

**Agilent 8355**  
化学発光硫黄検出器 /  
**Agilent 8255**  
化学発光窒素検出器

ユーザーマニュアル



Agilent Technologies

# 注意

© Agilent Technologies, Inc. 2015

このマニュアルの内容は米国著作権法および国際著作権法によって保護されており、Agilent Technologies, Inc. の書面による事前の許可なく、このマニュアルの一部または全部をいかなる形態（電子データやデータの抽出または他国語への翻訳など）あるいはいかなる方法によっても複製することが禁止されています。

## マニュアル番号

G3488-96010

## エディション

第3版、2015年12月

第2版、2015年10月

第1版、2015年9月

Printed in USA / China

Agilent Technologies, Inc.

2850 Centerville Road

Wilmington, DE 19808-1610 USA

安捷伦科技（上海）有限公司  
上海市浦东新区外高桥保税区  
英伦路412号

联系电话：(800) 820 3278

## 保証

このマニュアルの内容は「現状のまま」提供されることを前提としており、将来の改訂版で予告なく変更されることがあります。また、Agilent は適用される法律によって最大限許される範囲において、このマニュアルおよびそれに含まれる情報に関し、商品の適格性や特定用途に対する適合性への暗黙の保障を含み、また、それに限定されないすべての保証を明示的か暗黙のかを問わず、一切いたしません。Agilent は、このマニュアルまたはこのマニュアルに記載されている情報の提供、使用または実行に関連して生じた過誤、付隨的損害あるいは間接的損害に対する責任を一切負いません。Agilent とお客様の間に書面による別の契約があり、このマニュアルの内容に対する保証条項がここに記載されている条件と矛盾する場合は、別に合意された契約の保証条項が適用されます。

## 安全にご使用いただくために

### 注意

注意は、取り扱い上、危険があることを示します。正しく実行しなかったり、指示を遵守しないと、製品の破損や重要なデータの損失にいたるおそれのある操作手順や行為に対する注意を促すマークです。指示された条件を十分に理解し、条件が満たされるまで、注意を無視して先に進んではなりません。

### 警告

警告は、取り扱い上、危険があることを示します。正しく実行しなかったり、指示を遵守しないと、人身への傷害または死亡にいたるおそれのある操作手順や行為に対する注意を促すマークです。指示された条件を十分に理解し、条件が満たされるまで、警告を無視して先に進んではなりません。

# 目次

## 1 はじめに

マニュアル、ツール、その他の情報について	8
GC のマニュアル、ツール、オンラインヘルプ	8
ユーザーアプリケーション	14
トレーニングコース	17
8355 SCD と 8255 NCD の概要	18
設置とセットアップの概要	22

## 2 安全および規制に関する情報

はじめに	24
安全に関する重要事項	25
検出器内部で高電圧がかかる部品	25
静電気による GC の損傷	26
非常に高温となる部品	26
水素使用上の注意	26
オゾン	28
酸素濃度	28
警告ラベル	29
ヒューズ	30
安全および規制に関する情報	31
ドイツ連邦共和国の音響放射に関する認証	32
Schalldruckpegel	32
電磁環境両立性 (EMC)	32
目的の用途	34
クリーニング	34
製品のリサイクル	34
技術サポート	34

### 3 システムの説明

仕様	36
8355 SCD	36
8255 SCD	36
動作原理	37
SCD	37
NCD	37
主要コンポーネントの説明	39
バーナーアセンブリ	39
オゾン発生器	41
反応セルと光電子増倍管 (PMT)	42
EPC モジュール	42
真空ポンプ	42
オゾントラップ	42
オイルミストフィルタ	42
FID アダプタ (オプション)	42
NCD の冷却器	43

### 4 操作

はじめに	46
Agilent GC に取り付けている場合	46
パラメータの設定	47
パラメータと範囲	47
ソフトウェアのコントロール	48
GC キーボードコントロール	50
検出器の位置とタイプ	50
検出器の安定性とレスポンス	51
標準的な測定条件	52
測定条件の調整	53
起動	54
リソースの管理	55
シャットダウン	56
GC の自動流量ゼロの設定	57
検出器の設定	58

## 5 メンテナンス

メンテナンスログと EMF (Early Maintenance Feedback)	62
メンテナンススケジュール	63
検出器感度の管理	64
消耗品と交換部品	65
SCD の部品展開図	67
NCD の部品展開図	68
検出器のメンテナンスマソッド	69
検出器へのカラムの取り付け	70
内部セラミックチューブの交換 (SCD)	73
石英チューブの交換 (NCD)	76
真空ポンプのオイル確認	80
真空ポンプのオイル追加	81
真空ポンプのオイル交換	83
オゾントラップの交換	85
オイルミストフィルタの交換	87
検出器外面の清掃	88
流量および圧力センサーのキャリブレーション	89
ファームウェアの更新	90

## 6 トラブルシューティング

検出器の問題解決	92
トラブルシューティング表	93
ステータスインジケータ LED	96
検出器のメッセージ	97
リーク	98
オゾンリーク	98
水素リーク	98
酸化ガスリーク	98
水素リークと酸化ガスリークの確認	99
電源の問題	100
電源なし	100
オゾン生成の問題	101

コーティング	102
水素による被毒劣化	103
汚染ガス	104

## 7 動作確認

クロマトグラフ チェックアウトについて	106
クロマトグラフ チェックアウトの準備	107
サンプルバイアルの準備	108
SCD のパフォーマンスをチェックする	109
NCD のパフォーマンスをチェックする	114

## 1 はじめに

マニュアル、ツール、その他の情報について 8

8355 SCD と 8255 NCD の概要 18

設置とセットアップの概要 22

この章では、Agilent 8355 化学発光硫黄検出器（SCD）および Agilent 8255 化学発光窒素検出器（NCD）の概要と、GC マニュアルや流量計算ツールなどの情報やツール入手するための方法を紹介します。



## マニュアル、ツール、その他の情報について

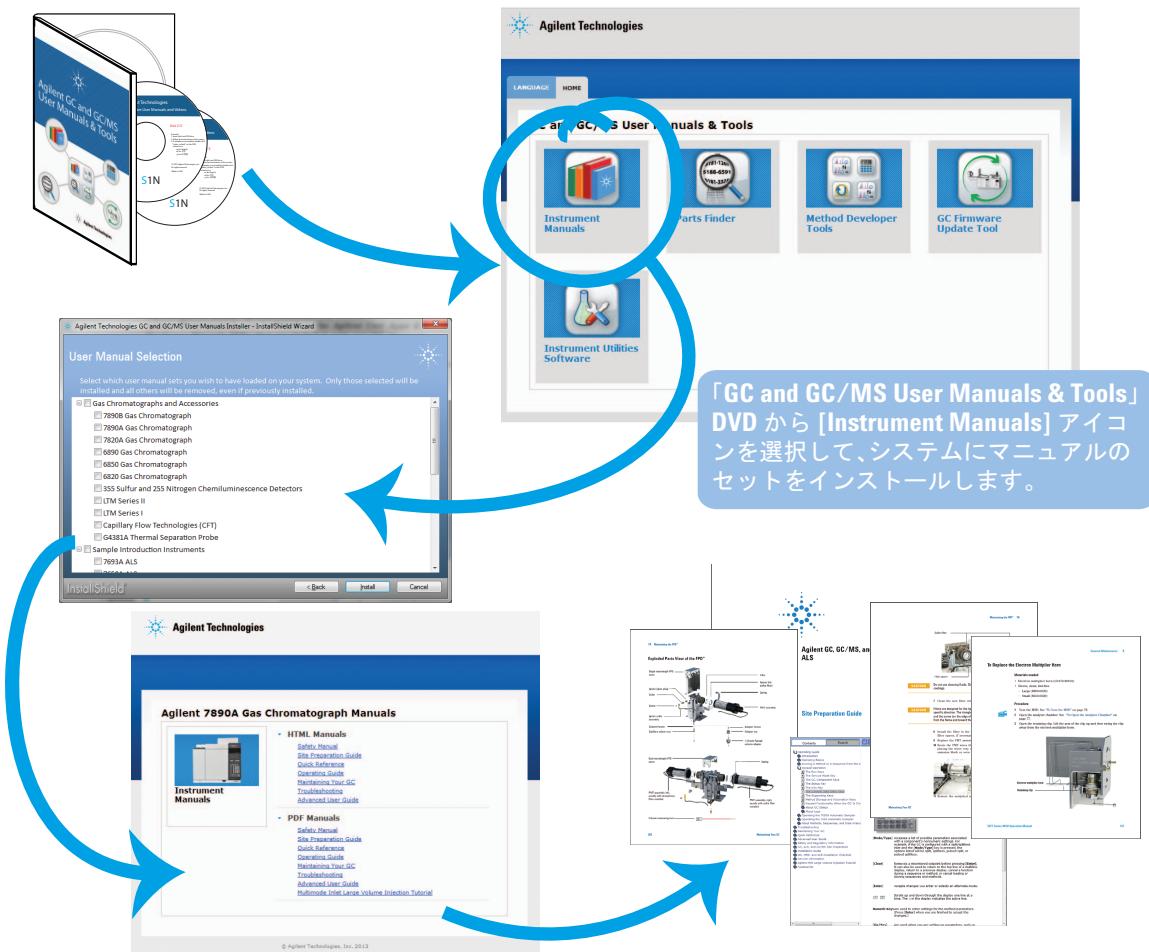
このマニュアルでは、Agilent 7890B ガスクロマトグラフ (GC) に取り付けられた Agilent 8355 化学発光硫黄検出器 (SCD) と Agilent 8255 化学発光窒素検出器 (NCD) の操作方法について説明します。また、操作上の推奨事項、メンテナンス手順、トラブルシューティングについても説明します。設置手順については、Agilent 8355 SCD および 8255 NCD の『設置とセットアップ』ガイドを参照してください。SCD または NCD の設置場所の準備については、Agilent 8355 SCD および 8255 NCD の『設置準備ガイド』を参照してください。

さらに Agilent では、7890B GC に関するマニュアル、ファミリアリゼーション情報、自己学習用に利用できるヘルプを提供しています。検出器の据付および操作にあたっては、このような GC 全般の情報を参照する必要があります。このセクションでは、それらの情報と入手方法について説明します。

### GC のマニュアル、ツール、オンラインヘルプ

Agilent は 7890B GC システムの据付、操作、メンテナンス、およびトラブルシューティング方法を説明しているマニュアルを提供しています。これらのマニュアルは、GC 機器に同梱の『Agilent GC、GC/MS のマニュアル、ツール』DVD に収録されています。

インストールするマニュアルとマニュアルの言語を選択できます。快適な操作のためにもマニュアルのインストールをお勧めします。HTML 版と PDF 版をインストールできます。



## マニュアル一覧

**表 1 7890B GC マニュアル**

マニュアル	内容	利用目的
入門	マニュアル類の概要。情報の入手方法について。マニュアルのインストール方法。GC の概要。	
安全に関するマニュアル	安全性と規制に関する情報。水素キャリアガス（または燃焼ガス）使用時の注意事項。メンテナンス作業実施時の注意事項。	<ul style="list-style-type: none"> <li>据付前。安全な据付作業の準備をする。</li> <li>メンテナンス前。</li> </ul>
GC、GC/MS、および ALS 設置準備ガイド	以下の要件：実験台のスペースと重量、電源、発熱量、排気、ラボ環境（推奨環境）、ガスおよび試薬ガスの純度、ガス供給、ガス配管（フィルタ、レギュレータの種類、配管要件など）、および低温冷却用品（使用する場合）。据付前に購入を推奨する用品。	<ul style="list-style-type: none"> <li>据付前。設置場所を準備する。</li> <li>据付前に、据付を正常に完了するため必要な備品をチェックする（ガス、据付キット、ガストラップ、レギュレータ、配管、フィッティング、消耗品など）。</li> <li>随時、ガス供給元、レギュレータ、低温冷却用品、供給圧力などの推奨要件を確認する。</li> </ul>
設置とセットアップ	実験台への GC の設置方法。配線のピン配置。	<ul style="list-style-type: none"> <li>据付作業時。</li> </ul>
操作ガイド	よく使用するキーボード機能。キーボードを使用した分析およびシーケンスの開始。Agilent データシステム接続時のキーボードの使用方法。メソッドとシーケンスの概要。起動およびシャットダウン。設置後の GC の性能チェック方法。省エネルギー機能（スリープ / ウェイク）。EMF について。コンフィグレーション。	<ul style="list-style-type: none"> <li>一般的な操作手順（分析の実行、メソッドの読み込み、サンプルの連続分析）を学習する。</li> <li>データシステムからコントロール中の GC キーボードの使用方法を学習する。</li> <li>短期または長期の機器停止前。</li> <li>一定期間使用しなかった後に GC を起動する場合。</li> <li>特定のメンテナンス作業実施後など、機器の性能を工場出荷時の標準と照らし合わせて確認する必要がある場合。</li> <li>GC コンポーネントの適切なコンフィグレーション方法を学習する（特に新規据付時）。</li> </ul>
アドバンスド操作マニュアル（英語）	日常的な操作では通常使用しない、以下の操作手順と解説：プログラミング、メソッドとシーケンスについての詳細な情報、注入口（カラム）の流量および圧力モード、注入口 / 検出器 / バルブ / オーブン / その他の詳細な設定値、出力シグナル設定。	<ul style="list-style-type: none"> <li>メソッドの開発時。</li> <li>GC スタンドアロン起動時（データシステムがない場合）。</li> <li>詳細な設定値について学習する。</li> </ul>

表 1 7890B GC マニュアル

マニュアル	内容	利用目的
GC のメンテナンス	標準の注入口および検出器オプションに関する手順を含む、GC メンテナンス手順。交換部品の情報。EMF (Early Maintenance Feedback) の使用手順。	<ul style="list-style-type: none"> <li>交換部品や消耗品について調べる。</li> <li>GC のメンテナンス作業実施前。</li> </ul>
トラブルシューティング	GC の問題を解決するための手順。GC、クロマトグラフ、ハードウェアの問題の症状と対処法。問題がハードウェア、ソフトウェア、その他の要素（サンプルの準備など）のいずれに関連しているかを判別するための手順。	<ul style="list-style-type: none"> <li>予期しない性能の問題の原因を突き止める。</li> </ul>
GC ソフトウェアの基礎知識	GC 用データシステムコントロールソフトウェアのユーザーインターフェイスの概要。EMF とコンフィグレーションの概念や他の新機能の概要。	<ul style="list-style-type: none"> <li>データシステムのユーザーインターフェイスの設定について調べる。</li> </ul>
データシステムのヘルプ	GC 用メソッドの作成および編集に関するトピックと作業手順。	<ul style="list-style-type: none"> <li>ソフトウェアを使用して GC をコントロールする際の疑問を解決する。</li> </ul>

## 言語バージョン

Agilent は 7890B のマニュアルを複数の言語で提供しています。表 2 に、利用可能なマニュアルと言語をマニュアルの形式（印刷、Adobe PDF、HTML）ごとに示します。

## 1 はじめに

表 2 GC マニュアルの言語

マニュアル	形式	スペイン語	英語	中国語	フランス語	ドイツ語	イタリア語	日本語	ブラジルポルトガル語	ロシア語
入門	印刷	✓	✓			✓	✓			
	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
安全に関するマニュアル	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
設置とセットアップ	HTML	✓	✓			✓				
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
GC、GC/MS、および ALS 設置準備ガイド	HTML	✓	✓			✓				
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
GC のメンテナンス	HTML	✓	✓			✓				
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
トラブルシューティング	HTML	✓	✓			✓				
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓

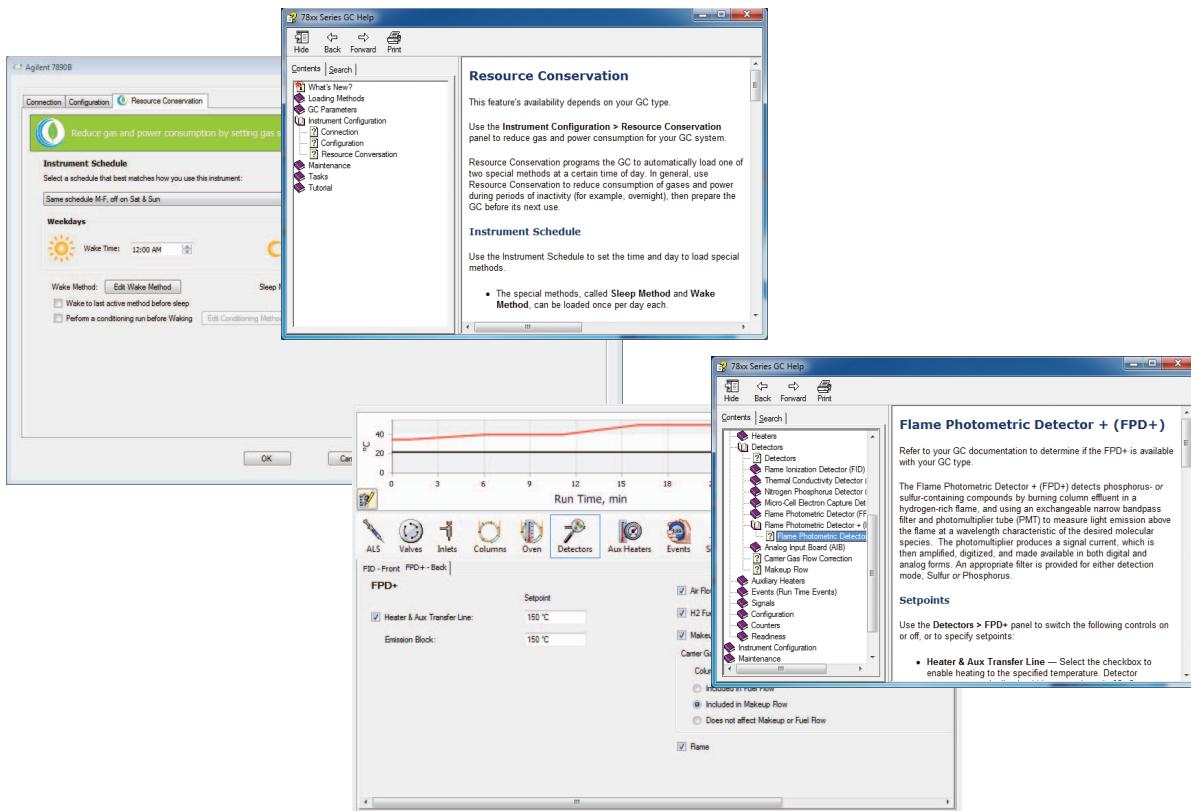
表2 GC マニュアルの言語

マニュアル	形式	言語							
		スペイン語	英語	中国語	フランス語	ドイツ語	イタリア語	日本語	ブラジルポルトガル語
操作ガイド	HTML		✓	✓			✓		
	PDF		✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
アドバンスド操作マニュアル (英語)	HTML		✓						
	PDF		✓						
GC ソフトウェアの基礎知識	HTML		✓	✓		✓	✓	✓	

### オンラインヘルプ

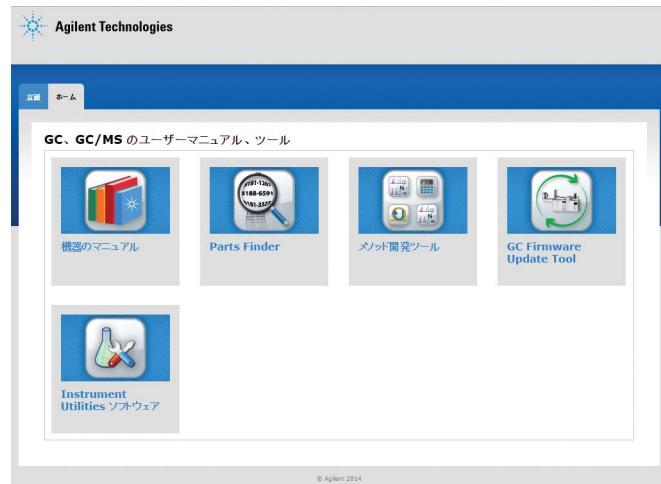
GC データシステムには、ハードウェアマニュアルに加え、ソフトウェアの使用に関する詳細な情報、一般的な作業手順、ビデオチュートリアルを含む広範なオンラインヘルプシステムがあります。

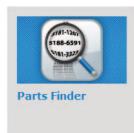
# 1 はじめに



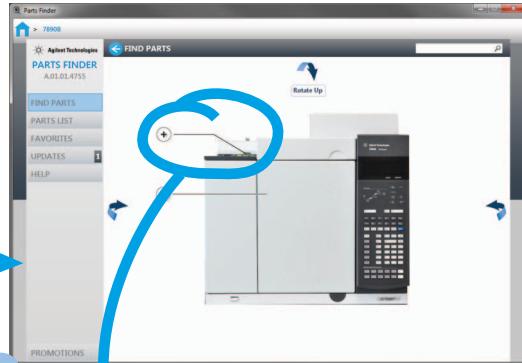
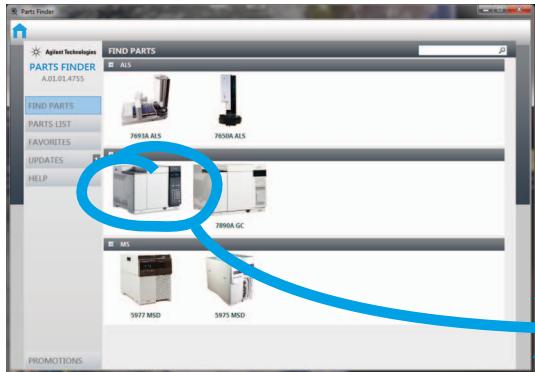
## ユーザーアプリケーション

『Agilent GC、GC/MS のマニュアル、ツール』DVDには、ハードウェアマニュアルに加え、複数のユーザー-applicationも収録されています。Parts Finder（部品検索ツール）、GC ファームウェア更新ツール、さまざまなメソッド開発ツールなど、利用できるapplicationを以下にご紹介します。

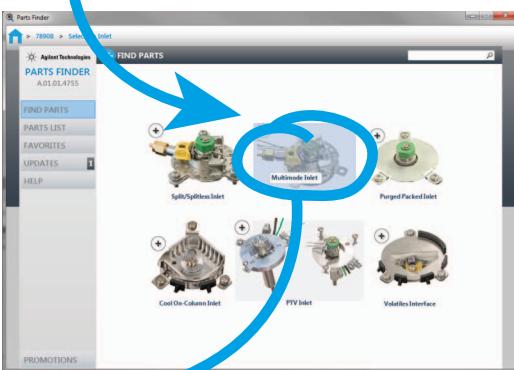
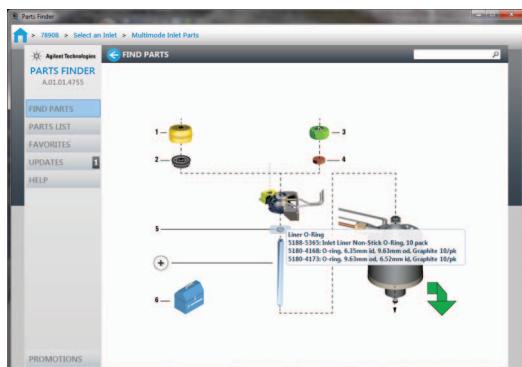




**Parts Finder** をインストールすると、機器のイメージをクリックしながら交換部品や消耗品を簡単に見つけることができます。



カタログやマニュアルをめくって探す必要はありません。写真やアートワークをクリックして検索対象の機器コンポーネント（特定のタイプの注入口や検出器、イオンソース、サンプラトレイなど）を絞り込み、部品の外観から必要なものをすぐに見分けられます。

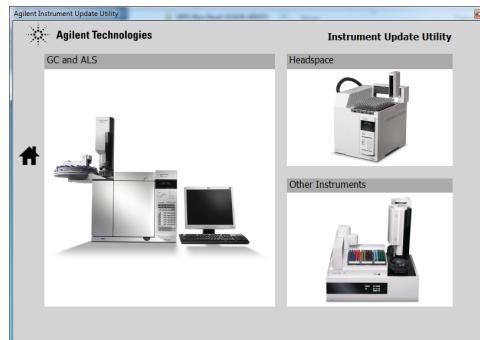


部品検索で部品を迅速にご注文になれます。内容がインターネットから自動更新されるので、常にすべての機器の最新の部品リストにアクセスできます。

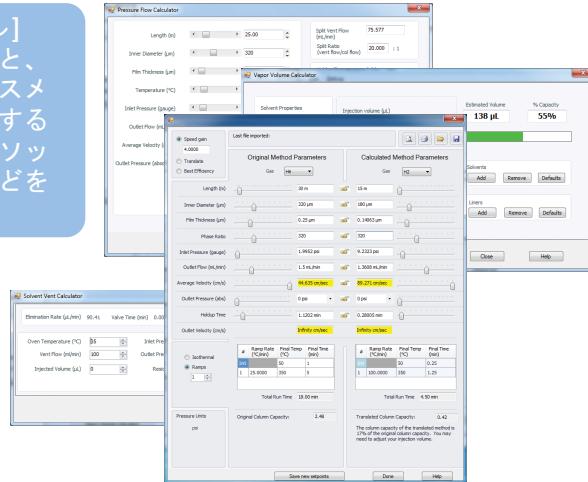
## 1 はじめに



[GC Firmware Update-Tool] をインストールすると、GC およびサンプラシステムに最新のファームウェアをインストールできます。



[メソッド開発ツール] をインストールすると、ヘリウムキャリアガスメソッドを水素を使用するように変換できるメソッドトランスレータなどを使用できます。



## トレーニングコース



Agilent は、お客様が新しいシステムの高度な機能について知ると同時に生産性を最大に得られるよう GC の使用方法を学べるトレーニングコースを用意しています。

**R1778A – Agilent 7890 A/B GC および OpenLAB ChemStation の操作**

**R1914A – Agilent 7890 A/B GC トラブルシューティングおよびメンテナンス**

トレーニングコースの詳細およびご利用方法については、  
<http://www.chem-agilent.com/contents.php?id=1000003> にアクセスするか、お客様の担当営業までお問い合わせください。

## 8355 SCD と 8255 NCD の概要

図 1 から図 5 は、据付、操作、およびメンテナンス中に使用または作業する 8355 SCD と 8255 NCD の制御装置、部品、およびコンポーネントを示しています。



図 1 検出器の正面 (SCD および NCD)

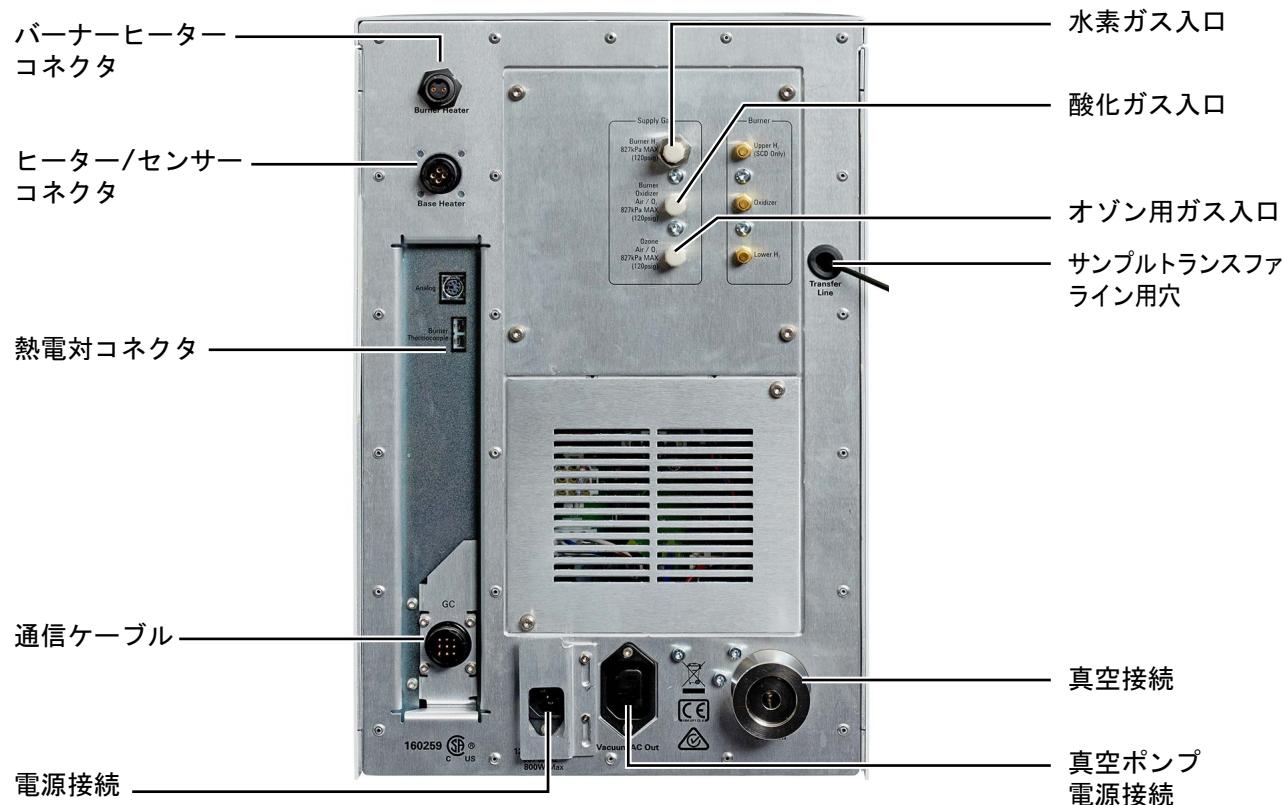


図2 検出器の背面

## 1 はじめに

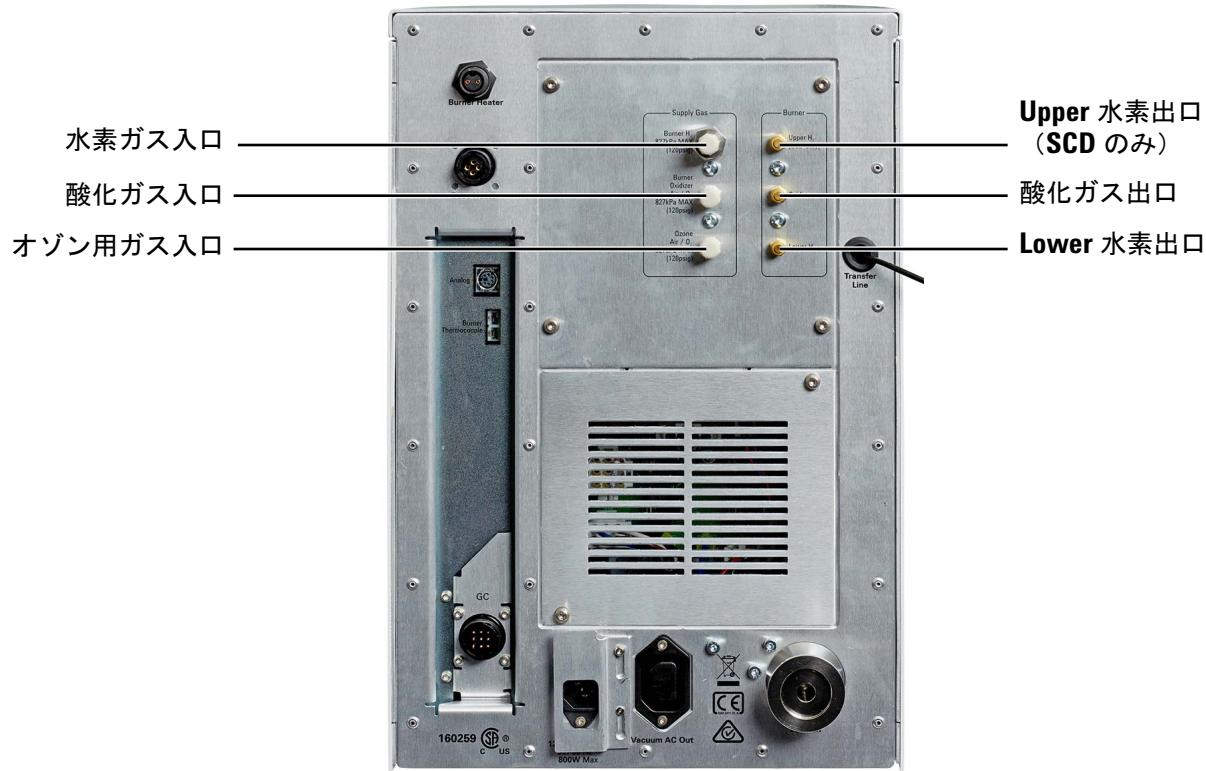


図3 検出器のガス接続部

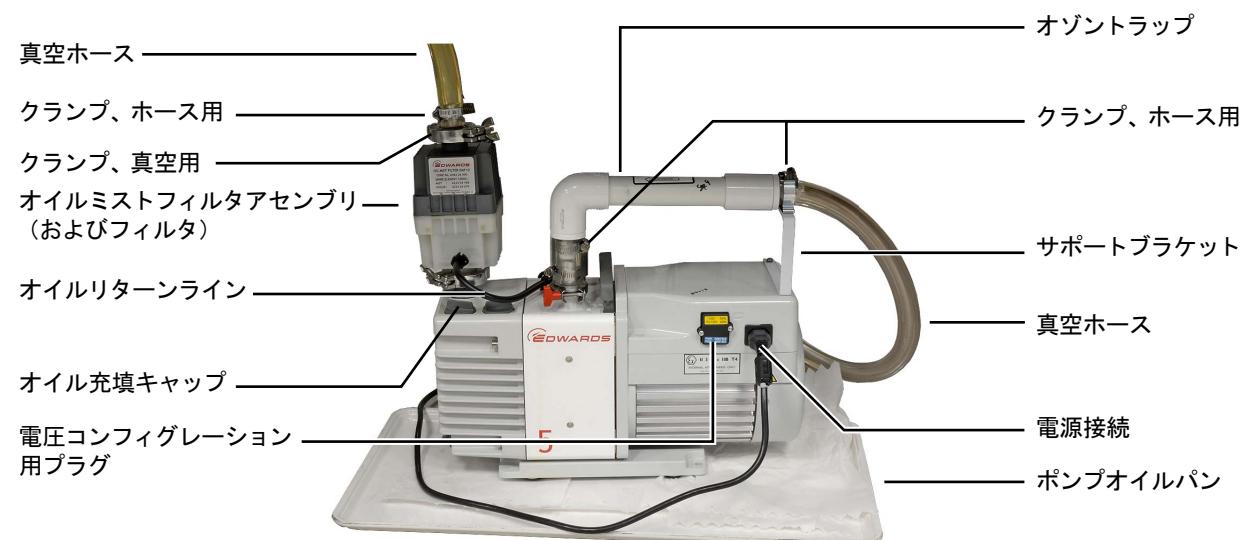


図4 RV5 真空ポンプ

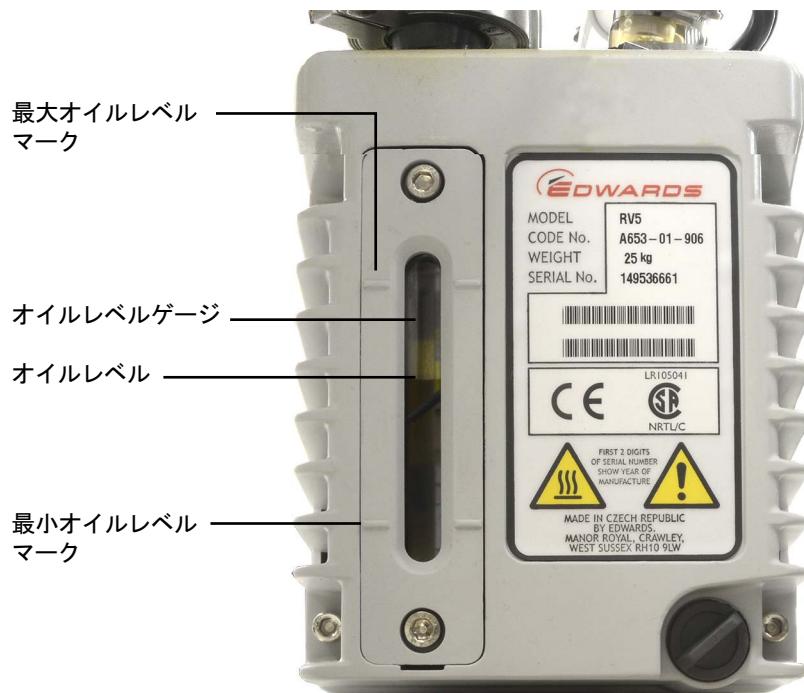


図 5 RV5 真空ポンプのオイルレベルゲージ

## 設置とセットアップの概要

以下は設置手順の概要です。設置の詳細については、『設置とセットアップ』ガイドを参照してください。

- 1 GC と Agilent データシステムを設置していない場合は、先に設置します（他の検出器がある場合は、その性能を確認します）。
- 2 設置場所に検出器を置きます。保護キャップを取り外します。
- 3 GC の準備をします。GC を冷却してから電源をオフにし、電源コードを抜きます。カバーを取り外します。
- 4 検出器の取り付け位置を準備します。
- 5 真空ポンプを開梱します。プラグを取り外します。オイルミストフィルタとバラストを取り付けます。
- 6 真空ポンプを取り付けます。
- 7 電力コンフィグレーションを確認します。
- 8 バーナーアセンブリを取り付けます。
- 9 供給ガスを配管します。
- 10 検出器ガスを接続します。
- 11 検出器にケーブルやワイヤーを接続します。
- 12 ケーブルを GC や検出器に接続します。
- 13 電源に接続します。
- 14 カラムを取り付けます。
- 15 GC のカバーを取り付けます。
- 16 GC と検出器の電源を入れます。
- 17 検出器をコンフィグレーションします。
- 18 チェックアウトメソッドを作成して、パフォーマンスを確認します。

## 2

# 安全および規制に関する情報

はじめに	24
安全に関する重要事項	25
警告ラベル	29
ヒューズ	30
安全および規制に関する情報	31
目的の用途	34
クリーニング	34
製品のリサイクル	34
技術サポート	34

この章では、Agilent 8355 SCD および Agilent 8255 NCD の設置および使用にあたって必要となる、安全および規制に関する重要な事項を示します。検出器を操作する前に、これらの情報を必ずご確認ください。



## はじめに

このマニュアルでは、Agilent 8355 SCD および Agilent 8255 NCD の操作、メンテナンス、トラブルシューティングについて説明します。ガスクロマトグラフ (GC) への SCD および NCD の設置は、通常 Agilent の専門スタッフが行います。SCD または NCD を設置する場合は、『据付ガイド』を参照してください。

この章の情報に加え、GC に付属している GC の安全情報も参照してください。Agilent GC のマニュアルは、『Agilent GC、GC/MS のマニュアル、ツール』DVD に収録されています。

## 安全に関する重要事項

8355 SCD または 8255 NCD を使用する際には忘れてはならない安全上の注意事項がいくつかあります。

### 検出器内部で高電圧がかかる部品

GC と検出器の電源スイッチをオフにしていても、GC と検出器が電源に接続されている場合、危険な電圧が以下の場所にかかりています。

- 検出器の電源コードと AC 電源の間の配線
- AC 電源
- AC 電源から電源スイッチまでの配線

電源のスイッチがオンの場合、以下の場所にも危険な電圧がかかりています。

- すべてのエレクトロニクスボード
- これらのボードに接続された内部配線およびケーブル。

検出器のエレクトロニクスボードと EPC モジュールの電源は、GC から供給されています。

### 静電気による GC の損傷

検出器内のプリント基板（PC 基盤）は、静電気により損傷する可能性があります。必要な限り、これらの基板には触れないでください。基板を取り扱う必要がある場合は、接地したリストストラップを着用するなど、静電気防止のための措置を講じる必要があります。GC の右サイドカバー、または検出器の左右サイドカバーを取り外す必要がある場合、接地されたリストストラップを必ず着用してください。

### 非常に高温となる部品

検出器の部品の多くは非常に高温で稼働しており、触れると重度のやけどを負う恐れがあります。次のような部分が高温になりますが、これがすべてではありません。

- デュアルプラズマバーナー
- カラム接続など、検出器と GC のインターフェイス

検出器で上記部分の作業をする場合は、加熱した部分を室温まで冷却してから行います。高温のままメンテナンスが必要な場合は、断熱手袋を着用してレンチを使用します。機器のメンテナンスを行う際には、できる限り該当部分を冷却してから作業を実施してください。

### 水素使用上の注意

水素ガスは、検出器内で炎を生成するための燃焼ガスとして使用されます。

#### 警告

燃焼ガスとして水素 ( $H_2$ ) を使用する場合、水素ガスが GC オーブンに流入して爆発の危険がありますので注意してください。したがって、すべての接続が完了するまでは元栓をオフにしてください。また水素ガスを機器に供給する時には、必ず検出器にカラムが正しく取り付けられていること、またはブランクナットが取り付けられていることを確認してください。水素は引火性の高い気体です。漏れた水素が密閉空間にとどまると、引火や爆発の危険があります。水素を使用する場合、機器を稼働させる前にすべての接続、配管、およびバルブのリークテストを実施してください。機器のメンテナンス作業は、必ず水素ガスの供給を元栓で止めてから実施します。

水素は、GC キャリアガスとしてよく使用されます。水素は爆発の可能性があり、その他にも危険な特性を持っています。

- 水素は、可燃性で爆発範囲が極めて広いガスです。大気圧下での爆発範囲は、体積 % で 4 % ~ 74.2 % の範囲になります。
- 水素は、ガスの中で最も速い燃焼速度を持っています。
- 水素は、非常に小さいエネルギーで発火します。
- 水素は、高圧状態から大気内へ急速に膨張する際、静電気の火花により自然発火することがあります。
- 水素は、燃焼する際に炎が発光しないため、明るい光のもとでは炎が見えません。

### 水素のシャットダウン

水素ガスは、SCD および NCD 検出器の燃焼ガスとして使用されます。

Agilent 7890B または 7890A+ GC に検出器を取り付けて使用する場合、GC が水素ガスの流れを監視します。設定した流量または圧力に達することができないためガスをシャットダウンし、かつそのガスが水素に設定されている場合、GC は漏れが発生したと見なし、「水素セーフティシャットダウン」を示すエラーメッセージを表示します。

GC が「水素セーフティシャットダウン」状態になった場合、検出器は以下のように設定されます。

- 検出器の加熱部がオフになる。
- 検出器水素ガスの流れがシャットダウンされる。
- オゾン発生器がオフになる。
- 真空ポンプはオンのままになる。

この状態から回復するには、シャットダウンの原因（ボンベのバルブが閉じている、重大な漏れなど）に対処します。機器と検出器の電源を切り、再度電源を入れます。

#### 警告

GC は、検出器ガス流路に生じている漏れを常に検出できるわけではありません。そのため、カラム接続口には、常にカラムが取り付けられているか、またはプラグが取り付けられている必要があります。水素が使用されていることを GC が認識できるように、コンフィグレーションを水素に設定しておく必要があります。

### 水素ガス流量の測定

#### 警告

空気または酸素と一緒に水素流量を測定しないでください。自動点火機能により発火する恐れのある爆発性混合ガスが生成される恐れがあります。この危険を回避するため、以下を行ってください。1. 作業前に自動点火機能をオフにします。2. ガス流量の測定は必ず個別に行います。

検出器のフレームまたは GC キャリアガス用に水素を使用している際に検出器出口でガス流量を測定する場合、水素の流量は個別に測定します。水素が流量計に滞留している間は、空気の流れが決して入らないようにしてください。

### オゾン

#### 警告

オゾンは強力な酸化作用のある危険なガスです。機器は十分に換気された区域で使用し、真空ポンプの排気はドラフトに排出するようにしてオゾンへの露出を最小限に留める必要があります。機器を使用していないときは、必ずオゾン発生器をオフにしてください。

### 酸素濃度

#### 警告

高酸素環境下では燃焼が促進されます。高圧条件下で、汚染物質に触れると自然発火する場合もあります。酸素用の部品を使用し、純粋な酸素で使用する前に、酸素使用に適したクリーニングを行ってください。

## 警告ラベル

マニュアルまたは機器に記載される警告には、機器の運転操作、点検、修理のすべての過程で従う必要があります。これらの注意事項に従わないと、機器の設計上の安全基準と使用目的に違反することになります。アジレント・テクノロジーは、お客様がこれらの要件を遵守しなかった場合の責任は一切負わないものとします。

詳細については、補足説明を参照してください。



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。



保護接地端子を示します。



爆発の危険を表します。



静電気の危険を示します。



危険を表します。ラベルの付いている項目については、アジレントのユーザーマニュアルを参照してください。



このラベルの付いている電気／電子製品は家庭ゴミとして捨ててはいけないことを示します。



### ヒューズ

8355 SCD および 8255 NCD を適切に作動させるには、ヒューズが必要です。ヒューズとバッテリの取り扱いは、アジレントのサービススタッフにご依頼ください。

#### 警告

火災の危険を防止するため、ヒューズは必ず同じタイプ・定格のものと交換してください。

#### 警告

感電の危険があります。ヒューズを交換する際は、機器の主電源を切りコンセントを抜いてください。

表 3 AC ボードのヒューズ

指定ヒューズ	電源電圧	ヒューズの定格とタイプ
F1、F2	すべて	15 A、250 Vac、IEC タイプ F (速断)、セラミック
F6、F5	すべて	0.75 A、250 Vac、IEC タイプ F (速断)、ガラス管
F4、F3	すべて	10 A、250 Vac、IEC タイプ F (速断)、ガラス管

## 安全および規制に関する情報

この機器は、IEC Publication 61010-1 Safety Requirements for Electrical Equipment for Measurement, Control and Laboratory Use に準拠して設計、テストされており、安全な状態で出荷されています。本製品を安全に操作し、安全な状態に保つには、マニュアルに記載された事項や警告が遵守されなければなりません。

7890B GC の安全性および規制に関する情報全般については、『Agilent GC、GC/MS のマニュアル、ツール』DVD に収録されている『7890B GC 安全に関するマニュアル』を参照してください。このセクションでは、8355 SCD および 8255 NCD 限定の情報を提供します。

Agilent 8355 SCD および 8255 NCD は、次の安全基準に適合しています。

- カナダ規格協会 (CSA) : C22.2 No. 61010-1
- CSA/ 米国国家認証試験機関 (NRTL) : ANSI/UL 61010-1
- 国際電気標準会議 (IEC) : 61010-1、61010-2-010
- 欧州統一規格 (EN) : 61010-1

この製品は、安全クラス I、汚染度 2、設置カテゴリ II に適合しています。電源コードに組み込まれた保護接地端子とともに、主電源に接続しなければなりません。機器内外の保護接地導線が遮断されると、機器が危険な状態になる可能性があります。故意に遮断しないでください。

Agilent の指定とは異なる方法で機器を使用した場合、機器に付属の安全機構は損なわれる可能性があります。

Agilent 8355 SCD および 8255 NCD は、次の電磁環境両立性 (EMC) および無線周波数干渉 (RFI) に関する規制に適合しています。

- CISPR 11/EN 55011: グループ 1、クラス A
- IEC/EN 61326



このISMデバイスは、カナダの ICES-001 に適合しています。  
Cet appareil ISM est conforme à la norme NMB-001 du Canada.



Agilent 8355 SCD および 8255 NCD は、ISO 9001 に登録された品質システムに基づいて設計および製造されています。適合宣言を入手できます。



欧州連合のユーザーによる機器の廃棄処分方法。製品またはパッケージのこの警告ラベルは、当該製品を他の廃棄物と一緒に処分できないことを示します。機器を廃棄する場合、電気および電子機器をリサイクルする指定の集積所まで運ぶことが義務付けられています。機器の廃棄処理時の分別収集とリサイクルにより天然資源が保護され、人体の安全と環境を保護するリサイクルが保証されます。機器リサイクル処理場の詳細については、現地のリサイクル担当オフィスまたは製品販売店にお問い合わせください。

### ドイツ連邦共和国の音響放射に関する認証

DIN-EN 27779（タイプテスト）に準じた、オペレータ位置における音圧レベル  $L_p < 68 \text{ dB(A)}$ 、バイスタンダ位置における音圧レベル  $L_p < 72 \text{ dB(A)}$

### Schalldruckpegel

Schalldruckpegel  $L_p < 68 \text{ dB(A)}$  Operator and  $L_p < 72 \text{ dB(A)}$  Bystander nach DIN-EN 27779 (Typprufung).

### 電磁環境両立性 (EMC)

このデバイスは、CISPR 11 要件に準拠しています。操作時における次の項目が確認されています。

- このデバイスによる有害な干渉が発生しないこと。
- このデバイスは、すべての干渉（誤動作を引き起こす可能性のある干渉を含む）に順応できること。

この機器が有害な干渉の原因となり、ラジオまたはテレビの受信を妨害しているかどうかは、機器の電源をオフにしてからオンにすることによって確かめることができます。機器が干渉の原因となっている場合は、以下の措置を試してください。

- 1 ラジオまたはアンテナの場所を変える。
- 2 機器をラジオまたはテレビから遠ざける。
- 3 機器を別のコンセントに差し込み、機器の電気回路をラジオまたはテレビの電気回路と分離する。
- 4 周辺機器もすべて認定を受けていることを確認する。
- 5 機器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 機器の販売元、アジレント・テクノロジー、または経験の豊富な技術者に相談する。
- 7 アジレント・テクノロジーが明示的に認めた以外の変更または改造が行われた場合、機器を操作するユーザー権限が無効になることがあります。

### 目的の用途

アジレント製品は、アジレント製品のユーザーガイドに記載された方法でのみ使用してください。他の方法で使用すると、製品の破損や怪我を招く場合があります。アジレントは、製品を不正に利用したり、製品を許可なく改変、調整、修正した場合、アジレント製品のユーザーガイドの手順に従わなかった場合、または適用される法律、法令に違反して製品を使用した場合に生じるいかなる損害の、全部または一部に対して責任を負いません。

### クリーニング

外装をクリーニングする場合は、電源コンセントを抜き、水気のない柔らかい布で拭いてください。

### 製品のリサイクル



リサイクルについては、お近くの Agilent 営業所にお問い合わせください。

### 技術サポート

この機器には、操作、日常的なメンテナンス、およびトラブルシューティングに関するマニュアルが付属しています。その他の技術サポートについては、アジレントの Web サイト ([www.chem-agilent.com/](http://www.chem-agilent.com/)) の技術サポートページを参照するか、お近くの Agilent 営業所にお問い合わせください。最新のお問い合わせ先については、アジレントの Web サイト (<http://www.chem-agilent.com/contents.php?id=1001827>) をご覧ください。

## 3

# システムの説明

仕様 36

動作原理 37

主要コンポーネントの説明 39

この章では、8355 SCD および 8255 NCD の代表的な性能仕様を示し、その動作原理を解説します。



## 仕様

このセクションでは、新製品 Agilent 7890B GC に取り付け可能な、新しい検出器の公表仕様（通常の実験室環境で使用した場合）を示します。

### 8355 SCD

#### 仕様

検出限界 (MDL)、通常値	< 0.5 pg (S)/s (2x Agilent データシステム ASTM ノイズ)
直線性	> $10^4$
選択性	> $2 \times 10^7$ レスポンス S/ レスポンス C <sup>2</sup>
精度 <sup>*</sup> と安定性	< 2 % RSD (2 時間) < 5 % RSD (24 時間)
室温から 800 °C に達するまでの時間 (通常値)	10 分

\* 通常は、30 分ごとに 1 回の分析を 24 時間にわたって測定した結果に基づいた値です。たとえば、24 時間では、約 48 回の分析が含まれます。

### 8255 SCD

#### 仕様

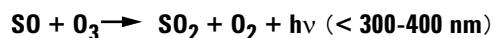
検出限界、通常値	< 3 pg (N)/s (2x Agilent データシステム ASTM ノイズ)
直線性	> $10^4$
選択性	> $2 \times 10^7$ レスポンス N/ レスpons C
再現性	< 1.5 % RSD (8 時間) < 2 % RSD (18 時間)
室温から 800 °C に達するまでの時間 (通常値)	10 分

## 動作原理

Agilent 8255 および 8355 化学発光検出器は、ターゲット分子を数段階の化学反応により、光を放出する励起種に変えることで、ターゲット分子を検出します。この発光による光は、光電子倍増管 (PMT) によって電気シグナルに変換されます。各検出器では、高温の反応ゾーン（バーナー）で圧力を低下させた状態で、サンプルを酸化ガス（SCD の場合はエアー、NCD の場合は酸素）および水素と予備反応させ、 $\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{CO}_2$  などの生成物に加えて、 $\text{SO}$  または  $\text{NO}$  を生成します。反応生成物は、検出器モジュールの反応セルに送られます。このセル内で反応生成物は、オゾン発生器を使用して酸素から生成されたオゾン ( $\text{O}_3$ ) と混合されます。 $\text{O}_3$  は  $\text{SO}$  または  $\text{NO}$  と反応し、それぞれ  $\text{SO}_2^*$  と  $\text{NO}_2^*$  が生成されます。この反応セルは、約 0.53 ~ 0.93 kPa (4 ~ 7 Torr) の圧力がかけられています。これらの高エネルギー種は、化学発光によって基底状態に戻ります。放出された光は光学フィルターを通過し、PMT で検出されます。ここで生成される電気シグナルは、反応セルで生成された  $\text{SO}_2^*$  または  $\text{NO}_2^*$  の量に比例します。サンプルは反応セルから出た後、オゾン分解トラップを通過して真空ポンプに送られ排気されます。

### SCD

SCD は、分析対象物の燃焼により生じる一酸化硫黄 ( $\text{SO}$ ) がオゾンと反応したときの化学発光（発光反応）を利用します。

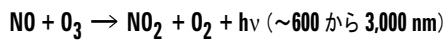
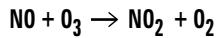


真空ポンプによって生じた圧力差により、燃焼生成物は反応セルへと送られ、そこで高濃度のオゾンが添加されます。後続反応により生じた光 ( $h\nu$ ) は、光学フィルターを通過し、青色波長領域に感度を持つ光電子倍増管で検出されます。そこで增幅されたシグナルは、データシステムへと送られ、表示または出力されます。

### NCD

NCD は、燃焼により生じる一酸化窒素とオゾンとの化学発光を利用します。一酸化窒素をオゾンと反応させることで、電子的に励起状態の二酸化窒素が生成されます。励起状態の二酸化窒素は、化学発光反応により、赤色および赤外線波長領域のスペクトル光を放出します。放射光は、サンプル中の窒素量と正比例します。

### 3 システムの説明



化学反応によって放射される光 ( $h\nu$ ) は、光学フィルターを通過し、PMT によって検出されます。PMT は、熱ノイズを低減し、赤外光の測定を容易にするため、冷却器で冷却されています。PMT からのシグナルは増幅され、データシステムに表示または出力されます。

## 主要コンポーネントの説明

### バーナーアセンブリ

バーナーアセンブリは、GC 上部の検出器位置に取り付けます。アセンブリにはカラム接続コネクタがあります。

SCD のバーナーにはアセンブリ下部と上部の 2 か所に加熱部があります。バーナーのベース部分では、カラム溶出物が、低流量の水素および空気と高温で混合されます。その結果生じる水素炎によって、溶出物が燃焼します。低濃度成分が燃焼して、通常の燃焼生成物（硫黄含有化合物の場合は SO<sub>2</sub> など）が生成されます。生成物は、セラミックチューブを通り、さらに高温の上部へと引き上げられ、そこで高流量の水素と混合されて、SO<sub>2</sub> は SO へと還元されます。

図 6 は、SCD バーナーアセンブリの流路を示しています。

### 3 システムの説明

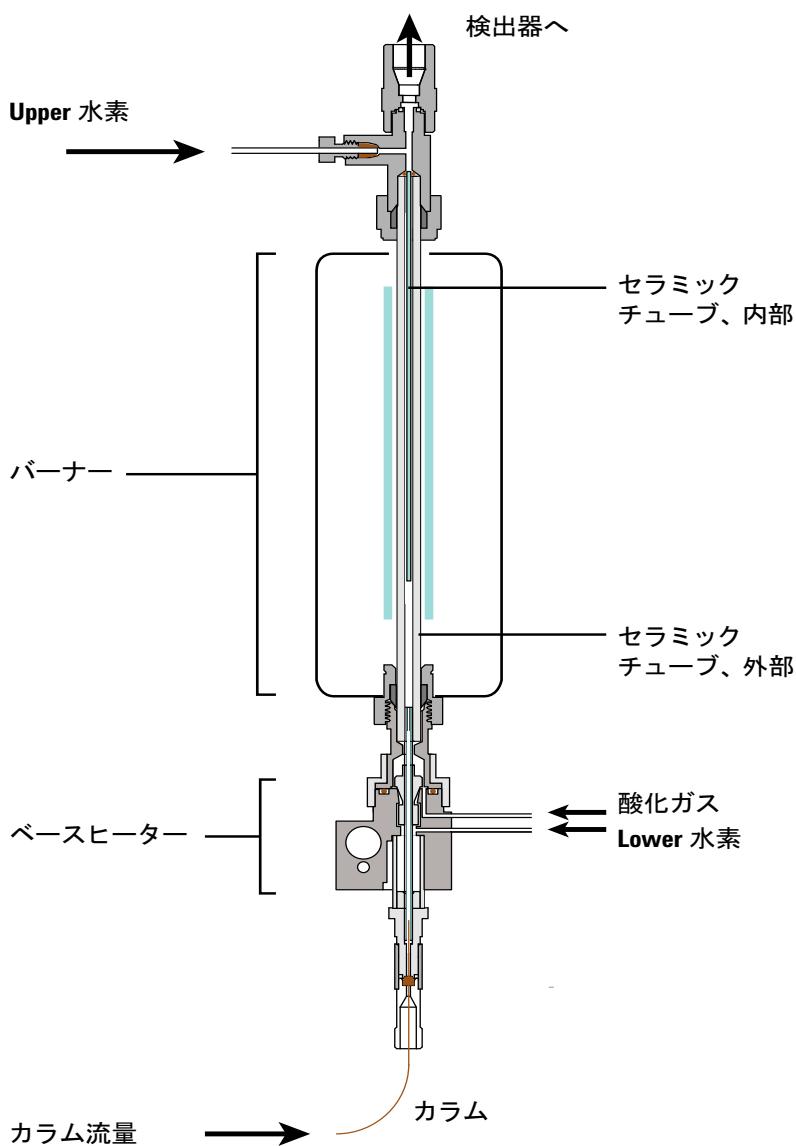


図 6 SCD の流路

NCD のバーナーにはアセンブリ下部と上部の 2 か所に加熱部があります。バーナーのベース部分で、カラム溶出物が、水素および空気と高温で混合されます。その結果生じる水素炎によって、溶出物が燃焼します。低濃度成分が燃焼して、通常の燃焼生成物（窒素含有化合物の場合は  $\text{NO}_2$  など）が生成されます。生成物は、石英チューブと触媒を通じて上部へと引き上げられ、高温によって  $\text{NO}_2$  が  $\text{NO}$  に変換されます。

図 7 は、NCD バーナーアセンブリの流路を示しています。

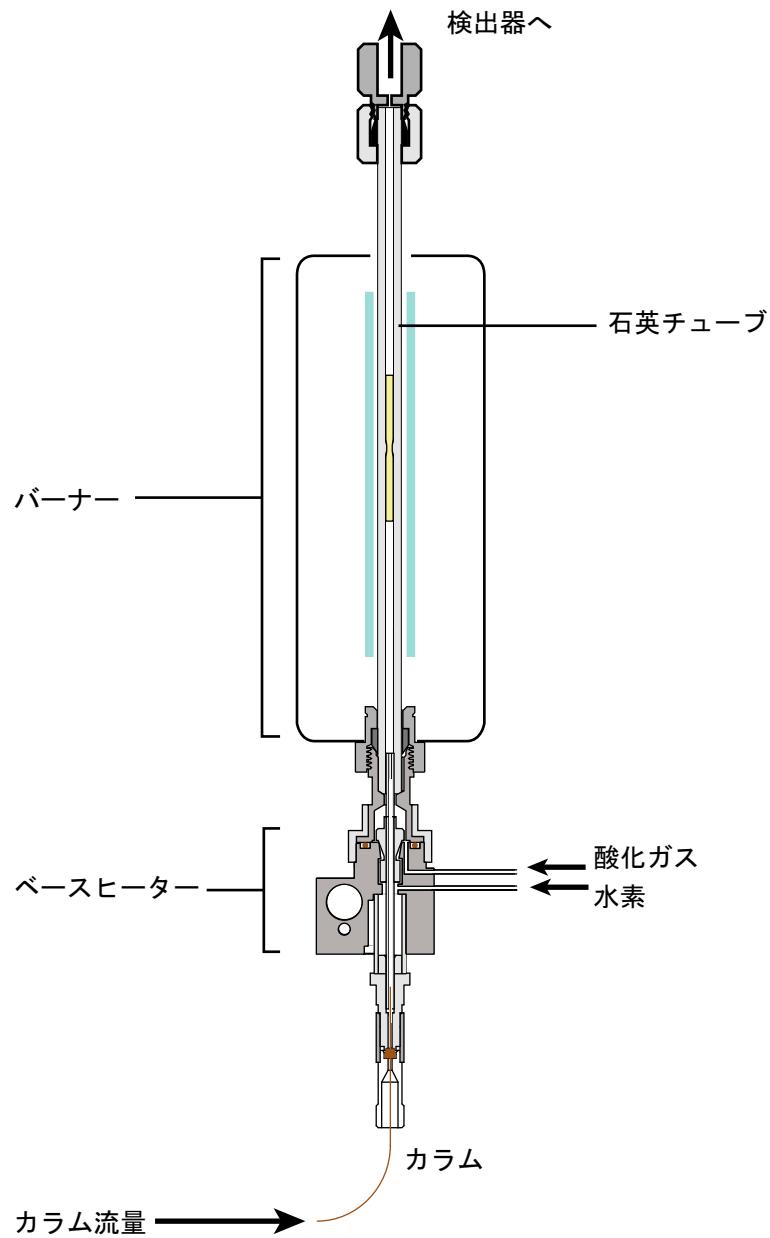


図 7 NCD の流路

## オゾン発生器

オゾン発生器で生成されたオゾンは、反応セル内の SO または NO と反応し、それぞれ  $\text{SO}_2^*$  と  $\text{NO}_2^*$  が生成されます。これらの高エネルギー種は、化学発光によって基底状態に戻ります。

## 反応セルと光電子増倍管（PMT）

オゾン発生器は、オゾンを反応セルに送ります。送られたオゾンは SO または NO と反応し、それぞれ  $\text{SO}_2^*$  と  $\text{NO}_2^*$  が生成されます。化学発光を経て、励起種が基底状態に戻るときに、光電子増倍管は放射光の強度に比例した電流を発生させます。硫黄または窒素それぞれの検出に応じて検出器を最適化するため、バンドパスフィルターが使用されます。

## EPC モジュール

検出器は、2つの電子圧力コントロールモジュールを使用して、水素、酸化ガス（エアーまたは酸素）、およびオゾン供給ガス（酸素）の流量を制御します。

## 真空ポンプ

2段階式のロータリーポンプは、反応セル内の圧力を 0.4 ~ 1.3 kPa (3 ~ 10 Torr) にします。この真空状態により、燃焼ガスをバーナーから反応セルへ、オゾンをオゾン発生器から反応セルへと送ることができます。真空ポンプにより、反応セル内の発光種が放射しないまま衝突消光する可能性が低減します。

## オゾントラップ

検出器出口と真空ポンプ間にあるトラップは、オゾンを分解し、二原子酸素に変換します。未変換オゾンは、ポンプの寿命を短縮します。

## オイルミストフィルタ

ロータリーポンプは、部分開放型のガスバラストを使用することにより、バーナー内で生成されて、ポンプに流入した水を排出しやすくしています。ガスバラストを開放すると、相対的なガス流量が増えるため、ポンプ内で気化したオイルがポンプ出口から排出されるおそれがあります。このオイル損失を最小限にするため、ポンプ出口にオイルミストフィルタが装着されています。これにより、気化したオイルはトラップされ、真空ポンプのオイルリザーバーに戻ります。

## FID アダプタ（オプション）

通常、SCD バーナーは、独立した検出器として GC オーブン上に直接取り付けます。しかし、アプリケーションによっては、1つのカラムを使用して（2つのカラムにスプリットせずに）炭化水素成分を同時検出する必要があります。このような理由から、Agilent は、オプションの FID アダプタを提供しています。

FID 上にバーナーアセンブリを取り付けることで、FID と SCD のクロマトグラムを同時に収集できます。SCD のみ稼働している時には、カラム溶出物の 100 % がバーナーを通過して、検出器に送られます。同時検出の場合は、FID からの排出ガスの約 10 % がリストリクタを通過してバーナーに引き上げられるため、SCD の感度は SCD バーナー単独でシグナルを測定したときの約 10 分の 1 に低下します。

## NCD の冷却器

NCD 検出器では、PMT 温度を下げることでノイズを低減するペルチェ冷却器が使用されています。この冷却器は、室温に応じて PMT を冷却します。実験室の室温が高いと、PMT の温度が高くなる場合があります。また、室温が変動すると、PMT の温度も変動する場合があります。

ノイズとレスポンスにより MDL が決定するため、冷却器の効率が MDL に影響を及ぼします。室温によっては、PMT 内で十分な冷却温度を維持できない場合があります。その際は、XCD のノイズが増加し、その結果 MDL が上昇します。

冷却器の効率は、検出器内部および実験室内の室温に依存するため、冷却器の設定値は検出器のレディ状態に影響しないようになっています。そのため、冷却器が設定値まで冷却されているかどうかに関わらず、GC の分析を開始できます。

### 3 システムの説明

## 4 操作

- はじめに [46](#)
- パラメータの設定 [47](#)
- 検出器の安定性とレスポンス [51](#)
- 標準的な測定条件 [52](#)
- 測定条件の調整 [53](#)
- 起動 [54](#)
- リソースの管理 [55](#)
- シャットダウン [56](#)
- GC の自動流量ゼロの設定 [57](#)
- 検出器の設定 [58](#)

この章では、8355 SCD および 8255 NCD の使用方法について説明します。この章は、データシステム（使用している場合）、および GC フロントパネルのキーボードとディスプレイについて理解していることを前提としています。詳細については、データシステムのオンラインヘルプ、および『Agilent GC、GC/MS のマニュアル、ツール』DVD に収録されているマニュアルを参照してください。



# はじめに

## Agilent GC に取り付けている場合

Agilent 7890B または 7890A+ GC に取り付けている場合、SCD と NCD は GC の他の検出器と同様にプログラムや操作することができます。Agilent データシステムを使用している場合は、組み込み済みの GC ドライバソフトウェアを使用して、操作パラメータにアクセスします。スタンドアローンで GC を使用している場合は、GC のフロントパネルおよびキーボードからパラメータにアクセスします。ドライバおよび GC キーボードから設定や確認ができる情報は、以下のとおりです。

- 温度、流量、ガastypeの設定
- シーケンスの設定
- メソッドの保存
- EMF 設定、取り込み速度の設定、エラーログ、メンテナンスログの記録、ステータス情報

## パラメータの設定

このセクションでは、SCD と NCD で使用できるパラメータ範囲を示します。設定値は、多様なアプリケーションとメソッド開発に対応できる広い範囲をカバーしています。設定値の間の重要な関連性については、53 ページの「測定条件の調整」を参照してください。

### パラメータと範囲

次の表は、検出器で使用可能なパラメータです。

**表 4 8355 SCD と 8255 NCD のパラメータと範囲**

パラメータ	SCD 範囲	FID-SCD 範囲	NCD 範囲
<b>メソッド</b>			
ベース温度	125 ~ 400 °C	125 ~ 400 °C	125 ~ 400 °C
バーナー温度	100 ~ 1000 °C	100 ~ 1000 °C	100 ~ 1000 °C
冷却器温度 (NCD のみ)*	オン、オフ	オン、オフ	オン、オフ
Lower 水素流量	5 ~ 25 mL/min	—	1 ~ 25 mL/min
Upper 水素流量	25 ~ 100 mL/min	25 ~ 100 mL/min	—
酸化ガス流量	25 ~ 150 mL/min	5 ~ 100 mL/min	4 ~ 80 mL/min
オゾン発生器流量	オン、オフ	オン、オフ	オン、オフ
オゾン発生器 高電圧	オン、オフ	オン、オフ	オン、オフ
真空ポンプ	オン、オフ	オン、オフ	オン、オフ
<b>コンフィグレーション</b>			
酸化ガスタイプ	エアー	エアー	酸素
オゾン発生器のガスタイプ	酸素	酸素	酸素
レディ状態の無視	GC の『操作マニュアル』を参照してください。		
シグナル	XCD GC の『アドバンスド操作マニュアル (英語)』を参照してください。		

\* 冷却器 (PMT 冷却器) の作動は、検出器が設置されている室温により異なります。実際の冷却器の温度は、検出器のレディ状態に影響を及ぼしません。43 ページの「NCD の冷却器」を参照。

PMT の電圧は 800 V に固定されています。

## ソフトウェアのコントロール

Agilent データシステムを使用している場合は、オンラインセッションを開き、機器の測定パラメータを編集してメソッド設定を変更します。メソッドエディタから検出器を選択します。通常は、[検出器] > [フロント検出器]（設定に応じて [バック検出器] または [Aux 検出器]）を選択します。図 8、図 9、および表 5 を参照してください。

SCD	設定値	実測値
<input checked="" type="checkbox"/> ベース温度	280 °C	280 °C
<input checked="" type="checkbox"/> バーナー温度:	800 °C	800 °C
<input checked="" type="checkbox"/> Upper H <sub>2</sub> 流量:	38 mL/min	38 mL/min
<input checked="" type="checkbox"/> Lower H <sub>2</sub> 流量:	8 mL/min	8 mL/min
<input checked="" type="checkbox"/> 酸化ガス流量 (空気):	50 mL/min	50 mL/min
<input checked="" type="checkbox"/> オゾン発生器流量		46.4 mL/min
<input checked="" type="checkbox"/> オゾン発生器パワー		
<input checked="" type="checkbox"/> 真空ポンプ		
バーナー圧力:		363.1 Torr
反応セル圧力:		4.2 Torr
シグナル出力:		670.4 pA
SCD		
シグナルから減算:		
<input type="radio"/> (なし)		
<input type="radio"/> カラム補正曲線#1		
<input checked="" type="radio"/> カラム補正曲線#2		

図 8 データシステムの SCD パラメータの例



図 9 データシステムの NCD パラメータの例

直列構成、たとえばフロント FID-SCD の場合、FID がフロント 検出器、XCD が Aux 検出器になります。

データシステムを使用してコンフィグレーションパラメータにアクセスするには、[コンフィグレーション] > [モジュール] を選択します。例については、図 10 を参照してください。



図 10 SCD と NCD のコンフィグレーションパラメータの例

詳細については、58 ページの「検出器の設定」を参照してください。

## GC キーボードコントロール

SCD または NCD のメソッドパラメータにアクセスするには、**[Front Det]**、**[Back Det]**、または **[Aux Det #]** キーを押します (FID-XCD の直列構成の場合)。表 5 を参照してください。

PMT 電圧をオンにするには、**[Config]** を押して、検出器のキー (**[Front Det]**、**[Back Det]**、または **[Aux Det #]**) を押します。PMT 電圧はオンとオフの切り替えができます。PMT 電圧は、定電圧 (800 V) で動作します。

## 検出器の位置とタイプ

表 5 は、XCD の予想されるコンフィグレーションの一覧です。

表 5 GC 配線ハーネスへの接続

XCD	XCD 検出器の位置とタイプ
フロント XCD	フロント
バック XCD	バック
シングルフロント FID-XCD (フロントの直列 FID-XCD)	フロント : フロント FID Aux 検出器 2 : XCD
シングルバック FID-XCD (バックの直列 FID-XCD)	バック : バック FID Aux 検出器 2 : XCD
デュアルフロント FID-XCD と バック FID-XCD (デュアルの 直列 FID-XCD)	フロント : フロント FID Aux 検出器 1 : フロント XCD バック : バック FID Aux 検出器 2 : バック XCD

## 検出器の安定性とレスポンス

システムの安定に必要な時間は、アプリケーション、システムの清浄度、活性点の有無などの要因によって異なります。

- 既存のシステムを開始するときは、通常、システムでデータを測定するまでに、最低 10 分は待機してください。
- 新しいバーナーまたは新しいセラミックチューブセットで開始するときは、コンディショニングに最長 24 時間かかる場合があります。検出器を測定条件に設定したら、アプリケーションに応じてベースラインが十分安定するまで、ベースラインをモニターしてください。

## 標準的な測定条件

表 6 に、SCD メソッドと NCD メソッドの推奨開始条件を示します。これらの条件によって、広範囲のアプリケーションで対応可能な結果が得られます。ただし、特定のアプリケーションに対する性能を得るには、必要に応じてこれらの条件を最適化する必要があります。

**表 6 SCD と NCD の標準的な測定条件**

パラメータ	SCD	NCD
ベース温度 (°C)	250	250
バーナー温度 (°C)	800	900
冷却器温度	N/A	オン
Upper H <sub>2</sub> 流量 (mL/min)	40	N/A
Lower H <sub>2</sub> 流量 (mL/min)	10	3
酸化ガス流量 (mL/min)	50 (エアー)	8 (酸素)
オゾン発生器流量 (mL/min)	オン	オン
オゾン発生器 高電圧	オン	オン
真空ポンプ	オン	オン
バーナー圧力 (Torr) (標準的な値)	< 425 Torr (53.3 kPa)	< 120 Torr (14.7 kPa)
反応セル圧力 (Torr) (読み取り専用)	7 Torr (0.93 kPa) 未満	5 Torr (0.67 kPa) 未満

SCD および NCD のチェックアウトメソッドは、適切な検出限界、良好な感度、妥当なセラミックチューブ寿命のバランスを考慮したパラメータ例となっています。どちらの XCD メソッドも、次のように設定されています。

- 酸化ガスが常にバーナーに流されている。
- ファームウェアにより、酸化ガスが流れていない間はバーナーへ水素が流れないようにして、システムを保護する。

起動時とシャットダウン時には、汚染や破損を防止するため、必ず最初にポンプをオンにし、最後にポンプをオフにしてください。

## 測定条件の調整

47 ページの表 4 に、GC フームウェアの制限に基づく各パラメータの設定範囲が示されています。特殊なアプリケーション向けのメソッド開発に対応できるように、設定範囲はほとんどのアプリケーションで必要となる範囲よりも広くなっています。

ただし、SCD の水素流量には特に注意を払う必要があります。酸化ガス流量に対する水素流量 (Upper と Lower のどちらでも) が非常に高く設定されると、セラミックチューブに恒久的な損傷を与える恐れがあります。この状態からは回復できない場合があります。103 ページの「[水素による被毒劣化](#)」を参照してください。

**SCD の Lower 水素流量**：流量を非常に高い値に設定すると、セラミックチューブを損傷する可能性があります。

**NCD の Lower 水素流量**：NCD は水素流量なしでも動作しますが、これはお勧めしません。水素炎 / プラズマによって溶媒と重分子の燃焼が促進できるためです。NCD を水素流量なしで使用する場合、Lower 水素流量用の 1/16 インチのチューブに酸素ガスを配管してください。そのままにしておくと、チューブ内の残留水素がバーナー内に拡散し続け、安定性に影響を及ぼします。

- 1 検出器背面から **Lower H2** ラインを取り外し、取り外した配管フィッティングをキャップします。
- 2 1/16 インチの Swagelok ティーを、検出器本体からの **Oxidizer** 出口に取り付けます。
- 3 **Oxidizer** ラインと **Lower H2** ラインを ティーに接続します。

通常は、推奨開始条件を調整し、アプリケーションに最適なメソッドを作成する必要があります。SCD または NCD のメソッドパラメータを最適化する場合は、以下の点に注意してください。

- 酸化ガスに対する水素比を高くすると、当初は高いレスポンスが得られますが、次第に検出器レスポンスの低下を招く煤煙や活性種のような汚染物質が蓄積します。
- 高温でバーナーを動作させると、ヒーター、熱電対、およびシール素材の寿命が短くなる場合があります。

一般的に、パラメータを変更するときはシステムが平衡状態に到達するまでの時間を十分に考慮しておく必要があります。新しいパラメータ値でシステムが安定するまで、ベースラインをモニターしてください。

## 起動

検出器の起動方法は、検出器のためのメソッドが作成されているかどうかによって異なります。

**有効なメソッドが存在する場合** : SCD/NCD をすでに使用したことがあり、少なくとも 1 つの有効なメソッドが存在する場合は、メソッドを読み込んで検出器を起動します。メソッドが読み込まれると、GC によって真空ポンプと酸化ガス流量がオンになります。水素流量以外のすべてのパラメータもオンになります。GC は温度をモニターしており、ベース温度が 150 °C に達し、バーナー温度が 200 °C に達するまでは水素が流れません。検出器の温度がこれらの温度に達すると、水素流量がオンになります。

初回の起動時、あるいは SCD または NCD のメソッドパラメータが設定されていない場合は、以下の手順で検出器を起動します。

- 1 メソッドパラメータにアクセスします。
  - GC フロントパネルの **[Front Det]**、**[Back Det]**、または **[Aux Det #]** を押します。
  - データシステムで、メソッドエディタ内の検出器を選択します。
- 2 真空ポンプをオンにします。
- 3 酸化ガスの流量を設定してオンにします。
- 4 真空ポンプにより、酸化ガスでシステムがページされる間、1 ~ 2 分待機します。
- 5 ベース温度を設定してオンにします。
- 6 バーナー温度を設定してオンにします。
- 7 NCD のみ：冷却器の温度を設定してオンにします。
- 8 水素流量を設定してオンにします。
- 9 オゾン発生器の流量を設定してオンにします。
- 10 オゾン発生器の高電圧をオンにします。

GC は温度をモニターしており、ベース温度が 150 °C に達し、バーナー温度が 200 °C に達するまでは水素が流れません。検出器の温度がこれらの温度に達すると、水素流量がオンになります。

必要に応じて、PMT 電圧もオンにします。58 ページの「[検出器の設定](#)」を参照してください。

## リソースの管理

夜間または週末など、使用しない時間帯のリソースを節減するには、7890B GC のリソースの管理機能を使用して、スリープメソッドを読み込みます（スリープメソッドとウェイクメソッドの詳細な使用方法については、GC の『操作マニュアル』を参照してください）。

SCD または NCD のスリープメソッドは、次のように設定されています。

- すべての水素流量をオフ
- 凝縮を防止するため、ベース温度を 125 °C に維持
- 凝縮を防止するため、バーナー温度を最低 200 °C に維持
- カラムブリードを最小限にするため、オープン温度を 30 °C に設定

スリープメソッドでは、次のような設定も可能です。

- カラム流量を節約するため、ガスセーバーをオン
- オゾン発生器とオゾン供給ガス流量をオフ
- 冷却器をオフにする (NCD のみ)
- キャリアガスとオープンがオフになっている場合は、真空ポンプをオフ (キャリアガス流量がオンの場合、真空ポンプをオフにしないでください。真空ポンプをオフにすると、最終的にキャリアガス流量のフローシャットダウンが発生します)。

真空ポンプがオンの場合、酸化ガス流量はオンのままにしておくことをお勧めします。

## シャットダウン

長期間にわたり検出器をオフにするとき、または GC や検出器のメンテナンスを行う場合には、以下の手順で検出器をシャットダウンします。

- 1 メソッドパラメータにアクセスします。
  - GC フロントパネルの **[Front Det]**、**[Back Det]**、または **[Aux Det #]** を押します。
  - データシステムで、メソッドエディタ内の検出器を選択します。
- 2 オゾン発生器の高電圧をオフにします。
- 3 オゾン発生器のガス流量をオフにします。
- 4 水素流量をオフにします。
- 5 NCD のみ：冷却器をオフにします。
- 6 バーナー温度をオフにします。
- 7 ベース温度をオフにします。

### 注記

シャットダウン中、水素流量をオフにした後、約 100 mL の酸化ガスによってシステムがページされるまで、真空ポンプと酸化ガスの流量はオンのままになります。この処理により、水蒸気の残留による汚染を防止できます。

- 8 酸化ガス流量をオフにします。
- 9 真空ポンプをオフにします。
- 10 検出器の電源をオフにします。
- 11 GC をシャットダウンする場合は、GC をオフにします。

### 警告

やけどの危険があります。GC の部品の多くは非常に高温になっている場合があります。GC または検出器をメンテナンスする際は、すべての加熱部をオフにした後、安全な取り扱い温度に下がるまで待機してから、GC をオフにします。

検出器のすべてのコンポーネントをオフにするメソッドを作成し、そのメソッドを読み込んで、検出器をシャットダウンすることもできます。

## GC の自動流量ゼロの設定

ドリフトを低減するため、フローセンサーを自動的にゼロ調整するように GC を設定することをお勧めします。詳細については、GC の『操作マニュアル』を参照してください。

- 1 GC キーボードで、**[Options]** を押します。
- 2 **Calibration** までスクロールし、**[Enter]** を押します。
- 3 該当する検出器（フロント、バック、Aux 2、Aux 1）までスクロールして選択し、**[Enter]** を押します。
- 4 **Autoflow zero (H2 Lower)** までスクロールし、**[On/Yes]** を押します（オートゼロをオフにする場合は、代わりに **[Off/No]** を押します）。
- 5 SCD の場合、**Autoflow zero (H2 Upper)** に対して同じ手順を繰り返します。

## 検出器の設定

通常、SCD や NCD では、ガastypeの設定は初期設定の 1 回だけです。SCD ではオゾン供給ガスとして酸素、酸化ガスとしてエアーを使用します。NCD ではオゾン供給ガスと酸化ガスの両方に酸素を使用します。

SCD または NCD のガastypeは、GC キーボードから以下の手順で設定します。

- 1 GC キーボードで、検出器にアクセスするキーを押します（[Config] [Front Det] など）。
- 2 Oxidizer Gas までスクロールし、[Mode/Type] を押します。
- 3 目的のガastype（SCD の場合は Air、NCD の場合は Oxygen）までスクロールし、[Enter] を押します。

データシステムを使用している場合は、データシステムからガastypeを設定できます。

- 1 データシステムから、GC パラメータのユーザーインターフェイスを開きます。たとえば、Agilent OpenLAB で、[ホーム] > [メソッド] > [機器の設定] > [コンフィグレーション] > [モジュール] を選択します。
- 2 メソッドのガastypeを選択します。



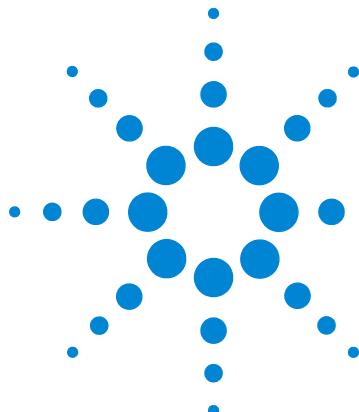
図 11 SCD と NCD のコンフィグレーションパラメータの例

- 3 [OK] をクリックしてメソッドの変更を保存します。

PMT 電圧は、GC キーボードからのみオンとオフの切り替えができます。PMT 電圧のオン / オフを切り替えるには、以下の手順を実行します。

- 1 GC キーボードで、検出器にアクセスするキーを押します。  
たとえば、XCD がフロント位置に取り付けられている場合は、**[Config] [Front Det]**、XCD がバック位置に取り付けられている場合は、**[Config] [Back Det]** を押します。
- 2 **PMT Voltage** までスクロールします。
- 3 **[On/Yes]** を押して電圧をオンにするか、または **[Off/No]** を押してオフにします。**[Enter]** を押します。

## 4 操作



## 5

# メンテナンス

メンテナンスログと EMF (Early Maintenance Feedback)	62
メンテナンススケジュール	63
検出器感度の管理	64
消耗品と交換部品	65
SCD の部品展開図	67
NCD の部品展開図	68
検出器のメンテナンスマソッド	69
検出器へのカラムの取り付け	70
内部セラミックチューブの交換 (SCD)	73
石英チューブの交換 (NCD)	76
真空ポンプのオイル確認	80
真空ポンプのオイル追加	81
真空ポンプのオイル交換	83
オゾントラップの交換	85
オイルミストフィルタの交換	87
検出器外面の清掃	88
流量および圧力センサーのキャリブレーション	89
ファームウェアの更新	90

この章では、SCD および NCD の通常使用時における日常的なメンテナンス手順について説明します。



## メンテナンスログと EMF (Early Maintenance Feedback)

検出器を Agilent 7890B GC と使用している場合、EMF 機能を使用して日常的なメンテナンスを管理できます。EMF は、GC フロントパネルおよび Agilent データシステムから操作することができ、汚染の問題が生じる前にフィルタやオイルの交換を知らてくれる機能です。

Agilent 7890B GC では、SCD、NCD、および真空ポンプに次のカウンタが設定されています。

コンポーネント	カウンタを利用する箇所	カウンタの種類	デフォルト値
検出器	検出器	注入回数	
	外部チューブ (SCD のみ)	注入回数	
	内部チューブ (SCD のみ)	注入回数	
	石英チューブ (NCD のみ)	注入回数	
真空ポンプ	ガスフィルタ	時間 (日数)	
	ポンプオイル	時間 (日数)	3か月
	オイルミストフィルタ	時間 (日数)	

GC の EMF 機能を使用しない場合は、以下の項目を管理するメンテナンス記録を作成してください。

- メンテナンスの日付と実行したメンテナンスの種類
- 温度設定や水素流量の変更のような、パフォーマンスに影響を及ぼす場合のある設定変更
- 通常のメソッド実行時の圧力
- バックグラウンドシグナル (オゾンの「オン」と「オフ」時の差)

## メンテナンススケジュール

Agilent 8355 SCD および 8255 NCD の最適なパフォーマンスを維持するため、オゾントラップ、オイルミストフィルタ、および真空ポンプオイルを定期的に交換してください。各アイテムの典型的な寿命については、表 7 を参照してください。

**表 7** Edwards RV5 真空ポンプの推奨メンテナンススケジュール

コンポーネント	稼働寿命*
オゾントラップ (O <sub>3</sub> を O <sub>2</sub> に変換)	約 6 か月
オイルミストフィルタ	約 3 か月
オイル脱臭フィルタ	約 3 か月 (必要に応じて)
ポンプオイル <sup>†</sup>	約 3 か月
オイルレベル	毎週確認

\* 稼働寿命は、バーナーとオゾン発生器がオンの状態で検出器が稼働された合計時間の記録を基準としています。

<sup>†</sup> 代理店または Agilent から直接購入できます。MOBIL 1 または AMSOIL のような、SAE 10W-30 マルチグレード合成エンジンオイル。

### 検出器感度の管理

GC と検出器の EMF 機能を使用することに加え、検出器の感度も管理してください。感度とは、特定のシステムのパフォーマンス特性を表したもので、低下すると、検出器のメンテナンスが必要となる目安でもあります。通常、感度は以下のように計算します。

$$\text{感度} = \frac{\text{ピーク面積}}{\text{アマウント}}$$

検出限界 (MDL) は以下の式から算出します。

$$\text{MDL} = \frac{2 \times \text{ノイズ}}{\text{感度}}$$

式中のノイズは、Agilent データシステムによって得られる ASTM ノイズです。

## 消耗品と交換部品

詳細なリストは、Agilent の部品カタログを参照してください。また、最新情報については、弊社 Web サイトにアクセスしてください (<http://www.chem-agilent.com/contents.php?id=572>)。

**表 8 SCD と NCD の消耗品と部品**

説明 / 数量	部品番号
<b>検出器の部品</b>	
セラミックチューブ、内部、小 (SCD)	G6602-45005
石英チューブ (NCD)	G6600-80063
フェラル、1/4 インチグラファイト、ストレート、10/pk、SCD 外部セラミックチューブおよび NCD 石英チューブ用	0100-1324
カラム取り付けツール	G3488-81302
化学発光硫黄検出器テストサンプル	
化学発光窒素検出器テストサンプル	
<b>真空ポンプの部品</b>	
RV5 ポンプ、230 V、Inland	G6600-64042
ポンプトレイ、RV5 ポンプ	G1946-00034
PM キット、RV5 オイルポンプ用	G6600-67007
RV5 ポンプ用オイルミストフィルタ (SCD/NCD 用)	G6600-80043
交換用オイルフィルタ (RV5 ポンプ)	G6600-80044
交換用脱臭エレメント	G6600-80045
オゾントラップ	G6600-85000
オイルリターンライン、RV5 ポンプ	3162-1057
ポンプオイル、Mobil 1	G6600-85001
NW 20/25 クランプ (オイルミストフィルタ用)	0100-0549
NW 20/25 クランプ (排気ホース用)	0100-1398
<b>工具</b>	
漏斗	9301-6461
六角レンチ、5 mm	8710-1838
マイナスドライバー	8710-1020
耐化学性手袋、リントフリー	9300-1751

## 5 メンテナンス

**表 9 SCD および NCD 用フィルタ**

説明 / 数量	部品番号
ガスクリーンフィルタ、硫黄トラップ (硫黄と水分を除去)	CP17989
ガスクリーンフィルタ SCD キット (化学発光硫黄検出器用)	CP17990

**表 10 キャピラリカラム用ナット、フェラル、およびカラムカッター**

カラム内径 (mm)	説明	用途	部品番号 / 数量
0.53	フェラル、グラファイト、 内径 1.0 mm	0.53 mm キャピラリカラム	5080-8773 (10/pk)
	フェラル、グラファイト、 内径 0.8 mm	0.53 mm キャピラリカラム	500-2118 (10/pk)
0.45	カラムナット、手締め (0.53 mm カラム用)	カラムを注入口または検出器に 接続	5020-8293
0.45	フェラル、グラファイト、 内径 0.8 mm	0.45 mm キャピラリカラム	500-2118 (10/pk)
0.32	フェラル、グラファイト、 内径 0.5 mm	0.1 mm、0.2 mm、0.25 mm、およ び 0.32 mm キャピラリカラム	5080-8853 (10/pk)
	カラムナット、手締め (0.100 mm ~ 0.320 mm カラム用)	カラムを注入口または検出器に 接続	5020-8292
0.1 – 0.25	フェラル、グラファイト、 内径 0.4 mm	0.1 mm、0.2 mm、0.25 mm、およ び 0.32 mm キャピラリカラム	500-2114 (10/pk)
	カラムナット、手締め (0.100 mm ~ 0.320 mm カラム用)	カラムを注入口または検出器に 接続	5020-8292
すべて	フェラル、穴なし	テスト	5181-3308 (10/pk)
	プラグナット、指締め式	テスト用、任意のフェラルと使用	5020-8294
	カラムナット、ユニバーサル	カラムを注入口または検出器に 接続	5181-8830 (2/pk)
	カラムカッター、 セラミック製	キャピラリカラムのカット	5181-8836 (4/pk)
	フェラルツールキット	フェラルの取り付け	440-1000

## SCD の部品展開図

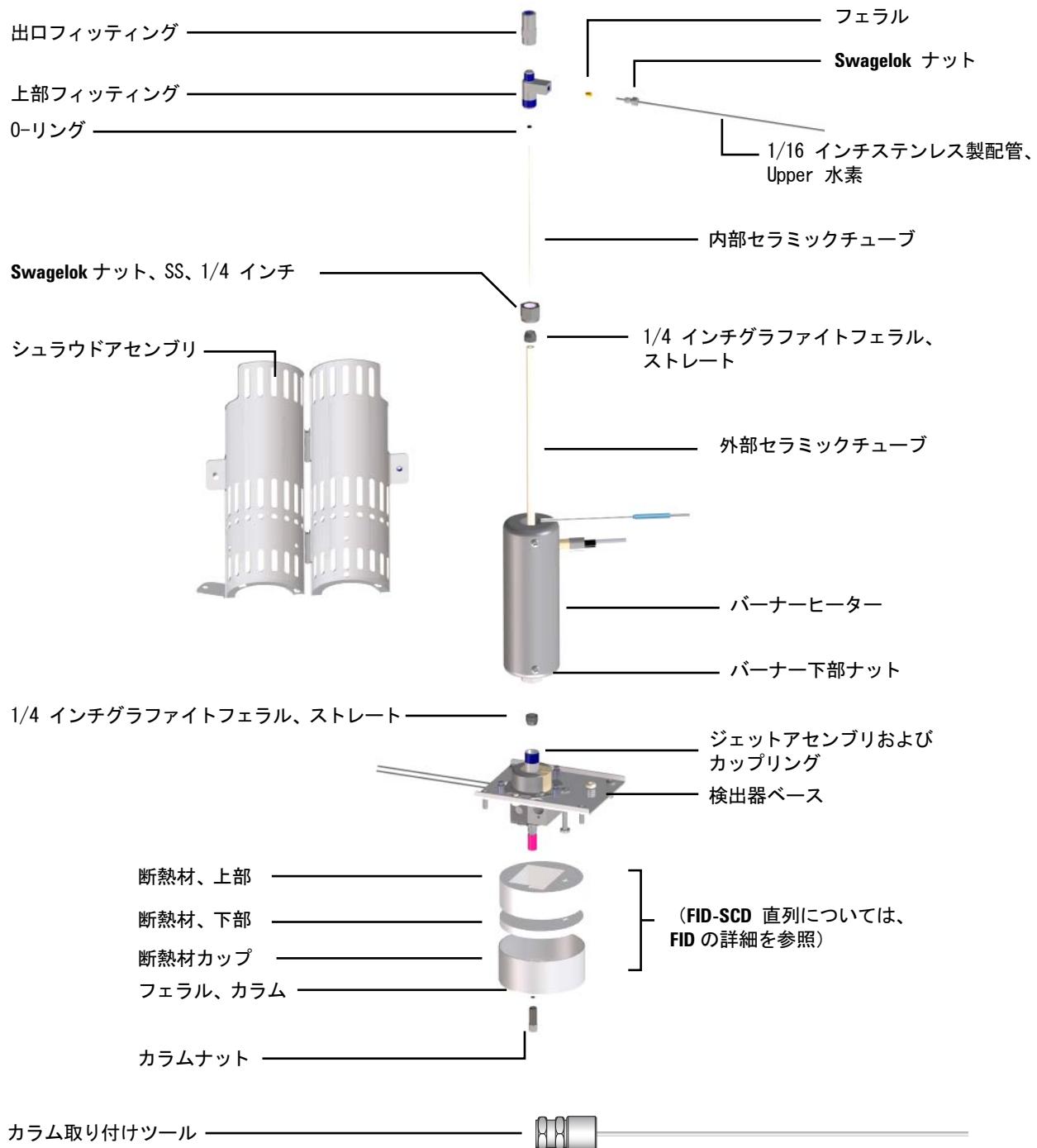


図 12 SCD 部品展開図

## 5 メンテナンス

### NCD の部品展開図

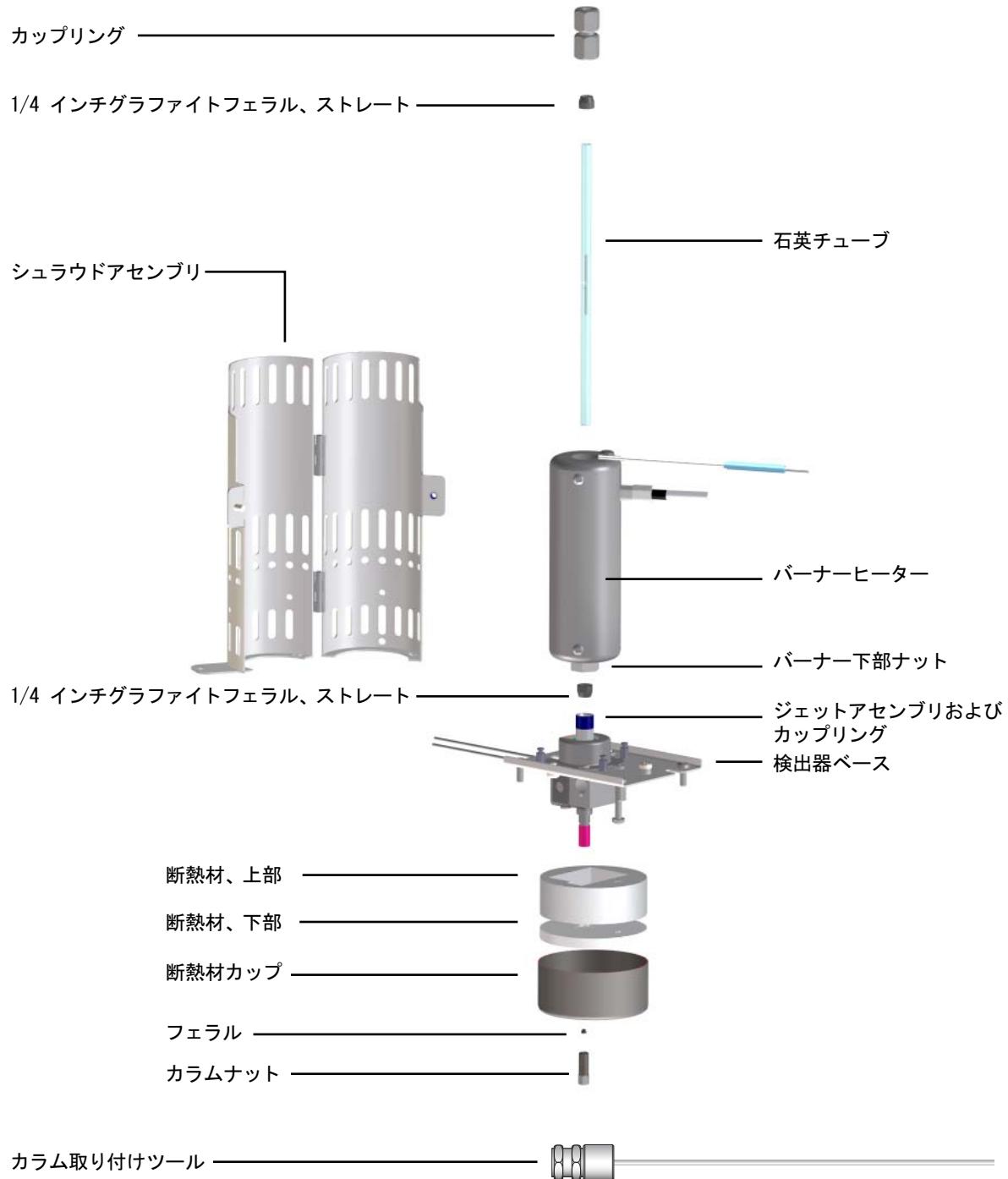


図 13 NCD 部品展開図

## 検出器のメンテナンスマソッド

GC 用のメンテナンスマソッドを作成して、GC と検出器のメンテナンス準備をしておくことをお勧めします。メンテナンスを実行する際に、このメソッドを読み込みます。

SCD のメンテナンスマソッドは、以下のように設定しておきます。

- 1 ヒーターとバーナーをオフにし、冷却
- 2 すべての水素流量をオフ
- 3 酸化ガスとオゾン供給ガスはオンのまま
- 4 オゾン発生器をオフ
- 5 真空ポンプはオンのまま
- 6 キャリアガス流量（ヘリウム）を維持
- 7 カラムブリードを最小限にするため、オープンを 30 °C に設定
- 8 GC の他の部品（オープン、注入口など）を必要に応じて冷却

NCD のメンテナンスマソッドは、以下のように設定しておきます。

- 1 ヒーターとバーナーをオフにし、冷却
- 2 水素流量をオフ
- 3 酸化ガスとオゾン供給ガスはオンのまま
- 4 オゾン発生器をオフ
- 5 真空ポンプはオンのまま
- 6 キャリアガス流量（ヘリウム）を維持
- 7 カラムブリードを最小限にするため、オープンを 30 °C に設定
- 8 GC の他の部品（オープン、注入口など）を必要に応じて冷却

安全に取り扱えるように、加熱部が 40 °C 以下に冷却されるまで待ちます。

### 検出器へのカラムの取り付け

#### 注記

この手順では、カラムを XCD に直接取り付ける方法を説明します。FID-XCD の直列構成の場合、FID への取り付け手順に沿ってカラムを FID に取り付けます。GC の付属文書を参照してください。

1 以下の部品を準備します（65 ページの「SCD と NCD の消耗品と部品」を参照）。

- SCD/NCD 用カラム取り付け工具 (G3488-81302)
- カラム
- フェラル（カラム用）
- カラムナット
- カラムカッター
- 1/4 インチオープエンドスパナ
- セプタム
- イソプロパノール
- 実験室用ティッシュ
- リントフリー手袋
- 拡大ルーペ

#### 警告

オープンや注入口、検出器は高温になっていて、やけどの原因となる恐れがあります。オープンや注入口、または検出器が高温になっている場合は、耐熱手袋を着用して手を保護してください。

#### 警告

ガラスまたはフューズドシリカキャピラリカラムの取り扱い、カット、または取り付けを行う場合、保護めがねを着用して飛散する断片から目を保護してください。刺し傷を防ぐため、カラムの扱いには注意してください。

#### 注意

ほこりや肌の油脂で部品を汚染しないように、清潔なリントフリー手袋を着用してください。

**2 メンテナンスのために検出器を準備します。**

- a** GC メンテナンスマソッドを読み込み、GC の準備ができるのを待ちます（69 ページの「[検出器のメンテナンスマソッド](#)」を参照）。注入口、オープン、検出器、バルブボックス、バーナーアセンブリ、検出器ベースが安全な取り扱い温度（40 °C以下）に下がるまで待ちます。
- b** すべての水素流量をオフ（酸化ガスとオゾン供給ガスはオンのまま）
- c** オゾン発生器をオフ

**警告**

水素ガスは引火性の高い気体です。検出器のメンテナンスを実行する前に、すべての検出器（およびカラム）の水素ガス流量をオフにしてください。

**3 セプタム、キャピラリカラムナット、およびフェラルをカラムに取り付けます。**

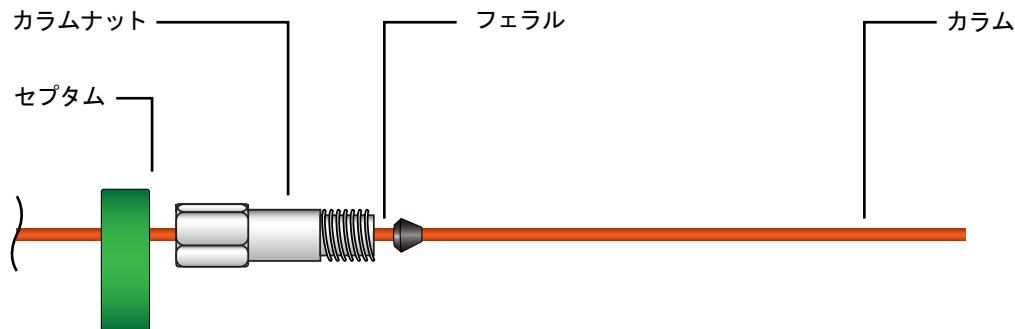


図 14 セプタム、カラムナット、およびフェラルのカラムへの取り付け

**4 カラム測定ツールを通り抜けるまでカラムの端を差し込み、端がツールから出るようにします。**

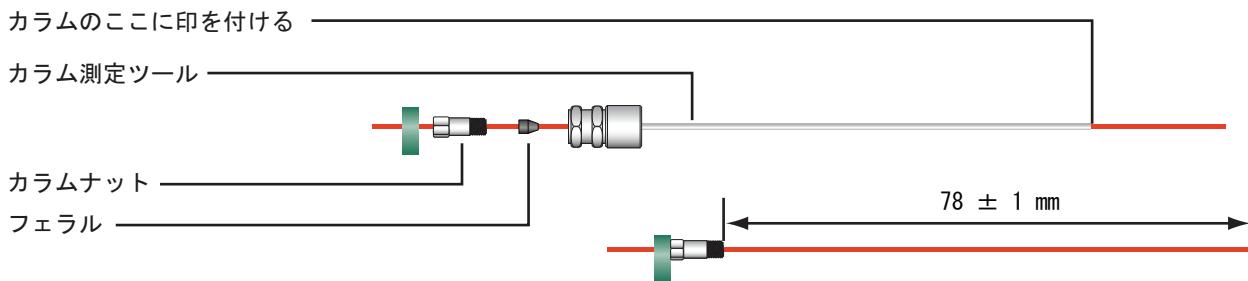
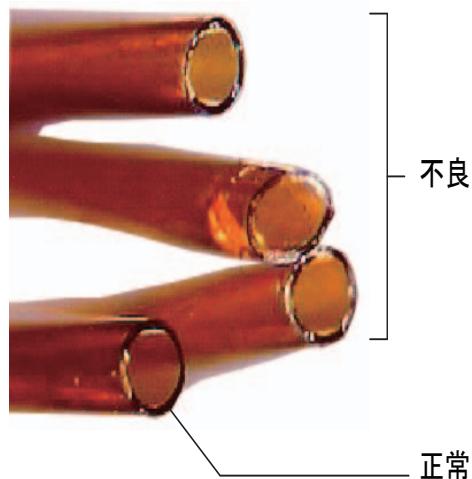


図 15 カラム測定ツールを使用した、カラム長さの設定とフェラル固定

## 5 メンテナンス

- 5 カラム測定ツールのカラムナットをカラムが固定されるまで締めます。スパナでナットをさらに  $1/8$  から  $1/4$  回転締めます。セプタムをカラムナットの下部にぴたりと付けます。
- 6 カラムカッターを 45 度で使用して、カラムに印を付けます。
- 7 カラムの端を折ります。カラムがツールから  $1\text{ mm}$  出ているようにします。折った部分が斜めやギザギザになっていないことを確認します。



- 8 カラムナット、およびフェラルをツールから取り外します。
- 9 イソプロパノールで湿らせたティッシュでカラムの外部を拭き、指紋やほこりを取り除きます。
- 10 カラムを慎重に検出器フィッティングにねじ込みます。カラムナットを手で締め、さらにスパナで  $1/8$  回転締めます。

## 内部セラミックチューブの交換 (SCD)

内部セラミックチューブを交換するには、以下の手順を実行します。

### 警告

オープンや注入口、検出器は高温になっていて、やけどの原因となる恐れがあります。交換を開始する前に、上記の部分を安全な取扱い温度まで冷却します。

### 注意

ほこりや肌の油脂で部品を汚染しないように、清潔なリントフリー手袋を着用してください。

### 注意

この手順のほとんどのステップで、2つのスパナを使用する必要があります。1つはバーナーを固定するため、もう1つは部品を緩めるためのものです。力の入れ過ぎやバーナーアセンブリの変形を防止するため、必ず2つのスパナを使用してください。

**1** 以下の部品を準備します。

- 7/16 インチオープンエンドスパナ 2 本
- 3/8 インチオープンエンドスパナ
- 新しい O- リング
- 新しいセラミックチューブ
- ピンセット
- トランスマルチ用 1/8 インチキャップ
- T20 トルクスドライバ

**2** メンテナンスのために検出器を準備します。

- a GC メンテナンスマソッドを読み込み、GC の準備ができるのを待ちます（69 ページの「検出器のメンテナンスマソッド」を参照）。注入口、オープン、検出器、バルブボックス、バーナーアセンブリ、検出器ベースが安全な取り扱い温度（40 °C以下）に下がるまで待ちます。
- b すべての水素流量をオフ（酸化ガスとオゾン供給ガスはオンのまま）
- c オゾン発生器をオフ

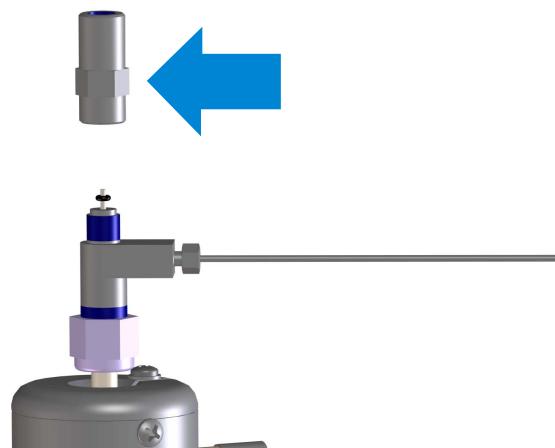
### 警告

水素ガスは引火性の高い気体です。検出器のメンテナンスを実行する前に、すべての検出器（およびカラム）の水素ガス流量をオフにしてください。

- 3 トランスファーラインを取り外したら、直ちに  $1/8$  インチキャップを開口部に装着します。トランスファーラインには  $3/8$  インチスパナを、上部フィッティングには  $7/16$  インチスパナを使用し、バーナーアセンブリをしっかりと固定します。
- 4 2つの  $7/16$  インチスパナを使用して、上部フィッティングから出口フィッティングを取り外します。
- 5 古い O-リングが出口フィッティングの底に残っている場合は、ピンセットのようなものでフィッティングから静かに引き剥がします。
- 6 古い内部セラミックチューブを取り外します。
- 7 新しい内部セラミックチューブの端に新しい O-リングを通して、チューブの先端が約  $7\text{ mm}$  出るように O-リングをスライドさせます（この長さは重要ではありません）。



- 8 O-リングで止まるまで、チューブと O-リングのアセンブリを静かにバーナー装置に挿入します。
- 9 図のように、出口フィッティングの平らな六角部分が上部フィッティングに近くなるように、セラミックチューブの上から取り付けます。出口フィッティングを締めると、O-リングとセラミックチューブの位置が自動的に調整されます。固定されるまで締めます（手締め）。締めつけすぎないようにしてください。



- 10 出口フィッティング上にトランスファーラインを取り付けます。固定されるまで締めます（手締め）。締めつけすぎないようにしてください。
- 11 検出器のガス流量を元に戻します。
- 12 Upper 水素フィッティングに漏れがないか調べます。必要に応じて、漏れを直します。
- 13 その他の検出器の設定を元に戻します。
- 14 EMF カウンタをリセットします。

### 石英チューブの交換 (NCD)

NCD 石英チューブを交換するには、以下の手順を実行します。

#### 警告

オープンや注入口、検出器は高温になっていて、やけどの原因となる恐れがあります。交換を開始する前に、上記の部分を安全な取扱い温度まで冷却します。

#### 注意

ほこりや肌の油脂で部品を汚染しないように、清潔なリントフリー手袋を着用してください。

#### 注意

この手順のほとんどのステップで、2つのスパナを使用する必要があります。1つはバーナーを固定するため、もう1つは部品を緩めるためのものです。力の入れ過ぎやバーナーアセンブリの変形を防止するため、必ず2つのスパナを使用してください。

**1** 以下の部品を準備します。

- 7/16 インチオープンエンドスパナ 2 本
- 3/8 インチオープンエンドスパナ
- 5/8 インチオープンエンドスパナ
- 新しい石英チューブ
- ピンセット
- トランスマルチ用 1/8 インチキャップ
- T20 トルクスドライバ
- グラファイトフェラル取り外し用の歯科工具または同等の工具
- 新しいグラファイトフェラル 2 個

**2** メンテナンスのために検出器を準備します。

- a** GC メンテナンスマетодを読み込み、GC の準備ができるのを待ちます（69 ページの「検出器のメンテナンスマethod」を参照）。注入口、オープン、検出器、バルブボックス、バーナーアセンブリ、検出器ベースが安全な取り扱い温度（40 °C以下）に下がるまで待ちます。
- b** すべての水素流量をオフ（酸化ガスとオゾン供給ガスはオンのまま）
- c** オゾン発生器をオフ

**警告**

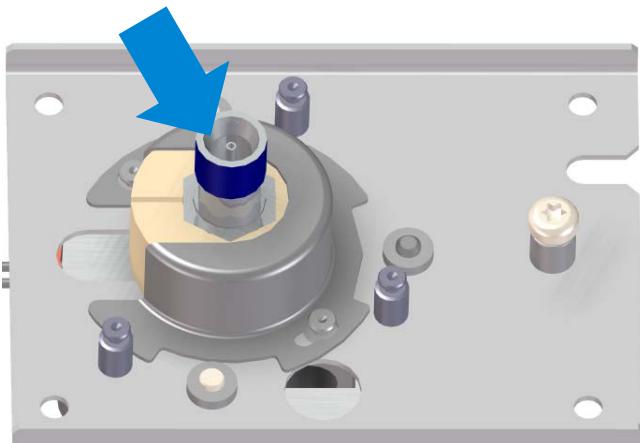
水素ガスは引火性の高い気体です。検出器のメンテナンスを実行する前に、すべての検出器（およびカラム）の水素ガス流量をオフにしてください。

- 3 保護シュラウドを取り外します。2個のT20トルクスネジを取り外し、シュラウドを反時計回りにひねって、取り付けポストから持ち上げて外します。シュラウドとネジは後で使用するため、横に置いておきます。
- 4 トランスファーラインを取り外したら、直ちに1/8インチキャップを開口部に装着します。トランスファーラインには3/8インチスパナを、上部フィッティングには7/16インチスパナを使用し、バーナーアセンブリをしっかりと固定します。
- 5 2つの7/16インチスパナを使用して、石英チューブ上部のナットから出口フィッティングを取り外します。
- 6 ナットとフェラルを静かに上にスライドさせ、石英チューブから取り外します。

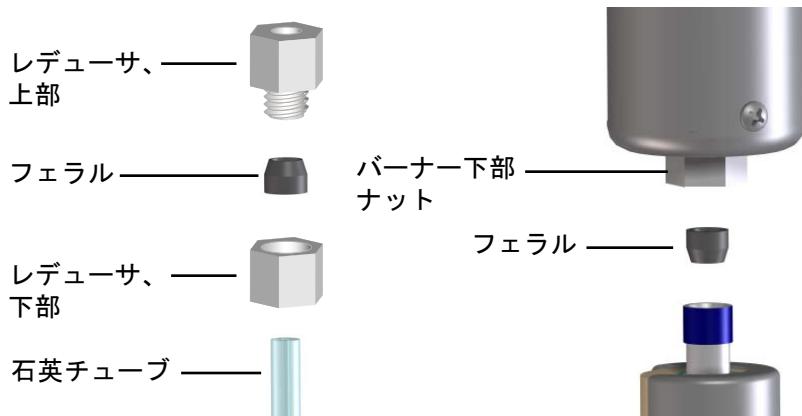
**注意**

石英チューブは脆く、欠けたり、ひび割れたりするおそれがあります。石英チューブは破損を防止するため、慎重に取り扱ってください。

- 7 5/8インチおよび9/16インチスパナを使用して、検出器のベースアセンブリにあるカップリングからバーナーアセンブリとチューブを取り外します。
- 8 カップリング内のジェット周辺を確認します。チューブの破片が残っている場合は、ピンセットまたは同等の工具で取り除きます。



- 9 石英チューブをバーナーアセンブリから静かに引き上げて取り外します。バーナー底部の回転ナットに、グラファイトフェラルが残ります。
- 10 歯科工具のようなもので古いグラファイトフェラルをバーナー底部の回転ナットから取り除きます。
- 11 スパナを 2 本使用してレデューサを分解し、古いフェラルを取り除きます。
- 12 新しいグラファイトフェラルを取り付けます。どちらもフェラルの向きはテーパーが外側（バーナー側が平ら）になります。



- 13 レデューサを組み立てます。スパナを 2 本使用して固定されるまで締めます。
- 14 新しい石英チューブをバーナーアセンブリの底から約 1 cm 出るまで、下にスライドします（この長さは重要ではありません。カップリングの下部ナットを締めると、チューブの位置が調整されます）。

### 注意

石英チューブ上のグラファイトフェラルを締める際は、固定されたら、そこで締めるのをやめます。締めすぎると、フェラルや石英チューブを破損してしまうおそれがあります。

- 15 検出器ベースにバーナーアセンブリを慎重に下げ、検出器の下部アセンブリ上のナットを手で締めます。手で堅く締めた後、スパナを使って所定の位置に固定します。締めつけすぎないようにしてください。
- 16 ナットの開口端が上になるように、ナットとフェラルを石英チューブの開口端に通します。
- 17 ナットを出口フィッティングに取り付け、2 つのスパナで固定されるまで締めます。

- 18 出口フィッティング上にトランスマーカーを取り付けます。固定されるまで締めます（手締め）。締めつけすぎないようにしてください。
- 19 保護シラウドを取り付けます。
- 20 検出器を測定可能な状態に戻します。
- 21 EMF カウンタをリセットします。

### 真空ポンプのオイル確認

#### 注意

ポンプの作動中は、フォアラインポンプオイルの追加や交換はしないでください。

ポンプオイルのレベルと色は毎週チェックします。

- 1 オイルレベルは、フォアラインポンプのウインドウで確認します。オイルレベルは、最大と最小を示す印の間にあります。

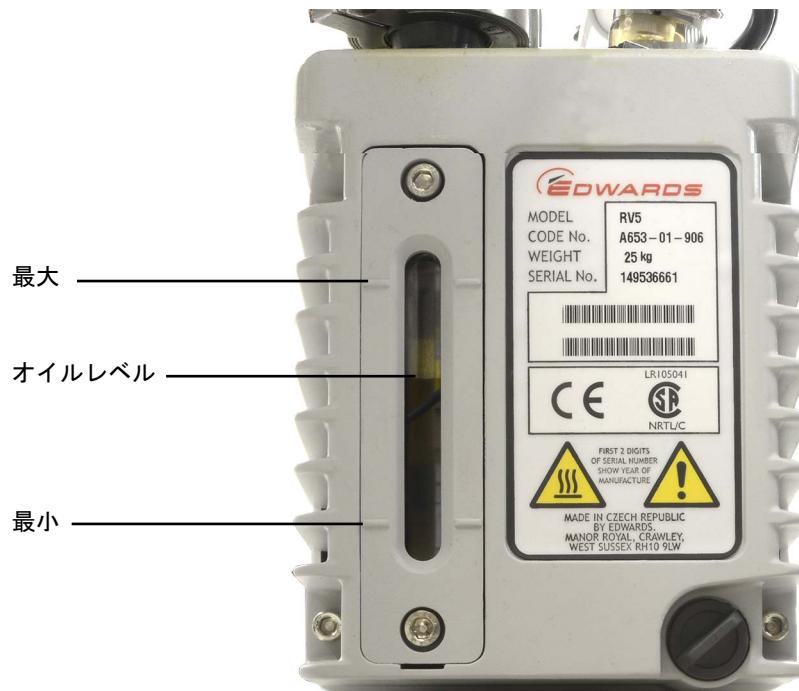


図 16 オイルレベルの確認

- 2 ポンプオイルの色が透明またはほぼ透明で、懸濁粒子がほとんどない状態であるかを確認します。ポンプオイルが濁っていたり、懸濁粒子が充満している場合は、ポンプオイルを交換します。
- 3 メンテナンスのログブックにメンテナンス内容を記録します。適宜、EMF カウンタをリセットします。

## 真空ポンプのオイル追加

ポンプのオイルレベルが下がっている場合、ポンプオイルを追加します。

### 必要な材料

- 漏斗 (9301-6461)
- 5 mm 六角レンチ (8710-1838)
- 清潔なリントフリーの耐化学性手袋 (9300-1751)
- ポンプオイル、Mobile 1 (G6600-85001)
- 保護メガネ (ゴーグル)

### 警告

ポンプの作動中は、ポンプオイルを追加しないでください。

### 警告

充填キャップとポンプは非常に高温になっている場合があります。充填キャップとポンプが冷却されたことを確認してから、作業します。

### 注意

Mobil 1 のような 10W30 合成オイルのみを使用します。他のオイルを使用すると、ポンプの寿命が大幅に短くなる場合があります。その場合、保証は適用されません。

### 手順

- 検出器をシャットダウンして、ポンプが停止するまで待機します。56 ページの「シャットダウン」を参照してください。
- 検出器の電源をオフにし、ポンプの電源コードを抜きます。

## 5 メンテナンス

3 真空ポンプの充填キャップを取り外します。



- 4 オイルレベルが、オイルレベルウインドウ横の最大マーク付近になるまで新しいポンプオイルを追加します。オイルレベルは最大レベルを超えないようにします。80 ページの図 16 を参照してください。
- 5 充填キャップを装着し直します。
- 6 ポンプの外側や下部の余分なオイルを拭き取ります。
- 7 ポンプの電源コードを再接続します。
- 8 検出器をオンにして、測定可能な状態に戻します。54 ページの「起動」を参照してください。
- 9 メンテナンスのログブックにメンテナンス内容を記録します。適宜、EMF カウンタをリセットします。

## 真空ポンプのオイル交換

ポンプオイルは通常、3か月ごとに交換しますが、オイルが黒く濁っている場合は、直ちに交換します。

### 必要な材料

- 使用済みポンプオイルを受ける容器
- 漏斗（9301-6461）、5 mm 六角レンチ（8710-1838）
- 清潔なリントフリーの耐化学性手袋（9300-1751）
- ポンプオイル、Mobile 1（G6600-85001）
- 保護メガネ（ゴーグル）
- 大型マイナスドライバ（8710-1029）

### 警告

ポンプの作動中は、ポンプオイルを追加しないでください。

### 警告

充填キャップとポンプは非常に高温になっている場合があります。充填キャップとポンプが冷却されたことを確認してから、作業します。

### 警告

オイルに触れないでください。サンプルの残留物質は有害な場合があります。オイルは適切に廃棄してください。

### 注意

Mobil 1 のような 10W30 合成オイルのみを使用します。他のオイルを使用すると、ポンプの寿命が大幅に短くなる場合があります。その場合、保証は適用されません。

### 手順

- 検出器をシャットダウンして、ポンプが停止するまで待機します。56 ページの「シャットダウン」を参照してください。
- 検出器の電源をオフにし、ポンプの電源コードを抜きます。

## 5 メンテナンス

3 真空ポンプのドレンインプラグの下に容器を置きます。

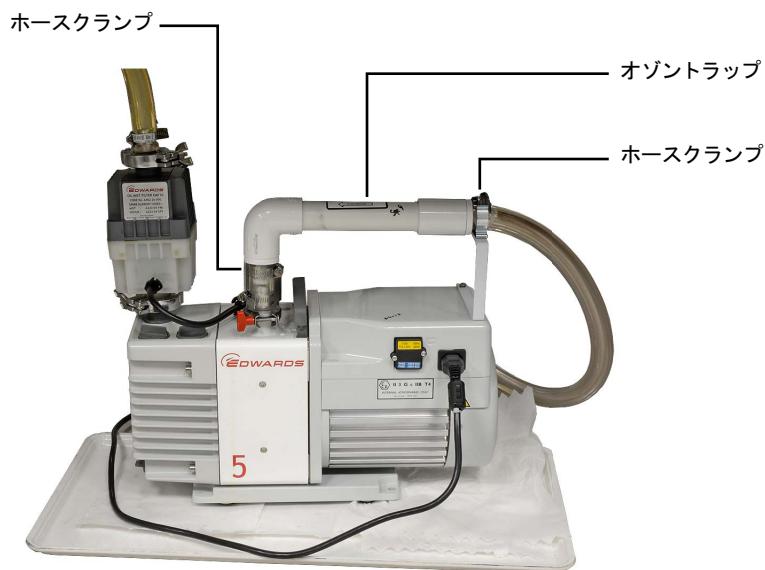


- 4 充填キャップを取り外してから、ドレンインプラグを開きます。ポンプのモーター側を上げて、完全にオイルを排出します。
- 5 ドレンインプラグを取り付け直します。
- 6 オイルレベルが、オイルレベルウィンドウ横の最大マーク付近になるまで新しいポンプオイルを追加します。オイルレベルは最大レベルを超えないようにします。80 ページの図 16 を参照してください。
- 7 充填キャップを装着し直します。
- 8 ポンプの外側や下部の余分なオイルを拭き取ります。
- 9 ポンプの電源コードを再接続します。
- 10 検出器をオンにして、測定可能な状態に戻します。54 ページの「起動」を参照してください。
- 11 メンテナンスのログブックにメンテナンス内容を記録します。適宜、EMF カウンタをリセットします。
- 12 約 30 分後と、24 時間後に、ポンプの漏れを確認します。

## オゾントラップの交換

オゾントラップを交換するには、以下の手順を実行します。

- 1** 検出器を冷却し、ヒーターをオフにして、水素流量をオフにするメソッドを読み込みます。
  - ヒーターをオフにし、バーナーを冷却
  - 酸化ガス流量はオンのまま
  - 水素流量をオフ
  - 真空ポンプをオフ
  - カラムブリードを最小限にするため、オープンを 30 °C (またはオフ) に設定
  - キャリアガス流量 (ヘリウム) はオンのまま
- 2** 真空ポンプを安全な取扱い温度まで冷却します。
- 3** トランプアセンブリと真空ホースをサポートブラケットから取り外します。
- 4** 古いオゾントラップを所定の位置に固定している 2 つのホースクランプを緩めます。



- 5** ポンプの吸気ホースからトラップを取り除きます (必要な場合は、ポンプの吸気口のクランプを緩めます)。
- 6** 古いトラップをサポートブラケットから持ち上げ、古いトランプのバーブ継手から検出器の真空ホースを取り外します。
- 7** 新しいトラップを取り付けます。新しいトラップのフロー方向矢印が吸気フィッティング側を指しているか確認します (トラップの L 字継手がポンプの吸気口付近に位置する必要

## 5 メンテナンス

があります)。ポンプの吸気口から、短いコネクタホースを取り外した場合は、再度取り付けます。

## オイルミストフィルタの交換

RV5 ポンプのオイルミストフィルタには、脱臭チャコールフィルタとオイルミストフィルタエレメントの 2 つのコンポーネントがあります。フィルタを交換するには、柄の長い 4 mm 六角レンチ（付属）を使ってミストフィルタアセンブリを分解します。小さい脱臭チャコールフィルタは、大きいオイルミストフィルタエレメントの上側に取り付けられています。オイルミストフィルタは 90 日間の連続使用後に交換することをお勧めしますが、脱臭チャコールフィルタの交換は任意です。フィルタ交換後は、フィルタアセンブリを組み立てて、ポンプのフランジに取り付けます。EMF カウンタをリセットします。

### 検出器外面の清掃

#### 警告

やけどの危険があります。バーナーアセンブリは高温になっていて、やけどの原因となる恐れがあります。作業する前に、安全な取り扱い温度（ $< 40^{\circ}\text{C}$ ）まで冷却します。

#### 警告

感電の危険があります。クリーニングする前に、検出器をオフにして、電源コードを抜きます。

クリーニングする前に、検出器をシャットダウンして、検出器の電源コードを抜きます。水で軽く湿らせた布で検出器を拭きます。検出器の上に液体を直接スプレーしないでください。清潔な柔らかい布で乾拭きします。液体は検出器や GC の電子部品に損傷を与えるおそれがあります。クリーニング液が検出器または GC に垂れないようにしてください。

バーナーアセンブリに洗浄液は使用しないでください。バーナーが破損する原因となります。

## 流量および圧力センサーのキャリブレーション

8355 SCD および 8255 NCD は、電子圧力コントロールモジュールを使用しています。通常は、7890B GC の自動流量ゼロ機能を使用します。通常、キャリブレーションは不要です。ただし、必要に応じて、流量および圧力のセンサーを手動でゼロ調整することも可能です。詳細については、GC の『操作マニュアル』を参照してください。

### ファームウェアの更新

GC ファームウェアにより検出器は制御されています。検出器のアップデートは、GC ファームウェアを通じて行われます。『Agilent GC、GC/MS のマニュアル、ツール』DVD の GC ファームウェア更新ツールを参照するか、Agilent Web サイトの GC サポートページからツールをダウンロードしてください。

## 6

# トラブルシューティング

- 検出器の問題解決 92
- トラブルシューティング表 93
- ステータスインジケータ LED 96
- 検出器のメッセージ 97
- リーク 98
- 電源の問題 100
- オゾン生成の問題 101
- コーリング 102
- 水素による被毒劣化 103
- 汚染ガス 104

この章では、Agilent SCD または NCD の使用時に生じる一般的な問題のトラブルシューティング方法と解決方法について説明します。



### 検出器の問題解決

検出器の基本を理解することによって、検出器の問題の診断と解決が容易になります。37ページの「動作原理」で説明した、検出器の基本原理を確認してください。このセクションは、すでに適切に動作している検出器で問題が発生した場合のトラブルシューティングを対象としています。新たに検出器のアプリケーションを最適化する場合は、53ページの「測定条件の調整」の推奨事項を参照して、メソッド設定値を調整することにより、適切な結果が得られます。

現象の多くは、複数の問題、またはクロマトグラフィー技術の不備によって発生します。硫黄化合物または窒素化合物は本質的に不安定で反応性が高いため、その分析は従来から非常に難しいものでした。当初は検出器に原因があるとされた問題も、実際は不適切なクロマトグラフィー技術またはその他のシステム異常（カラム注入口フィッティングのリークなど）のいずれかで生じている場合がほとんどです。したがって、トラブルシューティングにあたっては、GC（注入口、インジェクタ、カラム）、バーナーアセンブリ、検出器（オゾン発生器、真空ポンプ、光電子増倍管、電子部品）のどこに問題があるかを最初に特定します。正常に動作していたシステムの問題を診断する際は、最初に、デフォルトの標準的な測定条件に戻すことをお勧めします。この条件で得られるレスポンスから、メソッド設定が問題の原因であるかどうかを特定できます。

検出器に関しては、GCのメンテナנסログとEMF（Early Maintenance Feedback）機能を利用することをお勧めします。この機能により、問題が生じる前に対応が可能となり、正常な測定状態を維持できます。詳細については、GCの『操作マニュアル』を参照してください。

メンテナנסログによって、検出器の圧力測定値とバックグラウンドシグナル（オゾンの「オン」と「オフ」時の差）も管理できます。この値の経時的な変化から、メンテナанс時期を判断できる場合があります。

次のセクションの表 11 は、最もよくある問題、最も考えられる原因、実行すべき処置の一覧です。

## トラブルシューティング表

表 11 検出器の問題のトラブルシューティング

問題	考えられる原因	診断	処置
<b>検出器の問題</b>			
レスポンスがない	オゾンがない	オゾンのオンとオフで、出力シグナルの差がないか、ほとんどない	「“オゾンがない”」を参考します。
オゾンがない	高電圧変圧器またはオゾン発生器が作動していない。	オゾン発生器を流れる流量が正常であるにも関わらず、オゾンのオンとオフでの出力シグナルに差がない	Agilent のサービスに問い合わせます。
	反応セルへのオゾン供給が制限される		Agilent のサービスに問い合わせます。
レスポンスがない	セラミックチューブまたは石英チューブが破損している		セラミックチューブを交換します。73 ページの「内部セラミックチューブの交換 (SCD)」または 76 ページの「石英チューブの交換 (NCD)」を参照してください。
レスポンスの感度が高い	水素流量と酸化ガス流量が不適切である	流量を確認する	流量を調整します。
	検出器に漏れがある		検出器の漏れを確認して、漏れがあれば修理します。98 ページの「リーク」を参照してください。
	セラミックチューブまたは石英チューブが汚染している	リークがない場合は、セラミックチューブを調べる。汚染は、カラムブリード、揮発性の金属錯体を含むサンプル、およびコークスを生成する炭化水素の繰り返し注入によって生じことがあります。	セラミックチューブを交換します。73 ページの「内部セラミックチューブの交換 (SCD)」または 76 ページの「石英チューブの交換 (NCD)」を参照してください。
ベースラインの変動	検出器ガスのいずれかが汚染している	オゾンのオンとオフでの出力シグナルの差を調べる	トラップを確認して、交換します。 検出器ガスを変更します。
	酸化ガスのラインに漏れがある		検出器の漏れを確認して、漏れがあれば修理します。98 ページの「リーク」を参照してください。

## 6 ブラブルシューティング

表 11 検出器の問題のトラブルシューティング

問題	考えられる原因	診断	処置
	水素供給ラインに漏れがある		検出器の漏れを確認して、漏れがあれば修理します。98 ページの「リーク」を参照してください。
非等モルレスポンスを伴うピークテーリング	検出器ガスが重度に汚染している	オゾンのオフ時と比較してバックグラウンドシグナルが高い	トラップを確認して、交換します。 検出器ガスを変更します。
ピークのテーリング	カラム接続が不適切である	注入口と検出器のカラム位置を確認する。検出器フィッティングのカラムを調べ、燃焼ゾーンのカラムに変色が生じているかを確認する	カラムを取り付け直します。70 ページの「検出器へのカラムの取り付け」を参照してください。
	チューブのひび割れ	圧力と真空の範囲を確認する。カラムとフェラルを調べる	セラミックチューブを交換します。73 ページの「内部セラミックチューブの交換 (SCD)」または 76 ページの「石英チューブの交換 (NCD)」を参照してください。
検出器の温度シャットダウン	熱電対の接触不良		Agilent のサービスに問い合わせます。
バーナー圧力が極端に高い	石英チューブまたは外部セラミックチューブが破損している。 1/16 インチステンレス製水素ラインまたは酸化ガスラインに漏れがある、または接続されていない		セラミックチューブを交換します。73 ページの「内部セラミックチューブの交換 (SCD)」または 76 ページの「石英チューブの交換 (NCD)」を参照してください。 接続を確認します。ラインに漏れがないか確認します。ラインが破損している場合は、Agilent のサービスに問い合わせます。
	バーナーに漏れがある		検出器の漏れを確認して、漏れがあれば修理します。98 ページの「リーク」を参照してください。
予測よりバーナー圧力が低下し、レスポンスが低い	内部セラミックチューブが破損している		73 ページの「内部セラミックチューブの交換 (SCD)」を参照してください。

表 12 ポンプの問題のトラブルシューティング

問題	考えられる原因	診断	処置
<b>真空ポンプの問題</b>			
ポンプが作動しない	ポンプのスイッチがオフになっているか、電源コードが外れている		ポンプの電源スイッチを入れます。 ポンプの電源コードを確認します。
起動時にヒューズが切れる	オイルが乳化している	オイルが劣化していないか調べる	ポンプのオイルを交換し、ポンプを直接壁のコンセントに差し込んで10～15分間稼働させます。 切れたヒューズの交換については、Agilentに問い合わせます。
ポンプ内の水分	ミストフィルタが破損している	ポンプウィンドウのオイルが淡黄色である	ミストフィルタとポンプオイルを交換します。
反応セル圧力が高い	オゾントラップが詰まっている	オゾントラップを真空ラインから取り外し、圧力の測定値を再度調べる	オゾントラップを交換します。
	バーナーが反応セルから外れている	接続を確認する	
<b>真空ポンプの不良</b>			
ポンプからオイルの音がない	バラストの接触不良	オイルレベルが低下している	バラストを再設定します。 ポンプ仕様のセクションを参照してください。
オイルミストフィルタ内のオイルレベルが高い	オイルリターンリストリクタが詰まっている	リターンラインのオイルが動いていない	フィルタを交換し、リストリクタの詰まりを除去します。

### ステータスインジケータ LED

検出器のステータス LED を見ると、検出器のステータスとLED 状態が即座にわかります。検出器の現在の状態に応じて、LED の色が変化します。

- **緑**：ヒーター、冷却器 (NCD)、真空ポンプ、およびオゾン発生器に電力が供給されていることを示します。検出器の電子部品には、GC から電力が供給されていて、検出器前面のスイッチで制御する電力とは独立しています。
- **黄色**：検出器が測定準備中であることを示します。電源がオンになり、電力が供給されているが、測定条件の設定値に達していないパラメータがあります。警告またはその他のメッセージが表示されている場合があります。GC 画面をチェックしてください。
- **赤**：フォルトなどの深刻なエラー状態であることを示します。フォルトまたはその他のメッセージが表示されている場合があります。GC 画面をチェックしてください。フォルト状態が解消されるまで、検出器は使用できません。

## 検出器のメッセージ

GC のステータス画面で検出器のメッセージを確認します。GC には、稼働中に発生したステータスとエラーのメッセージが表示されます。また、GC ログファイルに、検出器のメンテナンスとエラーメッセージが記録されます。詳細については、GC の『操作マニュアル』を参照してください。

### リーク

#### オゾンリーク

##### 警告

オゾンは強力な酸化作用のある危険なガスです。機器は十分に換気された区域で使用し、真空ポンプの排気はドラフトに排出するようにしてオゾンへの露出を最小限に留める必要があります。機器を使用していないときは、必ずオゾン発生器をオフにしてください。

オゾンリークが疑われる場合、検出器をシャットダウンします。検出器本体は開けないでください。Agilent のサービスに問い合わせます。

#### 水素リーク

##### 警告

空気または酸素と一緒に水素流量を測定しないでください。バーナー温度の上昇により発火する恐れのある爆発性混合物が生成されることがあります。この危険を回避するため、以下を行ってください。1. 開始する前にバーナーを冷却します。2. ガス流量の測定は必ず個別に行います。

すべての外部配管の漏れをチェックします。99 ページの「[水素リークと酸化ガスリークの確認](#)」を参照してください。検出器本体、および検出器本体とバーナーアセンブリ間の配管の接続をチェックします。検出器本体内部の漏れが疑われる場合は、Agilent のサービスに問い合わせます。検出器本体は開けないでください。

#### 酸化ガスリーク

##### 警告

高酸素環境では燃焼が促進されるため、高圧状態で不純物にさらされると、自然発火のおそれがあります。酸素用の部品を使用し、純酸素を使用する前に不純物を除去してください。

検出器本体、および検出器本体とバーナーアセンブリ間の酸化ガス配管の接続をチェックします。99 ページの「[水素リーク](#)と

「酸化ガスリークの確認」を参照してください。検出器本体内部の漏れが疑われる場合は、Agilent のサービスに問い合わせます。検出器本体は開けないでください。

## 水素リークと酸化ガスリークの確認

水素または酸化ガスの流路内の漏れをチェックするには、以下の手順を実行します。

- 1 すべての外部フィッティングの漏れをチェックします。漏れを直します（必要に応じて、接続部を締めるか、配管の接続をやり直します）。
- 2 それでも漏れが疑われる場合は、流量を通常のチェックアウト条件に設定します（SCD の場合は 110 ページの表 14、NCD の場合は 115 ページの表 15 を参照）。
- 3 設定条件を数分間維持します。検出器が設定流量を維持できない場合、Agilent のサービスに問い合わせてください。
- 4 検出器が流量を維持できた場合は、GC キーボードまたはコントロールソフトウェアを使用してすべてのガス流量をオフにします。
- 5 GC 画面で圧力測定値をモニターします（[Front Det]、[Back Det]、[MS/Aux Det] のいずれかを押します）。真空ポンプが動作している状態のとき、反応セルの圧力は、ほぼ 0 (ゼロ) まで低下します。バーナー圧力は、通常の運転圧力よりもはるかに低い値まで低下します。バーナーアセンブリの内部コンフィグレーションにより、このプロセスには時間がかかります。バーナー圧力が高いままか、通常の圧力のまま変化しない場合は、Agilent のサービスに問い合わせます。

### 電源の問題

SCD または NCD の電源の問題をトラブルシューティングする際は、検出器の電子部品とフローモジュールへの電力が GC から供給されており、GC の電源スイッチによって制御されている点に留意してください。SCD/NCD ヒーター、NCD 冷却器、真空ポンプ、およびオゾン発生器の電力は、検出器本体から供給されていて、検出器の電源スイッチによって制御されています。

#### 電源なし

検出器から電力が供給されていない場合（真空ポンプが稼働していない、ヒーターがオンにならない場合）は、以下を確認します。

- 電源スイッチがオンになっていることを確認します。
- 電源コードが適切に接続されていることを確認します。
- 建物の電源を確認します。

コードが適切に接続され、建物の検出器用の回路が正常に動作している場合は、Agilent に問い合わせます。

## オゾン生成の問題

オゾン生成のトラブルシューティングをする前に、システムの他のコンポーネントが正常に動作していることを確認します。たとえば、検出器の外部接続の漏れをチェックし、注入口と注入口カラムフィッティングの漏れ、真空ポンプの正常な動作、注入口と ALS の正常な動作などを確認します。

以下の手順に従って、オゾン生成のトラブルシューティングを行います。

- 1 GC 画面の検出器出力シグナルをメモします。
- 2 真空ポンプはオンのままにし、オゾン供給ガスも流しておきます。
- 3 オゾン発生器をオフにします。
- 4 検出器の出力シグナルを測定します。
- 5 オゾン発生器をオンにし、検出器の出力シグナルを再確認します。

通常、検出器が正常に動作している場合、オゾン発生器の高電圧のオンとオフを切り替えると、バックグラウンドシグナルに差が生じます。変化がない場合は、Agilent のサービスに問い合わせます。

### コーリング

一部のサンプルマトリックスによる汚染は、感度を低下させるおそれがあります。たとえば、揮発性の金属錯体を含有する原油は、セラミックチューブを汚染する場合があります。また、特定の炭化水素含有化合物の不完全燃焼により残留したコークスが、セラミックチューブに付着することもあります。コークス付着物は、水素流量を低減することにより、バーナーから除去することができます。

## 水素による被毒劣化

SCD のセラミックチューブの水素による被毒劣化は、酸化ガスの相対流量が水素流量に比べて大幅に低い場合に生じます。劣化の原因が不適切なメソッド設定値、あるいは酸化ガス流量の問題のどちらの場合でも、このような状態になると、結果としてレスポンスがなくなったり、大幅に低下したりします。水素による被毒劣化が疑われる場合、以下を行ってください。

- フローシャットダウンが発生していないか確認し、解決します。
- バーナーアセンブリへの酸化ガス供給ラインが詰まっているか確認します。
- チェックアウトメソッドまたはバランスの良い相対流量を使用している他のメソッドを読み込みます。レスポンスが回復しない場合は、セラミックチューブを交換します。

レスポンスが回復しない場合は、内部セラミックチューブを交換します。それでもレスポンスが回復しない場合は、外部セラミックチューブを交換します。セラミックチューブは再生できません。

### 汚染ガス

Agilent では、『設置準備ガイド』に示した条件を満たすクリーンなガスの使用を推奨しています。また、汚染物質を可能な限り除去する高品質のトラップの使用も推奨しています。クリーンなガスの使用は、最適なパフォーマンスに不可欠です。上記を使用しない場合、ガス内の硫黄やその他の汚染物質がカラムに蓄積し、経時的に流出する可能性があります。これは、セラミックチューブの感度低下を招き、ベースラインを上昇させる原因となります。

オゾン発生器の供給ライン内の水分によって、オゾン発生器や他の検出器コンポーネントの損傷や故障の原因となる酸が形成されることがあります。Agilent では、水分トラップ付きのガスクリーンフィルタシステムのような高品質の水分トラップをオゾン供給ガス用に使用することを強く推奨しています。65 ページの「消耗品と交換部品」を参照してください。

## 7

# 動作確認

クロマトグラフ チェックアウトについて	106
クロマトグラフ チェックアウトの準備	107
SCD のパフォーマンスをチェックする	109
NCD のパフォーマンスをチェックする	114

この章では、検出器が正常に動作していることを確認する方法について説明します。



## クロマトグラフ チェックアウトについて

このセクションで説明するテストでは、GC および検出器が工場での条件と同程度に動作することの基本的な確認ができます。ただし、検出器およびその他の GC 部品の使用期間が長くなると、検出器のパフォーマンスが変化する場合があります。ここで示す結果は標準的な動作条件での一般的な出力を表しており、仕様ではありません。

テストでは次のことを想定します。

- オートサンプラーの使用。使用できない場合は、リストされているシリングの代わりに適切なマニュアル注入用シリングを使用します。
- ほとんどの場合、 $10 \mu\text{L}$  シリンジを使用します。ただし、 $5 \mu\text{L}$  シリンジを使用してもかまいません。
- 記載されているセプタムとハードウェア（ライナー、アダプタなど）の使用。他のハードウェアを使用すると、パフォーマンスが変わる場合があります。

## クロマトグラフ チェックアウトの準備

異なる消耗品を使用するとクロマトグラフィのパフォーマンスが変わるため、すべてのチェックアウトテストでここで示されている部品を使うことを強く推奨します。また、取り付けられているものの品質がわからない場合は、新しい消耗部品を取り付けることもお勧めします。たとえば、新しいライナーとセプタムを取り付けると、汚染されていない結果を得られることが保障されます。

GC が工場から出荷されたものであれば、これらの消耗品は新品のため交換する必要はありません。

### 注記

新しい GC の場合、取り付けられている注入口ライナーをチェックします。注入口に付属するライナーは、チェックアウトに推奨されるライナーではない可能性があります。

- 1 供給ガスのトラップのインジケータ / 日付をチェックします。寿命が過ぎたトラップを交換します。
- 2 注入口に新しい消耗部品を取り付けて、正しいインジェクタシリング（および、必要に応じてニードル）を準備します。

**表 13** 注入口タイプ別チェックアウト推奨部品

チェックアウト用の推奨部品	部品番号
<b>スプリットスプリットレス注入口</b>	
シリンジ、10 µL	5181-1267
ライナー 0- リング	5188-5365
セプタム	5183-4757
ライナー	5190-2295
注入口ゴールドシール、ワッシャ付き	5188-5367
<b>マルチモード注入口</b>	
シリンジ、10 µL	5181-1267
ライナー 0- リング	5188-5365
セプタム	5183-4757
ライナー	5190-2295
<b>クールオンカラム注入口</b>	
セプタム	5183-4758
セプタムナット	19245-80521

**表 13** 注入口タイプ別チェックアウト推奨部品

チェックアウト用の推奨部品	部品番号
シリンジ、5 µL オンカラム用	5182-0836
5 µL シリンジ用 0.32 mm ニードル	5182-0831
7693A ALS : ニードルサポートインサート、COC	G4513-40529
7683B ALS : 0.25/0.32 mm 注入用ニードル サポート アセンブリ	G2913-60977
キャピラリカラム用インサート、内径 0.32 mm	19245-20525

## サンプルバイアルの準備

動作確認では、サンプルを 1 µL 注入します。SCD および NCD のチェックアウト用標準サンプルには、アンプルが 3 本入っています。

### 警告

チェックアウト用標準サンプルの取り扱いについては、パッケージに記載されている注意事項に従ってください。

- 1 サンプルの箱を開けます。
- 2 チェックアウトサンプルのアンプルを 1 本折って開けます。
- 3 サンプル溶液を 2 mL の ALS サンプルバイアルに移し、キャップを付けます。

## SCD のパフォーマンスをチェックする

**1** 以下の部品を準備します。

- 評価用カラム、DB-1 30 m × 0.32 mm × 1.0 µm（部品番号 123-1033）
- SCD パフォーマンス評価（チェックアウト）サンプル（5190-7003）： $0.7 \pm 0.002$  mg/L ジエチルジスルフィドおよび  $1.0 \pm 0.003$  mg/L tert-ブチルジスルフィド、溶媒としてイソオクタン
- クロマトグラフィーグレードイソオクタン
- オートインジェクタ用 4 mL 溶媒および廃液ボトルまたは同等品
- サンプル用 2 mL サンプルバイアルまたは同等品
- 注入口およびインジェクタハードウェア（107 ページの「クロマトグラフ チェックアウトの準備」を参照）

**2** 以下を確認します。

- クロマトグラフィーグレードのガスが配管およびコンフィグレーションされていること：キャリアガスのヘリウム、酸化ガスのエアー、オゾン供給ガスの酸素。
- オゾン供給ガスの水分トラップおよびその他のトラップが使用期限内であること。
- サンプルタレットに空の廃液バイアルが配置されていること。
- イソオクタンを充填したディフュージョンキャップ付き 4 mL 溶媒バイアル（インジェクタの溶媒 A の位置へセットする。）
- イソオクタンを充填したディフュージョンキャップ付き 4 mL 溶媒バイアル（インジェクタの溶媒 B の位置へセットする。）

**3** チェックアウトに必要な消耗部品（ライナー、セプタム、トラップ、シリングなど）を交換します。107 ページの「クロマトグラフ チェックアウトの準備」を参照してください。

**4** 評価カラムを取り付けます。（GC の『GC メンテナンス』マニュアルを参照）

- 評価カラムを 180 °C で 30 分以上焼き出します（手順については、GC の『GC メンテナンス』マニュアルを参照）。
- カラムをコンフィギュレーションします。

**5** 検出器のベースライン出力をチェックします。カラムオープン温度が 50 °C でシステムが十分に安定すると、シグナルの出力は 150 pA 未満で比較的安定している必要があります。

ただし、新しいバーナー（または新しいセラミックチューブを取り付けたバーナー）の場合は、最初の点火後のベースラインが非常に高くなることがあります。このような場合、バーナーの状態に応じて、ベースラインは徐々に低下します。ノイズも時間とともに大幅に減少していきます。システムが十分に安定すると、Agilent OpenLAB CDS で測定されるノイズは、約 5 表示単位以下になります。

チェックアウトはベースラインが完全に安定する前に開始することができます。

- 6** 表 14 にリストされているパラメータでメソッドを作成するか、メソッドを読み込みます。

**表 14 SCD のチェックアウト条件**

**カラムとサンプル**

種類	DB-1、30 m × 0.32 mm × 1 μm (123-1033)
----	--

サンプル	SCD チェックアウト 5190-7003
------	-----------------------

カラム流量	3.5 mL/min (ヘリウム)
-------	-------------------

カラムモード	コンスタントフロー
--------	-----------

**スプリット / スプリットレス注入口**

温度	250 °C
----	--------

モード	スプリットレス
-----	---------

ページ流量	80 mL/min
-------	-----------

ページ時間	0.7 min
-------	---------

セプタムページ	3 mL/min
---------	----------

ガスセーバー	オフ
--------	----

**マルチモード注入口**

モード	スプリットレス
-----	---------

注入口温度	250 °C
-------	--------

ページ時間	0.7 min
-------	---------

ページ流量	80 mL/min
-------	-----------

セプタムページ	3 mL/min
---------	----------

ガスセーバー	オフ
--------	----

**クールオンカラム注入口**

温度	オープントラック
----	----------

セプタムページ	15 mL/min
---------	-----------

表 14 SCD のチェックアウト条件

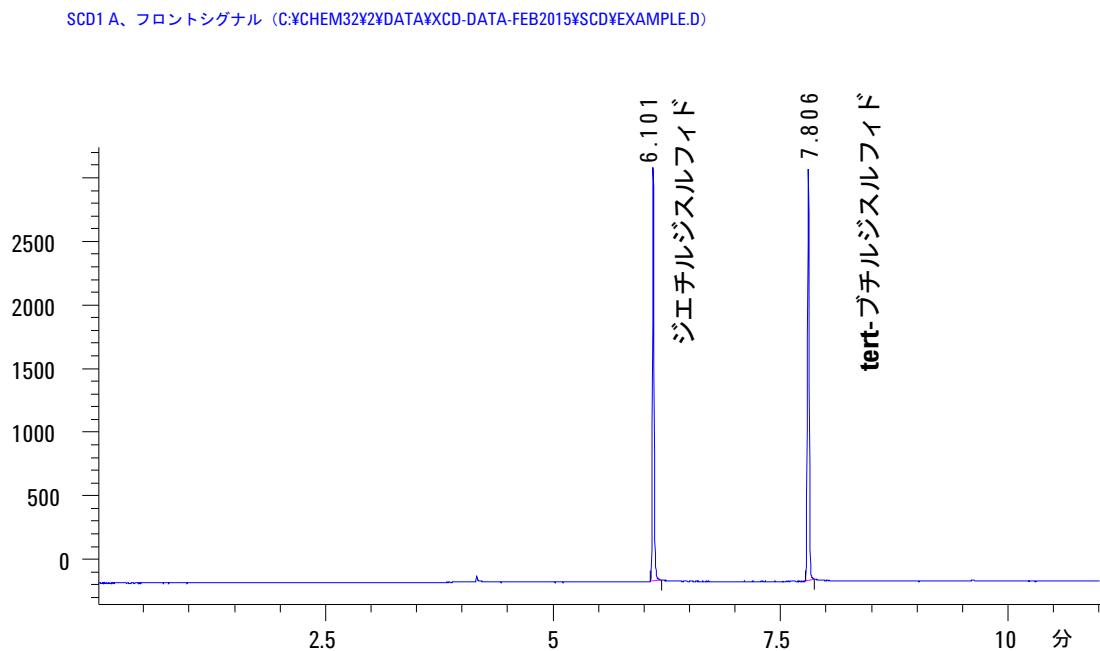
<b>検出器</b>	
ベース温度	280 °C
バーナー温度	800 °C
Upper H <sub>2</sub> 流量	38 mL/min
Lower H <sub>2</sub> 流量	8 mL/min
酸化ガス流量	50 mL/min (エアー)
オゾン発生器	オン
オゾン発生器流量	オン
真空ポンプ	オン
<b>FID-SCD 直列構成</b>	
FID 温度	350 °C
FID 水素流量	35 mL/min
FID 空気流量	500 mL/min
FID N <sub>2</sub> メーカアップ流量	20 mL/min
SCD 酸化ガス流量	0
SCD Upper H <sub>2</sub> 流量	40 mL/min
Lower H <sub>2</sub> 流量	FID-SCD の場合は適用しない
<b>オーブン</b>	
初期温度	50 °C
初期時間	3.0 min
ランプ 1	25 °C /min
ランプ 1 温度	160 °C
ランプ 1 ホールド時間	2 min
ポストラン温度	50 °C
<b>ALS の設定 (取り付けられている場合)</b>	
サンプル洗浄回数	2
サンプルポンピング回数	6
サンプル洗浄容量	8 µL (最大値)
注入量	1 µL
シリンジサイズ	10 µL
注入前溶媒 A 洗浄回数	0
注入後溶媒 A 洗浄回数	3

表 14 SCD のチェックアウト条件

溶媒 A 洗浄容量	8 $\mu\text{L}$ (最大値)
注入前溶媒 B 洗浄回数	0
注入後溶媒 B 洗浄回数	3
溶媒 B 洗浄容量	8 $\mu\text{L}$ (最大値)
注入モード (7693A)	標準
エーキャップ量 (7693A)	0
粘性待ち時間	0
溶媒洗浄の吸引速度 (7693A)	150
溶媒洗浄の排出速度 (7693A)	1500
サンプル洗浄の吸引速度 (7693A)	150
サンプル洗浄の排出速度 (7693A)	1500
注入速度 (7693A)	3000
プランジャ速度 (7683)	高速 : COC を除くすべての注入口の場合。
注入前ドウェル時間	0
注入後ドウェル時間	0
マニュアル注入	
注入量	1 $\mu\text{L}$
データシステム	
取込速度	5 Hz (フロント検出器、SCD)

- 7 データシステムを使用している場合、読み込んだチェックアウトメソッドを使用して1回分析するようにデータシステムを準備します。データシステムがクロマトグラムを出力することを確認します。データシステムを使用していない場合は、GC キーパッドを使用してサンプルシーケンスを1つ作成します。
- 8 分析を開始します。オートサンプラを使用して注入を実行する場合はデータシステムを使用して分析を開始するか、GC の [Start] を押します。マニュアル注入で分析する場合(データシステムあり / なし)は：
- a [Prep Run] を押して、スプリットレス注入用に注入口を準備します。
  - b GC の準備ができたら、1  $\mu\text{L}$  のチェックアウトサンプルを注入して、GC の [Start] を押します。

次のクロマトグラムは、新しい消耗部品を取り付けた新しい検出器での標準的な結果を示しています。FID-SCDとして直列配置した場合のレスポンスは、SCDに到達するサンプル量が減少するため、ここに例示したレスポンスの約 1/10 になります。



## NCD のパフォーマンスをチェックする

**1** 以下の部品を準備します。

- 評価用カラム、HP-5 30 m × 0.32 mm × 0.25 µm (部品番号 19091J-413)
- NCD パフォーマンス評価 (チェックアウト) サンプル (5190-7002) 3-メチルインドール  $10.0 \pm 0.1$  mg/L、9-メチルカルバゾール  $14.1 \pm 0.1$  mg/L、およびニトロベンゼン  $9.51 \pm 0.05$  mg/L、溶媒としてイソオクタン
- クロマトグラフィーグレードイソオクタン
- オートインジェクタ用 4 mL 溶媒および廃液ボトルまたは同等品
- サンプル用 2 mL サンプルバイアルまたは同等品
- 注入口およびインジェクタハードウェア (107 ページの「クロマトグラフ チェックアウトの準備」を参照)

**2** 以下を確認します。

- クロマトグラフィーグレードのガスが配管およびコンフィグレーションされていること : キャリアガスのヘリウム、酸化ガスおよびオゾン供給ガスの酸素。
- オゾン供給ガスの水分トラップおよびその他のトラップが使用期限内であること。
- サンプルタレットに空の廃液バイアルが配置されていること。
- イソオクタンを充填したディフュージョンキャップ付き 4 mL 溶媒バイアル (インジェクタの溶媒 A の位置へセットする。)
- イソオクタンを充填したディフュージョンキャップ付き 4 mL 溶媒バイアル (インジェクタの溶媒 B の位置へセットする。)

**3** チェックアウトに必要な消耗部品 (ライナー、セプタム、トラップ、シリングなど) を交換します。107 ページの「クロマトグラフ チェックアウトの準備」を参照してください。

**4** 評価カラムを取り付けます。(GC の『GC メンテナンス』マニュアルを参照)

- 評価カラムを 270 °C で 30 分以上焼き出します (手順については、GC の『GC メンテナンス』マニュアルを参照)。
- カラムをコンフィギュレーションします。

- 5** 検出器のベースライン出力をチェックします。カラムオーブン温度が 50 °C でシステムが十分に安定すると、シグナルの出力は 150 pA 未満で比較的安定している必要があります（ベースラインがマイナスでも許容されます）。

ただし、新しいバーナー（または新しい石英チューブを取り付けたバーナー）の場合は、最初の点火後のベースラインが非常に高くなることがあります。このような場合、バーナーの状態に応じて、ベースラインは徐々に低下します。ノイズも時間とともに大幅に減少していきます。システムが十分に安定すると、Agilent OpenLAB CDS で測定されるノイズは、約 4 表示単位以下になります。

チェックアウトはベースラインが完全に安定する前に開始することができます。

- 6** 表 15 にリストされているパラメータでメソッドを作成するか、メソッドを読み込みます。

**表 15** NCD のチェックアウト条件

カラムとサンプル	
種類	HP-5、30 m × 0.32 mm × 0.25 µm (19091J-413)
サンプル	NCD チェックアウト 5190-7002
カラム流量	2.2 mL/min
カラムモード	コンスタントフロー
スプリット / スプリットレス注入口	
温度	250 °C
モード	スプリットレス
ページ流量	80 mL/min
ページ時間	0.8 min
セプタムページ	3 mL/min
ガスセーバー	オフ
マルチモード注入口	
モード	スプリットレス
注入口温度	250 °C
初期時間	0 min
ページ時間	0.8 min
ページ流量	80 mL/min

表 15 NCD のチェックアウト条件

セプタムページ	3 mL/min
ガスサーバー	オフ
<b>クールオンカラム注入口</b>	
温度	オーブントラック
セプタムページ	15 mL/min
<b>検出器</b>	
ベース温度	280 °C
バーナー温度	900 °C
冷却器温度	オン
H <sub>2</sub> 流量	3 mL/min
酸化ガス流量	8 mL/min (酸素)
オゾン発生器	オン
オゾン発生器流量	オン
真空ポンプ	オン
<b>オープン</b>	
初期温度	50 °C
初期時間	3.0 min
ランプ 1	25 °C /min
ランプ 1 温度	250 °C
ランプ 1 ホールド時間	2 min
ポストラン温度	50 °C
<b>ALS の設定 (取り付けられている場合)</b>	
サンプル洗浄回数	2
サンプルポンピング回数	6
サンプル洗浄容量	8 µL (最大値)
注入量	1 µL
シリنجサイズ	10 µL
注入前溶媒 A 洗浄回数	0
注入後溶媒 A 洗浄回数	3
溶媒 A 洗浄容量	8 µL (最大値)
注入前溶媒 B 洗浄回数	0

表 15 NCD のチェックアウト条件

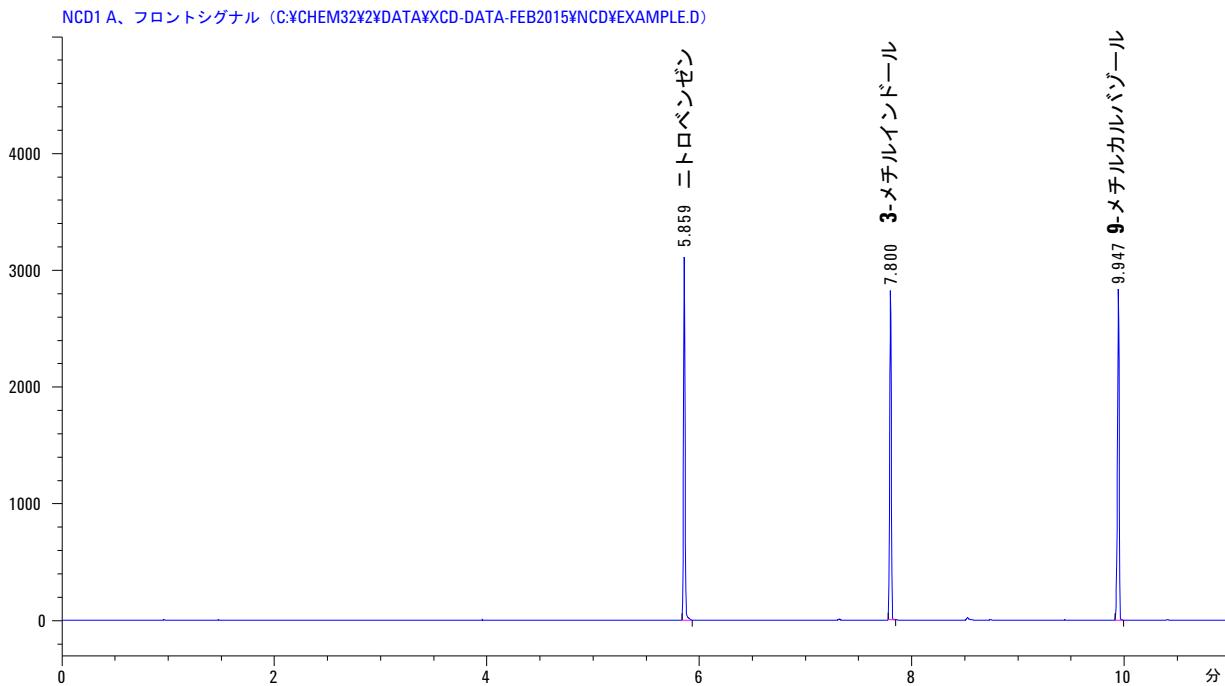
注入後溶媒 B 洗浄回数	3
溶媒 B 洗浄容量	8 µL (最大値)
注入モード (7693A)	標準
エーガップ量 (7693A)	0
粘性待ち時間	0
溶媒洗浄の吸引速度 (7693A)	150
溶媒洗浄の排出速度 (7693A)	1500
サンプル洗浄の吸引速度 (7693A)	150
サンプル洗浄の排出速度 (7693A)	1500
注入速度 (7693A)	3000
プランジャ速度 (7683)	高速 : COC を除くすべての注入口の場合。
注入前ドウェル時間	0
注入後ドウェル時間	0
<b>マニュアル注入</b>	
注入量	1 µL
<b>データシステム</b>	
取込速度	5 Hz (フロント検出器、NCD)

- 7 データシステムを使用している場合、読み込んだチェックアウトメソッドを使用して1回分析するようにデータシステムを準備します。データシステムがクロマトグラムを出力することを確認します。データシステムを使用していない場合は、GC キーパッドを使用してサンプルシーケンスを1つ作成します。
- 8 分析を開始します。オートサンプラを使用して注入を実行する場合は、データシステムを使用して分析を開始するか、GC の [Start] を押します。マニュアル注入で分析する場合(データシステムあり / なし)は：
- a [Prep Run] を押して、スプリットレス注入用に注入口を準備します。
  - b GC の準備ができたら、1 µL のチェックアウトサンプルを注入して、GC の [Start] を押します。



Agilent Technologies

次のクロマトグラムは、新しい消耗部品を取り付けた新しい検出器での標準的な結果を示しています。



Agilent Technologies, Inc.

Printed in USA

2015 年 10 月