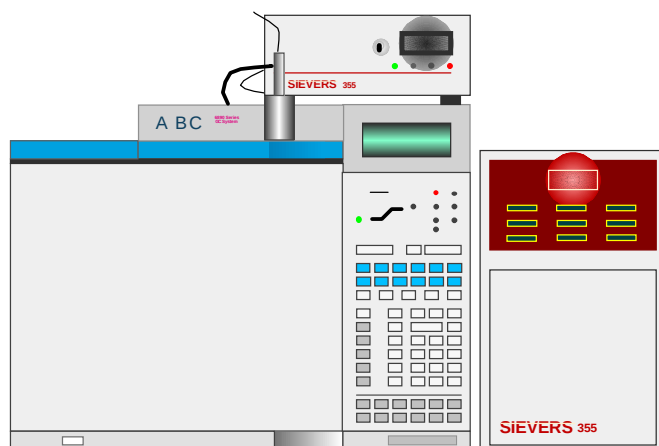




硫黄化学発光検出器 (SCD)

簡易取扱説明書



Agilent Technologies

アジレントテクノロジー株式会社

2007.12 改訂

目次

1. システムの準備	1
2. オペレーション	
1) スタートアップ手順	2
2) 操作方法	3
3. システムのシャットダウン	4
4. メンテナンス	
1) セラミックチューブの交換	5
2) 真空ポンプ	9

1. システムの準備

・ カラムの取り付け

a) SCD 単体仕様

カラムナットの先端からカラムを5 cm出して取り付けます

b) SCD/FIDカップリング仕様

通常のFIDと同様にカラムを取り付けます。（カラムが突き当たってから約1mm引きます）。

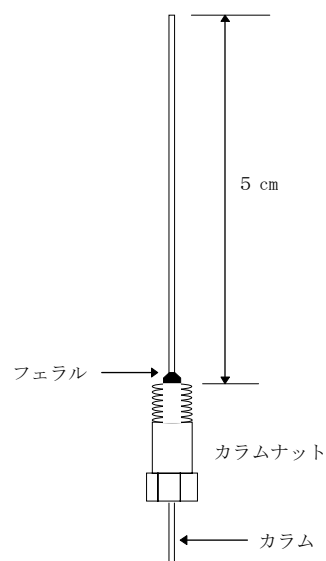


図1 単体仕様 SCD へのカラムの取り付け

2. オペレーション

1) スタートアップ手順

- ① ガスの元栓を開け、ガスクロマトグラフの電源スイッチ入れ、カラムにキャリアーガスが流れていることを確認します。
- ② SCD本体のフロントパネルにあるPUMPのボタンを押し、ポンプをつけます。
- ③ POWERのボタンを押し、STANDBYからONにモードを切り替え、約1分間待ちます。
- ④ SCD本体前面下の扉の中にあるレギュレータが6psiに設定し、OZONEのボタンを押してオゾン発生器をつけます。このときSCDのバックグラウンドシグナルはいくらか上がります。
- ⑤ SCDインターフェースコントローラの背面にあるスイッチを入れ、バーナーの温度表示が上昇していくことを確認します。バーナーの温度が400℃以上になると水素が流れます。
- ⑥ バーナーが設定温度に達してから4-8時間安定させておくことをお勧めします。ヒーターをつけたままにしておくのが最も望ましい状態です。ヒーターをつけてから最初の分析まで最低30分間は安定させてください。

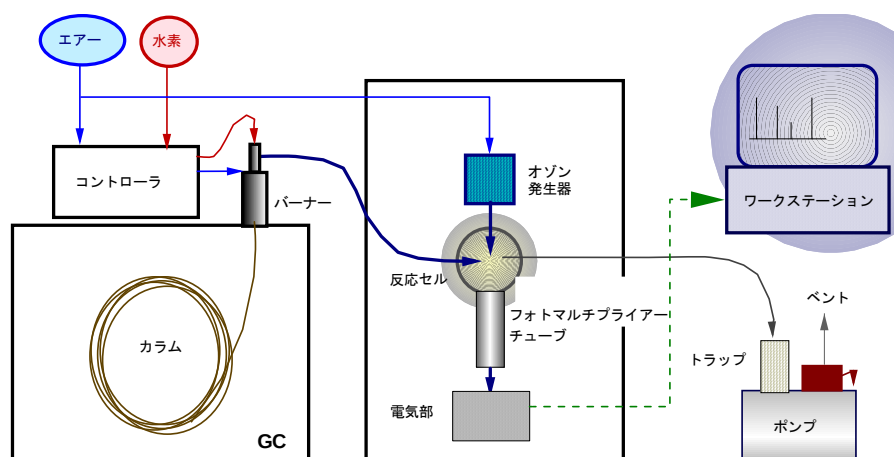


図2. SCDシステム構成

2) 操作方法

- FIDの点火（FID/SCD カップリング仕様の場合のみ）

通常の水素流量（30～40mL/min）では点火しにくい場合は、水素流量を2～3倍に増やし、点火します。点火したのを確認した後、通常の流量に戻します。

- SCDのコンディショニング

低濃度の硫黄化合物の分析ではシステム内での吸着等により、サンプルが検出しにくいことがあります。このため、システム内を不活性化することが必要になります。システム内で何らかの変更を行った場合には（例：注入口ライナーやセプタムの交換、新しいカラムの取り付け、セラミックチューブの交換など）コンディショニングを行うことをおすすめします。

コンディショニングを行うには、高濃度の硫黄（100ppm以上）を含む標準サンプルを10回以上注入します。このコンディショニングによりシステム内が不活性化され、S化合物の感度低下を防ぐことができます。

表 1. SCDの一般的な操作条件

表示圧力（Torr）	・ コントローラ：150～275 Torr ・ SCD検出器本体：5～10 Torr
SCDバーナー温度（℃）	800℃
SCD水素流量（mL/min）	100mL/min
エアー流量（mL/min）	40mL/min (FID連結仕様の場合は3-10mL/min)

*全ガスラインに硫黄トラップを入れた場合のシグナルの参考値です。

3. システムのシャットダウン

- SCDをスタンバイモードにするには、SCD前面からオゾンを止めます。次にPowerのボタンを押してStand Byに切り替えます。ポンプとコントローラはつけたままにしておくことをおすすめします。

システムを完全に止めるには、上記のことを行い、続いてコントローラ背面にあるスイッチを切り、15分以上おいてからポンプを止めます。

4. メンテナンス

1) セラミックチューブの交換

SCDバーナー内には2種類のセラミックチューブがあり、定期的に交換する必要があります。交換方法を以下に示します。

必要な道具：1/16インチ、3/8インチ、および7/16インチのスパナ

セラミックチューブの部品番号：G6600-60035（セラミックチューブ2種類x2セット+フエラル入り）

交換手順

1. インターフェースコントローラを**off**にし、ポンプをつけたままバーナーを冷まします。

注意：運転中のバーナーは非常に熱くなっています。バーナーが冷めるまでは触らないようにしてください。

2. ポンプを**OFF**にします。
3. バーナー上部から真上に出ている水素ラインを外します。下の部分はスパナで固定して行います。
4. バーナーのティーから横に出ている黒色のPFAトランスファーラインを外します。このときもティーをスパナで押えながら外します。
5. ティーをゆるめて注意深く持ち上げ、1/16インチセラミックチューブ（長さ94 mm x 外径1.6 mm）とティーのアセンブリをバーナーから取り外します。セラミックチューブが欠けてしまっていた場合にはかけらをバーナー内からすべて取り除く必要があります。
6. バーナーから1/8インチセラミックチューブ（長さ 149.5mm x 外径 3.2mm）をゆっくり引き上げます。
7. バーナーの下側（G Cオープン内）のカラムナットをゆるめ、カラムを取り外します。

8. ティーから水素用フィッティングナットをゆるめ、1/16インチのセラミックチューブとフェラルを取り外します。
9. 新しい1/16インチ用ベスペルフェラルをティーにセットします。新しい1/16インチセラミックチューブの先端がフェラルから1-2 mm出るようにティーにチューブをセットします。水素用フィッティングを手で締めます。ただし、きつく締めすぎないように注意してください。

10. 新しい1/8インチベスペルフェラルを1/8インチセラミックチューブに通します。フェラルがゆるくてセラミックチューブに固定できない場合はセラミックチューブを入れない状態でティーを一度締めます。

セラミックチューブとフェラルをバーナーにセットします。このとき、ティーを締めてから外側のセラミックチューブの上部がトランスファーラインの接続口から見えるようにチューブの位置を調節します。

注意：セラミックチューブがバーナーの底と接触していると、チューブが割れたりエアーの流路の抵抗になってしまうことがあります。セラミックチューブの位置が正しいことを必ず確認してください。

11. 外側のセラミックチューブの位置が正しいことを確認し、ティーを手で締めます。
12. カラムを取り付けます。カラムナットのフェラルの先端からカラムを5cm出しまして取り付けます。
13. 取扱説明書の手順に従ってエアーと水素の流量を確認します。
14. バーナーへの配管をすべてもとに戻し、取扱説明書の手順に従って圧力をチェックします。チューブのわずかな寸法の違いによって圧力表示が以前と異なることがあります。
15. コントローラの電源を入れ、バーナーの温度を安定させます。温度が安定したらバーナーの接続部をすべて少し増し締めします。

図 3. SCDバーナー

SCD単体仕様

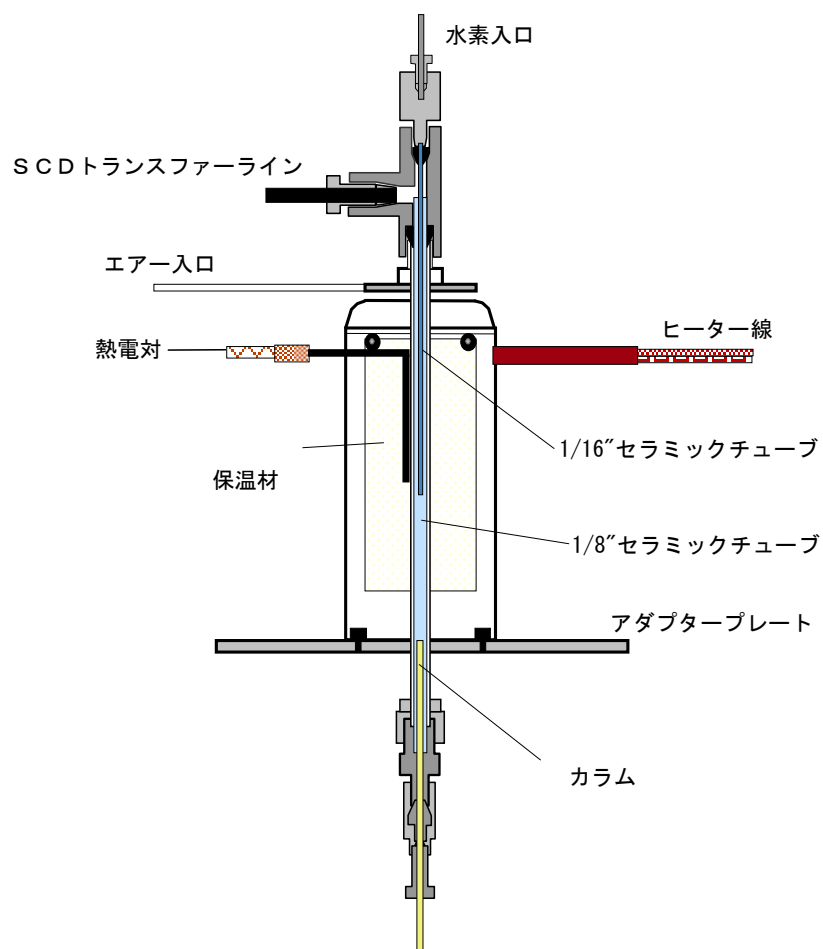
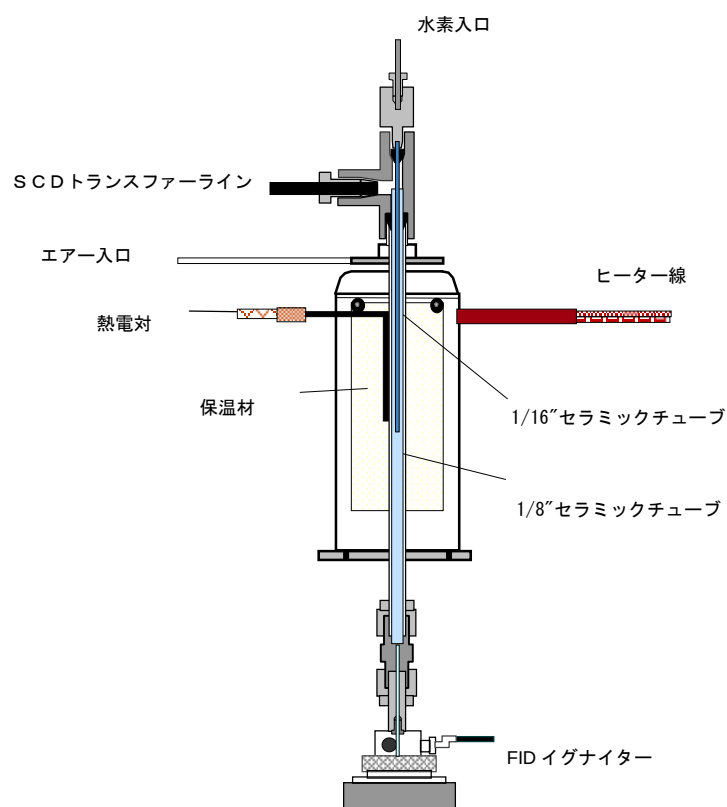


図 4. SCDバーナー

FID/SCD
カップリング仕様



2) 真空ポンプ Edwards RV5 Vacuum Pump

SCDの性能を維持するには定期的にポンプのメンテナンスを行う必要があります。
以下の表を目安にメンテナンスを行ってください。

表2. ポンプ用アクセサリの交換周期

品名	部品番号	交換周期 ¹⁾
ケミカルトラップ	G6600-85000	1 ヶ月
オイルミストフィルター	G6600-80044	3 ヶ月
ポンプ用オイル	G6600-85001	1 ヶ月
脱臭フィルター	G6600-80045	必要に応じて

注意 1) 交換周期は、SCD355のバーナーとオゾン発生器がONの状態で連続使用した場合を想定しています。

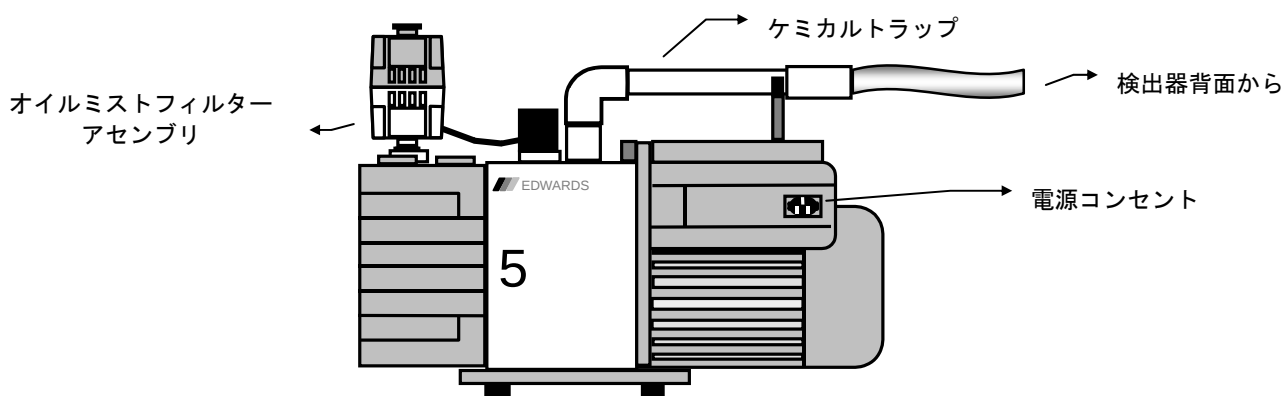


図5. 真空ポンプ (RV5) およびトラップ類

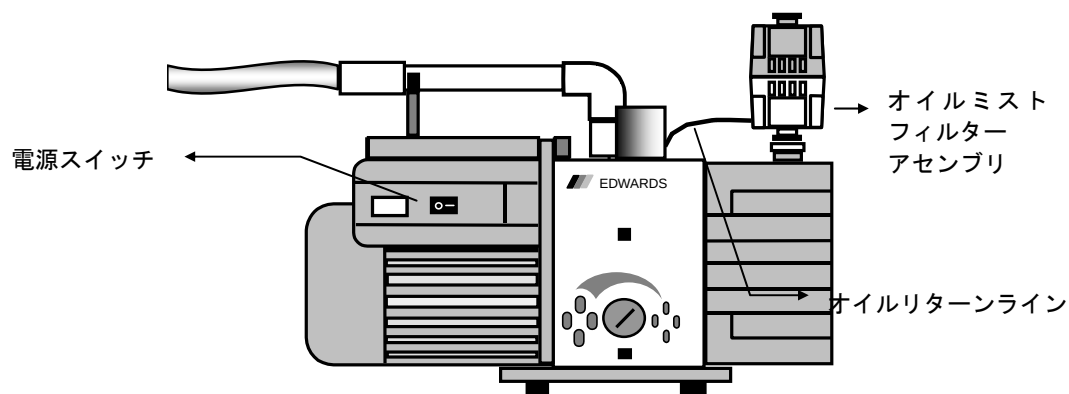


図 6. 真空ポンプ正面 (RV5)

ケミカルトラップの交換方法

- ・ ポンプがOFFになっていることを確認します。
- ・ トラップの両端につながっているホースのクランプをゆるめ、両端のホースを取り外します。
- ・ ポンプの固定具からトラップを取り外します。
- ・ 新しいトラップの両端についている赤色のキャップを取り外し、ポンプの金具に差し込んでホースをつなげ、両側のクランプを締めます。

オイルミストフィルターの交換方法

- ・ ポンプがOFFになっていることを確認します。
- ・ 付属の6角レンチを使い、オイルミストフィルターの上部（灰色）と下部（白色）を固定している4本のネジを完全にゆるめます。
- ・ フィルターの上部を開けると中にフィルターが2種類入っています。下側にあるフィルターがオイルミストフィルター、その上にある小さなフィルターが脱臭フィルターです。下側のオイルミストフィルターを取り出し、新しいフィルターと交換します。フィルターの中央が空洞になっている方を下にして入れます。
- ・ フィルターアセンブリの上部をもとにもどし、4本のネジを締めます。

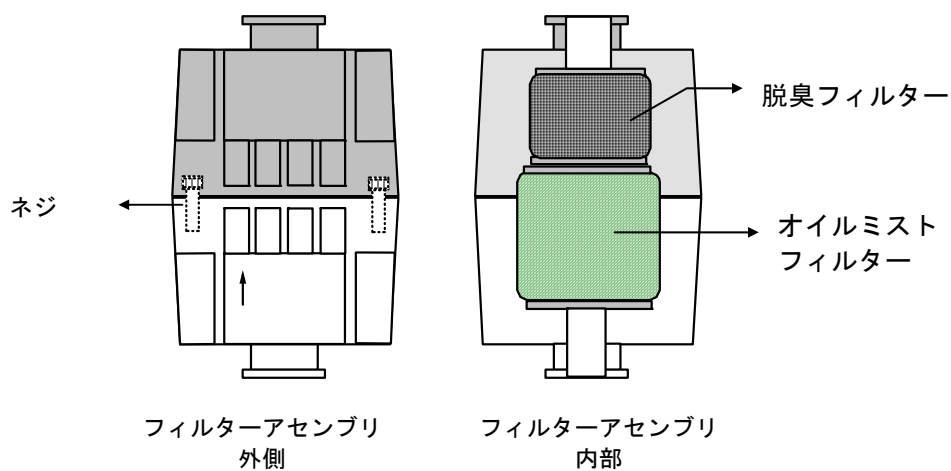


図7. オイルミストフィルターアセンブリ