

Agilent 7667A

**ミニサーマルディソ
ーバー**

設置と操作

注意

© Agilent Technologies, Inc.
2012

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

G4370-90040

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 ミニサーマルディソーパーの概要 7
- ミニサーマルディソーパーを知ろう 7
- ミニサーマルディソーパー (Mini TD) 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

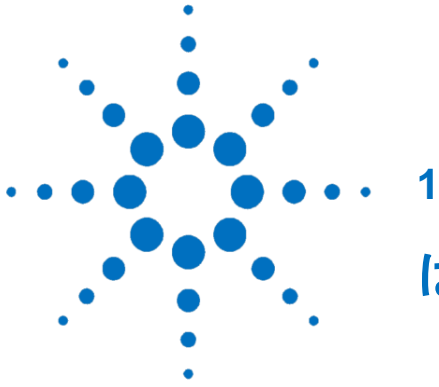
- 設置前の準備 20
 - 設置に必要な部品 20
 - 設置に必要な工具 24
 - 設置準備と確認 24
 - GC ファームウェアのバージョン更新 24
- G4370A の設置 25
 - 機器の準備 25
 - トランスファラインの 7820A GC スプリット/スプリットレス
注入口への接続 29
 - ケーブルとガスラインの接続 31
 - 7820A GC を操作可能な状態に戻す 31
- G4370M の設置 32
 - 機器の準備 33
 - G4370M の 5975T LTM GC/MSD への設置 32
 - ケーブルとガスラインの接続 34
 - 5975T LTM GC/MSD システムを操作可能な状態に戻す 35
- ディソープションチューブの交換 36
 - ディソープションチューブの取り付け 37
 - ディソープションチューブの取り外し 38
- 他の Agilent 気相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
ディソープション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 の操作 A.04.05	56
オンライン機器の開始	57
ガスタイ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
5. 定期メンテナンス	
消耗品リスト	73
ミニ TD ファームウェアの更新	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外し	74
注入ニードルアセンブリの取り付け	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 のトランスファラインからの取り 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か、ゼロである 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 ミニサーマルディソーパーの概要	7
ミニサーマルディソーパーを知ろう	7
ミニサーマルディソーパー (ミニ TD) 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 ミニサーマルディソーパー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。

7667A ミニサーマルディソーパーの概要

7667A ミニサーマルディソーパー（以下、“ミニ TD”）は、消費電力の少ない、小型の1段階サーマルディソーパーです。

7667A には、**エントリーバージョン**（G4370A）と**拡張バージョン**（G4370M）の2つのバージョンがあります。

エントリーバージョン（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。

拡張バージョン（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 気相製品とも組み合わせて使用できます。

ミニサーマルディソーパーを知ろう



図1 エントリーバージョンのミニサーマルディソーパー（G4370A）の外観



図 2 拡張バージョンのミニサーマルディソーパー（G4370M）の外観

ミニサーマルディソーパー（ミニ TD）の動作原理

ミニ TD には、サンプリングモード、ディソープションモード、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離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、ドライパージ、脱離、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、ディソーパー付属のサンプリングポンプでサンプルガスを抽出し、ミニ 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、ディソープションチューブに吸収されます。エントリーバージョン 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。

ディソープションモード：ディソープションモードでは、ディソーパーは脱離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、ドライパージ、脱離、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、サンプル脱離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。ディソーパーとディソープション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

- 必須プロセス
- オプションプロセス
- 7820A GC 側の作業
- ユーザー側の作業

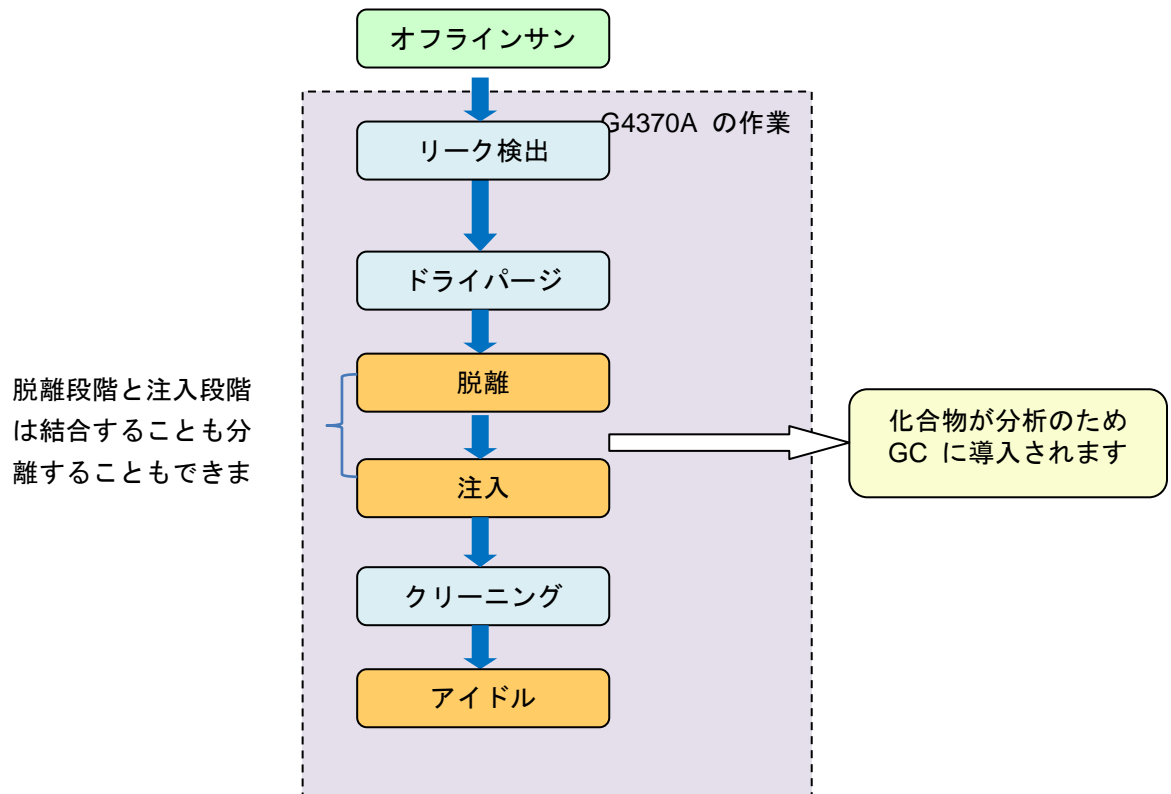


図 3 G4370A のワークフローチャート

リーク検出： エントリーバージョン G4370A では、この段階はドライパーズ段階の前になります。

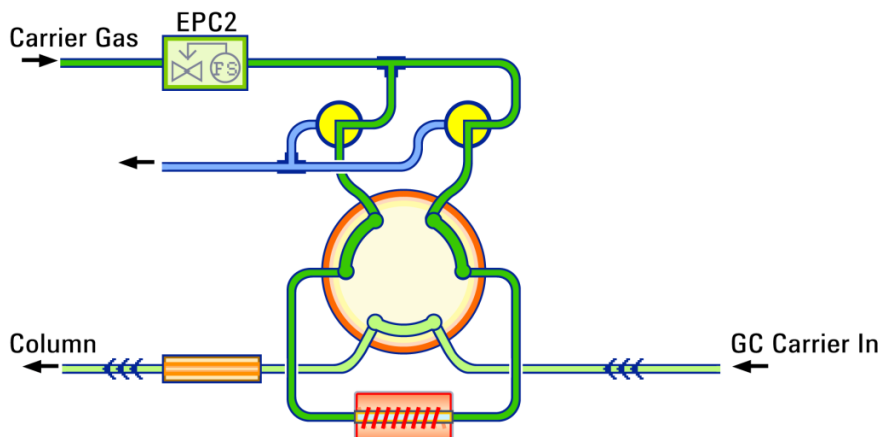


図 4 G4370A のリーク検出の概略図

ドライパーズ段階：ドライパーズ段階は、サンプリングとリーク検出の完了後に開始します（リーク検出がオンの場合）。このプロセスでは、キャリアガスをチューブにパーズし、チューブ内の空気と水分を除去します。これにより、脱離前のディソープションチューブが比較的清浄な状態になります。必要に応じて、パラメータを指定します。

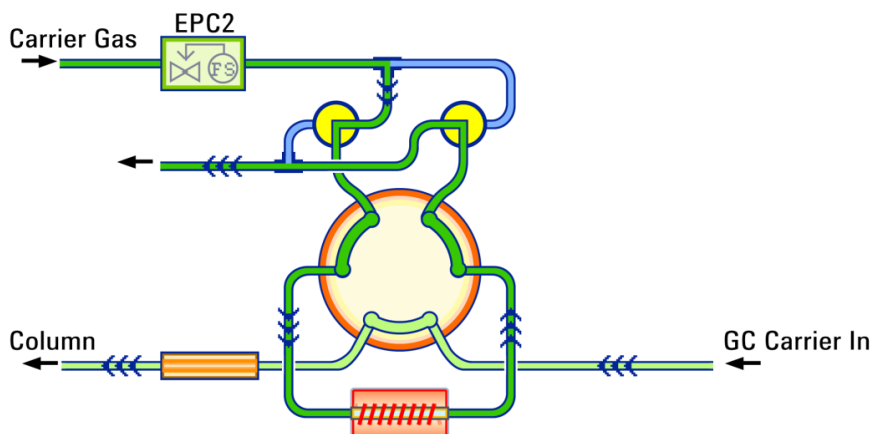


図 5 G4370A のドライパーズ段階の概略図

脱離および注入段階：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、脱離プロセスと注入プロセスの分離または結合を選択できます。2つのプロセスを分離した場合：ディソーパーは、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離され、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つのプロセスを結合した場合：注入段階が始まるとすぐに、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、脱離されるとすぐに GC 注入口にパージされます。この脱離方法は、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。

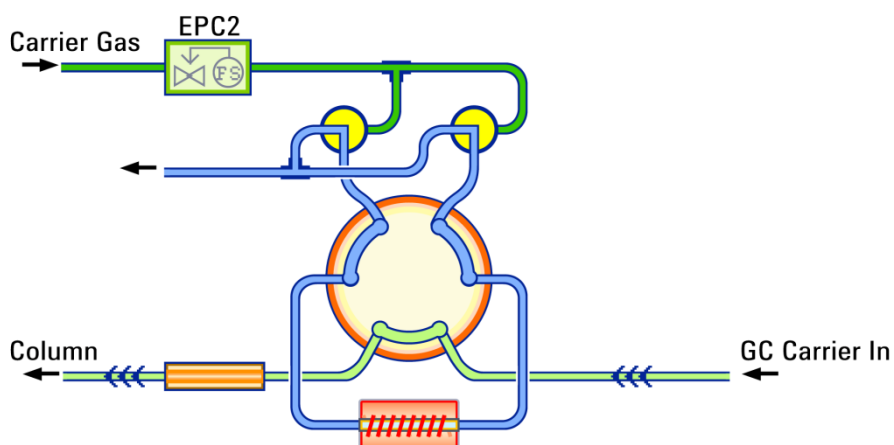


図 6 G4370A の脱離段階の概略図

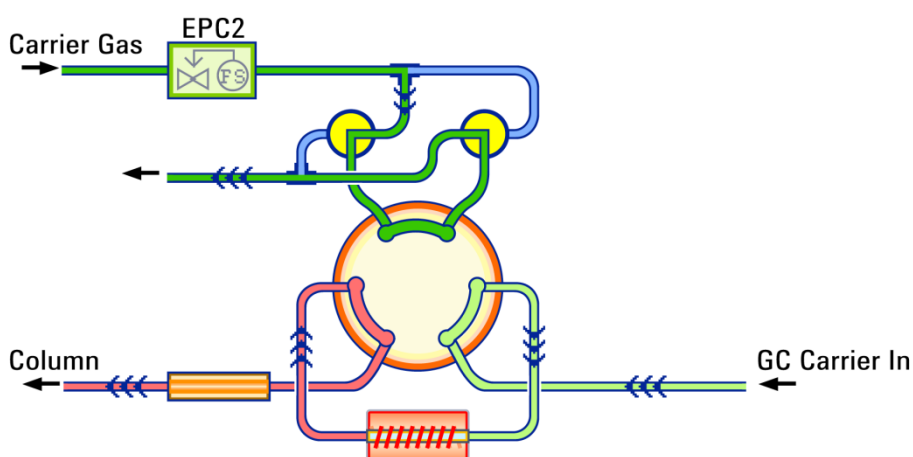


図 7 G4370A の注入段階の概略図

クリーニング段階: 脱離段階の後も、残留サンプルがディソープションチューブに残っている場合があります。残留物が後続の脱離に影響しないよう、ディソープションチューブを高温で洗浄する必要があります。クリーニング段階は、脱離段階よりも実行時間を長くし（2～4分）、より高流量（150～200 mL/min）かつ非常に高温（320℃程度で、ディソープション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、ディソープションチューブの説明を参照）で実行する必要があります。

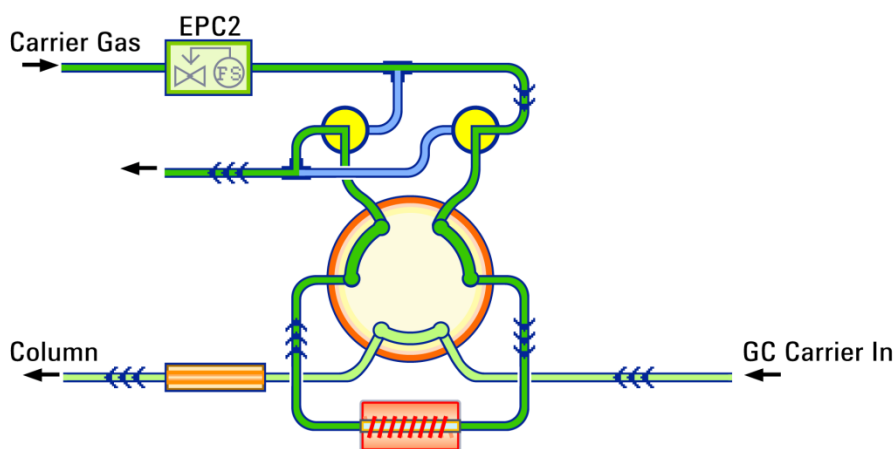


図 8 G4370A のクリーニング段階の概略図

アイドル段階:

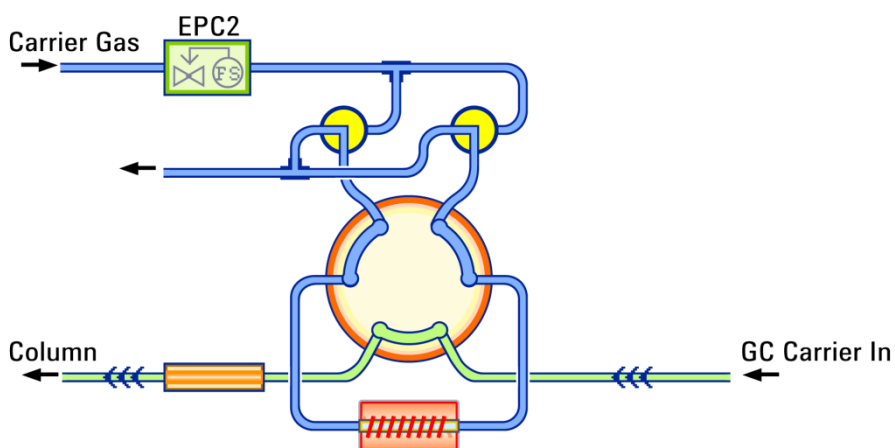


図 9 G4370A のアイドル段階の概略図

G4370M のワークフローチャート

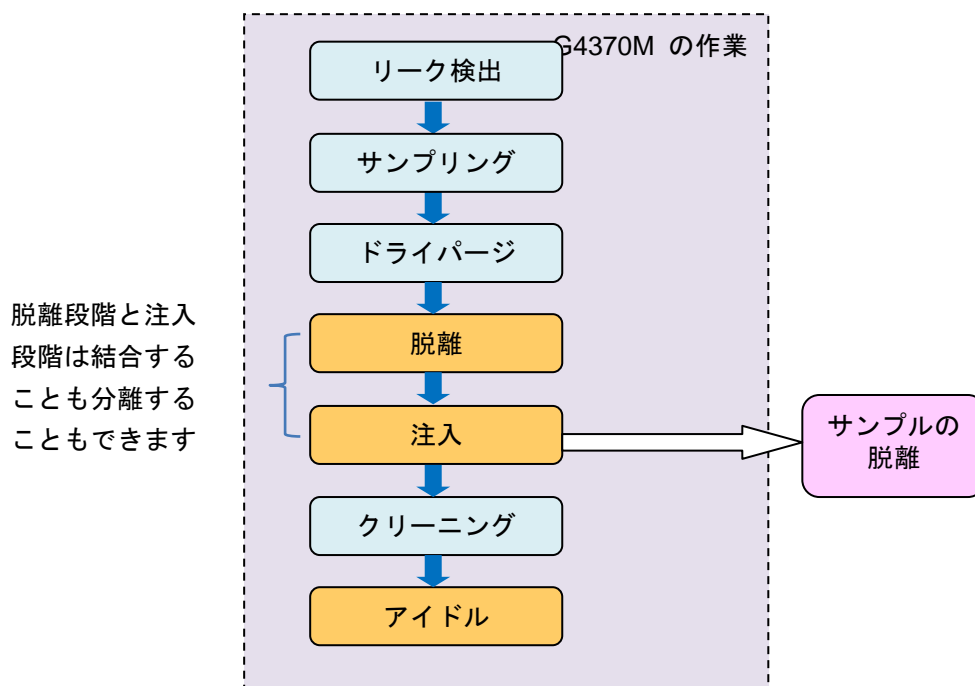


図 10 G4370M のワークフローチャート

リーク検出: 拡張バージョン G4370M では、この段階はサンプルング段階の前になります。

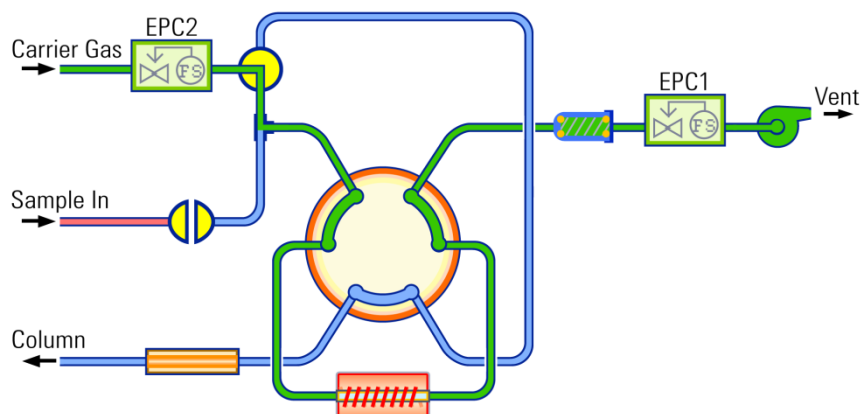


図 11 G4370M のリーク検出の概略図

サンプリング段階：サンプリングは、ミニサーマルディソーパーのワークフローの最初の段階になります。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収されます。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。

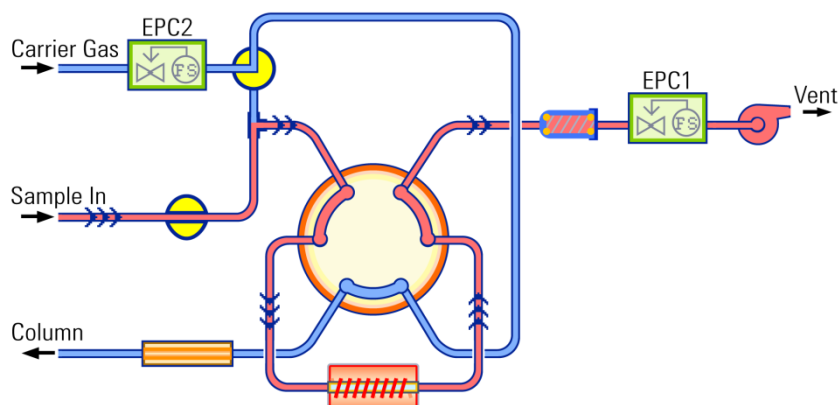


図 12 G4370M のサンプリング段階の概略図

ドライパージ段階：ドライパージ段階は、サンプリングとリーク検出の完了後に開始します（リーク検出がオンの場合）。このプロセスでは、キャリアガスをチューブにパージし、チューブ内の空気と水分を除去します。これにより、脱離前のディソープションチューブが比較的清浄な状態になります。必要に応じて、パラメータを指定します。

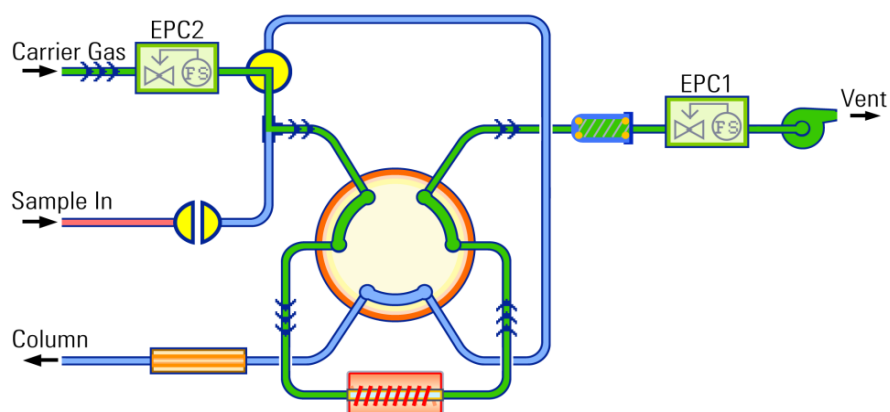


図 13 G4370M のドライパージ段階の概略図

脱離および注入段階: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、脱離プロセスと注入プロセスの分離または結合を選択できます。2つのプロセスを分離した場合：ディソーパーは、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離され、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つのプロセスを結合した場合：注入段階が始まるとすぐに、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、脱離されるとすぐに GC 注入口にページされます。この脱離方法は、沸点の高いターゲット成分のキャリアオーバーの減少に有効です。

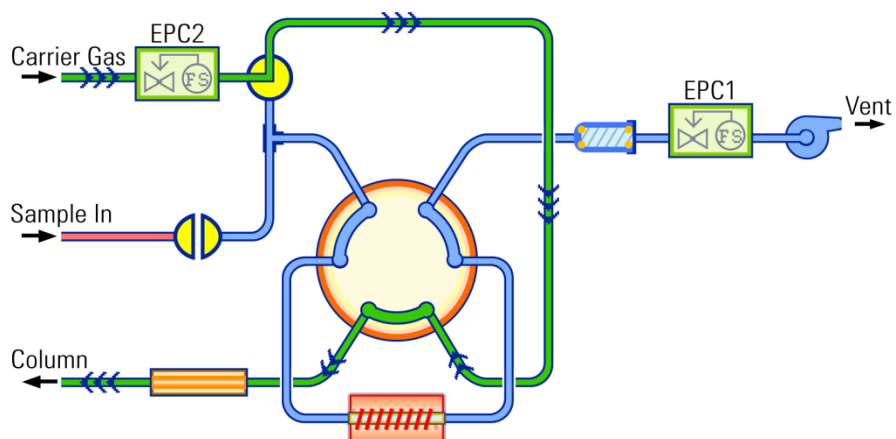


図 14 G4370M の脱離段階の概略図

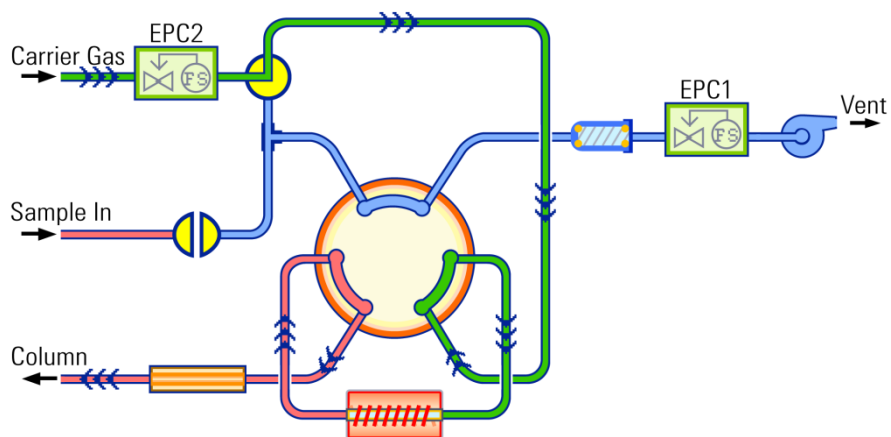


図 15 G4370M の注入段階の概略図

クリーニング段階：脱離段階の後も、残留サンプルがディソープションチューブに残っている場合があります。残留物が後続の脱離に影響しないよう、ディソープションチューブを高温で洗浄する必要があります。クリーニング段階は、脱離段階よりも実行時間を長くし（2～4分）、より高流量（150～200 mL/min）かつ非常に高温（320℃程度で、ディソープション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、ディソープションチューブの説明を参照）で実行する必要があります。

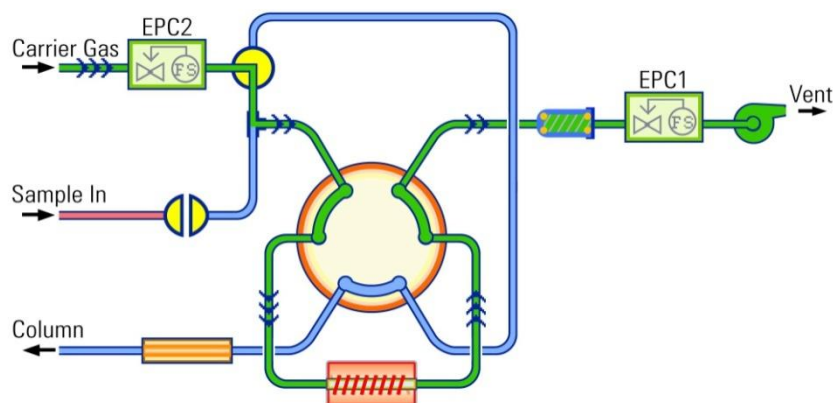


図 16 G4370M のクリーニング段階のバルブ図

アイドル段階

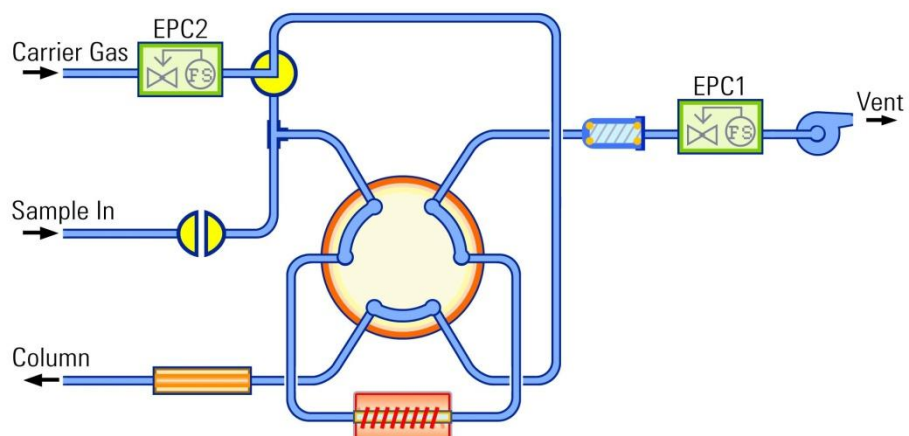


図 17 G4370M のアイドル段階バルブ図

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、現在の脱離が完全に終了し、ミニ TD と GC がともに準備状態とアイドル状態に戻るまで、次の脱離は開始しません。サンプルのオーバーラップモードでは、ミニ TD は現在の GC 分析を実行中に次のサンプル脱離の準備を開始します。

GC の作動サイクルがミニ 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ディソーパーの使用効率を大幅に改善できます。



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 ファ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
ディソープションチューブの交換	36
ディソープションチューブの取り付け	36
ディソープションチューブの取り外し	38
他の Agilent 気相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、およびミニ 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 とミニ 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
トランスファライン サポートアセンブリ	G3504-60620	各 1
O-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
シリンジ 10 µL 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) ステン レススチール	0100-0050	各 1
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 SST	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
O-リング、内径 0.239 インチ (6.071 mm)	0905-1820	2 個入り
トランスファライン用セブタムリテナナット	G3452-60835	各 1

表 2 G4370M の出荷キット

説明	部品番号	個数
O-リング、内径 0.239 インチ (6.071 mm)	0905-1820	2 個入り
O-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
シリンジ 10 µL 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
機械ネジアセンブリ 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

説明	部品番号	個数
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
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 その他の付属品

説明	部品番号	個数
1/8" ODx250cm 銅チューブコイルアセンブリ	G1530-61100	各 1
酢酸エチル 10 ミリリットル琥珀色アンプル	G4370-85002	各 1
7667A 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)

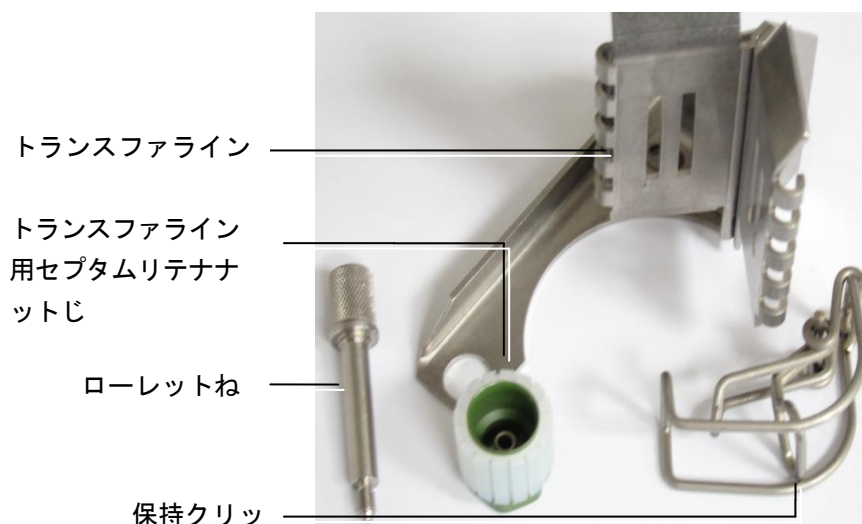


O-リング 2-010 (P/N 0905-1820 密封バッグ入り)
O-リング 2-012 (P/N 0905-1819 密封バッグ入り)



PTFE フィルタディスク (MKI-U-DISK3)

G4370A の取り付け部品



トランスファライン

トランスファライン
用セプタムリテナナ
ットジ

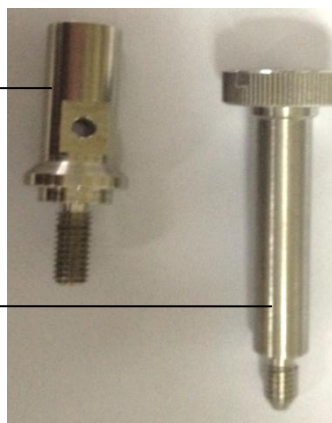
ローレットね

保持クリッ

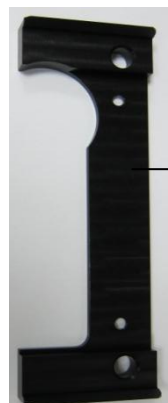
トランスファライン サポートアセンブリ (P/N G3504-60620)

G4370M の取り付け部品

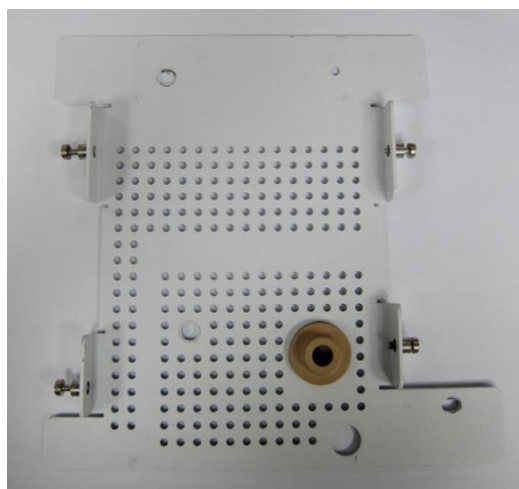
取り付けポール
(P/N G4370-20456)



取り付けポールアセ
ンブリ
(P/N G4370-60020)



フット
(P/N G4370-20600)



75t ベースアセンブリ (P/N G4370-60650)



注入ニードルアセンブリ (P/N G4372-60015)

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)
- ウェ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 (顧客または FSEs により作製)
- 5/16 (G4370A のため、お客様または FSEs により調製)

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、必要な工具は準備されています。

GC ファームウェアのバージョン更新

ミニ TD では、7820A GC ファームウェアは [A.01.12.004](#) 以上、5975T 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) 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

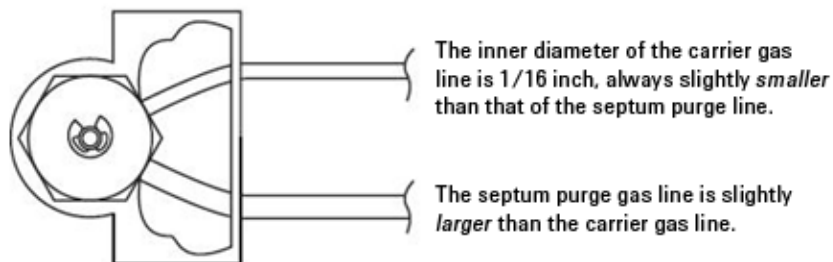
機器の準備

この手順では、Agilent **7820A GC** を G4370A の設置用に準備する方法を説明します。

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。

- GC 注入口、検出器、オーブンの温度を**室温**に設定します。
- ガス供給をすべて閉じます。
- オートサンプラ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。
- 注入口キャリアガスラインを探します。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、オープ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 セプタムパージベントラインもあります。セプタムパ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パージベントまで達しています。

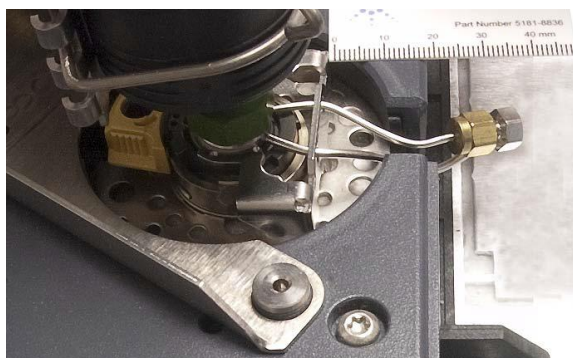


- 精密チューブカッターを使用して、注入口までのびるキャリアガスラインを、セプタムヘッドから約 3 ~ 5 cm の場所で切断します。

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 0100-0053)、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プ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。

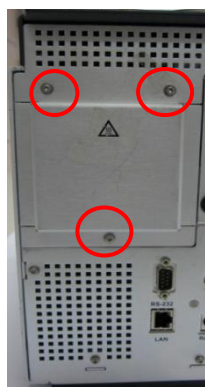
注記

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再構築できるはずですが。

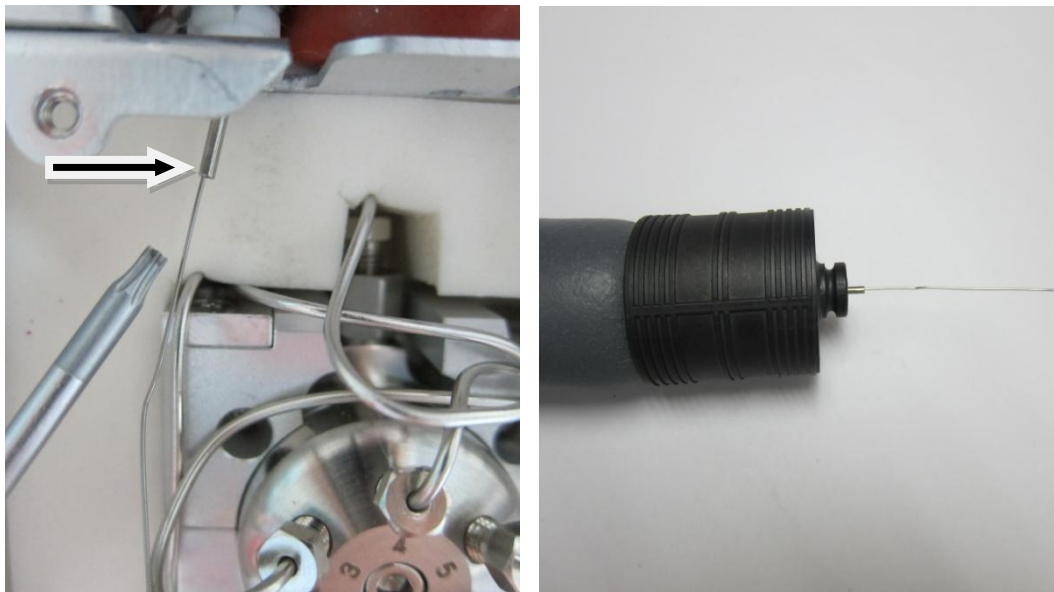
- 1/16 インチ Swagelok ユニオンの残り半分を使用して、EPC モジュールからのキャリアガスチューブ (ステップ5で準備) を、ステンレススチールフレア管の細い側 (1/16 インチ) に接続します。
- 1/16 インチ Swagelok ナット (P/N 0100-0053) とフェラル (P/N 0100-1490) を使用して、1/16 インチステンレススチール管のもう一方の端を G4370A の 1/16 インチキャリアガスインターフェイスに接続します。
- フロント注入口に漏れがないか調べます。『7820A GC トラブルシューティング』を参照してください。

トランスファラインへのステンレススチール管シームレスの取り付け

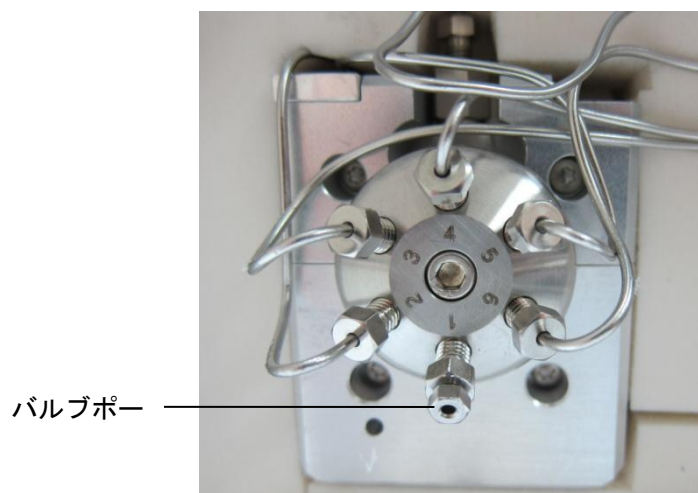
- G4370A の加熱部を室温まで冷却します。図に示すように3本のネジを外し、バルブボックスのカバーと断熱綿を取り外します。



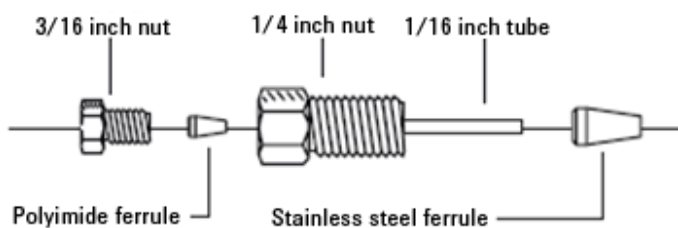
- 長さ約1メートルのステンレススチール管シームレス (G4370-20039) をロック解除します。配管を6ポートバルブに近い側からトランスファラインに静かに通して、反対側から6 cm ほど出るようにします。



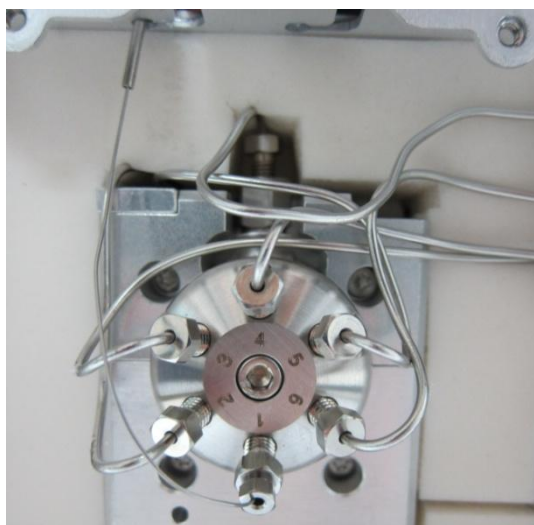
- 1/4 オープンエンドスパナを使用して、バルブポート1の 1/16 インチプラグを取り外します (下の写真を参照)。プラグは、将来使うために保管します。



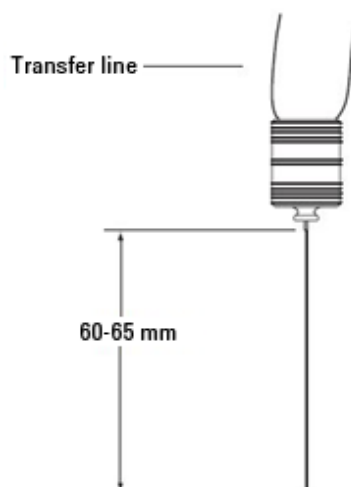
4. 図に従ってステンレススチール管シームレスを組み立てます。



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、トランスファラインから 60 ~ 65 mm 出るようにします。



トランスファラインの 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トランスファ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。

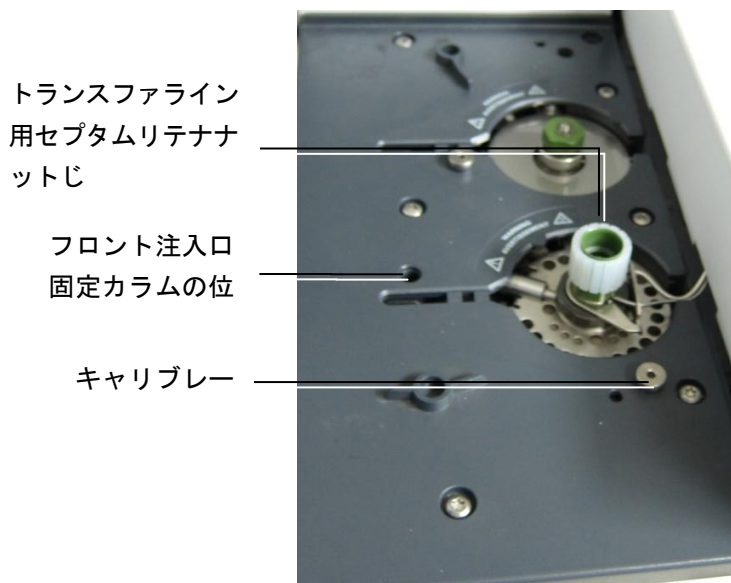


図 18 ブラケットの取り付け位置。図は、7820A の注入口キャリアガスカバーを示しています。

4. ミニ TD の出荷キットで提供されているローレットねじ（トランスファライン 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. トランスファラインの先端を注入口に差し込みます。
7. トランスファ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トランスファラインを支持するようにします。

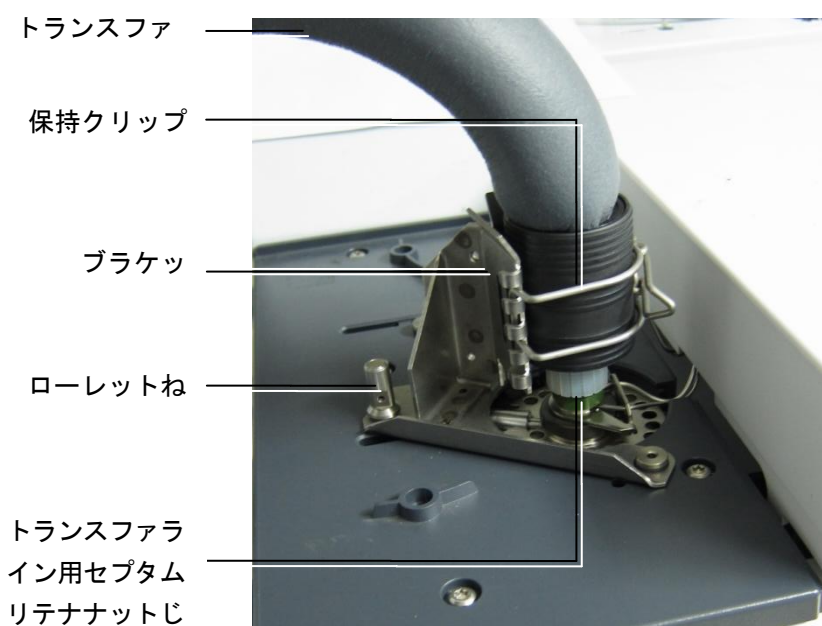


図 19 7820A の注入口に取り付けたトランスファライン

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。

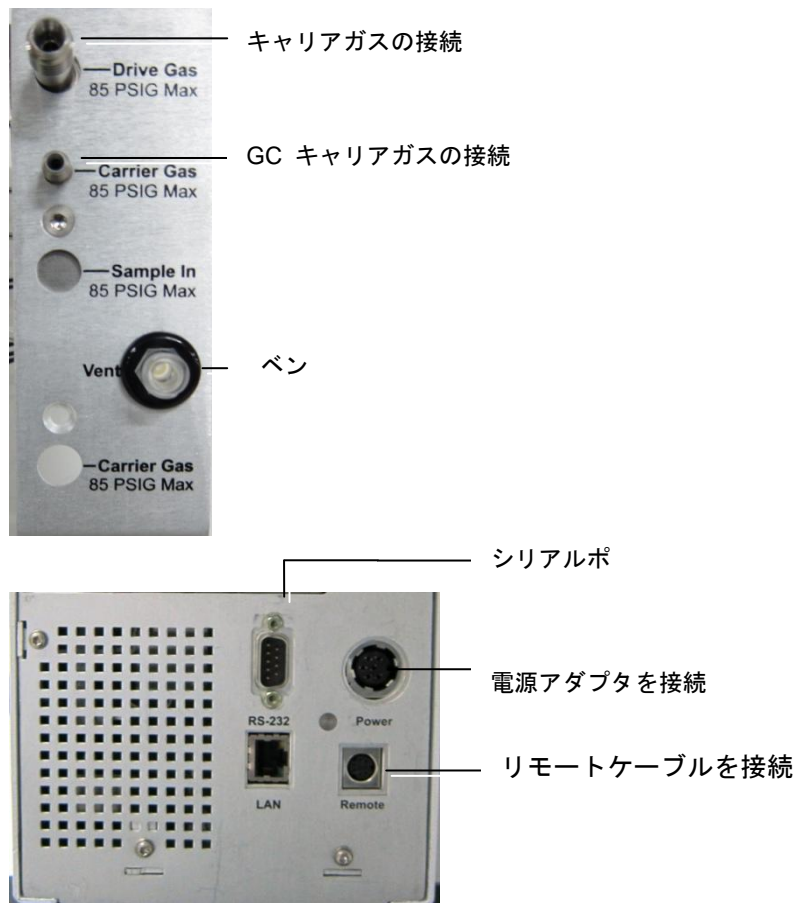


図 20 G4370A のケーブルとガスライン インターフェイスの概略図

警告

ミニ 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** を **G4370M** の設置用に準備する方法を説明します。

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。

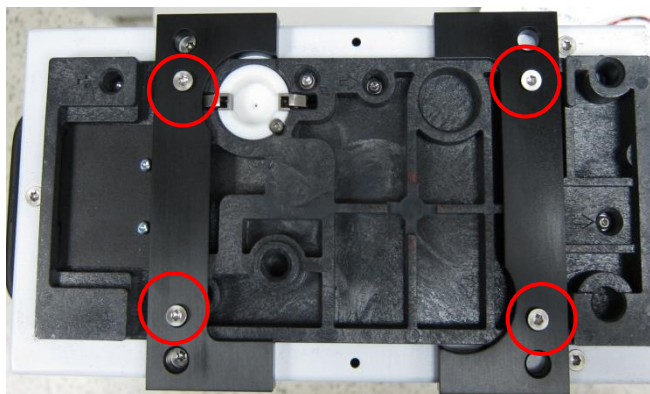
注意

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、ミニ TD が故障する可能性があります。オートサンプラの取り付けポストは取り外してください。

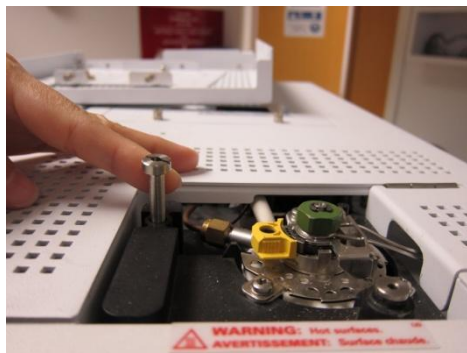
1. 注入口とオープンを室温まで冷却します。
2. ガス供給をすべて閉じます。
3. **5975T LTM GC/MSD** にオートサンプラが取り付けられている場合は、オートサンプラとその取り付けポストを取り外します。

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。



- 固定コラム 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。



- サイド カバーを開けて、下部ブラケットアセンブリ (PN : G4370-60650) 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。

- 固定コラム 2 を固定コラムの位置に差し込み、手で締めます。
- ブラケットアセンブリを M4x12 mm の 2 本のネジで固定します。

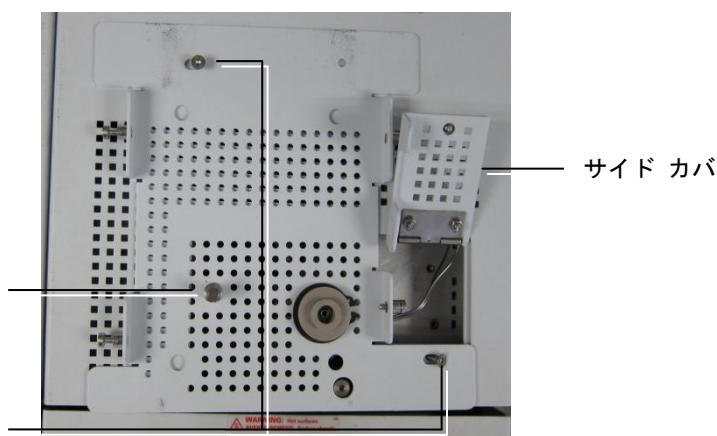


図 21 固定ネジの位置。この図は、G4370M が設置された状態の図と置き換えてください。

- 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 ミニ 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。

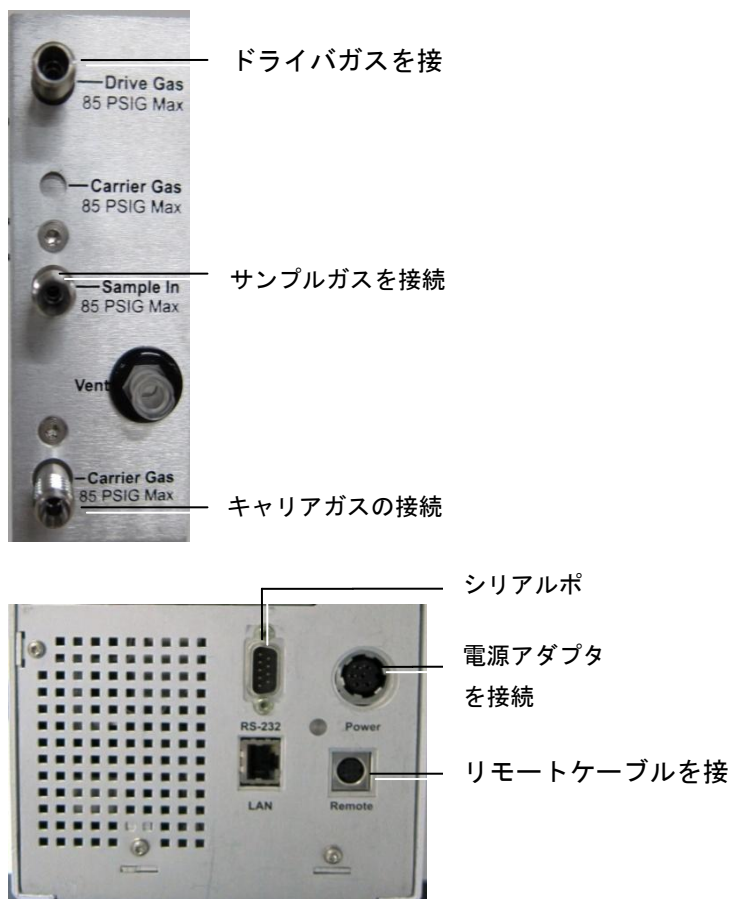


図 23 ケーブルとガスライン インターフェイスの概略図

警告

ミニ 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

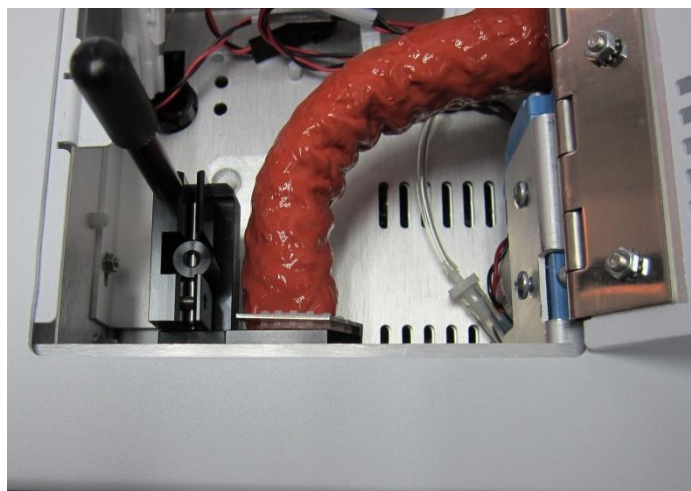
ディソーパーをサンプリングガス供給と接続する際、チューブの長さや内径が最大サンプリング流量に影響を与えます。Agilent では、内径 1/8 インチ (3.175 mm) 未満、長さ 10 メートル未満のチューブの使用を推奨します。これに従わないと、サンプリング流量が Agilent で公開している仕様を満たさない可能性があります。

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、注入スライダをロック解除して、注入スライダを低注入位置に押し下げます。

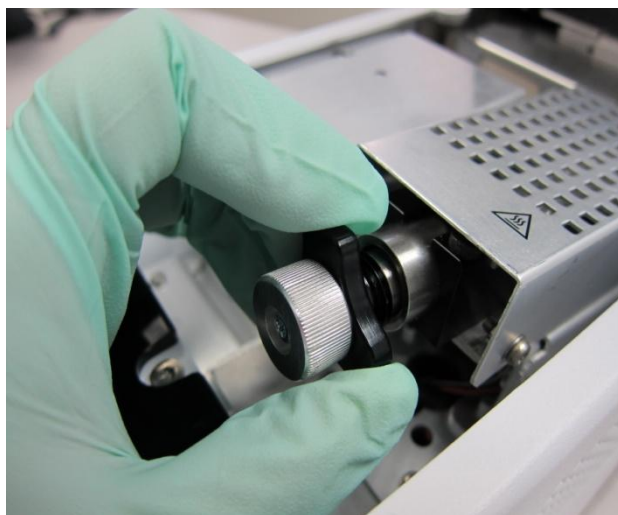


3. ロッキングハンドルを回してロック位置まで戻します。
4. サイドドアを閉じます。G4370M の設置が完了しました。
5. ガス供給をオンにします。
6. 5975T LTM GC/MSD の注入口とオーブンの温度を操作可能な状態に戻します。

ディソープションチューブの交換

ディソープションチューブの取り付け

1. ディソーパーの上部カバーを開け、三角ナットを反時計回りに緩めて、ディソープションチューブ アセンブリを引き抜きます。



2. ディソープションチューブのロックナットを取り外します。



ディソープション
チューブのロック

3. ディソープションチューブ、ディソープションチューブ 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。



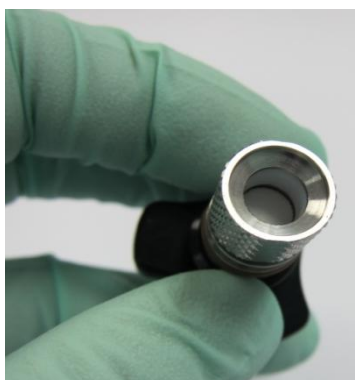
フィルタ

キャッチフェラル

O-リング

チューブ

4. 図の順番に従い、ディソープション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、ディソープションチューブのロック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 O-リングをディソープションチューブの先端にセットします。
 - ディソープションチューブの先端をロックングナットに差し込みます。ロックングナットを手またはチューブ固定ツール (P/N G4372-20048) で締めて、チューブが抜けないようにします。



1



2



3



4

5. ディソープションチューブ部品をディソーパーに差し込み、三角ナットを手で締めます。

ディソープションチューブの取り外し

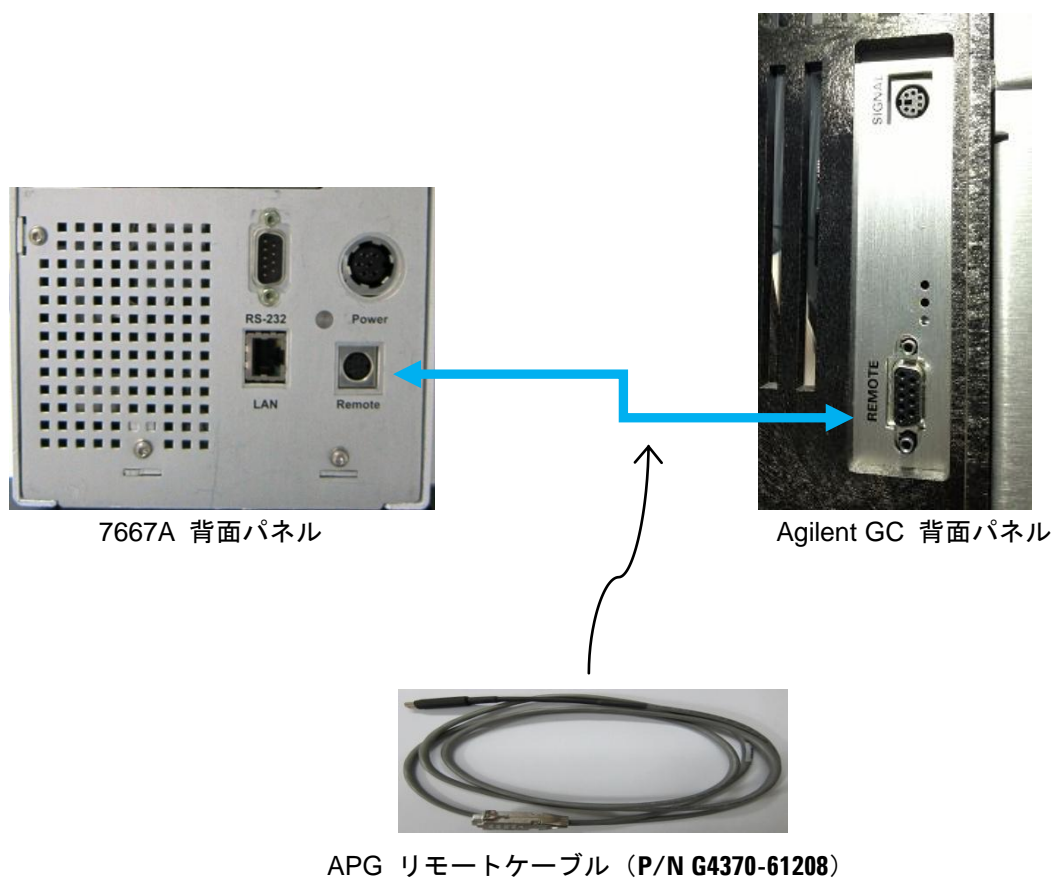
警告

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. ディソーパー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、ディソープションチューブの部品を抜きます。
2. ディソープションチューブのロックナットを 30 度緩め、ディソープションチューブを引き抜きます。



他の Agilent 気相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

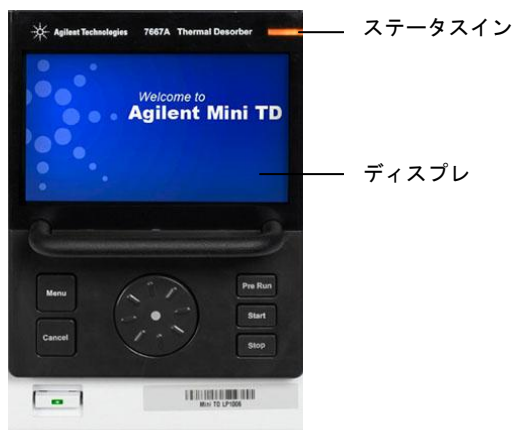


図 24 コントロールパネルの概略図

ミニ TD の現在の状態がステータスインジケータによって示されます。

- 緑は、実行中を示します。
- 黄色は、ミニ TD の準備ができていないことを示します (図を参照)。
- 赤は、ミニ 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、サンプリング脱離前の下準備で、メソッドの実行と実行停止に使用します。



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

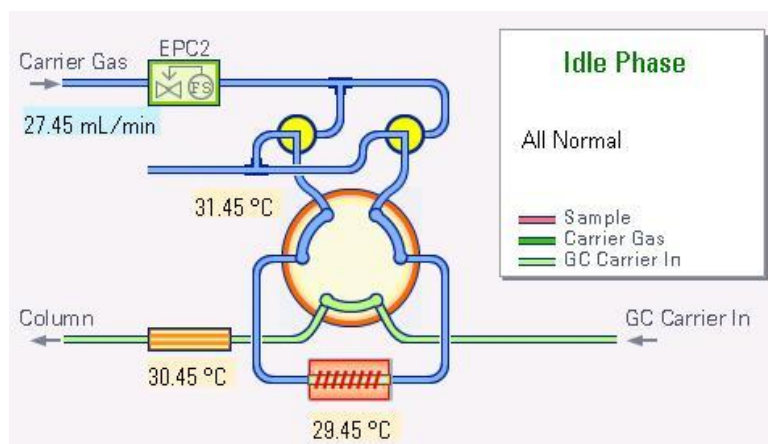
メニューキー、キャンセルキー、タレット



メニュー (Menu)	このキーを押すと、メインメニューに移ります。
キャンセル (Cancel)	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。
ダイヤル/Enter	ダイヤルを回して、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。1つは“フローダイアグラム”、もう1つは“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。

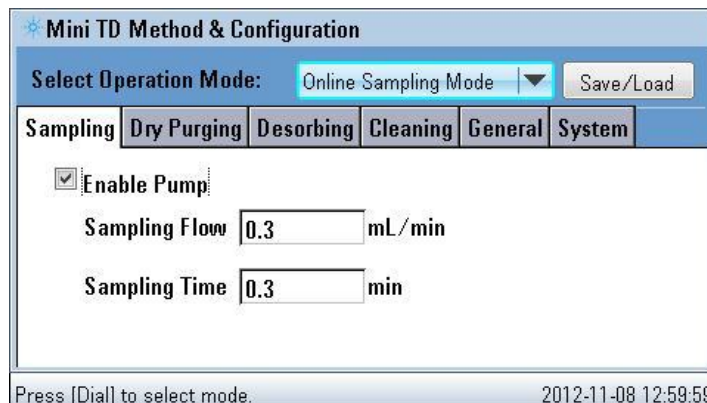
表 4 ミニ TD 設定パラメータの一覧

パラメータ	範囲	説明
操作モードの選択	オンライン サンプルングモード ディソープションモード 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。
サンプリング		
ポンプを有効にする	<input checked="" type="checkbox"/> / <input type="checkbox"/>	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	サンプリング前のディソーパー準備時間を指定します。
ドライパージ		
ドライパージを有効にする	<input checked="" type="checkbox"/> / <input type="checkbox"/>	この機能を有効/無効にします。
ドライパージ流量	0 ~ 200 mL/min	ドライパージのガス流量を指定します。
ドライパージ時間	0 ~ 100 分	ドライパージプロセスの継続時間を指定します。
脱離		
チューブ温度	<input checked="" type="checkbox"/> / <input type="checkbox"/> ≤325°C	オン/オフ ディソープション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	<input checked="" type="checkbox"/> / <input type="checkbox"/> 0 ~ 100 分	注入機能をオン/オフにします。 注入の継続時間を指定します (単位: 分)
昇温速度	0 ~ 500 °C/分	一次昇温速度を指定します。
クリーニング		
クリーニングを有効にする	<input checked="" type="checkbox"/> / <input type="checkbox"/>	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	ミニ 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	ミニ TD のクリーニングの温度を指定します。
一般		
リーク検出を有効にする	<input checked="" type="checkbox"/> / <input type="checkbox"/>	この機能を有効/無効にします。
トランスファライン温度	≤200°C	トランスファ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。
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。

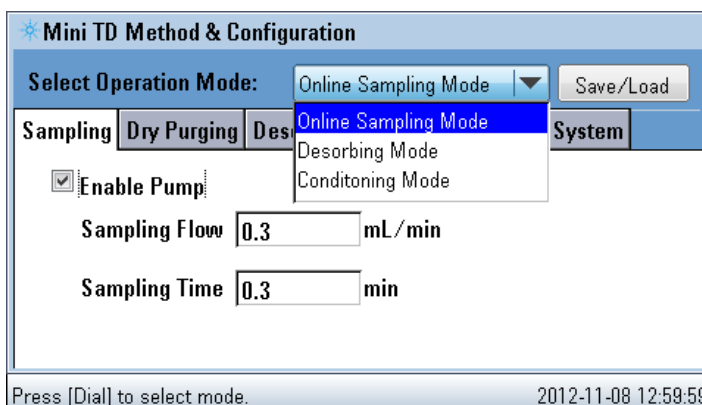
* サンプリング流量の範囲は、気圧の影響を受けます。高地では、最大サンプリング流量が低下します。

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ヤルを合わせて、Enter を押します。



3. ダイヤルを回して希望の操作モードを選択し、Enter を押します。
4. ダイヤ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. ダイヤルを回して、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/オフにします。
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. ダイヤルを回して、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）。

Mini TD Method & Configuration

Select Operation Mode: Online Sampling Mode Save/Load

Sampling Dry Purging Desorbing Cleaning General System

Enable Pump

Sampling Flow 0.3 mL/min

Sampling Time 0.3 min

Press [Dial] to select mode. 2012-11-08 12:59:59

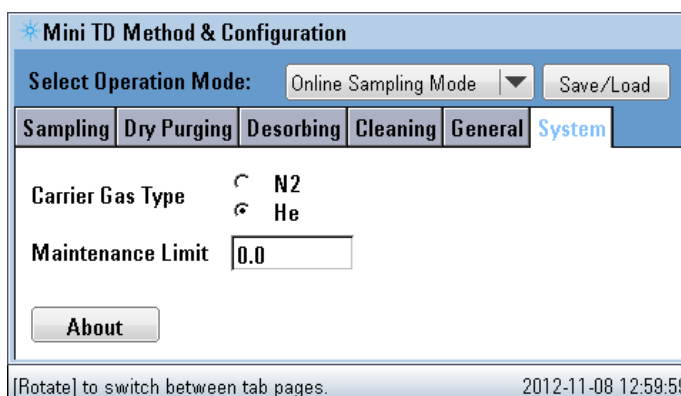
キャリアガスタイプをコンフィグレーションするには

警告

ミニ 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る必要があります。

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。

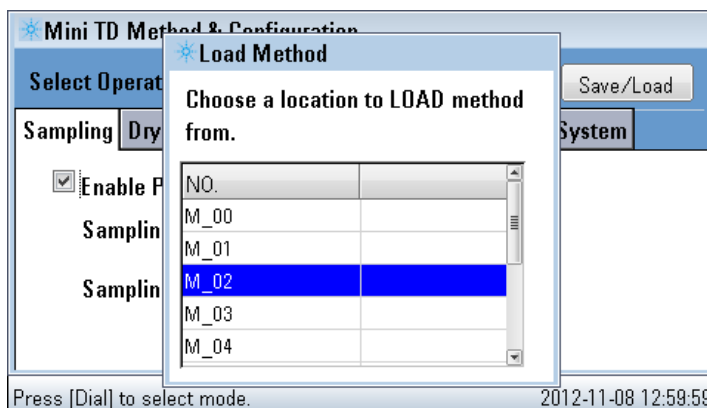
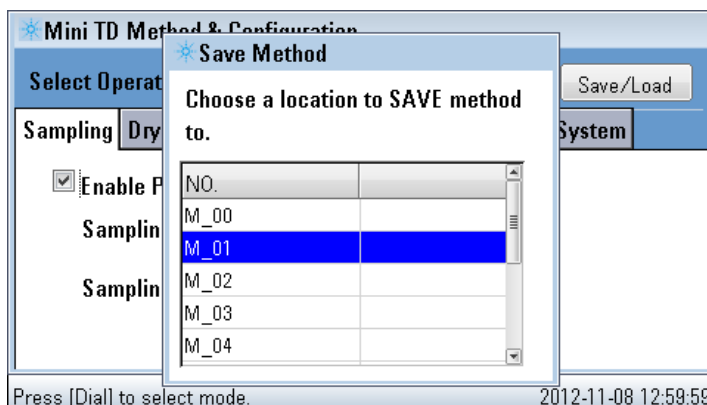
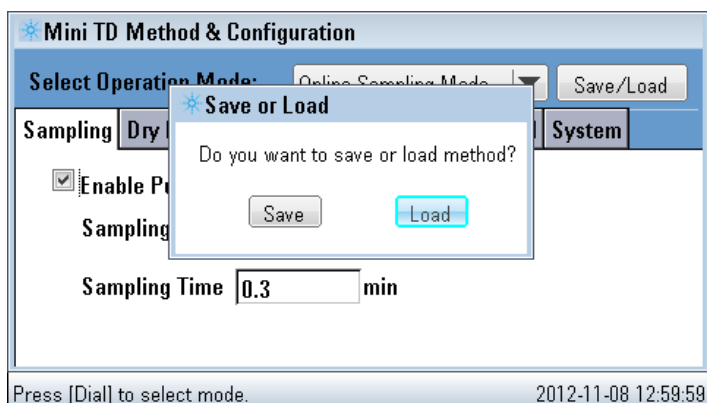
1. [メニュー (Menu)] を 2 回押します。
2. ダイアルを回して、“システム”ページを選択します。
3. ダイアルを押して、キャリアガスタイプの選択テーブルに入ります。
4. ダイアルを回して、希望のキャリアガスタイプを選択します。
5. ダイアルを押して、選択を確認します。



メソッドの読み込み/保存を行うには

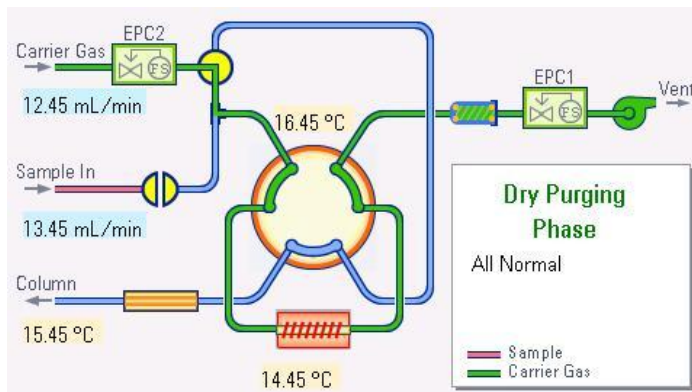
メソッドの読み込み/保存を行うには：

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。

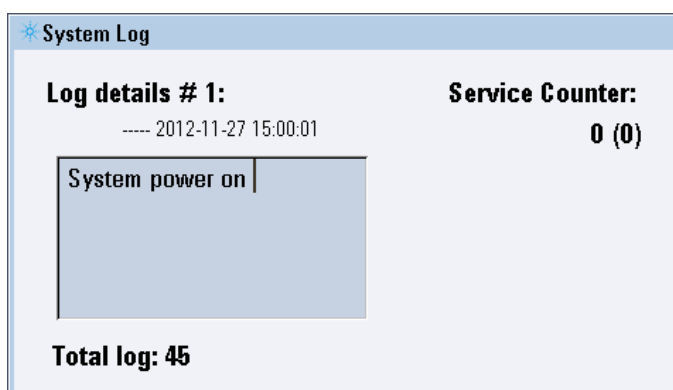


ログ

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IAL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
ディソープションチューブ 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 ミニサーマルディソーパー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 μ 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
- ディソープションチューブ P/N C-TBP1TC (詳細は「付録」を参照)

ディソープションチューブのコンディショニング

ディソープションチューブが正常に機能するよう、サンプル脱離の初回実行前にディソープションチューブのコンディショニングを実行します。

1. ディソープションチューブを取り付けます(このマニュアルの「[ディソープションチューブの交換](#)」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「[7667A 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 ミニ TD の推奨コンディショニングメソッド

パラメータ	G4370A	G4370M
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、MassHunter) 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 7820A 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作成します。

表 6 ミニ 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
サンプリング	オフ	オフ
リーク検出	オン	オン
ドライパージを有効にする	オン	オン
ドライパージ流量	100 mL/min	100 mL/min
ドライパージ時間	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	コンスタントメイクアップ フロー
メイクアップ流量	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. ディソーパーの上部カバーを開き、三角ナットを緩めて、ディソープションチューブ アセンブリを引き抜きます。
3. ディソープション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 µl 吸引します。
5. チェックアウトサンプルを、溝の付いた端からディソープションチューブに注入します。
6. ディソープションチューブをディソーパーに挿入し、三角ナットを手で締めます。
7. 上部カバーを閉じます。

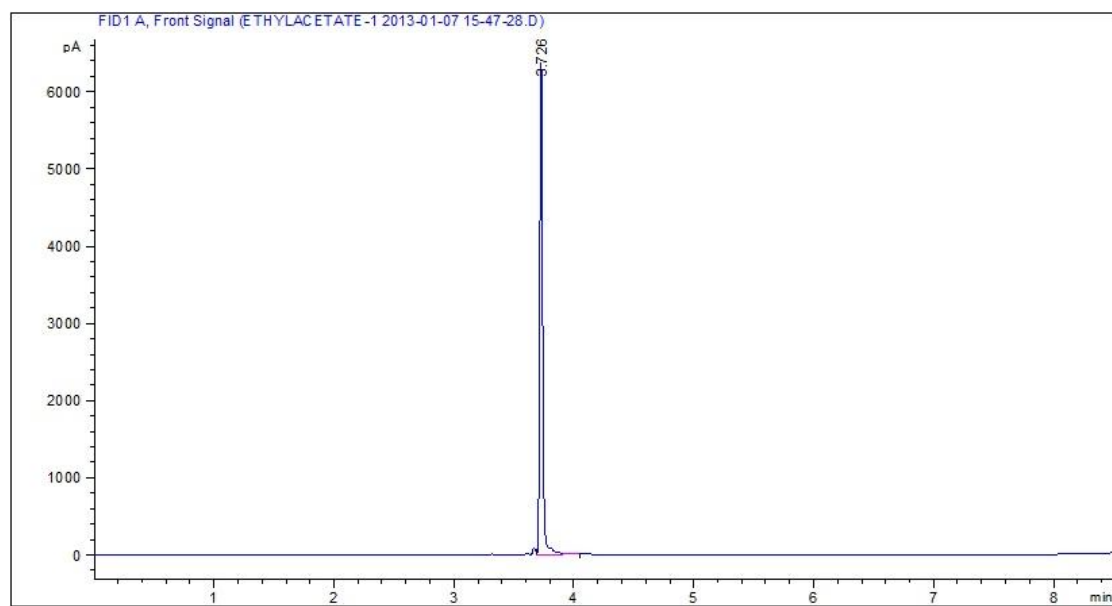
チェックアウトメソッドの実行

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)] インターフェイスに移動します。
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 がミニ 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. [メソッドの実行 (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)] > [メソッドの実行 (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



クロマトグラムのチェックアウト



ソフトウェア操作ガイド

分析前の準備	56
ChemStation/Ezchrom の操作	56
オンライン機器の開始	56
ガスタイ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ミニ TD を制御する方法について説明します。

分析前の準備

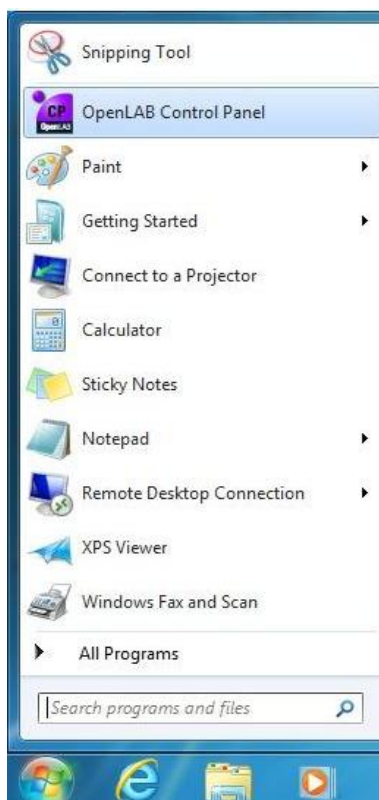
このガイドでは、以下のことを前提としています。

- 最新バージョンの Agilent データシステム (**OpenLab ChemStation 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コンフィグレーションされている。
- 7820 GC/5975T LTM GC/MSD とミニ TD がどちらもレディ状態にある。

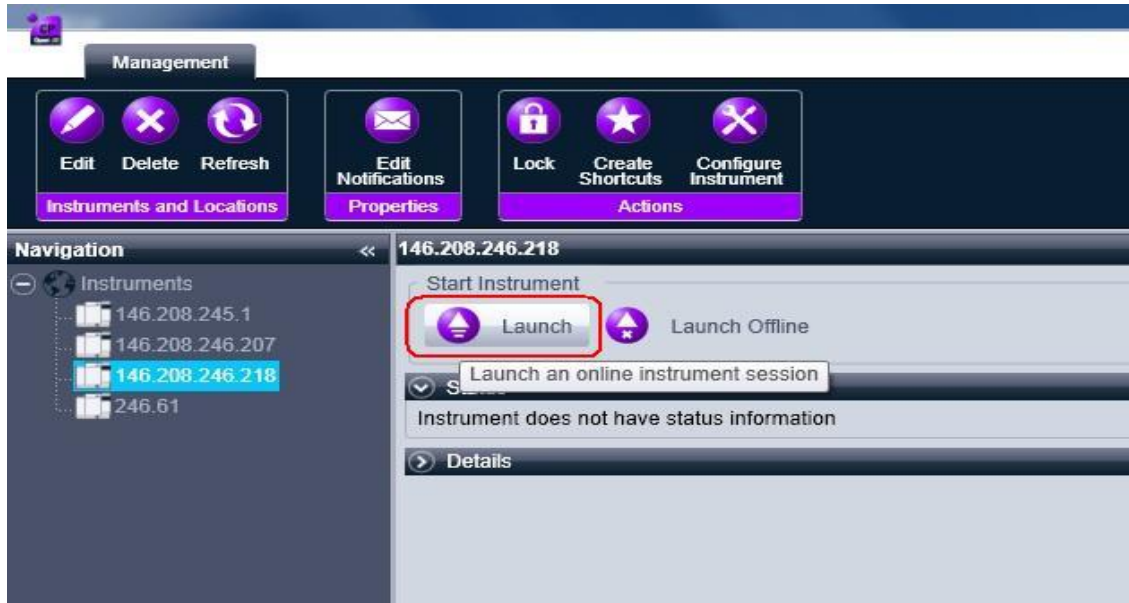
OpenLAB ChemStation C.01.05/Ezchrom の操作 A.04.05

オンライン機器の開始

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

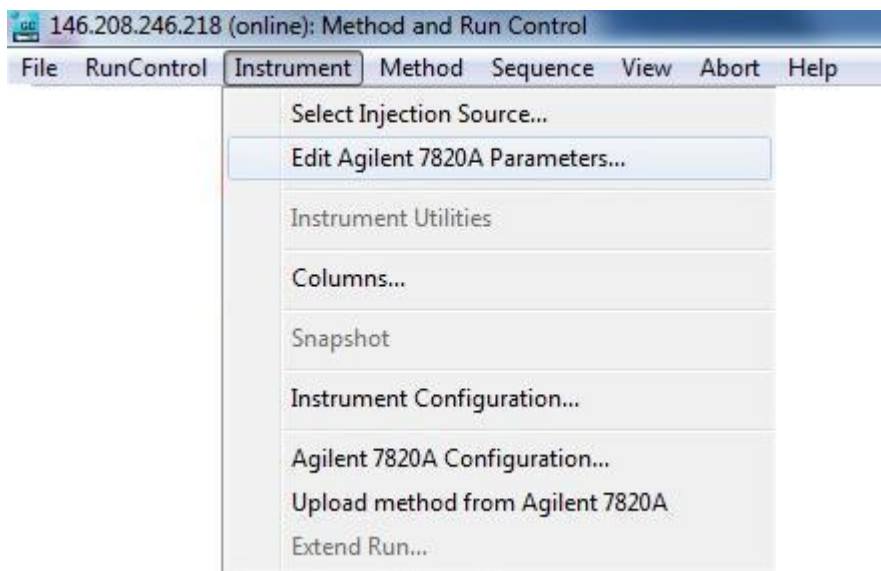


2. [OpenLAB コントロールパネル (OpenLAB Control Panel)] ボックスで、[起動 (Launch)] ボタンを押して ChemStation を開きます。

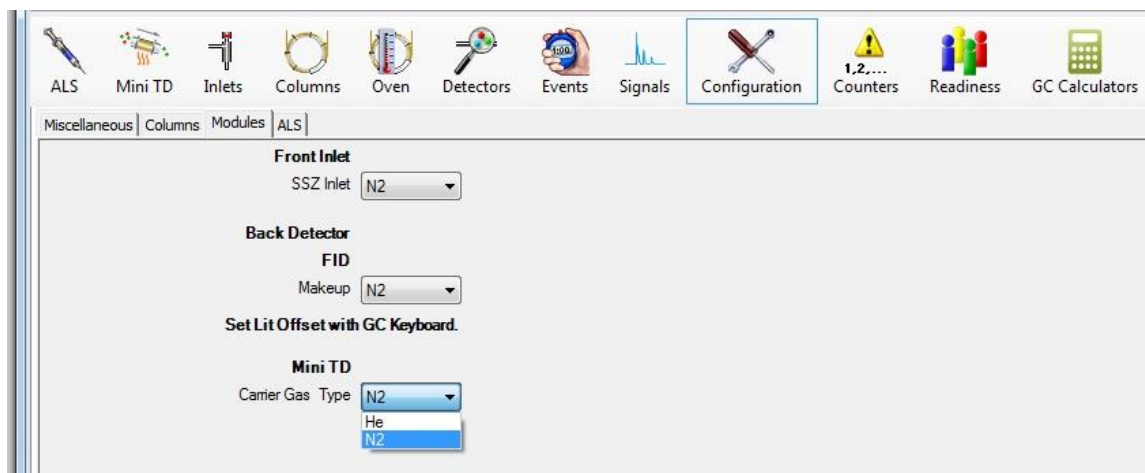


ガスタイプのコンフィグレーション

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)] モジュールを選択して、ガスタイプ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

ミニ TD のキャリアガスタイプは、GC のキャリアガスタイプ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、ミニ TD パラメータ設定インターフェイスに移動します。
3. 7667A ミニサーマルディソルバーには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

One Stage Thermal Desorber [Model Number: G4370M]

Select Operation Mode: **Online Sampling Mode**

Enable Sample Overlap Enable Leak Detection

Sampling

Setpoint Actual

Sampling Flow: 50 mL/min 0 mL/min

Sampling Time: 1 min

PreSampling Time: 0 min

Enable Pump

Dry Purging

Enable Dry Purge

Setpoint Actual

Dry Purge Flow: 100 mL/min 0 mL/min

Dry Purge Time: 1 min

Desorbing

Setpoint Actual

Tube Temp: 55 °C 55 °C

Carrier Flow: 30 mL/min 30 mL/min

Injection Start Time: 1 min

	Rate °C/min	Value °C	Hold Time min	Run Time min
▶ (Initial)		55	0	0
Ramp 1	600	310	1	1.425

Cleaning

Enable Clean

Setpoint Actual

Cleaning Flow: 100 mL/min 0 mL/min

Cleaning Time: 4 min

Cleaning Temp: 320 °C 0 °C

General

Setpoint Actual

TransferLine Temp: 150 °C 149.9 °C

ValveBox Temp: 150 °C 155.4 °C

図 26 オンラインサンプリングモード インターフェイス

One Stage Thermal Desorber [Model Number: G4370A]

Select Operation Mode: **Desorbing Mode**

Enable Leak Detection

Dry Purging

Enable Dry Purge

Setpoint Actual

Dry Purge Flow: 0 mL/min 0 mL/min

Dry Purge Time: 0 min

Desorbing

Setpoint Actual

Tube Temp: 40 °C 40 °C

Carrier Flow: 35.063 mL/min 0 mL/min

Injection Start Time: 0 min

	Rate °C/min	Value °C	Hold Time min	Run Time min
▶ (Initial)		40	0	0
Ramp 1	1200	320	2	2.2333

Cleaning

Enable Clean

Setpoint Actual

Cleaning Flow: 0 mL/min 0 mL/min

Cleaning Time: 0 min

Cleaning Temp: 0 °C 0 °C

General

Setpoint Actual

TransferLine Temp: 0 °C 24.9 °C

ValveBox Temp: 0 °C 37.4 °C

図 27 デイソープションモード インターフェイス

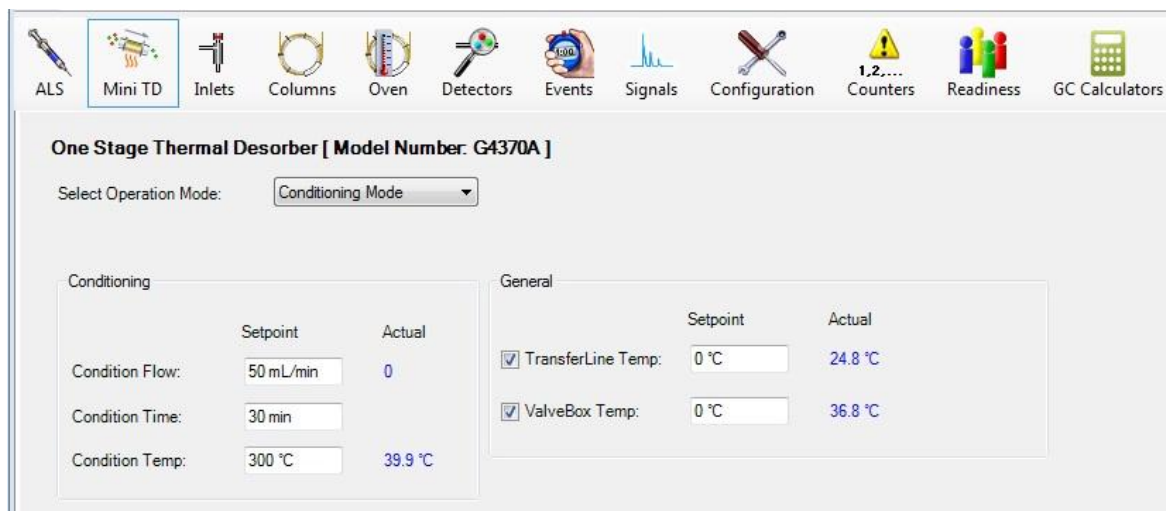


図 28 コンディショニングモード インターフェイス

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 ミニ 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 ディソープションモード 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	<input checked="" type="checkbox"/> /□	この機能を有効/無効にします。
<input checked="" type="radio"/> After the previous injection is completed <input type="radio"/> Prepare sample <input type="text" value="0 min"/> before end of GC run	◎/○ ◎/○○ ~ 100 min	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）に次のサンプリングを開始します。 2. GC 実行が完了する # 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	<input checked="" type="checkbox"/> /□	この機能を有効/無効にします。
サンプリング		
ポンプを有効にする	<input checked="" type="checkbox"/> /□	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。
ドライパージ		
ドライパージを有効にする	<input checked="" type="checkbox"/> /□	この機能を有効/無効にします。
ドライパージ流量	0 ~ 200 mL/min	ドライパージ中のガス流量を指定します。
ドライパージ時間	0 ~ 100 min	ドライパ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 ミニ 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	ミニ 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	≤325°C	ミニ 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。
トランスファライン温度	≤200°C	トランスファ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。
脱離		
チューブ温度	☑/□ ≤325°C	オン/オフ ディソープション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。 注入の継続時間を指定します (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。

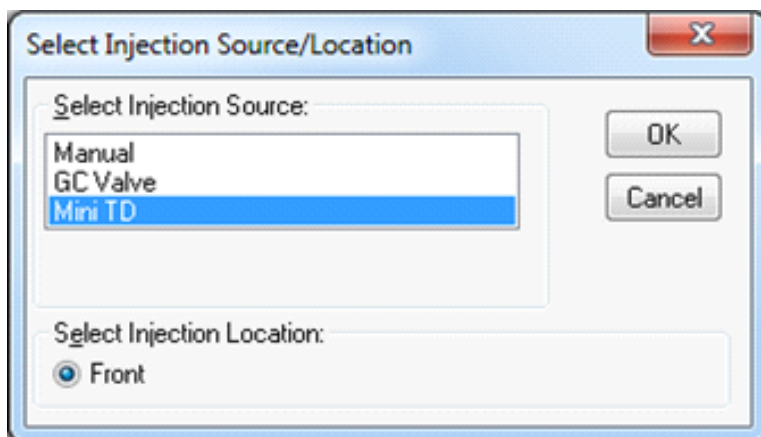
注記

7667A ミニサーマルディソーパーは一次昇温速度だけをサポートします。最高昇温速度は 500°C/min. です。

メソッドの作成

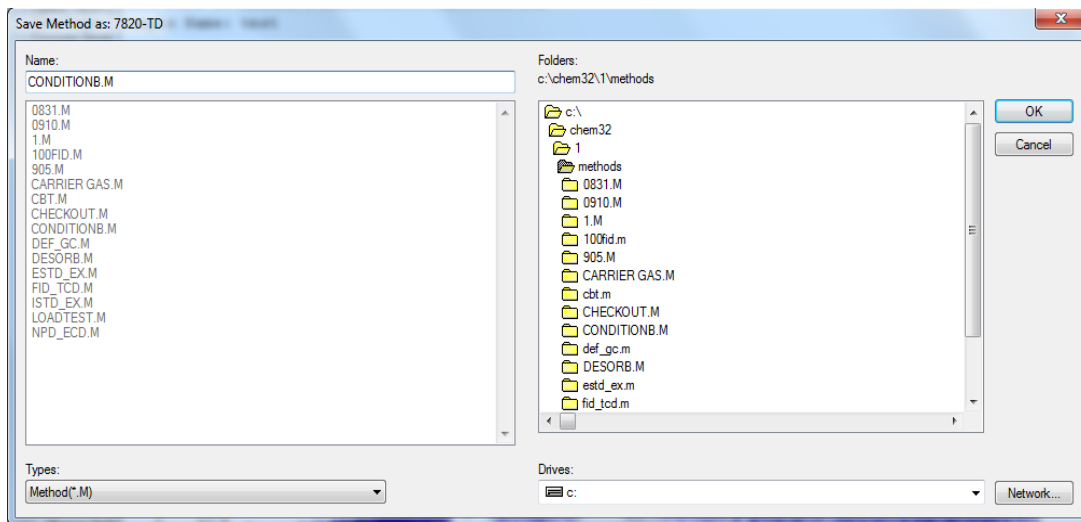
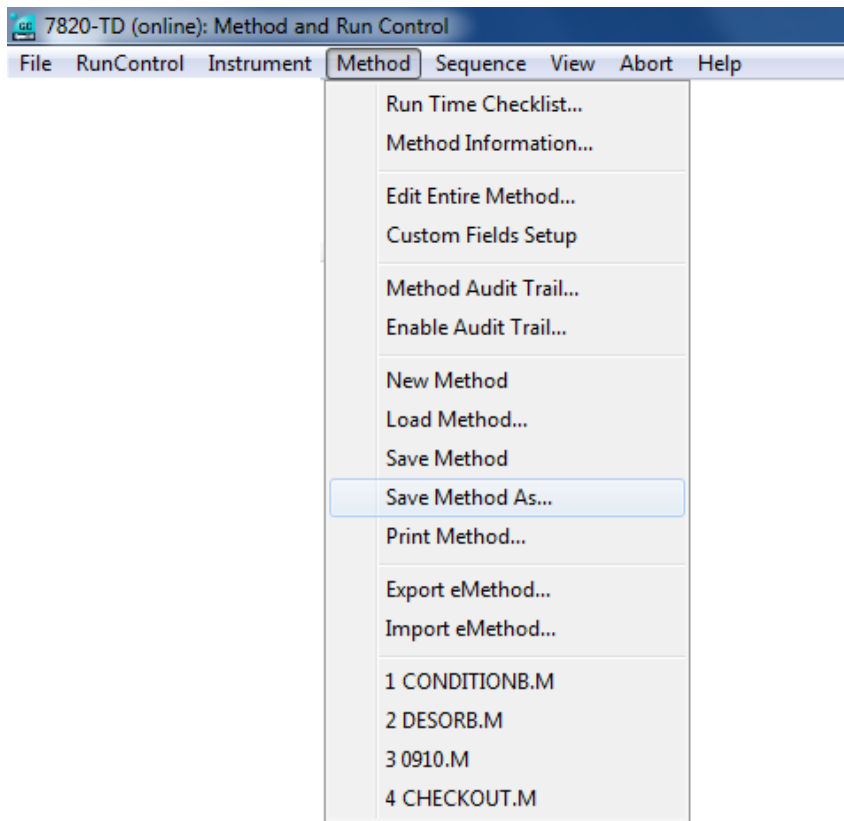
1. [機器 (Instrument)] > [Agilent 7820 パラメータの編集... (Edit Agilent 7820 Parameters...)] を選択して、[メソッドの設定 (Setting Method)] インターフェイスに移動します。
2.  アイコンをクリックして、ミニ TD パラメータ設定インターフェイスに移動します。
3. 必要に応じて操作モードを選択します。
4. 必要に応じて他のパラメータを入力/変更します。上記の「パラメータ設定」を参照してください。

5. [適用 (Apply)] ボタンを押して、メソッドをミニ 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)] > [注入ソースの選択 (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。その間、接続している GC-ミニ 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 がミニ TD のデフォルトの位置です) を選択します。

Sample Info: 7820-TD

Operator name: SYSTEM

Data file

Path: C:\Chem32\1\DATA\ Subdirectory: 091001

Name Pattern

Signal 1: test091104
test091104.D

Sample parameters front

Vial/Location: Vial 1 (blank run if no entry)

Sample name: test Sample amount: 0

Multiplier: 1 Dilution: 1 ISTD amount: 0

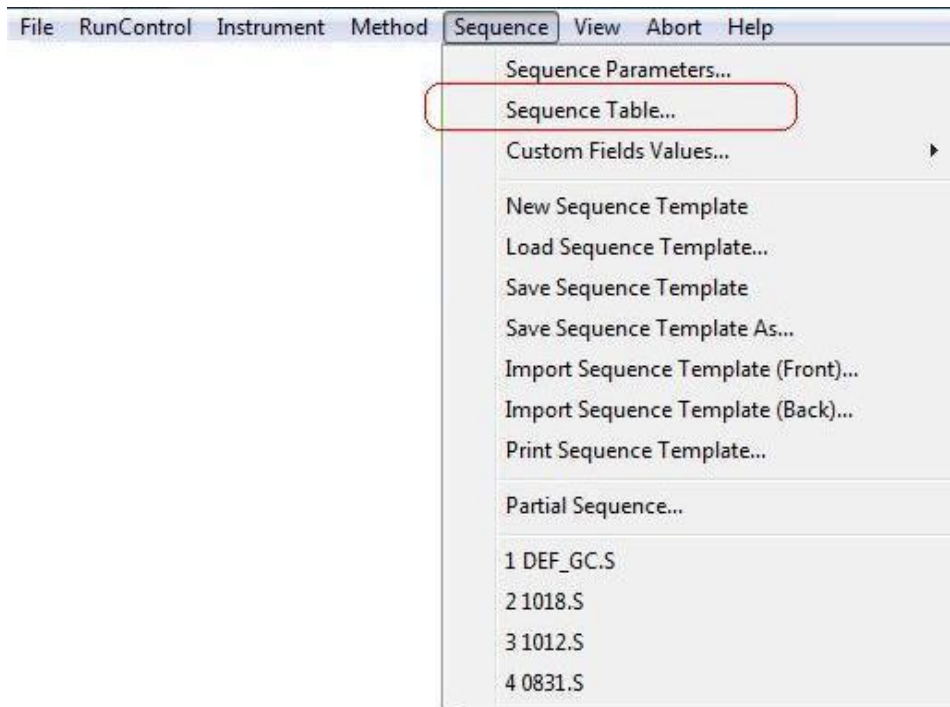
Comment:

Custom Fields ... Run Method OK Cancel Help

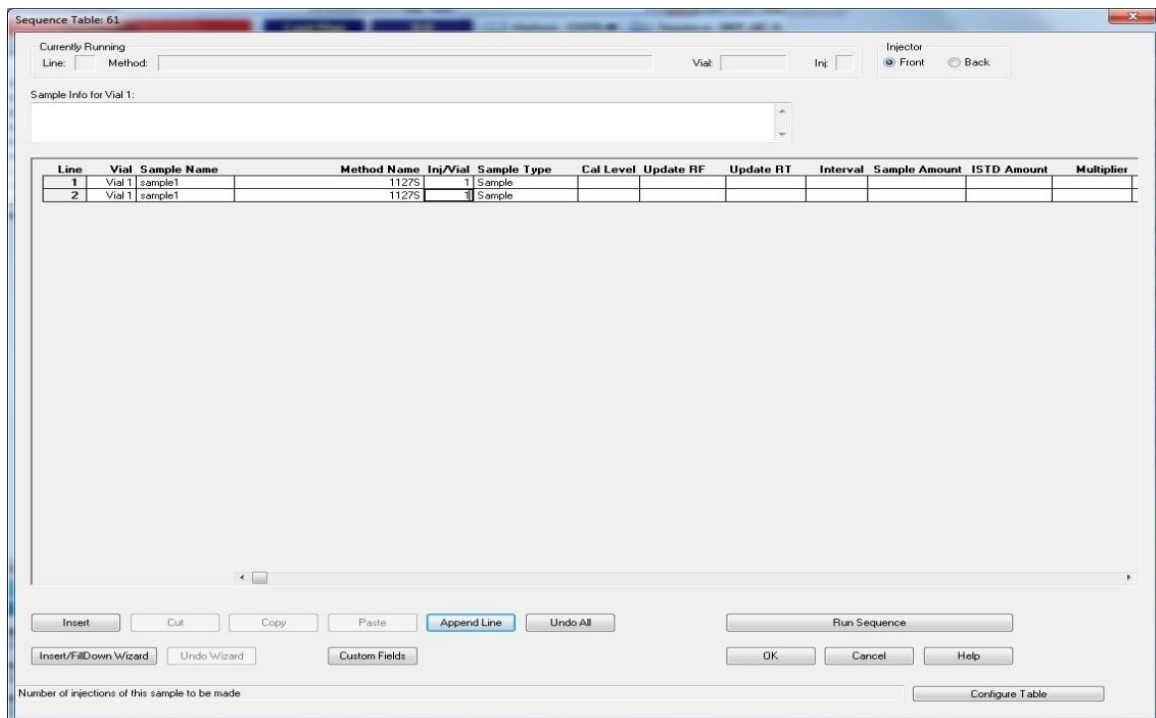
2. [メソッドの実行 (Run Method)] ボタンを押してメソッドの実行を開始するか、[OK] ボタンを押して [サンプル情報 (Sample Information)] ボックスを閉じます。[ランコントロール (Run Control)] > [メソッドの実行 (Run Method)] を選択して、メソッドの実行を開始します。

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。

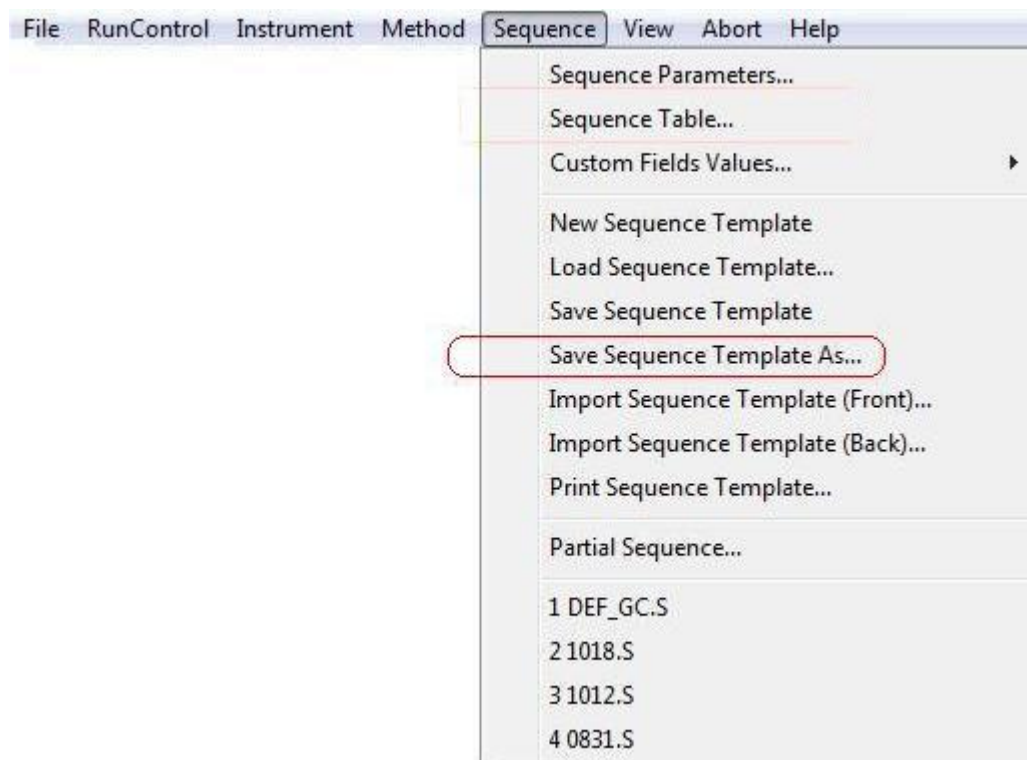


- シーケンステーブルで、バイアル位置 (Vial1)、メソッド名、データファイル名を入力します。



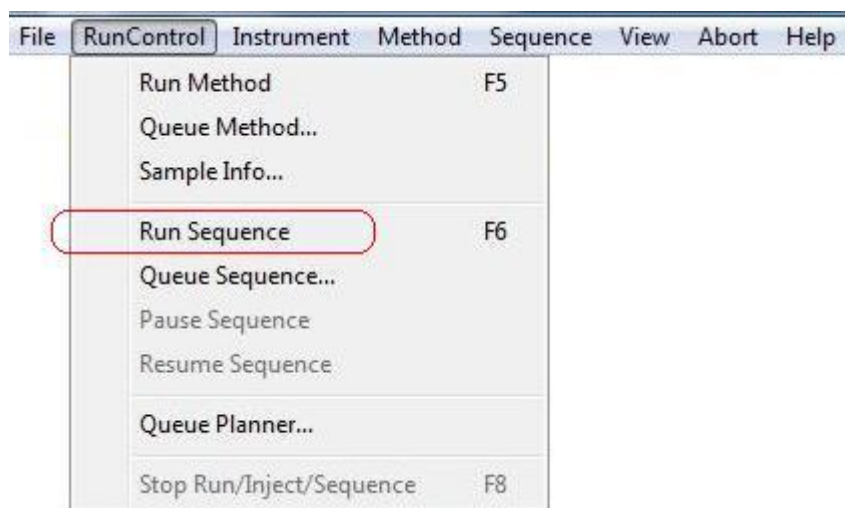
シーケンスの保存

- [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

4. [ランコントロール (Run Control)] > [シーケンスの実行 (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

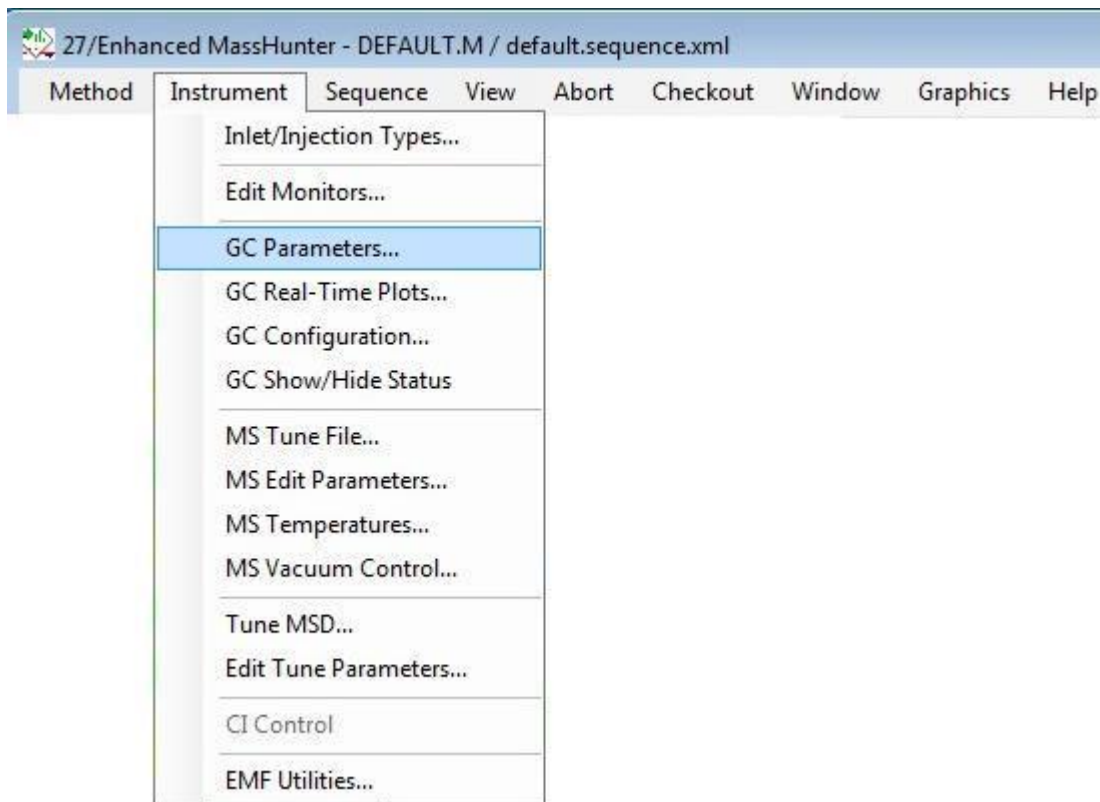
1. “デスクトップ”で、オンライン機器アイコンをクリックして、



[MassHunter] メインインターフェイスに入ります。

ガスタイプのコンフィグレーション

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)] モジュールを選択して、ガスタイプ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プはヘリウムです。

パラメータ設定

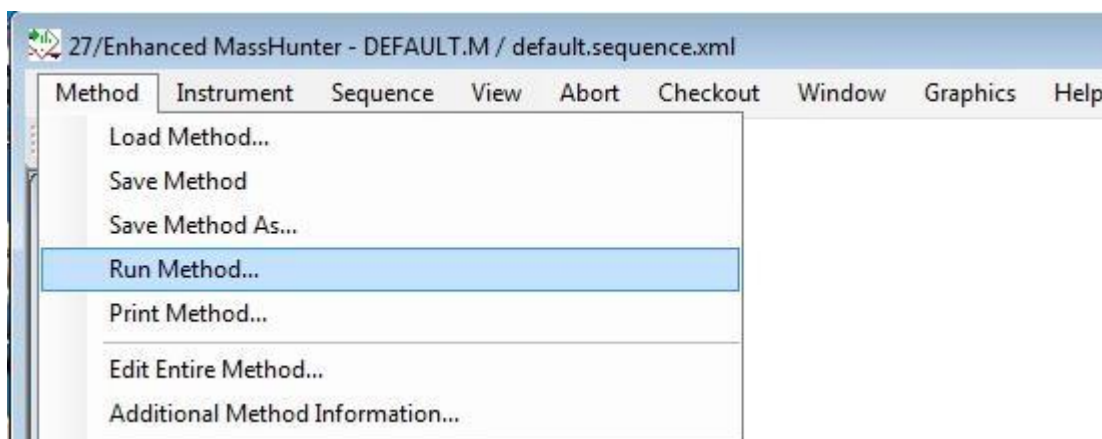
1. [機器 (Instrument)] > [GC パラメータ (GC Parameters)] を選択して [GC パラメータの編集 (Edit GC Parameters)] インターフェイスに移動し、GC パラメータを入力します（具体的な操作ステップは、“ChemStation”のステップと同じです）。
2. [機器 (Instrument)] > [MS パラメータ (MS Parameters)] を選択して [MS パラメータの編集 (Edit MS Parameters)] インターフェイスに移動し、MS パラメータを入力します。

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。

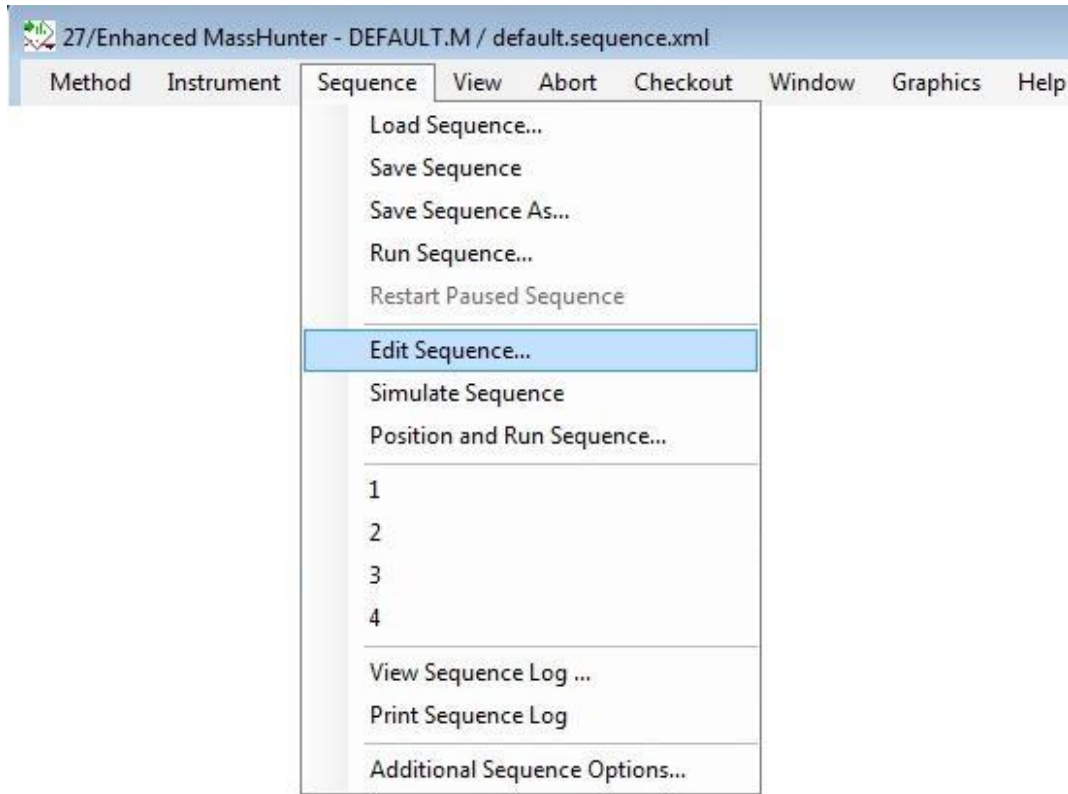
メソッドの実行

[メソッド (Method)] > [メソッドの実行 (Run the Method)] を選択して、現在のメソッドの実行を開始します。

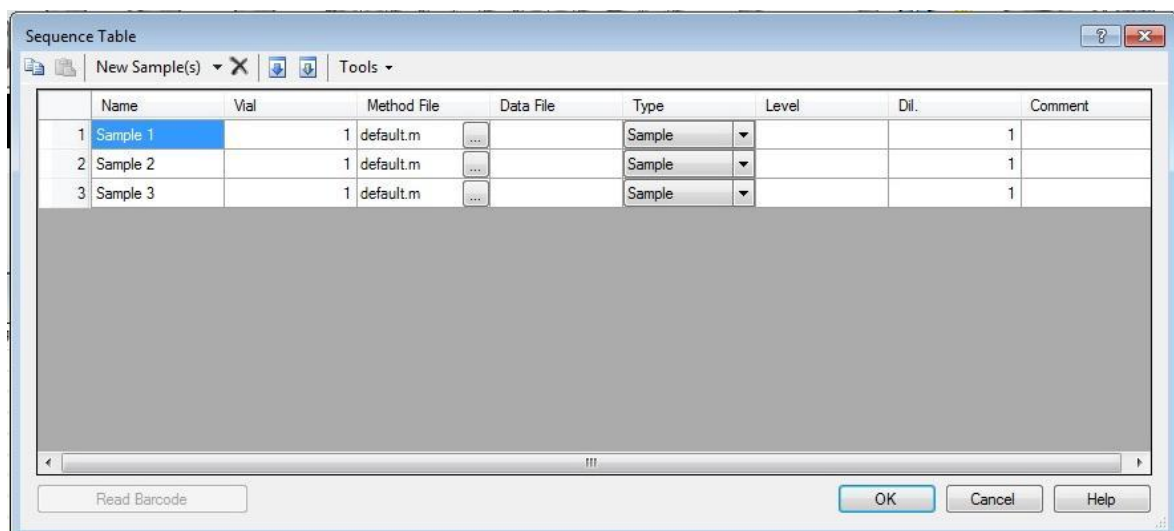


シーケンスの作成

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。

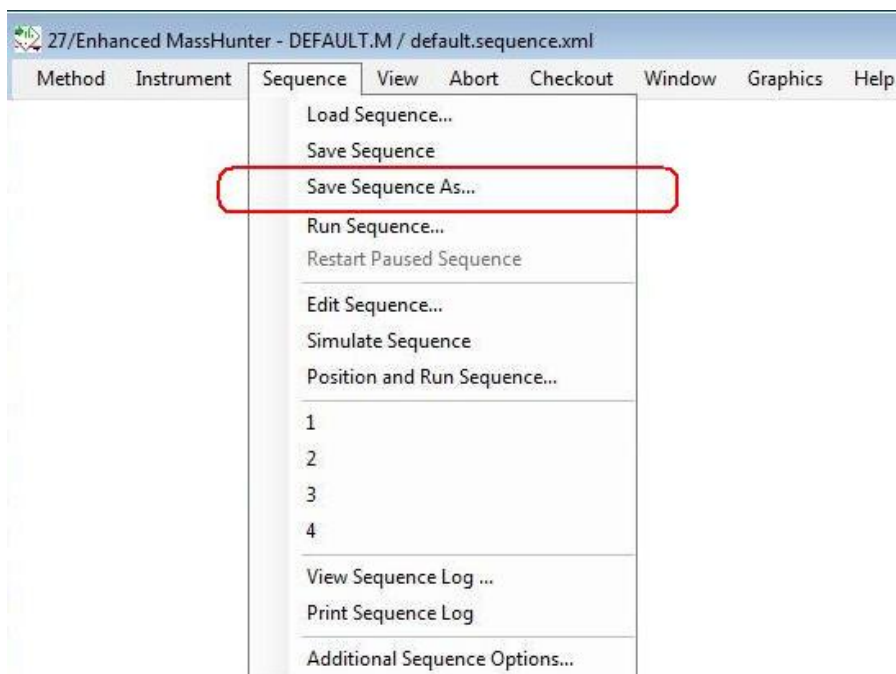


2. “シーケンステーブル”で、バイアル位置 (Vial1)、メソッド名、データファイル名を入力します。



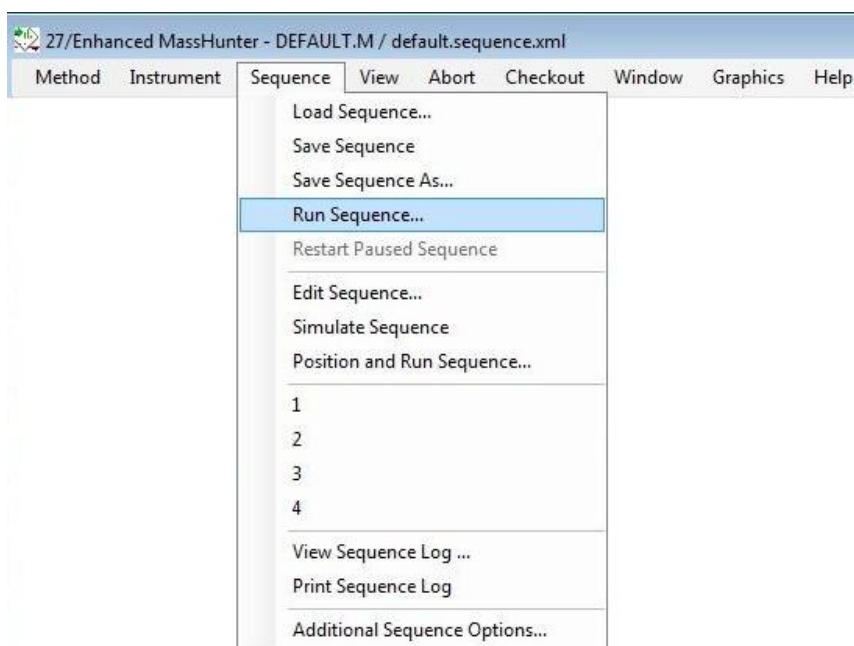
シーケンスの保存

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。



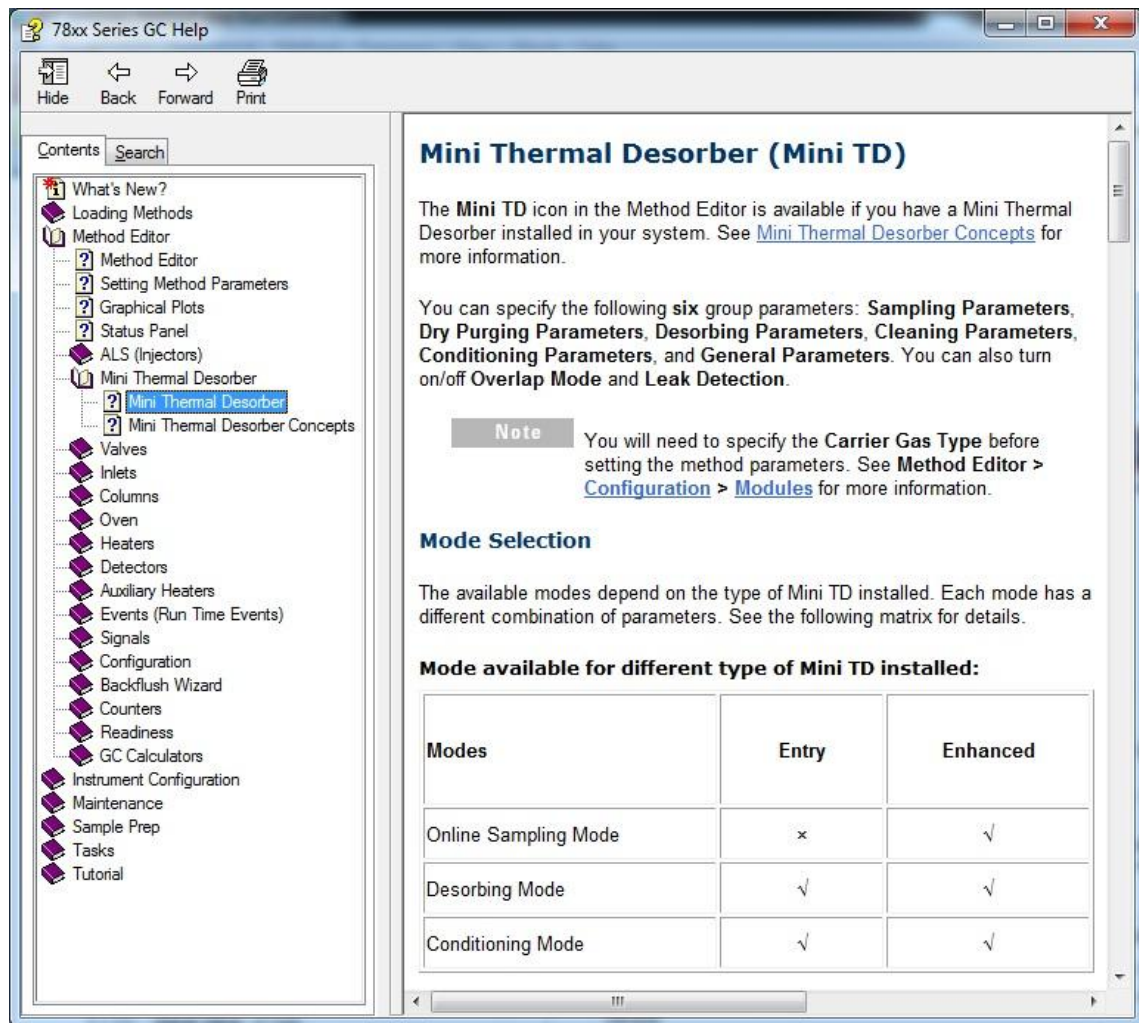
シーケンスの実行

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 の統合ミニ 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。





5

定期メンテナンス

消耗品リスト	73
ミニ TD ファームウェアの更新	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外し	74
注入ニードルアセンブリの取り付け	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 のトランスファラインからの取り 外し (G4370A の場合)	82

この章には、ミニ Mini TD を効果的に利用し、7667A ミニサーマルディソーパー 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 をご覧ください。

表 9 消耗品

消耗品	Agilent 部品番号
ディソープションチューブ	C-TBP1TC
O-リング、内径 0.239 インチ (6.071 mm)	0905-1820
O-リング、内径 0.364 インチ (9.246 mm)	0905-1819
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

ミニ TD ファームウェアの更新

ミニ 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) 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。

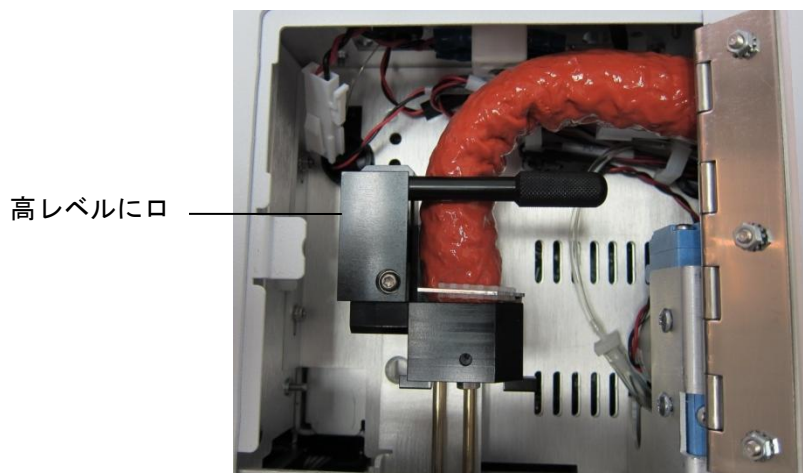
注入ニードルアセンブリの交換

注入ニードルアセンブリの取り付け

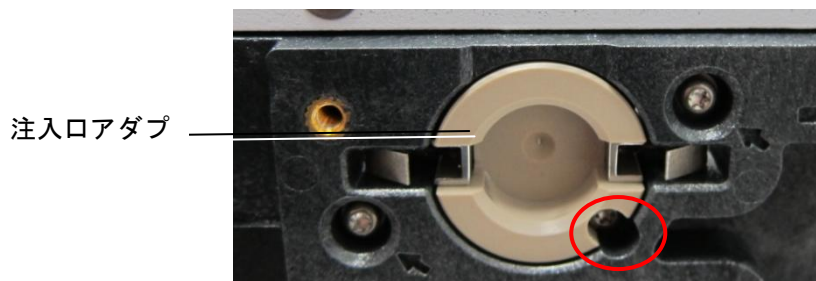
1. G4370M を、サイドドアを上に向けた状態で作業台に水平に置き、サイドドアを開きます。



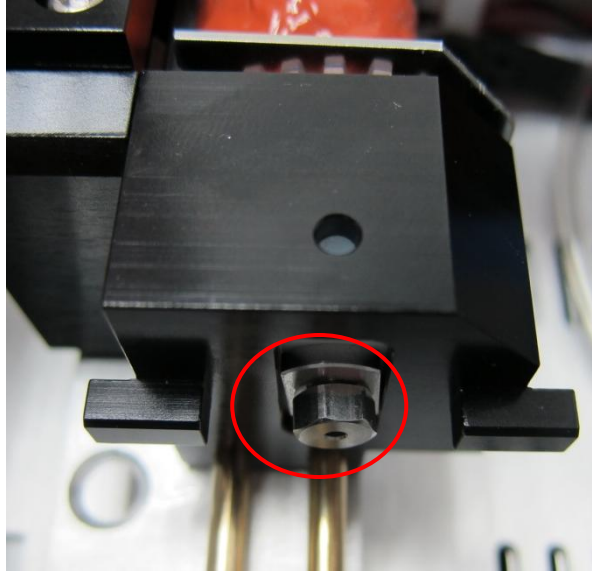
2. 注入スライダーが高レベルでロックされていることを確認します。



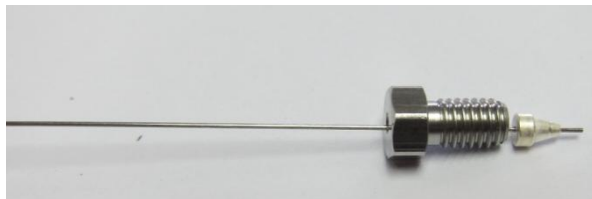
3. T10 ドライバを使用してネジを取り外します(図を参照)。



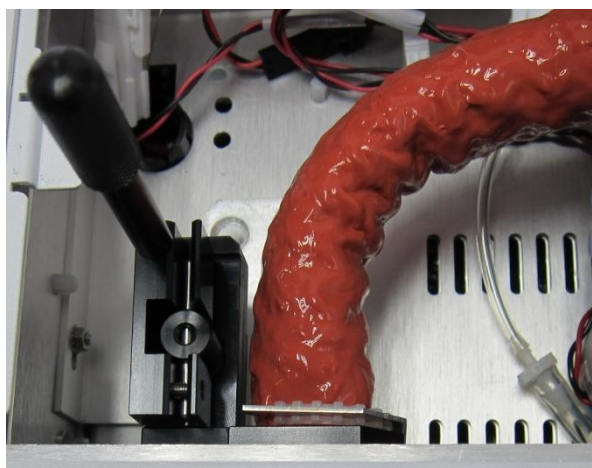
4. 注入口アダプタを、内側から外に押し出します。
5. 1/4 インチスパナを使用して、ロックングナットを取り外します。



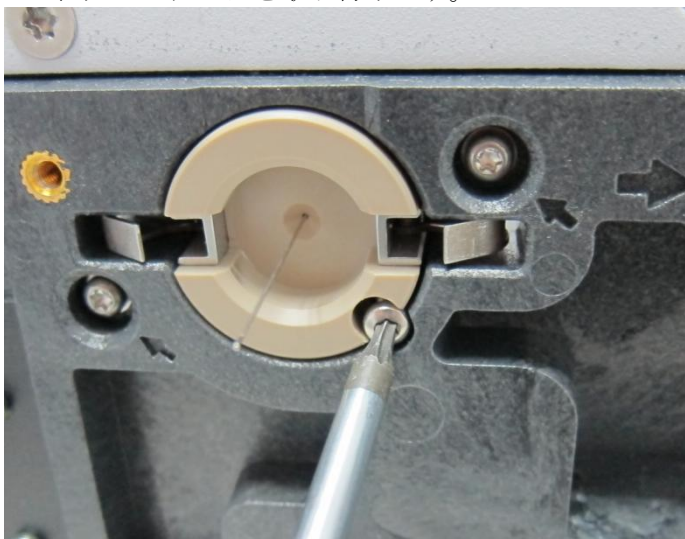
6. 注入ニードルアセンブリ (G4372-60015) をロックングナットに挿入し、注入スライダー上で手で締め、スパナを使用してさらに締めます。



7. ロック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。注入スライダーを低注入レベルに押し下げます。



8. 注入口アダプタを取り付けます。



9. 注入スライダを高レベルロック状態に押し上げ、ロック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

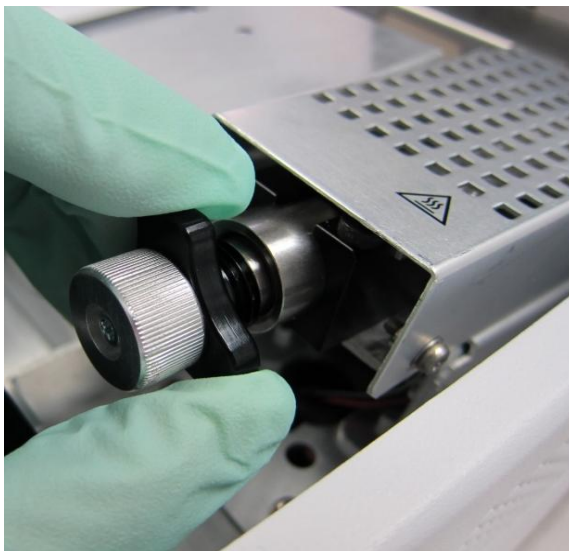
警告

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。

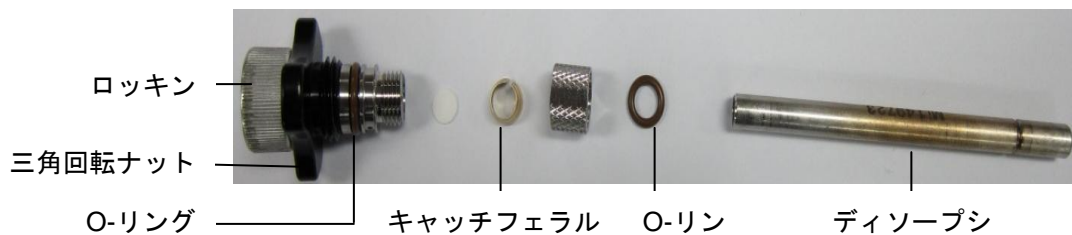
1. トランスファラインを室温まで冷却します。
2. サイドドアを開き、ロックハンドルを垂直位置まで回して、注入スライダのロックを解除します。
3. 注入スライダを高位置のロック状態に押し上げ、ロックハンドルをロック位置まで回します。
4. サイドドアを閉じます。
5. 電源とガス供給をオフにします。すべてのガスラインを取り外します。
6. G4370M を 5975T から取り外し、作業台に水平に置きます。
7. サイドドアを開き、注入口アダプタを取り外します。
8. ロッキングナットを緩め、注入ニードルアセンブリを手で引き抜きます。

O-リングとフィルタの交換

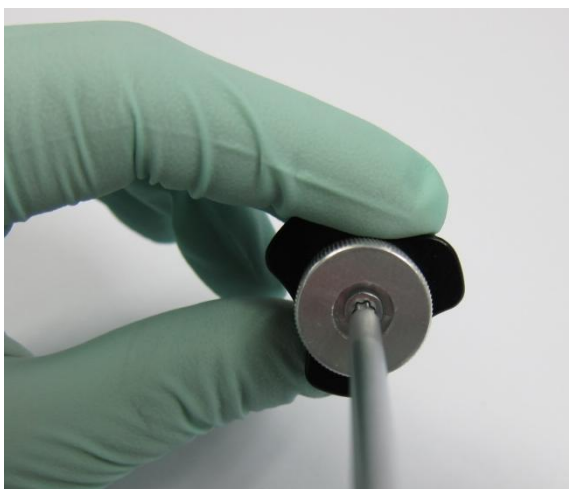
1. 上部カバーを開きます。
2. 三角回転ナットを時計回りに回して取り外し、ディソープションチューブ アセンブリを取り出します。



3. ロッキングナットを取り外し、ディソープションチューブを引き抜き、O-リングとフィルタを取り外します。



4. O-リングとフィルタを交換します。
5. 大型の O-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)。



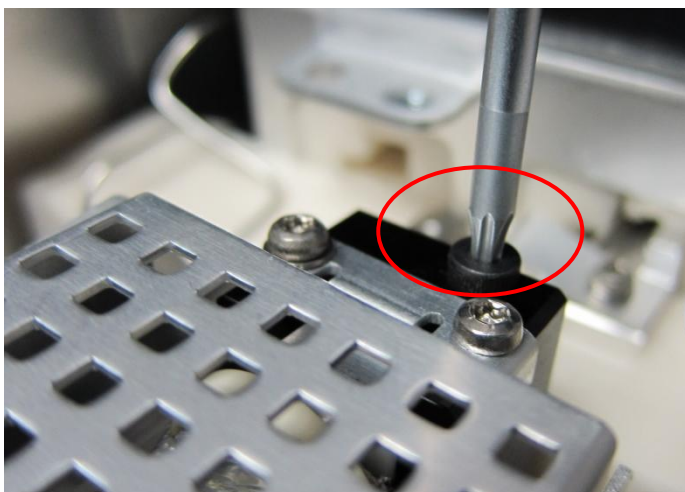
7. ロッキングナットと三角回転ナットを取り外します。



8. 大型の O-リングと交換します。
9. ディソープションチューブ アセンブリを元に戻します。
10. ディソープション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。



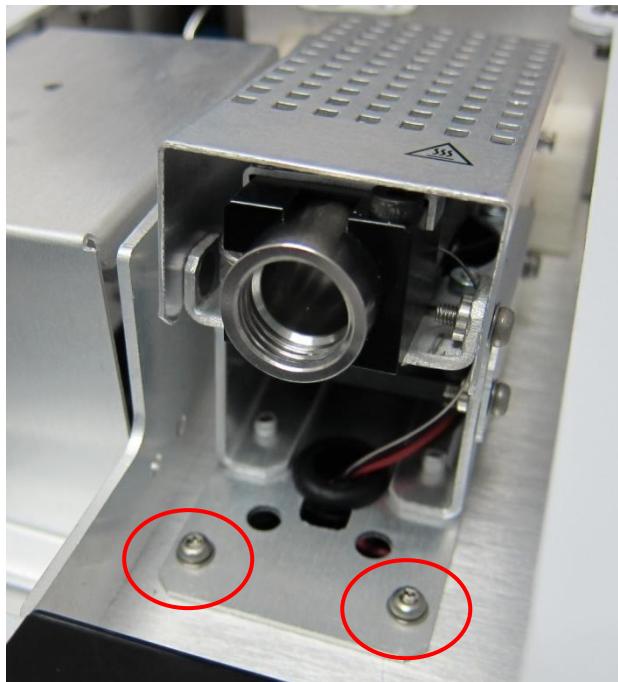
12. ネジを緩めて引き抜きます（図を参照）。



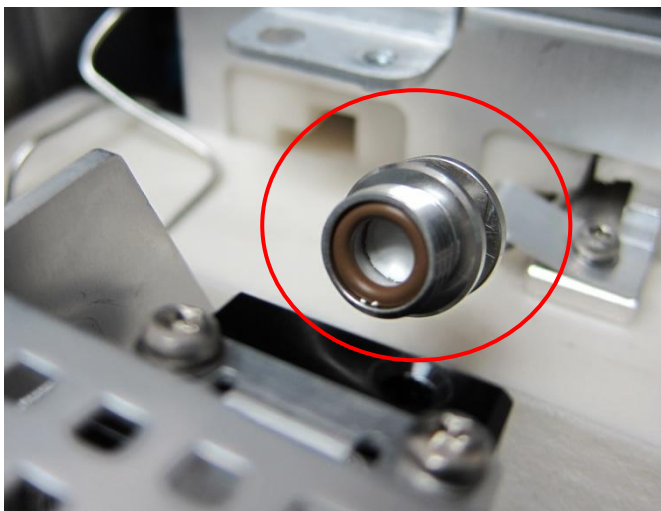
13. 1/4 インチスパナを使用してナットを回して外します（図を参照）。



14. ネジを取り外します（図を参照）。



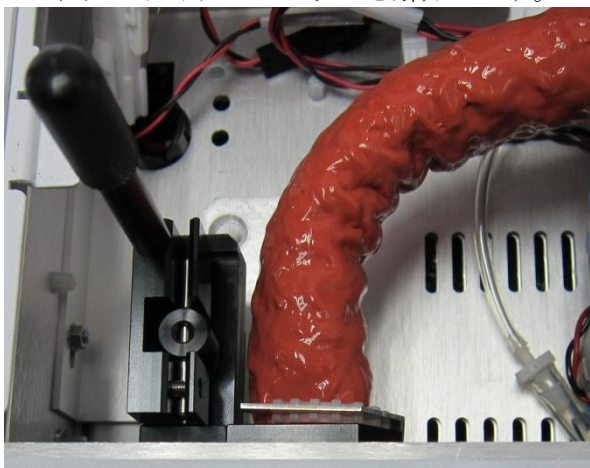
15. 加熱チューブアセンブリを後方に押し出し、O-リングとフィルタを交換します（図を参照）。



16. ディソープションチューブ ヒーターの状態を元に戻します。

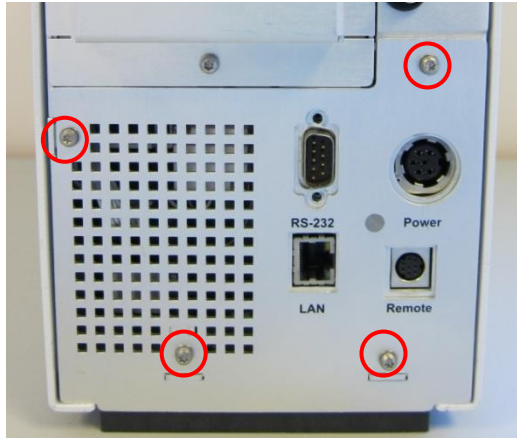
トラップの交換（G4370M の場合）

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）、注入スライダのロックを解除します。

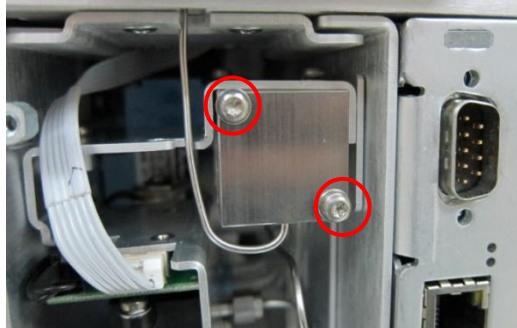


6. 注入スライダを高レベルロック状態に押し上げ、ロッキングハンドルをロック位置まで回します。
7. サイドドアを閉じます。
8. G4370M を 5975T から取り外します。

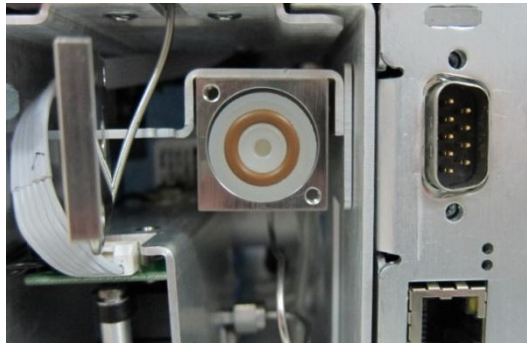
9. 機器を作業台に置きます。下の図を参照してください。機器の背面カバーを取り外します。



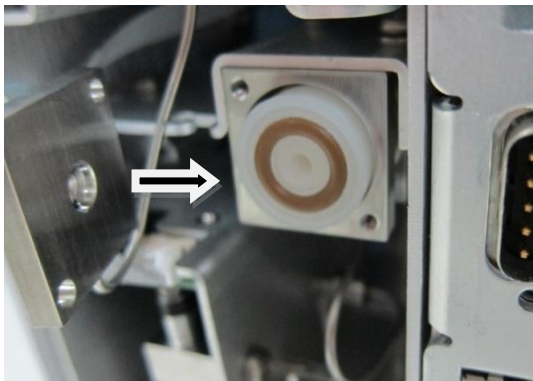
10. 2本のネジを取り外します（下の図を参照）。



11. トラップカバーを左に移動します。



12. トラップを手で取り外します。



13. 新しいトラップを挿入します。
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）

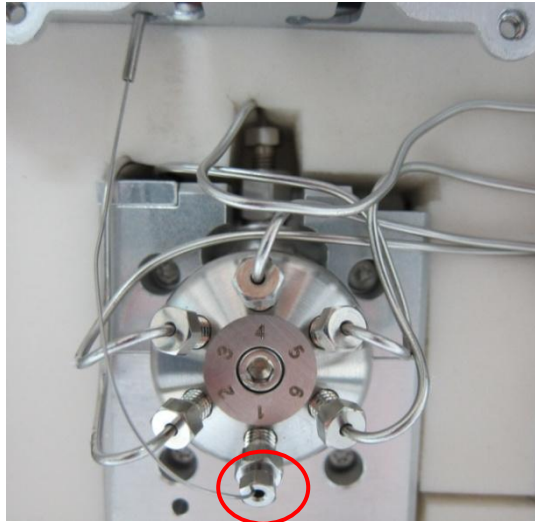
注意

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、将来使うために保管します。



4. GC 上の長いトランスファライン保持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、トランスファラインからカラムを引き出します。



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か、ゼロである 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、ミニ TD に関連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、正しく初期化されません。

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ます。
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ます。

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タイプのコンフィグレーションと一致している必要があります。
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ます

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	サーマルディソーパーを切断し、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観察することをお勧めします
ミニ 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ます
ディソープションチューブがサーマルディソープション機器で正しくコンフィグレーションされていない	ディソープション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ます。 ディソープションチューブが、正しい吸着剤のサンプル済みチューブであるかどうかを確認します。 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ます。
サンプリングに失敗。キャリアガスタイプが正しくコンフィグレーションされていない	G4370M バージョン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ます。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かゼロの場合、機器をリスタートし、キャリアガスタイプを再コンフィグレーションします。 G4370A バージョン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ます
接続ポイントでディソープションチューブに漏れがある 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	ディソープションチューブ アセンブリの三角ナットが締まっているかどうかを確認します。きちんと締まらない場合、O-リングを交換します
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ます。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
カラムとディソープション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ディソープション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ます。
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

パージプロセスで流量が設定値に達しないか、ゼロになります。

考えられる原因	操作
ディソープションチューブがサーマルディソーパーに対してきちんと締まっていないか、ディソープションチューブの O-リングを交換する必要がある	ディソープションチューブを締めるか、O-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りました（キャリアオーバーが 1 % を超えています）。

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、ディソープション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サーマルディソーパーに導入された	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。このサーマルディソーパーは、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、パルプ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に、ミニ 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を示します。受信し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	トランスファラインヒーターがシャットダウンした	トランスファラインが燃焼した
0x0002	トランスファラインヒーターのセンサーが開いている	トランスファ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プと一致しない
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プと一致しない
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	ディソープションチューブが締まっているか、ディソープションチューブの 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

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 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 ¼ inch brass storage caps fitted with ¼ 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 or by contacting Markes International on consumables@markes.com