

There's More!

AgilentはGCシステム用に一連のメンテナンスカタログを無料で提供しています。



クロマトグラフィーの成功は、GCシステムのすべての構成部品が最適な性能を発揮することによって決まります。Agilentでは、お客様のシステムがピーク性能を発揮できるよう皆様のお手伝いをしたいと考えております。弊社の35年間に及ぶクロマトグラフィーの分野での経験をお客様と共有することにより、皆様の投資効率を最大限に引き上げたいと考えております。この新しいGCメンテナンス部品カタログは、お客様のGCシステムの性能を最適化のお手伝いとしてAgilentが提供している一連のシステムサポート文献の中の一冊に過ぎません。その他にも以下のものが発行されています：

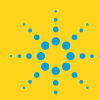
GC注入部品カタログ (5988-3466JAJP)

この24ページのカatalogではセプタムやフェラル、ライナなど、GCの注入口の全部品に関するトラブルシューティングのヒントを提供しています。

GC/MSメンテナンス部品カタログ (5988-3960JAJP)

この48ページのカatalogは質量選択検出器のメンテナンスからGC/MSカラムと部品、それにGC/MSのサポートサービスに至るすべてを網羅しています。

AgilentのGCおよびGC/MSの専門家によって編集されたこれらのカタログには、システムの運用とメンテナンスでの推奨と修理へのヒント、それにPerfectFit[®] パーツと消耗品の簡単な注文情報が記載されています。これらのカタログを入手するには、www.agilent.co.jp/chem/yan にアクセスするか、または最寄りのAgilent正規代理店にお問い合わせください。



Agilent Technologies



詳細について：

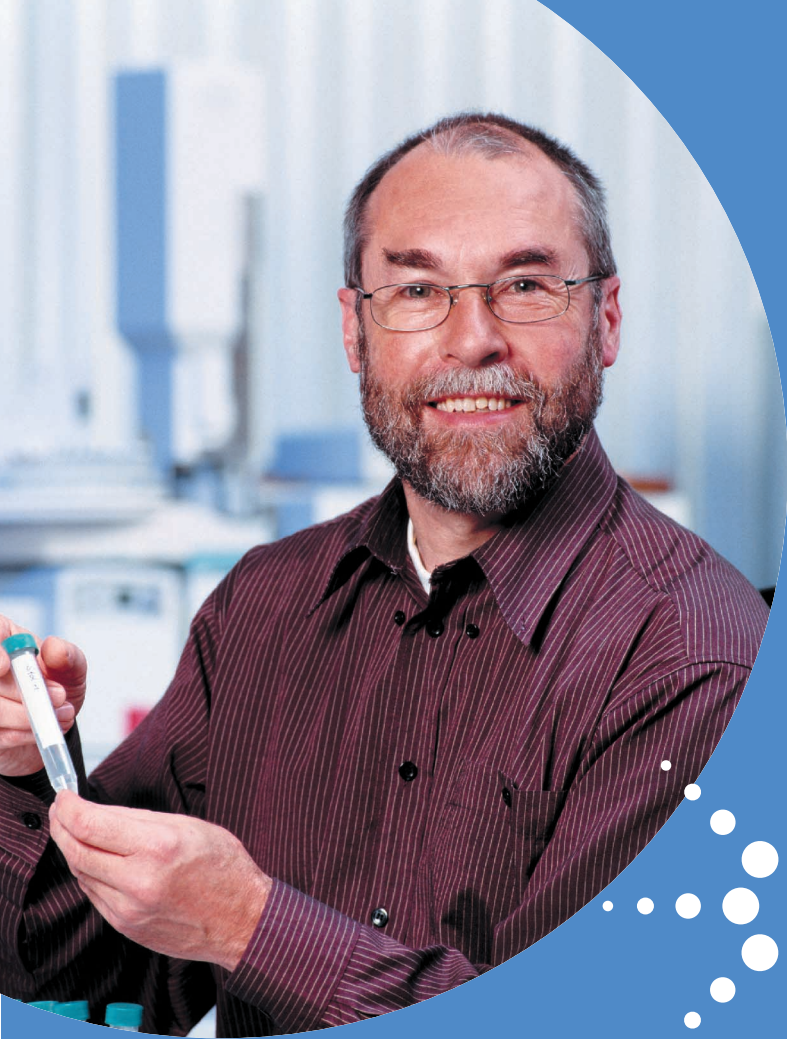
Agilent 製 GC 用品に関する詳しい情報は、
最寄りの営業所か正規代理店にお電話頂く
か、弊社ウェブサイトをご利用ください。

AgilentのGC、GC/MS、LC に関するそ
の他のメンテナンスガイドについてもお問
い合わせ下さい：

- GC/MS メンテナンス部品カタログ
(publication #5988-3960 JAJP)
- GC 注入口部品カタログ
(publication #5988-3466 JAJP)
- Agilent 1100 シリーズ
HPLC システムのメンテナンスカタログ
(publication #5988-4269 JAJP)

本冊子に記載の情報については、製品改良のため予告な
く変更されることがあります。

© Agilent Technologies, Inc. 2002
Printed in Japan, July 23, 2002
5988-5847JAJP



ラボを最高の状態に

困難な問題への対応

PerfectFit する部品の選定

メンテナンスの計画



GC メンテナンス部品カタログ

最高の性能を実現。機器のダウンタイムを最小限に。



Agilent Technologies



● はじめに

現在多くのラボでスタッフ削減が行われている中で、このGCメンテナンス部品カタログはAgilentが持つ35年間におよぶGCの知識をお客様のラボに正しく提供することを目的として作成されました。常に正常な稼動状態を維持するために重要な定期メンテナンスのスケジュールから、貴重なトラブルシューティングのヒントや問題解決メソッドに至るまで、すべてをお互いが共有することになります。

さらにAgilentのPerfectFitパーツと消耗品を正しく注文するための簡単なガイドも含まれており、ダウンタイムを最小限に抑える事が可能になります。

Agilent Technologiesが提供するのは世界最高のGCシステムだけではありません。知識も提供致します。

GC メンテナンス部品カタログ




このアイコンは、弊社 WEB サイトにてビデオをご覧いただけるコンテンツを示しています。
「<http://www.agilent.com/chem/supplies>」にアクセスすると、ビデオのほかに詳細情報をご覧いただけます。

最高の性能を実現。ダウンタイムを最小限に。

- | | |
|--------------------------|-----------------------------------|
| 3 ガスマネージメント | 37 カラム |
| 4 ガスの種類 | 38 カラムメンテナンス |
| 5 純度 | 38 カラムの選択 |
| 5 ピュリファイア | 38 取り付けとセットアップ |
| 13 配管 | 39 カラムの性能 |
| 14 リークディテクタ | 43 ディテクタ |
| 15 流量計 | 44 熱伝導検出器 (TCD) |
| 17 サンプル導入および注入口 | 45 窒素リン検出器 (NPD) |
| サンプル導入 | 48 電子捕獲検出器 (ECD) |
| 18 バイアル、シリンジ
インレットタイプ | 50 炎光光度検出器 (FPD) |
| 24 バックドカラム | 52 水素炎イオン化検出器 (FID) |
| 26 スプリット/
スプリットレス | 55 サービス&サポート |
| 29 クールオンカラム | 56 エキスパート
トレーニング、
サービスとサポート |
| 32 PTV
注入口部品 | |
| 34 注入口ライナ | |
| 36 セプタム、ライナ、
フェラル | |

お忘れなく...

GCトラブルシューティングガイド (中綴じ付録)
GCメンテナンススケジュール (裏表紙内側)

A large, semi-transparent blue-tinted portrait of Kenji Yamaguchi, a man with glasses and a white lab coat, occupies the left side of the page. It serves as a background for the text on the right.

● ガスマネージメント

高品質なキャリアガスを使用することは、一貫性のある正確なGC分析には欠かせません。正確なガスマネージメントがこの目標を達成するための鍵となります。Agilentでは高品質なガスマネージメント製品を多種多様なシリーズで提供しており、ガスピュリファイアや圧力調整器、リークディテクタ、流量計など、すべてがカラムの破損を防止してGC分離の品質と一貫性を高めるように設計されています。この章では、酸素や水分、それに炭化水素などの一般的な汚染物質がどのようにしてGCカラムを破損するかを説明し、さらにそれを防止する方法を理解できるようお手伝いします。さらに、圧力調整器に関する実際の情報や、清浄なGC配管の重要性について、それにGCシステムの汚染可能性を最小限に抑える方法なども説明しています。

「ガスマネージメントは単に入手可能な最高品質のキャリアガスを選択するだけのものではありません。ニーズに合わせた適切なキャリアガスを選択し、システムの汚染を防止するための手順を踏むことなのです。Agilentはこれを理解しており、ラボに簡単にガスマネージメントを実装できるような製品を提供しています。」

Kenji Yamaguchi
アプリケーション・サポート・マネージャ

● ガスの種類

キャリアガス

もっとも頻繁に使われるキャリアガスはヘリウムと水素ですが、窒素とアルゴンが使われることもあります。これらのガスがカラム内でサンプルを掃引して各成分に分離し、さらにその成分を定量分析のために検出器へと運ぶのですから、その純度はきわめて重要です。同時にキャリアガスの純度は、クロマトグラフィーのハードウェアが劣化するのを防止するためにも重要です。

キャリアガス内の汚染物質はカラムの寿命とそれに続く分析対象物質の検出に大きな影響を与えることがあります。有害な影響には、汚染物質のピークやカラムブリードの上昇、それにカラムや検出器の破損があ

ります。以下の各セクションではガスクロマトグラフィーのキャリアガスに必要なガスとその純度を説明し、さらにその他のサポートガスについても説明します。

サポートガス

サポートガスは検出器やアプリケーションの種類によって決まっていることもあります。これらのガスには燃料や酸化剤、冷却材、検出器ガス、それに圧力ガスなどが含まれます。サポートガスに必要とされる純度はそのガスの使用方法と、ガスがサンプルと接触するか否かによって変わってきます。冷却ガス（二酸化炭素）や圧力ガス

（空気か窒素）は基本的にサンプルや検出器と接触するようなことはありません。従って、このような非接触ガスには可能な限り最高の純度が要求されるようなことはありません。

ほとんどのアプリケーションでは、油分や微粒子の混入が低いガスが望ましいので、比較的低純度の「特製ガス」グレードの製品が使用できます。燃料や酸化剤、それに検出器ガスは、ほとんどの場合サンプルや検出器と接触することになり、純度の高いガスが必要となります。

キャリアガスとサポートガス

ガスの種類	機能	サンプルとの接触	必要な純度*			
空気	圧力	なし	低グレード			
窒素	圧力	なし	低グレード			
			必要な検出限界：			
			痕跡 (0-1ppm)	1-1000 ppm	1000 ppm-1%	1%-100%
水素	キャリアまたは検出器用燃料ガス	あり	研究用	超高純度	超高純度	UHP/ゼロ
水素/ヘリウム混合	検出器用燃料ガス	あり	研究用	超高純度	超高純度	UHP/ゼロ
メタンかアルゴンまたは窒素	キャリアまたはECD用メークアップ	あり	研究用	研究用	研究用	なし
空気	検出器用酸化剤	なし	超高純度	超高純度	UHP/ゼロ	UHP/ゼロ
窒素かヘリウムまたはアルゴン	キャリアまたはメークアップガス	あり	研究用	超高純度	超高純度	UHP/ゼロ

* ガスの純度は利用する検出器の種類で変わってきます。この表は単なる一般的なガイドとして利用し、具体的に必要とされるガス純度については検出器のマニュアルを参照してください。

低グレード＝特製または産業用ガス（≧99.998%）

UHP/ゼログレード（99.999%）

超高純度グレード（99.9995%）

研究用グレード（99.9999%）

● 汚染物質と純度

ガス内の汚染物質はキャピラリカラムの劣化や検出器のノイズを引き起こす主要原因で、クロマトグラフィーの分析結果に妨害を与えることがあります。これら汚染物質の濃度はガスのグレードによって異なります。

分析用ガスには高純度（99.995%）からクロマトグラフィー級純度（99.9995+%）まで多くのグレードが用意されています。純度が上がればそれだけコストも上昇します。

汚染物質の識別

正しい純度のガスを選択するには、GCガスでもっとも一般的な汚染物質とその分析結果に与える影響を理解するのが役に立ちます。一般的な汚染物質には以下のものがあります：

炭化水素とハロゲン化炭素

- 検出器のバックグラウンドノイズを上昇させることにより検出器の感度を低下させます

- さらにベースラインの変動やうねり、汚染物質のピーク、それにベースラインのノイズや大きなオフセットを起こすこともあります

水分

- 配管の扱いや取り付けが不適切だと混入することがあります
- カラム固定相劣化の一般的な原因です
- 機器を破損することもあります

酸素

- もっとも一般的な汚染物質です
- カラム固定相および注入口ライナ劣化の一般的な原因です
- 不安定な分析対象成分を分解させることがあります
- ガスラインのすべての接続部や、間違った配管材料（ガス透過性材質）の使用によって混入する可能性があります

場合によっては、所定の分析対象成分に対してどの汚染物質が最大の問題となっているのか突きとめるのが困難なこともあるでしょう。問題がはっきりしない場合には、ガス供給業者に問い合わせると役に立つこともあります。問題となっている汚染物質が突きとめられ、一般的な汚染物質のレベルが判明したなら、次はその要件に最も近い純度のガスを選択することになります。

ガスのグレードが上がれば通常はコストも上がることを忘れないでください。コスト削減にもっとも効果的なのは、分析に妨害を与えず機器にも損害を与えない最低限純度のガスを利用することです。正しいガス純化機器を利用して一般的な汚染物質を除去し、必要なレベルの純度を達成することが重要です。

● ガス精製システム

Agilentは最高の性能と最も広範なバラエティを持つガスピュリファイア（トラップ）をガスクロマトグラフィーに提供しています。ピュリファイアには多種多様なサイズと構成が用意されており、酸素や水分、それに炭化水素などの一般的な汚染物質が除去できるようになっています。最充填可能なものやインジケータ付き、それにS型形状や金属ボディなどのインライン・ガスピュリファイアは、特定の汚染物質を除去するよう設計されています。さらにAgilentではリムーバブルカートリッジのガス精製システムも提供しています。このシステムでは、アプリケーションで必要とされる正しいフィルタの組み合わせを設計できるようになっており、適切なガス純度を達成することができます。

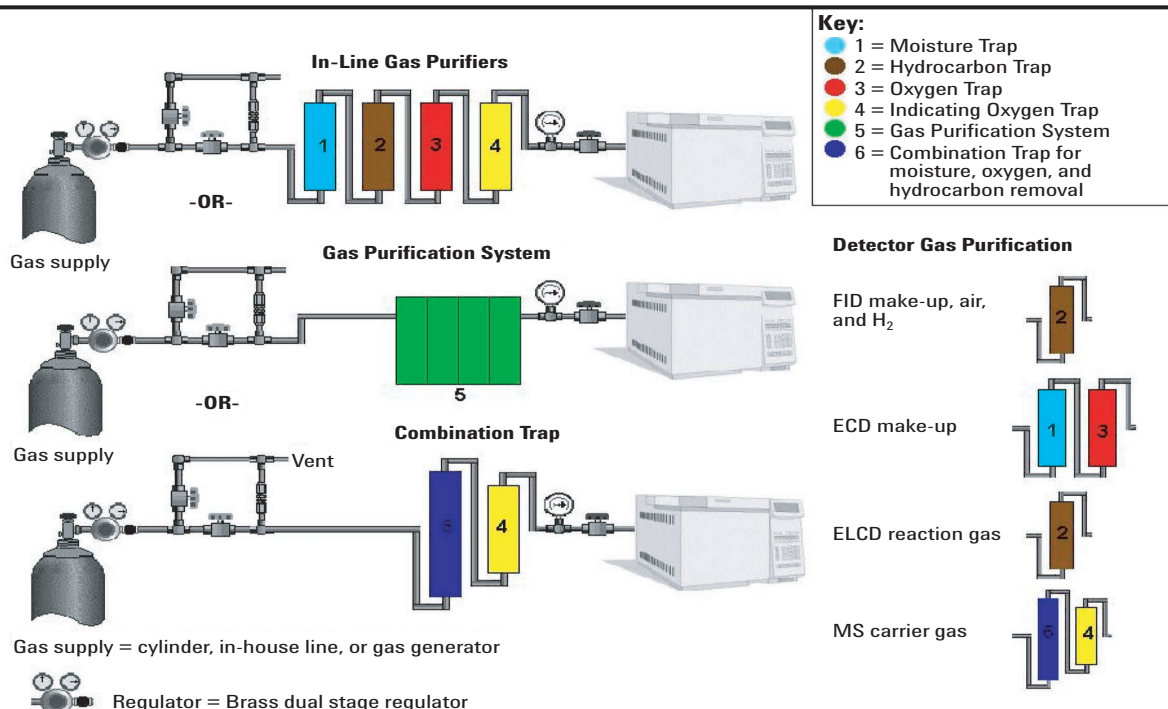
次のページのイラストはガスクロマトグラフィーで利用されるもっとも一般的なガス純化の構成を示したものです。

どの純化システムを採用する場合でも、純化システムから最適な性能を発揮するためには正しい取り付けとメンテナンスが必要です。ピュリファイアのメンテナンスが行われていないと、飽和して効果を失うばかりか、最悪の場合にはそれ自体が汚染源になってしまいます。

その他に考慮すること

- 必要な純度のレベルを決定します
- ガスラインの「破損」を最小限に抑えます
- GC近くの都合の良い場所にピュリファイアを取り付けます
- メンテナンスのスケジュールを決定するにはピュリファイアの運用日誌をつけるのが便利です
- いちばんGCに近い側にインジケータ付きトラップを使用して、上流側のトラップの交換時期がわかるようにしておきます

キャリアガス精製



ガストラップ

ガストラップの目的は、キャリアガスや検出器ガスから好ましくない不純物を除去することです。水分と酸素、それに炭化水素のトラップがもっとも一般的にGCシステムで使われているトラップです。水分と酸素および有機物を単一のトラップで除去するコンビネーショントラップも、少数ながら用意されています。トラップの効率性はガスの初期品質で決まります。非常に高純度なガス（超高純度または類似のグレード）ではトラップによるGCシステム側での純度向上は少ししか得られないのに対して、比較的低グレードのガスでは大幅な純度向上が得られます。

キャピラリカラムが常時酸素や水分に暴露されていると、特にそれが高温下の場合は急速かつ深刻なカラムの破損を引き起こします。キャリアガスに酸素と水分のトラップを使用すればカラムの寿命を延ばし、機器を保護できることになるでしょう。ガスボンベやその周囲に漏れがあった場合でも、トラップがあれば何らかの保護となります。漏れによってガス流に混入した水分や酸素は、トラップが飽和するまでの間はトラップによって除去されています。これによって、カラムや機器に破損が起こる前に漏れを検知して修理する余裕が生まれます。

ご不明な点がありますか？

AgilentのGCに対する知識は、電話からでも、教室の中でも、またお客様のサイトでも得ることができます。弊社のエキスパートによるトレーニングやサービス、サポートについての詳細は56～58ページを参照してください。

水分トラップ

水分トラップには何種類かの異なる吸着剤とインジケータ材料が使われています。水分トラップは簡単に最充填が可能です。通常、再充填用の吸着剤は新品トラップの半額から4分の1の価格ですから、再充填は経済性の高い（そして廃棄物を削減できる）選択肢です。



再充填可能ガラス水分トラップ

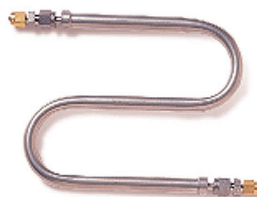
インジケータ付き水分トラップはプラスチック製とガラス製のボディで用意されています。ガラス製ボディのトラップは、プラスチック製トラップボディからの汚染物発生の可能性が問題となりうる場合に使用します。ガラス製トラップは通常保護のためにプラスチックのシュリンクラップか、耐衝撃性に優れたプラスチックのシールド（アウトトラップボディ）に収納されています。ガラス製ボディとプラスチック製ボディのトラップは、通常150psiの圧力テストを行っており、GCで使用される通常の圧力で安全に使用できるようになっています。

水分除去トラップ

説明	ケースサイズ (cc)	H ₂ O除去容量 (g)	最大流出H ₂ O濃度 (ppb)	1/8" 部品番号	1/4" 部品番号	価格 (円)
モレキュラーシーブ 13X とインジゲータ 4Å - 経済的、レキサンプランドのポリカーボネート製本体（その他の種類のバックリングもごさいます。Agilent カタログをご覧ください。）						
再充填可能水分トラップ	200	36	18	MT200-2	MT200-4	13,000
再充填用吸着MT剤（1パイント）、MTシリーズ用				MSR-1	MSR-1	4,200
ガラス製インジゲータ付水分トラップ（大型トラップもごさいます。Agilent カタログをご覧ください。）						
ガラスインジゲータ水分トラップ	100	16.3	6	GMT-2-HP	GMT-4-HP	15,000
モレキュラーシーブ、 再充填用GMT/LGM Tシリーズ用	250			GMSR	GMSR	4,200
S型水分除去トラップ - GCオープンで再生可能						
S型水分除去トラップ、空焼き済み				5060-9084		17,000
大型水分トラップ - 大量の水分除去用						
大型水分トラップ	750			BMT-2	BMT-4	38,000
大型水分トラップ用再充填剤（2回分）				BMSR-1	BMSR-1	6,700



再充填可能水分トラップ



S型水分トラップ



大型水分トラップ



インジケータ付酸素トラップ



大型酸素トラップ

酸素トラップ

通常酸素トラップには含金属不活性化反応体が含まれています。通常の酸素トラップは酸素濃度を15~20ppb未満まで除去します。標準的な酸素トラップのキャパシティはトラップ容積100ccあたり酸素約30mgです。酸素トラップは小有機物や硫黄化合物をガス流から除去する能力があります。

金属（普通はアルミ）のトラップボディがGC分析では推奨されます。プラスチックは種類によっては空気透過性があり、またガスの品質を低下させる危険のある汚染物質を含むこともあります。さらに、金属ボディの酸素トラップの多くは高圧（最大2000psi）に耐えます。酸素トラップの中にはガス流から水分も同時に除去するものもあり、この場合酸素の除去キャパシティに影響することはありません。

インジケータ酸素トラップはガスに残っている酸素が有害なレベルに達すると色が変わります。インジケータトラップは一次的な酸素除去用トラップとして利用するためではなく、大容量の非インジケータ酸素トラップと組み合わせて使わなければなりません。これはガスライン上で大容量酸素トラップの後方に取り付けて、大容量トラップが飽和して交換が必要になったことを知らせるためのものです。飽和した酸素トラップは単に酸素を除去できなくなるだけではなく、それ自体がガスの汚染源になる可能性があるため、すぐに交換する必要があります。

酸素トラップ

説明	サイズ (cc)	1/8" 部品番号	1/4" 部品番号	価格 (円)
インジケータ付酸素トラップ - ガラス製、レキサン製安全シールド付				
インジケータO ₂ トラップ (IOT)	30	IOT-2-HP	IOT-4-HP	14,000
大型酸素トラップ - インジケータなし、大量の酸素除去用 (小型トラップもございます。Agilent カタログをご覧ください。)				
大型酸素トラップ	750	BOT-2	BOT-4	38,000

炭化水素トラップ

説明	サイズ (cc)	1/8" 部品番号	1/4" 部品番号	価格 (円)
炭化水素トラップ - 汎用				
再充填可能炭化水素トラップ	200	HT200-2	HT200-4	12,000
再充填用吸着剤 (1パイント、2回の炭化水素トラップ再充填用)		ACR	ACR	4,000
大型炭化水素トラップ - 大量の炭化水素除去用				
大型炭化水素トラップ	750	BHT-2	BHT-4	38,000
大型炭化水素トラップ用再充填剤 (2回分)		BACR	BACR	8,000
S型炭化水素トラップ - GCオープンで再生可能				
S型炭化水素トラップ		5060-9096		35,000
キャピラリー・グレード炭化水素トラップ - 困難なキャピラリー・アプリケーション用				
キャピラリー・グレード炭化水素トラップ	100	HT3-2	HT3-4	13,000
再充填用吸着剤 (1パイント)		ACR	ACR	4,000

炭化水素トラップ

炭化水素トラップはガス流から炭化水素やハロゲン化炭素などの有機物を除去します。吸着剤は通常活性炭か、カーボン含浸フィルタ素材です。カーボンはガス流から有機溶媒を除去するもので、ほとんどすべてのラボで使われている典型的な溶媒もその中に含まれます。炭化水素と水分のコンビネーショントラップも用意されており、これを使えば次のセクションで説明する有機物に加えて水分も同時に除去できます。



炭化水素トラップ

炭化水素トラップ (続き)

キャピラリ・グレードの炭化水素トラップは高純度のヘリウムでパージされており、高効率の活性炭が封入されています。プラスチック製トラップボディから発生する汚染物質によってカーボン吸着剤が汚染されるのを防ぐため、金属製のトラップボディが使われています。ほとんどの炭化水素トラップはエンドユーザーによる再充填が可能です。



大型炭化水素トラップ



S型炭化水素トラップ

コンビネーション・トラップ

Agilentでは、単一のトラップで複数の汚染物質の除去を可能にするコンビネーション・トラップを何種類か用意しています。これらのトラップには、以下の長所があります：

- 最大の表面積とキャパシティを得るよう最適化
- 漏れのないワンピース設計 (2000psi でテスト済み)
- チャネリングを防止し最適なガス洗浄を可能にする効率的な設計
- 単一トラップによる究極のガス純化 (Big Universal Trap)

説明	サイズ (cc)	1/8" 部品番号	1/4" 部品番号	価格 (円)
酸素/水分トラップ				
Agilent OT3トラップ	100	OT3-2	OT3-4	14,000
炭化水素/水分トラップ				
再充填可能炭化水素/水分トラップ	200	HMT200-2	HMT200-4	12,000
再充填用吸着剤 (1パイント、2回の再充填が可能)		HCRMS	HCRMS	4,000
Big Universal Trap - 大量のガス除去用、酸素・水分・炭化水素・一酸化炭素・二酸化炭素の除去が可能				
Big Universal Trap - ヘリウム (GC/MS用に適する)	750	RMSH-2	RMSH-4	42,000
Big Universal Trap - 水素	750	RMSHY-2	RMSHY-4	42,000
Big Universal Trap - 窒素	750	RMSN-2	RMSN-4	42,000
取付クリップ、大型トラップ用、2個		UMC-5-2	UMC-5-2	2,700



Agilent OT3 トラップ



Big Universal Trap



炭化水素水分トラップ

3本カートリッジ
大容量
ガスフィルタ
システム



大容量ガス精製システム

3本カートリッジシステム

- Agilent最高の性能でもっとも経済的なガス精製システム
- 最大でポンベ18本分のキャリアガスの汚染物質除去を低コストで提供
- 構成：
カートリッジ取付口つきマニホールド、
水分／炭化水素カートリッジ1本、
酸素カートリッジ1本、
インジケータ付酸素カートリッジ1本
- 長寿命の全溶接ステンレス製マニホールドにより、漏れの可能性を最小限に抑止
- ベンチまたは壁面の取り付け可能

シングルカートリッジシステム

- 3種コンビネーションカートリッジ1本により、同様に高効率の汚染物質除去性能でポンベ8本分のキャリアガスを処理可能、但し色表示インジケータは未装備
- 検出器ガス供給用や特殊な目的別に個別フィルタも各カートリッジを用意

大容量ガス精製システム

説明	部品番号	価格（円）
3本カートリッジシステム 卓上または壁取付け用マニフォルド、3カートリッジ（H ₂ O/炭化水素、O ₂ インジケータ）を含みます。		
1/8"接続	5183-1907	69,000
1/4"接続	5182-9776	69,000
交換カートリッジキット 上記フィルタの3本のカートリッジを含む	5182-9780	43,000
シングルカートリッジ 卓上または壁取付け用のシングルカートリッジ用マニフォルド、 3種の機能を備えたカートリッジ（H ₂ O/炭化水素、O ₂ ）		
1/8"接続	5183-4598	26,000
1/4"接続	5183-4599	26,000
3種コンビネーションカートリッジ、 シングルカートリッジシステム用	5183-4600	16,000

QC+室内操作パネル (Quick Change Plus - Point Operation Panels)

QC+室内操作パネルは簡単に交換可能なピュリファイアカートリッジ（これがQC：Quick Change）で構成されています。このカートリッジはシステムへのガス流を止めることなく取り外しが可能で、貴重な分析機器のダウンタイムを一気に最低限に減少させます。

フィルタカートリッジはすべて金属とガラスで構成されており、プラスチック製フィルタによる不純物発生とそれに関するノイズが防止されています。カートリッジはローレット付きの固定ナットを回すだけで簡単に取り付け可能で、レンチは全く不要です。最大4つのカートリッジは数秒間で交換が可能で、無駄な容積が非常に少ないため、取り付け後のシステムパージに必要なガスも最小限に抑えられます。



RQC-P

Quick Change Plus (QC+) — 室内操作パネル (POP)

説明	接続 (in.)	部品番号	価格 (円)
4-Head			
O ₂ , indicating O ₂ , HC, H ₂ O	1/8	RQC-P	175,000

交換カートリッジ

説明	部品番号	価格 (円)
High capacity oxygen	GC-1	9,200
High capacity moisture	GC-2	9,200
Indicating moisture	GC-2-I	12,000
Hydrocarbon	GC-3	9,200
Indicating oxygen	GC-4	9,200

ご不明な点が おありですか？

AgilentのGCに対する知識は、電話からでも、教室の中でも、またお客様のサイトでも得ることができます。弊社のエキスパートによるトレーニングやサービス、サポートについての詳細は **56~58ページ**を参照してください。

Super-Cleanガスフィルターシステム

Super-Cleanガスフィルターシステムは簡単かつ効果的に汚染物質を減少させる装置として設計されました。このシステムはガラスと金属で構成され、漏れ試験を行っていますから汚染物質がガス流路中に拡散して侵入することはありません。カートリッジ交換時はチェックバルブがシステム内と外部とを完全に遮断しますから、汚染物質の侵入を抑えることができます。



Super-Clean ガス精製システム 1/8"フィッティング接続用のみ

説明	部品番号	価格 (円)
キャリアガス用フィルタシステム： GC/MS、ECD、NPD検出器に対応する シングルポジションシステム。 新型トリプルフィルタカートリッジを含む。	5182-9704	49,000
Super-Cleanガス用フィルタシステム： 最も条件の厳しいGCアプリケーション用。 4ポジションベースプレートマニフォールドに 酸素、水分（両者インジケータ付）、 炭化水素（×2）カートリッジを付けます。	5182-0816	187,000
交換用フィルタカートリッジ		
トリプルフィルタカートリッジ： 炭化水素、水分、酸素をトラップできるように なった改良型キャリアガスフィルタ。 水分、酸素インジケータを備えていますから 正確な交換時期が分かります。	5182-9705	23,000
フィルタカートリッジ4本セット （酸素、水分、炭化水素×2）	5183-4770	74,000

説明	部品番号	価格 (円)
汎用/外付けスプリットベントトラップ、 カートリッジ3本付属（1/8" Swagelock接続）	RDT-1020	10,000
交換カートリッジ、3本入	RDT-1023	3,400

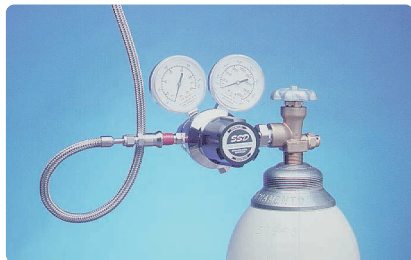
汎用/外付けスプリットベントトラップ

スプリットベントトラップは環境汚染を防止します。スプリット注入システムでは最大で検出器に到達する量の500倍ものサンプルがラボの空気に放出されることがありますが、スプリットベントトラップはこのようなスプリット注入システムから放出される汚染物質からラボの環境を守るものです。交換可能な含浸カーボンフィルタメディアが広範な汚染物質をトラップして除去します。このトラップは交換も用意で、3パックの交換カートリッジがそれぞれ付属しています。約半年毎に交換してください。

スプリットベントトラップとカートリッジ



● 配管



2ステージ圧力調整器に接続した
Spectra-Linkチューブ接続システム

GC用ガス供給システムの構成やメンテナンスの際には、正しい配管素材の選択が非常に重要であり、潜在的な問題点を消去しガスシステム全体の品質を向上させるのに役立ちます。多くの一般的な配管素材が用意されていますが、その中には安全上または清浄度の点で問題のあるものもあります。

ポリエチレンやテフロンなどの非金属系のチューブはガス透過性や清掃の難しさの点でGCアプリケーションには推奨できません。この種類のチューブは加圧空気ラインなどの重要度の低いアプリケーションには

利用できますが、その際も耐圧性に限界があることを意識してください。

このような諸問題を考えに入ると、適切な配管素材のリストは絞られてきて、銅とステンレスの2種類となります。Agilentではほとんどのアプリケーションに銅の配管を推奨していますが、これは曲げや配管加工が容易で、さらにステンレスより価格が安いからです。ステンレスの配管は超高純度が必要とされる困難なアプリケーションにのみ利用します。

配管の清掃

いかなるチューブであっても、最初に使用する前や使用中に汚染されてきた場合には、正しく清掃することが重要です。汚れた配管や不適切な清掃を行った配管はシステムを汚染して大損害を与えることがあります。

チューブの清掃には適切な洗剤と溶媒の使用、それに窒素ガスとパージ可能なオープンが乾燥用に必要です。これは配管が短ければ簡単に実行できますが、大規模なシステムでは、清掃手順があまりにも大規模になることもあり、正しく処理するためには大量の溶媒が必要になってきます。

幸運なことに、Agilentでは清浄な高品質のGCグレード配管を大規模システム用の経済的な代替選択肢として用意しています。

配管長の決定

パラメータ: 2000sccm (4.2 scfh); 温度70°F (21°C); 圧力30 psig

チューブの種類	直径 (インチ)	推奨最大長 (フィート)	圧力低下 (psig)
銅製	1/8	50	2
銅製	1/4*	300	0.5

*複数機器が同一供給源に接続されている場合に推奨

チューブ、クリーニング済

説明	部品番号	価格 (円)
銅製チューブ、1/8", 50ft.	5180-4196	4,300
銅製チューブ、1/8", 12ft.	5021-7107	3,700

ヒント: ポンベが約500psiになったら必ず交換するようにして、重要な分析の途中で突然の圧力低下が起きる危険を防止しましょう。

Spectra-Linkは普通のフレキシブルチューブとは違います！

- ステンレス製：ポリマー製のようなガスの放出や浸透がありません。
- 素早い接続：ボンベ交換時のガスラインへの大気の進入を防止します。
- 試験済み：各システムは 1×10^{-5} cc/sec未満の漏れレートです。



ボンベ壁取付けブラケット

ボンベブラケット

説明	部品番号	価格 (円)
Spectra-Link、1/8インチフィッティングと 36インチステンレスチューブ	SL-8	
Spectra-Link、1/4インチフィッティングと 36インチステンレスチューブ	SL-4	
ボンベ用壁取り付けブラケット、 バンドと鎖付 (ボンベサイズ14in./35cm以下)	5183-1941	5,500

● リークディテクタ

漏れがあると酸素などの汚染物質がガス流に侵入することになります。従ってGC機器のメンテナンスではフィッティングや接続部をガスリークディテクタで検査することも含まれなければなりません。Agilentのガスリークディテクタを使えば、迅速かつ簡単に12種類の一般的なガスのガス漏れを検知して計測できます。2個のセルを持つ微小容積熱伝導システムを利用しているこのユニットはきわめて高感度で、石けん液法のように汚染の原因になることはありません。

つ簡単に12種類の一般的なガスのガス漏れを検知して計測できます。2個のセルを持つ微小容積熱伝導システムを利用しているこのユニットはきわめて高感度で、石けん液法のように汚染の原因になることはありません。

ガスリークディテクタキット



説明	部品番号	価格 (円)
リークディテクタには次の項目が含まれます：プローブ、延長フレキシブルプローブ、レンジ拡大ノズル、プローブクリップとテンプレート、ケーブル、ACアダプター/充電器、バッテリー、取扱説明書、クリーニング布、ケース（115Vまたは220Vを用意）		
ガスリークディテクタ、115V	5182-9646	217,000
ガスリークディテクタ、220V	5182-9648	217,000

● 流量計

GCの流量設定とメンテナンスは、分析機器の精度と感度に大きく影響します。アプリケーションに合わせて流量計を選ぶには、計測スピードや使いやすさ、それに精度と対応流量に注意する必要があります。

流量計の選択

Agilentはクロマトグラフィー用にもっとも広範なバリエーションの流量計を製造しています。キャピラリカラムの流量測定や、空気ポンプとフローコントローラの校正、それに分析機器のガス流路の検証など、各用途向けに流量計を開発してきました。また、すべての流量計はNIST準拠の標準で正確に校正されています。

フロートラッカ流量計 – 体積流量測定、マルチモード表示

説明	部品番号	価格 (円)
フロートラッカ1000 流量計	5183-4779	95,000
フロートラッカ2000 流量計、 リークディテクタ付	5183-4780	148,000
フロートラッカ汎用ACアダプタ (別売、フロートラッカには同梱されていません)	5183-4781	3,900



フロートラッカ 2000

ADM 1000には以下の 特徴があります：

- 精度±3%
- 計測可能温度—機器で0～45℃、配管で-70～135℃
- 校正—NIST第一標準に準拠
- リアルタイム、スプリット比計測
- CEマーク認定
- 0.5～1000ml/minの流量が計測可能
- スプリット比—ガス計測結果を他のガスと比較（例：注入口スプリット比）

ADM 2000

ADM 1000の機能に加え、ADM 2000には以下の特徴があります：

- 質量流量計測—気圧と温度に影響されずに流量を計測（計算による）
- RS-232ポートからのデータ出力
- 9V電池とACアダプタ（120または220 VAC）



ADM 1000



ADM 2000

流量計

説明	流量 (mL/min)		測定可能 ガス	精度 (%)	電源	RS-232 データ出力	部品番号	価格 (円)
	最低	最高						
ADM 流量計 – 質量流量計測、すべてのガスに対応*								
ADM1000	0.5	1000	すべて	±3	9V電池	なし	220-1170	90,000
ADM2000	0.5	1000	すべて	±3	電池または120VAC	あり	220-1171-U	112,000
ADM2000E	0.5	1000	すべて	±3	電池または220VAC	あり	220-1171-E	112,000
電子式質量流量計 – 質量流量計専用器、特定のガスでは超高精度*								
Veri-Flow 500 (110V)	5.0	500	He、H ₂ 、Ar/CH ₄ 、 N ₂ 、空気	±3	充電式バッテリー または110VAC	あり	HVF-500	76,000
Veri-Flow 500 (220 V)	5.0	500	He、H ₂ 、Ar/CH ₄ 、 N ₂ 、空気	±3	充電式バッテリー または220VAC	あり	HVF-500-2	76,000
Optiflow 流量計ガス流量計 – 汎用体積流量計**								
Optiflow 420	0.1	50	すべて	+/- 3	9V電池	なし	HFM-420	82,000
Optiflow 570	0.5	700	すべて	+/- 3	9V電池	なし	HFM-570	82,000
Optiflow 650	5.0	5,000	すべて	+/- 3	9V電池	なし	HFM-650	99,000
* 非腐食性ガスのみ								
** 非腐食性および中腐食性ガスのみ								



ご不明な点が
おありですか？

AgilentのGCに対する知識は、
電話からでも、教室の中でも、
またお客様のサイトでも
得ることができます。
弊社のエキスパートによる
トレーニングやサービス、
サポートについての詳細は
56～58ページを
参照してください。

● サンプル導入および 注入口

Agilentは広範なGCサンプル用バイアル、セプタム、シリンジ、ライナ、それに注入口を広範囲な気相アプリケーションのために提供しています。PerfectFit消耗品はAgilent製機器のために特別に設計されており、再現性のある正確なGC結果を保証できるようになっています。このセクションではこれらの重要なコンポーネントを一覧し、お客様が正しい選択をできるようにお手伝いします。同時に、シリンジの正しい使用法と清掃テクニックから、注入口の最適設定に関する詳しい議論まで、便利な情報についても紹介いたします。すべてはお客様のGC分析をもっと簡単にするためのもの。すべてがGCの専門家からの情報です。

「良好なサンプル導入は
良好な再現性と最適なピーク形状、
それに正確なサンプル投入を
保証してくれます。Agilentの
最高品質の消耗品提供に対する
コミットメントは、正確で信頼できる
結果そのものを意味します。
利用することによってそれがわかるでしょう」

Bryan Bente, Ph. D.
テクノロジー・デベロップメント・マネージャー



ここで表示したバイアルとシリンジはほんの一例に過ぎません。バイアルとシリンジの
一覧は「Agilentカラム分析機器部品カタログ」をご参照ください。

● サンプル導入

バイアル

Agilentの広口バイアルはGCによるサンプルの分析にPerfectFitします。バイアルの首角度や底のデザイン、そして高さはAgilentの回転式またはロボットアーム式オートサンブラに完全に適合するよう保証されています。Agilentでは広範なバラエティのオートサンブラ用バイアルを様々なキャップの種類と色、セプタムの種類やパッケージオプションで提供しています。さらにAgilentではバイアル500本にキャップ付きの便利なパックも用意しており、これは再利用可能な青の保管ボックス入りで提供されます。

サンプルが微量な場合のためにAgilentでは多様なオプションを提供しています。広口バイアルにマイクロボリュウムインサートを組み合わせて使うこともできますし、さらに便利な小容量のバイアルを利用することもできます。

バイアルの充填

バイアルにサンプルを充填するときは以下のことに注意してください：

- 大量のサンプルを反復注入でテストする必要がある場合には、信頼できる結果を得られるようサンプルを数本のバイアルに分けてください
- バイアル中のサンプルの分量が少ない場合、前回のサンプル注入や溶媒洗浄による汚染物質のサンプルに与える影響は大きくなります

バイアル上部の空間はサンプルを吸い上げた後に真空が生成されるのを防止するために必要なものです。これは再現性に影響することがあります。

バイアルのオプション



ガラス製—汎用、酸に使用

シラン処理済—ガラスと結合するサンプルや痕跡分析に使用

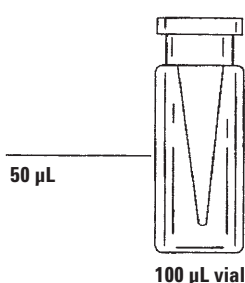
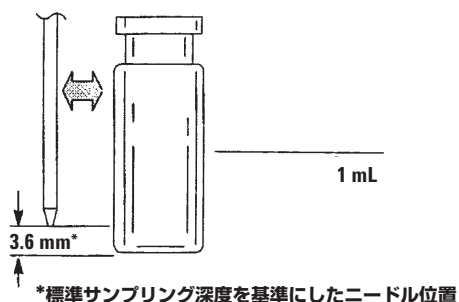
ポリプロピレン製—アルコールや水性溶液に使用

茶色バイアル—光に反応するサンプルに使用

マイクロボリュウムインサート—きわめて微量のサンプルに使用

濃縮バイアル—微量のサンプルに使用

サンプルバイアルの推奨充填容量



ヒント: バイアル内の陰圧化を防ぐ目的で空気を注入するのは避けてください。キャップシールのゆるみの原因となります。

バイアル用セプタムの素材選択

バイアルキャップのセプタムは分析の最適化のためにきわめて重要です。各セプタムはシステム全体を補完して化学的な性能を拡張します。Agilentのバイアルキャップ用セプタムはシステム性能の最適化のために特別な成形と構成が行われており、芯抜きを最低限に抑えて優れた化学的不活性を発揮します。

赤ラバー/テフロン

- ルーチン分析
- 適度の再シール性
- 優れた化学的不活性さ
- 繰り返し注入やサンプル保存には適しません
- 最も経済的

シリコン/テフロン

- 優れた再シール性
- シリンジ穴が抜けません
- 繰り返し注入に適しています

テフロン/シリコン/テフロン

- 微量分析アプリケーションに使用します
- 平均以上の再シール性
- シリンジ穴が最もあきにくい
- サンプルを揮発させません
- 直径の大きな、先端が尖っていないシリンジニードルの使用に適しています

テフロンディスク

- GC/MSとECD分析に適しています
- コンタミネーションを起しません
- 再シール性はありません
- 注入1回のみ
- サンプルの長期保存には適しません

Viton

- 塩素含有溶媒向き
- 有機酸サンプル等
- 再シール性はそれほどありません
- 32ゲージシリンジには適しません



分量ニーズの特定

セプタムの注文分量を決定するには以下の項目に注意してください：

- 日/週に処理するサンプル数
- サンプルを少量ずつ処理するか、大きなバッチで処理するか
- 分析をマニュアルインジェクタで実行するか、オートサンブラを使用するか
- 通夜運転、無人運転を行うか

ヒント: オートサンブラで無人運転を行う時は、用いる消耗品が装置に精度良く適合している必要があります。基本的に無人運転を良好に行うには、高品質のバイアルが大量に使われることになります。

バイアル

説明	入数	部品番号	価格 (円)
バイアル			
2mLクリンブバイアル500組キット、銀アルミキャップ付とテフロン/赤ラバーセプタム付	500/pk	5181-3400	14,000
2mLスクリューバイアル500組キット、青スクリューキャップとテフロン/赤ラバーセプタム付	500/pk	5182-0732	22,000
2mLスナップバイアル500組キット、透明ポリプロピレンキャップとテフロン/赤ラバーセプタム付	500/pk	5182-0547	19,000
100μlガラスインサート、広口バイアル用	100/pk	5181-1270	11,000
300μlポリプロピレンバイアル	1000/pk	9301-0978	29,000
100μl内筒ガラス/ポリプロピレンバイアル	100/pk	9301-0977	20,000
マイクロ-Vクリンブバイアル、透明、15μlリザーバ付	100/pk	5184-3551	11,000
濃縮クリンブバイアル、30μlリザーバ付	100/pk	5182-3454	13,000

シリンジ

シリンジの種類とデザインは、クロマトグラフィーで再現性のあるサンプル注入を行って一定した結果を出すためには重要です。Agilentの各シリンジはお客様のオートサンプラにPerfectFitし、さらに多種多様なプランジャやニードルが選択できます。PerfectFitとは、以下のようなデザインであることを意味します：

- サンプル注入量に再現性があること
- Agilentの注入口やオートサンプラ用の専用デザインであること
- 注入口セプタムの寿命を最大限に活用できること

シリンジの選択

1. 利用している注入（注入ポート）と注入するサンプルの量を基準にしてシリンジを選択します。
2. シリンジを選択します。利用できるシリンジのサイズと対応する注入体積についてはオートサンプラのオペレーティングマニュアルを参照してください。
3. シリンジの適切なニードルゲージを選択します。

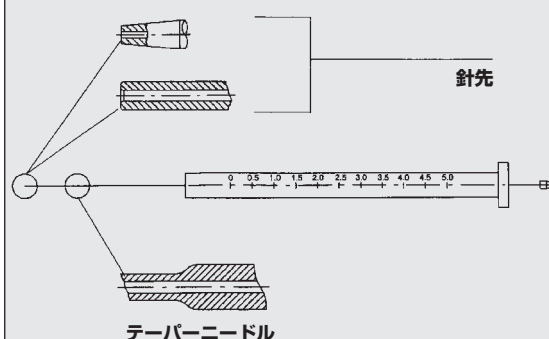
ニードルゲージの選択

注入口	ニードルゲージ	カラムタイプ
バックド、スプリット/ スプリットレス（PTV 含む）	23ゲージまたは23/26テーパゲージ	利用可能なものすべて
クールオンカラム	23/26テーパゲージまたは26ゲージ	530 μ m
クールオンカラム	26/32テーパゲージ	320 μ m
クールオンカラム	26/32テーパゲージ	250 μ m

針先



針先形状



ご不明な点 ありますか？

AgilentのGCIに対する知識は、電話からでも、教室の中でも、またお客様のサイトでも得ることができます。弊社のエキスパートによるトレーニングやサービス、サポートについての詳細は56～58ページを参照してください。

シリンジニードルにはAgilentのデュアルテーパニードルかコーンチップを使用しましょう。鋭角チップのニードルは注入口セプタムに傷を付けることがあり、漏れを起こす可能性があります。さらに、鋭角チップのニードルは相当量のサンプルをセプタム上に残留させることがあり、これによってクロマトグラフに大きな溶媒のテーリングを引き起こすことがあります。

シリンジの特徴と推奨される使用法

シリンジ	特長	欠点	推奨用法
5 μ L, 固定 プランジャ	<ul style="list-style-type: none"> • 1 μL注入がもっとも精密なシリンジ • 0.5 μL注入にもハードウェア変更が不要 	<ul style="list-style-type: none"> • もっとも細いプランジャなので曲がりやすい • 粘度の高いサンプルには不適 • プランジャの交換が不能 	<ul style="list-style-type: none"> • 1 μL 注入 • きれいなサンプル • ルーチン分析
10 μ L, 固定 プランジャ	<ul style="list-style-type: none"> • もっとも経済的 • もっとも適合信頼性の高いプランジャシリンジ • 曲がりにくい • 高粘度のサンプルに適合 	<ul style="list-style-type: none"> • もっとも正確なのは2 μL 以上の注入のみ • プランジャの交換が不能 	<ul style="list-style-type: none"> • 汎用シリンジ • きれいなサンプル • ルーチン分析
10 μ L, ガスタイト	<ul style="list-style-type: none"> • プランジャ交換が可能で修理コストを低減 • 固定プランジャよりもプランジャの締めがゆるい • プランジャとバレルの間のシールがタイト 	<ul style="list-style-type: none"> • 固定プランジャより高価 • 5 μL サイズはなし 	<ul style="list-style-type: none"> • 汚いサンプル • ガスや揮発性のサンプル • 反応性のサンプル



ヒント: オンカラム注入口に注入する際にオンカラム・シリンジを使用しないと、インジェクタやシリンジ、それにカラムを破損することがあります。

オンカラム・シリンジのニードル交換

250 μ mおよび320 μ mの注入に使うステンレス製ニードルはガラス製シリンジバレルに挿入しなければなりません。お使いになるカラムに合わせて正しいサイズのニードルを選択してください。

ニードルをシリンジ・バレルに挿入する際は以下の手順で行います：

1. シリンジ・バレルのキャップをゆるめてスプリングを取り外します。
2. ニードルにテフロン・ディスクが付いていることを確認します。シリンジ・バレルにテフロン・ディスクが付いていない場合には、シリンジの外箱にある説明に従って自分でニードルに取り付けてください。
3. スプリングをスライドしてキャップをニードル側に下げます。
4. ニードルをシリンジ・バレルに挿入します。
5. キャップをシリンジ・バレルに再び締め込みます。



シリンジ取付に関するビデオをご覧頂くには、
「<http://www.agilent.com/chem/supplies>」に
アクセスの上、「ライブラリ」の下
「ビデオを見るには」をクリックしてください。

シリンジのヒント

- データ処理装置の注入口を設定する際には正しいシリンジサイズを入力するように確認してください。
- シリンジの寿命を最大限に延ばすため、使用前にシリンジを洗浄しプランジヤをきれいにしてください。
- 注入毎にシリンジを5～8回洗浄して、サンプルのキャリーオーバーを最小限に抑えてください。
- サンプルは少なくとも5回ポンピングして、気泡をすべて除去して最大限の再現性と確度が得られるようにしてください。
- 26ゲージのシリンジは内径0.53mmのカラムへのオンカラム注入に使えます。カラムとシリンジをGCに取り付ける前に、必ずオンカラムシリンジのニードルがキャピラリカラムのサイズと適合しているか確認してください。
- オンカラム注入では必ず使用カラム径に適合したセプタムナットとステンレスインサートを使用するようにしてください。0.32mmおよび0.25mmのカラムに注入する際には穴明きのセプタムを使用してください。
- ガスタイトシリンジを長期間保管する場合はプランジヤを取り外してテフロンチップからの漏れを予防してください。ガスタイト・プランジヤが正しく挿入できない場合には、約10分間お湯に浸してからチップをきれいな固い平面に均一に押しつけ、そのまま室温まで冷やします。これでプランジヤのシールが正しく再生され、さらに10～25%多くの注入が可能になります。
- 標準プランジヤの寿命を最大限に保つには、各シリンジに同梱のシリンジ清掃手順に従ってシリンジを洗浄し、プランジヤを溶媒（イソプロパノールかアセトン）リントフリーの布で拭いてください。



シリンジ

説明			ゲージ	入数	部品番号	価格（円）
テーパーニードルシリンジ （スプリット/スプリットレス注入または 0.53 mm-id カラムを使用したオンカラム注入用）						
10μL	テーパー	ニードル固定型	23-26s/42	6/pk	5181-3360	24,000
5μL	テーパー	ニードル固定型	23-26s/42	6/pk	5181-8810	34,000
ストレートニードルシリンジ （Merlin マイクロシールと使用）						
10μL	ストレート	ニードル固定型	23/42	6/pk	5182-0875	35,000
5μL	ストレート	ニードル固定型	23/42	6/pk	9301-0725	24,000

オートサンブラ用部品

説明	入数	部品番号	価格 (円)
オートサンブラ関連部品			
4mL洗浄バイアル、最低液量線付、キャップ付	25/pk	5182-0551	3,400
4mL洗浄バイアル、スクリューキャップ付	144/pk	9301-0723	6,500
ディフュージョンキャップ、4mLバイアル用	12/pk	07673-40180	2,300
セブタム、4mLバイアル用	144/pk	9301-1031	2,600
シリンジ取付けネジ		07673-20570	1,900
クオドラントキット (4枚1セット)		18596-40015	9,500
7673補用品キット：以下を含みます			
10mLシリンジ (各6本)、23/26ゲージニードル、			
4mLバイアル、拡散キャップ付 (144個/パック)、			
2mL自動サンブラバイアル (スクリューキャップ付、			
1000本/パック)、GCセブタム (25個/パック)、			
バイアルラック (5個/パック)			
		07673-60840	116,000

● バックドカラム注入口

バックドカラム分析は高効率の分離が必要ない場合や、ガスを気固クロマトグラフィーで分析する場合によく用いられています。バックドカラム注入口は設計も利用法も単純です。設定に必要なパラメータは少なく、すべてのキャリアガス流は標準のコンフィギュレーションの場合、注入口を通してカラムに流れます。

バックドカラム注入口の手順/実施

パラメータ	選択/設定	原理
注入口温度	溶媒沸点 +50°C 主要溶質の沸点	フラッシュ気化の保証 きれいなサンプルに使用
インサートの タイプ	1/8"ステンレス製 1/4"ステンレス製	SSカラムのみに使用 インサートは最大外径1/4"までの カラムに接続可
ライナ	ガラス製	低活性に対して使用（交換可）
カラム初期温度	温度プログラミング	ピークを鋭くし動作時間を減らす
カラムタイプ	1/8"ステンレス製 バックドカラム 1/4"ガラス製 バックドカラム	分解しない 極性または不安定な化合物に好適
キャリアガス流量	20-40 mL/min 30-60 mL/min	N ₂ キャリアガスを使用 HeかH ₂ キャリアガスを使用

トラブルシューティング

バックドカラム注入口で発生するほとんどの問題はサンプルの分解や逆流、それに漏れに関するものです。

分解

バックドカラムの注入口は活性で、特にガラス製ライナを使用しない場合にはそれが顕著なので、極性のサンプル化合物が注入口でテーリングや劣化を起こすことがよくあります。注入口由来のサンプル分解の有無は分解生成物の標準品と同じリテンションタイムにピークが表れるかどうかで容易に確認できます。

注入口由来の分解が疑われたら、カラム内直接注入や不活性ガラス製ライナを使用するか、または注入温度を下げるか試してみてください。さらに注入口内部のカラム封入物を除去してみてください。

バックドカラム注入口では活性点をなくすることはできませんが、内容量が小さいため、大きな影響として表れることはありません。比較的高い流量とバックドカラムの組み合わせでは、サンプルの注入口内での滞留時間が短くなり、分解の発生はある種のキャピラリ注入口（スプリットレス注入口など）で発生する分解と同程度まで抑えられます。

逆流

しかし、注入口容量が少ないということの欠点として、あまり大量にサンプルを注入すると簡単にライナの容量を超過してしまい、ガス供給ラインやセプタムへの逆流を起こすという問題があります。これによってゴーストピークやサンプル損失、再現性のないピーク面積、それに分解などの症状が発生することがあります。

漏れ

バックドカラムの注入口は通常流量コントロールされているので、セプタムやカラムの漏れはリテンションタイムやピーク面積に直接影響します。セプタムの穴が大きくなっているような場合、サンプルの漏出、空気の混入を引き起こし、ピーク面積減少やカラムの劣化の原因となります。定期的にセプタムを交換し、カラムの接続をチェックするのが最初の対策となります。カラム液相の分解を防止するには、オープンと注入口を使用していない時やセプタム交換時には室温にしておくよう確認してください。

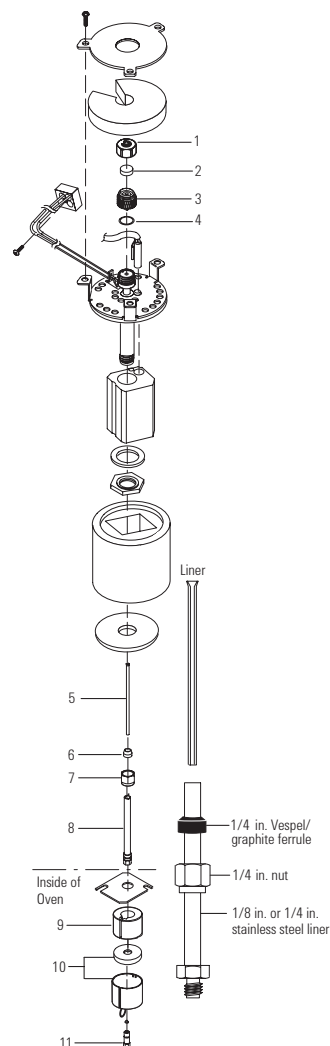
6890/6850/5890シリーズGC用バックドカラム注入口部品*

番号	説明	入数	部品番号	価格 (円)
1	セプタムナット		18740-60835	5,800
2	セプタム、11-mm、Septa-BT0**	50/pk	5183-4757	8,100
3	トップインサートウェルドメント		19243-80570	20,000
4	バイトンO-リング	12/pk	5080-8898	1,600
5	ガラスライナ、使い捨てタイプ	25/pk	5080-8732	5,000
	ガラスライナ、使い捨てタイプ/不活性化	5/pk	5181-3382	2,300
6	ベスベルフェラル、1/4in-id	10/pk	5080-8774	6,000
7	チュービングナット、1/4-in、真鍮	10/pk	5180-4105	2,200
アダプタ、ガラスライナ入				
8	0.53mmカラム用カラムアダプタ		19244-80540	16,000
	1/8インチカラム用カラムアダプタ		19243-80530	14,000
	1/4インチカラム用カラムアダプタ		19243-80540	20,000
9	上部断熱材†		19243-00067	(700)
10	ナット保温キャップ、断熱材付		19234-60720	7,400
11	カラムナット、0.53mmカラム用	2/pk	5181-8830	2,600

* 詳細な部品分解図は6890シリーズGC分析機器のユーザ/サービスマニュアルを参照してください。

† 6890/6850用のみ

** 分解方法の詳細については、**6890シリーズGCのユーザマニュアル/サービスマニュアル**をご覧ください。



5890バックドカラム注入口部品

説明	入数	部品番号	価格 (円)
ノンパージセプタムナットアセンブリ マニュアル流量コントロール専用、EPC不可		19243-60570	14,000
アダプタ、ガラスライナなし			
1/8-in カラムアダプタ		19243-80510	12,000
1/4-in カラムアダプタ		19243-80520	17,000
汎用バックドカラム注入口 (パージなしタイプ)			
セプタムリテナットセプタムナット、パージなし		19243-60505	9,500
真鍮ナット、1/4-in	10/pk	5180-4105	2,200

ご不明な点が
おありですか？

AgilentのGCに対する知識は、
電話からでも、教室の中でも、
またお客様のサイトでも
得ることができます。
弊社のエキスパートによる
トレーニングやサービス、
サポートについての詳細は
56～58ページを
参照してください。

● スプリット/スプリットレス注入口

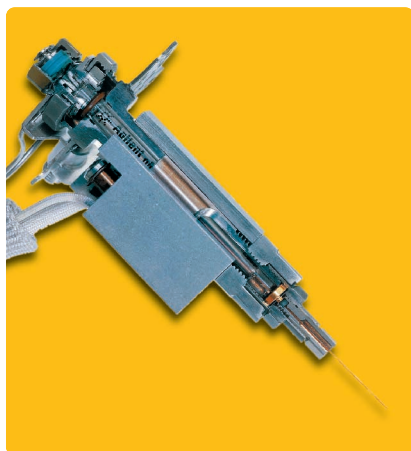
スプリット/スプリットレス注入口は、キャピラリカラム・ガスクロマトグラフィでもっとも一般的な注入口です。スプリットモードとスプリットレスモードの両方で利用できるため、ほとんどの分析をカバーできる非常に効率的な組み合わせとなります。

スプリットモード

スプリット注入はカラムに過負荷をかけずに少量のサンプルを注入できる効率的な方法です。スプリット注入は以下のようなサンプルで必要となります：

- 分析のために（溶媒などで）希釈できない
- フォーカシングできない気体や、注入時間の長い（バルブ注入）気体
- （溶媒分析のように）重要な小ピークが溶媒ピークの直前に溶出する

スプリット注入はスプリット比を簡単に調整できるので、よく分からないサンプルのスクリーニングや、濃度の差が大きいサンプルにも適しています。汚いサンプルにもスプリット注入口は良い選択肢です。



トラブルシューティング

スプリット注入口ではスプリット処理の一部として狭いピークが生成されるので、ピーク幅の広がりという現象はほとんど発生しません。従ってピークが広がったりテリングを起こしているのがスプリット注入で見つかった場合には、大抵はカラムの取り付けが正しくないか、スプリット流量が足りないか、または注入温度が低過ぎるのが原因です。注入口温度が低過ぎるのかもしれないと気付いたら、温度を約50℃上昇させて温度が低い時の分析と結果を照合してください。

もし結果が良好なら、結果がそれ以上改善されなくなるまで手順を繰り返してください。

スプリット注入口で発生する問題の多くは、ディスクリミネーションと分解に関連するものです。ディスクリミネーションと分解が増大すると分析の精度と再現性が低下します。スプリット注入口はニードルのディスクリミネーションと注入口のディスクリミネーションの両方から影響を受けます。

スプリットモードの手順/実施

パラメータ	選択/設定	説明
注入口温度	最後に溶出する化合物の沸点	瞬間気化を確実にする 注入口ディスクリミネーションを最低限に抑える
注入口ライナ	大容量 不活性化	逆流を最低限に抑える サンプルの劣化を最低限に抑える
注入口パッキング	シラン化ガラスウール ガラスビーズ フリットなし	不揮発性物質の保持 飛沫の流れを防止 ウールより低活性 もっとも不活性
注入量	0.5-3 μ L 液体 0.10-10 mL ガス	スプリット調整が簡単 場合に応じてスプリット量を調整
注入テクニック	高速自動注入 高温ニードル高速手動注入	ニードルのディスクリミネーションが少ない 再現性のあるディスクリミネーション
スプリット比	50:1 ~ 500:1	サンプルと注入量による
カラム初期温度	重要ではない	狭い初期ピーク幅
セブタムのバージ	2-3 mL/min	ゴーストピークの発生を最低限に抑える



ライナと金めっきシールに関するビデオをご覧頂くには、
[<http://www.agilent.com/chem/supplies>] に
アクセスの上、「ライブラリ」の下「ビデオを見る」の
をクリックしてください。

スプリットレスモードの手順/実施

パラメータ	選択/設定	説明
注入口温度	最高溶質沸点より少し上 (+20℃)	瞬間気化を確実にする サンプル分解が起きたら下げる 汚いサンプルや沸点の高い溶質では上げる
注入口ライナ	大容量 >0.8mL 小容量 <0.2mL	オートインジェクタで使用 低速手動注入でのみ使用
注入口パッキング	なし	低速注入でのみ使用 分解を減少させる
	シラン化ガラスウール	高速自動注入や汚いサンプルに使用
注入量	0.5-2 µL 液体	溶媒やライナおよび分析条件による
注入テクニック	高速自動注入 ホットニードル低速手動 高温ニードル高速手動注入	最高の再現性 ニードルのディスクリミネーションが小さい 細いライナを使用で >1µL の注入では 1~2µL/sec で注入 <1µL の注入に使用
ページ流量	20~50 mL/min	大体でよい
ページ遅延時間	20~80 sec	カラム流量/ライナの種類、 サンプルの状況に合わせて調整
オープン温度	溶媒沸点以下で10~25℃	溶媒のフォーカシングに必要
カラム流量	>2mL/min 可能なら	注入口を高速にクリア バックフラッシュと分解を低減
セブタムのページ	2-3mL/min	ゴーストピークを低減
定量性	内部標準法 標準添加法	再現性を最大化 一定注入量の場合のみ使用
リテンションギャップ	1~3m、不活性化 (注入量µLあたり1~2m)	ピークの歪みを減らす 溶媒と固定相のフォーカシングを促進

スプリットレスモード

スプリットレス注入では、通常のスプリット注入口は注入時にスプリットバルブを閉じることにより、スプリットなしのモードで動作します。サンプルはライナ内で瞬間気化し、気化したサンプルはキャリアガスによってカラムに運ばれ、そこで溶媒の沸点よりも低い温度で再凝縮します。ほとんどのサンプルがカラム内に送りこまれた後で、ライナに残っているサンプルガスはスプリットベントを開けることによって排出されます。動作の継続中ベントは開いたままになります。

スプリットレス注入の主な利点は、注入したサンプルの大部分がカラム内に運ばれることです。これによってスプリット注入で得られるよりもはるかに高い感度が得られます。

溶媒の影響

スプリットレス注入に求める条件のひとつに、カラムの初期温度が少なくともサンプル溶媒の沸点よりも10℃低くなければならないことがあります。これによってサンプル溶媒がカラムの前部で凝縮できるように、溶媒の分子をきわめて狭い幅にトラップできます。

ご不明な点がおありですか？

AgilentのGCに対する知識は、電話からでも、教室の中でも、またお客様のサイトでも得ることができます。弊社のエキスパートによるトレーニングやサービス、サポートについての詳細は **56~58ページ**を参照してください。

サンプル導入および注入口

スプリットレス注入は以下の分野で日常的に使われています：

- 環境分析
- 食品残留農薬モニター
- 薬物スクリーニング

これらのアプリケーションでは、サンプル前処理の要件が厳しく、しかもサンプルのクリーンアップを徹底的に行うことが常に可能または経済的に正当化できるとは限りません。従ってカラムの保護が感度と同様に重要になってきます。また、溶媒のテールに溶離する痕跡程度の微量溶質を含むサ

ンプルが、さらに高感度の分析のために溶媒によってフォーカシングされることもあります。

トラブルシューティング

スプリットレス注入で遭遇する問題のほとんどは、間違ったパージ時間や劣化、間違ったフォーカシング、それに逆流に関連するものです。

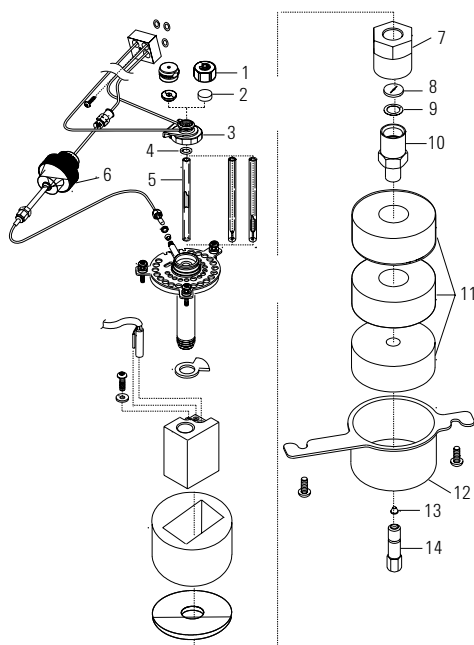
適切なカラム初期温度が重要です。また、インサートからサンプルガスがあふれると（注入量が多すぎるかライナ容積が少な過ぎて）サンプルはセプタムのパージライン

から抜け出てしまい、再現性や直線性のないデータになってしまいます。逆流を防ぐため、注入口温度とライナ容積、それに注入量を慎重に検討してください。

分解

ピーク面積の減少や新しいピークの生成は、ライナの種類を変更したり、ライナと注入口をシラン化反応剤で不活性化することによって大幅に改善できることがあります。ライナのパッキングを除去したり量を減らしても注入口の活性を減少させることができます。

ヒント: スプリットレス注入では、ガードカラムまたはリテンションギャップが有効な場合があります。（41ページを参照してください。）



6890/6850/5890スプリット/スプリットレス注入口部品*

番号	説明	入数	部品番号	価格 (円)
1	セプタムナット		18740-60835	5,800
2	セプタム** (図中左側はマイクロシールセプタム)			
3	インサートウェルドメント**			
4	ライナ O-リング**			
5	ライナ**			
6	スプリットベントトラップ交換キット (6890/6850用のみ)		G1544-80550	12,000
	交換用カートリッジ		G1544-80530	11,000
7	リテーニングナット (6890/6850用のみ)		G1544-20590	3,200
	リテーニングナット (5890用のみ)		19251-20620	3,700
8	ステンレスシール		18740-20880	3,100
	金メッキシール		18740-20885	3,800
9	ワッシャ、0.375インチOD	12/pk	5061-5869	900
10	リデュースナット		18740-20800	4,200
11	断熱材 (要3ヶ)		19243-00067	(700)
12	断熱カップ		19243-00070	1,900
13	フェラル**			
14	カラムナット用 (6890/6850用のみ)	2/pk	5181-8830	2,600
	カラムナット用 (6850用のみ)	2/pk	5183-4732	7,100
	セプタムナットレンチ、 スプリット/スプリットレス注入口用		19251-00100	3,400

* 詳細な部品分解図は6890シリーズGC分析機器のユーザ/サービスマニュアルを参照してください。

** 注入口部品の一覧は、GC注入口部品ガイドを参照してください。

● クールオンカラム注入口

クールオンカラム注入は多くの面で他のサンプル導入テクニックよりも優れています。

長所：

- サンプルのディスクリミネーション防止
- サンプルの変質防止
- 早く溶離する成分の溶媒フォーカシング
- 高い分析精度

正しく使用すれば、クールオンカラム注入は現存する注入口の中でもっとも正確で高精度な結果を出すことができます。シリンジのディスクリミネーションは完全に抑えられます。さらに、液体をカラムに直接導入するので、注入口でのディスクリミネーションは発生しません。自動化されたオンカラム注入により分析精度はさらに高くなります。これに加えて熱による分解や転位が起こらないので、高精度で高確度の結果

が必要な場合には、常にクールオンカラム注入を検討すべきなのは明らかです。

欠点：

- 他の注入口に比べて最大サンプル容積が小さい ($0.5\mu\text{L} \sim 2.0\mu\text{L}$)
- 溶媒の直前に溶離する溶質ピークがフォーカスできず、同定が難しい
- キャピラリカラム（特に液相比が大きいかったり内径が小さい場合）がサンプルで過負荷になりやすい
- カラム初期温度や溶媒特性、それに注入比などのパラメータを最適化しなければならない

クールオンカラム注入の手順/実施

パラメータ	選択/設定	説明
注入口初期温度	カラムオープンの温度と同じか3℃上	溶媒前方でのサンプルのフォーカシングを確実にする
初期注入口温度勾配	オープン（オープントラック）と同じ オープンより高速	単純で効果的 初期ピーク幅を狭める
注入量	$0.1 \sim 2.0\mu\text{L}$ 液体	細い内径のカラムには少ない注入量 カラムのキャパシティに応じて
注入テクニック	高速自動注入 フューズドシリカニードル	シリンジから液滴を導入 細い内径のカラムには手動注入を使用
オープン温度	注入口温度あるいは少し低め	逆流を防止
カラム流量	$50 \sim 80\text{cm/sec}$ $30 \sim 50\text{cm/sec}$	H_2 キャリアガスの場合 He キャリアガスの場合
セプタムのバージ	$12 \sim 15\text{mL/min}$	ゴースト防止のため、 設置されていれば使用
定量性	全メソッド	もともと再現性のあるテクニック ディスクリミネーションなし
リテンションギャップの必要性	$1\text{-}3\text{m}$, 不活性処理済	ピークの崩れを補正 カラムを不揮発性化合物から保護 細内径カラムでの自動注入を可能に

サンプルの検討

以下の理由からオンカラム注入ではサンプルの前処理が重要です：

- カラムの過負荷やカラム汚染の可能性
- 固定相と適合しない一部の溶媒
- カラム初期温度が溶媒の沸点に依存

これらの変数に関連する問題の多くは、分析カラムの上流にリテンションギャップを利用することによって解決できます。



クールオンカラム取付とセプタム交換に関するビデオをご覧頂くには、

[<http://www.agilent.com/chem/supplies>] にアクセスの上、「ライブラリ」の下
「ビデオを見るには」をクリックしてください。

ヒント: サンプルを直接カラムに投入するので、サンプルの不揮発性化合物がカラムの頭部に蓄積して効率を低下させたり、次の注入に干渉したりすることがあります。

トラブルシューティング

クールオンカラムで発生する主要な問題は、カラムへの過負荷、溶媒と液相の不適合、およびカラムの汚染に関連するものです。

注入後の液で濡れた部分が長過ぎると（大量注入やぬれ性が貧弱な場合）ピークが広がったり分裂します。通常はリテンションギャップでこの問題は解決します。オンカラム注入でカラムの効率が低下するのは、通常カラム頭部の液相の汚染か劣化が原因です。クールオンカラム注入では固定化した液相のカラムだけを使用するようにして、溶媒による液相の置換を防止してください。

固定化された液相は洗浄する事によって汚染を除去して性能を回復できます。洗浄後もカラムの性能が向上しない場合には、カラムの注入側を0.5m切り落としてください。それでもカラムの性能が回復しない場合にはカラムを交換し、その後の汚いサンプルを注入する場合にはリテンションギャップを利用するようにしてください。

カラム/リテンションギャップ取付用部品

説明	入数	部品番号	価格 (円)
カラムナット	2/pk	5181-8830	2,600
フェラル、グラファイト/ベスベル	10/pk	5181-3323	6,400
320- μ m 0.5mm グラファイト/ ベスベルフェラル	10/pk	5062-3514	6,000
250- μ m リテンションギャップ (5m)		160-2255-5	5,000
320- μ m リテンションギャップ (5m)		160-2325-5	5,000
530- μ m リテンションギャップ (5m)		160-2535-5	8,400
プレスフィットコネクタ、石英製、 不活性処理、0.18~0.53mm	5/pk	5181-3396	11,000

ご不明な点が おありですか？

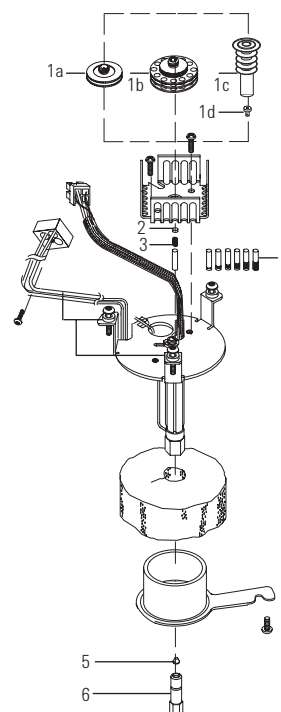
AgilentのGCに対する知識は、電話からでも、教室の中でも、またお客様のサイトでも得ることができます。弊社のエキスパートによるトレーニングやサービス、サポートについての詳細は**56~58ページ**を参照してください。

ヒント: クールオンカラム注入では、カラムやリテンションギャップの活性が高いとサンプルが変性することがあります。Agilent製の十分に不活性化されたリテンションギャップや高品質のキャピラリカラムを利用するようにしましょう。

6890/5890 シリーズクールオンカラム注入口部品

番号	説明	入数	部品番号	価格 (円)
マニュアル注入				
1c	クーリングタワーアセンブリ		19320-80625	22,000
1d	ダックビルセプタム	10/pk	19245-40050	3,200
	フューズドシリカシリンジニードル	6/pk	19091-63000	4,300
	フューズドシリカニードル用シリンジバレル、 10μl		9301-0658	11,000
汎用部品				
3	スプリング		19245-60760	900
4	キャピラリカラム用インサート			
	200μm カラム用 (1本リング)		19245-20510	12,000
	250μmカラム用 (6本リング)		19245-20515	14,000
	320μmカラム用 (5本リング)		19245-20525	9,500
	530μmカラム用 (リングなし)		19245-20580	7,300
	530μmアルミ被覆カラム用 (4本リング)		19245-20780	5,000
5	フェラル	10/pk	5080-8853	5,400
6	カラムナット	2/pk	5181-8830	2,600
6890 シリーズ GCクールオンカラム注入口部品				
自動注入				
1a	セプタムナットベース、320μmアセンブリ用		19245-80521	9,500
1b	530μmアセンブリ用		G1545-80520	8,800
2	アドバンスドグリーン5mmセプタム	50/pk	5183-4760	7,600
	BT0 5mm穴あきセプタム	50/pk	5183-4758	8,600
5890 クールオンカラム注入口部品				
オートサンブラ注入				
1a	セプタムナット (5890シリーズII GC)		19245-80520	11,000
1b	ニードルガイド (7673A専用)		19245-20670	4,600

* 詳細な部品分解図は6890シリーズGC分析機器のユーザ/サービスマニュアルを参照してください。



● 温度プログラム気化 (PTV) 注入口

PTV注入口はスプリット/スプリットレスとオンカラムの各注入口の長所を組み合わせたものです。サンプルは通常低温のライナに注入されるので、シリンジニードルのディスクリミネーションは発生しません。さらに注入口の温度はサンプルが気化するよう加熱されます。ユーザーがベントの時間と温度をプログラムし、気化したサンプルをスプリットまたはスプリットレスに相当する形でカラムに導入できるようにします。PTV注入はその柔軟性から、もっとも汎用性のあるサンプル供給システムであると考えられます。

長所

- シリンジ・ニードルのディスクリミネーションが起こらない
- 注入口のディスクリミネーションが最小限
- 特殊なシリンジを必要としない
- 大量の注入が利用できる
- 溶媒と低沸点成分の除去
- 不揮発性化合物をライナでトラップ
- スプリットとスプリットレスの動作が可能
- リテンションタイムと面積の再現性はクールオンカラム注入と同等

PTV注入口は注入前と注入中はペルチェ素子か加圧ガス（空気、液体窒素、液体二酸化炭素）によって強制的に冷却されます。注入口を冷却することによって、他のサンプリング装置からライナへのガス注入を十分フォーカスできる注入口温度を確保できます。これは他の補助サンプリングデバイスとキャピラリカラムを組み合わせる際に、従来の注入口に比べてPTV注入口が持つ決定的な利点です。

注入後には、PTV注入口は電気ヒーターやプレヒートした圧縮空気によって加熱されます。デザインにより、注入口の温度勾配はプログラムなし（例：最大温度までコントロールなしの最大レートで加熱）の場合と、プログラム可能な場合とが選べます。

PTV注入口の手順/実施（低温スプリット/スプリットレスモード）

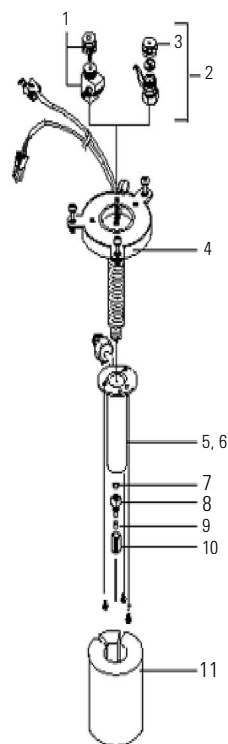
パラメータ	選択/設定	説明
注入モード	低温スプリット 低温スプリットレス	汎用およびサンプルスクリーニング用 微量分析用
初期注入温度勾配	プログラム有 (2°C/sec~12°C/sec) プログラムなし	不安定、複雑、または大量のサンプルには低速な温度勾配を使用 通常のサンプルには高速な温度勾配を使用 スプリットレスのページ遅延時間を短縮するには高速な温度勾配を使用 簡単で廉価な設備
注入口ライナ	シラン化ウール入ストレート バッフルつき 吸着剤充填	汎用 不安定なサンプル用 補助サンプリング装置からの気化注入のフォーカシング用
注入量	0.1~1.5µL	揮発性溶媒と高速温度勾配では少量を注入 1.5µL以上の量は溶媒除去モードでのみ使用
注入クニック	オートサンブラまたは手動、 高速または低速	低温スプリットおよびスプリットレスモードではあまり重要ではない
オープン温度	溶媒沸点の10~25°C以下で サンプルによる	スプリットレスモードでの正しい溶媒効果のため スプリットモード用
カラム流量	30~50 cm/sec	注入口を高速にクリア 逆流しない
セプタムのページ	1~5mL/min	ゴースト発生を最低限に抑える
定量性	全メソッド	本質的に再現性が高い 低温注入モードでディスクリミネーションが低い
リテンションギャップ	不活性処理済	ぬれ部分の延び および 溶媒とカラムの不適合を補正



PTVカラム取付、ライナ取付および銀シール交換に関するビデオをご覧頂くには、
「<http://www.agilent.com/chem/supplies>」に
アクセスの上、「ライブラリ」の下
「ビデオを見るには」をクリックしてください。

6890PTV 注入口

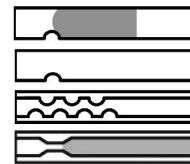
番号	説明	カラム内径	入数	部品番号	価格 (円)
1	セプタムレスヘッド			G2617-60507	(426,000)
2	セプタムヘッド			G2618-80500	(157,000)
3	セプタムナット			18740-60835	5,800
4	PTV注入口アセンブリ			G2617-60506	(777,000)
5	PTV液体CO ₂ クーリングジャケット			G2617-60508	(87,000)
6	PTV液体窒素クーリングジャケット			G2619-60501	(76,000)
7	シルバーシール		5/pk	5182-9763	7,100
8	Graphpack注入口アダプタ	0.20 mm		5182-9754	21,000
		0.25-0.33 mm		5182-9761	18,000
		0.53 mm		5182-9762	18,000
9	Graphpack注入口用 フェラル	0.20 mm	10/pk	5182-9756	19,000
		0.25 mm	10/pk	5182-9768	20,000
		0.32 mm	10/pk	5182-9769	20,000
		0.53 mm	10/pk	5182-9770	18,000
10	注入口アダプタ用スプリットナット			5062-3525	20,000
11	PTV断熱ブロック			G2617-20510	(9,800)
	PTV低温断熱材 (図にはなし)			G2617-60510	(8,400)
	テフロンフェラル (ニードルシール)			5182-9748	17,000
	Kalrezシール			5182-9759	13,000
	バルブ本体			5182-9757	11,000
	加圧スプリング			5182-9758	800
	バイトンシール			5182-9775	2,700
	シーリングエレメント			5182-9760	8,600
	CO ₂ 極低温インラインフィルタ			3150-0602	17,000
	セプタムレスヘッド用サービス組キット、 Kalrezシールとバルブ本体、 加圧スプリングを含む			5182-9747	33,000
	Graphpak 3Dフェラル		5/pk	5182-9749	17,000
	3Dフェラル用取り付けツール			G2617-80540	(35,000)



ヒント: PTV注入口用のライナは選択肢が少ししかありません。しかし、ライナの容積と活性はその数少ないPTVライナを選択する際にも十分に考慮すべき問題です。PTVライナには気化プロセスの前とプロセス中に液体サンプルを保持するために充填されているかまたは表面処理されていることが必要です。

PTVライナ

説明	部品番号	価格 (円)
PTVライナ、シングルバッフル、2mm ID、容量180μl、不活性化処理、ガラスウール入り	5183-2038	3,100
PTVライナ、シングルバッフル、2mm ID、容量200μl、不活性化処理	5183-2036	2,000
PTVライナ、マルチバッフル、1.5mm ID、容量150μl、不活性化処理	5183-2037	3,500
PTVライナ、ガラスフリット、1.5mm ID、容量150μl、不活性化処理	5183-2041	6,900



● 注入口ライナ

どのライナが適切かは、アプリケーションによって決まります。ライナ容積や不活性度、充填物も、ライナを選択する際に重要なポイントです。さまざまな種類のライナがあるため、どのデザインを選択するかは非常に難しいところです。多くの場合、最も適切なライナは実際に測定してみて、最適なものを選ぶ必要があります。

ライナ容積

ライナの容積と揮発する際のサンプルの容積は、適正なライナを決める場合にきわめて重要です。ライナが小さすぎると、フラッシュバックが発生したりサンプルがロスしたりして、精度や再現性、感度に影響が出ることがあります。

不活性度

不活性化ライナは、スプリット/スプリットレスおよびPTV 注入口に使用できます。ライナを不活性化処理するのは、サンプルの吸着を防ぐため、また、不安定な化合物の消失を最小限に抑えるためです。未処理のライナはスプリット/スプリットレスの注入口に使用できます。未処理のライナは、使用前にユーザが不活性化させない限り、極性サンプルまたは不安定なサンプルにはお勧めできません。

パッキング剤

パッキング剤はライナの表面積を拡大するのに役立ちます。また、非揮発性サンプル化合物の気化や保持に役立ちます。パフォーマンスを最高にするには、高品質で不活性化したパッキング剤をご使用ください。

アプリケーション	推奨
高感度	4 mm シングルテーパの不活性化ライナ、 ガラスウールなし
大量注入 (2 µL 以上)	ガラスウール付き不活性化ライナ
少量注入 (0.5 µL 以下)	ガラスウール付き不活性化ライナ
トレースレベルの分析	シングルテーパの不活性化ライナ

スプリット注入用ライナ

Agilent スプリット・ライナにはガラスウールが充填されており、底にテーパがあります。また、取り付けやすいようにガラス・ビーズがあり、不活性化処理されています。Agilent パーツ番号: 5183-4647 (最適スプリット性能を得るために、厳密に寸法を調整してあります)。

スプリットレス注入用ライナ

片方テーパでガラスウールのない、不活性化処理されたライナです。
Agilent パーツ番号: 5181-3316

汎用スプリット/スプリットレス注入用ライナ

Agilent/パーツ番号:5183-4647に似たデザインですが、不活性化処理及び外径が異なり、スプリット及びスプリットレス注入口どちらにも使用可能です。Agilent/パーツ番号: 5183-4711

ダイレクト注入用ライナ

ガラスウールなし、不活性化処理されたストレートライナです。Agilent/パーツ番号: 5181-8818 (ガスサンプル、ヘッドスペース、またはバージとトラップアプリケーション用にのみ使用してください。)

ダイレクトコネクトラライナ

ダイレクトコネクトラライナは非常に不安定な化合物の分析や、注入口によるサンプル分解なく、GCまたはGC/MS分析で最大限の性能を得る必要のあるお客様に対するAgilent の新しいソリューションです。このライナは、6890/5973 GC/MSDでEPA8270メソッドを最適化するように設計されています。

ダイレクトコネクトラライナは不活性化処理済みで、シングルまたはダブルテーパがありカラムにプレスフィット接続できます。さらに、小さなドリル孔がライナの側面にあり、孔のサイズと位置はAgilent R&D エンジニアによってEPC用に最適化して設計されています。













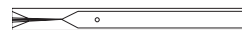



フォーカスライナ

フォーカスライナの使用により再現性を向上し、分析結果が改善できます。フォーカスライナには注入口ポートライナの理想的な位置に、正確に調整されたガラスウールが入っています。注入部分のガラスウールにより表面積が増えるため気化が促進され、また不揮発性のサンプルの残留物をトラップできます。更にサンプルを注入するニードルに残ったサンプルの残留物を取り除き、その結果再現性が向上します。

弊社では特定のアプリケーション用に幅広い種類のライナを提供しています。

ライナO-リング

ライナは注入口内部でベスベルO-リングまたはグラファイトシールでシールされています。変形しやすく壊れやすいグラファイトに比べ、ベスベルO-リングは容易に取り外しおよび交換ができます。グラファイトシールは注入口温度が350℃以上の場合に使用します。

アプリケーション		ライナ容積 (μl)	1 本 部品番号 価格 (円)	5 本/バック 部品番号 価格 (円)	25 本/バック 部品番号 価格 (円)	
	スプリット用ライナ スプリット用、低圧力損失、 ガラスウール入、テーパー付、 不活性化処理ライナ	スプリット注入向き	870	5183-4647 4,700	5183-4701 21,000	5183-4702 94,000
	スプリット注入口ライナ スプリット用、ガラスウール入、 不活性化処理なしライナ		990	19251-60540 2,600	5183-4691 11,000	5183-4692 45,000
	スプリット注入口ライナ (マニュアル注入用) スプリット用、カップ付、 ガラスウールなしライナ		800	18740-80190 5,500	5183-4699 24,000	5183-4700 105,000
	スプリット用、カップ付、ガラスウール入、 パッキング入 (電子式圧力コントロール [EPC] での使用には適しません)、マニュアル注入用		800	18740-60840 5,700	5183-4697 26,000	5183-4698 112,000
	スプリット/スプリットレスライナ ライナ、一般的スプリット/ スプリットレス用、 ガラスウール入、テーパー付、 不活性化処理ライナ	スプリット/ スプリットレス注入用	870	5183-4711 3,700	5183-4712 15,000	5183-4713 64,000
	スプリットレス用ライナ スプリットレス用、シングルテーパー付、 ガラスウール入、不活性化処理ライナ		900	5062-3587 4,000	5183-4693 17,000	5183-4694 74,000
	スプリットレス用、ダブルテーパー付、 ガラスウールなし、不活性化処理ライナ		800	5181-3315 4,800	5183-4705 22,000	5183-4706 97,000
	スプリットレス用、 シングルテーパー付、 ガラスウールなし、不活性化処理ライナ	スプリット注入向き	900	5181-3316 3,900	5183-4695 16,000	5183-4696 71,000
	ダイレクト注入用ライナ ダイレクト注入用、2mm ID、 不活性化処理ライナ	直接注入向き (ガスサンプル、 ヘッドスペース、 パージ&トラップ用)	250	5181-8818 3,200	5183-4703 12,000	5183-4704 52,000
	ライナ、ダイレクト注入用、2mm ID、 不活性化処理なし、石英製		250	18740-80220 3,700	5183-4707 16,000	5183-4708 71,000
	ダイレクト注入用、1.5 mmID、不活性化処理なし (ガスサンプル、ヘッドスペース、パージ&トラップ用)		140	18740-80200 2,300	5183-4709 9,500	5183-4710 41,000
	ストレート、スプリットレス、 4.0 mmID		990	210-3003 2,700	210-3003-5 12,000	
	ダイレクト接続ライナ シングルテーパー・ダイレクトコネクトライナ、4 mm ID、不活性化処理			部品番号 G1544-80730	価格 (円) 7,300	
	デュアルテーパー・ダイレクトコネクトライナ、4 mm ID、不活性化処理			G1544-80700	7,300	
	フォーカスライナ フォーカスライナ、4.0 mm、ガラスウール入			210-4004-5	12,000	
	フォーカスライナ、4.0 mm、ガラスウール入			210-4022-5	16,000	
	ライナO-リング バイトンO-リング (12 個)			5180-4182	1,200	
	グラファイトO-リング、スプリットレス・ライナ用 (10 個)			5180-4173	6,200	
	グラファイトO-リング、スプリット・ライナ用 (10 個)			5180-4168	6,200	

● セプタム

セプタムはサンプルの流路を外界と遮断しています。セプタムは分析に汚染を与えることなく内圧を保持するバリアとなり、しかも注入口ニードルを容易に通すものでなければなりません。セプタムは通常特殊な高温低ブリードのシリコンラバー成形で作られています。セプタムは定期的に交換して、漏れや分解、サンプル損失、カラムやスプリットベントの流れ妨害、ゴーストピーク、それにカラム劣化を防止しなければなりません。

問題を最低限に抑えるには：

- セプタムを推奨温度範囲内で使用する
- 定期的にセプタムを交換する
- セプタムナットを「手で締める程度」に取り付ける
- 適切であればセプタムのパージを行う
- オートインジェクタを使用する
- Agilentのデュアルテーパー・コニカルポイントのシリンジニードルを使用する

● フェラル

フェラルはカラムやライナと装置との接続部をシールしています。理想的なフェラルとは、漏れがなく、多様な外径のカラムに適合し、最低限のトルクで締める事ができ、カラムやフィッティングにくっつかず、さらに温度差によってシールの緩みが起きにくいものです。

フェラルが損傷した時の徴候には以下のようなものがあります：

- システムに拡散した酸素によるバックグラウンドノイズ
- 酸素により触媒されたカラムのブリード
- サンプルの分解
- サンプル損失
- 検出器のS/N比増大
- リテンションタイムの再現性低下

取り付け

問題を防止するため以下に注意して正しくフェラルを取り付けてください：

- 締め過ぎないーカラムナットを指で締めてから、レンチを使って1/4回転締めます
- きれいな状態を保つ
- 使用前にフェラルを空焼きする
- 汚染（指紋や油など）を防止する
- 再利用する前にフェラルに割れや欠け、その他の破損がないかルーペで検査する
- 新しいカラムや注入口/検出器の部品を取り付けたらフェラルを交換する

● ライナ

ライナは注入口システムの中核的な部品で、ここでサンプルが蒸発して気相に変化します。

ピーク形状の劣化や溶質のディスクリミネーション、それに再現性の低下やサンプルの分解、そしてゴーストピークを防止するため、ライナは定期的に交換する必要がある、さらに正しいライナを使用しなければなりません。以下の要素を考えてライナは定期的に交換しましょう：

- 今までの使用パターン
- サンプルの清浄度
- ピーク形状の変化やピークのディスクリミネーション、再現性の低下、サンプル分解などクロマトグラフィーの異常

注入口部品の一覧については、

Agilent の
GC 注入口カタログ

(出版番号 #5988-3466 JAJP)

をご覧ください。





● カラム

正しいカラムを選択し、Agilentが推奨する簡単なカラムケアに従えば、GCカラムの性能と寿命を最大限に活かすことができます。このセクションでは弊社のエキスパートがGCカラムの選択と取り付け、そして保存方法についての実践的なアドバイスを提供し、さらに熱と酸素による劣化を防止するためのヒントを示します。GCカラムの汚染はカラムの寿命を縮める最大の原因ですから、不揮発性および半揮発性の汚染物質を防止するための詳しい説明と、適切な回復方法も含まれています。

「私達のGCカラムとアプリケーションに関する専門知識は、お客様のアプリケーションに適合したカラムを選択するお手伝いをする他に、お手持ちのGCカラムを回復不能なダメージと一般的な汚染源から守ることによって時間とお金を節約するお手伝いもいたします」

Eberhardt Kuhn, Ph.D.
テクニカルサポートエンジニア

● カラムのメンテナンス

GCカラムのメンテナンス自身は簡単なものですが、カラムに必要なメンテナンスの頻度と種類は、システムやサンプルの性質によって変わってきます。ただメンテナンス予定表の項目をそのまま実行するの

ではなく、メンテナンスはキャピラリカラムの最大限の性能と寿命を得るための手段というところにまず注目しなければなりません。これには正しいカラムを選択し、取り付けとシステムのセットアップを正しく

行い、そしてカラムの劣化の原因となる一次的要素（破損や熱によるダメージ、酸素によるダメージ、化学的なダメージ、および汚染）を防止するということが必要となってきます。

● カラムの選択

もっとも寿命の長いカラムを選択しましょう：

- 可能な限り低ブリードのカラムを使用します。
- もっとも困難な分離で最高の分解能を発揮するもっとも低極性のカラムを選択します。
- 分離の難しい異性体を分析する場合には極性の高いカラムを使用します（必要な場合には極性の高いカラムを使用しますが、必要な性能を持つ中で極性が一番低いカラムを使うようにします）。
- 最適な温度範囲で必要な分離が可能となる最適なサイズを選択します。

説明	部品番号	価格（円）
DB-1ms、0.25mm、30m、0.25μm (-60~340/360°C)	122-0132	80,000
HP-5ms、0.25mm、30m、0.25μm (-60~325/350°C)	19091S-433	74,000
DB-XLB、0.25mm、30m、0.25μm (30~340/360°C)	122-1232	80,000
DB-35ms、0.25mm、30m、0.25μm (50~340/360°C)	122-3832	71,000
HP-INNOWax、0.25mm、30m、0.25μm (40~260/270°C)	19091N-133	63,000

● カラムの取り付けとセットアップ

カラムから最高の性能と寿命を得る最初の一步は正しい取り付けです：

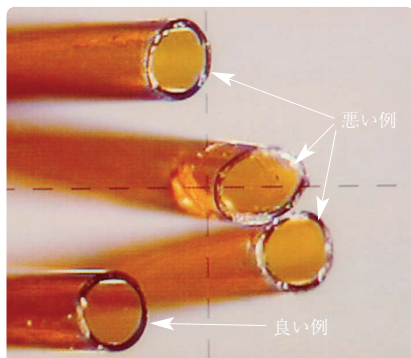
- カラムと注入口、それに検出器のタイプに適合したサイズと素材のフェラルを選択する。
- フェラルの再使用を避ける
- セラミックウェハやダイヤモンドチップ付きペンシルカットなど、適切なカラム切断ツールを使用する
- カラムの末端がきれいに切断されており細かい屑が付いていないことを、注入口および検出器への取り付け前に確認する。

- GCメーカーの指定通りの適切な長さを注入口および検出器にさし入れて取り付け。
- カラムはカラムハンガーに置かれ、キャピラリチューブがオープン内壁に接触する個所がないようにする。
- すべてのフィッティングに漏れがなく、キャリアガスに酸素が混入していないことをオープン加熱前に確認する。

ご不明な点がありますか？

AgilentのGCに対する知識は、電話からでも、教室の中でも、またお客様のサイトでも得ることができます。弊社のエキスパートによるトレーニングやサービス、サポートについての詳細は56~58ページを参照してください。

カラムの取り付けとセットアップ (続き)



カラム切断の例

- 保持されない化合物を注入して取り付けを確認し、線速度を設定する。
- 各カラムに添付された説明書に指定された通りにカラムのコンディショニングを行う。

説明	部品番号	価格 (円)
セラミックウェハ型カラムカッタ (4/pk)	5181-8836	2,300
20倍ルーペ	430-1020	4,700
G汎用グラファイト・フェラル (0.5mm ID、0.32mm ID以下 のコラム用) 10/pk	5080-8853	5,400
G汎用グラファイト・フェラル (0.5mm ID、0.45mm~0.53mm ID のコラム用) 10/pk	5080-8773	4,200
ガスリークディテクタ、115V	5182-9646	217,000
ガスリークディテクタ、220V (USのみ)	5182-9648	217,000

● 性能劣化の諸原因

カラムの破損

壊れやすいフューズドシリカチューブを保護しているポリイミドコーティングのどこかに傷があると、フューズドシリカカラムは容易に破損します。線返し行われるオープンの加熱と冷却、オープンファンによる振動、円形ケージで巻かれていることなどが、チューブにストレスを及ぼし、最終的には小さな傷からカラム破損をひき起こします。

注: 径の大きいカラム (0.45~0.53mm id) のほうが破損への耐性が高くなります。

予防

- カラムをカラムハンガーやタグ、GCオープン内の金属の角、カラムカッターやその他のラボのベンチ上にある鋭い角のあるものに触れさせないようにして、引っかかり傷や剥離を防止する。
- カラムをあまりきつく巻いたり曲げたりしない。

修復

- 破損したカラムが加熱されていた場合、固定相に損傷がある可能性が高くなります。カラムの後半部 (カラムのキャリアガスが通らなかった側) を捨てます。カラムの端を6インチ切り落として再取り付けします。
- 破損したカラムが加熱されていなかった場合は、切れた2本を低容量のユニオンで接続します。ただし1本のカラムに2~3個以上のユニオンを取り付けられないように。

説明	部品番号 価格 (円)
フューズドシリカ ユニオン、ユニバーサル、 2-wayコネクタ (5/pk)	705-0905 6,700
石英製、不活性化処理済 カラムコネクタ (5/pk)	5181-3396 11,000
ポリイミド樹脂 (5g)	500-1200 2,700

温度による損傷

カラムの温度上限を超えると、液相とチューブ表面の劣化を速めます。この場合、過剰なカラムブリード、活性化化合物のピークテーリング、またはカラム効率（分解能）の低下が早い段階で発生します。

予防

- カラムに指定された温度上限を超えない:
 - 定温分析上限：カラムが不定時間保持できる温度
 - 昇温分析上限：カラムの最高温で、カラムはこの温度では約5～10分間しか保持できない
- GCの最大オープン温度機能のカラム温度上限かそのわずかに上に設定する。カラムが2本オープンに入っている際には、温度上限が低いほうのカラムに温度上限を合わせるのを忘れないように。

修復

- カラムを検出器から取り外す
- カラムをその定温上限で8～16時間加熱する。
- カラムの端から10～15cmを切り取る
- 検出器に再び取り付け、通常通りコンデューショニングを行う

注： 熱によるダメージは回復できません。通常カラムは元の性能には戻りませんが、大抵はまだ使用可能です。カラムの寿命は熱によるダメージを受けると短くなります。

酸素による損傷

酸素は大半のキャピラリGCカラムに害を及ぼします。室温またはそれに近い温度ではカラムに損傷は生じませんが、カラム温度が上昇するにつれて、重度の損傷が生じます。キャリアガスの流路（ガス配管、フィッティング、インジェクタなど）における漏れが酸素曝露の最も一般的な発生源です。カラムが加熱されると、液相は急速に劣化します。この場合、過剰なカラムブリード、活性化化合物のピークテーリング、またはカラム効率（分解能）の低下が早く現れます。

注： 単時間の空気注入やセプタムナットの取り外しなど一時的な酸素への露出は問題ありません。

予防

- 以下の措置によって酸素が入らず漏れないシステムを維持します：
 - 定期的な漏れ点検の実行
 - 定期的なセプタムの交換
 - 高品質なキャリアガスの使用
 - 酸素トラップの取り付けと維持
 - 完全に空になる前のボンベ交換

修復

熱によるダメージの項目で説明した、カラムの「空焼き」を実行します。

注： 酸素によるダメージは急激に発生します。それほど深刻でない場合、カラムはまだ使用できますが性能は低下します。さらに深刻な場合にはカラムは回復不能なダメージを受けてしまいます。

ヒント： 水分トラップを酸素トラップの上流側に取り付けると、酸素トラップの寿命が延びます。

説明	部品番号	価格（円）
フロートラッカ2000 流量計、リークディテクタ付	5183-4780	148,000
大型酸素トラップ（750 cc、1/8"フィッティング）	BOT-2	38,000
大型水分トラップ（750 cc、1/8"フィッティング）	BMT-2	38,000
Big Universal Trap（コンビネーショントラップ）（750 cc、1/8"フィッティング）	RMSH-2	42,000
アドバンスドグリーンセプタム（11mm、50/pk）	5183-4759	7,600

化学的な損傷

カラムに加えるべきでない主要な化合物は、無機または鉱質の塩基および酸です。これらの酸と塩基の大部分は、揮発性が低く、カラムの前部に蓄積します。蓄積したままにすると、液相を損傷することがあります。液相を損傷するとされる唯一の有機化合物は過フルオロ酸類です。損傷を与える場合、それらは高濃度（1%以上）で存在している必要があります。この場合、過剰なカラムブリード、活性化化合物のピークテーリング、または効率（分解能）の低下が早く現れます。

注: 塩酸と水酸化アンモニアはこのグループの中で最も害が少ない物質です。両者はサンプルに含まれる水分に付いていく傾向があります。従って、HClやNH₄OHがサンプル中に存在する場合は、水分が保持されない条件またはカラムを使用すると、これらの化合物はカラムに比較的害が少なくなります。

予防

- サンプル前処理を行い、無機の酸や塩基をサンプルから取り除く
- ガードカラムを取り付け、定期的に先端をカットする
- 酸や塩基を使う必要がある時は、有機物か、またはHClかNH₄OHを選択する

修復

- カラム前方を0.5～1メートル切り落とす
- 深刻な場合には5メートルまたはそれ以上切り落とす必要があることもあります。

カラムの汚染

カラムの汚染は、キャピラリGCで最も広く見られる問題の1つです。多種多様な他の問題と類似した症状を発現するため、しばしば別の問題と誤って判断されます。汚染されたカラムは一般に損傷は受けていませんが、いずれ使用できなくなってしまうます。

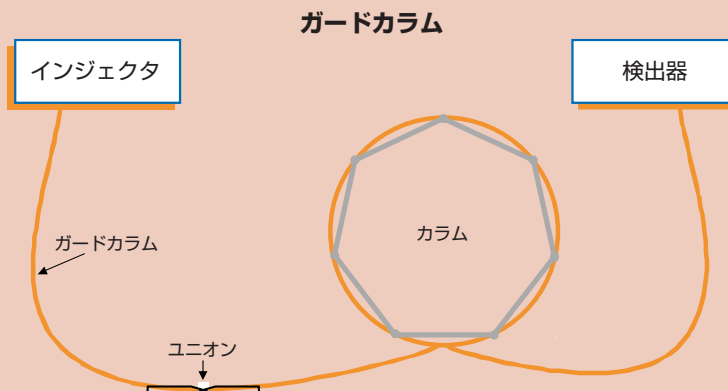
汚染物質には基本的に不揮発性と半揮発性の2種類があります。

ガードカラム

ガードカラムは1本の溶融シリカチューブで、ユニオンを使って分析カラム前方に取り付けるもので、以下のような特徴があります：

- 素材は不活性処理済み溶融シリカチューブとし、溶質との反応を最低限に抑えます。
- 長さは1～10メートルです。典型的な長さは5～10メートルで、その後ガードカラム全体の交換まではトリミング（カラム先端を切り取る）して使い続けられるようにします。
- 内径はカラムと同径とします。より大きな内径のガードカラムを使用することも可能です。
- 低容量のユニオンを使ってチューブをカラムに取り付けます。ガラス製プレスフィットユニオンは値段も安く取り付けも簡単です。DuraGuardカラムはガードカラムが分析カラムに一体化した溶融シリカとして付属しており、ユニオンが不要になっています。

ガードカラムは分析対象物質にある不揮発性残存物質の影響を最低限に抑えるために使います。不揮発性残存物質は分析カラムではなくガードカラムに蓄積します。これによって残存物質とサンプルとの相互作用が大幅に低減されます。蓄積した残存物質を除去するためにガードカラムを定期的に切り落とすことが必要となります。通常はピーク形状立ち上がりの問題が、ガードカラムのトリミング、または交換が必要であることを示す目印となります。



不揮発性汚染物質

不揮発性の汚染物質や残留物は、溶出しな
いでカラムに蓄積します。カラム内側がこ
れらの残留物でコーティングされると、液
相の内外で適切に溶質を分離することがで
きなくなります。また、残留物は活性溶質
と相互作用してピーク吸着の問題（ピーク
のテーリングやピーク面積の減少）を生じ
ることがあります。活性溶質は、ヒドロキ
シル（-OH）基やアミン（-NH）基および
一部のチオール（-SH）基やアルデヒド基
を含む物質です。

予防

- サンプルのクリーンアップを行い、サン
プルから不揮発性物質を除去する
- ガラスウール封入の注入口ライナを使う
（活性の化合物を分析する場合は不適な
こともあり）
- ガードカラムを取り付けて定期的に先端
をカットする

修復

- カラムは空焼きをしない
- 注入口側のメンテナンス：
 - 注入口ライナを清掃または交換する
 - インジェクタを清掃する
 - カラムの注入口側を通常で0.5～
1メートル切り落とす
- カラムの向きを逆にする（検出器側を注
入口に取り付ける）
- カラムを溶媒洗浄する
- カラムを半分に切断して後半側（検出器
側）を使用する

半揮発性汚染物質

半揮発性の汚染物質や残留物は、カラムに
蓄積しますが、最終的には溶出します。半
揮発性の汚染物質や残留物が完全にカラム
から溶出するまでには、数時間または数日
かかる場合があります。不揮発性残留物と

説明	部品番号	価格（円）
SPE製品ガイド	Pub No. 5988-2685EN	
スプリット/スプリットレス注入口ライナ、 ガラスウール入、テーパー不活性処理（5/pk）	5183-4712	15,000
スプリットレス注入口ライナ、シングルテーパー付 ガラスウールなし、不活性処理（5/pk）	5183-4695	16,000
石英製、不活性処理、カラコムコネクタ（5/pk）	5181-3396	11,000
ポリイミド樹脂（5g）	500-1200	2,700
フューズドシリカ不活性処理済10m、0.53mm i.d.	160-2535-10	17,000
フューズドシリカ不活性処理済10m、0.525mm i.d.	160-2255-10	9,300
キャピラリカラム洗浄キット	430-3000	7,600

同様、ピークの形状や面積値に問題を生じ
させることがあり、一般にベースラインの
問題（不安定性、うねり、ドリフト、ゴー
ストピークなど）の原因となります。

予防

- サンプルのクリーンアップを行い、サン
プルから半揮発性物質を除去する。
- 分析の最終温度を上昇させる（カラムの
温度上限を超えないように）。
- セプタムを定期的に交換する。

修復

- カラムを空焼きする：限度は1～2時間
（焼き過ぎると汚染物質が重合してカラ
ムの寿命を縮めることがあります）
- カラムを溶媒洗浄する

カラムの保管

キャピラリカラムは、GCから取り外したら、
元の箱に入れて保管します。ゴミがチュー
ブに侵入するのを防止するため、末端部に
GCセプタムを配置します。カラムを再び取
り付ける際は、セプタムの小片がカラム内
に残るようなことがないようにカラム末端
を2～4 cm切り取る必要があります。

カラムを加熱したGCに取りつけたままに
する場合は、キャリアガスを流し続ける必
要があります。オープン、インジェクタ、
検出器、およびトランスファラインを全て
オフにした（すなわち、加熱していない）
場合に限り、キャリアガスの流れを停止す
ることができます。キャリアガスを止めた
状態では、カラムの加熱部分に損傷が生じ
ます。

● ディテクタ

ほとんどのディテクタでは最高性能を維持するために単純だが定期的なクリーニングが必要となります。これは特に、高感度のGC検出器に当てはまることです。定期的に検出器をメンテナンスしないと、GCシステムの性能は低下し、また検出器が故障する可能性もあります。FIDやTCD、ECDおよびFPDなどの一般的な検出器の清掃とメンテナンス、それに交換の詳しい手順がこのセクションに説明されています。さらに特定の検出器の運転性能を最大限引き出すための取り扱いテクニックとそれぞれの推奨も説明しています。例えば、FPDの火炎着火の問題解決や、ECDの放射能漏れテストなどを学ぶことができます。

「GC検出器は非常に敏感なシステムで、多くの種類の汚染による危険にさらされています。推奨される検出器メンテナンスルーチンを実行することで、機器のダウンタイムを最低限に抑え、GCシステムを最高の効率で稼働させることが可能になります」

Bernhard Rothweiler
アプリケーションケミスト



● 熱伝導検出器 (TCD)

TCDは2種類のカラム流—純粋なキャリアガス（リファレンスガス）とキャリアガスとサンプルの混合体（カラム流出ガス）の熱伝導を比較するものです。

フィラメントのメンテナンス

TCDの第一のメンテナンスはフィラメントに関するものです。ほとんどの手順はフィラメントの寿命を延ばすことと、フィラメントを破損や汚染から守るということに関するものです。

酸素が持続的に存在しているとフィラメントは酸化作用によって永久的なダメージを受けてしまいます。もっとも一般的な酸素源は、キャリアガスやメークアップガスの中の濃度上昇や、検出器周囲でのリークです。キャリアガスとメークアップガスには酸素トラップを設置して酸素レベルを低下させることを推奨します。正しいカラム取り付けテクニックと、定期的な漏れチェック（特にカラム取り付け後）が漏れの問題を最小限に抑えるのに役立ちます。

フィラメント電流が高いと酸素によって起こるダメージはさらに深刻です。化学的に活性な酸やハロゲン化合物がフィラメントを攻撃してダメージを与えてしまいます。可能な限りこれらの化合物を除去することがフィラメントの寿命を延ばします。TCDを利用していなければフィラメント電流を切るか大幅に減らしておくのも、同様にフィラメントの寿命を延ばすことになります。

フィラメントの寿命を延ばす

以下のスタートアップ手順を利用すればフィラメントの寿命を延ばすことにつながります：

1. 検出器をオンにする前にキャリアガスとメークアップガスで10～15分間バージします。これでガスフローがない時にセルに侵入していた酸素によるフィラメントの酸化を予防できます。
2. フィラメントをオンにする時は最低電流に設定しておき、必要な電流値まで徐々に上昇させます。これで電流投入

時の急上昇を防ぎ、フィラメントの寿命を延ばします。

セルの汚染

セルの汚染は感度を上げるために検出器温度を下げていた時に問題となります。同様にフィラメント電流が低い場合も、電流が低ければフィラメントは低温のままなので汚れを招きます。セルが汚染され場合には、検出器を溶媒洗浄すれば蓄積した物質を取り除く役に立つでしょう。（方法は次頁参照）

熱伝導検出器 (TCD) 部品

説明	入数	部品番号	価格 (円)
6890/6850/5890 汎用 TDC 部品			
TCD交換セル (6890/6850用)		G1532-60675	138,000
TCDカラムアダプタシール	10/pk	18740-20950	1,700
TCDカラムアダプタ、キャピラリカラム用		18740-20960	3,700
グラファイトフェラル、1.0-mm ID	10/pk	5080-8773	4,200
グラファイトフェラル、0.5-mm ID	10/pk	5080-8853	5,400
キャピラリカラムナット、6890用	2/pk	5181-8830	2,600
キャピラリカラムナット、6850用	2/pk	5183-4732	7,100
TCDバックドカラムアダプタ (6890/6850用のみ)		G1532-20710	5,900
TCD分析サンプルキット： 0.3% C14、C15、C16ノルマルアルカンの hexane溶液、0.5mlアンブル×3		18711-60060	5,600
5890 TCD 部品			
メークアップガスライン付アダプタ、TCD用		19232-80550	15,000
TCDカラムアダプタ、1/8 - 1/4-in ガラスカラム用		19302-80020	19,000
TCD交換カートリッジ		19232-60676	160,000

溶媒洗浄の手順

1. セルを室温に冷やし、カラムを取り外します。
2. 検出器入口に取りつけてあるナットあるいはフィッティング・アセンブリの中にセプタムをつけます。
3. 検出器のフィッティングにナットあるいはアセンブリをつけて締めます。メーカーアップガスのガス流があるのを確認します。
4. 20～100 μ Lのトルエンかベンゼンをセプタムを通して検出器に注入します。総体積で少なくとも1 mLの溶媒を注入します。塩化メチレンやクロロホルムのようなハロゲン化溶媒を注入してはいけません。

5. 最後の注入が終わったら、メーカーアップガスを10分かそれ以上流すようにします。少しずつセルの温度を上げ、通常の稼動温度よりも20～30℃上まで加熱します。
6. 30分経過したら温度を通常まで下げ、それから通常通りカラムを取り付けます。

サーマルクリーニング

TCDはカラムのブリードや汚いサンプルなどからの堆積物で汚染されることがあります。ベースラインの変動やノイズレベルの上昇、それに点検クロマトグラムでの反応の変化は、すべて汚染を示すものです。サーマルクリーニング、つまり空焼き（検出

器ブロックを加熱して汚染物質を消散させる）は、キャリアガスとフローシステムの部品に漏れや汚染がないことが確認された場合にのみ実行してください。

酸素で汚染されたキャリアガスや配管からの漏れ、カラムのブリードなどによって発生したフィラメントとサンプルの反応による感度の低下に注意してください。酸やハロゲン化合物などの活性化化合物を含むサンプルも化学的にフィラメントを攻撃します。さらに、温度が低過ぎるとサンプルの濃縮が検出器を汚染することもあります。

汚染物質の中には高温での空焼きで除去できる種類もあります。また、調整のないデザインのものでは、温度変動によるベースラインの変動は検出器の温度を一定にすることで補正することができます。

窒素リン検出器（NPD）

ビーズのメンテナンス

NPDは繊細なシステムなので頻繁なメンテナンスが必要です。いくつかのパラメータのどれかにわずかな変更を加えただけでも、NPDの性能特性が大幅に変化することがあります。ビーズには特にメンテナンスが必要です。頻繁に交換する必要がある、したがってスペアが欠かせません。

ビーズは乾燥した状態で保管する必要があります。その保管寿命は約半年に限られています。新しいビーズを取りつけたら、ゆっくりと検出器温度とビーズ電流を上げていきます。急激に加熱すると、特にビーズが湿気を持った状態で保管されていた場合には割れたりひびが入ったりする危険があります。水素流とビーズ電流が高いとビーズの

寿命を縮めることが判明しています。NPDを使用していない場合は、水素流とビーズ電流を減らしておくかオフにしておけばビーズの寿命が延びます。ビーズに電流が流れている時には加熱された検出器に何らかのガスが流れていることを確認してください。

ビーズの寿命

ビーズの寿命を延ばすには：

- 最低限の利用可能な調整オフセットまたはビーズ電圧で使用する
- きれいなサンプルを使用し、注入口/ライナをきれいな状態に保ち、汚染を最小限に抑える

- 使用しない時はビーズの電源を切る
- 検出器の温度を高い状態（320～335℃）に保つ
- 溶媒ピーク時や各動作の間は水素流を止める
- NPDを長期間オフにして湿度の高い環境に放置すると検出器に水分が蓄積することがあります。この水分を蒸発させるには検出器温度を100℃に設定して30分間放置します。それから検出器温度を150℃に設定し、さらに30分間放置します。

ガスフロー

水素と空気、それにメイクアップガスの流れは頻繁に計測する必要があります。これらは時間毎に変動し、放っておくと知らないうちに変わってしまいます。各ガス流は個別に計測して正確な値を得なければなりません。NPDはガス流の変化に対して非常に敏感で、性能を維持するためには一定のガス流が欠かせません。

ガス純度

NPDは非常に敏感なので、超高純度(99.999%以上)のガスが必要になります。水分と炭化水素のトラップをキャリアガスと全ディテクタガス、つまり検出器の水素と空気およびメイクアップガスに使用することを強く推奨します。汚れたガスは単にクロマトグラフィの性能を低下させるだけでなく、ビーズの寿命を縮めます。

クリーニングと交換

NPDには定期的なクリーニングが必要です。大抵の場合はコレクタとジェットだけで充分です。Agilentではブラシとワイヤを用意しており、これを使えばすべての検出器パーツのクリーニングは簡単です(53ページのFID消耗品参照)。このブラシは金属表面に付着した微粒子を取り除くのに使います。細いワイヤはジェット開口部の粒子を掃除するのに使います。太すぎるワイヤやプローブをジェット開口部に無理に押し込むと開口部が破損するので使わないようにしてください。開口部の形が崩れると感度が低下したりピーク形状が損なわれたりします。多くのパーツはブラシで清掃した後、超音波洗浄ができます。ジェットを交換しなければならないこともあるので、スペアのジェットを常備しておくことを強くお勧めします。

時間がたつにつれ、ビーズやサンプルによる残留物がコレクタに集積してベースラインの問題を起こすことがあります。ビーズを2、3回交換したらコレクタをクリーニングしましょう。

金属製Oリングは組み立てや分解のたびに少しずつ磨耗していきます。数回(5回以上)分解と組み立てを行うと、リングの気密が不十分になってベースラインが乱れることがあります。セラミックインシュレータとシールの便利なキットが用意されていますのでご利用ください。シールやインシュレータの交換時には必ず検出器を室温近くまで冷やすようにしてください。

NPDでは火炎を使わないので、FIDのようにジェットにシリカやすすがたまることはありません。ジェットを清掃しても構いませんが、普通はただ汚れたジェットを新品と交換するほうが実用的です。ジェットを清掃するのであれば、クリーニングワイヤを使用し、ジェットの内側を傷つけないよう注意してください。ジェットの清掃には超音波洗浄器を使うこともできます。

汚染物質

NPDの使用時には化学的な問題も発生する可能性があります。NPDは微量分析対応の検出器なので、分析システムを汚染させないように注意してください。

ガラス器具

ガラス器具は徹底的にきれいにしなければなりません。リン酸系の洗剤は避け、ガラス器具は酸で洗浄してから蒸留水と溶媒ですすぐことを推奨します。

溶媒

溶媒の純度を点検してください。塩素化した溶媒とシラン化した試薬はアルカリソース(ビーズ)の使用寿命を縮めますから、可能であれば注入前に余分な試薬を除去してください。

その他の汚染源

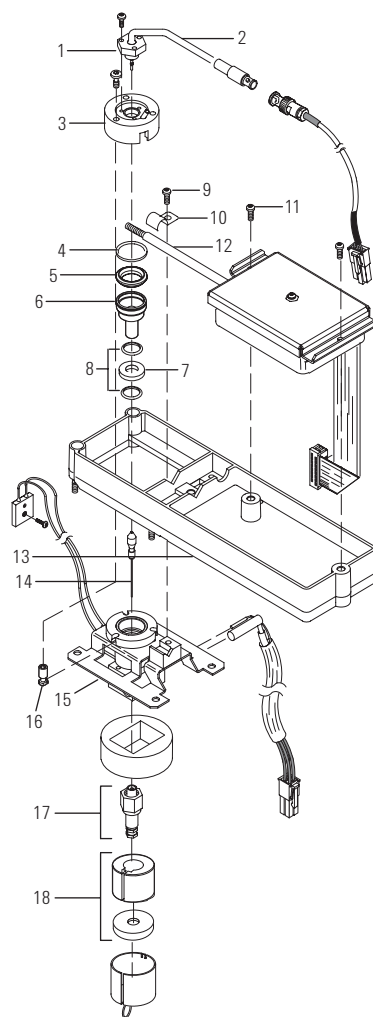
リン酸塩を含むリークディテクタやリン酸系のカラムやガラスウール、ポリイミドでコーティングしたカラム、また窒素を含む液相はシステムにノイズを与えるので避けてください。

NPDジェット

説明	長さ (mm)	部品番号	価格 (円)
キャピラリー用NPD用標準ジェット (0.011-in/0.29-mm ID) (6890用のみ)	48	G1531-80560	5,900
6890/5890兼用検出器用ジェット			
キャピラリー用0.53mmジェット (0.011" IDチップ)	61.5	19244-80560	8,100
バックドジェット (0.018" IDチップ)	63.5	18710-20119	6,800

窒素リン検出器 (NPD) 部品

番号	説明	部品番号	価格 (円)
6890 NPD 部品			
1	ネジ、M3×0.5×8mm、Pozidrivタイプ	0515-0655	200
2	NPDセラミックビーズアセンブリ、白色*	G1534-60570	43,000
	NPDセラミックビーズアセンブリ、黒色**	5183-2007	40,000
3	リドウェルドメント	G1534-80510	(25,000)
4	金属C-リング (上部)	0905-2580	(8,500)
5	アルミインシュレータ (上部)	G1534-40020	(12,000)
6	コレクタファンネル	G1534-20530	(10,000)
7	アルミインシュレータ (下部)	G1534-40030	(6,700)
8	金属C-リング (底部と上部)	0905-1284	(8,500)
9	ネジ、M4×10mm	0515-2495	(200)
10	J-クランプ	1400-0015	100
11	ネジ、M4×10mm	0515-2495	(200)
12	NPD内部接続アセンブリ	G1534-60610	(25,000)
13	取付けパレット	G1531-40020	(4,700)
14	ジェット (46ページ参照)		
15	ベースウェルドメント、キャピラリNPD	G1534-80500	(81,000)
	ベースウェルドメント、バックドNPD	G1534-80540	(85,000)
16	リッドストップ (スタンドオフ)	G1534-20590	(5,800)
	NPDセラミックインシュレータキット 4、5、7を各1個、8を2個含む	5182-9722	21,000
17	バックド NPD 用カラムアダプタ		
18	ナット加温キャップ、断熱材付	19234-60720	7,400
5890 NPD 部品			
	NPDコレクタ (NPDビーズ)	19234-60540	21,000
	再コーティングセット (10個のコレクタを処理可能)	5080-8872	21,000
	検出器用トラップリプレースメントキット	19231-60790	36,000
<p>* このビーズはより高感度ですが、リン化合物の場合に若干テーリングを起こす傾向があります</p> <p>** 黒色ビーズはやや感度が劣りますがピークのテーリングを起こさず、より長寿命です。</p>			



● 電子捕獲検出器 (ECD)

Agilentでは2種類の電子捕獲検出器を提供しています。標準の検出器 (ECD) はマイクロセルディテクタ (μ -ECD) よりも内容積が大きくなっています。この2種類は検出器の上部カバーで区別できます—ECDはソリッドなカバーで、 μ -ECDは穴の開いたカバーです。

サーマルクリーニング

ベースラインのノイズが高かったり出力値が異常に高く、しかもこの問題の原因がGCシステムの漏れではないと判明したら、カラムのブリードによる汚染かもしれません。汚染を除去するには検出器をサーマルクリーニング (空焼き) する必要があります。

注: サーマルクリーニング以外の検出器の清掃や分解は、放射性物質処理の適切な訓練と免許を受けた人員でなければ行えません。それ以外の手順では微量の放射性 ^{63}Ni が漏れ出ることがあり、 β 線およびX線による有害な被爆を招くことになります。

放射能漏れテスト

電子捕獲検出器は少なくとも半年毎に放射能漏れのテストを行う必要があります。テストとその結果の記録は原子力規制委員会またはその地方代理機関の検査に備えて保管しておく必要があります。必要に応じてさらに細かくテストを行ってください。

使用する手順は「ワイブテスト」です。ワイブテストキットは新品の検出器にそれぞれ添付されています。テストの実行手順に付いてはワイブテストキットに含まれる情報カードを参照してください。

ガス純度

ECDの検出を良好に行うにはキャリアガスが高純度で乾燥している (99.9995%) ことが重要です。水分や酸素などの汚染物質は感度を上げますが、その代わり直線性を損ないます。カラムは検出器に接続する前に必ずコンディショニングを行ってください。

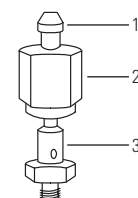
ECDに関する警告

この程度のエネルギーではベータ線粒子の貫通力はわずかで、皮膚の表面が数枚の紙でほとんどがはね返されるのですが、もしアイソトープを飲み込んだり吸い込んでしまうと危険なことになりかねません。この理由からセルは注意して取り扱いってください。放射能漏れテストは指定された周期で実行し、入口と出口のフィッティングは検出器を使用しない時にはキャップで閉じておき、腐食性の化合物を検出器に入れないよう注意し、検出器からの排気はラボ環境の外側に排出するようにしなければなりません。

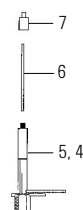
電子捕獲検出器 (ECD) 部品

番号	説明	入数	部品番号	価格 (円)
6890 ECD部品				
	ECDメークアップガスアダプタ*		G1533-80565	25,000
	検出器断熱カップキット、断熱材入1組		19234-60720	7,400
5890 ECD 部品				
1	フェラル、グラファイト/ ベスベル、 1/4-in.ID	10/pk	5080-8774	6,000
	ベスベル/グラファイト85%/15% フェラル、1/4-in ID	10/pk	0100-1331	6,500
2	配管ナット、1/4-in、真鍮	10/pk	5180-4105	2,200
3	ECDカラムアダプタ、1/4-1/8-in 金属製		19301-80530	11,000
4	メークアップガスアダプタ、 マイク ECDアダプタ用		G2397-80520	(53,000)
5	メークアップガスアダプタ、ECD、新型		19233-80565	29,000
6890/5890 共通ECD部品				
6	ECDフューズドシリカライナ、ECD、 標準ECD、キャピラリアダプタ用		19233-20625	1,900
	ECDアダプタフューズドシリカライナ マイクロECD用		G2397-20540	3,100
7	ECDメークアップガスアダプタ用 ステンレスキャップ (標準ECDキャピラリアダプタ用、マイクロECD用)		19233-20755	4,600
	ECD性能評価サンプル： lindane (0.033 ppm) のisooctane溶液、 0.5mlアンブル×3	0.5 mL	5183-0379	8,900
	ECDワイブテストキット		18713-60050	3,700

* フューズドシリカライナ (19233-20625) とステンレスキャップ (19233-20755) を1つずつ含む。



バックド ECD 用アダプタ、
1/4-in-ガラスカラム用



メークアップガスライン付アダプタ

ご不明な点が ありますか？

AgilentのGCに対する知識は、
電話からでも、教室の中でも、
またお客様のサイトでも
得ることができます。
弊社のエキスパートによる
トレーニングやサービス、
サポートについての詳細は
56～58ページを
参照してください。

● 炎光光度検出器

メンテナンス

炎光光度検出器（FPD）は、満足の行く状態で動作させるために最小限のメンテナンスしか必要としません。水素と空気、それにメークアップガスの流れを時々点検してください。これらはどう発生するか知識がないと時々変動したり不意に変化することがあります。各ガスの流れは個別に計測し、もっとも正確な値が得られるようにします。

クリーニングとパーツ交換

FPDは定期的なクリーニングが必要です。大抵の場合はジェットだけで充分で、頻度は少ないもののフィルタにもクリーニングが必要です。Agilentではブラシとワイヤを用意しており、これを使えばすべての検出器パーツのクリーニングは簡単です（53ページのFID消耗品参照）。このブラシは金属表面に付着した微粒子を取り除くのに使います。細いワイヤはジェット開口部の粒子を掃除するのに使います。太すぎるワイヤやプローブをジェット開口部に無理に押し込むと開口部が破損するので使わないようにしてください。開口部の形が崩れると感度が低下したりピーク形状が損なわれたりします。さらに発光に問題が発生することもあります。フィルタやウィンドウの部品は丁寧に取り扱いください。引っかき傷その他の表面の変形はフィルタを透過する光を減少させ、感度を悪くします。フィルタとその関連パーツはきれいな状態にし、指紋をつけないようにしてください。

光電子増倍管（PMT）は定期的な交換が必要です。PMTはこわれやすく、以下のようなになったら復元または交換が必要です：

- 高電圧がオンで火炎が点灯している
- ケーブル不良など他の原因が見当たらないのに信号やノイズが低い
- 光が漏れる
- 高温で使用した
- 信号盤に故障がある

検出器の温度が高いとPMTの寿命を縮めます。使用しない時にはPMTの電源を切り、利用可能寿命を最大限に延ばしましょう。PMTのなかには保管寿命があるものもあり、これは使用前にそれ以上の期間保管することができません。

カラムのブリードや排出物は検出器モジュールに一番近い最初の石英ウィンドウ（熱シールド）を汚染することになります。ゴミや指紋、それに空気中の汚染物質は両方の石英ウィンドウとフィルタ、それに光電子増倍管の窓を汚すことになります。火炎とPMTの間の光路にあるすべての汚染は、検出器の感度を悪化させます。

反応の問題（感度、ノイズ、選択度）が発生したら、FPDジェットに体積物がないか点検し、必要に応じて清掃または交換します。ジェットを適切に保守するためには、検出器モジュールを機器から取り外し、適切なサービス手順に従います（53ページのジェット清掃手順を参照）。

場合によっては、カラムとFPDモジュールの間のトランスファーラインのフューズドシリカライナを点検し、清掃または交換する必要もあります。

火炎点火の問題

もしFPD火炎が点灯しないか安定しない場合は：

- 問題がないか確認します。ラバー製ドリッパチューブを取りはずし、アルミ製エグゾーストチューブの近くに鏡か表面が反射するものを置くと、点火しているのなら結露するので確認できます。
- 点火オフセットを点検します。ゼロならば自動点火がオフになっています。大き過ぎる場合は、GCが点火を検知せず、検出器をオフにしています。
- 空気圧モジュールの空気供給圧を上げます。これで火炎の点火が容易になり、しかも空気の流量設定に影響を与えません。

● まったく点火しないようであれば、グロープラグの回路を点検します。表示ディスプレイを観察しますが、これは火炎が点灯していれば一時的に65500カウント以上になります。この表示が変化しない用であれば、プリント基板のピン接続と、グロープラグとのリード線、それにGCメイン基盤上の対応する5Aのヒューズを点検します。

● 検出器の温度が高ければ火炎はたやすく点灯するようになります。

● 動作状況によっては、ラバー製ドリッパチューブを取り外すと火炎が容易に点灯するようになります。火炎が点灯したらドリッパチューブを再び取り付けます。

● それでも火炎が点灯しない場合、システムに大規模な漏れがある可能性があります。この場合、計測した流量が実際の流量と異なることになり、点火条件が理想的なものではなくなります。システム全体をくまなく漏れチェックしてください。

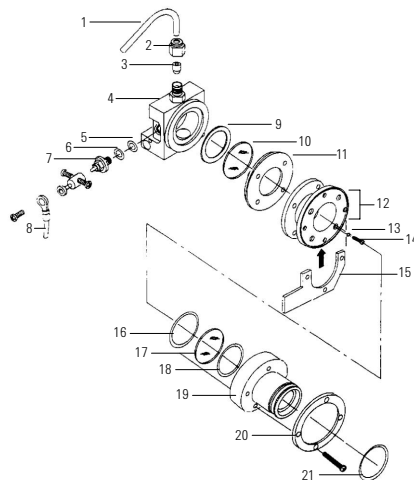
フレイムコンディションとガス流

火炎のコンディションは分析を成功させるための重要なファクターです。検出域は火炎の上方にあるので、ガス流とジェットの直径は、火炎内で燃焼（活性化）する化合物が検出域内で発光するようにしなければなりません。

選択性と感度を最適化するにはガス流も重要です。もっとも決定的なパラメータは水素/空気または水素/酸素の比率と全ガス流量で、これが火炎の温度に影響を与えます。

6890炎光光度検出器 (FPD) 部品

番号	説明	入数	部品番号	価格 (円)
1	排気チューブアセンブリ		19256-60700	8,000
2	ナット、真鍮、1/4-in	10/pk	5180-4105	2,200
4	ウェルドメント、ブロック		19256-80560	(86,000)
5	O-リング、イグナイタ用、Kalrez		0905-1102	5,700
6	スペーサ、イグナイタ用		19256-20590	(2,400)
7	グロープラグ		0854-0141	3,100
8	イグナイタケーブルアセンブリ (6890専用)		G1535-60600	(3,500)
9	ガスケット、熱シールド		19256-80040	(14,000)
10	ウィンドウ、第1熱シールド		19256-80030	4,700
11	ディスク、熱シールド		19256-20580	(13,000)
12	カップリング、ステンレス		19256-20550	(27,000)
14	ネジ、M3×12、要4個		0515-0911	(200)
15	クランプ		19256-00090	(9,400)
16	O-リング、内側ウィンドウ用	12/pk	5061-5886	2,700
17	ウィンドウ、第2熱シールド		19256-80060	5,000
18	O-リング、外側ウィンドウ用	12/pk	5061-5891	2,700
19	フランジアダプタ		19256-20510	(21,000)
20	フランジリング		19256-00200	(3,500)
21	O-リング、バイトン、1.239-in. ID	12/pk	5061-5890	2,800
	アダプタウェルドメント、1/8-in カラム用		19256-80590	18,000
	アダプタウェルドメント、キャピラリカラム用		19256-80570	14,000
	スタートアップキット (5890用のみ)		19256-60500	58,000
	FPD O-リング (5890用のみ)	12/pk	5061-5867	2,000
	ライナ/フェラルキット		19256-60590	11,000
	硫黄フィルタ (S)		19256-80000	50,000
	リンフィルタ (P)		19256-80010	50,000
	Kalrez O-リング、サイズ2-002		0905-1101	5,700
	Kalrez O-リング、サイズ2-011		0905-1103	5,700
	フルオロカーボンエラストマO-リング、茶色、0.962-in ID	12/pk	5061-5889	2,400
	FPD性能評価サンプル：dodecanethiolとtributylphosphate (20 ng/ml；20 ppm)の溶液、3アンプル		19305-60580	4,600



ヒント: 硫黄 (S) モード、リン (P) モードの選択に合わせて正しい光学フィルタを取り付けましょう。硫黄モードでは393nmのフィルタを使います。リンモードでは525nmのフィルタを使います。

● 水素炎イオン化検出器

水素炎イオン化検出器は満足の行く状態で動作させるために最小限のメンテナンスしか必要としません。まず必要な作業は水素と空気、それにメークアップガスの流れを時々点検することです。これらはどう発生するか、知識がないと時々変動したり、不意に変化することがあります。各ガスの流れは個別に計測し、もっとも正確な値が得られるようにします。

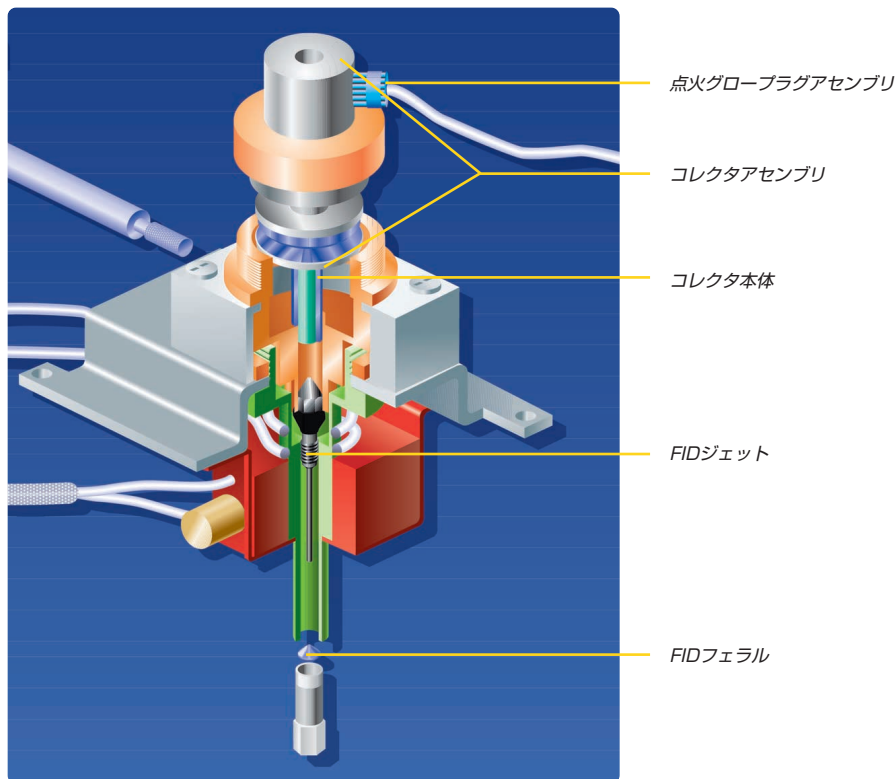
凝結

FIDの燃焼プロセスでは水が形成されるので、検出器の温度は100℃以上に保ち結露を防ぐようにしてください。このような凝結は、特に塩素系の溶媒やサンプルと組み合わせると腐食の原因となり感度が低下します。

ハードウェアの問題

火炎が消えたり点灯しない場合は：

- カラムの流量を点検します。高すぎる可能性があります。流量が圧力を減らしてください。抵抗の高い（長い、内径の小さい）カラムに切り替えてください。内径の大きいカラムを使わねばならない場合は、キャリアガスの流量を絞ってFIDが点灯できるようにしてください。接続されているジェットの一部または全体を点検してください。
- 使用しているカラムに適合した種類のジェットを取りつけているか点検します。
- 大量の芳香族溶媒を注入すると火炎が消える原因になります。非芳香族の溶媒に切り替えてください。
- 点灯オフセットの値が低過ぎるか高すぎます。値を調整してください。



クリーニングと交換

普通に使っていても、ジェットと検出器には堆積物が蓄積します（通常はカラムブリードによる白いシリカか、黒いカーボンのすず）。この堆積物は感度を落とし、ノイズやスパイクの原因になります。ジェットをクリーニングしても構いませんが、普通は汚れたジェットを新品と交換するほうが実用的です。ジェットをクリーニングするのであれば、ジェットの内側を傷つけないよう注意してください。傷が付くとジェットは使用不能になります。



FIDクリーニングキット

FID接続ジェット

6890/6850水素炎イオン化検出器 (FID)

ジェットクリーニングの手順

(Agilent製FIDクリーニングキット
P/N9301-0985を使用)

1. ジェットの頭からクリーニングワイヤを中に通します。ワイヤを数回前後に動かし、滑らかに動くようになったことを確認します。ジェットを傷つけないよう注意してください（太すぎるワイヤやプローブをジェット開口部に無理に押し込むと開口部が破損するので使わないでください。開口部の形が崩れると感度が低下してピーク形状が損なわれたり点火に問題が生じるようになります）。
2. 超音波洗浄槽に水性の洗浄液を満し、ジェットをその中に入れます。5分間超音波洗浄してください。
3. ジェットリーマを使用してジェットの内側を清掃します。
4. さらに5分間超音波洗浄します。

注: ここから先の作業では部品を必ずピンセットで操作してください。

5. ジェットを水槽から取り出し、最初は水道水のお湯で、それから少量のGCグレードのメタノールで丁寧にすすぎます。
6. 圧縮空気が窒素を吹き付けてジェットを乾燥させ、ジェットをペーパータオルの上において空気中で乾燥させます。

説明	入数	部品番号	価格 (円)
6890/6850 部品			
コレクタインシュレータ		G1531-20700	2,100
コレクタ本体		G1531-20690	8,100
FIDコレクタアセンブリ*		G1531-60690	27,000
検出器絶縁アセンブリ		G1531-20700	2,100
イグナイタケーブル		19231-60680	6,000
コレクタハウジング		G1531-20740	(28,000)
5890 部品			
コレクタアセンブリ*		19231-60690	29,000
コレクタインシュレータ (上部)		19231-20970	1,400
コレクタ本体		19231-20960	8,800
ハステロイコレクタ		19231-21080	23,000
コレクタインシュレータ (下部)		19231-20950	1,900
6890/6850/5890 汎用部品			
PTFEチムニ (オプション)		19231-21050	1,900
コレクタナット		19231-20940	4,400
スプリングワッシャ	10/pk	5181-3311	900
イグナイタキャッスル		19231-20910	7,700
ハステロイ イグナイタキャッスル		19231-21060	25,000
イグナイタ グロープラグアセンブリ		19231-60680	6,000
FIDコレクタ クリーニングブラシ	2/pk	8710-1346	1,000
FIDリテナットレンチ(5880, 5890, 6890)		19301-00150	1,000
1/4 in. ナットドライバ、ジェット用		8710-1561	1,700
FID流量測定用インサート		19301-60660	7,400
O-リング、流量アダプタ用	12/pk	5080-4978	900
FID性能評価サンプルキット			
0.3% C14、C15、C16 ノルマルアルカンのhexane溶液		18710-60170	5,300
クリーニングワイヤ、0.03-in IDジェット用	5/pk	5180-4150	1,000
クリーニングワイヤ、530mm シリーズと 0.018-in IDジェット用	5/pk	5180-4152	1,900
検出器クリーニングキット		9301-0985	4,500

*アセンブリの内容：ガスケット、イグナイタキャッスル、イグナイタグロープラグアセンブリ、スプリングワッシャ、ウェビーコレクタ、ハウジング、マウント、ナット、ボディ、スバナナット、インシュレータ (上下)

FID ジェット

説明	長さ (mm)	部品番号	価格 (円)
キャピラリ専用FID用ジェット (6890のみ)			
キャピラリ用 (0.011-in/0.29-mm ID)	48	G1531-80560	5,900
高温、SimDIS用 (0.018-in ID)	48	G1531-80620	4,700
キャピラリ・バックド兼用FID用ジェット (6890/6850/5890)			
キャピラリ用、0.53mm (0.011 in. ID)	61.5	19244-80560	8,100
バックド用 (0.018 in. ID)	63.5	18710-20119	6,800
バックド用 (0.030 in. ID)	63.5	18789-80070	6,800
0.53mm、高温、SimDIS用 (0.018in. ID)	61.5	19244-80620	4,600
*カッコ内に示された内径はジェット口径です。			



Agilent FIDジェット (上から下) :
兼用FID用 バックドジェット
兼用FID用 キャピラリジェット
キャピラリ専用FID用ジェット

ヒント: キャピラリカラムに最適化された火炎形状を得るため、また分子量の高い溶質による汚染物質の蓄積を防ぐため、異なるサイズのジェットが数種類用意されています。通常口径の小さいジェットのほうが高い信号を得られますが、大口径のジェットに比べると詰まりやすく汚れやすいので、どこかで譲歩が必要になります。



FIDカラム取付、
ジェット交換およびコレクタメンテナンスに関する
ビデオをご覧頂くには、
[<http://www.agilent.com/chem/supplies>] に
アクセスの上、「ライブラリ」の下
の「ビデオを見るには」をクリックしてください。

● サービス & サポート

Agilent Technologiesは、長年にわたり化学分析業界におけるリーダーとして、非常に優れた製品、サポート、トレーニングを、世界中のお客様に提供してきました。弊社のスタッフが実践する方法は事実上の世界標準となっています。Agilentの機器、カラム・サプライ部品、および優れたサービスは、お客様から高い評価を受けておりますが、弊社はこれに満足することなく、今後もお客様に信頼されるパートナーになることを目指して参ります。

35年以上をかけて培われたAgilentの知識と経験、非常に幅広い情報をご活用いただき、お客様の業務の効率アップにお役に立てれば幸いです。また、膨大なリソースを駆使して、お客様が現在抱えている問題を解決するサポートや、幅広い技術的なノウハウを活用してさまざまなアイデアを提供することができます。お客様が必要を感じるとき、私たちは常にそこにいます。

「もちろん弊社はAgilent GCシステムを最高の性能で稼働させるために必要となる適切な消耗品やサプライを揃えています。しかしそこにとどまることはありません。弊社の知識、専門技術、そしてテクニカルサポートをもっとお客様に活用していただきたいのです。」

Hwee-Sian Tan
アプリケーション・マネージャ
アジア・パシフィック



● カストマ・トレーニング、サービスとサポート

GCのエキスパートによる カストマ・トレーニング

よくトレーニングされたラボのプロフェッショナルは、生産性を高く保ち、エラーや再稼働の数を減らし、クロマトグラフィの処理能力を拡大します。カストマ・トレーニングを活用すればオンサイトでのトラブルシューティングやメンテナンスの専門技術を身につけ、お客様のラボを最高のパフォーマンスで稼働できるようになります。

GCトレーニング

Agilentのガスクロマトグラフィー関連のトレーニングコースは、新人にもベテランのラボのプロフェッショナルにも分析機器とソフトウェアを正しく効率的に使う方法を学ぶのに役立ちます。同時にトラブルシューティングやメンテナンス、それにシステムオペレーションの能力を広げたり深めたりするのに役立ちます。トレーニングやその他のサポートサービスについての詳しい情報については、今すぐAgilentにお問い合わせくださるか、またはwww.agilent.co.jp/chem/yanにアクセスして「トレーニング」を選択してください。

Agilent6890/ケミステーション オペレーション基礎 (3日間)

6890GC/ケミステーションシステムの基礎的な操作方法および、検出器としてFIDを用いたキャピラリーカラムの注入法について、機器の操作からシーケンスまで、実習をとおして総合的に学習します。(コース型名：H5926AJ)

Agilent6890 オペレーション基礎 (2日間)

6890GCの基礎的な操作方法および、検出器としてFIDを用いたキャピラリーカラムの注入法について、実習をとおして学習します。(コース型名：H5308AJ)

Agilent5890 オペレーション基礎 (2日間)

5890シリーズIIの基礎的な操作方法および、検出器としてFIDを用いたキャピラリーカラムの注入法について、実習をとおして学習します。(コース型名：H5932AJ)

ケミステーション

データ解析

GCケミステーションの様々なデータ解析機能について実習をとおして学習します。(コース型名：H5928AJ)



テクニカルサポート・コンサルタント

GCカラムやメソッド、またはトラブルシューティングで技術的な質問がありますか？ AgilentのGCカラム・テクニカルエキスパートが、電話やファックス、それにEメールでご質問に無料でお答えするよう待機しています。何年にもわたるサンプル稼働やメソッド開発、それにGCトラブルシューティングの経験を積んだ弊社のケミストは、迅速にお客様のお手伝いをして持続的に良好なパフォーマンスを発揮してラボに高い生産性をもたらすことができます。

オンラインでのお問い合わせ：
www.agilent.co.jp/chem/yan から
「技術サポート」をクリックし、
「インターネットでのご質問」
フォームでお送り下さい。(英語のみ)



● ニーズに合わせて選択できる充実のサポートサービス

お客様のニーズとご予算に応じてお選びいただけるよう、さまざまなサポートサービスを提供させていただきます。

お客様の業種・業務形態によって異なるサポートのニーズにお応えするサポートパックの他に、組み合わせは自由自在なアラカルト・プランがあります。

サポートサービスのメリット

- 保守費用の定額予算化が可能に
- GLP/GMP、ISO等の規制対応をバックアップ
- 生産性の向上をサポート
- 安定した高感度の維持に

トータルサポートを実現するサポートパック

各サポートパックは、分析装置の高性能を維持し機器の信頼性を確保するために必要なサポートを組み合わせ、お得なパック価格で提供させていただきます。

スタンダードパック

機器の保証とメンテナンスを組み合わせた、標準的な保守プランです。

- カストマコンタクトセンターでの優先対応
- 万一の修理発生時のエンジニア優先派遣と修理料金（技術者派遣費、技術料、修理部品代、ただし消耗部品を除く）
- 定期点検（機種により回数・種類が異なります）

製薬パック

GLP/GMPやISO等の規制対応に最適なトータルサポートプランです。

システム維持費の予算化と、ラボのバリデーション対応を同時にバックアップします。

- カストマコンタクトセンターでの優先対応
- 万一の修理発生時のエンジニア優先派遣と修理料金（技術者派遣費、技術料、修理部品代、ただし消耗部品を除く）
- 定期点検（機種により回数・種類が異なります）
- 稼働性能適格性確認作業（OQ/PV）1回/年

組み合わせ自由なアラカルト・プラン

お客様のニーズとご予算にあわせて、必要なサービスだけをお選びいただくことができます。

サポートサービス	サポート概要	メリット
プリベア（ハードウェア定額修理対応）契約	年間定額で、ハードウェアの電氣的・機械的故障を保証（派遣回数は無制限）	<ul style="list-style-type: none"> ● 修繕費の予算化が可能 ● 不意のトラブルにも安心の優先テレフォンサポート
スポット点検作業	部品交換、洗浄／清掃作業、調整作業等を実施するシステムの点検整備作業	<ul style="list-style-type: none"> ● 機器性能の維持、故障予防保全を実現 ● 各種の規制対応で求められる『定期的な点検整備（保守点検）』に対応
メンテナンス・サービス作業	消耗部品の定期交換と洗浄／清掃作業を中心とする日常メンテナンス作業	<ul style="list-style-type: none"> ● お客様に替わって日常メンテナンス作業を実施
イオンソースクリーニング作業	MSD部のイオン源のクリーニング作業を実施	<ul style="list-style-type: none"> ● 機器の性能維持に必要な最低限のメンテナンス作業を実施
ICP-MS サンプル導入系クリーニング作業	ICP-MS のサンプル導入系のクリーニング作業を実施	
稼働性能適格性確認作業（OQ/PV）	国内外の規制や品質基準のガイドラインに沿って開発された Agilent の標準作業手順書兼報告書（プロトコル）に従って作業を実施、報告書を提出	<ul style="list-style-type: none"> ● GLP/GMP、ISO 等の法的規制で求められる『（定期的な点検整備時の）校正作業』に対応

Agilentの専門知識を ご利用ください

いつでもAgilentのGCに関する広範囲な知識をご利用ください。ハードウェアやソフトウェア、アプリケーションでの不安、また単なる基本的なGC操作テクニックでも構いませんから、お電話でご相談ください。そして忘れずに弊社の情報誌を定期購読してください

ソフトウェアサポート

ハードウェアサポート

ソフトウェアの問題をつき止めて解決できる専門的なアシストを提供できるのはAgilentだけです。弊社では高度な訓練を受けたエキスパートによるテレホンアシストを提供しています。これらのサービスやその他のサポートサービスについての詳しい情報は、

弊社

カスタムコンタクトセンター：

0120-477-111（フリーダイヤル）までお問い合わせください。

「Separation Times」でトップを維持

雑誌「Separation Times」を無料定期購読して、Agilentのクロマトグラフィーに関する専門知識を年間を通じて入手しましょう。知識やヒント、それに洞察力を手に入れるには、www.agilent.co.jp/chem/yanにアクセスして「What's New」をクリックし「Tap into Agilent's Expertise」を選択してすぐにサインアップし、情報の最先端を常に確保しましょう。

Agilentにオンラインでアクセス

GCの豊富な知識をいつでも入手するため、www.agilent.co.jp/chem/yanにアクセスしましょう。以下の情報が提供されています：（うち一部は英語のみでの情報提供となります。）

- テクニカルサポートの専門家への質問（オンラインでテクニカルサポートのケミストへ質問を送信）
- 一般的な質問/FAQ（もっとも一般的に聞かれるAgilentの機器や消耗品に関する技術的な質問への回答）



- テクニカルサポートアシスト（一般的な問題を解決する助けになる論理的なステップ式のアプローチ）
- テクニカルドキュメントライブラリ（検索可能なサービスやサポートのドキュメントの集積）
- クロマトグラムライブラリ（検索可能なGCとLC、それにCEクロマトグラムの集積、ほぼ1000種類近くの化合物）
- 製品サポート文書（オペレーションマニュアルと取り付けガイドを含む）
- パーツ分解図（パーツや部品番号を特定する役に立つ機器の図表）
- ソフトウェア状況誌（推奨されるソフトウェア対策アップデート）

内側を開いてご覧ください：

**GCシステム
推奨
メンテナンス
スケジュール**



GCシステム推奨メンテナンススケジュール

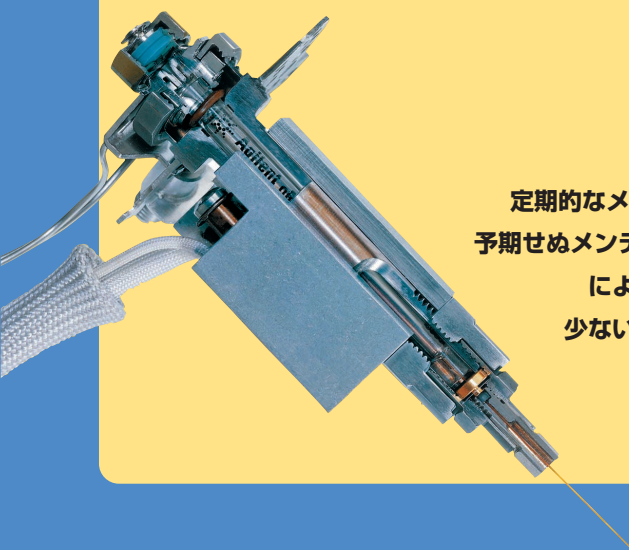


ガスマネージメント

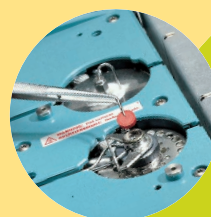
対象	標準スケジュール	手順/コメント
ガスピュリファイア (キャリアガスと 検出器ガス)	6ヶ月～1年ごと	交換スケジュールはガスのキャパシティとグレードを基準に決めます。 基本的に、インジケータなしのトラップは6～12ヶ月毎か、インジケータ 付きトラップが変色し始めたら交換します。インジケータ付きトラップは インジケータ素材が完全に変色したら交換します。
スプリットベントトラップ	6ヶ月ごと*	交換
流量計の校正	1～2年ごと	電子流量計の再校正ユニットの推奨スケジュール（校正証明書に表示） に従います。

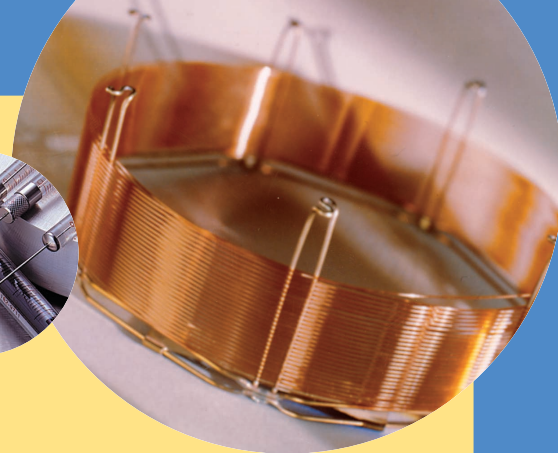
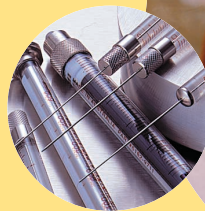
サンプル導入と注入口

対象	標準スケジュール	手順/コメント
シリンジおよび/または シリンジニードル	3ヶ月ごと*	シリンジ内に汚れが目立つようになったり、クリーニングできなくな った場合、またはプランジャがスムーズに動かなくなったり、 詰まった場合にはシリンジを交換します。セプタムが異常に摩耗する ようになったり、ニードルが詰まるようになったら、ニードルを交換 します。
注入口ライナ	毎週*	頻繁に点検します。ライナに汚れが目につくようになったり、 クロマトグラフィが劣化した場合には交換します。
ライナ O-リング	毎月*	ライナを交換した際や磨耗の徴候が見えたら交換します。
注入口セプタム	毎日*	頻繁に点検します。劣化の徴候（穴の亀裂、注入口ライナ中の破片、 クロマトグラフィの劣化、カラム圧の低下など）が目につくように なったら交換します。
注入口ハードウェア	6ヶ月ごと	漏れを点検してクリーニングします
	毎年	パーツを点検し、磨耗したり傷が付いたり、割れたりしたパーツは 交換します。



定期的なメンテナンスのダウンタイムは、
予期せぬメンテナンス/トラブルシューティング
によるダウンタイムよりも
少ない混乱で済むということを
お忘れなく！



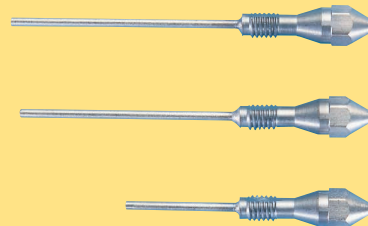


カラム

対象	標準スケジュール	手順/コメント
先端のメンテナンス	毎週～毎月*	クロマトグラフに問題（ピークのテーリングや感度低下、リテンションタイムの変化など）が見つかったらカラムの先端部を1/2～1メートル切り落とします。注入口ライナとセプタムを交換し、必要に応じて注入口をクリーニングします。カラムの寿命を延ばすにはガードカラムが効果的でしょう。
溶媒洗浄	必要に応じて	カラムの汚れによるクロマトグラフの劣化が見られるとき。結合または架橋した液相にのみ適用。
交換	必要に応じて	カラム先端のカットや溶媒洗浄ではクロマトグラフの性能が戻らなくなったとき。
フェラル		カラムや注入口/検出器の部品を交換した時はフェラルを交換します。

ディテクタ

対象	標準スケジュール	手順/コメント
FID/NPD ジェット&コレクタ	必要に応じて	堆積物が見られたらクリーニングします。または傷が付いたり曲がったり破損した場合、それにFIDの点灯が困難になったり火災が持続しにくくなったら交換します。
NPD ビーズ	必要に応じて	信号が変動したり感度が大幅に変化したら交換します。
FID	6ヶ月ごと	水素と空気、それにメークアップガスの流量を測定します。
TCD	必要に応じて	ベースラインが変動したりノイズが増加した場合、それに反応の変化が見られたら「空焼き」してサーマルクリーニングします。それでも問題が解決しなくなったら交換します。
ECD	必要に応じて6ヶ月ごと	ワイプテストを実行。 ベースラインにノイズが増えたり出力値が異常に上昇した場合は「空焼き」してサーマルクリーニングします。加熱清掃で問題が解決しなくなったら交換します。
FPD	必要に応じて6ヶ月ごと	水素と空気、それにメークアップガスの流量を測定します。 検出器の感度が低下したらFPDウィンドウとシールをクリーニング/交換します。



*スケジュールは平均的な利用要件から概算したものです。
アプリケーションやサンプルの種類によって頻度は大きく変わることがあります。



Agilent Technologies

www.agilent.co.jp/chem/yan