

# Blosビードへの交換方法

7890A,6890 シリーズ GC

### 対応 GC ファームウエア

 (ファームウエアのバージョンアップが必要な場合があります。担当営業にご確認ください。)
 7890A シリーズ GC A.01.09 以上
 6890A シリーズ GC A.03.08 以上
 6890N シリーズ GC N.04.12 以上がのぞましい

## ジェットの交換(必ず必要ではありませんがお勧めいたします)

Bloaビードでは、拡張ジェット付きキャピラリ用をお勧めします。以下を参照ください。

キャピラリ専用タイプ用ジェット(ショートジェット)

下図ID	説明	ジェットチップ内径	全長(mm)	部品番号
1	拡張ジェット付きキャピラリ用(推奨)	0.29 mm (0.011″)	51.5	G1534-80580
2	キャピラリ用	0.29 mm (0.011″)	48.0	G1531-80560
3	キャピラリ、高温用	0.47 mm (0.018")	48.0	G1531-80620



パックド兼用タイプ用ジェット(ロングジェット)

下図ID	説明	ジェットチップ内径	全長(mm)	部品番号
1	拡張ジェット付きキャピラリ用(推奨)	0.29 mm (0.011″)	70.5	G1534-80590
2	キャピラリ用	0.29 mm (0.011")	61.5	19244-80560
3	キャピラリ、高温用	0.47 mm (0.018")	61.5	19244-80620
4	パックド用	0.46 mm (0.018")	63.5	18710-20119



交換手順は、

「Agilent (6890 または 7890A) ガスクロマトグラフ GC のメンテナンス」マニュアルの【NPDのメンテナンス】、 【NPD コレクタ、セラミックインシュレータ、およびジェットをメンテナンスするには】を参照ください。



### GC の準備

1)Bead voltage を 0.0 にする。(Off に設定してはいけません) \*データシステムでは、Bead voltage を 0.0 にしてメソッドを保存してからプログラムを閉じておきます。 6890シリーズ 7890A

-			
XXXXX D	et (n	PD)	
Temp	27	Off	
H2 flow	0.0	Off	
Air flow	0.0	Off	$(\mathbf{n})$
Adjust of	fset	Off<	
Output		0.5	
Bead volt	age (	0.000<-	

XXXXX DETE	CTOR (NP	D)	
Temperature	28.0	Off	
H2 flow	0.00	Off	
Air flow	0.00	Off	
Makeup (N2)	0.00	Off	
Adjust offset	Of	f 20<-	$\leq 2$ )
Output		0.5	)
Bead:	0.000	0.000< -	(1)

2) Adjust Offset を off にします。

- 3)検出器温度を60℃以下に冷まします。ガス流量はそのままで結構です。検出器温度を早く冷ますために、 GC上部カバーとNPDカバー(オーブン温度の影響で熱い場合がありますので気をつけてください)を開けます。
- 4) GC 本体エレクトロニクスカバー(キーボード側上部)を開きます。 (7890A と6890シリーズによって異なります。各々の場合を以下に説明します)

### 7890A

①この場所にネジがありますので T-20 トルクスレンチを使用してゆるめます。はずす必要はありません。 (ストッパーがありますので、抜け落ちることはありません)

②エレクトロニクスカバーのネジ側を持ち上げます。

③カバーを開けると下図のようになります。







6890シリーズ ①GC 上部カバーを外します。 金属ヒンジタイプ GC 上部カバーを45° ぐらい持ち上げ、下記のようにはずします。



(1) 矢印の上下部をつまんで、止まるまで手間に引っ張ります。

(2) 丸いピン部を矢印の方向に止まるまで押します。

(3) GC上部カバーを矢印のように右にずらしてから、上へ持ち上げて取り外します。

#### 金属ヒンジではないタイプ

GC上部カバーを垂直に開いて、右側を上に持ち上げて引き抜き(1)後、斜め右側方向に引き抜きます(2)。





Clips

②右側のカバーは、GC本体の電源スイッチが OFF であることを確認してから、T-20 トルクスレンチを使用して 上部にある2つのネジをゆるめ(1)、カバー全体を後部に2cmほどずらした(2)後に、持ち上げてはずします(3)。



③エレクトロニクス上部カバーは、下図の Clips と書かれた位置にツメがあるため、GC 右側カバー取り外し後に 上向きに手を入れて、奥側のツメの位置である Clips 部を手前側に押しながら 1cm ほど持ち上げて(1)から 手前側のツメの位置である Clips 部を奥側に押しながら(2)、カバーを持ち上げて取り外します(3)。





④カバーを開けると下図のようになります。



# ビードの取り外しと取り付け



1)ほこりが出にくい手袋をつけてください。

2)ビードアッセンブリケーブルを、1の方向に 押しながら、2のようにリングを回して、3の方向に ケーブルを外します。



3) T-10 トルクスレンチでビードアッセンブリから 3つのネジを取り外します。





4) 古いビードアッセンブリをゆっくりと持ち上げ ながら取り外します。
このとき NPD リッドの内側にぶつけないように 気を付けてください。

- 5)新しいビードアッセンブリのプラスチックカバーを取り外します。
- 6) NPD リッドに新しいビードアッセンブリを取りつけます。NPD リッドの内側にぶつけないように気を付けて ください。







9)ケーブル同士を1の方向に押しつけるように しながら接続してから、2の方向にリングを 回してロックします。

- 10)NPD カバーを閉じてすべてのカバーを元に戻します。(GC の準備 4)の手順の逆です) NPD のベースライン安定のために、すべてのカバーは閉じてください。
- 11) 7890A では、[Config] [Front Det] または [Config] [Back Det] とキーを押して、下記画面にて新しいビードの コンフィグレーションをします。



a) ビードタイプを設定をします。

Blos bead: の行にカーソルを持って行き、[On/Yes] キーを押します。 下記の Maximum bead voltage 設定が 1.100 に変更されます。

b) 必要であれば Maximum Bead Voltage 設定を確認して調整します。

Blos Bead から Ceramic Bead にするときには、a)の操作で Off としても自動的に値の変更が されませんので、[4][.][0][9][5][Enter]とキー操作をして、Maximum bead voltage の値を 4.095V に変更します。

c) Dry Bead と Auto Adjust Bead は Yes の設定になっていることを確認します。



### 12)NPD ガス流量を下記流量に設定します。

#### 6890シリーズ

XXXXX DET (NPD)				
Temp	27	Off		
H2 flow	3.0	3.0		
Air flow	120	120		
Mkup (N2)	10.0	10.0<		
Adjust of	fset	Off		
Output		0.5		
Bead volta	age (	0.000		

NPD Blos	bead)
28.0	Off
3.00	3.00
120.0	120.0
10.00	10.00<
Off	20
	0.5
0.000	0.000
	NPD Blos 28.0 3.00 120.0 10.00 0ff 0.000

#### 推奨された流量設定(初期値):

ビード種類	H2	Air	Makeu	p (Mkup)
Blos ビード	$1\sim3$ ml/min	120 ml/min	1~20 (N2) m1/min	10 以下 (He) ml/min
セラミックビード	$2\sim 5 \text{ ml/min}$	60 ml/min	$5{\sim}10$ (N2) ml/min	5 以下 (He) ml/min

#### 13) すべてのガスを ON にしましたら、

NPD 温度を150℃の状態にして、Actual (実測温度)が Setpoint (設定温度)になってから、15分間待ちます。 次に NPD 温度を250℃に設定し、Actual (実測温度)が Setpoint (設定温度)になってから、15分間待ちます。

14) 実際の測定時の検出器温度に上げます。(推奨値は325から335℃です。最終オーブン温度よりも高く。) Actual (実測温度)が Setpoint (設定温度)まで上がりましたら、安定のために15分間待ちます。

15)NPD のリークカレントを確認します。

6890シリーズ

XXXXX DET (NPD)				
Temp	320	320		
H2 flow	3.0	3.0		
Air flow	120	120		
Mkup (N2)	10.0	10.0		
Adjust of:	fset	Off		
Output		0.5<		
Bead volta	age C	. 000		

7890A

XXXXX DET (1	NPD Blos	bead)
Temperature	320.0	320.0
H2 flow	3.00	3.00
Air flow	120.0	120.0
Makeup (N2)	10.00	10.00
Adjust offset	Off	20
Output		0.5<
Bead:	0.000	0.000

a) detector output を表示させます。

b) output (リークカレント)が 2.0pA 以下で安定していることを確認します。

もし、2.0pA 以上の場合はビードの取り付け状態を確認して取り付け直します。 それでも高い場合は、セラミックインシュレータを交換するか、コレクタを交換します。

交換手順は、「Agilent (6890 または 7890A) ガスクロマトグラフ GCのメンテナンス」ドキュメントの 【NPDのメンテナンス】章内の、【NPD コレクタ、セラミックインシュレータ、およびジェットをメンテナンス するには】を参照ください。



### ビードをオンにする

ビードの取り付けが完了しました。ビード電圧はオフになっていますが、ガスの流れでビードの水分が NPD の外に 蒸発しました。 次に Adjust Offset (7890A にて Firmware A.01.09 以上である場合のみ)またはマニュアル操作で 決められたオフセット値になるように、ビード電圧を調整します。

#### Adjust Offset 機能を使用してのビード電圧の設定

- 警告:<u>6890シリーズでは</u>、Blos ビードの最大ビード電圧 1.10 V 以上の電圧を入力できないようにする機能である <u>Maximum bead voltage 設定機能がありません</u>。最大ビード電圧を超えて、<u>Blos ビードを破壊してしまう</u> <u>可能性があるため、Adjust Offset は使用しないでください</u>。(セラミックビードの場合は使用できます。)
- 1) オフセットの設定をします。 ([Front Det] or [Back Det] キーを押したのち[▼]で移動し、[2] [0] [Enter])

XXXXX DET (NPD	Blos bead)		
Makeup (N2) 1 Adjust offset Output	10.00 10.00 0ff 20< 0.5	・ブロスビード: ・セラミックビード(白または黒):	20pA 30pA

Agilent データシステムを使用している場合は、機器のオンラインセッションを立ち上げてください。
 Blos ビードに替えている場合は、ビードに合うように、現在のコンフィグレーションを修正しなければなりません。
 手順は、【機器(I)】メニューの【GC ソフトコンフィグレーション編集(S)】をクリック
 画面左上部の【コンフィグレーション】のタブをクリック



4) GC が Ready になりましたら、自動的に Adjust Offset を開始します。



#### マニュアル操作でのビード電圧の設定

ビード電圧が初期設定値になりましたら、ビードが赤熱するまでは 0.05V ずつのビード電圧増加をしていきます。 各ビード電圧変更後には、約10秒ずつ待ちます。NPD の output 値をモニターしている間に、ビードが赤熱すると、 output 値は突然上がるため、上昇時は安定するようにビード電圧を下げます。

Output 値の推奨は、

・ブロスビード: 20pA ・セラミックビード(白または黒): 30pA です。

最善の方法は、調整無しで24時間置いておくことです。24時間経過後に、適正なオフセット値になるまで、少ない 値での増加(0.05~0.1V)で、ビード電圧を調整します。

清潔な環境、清浄なガス供給、低いカラムブリードでの典型的なオフセットは、24時間経過後で 6-12pA 下がるかもしれません。

各ビードでの推奨される設定値(初期値):

ビード種類	Blos ビード	セラミックビード
一般的なビード電圧	0.5~1.0V	$2.5 \sim 3.7  \mathrm{V}$
H2 流量	$1\sim3$ ml/min	$2\sim 5$ ml/min
Air流量	120 ml/min	60 ml/min
メークアップガス(N2)流量	$1\sim$ 20 ml/min	$5\sim 10$ ml/min
メークアップガス(He)流量	10以下 ml/min	5以下 ml/min

注意点

- ・Blosビードでは、一般的にセラミックビードと同じようなサンプルレスポンスを示します。 しかし、白または黒のセラミックビードより低いオフセット値を必要とします。
- ・新品の Blos ビードでは、昇温分析時にベースラインの増加を示します。この挙動は2,3回の測定を することで、昇温分析時のベースラインの増加が少なくなります。

#### NPD 汚染度の目安

下記は、システムにて推奨された流量と温度に設定したときの、典型的なNPDリークカレントの値です。

リークカレント(pA)	システムステータス	コメント
0.3~0.9	きれい	サンプルレスポンス低下。
$1.0 \sim 9.9$	汚れている	ほとんどサンプルレスポンスはありません。
10 以上	非常に汚れている	通常はコレクタのセラミックインシュレータの汚染です。

上記にてリークカレントが 10 以上の場合は、セラミックインシュレータの交換が必要です。

交換手順は、

「Agilent (6890 または 7890A) ガスクロマトグラフ GCのメンテナンス」ドキュメントの【NPDのメンテナンス】 【NPD コレクタ、セラミックインシュレータ、およびジェットをメンテナンスするには】を参照ください。