
硫黄化学发光検出器 (SCD)

簡易取扱説明書



Agilent Technologies

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	11

1. システムの準備

- ・ カラムの取り付け

- a) SCD 単体仕様

カラムフェラルの先端からカラムを 114~115mm 出して取り付けます

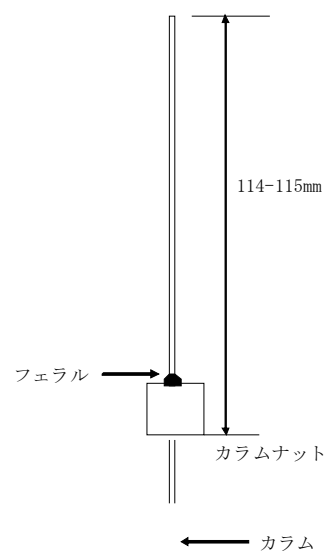


図 1 単体仕様 SCD へのカラムの取り付け

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、バーナーの温度が約 400℃以上になると **Air** 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。

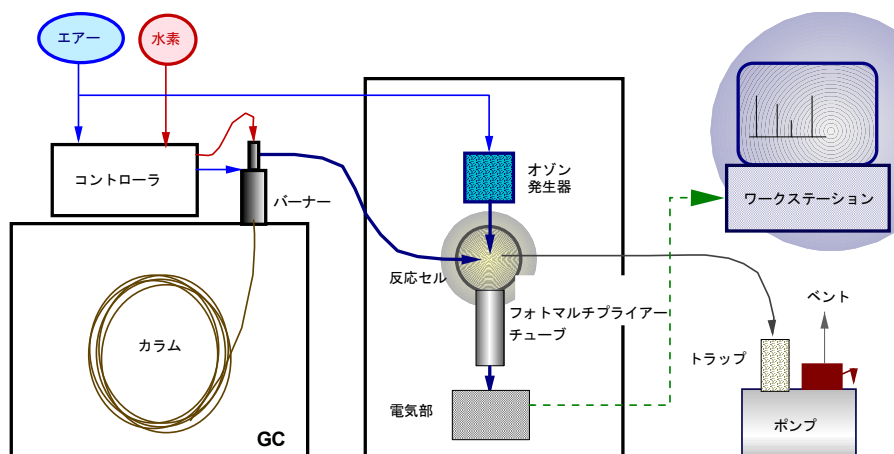


図 2. SCD システム構成

2) 操作方法

• 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、高濃度の硫黄を含む標準サンプルを 4~5 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 : 300~400 Torr ・ SCD 検出器本体: 5~13 Torr
SCD バーナー温度 (°C)	800°C
SCD 水素流量 (mL/min)	40~50mL/min
エアー流量 (mL/min)	60~65mL/min
バックグラウンドシグナル(mV)	0.3~10.0 mV *

* 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(**upper セラミックチューブ**と**larger セラミックチューブ**)があり、感度が低下時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：9/16 インチ、7/16 インチ、5/16 インチ、5/8 インチ、1/2 インチおよび 3/8 インチのスパナ

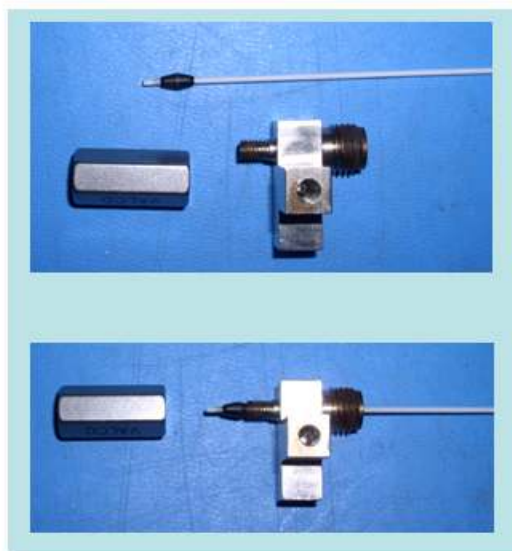
セラミックチューブの部品番号： **G6600-60037**

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. シュラウドの外にバーナーを持ち上げて、出します。バーナー上部から真上に出ている黒色の PFA トランスファーラインをはずしてください。
4. 水素ラインと空気のラインを外します。
5. 必要であれば、ヒーターとセンサーのコネクターをコントローラーからはずしてください。
6. union fitting をはずすとき、**upper セラミックチューブ**が **larger セラミックチューブ**の中に落ちてしまわないように、バーナーを横に倒してください。
7. union fitting をゆるめて、取り外します。 **splitter fitting** と **upper セラミックチューブ**をバーナーから取り外します。
8. **splitter fitting** から古い **upper セラミックチューブ**を取り出します
9. **splitter fitting** の中に新しい **upper セラミックチューブ**を入れます。 **f**
upper セラミックチューブの先端が約 4 mm 出るようにフェラルを取り付けます。(下記の図を参照し、取り付けてください。) そのフェラルと **upper セラミックチューブ**の位置がずれないように慎重に取り付けます。その後、手締めでしっかり、union fitting を **splitter fitting** に取り付けます。ただし、きつく締めすぎないように注意してください。



10. **splitter fitting** を持ちながら、慎重に、**upper セラミックチューブ**をまっすぐに、**larger セラミックチューブ**の中に入れます。**upper セラミックチューブ**は、割れやすいので注意してください。そのまま慎重に **splitter fitting** を手締めでしっかりと取り付けます。
11. **larger セラミックチューブ**を交換する必要がある場合は、19.に進んでください。
12. **Tapered Union Fitting** をバーナーの下側からはずします。
13. バーナーの **Quartz Heater Assembly** から古い **larger セラミックチューブ**を取り外します。
14. 新しい **larger セラミックチューブ**を **Quartz Heater Assembly** に入れます。バーナーの下側部分で、**larger セラミックチューブ**の先端がフェラルから約0.5cm 出るように取り付けます。（フェラルの向きは **Heter swivel nut** 側に、フェラルの平らの部分にくるよう取り付けます。下の図を参照願います。）**Loner Burner tube**を注意深く **larger セラミックチューブ**にいれながら、**tapered union fitting** に **heater swivel nut** を手締めでしっかり取り付けます。



15. バーナーの上側部分 (quartz heater assembly 上部) で **larger** セラミックチューブの先端がフェラルから約 1.5cm 出るように取り付けます。(フェラルの向きは 1/4 インチのナット側に、フェラルの平らの部分にくるよう取り付けます。)
16. 最終的な位置調整と締め付けは、1/4 インチの **Burner adapter** を締め付けるために 7/16 インチのレンチと 5/16 インチのレンチを使用します。(手締め後、1/4 回転締め付けます。)
17. **heater swivel nut** に 5/8 インチのレンチで固定し、**tapered union fitting** の平らな部分に 1/2 インチのレンチで固定します。**heater swivel nut** を手締め後、1/4 回転締め付けます。1/4 インチの **Burner adapter** に 5/16 インチのレンチで固定し、**brazed H2 line** が 180 度、**oxidizer inlet port** から反対の位置に調整します。(下記の図を参照願います。)



18. **Burner inlet fitting** が緩んでないか確認ください。**taper union fitting** に 1/2 インチのレンチ、1/4 インチの **Burner adapter** の 1/4 インチナットに 5/16 インチのレンチを使用します。**taper union fitting** を手締め後、1/4 回転締め付けます。

19. Thermocouple Sensor とヒーター線と Burner inlet fitting のくい (peg) が同じ向きになるように quartz heater assembly を回転させます。また、splitter fitting の H2 inlet port も同様にこれらと同じ向きになるように調整しなう。(下記の図を参照願います。)



20. バーナー上部の 1/4 ナットを 9/16 インチのレンチで固定し、splitter fitting の平らの部分に、7/16 インチのレンチで固定しながら、手締め後、1/4 回転締め付けます。
21. splitter fitting の横側に H2 inlet port に水素ラインを、また、Tapered Union Fitting の oxidizer inlet port に空気のラインを取り付けます。
22. すべての接続部が、緩んでないか、または、位置がずれていないか確認します。
23. シュラウドの中にバーナーを入れます。
24. 必要があれば、カムを交換し、スタートアップ手順に従い、SCD を立ち上げます。

SCD バーナー

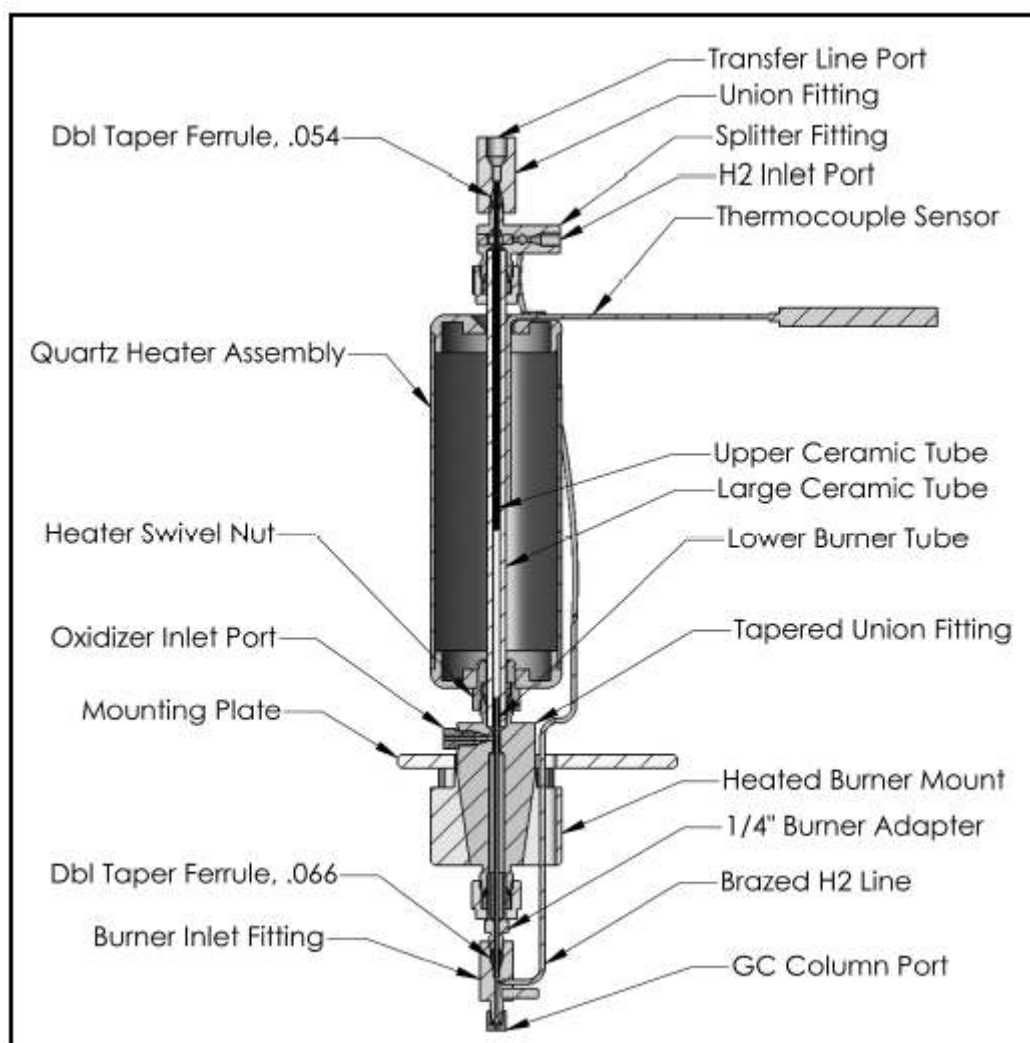


Figure 1: Cross-Section of the Dual Plasma Burner for the 355 SCD

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。以下の表を参考にしてください。

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	3 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	3 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。

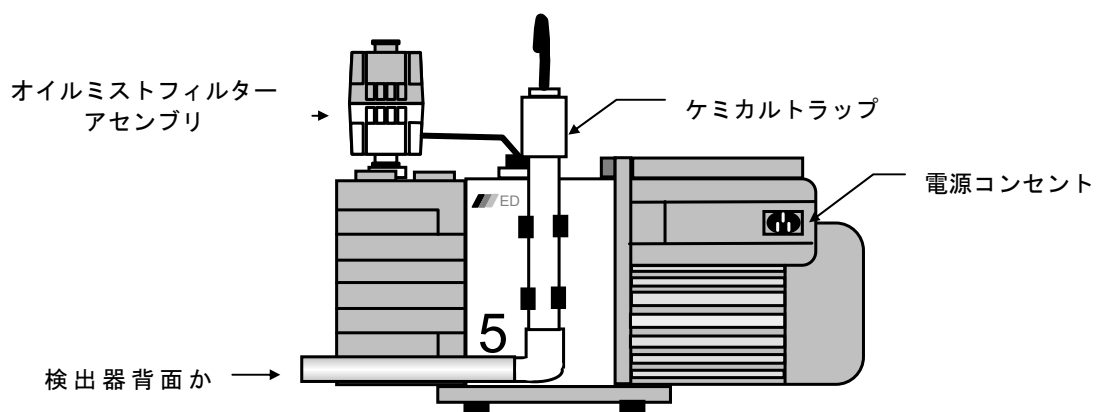


図 5. 真空ポンプ (RV5) およびトラップ類

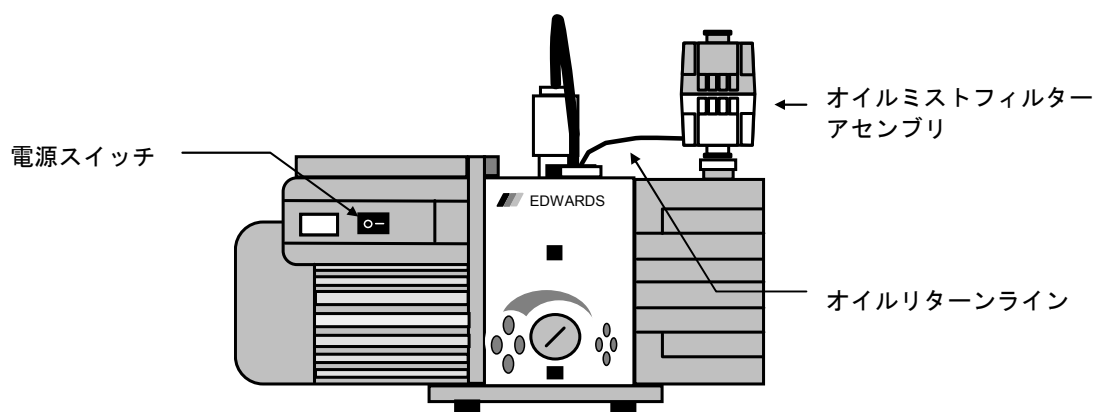


図 6. 真空ポンプ正面 (RV5)

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。

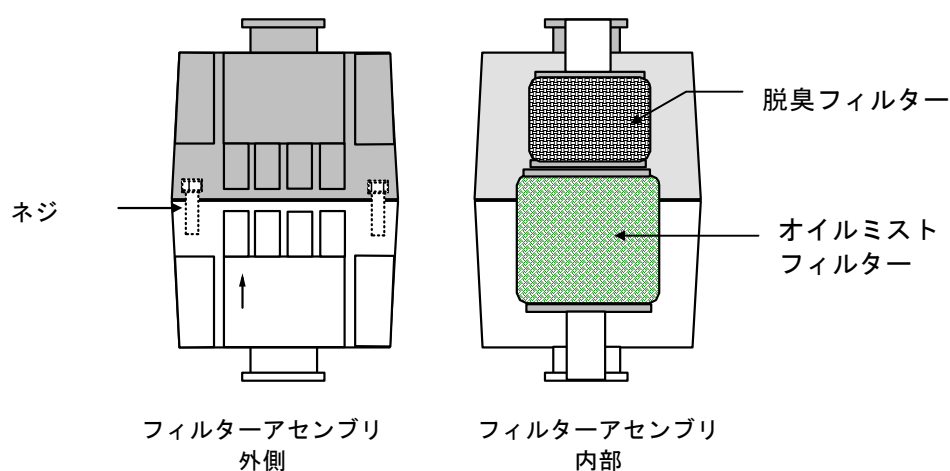


図 7. オイルミストフィルターアセンブリ

その他 必要部品

UV フィルター交換キット	G6600-67004
オゾン発生器交換キット	G6600-67002
硫黄トラップ	G2933-85003
SCD テストサンプル	G2933-85001
カラムナット&フェラルキット	G6600-80018