

# Agilent 7667A

## Mini TD

### 設置と操作

## 注意

© Agilent Technologies, Inc.  
2013

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

G4370-96030

## エディション

第1版、2013年1月  
Printed in China

Agilent Technologies (Shanghai) Co., Ltd., No. 412 Yinglun Road, Waigaoqiao Free Trade Zone, Pudong New Area, Shanghai

Tel: (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、商品の適合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的かを問わず、一切いたしません。

Agilent は、このマニュアルまたは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、付随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

7667A Mini TDの概要	7
Mini TD の外観	7
Mini TD (小型熱脱着) の動作原理	9
G4370A のワークフローチャート	10
G4370M のワークフローチャート	14

## 2. 設置と操作

設置前の準備	20
設置に必要な部品	20
設置に必要な工具	24
設置準備と確認	24
GC フームウェアのバージョン更新	24
G4370A の設置	25
機器の準備	25
トランスファーラインの 7820A GC スプリット/スプリットレス	
注入口への接続	29
ケーブルとガスラインの接続	31
7820A GC を操作可能な状態に戻す	31
G4370M の設置	32
機器の準備	32
G4370M の 5975T LTM GC/MSD への設置	32
ケーブルとガスラインの接続	34
5975T LTM GC/MSD システムを操作可能な状態に戻す	35
吸着剤チューブの交換	36
吸着剤チューブの取り付け	36
吸着剤チューブの取り外し	38
他の Agilent ガスクロマトグラフ製品との接続の概略図	39
7667A コントロールパネルの操作	40
電源スイッチとステータスインジケータ	40
実行キー	40
メニューキー、キャンセルキー、タレット	41

### 3. 初回分析

必要な用具	50
吸着剤チューブのコンディショニング	50
チェックアウトメソッドの設定	51
チェックアウトサンプルの準備	52
チェックアウトメソッドの実行	53
チェックアウト結果の比較	53

### 4. ソフトウェア操作ガイド

分析前の準備	56
OpenLAB ChemStation C.01.05/ EZChrom A.04.05 の操作	56
オンライン機器の開始	57
ガastypeのコンフィグレーション	57
パラメータ設定	58
メソッドの作成	61
メソッドの保存	62
メソッドの実行	63
シーケンスの作成	64
シーケンスの保存	65
シーケンスの実行	66
MassHunter の操作	67
オンライン機器の開始	67
ガastypeのコンフィグレーション	67
パラメータ設定	68
メソッドの作成/保存	68
メソッドの実行	68
シーケンスの作成	69
シーケンスの保存	70
シーケンスの実行	70
オンラインヘルプ情報	71

### 5. 定期メンテナンス

消耗品リスト	73
Mini TD フームウェアの更新	73
注入ニードルアセンブリの交換	74
注入ニードルアセンブリの取り付け	74
注入ニードルアセンブリの取り外し	76
O-リングとフィルタの交換	77
トラップの交換 (G4370M の場合)	80
ステンレススチール管シームレスのトランスマニホールドからの取り外し (G4370A の場合)	82

## 6. トラブルシューティング

現象1：開始できない	85
現象2：キャリアガスの流量が設定値に達しない	85
現象3：クロマトグラムが表示されない	85
現象4：クロマトグラムに多数の不純物が示される	86
現象5：ガス漏れ	86
現象6：過負荷	86
エラーメッセージ	87

## 付録



1

## はじめに

7667A Mini TD の概要	7
Mini TD の外観	7
Mini TD (小型熱脱着) の動作原理	9
G4370A のワークフローチャート	10
G4370M のワークフローチャート	14

この章では、7667A Mini TD の基本的な使用方法と動作原理、および2つの異なるタイプの機器の使用範囲について説明します。



Agilent Technologies

## 7667A Mini TD の概要

7667A Mini Thermal Desorber (以下 **Mini TD**) は、消費電力の少ない、小型の一段式熱脱着です。

7667A には、**標準モデル** (G4370A) と**上位モデル** (G4370M) の 2 つのバージョンがあります。

標準モデル(G4370A)にはサンプリングポンプが付属しないため、オフラインサンプリングに適しています。主に、7820A GC と組み合わせて使用します。

上位モデル(G4370M)にはサンプリングポンプが付属しています。ガスサンプルのオンライン自動測定をサポートしており、主に 5975T LTM GC/MSD と組み合わせて使用します。

上の 2 つのモデルは、リモートコントロール インターフェイス 経由で他の Agilent ガスクロマトグラフ製品とも組み合わせて使用できます。

## Mini TD の外観



図 1 標準モデルの Mini TD (G4370A)



図2 上位モデルのMini TD (G4370M)

## Mini TD（小型熱脱着）の動作原理

Mini TD には、サンプリングモード、脱着モード、コンディショニングモードの 3 つの操作モードがあります。

**サンプリングモード：G4370M でのみ使用できます。**サンプリングモードには、サンプリングから脱着後の後処理プロセスまでのすべてのプロセスが統合されており、リーク検出、オンラインサンプリング、ドライページ、脱着、注入、クリーニングの各プロセスで構成されています。サンプリングプロセスでは、本体付属のサンプリングポンプでサンプルガスを抽出し、Mini TD (G4370M) の内部チューブに送ります。サンプルの成分の一部は、吸着剤チューブに吸収されます。標準モデル G4370A では、サンプリングは“オフライン”ステータスとして示されます。

**脱着モード：**脱着モードでは、機器は脱着に関連するプロセスのみを実行します。リーク検出、オンラインサンプリング、ドライページ、脱着、注入、クリーニングの各プロセスで構成されています。オンラインサンプリングプロセスは含まれません。

**コンディショニングモード：**コンディショニングは、サンプル脱着プロセスの一部ではありません。サンプル分析を長時間または複数回実行すると、吸着剤チューブの性能が低下する場合があります。配管内と吸着剤チューブ内の水蒸気と残留汚染物質を長時間の高温焼き出しで取り除き、元の良好な状態に戻す必要があります。

## G4370A のワークフローチャート

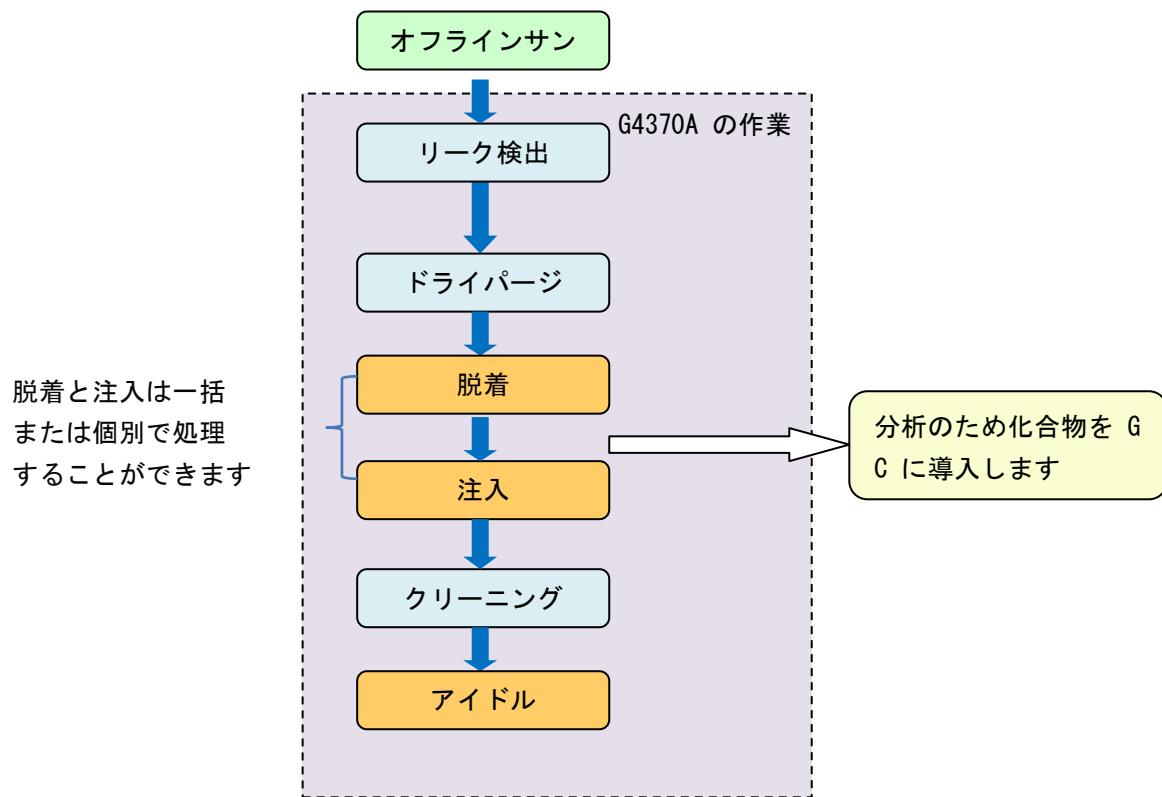
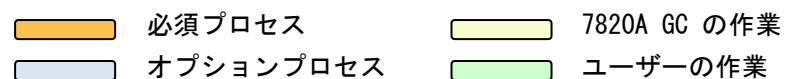


図3 G4370A のワークフローチャート

**リーク検出：**標準モデル G4370A では、このプロセスはドライページの前に実行されます。

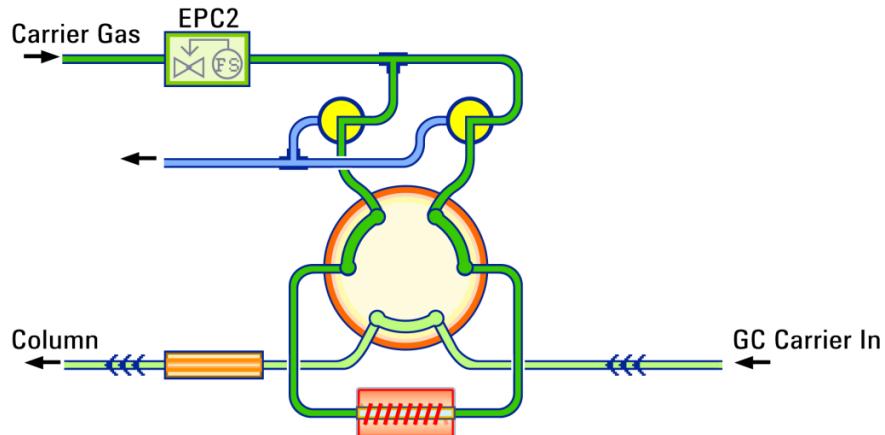


図4 G4370A のリーク検出の概略図

**ドライページ：**ドライページは、サンプリングとリーク検出の完了後（リーク検出がオンの場合）に開始します。このプロセスでは、キャリアガスをチューブにページし、チューブ内の空気と水分を除去します。これにより、吸着剤チューブを脱着前に比較的きれいな状態にできます。必要に応じて、パラメータを指定します。

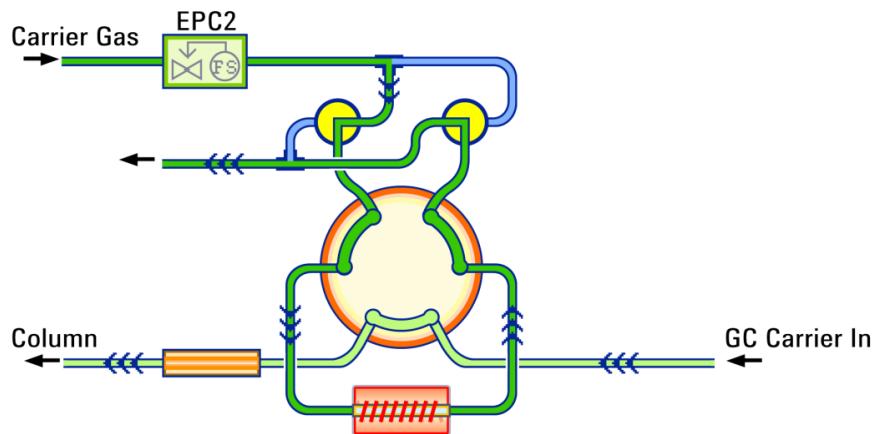


図5 G4370A のドライページの概略図

**脱着および注入：**ソフトウェアのインターフェイスまたはローカルコントロールパネルで関連項目を有効/無効にすることで、脱着プロセスと注入プロセスの個別処理または一括処理を選択できます。2つのプロセスを個別に処理した場合：内部では、キャリアガスの流入を止めているときに吸着剤チューブを加熱します。この状況で、ターゲット成分が脱着され、チューブ内に密閉された状態で注入を待ちます。次の注入段階で、キャリア流量によってサンプルがより短時間で簡単にGC注入口に送られます。これには、沸点の低い成分のピーク幅が大幅に狭まり、ピーク高さが増加し、感度が上がるという重要な利点があります。2つのプロセスを一括処理した場合：注入プロセスが始まるとすぐに、予め設定された昇温速度に従ってチューブの加熱が開始されます。ターゲット成分は、脱着されるとすぐにGC注入口にページされます。この脱着方法は、沸点の高いターゲット成分のキャリーオーバーの減少に有効です。

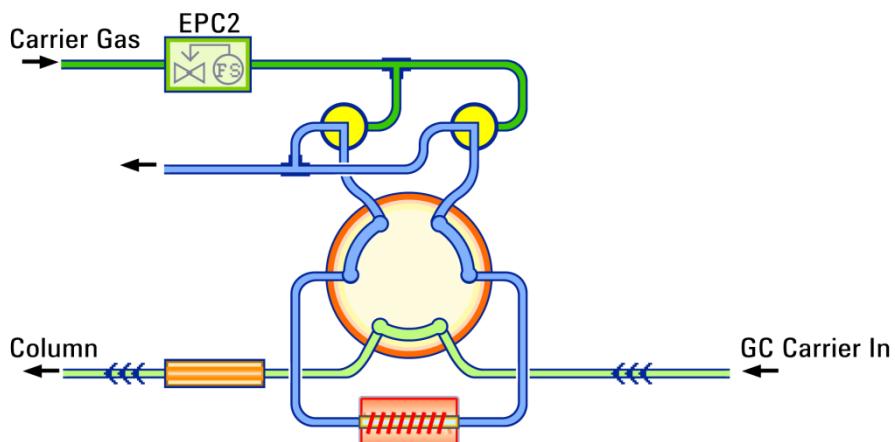


図6 G4370A の脱着の概略図

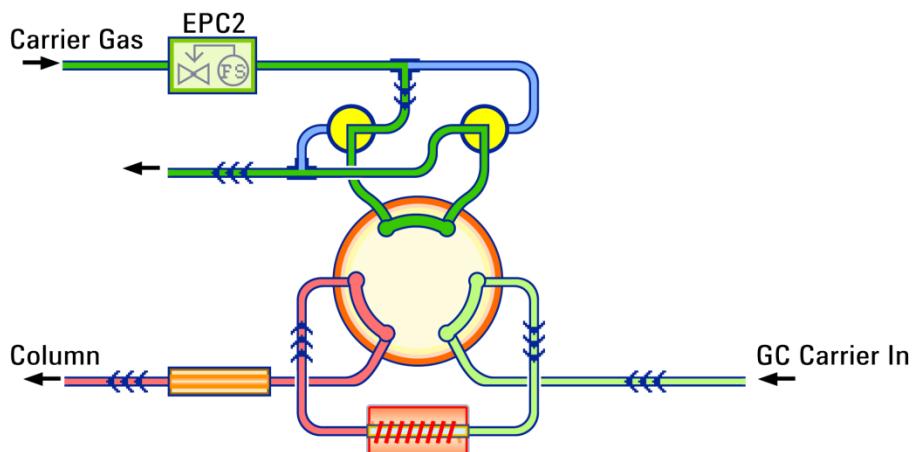


図7 G4370A の注入の概略図

**クリーニング：**脱着後も、残留サンプルが吸着剤チューブに残っている場合があります。残留物が次の脱着に影響しないよう、吸着剤チューブを高温で洗浄する必要があります。クリーニングは、脱着よりも実行時間を長くし（2～4分）、より高流量（150～200 mL/min）かつ高温（320 °C程度で、吸着剤チューブの最高使用温度を超えない範囲。具体的な情報については、吸着剤チューブの説明を参照）で実行する必要があります。

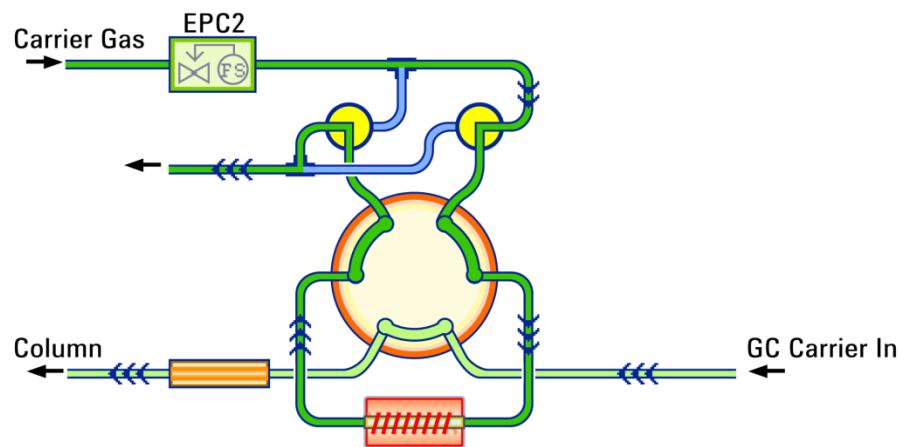


図 8 G4370A のクリーニングの概略図

**アイドル：**

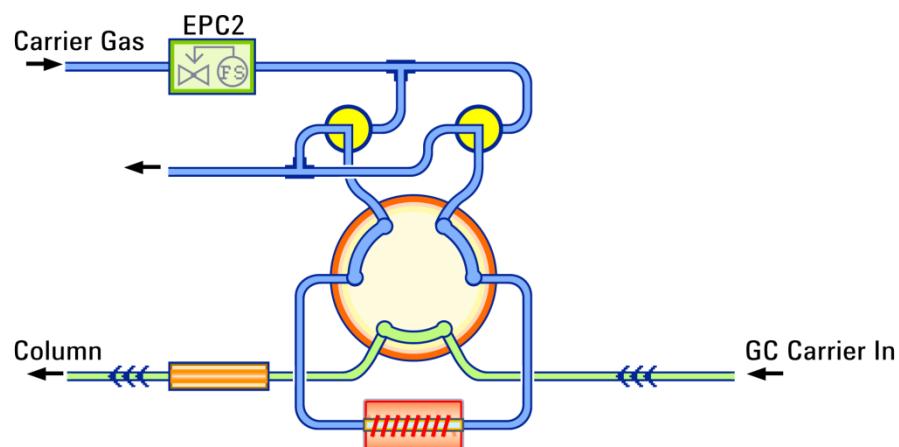


図 9 G4370A のアイドルの概略図

## G4370M のワークフローチャート

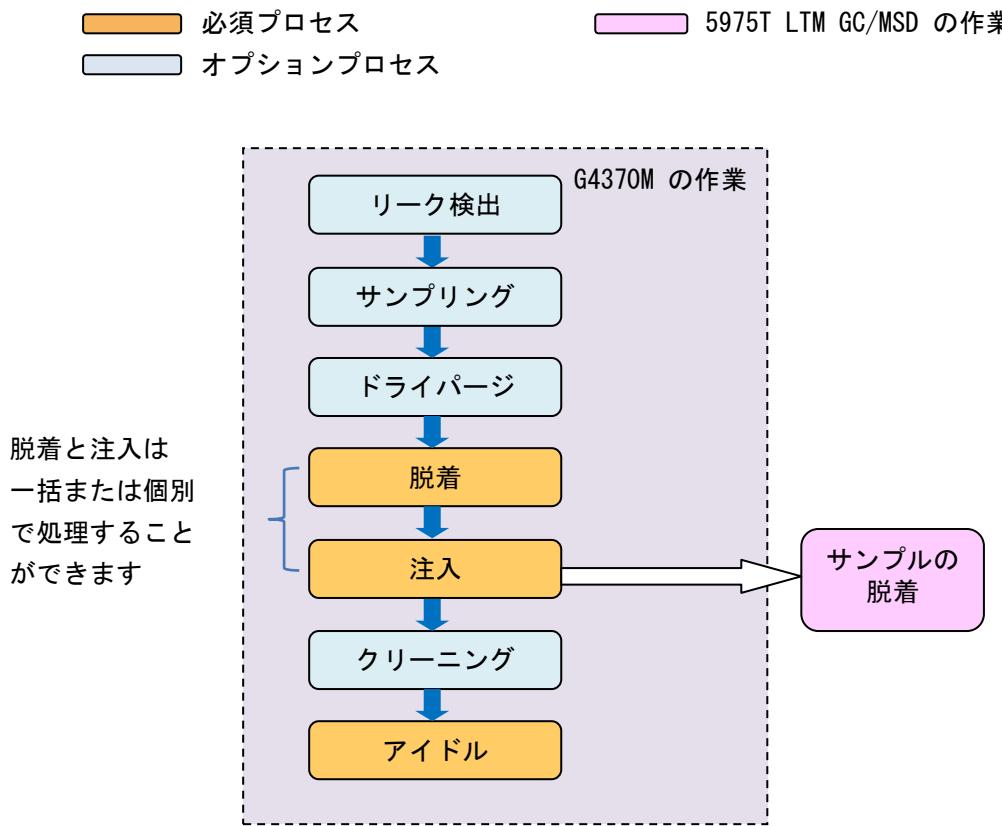


図 10 G4370M のワークフローチャート

**リーク検出:** 上位モデル G4370M では、このプロセスはサンプリングの前に実行されます。

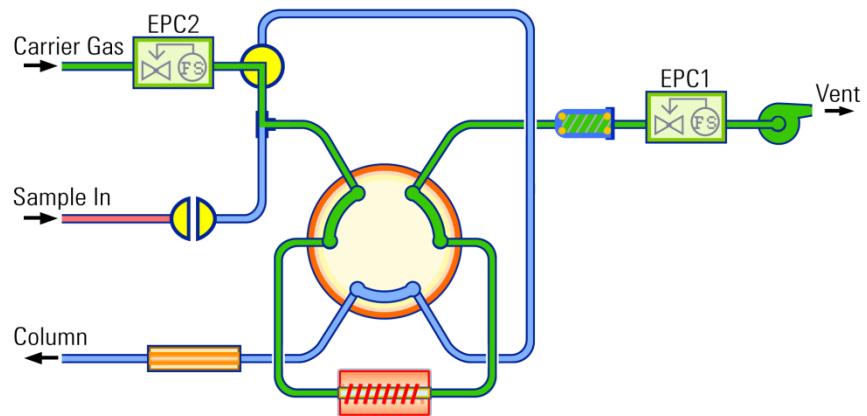


図 11 G4370M のリーク検出の概略図

**サンプリング：**サンプリングは、Mini TD のワークフローの最初のプロセスになります。サンプリングでは、一体型ポンプがガスサンプルをチューブに送り、ターゲット化合物がチューブによって吸着されます。サンプリングパラメータを使用して、サンプリング時間とサンプリング速度を制御します。これらのパラメータは、処理対象のサンプルの特性と量に基づき設定する必要があります。

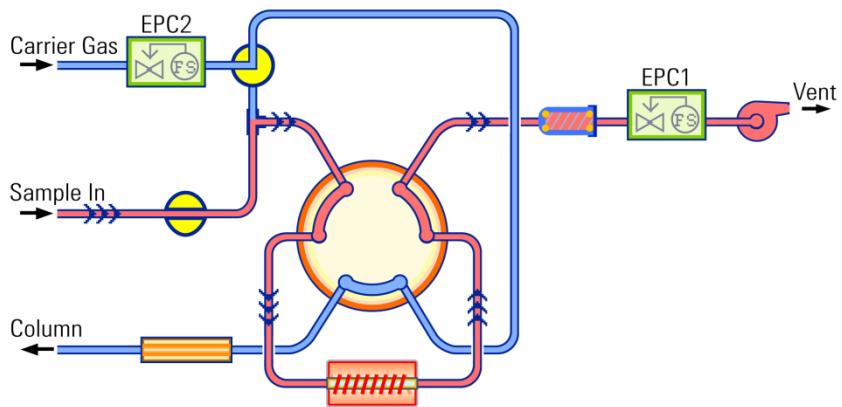


図 12 G4370M のサンプリングの概略図

**ドライページ：**ドライページは、サンプリングとリーク検出の完了後（リーク検出がオンの場合）に開始します。このプロセスでは、キャリアガスをチューブにページし、チューブ内の空気と水分を除去します。これにより、吸着剤チューブを脱着前に比較的きれいな状態にできます。必要に応じて、パラメータを指定します。

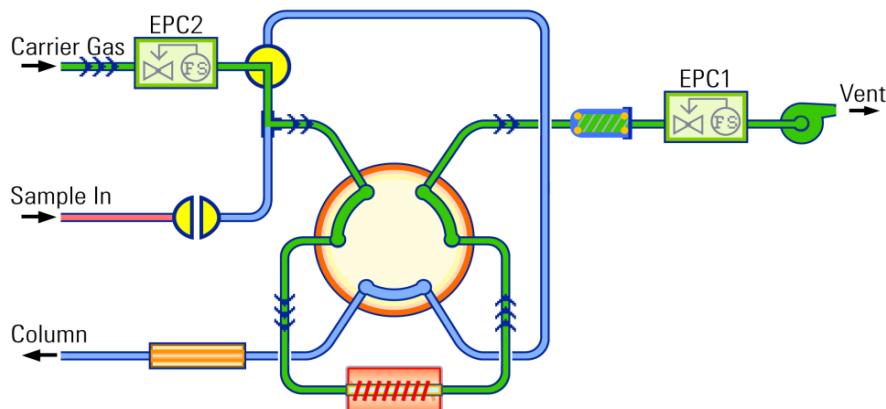


図 13 G4370M のドライページの概略図

**脱着および注入：**ソフトウェアのインターフェイスまたはローカルコントロールパネルで関連項目を有効/無効にすることで、脱着プロセスと注入プロセスの個別処理または一括処理を選択できます。2つのプロセスを個別に処理した場合：内部では、キャリアガスの流入を止めているときに吸着剤チューブを加熱します。この状況で、ターゲット成分が脱着され、チューブ内に密閉された状態で注入を待ちます。次の注入段階で、キャリア流量によってサンプルがより短時間で簡単にGC注入口に送られます。これには、沸点の低い成分のピーク幅が大幅に狭まり、ピーク高さが増加し、感度が上がるという重要な利点があります。2つのプロセスを一括処理した場合：注入プロセスが始まるとすぐに、予め設定された昇温速度に従ってチューブの加熱が開始されます。ターゲット成分は、脱着されるとすぐにGC注入口にページされます。この脱着方法は、沸点の高いターゲット成分のキャリーオーバーの減少に有効です。

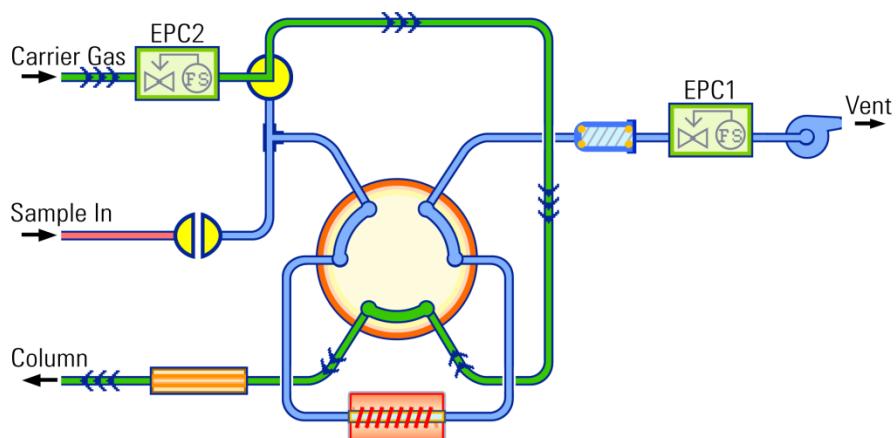


図 14 G4370M の脱着の概略図

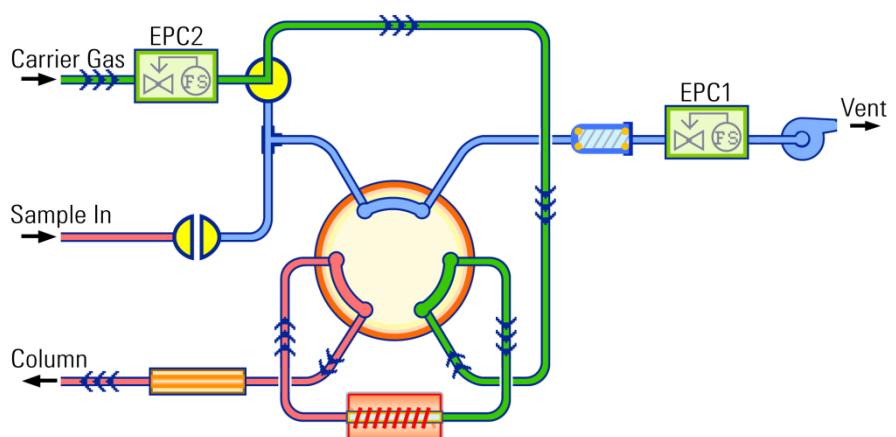


図 15 G4370M の注入の概略図

**クリーニング：**脱着後も、残留サンプルが吸着剤チューブに残っている場合があります。残留物が次の脱着に影響しないよう、吸着剤チューブを高温で洗浄する必要があります。クリーニングは、脱着よりも実行時間を長くし（2～4分）、より高流量（150～200 mL/min）かつ高温（320 °C程度で、吸着剤チューブの最高使用温度を超えない範囲。具体的な情報については、吸着剤チューブの説明を参照）で実行する必要があります。

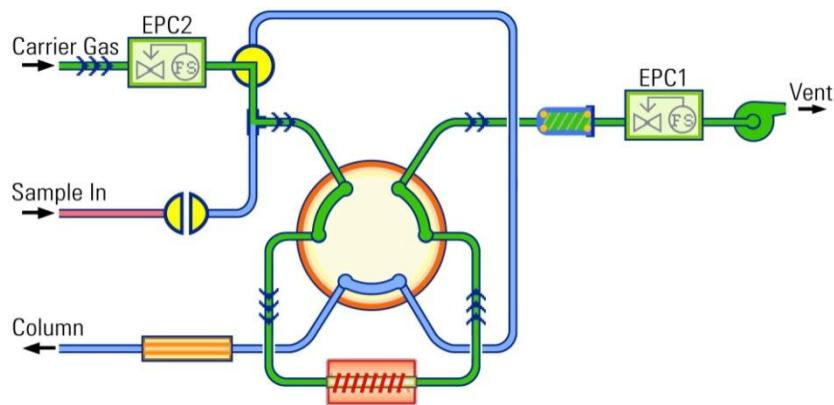


図 16 G4370M のクリーニングの概略図

### アイドル

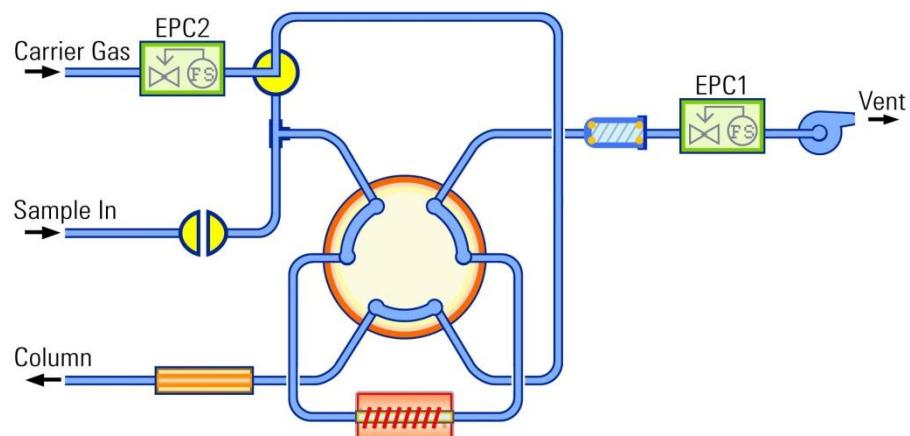
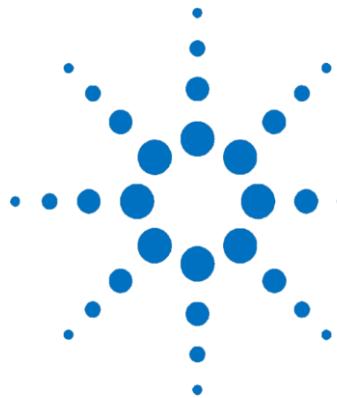


図 17 G4370M のアイドルの概略図

**サンプルのオーバーラップモード：**G4370M はシーケンスランをサポートしています。通常、シーケンスは順番に実行されます。つまり、現在の脱着が完全に終了し、Mini TD と GC がともに準備状態とアイドル状態に戻るまで、次の脱着を開始しません。サンプルのオーバーラップモードでは、Mini TD は現在の GC 分析を実行中に次のサンプル脱着の準備を開始します。

GC の作動サイクルが Mini TD の作動サイクルより長い場合、サンプルのオーバーラップモードで機器の使用効率を大幅に改善できます。



## 設置と操作

設置前の準備	20
設置に必要な部品	20
設置に必要な工具	24
設置準備と確認	24
GC フームウェアのバージョン更新	24
G4370A の設置	25
機器の準備	25
ransfer line の 7820A GC Split/Splitless inlet connection	29
ケーブルとガスラインの接続	31
7820A GC を操作可能な状態に戻す	31
G4370M の設置	32
機器の準備	32
G4370M の 5975T LTM GC/MSD への設置	32
ケーブルとガスラインの接続	34
5975T LTM GC/MSD システムを操作可能な状態に戻す	35
吸着剤チューブの交換	36
吸着剤チューブの取り付け	36
吸着剤チューブの取り外し	38
他の Agilent ガスクロマトグラフ製品との接続の概略図	39
7667A コントロールパネルの操作	40
電源スイッチとステータスインジケータ	40
実行キー	40
メニューキー、キャンセルキー、タレット	41

7667A の設置プロセスは、購入されたシステムコンポーネント、および Mini TD との組み合わせで使用する機器のタイプによって異なります。この章の GC と Mini TD に関するステップに従ってください。



## 設置前の準備

### 設置に必要な部品

表1 G4370A の出荷キット

説明	部品番号	個数
ステンレススチール管アセンブリ	G4370-60000	各1
トランスファーライン サポートアセンブリ	G3504-60620	各1
0-リング、内径 0.364 インチ (9.246 mm)	0905-1819	1個入り
PTFE フィルタディスク 6.3 mm Marks TD 10 個入り	MKI-U-DISK3	1個入り
シリング 10 $\mu$ L FN ベベルチップ	5190-1483	各1
トルクスドライバ T10 サイズ	51820-3466	各1
スパナ、ダブルオープンエンド 3/16*1/4 インチ (4.763 mm*6.350 mm)	8710-2697	各1
チューブカッター	G4350-20120	各1
Union SS 1/16 インチ (1.588 mm) チューブ	0100-0124	各1
キャップ、1/16 インチ (1.588 mm)	0100-0050	各1
ステンレススチール		
キャップキャリアチューブ	G1544-20150	各1
ステンレスナット 1/16 インチ (1.588 mm)	0100-0053	各1
1/16 インチ (1.588 mm) フェラルセット S ST	0100-1490	各1
チューブ固定ツール	G4372-20048	各1
キャッチフェラル	G4372-20049	各1
0-リング、内径 0.239 インチ (6.071 mm)	0905-1820	2個入り
トランスファーライン用セプタムリテナナット	G3452-60835	各1

表2 G4370M の出荷キット

説明	部品番号	個数
0-リング、内径 0.239 インチ (6.071 mm)	0905-1820	2個入り
0-リング、内径 0.364 インチ (9.246 mm)	0905-1819	1個入り
PTFE フィルタディスク 6.3 mm Marks TD 10 個入り	MKI-U-DISK3	1個入り
シリング 10 $\mu$ L FN ベベルチップ	5190-1483	各1
トルクスドライバ T10 サイズ	51820-3466	各1
スパナ、ダブルオープンエンド 3/16*1/4 インチ (4.763 mm*6.350 mm)	8710-2697	各1
ネジアセンブリ M4×12 mm	0515-0382	各2
注入ニードルアセンブリ	G4372-60015	各1
75t ベースアセンブリ	G4370-60650	各1

フット	G4370-20600	各2
取り付けポール	G4370-20456	各1
取り付けポールアセンブリ	G4370-60020	各1
機械ネジ M4×10 mm	0515-1269	各4
チューブカッター	G4350-20120	各1
Mini TD 用出荷キットパッケージ	G4370-80001	各1
チューブ固定ツール	G4372-20048	各1
キャッチフェラル	G4372-20049	各1

表3 その他の提供アクセサリ

説明	部品番号	個数
外径 1/8 インチ (3.175 mm) x250 cm 銅管 コイルアセンブリ	G1530-61100	各1
酢酸エチル 10 ml アンプル、茶色	G4370-85002	各1
7667 電源アダプタ	0950-5534	各1
ALS 用 RS-232 ケーブル	G4370-61207	各1
APG リモートケーブル	G4370-61208	各1
ユーティリティ DVD	G4600-64006	各1



7667A 電源アダプタ (P/N 0950-5534)



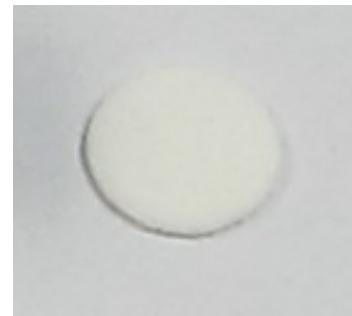
ALS 用 RS-232 ケーブル (P/N G4370-61207)



APG リモートケーブル (P/N G4370-61208)



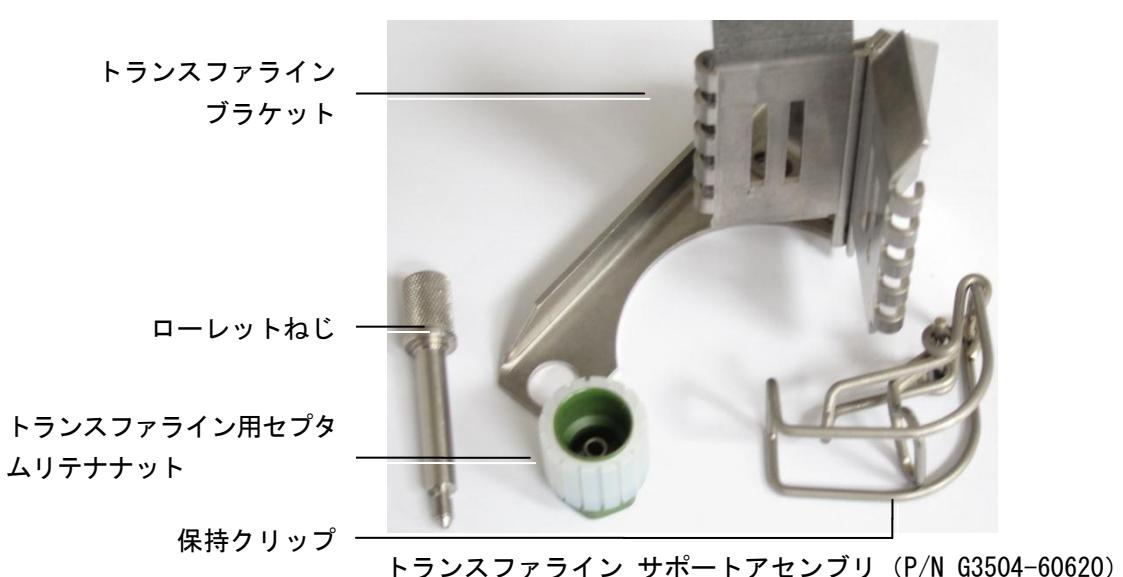
0-リング 2-010 (P/N 0905-1820 密封バッグ入り)



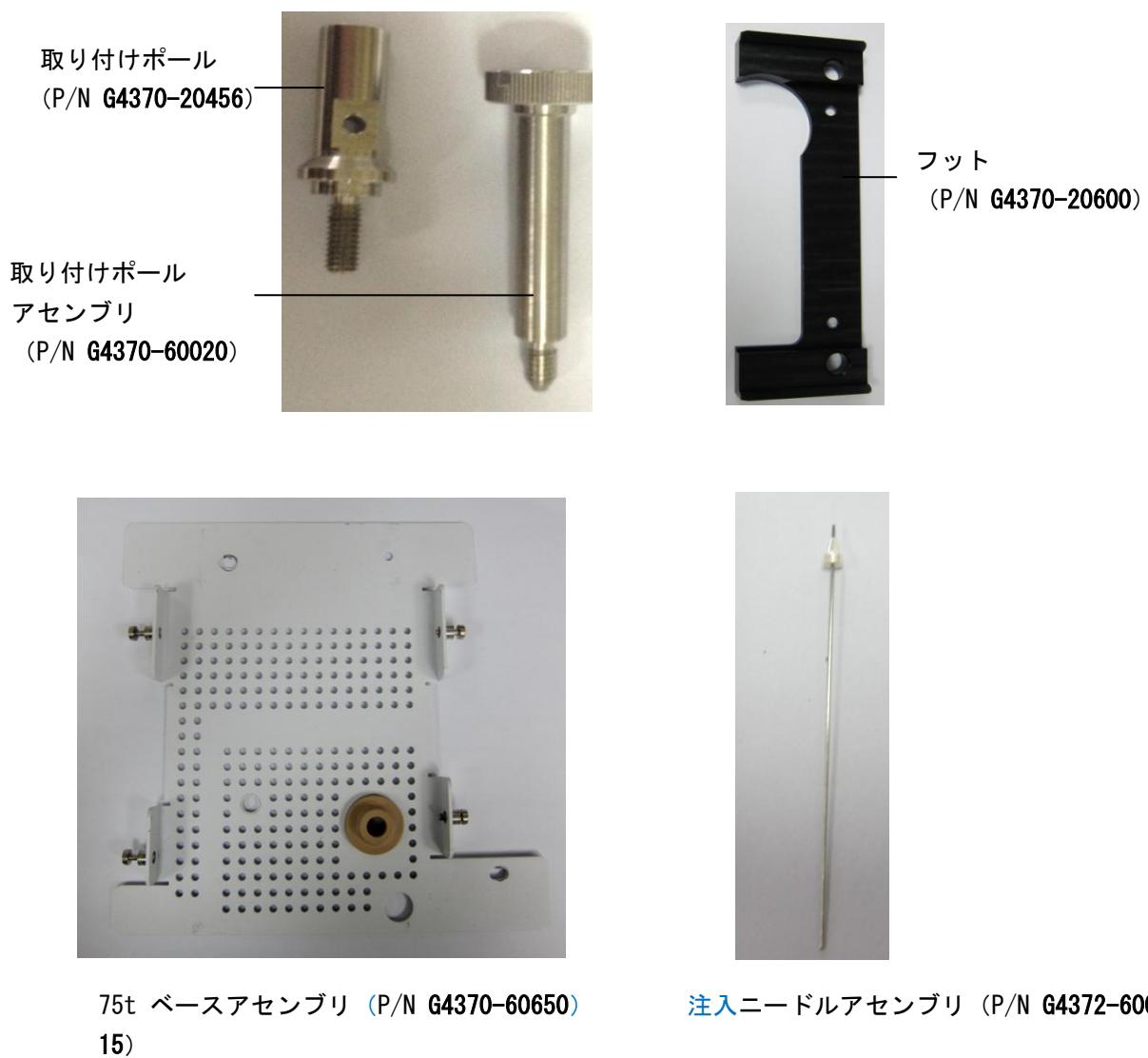
PTFE フィルタディスク (MKI-U-DISK 3)

0-リング 2-012 (P/N 0905-1819 密封バッグ入り)

### G4370A の取り付け部品



## G4370M の取り付け部品



## 設置に必要な工具

- T-10 スクリュードライバ (P/N 5182-3466)
- 1 / 4 - 3 / 16 オープンエンドスパナ (P/N 8710-2679)
- チューブカッター (P/N G4350-20120)
- 精密チューブカッター (G4370A 用、P/N 5190-1442、CE が準備)
- T-20 スクリュードライバ (P/N 5182-3465、ユーザーが提供)
- ウエハ型カラムカッター (G4370A 用、P/N 5181-7487、ユーザーが提供)
- 7/16レンチ (ユーザーが提供)
- 5/16レンチ (G4370A 用、ユーザーが提供)

## 設置準備と確認

設置場所が設置準備マニュアルの要件に合致しており、準備ができていることを確認します。適切な作業台、電源とソケット、ガス供給、トラップ、必要な工具は準備してください。

## GC ファームウェアのバージョン更新

Mini TD では、7820A GC ファームウェアは [A.01.12.004](#) 以上、597 5T LTM GC/MSD ファームウェアは [A.03.04.004](#) 以上のリビジョンが必要です。使用しているファームウェアリビジョンが上記リビジョンより古い場合は、ファームウェアを最新のバージョンに更新してください (ファームウェアの最新バージョンを、Agilent の Web サイト ([www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)) からダウンロードできます。または、Agilent の営業担当者にお問い合わせください)。

## G4370A の設置

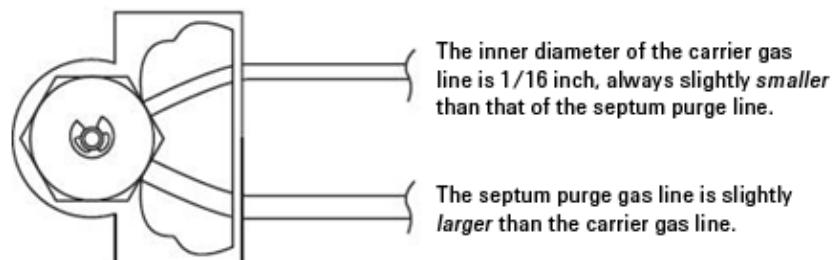
### 機器の準備

この手順では、Agilent 7820A GC に G4370A を設置するための準備について説明します。

#### 警告

7820A GC 注入口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。作業を開始する前に、注入口を室温まで冷却してください。

1. GC 注入口、検出器、オーブンの温度を室温に設定します。
2. ガス供給をすべて閉じます。
3. オートサンプラーとインジェクタのフロント取り付けポストを取り外します。
4. 注入口キャリアガスラインを確認します。注入口キャリアガスラインは、注入口 EPC モジュールから注入口までのびる 1/16 インチ (1.588 mm) のステンレススチール管です (通常、オーブン上部の注入口キャリアカバーのそばにあります)。スプリット/スプリットレス注入口には、ステンレススチール セプタムページベントラインもあります。セプタムページベントラインは、直径がより大きく、EPC モジュールのセプタムページベントまで達しています。

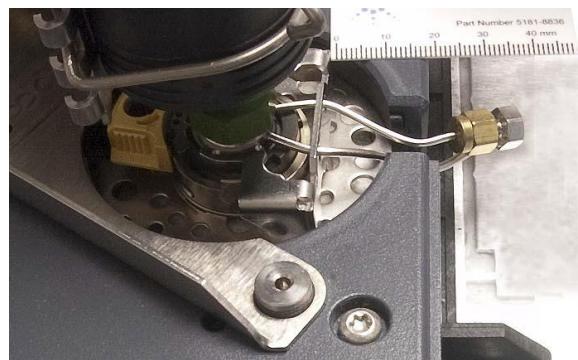


5. 精密チューブカッターを使用して、注入口までのびるキャリアガスラインを、セプタムヘッドから約 3 ~ 5 cm の場所で切断します。

#### 注意

チューブはできるだけ真っすぐに切断してください。チューブのよじれを避けてください。チューブを変形しないようにしてください。切断の際、斜めになったり、角が付いたりしないようにしてください。

- 出荷キットに含まれる 1/16 インチ Swagelok ナット (P/N 010-0053)、フェラル (P/N 0100-1490)、キャップアセンブリ (P/N 0100-0050) を使用して、注入口キャリアラインをセパタムヘッドに差し込みます。



- 1/16 インチ ユニオン (P/N 0100-0124) のオス側を注入口 EPC モジュールから来るキャリアガスチューブの開口端に取り付けます。

#### 注記

完了後は、プラグからキャップを外し、チューブの両端をつなぐことで、元のキャリア流路を使用できます。

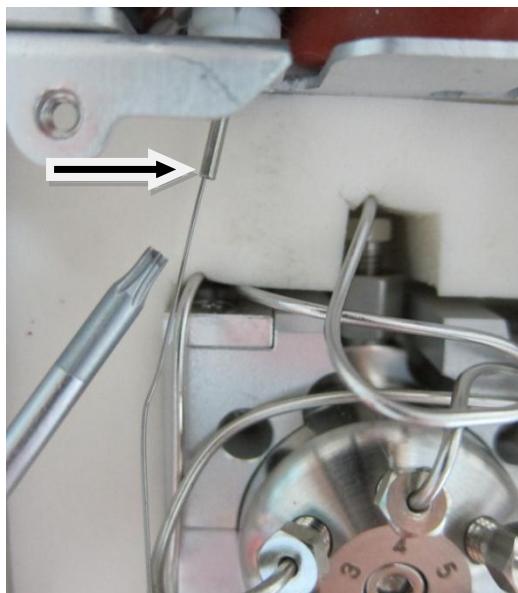
- 1/16 インチ Swagelok ユニオンの残り半分を使用して、EPC モジュールからのキャリアガスチューブ (ステップ 5 で準備) を、ステンレススチールフレア管の細い側 (1/16 インチ) に接続します。
- 1/16 インチ Swagelok ナット (P/N 0100-0053) とフェラル (P/N 0100-1490) を使用して、1/16 インチステンレススチール管のもう一方の端を G4370A の 1/16 インチキャリアガスインターフェイスに接続します。
- フロント注入口に漏れがないか調べます。『[7820A GC トラブルシューティング](#)』を参照してください。

## ransfer LineへのStainless Steel Tube Solderingの取り付け

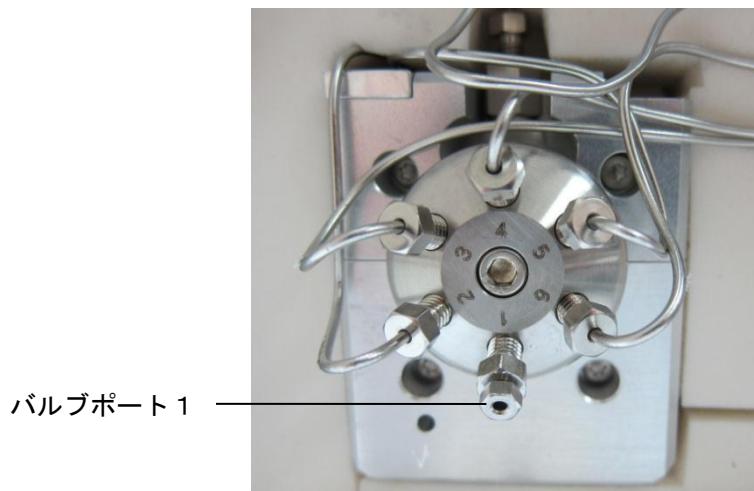
- G4370A の加熱部を室温まで冷却します。図に示すように 3 本のネジを外し、バルブボックスのカバーと断熱綿を取り外します。



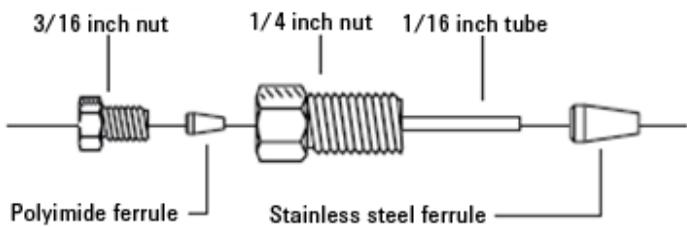
2. 長さ約1メートルのステンレススチール管シームレス (G4370-20 039) をロック解除します。配管を6ポートバルブに近い側からトランスマルチラインに静かに通して、反対側から6 cm ほど出るようになります。



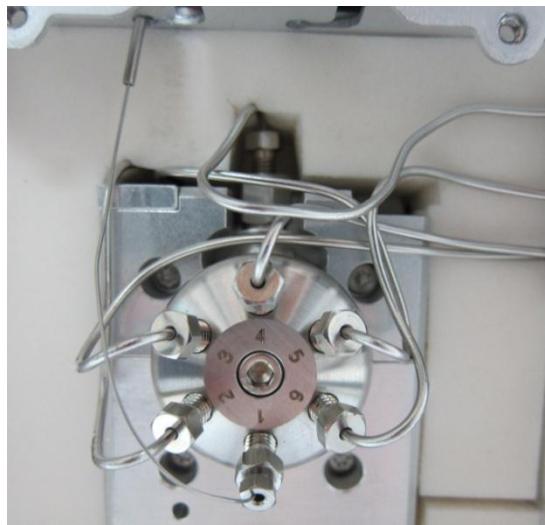
3. 1/4 オープンエンドスパナを使用して、バルブポート1の 1/16 インチプラグを取り外します (下の写真を参照)。プラグは、今後の使用のために保管します。



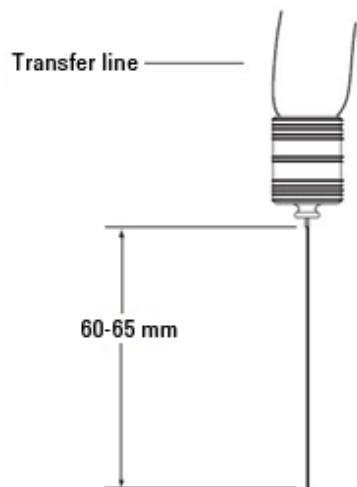
4. 図に従ってステンレススチール管シームレスを組み立てます。



5. ステンレススチール管シームレスをバルブポート1に取り付けます。手で締めた後に、1/4-3/16 オープンエンドスパナで締めます。



6. ステンレススチール管シームレスをトランスファーラインの注入口側から引き出し、ステンレススチール管シームレスがバルブポート側で適切な長さを保つようにします。
7. カラムカッター (P/N 5181-7487) を使用して GC 注入口側でステンレススチール管シームレスを切り取り、トランスファーラインから 60 ~ 65 mm 出るようにします。



## ransファーラインの 7820A GC スプリット/スプリットレス注入口への接続

### 注意

清潔なリントフリー手袋を着用し、塵や皮膚からの分泌物で部品が汚れないようにします。

1. [G4370A](#) を 7820A GC の左側に置きます。
2. GC 上部のカバーを開けます。
3. フロント注入口キャリアガスカバー上のransファーラインアセンブリにブラケットを置きます。ブラケットの2箇所の穴を、フロントインジェクタとキャリブレーションピンの取り付け位置にそれぞれ合わせます。下の図を参照してください。

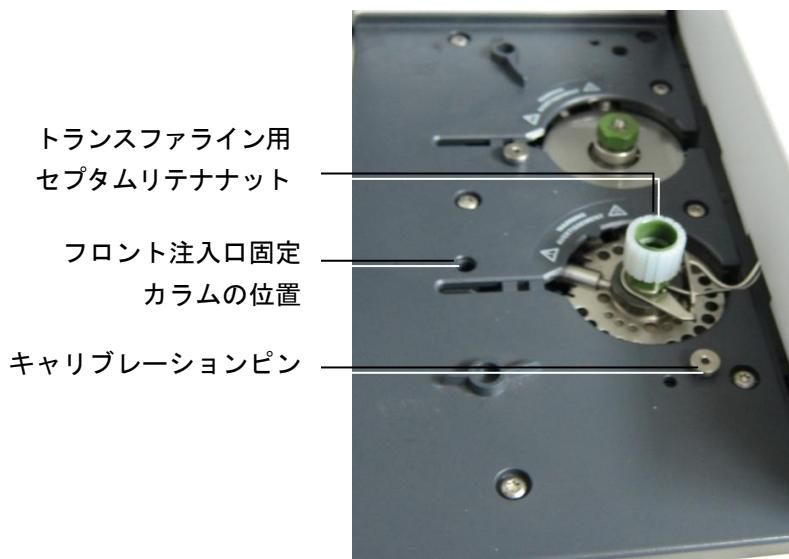


図 18 ブラケットの取り付け位置。  
(7820A の注入口キャリアガスカバー)

4. Mini TD の出荷キットで含まれているローレットねじ (ransファーライン サポートアセンブリ内) を探します。
5. ローレットねじをフロントインジェクタの取り付け位置に差し込み、手で締めます。
6. ransファーラインの先端を注入口に差し込みます。
7. ransファーラインは取り付け後、固定されている必要があります。
8. 保持クリップをブラケット上に取り付けます。クリップの位置を調整し、[図 19](#) で示すように、GC 上のできるだけ高い位置でransファーラインを支持するようにします。

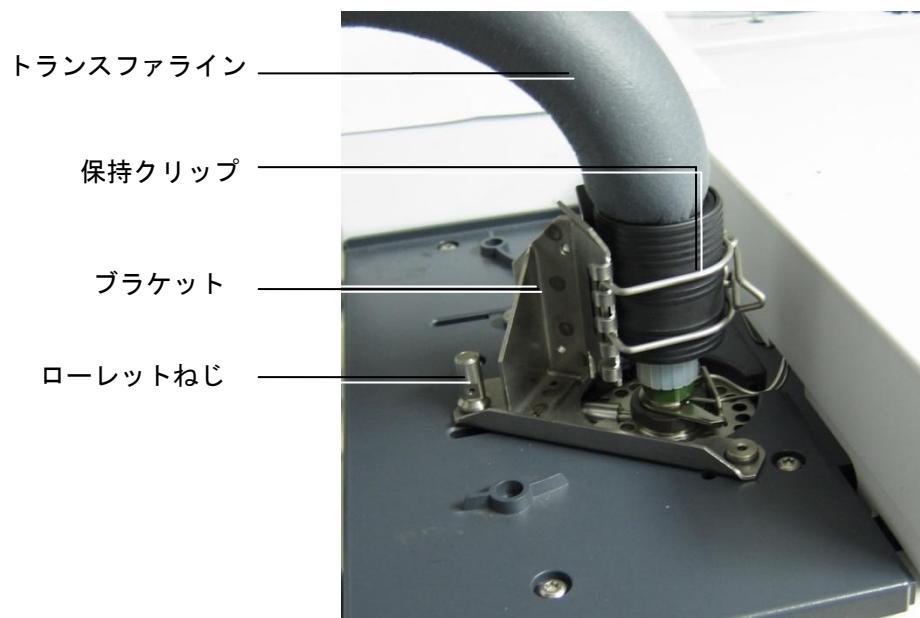


図 19 7820A の注入口に取り付けたトランスファーライン

## ケーブルとガスラインの接続

1. 7667A 電源アダプタケーブル (P/N 0950-5534) を **G4370A** の電源ソケットに接続します。
2. ALS 用 RS-232 ケーブル (G4370-61207) を、**G4370A** のシリアルポートと 7820A GC (フロントポート) の ALS コントロールモジュールに接続します。
3. ガスラインを図 20 に従って接続します。

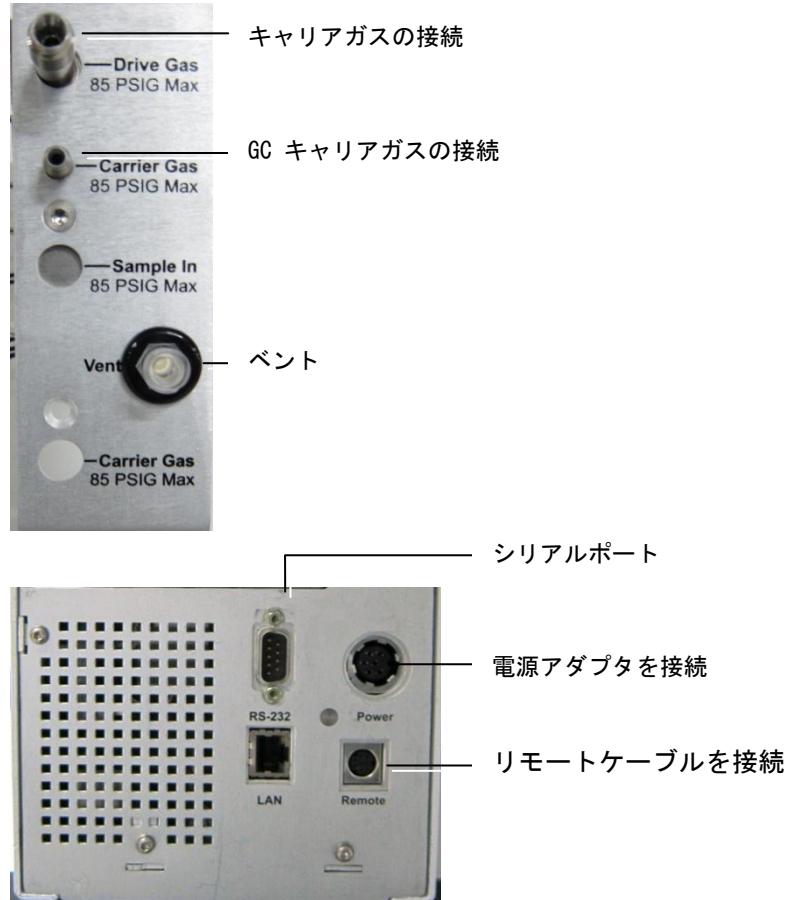


図 20 G4370A のケーブルとガスライン インターフェイスの概略図

### 警告

Mini TD のキャリアガス供給圧力は 60 psi (413,685.6 Pa) 以上、85 psi (586,054.4 Pa) 未満とする必要があります。

## 7820A GC を操作可能な状態に戻す

1. ガス供給をオンにします。
2. 注入口とオーブンの温度を操作可能な状態に戻します。

## G4370M の設置

### 機器の準備

この手順では、Agilent 5975T LTM GC/MSD に G4370M を設置するための準備について説明します。

#### 警告

5975T LTM GC/MSD 注入口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。作業を開始する前に、注入口を室温まで冷却してください。

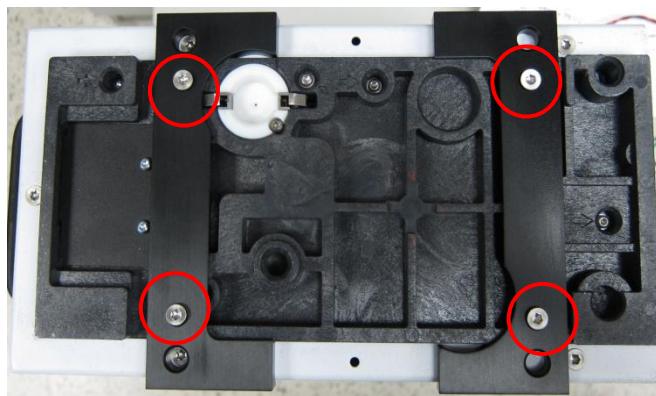
#### 注意

G4370M をオートサンプラーの取り付けポスト上に設置しないでください。設置した場合、Mini TD が故障する可能性があります。オートサンプラーの取り付けポストは取り外してください。

1. 注入口とオーブンを室温まで冷却します。
2. ガス供給をすべて閉じます。
3. 5975T LTM GC/MSD にオートサンプラーが取り付けられている場合は、オートサンプラーとその取り付けポストを取り外します。

### G4370M の 5975T LTM GC/MSD への設置

1. フット (P/N : G4370-20600) を G4370M の底に取り付け、4 本のネジ (赤のマーキング箇所) を固定します。



2. 固定カラム 1 をインジェクタ (ALS) の取り付け位置に差し込み、手で締めます。



3. サイド カバーを開けて、下部ブラケットアセンブリ (PN : G437 0-60650) を 5975T の注入口の上に置き、下に示すようにステップ 1 ~ 2 に従います。

- 2 固定カラム 2 を固定カラムの位置に差し込み、手で締めます。
- 1 ブラケットアセンブリを M4 × 12 mm の 2 本のネジで固定します。

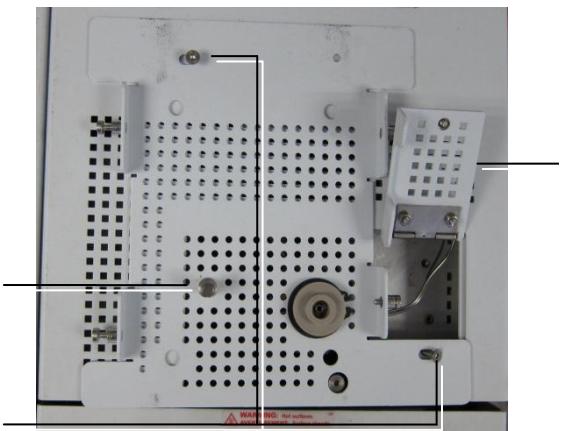


図 21 固定ネジの位置。この図は、G4370M が設置された状態の図と置き換えてください。

4. G4370M をブラケットの上に置き、それぞれの側にある固定ネジ 2 本を手で締めます。



図 22 Mini TD 上の固定ネジの位置

## ケーブルとガスラインの接続

1. 7667A 電源アダプタケーブル (P/N 0950-5534) を **G4370M** の電源ソケットに接続します。
2. RS232 オートインジェクタケーブルを、**G4370M** の RS 232 インターフェイスと 5975T ALS コントロールモジュールにそれぞれ接続します。
3. ガスラインを図 23 に従って接続します。



図 23 ケーブルとガスライン インターフェイスの概略図

### 警告

Mini TD のキャリアガス供給圧力は、GC メソッドで使用する注入口の圧力より 20 psi (137,895.15 Pa) 以上大きくする必要があります。

ドライバのガス圧力は約 50 Psi (344,737.87 Pa) です

## 注意

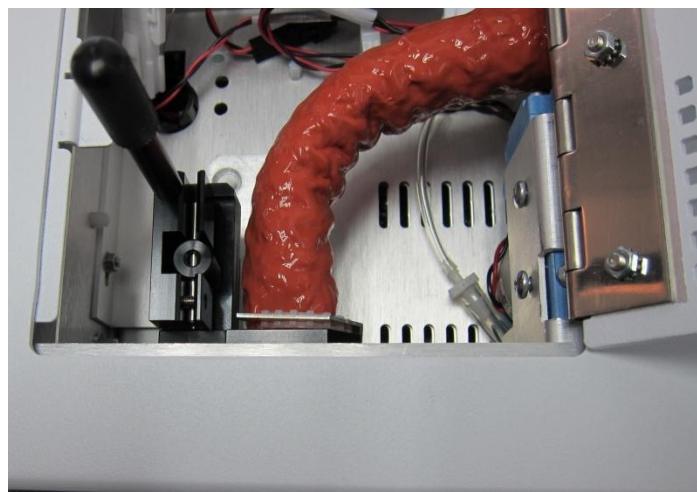
配管をサンプリングガス供給と接続する際、チューブの長さと内径が最大サンプリング流量に影響します。Agilent では、内径 1/8 インチ (3.175 mm) 未満、長さ 10 メートル未満のチューブの使用を推奨します。これに従わないと、サンプリング流量が Agilent で公開している仕様を満たさない可能性があります。

## 注意

サンプルガスが加圧されている場合、サンプルガスの圧力が安定した圧力に調整されていることを確認してください。調整されていないと、サンプリングの再現性が損なわれます

## 5975T LTM GC/MSD システムを操作可能な状態に戻す

1. [G4370M](#) の右側のドアを開きます。
2. ロッキングハンドルを垂直位置まで回し、注入スライダーをロック解除して、注入スライダーを低注入位置に押し下げます。

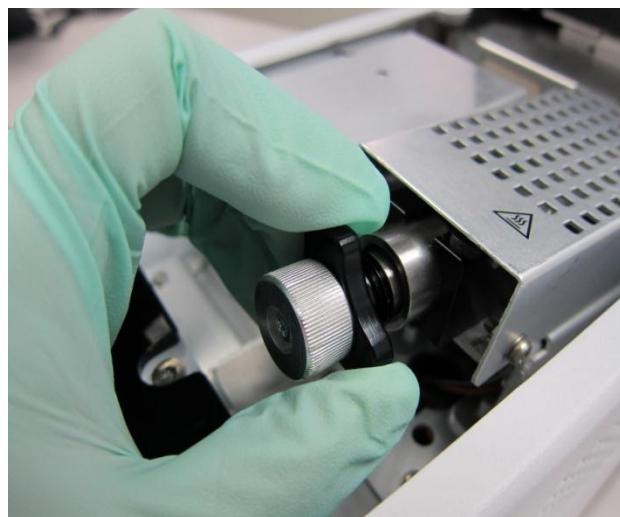


3. ロッキングハンドルを回してロック位置まで戻します。
4. サイドドアを閉じます。G4370M の設置が完了しました。
5. ガス供給をオンにします。
6. 5975T LTM GC/MSD の注入口とオープンの温度を操作可能な状態に戻します。

## 吸着剤チューブの交換

### 吸着剤チューブの取り付け

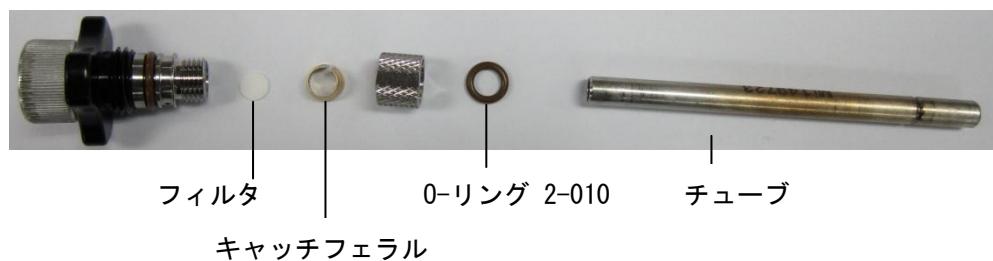
1. 本体の上部カバーを開け、三角ナットを反時計回りに緩めて、吸着剤チューブ アセンブリを引き抜きます。



2. 吸着剤チューブのロッキングナットを取り外します。

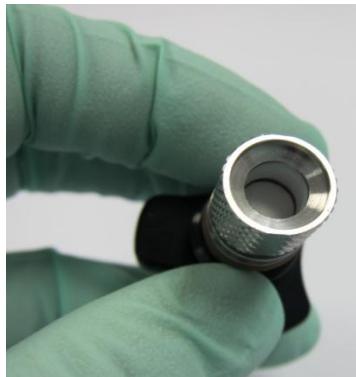


3. 吸着剤チューブ、吸着剤チューブ シール用 O-リング（部品番号：0905-1014）およびフィルタ（部品番号：MKI-U-DISK3）を付属の工具キットから取り出します。



4. 図の順番に従い、吸着剤チューブを取り付けます。

- フィルタがチューブハンドルに取り付けられているかどうかを確認した後、吸着剤チューブのロッキングナットを回します。ただし、締めないでください。
- シール用 0-リングを吸着剤チューブの先端にセットします。
- 吸着剤チューブの先端をロッキングナットに差し込みます。ロッキングナットを手またはチューブ固定ツール (P/N G43 72-20048) で締めて、チューブが抜けないようにします。



1



2



3



4

5. 吸着剤チューブ部品を本体に差し込み、三角ナットを手で締めます。

## 吸着剤チューブの取り外し

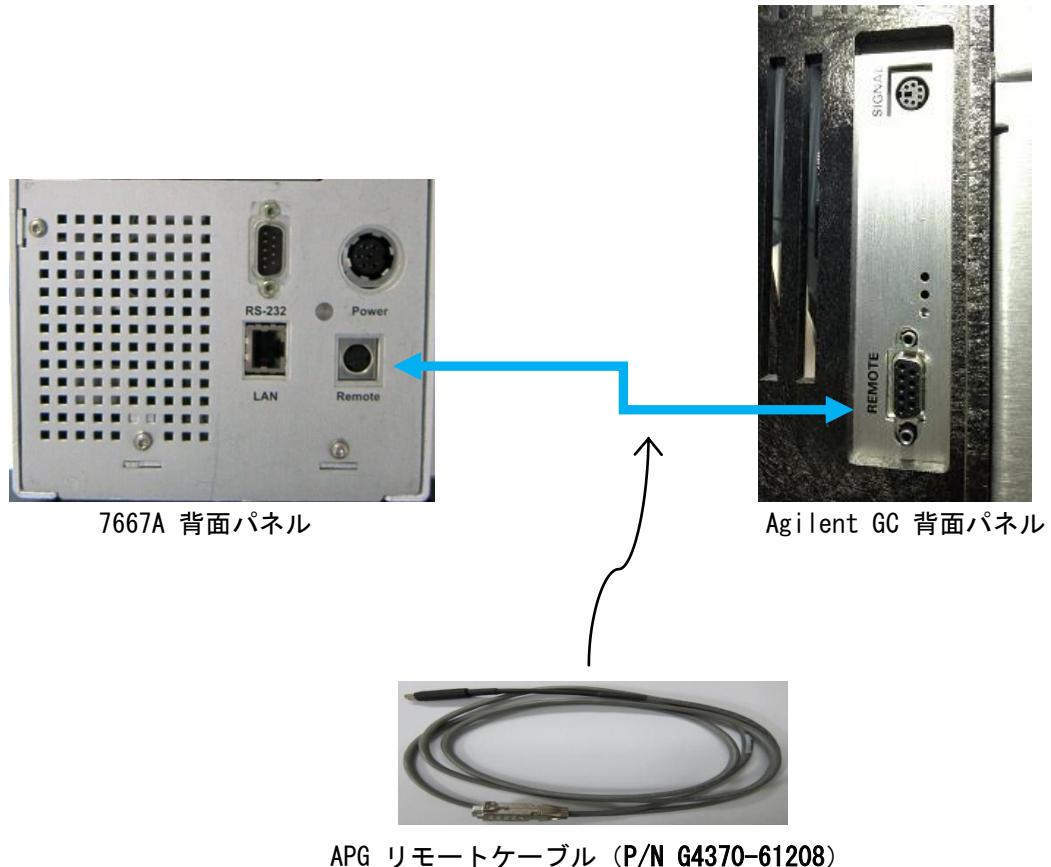
### 警告

チューブ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ので注意してください。チューブの温度を室温まで冷却し、作業中は耐熱手袋を着用してください。

1. 本体の上部カバーを開き、三角ナットを反時計回りに回して緩め、吸着剤チューブの部品を抜きます。
2. 吸着剤チューブのロッキングナットを 30 度緩め、吸着剤チューブを引き抜きます。



## 他の Agilent ガスクロマトグラフ製品との接続の概略図



## 7667A コントロールパネルの操作

### 電源スイッチとステータスインジケータ



図 24 コントロールパネルの概略図

Mini TD の現在の状態がステータスインジケータに表示されます。

- 緑は、実行中を示します。
- 黄色は、Mini TD の準備ができていないことを示します（図を参照）。
- 赤は、Mini TD にエラーまたは潜在的な危険性が存在することを示します。
- ステータスインジケータがオフのときは、準備完了状態にあることを示します。

### 実行キー

このキーは、サンプリング脱着前の下準備で、メソッドの実行と実行停止に使用します。



実行キー

<b>プレラン (Prep Run)</b>	このキーを押すと、サンプリング脱着前の下準備を開始します。
<b>スタート (Start)</b>	このキーを押すと、脱着プロセスを開始します。
<b>ストップ (Stop)</b>	このキーを押すと、メソッドの実行を終了します。

## メニューキー、キャンセルキー、タレット

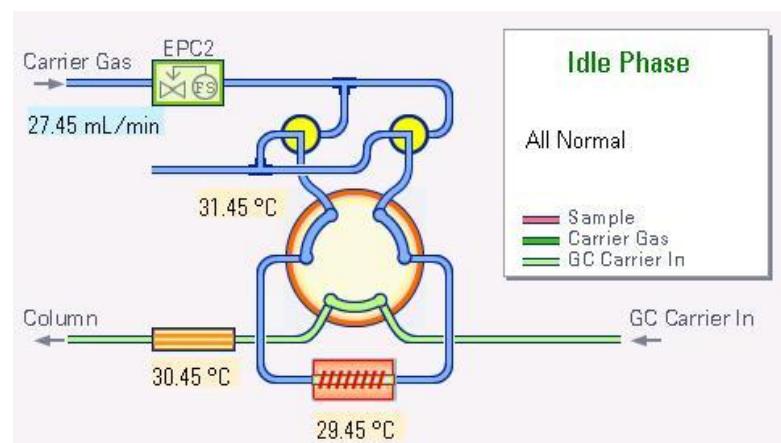


ダイアル/Enter キー

<b>メニュー (Menu)</b>	このキーを押すと、emainメニューに移ります。
<b>キャンセル (Cancel)</b>	このキーを押すと、前のメニューに戻るか、メソッド実行中の機能をキャンセルします。
<b>ダイアル/Enter</b>	ダイアルを回して、メソッドパラメータの設定を選択または変更します。 Enter を押して、選択または設定を確認します。

## ステータス

コントロールパネルには2つの異なるステータスページがあります。  
“フローダイアグラム”と“ステータステーブル”です。



フローダイアグラム

* Mini TD Status - Idle		
Item	Actual	Status/Setpoint
Tube temp	0.0	0.0
Valve box	0.0	0.0
Transfer line	0.0	0.0
Sample flow	0.0	0.0
Carrier flow	0.0	0.0

ステータステーブル

## メソッドを作成するには

ここでは、メソッドパラメータとその概要の一覧を示します。

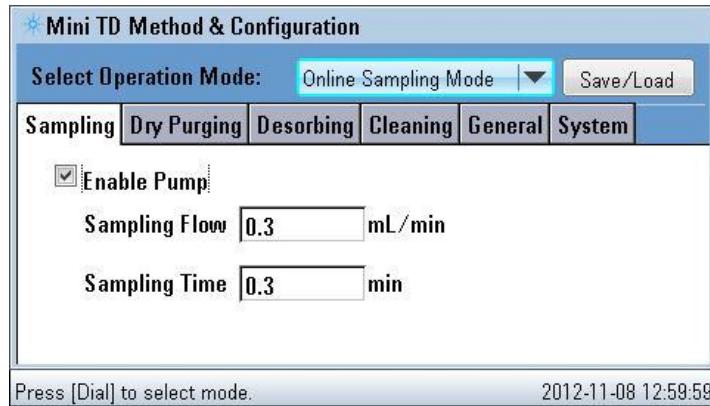
表4 Mini TD 設定パラメータの一覧

パラメータ	範囲	説明
操作モードの選択	オンライン サンプリング モード 脱着モード コンディショニングモード	必要に応じて操作モードを選択します。
<b>サンプリング</b>		
ポンプを有効にする	・ / ・	ポンプを有効/無効にします。
サンプリング流量	5 ~ 150 mL/min*	サンプリングのガス流量を指定します。
サンプリング時間	0 ~ 100 分	サンプリング操作の継続時間を指定します。
プレサンプリング時間	0 ~ 100 分	サンプリング前の本体の準備時間を指定します。
<b>ドライページ</b>		
ドライページを有効にする	・ / ・	この機能を有効/無効にします。
ドライページ流量	0 ~ 200 mL/min	ドライページのガス流量を指定します。
ドライページ時間	0 ~ 100 分	ドライページプロセスの継続時間を指定します。
<b>脱着</b>		
チューブ温度	・ / ・ <325 °C	オン/オフ 吸着剤チューブの初期温度を指定します。
キャリア流量	0 ~ 200 mL/min	キャリアガス流量を指定します。
注入開始時間	・ / ・ 0 ~ 100 分	注入機能をオン/オフにします。 注入時間を指定します (単位: 分)
昇温速度	0 ~ 500 °C/分	一次昇温速度を指定します。
<b>クリーニング</b>		
クリーニングを有効にする	・ / ・	この機能を有効/無効にします。
クリーニング流量	0 ~ 200 mL/min	Mini TD のクリーニングの流量を指定します。
クリーニング時間	0 ~ 100 分	クリーニング操作の継続時間を指定します。
クリーニング温度	<325 °C	Mini TD のクリーニングの温度を指定します。
<b>一般</b>		
リーク検出を有効にする	・ / ・	この機能を有効/無効にします。
トランスファーライン温度	<200 °C	トランスファーライン温度を指定します。
バルブボックス温度	<175 °C	バルブボックス温度を指定します。
<b>コンディショニング パラメータ</b>		
コンディション流量	0 ~ 200 mL/min	コンディショニング時のガス流量を指定します。
コンディション時間	0 ~ 100 分	コンディショニングプロセスの継続時間を指定します。
コンディション温度	<325 °C	コンディショニングの温度を指定します。

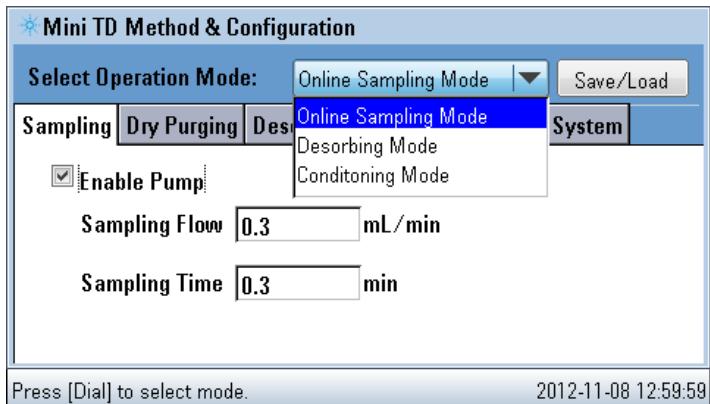
\* サンプリング流量の範囲は、気圧の影響を受けます。高地では、最大サンプリング流量が低下します。

基本メソッドを作成するには、[メニュー (Menu)] を使ってメソッドパラメータにアクセスします。メソッドパラメータの一覧は、表3を参照してください。

1. [メニュー (Menu)] を押します。画面に現在の操作モードが表示されます。

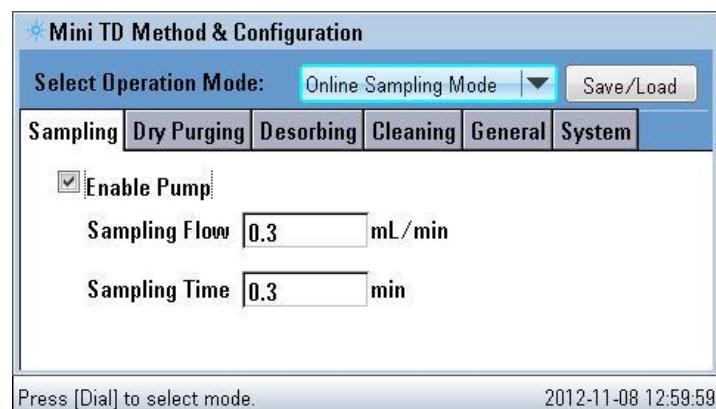


2. 操作モードの選択肢にダイアルを合わせて、Enter を押します。



3. ダイアルを回して希望の操作モードを選択し、Enter を押します。
4. ダイアルを回して異なる項目間を切り替え、Enter を押して希望の項目に入ります。
5. ダイアルを回して、異なるパラメータ間を切り替えます。
6. チェックボックスの場合、Enter を押してオン/オフを切り替えます。
7. テキストボックスが強調表示されている場合、
  - a. Enter を押して、値の編集を開始します。
  - b. ダイアルを回して、設定を変更します。
  - c. Enter を押して、新しい設定を確認します。

8. [キャンセル (Cancel)] を押して、選択に戻ります。
9. [キャンセル (Cancel)] を押して、モード選択と読み込み/保存ボタンに戻ります。
10. 基本メソッドのパラメータ設定は完了です。メソッドを保存します（「メソッドの読み込み/保存を行うには」を参照してください）。



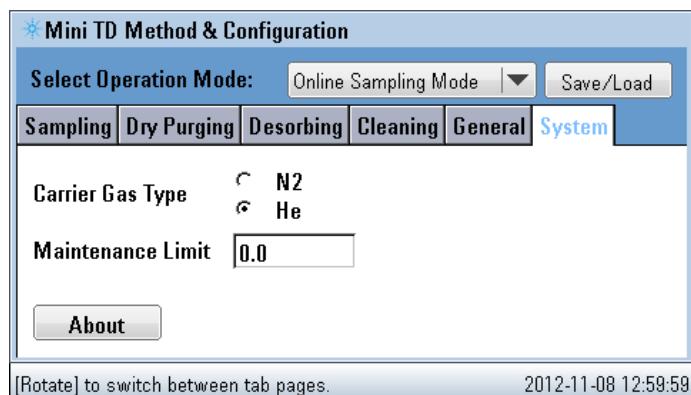
## キャリアガスタイプをコンフィグレーションするには

## 警告

Mini TD のキャリアガスタイプは、GC キャリアガスタイプと一致していかなければなりません。

キャリアガスタイプをコンフィグレーションするには、システムページにアクセスします。

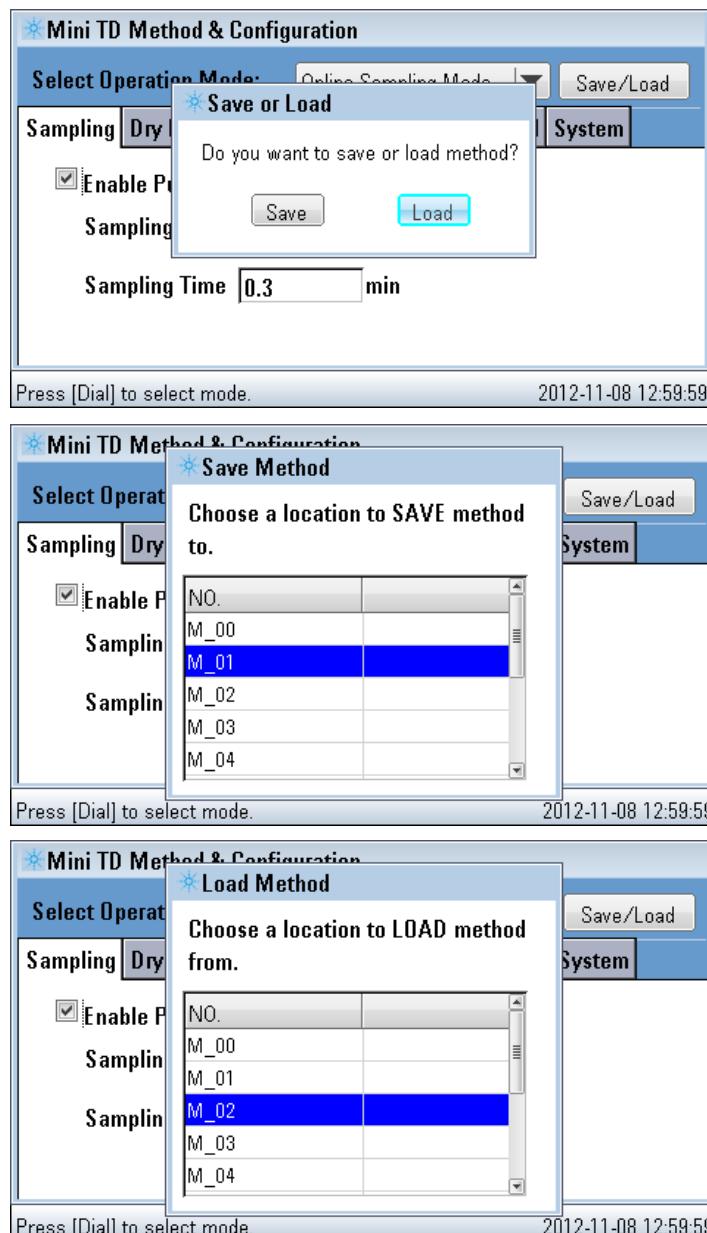
1. [メニュー (Menu)] を 2 回押します。
2. ダイヤルを回して、“システム”ページを選択します。
3. ダイヤルを押して、キャリアガスタイプの選択テーブルに入ります。
4. ダイヤルを回して、希望のキャリアガスタイプを選択します。
5. ダイヤルを押して、選択を確認します。



## メソッドの読み込み/保存を行うには

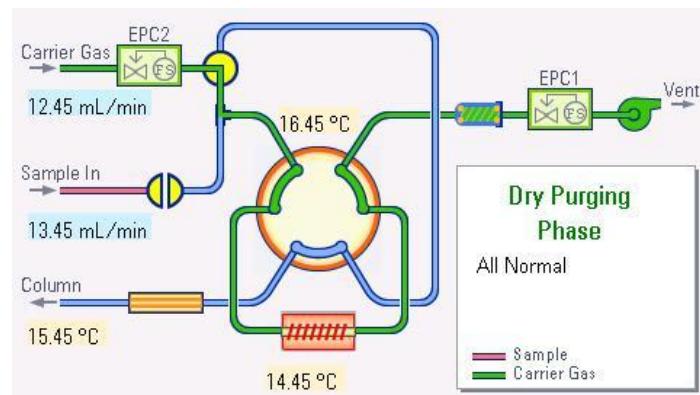
メソッドの読み込み/保存を行うには：

1. [メニュー (Menu)] を押します。
2. ダイアルを [読み込み/保存 (Load/Save)] ボタンに合わせます。
3. Enter を押します。プロンプトが表示されたら、ダイアルを回して [保存 (Save)] または [読み込み (Load)] を選択します。Enter を押して [読み込み/保存 (Load/Save)] 一覧ウィンドウを開きます。
4. ダイアルを回して、メソッドの保存先または読み込み先、あるいはメソッドの保存元または読み込み元のスロット番号を選択します。
5. Enter を押して、選択内容を確認します。

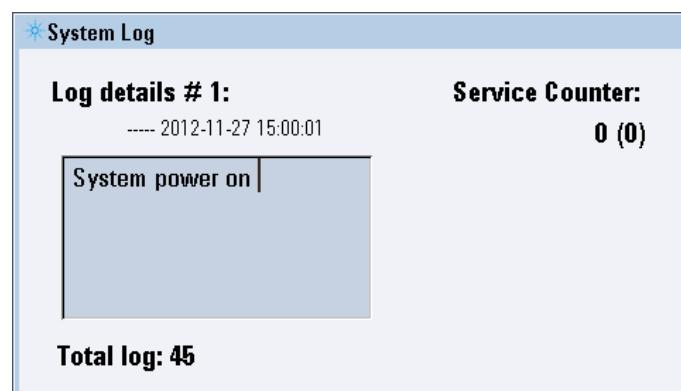


## ログ

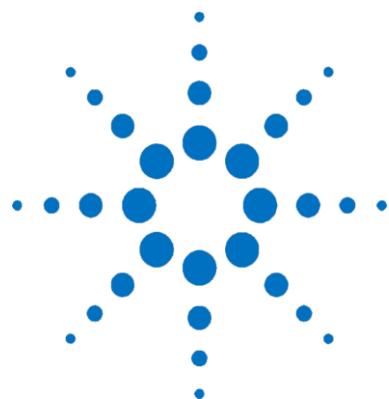
1. ログにアクセスするには、フローダイアグラムページ上で Enter を2回押します。



2. 画面には、ログに記録されているエントリ数が表示されます。



3. ダイヤルを回して、異なるログ情報を選択します。
4. Enter を押して、フローダイアグラムページに戻ります。



3

## 初回分析

必要な用具	50
吸着剤チューブのコンディショニング	50
チェックアウトメソッドの設定	51
チェックアウトサンプルの準備	52
チェックアウトメソッドの実行	53
チェックアウト結果の比較	53

このセクションでは、Agilent 7667A Mini TDを最初に使用する際の方法と、システム内での **G4370A/G4370M** のパフォーマンスを確認する方法について説明します。

ご使用の機器コンフィグレーションに一致する手順のみを実行してください。

## 必要な用具

- 10  $\mu$ L シリンジ P/N 5190-1483
- チェックアウトサンプル (酢酸エチル) P/N G4370-85002
- 吸着剤チューブ P/N C-TBP1TC (詳細は「[付録](#)」を参照)

## 吸着剤チューブのコンディショニング

吸着剤チューブが正常に機能するよう、サンプル脱着の初回実行前に吸着剤チューブのコンディショニングを実行します。

1. 吸着剤チューブを取り付けます (このマニュアルの「[吸着剤チューブの交換](#)」を参照してください)。
2. パネルでコンディショニング パラメータを設定します (表5 を参照。具体的な操作については、このマニュアルの「[766 7A コントロールパネルの操作](#)」を参照してください)。または、システムに保存してあるコンディショニングメソッドを読み込みます。
3. コントロールパネルの [スタート (Start)] キーを押して、コンディショニングメソッドの実行を開始します。

表5 Mini TD の推奨コンディショニングメソッド

パラメータ	G4370A	G4370M
操作モードの選択	コンディショニング モード	コンディショニング モード
コンディショニング流量	50 mL/min	50 mL/min
コンディショニング時間	20 min	20 min
コンディショニング温度	320 ° C	320 ° C
トランスファーライン温度	150 ° C	150 ° C
バルブボックス温度	150 ° C	150 ° C
キャリアガスの種類	窒素	窒素/ヘリウム

## チェックアウトメソッドの設定

Agilent データシステム (OpenLAB ChemStation/EZChrom、Mass Hunter) を使用してチェックアウトメソッドを設定します。以下では例として ChemStation を取り上げます（具体的な操作については、このマニュアルの「[ソフトウェア操作ガイド](#)」を参照してください）。

1. OpenLAB ChemStation を実行します。
2. [メソッド&ランコントロール (Method and Run Control)] インターフェイスで、[機器 (Instrument)] > [Agilent 7820 A パラメータの編集 (Edit Agilent 7820A parameters)] を選択して [メソッドの設定 (Setting method)] インターフェイスに移動します。
3. [コンフィグレーション (Configuration)] モジュールを選択して、ガスタイプの選択操作インターフェイスに移動します。接続されているキャリアガスタイプを選択します。
4. 表6と表7に従ってチェックアウトメソッドを編集します。
5. メソッドを機器に適用します。
6. メソッドを新しい名前で保存します。

**表6 Mini TD のチェックアウトメソッド パラメータ**

パラメータ	G4370A	G4370M
キャリアガスの種類	窒素	ヘリウム
操作モードの選択	脱着モード	脱着モード
リーク検出	オン	オン
ドライページを有効にする	オン	オン
ドライページ流量	100 mL/min	100 mL/min
ドライページ時間	1 min	1 min
終了流量	オン	オン
終了流量時間	1 min	1 min
チューブ初期温度	40 ° C	40 ° C
チューブ初期時間	0	0
チューブ昇温	500 ° C	500 ° C
チューブ最終温度	310 ° C	310 ° C
チューブ最終時間	1 min	1 min
クリーニング	オン	オン
クリーニングの流量	100 mL/min	100 mL/min
クリーニング時間	5 min	5 min
クリーニング温度	320 ° C	320 ° C
トランスファーライン温度	150 ° C	150 ° C
バルブボックス温度	150 ° C	150 ° C
キャリア流量	60 mL/min	60 mL/min

表7 7820A GC/5975T LTM GC/MSD のメソッドパラメータ

オープン	
平衡時間	0.5 min
初期温度	40 ° C
初期時間	0.5 min
速度 1	20 ° C
最終温度 1	200 ° C
最終時間 1	0
注入口 (スプリット/スプリットレス)	
モード	スプリット
ヒーター	250 ° C (オン)
圧力	3.8791 psi (26,745.453 Pa)
スプリット比	200:1
スプリット流量	160 mL/min
トータル流量	101.59 mL/min
キャリアガスセーバー	オフ
カラム 1 (19091J-413)	
モード	コンスタントフローモード
流量	0.8 mL/min
圧力	3.8791 psi (26,745.453 Pa)
平均ライン速度	15.361 cm/s
検出器 - FID	
温度	300 ° C
水素流量	30 mL/min
空気流量	400 mL/min
モード	コンスタントメークアップフロー
メークアップ流量	25 mL/min
MS または MSD	
溶媒待ち時間	0 min
実行時間	8.5 min
スキャン範囲	45 ~ 300
使用メソッド	Atune ファイル
注入口の圧力	82.8 kPa (12 psi)
カラム流量	1.1 mL/min

## 注記

この表には、7820A GC/5975T LTM GC/MSD の設定が示されています。その他の GC タイプにも、同様の設定を使用してください。

## チェックアウトサンプルの準備

機器が準備完了状態になったら、チェックアウトサンプルを準備します。

1. 出荷キットからシリンジとチェックアウトサンプルを取り出します。

2. 本体の上部カバーを開き、三角ナットを緩めて、吸着剤チューブ アセンブリを引き抜きます。
3. 吸着剤チューブをチューブハンドルから取り外します。
4. シリンジを使ってチェックアウトサンプルを  $0.4 \mu\text{l}$  吸引します。
5. チェックアウトサンプルを、溝の付いた端から吸着剤チューブに注入します。
6. 吸着剤チューブを本体に挿入し、三角ナットを手で締めます。
7. 上部カバーを閉じます。

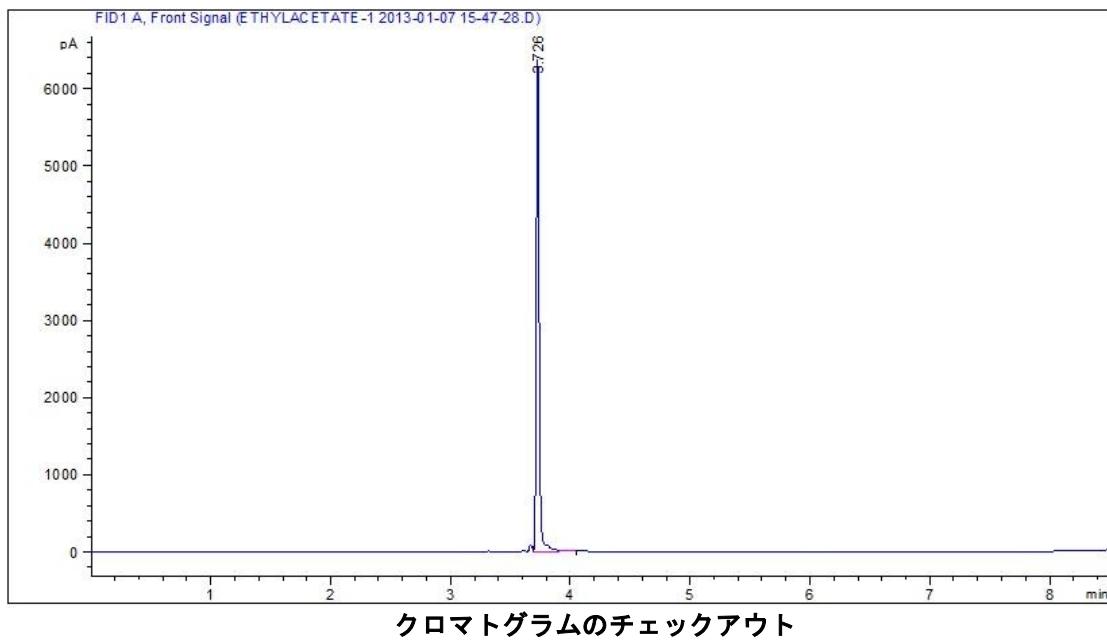
## チェックアウトメソッドの実行

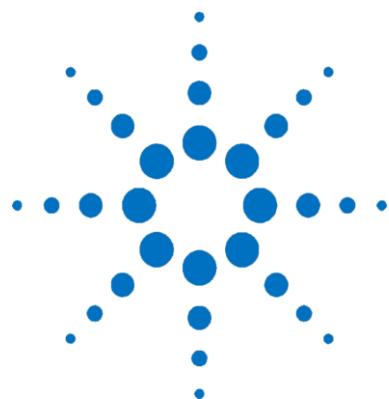
1. [ランコントロール (Run Control)] > [サンプル情報 (Sample Information)] を選択して、[サンプル情報 (Sample Information)] に移動します。
2. 出力シグナルの保存パス、出力ファイル名、バイアルの位置 (Vial1 が Mini TD のデフォルトの注入位置です。変更しないでください) を選択します。
3. [ランメソッド (Run the Method)] ボタンを押して、チェックアウトメソッドの実行を開始します。
4. または [確認 (Confirm)] ボタンを押して [サンプル情報 (Sample Information)] ボックスを閉じ、[ランコントロール (Run Control)] > [ランメソッド (Run the Method)] を選択してチェックアウトメソッドを実行します。

## チェックアウト結果の準備

分析が完了したら、出力クロマトグラムと下の例を比較します。設置および操作が正しければ、出力クロマトグラムは例とほぼ一致するはずです。

## 初回分析





## ソフトウェア操作ガイド

分析前の準備	56
OpenLAB ChemStation C.01.05/EZChrom A.04.05 の操作	56
オンライン機器の開始	56
ガスタイルプのコンフィグレーション	57
パラメータ設定	58
メソッドの作成	61
メソッドの保存	62
メソッドの実行	63
シーケンスの作成	64
シーケンスの保存	65
シーケンスの実行	66
MassHunter の操作	67
オンライン機器の開始	67
ガスタイルプのコンフィグレーション	67
パラメータ設定	68
メソッドの作成/保存	68
メソッドの実行	68
シーケンスの作成	69
シーケンスの保存	70
シーケンスの実行	70
オンラインヘルプ情報	71

このガイドでは、Agilent データシステムを使用して Mini TD を制御する方法について説明します。

## 分析前の準備

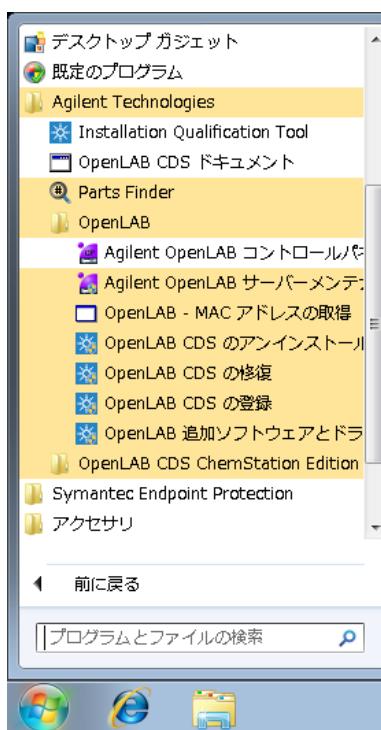
このガイドでは、以下のことを前提としています。

- 最新バージョンの Agilent データシステム (OpenLab Chem Station C.01.05/Mass Hunter B.07.00) がインストールされている。
- 7820A GC/5975T LTM GC/MSD がオンライン機器としてオンライン化されている。
- 7820 GC/5975T LTM GC/MSD と Mini TD がどちらもレディ状態にある。

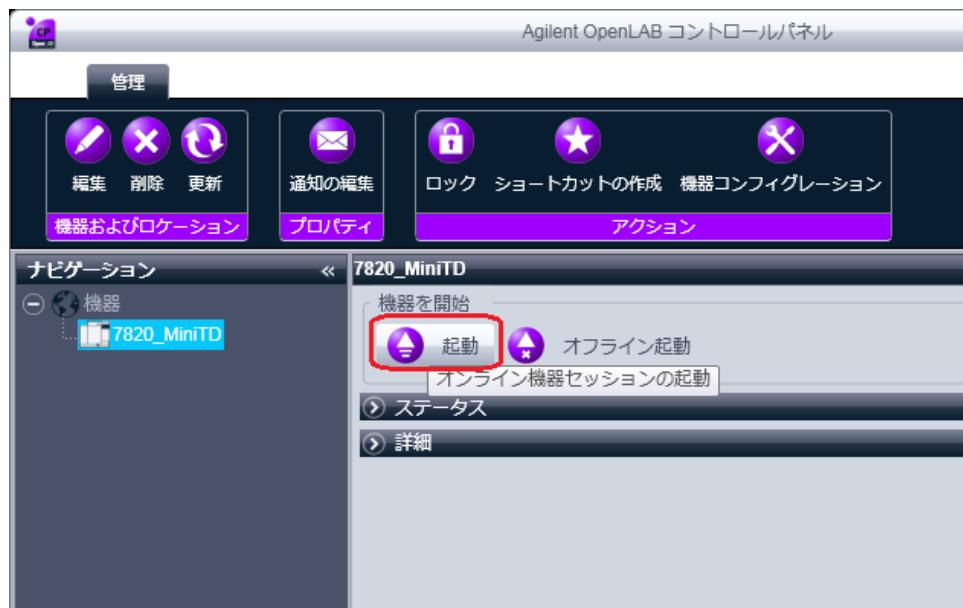
## OpenLAB ChemStation C.01.05/EZChrom A.04.05 の操作

### オンライン機器の開始

- [スタート (Start)] メニューで、[OpenLAB] アイコンをクリックします。

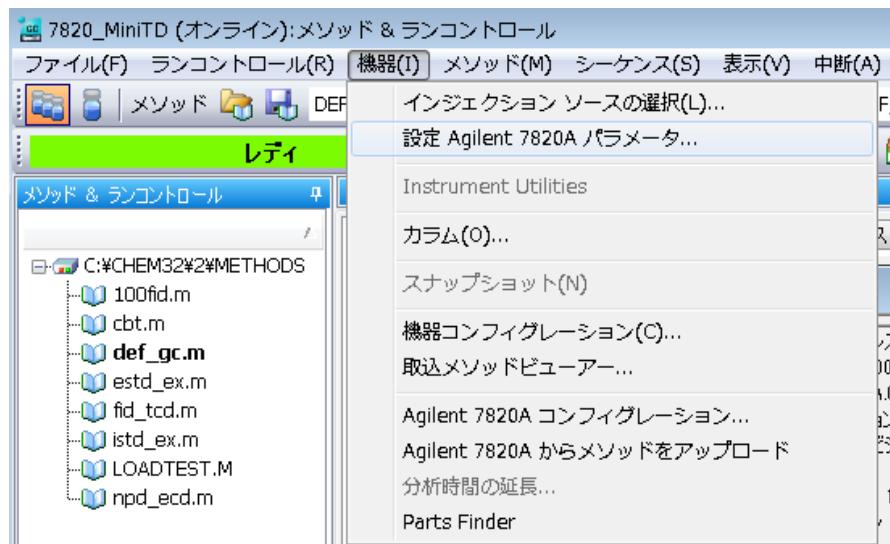


2. [OpenLAB コントロールパネル (OpenLAB Control Panel)] ボックスで、[起動 (Launch)] ボタンを押して ChemStation を開きます。

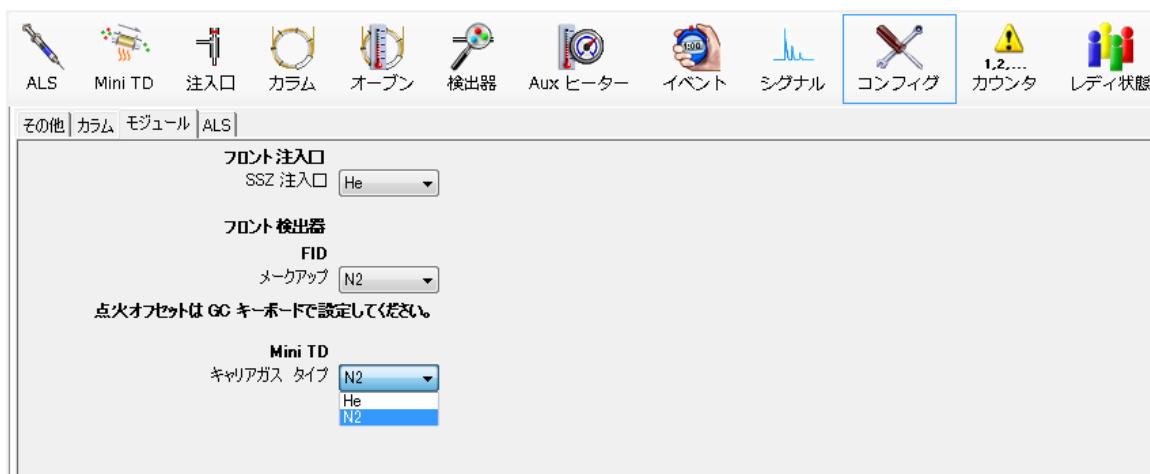


## ガスタイルのコンフィグレーション

1. [機器 (Instrument)] > [Agilent 7820 パラメータの編集... (Edit Agilent 7820 Parameters...)] を選択して、[メソッドの設定 (Setting Method)] インターフェイスに移動します。



2. [メソッドの設定 (Setting Method)] インターフェイスで、[コンフィグレーション (Configuration)] > モジュール (Module) を選択して、ガastypeの選択インターフェイスに移動します。窒素またはヘリウムが使用できます。



## 警告

Mini TD のキャリアガastypeは、GC のキャリアガastypeと一致している必要があります。

## パラメータ設定

1. [機器 (Instrument)] > [Agilent 7820 パラメータの編集... (Edit Agilent 7820 Parameters...)] を選択して、[メソッドの設定 (Setting Method)] インターフェイスに移動します。



2. Mini TD アイコンをクリックして、Mini TD パラメータ設定インターフェイスに移動します。
3. 7667A Mini TDには3つの操作モードがあり、実際の状況に基づいて必要な操作モード(用途に基づいて適切な操作モード)を選択できます。



図 25 操作モード ドロップダウンメニュー



図 26 オンラインサンプリングモード インターフェイス



図 27 脱着モード インターフェイス



図 28 コンディショニングモード インターフェイス

4. 表8 編集可能なすべてのパラメータとパラメータ範囲の一覧

表8 Mini TD 設定パラメータの一覧

パラメータ	範囲	説明
操作モードの選択	オンライン サンプリングモード 脱着モード コンディショニングモード	必要に応じて操作モードを選択します。
サンプルのオーバーラップを有効にする	・ / ·	この機能を有効/無効にします。
	<input checked="" type="radio"/> 前の脱着の終了後 <input type="radio"/> サンプルの準備 [0 min] GC 測定の終了前	1. 現在の注入の完了後（クリーニングが必要な場合は、クリーニングの完了後に）に次のサンプリングを開始します。 2. GC の分析が完了する # 分前に、サンプルの準備を開始します。
リーク検出を有効にする	・ / ·	この機能を有効/無効にします。
<b>サンプリング</b>		
ポンプを有効にする	・ / ·	ポンプを有効/無効にします。
サンプリング流量	5 ~ 150 mL/min*	サンプリング中のガス流量を指定します。
サンプリング時間	0 ~ 100 min	サンプリング操作の継続時間を指定します。
プレサンプリング時間	0 ~ 100 min	サンプリング前の準備時間を指定します。
<b>ドライページ</b>		
ドライページを有効にする	・ / ·	この機能を有効/無効にします。
ドライページ流量	0 ~ 200 mL/min	ドライページ中のガス流量を指定します。
ドライページ時間	0 ~ 100 min	ドライページプロセスの継続時間を指定します。

\* サンプリング流量の範囲は、気圧の影響を受けます。高地では、最大サンプリング流量が低下します。

表8 Mini TD 設定パラメータの一覧（続き）

クリーニング		
クリーニングを有効にする	・ / ・	この機能を有効/無効にします。
クリーニング流量	0 ~ 200 mL/min	Mini TD のクリーニングの流量を指定します。
クリーニング時間	0 ~ 100 min	クリーニング操作の継続時間を指定します。
クリーニング温度		
		Mini TD のクリーニングの温度を指定します。
一般		
キャリア流量	0 ~ 200 mL/min	キャリアガス流量を指定します。
トランスファーライン温度	<200 °C	トランスファーライン温度を指定します。
バルブボックス温度	<175 °C	バルブボックス温度を指定します。
脱着		
チューブ温度	・ / ・ 0 - 320 °C	オン/オフ 吸着剤チューブの初期温度を指定します。
注入開始時間	・ / ・ 0 ~ 100 min	注入機能をオン/オフにします。 注入時間を指定します (単位: 分)
昇温速度	0 ~ 500 °C/min	一次昇温速度を指定します。
コンディショニング パラメータ		
コンディション流量	0 ~ 200 mL/min	コンディショニングのガス流量を指定します。
コンディション時間	0 ~ 100 min	コンディショニングプロセスの継続時間を指定します。
コンディション温度	<325 °C	コンディショニングの温度を指定します。

## 注記

7667A Mini TD は一次昇温速度のみサポートします。最高昇温速度は 500°C/min. です。

## メソッドの作成

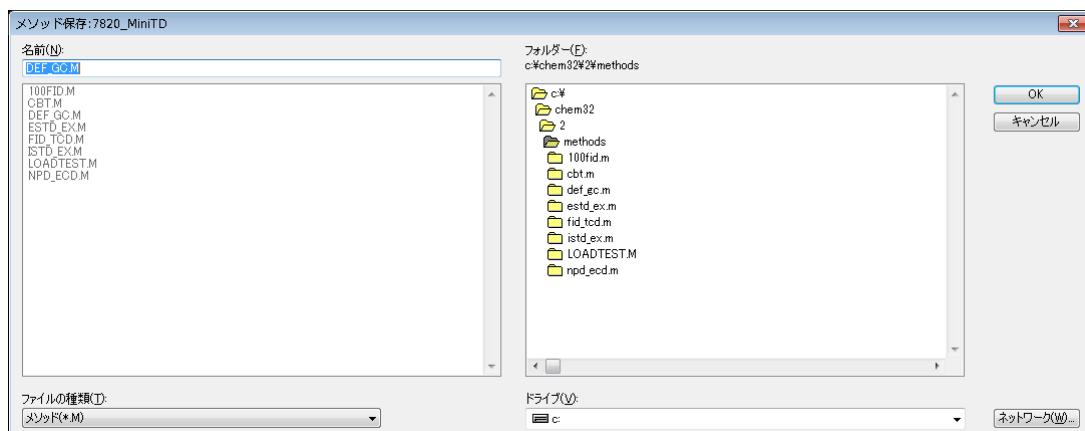
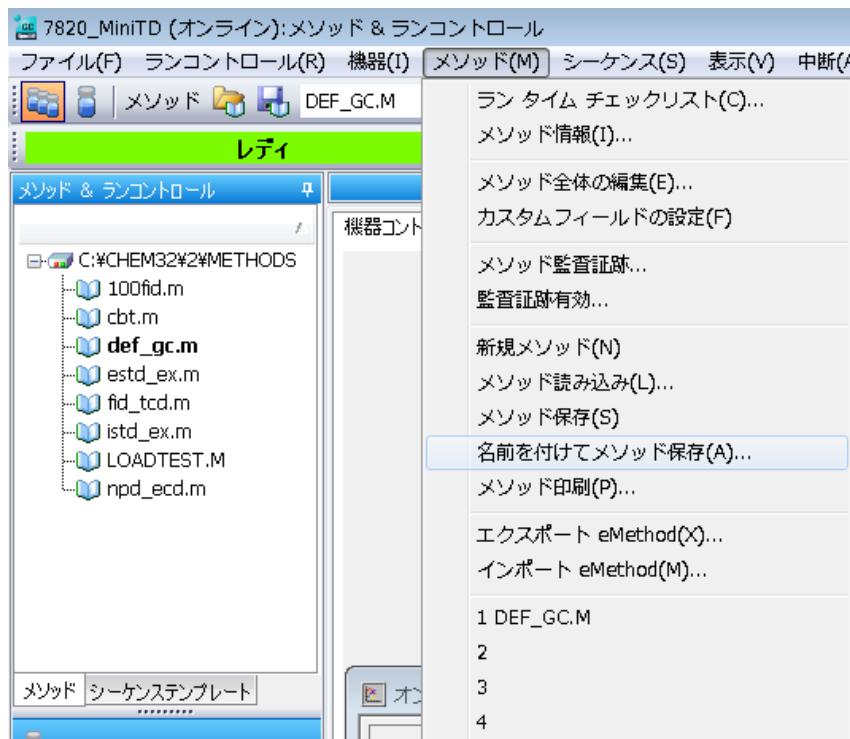
1. [機器 (Instrument)] > [Agilent 7820 パラメータの編集... (Edit Agilent 7820 Parameters...)] を選択して、[メソッドの設定 (Setting Method)] インターフェイスに移動します。
2. アイコンをクリックして、Mini TD パラメータ設定インターフェイスに移動します。
3. 必要に応じて操作モードを選択します。
4. 必要に応じて他のパラメータを入力/変更します。上記の「パラメータ設定」を参照してください。

5. [適用 (Apply)] ボタンを押して、メソッドを Mini TD に適用します。
6. 7820 GC パラメータを編集します (7820A GC マニュアルを参照してください)。
7. [機器 (Instrument)] > [インジェクションソースの選択 (Select Injection Source)] を選択して [注入ソースの選択 (Select Injection Source)] ダイアログボックスを開き、注入ソースとして “Mini TD” を選択します。



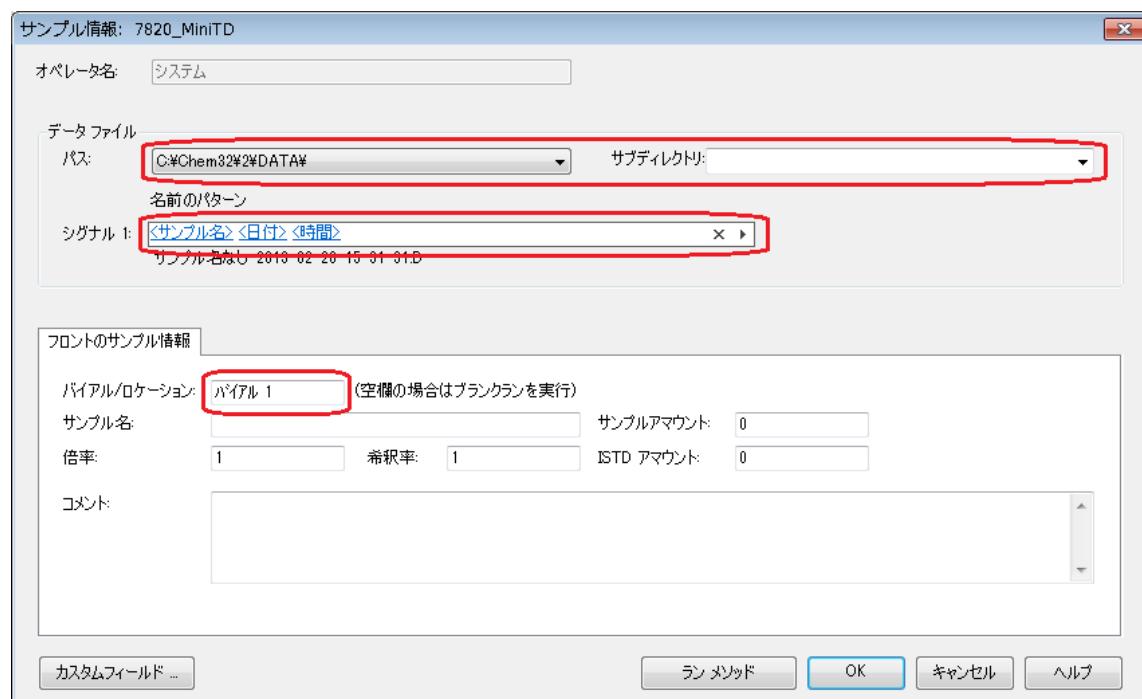
## メソッドの保存

[メソッド (Method)] > [名前を付けてメソッド保存... (Save Method As...)] を選択して [名前を付けてメソッド保存 (Save Method As)] ダイアログボックスを開きます。新しいファイル名を入力し、[OK] ボタンを押して現在のメソッドを保存します。それと同時に、接続している GC-Mini TD システムにメソッドが適用されます。



## メソッドの実行

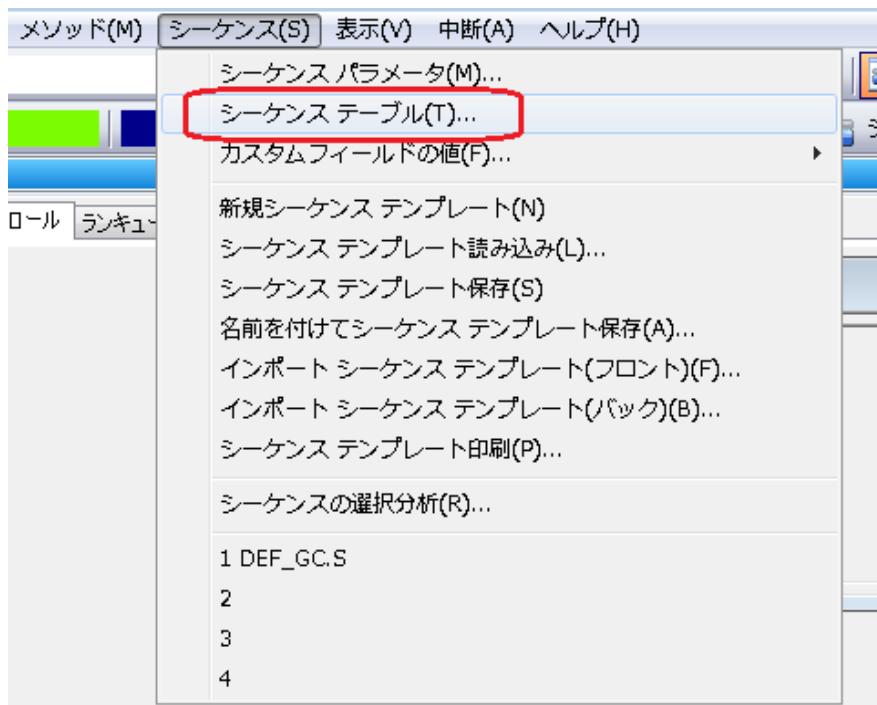
1. [ランコントロール (Run Control)] > [サンプル情報 (Sample Information)] を選択して、[サンプル情報 (Sample Information)] ボックスを開きます。出力シグナルの保存パス、出力ファイル名、バイアルの位置 (Vial1 が Mini TD のデフォルト位置です) を選択します。



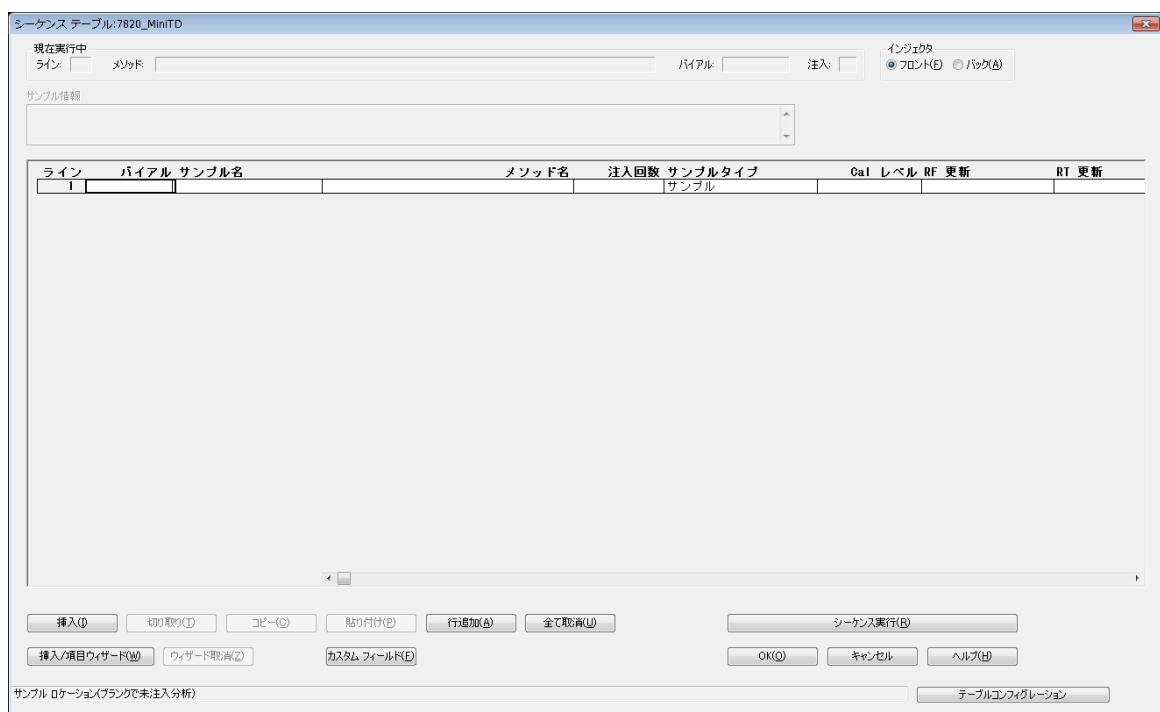
2. [ランメソッド (Run Method)] ボタンを押してメソッドの実行を開始するか、[OK] ボタンを押して [サンプル情報 (Sample Information)] ボックスを閉じます。[ランコントロール (Run Control)] > [ランメソッド (Run Method)] を選択して、メソッドの実行を開始します。

## シーケンスの作成

1. [シーケンス (Sequence)] > [シーケンステーブル (Sequence Table)] を選択して、シーケンステーブルを開きます。

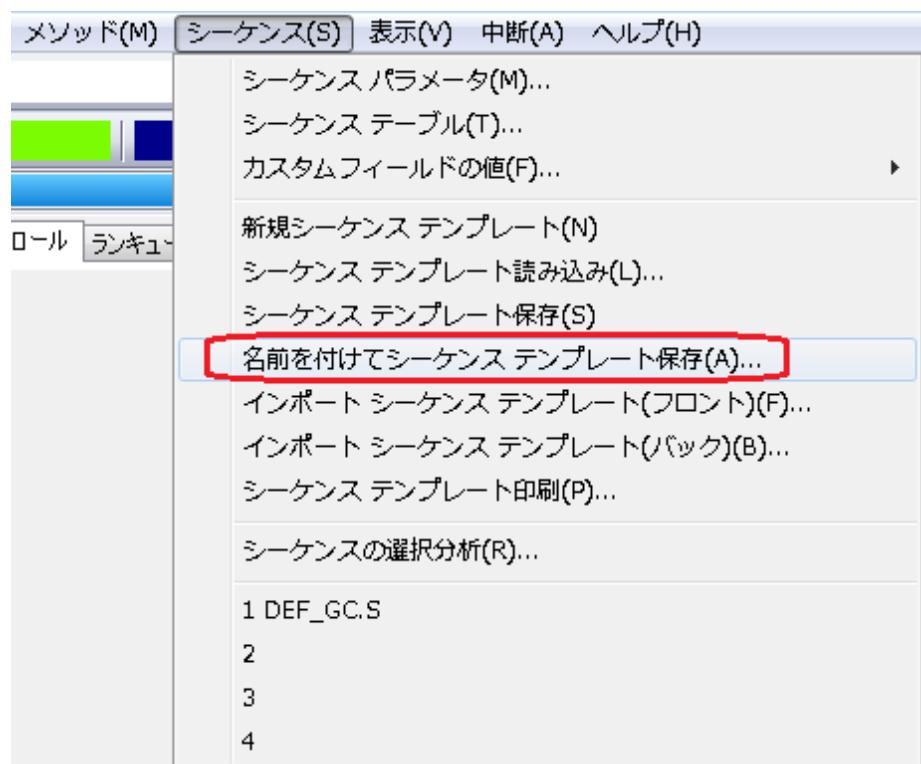


2. シーケンステーブルで、バイアル位置 (Vial1) 、メソッド名、データファイル名を入力します。



## シーケンスの保存

3. [シーケンス (Sequence)] > [名前を付けてシーケンステーブルを保存... (Save Sequence Table As...)] を選択して、シーケンスを保存します。



## シーケンスの実行

- [ランコントロール (Run Control)] > [シーケンス開始 (Run the Sequence)] を選択して、現在のシーケンスの実行を開始します。



## MassHunter の操作

### オンライン機器の開始

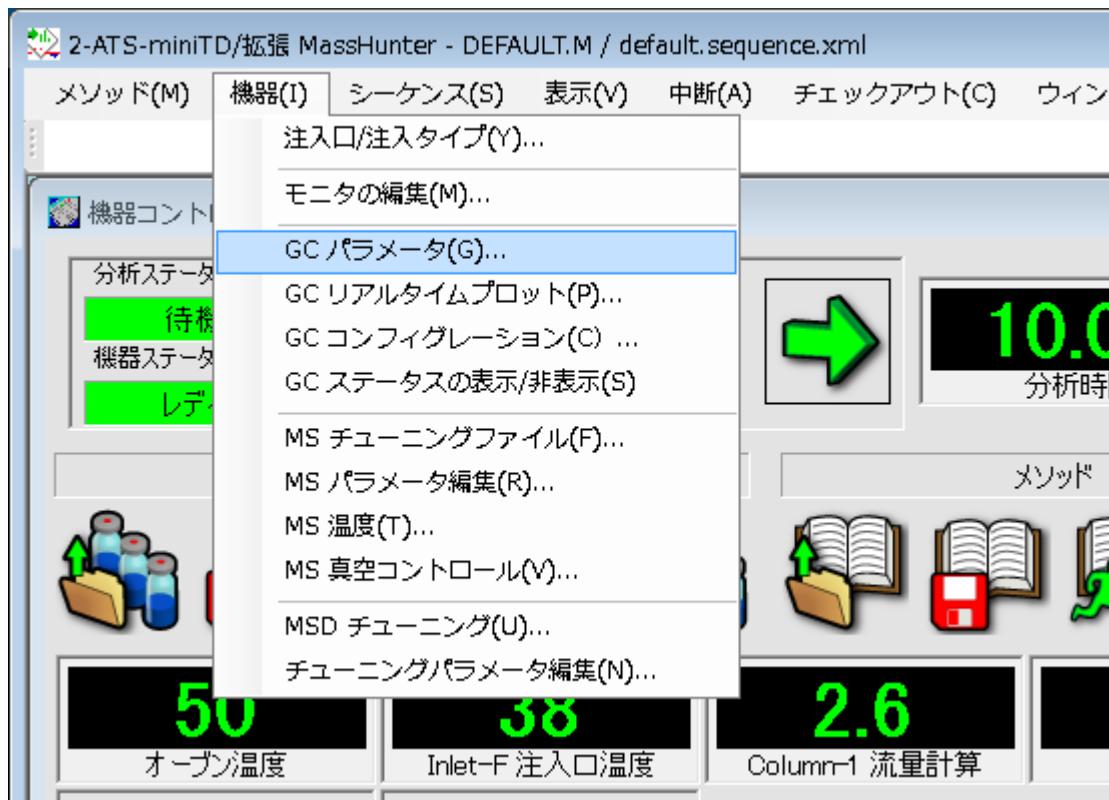
1. “デスクトップ”で、オンライン機器アイコンをクリックして、



[MassHunter] メインインターフェイスに入ります。

### ガスタイルのコンフィグレーション

1. [機器 (Instrument)] > [GC パラメータ… (GC Parameter s…)] を選択して、[GC パラメータの編集 (Edit GC Parameters)] インターフェイスに移動します。



2. [GC パラメータの編集 (Edit GC Parameters)] インターフェイスで、[コンフィグレーション (Configuration)] > モジュール (Module) を選択して、ガスタイルの選択インターフェイスに移動します。
3. 選択可能なガスタイルはヘリウムです。

## パラメータ設定

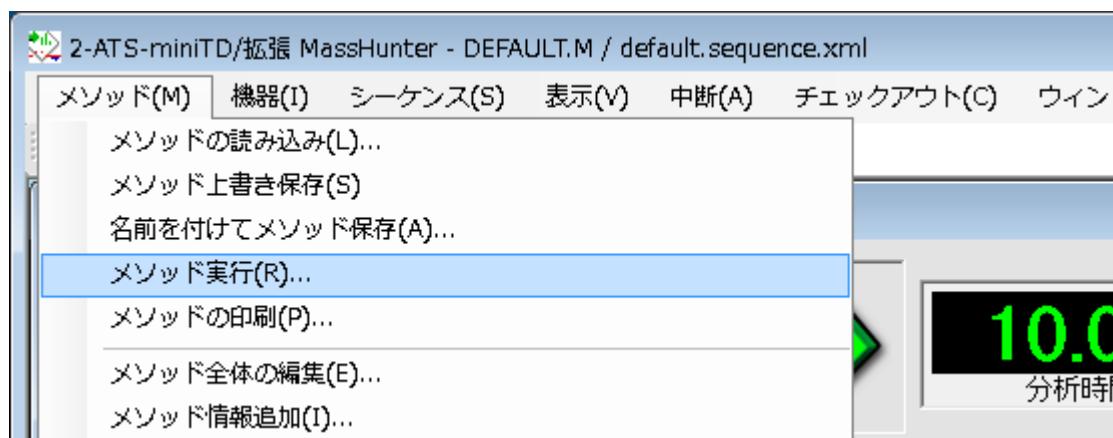
1. [機器 (Instrument)] > [GC パラメータ (GC Parameters)] を選択して [GC パラメータの編集 (Edit GC Parameters)] インターフェイスに移動し、GC パラメータを入力します（具体的な操作ステップは、“ChemStation”のステップと同じです）。
2. [機器 (Instrument)] > [MS パラメータ (MS Parameters)] を選択して [MS パラメータの編集 (Edit MS Parameters)] インターフェイスに移動し、MS パラメータを入力します。

## メソッドの作成/保存

メソッドの作成/保存の操作ステップは、“ChemStation”のステップと同じです。

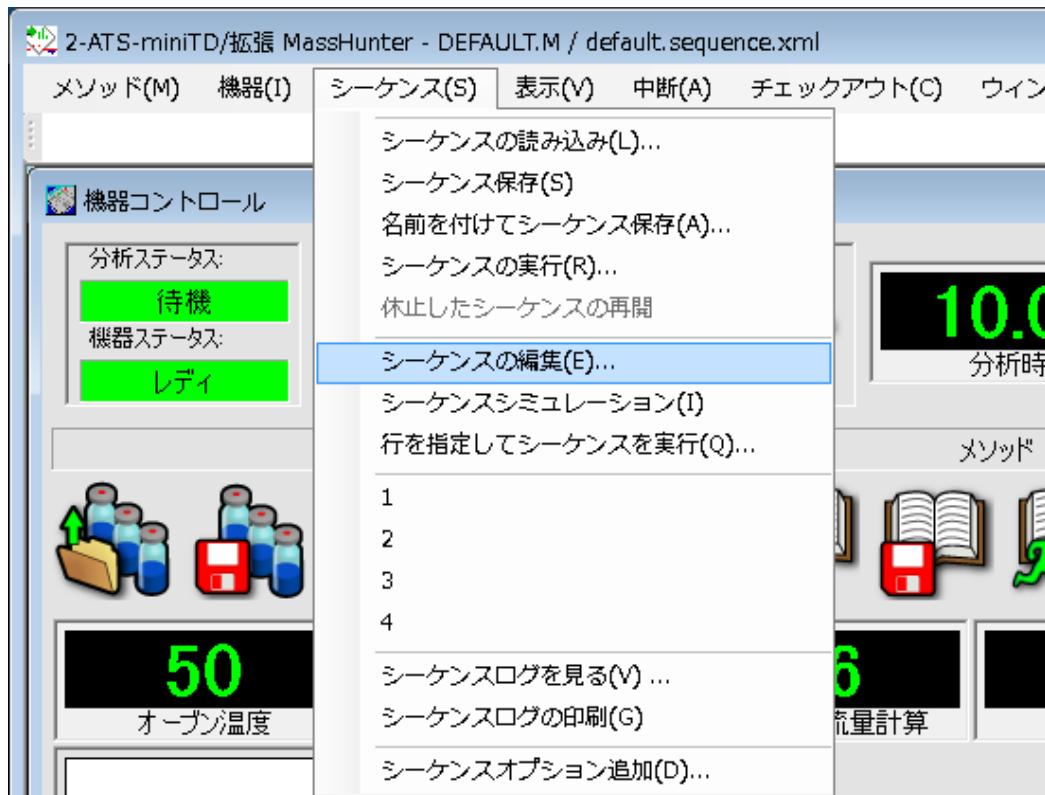
## メソッドの実行

[メソッド (Method)] > [メソッド実行 (Run the Method)] を選択して、現在のメソッド分析を開始します。

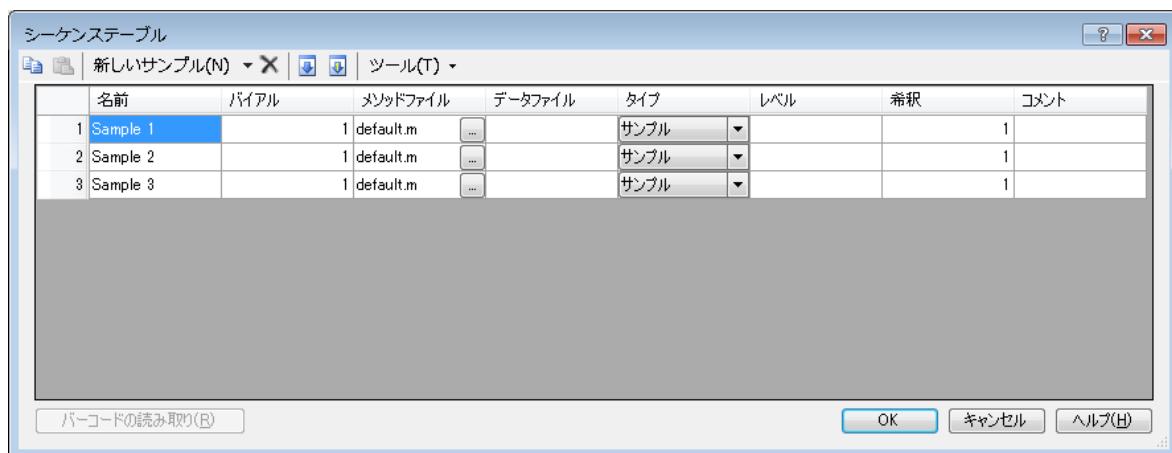


## シーケンスの作成

1. [シーケンス (Sequence)] > [シーケンスの編集 (Edit Sequence)] を選択して、“シーケンステーブル (Sequence Table)”を開きます。

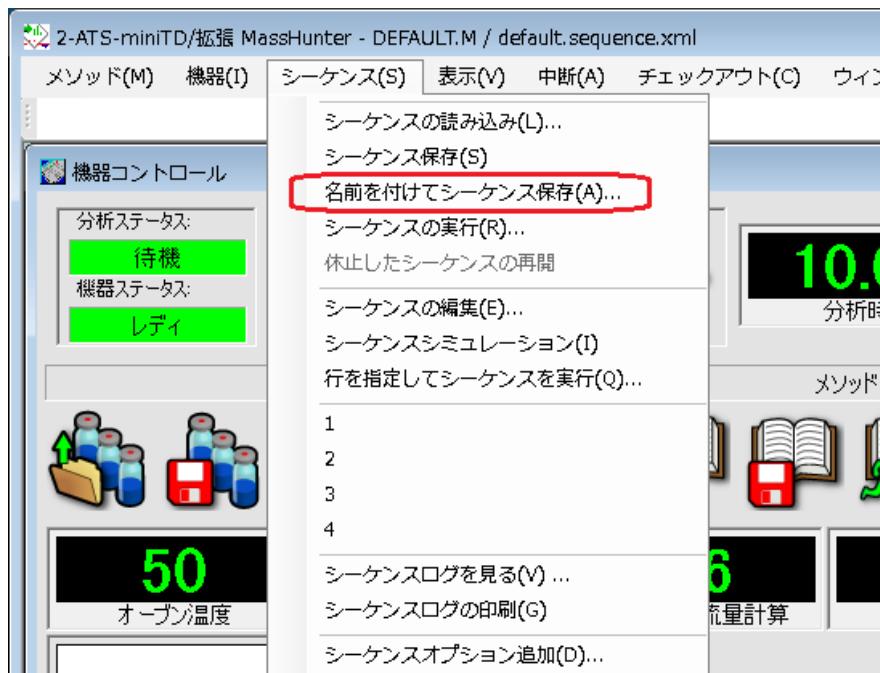


2. “シーケンステーブル”で、バイアル位置 (Vial1)、メソッド名、データファイル名を入力します。



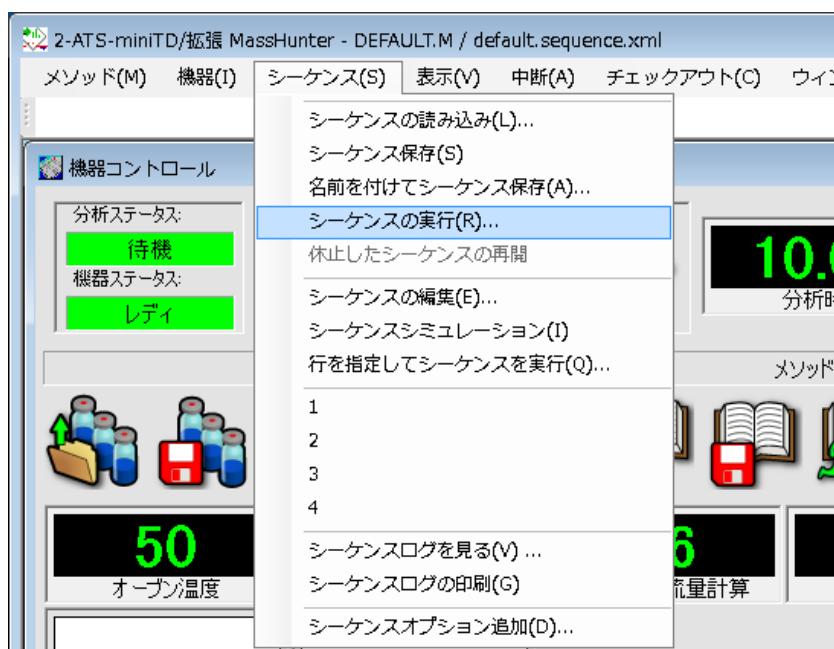
## シーケンスの保存

3. [シーケンス (Sequence)] > [名前を付けてシーケンステーブルを保存... (Save Sequence Table As...)] を選択して、現在のシーケンスを保存します。



## シーケンスの実行

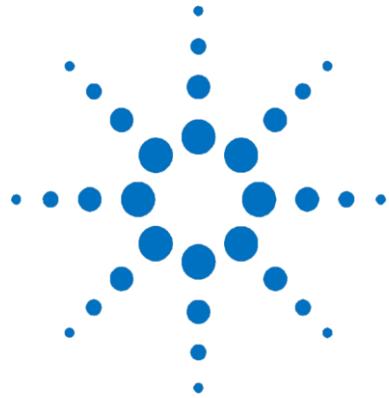
4. [シーケンス (Sequence)] > [シーケンスの実行 (Run the Sequence)] を選択して、現在のシーケンスを実行します。



## オンラインヘルプ情報

Agilent Mini TD ソフトウェアには、ソフトウェアの使用方法に関する詳細な情報と一般的な作業手順を含む広範なオンラインヘルプシステムがあります。





## 定期メンテナンス

消耗品リスト	73
Mini TD フームウェアの更新	73
注入ニードルアセンブリの交換	74
注入ニードルアセンブリの取り付け	74
注入ニードルアセンブリの取り外し	76
0-リングとフィルタの交換	77
トラップの交換 (G4370M の場合)	80
ステンレススチール管シームレスの トランクファーラインからの取り外し (G4370A の場合)	82

この章には、Mini TD を効果的に利用し、7667A Mini TD システムの性能を最大限に引き出すための情報が記載されています。

**G4370A/G4370M** のメンテナンスの間隔は、機器の使用頻度によって異なります。



## 消耗品リスト

表9に、7667A に付属するさまざまな消耗品の一覧を示します。  
最新の部品と消耗品については、Agilent の Web サイト、[www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)をご覧ください。

**表9 消耗品**

消耗品	Agilent 部品番号
吸着剤チューブ	C-TBP1TC
吸着剤チューブ シール用 0-リング	0905-1014
0-リング (大)	0905-1788
注入ニードルアセンブリ	G4372-60015
フィルタ	MKI-U-DISK3
トラップ	G1544-80500

## Mini TD ファームウェアの更新

Mini TD ファームウェアの更新には Agilent Instrument Update Utility を使用してください。Agilent の Web サイト ([www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)) から最新のファームウェアリビジョンをダウンロードできます。または、お近くの Agilent 営業所にお問い合わせください。

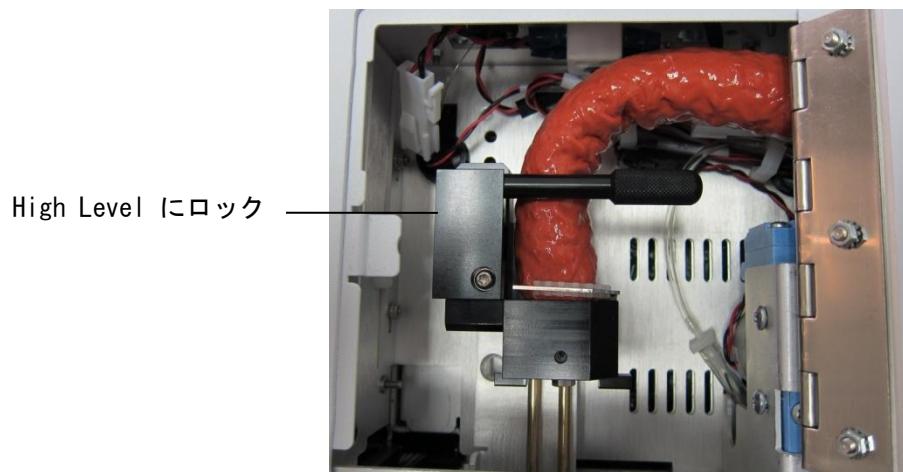
## 注入ニードルアセンブリの交換

### 注入ニードルアセンブリの取り付け

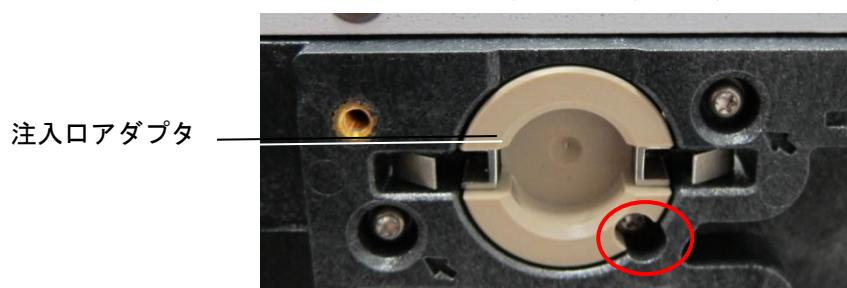
1. G4370M を、サイドドアを上に向けた状態で作業台に水平に置き、サイドドアを開きます。



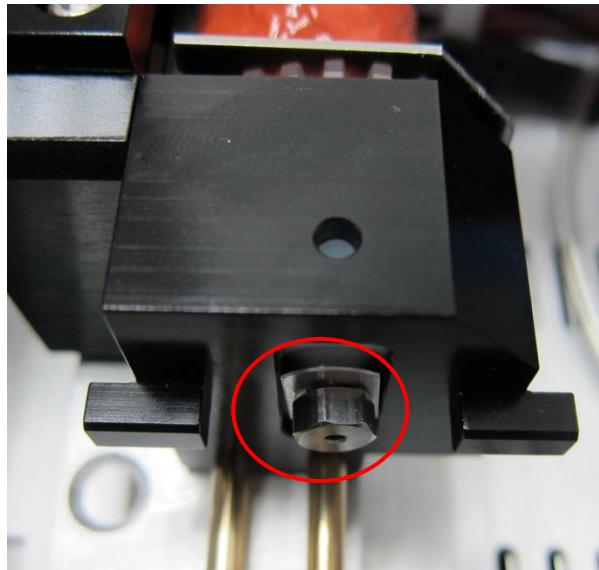
2. 注入スライダーが High level でロックされていることを確認します。



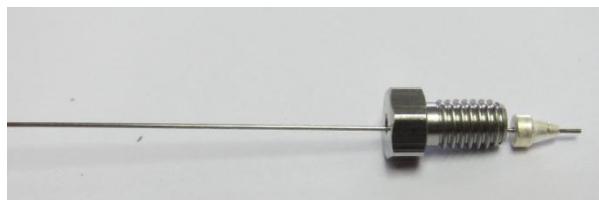
3. T10 ドライバを使用してネジを取り外します(図を参照)。



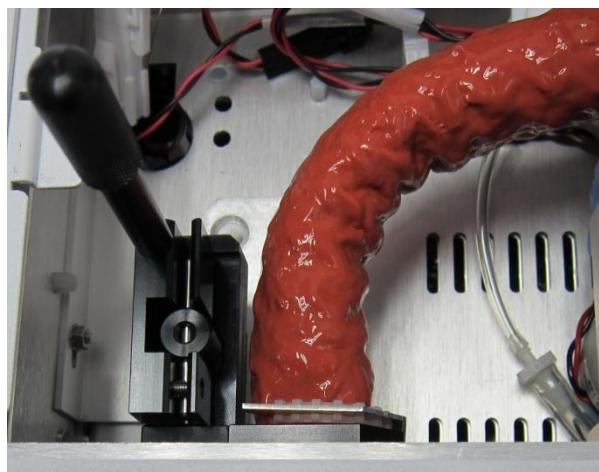
4. 注入口アダプタを、内側から外に押し出します。
5. 1/4 インチスパナを使用して、ロッキングナットを取り外します。



6. 注入ニードルアセンブリ (G4372-60015) をロッキングナットに挿入し、注入スライダー上で手で締め、スパナを使用してさらに締めます。



7. ロッキングハンドルを垂直位置まで回して、注入スライダーのロックを解除します。注入スライダーを Injection low level に押し下げます。



8. 注入口アダプタを取り付けます。



9. 注入スライダーをHigh level に戻し、ロッキングハンドルを回してロック位置に戻します。

## 注入ニードルアセンブリの取り外し

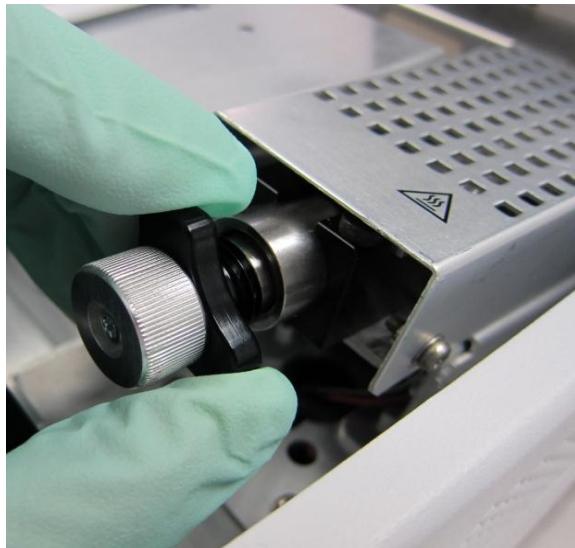
**警告**

**注意! トランスファーライン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。やけどしないよう、室温まで冷却してください。**

1. トランスファーラインを室温まで冷却します。
2. サイドドアを開き、ロッキングハンドルを垂直位置まで回して、注入スライダーのロックを解除します。
3. 注入スライダーを高位置のロック状態に押し上げ、ロッキングハンドルをロック位置まで回します。
4. サイドドアを閉じます。
5. 電源とガス供給をオフにします。すべてのガスラインを取り外します。
6. G4370M を 5975T から取り外し、作業台に水平に置きます。
7. サイドドアを開き、注入口アダプタを取り外します。
8. ロッキングナットを緩め、注入ニードルアセンブリを手で引き抜きます。

## 0-リングとフィルタの交換

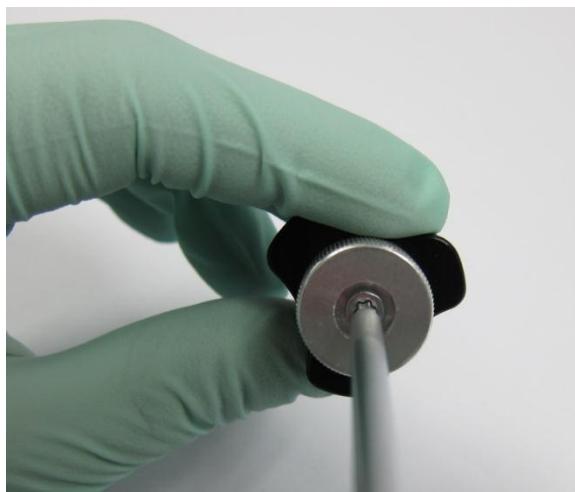
1. 上部カバーを開きます。
2. 三角回転ナットを時計回りに回して取り外し、吸着剤チューブアセンブリを取り出します。



3. ロッキングナットを取り外し、吸着剤チューブを引き抜き、0-リングとフィルタを取り外します。



4. 0-リングとフィルタを交換します。
5. 大型の0-リングが不要の場合は、ステップ6～9を無視します。
6. T10ドライバを使用してネジを取り外します(図を参照)。



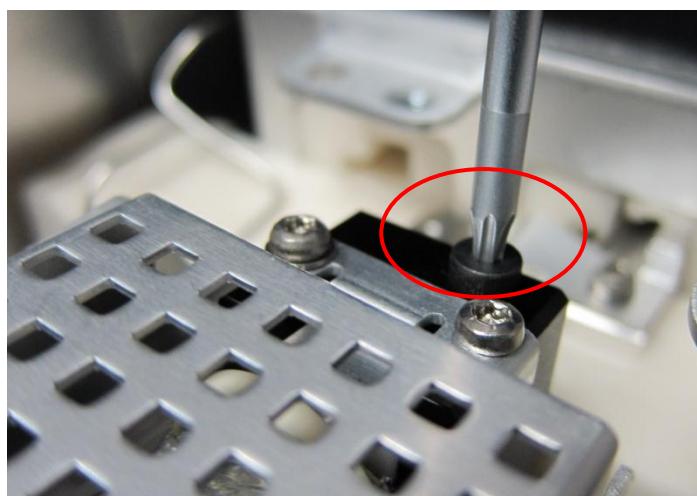
7. ロッキングナットと三角回転ナットを取り外します。



8. 大型の O-リングと交換します。
9. 吸着剤チューブ アセンブリを元に戻します。
10. 吸着剤チューブの溝側にあるシール用 O-リングを交換する場合は、下に示すステップに従います。必要ない場合は、下に示すステップを無視します。
11. T10 ドライバを使用してナットを取り外し（図を参照）、綿断熱カバーと綿断熱材を取り外します。



12. ネジを緩めて引き抜きます（図を参照）。

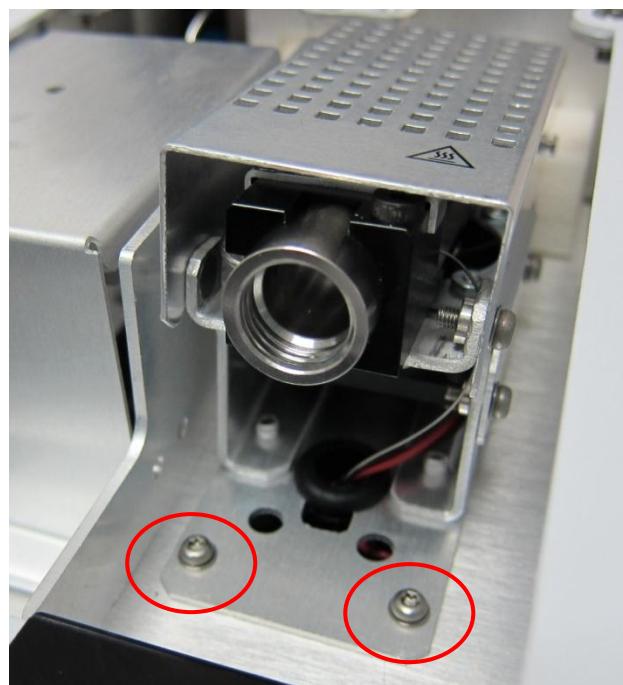


## 定期メンテナンス

13. 1/4 インチスパナを使用してナットを回して外します（図を参照）。



14. ネジを取り外します（図を参照）。



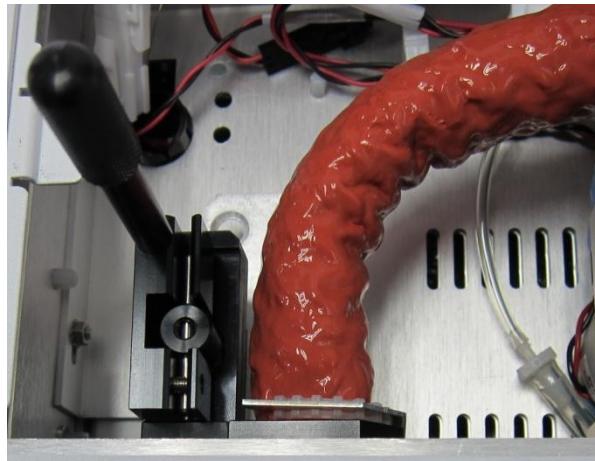
15. 加熱チューブアセンブリを後方に押し出し、O-リングとフィルタを交換します（図を参照）。



16. 吸着剤チューブ ヒーターの状態を元に戻します。

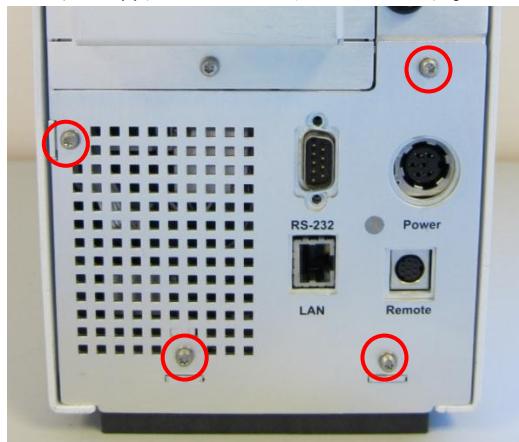
## トラップの交換 (G4370M の場合)

1. 加熱部のすべての温度をオフにします。
2. 電源をオフにして、プラグを抜きます。
3. ガス供給をオフにし、機器上のガスラインを取り外します。
4. サイドドアを開きます。
5. ロッキングハンドルを垂直位置まで回し（下の図を参照）、注入スライダーのロックを解除します。

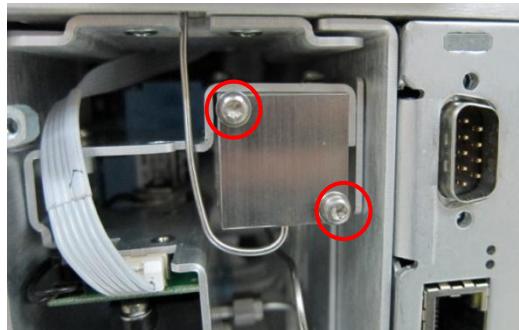


6. 注入スライダーを高レベルロック状態に押し上げ、ロッキングハンドルをロック位置まで回します。
7. サイドドアを閉じます。
8. G4370M を 5975T から取り外します。

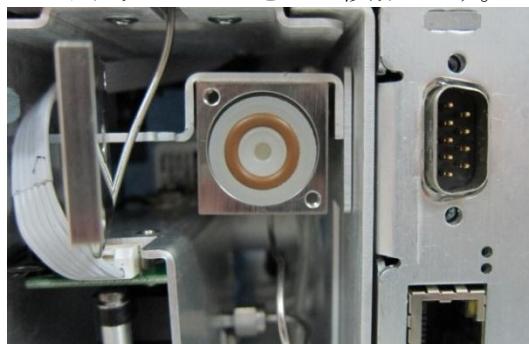
9. 機器を作業台に置きます。下の図を参照してください。機器の背面カバーを取り外します。



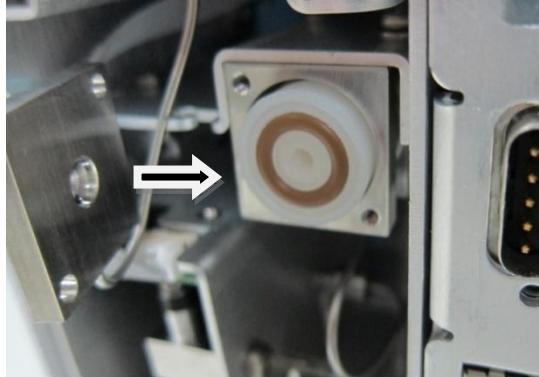
10. 2本のネジを取り外します（下の図を参照）。



11. トランプカバーを左に移動します。



12. トランプを手で取り外します。



13. 新しいトランプを挿入します(P/N G1544-80500)。  
14. 機器を元の状態に戻します。

## ステンレススチール管シームレスのトランスファライン からの取り外し (G4370A の場合)

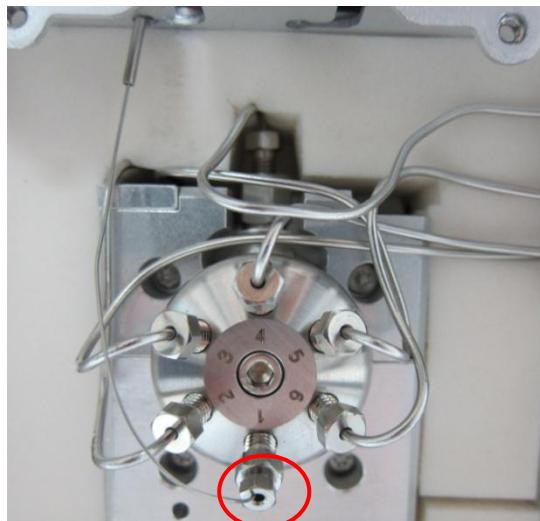
### 注意

トランスファラインを取り外すと、GC キャリアガスのフローが中断される可能性があります。カラムを損傷しないように、必要に応じて GC カラムオープンと注入口を冷却してください。

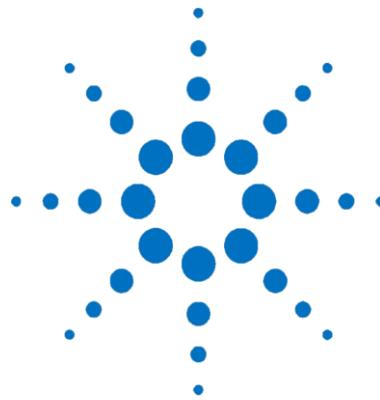
### 警告

注意! カラムオープンと注入口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。やけどしないよう、断熱手袋を着用してください。

1. G4370A の加熱部を安全な取り扱い温度まで冷却します。
2. バルブボックスのカバーを取り外し、綿断熱材を取り出します。
3. 1/16 インチプラグを 6 ポートバルブのポート 1 から取り外します。プラグは、今後の使用のために保管します。



4. GC 上の長いトランスマニホールドクリップを緩めます。
5. 注入口からステンレススチール管シームレスを引き出します。
6. ステンレススチールカラムの注入口側を静かに持って、トランスマニホールドクリップからカラムを引き出します。



## トラブルシューティング

現象1：開始できない 85

現象2：キャリアガスの流量が設定値に達しない 85

現象3：クロマトグラムが表示されない 85

現象4：クロマトグラムに多数の不純物が示される 86

現象5：ガス漏れ 86

現象6：過負荷 86

エラーメッセージ 87

このセクションでは、Mini TD に関する問題のみを扱います。ただし、ここに記載した現象の多くは、他の問題（特に GC の温度や GC のガス供給の安定性）からも発生する場合があります。

問題を解決できない場合は、Agilent のサポートにお問い合わせください。



## 現象 1：開始できない

7667A のスイッチをオンにしたときに、正しく初期化されない。

考えられる原因	操作
電源コードが接続されていない	電源コードが接続されているかどうかを確認してください。
電源アダプタのプラグが差し込まれていない	電源アダプタの 6 穴コネクタが差し込まれているかどうかを確認してください。

## 現象 2：キャリアガス流量が設定値に達しない

考えられる原因	操作
ガス供給が正しく接続されていない	キャリアガスインターフェイスを締めます。キャリアガスのコンフィグレーションが実際のガストイプのコンフィグレーションと一致していることを確認してください。
圧力が不十分であるためキャリアガス供給が不規則になっている	キャリアガスの上流圧を確認します。圧力は 60 psi (0.4 Mpa) より高くする必要があります。
注入ニードルアセンブリが詰まっている	注入ニードルアセンブリを交換してください。

## 現象 3：クロマトグラムが表示されない

考えられる原因	順番の変更	操作
ガスクロマトグラフの障害		Mini TD を切斷し、標準チェックアウトサンプルを準備して、サンプルのピークが現れるかどうかを確認してください。
Mini TD の注入ニードルアセンブリが GC 注入口に挿入されていない		注入ニードルアセンブリをガスクロマトグラフの注入口に完全に挿入してください。
吸着剤チューブが Mini TD に正しくコンフィグレーションされていない		吸着剤チューブが正しく取り付けられているかどうかを確認してください。 吸着剤チューブが、正しい吸着剤のサンプルチューブであるかどうかを確認してください。 ドライバガスが接続され、加圧されているかどうかを確認してください。
サンプリングに失敗。キャリアガストイプが正しくコンフィグレーションされていない		G4370Mを使用している場合、サンプルが注入口に入ることを確認してください。サンプル流量が設定値に達するかどうかを観察します。サンプル流量が非常に低いゼロの場合、機器をリスタートし、キャリアガストイプを再コンフィグレーションします。 G4370Aを使用している場合、サンプリングプロセスが正しいことを確認してください。
接続ポイントで吸着剤チューブに漏れがある		吸着剤チューブアセンブリの三角ナットが締まっていることを確認してください。きちんと締まらない場合、O-リングを交換してください。
サンプリング流量は正常であるが、ページ中の流量が設定値に達しないか、ゼロである		
キャリアガス流量が設定値に達しない		キャリアガスの上流圧を確認してください。圧力は 60 psi (0.4 Mpa) より高くする必要があります。

## 現象 4 : クロマトグラムに多数の不純物が示される

考えられる原因	操作
カラムと吸着剤チューブに不純物が残っている	サンプルをテストする前に、クロマトグラフカラムと吸着剤チューブのコンディショニングを行い、ブランクラン（または窒素）でテストすることをお勧めします。ブランクサンプルに依然として多数の混合ピークが現れる場合、ガスクロマトグラフ注入口が汚染されていないかどうかを確認してください。
ライナーとセプタムが汚染されている	ライナーとセプタムを交換します

## 現象 5 : ガス漏れ

ページプロセスで流量が設定値に達しないか、ゼロになる。

考えられる原因	操作
吸着剤チューブが Mini TD に対してきちんと締まっていないか、吸着剤チューブの 0-リングを交換する必要がある	吸着剤チューブを締めるか、0-リングを交換することをお勧めします。

## 現象 6 : 過負荷

注入後のブランクテストでかなりの残留物が見つかる（キャリーオーバーが 1 % を超えている）。

考えられる原因	操作
サンプル濃度が高すぎる	クリーニング時間を 10 分に延長し、吸着剤チューブを最高許容温度まで加熱し、流量を 200 mL/min に設定することをお勧めします。
高沸点のサンプルが Mini TD に導入された	サンプルに沸点の高い成分が含まれていないかどうか確認します。この Mini TD は、n-アルカン C16 の融点または沸点より高い融点または沸点を持つ成分には使用できません。融点または沸点が n-アルカン C16 の融点または沸点より高い、高沸点の成分が導入された場合、テストに影響が及ぶため、バルブボックスとチューブウェルドメントを交換することをお勧めします。 カスタマーサービスにお問い合わせください。

## エラーメッセージ

表10は、Mini TD が（ワークステーションログとコントロールパネルで）レポートするエラーメッセージの一覧です。表示されたメッセージが下の表にない場合、エラーメッセージを書き留めて Agilent サポートに報告してください。

表10 エラーメッセージ

エラーコード	コードの意味	考えられる原因
0x0001	トランスマスファーラインヒーターがシャットダウンした	トランスマスファーラインが燃焼した
0x0002	トランスマスファーラインヒーターのセンサーが開いている	トランスマスファーラインが燃焼したか、センサーが損傷している
0x0004	バルブボックスヒーターがシャットダウンした	バルブボックスが燃焼した
0x0008	バルブボックスヒーターのセンサーが開いている	バルブボックスが燃焼したか、センサーが損傷している
0x0010	チューブヒーターがシャットダウンした	加熱ワイヤが損傷している
0x0020	チューブヒーターのセンサーが開いている	加熱ワイヤが損傷しているか、センサーが損傷している
0x0040	サンプリング流量 EPC がシャットダウンした	サンプリングチャンネルが詰まっている
0x0080	サンプリング流量 EPC が機能していない	サンプリングチャンネルが詰まっている
0x0400	キャリア流量 EPC がシャットダウンした	キャリアガスの上流圧が不十分であるか、キャリアガスがない。キャリアガスコンフィグレーションが実際のガスタイルと一致しない
0x0800	キャリア流量 EPC が機能していない	キャリアガスの上流圧が不十分であるか、キャリアガスがない。キャリアガスコンフィグレーションが実際のガスタイルと一致しない
0x1000	通信が切断された	同期ケーブルが接続されていない
0x2000	リークが検出された	吸着剤チューブが締まっていないか、吸着剤チューブの O-リングが密封されていない
0x3000	TD が GC から切断されている	ALS インターフェイス用 RS232 ケーブルが接続されていない

## 付録

チューブのパラメータ：



Markes International Ltd.  
Gwaun Elai Medi Science Campus, Llantrisant  
RCT, CF72 8XL, United Kingdom

Tel: +44 (0)1443 230935 Fax: +44 (0)1443 231531  
[www.markes.com](http://www.markes.com) [enquiries@markes.com](mailto:enquiries@markes.com)

### How to condition your sorbent tubes

Your tubes are packed with: **Tenax TA**

They have a maximum desorption temperature of: **350°C**

Tubes should be conditioned using clean carrier gas Carrier gas (e.g. Oxygen Free Nitrogen or Helium at 5N grade and ideally with a hydrocarbon filter in the gas line), at a flow of between 50ml/min and 100ml/min.

We recommend the following conditioning method for these freshly packed sorbent tubes:

**2 hours at 320°C followed by**

**30 mins at 335°C**

Once cleaned tubes should be capped with  $\frac{1}{4}$  inch brass storage caps fitted with  $\frac{1}{4}$  inch combined PTFE ferrules. These caps should be tightened finger tight and a quarter turn.

Tubes should be stored in a CLEAN environment and the brass storage caps should not be removed until immediately prior to sampling or desorption.

For trace level (low ppb / ppt level) analyses it is advisable to run blank desorptions prior to sampling.

We recommend the following maximum desorption temperature to reduce artefacts and extend sorbent lifetime: **300 - 320°C**

For reconditioning tubes we recommend:

**15 – 30 mins at 335°C**

However if the tubes become severely contaminated or are left for a period of time (1week+) without being capped then it is recommended that the full procedure shown above be repeated.

These tubes have a lifetime of approximately: **100** cycles, which includes both desorption and conditioning cycles. We recommend that the tubes be repacked with fresh sorbent after this.

Further information about selection of sorbents and conditioning criteria can be found in Markes International's Thermal Desorption Technical Support Note TDTS05. Further information about minimising tube artefacts during storage and / or transportation can be found in Markes International's Thermal Desorption Technical Support Note TDTS19.

These and many other technical publications can be obtained by registering on the Markes web site [www.markes.com/registration](http://www.markes.com/registration) or by contacting Markes International on [consumables@markes.com](mailto:consumables@markes.com)