 484

 メンテナンス, 328

漏れテスト

 EPC, 334

 ガス配管システム, 334

 ライナ, 320

 ライナの取り付け, 321

パラメータ

 注入口, 80

 デフォルト, 62

パルスドスプリットモード

 PTV 注入口

 未定義のカラム, 388

 定義されたカラム, 386

パルスドスプリットレスモード

 PTV 注入口

 定義されたカラム, 398

 コントロール, 397

 未定義のカラム, 399

パルスドモード

 PTV 注入口, 384

バルブ, 219

 温度プログラミング, 211

 外部ドライバ, 213

 ガスサンプリング, 217

 加熱, 210

 カラム選択, 217

 コントロール

 キーボード, 216

 コンフィグレーション, 214

サブシーケンス

 作成, 226

 ドライバ, 212

 内部ドライバ, 212

 ボックス, 210

バルブ駆動エアー

 配管, 719

全索引

必要事項, 700
ハンガー
 キャピラリカラム, 118

ひ
ビード
 NPD, 563, 570
 交換, 584
 電圧, 566
ビードの交換, 584
ビープ, 38
光電子増倍管チューブ、FPD、交換, 664
日付
 設定, 51
ヒューズ, 30

ふ
フィッティング
 接続方法, 734
 漏れチェック, 715
フィルタ
 FPD, 633
フィルタ, スプリットベントトラップカート
 リッジ, 交換
 スプリット/スプリットレス注入口, 309,
 430, 471
フェラル
 ガラス充填カラム, 151
 キャピラリカラム, 136
 ステンレスカラム, 141, 144
フェラル, テフロン, 交換, 423
プリンタ
 仕様, 683
プログラミング
 Aux 温度ゾーン, 211
 圧力, 78
 オープン温度, 106
 クールオンカラム注入口温度, 352
 クロックタイム, 188, 189
 ランタイム, 182, 184
 流量, 78

へ
平衡時間
 オープン, 104
ベースラインシフト
 デジタルシグナル, 171
ヘッドスペースサンプリング
 ボラタイルインレット
 接続, 476

編集
 メソッド, 200
ベンチスペース
 GC, 681
 GC システムコンフィグレーション, 681

ほ
方策, 29
補償
 カラム, 175
 プロフィール
 作成, 176
ポスト シーケンス, 224
ポスト・シーケンス, 228
保存
 シーケンス, 228
ボラタイルインレット, 440
 概要, 441
 カラムの取り付け, 462
 交換とクリーニング, 468
 サンプリングとの接続, 476
 スプリットベントライン
 切断, 455
 スプリットモード, 441
 コントロールテーブル, 442
 定義済みのカラム, 445
 パラメータ, 444
 未定義のカラム, 446
 スプリットレスモード, 447, 452
 コントロールテーブル, 448
 パラメータ, 451
 ダイレクトモード, 453, 461
 コントロールテーブル, 459
 コンフィグレーション, 459
 スプリットベントラインの切断, 455

全索引

- パラメータ, 461
 - ヘッドスペースサンブラ, 476
 - メンテナンス, 462
 - 漏れテスト, 472
 - ガス配管部, 472
 - セットアップ, 474
 - 漏れの修正, 474
- ま**
- マニュアル注入
 - クールオンカラム注入口
 - セプタムナット, 350
 - 冷却タワー, 351
 - マニュアル注入口
 - 推奨ガス, 687, 688, 690
- め**
- メーカーアップガス
 - EPC 検出器, 503
 - NPD, 567
 - コンフィグレーション, 504
 - 流量, 503
 - 流量モード, 505
 - メソッド
 - 削除, 200
 - 作成, 195
 - 定義, 194
 - デフォルトを読み込み, 198
 - 不適合, 199
 - 編集, 200
 - 保存, 196
 - 読み込み, 197
 - リスティング, 200
 - メソッドのリスティング, 200
 - メッセージ, 39
 - メンテナンス
 - ECD, 620
 - FID, 521
 - NPD, 580
 - PTV 注入口, 418
 - TCD, 557
 - クールオンカラム注入口, 356
 - スプリット / スプリットレス注入口, 300
 - パックドカラム注入口, 328
 - ポラタイルインレット, 462
 - メンテナンス, スケジュール, 30
- も**
- モイスチャトラップ
 - 取り付け, 711
 - モデム
 - ケーブル 24540-80012, 724
 - ケーブル G1530-61120, 724
 - 通信ポート, 723
 - モデムケーブル
 - 24540-80012, 725
 - G1530-61120, 725
 - 漏れ
 - チェック, 715
 - モレキュラシーブトラップ
 - 取り付け, 711
 - 漏れテスト
 - PTV 注入口, 431
 - ガス配管, 431
 - 漏れ箇所, 435
 - クールオンカラム注入口, 367
 - ガス配管部, 367
 - スプリット / スプリットレス注入口
 - EPC でない, 314
 - ガス配管, 310
 - ニューマティックコントロールモジュール
 - ガス配管部, 496
 - ページパックド注入口
 - マニュアル, 337
 - パックドカラム注入口
 - EPC, 334
 - ガス配管システム, 334
 - ポラタイルインレット, 472
 - ガス配管部, 472
 - セットアップ, 474
 - 漏れの修正
 - クールオンカラム注入口, 369
 - ページパックド注入口, 338
 - ポラタイルインレット, 474
 - 漏れの点検
 - ECD, 624

全索引

漏れを止める

- PTV 注入口, 435
- スプリット / スプリットレス注入口, 315

よ

溶媒ピーク

- NPD, 水素の OFF, 566

読み込み

- シーケンス, 229
- デフォルトパラメータ, 62
- デフォルトメソッド, 198
- メソッド, 197

ら

ライナ

- PTV 注入口
交換, 428
- , 427
- スプリット / スプリットレス注入口, 284
- パックドカラム注入口, 320, 321

ランタイム

- イベントを削除, 186
- イベントを追加, 185
- イベントを編集, 186
- プログラミング, 182, 184

ランプ圧力, 74

り

リーダー

- バーコード, 207

リテンションギャップ, 352

リファレンスガス

- TCD 流量, 548

リモートスタート / ストップ

- ケーブル 03396-61010, 725
- ケーブル 03396-61020, 725
- ケーブル 35900-60670, 728
- ケーブル 35900-60670 接続, 728
- ケーブル G1530-60930, 725
- 通信ポート, 723
- 汎用ケーブル 35900-60920 (5 m), 725
- 汎用ケーブル 35900-60930 (0.5 m), 725
- 汎用ケーブル 35900-60670 (2 m), 725

流量

- FID, 514
- NPD, 570
- PTV 注入口
ソルベントベントモード, 402
- TCD, 550
- イニシャル, 76
- 解釈, 97
- 最大速度, 506
- 石鹼膜流量計による測定, 94
- センサーキャリブレーション, 91
- 定流量, 74
- プログラミング, 78
- 問題, 98
- ランプ, 74

れ

冷却

- オープン, 115

冷却タワー

- クールオンカラム注入口, 347, 362, 364

冷媒

- オープン, 115

レート

- データ, 170

レンジ

- アナログ出力, 169

わ

ワイプテスト

- ECD, 629

割り込みシーケンス, 224

