



Agilent J&W GC カラムエージング方法

注入口へのカラムの取り付け

注入口側にカラムを取り付けます。
あらかじめ、注入口ライナーとセプタム交換をしておくことをお勧めします。

キャリアガスの供給開始

適切なキャリアガス流量が得られるように、注入口圧力を調節します。
実際の注入口圧力は、「線速度」または「流量」を「ケミステーションソフト」または「GC本体キー」にて入力すれば設定されます。

「線速度」または「流量」を正確に設定するためには、「ケミステーションソフト」または「GC本体キー」操作にて、正確なカラム情報を入力する必要があります。「カラムのタグ」または「カラムパフォーマンスサマリーシート」に記載されている寸法を参照し、正確な「内径(μm)」、「長さ(m)」、「膜厚(μm)」を確認してください。

キャリアガスがカラムに流れていることを確認するために、バイアルにヘキサン等を入れ（4分の1ぐらいで結構です）、その中にカラムの先端を入れます。泡が一定の速度で流れるようすが観察できるはずですが、

泡が観察できない場合は、キャリアガス供給圧力（推奨値は 0.5MPa です）や、カラムと注入口のパラメータ設定と接続を確認し、設定ミスやリークの有無を確かめてください。
次の手順に進む前に、バイアルから取り出したカラム先端に残留しているヘキサン等を拭き取ります。

キャリアガスの選択:

キャピラリーカラムの場合、高純度ヘリウムおよび水素が適しています；窒素は推奨しません。
マイクロポアGC カラム（内径0.10mm以下）には、水素を推奨します。
ガス純度は99.995%以上を推奨します。もっとも避けるべき不純物は酸素です（酸素 1ppm未満）。

注意:

水素の濃度が4~10%になると、空気との混合により、爆発性混合物が形成されます。
水素は拡散性が高いため、可能性はそれほど高くありませんが、危険があることを考慮してください。
そのため、水素使用時には全ての検出器において、カラムを検出器に取り付けてください。

検出器へのカラムの取り付け

検出器がFID、TCDの場合は、カラムを検出器に取り付け、検出器流量の設定をいたします。

その他の検出器の場合は、検出器に接続せずにカラムの注入口側ではない先端はGC本体のオープン壁に触れないように、うまくカラムバスケットにかけておきます。

ご不明な点は、カスタムコンタクトセンタまで（電話受付 9:00~12:00、13:00~18:00 土、日、祝日は除きます）

電話  0120-477-111

E-mail: email_japan@agilent.com

FAX  0120-565-154

<http://www.agilent.com/chem/jp>

リークの確認

カラムを最初に加熱する前に、GC システムにリークがないかどうかを確認します。リークディテクタを使えば、注入口および検出器フィッティングのリークを最も確実にチェックできます。

「スヌープ」や「ギョポフレックス」等のリーク検出液 は使用しないでください。

液体を使用する必要がある場合は、イソプロパノール/水の50/50 混合物を使用してください。

カラムのコンディショニング

注意:

キャリアガスが流れていない状態や、キャリアガス内に酸素が存在する状態でカラムを加熱すると、カラムの寿命を早めることがあります。(カラムの劣化の原因となります。)

キャリアガスで、オープン温度は室温のまま、カラムを 60分間パージします。

以下のようにGCオープンプログラムを設定します。

初期温度 : 30°C (室温付近にします)
昇温速度 : 5°C/min
最終温度 : カラム温度上限か、メソッドで使用する最高温度を 20°C上回る温度のうち、低いほうの温度
保持時間 : 60min (検出機にカラムを接続しない場合) 以下参照

注意:

カラムの上限温度を超えないようにしてください。上限温度を超えるとカラムが劣化します。

オープン温度が最終温度まで上昇したら、ベースラインを観察します。

5~30分で上昇していき、その後、30分ほどで下降していきます。最終温度に到達してから1~3時間でフラットなベースラインが得られるはずですが、2~3時間経過しても、ベースラインが安定しない場合や、一定に保たれない場合は、コンディショニング手順を中止してください。

通常、極性のある固定相や膜厚が厚いカラムの場合、非極性相や膜厚が薄いカラムよりも安定化に時間がかかります。

PLOT カラムについては、特別なコンディショニング手順を実施する必要があります。カラム情報シートを参照し適切な手順を確認してください。

ご不明な点は、カスタムコンタクトセンタまで(電話受付 9:00~12:00、13:00~18:00 土、日、祝日は除きます)

電話  0120-477-111

E-mail: email_japan@agilent.com

FAX  0120-565-154

<http://www.agilent.com/chem/jp>

カラム使用に関する留意点

寿命を最大限に延ばすために、カラムを取り付けていても分析に使用しないときには、カラム温度を100°C未満に保ってください。

カラムの保管:

カラムの両端を注入口セプタム等で密閉し、もとの箱に戻してください。再取り付けの際には、カラムの端を切断し、セプタムの断片がカラム内に残らないようにしてください。

化学的互換性:

結合および架橋固定相は、水や有機溶媒の注入による損傷を受けません。

無機酸(HCl、H₂SO₄、H₃PO₄、HNO₃ など) および塩基(KOH、NaOH など) はキャピラリカラムに注入しないでください。こうした物質を注入すると、固定相が急激に損傷します。

化学的損傷が生じた場合は、カラムの前部 50cm~1mを除去すれば、多くの場合はカラム性能が回復します。

カラムの洗浄:

次の非結合カラムは、溶媒洗浄を行わないでください:

(2011-2012 カラム分析機器部品カタログに記載の製品のみです。

類似した名称でご不明でしたらカスタムコンタクトセンタへ連絡ください。)

CAM、Carbowax 20M、Cyclodex-B、CycloSil-B、DX-1、DX-2、DX-4、HP-17、HP-20M、HP-101、

HP-Chiral 10β、HP-Chiral 20β、SE-30、SE-52、SE-54、

上記以外のアジレント製標準および架橋WCOT カラムは、すべて溶媒洗浄が可能です。

リテンションギャップ:

非結合カラムの固定相は、注入時に崩壊しやすくなっています。3~5 m のリテンションギャップをカラム前部に取り付けてください。これにより、特にオンカラムおよびスプリットレス注入において、固定相の損傷を最小限に抑えることができます。

温度上限:

カラムには温度下限と温度上限があります。

温度下限は相が変化する温度にあたります。この下限を下回ると、分離能が低下し、ピーク形状に問題が生じますが、カラムが損傷することはありません。

温度上限は、多くの場合、2 つの温度が設定されています。

低いほうの上限は恒温上限です。この温度以下であれば、カラムを損傷することなく、一定温度で長時間カラムを維持できます。

高いほうの上限はプログラム上限です。短い時間(10 分未満) であれば、この温度までカラムを加熱することができます。

高いほうの温度上限を超えてカラムを加熱すると、カラム寿命が大幅に短くなります。GCオーブンの最高温度をカラムの温度上限以下に設定してください。

ご不明な点は、カスタムコンタクトセンタまで(電話受付 9:00~12:00、13:00~18:00 土、日、祝日は除きます)

電話  0120-477-111

E-mail: email_japan@agilent.com

FAX  0120-565-154

<http://www.agilent.com/chem/jp>