GC システムの稼働時間を延ばし、コストと時間を節約

Agilent ADM フローメータによる GC および検出器のトラブルシューティング

技術概要



はじめに

フローメータはガスクロマトグラフィーに不可欠なツールです。GC 流量が正確に流れていることを確認し、問題のトラブルシューティングを実施するためのツールです。Agilent ADM フローメータは以前のフローメータと同様に、あらゆる非腐食性ガス（混合ガスを含む）の体積流量を測定できるように開発されています。ただし、以前のフローメータは、毎年キャリブレーションのために送付する必要がありましたが、ADM フローメータのキャリブレーションカートリッジはお客様で簡単に交換できるため、送付の必要がありません。新しい NIST 認定カートリッジを注文し、自分で古いカートリッジと交換するだけなので、稼働時間を延ばし、出荷や書類作成にかけるコストと時間を節約できます。

Agilent Technologies

キャリブレーションタイマーがフローメータカートリッジの交換時期をお知らせします。このため容量測定のドリフトのリスクを最小限に抑えることができ、新しいキャリブレーションカートリッジの注文時期を計画できます。



ADM フローメータの電源供給

ADM フローメータは電源として単 3 電池 3 本または USB コネクタを使用できるため、必要なときにすぐに使用できます。

ラボでファームウェアを更新

USB コネクタによる通信を用いることで、新しい機能をフローメータに直接ダウンロードし、必要に応じてファームウェアをアップグレードできます。このため、フローメータを常に最新の状態に保つことができます。

大きい OLED 画面

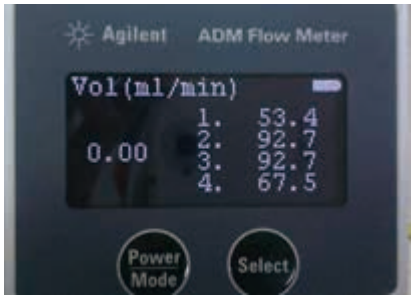
ADM フローメータの OLED 画面は以前のバージョンより大きくなりました。このため、ラボの照明の条件にかかわらず画面を見やすくなっています。またスタンド付きのため、ハンズフリーで操作できます。





4 つの流量を同時に記録

GC のトラブルシューティング中に流量を確認する際、値を紙に記録する必要はありません。ADM フローメータでは、体積流量モードとマスフローモードで最大 4 つの流量値を記録できるため、GC のトラブルシューティングを簡単かつ迅速に実行できます。



ADM フローメータの新しいアダプタ

従来のフローメータアダプタに加えて、新たに 1/8 インチの Swagelok アダプタを使用できます。ラボの部品を使ってアダプタを自作する必要はありません。正確なガス流量で安心して使用できます。

シンプルな外観の真鍮製アダプタで、流量を測定するあらゆる場所に完全に接続できます。アダプタをフィットさせるためにチューブを伸ばすなどの作業に時間を費やす必要はありません。アダプタはフィットするように設計されているため、流量を毎回正確に測定できます。

アダプタ	部品番号	アダプタの画像
FID	5190-9576	
TCD	5190-9578	
スプリット ベント	5190-9580	
NPD	5190-9577	
ECD	5190-9579	

詰まっている場所を特定（GC のトラブルシューティング）

ガス流量の問題の原因はいくつかあり、フローメータがないと問題の発生場所の検出が難しい場合があります。ピークのシフトやベースラインノイズが発生したらキャリアガスが正常に流れていない可能性があります。ADM フローメータを使用すれば、問題がある場所を迅速に特定できるので、装置の稼働時間を延ばして生産性の向上が可能になります。

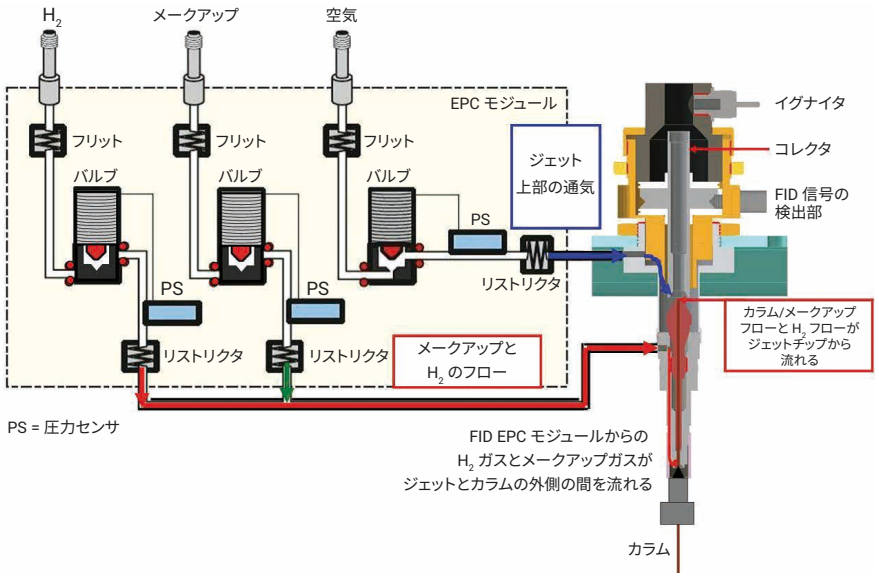
「Flow not Ready」の表示が消えない場合

GC 装置の準備ができていないために分析を実行できないというエラーは、ストレスがたまるものです。GC 画面に「Flow not Ready」というエラーメッセージが表示される場合は、いくつかの要因が考えられます。最も可能性が高いのは注入口周辺の詰まりや滞留です。この原因として考えられるのは、長期にわたるスプリットベントラインへの残留物の蓄積や、濃縮サンプルの注入です。

スプリットベント内の滞留を確認するには、1/8 インチの Swagelok アダプタを ADM フローメータに接続し、スプリットベントとセプタムパージベントで流量を測定します。設定値と実測値の流量の差が ±10 % ある場合は、ライン内で滞留が発生しているため、スプリットベントトラップの交換が必要です。サンプルの濃縮によってスプリットベントが詰まっていた場合は、ゴールドシールに滞留がないことを確認するのも重要です。また濃度の濃いサンプルの連続的な注入が必要な分析では、適切なライナを使用することも重要になります。

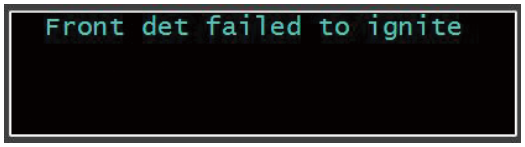
水素炎イオン化検出器（FID）

カラムからのフローには水素や空気が混じっており、炎によって熱分解されます。多くの有機化合物は燃焼によってイオンが発生します。これらのイオンは炎による導電性があります。この導電性により、有機化合物が炎を通過してピークを生成するときに信号出力が大きくなります。FID は炭化水素の感度が非常に高く、10^{-13} g/秒という超微量でも検出できます。



検出器の点火の問題

FID のガス流に関して最も発生しやすい問題は、FID が点火しなかったり、注入時に噴出したりすることです。

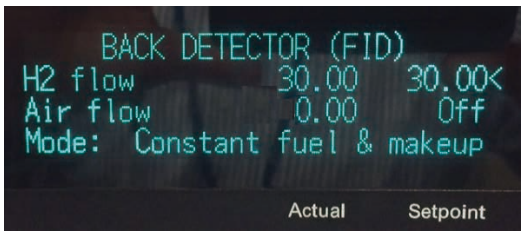


点火のしくみ

通常の点火のプロセスでは、検出器は温度が安定するまで待機状態となります。温度が設定ポイントで安定したら、水素流がオンになり、イグナイタグロープラグがオンになります。次に空気流がオンになり、設定ポイントまで徐々に上昇します。点火するとポンという音がします。この信号の出力が点火オフセット値と比較され、点火後の検出器の値が点火オフセット値より大きい場合はメークアップガスがオンになります。メークアップガスが流れたのち、信号の出力が点火オフセット値より高いままであれば、炎がオンになります（点火と判断）。出力が点火オフセットより小さい場合は炎がオフになり（点火せずと判断）、その後 2 回試行して点火しなければ「Front or Back Detector Failed to Ignite」というエラーメッセージが表示されます。

「Failure to Ignite」エラーの原因を特定するには、検出器のガス流の状況を確認する必要があります。

1. オーブンの温度を室温（25 ～ 30 ° C）まで下げます。
2. 炎を消します。
3. キャリアガスをオフにします。
4. 検出器へのすべてのフローをオフにします。
5. FID アダプタを用いて ADM フローメータを FID の上部に接続し、すべてのフローを 1 つずつオンにして確認します。設定値とフローメータの実測値に ±10 % の差がある場合は、FID ジェットに詰まりがあり、ライン内の滞留の原因になっている可能性が高くなります。



解決策：ジェットを洗浄または交換します。

すべての実測値が正しい場合は、点火オフセット値を確認します。点火オフセットのデフォルト値は 2.0 Pa です。出力がこの値以下の場合は GC の炎がオフになります。FID バックグラウンドが非常に低い、非常にクリーンなシステムでは、点火オフセットを 2.0 Pa 未満に設定して FID が再点火しないようにすることが必要な場合があります。

感度の問題

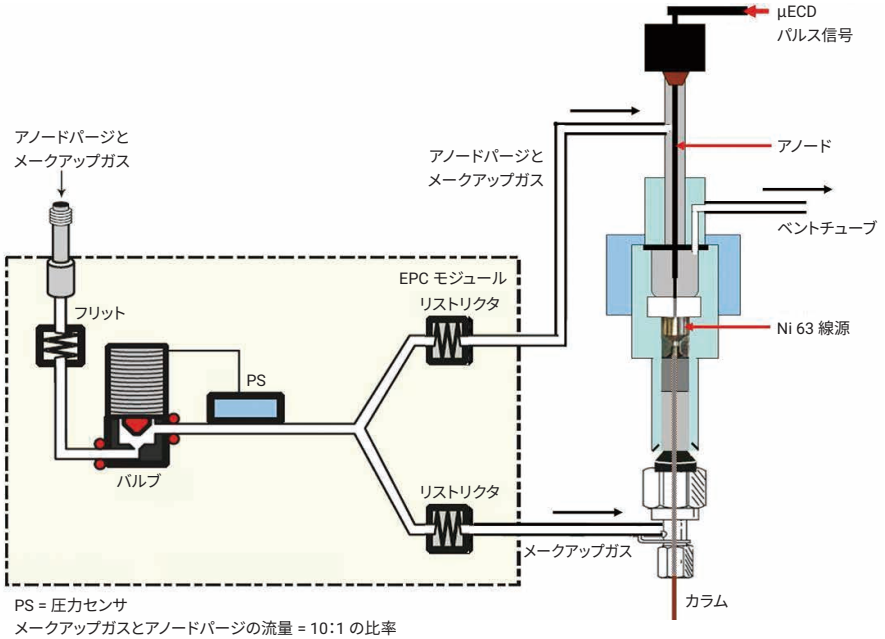
感度に問題がある場合は、問題の発生場所の特定が困難なことがあります。感度低下の原因には、ジェットの汚れやスプリットベントの詰まりの場合があります。感度低下の原因を確認するには、ADM フローメータを用いて、検出器とスプリットベントの流量をチェックします。スプリットベントの流量は、1/8 インチの Swagelok アダプタで簡単に確認できます。スプリットベントの圧力がカラムヘッド圧を超える場合は、スプリットベントトラップが詰まっている可能性があります。

マイクロ電子捕獲検出器（μECD）

μECD はハロゲン化化合物に対する選択性と感度が高いため、一般的に環境分析に使用されます。

動作の仕組み

1. ガス流が放射線源（多くの場合、ニッケル β エミッタ）の上を流れます。
2. エミッタからの電子によってキャリアガスとメークアップガス（通常は窒素）がイオン化され、連続バックグラウンドとして機能する検出可能な電流が発生します。
3. 負の電荷を持つ有機物や、ハロゲン化化合物がエミッタの上を流れると、遊離電子が捕獲されるため電流が低下します。電流低下の大きさは、ピークのサイズに比例します。



PS = 圧力センサ
メークアップガスとアノードパージの流量 = 10:1 の比率

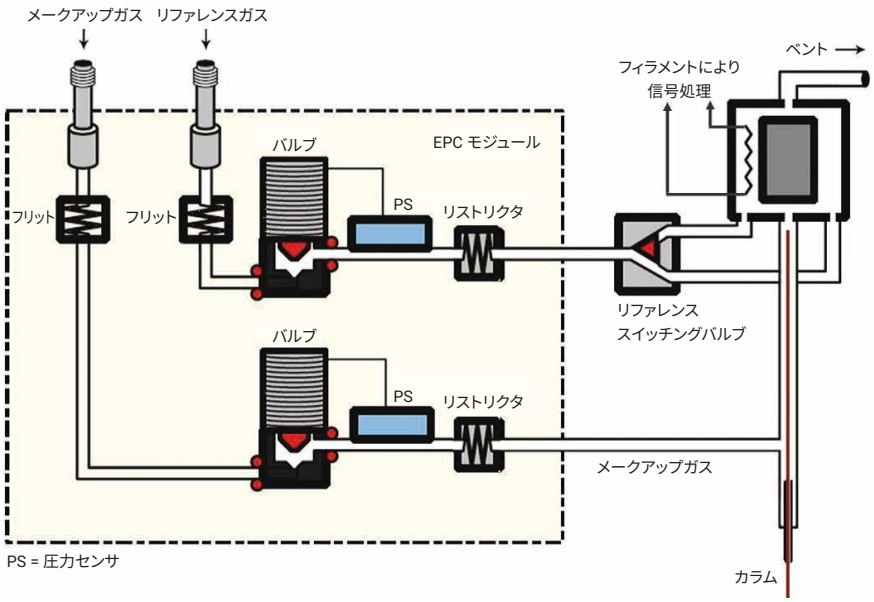
注意：検出器の分解、サーマルベイクアウト以外のクリーニング作業は、放射性物質の取り扱いについての訓練を受け、資格を持つ作業員のみが行ってください。作業中に微量の放射性 ^{63}Ni が漏れ出ることがあり、放射性物質による被爆の危険性があります。

β エミッタには放射性があるため、感度低下の原因として検出器を疑う前に、考えうるその他のあらゆる要素（スプリットベントの詰まり、ライナの汚れなど）をチェックすることが重要です。ECD は、クリーンなキャリアガスを使っていれば長期的に非常に安定しています。

1 つのメークアップガスのみを使用して検出可能な電流を生み出しているため、流量の変動が検出器の感度に影響します。メークアップガスの流量を測定するには、μECD アダプタで ADM フローメータと ECD を接続します。設定値とフローメータの実測値の間に ±10 % の差がある場合は、メークアップガスラインに問題がある可能性があります。空気トラップや水分トラップの色が変化していないか確認し、メークアップガスとしてきれいな窒素を使用していることを確認してください。ECD では 99.9995 % 以上の高純度キャリアガスが必要です。このため、ほんの少しの汚染でも感度の低下につながる可能性があります。

TCD（熱伝導度検出器）

TCD（別名カサロメーター）では、非破壊検出手法が使用されています。TCD はあらゆる化合物に適した優れた汎用検出器です。検出器の内部では、フィラメントの細い白金または金のワイヤが電気的に加熱されます。検出器にはスイッチングバルブが含まれており、これによって 2 つのガス流（バックグラウンドとして機能するリファレンスガスと、カラムからの溶出物と混合するメークアップガス）間で素早く切り替えられます。各ガスの熱伝導性が測定および比較され、メークアップガス流内の成分によって熱伝導率に違いが生まれ、これらが測定および定量されます。

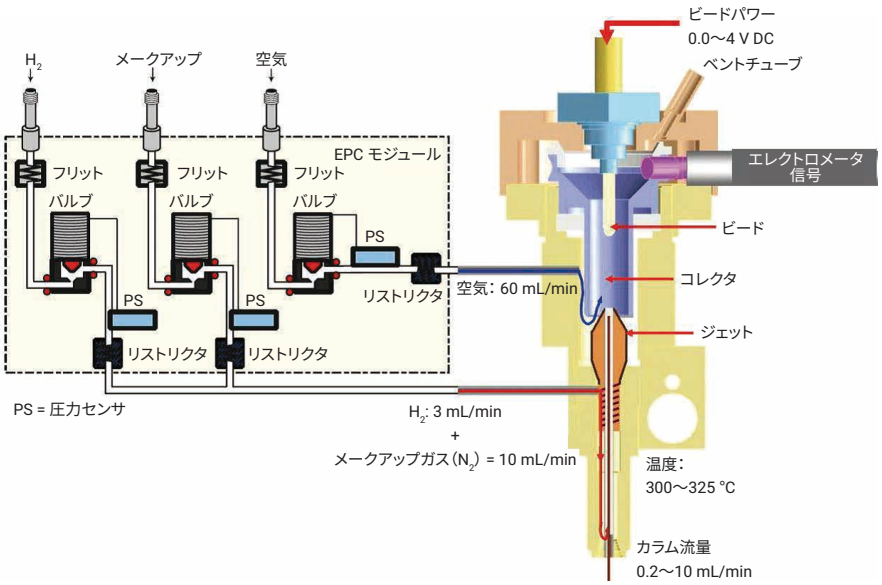


TCD の性質上、流出物、ガス流量やリークの変動を組み合わせてリファレンスガスとメークアップガスの耐性を比較すると、感度とクロマトグラムベースラインに影響します。TCD システムで空気リークが発生すると、ピークテーリングや不安定なベースラインなどのマイナスの影響がクロマトグラフィーに現れます。流量を確認するには、TCD アダプタで ADM フローメータを TCD に接続し、各フローを個別に測定します。設置値と測定値に 10 % 以上の差がある場合は、ガスラインでリークが発生している可能性があります。

窒素リン検出器（NPD）

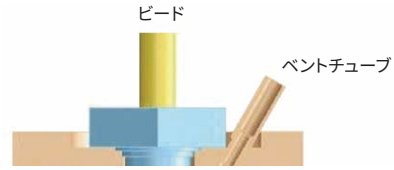
窒素リン検出器（NPD）は熱イオン専用検出器の一種です。成分は温度エネルギーによってイオン化され、窒素含有化合物とリン含有化合物に対して選択的になります。水素/空気の混合物はルビジウムまたはセシウムのビードによって加熱され、低温プラズマが形成されます。このプラズマの温度は 600 ° C ～ 800 ° C です。このプラズマから電子が放出され、アノードとカソードの間を流れます。FID と同様に、流出物が水素と混ざり、プラズマに曝露されます。アルカリ金属で覆われた高温のセラミックビードにより、イオン化が促進されます。窒素含有成分またはリン含有成分が存在する場合は、高温面と反応して電流測定値が上がります。

FID と比較した場合、この検出器の感度は窒素含有化合物に対しては 50 倍、リン含有化合物に対しては 500 倍です。



NPD での流量測定

NPD ジェットが詰まると、NPD から検出されなくなります。ジェットが詰まっているかどうかを確認するには、NPD でのすべての流量を測定することが重要です。NPD で流量を測定する場合は適切な手順に従ってください。セラミックインシュレータの周囲でガスのリークが発生し、測定エラーが発生する可能性があるためです。



1. ビード電圧をゼロに設定します。
2. 検出器の温度を室温（25 ～ 30 ° C）まで下げます。
3. ビードを除去します。
4. すべてのフローをオフにし、NPD アダプタを用いてそれらのフローを 1 つずつ測定します。

   - **空気の測定**
     空気はベントチューブからのみ測定できます。
   - **H_2 とメークアップガスの測定**
     NPD アダプタをコレクタに直接挿入します。



設定値と、フローメータの実測値の間に ±10 % の差がある場合は、NPD ジェットに詰まりがあり、ライン内の滞留の原因になっている可能性が高いと考えられます。

詳細

新しい ADM フローメータの詳細については、アジレントの Web サイトをご覧ください。
www.agilent.com/chem/jp

ホームページ
www.agilent.com/chem/jp

カストマコンタクトセンタ
0120-477-111
email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2016
Printed in Japan, November 30, 2016
5991-7685JAJP

Agilent Technologies